

## СКЛАД І ПРИНЦИП ДІЇ РЕММА-102

Мікроскоп представляє з себе прибор, суміщуючий в собі функції растрового електронного мікроскопа, і рентгенівського мікро аналізатора. Розрішаючі спосібність даного мікроскопа в режимі вторинних електронів не більше 5нм, діапазон зміни збільшень 10 – 400000 крат, діапазон зміни прискорюючих напруг 0,2 – 40 кВ, максимальний залишковий тиск в колоні 670 мкПа.

Загальний вигляд мікроскопа показаний нижче.



рис. 1

РЕММА – 102 складається із таких основних блоків:

Електронно – оптична система.

Камери об'єкта.

Детекторної системи.

Блоку відображення інформації.

Вакуумної системи.

Блоків живлення.

Електронні схеми керування приладом .

Розміщення основних вузлів і агрегатів показано нижче на малюнку.

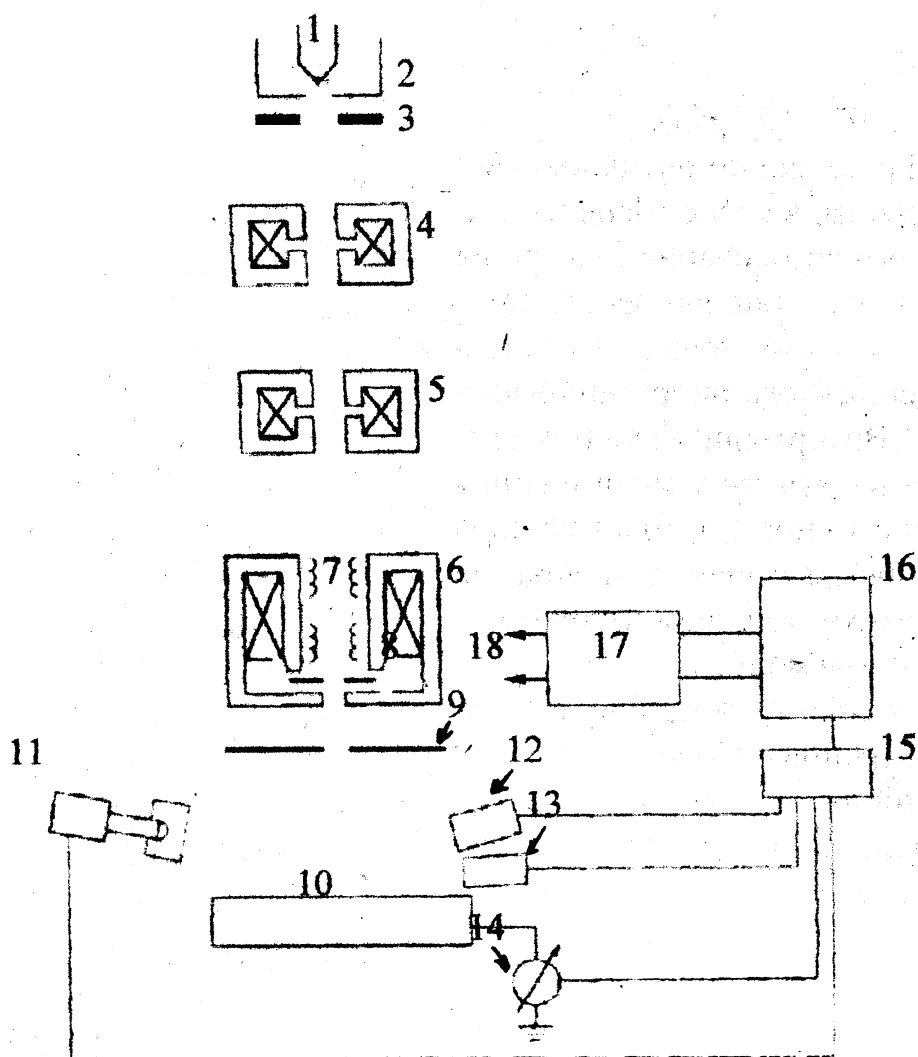


Рисунок 2 - Схема комбінованого приладу РЕММА: 1-катод; 2-фокусуючий електрод; 3-анод; 4-перша конденсорна лінза; 5-друга конденсорна лінза; 6-об'єктивна лінза; 7-катушка подвійного відхилення; 8-діафрагма для обмеження розміру пучка; 9-твердотільний детектор для реєстрації відбитих електронів; 10-зразок; 11-детектор Еверхарта-Торрі для реєстрації відбитих і вторинних електронів; 12-детектор рентгенівського випромінювання; 13-детектор катодолумінісценції; 14-потенціометр для реєстрації струму електронів пучка, що поглинаються зразком; 15-відеопідсилювач; 16-електронно-промінева трубка; 17-генератор розгортки для керування збільшенням; 18-до катушки подвійного відхилення

РЕММА-102 передбачає роботу в режимі спостереження зображення в вторинних електронах. Електронний зонд прискорений і сформований електронно-оптичною системою, яка складається із джерела електронів, двох лінзового конденсаторного блока і формуючої об'єктивної лінзи; на поверхні об'єкта за допомогою растрової відхиляючої