

Методы исследования наносистем

Доцент кафедры КХТП, к.т.н.
М.Г. Гордиенко

Нанотехнологии: первые российские стандарты

- ГОСТ Р 8.628-2007 Государственная система обеспечения единства измерений. Меры рельефные нанометрового диапазона из монокристаллического кремния. Требования к геометрическим формам, линейным размерам и выбору материала для изготовления
- ГОСТ Р 8.629-2007 Государственная система обеспечения единства измерений. Меры рельефные нанометрового диапазона с трапецеидальным профилем элементов. Методика поверки
- ГОСТ Р 8.630-2007 Государственная система обеспечения единства измерений. Микроскопы сканирующие зондовые атомно-силовые. Методика поверки
- ГОСТ Р 8.631-2007 Государственная система обеспечения единства измерений. Микроскопы электронные растровые измерительные. Методика поверки
- ГОСТ Р 8.635-2007 Государственная система обеспечения единства измерений. Микроскопы сканирующие зондовые атомно-силовые. Методика калибровки
- ГОСТ Р 8.636-2007 Государственная система обеспечения единства измерений. Микроскопы электронные растровые. Методика калибровки
- ГОСТ Р 8.644-2007. Меры рельефные нанометрового диапазона с

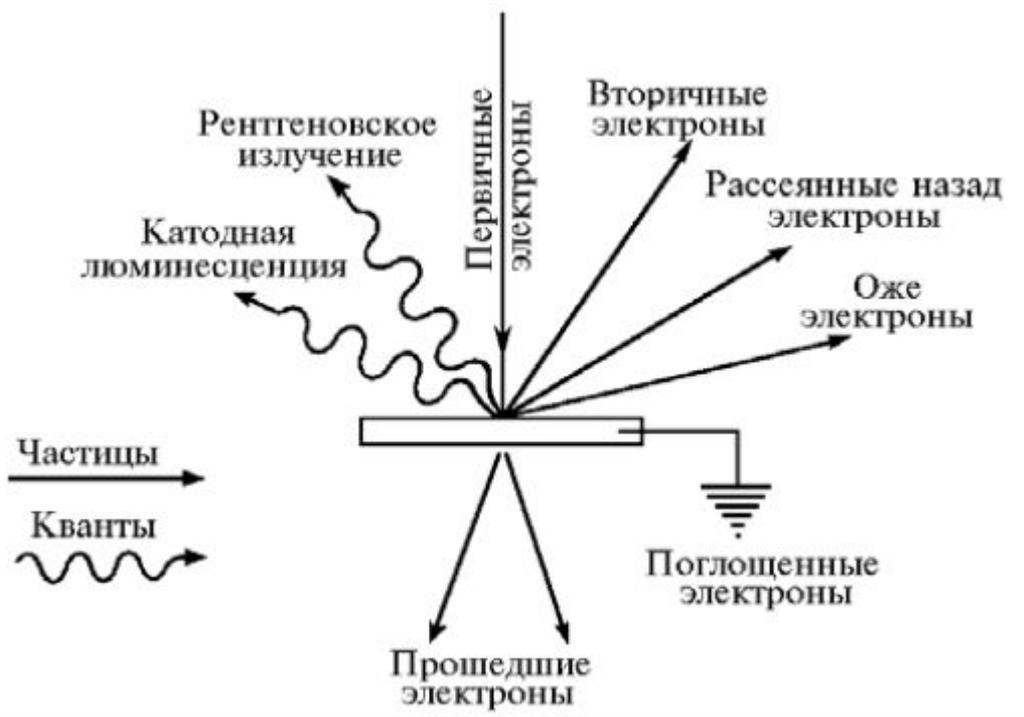
Просвечивающая и растровая (сканирующая) электронная микроскопия

- **1931 год** - патент на просвечивающий электронный микроскоп (Р. Руденберг)
- **1932 год** - первый прототип современного прибора (М. Кнолль и Э. Руска)
- **Конец 1930-х гг.** - применение ПЭМ и выпуск коммерческого прибора (Siemens)
- **Конец 1930-х - начало 1940-х гг.** - появление растровых электронных микроскопов

Просвечивающая и растровая (сканирующая) электронная микроскопия

- Принцип действия схож с принципом действия оптического микроскопа, только вместо светового луча используется пучок электронов
- Для получения изображения в электронном микроскопе используются специальные магнитные линзы, управляющие движением электронов в колонне прибора при помощи магнитного поля.
- Позволяет достичь увеличения до 10^6 раз.

