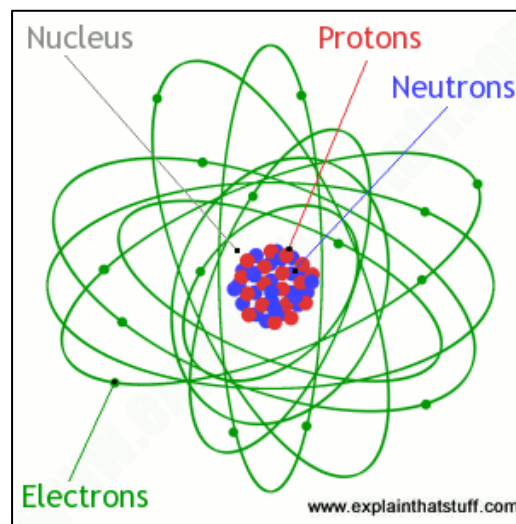


## Тема 1. Электронная микроскопия (часть 1)

При использовании электронной микроскопии, можно увидеть такие объекты, как бактерии, вирусы, клетки, дислокации, наночастицы и пр. Обычные оптические микроскопы, работа которых основана на отраженном свете позволяют увидеть объекты при увеличении до 2000 раз. Для того, чтобы увидеть объекты при более мощном увеличении и, соответственно, более мелкие, необходимо использовать электронные микроскопы.



а



б

Рисунок 1 – общий вид электронного микроскопа (а)  
и схема строения атома (б)

Изображение в световом микроскопе формируется благодаря световым лучам. Как известно из курса физики, свет имеет двойственную природу (дуальную). Говоря простыми словами, иногда свет имеет волновую природу, иногда - корпускулярную. Эти частицы света называют фотонами. Фотоны эквиваленты волнам с длиной 400-700 нм, т.е. с помощью оптического микроскопа можно увидеть объекты размером 400-700 нм. Для того, чтобы лучше понять размер: диаметр волоса составляет 50,000-100,000 нм. Если говорить о металлических материалах, то с помощью оптического микроскопа можно исследовать размер зерна, поры, неметаллические включения.

Говорить об изучении объектов более мелких, например, дефекты строения, нановключения и пр. при использовании оптического микроскопа не приходится.

Размер бактерий составляет порядка 200 нм, протеин только 10 нм. Очевидно, что для изучения таких крошечных объектов необходим более «тонкий» инструмент, чем оптический микроскоп и фотоны света, с

помощью которых формируется изображение в оптическом микроскопе. Иными словами, необходимо пользоваться более мелкими частицами, т.е. электронами. В 1927 году была опубликована работа де Бройля, в которой было доказано, что длина волны электронов на много порядков меньше, чем для света. Даже для электронов с кинетической энергией всего 1 вольт длина волны уже равна 1,23 нм. В электронном микроскопе, поток электронов заменяет световые лучи (фотоны).

Напомним принцип действия оптического микроскопа. Оптический микроскоп состоит из следующих основных частей: источник света, образец, оптические линзы: объектив и окуляр. Световые лучи, попадают на образец, отражаются от него и благодаря линзам формируют увеличенное изображение образца.

В электронном микроскопе составляющие слегка отличны. Вместо световых лучей используется поток движущихся электронов. Образец для исследований должен быть специальным образом подготовленным, и процесс исследования происходит в вакууме, т.к. движение электронов возможно только в вакууме. Оптические линзы заменяются серией электромагнитных катушек, через которые проходит электронный луч. В обычном микроскопе стеклянные линзы преломляют проходящие через них световые лучи для увеличения и формирования изображения.

Это самый общий принцип работы всех электронных микроскопов. На сегодняшний день существует четыре основных типа электронных микроскопов: ТЕМ (трансмиссионный электронный микроскоп), SEM (сканирующий), STM (туннельный) и АФМ (атомно-силовой). Все они имеют различные возможности и, соответственно, области применения. Рассмотрим вкратце работу каждого.

### **ТЕМ (трансмиссионный электронный микроскоп)**



Рисунок 2 – общий вид трансмиссионного электронного микроскопа

Просвечивающая электронная микроскопия (**ТЕМ** или ПЭМ русс) - это метод микроскопии, при котором пучок электронов пропускается через образец для формирования изображения. Образец чаще всего представляет собой ультратонкий срез толщиной менее 100 нм или суспензию, нанесенную на сетку. Изображение формируется в результате взаимодействия электронов с образцом при прохождении электронного пучка через образец. Затем изображение увеличивается и фокусируется на устройстве формирования изображения, например, флуоресцентный экран, слой фотопленки или датчик, такой как сцинтиллятор, прикрепленный к устройству с зарядовой связью.

Первый ТЭМ был продемонстрирован Максом Ноллом и Эрнстом Руске 9 марта 1931 года, эта дата считается днем рождения первого электронного микроскопа. Первый коммерческий ТЭМ был создан в 1939 году в университете Торонто А. Пребусом и Дж. Хиллером. В 1986 году Э. Руске был удостоен Нобелевской премии по физике за развитие просвечивающей электронной микроскопии.

