

МИНИСТЕРСТВО ОБРАЗОВАНИЯ И НАУКИ РОССИЙСКОЙ
ФЕДЕРАЦИИ

ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ АВТОНОМНОЕ
ОБРАЗОВАТЕЛЬНОЕ УЧРЕЖДЕНИЕ ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ
«НОВОСИБИРСКИЙ НАЦИОНАЛЬНЫЙ ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ
ГОСУДАРСТВЕННЫЙ УНИВЕРСИТЕТ».

Физический факультет

Кафедра общей физики

Мартьянова Софья Олеговна

КУРСОВАЯ РАБОТА

**Исследование калибровки системы электромагнитных линз
просвечивающего электронного микроскопа
ThemisZ**

Электромагнитный практикум, 2 курс, группа №19302

Научный руководитель:

Герасимов Евгений Юрьевич, с.н.с ИК СО РАН

Оценка научного руководителя

«_____» _____ 20__ г.

Преподаватель практикума

Астрелин Виталий Тимофеевич

Оценка преподавателя практикума

«_____» _____ 20__ г.

Куратор практикума:

к.т.н. В.Т. Астрелин

Итоговая оценка

«_____» _____ 20__ г.

Новосибирск 2020

Аннотация

Проведено исследование зависимости увеличений просвечивающего электронного микроскопа ThemisZ с использованием специализированного тест-объекта (grating). Показано, что во всем диапазоне увеличений наблюдается практически линейная зависимость.

Оглавление

1.Введение.....	5
2.Теоретическая часть.....	7
3.Эксперимент.....	9
4.Обсуждение результатов	12
5.Заключение.....	15
6.Список использованной литературы.....	16

1. Введение

Структура вещества – это особая взаимосвязь между атомами вещества. С развитием науки появилась необходимость подробного рассмотрения структуры веществ. Это напрямую связано с изобретением новых материалов и методов. Из-за этой необходимости появилось понятие микроскопии. Применяются микроскопы во многих сферах науки: медицине, биологии, химии, материаловедении и т.д.

Первые микроскопы были созданы еще в 16 веке. Но прогресс не стоит на месте, и потому, на данный момент существует около 5 видов микроскопий, различающихся способами получения изображений. Оптическая микроскопия позволяет различать структуры размером до 20 мкм и помогает в изучении клеток и микроорганизмов. В атомно-силовой микроскопии изображение получается при помощи сканирования поверхности зондом. Такой тип микроскопии позволяет получить топографию в высоком разрешении. Также существуют флуоресцентная, рентгеновская и электронная микроскопии. Особое внимание стоит уделить электронной микроскопии. Этот вид микроскопии подразделяется на сканирующую (растровую), просвечивающую и отражательную. Из всего этого списка просвечивающие микроскопы обладают самой высокой разрешающей способностью - до 0,06 нм. Разрешающая способность (разрешение) – наименьшее расстояние между двумя элементами микроструктуры, видимыми на изображении отдельно.

Метод просвечивающей электронной микроскопии позволяет изучать кристаллические решетки, процессы структурных и фазовых превращений в сплавах. Из-за высокого разрешения, это оборудование требует специальные условия в помещении. Независимый фундамент, защита от электромагнитных волн извне и особая настройка - вот критерии качественного изображения микроскопа. Принцип работы просвечивающего микроскопа заключается в облучении мишени электронами, выпускаемыми

