Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования
«Омский государственный технический университет»

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ К ЛАБОРАТОРНЫМ РАБОТАМ ПО ДИСЦИПЛИНЕ
ФИЗИЧЕСКИЕ ОСНОВЫ СИНТЕЗА НАНОМАТЕРИАЛОВ

Лабораторная работа №4

Получение тонких пленок магнетронным напылением

Цель работы: Провести теоретические и экспериментальные исследования работы магнетронной распылительной системы. Для достижения данной цели в работе поставлены следующие задачи:

1. Изучить теоретические основы магнетронного распыления
2. Ознакомиться с устройством и принципами работы установки для нанесения покрытий магнетронным методом
3. Рассчитать распределения толщины покрытия, полученного методом магнетронного распыления, по поверхности протяжённых образцов.
4. Нанести покрытие на протяжённый образец и определить степень его однородности по длине.

Введение

Технологии, связанные с нанесением тонкопленочных покрытий, являются одними из наиболее актуальных направлений получения новых материалов, в том числе наноструктурных. Хорошим примером важности применения тонкопленочных покрытий являются полупроводниковая, оптическая промышленности и водородные технологии в энергетике. Высокие темпы развития этих наукоемких отраслей требуют непрерывного повышения качества и эксплуатационных свойств покрытий. Реализация этих требований напрямую зависит от достижений в разработке и конструировании оборудования и совершенствования технологий получения тонких пленок.

В настоящее время наиболее перспективными методами нанесения покрытий являются вакуумно-плазменные методы. Это обусловлено их экологической безопасностью, высокой чистотой технологических процессов и качеством продукции. Также известно, что в ионизованном или возбужденном состоянии атомы и молекулы легче взаимодействуют друг с другом, делая процесс нанесения покрытий более эффективным.

Проблемой существующих методов нанесения покрытий является либо высокая стоимость оборудования и небольшие скорости осаждения

покрытий, как в случае СВЧ разрядов, плохая однородность наносимых покрытий, как при использовании дугового распыления, либо небольшие площади обрабатываемых поверхностей как при лазерной абляции, либо низкая адгезия, как при термическом испарении. Магнетронные распылительные системы (МРС) в какой-то степени лишены этих недостатков. Использующийся в МРС дрейфовый ток электронов в скрещенных электрическом и магнитном полях дает возможность получать протяженные потоки достаточно плотной плазмы с контролируемыми в широком диапазоне характеристиками. МРС были изобретены еще в 70-х годах прошлого столетия, однако их конструкции совершенствуются до сих пор.

Расширить возможности метода позволило совместное использование МРС и источников ионов, которые генерируют направленные потоки ионов рабочих (как инертных, так и химически активных) газов, ускоренных до определенной энергии. Что в свою очередь позволяет применять их для чистки поверхности подложек и воздействия ионным потоком на покрытие в процессе его роста для изменения его структуры.

1.1 Метод магнетронного напыления покрытий .

На сегодняшний день магнетронные распылительные системы широко используются в технологиях нанесения покрытий вакуумно-плазменными методами. Действие МРС основано на распылении поверхности катода-мишени ускоренными ионами, образующимися в плазме тлеющего разряда в скрещенных электрическом и магнитном полях, и формировании потоков атомов материала мишени в направлении поверхности, на которую осаждается покрытие.

Основными элементами МРС (рис.1) являются катод-мишень 1, анод 2 и магнитная система 3. При подаче постоянного напряжения между электродами МРС инициируется аномальный тлеющий разряд. Наличие замкнутого магнитного поля у распыляемой поверхности позволяет локализовать плазму разряда непосредственно у мишени. Электроны,

образующиеся в результате вторичной ионно-электронной эмиссии, захватываются магнитным полем и движутся по замкнутым траекториям у поверхности мишени. Они оказываются в ловушке, создаваемой с одной стороны магнитным полем, удерживающим электроны у поверхности катода, а с другой стороны – тормозящим электрическим полем, отталкивающим их. В результате эффективного удержания электронов и их интенсивной энергетической релаксации, значительно возрастает концентрация положительных ионов у поверхности катода. Что в свою очередь обусловливает увеличение интенсивности ионной бомбардировки поверхности мишени и плотности потока распылённых атомов. Наиболее интенсивно распыляется поверхность мишени в области сильного магнитного поля. Эта часть поверхности имеет вид замкнутой дорожки, геометрия которой определяется формой полюсов магнитной системы [1].

Основные рабочие характеристики магнетронных распылительных систем – напряжение горения разряда, ток разряда, плотность тока на мишени, удельная мощность, величина индукции магнитного поля и рабочее давление. От величины и стабильности перечисленных параметров, которые взаимно связаны между собой, зависят стабильность разряда и воспроизводимость характеристик формируемых на образцах тонких пленок [2].

Существенное влияние на качество формируемых покрытий, их адгезию к основе оказывает состояние поверхности образцов. Как правило, на поверхности образцов существует оксидный слой, который ухудшает адгезию покрытия. Технологический цикл нанесения покрытий включает в себя этап чистки поверхности образцов. С этой целью используют направленные потоки ионов инертных газов, генерируемых источниками ионов. Кроме того, ускоренными ионами можно воздействовать на обрабатываемую поверхность в процессе роста плёнки (ионное ассистирование), что позволяет изменять структуру, а, следовательно, и свойства покрытия. Улучшается микроструктура, в частности увеличивается

плотность и однородность, размельчается столбчатая структура, исчезает сквозная пористость, что приводит к улучшению износо-, усталостной и коррозионной стойкости изделий с покрытиями [3].

Метод магнетронного распыления позволяет:

· Получать покрытия практически из любых металлов, сплавов, полупроводников и диэлектриков без нарушения исходного соотношения компонентов распыляемой мишени;

· Наносить покрытия с широким интервалом скоростей напыления: 0,1-100 мкм/ч;

· Получать многокомпонентные и многослойные покрытия, отличающиеся высоким качеством и однородностью;

· Наносить покрытия в среде химически активных газов

(Ar,N2, O2, CH4, CO, SO2 и др.) и получать соединения на основе оксидов, нитридов, карбидов, сульфидов металлов и др. соединений, в т.ч. и тех, которые невозможно получить методами обычного термического испарения;

· Производить обработку изделий с целью их ионной очистки и активации перед нанесением покрытий в одном техническом цикле с нанесением покрытий.

