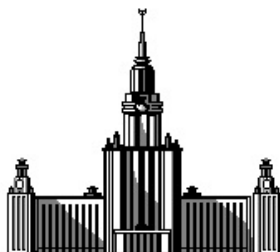


Московский государственный университет имени М.В. Ломоносова
Химический факультет

Кафедра физической химии



Сканирующая электронная микроскопия в режиме низкого вакуума

Работа выполнена студентом 515 группы
Финенко А.А.

Москва
2017

Понятие вакуума

Сильно разреженный газ на практике называют техническим вакуумом. Идеальный вакуум в макроскопических объемах недостижим, поскольку при конечной температуре все материалы обладают ненулевой плотностью насыщенных паров. Многие материалы (в частности металлы и стекла) пропускают газы сквозь себя, поэтому создание герметичных сосудов является также большой проблемой. В микроскопических объемах достижение идеального вакуума принципиально считается возможным.

В качестве меры разрежения вакуума принято рассматривать длину свободного пробега молекул газа λ . Характер различных процессов, а следовательно, и свойств газов в динамическом состоянии зависит от отношения длины свободного пробега частицы λ к характерному размеру сосуда d , в котором протекает рассматриваемый процесс.

При $\lambda \ll d$ молекулы участвуют в процессах посредством взаимных столкновений, а обмен энергией в этом случае происходит почти исключительно между ближайшими молекулами. Такие условия проявляются в виде вязкости газа, а соответствующие процессы называются *вязкостными*.

При $d \ll \lambda$ молекулы взаимодействуют главным образом со стенками сосуда или с другими поверхностями, находящимися в объеме, и каждая частица выступает индивидуально. Процессы в газах при таких условиях называют *молекулярными*.

При $\lambda \approx d$ обычно существуют промежуточные условия, поскольку важную роль играют соударения частиц как между собой, так и со стенками.

Условия, в которых находится газ, определяют при помощи *числа Кнудсена* Kn . Оно представляет собой отношение характерного размера d вакуумного объема к средней длине свободного пробега λ :

$$Kn = \frac{d}{\lambda}$$

При $Kn \gg 1$ имеют место вязкостные условия, при $Kn \ll 1$ – молекулярные, а при $Kn \approx 1$ – промежуточные.

В принципе, если давление газа в сосуде или в трубопроводе ниже, чем в окружающей атмосфере, то такой газ называют техническим вакуумом. Однако, совершенно очевидно, что в применении к электронным микроскопам такое определение вакуума совершенно непригодно. Говорят, что газ достиг низкого вакуума, если среднее время между столкновениями молекул/атомов газа друг с другом t_{mol} становится меньше чем среднее время между столкновениями молекул/атомов со стенкой t_{wall} . При этом газодинамические свойства газа сменяются вязкостными, такая ситуация происходит при давлении около 1 мм. рт. ст., а длина свободного пробега молекул газа λ становится много меньше характерного линейного размера сосуда d : $\lambda \ll d$. Обычно такое предварительное разрежение создается форвакуумным насосом, поэтому низкий вакуум также часто называют *форвакуумом*. При дальнейшем понижении давления в камере средняя длина свободного пробега увеличивается. Давление, при котором молекулы газа гораздо чаще сталкиваются со стенками, чем с друг с другом называют высоким вакуумом. Высокий вакуум соответствует интервалу от 10^{-9} мм. рт. ст. до 10^{-5} мм. рт. ст. Сверхвысокий вакуум соответствует давлению 10^{-9} мм. рт. ст. и ниже.

Такое разделение связано с тем, что переход из одной области разрежения в другую требует применения качественно новых методов откачки и измерения давления. Для получения форвакуума достаточно применение механического (форвакуумного) насоса. Высокий вакуум получают обычно с помощью диффузионных (ртутных или паромасляных) насосов, предварительное разрежение для которых создается форвакуумным насосом. Для получения сверхвысокого вакуума требуются турбомолекулярные и ионные насосы.

