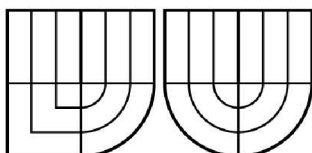


VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V BRNĚ  
BRNO UNIVERSITY OF TECHNOLOGY



FAKULTA ELEKTROTECHNIKY A  
KOMUNIKAČNÍCH TECHNOLOGIÍ  
ÚSTAV ELEKTROTECHNOLOGIE



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

# SCINTILAČNÍ A IONIZAČNÍ DETEKTOR SEKUNDÁRNÍCH ELEKTRONŮ PRO REM PRACUJÍCÍ PŘI VYŠŠÍM TLAKU V KOMOŘE VZORKU

SCINTILLATION AND IONIZATION SE DETECTOR FOR VP SEM

BAKALÁŘSKÁ PRÁCE  
BACHELOR'S THESIS

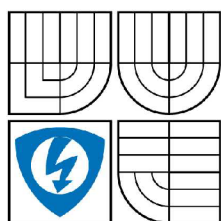
AUTOR PRÁCE  
AUTHOR

PAVEL NOVÁK

VEDOUCÍ PRÁCE  
SUPERVISOR

doc. Ing. JOSEF JIRÁK, CSc.

BRNO 2009



VYSOKÉ UČENÍ  
TECHNICKÉ V BRNĚ

Fakulta elektrotechniky  
a komunikačních technologií

Ústav elektrotechnologie

# Bakalářská práce

bakalářský studijní obor  
**Mikroelektronika a technologie**

**Student:** Pavel Novák

**Ročník:** 3

**ID:** 77719

**Akademický rok:** 2008/2009

## NÁZEV TÉMATU:

**Scintilační a ionizační detektor sekundárních elektronů pro REM pracující při vyšším tlaku v komoře vzorku**

## POKYNY PRO VYPRACOVÁNÍ:

Seznamte se s problematikou detekce sekundárních elektronů scintilačním a ionizačním detektorem v rastrovacím elektronovém mikroskopu (REM) pracujícím při vyšším tlaku v komoře vzorku. Experimentálně ověřte možnosti pozorování tenkých uhlíkových vrstev na křemíkovém substrátu pomocí scintilačního a ionizačního detektoru při vyšším tlaku vodních par v komoře vzorku mikroskopu.

## DOPORUČENÁ LITERATURA:

Podle pokynu vedoucího práce.

**Termín zadání:** 9.2.2009

**Termín odevzdání:** 3.6.2009

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

**prof. Ing. Radimír Vrba, CSc.**  
*Předseda oborové rady*

## UPOZORNĚNÍ:

Autor bakalářské práce nesmí při vytváření bakalářské práce porušit autorská práva třetích osob, zejména nesmí zasahovat nedovoleným způsobem do cizích autorských práv osobnostních a musí si být plně vědom následku porušení ustanovení § 11 a následujících autorského zákona č. 121/2000 Sb., včetně možných trestněprávních důsledků vyplývajících z ustanovení § 152 trestního zákona č. 140/1961 Sb.

# **Licenční smlouva**

## **poskytovaná k výkonu práva užít školní dílo**

uzavřená mezi smluvními stranami:

### **1. Pan/paní**

Jméno a příjmení: Pavel Novák  
Bytem: Hustopeče, Okružní 1, 693 01  
Narozen/a (datum a místo): 21.2. 1986, Hustopeče

(dále jen „autor“)

a

### **2. Vysoké učení technické v Brně**

Fakulta elektrotechniky a komunikačních technologií  
se sídlem Údolní 244/53, 602 00 Brno  
jejímž jménem jedná na základě písemného pověření děkanem fakulty:  
prof. Ing. Radimír Vrba, CSc.  
(dále jen „nabyvatel“)

## **Čl. 1**

### **Specifikace školního díla**

1. Předmětem této smlouvy je vysokoškolská kvalifikační práce (VŠKP):
- disertační práce
  - diplomová práce
  - bakalářská práce
  - jiná práce, jejíž druh je specifikován jako .....
- (dále jen VŠKP nebo dílo)

Název VŠKP: Scintilační a ionizační detektor sekundárních elektronů pro  
REM pracující při vyšším tlaku v komoře vzorku  
Vedoucí/ školitel VŠKP: doc. Ing. Josef Jirák, CSc.  
Ústav: Ústav elektrotechnologie  
Datum obhajoby VŠKP: 15.6. 2009

VŠKP odevzdal autor nabyvateli v:

- tištěné formě – počet exemplářů 2
- elektronické formě – počet exemplářů 2

2. Autor prohlašuje, že vytvořil samostatnou vlastní tvůrčí činností dílo shora popsané a specifikované. Autor dále prohlašuje, že při zpracovávání díla se sám nedostal do rozporu s autorským zákonem a předpisy souvisejícími a že je dílo dílem původním.
3. Dílo je chráněno jako dílo dle autorského zákona v platném znění.
4. Autor potvrzuje, že listinná a elektronická verze díla je identická.

## Článek 2

### Udělení licenčního oprávnění

1. Autor touto smlouvou poskytuje nabyvateli oprávnění (licenci) k výkonu práva uvedené dílo nevýdělečně užít, archivovat a zpřístupnit ke studijním, výukovým a výzkumným účelům včetně pořizování výpisů, opisů a rozmnoženin.
2. Licence je poskytována celosvětově, pro celou dobu trvání autorských a majetkových práv k dílu.
3. Autor souhlasí se zveřejněním díla v databázi přístupné v mezinárodní síti
  - ihned po uzavření této smlouvy
  - 1 rok po uzavření této smlouvy
  - 3 roky po uzavření této smlouvy
  - 5 let po uzavření této smlouvy
  - 10 let po uzavření této smlouvy(z důvodu utajení v něm obsažených informací)
4. Nevýdělečné zveřejňování díla nabyvatelem v souladu s ustanovením § 47b zákona č. 111/ 1998 Sb., v platném znění, nevyžaduje licenci a nabyvatel je k němu povinen a oprávněn ze zákona.



**Článek 3**  
**Závěrečná ustanovení**

1. Smlouva je sepsána ve třech vyhotoveních s platností originálu, přičemž po jednom vyhotovení obdrží autor a nabyvatel, další vyhotovení je vloženo do VŠKP.
2. Vztahy mezi smluvními stranami vzniklé a neupravené touto smlouvou se řídí autorským zákonem, občanským zákoníkem, vysokoškolským zákonem, zákonem o archivnictví, v platném znění a popř. dalšími právními předpisy.
3. Licenční smlouva byla uzavřena na základě svobodné a pravé vůle smluvních stran, s plným porozuměním jejímu textu i důsledkům, nikoliv v tísní a za nápadně nevýhodných podmínek.
4. Licenční smlouva nabývá platnosti a účinnosti dnem jejího podpisu oběma smluvními stranami.

V Brně dne: 3.6. 2009

.....  
Nabyvatel

Pavel Novák  
Autor

## **Abstrakt:**

Předkládaná práce se zabývá problematikou environmentální rastrovací elektronové mikroskopie (EREM) a používanými detektory sekundárních elektronů. Základním zaměřením práce je objasnění funkce používaných detektorů sekundárních elektronů a srovnání těchto detektorů. Jmenovitě se jedná o scintilační detektor a ionizační detektor.

## **Abstract:**

Submitted work deals with problems of environmental scanning electron microscopy (EREM) and used detectors of secondary electrons.

## **Klíčová slova:**

Environmentální rastrovací elektronová mikroskopie, sekundární elektrony, scintilační detektor, ionizační detektor

## **Keywords:**

Environmental scanning electron microscopy, secondary electrons, scintillation detector, ionization detector

## **Bibliografická citace díla:**

Novák, P. *Scintilační a ionizační detektor sekundárních elektronů pro REM pracující při vyšším tlaku v komoře vzorku*. Brno: Vysoké učení technické v Brně, Fakulta elektrotechniky a komunikačních technologií, 2009. 64 s. Vedoucí bakalářské práce doc. Ing. Josef Jiráček, CSc.

## **Prohlášení**

Prohlašuji, že svoji bakalářskou práci na téma Scintilační a ionizační detektor sekundárních elektronů pro REM pracující při vyšším tlaku v komoře vzorku jsem vypracoval samostatně pod vedením vedoucího semestrálního projektu a s použitím odborné literatury a dalších informačních zdrojů, které jsou všechny citovány v práci a uvedeny v seznamu literatury na konci práce.

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

V Brně dne 3. června 2009

Pavel Novák

## **Poděkování**

Děkuji vedoucímu semestrální práce doc. Ing. Josefu Jirákovi, CSc. a Ing. Pavlu Čudkovi za účinnou metodickou, pedagogickou a odbornou pomoc a především za trpělivost a cenné rady při zpracování mé bakalářské práce.

V Brně dne 3. června 2009

Pavel Novák

## Obsah:

Seznam použitých symbolů:.....	11
Úvod .....	12
1 Fyzikální základy.....	13
1.1 Mechanizmy rozptylu.....	13
1.1.1 Pružný rozptyl .....	13
1.1.2 Nepružný rozptyl.....	15
1.2 Zpětně odražené elektrony .....	15
1.3 Emise sekundárních elektronů.....	18
1.4 Sekundární emise z nekovových povrchů .....	20
2 Funkce a konstrukce přístroje.....	21
2.1 Elektronová optika.....	21
2.2 Elektronové trysky.....	21
2.2.1 Přímou žhavenou tryska .....	21
2.2.2 Autoemisní tryska.....	23
2.3 Optická soustava.....	25
2.4 Vakuový systém .....	25
2.5 Komora vzorku.....	25
3 Detekce elektronů.....	25
4 Environmentální rastrovací elektronový mikroskop .....	26
4.1 Interakce elektronů s plynným prostředím .....	28
4.2 Vakuová soustava environmentálního mikroskopu.....	29
5 Detekce signálů v environmentálním mikroskopu .....	31
5.1 Detekce zpětně odražených elektronů .....	31
5.2 Detekce sekundárních elektronů.....	32
5.3 Scintilační detektor s fotonásobičem.....	36
5.4 Scintilační detektor s fotonásobičem pro vyšší tlaky .....	38
6 Vzorek v environmentálním mikroskopu .....	39
6.1 Nabíjení vzorku .....	39
6.2 Metoda pozorování vlhkých vzorků.....	40
7 Scintilační a ionizační detektor.....	41
7.1 Měření závislosti signálu na tlaku v komoře vzorku pro ionizační detektor.....	41
7.1.1 Použitý ionizační detektor .....	42
7.1.2 Postup měření .....	42

7.1.3	Způsob vyhodnocení úrovně signálu.....	43
7.1.4	Přepočet stejnosměrné složky.....	45
7.2	Změřené závislosti.....	48
7.3	Měření závislosti velikosti signálu na tlaku v komoře vzorku pro scintilační detektor .....	52
7.4	Sledování tenkých vrstev uhlíku.....	56
8	Závěr.....	60
9	Seznam použité literatury .....	61
10	Seznam obrázků.....	61
11	Seznam tabulek.....	63
12	Seznam příloh.....	64

## Seznam použitých symbolů:

$h$	<i>Planckova konstanta (J.s)</i>
$m$	<i>hmotnost částice (kg)</i>
$v$	<i>rychlost částice (<math>m.s^{-1}</math>)</i>
$c$	<i>rychlost světla (<math>m.s^{-1}</math>)</i>
$\lambda$	<i>vlnová délka záření (m)</i>
$a$	<i>materiálová konstanta katody</i>
$T$	<i>absolutní teplota (K)</i>
$w$	<i>výstupní práce emitujícího kovu (eV)</i>
$k$	<i>Boltzmannova konstanta (<math>J.K^{-1}</math>)</i>
$e$	<i>základ přirozených logaritmů (-)</i>
$I_a$	<i>proud absorbovaných elektronů (A)</i>
$I_0$	<i>proud zpětně odražených elektronů (A)</i>
$I_p$	<i>proud primárního svazku (A)</i>
$I$	<i>proud sekundárních elektronů (A)</i>
$m_e$	<i>hmotnost elektronu (kg)</i>
$v$	<i>rychlost elektronu (<math>m.s^{-1}</math>)</i>
$p$	<i>náměrná vzdálenost</i>
$e$	<i>náboj elektronu (eV)</i>
$Z$	<i>protonové číslo jádra (-)</i>
$\eta$	<i>účinnost (%)</i>
$\eta_B$	<i>koeficient emise zpětně odražených elektronů</i>

## Úvod

Environmentální rastrovací elektronová mikroskopie (EREM) je jedním z posledních vývojových stádií rastrovací elektronové mikroskopie. Její počátky se datují od 70. let, kdy předmětem zájmu bylo zamezit tvorbě elektrického náboje na povrchu nevodivých vzorků napouštěním plynů do komory vzorku. Bylo zjištěno, že v důsledku ionizačních srážek atomů a molekul plynů s elektrony se neprojevuje žádný negativní náboj na izolačním vzorku, neboť tento náboj je kompenzován srážkovými ionty. Kompenzace elektrického náboje umožňuje přímé pozorování elektricky nevodivých preparátů bez jejich pokrytí elektricky vodivou vrstvou. EREM mikroskop nám umožňuje pracovat s tlaky v komoře vzorku až do řádů tisíců Pa.

Základem tohoto zvratu je použití clon oddělujících tlak v komoře vzorku a tlak v elektronově optické části mikroskopu, zavedení tzv. komory diferenciálního čerpání a využití ionizačního detektoru sekundárních elektronů. Clony účinně omezují proudění plynů mezi jednotlivými oblastmi mikroskopu, umožňují jejich separátní čerpání a otvorem clony je zajištěn průchod primárních elektronů elektronového svazku směrem ke vzorku.

Je zřejmé, že detektorový systém sehrává mimořádně důležitou roli v možnostech zobrazení vzorků při různých hodnotách tlaku v komoře vzorku. Nabízí se tedy srovnání dvou detektorů které se v EREM používají. Jde o scintilační a ionizační detektor.



# 1 Fyzikální základy

## 1.1 Mechanizmy rozptylu

Při průchodu hmotou se elektrony nejen rozptylují, ale také ztrácejí při srážkách s atomy část své energie. V zásadě mohou při nárazu elektronu na atom nastat dva případy: elektron se buď odrazí do jiného směru bez ztráty své původní rychlosti, nebo část své energie předá atomu a dále se pohybuje se zmenšenou kinetickou energií. První případ připomíná ráz pružných koulí, a proto se mluví o pružném rozptylu.

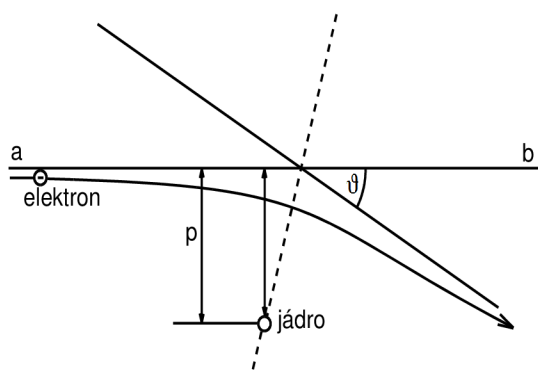
Pohybující se částici je přiřazena určitá vlnová délka  $\lambda$  vztahem:

$$\lambda = \frac{h}{mv} \quad (1.1)$$

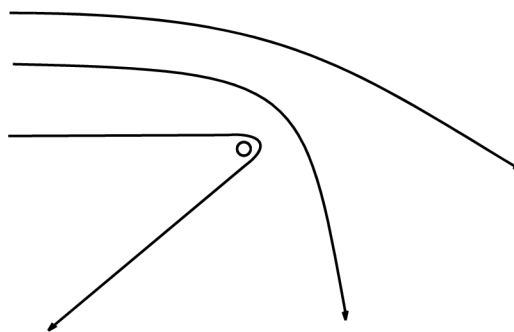
kde  $h$  – Planckova konstanta,  $m$  – hmotnost částice,  $v$  – rychlost částice

### 1.1.1 Pružný rozptyl

Při pružném rozptylu dochází k odchýlení elektronu vlivem elektrického pole atomu. Předpokládejme, že ve velké vzdálenosti od jádra se elektron pohybuje rychlostí  $v$  podél přímky  $ab$  (viz. Obr. 1.1). Písmenem  $p$  označme vzdálenost přímky  $ab$  od středu jádra. Mezi oběma částicemi působí Coulombova síla.



Obr. 1.1 Zakřivení dráhy elektronu v poli jádra. Převzato z [2].



Obr. 1.2 Závislost rozptylového úhlu na náměrné vzdálenosti. Převzato z [2].

Z výpočtů podle zákonů klasické mechaniky vyplývá, že výsledná dráha bude hyperbola, přičemž atomové jádro bude ležet v ohnisku této hyperboly a přímka  $ab$  je jednou z asymptot. Výpočtem lze určit rozptylový úhel  $\alpha$ .

$$\cot \frac{\vartheta}{2} = \frac{m_e v^2}{2e^2 Z} p \quad (1.2)$$

kde  $m_e$  – hmotnost elektronu,  $v$  – rychlost elektronu,  $p$  – náměrná vzdálenost,  $e$  – náboj elektronu,  $Z$  – protonové číslo jádra

Hmotnost jádra se považuje za nekonečně velkou proti hmotnosti elektronu, rychlost elektronu za dostatečně malou, aby mohlo být použito zákonů klasické mechaniky. Ze vzorce je vidět, že úhel  $\alpha$  bude tím větší, čím menší je náměrná vzdálenost  $p$ . Při dostatečně malé vzdálenosti může být elektron dokonce odchýlen zpět. Závislost úhlu  $\alpha$  na náměrné vzdálenosti je vidět na Obr. 1.2.

### 1.1.2 Nepružný rozptyl

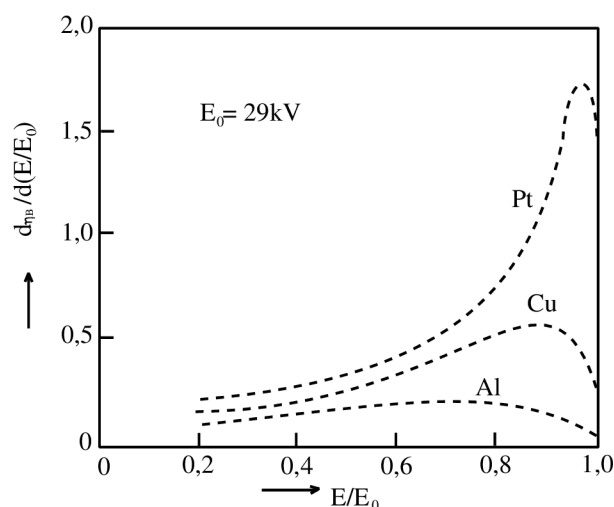
Druhý případ lze přirovnat k rázu nepružných těles, a proto se tento druh rozptylu nazývá nepružným, kdy jsou vybuzeny elektrony v atomech na vyšší energetické hladiny, nebo nastává ionizace atomu. Celkový účinný průřez bude pak součtem účinných průřezů pro rozptyl na jednotlivých hladinách. Označíme-li pravděpodobnost pružného rozptylu elektronu  $p_0(\nu)$  a pravděpodobnost nepružného rozptylu vybuzením  $n$ -té hladiny atomu  $p_n(\nu)$ , bude celkový účinný průřez dán vztahem:

$$\sigma = p_0(\nu)\sigma(\nu) + \sum p_n(\nu)\sigma(\nu) = \sigma_0 + \sum \sigma_n \quad (1.3)$$

kde  $\sigma$  – účinný průřez pro rozptyl,  $\sigma_n$  – účinný průřez pro rozptyl na hladině (slupce)  $n$

## 1.2 Zpětně odražené elektrony

Obrácený směr pohybu elektronu může nastat mnohonásobnými srážkami s malým úhlem rozptylu. Jestliže elektron neztratí energii nepružnou srážkou, může vzorek opustit. Ve skutečnosti však elektron vždy část své energie ztratí. Elektrony, které vzorek skutečně opustí, se nazývají *zpětně odražené*. Spektrum energie zpětně odražených elektronů má maximum většinou při  $E/E_0 = 0,8$  až  $0,9$  ( $E_0$  je počáteční,  $E$  – skutečná energie elektronů). Příklad spektra elektronů zpětně odražených z Pt, Cu, Al je uveden na Obr. 1.3. Počáteční energie elektronů  $E_0$  je 29 keV. Intenzita zpětně odražených elektronů je charakterizována diferenciálním koeficientem emise zpětně odražených elektronů  $d\eta_B/dE$ .

