

ФГБОУ ВО «Воронежский государственный  
технический университет»

Кафедра физики твердого тела

140-2017

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ  
к лабораторным работам № 3-4 по дисциплине «Физика  
наносистем» для студентов направления 28.03.01  
«Нанотехнологии и микросистемная техника» (профиль  
«Компоненты микро- и наносистемной техники») очной  
формы обучения

Воронеж 2017

Составитель канд. физ.-мат. наук А.В. Костюченко

УДК 538.9

ББК 22.36Я7

Методические указания к выполнению лабораторных работ № 3-4 по дисциплине «Физика наносистем» для студентов направления 28.03.01 «Нанотехнологии и микросистемная техника» (профиль «Компоненты микро- и наносистемной техники») очной формы обучения ФГБОУ ВО «Воронежский государственный технический университет»; сост. А.В. Костюченко. Воронеж, 2017. 32с.

Методические указания содержат теоретические и практические сведения о вакуумных методах синтеза наноструктурированных тонких пленок, о просвечивающей электронной микроскопии как методе исследования структуры и субструктуры наноструктурированных материалов.

Методические указания подготовлены в электронном виде и содержатся в файле МУ\_ФИЗ\_140.pdf.

Ил. 10. Библиогр.: 2 назв.

Рецензент канд. физ.-мат. наук, доц. С.А. Солдатенко

Ответственный за выпуск зав. кафедрой  
д-р физ.-мат. наук, проф. Ю.Е. Калинин

Издается по решению учебно-методического совета Воронежского государственного технического университета

© ФГБОУ ВО «Воронежский государственный технический университет»,  
2017

## ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА №3

### ПРИГОТОВЛЕНИЕ ОБРАЗЦОВ НАНОСТРУКТУРНЫХ МАТЕРИАЛОВ ДЛЯ ИССЛЕДОВАНИЯ МЕТОДАМИ ПРОСВЕЧИВАЮЩЕЙ ЭЛЕКТРОННОЙ МИКРОСКОПИИ И ЭЛЕКТРОНОГРАФИИ

Цель работы: освоение вакуумных методов получения наноструктурированных материалов (островковые пленки) и методик пробоподготовки наноструктурированных материалов для последующего их исследования методами дифракции быстрых электронов (ДБЭ) и просвечивающей электронной микроскопии (ПЭМ).

#### 1. КРАТКИЕ ТЕОРЕТИЧЕСКИЕ СВЕДЕНИЯ

Образец, приготовленный для исследования в просвечивающем электронном микроскопе или электронографе, должен быть прозрачным для электронов. Прозрачность объектов для электронов зависит прежде всего от атомного номера материала образца и от ускоряющего напряжения (энергии попадающих на образец электронов). Максимальная толщина просвечиваемого материала при ускоряющем напряжении 100 кВ: уран - 0,01 мкм, железо - 0,1 мкм, алюминий - 0,8 мкм.

Образцы для исследования методами ПЭМ и ДБЭ могут быть приготовлены следующими методами:

- напылением тонких пленок;
- утонением массивных образцов химической, электролитической полировкой или ионной бомбардировкой;
- получением тонких срезов на ультрамикротоме;
- для высокодисперсных материалов (нанопорошки, углеродные нановолокна и нанотрубки) – разбрызгиванием и высушиванием после специальной операции диспергирования, разрушающей агрегаты частиц или предупреждающей их возникновение.

## 2. МЕТОДИКА ЭКСПЕРИМЕНТА

Для осуществления операций электронно-микроскопического препарирования, исследований и работ, связанных с распылением материалов в вакууме, может быть использована вакуумная установка ВУП-5. Прибор может быть использован для металлизации материалов в вакууме, получения углеродных реплик, нагрева и охлаждения исследуемых образцов, очистки образцов и распыления материалов с помощью ионной бомбардировки.

### *Технические характеристики*

Питание – трехфазная сеть переменного тока напряжением 220 В.

Потребляемая мощность – не более 3,5 кВА

Остаточное давление в рабочем объеме:

при охлаждении ловушки водой (время откачки - 15 мин)  $1,3 \cdot 10^{-3}$  Па.

при охлаждении ловушки жидким азотом (время откачки 30 мин.)  $1,3 \cdot 10^{-4}$  Па.

Ток накала испарителей – до 200 А.

Напряжение на выходе высоковольтного выпрямителя 7-10 кВ.

Заслонка устройства смены подложек обеспечивает перекрытие потока испаряемого вещества от испарителя к подложкам.

Операции по подготовке объектов проводятся в рабочем вакууме  $1,3 \cdot 10^{-4}$  Па. Для получения такого давления использована классическая вакуумная система с применением механического насоса для получения предварительного вакуума и паромасляного высоковакуумного насоса (рис.1).

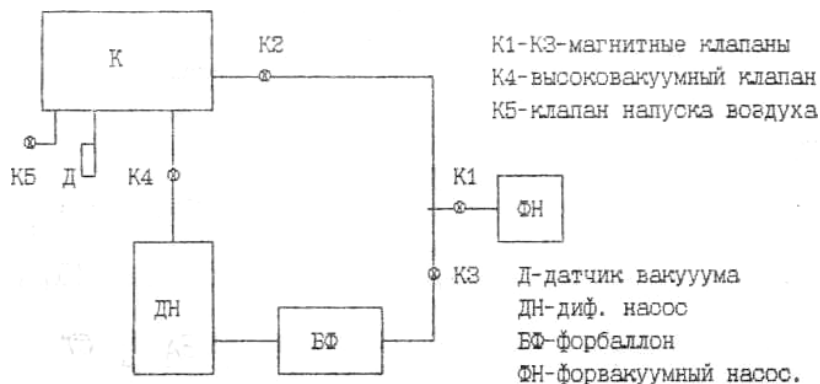


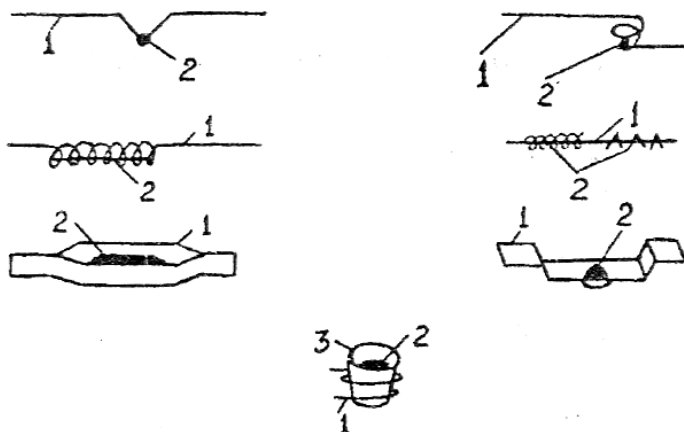
Рис.1. Схема вакуумной системы ВУП-5

### Испарители и их применение

Для проведения процесса испарения вещества в вакууме необходимо иметь испаритель, который содержал бы в себе испаряемое вещество и поддерживая его при температуре, достаточной для получения требуемого давления паров.

