



VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V BRNĚ

BRNO UNIVERSITY OF TECHNOLOGY

FAKULTA ELEKTROTECHNIKY A KOMUNIKAČNÍCH TECHNOLOGIÍ

FACULTY OF ELECTRICAL ENGINEERING AND COMMUNICATION

ÚSTAV ELEKTROTECHNOLOGIE

DEPARTMENT OF ELECTRICAL AND ELECTRONIC TECHNOLOGY

SCINTILAČNÍ DETEKTOR SEKUNDÁRNÍCH ELEKTRONŮ PRO ENVIRONMENTÁLNÍ RASTROVACÍ ELEKTRONOVÝ MIKROSKOP

SCINTILLATION SE DETECTOR FOR ESEM

DIPLOMOVÁ PRÁCE

MASTER'S THESIS

AUTOR PRÁCE

AUTHOR

Bc. Adam Odehnal

VEDOUCÍ PRÁCE

SUPERVISOR

doc. Ing. Josef Jiráček, CSc.

BRNO 2016

Diplomová práce

magisterský navazující studijní obor **Elektrotechnická výroba a materiálové inženýrství**

Ústav elektrotechnologie

Student: Bc. Adam Odehnal

ID: 146919

Ročník: 2

Akademický rok: 2015/16

NÁZEV TÉMATU:

Scintilační detektor sekundárních elektronů pro environmentální rastrovací elektronový mikroskop

POKYNY PRO VYPRACOVÁNÍ:

Seznamte se s problematikou detekce sekundárních elektronů v environmentálním rastrovacím elektronovém mikroskopu pomocí scintilačního detektoru. Na základě modelování drah elektronů v elektrostatickém poli detektoru ve vakuu navrhnete a realizujete úpravu elektrodového systému stávajícího detektoru s předpokladem dosažení vyšší úrovně detekovaného signálu. Experimentálně ověřte vlastnosti detektoru se změněným elektrodovým systémem při detekci signálních elektronů při tlacích vodních par v komoře vzorku mikroskopu do 1000 Pa.

DOPORUČENÁ LITERATURA:

Podle doporučení vedoucího práce.

Termín zadání: 8.2.2016

Termín odevzdání: 26.5.2016

Vedoucí práce: doc. Ing. Josef Jirák, CSc.

Konzultant diplomové práce:

doc. Ing. Petr Bača, Ph.D., *předseda oborové rady*

UPOZORNĚNÍ:

Autor diplomové práce nesmí při vytváření diplomové práce porušit autorská práva třetích osob, zejména nesmí zasahovat nedovoleným způsobem do cizích autorských práv osobnostních a musí si být plně vědom následků porušení ustanovení § 11 a následujících autorského zákona č. 121/2000 Sb., včetně možných trestněprávních důsledků vyplývajících z ustanovení části druhé, hlavy VI. díl 4 Trestního zákoníku č. 40/2009 Sb.

Abstrakt

Práce pojednává o teoretických poznatcích z oblasti rastrovací elektronové mikroskopie a environmentální rastrovací elektronové mikroskopie. Popisuje princip činnosti, signály vznikající při interakci primárního svazku elektronů se vzorkem a způsob detekce signálu sekundárních elektronů v environmentálních podmínkách pomocí scintilačního detektoru. Dále se práce zaměřuje na optimalizaci detekce sekundárních elektronů pomocí úprav elektrodového systému scintilačního detektoru. K úpravě je využit počítačový program Simion, kterým jsou modelovány trajektorie signálních elektronů v elektrostatických polích uvnitř detektoru. Provedené simulace byly východiskem pro konstrukční úpravy detektoru. Detekční účinnost upraveného detektoru byla určena popsanou metodou z vyhodnocení velikosti signálu z pořízených snímků, schopnost detekovat sekundární elektrony z napěťového kontrastu a kvalita snímků z poměru signálu k šumu.

Klíčová slova

Rastrovací elektronový mikroskop, environmentální rastrovací elektronový mikroskop, sekundární elektrony, scintilační detektor, scintilační detektor pro environmentální rastrovací elektronový mikroskop, napěťový kontrast, poměr signál/šum.

Summary

This thesis deals with theoretical knowledge about scanning electron microscopy and environmental scanning electron microscopy. It describes the principle of operation, signals generated by interaction between the primary electron beam and specimen and means of detection of secondary electron signal in environmental conditions using a scintillation detector. Furthermore, this thesis focuses on optimization of detection of secondary electrons by adjusting the electrode system of the scintillation detector. A computer program Simion is used for modelling signal electron trajectories for proper adjustments. Simulation was the starting-point for adjusting the design of the detector. Detection efficiency of the adjusted detector was determined by evaluating signal magnitude from captured images, secondary electron detection capability from voltage contrast and quality of the captured images from signal/noise ratio.

Keywords

Scanning electron microscope, environmental scanning electron microscope, secondary electron, scintillation detector, scintillation detector for environmental scanning electron microscope, voltage contrast, signal/noise ratio

Bibliografická citace

ODEHNAL, A. *Scintilační detektor sekundárních elektronů pro environmentální rastrovací elektronový mikroskop*. Brno: Vysoké učení technické v Brně, Fakulta elektrotechniky a komunikačních technologií, 2016. 49 s. Vedoucí diplomové práce doc. Ing. Josef Jirák, CSc.

Prohlášení

Prohlašuji, že svoji diplomovou práci na téma Scintilační detektor sekundárních elektronů pro environmentální rastrovací elektronový mikroskop jsem vypracoval samostatně pod vedením vedoucího diplomové práce a s použitím odborné literatury a dalších informačních zdrojů, které jsou všechny citovány v práci a uvedeny v seznamu literatury na konci práce.

Jako autor uvedené diplomové práce dále prohlašuji, že v souvislosti s vytvořením této práce jsem neporušil autorská práva třetích osob, zejména jsem nezasáhl nedovoleným způsobem do cizích autorských práv osobnostních a jsem si plně vědom následků porušení ustanovení § 11 a následujících autorského zákona č. 121/2000 Sb., včetně možných trestněprávních důsledků vyplývajících z ustanovení § 152 trestního zákona č. 140/1961 Sb.

V Brně dne 26. května 2016

.....
podpis autora

Poděkování

Děkuji vedoucímu diplomové práce doc. Ing. Josefu Jirákovi, CSc. za účinnou metodickou, pedagogickou a odbornou pomoc, cenné rady při zpracování diplomové práce, trpělivost a čas strávený při konzultacích a experimentech. Dále děkuji Ing. Pavlu Čudkovi za rady a čas strávený při konstrukčních úpravách scintilačního detektoru a doc. Ing. Jiřímu Maxovi, Ph.D. za pomoc při tvorbě výkresové dokumentace.

V Brně dne 26. května 2016

.....
podpis autora

Obsah

Úvod	- 10 -
1. Princip rastrovacího elektronového mikroskopu.....	- 11 -
2. Environmentální rastrovací elektronový mikroskop.....	- 13 -
2.1. Konstrukce EREM.....	- 14 -
2.2. Rozptyl primárních elektronů v plynném prostředí EREM.....	- 14 -
2.3. Připouštění vodních par do komory vzorku	- 15 -
3. Interakce primárních elektronů se vzorkem	- 16 -
3.1. Zpětně odražené elektrony.....	- 17 -
3.2. Sekundární elektrony	- 18 -
4. Detekce sekundárních elektronů.....	- 20 -
4.1. Scintilační detektor v EREM.....	- 20 -
5. Optimalizace detekce sekundárních elektronů.....	- 22 -
5.1. Simulace současného stavu detektoru	- 22 -
5.2. Simulace pro změnu tvaru elektrody E2.....	- 23 -
5.3. Simulace změny tvaru elektrody E1	- 24 -
5.4. Vyhodnocení simulací	- 25 -
6. Experimentální ověření simulovaných výsledků.....	- 26 -
6.1. Podmínky experimentů a měřicí zařízení	- 26 -
6.1.1. Vakuový systém mikroskopu	- 26 -
6.1.2. Detektor sekundárních elektronů	- 27 -
6.2. Měřené vzorky	- 28 -
6.2.1. Standardní vzorek.....	- 28 -
6.2.2. Výkonový tranzistor NPN.....	- 28 -
6.2.3. Vzorek kuliček cínu	- 29 -
6.3. Vyhodnocení měření.....	- 29 -
6.3.1. Posouzení velikosti detekovaného signálu.....	- 29 -
6.3.2. Posouzení kvality snímku z poměru signál/šum	- 30 -
7. Vlastnosti scintilačního detektoru s kónickou elektrodou E2	- 31 -
7.1. Závislost velikosti signálu na tlaku v komoře vzorku	- 32 -
7.2. Závislost velikosti napěťového kontrastu na tlaku v komoře vzorku.....	- 33 -
7.3. Závislost velikosti poměru signál/šum na tlaku v komoře vzorku	- 34 -
7.4. Vyhodnocení optimálního napětí na elektrodách detektoru s kónickou elektrodou E2	- 34 -
8. Zhodnocení přínosu zkosení elektrody E2 k detekci sekundárních elektronů scintilačním detektorem	- 36 -

8.1.	Porovnání velikosti detekovaného signálu detektorem s plochou a kónickou elektrodou E2	- 37 -
8.1.1.	Detekce při tlaku 0,1Pa	- 37 -
8.1.2.	Detekce v tlakové oblasti nad 0,1Pa	- 38 -
8.1.3.	Srovnání podílu materiálového kontrastu v obraze.....	- 40 -
8.2.	Porovnání detektoru s plochou a kónickou elektrodou E2 z hlediska schopnosti detekovat sekundární elektrony.....	- 41 -
8.3.	Porovnání detektoru s plochou a kónickou elektrodou E2 z hlediska velikosti poměru signál/šum	- 42 -
8.4.	Vyhodnocení přínosu zkosení elektrody E2	- 44 -
Závěr	- 45 -
Seznam obrázků	- 46 -
Seznam tabulek	- 48 -
Seznam literatury	- 49 -

Úvod

Elektronová mikroskopie je jednou z mnoha odvětví mikroskopii, která umožňuje pozorování různých vzorků se zvětšením, kterého klasické optické mikroskopy nemohou docílit. Světelné paprsky jsou nahrazeny svazkem urychlených elektronů, přičemž vlnová délka tohoto svazku je výrazně nižší oproti vlnové délce světla. To je důvodem mnohem většího zvětšení a rozlišovací schopnosti elektronových mikroskopů. Dále jsou skleněné čočky nahrazeny čočkami elektromagnetickými, kterými řídíme a fokusujeme elektronový svazek [6].

Elektronovou mikroskopii dělíme na transmisní (TEM) a rastrovací (REM). První jednoduchý TEM zkonstruoval Ernst Ruska už roku 1931. V současné době lze docílit pomocí TEM až stotisíckrát zvětšeného obrazu a rozlišení až pod 0,1 nm. REM nevykazuje takové rozlišení (v současné době je však některými přístroji možné docílit až 0,5 nm), ale výhodou je rychlá příprava a libovolné rozměry vzorku (v rámci držáku a komory vzorku) [1],[4].

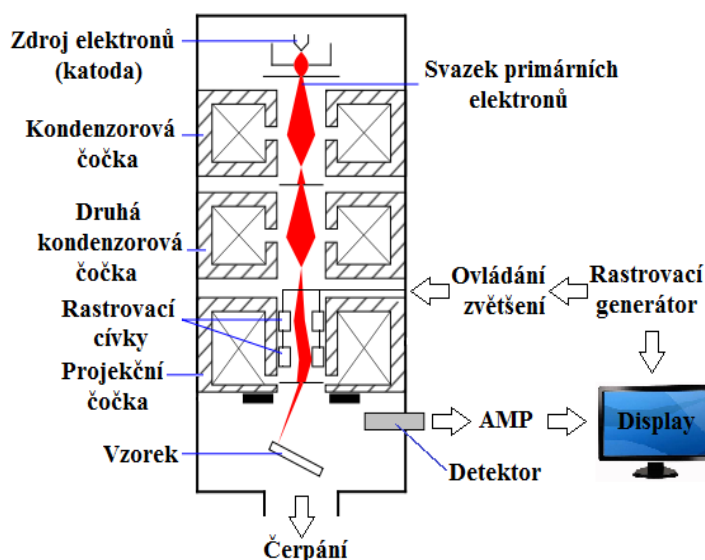
REM rastruje po povrchu zkoumaného vzorku fokusovaným svazkem elektronů. Interakcí svazku elektronů a povrchu vzorku vzniká řada signálů, jejichž sběrem získáváme informace o topografii, materiálovém složení vzorku, elektrických a magnetických vlastnostech. Jedním z těchto signálů jsou sekundární elektrony (SE). Velmi důležitým faktorem funkce je vnitřní prostředí elektronového mikroskopu. Bez zajištění určité hodnoty tlaku není možné elektronový svazek generovat, natož řídit. Hodnota tlaku je odvislá od typu použité katody. Nutnost vakua však omezuje využitelnost elektronového mikroskopu ke zkoumání biologických vzorků a vzorků, které jsou nevodivé. U nevodivých vzorků totiž dochází ke kumulaci elektrického náboje na povrchu, což je nežádoucí jev. Tato omezení ale byla vyřešena v 70. letech, kdy byl vynalezen environmentální rastrovací elektronový mikroskop (EREM), jehož konstrukce umožňuje pracovat při vyšších tlacích plynů v komoře vzorku. V těchto tlacích dochází ke kompenzaci povrchového náboje vzorku srážkovými ionty, které jsou produktem srážek atomů či molekul plynů s elektrony. Použitím vodních par můžeme pozorovat i biologické vzorky, u kterých nedochází k vysoušení [8].

K detekci SE v rastrovacích mikroskopech se běžně využívají scintilační detektory (SD), které se vyznačují velmi vysokým zesílením, nízkým šumem a velkou šířkou přeneseného pásma. Problém nastává při vyšších tlacích, jelikož na scintilační materiál je přivedeno napětí v řádech několika kilovoltů. Takto vysoké napětí by ve vyšších tlacích způsobovalo výboje v komoře vzorku. Vhodnou úpravou SD je možné docílit oddělení komory vzorku s vyšším tlakem a komory scintilátoru s požadovaným tlakem v řádech jednotek Pascalů.

Cílem této diplomové práce je optimalizovat detekci SE vhodnou úpravou elektrodového systému SD, který ovlivňuje efektivitu sběru SE, společně s jejich zaostřením do optické osy scintilátoru. Změna tvaru elektrod by mohla pozitivně ovlivnit počet zachycených, a tedy detekovaných SE. Součástí práce jsou simulace drah elektronů v elektrostatickém poli detektoru, jejichž výstupy posloužily k návrhu úpravy elektrodového systému.

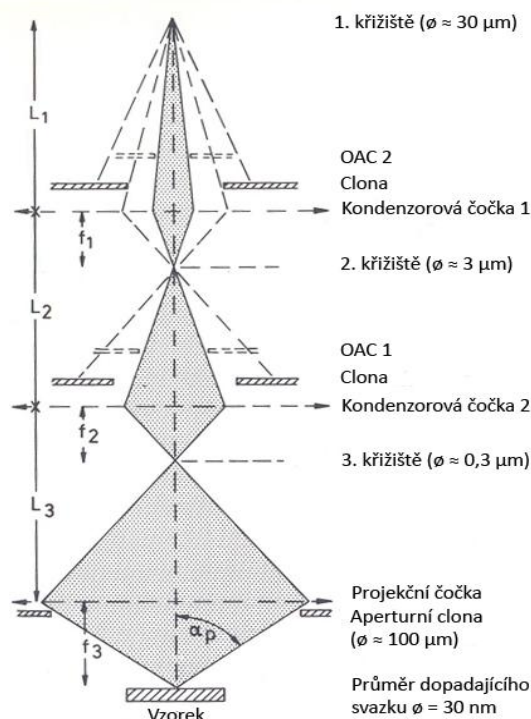
1. Princip rastrovacího elektronového mikroskopu

REM je zařízení, které se používá ke zkoumání povrchů pevných vzorků s velkým zvětšením, vysokou rozlišovací schopností (v současné době až 0,5 nm) a velkou hloubkou ostrosti. Principiální schéma přístroje je na Obr. 1.1. Oproti optickým mikroskopům využívajícím viditelného světla se k zobrazení povrchu využívá urychleného svazku elektronů. Tento svazek lze generovat dvěma způsoby. Prvním je termodynamická emise (žhavené wolframové vlákno nebo krystal LaB_6), druhým autoemise (studené wolframové vlákno vyleptané do hrotu). Elektrony jsou urychleny napětím mezi anodou a katodou (obvykle v rozmezí 1-50 kV), čímž získají požadovanou energii a jsou směřovány dále do optické soustavy mikroskopu [8].



Obr. 1.1 Principiální schéma REM [8]

Optická soustava mikroskopu má za úkol co nejlépe koncentrovat paprsek na povrchu vzorku do co nejmenší možné stopy. Jelikož je elektron částice s nábojem, její dráhu je možné ovlivňovat změnou elektromagnetického pole. Působením elektromagnetického pole je tedy možné elektronový svazek urychlovat, fokusovat a směřovat podle potřeby. Optické soustavy jsou v dnešní době většinou konstruovány jako třístupňové, což znamená, že se zde nacházejí dvě kondenzorové čočky a jedna projekční čočka. Z Obr. 1.2 je patrné, jak kondenzorové čočky fokusují elektronový svazek vždy do menšího průměru stopy (křížiště). Projekční čočka má poté za úkol zobrazit svazek elektronů na povrchu vzorku. V optické soustavě se ještě nachází vychylovací cívkky, které rastrují paprskem po povrchu vzorku v řádcích. Rastrování svazku po povrchu musí být synchronizováno se zobrazováním v ovládacím počítačovém programu. Vychylování je realizováno opět změnou elektromagnetického pole [8].



Obr. 1.2 Úprava elektronového svazku v optické soustavě REM [8]

Z důvodu zpětné projekce aperturní clony vznikají její obrazy (OAC) v předních ohniscích kondenzorových čoček. Svazek elektronů může projít poslední aperturní clonou pouze v případě, že projde všemi jejími obrazy (OAC 2 a OAC 1). Clony v kondenzorových čočkách jsou použity k zachycení příliš rozptýlených elektronů [8].