Просвечивающая и растровая (сканирующая) электронная микроскопия



- **Топография поверхности** – регистрация эмиссии отраженных и вторичных электронов
- **Формирование изображения** - регистрация тока (поглощенные электроны или для тонких объектов прошедшие электроны)
- **Неравномерная плотность образца (композиционная неоднородность)** - регистрация эмиссии вторичных электронов
- **Элементный состав** – регистрация

Просвечивающая и растровая (сканирующая) электронная микроскопия

- Электронная микроскопия:
 - просвечивающая
 - растровая
- Виды катодов (способ формирования пучка электронов):
 - термоэмиссионный катод
 - катод Шоттки
 - катод с холодной автоэмиссией
- Для увеличения длины свободного пробега электронов в камере поддерживается вакуум

Просвечивающая и растровая (сканирующая) электронная микроскопия



Тонкопленочный объект просвечивается пучком ускоренных электронов с энергией 50-200 кэВ. Позволяет судить о внутренней и кристаллической структуре.

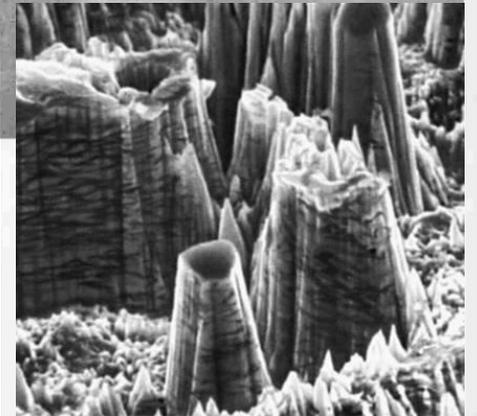
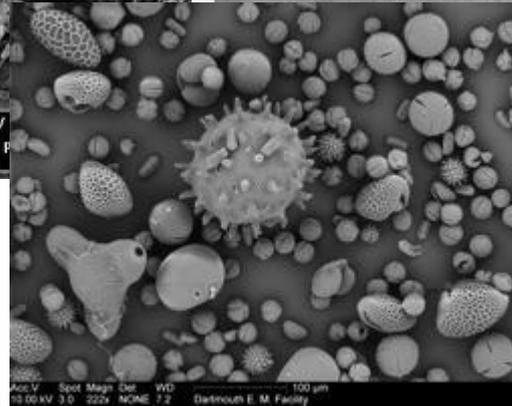
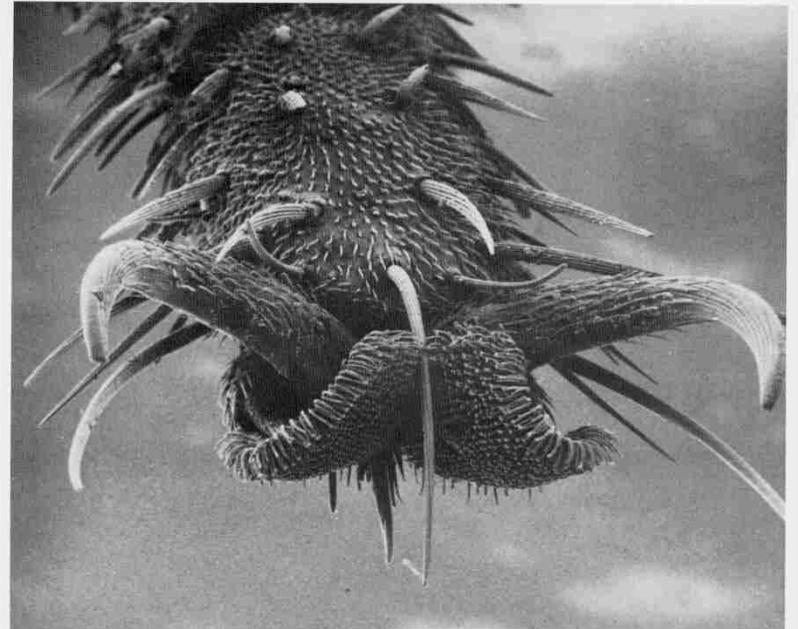
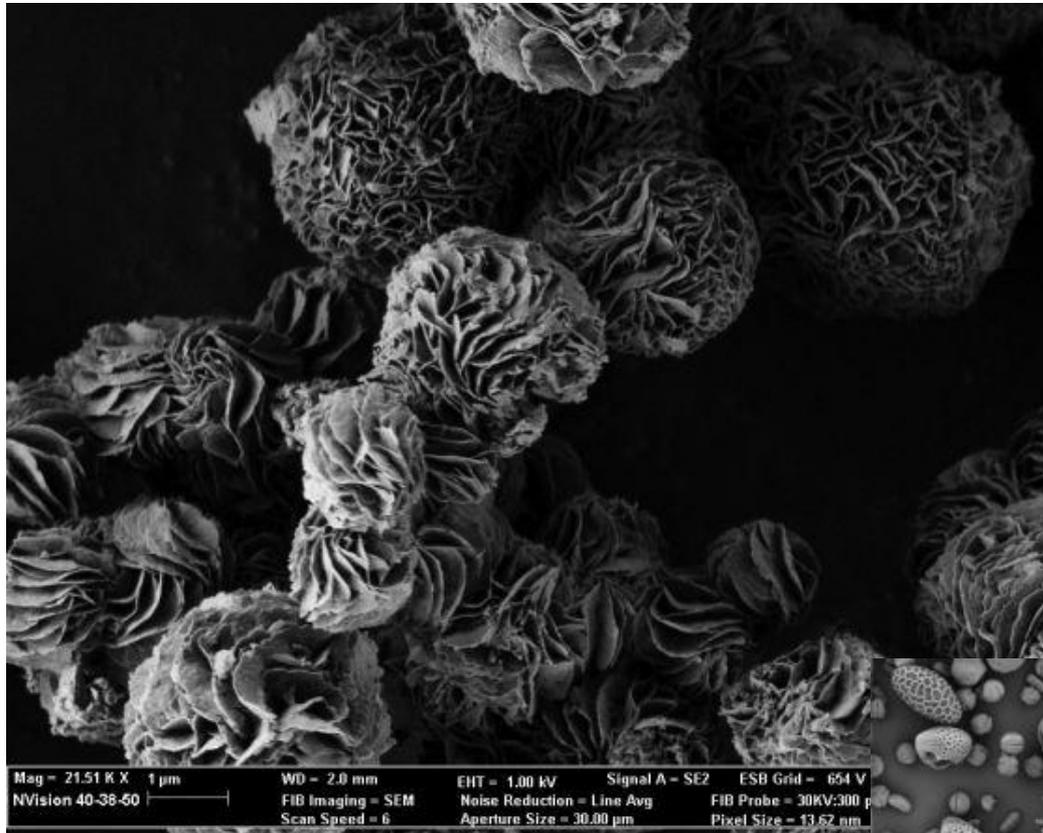
ПЭМ (Transmission Electron Microscopy, TEM)



