Министерство науки и высшего образования
Российской Федерации
Федеральное государственное
бюджетное образовательное учреждение
высшего образования
«Тверской государственный университет»

**ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКИЕ АСПЕКТЫ
ИЗУЧЕНИЯ КЛАСТЕРОВ,
НАНОСТРУКТУР
И НАНОМАТЕРИАЛОВ**

**PHYSICAL AND CHEMICAL ASPECTS
OF THE STUDY OF CLUSTERS,
NANOSTRUCTURES AND
NANOMATERIALS**

**FIZIKO-HIMIČESKIE ASPEKTY
IZUČENIÂ KLASTEROV,
NANOSTRUKTUR I NANOMATERIALOV**

выпуск 13

ТВЕРЬ 2021

УДК 620.22:544+621.3.049.77+539.216.2:537.311.322: 530.145

ББК Ж36:Г5+В379

Ф50

Рецензирование статей осуществляется на основании Положения о рецензировании статей и материалов для опубликования в журнале «Физико-химические аспекты изучения кластеров, наноструктур и наноматериалов».

Официальный сайт издания в сети Интернет:

<https://www.physchemaspects.ru>

Ф50 Физико-химические аспекты изучения кластеров, наноструктур и наноматериалов [Текст]. – Тверь: Издательство Тверского государственного университета, 2021. – Вып. 13. – 956 с.

Зарегистрирован Федеральной службой по надзору в сфере связи, информационных технологий и массовых коммуникаций, свидетельство о регистрации СМИ ПИ № ФС77-47789 от 13.12.2011.

Издание составлено из оригинальных статей, кратких сообщений и обзоров теоретического и экспериментального характера, отражающих результаты исследований в области изучения физико-химических процессов с участием кластеров, наноструктур и наноматериалов физики, включая межфазные явления и нанотермодинамику. Журнал предназначен для научных и инженерно-технических работников, преподавателей ВУЗов, студентов и аспирантов. Издание подготовлено на кафедре общей физики Тверского государственного университета.

Переводное название: Physical and chemical aspects of the study of clusters, nanostructures and nanomaterials

Транслитерация названия: Fiziko-himičeskie aspekty izučeniâ klasterov, nanostruktur i nanomaterialov

УДК 620.22:544+621.3.049.77+539.216.2:537.311.322: 530.145

ББК Ж36:Г5+В379

Print ISSN 2226-4442

Online ISSN 2658-4360

© Коллектив авторов, 2021

© Тверской государственный университет, 2021

УДК 620.187

Оригинальная статья

СРАВНЕНИЕ ЭФФЕКТИВНОСТИ РАЗЛИЧНЫХ ДЕТЕКТОРОВ СКАНИРУЮЩЕГО ЭЛЕКТРОННОГО МИКРОСКОПА «MIRA- LMN» ДЛЯ ИССЛЕДОВАНИЯ МИКРОСТРУКТУРЫ НАНОМАТЕРИАЛОВ

Д.С. Кулешов, А.В. Блинов, А.А. Блинова, М.А. Ясная, Д.Г. Маглакелидзе,
О.К. Вишницкая

*ФГАОУ ВО «Северо-Кавказский федеральный университет»
355017, Россия, Ставрополь, ул. Пушкина, 1
blinov.a@mail.ru*

DOI: 10.26456/pcascnn/2021.13.250

Аннотация: На первом этапе были синтезированы объекты исследования – диоксид кремния методом Штобера, где в качестве прекурсора использовали тетраэтоксисилан, и наноккомпозит $ZnO-Au$ золь-гель методом с использованием в качестве прекурсора 2-водного ацетата цинка. На втором этапе, микроструктуру и морфологию полученных образцов исследовали методом растровой электронной микроскопии на сканирующем электронном микроскопе «MIRA-LMN» фирмы «Tescan» с применением как классического детектора вторичных электронов, так и дополнительных детекторов – внутрилинзового детектора вторичных электронов и детектора отраженных электронов. В результате исследований установлено, что при использовании детектора вторичных электронов получают изображения с топографическим контрастом и практически без шумов. При использовании внутрилинзового детектора вторичных электронов создаются изображения только материального контраста, без влияния рельефа поверхности. Также использование данного детектора позволило получить высококачественные изображения с большим разрешением на расстоянии от образца 5 мм. При использовании детектора отраженных электронов с рабочим расстоянием до образца 8 мм и увеличении разрешающей способности микроскопа, полученные изображения имеют низкий контраст границ, но представляют композиционную информацию с высокой чувствительностью. Таким образом, установлено, что внутрилинзовый детектор вторичных электронов, с рабочим расстоянием до образца 5 мм, является оптимальным для получения четких изображений микроструктуры поверхности наноматериалов при многократном увеличении.