Hloubka ostrosti je vertikální vzdálenost, ve které jsou všechny body snímku pozorovatelné s dostatečným rozlišením. V REM hloubka ostrosti závisí na velikosti aperturního úhlu projekční čočky α_p (viz. Obr. 1.2), se kterým fokusovaný svazek elektronů dopadá na povrch vzorku. Pokud aperturní úhel α_p klesá, roste hloubka ostrosti snímků [1].

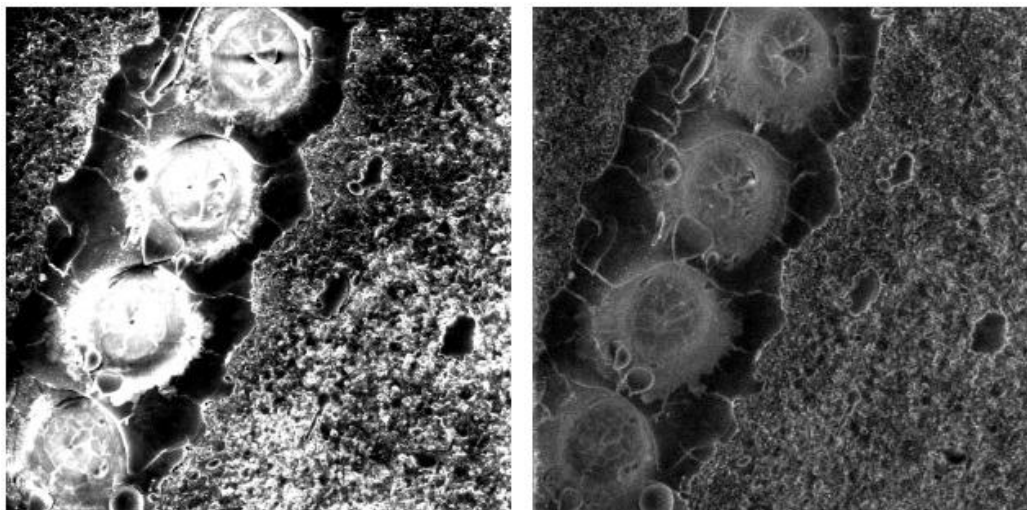
Základní podmínkou pro činnost REM je udržování jisté hodnoty vakua v celém prostoru mikroskopu. Hodnota vakua se volí podle potřeb elektronové trysky. Při použití přímo žhaveného wolframového vlákna je požadovaná hodnota vakua v rozmezí 10^{-3} až 10^{-4} Pa. Větší nároky má tryska autoemisní, kdy je potřebná hodnota tlaku nižší než 10^{-7} Pa. K udržení požadované hodnoty tlaku v případě wolframového vlákna obvykle postačí dvoustupňový čerpací systém tvořený rotační, resp. turbomolekulární vývěvou. Při vyšším než doporučeném tlaku dramaticky klesá životnost zdroje elektronů, nejčastěji tedy wolframového vlákna [3].

2. Environmentální rastrovací elektronový mikroskop

Pro zkoumání kovových (vodivých) vzorků je použití REM poměrně nenáročné a rychlé. Problém nastává, pokud chceme zkoumat jiné typy materiálů. Jak bylo zmíněno výše, podmínkou pro funkci REM je udržení vysokého vakua. Z toho vyplývá, že vzorek musí vysoké vakuum snést. Ve vzorku se tedy nesmí nacházet těkavé látky, které by kontaminovaly vakuum a zdroj elektronů. To vylučuje studium biologických vzorků, pěn, emulzí a dalších látek obsahujících těkavé složky, bez předchozího připravení vzorku. Existuje řada metod přípravy vzorku, jako různé formy dehydratace či chemického zafixování stavu. Nevýhodu těchto metod je jejich náročnost a hlavně fakt, že vnitřní struktura vzorku je těmito procedurami změněna [9].

Další fakt je, že vzorek je bombardován elektrony s velkou energií, což vede ke kumulaci záporného náboje na povrchu nevodivých vzorků. Díky tomuto jevu se elektrická pole kolem vzorku deformují a snižuje se kvalita pořízených snímků. Je tedy třeba, aby byly nevodivé materiály pokryty vrstvou kovu, která bude náboj odvádět. K tomuto účelu se běžně využívají zlato, platina, palladium, chrom, a další [9].

V 70. letech byla hledána cesta, která by umožnila zkoumání biologických vzorků bez předchozích úprav vzorku. Bylo zjištěno, že snímání nevodivých vzorků v tlaku nad 10 Pa redukuje efekty nabíjení povrchu. Náboj je kompenzován kladnými ionty, které vznikají srážkami atomů a molekul plynů s elektrony. Ionty jsou přitaženy k záporně nabitému povrchu a neutralizují akumulovaný náboj. Na Obr. 2.1 je patrné nabíjení korundové keramiky ve vakuu a eliminace toho efektu použitím tlaku 300 Pa. Obraz byl získán detekcí SE [2],[9].

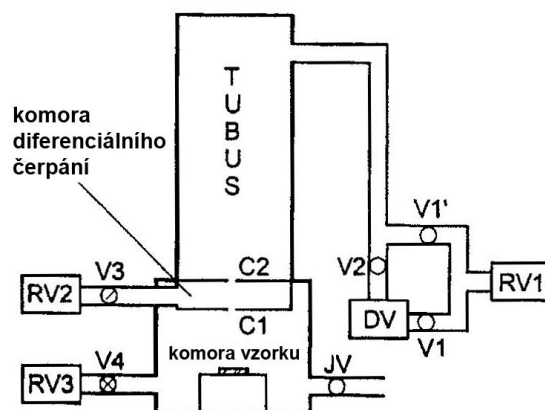


Obr. 2.1 Eliminace nabíjení. Obraz SE korundové keramiky ve vakuu (vlevo) a při tlaku 300 Pa (vpravo) [1]

Základní rozdíl mezi REM a EREM je tedy tlak v komoře vzorku. I když je elektronová tryska umístěna ve vysokém vakuu, v komoře vzorku EREM může být udržován tlak od jednotek do tisíců Pa.

2.1. Konstrukce EREM

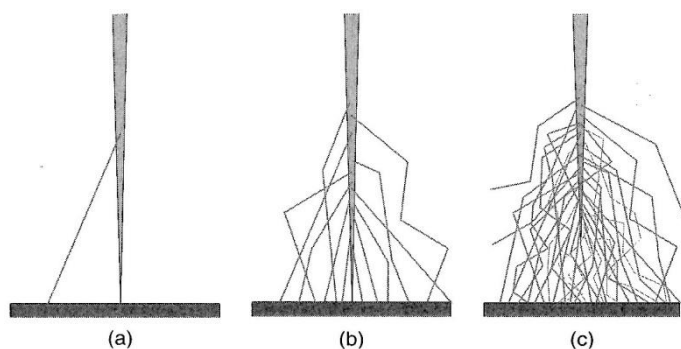
Konstrukce vychází z klasického rastrovacího mikroskopu, ale navíc umožňuje dosažení rozdílných tlaků v jednotlivých částech mikroskopu. To je zajištěno užitím tlak omezujících clon a čerpáním jednotlivých oblastí, oddělených těmito clonami. Clony mají malé otvory, jimiž se potlačí proudění plynů mezi částmi mikroskopu, zároveň umožňují projít elektronům primárního svazku do komory vzorku. Tok plynů v tomto případě roste se čtvercem průměru otvoru, tudíž je nutné, aby otvory byly co nejmenší. Velikost je ovšem omezena požadavky elektronové optiky na průměr otvoru v cloně C2, zmenšování otvoru C1 zase snižuje velikost zorného pole při pozorování vzorku. Prostor mezi clonami se nazývá komora diferenciálního čerpání [2].



Obr. 2.2 Principiální schéma EREM, RV - rotační vývěva, DV - difuzní vývěva, JV - jehlový ventil, V - vakuový ventil [2]

2.2. Rozptyl primárních elektronů v plynném prostředí EREM

Jelikož se v komoře vzorku nachází plyn, dochází ke srážkám elektronů s atomy či molekulami plynu a tím i k rozptylu primárních elektronů. Tento rozptyl narůstá s rostoucím tlakem v komoře vzorku. Následující obrázek (Obr. 2.3) ukazuje, že ve vakuu existuje pouze malá šance, že bude PE vychýlen ze své původní trasy. Naopak ve vysokém tlaku může být primární svazek rozptýlen úplně. Důležité je, že při určitém tlaku lze dosáhnout toho, že se dostatečná část elektronů drží stále ve fokusovaném svazku (Obr. 2.3b). Tímto svazkem lze docílit téměř shodného rozlišení jako ve vakuu, ale sníží se úroveň signálu získaného z místa dopadu elektronů. Rozptýlené elektrony dopadají i do okolí místa dopadu PE a přidávají k užitečnému signálu podíl šumu. Výsledkem je ztráta topografické informace ve snímku. I přesto lze v EREM získat velice kvalitní snímky s vysokým rozlišením. Pro posílení signálu je také možné zvýšit proud PE (např. použitím katody s vyšší proudovou hustotou) nebo prodloužit dobu rastrování primárního svazku (riziko lokálního nabíjení a poškození citlivých vzorků) [9].

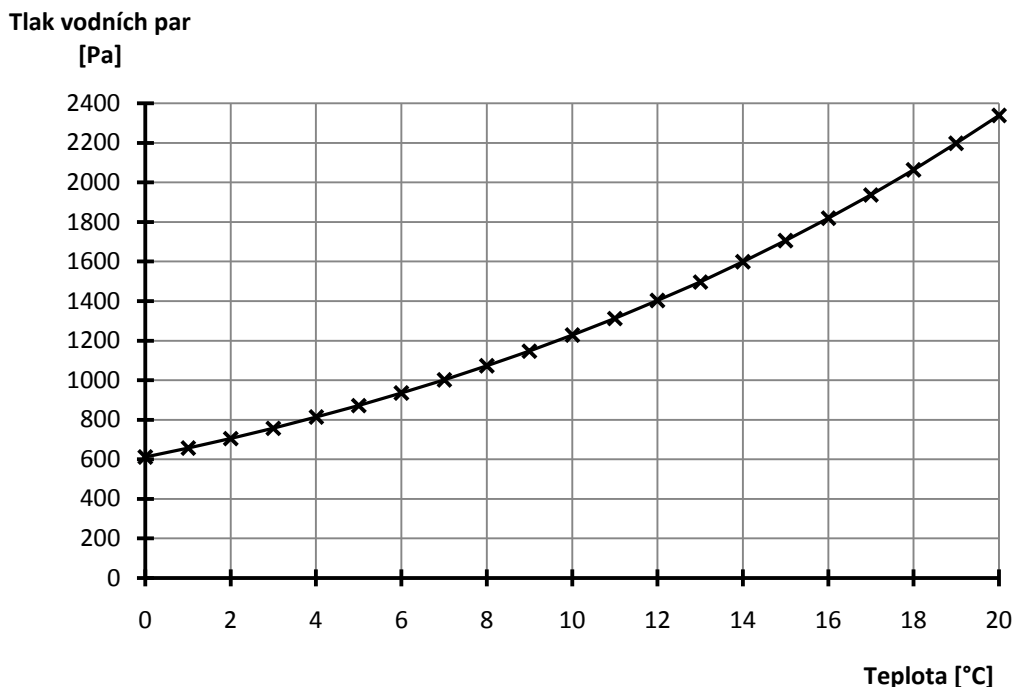


Obr. 2.3 Obecné znázornění rozptylu PE v prostředí komory vzorku, a) ve vysokém vakuu, b) v normálním tlaku, c) v příliš vysokém tlaku [9]

2.3. Přípouštění vodních par do komory vzorku

V EREM se často využívá prostředí vodních par, které umožňuje mnoho ojedinělých experimentů. V komoře vzorku můžeme dosáhnout prostředí nasycených vodních par (100% relativní vlhkost), kdy molekuly vody na povrchu vzorku kondenzují a odpařují se stejnou rychlostí. To umožňuje stabilizovat a pozorovat vzorky obsahující vodu, zejména pak vzorky biologické povahy. Dále je možné pozorovat změny vzorku při hydrataci, resp. dehydrataci.

Graf závislosti tlaku nasycených vodních par na teplotě je na následujícím obrázku. Body na křivce představují rovnovážný stav (100% relativní vlhkost). Teploty a tlaky mohou být při práci s EREM nastavovány přesně podle potřeby experimentů. Pokud budeme pracovat v oblasti nad křivkou, budou na vzorku kondenzovat molekuly vody. V oblasti pod křivkou se bude voda více odpařovat, než kondenzovat [9].



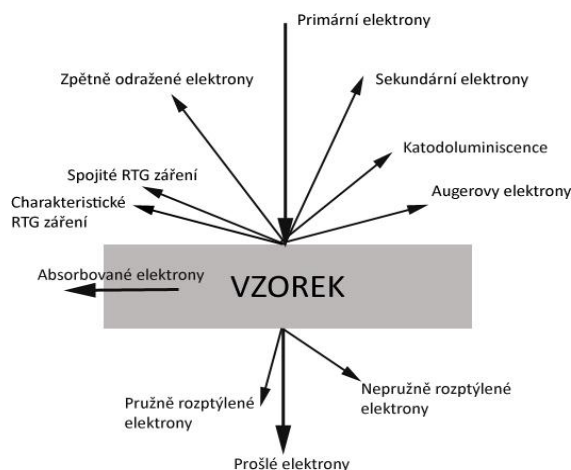
Obr. 2.4 Závislost tlaku nasycených vodních par na teplotě [9]

3. Interakce primárních elektronů se vzorkem

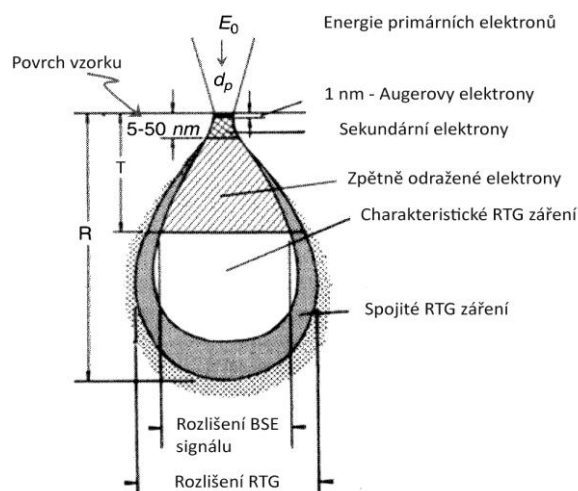
Po dopadu PE na povrch vzorku vzniká řada užitečných signálů, viz Obr. 3.2. Elektrony pronikají do objemu vzorku, kde dochází k pružným a nepružným srážkám elektronů s atomy zkoumaného materiálu. Nejdůležitější z těchto signálů jsou zpětně odražené elektrony (BSE) a sekundární elektrony (SE).

Pružná srážka znamená, že se elektron vlivem elektrického pole jádra atomu odchýlí od své původní dráhy bez ztráty energie. Jev nastává, pokud se elektron dostane do blízkosti jádra atomu, kde na něj začnou působit přitažlivé síly. Úhel vychýlení elektronu může být teoreticky 0 až 180°, typicky je však 2 až 5° při jedné události [9].

Při nepružné srážce dopadající elektron předá část své energie atomu (přesněji elektronovému obalu), do kterého narazil. Elektron tedy ztrácí energii, která je vyzářena v podobě spojitého rentgenového záření. Úhel jeho vychýlení je velmi malý, asi 0,1° nebo méně při jedné události [9].



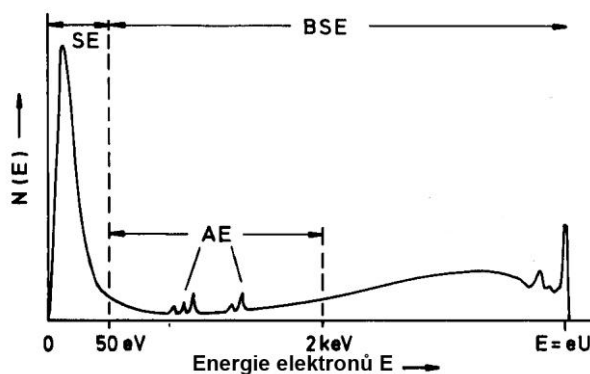
Obr. 3.2 Signály vznikající po dopadu PE na povrch vzorku [8]



Obr. 3.1 Zobrazení rozptylu PE a procesů v objemu vzorku [8]

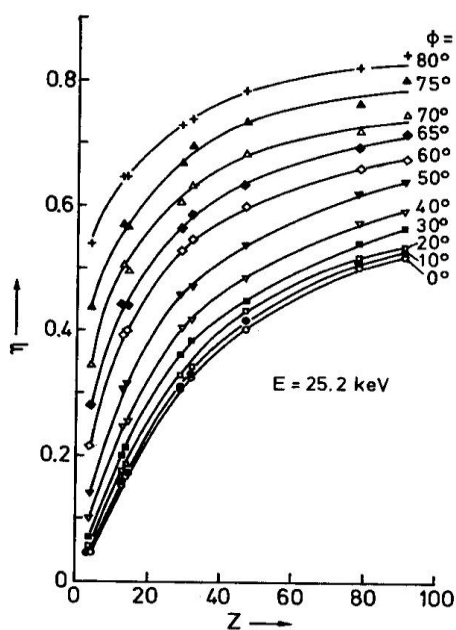
3.1. Zpětně odražené elektrony

Zpětně odražené elektrony (BSE) jsou elektrony primárního svazku, které byly kolizemi s atomy vzorku vychýleny natolik, že se nasměrovaly zpět a uvolní se z povrchu vzorku. V závislosti na počtu prodělaných srážek se může jejich energie pohybovat od energie PE až po stanovenou hranici SE. Ta byla konvencí ustálena na 50 eV [8].



