

Программа
краткосрочного повышения квалификации преподавателей и научных работников
высшей школы по направлению
«Методы диагностики и исследования наноструктур»
на базе учебного курса

«Введение в растровую электронную микроскопию»

Цель: изучение физических принципов функционирования, устройства и основных методов измерений с помощью растрового электронного микроскопа.

Категория слушателей: преподаватели и научные работники высшей школы

Срок обучения: 24 часа

Форма обучения: с частичным отрывом от работы

Режим занятий: 8 часов в день

Целью данного курса является ознакомление с физическими принципами функционирования и устройством растрового электронного микроскопа, а также основными методами измерений, проводимыми с его помощью.

Требования к уровню освоения учебного курса

Преподаватели должны:

- Знать:
 - область применения растровой электронной микроскопии (РЭМ);
 - физические принципы РЭМ и рентгеновского микроанализа;
 - устройство растрового электронного микроскопа;
 - информативность контраста изображений в РЭМ.
- Иметь навыки:
 - сбора, систематизации и анализа научно-технической и другой профессиональной информации в области применения РЭМ;
 - включать приобретенные знания о РЭМ в уже имеющуюся систему знаний и применять эти знания в самостоятельных методических разработках;
 - переносить полученные знания о РЭМ на смежные предметные области и к использованию этих знаний для построения междисциплинарных методических разработок.
- Иметь представление:
 - о методах калибровки РЭМ;
 - о процедуре получения изображений с помощью РЭМ;
 - о процедуре проведения локального элементного состава поверхности с помощью рентгеновского микроанализа;
 - о предельном разрешении РЭМ;
 - о причинах возникновения и коррекции астигматизма в РЭМ;
 - о явлении контаминации;
 - о процедурах получения изображения диэлектрических объектов.

Научные работники должны:

- 1.Знать:
 - область применения растровой электронной микроскопии (РЭМ);
 - физические принципы РЭМ и рентгеновского микроанализа;
 - устройство растрового электронного микроскопа;
 - информативность контраста изображений в РЭМ.
- 2.Иметь навыки:
 - получения изображения исследуемого объекта с помощью РЭМ;
 - проведения локального элементного состава поверхности с помощью рентгеновского микроанализа;

- сбора, систематизации и анализа научно-технической и другой профессиональной информации в области применения РЭМ;
- планирования и проведения исследований и экспериментов с использованием РЭМ;
- генерировать новые плодотворные научно-технические и инновационные идеи с использованием РЭМ;
- переносить полученные знания о РЭМ на смежные предметные области и к использованию этих знаний для создания новых объектов техники и технологии и для инновационной деятельности;
- 3. Иметь представление:
 - о методах калибровки РЭМ;
 - о предельном разрешении РЭМ;
 - о причинах возникновения и коррекции астигматизма в РЭМ;
 - о явлении контаминации;
 - о процедурах получения изображения диэлектрических объектов.

Учебный курс «Введение в растровую электронную микроскопию» состоит из дистанционной и очной частей.

Дистанционная часть учебного образовательного курса обеспечивает слушателя необходимым объёмом знаний по выбранной тематике, включая подготовку слушателя к проведению лабораторного практикума. Задача дистанционной составляющей учебного курса – подготовить слушателя к очному посещению лаборатории в Московском физико-техническом институте.

В дистанционной (теоретической) части учебного курса изложены физические основы формирования изображения в растровом электронном микроскопе, информативность режимов сбора истинно вторичных и упругоотраженных электронов, сбора рентгеновского излучения, принципы калибровки атомно-силового микроскопа, а также некоторые рекомендации по практической работе – выбор ускоряющего напряжения, способы коррекции астигматизма. Теоретическая часть учебного курса состоит из шести лекций:

Лекция 1: Физические основы растровой электронной микроскопии

Вторичная электронная эмиссия. Энергетический спектр вторичных электронов. Неупруго- и упругоотраженные электроны. Истинно вторичные электроны. Характеристическое рентгеновское излучение. Оже-электроны. Область рассеяния первичного пучка электронов. Область генерации истинно-вторичных электронов, упругоотраженных электронов, оже-электронов, непрерывного и характеристического рентгеновского излучения. Длина свободного пробега и глубина выхода электронов для металлов и диэлектриков. Вклад отраженных электронов в генерацию вторичных электронов. Коэффициент эмиссии истинно вторичных электронов, коэффициент отражения.