системи розвертається в растр прямокутної форми. При цьому високо енергетичні електрони первинного пучка зазнають пружного і не пружного розсіювання, створюють область взаємодії. Якщо має місце недружня взаємодія між слабо зв'язаними зовнішніми електронами атома і електронами падаючого пучка. електрони пучка втрачають енергію, а слабо зв'язані електрони атома емітують. Ці електрони мають енергію рівню або меншу 50 eV и називаються вторинними електронами (BE).

Також при опроміненні зразка електронами виникають, відбиті електрони, оже-електрони, рентгенівське випромінювання та катодолумінісценція.

Коротко відмітимо основні моменти стосовно генерації носіїв інформації, яка використовується у растровій електронній мікроскопії, рентгенівському мікроаналізі та оже-спектральному аналізі:

- ширина області виходу оже-електронів приблизно дорівнює діаметру пучка і за глибиною складає до 10 Å;
- область виходу відбитих електронів за глибиною дорівнює  $0,3R_{ко}$ ;

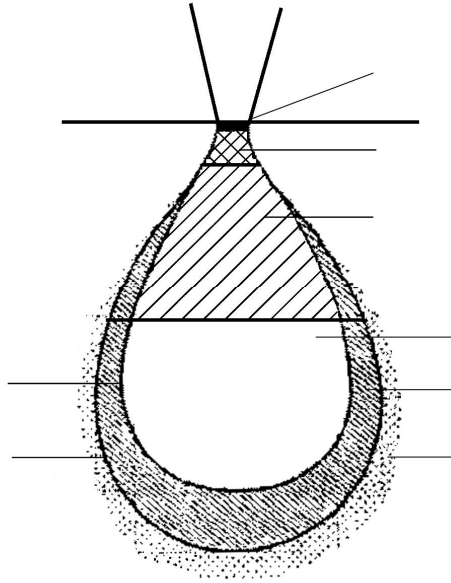


Рисунок 3 - Область взаємодії електронів пучка з твердим тілом: 1 - область генерації оже-електронів; 2 - область генерації вторинних електронів; 3 - область генерації відбитих електронів; 4 - область генерації характеристичного рентгенівського випромінювання; 5- область генерації безперервного рентгенівського випромінювання; 6 - область генерації катодолюмінісценції [1]

- глибина генерації вторинних електронів становить від 50 до 500 Å;
- область генерації характеристичного рентгенівського випромінювання обмежена поверхнею з енергією  $E = E_{кр}$ ;
- область утворення безперервного рентгенівського випромінювання за розміром співпадає з розмірами області взаємодії;
- область, де виникає катодолюмінісценція, є більшою порівняно з розмірами області взаємодії.

