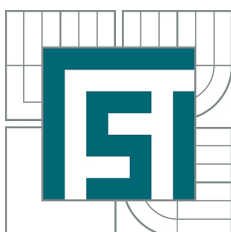


VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V BRNĚ  
BRNO UNIVERSITY OF TECHNOLOGY



FAKULTA STROJNÍHO INŽENÝRSTVÍ  
ÚSTAV FYZIKÁLNÍHO INŽENÝRSTVÍ  
FACULTY OF MECHANICAL ENGINEERING  
INSTITUTE OF PHYSICAL ENGINEERING

# SROVNÁNÍ ZOBRAZOVACÍCH MOŽNOSTÍ TRANSMISNÍHO A RASTROVACÍHO ELEKTRONOVÉHO MIKROSKOPU

COMPARISON OF THE IMAGING CAPABILITIES OF THE TRANSMISSION AND SCANNING  
ELECTRON MICROSCOPE

BAKALÁŘSKÁ PRÁCE  
BACHELOR'S THESIS

AUTOR PRÁCE  
AUTHOR

TADEÁŠ MAŇKA

VEDOUCÍ PRÁCE  
SUPERVISOR

Ing. JAKUB ZLÁMAL, Ph.D.

## **Abstrakt**

Cílem této bakalářské práce je srovnání zobrazovacích možností transmisního a rastrovacího elektronového mikroskopu. Teoretická část se zabývá popisem konstrukce a vysvětlením principu každého typu mikroskopu. Dále je sestaven přehled používaných detektorů signálu a popsán princip získávání obrazu. Prostor je věnován i vzorkům a jejich přípravě. Praktická část je věnována porovnání zobrazovacích možností obou mikroskopů. Ke srovnání byly použity standardní kalibrační vzorky. Jsou zmíněny výhody a nevýhody obou mikroskopů.

## **Summary**

The aim of this work is to compare the imaging capabilities of the transmission and scanning electron microscope. The theoretical part describes the construction and the principle of each type of microscope. The principle of signal detection and imaging is explained. The samples and their preparation is described. The practical part is aimed to imaging possibilities of both microscopes. A standard calibration samples were used for comparison. The advantages and disadvantages of both microscopes are discussed.

## **Klíčová slova**

Elektronová mikroskopie, detektor, SEM, TEM, STEM.

## **Keywords**

Electron microscopy, detector, SEM, TEM, STEM.

MAŇKA, T. *Srovnání zobrazovacích možností transmisního a rastrovacího elektronového mikroskopu*. Brno: Vysoké učení technické v Brně, Fakulta strojního inženýrství, 2014. 28 s. Vedoucí Ing. Jakub Zlámal, Ph.D.

Prohlašuji, že jsem tuto bakalářskou práci vypracoval sám pod vedením Ing. Jakuba Zlámala, Ph.D. a že veškeré podklady, ze kterých jsem čerpal, uvádím v seznamu použité literatury.

Tadeáš Maňka



Děkuji Ing. Jakubu Zlámalovi, Ph.D. za vedení a cenné připomínky. Děkuji firmě FEI Czech Republic s.r.o. a jejím zaměstnancům za umožnění přístupu k mikroskopům a za pomoc při práci na mikroskopech. V neposlední řadě děkuji své rodině za velkou podporu během studia.

Tadeáš Maňka

# Obsah

<b>1</b>	<b>Úvod</b>	<b>3</b>
<b>2</b>	<b>Elektronová mikroskopie</b>	<b>4</b>
2.1	Elektronové zdroje	4
2.1.1	Wolframové vlákno	4
2.1.2	Zdroj z LaB6	4
2.1.3	Autoemisní elektronový zdroj (FEG)	5
2.2	Elektronové čočky	5
2.2.1	Stigmátory a deflektory	6
2.3	Požadavky na vakuum	6
<b>3</b>	<b>Transmisní elektronový mikroskop (TEM)</b>	<b>7</b>
3.1	Konstrukce a princip	7
3.2	Vzorky a jejich příprava	7
3.3	Signály a detektory	9
3.3.1	Princip zobrazování	9
3.3.2	CCD kamera	10
3.3.3	Digitální desky	10
3.3.4	Fotografické negativy	10
3.3.5	Princip STEM	10
3.3.6	Další detektory a signály	11
<b>4</b>	<b>Rastrovací elektronový mikroskop (SEM)</b>	<b>12</b>
4.1	Konstrukce	12
4.2	Vzorky a jejich příprava	12
4.3	Signály a detektory	12
4.3.1	Everhartův-Thorneyův detektor	14
4.3.2	Polovodičový STEM detektor	14
4.3.3	Další detektory	15
<b>5</b>	<b>Porovnání zobrazovacích schopností TEM a SEM</b>	<b>16</b>
5.1	Přehled vzorků	16
5.1.1	Agar S106	16
5.1.2	Vzorek Si $\langle 110 \rangle$	16
5.1.3	Agar S128B	16
5.1.4	Agar S168	16
5.2	TEM vzorek Agar S106	16
5.3	STEM vzorek Si $\langle 110 \rangle$	17
5.4	SEM vzorek Agar S128B	18
5.4.1	Everhartův-Thorneyův detektor	18
5.4.2	STEM detektor	19
5.5	SEM vzorek Agar S168	19
5.6	Zhodnocení	19
<b>6</b>	<b>Závěr</b>	<b>21</b>



# 1. Úvod

Elektronový mikroskop používá k zobrazení vzorku elektronový svazek. Mikroskopy můžeme rozdělit na dvě skupiny z hlediska jejich principu tvorby obrazu. Transmisní elektronová mikroskopie (TEM) funguje na principu prozáření preparátu elektronovým svazkem podobně, jako je tomu u světelného mikroskopu. Rastrovací elektronová mikroskopie (SEM) rastruje vzorek bod po bodu. Interakce elektronového svazku s preparátem generuje signály, které jsou poté zpracovány pomocí vhodného detektoru.

Cílem této bakalářské práce je vysvětlit princip obou těchto mikroskopů a popsat způsob vytváření obrazu. Dále pak srovnat možnosti zobrazení standardních kalibračních vzorků v TEM a SEM a zmínit hlavní výhody a nevýhody těchto mikroskopů.

První část práce je stručným úvodem do elektronové mikroskopie a zabývá se popisem konstrukčních prvků, které jsou pro oba typy mikroskopů totožné, to jest elektronový zdroj, elektronové čočky a požadavky na vakuum. Vysvětlen je i princip deflektorů a stigmátorů.

Druhá část se zabývá již popisem konstrukce a funkce jednotlivých mikroskopů. V úvodu jsou zmíněny základní parametry mikroskopu, jako jsou běžná urychlovací napětí, maximální rozlišení a možnosti využití mikroskopů v praxi. Při používání transmisního elektronového mikroskopu je velmi důležitá příprava vzorků. Jsou popsány principy získávání vzorků jak pro neorganické, tak i pro organické materiály. Na základě typu získaného signálu, který vznikne interakcí svazku se vzorkem je možné využít několik detektorů signálů. Je uveden přehled těchto detektorů a vysvětlen princip těch, které byly použity v praktické části.

Poslední — praktická část je věnována porovnání rastrovacího elektronového mikroskopu FEI Helios NanoLab 460F1 a transmisního elektronového mikroskopu FEI Tecnai G2 Spirit. Přístup k mikroskopům během experimentů umožnila firma FEI. Experiment probíhal na čtyřech standardních kalibračních vzorcích Agar S128B, S168, S106 a FEI Si  $\langle 110 \rangle$ . Na nich jsou ukázány výhody a nevýhody obou mikroskopů a technik užitých k zobrazení.



## 2. Elektronová mikroskopie

Světelný mikroskop dokáže rozeznat dva body, vzdálené od sebe maximálně 200 nm [7]. Vyššího rozlišení již není možno dosáhnout, protože dle Raileighova kritéria jsme limitováni vlnovou délkou viditelného světla 390–790 nm. Elektronová mikroskopie používá k zobrazení obrazu vzorku elektrony s mnohem menší vlnovou délkou, typicky 2–40 pm pro urychlovací napětí 1–300 kV. Díky tomu dosahujeme na korigovaných systémech rozlišení až 50 pm [10].

Elektronové mikroskopy můžeme rozdělit na dva základní typy. Transmisní elektronový mikroskop a rastrovací elektronový mikroskop. Každý používá jiný způsob zobrazení, ale základní prvky konstrukce jsou shodné pro oba typy mikroskopů. Společným částem se budeme věnovat v této kapitole.

### 2.1. Elektronové zdroje

Funkcí elektronového zdroje je generovat elektronový svazek. V moderních elektronových mikroskopech se využívá několik typů elektronových zdrojů. Jejich rozdíly jsou především v maximálních dosažitelných proudech, životnosti, koherentnosti a samozřejmě i ceně. Tyto zdroje můžeme rozdělit na tzv. teplé zdroje — wolframové vlákno a LaB<sub>6</sub>, či autoemisní zdroje buď studené či přizhřívované — tzv. Schottkyho [7, 10].

Nejdůležitějším parametrem pro každý elektronový zdroj je jas  $\beta$ . Je to proud elektronů  $I$  vztažený na velikost plochy zdroje  $S$  a na prostorový úhel  $\Omega$ , do kterého jsou elektrony vyzařovány

$$\beta = \frac{I}{S \cdot \Omega} = \frac{I}{\frac{\pi d^2}{4} \cdot \pi \alpha^2} = \frac{4I}{\pi^2 \alpha^2 d^2}, \quad (2.1)$$

kde  $d$  je průměr plochy zdroje a  $\alpha$  je vyzařovací úhel svazku. Jas je v jakémkoliv místě mikroskopu stále stejný [7].

#### 2.1.1. Wolframové vlákno

Použití wolframového vlákna jako elektronového zdroje je dnes nejlevnější technologie. Vlákno je velmi spolehlivé, s nízkými nároky na kvalitu výroby nebo čistoty vakua elektronového zdroje. Vlákno má průměr 100  $\mu\text{m}$  a je ohnuté do písmene V s poloměrem 100  $\mu\text{m}$  — viz obr. 2.1a). Odporovým zahřátím tohoto vlákna na 2 000–2 700 K (termoemise) se začne z plochy hrotu o rozměrech asi 100  $\times$  150  $\mu\text{m}$  produkovat silný proud elektronů. Vlákno umožňuje získat jas až 5  $\times$  10<sup>9</sup> Am<sup>-2</sup>sr<sup>-1</sup>. Typická životnost je 40 až 100 h v závislosti na dosahovaném maximálním proudu [7].

#### 2.1.2. Zdroj z LaB6

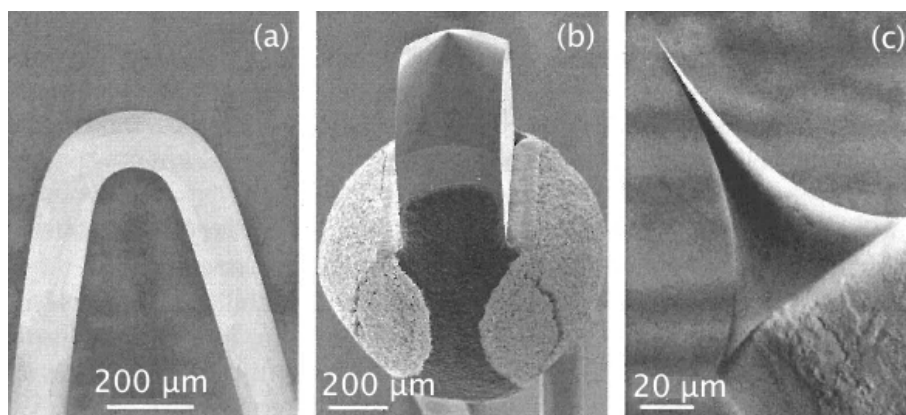
Zdroj z LaB<sub>6</sub> je tvořen krystalem zbroušeným do špičky o průměru typicky 40  $\mu\text{m}$  — viz obr. 2.1b). Jeho žhavení musí být pomalejší než u vlákna wolframu, jelikož se jedná o křehký keramický materiál a při jeho rychlém zahřátí by hrozilo jeho prasknutí. Výhodou tohoto zdroje je vyšší jas 5  $\times$  10<sup>10</sup> Am<sup>-2</sup>sr<sup>-1</sup> a vyšší životnost cca 1 000 h [5, 7].

### 2.1.3. Autoemisní elektronový zdroj (FEG)

Autoemisní elektronový zdroj má hrotovou katodu z monokrystalu wolframu. Pomocí tunelovacího jevu za působení silného elektrického pole v blízkosti hrotu dochází k „vytrhávání“ elektronů z katody. Tento zdroj se vyznačuje velmi vysokým jasnem. Bohužel autoemise je degradována fyzisorpcí a chemisorpcí zbytkových plynů na povrchu hrotu. Proto je nutné, aby komora trysky byla čerpána na ultravakuum, což dělá z tohoto zdroje jeden z nejdražších [7].

Studená autoemisní tryska (CFEG) pracující při teplotě 300 K, je velmi citlivá na vnější vlivy (magnetické pole, vibrace). Nejvyššího jasu  $10^{11}$ – $10^{13}$  Am<sup>-2</sup>sr<sup>-1</sup> se dosahuje po speciálním zaostření emisního hrotu za současného působení elektrostatického pole a teploty. Po tomto ošetření může katoda pracovat několik hodin, poté jas začne klesat a je nutné hrot zregenerovat. Životnost trysky je zhruba 1 rok [7, 10].

Mnohem stabilnější jsou termoautoemisní trysky (tzv. Schottkyho) pracující při teplotě 1800 K. Tato teplota působí pozitivně na udržení čistoty hrotu. Na emisi elektronů se z větší části podílí účinek elektrického pole a teplota emisi podporuje a hlavně stabilizuje. Zároveň se tím zvýší hodnota emisního proudu. Ke snížení výstupní práce wolframu se poté používá aktivace tenkou vrstvou ZrO<sub>2</sub>. V porovnání se studenými autoemisními katodami je jas „jen“  $5 \times 10^{12}$  Am<sup>-2</sup>sr<sup>-1</sup>, ale výrazně vzrůstá stabilita emise a proud ve svazku. Termoautoemisní trysky navíc nevyžadují, při stejné životnosti, tak vysoké vakuum jako nízkoteplotní autoemisní trysky [7, 10].



Obrázek 2.1: Elektronové zdroje: (a) wolframové vlákno, (b) LaB<sub>6</sub>, (c) wolframový hrot autoemisní trysky. Převzato z [7].

## 2.2. Elektronové čočky

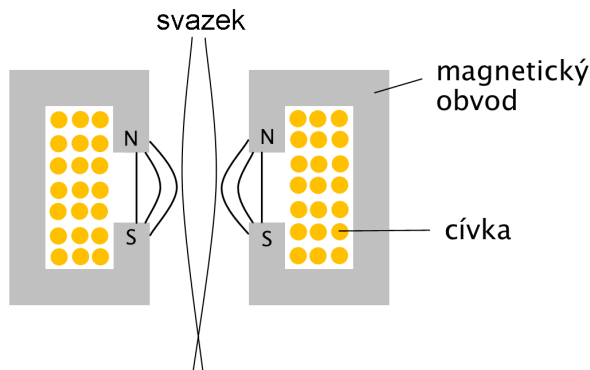
Dráhu elektronu mění elektrické i magnetické pole. Proto se používají dva základní typy čoček — elektrostatické a magnetické.

Elektrostatické čočky mají obecně větší optické vady, ale na druhou stranu jsou rychlejší ve změně optické mohutnosti a netrpí hysterezí. Přesto jejich užití není tak rozšířené a užívají se převážně v elektronových zdrojích. Skládají se minimálně ze dvou elektrod mezi kterými je daný potenciálový rozdíl [10].

Magnetické čočky umožňují snadněji fokusovat elektrony na vysokých energiích. Bohužel trpí hysterezí užitých magnetických materiálů. Tyto čočky se skládají ze dvou mag-

### 2.3. POŽADAVKY NA VAKUUM

netických pólů a cívky, která generuje magnetický tok, který je těmito póly usměrňován — viz obr 2.2 [4, 10].



Obrázek 2.2: Řez magnetickou čočkou.