Ключевые слова: диоксид кремния, наноккомпозит $ZnO-Au$, сканирующая электронная микроскопия, детекторы, микроструктура.

1. Введение

В настоящее время знание микроструктуры наночастиц совершенно необходимо для разработки технологии получения наноматериалов с заданными свойствами, для установления взаимосвязи «структура-свойства» наночастиц и для решения других важных научно-технических задач [1, 2].

Для исследования размеров и формы наночастиц могут быть использованы различные методы: сканирующие методы исследования поверхности (растровая электронная микроскопия – РЭМ), туннельная микроскопия, атомно-силовая микроскопия), просвечивающая электронная микроскопия, рентгеновская дифракция, малоугловое рассеяние

© Д.С. Кулешов, А.В. Блинов, А.А. Блинова, М.А. Ясная, Д.Г. Маглакелидзе, О.К. Вишницкая, 2021

рентгеновских лучей [3-5]. Сканирующие методы исследования поверхности являются прямыми методами, когда размер и форма наночастиц наблюдается визуально. Данные методы характеризуются экспрессностью и простотой подготовки образцов для исследования, поэтому широко используются на этапе первичной характеристики получаемого продукта синтеза. Сканирующие методы имеют разрешение, особенно на современной приборной базе, достаточное (1 нм) для исследования крупных, средних и даже достаточно мелких наночастиц.

Одними из перспективных материалов являются диоксид кремния и нанокompозиты на основе оксида цинка. Наночастицы указанных соединений находят широкое применение в науке и технике, например, в качестве каталитических частиц и сенсоров при определении молекулярного состава газов, в солнечных элементах, в пьезопреобразователях и другое [6, 7].

Целью данной работы является исследование влияния типа детектора сканирующего электронного микроскопа «MIRA-LMH» (Tescan) на качество получаемых микрофотографий, наглядно демонстрирующих морфологию поверхности оксида кремния и нанокompозита на основе оксида цинка.

2. Экспериментальная часть

На первом этапе проводили синтез объектов исследования – диоксида кремния и нанокompозита $ZnO-Au$. Сферические частицы диоксида кремния были синтезированы по методу Штобера. Частицы получали реакцией гидролиза эфира ортокремниевой кислоты, или тетраэтоксисилана (ТЭОС) в абсолютном спирте. Для этого в стеклянный реактор, оснащенный магнитной мешалкой, вносили абсолютизированный спирт и ТЭОС. Отдельно в химическом стакане готовили смесь: 0,9 мл NH_4OH + 2,2 мл деионизированной воды. По каплям вводили аммиачно-водную смесь в реактор при постоянном перемешивании при помощи капельной воронки. О начале реакции судили по появлению опалесценции, что свидетельствовало о зарождении и начале роста микросфер SiO_2 ; время синтеза составляло 120 минут; температура синтеза – 25 °С; скорость перемешивания – 300 об/мин. После окончания синтеза золь микросфер SiO_2 в начале промывали спиртом, а затем троекратно – дистиллированной водой с использованием центрифуги. Образцы высушивали в суховоздушном шкафу при температуре 140–160 °С.