Давайте більш докладніше розглянемо виникнення рентгенівського випромінювання яке використовується в рентгенівському мікро аналізаторі є два типи рентгенівського випромінювання це гальмівне і характеристичне.

Для початку розглянемо гальмівне:

Гальмування електронів пучка у кулонівському полі атому призводить до виникнення безперервного спектру гальмівного рентгенівського випромінювання з енергіями квантів від нуля до енергії пучка. Зв'язок між довжиною хвилі в нм та енергією кванту визначається за співвідношенням:

$$\lambda = \frac{hc}{E} = \frac{1,2398}{E}, \quad (1)$$

де  $E$  – енергія електрона;  $h$  - стала Планка;  $c$  - швидкість світла.

Оскільки довжина хвилі рентгенівського кванта оберненопропорційна енергії електрона, що його збуджує, то довжини хвилі квантів з максимальною енергією ( $E_0$ ) будуть мати мінімальне значення довжина хвилі ( $\lambda_{min}$ ).  $\lambda_{min}$  отримала назву **короткохвильової межі** і є сталою для певної енергії пучка.

Рисунок 4 ілюструє залежність інтенсивності безперервного рентгенівського випромінювання від енергії електронів та довжини хвилі.

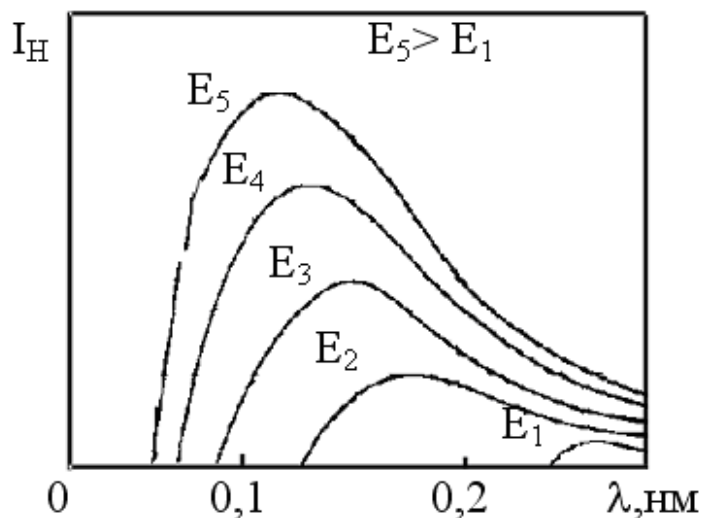


Рисунок 4 - Розподіл інтенсивності безперервного рентгенівського випромінювання [1]

Аналіз залежностей, приведених на рисунку, показує:

- $\lambda_{min}$  змінюється у залежності від енергії пучка (прискорюючої напруги), причому зміщується у бік більш короткої хвилі із збільшенням енергії  $E_0$ ;
- інтенсивність безперервного рентгенівського випромінювання досягає максимуму при  $1,5\lambda_{min}$ , який зміщується у бік великих довжин хвиль при зменшенні  $E_0$ ;
- інтенсивність збільшується із ростом енергії пучка.

Інтенсивність безперервного рентгенівського випромінювання для заданої енергії та довжини хвилі описується наступним співвідношенням

$$I_H \approx i_3 z \left( \frac{\lambda}{\lambda_{min}} - 1 \right) = i_3 z \left( \frac{E_0 - E}{E} \right), \quad (1)$$

де  $i_3$  - струм пучка.

Із співвідношення 1 видно, що з ростом енергії випромінювання інтенсивність падає, а також інтенсивність росте при збільшенні атомного номеру мішені.