Влияние температуры на характеристики вакуума

Установим, что температура сосуда равна абсолютному нулю, если по шкале Кельвина составляет 0К. Пусть внутри сосуда имеется n атомов какого-либо инертного газа, например аргона. При соприкосновении со стенками сосуда атомы газа осаждаются на поверхности. Если количество атомов аргона в сосуде не очень велико, то они не смогут покрыть всю поверхность стенок даже одноатомным слоем. Атомы аргона будут удерживаться на стенках сосуда благодаря межмолекулярным (вандерваальсовым) силам. Силы такого рода начинают действовать на атомы (молекулы) при их приближении к стенке на расстояние того же порядка, что и размеры атомов.

Поскольку принято, что температура стенок сосуда равно абсолютному нулю, структура материала (металла), из которого сделаны стенки, не совершает тепловых колебаний. Атомы аргона, покрывающие стенку, расположены в поле притяжения ионов кристаллической решетки металла и так же, как и ионы решетки, находятся в состоянии покоя. В этих условиях объем сосуда свободен от атомов аргона, хотя внутрь сосуда было введено n его атомов. Это означает, что давление газа в сосуде равно нулю, но вакуум не является идеальным, так как в сосуде имеется газ, атомы которого покрывают стенки. Это один из примеров несоответствия между понятиями давления и вакуума в сосуде. Такое несоответствие особенно наглядно проявляется в области очень высокого вакуума.

С повышением температуры колебания кристаллической решетки металлических стенок сосуда усиливаются. При таких колебаниях атомы аргона, находящиеся на стенках сосуда и связанные силами притяжения с атомами металла, подвергаются сотрясениям, так что связи, удерживающие их на поверхности металла, могут быть разорваны. При этом некоторые атомы аргона окажутся выброшенными с поверхности и будут перемещаться внутри сосуда. Попутно они могут ударяться с другими атомами аргона или со стенками сосуда. При соударении со стенкой они могут быть повторно захвачены силами межмолекулярного притяжения, а затем вновь выброшены в объем сосуда.

Таким образом, в вакуумной системе газы могут находиться в объеме и на поверхностях. Адсорбированные на поверхности газы могут проникать внутрь тел, там пребывать и перемещаться, вновь выходить через поверхность в объем и, таким образом, проникать сквозь твердые тела. Газы, находящиеся на поверхности и внутри тел, называются *связанными газами*. Газы в объеме называют *свободными*.

Вращательные масляные насосы

Масло создает хорошее уплотнение и уменьшает влияние мертвого пространства, так как оно заполняется маслом. Такие насосы делят на три основных типа: пластинчато-роторные, пластинчато-статорные и золотниковые. Иногда золотниковые насосы называют насосами с катящимся ротором. Качество работы насоса зависит главным образом от масла, которое

Вакуум	Характеристика давления	Величина, Тор	Порядок вакуума	Типичная область применения (существования)
—	Атмосферное	760		На поверхности Земли
Технический (низкий)	Пониженное	100 10		В газонаполненных лампах на входе водяного струйного насоса
Форвакуум (средний)	Форвакуумное	1 10^{-1} 10^{-2} 10^{-3}	— 1 2 3	В различных газоразрядных лампах, заполненных газами или парами В металлургических печах
Высокий	Низкое	10^{-4} 10^{-5} 10^{-6} 10^{-7}	4 5 6 7	В сосудах Дьюара (термосах) При вакуумном осаждении паров В приемно-усилительных лампах В генераторных лампах
Очень высокий	Очень низкое	10^{-8} 10^{-9} 10^{-10} 10^{-11}	8 9 10 11	В ускорителях частиц В рентгеновских трубках В установках для исследования поверхностей
Сверхвысокий	Чрезвычайно низкое	10^{-12} 10^{-13} 10^{-14} 10^{-15}	12 13 14 15	В специальных экспериментальных установках для исследования сверхвысокого вакуума В космическом пространстве

Таблица 1: Области вакуума (давления)

