

ЗНАНИЕ

НОВОЕ
В ЖИЗНИ,
НАУКЕ,
ТЕХНИКЕ

СЕРИЯ
ТЕХНИКА

Ю. А. Кулаков
**ЭЛЕКТРОННАЯ
МИКРОСКОПИЯ**

3'81



**НОВОЕ
В ЖИЗНИ,
НАУКЕ,
ТЕХНИКЕ**

**Серия
«Техника»
№ 3, 1981 г.**

**Издается
ежемесячно
с 1961 г.**

**Ю. А. Кулаков,
кандидат технических наук**

ЭЛЕКТРОННАЯ МИКРОСКОПИЯ

**Издательство
«Знание»
Москва
1981**



Scan AAW

ББК 22.343
К 90

Рецензент: кандидат технических наук В. А. Степаненко.

КУЛАКОВ Юрий Алексеевич, кандидат технических наук, металлофизик, автор более 20 научных статей, заведующий лабораторией Всесоюзного научно-исследовательского и проектно-конструкторского института металлургического машиностроения.

Кулаков Ю. А.
К 90 Электронная микроскопия. — М.: Знание, 1981. — 64 с. — (Новое в жизни, науке, технике. Сер. «Техника»; № 3).

11 к.

Автор рассказывает о развитии электронной оптики, электронной микроскопии, микроанализа. Описываются растровые и просвечивающие электронные микроскопы, оже-микроанализаторы и т. п., их применение в науке и производстве.

Брошюра рассчитана на читателей, интересующихся проблемами техники.

20405, 1704050000

ББК 22.343
537

© Издательство «Знание», 1981 г.

Предисловие

Методы электронной микроскопии завоевали такую популярность, что в настоящее время невозможно представить себе лабораторию, занимающуюся исследованием материалов, их не применяющую. Первые успехи электронной микроскопии следует отнести к 30-м годам, когда с ее помощью была выявлена структура ряда органических материалов и биологических объектов. В исследованиях неорганических материалов, в особенности металлических сплавов, позиции электронной микроскопии укрепились с появлением микроскопов с высоким напряжением (100 кВ и выше) и еще в большей мере благодаря совершенствованию техники получения объектов, позволившей работать непосредственно с материалом, а не со слепками-репликами. Именно так называемой просвечивающей электронной микроскопии обязана своим появлением и постоянным развитием теория дислокаций — механизма пластической деформации материалов. Прочные позиции занимает электронная микроскопия и в ряде других разделов материаловедения.

Усиление интереса к электронной микроскопии объясняется рядом обстоятельств. Это, во-первых, расширение возможностей метода благодаря появлению самых различных приставок: для исследований при низких (до -150°C) и высоких (до 1200°C) температурах, наблюдения деформации непосредственно в микроскопе, исследования рентгеновских спектров микроучастков (до 1 мкм и менее) объектов, получения изображений в рассеянных электронах и др. Во-вторых, существенное повышение (до 1 Å и менее) разрешающей способности электронных микроскопов, что сделало их конкурентоспособными с автоионными микроскопами в

получении прямых изображений кристаллической решетки. Наконец, возможность параллельно с микроскопическими исследованиями детально изучать дифракционные картины вплоть до наблюдения таких тонких деталей, как диффузионное рассеяние электронов.

Все шире шагает и растровая электронная микроскопия, сконцентрировавшая все достижения просвечивающей электронной микроскопии.

Широкое развитие методов электронной микроскопии в СССР связано с именами ряда ученых: Н. Н. Буйнова, Л. М. Утевского, Ю. А. Скакова (просвечивающая микроскопия), Б. К. Вайнштейна (электронография), Г. В. Спивака (растровая микроскопия), И. Б. Боровского, Б. Н. Васичева (рентгеновская спектроскопия) и др. Благодаря им электронная микроскопия вышла из стен научно-исследовательских институтов и находит все более широкое применение в заводских лабораториях.

Книга кандидата технических наук Ю. А. Кулакова привлечет внимание к методам электронной микроскопии многочисленной аудитории инженеров, научных работников, специалистов. Широкий круг вопросов квалифицированно и достаточно глубоко, хотя и просто рассмотренных в книге, позволяет ее рекомендовать студентам различных технических вузов и физических факультетов для первого знакомства с электронной микроскопией.

Профессор
доктор физико-математических
наук

Ю. Д. Тяпкин

Электронная революция в оптике

История микроскопии — это история непрерывных поисков человека, стремившегося проникнуть в тайны природы. Микроскоп появился в XVII в., и с этих пор наука стала быстро продвигаться вперед. Многие поколения исследователей проводили за микроскопом долгие часы, изучая не видимый глазу мир. Сегодня трудно себе представить биологическую, медицинскую, физическую, металлографическую, химическую лаборатории без оптического микроскопа: исследуя капельки крови и срез ткани, медики составляют заключение о состоянии здоровья человека. Установление структуры металла и органических веществ позволило разработать целый ряд новых высокопрочных металлических и полимерных материалов...

Наше столетие часто называют электронным веком. Проникновение в тайны атома позволило сконструировать электронные приборы — лампы, электронно-лучевые трубки и др. В начале 20-х годов у физиков возникла идея использовать пучок электронов для формирования изображения предметов. Реализация этой идеи породила электронный микроскоп.

Широкие возможности получения самой разнообразной информации, в том числе и с участков объектов, соизмеримых с атомом, послужили стимулом к совершенствованию электронных микроскопов и применению их практически во всех областях науки и техники в качестве приборов для физических исследований и технического контроля.

Современный электронный микроскоп способен различать столь малые детали изображения микрообъекта, которые не в состоянии обнаружить ни один другой прибор. В еще большей степени, чем размеры и форма

изображения, ученых интересует структура микрообъекта; и электронные микроскопы могут рассказать не только о структуре, но и о химическом составе, несовершенствах строения участков микрообъекта размером в доли микрометра. Благодаря этому сфера применения электронного микроскопа непрерывно расширяется и сам прибор усложняется.

Первые просвечивающие электронные микроскопы работали с напряжением, ускоряющим электроны, в 30—60 кВ; толщина исследуемых объектов едва достигала 1000 Å ($1 \text{ Å} = 10^{-10} \text{ м}$). В настоящее время созданы электронные микроскопы с ускоряющим напряжением в 3 МВ, что позволило наблюдать объекты толщиной уже в несколько микрометров. Однако успехи электронной микроскопии не ограничились только количественным ростом ускоряющего напряжения. Этапным стало создание серийного растрового электронного микроскопа (РЭМ), который сразу же завоевал популярность у физиков, химиков, металлургов, геологов, медиков, биологов и даже у криминалистов. Наиболее существенные особенности этого прибора — большая глубина резкости изображения, которая на несколько порядков выше, чем у микроскопа оптического, и возможность исследования массивных образцов практически без какой-либо их специальной подготовки.

* * *

Эволюция идей физики неразрывно связана с развитием методов исследования, позволяющих объяснить явления, происходящие в микромире. В развитии любой науки, изучающей реальные физические тела, два вопроса являются основными: как ведет себя тело в тех или иных условиях? Почему оно ведет себя определенным образом? Наиболее полный на эти вопросы ответ можно получить, если рассматривать структуру тела и его поведение комплексно, т. е. от микросвязей и микроструктуры до макроструктуры и макропроцессов. В XIX в. окончательно была сформулирована теория изображения, и физикам стало очевидно, что для улучшения разрешения микроскопа нужно уменьшать длину волны излучения, формирующего изображение. Сначала это открытие не привело к практическим результатам. Только благодаря работе Луи де Бройля (1924 г.),

в которой связывалась длина волны частицы с ее массой и скоростью, из чего следовало, что и для электронов (как и для световых волн) должно иметь место явление дифракции; и Буша (1926 г.), показавшего, что электрические и магнитные поля действуют почти как оптические линзы, стало возможным вести конкретный разговор об электронной оптике.

В 1927 г. американские ученые К. Девиссон и Л. Джермер наблюдали явление дифракции электронов, а английский физик Д. Томсон и советский физик П. С. Тартаковский провели первые исследования этого явления. В начале 30-х годов академик А. А. Лебедев разработал теорию дифракции в приложении к электронографу.

На основе этих основополагающих работ стало возможным создать электронно-оптический прибор, и де Бройль предложил заняться этим одному из своих учеников, Л. Сциларду. Тот в разговоре с известным физиком Д. Габором рассказал ему о предложении де Бройля, однако Габор убедил Сциларда в том, что любой предмет, находящийся на пути электронного луча, согрится дотла и, кроме того, живые объекты в вакуум помещать нельзя.

Сцилард отказался от предложения своего учителя, но к тому времени уже не существовало трудностей в получении электронов. Физики и радиотехники успешно работали с электронными лампами, в которых электроны получали за счет термоэлектронной эмиссии, или, попросту говоря, за счет нагревания нити (катода), а направленное движение электронов к аноду (т. е. прохождение тока через лампу) формировалось приложением напряжения между анодом и катодом. В 1931 г. А. А. Лебедев предложил схему электронографа с магнитной фокусировкой пучка электронов, которая легла в основу большинства приборов, изготовленных в нашей стране и за рубежом.

В 1934 г. немецкий ученый Э. Руска создал электронный микроскоп с двумя короткофокусными магнитными линзами, при помощи которого можно было изучать структуру биологических объектов. Первые модели электронных микроскопов были несовершенны и имели невысокое разрешение. Более практически применимым для исследовательских и заводских лабораторий стал электронограф.

Электроннография относится к числу дифракционных методов исследования структуры вещества. Сущность метода заключается в том, что пучок электронов, ускоренных в поле порядка 60—100 кВ, либо проходит сквозь тонкую пленку исследуемого вещества, либо отражается от его поверхности и, рассеиваясь, образует дифракционную картину (электроннограмму), которую можно наблюдать на флюоресцентном экране, а при желании сфотографировать. В режиме дифракции «на просвет» электроны проходят объект толщиной 500—1000 Å. Если электроны направлены на поверхность массивного образца под небольшим углом, то возникает дифракция «на отражение».

Взаимодействие электронов с веществом весьма интенсивно, поэтому электроннографический метод исследования имеет ряд преимуществ по сравнению с другими существующими методами исследования, в частности рентгенографическим. Электроннограмму можно получить от малого количества вещества, при этом интенсивность дифракционной картины вполне достаточна, чтобы сделать снимок в течение нескольких секунд. При исследовании массивных образцов «на отражение» глубина проникновения электронов не превышает 50 Å, что позволяет исследовать очень тонкий поверхностный слой вещества, который играет важную роль, например, в полупроводниковых материалах.

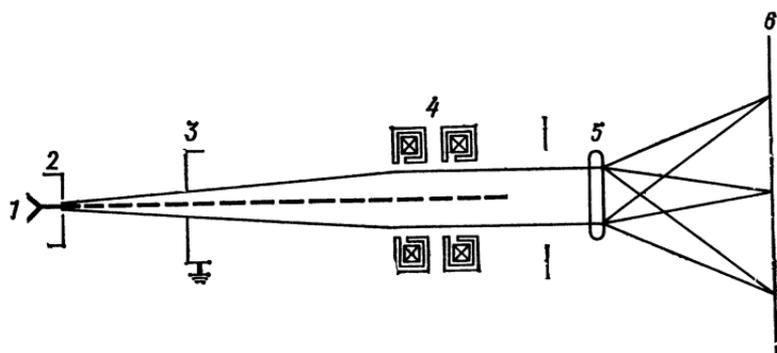
Электроннограмма в виде совокупности колец или пятен той или иной формы содержит прежде всего информацию о размерах и симметрии элементарной ячейки исследуемого образца, о расположении в ней атомов или молекул (т. е. об атомной структуре кристалла), а также о взаимном расположении кристаллов или их ориентации в данном веществе, о фазовом составе образца, о наличии в кристаллах механических напряжений и дефектов.

Расшифровка электроннограммы проста. Для определения межплоскостных расстояний, ориентации образца и установления размеров ячейки кристаллической решетки достаточно измерить диаметры колец или расстояние между пятнами и подставить в известную формулу. Если исследуют вещество неизвестного состава, то после экспериментального определения значений межплоскостных расстояний их сопоставляют с табличными значениями; электроннограмма индицируется

(т. е. каждому кольцу или пятну приписываются соответствующие индексы плоскостей кристаллической решетки) и определяется фазовый состав вещества.

Источник электронов в современном электронографе (см. рисунок) — раскаленная вольфрамовая нить 1 диаметром 0,1—0,15 мм, расположенная внутри фокусирующего электрода 2, выполненного в виде цилиндра с отверстием. Фокусирующий электрод воздействует на электронный пучок, вытягиваемый полем из нити, подобно короткофокусной линзе; фокус образуется на расстоянии от электрода, примерно равном диаметру отверстия. Между катодом и анодом 3 приложено выпрямленное стабилизированное высокое напряжение в 40—100 кВ, благодаря чему электроны приобретают значительную кинетическую энергию. Пройдя через отверстие в аноде, расходящийся пучок электронов фокусируется обычно с помощью одной или двух электромагнитных линз 4 так, что через образец 5 идет почти параллельный пучок электронов. При его взаимодействии с образцом происходит дифракция, картину которой мы наблюдаем на флюоресцентном экране (светящемся под действием падающих на него электронов) или фотопластинке 6.

Помимо обычных электронографов для рутинных структурных исследований, разработаны и некоторые приборы для специальных целей. Сюда относятся приборы с ускоряющим напряжением в несколько сотен киловольт, приборы с микродифракцией, с повышенной



разрешающей способностью, электронные интерферометры и др.

От специфики и условий приготовления образца для

электронографических исследований во многом зависит правильность результатов исследований. Как уже указывалось, в электронографии существуют два метода исследований: «на просвет» и «на отражение». При исследованиях «на просвет» пучок электронов должен пройти сквозь тончайшую пленку исследуемого вещества. Тонкие пленки некоторых веществ (пластмассы, некоторые металлы и сплавы, биологические объекты) можно получить на установке «Микротом» с помощью тончайших срезов, выполняемых высокопрочным ножом. Но только некоторых, у большинства веществ их «образуют» на специальной подложке-носителе (коллоидная или целлюлозная пленка толщиной примерно 100 Å). На эту пленку тем или иным способом наносят слой исследуемого вещества. Тонкие пленки металлов и сплавов удобнее получать в вакуумной напылительной установке испарением и конденсацией паров из специальных испарителей.

Для исследования кинетики структурных превращений, происходящих в образце при нагреве, охлаждении или испарении, в электронографе можно установить соответствующий нагреватель или охлаждающее устройство.

Исследования структуры металлов и сплавов — одна из важнейших областей применения электронографии. При изучении структуры тонких пленок металлов (хрома, алюминия, ванадия, титана, никеля) выявилось образование новых структур. Причина тому — малая толщина образцов. Электронографические исследования различных сплавов двойных систем позволили ученым не только выявить и расшифровать новые, до толе неизвестные фазы в этих системах, но и определить положение атомов в решетках этих фаз, что следует считать ценным вкладом в металлографию и кристаллохимию фаз внедрения.

