

**Česká zemědělská univerzita v Praze**

**Technická fakulta**

**Katedra materiálu a strojírenské technologie**



**Bakalářská práce**

**Rastrovací elektronová mikroskopie**

**Kristýna Adámková**

© 2018 ČZU v Praze

## ZADÁNÍ BAKALÁŘSKÉ PRÁCE

Kristýna Adámková

Silniční a městská automobilová doprava

Název práce

**Rastrovací elektronová mikroskopie**

Název anglicky

**Scanning electron microscopy**

---

### Cíle práce

- 1) Úvod
- 2) Princip elektronové mikroskopie
- 3) Využití pro analýzu materiálů
- 4) Příprava vzorků pro elektronovou mikroskopii a analýzy materiálu
- 5) Závěr

### Metodika

Student popíše základní principy rastrovací elektronové mikroskopie včetně možností analýz, jako je například elektronová disperzní analýza spektra, analýza zpětně odražených elektronů aj. Součástí práce bude i zaměření na přípravu vzorků pro analýzy.

## Doporučený rozsah práce

40 stran

## Klíčová slova

elektronová mikroskopie, EDS, EBSD, metalografie

---

## Doporučené zdroje informací

- DELONG, A., et al. Metody analýzy povrchů, elektronová mikroskopie a difrakce. Academia Praha, Praha, 1996.
- ECKERTOVÁ, Ludmila; FRANK, Luděk (ed.). Metody analýzy povrchů: elektronová mikroskopie a difrakce. Academia, 1996.
- ECHLIN, Patrick, et al. Advanced scanning electron microscopy and X-ray microanalysis. Springer Science & Business Media, 2013.
- ECHLIN, Patrick. Handbook of sample preparation for scanning electron microscopy and X-ray microanalysis. Springer Science & Business Media, 2011.
- GOLDSTEIN, Joseph, et al. Scanning electron microscopy and X-ray microanalysis: a text for biologists, materials scientists, and geologists. Springer Science & Business Media, 2012.
- KARLÍK, Miroslav. Transmisní elektronová mikroskopie: pohled do nitra materiálů. Čs. čas. fyz, 2005, 55: 457-464.
- NEBESÁŘOVÁ, Jana; VANCOVÁ, Marie; NEBESÁŘ, Jan. Elektronová mikroskopie pro biology. Parazitologický ústav: Biologické centrum AV ČR, 2002.
- REED, Stephen Jarvis Brent. Electron microprobe analysis and scanning electron microscopy in geology. Cambridge University Press, 2005.
- 

## Předběžný termín obhajoby

2017/18 LS – TF

## Vedoucí práce

doc. Ing. Rostislav Chotěborský, Ph.D.

## Garantující pracoviště

Katedra materiálu a strojírenské technologie

Elektronicky schváleno dne 16. 1. 2017

**doc. Ing. Miroslav Müller, Ph.D.**

Vedoucí katedry

Elektronicky schváleno dne 23. 1. 2017

**prof. Ing. Vladimír Jurča, CSc.**

Děkan

V Praze dne 21. 03. 2018

### **Čestné prohlášení**

Prohlašuji, že svou bakalářskou práci " Rastrovací elektronová mikroskopie" jsem vypracovala samostatně pod vedením vedoucího bakalářské práce a s použitím odborné literatury a dalších informačních zdrojů, které jsou citovány v práci a uvedeny v seznamu použitých zdrojů na konci práce. Jako autorka uvedené bakalářské práce dále prohlašuji, že jsem v souvislosti s jejím vytvořením neporušila autorská práva třetích osob.

V Praze dne 27.3.2018

---

### **Poděkování**

Ráda bych touto cestou poděkovala doc. Ing. Rostislavovi Chotěborskému, Ph.D., vedoucímu své bakalářské práce, za odborné rady a připomínky.

# Rastrovací elektronová mikroskopie

## Abstrakt

Práce pojednává o principu rastrovacího elektronového mikroskopu, metodě difrakce zpětně odražených elektronů (EBSD) a o přípravě povrchu vzorků pro metodu EBSD. V druhé kapitole, která se zabývá principem zařízení, jsou popsány nejdůležitější komponenty jako je např. elektronová tryska, magnetické čočky, vakuová komora vzorku a detektory. Ve třetí kapitole je popsán princip metody difrakce zpětně odražených elektronů, díky níž lze identifikovat krystalovou mříž a stanovit orientaci zrn. Další kapitola je věnována analýze, kterou bylo zjištěno, za jakých podmínek je třeba připravit povrch vzorku z feritické oceli C15, aby byla odezva u EBSD co nejlepší.

**Klíčová slova:** rastrovací elektronový mikroskop (REM), skenovací elektronový mikroskop (SEM), difrakce zpětně odražených elektronů (EBSD), krystalografie, rozlišení mikroskopu, elektronová tryska, sekundární elektrony, detektor, feritická ocel.

# Scanning Electron Microscopy

## Abstract

The work deals with the Scanning Electron Microscope (SEM) principle, the method of Electron Back-Scatter Diffraction (EBSD) and preparation of the samples surfaces for this particular method. In the second chapter, which is focused on the devices principle, all the important components, such as the electron gun, magnetic lenses, vacuum chamber of the sample and detectors are described. In the third chapter the EBSD method is explained, thanks to which it is possible to identify the crystal lattice and also to determine the grains orientations. The next chapter is dedicated to analysis used to specify the conditions under which the ferrite steel sample should be prepared in order to gain the best results from the EBSD.

**Keywords:** Scanning Electron Microscopy (SEM), Electron Back-Scatter Diffraction (EBSD), crystallography, microscope resolution, electron jet, secondary electrons, detector, ferrite steel, electron diffraction.

# OBSAH

1. Úvod .....	1
2. Princip elektronové mikroskopie .....	2
2.1. Rozdělení elektronových mikroskopů .....	2
2.2. Konstrukční podmínky .....	3
2.3. Elektronová optika .....	4
2.3.1. Elektronové trysky .....	4
2.3.2. Kondenzor .....	5
2.4. Magnetické čočky .....	6
2.5. Vakuový systém .....	8
2.6. Komora vzorku .....	9
2.7. Tvorba obrazu v SEM .....	9
2.8. Rozptyl elektronů .....	10
2.8.1. Zpětně odražené elektrony .....	10
2.8.2. Sekundární elektrony .....	11
2.8.3. Augerovy elektrony .....	12
2.8.4. Charakteristické rentgenové záření .....	13
2.8.5. Spojité rentgenové záření .....	14
2.8.6. Fotony .....	14
2.9. Detektory .....	15
2.10. Zobrazovací systém .....	15
3. Metoda EBSD .....	16
3.1. Princip EBSD .....	17
3.1.1. Model dvou interakcí .....	17
3.1.2. Kanálovací model .....	18
3.2. Příprava vzorků (metoda EBSD) .....	19
4. Materiál a metody .....	21
4.1. Postup přípravy vzorku .....	21
4.2. Výsledky analýzy .....	27
5. Závěr .....	31
6. Použitá literatura .....	32
7. Použité symboly a zkratky .....	34
8. Použité fyzikální veličiny .....	35
9. Seznam obrázků .....	36
10. Seznam grafů a tabulek .....	37



# 1. ÚVOD

Elektronové mikroskopy patří mezi nejvšestrannější přístroje pro pohled do mikrosvěta. Využívají se v mnoha vědních oborech jako např. v materiálovém a biologickém výzkumu. Vzhledem ke skutečnosti, že elektrony mají mnohem kratší vlnovou délku než fotony a rozlišovací schopnost mikroskopu je úměrná vlnové délce, dosahuje elektronový mikroskop mnohonásobně výraznějšího zvětšení než mikroskop optický.

Poprvé v roce 1938 popsal princip rastrování u transmisního elektronového mikroskopu německý fyzik M. von Ardenne. Rastrovací elektronový mikroskop jako první zkonstruoval americký vědec V. K. Zworikyn, který vynalezl fotonásobič a použil jej k detekci sekundárních elektronů. Konstrukcí skenovacího elektronového mikroskopu se v Anglii v téže době zabývala skupina vědců vedená C. W. Oatleyem a výsledky jejich práce byly použity k výrobě komerční verze v roce 1965 [1].

V této práci je vysvětlen princip činnosti elektronového rastrovacího mikroskopu, metoda difrakce zpětně odražených elektronů a příprava povrchu zkoumaných vzorků určených pro analýzy.

## 2. PRINCIP ELEKTRONOVÉ MIKROSKOPIE

Elektronová mikroskopie zaznamenala za své existence rozmach v oblasti materiálového inženýrství, biologie, analytické chemie a mnoha dalších vědních oborech hlavně z důvodu toho, že umožňuje pozorovat submikroskopické objekty. V materiálovém inženýrství využíváme elektronový mikroskop k analýze povrchu, vnitřní struktury, zkoumání krystalografie, stanovení kvantitativního i kvalitativního chemického složení atd.

Elektronový mikroskop je považován za analogii klasického optického mikroskopu, ale liší se zejména tím, že namísto proudu fotonů využívá elektronový paprsek, který prochází elektromagnetickými čočkami, tzn. cívkami vytvářející magnetické pole. Optické mikroskopy využívají optické čočky, které tvoří objektiv a okulár. V porovnání s optickým mikroskopem elektronový mikroskop pracuje s preparáty, které musí být uloženy ve vakuové komoře, kde tlak dosahuje řádově hodnot až  $10^{-7}$  Pa. Důvodem je, že pohybující se elektrony se nesmí srážet s molekulami vzduchu, jelikož by došlo absorpci elektronů, nebo kontaminaci vzorků a elektronové optiky. To by mohlo způsobit ztrátu rozlišení a deformaci svazku elektronů [2]–[4].

Jednou z nejzásadnějších předností elektronového mikroskopu je rozlišení, které u nejlepších rastrovacích mikroskopů dosahuje hodnoty až 0,4 nm, zatímco maximální rozlišení u mikroskopu optického je asi 200 nm až 300 nm. Tato skutečnost vychází z vlnové povahy elektronů, které mají kratší vlnovou délku než fotony. Příznivý vliv na rozlišovací schopnost má taktéž urychlovací napětí, které zajistí, aby elektrony prošly běžnými preparáty.

### 2.1. ROZDĚLENÍ ELEKTRONOVÝCH MIKROSKOPŮ

Existuje mnoho druhů elektronových mikroskopů, z nichž nejznámější jsou:

1. **rastrovací (nebo též skenovací) elektronový mikroskop (SEM)**, který je považován za nepříliš „náročný“ na přípravu vzorků. Tímto mikroskopem lze zkoumat vzorky, které mohou být 2 – 3 cm tlusté a 15 cm dlouhé, což je u jiných typů mikroskopu jako např. transmisního nemožné. Mikroskop pracuje tím způsobem, že na povrch preparátu dopadá tenký svazek urychlených elektronů, který rastruje řádek po řádku, až je rastrován každý bod a vytvoří se celkový obraz povrchu preparátu. Primární elektronový svazek, který je vrhán na povrch vzorku, způsobuje, že se elektrony rozptylují (pružně, či nepružně) a tím generují signály, které nám podávají informace o reliéfu, fázovém složení a také o složení chemickém.
2. **transmisní elektronový mikroskop (TEM)**, který dokáže pracovat pouze s ultratenkými vzorky, jejichž tloušťka dosahuje maximální hodnoty asi 1  $\mu$ m. Tenké vzorky jsou používány z důvodu toho, že u transmisní mikroskopie se

detekují především elektrony prošlé skrz zkoumaný preparát. Větší tloušťka by způsobila částečné, nebo úplné pohlcení primárních elektronů, což je nežádoucí. Preparát je na rozdíl od metody rastrovací prozáření najednou a aby k prozáření došlo, je třeba vyššího urychlovacího napětí. Celkový obraz se vytváří na fluorescenčním stínítku. Výhodou metody TEM je, že dosahuje vyššího rozlišení, které se po splnění určitých podmínek přibližuje rozlišení dílčích atomů [5].

## 2.2. KONSTRUKČNÍ PODMÍNKY

Pohybující se částice, tedy elektrony, mají vlnový charakter. S každým tímto elektronem je spojen vlnový proces s vlnovou délkou danou vztahem de Broglieho

$$\lambda = \frac{h}{mv}, \quad (2.1)$$

kde  $h$  je Planckova konstanta, která je rovna hodnotě  $1,054\,571\,8 \cdot 10^{-34} \text{ J} \cdot \text{s}$  v jednotkách soustavy SI, nebo  $6,582\,119\,5 \cdot 10^{-16} \text{ eV} \cdot \text{s}$ ,  $m$  je hmota částice a  $v$  je rychlost částice [6].

Rychlost elektronů  $v$  je dána urychlujícím napětím  $U$  a můžeme ji vyjádřit ze vztahu

$$eU = \frac{1}{2}mv^2 \quad v = \sqrt{\frac{2eU}{m}}, \quad (2.2)$$

kde  $e$  je elementární náboj =  $1,602 \cdot 10^{-19} \text{ C}$ ,

$m$  je hmotnost elektronu =  $9,107 \cdot 10^{-31} \text{ kg}$ .

