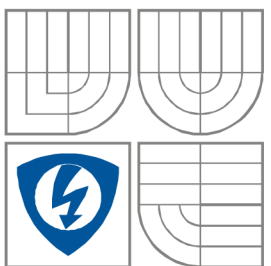


VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V BRNĚ  
BRNO UNIVERSITY OF TECHNOLOGY



FAKULTA ELEKTROTECHNIKY A KOMUNIKAČNÍCH  
TECHNOLOGIÍ  
ÚSTAV ELEKTROTECHNOLOGIE

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

# SCINTILAČNÍ DETEKTOR SEKUNDÁRNÍCH ELEKTRONŮ PRO ENVIRONMENTÁLNÍ RASTROVACÍ ELEKTRONOVÝ MIKROSKOP

SCINTILLATION SE DETECTOR FOR ENVIRONMENTAL SCANNING ELECTRON  
MICROSCOPE

BAKALÁŘSKÁ PRÁCE  
BACHELOR'S THESIS

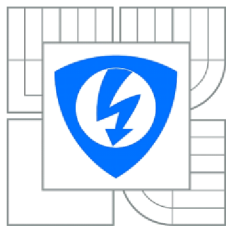
AUTOR PRÁCE  
AUTHOR

Adam Odehnal

VEDOUCÍ PRÁCE  
SUPERVISOR

doc. Ing. Josef Jiráček, CSc.

BRNO 2014



VYSOKÉ UČENÍ  
TECHNICKÉ V BRNĚ

Fakulta elektrotechniky  
a komunikačních technologií

Ústav elektrotechnologie

# Bakalářská práce

bakalářský studijní obor  
Mikroelektronika a technologie

**Student:** Adam Odehnal

**ID:** 146919

**Ročník:** 3

**Akademický rok:** 2013/2014

## NÁZEV TÉMATU:

**Scintilační detektor sekundárních elektronů pro environmentální rastrovací elektronový mikroskop**

## POKYNY PRO VYPRACOVÁNÍ:

Seznamte se s problematikou environmentální rastrovací elektronové mikroskopie a detekce sekundárních elektronů při vyšší tlaku v komoře vzorku pomocí scintilačního detektoru. Experimentálně stanovte závislost velikosti signálu detekovaného scintilačním detektorem na tlaku vodních par v komoře vzorku při pozorování standardního vzorku. Měření uskutečňte pro dvě různé velikosti průměru první tlak omezující apertury detektoru. Výsledky experimentu vyhodnoťte.

## DOPORUČENÁ LITERATURA:

Podle pokynů vedoucího bakalářské práce.

**Termín zadání:** 10.2.2014

**Termín odevzdání:** 5.6.2014

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

**Konzultanti bakalářské práce:**

**doc. Ing. Jiří Háze, Ph.D.**

*Předseda oborové rady*

## UPOZORNĚNÍ:

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

# Abstrakt

Práce obsahuje teoretické poznatky z oblasti rastrovací elektronové mikroskopie. Je popsána konstrukce, princip činnosti a signály vzniklé interakcemi mezi svazkem primárních elektronů a vzorkem. Dále je vysvětlena nejrozšířenější metoda detekce sekundárních elektronů pomocí scintilačního detektoru. Další kapitoly se věnují jednomu z posledních vývojových stádií rastrovací elektronové mikroskopie, a to environmentální rastrovací elektronovou mikroskopii.

Praktická část se zabývá vyhodnocováním závislosti velikosti signálu detekovaného scintilačním detektorem na tlaku vodních par v komoře vzorku. Je zde posuzována vhodná velikost napětí přiložených na elektrody scintilačního detektoru pro optimalizování detekce.

## Klíčová slova

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

# **Abstract**

This work contains theory about scanning electron microscopy. It describes construction, principle of operation and signals generated by interactions between primary electron beam and specimen. Furthermore, it describes the most common method for detection of secondary electrons using scintillation detector. Next chapters are dealing with last development stage of scanning electron microscopy, which is environmental scanning electron microscopy.

Experimental part is evaluating dependency of size of detected signal with scintillation detector on pressure of water vapor in specimen chamber. It also considers appropriate size of voltages enclosed on electrodes of the scintillation detector to optimize detection.

# **Keywords**

Scanning electron microscope (SEM), primary electrons (PE), secondary electron (SE), backscattered electrons (BSE), scintillation detector (SD), environmental scanning electron microscope (ESEM).



# **Bibliografická citace práce**

ODEHNAL, A. *Scintilační detektor sekundárních elektronů pro environmentální rastrovací elektronový mikroskop*. Brno: Vysoké učení technické v Brně, Fakulta elektrotechniky a komunikačních technologií, 2014. 37 s. Vedoucí bakalářské práce doc. Ing. Josef Jirák, CSc.

## Prohlášení

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

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

V Brně dne 16. června 2014

.....  
podpis autora

## Poděkování

Děkuji vedoucímu bakalářské práce doc. Ing. Josefu Jirákovi, CSc. za účinnou metodickou, pedagogickou a odbornou pomoc, cenné rady při zpracování bakalářské práce, trpělivost a čas strávený při konzultacích a experimentech. Dále děkuji Ing. Pavlu Čudkovi za cenné rady, čas strávený v laboratoři a trpělivost. Touto cestou také děkuji Ústavu přístrojové techniky Akademie věd České republiky za poskytnutí prostoru a technického zázemí pro realizaci práce.

V Brně dne 16. června 2014

.....  
podpis autora

# Obsah

<b>Seznam obrázků</b> .....	<b>- 7 -</b>
<b>Úvod</b> .....	<b>- 9 -</b>
<b>1. Princip rastrovacího elektronového mikroskopu (REM)</b> .....	<b>- 10 -</b>
1.1. Vakuová soustava.....	- 11 -
<b>2. Interakce PE se vzorkem</b> .....	<b>- 12 -</b>
2.1. Signály vzniklé interakcí elektron – vzorek.....	- 13 -
2.1.1. Sekundární elektrony .....	- 13 -
2.1.1.1. Typy SE.....	- 14 -
2.1.2. Zpětně odražené elektrony.....	- 15 -
<b>3. Detekce SE</b> .....	<b>- 17 -</b>
3.1. Scintilační detektor (SD).....	- 17 -
<b>4. Environmentální rastrovací elektronová mikroskopie (EREM)</b> .....	<b>- 18 -</b>
4.1. Konstrukce EREM .....	- 18 -
4.2. Scintilační detektor SE v EREM.....	- 19 -
<b>5. Experimentální část</b> .....	<b>- 21 -</b>
5.1. Cíle práce .....	- 21 -
5.2. Popis měřicího zařízení .....	- 21 -
5.2.1. Standardní vzorek .....	- 21 -
5.2.2. Vakuový systém mikroskopu.....	- 22 -
5.2.3. Vyhodnocení naměřených hodnot .....	- 23 -
5.2.4. Nastavení parametrů scintilačního detektoru.....	- 23 -
5.2.5. Nastavení proudu primárních elektronů .....	- 24 -
<b>6. Výsledky uskutečněných měření</b> .....	<b>- 25 -</b>
6.1. Měření s průměrem otvoru clony $A1 = 0,6$ mm.....	- 25 -
6.2. Vyhodnocení experimentů s průměrem otvoru clony $A1 = 0,6$ mm.....	- 30 -
6.3. Měření s průměrem otvoru clony $A1 = 0,7$ mm.....	- 31 -
6.4. Vyhodnocení experimentů s průměrem otvoru clony $A1 = 0,7$ mm.....	- 34 -
<b>Závěr</b> .....	<b>- 35 -</b>
<b>Seznam použité literatury</b> .....	<b>- 36 -</b>
<b>Seznam použitých symbolů a zkratk</b> .....	<b>- 37 -</b>

# Seznam obrázků

Obr. 1.1 Principiální schéma REM [8] .....	- 10 -
Obr. 2.1 Signály vznikající po dopadu PE na povrch vzorku [4] .....	- 12 -
Obr. 2.2 Oblasti, ze kterých vystupují některé signály [4] .....	- 13 -
Obr. 2.3 Spektrum emitovaných elektronů [8] .....	- 13 -
Obr. 2.4 Závislost koeficientu emise SE na energii PE a úhlu dopadu pro Al a Cu [8].....	- 14 -
Obr. 2.5 Vznik jednotlivých typů SE [8] .....	- 15 -
Obr. 2.6 Závislost koeficientu emise BSE na protonovém čísle Z a úhlu dopadu [8]-	- 16 -
Obr. 2.7 Závislost koeficientu emise BSE na energii PE pro různé materiály [8] ....	- 16 -
Obr. 3.1 Scintilační detektor - Everhart-Thornleyho uspořádání [8].....	- 17 -
Obr. 4.1 Principiální schéma EREM [3], RV - rotační vývěva, DV - difuzní vývěva, JV - jehlový ventil, V - vakuový ventil .....	- 19 -
Obr. 4.2 Schéma scintilačního detektoru SE pro EREM [5] .....	- 20 -
Obr. 5.1 Snímek standardního vzorku .....	- 21 -
Obr. 5.2 Schéma vakuového systému mikroskopu .....	- 22 -
Obr. 5.3 Načtená maska a histogram úrovně šedi.....	- 23 -
Obr. 6.1 Závislost relativní velikosti signálu z platiny na tlaku vodních par v komoře vzorku ( $A_1 = 0,6$ mm) .....	- 26 -
Obr. 6.2 Závislost relativní velikosti signálu z mědi na tlaku vodních par v komoře vzorku ( $A_1 = 0,6$ mm) .....	- 26 -
Obr. 6.3 Závislost relativní velikosti signálu z mědi na tlaku vodních par v komoře vzorku po úpravách ( $A_1 = 0,6$ mm).....	- 27 -
Obr. 6.4 Závislost relativní velikosti signálu z mědi na tlaku vodních par v komoře vzorku po úpravách ( $A_1 = 0,6$ mm).....	- 27 -
Obr. 6.5 Snímek kuličky cínu, $p = 50$ Pa, nast.0, F:41.7/32.6, ( $A_1 = 0,6$ mm), zv. 15000x .....	- 28 -
Obr. 6.6 Snímek kuličky cínu, $p = 200$ Pa, nast.0, F:41.7/18.6, ( $A_1 = 0,6$ mm), zv. 15000x .....	- 28 -
Obr. 6.7 Snímek kuličky cínu, $p = 10^{-1}$ Pa, nast.1, F:66.6/42.9, ( $A_1 = 0,6$ mm), zv. 15000x .....	- 28 -
Obr. 6.8 Snímek kuličky cínu, $p = 100$ Pa, nast.0, F:39.2/22.1, ( $A_1 = 0,6$ mm), zv. 15000x .....	- 28 -
Obr. 6.9 Snímek kuličky cínu, $p = 400$ Pa, nast.1, F:53.5/12.2, ( $A_1 = 0,6$ mm), zv. 15000x .....	- 29 -
Obr. 6.10 Snímek kuličky cínu, $p = 300$ Pa, nast.0, F:44.7/28.0, ( $A_1 = 0,6$ mm), zv. 15000x .....	- 29 -
Obr. 6.11 Snímek kuličky cínu, $p = 600$ Pa, nast.2, F:71.4/18.1, ( $A_1 = 0,6$ mm), zv. 15000x .....	- 29 -
Obr. 6.12 Snímek kuličky cínu, $p = 500$ Pa, nast.1, F:57.0/0.0, ( $A_1 = 0,6$ mm), zv. 15000x .....	- 29 -
Obr. 6.13 Snímek kuličky cínu, $p = 800$ Pa, nast.2, F:66.2/0.3, ( $A_1 = 0,6$ mm), zv. 15000x .....	- 29 -
Obr. 6.14 Snímek kuličky cínu, $p = 700$ Pa, nast.2, F:66.0/13.0, ( $A_1 = 0,6$ mm), zv. 15000x .....	- 29 -
Obr. 6.15 Snímek kuličky cínu, $p = 900$ Pa, nast.2, F:62.5/18.1, ( $A_1 = 0,6$ mm), zv. 15000x .....	- 30 -

