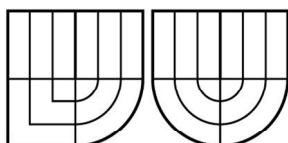


VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V BRNĚ

BRNO UNIVERSITY OF TECHNOLOGY



FAKULTA ELEKTROTECHNIKY A KOMUNIKAČNÍCH  
TECHNOLOGIÍ

ÚSTAV ELEKTROTECHNOLOGIE



FACULTY OF ELECTRICAL ENGINEERING AND COMMUNICATION  
DEPARTMENT OF ELECTRICAL AND ELECTRONIC  
TECHNOLOGY

# SCINTILAČNÍ DETEKTOR SEKUNDÁRNÍCH ELEKTRONŮ PRO REM PRACUJÍCÍ PŘI VYŠŠÍM TLAKU V KOMOŘE VZORKU

SCINTILLATION SE DETECTOR FOR VP SEM

BAKALÁŘSKÁ PRÁCE

BACHELOR'S THESIS

AUTOR PRÁCE

AUTHOR

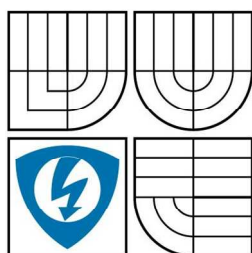
ADAM KOZELSKÝ

VEDOUCÍ PRÁCE

SUPERVISOR

doc. Ing. JOSEF JIRÁK, CSc.

BRNO 2009



VYSOKÉ UČENÍ  
TECHNICKÉ V BRNĚ

Fakulta elektrotechniky  
a komunikačních technologií

Ústav elektrotechnologie

# Bakalářská práce

bakalářský studijní obor  
Mikroelektronika a technologie

**Student:** Adam Kozelský  
**Ročník:** 3

**ID:** 72957  
**Akademický rok:** 2008/2009

## NÁZEV TÉMATU:

**Scintilační detektor sekundárních elektronů pro REM pracující při vyšším tlaku v komoře vzorku**

## POKYNY PRO VYPRACOVÁNÍ:

Seznamte se s problematikou detekce sekundárních elektronů scintilačním detektorem v rastrovacím elektronovém mikroskopu (REM) pracujícím při vyšším tlaku v komoře vzorku. Pro hodnoty napětí v rozsahu 10 až 200 V na sběrací mřížce detektoru proměřte závislosti velikosti detekovaného signálu na tlaku vodních par v komoře vzorku.

## DOPORUČENÁ LITERATURA:

Podle pokynů vedoucího práce.

**Termín zadání:** 9.2.2009

**Termín odevzdání:** 3.6.2009

**Vedoucí práce:** doc. Ing. Josef Jiráček, CSc.

**prof. Ing. Radimír Vrba, CSc.**  
*Předseda oborové rady*

## UPOZORNĚNÍ:

Autor bakalářské práce nesmí při vytváření bakalářské 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 § 152 trestního zákona č. 140/1961 Sb.

## **ABSTRAKT**

Tato práce obsahuje teoretický popis základních vlastností a principu elektronové mikroskopie, se zaměřením na rastrovací elektronovou mikroskopii. Popisuje konstrukční řešení mikroskopu, interakce probíhající po dopadu elektronového svazku na vzorek, především pak zpětně odražené a sekundární elektrony. Další kapitoly se zabývají historickým vývojem elektronové mikroskopie a environmentální elektronovou mikroskopii.

Praktická část se zabývá problematikou detekce sekundárních elektronů scintilačním detektorem v rastrovacím elektronovém mikroskopu pracujícím při vyšším tlaku v komoře vzorku. Konkrétně optimalizaci napětí na sběrné mřížce a proměření tlakových závislostí.

## **KLÍČOVÁ SLOVA**

Rastrovací elektronový mikroskop (REM), transmisní elektronová mikroskopie (TEM), elektronová tryska, sekundární elektrony (SE), zpětně odražené elektrony (BSE), scintilační detektor (SD), environmentální rastrovací elektronový mikroskop (EREM).

## **ABSTRACT**

This work contains description of basic properties and principles of electron microscopy focused on scanning electron microscopy. It describes construction solutions of a microscope, interaction between electron beam and sample, generation of backscattered and secondary electrons. Next chapters are dealing with development of electron microscopy and environmental scanning electron microscopy.

The experimental part of this thesis is focuses on the detection of secondary electrons with scintillation detector in environmental scanning electron microscope at higher pressure in the specimen chamber. Concretely is focused on optimization of collecting grid voltage and measurement of pressure dependences.

## **KEYWORDS**

Scanning electron microscope (SEM), transmission electron microscopy (TEM), electron gun, secondary electrons (SE), back scattered electrons (BSE), scintillation detector (SD), environmental scanning electron microscope (ESEM)

## **BIBLIOGRAFICKÁ CITACE PRÁCE:**

KOZELSKÝ, A. *Scintilační detektor sekundárních elektronů pro REM pracující při vyšším tlaku v komoře vzorku*. Brno: Vysoké učení technické v Brně, Fakulta elektrotechniky a komunikačních technologií, 2009. 60 s. Vedoucí bakalářské práce doc. Ing. Josef Jiráček, CSc.

## **PROHLÁŠENÍ**

Prohlašuji, že svoji bakalářskou práci na téma: Scintilační detektor sekundárních elektronů pro REM pracující při vyšším tlaku v komoře vzorku, jsem vypracoval samostatně pod vedením vedoucího bakalářské 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 bakalářské 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 3. června 2009

.....

Adam Kozelský

## **PODĚKOVÁNÍ**

Chtěl bych poděkovat všem, kteří mi poskytli pomoc při tvorbě této bakalářské práce. Především pak děkuji mému vedoucímu bakalářské práce doc. Ing. Josefu Jirákovi, CSc. za vstřícnost, ochotu a trpělivost při poskytování připomínek, rad a času stráveného při konzultacích a při měření praktické části. Dále pak Ing. Pavlu Čudkovi za ochotu, vstřícnost, rady a čas strávený při prováděných experimentech. Ústavu přístrojové techniky AV ČR za poskytnutí technického zázemí, které umožnilo vytvoření této práce.

Děkuji

# OBSAH

<b>1. Úvod</b> .....	<b>10</b>
<b>2. Historie elektronové mikroskopie [1]</b> .....	<b>11</b>
<b>3. Rastrovací elektronová mikroskopie (REM) [1], [3]</b> .....	<b>12</b>
3.1. Základní popis konstrukce REM .....	13
3.1.1. Elektronová tryska .....	13
3.1.2. Optická soustava mikroskopu .....	14
3.1.3. Vakuový systém.....	15
<b>4. Interakce PE se vzorkem [1], [2], [3],</b> .....	<b>16</b>
<b>5. Druhy rozptylu [1], [2], [3], [6]</b> .....	<b>17</b>
5.1. Signály vzniklé interakcí elektronového svazku se vzorkem .....	18
5.1.1. Zpětně odražené elektrony (Back Scattered Electrons – BSE).....	19
5.1.2. Sekundární elektrony (Secondary Electrons – SE).....	20
5.1.2.1. Typy SE .....	22
5.1.2.2. Kontrast v obraze SE.....	23
<b>6. Scintilační detektor (SD) [1], [4]</b> .....	<b>24</b>
6.1. Princip činnosti SD .....	24
6.2. Everhart -Thornleyho SD .....	25
<b>7. Environmentální rastrovací elektronová mikroskopie (EREM) [5], [6]</b> .....	<b>26</b>
7.1. Scintilační detektor v EREM [6].....	27
<b>8. Praktická část</b> .....	<b>29</b>
8.1. Cíl praktické části .....	29
8.2. Popis měřicího zařízení.....	29
8.2.1. Měřicí zařízení .....	29
8.2.2. Vzorek.....	30
8.2.3. Nastavení pracovního prostředí v komoře vzorku.....	31
8.2.4. Výchozí nastavení scintilačního detektoru [6].....	31
8.3. Popis zpracování naměřených hodnot.....	32
<b>9. Výsledky měření</b> .....	<b>34</b>
9.1. První část – výchozí nastavení SD dle kapitol 8.2.4.....	34
9.2. Druhá část – experimentální nastavení SD.....	40
<b>10. Závěr</b> .....	<b>45</b>
<b>11. Seznam použitých zdrojů</b> .....	<b>46</b>
<b>12. Seznam použitých symbolů a zkratk</b> .....	<b>47</b>
<b>13. Seznam příloh</b> .....	<b>49</b>
13.1. Příloha P1 .....	50
13.2. Příloha P2.....	57

## SEZNAM OBRÁZKŮ

Obr. 1. Základní uspořádání REM [3].....	12
Obr. 2. Elektronová tryska – schéma [2] .....	13
Obr. 3. Přehled elektronových trysek, zleva – Wolframové vlákno, LaB6, autoemisní tryska [3] .....	14
Obr. 4. Přehled signálů uvolněných ze vzorku po dopadu PE [3].....	16
Obr. 5. Excitační objem jednotlivých signálů [2] .....	16
Obr. 6. Zakřivení elektronů v poli jádra [1].....	17
Obr. 7. Závislost rozptylového úhlu na vzdálenosti pohybujícího se elektronu od jádra atomu [1].....	17
Obr. 8. Energetické spektrum signálních elektronů [1].....	18
Obr. 9. Energetické spektrum BSE pro Pt, Cu a Al, s konstantní energií PE $E_0 = 29\text{kV}$ [1].....	19
Obr. 10. Závislost koeficientu emise zpětně odražených elektronů $\eta$ na protonovém čísle $Z$ pro různé úhly dopadu $\alpha$ primárního svazku elektronů [1].....	20
Obr. 11. Závislost koeficientu emise SE $\delta$ na energii primárních elektronů $E_0$ pro různé prvky [1] .....	21
Obr. 12. Závislost koeficientu emise SE $\delta$ na energii primárních elektronů $E_0$ a úhlu dopadu PE $\alpha$ [1].....	21
Obr. 13. Schéma vzniku jednotlivých typů SE [6].....	22
Obr. 14. Everhart -Thornleyho scintilační detektor [4] .....	24
Obr. 15. Schéma vakuového systému EREM Aquasem. RV – rotační vývěva, DV – difúzní vývěva, V – vakuový ventil, PV – připouštěcí ventil, M – měřky tlaku [6].....	26
Obr. 16. Komora diferenciálního čerpání. C1 – první clona, C2 – druhá clona, RV – rotační vývěva, V - ventil.....	27
Obr. 17. Schéma SD upraveného pro EREM. S – sběrná mřížka; E1, E2 – elektrody; C1, C2 – clony; RV – rotační vývěva; MV – membránová vývěva; TV – turbomolekulární vývěva .....	28
Obr. 19. Fotografie vzorku použitého při měření .....	30
Obr. 20. Nákres vzorku použitého k měření .....	30
Obr. 21. Vymezená oblast ze vzorku a následně použitá maska .....	32
Obr. 22. Histogram pro danou masku k určení střední hodnoty úrovně šedi.....	33
Obr. 23. Závislost relativní velikosti signálu na napětí $U_S$ sběrné mřížky při konstantním tlaku v komoře vzorku $p = 300\text{ Pa}$ . $I_{PE} = 25, 50, 75, 100\text{ Pa}$ ....	36



- Obr. 24. Závislost relativní velikosti signálu na napětí  $U_S$  sběrné mřížky při konstantním tlaku v komoře vzorku  $p = 400$  Pa.  $I_{PE} = 25, 50, 75, 100$  pA....36
- Obr. 25. Závislost relativní velikosti signálu na napětí  $U_S$  sběrné mřížky při konstantním tlaku v komoře vzorku  $p = 500$  Pa.  $I_{PE} = 25, 50, 75, 100$  pA....37
- Obr. 26. Závislost relativní velikosti signálu na napětí  $U_S$  sběrné mřížky při konstantním tlaku v komoře vzorku  $p = 600$  Pa.  $I_{PE} = 25, 50, 75, 100$  pA....37
- Obr. 27. Závislosti relativní velikosti signálu na napětí  $U_S$  sběrné mřížky při konstantním proudu primárního svazku  $I_{PE} = 100$  pA. Pro tlaky v komoře vzorku  $p = 300, 400, 500, 600$  Pa. ....38
- Obr. 28. Závislosti relativní velikosti signálu na napětí  $U_S$  sběrné mřížky při konstantním proudu primárního svazku  $I_{PE} = 75$  pA. Pro tlaky v komoře vzorku  $p = 300, 400, 500, 600$  Pa. ....38
- Obr. 29. Závislosti relativní velikosti signálu na napětí  $U_S$  sběrné mřížky při konstantním proudu primárního svazku  $I_{PE} = 50$  pA. Pro tlaky v komoře vzorku  $p = 300, 400, 500, 600$  Pa. ....39
- Obr. 30. Závislosti relativní velikosti signálu na napětí  $U_S$  sběrné mřížky při konstantním proudu primárního svazku  $I_{PE} = 25$  pA. Pro tlaky v komoře vzorku  $p = 300, 400, 500, 600$  Pa. ....39
- Obr. 31. Závislost velikosti napětí  $U_S$  sběrné mřížky na tlaku vodních par v komoře vzorku pro dosažení největší velikosti detekovaného signálu.....41
- Obr. 32. Závislost velikosti napětí  $U_{E1}$  první elektrody na tlaku vodních par v komoře vzorku pro dosažení největší velikosti detekovaného signálu.....42
- Obr. 33. Závislost velikosti napětí  $U_{E2}$  druhé elektrody na tlaku vodních par v komoře vzorku pro dosažení největší velikosti detekovaného signálu.....42
- Obr.34 . Závislost velikosti napětí  $U_{C1}$  první clony na tlaku vodních par v komoře vzorku pro dosažení největší velikosti detekovaného signálu.....43
- Obr. 35. Závislost velikosti napětí  $U_{C2}$  druhé clony na tlaku vodních par v komoře vzorku pro dosažení největší velikosti detekovaného signálu.....43

# 1. Úvod

Elektronová mikroskopie slouží k pozorování struktury a povrchových vrstev vzorku až se stotisíci násobným zvětšením, bez porušení integrity vzorku. Elektronová mikroskopie se dělí na transmisní (TEM) a rastrovací (REM).

TEM je založena na průchodu primárního svazku elektronů (PE) speciálně upraveným vzorkem. Jako nosiče informace u TEM se využívají pružně rozptýlené elektrony, které prošly vzorkem.

Základem REM je rastrování zaostřeného svazku primárních elektronů po povrchu vzorku. Díky interakci PE s atomovou strukturou vzniká řada signálů. Pro REM se nejčastěji využívá detekce sekundárních (SE) a zpětně odražených (BSE) elektronů.

Nevýhodou klasické REM je, že pro svou činnost vyžaduje vakuum, což omezuje například pozorování biologických vzorků. Tento nedostatek díky své speciální konstrukci odstraňuje environmentální rastrovací elektronová mikroskopie (EREM).

Použití klasického scintilačního detektoru v EREM je nemožné v důsledku vyššího tlaku v komoře vzorku. Proto je třeba použít upravený scintilační detektor, který je díky své konstrukci schopen pracovat i v prostředí s vyšším tlakem.

## **2. Historie elektronové mikroskopie [1]**

První kdo využil pohybu PE po vzorku, byl německý vědec Manfred von Ardenne v roce 1937. Nejednalo se zatím o klasický REM, jelikož využil transmisního uspořádání elektronového mikroskopu (STEM) a pozorování se tedy dalo provádět pouze u velice tenkých vzorku.

Zworykin zkonstruoval a popsal první REM v roce 1942. Poprvé byl využit scintilační detektor s fotonásobičem k detekci sekundárních elektronů.

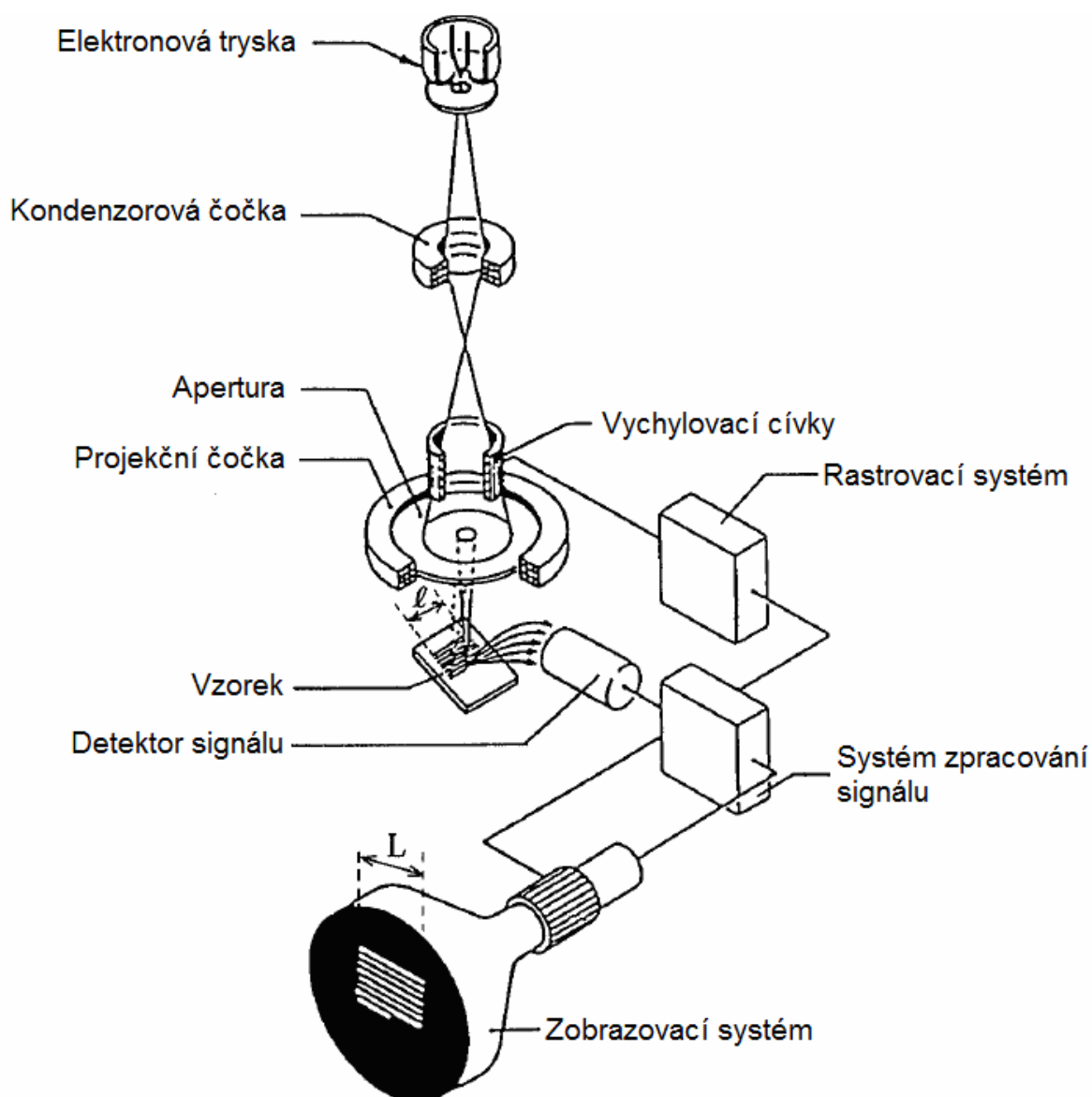
Ve 40. letech 20. století začal výzkum elektronové mikroskopie na Cambridge university pod vedením C. W. Oatley. V roce 1948 byl dokončen vývoj zcela nového REM, který dosahoval rozlišení 50nm. Tento výzkum přinesl mnoho vylepšení REM, především pak v oblasti elektronové optiky.

Na tuto práci navázal v roce 1952 Ken Smith, který dále pracoval na zdokonalení elektronové optiky mikroskopu.

Další etapou vývoje REM byla environmentální rastrovací mikroskopie. Počátky vývoje EREM spadají do 70. let 20. století, kdy se podařilo odstranit vliv elektrického náboje na povrchu nevodivých vzorku. První EREM byl vytvořen firmou ElectroScan (1985).

