**ЗЕРТХАНАЛЫҚ ЖҰМЫС №7-8**

 **Электронды микроскопия әдісі**

*Электронды микроскопия* астарында қатты денелер микроқұрылысын(атомды-молекулярлы деңгейге дейін) *электронды микроскоптар* көмегімен зерттеу әдістер жиынтығы жатыр, олардың локальді құрамы мен бетте немесе электрлік және магнитті өрістегi («микроөpic») денелердің микрокөлеміндегі локализденуі түсіндіреді.

**Электронды микроскоппен жұмыс істеудің негізгі**

**принциптepi**

Оптикалық микроскоптың максималды мүмкін бөлгіштігі көрінетін диапазонның жарық толқынының ұзындық ретіне ие, яғни жуық шамамен 0,5 мкм болады. Электрон толқындарының ұзындығы

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| ** | *h* |  |  |
|  |  |



 2*meV*

теңдеуге сәйкес әлдеқайда қысқа болуы мүмкін. Электронды микроскоп бөлу шегін жарықтың толқын ұзындығынан атомдық өлшемдерге дейін, дәлірек айтсақ, шамасы 0,15 нм-ге жуық болып келетін жазықтықаралық қашықтыққа дейін кеңейтті. Электромагниттік және электростатикалық линза көмегімен электрон шоғырларының тоғыстаудың бipінші әрекеті XX ғасырдың 20-шы жылдарында жасалды. Алғашқы электронды микроскопты Берлинде 30-шы жылдардың басында Э. Руска жасап шығарды. Оның микроскобы жарықтандырғыш микроскоп болды және ол ұнтақтарды, жұқа пленкаларды, кесінділерді зерттеуге арналды. Шағылысу электронды микроскоп 40-шы жылдары пайда болды. Содан кейін осы бөлімінің микроталдау бөлігінде қосыла жазылған растрлы (сканирлеуші) электронды микроскоптың пайда болуы алдыңғы микроскоп түрлерін ығыстырып тастады. Еуропада, кейінірек Жапония мен АҚШ-та жасалған ең алғашқы жарықтандырғыш электронды микроскоп субмикронды бөлінуге ие болды.

Екі типті микроскоптағы жасалу кескіндері әдістерінің негізгi айырмашылықтарын анықтайық. *Жарықтандырғыш электронды микроскоп* (ЖЭМ) оптикалық микроскоптың жарық өтуіне көбінесе ұқсас, бipaқ оның конструкциясы оптикалық микроскоп конструкциясына кepi болып келеді. Электрондар көздері (энергиясы 100-400 кэВ) жарық көзімен алмастырылады және микроскоп колоннасының жоғары жағында, ал сол уақытта тіркеу жүйесі төменгі жағында орналастырады (1-сурет) (оптикалық микроскопта - керісінше). Электрондар көзі ретінде токтың тығыздығы 5·104 А/м2 болатын электрон шоғырларын беретін қыздырылған вольфрам жіпшелері алынады. Катод ретінде қыздырылған лантан гексаборидін (LaB6) қолдану ток тығыздығын 106 А/м2-ге дейін жоғарылатуға, ал электрондардың өрістік эмиссиясы кезінде ток тығыздығы 1010 А/м2-ге дейін жетуі мүмкін. Жоғары энергетикалық электрондар шоғырлары линза тогын реттеу есебінде (оптикалық микроскоп сияқты олардың орналасуын реттемейді) электромагниттік *конденсорлық линза* жүйесімен тоғысталады.

Үстелше бұйым үлгіні eкi жазықтыққа ауытқуына және *z* оci бойымен орын ауыстыруына мүмкіндік беретін күрделі конструкцияны береді ЖЭМ-дағы шоғырдың тоғысталуы үлгінің *z* осі бойының өзгерісімен емес (объективтің линзаға дейінгі қашықтығын өзгерту үшін), *электромагниттік линзаның* *тогының реттелуімен* өзгереді.



1-сурет. Жарықтандырғыш электронды микроскоп (сол жағында) және жарықтандырғыш оптикалық микроскоптың (оң жағында) мүмкін сызбасы

Сонымен қатар *кескінді құру жүйесінде* электромагниттік линзаларды да қолданады. Кескін әдетте *флуоресцентті экранда* құрылады. Экранның меншікті тогының типтік мәні 10-11-10-10 А/м2 тең, ал максималды жоғарылатсақ, одан да төмен болады. Кескінді тіркеу үшін әдетте фотопленкалар қолданылады, бipaқ соңғы кездері *цифрлі ЗБҚ-камерасы* оны қолданыстан ығыстырып барады. Зарядты байланысы бар құрылғыға (ЗБК) сәулеленудің қатты денелі жартылай өткізгіш қабылдағыштар класы жатады. Стандартты ЗБК - ол күрделі радиоэлектронды микросызба, олардың беттік кабатында пиксель деп аталатын жарықтың кіші (көлденең қимасы 10 мкм-ден аз емес) тікбұрышты детекторы жиынтығындағы екі өлшемді матрицаны беретін үлкен емес терезешелер болады (70 мм2 болатын ауданға жуық шамамен 450 000 пиксель орналастырылады). Әpбip пиксель электрондар, яғни ішкі фотоэффект арқылы зарядтар жиналатын конденсатор сияқты жұмыс істейді. Әpбip пиксель экспонирлеу кезінде біртіндеп оған түскен фотондардың санына пропорционал электрондармен толтырылады. Электродтағы тактілі кернеу импульсінің сәйкес жүйелігі кезінде пиксельдердің зарядты пакеттерін кұрылғының көршілес элементтерімен тасымалдауға болады, сондықтан кұрылғыны зарядпен тасымалдау немесе зарядты байланысты деген атауға ие болған.

Экспонирлеуден кейін (зерттелетін жарық көзінен жарықтанған) сигналдарды өңдеудің электрондық сызбасы кристалл матрицасы ішінде күрделі электр тогын береді. Токтың пайда болуы аналогтық өлшеуіш баған тұрған жерден матрица шетіне қарай электрондар жиналған пиксель бағанын жылжыта бастайды.

 Баған зарядтары тіпті перпендикуляр бағытта жылжиды да, осы зарядтарға пропорционал микротоқты тудыра отырып, өлшеуіш элементке келіп түседі. Ары қарай микротоктың осы импульстері аналогты-цифрлы түрлендіргіш (АЦТ) көмегімен ЭЕМ жұмысы үшін жарамды цифрлі кодқа түрленеді. Сондықтан компьютер жиналған заряд мәндерін әpбip уақыт мезеттеріндегі әpбip матрицадағы олардың жолдары мен бағандарының нөміріне сәйкес тіркеп отырады.

Сонымен, ЗБҚ интенсивтіліктері мен олардың өте әлсіз жарықтанған жазықтықтағы кескінінің таралуын өлшеуге қолайлы болып табылады. ЗБҚ-ны қолданудың фотопленкалыға қарағандағы негізгi үш артықшылығын айтып өтейік. Біріншіci, алынған кескінді компьютерлік өңдеу жеңіл жүргізіледі. Екіншіден, пиксельде жиналған электрондар санының фотоэмульсиядан айырмашылығы өткен фотондар санына нақты пропорционал болады. Үшіншіден, сезімталдығы жоғары фотоэмульсия үшін қиын орындалатын бip пиксельдің өлшемi 10 мкм болғанда бip миллиметрдегі 100 сызық бөлінуіне эквивалентті болуы ЗБҚ қолдану толығымен қолайлы екенін көрсетеді.