Obr. 6.16 Snímek kuličky cínu, $p = 1000 \text{ Pa}$ , nast.2, F:57.1/16.0, ( $A1 = 0,6 \text{ mm}$ ), zv. 15000x .....	- 30 -
Obr. 6.17 Závislost relativní velikosti signálu z mědi na tlaku vodních par v komoře vzorku ( $A1 = 0,7 \text{ mm}$ ) .....	- 32 -
Obr. 6.18 Závislost relativní velikosti signálu z platiny na tlaku vodních par v komoře vzorku ( $A1 = 0,7 \text{ mm}$ ) .....	- 32 -
Obr. 6.22 Snímek kuličky cínu, $p = 300 \text{ Pa}$ , nast.0, F:46.9/1.4, ( $A1 = 0,7 \text{ mm}$ ), zv. 15000x .....	- 33 -
Obr. 6.21 Snímek kuličky cínu, $p = 200 \text{ Pa}$ , nast.0, F:46.6/1.0, ( $A1 = 0,7 \text{ mm}$ ), zv. 15000x .....	- 33 -
Obr. 6.19 Snímek kuličky cínu, $p = 50 \text{ Pa}$ , nast.0, F:48.1/21.5, ( $A1 = 0,7 \text{ mm}$ ), zv. 15000x .....	- 33 -
Obr. 6.20 Snímek kuličky cínu, $p = 100 \text{ Pa}$ , nast.0, F:46.4/14.1, ( $A1 = 0,7 \text{ mm}$ ), zv. 15000x .....	- 33 -

# Úvod

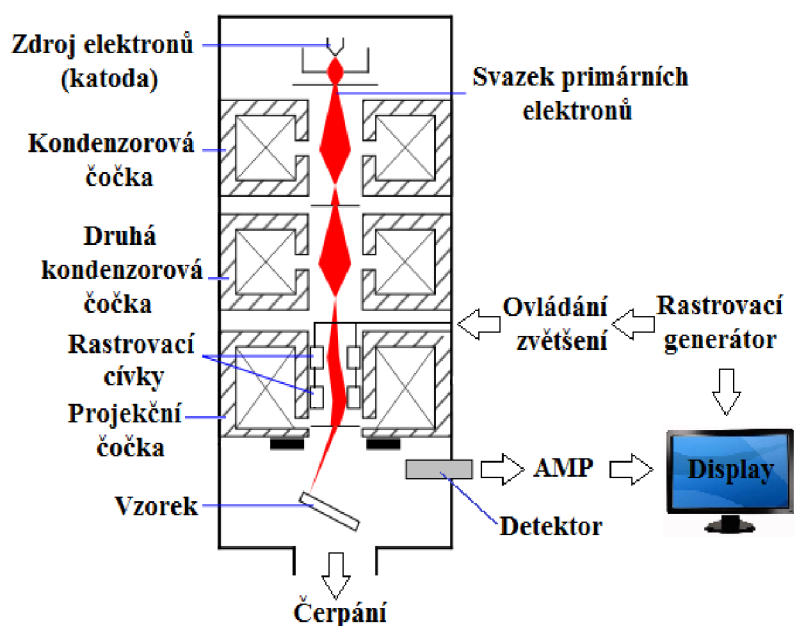
Elektronová mikroskopie slouží k pozorování vzorků se zvětšením, kterého již klasické optické mikroskopy nejsou schopny docílit. Rozlišujeme dva druhy elektronové mikroskopie, transmisní (TEM) a rastrovací (REM).

Rastrovací elektronový mikroskop rastruje povrch zkoumaného vzorku svazkem elektronů. Interakcí svazku elektronů a povrchu vzorku vzniká řada signálů, jejichž sběrem získáváme informace o topografii, materiálovém složení vzorku, elektrických vlastnostech a kontrastu povrchu vzorku. Velmi důležitým faktorem je vnitřní prostředí elektronového mikroskopu. Bez zajištění určité hodnoty vakua není možné elektronový svazek generovat, natož řídit. Díky vakuu však nemůžeme zkoumat biologické vzorky a nevodivé materiály bez předcházejících úprav, což může být nevýhodné. Vzorky obsahující vodu je nejdříve nutné vysušit, nevodivé materiály pokovujeme elektricky vodivým kovem. Tato nevýhoda je odstraněna environmentálním rastrovacím elektronovým mikroskopem (EREM), jehož konstrukce umožňuje pracovat při vyšších tlacích v komoře vzorku, při kterých dochází ke kompenzaci povrchového náboje vzorku srážkovými ionty, které jsou produktem srážek atomů či molekul plynů s elektrony.

Scintilační detektory (SD), které se běžně používají v REM k detekci sekundárních elektronů (SE), však není možné v EREM použít. Na SD je přivedeno napětí v řádech několika kilovoltů, které by způsobovalo při vyšším tlaku výboje v komoře vzorku. SD je nutné upravit oddělením komory vzorku s vyšším tlakem od komory scintilátoru, ve které udržujeme tlak pouze v řádech několika Pa.

# 1. Princip rastrovacího elektronového mikroskopu (REM)

REM je zařízení, které se používá ke zkoumání povrchů pevných vzorků s velkým zvětšením, vysokou rozlišovací schopností a velkou hloubkou ostrosti.



Obr. 1.1 Principiální schéma REM [8]

Zdrojem elektronů v REM je termoemisní (žhavené wolframové vlákno, krystal  $\text{LaB}_6$ ) nebo autoemisní katoda (studené wolframové vlákno vyleptané do hrotu). Elektrony jsou urychleny napětím obvykle v rozmezí 1-50 kV, které je mezi katodou a anodou. Křížiště elektronů u katody má průměr v rozmezí 10-50  $\mu\text{m}$  pro termoemisní katody a 10-100 nm pro autoemisní katody [8].

Optická soustava mikroskopu má za úkol co nejlépe koncentrovat paprsek na povrchu vzorku. Jelikož je elektron částice s nábojem, její dráhu je možné ovlivňovat změnou elektromagnetického pole. Působením elektromagnetického pole je tedy možné elektronový svazek urychlovat, fokusovat a ohýbat podle potřeby. První čočkou, kterou prochází svazek elektronů, je kondenzor. Optické soustavy se většinou konstruují jako dvoustupňové nebo třístupňové. U dvoustupňového uspořádání navazuje na kondenzor čočka projekční, u třístupňového je mezi tyto dvě čočky vložen další kondenzor. Projekční čočka zobrazuje svazek elektronů na povrchu vzorku. V optické soustavě se ještě nachází vychylovací cívkou, které rastrují paprskem po povrchu vzorku v řádcích. Vychylování je realizováno opět změnou elektromagnetického pole [8].

## 1.1. Vakuová soustava

Základní podmínkou pro činnost REM je udržování jisté hodnoty vakua v celém prostoru mikroskopu. Hodnota vakua se volí podle potřeb elektronové trysky. Při použití přímo žhaveného wolframového vlákna je požadovaná hodnota vakua v rozmezí  $10^{-3}$  až  $10^{-4}$  Pa. Větší nároky má tryska autoemisní, kdy je potřebná hodnota tlaku nižší než  $10^{-7}$  Pa [4].

K udržení požadované hodnoty tlaku obvykle postačí dvoustupňový čerpací systém tvořený rotační a difúzní pumpou. Při vyšším než doporučeném tlaku dramaticky klesá životnost zdroje elektronů, nejčastěji tedy wolframového vlákna. Pokud při práci na mikroskopu chceme vyměnit vzorek, je nejdříve nutné vypnout svazek PE a zdroj elektronů izolovat od atmosférického tlaku za použití ventilů.

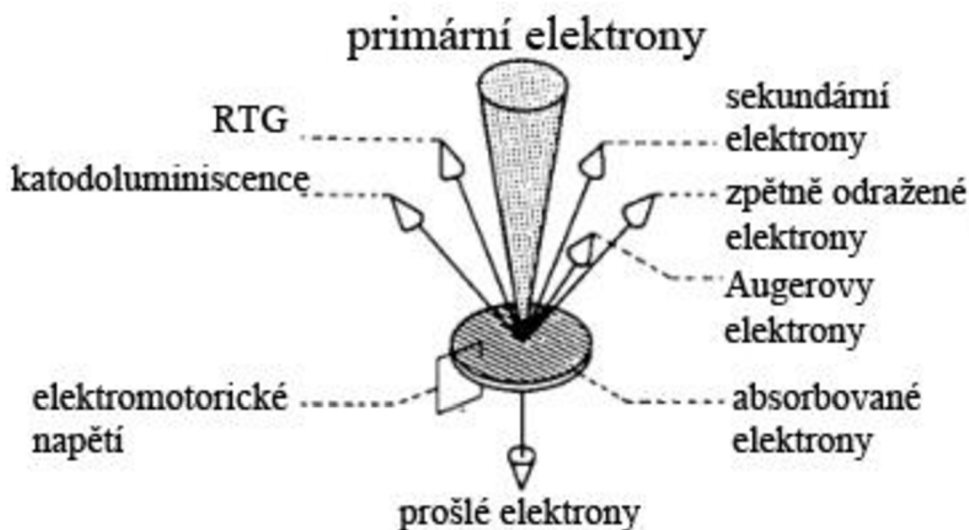


## 2. Interakce PE se vzorkem

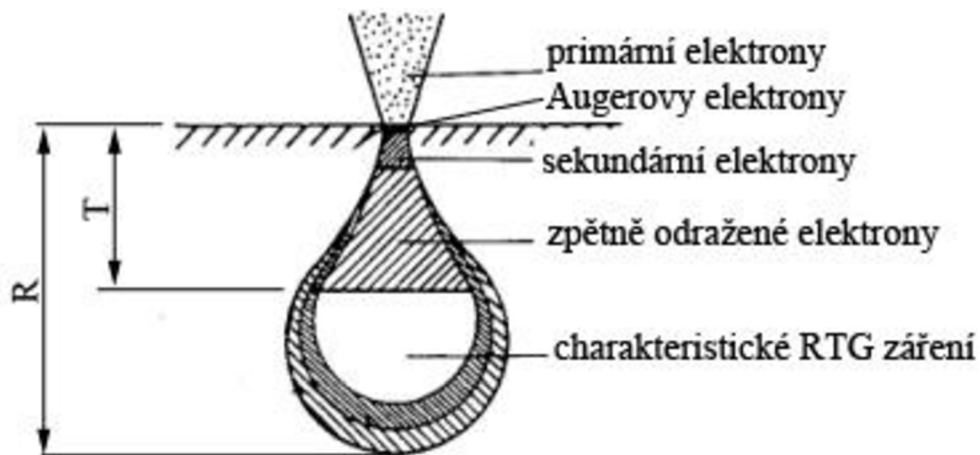
Po dopadu PE na povrch vzorku vzniká řada signálů, viz Obr. 2.1. Elektronů pronikají do objemu vzorku, kde dochází k pružným a nepružným srážkám elektronů s atomy zkoumaného materiálu. Pokud mají elektrony energii  $E$ , která jim umožní proniknout do maximální hloubky  $R$ , lze předpokládat, že zpětně odražené elektrony jsou schopné se dostat zpět k povrchu vzorku z poloviny této hloubky. Na Obr. 2.2 je znázorněn excitační objem jednotlivých signálů. Excitační objem je prostor, ve kterém probíhají interakce urychlených elektronů s hmotou vzorku. Tento objem se zvětšuje s rostoucí energií elektronového svazku a zmenšuje s rostoucím protonovým číslem vzorku [8].

Pružná srážka znamená, že se elektron vlivem elektrického pole jádra atomu odchýlí od své původní dráhy za ztráty malé části původní energie. Tímto mechanismem vznikají BSE, prošlé elektrony a brzdné RTG záření.

Nepružnou srážkou se rozumí situace, kdy primární elektron ztratí část své energie při interakci s elektrony v elektronových obalech atomů vzorku a putuje dále s menší kinetickou energií. Produktem těchto srážek jsou SE, AE a charakteristické RTG záření.



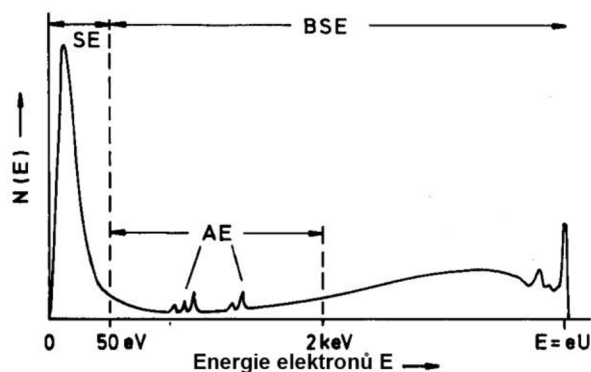
Obr. 2.1 Signály vznikající po dopadu PE na povrch vzorku [4]



Obr. 2.2 Oblasti, ze kterých vystupují některé signály [4]

## 2.1. Signály vzniklé interakcí elektron – vzorek

Nejdůležitější signály pro REM jsou SE a BSE, kterými se budeme zabývat podrobněji. Na Obr. 2.3 je spektrum emitovaných elektronů. SE mají nejpravděpodobnější výstupní energii 2-5 eV. Mez mezi SE a BSE je konvencí stanovena na 50 eV [8].