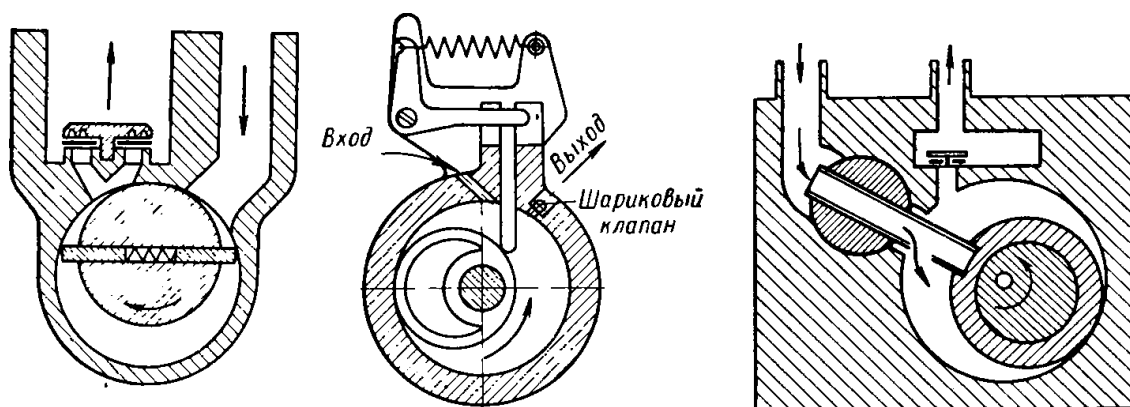


Рис. 1: Схемы вращательных масляных насосов: пластинчато-роторный (слева), пластинчато-статорный (по центру) и золотниковый (справа)

должно быть устойчивым к окислению откачиваемыми газами, должно иметь низкую упругость пара, не иметь загрязнений. Скорость откачки вращательных масляных насосов изменяется от 0.6 до 1300 м³/ч. Предельное давление может достигать 10^{-5} мм. рт.ст. при наличии двухступенчатого насоса. Вращательные масляные насосы применяют как самостоятельно, так и в качестве форвакуумных.

Среди вышеупомянутых трех видов масляных насосов наиболее распространены пластинчато-статорные насосы. В таком насосе в полости статора вращается цилиндрический ротор. Ось вращения ротора совпадает с осью полости статора, но не совпадает с осью самого ротора. Одна из образующих ротора все время скользит по поверхности полости статора. Пластина пружиной прижимается к ротору и совершает колебательное движение вверх-вниз в прорези статора. Пластина и ротор делят полость статора на два объема: расширяющийся и сжимающийся. Первый объем соединен с откачиваемой установкой, а второй – с атмосферой (через клапан). Камера насоса помещена в бак с вакуумным маслом, которое предотвращает проникание воздуха через сочленения, а также смазывает ротор и уплотняет скользящие линии соприкосновения ротора со статором и пластиной. Таким образом, откачка происходит за счет диффузии молекул вещества в струю газа, которая затем выносится в форвакуумный насос.

Диффузионные насосы

Для получения более высокого вакуума, чем вращательные насосы, используют диффузионные насосы. Работа этого типа насосов основана на диффузии молекул газа внутрь нанокapлей масла (или в более ранних вариантах, ртути). Насос представляет собой цилиндрическую трубу, в основании которой находится нагреватель, при помощи которого масло (в современных вариантах используется вазелиновое или силиконовое) нагревается до температуры кипения. Пары масла поднимаются по цилиндрической колонне и равномерно струятся через сопла, попадая в рабочий объем насоса под углом к стенкам корпуса. На стенках, охлаждаемых снаружи змеевиком с холодной водой, пары конденсируются и по стенке стекают обратно в кипятыльник. Молекулы газа из откачиваемого объема диффундируют в струю пара и увлекаются ее вниз, где они удаляются форвакуумным насосом, присоединенным к патрубку диффузионного.