· Наносить тонкопленочные проводящие, изолирующие покрытия на электронные компоненты; просветляющие, отражающие, защитные покрытия на детали оптических систем и приборов; упрочняющие, стойкие к коррозии и защитно-декоративные покрытия на металлы, диэлектрические материалы, стекло, пластмассы в производстве изделий различного назначения, включая товары народного потребления.

· Обеспечить полную экологическую безопасность (отсутствие: жидких стоков, газообразных выбросов, транспортировки и хранения ядовитых реагентов)

Но есть ряд недостатков:

· Окисление и загрязнение поверхности мишени при замене рабочего газа или вскрытии вакуумной камеры. Поэтому подготовка магнетрона к работе

предполагает предварительную очистку мишени плазмой собственного разряда.

· Нанесение покрытий не только на образцы, но и на элементы вакуумной камеры, экраны и т.д. При осаждении различных типов пленок на одной установке требуется механическая чистка запыляемых элементов.

· Небольшой коэффициент использования мишени. Распылению подвергается только узкая кольцеобразная область мишени. Данную проблему решают путем модификации магнитных систем, что значительно усложняет конструкцию установки, или подбора оптимальной формы мишени, что делает процесс её изготовления более сложным.

1.2 Ионная очистка

Очистка поверхности от различного рода загрязнений и окислов имеет важное значение при нанесении разнообразных покрытий. Существующие классические методы очистки поверхности — химические, гальванические, пескоструйные, которые не в полной мере удовлетворяют современным требованиям по качеству результата. Ионная очистка поверхности позволяет получать атомночистую поверхность, благодаря чему улучшается адгезия наносимого покрытия с подложкой.

Данный метод очистки осуществляется следующим образом. Ионный источник формирует направленный поток ионов инертного газа, ускоренных до высокой энергии. Они бомбардируют подложку, вызывая её распыление [6].

Распыление наблюдается при энергии ионов Ei выше энергия связи атомов обрабатываемого материала в твердом теле E0 (пороговая энергия). Значения E0 для различных элементов колеблются от единиц до нескольких десятков эВ. При энергиях меньше пороговой распыление отсутствует.

Коэффициент S является количественной характеристикой распыления и равен числу атомов, выбитых одним ионом. Вблизи порога S очень мал (10–5 атомов/ион), а при оптимальных условиях может достигать нескольких десятков. На величину S влияют как параметры бомбардирующих ионов —

их энергия, масса, угол падения на образец, так и свойства распыляемого вещества — чистота поверхности, температура, кристаллическая структура, масса атомов вещества. Энергии распылённых частиц колеблются от нескольких долей эВ до величин порядка энергии первичных ионов. Средние энергии распыляемых частиц составляют обычно десятки эВ и зависят от свойств материала мишени и характеристик ионного пучка [7].

при Ei=600 эВпри Ei =1 кэВ

Ar	Kr	Ar Kr
Cu	2,3	2,83,23,4
Fe	1,3	1,21,41,4
Mo	0,9	1,11,11,2
Ni	1,5	1,52,11,7

Зависимость коэффициента распыления от энергий бомбардирующих ионов имеет максимум при значениях энергии порядка 101-103эВ. Уменьшение коэффициента распыления при повышенных энергиях ионов связано с большой глубиной проникновения частиц в твердое тело и меньшим выделением энергии в поверхностном слое.

2. Расчет распределения толщины покрытия по поверхности образцов

При расчёте распределения толщины плёнки, формируемой методом осаждения распыленного материала из кольцевого испарителя, сделаем следующие допущения:

· распыленные атомы распределяются в пространстве по закону косинуса;

· распыленные атомы не сталкиваются друг с другом и с атомами рабочего газа;

· распыленные атомы осаждаются в точке соударения с подложкой.

В общем случае толщина пленки на единицу площади в произвольной точке подложки описывается выражением [5]:

$h=Vt\cos\varphi\cos\psi/\pi r2$, (1)

где V — скорость распыления мишени;

φ — угол между нормалью к поверхности распыления и направлением распыления;

ψ- угол между нормалью к поверхности подложки и направлением осаждения;

r — расстояние от элемента распыления до точки осаждения;

t — время распыления.

Модель процесса напыления плёнки будем строить для случая, когда мишень и подложка параллельны и соосны. В этом случае угол распыления равен углу конденсации, т.е. φ = ψ.

Распределение распыленного материала по подложке является центрально-симметричным, и описываться одной переменной — расстоянием от центра l. Угол φ = ψ можно выразить через расстояние от мишени до подложки H и расстояние от точки распыления атома до точки осаждения r: cosφ=H/r. Подставляя в исходное уравнение (1), получим:

h=VtH2/πr4, (2)

Выразим расстояние r через элементы l, R, d, H:

l=R+d;

d=l-R;

r2=H2+d2;

r2=H2+l2+R2-2lR;

подставим в уравнение (2) и получим конечное выражение для толщины покрытия:

h=Vt H2/π(H2+l2+R2-2lR)2.

Выразим h в относительных единицах:

h/h0=(Vt H2/πh0(H2+l2+R2-2lR)2,

где h0 – толщина покрытия в центре подложки (l=0), при H=20мм.

Примем за максимально допустимую степень неравномерности толщины покрытия на подложке Dmax=20%. Как видно из рис.5, область равномерного распределения составляет L=14мм. Таким образом, для нанесения покрытия с равномерным распределением по толщине на изделия

протяжённостью более 14 мм необходимо использовать несколько распылителей. Из соображений, что на установке будут обрабатываться образцы длиной не более Lобр=120мм, рассчитаем такое положение двух магнетронов относительно образцов и друг друга, при котором обеспечивается приемлемая степень однородности распределения толщины покрытия. Т.к. радиус распыляемых мишеней составляет R=20мм, следовательно, минимальное расстояние, на которое можно поместить магнетроны, Δlmin=40мм, а максимальное Δlmax =120мм.

Результаты расчётов представлены на рис. 6, 7, 8.

Рис.6. Распределения толщины покрытия при Δl=40мм (DH=20=96%, DH=40=76%, DH=60=62%).

Рис.7. Распределения толщины покрытия при Δl=80мм (DH=20=92%, DH=40=52%, DH=60=23%).

