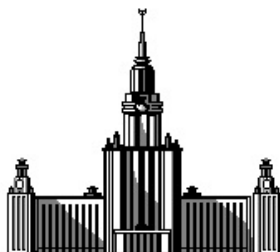


Московский государственный университет имени М.В. Ломоносова
Химический факультет

Кафедра физической химии



Сканирующая электронная микроскопия
электропроводящих материалов

Работа выполнена студентом 515 группы
Финенко А.А.

Москва
2017

Термоэлектронная и автоэлектронная эмиссия. Катоды, применяемые в электронной спектроскопии. Основные характеристики, достоинства и недостатки.

Электронная пушка в сканирующем электронном микроскопе является источником пучка электронов, используемого для исследования поверхности образца. Электроны, испускаемые катодом, ускоряются электромагнитным полем и фокусируются на участке поверхности. Размер и форма катода, величина ускоряющего напряжения и интенсивность потока электронов являются преобладающими факторами, влияющими на разрешение, получаемое в сканирующей электронной микроскопии.

В основе работы электронной пушки лежит явление испускания электронов металлами в вакууме при высокой температуре или в сильном электрическом поле. В первом случае оно носит название *термоэлектронной эмиссии*, а во втором – *автоэлектронной* или *полевой эмиссии*.

Термоэлектронная эмиссия

Если мы нагреем материал до достаточно высоких температур, то кинетическая энергия электронов может возрасти до значений, превышающих величину энергетического барьера, удерживающего их внутри объема материала. Величина барьера для большинства материалов составляет несколько эВ.

Плотность термоэмиссионного потока, j , при температуре T определяется законом Ричардсона

$$j = AT^2 \exp\left(-\frac{\Phi}{kT}\right), \quad (1)$$

где $A [A \cdot m^{-2} \cdot K^{-2}]$ – постоянная Ричардсона – является характеристикой материала. Из вида уравнения видно, что существенный поток j достигается, когда энергия теплового движения электронов kT становится сопоставимой с энергетическим барьером Φ . Поэтому подходящими материалами для термоэмиссионных источников являются либо материалы, обладающие высокой температурой плавления (такие, как вольфрам W), или материалы, обладающие малым значением энергетического барьера Φ (например, гексаборид лантана LaB₆).

Автоэлектронная эмиссия

Эффект автоэлектронной эмиссии заключается в испускании электронов с поверхности материала под действием электрического поля, которое искривляет потенциальный барьер, удерживающий электроны. При достаточном искривлении потенциального барьера электроны начинают туннелировать через барьер. Для искривления барьера необходимо создать огромную напряженность электрического поля, которая увеличивается как $\sim \frac{V}{r}$, где r – радиус цилиндрического сечения материала. Так, из вольфрамовой нити делают иглу, радиус кончика которой не превышает 0.1 мкм. При приложении потенциала в 1 кВ напряженность поля в кончике составляет $\sim 10^{10}$ В/м.

Для того, чтобы автоэлектронная эмиссия проходила с поверхности материала, необходимо ее предварительно очистить от загрязнителей (загрязнители в значительной степени влияют на потенциальный барьер поверхности). Этого достигают, помещая катод в высокий

вакуум ($< 10^{-9}$ Па); в этом случае катод функционирует в околокомнатных температурах. Кроме того, поверхность может быть сохранена в более низком вакууме, но в условиях нагрева поверхности. Такого типа катоды называются катодами Шоттки.