Obr. 2.3 Spektrum emitovaných elektronů [8]

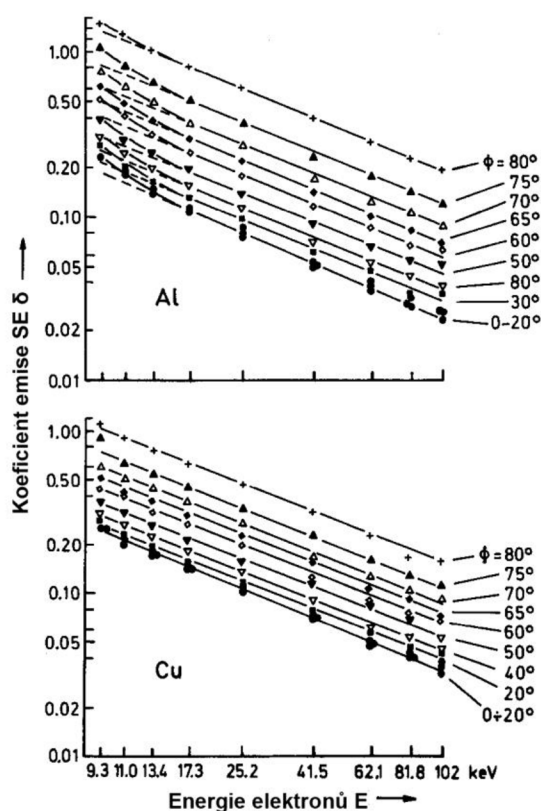
### 2.1.1. Sekundární elektrony

Jak již bylo zmíněno, SE se uvolňují nepružnými srážkami PE s atomy zkoumaného materiálu. PE srážkou s elektronovým obalem atomu vyrazí SE. Elektrony, které mají po vyrazení dostatečnou energii, unikají ze zkoumaného vzorku z maximální hloubky  $t_{SE}$ . Díky malé výstupní energii SE se tato hloubka pohybuje v řádech jednotek až desítek nanometrů [8].

Emise SE je kvantifikována koeficientem emise sekundárních elektronů  $\delta$ , který je definován jako poměr proudu sekundárních elektronů uvolněných ze vzorku  $I_{SE}$  k proudu primárních elektronů  $I_{PE}$ .

$$\delta = \frac{I_{SE}}{I_{PE}} \quad (1)$$

Nejdůležitějším faktorem ovlivňujícím emisi sekundárních elektronů, tedy koeficient  $\delta$ , je úhel dopadu primárních elektronů  $\phi$ . Je definován jako úhel, který svírá svazek PE s normálou roviny povrchu vzorku v místě dopadu PE. Čím větší úhel svírá vzorek s primárním svazkem elektronů, tím větší je množství uvolněných sekundárních elektronů. Tohoto jevu se využívá při zkoumání topografie povrchu. Dalším faktorem je energie primárních elektronů  $E$ . S rostoucí energií primárních elektronů klesá množství uvolněných sekundárních elektronů (Obr. 2.4) [4],[8].



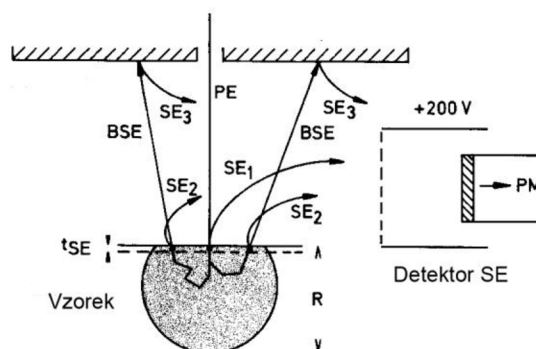
Obr. 2.4 Závislost koeficientu emise SE na energii PE a úhlu dopadu pro Al a Cu [8]

### 2.1.1.1. Typy SE

Rozlišujeme tři typy SE, které se liší ve způsobu jejich vybuzení. Na Obr. 2.5 je znázorněn vznik jednotlivých typů. Výstupní hloubka  $t_{SE}$  je pro všechny typy stejná [8].

- SE<sub>1</sub> – tento typ je uvolněn z bezprostřední blízkosti místa dopadu svazku PE. Detekcí tohoto signálu získáváme perfektní informace o topografii zkoumaného vzorku. Jedná se o signál s nejvyšším rozlišením a s velkou hloubkou ostrosti.
- SE<sub>2</sub> – tento typ je vybuzen zpětně-odraženými elektrony na jejich cestě vzorkem zpět k povrchu. Signál SE<sub>2</sub> přenáší topografickou i materiálovou informaci o zkoumaném vzorku.

Třetí typ vzniká dopadem zpětně-odražených elektronů na konstrukci komory vzorku. Ve výsledném obrazu je tato informace nežádoucí.



Obr. 2.5 Vznik jednotlivých typů SE [8]

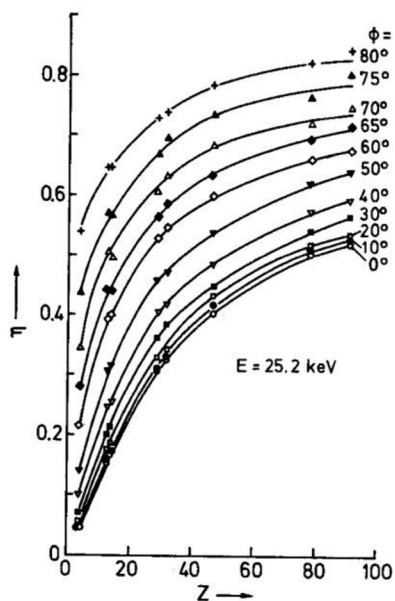
### 2.1.2. Zpětně odražené elektrony

Zpětně odražené elektrony jsou produktem pružných srážek PE s atomy vzorku. Elektrony se šíří objemem vzorku, kde díky dalším srážkám může nastat situace, kdy jsou elektrony nasměrovány zpět k povrchu. Pokud má stále dostatek energie, opouští vzorek jako zpětně odražený elektron (BSE).

Emise BSE je charakterizována koeficientem emise zpětně odražených elektronů  $\eta$ , který je definován jako poměr proudu zpětně odražených elektronů  $I_{BSE}$  ku proudu svazku primárních elektronů  $I_{PE}$  [8].

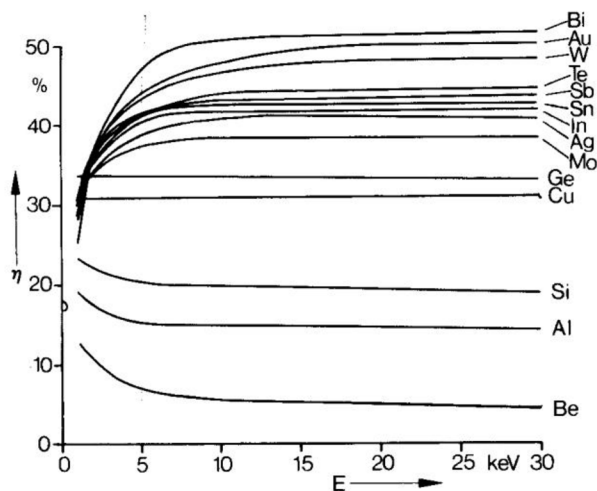
$$\eta = \frac{I_{BSE}}{I_{PE}} \quad (2)$$

Koeficient emise zpětně odražených elektronů je silně závislý na protonovém čísle vzorku  $Z$  a na úhlu dopadu primárního svazku  $\varphi$ . Závislosti lze vidět na Obr. 2.6.



Obr. 2.6 Závislost koeficientu emise BSE na protonovém čísle Z a úhlu dopadu [8]

Koeficient emise BSE je v závislosti na energii PE téměř konstantní od hodnoty energie primárního svazku 5 keV jak lze vidět na Obr. 2.7 [8].



Obr. 2.7 Závislost koeficientu emise BSE na energii PE pro různé materiály [8]

Zpětně odražené elektrony se mohou uvolňovat z jisté výstupní hloubky  $T$ , která je rovna přibližně polovině maximální dosahu primární elektronů  $R$ . Vzhledem k závislosti množství generovaných BSE na protonovém čísle vzorku  $Z$  je patrné, že sběrem BSE získáváme hlavně informace o materiálovém složení vzorku [8].

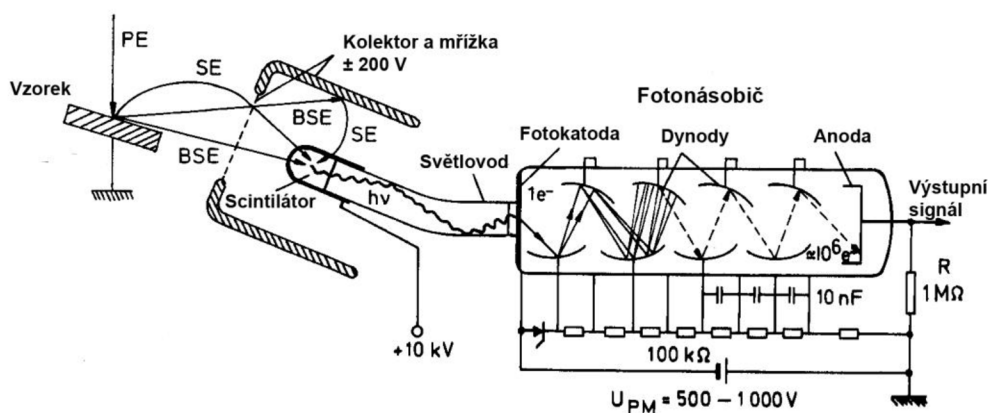
### 3. Detekce SE

Nejrozšířenější metodou detekce SE je uspořádání scintilátor – fotonásobič, které poprvé představili Everhart a Thornley.

Scintilátor je materiál, který převádí elektrony na fotony v procesu scintilace. Po dopadu signálních elektronů na scintilátor jsou generovány fotony, pro účinnou scintilaci je požadována energie dopadajících elektronů obvykle 10 keV [8].

#### 3.1. Scintilační detektor (SD)

SD se skládá ze scintilátoru, v některých případech světlovodu a fotonásobiče. Scintilátor a světlovod musí být dobře opticky spojeny, aby nedocházelo k odrazům na spoji. Scintilací vygenerované fotony jsou vedeny světlovodem k fotonásobiči, kde dopadají na fotokatodu. Na fotokatodě jsou generovány fotoelektrony, proud těchto elektronů je zesilován na dynodách v procesu sekundární emise (dynody pokrývá vrstva kovu s vysokým koeficientem sekundární emise  $\delta$ ) a výstupní zesílený signál je odebírán ze sběrné anody. Násobící systém obsahuje obvykle 8 až 12 dynod, zesílení fotonásobiče je až  $10^6$ -krát [8].



Obr. 3.1 Scintilační detektor - Everhart-Thornleyho uspořádání [8]

Everhart – Thornleyho uspořádání (Obr. 3.1) má jisté specifické vlastnosti. SE mají malou výstupní energii (nejpravděpodobněji 2-5 eV, Obr. 2.3). Tato energie nestačí pro účinnou scintilaci. Z tohoto důvodu je scintilátor pokryt vrstvou vodivého kovu, na který je přiveden potenciál 10 kV, který elektrony dostatečně urychlí. SD se umísťuje do komory vzorku, přibližně 1 až 2 cm od vzorku. V tomto uspořádání by napětí na scintilátoru mohlo negativně ovlivňovat svazek PE, proto se umísťuje před detektor mřížka s předpětím  $\pm 200$ V [1],[8].

## 4. Environmentální rastrovací elektronová mikroskopie (EREM)

Jedním z posledních stádií vývoje rastrovací elektronové mikroskopie je environmentální rastrovací elektronová mikroskopie (EREM). Počátky se datují do 70. let, kdy bylo hlavním cílem odstranění elektrického náboje z povrchu nevodivých vzorků napouštěním plynů do komory vzorku. Zjistilo se, že náboj je kompenzován srážkovými ionty, které jsou důsledkem ionizačních srážek atomů či molekul plynů s elektrony. To umožňuje přímé pozorování elektricky nevodivých vzorků bez nutnosti pokrytí elektricky vodivou vrstvou [3].

Základním rozdílem mezi REM a EREM je tlak v komoře vzorku. I když je elektronová tryska obvykle umístěna v tlaku  $10^{-3}$  Pa, ve vzorkové komoře EREM může být udržován tlak od jednotek do tisíců Pa. EREM jsou určeny k pozorování vzorků, které obsahují jisté množství vody, bez nutnosti předchozích úprav vzorku.

