

*Московский государственный технический университет
им. Н.Э. Баумана*

Ю.А. Быков, С.Д. Карпунин

Учебное пособие

**Растровая электронная микроскопия
и рентгеноспектральный микроанализ.
Аппаратура, принцип работы, применение**

Рекомендовано редсоветом МГТУ им. Н.Э. Баумана в качестве учебного пособия по курсу "Современные методы исследования структуры материалов"

Издательство МГТУ им. Н.Э. Баумана

**Московский государственный технический университет
им. Н.Э. Баумана**

Ю.А. Быков, С.Д. Карпухин

**Растровая электронная микроскопия и
рентгеноспектральный микроанализ.
Аппаратура, принцип работы, применение**

Под редакцией Ю.А. Быкова

Издательство МГТУ им. Н.Э. Баумана

УДК 535.822

ББК 22.338

К21

Рецензенты: В.Р. Васильев, В.А. Морозов

К21 Быков Ю.А., Карпухин С.Д. Растровая электронная микроскопия и рентгеноспектральный микроанализ. Аппаратура, принцип работы, применение: учеб. пособие по курсу "Современные методы исследования структуры материала" / Под ред. Ю.А. Быкова. – М.: Изд-во МГТУ им. Н.Э. Баумана, .

ISBN 5-7038-1411-1

В пособии дано описание, принцип работы, области применения растрового электронного микроскопа и рентгеноспектрального микроанализатора.

Предназначено для студентов специальности «Материаловедение в машиностроении» и слушателей Межотраслевого института повышения квалификации кадров по новым направлениям развития техники и технологии МГТУ им. Н.Э. Баумана. Пособие также может быть рекомендовано для студентов других специальностей, связанных с прецизионной оценкой состояния поверхности изделий их общего и локального химического состава.

Ил. 6. Библиогр. 4 назв.

УДК 535.822

ББК 22.338

Редакция заказной литературы

Юрий Александрович Быков
Сергей Дмитриевич Карпухин

Растровая электронная микроскопия и рентгеноспектральный
микроанализ. Аппаратура, принцип работы, применение

Заведующая редакцией Н.Г. Ковалевская

Редактор

Корректор

Изд. лиц. №	от	Формат	Бумага тип
Подписано в печать		Уч.-изд. л.	Тираж экз.
Печ. л.	Усл. печ. л.		
Изд. №	Заказ		

Издательство МГТУ им. Н.Э. Баумана
107005, Москва, 2-я Бауманская, 5

ISBN 5-7038-1411-1

© МГТУ им. Н.Э. Баумана,

ВВЕДЕНИЕ

Растровый электронный микроскоп (РЭМ) широко используется в научно-исследовательских лабораториях. По своим техническим возможностям он сочетает в себе качества как светового (СМ), так и просвечивающего электронного (ПЭМ) микроскопов, но является более многофункциональным. В основе РЭМ лежит сканирование поверхности образца электронным зондом и детектирование (распознавание) возникающего при этом широкого спектра излучений. Сигналами для получения изображения в РЭМ служат вторичные, отраженные и поглощённые электроны. Другие эффекты, в частности рентгеновское излучение, используется для получения дополнительной информации о химическом составе материала исследуемого образца с помощью рентгеноспектрального микроанализатора (РСМА). Все это определяет методические особенности использования РЭМ и создает целый ряд новых дополнительных аналитических возможностей в области электронной микроскопии. Высокая информативность, простота изготовления объектов для исследования, высокая степень автоматизации количественного анализа изображения и обработки результатов измерений и др. делают РЭМ наиболее универсальным прибором для исследования структуры материалов и топографии поверхности.

По степени распространения и использования РЭМ превзошел просвечивающие электронные микроскопы и близок к СМ. Он применяется в различных областях научной и практической деятельности, например, в металловедении, медицине, химии и др.

Проведение исследований на электронных микроскопах, в том числе и на РЭМ, является довольно дорогостоящей операцией. Ее выполняет специально подготовленный оператор и от разработ-

чика требуется четко сформулированное техническое задание на проведение исследования. Поэтому учебное пособие предусматривает ознакомление учащихся, будущих "потребителей" результатов исследований на РЭМ с устройством и принципом работы микроскопа и микроанализатора, техническими возможностями и программным обеспечением аппаратуры, областями ее использования. Учащиеся должны также знать о специальных требованиях, предъявляемых к объектам для исследования. Они должны уметь определять круг задач, которые наиболее целесообразно решать с использованием РЭМ, обоснованно и квалифицированно составлять техническое задание на проведение соответствующих исследований, расшифровывать и анализировать полученную информацию.

1. РАСТРОВАЯ ЭЛЕКТРОННАЯ МИКРОСКОПИЯ

1.1. ФИЗИЧЕСКИЕ ОСНОВЫ РАСТРОВОЙ ЭЛЕКТРОННОЙ МИКРОСКОПИИ

Принцип действия основан на использовании некоторых эффектов, возникающих при облучении поверхности объектов тонко сфокусированным пучком электронов - зондом. Как показано на рис1 в результате взаимодействия электронов 1 с образцом (веществом) 2 генерируются различные сигналы. Основными из них являются поток электронов: отраженных 3, вторичных 4, Оже-электронов 5, поглощенных 6, прошедших через образец 7, а также излучений: катодолюминесцентного 8 и рентгеновского 9.

Для получения изображения поверхности образца используются вторичные, отраженные и поглощённые электроны. Осталь-

ные излучения применяются в РЭМ как дополнительные источники информации.

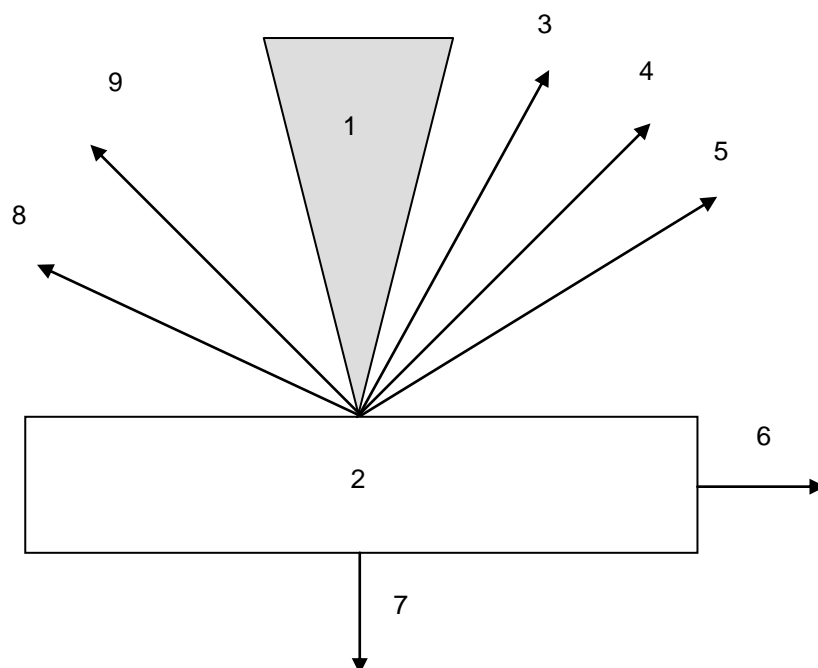


Рис. 1. Эффекты взаимодействия электронного луча с объектом: 1 – электронный луч, 2 – объект, 3 – отраженные электроны, 4 – вторичные электроны, 5 – Оже-электроны, 6 – ток поглощенных электронов, 7 – прошедшие электроны, 8 – катодолюминесцентное излучение, 9 – рентгеновское излучение.

Важнейшей характеристикой любого микроскопа является его разрешающая способность. Она определяется: 1 - площадью сечения или диаметром зонда, 2 - контрастом, создаваемым образцом и детекторной системой, 3 - областью генерации сигнала в образце.

Диаметр зонда в основном зависит от конструктивных особенностей и качества узлов микроскопа и прежде всего электронной оптики. В современных РЭМ достигнуто высокое совершенство компонентов конструкции, что позволило уменьшить диаметр зонда до 5...10 нм.

Влияние контраста на разрешающую способность проявляется в следующем. Формирование контраста в РЭМ определяется разностью детектируемых сигналов от соседних участков образца,

чем она больше, тем выше контраст изображения. Контраст зависит от нескольких факторов: топографии поверхности, химического состава объекта, поверхностных локальных магнитных и электрических полей, кристаллографической ориентации элементов структуры. Важнейшими из них являются топографический, зависящий от неровностей поверхности образца, а также композиционный, зависящий от химического состава. Уровень контраста определяется также и эффективностью преобразования падающего на детектор излучения, которое создает сигнал на его выходе. Если получаемый в итоге контраст недостаточен, то его можно повысить, увеличив ток зонда. Однако большой поток электронов в силу особенностей электронной оптики не может быть хорошо сфокусирован, то есть диаметр зонда возрастет и, соответственно, снизится разрешающая способность.

Другой фактор, ограничивающий разрешение, зависит от размеров области генерации сигнала в образце. Схема генерации различных излучений при воздействии электронного пучка на образец представлена на рис.2. При проникновении первичных электронов в образец они рассеиваются во всех направлениях, поэтому внутри образца происходит расширение пучка электронов. Участок образца, в котором первичные электроны тормозятся до энергии $E=0$, имеет грушевидную форму.