Электронографическим методом без каких-либо предварительных кристаллографических данных была расшифрована ромбическая структура, размещение атомов в которой описывается восемью параметрами. Это убедило в том, что структурной электронографией можно расшифровать еще более сложные структуры. Так, например, выяснена структура гидратов хлоридов переходных металлов типа $\text{CoCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, $\text{MnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, $\text{NiCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$. Кроме того, методами электронографии были оп-

ределены положения легких атомов в присутствии тяжелых, например водорода.

На машиностроительных и металлургических заводах наиболее распространенные задачи электронографического метода — фазовый анализ и определение текстуры деформированных изделий.

В современных электронографах модернизирована и система регистрации дифракционной картины. Кроме фотографического, применяется и метод объективной информации — дифракционная картина просматривается точка за точкой с помощью специальных датчиков: ионизационный счетчик Гейгера — Мюллера, вторичный электронный умножитель, сцинтилляционный счетчик. Запись осуществляется на ленте самопишущего прибора, что помогает изучить и быстро обработать дифракционную картину; это особенно важно при исследовании процессов, меняющихся во времени.

Успешное развитие электронной микроскопии привело к тому, что дифракционная приставка вошла в конструкцию электронного микроскопа. Любой современный и электронный микроскоп может быть использован как электронограф. Переход от наблюдения электронно-микроскопической картины к наблюдению картины дифракционной совершается изменением режима работы электронно-оптической системы микроскопа. При этом можно получить картину дифракции с любого участка образца диаметром около 1 мкм,

Электронный микроскоп — от карлика к гиганту

В настоящее время электронные микроскопы незаменимы при изучении мельчайших структур. С их помощью уравнивают строение вещества почти на атомарном уровне, что недоступно обычным оптическим приборам.

Почему же остановились на электронах? Движущиеся электроны можно рассматривать как волновые частицы с длиной волны, определяемой из соотношения де Бройля. Значит, для освещения объекта вместо света с длиной волны около 5000 Å можно использовать электроны с длиной волны примерно 0,04 Å. Это означает, что у электронного микроскопа потенциально в 100 тысяч

раз большая разрешающая способность, чем у оптического. Однако в действительности из-за ограничений, обусловленных конструкцией электронной оптики и методами приготовления объектов, удалось достичь разрешения лишь $0,62 \text{ \AA}$.

Как уже говорилось, электронная оптика возникла во второй половине 20-х годов нашего столетия в какой-то мере в результате работ по усовершенствованию электронно-лучевых трубок. В первых конструкциях электронных микроскопов использовались как магнитные, так и электростатические линзы. В 1934 г. в Германии был создан электронный микроскоп с двухлинзовой электромагнитной системой фокусировки, разрешение составляло 500 \AA . Последовательное усовершенствование этого прибора позволило получить в 1937 г. разрешение в 100 \AA . В 1939 г. в Германии и США был начат промышленный выпуск электронных микроскопов с разрешением 25 \AA .

Эксплуатация первых микроскопов с электромагнитными электронно-оптическими устройствами выявила их существенные недостатки: значительную массу, громоздкость, необходимость стабилизации высокого напряжения и др. В 1939 г. Г. Маль построил электронный микроскоп с высоким разрешением порядка 30 \AA , в котором для фокусировки электронного пучка применялись электростатические линзы. Но и электростатические системы оказались не без недостатков. Основные из них — невысокое значение ускоряющего напряжения (не превышает 60 кВ) и быстрое возникновение искажений электростатического поля вследствие загрязнения продуктами распада масел из вакуумной системы микроскопа.

Подлинно широкое применение электронные микроскопы получили лишь в 50-е годы благодаря не только усовершенствованию конструкции самого прибора, разработке высоковольтных пушек напряжением до 100 кВ , двойного конденсора, но и созданию методов приготовления объектов (реплик и тонких фольг). В это же время были разработаны теневые, отражательные, эмиссионные микроскопы, однако наиболее распространены устройства просвечивающего типа.

Познакомимся с конструкцией современного просвечивающего электронного микроскопа.

Принцип его построения в общем аналогичен прин-

ципу микроскопа оптического, имеются осветительная (электронная пушка), фокусирующая (линзы) и регистрирующая (экран) системы. Тем не менее он сильно отличается в деталях. Например, свет беспрепятственно распространяется в воздухе, тогда как электроны легко рассеиваются при взаимодействии с любым веществом и, следовательно, беспрепятственно могут перемещаться только в вакууме. Иными словами, микроскоп помещают в вакуумную камеру.

Рассмотрим более детально узлы микроскопа. Система из нити накала и ускоряющих электродов носит название электронной пушки. В сущности, пушка напоминает триодную лампу. Поток электронов испускается раскаленной вольфрамовой проволочкой (катодом), собирается в пучок и ускоряется в поле двух электродов. Первый — управляющий электрод, или так называемый «цилиндр Венельта», окружает катод, и на него подается напряжение смещения, небольшой отрицательный относительно катода потенциал в несколько сотен вольт. Благодаря наличию такого потенциала на «цилиндре Венельта» фокусируется электронный пучок, выходящий из пушки. Второй электрод — анод, пластинка с отверстием в центре, через которое электронный пучок попадает в колонну микроскопа. Между нитью накала (катодом) и анодом приложено ускоряющее напряжение, обычно до 100 кВ. Как правило, имеется возможность ступенчато менять напряжение от 1 до 100 кВ.

Задача пушки — создание стабильного потока электронов при малой испускающей области катода. Чем меньше площадь, испускающая электроны, тем проще получить их тонкий параллельный пучок. Для этого применяют V-образные или специально остро заточенные катоды.

Далее в колонне микроскопа размещены линзы. Большинство современных электронных микроскопов имеют от четырех до шести линз. Выходящий из пушки электронный пучок направляется через пару конденсорных линз на объект. Конденсорная линза позволяет в широких пределах изменять условия освещения объекта. Обычно конденсорные линзы представляют собой электромагнитные катушки, в которых токнесущие обмотки окружены (за исключением узкого канала диаметром около 2—4 см) сердечником из мягкого железа.

При изменении тока, протекающего через катушки, изменяется фокусное расстояние линзы, вследствие этого пучок расширяется или сужается, увеличивается или уменьшается площадь объекта, освещаемая электронами.

Чтобы получить большое увеличение, необходимо облучать объект потоком большой плотности. Конденсор (линза) обычно освещает площадь объекта, много большую интересующей нас при данном увеличении. Это может привести к перегреву образца и загрязнению его продуктами разложения масляных паров. Температуру объекта можно снизить, уменьшая приблизительно до 1 мкм облучаемую область с помощью второй конденсорной линзы, которая фокусирует изображение, образуемое первой конденсорной линзой. При этом увеличивается поток электронов через исследуемую площадь образца, повышается яркость изображения, образец меньше загрязняется.

Образец (объект) обычно помещают в специальный объектодержатель на тонкой металлической сетке диаметром 2—3 мм. Объектодержатель перемещается системой рычагов в двух взаимоперпендикулярных направлениях, наклоняется в разные стороны, что особенно важно при исследовании среза тканей либо таких дефектов кристаллической решетки, как дислокации и включения.

В колонне микроскопа с помощью вакуумной системы откачки создается относительно низкое давление, примерно 10^{-5} мм рт. ст. На это уходит довольно много времени. Чтобы ускорить подготовку прибора к работе, к камере объектов присоединяется специальное устройство для быстрой смены объекта. В микроскоп при этом попадает лишь очень небольшое количество воздуха, которое удаляется вакуумными насосами. Смена образца обычно занимает 5 мин.

При взаимодействии электронного пучка с образцом электроны, проходящие вблизи атомов вещества объекта, отклоняются в направлении, определяемом его свойствами. Этим главным образом и обусловлен видимый контраст изображения. Кроме того, электроны могут еще претерпеть неупругое рассеяние, связанное с изменением их энергии и направления, пройти через объект без взаимодействия или быть поглощенными объектом. При поглощении электронов веществом возникает све-

товое или рентгеновское излучение либо выделяется тепло. Конструкции современных микроскопов позволяют использовать для формирования изображения все эффекты, возникающие при взаимодействии электронного луча с объектом, на этом мы остановимся ниже.

Электроны, прошедшие через объект, попадают в объективную линзу, предназначенную для получения первого увеличенного изображения. Объективная линза — одна из наиболее важных частей микроскопа, «ответственная» за разрешающую способность прибора. Это связано с тем, что электроны входят под сравнительно большим углом наклона к оси и вследствие этого даже незначительные аберрации существенно ухудшают изображение объекта.

Электронные линзы, как магнитные, так и электростатические, несовершенны. Они имеют те же дефекты, что и стеклянные линзы оптического микроскопа — хроматическая, сферическая аберрация и астигматизм. Хроматическая аберрация возникает из-за непостоянства фокусного расстояния при фокусировке электронов с различными скоростями. Эти искажения уменьшают, стабилизируя ток электронного луча и ток в линзах.

Сферическая аберрация обусловлена тем, что периферийные и внутренние зоны линзы формируют изображение на разных фокусных расстояниях. Намотку катушки магнита, сердечник электромагнита и канал в катушке, через который проходят электроны, нельзя выполнить идеально. Асимметрия магнитного поля линзы приводит к значительному искривлению траектории движения электронов. Если магнитное поле несимметрично, то линза искажает изображение (астигматизм). То же самое можно отнести и к электростатическим линзам. Процесс изготовления электродов и их центровка должны быть в высокой степени точны, ибо от этого зависит качество линз.

В большинстве современных электронных микроскопов нарушения симметрии магнитных и электрических полей устраняют с помощью стигматоров. В каналы электромагнитных линз помещают небольшие электромагнитные катушки, изменяя ток, протекающий через них, они исправляют поле. Электростатические линзы дополняют электродами: подбирая потенциал, удается компенсировать асимметрию основного электростатиче-

ского поля. Стилматоры весьма тонко регулируют поля, позволяют добиваться высокой их симметрии.

В объективе есть еще два важных устройства — апертурная диафрагма и отклоняющие катушки. Если в формировании конечного изображения участвуют отклоненные (дифрагированные) лучи, то качество изображения будет плохим вследствие сферической аберрации линзы. В объективную линзу вводят апертурную диафрагму с диаметром отверстия 40—50 мкм, которая задерживает лучи, дифрагированные под углом более 0,5 градуса. Лучи, отклоненные на небольшой угол, создают светлопольное изображение. Если апертурной диафрагмой заблокировать проходящий луч, то изображение формируется дифрагированным лучом. Оно в этом случае получается в темном поле. Однако метод темного поля дает менее качественное изображение, чем светлопольный: поскольку изображение формируется лучами, пересекающимися под углом к оси микроскопа, сферическая аберрация и астигматизм проявляются в большей степени. Отклоняющие же катушки служат для изменения наклона электронного луча.



Однако метод темного поля дает менее качественное изображение, чем светлопольный: поскольку изображение формируется лучами, пересекающимися под углом к оси микроскопа, сферическая аберрация и астигматизм проявляются в большей степени. Отклоняющие же катушки служат для изменения наклона электронного луча.

Для получения окончательного изображения нужно увеличить первое увеличенное изображение объекта. Для этой цели применяется проекционная линза. Общее увеличение электронного микроскопа должно меняться в широких пределах, от небольшого соответствующего увеличению лупы ($\times 10$, $\times 20$), при котором можно исследовать не только часть объекта, но и увидеть весь объект, до максимального увеличения, позволяющего наиболее полно использовать высокую разрешающую способ-

ность электронного микроскопа (обычно до $\times 200\,000$). Здесь уже недостаточно двухступенчатой системы (объ-

ектив, проекционная линза). Современные электронные микроскопы, рассчитанные на предельную разрешающую способность, должны иметь по крайней мере три увеличивающие линзы — объектив, промежуточную и проекционную линзы. Такая система гарантирует изменение увеличения в широком диапазоне (от $\times 10$ до $\times 200\,000$).

Изменение увеличения осуществляется регулировкой тока промежуточной линзы.

Еще один фактор, способствующий получению большего увеличения, — изменение оптической силы линзы. Чтобы увеличить оптическую силу линзы, в цилиндрический канал электромагнитной катушки вставляют специальные так называемые «полюсные наконечники». Они изготавливаются из мягкого железа или сплавов с большой магнитной проницаемостью и позволяют сконцентрировать магнитное поле в небольшом объеме. В некоторых моделях микроскопов предусмотрена возможность смены полюсных наконечников, таким образом добиваются дополнительного увеличения изображения объекта.

На конечном экране исследователь видит увеличенное изображение объекта. Различные участки объекта по-разному рассеивают падающие на них электроны. После объективной линзы (как уже указывалось выше) будут фокусироваться только электроны, которые при прохождении объекта отклоняются на малые углы. Эти же электроны фокусируются промежуточной и проекционной линзами на экране для конечного изображения. На экране соответствующие детали объекта будут светлые. В том случае, когда электроны при прохождении участков объекта отклоняются на большие углы, они задерживаются апертурной диафрагмой, расположенной в объективной линзе, и соответствующие участки изображения будут на экране темными.

Изображение становится видимым на флюоресцентном экране (светящимся под действием падающих на него электронов). Фотографируют его либо на фотопластинку, либо на фотопленку, которые расположены на несколько сантиметров ниже экрана. Хотя пластинка помещается ниже экрана, благодаря тому что электронные линзы имеют довольно большую глубину резкости и фокуса, четкость изображения объекта на фотопластинке не ухудшается. Смена пластинки — через гер-

метичный люк. Иногда применяют фотомагазины (от 12 до 24 пластинок), которые устанавливаются также через шлюзовые камеры, что позволяет избежать разгерметизации всего микроскопа.

Современные электронные микроскопы оборудуются рядом приспособлений. Весьма важна приставка для изменения наклона образца во время наблюдения (гониометрическое устройство). Так как контраст изображения получается главным образом за счет дифракции электронов, то даже малые наклоны образца могут существенно влиять на него. Гониометрическое устройство имеет две взаимно перпендикулярные оси наклона, лежащие в плоскости образца, и приспособленные для его вращения на 360° . При наклоне устройство обеспечивает неизменность положения объекта относительно оси микроскопа. Гониометрическое устройство также необходимо при получении стереоснимков для изучения рельефа поверхности излома кристаллических образцов, рельефа костных тканей, биологических молекул и т. п.

Стереоскопическая пара получается съемкой в электронном микроскопе одного и того же места объекта в двух положениях, когда он повернут на небольшие углы к оси объектива (обычно $\pm 5^\circ$).

Интересная информация об изменении структуры объектов может быть получена при непрерывном наблюдении за нагревом объекта. С помощью приставки удается изучить поверхностное окисление, процесс разупорядочения, фазовые превращения в многокомпонентных сплавах, термические превращения некоторых биологических препаратов, провести полный цикл термической обработки (отжиг, закалка, отпуск), причем с контролируемыми высокими скоростями нагрева и охлаждения. Вначале были разработаны устройства, которые герметично присоединялись к камере объектов. Специальным механизмом объект извлекался из колонны, термообработывался, а затем вновь помещался в камеру объектов. Преимущество метода — отсутствие загрязнения колонны и возможность длительной термообработки.