Po dosazení výrazu (2.2) do Broglieho rovnice získáváme vztah

$$\lambda = \frac{h}{\sqrt{2emU}} \quad (2.3)$$

Dle teorie relativity, která zohledňuje změnu hmoty elektronů při vysokých rychlostech, lze urychlovací napětí vyjádřit vztahem

$$U' = U(1 + 0,977 \cdot 10^{-6}U) \approx U(1 + 10^{-6}). \quad (2.4)$$

Pro vlnovou délku pak platí vztah

$$\lambda = \frac{h}{\sqrt{2emU'}} = \frac{h}{\sqrt{2emU} \sqrt{1+0,977 \cdot 10^{-6}U}} \quad (2.5)$$

Dosadíme-li do vztahu urychlovací napětí, která SEM běžně používá, tzn. v rozmezí 0,1 – m 30 kV, bude vlnová délka dosahovat hodnoty  $\lambda \sim 0,01 \text{ nm}$ , což je zhruba 100 000 krát kratší vlnová délka než u fotonů, kterých se využívá u optických mikroskopů.

Jedno z nejzásadnějších kritérií elektronových mikroskopů je jejich rozlišovací schopnost, která je charakterizována jako schopnost rozlišit od sebe velmi blízké body pozorovaného preparátu [6]. Je možno ji vypočítat dle vztahu

$$d = \frac{0,61\lambda}{n \sin\alpha}, \quad (2.6)$$

kde součin  $n \sin\alpha$  je označován jako numerická apertura. Podle vzorce lze určit pouze teoretickou hodnotu rozlišovací schopnosti. Ve skutečnosti bude rozlišovací schopnost mikroskopu mnohem nižší, jelikož elektronové čočky doposud vykazují některé optické vady.

Rozlišovací schopnost je taktéž rovna převrácené hodnotě tzv. mezi rozlišení, což je délková veličina. Jedná se o nejkratší vzdálenost 2 bodů, kdy je ještě možno rozpoznat jejich obrazy separovaně.

## 2.3. ELEKTRONOVÁ OPTIKA

Zaostření proudu primárních elektronů na určité místo povrchu zkoumaného vzorku zajišťuje elektronová optika. Sestává z elektronové trysky, tedy zdroje elektronů, elektromagnetických čoček a vychylovacích cívek. V celé této soustavě působí elektromagnetické pole, které způsobuje urychlení primárních elektronů a fokusaci svazku. První čočka od elektronové trysky se nazývá kondenzor, druhá čočka je označována jako čočka finální.

Finálním výsledkem působení optické soustavy je pak úzký, téměř monoenergetický svazek elektronů dopadající na povrch vzorku [4].

### 2.3.1. ELEKTRONOVÉ TRYSKY

Elektronová tryska je vlastním zdrojem elektronů a skládá se z katody, wolframového, či hexaboridlanthanového vlákna, Wehneltova válce, který obklopuje katodu, a z anody. Velikosti elektrod, průměry otvorů v elektrodách, vzdálenost vlákna od Wehneltova válce a teplota vlákna mají vliv na proud paprsku, jeho rozměry, proudovou hustotu a úhlovou aperturu [6].

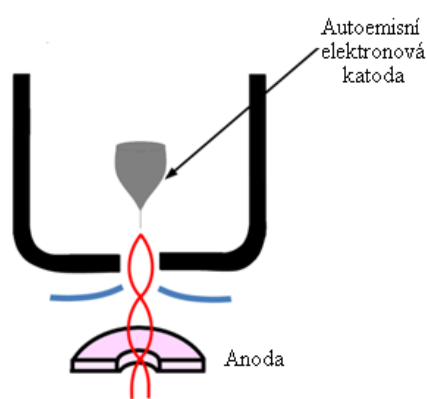
V elektronové mikroskopii se uplatňují zejména dvě metody emise elektronů, a to termoemise a autoemise.

1. **Termoemise** nastává tehdy, je-li katoda (např. wolframová) rozzhavená procházejícím elektrickým proudem a v důsledku toho se do vakua uvolní z povrchu katody pouze ty elektrony, jejichž energie je vlivem působení tepla vyšší než energie volných elektronů ve vakuu. Tyto elektrony překonají tzv. potenciálovou jámu, kterou lze reprezentovat jako výstupní práci. Následně budou elektrony odsáty elektrickým polem, které způsobí jejich urychlení. Tento způsob emise elektronů je nejpoužívanější [7].

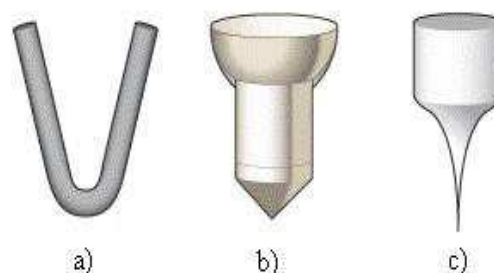
2. V případě **autoemise** dochází k vytrhávání velkého množství elektronů z povrchu hrotu způsobenému silným elektrostatickým polem. Jedná se o výstup volných elektronů za studena, nebo jen za ohřevu emisním proudem [5]. Na obr. 1 je zobrazena elektronová tryska s autoemisní katodou.

Katodu, ze které se šíří elektrony, tvoří wolframové vlákno, které je ohnuto do tvaru písmene V (viz a) na obr. 2). Vysoká teplota na povrchu hrotu vlákna způsobí, že část elektronů dosáhne takové energie, při které vystoupí z kovu. Na životnost katody, která činí 40 – 80 hodin, mají vliv teplota, hustota emisního proudu i použité vakuum.

V současnosti se na místo wolframového vlákna běžně používá hexaboridlanthanové vlákno (viz b) na obr. 2), které se vyznačuje vyšší životností a vyšší emisí elektronů při nižších teplotách. Nepříznivé jsou však skutečnosti, že  $\text{LaB}_6$  není možné zahřívat přímo a pro svou funkčnost vyžaduje lepší vakuum.



Obr. 1: Elektronová tryska [5]



Obr. 2: Katody: a) wolframová; b)  $\text{LaB}_6$ ; c) autoemisní [5]

Dalším typem elektronové trysky je autoemisní tryska (viz obr. 1, obr. 2), která je zdrojem elektronů o vysoké směrové proudové hustotě. Všechny elektrony jsou emitovány stejnou rychlostí z velmi tenkého monokrystalu wolframu, který je zašpičatěn do hrotu. Autoemisní tryska funguje na principu autoemise a pro svou činnost vyžaduje vyšší stupeň vakua. Je vhodné ji použít pro transmisní rastrovací elektronovou mikroskopii, nebo pro rastrovací mikroskopii vysokých rozlišení. [4].

### 2.3.2. KONDENSOR

Aby se zvýšila proudová hustota elektronů dopadajících na preparát a tím bylo dosaženo většího zvětšení, je nutno použít kondenzor, který soustřeďuje elektrony na pozorovanou část vzorku. Použitím kondenzoru se změní proudová hustota i průměr osvětlené části vzorku. Kondenzor pracuje s poměrně velkou ohniskovou vzdáleností.

## 2.4. MAGNETICKÉ ČOČKY

Magnetické čočky považujeme za symetrické magnetické pole, které má fokusační vlastnosti. Pojem magnetická čočka představuje vlastní magnetické pole, ale i pólové nástavce a pancéřovanou cívku.

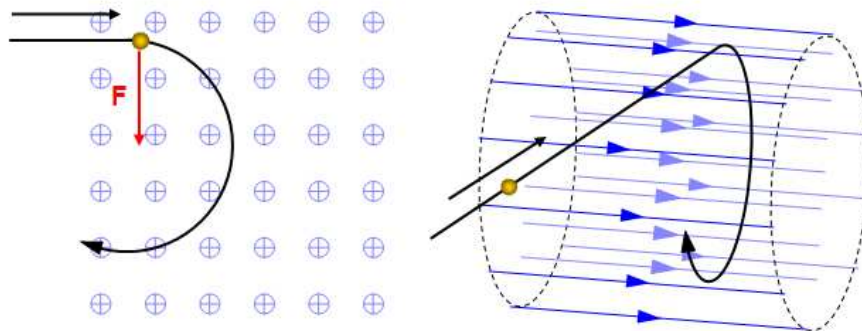
Homogenní magnetické pole, ve kterém se elektrony pohybují, působí na elektrony tak, že se jejich dráha zakřivuje a přemění se v dráhu kruhovou. Situace však nastane pouze za předpokladu, že elektron vletne do magnetického pole v kolmém směru k vektoru magnetické indukce  $B$ . Centrální sílu  $F$ , která zakřivení dráhy způsobuje, lze vypočítat dle vztahu

$$F = eBv_0 . \quad (2.7)$$

Dáme-li tuto sílu do rovnosti s odstředivou silou, jednoduše pak lze vyjádřit poloměr opísané kružnice.

$$eBv_0 = \frac{m_e v_0^2}{r} \rightarrow r = \frac{m_e v_0}{eB} \quad (2.8)$$

Elektron bude vykonávat rovnoměrný pohyb po kružnici a zároveň se bude pohybovat ve směru siločar, tudíž bude jeho výslednou trajektorií šroubovice. Pohyb elektronu je znázorněn na obr. 3.



Obr. 3: Trajektorie elektronu v homogenním magnetickém poli [5]

Dráhy pohybujících se elektronů, které projdou stejným bodem osy čočky se budou vlivem magnetického pole opět protínat ve stejném bodě na ose čočky. Platí, že čím větší bude proud procházející čočkou, tím větší bude i magnetická indukce pole v čočce. Zároveň dojde ke zkrácení ohniskové vzdálenosti čočky. Pro výpočet ohniskové vzdálenosti platí vztah

$$\frac{1}{f} = \frac{e}{8m_e U} \int_{z_1}^{z_2} B_{z0}^2 dz , \quad (2.9)$$

kde  $B_{z0}$  je magnetická indukce v místě  $z$  na ose čočky [5].

Vysoký proud procházející čočkou vede ke vzniku tepla, a tím i nárůstu teploty čočky. Z tohoto důvodu jsou elektromagnetické čočky chlazeny. Magnetické pole čočky není úplně homogenní, což způsobuje některé vady, které jsou analogií vad optických čoček. Tyto vady se negativně projevují na kontrastu, hloubce ostrosti a rozlišovací mezi. Mezi nejběžnější vady elektromagnetických čoček patří:

1. **sférická vada**, která způsobuje, že se rovnoběžný proud elektronů neshromáždí v jednom bodě, nýbrž v řadě bodů. To je zapříčiněno silou magnetického pole působící na elektrony, která se zvětšuje s rostoucí vzdáleností elektronů od osy systému. Síla však není přesně úměrná této vzdálenosti. Budou-li se elektrony pohybovat v těsné blízkosti od osy systému, zobrazí se v nejvzdálenějším ohnisku čočky, budou-li se pohybovat na krajích čočky, zobrazí se v menších ohniskových vzdálenostech. Pak bude svazek elektronů vytvářet po průchodu čočkou rotační plochu, která je označována jako *kaustická plocha*.
2. **chromatická vada**, která je způsobena nehomogenitou rychlosti elektronů. Rychlejší elektrony s kratší vlnovou délkou se při průchodu magnetickým polem vychylují odlišně oproti pomalejším elektronům, tudíž elektronům s různou energií náleží různé ohniskové roviny. Rozdílné rychlosti elektronů mohou být zapříčiněny kolísáním urychlovacího napětí, což lze eliminovat stabilizací napětí. Elektrony však už do pole čočky vstupují s rozdílnou rychlostí a ke změně velikosti rychlosti dochází i při průchodu elektronů vzorkem, z čehož vyplývá, že chromatická vada bude přítomna tak jako tak. Je proto žádoucí, aby vzorek dosahoval co nejmenší tloušťky.
3. **astigmatismus**, který je vyvolán nesymetrií magnetického pole. Elektromagnetická čočka pak může mít různé ohniskové vzdálenosti ve dvou na sebe kolmých rovinách, což se projevuje zdeformovaným obrazem kruhového svazku. Příčinou může být nehomogenní feromagnetický materiál, ze kterého jsou zhotoveny pólové nástavce, nepravidelnosti ve vinutí cívek, nebo nečistoty usazující se na okrajích clon v tubusu. Astigmatismus lze do jisté míry korigovat tzv. stigmátorem, který představuje slabé magnetické pole upravující velikost i směr asymetrie.
4. **vada způsobená difrakcí**, která se projevuje interferenčními jevy. Jedná se například o ohyb elektronů na kruhové cloně. Tuto vadu lze korigovat pouze do určité míry, jelikož zvýšením průměru aperturní clony vadu sice eliminujeme, ale zároveň tím dojde k prohloubení vady sférické [4]–[6], [8].

