

ОЦЕНКА И СТРУКТУРНЫЙ АНАЛИЗ НАНОМАТЕРИАЛОВ

НА СКАНИРУЮЩЕМ ЭЛЕКТРОННОМ МИКРОСКОПЕ С ВЫСОКИМ ПРОСТРАНСТВЕННЫМ РАЗРЕШЕНИЕМ. ЧАСТЬ 2

Осаму Терасаки, Яньханг Ма,

УДК 53.086; ВАК 05.11.01

Шанхайский технический университет, Китай,

Юсуке Сакуда, Хидеюки Такахаси, Кеничи Цуцуми, Шунсюке Асахина, JEOL Ltd., Япония,

Масато Кудо, JEOL Technics Ltd., Япония,

Роберт У. Коркири, Королевский технологический институт, Швеция,

Австралийский национальный университет, Австралия

Последние достижения в области электронной оптики обеспечивают пространственное разрешение сканирующих электронных микроскопов на уровне 1,0 нм и ниже даже при относительно низком ускоряющем напряжении около 1 кВ. Во второй части статьи рассмотрены примеры применения сканирующего электронного микроскопа с высоким пространственным разрешением для исследования различных материалов и объектов. В числе решаемых задач: анализ с использованием детекторов вторичных и обратнорассеянных электронов, работа в режиме большой глубины резкости при наблюдении поверхностных структур, получение контрастных изображений при низком ускоряющем напряжении в оже-электронной спектроскопии, изучение состава веществ и химических связей с использованием энергодисперсионной рентгеновской спектроскопии и спектроскопии мягкого рентгеновского излучения. Также рассмотрены вопросы пробоподготовки и выбора условий измерения. Отмечено, что сканирующая электронная микроскопия имеет большой потенциал для роста.

Рассмотрим различия в получении изображений в режиме вторичных (SE) и обратнорассеянных (BE) электронов. В колонне СЭМ с полевым катодом энергетический фильтр, детекторы USD и UED располагаются непосредственно над объективной линзой, при этом SE регистрируются детектором USD, а BE – детектором UED путем приложения определенного напряжения. Детектор UED позволяет получать изображение с хорошим отношением сигнал/шум даже при низком ускоряющем напряжении. На рис.1 приведен снимок кластеров рутения и платины в углероде, полученный в режиме UED. В местах, отмеченных стрелками, кластер отображается с высоким контрастом при ускоряющем напряжении –3 кВ, но не отображается при ускоряющем напряжении –1 кВ. Это указывает на то, что глубина выхода электронов зависит от их энергии. Если принять, что глубины выхода электронов с энергиями 1 кэВ и 3 кэВ равны t_1 и t_3 соответственно, то глубина кластера металла t определяется интервалом $t_1 < t < t_3$. Таким образом, изменяя значение напряжения, можно получать информацию о глубине расположения частиц.

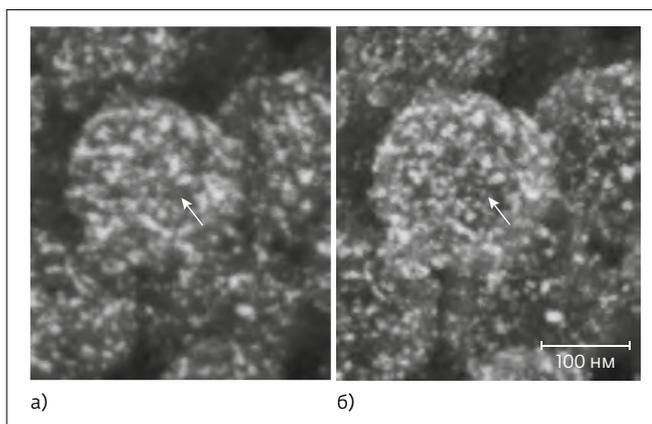


Рис.1. СЭМ-изображение углерода, содержащего наночастицы рутения и платины. Получено в режиме UED при напряжении смещения –500 В и ускоряющих напряжениях –1 (а) и –3 кВ (б). Напряжение смещения позволило исключить влияние электронов с энергиями менее –500 эВ, большинство из которых – SE-электроны

ПРОБОПОДГОТОВКА ДЛЯ АНАЛИЗА ПРИ НИЗКОМ УСКОРЯЮЩЕМ НАПРЯЖЕНИИ

Одна из задач пробоподготовки при исследовании с помощью СЭМ наноструктурированных материалов, в особенности порошков диэлектриков – обеспечение эффективной величины электропроводности между поверхностью частиц и основанием образца. Рассмотрим сравнительно простой метод исследования при высоком разрешении и низком напряжении на примере диэлектрических наночастиц цеолита со структурой FAU. В качестве основы для образца используется стержень из высококачественного углерода, который сначала шлифуется абразивной бумагой, а затем полируется до появления блеска фильтровальной бумагой. Порошкообразный образец диспергируют в этаноле, перемешивают в ультразвуковой ванне, помещают на углеродное основание и выдерживают в течение примерно 20 мин при температуре 150 °С. Значение термообработки для удаления органического диспергатора иллюстрирует рис.2, на котором представлены СЭМ-изображения образцов, полученных с нагревом и без нагрева. Благодаря термообработке углеродная основа очищается до такой степени, что четко видны неровности ее поверхности, и минимизируется перенос загрязняющих частиц на образец. Кроме того, для прошедшего нагрев образца получены более резкие изображения поверхностей как углерода, так и цеолита.

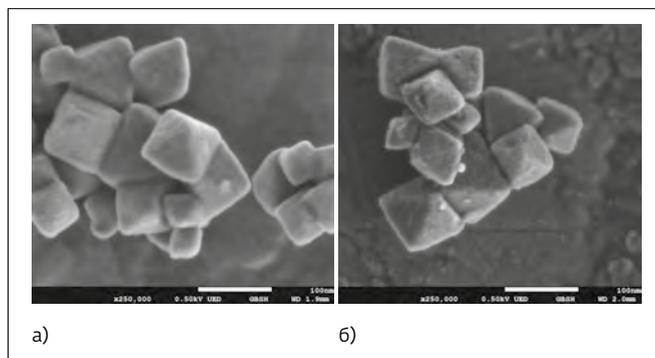


Рис.2. Изображение цеолита со структурой FAU, полученное с использованием детектора BE при напряжении смещения –5 кВ и ускоряющем напряжении –5,4 кВ без нагрева образца (а) и после нагрева до 150 °С в течение 20 мин (б)

ВЫБОР УСЛОВИЙ НАБЛЮДЕНИЯ

При наблюдении на низком ускоряющем напряжении важен выбор величины ускоряющего напряжения в электронной пушке и результирующего напряжения взаимодействия с поверхностью образца, чтобы обеспечивалась достаточная глубина воздействия для получения необходимой информации о структуре. Например, в средней части рис.3 приведены изображения одного и того же участка образца микропористого титаносиликата типа ETS-10 ($Ti_{16}Si_{80}O_{208}(Na, K)_n$) при