Электрондардың ауада бос жүру ұзындығы аз, сондықтан микроскоп колоннасы вакуумды жағдайда болады. Шоғыр әсерінен үлгінің *ластануы* *(«күйіп кетуі»)* (оның бетінде көміртекті қабаттың пайда болуы)жұмысуақыты сияқты шекті жетуге болатын айыру қабілеттілігін де шектейтін

маңызды мәселе болып табылады. Әдетте вакуум peтi 10-4 Па болуы шарт, алайда ең жоғарғы ұлғаю дәрежесіне жету үшін 10-5 Па вакуум болуы қажет.

*Растрлы электронды микроскопта* (РЭМ)жоғары энергетикалықэлектрондар көзі мен конденсор жүйесі бар, бipaқ үлгі бетіндегі электронды шоғырларды сканирлеуге мүмкіндік беретін қосымша электромагнитті бағыттаушы линзаны да қосуға болады (92-сурет). Растрлы электронды

микроскопта бағыттаушы линза жарықтандырғыш электронды микроскоптағы аналогтық объектив функциясын орындайды, сондықтан ол микроскоптың ақырғы бөлінуін анықтайды. Алайда РЭМ-да бағыттаушы линза үлгі үстінде орналастырылады және оның сигналдарды жинауға ешқандай қатысы болмайды. Біріншілік электрондардың үлгімен өзара әрекеттесуінен пайда болған екіншілік электрондарды беретін серпімді шашыраған электрондар сигналы РЭМ-да кескінді құруда шамалы ғана рөл атқарады. Біріншілік электрондардың энергиясы ЖЭМ-ға қарағанда РЭМ-да едәуір төмен. Әдетте оны кейде 200 эВ-қа дейін төмендеткенімен де, ол 5-30 кэВ-қа тең.

РЭМ-да кескінді үлгінің беттік қабатындағы электрон шоғырларын сканирлеу арқылы алады. Сигналды жинайды, күшейтеді және өңдейді, содан кейін барып монитор экранына бейнелейді (2-сурет). Бұл видеокамераның жұмысы сияқты. Тоғысталған кескінді электрон шоғырларымен cкaниpлeйдi, модульденген сигнал беріледі, жазылады, ақырында телеэкранға бейнеленеді.



***2-сурет.*** Растрлы электронды микроскопта жоғары энергетикалық электрондардыңжіңішке шоғырлары үлгі бетіне тоғысталады, содан кейін бет бойынша телеэкрандағы

сияқты сканирлейді.

Шоғыр мен үлгі арасындағы әсерлесу нәтижесінде алынған сигнал жинақталады, күшейтіледі және мониторда көрсетіледі.

Сканирлеуші электронды микроскоп қуаты электрон шоғырларының үлгі беттік қабатымен әрекеттесуінен пайда болған сигналдардың кең диапазонының болуымен түсіндіріледі. Оларға атомның ішкі қабатынан электрондарды бөліп шығару нәтижесінде пайда болған *сипаттауыш*

*рентгендік сәулелерін;* валенттік электрондардың қоздырылуыменбайланысты көрінетін жарық диапазонындағы *катодты-люминесценциясын;* үлгінің *иницирленген электр тогын* және *cерпімді-шағылысқан* *электрондарды* жатқызуға болады.Кескінді алу үшін көбінесе біріншілікшоғырлармен үлгіден бөліп шығарған төменгі энергетикалы *екіншілік* *электрондар* сигналы қолданылады.Екіншілік электрондарды көп мөлшердебірiншілік электрон шоғырларын шекті локализденген облыстан бөліп шығаруға болады. Оларды жинау мен күшейту жеңіл, содан кейін бipіншілік шоғыр диаметрімен ғана шектелген бөлінуінен кескінді құруға болады.

*Жарықтандырғыш* және *растрлы* электронды микроскоптардыңжұмыс icтey принциптеріндегі негізгі айырмашылықтар мәліметтерді жинау әдістері мен кескіннің формалануына байланысты. ЖЭМ-да оптикалық микроскоптағы сияқты барлық зерттелетін облыстағы ақпаратты үздіксіз жинап отырады, ал ұлғайтылған кескін линза көмегімен тоғысталады. Басқаша ұайтқанда, кескіннің әpбip нүктесіндегі ақпараттар бip мезгілде жиналады. Біріншілік шоғырдың қозғалысы бойынша әpбip нүкте үшін ақпарат РЭМ-қа *тізбекті түрде* жиналады. Онда *әpбip* *нүктеден* статистикалық маңызды сигналды алу үшін уақыт қажет болады. *Сканирлеу* *жылдамдығы* әpбipнүкте үшін статистикалық мәнді сигналды кепілдеу үшінөте үлкен болмау керек, ал кескінді формалау уақыты сканирлеу жылдамдығы және нүкте сандарымен шектеледі. Қорыта келгенде, айырмашылығы бүкіл облыста бip уақытта формаланатын *оптикалық кескін* айырмашылығымен және нүктеден нүктеге *жүйелі* жасалған *растрлы кескін* айырмашылығымен ерекшеленеді.

**Электрондарды тоғыстау және линза аберрациясы**

Магнит өрісіндегі электрондардың сипаттамалары мен олардың материалмен өзара әсерлесуін анықтайтын физикалық принциптер туралы ең жалпылама көрінісін қарастырайық. Көрінетін диапазондағы жарық сәулесін тоғыстауға қарағанда электрондардың тоғысталуы маңызды мәселе тудырады.

Электронды шоғырдың тоғыстау мүмкіндігі бөлшектің де, толқынның да қасиеттеріне ие электрондардың дуалистикалық табиғатына негізделген. Осы дуализм типтік атомаралық қашықтықтан жуық шамамен 100 ретке кіші, оның энергиясы 100 кэВ болғанда 0,00370 нм-ге тең электронның толқын ұзындығы үшін дe-Бройль (10.2) формуласымен өрнектеледі. Сканирлеуші электронды микроскоп үшін үдетілген кернеу 10 кВ болғанда толқын ұзындығы 0,012 нм, яғни бұл да атомаралық қашықтықтан әлдеқайда кіші болып келеді.

Электр өрісінің белгілі геометриясын жасауға байланысты электрондар бip нүктеге (тоғыс) жиналуы мүмкін. Электрон шоғырларының облысында электронға анод және бағыттаушы тор жасайтын үдетілген электр өpici әсер етеді. Келесі тоғыстау жұмсақ темірден жасалған магнитпен жабдықталған

электромагнитті линзамен жүзеге асады. Электромагнитті линзаның тоғысты қашықтығы ондағы ток шамасымен басқарылады.

Электрон магнит өрісінде магнит өрісінің вектор жазықтығына және электрон қозғалысының бағытына перпендикуляр бағытта ауытқиды. Электрон біртекті магнит өрісінде шиыршық (спираль) бойымен қозғалады. Электронның бастапқы бағыт жылдамдығына тәуелсіз бірқатар нүктеде сәуле көзімен сәулеленген электрондар шиыршық бойымен қозғалысынан кейін де бір нүктеге жиналатыны көрсетілген. Алайда электромагнитті линза арқылы электрондардың тоғысталуымен алынған кескін шыны оптикалық линза көмегімен алынған жарықтық кескіннен біршама ерекшеленеді.