## 2.5. VAKUOVÝ SYSTÉM

Aby byla zajištěna funkčnost elektronového mikroskopu, musí být v prostoru, ve kterém se elektrony pohybují, vakuum, a to z těchto důvodů:

1. V přítomnosti vyššího tlaku dochází k absorpci elektronů.
2. Při vyšším tlaku může dojít ke korozi katody.
3. Součásti elektronové optiky a samotné preparáty by byly v atmosférických podmínkách kontaminovány, což by mohlo vést ke ztrátě rozlišení.
4. Vzduch není dostatečně dobrý izolant. Může dojít k ionizaci vzduchu a následnému elektrickému výboji.

Požadavky na stupeň vakua se obvykle u různých elektronů liší, přičemž hodnota vakua závisí i na použité elektronové trysce. Trysky se žhaveným wolframovým vláknem používají pro provoz hodnotu vakua asi  $10^{-3}$  Pa až  $10^{-4}$  Pa, zatímco kvalitnější katody z  $\text{LaB}_6$  vyžadují mnohem vyšší hodnotu vakua [9].

Velký vliv na kvalitu snímků má čistota ve vakuovém prostoru a tlak. Po čerpacích zařízeních se především žádá, aby snížila tlak plynů v čerpacím prostoru na nejnižší hodnotu a dosáhla požadovaného stupně vakua. K tomu se používají vývěvy různých druhů, jako např. difúzní, molekulární, mechanické rotační a iontové.

K vytvoření hrubého vakua o tlaku cca  $10^{-1}$  Pa se používá *mechanická rotační vývěva*, která díky excentricky uloženému mechanismu pístu a přepouštěcím ventilům vytlačuje čerpaný plyn z uzavřeného prostoru. Nevýhodou mechanické vývěvy je, že mezery mezi pohyblivými a nepohyblivými částmi jsou těsněny olejem, který může způsobit kontaminaci vakuového prostoru. Z tohoto důvodu jsou mechanické vývěvy často opatřeny trojcestným ventilem a lapačem olejových par.

S hrubým vakuem dále pracuje *difúzní vývěva*, která se díky svým vhodným vlastnostem stala nejpoužívanější. Princip této vývěvy spočívá v zahřívání čerpací kapaliny (minerální oleje, či rtuť) topným tělesem na bod varu, přičemž vzniklé olejové páry proudící k tryskám začnou při kontaktu se stěnou vývěvy, která je chlazena vodou, kondenzovat. V kapalném skupenství se vrací opět do varníku, kde znovu dojde k odpaření. Vzhledem k tomu, že difúzní pumpy nemohou pracovat při atmosférickém tlaku, umísťují se za rotační vývěvy.

Nejvyššího stupně vakua lze docílit, použijeme-li molekulární, či iontovou vývěvu. Molekulární vývěvy používají k vytlačení vzduchu mnohostupňové lopatkové turbíny. Iontové vývěvy pracují na principu ionizace molekul vzduchu, kde z katody jsou emitovány elektrony, které v magnetickém poli rotují a ionizují molekuly vzduchu. Velkou předností iontových vývěv je, že nekontaminují vakuový prostor.

Kontrolu kvality vakua, ale i stavu čerpacího zařízení zajišťují elektrické vakuoměry. Vakuoměry volíme tak, aby měly dlouhou životnost, vyžadovaly snadnou obsluhu a byly spolehlivé [9].



## 2.6. KOMORA VZORKU

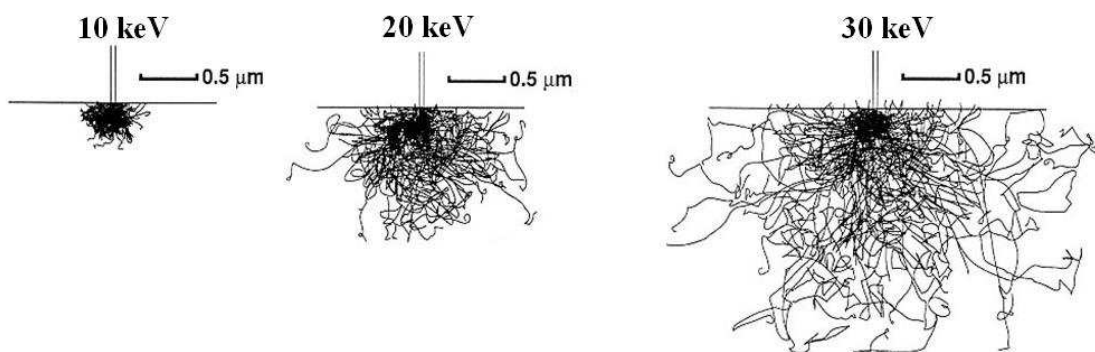
Komora vzorku je prostor, který slouží k umístění preparátu na tzv. křížový stolek a který navazuje na tubus přístroje. Komora je vybavena elektronovou optikou s osvětlovací soustavou, detektory odražených a sekundárních elektronů, antikontaminačním zařízením a elektrostatickými filtry. K čočce tubusu je komora připojena přes vakuové těsnění, komora také obsahuje další otvory, v nichž se nacházejí zbylé detektory elektronů. V komoře se nachází vakuový ventil, který zajišťuje čerpání difúzní vývěvou [4], [9].

Komora může obsahovat i přídavné přístroje jako např. stínění umožňující práci s radioaktivními vzorky, chlazení a elektrický ohřev.

## 2.7. TVORBA OBRAZU V SEM

Interakce svazku primárních elektronů se vzorkem informují o chemickém složení a fyzikálních vlastnostech. Velikost urychlovacího napětí má vliv na hloubku a šířku zkoumané oblasti, ve které dochází k interakcím, a tedy k uvolňování jednotlivých signálů. Za nízkého urychlovacího napětí je tato oblast mělká, ale zároveň širší. S rostoucí šířkou této oblasti klesá rozlišovací schopnost elektronového mikroskopu. Tvar oblasti je kromě napětí ovlivněn také chemickým složením vzorku. Těžké kovy budou produkovat více odražených elektronů než kovy lehké.

Existují speciální statistické metody simulace drah elektronu, díky kterým lze pohyb elektronů a jejich objem přibližně popsat. Nejznámější metodou je Monte – Carlo, kterou lze vidět na obr. 4.



Obr. 4: Dráhy primárních elektronů o různé energii vypočtené metodou Monte – Carlo [10]

Každý typ vzniklého signálu se využívá při zkoumání specifických vlastností vzorku, případně má využití i v kombinaci více signálů. Z tohoto důvodu se v SEM využívá celá řada detektorů vždy pro určitý druh signálu.

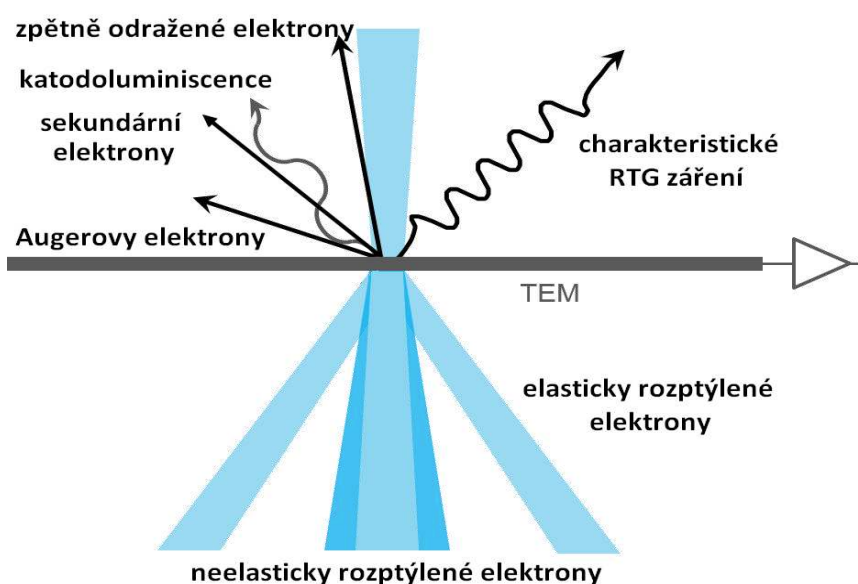
## 2.8. ROZPTYL ELEKTRONŮ

Poté, co elektrony dopadnou na povrch zkoumaného vzorku, dochází k jejich rozptylování a vzniku zpětně odražených elektronů, sekundárních elektronů, Augerových elektronů a rentgenového záření. Při rozptylování jsou elektrony vychylovány od původní trajektorie pohybu, což je zapříčiněno srážkami s atomy preparátu. Z důvodu těchto srážek může docházet také k úbytku energie elektronů. V zásadě mohou při nárazu elektronu na atom nastat tyto případy:

1. Elektron se odrazí, tedy vychýlí od své původní dráhy bez výrazné změny kinetické energie. Takový rozptyl je označován jako **pružný** a nastane při interakci s elektronovým obalem atomu vzorku, nebo při průniku elektronovým obalem a následnou interakcí s jádrem atomu. Ztráta energie nastávající při pružném rozptylu je popsána v publikaci [11]. Za pružný rozptyl lze považovat i difrakci.
2. Při odrazu elektron předá část své energie atomu a poté se bude pohybovat s nižší kinetickou energií. Jedná se o **nepružný rozptyl**. Úbytek kinetické energie elektronů se projeví nežádoucím vznikem tepla, které povede k zahřívání vzorku. To má za následek vyvolání vážných strukturálních i morfologických změn [6], [12].

### 2.8.1. ZPĚTNĚ ODRAŽENÉ ELEKTRONY

Pokud je úhel rozptylu natolik velký, že je elektron vržen zpátky, jedná se o odražený elektron (viz obr. 5). Odražení může být taktéž zapříčiněno několikanásobnými srážkami s menším úhlem rozptylu. U odražených elektronů nedochází k výraznému úbytku kinetické energie, tudíž se jedná o pružný rozptyl. Energie zpětně odražených elektronů je větší nebo rovna 90 % energie primárních elektronů [13].



Obr. 5: Interakce elektronů se vzorkem [14]

Intenzita odražených elektronů je charakterizována diferenciálním koeficientem odrazivosti  $d\eta_B/dE$ . Množství odražených elektronů vzrůstá s atomovým číslem vzorku a s energií primárních elektronů [4].

Odražené elektrony poskytují informaci o reliéfu vzorku a o materiálovém kontrastu. Jejich rozlišovací schopnost je 50 nm – 200 nm [3]. Pro detekci těchto elektronů se používá detekční systém podle konstruktérů Everharta a Thornleyho, který se skládá ze scintilátoru a fotonásobiče.

### 2.8.2. SEKUNDÁRNÍ ELEKTRONY

Při dopadu svazku elektronů na povrch preparátu se krom odražených elektronů vytvoří také sekundární elektrony. Tyto elektrony vznikají pronikáním primárních elektronů valenčním pásem vzorku, kde dojde ke srážce a následné emisi. Jedná se o nepružně odražené elektrony, které mají nízkou energii (jednotky až desítky eV).

Při ionizaci dochází k uvolňování elektronů z atomového obalu vzorku a pokud elektrony nabydou dostatečnou energií, jsou schopny se ve vzorku pohybovat. Vzhledem k tomu, že je pohyb těchto elektronů rychle zpomalován, opustí vzorek pouze v případě, že se nachází v menší hloubce, než je maximální hloubka, která odpovídá asi 5 nm [12].

Sekundární elektrony jsou „pomalé“ tehdy, když se uvolní z vodivostního či valenčního pásu, přičemž k tomu není třeba velkého množství energie. Jejich energie je nižší než 50 eV. V případě, že jsou elektrony silně vázané ve vyšších vnitřních energetických hladinách atomu, může jim po kolizi zůstat významná část energie primárního svazku. Takové elektrony jsou označovány jako „rychlé“ [5].

Pro stanovení účinnosti emise sekundárních elektronů se používá koeficient  $\delta$ , který je definován jako poměr počtu sekundárních elektronů k počtu elektronů v primárním svazku.

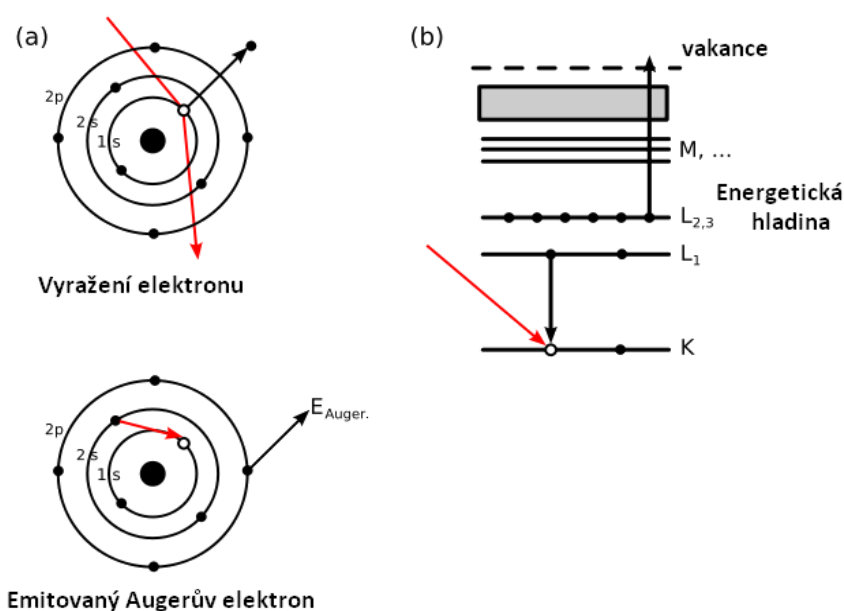
Díky experimentům bylo zjištěno, že krystalografie zkoumaného vzorku nemá na koeficient  $\delta$ , a tudíž i emisi sekundárních elektronů téměř žádný vliv. Stejně je tomu tak i u teploty, která je zanedbatelná. Zásadní vliv na intenzitu emise sekundárních elektronů má však úhel dopadu primárních elektronů. Čím větší je úhel dopadu, tím větší je množství sekundárních elektronů generovaných těsně pod povrchem. Z tohoto důvodu se staly sekundární elektrony nejpoužívanějším signálem v SEM. Výskyt těchto elektronů je výraznější při vyšších urychlovacích napětích.