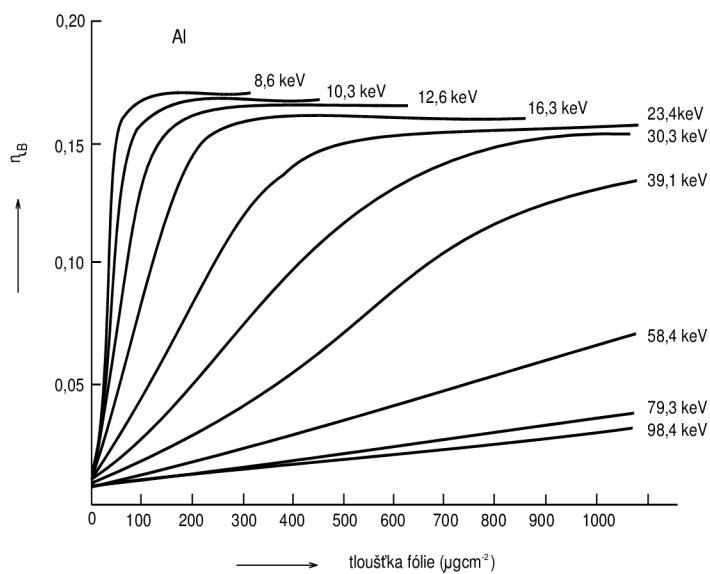


Obr. 1.3 Energetické rozložení zpětně odražených elektronů pro Pt, Cu a Al;  $E_0 = 29 \text{ keV}$ .  
Převzato z [2].

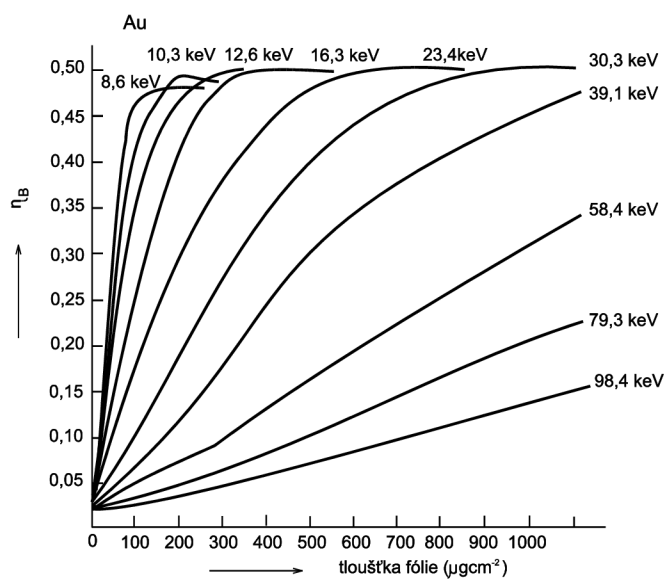
Množství zpětně odražených elektronů vzrůstá s protonovým číslem vzorku. Pro praktické potřeby se používají experimentální údaje, nebo údaje vypočtené některými numerickými metodami. Je uváděn empirický vztah pro  $\eta_B$  v závislosti na protonovém čísle při  $E_0 = 20 \text{ keV}$ .

$$\eta_B(20) = -2,54 \cdot 10^{-2} + 1,6 \cdot 10^{-2} Z - 1,86 \cdot 10^{-4} Z^2 + 8,3 \cdot 10^{-7} Z^3 \quad (1.4)$$

Měření koeficientu emise zpětně odražených elektronů  $\eta_B$  na tenkých vrstvách ukazuje, z jakých hloubek materiálu jsou odražené elektrony emitovány (Obr. 1.4 a Obr. 1.5). Zpočátku je koeficient  $\eta_B$  úměrný tloušťce vrstvy, od určité tloušťky nabývá konstantní hodnoty, která se rovná koeficientu emise zpětně odražených elektronů tlustého vzorku.

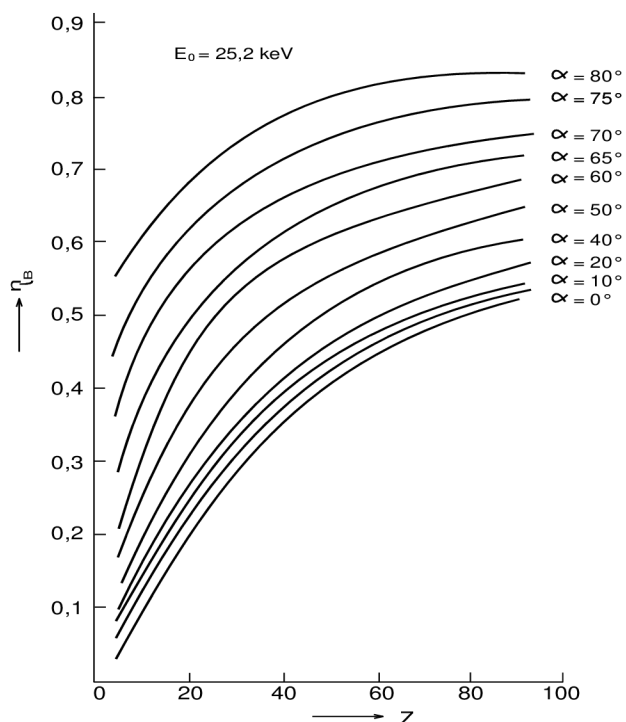


Obr. 1.4 Závislost koeficientu emise zpětně odražených elektronů  $\eta_B$  pro Al na tloušťce fólie při různém urychlovacím napětí. Převzato z [2].



Obr. 1.5 Závislost koeficientu emise zpětně odražených elektronů  $\eta_B$  pro Au na tloušťce fólie při různém urychlovacím napětí. Převzato z [2].

Koeficient emise zpětně odražených elektronů tlustého vzorku silně závisí na úhlu dopadu primárních elektronů. Závislost  $\eta_B$  na protonovém čísle  $Z$  a na úhlu dopadu  $\alpha$  (úhel mezi normálou povrchu vzorku a svazkem dopadajících elektronů) je znázorněna na Obr. 1.6. Počáteční energie  $E_0 = 25,2$  keV. Je zajímavé, že tvar závislosti se v oblasti energií primárních elektronů 10 až 100 keV téměř nemění.



Obr. 1.6 Závislost koeficientu emise zpětně odražených elektronů  $\eta_B$  na protonovém čísle  $Z$  pro různé úhly dopadu (úhel  $\alpha$  je úhel mezi normálou k povrchu a svazkem elektronů)  $E_0 = 25,2$  keV. Převzato z [2].

### 1.3 Emise sekundárních elektronů

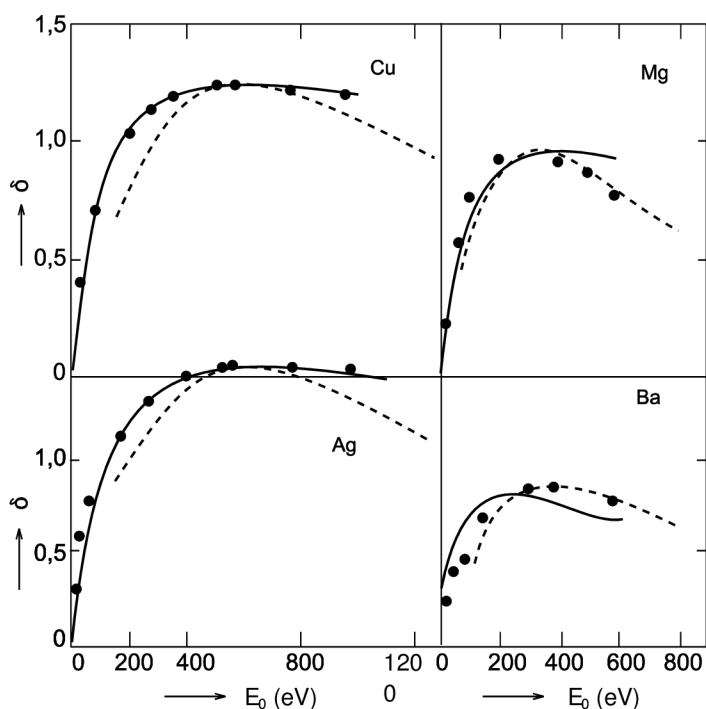
Při dopadu svazku rychlých elektronů na povrch vzorku se v blízkosti povrchu objeví kromě zpětně odražených elektronů ještě další skupina elektronů. Tyto elektrony mají energii jednotek až desítek eV a nazývají se sekundární. Emise sekundárních elektronů je nejvyšší při nízkých energiích primárních elektronů. Sekundární elektrony vznikají při pronikání primárních elektronů hmotou jako produkt nepružných srážek. Při ionizaci se uvolňují elektrony z atomového obalu a mají-li dostatečnou energii, mohou se ve vzorku pohybovat. Protože se však jejich pohyb přitom rychle zpomaluje, mohou uniknout ze vzorku jen

v případě, že nejsou generovány hlouběji než v jisté maximální hloubce, kterou označíme  $d_s$ . Maximální hloubku pronikání primárních elektronů označíme  $d_p$ . Pro posouzení účinnosti sekundární emise se zavádí koeficient  $\delta$ , který je definován jako poměr počtu sekundárních elektronů emitovaných z povrchu vzorku k počtu primárních dopadajících elektronů.

$$\delta = \frac{I_{se}}{I_p} \quad (1.5)$$

Je-li energie primárních elektronů tak nízká, že platí  $d_p < d_s$ , koeficient  $\delta$  poroste s energií primárních elektronů.

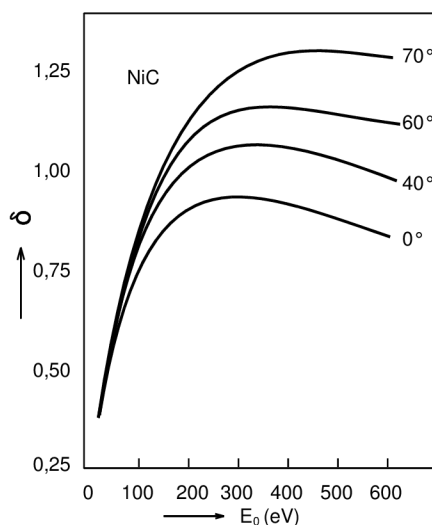
Bude-li  $d_p > d_s$ , bude koeficient  $\delta$  růst nebo klesat s energií primárních elektronů podle toho, zda účinný průřez pro nepružný s energií roste nebo klesá.  $\delta$  tedy bude zpočátku vzrůstat a po dosažení maxima při určitém urychlovacím napětí bude opět klesat.



Obr. 1.7 Závislost koeficientu emise sekundárních elektronů –  $\delta$  na energii primárních elektronů  $E_0$  pro Cu, Ag, Mg a Ba; body značí experimentální hodnoty, plnými a čárkovanými čarami jsou vyznačeny teoretické závislosti. Převzato z [2].

Experimenty bylo zjištěno, že krystalová struktura má na sekundární emisi velmi malý vliv, maximálně několik procent. Rovněž vliv teploty je zanedbatelný.

Velký vliv na velikost emise sekundárních elektronů má úhel dopadu primárních elektronů. S rostoucím úhlem dopadu se zvyšuje množství sekundárních elektronů generovaných dostatečně blízko pod povrchem. Tento jev je výraznější při vysokých urychlovacích napětích. Hloubka, z které mohou sekundární elektrony proniknout na povrch je asi 3 nm.



Obr. 1.8 Závislost koeficientu emise sekundárních elektronů -  $\delta$  na energii primárních elektronů při různých úhlech dopadu. Převzato z [2].

## 1.4 Sekundární emise z nekovových povrchů

Sekundární emise z izolantů je odlišná. Experimenty ukázaly, že koeficient emise sekundárních elektronů  $\delta$  je pro nevodivé sloučeniny kovů mnohem vyšší než pro kovové sloučeniny. Silná emise sekundárních elektronů z těchto materiálů je způsobena zejména velkou mřížkovou konstantou, nízkou úrovní Fermiho hladiny a malou výstupní prací.

Tyto podmínky jsou splněny i u elektropozitivních kovů, avšak koeficienty  $\delta$  jsou přesto nízké. Vazba valenčních elektronů ke kovové krystalové mřížce je slabá a nepružné srážky primárních elektronů s téměř volnými elektrony kovu jsou málo pravděpodobné. V kovu je velké množství volných elektronů, pravděpodobnost předání energie primárními elektrony je velmi malá. Při výstupu z kovu se sekundární elektrony snadno absorbují.



## **2 Funkce a konstrukce přístroje**

### **2.1 Elektronová optika**

Velikost proudu primárních elektronů zaostřených pomocí elektronové optiky na malou plochu na povrchu vzorku určuje velikost jednotlivých emitovaných signálů (charakteristické rentgenové záření, odražené elektrony, sekundární elektrony atd.), které jsou nositeli informace o vzorku. V zásadě má být elektronová optika konstruována tak, aby bylo dosaženo maximálního možného proudu, který by byl přenášen primárním svazkem soustředěným do nejmenší možné stopy na vzorku.

Elektronová optika se skládá z elektronové trysky, elektrostatických nebo elektromagnetických čoček a vychylovacích cívek. Ve všech jejích částech procházejí elektrony prostorem, v němž je elektromagnetické pole. Vzájemným působením elektronů a pole dochází k urychlení elektronů, ohybu drah elektronů a k fokusaci elektronového svazku. Konečným výsledkem působení elektronové optiky je pak tenký, téměř monoenergetický elektronový svazek, který dopadá na povrch vzorku.

### **2.2 Elektronové trysky**

V současné době se nejvíce využívá dvou způsobů emise elektronů u přístroje REM a to termoemise a autoemise (emise elektronů vlivem elektrického pole).

#### **2.2.1 Přímo žhavená tryska**

Žhavená katoda a fokusační elektroda (Wehneltův válec) jsou na vysokém záporném potenciálu (-5 až -50 kV), anoda je spojena s kostrou přístroje na potenciál země. Katodu tvoří obvykle wolframové vlákno o průměru asi 0,1mm ohnuté do tvaru písmene V. Poloměr ohybu činí asi 100 $\mu$ m. Při vysoké teplotě hrotu vlákna získá jisté procento elektronů dostatečnou energii k tomu, aby vystoupily z kovu a překonaly energetickou bariéru, která je dána výstupní prací  $w$  daného kovu. Velikost hustoty emisního proudu je dána

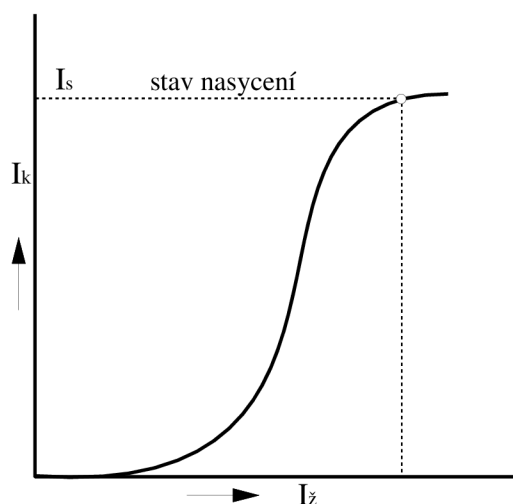
Richardsonovým zákonem:

$$J_k = aT^2 e^{-\frac{w}{kT}} \quad (\text{A cm}^{-2}) \quad (2.1)$$

kde  $a$  – materiálová konstanta katody,  $T$  – absolutní teplota (K),  $w$  – výstupní práce emitujícího kovu (eV),  $k$  – Boltzmannova konstanta,  $e$  – základ přirozených logaritmů

Pro pracovní teplotu vlákna 2700 K činí hustota emisního proudu podle vztahu (2.1)  $1,75 \text{ A cm}^{-2}$ . Konstanty pro wolfram jsou  $a = 60 \text{ A cm}^{-2}$  a  $w = 4,5 \text{ eV}$ . Životnost vlákna značně závisí na hustotě emisního proudu i na použitém vakuu. Typické hodnoty jsou  $J_k = 1,75 \text{ A cm}^{-2}$ , doba života 40 až 80 hodin, vakuum alespoň  $10^{-2} \text{ Pa}$ . Při normálních teplotách vlákna (2650 až 2900 K) se emitují elektrony z plošky o rozměrech  $100 \times 150 \mu\text{m}$  na špičce vlákna a mají Gaussovo rozdělení energií (rychlostí).

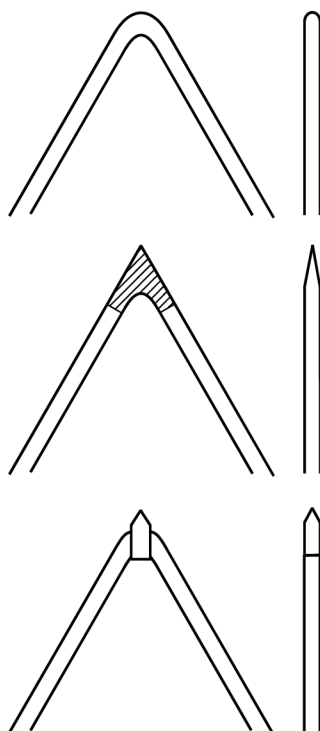
Vlákno obklopuje válcová fokusační elektroda. Tato elektroda má proti katodě záporné napětí 0 až 500 V.



Obr. 2.1 Emisní proud trysky s wolframovým vláknem  $I_k$  v závislosti na teplotě vlákna (žhavicím proudem  $I_z$ ).  
Převzato z [2].

Se zvyšující se teplotou vlákna vzniká již tolik elektronů, že je urychlovací pole anody nestačí odsávat a strmá závislost  $I_k$  na  $I_z$  se zakřivuje. Kolem vlákna se tvoří trvalý prostorový náboj a dojde ke stavu nasycení  $I_s$ . Další zvyšování žhavicího proudu  $I_z$  nevede již

k zvyšování emisního proudu, nýbrž jen ke zvětšení prostorového náboje kolem hrotu vlákna a ke zkrácení životnosti vlákna. Stav nasycení je pro provoz trysky nejvhodnější, neboť je vyloučen vliv povrchové struktury vlákna i kolísání teploty vlivem kolísání žhavicího proudu (Obr. 2.1).