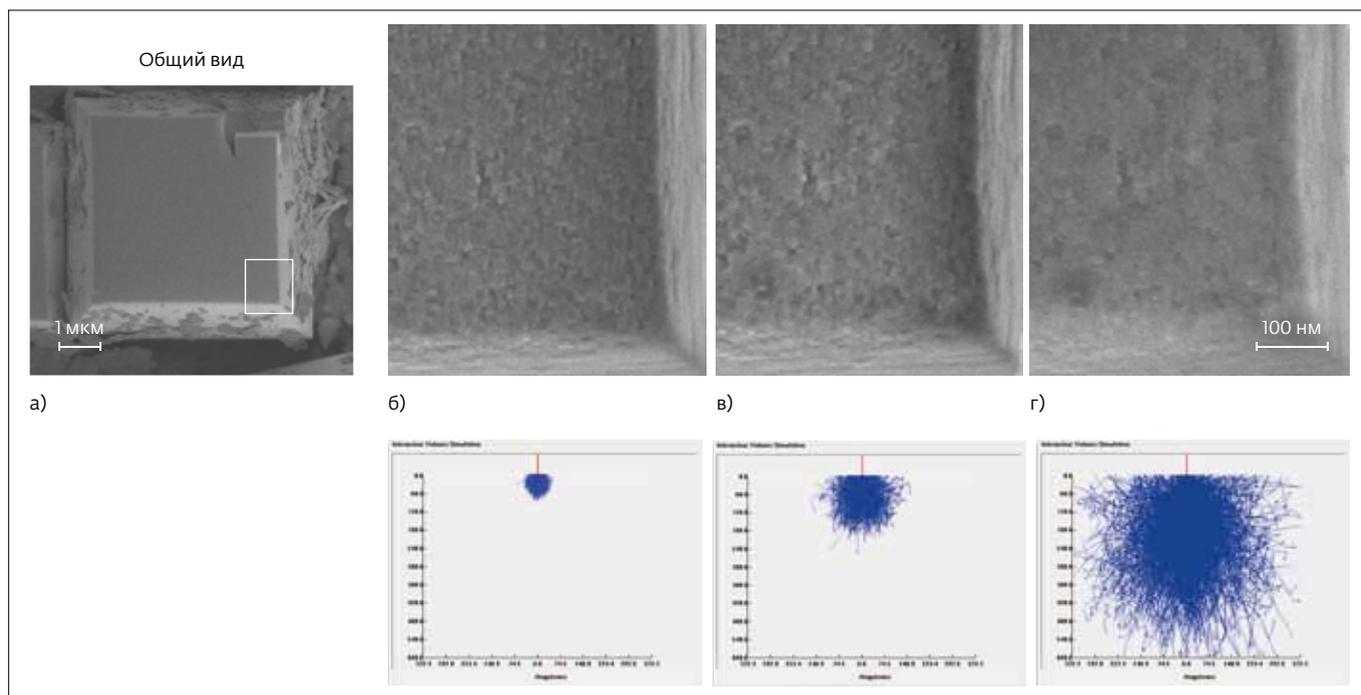


Рис.3. Изображение образца микропористого титаносиликата типа ETS-10, полученное с использованием нижнего детектора электронов при напряжении смещения –5 кВ и ускоряющем напряжении –5,5 кВ (а). Увеличенные изображения участка образца получены при том же напряжении смещения, зондовом токе 7 мА и ускоряющих напряжениях –5,4 (б), –5,8 (в) и –6,6 (г) кВ. Ниже представлены результаты моделирования по методу Монте-Карло размеров области проникновения электронов

напряжениях взаимодействия $-0,4$, $-0,8$ и $-1,6$ кВ. Результаты моделирования по методу Монте-Карло для тех же условий показаны в нижней части рис.4 [1]. Выступы на поверхности четко видны при низком напряжении $-0,4$ кВ. Повышение напряжения до $-0,8$ кВ увеличивает краевой эффект так, что создается впечатление выделения очень тонкой неравномерной структуры. При $-1,6$ кВ данные о внутренней кристаллической структуре перекрывают информацию, полученную с поверхности. Рис.3 наглядно демонстрирует важность выбора условий наблюдения для анализа наноструктурированных материалов, в частности, определения ускоряющих и результирующих напряжений.

НИЗКОЕ УСКОРЯЮЩЕЕ НАПРЯЖЕНИЕ ПРИ ИСПОЛЬЗОВАНИИ ОЖЕ-ЭЛЕКТРОННОЙ СПЕКТРОСКОПИИ

Исследование методом оже-электронной спектроскопии проводится с использованием электростатического полусферического детектора [2]. Электроны направляются в полусферический энергетический анализатор, на который подается напряжение, и с высоким разрешением определяется электронный спектр. Рассмотрим зависимость контраста от энергии падающих электронов и от величины

компонента SE3 при формировании изображения в СЭМ высокого разрешения при замедлении от энергетического спектра электронов, полученного методом оже-электронной спектроскопии.

На рис.4 показано полученное в СЭМ с полевым катодом изображение образца, на одну половину которого напылено золото, а на другую – углерод, с профилями интенсивности соответствующих областей, ограниченных параллельными пунктирными линиями. Углерод темнее золота при напряжении -500 В и ярче при 220 В. Основным компонентом потока ВЕ являются упруго рассеянные электроны, которые не теряют энергию при рассеянии внутри образца. В противоположность им, SE являются неупруго рассеянными электронами, которые могут покинуть область поверхности при потере энергии, и во многих случаях имеют максимальную энергию около 20 эВ или меньше.

На рис.5 показаны оже-электронные спектры, полученные при ускоряющем напряжении -500 В. Напряжение взаимодействия составляет -500 В при нулевом смещении и -220 В при смещении -280 В. Во втором случае электрическое поле, созданное приложением напряжения на образце, действует как замедляющее для подлетающих электронов, пока они не достигнут поверхности, и как ускоряющее для вышедших из образца электронов. При использовании смещения -280 В энергия падающих электронов, ускоренных в пушке при -500 В, уменьшается этим полем