Sekundární elektrony jsou nejprve odsáty z povrchu preparátu elektrickým polem mřížky kolektoru. Dále dopadnou napětím urychlené elektrony na scintilátor, kde dojde k emisi fotonů. Ty jsou ve fotonásobiči přeměněny na elektrický impuls, který je poté zesilován v elektronickém obvodu detektoru. Jsou-li plochy na povrchu vzorku nakloněné, dochází k vyšší detekci SE, než kdyby byly kolmé k dopadajícímu svazku. Proto jsou sekundární elektrony vhodnější pro určení topografie povrchu než odražené elektrony. Rozlišovací schopnost sekundárních elektronů je 5 nm – 15 nm.

Prostředníkem mezi dějem odehrávajícím se při interakci primárních elektronů s povrchem preparátu a obrazovkou mikroskopu, na kterou se přenáší informace získané o topografickém kontrastu preparátu, je detektor sekundárních elektronů.

### 2.8.3. AUGEROVY ELEKTRONY

Je-li v krystalické mřížce přítomna vakance (vznikla vyražením elektronu v obalu elektronem primárního svazku), může dojít k zaplnění této vakance elektronem z vyšší energetické hladiny. Vybuzený atom tedy přejde z vyššího stavu do nižšího, přičemž je uvolněna přebytečná energie. Důsledkem takového přeskočení nemusí vzniknout rentgenový foton, nýbrž z atomu se může uvolnit další elektron, což je patrné z obr. 6. Tento jev je po svém objeviteli nazýván Augerovým jevem.



Obr. 6: Augerův jev [15], [16]

Elektron je většinou uvolněn z těže, nebo vyšší energetické hladiny. Energie Augerových elektronů dávají charakteristické spektrum pro daný prvek, a proto jich může být rovněž využito k identifikaci zkoumané látky. Díky Augerovým elektronům lze tedy provádět prvkovou analýzu. Energie Augerova elektronu je rovna rozdílu energií hladin, mezi nimiž nastal přeskok, poníženému o vazební energii uvolněného elektronu.

Augerovy elektrony jsou generovány v hloubce do 3 nm pod povrchem vzorku.

## 2.8.4. CHARAKTERISTICKÉ RENTGENOVÉ ZÁŘENÍ

Primární elektrony pronikají elektronovými hladinami atomů vzorku a vlivem srážek předávají elektronům ve vnitřní vrstvě část své energie. Pokud dojde k předání větší energie, než je kinetická energie dané vrstvy, opustí elektron vrstvu, čímž vznikne vakance. Ionizovaný atom bude nyní v excitovaném stavu. Dojde k zaplnění vakance elektronem z vyšší vrstvy a uvolnění energie. Tato energie se vyzáří jako charakteristické RTG záření, nebo se předá Augerovu elektronu.

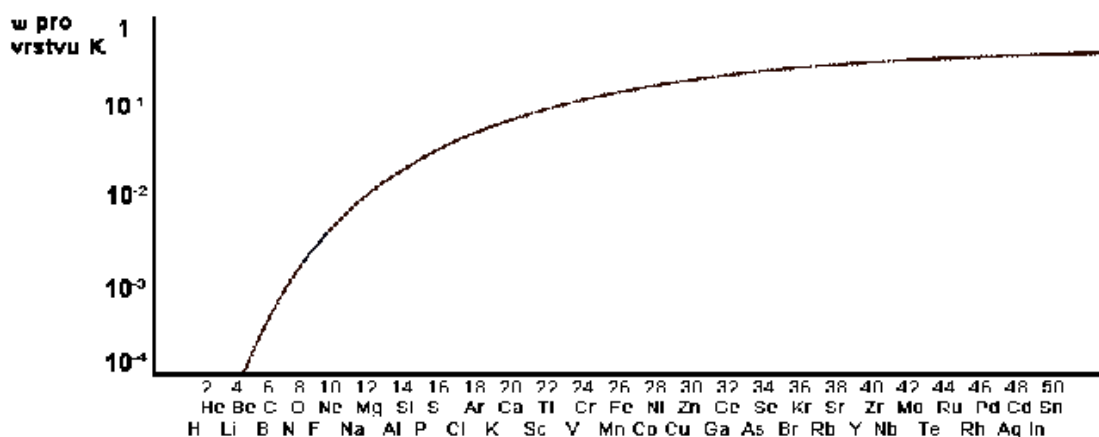
Aby došlo ke vzniku charakteristického rentgenového záření, musí být energie primárních elektronů větší, než je kritická ionizační energie, která závisí na protonovém čísle. Atomy mající větší atomové číslo dosahují větší kritické energie.

Pravděpodobnost vyzáření ionizační energie ve formě RTG záření, nebo Augerových elektronů lze stanovit díky fluorescenčnímu zisku  $\omega$ . Ten je definován vztahem

$$\omega = \frac{Z^4}{a+Z^4}, \quad (2.10)$$

kde  $Z$  je atomové číslo a  $a$  je konstanta pro danou vrstvu.

Z grafu na obr. 7 je patrné, že se vzrůstajícím atomovým číslem roste i emise rentgenového záření. Z toho vyplývá, že pro analýzu lehčích kovů je vhodnější použít Augerovy elektrony.



Obr. 7: Závislost pravděpodobnosti vyzáření RTG na atomovém čísle [17]

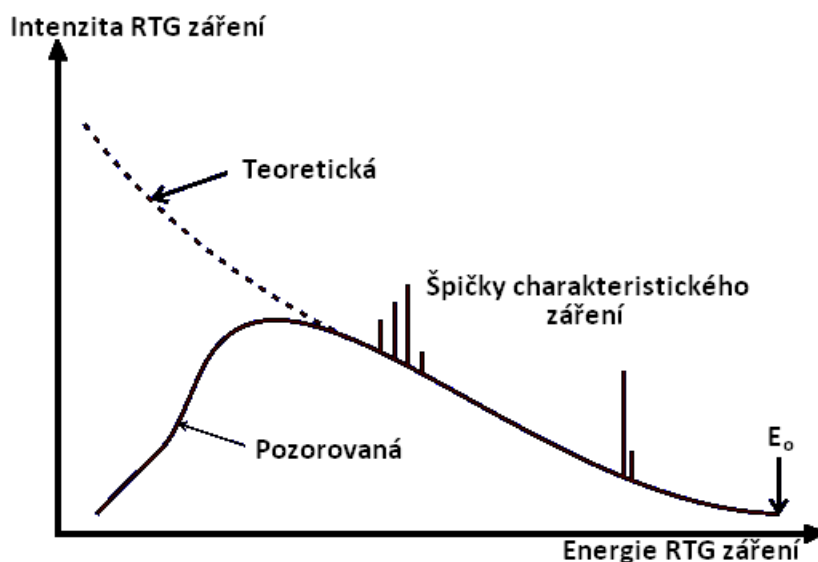
Rentgenové záření je schopno v některých krystalech vyvolat viditelnou luminescenci, která může způsobit zčernání fotografické emulze a ionizaci plynu. Tyto jevy jsou využívány při detekci RTG. Rentgenové záření má jak vlnový, tak korpuskulární charakter. Vlnová délka RTG je mnohem kratší než u viditelného světla (řádově 0,01 nm – 10 nm).

### 2.8.5. SPOJITÉ RENTGENOVÉ ZÁŘENÍ

Spojité rentgenové záření je záření se silnými ionizačními účinky, které vzniká za předpokladu, že je primární elektron natolik přiblížen k jádru atomu vzorku, že je následně zpomalen vlivem Coulombovské síly. Jedná se tedy o pružnou interakci s jádrem atomu, jejíž důsledkem je spojité RTG záření mající největší energii blížící se energii primárních elektronů. Pravděpodobnost vzniku spojitého RTG záření je stanovena Kramerovým vzorcem.

Tato složka rentgenového záření má nepříznivý vliv na analýzu charakteristického záření a spíše působí v oblasti materiálového inženýrství jako rušivý element. Spojité RTG záření je polychromatické, má spojité energetické spektrum a jsou v něm obsaženy fotony různých vlnových délek.

Intenzita spojitého RTG záření je funkcí energie a v oblasti nižších energií dochází v prudkém nárůstu, jak ukazuje graf na obr. 8.



Obr. 8: Intenzita spojitého RTG záření jako funkce energie [17]

Větší množství energie spojitého záření je však absorbováno ve vzorku a v detektoru, čímž intenzita postupně klesá k nule.

### 2.8.6. FOTONY

Fonony jsou považovány za kvazičástice, které vznikají po srážce vysokoenergetického elektronu s atomy umístěnými v krystalové mřížce, jež začne vlivem srážky oscilovat. Spojení atomů v atomové mřížce je chápáno jako pružné.

Fononové oscilace způsobují malé ztráty energie  $\sim 0,1$  eV, ale srážející elektrony jsou vychylovány do úhlů 5 – 15 mrad.

## 2.9. DETEKTORY

Při interakci primárního svazku se část elektronů absorbuje ve vzorku a objeví se jako proud odtékající zpět do kladného pólu zdroje urychlovacího napětí. V případě tenkých vzorků část elektronů projde, přičemž klesne jejich kinetická energie. Každý produkt interakce nám poskytuje důležité informace o preparátu [4], [12].

Scintilační detektor, který je označován také jako detektor ET, se skládá ze scintilátoru, který po dopadu elektronů uvolní záblesk světla ze středu viditelné oblasti, což je v rozmezí 550 nm – 650 nm. Světlo je dále vedeno světlovodem a komoru SEM opustí průchodem křemenným okénkem. Mimo vakuum je také umístěn fotonásobič, který zachytí světelný signál a převede jej na elektrický, přičemž dojde k zesílení signálu zhruba 1 000 až 1 000 000 krát. Detektor ET slouží k detekci sekundárních a zpětně odražených elektronů.

Fluorescenční účinnost scintilační látky je rozhodující pro citlivost detektoru a doba vyhasínání luminescence omezuje rychlost snímání signálů. Přehled materiálů, které se používají jako scintilátory, a jejich správná aplikace jsou uvedeny v publikaci [18], [19].

## 2.10. ZOBRAZOVACÍ SYSTÉM

Cílem zobrazovacího systému je formovat svazek s požadovanými parametry jako je např. hustota proudu, úhlová apertura a průměr fokusovaného elektronového svazku, který má vliv na rozlišovací mez. Základními prvky zobrazovací soustavy jsou vychylovací cívky, objektiv a detektor.

Pohyb elektronového svazku je zajištěn díky vychylovacím cívkám, které jsou napájeny zdrojem takového napětí, které má lineární charakter s rostoucím časem až do svého maxima, amplitudy, a rázem klesne na nulu a celý tento proces se periodicky opakuje [4]. Nejvíce používané jsou elektromagnetické vychylovací cívky, jelikož zajišťují větší vychylovací úhly. Vzhledem k omezené pracovní vzdálenosti přístrojů není možné umístit vychylovací cívky do prostoru mezi vzorek a pólové nástavce finální čočky, a proto se většinou používá dvojitě vychylování. Vychylovací cívky jsou umístěny v otvoru horního pólového nástavce finální čočky. Vychýlení je tak větší než u jednoduchého vychylovacího systému a zároveň dochází k poklesu optických vad při zobrazení [4], [12].

Objektiv je jednou z nejdůležitějších částí zobrazovací soustavy SEM, jelikož na jeho vlastnostech závisí dosažitelná rozlišovací schopnost. Zhoršení parametrů rozlišovací schopnosti je zapříčiněno především velikostí sférické vady, která stanovuje minimální průměr křížště. Sférická vada se snižuje, zmenšuje-li se ohnisková vzdálenost objektivové čočky a maximální úhlová apertura objektivu, která je dána průměrem objektivové clony.