Рис.8. Распределения толщины покрытия при Δl=120мм (DH=20=98%, DH=40=81%, DH=60=52%).

Рис.9. Оптимальное распределение, H=60мм, Δl=83мм.

При H=60мм, Δl=83мм получим D=20%, L=120мм, следовательно, распределение с данным набором параметров H и Δl (рис.9) является оптимальным, т.к. результаты удовлетворяют условиям задачи (D≤Dmax; L≥Lобр;Δlmin≤ Δl≤ Δlmax).

3. Методика эксперимента

3.1 Описание установки

Эксперименты были проведены на установке для нанесения покрытий (рис.11), состоящей из вакуумной камеры 1, шести плоских магнетронов 2, двух ионных источников холловского типа 3, манипулятора 4 и экрана 5.

Образцы закрепляются на электрически изолированные держатели манипулятора, на которые можно подавать отрицательный потенциала до 1 кВ относительно заземлённой камеры. Манипулятор обеспечивает вращение образцов со скорость 2об/мин относительно оси вакуумной камеры, причём вокруг своей оси держатели совершают полный оборот в пределах сектора с

наиболее интенсивным потоком распылённых атомов мишени. Камера помещена на вакуумный стенд 6 с безмаслянной откачкой. Для форвакуумной откачки используется пластинчато-роторный насос 2НВР-90Д (быстродействие 25л/с), для достижения предельного давления (4,27·10-7 Торр) — турбомолекулярный насос ТМН-500 (быстродействие 500л/с). Рабочий газ напускается в объем камеры через ионные источники, газовый поток контролируется многоканальной электронной системой BronkherstHIT-TECH. Для электрического питания магнетронов используется шестиканальный блок с возможностью электронного документирования параметров разряда магнетронов и автоматической блокировки работы устройств в случае нештатной ситуации. Он размещается совместно с двумя блоками питания источников ионов и блоком смещения напряжения в стойке управления.

В магнетронах используются постоянные Sa-Co магниты с напряженностью поля на полюсах 0,4 Тл. Распыляемые мишени представляют собой диски диаметром 40мм и толщиной 3-4мм. Технологический цикл обработки изделий включает в себя этап чистки мишеней. Для того чтобы распылённый при этом материал не осаждался на образцы используется экран 5. Фланцы камеры, магнетроны и источники ионов охлаждаются проточной водой.

Технические характеристики газоразрядных устройств, используемых в данной установке представлены в табл.2.

Табл.2. Технические характеристики магнетрона и источника ионов.

	Напряжение горения разряда, В	Минимальное рабочее давление, Торр	Ток разряда, А
Магнетрон	0-0,3	150-450	2·10-3
Источник Холла	0-0,5	300-500	10-3

3.2 Технологический цикл нанесения покрытий

В качестве образцов для данного эксперимента использовали 12 трубок из конструкторской стали со средней длиной l=10 мм, внешним диаметром Dобр=6мм и внутренним dобр=3,7мм, закреплены на шпильке диаметром Dш=3мм и зажаты гайками с двух сторон.

Технологический цикл эксперимента:

1. Очистка образцов в ультразвуковой ванне (t=30мин).

2. Измерение массы образцов.

3. Ионная чистка образцов (t=20мин).

Устанавливаем образцы в вакуумную камеру и откачиваем до предельного давления P=2·10-5 Торр. Задаём поток аргона QAr=20 мл/мин, давление 10-3 Торр. Включаем ионные источники с током Ii=0,4А и задаем напряжение смещения U=1кВ. Экран закрывает мишени.

4. Чистка мишеней (t=2мин).

Устанавливаем поток аргона QAr=45 мл/мин, давление P=2,2·10-3 Торр. Включаем магнетроны с током Im=200 мА. Экран закрывает мишени.

5. Охлаждение образцов в вакууме (t=20 мин).

Давление остаточного газа P=2×10-5 Торр.

6. Контрольное измерение массы образцов для определения количества распылённого материала. После чего повторяем предыдущие этапы цикла (ионную чистку образцов и чистку мишеней).

7. Нанесение покрытия (t=60мин).

Устанавливаем потоки газов: QAr=28,8 мл/мин, QN2=6,2 мл/мин. Напряжение смещение задаем U=100В. Открываем экран. Ток магнетронов и источников ионов 0,4 200.

8. Охлаждение образцов в вакууме (t=40 мин).

Давление остаточного газа P=2×10-5 Торр.

9. Контрольное измерение массы образцов для определения массы напыленного материала.

Используя измеренные длину l и внешний R радиусы каждого из образцов, найти их площадь:

Sпов=2πRl.

Зная плотность нитрида титана ρTiN=5,1 г/см3 и массу покрытия, найти его толщину:

h==.

Погрешность Δh в определинии толщины покрытия, состоит из погрешностей измерительных приборов (весы Δm и штангенциркуль Δl) и погрешности определения площади ΔS.

Погрешность приборов определяем по их тех. паспортам:

Δm=5·10-5 г; Δl=5·10-2 мм.

Погрешность определения площади связана с неидентичностью образцов. Кроме того, торцевая поверхность образцов не строго перпендикулярна боковой поверхности, что приводит к осаждению на неё распыленных атомов мишени. Следовательно, максимальная площадь, на которой может быть сформировано покрытие, равна сумме площадей боковой и двух торцевых поверхностей.

Smax=Sбок+2Sторц;

а минимальная:

Smin=Sбок.

Согласно методу Корнфельда [10]:

=2π(R2-r2);

Заключение

Лабораторная работа №5

«Оптические исследования модифицированной поверхности»

Цель работы: Пользуясь методом электронной микроскопии получить количественный состав поверхности образцов до и после модификации.

Приборы и принадлежности: Растровый электронный микроскоп JEOLJCM- 5700, образцы из сталей С 345, 09Г2С,38Х2МЮА, Ст. 45.

Теория :

Исследование модифицированных поверхностей конструкционной стали методами электронной микроскопии

Одним из наиболее широко применяемых методов электронной микроскопии является метод растровой (сканирующей) электронной микроскопии (РЭМ). Изображение формируется при сканировании пучка, подобно растру электронно-лучевой трубки телевизора с последующей передачей сигнала от детектора электронов на экран. Выбор того или иного типа изображений, определяется задачей – топография образца исследуется с использованием вторичных электронов (SEI), а состав с использованием отраженных (обратно-рассеянных) электронов (BSI) .

