



VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V BRNĚ

BRNO UNIVERSITY OF TECHNOLOGY

FAKULTA STROJNÍHO INŽENÝRSTVÍ

FACULTY OF MECHANICAL ENGINEERING

ÚSTAV FYZIKÁLNÍHO INŽENÝRSTVÍ

INSTITUTE OF PHYSICAL ENGINEERING

**NÁVRH DETEKTORU SEKUNDÁRNÍCH ELEKTRONŮ PRO
ULTRAVAKUOVÝ ELEKTRONOVÝ MIKROSKOP**

DESIGN OF SECONDARY ELECTRON DETECTOR FOR ULTRAHIGH VACUUM ELECTRON MICROSCOPE

DIPLOMOVÁ PRÁCE

MASTER'S THESIS

AUTOR PRÁCE

AUTHOR

Bc. Roman Skladaný

VEDOUCÍ PRÁCE

SUPERVISOR

Ing. Petr Bábor, Ph.D.

BRNO 2019

Zadání diplomové práce

Ústav:	Ústav fyzikálního inženýrství
Student:	Bc. Roman Skladaný
Studijní program:	Aplikované vědy v inženýrství
Studijní obor:	Fyzikální inženýrství a nanotechnologie
Vedoucí práce:	Ing. Petr Bábor, Ph.D.
Akademický rok:	2018/19

Ředitel ústavu Vám v souladu se zákonem č.111/1998 o vysokých školách a se Studijním a zkušebním řádem VUT v Brně určuje následující téma diplomové práce:

Návrh detektoru sekundárních elektronů pro ultravakuový elektronový mikroskop

Stručná charakteristika problematiky úkolu:

V současné době společnost TESCANA Brno, s.r.o., ve spolupráci s Ústavem fyzikálního inženýrství vyvíjí ultravakuový rastrovací elektronový mikroskop (UHV SEM). Byla navržena UHV komora, do které byl instalován elektronový tubus adaptovaný pro UHV. UHV SEM musí umožňovat tvorbu a charakterizaci nanostruktur. Při tvorbě nanostruktur je často nutné ohřívat vzorek na vysoké teploty a současně provádět depozici materiálu na vzorek. Ze zahřátého vzorku je během depozice vyzařováno světelné záření, které způsobuje rušivý signál u komorového detektoru sekundárních elektronů. Vyvinutím detektoru sekundárních elektronů, umístěném v elektronovém tubusu, bude rušivý signál při in-situ sledování tvorby nanostruktur značně potlačen. Tento detektor by měl také umožnit pozorování na nižších pracovních vzdálenostech, s lepším rozlišením obrazu a se zvýrazněnou topografií vzorku.

Cíle diplomové práce:

1. Navrhněte konstrukční řešení tubusového detektoru sekundárních elektronů pro ultravakuový elektronový mikroskop.
2. Ověřte funkčnost navrženého detektoru při charakterizaci nanostruktur.
3. Porovnejte výsledky měření pro komorový a tubusový detektor sekundárních elektronů.

Seznam doporučené literatury:

- O'HANLON, J. F., A Users' Guide to Vacuum Technology, Wiley-Interscience, 2003.
- CUI, Z., Nanofabrication, Principles, Capabilities and Limits, Springer, 2008.

REIMER, L., Scanning Electron Microscopy, Physics of Image Formation and Microanalysis, Springer, 1998.

Termín odevzdání diplomové práce je stanoven časovým plánem akademického roku 2018/19

V Brně, dne

L. S.

prof. RNDr. Tomáš Šíkola, CSc.
ředitel ústavu

doc. Ing. Jaroslav Katolický, Ph.D.
děkan fakulty

Abstrakt

V této diplomové práci je představen konstrukční návrh tubusového detektoru sekundárních elektronů (SE). Jedná se o ultravakuově kompatibilní scintilační vláknový detektor určený pro použití v ultravakuovém rastrovacím elektronovém mikroskopu (UHV SEM). Navržený tubusový detektor SE byl po překonání vývojových výzev vyroben, otestován a je plně funkční. První část této práce se zabývá teoretickým základem potřebným pro pochopení principů funkce aparatury UHV SEM a způsobům detekce SE. V druhé části je popsán konstrukční návrh tubusového detektoru SE. Následuje poslední část, ve které je ověřována funkčnost navrženého detektoru. Byla otestována efektivita světelného odstínění detektoru a změřena kvantová detekční účinnost detektoru. Nakonec byly vyhodnoceny a porovnány obrázky vytvořené navrženým tubusovým detektorem a komorovým detektorem SE.

Klíčová slova

Rastrovací elektronový mikroskop, ultravakuum, UHV SEM, druhy sekundárních elektronů, scintilační detektory sekundárních elektronů, komorové a tubusové detektory SE, kvantová detekční účinnost

Abstract

In this master's thesis, a mechanical design of an in-column secondary electrons (SE) detector is presented. It is an ultravacuum compatible fibre-scintillation detector designed for use in an ultrahigh vacuum scanning electron microscope (UHV SEM). The designed in-column SE detector was manufactured and tested upon overcoming R&D challenges. The first section of this thesis deals with theoretical basis needed for understanding of functional principles of UHV SEM system and means of SE's detection. In the second section, mechanical design of the in-column SE detector is described. The last section describes functionality of the designed detector. Effectiveness of light shielding of the detector was tested and the detective quantum efficiency was measured. Finally, images created by the designed in-column detector and an in-chamber SE detector were evaluated and compared.

Key words

Scanning electron microscope, ultravacuum, UHV SEM, types of secondary electrons, scintillation secondary electrons detectors, in-chamber and in-column SE detectors, detection quantum efficiency

Bibliografická citace

SKLADANÝ, Roman. Návrh detektoru sekundárních elektronů pro ultravakuový elektronový mikroskop [online]. Brno, 2019 [cit. 2019-05-24]. Dostupné z: <https://www.vutbr.cz/studenti/zav-prace/detail/117576>. Diplomová práce. Vysoké učení technické v Brně, Fakulta strojního inženýrství, Ústav fyzikálního inženýrství. Vedoucí práce Petr Bábora.

Prohlášení

Prohlašuji, že svou diplomovou práci na téma „Návrh detektoru sekundárních elektronů pro ultravakuový elektronový mikroskop“ jsem vypracoval samostatně pod vedením vedoucího diplomové práce a s použitím odborné literatury a dalších informačních zdrojů, které jsou všechny citovány v práci a uvedeny v seznamu použitých zdrojů na konci práce.

Jako autor uvedené diplomové práce dále prohlašuji, že v souvislosti s vytvořením této diplomové 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 zákoníku č. 40/2009 Sb.

V Brně, dne 24. 05. 2019

.....
(podpis autora)

Poděkování

Tímto bych chtěl poděkovat Ing. Petru Báborovi, Ph.D. za odborné vedení a pomoc při vypracování této diplomové práce. Dále děkuji kolegům z firmy TESCAN za cenné rady při návrhu detektoru, pomoc při experimentálním měření a konzultace výsledků měření. Také chci poděkovat vedení společnosti TESCAN za to, že umožnila vznik této diplomové práce. V neposlední řadě děkuji mé rodině za podporu, kterou mi po celou dobu studia poskytovala.

Roman Skladaný

Obsah

Úvod	1
1 Teoretická část.....	3
1.1 Rastrovací elektronový mikroskop	3
1.1.1 Elektronový tubus.....	4
1.1.2 Vakuové čerpání	5
1.1.3 Vakuová komora s manipulátorem vzorku.....	6
1.1.4 Generace signálů v SEM	7
1.2 Detekce sekundárních elektronů.....	12
1.2.1 Rozdělení sekundárních elektronů.....	12
1.2.2 Detektor typu Everhart-Thornley	14
1.2.3 Komorové a tubusové detektory sekundárních elektronů	15
1.2.4 Měření účinnosti detektorů sekundárních elektronů	18
1.3 Aparatura UHV SEM projektu Amispec	20
1.3.1 Motivace pro UHV	20
1.3.2 Funkční prototyp aparatury UHV SEM.....	21
1.3.3 Aplikace aparatury UHV SEM.....	24
2 Návrhová část.....	27
2.1 Vývojové výzvy	27
2.1.1 Výběr optického vlákna.....	27
2.1.2 Způsob utěsnění optického vlákna	28
2.2 Konstrukční návrh tubusového UHV detektoru SE.....	29
2.2.1 Objektivová část	30
2.2.2 Průchodková část.....	31
2.2.3 Vzduchová část.....	32
2.3 Úprava komorového UHV detektoru SE	33
3 Experimentální část.....	35
3.1 Testování účinnosti světelného odstínění detektorů	35
3.2 Měření DQE tubusového UHV detektoru SE.....	36
3.3 Porovnání tubusového a komorového UHV detektoru SE	37
3.3.1 Urychlovací napětí 30 kV.....	38
3.3.2 Urychlovací napětí 10 kV.....	39
3.3.3 Urychlovací napětí 1 kV.....	41
Závěr.....	43
Seznam použitých zdrojů.....	45

Úvod

Od vzniku prvního moderního rastrovacího elektronového mikroskopu (SEM – Scanning Electron Microscope) před více než 75 lety prošla elektronová mikroskopie velký kus cesty. Tým pod vedením V. A. Zworykina si v roce 1942 všimnul, že sekundární elektrony (SE – Secondary Electrons) způsobují topografický kontrast obrazu vzorku a dokázal dosáhnout rozlišení 50 nm [1]. Kanálkový elektronový násobič (channeltron), který Zworykin použil k zesílení signálu detekovaných SE, byl modifikován Everhartem a Thornleyem v roce 1960. Tato dvojice průkopníků připevnila scintilátor se světlovodem přímo k fotonásobiči a tím vytvořila detektor SE s vylepšeným poměrem signálu k šumu [2]. Způsob detekce SE se od té doby výrazně nezměnil a detektor typu Everhart – Thornley (E-T) je dnes možné nalézt na komoře takřka každého elektronového mikroskopu. Nejmodernější SEM přitom dosahují, díky neustálému vývoji a vylepšování, rozlišení menší než 0,5 nm.

Sekundární elektrony je možné detekovat nejen ve vakuové komoře mikroskopu, ale taky uvnitř jeho tubusu. Tubusové detektory elektronů se ve způsobu funkce často neliší od E-T detektorů, avšak zachytávají převážně SE, které jsou tvořeny přímo primárními elektrony. Proto nese obraz vytvořený pomocí tubusových detektorů SE nejvíc topografických informací o vzorku [3]. Tubusové detektory SE různých světových výrobců SEM dosahují navíc v mnoha případech rozlišení až o 1 nm lepší než komorové detektory [4]. Lepší rozlišení je dosaženo tím, že tubusové detektory umožňují pozorování při kratších pracovních vzdálenostech a dosahují vyšší kvantové detekční účinnosti [5].

Z výše uvedených důvodů je v této práci předložen návrh detektoru sekundárních elektronů, který je umístěn v tubusu ultravakuového rastrovacího mikroskopu (UHV SEM – Ultra High Vacuum SEM). Aparatura UHV SEM byla vyvíjena v rámci projektu AMISPEC¹ firmou TESCAN Brno, s.r.o., ve spolupráci s Ústavem fyzikálního inženýrství FSI VUT a Ústavem přístrojové techniky AV ČR, v.v.i. Aparatura UHV SEM umožňuje tvorbu, úpravu a pozorování nanostruktur v reálném čase a za proměnlivých teplot vzorku. Při tvorbě nanostruktur za vysokých teplot je ze vzorku emitováno do komory světlo, které způsobuje u komorového detektoru SE rušivý signál. Nový tubusový detektor SE je zcela světelně odstíněn a bude doplňovat stávající detektory sekundárních a zpětně odražených elektronů, které jsou součástí aparatury UHV SEM. Navržený tubusový detektor SE umožní navíc pozorování nanostruktur při kratších pracovních vzdálenostech. Tím bude zvýšeno rozlišení detektoru a bude dosaženo zvýraznění topografického kontrastu vzorku.

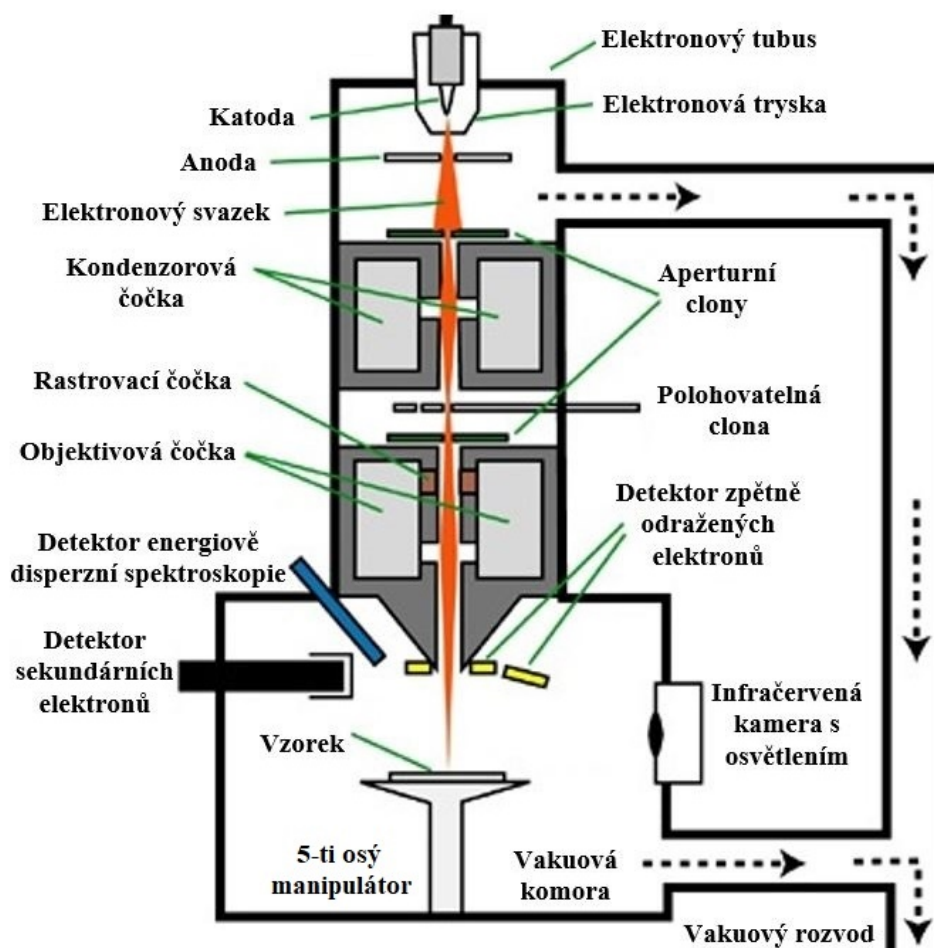
¹ <http://amispec.isibrno.cz/doku.php>

1 Teoretická část

První část této diplomové práce je teoretická. Je v ní vysvětlen princip fungování rastrovacího elektronového mikroskopu. Dále je uvedeno rozdělení sekundárních elektronů a způsoby jejich detekce pomocí komorových a tubusových detektorů. V závěru teoretické části je popsána motivace pro vývoj aparatury UHV SEM, její popis a možnosti využití.

1.1 Rastrovací elektronový mikroskop

Elektronový mikroskop používá k formování obrazu na rozdíl od klasického světelného mikroskopu namísto světla elektrony. Elektrony mají mnohem kratší vlnovou délku než světlo, díky čemuž překonávají difrakční limit světla a umožňují pozorovat vzorky s lepší rozlišovací schopností. Podobně jako jsou u světelných mikroskopů použity skleněné čočky, tak jsou u elektronových mikroskopů použity elektromagnetické a elektrostatické čočky. Čočkami je elektronový svazek fokusován do co nejmenšího bodu na vzorku a rastruje (skenuje) se ním v na sebe kolmých směrech. Z každého místa na vzorku, které pozorujeme, jsou emitovány produkty srážek elektronového svazku a vzorku a tyto produkty jsou následně zachycovány pomocí rozličných detektorů. Každý produkt s sebou nese jinou hodnotnou informaci o vzorku a uživateli tak SEM poskytuje všestranný nástroj pro charakterizaci nanostruktur.

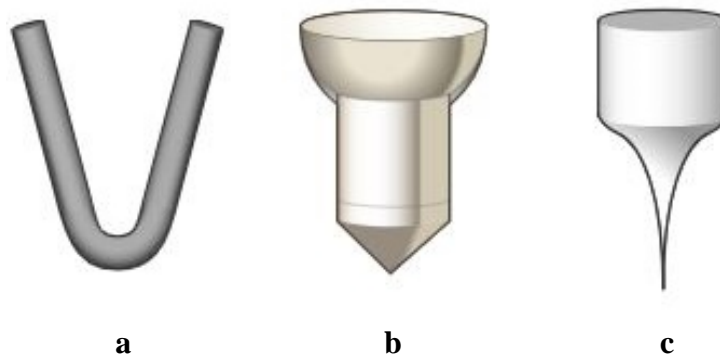


Obrázek 1.1: Schematický řez rastrovacím elektronovým mikroskopem. Převzato a upraveno z [6].

Rastrovací elektronový mikroskop (obrázek 1.1) je složitý přístroj, který sestává z mnoha částí. Jednotlivé části lze podle funkcí rozdělit do čtyř hlavních skupin, a to elektronový tubus, vakuové čerpání, vakuová komora s manipulátorem vzorku a detektory signálů. Na funkci mikroskopu se samozřejmě podílí také vysoce stabilní zdroje napětí, řídicí elektronika a software. Princip funkce každé ze čtyř skupin a její význam bude vysvětlen v dalších podkapitolách.

1.1.1 Elektronový tubus

Elektronový tubus obsahuje elektronovou trysku emitující elektronový svazek a elektromagnetické čočky pro jeho fokusaci na vzorek. Elektronovou trysku možno chápat jako „dělo“, které střílí elektrony směrem od záporně nabitě katody k anodě na kladném potenciálu. Potenciálový rozdíl katody a anody udává energii, s kterou bude elektronový svazek z trysky vylétávat (obvykle 0,5 kV – 30 kV). Používají se katody na bázi termoemise (TEG – Thermionic Emission Gun) nebo autoemise (FEG – Field Emission Gun) elektronů (obrázek 1.2). Elektronové mikroskopy, které jsou osazeny tubusem s FEG tryskou, jsou někdy označovány taky názvem FEG-SEM. Termoemisní katody využívají elektrický proud ke žhavení wolframového vlákna, ze kterého následně vylétají elektrony. Vlákna FEG katod jsou vyráběna z wolframu nebo hexaboridu lanthanu (LaB6) [7]. Autoemisní trysky vytahují elektrony z vlákna pomocí silného elektrického pole na základě tunelového jevu. Vlákna FEG trysek mohou být vyrobeny z krystalu wolframu zaostřeného do hrotu, nebo z wolframového vlákna pokrytého oxidem zirkonia – tzv. Schottkyho katody [8].

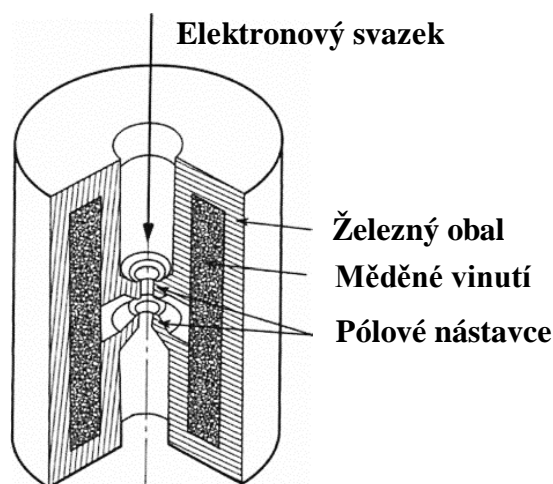


Obrázek 1.2: Ilustrace katod elektronových trysek. a – wolframová termoemisní katoda, b – LaB₆ termoemisní katoda, c – wolframová autoemisní katoda. Převzato a upraveno z [9].

Trajektorie elektronu může být změněna pomocí série elektromagnetických čoček. Elektromagnetické čočky se skládají z tisíců závitů měděného vinutí uvnitř obalu z magneticky měkkého železa (obrázek 1.3). Kondenzorové čočky vytvářejí symetrické magnetické pole, kterým zmenšují (kondenzují) elektronový svazek při jeho přechodu skrz čočku [10]. Sílu těchto čoček lze upravovat změnou proudu, který v nich budí magnetické pole a elektrické pole. Jedná se o Lorentzovu sílu \vec{F}_L danou vztahem:

$$\vec{F}_L = q \cdot (\vec{E} + \vec{v} \times \vec{B}), \quad (1.1)$$

kde \vec{E} je intenzita elektrického pole a \vec{B} je magnetická indukce elektromagnetické čočky, q je náboj částice a \vec{v} je rychlost částice. Zvětšení proudu, protékajícího vinutím čočky, posune obrazové ohnisko blíže k čočce, a naopak snížení proudu dále od čočky.



Obrázek 1.3: Průřez elektromagnetickou čočkou. Sedlo ve středu čočky kondenzuje magnetické pole do velmi úzké oblasti. Převzato a upraveno z [11].

Tvar elektronového svazku lze upravovat také pomocí kondenzorových a objektivových aperturních clon a polohovatelné clony, které svazek ořezávají. Poslední úprava svazku nastává v objektivové čočce, v níž je ukryta také rastrovací čočka [10]. Objektivová čočka svazek zaostří tak, aby měl na vzorku co nejmenší průměr (stopu). Rastrovacími čočkami lze fokusovaným elektronovým svazkem skenovat po povrchu vzorku. Podobně jak je tomu u skleněných čoček, i elektromagnetické čočky trpí zobrazovacími vadami, kterými jsou difrakce, astigmatismus, sférická a chromatická vada [12].

V elektronovém tubusu mohou být dále umístěny tubusové detektory sekundárních a zpětně odražených elektronů.

1.1.2 Vakuové čerpání

Vzduch v elektronovém tubusu musí být vyčerpán pomocí vakuového rozvodu, který vede k vývěvám. Je to potřebné, protože jinak by elektrony letící z trysky urazili jen velice krátkou vzdálenost a kvůli srážkám s částicemi ve vzduchu by se nedostaly ke vzorku. Důvodem k čerpání tubusu jsou také elektrické zkraty mezi anodou a katodou trysky (střílení), kterým je díky izolačním vlastnostem vakua zamezeno [13]. K elektrickým zkratům by docházelo také mezi scintilátory detektorů, které jsou na vysokém potenciálu (až 10 kV) a uzemněným objektivem mikroskopu.

Klasické SEM bývají čerpány pomocí iontové nebo difuzní vývěvy. Tyto vývěvy musí být ještě předčerpány pomocí rotačních, či turbomolekulárních vývěv [14]. Proces vakuového čerpání mikroskopu (zapínání/vypínání a otevírání/zavírání ventilů) je u komerčních SEM plně automatizovaný. Komora SEM je obvykle čerpána na tlak vysokého vakua (HV – High Vacuum), tj. zhruba od 10^{-3} Pa do 10^{-5} Pa a tlak v ní je měřen pomocí vakuových měrek. Nejnižší tlak musí být v okolí elektronové trysky v tubusu. U termoemisních trysek je postačující provozní tlak 10^{-4} Pa. U autoemisních trysek je kvůli tunelovému jevu potřebný provozní tlak až 10^{-7} Pa. Autoemisní trysky bývají čerpány samostatnou iontovou vývěvou připevněnou k tubusu SEM.

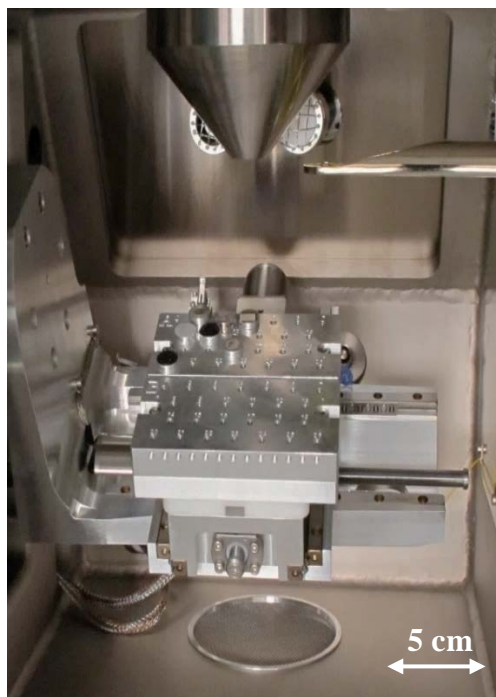
Existují také mikroskopy, které mají v komoře vyšší nebo nižší pracovní tlaky ve vakuové komoře. Příkladem mikroskopu s vyšším pracovním tlakem je ESEM neboli enviromentální SEM². Ten umožňuje pozorování vlhkých biologických vzorků při tlaku řádově

² Je používán také název LVSEM – Low Vacuum SEM nebo HPSEM – High Pressure SEM.

až 10^3 Pa [15]. V případě ESEM je mezi vakuovou komorou a elektronový tubus vložena komůrka s diferenciálním čerpáním a sérií clon. Clony omezují přestup tlaku a chrání tubus před přetlakem. Opačným případem je ultravakuový neboli UHV SEM, u kterého pracovní tlak v komoře dosahuje řádu až 10^{-9} Pa a umožňuje tvorbu a charakterizaci nanostruktur bez kontaminace vzorku. Tématika ultravakuové rastrovací mikroskopie je probírána v kapitole 1.3.