### 3. METODA EBSD

Strukturní parametry krystalických, nebo polykrytalických materiálů lze stanovit díky metodě difrakce zpětně odražených elektronů, která využívá elektromagnetické záření pro získání analytických informací. Jev difrakce zpětně odražených elektronů, na kterém je metoda EBSD (z anglického Electron Backscatter Diffraction) založena, byl popsán v roce 1928 Kikuchim a dále v roce 1933 Meibomem a Ruppem, nicméně samotná metoda EBSD se začala rozvíjet až později v roce 1973.

Jeden ze signálů, který vzniká při interakci a je běžně využíván ke stanovení lokálního chemického složení fází, je charakteristické rentgenové záření, k jehož detekci se používá vlnově disperzní analyzátor [13]. Později zaznamenala rozvoj i technika difrakce zpětně odražených elektronů EBSD, pomocí níž získáváme krystalografické údaje. Díky EBSD lze studovat orientaci zrn, které se nachází v povrchové vrstvě studovaného vzorku, identifikovat krystalovou mříž [20], případně její odlišnosti např. v krystalové orientaci, a především stanovit jednotlivé fáze. Společně s informacemi o morfologii a lokálním chemickém složení fází tak získáváme komplexní popis strukturních parametrů [13], [21].

Porovnáme-li fázovou analýzu u metody EBSD a difrakce charakteristického RTG záření, zjistíme, že u EBSD získáme potřebné informace z menší plochy zkoumaného vzorku. Při rentgenové difraktometrii máme k dispozici pouze sumární informace z plochy vzorku o velikosti v řádech jednotek  $\text{mm}^2$  [22].

Metoda EBSD zachovává souvislost mezi globální informací o krystalové orientaci a přesným místem na ploše vzorku, odkud tato informace pochází, díky čemuž lze vytvořit podrobné mapy krystalové orientace. Využitím této metody lze určit strukturní parametry i u složitějších materiálů [13], [22].

Pro použití metody EBSD je nutné, aby byl SEM opatřen zařízením detekujícím difraktované zpětně odražené elektrony. Tento detektor se skládá z kamery, která je namířena na fosforové stínítko, na němž se objevují Kikuchiho linie. Aby došlo ke zvýšení kontrastu, je plochý vzorek v komoře SEM nakloněn o úhel  $70^\circ$  od horizontální polohy. Tím dojde k vyšší emisi zpětně odražených elektronů. Fosforové stínítko je taktéž umístěno v komoře vzorku SEM a je připojeno ke kompaktní čočce, která zaostří obraz z fosforového stínítka na CCD kameru.



### 3.1. PRINCIP EBSD

Zejména ve starších publikacích bývá mechanismus difrakce zpětně odražených elektronů u SEM přirovnáván ke Kikuchiho difrakci v TEM, nicméně dvouinterakční model nedokáže vysvětlit všechny jevy pozorované v EBSD difrakčních obrazcích. Z hlediska fyzikálního považujeme za správnější model kanálování elektronů (ECP), který je založen na vztahu reciprocity mezi EBSD a ECP [13], [23].

#### 3.1.1. MODEL DVOU INTERAKCÍ

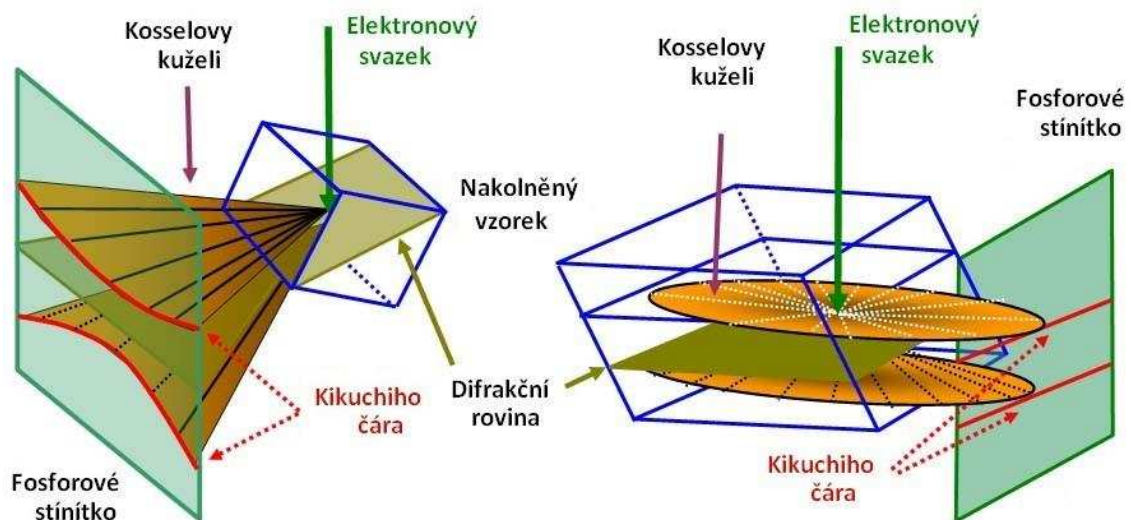
Pracujeme-li se vzorkem krystalické látky, odehrává se vznik difrakčních stop v těchto po sobě jdoucích krocích:

1. Primární elektrony, které se dostaly do určité hloubky pod povrch preparátu, se rozptylují, přičemž dochází k úbytku energie. Pro metodu EBSD jsou užitečné pouze ty elektrony, jejichž energie poklesla o maximálně 10 % [22].
2. Rozptýlené elektrony šířící se hmotou preparátu dopadnou na vhodně orientované systémy krystalových rovin, na nichž bude v jejich směru pohybu splněna Braggova difrakční podmínka

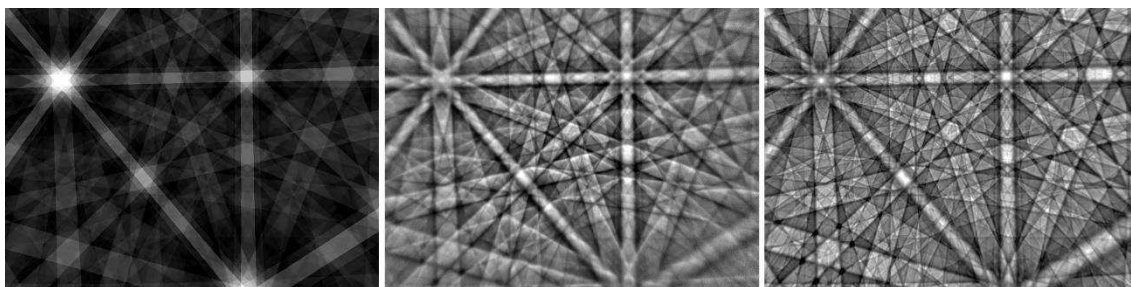
$$n\lambda = 2d_{hkl}\sin\theta, \quad (3.1)$$

kde  $n$  je řád difrakce a  $d_{hkl}$  je meziorovinná vzdálenost difraktujících rovin a  $\theta$  je úhel dopadu elektronů na danou osnovu rovin [13].

Odražené elektrony se po Braggově difrakci pohybují po dvojici kuželových ploch s vrcholovým úhlem  $(\pi - 2\theta)$  a jejich osou je normála příslušných rovin ( $hkl$ ). Průnikem difrakčních kuželů se stínítkem budou dvě hyperboly, které se v okolí středu difraktogramu jeví jako dvě rovnoběžné čáry, které jsou označovány jako Kikuchiho čáry (obr. 10). Dvouinterakční model je znázorněn ve zjednodušeném schématu na obr. 9.



Obr. 9: Dvouinterakční model [24]



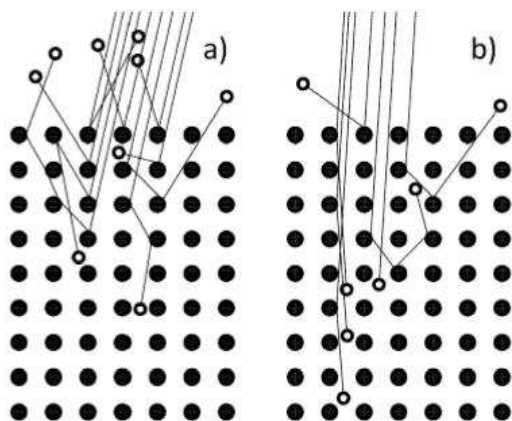
Obr. 10: Kikuchiho čáry křemíku [25]

Podstatnými informacemi, které byly získány z difrakčního obrazu, jsou poloha osy difrakčních pásů, úhly mezi difrakčními pásy a šířka difrakčních pásů. Mapu krystalografických orientací zkoumané plochy lze stanovit z polohy Kikuchiho čar, a to počítačovým zpracováním difrakčního záznamu [22], [26]. V publikacích [27], [28] je blíže popsána difrakce BSE.

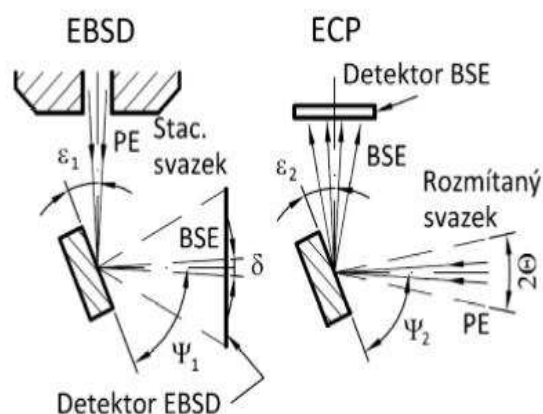
### 3.1.2. KANÁLOVACÍ MODEL

Model kanálování elektronů je založen na teorému reciprocitu mezi difrakcí zpětně odražených elektronů a stopami kanálování elektronů (ECP). EBSD i ECP můžeme popsat pomocí kanálování elektronů, přičemž elektronové paprsky se pohybují v opačném směru.

Pravděpodobnost výskytu primárních elektronů v krystalické látce se určuje pomocí tzv. Blochových vln. Podle typu těchto vln lze specifikovat, nachází-li se elektron v blízkosti jádra atomu, nebo v mezivinném prostoru, a tudíž i zda-li dojde k rozptylu, nebo kanálování (viz obr. 11).



Obr. 11: Částicová představa zpětného odrazu (a) a kanálování (b) [22]



Obr. 12: Schéma s definicí úhlových vztahů pro EBSD a ECP.  $\epsilon_1$ ,  $\epsilon_2$  = úhel dopadu primárního svazku;  $\psi_1$ ,  $\psi_2$  = střední úhel výstupního svazku;  $\delta$  = úhlová šířka difr. pásu;  $\Theta$  = úhel rozmitání prim. svazku [22]

Na obr. 12 je znázorněno schéma s definicí úhlových vztahů pro EBSD a ECP.  $\varepsilon_1$ ,  $\varepsilon_2$  je úhel dopadu primárního svazku a  $\Psi_1$ ,  $\Psi_2$  je střední úhel výstupního svazku.  $\delta$  je úhlová šířka difrakčního pásu a  $\theta$  úhel rozptýlení primárního svazku.

Aby byl kanálovací model co nejkvalitnější, je kladen požadavek na co možná nejmenší úhel aperturního svazku ( $10^{-3}$  až  $10^{-4}$  rad). Na každý rastrovaný řádek dopadá primární svazek, jehož úhel se pohybuje v rozsahu  $2\theta$ . Je-li úhel větší než tzv. Braggův úhel, bude docházet k rozptylu, což se projeví zvýšením intenzity snímaného signálu oproti jeho průměrné hodnotě. Bude-li úhel menší, nastane kanálování elektronu a intenzita signálu se sníží. Při rovnosti mezi  $\theta$  a Braggovým úhlem bude splněna Braggova podmínka pro difrakci dovnitř krystalu.

V modelu ECP je metoda EBSD chápána jako úzce provázaná posloupnost kanálování primárního svazku dovnitř vzorku, nepružného rozptylu a kanálování elektronů ven ze vzorku. Jednotlivé fáze procesu na sebe vzájemně působí, přičemž kanálování chápeme jako difrakční jev, kterým je modulována pravděpodobnost nepružných srážek s atomy vzorku [13], [22].

### 3.2. PŘÍPRAVA VZORKŮ (METODA EBSD)

Vzhledem ke skutečnosti, že informace o difrakci zpětně odražených elektronů se získávají z povrchové vrstvy nacházející se v hloubce několik desítek nanometrů, je kvalita přípravy povrchu zásadním bodem pro dosažení vyhovující analýzy [26].

