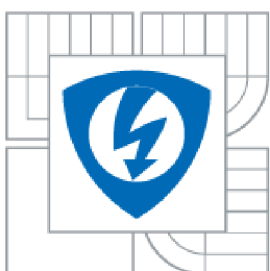




VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V BRNĚ
BRNO UNIVERSITY OF TECHNOLOGY



FAKULTA ELEKTROTECHNIKY A KOMUNIKAČNÍCH
TECHNOLOGIÍ
ÚSTAV ELEKTROTECHNOLOGIE

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

IONIZAČNÍ DETEKTOR SEKUNDÁRNÍCH ELEKTRONŮ PRO ENVIRONMENTÁLNÍ RASTROVACÍ ELEKTRONOVÝ MIKROSKOP

IONIZATION DETECTOR OF SECONDARY ELECTRONS FOR ENVIRONMENTAL
SCANNING ELECTRON MICROSCOPE

BAKALÁŘSKÁ PRÁCE
BACHELOR'S THESIS

AUTOR PRÁCE
AUTHOR

PETR DUŠEK

VEDOUCÍ PRÁCE
SUPERVISOR

ING. PAVEL ČUDEK

BRNO 2013



VYSOKÉ UČENÍ
TECHNICKÉ V BRNĚ

Fakulta elektrotechniky
a komunikačních technologií

Ústav elektrotechnologie

Bakalářská práce

bakalářský studijní obor
Mikroelektronika a technologie

Student: Petr Dušek

ID: 134298

Ročník: 3

Akademický rok: 2012/2013

NÁZEV TÉMATU:

Ionizační detektor sekundárních elektronů pro environmentální rastrovací elektronový mikroskop

POKYNY PRO VYPRACOVÁNÍ:

Seznamte se s problematikou detekce signálních elektronů v environmentálním rastrovacím elektronovém mikroskopu. Realizujte tři různé elektrodové systémy deskového ionizačního detektoru. Experimentálně zjistěte, který z elektrodových systémů detektoru je nejvhodnější pro detekci signálu sekundárních elektronů.

DOPORUČENÁ LITERATURA:

Podle pokynů vedoucího bakalářské práce.

Termín zadání: 11.2.2013

Termín odevzdání: 6.6.2013

Vedoucí práce: Ing. Pavel Čudek

Konzultanti bakalářské práce:

doc. Ing. Jiří Háze, Ph.D.

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 části druhé, hlavy VI. díl 4 Trestního zákoníku č.40/2009 Sb.

ABSTRAKT

Tato práce se zabývá problematikou detekce sekundárních elektronů ionizačním detektorem pro environmentální rastrovací elektronový mikroskop. V práci je vysvětlen rozdíl mezi rastrovacím elektronovým mikroskopem a environmentálním rastrovacím elektronovým mikroskopem. Dále je popsána emise a detekce vybraných signálů vznikajících při interakci primárních elektronů se vzorkem v rastrovacím elektronovém mikroskopu. Důraz je kladen na popis, rozdělení a způsob detekce sekundárních elektronů. V práci je popsán princip funkce ionizačních a scintilačních detektorů. V experimentální části práce je uveden návrh konstrukce tří různých elektrodových systémů deskového ionizačního detektoru pro environmentální rastrovací elektronový mikroskop. Na základě měření s navrženými detektory je vybrán detektor s nejvyšší kvalitou detekce signálu.

ABSTRACT

This thesis deals with problematics of a detection of secondary electrons by ionization detector for environmental scanning electron microscope. In this thesis is described the difference between scanning electron microscope and environmental scanning electron microscope. Further there is described emission and detection of the choosen signals that arise while primary electrons are interacting with a specimen in scanning electron microscope. A special emphasis is placed on a description, sorting and on the form of detection of secondary electrons. In thesis there is described principle of a function of ionization a scintilation detectors. Experimental part of thesis describes design of 3 different elctrode systems of a tabular ionization detector, which will be intended to be placed in environmental scanning electron microscope. Based on measuring with the detectors, with experimental design, there is chosen one with the highest quality of signal detection.

KLÍČOVÁ SLOVA

Ionizační detektor, ionizace plynů, sekundární elektrony, zpětně odražené elektrony, primární elektrony, rastrovací elektronový mikroskop, environmentální rastrovací elektronový mikroskop

KEY WORDS

Ionization detector, gas ionization, secondary electrons, back scattered electrons, primary electrons, scanning electron microscope, environmental scanning electron microscope

DUŠEK, P. *Ionizační detektor sekundárních elektronů pro environmentální rastrovací elektronový mikroskop*. Brno: Vysoké učení technické v Brně, Fakulta elektrotechniky a komunikačních technologií, 2013. 39 s. Vedoucí bakalářské práce Ing. Pavel Čudek.

Prohlášení

Prohlašuji, že svoji bakalářskou práci na téma „**Ionizační detektor sekundárních elektronů pro environmentální rastrovací elektronový mikroskop**“ 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 6. června 2013

.....
podpis autora

Poděkování

Děkuji vedoucímu bakalářské práce Ing. Pavlu Čudkovi za odborné konzultace, poskytnutí pracovních materiálů a cenných rad. Ústavu přístrojové techniky AV ČR děkuji za poskytnutí přístrojového vybavení, především environmentálního rastrovacího elektronového mikroskopu AquaSEM. Dále bych chtěl poděkovat panu Ing. Jířímu Starému, Ph.D. za pomoc při výrobě navržených deskových ionizačních detektorů. Své rodině děkuji za všestrannou pomoc, během celého studia, díky níž mohla tato práce vzniknout.

V Brně dne 6. června 2013

.....
podpis autora

OBSAH

1 Úvod	6
2 Popis funkce rastrovacího elektronového mikroskopu	7
2.1 Zdroje elektronů	8
2.2 Charakteristické parametry mikroskopu	9
2.3 Vady elektromagnetických čoček	10
2.4 Signály uvolňující se při interakci primárního svazku se vzorkem.....	12
3 Environmentální rastrovací elektronový mikroskop	16
3.1 Rozdíl mezi rastrovacím elektronovým mikroskopem a environmentálním rastrovacím elektronovým mikroskopem.....	16
3.2 Fyzikální veličiny	18
3.3 Výběr vhodného plynu	19
3.4 Ionizace plynu	19
3.5 Kaskádové zesílení	20
4 Detektory signálních elektronů	22
4.1 Scintilační detektory	22
4.2 Ionizační detektory	23
5 experimentální část.....	25
5.1 Měření se stávajícím deskovým ionizačním detektorem	25
5.2 Návrh a výroba vlastních deskových ionizačních detektorů	26
5.3 Měření velikosti signálu s navrženými deskovými ionizačními detektory	28
5.4 Stanovení kontrastu v detekovaném signálu SE	32
6 Závěr.....	35
Seznam použitých zdrojů	36
Seznam obrázků	37
Seznam zkratk	39
Seznam příloh.....	39

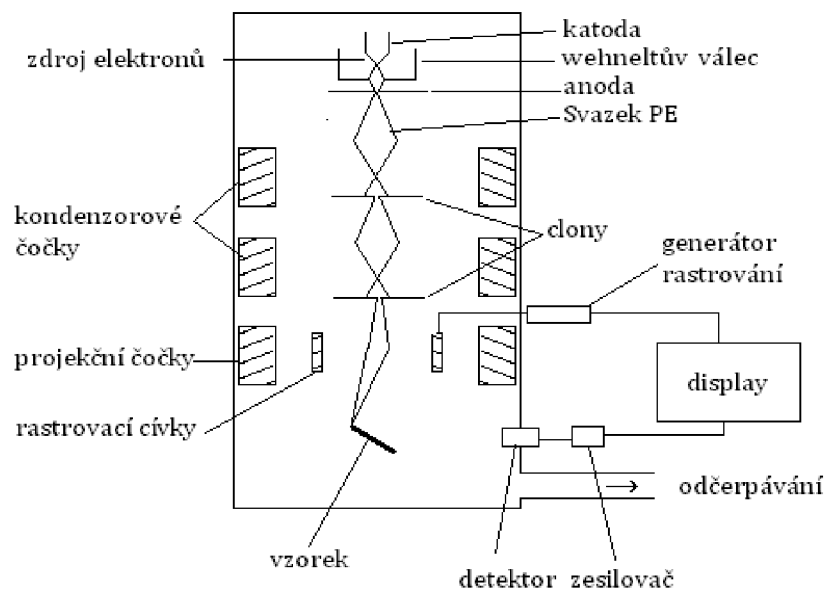
1 Úvod

Mikroskopie je fyzikální věda, zabývající se pozorováním objektů, jejichž velikost leží pod hranicí rozlišovací schopností lidského oka. Ke sledování objektů mikrosvětla se používá mikroskop. Prvním používaným mikroskopem byl optický mikroskop. Optický mikroskop je přístroj určený k přesnému měření a pozorování předmětů nepatrných rozměrů pod zorným úhlem zvětšených optickou soustavou složenou z čoček. Pro optické mikroskopy platí zákony světelné optiky. Rozlišovací schopnost mikroskopu je omezená vlnovou délkou použitého záření. Pro optické mikroskopy je limitní rozlišení 200 nm.

Vyššího rozlišení lze dosáhnout použitím elektromagnetického záření o kratší vlnové délce. Typicky se jedná o signál urychlených elektronů využívaných v elektronové mikroskopii. Elektronovou mikroskopii lze rozdělit na transmisní elektronovou mikroskopii a rastrovací elektronovou mikroskopii. V transmisní elektronové mikroskopii je obraz vzorku tvořen na stínítku elektrony prošlými vzorkem. V rastrovací elektronové mikroskopii je obraz tvořen signály vznikajícími při interakci elektronů s povrchem vzorku.

2 Popis funkce rastrovacího elektronového mikroskopu

Rastrovací elektronový mikroskop (SEM) se skládá z tubusu a komory vzorku. V tubusu je umístěn zdroj primárních elektronů (PE) (kapitola 2.1), kondenzorové a projekční čočky, rastrovací cívkky a clony. Komora vzorku obsahuje detektory signálu (kapitola 4) a stolec vzorku. Rastrovací elektronové mikroskopy pracují ve vakuu. K udržení požadovaného vysokého vakua slouží vakuové vývěvy.



Obr.2.1: Principiální schéma rastrovacího elektronového mikroskopu [1].

Urychlené PE, vyzářené ze zdroje elektronů, jsou fokusovány elektromagnetickými čočkami. Elektromagnetické čočky jsou cívkky, skrz něž prochází proud, a fungují jako spojky. PE příliš rozptýlené z původní dráhy jsou zachyceny clonami vloženými mezi jednotlivé cívkky. Schopnost elektromagnetických čoček přesně fokusovat PE je v současné době limitujícím faktorem pro rozlišovací schopnost rastrovacích elektronových mikroskopů. Elektromagnetické čočky neumožňují fokusovat elektrony do stejného bodu, ale pouze do plochy s určitým minimálním průřezem, označované jako průměr stopy primárního svazku. Během procesu fokusace primárního svazku pozorujeme vady elektromagnetických čoček [1].

Po té, co PE projdou soustavou fokusačních čoček a clon je signálem pomocí soustavy vychylovacích cívek rastrováno po povrchu vzorku. Zobrazení na obrazovce je synchronní s rastrováním primárního svazku po povrchu vzorku. Rychlost rastrování primárního svazku přímo udává kvalitu obrazu. S rostoucí dobou setrvání primárního svazku v jednom bodě vzorku

roste doba přijímání signálu. Delší doba přijímání signálu poskytuje více podkladů pro zlepšení poměru signál - šum (kapitola 2.2). Omezujícím faktorem maximální možné doby setrvání primárního svazku v jednom bodě je odolnost vzorku. Delší doba setrvání primárního svazku v jednom bodě přináší větší zahřívání a hromadění náboje na povrchu vzorku. V SEM nelze pozorovat nevodivé vzorky, biologické vzorky, či vzorky obsahující vodu, neboť by docházelo k jejich nabíjení, degradaci nebo vysoušení. Je možno vzorek pokovit, ale tím se ztratí některé detaily [1].

Při dopadu PE na povrch vzorku vznikají signály, k jejichž detekci potřebujeme detektory a filtry pro filtrování signálu. Na detektory jsou připojené různé zesilovače signálu. V elektronové mikroskopii detekujeme celou škálu signálů (kapitola 2.4). Pro každý z těchto signálů se využívá jiný detektor, jednotlivé signály vznikají jinými fyzikálními jevy, případně stejnými fyzikálními jevy s různými parametry.

2.1 Zdroje elektronů

Zdrojem primárních elektronů je v rastrovacím elektronovém mikroskopu katoda umístěná v tubusu mikroskopu (Obr. 2.1). Primární elektrony se mohou z katody generovat na základě dvou různých fyzikálních jevů, termoemisí nebo autoemisí. Oba typy zdrojů PE vyžadují přivedení vysokého napětí na katodu [1].

- Termoemisní zdroj

Termoemisní zdroj využívá fyzikálního jevu uvolňování elektronů z povrchu látky při vysoké teplotě ve vakuu. Mírou nejmenší energie potřebné pro uvolnění elektronu je výstupní práce W . Hodnota W je závislá na druhu kovu a velikosti elektrického pole. Termoemisní zdroje jsou vyrobeny z tenkého wolframového drátku tvarovaného do písmene V nebo z pyramidově tvarovaného lanthan hexaboridu (LaB_6) [1].