В современных электронных микроскопах имеются устройства для нагревания объекта непосредственно в колонне. Часть объектодержателя окружена микропечью. Нагрев вольфрамовой спирали микропечи осуществляется постоянным током от небольшого источни-

ка. Температура объекта изменяется при изменении тока нагревателя и определяется по градуировочной кривой. В устройстве сохраняется высокое разрешение при нагреве вплоть до 1100°C — порядка 30 Å.

В последнее время разработаны устройства, позволяющие нагревать объект электронным пучком самого микроскопа. Объект располагается на тонком вольфрамовом диске. Диск нагревается расфокусированным электронным лучом, небольшая часть которого проходит через отверстие в диске и создает изображение объекта. Температуру диска можно менять в широких пределах, изменяя его толщину и диаметр электронного луча.

Есть в микроскопе и **столик для наблюдения объектов в процессе охлаждения до -140°C** . Охлаждение — жидким азотом, который заливается в сосуд Дьюара, соединенный со столиком специальным хладопроводом. В этом устройстве удобно исследовать некоторые биологические и органические объекты, которые без охлаждения под воздействием электронного луча разрушаются.

С помощью **приставки для растяжения объекта** можно исследовать движение дефектов в металлах, процесс зарождения и развития трещины в объекте. Создано несколько типов подобных устройств. В одних использовано механическое нагружение перемещением захватов, в которых крепится объект, или передвижением нажимного стержня, в других — нагрев биметаллических пластин. Образец приклеивается или крепится захватами к биметаллическим пластинам, которые расходятся в стороны, когда их нагревают. Устройство позволяет деформировать образец на 20% и создавать усилие в 80 г.

Самой важной приставкой электронного микроскопа можно считать **микродифракционное устройство** для электронографических исследований какого-либо определенного участка объекта, представляющего особый интерес. Причем микродифракционную картину на современных микроскопах получают без переделки прибора. Дифракционная картина состоит из серии либо колец, либо пятен. Если в объекте многие плоскости ориентированы благоприятным для дифракции образом, то изображение состоит из сфокусированных пятен. Если электронный луч попадает сразу на несколько зерен беспорядочно ориентированного поликристалла, ди-

фракция создается многочисленными плоскостями, образуется картина из дифракционных колец. По местоположению колец или пятен можно установить структуру вещества (например, нитрид или карбид), его химический состав, ориентацию кристаллографических плоскостей и расстояние между ними.

Микродифракционная картина (электронограмма) может быть получена следующим образом. Удаляют апертурную диафрагму. В колонну вводят специальную селекторную диафрагму. При облучении кристаллического объекта пучком электронов некоторые из них дифрагируют на решетке. Дифрагированные (отклоненные на большие и малые углы) и центральный лучи накладываются (интерferируют) в задней фокальной плоскости объективной линзы, формируя дифракционную картину. При этом первое увеличенное изображение объекта расположено на некотором удалении за задней фокальной плоскостью. Соответствующей регулировкой тока промежуточной линзы можно сфокусировать на промежуточный экран либо дифракционную картину, либо увеличенное изображение объекта. Далее, помещая в плоскость первого промежуточного изображения селекторную диафрагму, можно выделить из него любые интересующие нас части исследуемого объекта, а остальное изображение задифрагмировать. Это позволяет фотографировать либо изображение выделенного участка, либо соответствующую ему дифракционную картину.

При освещении объекта интенсивным расходящимся электронным лучом можно получить своеобразный тип дифракционной картины, известный под названием фигуры Кикучи. Она образуется вследствие вторичной дифракции электронов на кристаллической решетке и состоит из групп параллельных линий, расстояние между которыми определяется периодом дифракционной решетки, образованной кристаллическими плоскостями. Кикучи-линии позволяют более точно определять ориентацию кристалла по отношению к электронному лучу, чем по обычным дифракционным картинам.

Существует большое количество конструктивных разновидностей электронных микроскопов. Большинство из них — микроскопы просвечивающего типа с электромагнитными линзами. Так как важнейшая характеристика микроскопа — разрешающая способность

(она характеризует его конструкцию и качество изготовления), то современные просвечивающие приборы обычно делят на три класса: к первому относят приборы с разрешением около 5 \AA , ко второму — $10\text{--}30 \text{ \AA}$ и к третьему — $50\text{--}150 \text{ \AA}$. На микроскопах с высоким разрешением легче получить высокое «рабочее» разрешение при каждодневном исследовании без сложных и трудоемких мер по чистке и юстировке.

Приборы третьего класса малогабаритные, обычно даже настольные, микроскопы относительно простой конструкции. Они просты в обслуживании, что делает их удобными для заводских лабораторий. Основные параметры: ускоряющее напряжение 60 кВ ; увеличение от $\times 250$ до $\times 40\,000$; три электромагнитные линзы, микродифракционное устройство.

Лучшие отечественные и зарубежные образцы гарантируют разрешение в $1,4 \text{ \AA}$, увеличение от $\times 100$ до $\times 200\,000$, предполагают большой выбор дополнительных устройств. Ускоряющее напряжение на подобных микроскопах $100\text{--}200 \text{ кВ}$.

Начат выпуск высоковольтных электронных микроскопов на 500 , 1000 и даже 3000 кВ . С их помощью можно существенно увеличить толщину исследуемого объекта. На миллионвольтном микроскопе исследуются объекты толщиной уже до 1 мкм вместо 1000 \AA на обычных микроскопах с ускоряющим напряжением 100 кВ . Кроме того, повышенное напряжение увеличивает яркость изображения, усиливает контрастность изображения (особенно дефектов кристаллического строения), уменьшает размеры «пятна», с которого снимается электрограмма, яснее обозначает дифракционную картину.

Увеличение толщины исследуемого объекта очень существенно, так как структура образца для электронно-микроскопических исследований будет точнее отражать структуру реального тела. Например, можно точнее оценить плотность дефектов кристаллического строения (дислокаций), потому что меньше вероятность увеличить либо уменьшить плотность дефектов в процессе приготовления образцов. На высоковольтных микроскопах уже можно исследовать непосредственно промышленные изделия, тонкие полупроводниковые пленки, металлическую ленту микронной толщины и др. Вероятно создание микрокамеры для исследования живых объектов.

Однако высоковольтная микроскопия имеет и некоторые недостатки. Это прежде всего громоздкость, сложность обслуживания, высокая стоимость микроскопа (поэтому они имеются лишь в крупных научно-исследовательских центрах). У объектов с высокой плотностью дефектов не всегда поддается расшифровке структура, так как электронно-микроскопическое изображение объекта представляет собой суперпозицию (наложение) изображений многих отдельных структур атомных слоев.

Конструирование электронных микроскопов с ускоряющим напряжением в несколько сот киловольт особых трудностей не представляет. Немного усложняются конструкции ускоряющих электродов и системы высоковольтного питания. Для ускорения электронов до столь высоких энергий вводится система электродов под последовательно увеличивающимися потенциалами. В системе высоковольтного питания для получения высокого напряжения применяют генератор Грейнахера, весьма массивное и громоздкое устройство.

Электронный луч формируется обычной электронной пушкой, работающей под напряжением несколько десятков киловольт, а затем ускоряется на электродах до необходимого напряжения. Потенциалы, приложенные к этим электродам, подаются от источника высокого напряжения с помощью ряда делителей напряжения.

Колонна высоковольтного микроскопа отличается от колонны обычного электронного только своими габаритами, так как для сфокусирования более мощного пучка электронов требуется более мощное поле. В новейших конструкциях высоковольтных электронных микроскопов предполагается вместо электромагнитных применять сверхпроводящие линзы. Поскольку сверхпроводник не имеет электрического сопротивления, можно пропускать значительные токи без тепловых потерь и с высокой стабильностью. Именно это необходимое требование к обмоткам электронных линз.

Объекты для электронной микроскопии

При ускоряющем напряжении 100 кВ, наиболее часто используемом в электронных микроскопах, толщина объекта при изучении его в проходящих электрон-

ных лучах не должна превышать 1000 Å, что во много раз тоньше человеческого волоса. Таким образом, это специфическое для электронно-микроскопического исследования требование существенно влияет на технику приготовления объекта. Успех электронно-микроскопических исследований во многом определяется выбором правильной методики приготовления объектов.

Существующие методы исследования разделяются на прямые и косвенные. При прямых методах в электронных микроскопах исследуются непосредственно сами объекты; при косвенных — тончайшие слепки (реплики) с их поверхности (металлографические шлифы и изломы, срезы тканей, кости и т. п.).

Усовершенствование методов исследования позволило изучать в электронном микроскопе живые объекты, бактериальные клетки и др. Для этого в объектной камере размещается специальная газовая микрокамера, в которой объект заключен между двух диафрагм с небольшими отверстиями закрытыми тонкими пленками. Микрокамера соединяется с помощью герметичного канала либо с атмосферой, либо со специальной газовой средой. После исследования в электронном микроскопе объекты при не слишком жестких режимах работы и кратковременности сохраняют жизнеспособность.

Редко когда готовое изделие из металла можно исследовать в электронном микроскопе. Естественно, что выделение объектов из массивного материала представляет большой интерес. Тонкие фольги для электронно-микроскопических исследований получают механическим утонением (срез или расщепление), ионным травлением, химической или электролитической полировкой.

Как уже указывалось, косвенные методы используют специальную технику приготовления тонких слепков-пленок (реплик), отображающих рельеф поверхности. Исследуемый объект готовят так, чтобы по рельефу его поверхности можно было судить о свойствах объекта (структуре, форме, размерах включений и т. д.). Для этого применяют различные методы травления или получают изломы тканей, материалов, костей и др. Микроскопический рельеф поверхности объекта обуславливает локальные изменения толщины получаемой реплики. Это, в свою очередь, влияет на количество электронов, отклоняющихся от первоначального положения, и,

следовательно, на контраст изображения. Изучая электронно-микроскопическое изображение объекта, можно установить характер, форму и геометрию поверхности.

Исследования, проведенные на репликах и тонких фольгах с помощью электронного микроскопа, значительно расширили представления о дислокационной структуре металлов, о количестве и распределении выделений и включений, о механизме зарождения и развития трещин. Поскольку физические и механические свойства металлов зависят от микроструктуры, то проще исследовать микроструктуру, чем проводить большое количество механических испытаний образцов. В физике прочности существует некая корреляционная зависимость: чем больше мы вводим внутренних дефектов в кристаллическую решетку (атомов внедрения и др.), тем прочнее становится металл.

Прочность, пластичность и другие механические свойства сплавов при легировании зависят не только от количества упрочняющей фазы, но и от ее дисперсности, формы и характера распределения. С помощью электронного микроскопа могут быть изучены дисперсные структуры и кинетика их изменения в сплавах в зависимости от легирования, термической обработки, пластической деформации, а также условий эксплуатации. Дисперсные выделения в современных теориях упрочнения рассматривают как препятствия, повышающие сопротивление движению дислокаций. Петли дислокаций впервые были обнаружены с помощью электронных микроскопов на термообработанных алюминиевых сплавах.

Электронная микроскопия позволяет полностью проследить процесс образования выделений, идущий от начального скопления растворенных атомов легирующих элементов в некоторых атомных плоскостях основной решетки до образования новой дисперсной фазы. Исследования тонких фольг дали новые сведения о превращении аустенита в мартенсит, а также о тонкой структуре мартенсита. Выявлены механизмы зарождения интерметаллидных фаз и многое другое.

При изучении органов и тканей человеческого тела высокая разрешающая способность электронной микроскопии помогает «составить» непрерывную лестницу структурного анализа — от геометрии поверхности до внутримолекулярных организаций. Например, элект-

ронно-микроскопическое исследование эритроцита у больного пневмонией и здорового человека показывает, что в крови больного содержание РОЭ резко увеличено. Это объясняется наличием у эритроцитов больного протоплазматической бахромы с вязкими свойствами, увеличивающей вероятность сцепления эритроцитов.

Интересны исследования строения человеческого волоса. Оптический микроскоп показал наличие в его поперечном сечении многочисленных неоднородностей в виде светлых точек. Снаружи волос окружен бесструктурным слоем толщиной в несколько клеток. Клетки же в оптическом микроскопе не видны. Ультратонкий срез волоса, исследованный в электронном микроскопе, подтверждает предположения относительно различия наружной и внутренней структур. Перед получением среза волосы фиксировались четырехокисью осмия, затем заливались пластмассой. Различные слои наружной структуры отчетливо выделяются на фоне внутреннего строения, в котором видны многочисленные пигментные зерна. Кроме того, видны ядра и границы клеток внутренней структуры.

Не менее важно изучение с помощью электронного микроскопа мышечных волокон. Помимо хорошо различимой сложной структуры (наблюдаемой учеными в оптическом микроскопе), на электронно-микроскопических картинах мышечного волокна видна еще более мелкая субпериодичность в поперечном направлении, выступающая в виде легкого муара. Мышечное волокно выглядит как полоска грубого холста, как бы сотканного из ниток. Таким образом, в открытии этой субпериодичности, недоступной рассмотрению в световом микроскопе, мы видим не детализацию и не увеличение подробностей, а выявление принципиально новых структур, находившихся до сих пор вне поля зрения биологии и медицины.

Микрорентгеноспектральный анализ — новые возможности рентгеновского метода

Механические, магнитные, оптические, электрические, химические и эксплуатационные свойства различных веществ зависят не только от химического состава их элементов, но и от характера распределения элемен-

тов, количества и однородности распределения примесей. Размеры микрообластей, интересующих ученых, лежат в пределах от 0,01 до 100 мкм. Поэтому определение усредненного химического состава химическим или каким-либо другим методом, а также обычные макро- и микроструктурные исследования не в состоянии предоставить необходимую информацию.

Для решения подобных задач может быть успешно применен микрорентгеноспектральный анализ (локальный рентгеноспектральный анализ). При довольно средней относительной чувствительности микрорентгеноспектрального анализа у него исключительно высокая локальная чувствительность: 10^{-11} — 10^{-15} г.

Усовершенствование методов микрорентгеноспектрального анализа и разработка новых конструкций приборов позволили проводить анализы практически всех элементов Периодической системы Д. И. Менделеева (от бериллия до урана). Кроме того, при анализе образец не разрушается, а сам процесс занимает всего несколько секунд. Вследствие этих причин рентгеновский микроанализатор получил столь широкое распространение, что стал прибором не только для исследовательских целей, но и контролером качества продукции на ряде заводов машиностроительной, авиационной, электронной, электротехнической и фармацевтической промышленности.

Микрорентгеноспектральный метод анализа разработали немногим более 20 лет назад одновременно и независимо во Франции и СССР. Идея прибора, в котором электронный пучок возбуждал бы рентгеновское излучение с небольшого участка образца (порядка 1 мкм^2), была высказана в 40-х годах. Однако только в 50-х годах Р. Кастен во Франции и И. Б. Боровский в СССР сконструировали приборы для проведения с поверхности объекта локального рентгеноспектрального анализа. Основное отличие микроанализаторов в том, что у Кастена электронный пучок перпендикулярен поверхности объекта, рентгеновское излучение регистрируется под углом 18° , а у Боровского объект наклонен к электронному пучку под углом 45° и угол выхода также 45° .

