

Katedra Fizyki Ciała Stałego Uniwersytetu Łódzkiego

Ćwiczenie 7

Elektronowy mikroskop skaningowy-analogowy w badaniach morfologii powierzchni ciała stałego.

Cel ćwiczenia: Celem ćwiczenia jest zapoznanie się z budową, działaniem, obsługą oraz podstawowymi zastosowaniami skaningowego mikroskopu elektronowego-analogowego **BS 340** Tesla.

Plan prac badawczych

1. Konstrukcja mikroskopu **BS 340** Tesla, nauka obsługi.
2. Blokowy charakter sterowania mikroskopem: system próżniowy, układ elektrooptyczny wiązki elektronowej, system wybierania, układ detektora SE, system rejestracji obrazu, układ goniometru z próbką.
3. Badanie wpływu energii wiązki elektronowej na parametry obrazu dla: 20 keV, 15 keV, 10 keV, 5 keV i mniej niż 5 keV dla możliwie minimalnych i maksymalnych powiększeń, przy WD=30mm próbki.
4. Uzyskiwanie maksymalnego powiększenia (obraz poprawny) przy energii wiązki 20 keV i 5 keV dla różnych odległości WD próbki.
5. Pomiar głębi ostrości mikroskopu dla różnych odległości próbki (WD) i ustalonych powiększeń obrazu, dla energii wiązki 20 keV. Otrzymane wyniki należy porównać z wyliczeniami teoretycznymi.
6. Aplikacje: preparatyka i rejestracja wybranych próbek z różnych dziedzin nauki i techniki
 - a) Obserwacja mikrostruktur układów elektronicznych. Ocena stopnia ich miniaturyzacji.
 - b) Badanie wpływu procesów trawienia chemicznego i jonowego na topografię powierzchni próbek polikrystalicznych i monokrystalicznych.
 - c) Obserwacja mikrokrystalicznych struktur w minerałach naturalnych.
 - d) Przygotowanie i obserwacja preparatów biologicznych

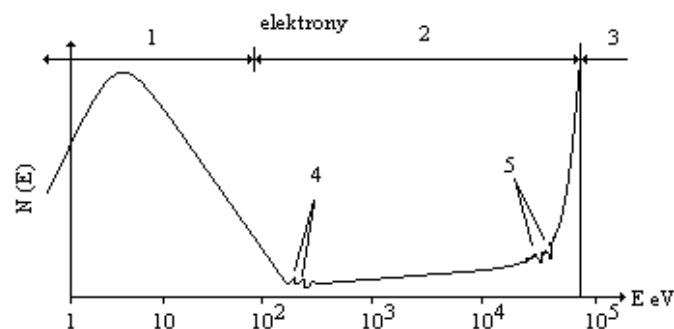
7. Praca mikroskopu w modzie katodoluminescencyjnym (CL)
8. Badania powierzchniowych struktur magnetycznych w kobalcie

Uwaga: Preparaty o charakterze testowym dla pkt.2, 3, 4 dostarczy prowadzący zajęcia, część preparatów dla realizacji pkt.5 i 6 przygotowuje wykonujący ćwiczenie student.

Wstęp teoretyczny

BUDOWA, PODSTAWOWE PARAMETRY.

Mikroskop elektronowy skaningowy jest przyrządem, w którym wiązka elektronów jest przemieszczana po badanym obszarze preparatu podobnie jak w kineskopie telewizyjnym tj. wzdłuż kolejnych równoległych linii. W każdym punkcie analizowanego obszaru elektrony te oddziałują z atomami powierzchni badanego preparatu ulegając m.in. częściowemu odbiciu i absorpcji, wywołując emisję elektronów wtórnych, elektronów Augera i promieniowania rentgenowskiego. Widmo energii emitowanych elektronów przedstawione jest na poniższym rysunku.