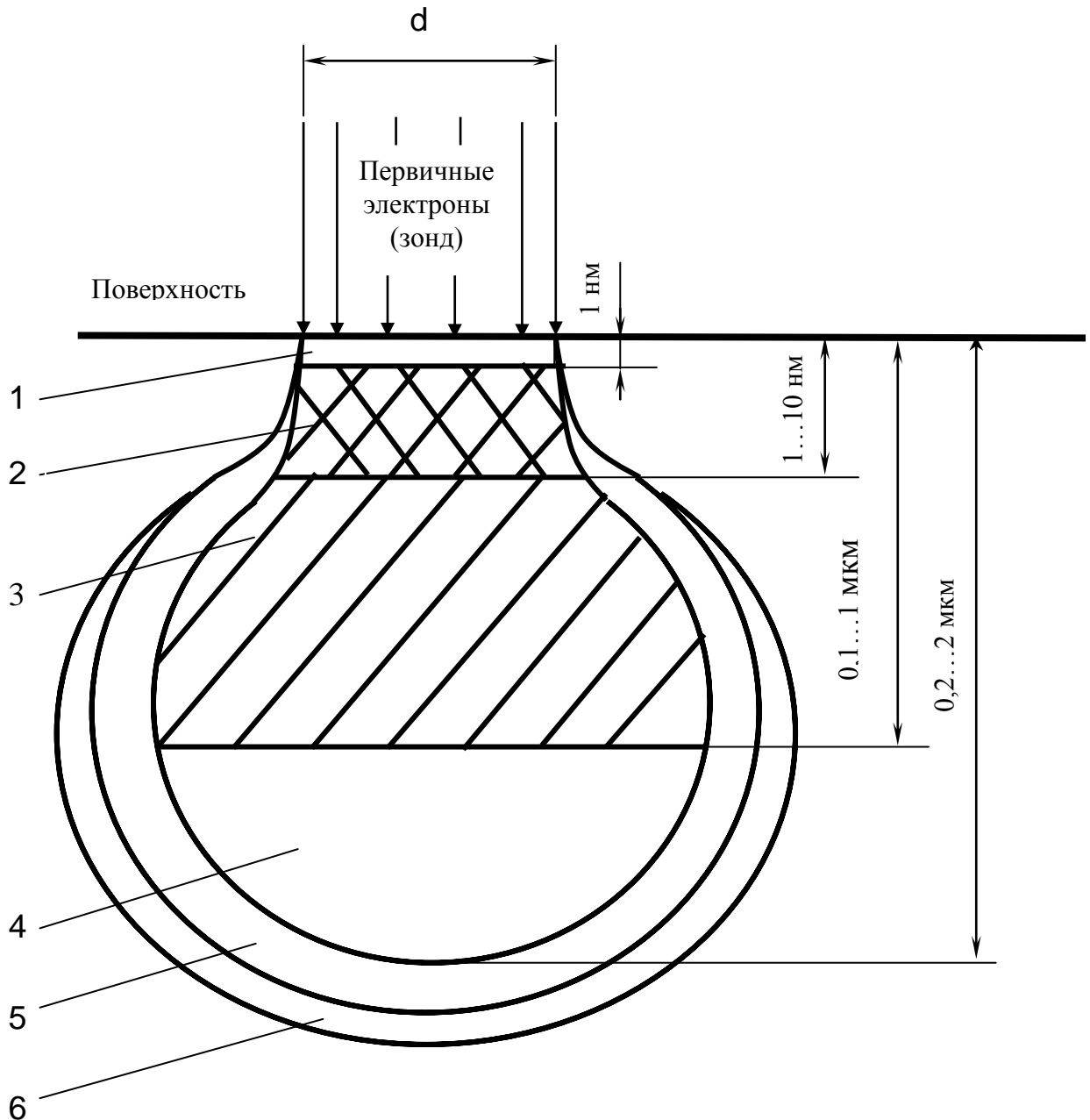


Рис. 2. Области сигналов и пространственное разрешение при облучении поверхности объекта потоком электронов (зонд). Области генерации: 1 – Оже-электронов, 2 – вторичных электронов, 3 – отраженных электронов, 4 – характеристического рентгеновского излучения, 5 – тормозного рентгеновского излучения, 6 – флуоресценции.

Боковое расширение электронного пучка в образце в этом случае имеет величину от 1 до 2 мкм, даже когда зонд имеет диаметр 10 нм. Расхождение электронов приводит к тому, что площадь выхода на поверхность образца электронов будет больше фокуса

электронного пучка. В связи с этим процессы рассеивания электронов внутри образца оказывают большое влияние на разрешающую способность изображений, получаемых в отраженных, вторичных и поглощенных электронах.

Отраженные электроны. Они образуются при рассеивании первичных электронов на большие (до 90^0) углы в результате однократного упругого рассеивания или в результате многократного рассеивания на малые углы. В конечном итоге первичные электроны, испытав ряд взаимодействий с атомами образца и теряя при этом энергию, изменяют траекторию своего движения и покидают поверхность образца. Размеры области генерации отраженных электронов (рис.2) значительны и зависят от длины пробега электронов в материале образца. Протяженность области возрастает с увеличением ускоряющего первичные электроны напряжения и уменьшения среднего атомного номера Z элементов, входящих в состав образца. Протяженность области может изменяться от 0,1 до 1 мкм. Электроны, потерявшие в процессе отражения часть энергии, покидают образец на относительно больших расстояниях от места падения электронного зонда. Соответственно сечение, с которого получают сигнал, будет существенно больше сечения зонда. Поэтому разрешение РЭМ в режиме регистрации отраженных электронов небольшое и изменяется от десятков нанометров при работе с невысокими ускоряющими напряжениями и тяжелыми материалами до сотен нанометров при работе с большими ускоряющими напряжениями и легкими материалами. Важной особенностью эмиссии отраженных электронов является ее зависимость от атомного номера элементов. Если атомный номер атомов материала в точке падения первичного пучка электронов мал (легкие атомы), то образуется меньшее количество отраженных электронов с малым

запасом энергии. В областях образца, содержащих высокую концентрацию атомов с большим атомным номером (тяжелые атомы), большее число электронов отражается от этих атомов и на меньшей глубине в образце, поэтому потери энергии при их движении к поверхности меньше. Эти закономерности используются при получении изображений в отраженных электронах.

Вторичные электроны. Первичные электроны, проникающие в образец, взаимодействуют с электронами внешних оболочек атомов объекта, передавая им часть своей энергии. Происходит ионизация атомов образца, а высвобождающиеся в этом случае электроны могут покинуть образец и быть выявлены в виде вторичных электронов. Они характеризуются очень малой энергией до 50 эВ и поэтому выходят из участков образца очень близких к поверхности (рис. 2). Глубина слоя, дающего вторичные электроны, составляет 1...10 нм. В пределах этого слоя рассеивание электронов пренебрежимо мало, и поэтому при получении изображений во вторичных электронах разрешающая способность определяется прежде всего диаметром первичного зонда. Вторичные электроны обеспечивают максимальную в сравнении с другими сигналами разрешающую способность порядка 5...10 нм. Поэтому они являются в РЭМ главным источником информации для получения изображения поверхности объекта, и именно для этого случая приводятся паспортные характеристики прибора. Количество образующихся вторичных электронов слабо зависит от атомного номера элемента. Основным параметром, определяющим выход вторичных электронов, является угол падения пучка первичных электронов на поверхность объекта. Таким образом, вариации наклона микроучастков поверхности вызывают резко выраженные изменения в выходе вторичных электронов. Этот эффект используется для получения информации о

топографии поверхности. С целью увеличения эмиссии вторичных электронов часто образец устанавливается под углом к оси зонда. При этом будет ухудшаться резкость изображения – его размытие по краям. Для ее исправления в РЭМ предусмотрена система компенсации угла наклона. Метод наклона образца применяют при исследовании плоских объектов (металлографических шлифов и др.). Для образцов с сильно развитым рельефом полностью провести коррекцию угла наклона не удастся.

Поглощенные электроны. При воздействии зонда часть генерируемых электронов остается в объеме образца. Так, при энергиях первичного пучка 10...20 кэВ примерно 50% от общего числа образующихся вторичных и отраженных электронов достигают поверхности образца и покидают ее. Оставшиеся электроны образуют ток поглощенных электронов (рис.1). Его величина равна разности между током зонда и токами отраженных и вторичных электронов. Эта разность является сигналом для получения изображения, на которое оказывают влияние как топографический, так и композиционный эффекты.

Поглощенные электроны генерируются в большом объеме. Разрешающая способность при получении изображений в этом случае имеет такой же порядок, как и для отраженных электронов. Данный метод получения изображений используется редко из-за малой разрешающей способности.

1.2. УСТРОЙСТВО И РАБОТА РАСТРОВОГО ЭЛЕКТРОННОГО МИКРОСКОПА

Схема растрового электронного микроскопа приведена на рис.3.

