

**МИНИСТЕРСТВО НАУКИ И ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ
федеральное государственное автономное образовательное учреждение высшего
образования «Национальный исследовательский Нижегородский государственный
университет им. Н.И. Лобачевского»
(ННГУ)**

Фукина Диана Георгиевна

**МЕТОД СКАНИРУЮЩЕЙ (РАСТРОВОЙ) ЭЛЕКТРОННОЙ
МИКРОСКОПИИ ДЛЯ ИССЛЕДОВАНИЯ ПОВЕРХНОСТИ МАТЕРИАЛОВ
(Учебно-методическое пособие)**

Направление подготовки 04.06.01 – Химические науки
Направленность 02.00.01 – Неорганическая химия

**Учебно-методическая разработка
(в рамках государственного экзамена)**

Тема утверждена на заседании
кафедры химии твердого тела
от «4» июня 2020 г.
Протокол №8

Зав. кафедрой _____ /Сулейманов Е.В./

Нижний Новгород

2020

Оглавление

1. Введение.....	3
2. Метод сканирующей (растровой) электронной микроскопии.....	4
2.1 Компоненты и рабочая система СЭМ.....	4
2.2 Энергодисперсионная рентгеновская спектроскопия (ЭДС)	14
3. Контрольные вопросы	18
4. Список литературы	18

1. Введение

В настоящем Учебно-методическом пособии описывается метод сканирующей (растровой) электронной микроскопии для исследования поверхности различных материалов. В пособии рассмотрены физические принципы и техническое обеспечение данного метода, даны рекомендации по его использованию, приведены примеры результатов исследования данным методом. Учебно-методическое пособие предназначено для магистрантов химического факультета 1 курса для проведения занятия по теме «Метод сканирующей (растровой) электронной микроскопии для исследования поверхности материалов» в рамках курса «Методы исследования твердых тел. Избранные главы».

Формируемые компетенции

ПК-1-н (пороговый уровень) Способность проводить научные исследования по сформулированной тематике и получать новые научные и прикладные результаты	<i>З1: Знать</i> фундаментальные законы и понятия важнейших разделов химии твердого тела, включающие принципы взаимодействия рентгеновского излучения с веществом. <i>У1: Уметь</i> использовать физические методы для исследования химических веществ. <i>В1: Владеть</i> современными подходами к физическим методам исследования вещества.
ПК-2-н (пороговый уровень) Владение навыками использования современной аппаратуры при проведении научных исследований	<i>З1: Знать</i> теоретические основы физических методов исследования веществ. <i>У1: Уметь</i> применять основные законы физики и химии твердого тела при анализе и обсуждении полученных экспериментальных результатов. <i>В1: Владеть</i> базовыми навыками применения законов физики и химии твердого тела при исследовании вещества.

Цель занятия: изучить основы и принципы работы сканирующей (растровой) электронной микроскопии для исследования поверхности различных материалов.

Задачи:

- 1) Обучающие
 - Вспомнить и повторить физические законы и закономерности, которые лежат в основе метода сканирующей (растровой) электронной микроскопии;
 - Получить представление о приборном оснащении сканирующего (растрового) электронного микроскопа;

- Научиться применять полученные знания для анализа (СЭМ/РЭМ)-изображений и данных микроанализа.
- 2) Развивающие
- Узнать какие научно-исследовательские цели и задачи решаются с применением растровой электронной микроскопии;
 - Узнать, как можно использовать метод сканирующей (растровой) электронной микроскопии в собственной научно-исследовательской работе - способствовать развитию аналитических способностей.

2. Метод сканирующей (растровой) электронной микроскопии

Для исследования поверхности образцов наиболее часто использую микроскопические методы анализа. Существует несколько типов такого анализа: оптическая микроскопия (ОМ), электронная микроскопия (сканирующая, просвечивающая), зондовая микроскопия (атомно-силовая, туннельная).

Сейчас наиболее распространенным и экспрессным методом исследования становится **сканирующая (растровая) электронная микроскопия (СЭМ/РЭМ)**, которая позволяет в сочетании с рентгеновским микроанализом, решать широкий спектр химических и физических задач.

Этот метод можно рассматривать как эффективный способ анализа органических и неорганических материалов в масштабе от нанометра до микрометра (мкм). СЭМ работает при большом увеличении, достигающем 300000х и даже 1000000х (в некоторых современных моделях), что позволяет получать очень точные изображения широкого спектра материалов. Изображение формируется при сканировании пучка, подобно растру электронно-лучевой трубки телевизора с последующей передачей сигнала от детектора электронов на экран.

Энергетическая дисперсионная рентгеновская спектроскопия (ЭДС) работает совместно с СЭМ для обеспечения качественных и полуколичественных результатов. Обе методики вместе могут предоставить фундаментальную информацию о составе материала отсканированных образцов, которая не может быть предоставлена общими лабораторными испытаниями.

2.1 Компоненты и рабочая система СЭМ

Электронный сканирующий микроскоп состоит из следующих компонентов:

1) Источник для генерации высокоэнергетичных электронов с $E_e=100-30000$ эВ (электронная пушка) показан на рисунке 1. Источниками служат термоэмиссионные (на основе вольфрама или гексаборида лантана LaB_6) и автоэмиссионные катоды. Термоэмиссия электронов начинается при нагревании катода до 1850 К (LaB_6) и 2700 К (W). Автоэмиссионный катод представляет собой проводящий материал, который испускает электроны под действием электрического поля.

Катод помещен в цилиндр Венельта (модулятор с отрицательным потенциалом), который задерживает низкоэнергетичные электроны. После этого электронный пучок попадает в экстрактор с положительным потенциалом для первичной фокусировки пучка.

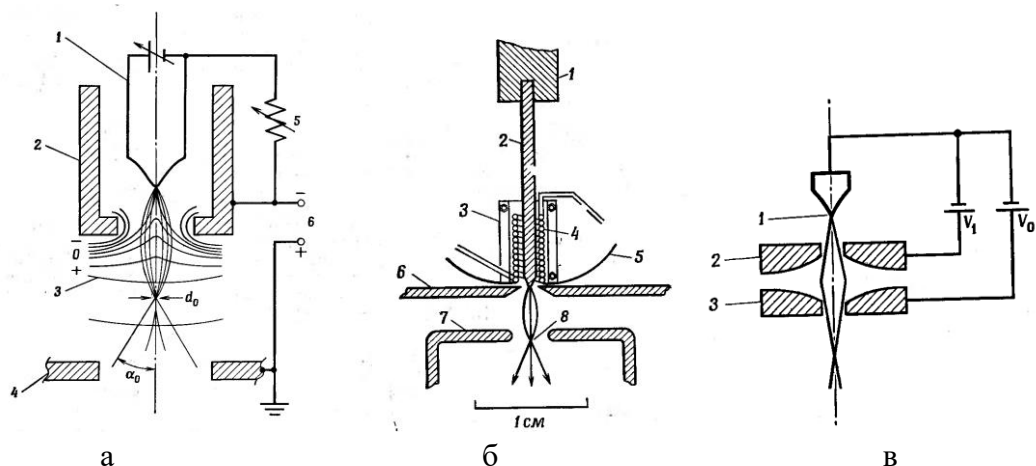


Рисунок 1. Расположение основных частей электронной пушки с вольфрамовым катодом (а) (1 – катод, 2 – модулятор (цилиндр Венельта), 3 – эквипотенциальные линзы, 4 – анодная пластина (экстрактор), 5 – сопротивление смещения, 6 – источник высоковольтного напряжения), с катодом из гексаборида лантана (б) (1 – поглотитель тепла с масляным охлаждением, 2 – стержень из LaB_6 , 3 – двойной тепловой экран, 4 – катушка нагревателя, 5 – экран для защиты от испарения, 6 – модулятор, 7 – анод, 8 – кроссовер), автоэмиссионной электронной пушки (в) (1 – автоэмиссионное острие, 2 – первый анод, 3 – второй анод).