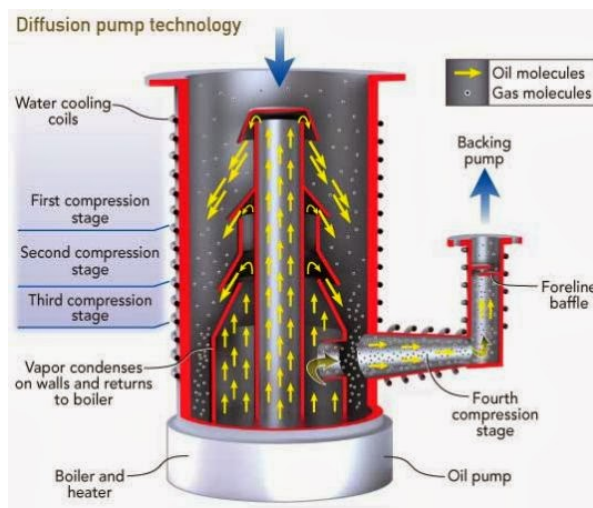
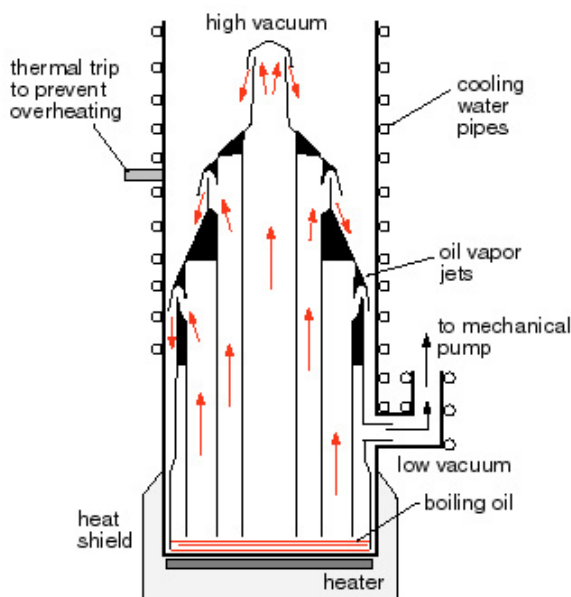


Рис. 2: Схема диффузионного насоса

Турбомолекулярные и ионные вакуумные насосы

Для создания сверхвысокого вакуума используются турбомолекулярные и ионные вакуумные насосы. Турбомолекулярный насос состоит из большого количества вращающихся (роторов) и стационарных дисков (статоров). Молекулы газа, попадающие в камеру, ударяясь о поверхность ротора, получают дополнительную энергию, причем специальная форма ротора изменяет импульс молекул таким образом, чтобы они в преобладающем количестве направлялись в сторону статора. Многократные соударения с роторами приводят к существенному ускорению молекул на выходе из турбомолекулярного насоса, где они направляются в форвакуумный насос. Давление, достигаемое в камере, определяется скоростью вращения дисков. Главной технической трудностью при создании турбомолекулярных насосов является минимизация диссипативных сил между дисками и центральной осью насоса.

Ионные насосы основаны на процессе ионизации молекул газ. Сильное электрическое поле вырывает электроны с поверхности анода, которые удерживаются магнитным полем внутри рабочего объема насоса. Внутри объема насоса происходят столкновения выбитых электронов с молекулами газа, приводящие к образованию молекулярных ионов. Эти ионы ускоряются электрическим полем, приобретают значительную кинетическую энергию и поверхность катода. Удар молекулярного иона в поверхность катода сопровождается возникновением вторичных эффектов, обусловленных распылением металла катода. В результате столкновения ионы газа частично проникают внутрь катода, также они могут отлететь и потом быть захваченными частицами металла, которые образовались в результате удара другого молекулярного иона в поверхность катода. Кроме того, частицы металла, осаждаясь на поверхности, создают поглощающую газ активную пленку. В итоге, подавляющее количество молекул газа осаждается на катоде, следовательно у ионных насосов нет выходящего потока. После длительного использования катод покрывается большим количеством дефектов, снижающих эффективность его работы.