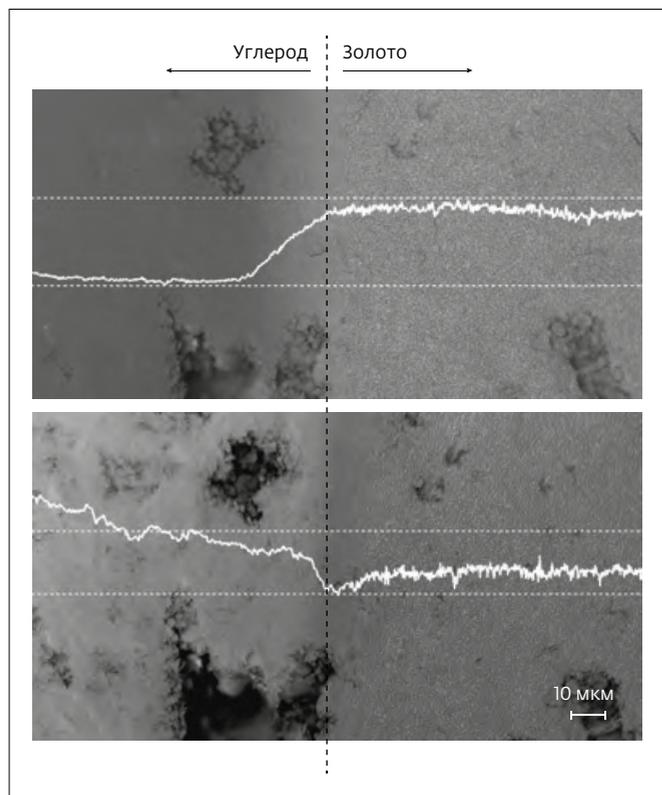


Рис.4. Изображение образца, на одну половину которого напылено золото, а на другую – углерод, полученное при ускоряющем напряжении -500 В и напряжениях сдвига 0 и -280 В, что соответствует энергиям электронов 500 (а) и 220 (б) эВ

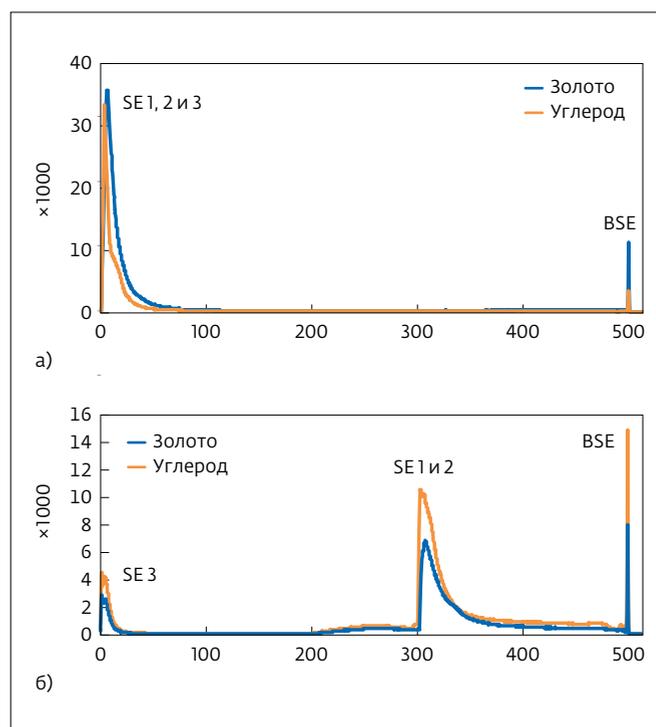


Рис.5. Оже-электронные спектры, полученные для образца, представленного на рис. 4, при энергии электронов 500 (а) и 220 (б) эВ

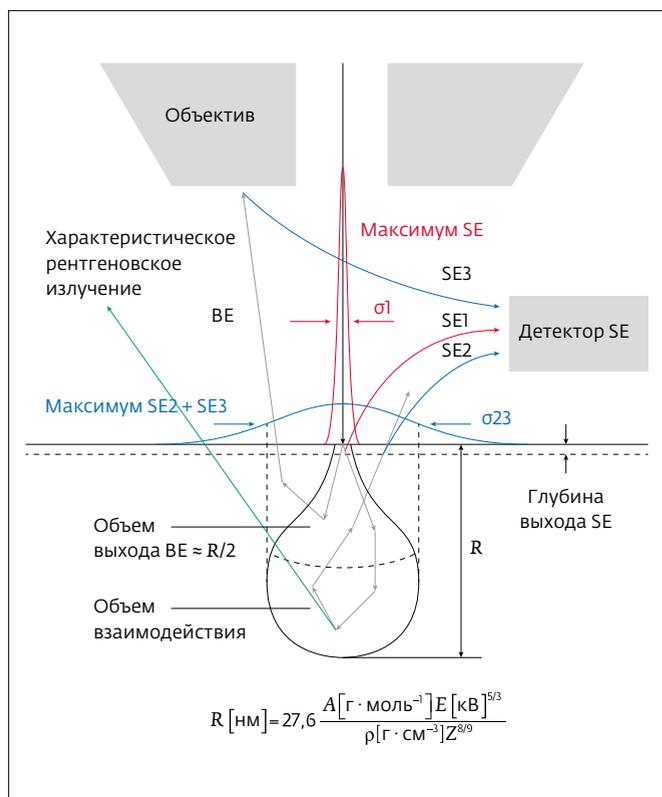


Рис.6. Схема образования BE, SE и характеристического рентгеновского излучения при воздействии электронного луча на образец. Глубина выхода SE примерно в пять раз больше средней длины свободного пробега электронов и составляет несколько нанометров для металлов и 10–20 нм для диэлектриков

до 220 эВ (500–280). Как показано на рис.6, SE разделяются на две части: с энергиями около 20 эВ (SE3) и около 300 эВ (SE1 и SE2). Энергия вышедших из зоны взаимодействия BE составляет 220 эВ на поверхности образца, но после отрыва от нее увеличивается созданным в результате смещения полем до 500 эВ (220 + 280). SE1 и SE2, испускаемые с поверхности образца, также ускоряются смещением, и их энергия достигает около 300 эВ (20 + 280). SE3 имеют максимальную энергию около 20 эВ и генерируются, когда ускоренные SE и BE попадают в элементы микроскопа. Чтобы улучшить разрешение по точкам в режиме SE и учитывать предыдущие точки, важно выделить компонент SE1 из их смеси с SE2 и уменьшить компонент SE3. Для получения информации о структуре поверхности в режиме SE с наивысшим разрешением

целесообразно уменьшить объем зоны взаимодействия за счет снижения энергии падающих электронов при сбалансированном увеличении размера электронного зонда.

На рис.6а как SE, так и BE показывают более высокие значения в золоте при напряжении –500 В, но при напряжении –220 В (поле торможения –280 В) углерод обеспечивает лучший контраст, чем золото в обоих режимах (рис.6б). В частности, углерод показал в два раза лучший контраст в режиме BE. Этот спектр был получен при наклоне образца на 30° и в другом приборе, но контраст изображения, наблюдаемый в СЭМ с полевым катодом, хорошо согласуется со спектром, полученным методом оже-электронной спектроскопии при тех же условиях. В будущем мы планируем более подробно изучить проблему контрастности изображений, полученных в СЭМ при низкой энергии удара электронов.