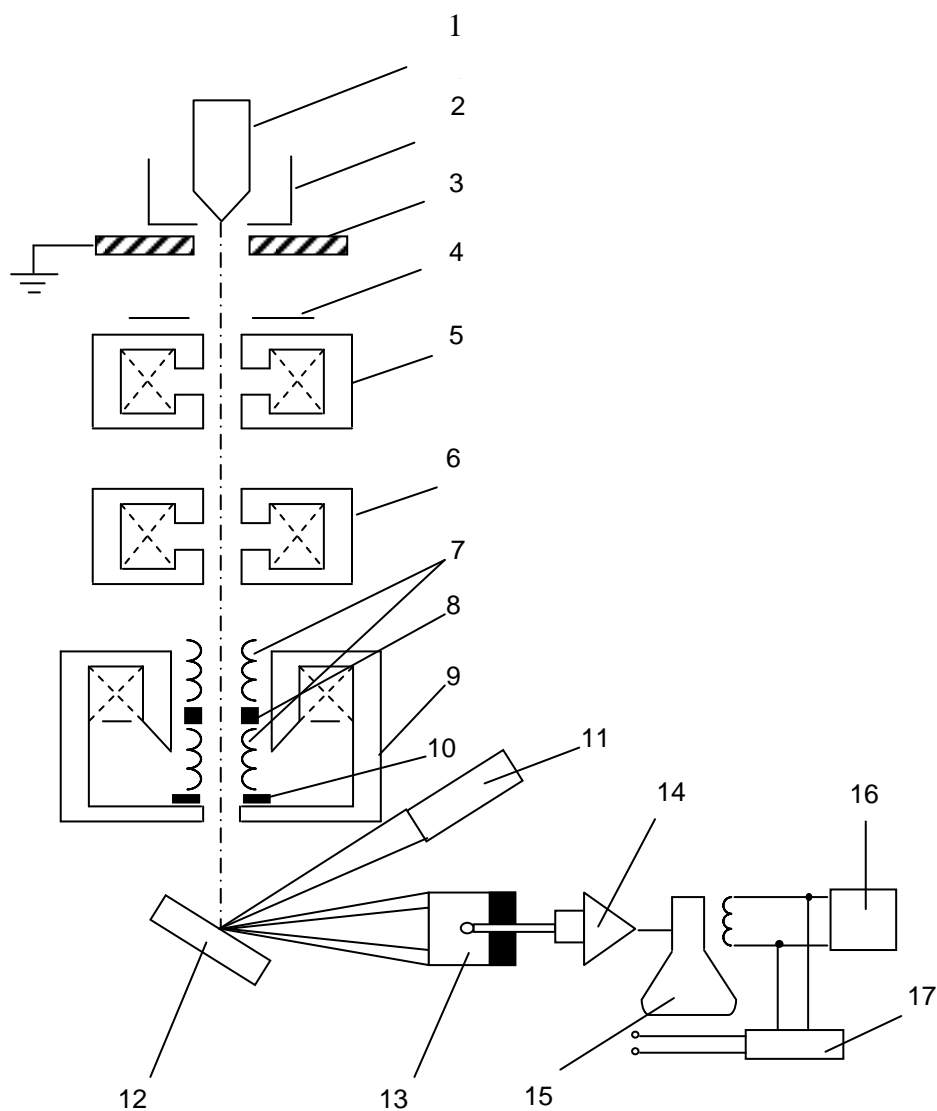


Рис. 3. Принципиальная схема растрового электронного микроскопа.

Он состоит из следующих основных узлов: электронной пушки 1...3, эмитирующей электроны; электроннооптической системы 4...10, формирующей электронный зонд и обеспечивающей его сканирование на поверхности образца 12; системы, формирующей изображение 11, 13...17. РЭМ имеет вакуумную камеру, кото-

рая служит для создания необходимого разряжения ($\sim 10^{-3}$ Па) в рабочем объеме электронной пушки и электронно-оптической системы. Составными частями микроскопа являются механические узлы (шлюзы, гониометрический стол и т.д.), обеспечивающие установку и перемещение образца.

Электронная пушка состоит из катода 1, цилиндра Венельта 2 и анода 3. Обычно в качестве катода используется вольфрамовая V-образная проволока, согнутая под углом, как это показано на рисунке. При нагреве катода прямым пропусканием тока происходит термоэмиссия электронов. Электроны ускоряются напряжением, приложенным между катодом и анодом, которое можно изменять от 1 до 50 кВ. Цилиндр Венельта имеет высокий отрицательный потенциал и служит для регулировки потока электронов. Пучок электронов от пушки проходит через три электромагнитные линзы 5, 6, 9. Фокусировка потока электронов осуществляется магнитным полем, имеющим осевую симметрию. Оно создается электромагнитной линзой, которая представляет собой соленоид. Магнитное поле возникает при пропускании электрического тока через обмотку соленоида, концентрируется с помощью так называемого полюсного наконечника и воздействует на проходящий через него поток электронов. Фокусное расстояние линзы можно плавно регулировать путем изменения силы тока в обмотке соленоида. В системе имеются две диафрагмы 4, 10, ограничивающие расходимость пучка электронов.

Несовершенства электронной оптики, как указывалось ранее, оказывают влияние на разрешающую способность микроскопа. К несовершенствам оптики относятся хроматическая, сферическая аберрации и астигматизм.

Хроматическая абберация возникает из-за различной скорости (т.е. длины волны) электронов и изменении ее по времени, что приводит к непостоянству фокусных расстояний линз. Хроматическую абберацию уменьшают путем стабилизации ускоряющего электроны напряжения и электрического тока в линзах.

Сферическая абберация возникает вследствие того, что электроны проходят на различных угловых расстояниях от оптической оси линзы и поэтому по разному фокусируются. Сферическую абберацию уменьшают наложением строгих ограничений на геометрию полюсных наконечников линз, увеличением ускоряющего напряжения и уменьшением диафрагмы. В этом случае поток формируется электронами, в меньшей степени отклоненными от оптической оси линзы.

Возникновение астигматизма связано с нарушением магнитной или геометрической симметрии линзы. Устранение асимметрии достигается обеспечением высокой геометрической точности изготовления полюсного наконечника линзы и введением специальной системы, называемой стигматором 8, который корректирует магнитное поле линзы, восстанавливая его симметрию.

Стигматор расположен в объективной линзе 9. Внутри нее также находятся две пары электромагнитных отклоняющих катушек 7, каждая из которых служит для отклонения зонда соответственно в x и y направлениях в плоскости перпендикулярной оси потока электронов. Катушки соединены с генератором 16, обеспечивающим синхронность передвижения электронного зонда по образцу и электронного луча по экрану электронно-лучевой трубки 15.

Образец 12 крепится на предметном столике, который может перемещаться в трех взаимно перпендикулярных направлениях,

допускает наклон образца до 90^0 к электронно-оптической оси и вращение вокруг оси от 0 до 360^0 . Электронный пучок, сфокусированный на поверхности образца, вызывает появление отраженных, вторичных и поглощенных электронов, которые используются для получения изображения поверхности образца. Эти сигналы улавливаются специальными детекторами. На схеме РЭМ (рис.3) представлен только один из возможного набора тип детектора 13, используемый для регистрации вторичных электронов. В детекторе поток электронов преобразуется в электрический сигнал (ток). После прохождения тока через усилитель 14 модулируется яркость экрана.

В качестве детектора вторичных электронов используется детектор Эверхарта-Торнли. Схема детектора представлена на рис. 4. Коллектор 1 имеет положительный потенциал, приблизительно +250 В, благодаря чему траектории вторичных электронов искривляются и они попадают в коллектор. На первичные и отраженные электроны, имеющие высокие значения энергии, этот потенциал существенного влияния не оказывает.

Внутри коллектора электроны ускоряются. Для этого на сцинтиллятор 3 подается высокое напряжение порядка 12 кВ. Его влияние на электронный зонд экранируется корпусом коллектора. Вследствие ускорения вторичные электроны получают достаточную энергию, чтобы вызвать световое излучение материала сцинтиллятора, которое по световоду 2 попадает на фотоумножитель 4, где преобразуется в электрический сигнал. Мощность этого сигнала и, следовательно, яркость соответствующей точки на экране при использовании вторичных электронов определяется топографическим контрастом.