#### 2.2.1. Stigmátory a deflektory

Jelikož není možné vyrobit dokonalou čočku (nepřesnosti v obrábění, asymetrie vinutí, nahromadění nečistot v tubusu mikroskopu atd.) dochází ke vzniku astigmatismu elektronového svazku. K zabránění tomuto jevu se používají stigmátory. Jedná se o korekční prvek, který kompenzuje tyto konstrukční nedokonalosti mikroskopu. Stigmátory jsou nejčastěji umístěny v blízkosti objektivové čočky a skládají se většinou z několika magnetických či elektrostatických pólů, vytvářejících kvadrupólové pole [9].

Deflektory se používají pro rastrování svazku po povrchu vzorku. Toho se dosahuje pomocí vychylovacích cívek umístěných nad objektivem. Tyto cívky jsou v tubusu umístěny tak, že vytvářejí magnetické pole kolmé k optické ose a vychylují tím svazek. Deflektory se také používají k centrování optické osy jednotlivých magnetických čoček [9].

### 2.3. Požadavky na vakuum

Jelikož je střední volná dráha elektronu na vzduchu pouze 1 cm [8] je nutné elektronový mikroskop čerpat na nižší tlaky. Vakuum také pomáhá udržet vzorek čistým. Typická hodnota tlaku v tubusu elektronového mikroskopu je  $10^{-4}$  Pa [2, 7].

Pro čerpání se používá několik typů pump. Při zapnutí mikroskopu je nejdříve spuštěna rotační vývěva. Ta dokáže čerpat na hodnotu tlaku  $10^{-1}$  Pa. Rotační vývěva je sériově zařazena před vývěvu difúzní či tubomolekulární, která umí čerpat do tlaku  $10^{-5}$  Pa. Pro správnou funkci CFEG je ale nutný tlak alespoň  $10^{-9}$  Pa. Pro čerpání nad  $10^{-5}$  Pa je tedy používána iontová vývěva, která je sepnuta po předčerpání tubusu a komory elektronové trysky difúzní nebo turbomolekulární vývěvou [4, 7].

## 3. Transmisní elektronový mikroskop (TEM)

První transmisní elektronový mikroskop byl zkonstruován Maxem Knollem a Ernestem Ruskou v roce 1933. Transmisní (prozařovací) elektronový mikroskop je přístroj hojně používaný převážně v biologických a materiálových laboratořích. V biologii slouží k zobrazování submikronové struktury buněk, nadmolekulárních komplexů či virů. U anorganických materiálů umožňuje zobrazit jejich mikro a nanostrukturu a to až na úroveň jednotlivých atomů. Pokud je mikroskop vybaven příslušnými spektrometry, lze s ním provést lokální kvantitativní chemickou analýzu všech prvků kromě vodíku a helia [7, 10].

Používané urychlovací napětí je v rozmezí 60–300 kV. Urychlovací napětí 60–200 kV se používá především pro biologické vzorky, protože mikroskop vykazuje lepší kontrast a nedochází k degradaci vzorku vlivem ozáření. Urychlovací napětí nad 200 kV umožňuje dosáhnout lepšího rozlišení, používá se tedy v materiálovém výzkumu. Rozlišení TEM je ovlivňováno především sférickou vadou čoček. V poslední době ale byly vyvinuty korektory sférické a chromatické vady, které umožní dosažení rozlišení až 0,05 nm [10].

### 3.1. Konstrukce a princip

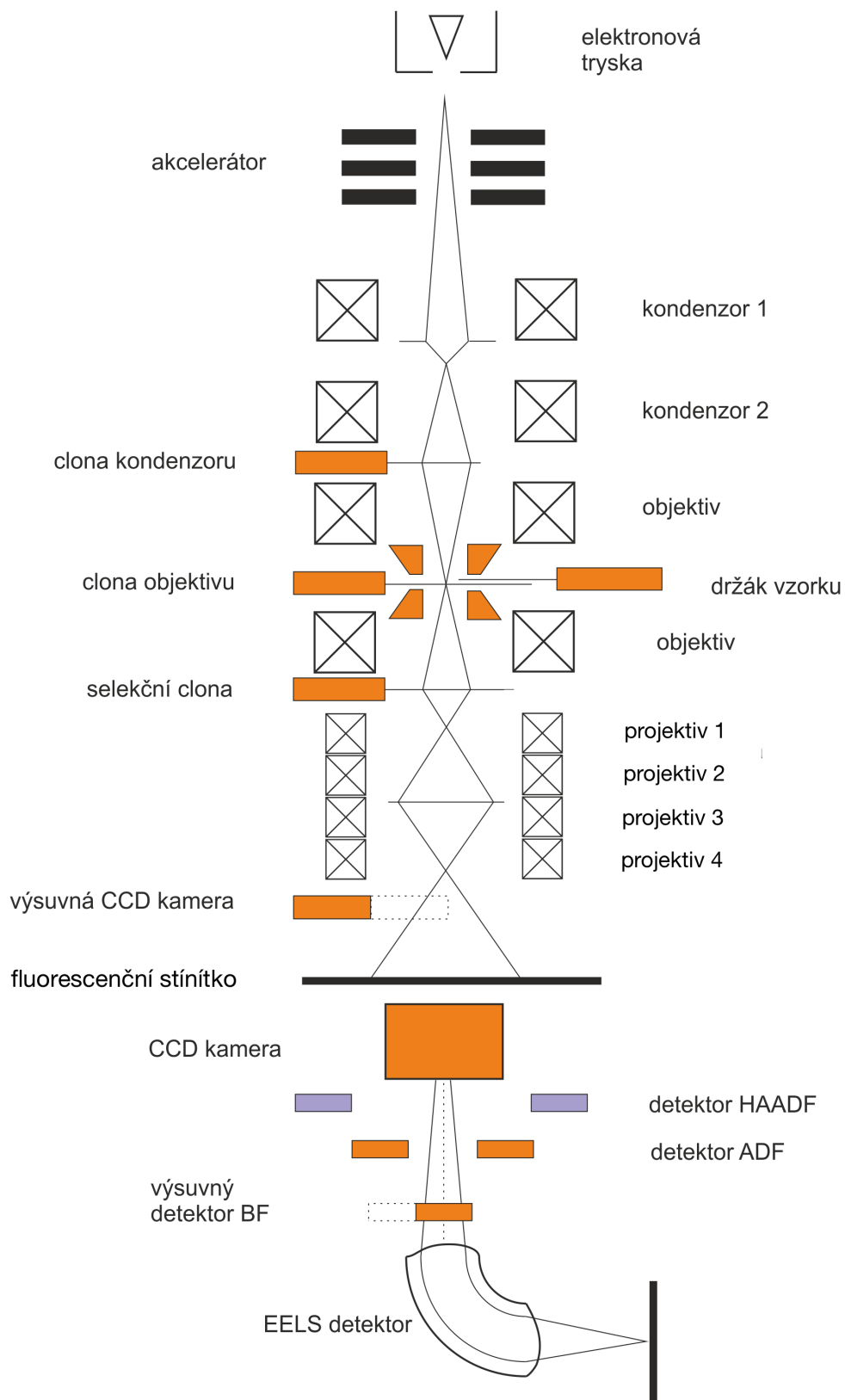
Obrázek 3.1 ukazuje schematicky konstrukci TEM. Z elektronového zdroje prochází elektronový svazek nejprve soustavou kondenzorů. Kondenzory spolu s objektivem ovlivňují velikost a intenzitu svazku na vzorku. Poté svazek prozáří vzorek, podobně jako je tomu u světelného mikroskopu. Interakcí svazku se vzorkem vznikají elasticky a neelasticky rozptýlené elektrony, které jsou užity pro tvorbu obrazu při konkrétních zobrazovacích technikách. Poté co svazek projde vzorkem je finálně zfokusován objektivem do zadní objektivové roviny. V současnosti se užívá výlučně imerzní objektivová čočka, což znamená, že preparát je vložen v jejím poli, a to z důvodu minimalizace vad. Obraz je následně zvětšen projektivovou soustavou, dnes výlučně složenou ze tří až čtyř čoček [2, 7, 10].

Elektrony poté dopadají na fluorescenční stínítko, fotografický film, CCD kameru nebo STEMový detektor, kde je obraz převeden do digitální podoby [10].

### 3.2. Vzorky a jejich příprava

Standardní neorganické vzorky pro TEM mají tvar malých disků o průměru 3 mm. Z principu TEM vyplývá, že vzorky musí být co nejtenčí (obvykle 10–100 nm). Ze všeho nejdříve je nutné materiál nařezat na plátky o tloušťce asi 0,5 mm. K tomu se používají kotoučová, drátová nebo elektrojiskrová pila. Tyto plátky jsou zalaty do epoxidu a poté zbroušeny na tloušťku asi 120  $\mu\text{m}$ . Z takto tenkých plátků se na speciální vyrážecí vyrazí disky o průměru 3 mm. V případě křehkých materiálů se používá vyjiskření. V této fázi se vzorky obvykle označí na potřebných místech, abychom znali jejich orientaci. Disky jsou poté opět zalaty do epoxidu a pomocí brusných papírů s diamanty o drsnosti 1 200 jsou zbroušeny na tloušťku 50–100  $\mu\text{m}$ . Následně jsou disky uchopeny do jehel, mezi kterými je potenciálový rozdíl 7–55 V (záleží na materiálu). To zapříčiní tavení a vypařování materiálu. Tento proces je ukončen, dokud v materiálu nevznikne otvor. K zastavení tohoto

### 3.2. VZORKY A JEJICH PŘÍPRAVA



Obrázek 3.1: Schéma TEM. Upraveno podle [7].

procesu se používají fotočidla umístěná na každé z jehel. Vzorek je poté iontově bombardován ve speciálním zařízení kde je uchopen do kleštin, které se mohou otáčet kolem

### 3. TRANSMISNÍ ELEKTRONOVÝ MIKROSKOP (TEM)

vertikální osy. Z boku je přichycen iontový zdroj s tryskou. Ionty bombardují materiál pod úhlem 1–2° a mají energii 1–4 keV. Tím ho ztenčí na konečnou tloušťku 10–100 nm. Takto zhotovené preparáty se před použitím čistí v alkoholech a následně se suší [6, 7].

Druhým dnes velmi rozšířeným způsobem výroby vzorků pro TEM je výroba lamel v Small Dual Beam systémech. Na vybraném místě vzorku se pomocí iontového svazku (typicky ionty  $\text{Ga}^+$ ) vyřeže lamela a ta se následně leští do požadované tloušťky. Přesné techniky přípravy vzorků jsou utajeným know how výrobců těchto systémů [7].

Organické materiály a buňky živých organismů jsou složeny z vodných roztoků. Jelikož se ale v mikroskopii používá vakuum je nutné tuto vodu z preparátů odstranit, jinak by nastalo její bouřlivé odpařování a následná destrukce vzorku. Proto se vzorky fixují chemicky nebo mrazem. Tyto vzorky lze v TEM pozorovat celé (suspenze virů, nebo bakterií), v ultratenkých řezech nebo jako otisk reliéfu do tenkého plastového filmu transparentního pro elektrony. Při chemické fixaci se používají aldehydy. Ty vytvoří nové chemické vazby, které vedou ke stabilizaci buněčné struktury a umožňují dehydrataci tkáně bez jejího poškození. Při mrazové fixaci se vzorek prudce zchladí natolik, aby voda kterou obsahuje nestačila zkrystalizovat a přeměnila se v amorfní led. Takto získaný vzorek je pak pomocí speciálního držáku možno přímo pozorovat v mikroskopu. Ke zchlazení se používá kapalný dusík [7].

## 3.3. Signály a detektory

Při interakci elektronů se vzorkem vzniká mnoho signálů. Nejčastěji používané je zobrazování vzorku prošlými elektrony. Můžeme zobrazovat ve světlém poli (BF) pomocí objektivové clony, tmavém poli (DF) pomocí naklonění svazku, nebo při použití STEMové techniky elektrony odchýlenými (HAADF). Dalšími signály jsou sekundární elektrony a RTG záření. Je možné využít také energiového spektrometru pro měření energiových ztrát prošlých elektronů (EELS) [3,7].

Při STEM technice zachytává HAADF detektor neelasticky odchýlené elektrony. Má tvar disku a je umístěn hned pod fluorescenčním stínítkem. Úhel odchýlení elektronu od optické osy je závislý na nukleonovém čísle atomu vzorku. Platí tedy, že čím je prvek těžší, tím více signálů zachytí HAADF detektor. Pod HAADF detektorem je DF detektor. Má také tvar disku, ale detekuje pouze elasticky odchýlené elektrony. Pod ním se nachází BF detektor, který měří intenzitu nerozptýleného svazku. Schematicky ukazuje soustavu STEM detektorů obr. 3.1 [5].

Některé často používané detektory jsou popsány v následujícím textu.

### 3.3.1. Princip zobrazování

Pro zobrazení v TEMu se nejčastěji používá technika tzv. světlého pole (BF) — tzn. že všechny elektrony prošlé vzorkem jsou použity pro vytvoření obrazu. Kontrast v obraze u vzorků do zvětšení cca 100 000 vzniká pomocí hmotnostního kontrastu, tzn. že tlustší místa či těžší atomy pohltí více elektronů. Při zvětšení větším než 200 000 již převažuje tzv. fázový kontrast, kdy hlavní roli hraje interference prošlých elektronů na strukturách daného vzorku. To umožňuje dosáhnout atomárního rozlišení, avšak nejedná se o pravé atomární rozlišení, protože obraz vzniká interferencí a není možné v něm odhalit zře-

### 3.3. SIGNÁLY A DETEKTORY

telně atomární nedokonalosti. Při zvětšení mezi 100 000–200 000 je obraz tvořen kombinací hmotnostního a fázového kontrastu.

Další možností pro zobrazení je použití tzv. temného pole (DF), kdy dojde k selekci elektronů odražených ve vybraném směru na vybraných atomových rovinách vzorku — viz obr. 7.4 a 7.5.

#### 3.3.2. CCD kamera

CCD kamera používá pro detekci elektronů scintilátor (YAG —  $Y_3Al_5O_{12}$ ) spojený s polem polovodičových prvků, který převádí signál nesený elektrony na světlo [5, 7].

Maximální velikost jednoho CCD čipu se v současnosti pohybuje okolo  $4096 \times 4096$  pixelů. Je možné spojit několik CCD čipů vedle sebe a pomocí softwaru vytvořit jediný obraz. Samotné pixely mají velikosti od 10 do 15  $\mu\text{m}$ . Čas potřebný k načtení obrazu z CCD je silně závislý na jeho velikosti (počtu buněk). V současnosti se rychlost načtení obrazu pohybuje nejčastěji okolo 1 s, nejrychleji za 1 ms [7, 10].

V současné době se pro techniky s nízkým signálem používají CMOS kamery s extrémně vysokou citlivostí. Jejich nevýhoda je však v nebezpečí zničení kamery po osvětlení velkou dávkou elektronů. Hlavní výhodou CMOS je velice malý šum, veliký dynamický rozsah a citlivost na velmi slabý signál.

#### 3.3.3. Digitální desky

Digitální desky se zasouvají do běžných držáků fotografické kazety v mikroskopu. Obraz vzniká ve vrstvě krystalků zalitých v pryskyřici. Obraz se nevyvolává chemicky ale je přečten pomocí speciální čtečky. Informace uložené na desce se vymažou expozicí na viditelném světle (možné provést asi  $1000\times$ ). Obrovskou výhodou těchto desek je jejich velikost. Stejně jako CMOS kamery jsou i desky citlivé na menší dávky elektronů a mají také vysoký dynamický rozsah. Nevýhodou je cena a také to, že přečtení jedné desky pomocí čtečky trvá asi 3 minuty. Obraz tedy není k dispozici okamžitě jako je tomu u CMOS kamery [7].

#### 3.3.4. Fotografické negativy

Pro pořizování dokumentace jsou dodnes v některých laboratořích využívány speciální fotografické negativy. Jejich výhodou je cena, velké zorné pole a velké rozlišení. Nevýhodou je pak saturace při vysokých dávkách elektronů a také fakt, že k vyvolání je nutno použít temnou komoru (chemická cesta) [7].