РЕЖИМ БОЛЬШОЙ ГЛУБИНЫ РЕЗКОСТИ

Хорошо известно, что СЭМ имеет большую глубину фокусировки, чем другие приборы, а основным фактором, определяющим этот параметр, является угол апертуры α_i . В обычных СЭМ для фокусировки электронного пучка на образце используется объективная линза. Однако, если непосредственно над объективной линзой расположена линза контроля угла апертуры, то ее можно использовать для фокусировки электронов на образце вместо объективной линзы. В этом случае говорят о работе в режиме большой глубины резкости (Large Depth of Field – LDF). Апертурные углы α_i могут быть минимизированы, как показано на схеме оптического пути электронного пучка (рис.7). В результате, изображения

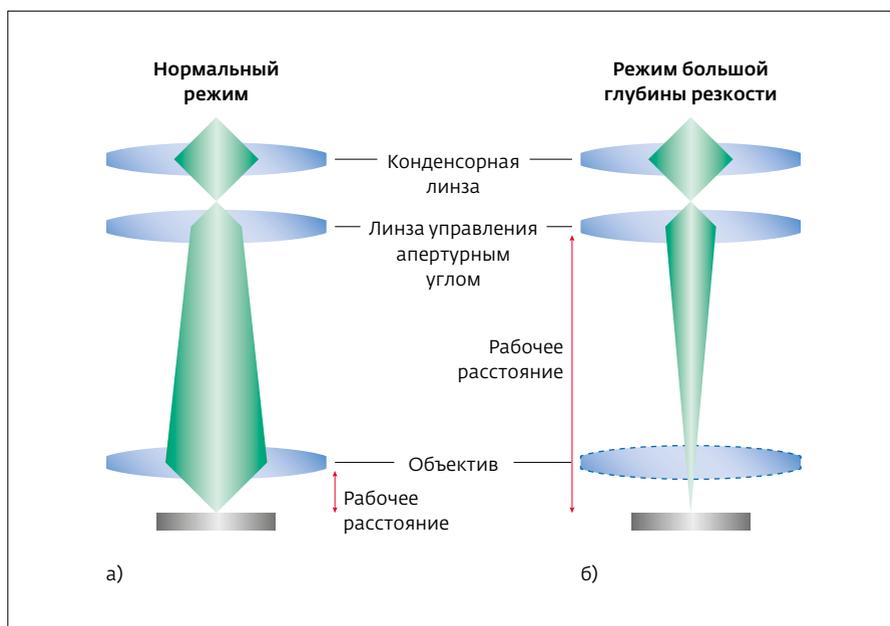


Рис.7. Схема оптического пути электронного пучка в нормальном режиме (а) и при большой глубине резкости (б)

могут иметь чрезвычайно большую глубину резкости. Следует отметить, что высокое пространственное разрешение может быть получено и при обычной схеме, когда глубина фокуса относительно мала.

На рис.8 представлены изображения чешуек крыльев бабочки, полученные в режимах с нормальной и высокой глубиной резкости. Образец был подготовлен путем покрытия осмием. На видах сверху и сбоку видно, что режим LDF обеспечил возможность наблюдения без значительной потери фокуса, в частности, следует обратить внимание на область, обозначенную стрелкой (1). В нормальном режиме заметны искажения, например, обозначенные стрелкой (2), которые минимальны в режиме LDF.

ИЗУЧЕНИЕ ЧЕШУЕК КРЫЛЬЕВ БАБОЧКИ

Вероятно, все люди в детстве гонялись за бабочками. Цвета и узоры на крыльях отличаются у насекомых разных видов. Однако, когда вы берете бабочку в руки, цвет крыльев изменяется, а на пальцах остается пудра (чешуйки). При этом крыло теряет свои супергидрофобные (водоотталкивающие) свойства и начинает промокать под дождем.

При наблюдении крыльев малиницы (*Calliphrys rubi* – *C. rubi*) в режиме большой глубины резкости видны многочисленные чешуйки, покрывающие поверхность крыла наподобие черепицы. Каждая чешуйка представляет собой сплюснутую клетку щетины, состоящую из хитина – биополимера, который также используется, например, крабами при изготовлении раковин. Существует два типа сплюснутых чешуек у *C. rubi* и многих других бабочек – покровные и чешуйки основы. Цветные чешуйки покрывают основу, причем суммарная площадь их поверхности на одном крыле составляет около 50 тыс. см² [3, 4].

На рис.8 очевидна большая глубина фокусировки в режиме LDF, причем величина искажений в периферий-

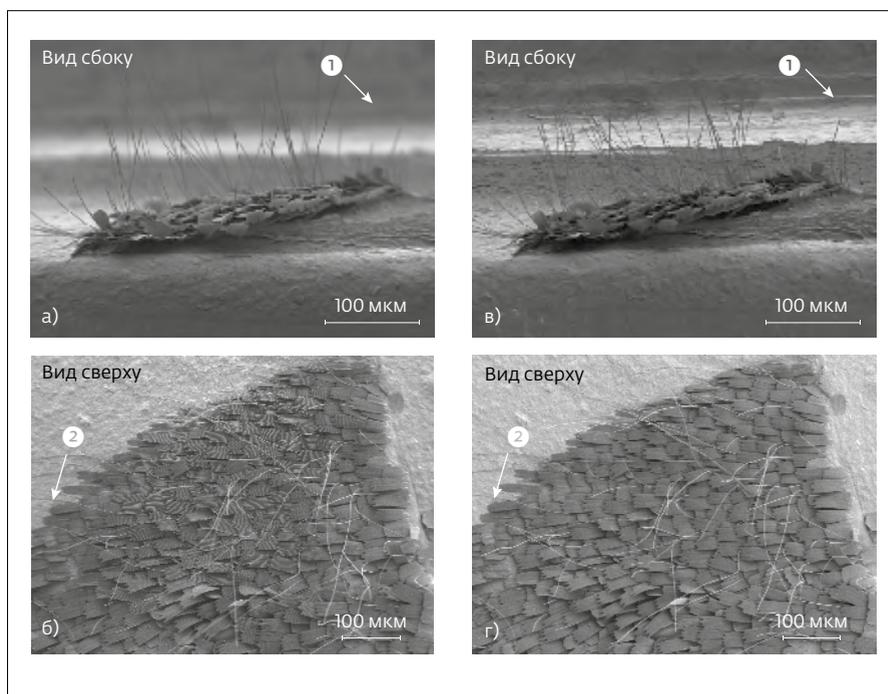


Рис.8. Изображения чешуек крыльев малиницы (*Calliphrys rubi*), полученные в режимах с нормальной (а, в) и высокой (б, г) глубиной резкости. Энергия электронов – 500 эВ, рабочее расстояние – 10 мм, 100-кратное увеличение при съемке сбоку, 70-кратное увеличение при съемке сверху

