VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V BRNĚ
BRNO UNIVERSITY OF TECHNOLOGY

FAKULTA ELEKTROTECHNIKY A KOMUNIKAČNÍCH TECHNOLOGIÍ
ÚSTAV ELEKTROTECHNOLOGIE

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

DETEKCE SIGNÁLNÍCH ELEKTRONŮ V PROSTŘEDÍ VYSOKÉHO TLAKU PLYNŮ ENVIRONMENTÁLNÍHO RASTROVACÍHO ELEKTRONOVÉHO MIKROSKOPU

DETECTION OF SIGNAL ELECTRONS IN HIGH PRESSURE CONDITIONS OF ENVIRONMENTAL SCANNING ELECTRON MICROSCOPE

DOKTORSKÁ PRÁCE
DOCTORAL THESIS

AUTOR PRÁCE Ing. VILÉM NEDĚLA
AUTHOR

VEDOUCÍ PRÁCE Doc.Ing. JOSEF JIRÁK, CSc.
SUPERVISOR

BRNO 2008

Tato disertační práce byla vypracována v

Ústavu přístrojové techniky AV ČR, v. v. i.,

akreditovaném pro doktorský studijní program

“Elektrotechnika, elektronika, komunikační a řídící technika“

rozhodnutím MŠMT ze dne 13.3.2003,

pod vedením

Doc. Ing. Josefa Jiráka, CSc.

LICENČNÍ SMLOUVA
POSKYTOVANÁ K VÝKONU PRÁVA UŽÍT ŠKOLNÍ DÍLO

uzavřená mezi smluvními stranami:

1. Pan/paní

Jméno a příjmení: Vilém Neděla

Bytem: Metelkova 1492/8, 66434 Kuřim

Narozen/a (datum a místo): 23.4. 1976 v Třebíči

(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):
   - x disertační práce
   - □ diplomová práce
   - □ bakalářská práce
   - □ jiná práce, jejíž druh je specifikován jako .....

   (dále jen VŠKP nebo dílo)

Název VŠKP:	Detekce signálních elektronů v prostředí vysokého tlaku plynů environmentálního rastrovacího elektronového mikroskopu
Vedoucí/ školitel VŠKP:	Doc.Ing. Josef Jirák, CSc.
Ústav:	Elektrotechnologie
Datum obhajoby VŠKP:	.....

VŠKP odevzdal autor nabyvateli v*:

x tištěné formě – počet exemplářů ……3……..

x elektronické formě– počet exemplářů ……1……..

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.

* hodící se zaškrtněte

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 pořizovaní 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
   - x 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

5. Smlouva je sepsána ve třech vyhotoveních s platností originálu, přičemž po jednom vyhotovení obdrží autor a nabyvatel, další vyhotovení je vloženo do VŠKP.
6. 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.
7. Licenční smlouva byla uzavřena na základě svobodné a pravé vůle smluvních stran, s plným porozuměním jejímu textu i důsledkům, nikoliv v tísni a za nápadně nevýhodných podmínek.
8. Licenční smlouva nabývá platnosti a účinnosti dnem jejího podpisu oběma smluvními stranami.

V Brně dne: ……

……. ……
Nabyvatel Autor

Abstrakt

Disertační práce se zabývá studiem vlastností nového systému pro detekci pravých sekundárních a zpětně odražených elektronů v podmínkách vysokého tlaku plynů komory vzorku nově postaveného environmentálního rastrovacího elektronového mikroskopu AQUASEM II. Detekční systém obsahuje tři detektory. Poprvé je představen a podrobně popsán princip činnosti ionizačního detektoru s elektrostatickým separátorem, který je v řadě experimentů porovnáván s ionizačním detektorem SE. Experimentálně jsou prokázány unikátní vlastnosti tohoto detekčního systému, zejména schopnost energiové separace detekovaných signálních elektronů. Pro různé pracovní podmínky jsou také analyzovány úrovně signálů detekovaných BSE YAG detektorem, koncipovaným jako součást nového detekčního systému a pracujícím v součinnosti s oběma ionizačními detektory.

Abstract

The thesis deals with the study of properties of a new system for detection of true secondary and backscattered electrons in high pressure conditions of the specimen chamber of a newly built environmental scanning electron microscope AQUASEM II. Detection system contains three detectors. For the first time is introduced and analyzed the working principle of ionisation detector with electrostatic separator, which is in many experiments compared with ionisation detector of secondary electrons. Experimentally demonstrated are unique properties of this detection system, especially the ability of energy separation of detected signal electrons. For the various working conditions are also analyzed signal levels detected by the BSE YAG detector, which is designed as a part of the new detection system and which worked together with both ionisation detectors.