Біріншіден, бұл кескін салыстырмалы түрде электромагнитті линза осімен айналады. Бұдан шығатыны әртүрлі ұлғайтулар кезіндегі бір объектінің екі кескіні өзара айналуға ие. Бұл айналуларды белгілі бір жолдардан өткеннен кейінгі электрондардың кері бағытындағы магнит өрісінің бағытын өзгерту арқылы қалпына келтіруге болады. Тіпті қалпына келтіруші линзаны қолданғанның өзінде жарық сипаттамаларынан күшті ерекшеленетін электрондар қозғалысы жазық болмайды.

Екіншіден, оптикалық микроскопта сыну көрсеткіші жарықтың сынуына алып келетін шыны линзаның шегінде күрт өзгереді, бірақ линза маңында сыну коэффициенті тұрақты болып қалады. Электромагнитті линзада электрондарға күш үздіксіз әсер етеді, мұнда магнит өрісі электрондар қозғалысымен үздіксіз өзгеріп отырады. Соңында, электрондар шиыршыққа жақын траектория бойынша жылжиды және де магнит өрісіндегі жалпы электрондардың жүру ұзындығы жарық сәулесінің жүру ұзындығына қарағанда үлкен.

Электрондар мен жарықтың тоғысталу принциптері сондайлық әртүрлі, оптикалық микроскоп жұмыстарын талдау кезінде қолданылатын геометриялық оптика электронды микроскопта кескіннің түрленуін жазу үшін тіпті нөлдік жуықтау ретінде қолдануға да жарамайды. Сондай-ақ электромагниттік линза үшін тоғыстың арақашықтығын, ұлғайту дәрежесін және объектінің салыстырмалы орнын және оптикалық линза үшін шығарылған кескінді байланыстыратын линза формуласы жұмыс істемейді, сонымен бірге бұл формула линза енімен салыстырғанда объекті мен кескіннің арасындағы арақашықтық аз болған кезде шығарылады деп болжанады. «Қалың» линзалардың аса күрделі жуықтауларын қолдану қажет болатын, қуатты оптикалық линзаларға жұқа линзалардың жуықтаулары қолданылмайды. Электронды микроскопта барлық линзалар «қалың» болып табылады.

Алайда айыру қабілеті мен айқындық тереңдігі сияқты мұндай маңызды екі параметрді өрескел бағалау үшін жарық микроскопына арналған формуланы қолдануға болады. Электрондар энергиясы 100 кэВ болғанда (толқын ұзындығы 0,0037 нм-ге тең) электронды микроскоптың шекті бөлінуі 0,2 нм ретіне ие болып келеді. Жарықтандырғыш микроскопта екі пленканың беті тоғысталады, оның қалыңдығы (яғни, объект үшін айқындық тереңдігі) 20-200 нм-ден асып кетпеу керек. Онда кескін жазықтығындағы айқындық тереңдігі 10000 үлкейтілу кезінде метрлік ретке ие болады. Сондықтан флуоресцентті экранға кескінді тоғыстау және оны электронды микроскопта фотопленкаға түсіру ешқандай мәселе тудырмайды.

Электронды оптика жұмысын шоғырдың тарау бұрышының аз мәніне (1°-тан көп емес) дейін көңіл аудара отырып, анығырақ толықтай қарастырайық. Тіркелген электрондардың тарау бұрышы үшін микроскоптың айыру қабілетін үдетуші кернеуді жоғарылату арқылы жақсартуға болатыны анықталды. Алайда олардың өсу шегі әдетте көптеген материалдардың *радиационды ақау алуына* себеп болатын300-400кВ-пен шектеледі.Мұндайкернеуде арасындағы қашықтық 0,15-0,2 нм болатын екі нүкте жеңіл бөлінеді (олар линза аберрациясымен шектеледі).

Электрондардың параллель шоғыры сәуле мен линзаның оптикалық осінің арасындағы кашықтыққа тәуелді орналасқан бірқатар нүктелердегі электромагнитті линзалармен тоғысталады, бірақ оптикалық остен алыс орналасқан электрондар линзаға жақын тоғысталады. Мұндай құбылыс *сфералық аберрация* деп аталады.Нәтижесінде шоғыр фокалдыжазықтықтағы шеңбер түрінде жиналады, ал шеңбер радиусы айыру қабілеттілігінің шегін анықтайды. Оптималды диафрагмалаумен айыру қабілетін нашарлататын объективтің сфералық аберрациясын төмендетуге мүмкіндік береді. Электронды оптикада аберрацияны коррекциялаудың эффективті әдісі әлі табылған жоқ. Сондықтан электронды микроскоптағы аз абберацияға ие электромагнитті линзалар толығымен электростатикалық линзаларға ауыстырылды.

Тоғыстауды төмендетудің тағы басқа түрі - линзалардың хроматты аберрациясы. Ол магнит өрісінде жылдам электрондар баяу электрондарға қарағанда әлсіз ауытқитынына негізделген. Сондықтан жоғары энергетикалық электрондар үлкен тоғысты қашықтыққа ие және параллель шоғыр фокалды жазықтықта дақ түрінде жиналады. Дақтың радиусы электрондардың энергиясының айрықша шашыратылуымен анықталады. Алайда электронды шоғыр үдетуші кернеуі және электромагнитті линза тогы тұрақты болса, онда хроматты аберрация ешқандай мәселе тудырмайды.

Тоғыстаудың тағы бір маңызды ақауы - линзаның *астигматизмі,* электрооптикалық жүйенің остік асимметриясы. Объектив линзаларын микроскоп осінен белгілі бір қашықтықта орналастыру, өлшемдерінің, орналасуының өзгерісіне сезімталдылығы, диэлектрлік қасиеттерінің жоғарылығы мен үлгінің ластануы, сол сияқты объектив апертуралар, яғни олар құрылғының жұмысын анықтайтын критикалық факторлар таңдастыру мен ориентациялауда аса маңызды мәнге ие болып табылады. Астигматизм тоғысты қашықтықтың бағытқа салыстырмалы түрде алынған оптикалық оске тәуелділігін көрсетеді. Электромагнитті линза стигматизмінің оптикалық линзадан айырмашылығы олардың асимметриясынан қашуға болмайды, бірақ оның мәнін төмендетуге болады. Астигматизм магнит өрісі оптикалық ось пен негізгі шарғының магнит өрісіне перпендикуляр болғанда қосымша түзетуші шарғының таңдап алынған тогы азайтылады.

**Жарықтандырғыш және растрлы микроскоптарды салыстыру**

Айтылып өткендей, ЖЭМ объективі біріншілік кескінді жасайды, ал басқа линзалар оны ұлғайтады. РЭМ-да кескін нүктелерден құралады, олардың әрбіреуі тоғысталған электрон шоғырларының объектімен өзара әсерлесуі кезінде пайда болатын сигналмен байланыстырылады.

ЖЭМ-ның айқындық тереңдігі объективтің апертурасы мен құрылғының айыру қабілеттілігімен шектеледі. Сонымен, линза апературасы аз болғандықтан, ЖЭМ-ның айқындық тереңдігі үлгі жазықтығында оның айыру қабілетін кем дегенде жүз ретке жоғарылатады.