Электроны, образованные в образце в результате электронной бомбардировки называются «вторичными электронами»; они отличаются от обратно рассеянных электронов гораздо более низкой энергией. Все электроны, вышедшие из образца с энергией 50 эВ и ниже принято, считать вторичными. Отраженные электроны могут возникать как в результате однократного упругого отражения, так и в актах малоуглового многократного рассеяния. Для элементов с высоким атомным номером существует относительно большая вероятность, что электрон будет рассеян на большой угол при однократном взаимодействии, при этом его энергия остается близкой к начальной энергии. Для мишеней с низкими атомными номерами преобладают отраженные электроны, претерпевшие многократные упругие взаимодействия и имеющие большие энергетические потери.

Растровые электронные микроскопы предназначены для проведения исследований микро- и нано-структуры поверхности различных образцов. Базовое оснащение сканирующих электронных микроскопов позволяет изучать морфологию поверхности образца, проводить измерения размеров, формы, ориентации и других параметров микро- и нано-объектов .

Растровый электронный микроскоп состоит из трех основных частей: источника питания, электронно-оптической колонны с камерой образцов и источником электронов, а также системы индикации изображения. Источником электронов вРЭМ является электронная «пушка», состоящая из эмиттера электронов (катода) с отрицательным потенциалом в несколько киловольт, благодаря которому электроны ускоряются при движении к образцу. Большинство широко известных эмиттеров представляют собой вольфрамовую нить накаливания, диаметром около 0,1 мм. ВРЭМ приборах пушка и колонна должны находиться под высоким вакуумом, во избежание быстрого окисления (сгорания) вольфрамовой нити накала, изоляции высокого напряжения и возможности пролета пучка электронов от пушки до образца. Поэтому рабочий вакуум в камере микроскопа должен быть не выше 10^{-4}торр.

Электроны ускоряются напряжением, приложенным между пушкой и анодом, которое можно плавно менять от 1 до 20 кВ. Как правило, РЭМ работает при напряжениях 15…25 кВ, так как такой диапазон обеспечивает оптимальное разрешение. Низкие напряжения используются при изучении диэлектрических объектов, чтобы избежать зарядки образца электронами зонда.

Оптика РЭМ позволяет сформировать электронный пучок, который характеризуют три параметра: ток пучка I (диапазон изменения 10-12-10-6 А), диаметр пучка d (5 нм – 1 мкм) и расходимость α (10^{-4} – 10^{-2} ср). Эти параметры не являются независимыми. Электронный пучок, определяемый параметрами I, d и α, входит в камеру объекта и попадает в определенное место на образце. Внутри области взаимодействия происходит как упругое,

так и неупругое рассеяние, в результате чего в детекторах возникают сигналы за счет упругих, вторичных и поглощенных электронов, характеристического, непрерывного рентгеновского излучения и катодолюминесцентного излучения. Измеряя величину этих сигналов с помощью соответствующих детекторов, можно определить в месте падения электронного пучка некоторые свойства объекта, такие как топографию, состав и т.д.

Для того чтобы исследовать объект не только в локальной области, пучок необходимо перемещать от одной точки к другой с помощью системы сканирования, как показано на рисунке 18. Сканирование обычно осуществляется с помощью электромагнитных отклоняющих катушек, объединенных в две пары, каждая из которых служит для отклонения соответственно в X- и Y - направлениях. Типичная система сканирования имеет две пары отклоняющих катушек, расположенных в полюсном наконечнике конечной (объективной) линзы, которые сначала отклоняют пучок сначала от оси, затем возвращают его на оптическую ось, причем второе пересечение оптической оси происходит в конечной диафрагме. Пучок за счет «процесса сканирования» перемещается во времени через последовательные положения на образце (например 1, 2, 3 на рис. 3.2), зондируя свойства образца в контролируемой последовательности точек. В аналоговой системе после завершения сканирования вдоль линии положение линии слегка сдвигается в Y – направлении (развертка по кадру), и процесс повторяется, образуя на экране растр. В цифровой системе развертки пучок адресуется в определенное место X-Y растра .

Катодолюминесцентное излучение (испускание электромагнитного излучения в ульрафиолетовой, видимой и инфракрасной области под действием электронной бомбардировки) регистрируется фотоумножителем и может быть разложено в спектр с помощью оптического спектрометра до поступления на фотоумножитель, что позволяет проводить спектральные измерения с высоким разрешением.

ВРЭМ формирование изображения осуществляется за счет операции отображения, которая преобразует информацию из пространства объекта в пространство ЭЛТ. Изображение объекта вРЭМ возникает на экранах двух электронно-лучевых трубок (ЭЛТ), одна из которых предназначена для визуального наблюдения, а вторая, имеющая иные характеристики и работающая в других режимах сканирования, - для фотографического воспроизведения.