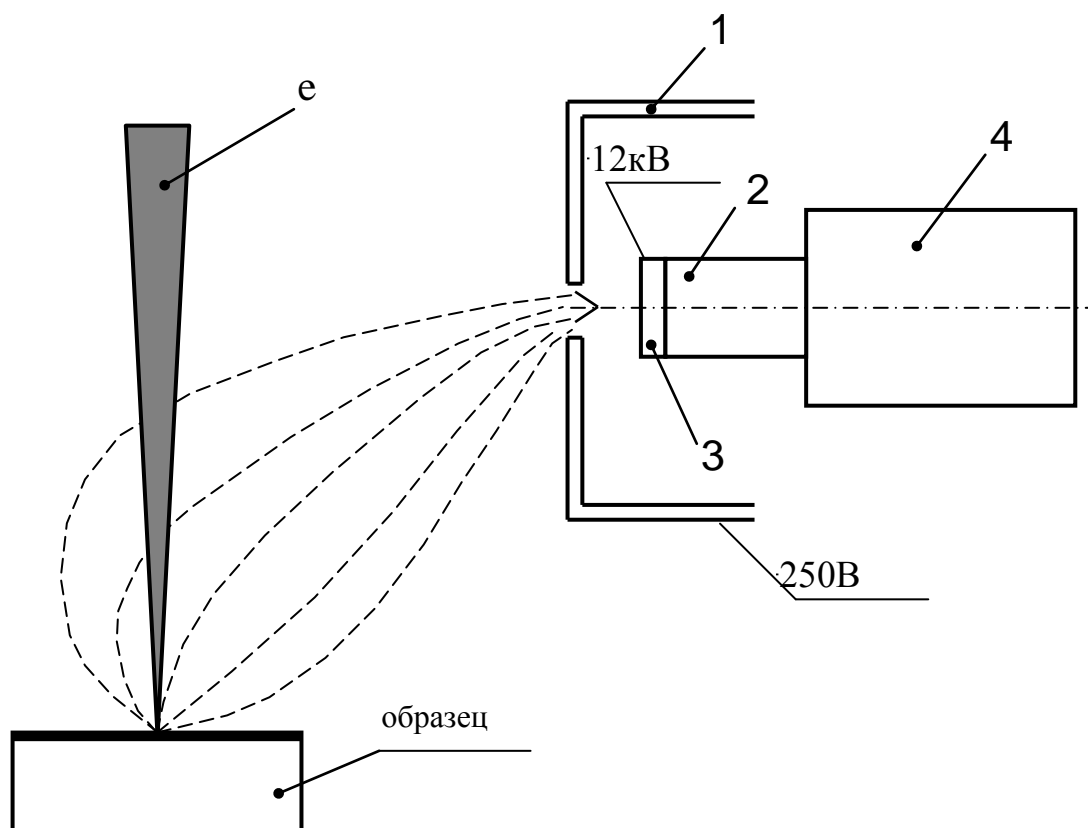


Рис. 4. Схема детектора эмитированных электронов Эверхарта-Торнли.
1 – коллектор, 2 – световод, 3 – сцинтиллятор, 4 – фотоумножитель.

Характерная особенность топографического контраста в РЭМ - повышенная яркость изображения острых вершин и выступов рельефа поверхности образца, вызывается увеличением выхода электронов с этих участков.

Большая разрешающая способность РЭМ при работе в режиме регистрации вторичных электронов служит причиной того, что именно он используется при изучении топографии поверхности (поверхность излома, протравленного шлифа и др.). При формировании изображения в режиме детектирования вторичных электронов возможно появление композиционного контраста. Однако он относительно невелик.

Для регистрации отраженных электронов могут использоваться различные типы детекторов, в том числе и детектор Эверхарта-Торнли, но с некоторым изменением. Это вызвано тем, что отраженные электроны имеют высокую энергию, движутся прямолинейно, не отклоняясь электрическим полем в отличие от вторичных электронов. Поэтому нет необходимости использовать в детекторе высокие напряжения и, следовательно, коллектор. Эффективность сбора отраженных электронов зависит от угла наклона детектора к поверхности генерации электронов и расстояния между ними.

Получение изображения в отраженных электронах вызвано тем, что эмиссия этих электронов зависит от порядкового номера химического элемента. Поэтому, например, на плоской поверхности образца участок материала с более высоким средним порядковым номером атомов отражает большее количество электронов. Он выглядит на экране более светлым относительно других участков образца. Полученный контраст называют композиционным.

Изображение в отраженных электронах позволяет определить количество фаз в материале, наблюдать микроструктуру материала без предварительного травления шлифа и др. Выявление структуры материала становится возможным, поскольку химический состав зерен в многокомпонентных системах отличается от химического состава их границ.

В том случае, когда поверхность образца имеет ярко выраженные неровности, то дополнительно к композиционному возникает топографический контраст. Для разделения композиционного и топографического контрастов применяют два детектора отраженных электронов Эверхарта-Торнли.

На рис. 5 приведен пример разделения контрастов. В случае сложения сигналов детекторов D_1 и D_2 усиливается композиционный и устраняется топографический контраст. При вычитании сигналов аннулируется композиционный и усиливается топографический контраст.

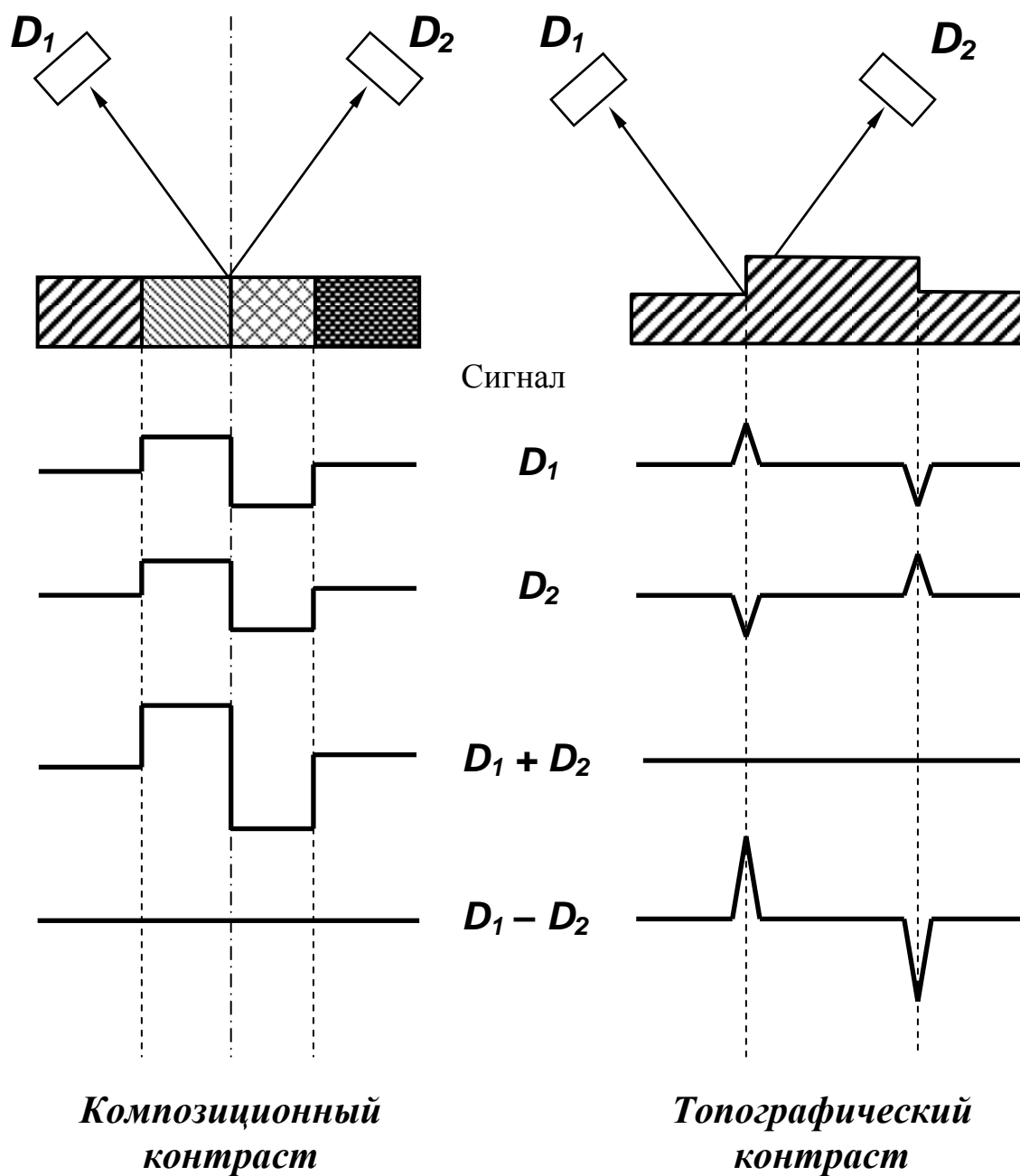


Рис. 5. Использование парного детектора (D_1 , D_2) для разделения композиционного и топографического контрастов.

При получении изображения в поглощенных электронах сигналом служит ток поглощенных электронов, который равен току первичных электронов за вычетом тока отраженных и вторичных электронов. В итоге он зависит от количества эмитированных отраженных и вторичных электронов. Соответственно в сигнале присутствуют как композиционная, так и топографическая составляющая, причем они не разделяются. При сканировании зонда по поверхности образца, имеющего химическую неоднородность и сильно выраженный рельеф, интенсивность сигнала будет меняться. Для улавливания сигнала не требуется специальный детектор. Его роль выполняет образец, в котором образуются поглощенные электроны. Поток поглощенных электронов только усиливается, а затем передается в блок изображения. Метод широко использовался в ранних конструкциях сканирующих микроскопов.

Сигналы, преобразованные детектором в электрический ток, после усиления служат для модулирования яркости точек на экране. Формирование изображения поверхности объекта на экране будет происходить следующим образом. С помощью отклоняющих катушек 7 (рис. 3) осуществляется сканирование тонко сфокусированного зонда по поверхности образца. Оно проходит по линии. Совокупность параллельных линий (растр) дает представление о площади объекта. Генератор развертки 16, соединенный с отклоняющими катушками и монитором, обеспечивает синхронность передвижения электронного зонда по образцу и электронного луча по экрану. Благодаря этому, каждая точка на образце соответствует определенной точке на экране. В свою очередь, яркость точки на экране определяется интенсивностью сигнала, поступающего от соответствующей точки образца.