Нанокompозит $ZnO-Au$ был получен золь-гель методом. В начале растворяли 8,76 грамм ацетата цинка 2-водного ($Zn(CH_3COO)_2 \cdot 2H_2O$) в 200 мл дистиллированной воды, полученную смесь оставляли перемешиваться до полного растворения ацетата цинка. В готовый раствор

вводили при интенсивном перемешивании по каплям 25 % раствор аммиака. Далее готовили раствор $HAuCl_4$ путем разбавления отобранных $0,11 \cdot 10^{-3}$ дм³ золотохлористоводородной кислоты в 50 мл дистиллированной воды. Для приготовления раствора $NaBH_4$, взвешивали $11,4 \cdot 10^{-3}$ г $NaBH_4$, а затем растворяли в дистиллированной воде 50 мл. На следующем этапе проводили восстановление НЧ Au на поверхности ZnO . Для этого в свежеприготовленный раствор $Zn(OH)_2$ вводили $0,01$ дм³ раствора $HAuCl_4$ при постоянном перемешивании. Затем для восстановления золота вводили 50 мл $0,006$ моль/дм³ свежеприготовленного раствора $NaBH_4$. Полученный золь для перевода в гель оставляли на сутки в темном месте при комнатной температуре. Полученный гель центрифугировали при 2500 об/мин в течение 5 минут и промывали 3 раза дистиллированной водой для удаления различных примесей. Отмытые гели $ZnO-Au$ высушивались при температуре от 150 до 850 °С, для разложения гидроксидных комплексов цинка, а для также удаления молекул воды, заключенных в порах геля.

На втором этапе полученные образцы диоксида кремния и нанокompозита $ZnO-Au$ исследовали на сканирующем электронном микроскопе «MIRA-LMN» (фирма-производитель «Tescan», Брно, Чешская Республика). Методика исследования образцов на сканирующем электронном микроскопе состояла в следующем. На стандартный приборный столик (12 мм) наносился двухсторонний проводящий углеродный скотч. Из сухого, растертого в ступке порошка отбиралась тщательно перемешанная проба и наносилась на всю область скотча. Затем производилось напыление углерода слоем порядка 20 нм на напылительной установке Q 150 R, предназначенной для пробоподготовки. В систему микроскопа подавался газ (азот). Далее производился напуск азота в рабочую камеру микроскопа, в держатель образцов устанавливался стандартный столик с образцом. Производилось вакуумирование системы. Открывался клапан пушки. Подбор параметров изучения морфологии частиц осуществлялся согласно поставленной задаче. Микроскоп «MIRA-LMN» фирмы Tescan имеет классический детектор вторичных электронов (secondary electrons – SE), а также в работе применены дополнительные детекторы: внутривинтовой детектор вторичных электронов (In – Beam SE) и детектор отраженных электронов (BSE – back-scattered electrons) [8-10]. Необходимо отметить, что система детекторов предназначена для регистрации различных сигналов, образующихся в результате взаимодействия электронного пучка с поверхностью образца. SE-детектор позволяет получать изображения с топографическим контрастом, а также обеспечивает изображения практически без шумов,

для тщательного описания топографии поверхности образцов и наблюдения тончайших деталей поверхности. Каждый режим сканирования – будь то для сверхвысокого разрешения, аналитический или режим торможения заряда – сопровождается своим SE-детектором, электроды которого к тому же расположены в таком месте в камере микроскопа, которое наилучшим образом подходит для регистрации данного вида сигнала. SE-детектор построен по принципу Эверхарта-Торнли [11]. Сетка детектора находится под положительным потенциалом и притягивает низкоэнергетические вторичные электроны. Электроны ускоряются еще большим напряжением сцинтиллятора и попадая в него вызывают свечение. Это свечение регистрируется фотоэлектронным умножителем, расположенным снаружи камеры микроскопа и используется для формирования сигнала с детектора вторичных электронов.

3. Обсуждение результатов

На рис. 1 представлена микрофотография образца $ZnO-Au$ с использованием SE-детектора. Рабочее расстояние от детектора до образца составило 12–15 мм.

Анализ рис. 1 показал, что образец $ZnO-Au$ закристаллизован в плотнейшую гексогональную сингонию, вершины тетраэдров находятся в одном направлении, а основания развернуты друг к другу на 180° , что свидетельствует о том, что исследуемый образец имеет вюрцитную гексагональную структуру.