Принципиальная схема рентгеновского микроанализатора оказалась настолько удачной, что вскоре было освоено его промышленное производство.

Однако в первых приборах информация о составе вещества снималась с помощью неподвижного пучка электронов, перемещался только столик объектов. Позднее появились микроанализаторы со сканированием электронного луча по поверхности объекта и получением на экране электронно-лучевой трубки изображения распределения анализируемого элемента на этой поверхности. Кристаллы с большими межплоскостными расстояниями позволили анализировать содержание таких легких элементов, как кислород, углерод, бор. Оперативность и качество микроанализа улучшились с применением в комплекте с микроанализатором малых электронных вычислительных машин. Разработка рентгеновского детектора с дисперсией по энергии существенно упростила анализ. Увеличение размеров столиков для образцов позволило исследовать объекты площадью 80×45 мм. Все эти добавления чрезвычайно способствовали популярности рентгеновского микроанализатора.

Остановимся более подробно на устройстве прибора. Электронная пушка состоит из катода (вольфрамовой нити), анода и фокусирующего электрода (цилиндра Венельта). Электроны, испускаемые раскаленной вольфрамовой нитью, ускоряются в поле высокого напряжения, приложенного между анодом и катодом. Ускоряющее напряжение в 50 кВ достаточно для возбуждения рентгеновского излучения всех известных элементов и повышение его только ухудшают технические характеристики прибора. Диаметр электронного пучка на выходе электронной пушки примерно 100 мкм. Пройдя через систему электронно-магнитных линз (обычно 2—3), пучок уменьшает диаметр



до 0,5 мкм. Такой электронный пучок называют электронным зондом.

Для увеличения оптической силы линзы применяют полюсные наконечники. Электронным линзам, используемым в микроанализаторах, свойственны все искажения (абберации), присущие обычным электронным линзам.

Чтобы не допустить рассеивания электронного пучка, электронно-оптическую колонну вместе с камерой образцов и спектрометром подключают к вакуумной системе, создающей разряжение в колонне приблизительно 10^{-4} мм рт. ст.

Остророфокусированный электронный пучок (электронный зонд), ускоренный напряжением в несколько десятков киловольт, возбуждает характеристическое рентгеновское излучение атомов вещества объекта в объеме порядка нескольких микрон.

Сделаем небольшое отступление, чтобы объяснить, как возникает характеристическое рентгеновское излучение вещества. Воспользуемся для этого упрощенной моделью атома, согласно которой почти вся масса атома размещена в положительно заряженном ядре. Вокруг атома по определенным строго фиксированным орбитам двигаются электроны, причем энергия электрона возрастает с увеличением радиуса орбиты. При взаимодействии электронного пучка с веществом ускоренный электрон может выбить электрон с близлежащей к ядру орбиты (подобно бильярдным шарам). На освободившееся место с более удаленной от ядра орбиты перескакивает электрон. У переместившегося электрона большая энергия, чем имел на этой орбите выбитый электрон. Избыток энергии испускается в виде так называемого «характеристического рентгеновского излучения».

Поскольку каждое электронное состояние обусловлено определенной энергией, зависящей от заряда и массы ядра (т. е. от атомного веса элемента), очевидно, что длина волны характеристического рентгеновского излучения определяется свойствами атомов, на которые падает электронный пучок. Обнаружение при анализе характеристического рентгеновского излучения с определенной длиной волны указывает на то, что данный элемент присутствует в объекте. Интенсивность этого излучения пропорциональна количеству присутствующе-

го в объекте элемента. Расчет его концентрации может быть сделан сравнением интенсивности рентгеновского излучения элемента с интенсивностью излучения, зарегистрированного от эталона (т. е. того же элемента при тех же условиях, но известной концентрации).

Торможение электронов в объекте происходит, как уже указывалось, в небольшом объеме. Отсюда высокая теплоотдача электропроводящего материала, поэтому объект лишь незначительно нагревается и не разрушается под действием электронного зонда. Если исследуется не электропроводящий объект, то его покрывают тонким слоем (100—200 Å) электропроводящего материала.

Качество подготовки поверхности объектов существенно влияет на результаты анализа. Даже небольшие неровности значительно изменяют путь рентгеновских лучей, выходящих из него. Это, в свою очередь, существенно меняет интенсивность рентгеновского излучения. Поэтому для получения надежных результатов поверхность объекта должна быть абсолютно плоской: ее сначала шлифуют шкурками, а затем полируют алмазными пастами.

Наклонное расположение объекта (под некоторым углом к электронному зонду) увеличивает угол выхода рентгеновского излучения. Это снижает потери интенсивности, связанные с рельефом поверхности объекта, но одновременно служит источником увеличения погрешности анализа.

Для поэлементного анализа применяют рентгеновские спектрометры. Излучения с определенной длиной волны, соответствующие искомому элементу, выделяют с помощью дифракции рентгеновских лучей на кристалл-анализаторе. Они дифрагируют на кристалле в соответствии с законом Вульфа — Брегга, который связывает изменение длины волны излучения с изменением межплоскостного расстояния кристаллической решетки и угла падения рентгеновских лучей. Выбрав по таблицам кристалл-анализатор с соответствующим межплоскостным расстоянием и расположив детектор под определенным углом (угол Брегга находится также из таблиц) к кристалл-анализатору, мы регистрируем рентгеновское излучение искомого элемента.

При использовании электронов с энергией от 5 до 50 кэВ рентгеновское излучение, генерируемое элемен-

тами с атомными номерами от бериллия до урана, имеет длины волн в диапазоне от 0,7 до 100 Å. Рабочий диапазон углов Брегга большинства современных спектрометров ограничен по конструктивным соображениям и составляет от 10 до 70°. Следовательно, для работы необходимы кристаллы с межплоскостными расстояниями от 2 до 60 Å. Обычно спектрометры снабжаются несколькими кристаллами с различными межплоскостными расстояниями, каждый из которых может быть установлен в рабочее положение простым поворотом их держателя. Современные микроанализаторы имеют по крайней мере два отдельных спектрометра, что очень удобно для одновременного анализа сразу по нескольким элементам.

Источник рентгеновского излучения точечный, и, следовательно, пучок «расходится» на кристалле. Если использовать плоский кристалл, то дифрагированный пучок будет также расходиться. Чтобы зарегистрировать достаточную интенсивность рентгеновского излучения, поверхность детектора должна иметь большую площадь. Кроме того, разрешение излучений различных элементов слабое.

Оба эти недостатка можно исправить, используя изогнутый кристалл, который фокусирует падающее на него излучение на детектор. Чтобы получить оптимальную фокусировку, объект, кристалл и детектор должны находиться на одной окружности (так называемый круг Роуланда), причем кристалл должен быть изогнут по диаметру окружности. При настройке на разные элементы приходится поворачивать детектор, изменяя тем самым угол Брегга. Оптимальные условия требуют, чтобы объект, кристалл и детектор оставались во время перемещений на окружности Роуланда и чтобы детектор всегда был обращен к кристаллу под тем углом, что и объект к кристаллу. Очевидно, что между кристаллом и детектором должна быть сложная кинематическая связь, для чего заводы-изготовители находят различные конструктивные схемы.

В большинстве рентгеновских микроанализаторов для детектирования рентгеновского излучения применяют газовые пропорциональные счетчики. Это стальной цилиндрический корпус с изолированной нитью, натянутой вдоль него и относительно него заряженной положительно. Рентгеновское излучение, проникающее че-

рез окошко, ионизирует инертный газ, заполняющий корпус. Притяжение электронов к нити в сильном цилиндрическом по форме поле приводит к дальнейшей ионизации и отталкиванию положительных ионов к корпусу: появляется электрический импульс. Чем выше энергия рентгеновского излучения, тем сильнее ионизация и выше напряжение импульса. Поэтому счетчик называется пропорциональным. Выходные импульсы напряжения со счетчика поступают в электронные схемы, где обрабатываются. Таким образом регистрируется излучение искомого элемента.

При «падении» электронного зонда на поверхность объекта электроны проникают через поверхность на некоторую глубину и возбуждают рентгеновское излучение. Чтобы это излучение зарегистрировать, оно должно выйти с поверхности образца. При соприкосновении с поверхностью часть его будет поглощаться или усиливаться веществом, через которое оно проходит. Степень поглощения (усиления) — функция количества пересекаемого вещества. При количественном анализе интенсивность рентгеновского излучения объекта сравнивается с интенсивностью рентгеновского излучения эталона с известным составом. Эталон будет иметь другие характеристики поглощения, и, следовательно, в установленное отношение интенсивностей рентгеновского излучения должна быть внесена поправка на ряд эффектов, которые нарушают линейность кривой интенсивность — концентрация.

Процедура расчета поправок достаточно трудоемка, поэтому современные микроанализаторы укомплектовываются мини-ЭВМ, которые рассчитывают концентрации многофазных материалов по стандартным программам. Это позволило сократить время анализа до нескольких минут. В последних моделях микроанализаторов мини-ЭВМ используются и для управления процессом анализа, например настройкой спектрометров, сменой кристаллов, фокусировкой электронного зонда, выбором увеличения, фотографированием распределения элементов и т. п.

Информация о концентрации искоемых элементов может быть получена в цифровом виде, на ленте самописца с распределением концентрации вдоль выбранного на объекте направления, в виде фотографий распределения концентраций, полученных с экрана кинескопа, так

называемого изображения в рентгеновских лучах. Для получения изображения в рентгеновских лучах используют сканирование электронного зонда по площади с помощью специальной системы электромагнитной развертки (эту систему мы опишем ниже). Сигнал с выхода рентгеновского спектрометра используется для модуляции яркости экрана кинескопа, развертка в котором синхронна с электронным зондом. Участки высокой концентрации элемента будут на фотографии белыми, а места, где элемент отсутствует, — черными.

Наиболее часто рентгеновский микроанализатор применяется для анализа включений и выделений. Исследования, проведенные на ряде материалов, показали, что нередко включения, которые при обычном микроскопическом исследовании кажутся однородными, на самом деле представляют собой совокупность фаз различного состава. В быстрорежущей стали, содержащей большое количество легирующих элементов, металлографический анализ установил выделения однородных фаз. Микрорентгеноспектральный анализ показал, что выделения содержат как интерметаллидные фазы, так и сложные карбиды.

Микрорентгеноспектральным методом легко устанавливается неоднородность распределения (сегрегация) легирующих элементов в литейных сплавах. Особенно сегрегации магния и кремния в литых Al — Mg — Si сплавах после различных скоростей затвердевания и температур отжига свидетельствуют о том, что наиболее равномерно магний распределяется после одночасового отжига при 540° С, что согласуется с теоретическими расчетами. Степень неоднородности распределения кремния оказалась выше расчетной.

Уникальные возможности открывает рентгеновский микроанализатор при исследовании процессов объемной, зернограничной и поверхностной диффузии в одно- и многофазных сплавах. Измерения в многофазных сплавах могут быть весьма полезны для определения как коэффициентов диффузии, так и составов различных промежуточных фаз.

Рентгеновский микроанализатор с успехом применяется для исследования сварных конструкций. При работе, например, с разрушенным сварным стальным сосудом было установлено, что в зоне сварного шва имеется пористость и трещины по границам зерен, происхожде-

ние которых представлялось загадкой. Только микроанализ выяснил, что по границам зерен располагается фосфор, наличие которого в сталях ведет к их растрескиванию. Причиной же повышенного содержания фосфора в стали была неправильная технология выплавки партии.

Таким образом, микрорентгеновский анализ позволяет успешно решать многие практические задачи металловедения и металлургии.

Метод дает возможность установить подлинность картин, написанных масляными красками, пробуя состав красителей электронным зондом. Краску для анализа доставали тонкой иглой, это не вредит картине. Часть иглы с краской отрезали и исследовали в микроанализаторе: наличие, например, двуокиси титана указывало, что картина создана не раньше того времени, когда начали пользоваться титановыми белилами.

Применяется рентгеновский микроанализатор и в минералогии. Весьма важно определить состав веществ в метеоритах и пробах лунных пород, имеющих в микроскопических количествах. Микроанализ помог установить наличие в пробах фосфидов, сульфидов и других неметаллических включений, распределение различных элементов, выяснить характер образования этих пород.

Биологические объекты также исследуются в рентгеновских микроанализаторах. На некоторые из них (ткани, кости, зубы) после подготовки поверхности на установке «Микротом» напыляют электропроводный материал, после чего их помещают в камеру объектов для анализа. Другие либо замораживаются, как водные растворы, либо высушиваются, как бактерии, и перед исследованием также покрываются электропроводящим материалом.

В последние годы значительный прогресс достигнут в применении методов микрозондового анализа для исследования полупроводниковых материалов. В полупроводниковых даже одна мельчайшая инородная частица может серьезно повлиять на рабочие характеристики прибора. Поэтому на ряде заводов рентгеновские микроанализаторы используются для контроля качества изготовления полупроводниковых приборов.

ЭММА — ключ к расшифровке структуры

Производство новых металлов и сплавов, применение в промышленности новых технологических операций, извлечение минерального сырья из ранее недоступных продуктов, создание новых лекарственных препаратов и более совершенных методов лечения различных заболеваний потребовали создания локальных, точных и быстрых методов анализа. Информация о химическом составе и структуре материалов на микронном уровне уже недостаточна, так как в практике мы уже часто имеем дело с различными включениями, выделениями и фазами субмикронных размеров.

В начале 60-х годов одновременно и независимо друг от друга П. Данкамбом в Англии и Б. Н. Васичевым в СССР был разработан комбинированный прибор — электронный микроскоп-микроанализатор (ЭММА). Он позволяет проводить микрорентгеноспектральный анализ деталей структуры размером порядка 0,1 мкм и получать в проходящих электронах увеличенное изображение этих деталей. Вскоре и в США был создан подобный прибор с диаметром зонда 0,2 мкм.

В рентгеновском микроанализаторе можно получить диаметр зонда и менее 1 мкм. Но при взаимодействии его с массивным веществом зона возбуждения рентгеновского излучения оказывается порядка 2—5 мкм. Поэтому зонд диаметром менее 1 мкм здесь не нужен. В то же время если исследовать тонкие объекты с мельчайшими включениями менее 1 мкм, то здесь, конечно, необходимо использовать тонкий зонд. Современные рентгеновские микроанализаторы могут работать и с тонкопленочными объектами (реплики или фольги), но применяемая в них оптическая система не имеет достаточного разрешения для наблюдения таких мельчайших включений. Так как оптический микроскоп не различает детали структуры подобного размера, то зонд с определенной вероятностью может попасть и на включение, и на матрицу (основу), что исказит результаты.

Изучение таких объектов в просвечивающем электронном микроскопе с помощью микродифракционного метода также не всегда дает точный и однозначный результат. Стало быть, наиболее удовлетворительные результаты можно получить, если «совместить» возможно-

сти микроанализа и просвечивающей электронной микроскопии в одном приборе: увеличить локальную чувствительность рентгеноспектрального метода, значительно ускорить и упростить определение химического состава вещества, иметь более детальную информацию о веществе.