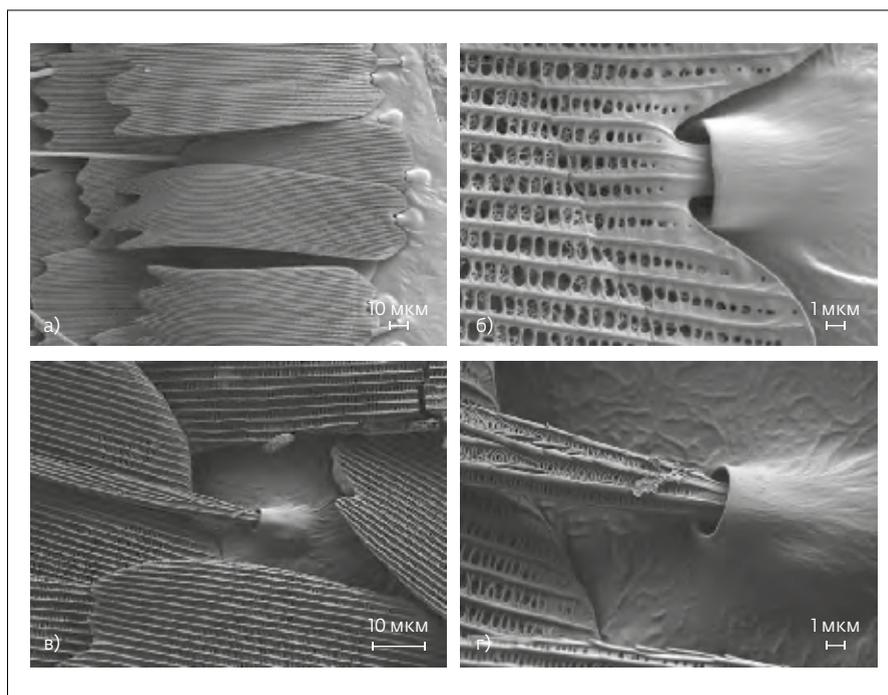


Рис.9. Элементы крыла бабочки. Изображения получены при съемке с использованием нижнего детектора электронов при напряжении 500 В и рабочих расстояниях 8 (а, б) и 4 (в, г) мм. Большее рабочее расстояние обеспечивает повышенную глубину резкости, меньшее – лучшее пространственное разрешение

ной области меньше, чем на изображениях, полученных в нормальном режиме. При увеличении изображений чешуек крыльев (размер – около 20×160 мкм) и волосиков становится заметным сходство их внутренней структуры – они одинаково соединяются с поверхностью мембраны крыла через ячейку, имеющую форму гнезда (рис.9). Через такую ячейку происходит рост клетки, которая образует чешуйки основы и покрова. При этом длинные актиновые нити формируют пучки, удлиняющие чешуйки в продольном направлении, а затем между ними осаждается хитин, образуя ребра. После этого актин деполимеризуется с формированием поперечных ребер и люминальной структуры, которая позже образует фотонные кристаллы. Пластинки хитина закрывают клетку сверху и снизу. Когда она умирает, то убирается обратно через ячейку, а в верхней пластинке в пространстве между продольными и поперечными ребрами открываются прямоугольные окна.

Чешуйка крыльев напоминает по своей структуре дно маленькой деревянной лодки с возвышающимся центральным ребром, множеством параллельных продольных ребер, а также усиливающих конструкцию тонких поперечных ребер.

С целью камуфляжа нижние (вентральные) поверхности крыльев *C. rubi* отражают почти такой же зеленый свет, что и листья растений. Зеленый цвет крыльев обусловлен свойствами фотонно-кристаллических структур на внутренней поверхности чешуек. Каждая покровная чешуйка содержит 200–300 одиночных гироидных фотонных кристаллов разных ориентаций. Такой цвет характерен для периодических структур, содержащих вещества с различными показателями преломления, например, для опала, цвет которого сильно зависит от направления наблюдения.

Одиночные гироидные фотонные кристаллы видны в люминальном пространстве между нижней опорной пластинкой и верхней ребристой поверхностью (рис.10). Они формируются только в апикальной (дистальной) области чешуек крыльев, где люминальная структура имеет большую толщину. Одиночные гироидные кристаллы образуются путем выдавливания и осаждения хитина только на одной стороне биологической мембраны. Считается, что образование мембранного комплекса происходит при складывании плазматической мембраны с эндоплазматической ретикулярной мембраной, причем результат очень

напоминает минимальную поверхность двойного гироида. По мере развития комплекса, пространство с одной стороны минимальной поверхности заполняется хитином, а после смерти клетки пространство с другой стороны наполняется воздухом.

Поскольку на крыльях бабочки располагаются миллионы кристаллов, то при любом направлении отраженного света перепады отдельных кристаллов подавляются, и в среднем она имеет зеленый цвет. Одиночные гироидные фотонные кристаллы у *C. rubi* являются хиральными, и "левые" кристаллы сосуществуют на одной чешуйке крыла с "правыми". Средний размер элементарной ячейки составляет около 340 нм. Объемная доля хитина – приблизительно 20–30%. Одиночная гироидная структура хорошо разрешена в разрезе образца [3, 4].

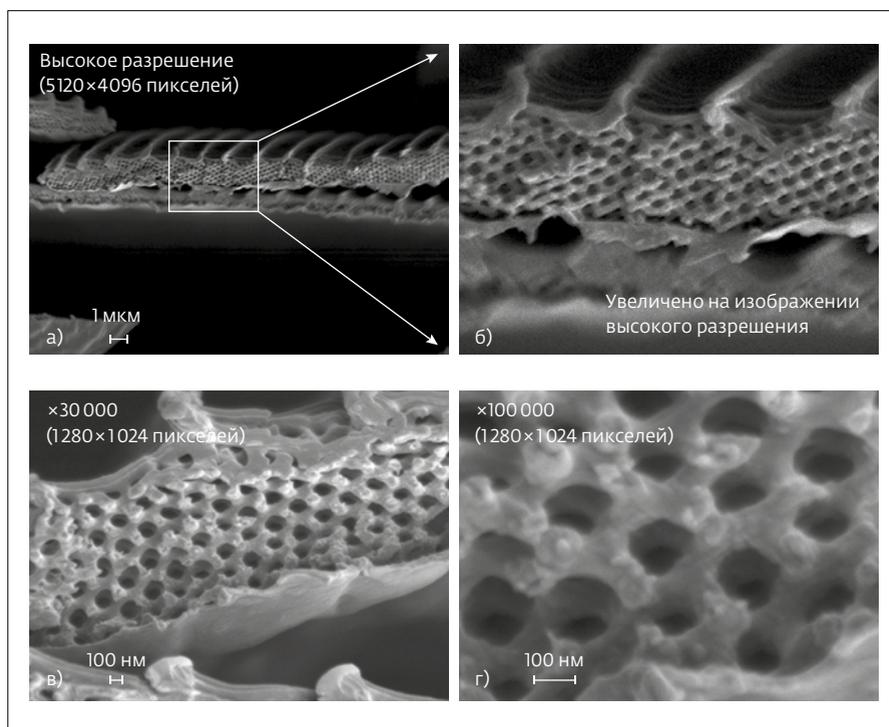


Рис.10. Элементы крыла малиницы. Изображения получены при съемке с использованием нижнего детектора электронов при ускоряющем напряжении 3,5 кВ и энергии электронов 500 эВ. Рабочие расстояния 8 (а, в) и 4 (б, г) мм