Детектор In – Beam SE расположен в объективной линзе и регистрирует отраженные электроны, вылетевшие из поверхности образца и попавшие в отверстие в линзе, что создает изображения только материального контраста, без влияния рельефа поверхности. В иностранной литературе такого типа детекторы также называют «in-lens» и «through-the-lens» [12-14]. Такой способ регистрации вторичных электронов позволяет изучать образцы на коротком рабочем расстоянии с большим разрешением, чем с помощью классического детектора вторичных электронов, поскольку чувствительность детектора вторичных электронов резко падает на коротких рабочих расстояниях. Наличие дополнительной электростатической линзы, используемой в детекторе In – Beam SE также служит для улучшения размещающей способности микроскопа. При выполнении работы расстояние от детектора до образца было 5 мм. Микрофотография образца $ZnO-Au$ с использованием детектора In – Beam SE представлена на рис. 2.

Смена детектора улучшила разрешающую способность микроскопа – на рис. 2 микрофотографии образца имеют более чёткие границы. Также

при увеличении разрешающей способности микроскопа в 128 тысяч раз появляется возможность визуально установить, что поверхность стержней $ZnO-Au$ образована обособленными «нановолокнами».

Рис. 1. Микрофотография образца $ZnO-Au$ с использованием SE-детектора: а – $1500\times$, б – $32000\times$, в – $64000\times$, г – $128000\times$.

BSE-детектор отраженных электронов способен формировать изображение микроструктуры исследуемого образца с отображением распределения различных элементов и соединений на его поверхности,

путем выделения различных фаз по контрасту и цветовой гамме.

Рис. 2. Микрофотография образца $ZnO-Au$ с использованием детектора In – Beam SE:
а – $1500\times$, б – $32000\times$, в – $64000\times$, г – $128000\times$.

Выдвижной BSE-детектор представляет из себя кольцообразный монокристалл иттрий-алюминиевого граната (YAG) с токопроводящим покрытием, расположенный на оптической оси микроскопа под объективом. Отраженные электроны с высокой энергией без

дополнительного ускорения возбуждают атомы сцинтиллятора и вызывают генерацию фотонов оптического диапазона.

Рис. 3. Микрофотография образца $ZnO-Au$ с использованием BSE-детектора: а – 3000 $\times$, б– 16000 $\times$, в – 32000 $\times$, г – 64000 $\times$.

Эти фотоны собираются оптической системой, и оптический сигнал по светодиоду передается на фотозлектронный умножитель.

а

б

в

а

б

в

Рис. 4. Микрофотографии образца SiO_2 с использованием SE-детектора: а – 9000 $\times$, б – 32000 $\times$, в – 64000 $\times$.

Рис. 5. Микрофотография образца SiO_2 с использованием детектора In – Beam SE а – 9000 $\times$, б – 32000 $\times$, в – 64000 $\times$.

Далее электрический сигнал обрабатывается так же, как и в SE-детекторе. Регистрирует рассеянные на широкие углы BSE-электроны, что

обеспечивает как композиционный, так и топографический контраст; также BSE-детектор пригоден для изучения образцов малой контрастности. BSE-детектор внутри колонны формирует объемные нешумные изображения композиционного контраста. Рабочее расстояние от детектора до образца при исследовании морфологии составило 8 мм (оптимальное значение для BSE-детектора).

На рис. 3 представлена микрофотография образца $ZnO-Au$ с использованием BSE-детектора. При использовании BSE-детектора и увеличении разрешающей способности микроскопа изображения имеют низкий контраст границ, но представляют композиционную информацию с высокой чувствительностью: на рис. 3 присутствуют контрастные скопления, что свидетельствует о наличии в образце примеси (второй фазы) – предположительно наночастиц Au на поверхности частиц ZnO . Но при увеличении разрешающей способности более, чем в 64 тысячи раз, микрофотография имеет низкое качество за счет «засвечиваемости» образца.

Анализ микрофотографий $ZnO-Au$ (см. рис. 1-3) показал, что для получения наилучшего разрешения рекомендуется использовать детектор In – Beam SE, так как полученные изображения исследуемых образцов имеют более высокий контраст границ, но для получения информации о наличии примесей в образце наиболее подходящим вариантом является применение BSE-детектора.

Выше представлены результаты исследования топологии поверхности полупроводникового материала на примере нанокompозита $ZnO-Au$. В рамках данной работы также планировалось исследование микроструктуры диэлектрического материала, например, диоксида кремния.