Obr. 3.3 Spektrum emitovaných elektronů po dopadu PE na vzorek [8]

Zpětně odražené elektrony se mohou uvolňovat z jisté výstupní hloubky T , která je rovna přibližně polovině maximální dosahu primární elektronů R (Obr. 3.1). Emise BSE je charakterizována koeficientem emise zpětně odražených elektronů η , který je definován jako poměr počtu zpětně odražených elektronů ku počtu primárních elektronů. Koeficient emise je silně závislý na protonovém čísle vzorku Z a na úhlu dopadu primárního svazku ϕ , viz. Obr. 3.4. Úhel dopadu ϕ je definován jako úhel, který svírá svazek PE s normálou roviny povrchu vzorku v místě dopadu PE. Jelikož je množství generovaných BSE závislé na protonovém čísle vzorku Z , je patrné, že sběrem BSE získáváme informace o materiálovém složení vzorku, závislost koeficientu η na úhlu dopadu ϕ je zdrojem topografické informace v signálu BSE [8].



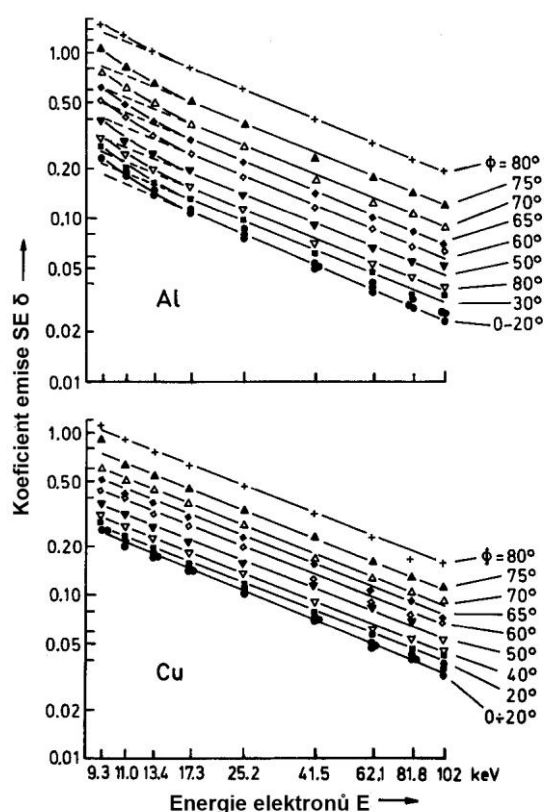
Obr. 3.4 Závislost koeficientu emise BSE na protonovém čísle Z a úhlu dopadu ϕ [8]

3.2. Sekundární elektrony

Sekundární elektrony vznikají ionizací atomů při šíření PE zkoumaným vzorkem. Po uvolnění elektronů z elektronového obalu dochází k dalším nepružným srážkám a ztrátám jejich energie. Mají-li elektrony i po těchto dějích dostatečnou energii a dostanou se k povrchu, opouští vzorek jako SE. Jak bylo zmíněno výše, maximální energie SE je konvencí stanovena na 50 eV, ale nejčastěji se pohybuje mezi 2 – 5 eV (Obr. 3.3). Emise SE je kvantifikována koeficientem emise sekundárních elektronů δ , který je definován jako poměr počtu sekundárních elektronů uvolněných ze vzorku n_{SE} ku počtu PE n_{PE} . Na rozdíl od BSE je koeficient SE relativně nezávislý na protonovém čísle vzorku Z [9].

Díky jejich nízkým energiím unikají SE pouze z malé výstupní hloubky, která se pohybuje v řádech desítek nanometrů. Detekované SE vznikají blízko povrchu a díky tomu jejich sběrem získáváme informace o topografii zkoumaného vzorku.

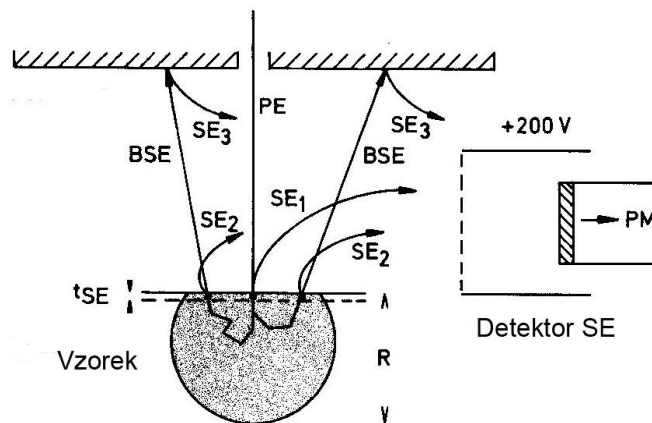
Nejdůležitějším faktorem ovlivňujícím emisi sekundárních elektronů, tedy koeficient δ , je úhel dopadu primárních elektronů ϕ . Čím větší úhel svírá vzorek s primárním svazkem elektronů, tím větší je množství uvolněných sekundárních elektronů. Je to z toho důvodu, že při nakloněném povrchu se zvětší oblast zasažená PE, a tím je větší počet emitovaných SE. Dalším faktorem ovlivňujícím emisi SE je energie primárního svazku. S rostoucí energií klesá množství uvolněných SE (Obr. 3.5) [8].



Obr. 3.5 Závislost koeficientu emise SE na energii PE a úhlu dopadu pro Al a Cu [8]

Existuje několik druhů SE, které se liší způsobem vybuzení. Nejvýznamnější jsou SE₁ a SE₂. Na Obr. 3.6 je naznačen vznik jednotlivých druhů SE. [8].

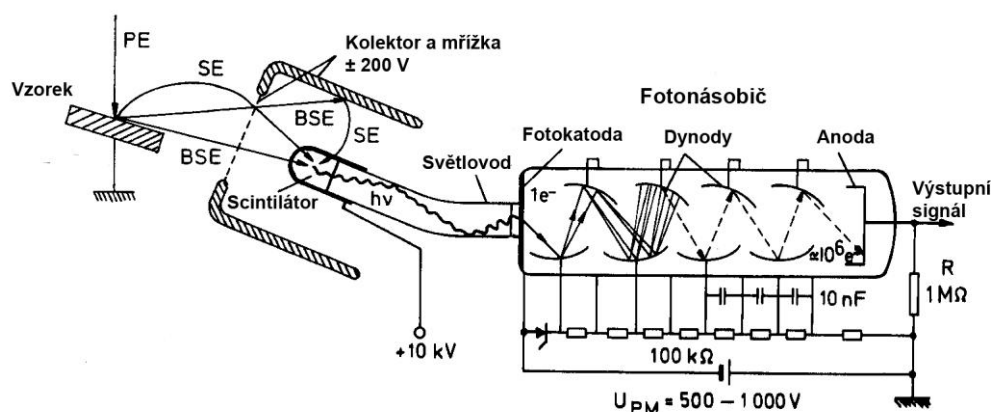
- SE₁ – tento typ je uvolněn z bezprostřední blízkosti místa dopadu svazku PE. Detekcí tohoto signálu získáváme nejlepší informaci o topografii zkoumaného vzorku. Jedná se o nejdůležitější signál s nejvyšším rozlišením a s velkou hloubkou ostrosti.
- SE₂ – jsou vybuzeny zpětně odraženými elektrony při jejich cestě vzorkem zpět k povrchu. V důsledku toho přenášejí kromě topografické informace i materiálovou informaci.
- SE₃ – vznikají dopadem BSE na konstrukci komory vzorku. Ve výsledném obrazu je tento signál nežádoucí.
- ESE – neboli environmentální SE vznikají při nárazové ionizaci atomů plynu signálními elektrony v komoře vzorku EREM.



Obr. 3.6 Vznik jednotlivých typů SE [8]

4. Detekce sekundárních elektronů

Velice rozšířeným uspořádáním pro detekci sekundárních elektronů je soustava scintilační materiál – fotonásobič, pojmenovaná po vynálezci jako Everhart - Thornleyho detektor (Obr. 4.1). Jedná se o velmi efektivní metodu detekce SE, která se vyznačuje nízkou úrovní šumu a zároveň velkým zesílením.



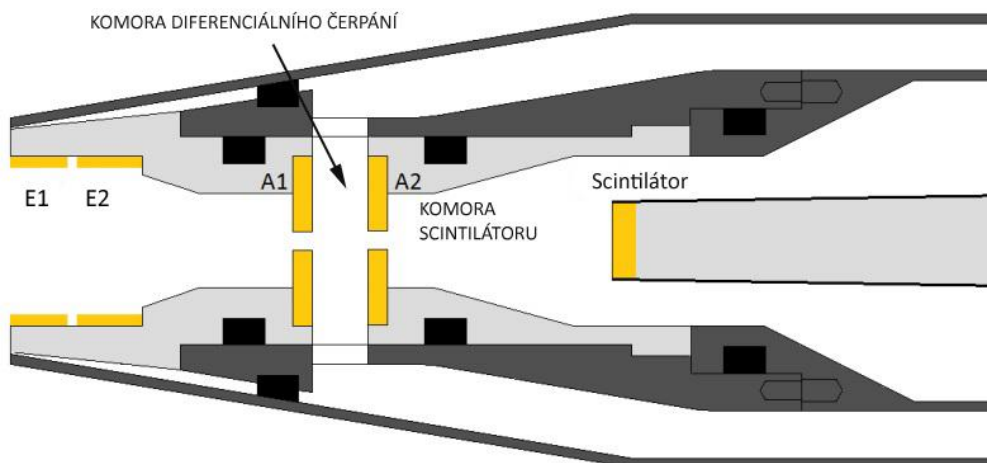
Obr. 4.1 Principiální schéma scintilačního detektoru v Everhart - Thornleyho uspořádání [8]

Scintilační detektor (SD) tedy ke své funkci využívá jevu scintilace. Jev spočívá v tom, že elektron, který dopadá na scintilační materiál, excituje jeho atomy (molekuly) do vyšších (nestabilních) stavů. Z tohoto nestabilního stavu má atom či molekula tendenci přejít zpět na základní energetický stav. Při tomto přechodu je vyzářeno elektromagnetické záření, jehož frekvence je úměrná rozdílu energetických hladin, mezi kterými přechod nastal.

Pro účinnou scintilaci je obvykle požadována energie dopadajících elektronů 10 keV. Z tohoto důvodu je na scintilační krystal naprášena vrstvička kovu, aby bylo možné aplikovat urychlovací napětí 10 kV a dodat tak potřebnou energii SE. Scintilací generované fotony jsou vedeny světlovodem k fotonásobiči. Světlovod (obvykle PMMA) je pokryt vrstvou reflexního materiálu, aby nedocházelo k úniku fotonů. Fotony dopadají na fotokatodu fotonásobiče a jsou opět transformovány na tzv. fotoelektrony. Proud těchto fotoelektronů je zesilován na dynodách v procesu sekundární emise (dynody pokrývá vrstva kovu s vysokým koeficientem sekundární emise δ) a výstupní zesílený signál (až 10^6 -krát) je odebrán ze sběrné anody. Násobičí systém obvykle obsahuje 8 nebo 12 dynod [8].

4.1. Scintilační detektor v EREM

Scintilační detektory lze využívat i v environmentálních přístrojích, ale problémem zde je velký potenciál přivedený na scintilační krystal. V plynném prostředí by takto vysoké napětí způsobovalo výboje, což by následně vedlo mimo jiné i ke zničení scintilačního krystalu. Řešení tohoto problému bylo nalezeno na Ústavu přístrojové techniky AV ČR a Ústavu elektrotechnologie (Obr. 4.2). Toto řešení spočívá v umístění scintilátoru do scintilační komory oddělené od komory vzorku dvěma clonami, čímž můžeme snížit tlak v okolí scintilátoru na hodnotu několika Pa. V tomto tlaku už je možné přivést na scintilátor požadované urychlovací napětí v řádech několika kV. Tyto clony omezují průtok plynu mezi komorami, ale umožňují projít signálními elektrony. Plyn z jednotlivých komor oddělených clonami od komory vzorku je odčerpáván vhodným systémem vakuového čerpání [4].



Obr. 4.2 Schéma scintilačního detektoru pro EREM [1]

Na vstupu detektoru se nacházejí elektrody E1 a E2. Napětím přivedeným na tyto elektrody řídíme efektivitu sběru signálních elektronů a jejich zaměření do optické osy scintilátoru. Prostor mezi dvěma clonami A1 a A2 (diferenciální komora detektoru) je vhodně čerpán, čímž je docíleno tlaku jednotek Pa v blízkosti scintilátoru, zatímco v komoře vzorku je tlak až 1000 Pa. K clonám A1 a A2 je přiloženo vhodné napětí a slouží jako elektrostatické čočky pro přenos signálních elektronů ke scintilátoru. Obě elektrody i clony jsou elektricky izolovány od uzemněného kovového tělesa detektoru [4].

5. Optimalizace detekce sekundárních elektronů

Cílem této práce je navrhnout řešení pro optimalizaci detekce SE scintilačním detektorem. Jak bylo zmíněno výše, efektivita sběru SE je řízena elektrodami E1 a E2, a proto by změna napětí či změna tvaru těchto elektrod mohla vést ke zlepšení detekce SE. Pomůckou k tomuto návrhu byl počítačový program Simion verze 8. Tento program slouží mimo jiné i k modelování chování nabitých částic v elektrostatických polích, a byl tedy s výhodou využit k simulacím.

Simulace současného i upraveného detektoru proběhly s těmito konstantními parametry:

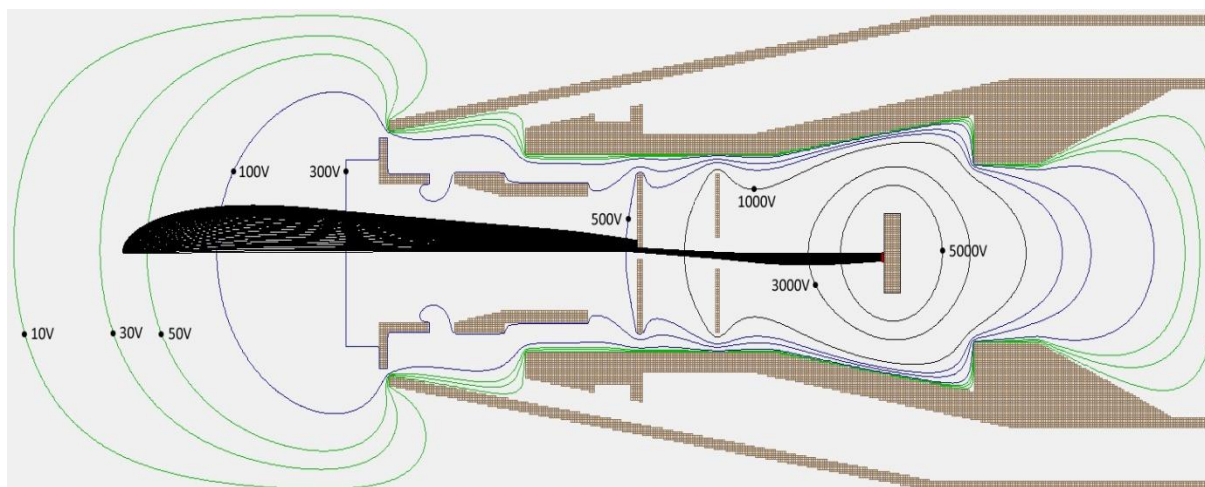
- Průměry otvorů clon: $A1 = 0,5 \text{ mm}$, $A2 = 1,5 \text{ mm}$
- Počet vyslaných elektronů s danou energií: 90 s úhlem $0^\circ - 89^\circ$ vůči optické ose scintilátoru

5.1. Simulace současného stavu detektoru

Prvním úkolem bylo modelovat chování elektronů při stávajícím tvaru elektrod. Napětí na elektrodách bylo nejdříve zvoleno podle předchozích zkušeností následovně:

- $U_{E1} = 300 \text{ V}$, $U_{E2} = 310 \text{ V}$, $U_{A1} = 550 \text{ V}$, $U_{A2} = 1500 \text{ V}$, $U_{scint} = 10 \text{ kV}$

Obr. 5.1 ukazuje 2D model (řez) současného stavu detektoru s naznačením elektrických polí, které v detektoru působí.



Obr. 5.1 Model původního detektoru s vyobrazením elektrických polí (energie SE 3 eV)

Výsledky simulace byly zaneseny do Tab. 5-1. V oblasti nejpravděpodobnějších energií SE byl zvolen krok změny jejich energie 1 eV, pro méně pravděpodobnou oblast 10 eV. Méně pravděpodobné energie SE jsou v tabulce uvedeny v samostatném sloupci.

Z modelovaných drah elektronů na Obr. 5.1 se předpokládalo, že zvýšení napětí na elektrodě E2 by mohlo zacílit více SE do otvoru clony A1 a pozitivně tak ovlivnit detekci SE. Model detektoru byl tedy upraven, výpočty proběhly i pro napětí 400 V na elektrodě E2. Výsledky simulace byly zahrnuty také do následující tabulky (Tab. 5-1).

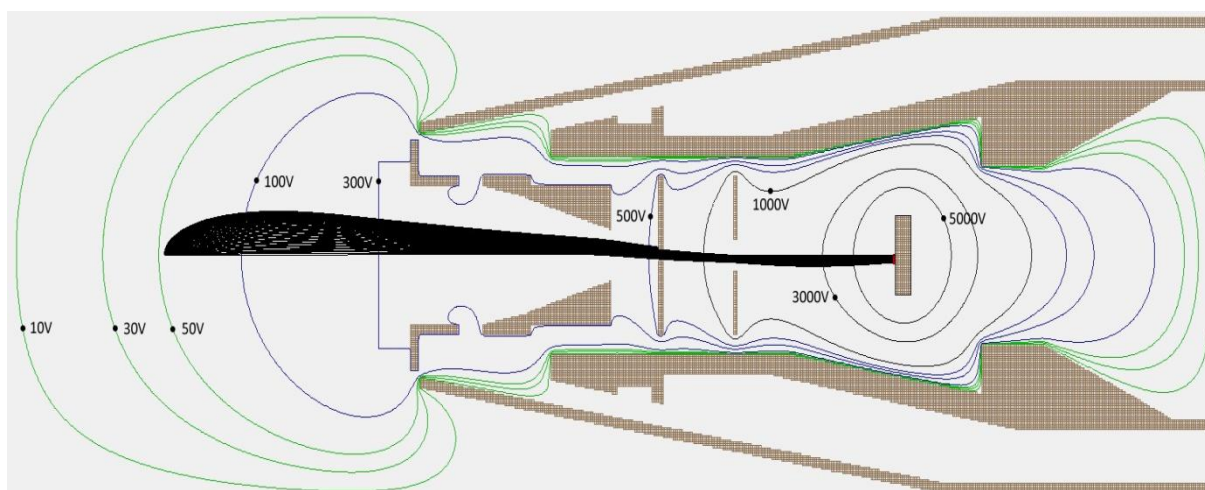
Tab. 5-1 Výsledky simulace současného stavu detektoru (UE2 = 300V vlevo, UE2 = 400V vpravo)

Energie SE [eV]	Detekované SE	Energie SE [eV]	Detekované SE	Energie SE [eV]	Detekované SE	Energie SE [eV]	Detekované SE
1	54	20	4	1	44	20	3
2	46	30	2	2	40	30	2
3	44	40	2	3	41	40	2
4	45	50	2	4	43	50	2
5	46			5	45		
6	48			6	47		
7	32			7	30		
8	24			8	22		
9	19			9	19		
10	16			10	16		

Výsledky simulace však, jak je z Tab. 5-1 patrné, vyvrátily předpoklad, že zvýšení U_{E2} přinese zvýšení počtu detekovaných SE. Další krokem tedy byla změna tvaru elektrody E2 tak, aby došlo k lepšímu zaměření elektronů do optické osy scintilátoru.