В принципиальной схеме ЭММА те же элементы, что и в просвечивающем электронном микроскопе, а именно электронная пушка, двухлинзовый конденсатор, объективная, промежуточная и проекционная линзы, флуоресцентный экран и, кроме того, рентгеновский спектрометр и электронные схемы, регистрирующие рентгеновское излучение. Электронный луч, ускоренный электронной пушкой, фокусируется с помощью конденсорных линз в тонкий зонд диаметром 0,1 мкм и направляется на объект. Изменяя ток в линзах, можно существенно менять диаметр зонда.

Зонд, взаимодействуя с атомами вещества объекта, возбуждает характеристическое рентгеновское излучение, интенсивность которого регистрируется рентгеновским спектрометром и электронными схемами. Сравнивая интенсивности характеристического излучения объекта с интенсивностями эталонов, закрепленных на столике образцов рядом с ним, определяют концентрацию элементов, присутствующих в той области объекта, которая освещалась зондом.

На тонкопленочных объектах тонкий сфокусированный электронный зонд возбуждает рентгеновское излучение в очень небольшом объеме, благодаря чему достигается высокая локальная чувствительность анализа. На уникальных приборах она может быть порядка 10^{-18} г.

Часть электронов зонда, пройдя объект, попадает в систему электронных линз, которая формирует на флуоресцентном экране увеличенное изображение того участка объекта, который освещался электронным зондом. Увеличенное изображение деталей структуры, полученное в проходящих электронах (на просвет), позволяет «прицельно» помещать интересующие исследователей мельчайшие включения под электронный зонд для микроанализа. Однако надо заметить, что разрешение электронного микроскопа при работе с устройством для рентгеновского микроанализа несколько ухудшается и составляет 20—40 Å.

Одновременно с микрорентгеноспектральным анализом ЭММА дает микродифракционную картину участка объекта. При изменении режима работы линз, смене диафрагм и удалении устройства для рентгеновского микроанализа ЭММА может работать как обычный просвечивающий микроскоп с высоким разрешением. И наоборот, некоторые типы просвечивающих электронных микроскопов теперь оснащаются микрорентгеноспектральными приставками, позволяющими проводить поиск элементов от бора до урана.

В настоящее время ведутся разработки еще более локальных приборов. Для них создаются электронные пушки, которые при еще большем сужении диаметра электронного пучка сохраняют высокую яркость. В частности, пушки с остроконечным катодом, в которых к вершине V-образного катода приваривается вольфрамовая проволока с утоненным в электролитическом растворе концом. Она обеспечивает при диаметре пучка порядка 1 мкм яркость, в 5—10 раз большую, чем пушка с обычным катодом. Применение подобной пушки в ЭММА весьма перспективно.

В СССР разработан высоколокальный ЭММА с диаметром зонда 0,005—0,01 мкм, имеющий высокую разрешающую способность 15—25 Å и локальную чувствительность 10^{-17} г. Он позволяет проводить анализ на все элементы от бора до урана, причем анализ можно вести сразу по трем элементам.

На пути к объемному изображению

Электронные микроскопы и рентгеновские микроанализаторы предоставили ученым и практикам уникальную возможность исследовать структуру и состав веществ почти на атомарном уровне. Однако подготовка объектов и шлифов, а также интерпретация изображения требовали значительных затрат труда и времени. Новый электронно-микроскопический прибор — растворный электронный микроскоп позволил существенно упростить как процесс исследования, так и подготовку объекта к исследованию: микроскоп работает не только с образцами и кусочками различных веществ, но даже с небольшими деталями и механизмами без какой-либо подготовки к исследованию.

В отличие от просвечивающего электронного микроскопа, в котором электронно-оптическая система используется для образования и изменения масштаба изображения, в растровом система линз создает тонкий сфокусированный электронный зонд, сканирующий поверхность изучаемого объекта (подобно развертке изображения в кинескопе, где растр образуется из близко расположенных друг к другу линий). Растровый микроскоп получает и выдает информацию с помощью электронного зонда. Качественно иной процесс создания и регистрации изображения позволил получить впечатлительное объемности его. Объемность изображения наряду с наглядностью превратила растровый электронный микроскоп в уникальный прибор для исследования массивных объектов с развитым рельефом поверхности. Разрешающая способность во всех случаях лучше 100 Å.

Разнообразное количество приставок, разработанных к растровому электронному микроскопу, позволило воплотить в нем почти все достижения и возможности электронно-микроскопического и микрорентгеноспектрального методов. Созданный всего лишь 17 лет назад растровый электронный микроскоп благодаря целому ряду преимуществ получил столь широкое распространение в различных областях науки и техники, что без него трудно теперь представить исследовательскую и заводскую лабораторию.

Между тем идея подобного прибора была высказана М. Кноллем еще в 1935 г. Практически реализовал ее фон Арденне в 1938 г., который разработал просвечивающий электронный микроскоп с перемещением луча по образцу с помощью электромагнитных отклоняющих катушек. У прибора было достаточно высокое разрешение, порядка 0,1 мкм, но фотографирование структуры при увеличении, отвечающем этому разрешению, требовало значительной затраты времени.

Следующий шаг — создание В. Зворыкиным в США в 1942 г. растрового электронного микроскопа для исследования массивных образцов. В этом приборе уже имелись зачатки систем современных растровых приборов. Изображение записывалось на электронно-лучевую трубку. В регистрирующей системе совместно с фотумножителем был установлен сцинтиллятор — экран с флюоресцирующим покрытием, попадая на который

электроны вызывают вспышки света, что обеспечило достаточно хорошее по тем временам изображение с разрешением в 500 Å. Звoryкиным была сделана попытка применить для увеличения яркости электронного пучка и разрешения автоэмиссионный катод. Вторая мировая война помешала продолжению исследований.

В послевоенные годы, когда было освоено производство просвечивающих электронных микроскопов с высоким разрешением, мало кто был заинтересован в растровом электронном микроскопе, имевшем худшее разрешение. Результаты работ были забыты, и только в 1963 г. в Англии благодаря достижениям современной электроники и на основе принципов, разработанных профессором К. Оутли, был сконструирован растровый электронный микроскоп, пригодный для практического использования.

Познакомимся с принципом действия и конструкцией современного растрового электронного микроскопа.

Электронный пучок создается электронной пушкой и фокусируется при помощи электромагнитных линз. Взаимодействуя с веществом объекта, он вызывает эмиссию электронов, которые собираются коллекторной системой. Она состоит из электростатически фокусирующего электрода и сцинтиллятора, оптически связанного с фотоумножителем. Электроны, падающие на сцинтиллятор, образуют фотоны света, которые проходят по светопроводу и попадают на фотокатод фотоумножителя. Сигналы с выхода фотоумножителя через предварительный усилитель направляются на видеоусилитель и подаются в устройство визуального наблюдения. Там усиленными сигналами модулируется яркость электронного пучка на экране кинескопа.

Этот электронный пучок перемещается по экрану кинескопа синхронно и синфазно с движением электронного зонда, сканирующего поверхность исследуемого объекта. В результате образуется отчетливое и наглядное трехмерное изображение поверхности исследуемого объекта. Видимый контраст изображения создается благодаря изменению количества электронов, эмитированных или отраженных различными частями объекта. Для фотографирования увеличенное изображение объекта проектируется на втором экране, перед которым поставлена фотокамера. Увеличивают изображение уменьшением площади сканирования электронного зонда.

Остановимся более детально на отдельных системах растрового электронного микроскопа.

Электронно-оптическая колонна — одна из наиболее важных частей микроскопа. Ее задача — формирование минимально возможного диаметра зонда при максимально возможной его яркости. В колонну входят электронная пушка, две или три электронные линзы, отклоняющие катушки и стигматор. Электронная пушка растрового электронного микроскопа почти не отличается от таковой просвечивающего электронного микроскопа. В растровых микроскопах обычно пушки триодного типа с V-образным вольфрамовым термокатодом. Эмиссия электронов происходит за счет разогрева нити до 2500°C , при этом испускается 90—95% максимального количества электронов.

Катод окружает цилиндр Венельта. Электростатическое поле, созданное этим цилиндром, фокусирует выходящие из катода электроны в пучок диаметром 25—100 мкм. Изменяя напряжение или расстояние между катодом и цилиндром Венельта, можно в широких пределах варьировать яркость. Эмитируемые электроны ускоряются в поле высокого напряжения в 50 кВ, приложенного между анодом и катодом. Как правило, имеется возможность плавно изменять напряжение от 1 до 50 кВ.

Для увеличения яркости электронного зонда, срока службы катода и улучшения разрешения растрового электронного микроскопа были разработаны электронные пушки с катодом из гексаборида лантана. Значительно более высокая эмиссия в новых пушках обусловлена тем, что работа выхода электрона у гексаборида лантана намного ниже, чем у вольфрама. Катод обычно имеет форму стерженька с острозаточенным концом. Невозможность непосредственно нагреть гексаборидлантановый катод проходящим током заставляет усложнять его конструкцию. Для разогрева катода до температуры порядка $1500\text{—}1700^{\circ}\text{C}$ применяют микропечь с вольфрамовым нагревателем. Кроме того, работа с катодами из гексаборида лантана требует существенного улучшения вакуума в пушке (до 10^{-6} мм рт. ст.). Разрешение прибора с гексаборидлантановой пушкой улучшилось до 50 Å.

Более совершенный растровый электронный микроскоп с разрешением 25 Å удалось создать благодаря ав-

тоэмиссионной пушке. Ее «холодный» катод представляет собой тонкую проволоку монокристалла вольфрама, одним концом приваренную к вершине V-образного основания. Свободный конец заостряют электролитическим травлением, так, чтобы радиус острия не превышал 2000 Å. Эмиссия электронов происходит не нагретом катода, а созданием сильного электрического поля, которое вырывает электроны из острия. Варьируя напряжение между катодом и первым анодом, можно менять величину эмиссии с острия катода, т. е. яркость. Высокое напряжение между катодом и вторым анодом способствует ускорению электронов, а электростатическое поле между анодами фокусирует электроны в пучок диаметром приблизительно в 100 Å. Яркость пушки при таком размере пучка более чем в 1000 раз больше, чем на пушках с термокатадами, поэтому в растровом электронном микроскопе достаточно иметь всего лишь одну линзу, чтобы получить высокое разрешение. Однако такие пушки работают при значительно более низком вакууме, около 10^{-10} мм рт. ст.

Электронный пучок фокусируется в тонкий зонд тремя расположенными на одной оси **электромагнитными линзами**. Для формирования зонда можно использовать электростатические линзы, но в процессе работы электроды быстро загрязняются, а несоответствие систем разверток электронного пучка (в кинескопах — электромагнитная, а в линзах — электростатическая) может ухудшить изображение. В настоящее время подобная система линз почти не применяется.

Объективная линза предназначена для окончательной фокусировки зонда. В ее канале расположены катушки строчной и кадровой разверток, точного смещения и стигматора. Изменение тока в катушках точного смещения перемещает весь растр на небольшое расстояние по поверхности объекта.

Качество изображения зависит и от степени загрязнения различных частей колонны, загрязненные части искажают поле линз, у электронного зонда появляется астигматизм. Катушки стигматора служат для коррекции астигматизма, воздействуя на зонд компенсирующим асимметричным полем. Кроме астигматизма, электронные линзы в растровом электронном микроскопе могут «страдать» сферической и хроматической аберрацией.

Внизу колонны расположена камера образцов с предметным столиком, объект помещается так, чтобы ось электронного зонда проходила через него.

Камера образцов и электронная пушка могут быть отделены от остальной части колонны вакуумными заслонками. Кроме того, они оборудованы автономными насосами. Таким образом, можно быстро сменить нить или объект, не нарушив вакуум других систем.

Универсальный предметный столик позволяет перемещать объект в горизонтальной плоскости по двум взаимно перпендикулярным направлениям; поднимать его вдоль оптической оси колонны; вращать вокруг оси, перпендикулярной объекту; наклонять на 90° в плоскости, параллельной оптической оси колонны; поворачивать весь столик на 90° к рентгеновскому спектрометру для микроанализа. Максимальный размер объектов в современных растровых электронных микроскопах $80 \times 80 \times 25$ мм. Кроме того, можно наклонять объект в двух взаимно перпендикулярных плоскостях, параллельных оптической оси колонны, что необходимо для получения стереоснимков.

Под воздействием электронного зонда объект испускает вторичные и отраженные электроны, характеристическое рентгеновское излучение, излучает свет. Кроме того, в объекте возникает некоторый объем, который и испускает эти излучения. У разных излучений объемы разного размера. В большей степени именно размерами излучающего объема определяется разрешение прибора.

Первичные электроны могут «претерпеть» на атомах вещества объекта либо упругое, либо неупругое рассеивание. Если отрицательно заряженный электрон проходит близко от атомного ядра, заряженного положительно, он будет притягиваться к нему, но благодаря своей высокой энергии отклонится под большим углом и столкновения не произойдет. То есть не будет значительной потери энергии.

Велика вероятность, что такие электроны будут «переиспускаться» поверхностью объекта — электроны обратного рассеяния, или отраженные. Количество их зависит от размера и заряда атома. Тяжелые элементы имеют более высокий коэффициент рассеяния и, следовательно, проявляются ярче в изображении отраженных электронов. Количество отраженных электронов,

которые выходят из объекта в направлении детектора, зависит от угла между зондом, поверхностью объекта и направлением выхода электронов. Таким образом, в зависимости от рельефа поверхности их число будет меняться. Они рассеиваются в основном вблизи поверхности.

При неупругом рассеянии испускается атом характеристического рентгеновского излучения. Если имеет место неупругое столкновение падающего электрона со слабосвязанным внешним электроном атома, то результат — эмиссия внешнего электрона — вторичный электрон. Эти электроны активно поглощаются веществом, и если они возникают на глубине больше чем 100 Å, то вероятность, что поверхность объекта их испустит, ничтожна.

Количество вторичных электронов, достигающих детектора, зависит от угла между падающим электронным зондом и нормалью к поверхности объекта в точке падения. Изменение этого угла даже на 1—2° заметно увеличивает или уменьшает их количество, так как меняется глубина выхода до поверхности. Иными словами, при наличии развитого рельефа поверхности число вторичных электронов изменяется от точки к точке. С увеличением угла между зондом и нормалью к поверхности число вторичных электронов увеличивается, поэтому во всех растровых электронных микроскопах столик, на котором крепится объект, расположен под углом 45° к оси зонда.

Вторичные электроны могут занимать свободные места на орбитах атома, вследствие этого может произойти излучение фотона с длиной волны видимого или инфракрасного спектра. Это явление известно как катодолюминесценция. Эмиссию света из вещества наблюдают в растровом электронном микроскопе с помощью оптического микроскопа или на экране кинескопа.

Большинство электронов замедляется и полностью теряет энергию в самом объекте. Это — поглощенные электроны. В результате через объект протекает электрический ток, величина которого зависит от топографии поверхности и его состава.