Сканирование пучком электронов поверхности образца. Изображение поверхности образца.

РЭМ (Scanning Electron Microscopy, SEM)

Просвечивающая и растровая электронная микроскопия



KV: 3.00 Spot: 3.0 Magn: 222x Det: NCME 7.2 WD: 100 μ m
Dartmouth E. M. Facility

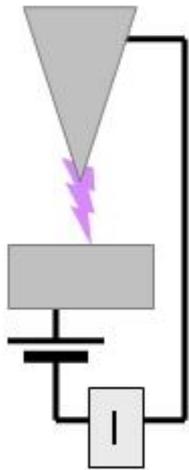
Сканирующая зондовая микроскопия

- 1981 г. – создан прототип современного сканирующего зондового микроскопа (Г.К. Бинниг и Г. Рорер)
- Особенность: наличие перемещаемого зонда (кантилевер, игла или оптический зонд)
- Основные типы сканирующих зондовых микроскопов:
 - Сканирующий атомно-силовой микроскоп
 - Сканирующий туннельный микроскоп
 - Ближнепольный оптический микроскоп

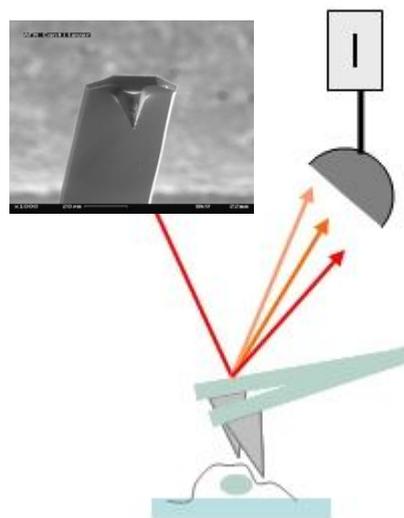
Сканирующая зондовая микроскопия (Scanning Probe Microscope, SPM)