Совокупность сигналов различной интенсивности создает контраст яркости (изображение) на экране трубки. Увеличение РЭМ определяется соотношением амплитуд развертки луча по экрану (L) и зонда по поверхности образца (l) и равно L/l . Так как максимальная длина развертки L на экране фиксирована, то повышение увеличения микроскопа достигается путем уменьшения l . Изменение амплитуды колебания зонда задается с помощью блока управления увеличением 17, путем изменения тока в отклоняющих катушках. Обычно рабочий диапазон изменения увеличений, обеспечивающий высокую четкость изображения поверхности, составляет 10...50000. Увеличение, превышающее максимальное полезное увеличение микроскопа, обычно используется только для его фокусирования.

1.3. ПОДГОТОВКА ОБЪЕКТОВ ДЛЯ ИССЛЕДОВАНИЙ И ОСОБЫЕ ТРЕБОВАНИЯ К НИМ

На РЭМ могут исследоваться как шлифы, так и поверхности объектов без предварительной подготовки. Изготовление шлифов к исследованию в РЭМ в общем осуществляется так же как и для светомикроскопического исследования. Однако есть и некоторые особенности. Большая глубина резкости изображения в РЭМ позволяет получать дополнительную информацию, проводя глубокое травление шлифов. В то же время при получении изображений в отраженных электронах шлифы травлению не подвергаются. Размеры образцов для РЭМ определяются габаритами камеры микроскопа. Образцы должны быть электропроводящими. Для обеспечения их хорошего электрического контакта с предметным столиком и для фиксации образцов при наклоне стола используют специальные то-

копроводящие клеи. При исследовании непроводящих ток материалов - диэлектриков на их поверхность наносится напылением тонкая пленка электропроводников - золото, графит и т.д. При работе с органическими материалами нужно учитывать, что при длительном контакте зонда с образцом возможно его термическое разрушение.

Перед испытанием образцы должны быть тщательно очищены, чтобы не образовывались газообразные продукты, затрудняющие получение требуемого вакуума при откачке микроскопа и загрязняющие его колонну. Рекомендуется проводить очистку образцов в различных растворителях с использованием ультразвука. При проведении топографических исследований нельзя допускать окисления поверхностей излома.

1.4. ТЕХНИЧЕСКИЕ ВОЗМОЖНОСТИ РАСТРОВОГО ЭЛЕКТРОННОГО МИКРОСКОПА

Возможности растрового электронного микроскопа:

1. Непосредственно исследовать большие площади поверхностей на массивных образцах и даже деталях в широком диапазоне увеличений от 10 до 50000 и выше с достаточно высоким разрешением. При этом не требуется как для ПЭМ выполнение сложных и длительных операций по изготовлению специальных объектов - реплик, прозрачных для электронного луча. Исключается возможность погрешностей вследствие деформации реплик при снятии их с объекта и под действием электронного луча.

2. На РЭМ можно исследовать общий характер структуры всей поверхности объекта при малых увеличениях и детально изучить любой интересующий исследователя участок при больших увеличениях. При этом отпадает необходимость в разработке спе-

циальных прицельных методов. Переход от малых увеличений к большим на РЭМ осуществляется быстро и просто. Возможность быстрого изменения увеличения в процессе работы микроскопа от 10 до 50000 позволяет легко устанавливать полезное увеличение. Оно определяется как

$$M_{\text{пол}} = 200 \text{ мкм}/d,$$

где d - диаметр соответствующего элемента изображения в мкм. Нужно также иметь в виду, что изображение будет точно сфокусировано, когда область зондирования пучком на образце меньше, чем размер элемента изображения.

3. РЭМ имеет большую глубину фокуса, что позволяет наблюдать объемное изображение структуры с возможностью ее количественной оценки. Создаются условия прямого изучения структуры поверхностей с сильно развитым рельефом, например, изломов.

4. РЭМ обычно снабжен микроанализаторами химического состава, что позволяет получать более полную информацию о поверхности изделия.

1.5. ОБЛАСТИ ПРИМЕНЕНИЯ РАСТРОВОГО ЭЛЕКТРОННОГО МИКРОСКОПА

РЭМ находит широкое применение для исследования различных материалов.

1. Высокая разрешающая способность РЭМ делает целесообразным его использование для металлографического исследования дисперсных элементов структуры: частиц второй фазы, ямок травления, пор, а также начальных очагов разрушения металла при коррозии, эрозии, износе и других видах внешнего воздействия. Со-

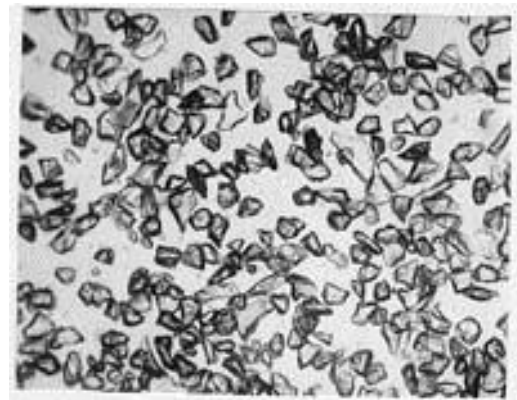
временные РЭМ снабжены программным обеспечением, позволяющим проводить автоматизированную обработку изображений, включающую оценку дисперсности среднего размера, протяженности границ, формы и других параметров структуры материалов. Варьирование увеличений в широком диапазоне и большая глубина резкости, достигаемая в микроскопе, значительно упрощают исследование поверхностей тонких объектов - торцевой поверхности тонкого листа, микронной проволоки и др.

2. На РЭМ успешно изучают порошки, в которых важно оценить морфологию частиц, их дисперсию и другие параметры, требующие получение объемной информации.

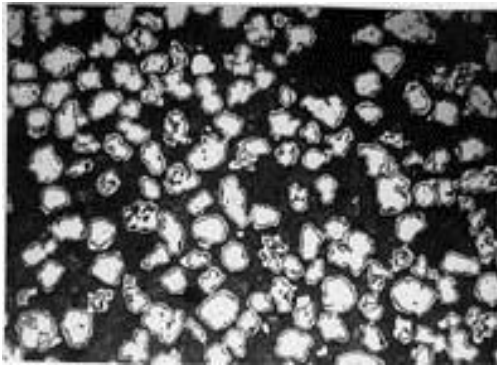
Большая глубина фокуса РЭМ позволяет отчетливо и одновременно наблюдать частицы порошка, сильно отличающиеся по размерам, например, с радиусом частиц 0,05 мкм и 1 мм. Обилие полутонов на изображениях, получаемых в РЭМ, создает впечатление объемности и часто позволяет правильно представить себе пространственную конфигурацию элементов структуры исследуемого объекта. Для более сложных случаев можно использовать метод стереопар, обеспечивающий объемное изображение. В качестве примера на рисунке приведены фотографии порошков, отличающимися химическим составом и технологией получения (рис. 6).



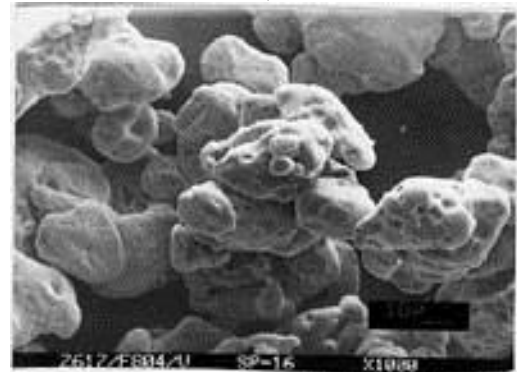
Сплав Ni-Co-Cr-Al-Y – распыление в инертной среде, x1000



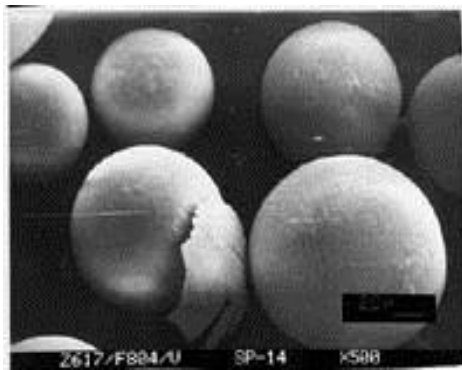
Al₂O₃ – механическое измельчение, x150



WC планкированный никелем, x200



Cr-Ni гидридный метод, x1000



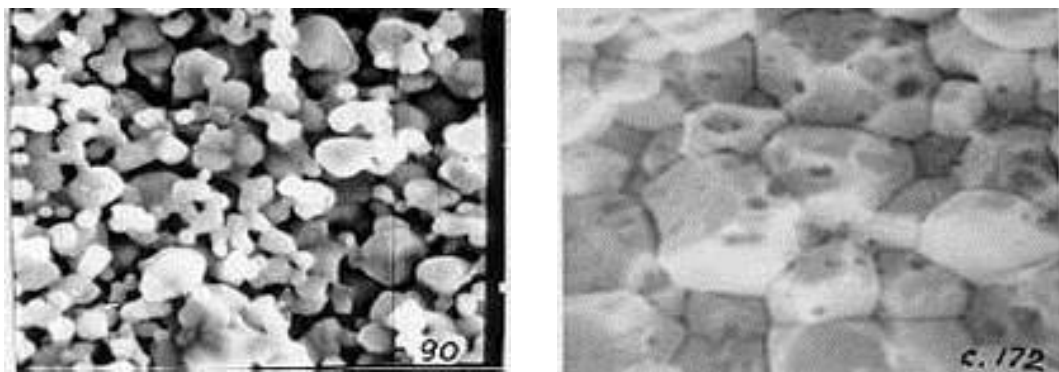
Al₂O₃ – сжигание раствора, x500



Дендрит Zn, полученный электрохимическим осаждением

Рис. 6. Фотографии порошков

В отличие от других видов микроскопов РЭМ позволяет наблюдать высокопористую структуру порошковых материалов на различных технологических стадиях получения (рис. 7).