На рис. 4-6 представлены микрофотографии диоксида кремния с использованием различных детекторов.

SE-детектор можно считать универсальным, так как при его использовании наблюдается более высокий контраст границ по сравнению с BSE-детектором. Кроме того, при использовании этого детектора, к примеру, на микрофотографиях образца $ZnO-Au$ можно видеть скопления частиц, отличающихся по контрасту от исследуемого образца, что может сигнализировать о наличии наночастиц Au на его поверхности.

Результаты исследований показали, что частицы диоксида кремния имеют сферическую форму и обладают умеренной полидисперсностью. Отметим, что аналогичная ситуация наблюдается у образцов SiO_2 : высокий контраст границ микросфер наблюдается при применении детектора In – Beam SE (см. рис. 5), а по результатам исследования при применении BSE-детектора можно судить о «чистоте» образца SiO_2 , так как

отсутствуют признаки второй фазы (см. рис. 6).

Рис. 6. Микрофотография образца SiO_2 с использованием BSE-детектора: а – 9000 $\times$, б – 32000 $\times$, в – 64000 $\times$.

4. Заключение

В результате анализа полученных данных установлено, что при использовании SE-детектора получаются изображения с топографическим контрастом и практически без шумов. При использовании детектора In – Beam SE создаются изображения только материального контраста, без влияния рельефа поверхности. Однако использование данного детектора, с учетом рабочего расстояния до исследуемого образца, равном 5 мм, позволило получить микрофотографии с высокой разрешающей способностью, детально демонстрирующие морфологию образцов. При использовании BSE-детектора с рабочим расстоянием до образца 8 мм и увеличении разрешающей способности микроскопа, полученные

изображения имеют низкий контраст границ, но представляют композиционную информацию с высокой чувствительностью. Таким образом, детектор вторичных электронов In – Beam SE, с рабочим расстоянием до образца 5 мм, является оптимальным для получения четких изображений микроструктуры поверхности наноматериалов при многократном увеличении.

Исследование выполнено при финансовой поддержке Совета по грантам Президента Российской Федерации (проект СП-1191.2019.4). Работа выполнена с использованием оборудования ЦКП Северо-Кавказского федерального университета при финансовой поддержке Минобрнауки России, уникальный идентификатор проекта RF - 296.61321X0029 (соглашение № 075-15-2021-687).

Библиографический список:

1. **Stokes, D.J.** Recent advances in electron imaging, image interpretation and applications: environmental scanning electron microscopy / D.J. Stokes // Philosophical Transactions of the Royal Society of London. Series A: Mathematical, Physical and Engineering Sciences. – 2003. – V. 361. – I. 1813. – P. 2771-2787. DOI: 10.1098/rsta.2003.1279.
2. **Baer, D.R.** Surface characterization of nanomaterials and nanoparticles: Important needs and challenging opportunities / D.R. Baer, M.H. Engelhard, G.E. Johnson et. al. // Journal of Vacuum Science & Technology A: Vacuum, Surfaces, and Films. – 2013. – V. 31. – I. 5. – P. 050820-1-050820-34. DOI: 10.1116/1.4818423.
3. **Donald, A.M.** The use of environmental scanning electron microscopy for imaging wet and insulating materials / A.M. Donald // Nature materials. – 2003. – V. 2. – №. 8. – P. 511-516. DOI: 10.1038/nmat898.
4. **Newbury, D.E.** Elemental mapping of microstructures by scanning electron microscopy-energy dispersive X-ray spectrometry (SEM-EDS): extraordinary advances with the silicon drift detector (SDD) / D.E. Newbury, N.W.M. Ritchie // Journal of Analytical Atomic Spectrometry. – 2013. – V. 28. – I. 7. – P. 973-988. DOI: 10.1039/C3JA50026H.
5. **Zhao, T.T.** Revealing correlation of core–rim structures, defects and stacking-faults in SiC ceramics by integrated scanning electron microscopy / T.T. Zhao, H. Gu, X.-H. Wang et.al // Journal of the European Ceramic Society. – 2021. – V. 41. – I. 1. – P. 204-212. DOI: 10.1016/j.jeurceramsoc.2020.09.019.
6. **Гвозденко, А.А.** Компьютерное квантово-химическое моделирование поликомпонентной системы $SiO_2 - Me_xO_y$ / А.А. Гвозденко, А.В. Блинов, М.А. Ясная и др. // Физико-химические аспекты изучения кластеров, наноструктур и наноматериалов. – 2020. – Вып. 12. – С. 394-404. DOI: 10.26456/pcascnn/2020.12.394.
7. **Kolodziejczak-Radzimska, A.** Zinc oxide – from synthesis to application: a review / A. Kolodziejczak-Radzimska, T. Jesionowski // Materials. – 2014. – V. 7. – I. 4. – P. 2833-2881. DOI: 10.3390/ma7042833.
8. **Stutzman, P.** Scanning electron microscopy imaging of hydraulic cement microstructure / P. Stutzman // Cement and Concrete Composites. – 2004. – V. 26. – I. 8. – P. 957-966. DOI: 10.1016/j.cemconcomp.2004.02.043.
9. **Eres, M.A.F.** Archaeometric study on polymetallic remains from the archaeological dig in Lixus (Larache, Morocco) by scanning electron microscopy and metallographic techniques / M.A.F. Eres, F.M. Valle-Algarra, J.V.G. Adelantado et.al // Microchimica Acta. – 2008. – V. 162. – I. 3-4. – P. 341-349. DOI: 10.1007/s00604-007-0926-5.
10. **Тимченко, Т.В.** Влияние скорости, времени гомогенизации, вида поверхностно-активного вещества на размер и форму наночастиц пентоксифиллина на основе поли-dl-лактид-ко-гликолида / Т.В. Тимченко, А.В. Блинов, А.В. Серов и др. // Фармация и фармакология. – 2017. – Т. 5. – №. 2. – С. 177-194. DOI: 10.19163/2307-9266-2017-5-2-177-194.
11. **Zhou, W.** Fundamentals of scanning electron microscopy (SEM) / W. Zhou, R. Apkarian, Z. L. Wang, D. Joy // In book: Scanning Microscopy for Nanotechnology; ed. by W. Zhou, Z.L. Wang. – New York, Springer, 2006. – P. 1-40. DOI: 10.1007/978-0-387-39620-0_1.
12. **Xing, Q.** Information or resolution: Which is required from an SEM to study bulk inorganic materials? / Q. Xing // Scanning. – 2016. – V. 38. – I. 6. – P. 864-879. DOI: 10.1002/sca.21336.

13. **Dahmen, T.** Feature adaptive sampling for scanning electron microscopy / T. Dahmen, M. Engstler, C. Pauly et al. // *Scientific Reports*. – 2016. – Vol. 6. – № 1. – Art. № 23350. – 11 p. DOI: 10.1038/srep25350.
14. **De Haan, K.** Resolution enhancement in scanning electron microscopy using deep learning / K. De Haan, Z.S. Ballard, Y. Rivenson, Y. Wu, A. Ozcan // *Scientific Reports*. – 2019. – V. 9. – № 1. Art. № 12050. – 7 p. DOI: 10.1038/s41598-019-48444-2.