#### 3.3.5. Princip STEM

Transmisní elektronový mikroskop umí pracovat i ve STEM módu (Scanning transmission electron microscopy). Elektronový svazek zfokusujeme do co nejmenšího bodu, typicky o průměru 0,2–0,3 nm pro systémy s nekorigovanou sférickou vadou a 0,05 nm pro systémy s korigovanou sférickou vadou. Svazek je poté skenován po vzorku v pravoúhlém rastru. Pod vzorkem jsou umístěny tři detektory prošlých elektronů. HAADF (high-angle annular dark field), DF (dark field) a BF (bright field) detektor. Pro detekci neelasticky odražených elektronů se používá HAADF detektor, pro elasticky odražené elektrony DF detektor. BF

### 3. TRANSMISNÍ ELEKTRONOVÝ MIKROSKOP (TEM)

měří intenzitu nerozptýleného svazku. Jelikož obraz vzniká detekcí intenzity elektronového svazku interagujícího s jednotlivým bodem vzorku a ne interferencí, je možné pomocí tohoto principu dosáhnout pravého atomárního rozlišení [5].

#### 3.3.6. Další detektory a signály

Mezi další detektory je možné zařadit detektor spektra energiových ztrát (EELS). Elektrony interagují s každým materiálem odlišně. Tento detektor umožňuje vyselektovat elektrony pouze o určitých energiích a tím získat lokální chemické složení vzorku.

V TEM bývá nad vzorkem zařazen ještě detektor RTG, pro detekci rentgenového záření, které vzniká při interakci svazku se vzorkem. Tímto detektorem můžeme zjistit také chemické složení vzorku. Tyto detektory nebyly použity v praktické části, proto je zde uveden pouze jejich výčet [9].



## 4. Rastrovací elektronový mikroskop (SEM)

Rastrovací elektronový mikroskop (Scanning electron microscope) dovoluje pozorovat a charakterizovat organické i neorganické materiály. První SEM navrhl Manfred von Ardenne v roce 1937. Mikroskop neprozařuje vzorek jako TEM, ale zfokusuje svazek do co nejmenší stopy a po vzorku se pohybuje v pravoúhlém rastru, což generuje signály. Používané urychlovací napětí je 50 V–30 kV. Maximální rozlišovací schopnost při užití termoautoemisní trysky je 0,4 nm [5].

Jeho popularita souvisí s nižší cenou a jednoduchou přípravou vzorků oproti TEM. Pokud je vzorek dostatečně tenký, může mikroskop fungovat v režimu STEM. Detektor prošlých elektronů je v tomto případě umístěn pod vzorkem [5, 7].

### 4.1. Konstrukce

SEM se skládá z podobných prvků jako TEM, ale na základě jiného principu funkce je použito méně čoček. Jak lze vidět z obr 4.1, všechny čočky jsou umístěny nad vzorkem. Funkcí čoček je fokusovat elektronový svazek do úzké stopy na vzorku. Samotná komora, kde se vzorek nachází, je ale větší, protože kolem vzorku jsou rozmístěny detektory. Typický tlak v komoře je  $10^{-4}$  Pa [9].

V TEM vzniká obraz prozářením vzorku elektronovým svazkem. V SEM je svazek elektronů fokusován na vzorek a po jeho povrchu se pohybuje v pravoúhlém rastru. Při interakci elektronů v povrchové vrstvě vzorku jsou generovány signály. Vzorek je takto skenován bod po bodu, dokud není obraz kompletní. Detektory jsou tedy umístěny nad vzorkem. Díky této technice nepotřebujeme vzorek průhledný pro elektrony. Stejně jako TEM lze i SEM vybavit detektorem RTG záření a polovodičovým STEM detektorem [5, 7, 9].

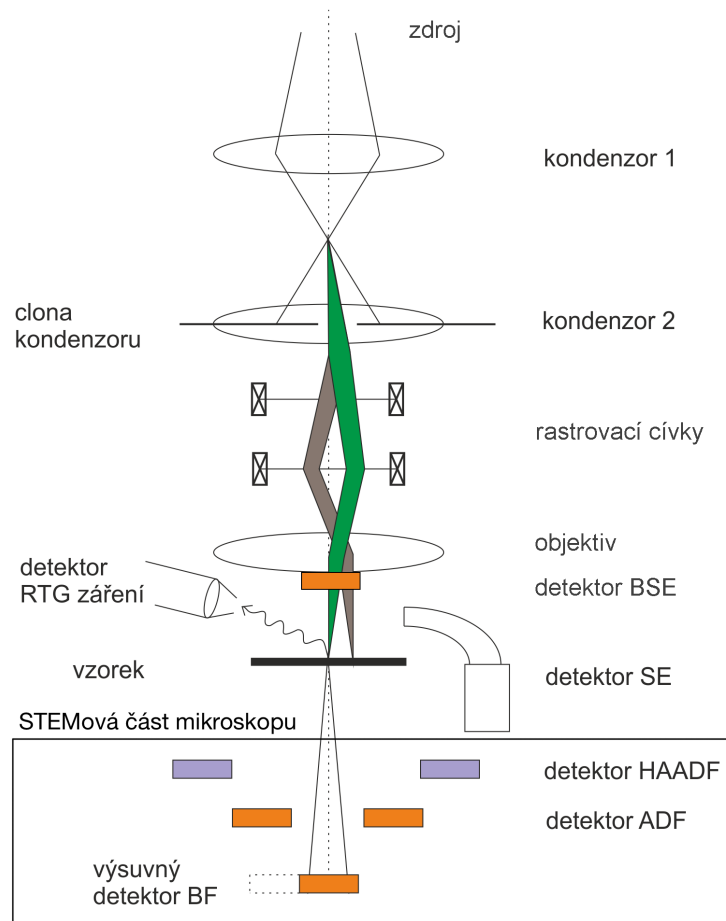
### 4.2. Vzorky a jejich příprava

Obrovská výhoda SEM oproti TEM je právě v přípravě vzorků. Velikost vzorku je omezena pouze rozměry komory, případně držáku vzorku. Důležité ale je, aby vzorek byl elektricky vodivý. Kovové vzorky stačí před pozorováním většinou pouze očistit. Na nevodivé materiály, či biologické vzorky se většinou nanese velmi tenká (10–20 nm) vrstvička vodivého materiálu, nejčastěji zlata nebo se tyto vzorky pozorují ve speciálním módu environmentálního SEMu (tzv. ESEM), kdy se do komory připouští plyn, který náboj na nevodivých vzorcích pomáhá vybíjet [1, 6, 10].

### 4.3. Signály a detektory

Při interakci svazku se vzorkem dojde k produkování sekundárních (SE) a zpětně odražených elektronů (BSE), které opouštějí vzorek s různou energií a úhlem. Každý typ signálu potenciálně nese informaci o různých aspektech zkoumaného vzorku. Tyto informace mohou být obsaženy v počtu zpětně odražených a sekundárních elektronů, v rozdělení jejich

#### 4. RASTROVACÍ ELEKTRONOVÝ MIKROSKOP (SEM)



Obrázek 4.1: Schéma SEM. Ohraničená oblast je STEMová část mikroskopu. Upraveno podle [3].

energií, ve směru jejich emise nebo kombinací těchto tří faktorů. Interakci svazku se vzorkem ilustruje obr 4.2 [5].

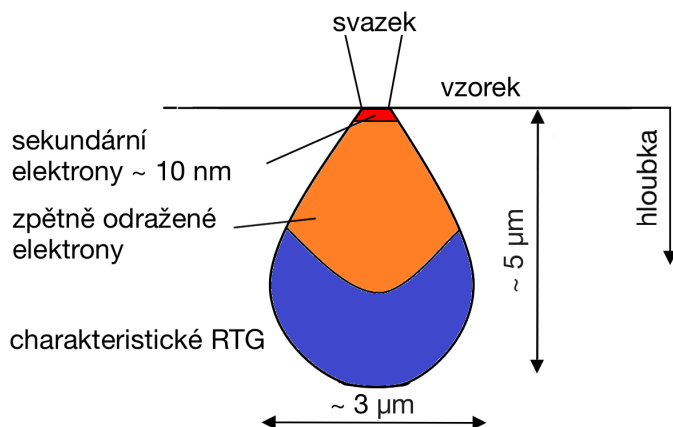
Zpětně odražené elektrony vzniknou jako výsledek elastického odrazu od vzorku. Mají energii nejčastěji v intervalu  $0,7-0,9E_0$  (primární energie) [5].

Sekundární elektrony jsou elektrony vyražené z atomového obalu. Mají velmi malou kinetickou energii v rozmezí mezi 0–50 eV, nejčastěji však jen 3–5 eV a dokonce 90 % všech sekundárních elektronů leží v rozmezí 0–10 eV. Z obrázku vyplývá, že sekundární elektrony vznikají těsně pod povrchem vzorku. Jsou tedy velice důležité k vytváření obrazu povrchu vzorku. Zpětně odražené elektrony vznikají i v mnohem větších hloubkách, nesou tedy informace o složení vzorku. Kromě sekundárních a zpětně odražených elektronů ještě ve vzorku vzniká charakteristické RTG záření. Pokud je mikroskop vybaven příslušným detektorem RTG záření, lze s ním provádět lokální chemickou analýzu [5].

Do jaké hloubky pronikne svazek elektronů silně závisí na atomovém čísle materiálu, přičemž platí, že čím větší je atomové číslo, tím svazek proniká hůře pod povrch. Naopak čím je větší energie elektronů, tím lépe pronikají do vzorku. Pro uhlík zasažený svazkem o energii 15 keV je interakční hloubka přibližně  $2 \mu\text{m}$  [5].

V experimentální části jsem používal Everhartův-Thorneyův detektor a polovodičový STEM detektor, proto se jejich funkci věnuji podrobněji.

### 4.3. SIGNÁLY A DETEKTORY

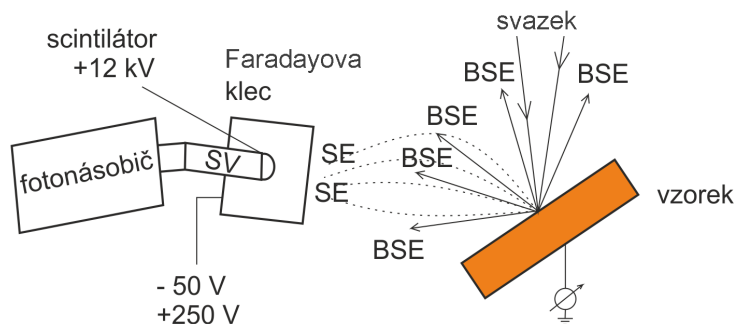


Obrázek 4.2: Interakce svazku se vzorkem. Hloubka zasaženého objemu klesá s rostoucím atomovým číslem a roste se zvětšující se energií elektronů. Upraveno podle [1].

#### 4.3.1. Everhartův-Thorneyův detektor

Detektor k zobrazení vzorku využívá sekundární nebo zpětně odražené elektrony. Tento detektor je velice populární kvůli svému velkému prostorovému úhlu sběru, nízkému šumu, robustnosti a nízkým požadavkům na údržbu. Jedná se o nejčastěji používaný detektor v SEM [5].

Jak ukazuje obrázek 4.3, E-T detektor funguje na jednoduchém principu. Pokud elektron narazí na povrch scintilátoru, začne emitovat světlo (scintilátor bývá vyroben z krystalické sloučeniny  $\text{CaF}_2$ ). Světlo je přeneseno pomocí světlovodu do fotonásobiče. Protože signálem je právě světlo, může projít skrz křemenné sklo, tvořící vakuovou bariéru k první elektrodě fotonásobiče. Ve fotonásobiči je signál zesílen až milionkrát [5].



Obrázek 4.3: Schéma E-T detektoru; SV - světlovod [5].

#### 4.3.2. Polovodičový STEM detektor

Tento detektor pracuje na principu vzniku páru elektron–díra v polovodiči pomocí elektronů s vysokou energií. Pokud dojde ke kontaktu mezi prošlým elektronem a polovodičem, dojde v polovodiči k přemístění elektronů z valenčního pásu do vodivostního pásu. Energie potřebná k překonání zakázaného pásu je u křemíku přibližně 3,6 eV. Prošlý elektron s energií 10 keV tedy vyprodukuje asi 2 800 párů elektron–díra. Po připojení externího napětí na tenké povrchové elektrody se začnou volné elektrony a díry pohybovat. Elektrický proud na elektrodách je poté vstupním signálem do proudového násobiče [5].

#### 4. RASTROVACÍ ELEKTRONOVÝ MIKROSKOP (SEM)

Mezi hlavní výhody tohoto detektoru patří bezesporu jeho tvar. Nejčastěji se používá ve tvaru velice tenkého waferu. Protože je tenký může být osazen i velmi blízko vzorku a zajišťovat tím velký prostorový úhel sběru. Jako detektor prošlých elektronů se umísťuje pod vzorek. Jako detektor BSE se umísťuje na spodní pólový nástavec [5].

Jelikož je princip detektoru závislý na dodání vnější energie, může fungovat pouze jako detektor zpětně odražených nebo prošlých elektronů. Detektor je také ovlivňován i jiným zářením a to RTG zářením a viditelným světlem z katodoluminiscence [5].

##### 4.3.3. Další detektory

Existuje ještě celá řada dalších detektorů lišících se umístěním a principem funkce. Například inlens detektor, umístěný přímo uvnitř magnetických čoček, detektor RTG, či katodoluminiscenční detektor. Posledně zmiňovaný využívá k záznamu viditelné světlo vzniklé při interakci svazku se vzorkem. Jako jediný tedy může produkovat barevné obrazy [9].

V praktické části ale tyto detektory nebyly použity, proto je zde uveden pouze jejich výčet.

# 5. Porovnání zobrazovacích schopností TEM a SEM

Snímky v experimentální části této práce byly pořízeny na mikroskopech FEI Tecnai G2 Spirit a FEI Helios NanoLab 460F1. Pro srovnání zobrazovacích schopností systémů byly použity standardní kalibrační vzorky firmy Agar S128B, S168, S106 a vzorek Si  $\langle 110 \rangle$ . Vzorky jsem zkoumal pod vedením Ing. Hynka Štětiny, RNDr. Zuzany Hlavenkové a Ing. Ondřeje Sháněla, Ph.D.

## 5.1. Přehled vzorků

### 5.1.1. Agar S106

Standardní kalibrační vzorek pro TEM. Jedná se o zlato s příměsí paladia (kolem 1 %) naprášené ve tvaru čtvercové mřížky o rozměrech  $463 \times 463 \text{ nm}^2$  a o výšce 20 nm na uhlíkové bláně o tloušťce 10 nm. Tvar mřížky odpovídá rozlišení 2160 čar/mm, tedy dříve používaným fotografickým deskám pro zobrazování v TEMu. Tento vzorek se dnes používá pro kalibraci ve vysokém rozlišení [3].

### 5.1.2. Vzorek Si $\langle 110 \rangle$

Kalibrační vzorek pro STEM. Jedná se o vzorek speciálně vyráběný pro firmu FEI. Vzorek je orientovaný tak, že atomární roviny křemíku  $\langle 110 \rangle$  jsou rovnoběžné s rovinou vzorku.

### 5.1.3. Agar S128B

Standardní kalibrační vzorek pro SEM. Je to měděná mřížka, mezi kterou je natažena latexová fólie. Na latexu je naprášeno zlato a polystyren. Mřížka má tloušťku 0,5 mm. Vzorek je vhodný pro kalibraci STEM detektoru [3].

### 5.1.4. Agar S168

Standardní kalibrační vzorek pro SEM. Je to zlato na uhlíkové fólii. Velikosti částic zlata jsou od 5 do 150 nm. Fólie tvoří čtvercovou síť. Největší částice jsou umístěny uprostřed čtverců, nejmenší jsou naopak v těsné blízkosti sítě. Vzorek se používá pro kalibraci vysokého rozlišení SEM detektorů [3].

## 5.2. TEM vzorek Agar S106

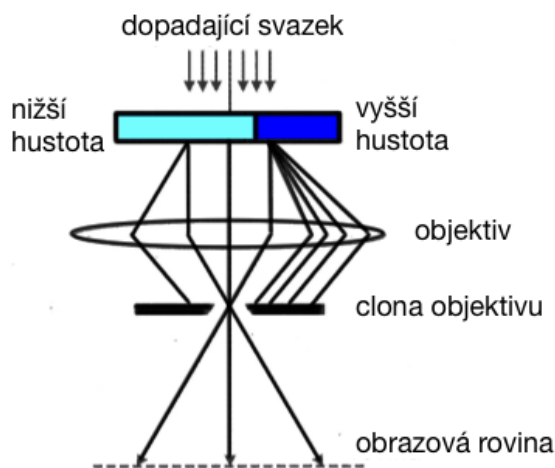
Pro první sadu TEM obrázků byl zvolen vzorek Agar S106. K detekci elektronů byla použita CCD kamera Gatan XP1000. Snímky byly pořízeny při zvětšení 7 800, 19 000 a 1 050 000 při urychlovacím napětí 200 kV. Doba expozice byla vždy 1 s při proudu svazku 12 nA.