### 3. Rastrovací elektronová mikroskopie (REM) [1], [3]

Pro pochopení funkce REM je třeba popsat a vysvětlit význam jednotlivých funkčních bloků REM. REM není omezen pouze na zkoumání morfologie povrchu materiálu, ale díky různé škále detektorů lze zkoumat různé, jak fyzikální tak chemické vlastnosti vzorku. Základní uspořádání elektronového mikroskopu je zobrazeno na obr. 1.

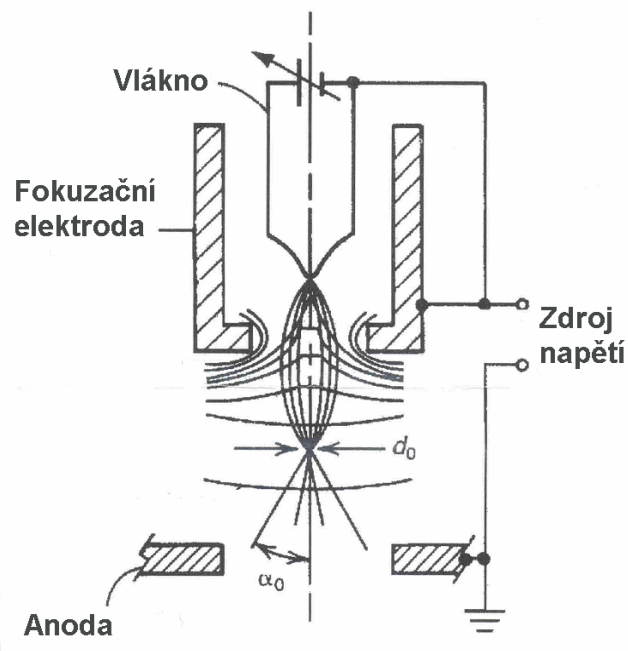


Obr. 1. Základní uspořádání REM [3]

### 3.1. Základní popis konstrukce REM

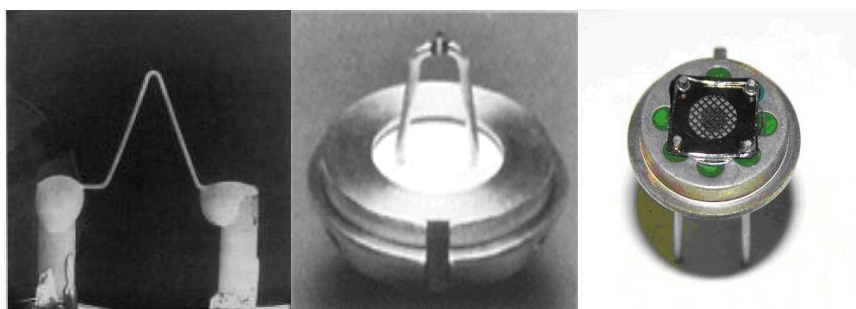
#### 3.1.1. Elektronová tryska

Jako zdroj elektronového svazku se používají různé druhy elektronových trysek. Trysky se liší způsobem generace elektronů. Popis základního uspořádání (obr. 2) a princip činnosti elektronové trysky si vysvětlíme na nejpoužívanější tryse s přímo žhavenou katodou.



Obr. 2. Elektronová tryska – schéma [2]

Využívá se termodynamické generace elektronů. Díky teple dosáhnou elektrony energie dostatečné k tomu, aby se uvolnily z katody. Katodu tvoří obvykle wolframové nebo hexaboridlanthanové ( $\text{LaB}_6$ ) vlákno, na které je přivedeno vysoké stejnosměrné vysoké napětí, nejčastěji v rozsahu 1 až 50 kV. Fokuzální elektroda (Wehneltův válec) slouží k usměrnění generovaných elektronů. Anoda je připojena na potenciál země a odsává prostorový náboj koncentrovány okolo hrotu katody. Energie odsátých elektronů je dána rozdílem potenciálu mezi katodou a anodou.



Obr. 3. Přehled elektronových trysek, zleva – Wolframové vlákno, LaB6, autoemisní tryska [3]

Dalším typem je autoemisní tryska. Výhodou je vysoká směrová proudová hustota, proces probíhá za studena nebo jen s částečným ohřevem. Autoemisní tryskou lze realizovat svazek o velice malém průměru bez použití dalších magnetických čoček. Nevýhodou jsou nároky na vysoké vakuum.

### **3.1.2. Optická soustava mikroskopu**

Účelem optické soustavy je co nejlépe koncentrovat svazek elektronů v primárním svazku na co možná nejmenší plochu na vzorku. Jelikož je elektron částice s nábojem, lze její dráhu ovlivňovat pomocí elektromagnetických polí. Vzájemným působením elektronů a pole, dochází k urychlování, ohybu a k fokuzaci elektronového paprsku. Optická soustava se skládá z elektronové trysky, elektrostatických nebo elektromagnetických čoček a vychylovacích cívek.

Kondenzor se nazývá první čočka, kterou paprsek prochází po výstupu z trysky. Nejčastěji se konstruují optické soustavy jako dvoustupňové, nebo třístupňové. V prvním případě po kondenzoru navazuje čočka projekční, v případě třístupňového systému je mezi první kondenzor a projekční čočku vložen kondenzor druhý.

Projekční čočka zobrazuje svazek elektronů vystupujících z kondenzoru na povrch vzorku.

Pomocí vychylovacích cívek elektronový paprsek vychyluje a rastruje po povrchu vzorku v řádcích. Vychylování je realizováno pomocí proměnného elektromagnetického pole soustavy cívek.

### **3.1.3. Vakuový systém**

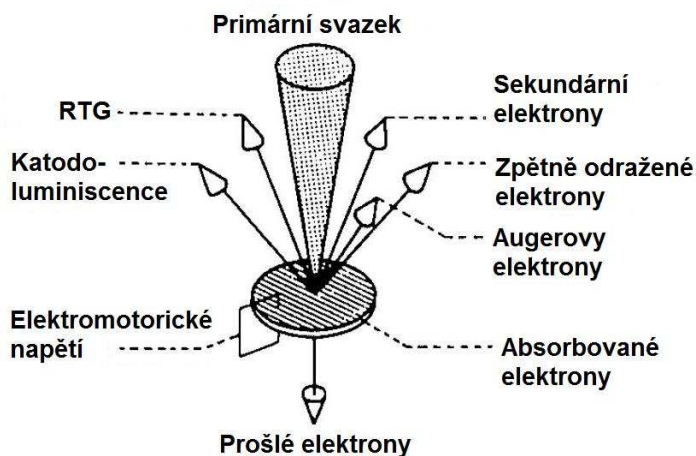
Vakuum je základní podmínkou pro činnost mikroskopu. Celý vnitřní prostor tubusu a komora vzorku jsou v REM vyčerpány na danou hodnotu vakua. Primárním parametrem, který určuje požadovanou hodnotu tlaku v tubusu je typ použité elektronové trysky.

Pro přímo žhavené wolframové vlákno se požadovaná hodnota tlaku pohybuje v rozsahu  $10^{-3}$  až  $10^{-4}$  Pa. Největší nároky na vakuum klade tryska autoemisní, kde by se tlak měl pohybovat na hodnotách nižších než  $10^{-7}$  Pa. Nízkým vakuem dochází k reakci iontu zbytkových plynů s materiálem katody a nastává koroze, která může mít za následek zničení katody

K získání a udržení daných hodnot tlaku obvykle postačí dvoustupňový čerpací systém, tvořený různými druhy vakuových vývěv.

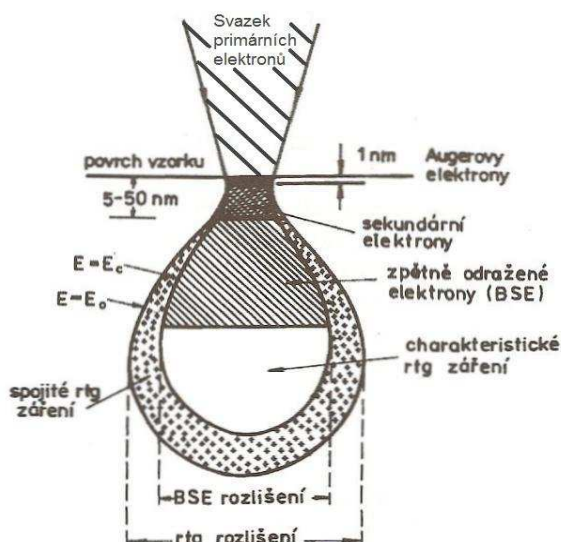
## 4. Interakce PE se vzorkem [1], [2], [3],

Při interakci PE s povrchem vzorku vzniká řada signálů. Každý produkt této interakce přináší informaci o fyzikálních a chemických vlastnostech zkoumaného objektu.



Obr. 4. Přehled signál uvolněných ze vzorku po dopadu PE [3]

Přehled signálů vzniklých působením PE na vzorek je na obr. 4. Důležité je z jaké hloubky se jednotlivé signály uvolňují ze vzorku. Na obr. 5 je znázorněn prostor ze, kterého se uvolňují signály zpět na povrch. Velikost excitačního objemu se zvětšuje s energií primárního svazku a zmenšuje s rostoucím protonovým číslem  $Z$  vzorku.

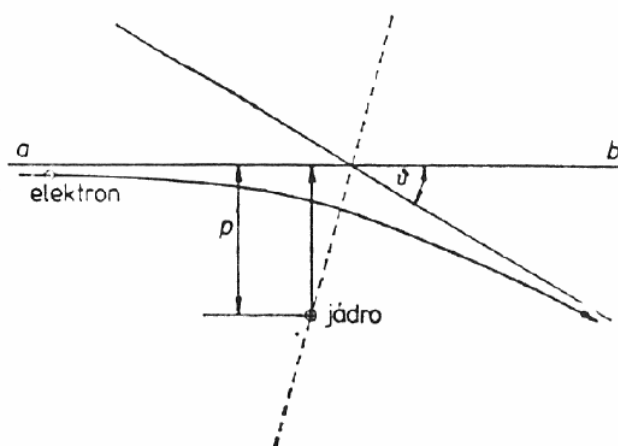


Obr. 5. Excitační objem jednotlivých signálů [2]

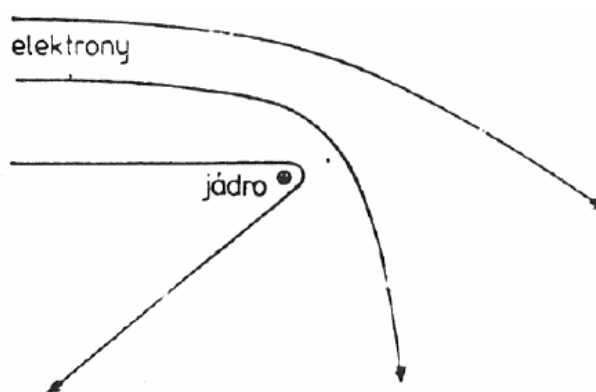


## 5. Druhy rozptylu [1], [2], [3], [6]

Při průchodu hmotou se rychlé elektrony začnou rozptylovat tj. odchylovat se od původního směru svého pohybu. Nastávají dva případy rozptylu elektronů při interakci elektronu s atomy a jejich polem. Prvním případem je pružný rozptyl, kdy se elektron vlivem elektrického pole jádra atomu pouze odchýlí od své původní dráhy a ztratí pouze malou část své původní energie. Do této skupiny spadají zpětně odražené, prošlé elektrony a brzdné RTG záření. Na obr. 6 lze vidět jak síla působící mezi letícím elektronem a jádrem atomu ovlivňuje výslednou dráhu elektronu. Na dalším obr. 7 lze vidět závislost rozptylového úhlu na vzdálenosti pohybujícího se elektronu od jádra.



Obr. 6. Zakřivení elektronů v poli jádra [1]



Obr. 7. Závislost rozptylového úhlu na vzdálenosti pohybujícího se elektronu od jádra atomu [1]

Druhým případem je rozptyl nepružný. Elektron předá část své energie atomu a dále se pohybuje se zmenšenou kinetickou energií. V procesu nepružného rozptylu

vznikají signály, ke kterým patří sekundární elektrony, fotony v oblasti viditelného záření, spojitě a charakteristické rentgenové záření, Augerovy elektrony.

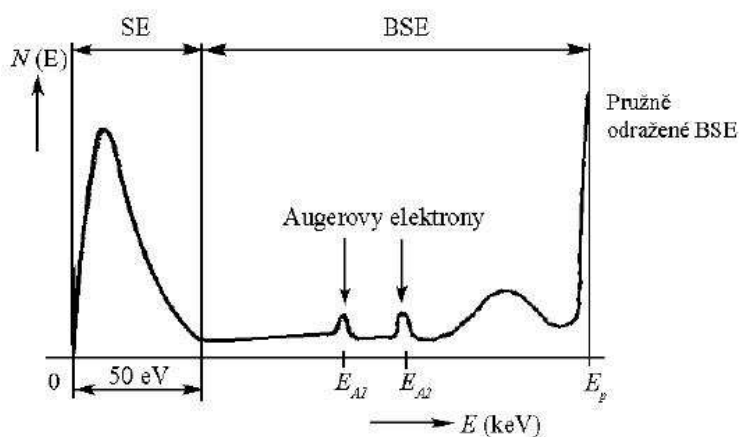
### 5.1. Signály vzniklé interakcí elektronového svazku se vzorkem

Energetické spektrum elektronů uvolněných ze vzorku při interakci PE se vzorkem je znázorněno na obr. 8. Nejdůležitější pro REM jsou signály, sekundárních elektronů a elektronů zpětně odražených. V následujících kapitolách se jimi budeme zabývat podrobněji.

Pro vznik rentgenového záření, je nutné aby byl uvolněn elektron z atomu látky. Podmínkou je, že dopadající elektron musí mít větší energii, než je vazebná energie v atomu pro daný orbital elektronu. Takto vzniká charakteristické rentgenové záření. Druhý princip vzniku rentgenového záření, je spojen se zpomalováním a odchylováním rychlých elektronů v obalu atomů tvořících vzorek. Tak vzniká záření spojitě.

Katodoluminiscence je jev, kdy vznikají fotony v rozsahu UV až infračerveného záření při reakci PE se vzorkem.

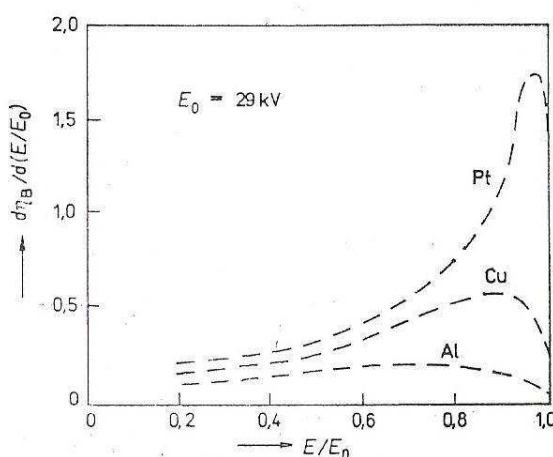
Augerovy elektrony vznikají v podstatě stejným principem, jako rentgenové záření jen s tím rozdílem, že místo uvolnění energie v podobě kvant rentgenového záření se z obalu atomu uvolní další elektron. Každý prvek má charakteristické spektrum Augerových elektronů sloužících k jeho identifikaci.



Obr. 8. Energetické spektrum signálních elektronů [1]

### 5.1.1. Zpětně odražené elektrony (*Back Scattered Electrons – BSE*)

Jak jsme se již zmínili, dochází při pružných srážkách k rozptylu primárních elektronů. Může nastat situace, kdy elektron je po jedné či více srážkách nasměrován zpět k povrchu. Jestliže elektronu zbylo dostatečné množství energie, opustí vzorek. Elektrony, které vystoupí zpět ze vzorku se nazývají elektrony zpětně odražené. Příklad spektra BSE z Pt, Cu a Al je uveden na obr. 9.



Obr. 9. Energetické spektrum BSE pro Pt, Cu a Al, s konstantní energií PE  $E_0 = 29 \text{ kV}$  [1]

Množství zpětně odražených elektronů je charakterizováno koeficientem emise zpětně odražených elektronů  $\eta$ ,

$$\eta = \frac{I_{BSE}}{I_{PE}} \quad (1)$$

kde  $I_{BSE}$  je proud zpětně odražených elektronů a  $I_{PE}$  je proud svazku primárních elektronů.

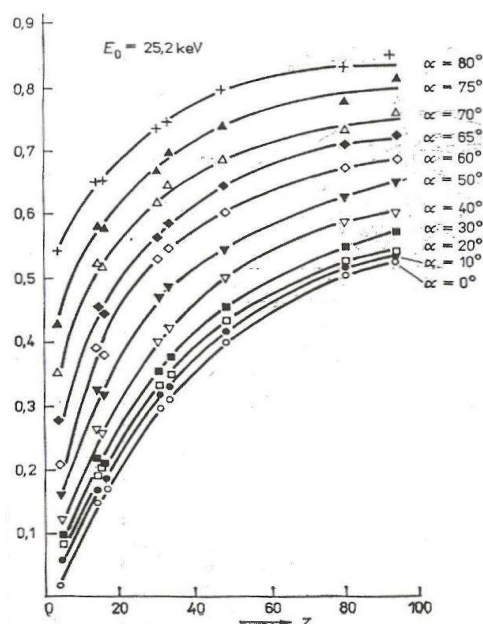
Bylo zjištěno, že koeficient emise zpětně odražených elektronů  $\eta$  závisí silně na protonovém čísle  $Z$  vzorku a na úhlu dopadu  $\alpha$  primárního svazku. Tento úhel je definován jako úhel mezi dopadajícím svazkem elektronů a kolmicí k povrchu vzorku v místě dopadu. Tato závislost je znázorněn na obr. 10.

Maximální hloubka, ze které se BSE mohou uvolnit je definována jako:

$$T \doteq \frac{1}{2} R \quad (2)$$

kde  $R$  je maximální hloubka proniknutí PE a  $T$  – maximální vzdálenost ze které se mohou BSE uvolňovat.

Obecně jsou za BSE považovány všechny elektrony s energií větší než 50 eV (obr. 8).



Obr. 10. Závislost koeficientu emise zpětně odražených elektronů  $\eta$  na protonovém čísle  $Z$  pro různé úhly dopadu  $\alpha$  primárního svazku elektronů [1]

### 5.1.2. Sekundární elektrony (Secondary Electrons – SE)

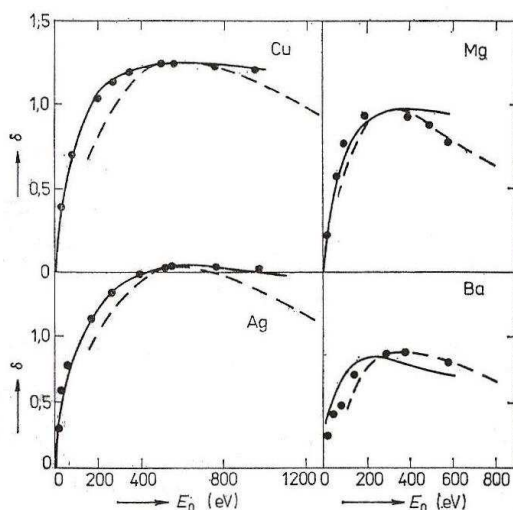
Dalším druhem elektronů, které se objeví po dopadu primárního svazku na vzorek jsou sekundární elektrony. Vznikají jako produkt nepružných srážek primárních elektronů s atomy zkoumané látky. U elektronů vyražených z vrstvy elektronového obalu atomů, které mají dostatečnou energii je určitá pravděpodobnost že ze vzorku uniknou. Jelikož velice rychle svou energii ztrácejí mohou se uvolňovat pouze z jisté maximální hloubky (viz obr. 5).