Обычно основываются на необходимости иметь установившееся давление паров испаряемого материала порядка  $10^{-2}$  мм.рт.ст. Такое давление достигается при так называемой температуре испарения вещества.

Материалами, имеющими незначительную упругость пара при высоких температурах (2300-3500 К), являются тугоплавкие металлы и некоторые окислы (W, Mo, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, Ta). Выбор испарителя осуществляется также с учетом вероятности образования сплавов и возможности реакции между веществом испарителя и испаряемым веществом. Простейшие конструкции испарителей изготавливаются из проволоки и металлической фольги и схематически показаны на рис.2.



*1 – нагреватель, 2 – испаряемый материал, 3 – тигель*

Рис. 2. Резистивные испарители

Предпочтительнее испарители, состоящие из нескольких скрученных проволок, так как они имеют большую площадь поверхности.

Аморфные углеродные реплики удобны для использования их в качестве связующего материала при подготовке островковых пленок и нанопорошков (нановолокон) для исследования методами ПЭМ. Углеродные пленки отличаются рядом преимуществ: пластичность, химическая устойчивость, электропроводность.

Получение углеродных реплик производится путем напыления в высоком вакууме на островковую пленку на поверхности подложки. Техника получения углеродных реплик заключается в следующем (рис.3). В вакууме не хуже  $10^{-4}$  мм. рт.ст. к двум углеродным стержням, соприкасающиеся концы которых предварительно затачиваются, подводится напряжение  $\sim 10$  В. В дуге, возникающей в месте контакта стержней, происходит распыление углерода, который в широком интервале температур объекта конденсируется на его поверхности в виде аморфной пленки.

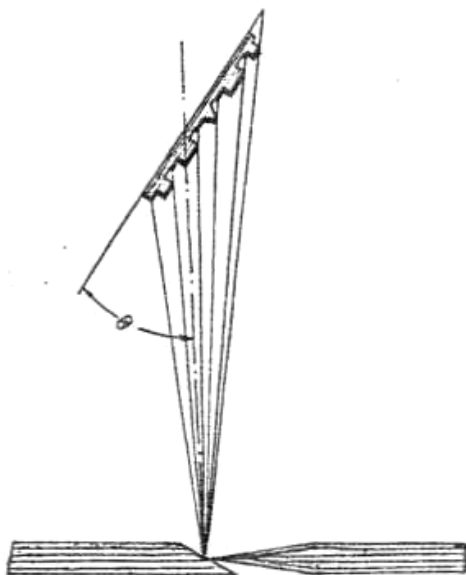


Рис. 3. Схема получения углеродной реплики

Отделение углеродной реплики в любом случае можно произвести подтравливанием подложки, так как углеродная пленка устойчива практически во всех средах.

Распыление углерода в ВУП-5 осуществляется с помощью устройства, позволяющего разогреть до температуры парообразования концы соприкасающихся угольных стержней при пропускании через них электрического тока за счет большого переходного сопротивления в месте соприкосновения. Конструкция устройства обеспечивает прижатие угольных стержней друг к другу

Образцы ультрадисперсных порошков и волокон для исследования методом ПЭМ могут быть приготовлены методом разбрызгивания и высушивания на ультразвуковом диспергаторе УЗДН-2Т. Ультразвуковой диспергатор выполнен в виде настольной установки и представляет собой стойку, в которой размещен

### 3. ПОРЯДОК ВЫПОЛНЕНИЯ РАБОТЫ

**Задание 1.** Ознакомление с устройством и принципом работы ВУП-5, освоение методики распыления материалов в вакууме; получение островковых пленок и углеродных реплик на поверхности подложек.

*Включение прибора ВУП-5.*

1. Нажать кнопку СЕТЬ. При этом загорается световая индикация, находящаяся рядом с кнопкой.

2. Нажать кнопку "ФН".

3. Нажать кнопку "ВВ" и произвести откачку до получения остаточного давления  $5 \cdot 10^{-2}$  мм.рт.ст. Контроль остаточного давления производится манометрическим термодинамическим преобразователем ПМТ-4М, установленным на патрубке электромагнитного клапана форнасоса.

4. Открыть кран водяного охлаждения диффузионного насоса.

5. Нажать кнопку "ДН" (включается нагреватель диффузионного насоса). Через 1 час ВУП готов к работе.

Полный цикл откачки проводится после подготовки рабочей камеры к эксперименту.

6. Закрыть колпак и нажать кнопку ПВ. При этом рабочий объем будет откачиваться на предварительный вакуум.

7. По достижении вакуума  $5 \cdot 10^{-2}$  мм.рт.ст нажать кнопку "ВВ" и открыть высоковакуумный клапан (ручка слева от колпака). При этом рабочий объем будет откачиваться на высокий вакуум. Измерение высокого вакуума производить с помощью датчика ПМИ-2.



8. Чтобы напустить воздух в рабочий объем после завершения эксперимента, надо выключить датчик ПМИ-2, выждать 30 мин (для остывания и предотвращения окисления подколпачного устройства), поставить рукоятку высоковакуумного колпака в положение ЗАКРЫТЬ и отвернуть винт напуска воздуха, расположенный под рукояткой.

*Нанесение островковых пленок методом термического испарения*

9. Установить нагреватель подложек в соответствующее гнездо в основании рабочего объема и соединить вставку нагревателя с колодкой на вертикальной стенке РО.

10. Установить подложку (монокристалл NaCl) на столик нагревателя.

11. Установить испаритель с испаряемым материалом (Ag).

12. Откачать рабочий объем до высокого вакуума ( $2 \cdot 10^{-5}$  мм.рт.ст.).

13. Нажать кнопку НАГРЕВАТЕЛЬ, ОХЛАДИТЕЛЬ, рукояткой автотрансформатора установить напряжение, необходимое для нагрева образцов до требуемой температуры, пользуясь градуировочной таблицей и показаниями милливольтметра на левом вертикальном пульте.

14. Установить переключатель испарителей на горизонтальном правом пульте в положение, соответствующее установленному испарителю. На испарителях и переключателе имеются соответствующие гравировки.

15. Нажать кнопку ИСП.

16. Рукояткой автотрансформатора РЕГ. НАПРЯЖЕНИЯ, расположенной на горизонтальном пульте управления, плавно увеличивать ток накала испарителя до значения, обеспечивающего испарение материала.