2) Электронная колонна для фокусировки электронного пучка представляет собой систему последовательно расположенных электромагнитных (магнитных, электростатических) линз и апертуры (диафрагмы) с целью получения уменьшения электронного пучка в кроссовере (место фокуса, самое узкое место электронного пучка) (рисунок 2 а).

Такая система фокусировки максимально снижает влияние aberrаций на качество электронного пучка. Aberrации приводят к его расфокусировке и вызываются дифракцией электронов, неоднородностью электромагнитного поля на краях линзы, немоноэнергетичностью электронов, астигматизмом. Проходя через такую систему, электронный пучок представляет собой монохроматизированный сфокусированный электронный поток.

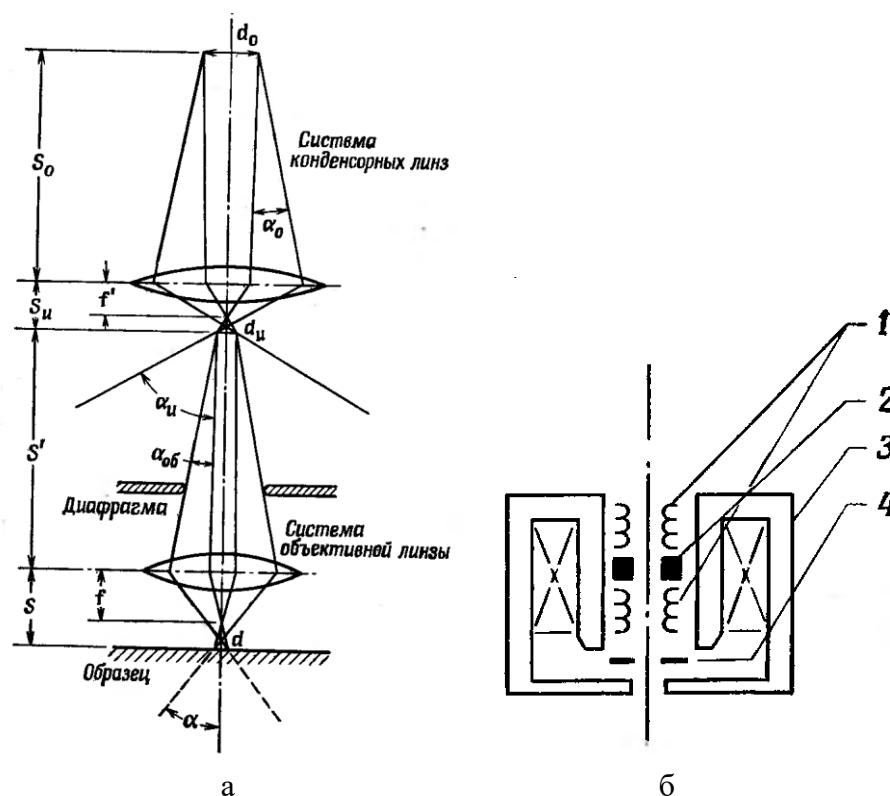


Рисунок 2. Схематический ход лучей в электронно-оптической колонне типичного растрового электронного микроскопа (а) и схема объективной линзы (б) (1 – двойные отклоняющие катушки, 2 – стигматор, 3 – объективная линза, 4 – диафрагма, ограничивающая пучок).

3) Объективная линза (рисунок 2 б), состоящая из системы электромагнитных катушек, стигматоров для настройки фокуса электронного пучка и отклоняющего октополя, необходима для управления положением электронного пучка относительно образца. Здесь формируется конечный диаметр кроссовера, поэтому конструкция объективной линзы очень важна.

4) Электронный детектор для обратно-отраженных электронов (BED/BSE) и вторичных электронов (SED).

Электроны, попадая на образец, вызывают в нем эффекты упругого и неупругого рассеяния и вторичные электронные процессы. Распределение электронов по энергиям представлено на рисунке 3, где по оси ординат отложено число эммитированных мишенью в заданном интервале энергий электронов $J_s(E)$, а по оси абсцисс – энергия E этих электронов.

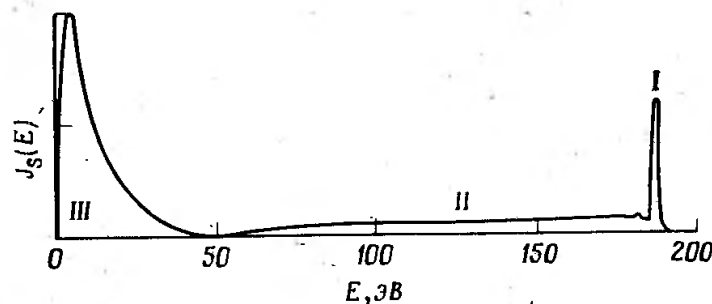


Рисунок 3. Распределение вторичных электронов по энергиям (энергия пучка $E_0=180$ эВ).

I группа элементов состоит из упруго отраженных электронов с энергией близкой к энергии первичного пучка электронов. Группа II включает в себя большей частью электроны, подвергающиеся многократному рассеянию, которые были отражены к поверхности после того, как прошли через более или менее толстый слой материала мишени. При высоких значениях энергии электронных пучков распределение отраженных электронов I и II групп по энергиям занимает гораздо более широкий энергетический интервал, чем на рисунке 3.

Группа III электронов имеет энергию ниже 50 эВ, и максимум кривой распределения соответствует энергии в несколько электронвольт. Такие электроны являются вторичными электронами с малой энергией, образующиеся в результате возбуждения первичным пучком электронов с высокой энергией слабосвязанных электронов атомов.

Процессы, протекающие в материале под воздействием электронного пучка, схематично представлены на рисунке 4.

Область выхода оже-электронов составляет всего ~ 10 Å, далее на глубине ~ 500 Å находится область выхода вторичных низкоэнергетичных электронов, образованных электронами зонда. На глубине от 0.5-5 мкм находится область выхода отраженных высокоэнергетичных электронов. На глубине ~ 1 мкм генерируется характеристическое рентгеновское излучение (ХРИ), которое используется в системе микроанализа для идентификации состава исследуемого образца. Далее на глубине ~ 15 мкм возникают процессы флуоресценции за счет ХРИ и тормозного рентгеновского излучения (ТРИ).



Рисунок 4. Процессы, происходящие в веществе при взаимодействии электронного зонда и материала образца.