Рис. 3: Турбомолекулярный насос (слева и в центре); схема ионного насоса (справа)

Результаты эксперимента

Изучаемый образец – тельце мухи. Образец изучался при низком вакууме с помощью детекторов обратно-рассеянных электронов. В начале было рассмотрено крыло мухи. На изображениях видно, что крыло покрыто большим количеством мелких волосков и ворсинок, лучше всего их видно на краю крыла. На изображении 000373 представлен увеличенный фрагмент края крыла с приложенной линейкой, основываясь на этом фрагменте крыла получаем среднюю плотность волосков $\lambda \approx 0.15 - 0.25 \text{ мкм}^{-1}$ (1 волосок на 4-7 мкм).

На следующих трех фотографиях представлены изображения головы мухи и сетчатого глаза. Средний размер ячеек, составляющих сетку в глазу, составляет примерно $d \approx 15 \text{ мкм}$.

На следующих двух блоках изображений представлены конечности и тельце мухи.

Список литературы

1. Я. Грошковский. Техника высокого вакуума. МИР: Москва, 1975.
2. А. Б. Цейтлин. Пароструйные вакуумные насосы. Энергия, 1965.
3. P. H. Plesch. High vacuum techniques for chemical synthesis and measurements. Cambridge University Press, 2005.
4. D. B. Williams, C. B. Carter. Transmission Electron Microscopy: a Textbook for Material Science. New York: Springer, 2nd ed.