References

1. Stokes D.J. Recent advances in electron imaging, image interpretation and applications: environmental scanning electron microscopy, *Philosophical Transactions of the Royal Society of London. Series A: Mathematical, Physical and Engineering Sciences*, 2003, Vol. 361, issue 1813, pp. 2771-2787. DOI: 10.1098/rsta.2003.1279.
2. Baer D.R., Engelhard M.H., Johnson G.E. Surface characterization of nanomaterials and nanoparticles: Important needs and challenging opportunities, *Journal of Vacuum Science & Technology A: Vacuum, Surfaces, and Films*, 2013, vol. 31, issue 5, pp. 050820-1-050820-34. DOI: 10.1116/1.4818423.
3. Donald A.M. The use of environmental scanning electron microscopy for imaging wet and insulating materials, *Nature materials*, 2003, vol. 2, no. 8, pp. 511-516. DOI: 10.1038/nmat898.
4. Newbury D.E., Ritchie N.W.M. Elemental mapping of microstructures by scanning electron microscopy-energy dispersive X-ray spectrometry (SEM-EDS): extraordinary advances with the silicon drift detector (SDD), *Journal of Analytical Atomic Spectrometry*, 2013, vol. 28, issue 7, pp. 973-988. DOI: 10.1039/C3JA50026H.
5. Zhao T.T., Gu H., Wang X.-H. et al. Revealing correlation of core-rim structures, defects and stacking-faults in SiC ceramics by integrated scanning electron microscopy, *Journal of the European Ceramic Society*, 2021, vol. 41, issue 1, pp. 204-212. DOI: 10.1016/j.jeurceramsoc.2020.09.019.
6. Gvozdenko A.A., Blinov A.V., Yasnaya M.A. i dr. Komp'yuternoe kvantovo-khimicheskoe modelirovanie polikomponentnoi sistemy $\text{SiO}_2\text{-Me}_x\text{O}_y$ [Computer quantum-chemical simulation of multicomponent $\text{SiO}_2\text{-Me}_x\text{O}_y$ systems], *Fiziko-khimicheskie aspekty izucheniya klasterov, nanostruktur i nanomaterialov* [Physical and chemical aspects of the study of clusters, nanostructures and nanomaterials], 2020, issue 12, pp. 394-404. DOI: 10.26456/pcascnn/2020.12.394. (In Russian).
7. Kołodziejczak-Radzimska A., Jesionowski T. Zinc oxide – from synthesis to application: a review, *Materials*, 2014, vol. 7, issue 4, pp. 2833-2881. DOI: 10.3390/ma7042833.
8. Stutzman P. Scanning electron microscopy imaging of hydraulic cement microstructure, *Cement and Concrete Composites*, 2004, vol. 26, issue 8, pp. 957-966. DOI: 10.1016/j.cemconcomp.2004.02.043.
9. Eres M.A.F., Valle-Algarra F.M., Adelantado J.V.G. et al. Archaeometric study on polymetallic remains from the archaeological dig in Lixus (Larache, Morocco) by scanning electron microscopy and metallographic techniques, *Microchimica Acta*, 2008, vol. 162, issue 3-4, pp. 341-349. DOI: 10.1007/s00604-007-0926-5.
10. Timchenko T.V., Blinov A.V., Serov A.V. i dr. Vliyanie skorosti, vremeni gomogenizatsii, vida poverkhnostno-aktivnogo veshchestva na razmer i formu nanochastits pentoksifillina na osnove poli-dl-laktidko-glikolida [Influence of speed, time of homogenization, type of surface active substance on the size of pentoxophylline nanoparticles based on poly-dl-lactide-co-glicolide], *Farmatsiya i farmakologiya* [Pharmacy & Pharmacology], 2017, vol. 5, no. 2, pp. 177-194. DOI: 10.19163/2307-9266-2017-5-2-177-194. (In Russian).
11. Zhou W., Apkarian R., Wang Z. L., Joy D. *Fundamentals of scanning electron microscopy (SEM)*, in book: *Scanning Microscopy for Nanotechnology*, ed. by W. Zhou, Z.L. Wang. New York, Springer, 2006, pp. 1-40. DOI: 10.1007/978-0-387-39620-0_1.
12. Xing Q. Information or resolution: Which is required from an SEM to study bulk inorganic materials?, *Scanning*, 2016, vol. 38, issue 6, pp. 864-879. DOI: 10.1002/sca.21336.
13. Dahmen T., Engstler M., Pauly C. et al. Feature adaptive sampling for scanning electron microscopy, *Scientific Reports*, 2016, vol 6, no. 1, art. no. 25350, 11 p. DOI: 10.1038/srep25350.
14. De Haan, K., Ballard Z.S., Rivenson Y., Wu Y., Ozcan A. Resolution enhancement in scanning electron microscopy using deep learning, *Scientific Reports*, 2019, vol. 9, no., art. no. 12050, 7 p. DOI: 10.1038/s41598-019-48444-2.