Klíčová slova

Environmentální rastrovací elektronová mikroskopie, detekční systémy, AQUASEM II, ISEDS, sekundární elektrony, zpětně odražené elektrony

Keywords

Environmental scanning electron microscopy, detection systems, AQUASEM II, ISEDS, secondary electrons, backscattered electrons

Bibliografická citace

NEDĚLA, V. *Detekce signálních elektronů v prostředí vysokého tlaku plynů environmentálního rastrovacího elektronového mikroskopu.* Brno: Vysoké učení technické v Brně, Fakulta elektrotechniky a komunikačních technologií, 2008. 158 s. Vedoucí doktorské práce Doc. Ing. Josef Jirák, CSc.

Prohlášení autora

Prohlašuji, že disertační práci na téma "Detekce signálních elektronů v prostředí vysokého tlaku plynů environmentálního rastrovacího elektronového mikroskopu" jsem vypracoval samostatně a pod odborným vedením svého vedoucího s použitím doporučené odborné literatury, kterou jsem všechnu citoval v seznamu literatury.

V Brně dne 20.8.2008

Vilém Neděla

Poděkování

Děkuji svému školiteli Doc. Ing. Josefu Jirákovi, CSc., a vedoucí oboru Elektronová optika v ÚPT AV ČR Ing. Iloně Müllerové DrSc., za cenné odborné rady a konzultace při psaní disertační práce. Děkuji také svému školiteli prof. Ing. Rudolfu Autratovi DrSc., který v průběhu řešení disertační práce náhle zemřel. Dále děkuji všem spoluautorům mých publikací a spolupracovníkům v ÚPT AV ČR v.v.i , zejména Ing. Janu Linhartovi, RNDr. Jiřímu Runštukovi, Ing. Ivu Konvalinovi Ph.D, panu Eduardu Kuncovi a Ing. Jiřímu Maxovi Ph.D za pomoc při řešení disertační práce. V neposlední řadě děkuji svým rodičům a manželce Katce za podporu a pomoc.

Obsah

1 Úvod **1**

2 Přehled současného stavu problematiky **3**

2.1 Přístroj 3
2.1.1 Environmentální rastrovací elektronový mikroskop 3
2.1.2 Vakuový systém EREM 4

2.2 Fyzikální základy 6
2.2.1 Teorie rozptylu primárního elektronového svazku v plynném prostředí 6
2.2.2 Rozptyl elektronů v pevné látce 10
2.2.3 Emise signálních elektronů 12
2.2.4 Nabíjení vzorku 17

2.3 Detektory zpětně odražených elektronů v EREM 19
2.3.1 Polovodičové detektory 19
2.3.2 Scintilační detektory 21

2.4 Detektory sekundárních elektronů v EREM 25
2.4.1 Environmental secondary detector (ESD) – ionizační detektor sekundárních elektronů 25
2.4.2 Gaseous secondary electron detector (GSED™) – ionizační detektor sekundárních elektronů 33
2.4.3 Helix™ detektor 34
2.4.4 Low vacuum secondary TESCAN detector (LVSTD™) – detektor sekundárních elektronů pro vyšší tlaky plynů 35
2.4.5 VPSE detector a GSD - scintilační detektor fotonů pro vyšší tlaky plynů 36
2.4.6 Ostatní detektory sekundárních elektronů v EREM 37

3 Cíle práce **39**

4 Environmentální REM AQUASEM II **41**

4.1 Základní popis mikroskopu 41

4.2 Vakuový systém mikroskopu 43

4.3 Diferenciálně čerpaná komora s detektorovou deskou 43
4.3.1 Simulace proudění plynů pomocí programu CosmosFloWorks 46
4.3.2 Měření tlakových závislostí v mikroskopu 48

4.4 Hydratační systém v mikroskopu 50

4.5 Prostředí vodních par v komoře vzorku mikroskopu 54

5 Detektor zpětně odražených elektronů v EREM AQUASEM II **55**

5.1 Popis experimentu **Chyba! Záložka není definována.**

5.2 Měření signálu ze zlata a niklu v závislosti na operačních parametrech EREM AQUASEM II **Chyba! Záložka není definována.**
5.2.1 Relativní úroveň detekovaného signálu v závislosti na proudu primárních elektronů a tlaku vzduchu v komoře vzorku EREM**Chyba! Záložka není definována.**
5.2.2 Relativní úroveň signálu v závislosti na pracovní vzdálenosti**Chyba! Záložka není definována.**
5.2.3 Relativní úroveň signálu v závislosti na energii primárních elektronů**Chyba! Záložka není definová**
5.2.4 Relativní úroveň signálu v závislosti na druhu plynu**Chyba! Záložka není definována.**