Koeficient emise sekundárních elektronů  $\delta$  je definován jako poměr proudu sekundárních elektronů uvolněných z povrchu vzorku  $I_{SE}$  k proudu elektronů primárních  $I_{PE}$ .

$$\delta = \frac{I_{SE}}{I_{PE}} \quad (3)$$

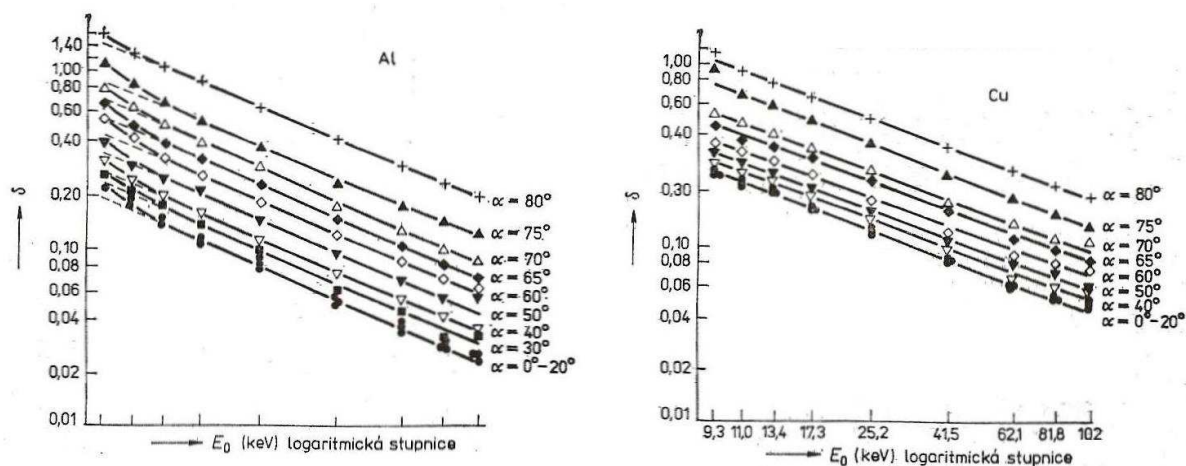
Pro popsání průběhu závislosti tohoto koeficient je třeba si definovat dva parametry. Maximální hloubku pronikání primárních elektronů  $d_p$  a největší možnou vzdálenost od povrchu, ze které se můžou uvolňovat sekundární elektrony  $d_s$ .

Hloubka, ze které je možnost, že se SE dostane na povrch, se pohybuje od 1 do 50 nm. Koeficient emise sekundárních elektronů  $\delta$  roste s energií primárního svazku za podmínky, že platí  $d_p < d_s$ . Druhý případ když je  $d_p > d_s$  bude záležet na tom, zda klesá nebo roste účinný průřez pro nepružný rozptyl primárních elektronů. Z praktických měření se ukázalo že koeficient emise SE nejdříve roste s rostoucí energií primárního svazku, a po dosažení jisté hodnoty energie začne opět klesat.



Obr. 11. Závislost koeficientu emise SE  $\delta$  na energii primárních elektronů  $E_0$  pro různé prvky [1]

Další veličina, která brání v uvolnění SE, je výstupní práce  $w$ . Výstupní práce  $w$  je definovaná jako energie potřebná k překonání potenciálové bariery, které drží elektrony v krystalové mřížce. Koeficient emise sekundárních elektronů  $\delta$  roste s rostoucí výstupní práci, což se může zdát jako nelogické. Tento proces však ovlivňuje řada dalších činitelů, které mají za následek tuto anomálii.



Obr. 12. Závislost koeficientu emise SE  $\delta$  na energii primárních elektronů  $E_0$  a úhlu dopadu PE  $\alpha$  [1]

Asi nejdůležitějším faktorem působícím na koeficient emise sekundárních elektronů  $\delta$  je bezesporu úhel dopadu primárního svazku na povrch zkoumaného vzorku (obr. 12). Čím větší úhel svírá svazek se vzorkem tím se zvětšuje počet generovaných SE v oblasti blízko povrchu vzorku a tím i počet SE, kterým se ze vzorku podaří uvolnit.

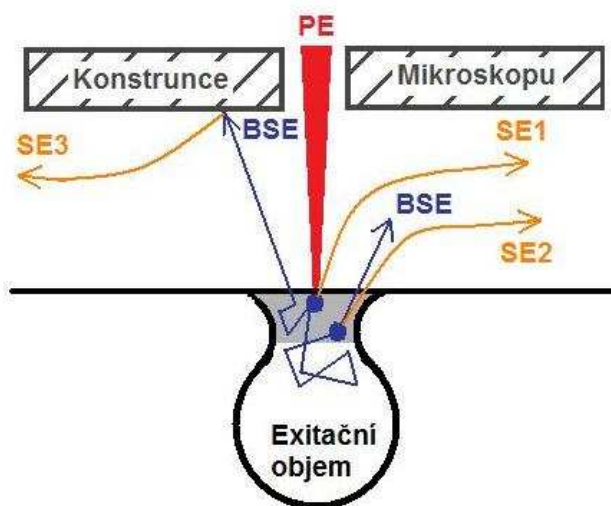
### 5.1.2.1. Typy SE

Sekundární elektrony lze rozdělit do tří typů podle původu jejich vzniku. Zjednodušené schéma vzniku jednotlivých SE je znázorněno na obr. 13. Každý z těchto typů SE nese specifickou informaci o povaze zkoumaného vzorku.

SE1 – SE označené jako SE1 vznikají v místě dopadu PE na povrch vzorku. Signál SE1 nese topografickou informaci. Tento signál má největší vypovídací hodnotu o povaze vzorku.

SE2 - signál SE2 je excitován zpětně odraženými elektrony v blízkosti povrchu vzorku (do maximální hloubky 50nm). SE2 přenáší topografickou a navíc ještě materiálovou informaci o vzorku.

SE3 - signál SE3 je excitován BSE dopadajícími na konstrukční části mikroskopu. SE3 ovlivňují výsledný obraz kontrastem typickým pro BSE. Informace kterou nese tento druh SE, je ve zpracování výsledného obrazu nežádoucí.



Obr. 13. Schéma vzniku jednotlivých typů SE [6]

### **5.1.2.2. Kontrast v obraze SE**

Při detekci SE pozorujeme ve výsledném obraze několik druhů kontrastu.

Topografický kontrast – Jedná se o závislost koeficientu emise sekundárních elektronů  $\delta$  na úhlu náklonu  $\alpha$  jednotlivých struktur pozorovaného vzorku.

Topografický kontrast stínový – Jedná se o kontrast, který je ovlivněn reliéfem povrchu a polohou detektoru. Vzniká potlačením signálu SE z míst za překážkou, nebo z prohlubní.

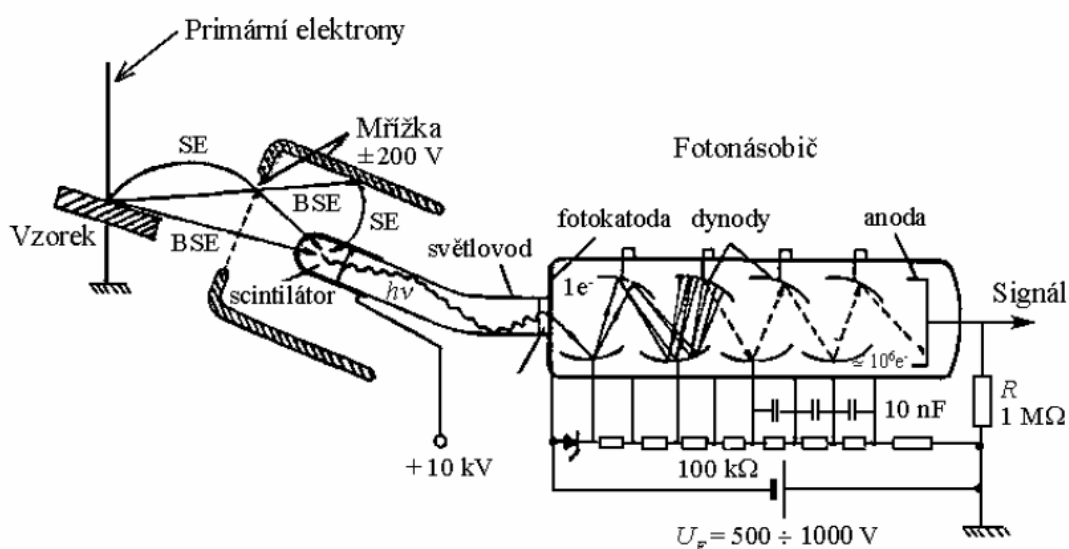
Topografický kontrast hranový – Kontrast projevující se přesvětlením hran.

Materiálový kontrast – Kontrast dán generací části SE zpětně odraženými elektrony, které již materiálovou informaci obsahují.

## 6. Scintilační detektor (SD) [1], [4]

Scintilační detektory ionizujícího záření jsou založeny na vlastnosti některých látek reagovat světelnými záblesky (scintilacemi) na pohlcení kvant ionizujícího záření. Látky vykazující tuto vlastnost se nazývají scintilátory. Scintilace se elektronicky registrují pomocí fotonásobičů.

Pro elektronovou mikroskopii byl vyvinut speciální Everhart -Thornleyho scintilační detektor. Princip činnosti a konstrukční uspořádání si vysvětlíme na klasickém SD a na závěr kapitoly si uvedeme specifické vlastnosti detektoru Everhart -Thornleyho.



Obr. 14. Everhart -Thornleyho scintilační detektor [4]

### 6.1. Princip činnosti SD

Scintilační detektor se skládá ze tří základních částí (viz. obr. 14), scintilátoru, světlovodu a fotonásobiče. Všechny části SD musí být dobře opticky spojeny aby nedocházelo odrazu na přechode mezi jednotlivými částmi detektorů.

Při dopadu elektronu na scintilátor jsou generovány fotony, jejich počet je úměrný energii elektronu. Část fotonů je pomocí světlovodu přivedena k fotonásobiči.

Fotonásobič je speciální vakuová elektronka, v níž jsou elektrony generovány fotoemisí z fotokatody. Fotokatoda je tvořena velmi tenkou vrstvou (10 nm) napařenou na vnitřní straně vstupního okénka fotonásobiče. Materiálem fotokatody jsou látky s nízkou výstupní prací  $w$ . Elektron z fotokatody je dále zesilován



sekundární emisi na dynodách. Na povrchu dynod je nanášena vrstva kovu s vysokým součinitelem sekundární emise. Množství uvolněných sekundárních elektronů je úměrné energii elektronu dopadajícího. Násobící systém obsahuje nejčastěji 8 až 12 dynod, na kterých je postupně zvyšován potenciál. Systém je zakončen sběrnou anodou z níž se odebírá výstupní signál. Zesílení fotonásobiče je asi  $10^5$  až  $10^6$  x.

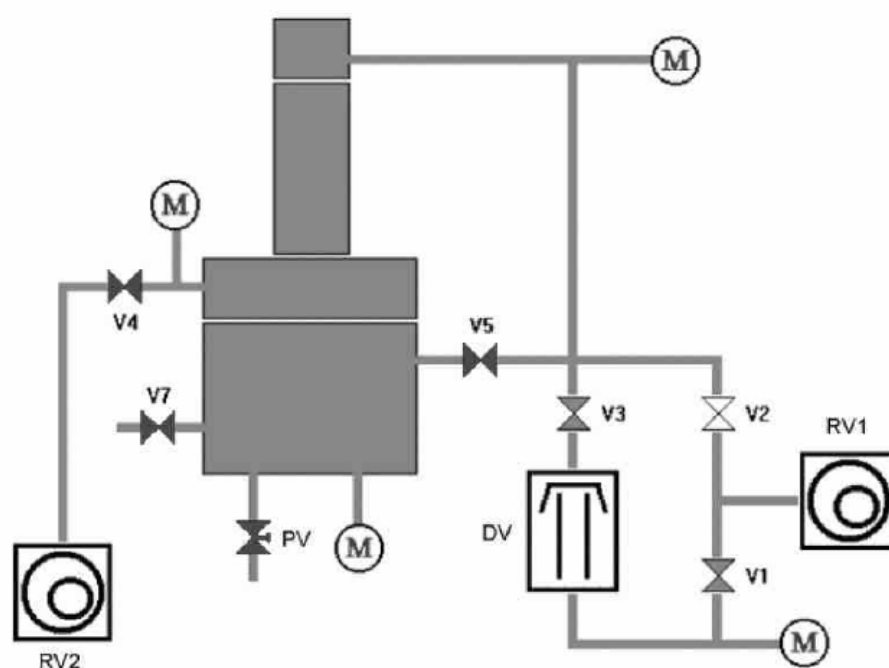
## **6.2. Everhart -Thornleyho SD**

Patří mezi nejčastěji používaný scintilační detektor v elektronové mikroskopii pro detekci sekundárních elektronů (obr. 14). Je tvořen scintilátorem např. YAG:Ce, YAP:Ce. Potenciál 10 kV přivedený na tenký kovový film na přední straně scintilátoru urychlí dopadající elektrony, aby měly energii dostatečnou na vyvolání světelného záblesku. Světlo je dále vedeno světlovodem k fotonásobiči.

Většinou se SD umísťuje do komory vzorku pod pólové nástavce, cca 10 až 20 mm od vzorku. Protože v tomto uspořádání by napětí na scintilátoru mohlo negativně ovlivňovat dopadající svazek primárních elektronů, zvláště při nízkých energiích, umísťuje se před detektor mřížka s předpětím  $\pm 200$  V. Další účelem mřížky je možnost filtrace zpětně odražených a sekundárních elektronů.

## 7. Environmentální rastrovací elektronová mikroskopie (EREM) [5], [6]

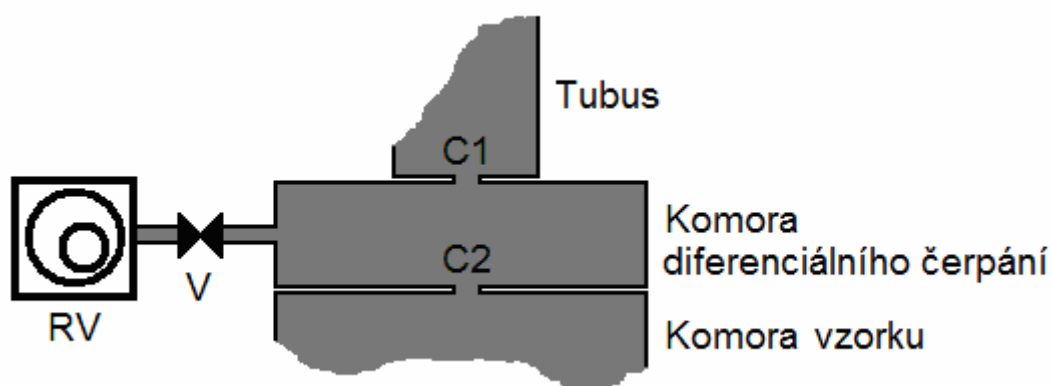
EREM je důležitým pokrokem v oblasti elektronové mikroskopie. Umožňuje pozorovat organické vzorky obsahující vodu bez nutnosti speciálních úprav vzorku před pozorováním a izolantů bez projevů elektrického nabíjení. Toto je umožněno díky tlaku plynu v komoře vzorku který se pohybuje od jednotek Pa až po několik kPa. Zvýšený tlak v komoře vzorku je dán přítomností plynného prostředí, nejčastěji pak vodních par.



Obr. 15. Schéma vakuového systému EREM Aquasem. RV – rotační vývěva, DV – difúzní vývěva, V – vakuový ventil, PV – připouštěcí ventil, M – měrky tlaku [6]

EREM je postaven na základech klasického REM. Proto aby se nevyrovnával tlak mezi jednotlivými částmi mikroskopu s různými hodnotami tlaku plynu jsou mezi tubusem a komorou vzorku umístěny obvykle dvě speciální clony na obr. 16 jako C1 a C2. V těchto clonách jsou velice malé otvory aby jimi mohl procházet primární svazek elektronů. Z teorie proudění plynu vyplývá že objemový tok plynu (objem plynu přenesený za jednotku času) je přímo závislý na druhé mocnině průměru otvoru jímž plyn proudí. Clony vymezují prostor mezi tubusem a komorou vzorku (viz. obr. 16). Tento prostor se nazývá komora diferenciálního čerpání. Tato komora je

pomocí vývěv neustále čerpání na co možná nejmenší hodnotu tlaku. Díky tomu se rychlost proudění plynu z komory vzorku do tubusu omezí na hodnotu, která umožní dosáhnout v tubusu mikroskopu požadovaný tlak. Clona C1 slouží také jako optická apertura mikroskopu. PE musí urazit určitou dráhu v komoře vzorku. Jelikož v plynném prostředí díky interakci PE s částicemi plynu dochází k rozptylu PE, je třeba vzdálenost po kterou se PE pohybují při vysokém tlaku v komoře vzorku co nejvíce omezit, ovšem s ohledem na optimální detekci signálu.



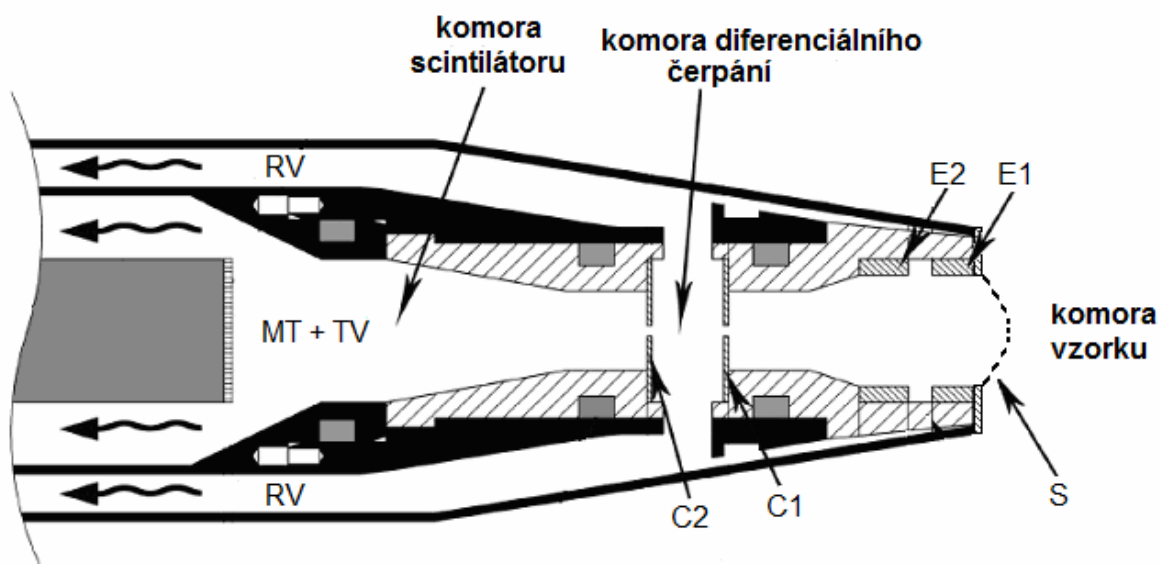
Obr. 16. Komora diferenciálního čerpání. C1 – první clona, C2 – druhá clona, RV – rotační vývěva, V - ventil

Při pozorování dielektrických materiálů v REM dochází k nabíjení vzorku díky němuž se výsledný obraz znehodnocuje. Záporný náboj na povrchu dosahuje hodnot potenciálu až v jednotkách kV. Nabíjení je v EREM potlačeno díky přítomnosti plynného prostředí v komoře vzorku. Záporný elektrický náboj na povrchu vzorku je kompenzován díky kladným iontům které vznikají nárazovou ionizací primárních a signálních elektronů s atomy a molekulami plynu.

### 7.1. Scintilační detektor v EREM [6]

Jelikož je na scintilátor detektoru přivedeno napětí v řádu kV, docházelo by při vyšších tlacích v komoře vzorku u klasického scintilačního detektoru k výbojům mezi scintilátorem a konstrukcí detektoru. Výboje by způsobily poškození scintilátoru. Proto je třeba scintilační detektor upravit pro využití v EREM, jak je patrné z obr. 17. Detektor se dá rozdělit do tří částí. První část (po clonu C1) je umístěná v komoře vzorku. Další část je komora diferenciálního čerpání vymezena clonami C1 a C2. Komora diferenciálního čerpání je čerpána rotační vývěvou. Třetí část, komora scintilátoru, je čerpána sériovým zapojením membránové a turbomolekulární vývěvy. Tím se dosáhne tlaku v komoře scintilátoru v jednotkách Pa při tlaku v komoře vzorku

do 1 kPa a k výbojům nedochází. Na sběrnou mřížku *S*, elektrody *E1*, *E2* a clony *C1*, *C2* je přivedeno napětí (v rozsahu desítek až stovek voltů). Vzniká tak elektrostatické pole, kterým lze ovlivňovat dráhu elektronů a tím optimalizovat počet dopadajících elektronů na scintilátor.