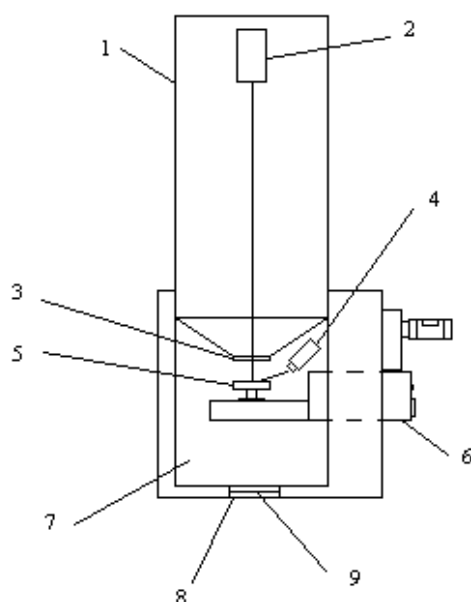
Widmo energetyczne elektronów generowanych przez padającą wiązkę pierwotną.

$N(E)$ jest lb elektronów/sek

- 1 – elektrony wtórne (*SE*)
- 2 – elektrony wstecznie rozproszone
- 3 – elektrony wstecznie rozproszone, sprężyste (*BSE*)
- 4 – elektrony Augera
- 5 – elektrony rozproszone nieelastycznie (np. tracące energię na wzbudzenie plazmonów)

Odbite i emitowane przez próbkę elektrony lub promieniowanie elektromagnetyczne są wychwytywane przez odpowiednie detektory, a uzyskane sygnały po wzmacnieniu sterują natężeniem wiązki elektronów w zewnętrznym monitorze, na którego ekranie widoczny jest powiększony obraz badanego preparatu. Układ odchylenia wiązki w tym mikroskopie steruje jednocześnie odchyleniem wiązki po ekranie monitora. Uzyskujemy tym sposobem synchronizację pomiędzy, kolejnymi wybieranymi na powierzchni preparatu punktami, a odpowiadającymi im punktami obrazu na ekranie.

Schemat budowy skaningowego mikroskopu elektronowego jest przedstawiony poniżej:1

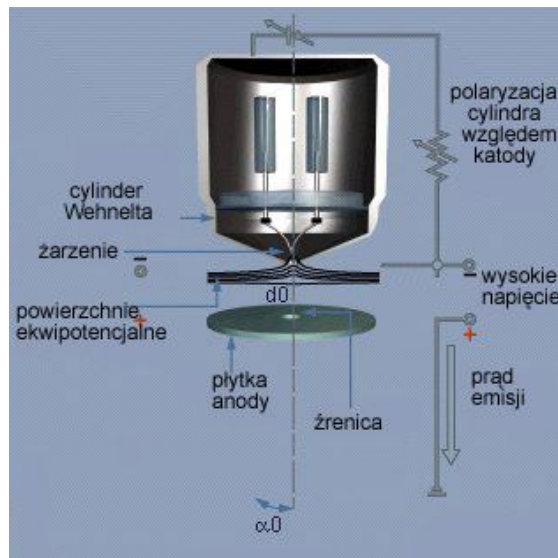


- 1 – kolumna mikroskopu
- 2 – działło elektronowe
- 3 – obiektyw
- 4 – detektor elektronów wtórnych
- 5 – stolik z próbką
- 6 – śluza do komory próżniowej preparatu
- 7 – komora preparatu
- 8 – odprowadzenie do układu próżniowego
- 9 – układ pompowy wysokiej próżni

1. Działło elektronowe

Wiązka elektronów jest wytwarzana przez działło elektronowe na szczycie kolumny mikroskopu. Źródłem elektronów jest, w przypadku mikroskopu użytkowanego w niniejszym ćwiczeniu, żarząca się wolframowa katoda (włókno w kształcie litery V). Pole elektryczne w

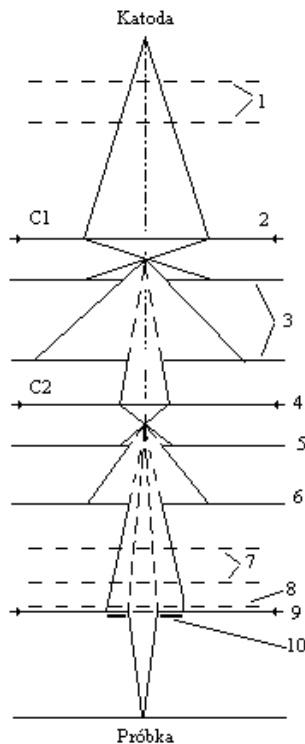
działe elektronowym kieruje wyemitowane z niewielkiego obszaru na powierzchni katody elektrony do małego otworu – źrenicy elektrono-optycznej. Następnie elektrony są rozpędzane (przyspieszane) w kolumnie mikroskopu, w kierunku anody, z energią od kilkuset do kilkudziesięciu tysięcy elektronowoltów.