ХИМИЧЕСКИЙ АНАЛИЗ НАНОСТРУКТУР С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ ДЕТЕКТОРА ЭДС С БОЛЬШИМ ТЕЛЕСНЫМ УГЛОМ И ДЕТЕКТОРА ВДС С ВЫСОКОЙ ЧУВСТВИТЕЛЬНОСТЬЮ К МЯГКОМУ РЕНТГЕНОВСКОМУ ИЗЛУЧЕНИЮ

Разработка быстродействующего кремниевого дрейфового детектора (Silicon Drift Detector – SDD) позволила улучшить технологию SSD. Благодаря этому стал возможен анализ рентгеновского излучения с большим динамическим диапа-

зоном без охлаждения жидким азотом. Кроме того, расширились возможности выбора размера и формы чувствительного элемента, что позволило создавать SDD с большим телесным углом. В настоящее время максимальный размер окна приема рентгеновских лучей составляет 150 см². Также были разработаны детекторы, которые подавляют влияние затенения другими элементами и повышают скорость анализа путем объединения нескольких детекторов. Появление "безоконных" конструкций (без бериллиевого защитного окна) обеспечило возможность определения элементов с низким атомным номером, например Li (Z=3), которые ранее невозможно было детектировать.

В качестве примера было исследовано соединение Co-ZIF-8 @ Zn-ZIF-67 (ZIF – цеолитовая имидазолатная структура). Co-ZIF-8 и Zn-ZIF-67 имеют одинаковую морфологию кристаллов (ромбический додекаэдр), кристаллическую структуру (одинаковые пространственные группы симметрии) и аналогичные константы решетки, но отличаются типом металлических кластеров (в первом случае – Co, во втором – Zn). Эти соединения невозможно различить с помощью рентгеновской дифракции на порошке. На рис.11 показано СЭМ-

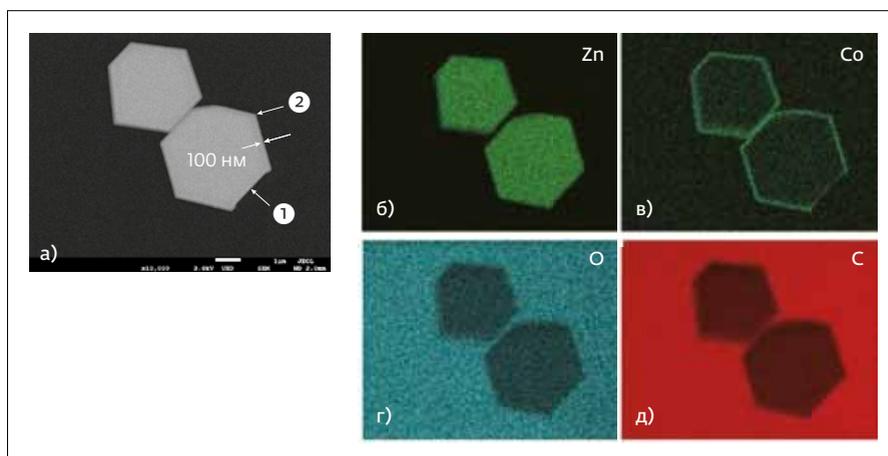


Рис.11. Изображение Co-ZIF-8 @ Zn-ZIF-67, полученное в режимах ВЕ (а) и энергодисперсионной рентгеновской спектроскопии (б–д). Ускоряющее напряжение – 3 кВ. В режиме ЭДС зондовый ток составлял 100 нА

изображение в режиме ВЕ и элементная карта, полученная при обработке кристалла сухим ионным травлением (фрезерованием ионным пучком) на установке JEOL IB-19520CCP. Образец обрабатывали ионами Ag в течение 4 ч при ускоряющем напряжении 4 кВ и температуре не выше –120 °С. Как видно из рис.11, исследование образца ZIF-8 @ ZIF-67 показало значительную величину сигналов Co на поверхности при расположении кластеров Zn внутри кристалла, причем Co-ZIF-8 был эпитаксиально выращен на Zn-ZIF-67. Этот эксперимент впервые показал, что полученная структура имеет строение "сердцевина – оболочка". Кроме того, заметно, что слой оксида Co на поверхности имеет тонкую область, обозначенную стрелкой (1), и равномерный участок толщиной около 100 нм, показанный стрелкой (2).

Также было выполнено картирование элементов с высоким пространственным разрешением с применением детектора энергодисперсионной рентгеновской спектроскопии (ЭДС) с большим телесным углом (около 0,2 ср). Образец полимера с нанокластерами Ru и Pt (рис.12) анализировался тремя детекторами Oxford X-Max 150 мм² (общая эффективная площадь – 450 мм²). Для получения высокого пространственного разрешения напряжение составляло 30 кВ. Картирование проводилось в течение 30 мин. В результате была получена карта расположения частиц Pt размером до 5 нм [5]. Таким образом, была показана возможность картирования элементов в наноструктурах размером в несколько нанометров, что до сих пор считалось сложной задачей для СЭМ.

НАНОСТРУКТУРА Pt-Ni

Научная группа профессора Пейдонга Янга из Калифорнийского университета в Беркли (США) получила пористую наноструктуру Pt₃Ni из нанокристаллов Ni₃Pt [6]. Pt₃Ni имеет на два порядка большую активность при реакции

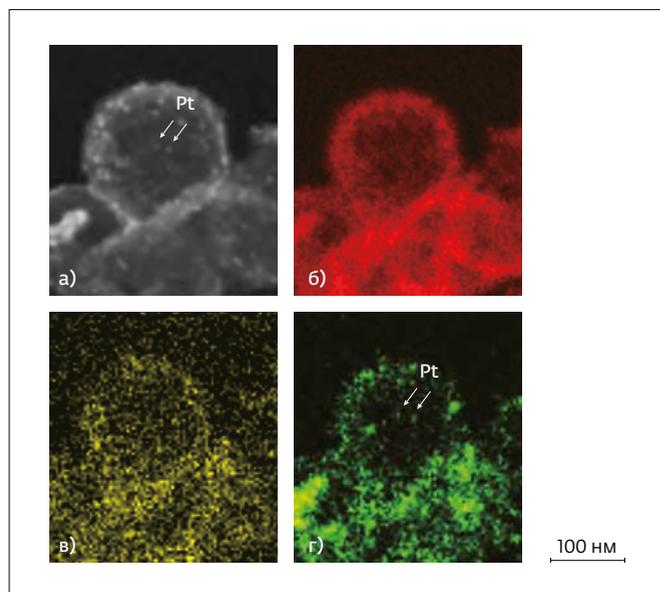


Рис.12. Изображение полимера с нанокластерами Ru и Pt, полученное в режимах SE (а) и энергодисперсионной рентгеновской спектроскопии (б–г). Красным цветом обозначен С, желтым – Ru, зеленым – Pt. Параметры ЭДС: ускоряющее напряжение – 30 кВ; время – 8 мин; три SDD-элемента площадью 150 мм²