Детектор обратно-отраженных электронов фиксирует высокоэнергетичные электроны первичного пучка, отраженные от образца. В качестве такого детектора принято использовать полупроводниковый детектор (ППД) (рисунок 5). Он представляет собой полупроводниковую пластину. Электроны, попадая на пластинку вблизи p - n перехода, рожают электронно-дырочные пары, что приводит к появлению тока в цепи p - n перехода. Ток пропорционален количеству электронов, поглощенных в материале полупроводника. Его величина определяет контрастность изображения: тяжелые металлы, хорошо отражающие электроны, будут выглядеть светлее на изображении, чем легкие элементы.

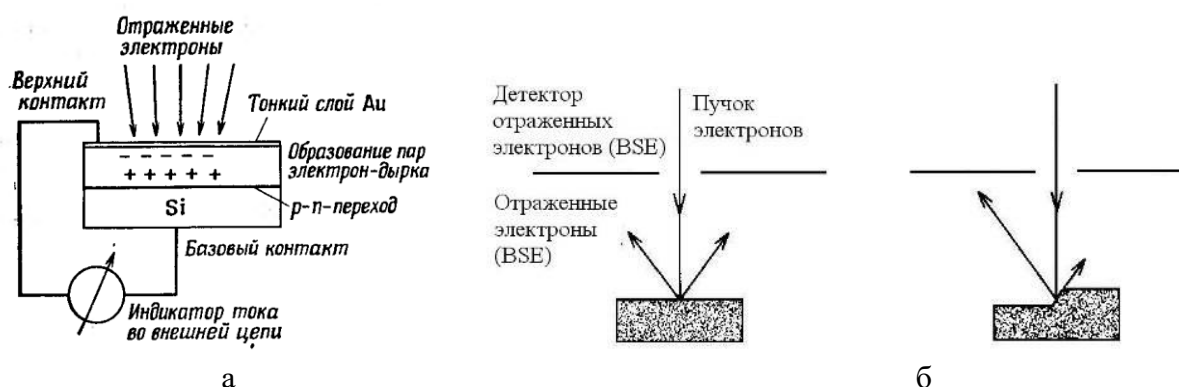


Рисунок 5. Полупроводниковый детектор (ППД) (а), Сигналы обратно-отраженных электронов, зарегистрированные от противоположных секторов детектора для плоского образца и от ступеньки (б). Видно, что разность сигналов дает топографию образца, а суммарный сигнал минимизирует топографию и дает распределение по составу.

Для возникновения тока в полупроводнике, падающие на него электроны должны иметь определенную энергию, достаточную для образования электронно-дырочных пар, поэтому полупроводниковый детектор (ППД) используют для регистрации высокоэнергетичной части вторичных электронов.

Благодаря своей относительно высокой энергии (тысячи электрон вольт), отраженные электроны перемещаются по траекториям, близким к прямым линиям. Из-за этого, при расположении детектора с одной стороны относительно образца, будут наблюдаться сильные краевые эффекты. Отраженные электроны будут детектироваться с открытого склона «холма» и не будут регистрироваться с закрытого. Для увеличения телесного угла сбора отраженных электронов, такой детектор обычно размещается над образцом. Если детектор разделить на сектора, то разность сигналов от секторов, расположенных с разных сторон образца, будет давать топографию, а суммарный сигнал от всех секторов детектора будет давать информацию о составе образца (рисунок 5 б).

Вторичные электроны имеют слишком небольшую энергию, чтобы проходить в твердом теле расстояние более 10 нм, поэтому из образца выходят только те, которые образовались вблизи поверхности и недалеко от точки входа первичного пучка в образец (в зоне начального взаимодействия первичного пучка с образцом). Поперечное разрешение на таком изображении формируется преимущественно от таких электронов и зависит главным образом от диаметра первичного пучка. Наиболее часто в качестве *детектора вторичных электронов* используется сцинтилляционный детектор Эверхарта-Торнли (Э-Т) (рисунок 6).

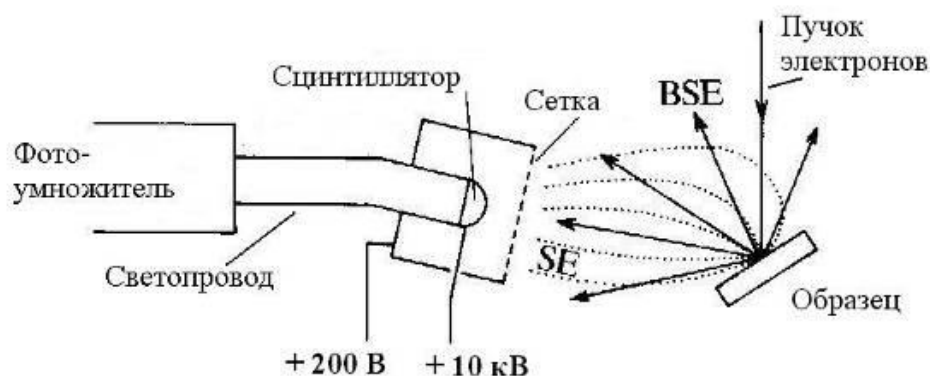


Рисунок 6. Схематическое устройство детектора Эверхарта-Торнли.

Перед головной частью сцинтиллятора установлена сетка, на которую подается напряжение смещения для регулировки сбора электронов. При положительном смещении (~200 В), вторичные электроны, проходя через сетку, ускоряются и летят к сцинтиллятору. Детектор чувствует также и отраженные высокоэнергетичные электроны, однако его чувствительность при этом слаба из-за небольшого телесного угла. Обратно-рассеянные электроны имеют достаточно прямую траекторию из-за высоких собственных энергий. Так, детектор вторичных электронов часто расположен под небольшим углом к образцу.

Поскольку контраст, возникающий при регистрации отраженных, т.е. упругорассеянных и вторичных электронов, в основном, связан с углом падения электронов на образец, то на изображении выявляется поверхностная структура. Выбор

того или иного типа изображений, определяется задачей - топография образца исследуется с использованием вторичных электронов (SED), а состав с использованием отраженных электронов (BED). Под понятием «состав» здесь подразумевается эффективный (средний) атомный номер, а не атомный номер конкретного элемента. На рисунке 7 а, б изображены кристаллы неорганического соединения в детекторе обратно-отраженных электронов и вторичных электронов в высоком вакууме.