### *Приготовление углеродных реплик*

17. Подготовить и закрепить в вакуумной камере устройство для распыления углерода. Для этого заточить угольные стержни (получить у преподавателя) следующим образом: один заострить, на другом сделать косой срез под углом  $45^\circ$  к оси стержня. Разместить заточенные стержни в устройстве так, чтобы косой срез был направлен в сторону подложки;

18. Подготовить исследуемую поверхность подложки (NaCl и гетероструктура NaCl-островковая пленка) и поместить образец в вакуумную камеру на расстоянии  $\sim 10$  см от стержней.

Далее следовать пп. 3-8.

После извлечения образцов из вакуумной камеры отделить реплики от поверхности подложки (выбор раствора обусловлен химическим составом подложки: для NaCl – дистиллированная вода), промыв в дистиллированной воде, подложить на предметную сетку.

#### *Выключение ВУП-5.*

После выполнения работы на ВУП выключение прибора производить в следующем порядке:

19. Откачать рабочий объем на предварительный вакуум в течение 5 мин.

20. Выключить диффузионный насос (кн. ДН).

21. Через 20-30 мин нажать кнопку "О"

22. Выключить механический насос (кн. ФН).

23. Выключить сеть (кн. СЕТЬ).

24. Перекрыть ВОДУ в системе охлаждения.

**Задание 2.** Приготовление образцов ультрадисперсных порошков и углеродных нановолокон и нанотрубок методом диспергирования

1. Подготовить суспензию, из которой будет нанесен исследуемый порошок. Для этого в рабочую пробирку налить

~ 5 см<sup>3</sup> жидкости, хорошо смачивающей препарированное вещество (дистиллированная вода или этиловый спирт), в которую насыпать исследуемый порошок.

2. Подключить генератор к сети переменного тока напряжением 220 В. Ручку резистора с подписью **МОЩНОСТЬ** вывести влево до отказа.

3. Открыть воду.

4. Кнопкой **СЕТЬ** включить диопергатор: при этом должна загореться сигнальная лампочка и начинает работать вентилятор.

5. Кнопкой **ДИАПАЗОН** кГц установить частотный диапазон 44 кГц, соответствующий частоте подключенного излучателя, при этом должна загореться соответствующая сигнальная лампочка "44".

6. Кнопкой **ИЗЛУЧАТЕЛЬ** (одна имеет фиксированное положение, а другая без него, для кратковременного выключения) включить усилитель мощности.

7. В пробирку с приготовленной смесью ввести коническую насадку рабочим концом и настроить генератор на резисторную частоту ручкой **ЧАСТОТА** по минимальному отклонению стрелки индикатора, установленного на передней панели диспергатора при максимальном значении выходной мощности (ручку **МОЩНОСТЬ** вывести вправо до отказа). Качество настройки генератора можно проверить по максимуму шума на слух. При настройке генератора излучатель обязательно должен работать в диспергируемую или эквивалентную ей жидкость. Время облучения при резонансе 2 с.

8. Нанести вещество на углеродную пленку-подложку.

Для этого необходимо:

8.1. Закрепить коническую насадку вверх пятак.

8.2. Вновь настроить диопергатор на резонансную частоту, подавая пипеткой 2 на пятак насадки 4 (рис. 4) приготовленную суспензию каплями 3, подобрать оптимальный режим распыления, регулируя мощность

излучения, и поместить пленку-подложку 1 в зону распыления.

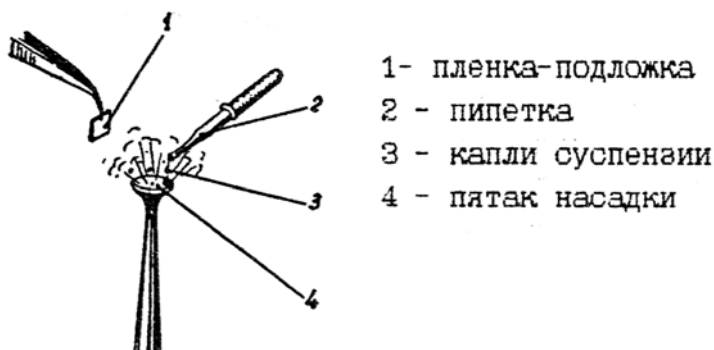


Рис. 4. Схема ультразвукового диспергатора

9. После окончания работы промыть насадку водой и выключить диспергатор. Для этого кнопку ИЗЛУЧАТЕЛЬ установить в исходное положение и через 3-5 мин. (время, необходимое для удаления нагретого воздуха из кожуха генератора) отключить питание кнопкой СЕТЬ.

#### 4. ОТЧЕТ О РАБОТЕ

Отчет о работе должен содержать:

1. Схему вакуумной системы ВУП-5.
2. Краткое описание методики вакуумного испарения и конденсации и режимов получения островковых пленок металлов и углеродных реплик.
3. Краткое описание методики пробоподготовки углеродных наноструктурированных материалов методом диспергирования
4. Электронно-микроскопические сетки с образцами металлических островков и углеродных нанотрубок и нановолокон углеродной.
5. Вывод.

## 5. КОНТРОЛЬНЫЕ ВОПРОСЫ

1. Требования, предъявляемые к образцам, исследуемым методом ПЭМ.
2. Методы получения тонких пленок.
3. Сущность метода термического испарения и конденсации.
3. Метод получения углеродных реплик.
4. Вакуумная система универсального поста ВУП-5.
5. В чем заключается сущность метода диспергирования?

## ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА №4

# ИССЛЕДОВАНИЕ СТРУКТУРЫ И СУБСТРУКТУРЫ НАНОСТРУКТУРНЫХ МАТЕРИАЛОВ МЕТОДОМ ПРОСВЕЧИВАЮЩЕЙ ЭЛЕКТРОННОЙ МИКРОСКОПИИ

### Цель работы:

Ознакомление с методами просвечивающей электронной микроскопии. Ознакомление с конструкцией и техническими характеристиками микроскопа ПРЭМ-200, режимами работы электронного микроскопа. Освоение порядка подготовки прибора к работе и основных методик исследования. Установление структуры и субструктуры nanoостровков, наноструктурных порошков и нанокристаллических пленок методами просвечивающей электронной микроскопии.