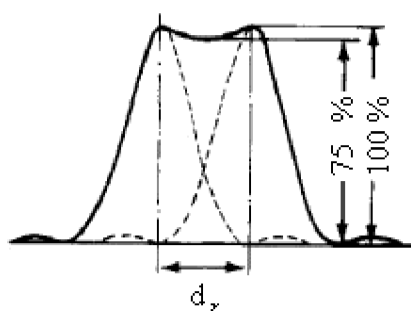
- Autoemisní zdroj elektronů

Autoemisní zdroje elektronů extrahují elektrony z hrotu katody silným elektrickým polem. V porovnání s termoemisními zdroji elektronů mají autoemisní zdroje elektronů větší proudovou hustotu až o 3 řády. V porovnání s termoemisními zdroji mají autoemisní zdroje několika násobně větší životnost. Nevýhodou jsou ale vyšší požadavky na kvalitu vakua. Jsou vyrobeny z wolframového drátu leptaného do hrotu [1].

2.2 Charakteristické parametry mikroskopu

- Rozlišení

Rozlišení lze definovat jako minimální vzdálenost dvou bodů, které je možno mikroskopem zobrazit jako dva body. V SEM platí, že dva body, oddělené od sebe vzdáleností d_r , lze od sebe rozlišit, pokud proudová hustota signálu nepřesáhne v polovině jejich vzdálenosti 75 % maximální intenzity. Vzdálenost d_r je teoreticky určena polovinou vlnové délky λ použitého signálu. Platí tedy, že rozlišení $d_r = \lambda / 2$. V rastrovací elektronové mikroskopii je limitujícím faktorem rozlišení průměr stopy primárního svazku. Primární svazek není fokusován do jediného bodu, ale do stopy o průměru konečné velikosti [1].



Obr. 2.2: grafické vyjádření Rayleighova kriteria, definice pro rozlišení 2 bodů [1].

- Zvětšení

Zvětšení rastrovacích elektronových mikroskopů M je dáno poměrem velikosti snímané plochy na vzorku k velikosti plochy zobrazované na monitoru.

- Poměr signál - šum

Poměr signál - šum určuje velikost užitečného signálu k velikosti signálu šumu pozadí. Pro rozlišitelnost malých signálů vůči šumu pozadí je zapotřebí, aby velikost užitečného signálu byla minimálně 5x větší než je šum. Poměr signál - šum se dá vyjádřit pomocí počtu signálových událostí jejichž minimální počet je dán vzorcem:

$$\Delta S > 5n^{1/2} \quad (2.1)$$

, kde ΔS je rozdíl výšek úrovně signálu a n je počet signálových událostí. Pro kvalitní zobrazení je nezbytné signál šumu co nejvíce potlačit vzhledem k užitečnému signálu, čehož lze docílit například průměrováním nebo integrací po sobě jdoucích obrazů [1].

- Kontrast

Kontrast je definován počtem signálových událostí. Pro možnost pozorování vzorku s určitým kontrastem C je potřeba na 1 pixel detekovat nejméně n signálových událostí, jejichž počet je minimálně:

$$n > \frac{25}{C^2} \quad (2.2)$$

Kontrast může být doladěn přímo na obrazovce. Dosáhneme tak zvětšení absolutní hodnoty užitečného signálu i signálu pozadí [1].

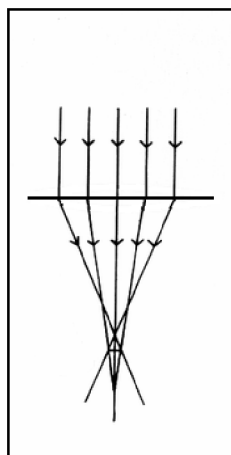
- Hloubka ostrosti

Hloubka ostrosti je dána hloubkou vrstvy, ve které lze sledovat současně všechny body pozorovaného objektu s dostatečnou ostroť, bez ohledu na jejich výškovou polohu ve vrstvě. Rastrovací elektronový mikroskop vyniká svou hloubkou ostrosti oproti jiným typům mikroskopů. Pro dosažení velké hloubky ostrosti je potřeba minimalizovat rozbíhavost svazku PE, čehož může být dosaženo sestavením vhodného systému čoček a clon. Některé rastrovací elektronové mikroskopy nabízejí možnost dynamického ostření, tzn. automatické změny místa zaostření podle aktuální polohy svazku PE [1].

2.3 Vady elektromagnetických čoček

- Sférická vada čočky

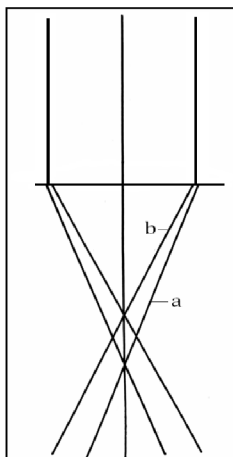
Sférická vada se projevuje ostřejším odklonem dráhy letu elektronů letících ve větší vzdálenosti od osy primárního svazku. V důsledku různé míry odklonu překříží elektrony z větší vzdálenosti od osy primárního svazku osu dříve, a pod ostřejším úhlem, než elektrony, fokusovány ze vzdálenosti menší (Obr.2.3). Sférická vada se kompenzuje zacloněním [1].



Obr. 2.3: Sférická vada čočky [4].

- Chromatická vada čočky

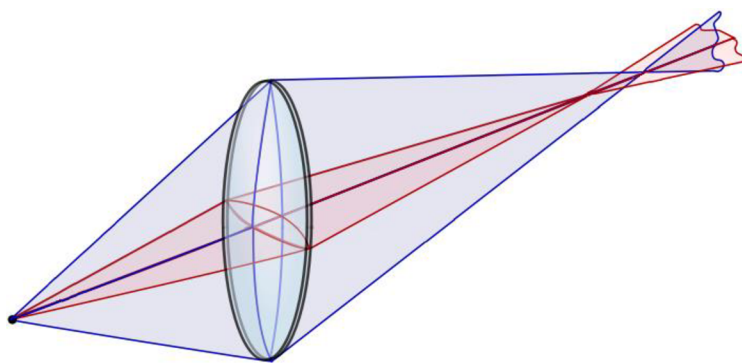
Chromatická vada je způsobena různou vlnovou délkou PE, respektive jejich různě velkou energií. PE s menší vlnovou délkou protne osu primárního svazku dříve, než PE s větší vlnovou délkou (Obr.2.4). Pro minimalizaci účinků chromatické vady je nutné minimalizovat rozptyl energií PE. Menší rozptyl energií poskytují autoemisní zdroje elektronů. [1], [3].



Obr. 2.4: Chromatická vada čočky $\lambda(a) > \lambda(b)$ [4].

- Astigmatismus

Astigmatismus je způsoben vadou v zakřivení elektromagnetického pole čočky nebo nedokonalostí či nečistotou v cloně. Vada se kompenzuje použitím kombinace více čoček nezávisle na sobě nastavujících intenzitu elektromagnetického pole ve směrech osy x a y [1].

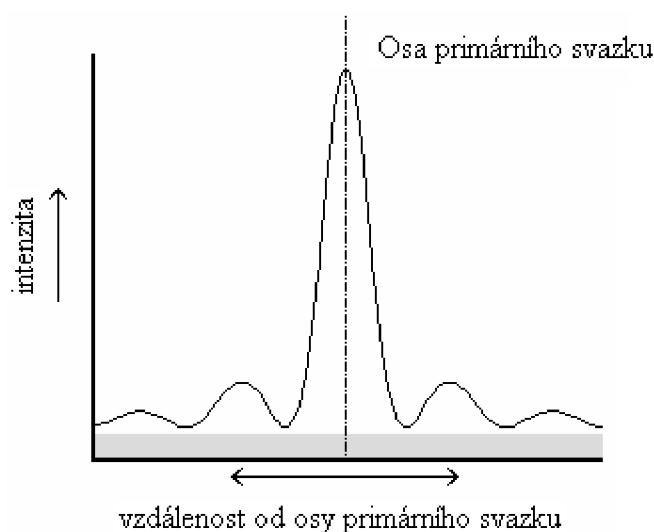


Obr. 2.5: Astigmatismus [5].

- Difrakce

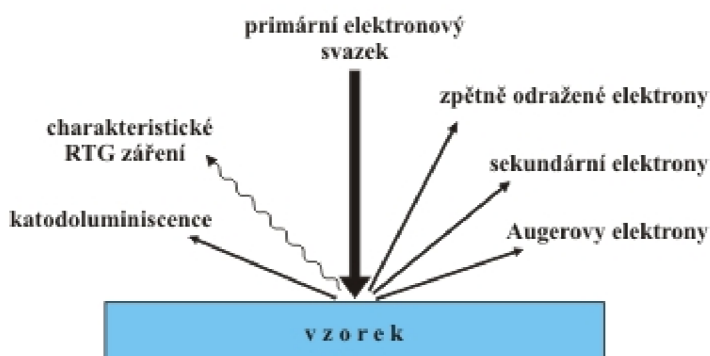
Difrakce je jev pozorovaný při vložení štěrbinu do směru šíření vlnění a projevuje se závažněji při přiblížení velikosti štěrbinu k vlnové délce procházejících vlnění. Clona omezující průměr primárního svazku způsobuje difrakci vlnění svazku PE. Difrakce se vyznačuje vznikem tzv. difrakčních obrazců. V případě kruhové štěrbinu se vytvoří obrazce v podobě série soustředných kruhů. Jejich rozmístění je dáno gaussovým rozložením s maximem ve

středu (Obr. 2.6). S klesající velikostí clony roste velikost centrálního maxima. Centrální maximum utvářející se na poslední cloně přímo udává velikost průměru stopy primárního svazku [1], [6].



Obr. 2.6: Schématické vyjádření difrakce na aperturní cloně [1].

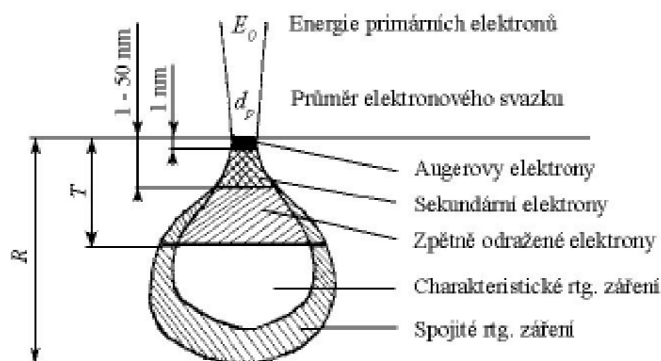
2.4 Signály uvolňující se při interakci primárního svazku se vzorkem



Obr. 2.7: Signály vznikající při interakci primárního svazku se vzorkem [7].

Při interakci PE s povrchem vzorku dochází k pružným a nepružným srážkám mezi PE a atomy vzorku. Při pružné srážce se mění dráha letu primárního elektronu, ale kinetická energie zůstane stejná. Elektron může být při pružné srážce vychýlen až o úhel 180° , nejčastěji se však velikost výchylky pohybuje v rozmezí $2-5^\circ$. Následkem pružné srážky PE s atomem dochází k excitaci atomu, popřípadě k uvolnění SE. Při nepružné srážce je trajektorie elektronu změněna o méně než $0,1^\circ$ a kinetická energie elektronu je zmenšena o hodnotu rovnající se velikosti energie, kterou při srážce přijal atom vzorku. Platí, že s klesající energií primárního elektronu, roste pravděpodobnost interakce s atomem vzorku. S rostoucí energií primárního svazku se zvětšuje hloubka vniku elektronu a jeho střední volná dráha. Hloubku vniku se zmenšuje i

s rostoucím atomovým číslem vzorku. Větší síla působící na elektron znamená větší pravděpodobnost srážky [1].



Obr. 2.8: Informační hloubka vzniku signálů při interakci PE se vzorkem [3].

- Zpětně odražené elektrony

Zpětně odražené elektrony (BSE), jsou PE, jež v důsledku interakce se vzorkem změnily svoji trajektorii o více než 90° . BSE se uvolňují z hloubky $R / 2$, kde R je hloubka vniku PE. Množství BSE emitovaných ze vzorku je stanoveno koeficientem η , který je definován:

$$\eta = \frac{I_{BSE}}{I_{PE}} \quad (2.3)$$

, kde I_{BSE} je proud BSE uvolněných ze vzorku a I_{PE} je proud PE.

. Energie BSE se pohybuje od energie SE (50 eV) až po energii PE. Majoritní část BSE má energii rovnající se 75 - 80 % energie PE. BSE přenášejí materiálovou informaci [1].

- Augerovy elektrony

Augerovy elektrony (AE), vznikají v důsledku nepružné srážky vnějšího elektronu s elektronem, vázaným ve spodních vrstvách atomu vzorku. Při srážce je vázanému elektronu předána energie, což vede k excitaci elektronu. Při relaxaci elektronu se uvolní množství energie určené rozdílem energií mezi hladinami. Uvolněná energie může být předána některému z elektronů v horní vrstvě a ten se uvolní z atomu. Alternativním mechanismem pro vznik AE je vyrazení vázaného elektronu ze spodní vrstvy atomu. Elektrony z vyšších vrstev postupně zaplňují nižší, energeticky výhodnější stavy. Při každém přechodu se uvolní energie. Uvolněná energie může být předána některému z elektronů ve vyšších vrstvách, který se v důsledku toho vyzáří jako AE. K analýze signálů AE slouží Augerova spektrální analýza [1].