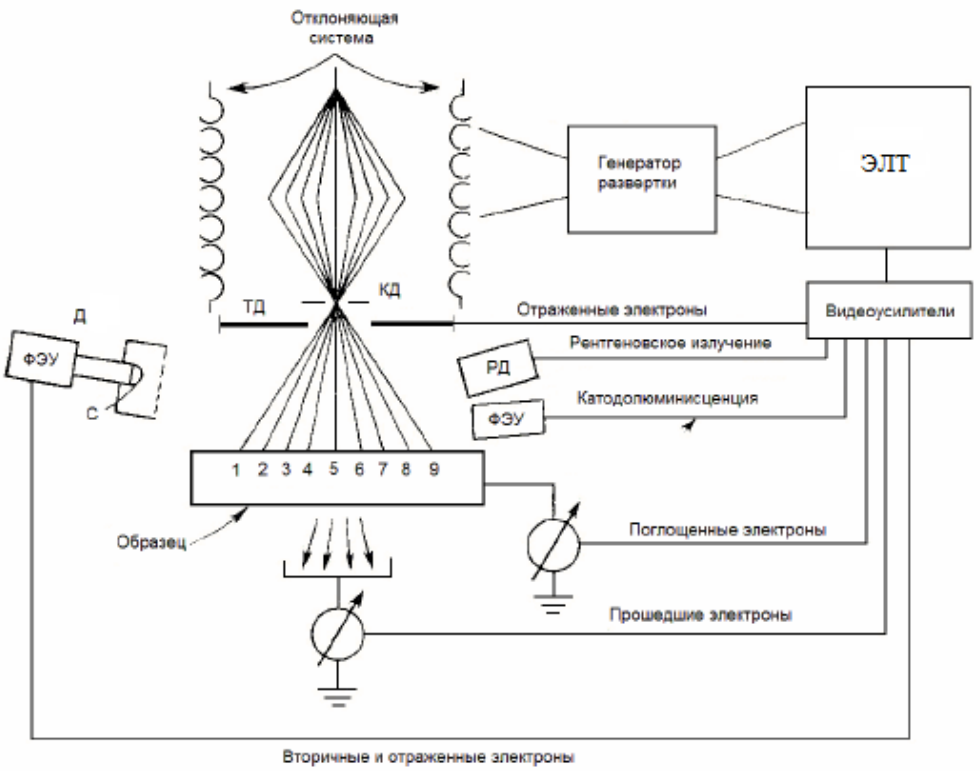


Рис. 19. Схема сканирующей системы растрового электронного микроскопа: КД - конечная диафрагма; ТД - твердотельный детектор; Д - детектор Эвехарта-Торнли; ФЭУ - фотоумножитель; С - сцинтиллятор; РД - рентгеновские спектрометры (кристалл-дифракционные и/или с дисперсией по энергии); ЭЛТ - электронно-лучевые трубки, предназначенные для наблюдения и фотографирония изображения. Цифры 1-9 обозначают последовательные положения пучка при сканировании.

Детектор служит для приема того или иного вида излучения и преобразования излучения, выходящего из образца, в электрический сигнал.

После прохождения усилителя этот сигнал моделирует интенсивность на экранах ЭЛТ для наблюдения и фотографирования. Детекторную систему характеризуют три основных параметра:

1) угол по отношению к поверхности образца, под которым детектор принимает сигнал;

2) телесный угол, в котором детектор принимает сигнал: ω=S/r2, где S – площадь детектора, r – расстояние от точки падения луча на образец до детектора;

3) эффективность преобразования или (доля) процент падающего на детектор излучения, который создает сигнал на его выходе.

Наиболее широко используемым детектором в растровой электронной микроскопии является система сцинтиллятор – фотоумножитель, современная форма которой разработана Эверхартом и Торнли (рис. 19).

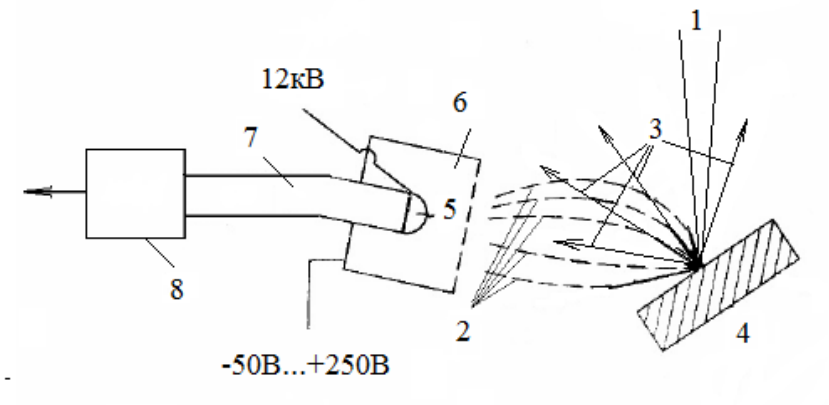


Рис. 20. Схема детектора Эверхарта и Торнли : 1 – электронный зонд; 2 – вторичные электроны; 3 – отраженные электроны; 4 – образец; 5 – сцинтиллятор; 6 – коллектор, состоящий из сетки и металлического стакана; 7 – световод; 8 – фотоумножитель.

Световое излучение, создаваемое в материале сцинтиллятора, проходит по световоду 7 и попадает на фотоумножитель 8, где преобразуется в электрический сигнал. Сигнал от фотоумножителя поступает в

предусилитель, а оттуда, уже смешанный с постоянной составляющей (0…5В), подается на вход видеоусилителя по кабелю.

Этот детектор состоит из:

1) электростатического фокусирующего электрода;

2) сцинтиллятора, имеющего положительный потенциал и оптически соединенного светопроводом с фотоумножителем.

Основная часть детектора – сцинтиллятор 5, в котором при попадании электронов с высокой энергией (10…15 КэВ) генерируется световое излучение.

Сцинтиллятор размещен внутри коллектора, закрытого в передней части сеткой 6, потенциал которой относительно образца 4 можно менять от – 50 до + 250 В и тем самым регулировать соотношение собранных отраженных и вторичных электронов. Положительный потенциал служит для сбора вторичных электронов. Поскольку энергия вторичных электронов недостаточна для активации сцинтиллятора, то они ускоряются под действием высокого напряжения, равного 12 кВ. Отрицательное напряжение на коллекторе полностью запирает вход детектора для низкоэнергетической части вторичных электронов, позволяя наблюдать контраст только в отраженных электронах.

В твердотельном детекторе используется процесс образования в полупроводнике электронно-дырочных пар при попадании в него электронов с высокой энергией. Детектор чувствителен лишь к высокоэнергетическим отраженным электронам, а не к вторичным электронам. Твердотельный детектор может также детектировать и вторичные электроны при условии, что они сначала будут ускорены до достаточной энергии соответствующими приложенными потенциалами.

Контраст изображения вРЭМ формируется за счет изменения числа вторичных или рассеянных назад электронов, собранных с различных участков поверхности образца. Поэтому величина сигнала, определяющая яркость какой-либо точки на экране, сложным образом зависит от ряда

факторов. Механизм контраста будет различным для вторичных и рассеянных электронов из-за огромной разницы в их энергиях.

Вторичные электроны имеют энергию около 20 эВ, в то время как для рассеянных назад электронов это значение составляет 20 000 эВ. Основное различие между этими двумя типами электронов заключается в том, что быстрые рассеянные назад электроны не отклоняются полем коллектора. Они летят от образца к сцинтилляционному счетчику по совершенно прямолинейным траекториям.