Безперервне рентгенівське випромінювання створює фон у спектрах рентгенівського мікроаналізу. Інтенсивність фону має велике значення для визначення границі чутливості приладу. Задача дослідника і конструктора полягає в тому, щоб досягти малої величини фону. У деяких випадках, наприклад, при рентгенівському мікроаналізі біологічних об'єктів, інтенсивність фону несе і корисну інформацію.

Тепер розглянемо характеристичне рентгенівське випромінювання яке на відміну від гальмівного несе інформацію про склад матеріала.

Характеристичне рентгенівське випромінювання утворюється при переході атому із збудженого у стаціонарний стан. Атом перевести у збуджений стан можна, наприклад, електронном з високою енергією. Енергії електронів пучка достатньо, щоб вибити один із електронів, що знаходяться на внутрішніх ( $K, L, M, N$ ) оболонках атому. Рисунок 5 ілюструє процес збудження та релаксації атому.

У процесі релаксації, яка відбувається за час порядку  $10^{-13}$  секунди, електрон з однієї з сусідньої оболонки переходить і займає місце вибитого електрона. Одним з можливих варіантів релаксації є випромінювання залишку енергії у вигляді рентгенівського кванту. Другим варіантом є утворення оже-електрону, про що мова піде пізніше. Енергія кванту

рентгенівського випромінювання та енергія оже-електрону дорівнює різниці між енергіями тих рівнів між якими відбувається перехід.

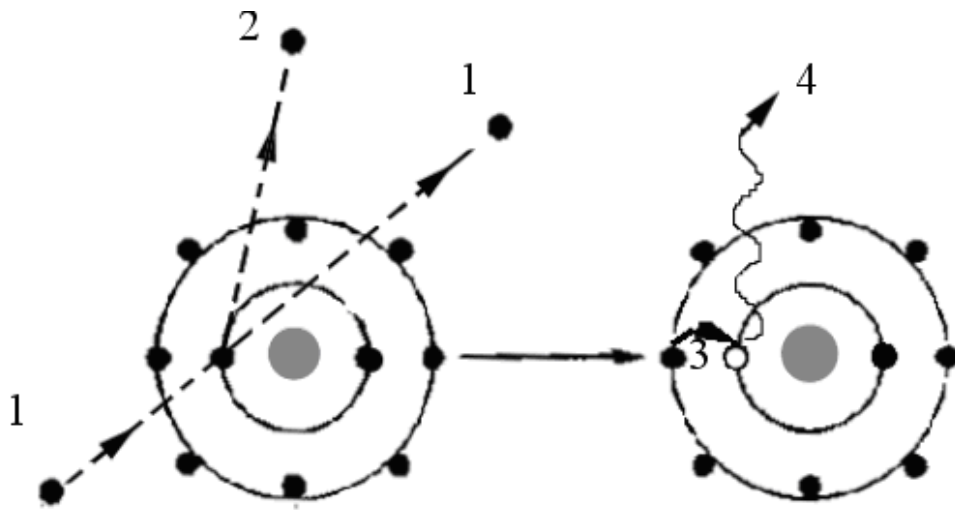


Рисунок 5 - Схема процесу збудження та релаксації атому: 1- первинний електрон; 2- вибитий електрон; 3- перехід електрона; 4- рентгенівський квант