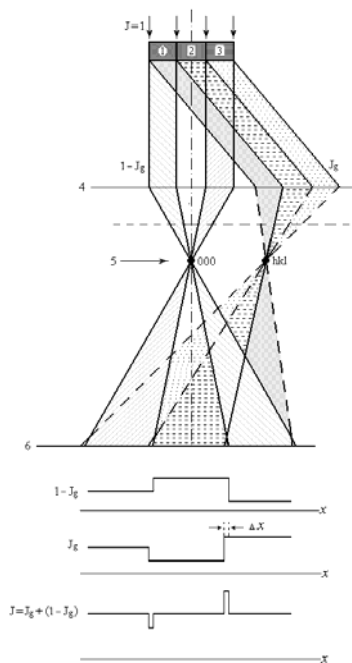
## 1. КРАТКИЕ ТЕОРЕТИЧЕСКИЕ СВЕДЕНИЯ

Перечень возможностей качественного и количественного анализа просвечивающей электронной микроскопии (ПЭМ) наиболее широкий в сравнении с другими методами исследования структуры и субструктуры материалов. ПЭМ позволяет определять фазовый состав, структуру, ориентацию кристаллических фаз, количество, тип, и соответственно, природу дислокаций дефектов упаковки; устанавливать пространственное распределение в изучаемом объекте вторых фаз, текстур, исследовать дислокационную и атомную структуру внутренних поверхностей раздела (границы зерен и фаз). Современные микроскопы позволяют получать изображение элементов микроструктуры при увеличении их до  $\sim 1,5 \cdot 10^6$  раз и разрешать периодические структуры с периодом 0,15 нм.

Амплитудный контраст электронномикроскопического

изображения отражает связанное с неодинаковыми условиями дифракции распределение интенсивности дифрагированной волны в пределах исследуемого образца. Поэтому на изображении монокристаллического недеформированного образца постоянной толщины амплитудный контраст не должен возникать. Неоднородность условий для дифракции может быть связана с локальными искажениями кристаллической решетки разного рода дефектами кристалла, разной ориентацией зерен поликристаллического образца по отношению к электронному лучу, наличием вторых фаз, полидоменной структурой (ферромагнетики, ферроэлектрики) и т.д. То есть амплитудный контраст имеет ориентационную (или деформационную) природу, а в случае ферромагнетиков и ферроэлектриков обусловлен взаимодействием электронного пучка с соответствующими полями.

Одно из наиболее используемых при анализе контраста приближений состоит в том, что при единичной интенсивности падающего пучка наряду с проходящим через объект прямым пучком формируется только один дифрагированный на плоскостях  $(hkl)$  пучок интенсивности  $I_{ghkl}$  (так называемое двухлучевое приближение). Упрощенная схема на рис.1 иллюстрирует формирование контраста на изображении поликристаллического образца в дифрагированном ( $I_g$ ) и прямом ( $1-I_g$ ) пучках.



*1,2,3 – зерна разной ориентации; 4 – положение объективной линзы; 5 – ее задняя фокальная плоскость; 6 – плоскость изображения*

Рис. 1. Упрощенная схема формирования контраста электронномикроскопического изображения поликристалла в дифрагированном пучке  $J_g$  и прямом  $(I-J_g)$

Природа контраста связана с разными условиями дифракции в пределах каждого зерна (1-3). Из схемы видна связь картины дифракции, формируемой в задней фокальной плоскости объектива, и контраста изображения; в дифрагированном пучке, в любом его сечении, распределение интенсивности отвечает тому, как выполняется условие дифракции на соответствующей системе плоскостей. На изображении в дифрагированном пучке большая интенсивность соответствует зернам, в пределах которых точнее выполняется условие дифракции на плоскостях  $(hkl)$ , в



прямом пучке - наоборот. Таким образом, возможны два типа электронномикроскопического изображения: *светлопольное* – формируемое в прямом пучке (рис. 1а), и *темнопольное* (рис. 1б и в) - в дифрагированном. Эти два варианта реализуются пропусканием соответствующих пучков через апертурную диафрагму. Поскольку для двухлучевого условия прямого пучка  $I_0 = 1 - I_g$ , темнопольное и светлопольное изображения должны быть взаимодополняющими (рис.1), и при отсутствии апертурной диафрагмы их совмещение должно было бы давать единичную интенсивность в пределах всего образца.

На рис.2 приведены примеры светлопольного (а) и темнопольного (б) изображений одного участка образца.

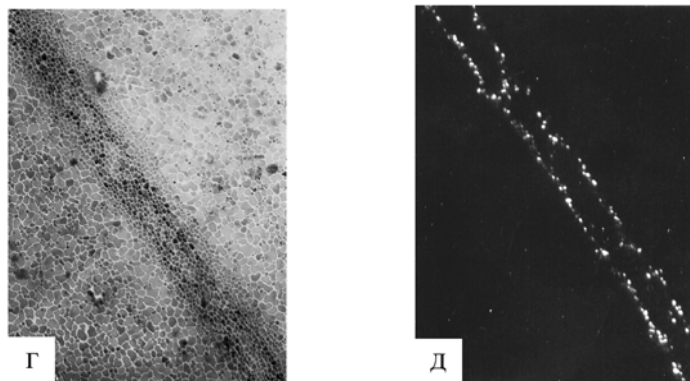


Рис. 2. Светлопольное (а) и темнопольное (б) изображения участка пленки Al

Анализ многофазных объектов производится следующим образом: темнопольные изображения в отражениях каждой фазы позволяют выявить размеры и форму частиц каждой фазы, их распределение и оценить относительную долю объема образца, занимаемую зернами каждой фазы.

Для этого необходимо:

- получить электронограмму образца и провести ее интерпретацию (определение типа фаз, индцирование рефлексов);

- получить светлопольное и серию изображений одного и того же участка образца в отражениях от соответствующих фаз.

Выявление начальных стадий кристаллизации аморфных объектов. Проблема выявления малых частиц кристаллической фазы в аморфном образце состоит в том, что интенсивность электронов, дифрагированных на кристаллической фазе может быть значительно меньше интенсивности рассеяния на аморфной фазе. Сопоставление картин рассеяния для малых включений кристаллической фазы и аморфной матрицы показывает, что относительный уровень фона рассеяния аморфной матрицей в области дифрагированных пучков может быть значительно меньше, чем в области нулевого пучка, т.е. контраст темнопольного изображения частиц кристаллической фазы должен быть выше и увеличивается вероятность её выявления. Процедура исследования состоит в следующем:

- получить светлопольное изображение образца; ввести селекторную диафрагму минимального диаметра (ограничивающую область изображения диаметром не более 1 мкм);

- перейти в режим микродифракции и плавно перемещать столик объекта до появления картины микродифракции на частицах кристаллической фазы, попадающих в область, ограниченную селекторной диафрагмой; вероятность визуализации дифракционной картины с избранного участка (при случайном распределении малых частиц кристаллической фазы в пределах аморфной матрицы) выше вследствие соизмеримости объемов обеих фаз в пределах участка, ограниченного диафрагмой;

- сформировать темнопольное изображение в пучках микродифракции.