Original paper

COMPARISON OF THE EFFICIENCY OF DIFFERENT DETECTORS OF THE SCANNING ELECTRONIC MICROSCOPE «MIRA-LMH» FOR STUDYING MICROSTRUCTURE OF NANOMATERIALS

D.S. Kuleshov, A.V. Blinov, A.A. Blinova, M.A. Yasnaya, D.G. Maglakelidze, O.K. Vishnitskaya
North-Caucasian Federal University, Stavropol, Russia

DOI: 10.26456/pcascnn/2021.13.250

Abstract: At the first stage, the objects of study were synthesized – silicon dioxide by the Stober

method, where tetraethoxysilane was used as a precursor, and a nanocomposite $ZnO-Au$ by the sol-gel method using the aqueous zinc acetate dihydrate as a precursor. At the second stage, the microstructure and morphology of the obtained samples were investigated by scanning electron microscopy on a «MIRA-LMH» scanning electron microscope (Tescan company) using both a classical secondary electron detector and additional detectors – intralens secondary electron detector and back-scattered electrons detector. As a result of the research, it was found that when using the secondary electron detector, practically no noise images with topographic contrast are obtained. When using the intralens secondary electron detector, images of only material contrast are created, without the influence of the surface relief. Also, the use of this detector made it possible to obtain high-quality images with a high resolution at a distance of 5 mm from the sample. When using a back-scattered electrons detector with a working distance to the sample of 8 mm and increasing the resolution of the microscope, the resulting images have low border contrast, but represent compositional information with high sensitivity. Thus, it was found that the intralens secondary electron detector with a working distance of 5 mm to the sample is optimal for obtaining clear images of the microstructure of the surface of nanomaterials at multiple magnifications.

Keywords: silicon dioxide, nanocomposite $ZnO-Au$, scanning electron microscopy, detectors, microstructure.

Кулешов Дмитрий Сергеевич – инженер научно-исследовательской лаборатории физико-химических методов анализа научно-лабораторного комплекса чистых зон физико-технического факультета ФГАОУ ВО «Северо-Кавказский федеральный университет»

Блинов Андрей Владимирович – к.т.н., доцент кафедры физики и технологии наноструктур и материалов физико-технического факультета ФГАОУ ВО «Северо-Кавказский федеральный университет»

Блинова Анастасия Александровна – к.т.н., доцент кафедры физики и технологии наноструктур и материалов физико-технического факультета ФГАОУ ВО «Северо-Кавказский федеральный университет»

Ясная Мария Анатольевна – к.т.н., доцент кафедры физики и технологии наноструктур и материалов физико-технического факультета ФГАОУ ВО «Северо-Кавказский федеральный университет»

Маглакелидзе Давид Гурамиевич – студент 2 курса кафедры физики и технологии наноструктур и материалов физико-технического факультета ФГАОУ ВО «Северо-Кавказский федеральный университет»

Вишницкая Ольга Константиновна – студент 1 курса кафедры физики и технологии наноструктур и материалов физико-технического факультета ФГАОУ ВО «Северо-Кавказский федеральный университет»

Dmitry S. Kuleshov – Docent, Research Laboratory of Physical and Chemical Methods of Analysis of the Scientific and Laboratory Complex of Clean Zones, Faculty of Physics and Technology, North-Caucasus Federal University

Andrey V. Blinov – Ph. D., Docent, Department of Physics and Technology of Nanostructures and Materials, Faculty of Physics and Technology, North-Caucasus Federal University

Anastasiya A. Blinova – Ph. D., Docent, Department of Physics and Technology of Nanostructures and Materials, Faculty of Physics and Technology, North-Caucasus Federal University

Maria A. Yasnaya – Ph. D., Docent, Department of Physics and Technology of Nanostructures and Materials, Faculty of Physics and Technology, North-Caucasus Federal University

David G. Maglakelidze – 2nd year student, Department of Physics and Technology of Nanostructures and Materials, Faculty of Physics and Technology, North-Caucasus Federal University

Olga K. Vishnitskaya – 1st year student, Department of Physics and Technology of Nanostructures and Materials, Faculty of Physics and Technology, North-Caucasus Federal University

Поступила в редакцию/received: 06.07.2021; после рецензирования/revised: 12.08.2021; принята/accepted 20.08.2021.