U vybraných snímků je zobrazen i difraktogram, který zobrazuje Fraunhoferovu difrakci vzorku v zadní objektivové rovině objektivové čočky. Zjednodušeně se dá říci, že zobrazuje

## 5. POROVNANÍ ZOBRAZOVACÍCH SCHOPNOSTÍ TEM A SEM

orientaci a vzdálenost periodicky se opakujících motivů na vzorku — v TEM nejčastěji atomárních rovin. Pokud je vzorkem monokrystal, je difraktogram tvořen jednotlivými body zobrazující dané krystalické roviny. V případě polykrystalických vzorků jsou vidět kroužky, které vznikají složením jednotlivých bodů malých monokrystalů na polykrystalickém vzorku.

Při zvětšení 7 800 je vidět kontrast mezi uhlíkovou mřížkou a zlatem, které je na ní naprášeno — viz obr. 7.1. V levé horní části obrazu je poměrně velký, tmavší nepravidelný útvar. Jedná se o kontaminaci způsobenou dlouhodobým osvitěním vzorku zapříčinnující zachycení zbytkových plynů  $C_xH_y$  na vzorku. Uprostřed obrazu je vidět bílá linie. Jedná se o zlom v uhlíkové bláně. Její detail je velice dobře vidět na snímku při zvětšení 19 000 — viz obr. 7.3. Při tomto zvětšení byl navíc pořízen snímek s užitím objektivové clony — clona vložená v zadní rovině objektivové čočky, tedy v místě difraktogramu — obr. 7.4 a 7.5. Vzorek rozptyluje elektrony do všech směrů příslušejících orientaci atomárních rovin na něm přítomných. Objektivová clona v místě difraktogramu nám umožní vybrat difrakční směry, které chceme pozorovat tím, že odstíní pro nás nezajímavé směry — viz obr. 5.1. V našem případě jsem vybral vzdálenosti krystalografických rovin s Millerovými indexy  $\langle 111 \rangle$ ,  $\langle 200 \rangle$ ,  $\langle 220 \rangle$ ,  $\langle 222 \rangle$ ,  $\langle 113 \rangle$  a ve směru  $100$  až  $190^\circ$  na rovině vzorku. V praxi to znamená, že jenom krystaly v dané orientaci vytvářejí obraz — přesněji řečeno mají vysokou intenzitu na pozadí tvořeném převážně šumem. Této technice se říká zobrazení v temném poli. Reálné využití této techniky je zobrazování vzorků namáhaných tahem, tlakem či sledování zlomů, protože atomové roviny jsou vůči sobě preferovaně natočené a my je máme možnost vybrat a tímto způsobem zvýraznit. Vzorek byl ještě nafocen při zvětšení 1 050 000, kde lze již pozorovat atomární roviny se vzájemnou vzdáleností 0,235 nm — viz obr. 7.6.



Obrázek 5.1: Ukázka použití objektivové clony v zadní rovině objektivové čočky. Clona umožňuje vybrat difrakční směry, které chceme pozorovat tím, že odstíní ty jiné. Převzato ze [7].

### 5.3. STEM vzorek Si $\langle 110 \rangle$

Pro druhou sérii snímků na TEMovém mikroskopu byl použit vzorek Si  $\langle 110 \rangle$ . Jedná se o vzorek pro kalibraci rozlišení mikroskopu ve STEMovém módu. Pro vytvoření obrazu

## 5.4. SEM VZOREK AGAR S128B

byl použit detektor HAADF. Rozlišení obrázků bylo  $1\,024 \times 1\,024$  bodů. Dwell time (čas, po který zůstává svazek nad jedním bodem) byl  $29\ \mu\text{s}$ . Celkový čas (tzv. Frame time) byl 36 s. Obrazy byly pořízeny při zvětšení 5 100 000 a při proudu svazku 150 pA a pro srovnání STEMové techniky s TEMovým zobrazením ve světlém poli také při zvětšení 1 050 000 s použitím CMOS kamery.

Obr. 7.7 zobrazuje vzorek pořízený ve STEMovém módu při zvětšení 5 100 000 a jsou na něm jasně viditelné atomární roviny. V obraze jsou viditelné vodorovné čáry (tzv. průstřely) a místy i zvlněné regiony. Toto je způsobeno vibracemi podlahy a hlukem v místnosti při pořizování snímku. Pro jejich úplnou eliminaci by bylo nutno umístit mikroskop do zcela bezhlučné a nevibrující místnosti, nebo jej umístit na antivibrační desku. Toto je však velmi technicky a finančně náročné. Druhou možností je použít kratší časy, které ale způsobí zhoršení poměru signálu a šumu.

Atomové struktury a jejich rozměry jsou popsány v obr. 7.8. Vlevo je obraz vzorku a vpravo je jeho rychlá Fourierova transformace (FFT). Červená čísla odpovídají vzdálenostem meziatomárních rovin v FFT a žluté čáry ukazují jejich přítomnost v obraze.

Pro potlačení šumu můžeme použít filtraci obrazu. Aplikování vysokofrekvenční masky na FFT je ukázáno na obr. 7.9. Tato maska má kruhový tvar a odstraní vyšší prostorové frekvence, typicky příslušející šumu. Obraz se tím výrazně projasní. Obr. 7.10 ukazuje aplikaci masky, která má podobu sítě kruhů v pozicích na kterých se mají nacházet difrakční maxima atomů v rovině  $\langle 110 \rangle$ . Obraz se tím ještě více projasní a na snímku je možné pozorovat i jeho členitost. U takto upravených snímků je však nutno vždy uvést, že byla daná maska aplikovaná, protože tím ztrácíme určitou informaci.

Pro porovnání STEMové a TEMové techniky byl pořízen obraz i v TEMu a to pomocí CMOS kamery FEI CETA — viz levá část obr. 7.11. Hlavním rozdílem oproti STEM, kromě toho že je obraz pootočený, ačkoliv byl nasnímán nad stejným místem, je ve stabilitě obrazu. To je způsobeno především velmi krátkou expozicí ve srovnání se STEMem (1 s vs. 36 s). Na snímku vpravo dole je dobře vidět atomární struktura. Ve směru vedlejší diagonály je obraz mírně rozostřený. To může být způsobeno tloušťkou materiálu, nebo se jedná o kontaminaci. S jistotou to ale nejsme schopni rozeznat. FFT obraz je na pravé části obr. 7.11. Čísla opět odpovídají vzdálenostem atomárních rovin a červené čáry zobrazují jejich přítomnost na vzorku.

## 5.4. SEM vzorek Agar S128B

Pro první sadu SEM experimentů byl použit vzorek Agar S128B. K zachycení elektronů byl zvolen standardní Everhartův-Thorneyův detektor a polovodičový STEM detektor. Snímky byly získány při zvětšení 7 800 a 19 000 na obou detektorech. Everhartův-Thorneyův detektor už při zvětšení 19 000 vykazoval příliš velký šum, proto byl pro větší zvětšení použit jen STEM detektor. U STEM detektoru byly obrazy navíc zaznamenány v režimu světlého a tmavého pole. Všechny snímky byly pořízeny při urychlovacím napětí 30 kV při proudu svazku 13 pA. Pracovní vzdálenost byla 3,6 mm a doba snímání  $10\ \mu\text{s}$ .

### 5.4.1. Everhartův-Thorneyův detektor

Při zvětšení 7 800 je vidět velký kontrast mezi měděným povrchem mřížky a latexem — viz obr. 7.12. Kontrast mezi latexem a kuličkami polystyrenu je už ale velmi malý. Při

## 5. POROVNÁNÍ ZOBRAZOVACÍCH SCHOPNOSTÍ TEM A SEM

zvětšení 19 000 je kvůli vysokému šumu a malému kontrastu obraz prakticky nepoužitelný — viz obr. 7.15. Tento vzorek tedy není příliš vhodný pro pozorování tímto detektorem.

### 5.4.2. STEM detektor

Už při zvětšení 7 800 tento detektor vykazuje mnohem lepší kontrast než Everhartův-Thorneyův detektor — viz obr. 7.13. Na druhou stranu ale ztrácíme jakoukoliv informaci o měděné mřížce. Jelikož je mnohem tlustší než vše ostatní, elektrony jí neprojdou. Při pozorování ve světlém poli (obr. 7.13) na detektor nedopadne žádný signál a mřížka je v obraze tmavá. Při pozorování v tmavém poli (obr. 7.14) jsou zachytávány pouze ty elektrony, které jsou při prosvícení vzorku rozptýleny mimo optickou osu. Kruhové otvory v latexové fólii jsou světlé při pozorování ve světlém poli a tmavé při pozorování v tmavém poli. Při zvětšení 19 000 je zachycen obraz ve světlém a tmavém poli — obr. 7.16 a 7.17

Při zvětšení 120 000 je v obraze vidět polystyrenová kulička — viz obr. 7.18 a 7.19. Při pozorování této kuličky ve světlém poli (obr. 7.18) naprosto ztrácíme obrazovou informaci jejího povrchu. Je to dáno tím, že kulička svazek rozptýlí, takže při pozorování ve světlém poli na detektor nedopadne žádný signál. Rozdíl v pozorování ve světlém a tmavém poli tedy není pouze v invertování barev. Při zvětšení 1 200 000 jsou v obraze vidět už jen krystaly zlata — viz obr. 7.20. Maximální rozlišení při tomto zvětšení je 0,42 nm. Obraz je mírně rozmazaný, protože při tomto zvětšení je mikroskop velice citlivý na jakékoliv vnější vibrace.

## 5.5. SEM vzorek Agar S168

Pro druhou sadu SEM experimentů byl použit vzorek Agar S168. Signál byl zachycen pouze pomocí Everhartova-Thorneyova detektoru. Pracovní vzdálenost byla 3,6 mm a doba snímání 10  $\mu$ s. Rozlišení obrázků bylo  $1\,536 \times 1\,103$  pixelů. K zobrazení byly použity sekundární elektrony. Při zvětšení 2 500 (obr. 7.21) je ve vzorku vidět cínová kulička. Ta se na vzorek dostala nejspíš z vedlejšího preparátu. Při zvětšení 50 000 (obr. 7.22) jsou v obraze jasně rozeznatelné částice zlata. Při zvětšení 100 000 byl detektor pro porovnání přepnut do režimu zpětně odražených elektronů (obr. 7.23). V obraze je vidět obrovský nárůst šumu oproti standardnímu SE módu (obr. 7.24). To je zapříčiněno tvarem a umístěním Everhartova-Thorneyova detektoru. BSE se po interakci svazku se vzorkem šíří všemi směry. Na poměrně malý Everhartův-Thorneyův detektor tedy dopadne jen ta část BSE, která se odrazila ve směru k detektoru.

## 5.6. Zhodnocení

Z pozorování experimentů vyplývá, že jednotlivé způsoby zobrazování v TEM a SEM se liší a jejich výhody a nevýhody jsou diskutovány v následujícím textu.

V transmisním elektronovém mikroskopu jsme na vzorku Agar S106 schopni dosáhnout atomárního rozlišení 0,235 nm. K záznamu jsem použil CCD a CMOS kameru. Zároveň bylo demonstrováno použití objektivové clony jako nástroje pro zobrazení pouze vybraných difrakčních směrů a odstínění těch, které jsou pro nás nezajímavé. Tato technika je pro transmisní elektronový mikroskop jedinečná a nenapodobitelná v SEMu.



## 5.6. ZHODNOCENÍ

Pro snímání SEM obrazů jsem použil Everhartův-Thorneyův detektor, který se používá primárně pro zobrazení povrchů vzorků a zobrazuje pomocí sekundárních elektronů — viz obr. 7.22. Tyto fotografie bychom jen těžko pořizovali konvekčním TEMem. I když detektor umí zobrazovat i pomocí BSE, výsledná fotografie vykazuje příliš mnoho šumu, což je způsobeno poměrně malým úhlem sběru detektoru. Jelikož BSE vznikají ve větší hloubce než SE nesou informaci o vnitřním složení vzorku — viz obr. 4.2. Proto SEMy bývají osazeny i jednoúčelovým detektorem BSE umístěným pod objektivem, který se více hodí na analýzu rozložení jednotlivých prvků ve vzorku. Bohužel použitý mikroskop nebyl tímto typem detektoru osazen.

Oba typy mikroskopů byly osazeny STEM detektorem. Porovnáním obr. 7.7 a 7.20 lze zjistit, že oba obrazy nejsou dokonalé. V TEMu obraz obsahuje vodorovné čáry a SEM obraz je mírně rozmazaný, což je způsobeno především vibracemi. Transmisní elektronový mikroskop dokáže zobrazit atomární strukturu vzorku, což na rastrovacím elektronovém mikroskopu není možné. Je to dáno především mohutnější konstrukcí a dosažitelným urychlovacím napětím transmisního elektronového mikroskopu.

## 6. Závěr

V první části práce byly popsány konstrukční díly, které jsou společné pro oba typy mikroskopů, to jest elektronové zdroje, magnetické čočky a požadavky na vakuum.

Druhá část se věnuje transmisnímu elektronovému mikroskopu. Byla popsána konstrukce mikroskopu a vysvětlena tvorba obrazu, kdy elektronový svazek prozáří vzorek. Náročnou částí použití transmisního elektronového mikroskopu je příprava vzorků. Byly popsány principy získávání vzorků jak pro neorganické, tak i pro organické materiály. Následně byl uveden výčet detektorů a signálů, které se používají v transmisní elektronové mikroskopii.

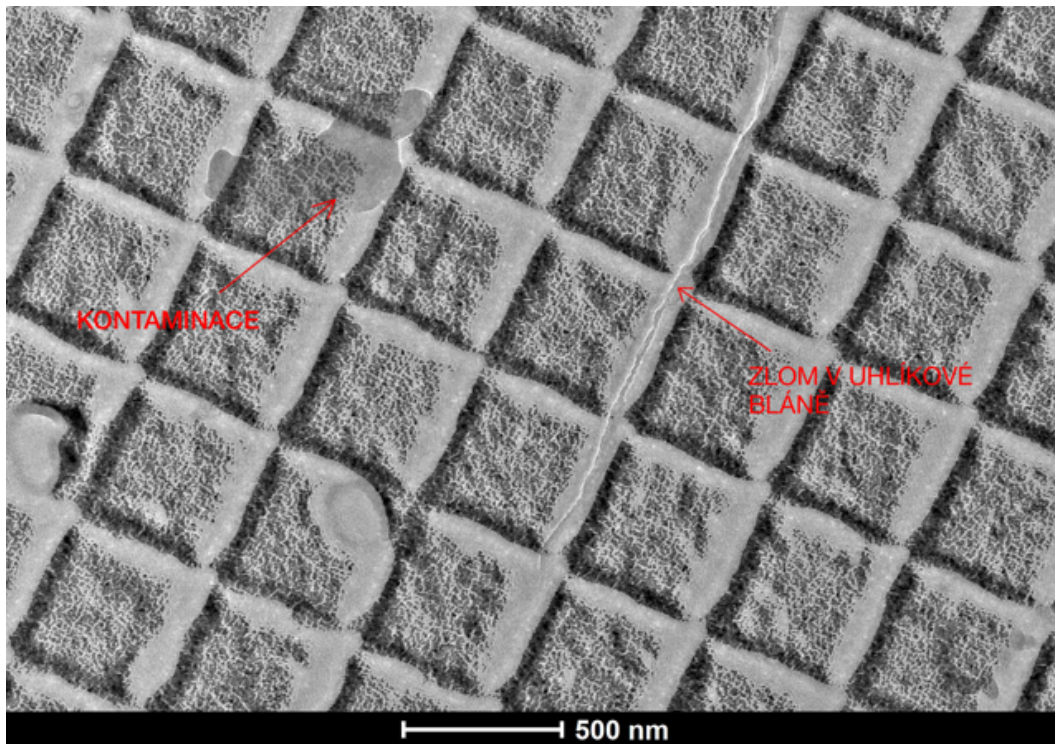
Třetí část se věnuje rastrovacímu elektronovému mikroskopu. Hlavním rozdílem proti transmisnímu elektronovému mikroskopu je princip získávání obrazu, kdy vzorek neprozáříme skrz, ale elektronový svazek zfokusujeme do co nejmenší stopy a po vzorku se pohybuje v pravoúhlém rastru. Příprava vzorků pro rastrovací elektronový mikroskop je mnohem jednodušší. Stačí nám, aby byl vzorek vodivý. V této části byly popsány dva základní druhy signálů používaných v rastrovací elektronové mikroskopii, tedy sekundárních a zpětně odražených elektronů. Na základě toho, kterým typem signálu zobrazujeme vzorek, byl sestaven seznam detektorů a vysvětlen jejich princip.