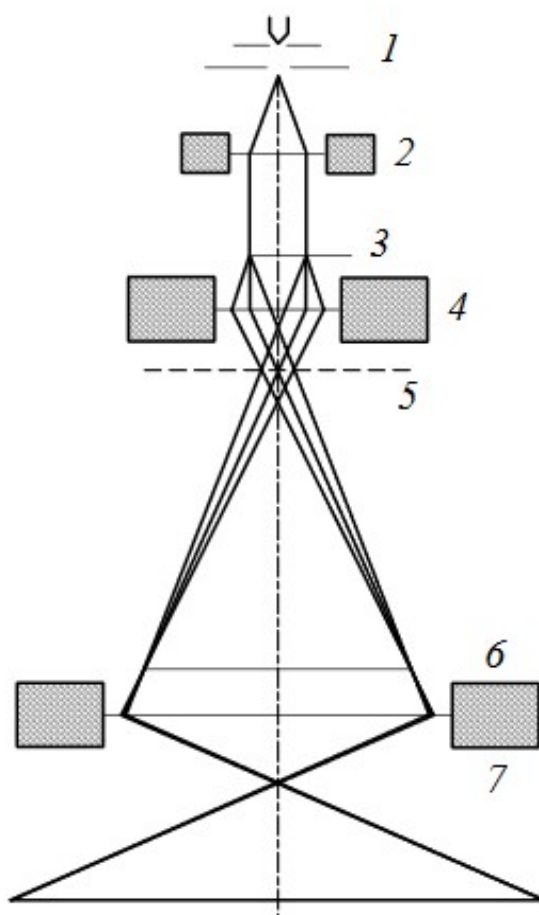
электронной пушкой (катодом электронной пушки выступает вольфрамовая нагретая нить либо аналогичные монокристаллы), предварительно ускоренными при помощи источника высокого напряжения. Вакуумная система позволяет увеличить длину свободного пробега электронов. Изображение получается при попадании прошедших через образец электронов на флуоресцирующий экран. Но четкого изображения не добиться без системы электромагнитных, объективных и проекционных линз.

Линзы играют важную роль в наведении и фокусировке луча. Электронный луч – направленный пучок ускоренных электронов, применяемый для просвечивания образцов или возбуждения в них вторичных излучений. Точность линз играет важную роль. Для каждого микроскопа есть свой график зависимости калибровки объективной линзы (функция передачи контраста). В этой курсовой работе проводилось изучение процесса формирования изображения и его калибровки в зависимости от диапазона увеличений. В качестве тест – системы была использована специальная сертифицированная медная сетка с нанесенными на нее частицами золота (Au grating).

2. Теоретическая часть

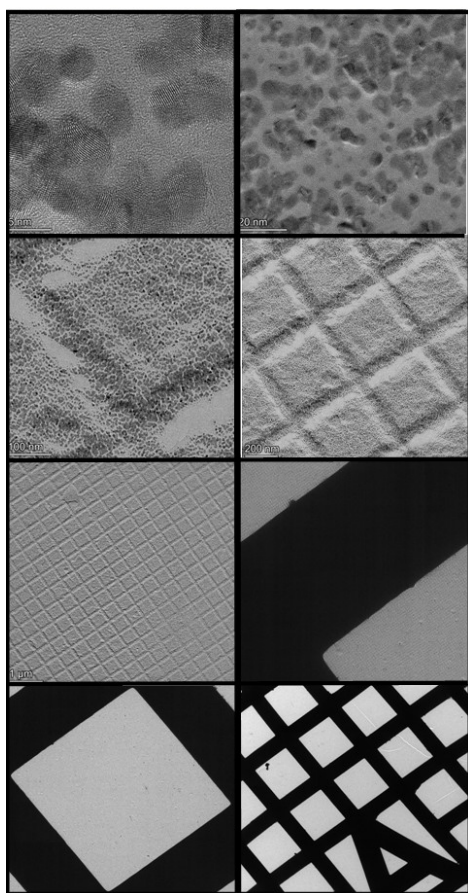
Исследование структуры и микроструктуры образцов осуществляли методом просвечивающей электронной микроскопии высокого разрешения (ПЭМВР) – на электронном микроскопе ThemisZ (Thermo Fisher Scientific, USA) с ускоряющим напряжением 200 кВ. Ускоряющее напряжение - напряжение между электродами электронной пушки, определяющее кинетическую энергию электронного луча. Предельное разрешение по точкам в прямом изображении - 0.07 нм. Запись изображений осуществлялась с помощью ПЗС матрицы Ceta 16 (Thermo Fisher Scientific,

USA).



(Рис.1) Принципиальная оптическая схема ПЭМ: 1 – катод; 2 – двухступенчатая электромагнитная линза (конденсор); 3 – объект; 4 – объективная линза; 5 – первичное изображение; 6 – промежуточное изображение; 7 – проекционная линза

В качестве образца использовалась медная сетка с нанесенными на нее частицами золота (Au grating). Образец состоит из нанесенных частиц золота широкого диапазона размеров, с особыми параметрами нанесения (квадратные секции известной величины). При помощи Au grating можно определить реальное увеличение микроскопа. На Рис.2 показан Au grating при разных увеличениях (наибольшее – 910 000, наименьшее – 81).