- Charakteristické RTG záření

Energie uvolňující se po relaxaci vázaného elektronu nemusí být předána jinému elektronu, ale může být uvolněna v podobě charakteristického RTG záření. Kvantum energií RTG záření je určeno vzdáleností hladin, mezi nimiž proběhla relaxace elektronu. Z konkrétního

prvku se generuje záření o přesně dané vlnové délce λ . Detekci charakteristického RTG záření lze provádět kvalitativní i kvantitativní prvkovou analýzu. Pravděpodobnost, že po relaxaci elektronu dojde k vyzáření charakteristického RTG záření nebo k uvolnění AE je 1:1 [1].

- Spojité RTG záření

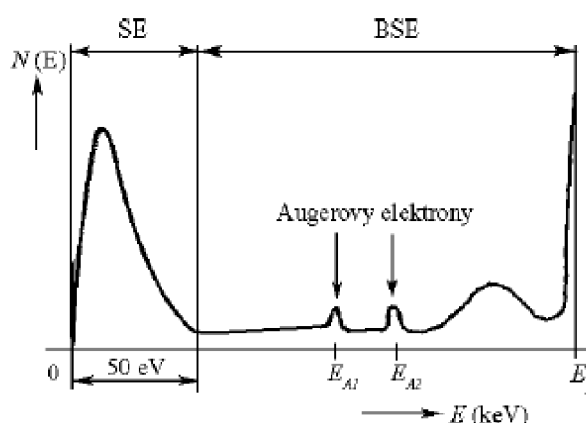
Spojité RTG záření uvolňující se ze vzorku vzniká v důsledku pružných srážek elektronů. Nepřenáší žádnou informaci o vzorku, a projevuje se pouze jako šum při detekci charakteristického RTG záření [1].

- Katodoluminiscence

Při excitaci vázaného elektronu ve vnějších energetických hladinách atomu, je namísto AE nebo charakteristického RTG záření generován signál katodoluminiscence. Energie uvolňující se při relaxaci elektronu ve vnějších energetických hladinách atomu je menší než v případech generace signálů AE a charakteristického RTG záření. Je vyzářena ve formě fotonu. Foton uvolněný při katodoluminiscenci se může nacházet v ultrafialové, viditelné i infračervené části spektra [1].

- Sekundární elektrony

Sekundární elektrony (SE) se uvolňují při nepružné srážce prolétajícího elektronu s atomem vzorku. Nepružná srážka dodá vázanému elektronu energii potřebnou pro přechod do vodivostního pásu. Energie SE je 3 - 5 eV maximálně 50 eV. Energetické spektrum elektronů emitovaných ze vzorku po dopadu primárních elektronů je zobrazeno na Obr. 2.9. Tvar křivky distribuce energie elektronů je pro všechny materiály stejný, mění se pouze měřítko [1].



Obr. 2.9: Energetické spektrum elektronů emitovaných ze vzorku po dopadu PE [3].

Koeficient emise SE δ je definován jako poměr počtu SE emitovaných ze vzorku k počtu dopadajících PE a platí pro něj vzorec:

$$\delta = \frac{I_{SE}}{I_{PE}} \quad (2.4)$$

, kde I_{SE} je proud sekundárních elektronů a I_{PE} je proud primárních elektronů.

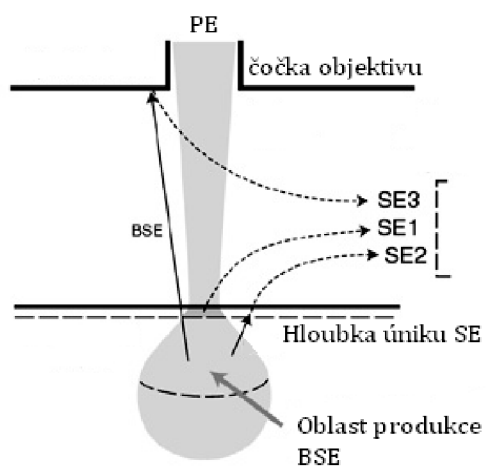
Koeficient δ je nezávislý na atomovém čísle vzorku. Hodnota δ se typicky pohybuje okolo 0,1. SE vznikají v celém zasaženém objemu látky. Maximální hloubka úniku SE se pohybuje na hranici 50 nm. Pravděpodobnost emise SE z materiálu exponenciálně klesá s hloubkou vniku PE. Maximální hloubka úniku SE je závislá na sledovaném materiálu. Pro kovy je maximální hloubka úniku SE řádově v jednotkách nm, pro izolanty řádově v desítkách nm. Maximální hloubka úniku SE je rovna pětinasobku střední volné dráhy elektronu. Při vhodném nastavení energie PE může být hodnota $\delta > 1$, tzn. může být vyzařeno více SE než je původně elektronů v primárním svazku. Pravděpodobnost, že SE opustí vzorek je dána úhlem dopadu PE. Vyvýšené a snížené oblasti vzorku mají větší pravděpodobnost emise SE, jedná se o tzv. hranový kontrast [1].

Signál SE přenáší topografickou informaci o vzorku. SE lze rozdělit do 3 kategorií, podle místa vzniku (Obr. 2.10) .

SE I - Sekundární elektrony uvolňující se ze vzorku v místě dopadu PE na povrch vzorku, přenášejí topografickou informaci o vzorku.

SE II - Sekundární elektrony uvolňující se v důsledku pohybu BSE. Vznikají v hloubce do 50 nm, přenášejí topografickou i materiálovou informaci o vzorku. Poměr síly signálu SE II k síle signálu SE I je závislý na atomovém čísle pozorovaného materiálu. U lehkých prvků je síla signálu SEII rovna asi 20% síly signálu SE I. U těžkých prvků může dosáhnout síla signálu SEII až 1,5 násobku síly signálu SE I.

SE III - vznikají při dopadu BSE na stěnu komory vzorku. Přenášejí pouze materiálovou informaci a nejsou vhodné pro pozorování topografie vzorku. Signál SE III proto je vhodné odfiltrovat [1].

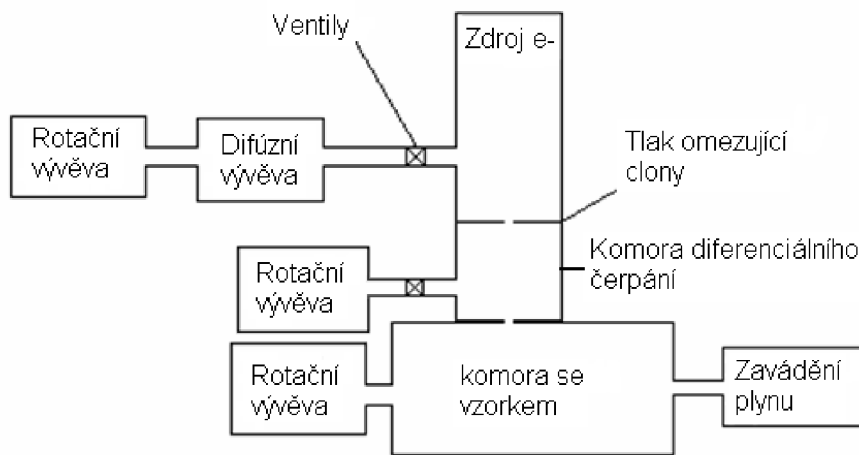


Obr. 2.10: Místo vzniku různých typů SE [8].

3 Environmentální rastrovací elektronový mikroskop

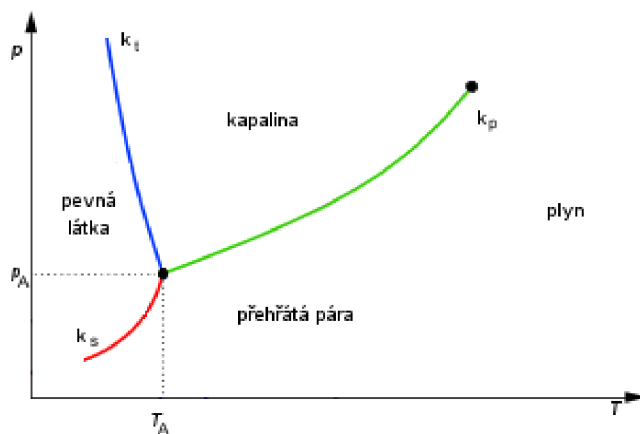
3.1 Rozdíl mezi rastrovacím elektronovým mikroskopem a environmentálním rastrovacím elektronovým mikroskopem

Oproti vysokovakuovým SEM pracujícím ve vakuu umožňuje environmentální SEM (ESEM) pracovat s tlaky až 3000 Pa v komoře vzorku mikroskopu. Možnost pracovat s vysokými tlaky v komoře vzorku a udržet vysoké vakuum u zdroje elektronů poskytuje systém diferenciálního čerpání. Tubus je od komory vzorku oddělen komorou diferenciálního čerpání umožňující postupné snížení tlaku (Obr.3.1).



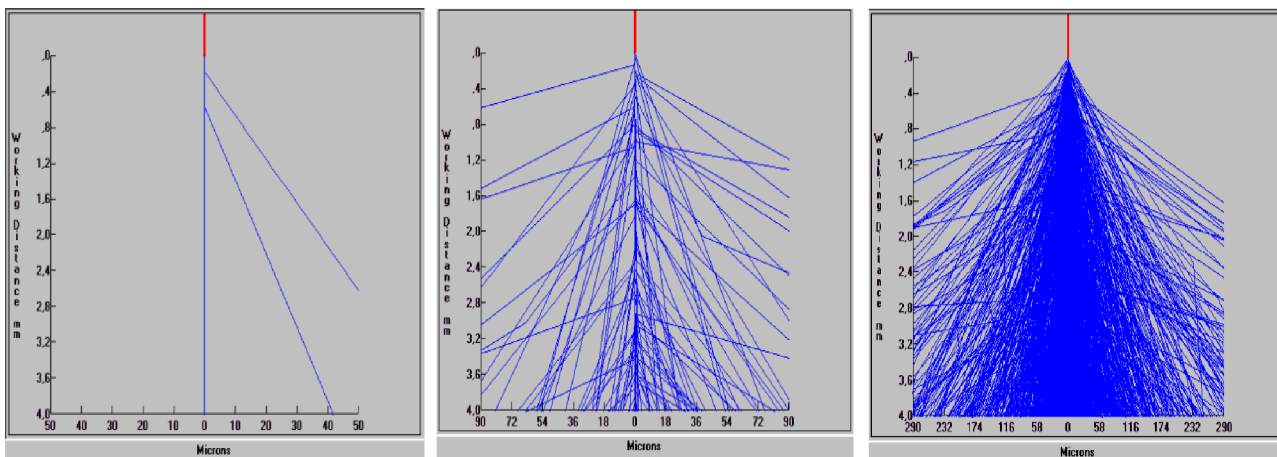
Obr. 3.1: Principiální schéma konstrukce ESEM [1].

Výhodou ESEM je kompenzace nabíjení nevodivých vzorků pomocí kladných iontů vznikajících při kaskádovém zesílení (kapitola 3.5). V ESEM je tedy možné pozorovat nevodivé vzorky bez nutnosti pokovit vzorek. V ESEM lze pozorovat děje na fázových rozhraních, což v SEM nelze, protože při snaze o udržení vysokého vakua by se vzorek neustále odpařoval až by se nakonec celý znehodnotil. Pro optimalizaci pozorování dějů na fázových rozhraních je potřeba udržovat tlak, umožňující vzorku zachovat se stejný objem kapaliny. Objem vzorku je neměnný za předpokladu, že se ze vzorku vypařuje stejný objem kapaliny jako se na něm zkapalňuje. Pro udržení rovnovážného stavu je potřeba při určité teplotě nastavit takový tlak, aby se hodnoty teploty a tlaku setkaly na zelené křivce fázového diagramu (Obr. 3.2) [1].



Obr. 3.2: fázový diagram [9].

Nevýhodou ESEM je rozptyl primárního svazku vlivem přítomnosti tlaku v komoře vzorku. Rozptyl primárního svazku se zvyšuje s rostoucím tlakem (Obr. 3.3 a Obr 3.4). Je třeba vybrat optimum mezi dobrým odvodem nahromaděného náboje a rozptylem primárního svazku. Simulace byla realizována v programu electron flight simulator 3,5.

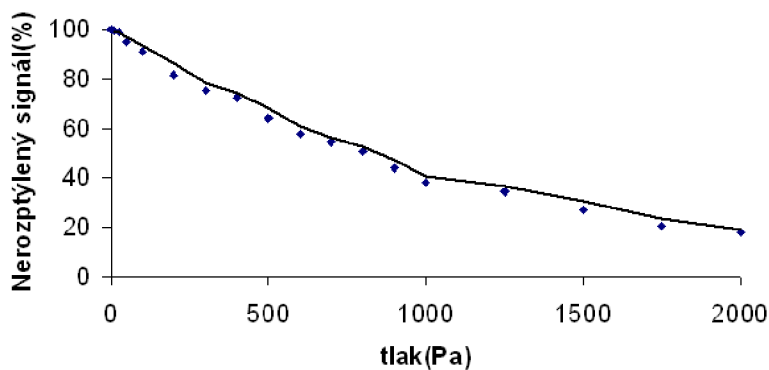


A)

B)

C)

Obr. 3.3: Simulace rozptylu primárního svazku při urychlovacím napětí $U_0 = 20$ kV, pracovní vzdálenost $WD = 4$ mm, při tlaku vodních par v komoře vzorku A – $p = 1$ Pa, B – $p = 100$ Pa, C – $p = 1000$ Pa



Obr. 3.4: Závislost rozptylu primárního svazku na tlaku vodních par v komoře vzorku při urychlovacím napětí $U_0 = 20$ kV a pracovní vzdálenosti $WD = 4$ mm

Při tlaku mezi $p = 500 \text{ Pa}$ až $p = 550 \text{ Pa}$ zůstanou z původního primárního svazku nerozptýleny zhruba 2/3 PE. Při překročení tlaku $p = 850 \text{ Pa}$ je rozptýlena už více než polovina PE. Tlak, který je potřeba nastavit závisí na pozorovaném vzorku.