РЭМ-да электрондар шоғыры ЖЭМ-да объективті линза әсеріне аналогты әсер ететін линза көмегімен тоғысталады. Алайда серпімді емес электрондардың шашырауы үлгімен және статистикалық мәнді сигнал алу қажеттілігі шоғыр диаметрімен шектеледі, сондықтан микроскоптың бөлінуі біркелкі нанометрмен өлшенеді. Нәтижесінде бағыттаушы линзаның бұрыштық апертурасы радианы 10-2-10-3 ретке ие болғанда ЖЭМ-ның айқындық тереңдігі микрометрлік ретке ие. Бұл оптикалық микроскоптың айқындық тереңдігінен едәуір мөлшерде жоғары. Сонымен бірге оның айыру қабілеті де жоғары.

Өткен жарықтың оптикалық микроскопы және ЖЭМ жіңішке үлгінің екі өлшемді кескінін береді. Керісінше, РЭМ-да кескін үлгінің беттік қабатындағы үшөлшемді топографиямен сипатталады. Кескін онда «нүктеден нүкте» бойынша құрылса да, кескіннің жазықтығындағы айқындық терендігі туралы сауал тудырмайды, солай болғандықтан, жалпы алғанда тоғысталған оптикалық мағынадағы кескін болмайды.

ЖЭМ-да үлгіні объективтің артқы фокалды жазықтығына жақын орналастырады және әдетте ол линзаның магнит өрісі облысында ғана болады. Сондықтан электрон шоғырының серпімді емес шашырауына қалыңдықтың шектеулігінен, сонымен қатар үлгінің көлденең өлшемінің де шектеулігінен басқа үлгі үшін орын аса шектеулі болып табылады. Үлгінің диаметрі әдетте 3 мм аспайды, сонымен қатар оның тек қана орталық облысын (ортасын) зерттейді.

Керісінше РЭМ-да үлгі бағыттаушы линзаның астында орналастырылады және ол магнит өрісінің шегінде болады. Ұзын тоғысты бағыттаушы линзаның, тіпті линза мен үлгінің арасындағы қашықтық 50 мм-ден артық болса да, айыру қабілеті өте жоғары болып табылады. Сондықтан сканирлеуші микроскоп үлгінің көлденең өлшеміне ешқандай шектеу қоймайды. Әдетте үлгінің көлденең өлшемі оптикалық микроскоптағы сияқты 20-30 мм болады, бірақ сонымен қатар одан да ірі үлгілерді де зерттеуге болады. Кейбір микроскоптарда үлгінің көлденең өлшемдері 10 см-ден көп болуы мүмкін.

Жарықтандырғыш электронды микроскоп сияқты растрлы электронды микроскоптағы вакуумге қойылатын талаптардың қажеттілігі келесілермен

анықталады: (а) қалдық газдармен электрон шоғырларының шашырауын болдырмау; (б) электрон шоғырларының жылулық және химиялық тұрақтылығын қамтамасыз ету; (в) электрон шоғырымен үлгінің бұзылуын («оның күюін») болдырмау.

Бірінші жағдай қатаңдау болып табылады, себебі 10-3 Па вакуум қалдық газ электрондарды шашыратпау үшін толықтай жеткілікті. Ал екінші жағдай одан да қатаңдау, мұнда осы көрсетілген қысымда қыздырылған вольфрамды жіпше тез күйіп кетеді. Соңғы кездері электрондар көзі ретінде көбінесе электрондардың шығуына көп жұмыс қажет етпейтін лантан гексабориді кристалын және эмиссионды өріс көздері қолданылады. Екі электрон көздері электрондар энергиясының аз шашылуы нәтижесінде, бірақ едәуір жоғары вакуумды талап ететін (LаВ6 үшін ≈10-5 Па және эмиссионды-өріс шоғыры үшін 10-8 Па), микроскоптың хроматтық аберрациясын төмендетуге мүмкіндік беретін, салыстырмалы түрде алғанда төменгі температурада жұмыс істейді.

Алайда вакуум дәрежесін анықтайтын маңызды жағдайға әдетте үшіншісі жатады. Дегенмен үлгі, ережеге сай, газбен адсорбцияланған беттің электрон шоғырларымен өзара әсерлесуі нәтижесінде «күйеді». Беттегі электрон шоғырларының әсерінен көмірсутектер аморфты көміртек қабатын түзе отырып, полимерленеді және пиролизденеді. Қабатпен шоғырдың ұзақ уақыт бойында әсерлесуінен кейін кескін қарая бастайды. Осы шоғырдың кері әсері компоненттің ластануымен немесе үлгіні алдын ала плазмалық ластандырылуымен конденсирленетін үлгінің криогенді салқындатылуымен төмендетіледі.

Қорыта келгенде, электронды микроскоп электрон көзінің кернеуінің (монохроматты шоғыр алу үшін) және электромагниттік линзаның (тоғыстауды сақтау үшін) жоғары тұрақтылығын талап етеді. Бұл талаптар тек осы көрсетілген себептерден ғана шықпайды. Атап айтқанда, растрлы электронды микроскоп сканирлеу жүйесінің тұрақсыздығына себеп болған бөгеттерге сезімтал. Бұл бөгеттер *х және у* сканирлеу координаталары бойынша әртүрлі ұлғайтылатындықтан, *х* пен *у* бағытындағы кескіннің *жылжуы мен бұрмалануынан,* сол сияқты дрейфтегі кескіннен тұрады.Мұндай бұрмаланулар «нүктеден нүктеге» кескінді құру әдісінің тура салдары болып табылады. Ток өткізбейтін материалдардағы беттік электр зарядтарының пайда болуына тұрақсыздық негізгі себеп болатынына көңіл аудару қажет. Оны үлгіні электр өткізгіш металл пленкасымен қаптау арқылы, сол сияқты үдетуші кернеу мен шоғыр тогын төмендету арқылы жоюға болады.

**Жарықтандырғыш электронды микроскопия**

Алдында айтылып кеткендей, үлгі қалыңдығы ЖЭМ үшін 100 нм-ден аспау керек. Сондықтан үлгіні дайындау критикалық мәнге ие және жарықтандырғыш электронды микроскоптың негізгі жұмыс сатыларының бірін береді. Блокты материалдардан жіңішке (жұқа) үлгілер алу үшін диаметрі 3 мм және қалыңдығы бірнеше жүз мкм етіп массивті детальдан қиып алынған диск қолданылады. Бұл диск металды фольгадан, сынғыш керамикадан кесіліп немесе блокты үлгіден жонылып алынады, бірақ барлық жағдайда микрошытынаудың минимумына дейін төмендетілуі тиіс және үлгінің *тегіс* бетін сақтау қажет. Дискінің қалыңдығын азайту үшін тегістейді және жылтыратады. Тегістеудің оптималды әдісін таңдау материалдың *қатаңдығымен* (серпімділік модулімен), *қаттылығымен* және *иілгіштігімен* анықталады. Үлгінің қалыңдығын азайтуда үш механикалық әдісті пайдаланады. Олар: (а) қатты төсемдер мен үлгіні жапсыруға арналған кристалды балауызды қолдана отырып, жалпақ дисктің бір немесе екі жағынан да қайрайды; үлгінің қалыңдығы 100 мкм-ден аз болса, онда субмикронды өлшемді тегістегіш алмаз бөлшегі қолданылады; (б) қалыңдығы 100 мкм дейін төмендеткеннен кейін үлгі төсемге бекітіледі және дискімен орталық облысы (ортасы) қайралады, себебі тегістегіш бөлшектер айналып тұрады және үлгі мен диск жанасып тұрған облыстағы материалды біртіндеп жонып отырады; (в) бірқатар жағдайларда ортасы терендетілетін үлгінің орнына сына тәрізді формалы үлгіні алу қажет болады; үлгіні өңдеу үшін қатты төсемге бекітеді, себебі сынаның бұрышы 10° аспау қажет.