5.2. Simulace pro změnu tvaru elektrody E2

Model detektoru s upravenou elektrodou E2 je na Obr. 5.2. Plochá část elektrody E2 byla zkosena tak, aby se postupně zužovala směrem do otvoru clony A1. Změna tvaru by mohla mít za následek zvýšení počtu elektronů, které projdou otvorem clony A1.



Obr. 5.2 Model upraveného detektoru s vyobrazením elektrických polí (energie SE 3 eV)

Výsledky jsou opět zpracovány v následující tabulce (Tab. 5-2). Pro lepší srovnání jsou zde zahrnuty i hodnoty neupraveného detektoru. Ze simulace vyplývá, že změna tvaru elektrody E2 přinesla očekávaný efekt v oblasti nejpravděpodobnějších energií SE 1 až 5eV. Při vyšších energiích došlo spíše ke snížení počtu detekovaných SE. Tato oblast energií SE však není tak významná vzhledem k menšímu množství SE uvolňujících se s takovou energií.

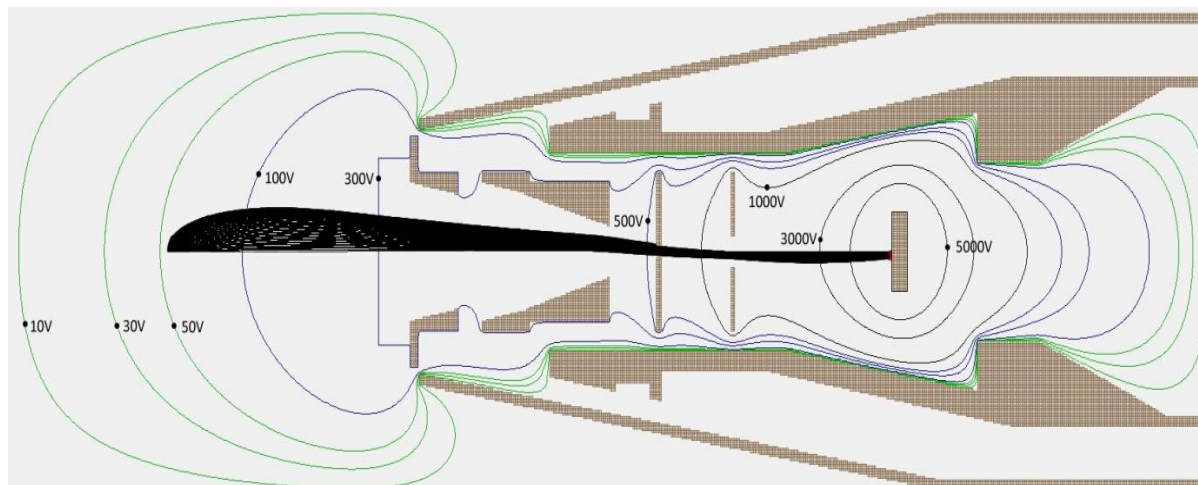
Tab. 5-2 Výsledky simulací neupraveného a upraveného detektoru

Plochá E2				Zkosená E2			
Energie SE [eV]	Detekované SE	Energie SE [eV]	Detekované SE	Energie SE [eV]	Detekované SE	Energie SE [eV]	Detekované SE
1	54	20	4	1	90	20	4
2	46	30	2	2	79	30	2
3	44	40	2	3	65	40	2
4	45	50	2	4	50	50	2
5	46			5	34		
6	48			6	28		
7	32			7	23		
8	24			8	20		
9	19			9	18		
10	16			10	16		

Tyto výsledky podporují hypotézu, že zkosení elektrody E2 napomůže SE ve vakuu projít až do komory scintilátoru, kde dopadnou na scintilační krystal. Ukázalo se, že by bylo vhodné provést experimenty se zkosenou elektrodou E2, které by prakticky ověřily výsledek provedených simulací, a to i při zvýšeném tlaku v komoře vzorku mikroskopu.

5.3. Simulace změny tvaru elektrody E1

Jelikož obě dvě elektrody E1 i E2 ovlivňují detekci sekundárních elektronů, bylo dále simulováno zkosení elektrody E1 tak, aby plynulá změna průměru otvoru u obou elektrod nasměrovala ještě více signálních elektronů do otvoru clony A1. Model pro simulaci je uveden na Obr. 5.3.



Obr. 5.3 Model detektoru s oběma zkosenými elektrodami

Tato změna tvaru elektrody se však neukázala být přínosná, protože při simulacích nedošlo ke zvýšení počtu detekovaných SE, jak je patrné z Tab. 5-3. Počet detekovaných signálních elektronů se nijak nezměnil.

Tab. 5-3 Výsledky simulací detektoru se zkosenou E2 (vlevo) a oběma zkosenými elektrodami (vpravo)

Zkosená E2				Zkosená E1 i E2			
Energie SE [eV]	Detekované SE	Energie SE [eV]	Detekované SE	Energie SE [eV]	Detekované SE	Energie SE [eV]	Detekované SE
1	90	20	4	1	90	20	4
2	79	30	2	2	79	30	2
3	65	40	2	3	65	40	2
4	50	50	2	4	50	50	2
5	34			5	34		
6	28			6	28		
7	23			7	23		
8	20			8	20		
9	18			9	18		
10	16			10	16		

5.4. Vyhodnocení simulací

Počítačové simulace prokázaly, že tvar elektrody E2 má významný vliv na nasměrování drah SE clonami A1 a A2 do komory scintilátoru. Zvýšení elektrického napětí přivedeného na tuto elektrodu nepřineslo navzdory předpokladům očekávaný efekt. Pro zlepšení detekce SE bylo nutné upravit tvar elektrody. Bylo zvoleno zkosení, které se postupně svažuje k otvoru v cloně A1, a směřuje tak nízkoenergiové SE k průchodu touto clonou.

Vezmeme-li v úvahu oblast nejpravděpodobnější výstupní energie SE 1-5 eV [8], došlo podle simulací ke zlepšení detekce o 18,5% (viz. Tab. 5-4), je však zapotřebí si uvědomit, že uvedené simulace odpovídají stavu, kdy se neuvažují srážky signálních elektronů s plynným prostředím komory vzorku. Třírozměrný model stávající (ploché) elektrody byl upraven a byl vytvořen výrobní výkres nové elektrody.

Tab. 5-4 Vyhodnocení úspěšnosti simulované detekce

	Vyslané SE (oblast 1-5 eV)[-]	Detekované SE (oblast 1-5 eV) [-]	Úspěšnost detekce [%]
Plochá E2	450	235	52,2
Zkosená E2	450	318	70,7

6. Experimentální ověření simulovaných výsledků

V experimentální části práce bylo cílem ověřit výstupy ze simulačního programu Simion. Z počátku bude rozebrán experiment se scintilačním detektorem s upravenou (kónickou) elektrodou. Výstupy budou použity ke zjištění vhodných napětí na novém elektrodovém systému z hlediska velikosti detekovaného signálu, napěťového kontrastu a šumu v obraze. Dále bude následovat srovnání získaných dat, při použití kónické a ploché elektrody, za účelem zjištění reálného přínosu změny tvaru elektrody E2 k detekci sekundárních elektronů.

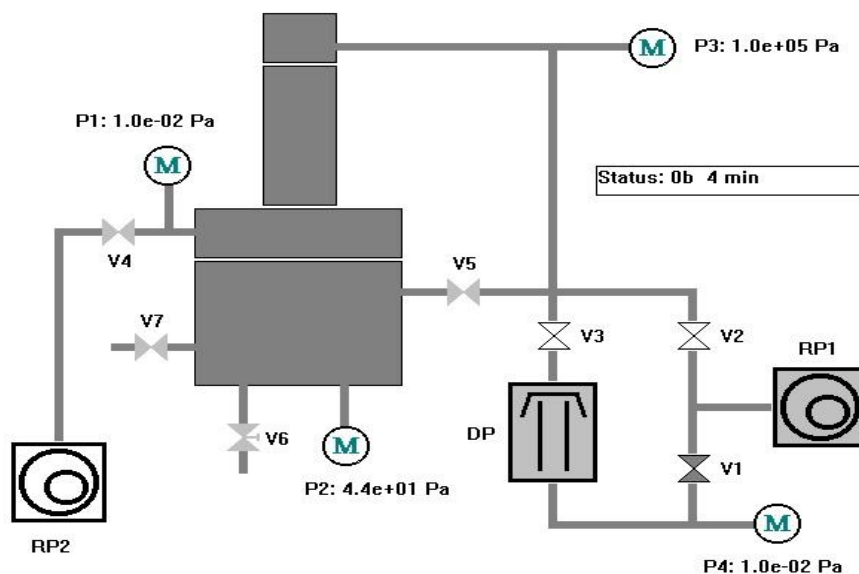
6.1. Podmínky experimentů a měřicí zařízení

Všechny experimenty probíhaly na environmentálním rastrovacím elektronovém mikroskopu Tescan AquaSem, umístěném v laboratoři elektronové mikroskopie Ústavu přístrojové techniky Akademie věd České republiky.

V přístroji je jako katoda použito přímo žhavené wolframové vlákno. Urychlovací napětí primárních elektronů bylo po celou dobu experimentů nastaveno na hodnotu $U_{PE} = 20 \text{ kV}$ při proudu $I_{PE} = 100 \text{ pA}$ a vzdálenosti 4 mm mezi povrchem vzorku a poslední tlak omezující clonou vakuového systému mikroskopu, pokud není v textu uvedeno jinak.

6.1.1. Vakuový systém mikroskopu

Vakuový systém mikroskopu se skládá ze dvou rotačních vývěv a jedné difúzní vývěvy, viz schéma na Obr. 6.1. Jako plynné prostředí je v komoře mikroskopu využita vodní pára, přičemž tlak v komoře vzorku je možné nastavit v rozsahu 10^{-1} až 1000 Pa. Čerpání je ovládáno pomocí sedmi ventilů V1 – V7. Připouštění vodních par do komory vzorku je realizováno otočným ventilem V6.



Obr. 6.1 Vakuový systém mikroskopu

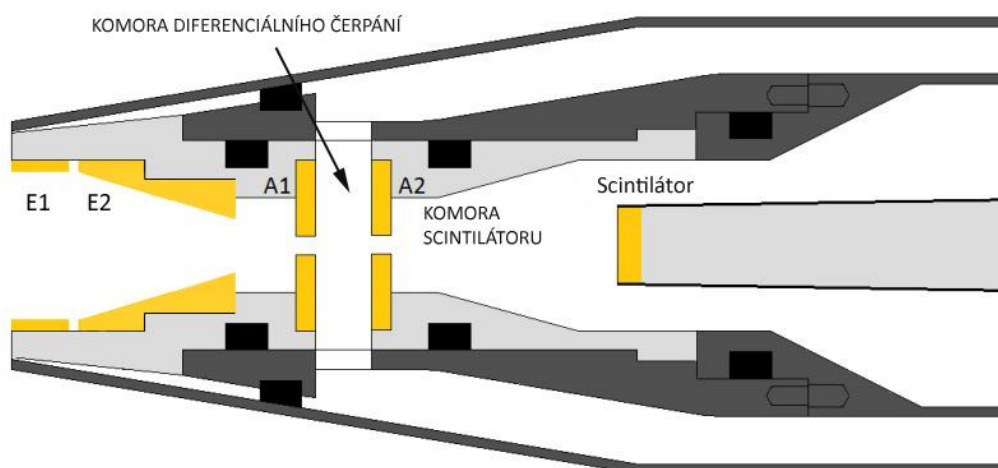
6.1.2. Detektor sekundárních elektronů

Sekundární elektrony jsou detekovány detektorem se scintilačním krystalem LuminiX LXSR, který má z jedné strany naprášenou vrstvu hliníku pro připojení vysokého napětí. Krystal je umístěn na světlovodu z polymethylmetakrylátu (PMMA). Na světlovod navazuje fotonásobič Hamamatsu R6094.

Signál SE je zesilován nárazovou ionizací v plynném prostředí komory vzorku mikroskopu a detektoru. Na dynodách fotonásobiče, který zajišťuje další zesílení detekovaného signálu, je možné nastavit maximální napětí až 1000 V. Zvolené napětí, jehož velikost určuje zesílení signálu, je v ovládacím programu uváděno v procentech, tedy například 35% odpovídá 350 V na dynodách fotonásobiče.

Na elektrody a clony detektoru (viz Obr. 4.2) jsou připojeny zdroje napětí, které vytváří elektrostatické pole umožňující přenos SE ke scintilátoru. Optimalizací těchto napětí lze ovlivňovat zesílení signálu při zkoumání vzorků. Během nastavování napětí přiložených na elektrody a clony je třeba mít na paměti, že při práci v tlaku může nevhodným nastavením napětí dojít k výbojům, což vyplývá z Paschenova zákona. Optimalizace napětí je hledání kompromisu mezi kvalitou obrazu a stabilitou detektoru. Na základě předchozích experimentů bylo na cloně A1 zvoleno napětí $U_{A1} = 650$ V, na cloně A2 napětí $U_{A2} = 2$ kV. Průměry otvorů clon byly zvoleny $d_{A1} = 4$ mm a $d_{A2} = 1,5$ mm. Na scintilátor je nutné z důvodu dosažení dostatečné úrovně scintilací přiložit napětí 10 kV. Tyto parametry zůstaly po celou dobu experimentů konstantní. Napětí na elektrodách U_{E1} a U_{E2} byla v průběhu experimentů měněna.

Z předchozích zkušeností a experimentů bylo již známo, že v rozmezích tlaků vodních par 100 až 300 Pa v komoře vzorku dochází k největšímu zesílení signálu SE. To je dáno nárazovou ionizací signálních elektronů s plynným prostředím, která je nejsilnější právě v této oblasti tlaků. V procesu nárazové ionizace vznikají další elektrony, které se sčítají s původními sekundárními elektrony uvolněnými ze vzorku a zesilují tak signál, který je posléze detekován scintilačním detektorem. V této oblasti tlaků může nastat situace, kdy úroveň signálu přesáhne hodnotu 255, tedy je v našem případě neměřitelná. Hodnotu je však možné dopočítat, proto se v diplomové práci objevují hodnoty úrovní šedi přesahující 255. Způsob vyhodnocení velikosti signálu z úrovní šedi a postup přepočtu nad úroveň šedi 255 je uveden v kapitole 6.3.1.

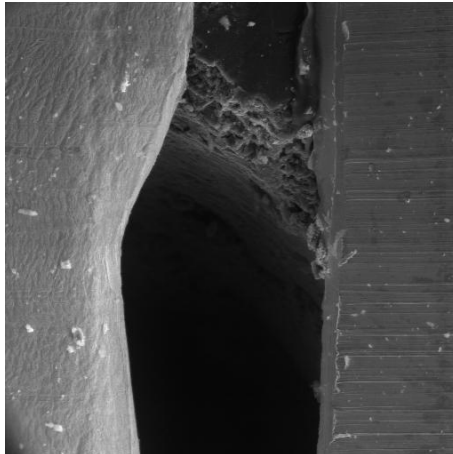


Obr. 6.2 Schéma upraveného scintilačního detektoru pro EREM se zkosenou elektrodou E2

6.2. Měřené vzorky

6.2.1. Standardní vzorek

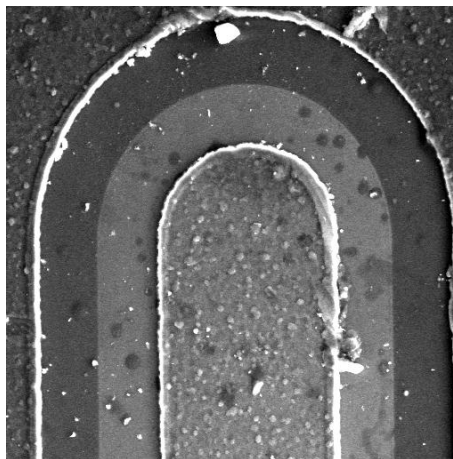
Standardní vzorek pro posouzení velikosti detekovaného signálu se skládá z uhlíkového válce o průměru 10 mm, do jehož středu je vyvrtán otvor o průměru 500 μm a hloubce 15 mm. Podle Obr. 6.3 jsou přes otvor nalepeny dva plíšky z platiny a mědi. Na snímku je patrný materiálový kontrast těchto dvou kovů navzdory tomu, že snímek je pořízen signálem SE. To je způsobeno sekundárními elektrony typu 2 (viz. kap. 3.1 a 3.2). Všechny snímky standardního vzorku byly snímány při zvětšení 600x.