(Рис.2) Au grating

Согласно теории Аббе из-за дифракционной ошибки изображение точки превращается в размытый круг размером

$$\delta = \frac{0,5\lambda}{n \sin \alpha} \quad (1)$$

где n – показатель среды преломления среды, а α – апертура объективной линзы. Радиус круга в результате такого размытия $\delta_{сф} = C_{сф} \alpha^3$, где $C_{сф}$ – коэффициент сферической aberrации линзы. Обычно его значение

составляет 2-3 мм. Оптимальным размером апертуры является угол, при котором $\delta_{\text{дифр}} = \delta_{\text{сф}}$. Из-за малости α формула (1) переходит в формулу Релея:

$$\delta = \frac{0,6\lambda}{\alpha} \quad (2)$$

Величина апертуры $50 \cdot 10^{-6}$. Разрешение для ПЭМ, на котором проводилась данная работа, составляет $0,7 \text{ \AA}$.

Большая глубина фокуса достигается при малой апертуре. Глубина фокуса – расстояние вдоль пучка электронов, на которое можно сместить образец из фокальной плоскости без ухудшения разрешения. $Y = 2\delta/\alpha$.

Разрешение микроскопа также ухудшается из-за хроматической aberrации и астигматизма линз. Хроматическая aberrация возникает из-за нестабильности высокого напряжения при ускорении электронов. Колебания за время экспозиции не превосходят нескольких вольт, в связи с чем разрешение изображения не ухудшается. Астигматизм связан с неоднородностью магнитного поля линзы, однако его влияние можно скомпенсировать стигматорами – электромагнитными катушками, расположенными по кругу. Изменение тока в них по отдельности создает неоднородное магнитное поле, которое значительно снижает влияние астигматизма.

Во время прохождения электронов через образец возможны различные процессы, приводящие к рассеянию электронов. При толщине образца $\sim 0,1$ мкм большая часть электронов проходит не испытывая столкновений, но часть электронов всё же испытывает рассеяние на образце.

3. Эксперимент

Получение изображений электронной микроскопии проводилось на разных увеличениях. Обработка изображений производилась от наибольшего увеличения к наименьшему. На увеличении 910 кх были различимы решетки. Характерные размеры кристаллических решеток золота: 2,35 и 2,01 ангстрем

в направлениях (111) и (100) соответственно. Измерения проводились на первом только в направлении кристаллографических плоскостей (111) с целью уменьшения ошибок измерения.

На разных увеличениях микроскопа проводились три независимых замера, вносились в таблицу. Итоговым соотношением пикселей и размера рассматриваемого объекта (в нм), при соответствующем увеличении микроскопа, являлось среднее арифметическое трех измерений, выполненных при одинаковом увеличении. Отклонения от среднего значения являются погрешностью измерений.

(Табл.1) Экспериментальные данные

Увеличение (в п раз)	1 замер (нм/пиксель)	2 замер (нм/ пиксель)	3 замер (нм/ пиксель)	Средний результат замера
910000	76,2	76,47	75,69	76,12
720000	55,88	55,90	56,90	56,23
570000	44,20	43,20	44,51	43,97
460000	35,98	36,46	36,20	36,21
380000	27,29	27,50	27,50	27,43
230000	15,99	16,09	15,89	15,99
185000	12,93	13,04	12,83	12,93
145000	10,76	10,74	10,36	10,62
115000	8,91	8,69	8,58	8,73
89000	6,41	6,65	6,85	6,64
71000	5,20	5,34	5,34	5,29
55000	4,32	4,18	4,27	4,26

44000	3,35	3,44	3,30	3,36
34000	2,58	2,67	2,68	2,64
27000	2,13	2,12	2,13	2,13
21500	1,60	1,57	1,60	1,59
17000	1,34	1,34	1,34	1,34
13000	1,10	1,09	1,10	1,10
9800	0,81	0,82	0,83	0,82
7500	0,61	0,63	0,61	0,62
5700	0,46	0,46	0,46	0,46
4300	0,33	0,34	0,31	0,33
3300	0,22	0,21	0,22	0,22
2550	0,18	0,18	0,18	0,18
1150	0,08	0,08	0,08	0,08
1050	0,07	0,07	0,08	0,07
830	0,06	0,06	0,06	0,06
520	0,04	0,04	0,04	0,04
320	0,02	0,02	0,02	0,02