Jelikož se v komoře vzorku nachází plyn, dochází ke srážkám elektronů s atomy či molekulami plynu a tím i rozptylu primárních elektronů. Činnost EREM je založena na předpokladu, že je možné vytvořit takové podmínky, při kterých se určitá část elektronového svazku nachází i po průchodu plynným prostředím v původní stopě. Úhel vychýlení při jedné srážce i ztráta energie jsou velmi malé. Průměrný počet srážek připadající na elektron lze stanovit ze vztahu [3]

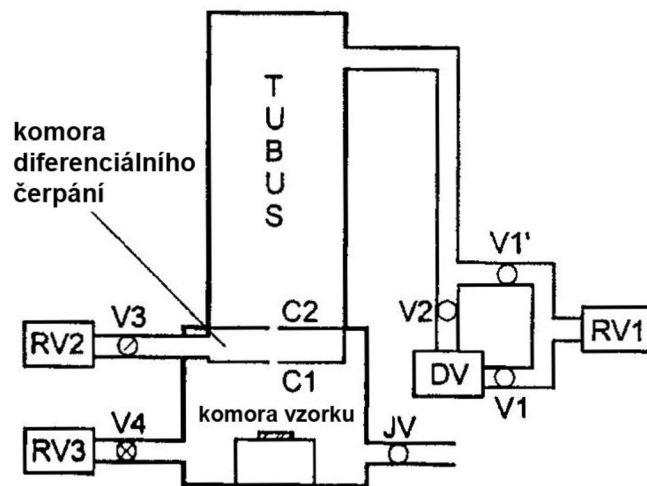
$$m = \sigma_T p d / k \tau \quad (3)$$

kde  $\sigma_T$  je celkový záchytný průřez plynu,  $p$  je tlak,  $d$  je tloušťka vrstvy plynu,  $k$  představuje Boltzmannovu konstantu a  $\tau$  je absolutní teplota.

### 4.1. Konstrukce EREM

Konstrukce EREM (Obr. 4.1) musí umožňovat dosažení rozdílných tlaků v jednotlivých částech mikroskopu. To je zajištěno užitím tlak omezujících clon a samostatným čerpáním jednotlivých oblastí, oddělených těmito clonami. Clony mají malé otvory, jimiž se potlačí proudění plynů mezi částmi mikroskopu, zároveň umožňují projít elektronům primárního svazku do komory vzorku. Tok plynů v tomto případě roste se čtvercem průměru otvoru, tudíž je nutné, aby otvory byly co nejmenší. Velikost je ovšem omezena požadavky elektronové optiky na clonu C2, zmenšování otvoru C1 zase snižuje velikost zorného pole při pozorování vzorku. Prostor mezi clonami se nazývá komora diferenciálního čerpání a je obvykle čerpán rotační vývěvou [3].





Obr. 4.1 Principiální schéma EREM [3], RV - rotační vývěva, DV - difuzní vývěva, JV - jehlový ventil, V - vakuový ventil

Clona C2 zároveň plní funkci optické apertury mikroskopu. Jelikož dochází v plynném prostředí komory vzorku, které je většinou tvořeno vodními parami, k rozptylu PE, je třeba co nejvíce omezit jejich dráhu v komoře vzorku.

## 4.2. Scintilační detektor SE v EREM

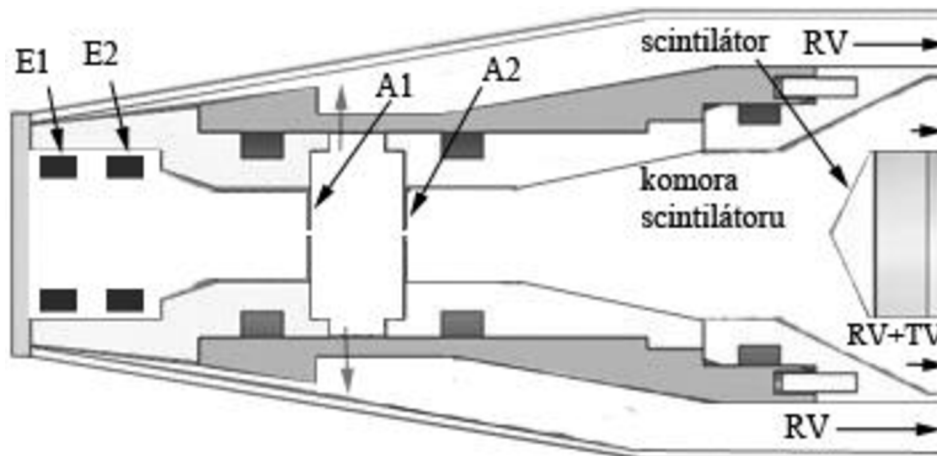
Scintilační detektory se vedle polovodičových detektorů běžně používají pro detekci zpětně odražených elektronů. Ty se vzhledem ke své výstupní energii pohybují plynným prostředím komory bez velké ztráty energie. Zároveň je jejich energie dostatečná k vybuzení scintilací.

V případě detekce sekundárních elektronů je třeba užít urychlovací pole tvořené napětím obvykle několik kilovoltů přivedeným na scintilátor. Je to z důvodu jejich nízké výstupní energie, která nedostačuje pro vybuzení scintilací. Elektrické pole o této intenzitě však není možné použít v komoře vzorku, kde pracujeme s tlaky řádově stovek až tisíců Pa. Při těchto tlacích by docházelo k výbojům v plynném prostředí, které by mohly poškodit scintilátor [3].

Jedním z možných řešení tohoto problému je umístění scintilátoru do scintilační komory oddělené od komory vzorku dvěma clonami, čímž můžeme snížit tlak v okolí scintilátoru na hodnotu několika Pa. V tomto tlaku již je možné přivést na scintilátor požadované urychlovací napětí SE v řádech několika kV. Tyto clony omezují tok plynu z komory vzorku ke scintilátoru, ale umožňují projít signálními elektronům. Tlak z jednotlivých komor oddělených clonami od komory vzorku je odčerpáván vhodným systémem vakuového čerpání [5].



Uspořádání scintilačního detektoru je ukázáno na Obr. 4.2. Prostor mezi dvěma clonami A1 a A2 (diferenciální komora detektoru) je čerpán rotační a turbomolekulární vývěvou, čímž je docíleno tlaku jednotek Pa v blízkosti scintilátoru, zatímco v komoře vzorku je tlak až 1000 Pa. K clonám A1 a A2 je přiloženo vhodné napětí a slouží jako elektrostatické čočky pro přenos signálních elektronů ke scintilátoru. Efektivita sběru SE detektorem společně s jejich zaostřením do optické osy scintilátoru je řízena elektrickým polem tvořeným napětím přiloženým na elektrody E1 a E2, které jsou stejně jako clony A1 a A2 elektricky izolovány od uzemněného kovového tělesa detektoru [5].



Obr. 4.2 Schéma scintilačního detektoru SE pro EREM [5]

## 5. Experimentální část

### 5.1. Cíle práce

Cílem bakalářské práce bylo experimentálně stanovit závislost velikosti signálu detekovaného scintilačním detektorem na tlaku vodních par v komoře vzorku při pozorování standardního vzorku. Měření bylo uskutečněno pro dvě různé velikosti otvoru první tlak omezující apertury detektoru.

### 5.2. Popis měřicího zařízení

Měření bylo provedeno na elektronovém mikroskopu Aquasem I firmy TESCAN, který je umístěn v laboratoři na Ústavu přístrojové techniky Akademie věd České republiky. Zdrojem elektronů v tomto mikroskopu je přímo žhavené wolframové vlákno, přičemž urychlovací napětí elektronů je možné volit v rozsahu od 5 do 20 kV. V komoře vzorku je možné dosáhnout tlaků  $10^{-2}$  až 1000 Pa. Sekundární elektrony byly detekovány scintilačním detektorem, který bude popsán následně. Pozorování detekovaného signálu a ovládání detektoru je realizováno počítačem s originálním software od firmy TESCAN, s.r.o.

K detekci SE byl využit scintilační detektor, jehož schéma je na Obr. 4.2. Funkci scintilátoru detektoru plní monokrystal typu CRY18 od firmy Crytour, s.r.o.

#### 5.2.1. Standardní vzorek

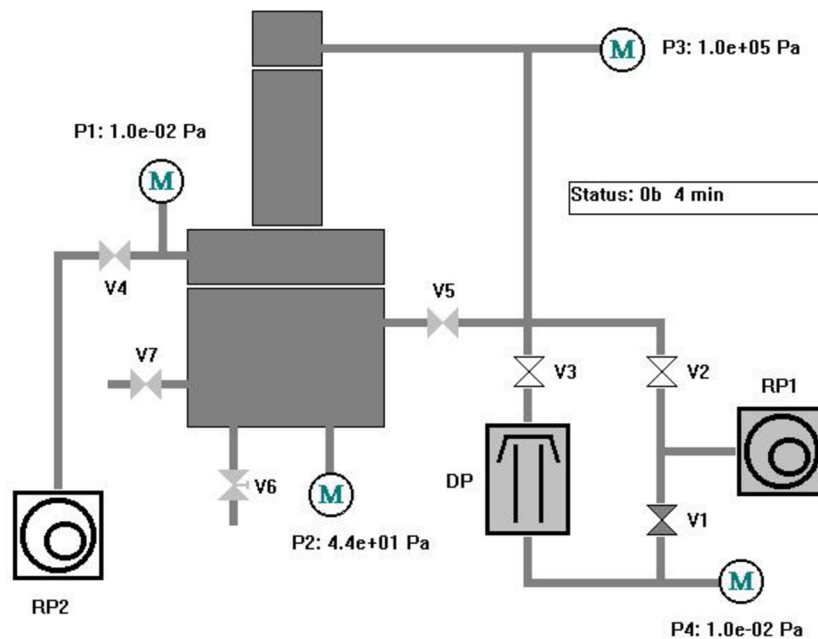
Pro měření závislosti velikosti signálu na tlaku byl použit standardní vzorek, který se skládá z uhlíkového válce o průměru 10 mm, v němž je vyvrtán otvor o průměru 1 mm do hloubky 10 mm. Otvor je částečně zakryt dvěma fóliemi z mědi a platiny. Uspořádání vzorku je patrné z Obr. 5.1.



Obr. 5.1 Snímek standardního vzorku

### 5.2.2. Vakuový systém mikroskopu

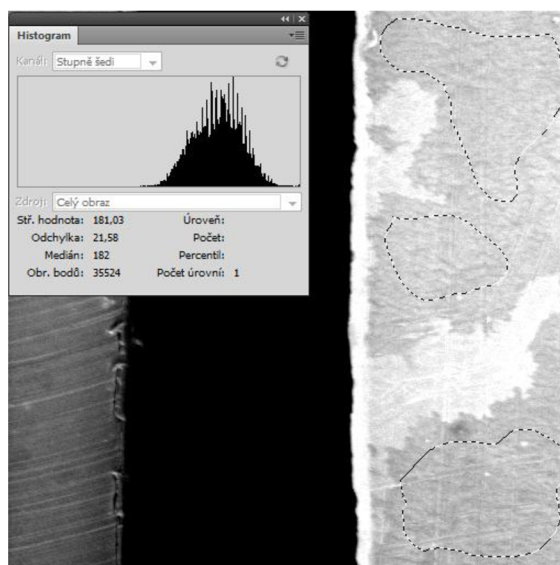
V REM Aquasem se dosahuje požadovaných tlaků čerpáním pomocí dvou rotačních a jedné difúzní vývěvy. Schéma vakuového systému je na Obr. 5.2. Ovládání čerpání je zajištěno sedmi ventily V1 až V7. Pomocí ventilu PV jsou do komory vzorku připouštěny vodní páry. Abychom dosáhli v komoře vzorku prostředí nasycených vodních par, je třeba několikrát provést cyklus napouštění vodních par na tlak cca 1000 Pa a následného odčerpání komory vzorku na tlak 100 Pa.



Obr. 5.2 Schéma vakuového systému mikroskopu

### 5.2.3. Vyhodnocení naměřených hodnot

Snímky pozorovaných vzorků jsou ukládány v 256 úrovních šedi. Závislost velikosti detekovaného signálu na tlaku vodních par v komoře vzorku byla vyhodnocena ze střední hodnoty úrovně šedi získaných snímků. Tyto hodnoty byly zjištěny za pomoci programu Photoshop. V tomto programu je možné vymezit oblast na vzorku beze změn reliéfu, poruch a nečistot, které by zanášely do měření chyby. Takto vybranou oblast je možné uložit jako masku a použít ji na všechny snímky měření. Po načtení masky na snímek je střední hodnota úrovně šedi stanovena z histogramu úrovně šedi. Tato střední hodnota úrovně šedi slouží ke stanovení velikosti detekovaného signálu. Na Obr. 5.3 je ukázána načtená maska výběru na snímku s histogramem úrovně šedi vybrané oblasti.