Obr. 6.3 Snímek standardního vzorku, platina (vlevo) a měď (vpravo)

6.2.2. Výkonový tranzistor NPN

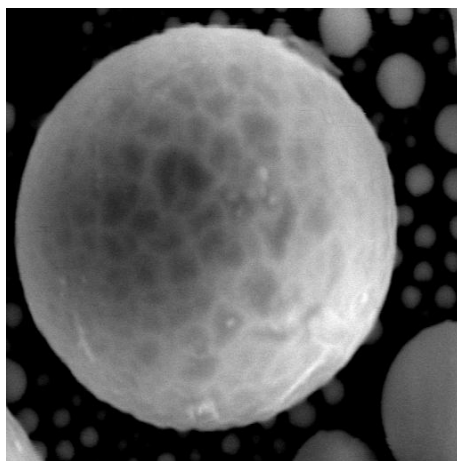
Vzorek slouží k pozorování napěťového kontrastu. Jedná se o přechod báze-emitor výkonového NPN tranzistoru s přiloženým závěrným napětím 10 V (Obr. 6.4). Napěťový kontrast je hodnocen jako rozdíl velikostí signálu z oblasti P (10 V) a z oblasti N (0 V). Porovnáním výsledků napěťového kontrastu bude posuzována schopnost detekce SE ve vyšších tlacích. Všechny snímky napěťového kontrastu jsou snímány při zvětšení 890x.



Obr. 6.4 Snímek přechodu báze emitor výkonového tranzistoru NPN připojeného na závěrné napětí 10V

6.2.3. Vzorek kuliček cínu

K částečnému posouzení rozlišovací schopnosti detektoru a poměru užitečného signálu k šumu (SNR) byl použit vzorek kuliček cínu na uhlíkovém substrátu Agar Scientific S1937. Pro posouzení bylo třeba nalézt kuličku cínu při zvětšení 15 000x a větším. Zároveň musela disponovat vhodnou topografií pro posouzení rozlišovací schopnosti detektoru. Příklad vhodného exempláře kuličky cínu je na Obr. 6.5.

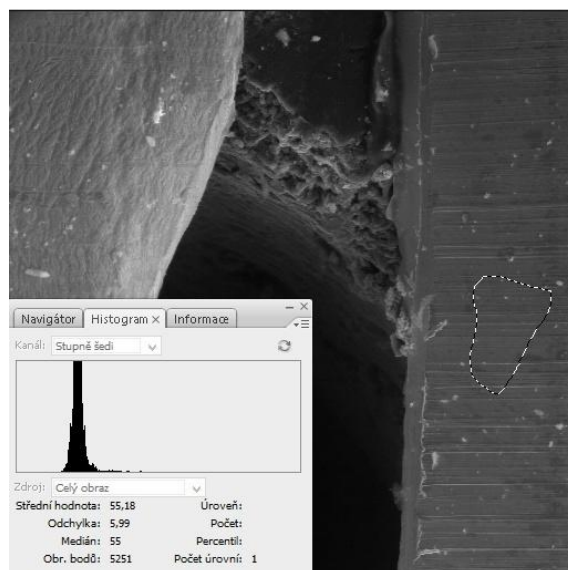


Obr. 6.5 Kuličky cínu pro posouzení rozlišovací schopnosti a SNR (zvětšení 18 000x)

6.3. Vyhodnocení měření

6.3.1. Posouzení velikosti detekovaného signálu

Snímky pořízené v mikroskopu jsou ukládány v rozlišení 512x512 pixelů s bitovou hloubkou 8 bitů. Každý pixel na snímku má tedy přiřazenu úroveň šedi v rozsahu 0 až 255. Úroveň šedi je zjištěna za pomoci programu Adobe Photoshop. Pro účely měření je zjišťována úroveň signálu získaná ze standardního vzorku. V programu Photoshop je tedy potřeba vymezit oblast na vzorku bez nečistot a změn reliéfu, aby nedošlo ke zkreslení měření, a poté zobrazit histogram se střední hodnotou úrovně šedi (Obr. 6.6). Tato hodnota reprezentuje signálovou (kontrast) a stejnosměrnou (jas) složku signálu.



Obr. 6.6 Snímek s načtenou maskou a histogramem vybrané oblasti

Pro zjištění velikosti signálu se od střední hodnoty šedi vzorku odečte stejnosměrná složka signálu, která je zjištěna z oblasti otvoru v grafitovém válci (z něhož by se neměl uvolňovat žádný signál).

Během vyhodnocení může nastat situace, kdy velikost signálu přesáhne hodnotu 255. V tomto případě je možné snížit stejnosměrnou složku signálu pod nulovou úroveň a při znalosti závislosti stejnosměrné složky na úrovni šedi pro daný vzorek při určitých pracovních podmínkách dopočítat rozdíl a stanovit velikost signálu nad měřitelné maximum 255. Další možností je pořízení stejné série snímků při změněných podmínkách, stanovení závislosti mezi standardními a změněnými podmínkami a poté dopočítat potřebné hodnoty. Během experimentů byly použity obě metody podle vhodnosti jejich použití.

6.3.2. Posouzení kvality snímku z poměru signál/šum

Výsledná kvalita pořízených snímků je ovlivněna šumem pozadí. Ten se přičítá k užitečnému signálu a zkresluje tak získané informace. K šumu přispívají rozptýlené primární elektrony v plynném prostředí ESEM (dopad na povrch vzorku mimo stopu primárního svazku). Kvalitu snímku lze za daných pracovních podmínek posoudit z SNR. Ovládací software mikroskopu AquaSem neumožňuje zjistit SNR přímo. K těmto účelům byl využit software Scion Image. V tomto programu bylo použito makro SMART, které analyzuje dva po sobě jdoucí řádky snímku pomocí metodiky podrobně popsané v [5]. Makro počítá variance a kovariance dvou po sobě jdoucích řádků na snímku, z čehož dostáváme korelační koeficient R_n . Korelační koeficient je definován jako

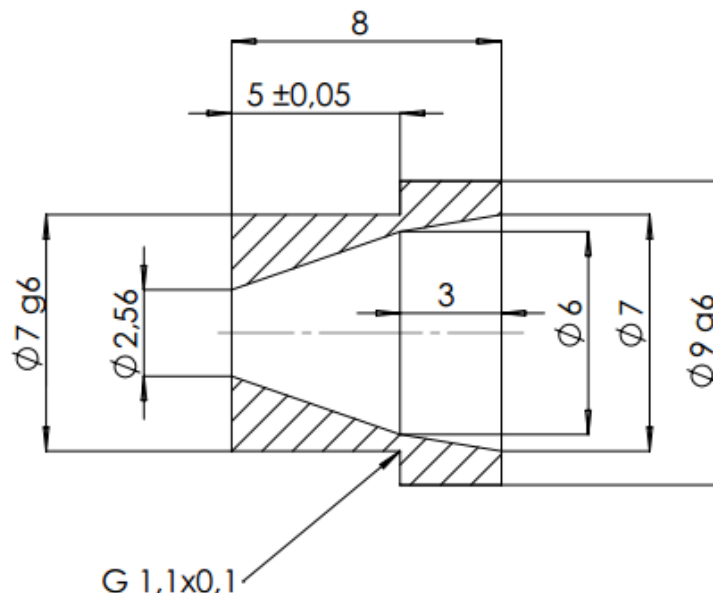
$$R_n = \frac{cov(X, Y)}{\sqrt{var(X)var(Y)}}, \quad (1)$$

kde $cov(X, Y)$ je kovariance po sobě jdoucích řádků a $var(X)$ resp. $var(Y)$ jsou variance příslušných řádků. SNR je poté vypočten ze vztahu

$$SNR = \frac{R_n}{1 - R_n}. \quad (2)$$

7. Vlastnosti scintilačního detektoru s kónickou elektrodou E2

Kónická elektroda byla vyrobena z mosazi podle výrobního výkresu na Obr. 7.1. Následovalo připájení vodičů, osazení do scintilačního detektoru a umístění sestavy zpět do komory vzorku mikroskopu.



Obr. 7.1 Výrobní výkres kónické elektrody E2

Kritickým krokem bylo vyčerpání detektoru do pracovní oblasti tlaků, které proběhlo bez problémů. Detektor byl následně oživen postupným zvyšováním napětí na elektrodách a clonách, kdy bylo nutné sledovat případný vznik výbojů či nestability detektoru. V tomto kroku byla zjištěna vhodná stabilní napětí elektrod E1 a E2, která jsou součástí Tab. 7-1, a také rozsah pracovní oblasti tlaků. S detektorem je možné pracovat v rozsahu tlaků vodních par v komoře vzorku mikroskopu 0 až 950 Pa, kdy začalo docházet k výbojům v detektoru a velkému nárůstu šumu v obraze.

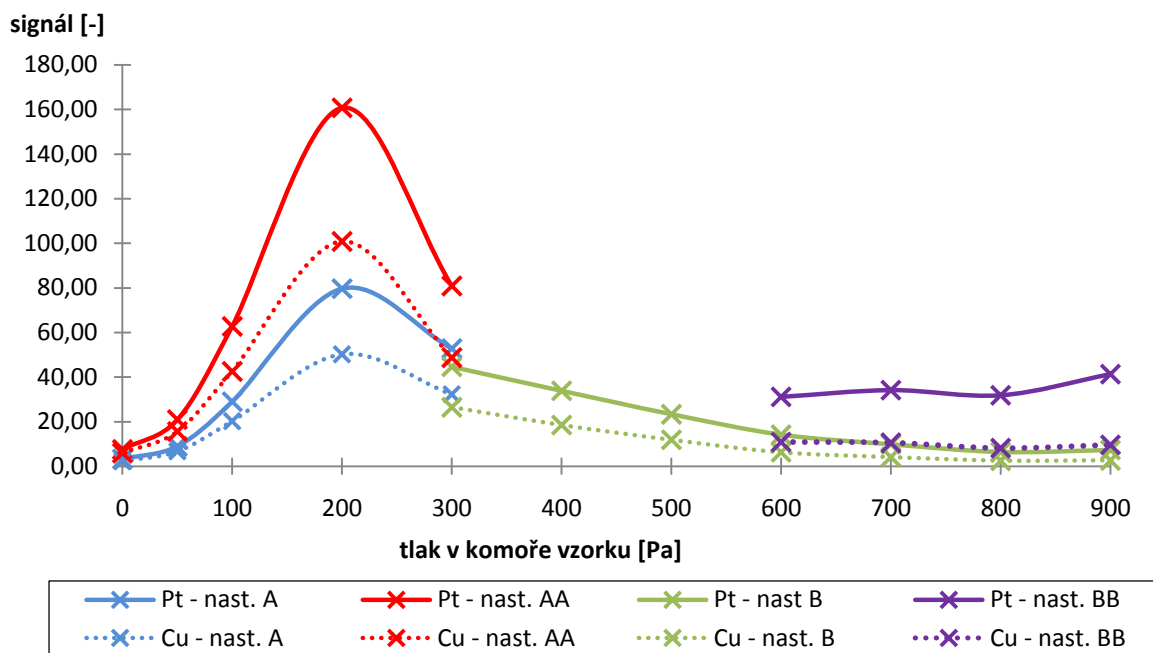
Cílem této kapitoly je stanovit optimální napětí přiložená na elektrody E1 a E2 detektoru pro vysoký zisk signálu sekundárních elektronů a zároveň nízký podíl šumu v obraze.

Tab. 7-1 Přehled napětí použitých v různých tlacích (vlevo) a jejich pracovní označení (vpravo)

Oblast tlaků [Pa]	Přiložená napětí	Použité napěťové kaskády	Označení
0,1	$U_{E1} = 300V, U_{E2} = 400V$	$U_{E1} = 300V, U_{E2} = 400V$	A
	$U_{E1} = 300V, U_{E2} = 310V$	$U_{E1} = 300V, U_{E2} = 310V$	B
50 - 300	$U_{E1} = 300V, U_{E2} = 400V$	$U_{E1} = 300V, U_{E2} = 450V$	AA
	$U_{E1} = 300V, U_{E2} = 450V$	$U_{E1} = 200V, U_{E2} = 210V$	BB
400 - 500	$U_{E1} = 300V, U_{E2} = 310V$		
600 - 900	$U_{E1} = 300V, U_{E2} = 310V$		
	$U_{E1} = 200V, U_{E2} = 210V$		

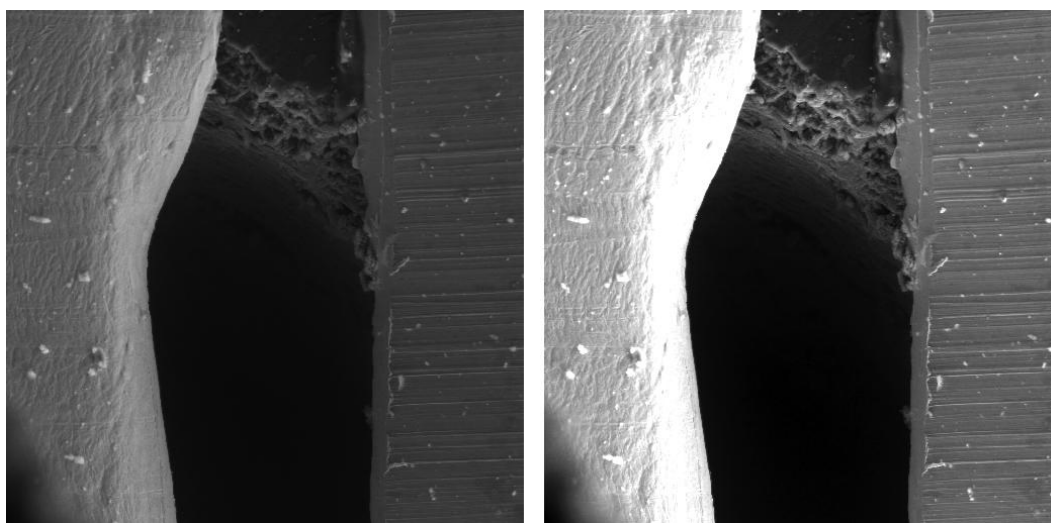
7.1. Závislost velikosti signálu na tlaku v komoře vzorku

Měření závislosti velikosti signálu na tlaku v komoře vzorku mělo za cíl zjistit optimální napětí na elektrodách E1 a E2 pro dosažení co nejvyšší úrovně detekovaného signálu za současné stability detektoru a nízkého podílu šumu v obraze. Měření probíhala v podmínkách stanovených v kapitole 6.1. Většina měření byla provedena při napětí 350 V na dynodách fotonásobiče. Ze závislosti na Obr. 7.2 je patrné, že v oblasti nižších tlaků je nastavení AA (viz. Tab. 7-1) z hlediska velikosti signálu výhodnější, od tlaku 600 Pa lze vyššího signálu dosáhnout použitím nastavení BB. Při tlaku 10^{-1} Pa bylo lepší volbou nastavení B.



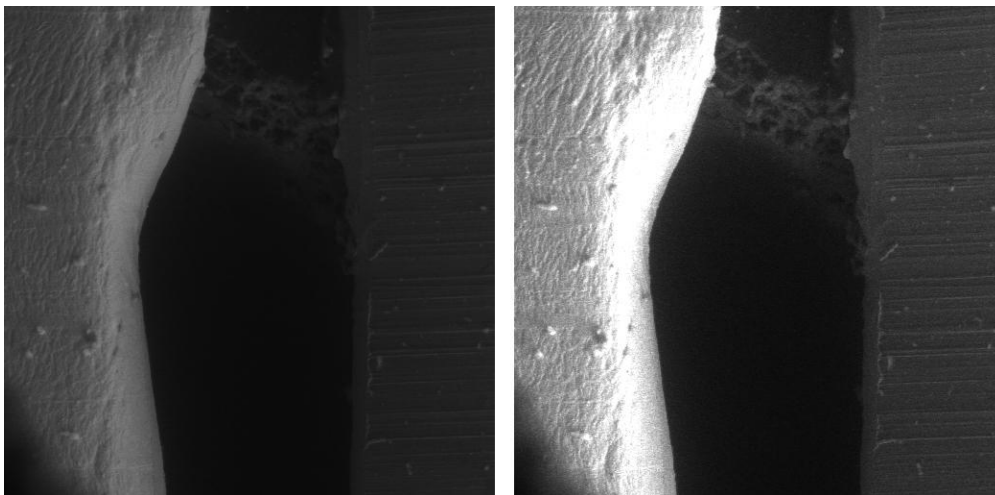
Obr. 7.2 Závislost velikosti signálu na tlaku v komoře vzorku pro kónickou elektrodu

Vizuálním srovnáním snímků na Obr. 7.3 lze stanovit, že nastavením AA je dosaženo kvalitnějšího zobrazení topografie povrchu vzorku. Toto tvrzení bylo v dalším kroku ověřeno měřením napěťového kontrastu.



Obr. 7.3 Snímky standardního vzorku, nastavení A (vlevo) a nastavení AA (vpravo) při tlaku 200Pa

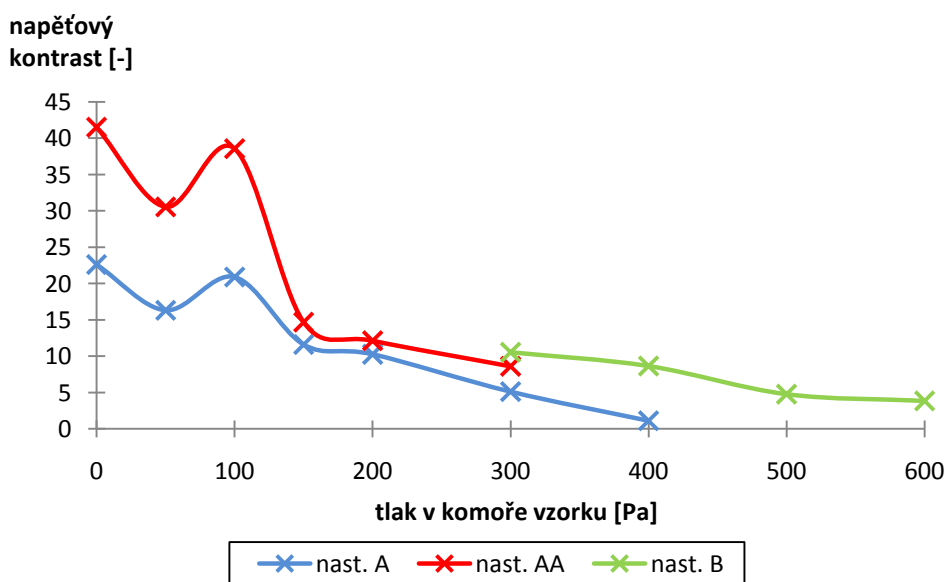
Ačkoliv je od tlaku 600 Pa z hlediska velikosti signálu nastavení BB výhodnější než nastavení B, v obraze je patrný velký nárůst šumu (Obr. 7.4). Z těchto důvodů je v kapitole 7.3 ověřen poměr signál/šum.