5.3 Zhodnocení výsledků experimentů **Chyba! Záložka není definována.**

5.4 Vybrané příklady použití BSE YAG detektoru v praxi**Chyba! Záložka není definována.**

6 Ionizační detektor sekundárních elektronů v EREM AQUASEM II **55**

6.1 Popis experimentu **Chyba! Záložka není definována.**

6.2 Měření signálu ze zlata a niklu v závislosti na vybraných operačních parametrech EREM AQUASEM II **Chyba! Záložka není definována.**
6.2.1 Relativní úroveň detekovaného signálu v závislosti na proudu primárních elektronů a tlaku vodní páry v komoře vzorku EREM**Chyba! Záložka není definována.**
6.2.2 Relativní úroveň signálu v závislosti na pracovní vzdálenosti**Chyba! Záložka není definována.**
6.2.3 Relativní úroveň signálu v závislosti na velikosti ionizačního napětí**Chyba! Záložka není definová**
6.2.4 Relativní úroveň signálu v závislosti na energii primárních elektronů**Chyba! Záložka není definov**
6.3 Zhodnocení výsledků experimentů **Chyba! Záložka není definována.**
6.4 Vybrané příklady použití ionizačního detektoru v praxi**Chyba! Záložka není definována.**
7 Ionizační detektor SE s elektrostatickým separátorem (ISEDS) 55
7.1 Princip činnosti ISEDS a jeho popis **Chyba! Záložka není definována.**
7.2 Simulace trajektorií elektronů v ISEDS pomocí programu SIMION 3D**Chyba! Záložka není definována**
7.2.1 Simulace trajektorií elektronů v závislosti na energii elektronů, napětí na separačních elektrodách a poloze detekční elektrody**Chyba! Záložka není definována.**
7.2.2 Vyhodnocení výsledků simulací trajektorií sekundárních elektronů v ISEDS**Chyba! Záložka není d**
7.3 Vlastnosti ISEDS v EREM AQUASEM II **Chyba! Záložka není definována.**
7.4 Popis experimentu **Chyba! Záložka není definována.**
7.5 Měření signálu ze zlata a niklu v závislosti na vybraných operačních parametrech EREM AQUASEM II a parametrech ISEDS var. I **Chyba! Záložka není definována.**
7.5.1 Relativní úroveň signálu v závislosti na velikosti ionizačního napětí**Chyba! Záložka není definová**
7.5.2 Relativní úroveň signálu v závislosti na poloze detekční elektrody**Chyba! Záložka není definována**
7.5.3 Relativní úroveň signálu v závislosti na tlaku vodní páry, pracovní vzdálenosti a napětí na odsávací elektrodě **Chyba! Záložka není definována.**
7.5.4 Zhodnocení výsledků experimentů **Chyba! Záložka není definována.**
7.6 Měření signálu ze zlata a niklu v závislosti na vybraných operačních parametrech EREM AQUASEM II a parametrech ISEDS var. II**Chyba! Záložka není definována.**
7.6.1 Relativní úroveň signálu v závislosti na napětí na odsávací elektrodě a napětí na retardační elektrodě **Chyba! Záložka není definována.**
7.6.2 Zhodnocení výsledků experimentů **Chyba! Záložka není definována.**
7.7 ISEDS-detektor se schopností energiové selekce detekovaných signálních elektronů v EREM **Chyba! Záložka není definována.**
7.7.1 Popis experimentu **Chyba! Záložka není definována.**
7.7.2 Výsledky a zhodnocení experimentu **Chyba! Záložka není definována.**
7.8 Srovnání vlastností ionizačního detektoru SE a ISEDS**Chyba! Záložka není definována.**
8 Závěr 55
8.1 Souhrnné zhodnocení výsledků měření relativní úrovně signálu detekovaného pomocí detektorů tvořících nový systém pro detekci pravých SE a BSE v EREM**Chyba! Záložka není**
9 Seznam použitých symbolů 56
10 Seznam použitých zkratek 58
11 Použitá literatura 59
12 Přehled vlastních publikací 70
13 Přehled citací vlastních publikací 75
14 Seznam příloh 76