1.1.3 Vakuová komora s manipulátorem vzorku

Uživatelsky nejzajímavější procesy se dějí ve vakuové komoře. Je v ní umístěn vzorek, na který dopadá elektronový svazek z tubusu a ten interaguje se vzorkem. Interakcí vzniká množství produktů, které jsou zachycovány pomocí detektorů umístěných v komoře. V komoře bývají umístěny detektory sekundárních elektronů, zpětně odražených elektronů, detektor energiově disperzní spektroskopie (EDS – Energy Dispersive Spectroscopy), a jiné detekční systémy. Vakuová komora obvykle obsahuje manipulátor, který uživateli umožňuje pohybovat vzorkem (obrázek 1.4). Manipulátory jsou u levnějších modelů mikroskopů ovládány ručně, ty lepší modely už mají posuvy os poháněny pomocí vakuově kompatibilních krokových motůrků. Pomocí manipulátoru lze vzorkem hýbat v na sebe kolmých osách (x , y , z), kontinuálně rotovat kolem osy rovnoběžné s tubusem a vzorek naklápět kolem jedné z os x , y , z . Počet stupňů volnosti manipulátorů závisí od požadované aplikace. Manipulátor může být vybaven také zařízením pro chlazení a ohřev vzorku, kterým je například Peltierův článek (od -50 °C do $+70$ °C) [16].

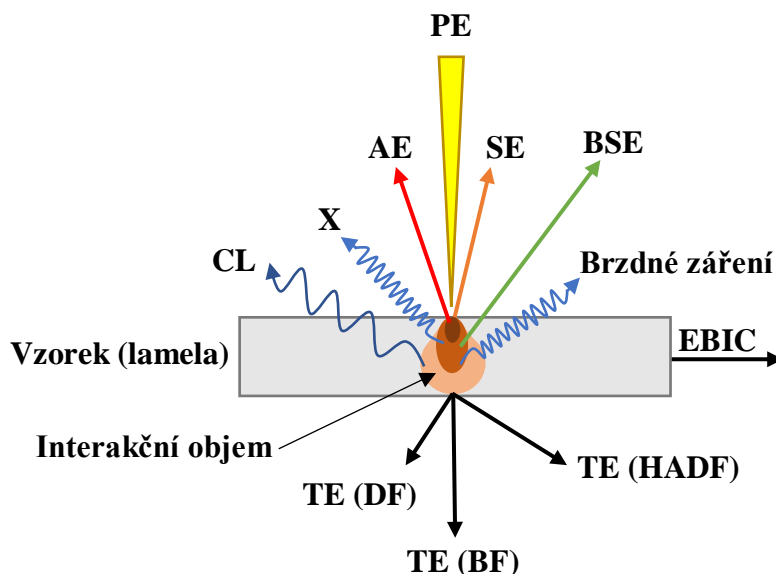


Obrázek 1.4: Pohled do vnitřku vakuové komory TESCAN XM. Pod objektiv (nahore) je možné zasunout detektor zpětně odražených elektronů (nahore vpravo) a vzorkem lze volně pohybovat pomocí čtyřosého manipulátoru (uprostřed). Převzato z [17].

Vakuová komora může dále obsahovat vakuové měrky a většinou jsou také k této komoře připojeny vakuové vývěvy. Potřebné jsou také kamery s osvětlením, pro sledování dění uvnitř komory během provádění různých akcí. Vhodným doplňkem je také dekontaminátor, který vzorek spolu s komorou vyčistí od vrstev molekul uhlovodíků. Molekuly uhlovodíku jsou z okolní zbytkové atmosféry plynu adsorbovány na všechny povrchy uvnitř komory [18].

1.1.4 Generace signálů v SEM

Při dopadu elektronového svazku na povrch vzorku dochází k interakci primárních elektronů (PE) a atomů vzorku, za vzniku užitečných signálů (obrázek 1.5). Primární elektrony jsou během přechodu vzorkem pružně a nepružně rozptylovány v celém interakčním objemu. Hloubka interakčního objemu závisí od energie PE a atomárního složení vzorku a může dosahovat hodnot 10 nm až 10 μm [3]. Příčinou pružného rozptylu je Coulombovská přitažlivá síla, která působí na PE v blízkosti atomového jádra atomu vzorku. Pružný rozptyl ovlivňuje trajektorii PE bez výrazné změny jejich kinetické energie. V této podkapitole jsou vysvětleny hlavní mechanismy generace signálů ze vzorku. Způsoby detekce sekundárních elektronů jsou podrobněji rozepsané v další kapitole 1.2.

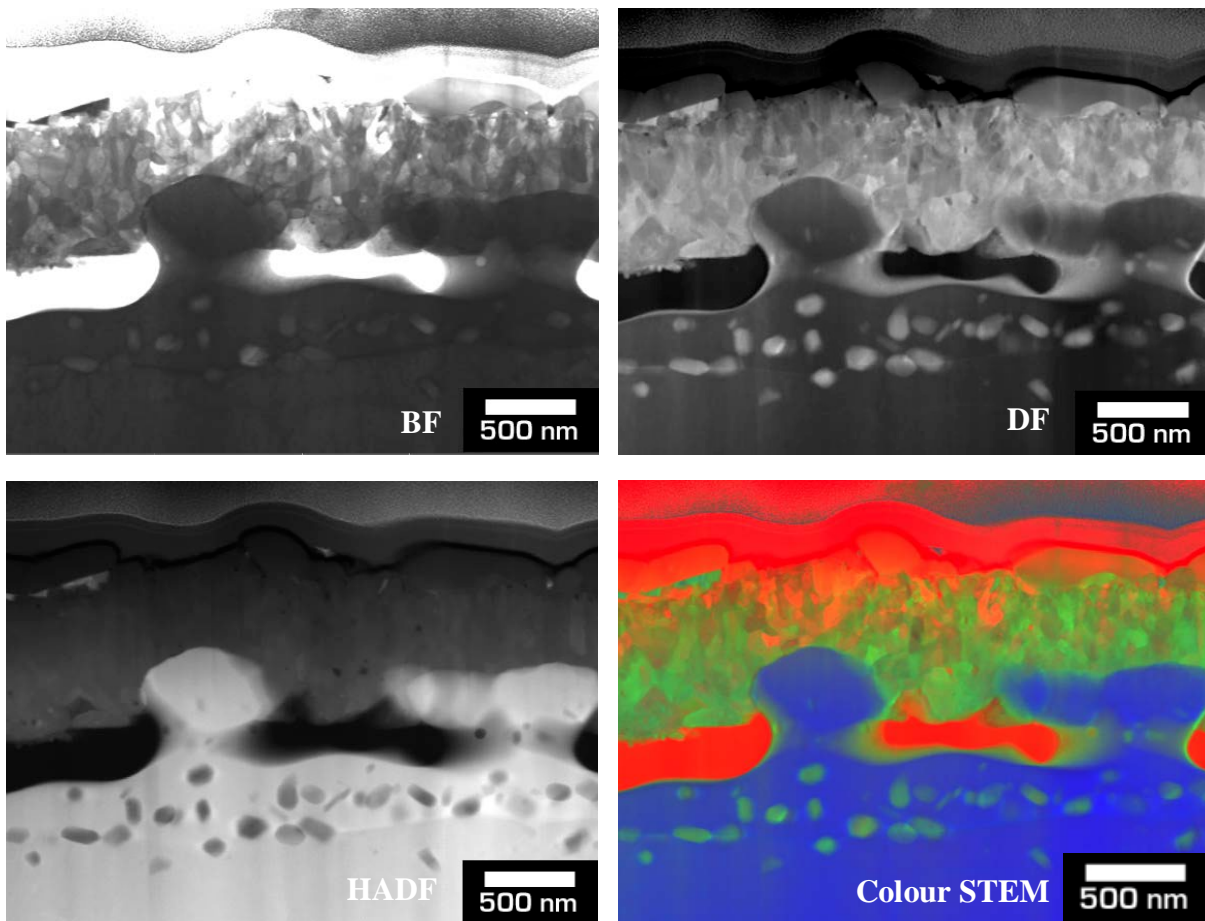


Obrázek 1.5: Schématická ilustrace generace některých ze signálů po dopadu fokusovaného elektronového svazku na tenký vzorek. PE – primární elektrony, SE – sekundární elektrony, BSE – zpětně odražené elektrony, EBIC – proud indukovaný elektronovým svazkem, TE – prošlé elektrony, CL – katodoluminiscence, X – charakteristické rentgenové záření, AE – Augerovy elektrony.

Prošlé elektrony

V případě tenkého vzorku (lamela s tloušťkou <100 nm [19]) a vysoké energie elektronového svazku mohou PE překonat četné pružné rozptyly a vzorek opustit pod různým úhlem. Tyto prošlé elektrony (TE – Transmitted Electrons) mohou být poté detekovány segmentovým detektorem prošlých elektronů (STEM – Scanning Transmission Electron Microscopy) v režimech světlého pole (BF – Bright Field), tmavého pole (DF – Dark Field) nebo temného pole pod vysokým úhlem (HADF – High Angle Dark Field) [20]. Úhly rozptylu závisí na materiálovém složení vzorku, tloušťce lamely a energii PE.

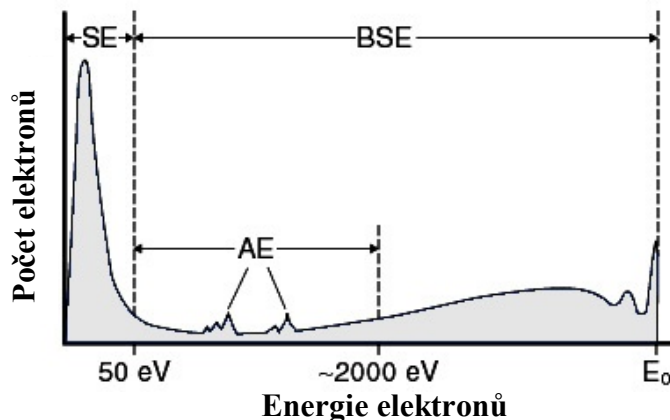
Detektory STEM umožňují pozorování ultrastruktur v biologických vzorcích, charakterizaci materiálů a analýzu selhání polovodičových zařízení. Režim BF zobrazuje absorpční kontrast v lamela a Braggův kontrast. V režimu DF lze pozorovat částečně kontrast orientace krystalů a materiálový kontrast lehkých prvků. Data z režimu HADF obsahují maximum informací o materiálovém kontrastu a minimum o Braggově kontrastu [19]. Signály z režimu BF, DF a HADF mohou být softwarově zpracovány (Colour STEM) do jednoho barevného obrázku (obrázek 1.6).



Obrázek 1.6: Koroze rostoucí přes vzorek ocelové lamely pokovené chromem. Obrázky získané pomocí STEM detektoru v režimu BF, DF, HAADF a Colour STEM. Převzato a upraveno z [19].

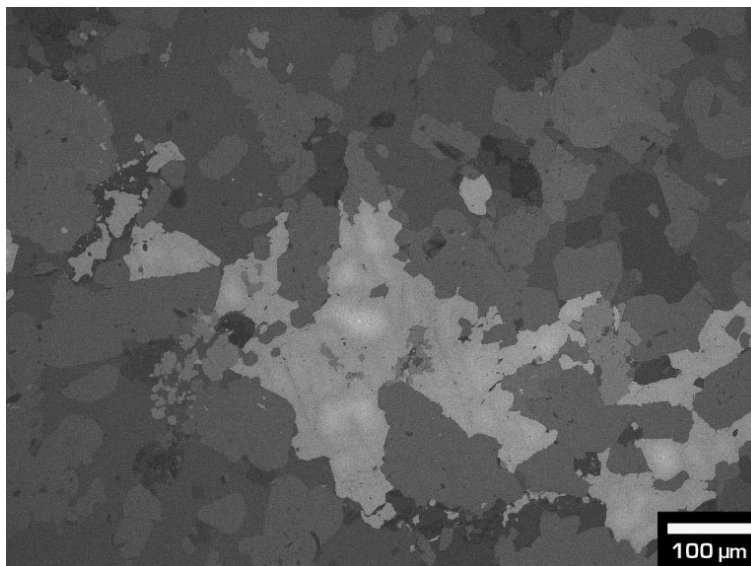
Zpětně odražené elektrony

Změna trajektorie PE během pružného rozptylu může být až taková, že jsou elektrony odražené zpět a vyrazeny ven ze vzorku. Tyto elektrony se nazývají zpětně odražené elektrony (BSE – Backscattered Electrons). Mohou poskytovat informace z hloubky vzorku a jejich počet je úměrný protonovému číslu Z prvků ve vzorku. V závislosti na počtu srážek se může energie BSE pohybovat od energie elektronového svazku E_0 až po 50 eV (obrázek 1.6). Hranice 50 eV je dána jako hranice mezi BSE a sekundárními elektrony [3].



Obrázek 1.7: Schematické spektrum energií elektronů, které vznikly interakcí elektronového svazku s energií E_0 se vzorkem. Převzato a upraveno z [21].

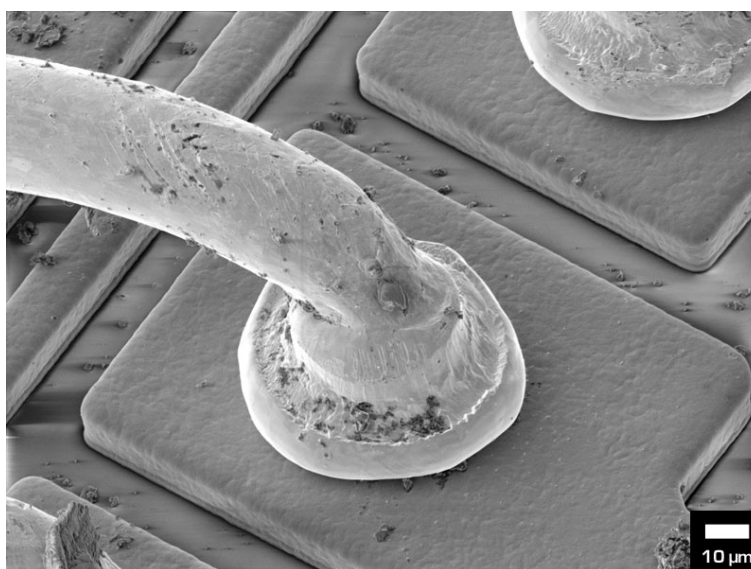
Díky závislosti počtu BSE na Z poskytují BSE informace o chemickém složení vzorku a umožňují rozlišovat mezi různými fázemi kompozitních materiálů (obrázek 1.8). Do jisté míry mohou BSE zobrazovat i topografii vzorku a jsou také vhodné pro zkoumání krystalografické orientace ve fotonických krystalech [22].



Obrázek 1.8: Zubařský amalgám zobrazen pomocí detektoru BSE. Převzato z [23].

Sekundární elektrony

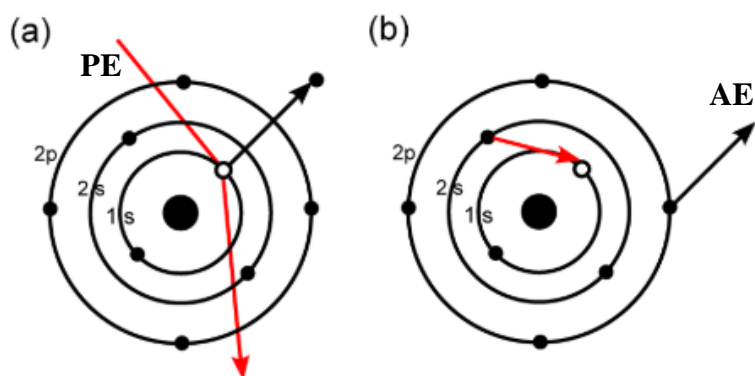
Sekundární elektrony vznikají nepružným rozptylem PE s atomy ve vzorku. U polovodičů a izolátorů jsou sekundární elektrony excitovány z valenčního do vodivostního pásu. U kovů SE vznikají přímou excitací elektronů z vodivostního pásu. Tyto elektrony se pak dále šíří vzorkem a čelí pružným srážkám. Nakonec se SE dostanou na rozhraní vzorku a vakua, kde opouští povrch vzorku s energií <50 eV. Kvůli své nízké energii pocházejí SE z malé hloubky pod povrchem vzorku a některé z nich vznikají přímo v místě dopadu PE [3]. Tyto SE nesou převážně topografické informace o vzorku (obrázek 1.9). Více o původu SE, jejich významu a způsobech detekce je uvedeno v kapitole 1.2.



Obrázek 1.9: Drát připájen k mikroelektronickému zařízení zobrazen pomocí detektoru SE. Převzato z [24].

Augerovy elektrony

Dalším produktem nepružného rozptylu PE jsou Augerovy elektrony (AE – Auger Electrons). Augerovy elektrony vznikají, když PE vyrazí elektron z vnitřní hladiny atomu a elektron z vnější hladiny tuto vakanci zaplní. Přebytečná energie uvolněná při přechodu může být ve formě fotonu předána AE, který je emitován. Tento proces je nazýván Augerův proces (obrázek 1.10). Energie tohoto elektronu je charakteristická pro různé prvky a nese tudíž informaci o chemickém složení vzorku. Kvůli své nízké energii jsou navíc AE emitovány z malé hloubky pod povrchem a jsou využívány při povrchové analýze vzorku. Spektroskopie AE (AES – Auger Electron Spectroscopy) je účinná jen za podmínek UHV v komoře, proto se u klasických SEM vyskytuje zřídka [25]. K detekci AE je zapotřebí analyzátoru kinetické energie elektronů. Metoda AES často využívá elektrostatický hemisférický analyzátor.



Obrázek 1.10: Schéma Augerova procesu. (a): Dopadající energetický primární elektron (PE) koliduje s elektronem ve vnitřní slupce jádra, emituje ho a zanechává vakanci. (b): Vakance je zaplněna elektronem z vyšší hladiny. Uvolněná energie způsobuje emisi Augerova elektronu (AE). Převzato a upraveno z [26].

Rentgenové záření

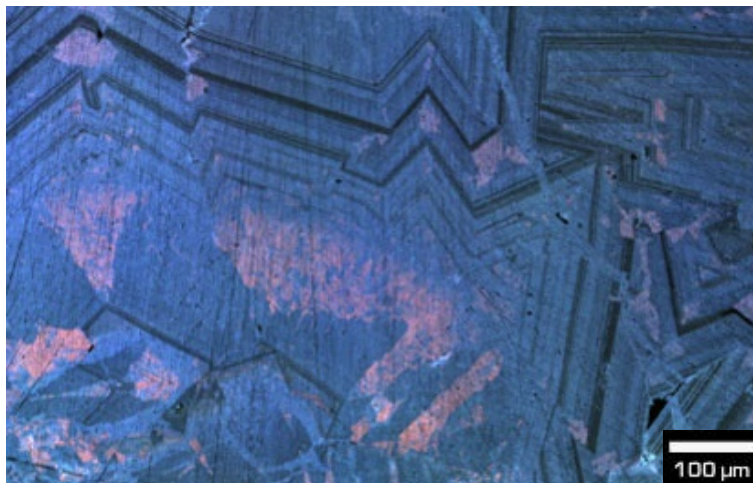
Charakteristické rentgenové spektrum vzniká relaxací excitovaných atomových stavů zapříčiněné vakancí elektronu ve vnitřní hladině atomu (K – slupka). Tento jev je schematicky stejný jak Augerův proces. Přechod elektronu z některé z vnějších hladin na tuto vakanci může mít za následek vyzáření rentgenového fotonu o energii odpovídající rozdílu těchto hladin [27]. Tato energie je specifická pro různé atomy a lze ji určit detektorem energiově disperzní spektroskopie (EDS).

Brzdné rentgenové záření vzniká důsledkem brždění PE nepružnými srážkami s jádry atomů. Fotony brzdného záření mohou mít energii blízkou primárnímu svazku a přispívat tak k pozadí charakteristického rentgenového spektra při EDS [28]. Techniky EDS jsou užitečným nástrojem při charakterizaci chemického složení materiálů a mikroanalýze vzorků. Podobnou metodou je vlnově disperzní spektroskopie (WDS – Wavelength Dispersive Spectroscopy), u které je měřeno rentgenové spektrum jedné vybrané vlnové délky. Jak EDS, tak metoda WDS jsou používány v kombinaci se SEM. WDS poskytuje oproti EDS značně vyšší spektrální rozlišení a je spolehlivější při detekci stopových prvků ve vzorku [11].

Katodoluminiscence

Proces vzniku katodoluminiscence (CL – Cathodoluminiscence) je podobný vzniku AE a charakteristického rentgenového záření. Rozdílem je mnohem nižší energie emitovaných fotonů. Vlnová délka fotonů se pohybuje v rozmezí ultrafialové, viditelné nebo infračervené

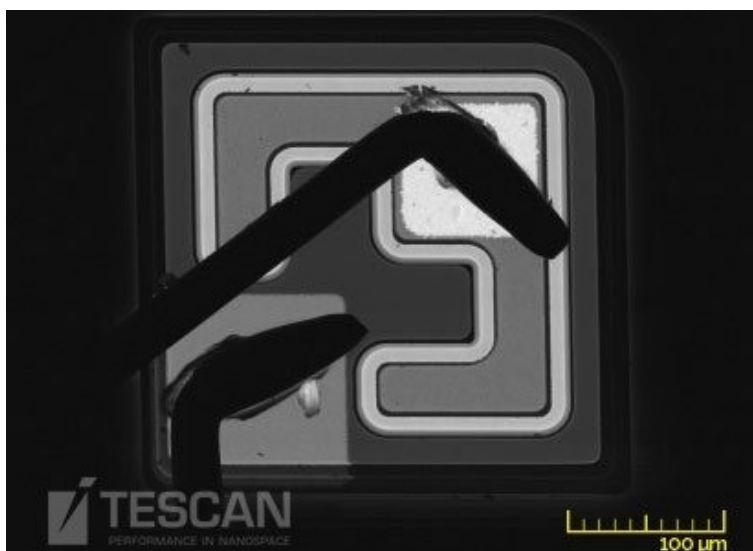
oblasti elektromagnetického spektra. Katodoluminiscence v SEM nachází využití v určování pásové struktury materiálu na základě energie emitovaných fotonů. Tím je možné získat informace o místním složení, struktuře krystalové mřížky, pnutí či poškození vnitřní struktury materiálu [29]. Dále je využíván v geologii při určování složení, růstu a původu minerálů (obrázek 1.11). Uplatňuje se také v materiálových vědách k studování rezonance povrchových plazmonů v kovových nanočásticích [30].



Obrázek 1.11: Fluorit se zřetelně odlišitelnými strukturami růstu, zobrazen pomocí detektoru CL. Převzato a upraveno z [29].

Proud indukovaný elektronovým svazkem

Proud na vzorku je určen rozdílem proudu elektronů v primárním svazku a celkového součtu elektronů emitovaných ze vzorku (BSE, SE, AE). Měření proudu indukovaného svazkem (EBIC – Electron Beam Induced Current) je využíváno především u polovodičových vzorků. Po dopadu elektronu na polovodičový vzorek může neelastickými srážkami dojít k vytvoření páru elektron-díra. Tyto páry jsou rozděleny vnitřním elektrickým polem poblíž P-N přechodů a vzniká EBIC. Kontrast v obrazu je tvořen tmavými a světlými místy (obrázek 1.12). Toho lze využít při kvalitativním posouzení podpovrchových elektrických a fyzikálních vlastností polovodičů a lokalizaci elektrických zkratů [31].



Obrázek 1.12: P-N přechod na bipolárním tranzistoru zobrazen měřením EBIC. Převzato a upraveno z [31].

1.2 Detekce sekundárních elektronů

K detekci SE byly v počátcích rastrovací elektronové mikroskopie používány elektronové násobiče. Jedním z nich byl kanálkový elektronový násobič, který používal V. A. Zworykin ve svém prvním SEM [1]. Kaskádovitou emisí elektronů v násobiči bylo možné z malého proudu SE ($\sim 10^{-12}$ A), pocházejících ze vzorku, získat dostatečný proud k formování obrazu na obrazovce. Nedostatkem těchto násobičů byla náchylnost na poškození, v důsledku jejich vystavení olejovým páram z vývěv a jiných kontaminantů přítomných v komoře SEM. Tento problém vyřešila až dvojice T. E. Everhart a R. F. M. Thornley z Cambridgeské univerzity s jejich návrhem scintilačního SE detektoru, který se skládal ze scintilátoru, světlovodu a fotonásobiče [2]. Příznačně je dnes nazýván Everhart-Thornleyův (E-T) detektor.