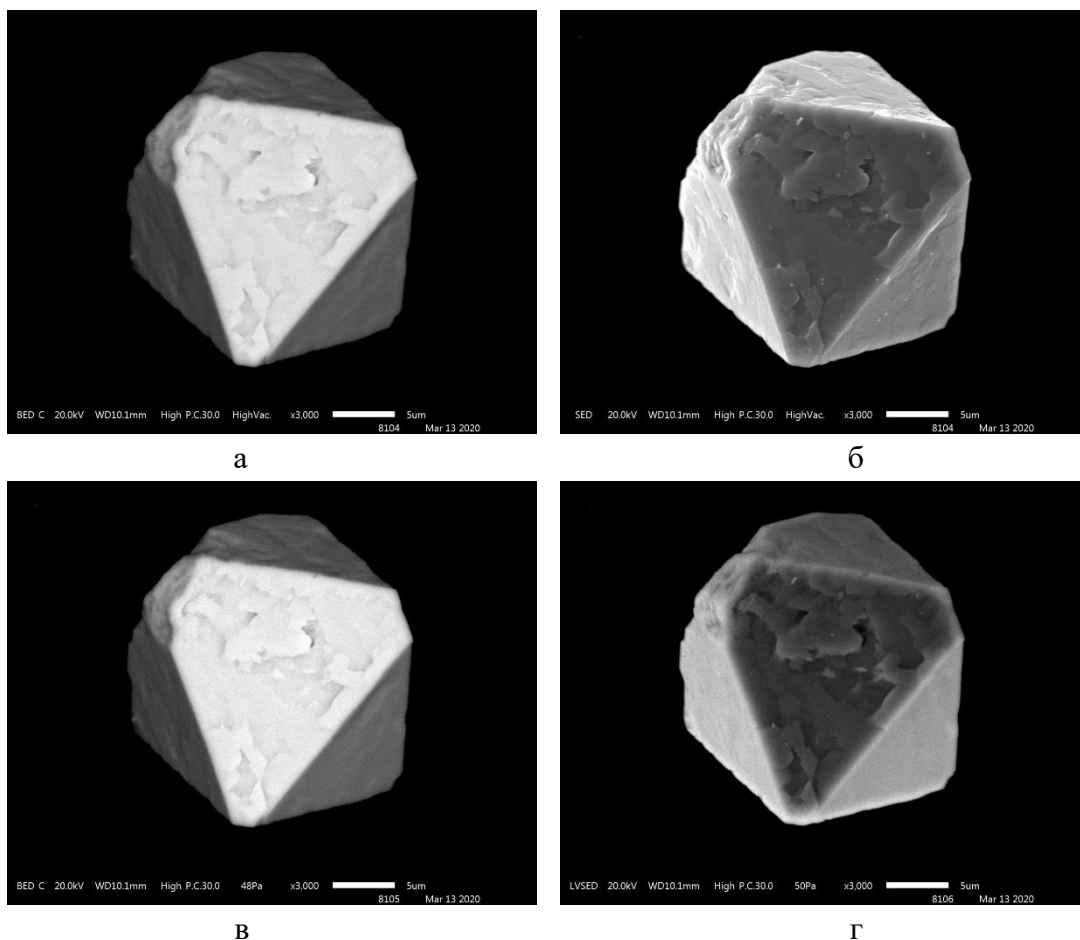


Рисунок 7. Монокристалл соединения CsNbMoO_6 , изображение с детектора обратно-отраженных электронов (а) и детектора вторичных электронов (б) в высоком вакууме, изображение с детектора обратно-отраженных электронов (в) и детектора вторичных электронов (г) в низком вакууме.

5) Вакуумная камера для образца (рисунок 8).

Исследуемый образец находится в вакуумной камере с давлением меньше 10^{-2} Па (10^{-4} торр или 10^{-4} мм Hg), которое достигается при помощи диффузионного или турбомолекулярного насоса. Часто вакуумная система оснащена несколькими насосами (форвакуумным и турбомолекулярным), которые, работая последовательно, позволяют достичь необходимого давления.

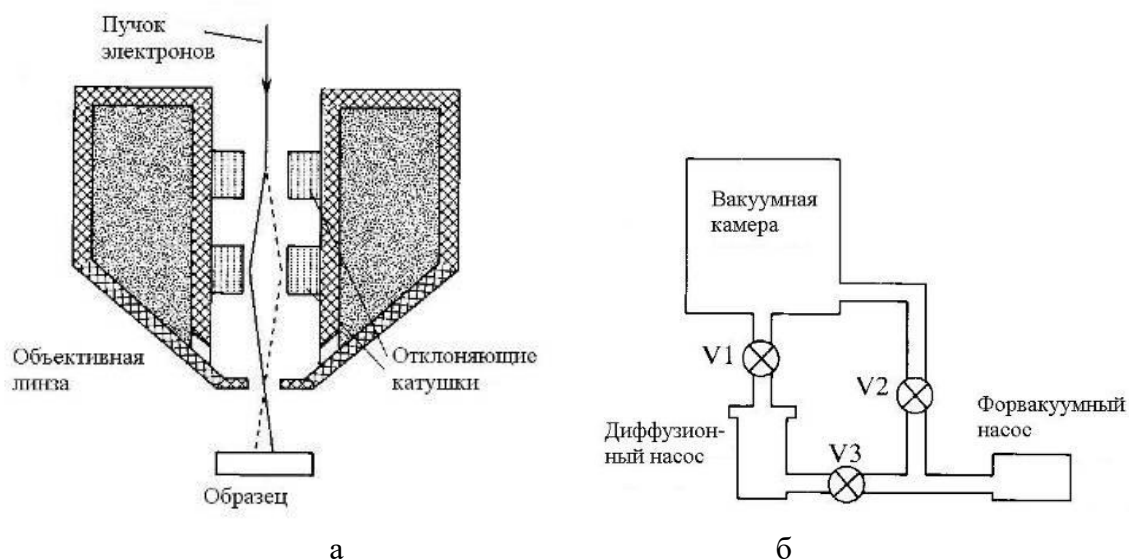


Рисунок 8. Положение образца в камере микроскопа (а), вакуумная система (б).

Высокий вакуум в течение микроанализа необходим для того, чтобы повысить разрешение изображения: первичный электронный пучок рассеивается атомами атмосферы и теряет характеристики фокуса и величины тока; отраженные и вторичные электроны также рассеиваются атмосферой, что приводит к получению ослабленного зашумленного сигнала на детекторах.

Однако высоковакуумная система исследования подходит только для образцов, проводящих ток. Электроны первичного пучка и вторичные электроны, которые по каким-либо причинам не смогли покинуть образец и достичь детектора, стекают с проводящего образца на подложку держателя и не мешают измерению сигнала. Если образец является диэлектриком и не способен проводить ток, то электроны, оказавшиеся на поверхности образца, накапливаются на нем. Это приводит к искажению сигналов на детекторах, так как на образце скапливается слишком большое количество электронов, происходит «засветка» изображения на детекторе обратно-отраженных электронов. Кроме того, скапливающийся заряд может негативно влиять на поверхность образца, приводя к местному оплавлению или разложению.

Чтобы исследовать непроводящие образцы используют несколько способов:

- напыление тяжелого металла (золота) на поверхность исследуемого образца, который выступает в роли проводника тока. При этом топография образца сохраняется, однако состав образца на поверхности меняется, что исключает возможность одновременного использования рентгеновского микроанализа.
- использование низкого вакуума в камере с образцом. При помощи насосов в камере создается давление от 1 до 100 Па, атомы газов воздуха соударяются с поверхностью образца и снимают накопившийся заряд. Это позволяет сохранить оригинальный состав поверхности образца и провести анализ состава. Однако, наличие атмосферы в камере приводит к снижению разрешения изображения. Кроме того, детектор вторичных электронов Эверхарта-Торнли с высоким напряжением не способен работать в такой атмосфере, поэтому в условиях низкого вакуума используется специальный тип детектора вторичных электронов. Он представляет собой плоский изолятор, установленный на полюсном наконечнике объективной линзы с подведенным кольцевым потенциалом ~ 1

кВ, внутри него помещается образец, действующий как второй электрод детектора. Вторичные электроны в низком вакууме инициируют «лавинную» ионизацию, формируя растущие импульсы на катоде.