В состав ПЭМ входят следующие компоненты: вакуумная система для удаления воздуха и увеличения таким образом длины свободного пробега электронов; предметный столик: держатель образца, механизмы для изменения положения держателя и вакуумные шлюзы; источник электронов: электронный прожектор или электронная пушка для генерирования потока (пучка) электронов; источник высокого напряжения для ускорения электронов .апертура, ограничивающие расходимость электронного пучка; набор электромагнитных линз (и иногда электростатических пластин) для управления и контроля электронного луча; экран, на который проецируется увеличенное электронное изображение (постепенно выходит из употребления и заменяется детекторами цифрового изображения); ПЭМ может включать дополнительные системы, например, сканирующую приставку, позволяющую работать в режиме растрового ПЭМ (см. растровый электронный микроскоп).

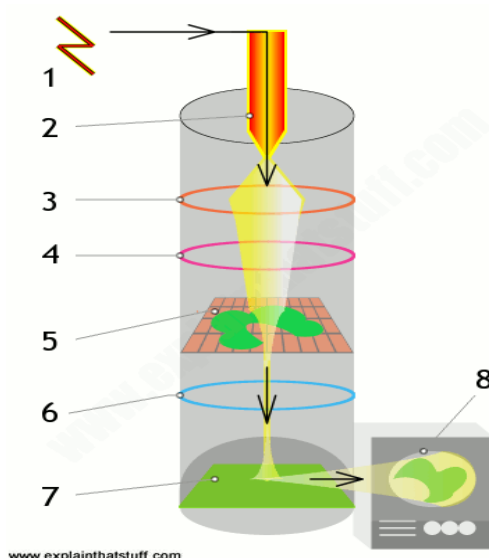


Рисунок 3 – схема ТЕМ (ПЭМ): 1- источник энергии; 2- катод; 3,4 – электромагнитные катушки (линзы); 5 –предметный столик с образцом; 6 – объектив; 7 – изображение; 8- дополнительные средства (компьютер и пр.)

*Вакуумная система.* Вакуумная система служит для откачки воздуха до низкого давления (обычно до  $10^{-4}$  Па) из области, в которой проходит пучок электронов. Применяется для уменьшения частоты столкновений электронов с атомами газа до незначительного уровня (увеличение длины свободного пробега).

*Предметный столик.* Предметный столик предназначен для удерживания образца во время облучения электронами и состоит из следующих элементов: держатель образца; механизмы для изменения положения держателя (поворот, наклон); шлюзы, позволяющие вводить держатель с образцом в вакуумную среду ПЭМ с минимальным увеличением давления. Образцы либо помещаются на сетку, либо вырезаются по форме держателя (самоподдерживающиеся образцы). Держатель приспособлен для фиксации как сеток, так и самоподдерживаемых образцов стандартного размера. Стандартный диаметр ПЭМ сетки — 3,05 мм.

*Электронная пушка.* Электронная пушка предназначена для создания пучка электронов с помощью термоэлектронной (термоэлектронные пушки) или полевой (автоэмиссионные пушки) эмиссии.

Термоэлектронная пушка состоит из трёх элементов: катода (нить накала), цилиндра Венельта и анода.

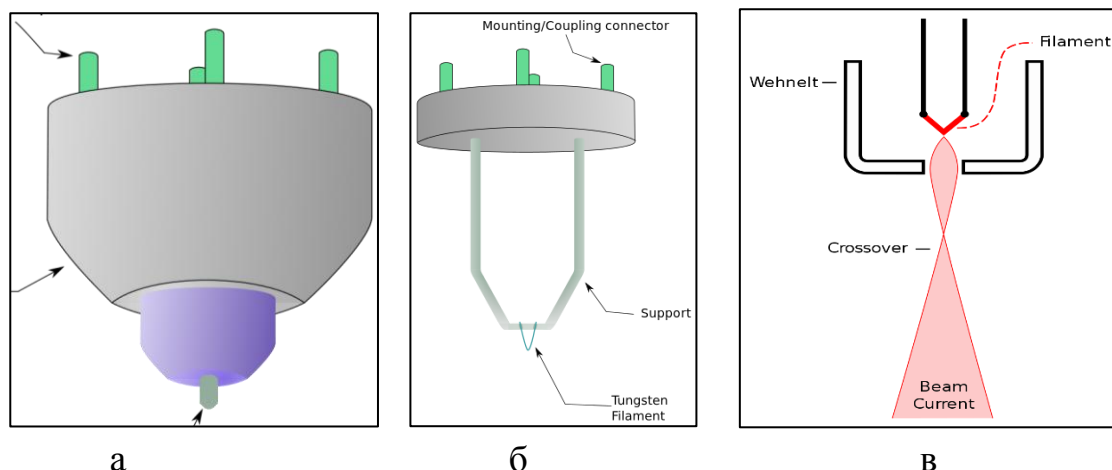


Рисунок 4 – элементы электронной пушки: а – катод из монокристалла из  $\text{La}_6\text{B}$ ; б – W- катод; в –цилиндр Венельта

При нагревании катод (вольфрамовая нить или заострённый кристалл гексаборида лантана) испускают (эмитируют) электроны. Ускоряясь под действием разности потенциалов, часть электронов проходит через отверстие в венельте. Изменяя напряжение, можно регулировать эмиссионный ток. Чем больше напряжение, тем меньше площадь участка катода, испускающего электроны, тем меньше эмиссионный ток. Прошедшие через апертуру (отверстие) цилиндра Венельта электроны пересекаются в точке, называемой кроссовером и являющейся виртуальным источником электронов в оптической системе микроскопа.