Existují také ionizační detektory SE. Ionizační detektory jsou používány v enviromentálních SEM a využívají ionizace plynu nárazy SE. Ionizací molekul plynu vznikají další elektrony, které jsou přitahovány na kladně nabitou elektrodu. Ionizační detektory SE nebudou z důvodu jejich využití v ESEM dále v této práci detailněji popisovány.

Tato kapitola navazuje na odstavec o sekundárních elektronech z podkapitoly 1.1.4 a podrobněji pojednává o vzniku a detekci sekundárních elektronů. Je v ní uvedeno rozdělení jednotlivých druhů sekundárních elektronů. Dále jsou vysvětleny principy funkce a výhody komorových a tubusových detektorů sekundárních elektronů. V závěru této kapitoly je popsán princip určování účinnosti detektorů SE.

1.2.1 Rozdělení sekundárních elektronů

Když je povrch vzorku bombardován primárními elektrony (PE) vylétávajícími z objektivu SEM, tak interakcemi vznikají v interakčním objemu různé signály popsané v předchozí kapitole. Tyto signály v sobě zahrnují také sekundární elektrony (SE) a zpětně odražené elektrony (BSE).

Úhlové rozdělení SE emitovaných z povrchu polykrystalických vzorků je kosinové. U monokrystalů vykazuje anisotropii a je doplněno o strukturu odpovídající pohybu podél různých krystalických rovin [32]. Pouze SE generované v blízkosti povrchu vzorku mohou uniknout z jeho povrchu. Pravděpodobnost úniku SE generovaného ve vzdálenosti x pod povrchem vzorku exponenciálně klesá s faktorem $e^{-x/\lambda}$, kde λ je střední úniková hloubka [33]. Únikovou hloubku T je možné určit jako $T \approx 5\lambda$ a pro kovy je to $T \approx 5$ nm [34].

Celkový výtěžek elektronů ze vzorku σ je dán vztahem

$$\sigma = \delta + \eta, \quad (1.2)$$

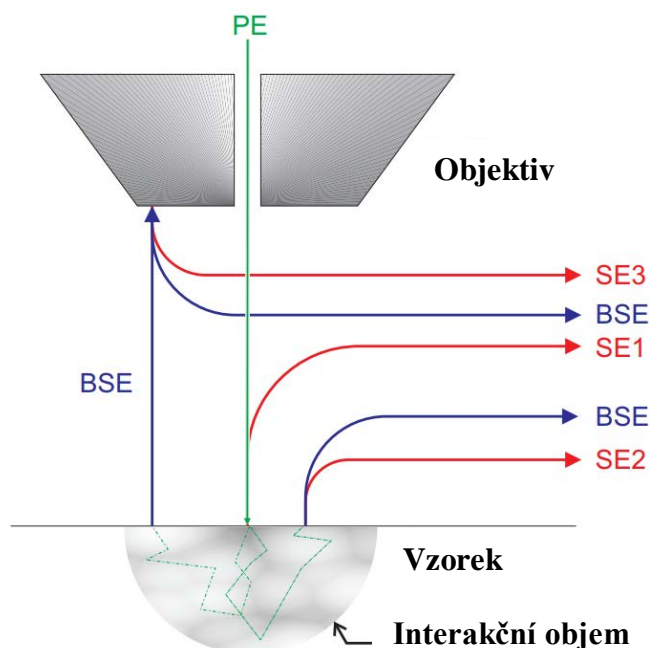
kde δ je koeficient výtěžnosti SE (podíl počtu SE k PE) a η je koeficient výtěžnosti BSE (podíl počtu BSE k PE). Koeficient výtěžnosti SE je dále složen ze dvou částí:

$$\delta = \delta_{PE} + \eta \cdot \delta_{BSE}, \quad (1.3)$$

kde δ_{PE} je počet SE generovaný PE a δ_{BSE} je počet SE generovaných BSE. Příspěvek BSE k δ je velmi podstatný. Zejména v případě vytvoření kontaminační vrstvy na povrchu vzorku, kdy není obrazový kontrast způsoben změnou δ , nýbrž změnou η [35].

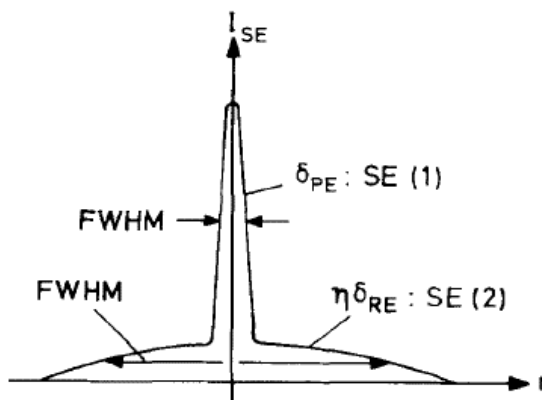
Sekundární elektrony lze podle místa a způsobu vzniku rozdělit na tři druhy (obrázek 1.13):

- (a) SE1 – elektrony generované v místě dopadu PE nebo v jeho blízkém okolí: δ_{PE} ,
- (b) SE2 – elektrony generované po četných odrazech BSE v interakčním objemu: $\eta\delta_{BSE}$,
- (c) SE3 – elektrony generované srážkami BSE s objektivem nebo přístroji v SEM [36].



Obrázek 1.13: Schéma vzniku různých druhů sekundárních elektronů (SE). Interakcí mezi primárními elektrony (PE) a vzorkem vznikají zpětně odražené elektrony (BSE) a sekundární elektrony SE1. Interakcí mezi BSE a vzorkem vznikají SE2. Interakcí mezi BSE a objektivem vznikají SE3. Převzato a upraveno z [36].

Interakce mezi svazkem PE a vzorkem produkuje velký počet SE. Ke zmapování skutečné topografie vzorku je zapotřebí detekovat sekundární elektrony druhu SE1, protože pouze SE1 jsou generovány v místě dopadu PE. Také je důležité, že jenom SE1 pocházejí z horní oblasti interakčního objemu, a proto poskytují informace přímo z povrchu vzorku. Pro vysoké rozlišení SEM je důležité, že prostorové rozložení intenzity SE je Gaussovské s maximem v místě dopadu PE [33], a tedy SE1 nesou maximum intenzity detekovaného signálu (obrázek 1.14). Díky těmto vlastnostem se SE1 nazývají také jako topografické elektrony.



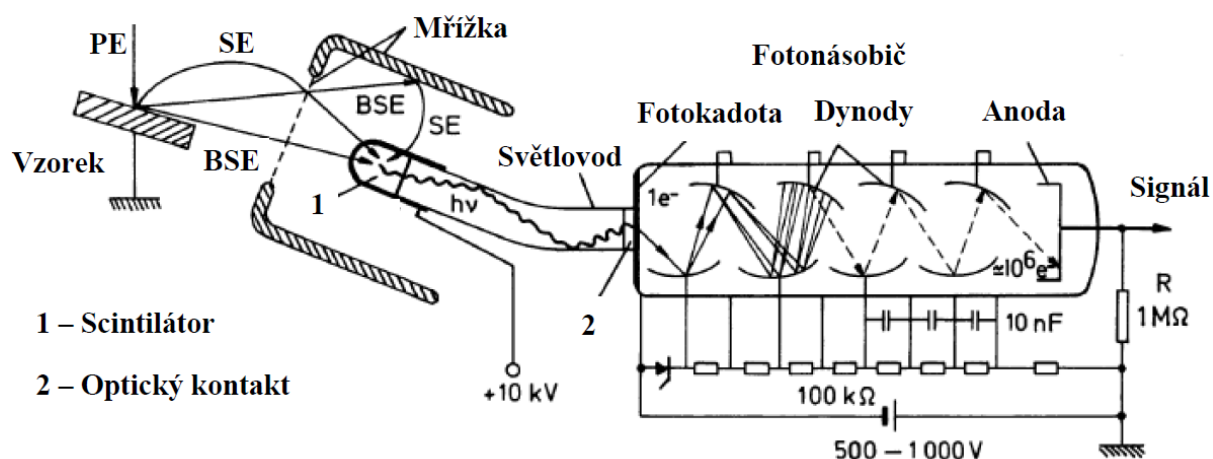
Obrázek 1.14: Graf rozložení intenzity signálu SE1 a SE2 v závislosti na vzdálenosti r od místa dopadu PE. FWHM značí pološířku píku (Full Width at Half Maximum). Převzato z [33].

Emisivita SE2 může být často vyšší než SE1 kvůli kaskádovitým srážkám BSE uvnitř interakčního objemu. Tyto srážky produkují větší počet SE2, které pronikají k povrchu vzorku a opouštějí ho. Obecně můžou SE2 snižovat laterální rozlišení detekovaného obrazu, kvůli laterálnímu rozšíření BSE generovaných v interakčním objemu. Výhodou signálu SE2 je, že mohou obsahovat informace o materiálovém kontrastu vzorku, protože jsou rozdíly v η často větší než v δ . Signál z SE2 také umožňuje vidět detaily z větší hloubky, než je úniková hloubka SE [33]. Signál z SE3 může zesilňovat SE2 signál a nést informace o materiálovém kontrastu vzorku. Obecně však zhoršuje laterální rozlišení stejně jako SE2.

1.2.2 Detektor typu Everhart-Thornley

Bez mála v každém SEM se dnes nachází detektor SE navržený na bázi detektoru typu E-T. Tento přístroj využívá scintilátor ke změně signálu elektronů na světlo. Světelný signál je dále přenášen světlovodem k fotonásobiči, který ho mění opět na signál elektronů. Tyto elektrony jsou následně použity k vytvoření obrazu na katodové trubici v souladu se svazkem PE skenujícím po vzorku. V dnešní době je už signál z fotonásobiče zpracováván digitálně.

V přední části detektoru je kovová mřížka, na kterou je přivedeno kladné elektrické napětí v řádech stovek voltů a funguje jako Faradayova klec (obrázek 1.15). Kladný potenciál na mřížce zasahuje až do oblasti vzorku a přitahuje SE, které jsou emitovány z povrchu vzorku. Množství světla generované scintilátorem je závislé od materiálu, ze kterého je scintilátor vyroben a od kinetické energie, se kterou na něj elektrony dopadnou [37]. Z tohoto důvodu je na scintilátor typicky přivedeno kladné napětí 10 kV. Všechny elektrony, které dopadají na scintilátor tak mají dostatečnou energii na emisi potřebného počtu fotonů. Kromě SE na scintilátor dopadají i BSE a SE, které vznikly po nárazu BSE do mřížky (SE3). Když je na mřížku přiveden záporný potenciál, tak jsou odpuzovány SE a jen BSE s vyšší energií se dostanou ke scintilátoru. Detektor typu E-T tak může sloužit pro méně efektivní detekci BSE. Detektory SE v SEM využívají převážně anorganické scintilátory, které emitují viditelné světlo. Mezi užívané materiály patří například krystaly s vysokou luminiscenční účinností: CRY 18, YAG:CE, YAP: CE, CsI:Tl a jiné [38].



Obrázek 1.15: Schematický řez detektorem typu E-T. Převzato z [39].

Emitované světlo je dále vedeno světlovodem od blízkosti vzorku k vakuové průchodce. Světlovody pro detekci SE jsou obvykle vyráběny ze skleněných tyčí (syntetické, křemenné) nebo plastových optických vláken (PMMA). Světlo je na základě úplného vnitřního odrazu vedeno světlovodem k přírubě vakuové komory mikroskopu. Příruba komory je osazena vakuovou průchodkou, kterou přechází světlovod nebo přírubou se sklíčkem, ke kterému je

světlovd přitlačen (optický kontakt). Tímto způsobem je světlo dostáváno ven z vakuové komory. Vedením světla dochází ke ztrátám signálu. Největší ztráty jsou způsobeny odrazem světla mezi dvěma rozhraními. Každé rozhraní může představovat ztrátu až 10 % signálu [2].

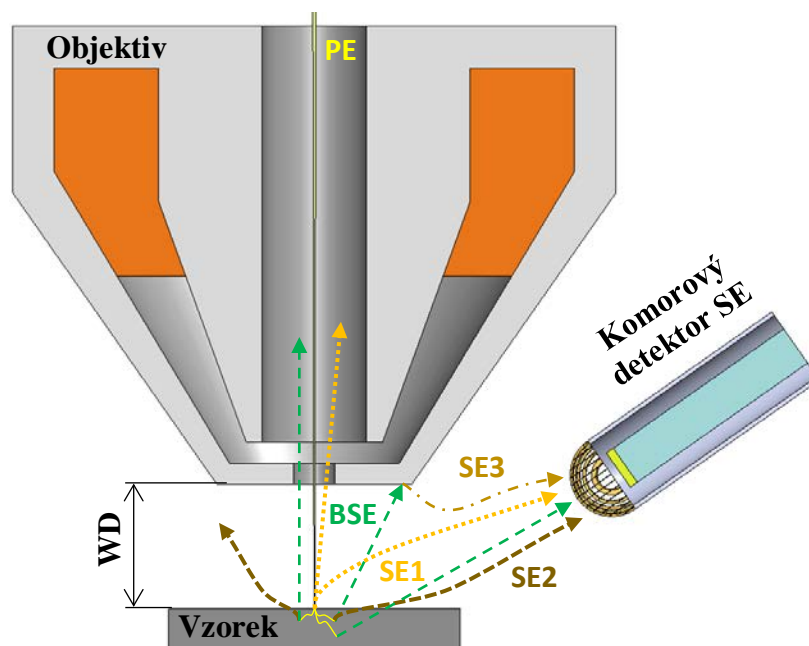
Fotonásobič je tvořen fotokatodou, sérii dynod a anodou. Po dopadu fotonů jsou z fotokatody emitovány elektrony s nízkou energií, které jsou urychleny k první dynodě. Po nárazu elektronů na povrch dynody jsou emitovány další sekundární elektrony, které jsou urychleny k druhé dynodě a celý proces je opakován. Z poslední dynody fotonásobiče je emitován signál elektronů s logaritmickým ziskem v řádu až 10^7 [40]. Tyto elektrony jsou sbírány anodou a výsledný elektrický signál je kabelem veden k ovládací detektorové kartě, která tvoří výsledný obrázek na obrazovce monitoru.

1.2.3 Komorové a tubusové detektory sekundárních elektronů

Detektory SE je možné umístit buď do oblasti mezi vzorkem a objektivem, nebo přímo do tubusu mikroskopu. Pokud je detektor situován v komoře a směřuje na jednu stranu vzorku, tak je nazýván komorový detektor (v anglické literatuře: „in-chamber“, „lower“). V případě, že je detektor umístěn do objektivu, či nad objektiv tubusu, tak se jedná o tubusový detektor (v anglické literatuře: „in-column“, „in-lens“, „through the lens“, „upper“).

Komorové detektory SE

Komorový SE detektor typu E-T přitahuje kladným potenciálem na mřížce SE emitované ze vzorku (obrázek 1.16). V závislosti od konstrukce detektoru a geometrického uspořádání je schopen detekovat 15 % až 30 % celkového signálu SE [5]. Slabá detekční účinnost je způsobena asymetrickou pozicí detektoru vůči vzorku, kdy jsou detekovány převážně pouze SE letící přímo směrem na mřížku detektoru. Navíc, při krátké pracovní vzdálenosti (WD – Working Distance), vletává mnoho SE zpátky do objektivu SEM a unikají elektrickému poli komorového SE detektoru [41]. Nízká účinnost komorového detektoru však není překážkou. Asymetrické upořádání detektoru v komoře vytváří obraz, ve kterém je topografie stínována nebo zvýrazněná v závislosti na relativní pozici detektoru a vzorku.



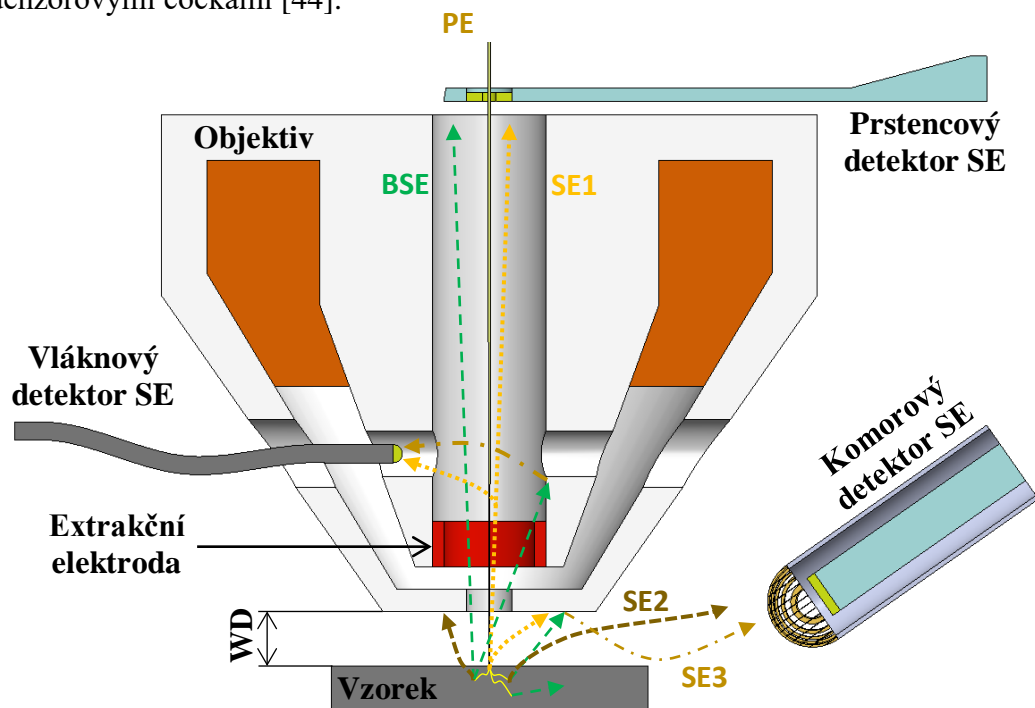
Obrázek 1.16: Schematická ilustrace kolekce různých SE a BSE komorovým detektorem typu E-T při WD větší než 7 mm. Vytvořeno v programu SolidWorks.

Horší vliv na obraz komorového SE detektoru má jeho široká škála kolekce SE. Komorové SE detektory přitahují kromě topografických SE1 a materiálových SE2 taky delokalizované SE3, které omezují rozlišení detektoru (obrázek 1.16). Je nutné podotknout, že na scintilátor dopadají také BSE, které taktéž snižují poměr signálu k šumu detektoru (SNR – Signal to Noise Ratio). U běžného komorového detektoru SE může přitom podíl SE3 s BSE tvořit víc než polovinu celkového signálu detektoru. To má za následek, že počet SE nesoucích informace o vzorku je nižší, je zhoršen SNR a details v obrazu mají nižší kontrast. Pro většinu aplikací je kvalita obrazu a velikost signálu z komorového E-T SE detektoru postačující. K dosažení lepšího rozlišení a kvality obrazu je potřebné eliminovat podíl SE3 a BSE v celkovém počtu detekovaných SE a snížit tak úroveň šumu detektoru.

Dalším podstatným negativem komorových detektorů SE je snižování jejich detekční účinnosti při zmenšování pracovní vzdálenosti. U běžných SEM se WD pohybuje v rozmezí od 10-15 mm a komorový detektor lze umístit nad vzorek, odkud efektivně sbírá SE1 až SE3 a BSE [42]. Pokročilejší SEM mají většinou pracovní vzdálenosti kratší než 10 mm, aby bylo možné dosáhnou menšího průměru svazku PE na rovině vzorku, a tudíž vyššího rozlišení. Problematické pro detekci SE komorovým detektorem mohou být v závislosti od geometrie objektivu a detektoru WD kratší než 7 mm (obrázek 1.17). Trajektorie SE v tomto případě začínají být geometricky stíněné objektivem a signál komorového detektoru je snižován [43]. Některé z nedostatků komorových SE detektorů byly vyřešeny jejich umístěním do tubusu.

Tubusové detektory SE

Umístěním detektorů SE do vnitřku elektronového tubusu je omezeno množství detekovaných SE3 a BSE, které snižují rozlišení detektoru. Jsou používány vláknové a prstencové scintilační tubusové detektory (obrázek 1.17), které se v principu funkce neliší od typu E-T. Vláknový detektor přechází otvorem (vrtáním) v pólovém nastavci objektivu a je umístěn do vzdálenosti přibližně 10 mm až 20 mm od osy objektivu. Prstencové tubusové detektory jsou souosé s tubusem a nacházejí se obvykle v prostoru mezi objektivovými a kondenzorovými čočkami [44].

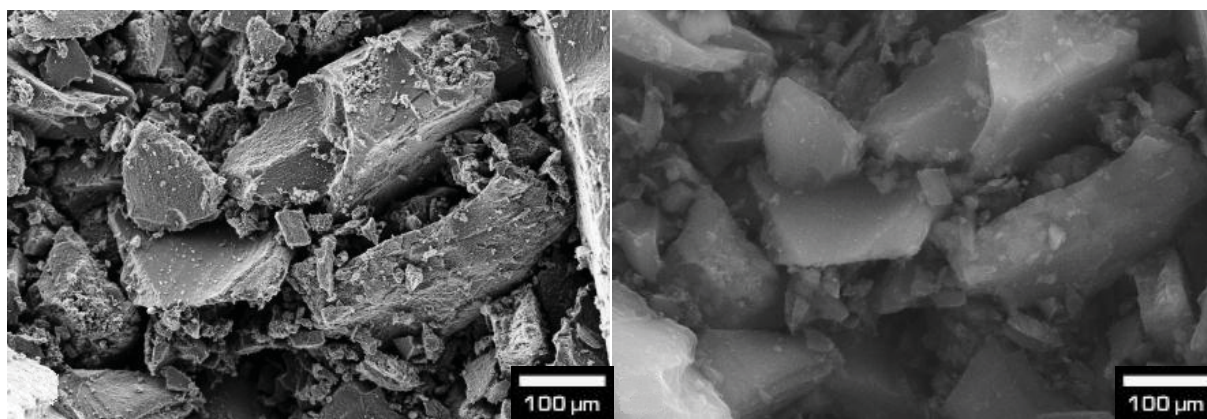


Obrázek 1.17: Schematická ilustrace kolekce SE a BSE pomocí tubusových detektorů při WD kratší než 7 mm. Vytvořeno v programu SolidWorks.

Vláknový detektor je tvořen scintilátorem, optickým vláknem (světlovod) a fotonásobičem, podobně jak je tomu u E-T detektoru. Od E-T se však liší v způsobu získávání SE. Namísto mřížky je použita extrakční elektroda, která je situována před koncem objektivu. Na extrakční elektrodu je přivedeno kladné napětí v řádu stovek až tisíců voltů, tak aby byly SE nasávány zpět do objektivu. Další rozdíl oproti komorovému detektoru je v menší velikosti scintilátoru a světlovodu. Vláknem je prostrčeno přes vrtání v pólovém nástavci objektivu, které má kvůli magnetickému poli objektivu malý průměr. Scintilátor má proto miniaturní rozměry a je náročnější na výrobu. Na scintilátor je přivedeno napětí kolem 10 kV, aby SE měly dostatečnou energii k emisi fotonů. Světlo generované dopadajícími SE je optickým vláknem vedeno k optickému spoji, kterým je opět okénko na přírubě nebo je vlákno vedeno ven z komory vakuovou průchodkou. Na vzduchové straně detektoru je fotonásobič, který světlo přemění na měřitelný elektrický signál.

Jiný způsob extrakce elektronů zpět do objektivu je využíván u prstencových tubusových detektorů. Imerzní čočka vytváří silné magnetické pole, které zasahuje do prostoru vzorku a urychluje SE zpět do tubusu po spirálových trajektoriích [45]. Další technikou používanou u prstencových tubusových detektorů je přivedení kladného elektrického napětí na vzorek. Elektrické pole ze vzorku pak urychluje emitované SE směrem do tubusu a dodává jim energii potřebnou pro generaci fotonů na scintilátoru. Některé tubusy obsahují také elektrostatické deflektory (Wienův filtr), které umožňují výběr detekovaných SE podle jejich energie [46]. Deflektory případně umožňují detekci BSE namísto SE. Ve všech uvedených případech realizace prstencových tubusových detektorů dopadají elektrony na scintilátor ve tvaru prstence sousedícího s tubusem a generují v něm světlo. Světelné záření je dále světlovodem vedeno k fotonásobiči, stejně jako u předchozích detektorů.