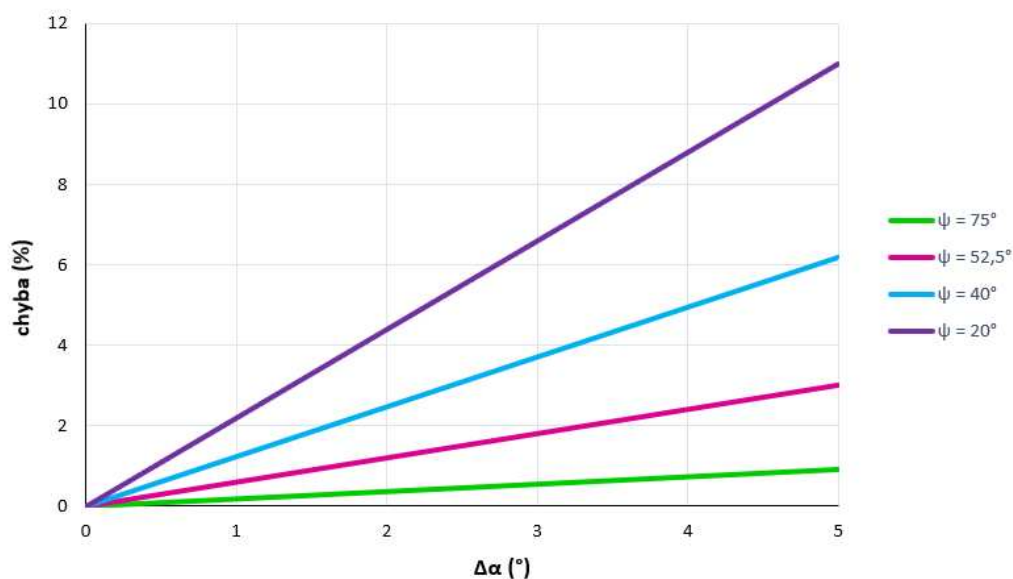
Povrch vzorku musí být co nejvíce zachován. To znamená, že nesmí dojít k deformaci preparátu vyvolané dehydratací, leptáním, či korozí.

Dalším důležitým požadavkem kladeným na preparáty je elektrická vodivost. Elektricky nevodivé materiály musí být opatřeny vrstvou tvořenou vhodným kovem, nebo uhlíkem, což zajistí odvod náboje. Tato vodivá vrstva musí dosahovat dostatečné tloušťky, aby byla zaručena dobrá vodivost i na preparátu s větším reliéfem povrchu. Vrstva však nesmí nijak ovlivnit tvar zkoumaného preparátu (např. nesmí dojít k zaoblení hran vzorku). Pokovení může sloužit i ke zvýšení podílu sekundárních elektronů. Další možností je snížení úrovně vakua v komoře vzorku, kdy nemusíme nevodivé vzorky nijak upravovat.

Při elementární analýze je kladen důraz na hladkost (rovinnost) povrchu preparátu, zejména provádíme-li kvantitativní analýzu. Část elektronů je při výstupu z preparátu částečně absorbována, což je třeba kvantitativně vyhodnotit. To je možné pouze v případě, že je splněna podmínka rovinnosti povrchu preparátu [4].

Pro kvalitativní, nebo kvantitativní mikroanalýzu platí, že povrch preparátu musí být dokonale vyleštěn. Výška nerovností by neměla přesahovat hodnotu  $0,1 \mu\text{m}$ , a to z důvodu snižování, nebo naopak zvyšování absorpce emitovaných a dopadajících elektronů. V publikacích [29] je uvedeno, jaký vliv mají rýhy v povrchu na výstupní signály. K dalším chybám dochází také u analýzy lehkých prvků při použití malého snímacího úhlu.

Graf 1 znázorňuje závislost chyby ve stanovení Mg v olivínu na velikosti odklonu vzorku od předpokládané roviny při různých snímacích úhlech spektrometru  $\psi$ .



Graf 1: Závislost chyby při stanovení prvku na velikosti odklonu vzorku [4]

Rovinného povrchu preparátu se docílí broušením a následným leštěním. Poté je nutno odstranit ze vzorku zbylou suspenzi a brousící kapalinu. To se provádí mořením např. v alkoholu, nebo benzenu, nebo lze použít ultrazvukovou čističku. V závěrečné fázi je nutné doleštit vzorek, a to chemicko-mechanicky použitím koloidních disperzí  $\text{SiO}_2$  nebo  $\text{Al}_2\text{O}_3$  [13]. Pokud je vzorek z měkkého materiálu, používá se spíše elektrolytického leštění. Elektrolyt a parametry leštění jsou vybrány tak, aby nedocházelo ke vzniku kontaminační vrstvy, leptových důlků, nebo v případě vícefázových materiálů k výraznému povrchovému reliéfu, který je zapříčiněn selektivním rozpouštěním fází.

Na většinu materiálů můžeme použít tzv. iontové odprašování. V případě špatného nastavení parametrů odprašování ale dochází k implantaci iontů svazku do povrchu vzorku, což snižuje kvalitu difrakčních obrazců.

Některé vzorky velmi rychle podléhají kontaminaci povrchu oxidací, hydratací a jinými reakcemi. Proto je třeba takovéto vzorky podrobit analýze ihned po leštění povrchu. Vzorky lze samozřejmě uchovávat v ochranné atmosféře, nebo evakuovaném prostoru, čímž se zmírní míra oxidace. Nelze ji však zabránit úplně [4].

## 4. MATERIÁL A METODY

Pro analýzu byla použita ocel C15 (se zastoupením 0,15 % uhlíku) v žíhaném stavu mající feritickou strukturu.

### 4.1. POSTUP PŘÍPRAVY VZORKU

- 1) Ocelová tyč o průměru 25 mm byla rozřezána na 5 částí o výšce 15 mm na manuálním řezacím zařízení Struers Discotom 10 (obr. 13). K tomu byl použit dělicí kotouč 56A25 (obr. 14).



Obr. 13: Řezací zařízení Struers Discotom 10 [30]



Obr. 14: Dělicí kotouč 56A25 [30]

- 2) Všechny vzorky (válečky o průměru 25 mm a výšce 15 mm) byly zbaveny otřepů na brusném papíře a následně vloženy do forem ze silikonové pryže (obr. 15). Smícháním prášku karbidu křemíku s epoxidovou pryskyřicí a tvrdidlem (v poměru 3:2:1) byla vytvořena zalévací hmota (obr. 16), která byla přelita do silikonové formy.



Obr. 15: Forma ze silikonové gumy [30]



Obr. 16: Zalévací hmota po vytvrzení

- 3) Po vytvrzení zalévací hmoty byly vzorky vyjmuty z formy, následně opatřeny retenčními kroužky (obr.17) a vloženy do hlavy (obr. 18).



Obr. 17: Vyrovňovací nástroj pro nastavení fixačních kroužků na jednotlivých vzorcích



Obr. 18: Hlava

- 4) Vzorky byly následně vloženy do jednokotoučové brusky/leštičky Tegramin 30 (obr. 19, obr. 20), ve které je uchycen magnetický brusný disk MD Piano 220 (obr. 21). Jedná se o diamantový brusný disk s pryskyřičnou matricí, který je používán pro hrubé a jemné broušení pod vodou, a to u materiálů o tvrdosti 150 – 2000 HV. Broušení a následné leštění vzorků se provádí s cílem vytvořit rovné plochy bez deformací a poškrábání, aby byla opravdová mikrostruktura vzorku jasně viditelná pod mikroskopem. Nastavení přístroje je uvedeno v tab. 1:

Tab. 1: Parametry broušení diskem MD Piano 220

přítlačná síla [N]	čas leštění [min]	otáčení disku [ $\text{min}^{-1}$ ]	otáčení hlavy [ $\text{min}^{-1}$ ]	sousledná/něsousedná rotace
35	5	300	150	sousledná

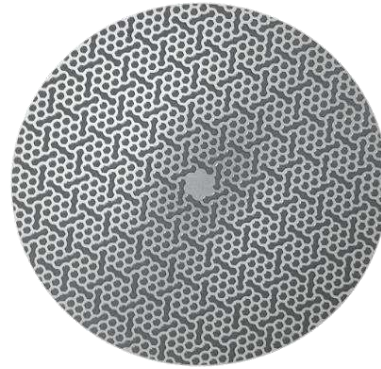


Obr. 19: Jednokotoučové bruska/leštička Tegramin 30 [30]





Obr. 20: Jednokotoučové bruska/leštička Te-gramin 30 [30]

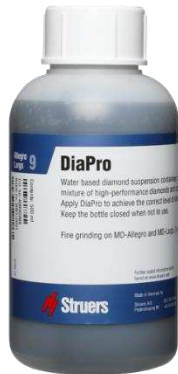


Obr. 21: Brusný disk MD Piano 220 [31]

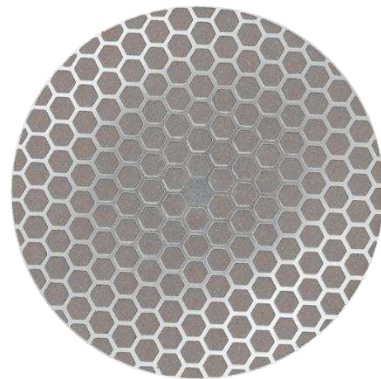
- 5) Vzorky byly dále jemně broušeny na brusném disku MD Allegro (obr. 23) v kombinaci s diamantem. Bruska zajišťuje přesné dávkování diamantové suspenze (obr. 22) obsahující směs diamantů o velikosti 9  $\mu\text{m}$  a smáčedla.

Tab. 2: Parametry broušení diskem MD Allegro

přítlačná síla [N]	čas leštění [min]	otáčení disku [ $\text{min}^{-1}$ ]	otáčení hlavy [ $\text{min}^{-1}$ ]	sousledná/něsousledná rotace
30	4	150	150	sousledná



Obr. 22: Diamantová suspenze DiaPro Allegro 9 [31]



Obr. 23: Brusný disk MD Allegro [31]

- 6) Následně bylo použito lešticí sukno MD Dac (obr. 24) ze saténového tkaného acetátu, které za přítomnosti diamantové suspenze (smáčidlo a chladicí kapalina) zajišťuje tzv. materiálografické leštění. Stabilní diamantová suspenze na vodní bázi obsahuje směs diamantů a smáčedla. Po leštění bylo třeba očistit vzorky od dia-

mantové suspenze v automatické čisticí jednotce (obr. 25) používající automatizovaný proces kombinující ultrazvuk a oplachování vodou spolu s vysokorychlostním odstředivým sušením vzorku. Tím se zabrání náhodné kontaminaci preparačního povrchu vzorku.

Tab. 3: *Parametry leštění sukem MD Dac*

přítláčná síla [N]	čas leštění [min]	otáčení disku [min <sup>-1</sup> ]	otáčení hlavy [min <sup>-1</sup> ]	sousledná/něsousledná rotace
20	4	150	150	sousledná



Obr. 24: *Lešticí sukno MD Dac* [31]



Obr. 25: *Automatická čisticí jednotka* [30]

Při leštění povrchu vzorku nedochází na rozdíl od broušení k výraznému úbytku materiálu, nýbrž nastává deformace vrcholů povrchové drsnosti. V metalografii je leštění prováděno mechanicky, iontově, nebo elektrolyticky.

Mechanické leštění, které bylo pro analýzu zvoleno, principiálně odpovídá broušení, jelikož se taktéž provádí s přítlakem vzorku na rotující lešticí kotouč, a to za pomoci lešticího média, kterým může být nejen suspenze, ale i prášek a pasta. Jako lešticí média jsou používána  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ,  $\text{Cr}_2\text{O}_3$ ,  $\text{MgO}$ , nebo C (diamant). Pro tuto analýzu byla použita diamantová suspenze a při závěrečném leštění koloidní roztok  $\text{Al}_2\text{O}_3$ . Materiály používající se k potahu lešticího sukna mohou být samet, satén, flanel, nebo jiná textilie.

Při elektrolytickém leštění je v elektrolytu ponořený vzorek zapojený jako anoda. Průchodem proudu mezi vzorkem a katodou se za vhodných podmínek vytvoří na povrchu vybroušeného vzorku viskózní film produktů s nízkou elektrickou vodivostí. Film má maximální tloušťku v místech prohlubní a naopak minimální tloušťku nad jeho výstupky, které se postupně rozpouštějí a povrch se stává rovinným.



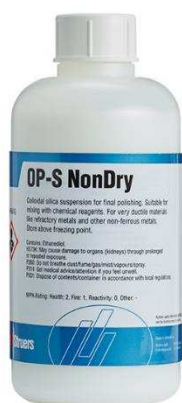
Při tomto typu leštění však dochází k nežádoucímu naleptání struktury, čímž se stává elektrolytické leštění oproti mechanickému neuniverzálním. Používá se proto k leštění měkkých materiálů jako např. slitin hliníku, u nichž se při mechanickém leštění tvoří rýhy a vzniká tzv. Beilbyho vrstva [32].

Další technikou používanou pro přípravu vzorků je vymílání iontovým svazkem, při kterém dochází k bombardování tenkého vzorku ionty inherentního plynu. Ty jsou na vzorek vrhány z dvou iontových trysek umístěných na opačných stranách vzorku a následně urychlovány v potenciálovém poli. Metoda se používá se pro keramiku, vícefázové materiály, slitiny atd.