Определение формы и объема зерен в поликристаллических образцах. Рассмотренный выше вариант темнопольных изображений относился к формированию их в индивидуальных пучках, когда мы имели дело с точечными электронограммами. В принципе такая же возможность формирования темнопольных изображений имеется и для поликристаллов. Для этого необходимо вывести апертурную диафрагму на любой участок дифракционного кольца  $hkl$  электронограммы поликристалла и перейти в режим изображения. В этом случае будут высвечиваться все зерна, совокупность дифрагированных пучков  $hkl$ , от которых образуется участок кольца, ограниченного апертурной диафрагмой. На рис. 3 приведена электронограмма, светлопольное и темнопольное изображения нанокристаллической пленки гидроксиапатита  $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$ .

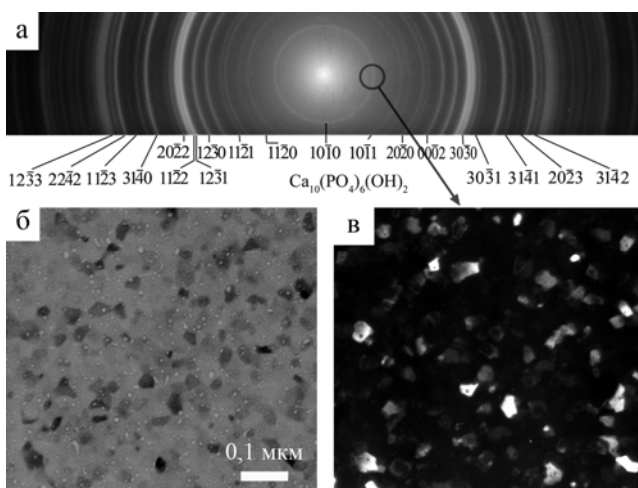


Рис. 3. Электронограмма (а), светлопольное (б) и темнопольное изображение нанокристаллической пленки гидроксиапатита в совокупности пучков  $10\bar{1}0$ , ограниченных апертурной диафрагмой (в)

Хорошо выявляемые формы и размеры зерен позволяют получить более полную информацию о субструктуре пленки, чем в случае светлопольных изображений, когда смежные зерна могут оказываться в одинаковых условиях дифракции.

Количество выявляемых на темнопольных изображениях зерен  $N_{hkl}$  определяется выражением

$$N_{hkl} = \frac{H(\alpha + \Delta)lS_{\text{и}}t}{4\pi rM^2V_0}, \quad (1)$$

где  $H$  - множитель повторяемости плоскостей  $\{hkl\}$ ,  $\alpha$  - угловая ширина первичного пучка,  $\Delta$  - физическое расширение отраженного луча,  $l$  - протяженность дуги дифракционного кольца, попадающей в апертурную диафрагму (равна диаметру изображения апертурной диафрагмы),  $S_{\text{и}}$  - площадь темнопольной микрофотографии,  $t$  - толщина пленки,  $r$  - радиус кольца  $hkl$ ,  $M$  - общее увеличение изображения,  $V_0$  - средний объем ОКР.

Средний объем ОКР

$$V_0 = S_0L_t, \quad (2)$$

где  $S_0$  – среднее сечение ОКР плоскостью изображения, определяемое непосредственно измерениями по темнопольным микрофотографиям,  $L_t$  - размер ОКР в направлении первичного пучка. Из выражения (2) с учетом (1) может быть вычислен размер ОКР в направлении нормали к плоскости пленки.

## 2. МЕТОДИКА ЭКСПЕРИМЕНТА

Назначение электронного микроскопа  
ПРЭМ-200

Универсальный электронный микроскоп ПРЭМ-200 предназначен для исследования фазового состава,

ориентации и структуры объектов толщиной до 200 нм на просвет.

Прибор позволяет:

- исследовать объекты на просвет в широком диапазоне увеличений;
- получать светлопольные и темнопольные изображения;
- получать электронограммы на просвет с большого участка объекта (угол раствора пучка до  $6^\circ$ );
- проводить микродифракционные исследования локальных участков объектов диаметром до 3-4 мкм (с использованием селекторной диафрагмы);
- фотографировать изображения при всех видах исследований.

Технические характеристики электронного микроскопа ПРЭМ-200

Разрешаемое расстояние в режиме ПЭМ  
0,8 нм

Диапазон электронно-оптического увеличения при ускоряющем напряжении 200 кВ в режиме ПЭМ  
300-200000

Рабочее давление в электронной пушке микроскопа не более  $6,7 \cdot 10^{-5}$  Па

Рабочее давление в колонне микроскопа не более  $6,7 \cdot 10^{-4}$  Па

Ускоряющее напряжение 25, 50, 75, 100, 125, 150, 175, 200, 210 кВ.

Количество пластин в фотомагазине 24 шт.

Конструкция и принцип работы электронного микроскопа ПРЭМ-200

В изучаемом электронном микроскопе используется электромагнитная оптика. Принципиальная оптическая схема микроскопа, приведенная на рис. 4, включает систему

освещения объекта (электронная пушка 1, 2, 3, блок конденсорных линз со стигматором конденсора 5, 7, 8 и электромагнитной отклоняющей системой 15), систему формирования изображения (объективная линза 12 со стигматором 14, проекционный блок, состоящий из промежуточной 15 и проекционной линз 16).

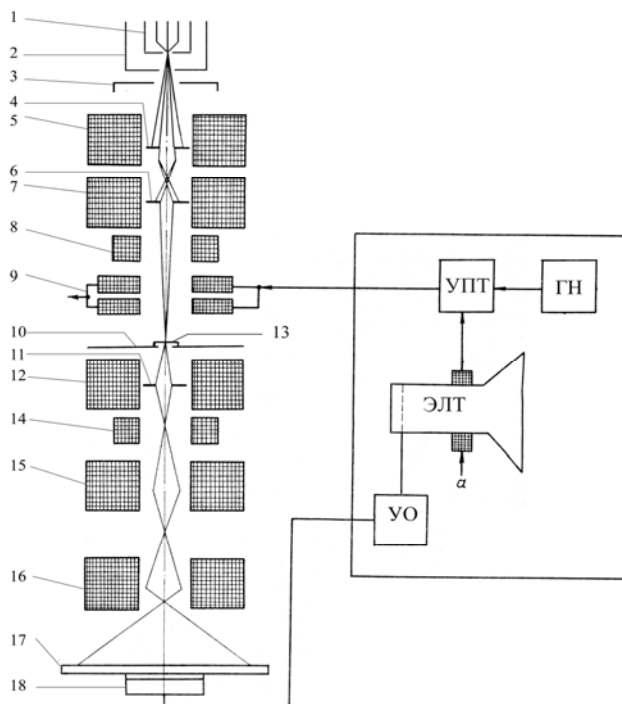
Осветительная система предназначена для формирования электронного пучка, который освещает исследуемый объект. Первичное увеличенное изображение объекта формируется объективной линзой, при помощи проекционного блока (промежуточной и проекционной линз) оператор создает конечное увеличенное изображение на флуоресцирующем экране. Промежуточная линза позволяет плавно изменять увеличение объекта в широких пределах.