Tubusové detektory jsou v některých případech schopny detekovat až 80 % SE dostupných ze vzorku. Podíl SE3 mezi detekovanými elektrony je omezen jen na SE3, které jsou generovány nárazy BSE do vnitřních stěn tubusu. Tubusové detektory dosahují oproti komorovým detektorům vyššího topografického kontrastu v obrazu vzorku. Je tomu tak, protože SE1, které jsou generovány nejvíc v místě dopadu PE, jsou účinněji vtahovány do tubusu. Aplikace tubusových detektorů je zajímavá také v kombinaci s komorovými detektory. Tubusové detektory mají totiž vertikální a symetrický pohled na vzorek, zatímco komorový detektor je umístěn asymetricky na úrovni vzorku. Tubusové detektory nacházejí uplatnění také v Low-Voltage SEM [47], [48], kde dosahují oproti komorovým detektorům mnohem vyšší účinnost detekce SE, a tedy vyšší rozlišení a kontrast obrazu (obrázek 1.18).



Obrázek 1.18: *Paladium na uhlíkovém katalyzátoru. Vlevo: obrázek pořízený prstencovým tubusovým detektorem SE při urychlovacím napětí 1,6 kV. Vpravo: obrázek pořízený komorovým detektorem SE při urychlovacím napětí 20 kV. Převzato z [44].*

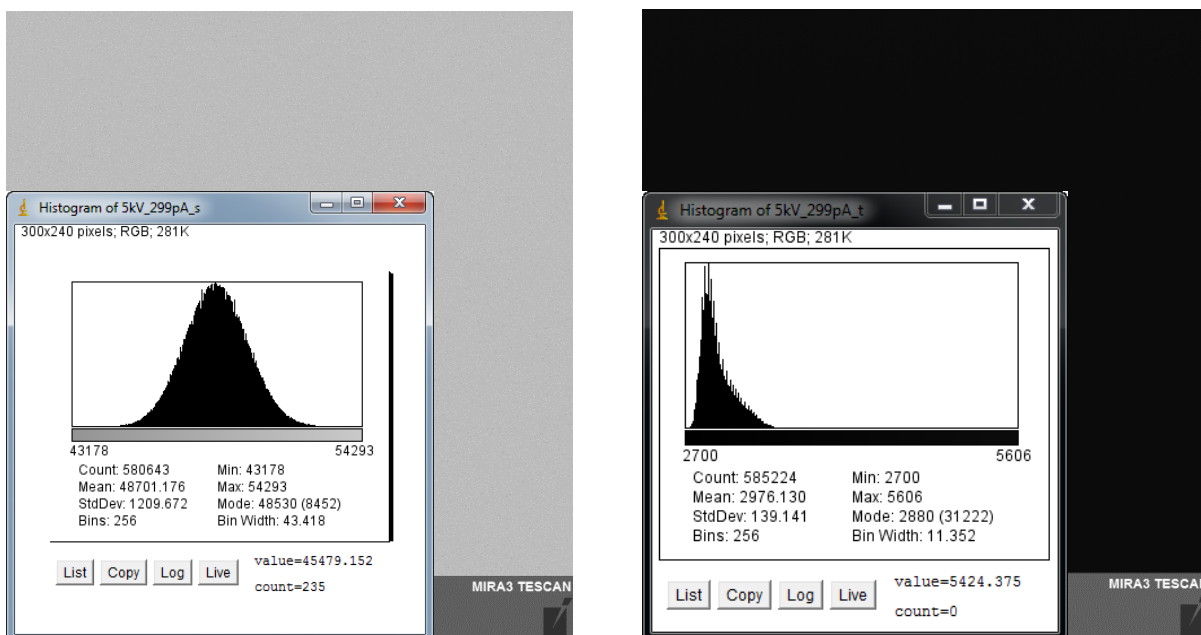
1.2.4 Měření účinnosti detektorů sekundárních elektronů

Existuje poměrně jednoduchá metoda k určování absolutní účinnosti detektorů SE. Jedná se o měření tzv. kvantové detekční účinnosti (DQE – Detective Quantum Efficiency), která je definovaná vztahem

$$DQE = \frac{\left(\frac{S}{N}\right)_{\text{exp}}^2}{\left(\frac{S}{N}\right)_{\text{teo}}^2}, \quad (1.4)$$

kde $\left(\frac{S}{N}\right)_{\text{exp}}$ je experimentální získaný poměr signálu k šumu detektoru (SNR) a $\left(\frac{S}{N}\right)_{\text{teo}}$ je předpokládaný teoreticky vypočítaný SNR dokonalého detektoru za stejných podmínek. Hodnota DQE je tudíž vždy menší než jedna a je bezrozměrná. Určuje jednoznačně účinnost detektorů a lze pomocí ní porovnávat různé detektory na tomtéž nebo na odlišných zařízeních [5]. K určení DQE je potřebné experimentálně změřit SNR obrázku získaného detektorem a taky určit jaká teoretická hodnota SNR odpovídá tomu stejnému obrázku.

Experimentální hodnotu SNR lze dostat z obrázků, na kterých nejsou žádné topografické nebo materiálové charakteristiky vzorku. Je používán například leštěný hliník nebo křemíkový wafer (substrátový disk). Jsou vytvořeny dva obrázky, první při daném proudu I_{PE} svazku PE a druhý při vypnutém proudu I_{PE} . První obrázek by měl mít uniformní šedou barvu, protože vzorek neobsahuje žádné prvky a jediné změny signálu jsou způsobovány šumem. Druhý obrázek je tmavý, protože nejsou detekovány žádné signální elektrony. Pokud je ve vhodném softwaru (např. ImageJ, Fiji) vytvořen histogram šedých a tmavých pixelů obou obrázků, tak i na tmavém obrázku lze pozorovat signál způsobený vlastním šumem detektoru (obrázek 1.19). Výsledný signál S je vypočítán jako rozdíl středních hodnot intenzity („Mean“) obou histogramů. Šum N detektoru je dán variací pixelů z histogramu prvního šedého obrázku („StdDev“) [49].



Obrázek 1.19: Obrázky s histogramy pro určení experimentální hodnoty SNR detektoru. Vlevo je šedý a vpravo tmavý obrázek s histogramem vysoce naleštěného hliníkového vzorku. Převzato a upraveno z [49].

Teoretickou hodnotu SNR lze určit z počtu N signálních SE generovaných za čas τ . Čas τ je doba, po kterou zůstává svazek PE nad jedním bodem vzorku, aby vytvořil jeden pixel v obrázku (dwell time). Pokud je známý I_{PE} ve svazku a koeficient výtěžnosti SE δ , tak lze N vypočítat jako

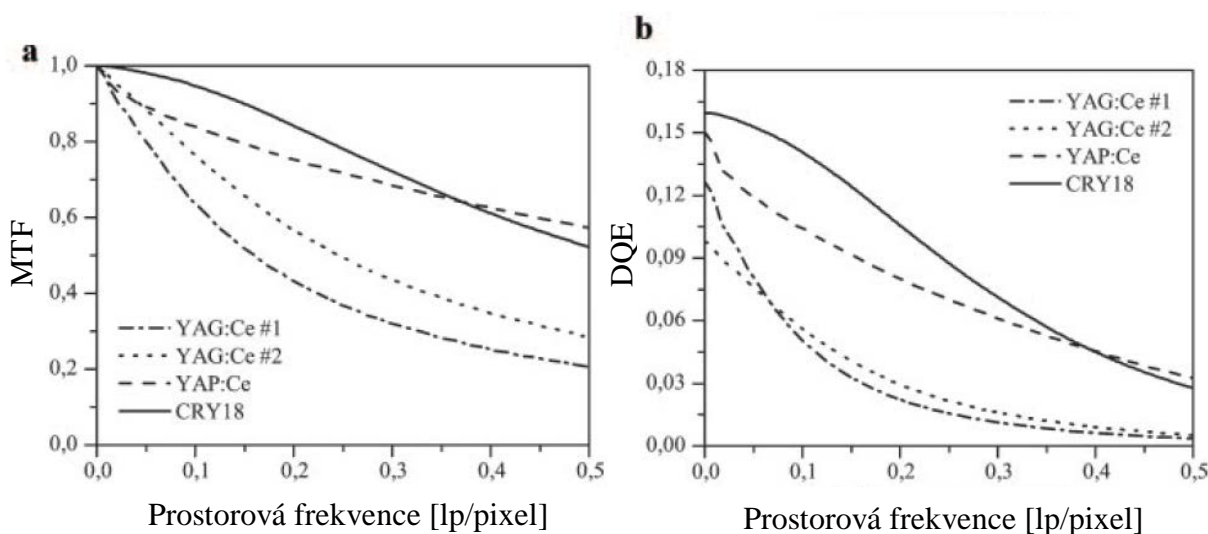
$$N = \frac{I_{PE} \cdot \tau \cdot \delta}{e}, \quad (1.5)$$

kde e je elementární náboj. Protože jsou pixely v obraze nezávislé a navzájem nekorelované, lze aplikovat pravidla Poissonovy statistiky [5]. Proto, pokud je N průměrný počet SE na pixel, tak očekávaná variance je \sqrt{N} a tedy lze teoretickou hodnotu SNR určit vztahem

$$\left(\frac{S}{N}\right)_{\text{teo}} = \frac{N}{\sqrt{N}} = \sqrt{N} = \sqrt{\frac{I_{PE} \cdot \tau \cdot \delta}{e}}. \quad (1.6)$$

U detektorů SE typu E-T dochází ke snižování DQE v důsledku šumu temného proudu a termálního šumu fotonásobiče. Dále také kvůli ztrátám signálu na rozhraních mezi světlovodem a fotonásobičem, kvůli nedokonalým optickým kontaktům a odrazům na rozhraních.

V SEM praxi je k určování účinnosti detektorů používána také metoda počítání funkce přenosu modulace (MTF – Modulation Transfer Function). Metoda počítání MTF je poněkud složitější a spočívá ve znalosti časově proměnlivého vstupního a výstupního signálu detektoru. Vstupní signál představuje proud elektronů emitovaných nebo odražených ze vzorku. Výstupní signál je tvořen napětím na výstupu detektoru (fotonásobiči) [50]. Charakterizace detektorů pomocí MTF určuje, jak silně jsou zaznamenány různé prostorové frekvence v obraze. Hodnota MTF je bezrozměrné číslo od nuly do jedničky, kde hodnota jedna přináší dokonalému detektoru (obrázek 1.20). Prostorová frekvence může být udávána v jednotkách dvojice čar na vzdálenost, avšak v digitálních systémech je vhodnější použití jednotky dvojice čar na pixel – lp/pixel (line pair). Charakteristika MTF s větší plochou pod křivkou představuje vyšší průměrnou hodnotu kontrastu, a tudíž má detektor lepší schopnost přenosu kontrastu pro vyšší rozsah úrovní detailů.



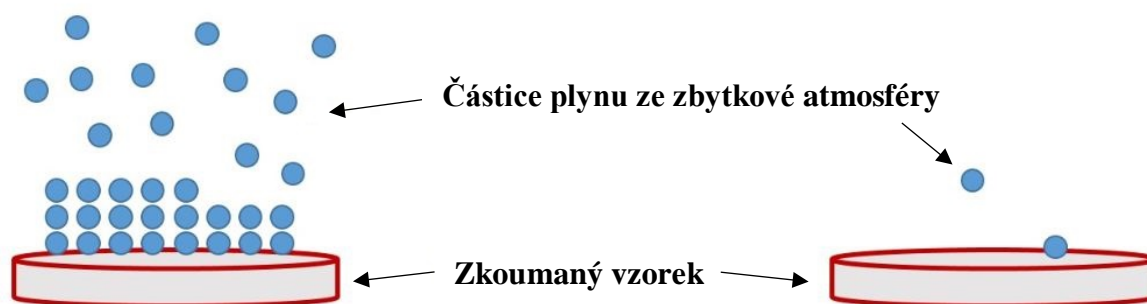
Obrázek 1.20: MTF (a) a DQE (b) různých scintilačních materiálů ve čtyřech SEM detektorech. YAG:Ce#2 má oproti YAG:Ce#1 nižší koncentraci center defektů. Převzato a upraveno z [50].

1.3 Aparatura UHV SEM projektu Amispec

Cílem jednoho z pracovních balíčků projektu Amispec je vybudování komplexní modulární ultravakuové aparatury. Tato modulární aparatura má kombinovat ultravakuový SEM s ultravakuovým rastrovacím sondovým mikroskopem (UHV SPM – Scanning Probe Microscope) pracujícím při tlaku v řádu 10^{-8} Pa. Aparatura UHV SEM byla od roku 2012 vyvíjena v laboratořích firmy TESCAN Brno, s.r.o., ve spolupráci s Ústavem fyzikálního inženýrství FSI VUT a Ústavem přístrojové techniky AV ČR, v.v.i. Byl vyroben funkční vzorek a funkční prototyp aparatury. Funkční prototyp aparatury bude předán k užívání Ústavu fyzikálního inženýrství. V dalších podkapitolách je vysvětlena motivace pro UHV, dále je stručně popsán funkční prototyp aparatury UHV SEM a jeho možné aplikace.

1.3.1 Motivace pro UHV

Pro studium povrchových vlastností materiálů na atomární úrovni je nezbytné, aby povrch zkoumané látky zůstal neporušen po celou dobu trvání experimentu. To znamená, že vzorek nesmí být kontaminován částicemi plynu z okolité zbytkové atmosféry. Měření zahrnující použití technik SPM přitom můžou trvat až několik hodin. V praxi se běžně udává, že při tlaku řádově 10^{-4} Pa (vysoké vakuu) dojde ke kontaminaci vzorku monovrstvou plynu ze zbytkové atmosféry za několik sekund. Každé snížení tlaku o jeden řád prodlužuje dobu vytvoření monovrstvy kontaminace zhruba o jeden řád. Ultravakuu je definováno jako mezní tlak zbytkové atmosféry ve vakuové komoře v rozmezí od 10^{-7} Pa do 10^{-10} Pa [51]. Při UHV je tak teoreticky možné pozorovat povrch vzorku bez kontaminace až po dobu desítek hodin (obrázek 1.13).



Obrázek 1.21: Znárodnění kontaminace zkoumaného vzorku částicemi plynu ze zbytkové atmosféry ve vysokém vakuu (vlevo) a ultravakuu (vpravo). Převzato a upraveno z [52].

Další motivace pro UHV spočívá v tvorbě a úpravě nanostruktur. Při tvorbě nanostruktur pomocí depozičních technik (MBE – Molecular Beam Epitaxy), jakými jsou například efuzní cely, je kritická střední volná dráha deponovaných částic. Střední volná dráha ve vakuové komoře je důležitá také při úpravě nanostruktur pomocí fokusovaného iontového svazku (FIB – Focused Ion Beam) a systému vstřikovávání plynů (GIS – Gas Injection System) nebo pozorování pomocí technik jakými jsou hmotnostní spektroskopie sekundárních iontů (SIMS – Secondary Ion Mass Spectroscopy) či spektroskopie Augerových elektronů a jiné. Střední volná dráha udává vzdálenost, kterou částice urazí vakuem mezi srážkou s částicí plynu ve zbytkové atmosféře. Srážkám mezi částicemi je nutné zamezit z důvodu jejich interakce a odrazu, resp. odchylky od původní trajektorie. Pro střední volnou dráhu platí, že rovněž roste přímo úměrně s klesajícím tlakem.

1.3.2 Funkční prototyp aparatury UHV SEM

Komplexní modulární aparatura UHV SEM v sobě kombinuje rastrovací elektronový mikroskop s rastrovacím sondovým mikroskopem. Ve firmě TESCAN byl překonstruován elektronový tubus z klasického mikroskopu na speciální UHV kompatibilní tubus. Tento elektronový tubus byl osazen na ultravakuovou komoru, která umožňuje připojení mnoha technik a poskytuje prostor pro různé aplikace. Současně se SEM pozorováním lze uskutečňovat měření pomocí UHV kompatibilního SPM.

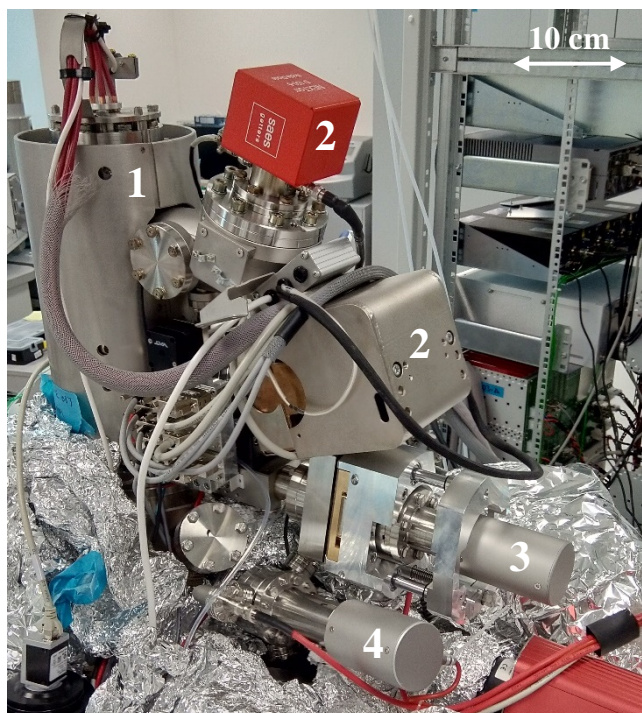
UHV kompatibilní elektronový tubus

Aparatura UHV SEM používá elektronový tubus se Schottkyho katodou. Elektronový tubus byl přizpůsoben tak, aby bylo možné jednotlivé komponenty ohřívat až na 120 °C. Jedním z hlavních rozdílů prototypu UHV tubusu, oproti klasickému tubusu, je připojení k UHV komoře prostřednictvím ultravakuové příruby. Ultravakuové příruby jsou utěšňovány pomocí plochých měděných kroužků, namísto těsnícího kroužku z pryže. V tabulce 1.1 jsou uvedeny základní pracovní parametry UHV elektronového tubusu.

Tabulka 1.1: Základní specifikace UHV kompatibilního elektronového tubusu.

Urychlovací napětí U_{PE} svazku PE	200 V až 30 kV
Zvětšení	1 x až 1 000 000 x (při $U_{PE} = 30$ kV)
Proud ve stopě elektronového svazku	200 nA až 2 pA
Rychlost snímání obrazu (dwell time)	20 ns/pixel až 10 ms/pixel

Elektronový tubus je vybaven prstencovým tubusovým detektorem BSE a vláknovým tubusovým detektorem SE, který je předmětem této diplomové práce.

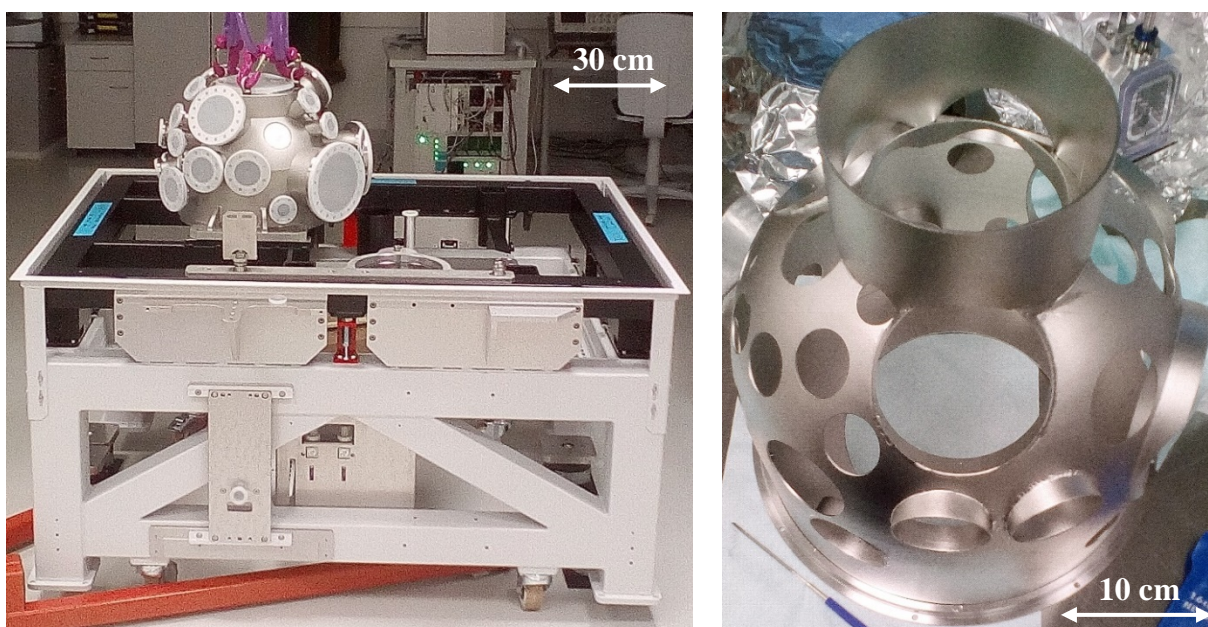


Obrázek 1.22: Fotografie prototypu UHV kompatibilního elektronového tubusu:

1 – elektronový tubus, 2 – iontové vývěvy, 3 – tubusový detektor BSE, 4 – tubusový detektor SE.

Ultravakuová komora s manipulátorem vzorku

Aparatura funkčního prototypu UHV SEM obsahuje vícero ultravakuových komor. Hlavní a největší z komor je analytická komora, která má hemisférický tvar a umožňuje seshora zabudování elektronového tubusu. Ke spodní přírubě analytické komory je přimontován manipulátor vzorku. Dále jsou na ni osazeny všechny mikroskopické a analytické techniky (podkapitola 1.3.3) tak, že jimi lze současně pozorovat stejný bod vzorku. Tento bod koincidence je v komoře umístěn 9 mm pod objektivem. Analytická komora je přišroubována k mohutnému rámu s maximální nosností 1,6 t. Rám obsahuje aktivní antivibrační systém, a navíc je vysypán pískem pro zvýšení celkové tuhosti aparatury. Nohy rámu jsou pro dodatečné snížení přenosu vibrací z okolí položeny na pasivním vzduchovém odpružení. Do vnitřku komory je vloženo magnetické stínění z materiálu mu-metal, které udržuje velikost statického magnetického pole ve středu komory pod $0,5 \mu\text{T}$ (obrázek 1.23).

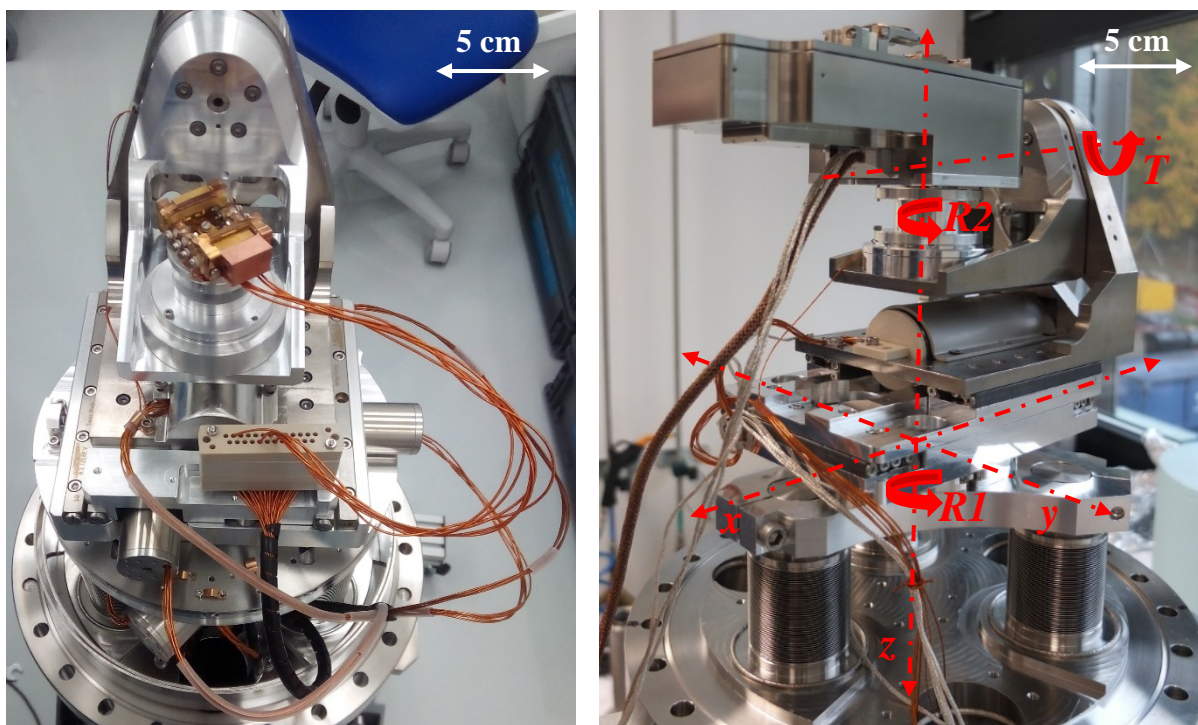


Obrázek 1.23: Fotografie analytické UHV komory nad antivibračním rámem (vlevo) a magnetického stínění UHV komory (vpravo).