Для формирования изображения, как мы видим, могут применяться различные виды излучения, а также комбинации их. Рассмотрим систему, формирующую

изображение. Она состоит из отклоняющих катушек, электронно-коллекторной системы, усилителей и устройства визуального наблюдения. Электронный пучок, сфокусированный электронными линзами, проходит двойную систему отклоняющих катушек. Первая отклоняет электронный зонд от оптической оси, вторая заставляет его снова пересечь эту ось. Таким образом, создается строчная и кадровая развертка зонда в растр. Из зоны воздействия зонда излучаются отраженные и вторичные электроны. Изображение можно построить либо с помощью только отраженных, либо совместно отраженными и вторичными электронами. Они собираются коллекторной системой — фокусирующий электрод, сцинтиллятор и светопровод в комбинации с фотумножителем.

Сцинтиллятор, полусферический наконечник из сцинтиляционной пластмассы, покрытой алюминиевой пленкой, закреплен на светопроводе из органического стекла. В электронном пучке из объекта — широкий спектр вторичных электронов с различными энергиями. Энергия низкоэнергетических вторичных электронов недостаточна для возбуждения в сцинтилляторе вспышки света, поэтому к алюминиевому покрытию подводится потенциал +12 кВ, способствующий их ускорению.

Сцинтиллятор окружен прямоугольной сеткой фокусирующего электрода, предназначенного для сбора вторичных электронов с объекта. При помощи изменения потенциала на фокусирующем электроде в пределах от —50 до +250 В можно менять соотношение между вторичными и отраженными электронами, попавшими на сцинтиллятор. Например, подачей отрицательного потенциала —50 В вторичные электроны вовсе изолируются, и изображение будет сформировано исключительно отраженными электронами. Они достигают коллектора только по прямым траекториям, поэтому количество их в детектируемом пучке относительно невелико. Вторичные электроны «вытягивают» с поверхности объекта поле, созданное фокусирующим электродом. Они могут двигаться к коллектору по кривым траекториям даже из затененных участков, таких, как препятствия, поры, трещины. Именно вторичные электроны обуславливают значительную глубину фокуса изображения. Мы можем наблюдать в растровом электронном

микроскопе муху целиком, от крыльев до лапок, причем изображение всех частей будет четкое.

Электроны, попадающие на скинтиллятор, вызывают эмиссию фотонов, которые передаются по светопроводу на катод фотоумножителя. Сигнал с фотоумножителя поступает на предварительный усилитель, первую ступень усиления формируемого видеосигнала. Оттуда сигнал подается через фильтр на видеоусилитель. Видеоусилитель располагает широкими возможностями повышения контрастности.

С выхода видеоусилителя сигнал поступает на два кинескопа, один из которых предназначен для визуального наблюдения, второй — для фотографирования. Он модулирует интенсивность электронного пучка кинескопа. Развертка кинескопов синхронна и синфазна с разверткой зонда по объекту.

Отклоняющие катушки и кинескопы питаются от одного и того же генератора развертки; для каждого положения зонда на объекте существует соответствующее ему единственное положение пятна на экране кинескопа. При перемещении зонда по поверхности пятно на экране синхронно отклоняется в горизонтальном направлении, а на отклоняющую в вертикальном направлении систему подается сигнал, пропорциональный количеству электронов, попавших в детектор. В этом случае мы наблюдаем кривую зависимости сигнала (яркости) от положения зонда на поверхности объекта. Если теперь сканировать от линии к линии всю поверхность объекта, то на экране кинескопа будет виден ряд расположенных друг под другом кривых, которые глаз воспринимает как трехмерное изображение объекта.

В растровом электронном микроскопе во вторичных электронах можно непосредственно наблюдать распределение электрических и магнитных полей на поверхности объекта, так как локальные изменения напряженности поля будут определять угол выхода вторичных электронов, а следовательно, и яркость экрана кинескопа. Это успешно реализовано, например, при исследовании полупроводниковых приборов. Можно наглядно установить дефект полупроводника по неоднородности поля, т. е. осуществлять технологический контроль работоспособности продукции в растровом электронном микроскопе

Количество отраженных электронов растет с увеличением атомного номера вещества объекта. Если объект имеет области с разными атомными номерами (например, в многокомпонентном сплаве), то в этих областях мы наблюдаем различие в сигнале отраженных электронов, что изменяет контраст.

Фотографируется изображение со специального кинескопа обычным фотоаппаратом на широкую (60 мм) или узкую (35 мм) пленку. При фотографировании используют более медленные скорости развертки, что гарантирует получение четкого изображения.

Росту популярности растрового микроскопа способствовало создание целого ряда дополнительных устройств, позволивших расширить возможности наблюдения различных объектов в самых разнообразных условиях. Познакомимся с ними.

Усилитель поглощенных электронов. Электрический ток, текущий в объекте при действии на него электрического зонда, усиливается специальным устройством. Далее сигнал индицируется в виде локальных изменений яркости на экране кинескопа. На изображении, полученных с помощью поглощенных электронов, отображаются топографические детали, которые нелегко различить с помощью вторичных электронов. Одно из основных отличий между изображением в отраженных и вторичных электронах, с одной стороны, и в поглощенных — с другой, в том, что последнее не зависит от взаимного расположения объекта и коллектора, так как изображение есть следствие усиления тока, текущего через сам объект. Таким образом, потерянная в первых режимах информация все же может быть получена благодаря поглощенным электронам.

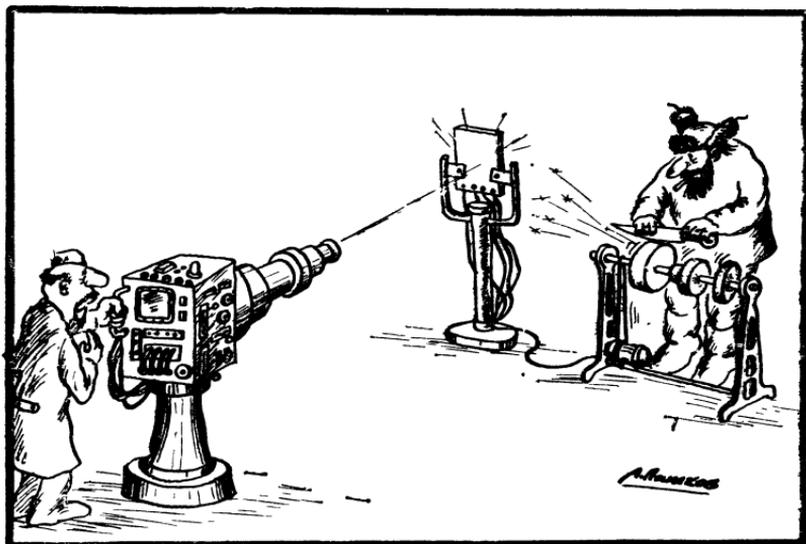
Устройство преобразования видеоинформации расширяет возможности восприятия и расшифровки получаемой информации. С его помощью можно получить информацию разверткой строки не по яркости, а по амплитуде или Y -модуляции. Изображение строится из ряда линий, вычерченных Y -модуляцией, а не модуляцией яркости. Информация, полученная в этом режиме, дает прямую количественную картину распределения потенциала в исследуемой зоне под воздействием сканирующего электронного зонда, что особенно ценно при исследовании полупроводниковых объектов. Кроме того, подключение к выходу рентгеновского спектрометра

позволяет записать на экране кинескопа количественное распределение определенного элемента по строке. Оно может накладываться на изображение во вторичных электронах, обеспечивая получение детальной информации о структуре и составе объекта в каждой точке.

Устройство дает возможность вращать растр развертки относительно поверхности объекта, благодаря чему можно получить максимальную информацию о ее деталях. Имеется приспособление автоматической коррекции угла фокусировки зонда в зависимости от расстояния между объективной линзой и объектом. Помимо этого, можно снижать искажение изображения, уменьшая размеры по оси X при наклоне объекта на угол до 50° .

Увеличения в микроскопе обычно изменяют ступенчатым переключателем кратности. Устройство обладает способностью плавно регулировать степень увеличения в интервале от $\times 1$ до $\times 2,5$, чем в комбинации со ступенчатым переключателем достигается плавное изменение увеличения от $\times 20$ до $\times 250\,000$.

Устройство для наблюдения катодолуминесценции. Перед обычным растровый электронный микроскоп имеет определенные преимущества — более высокую разрешающую способность и большую глубину фокуса.



К тому же катодолюминесцентное изображение можно сравнить с изображением топографии поверхности, полученной в режиме вторичных электронов. Часть первичных электронов, проникающих в объект, теряет энергию на ионизацию атомов вещества, что приводит к образованию пар электрон — дырка (место, откуда ушел электрон). Если происходит рекомбинация электронно-дырочных пар, то энергия выделяется в виде светового излучения.

Изменение интенсивности эмитируемого света может быть вызвано не только топографическими особенностями поверхности объекта, но также присутствием дефектов и неоднородностей. Перед объектом помещали стеклянную линзу с тем, чтобы свет собирался от поверхности и фокусировался на катоде фотоумножителя. Сигнал с фотоумножителя обычным образом модулирует яркость экрана кинескопа. Для получения достаточной интенсивности светового излучения необходимо увеличить ток зонда, что утолщает размер зонда до 0,5 мкм и ухудшает разрешение.

Устройство для наблюдения дифракции. Кикучи-подобные узоры отражения дают точную информацию об ориентации кристалла и его совершенстве. На распределение первичных электронов влияет периодическая структура объекта. При не слишком больших увеличениях угол падения зонда, сканирующего объект, заметно изменяется. В тех случаях, когда электроны зонда попадают в межатомные пространства кристаллической решетки, проникновение их в решетку облегчено. Электроны проходят вдоль рядов атомов как бы по каналам. В других же местах, где на пути окажутся препятствия (атомы), обратно вышедших электронов будет больше. Эффект носит название каналирования. Причина его возникновения — различия в плотности упаковки атомов вдоль различных кристаллографических направлений. Таким образом, детали изображения определяются структурой кристаллической решетки и ее ориентацией относительно оптической оси микроскопа.

Устройство для травления ионным пучком. Встроенная в растровый электронный микроскоп ионная пушка позволяет наблюдать изменения структуры поверхности объекта в процессе послойного травления. Если направить ионный пучок большой энергии на поверхность объекта, последняя подвергается избирательному трав-

лению, в результате чего обнажается структура под первоначальной поверхностью. Количество стравленного материала зависит от его устойчивости против ионного травления, угла падения ионного пучка, ориентации кристаллов и атомного номера вещества объекта. Ионная пушка представляет собой диод, в котором между анодом и катодом прикладывается высокое напряжение — до 20 кВ. Ионный пучок образуется при подаче аргона в пространство между анодом и катодом. Изменяя приток аргона к пушке и ускоряющее напряжение от 1 до 20 кВ, можно в широких пределах варьировать скорость травления.

Микрорентгеноспектральная приставка. Полезность растрового электронного микроскопа повышается, когда для формирования видеосигнала используют рентгеновское излучение, возникающее в объекте при его бомбардировке электронным зондом. Растровые рентгеновские микрофотографии служат дополнением к изображениям, полученным с помощью вторичных и отраженных электронов. Контраст растровых рентгеновских изображений возникает в результате изменений эмиссии рентгеновских лучей и изменений «сбора» этих лучей (в зависимости от топографии поверхности объекта).

Современный растровый электронный микроскоп отличается от рентгеновского микроанализатора его главное предназначение — давать вторично-эмиссионные электронные изображения шероховатой поверхности объектов с высоким разрешением. Большинство растровых электронных микроскопов сконструировано так, что в них формируется электронный зонд диаметром менее 100 Å, имеющий ток около 10^{-12} А. Рентгеновские микроанализаторы формируют мощный электронный зонд диаметром 0,5 мкм с током около 10^{-7} А. Химический состав вещества при применении рентгеновского спектрометра совместно с растровым электронным микроскопом нельзя определять на участках в 100 Å, так как даже при размере зонда менее 100 Å область, в которой возникает характеристическое рентгеновское излучение, остается порядка 1—5 мкм. К тому же интенсивность рентгеновского излучения при таком диаметре зонда крайне низка, поэтому для проведения надежного микроанализа в растровом электронном микроскопе необходимо получить более мощный зонд. Этого

можно добиться, изменяя ток в линзах до 10^{-7} — 10^{-8} А и диаметр зонда до 0,5 мкм.

Рентгеновский спектрометр можно легко подсоединить к камере образцов растрового электронного микроскопа, для чего в стенке камеры сделаны специальные отверстия. Микрорентгеноспектральный анализ обычно проводят с помощью не менее двух кристаллодифракционных спектрометров. Сигнал, снимаемый с выхода спектрометра, служит для модуляции яркости экрана кинескопа. Можно записывать интенсивность рентгеновского излучения на самописце и в цифровом виде на печатающем устройстве; записывать характер распределения количества элемента в веществе по линии на экране кинескопа с помощью Y-модуляции.

В растровом микроскопе вместо кристаллоспектрометра можно в качестве детектора рентгеновского излучения использовать спектрометр энергетической дисперсии. Достоинство такого спектрометра в том, что положение детектора с энергетической дисперсией не связано с требованиями, налагаемыми условиями оптической фокусировки рентгеновского излучения. Поэтому детектор можно располагать так, чтобы достигнуть наивысшей эффективности сбора излучения. К тому же эффективность сбора рентгеновского излучения не чувствительна к положению микрообъема, испускающего его. Вследствие этого спектрометр энергетической дисперсии весьма удобен для изучения объектов с сильно развитым рельефом поверхности, типичных объектов растровой электронной микроскопии. Основное достоинство спектрометра энергетической дисперсии то, что он позволяет быстро анализировать объект по всему рентгеновскому спектру от натрия до урана и, следовательно, также быстро определять химический состав вещества.

Серийное производство этих спектрометров освоено всего лишь несколько лет назад. В качестве детектора применяется дрейфовый диод на основе кремния, легированного литием. Твердотельный детектор дает очень высокое значение интенсивности рентгеновского спектра, на 2—3 порядка выше, чем в случае кристаллодифракционного спектрометра. Однако интенсивность фона значительна, поэтому детектор и предусилитель охлаждают до очень низкой температуры, погружая в жидкий азот. Из-за этого снижается уровень шумов.

Сигнал с преусилителя поступает в многоканальный амплитудный анализатор, где разделяется пропорционально энергии рентгеновского излучения, попадающего на детектор. Для управления спектрометром, выделения сигнала, обчета результатов и введения необходимых поправок применяется мини-ЭВМ. Она выводит готовую информацию на дисплей или на цифropечатающее устройство.

Сейчас разрабатываются спектрометры и вычислительные программы, которые позволяют методом энергетической дисперсии проводить микроанализ легких элементов, начиная с бора. Однако до настоящего времени разрешение детектора рентгеновского излучения с энергетической дисперсией хуже, чем у проточного пропорционального счетчика, в связи с чем для прецизионного анализа следует применять кристаллодифракционный спектрометр. Наиболее современные растровые электронные микроскопы укомплектовываются двухканальным кристаллодифракционным спектрометром для точного анализа и спектрометром энергетической дисперсии — для экспресс-анализа.

Устройство для растяжения образцов используется для наблюдения объекта в процессе растяжения, что позволяет изучать динамику процесса пластической деформации и разрушения. В ряде случаев удается исследовать процесс зарождения и развития трещины, деформации зерен и др. Приложение нагрузки осуществляется с помощью электропривода. Максимальное усилие, создаваемое этим устройством, — 200 кг. Скорость приложения нагрузки можно менять в пределах от 0,005 до 1 мм/мин. Величина напряжений оценивается по измерениям величины нагрузки динамометрическим датчиком, последовательно соединенным с образцом (объектом). Размер образца $2 \times 1,5 \times 40$ мм.