3.2 Fyzikální veličiny

Při měření s použitím ESEM je potřeba definovat fyzikální veličiny, popisující chování elektronů při průchodu prostředím se zvýšeným tlakem.

- Střední volná dráha elektronu

Střední volná dráha elektronu λ_e udává, jakou vzdálenost urazí průměrný elektron v definovaném prostředí. Velikost střední volné dráhy elektronu je dána vztahem 3.1.

$$\lambda_e = \frac{ART}{N_0 \sigma \rho M} \quad (3.1)$$

, kde A je atomová hmotnost prvku (g), R je plynová konstanta $8,314472 \text{ PaK}^{-1}\text{mol}^{-1}$, T je teplota (K), N_0 je Avogadrova konstanta $6,022 \times 10^{23} \text{ mol}^{-1}$, ρ je hustota (kg/m^3) a M je molární hmotnost (g/mol) [1].

- Délka cesty plynem

Délka cesty plynem (GPL) je fyzikální veličina související se střední volnou dráhou elektronu. S rostoucí délkou cesty plynem stoupá pravděpodobnost vychýlení elektronu ze své původní dráhy, proto se doporučuje délku cesty plynem minimalizovat. Při vynesení pravděpodobnosti rozptylu elektronu v závislosti na GPL do grafu, byl by tvar křivky stejný pro všechny λ_e , střední volná dráha ovlivňuje pouze měřítko vzdálenosti [1].

- Pracovní vzdálenost

Pracovní vzdálenost (WD) určuje vzdálenost mezi vzorkem a deskovým ionizačním detektorem umístěným na pólovém nástavci mikroskopu. Pracovní vzdálenost se standardně pohybuje v řádu jednotek mm. GPL a WD jsou dvě rozdílné veličiny. Je snaha o minimalizaci vzdálenosti GPL. Zmenšení GPL nelze provést zmenšením WD, kvůli nepříznivým vlivům na kvalitu signálu. Poslední otvor tvoří rozhraní mezi dvěma různými tlaky, pokud by byl otvor příliš blízko vzorku jen těžko by plnil svou funkci, je doporučeno, aby velikost WD nebyla nikdy menší než je průměr posledního otvoru. V případě pozorování měkkých nebo tekutých vzorků, by mohlo dojít k nasátí vzorku do tubusu. Pro různé analýzy je třeba měnit WD, zatímco GPL má být vždy udrženo na minimu. Někdy se tento problém řeší přidáním trubičky za poslední štěrbinu, čímž se minimalizuje GPL při zachování WD [1].

3.3 Výběr vhodného plynu

Standardně se v ESEM využívá plynu vodních par a dusíku, ovšem je možné použít i další plyny, například vzduch, argon, oxid uhličitý, helium nebo oxidy dusíku. Výběr plynu vhodného pro pozorování v environmentálním režimu ESEM závisí na vlastnostech pozorovaného vzorku, velikosti molekuly plynu, atomovém čísle Z a ionizační energii. Pro své charakteristické vlastnosti může být vybrán i plyn, který se obtížně ionizuje nebo plyn způsobující větší rozptyl prolétajících elektronů. Například při použití vodních par lze přímo korigovat vlhkost biologických vzorků, zatímco argon se využívá pro svou netečnost a malé ovlivňování vzorku, zejména těch náchylných ke korozi. Volba plynu závisí i na typu prováděné analýzy. Například při analýze RTG spektra musí být zvolen správný plyn i jeho tlak. Mohli by vznikat falešné signály při srážkách PE a BSE s plynem v komoře vzorku. To by se na spektrografu projevovalo jako šum. Ve spektru by se zobrazovaly i prvky, které nejsou přítomny v námi pozorovaném vzorku. [1].

- Atomové číslo

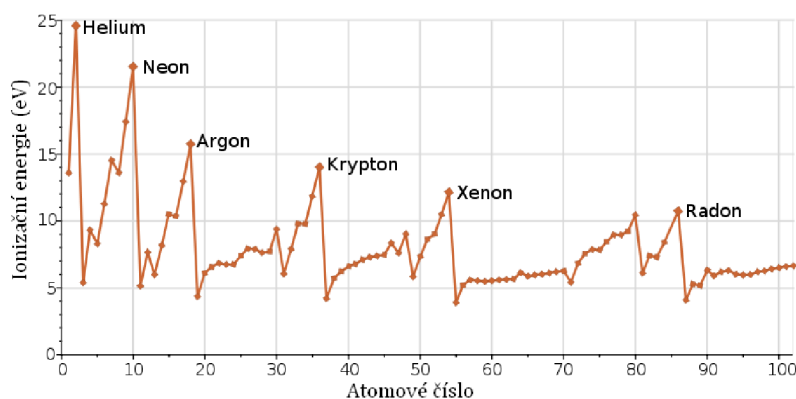
Základní sledovanou vlastností použitého plynu je atomové číslo Z . Se zvyšující se hodnotou Z roste procentuelní podíl rozptýlení elektronů prolétajících plynem. Kvůli nejmenším atomovým číslům by ideálními plyny byli vodík nebo helium, ale takto malé atomy se obtížně ionizují [1].

- Ionizační energie

Ionizační energie je fyzikální veličina udávající minimální množství energie, potřebné k ionizaci atomu (kapitola 3.4). Nejlépe ionizovatelným plynem je vodní pára s energií první ionizace 12,6 eV [1].

3.4 Ionizace plynu

Ionizace plynu je děj, při němž je elektronu dodáno dostatečné množství energie potřebné k uvolnění z atomu. Druhým produktem ionizace je vždy kationt. Potřebná ionizační energie je charakteristická pro každý prvek (Obr 3.5). Elektrony na vyšších energetických hladinách se uvolní z obalu při dodání menší energie, než elektrony na nižších energetických hladinách. Pro každý atom lze rozlišit první, druhou až n -tou ionizační energii, tedy množství energie, potřebné pro uvolnění jednoho, dvou až n elektronů z atomu. Se stoupajícím řádem ionizace roste množství energie potřebné pro uvolnění elektronu z atomu [1], [2].



Vodní pára	12,6 eV
Kyslík	13,6 eV
Dusík	14,5 eV
Argon	15,8 eV
Helium	24,6 eV

Obr. 3.5: První ionizační energie různých prvků [10].

Opačným jevem k ionizaci je rekombinace. Při rekombinaci je volně se pohybující elektron zachycen kladně nabitým iontem. Rekombinace může být pro měření v ESEMem žádoucí i nežádoucí. Při rekombinaci kladných iontů s elektrony nahromaděnými na povrchu vzorku dochází k částečné kompenzaci nabíjení vzorku [1].

Nevýhodou vyššího tlaku v komoře vzorku je, že volně se pohybující kationty mohou rekombinovat i žádoucími signály, a tím snižovat velikost signálů. Koncentraci kationtů je vhodné optimalizovat mezi kompenzací náboje hromadícího se na povrchu vzorku a ztrátou signálů. Zeslaben bude zejména signál SE, vlivem jejich malé energie. Se snižující se rychlostí / energií elektronu roste pravděpodobnost rekombinace s plynem v komoře vzorku [1].

Stejně množství energie, potřebné k dodání pro ionizaci atomu, se uvolní při rekombinaci. Uvolněná energie může způsobit generaci parazitních signálů ve formě fotonu, RTG záření nebo AE [1].

3.5 Kaskádové zesílení

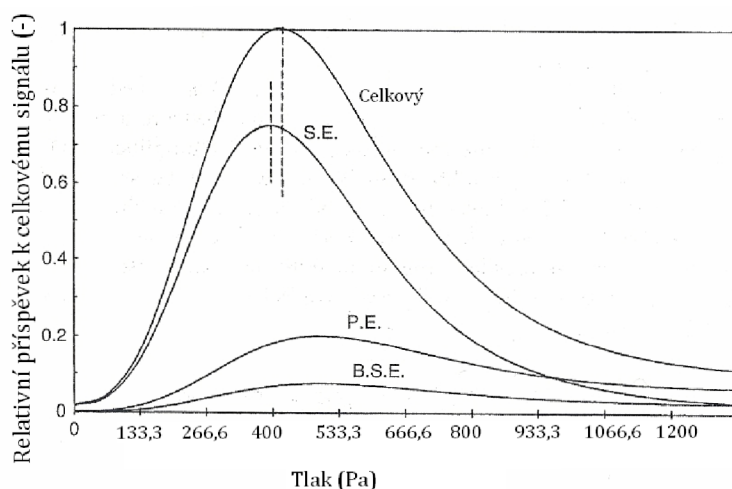
Kaskádové zesílení využívá principu nárazové ionizace. SE uvolňující se z povrchu vzorku jsou urychlovány směrem k detektoru (kapitola 4.1 a 4.2). V komoře vzorku dochází ke srážkám volných elektronů s molekulami plynu. Srážkami jsou generovány další volné elektrony. Generované elektrony se mohou dále srážet s molekulami plynu a tím kaskádově zesilovat signál. Celkové zesílení se označuje jako zisk. Zisk může být měřen na základě úvahy, že počet elektronů vzniklých při kaskádové ionizaci je stejný jako počet vzniklých kationtů. Při měření proudu kationtů lze zjistit velikost zisku. Zesilovací činitel je poměr naměřeného proudu kationtů a proudu PE [1].

Pro udržení požadovaného zesílení je třeba optimalizovat tlak a WD. Při příliš malém tlaku nemusí vůbec dojít ke kaskádovému zesílení. Při příliš velkém tlaku bude signál PE příliš

rozptýlen a bude generováno příliš malé množství elektronů ze vzorku. SE mají v době, kdy opouštějí povrch vzorku energii jen několik eV. Aby získaly energii potřebnou pro ionizaci plynu musejí být dostatečně urychleny mezi vzorkem a anodou.

Při nastavení příliš malé hodnoty WD by elektrony nestihly nabrat energii potřebnou pro vyvolání kaskádového zesílení [1].

Elektrony vzniklé v důsledku srážky s SE I nelze oddělit od elektronů vzniklých při srážkách s SE II, SE III, PE a BSE. Je tedy zesilován chtěný i nechtěný signál. Můžeme využít faktu, že při různých tlacích je různý příspěvek jednotlivých signálů k signálu celkovému (Obr 3.6).



Obr. 3.6: Relativní příspěvek dílčích signálů k celkovému [1].

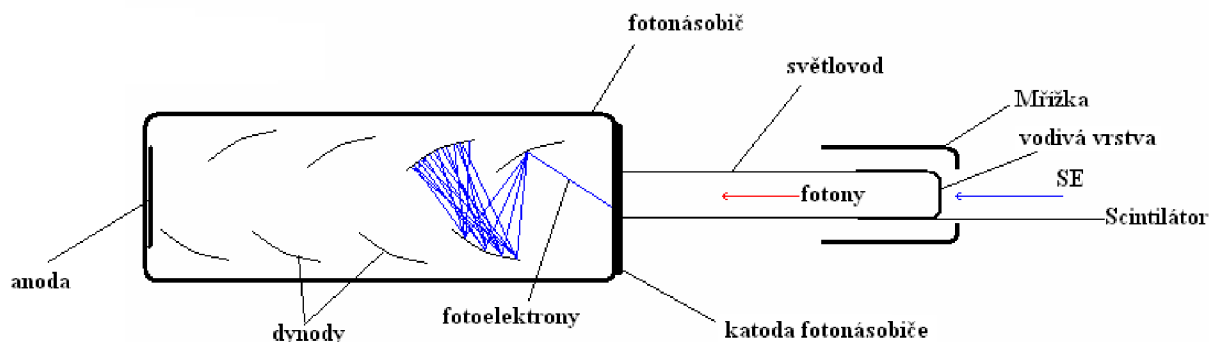
Pro získání co nejsilnějšího signálu SE vůči ostatním signálům je vhodné udržovat tlak v oblasti komory vzorku zhruba mezi 260 - 530 Pa. Při překročení hranice 950 Pa se signál SE již ztrácí v šumu ostatních signálů.

4 Detektory signálních elektronů

4.1 Scintilační detektory

Pro detekci signálu SE v SEM se používají detektory fungující na scintilačním principu. Scintilační detektory se skládají ze scintilátoru, světlovodu a fotonásobiče (Obr. 4.1) [2], [12].