1 Úvod

Realita mikrosvěta je zkoumána prakticky od vynálezu klasického optického mikroskopu. Ernst Abbe [1] však již na konci 19. století ukázal, že v důsledku vlnové povahy světla není možné s tímto mikroskopem dosáhnout lepšího rozlišení, než je asi polovina vlnové délky použitého světla. K překonání tohoto limitu přispěl v roce 1927 H. Stintzing [2], jenž ve svém patentu publikoval myšlenku využití elektronu jako nového nositele informace v oblasti mikroskopie. Nesrovnatelně kratší vlnová délka elektronů, především v závislosti na jejich energii, dává v porovnání s vlnovou délkou světla ve viditelném spektru předpoklad výrazně lepšího rozlišení. Elektronový mikroskop, jenž využíval principu rastrujícího fokusovaného elektronového svazku a byl schopen zaznamenat obraz, představil v roce 1935 H. Knoll [3]. Dalším z průkopníků elektronové mikroskopie byl von Ardene [4], který dosáhl sub-mikronového rozlišení pomocí transmisního elektronového mikroskopu (TEM) v roce 1938. Zvorykinův fotonásobič [5], jehož signálem byl modulován jas obrazovky synchronně s pohybem elektronového svazku na povrchu vzorku, výrazně přispěl ke vzniku prvního moderního rastrovacího elektronového mikroskopu (REM) s rozlišením 50 nm v roce 1942. Pod vedením C.W.Outleyho z university v Cambridge vzniká v roce 1965 první komerčně dostupný REM. Výrazný posun v oblasti rozlišení REM učinil Broers [6], zavedením nepřímo žhavené katody na bázi LaB_6 a Crewe [7], který vytvořil stabilní autoemisní trysku. Díky tomu mohl být v roce 1980 zaveden na trh první rastrovací elektronový mikroskop s autoemisní katodou (FEREM), jehož primární elektronový svazek měl průměr stopy několik nanometrů.

Významným krokem v oblasti instrumentace byly první pokusy o pozorování vlhkých vzorků v TEM, které provedli Fullam [8] a Swift [9]. REM, jehož držák vzorku byl upraven tak, aby umožňoval pozorování vlhkých vzorků poprvé použil v roce 1970 Lane [10]. Myšlenka oddělení vakuové části elektronové optiky od vysokotlakého prostředí komory vzorku REM byla v roce 1974 realizována Robinsonem [11, 12], který k tomuto účelu použil speciálně navržený scintilační detektor zpětně odražených elektronů. Robinson [13, 14] se také zabýval problematikou pozorování vzorků v prostředí vysokého tlaku vzduchu a vodních par. Moncrieff [15] a Robinson [16, 17] objevili, že v důsledku přítomnosti molekul plynů, které interagují v komoře vzorku REM s elektrony, dochází k potlačení záporného náboje na izolačních vzorcích. Prudký rozvoj mikroskopie s vysokým tlakem plynu v komoře vzorku odstartovaly práce Shaha s Beckettem [18] a Danilata [19], které popisovaly využití diferenciálně čerpaného prostoru odděleného dvěma clonami omezujícími tlak v REM. Danilatos, jehož práce [20-34] významně přispěly k rozvoji mikroskopie s vysokým tlakem plynů v komoře vzorku, zavedl pro tyto mikroskopy termín „environmental scanning electron microscope“ (ESEM®), což lze v českém překladu interpretovat jako environmentální rastrovací elektronový mikroskop (EREM). Výsledná koncepce ESEM® včetně detektoru sekundárních elektronů pracujícího na principu ionizace plynu byla patentována [35, 36, 37] a uvedena v roce 1988 na trh firmou Electroscan.

Disertační práce je zaměřena na problematiku detekce signálních elektronů v prostředí vysokého tlaku plynů EREM.

Teoretickou část práce uvádí současný stav techniky v oblasti elektronové mikroskopie s vysokým tlakem v komoře vzorku a popis vybraných fyzikálních jevů souvisejících s interakcí elektronů s molekulami plynu a interakcí elektronů s pevnou látkou za vzniku signálních elektronů. Dále navazuje popis principu činnosti vybraných systémů pro detekci sekundárních a zpětně odražených elektronů v prostředí vysokého tlaku plynů EREM a podrobně řeší jejich výhody a nevýhody. Součástí teoretické části práce je také velmi podrobný a v českém jazyce poprvé publikovaný fyzikální model ionizačního detektoru, popisující procesy vzniku signálních elektronů v prostředí vysokého tlaku plynů a jejich zesílení formou nárazové ionizace molekul plynu.