- 7) Pro finální leštění všech vzorků bylo použito netkané leštící sukno MD Chem (obr. 27) z pórovitého neoprenu za přítomnosti nezasychající suspenze koloidního křemíku (obr. 26). Každý vzorek byl leštěn za jiných podmínek:

Tab. 4: *Parametry leštění suknem MD Chem*

číslo vzorku	přítlačná síla [N]	čas leštění [min <sup>-1</sup> ]	otáčení disku [min <sup>-1</sup> ]	otáčení hlavy [min <sup>-1</sup> ]	sousový/proti-ový
1	20	6	150	150	sousledný
2	20	2	150	150	sousledný
3	10	2	150	150	sousledný
4	10	6	150	150	sousledný
5	15	4	150	150	sousledný



Obr. 26: *Koloidní roztok* [31]



Obr. 27: *Leštící sukno MD Chem* [31]

- 8) Jednorázovými ochrannými rukavicemi byl vzorek vyjmut z hlavy, omyt saponátovým prostředkem (jarem) a následně opláchnut vodou. Po usušení byl vzorek ponořen do kádinky s izopropylalkoholem, kde byl ponechán po dobu 5 – 10 minut.
- 9) Po vyjmutí z kádinky byl vzorek pečlivě osušen a následně byl na něj nalepen tzv. uhlíkový terčik (obr. 29), který spojuje vzorek s tzv. diskovým terčikem (obr. 28, obr. 30). Celý postup je prováděn v jednorázových ochranných rukavicích, aby nedošlo ke kontaminaci povrchu vzorku pokožkou.



Obr. 28: Diskový terčik



Obr. 29: Uhlíkový terčik



Obr. 30: Vzorek přilepený k diskovému terčiku

- 10) Vzorek byl následně vložen do vakuové komory elektronového mikroskopu.
- 11) Parametry mikroskopu jsou nastaveny podle následující tabulky:

Tab. 5: Nastavení parametrů mikroskopu

Urychlovací napětí [kV]	Intenzita el. svazku	Pracovní vzdálenost [mm]
30	18	14,9

- 12) Po zvolení vhodného místa na povrchu vzorku byly optimalizovány paterny (Kikuchiho linie) tak, aby došlo k nejlepší a nejrychlejší odezvě.
- 13) Následně byly změřeny mapy pro různá rozlišení (25 x 25 px; 200 x 200 px) při zvětšení 2 000 x resp. 500 x.

## 4.2. VÝSLEDKY ANALÝZY

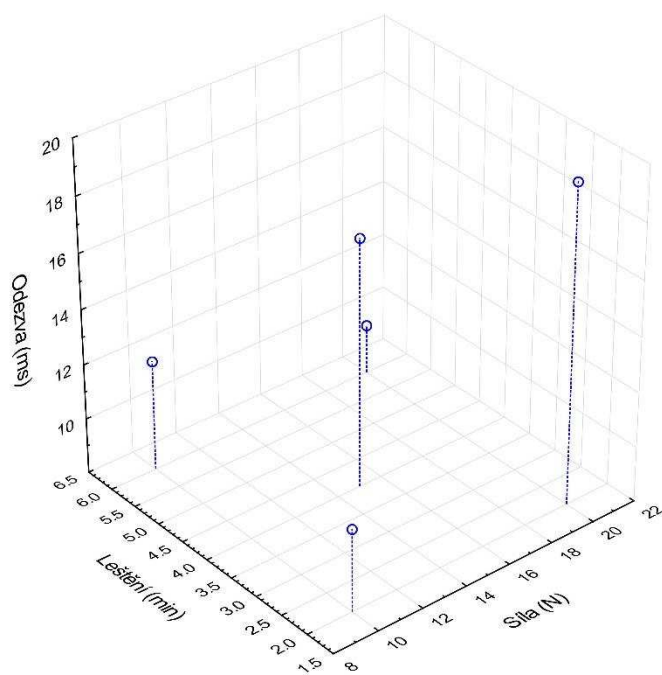
Výsledné sledované parametry, které rozhodují o kvalitě snímání, jsou čas odezvy elektronů a počet nulových řešení, tedy míst, které nevykazují žádnou odezvu.

Tab. 6: *Výsledky analýzy*

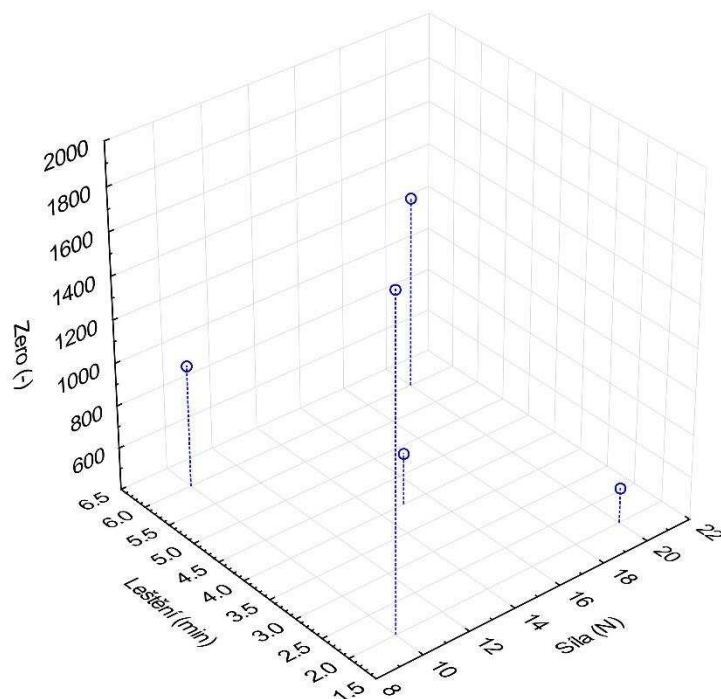
číslo vzorku	Rozlišení mapy	přítlačná síla [N]	čas leštění [min]	rozlišení patern	čas odezvy [ms]	absolutní nulové řešení	relativní nulové řešení [ % ]
1	25x25	20	6	2	231	2	0,32
2	25x25	20	2	2	362	4	0,64
3	25x25	10	2	2	230	4	0,64
4	25x25	10	6	2	225	4	0,64
5	25x25	15	4	2	350	2	0,32
1	25x25	20	6	8	11,4	22	3,52
2	25x25	20	2	8	19,5	8	1,28
3	25x25	10	2	8	11	33	5,28
4	25x25	10	6	8	12	11	1,76
5	25x25	15	4	8	19	5	0,80
1	200 x 200	20	6	8	9,8	1301	3,25
2	200 x 200	20	2	8	19,5	564	1,41
3	200 x 200	10	2	8	11	1938	4,85
4	200 x 200	10	6	8	12	971	2,43
5	200 x 200	15	4	8	17	642	1,61

Je žádoucí, aby byl čas odezvy co nejkratší a procentuální zastoupení nulových řešení co nejmenší. Proto se podle tabulky jeví jako optimální řešení metoda přípravy vzorku č. 4. Doba odezvy je u všech rozlišení map i rozlišení patern velmi krátká. Nejkratší čas odezvy byl zaznamenán u vzorku č. 3 při rozlišení patern 8, nicméně procentuální zastoupení nulových řešení je v tomto případě vysoké, zatímco u vzorku č. 4 dosahuje přijatelných hodnot (viz obr. 33, obr. 34, obr. 35, obr. 36). Nulová řešení jsou na krystalografické mapě znázorněna jako černé body. Barevná pole představují zrna s odlišnými orientacemi krystalických mřížek na povrchu vzorku.

Závislost doby odezvy na přítlačné síle a době leštění znázorňuje bodový graf 2 a závislost nulových řešení na přítlačné síle a době leštění znázorňuje bodový graf 3.



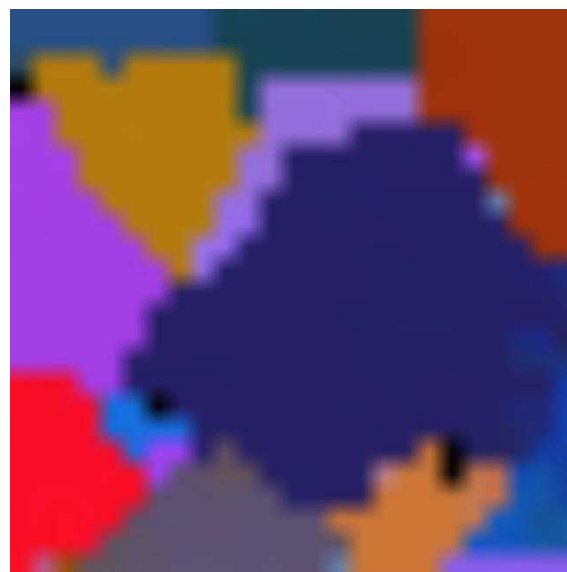
Graf 2: Závislost odezvy na době leštění a síle



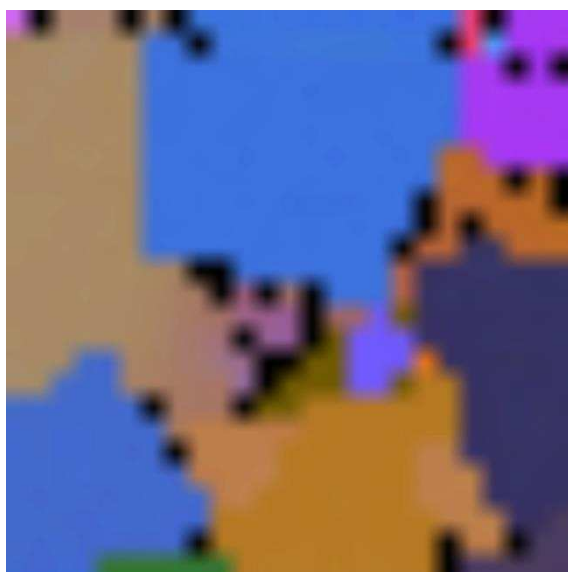
Graf 3: Závislost nulových řešení na době leštění a síle



Obr. 31: Krytalografická mapa vzorku č. 3 s rozlišením mapy 25 x 25 px (2 x 2)



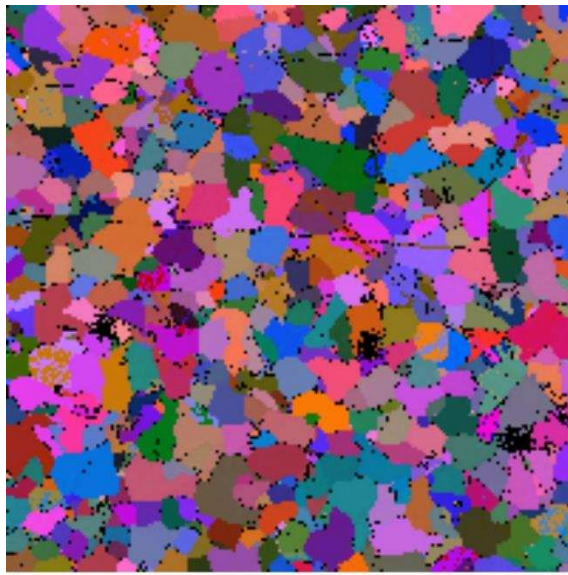
Obr. 32: Krytalografická mapa vzorku č. 4 s rozlišením mapy 25 x 25 px (2 x 2)



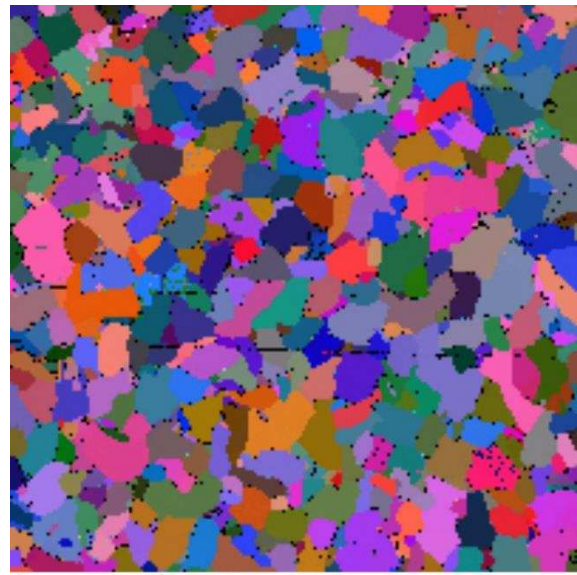
Obr. 33: Krytalografická mapa vzorku č. 3 s rozlišením mapy 25 x 25 px (8 x 8)



Obr. 34: Krytalografická mapa vzorku č. 4 s rozlišením mapy 25 x 25 px (8 x 8)



Obr. 35: *Krytalografická mapa vzorku č. 3 s rozlišením mapy 200 x 200 px (8 x 8)*



Obr. 36: *Krytalografická mapa vzorku č. 4 s rozlišením mapy 200 x 200 px (8 x 8)*

Žíhanou ocel C15 s feritickou strukturou je vhodné leštit po dobu 6 minut s přítlačnou silou vzorku na leštící plátno 10 N, aby bylo docíleno nejlepších podmínek pro snímání elektronovým mikroskopem a pro následnou strukturní analýzu.