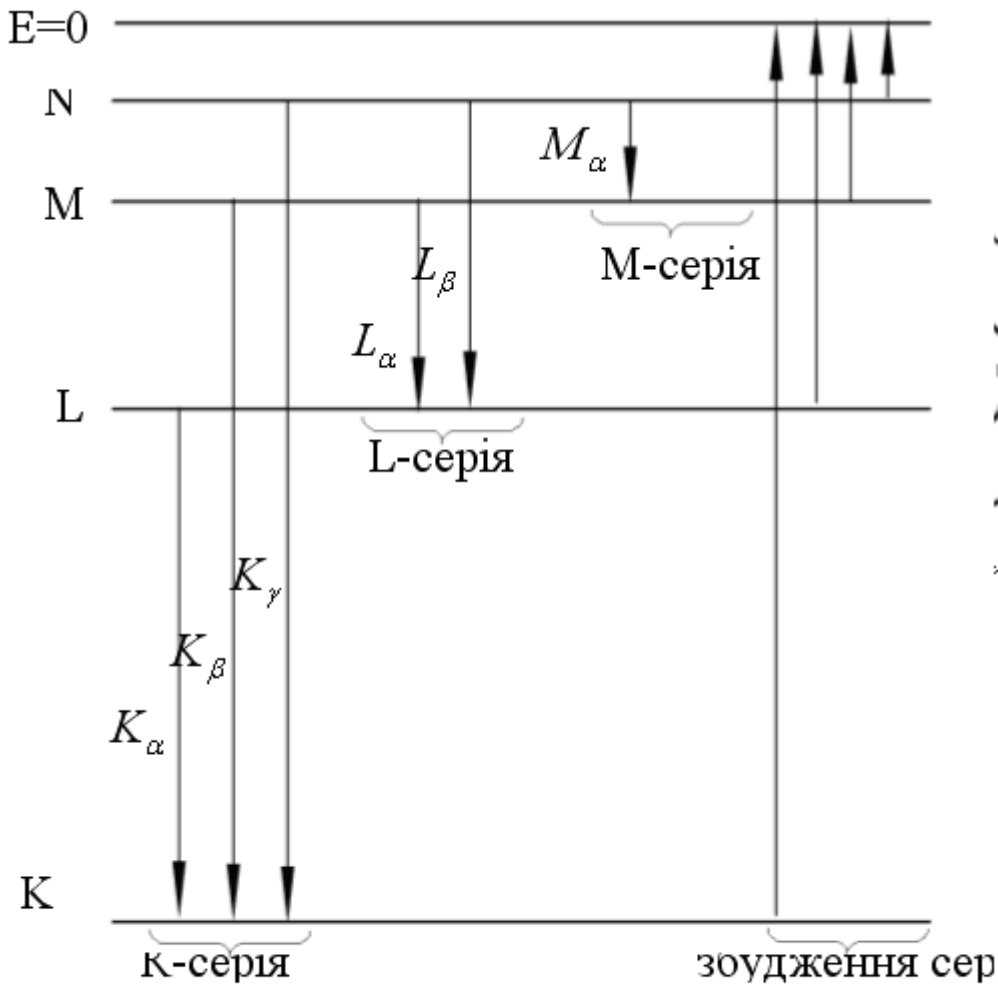


Рисунок 6 - Діаграма енергетичних рівнів атому

Схема виникнення різних серій рентгенівського випромінювання приведена на рисунку 6. Якщо електрон вилучено з  $K$  оболонки, то вільне місце може бути зайняте електронами з  $L$ ,  $M$ ,  $N$  і т. д. оболонок. При цьому виникає так звана  $K$ -серія рентгенівського випромінювання. Аналогічно виникають і інші серії. Назва серії включає в себе назву оболонки, на яку відбуваються переходи при випромінюванні даної серії. Серія  $K$  обов'язково супроводжується рештою серій, оскільки при випромінюванні її ліній звільняються рівні на більш високих оболонках, які в свою чергу будуть заповнюватись електронами з більш високих рівнів.

Англійський фізик Мозлі у 1913 році встановив зв'язок між частотою лінії рентгенівського випромінювання та атомним номером мішені. Згідно Мозлі частота лінії  $K_\alpha, K_\beta, L_\alpha$  визначається відповідно за формулами:

$$\omega_{K_\alpha} = R(z-1)^2 \cdot \left( \frac{1}{1^2} - \frac{1}{2^2} \right); \quad (2)$$

$$\omega_{K_\beta} = R(z-1)^2 \cdot \left( \frac{1}{1^2} - \frac{1}{3^2} \right); \quad (3)$$

$$\omega_{L_\alpha} = R(z-7,5)^2 \cdot \left( \frac{1}{2^2} - \frac{1}{3^2} \right); \quad (4)$$