Механикалық өңдеу кезінде, ережеге сай, пластикалық жылжу немесе микрошытынау типті беттің беттік қабатында ақаулар пайда болады. Өткізгіш металл үшін үлгінің қалыңдығын электроөңдеуші ерітіндімен химиялық немесе электрохимиялық еріту арқылы азайтуға болады, әдетте үлгіні салқындату үшін ол ағын түрінде берілуі қажет. Процесс дискіде көзге көрінетіндей бірінші саңылау пайда болғанда тоқтатылады. Үлгіні шаю мен кептіруден кейін оны микроскопқа орналастыруға болады. Орталық саңылау маңайындағы облыс мөлдір, түссіз болуы керек (әдетте олардың қалыңдығы 50-200 нм).

Үлгіні дайындаудың аяқталу сатысы көбінесе ионды ластану болып табылады. Беттен ластанған атомдарды инертті газ (аргон) ион шоғырларымен шығарады. Беттік қабаттағы микроақауларды азайту үшін енгізу тереңдігі аса жоғары болмаған кездегі ион энергияларды бірнеше кэВ-пен шектеледі және иондар материалды бұзбай бетінде диффундирленеді. Иондардың түсу бұрышы әдетте 15° кіші, шоғыр энергиясы 5 кэВ болғанда ластану жылдамдығы сағатына 50 мкм аспайды. Сол себепті үлгіні ионды өңдеу алдында оларды қалыңдығы 20-50 мкм болатындай механикалық немесе электрохимиялық жолмен өңдеу қажет. Үлгіні ионды соққылау кезінде біркелкі өңдеуді жүргізу үшін айналдырады, себебі ластану жылдамдығының жоғарылауында өңдеудің бастапқы сатысы бір мезетте екі жағынан да 18° бұрышпен орындалады. Осыдан кейін шоғыр бұрышы (сонымен бірге процесс жылдамдығы) төмендейді. Өндеудің соңғы сатысында шоғырдың түсу минималды бұрышы әдетте 2-6° тең. Ережеге сай, өндеуді үлгі бетінде бірінші саңылау пайда болған кезде аяқтайды.

Электрон шоғырлары электр зарядын тудырады, сондықтан микроскоптың жұмыс істеу процесінде үлгі зарядталуы мүмкін. Егер үлгі

заряды өте үлкен болса (көптеген жағдайда олай емес, өйткені қалдық беттік өткізгіштігін көбінде заряд мәнімен шектейді), онда үлгіні электрөткізгіш бетпен қаптайды. Ол үшін ең жақсы материал ретінде тозаңдандырып қондырудан кейін аморфты құрылыс беретін және атомдық нөмірі кіші болып келетін көміртек алынады. Мұндай қаптау екі түйіскен көміртекті стержень арқылы электр тогын өткізу арқылы жасалады. Екінші әдіс инертті газ иондарымен көміртекті материалдарды тозаңдандыру арқылы жүргізіледі. Тозаңдандырылған көміртек атомдары үлгінің беттік қабатына отырып қалады. Кейде жұқа қапталу (5-10 нм) кескінде әлсіз ғана байқалады.

ЖЭМ-да беттің морфологиясын зерттеу үшін жұқа үлгілерді дайындау орнына кейде үлгінің репликасын (таңбасын) жасау арқылы зерттеу қолайлы болып келеді. Егер бет растрлы электронды микроскоп көмегімен зерттелсе бұл талап етілмейді. Алайда мұндай жағдайда репликаны дайындау үшін, мысалы, үлгінің бетіндегі белгілі бір фазаны анықтауды іздестіру сияқты бірқатар себептер болуы мүмкін. Стандартты әдіс пластикалық полимер көмегімен *негативті* реплика алудан тұрады. Репликаны эпоксидті смола немесе ерітіндінің булануы алдында зерттелетін бетке қыса ұсталған ерітіндімен жұмсартылған полимерлі пленка көмегімен алады. Полимерлі репликаның салқындатылуынан кейін оны зерттелетін үлгіден ажыратып алады және кескіннің айқындылығын арттыру үшін ауыр металмен (әдетте алтын мен палладий құймасы) қаптайды. Металды тозаңдандыру кезіндегі оның тамшысының өлшемі минималды, ал электрондардың шашырауы максималды болатындай етіп таңдалады. Металдың тамшысының өлшемі 3 нм болуы керек.

Полимерлі репликаға металмен көлеңкелегеннен кейін қалыңдығы 100-200 нм болатын көміртекті пленкамен тозаңдандырады, содан кейін полимерді ерітеді.

Шынайы беттен полимермен бөліп алынған көміртекті пленка бөлшектермен, сол сияқты оны көлеңкелейтін металды қабатпен (шынайы бетті топографиясын кескіндейтін) осыдан кейін шайылады, мыс торға салынады және микроскопқа енгізіледі. Бірқатар жағдайда үлгіге тікелей тозаңдандырудан алынған көміртекті пленка бөлшекке жақсы адгезияланады, содан кейін бастапқы металдың ластануынан кейін оның беттік қабатында бөлшектерінің таралуы бойынша көміртекті реплика түзіледі.

ЖЭМ-дағы кескін айқындығы, негізінен электрондардың серпімді шашырауымен анықталады және үш факторға тәуелді болады. Ол - үлгінің *массалық қалыңдығы, дифракциясы* және дифракцияланған шоғырдыңинтерференциясына себепші *фазалық айқындығы.* Егер үлгі аморфты болса, онда шашырау кездейсоқ болып табылады, шоғырдың шашырау интенсивтілігі үлгінің қалыңдығы мен тығыздығына тәуелді болып келеді, және кескіннің айқындығы *массалық қалыңдығының* өзгерісімен анықталады. Егер диафрагманы үлгі артына орналастырсақ, шашыраған электрондардың көбі жоғалады және кескін шашырауға *ұшырамаған* электрондармен жасалады.

Кристалда электрондар Брэгг-Вульф заңына сәйкес шашырайды және дифракцияланған сәулелер белгілі бір бұрышпен бағытталады. Диафрагманы қолдану жүйеге немесе біріншілік шоғырды (онда кескін *жарьқ өрісте* болады) немесе *қараңғы өрісте* кескінді формалайтын дифракцияланған сәулелердің бірін енгізуге мүмкіндік береді. Екі жағдайда да айқындылық сигнал интенсивтілігіне тәуелді болып табылатын құрылыс ақауларымен анықталады. Кескінді жасаудың осы әдісін *дифракциялық айқындылық* әдісі деп атайды.

Микроскоптың айыру қабілеті жоғары болғанда диафрагма ашылып көрсетілуі және бірнеше дифракциялайтын сәуле өткізуі мүмкін, өйткені біріншілік шоғыр жүйеден өтпеуі мүмкін. Өткен шоғырлар шоғырларға перпендикуляр жазықтықтағы кристалдардың периодтылығын кескіндейтін *фазалы-айқындық* кескінді интерференциялауы және жасауы мүмкін.Биологиялық үлгілердің кескін айқындығы олардың массасы мен қалыңдығына себепкер болады. Кескіннің айқындығын жоғарылату үшін объектіні ауыр металдармен бояйды. Массалық айқындық екі фазалы шыны типтерінің кристалды емес материалдары кескінімен анықталады, сол сияқты реплика кескіні көлеңкелейтін металл массасы мен бөлінген бөлшектердің болуымен анықталады.