Obr. 17. Schéma SD upraveného pro EREM. *S* – sběrná mřížka; *E1*, *E2* – elektrody; *C1*, *C2* – clony; *RV* – rotační vývěva; *MV* – membránová vývěva; *TV* – turbomolekulární vývěva

## 8. Praktická část

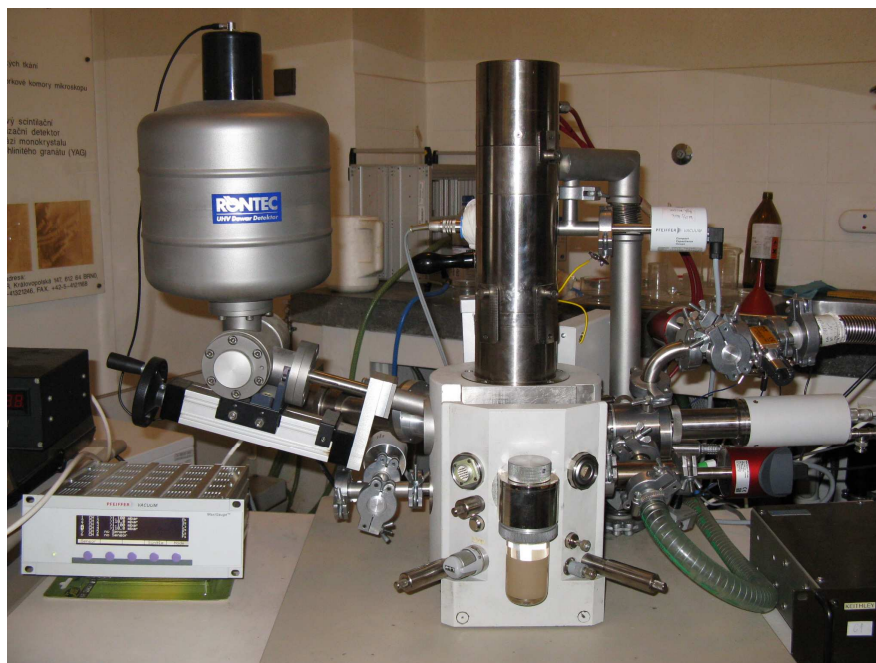
### 8.1. Cíl praktické části

Cílem zadání bakalářské práce bylo experimentálně určit závislost velikosti signálu, při změnách hodnoty napětí na sběrné mřížce detektoru v rozsahu 10 až 200 V pro různé pracovní tlaky v komoře vzorku. Poté dle naměřených a zpracovaných hodnot určit optimální nastavení detektoru.

### 8.2. Popis měřicího zařízení

#### 8.2.1. Měřicí zařízení

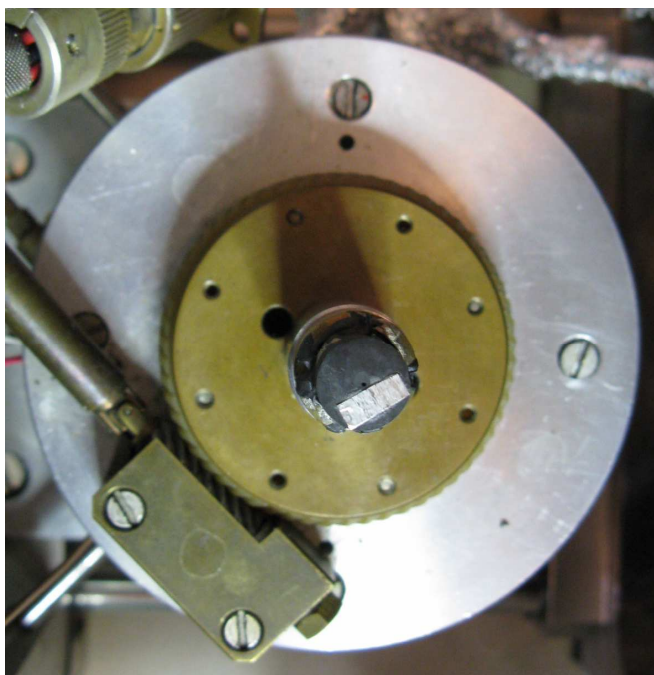
Měření probíhalo na elektronovém mikroskopu Aquasem, vyrobeným firmou TESCAN (obr. 18). Mikroskop je umístěn na Ústavu přístrojové techniky AV ČR a je upraven pro experimentální práce. Jako zdroj elektronů je použito přímo žhavené wolframové vlákno, urychlovací napětí primárních elektronů je možno volit v rozsahu 1 až 20 kV. Hodnoty tlaku v komoře vzorku lze nastavit v rozmezí 60 až 2000 Pa. Pro detekci sekundárních signálu lze použít ionizační, nebo scintilační detektor. Námí použitý scintilační detektor, jehož principiální schéma je znázorněno na obr. 17 využívá jako scintilátoru monokrystal YAG:Ce. Pro ovládání a záznam obrazu je použito PC s originálním programem firmy TESCAN.



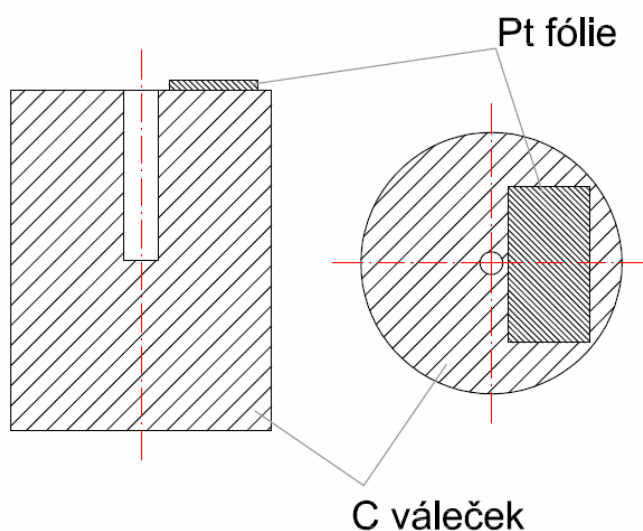
Obr. 18. Rastrovací elektronový mikroskop Aquasem

### 8.2.2. Vzorek

K měření závislostí jsme využívali vzorek zobrazený na obr. 19. Vzorek se skládá z uhlíkového válečku ve kterém je vyvrtán otvor o průměru 500  $\mu\text{m}$  a hloubce 10 mm (obr. 20). Na uhlíkový substrát byla přilepena fólie z platiny. Snímky pro vyhodnocení měření byly snímány na rozhraní platinové fólie a uhlíkového válečku při 1000x zvětšení.



Obr. 19. Fotografie vzorku použitého při měření



Obr. 20. Náskres vzorku použitého k měření

### **8.2.3. Nastavení pracovního prostředí v komoře vzorku**

Před samotným pozorováním je třeba vytvořit v komoře vzorku požadované pracovní prostředí.

Vzorek je umístěn do komory vzorku na držáku vzorku. Následně je nastavena vzdálenost mezi clonou C2 (obr. 16) a povrchem vzorku. Tato vzdálenost byla nastavena na 4 mm a zůstala konstantní pro všechna měření.

V REM Auqasem je čerpání zajištěno pomocí dvou rotačních a jedné difúzní vývěvy. Ovládání čerpání jednotlivých částí mikroskopu je zajištěno pomocí sedmi ventilů viz. obr. 15. Ventil číslo 7 slouží k připouštění pracovního plynu do komory vzorku. V našem případě se jedná o vodní páry. K dosažení prostředí nasycených vodních par v komoře vzorku je třeba provést cyklus několika připouštění vodních par a následného odčerpání komory vzorku. Při napouštění je dosaženo hodnoty tlaku okolo 1 kPa a 100 Pa při vyčerpání. Tento cyklus je třeba provést minimálně 6x, pro dosažení prostředí nasycených vodních par v komoře vzorku.

### **8.2.4. Výchozí nastavení scintilačního detektoru [6]**

Nastavení elektrodového systému SD je rozhodující pro kvalitu výsledného obrazu. Nastavení napětí na elektrodovém systému vychází ze zkušenosti z předchozí práce na SD.

Výchozí nastavení jednotlivých napětí elektrodového systému SD:

Napětí na sběrné mřížce  $U_S$  bylo měřeno v rozsahu 0 až 70V.

*Ostatní napětí byla volena následovně:*

- $U_{E1} = U_S + 10V$
- $U_{E2} = U_{E1} + 10V$
- $U_{C1} = \text{max. } 460V$ , s podmínkou že  $U_{C1} - E_2 < 380V$
- $U_{C2} = 750 - 800V$
- $U_{\text{scintilátor}} = 9kV$

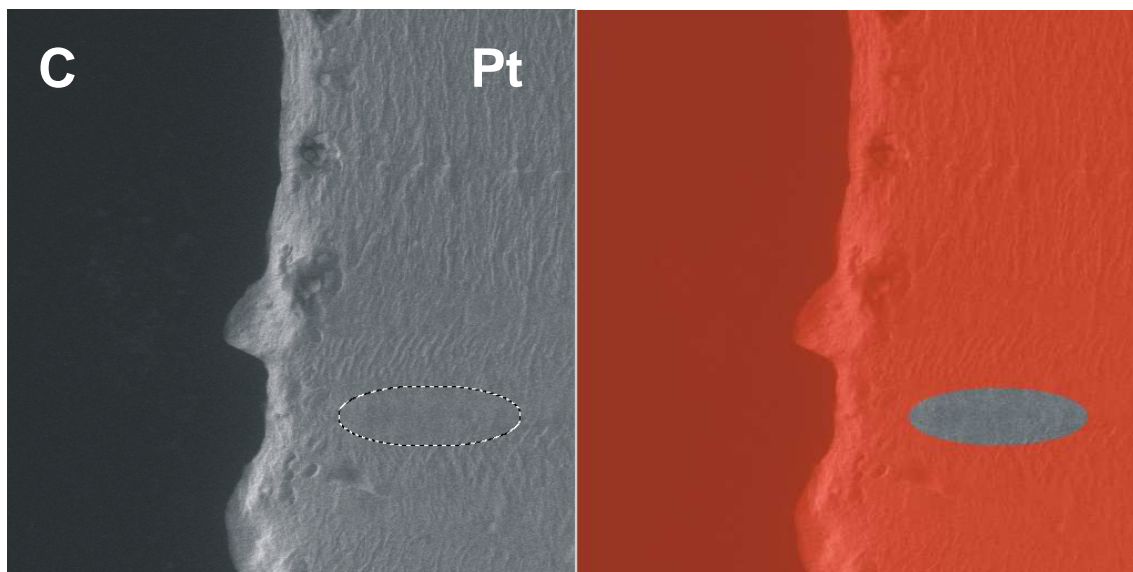
Dalším parametrem je proud PE, který ovlivňuje velikost detekovaného signálu. Měření proudu se provádí před samotným měřením na vzorku uhlíku s otvorem, kdy byl primární svazek zaostřen do otvoru v uhlíku a proud vzorkem byl měřen jako proud primárního svazku  $I_{PE}$ . Předpokladem pro přesné měření  $I_{PE}$  je co nejnižší hodnota tlaku v komoře vzorku (45 až 60 Pa), aby se neuplatňovaly srážky



PE s plynným prostředím. Pro měření  $I_{PE}$  byl použit pikoampérmetr Keithley 485. Sada měření se vždy prováděla s konstantními hodnotami  $I_{PE} = 100, 75, 50, 25 \text{ pA}$ .

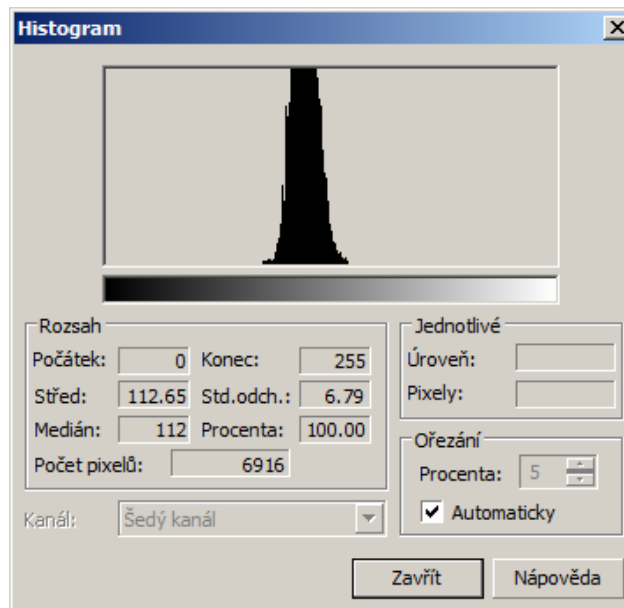
### 8.3. **Popis zpracování naměřených hodnot**

Vyhodnocení vlivu změny napětí sběrné mřížky na velikost detekovaného signálu bylo prováděno pomocí určení střední hodnoty úrovně šedi z výsledného obrazu. Tato hodnota je úměrná relativní velikosti signálu. Pro stanovení střední hodnoty šedi bylo třeba vymezit oblast s co nejmenším počtem reliéfních změn, poruch a nečistot (obr. 21). Tím se dosáhne potlačení parazitních kontrastů (hranový, stínový), které se podílejí na zvětšení rozptylu střední hodnoty úrovně šedi. Pro vyhodnocování byl použit grafický program Corel PHOTO-PAINT 12. Tento program umožňuje vytvoření masky (obr. 21), která vymezuje vybranou oblast, ve které je následně stanovena střední hodnota úrovně šedi z histogramu úrovně šedi (obr. 22). Masku lze uložit a následně ji použít pro vyhodnocení všech sad měření.



Obr. 21. Vymezená oblast na vzorku a následně použitá maska





Obr. 22. Histogram pro danou masku k určení střední hodnoty úrovně šedi.

## 9. Výsledky měření

### 9.1. První část – výchozí nastavení SD dle kapitol 8.2.4

Nastavení parametrů EREM Aquasem pro měření výchozího nastavení SD

Veškeré pozorování vzorku probíhalo při:

- zvětšení obrazu 1000-krát
- urychlovacím napětí  $U_P = 20$  kV
- vzdálenost vzorku od clony C2  $d = 4$  mm
- tlaku v komoře vzorku  $p = 60$  až  $900$  Pa
- proudy primárních elektronů  $I_{PE} = 25, 50, 75, 100$  pA.
- Rastrovací rychlost: *slow speed 1*

Nastavení SD

Veškeré pozorování vzorku probíhalo při:

- napětí na sběrné mřížce  $U_S = 0$  až  $70$  V.
- napětí na první elektrodě  $U_{E1} = 10$  až  $60$  V
- napětí na druhé elektrodě  $U_{E2} = 20$  až  $90$  V
- napětí na první cloně  $U_{C1} = 320$  až  $460$  V
- napětí na druhé cloně  $U_{C2} = 700$  až  $800$  V
- napětí na scintilátoru  $U_{scintilátor} = \text{konst.} = 9$  kV

V první části měření jsme proměřovali závislost relativní velikosti signálu na napětí sběrné mřížky pro tlaky v komoře vzorku  $50$  až  $600$  Pa. Jelikož byla velikost signálu pro tlaky  $60$  až  $200$  Pa velice malá a s měnícím se napětím na sběrné mřížce  $U_S$  se neměnila, nebyly tyto výsledky zahrnuty do následujícího zpracování.

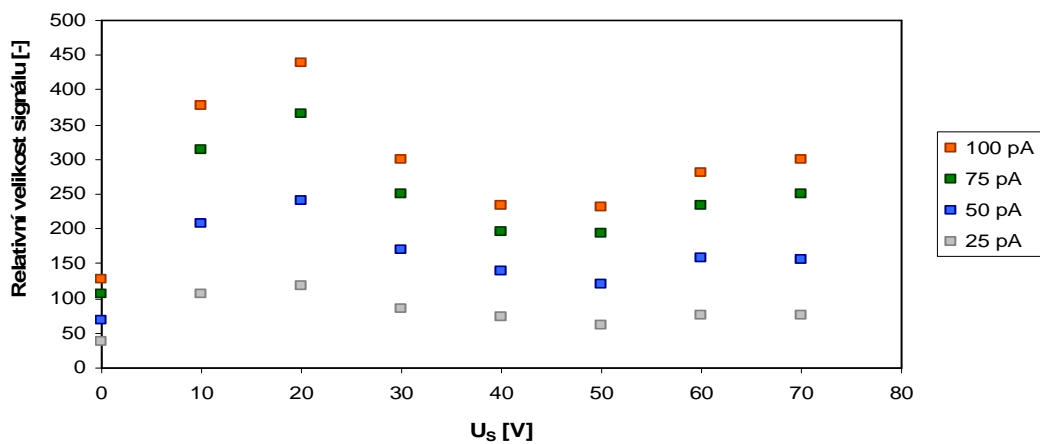
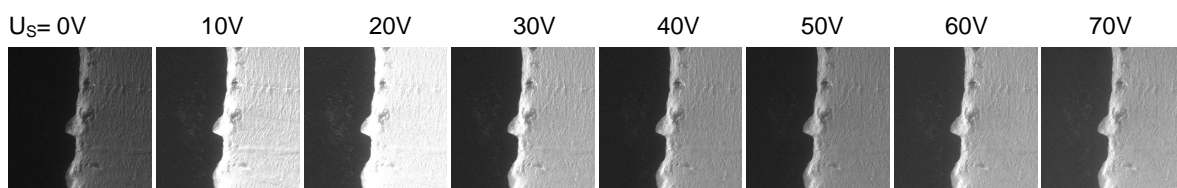
Číselně vyjádřená hodnota relativní velikosti signálu, detekovaná scintilačním detektorem byla z obrazů převedena pomocí metody popsané v kapitole 8.3. Následně z těchto hodnot byly sestrojeny grafy, které znázorňují průběh závislosti relativní velikosti signálu na napětí sběrné mřížky  $U_S$ . Všechna měření nemohla být uskutečněna při jedné velikosti proudu  $I_{PE}$  z důvodu, že úroveň šedi v některých

případech přesáhly rozsah 256 úrovní. Hodnoty velikosti signálů pro jednotlivé proudy primárního svazku  $I_{PE}$ , které nebylo možno vyhodnotit byly následně přepočteny pomocí konstanty  $k$ , která je určena dle vztahu 4:

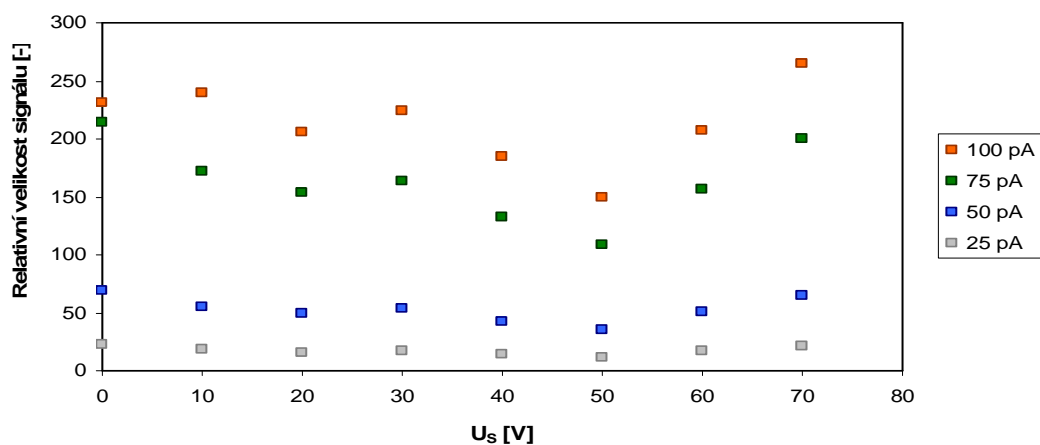
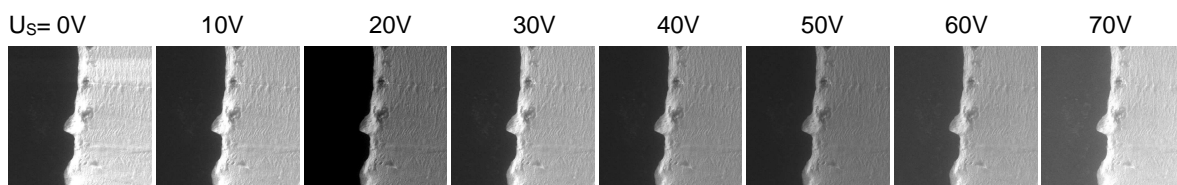
$$k = \frac{\text{Relativní velikost signálu pro } 100 \text{ pA}}{\text{Relativní velikost signálu pro } 75 \text{ pA}} \quad (4)$$

kde  $k$  je konstanta úměrnosti mezi hodnotami relativní velikosti signálu pro jednotlivé velikosti proudu primárního svazku například pro  $I_{PE} = 100$  a  $75$  pA. Konstanta úměrnosti byla vypočtena pro převod mezi všemi proudy  $I_{PE}$ , které byly použity při měření.