Scanning Probe Microscopy (SPM)

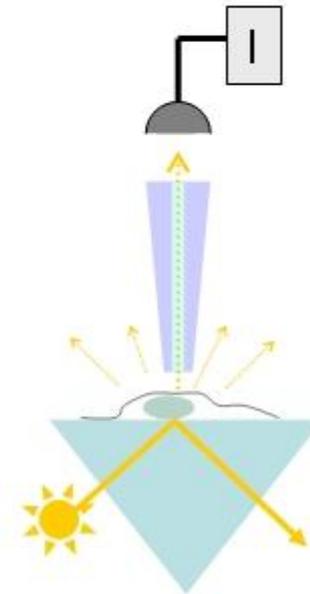
Scanning Tunneling
Microscopy (STM)



Atomic Force
Microscopy (AFM)



Scanning Near-field
Optical Microscopy
(SNOM)

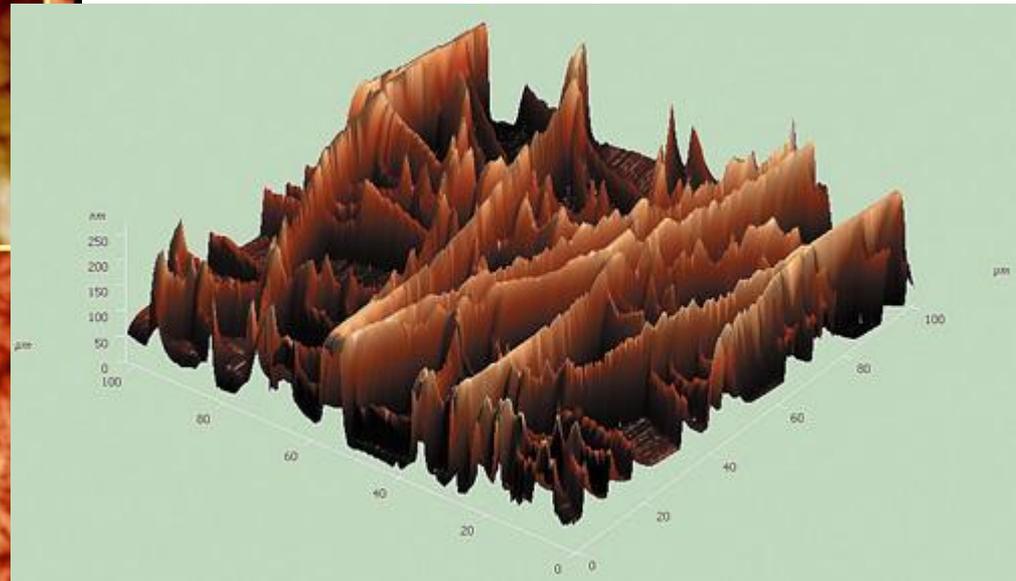
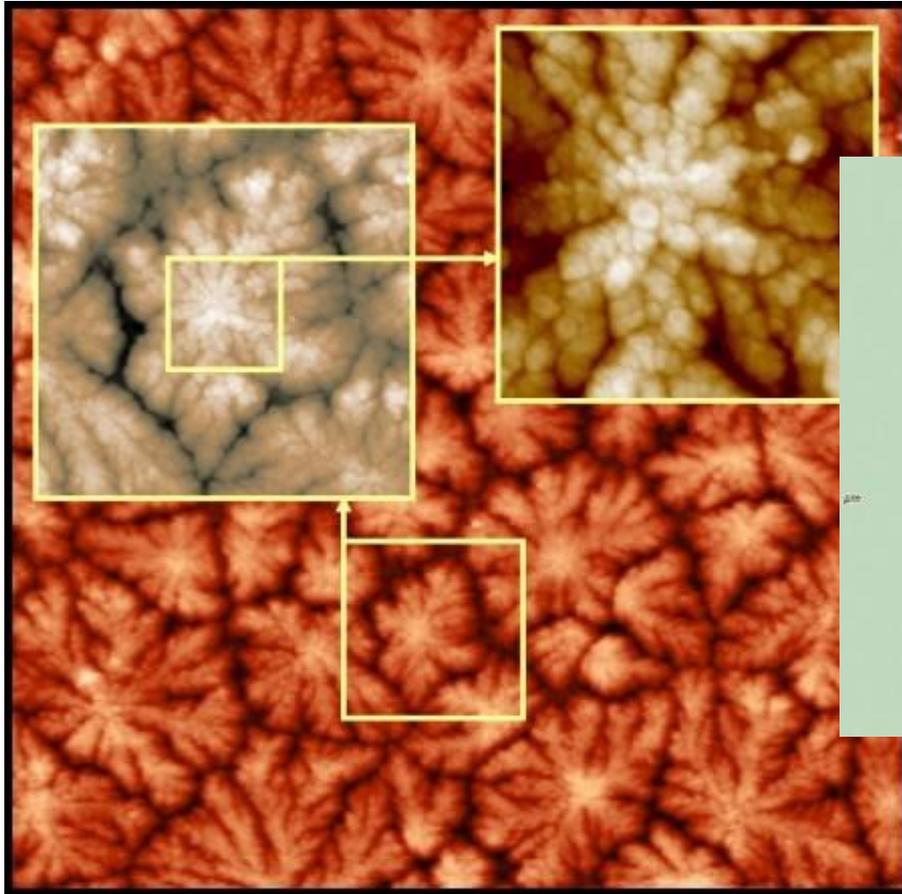