Лекция 2: Контраст изображений растровой электронной микроскопии

Эффективная область эмиссии вторичных электронов и ее зависимость от геометрии образца. Усиление эмиссии при исследовании объектов с характерными размерами порядка глубины выхода электронов. Глубина фокуса в растровой электронной микроскопии. «Безоптическое» построение изображения исследуемого объекта. Контраст изображения в отраженных электронах. Топографический контраст, элементный контраст в отраженных электронах и способы их получения. Эффект каналирования.

Лекция 3: Введение в рентгеновский микроанализ

Спектр характеристического рентгеновского излучения. Модель энергетических уровней. Энергия уровней атома водорода. Закон Мозли. Возбуждение атомов электронным ударом. Эффективность возбуждения рентгеновского излучения электронным ударом. Непрерывный рентгеновский спектр тормозного излучения. Формула Крамерса. Количественный рентгеновский микроанализ. Предел

чувствительности микроанализа. Артефакты: поглощение излучения на входном окне детектора, переизлучение, суммирование интенсивностей. Пространственное разрешение микроанализатора.

Лекция 4: Устройство и работа растрового электронного микроскопа. Часть 1:

Электронная оптика

Структурная схема микроскопа. Источник электронов. Цилиндр Венельта. Трёхэлектродная электронная пушка. Кроссовер. Зависимость диаметра кроссовера от температуры и ускоряющего напряжения. Яркость пучка электронов. Сравнение термоэмиссионных (вольфрам, гексаборид лантана) и автоэмиссионных катодов. Электромагнитные линзы. Двуполюсные, квадрупольные и октупольные линзы и их предназначение. Диафрагмирование пучка электронов. Сферические и хроматические aberrации. Полный диаметр зонда. Оптимальный апертурный угол для получения минимального диаметра электронного зонда. Оценка срока службы термоэмиссионного вольфрамового катода. Сканирование электронным зондом.

Лекция 5: Устройство и работа растрового электронного микроскопа. Часть 2:

Регистрирующая система

Детектор вторичных электронов Эверхатра-Торнли. Дegrадация сцинтиллятора. Полупроводниковый детектор отраженных электронов. Темновой ток и методы его уменьшения. Сравнение твердотельного и сцинтилляционного детекторов. Волновой детектор характеристического рентгеновского излучения. Закон Брегга-Вульфа. Круг Роуанда. Кристаллы-анализаторы. Разрешение волнового детектора. Энергодисперсионный детектор характеристического рентгеновского излучения. Легирование полупроводникового кристалла-детектора. Разрешение энергодисперсионного детектора.

Лекция 6: Некоторые приемы работы на растровом электронном микроскопе

Выбор ускоряющего напряжения. Получение изображения структуры поверхности. Получение изображения с высоким разрешением. Выбор раstra и скорости сканирования. Соотношение «сигнал-шум». Приемы коррекция астигматизма. Осаждение, индуцированное электронным пучком. Калибровка растрового электронного микроскопа с помощью рельефной меры МШПС-2.0 К. Стереоскопические изображение и способ определения высоты объекта.

Очная (экспериментальная) часть учебного курса заключается в изучении принципов функционирования растрового электронного микроскопа Quanta 200 (FEI). В ходе работы слушатель знакомится:

- 1) с основными узлами микроскопа,
 - 2) с управляющей программой микроскопа,
- и обучается:
- 3) приемам фокусировки электронного зонда и коррекции астигматизма с помощью контаминации, индуцированной электронным пучком
 - 4) получению изображений в режиме сбора истинно вторичных и упругоотраженных электронов,
 - 5) получению изображений непроводящих образцов в режиме низкого вакуума,
 - 6) получению и расшифровке спектров характеристического рентгеновского излучения,
 - 7) принципам калибровки растрового электронного микроскопа.

Методические рекомендации по реализации учебной программы

На дистанционную и очную части учебного курса отводится по 12 часов соответственно. Полное содержание лекций в электронной дистанционной части учебного курса находится на сайте www.nanoobr.ru. Для контроля степени освоения теоретической части учебного курса (лекций) используются **тестовые вопросы** для самопроверки и **контрольные вопросы**.