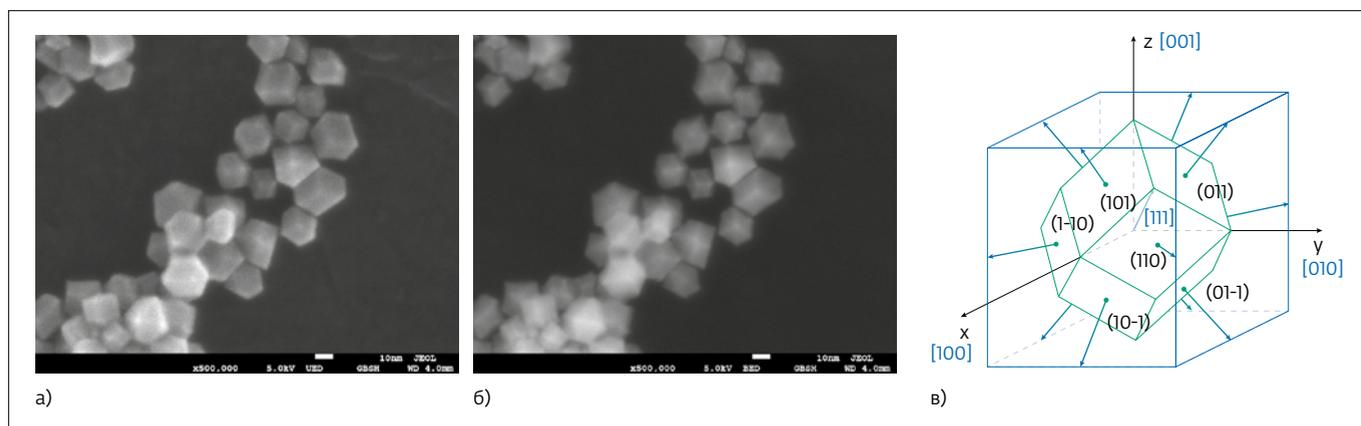


Рис.13. Изображения наноструктуры сплава Ni_3Pt (образец А), полученные с применением верхнего детектора электронов в режимах SE (а) и BE (б), и схема строения кристалла (в). Ускоряющее напряжение – 5 кВ, рабочее расстояние – 4 мм

восстановления кислорода. Рис. 13, 14 демонстрируют преимущества использования СЭМ для изучения этих материалов. Равноразмерные нанокристаллы Ni_3Pt были получены с помощью олеиламина (образец А). Когда они были помещены в неполярную жидкость (гексан или хлороформ), сформировалась наноструктура Pt_3Ni (образец С). Исходный образец А имеет структуру алюминия с неупорядоченной ГЦК-решеткой и химический состав Ni_3Pt . Как схематически показано на рис.13, его морфология определяется ГЦК-ячейками Вигнера – Зейтца. В образце С с пористыми наноструктурами Pt_3Ni (рис.14) платина преимущественно располагалась по краям ячейки, обозначенным на схеме зелеными линиями. Этот пример показывает, что при правильном выборе условий наблюдения информацию для оценки структуры [б] можно получить с помощью относительно простых методов. В частности, может достигаться более четкое изображение трехмерных элементов.

Также следует отметить прогресс в развитии спектроскопии мягкого рентгеновского излучения. В частности, новый аналитический метод с использованием спектрометра мягкого рентгеновского излучения (Soft X-Ray Emission Spectrometer, SXES) реализован в СЭМ с полевым катодом [7, 8]. Такой спектрометр имеет высокое энергетическое разрешение (0,3 эВ) и позволяет получать информацию о переходном состоянии электронов в валентной зоне, поэтому может использоваться для анализа химического состояния.

Принцип измерения показан на рис.15: облученный электронным пучком образец испускает характеристические мягкие рентгеновские лучи, направляемые зеркалом на дифракционную решетку, конфигурация которой (углубления разного размера) позволяет одновременно характеризовать рентгеновские лучи различной энергии. На рис.16 представлен спектр, полученный при SXES-измерении образца цеолита типа LTA, на котором обнаружена $K\alpha$ -линия кислорода третьего порядка. Измерение проводилось при температуре $-50\text{ }^\circ\text{C}$ и низком ускоряющем напряжении, чтобы уменьшить повреждение образца

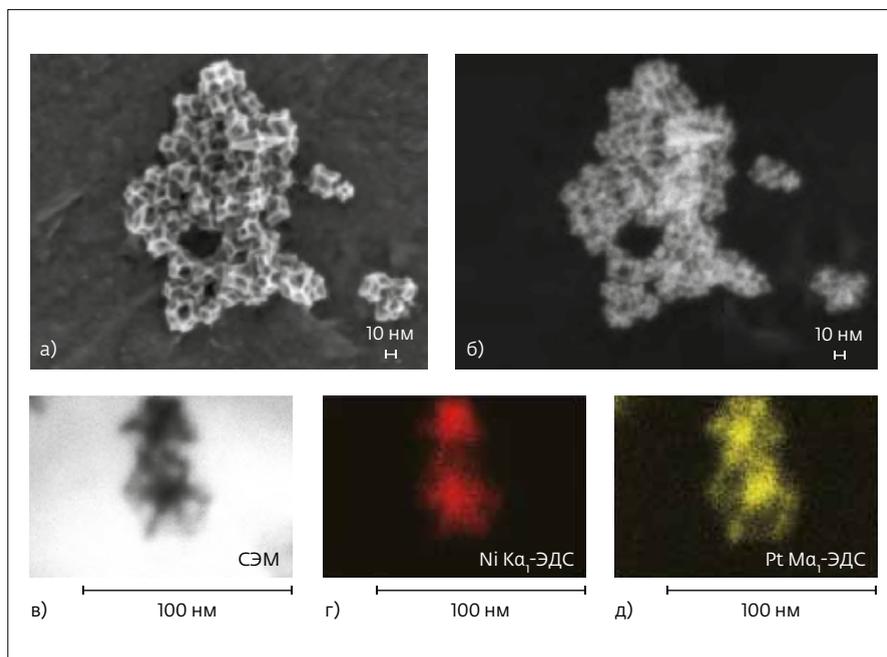


Рис.14. Изображения наноструктуры сплава Pt_3Ni (образец С), полученные с применением верхнего детектора электронов в режимах SE (а) и BE (б), а также СЭМ-изображение (в) и снимки энергодисперсионной рентгеновской спектроскопии (г, д)