(Табл.2) Погрешности замеров (отклонение от среднего)

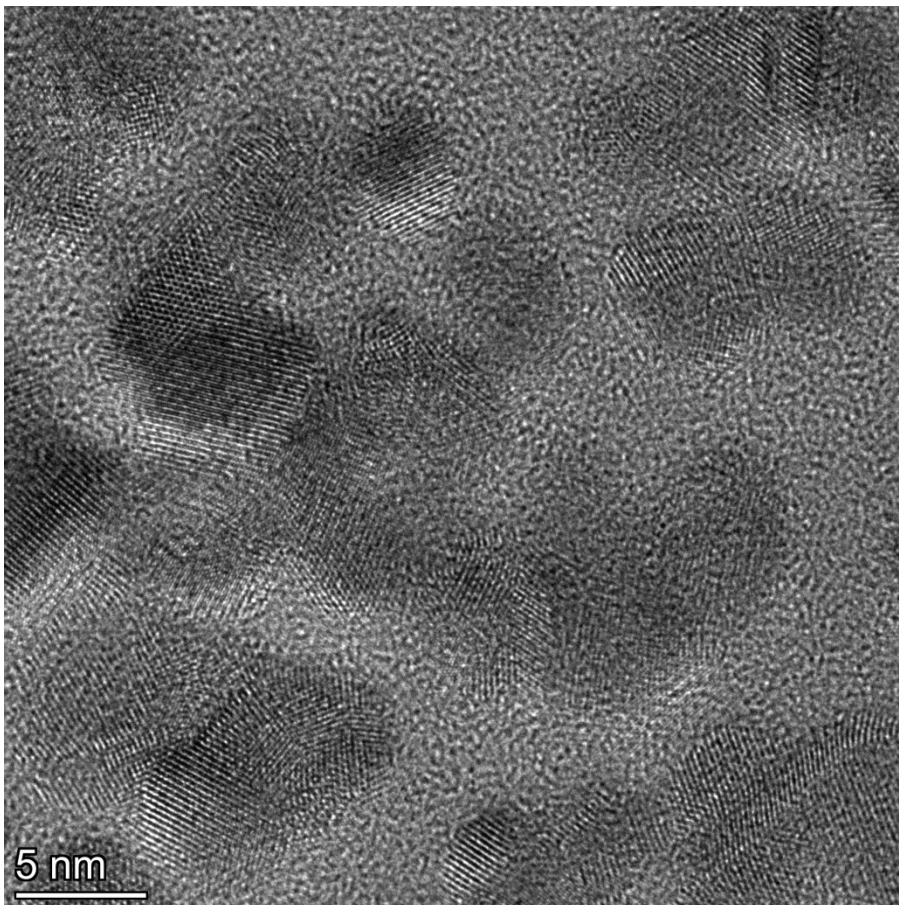
Увеличение в п раз	Погрешность 1-го замера	Погрешность 2- го замера	Погрешность 3-го замера
910000	0,080	0,350	0,430
720000	0,347	0,327	0,673
570000	0,230	0,770	0,540
460000	0,233	0,247	0,013

380000	0,140	0,070	0,070
230000	0,000	0,100	0,100
185000	0,003	0,107	0,103
145000	0,140	0,120	0,260
115000	0,183	0,037	0,147
89000	0,227	0,013	0,213
71000	0,093	0,047	0,047
55000	0,063	0,077	0,013
44000	0,013	0,077	0,063
34000	0,063	0,027	0,037
27000	0,003	0,007	0,003
21500	0,010	0,020	0,010
17000	0,000	0,000	0,000
13000	0,003	0,007	0,003
9800	0,010	0,000	0,010
7500	0,007	0,013	0,007
5700	0,000	0,000	0,000
4300	0,003	0,013	0,017
3300	0,003	0,007	0,003
2550	0,001	0,000	0,002
1150	0,000	0,000	0,001
1050	0,001	0,001	0,001
830	0,001	0,002	0,000