Позволяет формировать трехмерное изображение поверхности образца

Сканирующая зондовая микроскопия

- Сканирующий атомно-силовой микроскоп позволяет получить топографию поверхности и информацию о механических свойствах
- Сканирующий туннельный микроскоп позволяет получить топографию поверхности и информацию об электрических свойствах
- Ближнепольный оптический микроскоп позволяет получить топографию поверхности

Сканирующая зондовая микроскопия

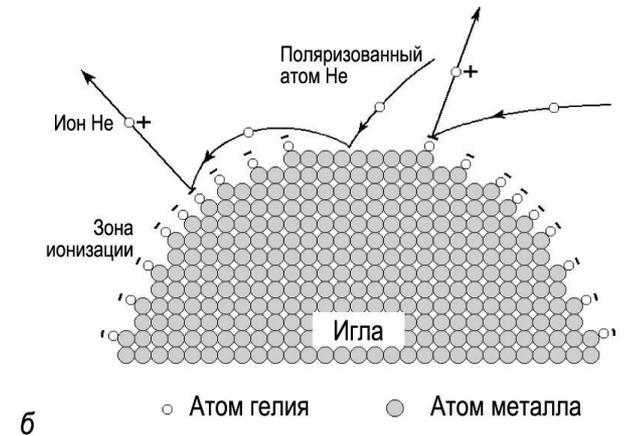
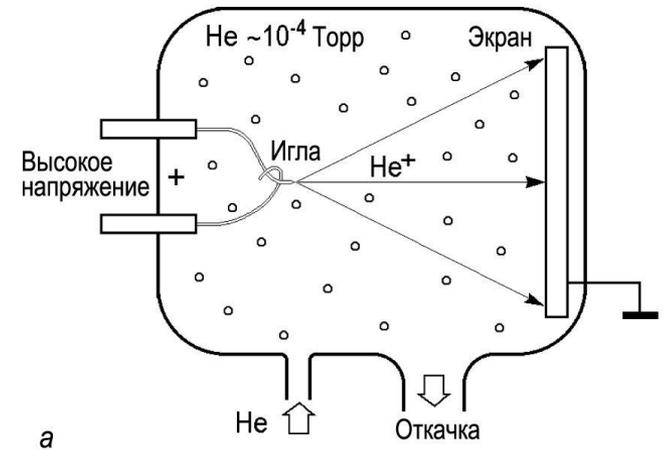


Ионнополевая микроскопия

- Микроскопия поверхности образца, имеющего форму острой иглы, основанная на использовании эффекта полевой десорбции атомов газа, адсорбирующихся на исследуемую поверхность.
- Полевая ионная микроскопия была изобретена Э. Мюллером в 1951 г.
- Основные элементы: образец в виде острой иглы, находящийся под высоким положительным потенциалом (1 – 10 кэВ), и флюоресцентный экран/микроданальная пластина. Камера заполнена «изображающим» газом, обычно гелием или неоном, при давлении от 10^{-5} до 10^{-3} Торр. Образец охлаждается до низких температур ($\sim 20 - 80$ К).