Вольфрамовый катод

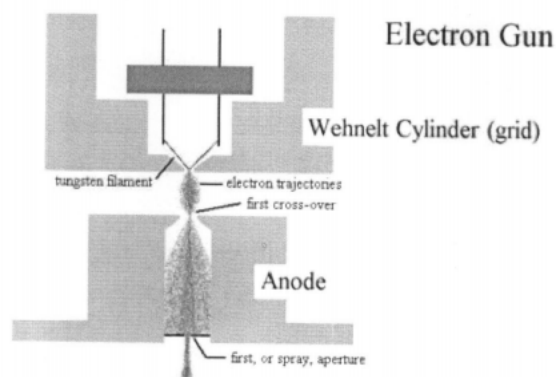


Рис. 1: Электронная пушка с вольфрамовым катодом

Источником электронного пучка в электронной пушке, изображенной на рис. 1, является изогнутая вольфрамовая нить, диаметр которой приблизительно равен 100 мкм. Нить фиксируется металлическими штангами, пропущенными через керамическую подложку. Электрический ток, проходящий через вольфрамовую нить, нагревает ее и усиливает эффект термоэлектронной эмиссии. Оптимальная температура для выбивания термоэмиссионных электронов с поверхности вольфрамовой нити приходится на 2700 К. При помощи цилиндра Венельта (Wehnelt cylinder) к вылетающим электронам прикладывается ускоряющее напряжение, заставляющее последних покинуть область пространства вокруг нити. В отсутствии цилиндра термоэмиссионные электроны образовали бы заряженное облако вокруг нити, своим суммарным зарядом тормозящее дальнейшую эмиссию с нити.