## 5. ZÁVĚR

Cílem mé práce bylo vysvětlit podstatu rastrovacího elektronového mikroskopu. Popsala jsem základní principiální rozdíl mezi dvěma typy elektronového mikroskopu, podrobněji se zabývala všemi důležitými komponenty nezbytnými pro činnost přístroje. Dále jsem se zabývala vlnovou povahou elektronů a jejich různými rozptyly při dopadu na preparát. Popsala jsem jednu z mnoha metod detekce elektronů, princip detekce zpětně odražených elektronů, která byla následně použita pro mou analýzu.

V rámci analýzy jsem se snažila nalézt optimální způsob přípravy povrchu vzorku z feritické oceli tak, aby proběhla detekce zpětně odražených elektronů co nejkvalitněji. Podařilo se mi určit vyhovující vzorek, a tedy vhodný postup přípravy povrchu vzorku z feritické oceli C15 určený pro další analýzy pomocí metody difrakce zpětně odražených elektronů.

## 6. POUŽITÁ LITERATURA

- [1] J. Nebesářová, „Trocha historie“, *Elektronová mikroskopie pro biology*, 2001. [Online]. Dostupné z: <http://triton.paru.cas.cz/old-lem/book/Podkap/1.0.html>. [Viděno: 19-bře-2018].
- [2] V. Vodárek, *Metody Studia Struktury*. Ostrava: Vysoká škola Báňská, 2012, s. 172.
- [3] L. Charvátová, *Elektronové mikroskopy*. Masarykova univerzita v Brně, 2005, s. 23.
- [4] V. Hulínský a K. Jurek, *Zkoumání látek elektronovým paprskem*. Praha: SNTL - Nakladatelství technické literatury, 1982, s. 401.
- [5] R. Kubínek, K. Šafářová, a M. Vůjtek, *Elektronová mikroskopie*. Olomouc: Univerzita Palackého, 2011, s. 50.
- [6] A. Delong a V. Drahoš, *Praktická elektronová mikroskopie*. Praha: Nakladatelství Československé akademie věd, 1958, s. 370.
- [7] P. Čičmanec, *Všeobecná fyzika 2, Elektrina a magnetismus*. Bratislava: Alfa a SNTL, 1980.
- [8] G. Cvancigerová, *Vady optického zobrazování*. Brno: Masarykova univerzita v Brně, 2011, s. 43.
- [9] L. Zobač, *Základy vakuové techniky*. Praha: SNTL, 1954.
- [10] „Monte - Carlo method“. [Online]. Dostupné z: <http://slideplayer.com/slide/4452363/>. [Viděno: 12-pro-2017].
- [11] V. Starý, *Simulace interakce elektronů s látkou pomocí metody Monte-Carlo v elektronové mikroskopii a mikroanalýze*. Stará Lesná, 1990.
- [12] J. Lábár, *Úvod do analytické elektronové mikroskopie*. Praha: MATFYZPRESS, 2010, s. 231.
- [13] V. Vodárek, *Metoda EBSD v řádkovací elektronové mikroskopii*. Ostrava: VŠB - Technická Univerzita Ostrava, 2010, s. 48.
- [14] „TEM specimen beam interactions“, 2018. [Online]. Dostupné z: <http://www.gatan.com/techniques/eels>. [Viděno: 19-lis-2017].
- [15] „Atom model for Auger process DE“. [Online]. Dostupné z: [https://en.wikipedia.org/wiki/Auger\\_effect](https://en.wikipedia.org/wiki/Auger_effect). [Viděno: 01-pro-2017].
- [16] „Auger electron“. [Online]. Dostupné z: [https://en.wikipedia.org/wiki/Auger\\_effect](https://en.wikipedia.org/wiki/Auger_effect). [Viděno: 10-lis-2017].
- [17] „Elektronová mikroskopie“. [Online]. Dostupné z: [http://triton.paru.cas.cz/old-lem/bak/1\\_1.htm](http://triton.paru.cas.cz/old-lem/bak/1_1.htm). [Viděno: 12-pro-2017].
- [18] T. E. Everhart, *Proceedings of the 3rd Annual Stereoscan Colloquium Morton Grove*. Kent Cambridge Scientific, 1970.
- [19] C. W. Oatley, *The Scanning Electron Microscope*. University Press, 1972.



- [20] D. P. Field, Recent advances in the application of orientation imaging. 1997.
- [21] W. D. Callister, Materials Science and Engineering An Introduction. New York: John Wiley & Sons, 2000.
- [22] O. Man, *Aplikace metody difrakce zpětně odražených elektronů v materiálovém inženýrství*. Brno: Vysoké učení technické v Brně, 2010, s. 97.
- [23] O. C. Wells, „Comparison of different models for the generation of electron backscattering patterns in the scanning electron microscope“, in Scanning, New York: FAMS, 1999, s. 368–371.
- [24] „Schematic of the diffraction cone and pattern formation“. [Online]. Dostupné z: <http://www.dartmouth.edu/~emlab/manuals/ebsp/index.html>. [Viděno: 12-pro-2018].
- [25] „Kinematic simulations of EBSD Kikuchi patterns for Si at, (left) 30 keV and, (right) 5 keV with Bruker ESPRIT 2.0.“ [Online]. Dostupné z: [https://www.researchgate.net/figure/Kinematic-simulations-of-EBSD-Kikuchi-patterns-for-Si-at-left-30-keV-and-right-5\\_fig5\\_316591261](https://www.researchgate.net/figure/Kinematic-simulations-of-EBSD-Kikuchi-patterns-for-Si-at-left-30-keV-and-right-5_fig5_316591261). [Viděno: 20-pro-2017].
- [26] T. Krajňák, *Studium vývoje mikrostruktury jemnozrnných IF ocelí*. Praha, 2014.
- [27] M. R. Went a B. A. Winkelmann, „Quantitative measurements of Kikuchi bands in diffraction patterns of backscattered electrons using an electrostatic analyzer“, Ultramicroscopy. s. 1211–1216, 2009.
- [28] R. Schwarzer a A. Huot, „Study of microstructure on a mesoscale by ACOM“, Cryst. Res. Technol., roč. 35, č. 6, s. 851–862, 2000.
- [29] T. R. Sweatman a J. V. P. Long, Long Quantitative electron-probe microanalysis of rock-forming minerals. Oxford University Press, 1969.
- [30] „Portfolio produktů Struers“. [Online]. Dostupné z: <https://webcache.googleusercontent.com/search?q=cache:noEPGq6QP6kJ:https://www.struers.com/-/media/Library/Brochures/Czech/Portfolio-produkt.pdf>. [Viděno: 10-bře-2018].
- [31] „Produkty Struers“. [Online]. Dostupné z: <https://e-shop.struers.com/CZ/CS/>. [Viděno: 10-bře-2018].
- [32] H. Šebestová, *Základy přípravy vzorků pro optickou metalografii*. OP vzdělávání pro konkurenceschopnost, 2015, s. 20.

## 7. POUŽITÉ SYMBOLY A ZKRATKY

SEM	Rastrovací elektronový mikroskop (Scanning electron microscope)
TEM	Transmisní elektronový mikroskop (Transmission electron microscope)
SE	Sekundární elektrony
RTG záření	Rentgenové záření
ET detektor	Everhart-Thornley detektor
EBSD	Difrakce zpětně odražených elektronů (Electron Backscatter Diffraction)
CCD	Zařízení s vázanými náboji (Charge-Coupled Device)
ECP	Kanálování elektronů (Electron channelling pattern)

## 8. POUŽITÉ FYZIKÁLNÍ VELIČINY

$\lambda$	[m]	Vlnová délka elektronu
$h$	[J·s]	Planckova konstanta
$m$	[kg]	Hmotnost elektronu
$v$	[m·s <sup>-1</sup> ]	Rychlost elektronu
$e$	[C]	Elementární náboj
$U$	[V]	Urychlovací napětí
$n \sin\alpha$	[ - ]	Numerická apertura
$d$	[m]	Rozlišovací schopnost
$B$	[T]	Magnetická indukce
$F$	[N]	Centrální síla
$v_0$	[m·s <sup>-1</sup> ]	Rychlost elektronu vstupujícího do magnetického pole
$m_e$	[kg]	Hmotnost elektronu
$r$	[m]	Poloměr kružnice
$f$	[m]	Ohnisková vzdálenost
$B_{z0}$	[T]	Magnetická indukce v místě z na ose čočky
$p$	[Pa]	Tlak vakua
$\delta$	[ - ]	Koeficient poměru sekundárních a primárních elektronů
$\omega$	[ - ]	Fluorescenční zisk
$Z$	[ - ]	Atomové číslo
$a$	[ - ]	Konstanta pro danou energetickou vrstvu atomu
$n$	[ - ]	Řád difrakce
$d_{hkl}$	[m]	Mezirovinná vzdálenost difraktujících rovin
$\theta$	[°]	Úhel dopadu elektronů na danou osnovu rovin
$\varepsilon$	[°]	Úhel dopadu primárního svazku
$\psi$	[°]	Střední úhel výstupního svazku
$\delta$	[°]	Úhel šířky difrakčního pásu
$\alpha$	[°]	Úhel odklonu vzorku od horizontální roviny

## 9. SEZNAM OBRÁZKŮ

Obr. 1: Elektronová tryska [5] .....	5
Obr. 2: Katody: a) wolframová; b) LaB6; c) autoemisní [5] .....	5
Obr. 3: Trajektorie elektronu v homogenním magnetickém poli [5].....	6
Obr. 4: Dráhy primárních elektronů o různé energii vypočtené metodou Monte – Carlo [10].....	9
Obr. 5: Interakce elektronů se vzorkem [14] .....	10
Obr. 6: Augerův jev [15], [16].....	12
Obr. 7: Závislost pravděpodobnosti vyzáření RTG na atomovém čísle [17] .....	13
Obr. 8: Intenzita spojitého RTG záření jako funkce energie [17] .....	14
Obr. 9: Dvouinterakční model [24].....	17
Obr. 10: Kikuchiho čáry křemíku [25] .....	18
Obr. 11: Částicová představa zpětného odrazu (a) a kanálování (b) [22].....	18
Obr. 12: Schéma s definicí úhlových vztahů pro EBSD a ECP. $\varepsilon_1, \varepsilon_2$ = úhel dopadu primárního svazku; $\Psi_1, \Psi_2$ = střední úhel výstupního svazku; $\delta$ = úhlová šířka difr. pásu; $\Theta$ = úhel rozmítání prim. svazku [22] .....	18
Obr. 13: Řezací zařízení Stuers Discotom 10 [30] .....	21
Obr. 14: Dělicí kotouč 56A25 [30].....	21
Obr. 15: Forma ze silikonové gumy [30].....	21
Obr. 16: Zalévací hmota po vytvrzení .....	21
Obr. 17: Vyrovnávací nástroj pro nastavení fixačních kroužků na jednotlivých vzorcích .....	22
Obr. 18: Hlava.....	22
Obr. 19: Jednokotoučové bruska/leštička Tegramin 30 [30].....	22
Obr. 20: Jednokotoučové bruska/leštička Tegramin 30 [30].....	23
Obr. 21: Brusný disk MD Piano 220 [31].....	23
Obr. 22: Diamantová suspenze DiaPro Allegro 9 [31].....	23
Obr. 23: Brusný disk MD Allegro [31].....	23
Obr. 24: Leštící sukno MD Dac [31] .....	24
Obr. 25: Automatická čisticí jednotka [30] .....	24
Obr. 26: Koloidní roztok [31] .....	25
Obr. 27: Leštící sukno MD Chem [31] .....	25
Obr. 28: Diskový terčik .....	26
Obr. 29: Uhlíkový terčik.....	26
Obr. 30: Vzorek přilepený k diskovému terčíku.....	26
Obr. 31: Krystalografická mapa vzorku č. 3 s rozlišením mapy 25 x 25 px (2 x 2).....	29
Obr. 32: Krystalografická mapa vzorku č. 4 s rozlišením mapy 25 x 25 px (2 x 2).....	29
Obr. 33: Krystalografická mapa vzorku č. 3 s rozlišením mapy 25 x 25 px (8 x 8).....	29
Obr. 34: Krystalografická mapa vzorku č. 4 s rozlišením mapy 25 x 25 px (8 x 8).....	29
Obr. 35: Krystalografická mapa vzorku č. 3 s rozlišením mapy 200 x 200 px (8 x 8)...	30
Obr. 36: Krystalografická mapa vzorku č. 4 s rozlišením mapy 200 x 200 px (8 x 8)...	30

## 10. SEZNAM GRAFŮ A TABULEK

Graf 1: Závislost chyby při stanovení prvku na velikosti odklonu vzorku [4] .....	20
Graf 2: Závislost odezvy na době leštění a síle .....	28
Graf 3: Závislost nulových řešení na době leštění a síle.....	28
Tab. 1: Parametry broušení diskem MD Piano 220 .....	22
<i>Tab. 2: Parametry broušení diskem MD Allegro .....</i>	<i>23</i>
<i>Tab. 3: Parametry leštění sukem MD Dac .....</i>	<i>24</i>
<i>Tab. 4: Parametry leštění sukem MD Chem.....</i>	<i>25</i>
Tab. 5: Nastavení parametrů mikroskopu.....	26
Tab. 6: Výsledky analýzy .....	27