Медленные вторичные электроны испытывают влияние электрического поля коллектора и обычно следуют по искривленным траекториям. Поэтому те участки поверхности образца, из которых к коллектору нельзя провести прямую линию, можно визуализировать только с помощью вторичных электронов, а не с помощью рассеянных назад. Это является основной причиной более высокой информативности вторично-эмиссионного изображения. Кроме того, вторичные электроны дают больший общий сигнал, а, следовательно, и лучшее отношение сигнал/фон.

Из информации, получаемой с помощью РЭМ, основными являются сведения о локальных изменениях топографии и химического состава поверхности. Соответственно выделяют топографический и композиционный контрасты .

Топографический контраст обусловлен изменением интенсивности эмиссии вторичных электронов и коэффициента отражения для отраженных электронов, угла наклона элемента поверхности к первичному пучку. Число электронов, попадающих на сцинтиллятор, определяется углом между падающим электронным пучком и нормалью к поверхности образца. Это справедливо и для рассеянных назад и для вторичных электронов. Малые изменения (1…2°) наклона поверхности оказываются достаточными для заметной модуляции яркости свечения экрана электронно-лучевой трубки. Грубый рельеф поверхности может давать дополнительный контраст за счет эффекта тени.

Характерная черта топографического контраста вРЭМ – повышенная яркость изображения острых вершин и выступов рельефа (краевой эффект), вызванная увеличением выхода электронов с этих участков. Снижение разрешающей способности и потеря отдельных деталей изображения усугубляются при этом за счет более эффективного улавливания коллектором электронов, вылетающих из выступов рельефа.

Существует очевидное сходство изображений, получаемых в световом и растровом микроскопах (при использовании отраженных электронов впадины кажутся темными, выступы светлыми и отбрасывающими тени), несмотря на существенные различия в механизме формирования контраста. При наблюдении в световом микроскопе объект обычно освещен под разными углами, а изображение формируется в глазу наблюдателя. ВРЭМ объект освещен очень узким электронным зондом, вторичные электроны поступают на коллектор под самыми различными углами, поэтому изображение выглядит так, как будто источник света расположен на месте коллектора электронов, а наблюдение проводится со стороны электронной пушки (рассеянное освещение при использовании вторичных электронов, косое – при использовании отраженных электронов).

Композиционный контраст возникает при сканировании электронным зондом объектов с локальными изменениями химического состава при изменении коэффициентов вторичной эмиссии и отражения электронов. Эффективность отражения зависит от атомного номера мишени сильнее, чем эмиссия вторичных электронов, поэтому использование отраженных электронов в этом случае предпочтительнее.

С увеличением атомного номера элемента, бомбардируемого первичными электронами, коэффициент отражения электронов растет, поэтому места, обогащенные более тяжелыми элементами, отражают больше электронов и выглядят на изображении более светлыми. Из-за низкой интенсивности потока отраженных электронов этот режим используется

сравнительно редко, однако в определенных случаях с его помощью можно получить значительную информацию.

Разрешающая способность изображений в отраженных электронах (1000 Å) существенно выше, чем в характеристическом рентгеновском излучении (10 000 Å). На изображении в характеристическом рентгеновском излучении можно выявить локальные неоднородности химического состава не только на поверхности образца, но и на глубине до 1000 Å .

Для того чтобы разделить эффекты, вызываемые изменением химического состава и топографии, используют парный детектор. Интенсивность сигналов, возникающих в детекторах, расположенных симметрично над образцом, зависит от композиционного и топографического контрастов. Сигналы, вызванные композиционным контрастом, в обоих детекторах эквивалентны, а вызванные топографическим – обратные, так как оба детектора видят поверхность с различных сторон. Суммирование сигналов от обоих детекторов увеличивает эффект композиционного контраста и уничтожает влияние топографии, а вычитание сигналов от этих детекторов подавляет композиционный контраст и лучше выявляет топографию поверхности .

Существует и другой путь. При положительном потенциале на сетке (100 В) вторичные электроны независимо от первичного направления эмиссии движутся в направлении к коллектору, образуя бестеневое изображение объекта.

Увеличение на изображение вРЭМ зависит от регулировки масштаба отображения на экране ЭЛТ. Если информация отрезка длиной l в пространстве объекта отображается вдоль отрезка длиной L в пространстве ЭЛТ, то линейное увеличение M равно:

$$M = L/l. \qquad (4.1.1.)$$

Предельные увеличения в современных конструкциях РЭМ достигают 150000…200000 крат.

Увеличение также зависит от ускоряющего напряжения электронного зонда, ускоряющих напряжений в электронно-лучевых трубках и тока возбуждения в объективной линзе. Изменение увеличения за счет ускоряющего напряжения автоматически учитывается калибрующим устройством микроскопа.

Разрешающая способность зависит от вида используемого сигнала и вида объекта. Наименьшие значения разрешаемого расстояния 70…100 Å при использовании эффекта эмиссии вторичных электронов.

Изображение во вторичных электронах имеет гораздо лучшее разрешение, чем изображение в упруго рассеянных (отраженных) электронах. Разрешение во вторичных электронах в современных приборах примерно соответствует поперечнику электронного зонда и может быть лучше 100 Å. Разрешение в упруго рассеянных электронах значительно хуже (около 1000 Å).

Широкое распространение в растровых электронных микроскопах получили энергодисперсионные спектрометры для выполнения рентгеноспектрального микроанализа. Рентгеноспектральный микроанализ позволяет получать информацию об элементном составе образца – как о концентрации элементов, так и о их пространственном распределении. Для генерации характеристического рентгеновского излучения используется электронный пучок микроскопа. Поперечное разрешение (поперечная локальность) рентгеновского микроанализа для растровых электронных микроскопов ограничивается на уровне 1 мкм из-за рассеяния пучка в образце.