Obr. 7.4 Snímky standardního vzorku, nastavení B (vlevo) a nastavení BB (vpravo) při tlaku 600 Pa

7.2. Závislost velikosti napěťového kontrastu na tlaku v komoře vzorku

Z výsledků měření vyplývá, že napěťový kontrast je pozorovatelný od 10^{-1} Pa do 600 Pa tlaku vodních par v komoře vzorku. Z důvodu dosažení lepších výsledků byla většina měření provedena pro větší proud primárních elektronů $I_{PE} = 200$ pA a pracovní vzdálenost $WD = 5$ mm, která vykazovala nejvyšší napěťový kontrast. Napěťová nastavení byla použita podle Tab. 7-1, přičemž pro nastavení BB při tlaku 600Pa byl kontrast neměřitelný.



Obr. 7.5 Závislost velikosti napěťového kontrastu na tlaku v komoře vzorku pro kónickou elektrodu

Z grafu lze usoudit, že nastavení AA vykazuje v oblasti 10^{-1} až 300 Pa vyšší úroveň napětového kontrastu, a tedy lepší schopnost detekovat sekundární elektrony než nastavení A. Nad 300 Pa je vhodnější nastavení B, což koresponduje s výsledky kapitoly 7.1.

7.3. Závislost velikosti poměru signál/šum na tlaku v komoře vzorku

Cílem měření bylo stanovit, které z napětových nastavení je vhodnější z hlediska velikosti poměru signálu k šumu v obraze. Pracovní podmínky se shodovaly s podmínkami stanovenými v kapitole 6.1. Kulička s vhodnou topografií povrchu byla nalezena při zvětšení 18 000x. Při tomto zvětšení dochází se změnou tlaku k posunu kuličky cínu mimo oblast zájmu, proto bylo nutné při experimentech centrovat kuličku do středu obrazu. Z pořízených snímků byl vypočten poměr signál/šum podle metody popsané v kapitole 6.3.2. Vypočtené hodnoty jsou uvedeny v Tab. 7-2. Výsledky ukazují, že nastavení A a AA poskytují podobně kvalitní snímky pro tlaky do 400 Pa. Od toho tlaku v komoře vzorku je již vhodné použít nastavení B, které vyšlo kvalitou pořízeného obrazu podstatně lépe než BB.

Tab. 7-2 Poměr signál/šum v závislosti na tlaku v komoře vzorku pro různá nastavení elektrod

		Tlak v komoře vzorku [Pa]										
		50	100	150	200	300	400	500	600	700	800	900
		Poměr signál/šum [-]										
nastavení	A	9,3	12,8	9,9	10,9	14,5	6,9					
	AA	8,4	10,4	9,8	12,3	10,4	8,1					
	B						10,2	7,5	10,3	5,4	4,0	1,0
	BB							5,4	5,9	2,3	2,1	0,8

7.4. Vyhodnocení optimálního napětí na elektrodách detektoru s kónickou elektrodou E2

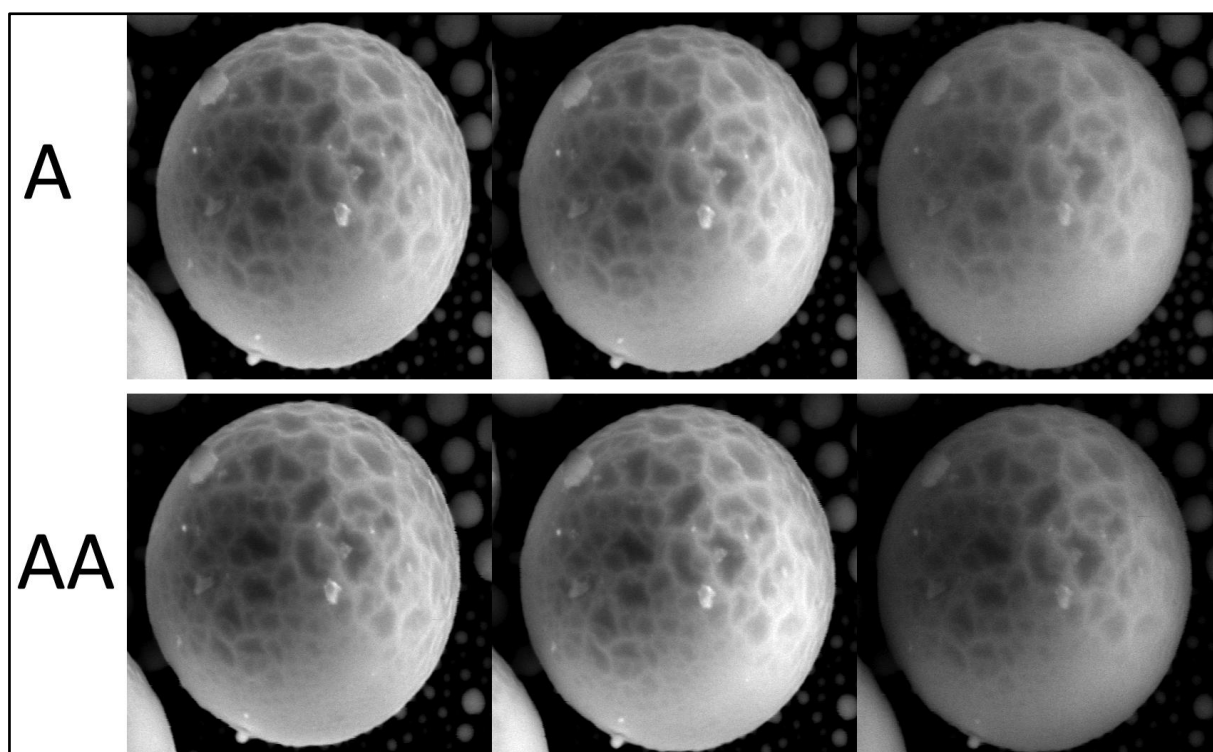
Z provedených experimentů popsaných v této kapitole byly vybrány optimální kombinace napětí na elektrodách E1 a E2 podle dosažené velikosti signálu sekundárních elektronů při současné nízké úrovni šumu v obraze.

Nastavení AA dosahuje v oblasti 10^{-1} až 300 Pa vyšší hodnoty velikosti signálu (Obr. 7.2) a lepší schopnosti detekovat sekundární elektrony (Obr. 7.5). Úroveň šumu v obraze je u tohoto nastavení nepatrně vyšší, podle subjektivního hodnocení ze snímků je však shodná s nastavením A (Obr. 7.6). Z tohoto důvodu je nastavení AA zvoleno pro tuto oblast tlaků jako optimální.

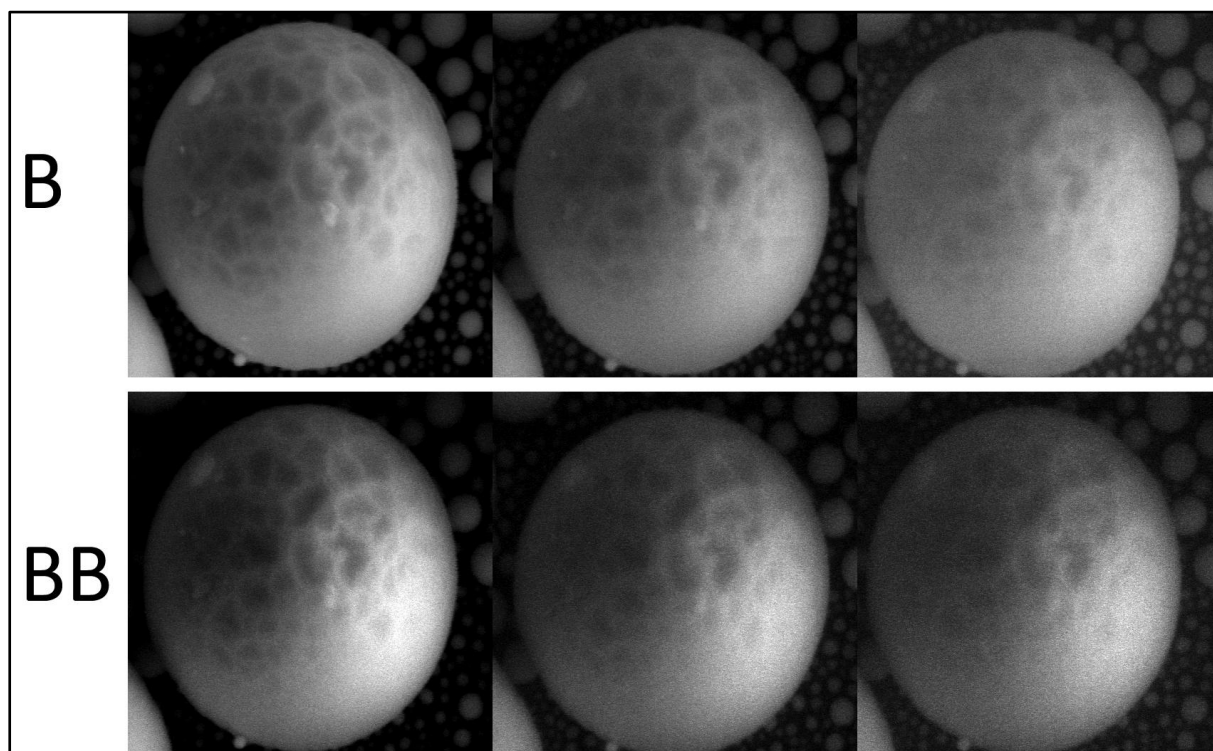
Nastavení B je vhodné použít i pro tlaky větší než 600 Pa v komoře vzorku navzdory nižší úrovni signálu. Je to z důvodu kvalitnějších snímků (Obr. 7.7) a lepší schopnosti detekovat sekundární elektrony, které nebylo nastavením BB dosaženo. V Tab. 7-3 jsou shrnuta optimální napětí elektrod pro dané tlaky.

Tab. 7-3 Optimální napětí elektrodového systému s kónickou elektrodou E2

Kónická elektroda - Optimum		Označení
0,1 Pa	$U_{E1} = 300 \text{ V}$, $U_{E2} = 310 \text{ V}$	B
50Pa - 300Pa	$U_{E1} = 300 \text{ V}$, $U_{E2} = 450 \text{ V}$	AA
400Pa - 900Pa	$U_{E1} = 300 \text{ V}$, $U_{E2} = 310 \text{ V}$	B



Obr. 7.6 Srovnání snímků kuličky cínu při použití nastavení A a AA pro tlak 100, 200 a 400 Pa v komoře vzorku



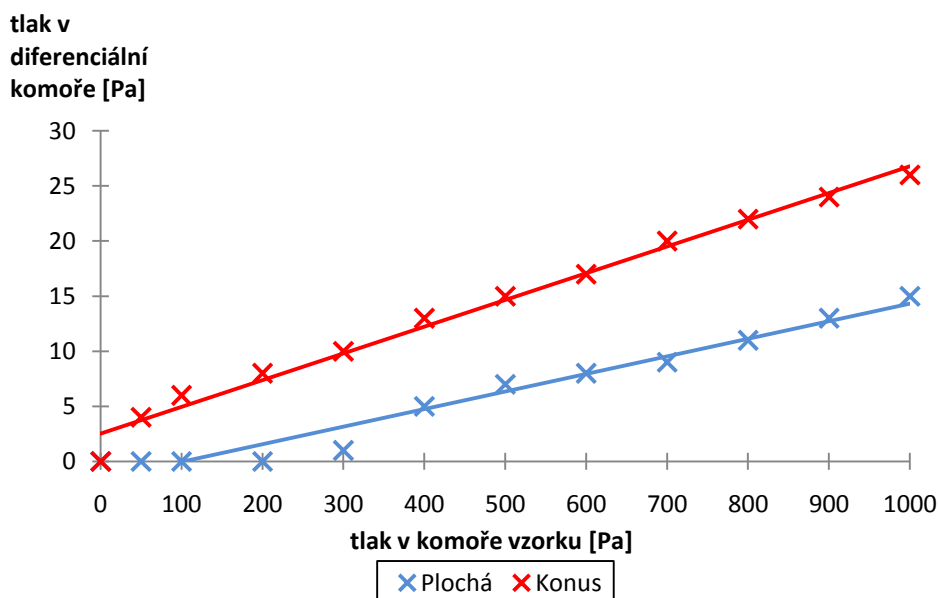
Obr. 7.7 Srovnání snímků kuličky cínu při použití nastavení B a BB pro tlak 500, 700 a 800 Pa v komoře vzorku

8. Zhodnocení přínosu zkosení elektrody E2 k detekci sekundárních elektronů scintilačním detektorem

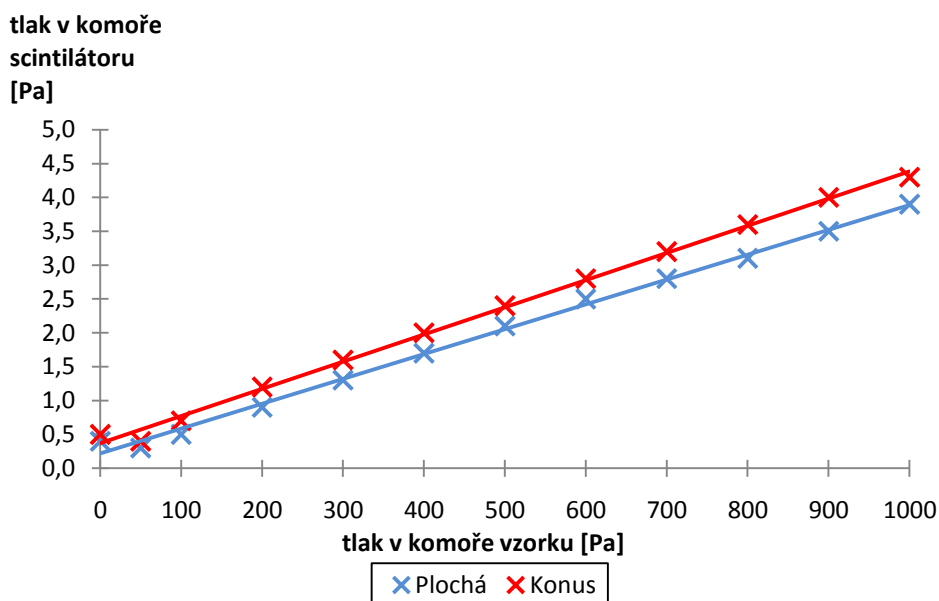
Cílem této kapitoly je porovnání výsledků experimentů elektrodového systému se zkosenou elektrodou E2 s původním stavem scintilačního detektoru, tedy s plochou elektrodou E2. Scintilační detektor s plochou E2 bylo možné proměřit v celé tlakové oblasti 10^{-1} Pa – 1000 Pa. Tlakové závislosti uvnitř detektoru pro upravený i neupravený stav jsou vyneseny v grafech na Obr. 8.1 a Obr. 8.2. Je z nich patrné, že zkosení elektrody E2 má poměrně významný vliv na proudění plynů v tělese detektoru. V diferenciální komoře i v komoře scintilátoru je použitím kónické E2 dosaženo vyšších tlaků, které ovšem v komoře scintilátoru nepřesahují povolenou mez, která je 5 Pa. Platí, že dosažení co nejnižších tlaků v komoře scintilátoru je vždy výhodnější z hlediska možných výbojů.

Tab. 8-1 Přehled optimálních napětí elektrod pro oba typy elektrod v různých tlacích

Kónická elektroda - Optimum		Označení
0,1 Pa	$U_{E1} = 300$ V, $U_{E2} = 310$ V	B
50 Pa – 300 Pa	$U_{E1} = 300$ V, $U_{E2} = 450$ V	AA
400 Pa – 900 Pa	$U_{E1} = 300$ V, $U_{E2} = 310$ V	B
Plochá elektroda - Optimum		Označení
0,1 Pa – 200 Pa	$U_{E1} = 300$ V, $U_{E2} = 400$ V	A
300 Pa – 700 Pa	$U_{E1} = 300$ V, $U_{E2} = 310$ V	B
800 Pa – 1 kPa	$U_{E1} = 200$ V, $U_{E2} = 210$ V	BB



Obr. 8.1 Závislost tlaku v diferenciální komoře detektoru na tlaku v komoře vzorku pro srovnávané typy elektrod



Obr. 8.2 Závislost tlaku v komoře scintilátoru detektoru na tlaku v komoře vzorku pro srovnávané typy elektrod

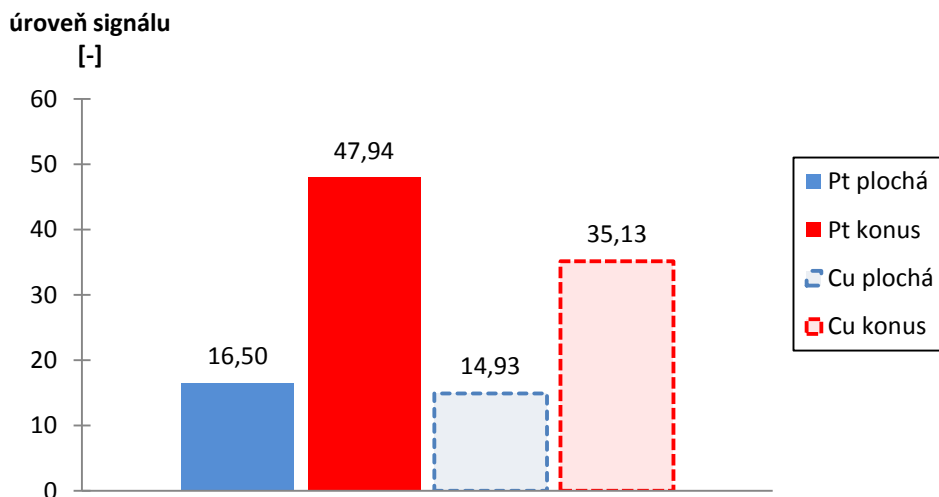
Optimální napěťová nastavení pro scintilační detektor s plochou E2 byla známa z předchozích experimentů. Pro úplnost měření bylo provedeno jejich ověření, ale nebyla zjištěna jiná nastavení, která by vykazovala vyšší úroveň detekovaného signálu. Z tohoto důvodu jsou napětí uvedená v Tab. 8-1 brána jako optimální.