Различают два типа автоэмиссионных пушек: с катодом холодной автоэмиссии и с катодом Шоттки. Катоды первых обычно состоят из вольфрамовой нити. Диаметр кончика нити — 100 нм.

Катоды вторых работают аналогично катодам термоэлектронных пушек, но находятся под воздействием электрического поля, понижающего энергетический барьер (эффект Шоттки).

*Апертуры.* Апертуры представляют собой металлические пластины с отверстиями для прохождения электронов. Толщина пластин подбирается так, чтобы сквозь отверстия проходили только электроны, отклоняющиеся от оптической оси не более, чем на выбранный угол.

*Подготовка образцов.* Подготовка образцов для ПЭМ может быть комплексной процедурой. Они должны иметь толщину 20-200 нм. Высокое качество образцов будет при толщине, сравнимой со средней длиной свободного пробега электронов в образце, которая может быть всего несколько десятков нанометров.

Материалы, имеющие достаточно малые размеры, чтобы быть прозрачными в электронном пучке, такие, как порошки или нанотрубки,

могут быть быстро приготовлены нанесением крошечного количества вещества на поддерживающую сетку или плёнку.

Главная задача при подготовке образцов материалов — получить достаточно тонкие образцы с минимальными повреждениями структуры.

Для подготовки образцов может использоваться механическая полировка. Полировка должна быть высокого качества, чтобы быть уверенным, что образец имеет постоянную толщину в изучаемой области. Может быть использовано химическое травление и ионное травление. Как правило, последнее применяется в качестве финальной обработки после механического или химического утоньшения. Заключается в распылении материала образца бомбардировкой ионами инертных газов, обычно аргона.

Держатели образцов содержат стандартный размер сетки образца или самонесущего образца. Стандартные размеры сетки ТЕМ имеют диаметр 3,05 мм, толщина и размер ячейки варьируются от нескольких до 100 мкм. Образец помещают на сетчатую область диаметром около 2,5 мм. Обычными сеточными материалами являются медь, молибден, золото или платина. Эта сетка помещается в держатель образца, который соединен со стадией образца. Существуют самые разные конструкции сцен и держателей, в зависимости от типа проводимого эксперимента. Электропрозрачные образцы обычно имеют толщину менее 100 нм, но это значение зависит от ускоряющего напряжения.

Методы визуализации. В ПЭМ используют информацию, содержащуюся в электронных волнах, исходящих из образца, для формирования изображения.

Базовый режим в ПЭМ — это режим светлого поля. В этом режиме контраст формируется рассеиванием и поглощением электронов образцом. Области образца с большей толщиной и большим атомным номером выглядят темнее, тогда как области без образца в пучке электронов — светлыми (поэтому режим называется светлопольным).

Часть электронов, проходящих через кристаллический образец, рассеивается согласно закону Брэгга, формируя так называемый дифракционный контраст. Дифракционный контраст особо полезен при изучении дефектов кристаллической решетки.

Обычно ПЭМ состоит из трех этапов линзирования. Линзы - это линзы конденсатора, линзы объектива и линзы проектора. Конденсаторные линзы отвечают за формирование первичного пучка, в то время как объективные линзы фокусируют пучок, проходящий через сам образец (в режиме сканирования STEM над образцом также имеются объективные линзы, чтобы сделать сходящийся падающий электронный пучок). Линзы проектора

используются для расширения луча на люминофорный экран или другое устройство формирования изображения, например пленку. Увеличение ПЭМ обусловлено соотношением расстояний между образцом и плоскостью изображения объектива. Дополнительные стигматоры позволяют корректировать асимметричные искажения луча, известные как астигматизм . Отмечено, что оптические конфигурации ПЭМ существенно различаются в зависимости от реализации, поскольку производители используют нестандартные конфигурации линз, такие как приборы с коррекцией сферической аберрации, или ПЭМ, использующие фильтрацию энергии для коррекции хроматической аберрации электронов .

Системы визуализации в ПЭМ состоят из люминофорного экрана, который может быть изготовлен из мелких (10–100 мкм) частиц сульфида цинка, для непосредственного наблюдения оператором, и, опционально, системы записи изображений, такой как фотопленка, экран с допингом YAG связанные ПЗС-матрицы или другой цифровой детектор.