Schemat budowy działła elektronowego.

2. Układ elektronoptyczny

Ważnym elementem budowy mikroskopu jest układ formowania oraz skupiania wiązki elektronów. Formowanie rozbieżnej wiązki elektronów wychodzącej spod anody odbywa się w układzie soczewek elektromagnetycznych zwanych soczewkami kondensora. Najczęściej w kolumnie znajdują się dwie takie soczewki oraz przesłona kondensora. Przesłona kondensora odcina elektrony rozproszone, a kondensory zmieniają średnicę, natężenie oraz ogniskowanie wiązki elektronów na preparacie. Ponadto w tym układzie znajdują się cewki odchyłanie X oraz Y, zsynchronizowane z monitorem, mające za zadanie przemieszczanie wiązki po preparacie. Pod nimi znajduje się obiektyw i ostatnia przysłona zwana aperturową. Ponieważ soczewka obiektywu decyduje w znacznym stopniu o jakości obrazu to musi być ona wykonana z jak największą precyzją. Soczewki elektromagnetyczne w kolumnie mikroskopu obarczone są szeregiem wad odwzorowania. Najistotniejszą, z praktycznego punktu widzenia, jest astygmatyzm soczewki obiektywowej. Celem eliminacji tej wady soczewka obiektywowa wyposażona jest w stygmator, który w znacznym stopniu koryguje wadę astygmatyzmu obrazu.

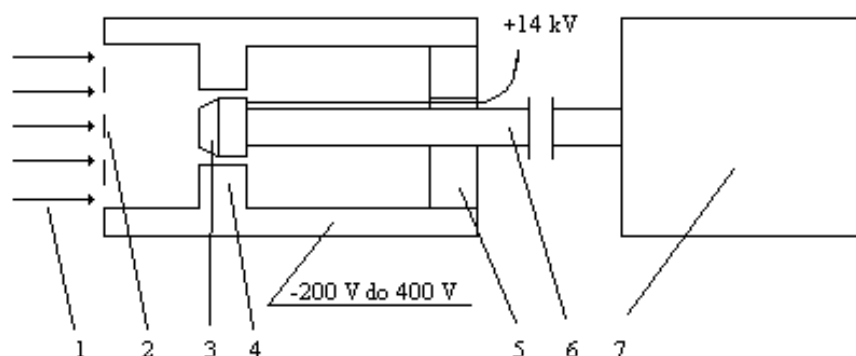


Schemat układu elektrooptycznego w kolumnie mikroskopu Tesla BS 340.

- 1 – cewki centrowania wiązki
- 2 – pierwszy kondensator
- 3 – przesłony
- 4 – drugi kondensator
- 5 i 6 – przesłony
- 7 – cewki odchylenia XY
- 8 – stygmator
- 9 – obiektyw
- 10 – przesłona aperturowa

3. Detektor elektronów wtórnych

Składa się on z siatki, scyntylatora i fotopowielacza. Ze względu na małe energie elektronów wtórnych, do siatki wejściowej detektora jest przyłożone dodatnie napięcie, zatem elektrony wtórne opuszczające próbkę są wciągane do wnętrza detektora. Następnie są one przyspieszane potencjałem około 10 kV i padają na scyntylator wywołując w jego materiale błyski scyntylacyjne rejestrowane przez fotopowielacz. Dalej już jako impulsy elektryczne sygnały te są wzmacniane i przesyłane poza detektor do układów elektronicznych mikroskopu. Ten typ detektora nazywany jest detektorem Everharta-Thornleya i jest powszechnie stosowanym w detekcji elektronów wtórnych.



Schemat detektora elektronów wtórnych.

- 1 – rejestrowane elektrony wtórne
- 2 – siatka metalowa
- 3 – scyntylator
- 4 – metalowa obudowa kolektora elektronów
- 5 – izolator
- 6 – światłowód
- 7 – fotopowielacz

GLÓWNE PARAMETRY ELEKTRONOWEGO MIKROSKOPU SKANINGOWEGO

Powiększenie mikroskopu, które jest równe stosunkowi długości boku ekranu do długości boku obszaru skanowanego na próbce przez wiązkę elektronów. Można uzyskiwać powiększenia z zakresu od 10 do 500000 razy.