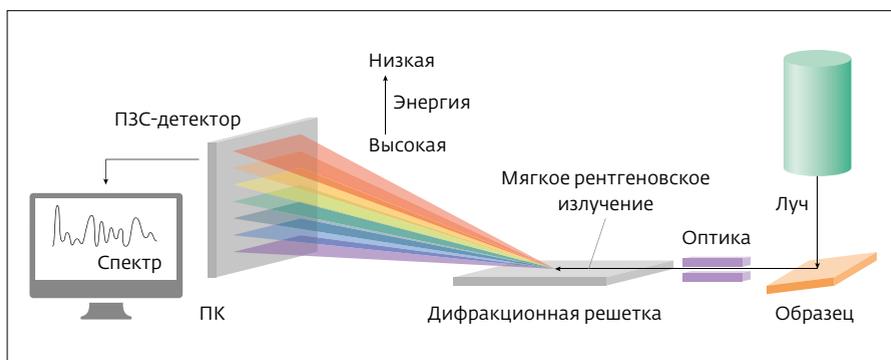


Рис.15. Схема спектрометра мягкого рентгеновского излучения

электронами. При комнатной температуре затухание плечевого пика наблюдалось на уровне около 0,175 кэВ, что свидетельствует о повреждении кристаллической структуры пучком [7]. Однако сочетание охлаждения с низким ускоряющим напряжением позволяет выполнить химический анализ цеолитов и других чувствительных к электронному лучу материалов в СЭМ с полевым катодом с применением различных методов.

РЕЗЮМЕ

В настоящее время СЭМ используется для проверки продукции на заводах, в университетах для проведения фундаментальных исследований и даже на научных заня-

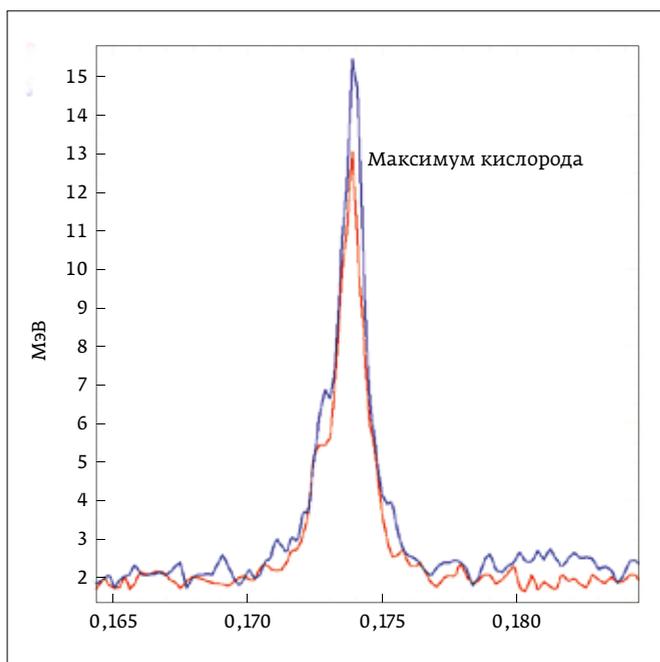


Рис.16. Спектр образца цеолита типа LTA, полученный в спектрометре мягкого рентгеновского излучения. Энергия электронов – 2000 эВ, зондовый ток – 24,5 нА, время – 240 с. Красный спектр получен при комнатной температуре, синий – при –50°C

тиях в некоторых школах. Спрос на использование этого метода растет все больше и больше. При этом авторы убеждены, что СЭМ все еще имеет значительный потенциал для дальнейшего развития.

В настоящей статье мы рассмотрели основы электронной оптики, применяющейся, в частности, в СЭМ. Описано проведение анализа в СЭМ при низком ускоряющем напряжении, наблюдение поверхностных структур, получение контрастных изображений при низком ускоряющем напряжении

в оже-электронной спектроскопии, получение информации о составе и химических связях с использованием рентгеновских спектрометров (энергодисперсионной рентгеновской спектроскопии и спектроскопии мягкого рентгеновского излучения) и т.д. На конкретных примерах рассмотрено применение этих концепций и методов для анализа характеристик наноструктурированных материалов. Мы надеемся, что эта работа будет способствовать будущему развитию метода СЭМ и расширению его использования.

Статья подготовлена по материалам совместных исследований Шанхайского технического университета и компании JEOL Ltd. Авторы благодарят их за содействие и поддержку усилий по увязке развития технологии СЭМ и достижений в области фундаментальной науки.

ЛИТЕРАТУРА / REFERENCES

1. Briggs D., Seah M. P., et al. Practical Surface Analysis, vol. 1. Auger and X-ray Photoelectron Spectroscopy. John Wiley & Sons. 1990.
2. Wang T., Shi L., Tang J., Malgras V., Asahina S., Liu G., Zhang H., Meng X., Chang K., He J., Terasaki O., Yamauchi, Ye J. Co_3O_4 -embedded porous ZnO rhombic dodecahedron prepared by the use of zeolitic imidazolate frameworks as precursors for CO_2 photoreduction // *Nanoscale*. 2016. V. 8. No. 12.
3. Mille C., Tyrode E. C., Corkery R. W. Inorganic chiral 3-D photonic crystals with bicontinuous gyroid structure replicated from butterfly wing scales // *Chem. Commun.* 2011. V. 47. P. 9873–9875.
4. Corkery R. W., Tyrode E. C. On the colour of wing scales in butterflies: Iridescence and preferred orientation of single-gyroid photonic crystals // *Interface Focus*. 2017. V. 7 (4). P. 20160154.
5. Asahina S., Suga M., Takahashi H., Jeong H. Y., Galeano C., Schuth F., Terasaki O. Direct observation and analysis of yolk-shell materials using low-voltage high-resolution scanning electron microscopy: nanometalparticles encapsulated in metal-oxide, carbon, and polymer // *APL Materials*. 2014. V. 2. P. 113317.
6. Chen C., Kang Y., Huo Z., Zhu Z., Huang W., Xin H. L., Snyder J. D., Li D., Herron J. A., Mavrikakis M., Chi M., More K. L., Li Y., Markovic N. M., Somorjai G. A., Yang P., Stamenkovic V. R. Highly crystalline multimetallic nanoframes with three-dimensional electrocatalytic surfaces // *Science*. 2014. V. 343. P. 1339–1343.
7. Terauchi M., Yamamoto H., Tanaka M. Development of a sub-eV resolution soft-X-ray spectrometer for a transmission electron microscope // *Journal of Electron Microscopy*. 2001. V. 50. P. 101.
8. Sakuda Y., Asahina S., Ishizaki M., Togashi T., Kurihara M. Analysis for nano porous material by scanning electron microscopy // *Zeolite*. 2017. V. 34. No. 1. (In Japanese).