Жоғарыда келтірілгендей, дифрактограмманы (электронограмма) зерттеу кристалды тордың ақауларын байқауға мүмкіндік береді. Егер микроскоп жеткілікті айыру қабілеттілігіне ие болса, периодты торды фазалық айқындық әдісімен зерттеуге болады. Фазалардың шектеріндегі тордың периодтылығының өзгеруін модельдеудің көмегімен талдауға болады.

Дифрактограмманы дифракцияның кинематикалық теориясын қолдана отырып, сапалы талдауға болады. Осы жуықтаудағы дифракцияланған шоғыр амплитудасы екі мүшенің қосындысына тәуелді болады. Біріншісі, нақты брэггты мәнінен шашырау бұрышының ауытқуын берсе, екіншісі, ақау маңында атомдардың жылжуын есепке алады. Осы факторлардың әсері амплитудалы-фазалы диаграммалармен жасалады. Оларды сол сияқты ақау қатталуының, екілік шекарасының, шеткі және бұрандалы дислокациясының, сол сияқты ақаулардың көп емес кластерлерінің дифрактограмма айқындығына әсерін сапалық түрде жазу үшін пайдаланады. Дифракцияның динамикалық теориясы шоғырды жұтуын ескере отырып, дифрактограмманы сандық түрде ғана емес, сапалық түрде де интерпретациялауға мүмкіндік береді. Алайда ол микроскопта жұмыс істеуде және дифрактограмманы интерпретациялауда көп тәжірибе талап етеді.

Электромагнитті линза өрісінде когерентті дифракцияланған шоғырлар әртүрлі оптикалық жолдарға ие. Осы жол ЖЭМ-ның айқындылығының берілу функциясымен жазылады. Тордың периодты дифрактограммасының кескін жазықтығындағы тордың тікелей проекциясын интерпретациялауға болмайды. Тоғысталуына дейінгі кескіннің аздығына қарамастан (Шерцер тоғысы деп аталады) фазалар өзгерісінің линзалармен байланысты компенсациясы жүзеге асады. Сондықтан жіңішке үлгінің кескіні шын

мәнінде кристалдық тордың тура проекциясына сәйкес келуі мүмкін. Дифрактограмма негізінде тордың құрылысын моделдеу атомаралық қашықтықтың үлесін арттыратын тор параметрін дәлдікпен анықтауға мүмкіндік береді.

**Растрлы электронды микроскопия**

Сканирлеуші электронды микроскоп (РЭМ) біз көзімізбен көре алатындай максималды жақын кескінді береді. Бұл микроскоптың *айқындық* *тереңдігінің* оның көлденең бағытындағы *бөлінуінен* біршама үлкен болуыадам көзінің кескінді бейнелеуіне сипатты болуына байланысты көрінеді. Егер оптикалық немесе жарықтандырғыш электронды микроскоптағы кескіндер «жазықтық» болып табылса, онда растрлы электронды микроскопта көтеріңкі жерлері мен төмен жерлердегі жарық және көлеңке ойығына ұқсас кескіндер береді (3-сурет). Толық «оптикалық иллюзиясын» жасау үшін тек екі деталь жетіспейді. Біріншіден, тереңдікті сезіне алмайды (көп айырмашылығы жоқ біршама нүктелерден екі кескінді тіркеу арқылы және стерескопиялық кескінді жасау үшін алуға болады). Екіншіден, жарық болмайды (кейде оларды кескін айқындылығын жоғарылату үшін немесе әртүрлі уақыт мезеттерінде алынған кескіндерді салыстыру үшін қолдануға болады).



***3-сурет.*** Екіншілік электрондар көмегімен алынған пластикалық материалдардың беттікбұзылуының кескіні

РЭМ кескінінің жоғары сапасы мен жоғары айқындық тереңдігі, яғни оптикалық ось бойынша едәуір жылжуы кезіндегі детальдарына дейін байқау мүмкіндігі сканирлеуші микроскоптың ғылым мен техниканың барлық облыстарында тез таралуына әкелді. Әдетте осы әдістермен ғана массивті қатты денелер бетіндегі олардың химиялық құрамы мен әртүрлі морфологиялық түзілулері, кристалдық торлары және т.с.с. тікелей байланыстыруға болады. Бұл бірқатар қазіргі заманғы нанотехнологияның міндеттерін шешуде, сонымен қатар құрылысы ішкі облыстармен емес,

негізінен, сыртқы беттік қабатымен анықталатын өте ұсақ бөлшектердің субмикронды өлшемдерін зерттеуде ерекше маңызды.

Зондтаушы электрон шоғырының объектімен өзара әсерлесуі кезінде бірнеше сәулелену түрлері пайда болады (4-сурет) - екіншілік және шағылысқан электрондар; объект арқылы өткен электрондар (егер ол жіңішке болса); рентгенді сәулелену (тежеуішті және ); жарықты сәулелену және т.с.с. Осы сәулеленулердің қайсы болмасын пайда болған сәулелену электр сигналын беретін, содан кейін күшейтіліп, олардың шоғырларын түрлендіре отырып, электронды-сәуле түтікшесіне берілетін сәйкесінше детекторға барып тіркеледі. Электронды-сәуле түтікшесінде шоғырлардың жазбасы РЭМ-да электронды зонды жазбасымен синхронды жүргізіледі және экранда объекті кескінінің ұлғайтылуы байқалады (ұлғайтылу экрандағы кадр биіктігінің объектінің сканирленген бет еніне қатынасына тең болады). Фото экраннан тікелей түсіріліп алынады (ЗБҚ-матрицасының кескіні қолданған жағдайда компьютер жадына тікелей жазылады). РЭМ-ның негізгі ерекшелігі әртүрлі детекторлардың сигналын қолдана отырып, кескінді байқау және салыстыру мүмкіндіктеріне себепкер болатын құрылғының жоғары ақпараттылығы болып табылады. Мұнда кескінді (рентгенді сәулеленуді, шағылысқан және екіншілік электрондарды қолданатын кескінді) жасаудың үш негізгі әдістері қысқарта отырып талқыланады.



1 - біріншілік электрон шоғыры; 2 - екіншілік электрон детекторы; 3 - рентген сәулелену детекторы; 4 - шағылысқан электрондар детекторы; 5 - жарық сәулесінің детекторы; 6 - өткен электрондар детекторы; 7 - объектіге енгізілген электрлік потенциалын өлшейтін құрал; 8 - объект арқылы өткен электрон токтарын тіркейтін құрал; 9 - объектіде жұтылған электрон токтарын тіркейтін құрал.