Начальная стадия спекания,
x5000

Конечная стадия спекания,
x5000

Рис.7. Порошковые заготовки Mn-Zn феррита на различных стадиях спекания

3. Эффект композиционного контраста позволяет на РЭМ наблюдать и ранжировать по среднему атомному номеру имеющиеся в образце фазы. Метод не требует предварительного травления шлифа, что позволяет одновременно осуществлять локальный микрорентгеноспектральный анализ химического состава образца. В настоящее время практически все РЭМ имеют приставки-микроанализаторы. Используя композиционный контраст выявляют фазы, границы зерен и, исследуя их с помощью микроанализатора, устанавливают характер распределения элементов по сечению зерна, химический состав различных включений. Компьютерная система РЭМ с использованием банка данных позволяет по химическому составу идентифицировать фазы.

4. Для проведения фрактографических исследований наиболее целесообразно в сравнении с другими микроскопами использовать РЭМ.

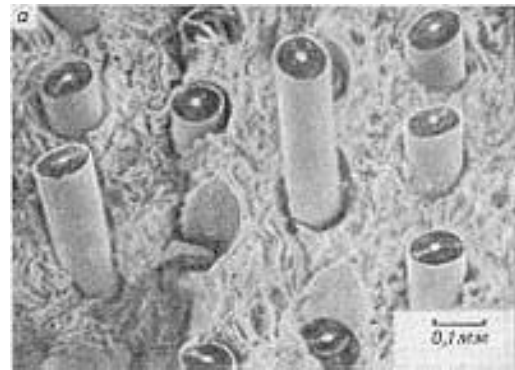
Фрактографические исследования дают информацию о строении излома. Она используется для изучения механизма разрушения материалов и выявления причин поломки деталей и конструкций при эксплуатации, а также для определения порога хладнолом-

кости материалов, связанного с переходом от вязкого к хрупкому разрушению и др.

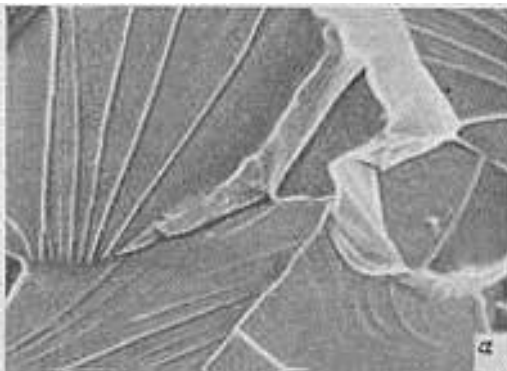
РЭМ имеет автоматический анализатор изображений. ЭВМ в системе РЭМ позволяет количественно анализировать изображение изломов методами математической статистики, корреляционного анализа и др. В качестве примера на рисунке приведены различные изломы (рис. 8).



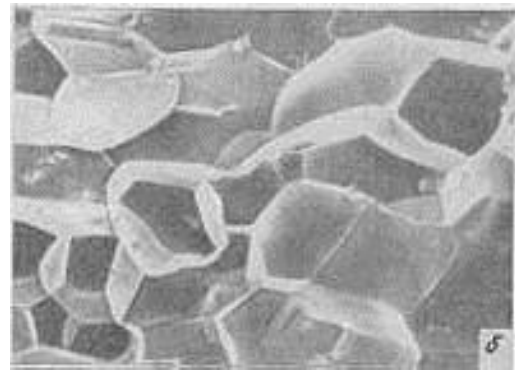
Вязкий усталостный излом



Излом композитного материала



Хрупкий внутризеренный излом,
x500



Хрупкий межзеренный излом,
x100

Рис. 8. Изображение различных типов изломов металла.

5. На РЭМ возможно получение картин каналирования электронов, дающих уникальную информацию о структуре материалов. Лежащий в основе этого метода эффект каналирования проявляется в следующем. Если первичные электроны при облучении объекта

движутся между рядами атомов (по "каналам"), то вероятность их взаимодействия с атомами мала и они проникают на большую глубину. В этом случае выход вторичных электронов снижается и на экране возникает темная линия.

Изменяя наклон зонда к поверхности образца на различные углы получают картину каналирования электронов, представляющую собой сетку темных линий, пересекающих светлое поле в различных направлениях. Сравнивая полученную картину с атласом карт, рассчитанных на ЭВМ, определяют кристаллографическую ориентацию зерен и параметры кристаллической решетки.

По картинам каналирования выявляют также дислокации, блочную структуру и степень ее разориентации. Поскольку каждое зерно имеет определенную картину каналирования, возникает зеренный контраст, который используется для выявления различных дисперсных фаз.

6. В РЭМ предусматривается установка различных приставок для получения дополнительной информации о материалах. Функционирование некоторых из них основано на использовании эффектов, представленных на рис.2.

Характеристическое рентгеновское излучение служит для оценки химического состава материала, в том числе его локальных областей. Катодолюминисценция позволяет определять включения и фазовый состав неметаллических и полупроводниковых материалов. Анализ потока прошедших через образец электронов дает представление о структуре фольг, подобно ПЭМ.

РЭМ позволяет регистрировать магнитные поля и выявлять доменную структуру.

Большие камеры для образцов в РЭМ дают возможность монтировать в них приспособления для проведения различных испыта-

ний. Большая глубина фокуса РЭМ позволяет исследовать кинетику процессов в образце под действием механических нагрузок, магнитного и электрического полей, химических реактивов, нагрева и охлаждения. В настоящее время для РЭМ может быть использовано до 60 приставок различного функционального назначения.

1.6. ПРАКТИЧЕСКАЯ ЧАСТЬ

С целью освоения и закрепления материала пособие предусматривает проведение практического занятия. Оно включает следующие разделы:

1. Творчески проработать материал учебного пособия и составить краткий конспект, отражающий следующие вопросы: название работы; принцип функционирования РЭМ; его устройство и назначение узлов; технические возможности аппаратуры; области применения; подготовка объектов для исследования и особые требования к ним.

2. Определить полезное увеличение при анализе многофазной структуры. Экспериментально проверить правильность расчета увеличения. Объяснить, каким образом изменяется увеличение в растровом электронном микроскопе.

3. Выбрать оптимальный наклон образца при наблюдении в отраженных и вторичных электронах. Объяснить, чем определяется выбор положения объекта (наклон) по отношению к пучку электронов.

4. Оценить разрешающую способность РЭМ в зависимости от ускоряющего напряжения, атомного номера вещества объекта и диаметра зонда. Объяснить действие факторов, определяющих зависимость разрешающей способности от этих параметров.

5. Изучить распределение химических элементов в образце (многокомпонентная система). Эксперимент проводится на образце с полированной поверхностью. Сравнить разрешающую способность двух изображений в отраженных электронах и в токе поглощенных электронов. Протравить поверхность образца и изучить его структуру во вторичных электронах. Сравнить контрастность и разрешающую способность изображений в отраженных и вторичных электронах.

6. Исследовать дисперсные фазы. Использовать для выявления фаз топографический, композиционный контрасты и методы каналирования. Выбрать наиболее рациональный способ получения изображения. Провести автоматизированную обработку изображений и установить распределение по размерам дисперсных выделений и особенности морфологии частиц.

7. Провести исследования изломов образцов, используя стереоскопические наблюдения при увеличениях не более 1000. Провести количественную обработку объемного изображения рельефа и построить топографическую карту поверхности объекта.

8. Составить техническое задание на проведение исследований на РЭМ самостоятельно выбранного или предоставленного преподавателем объекта. Задание должно включать разделы: описание объекта исследования (материал, технология обработки, вид и режимы термической обработки и др.); предполагаемый режим работы РЭМ (увеличение, разрешение, тип контраста и др.); обоснование выбора исследования; требования к поверхности объекта в зависимости от задач исследования (фактография, магнитная структура, распределение химических элементов и структура и др.). При невозможности выполнения практической части работы с использованием РЭМ предусматривается самопроверка усвоения ма-

териала и контроль знаний с использованием специально прилагаемых тестов.

2. РЕНТГЕНОСПЕКТРАЛЬНЫЙ МИКРОАНАЛИЗ

2.1. ФИЗИЧЕСКИЕ ОСНОВЫ РЕНТГЕНОСПЕКТРАЛЬНОГО МИКРОАНАЛИЗА

Под рентгеноспектральным микроанализом понимают определение элементного состава микрообъемов по возбуждаемому в них характеристическому рентгеновскому излучению. Рентгеноспектральный микроанализ основан на тех же принципах, что и «обычный» эмиссионный рентгеноспектральный анализ. Для анализа характеристического спектра в рентгеноспектральном микроанализаторе (РСМА) также используют два типа спектрометров (бескристальный либо с кристаллом-анализатором). Отличие РСМА в том, что возбуждение первичного излучения осуществляется в сравнительно малых объемах образца очень узким электронным зондом, подобным используемому в РЭМ. Поэтому базой для рентгеновского микроанализа служит электронно-оптическая система растрового электронного микроскопа.