У загальному випадку :

$$\omega = R(z-\sigma)^2 \cdot \left( \frac{1}{n_i^2} - \frac{1}{n_{i+k}^2} \right), \quad (5)$$

де  $R$  - стала Рідберга;  $\sigma$  - коефіцієнт, характерний для певної серії випромінювання (для  $K$ -серії  $\sigma=1$ , для  $L$ -серії  $\sigma=7,5$ );  $n$  - головне квантове число, у першому наближенні позначає номер оболонки, на якій знаходяться електрони з однаковою енергією.

У стані  $n$  може знаходитися не більше  $2n^2$  електронів. Оболонка ділиться на напівоболонки, які відрізняються орбітальним квантовим числом  $l$ , яке характеризує орбітальний кутовий момент. Для перших чотирьох оболонок значення  $n$  та  $l$  наступні:

Номер оболонки	1	2	3	4
Позначення оболонок	$K$	$L$	$M$	$N$
Головне квантове число	1	2	3	4
Орбітальне квантове число	0	0,1	0,1,2	0,1,2,3
Кількість електронів	2	8	18	32

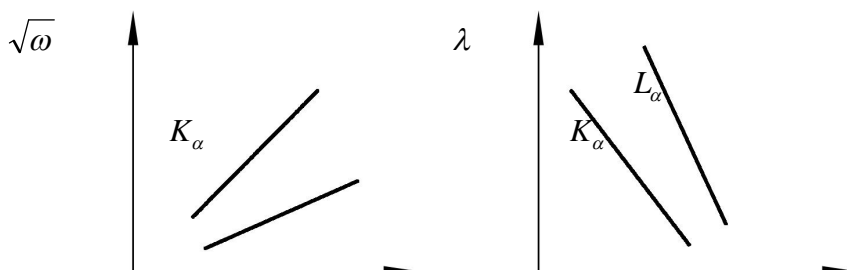
Враховуючи те, що на оболонці не може бути більше  $2n^2$  електронів та принцип заборони Паулі (у даному енергетичному стані не може бути двох електронів з однаковим набором квантових чисел),  $K$ -оболонка не має підоболонок,  $L$ -оболонка має три підоболонки ( $L_1$  містить 2 електрона,  $L_2 - 2$ ,  $L_3 - 4$ ),  $M$ -оболонка має п'ять підоболонок ( $M_1 - 2$ ,  $M_2 - 2$ ,  $M_3 - 4$ ,  $M_4 - 4$ ,  $M_5 - 6$ ),  $N$ -оболонка має сім підоболонок ( $N_1 - 2$ ,  $N_2 - 2$ ,  $N_3 - 4$ ,  $N_4 - 4$ ,  $N_5 - 6$ ,  $N_6 - 6$ ,  $N_7 - 8$ ).

Часто закон Мозлі записують у лінеаризованій формі:

$$\sqrt{\omega} = c(z-\sigma), \quad (6)$$

де  $c$ ,  $\sigma$  - константи, які є різними для кожної серії випромінювання.

Закон читається наступним чином: корінь квадратний з частоти є лінійною функцією атомного номера елемента.



$L_{\alpha}$	$a$	$b$
	$Z$	$Z$

Рисунок 6 -Якісна залежність частоти (а) та довжини хвилі характеристичного рентгенівського випромінювання (б) від атомного номера

Лінійний характер залежностей частоти та довжини хвилі характеристичного рентгенівського випромінювання від атомного номера (рис. 1.18), а також співпадання експериментальні значення  $\omega$  і  $\lambda$  з розрахунковими на основі (1.26) дає можливість використовувати закон Мозлі як загальноутворюючий для рентгенівського мікроаналізу. Це означає, що визначивши довжину хвилі рентгенівського випромінювання або частоту, можна за допомогою закону Мозлі точно встановити атомний номер елементу. У свій час цей закон відіграв дуже велике значення при розташуванні елементів у періодичній системі.