Úvodní kapitola praktické části práce obsahuje popis nového, v rámci disertační práce postaveného environmentálního rastrovacího elektronového mikroskopu AQUASEM II a dalších systémů pracujících s tímto mikroskopem v součinnosti. Následující dvě kapitoly obsahují vyhodnocení a podrobný komentář ke změřeným charakteristikám relativní úrovně signálu detekovaného BSE YAG detektorem a ionizačním detektorem, jenž byly v rámci disertační práce také postaveny. Třetí kapitola praktické části disertační práce poprvé představuje nový, světově unikátní ionizační detektor s elektrostatickým separátorem, jenž vznikl v rámci řešení disertační práce. Podrobný popis principu jeho činnosti je doplněn simulacemi drah detekovaných signálních elektronů v podmínkách vakua a změřenými charakteristikami relativní úrovně signálu detekovaného v podmínkách vysokého tlaku plynů. Jeho unikátní vlastnosti jsou prokázány výsledky dalších, k tomuto účelu speciálně připravených experimentů. V závěrečné části práce jsou vlastnosti tohoto detektoru srovnány s běžně používaným ionizačním detektorem sekundárních elektronů. Výše zmíněné detektory tvoří nový systém pro detekci pravých SE a BSE, jenž je v práci poprvé představen.

ESEM® je patentově chráněnou obchodní značkou firmy FEI Copany.

2 Přehled současného stavu problematiky

2.1 Přístroj

2.1.1 Environmentální rastrovací elektronový mikroskop

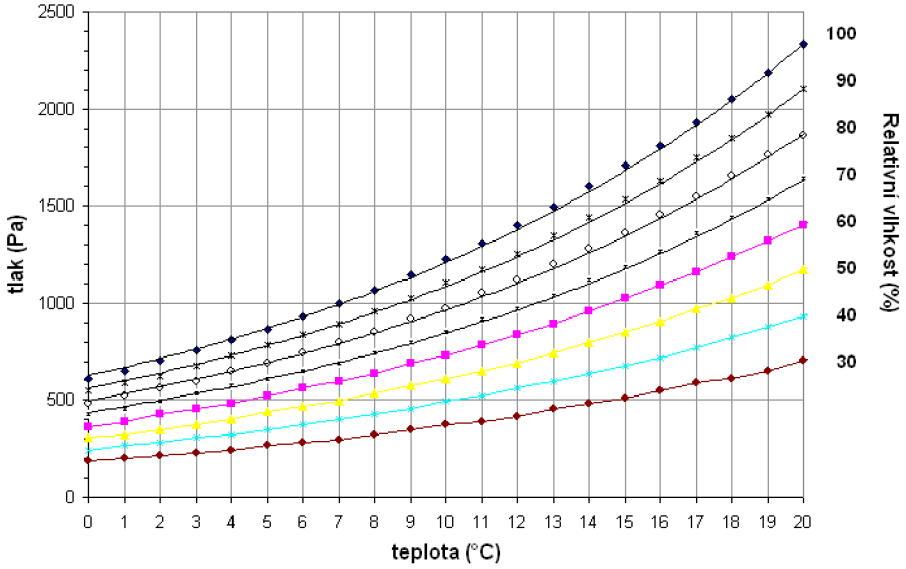
Principiální odlišnost environmentálního a klasického rastrovacího elektronového mikroskopu vychází z přítomnosti relativně vysokého tlaku plynů, až 4000 Pa v komoře vzorku EREM oproti tlaku pod 0,001 Pa v REM. Specifika EREM lze spatřovat v jeho konstrukci, ale také například v rozptylu elektronů primárního elektronového svazku (PE), metodách detekce a detektorech signálních elektronů a výskytu nových signálů či kontrastních mechanizmů při studiu elektricky nevodivých vzorků. Tuto problematiku souhrnně popisují např. Danilatos [30, 32], Meredith a kol. [38] a Griffin [39]. Odtud plynou také výhody, nevýhody a konstrukční rozdíly obou typů mikroskopů.