Энергодисперсионные спектрометры, работающие в энергетическом диапазоне рентгеновского излучения, представляют собой полупроводник (обычно кремниевый, но иногда германиевый) с электронной зонной структурой, в которой валентная зона в нормальном состоянии заполнена электронами. Если один из них переходит в зону проводимости, он становится свободным для перемещения и повышает электропроводность

материала, при этом в валентной зоне образуется «дырка», ведущая себя как свободный (подвижный) положительный заряд. Валентная зона отделена от зоны проводимости запрещенной зоной (для кремния 1.1 эВ). При комнатной температуре только некоторые электроны имеют достаточную тепловую энергию, чтобы преодолеть запрещенную зону, поэтому его электропроводность очень низкая. Когда материалом детектора поглощается рентгеновский фотон, он генерирует фотоэлектроны, передающие часть своей энергии электронам валентной зоны, которые переходят в зону проводимости. Таким образом, каждый рентгеновский фотон, попадающий в детектор, формирует короткий импульс электрического тока, создаваемый электронами и «дырками», движущимися в противоположных направлениях под воздействием приложенного к детектору электрического поля (смещения). Энергия генерации одной электронной пары для Si составляет 3,8 эВ. Величина выходного импульса зависит от числа электронов и «дырок», образующихся при кратности энергии рентгеновского фотона 3,8 эВ.

Число электронно-дырочных пар подчиняется определенным статистическим флуктуациям, а рентгеновская линия с данной энергией, E, имеет разброс импульсов по высоте в форме гауссова распределения. Ширину линии обычно представляют через «полную ширину на полувысоте» (FWHM), которую можно выразить через энергетические единицы, как ΔE:

$$\Delta E=(kE)0,5, \qquad (4.1.2.),$$

где k константа (для Si $k = 2,53$).

На рисунке 20 показано энергетическое разрешение (FWHM пик в спектре многоканального анализатора) идеального детектора, как это определяется через статистическое распределение.

На практике всегда существует дополнительный вклад в форму пика шумов электроники, детектора и предусилителя (несмотря на их охлаждение до температуры жидкого азота).

Изменение ΔE, как зависимость от E имеет вид, представленный на рисунке 21. Обычно разрешающая способность Si (Li) детектора определяется полушириной пика MnKα линии (энергия линии 5,89 кэВ), минимальное значение этой величины у современных детекторов достигает 130 эВ.

Детекторы из сверхчистого Ge имеют разрешающую способность до 115 эВ за счет меньшей величины энергии образования электронно-дырочной пары.

На базе таких детекторов в настоящее время созданы весьма совершенныеэнергодисперсионные системы, позволяющие анализировать спектры практически всех элементов.

Шумы приводят к флуктуации высоты выходных импульсов, которые могут приниматься в расчет, так что разрешение ΔE определяется, как:

$$\Delta E2 = \Delta En2 + kE \qquad (4.1.3.),$$

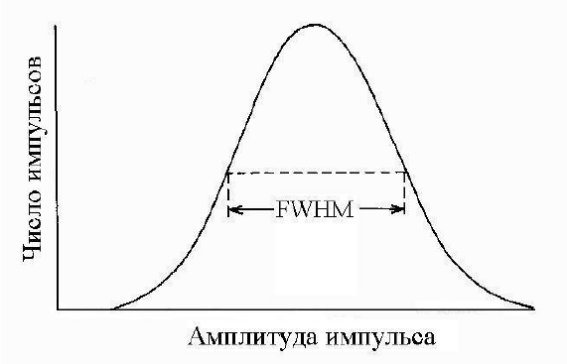


Рис. 21. Гауссиана распределения импульсов по высоте; ширина пика определяется, как ширина на половине высоты (FWHM)

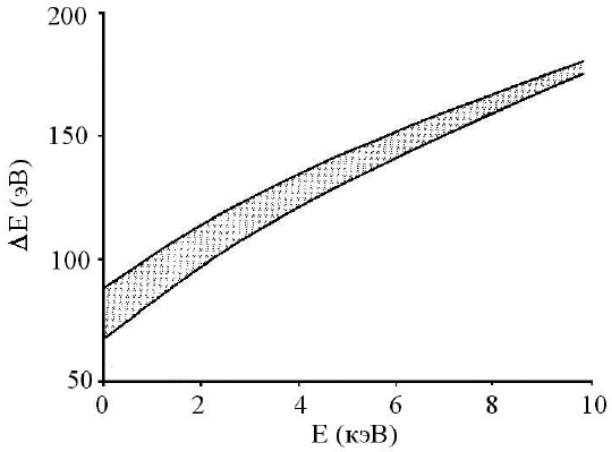


Рис. 22. Энергетическая разрешающая способность ЭД спектрометра, как функция энергии рентгеновского фотона (E); ΔE представляется полушириной (см. рис. 1.4); заштрихованная площадь – это значения, полученные с помощью Si (Li) детектора

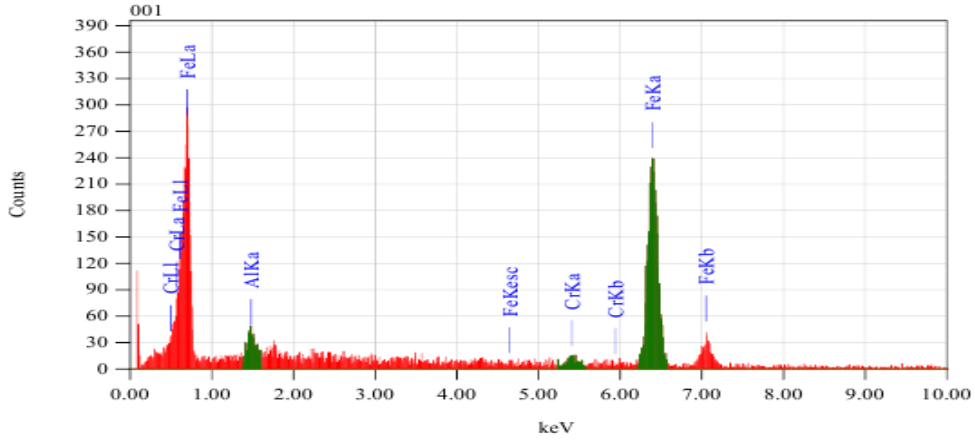
Энергодисперсионные спектрометры просты и удобны в использовании, позволяют быстро определять качественный и количественный состав образца. Данные спектрометры возможно использовать при решении широкого круга задач, особенно на предварительной стадии исследования, рентгеновского микроанализа. Большинство растровых электронных микроскопов оборудовано рентгеновскими спектрометрами с дисперсией по энергиям.

Ход проведения работы:

1.Получить у преподавателя образец для лабораторной работы. Включить прибор.

2.Произвести исследования согласно рабочей инструкции по работе растрового электронного микроскопа JEOLJCM- 5700.