Ионнополевая микроскопия

- Газ вблизи иглы поляризуется в поле, а поскольку поле неоднородно, то поляризованные атомы газа притягиваются к поверхности иглы. Образовавшиеся ионы ускоряются полем в сторону экрана, где и формируется изображение поверхности-эмиттера.
- Предметом изучения служат явления адсорбции и десорбции, поверхностная диффузия атомов и кластеров, движение атомных ступеней, равновесная форма кристалла

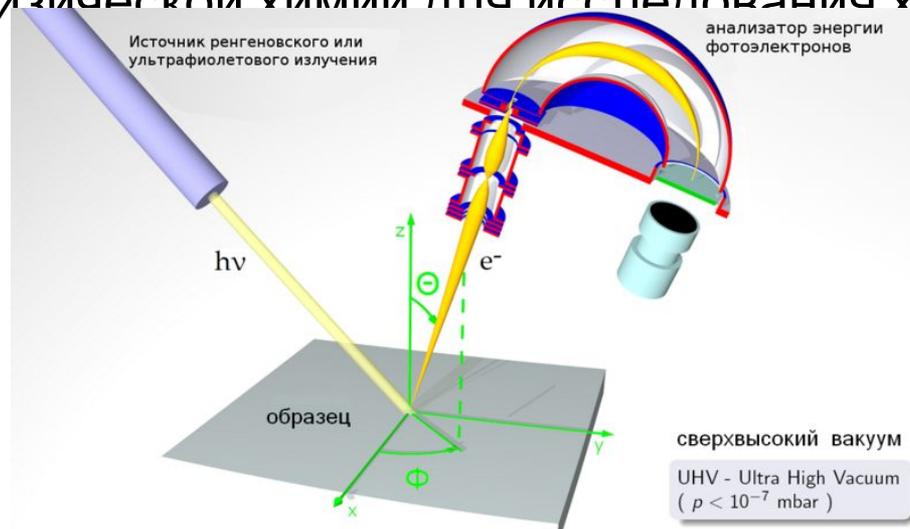


Фотоэмиссионная и рентгеновская спектроскопия

- Электронная спектроскопия включает методы для определения спектров поглощения, пропускания или отражения:
 - фотоэлектронная спектроскопия
 - рентгеновская спектроскопия (рентгеноспектральный микроанализ)
- Фотоэлектронная спектроскопия — метод изучения строения вещества, основанный на измерении энергетических спектров электронов, вылетающих при фотоэлектронной эмиссии.
- Рентгеновская спектроскопия - метод изучения строения вещества, основанный на регистрации эмиссии фотонов рентгеновского излучения фона.

Фотоэмиссионная спектрометрия

- В фотоэлектронной спектроскопии применяются монохроматическое рентгеновское или ультрафиолетовое излучения с энергией фотонов от десятков тысяч до десятков эВ.
- Метод фотоэлектронной спектроскопии применим к веществу в газообразном, жидком и твёрдом состояниях, и позволяет исследовать как внешние, так и внутренние электронные оболочки атомов и молекул, уровни энергии электронов в твёрдом теле.
- Применяется в аналитической химии для определения состава вещества и в физической химии для исследования химической СВЯЗИ.