Obr. 5.3 Načtená maska a histogram úrovně šedi

Velikost detekovaného signálu z platiny  $S_{Pt}$  se stanoví jako rozdíl střední hodnoty úrovně šedi z platiny  $S_{ušPt}$  a střední hodnoty úrovně šedi z otvoru v uhlíku  $S_{ušC}$

$$S_{Pt} = S_{ušPt} - S_{ušC} \quad (4)$$

### 5.2.4. Nastavení parametrů scintilačního detektoru

Scintilační detektor byl proměřován pro dvě velikosti otvoru clony A1, a to 0,6 mm a 0,7 mm. Velikost otvoru clony A2 zůstala konstantní pro všechna měření. Napětí přivedené na vodivou vrstvu scintilačního krystalu bylo nastaveno na 10 kV a také zůstalo konstantní.

Napětí přivedená na elektrody E1, E2 a na clony A1, A2 byla volena podle aktuálního tlaku v komoře vzorku tak, aby nedocházelo k výbojům v plynu mezi elektrodami a konstrukcí detektoru. Nastavení elektrodového systému má rozhodující vliv na kvalitu výsledného obrazu. Při volbě hodnot napětí se vycházelo ze dvou nastavení označených č. 0 a č. 1, která vycházejí z předchozích prací na SD. Pro vyšší tlaky (od 600 Pa) bylo nutné tato napětí snižovat.

Nastavení jednotlivých napětí na elektrodovém systému:

- nastavení č. 0:  $U_{E1} = 300 \text{ V}$ ,  $U_{E2} = 400 \text{ V}$ ,  $U_{A1} = 550 \text{ V}$ ,  $U_{A2} = 1000 \text{ V}$
- nastavení č. 1:  $U_{E1} = 300 \text{ V}$ ,  $U_{E2} = 330 \text{ V}$ ,  $U_{A1} = 440 \text{ V}$ ,  $U_{A2} = 1000 \text{ V}$
- nastavení č. 2:  $U_{E1} = 100 \text{ V}$ ,  $U_{E2} = 130 \text{ V}$ ,  $U_{A1} = 280 \text{ V}$ ,  $U_{A2} = 1000 \text{ V}$   
(ve vakuu vždy použito  $U_{A2} = 1500 \text{ V}$ )

### **5.2.5. Nastavení proudu primárních elektronů**

Další parametr, který byl třeba nastavit, a ovlivňuje velikost detekovaného signálu, je proud PE. Nastavení proudu PE se provádělo při tlaku 50 Pa, aby se zamezilo rozptylu svazku elektronů v plynném prostředí komory vzorku. Svazek elektronů se zaostřil do otvoru v uhlíku standardního vzorku, zvětšení bylo zvoleno 10000x. Za těchto podmínek se předpokládá, že celý svazek PE dopadá do otvoru v uhlíku a proud protékající uhlíkovým vzorkem je roven proudu PE.

Proud byl měřen pikoampérmetrem Keithley 485. Požadovaná hodnota proudu se nastavovala buzením kondenzorových čoček a byla v celém průběhu experimentů udržována na konstantní hodnotě 100 pA.

## 6. Výsledky uskutečněných měření

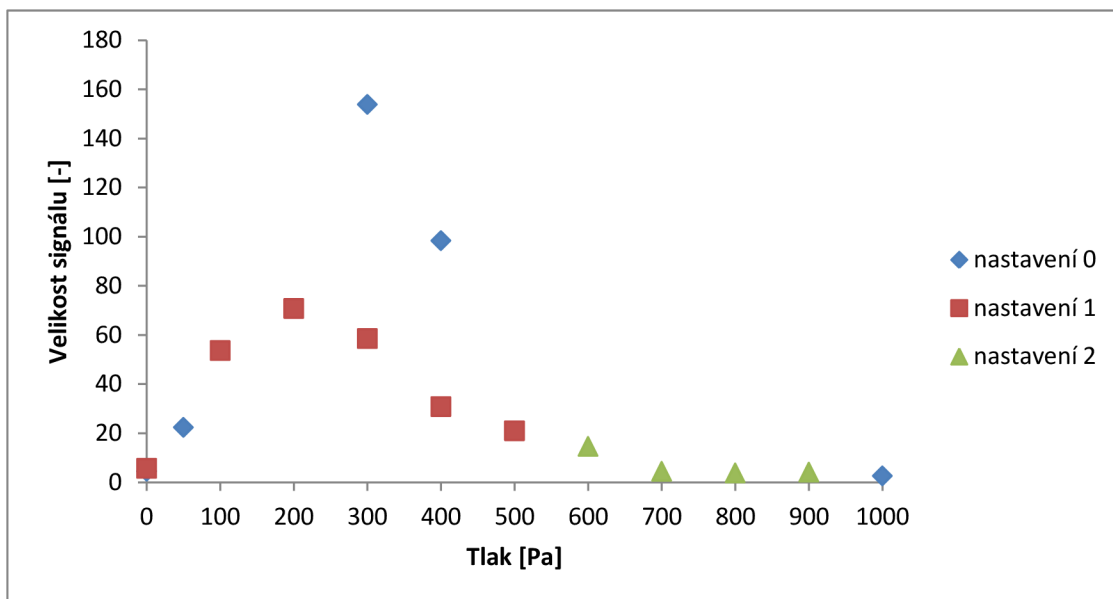
### 6.1. Měření s průměrem otvoru clony $A1 = 0,6 \text{ mm}$

Pozorování probíhalo za těchto podmínek:

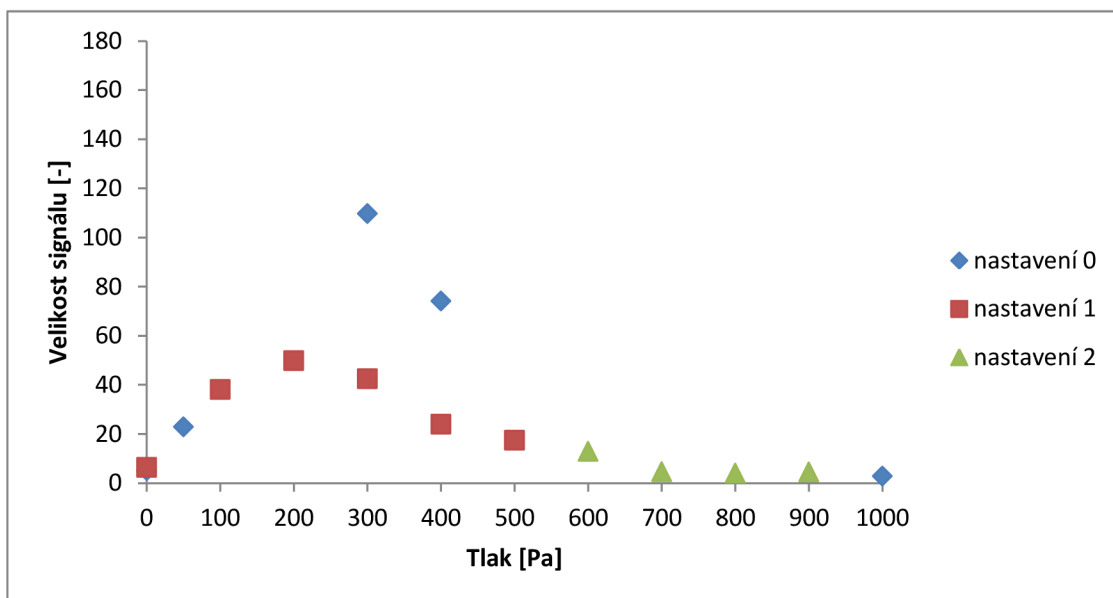
- zvětšení mikroskopu: 600-krát
- urychlovací napětí  $U_{PE} = 20 \text{ kV}$
- proud primárních elektronů  $I_{PE} = 100 \text{ pA}$
- vzdálenost vzorku od clony C1  $w_d = 4 \text{ mm}$
- vzdálenost SD od osy vzorku  $d = 15 \text{ mm}$

Pořízené snímky byly vyhodnoceny metodou popsanou v kapitole 5.2.3. Pro tlaky od 0 - 500 Pa bylo voleno nastavení elektrod č. 0 a č. 1 dle kapitoly 5.2.4. Pro vyšší tlaky již bylo nutné snížit napětí tak, aby nedocházelo k výbojům. Pro tlaky 600 - 1000 Pa byla tedy použita nastavení č. 2. Nastavení fotonásobiče bylo při tomto měření konstantní, a to 50%, což odpovídá celkovému napětí na dynodách fotonásobiče 500 V.

Výsledné závislosti velikosti signálu jsou uvedeny na Obr. 6.1 a Obr. 6.2.



Obr. 6.1 Závislost relativní velikosti signálu z platiny na tlaku vodních par v komoře vzorku ( $A_1 = 0,6$  mm)



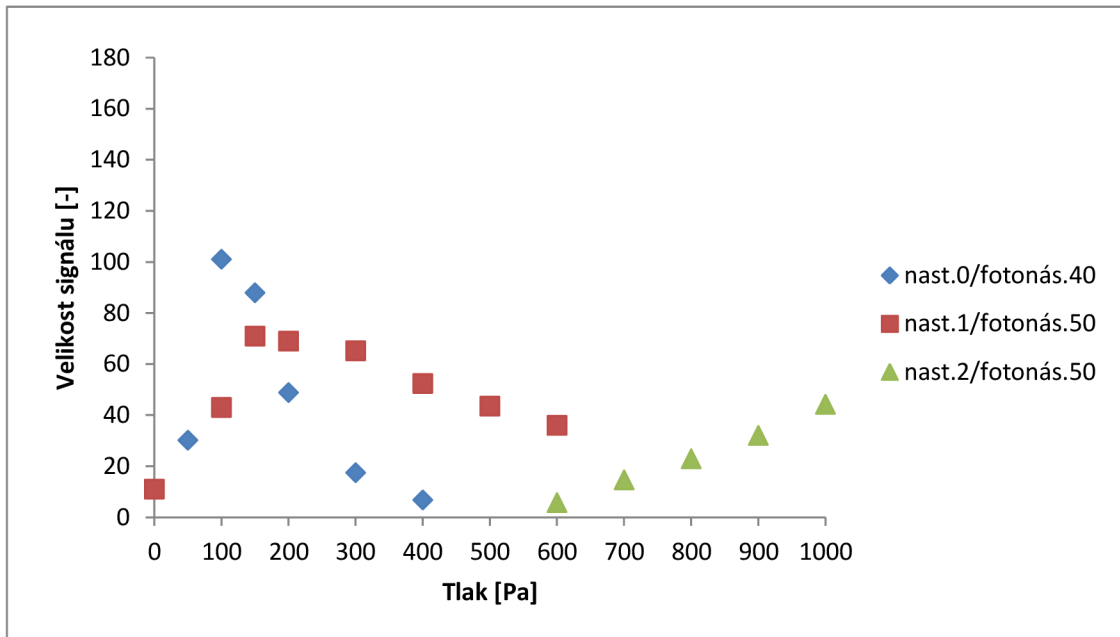
Obr. 6.2 Závislost relativní velikosti signálu z mědi na tlaku vodních par v komoře vzorku ( $A_1 = 0,6$  mm)

Jelikož u nastavení č. 0 jsou použita větší napětí na elektrodách, je i detekovaný signál větší. Při tomto nastavení byl signál v oblasti 100 – 200 Pa příliš vysoký a neměřitelný. Jedním z možných řešení pro stanovené závislosti v této oblasti je použití menšího zesílení fotonásobiče. Fotonásobič byl tedy následně přestaven z 50% na 40%, kdy celkové napětí na dynodách je 400 V. Zároveň lze v oblasti od 600 Pa do 1000 Pa pozorovat téměř nulový signál. Měření bylo tedy zopakováno i pro oblast od 600 Pa s následujícím upraveným nastavením napětí na elektrodách detektoru pro dosažení optimálního obrazu.