Zdolność rozdzielcza mikroskopu, która głównie zależy od średnicy elektronowej wiązki skupionej na próbce oraz rodzaju wybranego sygnału. Największą zdolność rozdzielczą zapewnia wykorzystanie elektronów wtórnych do tworzenia obrazu, gdyż ich obszar wzbudzenia jest porównywalny ze średnicą wiązki. W mikroskopach, w których źródłem elektronów jest żarząca się spirala wolframowa uzyskuje się zdolność rozdzielczą maksymalnie do 3,5 nm.

Głębia ostrości obrazu w mikroskopie skaningowym, ze względu na stosowane małe kąty apertury, jest również, wielokrotnie większa niż w zwykłym mikroskopie optycznym.

Teoretyczną wartość głębi ostrości można oszacować na podstawie następującego wzoru:

$$G = \frac{d_0}{M \cdot \varphi} \quad (1)$$

gdzie: G – głębia ostrości

d_0 – rozdzielczość ludzkiego oka (przyjmuje się około 0,2 mm)

M – powiększenie mikroskopu

φ - apertura obiektywu (w radianach), jest to połowa kąta „rozwarcia” wiązki.

Metodyka pomiarowa

Pomiar głębi ostrości

W ćwiczeniu wyznacza się głębię ostrości mikroskopu dla ustalonego powiększenia (najczęściej 3000x) i różnych odległości próbki-testu od obiektywu (tzn. różnego dystansu pracy-WD). Jako próbkę testującą wykorzystujemy fragment pamięci EPROM z równolegle naniesionymi ścieżkami obwodów (widoczne są one w powiększeniu 3000x).

Różne odległości preparatu od obiektywu powodują, przy stałym otworze ostatniej diafragmy aperturowej, równej w użytkowanym mikroskopie 500 μ m, zmianę kąta apertury wiązki, a tym samym zmianę głębi ostrości zgodnie ze wzorem (1).

W pierwszym kroku należy wykonać zdjęcie powierzchni próbki-testu w dużym powiększeniu (np. 3000x), wydrukować zdjęcie i dokładnie zwymiarować. Należy zwymiarować szerokość ścieżek (jaśniejsze paski) oraz szerokość przerw między nimi.

Następnie ustawiamy próbkę prawie pionowo (równoległe do wiązki) i obserwujemy, ostro widoczną, pewną liczbę ścieżek. Liczba ostro widzianych ścieżek będzie różna dla różnych odległości próbki-testu od obiektywu mikroskopu (różny dystans pracy-WD).

