

## 1.5. Электронная микроскопия

Электронная микроскопия – совокупность методов исследования с помощью электронных микроскопов (ЭМ) микроструктуры и их локального состава. Эта задача в полной мере решается на современных приборах, когда просвечивающий электронный микроскоп (ПЭМ) совмещают с растровым (РЭМ). **Электронный микроскоп** – прибор для наблюдения многократно увеличенного изображения объектов, в котором вместо световых лучей используются пучки электронов, ускоренных в условиях высокого вакуума. Это определение относится и к ПЭМ, и к РЭМ. Для наблюдения используется электронная оптика – совокупность приборов и методов исследования, основанная на формировании потоков электронов и управлении ими с помощью электрических и магнитных полей (электронная линза впервые была создана в 1926 г.).

### 1.5.1. Растровая (сканирующая) электронная микроскопия

Растровые (сканирующие) электронные микроскопы предназначены для исследования массивных объектов с разрешением более низким, чем у ПЭМ – от 50 до 200 Å. Увеличения от 5-кратного до 30 000. Ускоряющее напряжение 30 – 50 кВ. При помощи электронных линз на поверхности образца фокусируется узкий электронный пучок – зонд (рис. 1.37). Магнитные отклоняющие катушки сканируют зонд по заданной плоскости на объекте. Разворотка пучка электронно-лучевой трубы (ЭЛТ) проводится синхронно с разверткой электронного зонда и наблюдение увеличенного изображения объекта проводится на экране ЭЛТ. Фотографируют изображение непосредственно с экрана.

Съемка проводится на отражение с массивного образца, поверхность которого может иметь глубокий рельеф. Образец обязательно должен быть проводящим, поскольку электрический заряд должен постоянно стекать с образца. На поверхность непроводящих образцов напыляют тонкую пленку металла или покрывают специальной проводящей пастой на основе дисперсных частиц серебра.

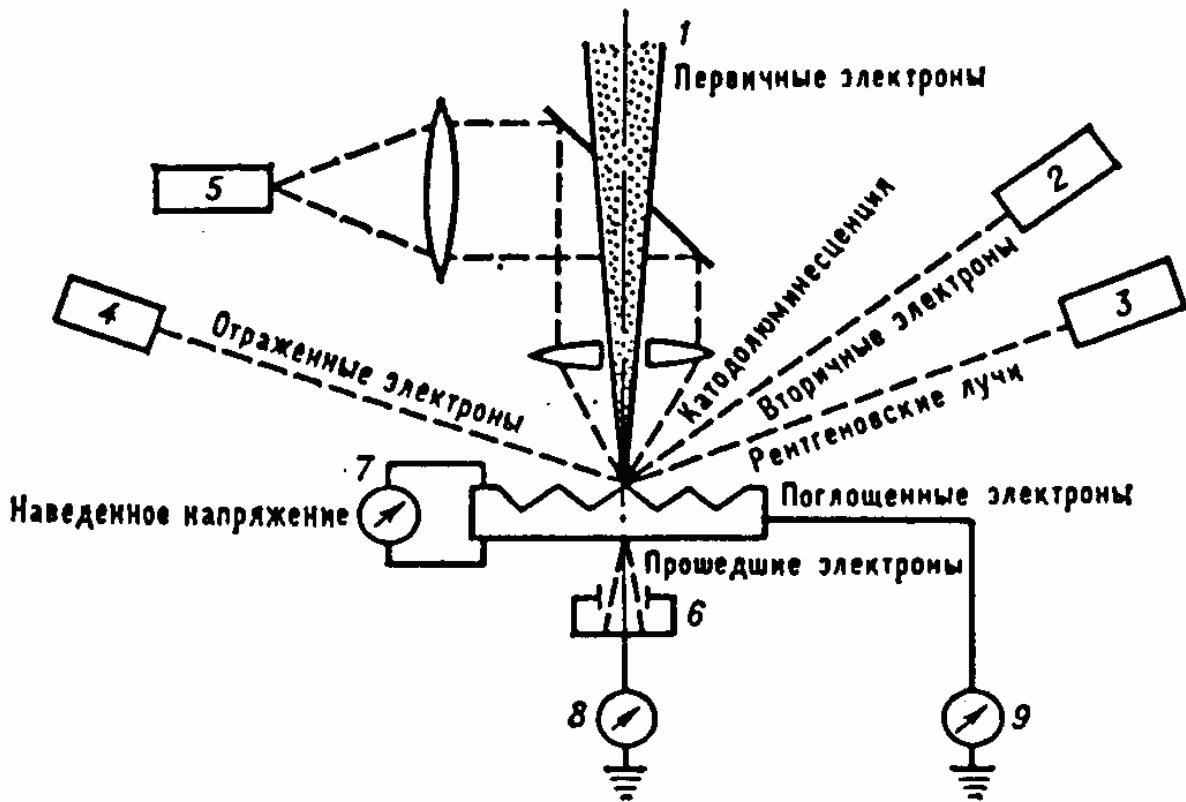


Рис. 1.37. Схема регистрации информации об объекте, получаемой в РЭМ:

1 – первый пучок электронов; 2 – детектор вторичных электронов; 3 – детектор рентгеновского излучения; 4 – детектор отраженных электронов; 5 – детектор светового излучения; 6 – детектор прошедших электронов; 7 – прибор для измерения наведенного на объекте электрического потенциала; 8 – прибор для регистрации тона прошедших через объект электронов; 9 – прибор для регистрации тока поглощенных в объекте электронов

При взаимодействии пучка электронов с объектом возникает несколько видов излучения (рис. 1.37), не обязательно – все одновременно. Например, при регистрации вторичных электронов используются малые токи через образец, при работе с рентгеновским излучением (микроанализ) – большие токи.

**Вторичные электроны.** Электроны, высвобождающиеся при ионизации атомов образца, могут покинуть образец и быть выявлены в виде вторичных электронов. Они характеризуются очень малой энергией (<100 эВ) и поэтому ведут свое происхождение из поверхностных участков (глубиной 1 – 10 нм). Это свойство вторичных электронов используется для

получения изображения поверхности объекта. Они являются главным источником информации в растровой электронной микроскопии.

На изображении одновременно фиксируется контраст, возникающий от различного химического состава различных его участков и от рельефа. При получении изображения с помощью **отраженных электронов** эти два вида контраста можно разделить путем сложения и вычитания сигналов от двух детекторов (двойной детектор Кимото, рис. 1.38).

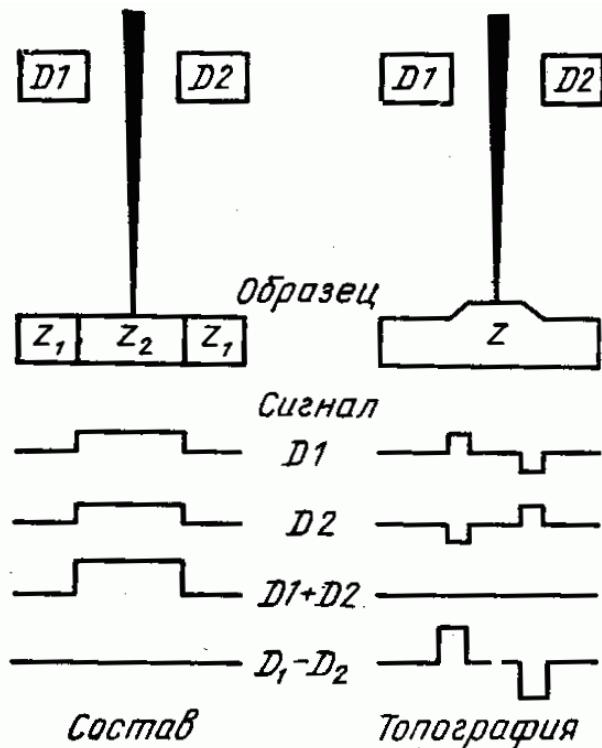


Рис. 1.38. Разделение сигналов от состава образца (режим СОМРО) и от его рельефа (режим ТОРО) с помощью двойного детектора Кимото

### 1.5.2. Практическая работа. Рентгеновский микроанализ состава образца

Сканирующий (растровый) электронный микроскоп часто совмещают с микроанализатором фазового состава образца. В данном случае регистрируется рентгеновское излучение, источником которого под действием пучка электронов становится сам образец.

Рентгеновские линии, возникающие при переходах электронов, которые могут начинаться на разных энергетических уровнях атома, а заканчиваются на общем энергетическом уровне, составляют одну

спектральную серию ( $K$ -,  $L$ - или  $M$ -серии, соответственно). По закону Мозли:  $E = p (Z - q)^2$  существует прямая связь между энергией  $E$  (или длиной волны  $\lambda$  линии спектральной серии) и порядковым числом  $Z$  атома ( $p$  и  $q$  – константы). Таким образом, если можно определить энергию (или длины волн) для каждой из линий рентгеновского спектра, полученного от образца, то можно сделать вывод об элементах, содержащихся в образце. Это основа рентгеноспектрального анализа.