K analytické komoře je dále připojena zakládací a preparační komora. Obě přídavné komory jsou s analytickou komorou přepojeny UHV deskovými ventily a magnetickými tyčemi. Pomocí tyčí lze přesouvat vzorek z jedné komory do druhé bez nutnosti zavzdušnění komor. Pro dosažení UHV je totiž nevyhnutelné tzv. vypečení komory, kdy je povrch komory a celé aparatury omotán topnými pásy, které aparaturu zahřívají na zhruba $120 \text{ }^\circ\text{C}$. Vypékáním aparatury dochází k desorpci vodních par z vnitřního povrchu a tento proces může trvat i několik dní. Zakládací komora obsahuje navíc zásobník se sedmi polohami pro paletku se vzorkem a dvěma polohami pro odplynování a temperování vzorku. Více informací o zásobníku a držáku paletky lze najít v diplomové práci Ing. Tomáše Axmana, který je navrhnul a vyvíjel [53].

Pro tvorbu a pozorování nanostruktur je nevyhnutelné vzorkem (případně SPM) pohybovat, otáčet a naklápět v různých osách a směrech tak, aby bylo možné použít techniky potřebné pro dané aplikace. Pro aparaturu UHV SEM byl vyvinut manipulátor se šesti stupni volnosti. Jsou to lineární posuvy v osách x , y a z , velká rotace $R1$ a malá rotace $R2$ o 360° kolem osy z a naklánění T (tilt) o 55° . K manipulátoru je možné přichytit držák paletky se vzorkem nebo SPM. Držák paletky umožňuje tvorbu a charakterizaci nanostruktur pomocí vysokoteplotních

a kryogenních aplikací. Osa z , $R1$, $R2$ a T jsou poháněné krokovými motory. Malá rotace $R2$ funguje na bázi piezoelektrického jevu a umožňuje přesné otáčení. Pohyb os x a y je uskutečněn pomocí piezoaktuátorů nebo krokových motůrků, které otáčejí UHV kompatibilními kuličkovými šrouby s maticemi (obrázek 1.24).



Obrázek 1.24: Fotografie manipulátoru vzorku/SPM. Vlevo je k manipulátoru přichycen držák paletky a pohyb os x, y je poháněn pomocí krokových motůrků s kuličkovými šrouby. Vpravo je k manipulátoru přichycen SPM a pohyb os x, y je poháněn pomocí piezoaktuátorů.

UHV kompatibilní SPM a kryogenní systém

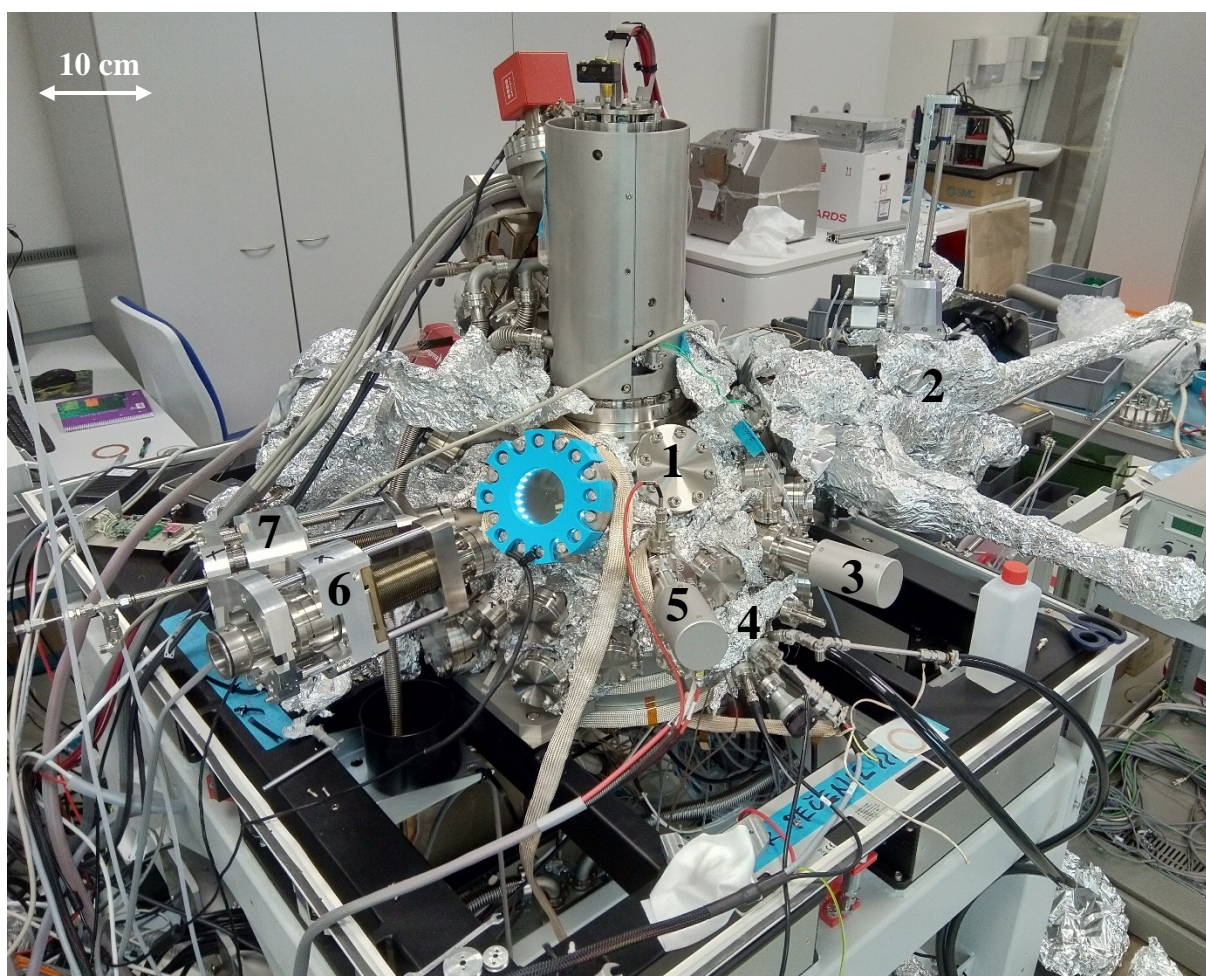
Výhodou kombinace SEM a SPM je, že s pomocí SEM lze zajistit rychlou lokalizaci místa, které chce uživatel detailněji analyzovat. Pomocí komerčního skeneru a piezoaktuátorů zabudovaných v těle SPM může pak být vytvořena 3D analýza s velkým rozlišením. Navržený UHV SPM je opatřen několika nosiči sond. Ty jsou vkládány do držáku na hlavě mikroskopu a na nosiči se nachází sedm elektrických kontaktů, které lze využívat pro širokou škálu sond. Do nosiče je možné vkládat sondy založené na křemenných ladičkách (Tuning fork, qPlus), komerční sondy Akiyama a sondy s kovovými hroty [54]. Mikroskop tak zajišťuje širokou škálu módů. Módy skenovací tunelovací mikroskopie (STM – Scanning Tunneling Microscopy) a mikroskopie atomárních sil (AFM – Atomic Force Microscopy) umožňují měřit topografii vzorku, zatímco kovové hroty umožňují mikroskopii magnetických sil (MFM – Magnetic Force Microscopy). K mikroskopu byl vyvinut předzesilovač, který se skládá ze dvou částí. UHV kompatibilní část se nachází ve vnitřku SPM tak, aby byla délka drátů mezi sondou a zesilovačem co nejkratší, a tudíž byl omezen útlum signálu z hrotu. Druhá část zesilovače je umístěna na vnější straně UHV elektrické průchodky a provádí další zpracování elektrických signálů [54]. Celý UHV SPM byl pro funkční prototyp aparatury UHV SEM vyvinut týmem z Ústavu fyzikálního inženýrství VUT.

K aparatuře UHV SEM lze připojit chladicí systém sestavený z průtokového kryostatu tekutého helia (LHe) nebo tekutého dusíku (LN₂), Dewarovy nádoby, prepouštěče kryokapalin a systému pro tlakování Dewarovy nádoby. Průtokové kryostaty jsou vyrobeny z bezkyslíkaté mědi a jejich spoje jsou tvořeny technologií tvrdého pájení (AgCu pájka)

ve vakuové peci. Mezních teplot výměníků (cca 4,5 K pro LHe a 78 K pro LN₂) lze bez připojené tepelné zátěže dosáhnout v rozmezí 10 minut [54]. Tepelná zátěž je k tepelnému výměníku přivedena prostřednictvím měděného pletence, který ho tepelně vodivě přepojuje s držákem paletky se vzorkem. Koncovky měděných pletenců jsou pájeny metodou lokálního ohřevu elektronovým svazkem a jsou elektricky odizolovány od držáku vzorků. Chladicí systém LHe a LN₂ byl pro funkční prototyp aparatury UHV SEM vyvinut týmem z Ústavu přístrojové techniky AV ČR.

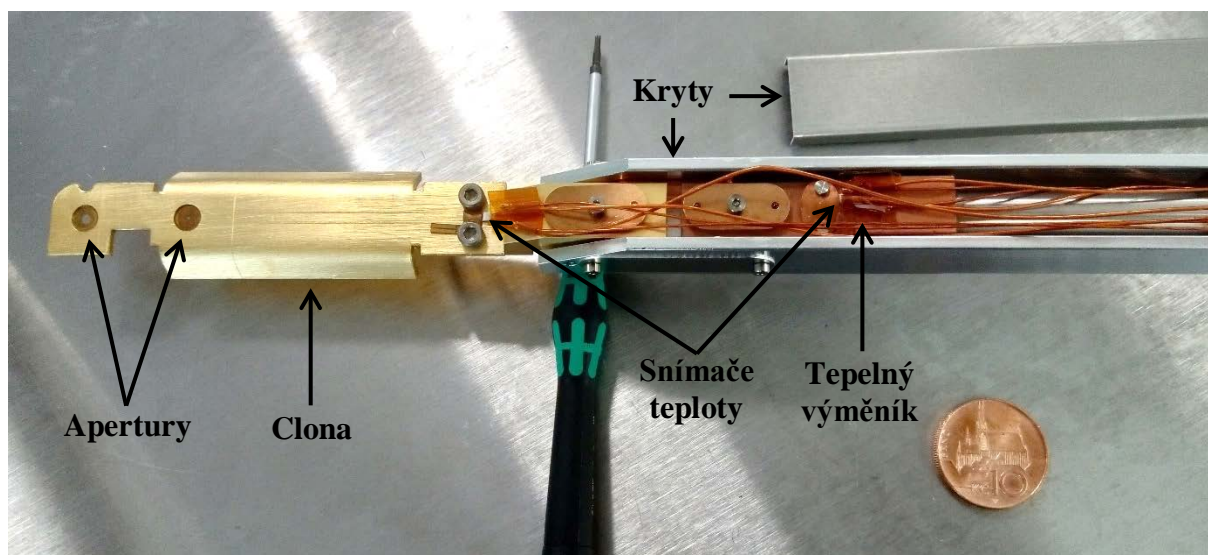
1.3.3 Aplikace aparatury UHV SEM

Současný stav funkčního prototypu aparatury UHV SEM (obrázek 1.25) umožňuje aplikací z oblasti tvorby a charakterizace nanostruktur in-situ. K analyzační komoře jsou připojeny komorové detektory SE, polohovatelný komorový detektor BSE, efuzní cela pro depozici krystalického GaN a polohovatelná clona objektivu. Nanostrukturny lze tvořit depozicí atomárních svazků materiálu z efuzních cel na vzorek. Efuzní cely představují metodu epitaxe z molekulárních svazků (MBE – Molecular Beam Epitaxy). Metodou MBE lze tvořit vrstvy deponovaného krystalu na substrátu. Substrát lze pomocí elektrických kontaktů na držáku paletky ohřívat až na 400 °C nebo chladit průtokovým LHe/LN₂ kryostatem na teplotu 20 K. Teplota substrátu ovlivňuje módy růstu deponovaných nanostruktur.



Obrázek 1.25: Fotografie současného stavu funkčního prototypu aparatury UHV SEM: 1 – analytická komora s elektronovým tubusem, 2 – základní komora se zásobníkem vzorků, 3 – komorový E-T detektor SE, 4 – efuzní cela, 5 – upravený komorový E-T detektor SE, 6 – polohovatelný komorový detektor BSE, 7 – polohovatelná clona objektivu.

V praxi je často jako substrát používán Si (111) 7x7, který je žhán na teploty až 1200 °C. Žháním vzorku jsou z povrchu substrátu desorbovány oxidy a nitridy. Aparatura UHV SEM umožňuje pomocí polohovatelné clony objektivu pozorování žhání substrátu in-situ. Clona je součástí s objektivem a chrání ho před tepelnou radiací ze zahřátého vzorku. Ke chlazení clony lze použít zabudovaný tepelný výměník, kterým protéká voda nebo LN₂. Pomocí dvou odporových snímačů teploty PT100 lze měřit teplotu na cloně a na tepelném výměníku. V případě kryogenických aplikací na vzorku tvoří clona objektivu štít před tepelným zářením z objektivu SEM. Clona objektivu má dvě pozice osazené aperturami s průměrem 2 mm a 0,8 mm pro různý stupeň stínění objektivu (obrázek 1.26). Návrh a vývoj clony byl předmětem bakalářské práce autora [39].



Obrázek 1.26: Fotografie funkčního prototypu clony objektivu UHV SEM.

Funkční vzorek aparatury UHV SEM obsahuje navíc iontové dělo (FIB) a elektrostatický hemisférický analyzátor pro metodu AES. Aplikace funkčního vzorku UHV SEM jsou tím rozšířeny o možnost modifikace vzorků (odprašování, řezání a jiné) metodou FIB a analýzu tenkých vrstev metodou AES. Kombinace FIB a AES umožňuje odprašení vrchních vrstev povrchu vzorku iontovým dělem a následnou chemickou analýzu pomocí AES.

K charakterizaci nanostruktur lze u obou aparatur UHV SEM použít detektory SE a BSE. Byly navrženy a vyrobeny komorové detektory SE typu E-T. Polohovatelný komorový detektor BSE s prstencovým scintilátorem. Dále polohovatelný tubusový detektor BSE, který je umístěn nad objektivem a vláknový tubusový detektor, který je umístěn v objektivu. Každý z detektorů je vhodný pro odlišné aplikace a jejich kombinace se vzájemně doplňuje. Konstrukčním návrhem zmiňovaného tubusového detektoru SE se zabývá druhá, návrhová část.

2 Návrhová část

Druhá část této diplomové práce je věnována návrhu tubusového detektoru sekundárních elektronů pro aparaturu UHV SEM. Jedná se o ultravakuově kompatibilní vláknový detektor, který funguje na principu scintilačního detektoru typu Everhart-Thornley. V úvodu návrhové části práce je pojednáváno o vývojových výzvách, dále je představen konstrukční návrh tubusového detektoru SE a v závěru této části je popsána úprava komorového detektoru SE.

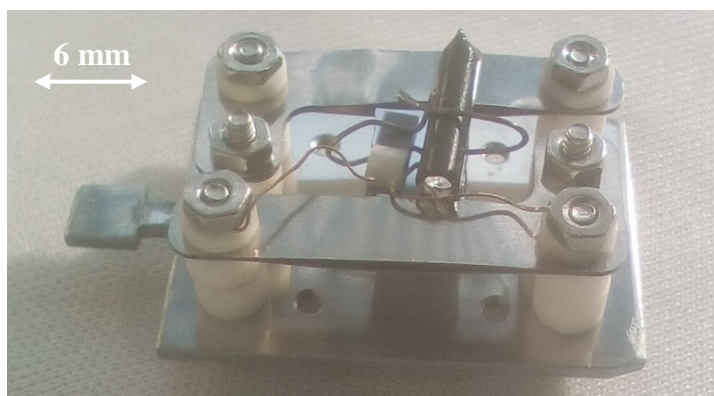
2.1 Vývojové výzvy

Navrhovaný detektor SE musí fungovat v ultravakuu, proto musí být všechny jeho komponenty UHV kompatibilní. To s sebou nese výzvy, které bylo v počáteční fázi vývoje detektoru nutné zdolat. Hlavní výzvou byla volba optického vlákna a jeho způsob utěsnění.

2.1.1 Výběr optického vlákna

Jak už bylo zmiňováno v předchozím textu, navrhovaný tubusový detektor je vláknový. Namísto hrubšího a pevného světlovodu je v něm použito tenší a ohebné optické vlákno. Protože je celá aparatura UHV SEM vypékána na 120 °C, tak musí být i navrhovaný detektor vypékatelný (kromě fotonásobiče). Optické vlákno používané u komerčních vláknových detektorů je většinou z běžného plastu a nevydrží teplotu 120 °C. Respektive by se částice plastu s vysokým tlakem nasycených par začaly při této teplotě a tlaku nadměrně odpařovat (plynit). Plynění by mělo za následek zhoršení vakua v komoře a mohl by jím být kontaminován objektiv UHV SEM.

Z těchto důvodů bylo jako světlovod zvoleno vysokoteplotně odolné optické vlákno, které má při normálních atmosférických podmínkách výrobcem udávanou tepelnou odolnost 150 °C po dobu 5 000 hodin [55]. Optické vlákno je složeno z jádra a pláště. Jádro je vyrobeno z reaktoplastické (termoset) akrylické živice a má průměr 1,5 mm. Plášť vlákna je vyroben z fluor-etylen-propylenu (FEP) a má vnější průměr 2,2 mm. Dle databáze plynění materiálů NASA je FEP elektrický izolant vhodný do vakua [56]. Nebylo však známo plynění FEP v plášti za zvýšené teploty. Proto bylo provedeno měření plynění optického vlákna. Byl uříznut asi 1 mm dlouhý vzorek optického vlákna, který byl spolu se snímačem teploty PT100 přichycen k paletce s ohřevem (obrázek 2.1). Paletka byla umístěna do zakládací komory funkčního vzorku aparatury UHV SEM a zahřáta na teplotu 150 °C. Počáteční tlak v komoře byl $1,0 \cdot 10^{-5}$ Pa a po 12 minutách ohřívání stoupl tlak na $1,7 \cdot 10^{-5}$ Pa.



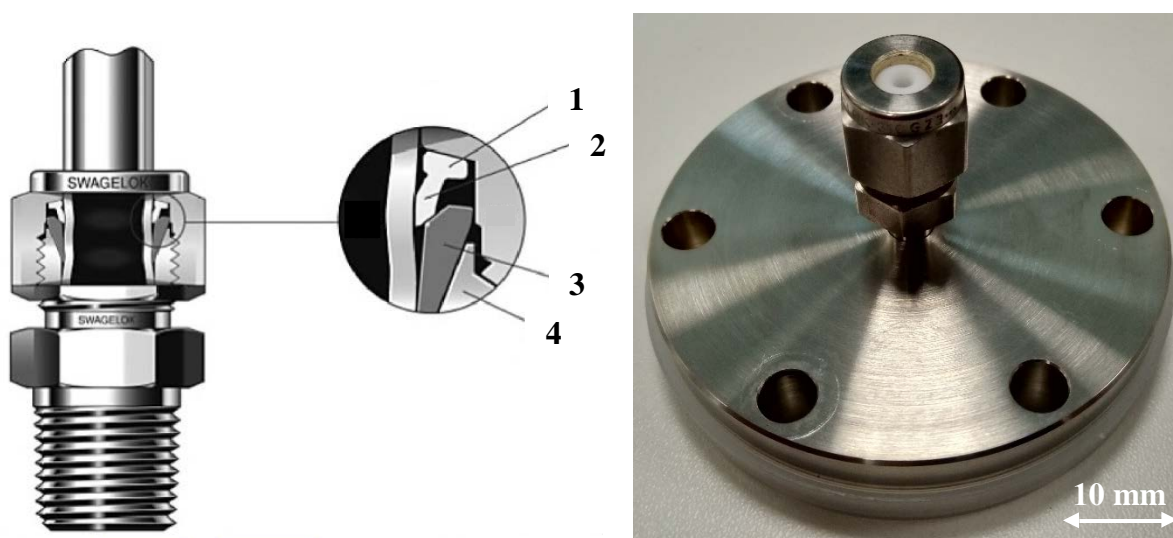
Obrázek 2.1: Fotografie optického vlákna a snímače teploty přichycených k paletce s ohřevem. Testovaný plášť vlákna z FEP má černou barvu.

Z měření bylo možné usoudit, že obal z plastu FEP je kompatibilní do vysokého vakua a do teploty 150 °C. Nebylo však vyloučeno jeho plynění při dlouhodobém použití v ultravakuu a opakovaném vypékání. Proto bylo rozhodnuto, že bude plášť z optického vlákna sloupán po celé délce vlákna. Oloupáním vlákna vzniká nutnost stínit ho před světlem v komoře a hrozí větší riziko jeho poškrábání. Nicméně, riziko kontaminace vnitřku objektivu mělo při závěrečné volbě optického vlákna větší váhu.

2.1.2 Způsob utěsnění optického vlákna

U komorového UHV detektoru SE je pevný tyčový světlovod dotlačen k ultravakuové přírubě se sklíčkem. Z druhé, vzduchové strany, je ke sklíčku přitlačen fotonásobič a tím je vytvořen optický spoj. Na každém rozhraní mezi světlovodem a fotonásobičem však dochází ke ztrátám signálu v důsledku odrazu světla. U vláknových detektorů určených do vysokého vakua lze optické vlákno utěsnit pomocí pryžových O-kroužků a dotlačit konec vlákna přímo k fotonásobiči na vzduchové straně. Ultravakuová verze vláknového SE detektoru tuto možnost vylučuje z důvodů nedostatečného těsnění pryže v UHV. Možnost použití příruby se sklíčkem by u vlákna s průměrem 1,5 mm byla neefektivní, a navíc by vznikaly problémy s dotlačováním vlákna k okénku.

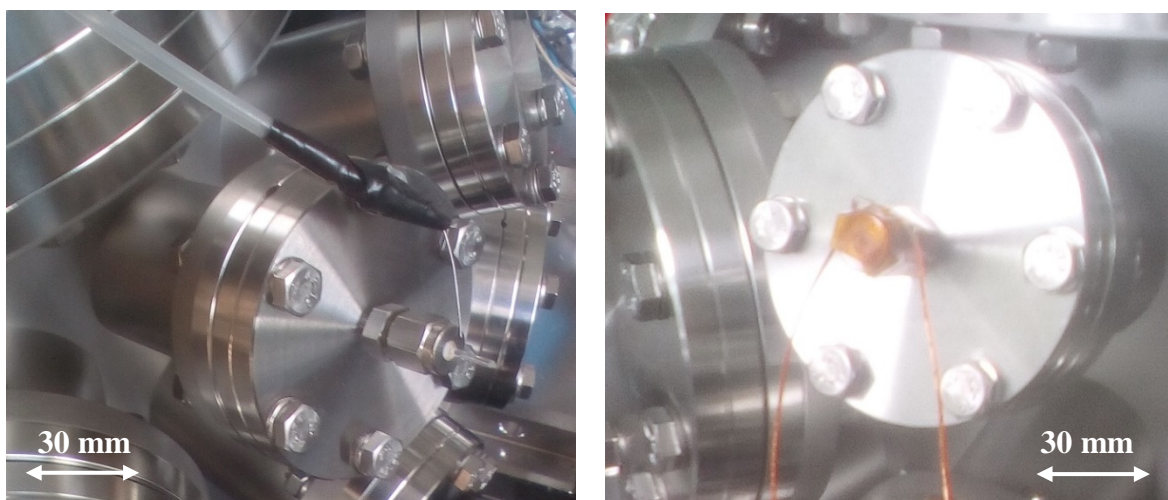
Pro utěsnění optického vlákna byl z výše uvedených důvodů použit odlišný způsob. Byla použita metoda, kterou jsou například utěšňovány vlákna pro zavádění laserového světla do UHV systémů [57] nebo dutá vlákna pro vstřikování plynů, tzv. NanoGIS [58]. Tato metoda spočívá v použití UHV průchodky tvořené šroubením Swagelok³ přivařeným ke středu nerezové příruby s otvorem. Byla zvolena příruba s označením DN40CF s přivařeným 1/8" šroubením Swagelok z nerezové oceli. Šroubení funguje na principu komprese dvou nerezových ferulí. Přední ferule tvoří těsnění mezi tělem šroubení a vnějším průměrem trubky, zatímco zadní ferule svírá po dotáhnutí matice trubku radiálně (obrázek 2.2). Namísto nerezových ferulí byly z teflonové tyče vyrobeny ferule se stejnými vnějšími rozměry a s dírou o průměru 1,6 mm vyvrtanou skrz jejich osu.



Obrázek 2.2: Fotografie UHV průchodky pro utěsnění optického vlákna (vpravo) a princip těsnění ferulí ve šroubení Swagelok (vlevo): 1 – zadní ferule, 2 – bod ohybu, 3 – přední ferule, 4 – tělo šroubení. Převzato a upraveno z [59].

³ Swagelok a Teflon jsou obchodní názvy, které jsou použity v této diplomové práci jen pro identifikaci [57].