Mezi hlavní nevýhody EREM patří především to, že v důsledku vysokého tlaku plynů v komoře vzorku narůstá počet interakcí elektronů s molekulami a atomy plynů a dochází k rozptylu elektronů v primárním elektronovém svazku. Zvětšení průměru stopy svazku se projeví zhoršením poměru signálu k šumu v detekovaném signálu, což v konečném důsledku může vést až ke zhoršení rozlišovací schopnosti mikroskopu. Rozptyl PE také snižuje přesnost prvkové analýzy vzorku, např. metodou EDS, jak ukazuje Griffin [40], Doehne [41] a Carlton [42]. Přítomnost plynů a jiných residuí v komoře vzorku EREM může z dlouhodobého hlediska vést také k problémům s kontaminací elektronově optických částí mikroskopu, korozním jevům a zvýšenému opotřebení čerpacího systému mikroskopu.

Tyto nevýhody jsou však více než kompenzovány výhodami, díky kterým mikroskopy s vysokým tlakem v komoře vzorku zaujímají významné místo na světovém trhu s elektronovými mikroskopy. Pro tlak v komoře vzorku EREM vyšší než cca 200 Pa (v závislosti na typu vzorku), se v důsledku ionizačních srážek atomů a molekul plynů s elektrony (např. pro helium $He \rightarrow He^{+} + e^{-}$ a vodní páru $H_2O \rightarrow H^{+} + OH^{-}$) výrazně mění nábojová rovnováha na povrchu elektricky nevodivých vzorků. Záporný náboj, který za určitých podmínek vzniká na povrchu těchto vzorků (jako důsledek interakcí PE se vzorkem), je kompenzován kladnými ionty. Ty jsou na povrch vzorku přitahovány elektrostatickým polem. Fyzikální rozbor této problematiky publikovali např. Morgan a kol. [43] a Hahn [44]. Obdobným způsobem jako kladné ionty vznikají i záporné ionty, které jsou přitahovány ke kladně nabitým částem v komoře vzorku EREM. Kompenzace elektrického náboje umožňuje pozorování elektricky nevodivých vzorků bez nutnosti pokrytí jejich povrchu elektricky vodivou vrstvou a bez výskytu rušivých nábojových artefaktů na jejich povrchu, což ukazuje např. Manero [45] při pozorování papíru a Neděla [46, 47] při studiu Al_2O_3 a pryže.

Tlak vodní páry v komoře vzorku EREM spolu s teplotou vzorku určuje podmínky pro dosažení a udržení stavu termodynamické rovnováhy nasycených vodních par mezi prostředím komory vzorku a vzorkem samotným,

jak ukazují Cameron a kol. [48], Royall a kol. [49] a Methews a kol. [50]. Nemá-li docházet k vypařování vody z povrchu vzorku ani ke kondenzaci par na jeho povrchu (např. tlak 611 Pa při 0 °C), je nutné respektovat křivku závislosti tlaku nasycených vodních par na teplotě vzorku, viz. obr. 2.1, což v případě biologických vzorků prakticky demonstrovala Stokes [51].



Obr. 2.1 Závislost tlaku a relativní vlhkosti nasycených vodních par na teplotě

Díky možnosti přesné regulace tlaku vodní páry v komoře vzorku EREM a s využitím chlazeného držáku vzorku (nejčastěji použitím Peltierova článku), je možné pozorovat silně hydratované (např. biologické) vzorky v přirozeném nativním stavu, bez jejich poškození vyschnutím, jak ukazuje Stokes [52], Tai a kol. [53], Uvins a kol. [54] a Rizzi a kol. [55]. Aplikační možnosti EREM při pozorování vlhkých vzorků jsou značně široké. Příkladem toho jsou práce, které napsali Larg a kol. [56], Neubauer [57] a Meredith [58] zabývající se pozorováním cementu, Nitz a kol. [59], Gu a kol. [60], Jenkinz a kol. [61] zabývající se pozorováním vláken biopolimerů a Cameron a kol. [62], Darkin a kol. [63] a Douglas a kol. [64] věnované pozorování gelů a biofilmů.