V experimentální části byly porovnány dva mikroskopy FEI Helios NanoLab 460F1 a FEI Tecnai G2 Spirit. Přístup k mikroskopům umožnila firma FEI. Experiment probíhal na čtyřech standardních kalibračních vzorcích Agar S128B, S168, S106 a FEI Si  $\langle 110 \rangle$ . Vzorek S168 je určen pouze pro pozorování rastrovacím mikroskopem a vzorek S106 zase jen pro transmisní elektronový mikroskop. Z důvodů úplně jiné technologie získávání obrazu by nemělo smysl porovnávat tyto snímky mezi sebou. Na vzorku S168 jsou nicméně ukázány přednosti rastrovacího mikroskopu, to jest dokonalé zobrazení povrchu materiálu. Zbylé dva vzorky jsou určeny pro zobrazování STEM detektorem, který je možno osadit do obou mikroskopů. Z obrázků lze celkem snadno vyčíst, že transmisní elektronový mikroskop dokáže zobrazit i atomární strukturu vzorku. To na rastrovacím mikroskopu zatím není možné.

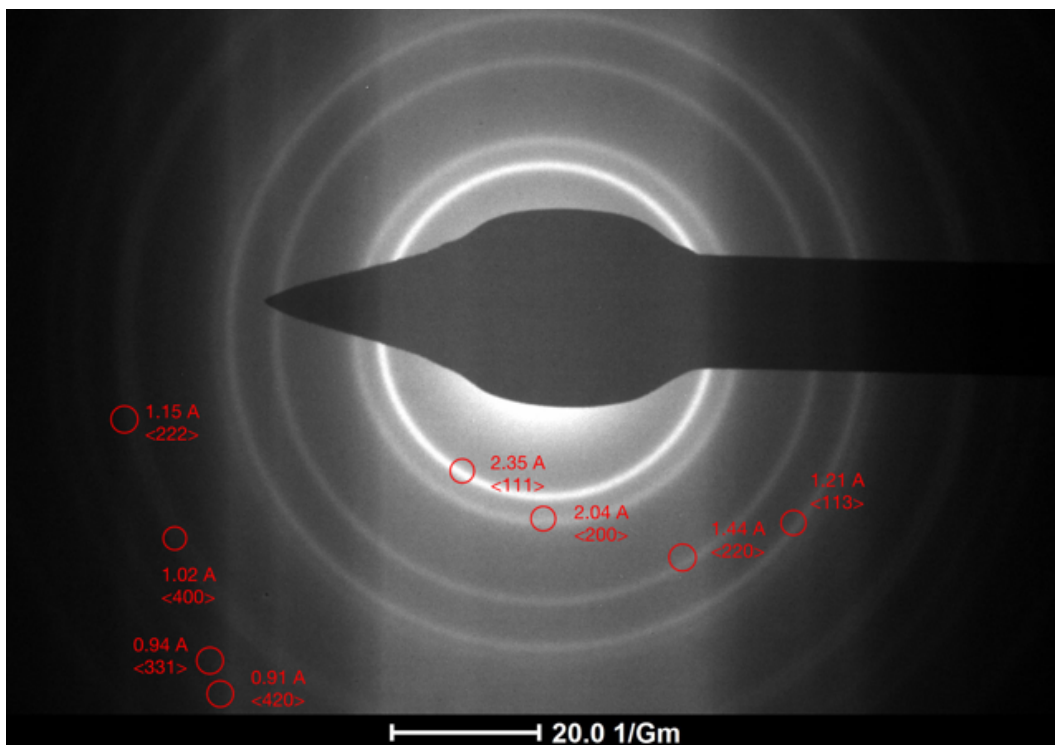
# Literatura

- [1] BELL, D. a ERDMAN, N.: *Low voltage electron microscopy: principles and applications*. xiii. United Kingdom: John Wiley and Sons Ltd, 203 p. ISBN 978-111-9971-115.
- [2] Bowen, D. K. a Tanner, B. K.: *High Resolution X-ray Diffractometry and Topography*. London 1998. Taylor and Francis Ltd.
- [3] *Calibration standards and specimens*. [online]. 2014 [cit. 2014-05-28]. Dostupné z: <http://www.agarscientific.com/catalogue-download>
- [4] FULTZ, B. a HOWE, M. J.: *Transmission electron microscopy and diffractometry of materials: principles and applications*. 4th ed. New York: Springer, c2013, xx, 761 p. Graduate texts in physics. ISBN 978-364-2297-618.
- [5] GOLDSTEIN, J. I.: *Scanning Electron Microscopy and X-Ray Microanalysis*. New York: Kluwer, 2003. 689 s. ISBN 0-306-47292-9.
- [6] GOODHEW, P.: *Thin Foil Preparation for Electron Microscopy. Practical Methods in Electron Microscopy*. Volume 11. Amsterdam: Elsevier, 1985, 206 s. ISBN 3000.
- [7] KARLÍK, M.: *Úvod do transmisní elektronové mikroskopie*. Vyd. 1. Praha: České vysoké učení technické v Praze, 2011. 321 s. ISBN 978-800-1047-293.
- [8] *Mean free path* [online]. Poslední aktualizace 31.července 2013 [cit. 2014-05-25], wikipedie. Dostupné z: <http://www4.nau.edu/microanalysis/Microprobe/Column-Stigmators.html>
- [9] *The Electron Microscopy Site* [online]. 2012 [cit. 2014-05-28]. Dostupné z: <http://www.microscopy.ethz.ch>
- [10] WILLIAMS, D. B. a CARTER, C.: *Transmission electron microscopy: a textbook for materials science*. 2nd ed. New York: Springer, 2008, 4 v. (lxii, 760 p.). ISBN 978-038-7765-006.

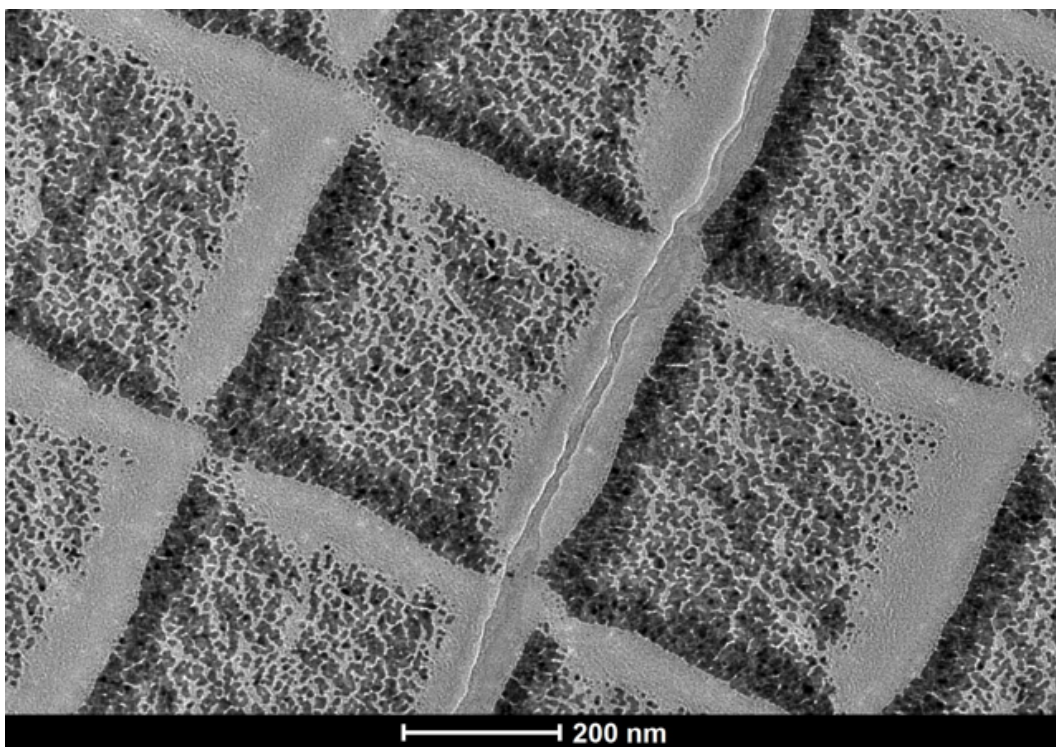
## 7. Seznam příloh



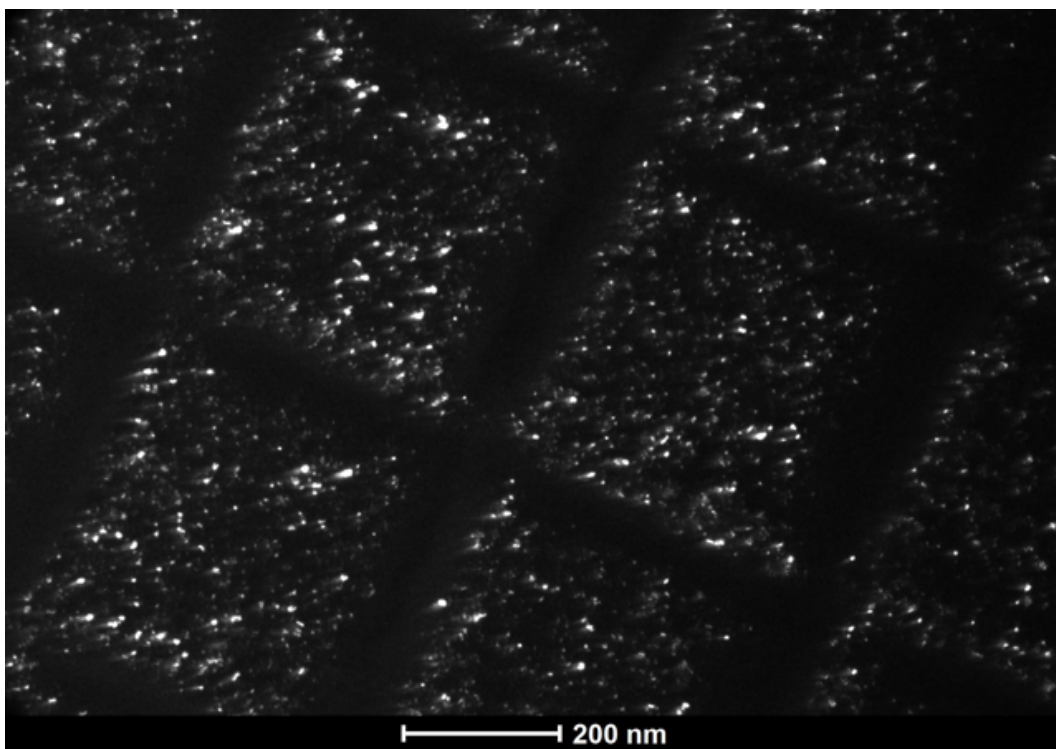
Obrázek 7.1: Vzorek Agar S106, režim TEM. K zachycení elektronů použita CMOS kamera. Zvětšení 7 800. Je vidět jasný kontrast mezi uhlíkovou mřížkou a zlatem, které je na ní naprášeno.



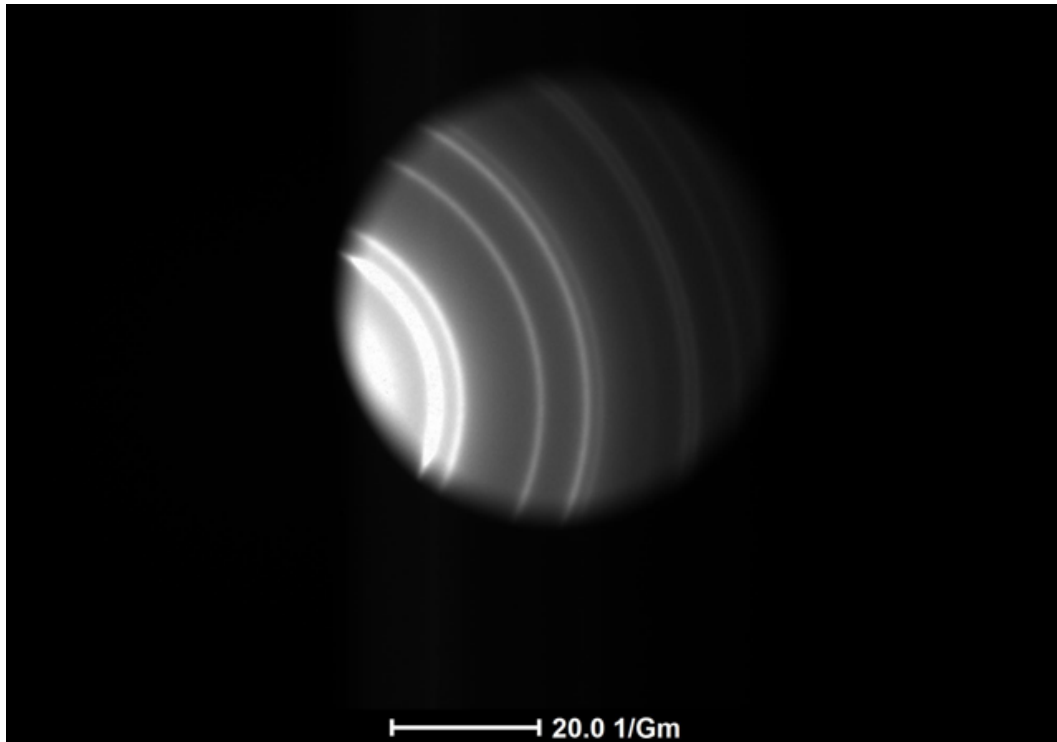
Obrázek 7.2: Difraktogram, vzorek Agar S106, zvětšení 7 800. Jehla použita k zastínění kamery, aby nedošlo k jejímu zničení z důvodu velké intenzity svazku. Červeně jsou zvýrazněny vzdálenosti meziatomárních rovin v jednotkách Angstrom.



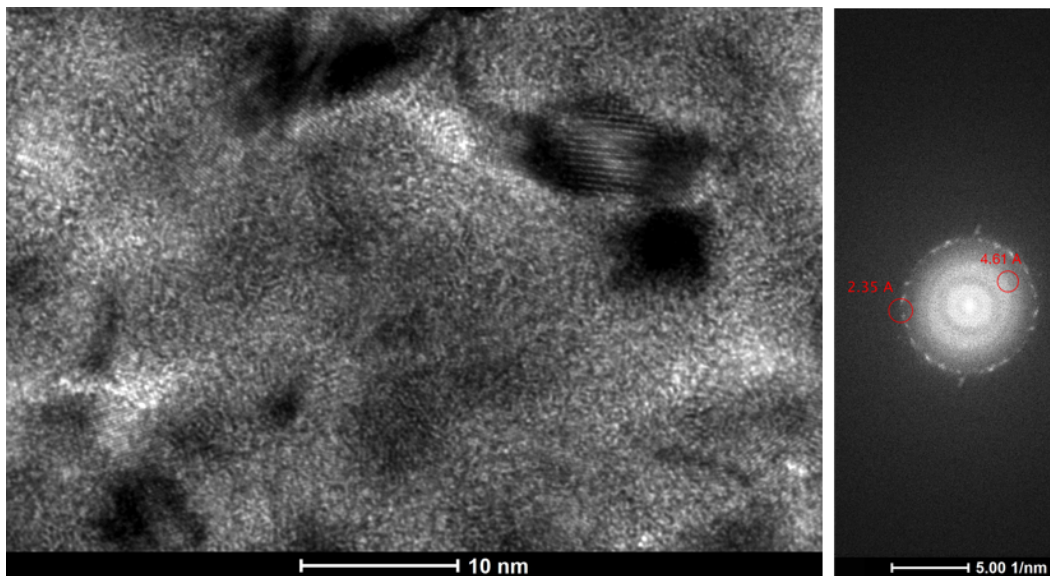
Obrázek 7.3: Vzorek Agar S106, režim TEM. Detail zlomu v uhlíkové bláně. Zvětšení 19 000.