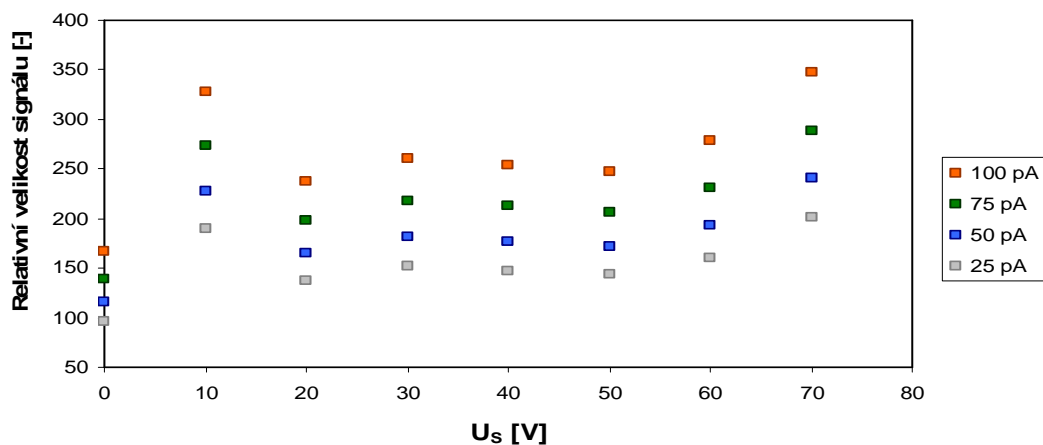
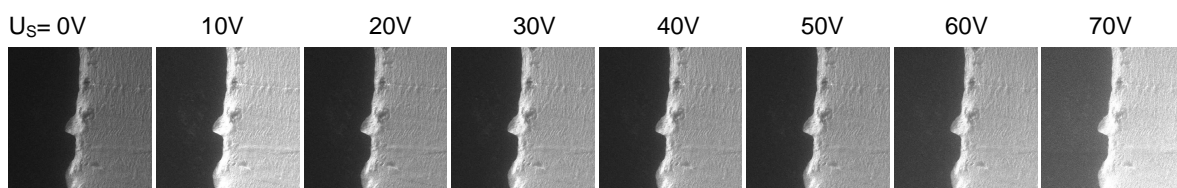
Závislost relativní velikosti signálu z platiny na napětí  $U_S$  sběrné mřížky pro tlaky vodních par v komoře vzorku 300 až 600 Pa jsou vyneseny na obr. 23 až 26. Tyto charakteristiky slouží k porovnání relativní velikosti signálu pro proudy  $I_{PE}$  25 až 100 pA.



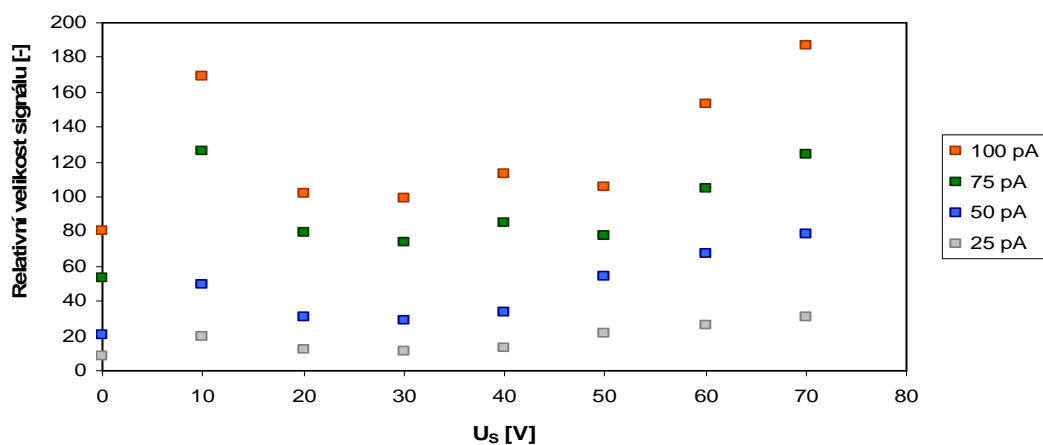
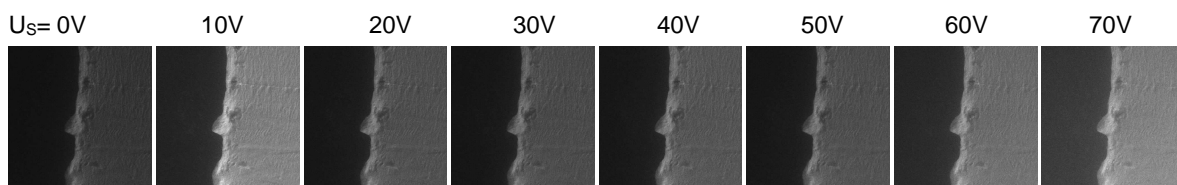
Obr. 23. Závislost relativní velikosti signálu na napětí  $U_S$  sběrné mřížky při konstantním tlaku v komoře vzorku  $p = 300$  Pa.  $I_{PE} = 25, 50, 75, 100$  Pa



Obr. 24. Závislost relativní velikosti signálu na napětí  $U_S$  sběrné mřížky při konstantním tlaku v komoře vzorku  $p = 400$  Pa.  $I_{PE} = 25, 50, 75, 100$  pA

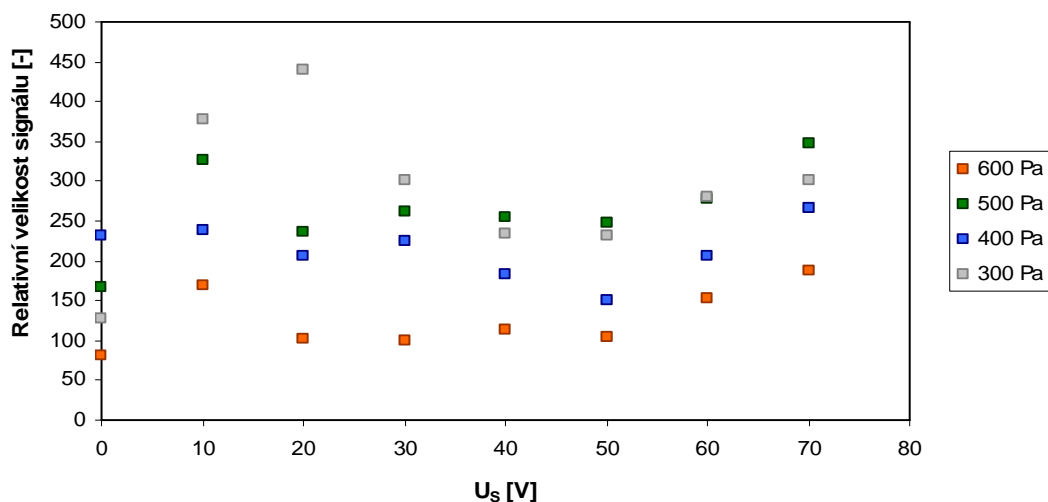


Obr. 25. Závislost relativní velikosti signálu na napětí  $U_s$  sběrné mřížky při konstantním tlaku v komoře vzorku  $p = 500$  Pa.  $I_{PE} = 25, 50, 75, 100$  pA

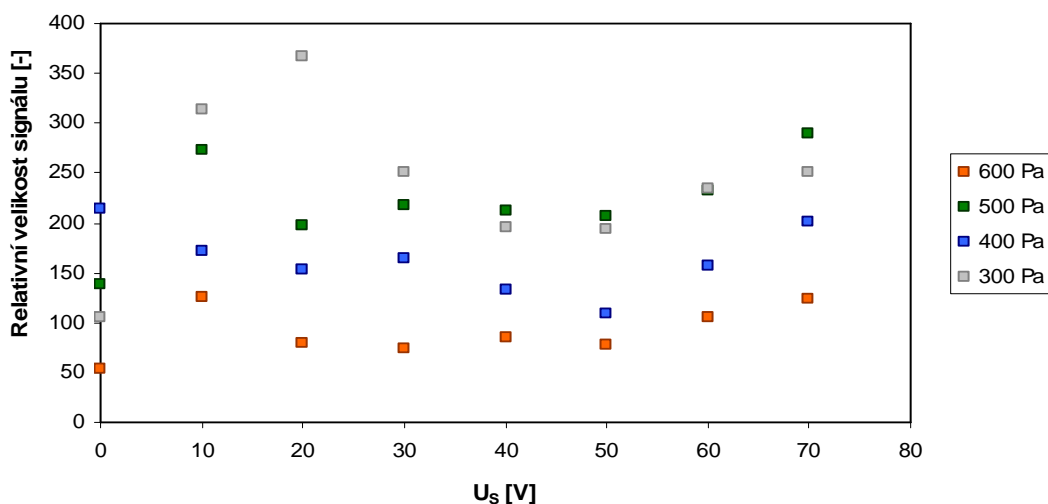


Obr. 26. Závislost relativní velikosti signálu na napětí  $U_s$  sběrné mřížky při konstantním tlaku v komoře vzorku  $p = 600$  Pa.  $I_{PE} = 25, 50, 75, 100$  pA

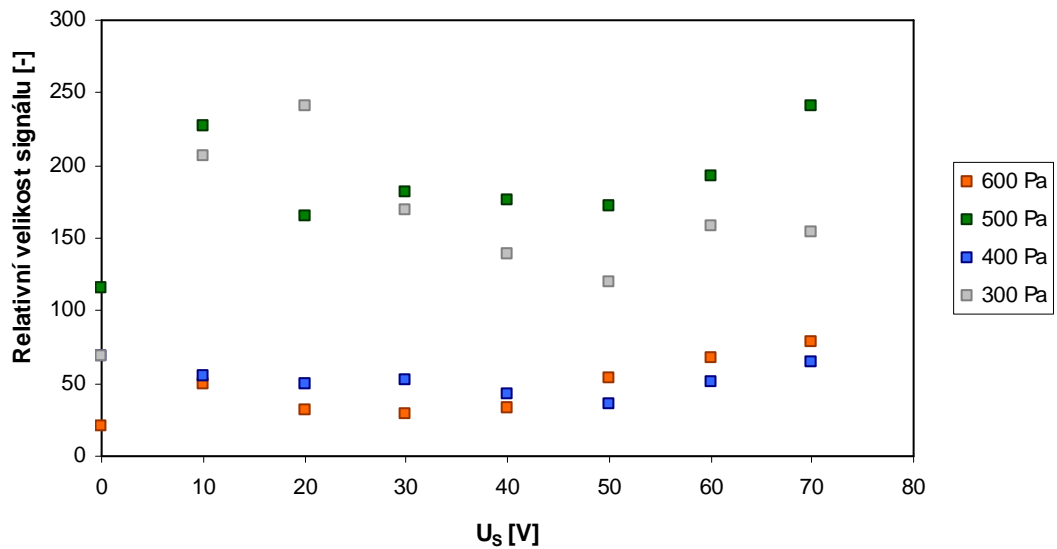
Na obr. 27 až 30 jsou vyneseny závislosti relativní velikosti signálu z platiny na napětí  $U_S$  sběrné mřížky. Tyto charakteristiky slouží k porovnání relativní velikosti signálů mezi jednotlivými tlaky v komoře vzorku 300 až 600 Pa



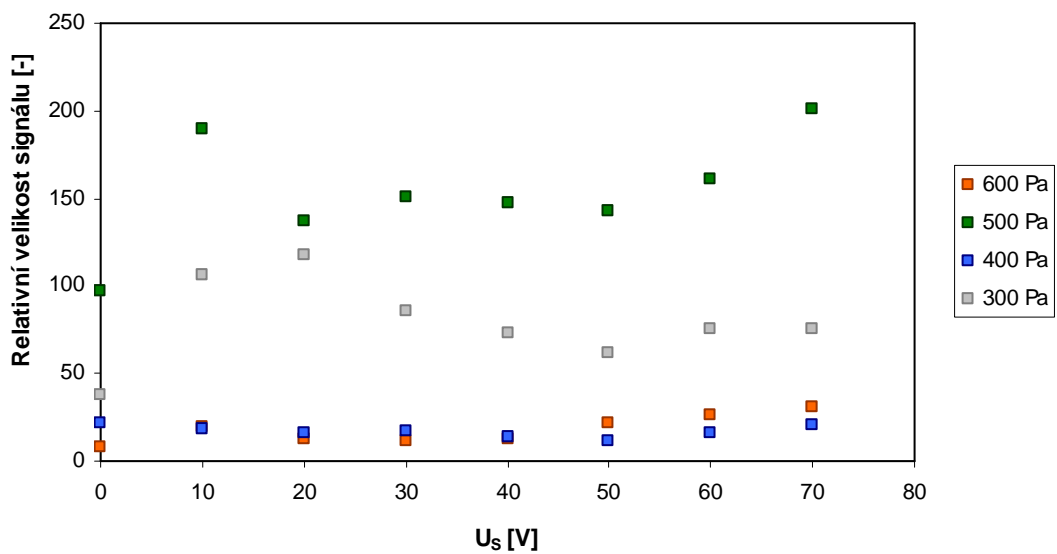
Obr. 27. Závislosti relativní velikosti signálu na napětí  $U_S$  sběrné mřížky při konstantním proudu primárního svazku  $I_{PE} = 100$  pA. Pro tlaky v komoře vzorku  $p = 300, 400, 500, 600$  Pa.



Obr. 28. Závislosti relativní velikosti signálu na napětí  $U_S$  sběrné mřížky při konstantním proudu primárního svazku  $I_{PE} = 75$  pA. Pro tlaky v komoře vzorku  $p = 300, 400, 500, 600$  Pa.



Obr. 29. Závislosti relativní velikosti signálu na napětí  $U_S$  sběrné mřížky při konstantním proudu primárního svazku  $I_{PE} = 50$  pA. Pro tlaky v komoře vzorku  $p = 300, 400, 500, 600$  Pa.



Obr. 30. Závislosti relativní velikosti signálu na napětí  $U_S$  sběrné mřížky při konstantním proudu primárního svazku  $I_{PE} = 25$  pA. Pro tlaky v komoře vzorku  $p = 300, 400, 500, 600$  Pa.

V této části experimentu se vycházelo z nastavení, které bylo určeno na základě předešlé práce s detektorem. Z naměřených hodnot (obr. 23 až 26) můžeme sledovat počáteční nárůst relativní velikosti signálů s rostoucím napětím  $U_S$  na sběrné mřížce a to až po hodnotu okolo  $U_S = 20$  V. Maximum počátečního zvyšování relativní velikosti signálu se s rostoucím tlakem projevuje pro menší hodnoty napětí na sběrné mřížce  $U_S$ . Při hodnotách napětí na sběrné mřížce  $U_S$  okolo 50 V je pro všechny tlaky velikost měřeného signálu nejmenší. Od  $U_S = 50$  V hodnota relativní velikosti signálu pozvolna roste pro všechny měřené tlaky.

Z obr. 27 až 30 můžeme sledovat, že s klesajícím proudem primárních elektronů  $I_{PE}$  se mění vzájemná poloha průběhů relativní velikosti signálu pro tlak vodních par v komoře vzorku 500 a 300 Pa. Pro proud  $I_{PE} = 100$  pA je relativní velikost signálu největší pro tlak 300 Pa ale při snižování velikosti proudu  $I_{PE}$  na hodnotu  $I_{PE} = 25$  pA je největší relativní velikost signálu pro tlak 500 Pa. Poloha průběhů relativní velikosti signálu pro tlaky vodních par v komoře vzorku 400 a 600 Pa se vůči sobě ani vůči tlaků 500 a 300 Pa výrazně nemění.

## 9.2. Druhá část – experimentální nastavení SD

Nastavení parametrů EREM Aquasem pro měření experimentálního nastavení SD

Veškeré pozorování vzorku probíhalo při:

- zvětšení obrazu 1000-krát
- urychlovacím napětím  $U_P = 20$  kV
- vzdálenost vzorku od clony C2  $d = 4$  mm
- tlaku v komoře vzorku  $p = 50$  až 900 Pa
- proudy primárních elektronů  $I_{PE} = 25, 50, 75, 100$  pA.
- Rastrovací rychlost: *slow speed 1*

Nastavení SD

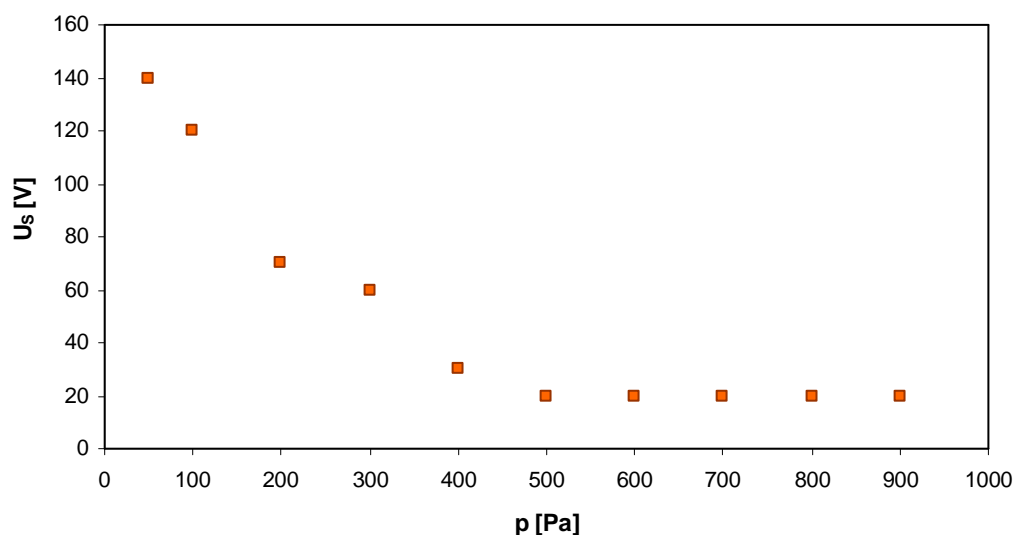
Veškeré pozorování vzorku probíhalo při:

- napětí na sběrné mřížce  $U_S = 0$  až 140 V.
- napětí na první elektrodě  $U_{E1} = 0$  až 140 V
- napětí na druhé elektrodě  $U_{E2} = 40$  až 300 V