Optické vlákno je vedeno z ultravakua skrz otvor v přírubě a šroubení na vzduchovou stranu. Dotažením matice na šroubení Swagelok sevrou teflonové ferule povrch vlákna a vytvoří UHV těsný spoj. Tento spoj je rozebíratelný, poměrně levný a opakovatelný. Funkčnost spoje byla otestována heliovým hledáčkem netěsností a analyzátozem reziduálních plynů (RGA – Residual Gas Analyzer) v komoře. Test proběhl úspěšně při tlaku v řádu 10^{-8} Pa v preparační komoře funkčního vzorku aparatury UHV SEM. Problematická by mohla být těsnost spoje po vypečení komory na 120 °C. Proběhl experiment, při kterém byl ke šroubení přilepen teplotní snímač a průchodka byla v pravidelných intervalech zahřívána horkovzdušnou pistolí na teplotu kolem 150 °C (obrázek 2.3). Po každém ohřátí byla provedena zkouška těsnosti průchodky heliovým hledáčkem. Test těsnění spoje po opakovaném vypékání dokázal, že vláknová průchodka se šroubením Swagelok představuje vhodný způsob utěsnění optického vlákna navrhovaného tubusového detektoru.



Obrázek 2.3: Fotografie testu těsnosti ultravakuové průchodky s optickým vláknem (vlevo) a testu vypékateľnosti průchodky (vpravo).

Při konstrukčním návrhu detektoru musel být brán ohled na odvětrání všech uzavřených objemů. Dále na použití UHV kompatibilních materiálů a nemagnetických materiálů pro návrh části detektoru, která je v objektivu. V blízkosti objektivu by se neměly vyskytovat magnetické materiály z důvodu použití techniky AES. Mezi nemagnetické materiály vhodné do ultravakua patří například hliník, měď, beryliová bronz, titan, Teflon, PEEK, Macor a jiné. Bylo potřebné brát v úvahu taktéž montáž detektoru do objektivu ve stíněných prostorech UHV komory. Do detektoru bylo nutné zakomponovat elektrické kontakty a cesty pro vedení napěťových drátů od UHV průchodek ke scintilátoru a extrakční elektrodě.

2.2 Konstrukční návrh tubusového UHV detektoru SE

Po výběru optického vlákna a vyřešení způsobu jeho utěsnění byl vypracován konstrukční návrh detektoru. Detektor lze rozdělit na tři části (obrázek 2.4). První, objektivová, část je vložena do otvoru v objektivu UHV SEM a vychází z ní optické vlákno. Spolu s vláknem jsou z objektivové části vyvedeny elektrické vodiče pro napájení extrakční elektrody a scintilátoru. Vlákno a drátky vedou k průchodkové části detektoru, odkud je optické vlákno přivedeno k fotonásobiči umístěném ve vzduchové části. Drátky jsou přichyceny k elektrickým UHV průchodkám s konektory. V dalších podkapitolách budou popsány jednotlivé části detektoru v pořadí, jak je detektor montován. Některé části budou popsány jen ilustračně, z důvodu autorských práv a ochrany know-how firmy TESCAN Brno, s.r.o.

Ze stejného důvodu není k této diplomové práci přiložena výkresová dokumentace navrženého tubusového detektoru.

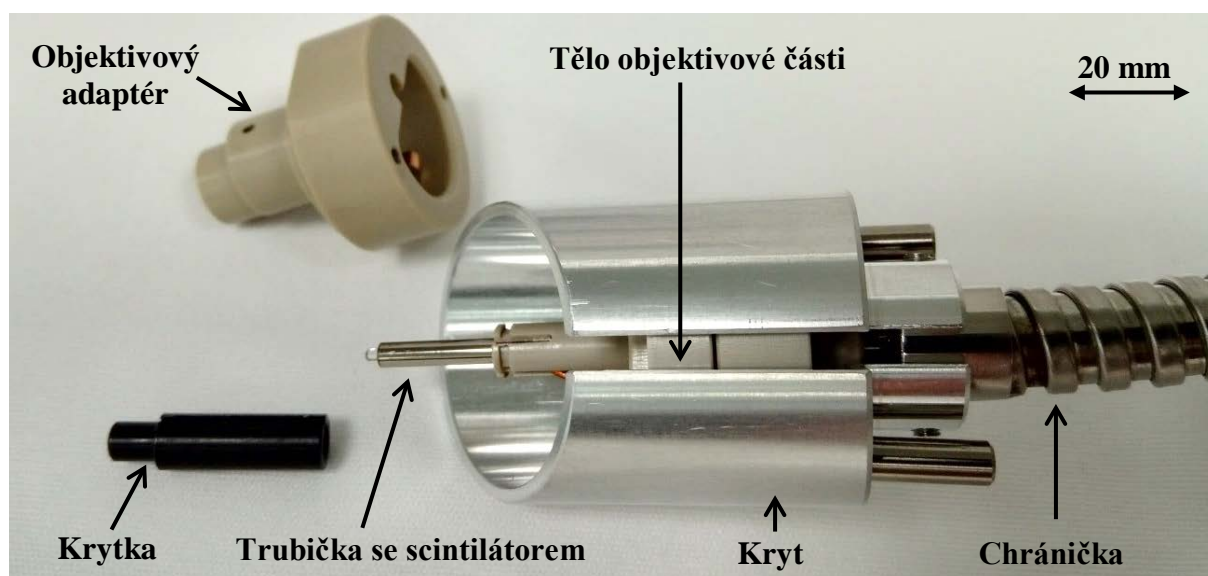


Obrázek 2.4: Fotografie navrženého tubusového detektoru SE.

2.2.1 Objektivová část

Byla provedena adaptace objektivové části vláknového tubusového detektoru určeného do vysokého vakua. Adaptace do ultravakua spočívala v celkovém odvzdušnění uzavřených prostorů. Objem plynu uzavřený v slepé díře, pod hlavou šroubu nebo mezi dvěma součástmi by představoval překážku při dosahování UHV. Všechny materiály použité ke konstrukci objektivové části jsou vyrobeny z nemagnetických materiálů.

Hlavní komponentou objektivové části (obrázek 2.5) je optické vlákno se scintilátorem. Byl zvolen scintilátor z krystalu, který má vysokou výtěžnost světla. Scintilátor je ke vláknu přilepen UVH kompatibilním lepidlem. Vlákno je prostrčeno skrz kovovou trubičku, ke které je UHV kompatibilní pájkou připájen drátek pro přivádění elektrického napětí na scintilátor. Na scintilátor je nanesa tenká vrstva z vodivého materiálu proto, aby byl celý povrch scintilátoru na kladném elektrickém potenciálu.



Obrázek 2.5: Fotografie objektivové části navrženého tubusového detektoru SE.

Objektivová část je dále tvořena tělem z plastu. Otvorem ve středu těla je provlečené optické vlákno a je v něm zafixována kovová trubička. Tělo obsahuje elektrické kontakty a otvory pro provlečení napájecích drátků scintilátoru a extrakční elektrody. Důležitou součástí detektoru je objektivový adaptér. Adaptér je vložen do objektivu a je k němu přimontován. Tělo objektivové části je vloženo do krytu a při montáži detektoru je jako jeden celek přišroubováno k adaptéru (obrázek 2.6). Pro ochranu scintilátoru je na trubičku nasunuta plastová krytka. Krytka je po přimontování objektivové části k adaptéru vytažena ven z objektivu přes protěšší otvor (objektiv má čtyři průchozí otvory do kříže). Ke konci objektivové části je přichycena flexibilní kovová kabelová chránička. Pomocí chráničky je oloupané optické vlákno chráněno před světlem v komoře a před rentgenovým zářením ze vzorku. Druhý konec kovové chráničky je uchycen v průchodkové části detektoru.

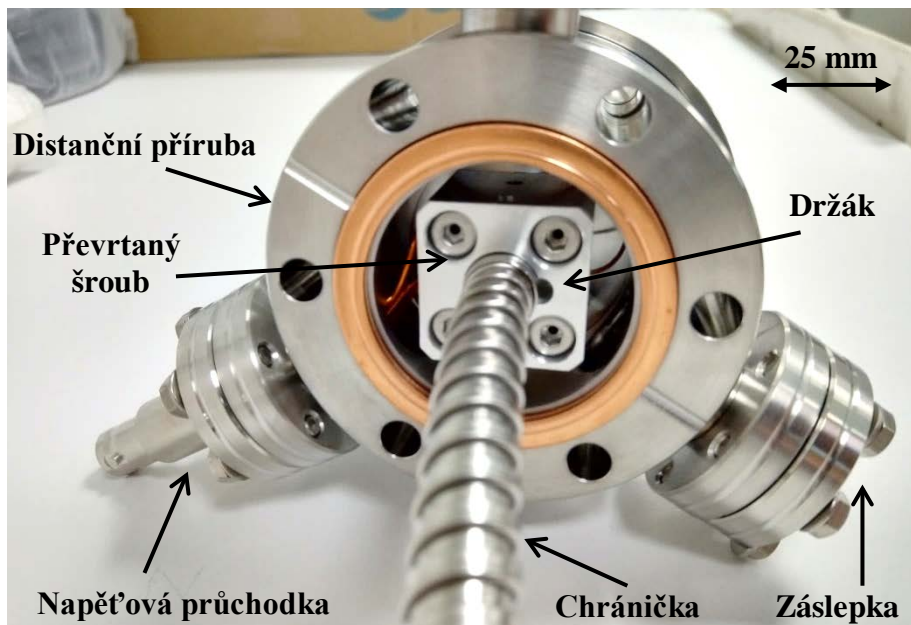


Obrázek 2.6: Fotografie objektivové části detektoru přimontované k adaptéru v objektivu elektronového tubusu aparatury UVH SEM.

2.2.2 Průchodková část

Vizuálně nejvýraznějším prvkem navrženého detektoru je průchodková část. Je složena z držáku, distanční příruba se třemi porty, vláknové průchodky se Swagelok šroubením a elektrickými průchodkami. Kovová chránička je přichycena k držáku, který je přišroubován k vláknové průchodce. Držák je přišroubován pomocí čtyř šroubů, jež jsou naskrz provrtané pro odvětrání objemu plynu v závitových dířkách. Držák má dva protilehlé otvory pro vyvedení drátků a otvor ve svém středu pro protažení vlákna na vzduchovou stranu skrz šroubení Swagelok.

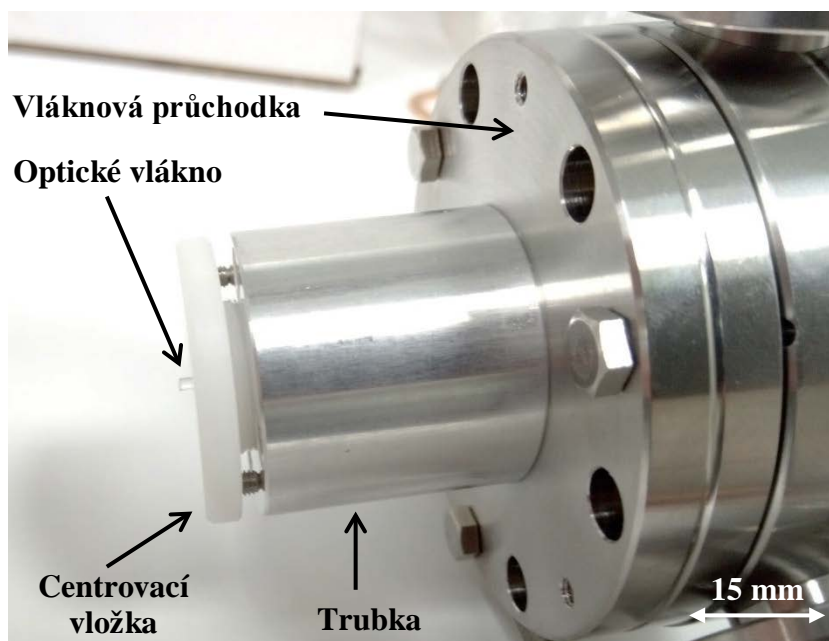
Vláknová průchodka je přišroubována k distanční přírubě DN40CF se třemi porty DN16CF. Dva porty jsou určeny pro vyvedení každého z drátků a třetí port je zaslepen. Příruba se třemi porty byla použita z důvodu úhlové rozteče 120° mezi jednotlivými porty příruba. Distanční příruba je přišroubována k UHV komoře a tato úhlová rozteč vyhovuje zástavbovému prostoru komory. K jednomu portu je přišroubována elektrická napěťová průchodka s konektorem. Do této průchodky je přiveden drátek od extrakční elektrody. K druhému portu je přimontované 90° koleno a ke kolenu elektrická napěťová průchodka s delším konektorem (obrázek 2.4, obrázek 2.7). Koleno je použito z důvodu velké délky konektoru na vakuové i vzduchové straně.



Obrázek 2.7: Fotografie průchodkové části tubusového detektoru.

2.2.3 Vzduchová část

Poslední částí navrženého tubusového detektoru je vzduchová část. Ta obsahuje kompenzační člen optického vlákna, tělo detektoru a sestavu fotonásobiče s předzesilovačem. Kompenzační člen (obrázek 2.8) je tvořen trubkou, která je přišroubována k vláknové průchodce a plastovou centrovací vložkou. Vložka je zašroubována do trubky a středem vložky je provlečeno vlákno, které vychází ze šroubení Swagelok. Kompenzační člen slouží k úpravě délky vlákna před fotonásobičem a zároveň je v něm vlákno centrováno. Dále je ocelové tělo detektoru přišroubováno k přírubě vláknové průchodky. Do těla detektoru je vložena sestava fotonásobiče s předzesilovačem. Sestava fotonásobiče s předzesilovačem obsahuje konektor pro napájecí kabel fotonásobiče a pro výstupní signál detektoru (obrázek 2.4).

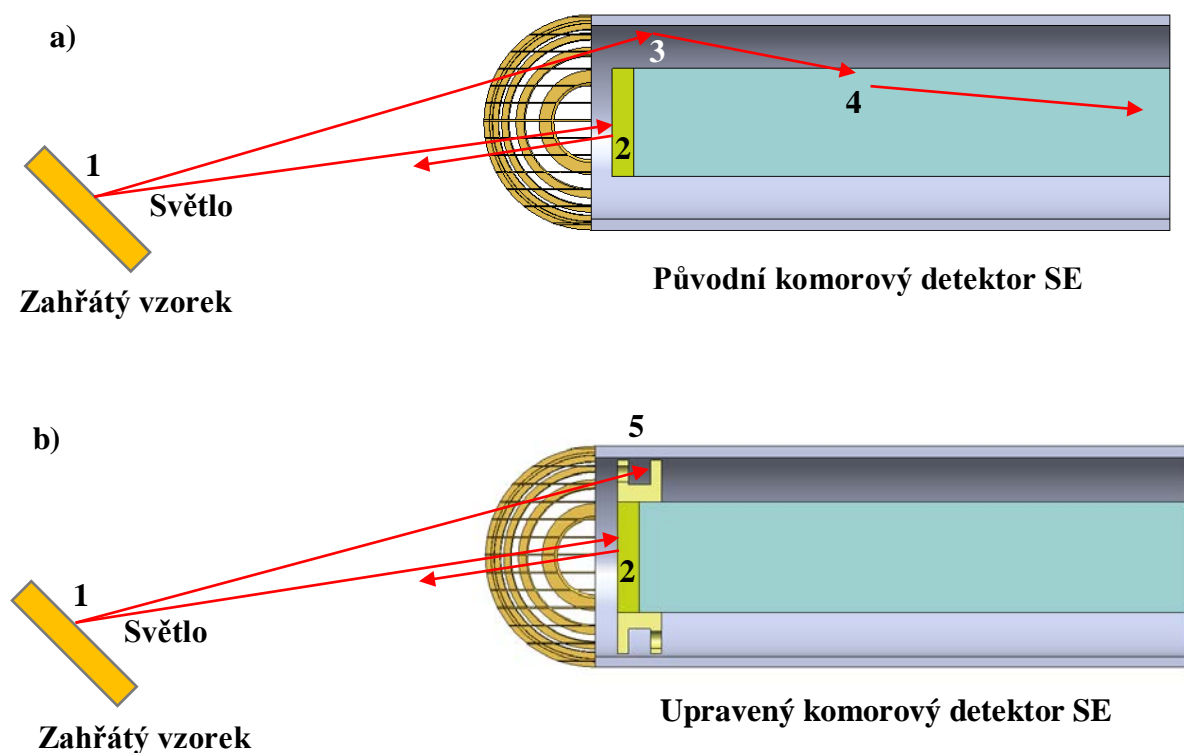


Obrázek 2.8: Fotografie kompenzačního členu optického vlákna ve vzduchové části detektoru.

2.3 Úprava komorového UHV detektoru SE

Byla provedena konstrukční úprava stávajícího komorového detektoru SE typu Everhart-Thornley (podkapitola 1.2.2), který je používán v aparatuře UHV SEM. Jak už bylo zmíněno v úvodu, při tvorbě nanostruktur pomocí efuzních cel (technikou MBE) je často nutné vzorek ohřívat na vysoké teploty. Ze zahřátého vzorku je přitom vyzařováno světlo, které v komorovém detektoru způsobuje rušivý signál. In-situ pozorování vzniku nanostruktur pomocí komorového detektoru SE bylo do značné míry zhoršováno rušivým signálem. Z tohoto důvodu byl navržen stínicí prsteneček, který v detektoru potlačuje rušivý signál.

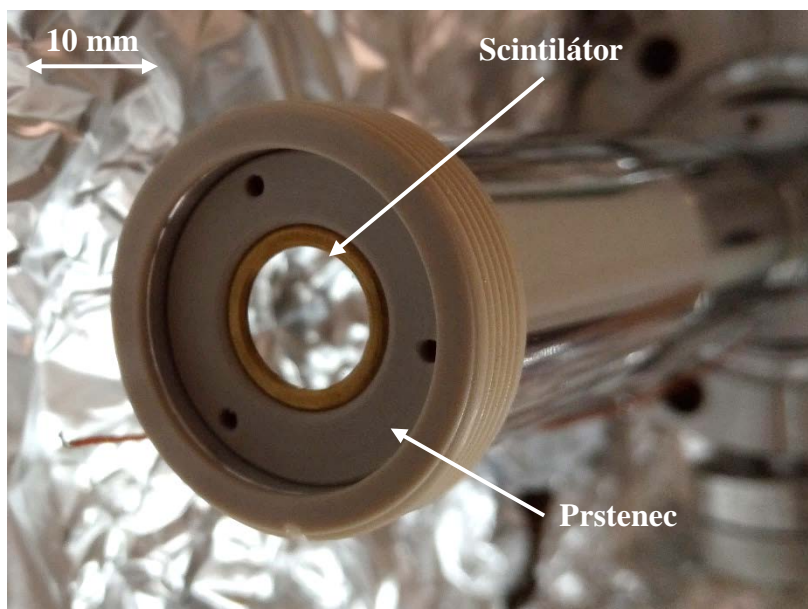
Rušivým signálem je v tomto případě myšlen elektrický šum ve výstupním signálu detektoru, který vzniká parazitními paprsky světla ve světlovodu. V původním detektoru SE (obrázek 2.9-a) byla část světla, která prošla mřížkou v jeho přední části detektoru, odražená reflexní vrstvou na scintilátoru. Zbytek světla mohl být odražen od vnitřních stěn konstrukce detektoru. Některé paprsky mohly být odraženy pod kritickým úhlem a byly navázány do světlovodu. Toto parazitní světlo není tvořeno signálními elektrony, a proto nenese žádné informace o vzorku či kontrastu. Po dopadu na fotonásobič emituje parazitní světlo elektrony, které zvyšují šum detektoru.



Obrázek 2.9: Schéma vzniku rušivého signálu v detektoru SE při zahřívání vzorku: 1 – z povrchu zahřátého vzorku je vyzařováno světlo, 2 – paprsky světla dopadající na scintilátor jsou odraženy reflexní vrstvou, 3 – paprsky dopadající mimo scintilátor jsou odraženy, 4 – odražené paprsky světla mohou být navázány do světlovodu, 5 – stínicí prsteneček zakrývá vnitřek detektoru před světlem. Vytvořeno v programu SolidWorks.

Upravený detektor je oproti původnímu vybaven stínicím prstencem, který zakrývá vnitřek detektoru. Paprsky parazitního světla jsou prstencem do vysoké míry eliminovány (obrázek 2.9-b). Prsteneček je vyroben z plastu. Čelní plochy prstence mají tři odvětrávací otvory, tak aby nevznikl za prstencem uzavřený objem plynu. Otvory na předním a zadním

čele prstence jsou vzájemně pootočený o 180°. Pootočením děr je odstíněna i většina paprsků, které projdou otvory v předním čele prstence (obrázek 2.10).



Obrázek 2.10: Fotografie přední části upraveného komorového detektoru se stínícím prstencem (bez mřížky).

Světelného odstínění detektoru by bylo možné docílit i jiným způsobem. Napařením reflexní kovové vrstvy na plášť světlovodu by docházelo k odražení světla, podobně jak je tomu u scintilátoru. U tohoto způsobu odstínění by však bylo nutné vytvořit izolační vrstvu mezi reflexní vrstvou a scintilátorem. Případně reflexní vrstvu napařit až od určité vzdálenosti od scintilátoru.

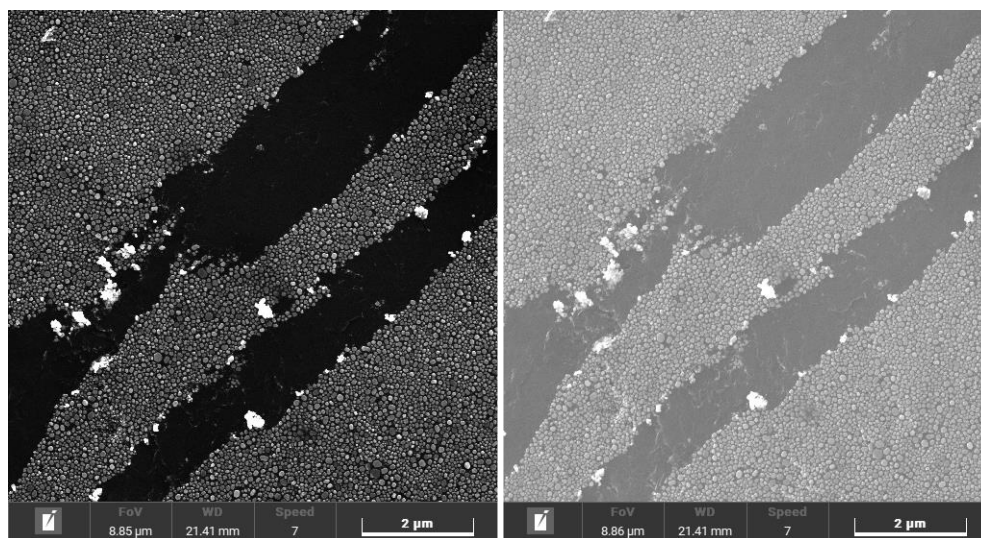
3 Experimentální část

Třetí a poslední část této diplomové práce je experimentálního charakteru. Jsou v ní uvedeny výsledky testování účinnosti světelného odstínění navrženého tubusového a upraveného komorového UHV detektoru SE. Dále obsahuje vyhodnocení měření kvantové detekční účinnosti navrženého tubusového detektoru. Na konci experimentální části jsou porovnány a vyhodnoceny obrázky pořízené tubusovým a upraveným komorovým UHV detektorem SE.

Experimentální měření byla provedena ve funkčním vzorku aparatury UHV SEM. Pracovní tlak v analytické komoře byl pouze v řádu 10^{-5} Pa, tedy na úrovni HV. Podmínek ultravakua nebylo dosaženo z důvodu nečekané poruchy manipulátoru vzorku a následných opravách na aparatuře. Doba, po kterou opravy trvaly oddálila termín měření a z časových důvodů už nebylo možné aparaturu znovu vypéct a dosáhnout tak tlaku v řádu 10^{-8} Pa. Nicméně, pro otestování funkčnosti navrženého tubusového detektoru SE a porovnání jeho účinnosti s komorovým detektorem SE byly podmínky HV postačující. Ze stejných důvodů nebyla provedena depozice z efuzní cely a navržený tubusový UHV detektor SE nebyl otestován při pozorování tvorby nanostruktur in-situ.