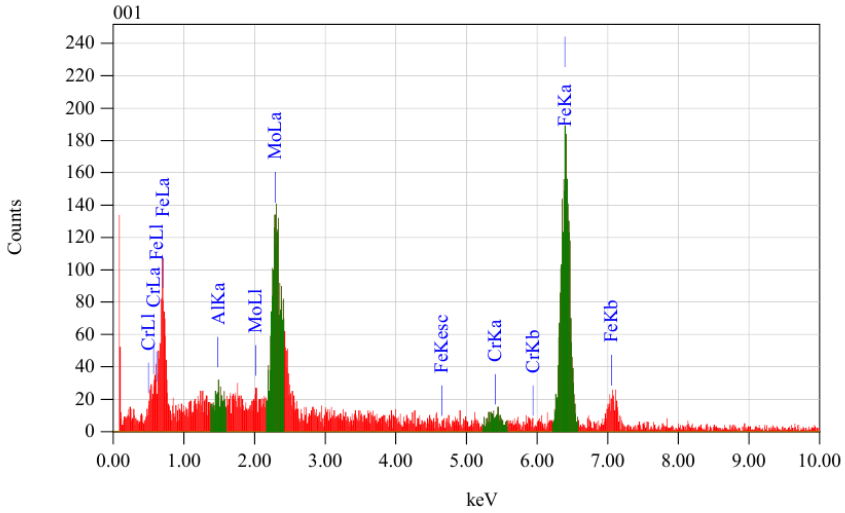
Результаты измерений



ZAF Method Standardless Quantitative Analysis(Oxide)
Fitting Coefficient : 0.3598
Total Oxide : 24.0

Element	(keV)	Mass%	Error%	Mol%	Compound	Mass%	Cation	K
O		23.21						
Al K	1.486	1.48	0.26	2.01	Al2O3	2.79	0.91	1.1573
Cr K	5.411	1.79	0.47	1.27	Cr2O3	2.62	0.57	2.7698
Fe K	6.398	73.52	0.65	96.72	FeO	94.59	21.78	96.0729
Total		100.00		100.00		100.00	23.26	

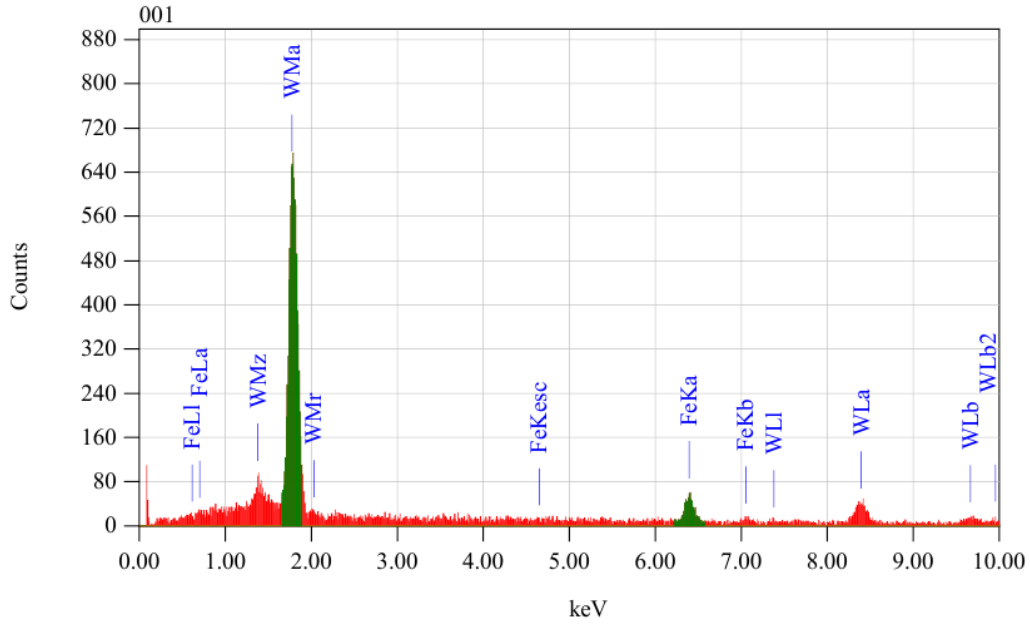
Рис. 27. Количественный состав образца, изготовленного из стали 38Х2МЮА.



ZAF Method Standardless Quantitative Analysis(Oxide)
Fitting Coefficient : 0.4660
Total Oxide : 24.0

Element	(keV)	Mass%	Error%	Mol%	Compound	Mass%	Cation	K
O		25.50						
Al K*	1.486	0.61	0.26	0.95	Al2O3	1.16	0.34	0.5514
Cr K*	5.411	1.07	0.55	0.86	Cr2O3	1.56	0.31	1.6315
Fe K	6.398	56.01	0.70	83.59	FeO	72.05	15.10	78.5333
Mo L	2.293	16.81	0.52	14.61	MoO3	25.23	2.64	19.2839
Total		100.00		100.00		100.00	18.40	

Рис. 29. Количественный состав стали, модифицированной молибденом.



ZAF Method Standardless Quantitative Analysis(Oxide)
Fitting Coefficient : 0.3775
Total Oxide : 24.0

Element	(keV)	Mass%	Error%	Mol%	Compound	Mass%	Cation	K
O		20.95						
Fe K	6.398	12.23	0.50	37.60	FeO	15.74	4.01	20.1022
W M	1.774	66.82	0.38	62.40	WO3	84.26	6.66	79.8978
Total		100.00		100.00		100.00	10.68	

Рис. 31. Количественный состав стали, модифицированной танталом.

Вывод:

Контрольные вопросы:

1. В чем суть атомно-силовой микроскопии.

2.Принцип формирования изображения в растровом электронном микроскопе.

3.В чем различие подготовки для исследования электропроводящих и диэлектрических образцов.

4.Каково устройство растрового электронного микроскопа.

5.Обоснуйте необходимость использования высокого вакуума для работы электронного микроскопа.

Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования

ОМСКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ ТЕХНИЧЕСКИЙ УНИВЕРСИТЕТ

Кафедра «ФИЗИКА»

ОТЧЕТ

по лабораторной работе №5

«Оптические исследования модифицированной поверхности»

Выполнил студент гр.

Проверил:

Омск 2017 г.