Obr. 2.2 Různé typy wolframových katod. Převzato z [2].

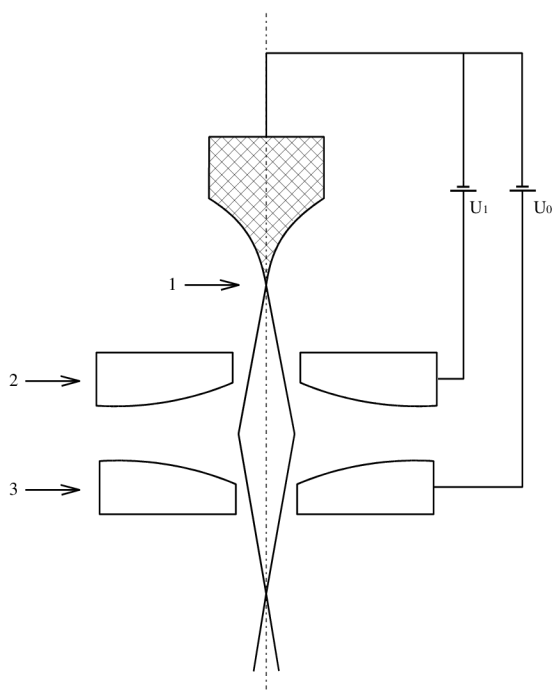
### 2.2.2 Autoemisní tryska

Trysky tohoto typu představují zdroje elektronů o vysoké směrové proudové hustotě, neboť všechny elektrony opouštějí katodu téměř se stejnou rychlostí. Principem činnosti trysky je jev zvaný autoemise.

Na Obr. 2.3 je nakresleno základní zapojení autoemisní trysky. Na první anodu se vkládá potenciál asi 3000 V. Tato elektroda ovládá emisní proud z vhodně orientovaného wolframového whiskeru (drobný tenký monokrystal wolframu), který je zašpičatěn do hrotu elektrolytickým leptáním. Druhá anoda, nesoucí vyšší kladný potenciál, určuje konečnou energii elektronů. Clona druhé anody vymezuje úhlovou aperturu trysky. Pole mezi oběma anodami působí jako elektrostatická čočka a fokusuje svazek elektronů do bodu ležícího asi 3 až 5 cm za druhou anodou. Tryska má takové vlastnosti, že ji lze použít k vytvoření svazku

o průměru menším než 10 nm při proudu  $10^{-10}$  A bez dalších zmenšujících magnetických čoček.

Hlavním problémem při použití autoemisní trysky je přísný požadavek vysokého vakua 10 nPa. Z parametrů vyplývá, že tato tryska se uplatní především v transmisní rastrovací (STEM) a rastrovací (REM) mikroskopii vysokých rozlišení.



Obr. 2.3 Autoemisní tryska podle Crewe: 1 – wolframový whisker, 2 – první anoda, 3 – druhá anoda,  $U_1$ ,  $U_0$  - zdroje vysokého napětí. Převzato z [2].

## 2.3 Optická soustava

Optické soustavy REM jsou tvořeny elektronovou tryskou a elektronovými čočkami. Optickou soustavou se zmenšuje plocha křižště elektronové trysky na povrch preparátu při dosažení vysoké proudové hustoty.

První čočce směrem od elektronové trysky říkáme *kondenzor*, druhé čočce budeme říkat *projekční čočka* (resp. objektiv).

## 2.4 Vakuový systém

Prostor elektronové trysky, tubusu a komory vzorku musí být u přístroje REM evakuován nejméně na tlak  $10^{-2}$  Pa, a to zejména z těchto důvodů:

1. Elektrony jsou při vyšším tlaku absorbovány a rozptylovány.
2. Při vyšších tlacích by katoda silně korodovala a poškodila se ionty zbytkového plynu.
3. Docházelo by k rychlé kontaminaci zkoumaných vzorků i součástí elektronové optiky, což by mělo za následek ztrátu rozlišení a deformaci elektronového svazku.

## 2.5 Komora vzorku

Komorou vzorku nazýváme evakuovaný prostor, který konstrukčně navazuje na tubus přístroje a do kterého se vkládají vzorky určené k pozorování. Do tohoto prostoru ústí nejen elektronová optika, ale i většina elektronů.

# 3 Detekce elektronů

Kromě charakteristického rentgenového záření jsou při interakci primárního svazku elektronů s atomy vzorku emitovány energetické zpětně odražené elektrony, nízkoenergetické sekundární elektrony, Augerovy elektrony, viditelné ultrafialové nebo infračervené záření. Část elektronů se absorbuje ve vzorku a objeví se jako proud odtékající

do země. U tenkých vzorků část elektronů vzorkem projde a přitom ztratí část své energie (např. ionizací atomu vzorku).

Každý produkt této interakce přináší mnohdy cennou informaci o fyzikálních a chemických vlastnostech zkoumaného materiálu za předpokladu, že je použito takové detekční čidlo, které dokáže tento signál účinně a selektivně zachytit. V případě Augerových elektronů, transmitovaných elektronů a katodoluminescence je možno podobně jako u rentgenového charakteristického záření provádět též spektroskopická měření.

Při průměru svazku elektronů asi 10 nm bude činit proud přenášený svazkem asi  $10^{-11}$  A. V optimálním případě budeme mít k dispozici proud emitovaných elektronů řádu  $10^{-11}$  A, o kterém budeme předpokládat, že je zhruba rovnoměrně rozložen v prostorovém úhlu představujícím polokouli. Vzhledem k tomu, že se prakticky nedá realizovat tak velký detektor, který by byl schopen zachytit všechny elektrony v tak velkém prostorovém úhlu, můžeme očekávat, že proud elektronů, který na reálný detektor dopadá, má hodnotu řádu  $10^{-12}$  A, nebo ještě méně. Tento signál je nutné značně zesílit.

## 4 Environmentální rastrovací elektronový mikroskop

Podstata tohoto mikroskopu spočívá v možnosti pozorovat vzorky obsahující určité množství vody nebo pozorovat je při vyšších tlacích ve vzorkové komoře. Skupina vědců Robinsona[4,5] a Laneho [6] zjistila, že když přítomný plyn v okolí vzorku obsahuje vodu, je možné vzorek udržet vlhký. V 80. letech dochází k revolučnímu zvratu ve vývoji mikroskopů ESEM. Základem tohoto zvratu je použití dvou clon oddělující tlak v komoře vzorku a tlak v elektronově optické části mikroskopu, zavedení tzv. komory diferenciálního čerpání a zejména využití ionizačního detektoru sekundárních elektronů.

Základním rozdílem mezi konvenčním rastrovacím elektronovým mikroskopem SEM a ESEM je tlak v komoře vzorku. Ačkoliv elektronová tryska je obvykle umístěna při tlaku  $10^{-3}$  Pa, v komoře vzorku může být tlak od jednotek Pa do tisíců Pa. Mikroskopy, které pracují s tlakem ve vzorkové komoře 300 Pa až 2000 Pa, jsou nazývány ESEM. Jsou určeny k pozorování vzorků obsahující větší či menší množství vody. Vzhledem k rozptylu elektronů elektronového svazku při srážkách s plynným prostředím je potřebné omezit jejich dráhu v prostředí s vyššími tlaky. V tubusu mikroskopu s elektronovou optikou je udržován tlak jako v konvenčním SEM, vysoký pracovní tlak je plynů je pouze v komoře vzorku. Oddělení jednotlivých prostorů s rozdílnými tlaky plynů je uskutečněno pomocí tlak omezujících clon s otvorem velikosti stovek mikrometrů. Tyto clony účinně omezují proudění plynů mezi

jednotlivými oblastmi mikroskopu, umožňují jejich separátní čerpání a otvorem clony je zajištěn průchod primárních elektronů elektronového svazku směrem ke vzorku.

Mikroskopy, ve kterých tlak ve vzorkové komoře nepřevyší 300 Pa, se nazývají variable pressure (VP) nebo low vakuum (LV) a slouží především k pozorování izolačních vzorků nebo vzorků odolnějších tkání. K oddělení tubusu mikroskopu od vzorkové komory v tomto případě vystačíme s jednou tlak kompenzující clonou, která je současně i aperturní clonou projekční čočky mikroskopu. K hlavním uváděným přednostem této skupiny mikroskopů patří odstranění nabíjecích jevů a odstranění nutnosti pokovení nevodivých vzorků, snížené vysoušení vlhkých vzorků a jednoduchý přechod od konvenčního SEM k mikroskopu s vyšším tlakem v komoře vzorku. Důvod tohoto do jisté míry omezeného použití je ten, že mikroskopy typu VP nebo LV používají k detekci až na jednu výjimku pouze zpětně odražené elektrony (BSE), nesoucí informaci o materiálovém složení vzorku. Pokud se materiálové složení vzorku dané změnou jeho protonového čísla nemění (jak je tomu u některých živočišných biologických vzorků), je velmi obtížné demonstrovat povrchovou strukturu takových vzorků bez kovového pokrytí. Je to proto, že hustoty povrchu měkkých tkání živočišných vzorků jsou nižší než vzorků rostlinných. Při standardních urychlovacích napětích primárního elektronového svazku 10-20 kV pronikají elektrony do velké hloubky vzorku (nad 10 nm) a zobrazení pomocí zpětně odražených elektronů, jejichž energie je jen o něco málo nižší než energie primárních elektronů svazku, je nekонтрастní, spíše transparentní. Řešením je buď použití nízkého napětí elektronového svazku 3 až 5 kV, nebo detekce zpětně odražených elektronů v nízkém úhlu snímání (tzv. nízko ztrátových zpětně odražených elektronů), nebo použití detektoru sekundárních elektronů (SE).

Mikroskopy pracující s tlakem v komoře vzorku nad 300 Pa vyžadují užití minimálně dvou tlak omezujících clon. Prostor mezi nimi, nazývaný komora diferenciálního čerpání, je vakuově čerpán obvykle rotační vývěvou. Komora může být integrována do objektivu mikroskopu a zajišťuje postupný přechod tlaků kolem 1000 Pa v okolí vzorku k tlakům menším než  $10^{-3}$  Pa v tubusu mikroskopu. Protože sekundární elektrony nelze v podmínkách ESEM detekovat pomocí komerčního Everhartova-Thornleyho detektoru z důvodu nutnosti vysoké napětí (+10 kV) ke scintilátoru, používá se detektor, který pracuje na principu zesílení signálu elektronů nárazovou ionizací v elektrostatickém poli vytvořeném v plynném prostředí v okolí vzorku. Je zřejmé, že detektorový systém sehrává mimořádně důležitou roli v možnostech zobrazení vzorků při různých hodnotách tlaku v komoře vzorku.

## **4.1 Interakce elektronů s plynným prostředím**

V klasickém vakuovém mikroskopu dochází k působení elektronového svazku na vzorek, jehož důsledkem je vznik signálů, ohřev a nabíjení vzorku, popř. změny stavu vzorku. Nachází-li se však v okolí vzorku plyn, počet interakcí se zvyšuje. Vzájemně se ovlivňují svazek primárních elektronů, plynné prostředí, vzorek a signály emitované ze vzorku. Nejvýznamnější změny v činnosti přístroje jsou spojeny s interakcí mezi svazkem a plynem, signálem a plynem, plynem a vzorkem.

Při působení svazku a plynu dochází k rozptylu primárních elektronů, generaci signálů (SE, BSE, fotonů, rentgenového záření) a celkové změně stavu plynu tvorbou iontů, excitovaných atomů, molekul apod. Signály generované svazkem primárních elektronů se připočítají k odpovídajícím užitečným signálům ze vzorku. Obdobně v průběhu vzájemného působení mezi signály a plynem nastávají jak změny vlastních signálů, tak i ionizace a vybuzení částic plynu. Plyn v komoře vzorku omezuje možnost použít některé klasické detektory, naopak umožňuje využít nové způsoby detekce. Přítomnost plynu a jeho působení na vzorek rozšiřuje aplikační oblast elektronových mikroskopů (vlhké vzorky, korozní reakce, krystalizace z kapalné fáze apod.). Ionizované plyny navíc kompenzují elektrický náboj, který se vytváří při pozorování mikroskopem na povrchu izolantů a umožňují tak jejich přímé pozorování, bez předchozích úprav.

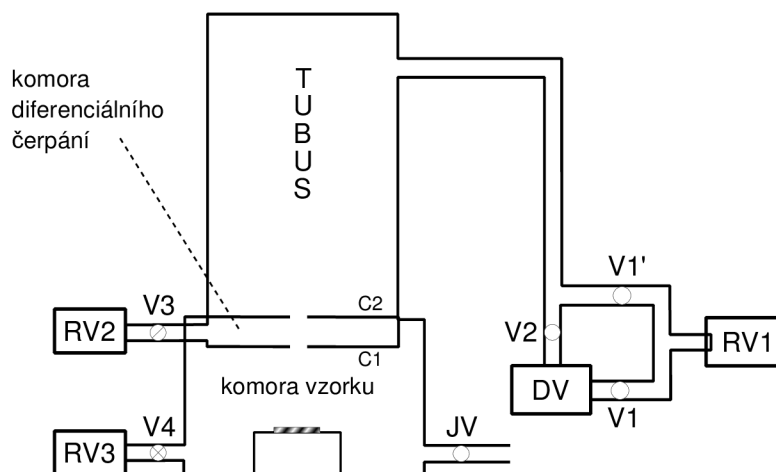
Hlavní pozornost je zaměřena na rozptyl svazku primárních elektronů v plynu, který výrazně ovlivňuje funkci přístroje. Činnost mikroskopů pracujících za vyšších tlaků v komoře vzorku je založena na skutečnosti, že lze vytvořit takové podmínky pozorování, při kterých zůstává určitá část elektronů svazku i po průchodu plynným prostředím v původní stopě. Tato část elektronů pak interakcí se vzorkem vytváří signál, obdobně jako ve vakuovém mikroskopu.

Při průchodu elektronů primárního svazku prostředím s vyšší tlakou plynů dochází k jejich srážkám s atomy a molekulami plynů. Elektrony při těchto srážkách mohou ztratit část své energie a změnit směr dráhy. Děj má statistický charakter. Průměrný úhel vychýlení při jedné srážce, stejně jako ztráta energie vzhledem k původní energii primárního svazku, jsou velmi malé.



## 4.2 Vakuová soustava environmentálního mikroskopu

Vakuová soustava environmentálního mikroskopu musí umožnit dosažení rozdílných tlaků plynu v jeho jednotlivých částech. Tlak požadovaný pro činnost přímo žhavené wolframové katody  $10^{-3}$  Pa lze v tubusu zajistit užitím clon omezujících tlak a samostatným čerpáním jednotlivých oblastí, oddělených těmito clonami. Zjednodušené schéma vakuového systému environmentálního mikroskopu pracujícího s přímo žhavenou wolframovou katodou a komorou vzorku s tlaky řádově tisíců Pa, je znázorněno na Obr. 4.1.



Obr. 4.1 Zjednodušené schéma vakuového environmentálního rastrovacího mikroskopu RV1, RV2, RV3 – rotační vývěvy; DV – difúzní vývěva; V1, V1', V2, V3, V4 – vakuové ventily; JV – jehlový ventil; C1, C2 – tlak omezující clony. Převzato z [1].

Jednoduchý systém vakuového čerpání environmentálního mikroskopu využívá dvou tlak omezujících clon. Tyto clony s malými otvory umožňují potlačit proudění plynů mezi jednotlivými prostory s různými tlaky. A společně s účinným čerpáním jednotlivých oblastí umožňují dosáhnout požadovaný spád tlaků. Otvory v clonách současně dovolují projít elektronům primárního svazku z tubusu do komory vzorku.

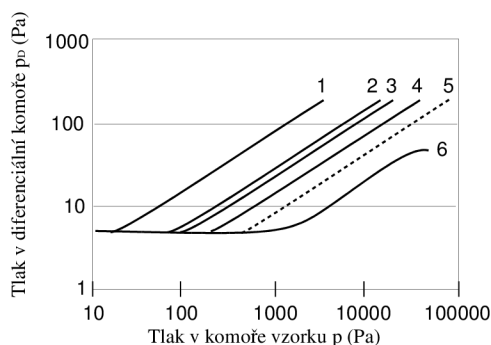
Vakuová clona C2 plní současně funkci aperturní clony objektivu mikroskopu, prostor mezi ní a clonou C1 bývá nazýván komorou diferenciálního čerpání.

Připouštění požadovaných plynů do komory vzorku zajišťuje jehlový ventil. Pracovní tlaku plynu v tomto prostoru se dosáhne ustavením rovnováhy mezi připouštěním

plynu a čerpáním komory rotační vývěvou RV3. V mnoha případech stačí čerpat komoru vzorku přes tlak omezující clonu z prostoru komory diferenciálního čerpání.

Prostor mezi oběma tlak omezujícími clonami je obvykle čerpán rotační vývěvou, je však možnost využít soustavy rotační a turbomolekulární vývěvy. Tento prostor je obvykle integrován do objektivu mikroskopu. Vzhledem k omezeným rozměrům prostoru mezi clonami C1 a C2 je požadavek na účinné čerpání spojen nejen s užitím vývěv s dostatečnou čerpací rychlostí, ale zejména s konstrukčním řešením, které zajišťuje dosažení potřebné vodivosti vakuového rozvodu v této oblasti. Prostor tubusu nad clonou C2 je čerpán obvyklými vakuovými systémy.

Experimentálně, popř. výpočtem, stanovené závislosti velikosti tlaku v prostoru komory diferenciálního čerpání na tlaku v komoře vzorku, pro průměry vakuových clon C1 v rozmezí 0,08 až 1,12 mm a C2 0,14 mm, jsou uvedeny na Obr. 4.2. Při experimentu byl tubus mikroskopu čerpán soustavou rotační a difuzní vývěvy, prostor mezi clonami C1 a C2 rotační vývěvou s čerpací rychlostí  $16 \text{ l}\cdot\text{s}^{-1}$ .



Obr. 4.2 Experimentálně, popř. výpočtem, stanovené závislosti tlaku v prostoru komory diferenciálního čerpání na tlaku vzduchu pro průměry clon C1: 1 – 1,12 mm; 2 – 0,52 mm; 3 a 5 – 0,425 mm; 4 – 0,28 mm; 6 – 0,08 mm a clonu C2 0,14. Převzato z [1].

Environmentální mikroskopy, u kterých je zdrojem elektronů katoda  $\text{LaB}_6$  nebo katoda autoemisní, vyžadují vícestupňovou redukci tlaků zavedením dalších tlak omezujících clon a odděleného čerpání prostorů mezi nimi. Naopak mikroskopy pracující s tlaky v komoře vzorku přibližně 400 Pa vystačí s jednou tlak omezující clonou, která současně vykonává funkci aperturní clony objektivu.