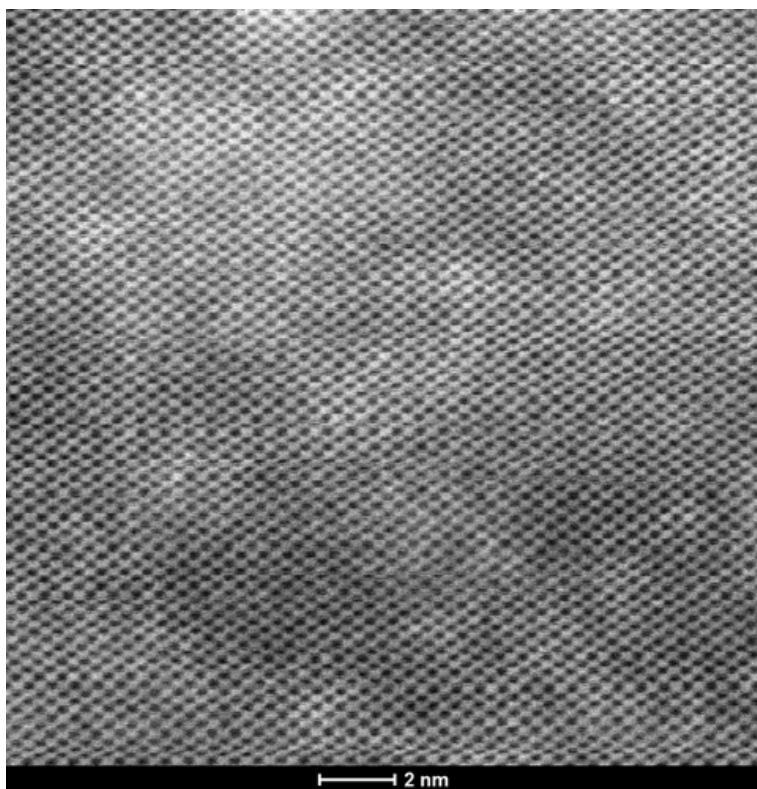
Obrázek 7.4: Vzorek Agar S106, režim TEM. K zachycení elektronů použita CMOS kamera. Zvětšení 19 000. Ukázka použití objektivové clony. Zrna ve vybrané krystalografické orientaci (viz obr. 7.5) mají vyšší interzitu.



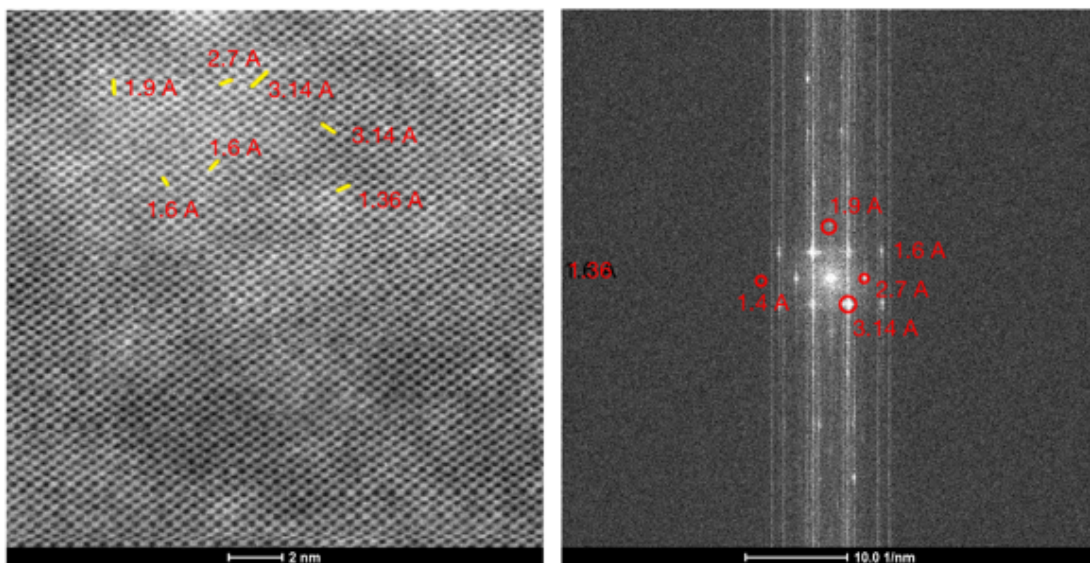
Obrázek 7.5: Vzorek Agar S106, zvětšení 19 000. Difraktogram obr. 7.3. Aplikována objektivová clona pro výběr preferovaných krystalografických rovin s indexy  $\langle 111 \rangle$ ,  $\langle 200 \rangle$ ,  $\langle 220 \rangle$ ,  $\langle 113 \rangle$  a ve směru  $100$  až  $190^\circ$  na rovině vzorku.



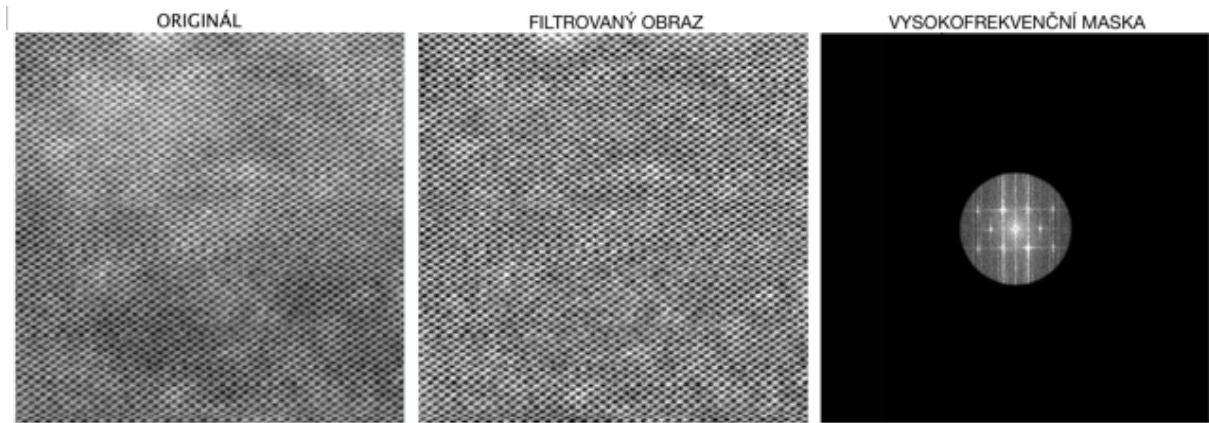
Obrázek 7.6: Vzorek Agar S106, režim TEM. K zachycení elektronů použita CMOS kamera. Zvětšení 1 050 000. Při tomto zvětšení jsou již vidět atomární roviny se vzdáleností 0,235 nm. Vpravo pak rychlá Fourierova transformace. Červeně jsou označeny vzdálenosti meziatomárních rovin v jednotkách Angstrom.



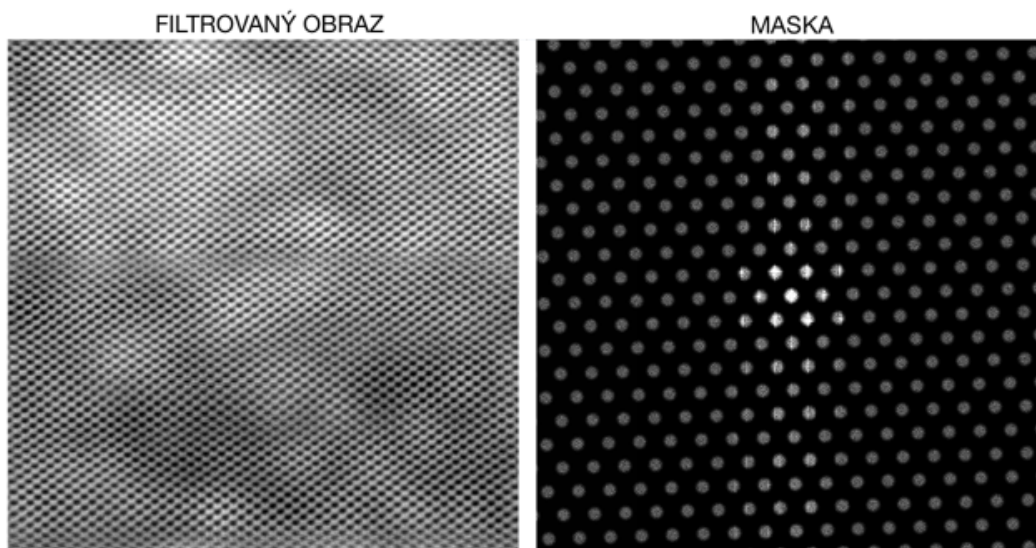
Obrázek 7.7: Vzorek Si  $\langle 110 \rangle$  v režimu STEM. Použit HAADF detektor. Zvětšení 5 100 000. Je vidět atomová struktura křemíku. V obraze jsou viditelné vodorovné čáry, které jsou způsobeny vibracemi nebo elektromagnetickým rušením.



Obrázek 7.8: Vzorek Si  $\langle 110 \rangle$  v režimu STEM. Použit HAADF detektor. Zvětšení 5 100 000. Vlevo je obraz vzorku, vpravo je obraz převeden pomocí rychlé Fourierovy transformace (FFT). Červená čísla odpovídají vzdálenostem meziatomárních rovin v jednotkách Angstrom, žluté čáry odpovídají jejich umístění v obraze.

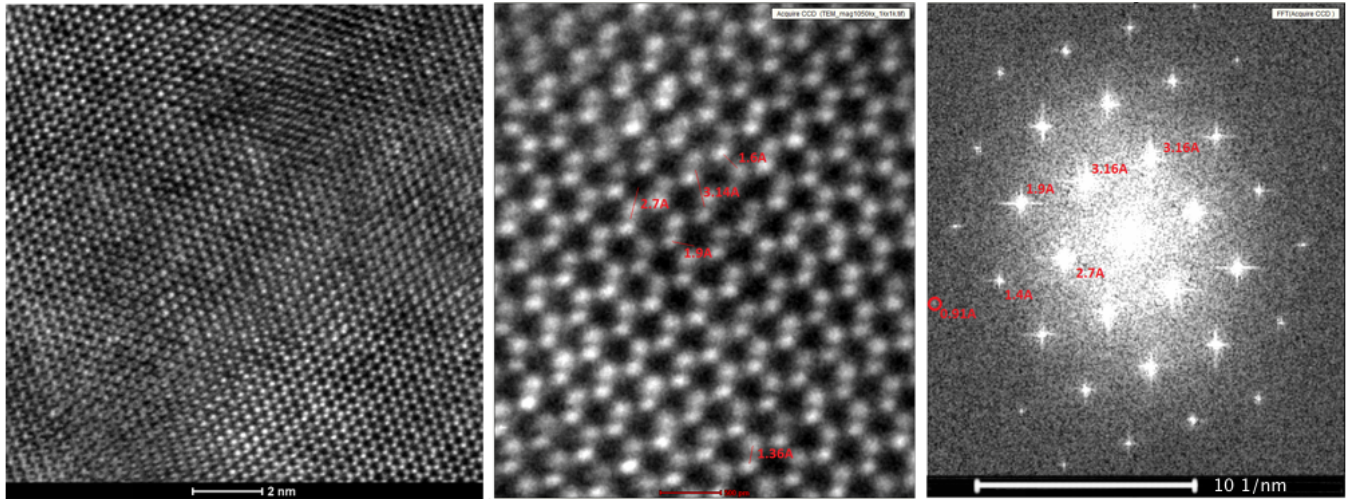


Obrázek 7.9: Vzorek Si  $\langle 110 \rangle$  v režimu STEM. Vylepšení obrazu aplikováním vysokofrekvenční masky. Maska má kruhový tvar a zapříčiní oříznutí všech vyšších frekvencí. Obraz se tím projasní. Vlevo je originál, vpravo pak maska a její tvar. Uprostřed je obraz po aplikaci masky.

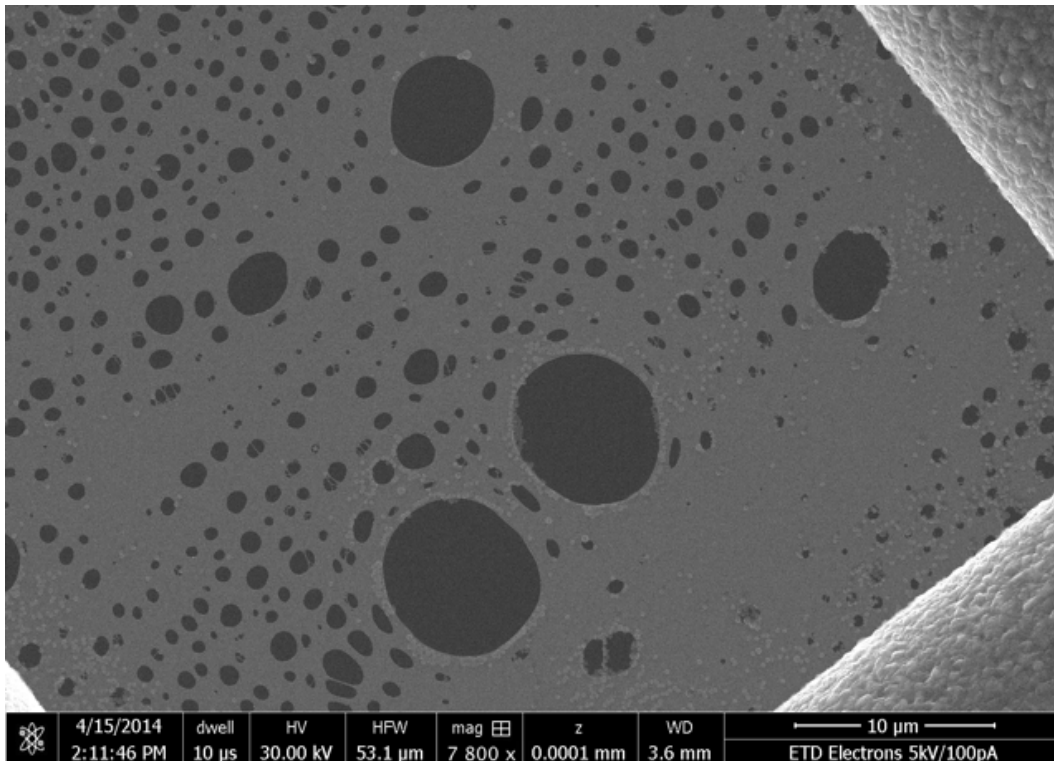


Obrázek 7.10: Vzorek Si  $\langle 110 \rangle$  v režimu STEM. Vylepšení obrazu aplikováním masky, která má podobu sítě kruhů v pozicích na kterých se mají nacházet difrakční maxima atomů v rovině  $\langle 110 \rangle$ . Obraz se projasní a lze poté pozorovat členitost zkoumaného vzorku.