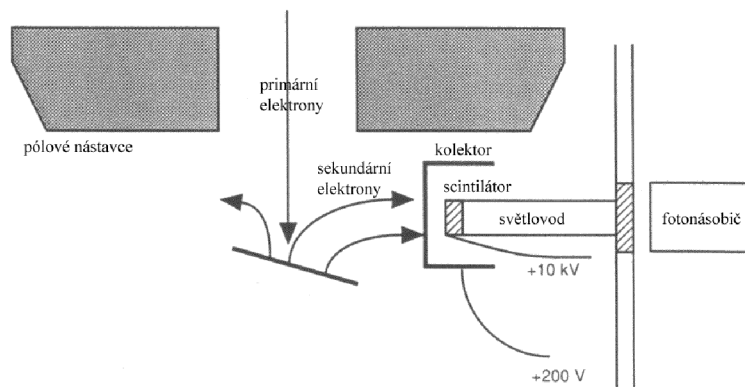
K detektoru jsou SE přitáhnuty elektrickým polem vytvořeným potenciálem několika set voltů přivedených na mřížku. Mřížka před detektorem funguje jako Faradayova klec. Elektrické pole před mřížkou ovlivňuje pouze trajektorie nízkoenergiových SE. Ostatní elektrony prolétající okolo nejsou mřížkou přitaženy, v detektoru se zachytí pouze elektrony mající přímo kolizní trajektorii. Elektrony přitažené mřížkou jsou nadále urychlovány napětím až 10 kV přivedeným na tenkou vodivou vrstvu na scintilátoru. Urychlovací napětí slouží k dodání potřebného množství energie pro vyvolání scintilací ve scintilátoru [2].



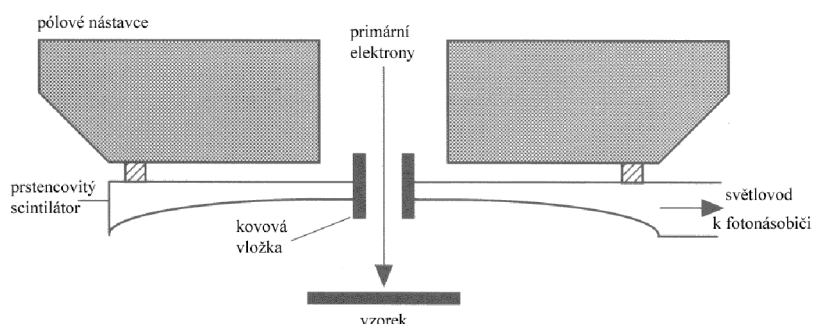
Obr. 4.1: Principiální schéma Everhart Thornleyho scintilačního detektoru

Scintilátor signál SE převádí na signál fotonů ve viditelném nebo ultrafialovém spektru vlivem jevů ionizace, excitace a relaxace. Vytvořené fotony jsou přivedeny světlovodem na katodu fotonásobiče. Při dopadu fotonů na katodu fotonásobiče dochází k sekundární emisi a generování tzv. fotoelektronů. Ve fotonásobiči je signál zesilován za pomoci soustavy dynod. Elektrony z katody jsou přivedeným potenciálem urychlovány směrem k nejbližší dynodě. Na dynodě vyvolají sekundární emisi elektronů a jsou urychleny k další dynodě. Dynody jsou připojeny na postupně se zvětšující kladný potenciál např. 100V na první dynodě, 200V na druhé atd. Zesílení fotonásobiče je až 10^7 [2].

Scintilační detektory je možné použít i pro detekci jiných typů ionizačního záření. Pro detekci BSE scintilačním detektorem je detektor umístěn nad vzorkem (Obr. 4.3) a není na něj přivedeno urychlovací napětí. Bez urychlovacího napětí vyvolají odezvu ve scintilátoru pouze BSE s vyšší energií než SE [11].



Obr. 4.2: Zapojení scintilačního detektoru pro detekci SE [11]



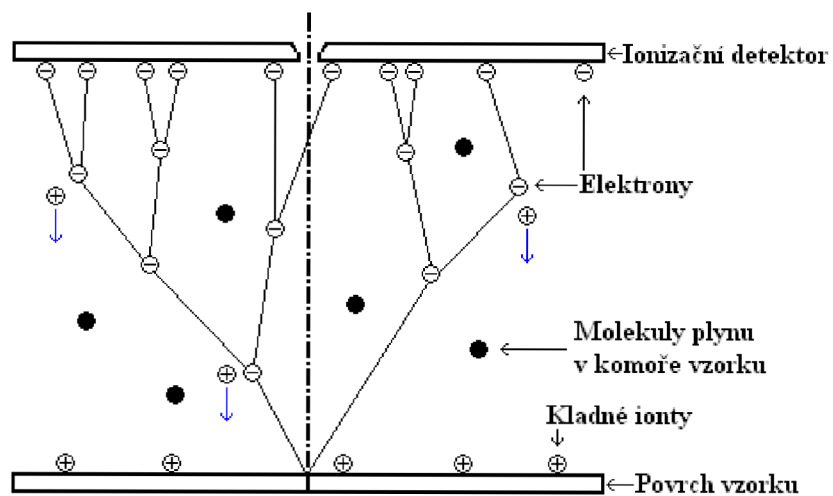
Obr. 4.3: Zapojení scintilačního detektoru pro detekci BSE [11]

Scintilační detektory se v ESEM využívají pouze k detekci signálu BSE. Pro detekci SE v plynném prostředí nelze scintilační detektory využít, neboť napětí několika kV na scintilátoru by vedlo k výbojům v plynu.

4.2 Ionizační detektory

Ionizační detektory využívají principu nárazové ionizace v plynu. Na detektor je přivedeno kladné napětí do 500V. Přivedené napětí urychluje SE uvolněné ze vzorku. Urychlené SE se během letu plynem srážejí s molekulami plynu a ionizují je. Elektrony uvolněné při srážce SE a molekuly plynu jsou přitahovány napětím přivedeným na detektor. Na detektoru detekujeme signál SE i signál nově vzniklých elektronů. Kladné ionty jsou přitahovány k povrchu vzorku, kde kompenzují nabíjení povrchu vzorku (Obr. 4.4) .

Ionizační detektory bývají realizovány na nevodivém materiálu, např. FR4. Z jedné strany je nevodivý materiál celý pokovený a je na potenciálu země. Z druhé strany je vytvarována elektroda, na kterou je přivedeno napětí.

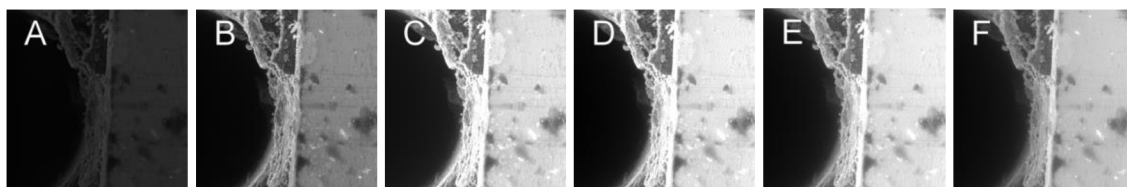


Obr. 4.4: Princip funkce deskového ionizačního detektoru [12].

5 experimentální část

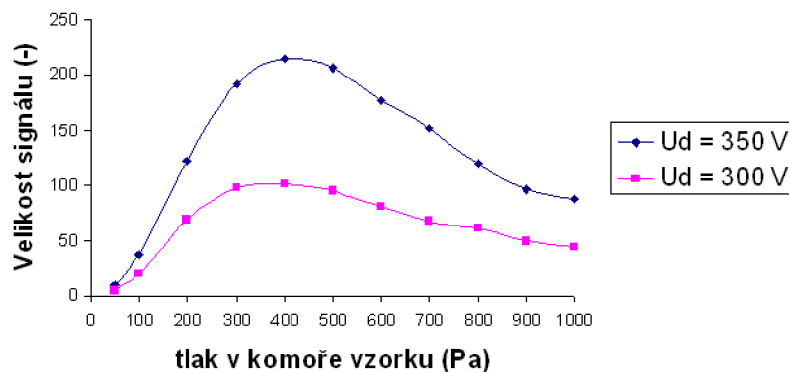
5.1 Měření se stávajícím deskovým ionizačním detektorem

Nejprve byla proměřena závislost velikosti signálu detekovaného původním ID, s elektrodou o průměru 8 mm, na tlaku vodních par v komoře vzorku mikroskopu. Měření probíhalo na vzorku platiny na uhlíkovém válci s otvorem pro měření proudu primárního svazku I_p a nastavení nulové hodnoty stejnosměrné složky signálu. Při měření byla pozorována oblast na rozhraní vyvrtaného otvoru a platiny. Během experimentu byla nastavena pracovní vzdálenost $WD = 5$ mm, urychlovací napětí $U_K = 20$ kV. Měření probíhalo v rozsahu tlaku vodních par v komoře vzorku $p = 50 - 1000$ Pa, při napětích $U_D = 300$ V a $U_D = 350$ V na elektrodovém systému detektoru a proudu primárního svazku $I_p = 50$ pA a $I_p = 75$ pA. Příklady získaných snímků vzorku platiny na uhlíkovém válci jsou uvedeny na Obr. 5.1.

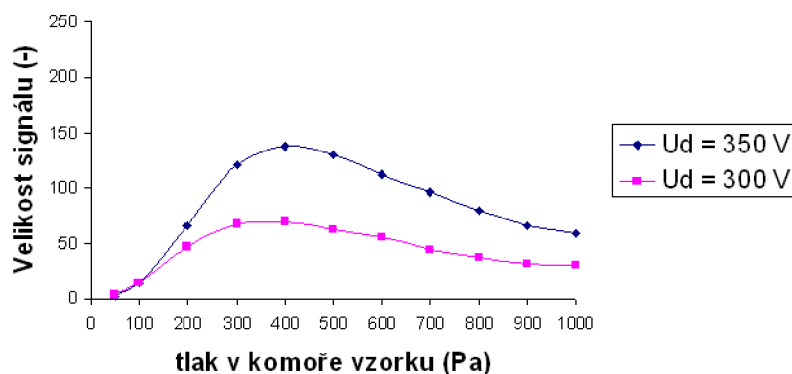


Obr. 5.1: Platina na uhlíkovém válci s otvorem uprostřed. Proud primárního svazku $I_p = 75$ pA, napětí na elektrodě $U_D = 350$ V, tlak vodních par v komoře vzorku A – $p = 100$ Pa, B – $p = 200$ Pa, C – $p = 300$ Pa, D – $p = 400$ Pa, E – $p = 500$ Pa, F – $p = 600$ Pa

Měření velikosti signálu bylo provedeno metodou vyhodnocení úrovně šedi ze získaných snímků vzorku. Závislost velikosti signálu, získaného z platiny, na tlaku v komoře vzorku jsou vyneseny v grafech na obr. 5.2 a) a obr. 5.2b)



Obr. 5.2 a): Závislost velikosti signálu na tlaku vodních par v komoře vzorku, proud primárního svazku $I_p = 75$ pA



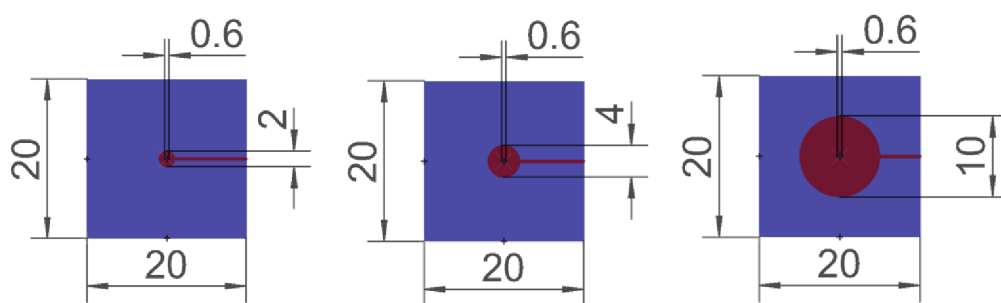
Obr. 5.2 b): Závislost velikosti signálu na tlaku vodních par v komoře vzorku, proud primárního svazku $I_p = 50\text{pA}$

Při měření s původním detektorem bylo zjištěno, že síla signálu roste se zvyšujícím se tlakem v oblasti tlaků od $p = 50\text{ Pa}$ do $p = 400\text{ Pa}$. Po přesažení tlaku $p = 400\text{ Pa}$ začíná signál s rostoucím tlakem klesat. Se zvyšujícím se proudem primárního svazku i se zvyšujícím se napětím na elektrodě detektoru roste síla získaného signálu.