520	0,001	0,001	0,000
320	0,000	0,001	0,000

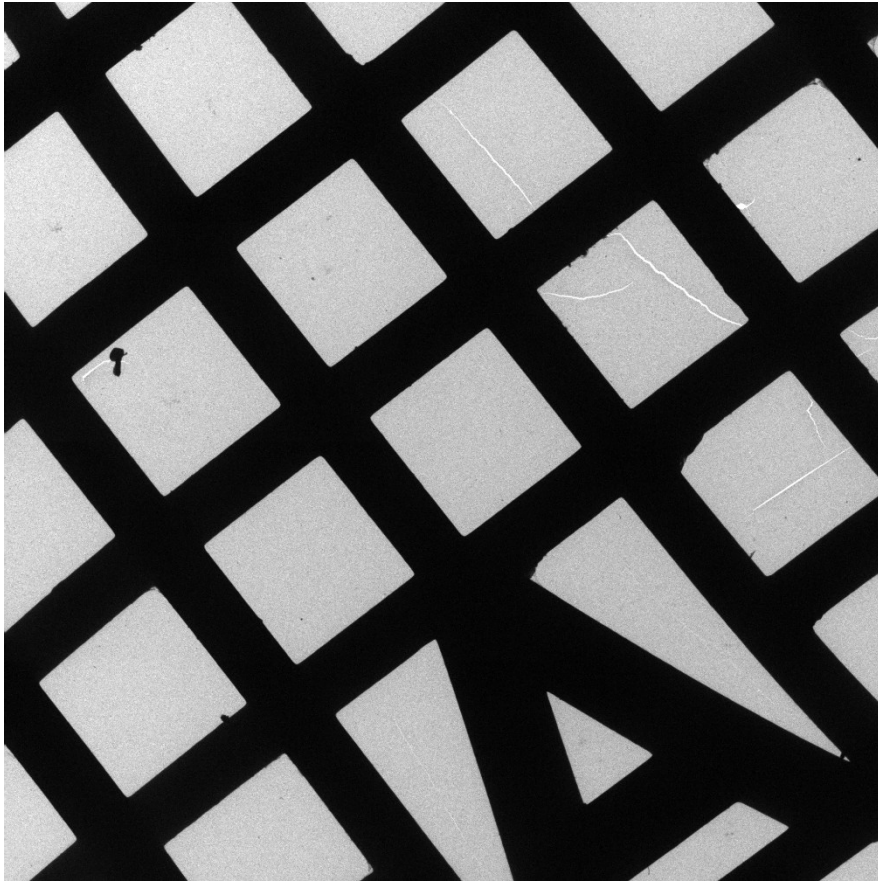
4.Обсуждение результатов

Исследование образца методом просвечивающей электронной микроскопии показало, что, используя единственную тест- систему, можно провести калибровку микроскопа во всем диапазоне увеличений. В качестве начального параметра использовались кристаллографические плоскости в направлении (111). Зная, что данный параметр составляет 2,35 Å, можно исходя из наблюдаемых плоскостей измерить эффективное увеличение микроскопа (нм / пиксель) исходя из постоянного разрешения матрицы приема сигнала.