*4-сурет.* РЭМ-де алынған информациялардың объектіде тіркелу сызбасы

Растрлы электронды микроскопта шоғыр диаметрі 2 нм-ге дейін төмендетілуі мүмкін. Өкінішке орай, осыған сәйкес оның тогын аса төмендетуге тура келеді. Сәйкесінше, сигналды күшейту үшін кейде шоғыр диаметрін 1 мкм-ге дейін жоғарылатылады. Мұндай тәсіл, көлденең

жанасуының рентгенді қоздырылуы аз, ал бөлінуі статикалық есептеу жағдайлары мен материалдағы нысанада электрондардың бос жүру ұзындығы лимиттенетін рентгенді сигналдарды тіркеу үшін пайдаланылады. Сигнал электронды-сәулелі түтікшені түрлендіреді және экранда объекті беттік қабаты бойынша сол немесе басқа химиялық элементтердің таралу көрінісі пайда болады. РЭМ-да электрондардың бос жүру тереңдігіне сәйкес (10.2 бөлімді мұқият қараңыз) реті 1 мкм өлшемді материал көлемі үшін локальді рентгендік сандық талдау жүргізіледі. Бірқатар себептерге байланысты ең жақсы рентгенді элементті карталарды реті 100x100 мкм2

өлшемді облыстарда алынады.

Бірқатар электрондар ***π/2*** бұрышынан жоғары таралады және олар материалдан бөлініп шығуы мүмкін. *Шағылысқан электрондар* үлесі материалдың атомдық нөміріне тәуелді, ал шоғыр энергиясына тәуелді болмайды. Электрондар қалыңдығы бос жүру ұзындығына жуық шамамен тең беттік қабатта кері шағылысады. Осы облыстың радиусы сол сияқты электрондардың толық ену тереңдігі аз болғанда бос жүру ұзындығына жақын болады. Шағылысқан электрондардың орташа энергиясы біріншілік шоғырлардың энергиясынан кіші, бірақ мәндері сол ретке ие болады. Электрондар бағыттаушы линза полюсі маңында орналасқан бірнеше сегменттерден тұратын сақиналы детекторлармен қабылданады. Оларды тіркеу эффективтілігі жоғары, бірақ шағылысқан электрондар сандары біріншілік шоғырдағы электрондардың санының аз үлесін ғана құрайды.

Шағылысқан электрондармен жасалған кескін беттің тек рельефін ғана емес үлгінің тығыздығын бейнелейді. Мұнда рентгендік сигналдарға қарағанда айыру қабілеттілігі бір ретке жоғары, бірақ екіншілік электрондар жағдайында төмен болып табылады. Шағылысқан электрондар қолдану кезінде құрылғының айыру қабілеттілігі мен олардың бос жүру ұзындығы арасындағы тікелей байланыстың болуы әдетте үдетілген кернеуі 10-20 кВ болғанда 10-20 нм-де жақсы шешім алуға мүмкіндік бермейді. Шағылысқан электрондардағы кескіндер тығыздығы бойынша ерекшеленетін фазалардың таралуы туралы ақпарат алуға мүмкіндік береді және бұл кескін екіншілік электрондармен жасалған кескіндерге қарағанда әлдеқайда айқын болып келеді.

Әдетте РЭМ-дағы кескін жоғары энергиялы біріншілік электрондармен үлгі бетінен бөліп шығарылған *екіншілік электрондардан* жасалады. Бір біріншілік электронмен бөліп шығарылған екіншілік электрондар саны әрқашан бірден жоғары болып келеді және ол бірнеше жүздікке дейін жетуі мүмкін. Екіншілік электрондар энергиясы 10-50 эВ тең, бірақ 200 эВ құрауы да мүмкін. Осы себептен екіншілік электрондар бағыттаушы торда жеңіл ауытқиды (бағытын өзгертеді) және ол өте жоғары эффективтілік дәрежесімен жиналады (100% жақын). Екіншілік электрондардың төмен кинетикалық энергиясы олардың бос жүру ұзындығымен қатаң шектеледі, яғни, егер беттік қабатына қашықтығы өте жақын 1-2 нм болған жағдайда, онда олар үлгіні тастап кетуі мүмкін. Сондықтан екіншілік электрондардың сигналын қолдану кезінде микроскоптың айыру қабілеттілігі шоғырдағы

электрондардың таралуымен емес, тек біріншілік шоғыр диаметрімен ғана анықталады және сигнал өте интенсивті болып келеді.

Екіншілік электрондар эмиссиясы төрт фактормен анықталады: (а) беттің құрылысына, құрамына тәуелді, сол сияқты адсорбцияланған атомдар мен ластаушы пленкалардың болуына байланысты *жұмыс шығымымен;* (б) екіншілік электрондар саны әрқашан біріншілік шоғыр тогына тура пропорционал болатын *шоғыр интенсивтілігімен;* (в) электрондардың бос жүру ұзындығы салыстырмалы түрде аз болғанда, әсіресе, шоғыр жоғары емес энергиялы болғандағы *үлгі тығыздығымен;* (г) шығыңқы жерлердегі екіншілік электрондар шығымы жоғары, ал тереңдіктегі төмен (олардың үлгіге қайта оралуы) болған кездегі *бет релъефімен* анықталады.

Сол сияқты екіншілік электрондар үдетілген электр өрісіне түседі, тіпті олар «зонаның тікелей көріну» облысынан сырт шығарылған болса да, анодқа жетеді. Сондықтан жоғары айыру қабілеті мен жақсы айқындық алуға мүмкіндік беретін тегіс емес беттерді зерттеу үшін екіншілік электрондарды қолдану қолайлы жақсы түрі болып табылады. Кескін айқындылығын жоғарылату үшін үдетуші кернеуді төмендетуге болады, бірақ бұдан шешілуі де төмендейді. Қазіргі заманғы электрондардың эмиссиялық-өрісті көздері бар РЭМ шоғыр энергиясы 200 эВ болғанда нанометрлік бөлінуге ие, ол аса айқын кескін алуға мүмкіндік береді. Үлгі шоғыр энергиясы оншалықты төмен болмаған кезде өткізгіш пленканы қаптамайды. Бұл жағдайда кескіннің айқындылығы тек қана материал қасиетіне байланысты болып келеді және ол енгізілген қабатпен бүркелмейді.

РЭМ үшін үлгіні дайындау қарапайым. Үлгіге қойылатын негізгі талаптардың маңыздысы бетте электростатикалық зарядтар болмауы керек. Беттік зарядтардың өзгерісі екіншілік электрондардың шығуын өзгертеді, айыру қабілетін төмендетеді және кескінді бұрмалайды. Сондықтан өткізбейтін үлгі бетінде электр өткізгіштік пен кескіннің айқындығын арттыру үшін әдетте ауыр металл немесе көміртекті тозаңдандыра отырып қаптайды. Тозаңдандырылған металл (алтын немесе палладий құймасы) жеке иондар ағынын береді және ұсақ тамшылары 5 нм ғана болатындай етіп қаптайды. Бұл металдар кескіннің айқындылығын елеулі жақсартады және айыру қабілетіне тек өте жоғары ұлғайту дәрежесінде ғана әсер етеді. Алайда олар химиялық микроталдауда қиындықтар тудырады және микроскоптың айыру қабілеті максималды болса да, химиялық микроталдауға жарамайды. Көміртекті жабу (қапталған көміртек) микроскоптың шешу шегінен төмен аса ұсақ бөлшектерден (жуық шамамен 2 нм) тұрады. Көміртегінің кемшілігі, ол кескіннің айқындылығын арттырмайтындығы болып табылады. Үлгідегі электростатикалық зарядтар мәселесін шешудің ең ыңғайлы жолы үдетілген кернеуді төмендетуден тұрады.