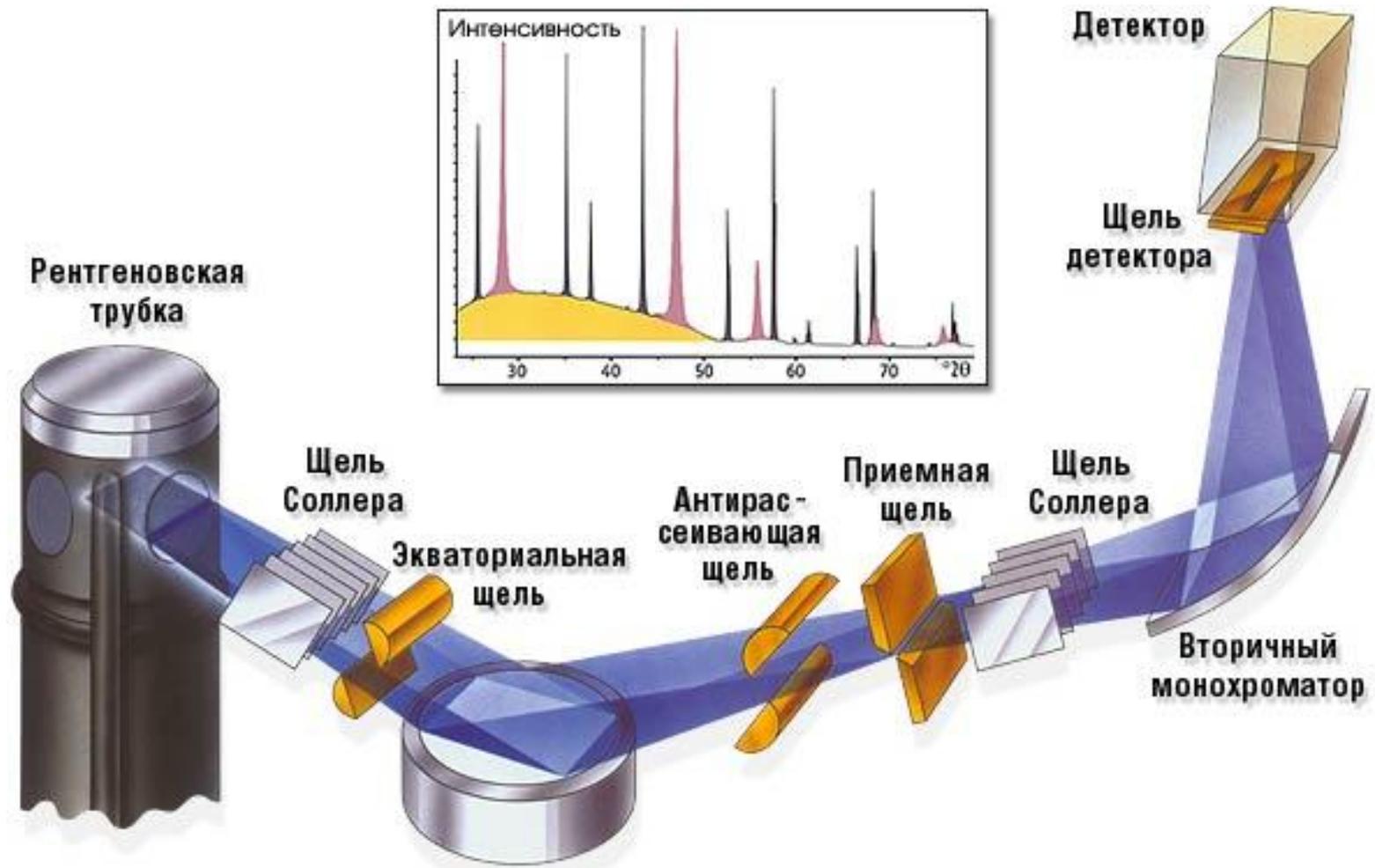
Рентгеновская спектроскопия

- Исследуемый образец помещается в вакуумную камеру растрового или просвечивающего электронного микроскопа и облучается сфокусированным направленным пучком электронов высокой энергии.
- Пучок электронов (электронный зонд) взаимодействует с приповерхностным участком образца глубиной обычно менее нескольких микрон. Объем зоны взаимодействия зависит как от ускоряющего напряжения, так и от плотности материала образца и для массивной мишени находится в диапазоне от первых десятых долей до десяти кубических микрон.
- Генерация рентгеновского излучения является результатом неупругого взаимодействия между электронами и образцом. Рентгеновское излучение появляется в результате двух главных процессов: эмиссии характеристического излучения и эмиссии фонового, или тормозного излучения.
- Возможно проведение количественного рентгеноспектального микроанализа

Рентгеновская дифрактометрия

- Рентгеноструктурный анализ (рентгенодифракционный анализ) — один из дифракционных методов исследования структуры вещества. В основе данного метода лежит явление дифракции рентгеновских лучей на трехмерной кристаллической решетке.
- Метод позволяет определять атомную структуру вещества, включающую в себя пространственную группу элементарной ячейки, ее размеры и форму, а также определить группу симметрии кристалла.
- Основная задача: идентификация фаз и количественный анализ фазового состава образца. Дифрактограмма содержит пики от всех фаз образца независимо от их числа. По положению пиков дифрактограммы определяют, какие кристаллические фазы присутствуют в образце.