Электронная пушка, применяемая в микроскопе, двухкаскадного типа состоит из катодного узла 1 и двух анодов 2, 3. Ускоряющее напряжение делится на две ступени: 100кВ между катодным узлом и первым анодом и 100 кВ между первым и вторым анодами. Катодный узел и первый анод установлены на одном изоляторе и помещены в корпусе пушки.

Блок конденсорных линз предназначен для формирования электронного пучка и состоит из двух линз, имеющих общий магнитопровод и общую геометрическую ось. Первая линза регулирует размер пучка, а вторая регулирует освещение объекта в широких пределах.

Стигматор представляет собой две квадрупольные линзы, расположенные под углом  $45^\circ$  друг к другу.

Проекционный блок микроскопа состоит из промежуточной и проекционной линз.



1- катодный узел, 2- первый анод, 3-второй анод, 4- диафрагма 1-го конденсора, 5- первая конденсор, 6- диафрагма 2-го конденсора, 7- второй конденсор, 8- стигматор 2-го конденсора, 9-отклоняющая система, 10- предметный столик, 11-апертурная диафрагма, 12- объективная линза, 13-образец, 14-стигматор объективной линзы, 15-промежуточная линза, 16-проекционная линза, 17- экран, 18- детектор электронов, УПТ-усилитель постоянного тока, ГН-генератор, ЭЛТ-электроннолучевая трубка, УО- усилитель окончательный

Рис. 4. Принципиальная оптическая схема микроскопа

Промежуточная линза служит для плавного увеличения изображения объекта, полученного в объективной линзе.

Проекционная линза служит для создания конечного

изображения объекта.

Фотокамера предназначена для фотографирования конечного изображения объекта и является основанием колонны микроскопа.

Принцип работы микроскопа ПРЭМ-200 в режиме ПЭМ

Электронная пушка создает пучок электронов, который с помощью конденсаторных линз формируется и направляется на исследуемый объект.

Пучок электронов, пройдя сквозь объект, попадает в поле объективной линзы, которая формирует увеличенное изображение объекта. Затем электроны попадают в поле промежуточной линзы, которая предназначена для плавного изменения увеличения микроскопа в широких пределах и получения дифракции с участков исследуемого образца.

Проекционная линза создает конечное увеличенное изображение объектов на флуоресцирующем экране. Увеличение конечного изображения на экране определяется как произведение увеличений, создаваемых объективной, промежуточной и проекционной линзами.

Назначение и принцип работы вакуумной системы ПРЭМ-200

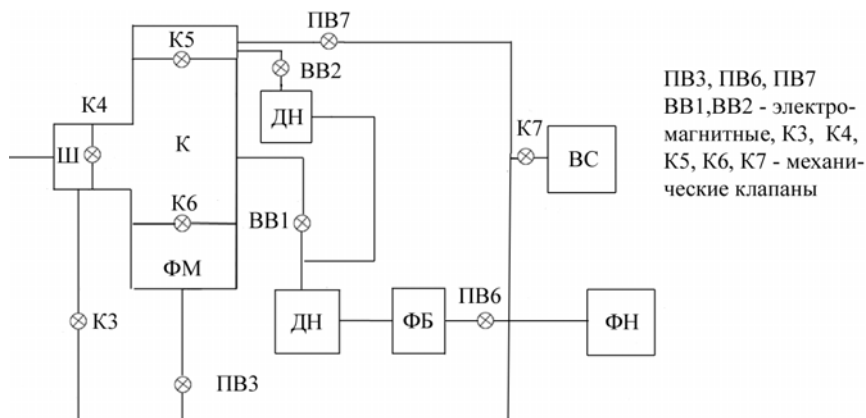
Вакуумная система позволяет получать и поддерживать рабочий вакуум  $6,7 \cdot 10^{-4}$  Па ( $5 \cdot 10^{-6}$  мм рт.ст) в колонне микроскопа и вакуум  $6,7 \cdot 10^{-5}$  Па ( $5 \cdot 10^{-7}$  мм рт.ст.) в пушке, производить шлюзование и фотокамеры.

Схема вакуумной системы приведена на рис. 5. Вакуумная система состоит из следующих основных узлов: форвакуумного механического насоса, форвакуумной ловушки, форбаллона, двух диффузионных паромасляных насосов, маслоотражателя и высоковакуумных азотных ловушек, пушки, колонны, шлюзовой камеры объектов, фотокамеры, вакуумстата, электромагнитных и механических



вентилей. Для контроля и измерения вакуума в вакуумной системе используются датчики вакуума (манометрические преобразователи): для измерения низкого вакуума ПМТ-4М установлены на трубопроводе, и для высокого вакуума ПМИ-2, установлены на высоковакуумных ловушках.

Форвакуумный механический насос служит для создания предварительного вакуума  $1,7 \text{ Па}$  ( $1 \cdot 10^{-2} \text{ мм рт.ст.}$ ) в колонне, пушке, диффузионных насосах, фотомагазине и вакуумстате. Диффузионные паромасляные насосы служат для создания высокого вакуума в колонне  $6,7 \cdot 10^{-4} \text{ Па}$  ( $5 \cdot 10^{-6} \text{ мм рт.ст.}$ ) и пушке  $6,7 \cdot 10^{-5} \text{ Па}$  ( $5 \cdot 10^{-7} \text{ мм рт.ст.}$ ). Для охлаждения паромасляных насосов служит система водоснабжения с проточной водой.



*ФН-форвакуумный насос, ДН-диффузионный насос, К- колонна, ФБ-форбаллон, ФМ- фотомагазин, Ш-шлюзовая камера, ВС-вакуумстат*

Рис. 5. Схема вакуумной системы

Форбаллон служит для обеспечения стабильной работы диффузионных насосов. Вакуумстат предназначен для предварительного обезгаживания фотомагазина с

фотопластинками. Ловушка форвакуумная предназначена для задерживания паров масла механического насоса. Ловушка высоковакуумная предназначена для конденсации потока паров масла из диффузионного насоса и для вымораживания остаточных паров в вакуумной системе микроскопа.

### 3. ПОРЯДОК РАБОТЫ

На рис. 7 представлен общий вид микроскопа с указанием расположения пультов управления.