## 5 Detekce signálů v environmentálním mikroskopu

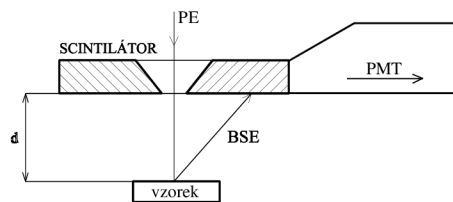
V environmentálním mikroskopu lze detekovat stejné signály jako v klasickém rastrovacím elektronovém mikroskopu. Vzhledem k používaným tlakům v komoře vzorku nemá smysl uvažovat o detekci Augerových elektronů.

### 5.1 Detekce zpětně odražených elektronů

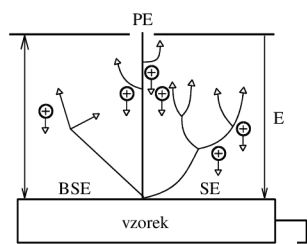
Zpětně odražené elektrony se vzhledem ke své energii pohybují plynným prostředím komory vzorku na kratší vzdálenosti bez velké ztráty energie. Pokud není vzdálenost mezi vzorkem a detektorem příliš velká, je část elektronů vychýlená do větší vzdálenosti od původního směru emise rovněž zanedbatelná. Detektory zpětně odražených elektronů proto musí být konstrukčně navrženy tak, aby jejich geometrické uspořádání vyhovovalo požadavku na omezení délky dráhy elektronů v plynném prostředí. Pro detekci se používají scintilační nebo polovodičové detektory. Plyn v komoře vzorku zajišťuje omezení nabíjecích jevů, proto scintilátor detektoru nemusí být pokoven, pokud kovová vrstva slouží pouze k odvedení elektrického náboje z jeho povrchu.

Konstrukční uspořádání scintilačního detektoru s velkým sběrovým úhlem, zajišťující účinnou detekci i při vyšších tlacích, je patrné z Obr. 5.1. Současně je použit i ve funkci tlak omezující clony C1 vakuového systému environmentálního mikroskopu. Scintilační monokrystal s kruhovým otvorem o průměru stovek mikrometrů ve svém středu umožňuje průchod primárního svazku elektronů do komory vzorku a současně omezuje proudění plynů mezi prostory s různými tlaky.

Pro zajištění co nejmenších ztrát elektronů primárního svazku jejich srážkami s plyny, a to zejména při použití vysokých hodnot tlaků v komoře vzorku, je nutné použít co nejmenší pracovní vzdálenost vzorku od clony C1. Pokud se tato vzdálenost zmenšuje a stává srovnatelnou s průměrem otvoru v scintilačním krystalu, potom při použití detektoru v uspořádání znázorněném na Obr. 5.1. Značná část zpětně odražených elektronů uniká otvorem ve scintilátoru do prostoru komory diferenciálního čerpání. V takovém případě je možná realizace a využití dalšího detekčního patra, umístěného v prostoru diferenciálního čerpání, které zajistí detekci i těchto zpětně odražených elektronů.



Obr. 5.1 Detektor zpětně odražených elektronů se scintilačním monokrystalem yttrito-hlinitého granátu aktivovaného cerem (YAG:CE). Převzato z [1].



Obr. 5.2 Principiální schéma ionizačního detektoru. Převzato z [1].

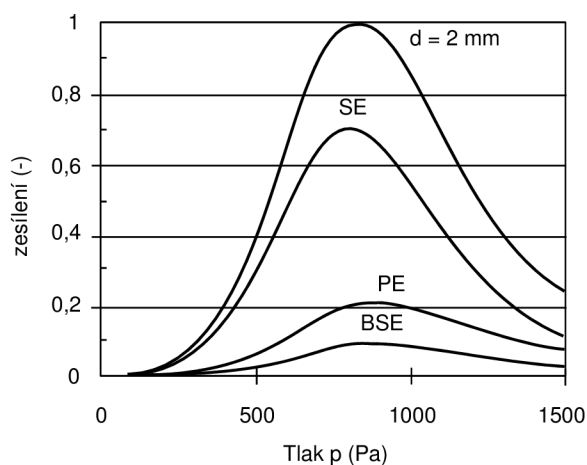
## 5.2 Detekce sekundárních elektronů

Detektor sekundárních elektronů poskytuje informaci topografii vzorku. Scintilační detektory, používané pro detekci sekundárních elektronů, vyžadují užití urychlovacího pole s potenciálem několika kilovoltů. Elektrické pole o požadované intenzitě, které dodává sekundárním elektronům potřebnou energii pro vybuzení scintilací, popř. pro generaci dostatečného počtu párů elektron – díra, však není možné realizovat v případě, kdy se pracuje s tlaky v komoře vzorku řádově stovek až tisíců Pa. V tomto případě se pro detekci sekundárních elektronů nabízí použít ionizační detektor, který k zesílení signálu využívá nárazovou ionizaci v plynech. Použití scintilačního detektoru je spojeno s nutností umístit scintilátor do prostoru s tlakem do jednotek Pa, při kterém je možné přiložit ke scintilátoru potenciál pro detekci sekundárních elektronů.

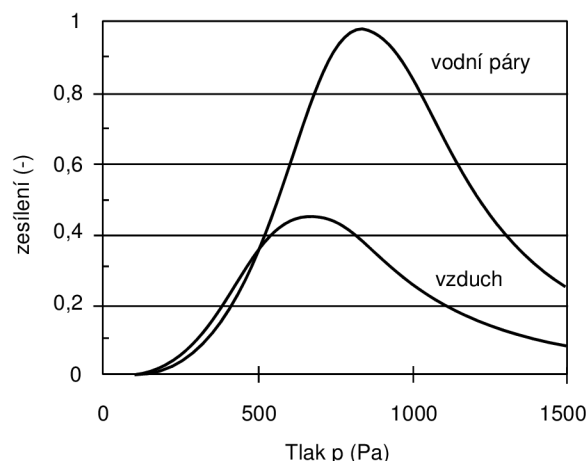
Při popisu činnosti ionizačního detektoru lze vyjít z funkce deskového kondenzátoru s plynným dielektrikem, jehož uspořádání jako ionizačního detektoru vidíme na Obr. 5.2. Vzorek je uzemněn a působí jako spodní elektroda deskového kondenzátoru. Primární svazek elektronů vstupuje otvorem v horní elektrodě kondenzátoru, která je oproti vzorku na kladném

potenciálu řádově stovek voltů. Intenzita elektrického pole mezi deskami kondenzátoru je dostatečná k vyvolání podmínek nárazové ionizace v plynném prostředí komory vzorku. Při dopadu primárních elektronů na vzorek dochází k emisi sekundárních a zpětně odražených elektronů. Jako původní generační zdroje pro nárazovou ionizaci působí elektrony primárního svazku, sekundární elektrony a zpětně odražené elektrony.

Vznikající kladné ionty se pohybují směrem ke vzorku. Z jeho povrchu uvolňují nové elektrony. Tyto nové elektrony se opět účastní procesu nárazové ionizace a přispívají k celkovému proudu elektronů a iontů. Kladné ionty na povrchu elektricky nevodivých vzorků kompenzují záporný elektrický náboj, vznikající dopadem primárního svazku elektronů. Elektrony generované v plynném prostředí nárazovou ionizací jsou zachyceny horní elektrodou. Signál je dále elektronicky zesílen a přináší informaci o vzorku.



Obr. 5.3 Příspěvky SE, BSE a PE k celkovému zesílení v závislosti na tlaku. Vzorek zlato, plynné prostředí vodní páry, pracovní vzdálenost vzorku 2 mm. Převzato z [1].

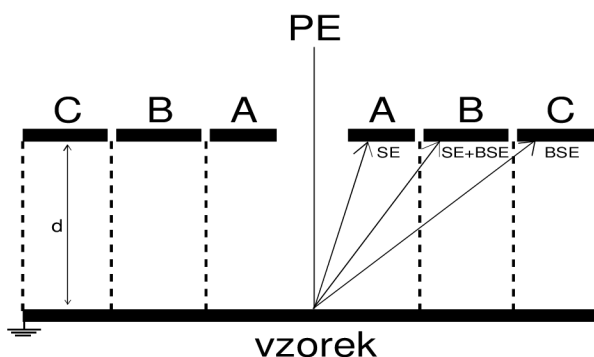


Obr. 5.4 Vypočtené závislosti zesílení na tlaku pro plynné prostředí vzduchu a vodních par. Závislosti stanoveny pro vzorek zlata a pracovní vzdálenost 2 mm. Převzato z [1].

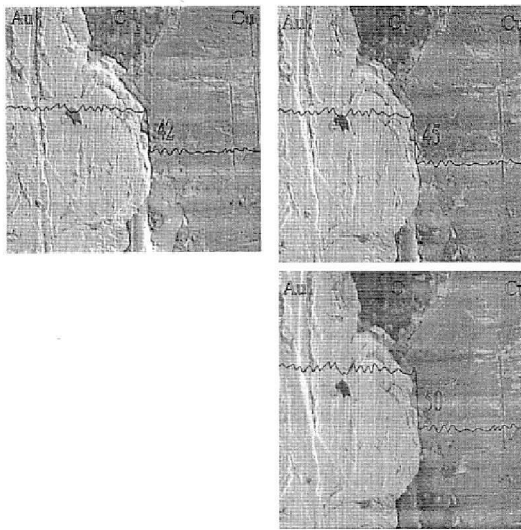
Na Obr. 5.3 jsou znázorněny vypočtené příspěvky jednotlivých složek detekovaného signálu k celkovému zesílení, opět pro plynné prostředí vodních par. Na Obr. 5.4 jsou pak vyneseny závislosti zesílení na tlaku pro vzduch a vodní páry při pracovní vzdálenosti 2 mm.

Z Obr. 5.3 je patrné, že k zesílenému signálu detekovanému ionizačním detektorem přispívají jak sekundární elektrony, tak zpětně odražené elektrony a elektrony primárního svazku. Konstrukčním uspořádáním elektrod ionizačního detektoru lze potlačit podíl zpětně odražených elektronů na celkovém detekovaném signálu.

Na Obr. 5.5 vidíme schematické uspořádání děleného elektrodového systému ionizačního detektoru. Horní elektroda deskového kondenzátoru je v tomto případě rozdělena do tří částí ve tvaru mezikruží, označených A, B, C. Všechny tři elektrody je možné připojit na stejný potenciál. Signál je však detekován nezávisle jednotlivými elektrodami. Prostor nad vzorkem, v němž každá elektroda definuje jiný detekční objem, je tak rozdělen na tři části.



Obr. 5.5 Schematické uspořádání děleného elektrodového systému ionizačního detektoru. Převzato z [1].



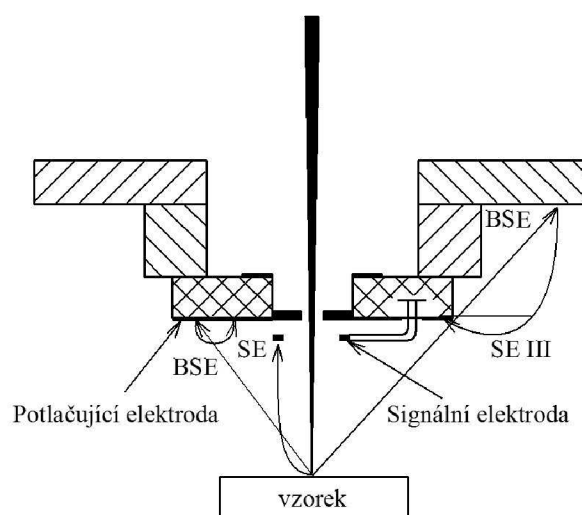
*Obr. 5.6 Obraz vzorku získaný pomocí elektrody a) A, b) B, c) C, při urychlovacím napětí elektronového svazku 20 kV, tlaku v komoře vzorku 500 Pa, pracovní vzdálenosti 1 mm, zvětšení 650x. Převzato z [1].*

Obr. 5.6 představuje snímek vzorku pořízený pomocí elektrody označené A. Převažuje zde topografický kontrast, k tvorbě obrazu na této elektrodě přispívají především sekundární elektrony. Materiálový kontrast tvořený zpětně odraženými elektrony je potlačen. Se zvětšováním vzdálenosti elektrod od místa generace signálu se na ionizaci plynu podílí stále větší podíl zpětně odražených elektronů. To je patrné z obrázků 14b a 14c. Detekcí signálu z jednotlivých elektrod lze měnit charakter obrazu.

V některých případech může být obraz tvořený s příspěvkem zpětně odražených elektronů v obraze sekundárních elektronů výhodou, v jiných nikoli. Zejména, je-li cílem zobrazení dosažení čistého topografického kontrastu povrchu s vysokým rozlišením, je příspěvek zpětně odražených elektronů nežádoucí. Vzhledem k tomu, že elektrodový systém ionizačního detektoru je umístěn kolem osy elektronového svazku, tedy v místě, kde se pohybuje a dopadá největší počet zpětně odražených elektronů, se nelze běžným způsobem jejich podílu v obraze vyhnout.

Účinný způsob pro potlačení příspěvku zpětně odražených elektronů v signálu sekundárních elektronů navrhl Knowless [3]. Pod pólový nástavec objektivové čočky je umístěna tzv. potlačující elektroda a pod touto elektrodou je elektroda detekující signál, tzv. signální elektroda. Obě elektrody jsou napájeny tak aby vytvořily vhodné detekční elektrické pole. Nízkoenergiové sekundární elektrony sledují dráhy ovlivněné tvarem tohoto pole.

Signální elektroda, která je umístěna blíže ke vzorku než potlačující elektroda, vytváří silnější pole a sbírá větší podíl sekundárních elektronů. Zpětně odražené elektrony jsou převážně sbírány potlačující elektrodou. Princip elektrodového systému takového ionizačního detektoru je znázorněn na Obr. 5.7.



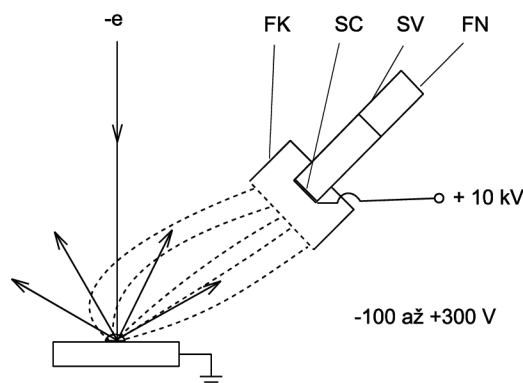
Obr. 5.7 Elektrodový systém ionizačního detektoru se sníženým příspěvkem detekce zpětně odražených elektronů.  
Převzato z [1].

### 5.3 Scintilační detektor s fotonásobičem

Tento detektor vyvinuli Zworykin, Hillier a Snyder. Na jeho zdokonalení do nynější podoby mají zásluhu Everhart a Thornley [7]. Proto se mu též říká detektor ET a je určen pro detekci SE v klasickém rastrovacím elektronovém mikroskopu.

Fluorescenční účinnost scintilační látky je rozhodující pro citlivost detektoru a doba vyhasínání luminiscence omezuje rychlost (frekvenci) snímání signálů.





Obr. 5.8 Detekce zpětně odražených a sekundárních elektronů detektorem na bázi scintilátor fotonásobič (Everhartův-Thornleyův detektor). Převzato z [2].

kde  $e$  – primární elektron, FK – kolektor, SC – scintilátor, SV – světlovod, FN - fotonásobič

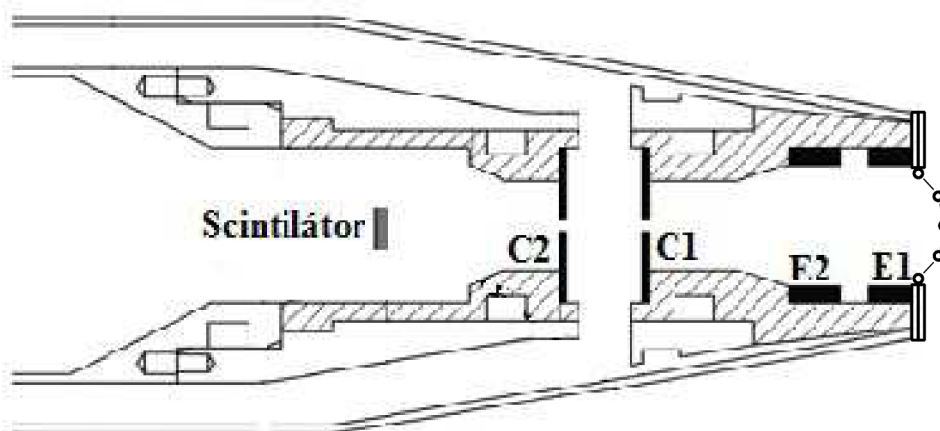
Tvar světlovodu může být zakřivený, což umožňuje optimalizaci geometrie vzorek – detektor. Velmi důležitý je dobrý optický kontakt jednotlivých částí, který zabraňuje ztrátám světla odrazem na rozhraní. Vrstva Al na povrchu scintilátoru působí jako zpětné zrcadlo, odrážející světlo do světlovodu. Aby ve scintilátoru vznikl dostatečný počet záblesků, musí mít elektrony, které mají vyvolat záblesky, energii asi 10 keV (též kvůli absorpci v hliníkové vrstvě). Pokud tuto energii nemají (např. sekundární elektrony), lze je urychlit pomocným kladným napětím 10 kV, které se přiloží na vrstvu Al na scintilátoru SC. Uvedená tenká vrstva Al současně slouží k odvádění elektrického náboje. Elektrické pole, které se vytvoří mezi povrchem vzorku a kolektorem FK, slouží k odsávání sekundárních elektronů z povrchu vzorku. Elektrickým potenciálem a tvarem kolektoru je možno odstínit elektricky nabitý povrch scintilátoru SC tak, že siločáry elektrického pole neprobíhají prostorem komory vzorku v nežádoucích směrech. Na kolektor lze vkládat napětí -100 V až +400 V vůči vzorku; tak přebírá kolektor funkci řídicí mřížky, která při napětí - 100 V zcela zamezí přístup pomalých sekundárních elektronů, jež se na anodu – scintilátor nedostanou. Zpětně odražené elektrony s vysokými energiemi však tímto polem ovlivněny nejsou, a pokud detektor „vidí“ přímo na povrch vzorku, dopadnou na scintilátor SC vždy a jsou registrovány; detektor vytváří obraz odraženými elektrony. Při kladném napětí kolektoru FK se registrují sekundární i část zpětně odražených elektronů. Sekundární elektrony mohou být zachyceny detektorem ve velkém prostorovém úhlu zásluhou kladného napětí kolektoru a jeho tvaru a odsáty i z dutin vzorku. Uvedeným systémem jsou registrovány i sekundární elektrony, které vznikají v místech, kam detektor přímo „nevidí“. Tohoto faktu lze využít k téměř úplnému zamezení detekce energetických zpětně odražených elektronů, které se pohybují pouze přímočaře.

Detektor sekundárních elektronů se často umísťuje pod rovinu povrchu preparátu do boční stěny komory vzorku. Může se umísťit i pod tenký preparát, kdy potom slouží jako detektor elektronů, které prošly vzorkem. Pro svou citlivost je tento systém nejvhodnější k detekci sekundárních elektronů, kde se pracuje obvykle s velmi malými proudy primárního svazku. Díky světlovodu lze detektor umísťovat do různých míst komory vzorku. Jeho citlivost je ovlivněna velikostí plochy scintilátoru a velikostí fotokatody fotonásobiče. Pro činnost při vyšším tlaku v komoře vzorku je potřebné tento detektor upravit způsobem jaký je uveden v kap. 5.4.