На рисунках 7 и 9 показаны изображения одного и того же проводящего (CsNbMoO_6) и непроводящего ($\text{CsTe}_{1.5}\text{W}_{0.5}\text{O}_6$) материала, сделанные в высоком и низком вакууме. Видно, что наличие атмосферы приводит к ухудшению качества изображения (снижению резкости) проводящего ток материала (рисунок 7 в, г). Однако поверхность непроводящего материала невозможно рассмотреть в условиях высокого вакуума (рисунок 9 а, б), использование режима низкого вакуума - способ получить изображение без артефактов (рисунок 9 в, г).

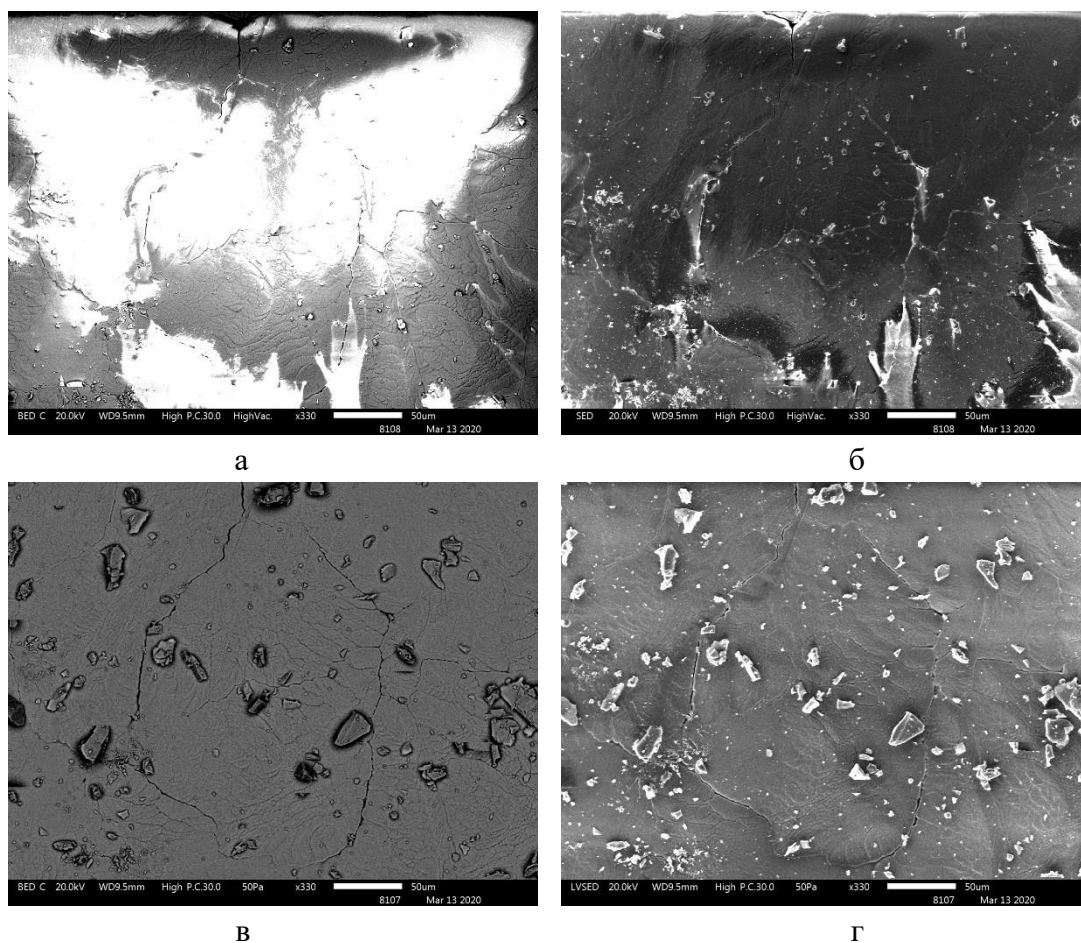


Рисунок 9. Закристаллизовавшийся расплав соединения $\text{CsTe}_{1.5}\text{W}_{0.5}\text{O}_6$, изображение с детектора обратно-отраженных электронов (а) и детектора вторичных электронов (б) в высоком вакууме, изображение с детектора обратно-отраженных электронов (в) и детектора вторичных электронов (г) в низком вакууме.

б) Компьютерная система для управления электронным пучком.

Изображение образца формируется точка за точкой в зависимости от движения сканирующих катушек, которые заставляют электронный луч перемещаться в дискретные места в виде прямых линий, пока на поверхности образца не образуется прямоугольный растр. Весь процесс зависит от необходимого увеличения. В случае, когда оператор запрашивает увеличенное изображение, сканирующие катушки направляют луч, чтобы отклонить пучок на меньшую площадь.

Стоит отметить, что рабочее расстояние, которое является расстоянием от объективной линзы до поверхности образца, является определенным для каждого конкретного микроскопа и имеет свои пределы. В случае расположения образца слишком далеко от объективной линзы (расстояние, превышающее максимальное значение рабочего расстояния), разрешение изображения будет ухудшаться. Это связано с нарушением свойств сфокусированного пучка на больших расстояниях, кроме того меньшее количество отраженных и вторичных электронов будут долетать до детектора в силу геометрических причин. Также, при расположении образца ближе минимального значения рабочего расстояния сигнал с детектора вторичных электронов будет ослаблен из-за его геометрического расположения относительно образца.

Сигналы отображаются на экране просмотра, и оператор может контролировать яркость и контрастность до получения разумного четкого изображения.

СЭМ имеет значительно большую глубину поля зрения, чем оптический микроскоп благодаря незначительному расхождению пучка электронов, которое зависит от апертуры конечной (объективной) линзы и рабочего расстояния. Нечеткости изображения размером менее чем ширина в один пиксель не приводит к визуальным искажениям. Глубина поля зрения примерно равна ширине раstra. Глубина фокуса определяется расстоянием, на которое образец может быть перемещен из точки Q без снижения рабочих параметров прибора (чтобы образец не выходил за пределы электронно-оптического фокуса) (рисунок 10).