Тестовые вопросы к курсу

«Введение в растровую электронную микроскопию»

Лекция 1: Физические основы растровой электронной микроскопии

1.1. Какой диапазон энергии приписывается истинно вторичным электронам?

- А) $50 < E < 150$ эВ
Б) $0 < E < 50$ эВ
В) $0 < E < 150$ эВ
Г) $0 < E < 1500$ эВ

1.2. Средняя свободная длина пробега вторичных электронов в металлах?

- А) 1 \AA
Б) 10 \AA
В) 100 \AA
Г) 1000 \AA

1.3. От каких параметров зависит коэффициент вторичной электронной эмиссии?

- А) Энергии первичного пучка
Б) Угла падения (рельефа образца)
В) Состава исследуемого образца
Г) Все вышеперечисленное

1.4. Порядок глубины области генерации оже-электронов?

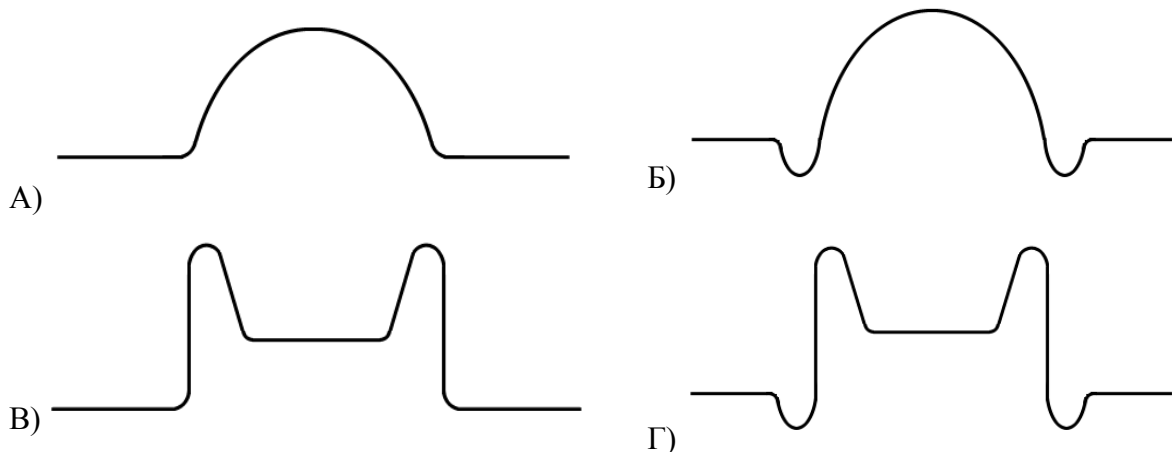
- А) 10 \AA
Б) 100 \AA
В) 1000 \AA
Г) 10000 \AA

1.5. Порядок размера области генерации характеристического рентгеновского излучения?

- А) 10 \AA
Б) 100 \AA
В) 1000 \AA
Г) 10000 \AA

Лекция 2: Контраст изображений растровой электронной микроскопии

2.1. Какой профиль видео сигнала в режиме сбора вторичных электронов соответствует прямоугольному выступу на исследуемом образце? Считать что электронный луч падает отвесно на образец и имеет размер много меньше ширины ступеньки; детектор вторичных электронов обеспечивает 100% сбор эмитированных электронов.



2.2. Типичное значение глубины фокуса РЭМ при увеличении в 10000 раз?

- А) $0,1 \text{ мкм}$
Б) 1 мкм
В) 10 мкм
Г) 100 мкм

2.3. Разностный сигнал парного твердотельного детектора обратно отраженных электронов отображает?

- А) Геометрию поверхности образца
Б) Наличие областей с различным составом на поверхности исследуемого образца

В) Элементный состав исследуемого образца (определяет атомный номер)

Г) Дефекты кристаллической решетки исследуемого образца

2.4. Суммарный сигнал парного твердотельного детектора обратно отраженных электронов отображает?

А) Геометрию поверхности образца

Б) Наличие областей с различным составом на поверхности исследуемого образца

В) Элементный состав исследуемого образца (определяет атомный номер)

Г) Дефекты кристаллической решетки исследуемого образца

2.5. Явление каналирования первичных электронов приводит к?