#### 5.4 Scintilační detektor s fotonásobičem pro vyšší tlaky

Scintilační detektor pro EREM je rozdělen na tři části. První část ústící do mikroskopu má stejný tlak jako je v komoře se vzorkem. Tato část je oddělena clonou  $C_1$  od druhé části, kterou je komora diferenciálního čerpání. Ta slouží k postupnému snížení tlaku oproti tlaku v komoře vzorku. Následuje třetí část, oddělená clonou  $C_2$ . Tou je komora se scintilátorem, ve kterém je požadován tlak do několika Pa. Takto nízký tlak pak umožňuje přiložení napětí až 10 kV na scintilátor. Právě nízký tlak v komoře scintilátoru zajistí, že nedochází k výbojům v plynu při napětí do 10 kV.

Na elektrody  $E_1$ ,  $E_2$  a clony  $C_1$  a  $C_2$  je přivedeno napětí řádově desítek a stovek voltů. Vytvořené elektrostatické pole pak umožňuje části sekundárních elektronů projít z komory vzorku ke scintilátoru. Schématické zobrazení detektoru je na Obr. 5.9.



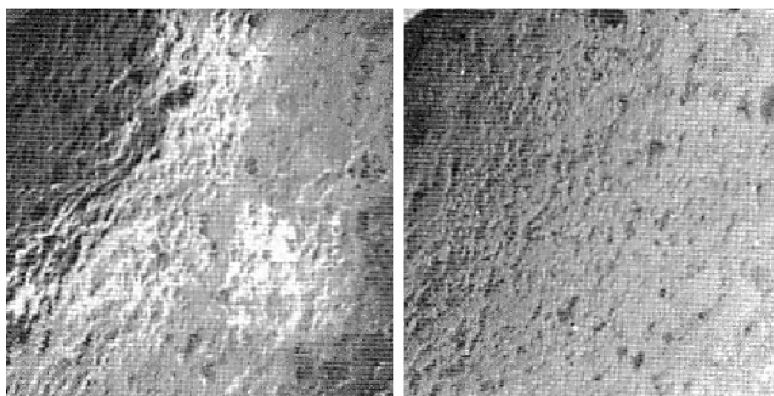
Obr. 5.9 Přední část scintilačního detektoru pro vyšší tlaky. Převzato z [8].

## 6 Vzorek v environmentálním mikroskopu

### 6.1 Nabíjení vzorku

Jednou z předností environmentální rastrovací mikroskopie je, že při pozorování elektricky nevodivých vzorků při zvýšeném tlaku v komoře preparátu nedochází k jevům spojeným s jejich nabíjením. Kladné ionty, vznikající v plynném prostředí nárazovou ionizací vyvolanou různými zdroji, neutralizují záporný náboj, který se vytváří na povrchu nevodivých vzorků při dopadu primárního svazku elektronů.

Tlaky, při kterých dochází ke kompenzaci náboje, závisí na podmínkách pozorování konkrétního vzorku. Hodnoty tlaků uváděné v literatuře, stanovené obvykle pro práce s ionizačním detektorem, se mohou lišit od experimentálně stanovených, zejména v případě pozorování vzorků detektory, které nevyužívají nárazovou ionizaci v plynném prostředí k zesílení signálu. Příklad zobrazení izolačního vzorku v podmínkách konvenčního SEM a ESEM je uveden na obrázcích Obr. 6.1 a) a Obr. 6.1 b). Typickým izolačním materiálem, na jehož povrchu dochází k nahromadění silného elektrického náboje v podmínkách vysokého vakua ve vzorkové komoře, je keramika na bázi  $AL_2O_3$  viz. Obr. 6.1. Povrch stejného vzorku pozorovaný při tlaku vzduchu 300 Pa nevykazuje žádné nábojové artefakty, jak je patrné z Obr. 6.1.



Obr. 6.1 Povrch vzorku keramiky  $AL_2O_3$

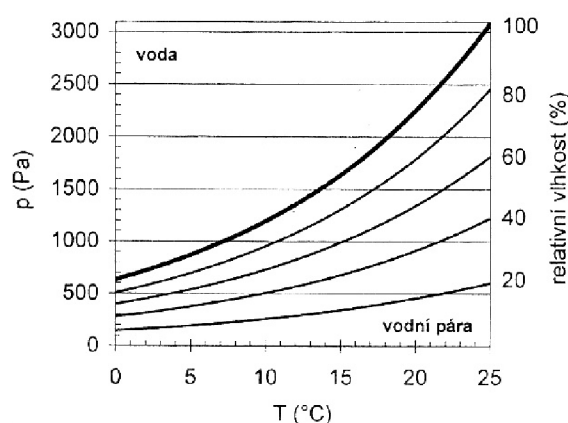
a) Nábojové artefakty při pozorování obrazu SE ve vakuu, urychlovací napětí 20kV

b) Obraz získaný pomocí ionizačního detektoru, tlak v komoře vzorku 300 Pa, urychlovací napětí 20 kV.

Převzato z [1].

## 6.2 Metoda pozorování vlhkých vzorků

Použijeme-li jako plynu v komoře vodní páry, je možné pozorovat vlhké nebo mokré vzorky v jejich přirozeném stavu. Závislost tlaku nasycených vodních par na teplotě je znázorněn na Obr. 6.2.



Obr. 6.2 závislost tlaku nasycených vodních par na teplotě. Převzato z [1].

Tlak nasycených vodních par se pohybuje mezi 600 až 2700 Pa pro teploty v rozmezí 273 až 295 K. Je tedy možné v komoře vzorku environmentálního mikroskopu vytvořit prostředí nasycených vodních par, ve kterém vzorek udržovaný na konstantní teplotě v rozsahu 0 až 10°C, nebude ztrácet vodu odpařováním, ani na něm nebude kondenzovat.

K zajištění konstantní teploty se užívá chlazený držák vzorku, pracující obvykle na principu Peltierova jevu. Zařízení umožňuje dosažení teplot i pod 0 °C, v případě potřeby zajistí ohřev vzorku.

K dosažení rovnovážných podmínek vhodných pro pozorování vlhkých vzorků musí být vzduch v komoře vzorku nahrazen v procesu čerpání vodními parami. K dosažení tohoto stavu je komora vzorku nejprve čerpána na určitou hodnotu tlaku a poté jsou do ní napouštěny vodní páry. Děj se několikrát opakuje, až je v okolí vzorku, který je udržován na konstantní teplotě, vytvořeno prostředí nasycených vodních par. Cílem optimalizace je ukončení čerpacího procesu v rovnovážném stavu, ve kterém se nachází nasycená vodní pára v okolí vzorku, a tento stav je stabilizován. Přitom v průběhu čerpacího procesu je požadováno co nejmenší vypařování vzorku, resp. kondenzace vody na jeho povrchu.

## 7 Scintilační a ionizační detektor

Pro srovnání dvou používaných detektorů sekundárních elektronů v environmentální rastrovací elektronové mikroskopii jsem změřil závislosti velikosti signálu z Pt na tlaku v komoře vzorku pro oba detektory a porovnal možnost pozorování 3nm vrstev uhlíku vytvořených na křemíkovém substrátu těmito detektory.

### **7.1 Měření závislosti signálu na tlaku v komoře vzorku pro ionizační detektor**

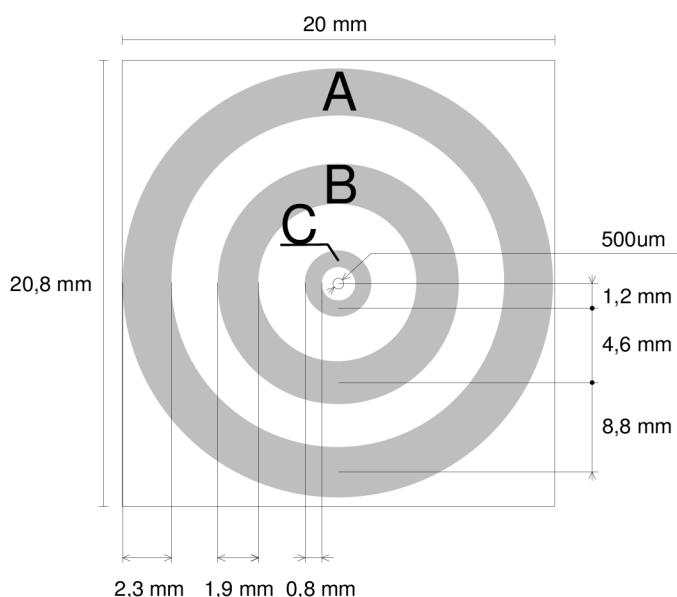
#### **Parametry měření:**

- Tlak vodních par v komoře vzorku: 100 – 1000 Pa
- Vzdálenost vzorku od ionizačního detektoru: 4 mm
- Urychlovací napětí primárních elektronů: 20 kV
- Napětí na ionizačním detektoru: 350 a 400 V
- Proud primárního svazku: 50 pA a 75 pA

Všechny experimenty byly prováděny na vzorku, který byl připraven z uhlíkového válečku o výšce 13 mm a průměru 8 mm. Ve středu tohoto válečku je otvor o průměru 0,5 mm a hloubce 8 mm pro měření proudu primárního svazku. Na válečku je připevněná platinová fólie. Pracovní vzdálenost vzorku od ionizačního detektoru byla 4 mm.

### 7.1.1 Použitý ionizační detektor

Pro měření byl použit ionizační detektor, jehož elektrodový systém je schematicky zobrazen na Obr. 7.1. Vnitřní a vnější elektroda jsou uzemněny a signál je odebrán pouze z prostřední elektrody.



Obr. 7.1 Schématické znázornění rozložení elektrod ionizačního detektoru. A – vnější elektroda, B – detekční elektroda, C - vnitřní elektroda.

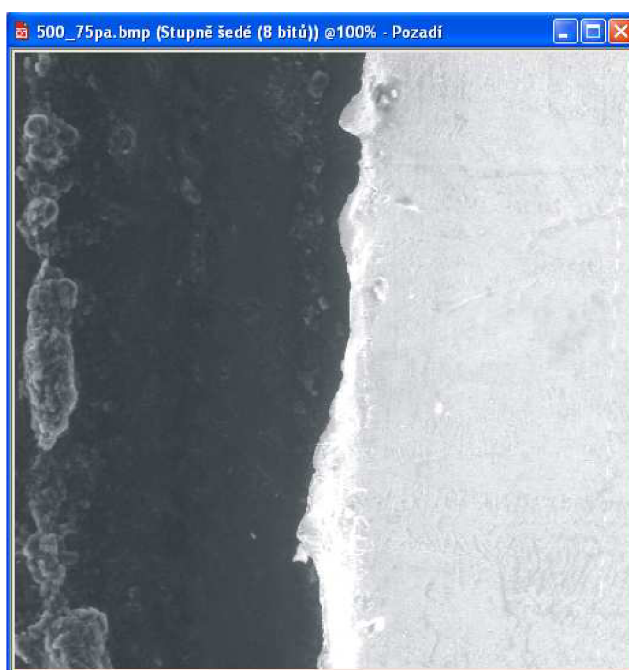
### 7.1.2 Postup měření

Nejdříve se vyčerpala komora vzorku mikroskopu na tlak 40 Pa a začaly se připouštět vodní páry. Po dosažení tlaku asi 1000 Pa se přívod vodních par uzavřel a opět se čerpala komora vzorku na tlak 40 Pa. Postup se opakoval 5x – 6x čímž jsme postupně dosáhli nasyceného prostředí vodních par v komoře vzorku. Měření se provádělo pro dvě napětí na elektrodě ionizačního detektoru a to pro 350 V a 400 V a pro dva proudy primárního svazku. Veškerá měření byla prováděna na ÚPT Akademie věd ČR.

### 7.1.3 Způsob vyhodnocení úrovně signálu

Pro zjištění úrovně signálu byla zaznamenána série snímků vzorku vždy pro konkrétní tlak a proud primárních elektronů a z těchto snímků byla následně vyhodnocena úroveň signálu. Zvětšení obrazu při snímání bylo konstantní – 500x. Pro vyhodnocování úrovní signálu jsem použil grafický program CorelDraw Graphics Suite X4. Pro příklad uvádím sérii obrázků měřených pro proud primárních svazků 75 pA a  $U_{ID}=350$  V.

V grafickém editoru CorelDraw jsem načtl příslušný obrázek a to takový, aby v něm bylo zřetelné kde je vzorek platiny čistý, kde znečištění a kde se uplatňují hrany. Z předchozích snímků se nabízí použít snímek pořízený při tlaku 500 Pa. Načtený snímek ilustruje Obr. 7.2.



Obr. 7.2 Snímek vzorku při tlaku 500 Pa.

Na tomto snímku je zřetelné, kde se jedná o nečistoty a kde se např. projevuje hranový efekt. Nyní se vybere oblast, kterou chceme vyhodnocovat tj. oblast ve které signál z Pt není ovlivňován artefakty, jako jsou hrany, nečistoty atp. Slouží k tomu nástroj maska. Masku po vytvoření uložíme, abychom ji následně opakovaně použili. Načteme snímek pro nejnižší tlak a zobrazíme masku. Na Obr. 7.3 je patrné, proč je nutné masku vytvořit na snímku s vyšší úrovní signálu. Pokud bychom masku vytvářeli na tmavém snímku, těžko bychom rozeznávali případné nečistoty na vzorku.



Obr. 7.3 Snímek vzorku při tlaku 200 Pa se zobrazenou maskou.

Následuje zobrazení histogramu úrovně šedi (viz. Obr. 7.4). Jako velikost signálu z platiny se bere střední hodnota stupně šedi uvedená v histogramu. Uvedený postup je standardní a používá se pro stanovení velikosti signálu z daného vzorku.



Obr. 7.4 Histogram snímku.

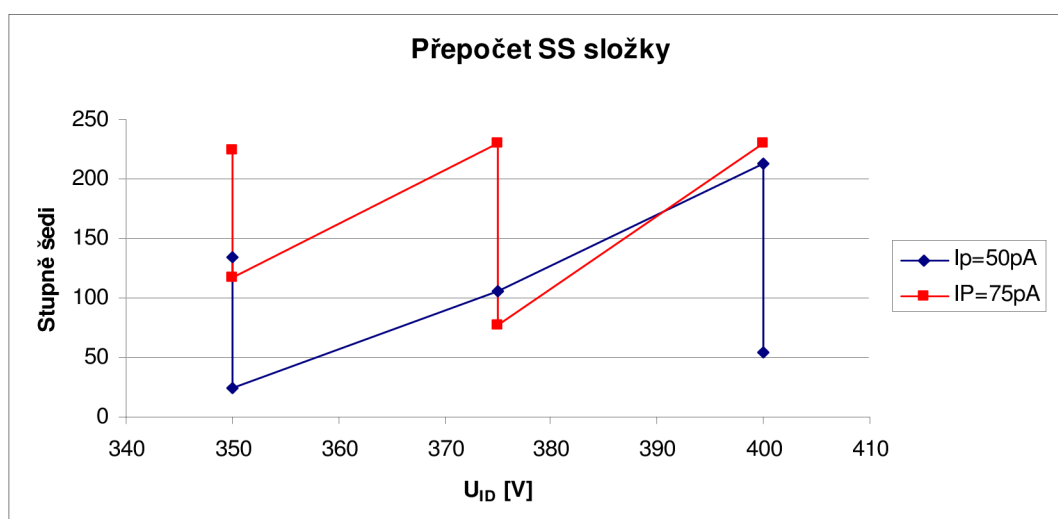
Všechny naměřené snímky jsou uvedeny v příloze č. 2.



### 7.1.4 Přepočítání stejnosměrné složky

Aby bylo možné snímky pro různé pracovní podmínky mezi sebou porovnávat, musí být při jejich ukládání měněna velikost stejnosměrné složky. Např. snímek pořízený při stejném tlaku pro nižší napětí na detekční elektrodě by již byl tmavý a nemusel být čitelný. Proto je při jeho snímání zvýšena stejnosměrná složka signálu. Aby byly stupně šedi porovnatelné a nezkrácené změnou stejnosměrnou složkou, je nutné stejnosměrnou složku přepočítat. Posun stejnosměrné složky ilustruje Obr. 7.5.

Aby i v tomto případě byly úrovně signálu stanovené ze střední hodnoty stupně šedi porovnatelné a nezkrácené změnou stejnosměrné složky (jasu obrazu), je nutné úroveň signálu přepočítat.



Obr. 7.5 Přepočítání stejnosměrné složky.

Algoritmus přepočtu je následovný a je ilustrován na Obr. 7.5. Přepočítání se provádí pro oba měřené proudy. Je nutné sejmout sérii snímků a postupně dosáhnout změny např. z napětí 400 V na 350 V v několika krocích a to tak, aby stále bylo možné odečítat stupně šedi (obrázky nesmí být černé nebo bílé). Tento postupný přechod mezi měřeními pro proud 75 pA je zobrazen na následujících obrázcích Obr. 7.6 - Obr. 7.10.

1.  $U_{ID} = 400$  V, SS=15 %,  $p=500$  Pa,  $I_p=75$  pA, úroveň signálu = 229,37
2.  $U_{ID} = 375$  V, SS=15 %,  $p=500$  Pa,  $I_p=75$  pA, úroveň signálu = 77,26
3.  $U_{ID} = 375$  V, SS=28 %,  $p=500$  Pa,  $I_p=75$  pA, úroveň signálu = 229,8
4.  $U_{ID} = 350$  V, SS=28 %,  $p=500$  Pa,  $I_p=75$  pA, úroveň signálu = 116,67
5.  $U_{ID} = 350$  V, SS=37 %,  $p=500$  Pa,  $I_p=75$  pA, úroveň signálu = 223,92

Z hodnot a obrázků je patrné jak se při změně úrovně signálu postupovalo. Každý obrázek představuje jeden bod v grafu, který je na Obr. 7.5. Výsledná změna je součtem svislic v grafu. Tedy součet rozdílů úrovní signálu mezi bodem 3 a 2 a bodem 5 a 4.

$$(229,8 - 77,26) + (223,92 - 116,67) = 259,79$$

Jde o výslednou hodnotu, kterou je nutné připočíst k úrovni signálu pro  $U_{ID} = 400V$ .

Hodnota stejnosměrné složky pro  $U_{ID} = 400V$  je 15 %. Postupnou změnou pracovních podmínek bylo dosaženo stejnosměrné složky 37 % pro  $U_{ID} = 350V$ . Z tabulky vyhodnocující stupně šedi (Tab. 7.1) a z grafu na Obr. 7.5 lze vypočítat hodnotu, o kterou se musela hodnota pro napětí 400 V zvýšit oproti napětí 350 V (viz. výše).