При взаимодействии электронного зонда с образцом (рис. 1 и 2) одним из возможных возбуждаемых сигналов является рентгеновское излучение, которое можно разделить на тормозное и характеристическое.

Тормозное рентгеновское излучение возникает вследствие торможения первичных электронов в электрическом (кулоновском) поле атомов анализируемого материала. Кинетическая энергия первичных электронов в этом случае частично или полностью преобразуется в энергию рентгеновского излучения. Соответственно из-

лучение имеет непрерывный спектр с энергией от нуля до энергии падающего электрона и поэтому его еще называют непрерывным рентгеновским излучением. При рентгеноспектральном микроанализе тормозное излучение нежелательно, так как вносит основной вклад в увеличение уровня фона и не может быть исключено. Это вызывает необходимость оптимизации условий возбуждения излучения для получения наиболее высокого соотношения сигнал/фон и, следовательно, увеличения чувствительности прибора.

При проникновении первичных электронов в образец они тормозятся не только электрическим полем атомов, но и непосредственным столкновением с электронами атомов материала. В результате этого первичные электроны могут выбивать электроны с внутренних К-, L- или M-оболочек, оставляя атом образца в энергетически возбужденном состоянии. Образующиеся вакансии заполняются переходами электронов с более высоких энергетических уровней. Атом переходит в основное состояние, избыточная энергия выделяется в виде кванта рентгеновского излучения. Поскольку энергия возникающего кванта зависит только от энергии участвующих в процессе электронных уровней, а они являются характерными для каждого элемента, возникает характеристическое рентгеновское излучение. Так как каждый атом имеет вполне определенное конечное число уровней, между которыми возможны переходы только определенного типа, характеристическое рентгеновское излучение дает дискретный линейчатый спектр. В качестве примера фрагмент подобного спектра приведен на рис.9. Рентгеновские линии, возникающие при переходах электронов на одноименную оболочку, составляют одну спектральную серию (К-, L-, M- серии).

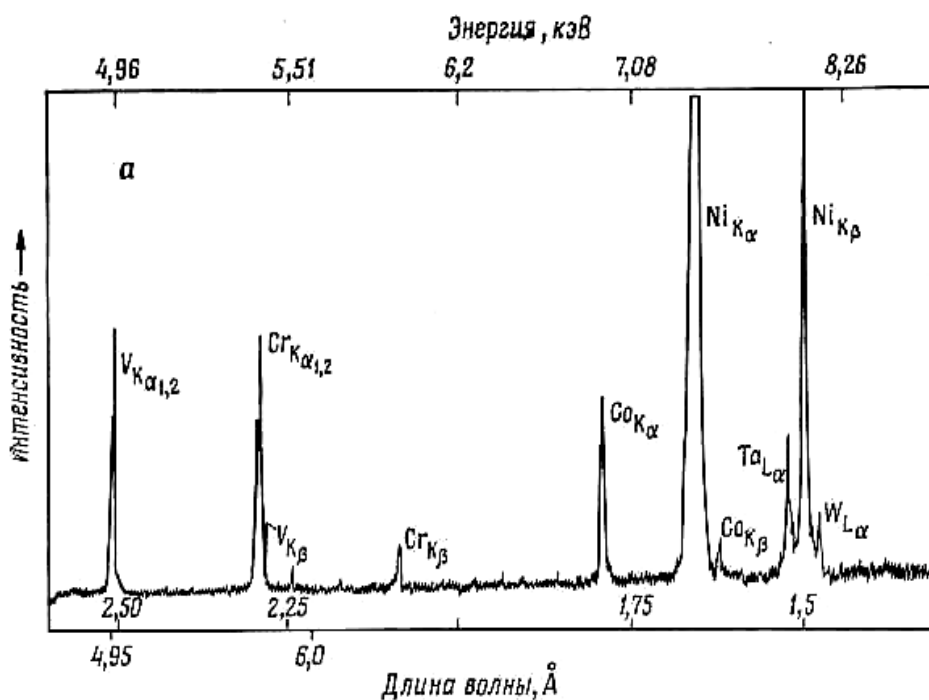


Рис. 9. Фрагмент спектра при рентгеноспектральном микроанализе.

По закону Мозли, для рентгеновских линий внутри одной серии существует прямая зависимость энергии излучения и атомного номера химического элемента:

$$E = p (Z - q)^2,$$

где E – энергия, Z – атомный номер эмитирующего атома (p и q – константы).

Если можно определить энергии или длины волн эмитированного спектра, то можно сделать выводы об элементах, содержащихся в образце. Это основа рентгеноспектрального анализа. Если по характеристическому спектру можно определить интенсивность линий участвующих элементов (как правило, α -линий) и измерить их интенсивность, то на этой основе можно выполнить количественный анализ элементов.

Количественный рентгеноспектральный анализ обычно проводится методом трех поправок (ZAF), предложенный Кастеном. В основе метода лежит измерение в одинаковых условиях интенсив-

ности рентгеновского излучения i -того элемента образца (J_i) и эталона известного состава, содержащего данный элемент ($J_{(i)}$) за вычетом величины интенсивности тормозного рентгеновского излучения – фона. Весовая концентрация C_i элемента i определяется как:

$$C_i = (ZAF)_i J_i / J_{(i)} C_{(i)},$$

где $C_{(i)}$ – весовая доля элемента в эталоне;

Z_i – поправка на разницу в среднем атомном номере между образцом и эталоном, обусловлена отражением и торможением электронов;

A_i – поправка на поглощение рентгеновского излучения в образце, определяется энергией зонда, углом выхода рентгеновского излучения и массовым коэффициентом поглощения для интересующего элемента в образце;

F_i – поправка на флюоресценцию за счет вторичного возбуждения рентгеновского излучения элемента i излучением других элементов и тормозным излучением.

Для определения величин поправок используются различные методы расчета, которые отличаются различной степенью точности, границами применимости и продолжительностью операций. Современная аппаратура обычно имеет несколько вариантов программы расчета поправок.

2.2. УСТРОЙСТВО И РАБОТА РЕНТГЕНОСПЕКТРАЛЬНОГО МИКРОАНАЛИЗАТОРА

При проведении спектрального микроанализа в систему РЭМ (рис. 3) вводится рентгеновский спектрометр 11. Спектрометры могут быть различного типа. Если спектрометр определяет интенсивность излучения J как функцию длины волны λ , то он относится к типу спектрометров волновой дисперсии, а когда представляет J как функцию энергии E , то является энергетическим дисперсионным спектрометром.

В спектрометрах волновой дисперсии (СВД) возбужденное в образце рентгеновское излучение попадает на кристалл-анализатор и «отражается» от него под разными углами θ в зависимости от длины волны λ в соответствии с законом Вульфа-Брэгга. Отраженное излучение регистрируется пропорциональным счетчиком. С помощью спектрометра можно определить элементы с порядковыми номерами от $Z = 4$ (Be) до $Z = 92$ (U). Это требует регистрации излучений с большим интервалом длин волн и, соответственно, применения легко заменяемого набора кристаллов.

Основой энергетического дисперсионного спектрометра (ЭДС) служит полупроводниковый детектор. Сигнал с детектора подается в многоканальный анализатор, который позволяет регистрировать и просматривать на экране монитора спектр, включающий пики от всех элементов, входящих в образец.

Большим преимуществом энергетических дисперсионных спектрометров является то, что энергия всех падающих квантов может быть обработана одновременно. В результате этого для снятия рентгеновского спектра требуется всего лишь несколько минут,

в то время как при работе со спектрометрами волновой дисперсии необходимо затратить на ту же операцию один или несколько часов. Недостатком ЭДС является примерно на порядок меньшее энергетическое разрешение по сравнению с СВД и возможность идентифицировать элементы начиная только с порядкового номера $Z = 11$ (Na).

2.3. ПОДГОТОВКА ОБЪЕКТОВ ДЛЯ ИССЛЕДОВАНИЙ И ОСОБЫЕ ТРЕБОВАНИЯ К НИМ

В общем случае подготовка для анализа металлических образцов не вызывает особых трудностей. Они подготавливаются как обычные металлографические шлифы с использованием шлифования и последующей полировки. Однако поверхность образцов должна быть совершенно плоской и не иметь рисок и рельефа. Наличие этих дефектов приводит к снижению точности определения концентрации элементов. По этой причине полировка должна выполняться исключительно механически с использованием алмазных паст. При подготовке шлифов нельзя использовать абразивные материалы, содержащие элементы, входящие в состав исследуемых материалов. Абразивные частицы могут внедряться в поверхность образца. Например, нельзя использовать традиционные абразивы — оксиды хрома, алюминия или карбид кремния, если в состав материала входят Cr, Al или Si.

Необходимо иметь в виду, что при заливке шлифов в сплав Вуда или другие мягкие композиции возможно их «намазывание» на поверхность образца.

Следует избегать электрополировки и химического травления, так как они могут привести к образованию рельефа и вызвать

опасность обогащения или обеднения компонентов поверхности вследствие селективного травления. Для того, чтобы отыскать требуемое место образца в рентгеноспектральном микроанализаторе, можно после полировки слабо протравить образец и отметить требуемые места отпечатками микротвердости. Затем образец нужно снова переполлировать до такой степени, когда травление исчезнет, а маркировка останется.

В том случае, когда при заливке шлифов использовалась пластмасса, она должна быть удалена с поверхности образца, так как под воздействием электронного луча она испаряется и загрязняет аппаратуру.