А) Аномальному изменению коэффициента вторичной эмиссии при определённой энергии первичного пучка

Б) Аномальному изменению коэффициента вторичной эмиссии при определённых ориентациях монокристаллического объекта относительно первичного пучка

В) Аномальному изменению коэффициента отражения при определённой энергии первичного пучка

Г) Аномальному изменению коэффициента отражения при определённых ориентациях монокристаллического объекта относительно первичного пучка

Лекция 3: Введение в рентгеновский микроанализ

3.1. Закон Мозли, описывающий энергию характеристического излучения, имеет вид?

А) $E = R_1(Z - \sigma) \left(\frac{1}{n_1} - \frac{1}{n_2} \right)$

Б) $E = R_1(Z - \sigma) \left(\frac{1}{n_1^2} - \frac{1}{n_2^2} \right)$

В) $E = R_1(Z - \sigma)^2 \left(\frac{1}{n_1^2} - \frac{1}{n_2^2} \right)$

Г) $E = R_1(Z - \sigma)^2 \left(\frac{1}{n_1} - \frac{1}{n_2} \right)$

3.2. Эффективность возбуждения рентгеновского излучения электронным ударом (соотношение испущенных «нужных» фотонов к числу бомбардирующих электронов) обычно составляет?

А) 1:1000

Б) 1:100

В) 1:10

Г) 1:1

3.3. Формула Крамерса, описывающая непрерывный рентгеновский спектр, имеет вид?

А) $N(E) = \frac{aZ^2(E_0 - E)}{E}$

Б) $N(E) = \frac{aZ(E_0 - E)}{E}$

В) $N(E) = \frac{aZ^2(E_0^2 - E^2)}{E^2}$

Г) $N(E) = \frac{aZ(E_0^2 - E^2)}{E^2}$

3.4. Предельная относительная концентрация примеси, которая может быть замечена с помощью микроанализа, оценивается как?

А) 10%

Б) 0,1%

В) 0,001%.

Г) 0,00001%.

3.5. Зависимость концентрации определенного элемента от интенсивности характеристического излучения ему соответствующего?

А) Линейная

Б) Квадратичная

В) Экспоненциальная

Г) Логарифмическая

Лекция 4: Устройство и работа растрового электронного микроскопа. Часть 1:
Электронная оптика

4.1. Термоэмиссионные электроды изготавливают из?

- А) Золота
В) Меди
Б) Платины
Г) Вольфрама

4.2. Наибольшую яркость электронного пучка обеспечивают?

- А) Автоэмиссионные катоды
В) Медные катоды
Б) Вольфрамовые катоды
Г) Катоды из гексаборида лантана

4.3. Причиной сферических aberrаций является?

- А) Неоднородность электростатического поля в линзах электронной оптики
В) Наличие разброса по энергиям электронов
Б) Неоднородность электромагнитного поля в линзах электронной оптики
Г) Все вышеперечисленное

4.4. Минимальный диаметр фокусировки электронного зонда определяет?

- А) Сферические aberrации
В) Волновые свойства электронов
Б) Хроматические aberrации
Г) Все вышеперечисленное

4.5. Напряжение развертки на сканирующих катушках имеет вид?

- А) пилообразный вид
В) ступенчатый вид
Б) синусоидальный вид
Г) косинусоидальный вид

Лекция 5: Устройство и работа растрового электронного микроскопа. Часть 2:
Регистрирующая система

5.1. В режиме сбора истинно вторичных электронов на цилиндр Фарадея детектора Эверхарта-Торнли подается?

- А) Положительное напряжение
В) Нулевое напряжение
Б) Отрицательное напряжение
Г) Переменное напряжение

5.2. Принципом действия твердотельного детектора обратно отраженных электронов является?

- А) Регистрация тока обратно отраженных электронов путем их поглощения
В) Рождение электрон-дырочных пар при электронном ударе
Б) Использование сцинтиллятора и фотоумножителя для усиления сигнала
Г) Использование кристалло-монокроматоров для селекции угла падения обратно отраженных электронов

5.3. Закон Брегга-Вульфа, описывающий положение максимума отражения рентгеновского излучения, имеет вид?