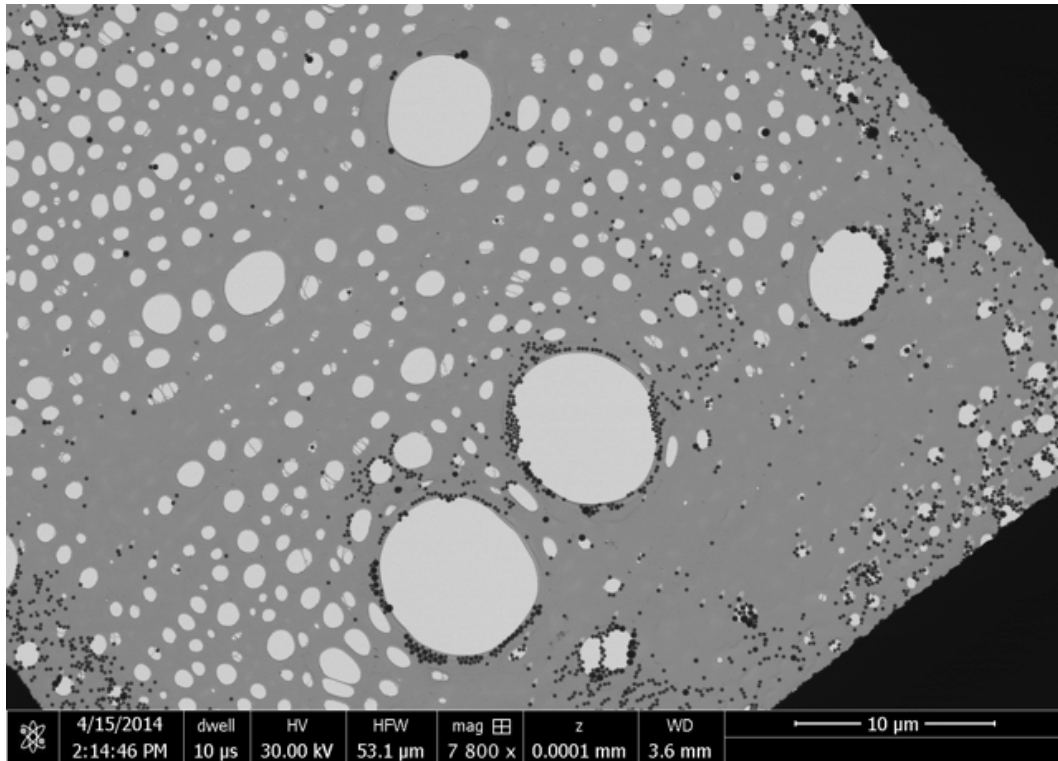




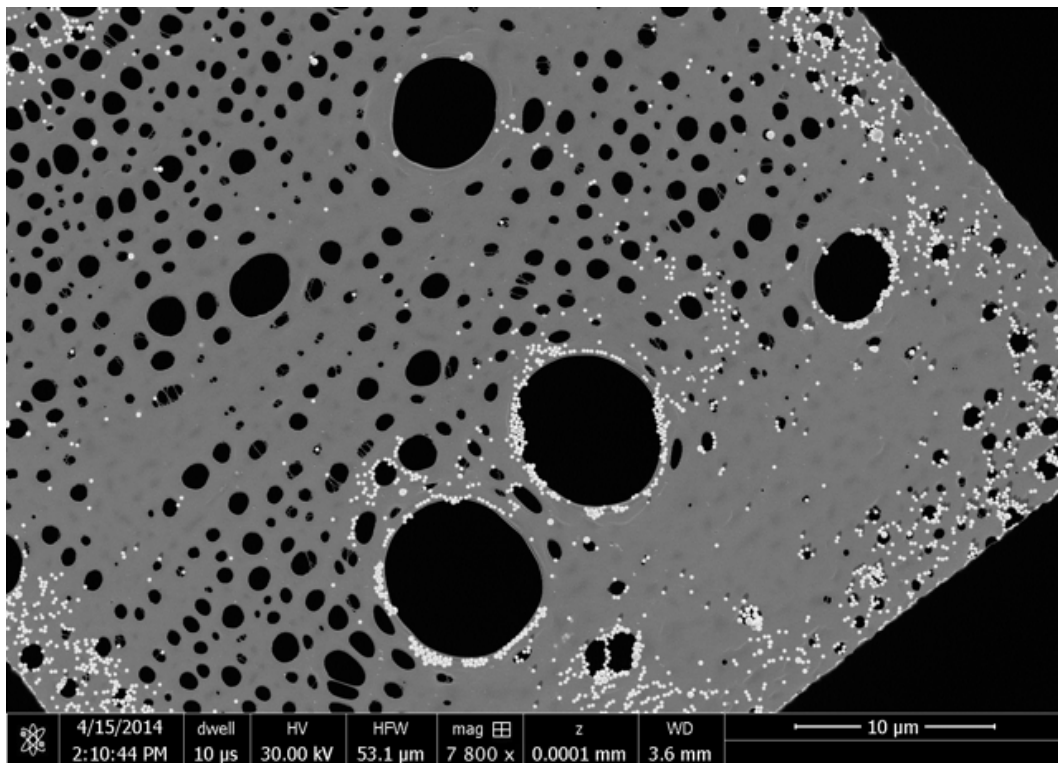
Obrázek 7.11: Vzorek Si  $\langle 110 \rangle$  v režimu TEM. Zvětšení 1 050 000. K zachycení obrazu použita CMOS kamera. Vlevo originál obrazu, uprostřed je detail pravého dolního rohu. Vpravo FFT. Je vidět atomární struktura. Červeně jsou vyznačeny vzdálenosti meziatomárních rovin v jednotkách Angstrom.



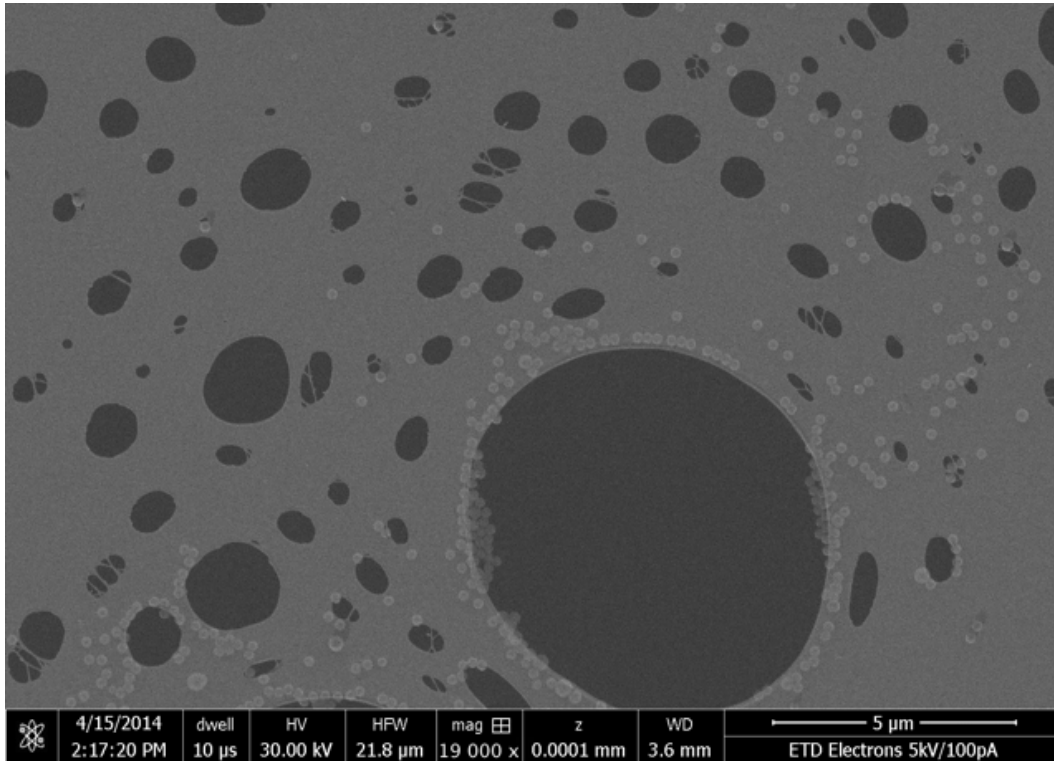
Obrázek 7.12: Vzorek Agar S128B, zvětšení 7 800. Použitý Everhartův-Thorneyův detektor. Je zde vidět vysoký kontrast mezi měděnou mřížkou vpravo a latexovou fólií.



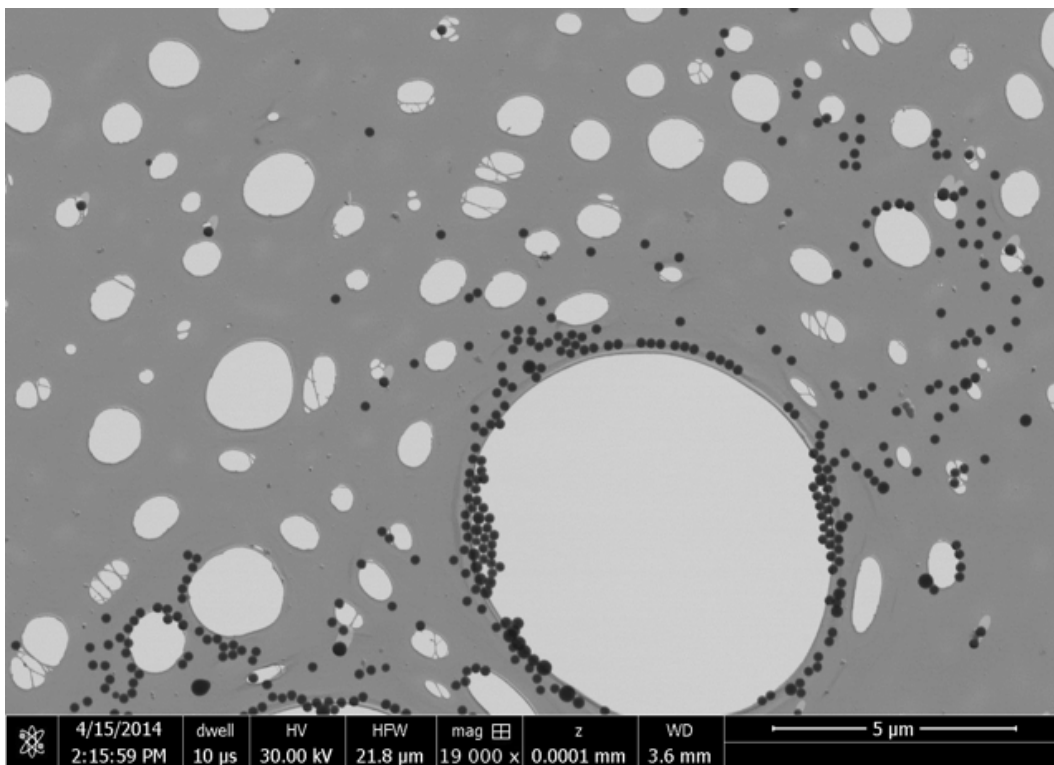
Obrázek 7.13: Vzorek Agar S128B, zvětšení 7 800. Použit STEM detektor, pozorování ve světlém poli. Ještě lepší kontrast než u E-T detektoru. Měděná mřížka vpravo je tmavá, protože skrz ní neprojdou žádné elektrony.



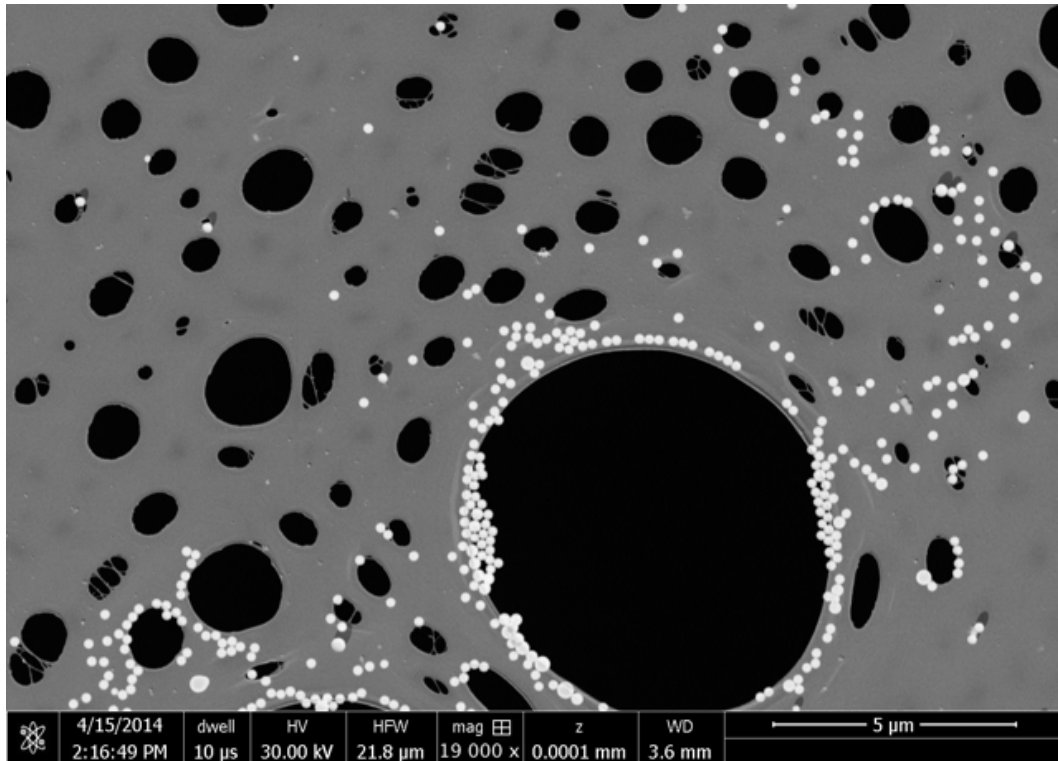
Obrázek 7.14: Vzorek Agar S128B, zvětšení 7 800. Použit STEM detektor, pozorování v tmavém poli.



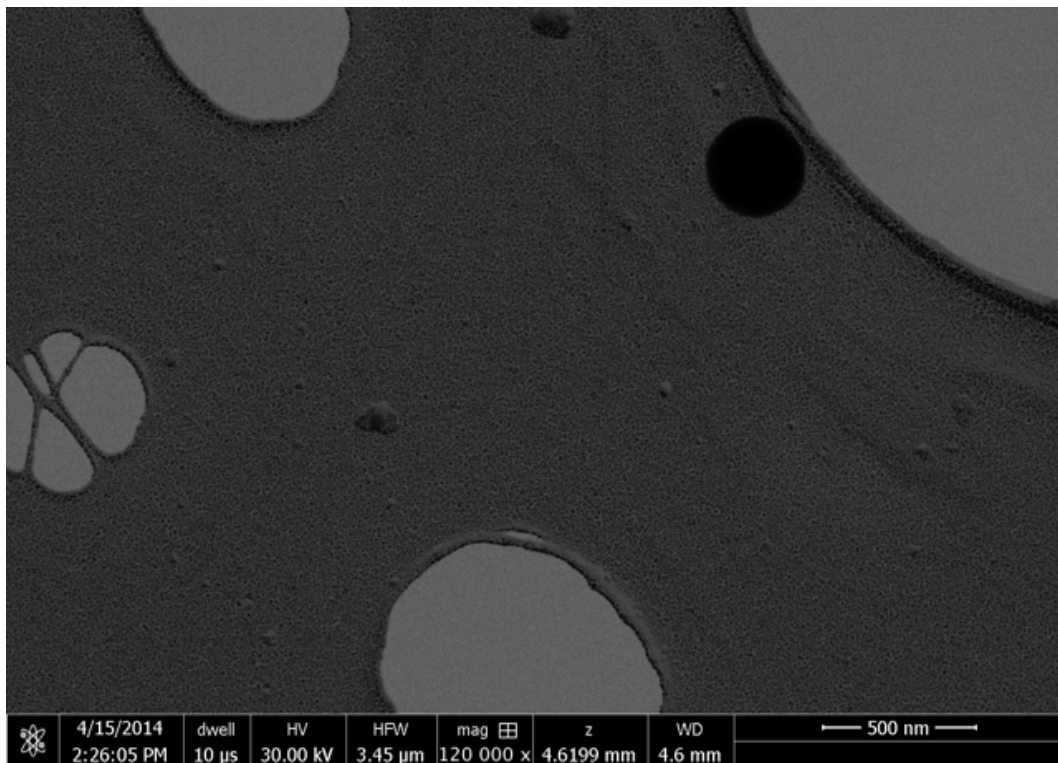
Obrázek 7.15: Vzorek Agar S128B, zvětšení 19 000. Použit Everhartův-Thorneyův detektor.