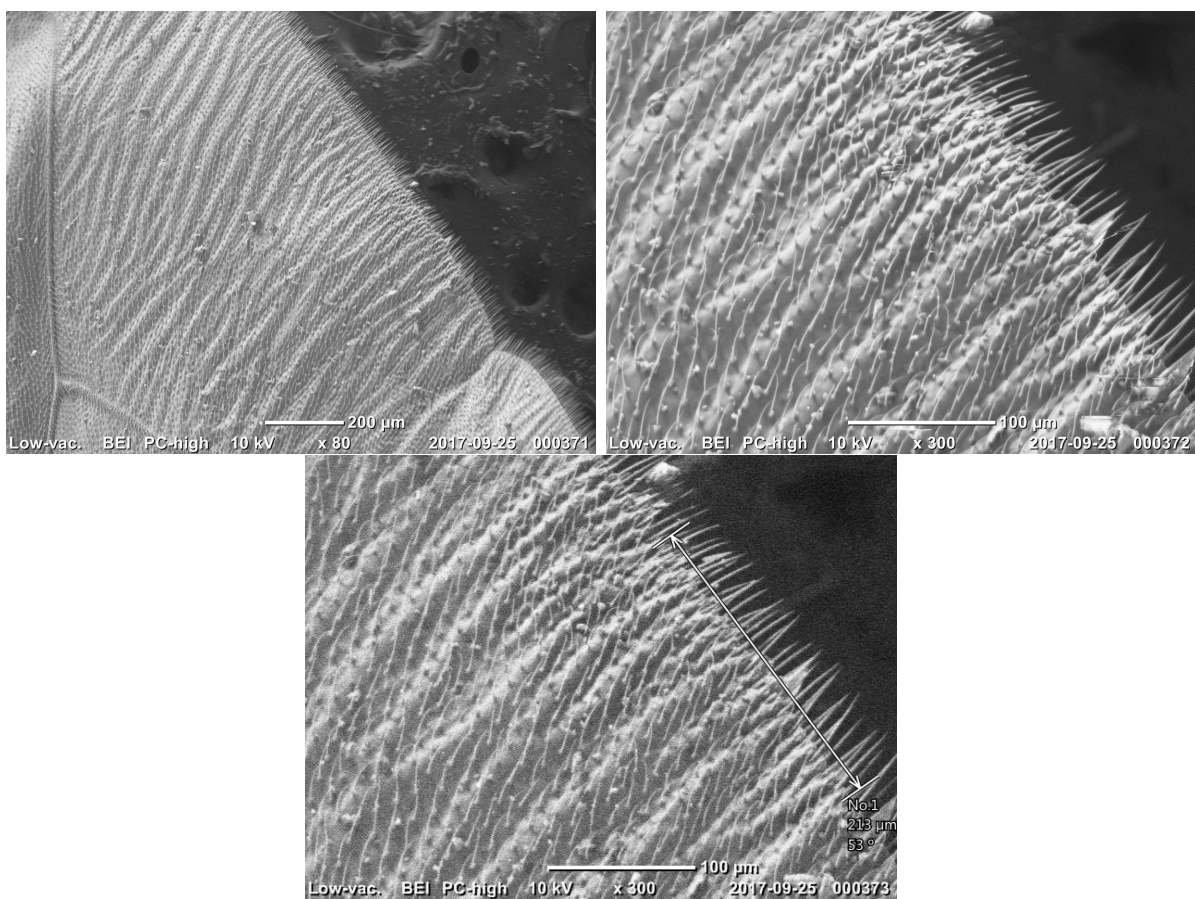


Рис. 4: Изображения крыла мухи

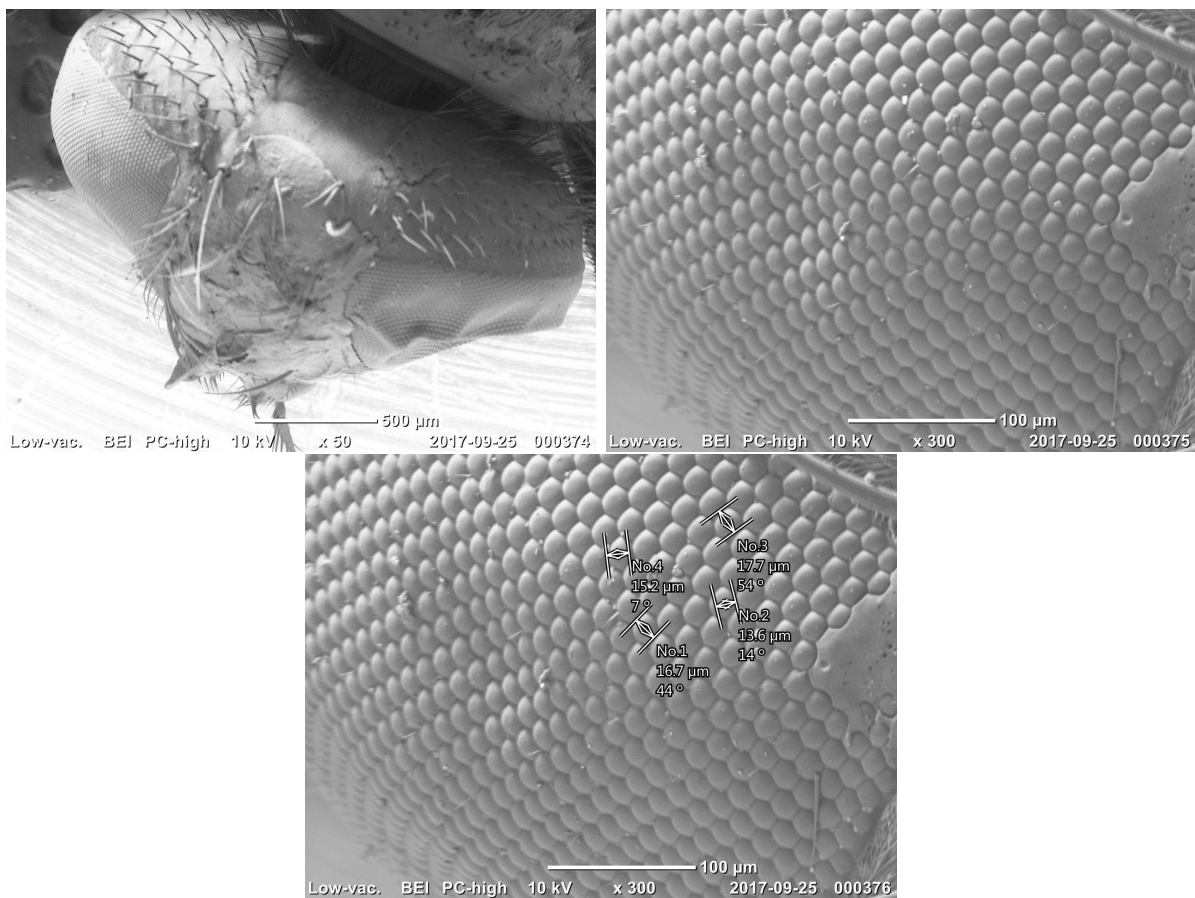


Рис. 5: Изображения головы и сетчатого глаза мухи