Анализ состава образца проводится на плоской поверхности (на шлифе), поскольку рельеф может создать эффект тени, и излучение будет регистрироваться не в полной мере.

Диаметр первичного пучка электронов составляет около 10 нм, но следует иметь в виду, что объем образца, в котором под действием первичного пучка возбуждается рентгеновское излучение, имеет форму груши (рис. 1.39). Область эта принципиально не может быть меньше 1 мкм в

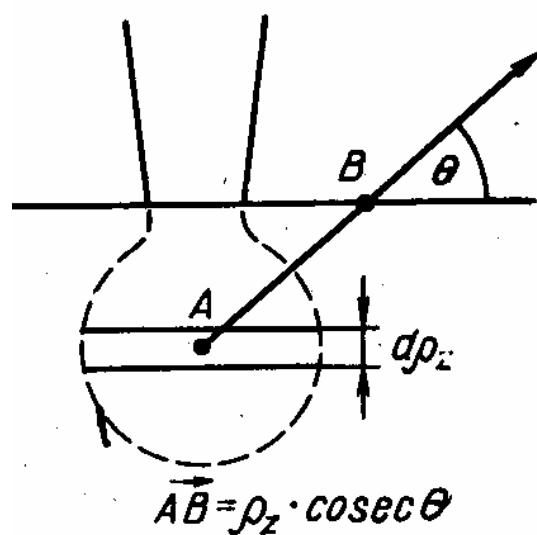


Рис. 1.39. Объем возбуждения и путь поглощения АВ рентгеновского излучения

диаметре (следовательно, химический состав более мелких объектов установить невозможно).

Допустим, проводится анализ образца, содержащего две фазы. В состав образца входят никель, хром и алюминий. Требуется узнать их распределение

между фазами образца. Для этого на образце-эталоне (чистый никель) регистрируется уровень рентгеновского излучения для длины волны, соответствующей какой-либо из спектральных линий никеля, например  $\text{Ni } K_{\alpha}$ . Затем регистрируется интенсивность излучения от образца на этой же длине волны от анализируемой фазы. Отношение этих двух величин дает оценку концентрации (мас. %) никеля в данной фазе сплава. Аналогично проводятся измерения для каждого элемента на каждой фазе сплава.

*Пример:* выбираем длину волны излучения  $\text{Ni } K_{\alpha}$ , на которую настроен датчик рентгеновского анализатора; уровень фона  $I_{\text{фон}} = 1088$ ;

в одной и той же точке образца трижды определяем интенсивность сигнала: 391506 91480 91790 среднее  $I_{\text{обр}} = 391592$ ; интенсивность сигнала для эталона (чистый никель) при тех же параметрах съемки (напряжение, ток пучка) составляет:

520211 518733 519351 среднее  $I_{\text{этал}} = 519432$ ;

Содержание никеля в образце определяется как  $C_{\text{Ni}} = (I_{\text{обр}} - I_{\text{фон}}) / (I_{\text{этал}} - I_{\text{фон}})$ . Например  $C_{\text{Ni}} = 390504 / 518344 = 0,7534$  или 75,34 мас. %.

Точность составляет  $\pm 1$  мас. % при условии, что учтены **поправки на поглощение** (присутствие других элементов в сплаве снижает интенсивность рентгеновского излучения от элемента, концентрацию которого нужно определить), поскольку рентгеновское излучение перед тем, как попасть в детектор, проходит через слой материала образца (рис. 1.39). Существуют разные подходы к вычислению поправок. На современных приборах их расчет компьютеризирован. Поправка для разных компонентов сплава (множитель ослабления регистрируемого излучения) может быть разной по величине. Например в сплаве Fe +30 масс. % Ni поправка на поглощение  $K_{\alpha}$  линии железа составляет 0,9488. Для  $K_{\alpha}$  линии Ni величина поправки 0,8278.

Примеры того, в каком виде могут быть представлены результаты микроанализа, приведены на рис. 1.40-1.41.