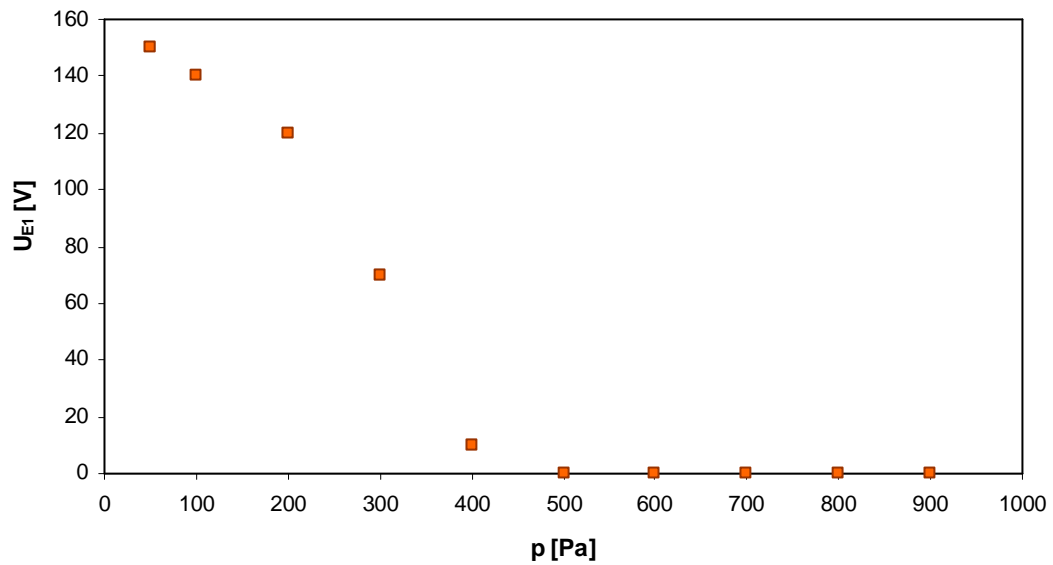


- napětí na první cloně  $U_{C1} = 300$  až  $520$  V
- napětí na druhé cloně  $U_{C2} = \text{konst.} = 750$  V
- napětí na scintilátoru  $U_{\text{scintilátor}} = \text{konst.} = 9$  kV

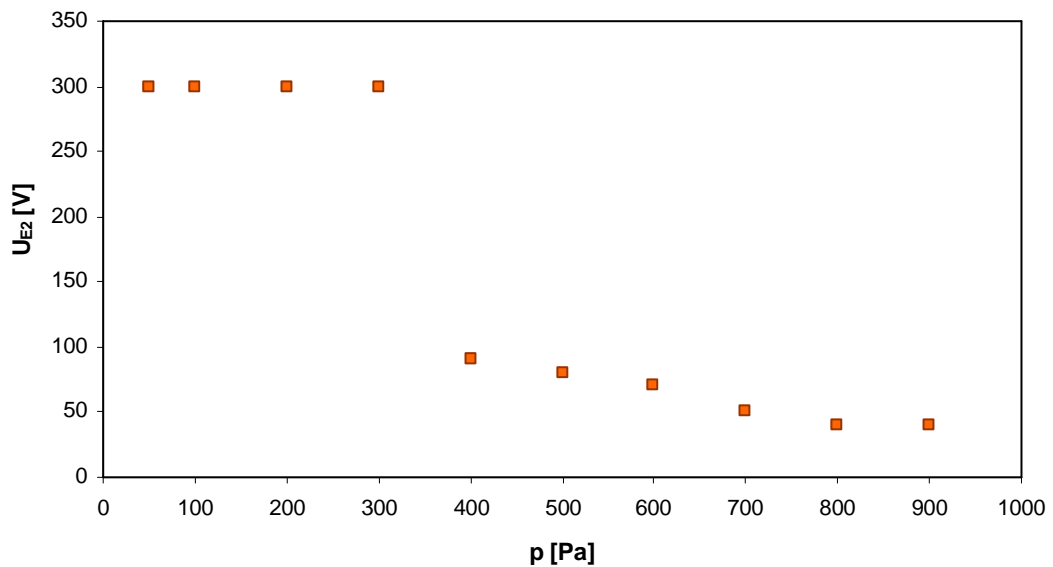
V druhé části měření jsme experimentálně nastavovali hodnoty napětí na elektrodovém systému scintilačního detektoru při měření, tak abychom získali co největší hodnotu detekovaného signálu. Nastavení hodnot napětí na jednotlivých elektrodách scintilačního detektoru pro dosažení maximálních hodnot detekovaného signálu při tlacích vodních par v komoře vzorku 50 až 900 Pa je uvedeno na obr. 31 až 35.



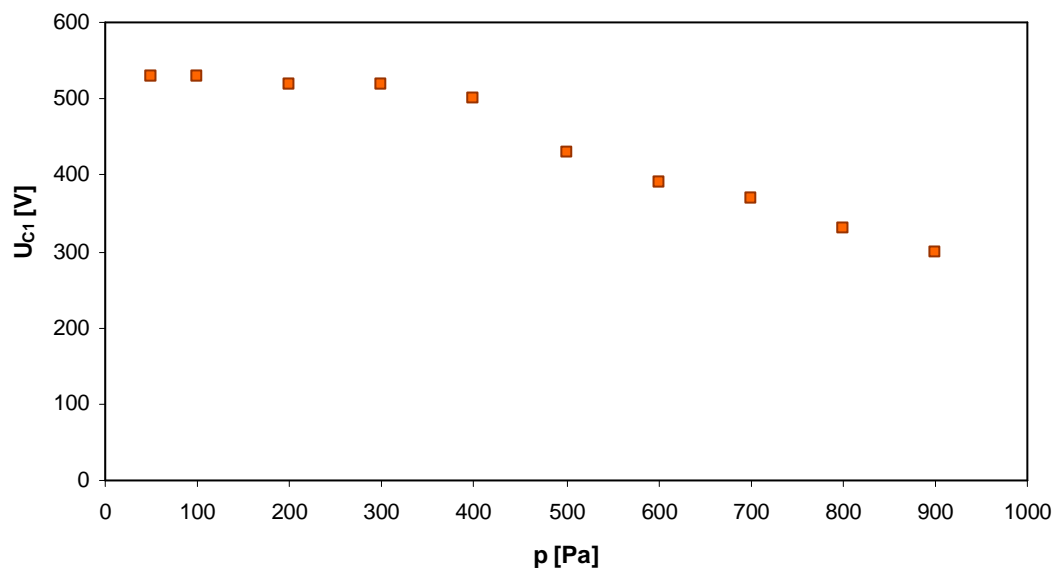
Obr. 31. Závislost velikosti napětí  $U_s$  sběrné mřížky na tlaku vodních par v komoře vzorku pro dosažení největší velikosti detekovaného signálu



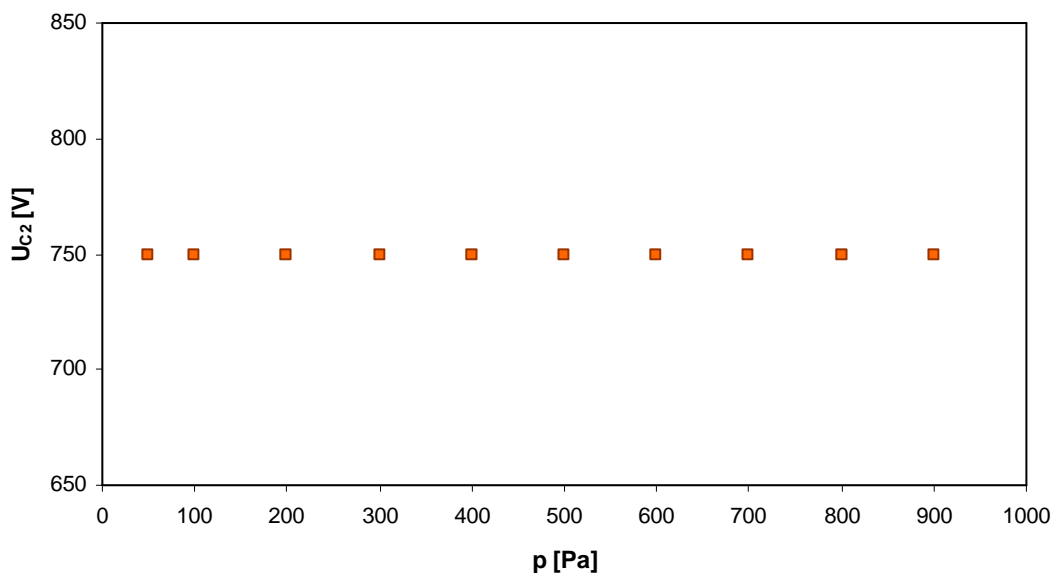
Obr. 32. Závislost velikosti napětí  $U_{E1}$  první elektrody na tlaku vodních par v komoře vzorku pro dosažení největší velikosti detekovaného signálu



Obr. 33. Závislost velikosti napětí  $U_{E2}$  druhé elektrody na tlaku vodních par v komoře vzorku pro dosažení největší velikosti detekovaného signálu



Obr.34 . Závislost velikosti napětí  $U_{C1}$  první clony na tlaku vodních par v komoře vzorku pro dosažení největší velikosti detekovaného signálu



Obr. 35. Závislost velikosti napětí  $U_{C2}$  druhé clony na tlaku vodních par v komoře vzorku pro dosažení největší velikosti detekovaného signálu

Z naměřených hodnot na obr. 31 až 35 je patrné, že všechna napětí elektrod SD klesají, což je logické jelikož signály SE jsou díky nárazové ionizaci natolik zesíleny, že není nutnost velkých napětí na SD, které by všechny tyto SE usměrnil na scintilátor. Z těchto průběhů lze vyvodit optimální nastavení SD pro získání největšího signálu při daných tlacích. Toto nastavení elektrodového systému je uvedeno v tab. 1.

Při nastavování elektrodového systému musela být brána v potaz stabilita detektoru, která omezovala takové nastavení, u kterého by velikost signálu byla teoreticky největší. Všechny obrazy pořízené za experimentálního nastavení SD byly při rastrování sledovány delší dobu abychom mohli ověřit dlouhodobou stabilitu SD. Dalším parazitním vlivem, který vznikl při tomto experimentu byly vzniklé výboje, které byly způsobeny špatným nastavením SD. Pro nastavovaná napětí na elektrodového systému se výboje objevili pouze při napětí na C1 větším než 530V, nebo při rozdílu napětí  $U_{C1}$  a  $U_{E2}$  větší než 380 V.

Tab. 1. Optimální nastavení  $U_M$ ,  $U_{E1}$ ,  $U_{E2}$ ,  $U_{C1}$ ,  $U_{C2}$  pro největší velikost detekovaného signálu.

Tlak vodních par v komoře vzorku	Hodnoty napětí elektrodového systému SD				
$p$ [Pa]	$U_S$ [V]	$U_{E1}$ [V]	$U_{E2}$ [V]	$U_{C1}$ [V]	$U_{C2}$ [V]
50	140	150	300	530	750
100	120	140	300	530	750
200	70	120	300	520	750
300	60	70	300	520	750
400	30	10	90	500	750
500	20	0	80	430	750
600	20	0	70	390	750
700	20	0	50	370	750
800	20	0	40	330	750
900	20	0	40	300	750

## 10. Závěr

Úvodní kapitoly této práce popisují teorii potřebnou k pochopení funkce rastrovacího elektronového mikroskopu a scintilačního detektoru sekundárních elektronů. Podrobněji se zabývají popisem jednotlivých funkčních bloků REM, ději jež se uplatňují při interakci primárního svazku elektronů se vzorkem, konstrukčními zvláštnostmi EREM. Dále pak problematikou scintilačního detektoru pro klasickou i environmentální REM.

Scintilační detektor používaný pro EREM byl vyvíjen a následně sestaven ve spolupráci s Ústavem přístrojové techniky AV ČR. Z dalších prací především na optimalizaci elektrodového systému detektoru bylo známo nastavení všech hodnot napětí na elektrodách kromě sběrné mřížky, která byla instalována v nedávné době. Úkolem této práce tedy bylo, zjistit jaký bude mít vliv sběrná mřížka na detekci signálu tímto detektorem.

První část praktického měření je zaměřena na určení vlivu velikosti napětí na sběrné mřížce  $U_S$  v rozsahu 0 až 70 V na velikost detekovaného signálu. Z měření vyplývá, že ideální hodnoty  $U_S$  jsou okolo 10 až 15 V a poté od 60 V dále při klasickém nastavení elektrodového systému. Jednotlivé tlaky v komoře vzorku mají vliv hlavně na relativní velikost signálu, což bylo předpokládáno, ale tvar průběhu pro dané  $U_S$  zásadně nemění. Největších hodnot relativní velikosti signálu bylo dosaženo pro tlaky vodních par v komoře vzorku 300 a 500 Pa.

Úkolem druhé část měření bylo experimentálně nastavit elektrodový systém SD tak, abychom získali největší hodnotu detekovaného signálu. Byla provedena celá řada měření z kterých bylo následně pro tlaky v rozmezí 50 až 900 Pa vybrána taková nastavení napětí na elektrodách detektoru, u kterých je hodnota relativní velikosti signálu největší (tab. 1). U těchto nastavení bylo také provedeno ověření krátkodobé i dlouhodobé stability činnosti scintilačního detektoru.

Výsledkem celého měření bylo určení vhodných hodnot na elektrodovém systému SD, které budou sloužit jak k optimálnímu nastavení při pozorování, tak k dalšímu vývoji vedoucímu k zlepšení činnosti scintilačního detektoru.

## 11. Seznam použitých zdrojů

- [1] HULÍNSKÝ, V.; JUREK, K.; *Zkoumání látek elektronovým paprskem*. Praha: SNTL, 1982. 401 s. ISBN 04-817-83
- [2] ECKERTO VÁ, L.; FRANK, L.: *Metody analýzy povrchu. Elektronová mikroskopie a difrakce*. Praha: Academia, 1996. 379 s. ISBN 80-200-0329-0
- [3] MUSASHI; AKISHIMA; *Invitation to the SEM World*. Tokyo: Joel Ltd. no. 18C496; Dostupný z WWW:  
[http://www.jeolusa.com/DesktopModules/Bring2mind/DMX/Download.aspx?TableId=320&DMXModule=692&Command=Core\\_Download&EntryId=257&PortalId=2](http://www.jeolusa.com/DesktopModules/Bring2mind/DMX/Download.aspx?TableId=320&DMXModule=692&Command=Core_Download&EntryId=257&PortalId=2)
- [4] FRANK, L.; JIRÁK, J.; *Speciální diagnostika*. Brno: Vysoké učení technické Brno. 79 s.
- [5] Danilatos. G. D.; *Design and construction of environmental SEM (part 3)*. Ryde: CSIRO, 1984. 42 s.
- [6] ČUDEK, P. *Scintilační detektor sekundárních elektronů pro ESEM*. Brno: Vysoké učení technické v Brně, Fakulta elektrotechniky a komunikačních technologií, 2008, 64s.

## 12. Seznam použitých symbolů a zkratek

$E_0$	počáteční energie elektronů
$E$	energie elektronů po interakci
$\vartheta$	úhel rozptylu elektronů
$\eta$	koeficient emise zpětně odražených elektronů
$\delta$	koeficient emise sekundárních elektronů
$w$	výstupní práce elektronu z kovu
$I_{BSE}$	proud zpětně odražených elektronů
$I_{PE}$	proud svazku primárních elektronů
$I_{SE}$	proud sekundárních elektronů
$Z$	protonové číslo prvku
$\alpha$	úhel dopadu svazku primárních elektronů
$d_p$	maximální hloubka pronikání primárních elektronů do vzorku
$d_s$	maximální vzdálenost od povrchu vzorku ze které kterého se mohou uvolňovat sekundární elektrony
$R$	maximální hloubka proniknutí PE
$T$	maximální vzdálenost ze které se mohou BSE uvolňovat
$p$	tlak v komoře vzorku
$k$	konstanta úměrnosti
$U_s$	napětí na sběrné mřížce
$U_{E1}$	napětí na elektrodě č. 1
$U_{E2}$	napětí na elektrodě č. 2
$U_{C1}$	napětí na cloně č. 1
$U_{C2}$	napětí na cloně č. 2
$U_{scintilátor}$	napětí na scintilátoru
BSE	zpětně odražené elektrony
SE	sekundární elektrony
SE1	složka sekundárních elektronů SE1
SE2	složka sekundárních elektronů SE2
SE3	složka sekundárních elektronů SE3
PE	primární elektrony
REM	elektronová rastrovací mikroskopie

TEM	elektronová transmisní mikroskopie
STEM	rastrovací transmisní elektronová mikroskopie
EREM	environmentální rastrovací elektronová mikroskopie
XHR SEM	extreme High Resolution SEM
RP	rotační vývěva
DP	difúzní vývěva
TV	turbomolekulární vývěva
RTG	rentgenové záření
E1	elektroda č. 1
E2	elektroda č. 2
C1	clona č. 1
C2	clona č. 2



## 13. Seznam příloh

**Příloha P1** – Tabulka hodnot napětí elektrodového systému SD v první části praktického měření pro dané tlaky vodních par v komoře vzorku  $p$  a proudy primárních elektronů  $I_{PE}$ . Obrazy získané při těchto nastaveních SD (obr. 1.1 až 1.67)

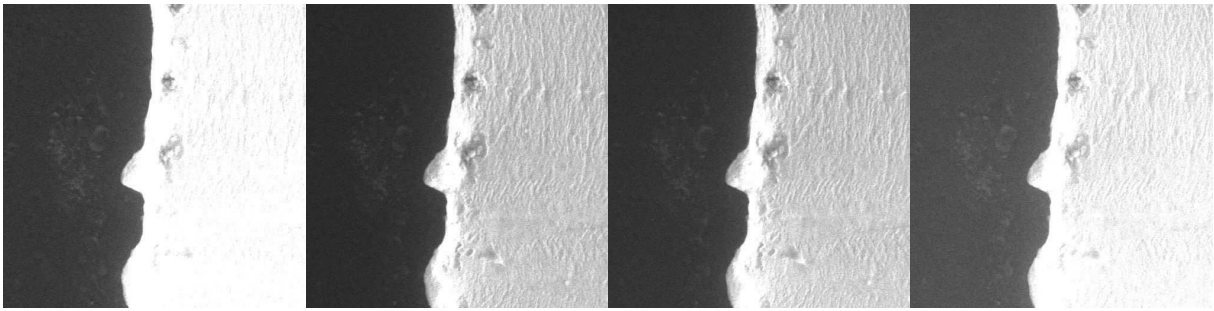
**Příloha P2** – Tabulka hodnot napětí elektrodového systému SD v druhé části praktického měření pro dané tlaky vodních par v komoře vzorku  $p$  a proudy primárních elektronů  $I_{PE}$ . Obrazy získané při těchto nastaveních SD (obr. 2.1 až 2.40)

### 13.1. Příloha P1

Tabulka P1.1: Hodnoty napětí elektrodového systému SD v první části praktického měření pro dané tlaky vodních par v komoře vzorku  $p$  a proudy primárních elektronů

Obr. č.	$U_S$ [V]	$U_{E1}$ [V]	$U_{E2}$ [V]	$U_{C1}$ [V]	$U_{C2}$ [V]	$I_{PE}$ [pA]	Nastavení fotonásobiče [-]	Úroveň šedi [-]	$p$ [Pa]
1.1	70	80	90	470	800	75	60/40	250,37	300
1.2	60	70	80	460	800	75	60/40	233,22	300
1.3	50	60	70	450	800	75	60/40	193,27	300
1.4	40	50	60	440	800	75	60/40	194,60	300
1.5	30	40	50	430	800	75	60/40	250,44	300
1.6	0	10	20	400	800	75	60/40	105,41	300
1.7	70	80	90	470	800	50	60/40	154,60	300
1.8	60	70	80	460	800	50	60/40	158,27	300
1.9	50	60	70	450	800	50	60/40	120,38	300
1.10	40	50	60	440	800	50	60/40	138,62	300
1.11	30	40	50	430	800	50	60/40	168,75	300
1.12	20	30	40	420	800	50	60/40	241,51	300
1.13	10	20	30	410	800	50	60/40	206,92	300
1.14	0	10	20	400	800	50	60/40	69,30	300
1.15	70	80	90	470	800	25	60/40	75,16	300
1.16	60	70	80	460	800	25	60/40	75,00	300
1.17	50	60	70	450	800	25	60/40	61,15	300
1.18	40	50	60	440	800	25	60/40	72,91	300
1.19	30	40	50	430	800	25	60/40	85,74	300
1.20	20	30	40	420	800	25	60/40	117,17	300
1.21	10	20	30	410	800	25	60/40	106,70	300
1.22	0	10	20	400	800	25	60/40	37,12	300
1.23	60	60	80	460	800	75	60/40	170,27	400
1.24	50	60	70	450	750	100	60/40	149,61	400
1.25	40	45	60	440	750	100	60/40	183,87	400
1.26	30	36	50	430	750	100	60/40	224,08	400
1.27	20	30	40	420	750	100	60/40	205,32	400
1.28	10	20	30	410	750	100	60/40	238,78	400
1.29	0	15	30	410	750	100	60/40	231,21	400
1.30	70	73	90	470	800	75	60/40	200,46	400
1.31	60	60	80	460	800	75	60/40	156,20	400
1.32	50	60	70	450	750	75	60/40	108,93	400
1.33	40	45	60	440	750	75	60/40	132,28	400
1.34	30	36	50	430	750	75	60/40	164,08	400
1.35	20	29	40	420	750	75	60/40	153,88	400
1.36	10	20	30	410	750	75	60/40	171,80	400