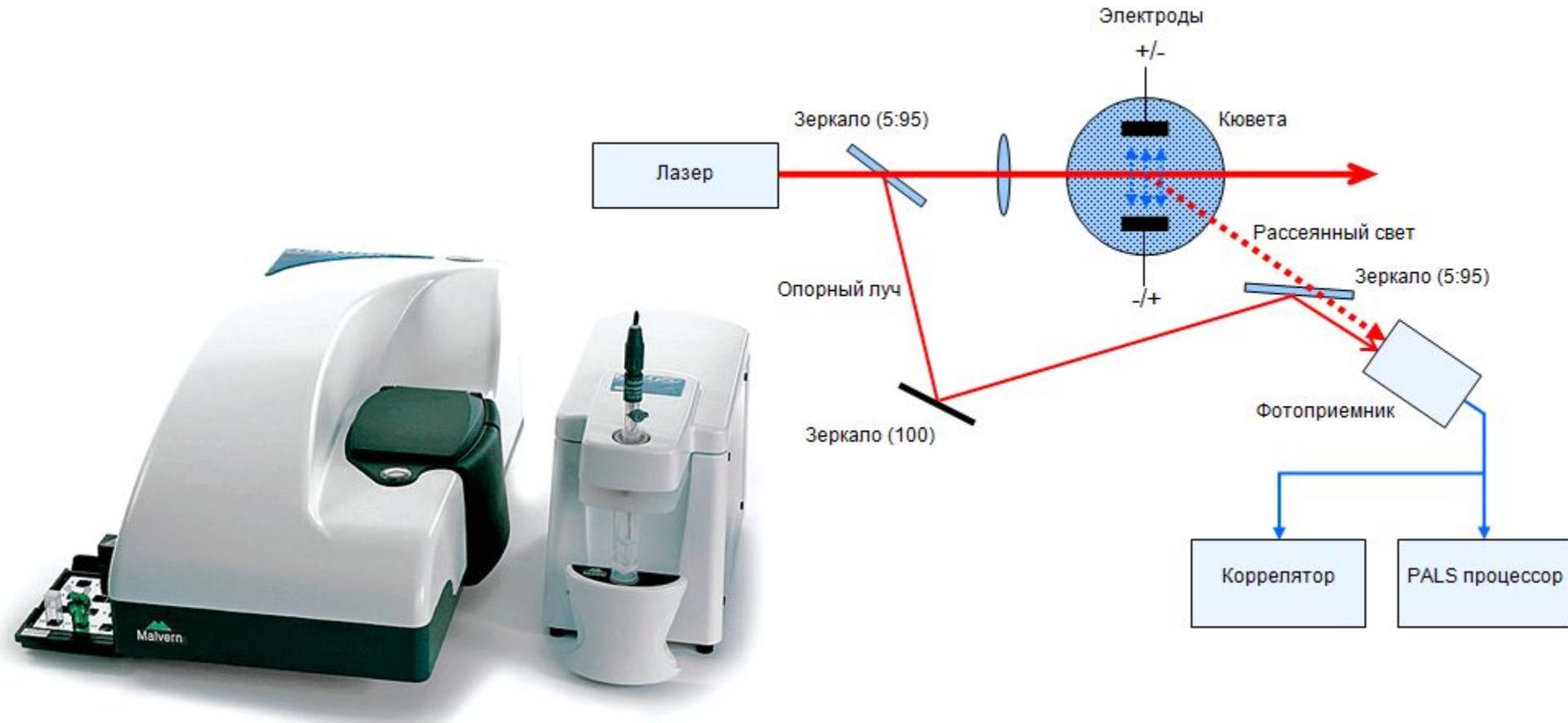
Рентгеновская дифрактометрия



Анализаторы размера частиц и дзета-потенциала

- Принцип работы приборов основан на методе динамического рассеяния света (международный стандарт лазерного измерения размеров частиц ISO 22412:2008).
- Диапазоны измерения современных приборов: от 0,15 нм до 10 мкм (измерение размера частиц) и от 3,8 нм до 100 мкм (измерение дзета-потенциала).
- Для измерения дзета-потенциала применяют метод электрофоретического рассеяния света. Основной физический принцип - электрофорез. Образец помещают в кювету с двумя электродами. Электрическое поле прикладывают к электродам, а молекулы или частицы, которые имеют заряд, (точнее - эффективный дзета-потенциал) будут двигаться по направлению к противоположно заряженному электроду, при этом их

Анализаторы размера частиц и дзета-потенциала



СПАСИБО ЗА ВНИМАНИЕ!