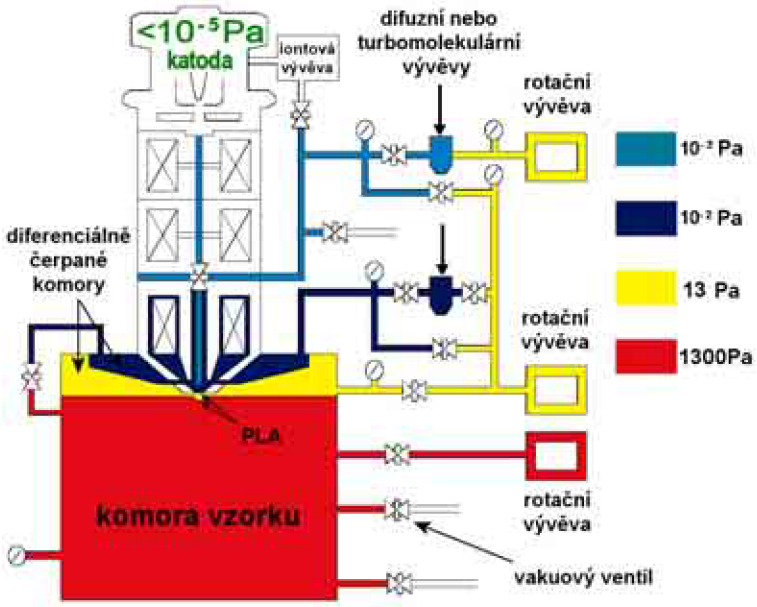
V kombinaci výše zmíněných předností EREM a některých přídavných zařízení (mikroinjektory, mikromanipulátory, vyhřívaný držák vzorku, atd.) je možné realizovat různé „in-situ“ dynamické experimenty, jak souhrnně popsala Donald [65]. V jejich průběhu je možné přímo pozorovat měnící se strukturu povrchu vzorku, což ukázali např. Uvins [66] a Schalek a kol. [67] a to v důsledku teploty, Maroni a kol.[68], stupně hydratace, Kjellsen a kol. [69] a chemických reakcí Hugget a kol. [70] a Schmidt a kol. [71].

Velmi zajímavé je také využití kryotechnologií v EREM, jak ukázali Tricart a kol. [72], a Meredith a kol. [73]

2.1.2 Vakuový systém EREM

Relativní komplikovanost vakuového systému EREM je v porovnání s REM způsobena nutností udržet značnou diferenci tlaků mezi komorou vzorku (tlak až 3000 Pa) a prostorem zdroje elektronů (tlak méně než 0,001 Pa, dle

typu katody), při zajištění průchodu maximálního počtu nerozptýlených elektronů od jejich zdroje na vzorek, jak uvádí Danilatos [30]. Tento požadavek je v praxi řešen využitím systému diferenciálně čerpaných komor, které jsou vzájemně odděleny tlak omezujícími clonami („pressure limiting aperture“ - PLA), jak publikovali Shah s Beckettem [18] a Danilatos [19]. Malý otvor s průměrem v řádu desítek až stovek mikrometrů situovaný ve středu clon a v optické ose mikroskopu, účinně omezuje proudění plynu mezi jednotlivými prostory EREM a zároveň nebrání prostupu PE clonami. Tlak omezující clona, oddělující komoru vzorku EREM od diferenciálně čerpané komory, plní současně funkci aperturní clony projekční čočky mikroskopu. Velikost jejího otvoru je kompromisem mezi požadavkem na minimalizaci proudění plynu a maximalizaci zorného pole mikroskopu. Celý systém je zpravidla integrován v tubusu mikroskopu. Vakuové schéma moderního EREM s katodou typu LaB_6 a systémem diferenciálně čerpaných komor, je zobrazeno na obrázku 2.2.



Obr. 2.2 Vakuové schéma moderního EREM s katodou typu LaB_6 [74]

Inovativní řešení problému jak udržet rozdílné tlaky plynů v prostorech EREM oddělených clonou, představil Danilatos [75]. Publikoval technické řešení zvané „Reverse flow pressure limiting aperture“, využívající principu difuze a Venturiho vývěvy, která dosahuje čerpacího efektu strháváním molekul plynu prouděním plynu.

Komora vzorku EREM a diferenciálně čerpaná komora jsou obvykle čerpány pomocí rotačních vývěv. Farley [76, 77] však uvádí možnost čerpání diferenciálně čerpané komory soustavou rotační a turbomolekulární vývěvy. Velikost tlaku plynu v komoře vzorku EREM je dána množstvím plynu připouštěného vakuovým ventilem a množstvím plynu odčerpávaného vývěvou a procházejícím otvorem v PLA. Rotační vývěvy mohou být také využity pro vytvoření vhodných tlakových podmínek pro činnost turbomolekulární nebo difuzní vývěvy, viz obr. 2.2 [74]. Tyto vývěvy, se schopností dosáhnout nižšího tlaku než vývěvy rotační, jsou vhodné pro čerpání další, popřípadě dalších diferenciálně čerpaných komor, situovaných blíže ke zdroji elektronů EREM.