- А) $\lambda n = 2d \sin\theta$
В) $\lambda^2 n = 2d^2 \sin\theta$
Б) $\lambda n^2 = 2d \sin\theta$
Г) $\lambda n = 2d \cos\theta$

5.4. Спектральное разрешение волнового детектора составляет порядка?

- А) 0,1 эВ
В) 10 эВ
Б) 1 эВ
Г) 100 эВ

5.5. Спектральное разрешение энергодисперсионного детектора составляет порядка?

- A) 0,1 эВ
- B) 10 эВ

- Б) 1 эВ
- Г) 100 эВ

Лекция 6: Некоторые приемы работы на растровом электронном микроскопе

6.1. При работе с растровым электронным микроскопом с термоэмиссионным катодом неверно использовать низкие ускоряющие напряжения осмысленно для?

- A) Изучения структуры поверхности
- Б) Изучения состава пленок толщиной сотни нанометров
- В) Получение более высокого разрешения за счет уменьшения размеров кроссовера
- Г) Исследования непроводящих образцов для компенсации заряда высоким уровнем вторичной эмиссии

6.2. Необходимо получить изображение имеющее k градаций яркости. Для этого, отношение сигнала к шуму должно быть не хуже?

- A) k
- Б) $2k$
- В) $3k$
- Г) $5k$

6.3. Причиной возникновения астигматизма является?

- A) Искажение формы электронного зонда
- Б) Пульсация ускоряющего напряжения
- В) Нестабильность тока электронного зонда
- Г) Все вышеперечисленное

6.4. Определяющим параметром трапециевидной рельефной меры, через который определяются масштабный коэффициент видеоизображения и эффективный диаметр электронного зонда, является?

- A) Высота выступа
- Б) Ширина выступа
- В) Проекция наклонной стенки выступа
- Г) Период между выступами

6.5 С помощью стереоскопической пары РЭМ-изображений можно оценить?

- A) Высоту объекта
- Б) Увеличение изображения
- В) Эффективный диаметр зонда
- Г) Глубину фокуса

Контрольные вопросы для проверки материала в количестве 33 вопросов

1. В спектре вторичных электронов в области III присутствуют отраженные электроны с энергией больше чем энергия падающих электронов E_0 . Как вы можете объяснить этот факт?
2. Размер характерной область генерации истинно вторичных электронов?
3. Размер характерной области генерации отраженных электронов?
4. Размер характерной области генерации оже-электронов?
5. Размер характерной области выхода истинно-вторичных электронов?
6. Размер характерной области выхода отраженных электронов?
7. Какова информативность истинно вторичных электронов?
8. Какова информативность упругоотраженных электронов?
9. Чем обусловлена большая глубина фокуса РЭМ?
10. От чего зависит коэффициент эмиссии истинно-вторичных электронов?
11. От чего зависит коэффициент эмиссии упругоотраженных электронов?

12. Сформулируйте закон Мозли?
13. Какие переходы наиболее важны с точки зрения практического использования?
14. Как описывается непрерывный спектр тормозного рентгеновского излучения?
15. Какие факторы искажают линейную зависимость интенсивности характеристического излучения от концентрации определенного элемента?
16. Чем определяется пространственное разрешение рентгеновского микроанализатора?
17. Как происходит управление током в электронной пушке с термоэлектронным катодом?
18. Каково назначение цилиндра Венельта?
19. Оцените тепловой разброс скорости электронов? Как это приводит к расфокусировке зонда?
20. В чем причина возникновения сферических aberrаций?
21. В чем преимущество автоэмиссионных катодов по сравнению с термоэмиссионными?
22. Чем определяется яркость точек раstra получаемого с помощью РЭМ изображения?
23. За счет чего детектор Эверхарта–Торнли способен регистрировать даже единичные электроны?
24. Какой физический эффект лежит в основе работы твердотельного детектора отраженных электронов??
25. Сформулируйте принцип работы волнового детектора рентгеновского излучения?
26. Каковы преимущества и недостатки волнового детектора рентгеновского излучения по сравнению с энергодисперсионным?
27. Для чего необходимо охлаждение кристалла Si в энергодисперсионном детекторе рентгеновского излучения?
28. В какие случаях рекомендуется использовать низкие ускоряющие напряжения?
29. Как можно увеличить отношение сигнал/шум изображения, получаемого с помощью растрового электронного микроскопа?
30. Что такое астигматизм электронного зонда? Как можно с этим бороться?
31. Какие параметры определяются в ходе калибровки РЭМ с помощью трапециевидной рельефной меры?
32. Каково практическое использование стереометрической пары изображений в РЭМ?
33. Определите соотношение сигнал–шум при сканировании образца зондом с кадровой разверткой 10 Гц, размер изображения 512×512 пикселей, коэффициент вторичной эмиссии 0.2, ток зонда $1 \cdot 10^{-10}$ А.