Перед включением микроскопа кнопки, тумблеры, ручки управления и механизмы вакуумной системы, системы питания микроскопа должны находиться в следующих положениях:

- Пульт 1: кнопки КОЛОННА, СЧЕТЧИК, ОСВЕЩЕНИЕ ОБЪЕКТА, ОСВЕЩЕНИЕ ПУЛЬТОВ отжаты;

- Пульт 2: кнопка О нажата, остальные кнопки отжаты;

- Пульт 3: ручка переключателя индикатора нестабильности в крайнем левом положении, кнопка индикатора координат отжата;

- Пульт 5: кнопка ВОЛЬТОВ ЦЕНТР отжата, тумблеры НАКАЛ, УСКОРЯЮЩЕЕ кВ, КОНДЕНСОР 2 в положении отключено, ручки регулировки накала, смещения, ускоряющего напряжения, тока конденсора 2 в крайнем левом положении, ручки ПЕРЕМЕЩЕНИЕ в среднем положении;

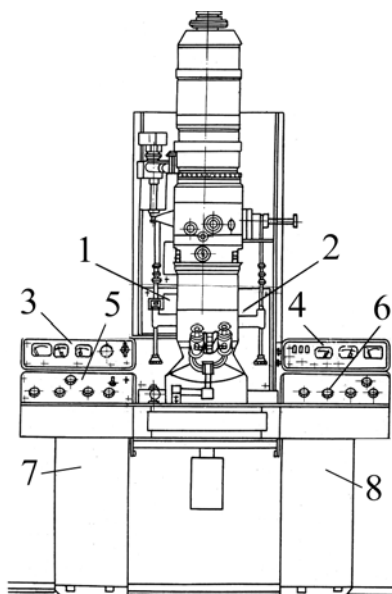
- Пульт 6: тумблеры ОБЪЕКТИВ, РУЭМ, ПРОМЕЖУТОЧНАЯ, ПРОЕКТОР в положении отключено, кнопка МИКРОДИФРАКЦИЯ отжата, ручки регулировки токов линз в крайнем левом положении;

- Пульт 7: тумблер I КОНДЕНСОР в положении отключено, переключатель I КОНДЕНСОР в крайнем левом положении, кнопка СТИГМАТОР ОБЪЕКТИВА отжата;

- Пульт 8: ручки НАКЛОН и СТИГМАТОР КОНДЕНСОРА и ПРОМЕЖУТОЧНОЙ ЛИНЗЫ в среднем положении;

- Индикатор вакуума: кнопка ВКЛ отжата, кнопка НАКАЛ и БАЛЛОН нажаты.

Шлюз, разделяющий пушку и колонну должен быть закрыт, а шлюз, разделяющий колонну и фотокамеру, должен быть открыт. Положение остальных тумблеров, кнопок, ручек регулировок произвольное.



*1 - 8 -номера пультов управления*  
Рис. 7. Общий вид микроскопа

Запуск вакуумной системы должен производиться в следующей последовательности:

- Нажмите кнопку СЕТЬ ВКЛ и кнопку ВКЛ на индикаторе вакуума;
- Нажмите кнопку ФОРНАСОС;
- Установите ручкой НАКАЛ, расположенной на

индикаторе вакуума; рабочий ток термодатной лампы ПМТ-4М, указанный на корпусе лампы, нажмите кнопку Н. ВАКУУМ и измерьте давление;

- Нажмите кнопку ВС на пульте 2 при достижении давления в системе 6,65 Па ( $5 \cdot 10^{-2}$  мм.рт.ст., 3-4 мВ по измерительному прибору индикатора вакуума), но не раньше, чем через 5 мин. В этом режиме работы открыт (включен) электромагнитный вентиль ПВ6 и производится откачка вакуумной системы (баллон, паромасляные насосы и ловушки).

- Откачайте систему до давления 6,65 Па ( $5 \cdot 10^{-2}$  мм.рт.ст.);

- Подайте воду для охлаждения паромасляных насосов. Включите электронагреватели паромасляных насосов кнопкой ДИФНАСОСЫ.

В случае срабатывания звуковой сигнализации убедитесь в исправности электронагревателей и достаточном напоре воды;

- Произведите предварительную откачку колонны через 25-30 мин после включения паромасляных насосов. Для этого нажмите кнопку О, а затем кнопку К. При этом режиме работы будет открыт вентиль ПВ3. Откачайте колонну до давления 6,65 Па ( $5 \cdot 10^{-2}$  мм.рт.ст.);

- Произведите предварительную откачку пушки. Для этого нажмите кнопку О, а затем кнопку ОП. При этом режиме работы будет открыт вентиль ПВ7.

- Откачайте пушку до давления 6,65 Па ( $5 \cdot 10^{-2}$  мм.рт.ст.);

- Залейте жидкий азот в высоковакуумные ловушки дифнасосов;

- Не ранее, чем через 40 мин. после включения электронагревателей паромасляных насосов, произведите откачку колонны и пушки на высокий вакуум. Для этого нажмите кнопку О, а затем кнопки ВВ. При этом на пульте управления 2 должны загореться лампочки ВВ1 ОТКРЫТ и

## ВВ2 ОТКРЫТ.

При этом режиме работы открыты вентили ВВ1, ВВ2, ПВ6.

- Залейте азот в высоковакуумную ловушку пушки. Заливку жидкого азота производите в два приема. Сначала в каждую ловушку заливается приблизительно 0,5 литра жидкого азота, а через 10-15 мин. стаканы ловушек заполняются полностью;

- Через 10-15 мин. включите прогрев ионизационной лампы ПМИ-2, расположенной на вакуумпроводе пушки. Для этого нажмите кнопки индикатора вакуума ПРОГРЕВ и ПУШКА;

- Проверьте давление после 10-15 мин. прогрева лампы ПМИ-2.

Вакуумная система микроскопа подготовлена к работе.

Микроскоп рекомендуется включать только при достижении давления в колонне не более  $6,7 \cdot 10^{-4}$  Па ( $5 \cdot 10^{-6}$  мм.рт.ст.) и в пушке не более  $6,7 \cdot 10^{-5}$  Па ( $5 \cdot 10^{-7}$  мм.рт.ст.) в следующей последовательности:

- Откройте шлюз, разделяющий колонну и пушку;  
- Нажмите кнопку КОЛОННА на пульте управления 1;  
- Включите тумблер УСКОРЯЮЩЕЕ на пульте 5, при этом должна загореться сигнальная лампочка;

- Включите напряжение ручкой УСКОРЯЮЩЕЕ кВ, начиная с 25 кВ выдерживая на каждой ступени не менее 20 мин (включать сразу 125, 150, 175 или 200 кВ не рекомендуется). После того, как ускоряющее напряжение установилось (не менее 20 мин), микроамперметр на пульте 3 должен показывать:

При ускоряющем напряжении

25 кВ – 25  $\mu$ А

50 кВ – 50  $\mu$ А

75 кВ – 75  $\mu$ А

100 кВ – 100  $\mu$ А

125 кВ – 125μА

150 кВ – 150μА

175 кВ – 175μА

200 кВ – 200μА

210 кВ – 210μА

(допустимое отклонение тока от указанных значений должно быть не более  $\pm 15\%$ ).