1.37	0	15	30	410	750	75	60/40	214,10	400
1.38	70	75	90	470	800	25	60/40	200,61	500
1.39	60	70	80	460	800	25	60/40	160,78	500
1.40	50	60	70	450	800	25	60/40	143,06	500
1.41	40	50	60	440	800	25	60/40	147,19	500
1.42	30	40	50	430	800	25	60/40	151,11	500
1.43	20	30	40	420	800	25	60/40	137,28	500
1.44	10	20	30	410	800	25	60/40	189,36	500
1.45	0	15	30	410	800	25	60/40	96,53	500
1.46	70	75	90	390	800	100	60/40	186,56	600
1.47	60	70	80	380	800	100	60/40	153,05	600
1.48	50	60	70	370	800	100	60/40	105,26	600
1.49	40	50	60	360	800	100	60/40	112,62	600
1.50	30	40	50	350	800	100	60/40	98,95	600
1.51	20	30	40	350	800	100	60/40	102,17	600
1.52	10	20	30	330	800	100	60/40	169,23	600
1.53	0	10	20	320	800	100	60/40	80,12	600
1.54	70	75	90	390	800	75	60/40	124,20	600
1.55	60	70	80	380	800	75	60/40	104,77	600
1.56	50	60	70	370	800	75	60/40	77,18	600
1.57	40	50	60	360	800	75	60/40	84,91	600
1.58	30	40	50	350	800	75	60/40	74,05	600
1.59	20	30	40	340	800	75	60/40	79,09	600
1.60	10	20	30	330	800	75	60/40	125,88	600
1.61	0	10	20	320	800	75	60/40	52,89	600
1.62	70	75	90	390	800	50	60/40	78,64	600
1.63	60	70	80	380	800	50	60/40	67,65	600
1.64	50	60	70	370	800	50	60/40	54,09	600
1.65	70	75	90	420	970	25	60/40	94,86	600
1.66	70	75	90	420	970	25	60/40	147,17	600
1.67	70	75	90	390	800	25	60/40	36,67	600