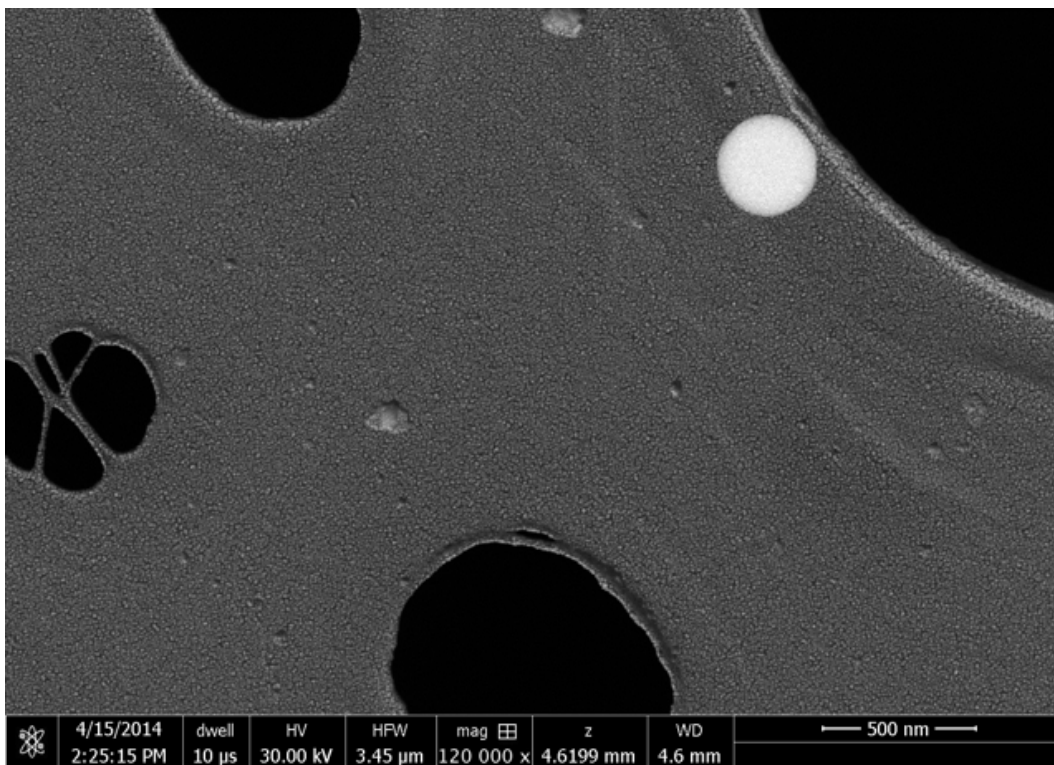
Obrázek 7.16: Vzorek Agar S128B, zvětšení 19 000. Použit STEM detektor, pozorování ve světlém poli. V latexové fólii jsou kruhové díry. Malé černé tečky jsou kuličky polystyrenu.



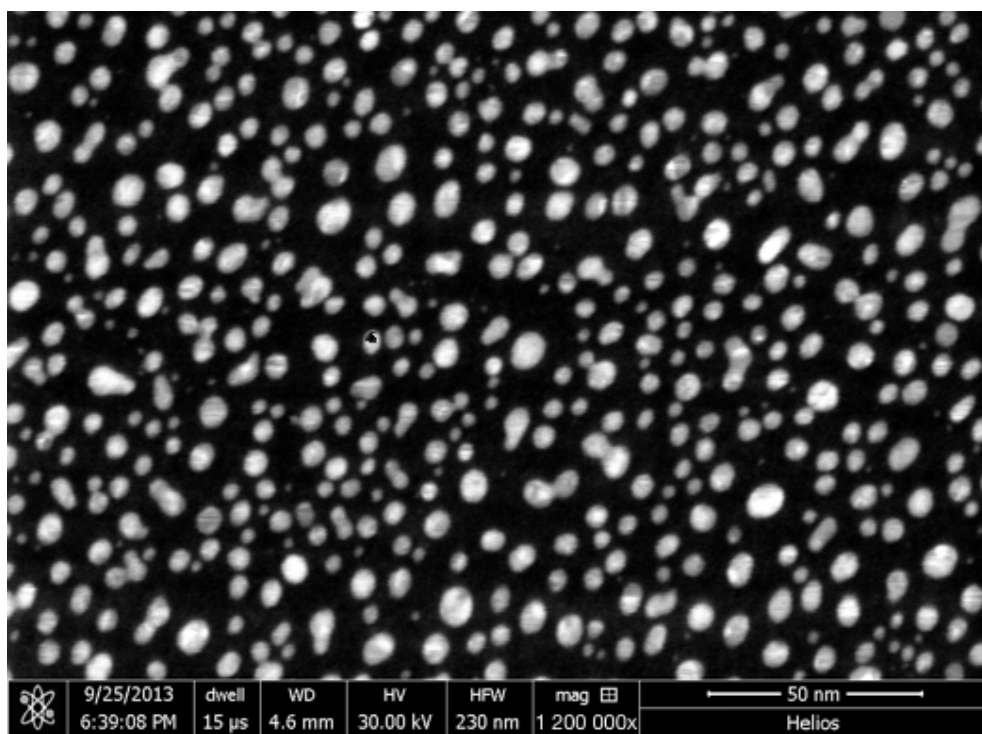
Obrázek 7.17: Vzorek Agar S128B, zvětšení 19 000. Použit STEM detektor, pozorování v tmavém poli.



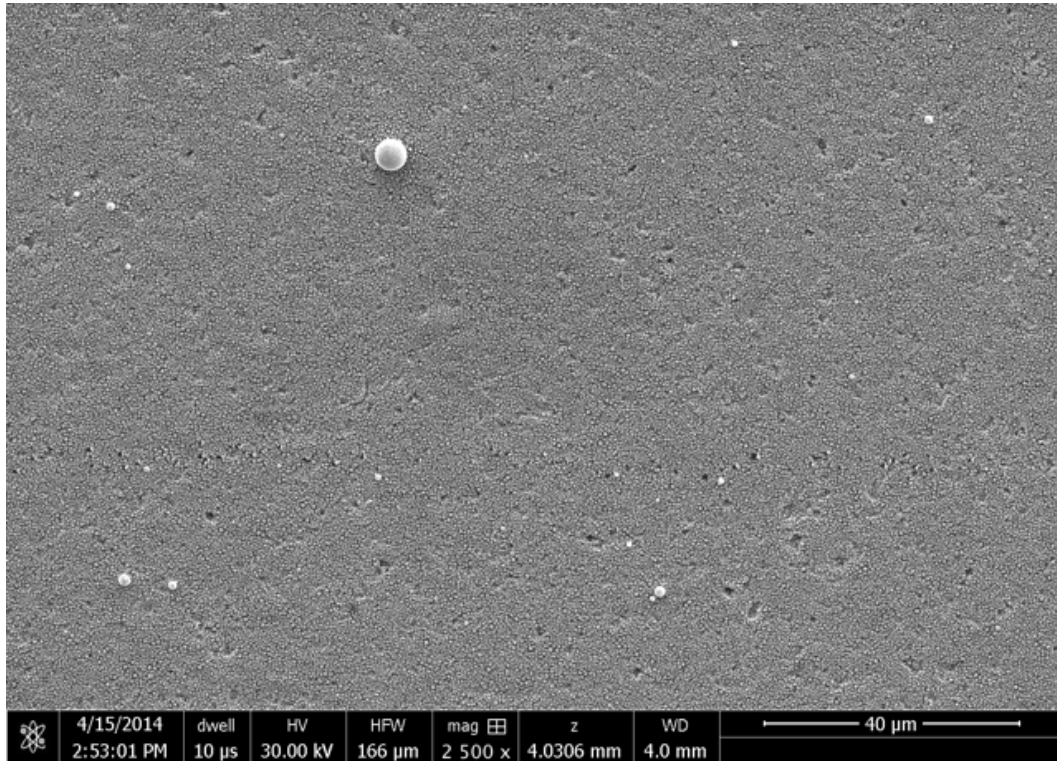
Obrázek 7.18: Vzorek Agar S128B, zvětšení 120 000. Použit STEM detektor, pozorování ve světlém poli, při kterém naprosto ztrácíme obrazovou informaci povrchu polystyrenové kuličky (černý kruh vpravo nahoře). Při detailním pohledu jsou již patrná malinká zrnka zlata na latexové fólii.



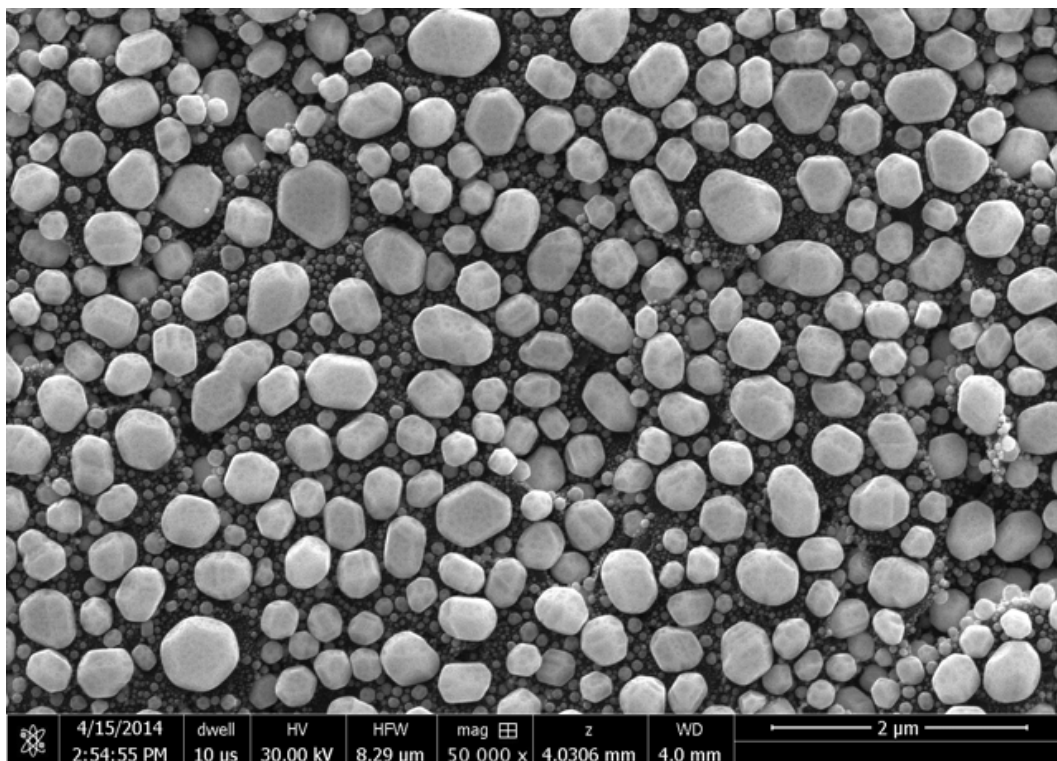
Obrázek 7.19: Vzorek Agar S128B, zvětšení 120 000. Použit STEM detektor, pozorování v tmavém poli.



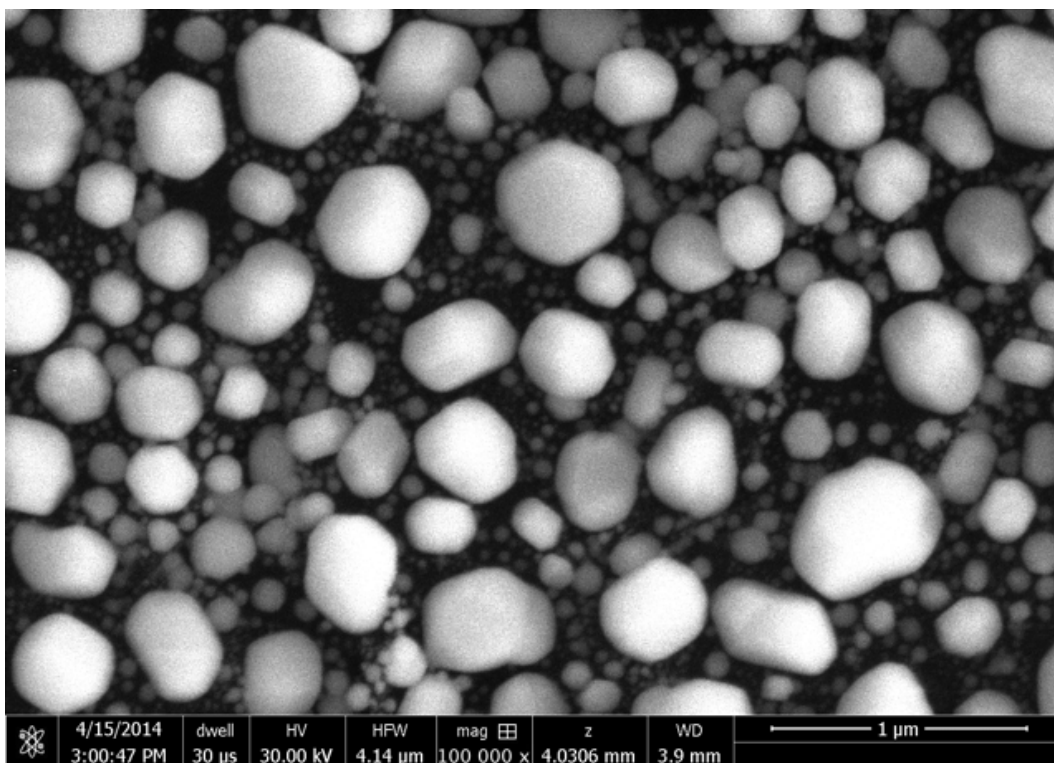
Obrázek 7.20: Vzorek Agar S128B, zvětšení 1 200 000. Použit STEM detektor, pozorování v tmavém poli. Světlá místa jsou částice zlata, tmavá částice uhlíku. Obraz je mírně rozostřen kvůli jemným vibracím celého mikroskopu. Rozlišení je 0,42 nm.



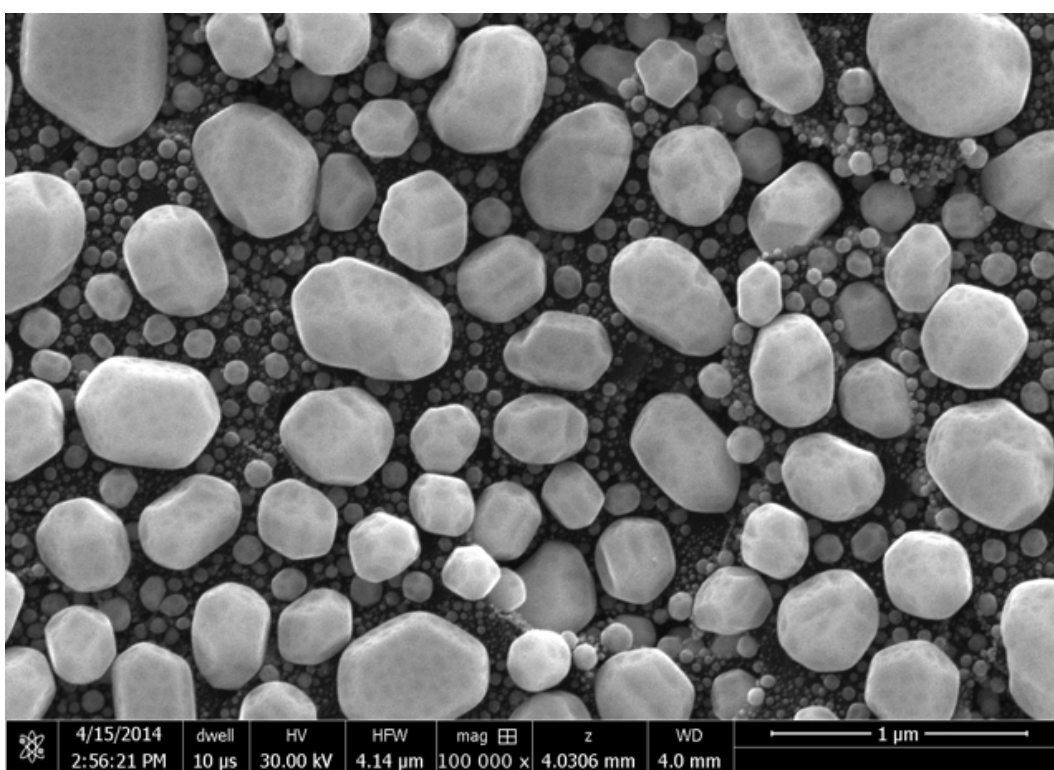
Obrázek 7.21: Vzorek Agar S168, zvětšení 2 500. Použit Everhartův-Thorneyův detektor. Malé tečky jsou krystaly zlata. Světlé a mnohonásobně větší kuličky jsou z cínu. Ty se do vzorku dostaly omylem z jiného preparátu.



Obrázek 7.22: Vzorek Agar S168, zvětšení 50 000. Použit Everhartův-Thorneyův detektor v režimu sekundárních elektronů. Jednotlivé krystaly jsou ze zlata.



Obrázek 7.23: Vzorek Agar S168, zvětšení 100 000. Použit Everhartův-Thorneyův detektor v režimu zpětně odražených elektronů. Obraz vykazuje vysoký šum.



Obrázek 7.24: Vzorek Agar S168, zvětšení 100 000. Použit Everhartův-Thorneyův detektor v režimu sekundárních elektronů. Obraz je mnohem ostřeší než v režimu BSE.