Келесі талап вакуум жағдайында және электрон шоғыры әсер еткенде үлгілердің тұрақты болуы. Оларда үлгіде ластаушы пленканың пайда болуына алып келетін және электрооптикалық жүйелер мен микроскоп қабырғасына тұрып қалатын май сияқты органикалық зат қалдықтары болмауы шарт. Сонымен қатар шоғыр кейбір материалдарға зақым

келтіретінін және олардың ластануына әкелетінін есте сақтау қажет. Әдетте үлгінің бетінен бос бөлшектерді сәйкес келетін еріткіш көмегімен бөліп алады, содан кейін оны жылы ауамен кептіреді және көміртекпен тозаңдандырады. Бұл процесс, әсіресе, РЭМ шешу шегінде төмен үдетілген кернеуді қолдану кезінде маңызды болып табылады. Кернеуі 1 кВ төмен болғанда барлық екіншілік электрондар үлгінің беттік қабатымен жіберіледі. Мұндай жағдайда екіншілік электрондардың жалғыз көзі беттік көміртектік ластану болып табылады. Сонымен қатар, айқындық үлгі бетінің топологиясы сияқты тығыздығының да өзгеруіне байланысты екенін ескерген жөн.

Тағы да бір талап шоғырға байланысты үлгіні бұруға ыңғайлы болу үшін үлгі камерада бос (еркін) орналасуы керек. Шындығында, РЭМ-ның айқындық тереңдігі бірегей және мұны бір облыста екі кескінді тіркей отырып, стереокескін жасау үшін қолдануға болады. Үлгіні бұра және екі кескінді тіркей отырып, тереңдігі білінетіндей стереокескін алуға болады. Тереңдік әсерін беретін бинокулярмен алынған үлгінің бұрылу бұрышы ±12° тең. Растрлы электронды микроскоп нәтижесінде үшөлшемді кескін алынады. Одан басқа, қандай да бір кескіннің ерекшеліктеріндегі іргелі ауысуларын нақты өлшеу оптикалық өс бойымен жылжуын анықтауға мүмкіндік береді, яғни «тереңдігі» бойынша материал құрылысының сандық мәліметтерін алуға болады.

Қорыта келгенде, ЖЭМ мен РЭМ-нің әрқайсысы ғылыми зерттеулер жүргізуде қолданыс тапқан өз облыстары бар екендігін атап өткен жөн. Алайда бір үлгіні екі электронды микроскоп түрін қолдана отырып зерттеу қойылған міндетті жеңіл шешеді. Мысалы, поликристалды материалдарды зерттеу кезінде олардың бетінің жалпы рельефін, кеуектілігін, түйін өлшемін, ұсақ екіншілік фазалардың болуын және түйін шегіндегі олардың құрамын анықтау талап етіледі. Түйіннің өлшемі мен кеуектілігін растрлы электронды микроскоп көмегімен анықтау қолайлы. Алайда РЭМ көмегімен ұсақ екіншілік кристалдық немесе шыны тәрізді бөлшектерді табу мүмкін емес. Осы мақсатқа жарықтандырғыш электронды микроскопты қолдану қажет.

Сондықтан мөлдір объектінің бойымен өтетін электрондардың энергиясы бойынша таралуын табуға мүмкіндік беретін, сонымен қатар бір уақытта олардың құрылыстық сипаттамалары мен беттік кескінді ұлғайта алатын электронды микроскоптардың кластары жасалды. Мұндай құрылғыларды жарықтандырғыш растрлы электронды микроскоп (ЖРЭМ) деп атады. Олардың жалпы сызбасы 5-суретте көрсетілген.

Бұл құрылғыларда кіші диаметрлі (0,2-0,3 нм) шоғырлардың жеткілікті үлкен тогын қамтамасыз ететін автоэмиссионды шоғыр қолданылады. Электрон шоғырларының диаметрі екі магнитті линзаны азайтады. Объектінің төменгі жағында орталық және сақиналы детекторлар орналасқан. Біріншісіне шашырамаған электрондар түседі, сәйкес сигналдарды түрлендіргеннен және күшейткеннен кейін электронды-сәулелі трубка экранында жарықтанған толық кескін пайда болады. Сақиналы детекторда қараңғы толық кескінді беретін шашыраған электрондар жинақталады. ЖРЭМ-мен ЖЭМ-ға қарағанда қалың объектілерді зерттеуге болады, сол сияқты бөлінуіне әсер етпейтін қалың серпімді шашыраған электрондар санының өсуін зерттейді. Анализаторлар көмегімен объект бойымен өткен электрондар энергиясы серпімді және серпімді емес шашыраған шоғырларға бөлінеді. Әрбір шоғыр өз детекторына келіп түседі, және экранда объектінің шашырату қасиеттері туралы қосымша ақпарат беретін сәйкес кескіндер байқалады. ЖРЭМ-ның жоғары айыру қабілеті баяу айналдыру кезінде жетеді, сол сияқты электрон шоғырларының диаметрі небәрі 0,2-0,3 нм болғанда ток өте аз болып табылады.

Қозғалмайтын шоғырлардың кескіндерін түрлендіру принциптері (ЖЭМ-дағы сияқты) мен объект бойынша жіңішке шоғырмен сканирлеудің бір құрылғыда болуы ЖЭМ, РЭМ, ЖРЭМ бір уақыттағы электронды микроскоптың қозғалмайтын шоғырлардың (ЖЭМ-дағыдай) кескінін түрлендіру принциптері мен объекті бойынша (РЭМ-дағыдай) жұқашоғырлармен сканирлеуді бір құрылғыда байланыстыру ЖЭМ, РЭМ және ЖРЭМ сияқты электронды микроскоптар бұйымдарын бір уақытта таратуға және аналитикалық зерттеудің кең шеңберін жүргізуді қамтамасыз етуге мүмкіндік береді.

Қазіргі кезде көптеген ЖЭМ-да растрлы режимде объектілерді бақылау мүмкіндіктері қарастырылған (конденсорлық линза мен ауытқымалы жүйелер объектісі бойынша сканирленетін, электрон көздерінің кішірейтілген кескінін беретін объективтің көмегімен). ЖЭМ экранындағы қозғалмайтын шоғыр кескінінен басқа рентгендік сәулеленуге сипатты өткен және екіншілік электрондар қолданылатын электронды-сәулелі құбырлар экранында растрлы кескіндер және т.б. алынады. Мұндай ЖЭМ-ның объектіден кейін орналасқан оптикалық жүйесі басқа құрылғыларда болмайтын режимде жұмыс істеуіне мүмкіндік береді.



1 - автоэмиссионды катод; 2 - аралық анод; 3 - анод; 4 - шоғырды юстирлеуге арналған ауытқымалы жүйе; 5 - «жарықтандырғыш» диафрагмасы; 6, 8 - электронды зондты күшейтуге арналған ауытқымалы жүйе; 7 - магнитті ұзынтоғысты линза; 9 - апертуралы диафрагма; 10 - магнитті объектив; 11 - объект; 12, 14 - ауытқымалы жүйе;

13 - шашыраған электрондардың айналмалы коллекторы; 15 - шашырамаған электрондар коллекторы; 16 - магнитті спектрометр; 17 - әртүрлі энергия жоғалтуымен электрондарды іріктеуге арналған айналмалы коллекторы; 18 – спектрометр саңылауы; 19 - коллектор; ЕЭ

– екіншілік электрон; *h* *-* рентген сәулеленуі.

***5-сурет.*** Жарықтандырғыш растрлы электронды микроскоптың(ЖРЭМ)принциптісызбасы