8.1. Porovnání velikosti detekovaného signálu detektorem s plochou a kónickou elektrodou E2

V této kapitole bude nejdříve porovnána velikost signálu detekovaná při tlaku 10^{-1} Pa. Simulace provedené v programu Simion totiž neuvažují tlakovou oblast, ale pouze vakuum. Ke srovnání detekovaných úrovní signálu byly použity hodnoty při napětí na fotonásobiči $U_{\text{fot}} = 350$ V a při optimálních nastaveních uvedených v Tab. 8-1.

8.1.1. Detekce při tlaku 0,1Pa

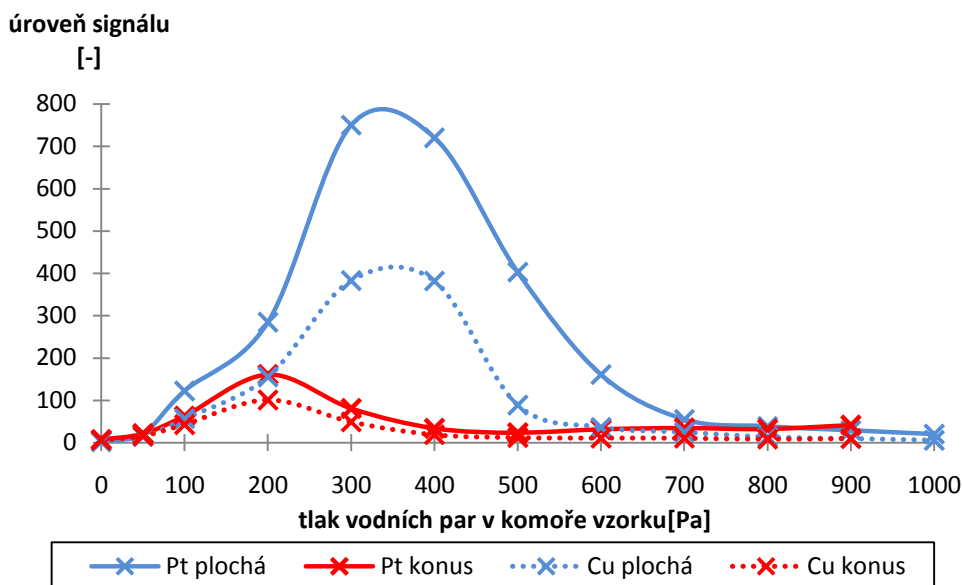
Jelikož v nízkých tlacích nedochází k zesilování signálu procesem nárazové ionizace, je nutné zvýšit při tlaku 10^{-1} Pa zesílení fotonásobiče. Srovnávané hodnoty odpovídají napětí $U_{\text{fot}} = 600$ V, pro oba typy elektrodového systému je použito nastavení A. Z grafu na Obr. 8.3 lze pozorovat, že detektor s kónickou E2 vykazuje u signálu z platiny téměř trojnásobně vyšší velikost oproti předchozímu stavu. To potvrzuje výsledky dosažené během simulací v programu Simion. Ve vakuu jsme schopni použitím zkosené elektrody E2 zvýšit při daných podmínkách velikost detekovaného signálu, zřetelně však narostl podíl materiálového kontrastu v obraze, což je nežádoucí.



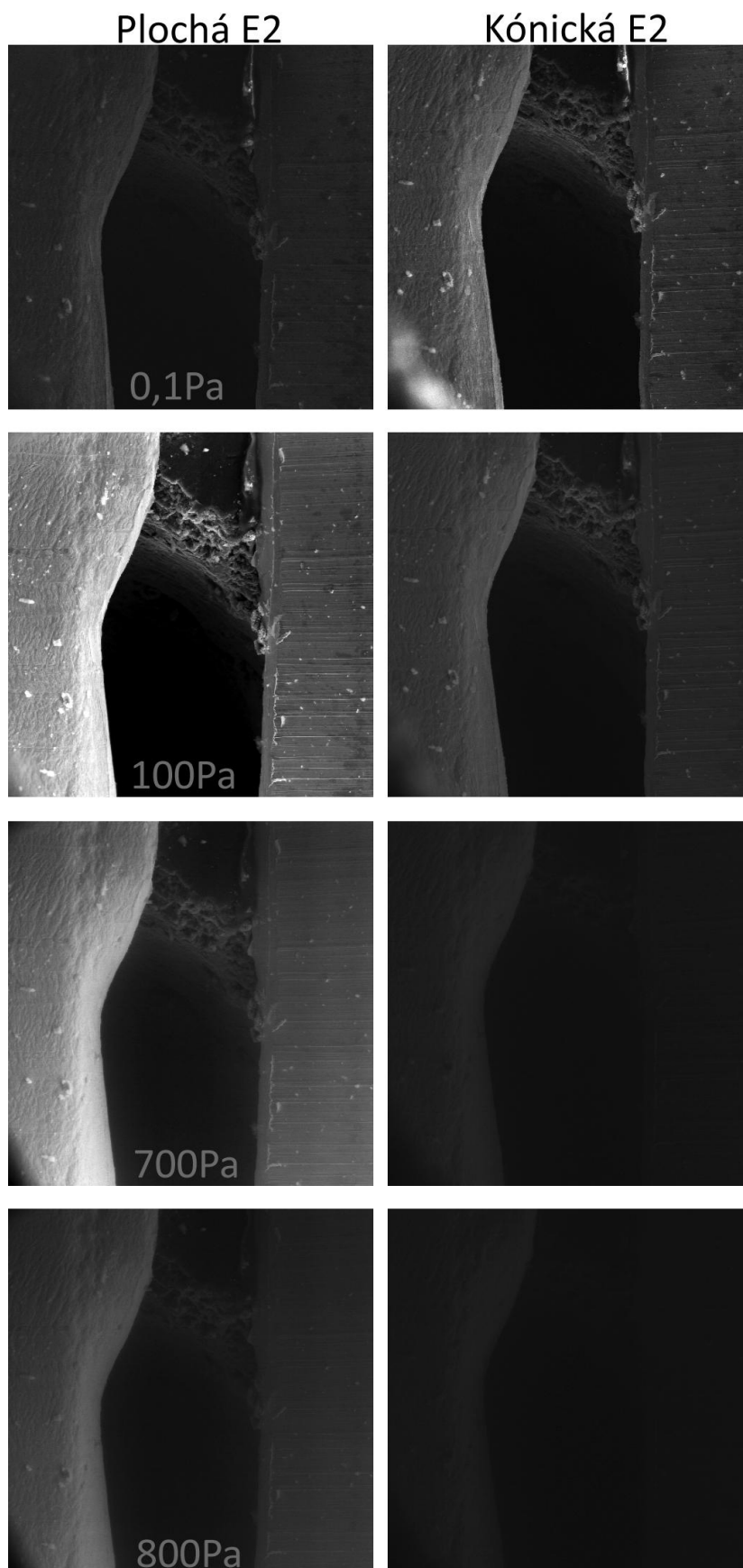
Obr. 8.3 Srovnání velikostí signálů v tlaku 0,1 Pa při použití ploché a kónické elektrody

8.1.2. Detekce v tlakové oblasti nad 0,1Pa

Již v průběhu experimentů bylo patrné, že v oblasti tlaků 50 Pa a výše byl signál při použití ploché elektrody a napětí fotonásobiče $U_{\text{fot}} = 350 \text{ V}$ výrazně vyšší, přesahující 255 úrovní šedi. Z tohoto důvodu bylo nutné většinu hodnot dopočítat. Závislosti získané měřeními jsou vyneseny do grafu Obr. 8.4. Použitím ploché elektrody E2 je vždy detekován mnohonásobně větší signál bez ohledu na zesílení fotonásobiče. Z tohoto hlediska nemá zkosení elektrody E2 pozitivní přínos k detekci. Na Obr. 8.5 lze vizuálně srovnat pořízené snímky standardního vzorku.



Obr. 8.4 Srovnání velikostí signálů v oblasti tlaků nad 0,1 Pa při použití ploché a kónické elektrody E2



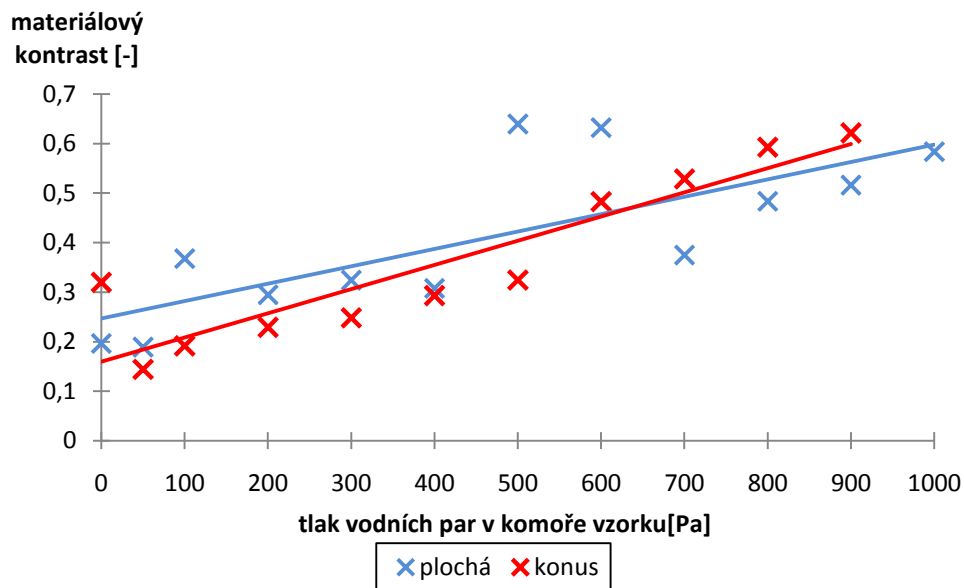
Obr. 8.5 Vizuelní srovnání snímků standardního vzorku pořízených při použití ploché a kónické elektrody E2 pro optimální napětí elektroodového systému (tlaky 0.1, 100, 700, 800 Pa; $U_{\text{tot}} = 350 \text{ V}$)

8.1.3. Srovnání podílu materiálového kontrastu v obraze

Dále byl stanoven podíl materiálového kontrastu v obraze při použití obou typů elektrod E2. Ten je požadován co nejmenší, jelikož detektorem mají být detekovány převážně SE, které přenášejí primárně topografickou informaci o zkoumaném vzorku. Materiálový kontrast (MK) je vypočten podle vzorce

$$MK = \frac{S_{Pt} - S_{Cu}}{S_{Pt} + S_{Cu}}, \quad (3)$$

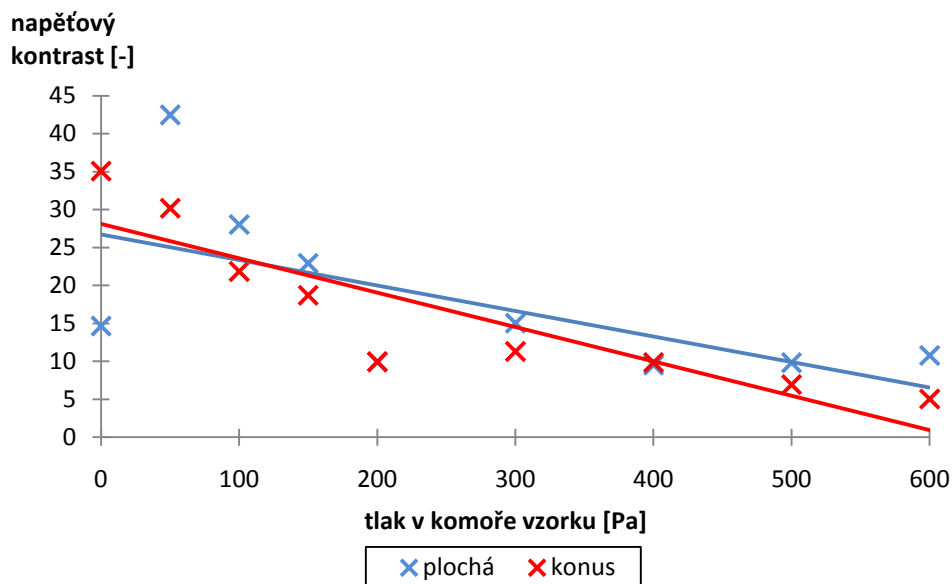
kde S_{Pt} je úroveň signálu platiny a S_{Cu} je úroveň signálu mědi. Ze srovnání na Obr. 8.6 můžeme pozorovat, že kónická elektroda vykazuje od 0,1 Pa do 600 Pa nižší podíl materiálového kontrastu v obraze než původní plochá elektroda. Nad 700 Pa je situace opačná. Z tohoto hlediska je kónická elektroda výhodnější než původní plochá.



Obr. 8.6 Srovnání podílu materiálového kontrastu v obraze při použití ploché a kónické elektrody E2

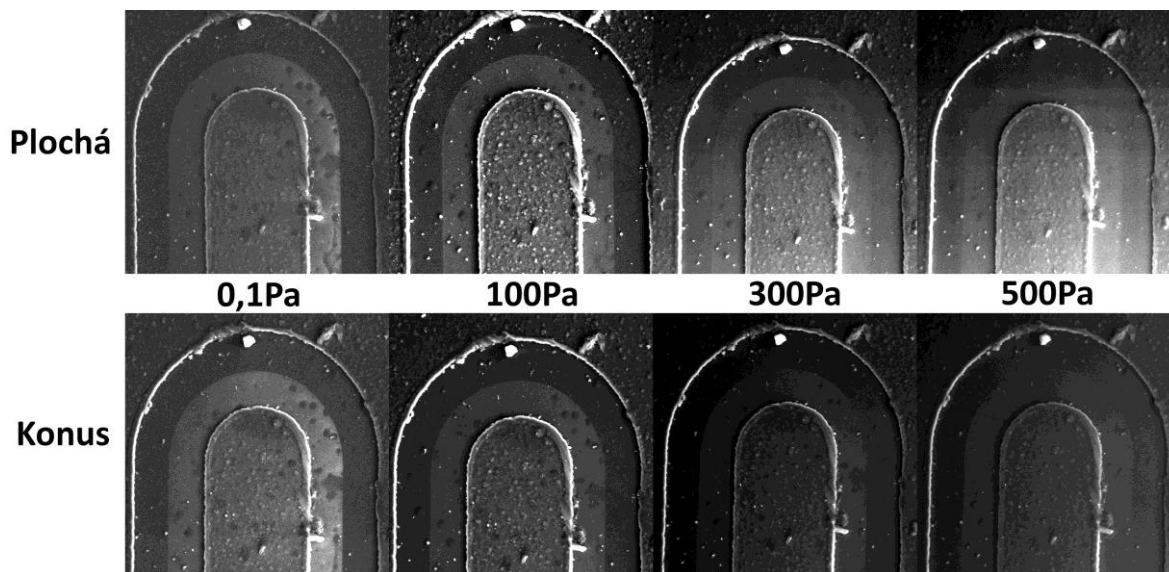
8.2. Porovnání detektoru s plochou a kónickou elektrodou E2 z hlediska schopnosti detekovat sekundární elektrony

V této podkapitole je srovnána schopnost elektrodových systémů detekovat sekundární elektrony vyhodnocením velikosti napěťového kontrastu. Napěťová nastavení elektrodového systému i fotonásobiče byla nastavována pro dosažení nejlepších výsledků. Zvětšení při experimentu bylo 890x. Porovnání závislostí obou elektrodových systémů je vyneseno v následujícím grafu (Obr. 8.7).



Obr. 8.7 Porovnání schopnosti detektoru detekovat sekundární elektrony při použití ploché a kónické elektrody E2

Obě závislosti vykazují srovnatelný napěťový kontrast, dá se usoudit, že systém s původní plochou E2 je schopen ve vyšších tlacích lépe detekovat sekundární elektrony. Pořízené snímky je možné porovnat na Obr. 8.8.