Катод на основе гексаборида лантана

Другим источником катодов, используемых в электронной микроскопии, является стержень из гексаборида лантана LaB_6 . Он представляет собой цельный кристалл порядка 1 мм в диаметре. Чтобы обеспечить нагрев этого катода до 1700 – 2100 К было придумано несколько схем, представленных на рис. 2. Конец стержня представляет собой небольшую скошенную площадку, с которой происходит равномерная эмиссия электронов. Катоды на основе LaB_6 обеспечивают яркость на порядке больше, чем вольфрамовые катоды. Однако для обеспечения их работы требуется более высокий вакуум.

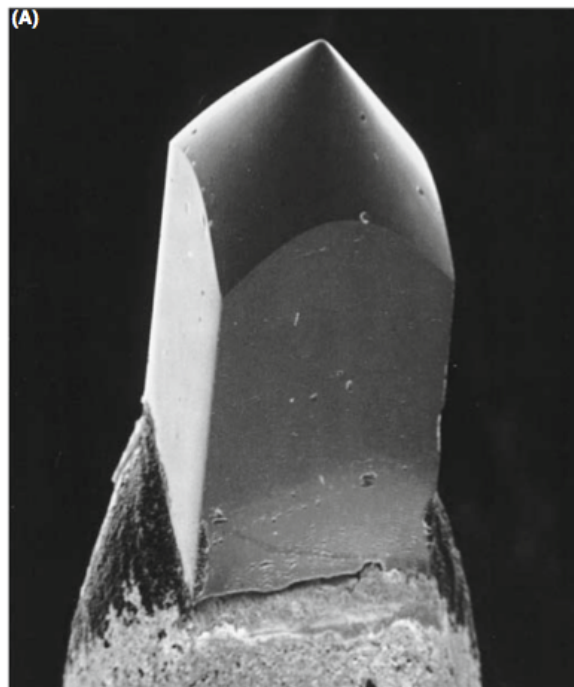
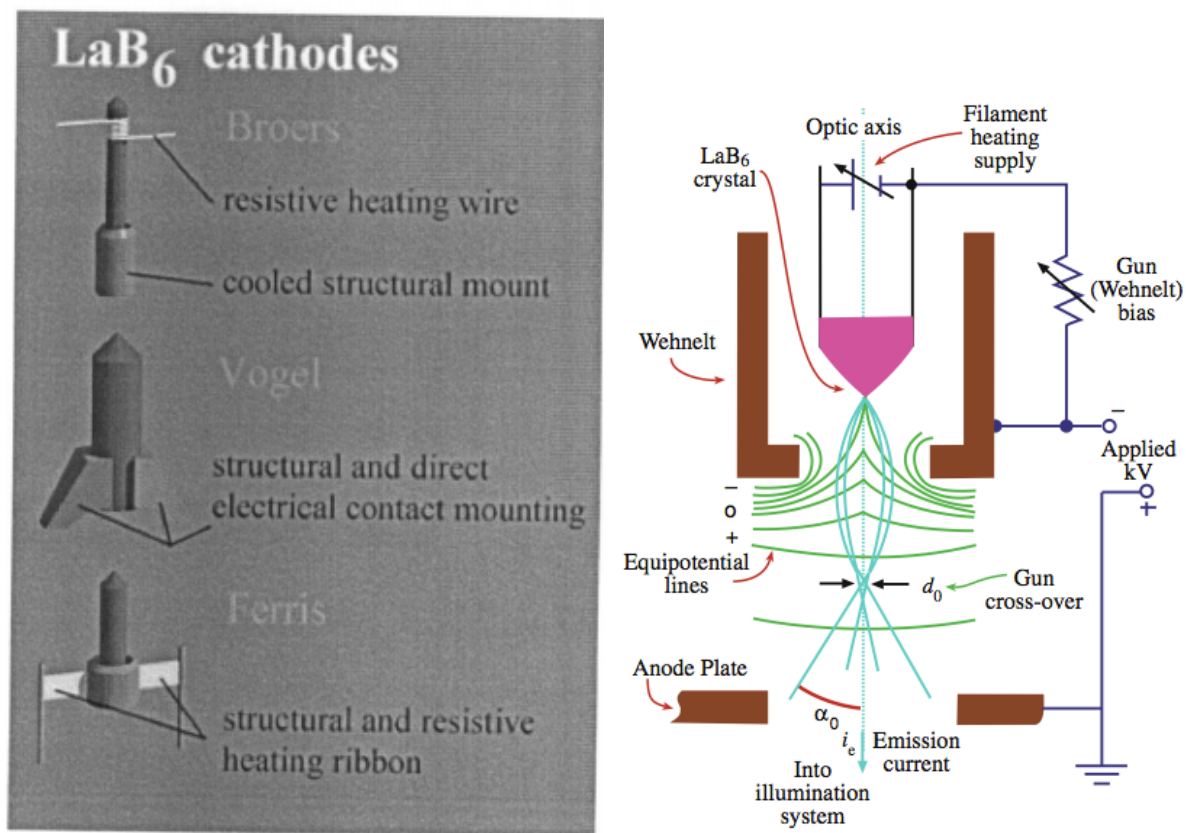