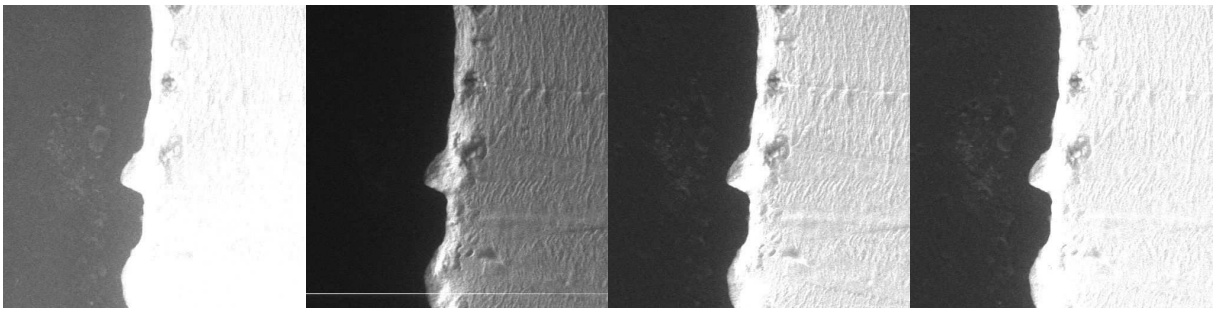


Obr. 1.1

Obr. 1.2

Obr. 1.3

Obr. 1.4

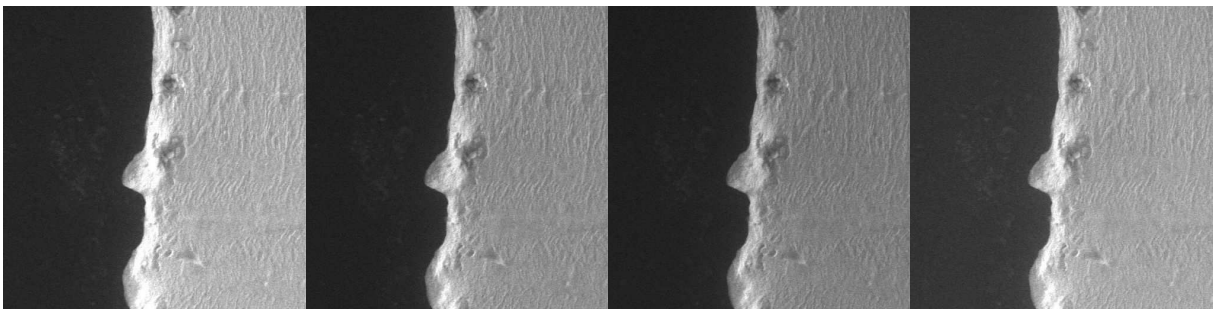


Obr. 1.5

Obr. 1.6

Obr. 1.7

Obr. 1.8

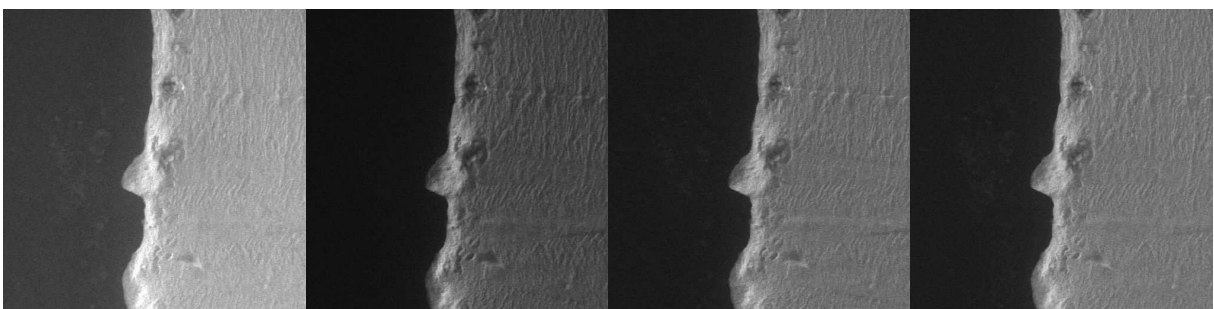


Obr. 1.9

Obr. 1.10

Obr. 1.11

Obr. 1.12

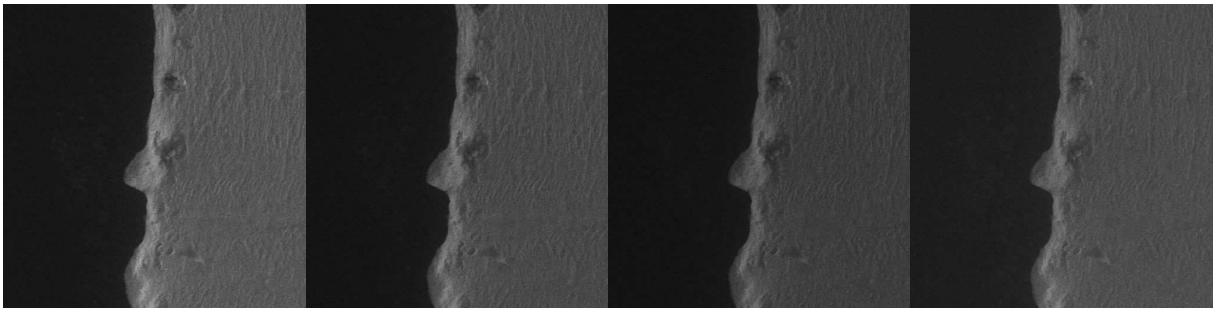


Obr. 1.13

Obr. 1.14

Obr. 1.15

Obr. 1.16

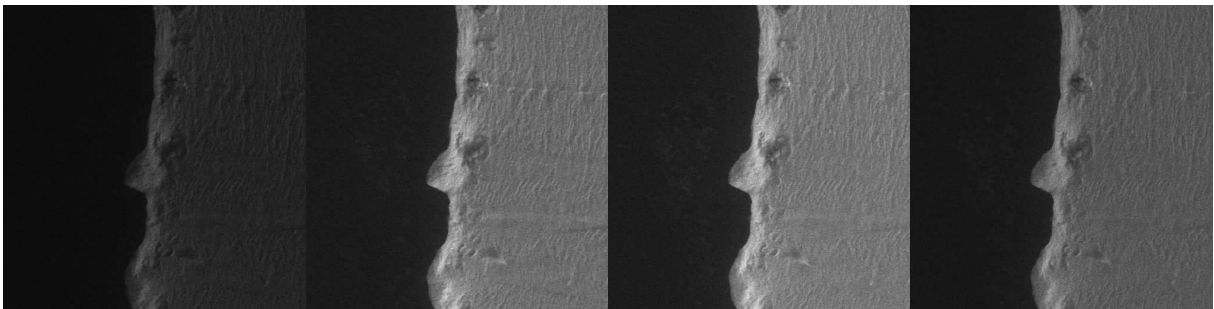


Obr. 1.17

Obr. 1.18

Obr. 1.19

Obr. 1.20

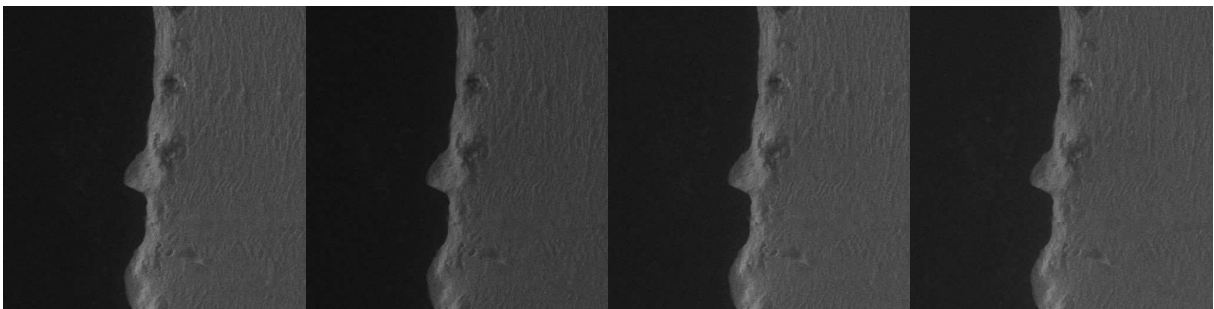


Obr. 1.21

Obr. 1.22

Obr. 1.23

Obr. 1.24

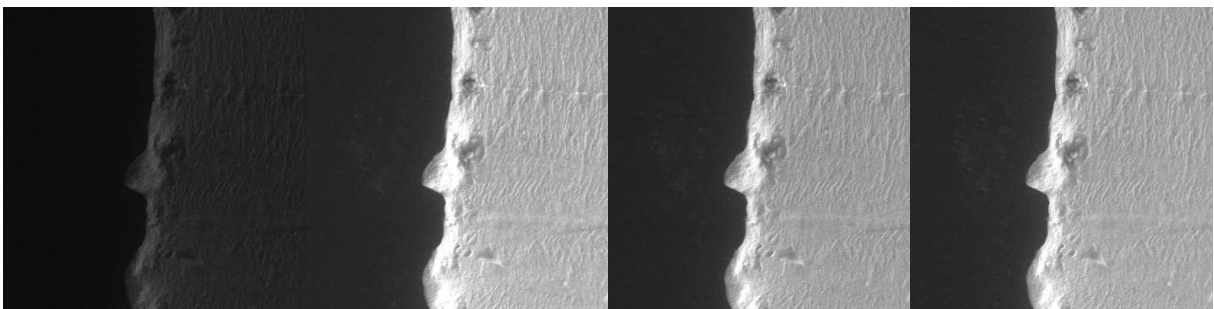


Obr. 1.25

Obr. 1.26

Obr. 1.27

Obr. 1.28

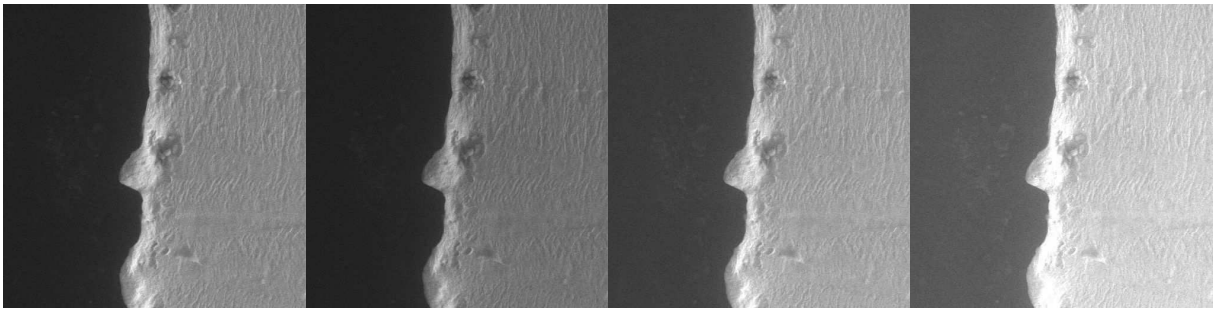


Obr. 1.29

Obr. 1.30

Obr. 1.31

Obr. 1.32

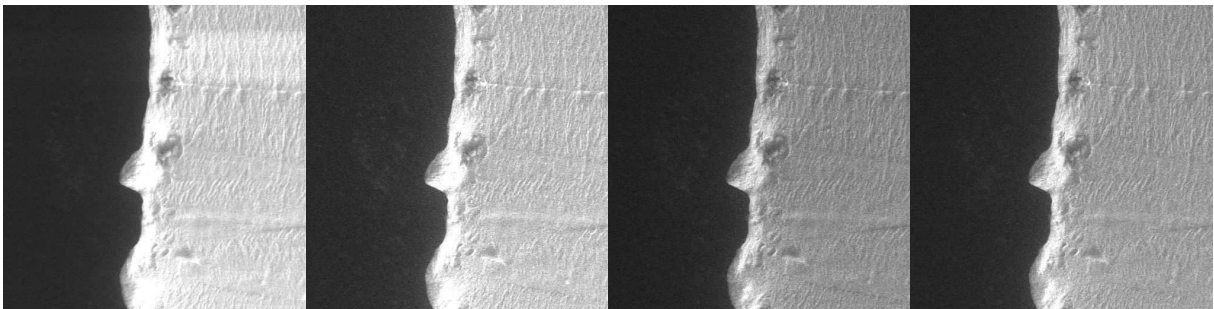


Obr. 1.33

Obr. 1.34

Obr. 1.35

Obr. 1.36

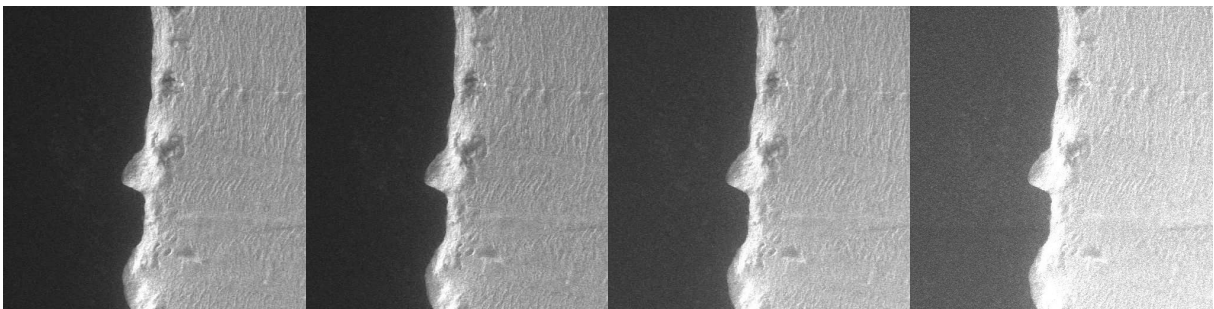


Obr. 1.37

Obr. 1.38

Obr. 1.39

Obr. 1.40

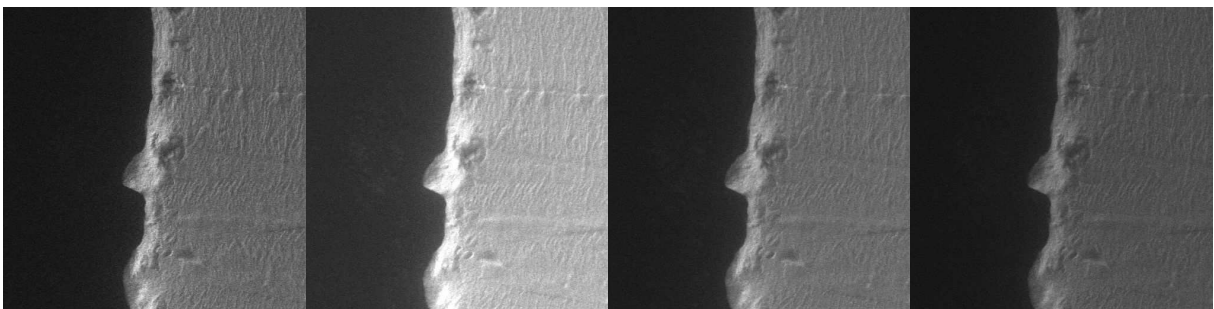


Obr. 1.41

Obr. 1.42

Obr. 1.43

Obr. 1.44

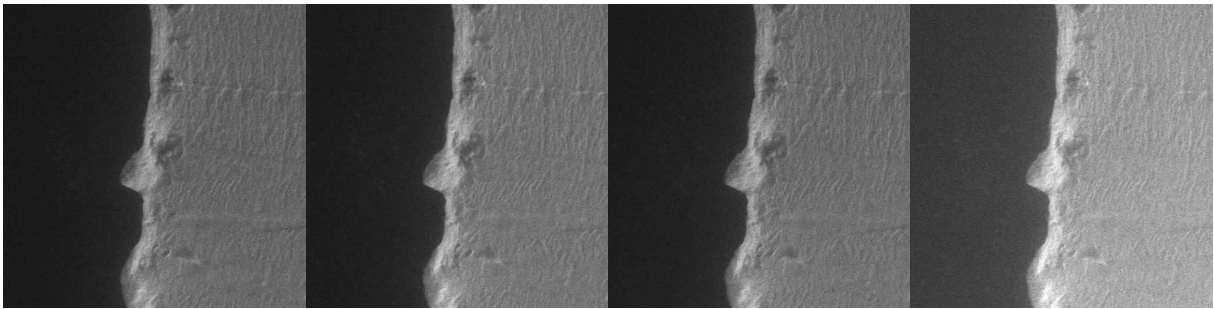


Obr. 1.45

Obr. 1.46

Obr. 1.47

Obr. 1.48

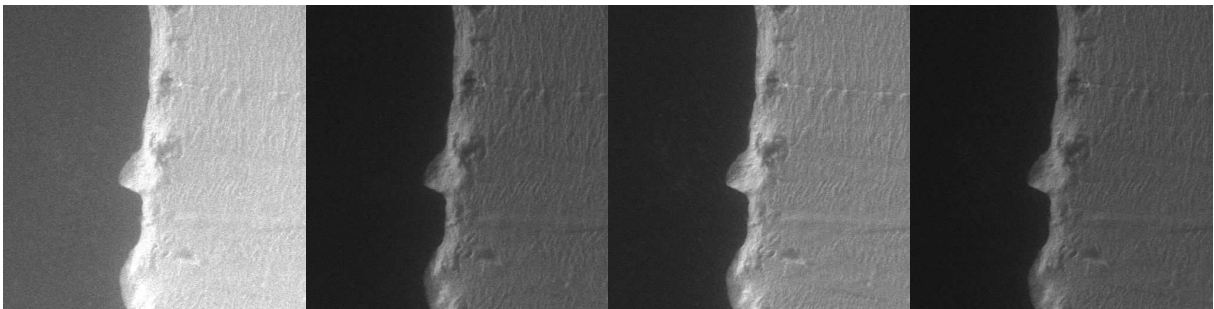


Obr. 1.49

Obr. 1.50

Obr. 1.51

Obr. 1.52

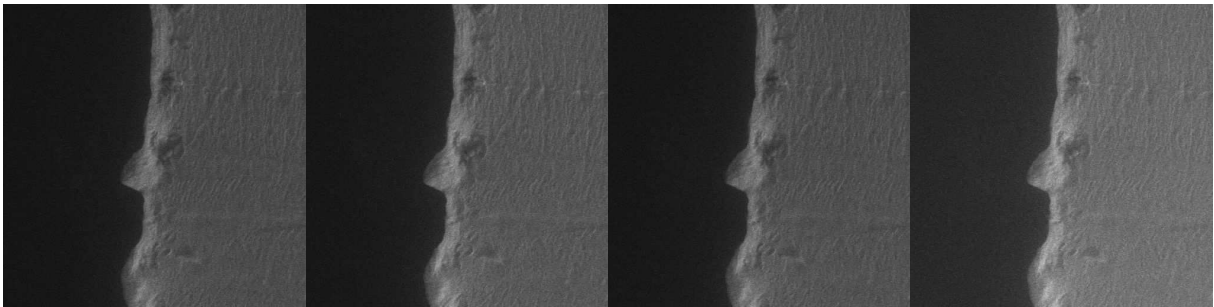


Obr. 1.53

Obr. 1.54

Obr. 1.55

Obr. 1.56

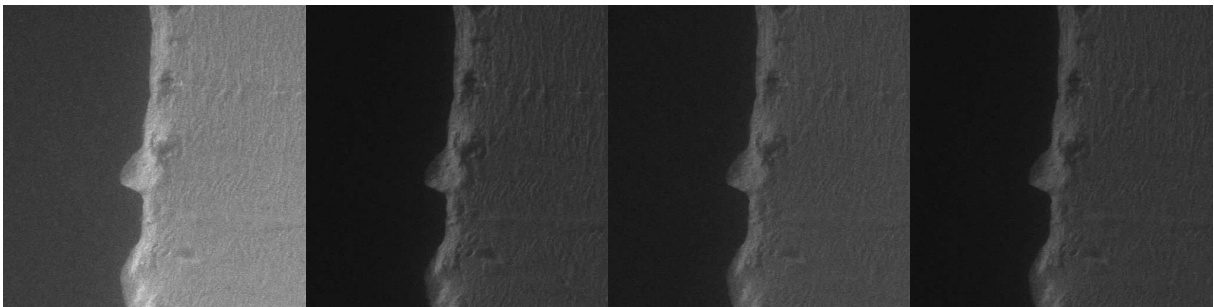


Obr. 1.57

Obr. 1.57

Obr. 1.59

Obr. 1.60

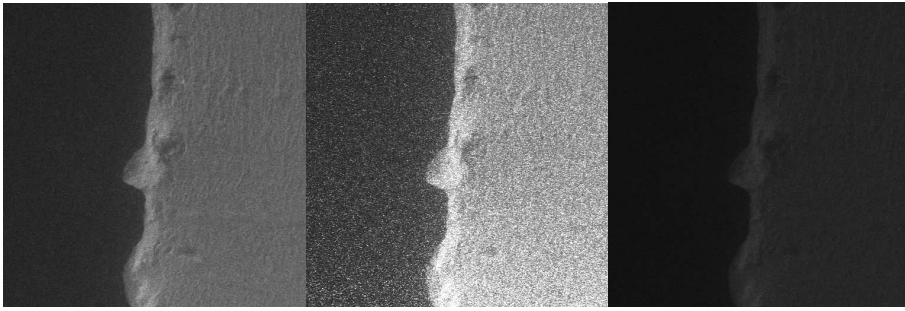


Obr. 1.61

Obr. 1.62

Obr. 1.63

Obr. 1.64



Obr. 1.65

Obr. 1.66

Obr. 1.67

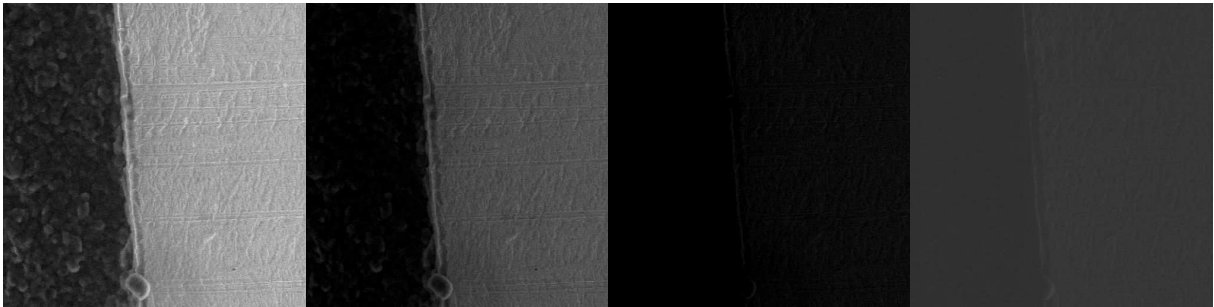


## 13.2. Příloha P2

Tabulka P2.1: Hodnoty napětí elektrodového systému SD v druhé části praktického měření pro dané tlaky vodních par v komoře vzorku  $p$  a proudy primárních elektronů

Obr. č.	$U_M$ [V]	$U_{E1}$ [V]	$U_{E2}$ [V]	$U_{C1}$ [V]	$U_{C2}$ [V]	$I_{PE}$ [pA]	Nastavení fotonásobiče [-]	Úroveň šedi [-]	$p$ [Pa]
2.1	60	65	80	460	750	100	45	65,21	50
2.2	80	85	100	460	750	100	45	66,83	50
2.3	80	85	200	460	750	100	45	101,23	50
2.4	80	85	300	460	750	100	45	119,36	50
2.5	140	150	300	460	750	100	45	167,69	50
2.6	140	150	300	500	750	100	45	227,65	50
2.7	140	150	300	530	750	75	45	228,01	50
2.8	140	150	300	500	750	75	45	203,09	50
2.9	140	150	300	500	750	25	45	175,42	100
2.10	120	140	300	500	750	25	45	181,41	100
2.11	120	140	300	530	750	25	45	232,05	100
2.12	120	140	300	530	750	25	33	131,42	100
2.13	120	140	300	530	750	25	33	144,51	100
2.14	120	140	300	500	750	25	33	79,99	100
2.15	60	65	80	460	750	100	45	62,33	100
2.16	60	65	80	460	750	100	45	81,61	200
2.17	70	120	300	500	750	25	33	80,13	200
2.18	70	120	300	520	750	25	33	167,75	200
2.19	60	65	80	460	750	100	45	53,22	300
2.20	60	70	300	500	750	25	33	11,52	300
2.21	60	70	300	500	750	50	33	81,39	300
2.22	60	70	300	520	750	50	33	168,49	300
2.23	60	70	300	520	750	25	33	48,42	300
2.24	30	0	270	520	750	25	33	89,65	300
2.25	60	70	300	520	750	25	33	19,27	300
2.26	30	10	90	500	750	25	33	150,81	400
2.27	20	0	110	490	750	25	33	114,62	400
2.28	20	0	80	430	750	25	33	27,88	500
2.29	20	0	80	430	750	50	33	116,88	500
2.30	20	0	70	420	750	25	33	16,85	500
2.31	20	0	70	420	750	50	33	123	500
2.32	20	0	70	390	750	50	33	59,23	600
2.33	20	0	70	390	750	75	33	115,54	600
2.34	20	0	70	390	750	100	33	191,35	600
2.35	20	0	50	370	750	100	33	102,93	700

2.36	20	0	50	370	750	100	44	213,29	700
2.37	20	0	40	330	750	100	44	95,78	800
2.38	20	0	40	300	750	100	44	89,69	900
2.39	20	0	40	300	750	100	44	110,38	900
2.40	20	0	40	300	700	100	44	96,86	900

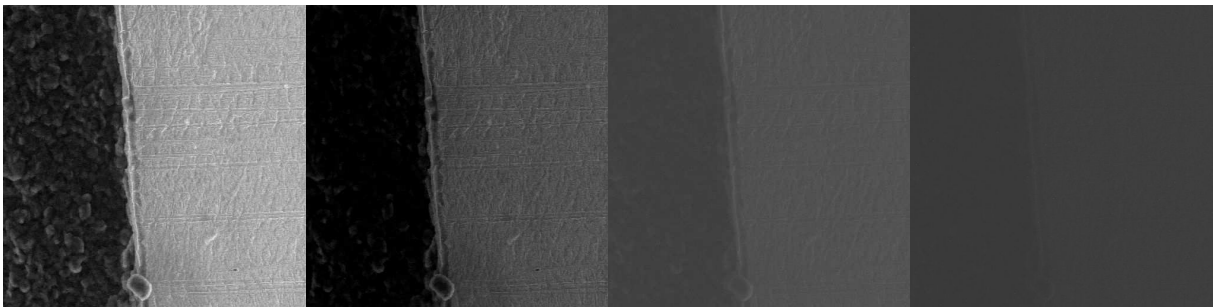


Obr. 2.1

Obr. 2.2

Obr. 2.3

Obr. 2.4

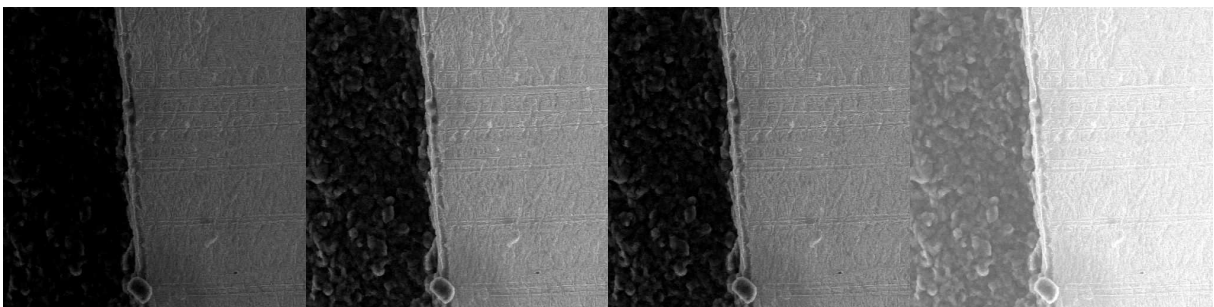


Obr. 2.5

Obr. 2.6

Obr. 2.7

Obr. 2.8

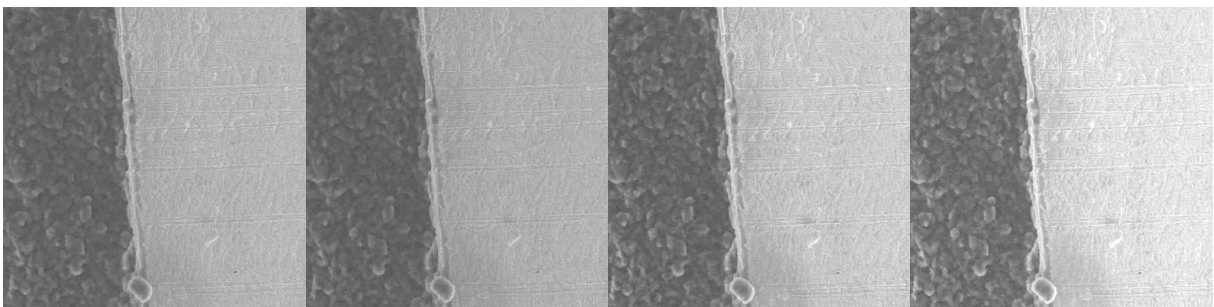


Obr. 2.9

Obr. 2.10

Obr. 2.11

Obr. 2.12

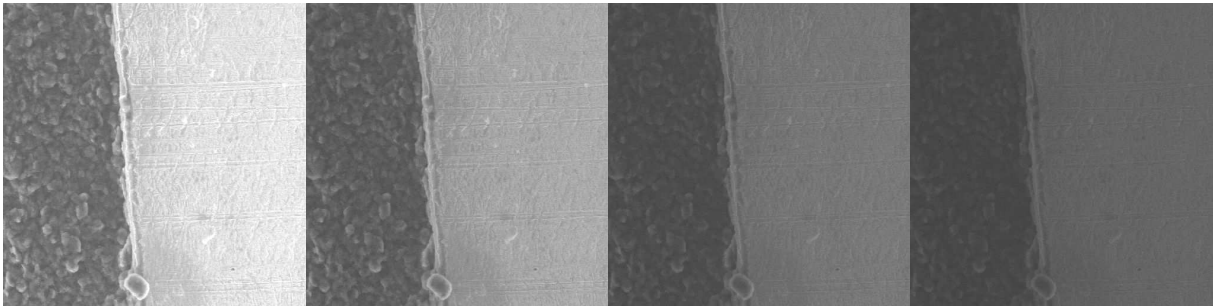


Obr. 2.13

Obr. 2.14

Obr. 2.15

Obr. 2.16

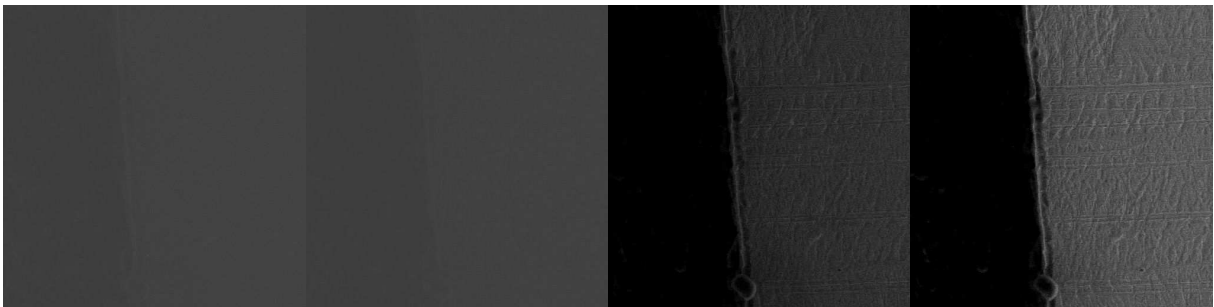


Obr. 2.17

Obr. 2.18

Obr. 2.19

Obr. 2.20

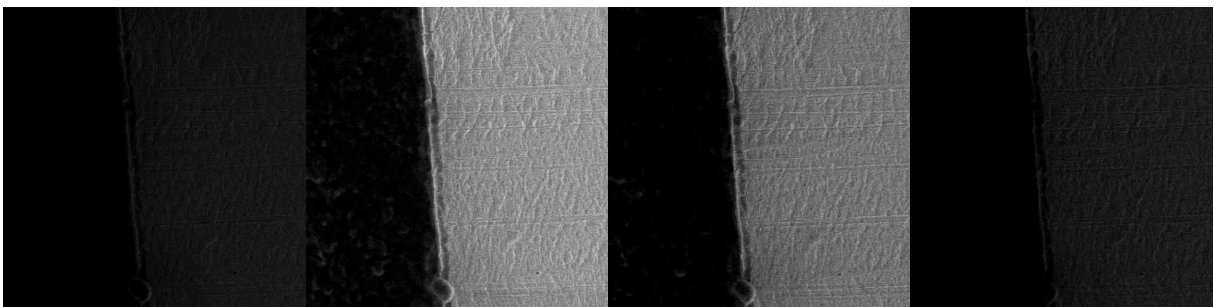


Obr. 2.21

Obr. 2.22

Obr. 2.23

Obr. 2.24

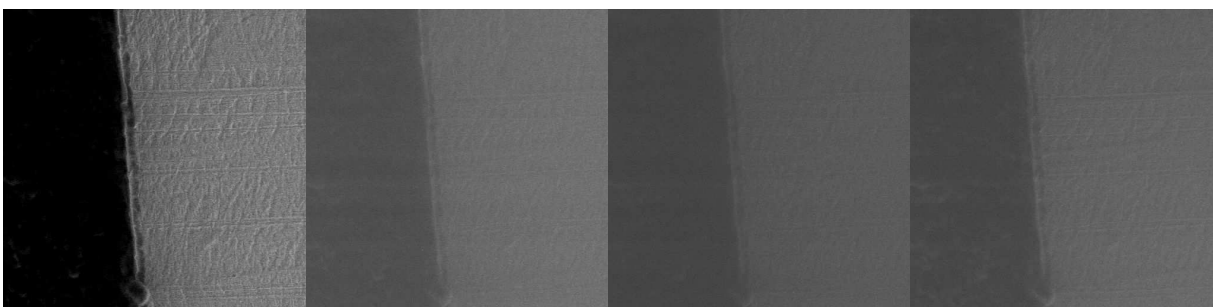


Obr. 2.25

Obr. 2.26

Obr. 2.27

Obr. 2.28

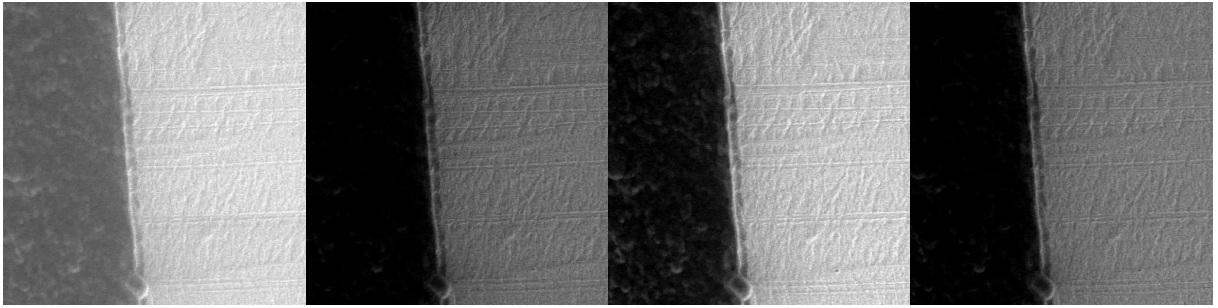


Obr. 2.29

Obr. 2.30

Obr. 2.31

Obr. 2.32

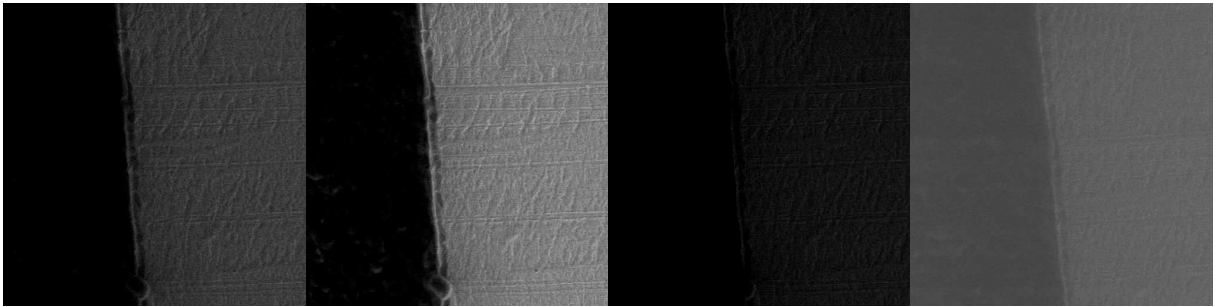


Obr. 2.33

Obr. 2.34

Obr. 2.35

Obr. 2.36



Obr. 2.37

Obr. 2.38

Obr. 2.39

Obr. 2.40