Tab. 7.1 Stupně šedi při změně SS složky,  $I_p = 75 pA$

$I_p = 75 pA$		
U [V]	SS složka [%]	Stupně šedi
400	15	229,37
375	15	77,26
375	28	229,8
350	28	116,67
350	37	223,92

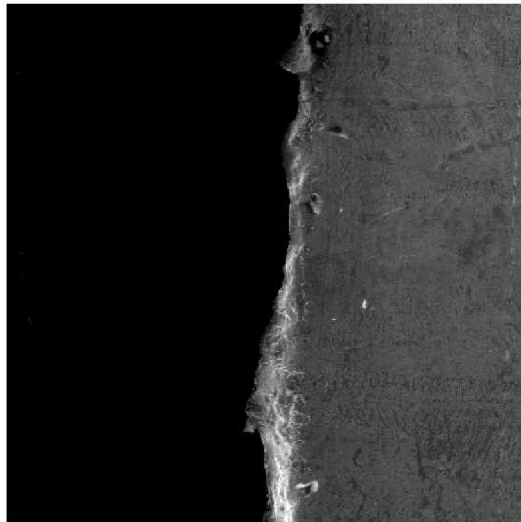
Hodnota o kterou musíme zvýšit měřenou závislost pro  $U_{ID} = 400V$  je 259,79. Pro proud  $I_p = 50 pA$  je tato hodnota 268,44 (Tab. 7.2). Tyto dvě hodnoty by se neměly lišit. Rozdíl je zřejmě způsoben mírným kolísáním tlaku v komoře vzorku, jenž se projeví na velikosti úrovně signálu.

Tab. 7.2 Stupně šedi při změně SS složky,  $I_p = 50 pA$

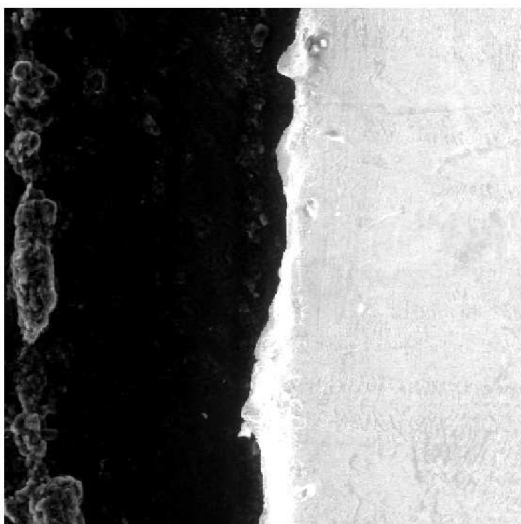
$I_p = 50 pA$		
U [V]	SS složka [%]	Stupně šedi
400	15	53,76
400	28	212,86
375	28	105,85
350	28	24,74
350	37	134,08



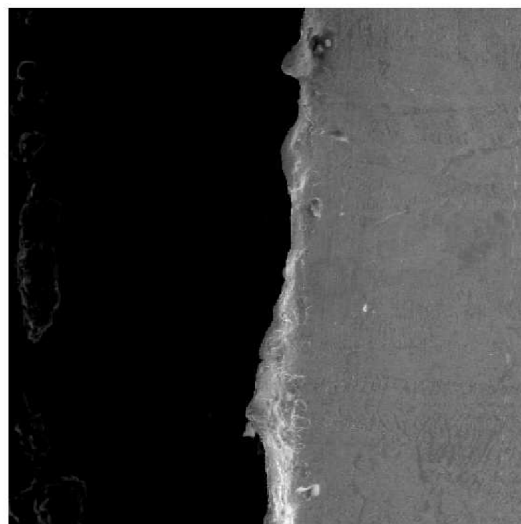
Obr. 7.6 Snímek vzorku. Pt,  $U_{ID} = 400$  V, SS=15 %,  $p = 500$  Pa,  $I_p = 75$  pA.



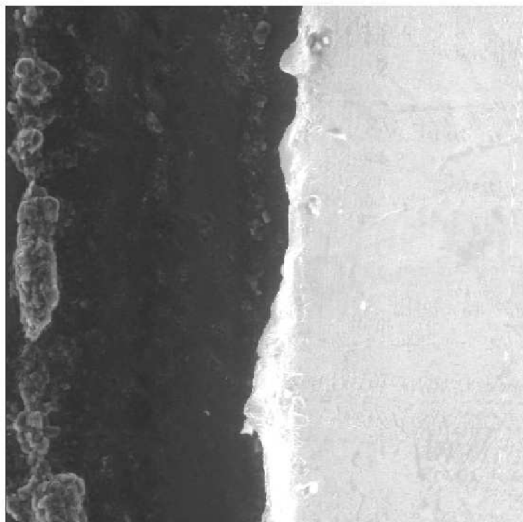
Obr. 7.7 Snímek vzorku. Pt,  $U_{ID} = 375$  V, SS=15 %,  $p = 500$  Pa,  $I_p = 75$  pA.



Obr. 7.8 Snímek vzorku. Pt,  $U_{ID} = 375$  V, SS=28 %,  $p = 500$  Pa,  $I_p = 75$  pA.



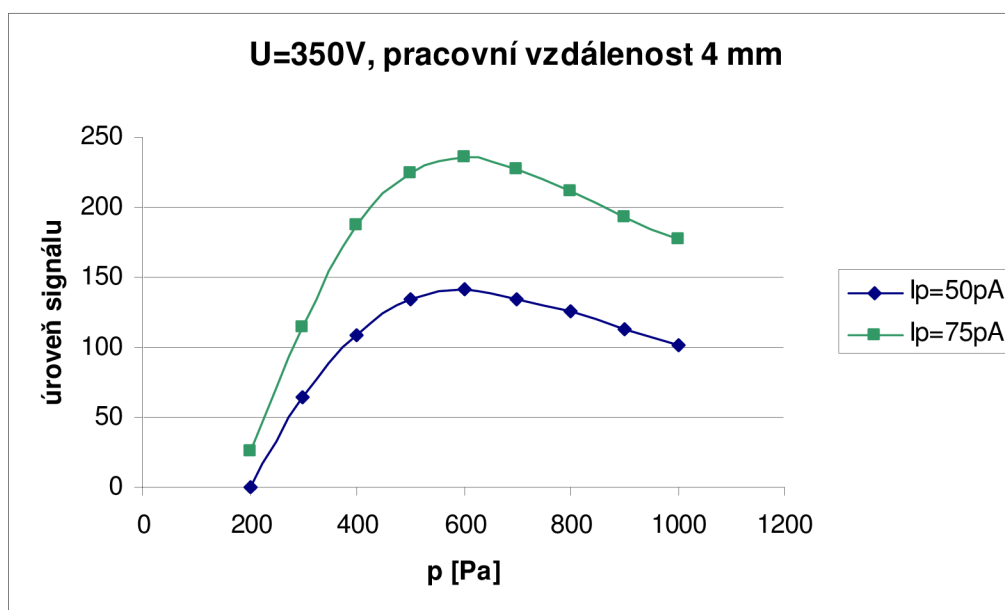
Obr. 7.9 Snímek vzorku. Pt,  $U_{ID} = 350$  V, SS=28 %,  $p = 500$  Pa,  $I_p = 75$  pA.



Obr. 7.10 Snímek vzorku. Pt,  $U_{ID}=350$  V,  $SS=37$  %,  $p=500$  Pa,  $I_p=75$  pA.

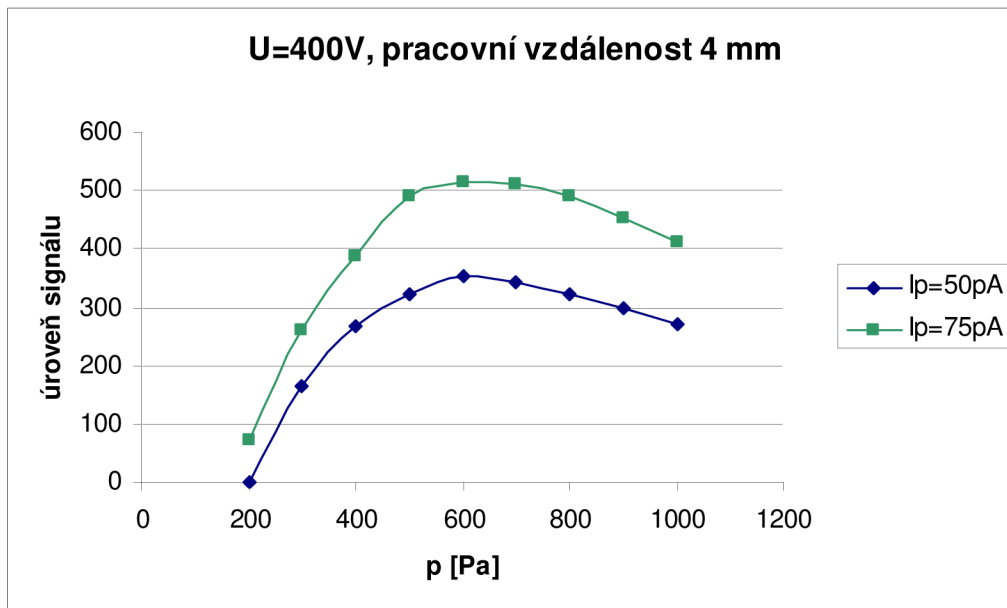
Snímky pro proud  $I_p=50$  pA jsou přiloženy v příloze 3.

## 7.2 Změřené závislosti



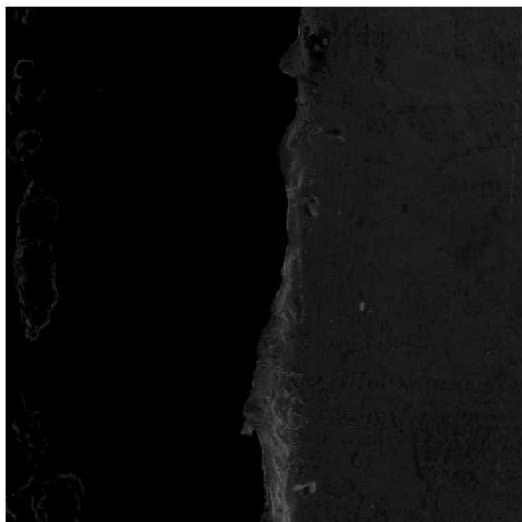
Obr. 7.11 Závislost úrovně signálu na tlaku pro ionizační detektor a  $U_{ID}=350$  V.

Tabulka naměřených hodnot je uvedena v příloze č. 1.

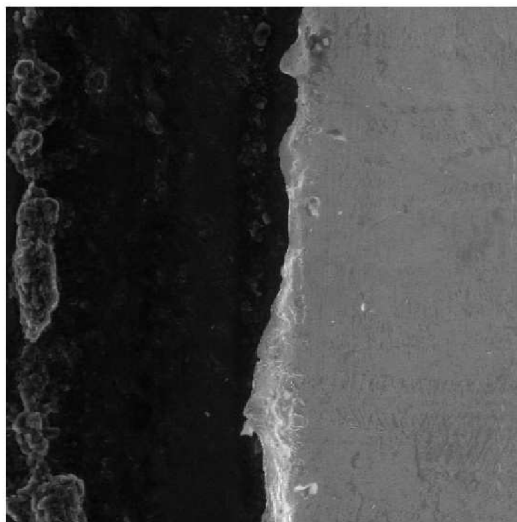


Obr. 7.12 Závislost úrovně signálu na tlaku pro ionizační detektor a  $U_{ID}=400 \text{ V}$ .  
Tabulka naměřených hodnot je uvedena v příloze 1.

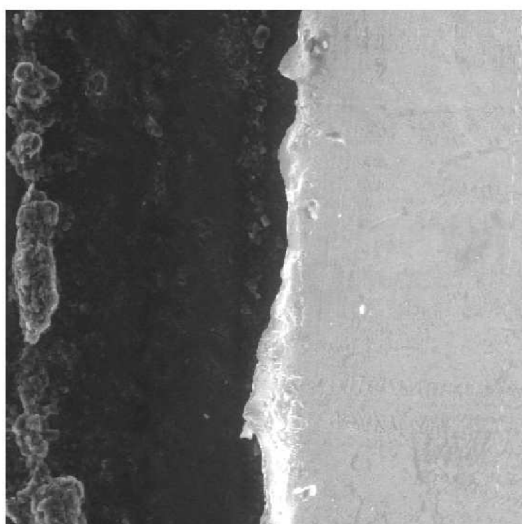
Původním záměrem bylo zjišťovat úroveň signálu i z uhlíku. Ten však vůči platině vykazoval zanedbatelný kontrast. Závislosti na Obr. 7.11 a Obr. 7.12 zobrazují závislost, která odpovídá teoretickým předpokladům. Při nižším tlaku je vlivem nízké koncentrace molekul vodních par nízká pravděpodobnost nárazové ionizace a zesílení signálu je malé. Úroveň signálu je tedy nízká a při tlaku kolem 200 Pa a níže přestává být za daných podmínek stanovitelná. Nejvyšší úroveň signálu je patrná při tlacích kolem 600 Pa. Při tomto tlaku je koncentrace molekul vodních par optimální a zesílení signálu je maximální. Pokud začneme zvyšovat tlak nad 600 Pa, koncentrace molekul vody narůstá, elektrony častými srážkami s molekulami nedosáhnou energie potřebné k nárazové ionizaci a zesílení klesá. Z Obr. 7.13 - Obr. 7.21 je zřejmé jak se mění velikost signálu s rostoucím tlakem vodních par v komoře vzorku.



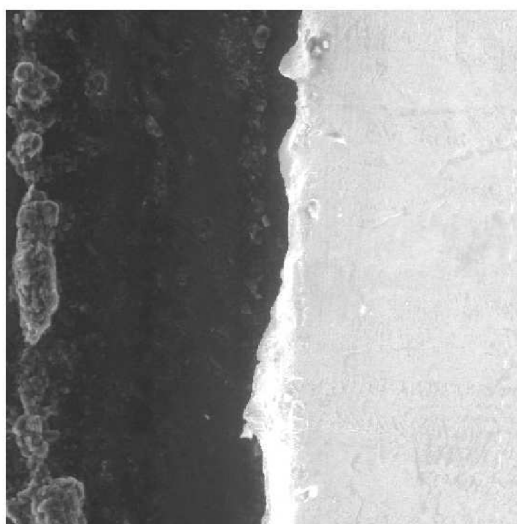
Obr. 7.13 Snímek vzorku. Pt,  $U_{ID}=350$  V,  $I_p=75$  pA,  $p=200$  Pa.



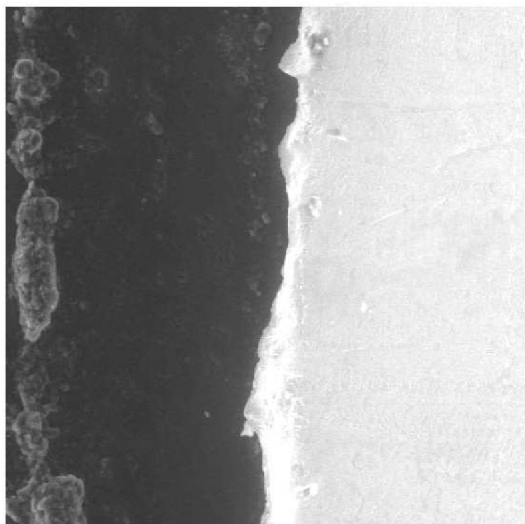
Obr. 7.14 Snímek vzorku. Pt,  $U_{ID}=350$  V,  $I_p=75$  pA,  $p=300$  Pa.



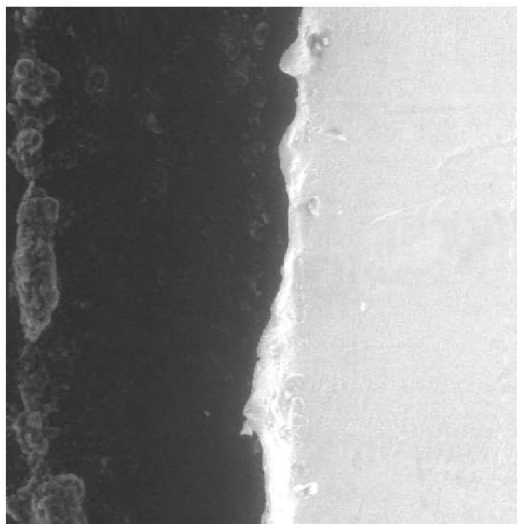
Obr. 7.15 Snímek vzorku. Pt,  $U_{ID}=350$  V,  $I_p=75$  pA,  $p=400$  Pa.



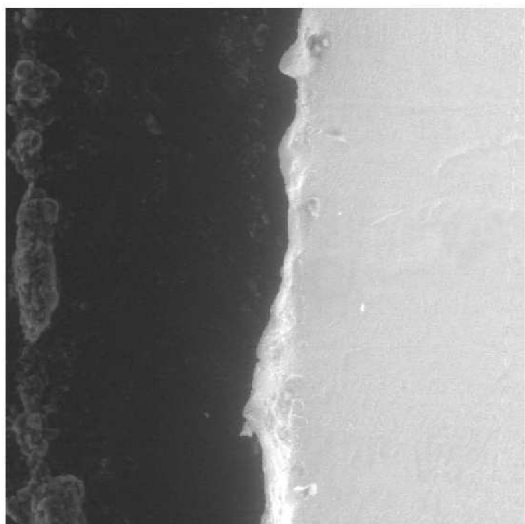
Obr. 7.16 Snímek vzorku. Pt,  $U_{ID}=350$  V,  $I_p=75$  pA,  $p=500$  Pa.



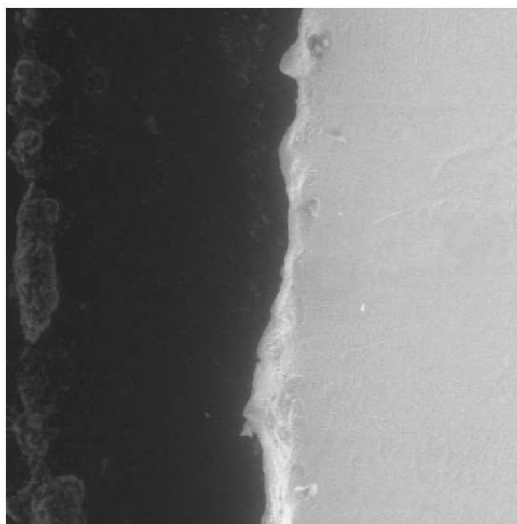
Obr. 7.17 Snímek vzorku. Pt,  $U_{ID}=350$  V,  $I_p=75$  pA,  
 $p=600$  Pa.



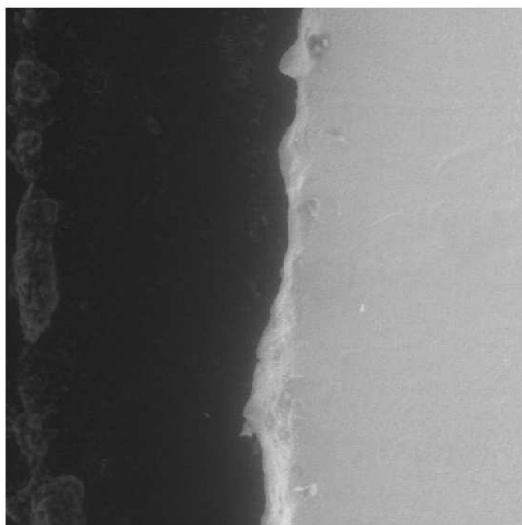
Obr. 7.18 Snímek vzorku. Pt,  $U_{ID}=350$  V,  $I_p=75$  pA,  
 $p=700$  Pa.