3.1 Testování účinnosti světelného odstínění detektorů

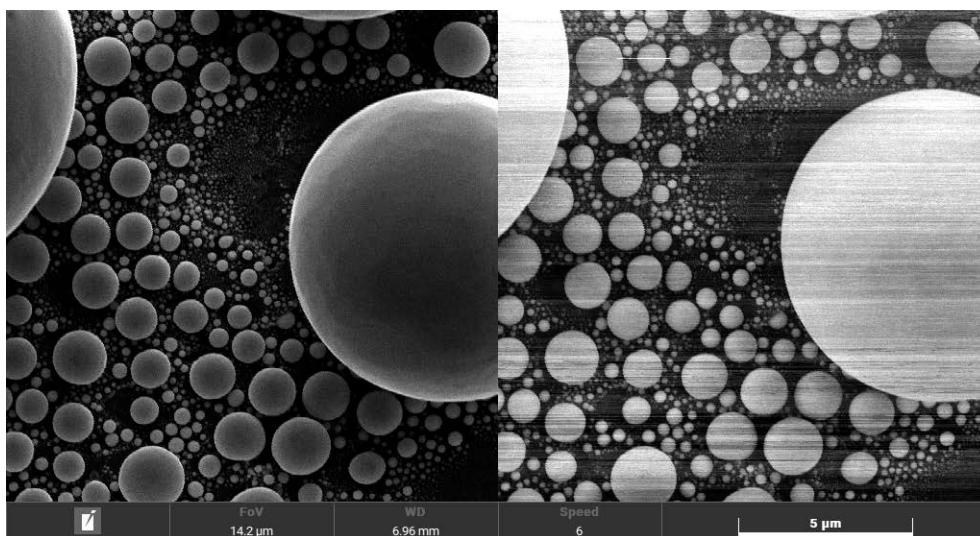
Účinnost stínícího prstence byla experimentálně otestována na rozlišovacím vzorku se zlatými kuličkami (obrázek 3.1). Namísto světla emitovaného ze zahřátého vzorku bylo použito světelné záření vycházející z vlákna RGA, které má podobnou barvu a intenzitu jako světlo ze zahřátého vzorku. Při stejné úrovni jasu a kontrastu, nastaveném na detektoru v softwaru mikroskopu, je obrázek z původního detektoru mnohem světlejší oproti obrázku z upraveného detektoru SE. Na obrazu se to projevuje vysokým jasnem, který snižuje dynamický rozsah kontrastu detektoru. Přidáním stínícího kroužku do komorového detektoru je většina světla z vlákna RGA odstíněna a světlo není navazováno do světlovodu.



Obrázek 3.1: Obrázek zlatých kuliček pořízen upraveným (vlevo) a původním (vpravo) komorovým UHV detektorem SE.

Optické vlákno tubusového UHV detektoru je po celé své délce oloupané z FEP obalu. Vlákno je však schované v objektivové i průchodkové části detektoru. Ve vzdálenosti mezi objektivovou a průchodkovou částí je vlákno stíněno kabelovou chráničkou. Lze tak

předpokládat, že optické vlákno je až na drobné netěsnosti světelně odstíněno. Obrázek 3.2 potvrzuje, že navržený tubusový detektor je světelně odstíněn. Vlevo je obrázek z rozlišovacího vzorku s cínovými kuličkami pořízen tubusovým detektorem a vpravo obrázek pořízen původním komorovým detektorem při stejných podmínkách. V analytické komoře bylo opět svíceno světelným zářením z vlákna RGA. Obrázek pořízen původním komorovým detektorem je viditelně světlejší. Tmavé proužky na pravém obrázku jsou způsobeny závadou v původním detektoru a nemají souvislost se světlem v komoře.



Obrázek 3.2: Obrázek cínových kuliček pořízen tubusovým (vlevo) a původním komorovým (vpravo) UHV detektorem SE.

3.2 Měření DQE tubusového UHV detektoru SE

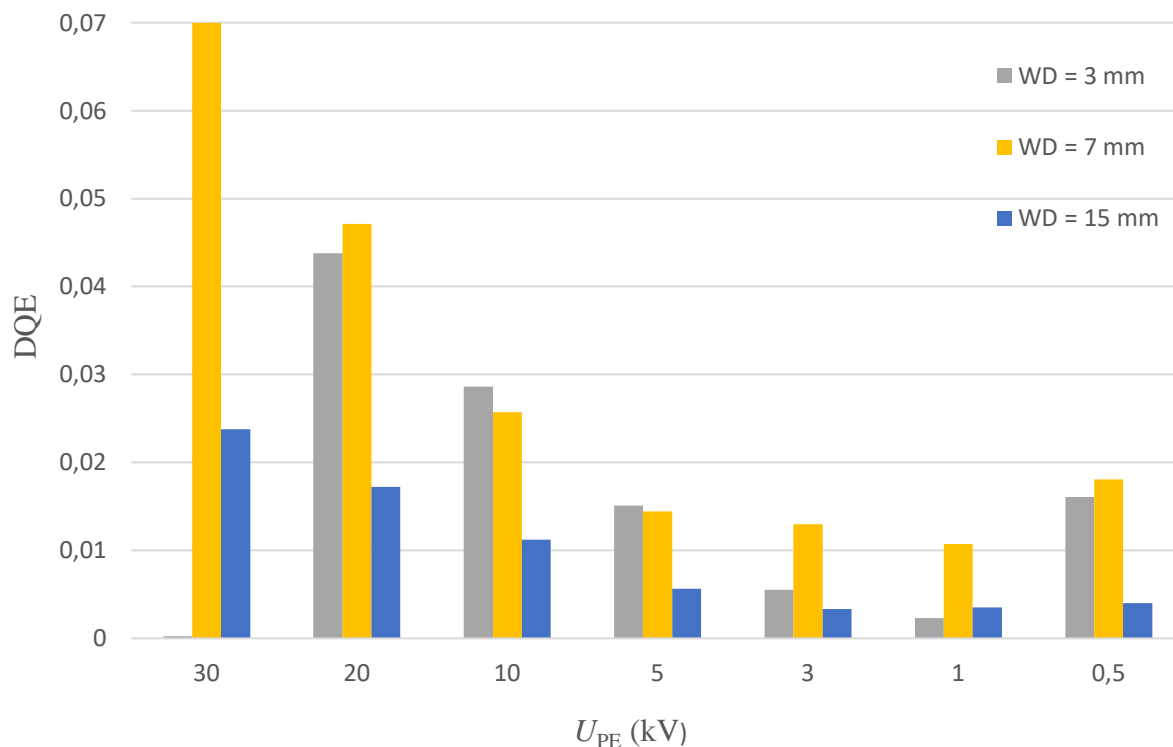
Účinnost detekce sekundárních elektronů navrženého tubusového detektoru byla otestována měřením kvantové detekční účinnosti detektoru. Jako vzorek byl použit křemíkový wafer, který obsahoval minimální množství rozpoznatelných prvků na svém povrchu. Hodnota DQE byla měřena pro sedm urychlovacích napětí svazku primárních elektronů (U_{PE}) a při třech různých pracovních vzdálenostech (3 mm, 7 mm a 15 mm). Měření DQE bylo provedeno na základě postupu popsáném v podkapitole 1.2.4.

Proud ve svazku primárních elektronů I_{PE} byl softwarově nastaven na $I_{PE} = 200$ pA. Skutečná hodnota I_{PE} byla měřena pomocí Faradayova kalíšku (Faraday cup). Čas potřebný pro vytvoření jednoho pixelu v obrázku byl při každém měření nastaven na $\tau = 32$ μ s. Pro teoretický výpočet byly dále použity koeficienty výtěžnosti SE δ z křemíku ze dvou zdrojů. Pro urychlovací napětí do 10 kV byly použity hodnoty δ ze zdroje [60] a pro napětí nad 10 kV hodnoty δ ze zdroje [61]. Informačně jsou ze stejných zdrojů uvedeny také hodnoty koeficientu výtěžnosti BSE η (tabulka 3.1).

Tabulka 3.1: Koeficienty δ a η použity při výpočtech pro různé urychlovací napětí U_{PE} .

U_{PE} [kV]	30	20	10	5	3	1	0,5
δ	0,08	0,10	0,22	0,49	0,77	1,59	2,02
η	0,19	0,19	0,20	0,21	0,21	0,24	0,26

Měření DQE (graf 3.1) dokazuje, že tubusový UHV detektor má nízkou účinnost detekce SE při dlouhé WD (15 mm). Při dlouhé WD je elektrostatické pole z extrakční elektrody v objektivu slabší a do otvoru v objektivu SEM vlétává podstatně méně signálních elektronů. Detekční účinnost při WD 7 mm a WD 3 mm je až na urychlovací napětí 30 kV, 3 kV a 1 kV srovnatelná.



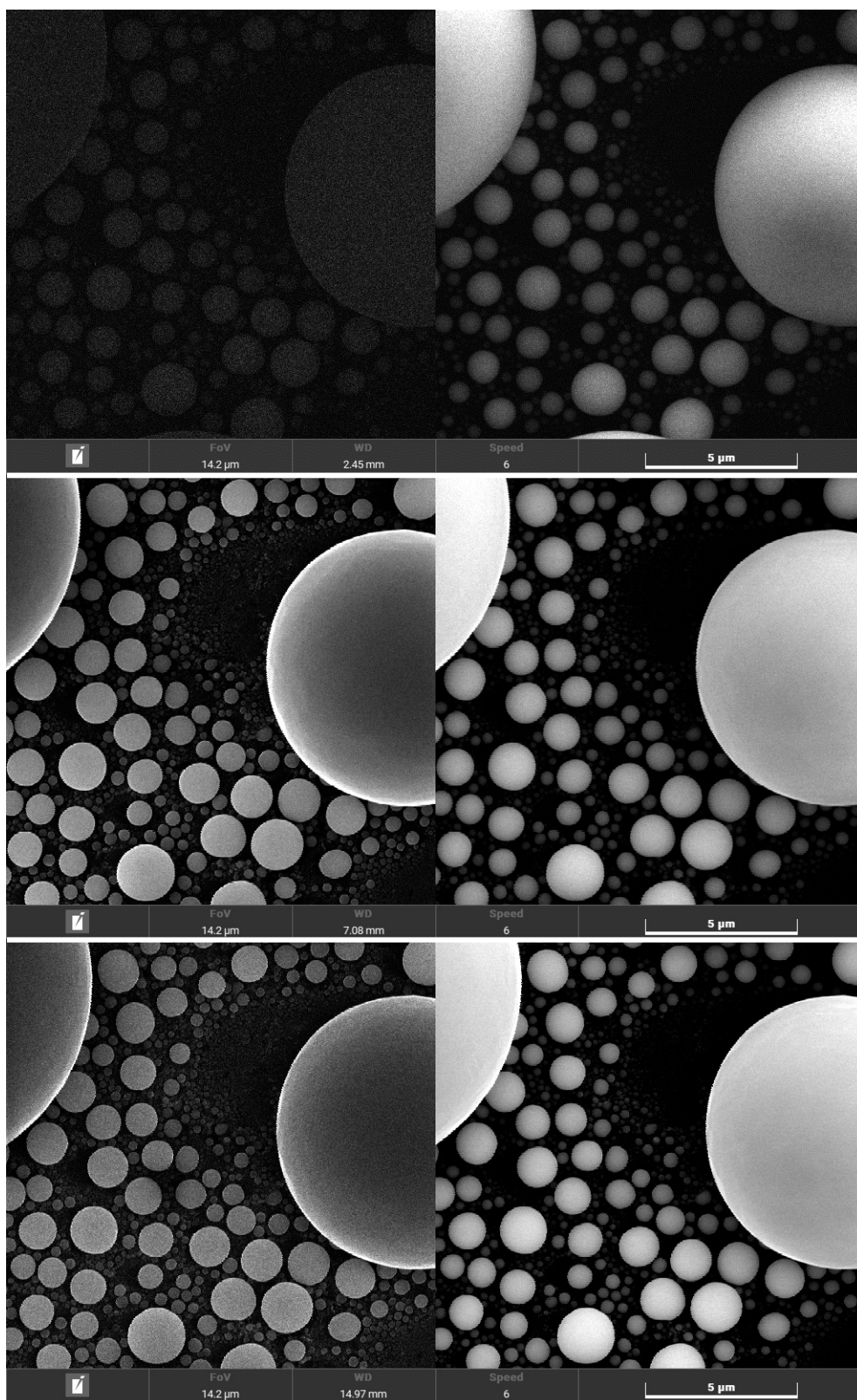
Graf 3.1: Kvantová detekční účinnost navrženého tubusového UHV detektoru SE v závislosti od urychlovacího napětí primárních elektronů pro různé pracovní vzdálenosti.

Při zaostřování elektronového svazku s $U_{PE} = 30$ kV na $WD = 3$ mm a je nutné zvětšovat proud protékající cívkou v objektivu a dochází k přesycování materiálu pólových nástavců. Přesycení materiálu pólových nástavců má za následek, že je většina SE ze vzorku vtahována magnetickým polem po spirálovitých trajektoriích do objektivu. Elektrické pole scintilátoru dokáže pak přitáhnout jen SE s nízkou kinetickou energií. Dále, napětí na extrakční elektrodě v objektivu je automaticky softwarově upravováno v závislosti od urychlovacího napětí. Pro různé U_{PE} mohou být SE vtahovány extrakční elektrodou méně nebo více. Vyšší hodnoty DQE při $U_{PE} = 0,5$ kV jsou způsobeny vysokým koeficientem výtěžnosti SE.

3.3 Porovnání tubusového a komorového UHV detektoru SE

Na rozlišovacím vzorku s cínovými kuličkami byla porovnána účinnost detekce navrženého tubusového a komorového UHV detektoru SE. Za stejných pracovních podmínek testovaných detektorů byly vyhotoveny dvojice obrázků cínových kuliček. Byly vytvořeny dvojice obrázků pomocí tří různých urychlovacích napětí a při třech různých WD. Podle urychlovacího napětí lze obrázky rozdělit do tří sad. V následujících podkapitolách jsou popsány rozdíly mezi obrázky v jednotlivých dvojicích a rozdíly mezi dvojicemi obrázků v jednotlivých sadách. Jsou také vysvětleny hlavní příčiny vzniku těchto rozdílů.

3.3.1 Urychlovací napětí 30 kV



Obrázek 3.3: Obrázek cínových kuliček pořízen tubusovým (levý sloupec) a komorovým (pravý sloupec) UHV detektorem SE; $U_{EP} = 30$ kV, $WD = 3$ mm (horní řádek), $WD = 7$ mm (prostřední řádek) a $WD = 15$ mm (spodní řádek).

První sada obrázků vytvořena urychlovacím napětím $U_{EP} = 30$ kV při třech různých pracovních vzdálenostech je na obrázku 3.3. Při $WD = 3$ mm je zjevné, že tubusový detektor nezachycuje téměř žádné SE. To je způsobeno magnetickým přesycováním materiálu pólového nástavce objektivu, které bylo popsáno v předchozí kapitole. Obrázek z tubusového detektoru je tmavý, bez kontrastu a cínové kuličky na něm téměř nejsou vidět. O něco lepší obraz má komorový detektor, u kterého jsou kuličky lépe viditelné. Při tak krátké WD jsou trajektorie SE ke komorovému detektoru částečně stíněné objektivem. Proto je signál tvořen převážně BSE a SE3, které vznikly po nárazu BSE do objektivu. Obrázek z komorového detektoru při $WD = 3$ mm je proto bez kontrastu a nenes topografické informace o vzorku.

Druhá dvojice obrázků vytvořena při $WD = 7$ mm už není ovlivněna přesycováním materiálu pólového nástavce. Na obou obrázcích lze pozorovat cínové kuličky. Obraz z tubusového detektoru má patrně lepší rozlišení a lze ním vidět i menší kuličky. Koeficient výtěžnosti BSE η (tabulka 3.1) je při urychlovacím napětí $U_{EP} = 30$ kV mnohem vyšší než koeficient výtěžnosti SE δ . Obrázky z obou detektorů jsou proto tvořeny převážně SE2, SE3 a BSE. Při krátké WD a vysokém U_{EP} mohou BSE ve velkém počtu vletávat do objektivu. V objektivu dochází k nárazům BSE do stěn objektivu a generaci SE3, které jsou detekovány tubusovým detektorem.

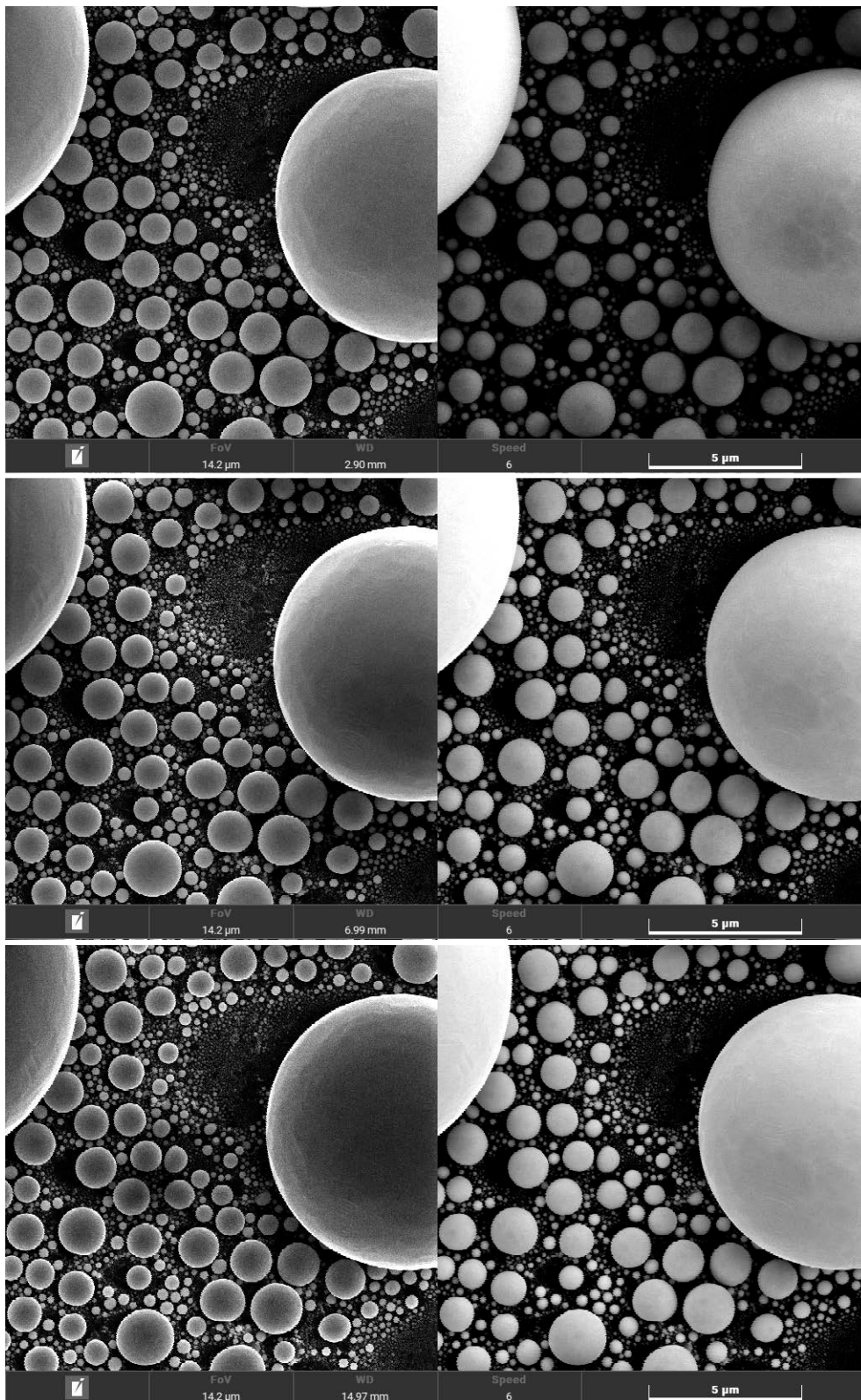
Podobně je tomu i u dvojice obrázků vytvořených při $WD = 15$ mm. Jediným rozdílem je, že tubusový detektor má při této WD nižší signál než komorový detektor. To je zapříčiněno nižším počtem BSE, které vletávají do objektivu a generují SE3. U komorového detektoru je naopak signál vyšší, z důvodu většího počtu BSE dopadajících na vnější povrchy objektivu. Pravděpodobně je také, že díky většímu prostoru mezi vzorkem a objektivem je komorovým detektorem detekováno víc SE2.

3.3.2 Urychlovací napětí 10 kV

Změnou urychlovacího napětí z 30 kV na 10 kV je vyrovnán poměr koeficientů výtěžnosti SE a BSE. Druhá sada obrázků (obrázek 3.4) vykazuje proto jasnější topografický kontrast. Při $WD = 3$ mm má tubusový detektor oproti komorovému detektoru mnohem lepší rozlišení. Obraz tubusového detektoru je totiž tvořen už ve větší míře SE1 a SE2, zatímco u komorového detektoru se na tvorbě obrazu podílejí převážně SE3 a BSE.

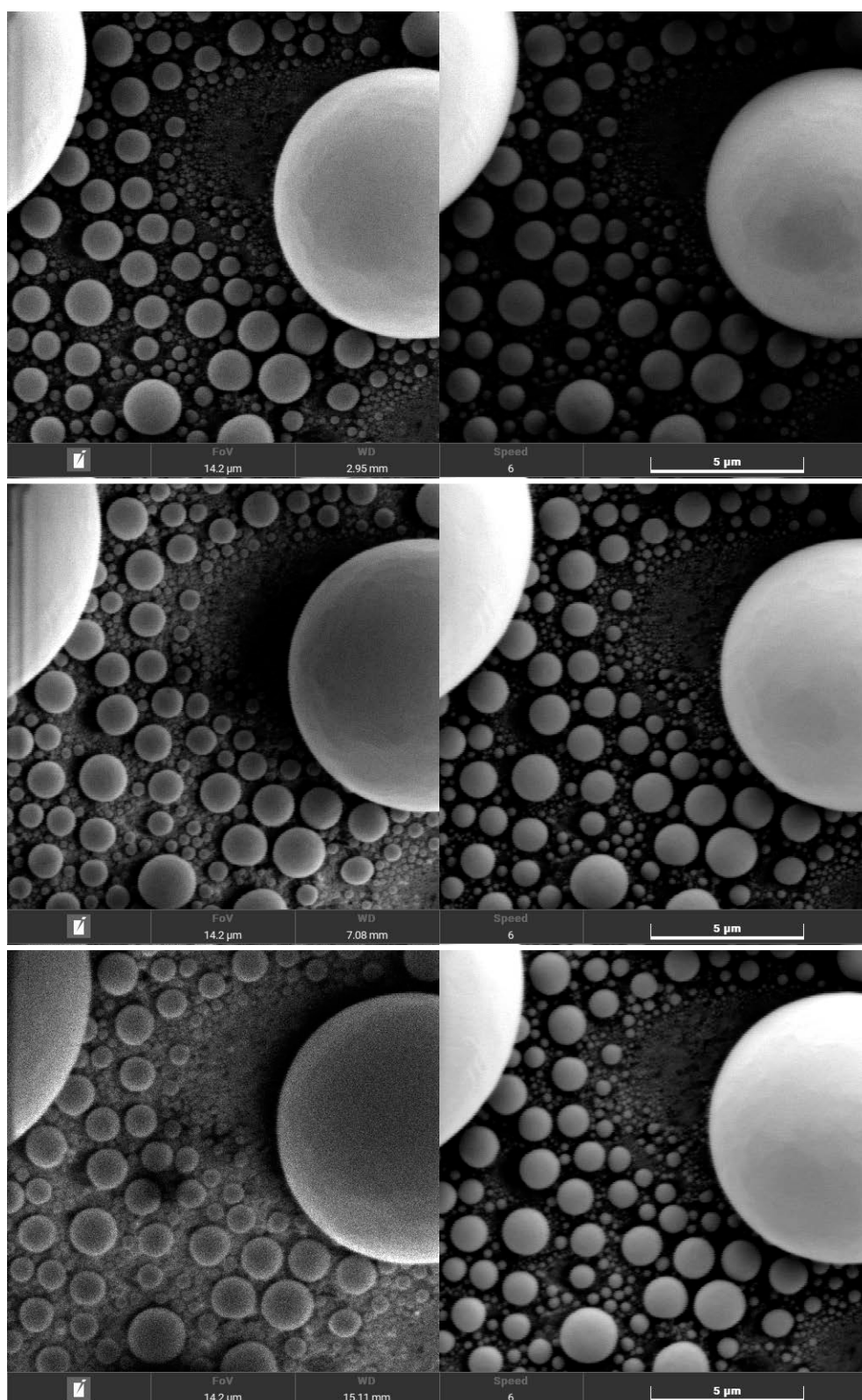
Při $WD = 7$ mm začíná mít obraz z tubusového detektoru lepší rozlišení a je na něm možné ve větším měřítku pozorovat hranový jev SE. Tento jev nastává hlavně při generaci SE1 dopadem PE na nerovný povrch vzorku. Emitované SE1 opouštějí povrch vzorku na hranách nerovností ve větším počtu. Plochy, které jsou orientovány směrem k detektoru se jeví jasnější než plochy orientované na druhou stranu. Hranový jev se u tubusového detektoru projevuje ve tvaru světlých kružnic, z důvodu pohledu detektoru na vzorek shora. U komorového detektoru je možné pozorovat vyšší kontrast obrazu a mnohem vyšší rozlišení než při $U_{EP} = 30$ kV. Vyšší rozlišení je způsobeno opět vyrovnáním koeficientů výtěžností, a tedy větším poměrem detekovaných SE1 a SE2 k SE3 a BSE.