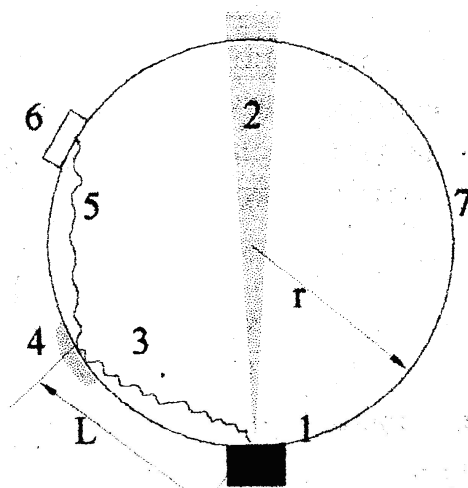
Зверху я коротко розглянув основні фізичні принципи виникнення рентгенівського випромінювання тепер я розгляну детектори рентгенівського випромінювання їх є два се хвильовий, і детектор по дисперсією по енергії хвиль.

Рентгенівське випромінювання довжиною хвилі  $\lambda$ , яке генерується у результаті взаємодії пучка електронів з твердим тілом можна зареєструвати використовуючи кристал-аналізатор, на якому відбувається дифракція промінів у відповідності із законом Брегів:

$$n\lambda = 2d \sin \Theta$$

Згідно з законом Мозлі, довжина хвиль є функцією атомного номера. Це означає, що визначивши її значення можна судити про матеріал мішені. З іншого боку, у відповідності з формулою Брегів довжина хвилі залежить від кута падіння  $\theta$ . Таким чином, аналіз заключається у безперервному записі інтенсивності рентгенівського випромінювання, як функції від кута повороту кристала-аналізатора з подальшим переводом піків у довжини хвиль у відповідність із законом Брега у використанні закону Мозлі.

Для забезпечення повного фокусування променів і, як наслідок, підвищення ефективності їх збору зразок, кристал-аналізатор та детектор див. мал.. розміщуються по колу радіусом  $r$ , що отримав назву кола фокусування.



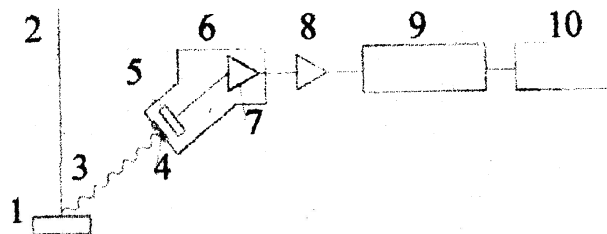
**Рисунок 7** - Блок-схема кристал-дифракційного спектрометра: 1- зразок; 2- пучок електронів; 3- рентгенівське випромінювання; 4- кристал-аналізатор; 5- дифрагований промінь; 6- детектор; 7- круг фокусування.

Реєстрація продифрагованих променів відбувається за допомогою детектора, що має назву пропорційного лічильника. Зареєстрований сигнал підсилюється, перетворюється в одноканальному аналізаторі в імпульс, а потім подається до лічильника, який здійснює рахунок імпульсів. Далі отримана інформація використовується або для аналізу елементного складу, або для отримання зображення.

Розглянемо тепер спектрометр з дисперсією по енергіям

Рентгенівське випромінювання потрапляє у криостат в криостаті в вакуумному середовищі охолоджується кремнієвий напівпровідниковий детектор до якого підводиться напруга в оберненому напрямку. Для нейтралізації центрів рекомбінації електронів і дірок, що дає можливість створити велику область з власною провідністю (кремній легують літієм). Конструктивно кристал знаходиться на кінці холодопроводу, який приєднується до резервуару із рідким азотом. Низька температура потрібна для зменшення рівня шумів.