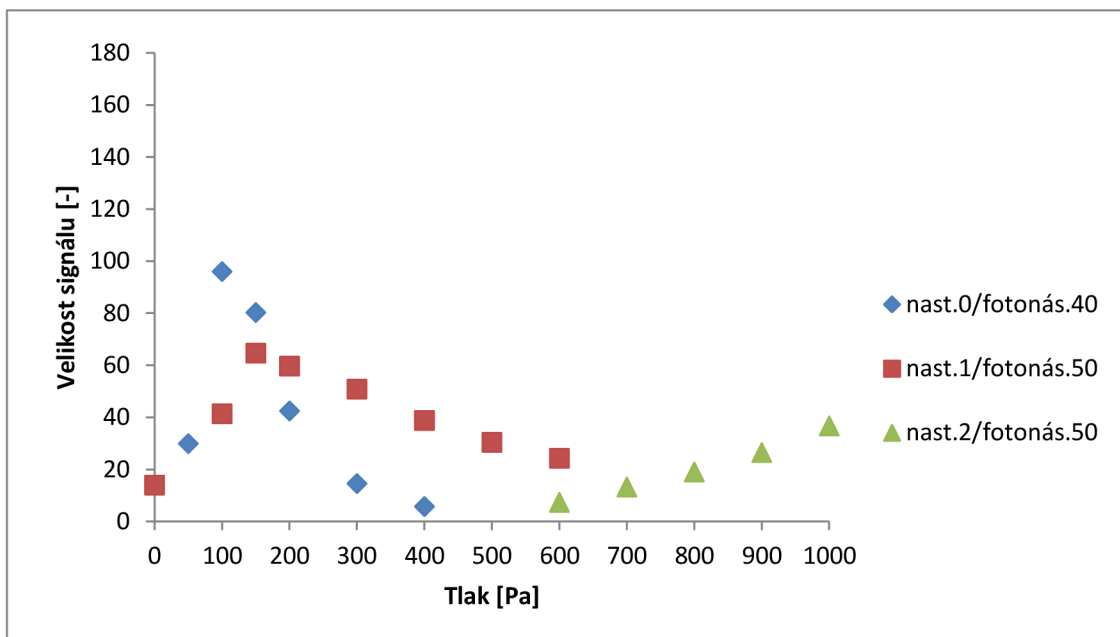
Upravené nastavení č. 2 pro různé tlaky:

- 600 Pa:  $U_{E1} = 100 \text{ V}$ ,  $U_{E2} = 130 \text{ V}$ ,  $U_{A1} = 350 \text{ V}$ ,  $U_{A2} = 1000 \text{ V}$
- 700 Pa:  $U_{E1} = 100 \text{ V}$ ,  $U_{E2} = 130 \text{ V}$ ,  $U_{A1} = 320 \text{ V}$ ,  $U_{A2} = 1000 \text{ V}$
- 800 Pa:  $U_{E1} = 100 \text{ V}$ ,  $U_{E2} = 130 \text{ V}$ ,  $U_{A1} = 180 \text{ V}$ ,  $U_{A2} = 1000 \text{ V}$
- 900 Pa:  $U_{E1} = 100 \text{ V}$ ,  $U_{E2} = 130 \text{ V}$ ,  $U_{A1} = 180 \text{ V}$ ,  $U_{A2} = 1000 \text{ V}$
- 1000 Pa:  $U_{E1} = 100 \text{ V}$ ,  $U_{E2} = 130 \text{ V}$ ,  $U_{A1} = 180 \text{ V}$ ,  $U_{A2} = 800 \text{ V}$

Výsledné závislosti velikosti signálu na tlaku s uvedenými změnami napětí na dynodách fotonásobiče a elektrodách detektoru jsou uvedeny na Obr. 6.3 a Obr. 6.4.



Obr. 6.3 Závislost relativní velikosti signálu z mědi na tlaku vodních par v komoře vzorku po úpravách ( $A1 = 0,6 \text{ mm}$ )

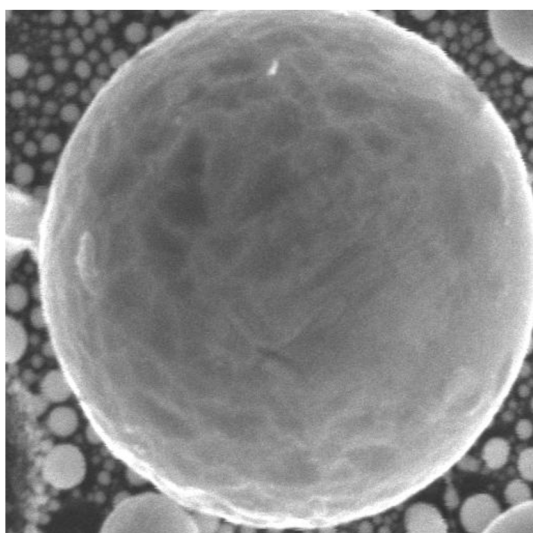


Obr. 6.4 Závislost relativní velikosti signálu z mědi na tlaku vodních par v komoře vzorku po úpravách ( $A1 = 0,6 \text{ mm}$ )

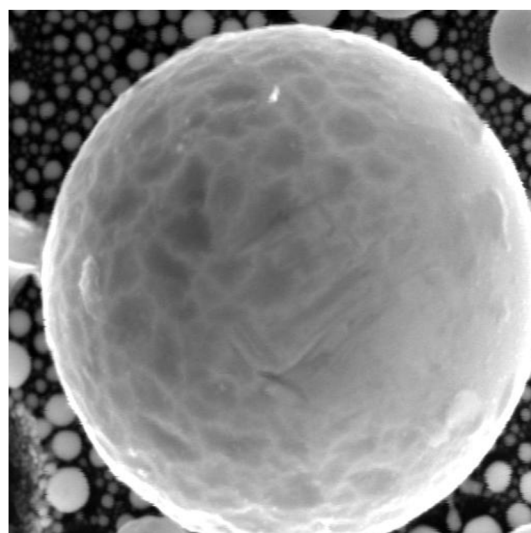


Další částí experimentu bylo pořízení snímků kuliček cínu na uhlíkovém substrátu. Nejdříve byla na substrátu nalezena kulička, která měla při zaostření a zvětšení 15000x znatelnou topografii povrchu. Ta byla poté fotografována pro tlaky v rozmezí od  $10^{-1}$  do 1000 Pa při konstantním proudu primárního svazku. Napětí na elektrodách SD bylo voleno optimální pro jednotlivé tlaky podle poznatků z předchozího experimentu. Zesílení fotonásobiče a stejnosměrná složka signálu byla vždy volena tak, aby byly snímky co nejkvalitnější a přibližně se stejnou úrovní šedi. Díky tomu lze srovnat kvalitu detekce signálu při jednotlivých tlacích.

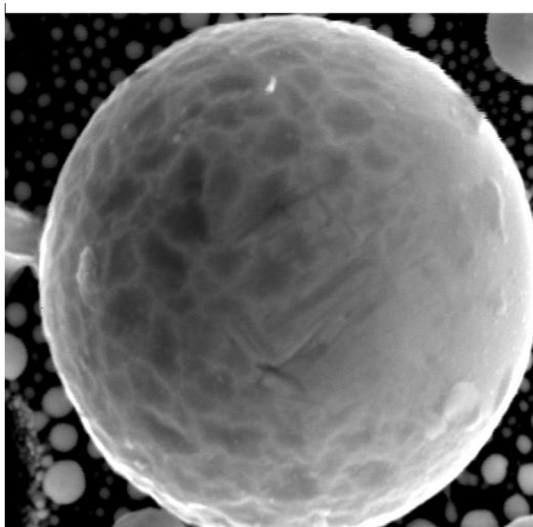
Série snímků kuličky cínu s povrchovou strukturou pro jednotlivé tlaky je uvedena na Obr. 6.5 až Obr. 6.16 (F – zesílení fotonásobiče/stejnosměrná složka).



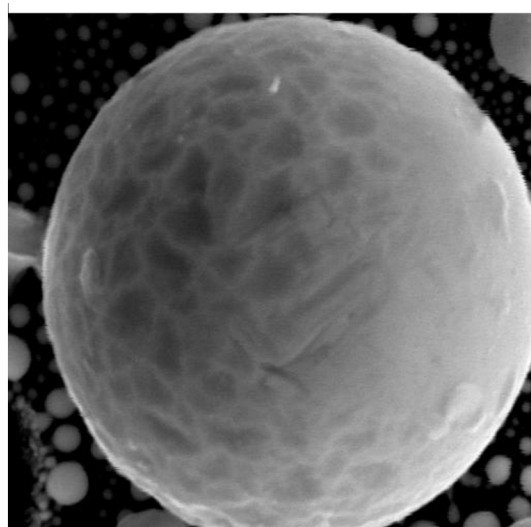
Obr. 6.7 Snímek kuličky cínu,  $p = 10^{-1}$  Pa, nast.1, F:66.6/42.9, ( $A1 = 0,6$  mm), zv. 15000x



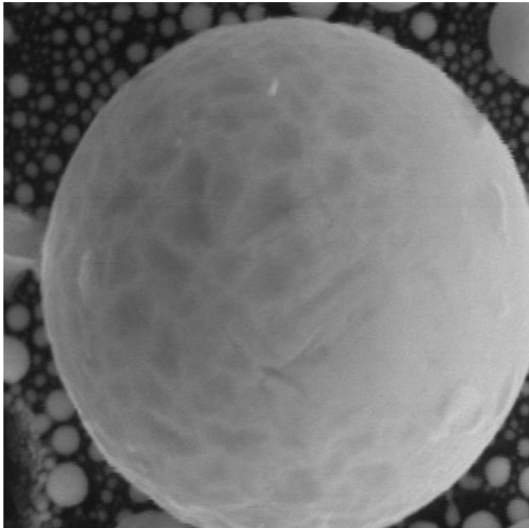
Obr. 6.5 Snímek kuličky cínu,  $p = 50$  Pa, nast.0, F:41.7/32.6, ( $A1 = 0,6$  mm), zv. 15000x



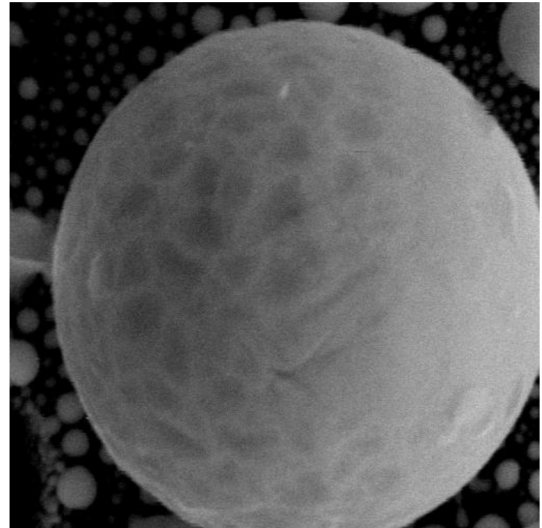
Obr. 6.8 Snímek kuličky cínu,  $p = 100$  Pa, nast.0, F:39.2/22.1, ( $A1 = 0,6$  mm), zv. 15000x



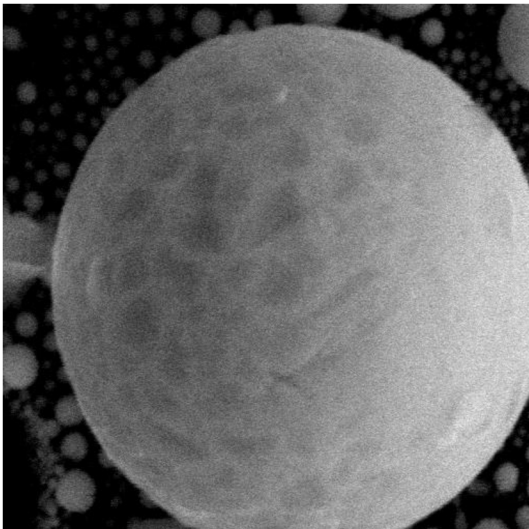
Obr. 6.6 Snímek kuličky cínu,  $p = 200$  Pa, nast.0, F:41.7/18.6, ( $A1 = 0,6$  mm), zv. 15000x



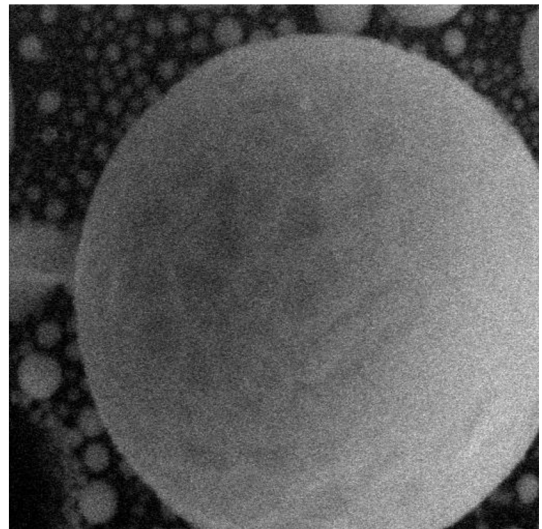
Obr. 6.10 Snímek kuličky cínu,  $p = 300$  Pa, nast.0,  
F:44.7/28.0, ( $A1 = 0,6$  mm), zv. 15000x



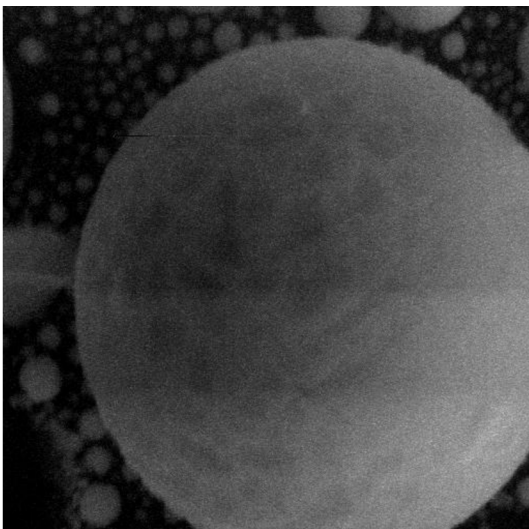
Obr. 6.9 Snímek kuličky cínu,  $p = 400$  Pa, nast.1,  
F:53.5/12.2, ( $A1 = 0,6$  mm), zv. 15000x