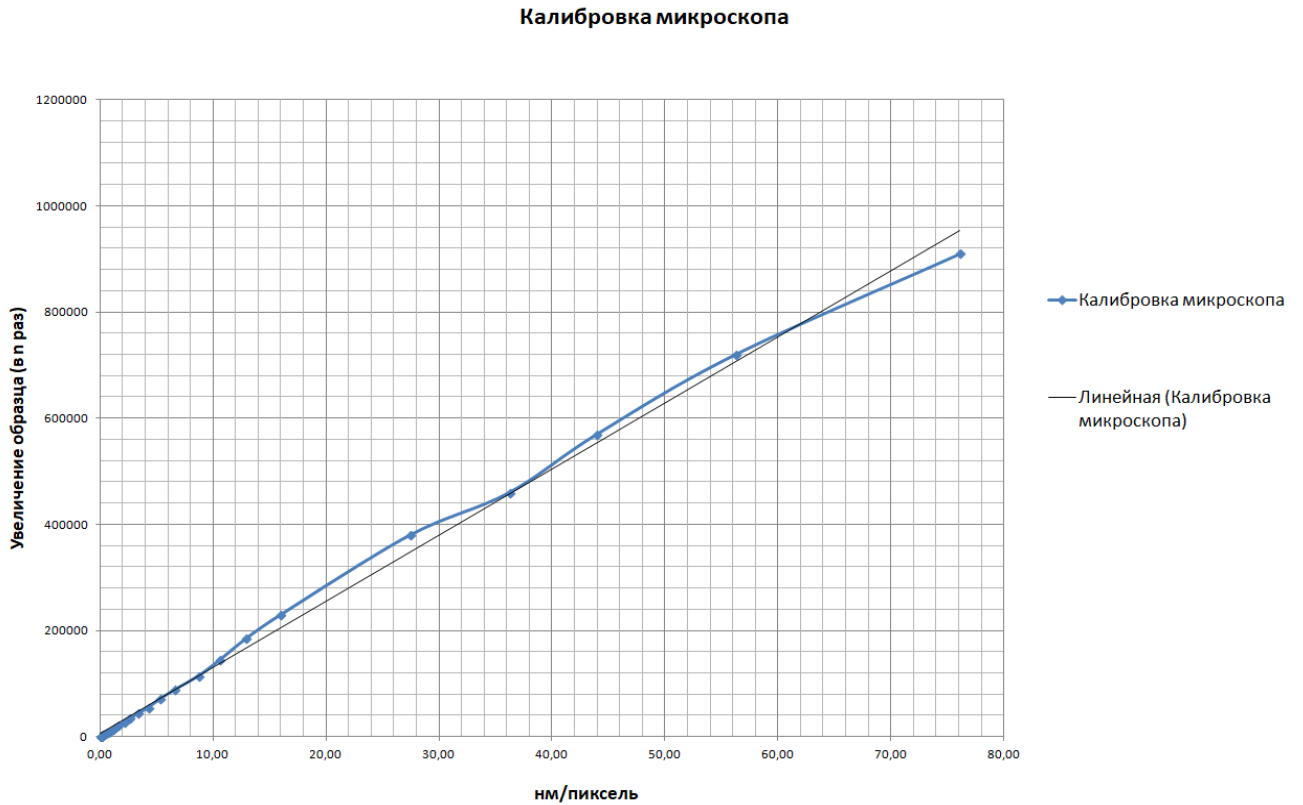
(Рис. 3) Изображение просвечивающей микроскопии частиц золота, полученное на увеличении 910000 крат.

Нижним краем получения информации для Au grating являются специально нанесенные через 436 нм линии, состоящие из золота. По ним можно оценивать диапазон нижних увеличений (рис. 3), измеряя расстояния на полученных снимках.



(Рис. 4) Изображение просвечивающей микроскопии Au grating на низких увеличениях – 81 крат

Исходя из полученных данных была построена корреляционная кривая увеличений, задаваемых на микроскопе и данных полученных с камеры регистрирующей изображения. Как видно из рис. 5 данная кривая достаточно хорошо описывается прямой линией. Наблюдаемые небольшие отклонения относятся к области высоких увеличений, когда флуктуации электронного пучка максимально влияют на получаемое разрешение и скорее всего точность определения данных расстояний компенсируется за счет корректоров астигматизма, встроенных в линзы микроскопа.



(Рис.5) Зависимость размера образца (нм/пиксель) от увеличения

5. Заключение

Аппроксимация полученного графика соответствует линейной зависимости с хорошей точностью. В процессе эксперимента были получены снимки для всех увеличений, проверена калибровка, исследована морфология частиц золота и показано, что увеличения для данного микроскопа меняются практически линейно (рис. 5).

6.Список литературы

1. Власов А. И., Елсуков К. А., Косолапов И.А. Электронная микроскопия. М.:Изд-во МГТУ, 2011. 168с.
2. Векилова Г.В., Иванов А.Н. Кристаллография, рентгенография и электронная микроскопия. М. 2007. Часть 3, 41с.
3. Синдо Д., Оикава Т., Мир материалов и технологий // Аналитическая просвечивающая микроскопия. М.:Техносфера, 2006.