Zvýšením WD na 15 mm se začínají ztrácet rozdíly v rozlišení obou detektorů. Tubusový detektor má oproti obrázku 3.3 a $WD = 15$ mm mnohem vyšší rozlišení. To je možné díky mnohem vyššímu napětí na extrakční elektrodě při $U_{EP} = 10$ kV oproti napětí na extraktoru při $U_{EP} = 30$ kV. Nejen že je urychlovacím napětím 10 kV generováno více SE1, ale ještě k tomu je jich více vtahováno do objektivu pomocí extrakční elektrody. Stejně tak je víc topografických SE1 přitahováno k mřížce komorového detektoru. Tímto je dokázána účinnost tubusového UHV detektoru SE i při pracovních vzdálenostech delších než 10 mm.



Obrázek 3.4: Obrázek cinových kuliček pořízen tubusovým (levý sloupec) a komorovým (pravý sloupec) UHV detektorem SE; $U_{EP} = 10$ kV, $WD = 3$ mm (horní řádek), $WD = 7$ mm (prostřední řádek) a $WD = 15$ mm (spodní řádek).

3.3.3 Urychlovací napětí 1 kV



Obrázek 3.5: *Obrázek cínových kuliček pořízen tubusovým (levý sloupec) a komorovým (pravý sloupec) UHV detektorem SE; $U_{EP} = 1$ kV, $WD = 3$ mm (horní řádek), $WD = 7$ mm (prostřední řádek) a $WD = 15$ mm (spodní řádek).*

Při bombardování povrchu rozlišovacího vzorku nízkoenergetickými PE nastává odlišná situace. Na obrázku 3.5 je možné vidět, že při $WD = 3 \text{ mm}$ a $U_{EP} = 1 \text{ kV}$ zachytává tubusový detektor horší signál než při vyšších urychlovacích napětích. Obraz je více zašuměný a má horší rozlišení. Hodnota koeficientu výtěžnosti SE je při $U_{EP} = 1 \text{ kV}$ několikanásobně vyšší než hodnota koeficientu výtěžnosti BSE. Tím dochází také ke snížení příspěvku SE2 v obrazu. Dalším faktorem snížení kvality obrazu z tubusového detektoru je snížení extrakčního napětí při $U_{EP} = 1 \text{ kV}$. Komorový detektor zachycuje BSE a SE3, kterých je generováno méně. Proto má obraz z komorového detektoru nižší kontrast, než obraz vytvořen při vyšším urychlovacím napětím.

Prodloužením WD na 7 mm dochází na obrazu z tubusového detektoru ke zlepšení topografického kontrastu. Je to způsobeno menším počtem BSE, které vlétávají do objektivu a generují v něm SE3. Signál v tubusovém detektoru je tak tvořen převážně topografickými SE1. Tubusový detektor však získává méně signálu a poměr jeho signálu k šumu je zhoršován, což vede ke snížení DQE. Obraz z komorového detektoru je při delší WD mnohem detailnější a kontrastnější. Oproti tubusovému detektoru ale postrádá topografický kontrast tvořený SE1.

Při $WD = 15 \text{ mm}$ jsou detaily získávané tubusovým detektorem ztraceny v šumu. Signální elektrony jsou moc daleko na to, aby byly přitaženy extrakční elektrodou v potřebném počtu. Naopak obraz z komorového detektoru je díky dlouhé WD tvořen větším počtem SE1 a SE2. Obraz nese více topografických informací, nicméně postrádá ostrost, kterou má při $U_{EP} = 10 \text{ kV}$.

Závěr

Tato diplomová práce se zabývá návrhem tubusového detektoru sekundárních elektronů (SE). Jedná se o scintilační vláknový detektor, který je umístěn v objektivu ultravakuového rastrovacího elektronového mikroskopu (UHV SEM). UHV SEM je součástí komplexní modulární aparatury, kombinující v sobě ultravakuový SEM s ultravakuovým sondovým rastrovacím mikroskopem (UHV SPM). Aparatura UHV SEM byla vyvinuta v rámci projektu AMISPEC firmou TESCAN Brno, s.r.o., ve spolupráci s Ústavem fyzikálního inženýrství FSI VUT a Ústavem přístrojové techniky AV ČR, v.v.i. Navržený ultravakuový tubusový detektor SE pro aparaturu UHV SEM byl vyroben, následně otestován a byla prokázána jeho plná funkčnost.

V úvodu teoretické části práce jsou vysvětleny základní principy funkce rastrovacího elektronového mikroskopu s bližším zaměřením na elektronový tubus, vakuové čerpání, vakuovou komoru s manipulátorem vzorku a generaci signálů v SEM. Dále jsou v teoretické části popsány mechanismy generace různých druhů SE a jsou nastíněny způsoby detekce těchto elektronů pomocí rozličných scintilačních detektorů. Jsou popsány rozdíly mezi komorovými a tubusovými detektory z hlediska účinnosti detekce jednotlivých druhů SE. První kapitola je zakončena popisem funkčního prototypu aparatury UHV SEM, kde je vysvětlena také motivace a možné aplikace pro ultravakuovou aparaturu.

Praktická část práce je tvořena dvěma kapitolami – návrhová a experimentální část. Je v ní představen konstrukční návrh tubusového ultravakuového detektoru SE a tím splněn první cíl této diplomové práce. Samotnému návrhu detektoru předchází popis způsobu vyřešení vývojových výzev, které stály na začátku vývoje detektoru. Nad rámec cílů práce byl upraven komorový ultravakuový detektor SE a popis úprav je uveden v závěru návrhové části.

Třetí a zároveň poslední kapitola této diplomové práce se zabývá experimentálním ověřením funkčnosti navrženého detektoru. Jsou v ní uvedeny výsledky testování účinnosti světelného odstínění detektorů SE. Pro ověření funkčnosti navrženého tubusového detektoru byla použita metoda měření kvantové detekční účinnosti detektoru. V závěru experimentální části je vypracováno porovnání obrázků vytvořených tubusovým a komorovým ultravakuovým detektorem SE. Obrázky byly vytvořeny při různém urychlovacím napětím svazku primárních elektronů a při rozličné pracovní vzdálenosti mikroskopu. Kvalitativním srovnáním obrázků byly porovnány reálné detekční schopnosti tubusového a komorového detektoru. Tím byl splněn druhý cíl a poslední, třetí cíl této diplomové práce.

Experimentálním měřením bylo prokázáno, že signál navrženého tubusového detektoru obsahuje větší podíl topografických SE. Obraz vytvořený tubusovým detektorem má proto vyšší topografický kontrast a lepší rozlišení než komorový detektor SE. Detekční účinnost tubusového detektoru je však závislá od pracovní vzdálenosti a je ovlivňována urychlovacím napětím svazku primárních elektronů. Z tohoto důvodu je tubusový detektor nejvhodnější pro charakterizaci nanostruktur při kratších pracovních vzdálenostech. Dále bylo dokázáno, že tubusový detektor je světelně odstíněn a umožňuje pozorování tvorby nanostruktur in-situ. Navržený tubusový detektor SE představuje v kombinaci s komorovým detektorem SE, BSE a tubusovým detektorem BSE v aparatuře UHV SEM účinný a konkurenceschopný detekční systém pro různé aplikace v oblasti nanotechnologií.

Seznam použitých zdrojů

- [1] ZWORYKIN, V.A. A scanning electron microscope. In: *ASTM Bull 117*. 1942, s. 15-23.
- [2] EVERHART, T.E. a R.F.M. THORNLEY. Wide-band detector for micro-microampere low-energy electron currents. *Journal of Scientific Instruments*. 1960, **37**(7), 246-248.
- [3] REIMER, L. *Scanning Electron Microscopy: Physics of Image Formation and Microanalysis*. 2nd ed. Hiedelberg: Springer, 1998. ISBN 978-3-642-08372-3.
- [4] GRIFFIN, Brendan. A comparison of conventional Everhart-Thornley style and in-lens secondary electron detectors-a further variable in scanning electron microscopy. *Scanning* [online]. 2011, **33**(3), 162-173 [cit. 2018-11-15]. DOI: 10.1002/sca.20255. ISSN 01610457. Dostupné z: <http://doi.wiley.com/10.1002/sca.20255>
- [5] JOY, David, Carolyn JOY a Rodney BUNN. Measuring the performance of scanning electron microscope detectors. *Scanning* [online]. 1996, **18**(8), 533-538 [cit. 2018-11-15]. DOI: 10.1002/sca.4950180802. ISSN 01610457. Dostupné z: <http://doi.wiley.com/10.1002/sca.4950180802>
- [6] WITTKKE, J. Schematic scanning electron microscope overview... In: *Northern Arisona University* [online]. Arizona: Arizona Board of Regents, 2015 [cit. 2019-02-17]. Dostupné z: <https://www2.nau.edu/micro-analysis/wordpress/index.php/instrumentation/#Vacuum>
- [7] ROSE, Harald. *Geometrical charged-particle optics* [online]. Berlin: Springer, 2009 [cit. 2019-02-17]. Springer series in optical sciences, v. 142. ISBN 978-3-540-85916-1.
- [8] BRODIE, Ivor. a Julius MURAY. *The physics of micro/nano-fabrication*. New York: Plenum Press, 1992. ISBN 978-0-306-44146-2.
- [9] Scanning electron microscopy. In: *University of Syndey* [online]. b.r. [cit. 2019-02-17]. Dostupné z: https://myscope.training/#/SEMlevel_3_4
- [10] HAWKES, P. a E. KASPER. *Principles of electron optics*. San Diego: Academic Press, 1989. ISBN 01-233-3351-2.
- [11] GOLDSTEIN, J.I. *Scanning Electron Microscopy and X-ray Microanalysis* [online]. Boston, MA: Springer US, 2003 [cit. 2019-02-18]. DOI: 10.1007/978-1-4615-0215-9. ISBN 978-1-4613-4969-3.
- [12] ORAL, M. a B. LENCOVÁ. Calculation of aberration coefficients by ray tracing. *Ultramicroscopy* [online]. 2009, **109**(11), 1365-1373 [cit. 2019-02-17]. DOI: 10.1016/j.ultramic.2009.07.001. ISSN 03043991. Dostupné z: <https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0304399109001673>
- [13] HAWLEY, R. Vacuum as an insulator. *Vacuum* [online]. 1960, **10**(4), 310-318 [cit. 2019-02-17]. DOI: 10.1016/0042-207X(60)90410-3. ISSN 0042207X. Dostupné z: <http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/0042207X60904103>

- [14] DUBRAVCOVÁ, Viera. *Vákuová a ultravákuová technika: vysokošk. učebnica pre Elektrotech. fak. STU*. 1. vyd. Bratislava: Alfa, 1992. Edícia elektrotechnickej literatúry (Alfa). ISBN 80-05-01090-7.
- [15] NEDĚLA, V. Controlled dehydration of a biological sample using an alternative form of environmental SEM. *Journal of Microscopy* [online]. 2010, **237**(1), 7-11 [cit. 2019-02-18]. DOI: 10.1111/j.1365-2818.2009.03216.x. ISSN 00222720. Dostupné z: <http://doi.wiley.com/10.1111/j.1365-2818.2009.03216.x>
- [16] Peltier cooling and heating stage. *TESCAN* [online]. b.r. [cit. 2019-02-18]. Dostupné z: <https://www.tescan.com/en-us/technology/accessories/peltier-cooling-heating-stage>
- [17] ZADRAŽIL, Martin. *Fyzika ve firmě*. Brno, 2011. Dostupné také z: <https://is.muni.cz/el/1431/podzim2011/F5900/um/prezen/zadrazil-tescan.pdf>
- [18] Decontaminator. *TESCAN* [online]. b.r. [cit. 2019-02-18]. Dostupné z: <https://www.tescan.com/en-us/technology/accessories/decontaminator>
- [19] STEM Detectors. *TESCAN* [online]. b.r. [cit. 2019-02-19]. Dostupné z: <https://www.tescan.com/en-us/technology/detectors/stem-detectors>
- [20] WILLIAMS, D. a C. CARTER. *Transmission electron microscopy: A textbook for materials science*. 2nd ed. New York: Springer, 2009, 820 s. ISBN 9780387765006.
- [21] WITTKE, J. Detection of signals. In: *Northern Arisona University* [online]. Arizona: Arizona Board of Regents, 2015 [cit. 2017-05-01]. Dostupné z: <http://nau.edu/cefns/labs/electron-microprobe/glg-510-class-notes/detection-of-signals/>
- [22] Components in a SEM. *Nanoscience Instruments* [online]. b.r. [cit. 2019-05-02]. Dostupné z: <https://www.nanoscience.com/techniques/scanning-electron-microscopy/components/#bsd>
- [23] BSE Detectors. *TESCAN* [online]. b.r. [cit. 2019-05-02]. Dostupné z: <https://www.tescan.com/en-us/technology/detectors/bse-detectors>
- [24] SE Detectors. *TESCAN* [online]. b.r. [cit. 2019-05-02]. Dostupné z: <https://www.tescan.com/en-us/technology/detectors/se-detectors>
- [25] MACDONALD, N. AUGER ELECTRON SPECTROSCOPY IN SCANNING ELECTRON MICROSCOPY: POTENTIAL MEASUREMENTS. *Applied Physics Letters* [online]. 1970, **16**(2), 76-80 [cit. 2019-02-19]. DOI: 10.1063/1.1653107. ISSN 0003-6951. Dostupné z: <http://aip.scitation.org/doi/10.1063/1.1653107>
- [26] Auger electron spectroscopy. In: *Trinity College Dublin* [online]. b.r. [cit. 2019-05-04]. Dostupné z: <https://www.maths.tcd.ie/~bmurphy/thesis/thesis1.html>
- [27] DOLENKO, George, Oleg POLESHCHUK a Jolanta LATOŚIŃSKA. X-ray Emission Spectroscopy, Methods. *Encyclopedia of Spectroscopy and Spectrometry* [online]. Elsevier, 1999, , 2463-2467 [cit. 2019-02-19]. DOI: 10.1006/rwsp.2000.0335. ISBN 9780122266805. Dostupné z: <https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/B0122266803003355>

- [28] BASKARAN, R., T. SELVAKUMARAN, G. RODRIGUES, D. KANJILAL a A. ROY. Measurements and analysis of bremsstrahlung x-ray spectrum obtained in NANOGAN electron cyclotron resonance ion source. *Review of Scientific Instruments* [online]. 2008, **79**(2) [cit. 2019-02-19]. DOI: 10.1063/1.2816785. ISSN 00346748. Dostupné z: <http://scitation.aip.org/content/aip/journal/rsi/79/2/10.1063/1.2816785>
- [29] CL Detectors. *TESCAN* [online]. b.r. [cit. 2019-03-05]. Dostupné z: <https://www.tescan.com/en-us/technology/detectors/cl-detectors>
- [30] What is cathodoluminescence?. *GATAN* [online]. b.r. [cit. 2019-05-04]. Dostupné z: <http://www.gatan.com/techniques/cathodoluminescence>
- [31] Electron Beam Induced Current. *TESCAN* [online]. b.r. [cit. 2019-04-02]. Dostupné z: <https://www.tescan.com/en-us/technology/detectors/ebic>
- [32] TOMKOVÁ, E. *Dopad těžkých částic na povrch* [online]. b.r. [cit. 2019-05-08]. Dostupné z: https://physics.mff.cuni.cz/kfpp/skripta/Fyzika_povrchu/4_Dopad_tezkych_castic.pdf
- [33] SEILER, H. Secondary electron emission in the scanning electron microscope. *Journal of Applied Physics* [online]. 1983, **54**(11), 1-18 [cit. 2019-05-05]. DOI: 10.1063/1.332840. ISSN 0021-8979. Dostupné z: <http://aip.scitation.org/doi/10.1063/1.332840>
- [34] SEILER, H. Einige aktuelle Probleme der Sekundarelektron-emission. *Z. Angew. Phys.* 1967, **22**, 249-263.
- [35] ROBINSON, V. The origins of the secondary electron signal in scanning electron microscopy. *Journal of Physics D: Applied Physics* [online]. b.r., **7**(16), 2169-2173 [cit. 2019-05-09]. DOI: 10.1088/0022-3727/7/16/304. ISSN 00223727. Dostupné z: <http://stacks.iop.org/0022-3727/7/i=16/a=304?key=crossref.cd7653246cc0ab3e8de911109ce2805f>
- [36] Operator's User Guide. *CARL ZEISS NTS Ltd* [online]. 2011 [cit. 2019-05-05]. Dostupné z: http://www.iitk.ac.in/meesa/SEM/SEM_manual.pdf
- [37] NOVÁK, L. a I. MÜLLEROVÁ. Single electron response of the scintillator-light guide-photomultiplier detector. *Journal of Microscopy* [online]. 2009, **233**(1), 76-83 [cit. 2019-05-08]. DOI: 10.1111/j.1365-2818.2008.03096.x. ISSN 00222720. Dostupné z: <http://doi.wiley.com/10.1111/j.1365-2818.2008.03096.x>
- [38] CRY 18. *CRYTUR* [online]. b.r. [cit. 2019-05-15]. Dostupné z: <https://www.crytur.cz/materials/cry-18/>
- [39] SKLADANÝ, R. *Adaptace aparatury UHV SEM pro tvorbu a charakterizaci nanostruktur* [online]. Brno, 2017 [cit. 2019-05-06]. Bakalářská práce. Vysoké učení technické v Brně, Fakulta strojního inženýrství. Vedoucí práce Ing. Michal Páleníček.
- [40] KREJČÍ, Vladimír. *Scintilační detektory* [online]. 2002 [cit. 2019-05-08]. Dostupné z: <http://www.pf.jcu.cz/stru/katedry/fyzika/prof/Svadlenkova/Scintilacni%20detektory.pdf>

- [41] BALASUBRAMANYAM, Maya, Eric MUNRO a Jim TAYLOR. Secondary electron detection in the scanning electron microscope. *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section A: Accelerators, Spectrometers, Detectors and Associated Equipment* [online]. 1995, **363**(1-2), 270-275 [cit. 2019-05-10]. DOI: 10.1016/0168-9002(95)00371-1. ISSN 01689002. Dostupné z: <https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/0168900295003711>
- [42] KONVALINA, Ivo a Iлона MÜLLEROVÁ. The trajectories of secondary electrons in the scanning electron microscope. *Scanning* [online]. 2006, **28**(5), 245-256 [cit. 2018-11-15]. DOI: 10.1002/sca.4950280501. ISSN 01610457. Dostupné z: <http://doi.wiley.com/10.1002/sca.4950280501>
- [43] Rastrovací elektronový mikroskop MIRA 3 FEG-SEM: Návod k obsluze. *MUNI* [online]. Brno: TESCAN a.s., 2011 [cit. 2019-05-11]. Dostupné z: https://is.muni.cz/el/1431/podzim2013/F7500/um/44086113/44086126/Mira_manual_GEN_3_01_tisk.pdf
- [44] KUO, WINSON, MARTHA BRICENO a DOGAN OZKAYA. FINAL ANALYSIS: <I>Characterisation of Catalysts Using Secondary and Backscattered Electron In-lens Detectors</I>. *Platinum Metals Review* [online]. 2014, **58**(2), 106-110 [cit. 2019-05-09]. DOI: 10.1595/147106714X680113. ISSN 00321400. Dostupné z: <http://www.ingentaconnect.com/content/10.1595/147106714X680113>
- [45] KUMAGAI, Kazuhiro a Takashi SEKIGUCHI. Sharing of secondary electrons by in-lens and out-lens detector in low-voltage scanning electron microscope equipped with immersion lens. *Ultramicroscopy* [online]. 2009, **109**(4), 368-372 [cit. 2018-11-15]. DOI: 10.1016/j.ultramic.2009.01.005. ISSN 03043991. Dostupné z: <http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0304399109000072>
- [46] CAZAUX, J. Recent developments and new strategies in scanning electron microscopy*. *Journal of Microscopy* [online]. 2005, **217**(1), 16-35 [cit. 2019-05-09]. DOI: 10.1111/j.0022-2720.2005.01414.x. ISSN 0022-2720. Dostupné z: <http://doi.wiley.com/10.1111/j.0022-2720.2005.01414.x>
- [47] HOMMA, Yoshikazu, Satoru SUZUKI, Yoshihiro KOBAYASHI, Masao NAGASE a Daisuke TAKAGI. Mechanism of bright selective imaging of single-walled carbon nanotubes on insulators by scanning electron microscopy. *Applied Physics Letters* [online]. 2004, **84**(10), 1750-1752 [cit. 2019-05-10]. DOI: 10.1063/1.1667608. ISSN 0003-6951. Dostupné z: <http://aip.scitation.org/doi/10.1063/1.1667608>
- [48] KOCHAT, Vidya, Atindra NATH PAL, E. SNEHA, Arjun SAMPATHKUMAR, Anshita GAIROLA, S. SHIVASHANKAR, Srinivasan RAGHAVAN a Arindam GHOSH. High contrast imaging and thickness determination of graphene with in-column secondary electron microscopy. *Journal of Applied Physics* [online]. 2011, **110**(1) [cit. 2019-05-10]. DOI: 10.1063/1.3608062. ISSN 0021-8979. Dostupné z: <http://aip.scitation.org/doi/10.1063/1.3608062>
- [49] TESCAN Brno. *The Detective Quantum Efficiency (DQE) of Microscope Detectors*. Brno, 2018, 1 s.

- [50] BOK, Jan a Petr SCHAUER. Performance of SEM scintillation detector evaluated by modulation transfer function and detective quantum efficiency function. *Scanning* [online]. 2014, **36**(4), 384-393 [cit. 2019-05-11]. DOI: 10.1002/sca.21130. ISSN 01610457. Dostupné z: <http://doi.wiley.com/10.1002/sca.21130>
- [51] MARQUARDT, Niels. Introduction to the principles of vacuum physics. *Vacuum* [online]. 1999, (1661), 1-24 [cit. 2019-02-16]. DOI: 10.5170/CERN-1999-005.1.
- [52] What is UHV?. *ORSAY PHYSICS sas* [online]. b.r. [cit. 2019-02-16]. Dostupné z: <http://www.orsayphysics.com/what-is-uhv>
- [53] AXMAN, Tomáš. *Optimalizace UHV SEM pro studium nanostruktur v širokém rozsahu teplot*. Brno, 2018. Diplomová práce. Vysoké učení technické v Brně, Fakulta strojního inženýrství. Vedoucí práce Ing. Petr Bábora, Ph.D.
- [54] TESCAN BRNO. *PB2: Komplexní modulární aparatura UHV SEM/SPM: Popis činností v PB2 v roce 2016*. Brno, 2016, 17 s.
- [55] HITACHI CABLE, LTD [ONLINE KATALOGOVÝ LIST]. *Specification for highly heat resistant plastic optical fiber*. 2015, 2 s. Dostupné také z: <http://www.hca.hitachicable.com/products/hca/products/materials/pdf/POF-Acrylic-Revision-11-2015.pdf>
- [56] Outgassing Data for Selecting Spacecraft Materials. *National Aeronautics and Space Administration* [online]. b.r. [cit. 2019-05-14]. Dostupné z: <https://outgassing.nasa.gov/cgi/uncgi/search/search.sh>
- [57] ABRAHAM, Eric R.I. a Eric A. CORNELL. Teflon feedthrough for coupling optical fibers into ultrahigh vacuum systems. *Applied Optics* [online]. 1998, **37**(10) [cit. 2019-05-14]. DOI: 10.1364/AO.37.001762. ISSN 0003-6935. Dostupné z: <https://www.osapublishing.org/abstract.cfm?URI=ao-37-10-1762>
- [58] BOBEK, Juraj. *Příprava a testování SNOM sond speciálních vlastností*. Brno, 2017, 35 s. Bakalářská práce. Vysoké učení technické v Brně, Fakulta strojního inženýrství. Vedoucí práce Prof. RNDr. Jiří Spousta, Ph.D.
- [59] JOUSTER, Karl. *Handbook of Vacuum Technology* [online]. 2nd Edition. Weinheim: Wiley-VCH, 2016 [cit. 2019-05-14]. ISBN 978-3-527-68824-1.
- [60] REIMER, L. a C. TOLLKAMP. Measuring the backscattering coefficient and secondary electron yield inside a scanning electron microscope. *Scanning* [online]. 1980, **3**(1), 35-39 [cit. 2019-05-20]. DOI: 10.1002/sca.4950030105. ISSN 01610457. Dostupné z: <http://doi.wiley.com/10.1002/sca.4950030105>
- [61] CZAJA, W. Response of Si and GaP p-n Junctions to a 5- to 40-keV Electron Beam. *Journal of Applied Physics* [online]. 1966, **37**(11), 4236-4248 [cit. 2019-05-20]. DOI: 10.1063/1.1708005. ISSN 0021-8979. Dostupné z: <http://aip.scitation.org/doi/10.1063/1.1708005>