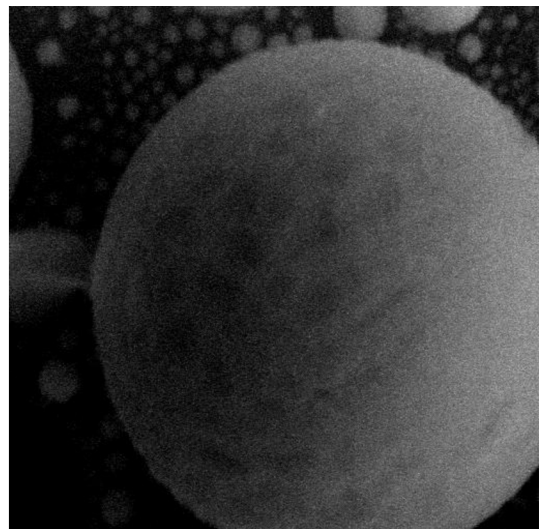
Obr. 6.12 Snímek kuličky cínu,  $p = 500$  Pa, nast.1,  
F:57.0/0.0, ( $A1 = 0,6$  mm), zv. 15000x



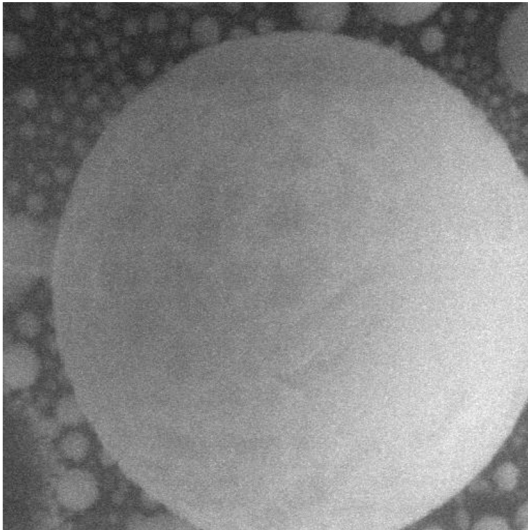
Obr. 6.11 Snímek kuličky cínu,  $p = 600$  Pa, nast.2,  
F:71.4/18.1, ( $A1 = 0,6$  mm), zv. 15000x



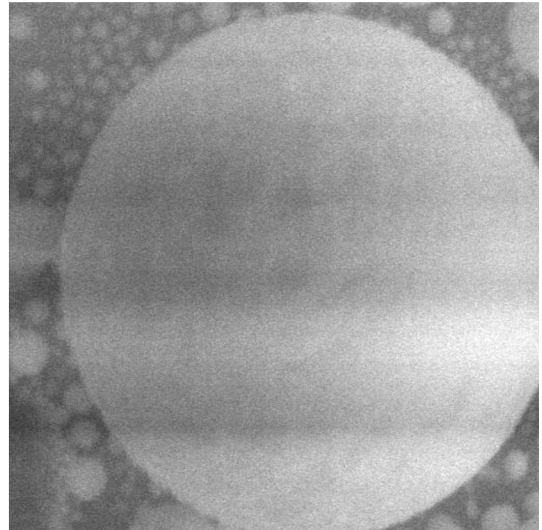
Obr. 6.14 Snímek kuličky cínu,  $p = 700$  Pa, nast.2,  
F:66.0/13.0, ( $A1 = 0,6$  mm), zv. 15000x



Obr. 6.13 Snímek kuličky cínu,  $p = 800$  Pa, nast.2,  
F:66.2/0.3, ( $A1 = 0,6$  mm), zv. 15000x



Obr. 6.15 Snímek kuličky cínu,  $p = 900 \text{ Pa}$ , nast.2,  
F:62.5/18.1, ( $A1 = 0,6 \text{ mm}$ ), zv. 15000x



Obr. 6.16 Snímek kuličky cínu,  $p = 1000 \text{ Pa}$ , nast.2,  
F:57.1/16.0, ( $A1 = 0,6 \text{ mm}$ ), zv. 15000x

## 6.2. Vyhodnocení experimentů s průměrem otvoru clony $A1 = 0,6 \text{ mm}$

Z pořízených snímků standardního vzorku a úrovní signálu z nich získaných je patrné, že největší úroveň signálu lze dosáhnout při tlacích vodních par v komoře vzorku v rozmezí 50 - 300 Pa. Příliš malý či naopak velký signál je možné upravit zesílením fotonásobiče. Tímto lze docílit měřitelné úrovně signálu při nastavení č. 0 v oblasti nižších tlaků. Při vyšších tlacích od 600 Pa lze optimalizovat velikost signálu vhodnými úpravami napětí přiložených na elektrody detektoru, pozornost musí být věnována možnosti vzniku elektrických výbojů v plynu. Také je nutné v této oblasti tlaků počítat s nárůstem šumu a ztrátou kvality obrazu.

Kvalitu detekce signálu při různých tlacích lze porovnat i ze snímků kuliček cínu. Ze snímků lze pozorovat, že při tlacích 50 - 200 Pa je nejlépe viditelná topografie povrchu kuličky cínu. Od 500 Pa stoupá ve snímcích podíl šumu v obraze vlivem navyšování počtu srážek primárních elektronů s molekulami vody. Při tlaku 1000 Pa se projevila nestabilita detektoru. Vhodným zesílením fotonásobiče a nastavením elektrodového systému jsme schopni pozorovat vzorek i v oblastech s příliš velkým či naopak malým signálem.

### 6.3. Měření s průměrem otvoru clony $A1 = 0,7 \text{ mm}$

Pozorování probíhalo za stejných podmínek jako pro průměr otvoru clony  $A1 = 0,6 \text{ mm}$ , tedy:

- zvětšení mikroskopu: 600-krát
- urychlovací napětí  $U_{PE} = 20 \text{ kV}$
- proud primárních elektronů  $I_{PE} = 100 \text{ pA}$
- vzdálenost vzorku od clony C1  $w_d = 4 \text{ mm}$
- vzdálenost SD od osy vzorku  $d = 15 \text{ mm}$

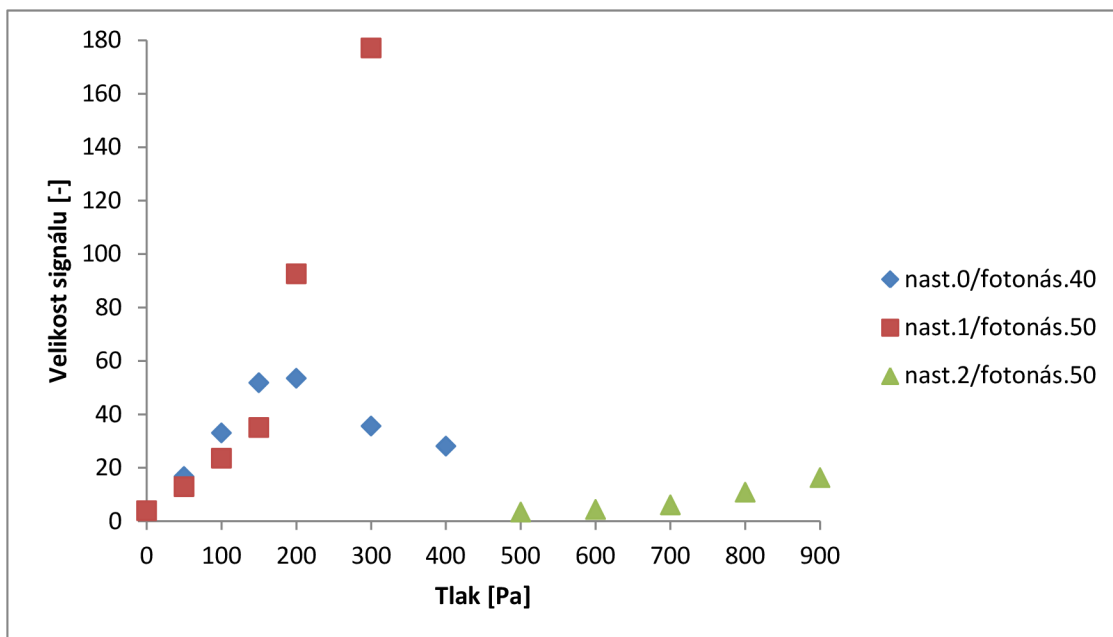
S větší clonou  $A1$  byl očekáván nárůst tlaků v diferenciální komoře detektoru a v komoře scintilátoru. V komoře scintilátoru nesmí tlak přesáhnout hodnotu  $5 \text{ Pa}$  vzhledem k nebezpečí výboje v plynu a poškození scintilátoru. K zamezení vzniku výbojů bylo použito nastavení elektrod č. 0 a č. 1 z předchozího experimentu pouze do tlaku vodních par  $400 \text{ Pa}$  a od tlaku  $500 \text{ Pa}$  napětí elektrod a clon bylo sníženo.

Nastavení elektrod č. 2 bylo tedy následující:

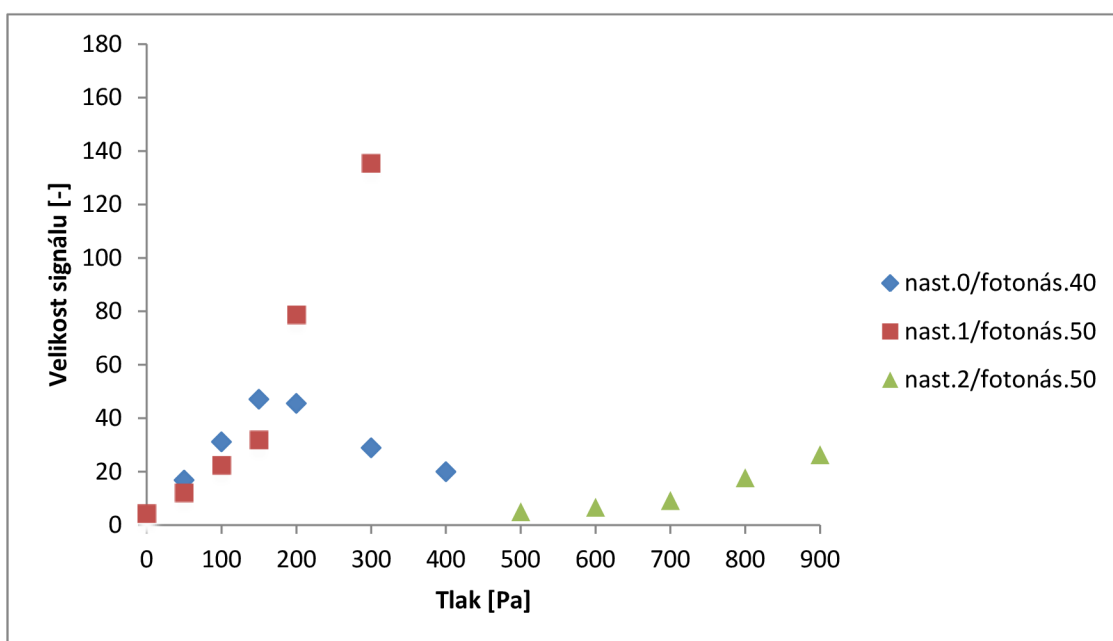
- $500 - 800 \text{ Pa}$ :  $U_{E1} = 100 \text{ V}$ ,  $U_{E2} = 130 \text{ V}$ ,  $U_{A1} = 250 \text{ V}$ ,  $U_{A2} = 1000 \text{ V}$
- $900 \text{ Pa}$ :  $U_{E1} = 100 \text{ V}$ ,  $U_{E2} = 130 \text{ V}$ ,  $U_{A1} = 200 \text{ V}$ ,  $U_{A2} = 1000 \text{ V}$

Změřené závislosti byly opět vyneseny do grafů pro oba kovy Pt a Cu.