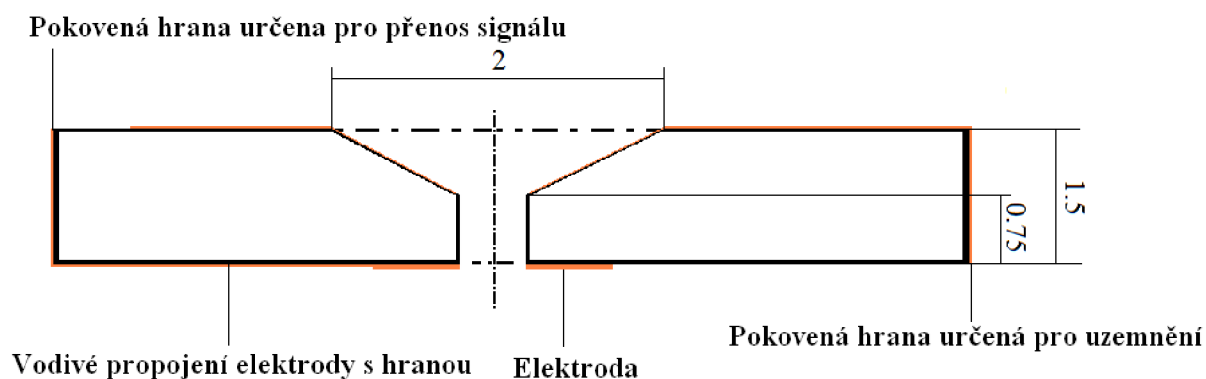
5.2 Návrh a výroba vlastních deskových ionizačních detektorů

V rámci bakalářské práce byly navrženy tři elektrodové systémy deskového ionizačního detektoru pro ESEM (obr. 5.5). Základem elektrodového systému detektoru je deska z FR4 o velikosti $20 \times 20\text{ mm}$ a tloušťce $1,5\text{ mm}$. Z jedné strany je detektor celý potažený vodivým materiálem (mědí) kromě odleptaného pruhu o šířce $1,5\text{ mm}$, sloužící pro izolační oddělení obou stran desek. Dvě protilehlé tenké hrany detektoru je nutné galvanicky pokovit, první slouží k uzemnění vrchní strany detektoru a druhá je určena pro vodivé propojení mezi elektrodou a zesilovačem detektoru.

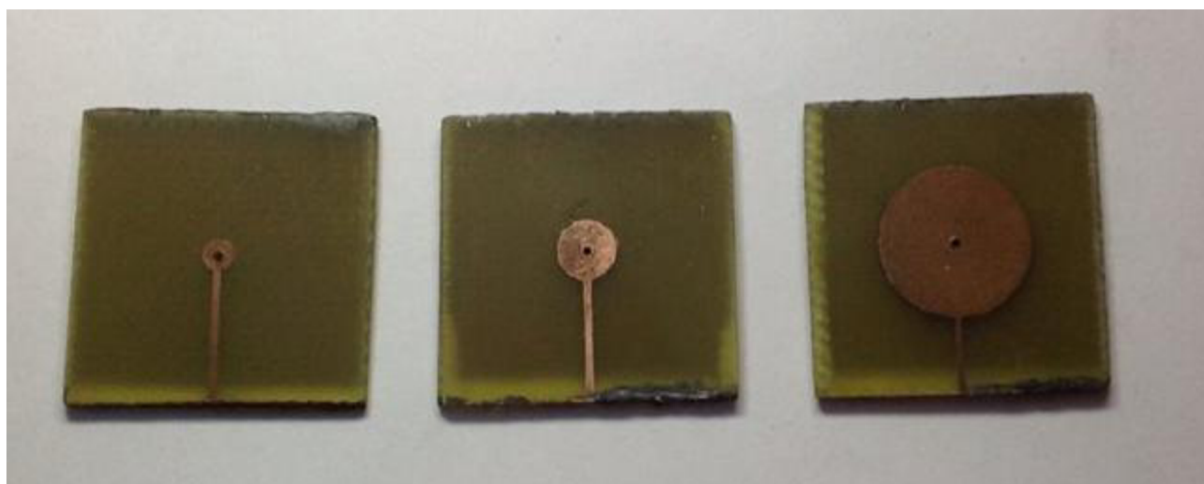
Z druhé strany je na desce vytvářována elektroda z mědi, určená k zachytávání SE, a od níž vede vodivá cesta k jedné galvanicky pokovené hraně. Použitý detektor je zároveň poslední tlak omezující clonou diferenční komory ESEM. Z uvedeného důvodu musí být uprostřed vyvrtán otvor aby jím mohl procházet signál PE. Z celoplošně pokovené strany je průměr otvoru 2 mm . Do poloviny tloušťky nevodivého materiálu je vyvrtán kónický otvor zužující na průměr $0,6\text{ mm}$ a po celé ploše je pokoven. V druhé polovině tloušťky materiálu má otvor válcovitý tvar a pokoven není aby nedocházelo ke zkratu signálu vlivem vodivého propojení obou stran desky. Ze strany s tvarovanou elektrodou je průměr otvoru $0,6\text{ mm}$.



Obr. 5.3: Návrh deskového ionizačního detektoru s elektrodou o průměru 2 mm, 4 mm a 10 mm



Obr. 5.4: Řez ionizačním detektorem



Obr. 5.5: Zhotovené deskové ionizační detektory s elektrodou o průměru 2 mm, 4 mm a 10 mm

V návrzích, realizovaných v programu EAGLE layout editor, je modrou barvou označen nevodivý materiál a tmavě červenou jsou označeny měděné části. Návrh byl využit k reálnému zhotovení ionizačních detektorů.

První fází výroby deskového ionizačního detektoru bylo rozdělení základního materiálu na čtverce o hraně 20 mm. Následovalo vyvrtání otvoru ve středu desky. Nejprve byl vyvrtán otvor o průměru 0,6 mm a následně se vrtákem o průměru 3 mm vytvaruje kónické zešíkmení z jedné strany základního materiálu. Po vyvrtání otvoru proběhlo pokovení zešíkmení a dvou protilehlých hran základního materiálu, sloužící pro vodivé propojení mezi elektrodou a zobrazovacím zařízením resp. pro uzemnění vrchní strany detektoru.

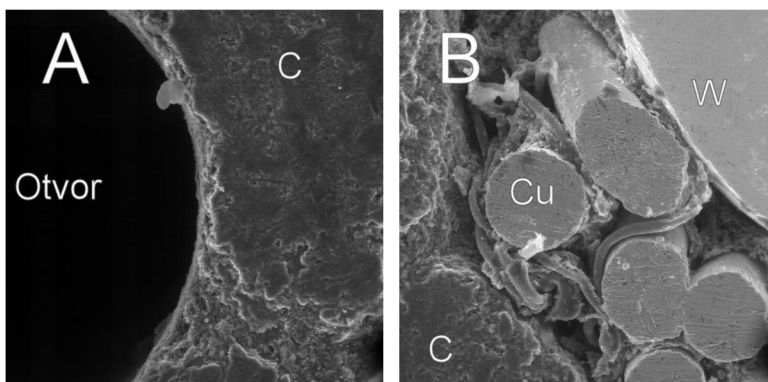
Elektroda byla nanášena metodou panel plating. Následovalo druhé vrtání pro odstranění vodivé vrstvy mědi z otvoru, aby obě strany desky nebyly vodivě spojeny.

5.3 Měření velikosti signálu s navrženými deskovými ionizačními detektory

Se všemi navrženými ionizačními detektory bylo provedeno měření na vzorku uhlík-otvor-měď-wolfram. Pracovní vzdálenost byla nastavena na hodnotu $WD = 4 \text{ mm}$, urychlovací napětí $U_K = 20 \text{ kV}$. Měření probíhalo v rozsahu tlaku $p = 50 \text{ Pa} - 800 \text{ Pa}$ vodních par v komoře vzorku při napětích na elektrodových systémech detektorů $U_D = 300 \text{ V}$ a $U_D = 350 \text{ V}$ a proudu primárního svazku $I_p = 50 \text{ pA}$ a $I_p = 75 \text{ pA}$.

Rozhraní vzorku uhlík-otvor; (Obr. 5.6 A) z otvoru uprostřed uhlíku se neuvolňuje žádný signál, slouží k měření I_p a nastavení nulové hodnoty stejnosměrného signálu. Naměřený stupeň šedi z otvoru je tvořen pouze stejnosměrnou složkou a jeho velikost je potřeba odečíst od naměřených signálů z uhlíku, mědi a wolframu pro získání jejich skutečné velikosti.

Rozhraní vzorku uhlík-měď-wolfram; (Obr. 5.6 B) z rozhraní je detekován signál Cu a W. Oba tyto kovy mají stejný koeficient emise SE $\delta = 0,38$, ale rozdílný koeficient emise BSE $\eta_{Cu} = 0,34$ a $\eta_W = 0,43$. Je-li v oblasti Cu a W naměřen rozdílný signál je tento rozdíl tvořený signálem BSE a značí se jako kontrast. Pro detektory SE je vyžadován co nejnižší kontrast.

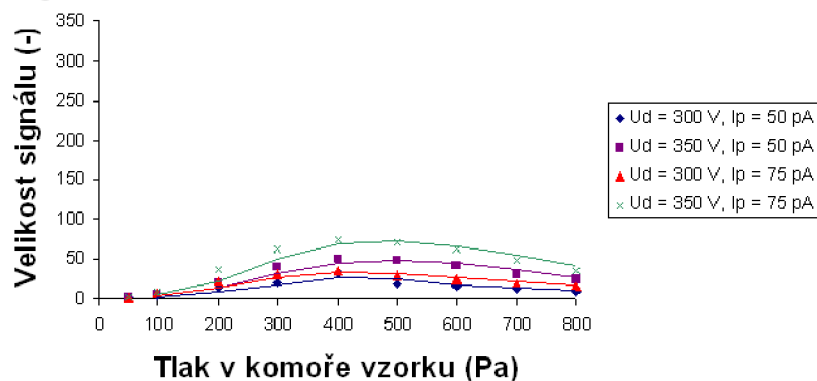


Obr. 5.6: Vzorek uhlík-otvor-měď-wolfram tlak vodních par v komoře vzorku $p = 300 \text{ Pa}$, proud primárního svazku $I_p = 75 \text{ pA}$, napětí přivedené na elektrodu $U_D = 350 \text{ V}$, elektroda o průměru 2 mm A – rozhraní otvor-uhlík, B – rozhraní uhlík-měď-wolfram

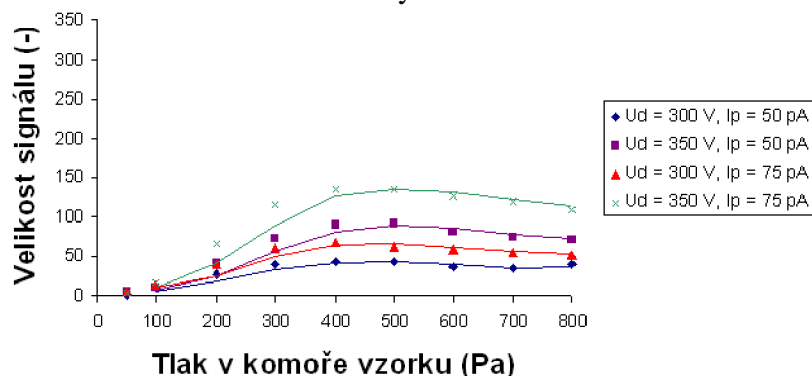
Signál z wolframu může při vhodně nastavených parametrech nabývat maximální možné hodnoty na stupnici šedi (255) a jevit se jako zcela bílý. V takovém případě je třeba snížit stejnosměrnou složku napětí na detektoru pod nulovou hodnotu. Následně je porovnána síla

signálu z uhlíku ze snímku s nulovou hodnotou stejnosměrné složky napětí na detektoru se silou signálu z uhlíku ze snímku se sníženou hodnotou stejnosměrné složky napětí na detektoru. Rozdíl signálů z uhlíku se přičte k síle signálu naměřené z wolframu ze snímku se sníženou stejnosměrnou složkou. Součet obou signálů udává skutečnou velikost signálu z wolframu. Velikosti signálů získaných z obou rozhraní vzorku jsou uvedeny v tabulkách v příloze 1. Obrazové podklady pro zjištění síly signálů jsou v příloze 2.

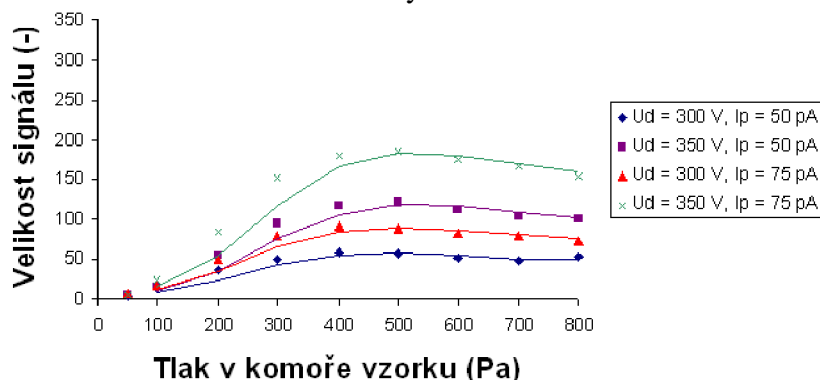
Měření velikosti signálu z uhlíku –



Obr. 5.7: Závislost velikosti signálu z uhlíku na tlaku v komoře vzorku, velikost detekční elektrody: 2 mm



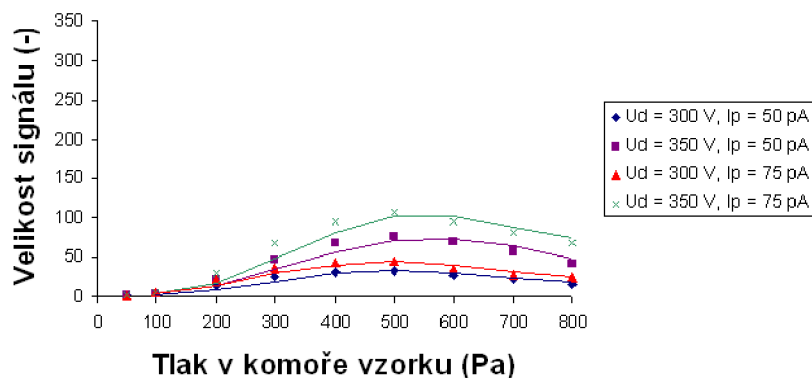
Obr. 5.8: Závislost velikosti signálu z uhlíku na tlaku v komoře vzorku, velikost detekční elektrody: 4 mm



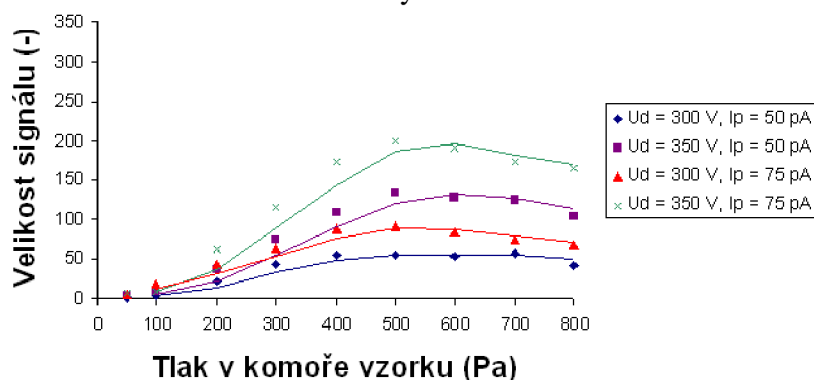
Obr. 5.9: Závislost velikosti signálu z uhlíku na tlaku v komoře vzorku, velikost detekční elektrody: 10 mm

Z grafů na obr. 5.7 – obr. 5.9 je patrné, že detektory s elektrodami o průměru 2 mm a 4 mm detekovali nejsilnější signál z uhlíku při tlaku $p = 400$ Pa. Detektor s elektrodou o průměru 10 mm detekoval nejsilnější signál z uhlíku při tlaku $p = 500$ Pa.