Obr. 8.8 Snímky napěťového kontrastu při různých tlacích v komoře vzorku (plochá a kónická E2, zvětšení 890x)

8.3. Porovnání detektoru s plochou a kónickou elektrodou E2 z hlediska velikosti poměru signál/šum

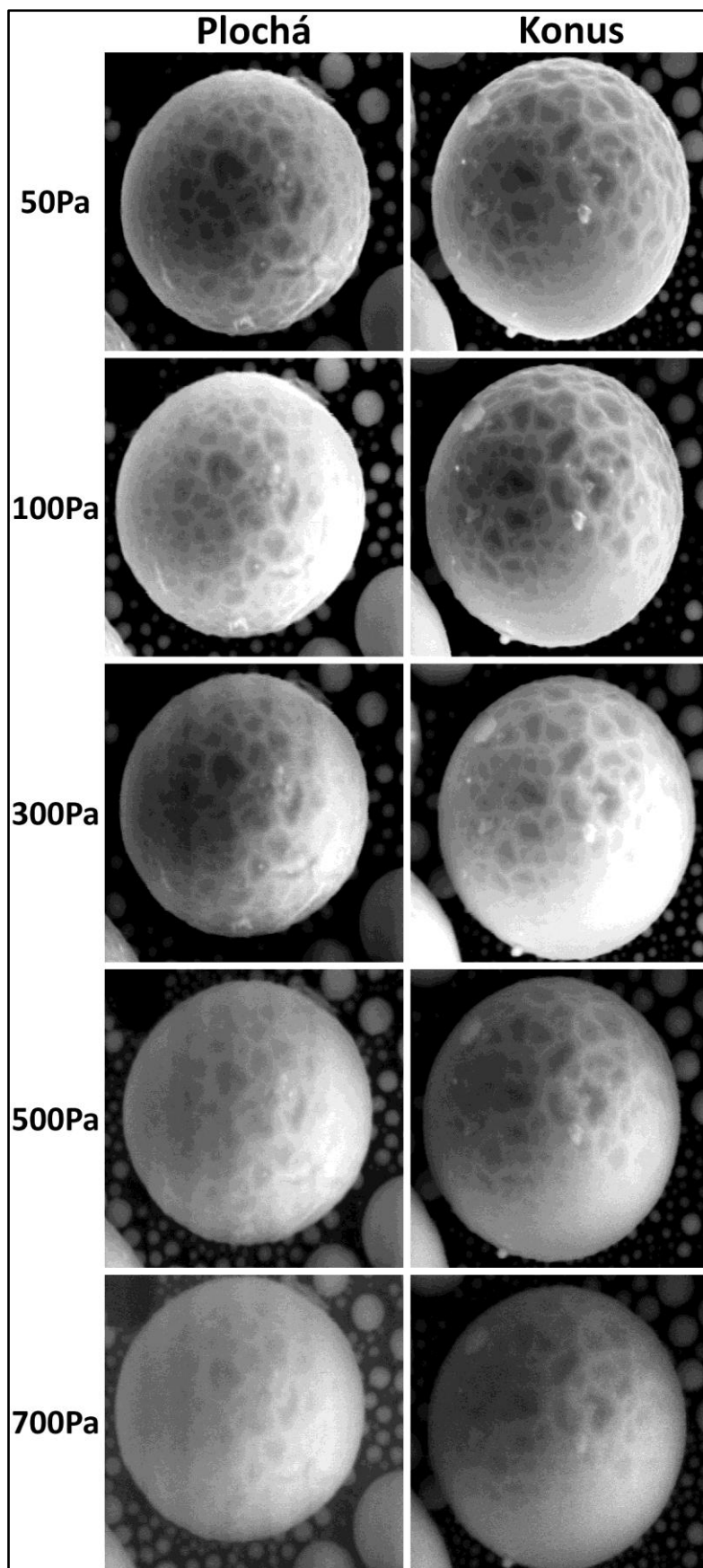
Cílem tohoto měření bylo stanovit, který z elektrodových systémů bude vykazovat lepší poměr SNR v rozmezí tlaků 10^{-1} až 1000 Pa v komoře vzorku. Snímky kuličky cínu jsou srovnávány při zvětšení 18 000x a při standardní pracovní vzdálenosti $WD = 4$ mm. Napětí přivedená na elektrodový systém odpovídají optimálním hodnotám uvedeným v Tab. 8-1, zároveň bylo hledáno zesílení fotonásobiče pro dosažení nejlepších snímků. SNR byl získán metodou popsanou v kapitole 6.3.2.

Tab. 8-2 Poměr signál/šum v různých tlacích v komoře vzorku (plochá a kónická E2)

		Tlak v komoře vzorku [Pa]										
		50	100	150	200	300	400	500	600	700	800	900
		Poměr signál/šum [-]										
Elektroda E2	Plochá	4,6	6,0	6,8	17,4	7,7	7,8	10,9	10,3	8,9	3,5	1,2
	Konus	8,4	10,4	9,8	12,3	10,4	10,2	7,5	10,3	5,4	4,0	1,0

Na základě subjektivního posouzení z pořízených snímků kuličky cínu (Obr. 8.9) se jeví, že systém s kónickou E2 schopen lépe zobrazit topografii povrchu zkoumaného vzorku v celé měřitelné oblasti tlaků 50 až 800 Pa. To částečně odporuje výsledkům z předchozí kapitoly 8.2, kde o něco lepší schopnost detekce sekundárních elektronů vykazoval systém s plochou E2. Při použití ploché E2 se topografická informace začala ztrácet při tlaku 500 Pa v komoře vzorku, kdežto při použití kónické elektrody při stejném tlaku je topografie stále patrná. Problémem je, že snímky nemohly být při použitém zvětšení pořízeny vždy pro stejnou kuličku cínu. Z tohoto důvodu nelze vizuální srovnání brát jako rozhodující faktor.

Z výpočtů poměru SNR (Tab. 8-2) se dá usoudit, že použitím kónické elektrody se dá docílit kvalitnějších snímků do tlaku přibližně 500 Pa, kdy začíná větší SNR vykazovat systém s původní plochou elektrodou E2.



Obr. 8.9 Srovnání pořízených snímků kuličky cínu při použití ploché a kónické E2 (tlak 50, 100, 300, 500, 700 Pa)

8.4. Vyhodnocení přínosu zkosení elektrody E2

Ze všech provedených experimentů lze vyvodit následující závěry:

- Zkosení elektrody E2 způsobilo změnu tlakové závislosti scintilačního detektoru. Došlo k nárůstu tlaku v obou komorách tělesa, ale nebyl překročen limit 5 Pa v komoře scintilátoru. I přesto nebylo možné pracovat při tlaku nad 950 Pa v komoře vzorku z důvodu výskytu výbojů při jakémkoliv napětí přiloženém na elektrody detektoru.
- Použitím kónické E2 lze dosáhnout většího signálu při vakuu (10^{-1} Pa) v komoře vzorku. Snímky jsou podle subjektivního dojmu kvalitnější.
- V tlakové oblasti nad 10^{-1} Pa se kónická E2 projevuje podstatně nižší úrovní detekovaného signálu. Závislosti materiálového kontrastu na tlaku v komoře vzorku mají srovnatelnou tendenci, o něco nižší podíl materiálového kontrastu vykazuje v tlakovém rozsahu 10^{-1} až 600 Pa kónická E2. Celkově nepřineslo zkosení E2 očekávaný přínos větší velikosti signálu.
- Ve schopnosti detekovat sekundární elektrony se oba měřené elektrodové systémy příliš neliší. Do tlaku v komoře vzorku 50 Pa je lepší detekce dosaženo u kónické E2, dále se situace obrací. Přínos zkosení elektrody E2 se tedy ani z tohoto hlediska neprojevil.
- Z výpočtů SNR lze usoudit, že systém s kónickou E2 vykazuje lepší (vyšší) poměr signál/šum přibližně do 500 Pa v komoře vzorku. Snímky jsou při použití konusu subjektivně kvalitnější a topografie je i při tlaku nad 500 Pa stále pozorovatelná.

Z dosažených výsledků se potvrdily simulace z programu Simion. Ve vakuu lze zkosením E2 dosáhnout lepší detekce sekundárních elektronů. Scintilační detektor, na kterém byly experimenty prováděny, byl ovšem navržen pro práci v širokém rozsahu tlaků v komoře vzorku, a zde již úprava nepřinesla požadované zlepšení. Při optimalizaci detekce uvedeným scintilačním detektorem se zkosením elektrody E2 nemá smysl nadále zabývat.

Závěr

V rámci diplomové práce jsem se podrobně seznámil s problematikou environmentální rastrovací elektronové mikroskopie, která je v současné době velmi aktuální. V tomto odvětví probíhá neustálý vývoj a hledání nových možností pro pozorování nejruznějších vzorků, které nelze v běžných rastrovacích mikroskopech pozorovat bez předchozích úprav. Součástí práce je teoretický úvod do environmentální elektronové mikroskopie, dále je nastíněna problematika detekce sekundárních elektronů scintilačním detektorem. V praktické části je na základě modelování drah elektronů v elektrostatickém poli detektoru realizována úprava elektrodového systému stávajícího detektoru.

Hlavním cílem této práce bylo zlepšit detekci sekundárních elektronů scintilačním detektorem pracujícím v širokém rozsahu tlaků v komoře vzorku environmentálního rastrovacího mikroskopu. Elektrody E1 a E2, které se nacházejí v přední části detektoru, přímo ovlivňují sběr a zaměření signálních elektronů na scintilační krystal. Z tohoto důvodu bylo předpokládáno, že změna parametrů elektrod (napětí, tvaru), a hlavně elektrody E2, bude mít pozitivní vliv na detekci sekundárních elektronů.

Ze simulací vyplynulo, že změna napětí přivedeného na elektrodu E2 neměla požadovaný efekt, došlo naopak ke snížení počtu detekovaných signálních elektronů. Bylo tedy přistoupeno ke změně tvaru elektrodového systému detektoru. Elektroda E2 byla zkosená tak, aby se postupně zužovala do otvoru clony A1. Tato úprava přinesla při simulaci zlepšení detekce o téměř 19%. Stejně bylo uvažováno i v případě elektrody E1. Předpokládalo se, že plynulá změna průměru otvoru u obou elektrod zaměří ještě více signálních elektronů do otvoru clony A1. K tomuto efektu však nedošlo. Z tohoto důvodu se změny tvaru elektrod týkaly pouze elektrody E2.

Dalším krokem diplomové práce bylo praktické ověření dosažených výsledků simulací. Nová elektroda byla zadána do výroby podle uvedeného výkresu, poté osazena do tělesa detektoru. Nový elektrodový systém byl vyhodnocen sérií uskutečněných experimentů. Z vyhodnocení vyplynulo, že ačkoliv byly potvrzeny výsledky simulací pro oblast vakua, v požadovaném rozsahu tlaků do 1000 Pa nebylo dosaženo zvýšení úrovně detekovaného signálu. Velikost detekovaného signálu při použití kónické elektrody E2 je podstatně nižší než u plochého uspořádání. Jedním z možných důvodů je změna podmínek pro nárazovou ionizaci signálních elektronů v prostoru kónické elektrody E2 oproti ploché elektrodě E2.

Výsledkem diplomové práce je upravený detektor sekundárních elektronů s kónickou elektrodou E2 pro environmentální rastrovací elektronový mikroskop. Vlastnosti tohoto detektoru byly experimentálně ověřeny a vyhodnoceny. Scintilační detektor je plně funkční, ale nesplnil požadavek na očekávané zvýšení úrovně detekovaného signálu v celém rozsahu tlaků 10^{-1} až 1 kPa v komoře vzorku.

Seznam obrázků

Obr. 1.1 Principiální schéma REM [8].....	- 11 -
Obr. 1.2 Úprava elektronového svazku v optické soustavě REM [8]	- 12 -
Obr. 2.1 Eliminace nabíjení. Obraz SE korundové keramiky ve vakuu (vlevo) a při tlaku 300 Pa (vpravo) [1].....	- 13 -
Obr. 2.2 Principiální schéma EREM, RV - rotační vývěva, DV - difuzní vývěva, JV - jehlový ventil, V - vakuový ventil [2]	- 14 -
Obr. 2.3 Obecné znázornění rozptylu PE v prostředí komory vzorku, a) ve vysokém vakuu, b) v normálním tlaku, c) v příliš vysokém tlaku [9]	- 15 -
Obr. 2.4 Závislost tlaku nasycených vodních par na teplotě [9]	- 15 -
Obr. 3.1 Zobrazení rozptylu PE a procesů v objemu vzorku [8].....	- 16 -
Obr. 3.2 Signály vznikající po dopadu PE na povrch vzorku [8].....	- 16 -
Obr. 3.3 Spektrum emitovaných elektronů po dopadu PE na vzorek [8].....	- 17 -
Obr. 3.4 Závislost koeficientu emise BSE na protonovém čísle Z a úhlu dopadu φ [8].....	- 17 -
Obr. 3.5 Závislost koeficientu emise SE na energii PE a úhlu dopadu pro Al a Cu [8].....	- 18 -
Obr. 3.6 Vznik jednotlivých typů SE [8].....	- 19 -
Obr. 4.1 Principiální schéma scintilačního detektoru v Everhart - Thornelyho uspořádání [8].....	- 20 -
Obr. 4.2 Schéma scintilačního detektoru pro EREM [1].....	- 21 -
Obr. 5.1 Model původního detektoru s vyobrazením elektrických polí (energie SE 3 eV)	- 22 -
Obr. 5.2 Model upraveného detektoru s vyobrazením elektrických polí (energie SE 3 eV).....	- 23 -
Obr. 5.3 Model detektoru s oběma zkosenými elektrodami.....	- 24 -
Obr. 6.1 Vakuový systém mikroskopu	- 26 -
Obr. 6.2 Schéma upraveného scintilačního detektoru pro EREM se zkosenou elektrodou E2.....	- 27 -
Obr. 6.3 Snímek standardního vzorku, platina (vlevo) a měď (vpravo).....	- 28 -
Obr. 6.4 Snímek přechodu báze emitor výkonového tranzistoru NPN připojeného na závěrné napětí 10V	- 28 -
Obr. 6.5 Kuličky cínu pro posouzení rozlišovací schopnosti a SNR (zvětšení 18 000x).....	- 29 -
Obr. 6.6 Snímek s načtenou maskou a histogramem vybrané oblasti	- 29 -
Obr. 7.1 Výrobní výkres kónické elektrody E2.....	- 31 -
Obr. 7.2 Závislost velikosti signálu na tlaku v komoře vzorku pro kónickou elektrodu.....	- 32 -
Obr. 7.3 Snímky standardního vzorku, nastavení A (vlevo) a nastavení AA (vpravo) při tlaku 200Pa....	- 32 -
Obr. 7.4 Snímky standardního vzorku, nastavení B (vlevo) a nastavení BB (vpravo) při tlaku 600 Pa ...	- 33 -
Obr. 7.5 Závislost velikosti napěťového kontrastu na tlaku v komoře vzorku pro kónickou elektrodu ...	- 33 -
Obr. 7.6 Srovnání snímků kuličky cínu při použití nastavení A a AA pro tlak 100, 200 a 400 Pa v komoře vzorku	- 35 -
Obr. 7.7 Srovnání snímků kuličky cínu při použití nastavení B a BB pro tlak 500, 700 a 800 Pa v komoře vzorku	- 35 -
Obr. 8.1 Závislost tlaku v diferenciální komoře detektoru na tlaku v komoře vzorku pro srovnávané typy elektrod	- 36 -
Obr. 8.2 Závislost tlaku v komoře scintilátoru detektoru na tlaku v komoře vzorku pro srovnávané typy elektrod	- 37 -
Obr. 8.3 Srovnání velikostí signálů v tlaku 0,1 Pa při použití ploché a kónické elektrody.....	- 38 -
Obr. 8.4 Srovnání velikostí signálů v oblasti tlaků nad 0,1 Pa při použití ploché a kónické elektrody E2	- 38 -
Obr. 8.5 Vizualní srovnání snímků standardního vzorku pořízených při použití ploché a kónické elektrody E2 pro optimální napětí elektrodového systému (tlaky 0.1, 100, 700, 800 Pa; $U_{\text{fot}} = 350$ V).....	- 39 -
Obr. 8.6 Srovnání podílu materiálového kontrastu v obraze při použití ploché a kónické elektrody E2 ..	- 40 -

Obr. 8.7 Porovnání schopnosti detektoru detekovat sekundární elektrony při použití ploché a kónické elektrody E2.....	- 41 -
Obr. 8.8 Snímky napěťového kontrastu při různých tlacích v komoře vzorku (plochá a kónická E2, zvětšení 890x).....	- 41 -
Obr. 8.9 Srovnání pořízených snímků kuličky cínu při použití ploché a kónické E2 (tlak 50, 100, 300, 500, 700 Pa).....	- 43 -

Seznam tabulek

Tab. 5-1 Výsledky simulace současného stavu detektoru (UE2 = 300V vlevo, UE2 = 400V vpravo).....	- 23 -
Tab. 5-2 Výsledky simulací neupraveného a upraveného detektoru.....	- 24 -
Tab. 5-3 Výsledky simulací detektoru se zkosenou E2 (vlevo) a oběma zkosenými elektrodami (vpravo)	- 25 -
Tab. 5-4 Vyhodnocení úspěšnosti simulované detekce.....	- 25 -
Tab. 7-1 Přehled napětí použitých v různých tlacích (vlevo) a jejich pracovní označení (vpravo) ..	- 31 -
Tab. 7-2 Poměr signál/šum v závislosti na tlaku v komoře vzorku pro různá nastavení elektrod.....	- 34 -
Tab. 7-3 Optimální napětí elektrodového systému s kónickou elektrodou E2.....	- 34 -
Tab. 8-1 Přehled optimálních napětí elektrod pro oba typy elektrod v různých tlacích.....	- 36 -
Tab. 8-2 Poměr signál/šum v různých tlacích v komoře vzorku (plochá a kónická E2).....	- 42 -

Seznam literatury

- [1] ČUDEK, P. *Elektronová mikroskopie* [online]. FEKT VUT v Brně, 2014 [cit. 2015-12-13]. OP VK CZ.1.07/2.2.00/28.0193. Dostupné z: https://www.vutbr.cz/www_base/priloha.php?dpid=97608
- [2] FRANK, L.. *Metody analýzy povrchů: Iontové, sondové a speciální metody*. Praha: Academia, 2002. 489 s. ISBN 80-200-0594-3.
- [3] JEOL LTD. *Invitation to the SEM World* [online]. 2006, 54 s. [cit. 2015-12-13]. Dostupné z: http://www.jeolusa.com/DesktopModules/Bring2mind/DMX/Download.aspx?EntryId=257&Command=Core_Download&PortalId=2&TabId=320
- [4] JIRÁK, J., NEDĚLA, V., ČERNOCH, P., ČUDEK, P., RUNŠTUK, J. Scintillation SE detector for variable pressure scanning electron microscopes. In: *Journal of Microscopy*. The Royal Microscopical Society, 2010, s. 233-238. ISSN: 0022-2720.
- [5] JOY, D., C. SMART – a program to measure SEM resolution and imaging performance, *Journal of Microscopy*, 2002, vol. 208, p. 24 – 34. ISSN: 1365-2818. DOI: 10.1046/j.1365-2818.2002.01062.x
- [6] KAPOUN, J. Věk elektronové mikroskopie. *ScienceWorld* [online]. 2003 [cit. 2015-12-13]. Dostupné z: <http://www.scienceworld.cz/neziva-priroda/vek-elektronove-mikroskopie-3018>
- [7] ODEHNAL, A. *Scintilační detektor sekundárních elektronů pro environmentální rastrovací elektronový mikroskop*. Brno: Vysoké učení technické v Brně, Fakulta elektrotechniky a komunikačních technologií, 2014. 37 s. Vedoucí bakalářské práce doc. Ing. Josef Jiráček, CSc.
- [8] REIMER, L. *Scanning Electron Microscopy: Physics of Image Formation and Microanalysis*. Berlin: Springer, 1985, 457 s. ISBN 35-401-3530-8.
- [9] STOKES, D. J. *Principles and practise of variable pressure/environmental scanning electron microscopy (VP-ESEM)*. United Kingdom: John Wiley & Sons Ltd, 2008. ISBN 978-0-470-06540-2.