В конце очной части учебного курса слушатели готовят отчеты по **темам контрольных рефератов**, которые используются для контроля степени усвоения всего учебного курса на базе экспериментальных результатов и их обработки с применением знаний из дистанционной части курса.

Темы контрольных рефератов по курсу
«Введение в растровую электронную микроскопию»

1. История развития растровой электронной микроскопии
2. Термоэлектронная эмиссия
3. Автоэлектронная эмиссия
4. Электромагнитные линзы, виды aberrаций и способы борьбы с ними

5. Процессы рассеяния электронного пучка в твердом теле и вторичная электронная эмиссия
6. Электронные и фотоэлектронные умножители
7. Сравнение преимуществ и недостатков рентгеновского микроанализа и оже-спектроскопии
8. Обзор современных растровых электронных микроскопов и их основных параметров
9. Обзор статей по микроскопическому исследованию тонких пленок
10. Обзор статей по микроскопическому исследованию в биологии
- 11.

Учебно-тематический план

№	Название учебного курса и лекций	Всего, час.	в том числе (указать часы)			Форма контроля
			Дистанционные лекции (самостоятельное изучение, дистанционное общение с преподавателем, вопросы-ответы через email, форум, чат и др.)	Самостоятельная работа. Подготовка ответов на контрольные вопросы	Очный практикум или другое практическое задание	
	«Введение в растровую электронную микроскопию»	24 ч.	10 ч.	2 ч.	12 ч.	Контрольные вопросы (электронная зачётка)
1.	Лекция 1: Физические основы растровой электронной микроскопии		2 ч.	0,25 ч.		Реферат
2.	Лекция 2: Контраст изображений растровой электронной микроскопии		1 ч.	0,25 ч.		
3.	Лекция 3: Введение в рентгеновский микроанализ		2 ч.	0,25 ч.		
4.	Лекция 4: Устройство и работа растрового электронного микроскопа. Часть 1: Электронная оптика		2 ч.	0,5 ч.		
5.	Лекция 5: Устройство и работа растрового электронного микроскопа. Часть 2: Регистрирующая система		2 ч.	0,5 ч.		
6.	Лекция 6: Некоторые приемы работы на растровом электронном микроскопе		1 ч.	0,25 ч.		
	Итоговый контроль			Контрольные вопросы (электронная зачётка)	Реферат	

Список литературы (основной и дополнительной), а также других видов учебно-методологических материалов и пособий, необходимых для изучения (конспектов лекций, видеолекций, лазерных дисков и др.).

Список литературы и др. дополнительных источников информации в кол-ве – 5.

1. *Голдстей Дж., Ньюбери Д., Эчлин П., Джой Д., Фиори Ч., Лившин Э.* Растровая электронная микроскопия и рентгеновский микроанализ. — М.: Мир, 1984.
2. *Рид С.* Электронно-зондовый микроанализ. — М.: Мир, 1979.
3. *Weilie Zhou and Zhong Lin Wang.* Scanning Microscopy for Nanotechnology: Techniques and Applications. — NY: Springer, 2006.
4. *Новиков Ю. А., Озерин Ю. В., Плотников Ю. И., Раков А. В., Тодуа П. А.* Линейная мера микрометрового и нанометрового диапазона для растровой электронной и атомно-силовой микроскопии — Труды Института Общей Физики им. А. М. Прохорова, 62 (2006) С. 36.
5. ГОСТ Р 8.636-2007

**Полное содержание лекций в электронной дистанционной части
учебного курса на сайте www.nanoobr.ru**