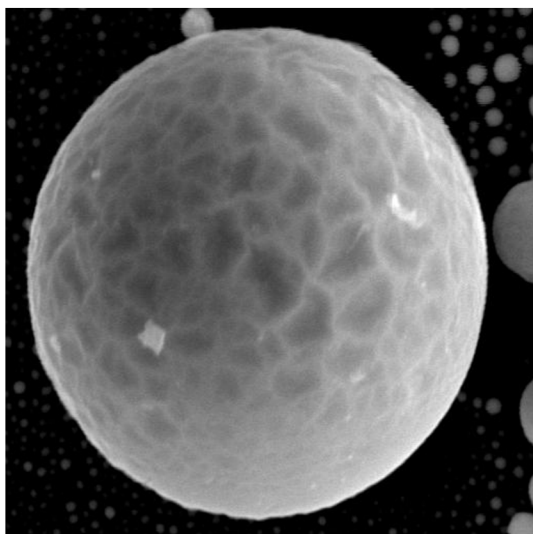


Obr. 6.18 Závislost relativní velikosti signálu z platiny na tlaku vodních par v komoře vzorku ( $A_1 = 0,7 \text{ mm}$ )

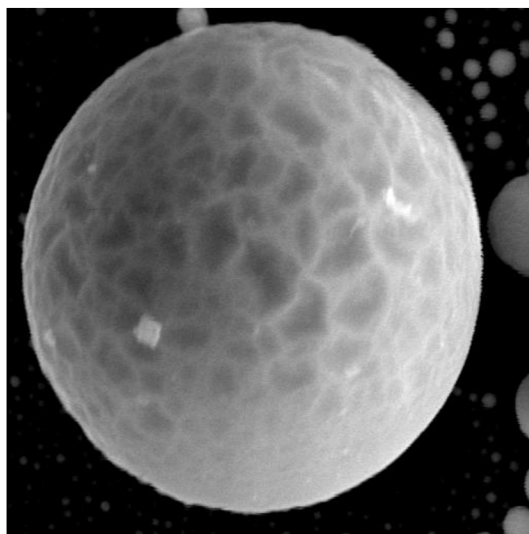


Obr. 6.17 Závislost relativní velikosti signálu z mědi na tlaku vodních par v komoře vzorku ( $A_1 = 0,7 \text{ mm}$ )

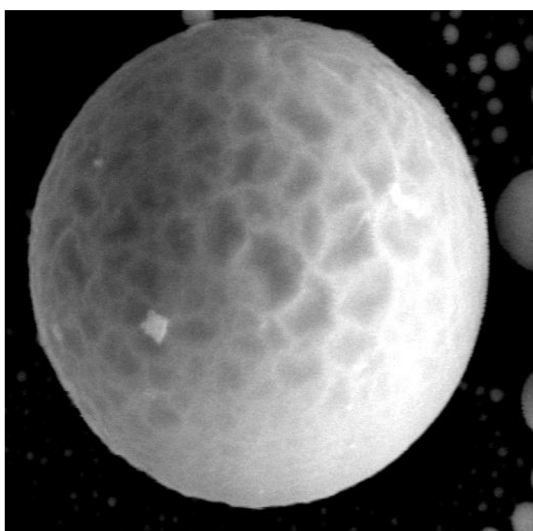
Série snímků kuličky cínu s povrchovou strukturou pro jednotlivé tlaky je uvedena na Obr. 6.19 až Obr. 6.22 (F – zesílení fotonásobiče/stejnosměrná složka).



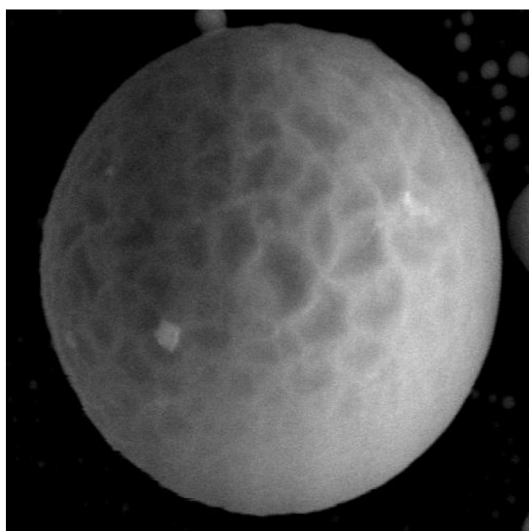
Obr. 6.21 Snímek kuličky cínu,  $p = 50$  Pa, nast.0, F:48.1/21.5, ( $A1 = 0,7$  mm), zv. 15000x



Obr. 6.22 Snímek kuličky cínu,  $p = 100$  Pa, nast.0, F:46.4/14.1, ( $A1 = 0,7$  mm), zv. 15000x



Obr. 6.20 Snímek kuličky cínu,  $p = 200$  Pa, nast.0, F:46.6/1.0, ( $A1 = 0,7$  mm), zv. 15000x



Obr. 6.19 Snímek kuličky cínu,  $p = 300$  Pa, nast.0, F:46.9/1.4, ( $A1 = 0,7$  mm), zv. 15000x

#### **6.4. Vyhodnocení experimentů s průměrem otvoru clony A1 = 0,7 mm**

Při tomto experimentu se předpokládalo, že velikost detekovaného signálu bude větší než při použití clony A1 = 0,6 mm. Dále měl tlak, při kterém je oblast pro dané nastavení elektrod ještě měřitelná, klesnout. Ani jeden z těchto předpokladů se však neprojevil. Nastavení č. 0 bylo opět možné měřit jen při zesílení fotonásobiče 40 % pro příliš vysokou úroveň signálu. Hodnota maxima nastává při 150 – 200 Pa, došlo tedy k jejímu mírnému posunu oproti předchozímu experimentu, kdy se pohybovala okolo 100 Pa. Nastavení č. 1 bylo měřitelné do 300 Pa a vykazovalo pouze rostoucí charakter.

Ze snímků kuliček cínu je viditelná topografie při 50 Pa – 300 Pa, při vyšších tlacích se již znatelně projevuje šum. To je způsobeno rychlejším pronikáním vodních par do diferenciální komory detektoru a do komory scintilátoru. K výrazné změně obrazu však nedošlo. Další experimenty s kuličkami byly z důvodu poškození mikroskopu ukončeny.

# Závěr

Úvodní kapitoly práce jsou věnovány teoretickým poznatkům z oblasti rastrovací elektronové mikroskopie. Je popsána konstrukce mikroskopu a signály vzniklé při interakci elektronového svazku se vzorkem. Nejdůležitější signály pro REM, tedy signál zpětně odražených a sekundárních elektronů, jsou rozebrány podrobněji. Je vysvětlena detekce SE pomocí Everhart – Thornleyho detektoru. V dalších kapitolách je popsána environmentální rastrovací elektronová mikroskopie a problematika detekce sekundárních elektronů v environmentálním mikroskopu, zejména problematika detekce SE scintilačním detektorem v environmentálních podmínkách.

Cílem experimentu bylo stanovit závislost velikosti signálu detekovaného scintilačním detektorem na tlaku vodních par v komoře vzorku pro průměr otvoru první tlak omezující clony  $A1 = 0,6$  mm. Z naměřených závislostí vyplývá, že nejvyšší úroveň signálu je detekována při tlacích 50 Pa – 300 Pa. V této oblasti lze dosáhnout nejlepšího zobrazení topografie povrchu, což je prezentováno sérií snímků kuliček cínu na uhlíkovém substrátu. Ze snímků je patrný i nárůst šumu v obraze počínaje tlakem vodních par 500 Pa a ztráta topografické informace.

V druhé části byla první tlak omezující clona vyměněna za clonu s větším průměrem  $A1 = 0,7$  mm. S větším otvorem clony byl očekáván nárůst tlaků v diferenciální komoře detektoru a v komoře scintilátoru. Z toho důvodu bylo možné použít nastavení č. 0 a č. 1 pouze do tlaku vodních par 400 Pa, abychom předešli vzniku výbojů. Oproti předpokladu však u nastavení č. 0 došlo k poklesu velikosti signálu oproti signálu detekovaného s clonou  $A1 = 0,6$  mm. Celkově bylo možné clonu  $A1$  s průměrem 0,7 mm použít pouze do tlaku 900 Pa, dále již byla překonána mezní hodnota tlaku v komoře scintilátoru 5 Pa a hrozily by výboje v plynu. Ze snímků kuličky cínu lze opět nejlépe pozorovat topografii povrchu do tlaku 300 Pa. Dále již znatelně narůstá podíl šumu v obraze a dochází ke ztrátě topografické informace.

Z výsledků vyplývá, že vyšší úrovně detekovaného signálu a lepšího zobrazení topografie povrchu bylo dosaženo při kombinaci tlak omezujících clon detektoru  $A1 = 0,6$  mm/ $A2 = 1$  mm. S větším průměrem clon  $A1$  bylo náročnější udržení požadovaných tlaků v komorách detektoru, s tím je spojeno riziko vzniku nežádoucích výbojů. Očekávaný růst velikosti signálu s rostoucím průměrem clony  $A1$  se při experimentech neprojevil. Z důvodu častých poruch elektronového mikroskopu, které narušovaly průběh experimentů, nebylo možné z časových důvodů dokončit veškerá měření.



## Seznam použité literatury

- [1]. ČUDEK, Pavel. *Scintilační detektor sekundárních elektronů pro ESEM*. Brno: Vysoké učení technické, Fakulta elektrotechniky a komunikačních technologií, 2008. Diplomová práce.
- [2]. DUNLAP, Michael. *Introduction to the Scanning electron Microscope: Theory, Practise & Procedures* [online]. 1997, 52 s. [cit. 30.11. 2013]. Dostupné z: <https://imf.ucmerced.edu/downloads/semmanual.pdf>
- [3]. FRANK, Luděk a Jaroslav KRÁL. *Metody analýzy povrchů: Iontové, sondové a speciální metody*. Praha: Academia, 2002. ISBN 80-200-0594-3.
- [4]. JEOL LTD. *Invitation to the SEM World* [online]. 2006, 54 s. [cit. 27.11. 2013]. Dostupné z: [http://www.jeolusa.com/DesktopModules/Bring2mind/DMX/Download.aspx?TabId=320&DMXModule=692&Command=Core\\_Download&EntryId=257&PortalId=2](http://www.jeolusa.com/DesktopModules/Bring2mind/DMX/Download.aspx?TabId=320&DMXModule=692&Command=Core_Download&EntryId=257&PortalId=2)
- [5]. JIRÁK, Josef, V. NEDĚLA, P. ČERNOCH, P. ČUDEK a J. RUNŠTUK. Scintillation SE detector for variable pressure scanning electron microscopes. In: *Journal of Microscopy*. The Royal Microscopical Society, 2010, s. 233-238. ISSN 00222720. DOI: 10.1111/j.1365-2818.2010.03377.x.
- [6]. KOZELSKÝ, Adam. *Scintilační detektor sekundárních elektronů pro REM pracující při vyšším tlaku v komoře vzorku*. Brno: Vysoké učení technické, Fakulta elektrotechniky a komunikačních technologií, 2009. Bakalářská práce.
- [7]. NEBESÁŘOVÁ, Jana. *Elektronová mikroskopie pro biology* [online]. 2002 [cit. 2013-11-27]. Dostupné z: <http://www.paru.cas.cz/lem/book/index.html>
- [8]. REIMER, Ludwig. *Scanning Electron Microscopy. Physics of Image Formation and Microanalysis*. Berlin: Springer, 1985, 457 s. ISBN 35-401-3530-8.

## Seznam použitých symbolů a zkratek

REM	rastrovací elektronový mikroskop
TEM	transmisní elektronový mikroskop
EREM	environmentální rastrovací elektronový mikroskop
SD	scintilační detektor
PE	primární elektrony
SE	sekundární elektrony
BSE	zpětně odražené elektrony
AE	Augerovy elektrony
RTG	rentgenové záření
C1, C2	tlak omezující clony mikroskopu
A1, A2	tlak omezující clony scintilačního detektoru
E1, E2	elektrody scintilačního detektoru
V1-V7	ventily vakuového systému mikroskopu
PV	ventil připouštění vodních par
RP (RV)	rotační vývěva
DP (DV)	difuzní vývěva
TV	turbomolekulární vývěva
$\delta$	koeficient emise sekundárních elektronů
$\eta$	koeficient emise zpětně odražených elektronů
$\varphi$	úhel dopadu primárních elektronů na vzorek
$t_{SE}$	výstupní hloubka sekundárních elektronů ze vzorku
$I_{PE}$	proud primárního svazku elektronů
$I_{SE}$	proud sekundárních elektronů
$I_{BSE}$	proud zpětně odražených elektronů
R	max. vzdálenost průniku PE do vzorku
T	max. vzdálenost, ze které se uvolňují BSE ze vzorku
E	energie primárních elektronů
Z	protonové číslo
m	průměrný počet srážek připadající na elektron
$\sigma_T$	záchytný průřez plynu
p	tlak
d	tloušťka vrstvy plynu
k	Boltzmannova konstanta
$\tau$	absolutní teplota
$S_{Pt}$	velikost detekovaného signálu z platiny
$S_{ušPt}$	střední hodnota úrovně šedi z platiny
$S_{ušC}$	střední hodnota úrovně šedi z otvoru v uhlíku