Исследование объектов на просвет (светлопольное и темнопольное изображение)

1) Ввести исследуемый объект в прибор, для чего:

- извлечь механизм перемещения патрона из камеры шлюзования;
- сняв колпачок, поместить в него образец;
- одеть колпачок и поворотом ручки штока против часовой стрелки до упора поднять патрончик и ввести механизм патрона в гильзу;
- установить механизм перемещения патрона в камеру шлюзования; открыть клапан откачки шлюза;
- после того, как откачается объем шлюза и откроется клапан ПВб, закрыть клапан шлюза;
- открыть шлюз объектов;
- ввести механизм патрона в камеру объектов;
- вращая ручку до отказа по часовой стрелке, опустить патрончик в гнездо столика;
- повернуть эту же ручку против часовой стрелки на 0,5-1,0 оборот, при этом освобождается патрончик для осуществления перемещения.

2) Включить тумблер НАКАЛ, постепенно введите реостат, чтобы контрольный прибор на левом пульте показывал 6 В.

3) Включить II конденсор тумблером на левом пульте.

4) Включить объективную линзу и выведите участок изображения на середину экрана.

- 5) Получить светлорольное изображение, для чего:
- 6) Установить полюсный наконечник проекционной линзы вращением маховика по стрелке с надписью "Установить".

**ВНИМАНИЕ !** Удалять или устанавливать полюсный наконечник проекционной линзы можно только при выключенных проекционной и промежуточной линзах;

- 7) Включить проекционную линзу тумблером "П2";
- 8) Включить промежуточную линзу тумблером "П1" на правом нижнем пульте.
- 9) Включить режим дифракции промежуточной линзы, нажав кнопку "МК".
- 10) Установить апертурную диафрагму так, чтобы проходил только центральный пучок и отжать кнопку "МК".
- 11) Получить темнорольное изображение, для чего повторить пп.1-19, установить апертурную диафрагму так, чтобы она пропускала пучок, в котором необходимо получить изображение и отжать кнопку "МК".

### Выключение микроскопа

Выключение микроскопа после любого режима работы необходимо производить в одной и той же последовательности:

- Выключите накал пушки (поверните ручки НАКАЛ влево до упора и установите тумблер НАКАЛ в положение выключено);

- Выключите ускоряющее напряжение (установите переключатель УСКОРЯЮЩЕЕ в положение О и, когда стрелка микроамперметра на пульте 3 установите на нуль, установите тумблер УСКОРЯЮЩЕЕ в положение выключено);

- Установите тумблеры ПРОЕКТОР, ПРОМЕЖУТОЧНАЯ, ОБЪЕКТИВ, КОНДЕНСОР 2, КОНДЕНСОР 1 в положение выключено;

- Установите кнопки МИКРОДИФРАКЦИЯ и КОЛОННА в положение отжато;
- Нажмите кнопки Н.ВАКУУМ и БАЛЛОН на индикаторе вакуума;
- Закройте шлюз, разделяющий пушку и колонну;
- Выведите из канала проекционной линзы полюсный наконечник вращением маховика по стрелке с надписью УДАЛИТЬ до упора;
- Удалите диафрагмы микрофракции с оптической оси микроскопа;
- Удалите апертурную и конденсорную диафрагмы с оптической оси микроскопа;
- Удалите патрончик с объектом из канала полюсного наконечника;
- Нажмите кнопку 0, а затем кнопку ВС на пульте 2;
- Установите кнопку ДИФНАСОСЫ на пульте 2 в положение отжато;
- Удалите жидкий азот из устройства для охлаждения защиты объекта и высоковакуумных ловушек;
- Прекратите подачу воды в систему охлаждения через 20 – 25 мин. после выключения диффузионных насосов;
- Нажмите кнопку 0;
- Нажмите кнопку ФОРНАСОС в положение отжато;
- Выключите ВКУ (установите ручки ЯРКОСТЬ, ФЭУ в крайнее левое положение; кнопки РЕГИСТРАЦИЯ, КАДР, СТРОКА, СЕТЬ в положение отжато);
- Нажмите кнопку СЕТЬ ВЫКЛ. на пульт 2.

#### 4. ЗАДАНИЕ

1. Изучить устройства вакуумной и электронно-оптической систем электронного микроскопа.
2. Изучить порядок включения электронного микроскопа.
3. Получить светлоспольное и темнопольное изображения структуры. В зависимости от поставленной задачи применить



темнопольный анализ для анализа разделения фаз и определения формы и размера зерен в нанокристаллических материалах.

4. Определить средний размер зерен для нанокристаллических материалов.

## 5. КОНТРОЛЬНЫЕ ВОПРОСЫ

1. Что понимают под разрешением электронного микроскопа?

2. Из каких основных узлов состоит электронно-оптическая система микроскопа?

3. Каково функциональное назначение основных узлов электронно-оптической системы микроскопа?

4. Пояснить суть перехода в режим электронографа?

5. Изобразить ход лучей в области объективной линзы и пояснить принцип микродифракции.

6. В чем заключается отличие светлопольного изображения от темнопольного?

7. В чем отличие фазового и амплитудного контраста?

## БИБЛИОГРАФИЧЕСКИЙ СПИСОК

1. Хирш П. Электронная микроскопия тонких кристаллов: под ред. Л.М. Утевского / П. Хирш, А. Хови, Р. Николсон, Д. Пэшли, М. Уэлан - М.:Мир, 1984.-336 с.

2. Дифракционные и микроскопические методы в материаловедении: под ред. С. Амелинка, Р. Геверса, Дж. Ван Ланде. – М.: Металлургия, 1984. – 504 с.

## СОДЕРЖАНИЕ

Лабораторная работа № 3	3
Лабораторная работа № 4	14
БИБЛИОГРАФИЧЕСКИЙ СПИСОК	34

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ  
к лабораторным работам № 3-4 по дисциплине «Физика  
наносистем» для студентов направления 28.03.01  
«Нанотехнологии и микросистемная техника» (профиль  
«Компоненты микро- и наносистемной техники») очной  
формы обучения

Составитель  
Костюченко Александр Викторович

Компьютерный набор А.В. Костюченко

Подписано к изданию  
Уч.- изд. л. 2,0

ФГБОУ ВО «Воронежский государственный  
технический университет»  
394026 Воронеж, Московский просп., 14