При анализе неэлектропроводящих объектов на поверхность шлифа напыляют электропроводящие материалы: углерод, алюминий, золото. Иногда для этих целей используют серебро. Чаще всего применяют углерод, так как он не образует оксидных пленок и дешев.

В любом случае исследуемый образец должен быть идеально чистым. Это требование относится как к растровой электронной микроскопии, так и к рентгеноспектральному микроанализу. Прежде всего, нужно устранить контакт шлифованного участка образца с пальцами. Если выявится необходимость в дополнительной очистке поверхности образца, то для этого используют специальные промывочные средства, в том числе очистка с применением ультразвука.

2.4. ТЕХНИЧЕСКИЕ ВОЗМОЖНОСТИ РЕНТГЕНСПЕКТРАЛЬНОГО МИКРОАНАЛИЗАТОРА

Рентгеноспектральным микроанализом не удастся определить в составе сплава легкие элементы с порядковым номером меньше 4. Возникают такие трудности и с выявлением элементов, когда на линии К-серии одного элемента накладываются линии L- или M-серии другого элемента.

Например, на линию K_L азота практически накладывается линия L_j титана. В этом случае прибор регистрирует суммарную интенсивность излучения, что приведёт к ошибке в определении концентрации азота в сплаве.

Важной характеристикой рентгеноспектрального микроанализа является его локальность, т.е. объем вещества, в котором возбуждается характеристическое рентгеновское излучение. Он определяется в первую очередь диаметром электронного зонда на образце и зависит от ускоряющего напряжения и химического состава материала. Диаметр зонда обычно составляет 0,1 до 0,5 мкм. Для получения надежных результатов количественного анализа рекомендуется, чтобы исследуемый объект (фаза включения) имел размеры не менее 5 мкм.

Чувствительность метода (предел обнаружения) оценивается как доля элемента в массовых процентах, которая еще может быть выявлена в данной матрице. Она зависит от отношения интенсивности сигнала к уровню фона, т.е. от выбранной для анализа серии рентгеновских линий, продолжительности измерений, величины ускоряющего напряжения и, в существенной мере, от химического состава матрицы. Наилучший вариант анализа, когда определяется содержание элемента с большим порядковым номером Z в матрице

с малым Z . В целом можно считать, что для элементов с $Z > 10$ достигается предел обнаружения на уровне 0,01% (по массе) и ниже. Для элементов с меньшим значением Z он составляет только 0,1% (по массе).

Точность количественного анализа определяется инструментальными ошибками, а также точностью внесения поправок.

Ошибка, вносимая корректировочным расчетом поправок, представляет собой систематическую ошибку, которая остается постоянной. Инструментальные ошибки, возникающие непосредственно в процессе измерений, будут определять степень воспроизводимости анализа. В частности, на ошибки влияют следующие факторы: точность установки угла θ спектрометра, соответствующего максимуму интенсивности рентгеновского излучения; стабильность работы электроники; статистика импульсов; качество подготовки шлифа; процессы диффузии и испарения при электронной бомбардировке образца; наложение линий спектра; правильность установки уровня фона.

В зависимости от задач исследования можно осуществлять анализ материала в точке, сканированием вдоль выбранной линии или по площади участка микрошлифа. Анализ распределения элементов может быть выполнен в качественном, полуколичественном и количественном виде.

Количественный анализ осуществляется в точке. Для его проведения подбираются определенные условия, обеспечивающие высокую чувствительность и точность анализа.

При качественном анализе определяется тип элементов, входящих в состав исследуемого участка образца. Если образец имеет несколько фаз (участков), химический состав которых неизвестен, то выполняется качественный анализ каждой фазы.

Качественный анализ обычно используется для определения характера распределения элементов по площади шлифа. Это реализуется путем получения рентгеновского растрового изображения, аналогично формированию изображений во вторичных электронах РЭМ. В тот момент, когда сигнал, свидетельствующий о наличии того или иного элемента, поступает на кинескоп прибора, на экране появляется светлая точка. Плотность точек является ориентировочной мерой концентрации исследуемого элемента. По этим данным можно приближенно судить о составе различных участков шлифа, в частности, о распределении элементов по границам зерен, составе вторых фаз и т.д. Следует иметь в виду, что малые количества элементов этим методом обнаружить нельзя, так как при сканировании продолжительность регистрации в каждой точке невелика, что приводит к ошибке счета. После качественного анализа часто проводят количественный анализ в отдельно выбранных точках. По полученным данным программное обеспечение позволяет определять тип фазы, исходя из ее химического состава.

Полуколичественный анализ реализуется, если требуется определить распределение элементов вдоль линий (линейный анализ). Он осуществляется сканированием поверхности образца электронным лучом в заданном направлении с одновременным получением на экране диаграммы изменения интенсивности рентгеновского излучения и, следовательно, концентрации анализируемого элемента. При использовании соответствующих эталонов можно задать масштаб концентрации, позволяющий полуколичественно оценить изменение концентрации. В современных микронзондах линейный анализ выполняется почти исключительно методом шагового сканирования, т.е. путем последовательного проведения анализа в отдельных точках. Таким образом осуществляется количе-

ственное определение концентрации элементов с заданной точностью.

2.5. ОБЛАСТИ ПРИМЕНЕНИЯ РЕНТГЕНОСПЕКТРАЛЬНОГО МИКРОАНАЛИЗАТОРА

РСМА используется для исследования распределения компонентов и примесей в сталях и сплавах. Отличительной особенностью РСМА в сравнении с другими методами химического анализа, например, такими как спектральный эмиссионный анализ, лазерный спектральный анализ, является его высокая локальность. В этой связи применение РСМА оказалось весьма эффективным, а иногда и единственным способом при решении следующих задач:

- качественного и количественного анализа химического состава для идентификации различных фаз и включений;
- анализа распределения элементов с целью изучения дендритной ликвации, микросегрегаций и т.п.;
- определения толщины различных покрытий на изделиях, а также исследования диффузионных процессов, например, при химико-термической обработке, спекании порошковых материалов и т.д.

В общем случае РСМА может быть использован для анализа металлов, стекол, керамики, различных композиционных материалов, а также широкого класса органических и биологических образцов.

2.6. ПРАКТИЧЕСКАЯ ЧАСТЬ

1. Демонстрационный показ работы волновых дифракционного и энергетического детекторов при определении химического

состава фаз с использованием количественного, полуколичественного и качественного методов.

2. Демонстрационный показ возможностей аппаратуры при исследовании диффузионных покрытий.

3. Составить краткий конспект, отражающий: принцип функционирования РСМА; типы детекторов и их технические возможности; области использования микрорентгеноспектрального анализа; подготовку объектов для исследования и особые требования к ним.

4. Составить техническое задание на проведение микрорентгеноспектрального анализа самостоятельно выбранного или представленного преподавателем объекта. Разработчик (учащийся) в задании должен указать:

- в каком виде будут представлены образцы для исследований;
- с учетом возможностей детекторов и данных предварительного исследования микроструктуры образца на оптическом микроскопе указать какие элементы структуры должны быть изучены;
 - химический состав материала, если он известен;
 - элементы, которые следует определить и с какой точностью;
- можно ли ограничиться качественным анализом или необходим количественный анализ;
- некоторые свойства материала, требующие специальной методики исследования, такие как электропроводимость, состояние намагниченности, термостойкость;
- нужно ли проводить маркировку исследуемого участка образца.

В случае отсутствия возможности непосредственного использования детекторов РСМА, практическая часть работы ограничивается выполнением пунктов 3, 4, а также проведением самоконтроля усвоения материала и контроля знаний с помощью специально прилагаемых тестов.

ЛИТЕРАТУРА

1. Metallovedenie i termicheskaya obrabotka stali: Spravochnik./ Pod red. M.P. Bernshтейна, A.G. Rakhshadta. M.: Metallurgiya, 1991, kn.1.1. 305 s.
2. Izbrannye metody issledovaniya v metallovedenii: Per. s nem. /Pod red. G.Ye. Xungera. M.: Metallurgiya, 1985. 408 s.
3. Mikroanaliz i rastrovaya elektronная mikroskopiya / Pod red. Moris F., Meni L., Tiksyе R. M.: Metallurgiya, 1985. 392 s.
4. S.S. Gorelik, Yu.A. Skaikov, L.N. Rastorguev. Rentgenograficheskiy i elektronno-opticheskiy analiz. M.: MISiC, 1994. 330 s.

ОГЛАВЛЕНИЕ

Введение.....	4
1. Растровая электронная микроскопия.....	5
1.1. Физические основы растровой электронной микроскопии	5
1.2. Устройство и работа растрового электронного микроскопа	12
1.3. Подготовка объектов для исследований и особые требования к ним .	20
1.4. Технические возможности растрового электронного микроскопа	21
1.5. Области применения растрового электронного микроскопа.....	22
1.6. Практическая часть	28
2. Рентгеноспектральный микроанализ	30
2.1. Физические основы рентгеноспектрального микроанализа	30
2.2. Устройство и работа рентгеноспектрального микроанализатора	34
2.3. Подготовка объектов для исследований и особые требования к ним .	35
2.4. Технические возможности рентгеноспектрального микроанализатора	37
2.5. Области применения рентгеноспектрального микроанализатора	40
2.6. Практическая часть	40
Литература	43
Оглавление	44