При поглинанні фотона рентгенівського випромінювання створюється високоенергетичний фотоелектрон, який свою енергію використовує на утворення електрон-діркових пар. Вони розділяються прикладеною напругою і формують імпульс заряду а, потім, у попередньому підсилювачі перетворюється у імпульс напруги. Таким чином амплітуда імпульсів, які формує детектор, є пропорційною енергією вхідного рентгенівського кванту. Саме це й лежить в основі принципу роботи даного детектора його схематичний вид показаний нижче на малюнку.



**Рисунок 8** - Блок-схема спектрометра з дисперсією по енергії[2]: 1- зразок; 2- пучок електронів; 3- рентгенівське випромінювання; 4- берилієве вікно; 5- детектор; 6- криостат; 7- попередній підсилювач; 8- підсилювач; 9- багатоканальний аналізатор; 10- блок виведення даних

Розглянуті вище детектори дають можливість визначати за рентгенівським характеристичним спектром елементарний склад певного матеріалу для прикладу один із спектрів показано нижче.



7.7.2005

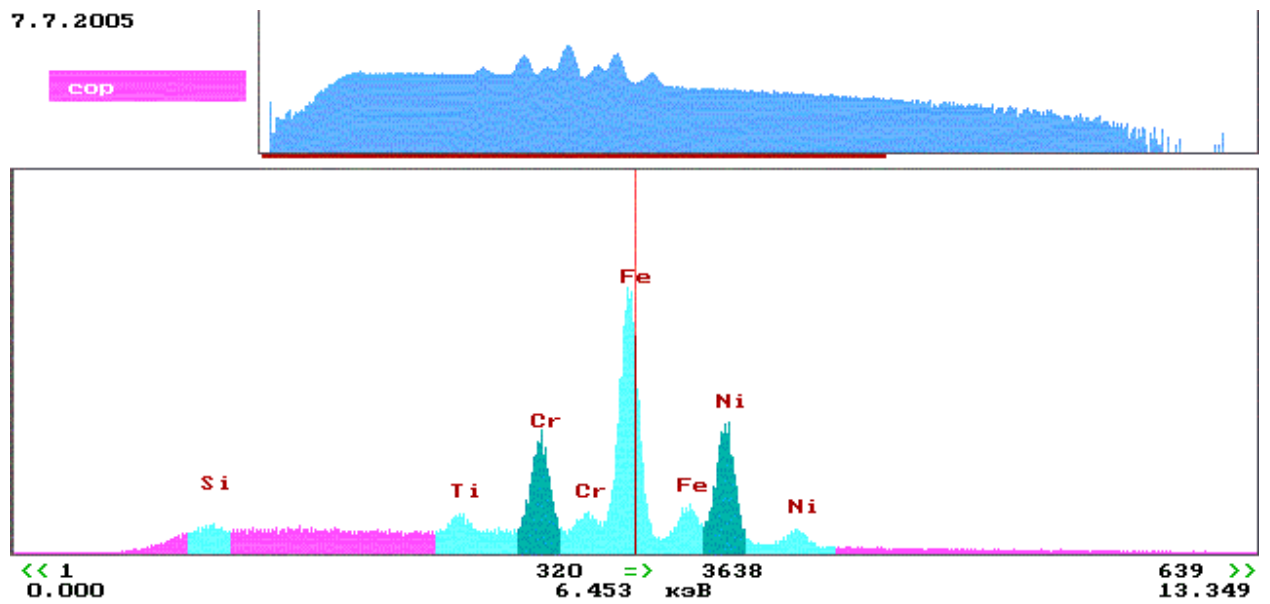


рис. 9

Література

- 1.) <http://lab.bmstu.ru/rem/Parts2/Parts2/index.htm>
- 2.) <http://www.ramora.net/texts/rem103.htm>
- 3.) <http://www.krugosvet.ru/articles/13/1001359/1001359a3.htm>