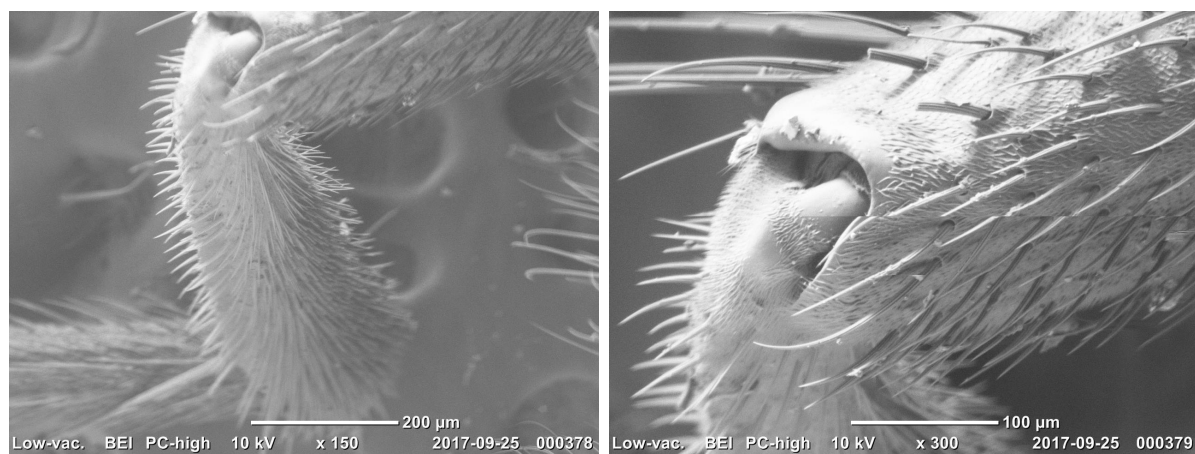


Рис. 6: Изображения конечности мухи

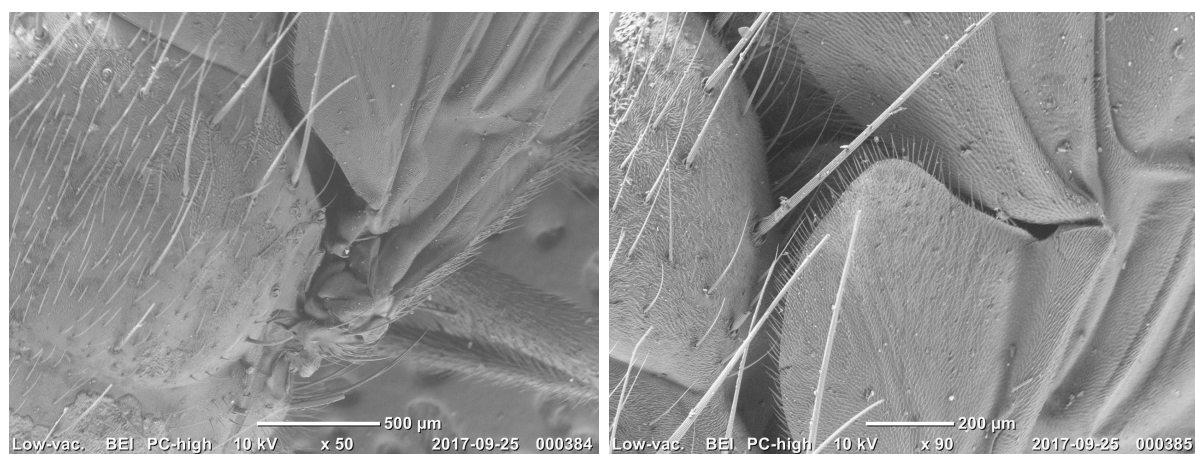


Рис. 7: Изображения тельца мухи