Рис. 2: Самые распространенные конструкции катодов со стержнем из LaB₆ (сверху слева); схема конструкции электронной пушки с катодом из LaB₆ (сверху справа); кристалл LaB₆ (снизу)

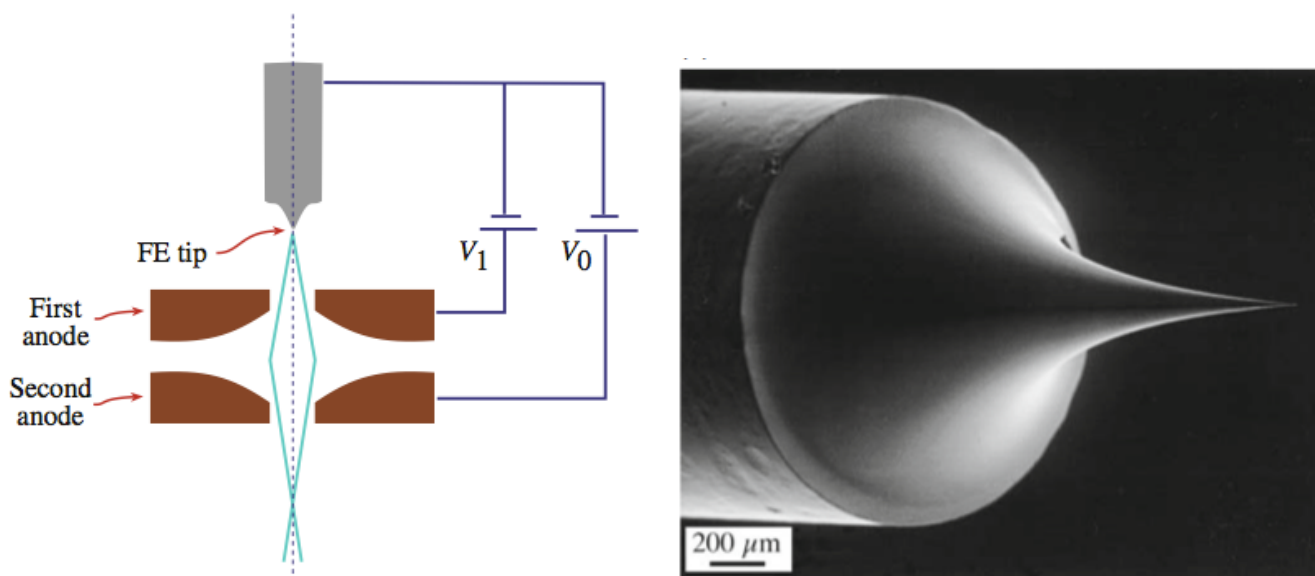


Рис. 3: Схема электронной пушки с автоэлектронным катодом (слева); кончик вольфрамового автоэлектронного катода (справа)

Автоэмиссионные источники

Автоэмиссионный катод представляет собой диод, в котором катодом является нить, обычно вольфрамовая, конец которой сильно вытянут и заострен. Существенным требованием для работы АЭК является высокий или ультравысокий вакуум. Время от времени требуется очистка катода путем реверсирования потенциала катода, либо нагревом до $\sim 5000\text{K}$.

Данные таблицы 1 показывают, что достоинствами катодов с автоэлектронной и термополевой эмиссиями является высокая яркость и плотность тока. Изображения, получаемые с помощью этих детекторов обладают большей четкостью и контрастностью. Кроме того, они более долговечны, чем термоэмиссионные катоды. Однако для их работы требуется более высокий вакуум.

	Единицы	W	LaB ₆	Шоттки	холодные АЭ катоды
Работа выхода, Φ	эВ	4.5	2.4	3.0	4.5
Константа Ричардсона, A	$\text{A} \cdot \text{m}^{-2} \cdot \text{K}^2$	$6 \cdot 10^9$	$4 \cdot 10^9$		
Рабочая температура, T	К	2700	1700	1700	300
Плотность тока, j (100 кВ)	$\text{A} \cdot \text{m}^{-2}$	5	10^2	10^5	10^6
Яркость, (100 kV)	$\text{A} \cdot \text{m}^{-2} \cdot \text{стерадиан}$	10^{10}	$5 \cdot 10^{11}$	$5 \cdot 10^{12}$	10^{13}
Вакуум	Па	10^{-2}	10^{-4}	10^{-6}	10^{-9}
Долговечность	ч	100	1000	> 5000	> 5000