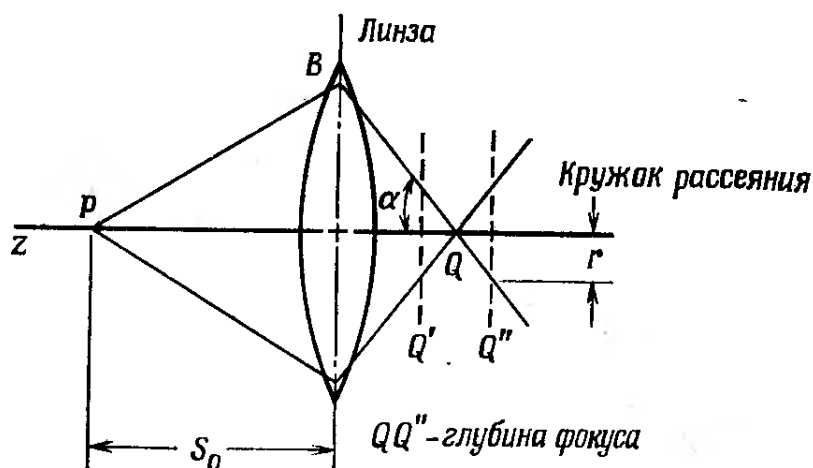
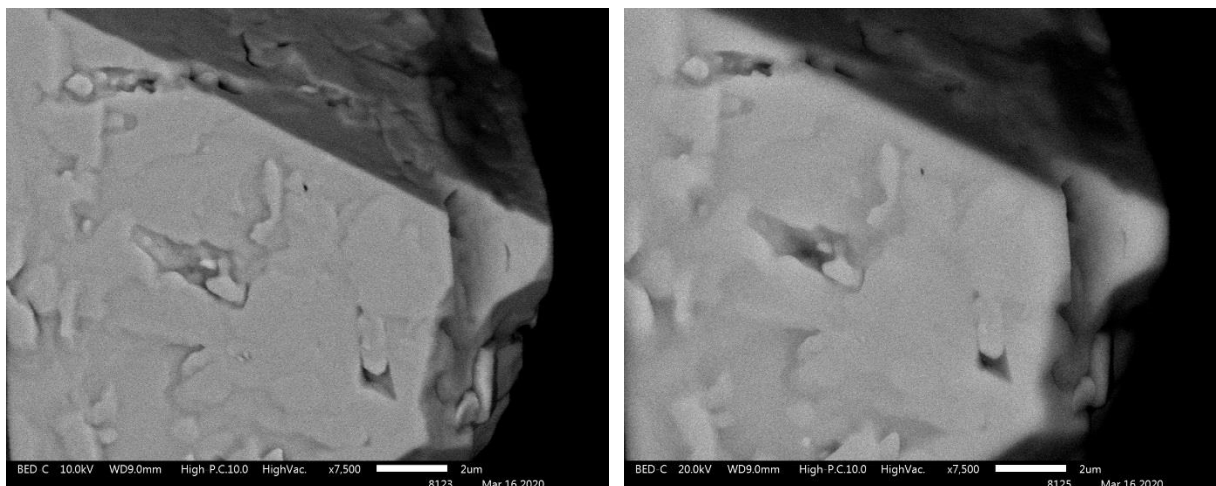


Рисунок 10. Схема, показывающая глубину фокуса.

Величина напряжения, которое подается на катод, влияет на четкость поверхности материала на изображении. Более детализированное изображение поверхности материала будет получено при меньших значениях ускоряющего напряжения. На рисунке 11 показаны изображения поверхности кристалла CsNbMoO_6 с разным ускоряющим напряжением. Видно, что при напряжении 10 кВ поверхностные неровности проступают четче.



а

б

Рисунок 11. РЭМ-изображения монокристаллов CsNbMoO_6 в равных условиях при ускоряющем напряжении 10 кВ (а) и 20 кВ (б).

2.2 Энергодисперсионная рентгеновская спектроскопия (ЭДС)

Характеристическое рентгеновское излучение генерируется, когда электронный пучок, проникает и взаимодействует с объемом под поверхностью образца на глубине около 1 мкм (рисунок 4). Процесс генерации ХРИ показан на рисунке 12.

Чтобы прилетающему электрону ионизировать оболочку К (выбить с нее электрон), требуется определенное количество энергии E_K . В результате этого процесса в оболочке К остается вакансия, а энергия атома повышается до E_K . Для уменьшения энергии атома электрон переходит с оболочки L или M на вакансию в оболочке К. В результате уменьшения энергии с E_K до E_M или E_L генерируется квант характеристического излучения $K\alpha$ или $K\beta$. Значения энергий этих квантов рассчитаны для всех атомов и позволяют отличать одни элементы от других.

Также важно отметить, что если электрон имеет достаточную энергию для того, чтобы выбить электрон с оболочки К, то он может также выбить любые электроны с оболочек L или M. Следовательно, одновременно появляются все спектральные линии, которые возникают в результате электронных переходов на самые глубокие оболочки атома.

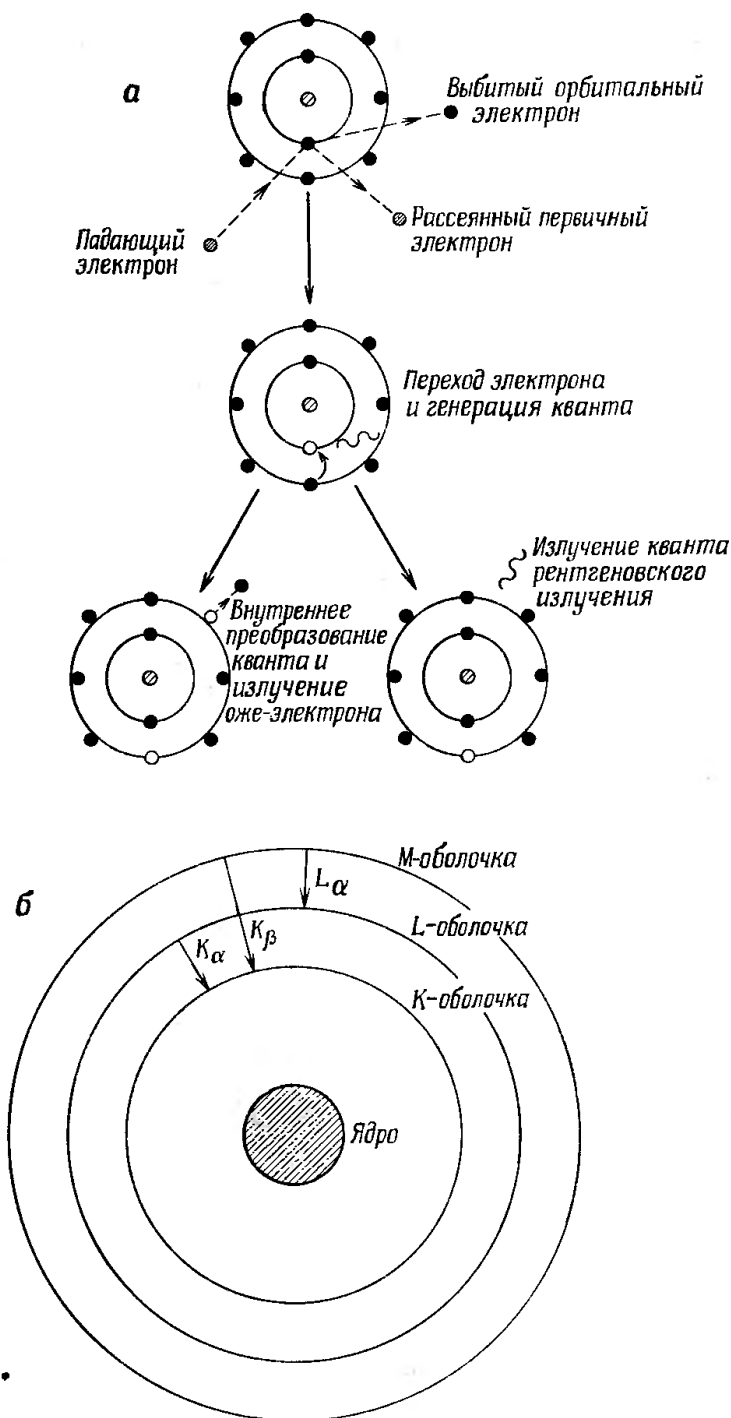


Рисунок 12. Схема процесса возбуждения электронов, приводящего к образованию ХРИ (а), схема электронных переходов в атоме (б).