Obr. 7.19 Snímek vzorku. Pt,  $U_{ID}=350$  V,  $I_p=75$  pA,  
 $p=800$  Pa.



Obr. 7.20 Snímek vzorku. Pt,  $U_{ID}=350$  V,  $I_p=75$  pA,  
 $p=900$  Pa.



Obr. 7.21 Snímek vzorku. Pt,  $U_{ID}=350$  V,  $I_p=75$  pA,  
 $p=1000$  Pa.

### 7.3 Měření závislosti velikosti signálu na tlaku v komoře vzorku pro scintilační detektor

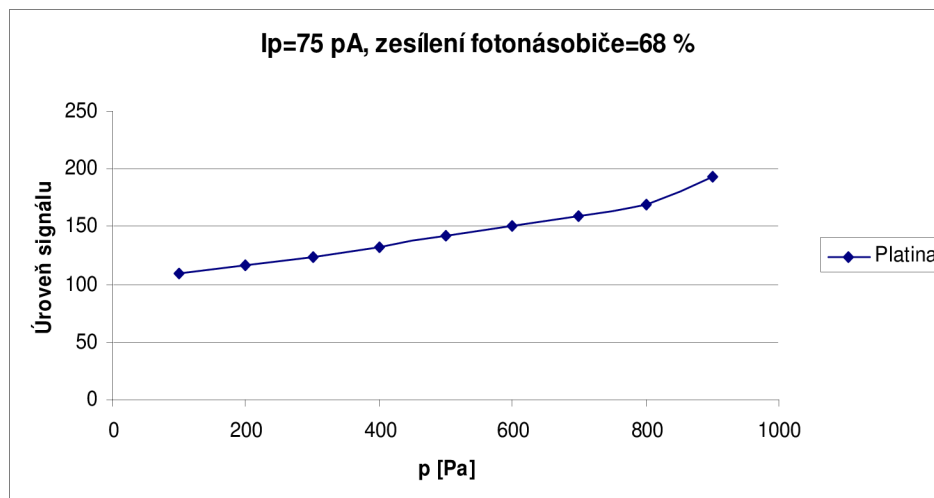
U scintilačního detektoru jehož konstrukční uspořádání je uvedeno na Obr. 5.9 je důležité přesné nastavení napětí na jednotlivých elektrodách. Při nastavení vyššího napětí hrozí nebezpečí vzniku elektrických výbojů. Proto byly změřeny dvě závislosti. První měření bylo provedeno tak, že jsme při vyšším tlaku asi 900 Pa nastavili napětí elektrod tak, aby nedocházelo k výbojům (viz. Tab. 7.3). Tím jsme si zabezpečili možnost měřit jak při nižších tlacích, tak při vyšších. Snímky ke stanovení závislosti velikosti signálu na tlaku vodních par jsou uvedeny v příloze č. 4.

Závislost úrovně signálu na tlaku pro scintilační detektor je vynesena na Obr. 7.22. Způsob vyhodnocení úrovně signálu ze stanovené střední hodnoty stupně šedi byl obdobný jako v případě ionizačního detektoru.

Tab. 7.3 Napětí na elektrodách scintilačního detektoru nastavené při tlaku 900 Pa

SD	zesílení fotonásobiče/SS složka 68/50				$I_p=75$ pA
$U_{mřížka}$ [V]	$E_1$ [V]	$E_2$ [V]	$C_1$ [V]	$C_2$ [V]	$U_s$ [kV]
60	85	90	320	650	9000





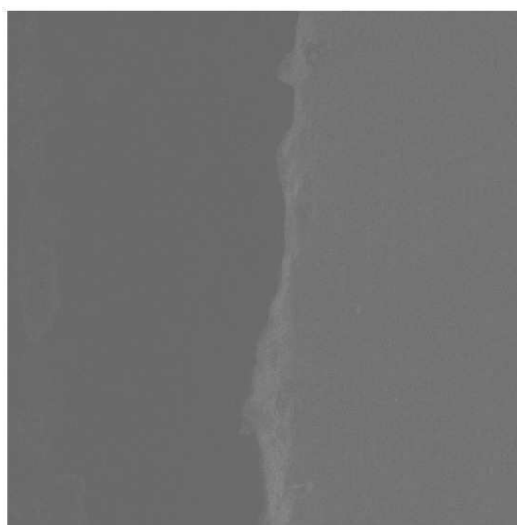
Obr. 7.22 Závislost úrovně signálu na tlaku pro scintilační detektor pro napětí:

$$U_{mřížka}=60V, U_{E1}=85V, U_{E2}=90V, U_{C1}=320, U_{C2}=650, U_{sc}=9kV.$$

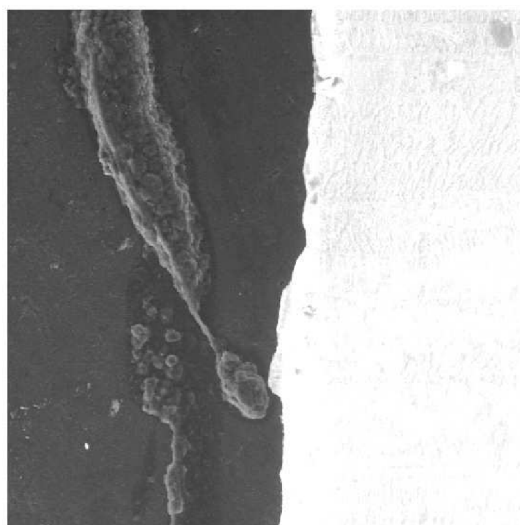
Tabulka naměřených hodnot včetně snímků jsou uvedeny v příloze 4.

Z grafu na Obr. 7.22 je patrné, že úroveň signálu má oproti ionizačnímu detektoru stále rostoucí charakter.

Tento detektor ovšem umožňuje lepší zobrazení i při nižších tlacích než jaké bylo dosaženo při nastavení napětí na elektrodách uvedeném v Tab. 7.3. Pro každý tlak lze zjistit optimální velikosti napětí na jednotlivých elektrodách. Následující obrázky Obr. 7.23 a Obr. 7.24 jsou pořízeny při tlaku 200 Pa. První je pro optimální nastavení elektrod při 900 Pa a druhý je při optimálním nastavení na elektrodách při tlaku 200 Pa.



Obr. 7.23 Snímek vzorku Pt.  $U_{mřížka}=60V, U_{E1}=85V, U_{E2}=90V, U_{C1}=320, U_{C2}=650, U_{sc}=9kV.$



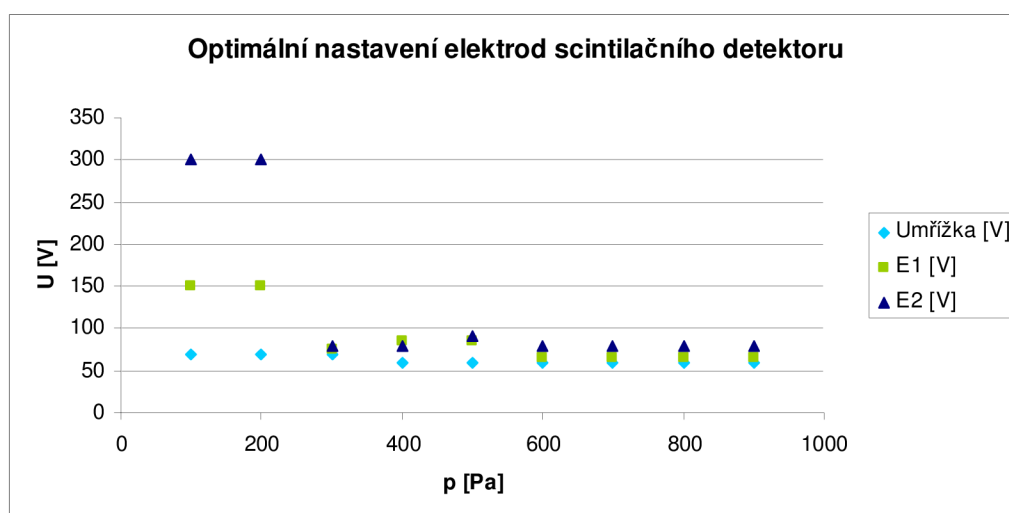
Obr. 7.24 Snímek vzorku Pt.  $U_{mřížka}=70V$ ,  $U_{E1}=150V$ ,  $U_{E2}=300V$ ,  $U_{C1}=500$ ,  $U_{C2}=800$ ,  $U_{sc}=9kV$ .

Je zřejmé, že při optimálním nastavení je úroveň detekovaného signálu mnohem vyšší. Je detailně vidět topografický kontrast. Lze pozorovat i detaily, které nejsou při nastavení vhodném pro vyšší tlak viditelné. Je toho dosaženo zvýšením napětí na elektrodách detektoru, což je možné při nižším tlaku v komoře vzorku realizovat bez nebezpečí vzniku elektrického výboje v plynu. Jednotlivá napětí jsou uvedena u snímků v jejich popise.

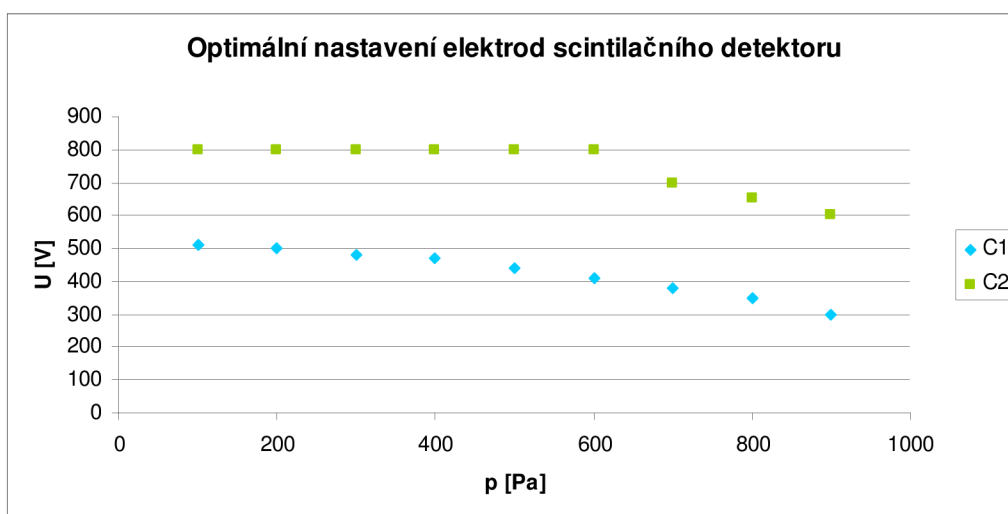
Kombinace napětí  $U_{E1}$ ,  $U_{E2}$  a  $U_{mřížka}$  na sobě závisí a je možné najít takovou kombinaci, která přináší největší zesílení signálu. Napětí  $U_{C1}$  působí nejvíce na zesílení signálu. Čím je napětí na  $U_{C1}$  větší, tím je větší zesílení. Nastavené napětí se nedoporučuje překračovat nad jistou mez, protože by mohlo docházet k výbojům. Tato mez vždy závisí na konkrétním tlaku v komoře vzorku. Napětí na  $U_{C2}$  až do tlaku 600 Pa působí jako stabilizační prvek, kdy rozdíl mezi  $U_{C1}$  a  $U_{C2}$  působí na stabilitu detekce. I toto napětí se ovšem musí při překročení tlaku 600 Pa snižovat. Při tlaku 800 Pa dochází ke snížení velikosti signálu. Nejlepší signál lze získat kolem tlaku 400 Pa. Ideální hodnoty pro jednotlivé tlaky v komoře vzorku ukazuje Tab. 7.4.

Tab. 7.4 Optimální napětí na jednotlivých elektrodách scintilačního detektoru pro tlaky vodních par v komoře vzorku 100 až 900 Pa

SD	zesílení fotonásobiče/SS složka 55/38						
	$I_p=100\text{pA}$	U <sub>mřížka</sub> [V]		E <sub>1</sub> [V]	E <sub>2</sub> [V]	C <sub>1</sub> [V]	C <sub>2</sub> [V]
100	70	70	150	300	510	800	9000
200	70	70	150	300	500	800	9000
300	70	70	75	80	480	800	9000
400	60	60	85	80	470	800	9000
500	60	60	85	90	440	800	9000
600	60	60	65	80	410	800	9000
700	60	60	65	80	380	700	9000
800	60	60	65	80	350	650	9000
900	60	60	65	80	300	600	9000



Obr. 7.25 Grafické znázornění optimálního nastavení napětí na elektrodách SD pro elektrody Mřížka, E<sub>1</sub>, E<sub>2</sub> v závislosti na tlaku vodních par v komoře vzorku.



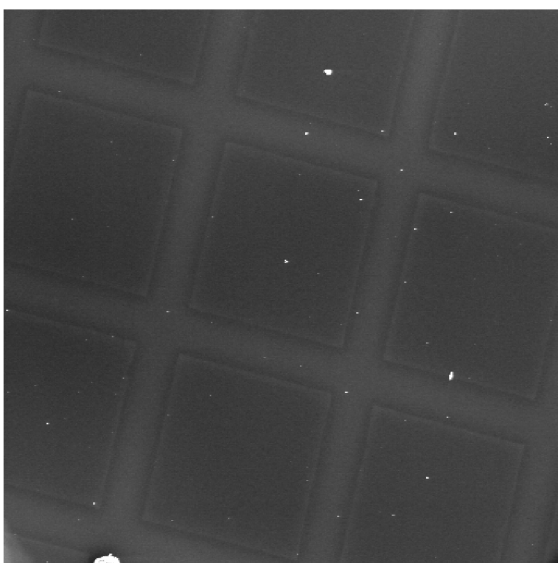
Obr. 7.26 Grafické znázornění optimálního nastavení napětí na elektrodách SD pro elektrody  $C_1$ ,  $C_2$  v závislosti na tlaku vodních par v komoře vzorku.

Na Obr. 7.25 a Obr. 7.26 můžeme pozorovat klesající hodnoty napětí na jednotlivých elektrodách v závislosti na vzrůstajícím tlaku. Je důležité nepřekračovat napětí uvedené v tabulce. Mohlo by dojít k výbojům v plynu a tím i k poškození detektoru. Jednotlivé snímky získané při těchto optimálních hodnotách napětí na elektrodách scintilačního detektoru jsou uvedeny v příloze P5.

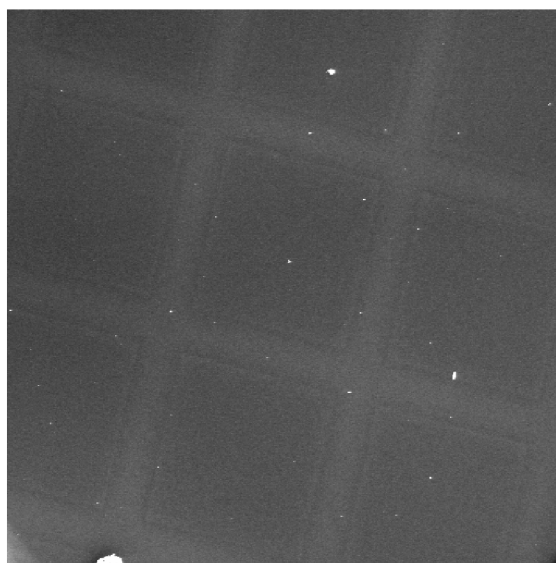
## 7.4 Sledování tenkých vrstev uhlíku

Experimentálně jsem ověřil možnost pozorování tenkých uhlíkových vrstev na křemíkovém substrátu pomocí scintilačního a ionizačního detektoru při vyšším tlaku vodních par v komoře vzorku mikroskopu.

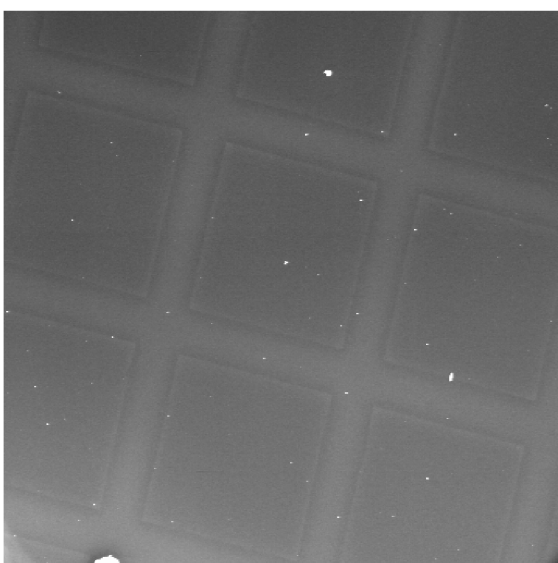
Na následujících snímcích je naprášená 3 nm tlustá vrstva uhlíku na křemíkovém substrátu zobrazená pomocí scintilačního detektoru.



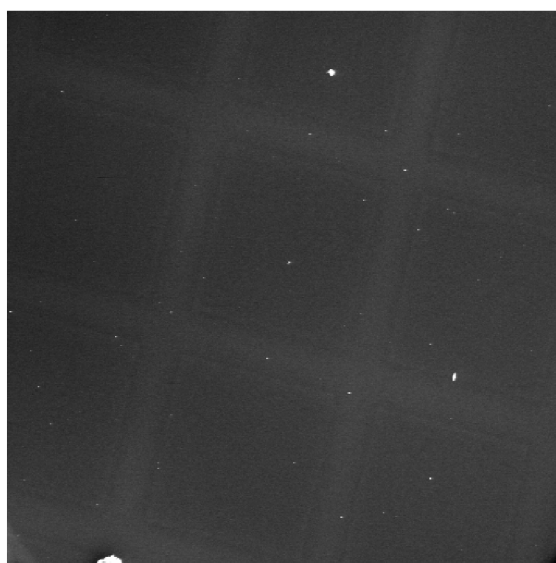
*Obr. 7.27 Snímek vzorku C,  $U_{mřička}=70$  V,  
 $p=100$  Pa,  $U_{E1}=150$  V,  $U_{E2}=300$  V,  $U_{C1}=500$  V,  
 $U_{C2}=900$  V,  $U_{sc}=9$  kV.*



*Obr. 7.29 Snímek vzorku C,  $p=200$  Pa,  
 $U_{mřička}=10$  V,  $U_{E1}=110$  V,  $U_{E2}=300$  V,  $U_{C1}=410$  V,  
 $U_{C2}=750$  V,  $U_{sc}=9$  kV.*



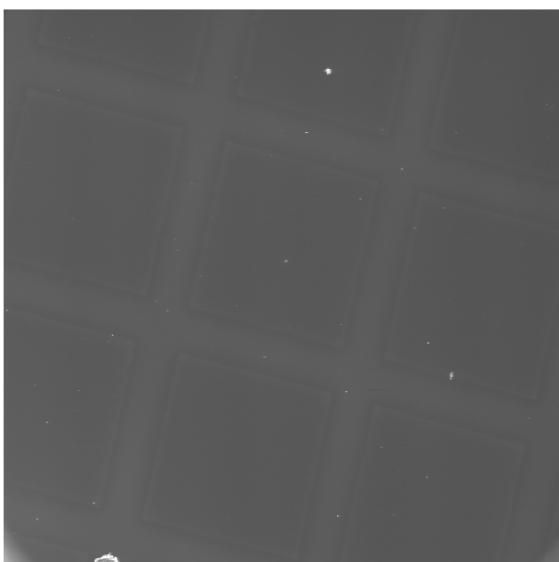
*Obr. 7.28 Snímek vzorku C,  $p=150$  Pa,  
 $U_{mřička}=70$  V,  $U_{E1}=150$  V,  $U_{E2}=300$  V,  $U_{C1}=500$  V,  
 $U_{C2}=900$  V,  $U_{sc}=9$  kV.*



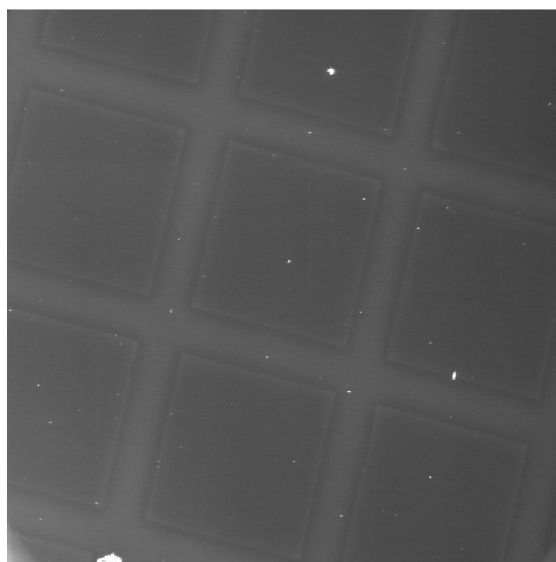
*Obr. 7.30 Vzorek C,  $p=300$  Pa,  $U_{mřička}=10$  V,  
 $U_{E1}=0$  V,  $U_{E2}=300$  V,  $U_{C1}=460$  V,  $U_{C2}=750$  V,  
 $U_{sc}=9$  kV.*

Z Obr. 7.27 - Obr. 7.30 je patrné, že i tenké 3 nm uhlíkové vrstvy jsou pozorovatelné a to až do tlaku vodních par 300 Pa pomocí scintilačního detektoru. Při dalším zvyšování tlaku už byl problém s velikostí signálu a obraz se stával z důvodu poklesu kontrastu nečitelný. Nejlepšího kontrastu bylo dosaženo při tlaku 150 Pa.