Таблица 1: Параметры электронных источников

Результаты эксперимента

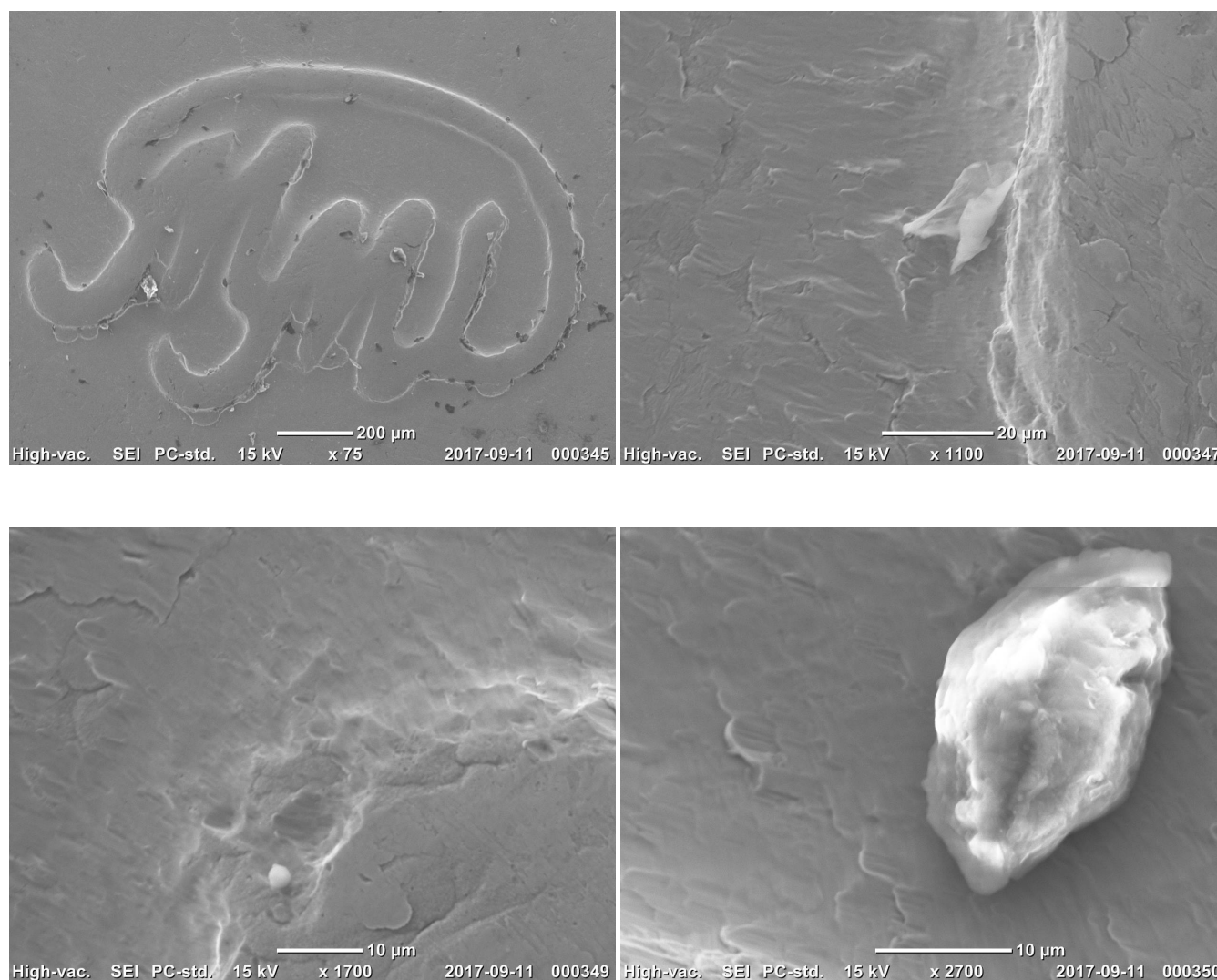


Рис. 4: Результаты эксперимента

Объектом изучения является 10-рублевая монета банка России. Участки поверхности объекта были изучены при различных увеличениях. Все представленные снимки были сделаны с помощью детекторов вторичных электронов (SEI). На первом снимке представлен знак Московского монетного двора (ММД). На краях клейма видны существенные неоднородности металла. На последующих снимках представлены края изображения державы.

В режиме обратно отраженных электронов (BEI) контрастного изображения получить не удалось. Это вызвано тем, что контраст изображения при использовании детектора обратно отраженных электронов возникает из-за неоднородности распределения электронной плотности на поверхности образца. В случае однородного элементного состава поверхности образца изображение получается малоконтрастным. Контраст при использовании детектора вторично рассеянных электронов (SEI) обусловлен рельефом поверхности образца.

Существенной зависимости качества изображения при малых значениях масштабного фактора от величины ускоряющего напряжения V замечено не было (ускоряющее напряжение на используемом микроскопе может принимать значения 5, 10, 15 кВ). При высоких

значениях масштабного фактора контрастное изображение получалось только при наиболее высоком значении ускоряющего напряжения $V = 15$ кВ. Интенсивность электронного пучка может принимать три дискретных значения, обозначенных в программном интерфейсе как PC-low, PC-std и PC-high. При наиболее высоком значении интенсивности электронного пучка наблюдается существенная засветка изображения. При среднем значении интенсивности и при высоком значении масштабного фактора (в режиме медленной съемки) также наблюдается засветка изображения (изображение 000350).

1 Список литературы

1. Williams D. B., Carter C. B. (2009). Transmission Electron Microscopy: a Textbook for Materials Science. New York: Springer. 2nd ed.
2. Goldstein, G. I., Newbury, D. E., Echlin, P., Joy, D. C., Fiori, C., Lifshin, E. (1981). Scanning electron microscopy and x-ray microanalysis. New York: Plenum Press.
3. Egerton, R. F. (2008). Physical Principles of Electronic Microscopy: an Introduction to TEM, SEM and AEM. New York: Springer.