Разработано устройство для наблюдения за поведением образца при изгибе также непосредственно в растровом электронном микроскопе.

Приставка для нагрева объекта позволяет исследовать объекты в процессе нагрева с различными выдержками при температурах вплоть до 1100°C . Это встроенный в столик объектов электронагреватель с вольфрамовой спиралью, питаемой постоянным током от специального источника. Температура объекта определяется термпарой, расположенной вблизи него. На-

грев объекта помогает изучить динамику процесса фазообразования, рекристаллизации, выделения и растворения частиц, окисления и др. Можно исследовать структуру поверхности в процессе полного цикла термической обработки, длительного отпуска или отпуска.

Приставка для охлаждения объекта используется для наблюдения за ним в процессе охлаждения до -140°C . Для охлаждения объекта применяется жидкий азот, заливаемый в сосуд Дьюара, а он, в свою очередь, соединен специальным хладопроводом со столиком объектов. Температура измеряется с помощью термомпары. Небольшое нагревательное устройство служит для получения температур, промежуточных между температурой жидкого азота и комнатной. С помощью приставки для охлаждения можно наблюдать различные процессы, протекающие при низких температурах, в частности растрескивание в металле при термических напряжениях. Применив это устройство при наблюдении биологического объекта, удается избежать почти всех операций по его подготовке. Например, фиксации высушивания, обезвоживания и напыления слоем электропроводящего покрытия.

Разработана и приставка к растровому микроскопу для наблюдения тонких объектов на просвет. Однако разрешение здесь всего 30—40 Å. Поэтому наблюдение тонких объектов в режиме на просвет или их изучение методом электронной микродифракции пока лучше проводить с помощью просвечивающего электронного микроскопа.

Преимущество растрового электронного микроскопа перед оптическим не только в отображении топографии структуры, снятой при больших увеличениях, но и в способности провести одновременно анализ химического состава этой структуры. Кроме того, большая глубина фокуса растрового электронного микроскопа позволяет получить и при небольших увеличениях изображение лучшего качества, чем в оптическом микроскопе. По сравнению с просвечивающим электронным микроскопом растровый дает более ценную информацию при небольших увеличениях (до $\times 2000$), не говоря уже о возможности исследования массивных образцов и проведения экспрессных заключений о причинах аварий и разрушений. Хотя верхние пределы увеличений просвечивающего электронного микроскопа и растрового од-

ного порядка, однако в практических исследованиях на растровом электронном микроскопе применяют увеличения в диапазоне до $\times 40000$, так как для большинства объектов такой диапазон увеличений вполне достаточен для выявления структурных особенностей и локальных неоднородностей, представляющих интерес для исследователей.

Подготовка объектов для исследования в растровом электронном микроскопе в основном не требует значительных усилий. Некоторые приготовления все же приходится проводить, так как размеры некоторых объектов превышают максимально допустимые для исследований. Другие объекты поступают в загрязненном виде. Вырезать объекты следует весьма тщательно и аккуратно, чтобы сохранить чистоту и особенность рельефа поверхности. Для очистки загрязнения и предотвращения окисления поверхности предпочтительно перед исследованием очищать металлические объекты в ультразвуковой установке. Биологические объекты и органические материалы также должны быть тщательно подготовлены, покрыты электропроводящим слоем, а если это необходимо, зафиксированы, высушены и обезвожены.

Растровый электронный микроскоп широко используется в различных областях науки и техники. Приведем некоторые наглядные примеры.

Наибольшие успехи достигнуты растровой электронной микроскопией при фрактографическом исследовании процесса разрушения. Исследования усталостного излома образца армко-железа, подвергнутого азотированию при 570°C , гомогенизирующему отжигу при 590°C в течение 3 суток в атмосфере инертного газа, закалке в воде и испытанного на растяжение и сжатие при нагрузке 29 кг/мм^2 , показали наличие шарообразных окисных частиц железа на поверхности, которые и явились центрами зарождения и развития усталостной трещины.

Исследования на изломах ударных образцов экономно легированной конструкционной стали 40ХМФТ позволили выявить наиболее оптимальную технологию термообработки, при которой стали придаются высокие прочностные и хорошие эксплуатационные свойства.

Растровый электронный микроскоп выявляет на поверхности разрушения выделения, выступающие над

ней. Попытки определить размер и форму выделений на границах зерен другими методами оказались безуспешными.

Подобного рода фрактографические исследования приносят информацию не только о форме и размере структурных элементов, но и о роли их в возникновении трещин, их распространении, развитии и торможении.

Наблюдения за изделиями во время механической обработки позволили установить причину ухудшения качества поверхности алюминиевого сплава, легированного железом. Даже небольшие добавки железа приводят к образованию неметаллических включений, которые увеличивают шероховатость поверхности при механической обработке. Удалось идентифицировать эти включения при исследовании поверхности в режиме отраженных электронов и в рентгеновских лучах.

Композиционный материал из плазменно-распыленного алюминия, армированного стержнями боросиликатного карбида, не выдержал испытания. Причину разрушения помог установить растровый электронный микроскоп. Оказалось, при плазменном напылении алюминий не смачивает стержни боросиликатного карбида. На снимке видно, что стержни помещены в цилиндрические отверстия, диаметр которых больше, чем диаметр стержней. В результате отсутствует надежная связь между основой и стержнями, что снизило механическую прочность материала.

Преимущества растровой микроскопии выявляются и при исследовании образцов лунных грунтов. С ее помощью установили не только форму и размеры частиц, но и состав их. Стекланный шарик грунта имеет на поверхности частицы железо-никелевого сплава, окруженные FeS (троилитом). Диаметр шарика 0,31 мм. Размер частиц 10×20 мкм. Исследования позволили предположить механизм образования этих частиц грунта.

Растровая микроскопия эритроцитов крови здорового и больного гепатитом человека помогла установить влияние различных факторов на изменение их формы и размеров. Для этого были получены стереопары и проведена количественная обработка изображения.

Отличительная черта растровой микроскопии — развертка в растр получила широкое распространение в различных типах приборов. Развертка луча в растр, вве-

денная в рентгеновском микроанализаторе, позволила собрать значительно больше информации, чем режим анализа в точке. Без растровой приставки теперь не обходится ни современный просвечивающий электронный микроскоп, ни электронный микроскоп-микроанализатор. В принципе для сканирования могут быть использованы пучки электромагнитных волн или любых частиц.

Оже-микроскопия

В последние годы нашло применение несколько новых методов исследования элементного и химического состава поверхностей твердых тел и тонких пленок. Особенно полезны оказались оже-электронная спектроскопия и растровая оже-микроскопия, которые в настоящее время используются для исследования и анализа самых различных материалов.

Во многих исследованиях, связанных с анализом поверхностей, использование того или иного метода определяется уже самим характером возникшей проблемы и типом необходимой информации. Однако очень часто бывает так, что эту информацию нельзя получить только одним методом. Сравнивая и сопоставляя данные, полученные разными методами на одном и том же участке поверхности, можно подтверждать и отвергать выводы, сделанные на основе информации, полученной с помощью только одного метода. Растровый оже-микроскоп-анализатор отвечает всем этим условиям, объединяя в одной универсальной системе несколько методов анализа строения материалов. Он позволяет проводить оже-электронный анализ поверхности объекта совместно с растровой электронной микроскопией высокого разрешения. Прибор может работать на режимах использования вторичных, отраженных, поглощенных и оже-электронов.

Растровый оже-микроскоп-анализатор проводит разрушающий анализ поверхности массивного объекта с толщины в два атомных слоя при разрешении деталей структуры размера в 500 \AA и, кроме того, точный количественный анализ всех элементов, начиная с лития до урана. Высокая локальная чувствительность прибора позволяет идентифицировать элементы, содержащиеся в количестве менее $0,1\%$ с глубины одного

атомного слоя. Электронный оже-анализ ускоряет определение элементов и упрощает обнаружение даже их следов, он может выдавать количественную и качественную информацию с определенных точек объекта или в процессе сканирования по поверхности.

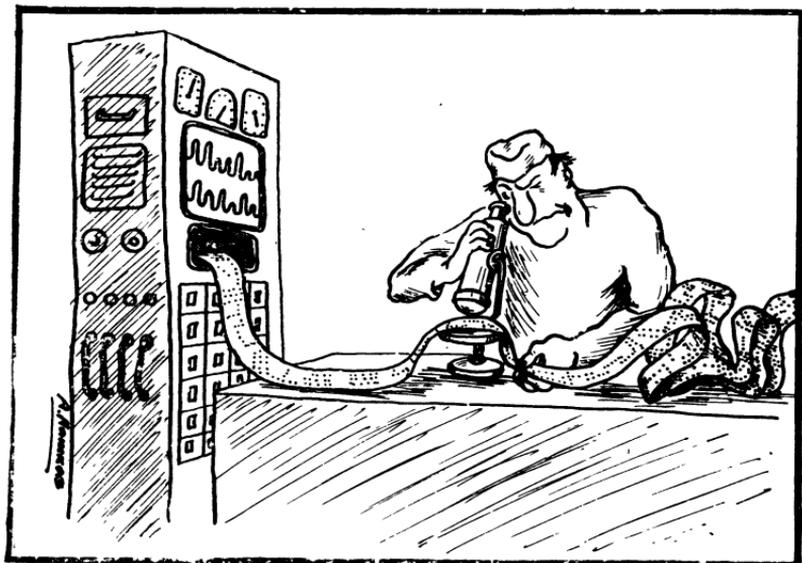
Оже-электроны впервые были открыты в 1925 г. П. Оже, который наблюдал их следы в камере Вильсона. Однако только в последние годы и только благодаря достижениям растровой электронной микроскопии, вакуумной и электронной техники стало возможным создание растрового оже-микроскопа-анализатора.

При взаимодействии первичного электронного пучка с атомами объекта излучаются вторичные и отраженные электроны, наблюдается характеристическое излучение, излучение фотонов и оже-электронов. Остановимся на механизме возникновения оже-электронов. Ускоренные электроны выбивают с внутренних орбит атома электроны, при этом образуются вакансии. Электроны с более высокоэнергетических орбит переходят на эти вакансии. Энергия, высвободившаяся при этих переходах, эмитируется в виде характеристического рентгеновского излучения. Иногда некоторая часть этой энергии передается другим орбитальным электронам, при этом электроны вырываются из сил атомного притяжения — это оже-электроны. Приведенный выше процесс называется оже-переходом. Энергия оже-электрона соответствует его связи, являясь характеристикой испускающего его элемента. Таким образом, мы можем идентифицировать элемент и его химическое состояние измерением энергии оже-электрона.

Энергия оже-электронов изменяется от нескольких до сотен электрон-вольт. Это довольно небольшие энергии, и средний пробег оже-электронов весьма мал. Поэтому мы можем детектировать оже-электроны только от нескольких атомных слоев поверхности объекта, так как энергия оже-электронов, выходящих с более глубоких слоев, частично изменяется или поглощается полностью, идет на образование вторичных электронов и другие процессы. Средняя глубина формирования оже-электронов несколько изменяется в зависимости от атомного номера элемента и обычно составляет от 1 до 10 Å. Таким образом, оже-электронный анализ обладает самой высокой локальностью исследования массивных объектов. Вследствие довольно низкой величи-

пы энергии оже-электронов необходимо создавать в камере объектов разряжение очень высокой степени, по крайней мере 10^{-9} мм рт. ст., что увеличивает размеры и повышает стоимость прибора.

Познакомимся более детально с конструкцией растрового оже-микроскопа-анализатора. Электронно-оптическая колонна почти не отличается от таковой у растрового электронного микроскопа. Она состоит из электронной пушки и системы электромагнитных линз. Условия образования и регистрации оже-электронов требуют пониженных значений ускоряющего напряжения и более мощных токов пучков, чем в растровой электронной микроскопии. Стремление получить хорошее разрешение, наоборот, требует уменьшить размер пучка. В растровом оже-микроскопе-анализаторе найден компромисс. Применяют более яркие пушки с гексаборидлантановым катодом и ускоряющим напряжением до 10 кВ, но с несколько большим диаметром пучка электронов. Яркость гексаборидлантанового катода в 10 раз выше, чем вольфрамового термокатада. Юстировка пушки (центрирование электронного пучка по отношению к оптической оси) осуществляется перемещением с помощью рукояток катодного узла в двух взаимно пер-



пендикулярных направлениях или с помощью специальных электромагнитных катушек, смещающих электронный пучок.

Выходящий из пушки электронный пучок фокусируется с помощью двух конденсорных и одной объективной линзы в зонд диаметром 500 Å на поверхности объекта, что гарантирует надежность оже-электронного анализа при токе луча $5 \cdot 10^{-10}$ А с высокой разрешающей способностью 500 Å.

Сканирование зонда осуществляется отклоняющими катушками, которые расположены в канале объективной линзы; там же расположены и катушки стигматора.

Внизу колонны имеется камера образцов с предметным столиком, где размещается объект. Объект устанавливают так, чтобы его поверхность была перпендикулярна оптической оси колонны.

Камера образцов и электронная пушка, как и в растровом электронном микроскопе, могут быть перекрыты вакуумными заслонками для замены катода и объекта. Система вакуумной откачки у них также автономная.

Объект закрепляется на предметном столике или на турели. На предметном столике можно разместить несколько образцов, но их суммарные размеры не должны превышать 25 мм в длину и ширину, максимально допустимая высота 10 мм. На турели уменьшаются сразу 12 образцов размером $15 \times 15 \times 10$ мм каждый. Столики могут перемещаться в горизонтальной плоскости в двух взаимно перпендикулярных направлениях и вращаться на 360° . Поверхность образцов не обязательно должна быть идеально гладкой, оже-электронный анализ допускает проведение исследования на объектах, имеющих развитый рельеф поверхности.

Под воздействием электронного зонда объект испускает вторичные оже- и отраженные электроны, характеристическое рентгеновское излучение и излучение света. Вторичные и отраженные электроны улавливаются обычным детектором, состоящим из сцинтиллятора и фотоумножителя.

Для оже-электронов применяется специальный детектор с двойным цилиндрическим зеркалом. Принцип его работы следующий. Электроны, выходящие из объекта, попадают в пространство между внутренним и внешним цилиндрами. К ним подводится напряжение

для создания между ними электростатического поля. Пролетая между стенками, электроны испытывают взаимодействие с электростатическим полем и фокусируются в тонкий пучок на выходе детектора. Фокусируются только те электроны, энергия которых соответствует приложенному напряжению. Изменяя напряжение, можно анализировать электроны с различными энергиями. Для оптимального выполнения различных аналитических требований можно менять размер анализируемого пучка, располагая на входе и выходе двойного цилиндрического анализатора энергии кольцевые апертурные диафрагмы разной формы и величины. Апертурные диафрагмы заменяются без нарушения вакуума в камере объектов. Разрешение по энергии подбирается с помощью настройки электронных схем, изменяющих энергию пропускаемых электронов, или механической заменой апертурных диафрагм.