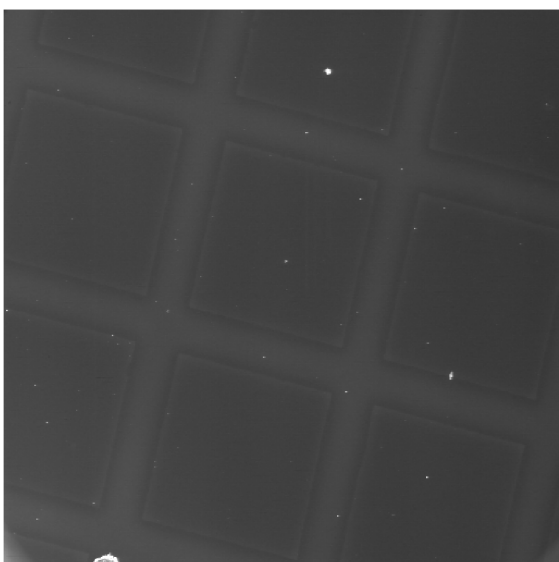
Na následujících snímcích je stejný vzorek pozorovaný ionizačním detektorem.



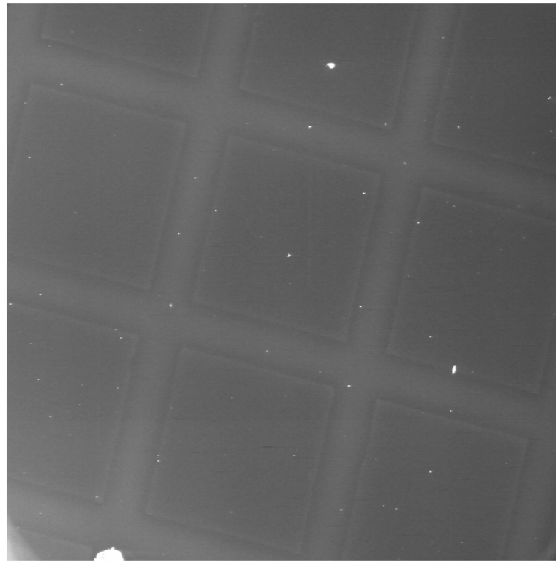
*Obr. 7.31 Snímek vzorku C,  $U_{ID}=350$  V,  $SS=41$  %,  $p=100$  Pa.*



*Obr. 7.33 Snímek vzorku C,  $U_{ID}=300$  V,  $SS=16,6$  %,  $p=300$  Pa.*



*Obr. 7.32 Snímek vzorku C,  $U_{ID}=300$  V,  $SS=29,4$  %,  $p=200$  Pa.*



*Obr. 7.34 Snímek vzorku C,  $U_{ID}=300$  V,  $SS=5,4$  %,  $p=400$  Pa.*



*Obr. 7.35 Snímek vzorku C,  $U_{ID}=300$  V,  $SS=0$  %,  $p=600$  Pa.*

Rozmezí tlaků vodních par, kdy je tenká uhlíková vrstva dobře pozorovatelná pomocí ionizačního detektoru je 200 – 400 Pa. Při tlaku nad 600 Pa už snímek nebyl čitelný.

Oběma detektory je možné pozorování tenkých vrstev. Liší se tlakem v komoře vzorku kdy byl nejlépe pozorovatelný topografický kontrast. Další pořizené snímky pro vzorek s 400 nm tenkou uhlíkovou vrstvou jsou uvedeny v příloze P6.

Provedený experiment ukázal, že je možné pozorování tenkých uhlíkových vrstev tloušťky 3nm na křemíkovém substrátu oběma typy detektorů. Současně se ukázalo, že pro každý typ detektoru je rozdílná oblast tlaků, při kterých jsou tenké vrstvy pozorovatelné a je i rozdílný tlak, kdy je kontrast v obraze maximální.

## 8 Závěr

V průběhu bakalářské práce jsem se podrobněji seznámil s konstrukcí a funkcí EREM mikroskopu a detekcí sekundárních elektronů pomocí ionizačního a scintilačního detektoru. V první části bakalářské práce je shrnuta problematika elektronové mikroskopie a environmentální rastrovací elektronové mikroskopie.

Cílem práce je porovnání dvou používaných detektorů sekundárních elektronů. V práci je popsáno jakým způsobem lze ze snímku vyjádřit úroveň šedi, k čemuž byl použit grafický editor CorelDraw Graphics Suite X4. Střední hodnota úrovně šedi z dané oblasti pozorovaného vzorku potom byla brána jako velikost signálu z dané oblasti. Pro porovnání dvou signálů s různou stejnosměrnou složkou je nutný přepočítání. Ten je názorně popsán v kapitole 7.1.3. Bez této úpravy není možné v jednom grafu porovnávat dva signály s různou úrovní stejnosměrné složky.

Prvním měřeným detektorem byl ionizační detektor. Velikost signálu detekovaného ionizačním detektorem do tlaku vodních par asi 600 Pa roste vlivem rostoucího uplatnění nárazové ionizace. Při dalším zvyšování tlaku již dochází k poklesu velikosti signálu. Obdobně při tlaku 200 Pa a méně signál rychle klesá.

Scintilační detektor naopak umožňuje měřit až do velmi nízkých tlaků. Ovšem při vyšších tlacích nad 800 Pa u scintilačního detektoru začíná klesat kvalita detekovaného signálu. Je to také tím, že už musíme začít výrazněji snižovat napětí na jednotlivých elektrodách detektoru, aby nedocházelo k elektrickým výbojům. Scintilační detektor potřebuje pro svou činnost vyšší proud primárních elektronů.

Experimentálně byla ověřena možnost pozorování tenkých uhlíkových vrstev (tloušťky 3 nm) na křemíkovém substrátu pomocí scintilačního a ionizačního detektoru při vyšším tlaku vodních par v komoře vzorku mikroskopu. Bylo zjištěno, že ideální tlak pro pozorování tenkých vrstev scintilačním detektorem je kolem 150 Pa, ionizačním detektorem 200 – 400 Pa. Právě možnost pozorování tak tenkých vrstev na křemíkovém substrátu svědčí o velkém podílu sekundárních elektronů (složek SE1 a SE2) v detekovaném signálu.

Všechna měření byla prováděna na Ústavu přístrojové techniky Akademie věd České republiky.



## 9 Seznam použité literatury

- [1] Frank L., Král J.: Metody analýzy povrchů, (2002), ACADEMIA, Praha, 489 s.
- [2] Hulínský V., Jurek K.: Zkoumání látek elektronovým paprskem, (1982), SNTL, Praha, 400 s.
- [3] Knowles R. W.: Environmental scanning electron microscope, United States Patent 5 412 211, 1995
- [4] Robinson V. N. E.: J. Microscopy, 103, (1975), 71-77 s.
- [5] Robinson V. N. E.: Scanning Electron Microscopy, 1, (1976), IITRI, Chicago, 91-100 s.
- [6] Lane W.C.: Scanning Electron Microscopy, 1, (1970), IITRI, Chicago, 43-48 s.
- [7] Everhart, T. E., Thornley, R. F. M.: J. Sci. Instr., 37, 1960, 246 s.
- [8] Čudek, P. Scintilační detektor sekundárních elektronů pro ESEM, Diplomová práce, VUT Brno, 2008, 64 s.

## 10 Seznam obrázků

<i>Obr. 1.1 Zakřivení dráhy elektronu v poli jádra. Převzato z [2].</i>	13
<i>Obr. 1.2 Závislost rozptylového úhlu na náměrné vzdálenosti. Převzato z [2].</i>	14
<i>Obr. 1.3 Energetické rozložení zpětně odražených elektronů pro Pt, Cu a Al; <math>E_0 = 29 \text{ keV}</math>.</i>	16
<i>Obr. 1.4 Závislost koeficientu emise zpětně odražených elektronů <math>\eta_B</math> pro Al.</i>	17
<i>Obr. 1.5 Závislost koeficientu emise zpětně odražených elektronů <math>\eta_B</math> pro Au.</i>	17
<i>Obr. 1.6 Závislost koeficientu emise zpětně odražených elektronů <math>\eta_B</math> na protonovém čísle ....</i>	18
<i>Obr. 1.7 Závislost koeficientu emise sekundárních elektronů – <math>\delta</math></i>	19
<i>Obr. 1.8 Závislost koeficientu emise sekundárních elektronů - <math>\delta</math></i>	20
<i>Obr. 2.1 Emisní proud trysky s wolframovým vláknem <math>I_k</math> v závislosti na teplotě vlákna</i>	22
<i>Obr. 2.2 Různé typy wolframových katod. Převzato z [2].</i>	23
<i>Obr. 2.3 Autoemisní tryska podle Crewe</i>	24
<i>Obr. 4.1 Zjednodušené schéma vakuového environmentálního rastrovacího mikroskopu</i>	29
<i>Obr. 4.2 Experimentálně, popř. výpočtem, stanovené závislosti tlaku v prostoru komory diferenciálního čerpání na tlaku vzduchu pro různé průměry clon.</i>	30
<i>Obr. 5.1 Detektor zpětně odražených elektronů se scintilačním monokrystalem</i>	32

Obr. 5.2 Principiální schéma ionizačního detektoru. Převzato z [1].	32
Obr. 5.3 Příspěvky SE, BSE a PE k celkovému zesílení v závislosti na tlaku.	33
Obr. 5.4 Vypočtené závislosti zesílení na tlaku pro plynné prostředí vzduchu a vodních par.	34
Obr. 5.5 Schematické uspořádání děleného elektrodového systému ionizačního detektoru	34
Obr. 5.6 Obrázek vzorku získaný pomocí elektrody a) A, b) B, c) C,	35
Obr. 5.7 Elektrodový systém ionizačního detektoru se sníženým příspěvkem detekce zpětně odražených elektronů. Převzato z [1].	36
Obr. 5.8 Detekce zpětně odražených a sekundárních elektronů detektorem na bázi scintilátor fotonásobič (Everhartův-Thornleyův detektor). Převzato z [2].	37
Obr. 5.9 Přední část scintilačního detektoru pro vyšší tlaky. Převzato z [8].	38
Obr. 6.1 Povrch vzorku keramiky $Al_2O_3$ .	39
Obr. 6.2 závislost tlaku nasycených vodních par na teplotě. Převzato z [1].	40
Obr. 7.1 Schématické znázornění rozložení elektrod ionizačního detektoru.	42
Obr. 7.2 Snímek vzorku při tlaku 500 Pa.	43
Obr. 7.3 Snímek vzorku při tlaku 200 Pa se zobrazenou maskou.	44
Obr. 7.4 Histogram snímku.	44
Obr. 7.5 Přepočtená stejnosměrná složka.	45
Obr. 7.6 Snímek vzorku. Pt, $U_{ID} = 400$ V, $SS = 15$ %,	
Obr. 7.7 Snímek vzorku. Pt, $U_{ID} = 375$ V, $SS = 15$ %,	47
Obr. 7.8 Snímek vzorku. Pt, $U_{ID} = 375$ V, $SS = 28$ %,	
Obr. 7.9 Snímek vzorku. Pt, $U_{ID} = 350$ V, $SS = 28$ %,	47
Obr. 7.10 Snímek vzorku. Pt, $U_{ID} = 350$ V, $SS = 37$ %,	48
Obr. 7.11 Závislost úrovně signálu na tlaku pro ionizační detektor a $U_{ID} = 350$ V.	48
Obr. 7.12 Závislost úrovně signálu na tlaku pro ionizační detektor a $U_{ID} = 400$ V.	49
Obr. 7.13 Snímek vzorku. Pt, $U_{ID} = 350$ V, $I_p = 75$ pA,	
Obr. 7.14 Snímek vzorku. Pt, $U_{ID} = 350$ V, $I_p = 75$ pA,	50
Obr. 7.15 Snímek vzorku. Pt, $U_{ID} = 350$ V, $I_p = 75$ pA,	
Obr. 7.16 Snímek vzorku. Pt, $U_{ID} = 350$ V, $I_p = 75$ pA,	50
Obr. 7.17 Snímek vzorku. Pt, $U_{ID} = 350$ V, $I_p = 75$ pA,	
Obr. 7.18 Snímek vzorku. Pt, $U_{ID} = 350$ V, $I_p = 75$ pA,	51
Obr. 7.19 Snímek vzorku. Pt, $U_{ID} = 350$ V, $I_p = 75$ pA,	
Obr. 7.20 Snímek vzorku. Pt, $U_{ID} = 350$ V, $I_p = 75$ pA,	51
Obr. 7.21 Snímek vzorku. Pt, $U_{ID} = 350$ V, $I_p = 75$ pA,	52
Obr. 7.22 Závislost úrovně signálu na tlaku pro scintilační detektor pro napětí:	53
Obr. 7.23 Snímek vzorku Pt. $U_{mřížka} = 60$ V, $U_{E1} = 85$ V, $U_{E2} = 90$ V, $U_{C1} = 320$ , $U_{C2} = 650$ ,	53
Obr. 7.24 Snímek vzorku Pt. $U_{mřížka} = 70$ V, $U_{E1} = 150$ V, $U_{E2} = 300$ V, $U_{C1} = 500$ , $U_{C2} = 800$ ,	54

<i>Obr. 7.25 Grafické znázornění optimálního nastavení napětí na elektrodách SD pro elektrody Mřížka, E<sub>1</sub>, E<sub>2</sub> v závislosti na tlaku vodních par v komoře vzorku.....</i>	<i>55</i>
<i>Obr. 7.26 Grafické znázornění optimálního nastavení napětí na elektrodách SD pro elektrody C<sub>1</sub>, C<sub>2</sub> v závislosti na tlaku vodních par v komoře vzorku.....</i>	<i>56</i>
<i>Obr. 7.27 Snímek vzorku C, U<sub>mřížka</sub>=70 V, p=100 Pa, U<sub>E1</sub>=150 V, U<sub>E2</sub>=300 V, U<sub>C1</sub>=500 V, U<sub>C2</sub>=900 V, U<sub>sc</sub>=9 kV. ....</i>	<i>57</i>
<i>Obr. 7.28 Snímek vzorku C, p=150 Pa, U<sub>mřížka</sub>=70 V, U<sub>E1</sub>=150 V, U<sub>E2</sub>=300 V, U<sub>C1</sub>=500 V, U<sub>C2</sub>=900 V, U<sub>sc</sub>=9 kV. ....</i>	<i>57</i>
<i>Obr. 7.29 Snímek vzorku C, p=200 Pa, U<sub>mřížka</sub>=10 V, U<sub>E1</sub>=110 V, U<sub>E2</sub>=300 V, U<sub>C1</sub>=410 V, U<sub>C2</sub>=750 V, U<sub>sc</sub>=9 kV. ....</i>	<i>57</i>
<i>Obr. 7.30 Vzorek C, p=300 Pa, U<sub>mřížka</sub>=10 V, U<sub>E1</sub>=0 V, U<sub>E2</sub>=300 V, U<sub>C1</sub>=460 V, U<sub>C2</sub>=750 V, U<sub>sc</sub>=9 kV. ....</i>	<i>57</i>
<i>Obr. 7.31 Snímek vzorku C, U<sub>ID</sub>=350 V, SS=41 %, p=100 Pa. ....</i>	<i>58</i>
<i>Obr. 7.32 Snímek vzorku C, U<sub>ID</sub>=300 V, SS=29,4 %, p=200 Pa. ....</i>	<i>58</i>
<i>Obr. 7.33 Snímek vzorku C, U<sub>ID</sub>=300 V, SS=16,6 %, p=300 Pa. ....</i>	<i>58</i>
<i>Obr. 7.34 Snímek vzorku C, U<sub>ID</sub>=300 V, SS=5,4 %, p=400 Pa. ....</i>	<i>58</i>
<i>Obr. 7.35 Snímek vzorku C, U<sub>ID</sub>=300 V, SS=0 %, p=600 Pa. ....</i>	<i>59</i>

## 11 Seznam tabulek

<i>Tab. 7.1 Stupně šedi při změně SS složky, I<sub>p</sub>=75 pA.....</i>	<i>46</i>
<i>Tab. 7.2 Stupně šedi při změně SS složky, I<sub>p</sub>=50 pA.....</i>	<i>46</i>
<i>Tab. 7.3 Napětí na elektrodách scintilačního detektoru nastavené při tlaku 900 Pa.....</i>	<i>52</i>
<i>Tab. 7.4 Optimální napětí na jednotlivých elektrodách scintilačního detektoru pro tlaky vodních par v komoře vzorku 100 až 900 Pa.....</i>	<i>55</i>

## 12 Seznam příloh

I.	Příloha 1 – Závislost úrovně signálu na tlaku pro ionizační detektor.....	I
II.	Příloha 2 – Vyhodnocení úrovně signálu.....	II
III.	Příloha 3 – Přepočítání stejnosměrné složky.....	VI
IV.	Příloha 4 – Měření závislosti intenzity signálu na tlaku v komoře vzorku pro scintilační detektor.....	VII
V.	Příloha 5 – Optimální nastavení elektrod pro scintilační detektor.....	IX
VI.	Příloha 6 – Tenké vrstvy.....	XII