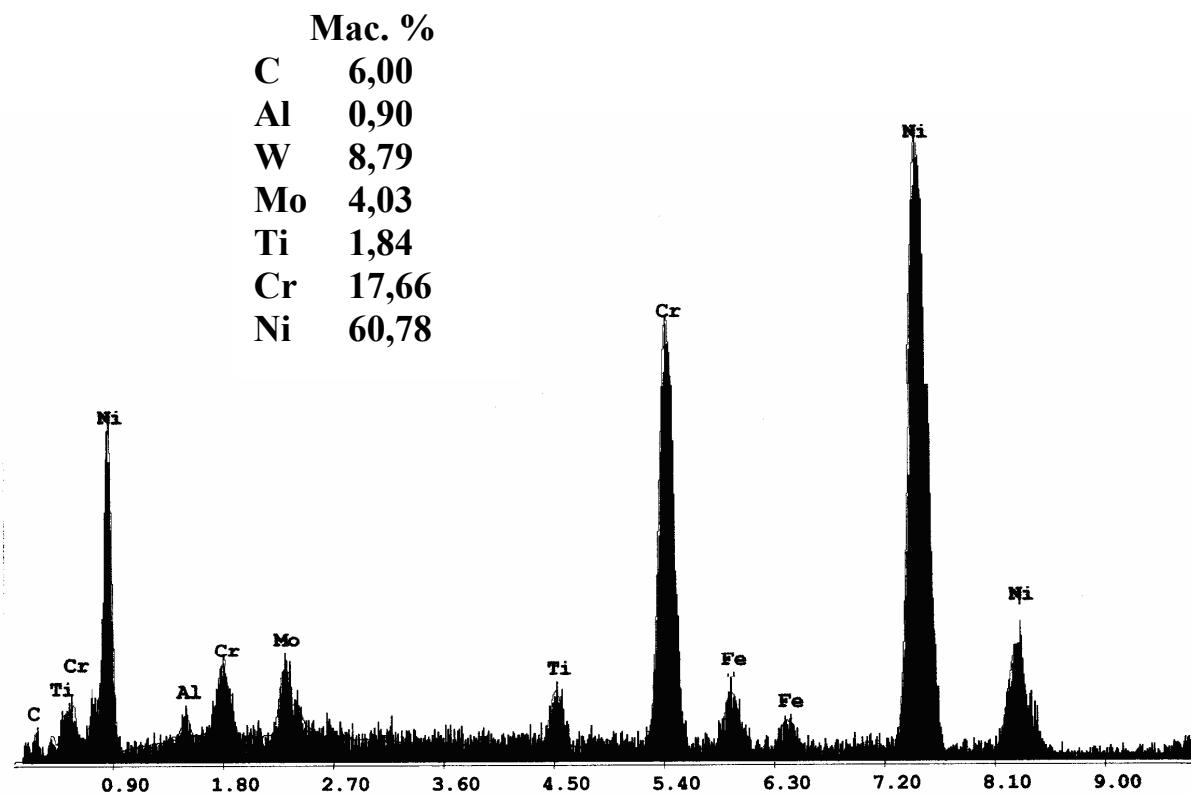


Рис. 1.40. Результаты рентгеновского микроанализа образца никелевого сплава

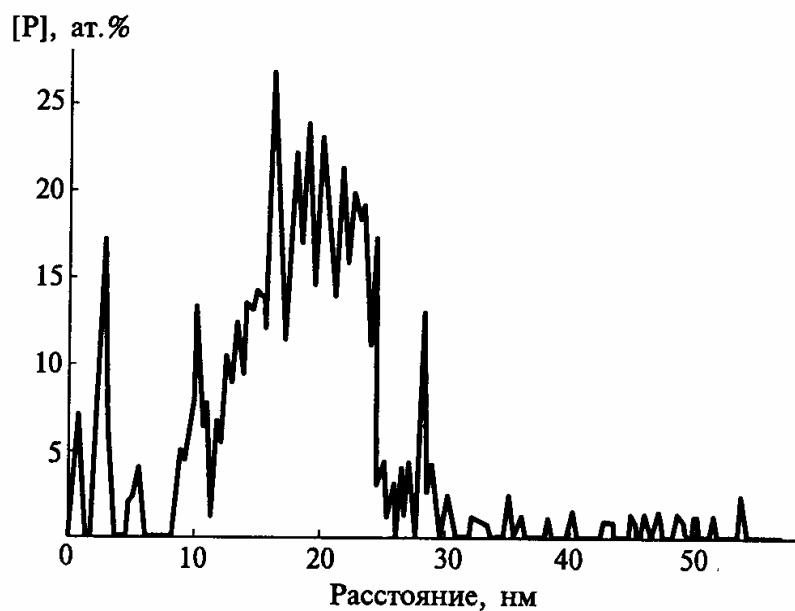


Рис. 1.41. Концентрационный профиль фосфора, полученный при сканировании вдоль линии, пересекающей границу зерна в образце сплава Ni + P (3,6 %)

### 1.5.3. Просвечивающая электронная микроскопия

Просвечивающие электронные микроскопы предназначены для исследования тонкой структуры объекта под большим увеличением (до  $10^6$  раз). Ускоряющее напряжение 100 кВ и выше.