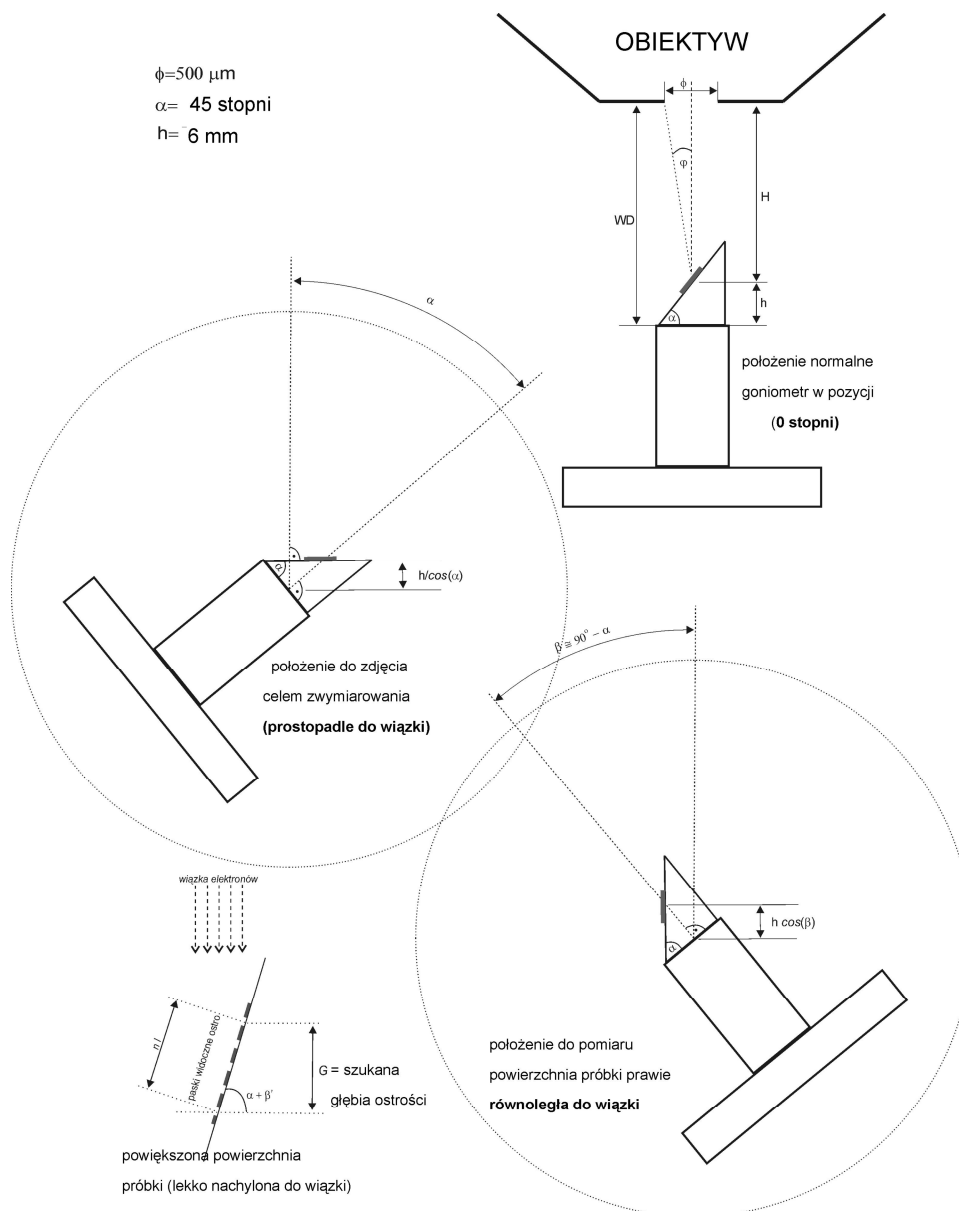
Mnożąc liczbę ostro widzianych ścieżek przez ich szerokość (w wymiar ten wchodzi szerokość ścieżki plus odstęp między ścieżkami), otrzymamy szukaną głębię ostrości w mikrometrach.

Szerokość ścieżek i odstępów między nimi odczytujemy z uprzednio zwymiarowanego zdjęcia powierzchni próbki-testu (zdjęcie to wykonano gdy powierzchnia jego była ustawiona prostopadle do wiązki elektronów)

Przy wykonywaniu powyższych czynności należy zwrócić szczególnie uwagę na ustawienie powierzchni próbki-testu, najpierw prostopadle do wiązki elektronów (dla potrzeb zdjęcia do zwymiarowania), a później prawie pionowe, dla pomiaru głębi ostrości.

Aby nie „zgubić” obserwowanego obszaru, należy wszelkie ruchy stolikiem i goniometrem wykonywać powoli, małymi krokami, często zmieniając w razie potrzeby powiększenie, stale obserwując na bieżąco obraz na ekranie mikroskopu.

Schemat układu doświadczalnego, oraz jego ustawienia do badania pod kątem 0° i 90° przedstawiono poniżej na rysunku:



Literatura

1. J.Sokołowski, B.Pluta, M.Nosiła „Elektronowy mikroskop skaningowy”, Skrypt uczelniany Nr 834, Politechnika Śląska, Gliwice 1979.
2. L.Dobrzański,E.Hajduzek „Mikroskopia świetlna i elektronowa”, Wyd.N-T, W-wa, 1987.
3. Ian M.Watt „The principles and practice of electron microscopy”, Cambridge University Press, Cambridge, 1985.
4. „Practical Scanning Electron Microscopy”, eds. J.I.Goldstein, H.Yakowitz, Plenum Press, New York 1975.
5. L.Reimer „Scanning Electron Microscopy”, Springer, Berlin 1985
6. A.Oleś „Metody doświadczalne fizyki ciała stałego”, (wyd. II) Wyd.N-T, W-wa, 1998.