В настоящее время широко используются полупроводниковые детекторы для спектроскопии низкоэнергетического излучения. На рисунке 13 приведена схема, иллюстрирующая действие полупроводникового детектора. Рентгеновское излучение от образца проходит через тонкое бериллиевое окно в откачанную камеру, в которой содержится охлаждаемый смещенный в обратном направлении кремниевый $p-i-n$ детектор, легированный литием. Поглощение рентгеновского излучения в области собственной проводимости приводит к образованию пар электрон-дырка, которые под действием приложенного напряжения смещения формируют зарядный импульс. В

предусилителе, чувствительном к величине заряда, этот импульс преобразуется в импульс напряжения. Дальнейшее усиление и формирование сигнала происходит в главном усилителе, откуда сигнал поступает в многоканальный анализатор, где происходит разделение импульсов по напряжению. Распределение по энергии переводится потом на ЭВМ для дальнейшей обработки.

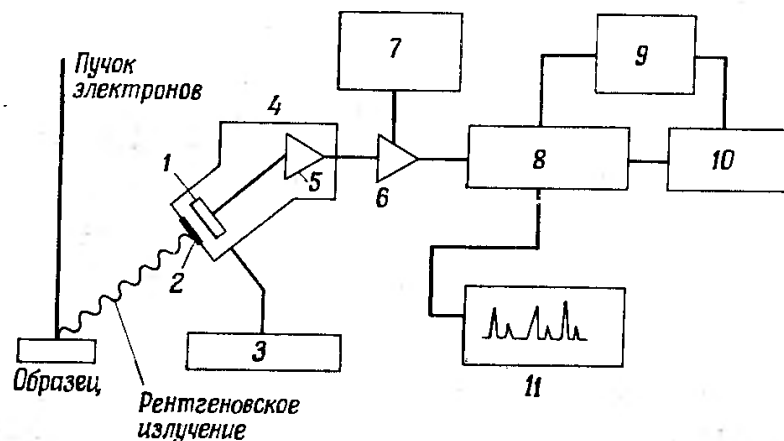
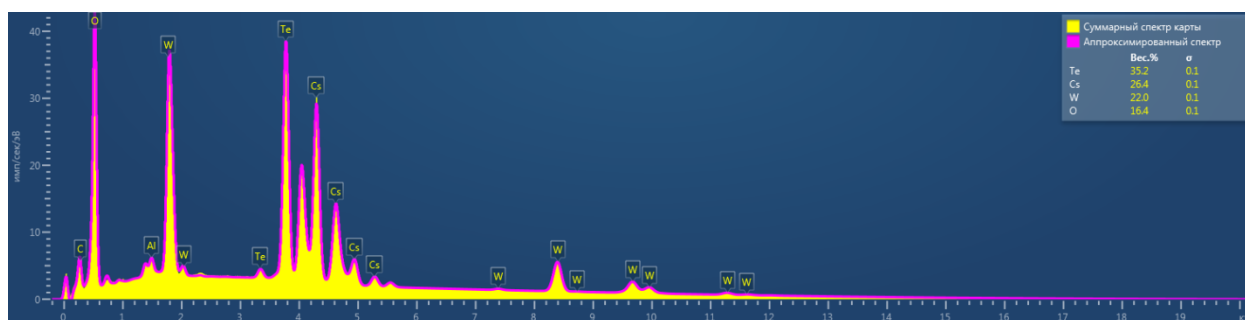


Рисунок 13. Схема работы системы с Si(Li)-детектором (1 – Si(Li)-детектор, 2 – бериллиевое окно, 3 – источник смещения, 4 – криостат, 5 – предусилитель на полевом транзисторе, 6 – усилитель, 7 – схема подавления наложения импульса, 8 – многоканальный анализатор, 9 – устройство вывода данных, 10 – ЭВМ, 11 – устройство визуальной индикации).

Такой метод элементного анализа называется методом рентгеновской энергодисперсионной спектроскопии (ЭДС-анализ). К его положительным сторонам относятся экспрессность, регистрация всего набора спектральных линий образца одновременно и простота использования (рисунок 12 а).

Большинство программ рентгеновского анализа также будут иметь автоматизированное программное обеспечение для пиковой идентификации. Следует всегда проверять идентификацию пиков и учитывать возможность факторов, влияющих на ошибки.

Как только элемент был точно идентифицирован на основе его самой сильной линии, вторичные линии также будут присутствовать. Например, если в составе образца присутствует элемент W, на основе пиков $L\alpha$ - линии и $L\beta$ - линии 8.40 кэВ и 9.67 кэВ, то пик в значении около 1.75 кэВ мог бы быть правдоподобно идентифицирован как Si (рисунок 14 б, в). Тем не менее, пик для W Ma - линии энергией 1.77 кэВ также должен присутствовать в спектре, и этот пик легко спутать с пиком для Si $K\alpha$ - линии 1.74 кэВ.