Далее электроны попадают в электронный умножитель. Однако даже после усиления сигнал оже-электронов очень мал, и для его регистрации применяют специальные электронные методы. Разные заводы-изготовители используют разные электронные схемы и методы, но обычно на выходе получают оже-спектр в дифференцированном виде. Он состоит из широких пиков со слабой интенсивностью. Пики накладываются к тому же на спектр вторичных и отраженных электронов. Положение пиков и их размер очень трудно установить вследствие их небольшой величины, а следовательно, трудно провести количественный анализ. Электронные схемы помогают трансформировать спектр, дифференцируя сигнал по энергии. Вследствие этого отношение сигнала к фону увеличивается, и можно точно измерить пики. Интенсивность сигнала измеряется как интенсивность пика минус интенсивность фона, а по интенсивности сигнала судят о концентрации искомого элемента. Эту работу выполняют обычно мини-ЭВМ.

Все элементы, присутствующие в самом верхнем слое поверхности толщиной в несколько ангстрем, в количестве, достаточном для их обнаружения, дают хорошо идентифицируемые пики спектра. При анализе в точке получается спектр, который может быть выведен на дисплей или записан с помощью двухкоординатного самописца.

Электронные микрофотографии структуры поверх-

ности могут быть получены в режиме вторичных и отраженных электронов. Изображение формируется в процессе сканирования электронного луча по экрану кинескопа синхронно со сканированием электронного зонда по поверхности объекта. Изображение во вторичных электронах удобно для наблюдения топографии образца и выбора точки или области для оже-электронного анализа. Разрешение при наблюдении во вторичных электронах на этом типе прибора 200 Å.

Изображение в оже-электронах (оже-изображение) получается модуляцией яркости пятна на экране кинескопа амплитудой выбранного пика оже при сканировании электронного зонда по поверхности объекта. Сканирование электронного зонда происходит синхронно со сканированием электронного луча в кинескопе, так что определенной точке на поверхности объекта соответствует единственное пятно на экране кинескопа. Причем присутствие элемента отображается на экране белой точкой, а отсутствие — черной (не происходит засветка экрана). Получаемое изображение показывает пространственное распределение выбранного элемента на определенном участке поверхности. Последовательное получение оже-изображений всех элементов, пики которых присутствуют в спектрах, дает полную картину состава поверхностного слоя. Распределение элементов можно легко сопоставить с топографией поверхности, сравнивая оже-изображения с электронной микрофотографией во вторичных электронах.

Получить сверхвысокий вакуум особенно важно в исследованиях поверхностей. Это означает свести к минимуму попадание посторонних веществ на образец, устраняя тем самым возможность получения искаженных данных из-за постоянно меняющихся условий на поверхности. При наличии загрязнений будет измеряться их состав, а не состав поверхности объекта. Сверхвысокий вакуум необходим и при анализе свежеприготовленной поверхности. Вакуумная система растрового оже-микроскопа-микроанализатора имеет безмасляную систему откачки, что позволило увеличить создаваемое разряжение и предотвратить загрязнение объекта. Основная откачка прибора осуществляется одновременно насосами двух типов — титановым сублимационным и ионным. Для смены объектов оборудована специальная шлюзовая камера, в которой предварительную откачку

производят абсорбционным насосом. Время замены объекта составляет всего несколько минут.

Растровый оже-микроскоп-анализатор имеет целый ряд дополнительных устройств и приспособлений, значительно расширяющих его возможности. Работой всех систем по обработке данных, включая анализ и запоминание информации, вывод данных на дисплей, усреднение сигнала и математическую обработку результатов, управляет мини-ЭВМ. Начальные данные могут вводиться оператором при помощи «светового карандаша» на экране дисплея. Большой набор стандартных программ позволяет проводить количественный анализ без эталона.

Во многих исследованиях требуется определить изменение химического состава в зависимости от глубины слоя. Эти анализы выполняют с помощью встроенной в растровый оже-микроскоп-анализатор ионной пушки. Оже-электронный анализ выполняется одновременно с ионным травлением поверхности объекта, и строятся зависимости изменения химического состава по глубине. Могут регистрироваться до шести пиков оже, а их амплитуда автоматически измеряется и наносится на график. В результате выясняется распределение состава по глубине.

Устройство для разрушения объекта позволяет разломать его непосредственно внутри камер образцов. Анализируется полученная свежая поверхность, избежавшая загрязнений и воздействия атмосферы. Мощности этого приспособления достаточно для разлома металлов, керамики и многих других материалов.

Разработано устройство для нагрева объекта до 1100°C и охлаждения его до криогенных температур (до -190°C). Есть приставка, обеспечивающая нейтрализацию заряда. Она необходима при анализе непроводящих объектов, на поверхности которых при работе накапливается заряд. Устройство гарантирует постоянно поверхностного потенциала объекта.

Кристаллические объекты исследуются приставкой для дифракции медленных электронов; она дает картину дифракции медленных электронов, а следовательно, информацию о кристаллографических ориентировках и расположении атомов в решетке.

Можно привести типичные примеры исследований,

проводимых на растровом оже-микроскопе-анализаторе.

Оже-электронный анализ позволяет получить подробную информацию о сегрегации примесей по границам зерен; наличие сегрегаций может отрицательно сказываться на механических и эксплуатационных свойствах. В камере образцов (для того, чтобы исключить воздействие атмосферы) был разломан образец конструкционной стали. Анализ спектров показал повышенное содержание фосфора, сурьмы, углерода и никеля на границе зерен. Чтобы прояснить картину распределения элементов на границе зерен, получили картины распределения этих элементов в оже-электронах. Изображения железа и фосфора показали более или менее равномерное распределение этих элементов по поверхности; сурьмы и никеля — наличие сегрегаций по границам некоторых зерен. С помощью оже-спектров, полученных из областей с высокой и низкой концентрацией сурьмы, установлена взаимосвязь между концентрациями сурьмы и никеля. Послойный анализ показал, что сегрегирующие элементы обычно локализованы в пределах 10 \AA от границы зерен. Наличие подобных сегрегаций привело к повышенной хрупкости стали.

Следующий пример. Образец стали с медным покрытием был нагрет в вакууме до температуры 700°C . На поверхности появились области с высоким содержанием серы, хотя содержание серы в стали не превышало $0,5\%$. Было замечено, что содержание углерода и кислорода на поверхности уменьшается при термообработке. Детальное распределение серы было получено с помощью максимально тонкого зонда и сканирования по поверхности. Замечено, что сера располагается в области с низким содержанием углерода, а углерод там, где имеется пониженное содержание серы. Таким образом нагревание изменило строение поверхности, что привело к локальной коррозии и разрушению этого материала.

Микрорентгеноспектральный анализ, проведенный в растровом электронном микроскопе, обнаружил в хромо-никелевом сплаве карбиды и бориды хрома. В растровом оже-микроскопе-анализаторе был проведен послойный анализ с применением ионного травления. Изображение распределения бора и хрома, полученное в оже-электронах, позволило утверждать о присут-

ствии только боридов хрома. Карбиды хрома были обнаружены вследствие загрязнения поверхности образца.

Исследования полупроводника — диода Зенера позволили устранить высокие фоновые характеристики диода (шум). Изображения в отраженных электронах, а также распределение углерода, кремния и кислорода, полученные в оже-электронах, установили наличие сегрегации кислорода на периферийной части диода, что привело к повышению его «шумовых» характеристик.

Бумажные пакеты для хранения молочной продукции стали часто рваться. Оже-электронный анализ нашел причину: оказалось, что слой полиэтилена иногда не прилипает к алюминиевой фольге. Слипанию препятствуют небольшие количества силиконового масла, падающие на поверхность алюминиевой фольги.

* * *

Мы постарались рассказать о некоторых популярных приборах для исследования микроструктуры вещества, а также и о тех, которые еще только «завоевывают» потребителя. По мере роста человеческих знаний будут создаваться новые приборы и разрабатываться новые методы исследований. Уже над новыми поколениями полностью автоматизированных микроскопических систем успешно работают ученые. Эти приборы послужат делу дальнейшего прогресса науки и техники, созданию качественно новых машин и материалов, внедрению новых технологических процессов, совершенствованию способов лечения различных заболеваний.

Колонка лектора

□ Первый промышленный просвечивающий микроскоп с магнитными линзами — «Сименс» (Германия) — в 1939 г. имел разрешение 25 \AA (ускоряющее напряжение 60 кВ) и занимал площадь в 40 м^2 (вместе с вакуумной системой и блоками высоковольтного питания). С его помощью можно было исследовать только очень тонкие биологические пленки (бактерии) толщиной до 500 \AA . Современный электронный микроскоп Тесла-БС242 (Чехословакия) на то же напряжение размещается на письменном столе.

□ В лаборатории электронной оптики в Тулузе (Франция) создан электронный микроскоп с ускоряющим напряжением 3 МВ. Высота колонны микроскопа 5 м.

□ Японский электронный микроскоп фирмы «ДЖЕОЛ», установленный в Институте металлургии АН СССР (Москва), имеет следующие характеристики: гарантированное разрешение $3,1 \text{ \AA}$; диапа-

зон увеличений от 150 до 500 000 раз; ускоряющее напряжение изменяется ступенчато от 50 кВ до 1 МВ.

□ Первый растровый электронный микроскоп с двухлинзовой системой, использующий для формирования изображения вторичные электроны, был создан В. Зворыкинским (США) в 1942 г. Он имел разрешающую способность всего 500 Å и занимал площадь около 30 м². Современный растровый микроскоп РЭМ-100 (СССР) занимает площадь 5 м² и имеет разрешение 100 Å.

□ Современный рентгеновский микроанализатор такой, как РЭМ-100У (СССР), Camebax фирмы «Камека» (Франция) или Суперзонд 733 фирмы «ДЖЕОЛ» (Япония) представляет собой модульную систему растровой электронной микроскопии и микроанализа, позволяющую получать из одной системы различные варианты приборов — от обычного растрового электронного микроскопа до микроанализатора с четырьмя рентгеновскими спектрометрами и многочисленными приставками РЭМ-100у. Разрешающая способность 100 Å. Ускоряющее напряжение от 1 до 50 кВ. Диапазон увеличений от 40 до 100 000 раз. Рентгеновских спектрометров 4; возможно подсоединение спектрометра энергетической дисперсии. Анализируемые элементы от бора (5) до урана (92). Максимальные размеры анализируемого образца — диаметр 30 мм, высота 25 мм.

□ С помощью оже-анализаторов можно исследовать структуру и определять химический состав с глубины в несколько ангстрем. Подобные приборы производят несколько фирм: ДЖАМП-10, «ДЖЕОЛ» (Япония), модели 550, 590, «Физикал электроникс индастриз» (США), УНИ, «Рибер» (Франция).

□ ДЖАМП-10, диаметр электронного зонда 500 Å. Пространственное разрешение 500 Å. Ток зонда от 10⁻¹¹ до 5·10⁻⁶ А. Ускоряющее напряжение изменяется ступенчато — от 1 до 10 кВ. Диапазон увеличений от 45 до 20 000. Чувствительность прибора менее 0,5% весового содержания в поверхностном слое глубиной несколько ангстрем. Можно анализировать все элементы периодической таблицы, начиная с бора.

□ Применение дополнительных отклоняющих катушек в электронно-оптической системе просвечивающих электронных микроскопов позволило изготовителям отказаться от устройств механической юстировки пушки, что ускорило процесс исследований, улучшило качество снимков, увеличило срок службы катодов.

□ Для своих просвечивающих электронных микроскопов фирма «Оптон» (Австрия) разработала новую систему вакуумной откачки без диффузионного насоса. Она состоит из форвакуумного и геттера-ионного насоса. Подобная система дает возможность улучшить вакуум до 10⁻⁷ мм рт. ст., значительно уменьшить загрязнение колонны и образца, увеличить срок службы катода и сократить расход электроэнергии.

□ Японские фирмы «ХИТАШИ» и «ДЖЕОЛ», а также фирма «Оптон» применяют телевизионные устройства для исследований в просвечивающем микроскопе. Под откидывающимся флуоресцентным экраном помещают телевизионную камеру; она через ряд электронных устройств связана с телевизором, на экран которого и проектируется изображение образца. Устройство повышает наглядность, позволяет демонстрировать различные структуры аудитории и проводить количественную оценку структуры.

□ Ионная пушка в комплекте с оже-анализатором дает возмож-

ность провести масс-спектрометрию вторичных ионов, испускаемых поверхностью объекта, т. е. высокоточный химический анализ практически всех элементов периодической таблицы, присутствующих на поверхности объекта.

□ Благодаря усовершенствованию электронно-оптической колонны РЭМ, повышению точности ее изготовления, а также получению более низкой степени вакуума в колонне фирмам «ДЖЕОЛ» «ХИ-ТАШИ» и «ФИЛИПС» (Голландия) удалось достичь разрешения в 70 \AA , а с катодом из гексаборида лантана — в 50 \AA .

□ Повышенное ускоряющее напряжения до 50 кВ на растровом электронном микроскопе позволяет конкурировать таким приборам с микроанализаторной приставкой с приборами, сконструированными только для микроанализа.

ДЛЯ БОЛЕЕ ГЛУБОКОГО ИЗУЧЕНИЯ ТЕМЫ РЕКОМЕНДУЕМ СЛЕДУЮЩУЮ ЛИТЕРАТУРУ:

Панов В. А., Андреев Л. Н. Оптика микроскопов. Л., Машиностроение, 1976.

Ванштейн Б. К. Современная кристаллография. Т. 1. Симметрия кристаллов. Методы структурной кристаллографии. М., Наука, 1979.

Томас Г. Электронная микроскопия. М., ИЛ., 1963.

Утевский Л. М. Дифракционная электронная микроскопия в металловедении. М., Металлургия, 1973.

Васичев Б. Н. Электронно-зондовый микроанализ тонких пленок. М., Металлургия, 1977.

Практическая растровая электронная микроскопия. Под ред. Дж. Гоулдстейна и Х. Яковица. М., Мир, 1978.

Юрий Алексеевич КУЛАКОВ ЭЛЕКТРОННАЯ МИКРОСКОПИЯ

Главный отраслевой редактор Л. А. Ерлыкин

Редактор Г. И. Флиорент

Мл. редактор Н. А. Львова

Обложка художника А. А. Смирнова

Худож. редактор М. А. Гусева

Техн. редактор А. М. Красавина

Корректор В. В. Каночкина

ИБ № 4230

Сдано в набор 5.01.81 г. Подписано к печати 16.01.81 г. Т01437. Формат бумаги $84 \times 108 \frac{1}{32}$. Бумага № 2. Гарнитура литературная. Печать высокая. Усл. печ. л. 3,36. Усл. кр.-отт. 3,675. Уч.-изд. л. 3,5. Тираж 49 960 экз. Заказ № 16. Цена 11 коп. Издательство «Знание». 101835, ГСП, Москва, Центр, проезд Серова, д. 4. Индекс заказа 814403. Типография Всесоюзного общества «Знание». Москва, Центр, Новая пл., д. 3/4.

11 коп.

Индекс 70067