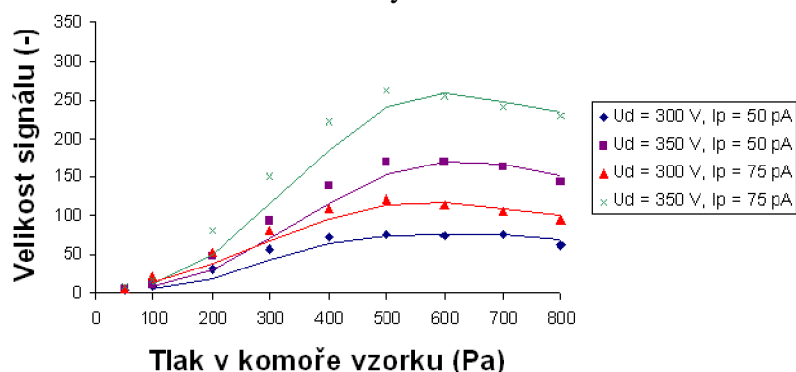
Měření velikosti signál z mědi-



Obr. 5.10: Závislost velikosti signálu z mědi na tlaku v komoře vzorku, velikost detekční elektrody: 2 mm



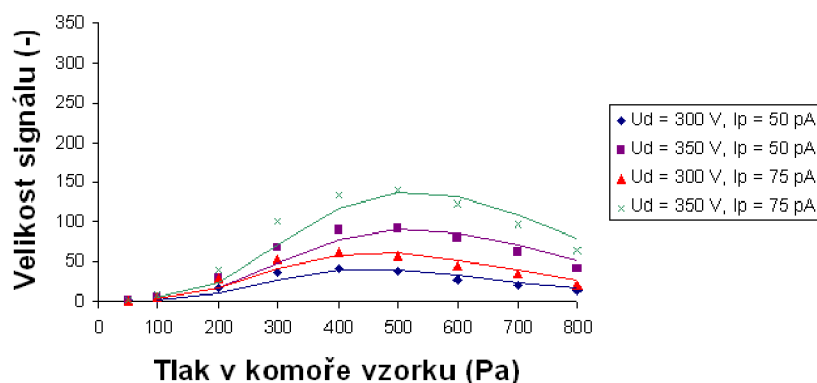
Obr. 5.11: Závislost velikosti signálu z mědi na tlaku v komoře vzorku, velikost detekční elektrody: 4 mm



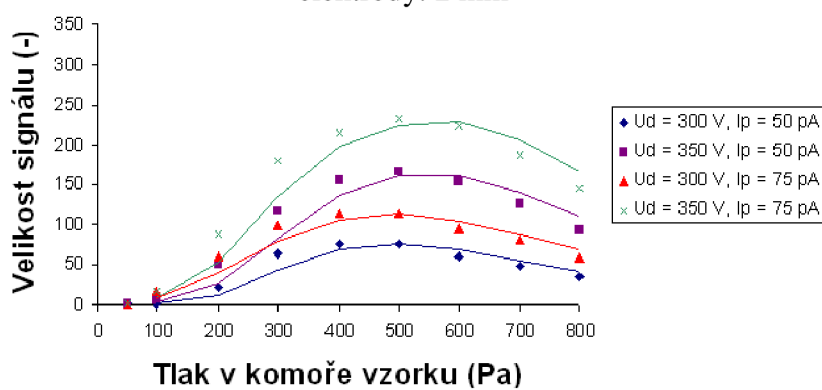
Obr. 5.12: Závislost velikosti signálu z mědi na tlaku v komoře vzorku, velikost detekční elektrody: 10 mm

Při měření signálu z mědi byla maximální hodnota signálu naměřena všemi detektory při tlaku $p = 500$ Pa

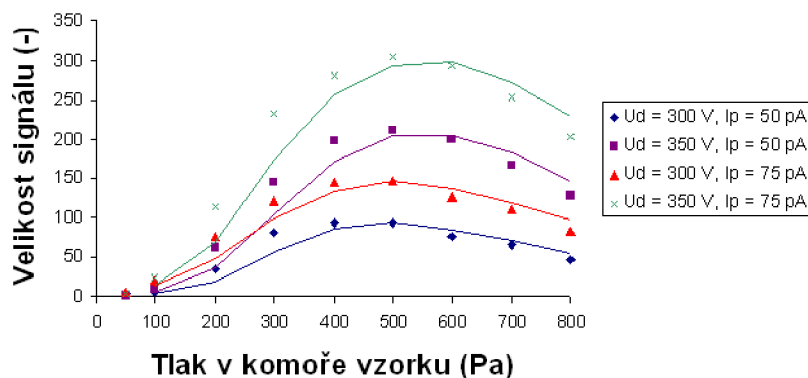
Měření velikosti z wolframu -



Obr. 5.13: Závislost velikosti signálu z wolframu na tlaku v komoře vzorku, velikost detekční elektrody: 2 mm



Obr. 5.14: Závislost velikosti signálu z wolframu na tlaku v komoře vzorku, velikost detekční elektrody: 4 mm



Obr. 5.15: Závislost velikosti signálu z wolframu na tlaku v komoře vzorku, velikost detekční elektrody: 10 mm

Při nastavení napětí na detektoru $U_D = 350\text{ V}$ detekují všechny tři detektory pro obě možná nastavení proudu primárního svazku I nejsilnější signál z wolframu při tlaku 500 Pa. Při nastavení napětí na detektoru $U_D = 300\text{ V}$ detekují všechny tři detektory pro obě možná nastavení proudu primárního svazku I_p nejsilnější signál z wolframu při tlaku 400 Pa.

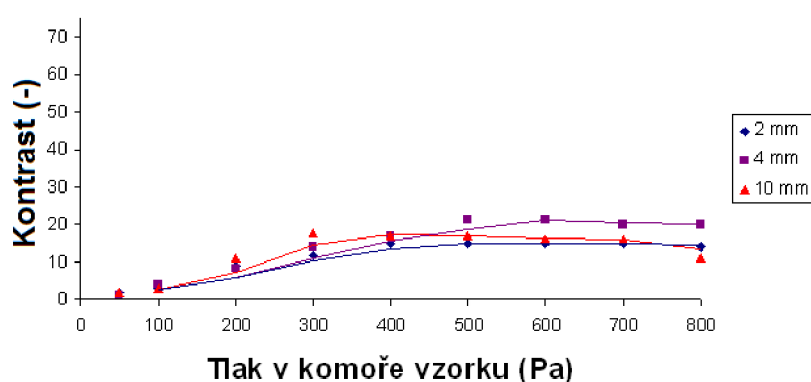
Z naměřených výsledků je patrné, že maximální zisk signálu ID se pohybuje mezi 400 – 500 Pa v závislosti na protonovém čísle prvku.

Detektor detekující největší signál -

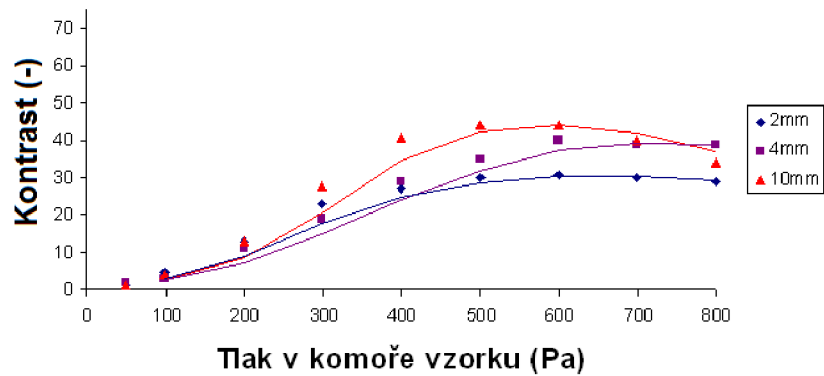
Pro vyhodnocení nejsilnější detekce signálu jsou využity grafy zobrazující velikost signálu z uhlíku, mědi i wolframu v závislosti na tlaku vodních par v komoře vzorku. Z grafů na obr. 5.7 – obr. 5.15 je patrné, že velikost signálu roste s velikostí elektrody detektoru. Největší signál z uhlíku, mědi i wolframu je možné detekovat detektorem s elektrodou o průměru 10 mm a to při všech kombinacích nastavení U_D a I_p . Hodnota tlaku, při němž je detekován nejsilnější signál, je závislá na použitém detektoru a nastavení parametrů U_D a I_p . Nejsilnější signál je detekován při tlaku $p = 400$ Pa pro elektrody o průměru 2 mm a 4 mm při detekci velikosti signálu z uhlíku a pro všechny tři elektrody při nastavení $U_D = 300$ V při detekci velikosti signálu z wolframu. Pro všechna ostatní nastavení byl nejsilnější signál detekován při tlaku $p = 500$ Pa.

5.4 Stanovení kontrastu v detekovaném signálu SE

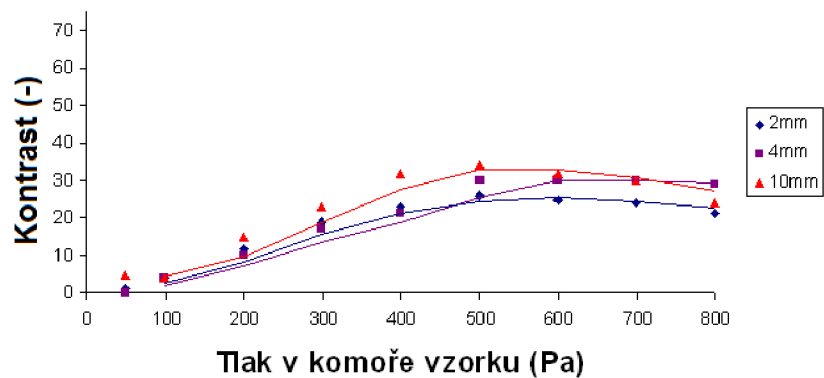
Na celkovém signálu detekovaném ionizačním detektorem se kromě SE podílí i BSE. Míru příspěvků k síle celkového signálu signálem BSE je možné získat z kontrastu mezi signály získanými z mědi a wolframu. Experimentální detektory jsou určeny k detekci SE, je tedy vhodné, aby byl podíl signálu BSE na celkovém signálu co nejmenší.



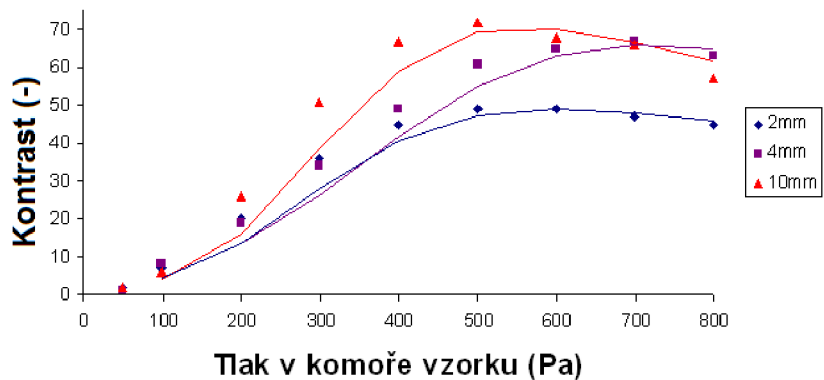
Obr. 5.16: Závislost velikosti kontrastu na tlaku vodních par v komoře vzorku, napětí na elektrodě detektoru $U_D = 300$ V, proud primárního svazku $I_p = 50$ pA



Obr. 5.17: Závislost velikosti kontrastu na tlaku vodních par v komoře vzorku, napětí na elektrodě detektoru $U_D = 350$ V, proud primárního svazku $I_p = 50$ pA



Obr. 5.18: Závislost velikosti kontrastu na tlaku vodních par v komoře vzorku, napětí na elektrodě detektoru $U_D = 300$ V, proud primárního svazku $I_p = 75$ pA



Obr. 5.19: Závislost velikosti kontrastu na tlaku vodních par v komoře vzorku, napětí na elektrodě detektoru $U_D = 350$ V, proud primárního svazku $I_p = 75$ pA

Detektor s nejsilnější detekcí signálu SE –

$U_D = 300$ V, $I_p = 50$ pA -

V oblasti do 400 Pa detekuje ID s elektrodou o průměru 10mm nejsilnější signál BSE. Od 400 Pa detekuje více BSE ID s elektrodou o průměru 4 mm.