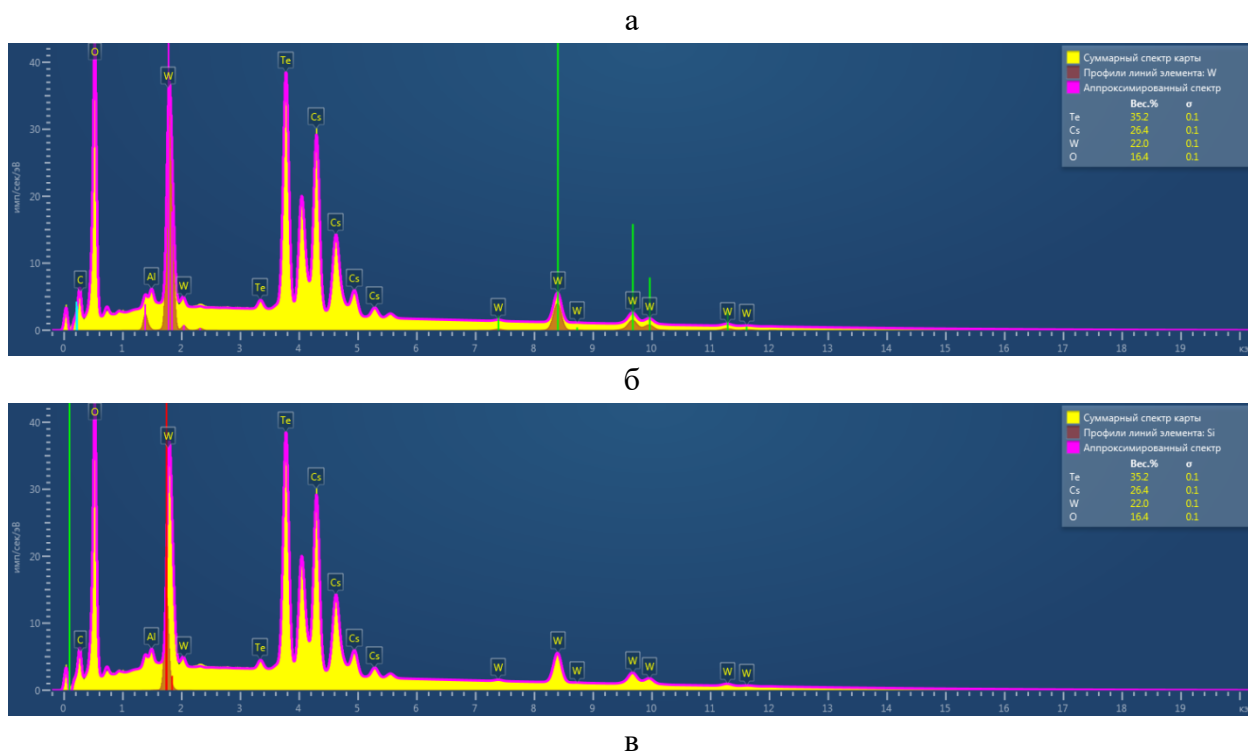
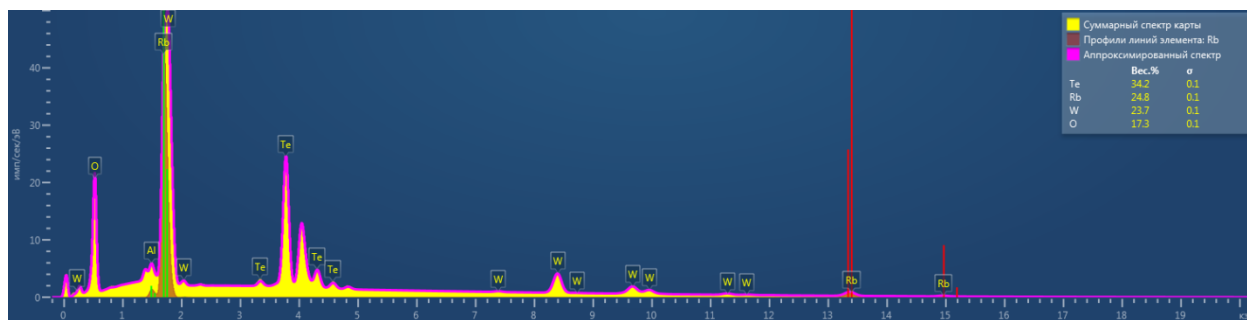


Рисунок 14. ЭДС спектр соединения $\text{CsTe}_{1.625}\text{W}_{0.375}\text{O}_6$ (а) с выделенными ХРИ линиями W (б) и Si (в).

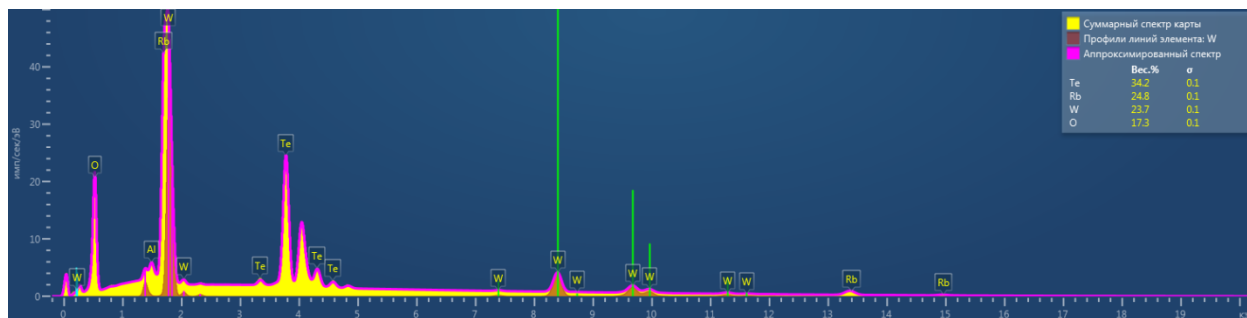
При рассмотрении совершенно незнакомого спектра, полезно отметить, что пики К-линии имеют тенденцию быть острее (четче), чем другие пики, и они всегда возникают $K\alpha/K\beta$ парами. Высота $K\beta$ пика немного выше по энергии приблизительно на 10% от пика $K\alpha$. Для легких элементов, таких как Si, пара $K\alpha/K\beta$ не может быть разрешена, но результирующий объединенный пик кажется несколько наклоненным в сторону высокой энергии $K\beta$. Пики серий L и M обычно шире, и рентгеновские лучи серии M имеют много маленьких пиков из-за большого количества возможных электронных переходов.

Количество отсчетов в рентгеновском пике, как правило, будет пропорционально количеству элемента в образце, поэтому большие пики будут основными составляющими, а малые пики второстепенными. Тем не менее, существует много факторов, влияющих на размер пика (поправки на поглощение, флуоресценцию и чувствительность детектора).

Результаты количественного рентгеновского анализа могут быть достигнуты с точностью до 1%. Однако, при возникновении перекрытия пиков ХРИ более, чем на 40%, точность измерения резко понижается. Например, как показано на рисунке 15, К-линии Rb и W, входящих в состав соединения $\text{RbTe}_{1.5}\text{W}_{0.5}\text{O}_6$ значительно перекрываются, что увеличивает погрешность определения состава. Однако наличие ХРИ линий L и M в разных диапазонах энергии позволяет верно оценить соотношение Rb и W.



а



б

Рисунок 15. ЭДС спектр соединения $\text{RbTe}_{1.5}\text{W}_{0.5}\text{O}_6$ с выделенными ХРИ линиями Rb (б) и W (в).

Определение количественного состава методом ЭДС требует тщательного анализа и должно быть сделано с использованием ссылки на стандарты для всех анализируемых элементов. Хотя большинство компьютерных программ рентгеновского микроанализа будут работать с «количественной оценкой без стандартов», это не всегда приводит к надежному количественному результату.

3. Контрольные вопросы

1. Назовите основные узлы электронной колонны СЭМ. Как происходит формирование электронного зонда?
2. Какие детекторы сигналов бывают в СЭМ? Детектор ППД, Эверхарта-Торнли.
3. Назовите основные закономерности взаимодействия электронов зонда с веществом. Что такое упругие и неупругие взаимодействия?
4. Назовите причины ухудшения качества СЭМ-изображений и способы их решения.
5. Расскажите о принципах определения состава методом ЭДС.

4. Список литературы

1. Голдстейн, Дж. Практическая растровая электронная микроскопия / Под ред. Дж.Голдстейна и Х. Яковица // М.: Мир, 1978. - 656 с.
2. Голдстейн, Дж. Ньюбери, Д. Растровая Электронная микроскопия и рентгеновский микроанализ / М.: Мир, 1984. – 303 с.
3. Пашкеев, И.Ю. Самойлова, О.В. Растровая электронная микроскопия и рентгеноспектральный микроанализ / Учебное пособие. Челябинск: ЮУрГУ, 2015. – 47 с.