$U_D = 350$ V, $I_p = 50$ pA –

V oblasti do 350 Pa detekuje nejmenší signál BSE ID s elektrodou o průměru 4mm, při vyšších tlacích detekuje nejslabší signál BSE ID s elektrodou o průměru 2mm.

$$U_D = 300 \text{ V}, I_p = 75 \text{ pA} -$$

Nejslabší signál BSE detekuje ID s elektrodou o průměru 4 mm do tlaku 450 Pa. Při zvýšení tlaku detekuje menší signál BSE ID s elektrodou o průměru 2mm.

$$U_D = 350 \text{ V}, I_p = 75 \text{ pA} -$$

V oblasti tlaků do 350 Pa detekují ID s elektrodou o průměru 2 mm a ID s elektrodou o průměru 4mm téměř stejně silný signál BSE. Při tlacích nad 350 Pa detekuje nejslabší signál BSE ID s elektrodou o průměru 2mm.

Nejslabší signál BSE detekuje ID s elektrodou o průměru 4 mm až do určitého hraničního tlaku. Velikost hraničního tlaku se v závislosti na nastavených hodnotách U_D a I_p pohybuje v rozmezí $p = 250 \text{ Pa}$ až $p = 450 \text{ Pa}$. Po překročení tohoto tlaku detekuje nejslabší signál detektor s elektrodou o průměru 2 mm.

6 Závěr

Tato práce se zabývala problematikou detekce sekundárních elektronů v environmentálním rastrovacím elektronovém mikroskopu. V práci byl popsán princip měření v tlaku s environmentálními rastrovacími elektronovými mikroskopy, stejně jako výhody a nevýhody, které měření v tlaku přináší. Byl zde popsán princip funkce ionizačního detektoru určeného k detekci sekundárních elektronů v environmentálních rastrovacích elektronových mikroskopech.

Na základě získaných teoretických znalostí byli zhotoveny 3 experimentální deskové ionizační detektory. Pro 3 zhotovené detektory bylo provedeno měření při napětí na elektrodě detektoru $U_D = 300 \text{ V}$ a $U_D = 350 \text{ V}$, s proudem primárního svazku $I_p = 50 \text{ pA}$ a $I_p = 75 \text{ pA}$ a v rozsahu tlaků $p = 50 \text{ Pa}$ až $p = 800 \text{ Pa}$. Pro zjištění podílu signálu BSE na signálu celkovém byl pozorován vzorek otvor-uhlík-měď-wolfram, kde měď a wolfram mají stejný koeficient emise SE, ale rozdílný koeficient emise BSE. Signál BSE zvyšuje materiálový kontrast.

Z naměřených charakteristik vyplynulo, že pokud jde výhradně o detekci SE, s co nejmenším příspěvkem BSE, na získaném signálu je vhodné použít detektor s elektrodou o průměru 2 mm s výjimkou měření, u nichž tlak v komoře vzorku nepřesáhne hodnotu $p = 300 \text{ Pa}$. V takovém případě je vhodnější použít detektor s elektrodou o průměru 4 mm. V případě, že je při měření směrodatné získat co nejsilnější signál bez ohledu na příspěvek signálu BSE je vhodné použít detektor s největší elektrodou.

Z práce vyplynulo, že všechny tři detektory mohou být použity pro detekci SE. Vhodnost použití daného experimentálního deskového ionizačního detektoru závisí na nastavených pracovních podmínkách.

Seznam použitých zdrojů

- [1] Stokes, D.J *Principles and Practice of Variable Pressure/Environmental Scanning Electron Microscopy(VP-ESEM)*, 1. vydání, Chichester, U.K. : Wiley, 2008, 221 stran, ISBN 978-0-470-06540-2
- [2] Reimer, L. *Scanning Electron Microscopy Physics of Image Formation and Microanalysis*, 2. vydání, Springer Berlin, 1998, 527 stran, ISBN 3-540-63976-4
- [3] RNDr. FRANK Luděk, DrSc., Doc. Ing. JIRÁK Josef, CSc., Ing. REK Antonín, CSc., Ing. ROZSÍVALOVÁ Zdenka Skriptum: Speciální diagnostika, [online] dostupné z: https://www.vutbr.cz/www_base/priloha.php?dpid=19797
- [4] BUTOM, M. *UNSW Astrophysics Postgraduate Course Lecture 1. Telescopes*, [online] 1997 [cit. 2012-11-10] dostupné z: http://newt.phys.unsw.edu.au/~mgb/pg_mod3_lec1.html
- [5] KNER, P., *Qstorm* [online] [cit. 2013-05-29]. Dostupné z: <http://www.qstorm.org/glossary-2/>
- [6] Pihan, R. , *Difrakce* [online] 2012 [cit. 2012-11-10] dostupné z: http://www.fotoroman.cz/glossary2/2_difrakce.htm
- [7] JÄGER, A. a V. GÄRTNEROVÁ. FYZIKÁLNÍ ÚSTAV AVČR. *Elektronovým mikroskopem do nitra materiálů aneb jak vypadá jejich struktura* [online]. [cit. 2012-11-11]. Dostupné z: <http://www.fzu.cz/popularizace/elektronovym-mikroskopem-do-nitra-materialu-aneb-jak-vypada-jejich-struktura>
- [8] WITTKÉ, James H. [online]. [cit. 2012-11-19]. Dostupné z: <http://www4.nau.edu/microanalysis/microprobe-sem/signals.html>
- [9] VLACHOVÁ, Magda. *Fyzika v pozadí: Fázový diagram* [online]. [cit. 2012-11-20]. Dostupné z: http://www.techmania.cz/edutorium/art_exponaty.php?xkat=fyzika&xser=536b7570656e737476edh&key=613
- [10] HALL, RJ. *Ionization energies* [online]. 2010 [cit. 2013-5-29]. Dostupné z: <http://chemistry.about.com/od/imagesclipartstructures/ig/Science-Clipart/Ionization-Energy-Graph.htm>
- [11] NEBESÁŘOVÁ, Jana. *Elektronová mikroskopie pro biology: Detekce sekundárních a odražených elektronů* [online]. 2001 [cit. 2012-11-22]. Dostupné z: <http://www.paru.cas.cz/lem/book/Podkap/7.3.html>
- [12] KREJČÍ, Vladimír. *Scintilační detektory*. 18 s. 2002 [cit. 2012-12-08] Dostupné z: <http://www.pf.jcu.cz/stru/katedry/fyzika/prof/Svadlenkova/Scintilacni%20detektory.pdf>

Seznam obrázků

Obr. 2.1: Principiální schéma rastrovacího elektronového mikroskopu	10
Obr. 2.2: grafické vyjádření Rayleighova kriteria, definice pro rozlišení 2 bodů.....	12
Obr. 2.3: Sférická vada čočky.....	13
Obr. 2.4: Chromatická vada čočky $\lambda(a) > \lambda(b)$	14
Obr. 2.5: Astigmatismus.....	14
Obr.2.6: Schématické vyjádření difrakce na aperturní cloně.....	15
Obr. 2.7: Signály vznikající při interakci primárního svazku se vzorkem.....	15
Obr. 2.8: Informační hloubka vzniku signálů při interakci PE se vzorkem.....	16
Obr. 2.9: Energetické spektrum elektronů emitovaných ze vzorku po dopadu PE.....	17
Obr. 2.10: Místo vzniku různých typů SE.....	18
Obr. 3.1: Principiální schéma konstrukce ESEM.....	19
Obr. 3.2: fázový diagram.....	20
Obr. 3.3: Simulace rozptylu primárního svazku při urychlovacím napětí $U_0 = 20$ kV, pracovní vzdálenost $WD = 4$ mm, při tlaku vodních par v komoře vzorku A – p = 1 Pa, B – p= 100Pa, C – p = 1000 Pa.....	20
Obr. 3.4: Závislost rozptylu primárního svazku na tlaku vodních par v komoře vzorku při urychlovacím napětí $U_0 = 20$ kV a pracovní vzdálenosti $WD = 4$ mm.....	20
Obr. 3.5: První ionizační energie různých prvků.....	23
Obr. 3.6: Relativní příspěvek dílčích signálů k celkovému.....	25
Obr. 4.1: Principiální schéma Everhart Thornleyho scintilačního detektoru.....	25
Obr. 4.2: Zapojení scintilačního detektoru pro detekci SE.....	26
Obr. 4.3: Zapojení scintilačního detektoru pro detekci BSE.....	26
Obr. 4.4: Princip funkce deskového ionizačního detektoru.....	27
Obr. 5.1: Platina na uhlíkovém válci s otvorem uprostřed. Proud primárního svazku $I_p = 75$ pA, napětí na elektrodě $U_D = 350$ V, tlak vodních par v komře vzorku A – p = 100 Pa, B – p = 200 Pa, C – p = 300 Pa, D – p = 400 Pa, E – p = 500 Pa, F – p = 600 Pa.....	28
Obr. 5.2 a): Závislost velikosti signálu na tlaku vodních par v komoře vzorku, proud primárního svazku $I_p = 75$ pA.....	28
Obr. 5.2 b): Závislost velikosti signálu na tlaku vodních par v komoře vzorku, proud primárního svazku $I_p = 50$ pA.....	29

Obr. 5.3: Návrh deskového ionizačního detektoru s elektrodou o průměru 2 mm, 4 mm a 10 mm	30
Obr. 5.4: Řez detektorem	30
Obr. 5.5: Zhotovené deskové ionizační detektory s elektrodou o průměru 2 mm, 4 mm a 10 mm	30
Obr. 5.6: Vzorek uhlík-otvor-měď-wolfram tlak vodních par v komoře vzorku $p = 300$ Pa, proud primárního svazku $I_p = 75$ pA, napětí přivedené na elektrodu $U_D = 350$ V, elektroda o průměru 2 mm A – rozhraní otvor-uhlík, B – rozhraní uhlík-měď-wolfram	31
Obr. 5.7: Závislost velikosti signálu z uhlíku na tlaku v komoře vzorku, velikost detekční elektrody: 2 mm	32
Obr. 5.8: Závislost velikosti signálu z uhlíku na tlaku v komoře vzorku, velikost detekční elektrody: 4 mm	32
Obr. 5.9: Závislost velikosti signálu z uhlíku na tlaku v komoře vzorku, velikost detekční elektrody: 10 mm	32
Obr. 5.10: Závislost velikosti signálu z mědi na tlaku v komoře vzorku, velikost detekční elektrody: 2 mm	33
Obr. 5.11: Závislost velikosti signálu z mědi na tlaku v komoře vzorku, velikost detekční elektrody: 4 mm	33
Obr. 5.12: Závislost velikosti signálu z mědi na tlaku v komoře vzorku, velikost detekční elektrody: 10 mm	33
Obr. 5.13: Závislost velikosti signálu z wolframu na tlaku v komoře vzorku, velikost detekční elektrody: 2 mm	34
Obr. 5.14: Závislost velikosti signálu z wolframu na tlaku v komoře vzorku, velikost detekční elektrody: 4 mm	34
Obr. 5.15: Závislost velikosti signálu z wolframu na tlaku v komoře vzorku, velikost detekční elektrody: 10 mm	34
Obr. 5.16: Závislost velikosti kontrastu na tlaku vodních par v komoře vzorku, napětí na elektrodě detektoru $U_D = 300$ V, proud primárního svazku $I_p = 50$ pA	35
Obr. 5.17: Závislost velikosti kontrastu na tlaku vodních par v komoře vzorku, napětí na elektrodě detektoru $U_D = 350$ V, proud primárního svazku $I_p = 50$ pA	35
Obr. 5.18: Závislost velikosti kontrastu na tlaku vodních par v komoře vzorku, napětí na elektrodě detektoru $U_D = 300$ V, proud primárního svazku $I_p = 75$ pA	36

Obr. 5.19: Závislost velikosti kontrastu na tlaku vodních par v komoře vzorku, napětí na elektrodě detektoru $U_d = 350 \text{ V}$, proud primárního svazku $I_p = 75 \text{ pA}$36

Seznam zkratk

SE	sekundární elektrony
PE	primární elektrony
BSE	zpětně odražené elektrony (back scattered electron)
AE	augerovy elektrony
SEM	rastrovací elektronový mikroskop (scanning electron microscope)
ESEM	environmentální rastrovací elektronový mikroskop
WD	pracovní vzdálenost (working distance)
GPL	délka cesty plynem (gas path length)
C	kontrast (contrast)
M	zvětšení (magnification)
ID	ionizační detektor

Seznam příloh

Příloha 1 – tabulky naměřených hodnot

Příloha 2 – snímky získané při měření signálu