Prostor zdroje elektronů je v případě použití katody typu LaB_6 (pracovní tlak < 10^{-3} Pa) a zejména studené autoemisní katody (pracovní tlak < 10^{-7} Pa) nutné čerpat iontovými vývěvami. V případě přímo žhavené wolframové katody (pracovní tlak < 10^{-2} Pa), u mikroskopů nižší a střední třídy, je celý vakuový systém jednodušší, zpravidla využívá pouze jednu diferenciálně čerpanou komoru a prostor zdroje elektronů je čerpán pouze turbomolekulární nebo difuzní vývěvou, jak ukazuje např. Autrata [78].

Díky účinnému čerpacímu systému, systému regulace tlaku a řízení vakuových ventilů může moderní EREM pracovat v režimu vakua, kde je rovnocennou náhradou klasického REM, ale také v režimu vysokého tlaku. Ten může být v závislosti na typu mikroskopu ještě dělen na režim nízkého vakua (tlak v komoře vzorku < 330 Pa) a environmentální režim (tlak v komoře vzorku až 4000 Pa).

2.2 Fyzikální základy

2.2.1 Teorie rozptylu primárního elektronového svazku v plynném prostředí

Elektrony primárního elektronového svazku, šířící se v REM po dráze asi 1 m od zdroje elektronů na vzorek, procházejí prostředím s tlakem maximálně 0,001 Pa. Vzhledem k tomu, že střední volná dráha elektronů λ v plynu je při tomto tlaku mnohonásobně delší než dráha, po které se elektrony šíří, je pravděpodobnost jejich srážky s molekulami či atomy plynů minimální a jak uvádí Goldstein [79], k rozptylu elektronového svazku téměř nedochází.

Vysoký tlak plynů, řádově stovky až tisíce Pa v komoře vzorku EREM, způsobuje výrazné zkrácení střední volné dráhy elektronů λ. Její velikost v závislosti na kinetické energii elektronů a tlaku dusíku ukazuje obrázek 2.3. Střední volnou dráhu elektronů je možné v závislosti na tlaku plynu p, termodynamické teplotě plynu T, celkovém účinném průřezu molekul plynu σ_T a Boltzmanově konstantě k vypočítat pomocí vzorce 2.1, jak uvádí například Thiel [80]:

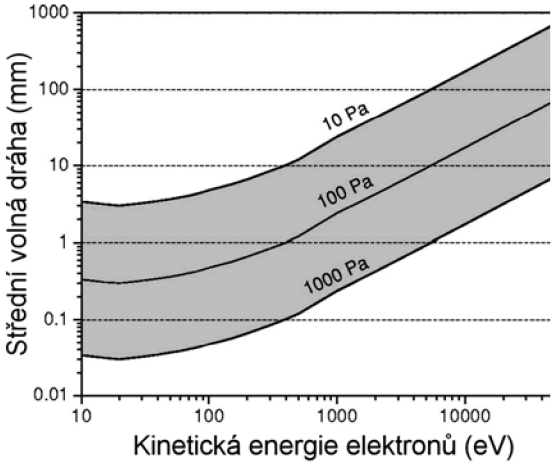
$$\lambda = \frac{k \cdot T}{\sigma_T \cdot p} = \frac{1}{\sigma_T \cdot n} \tag{2.1}$$

Koncentrace částic n je při daném konstantním tlaku definována ze stavové rovnice plynu jako

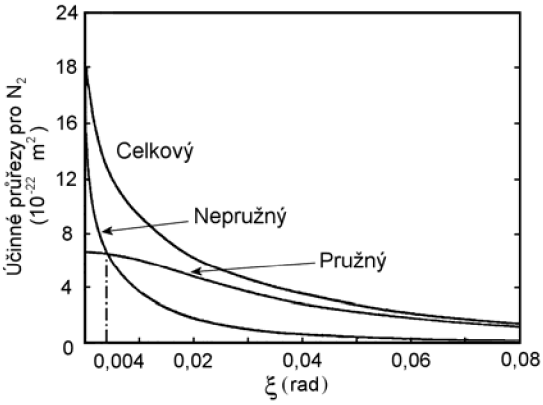
$$n = \frac{p}{k \cdot T} \tag{2.2}$$

V důsledku malé hodnoty λ, v prostředí s vysokým tlakem plynů EREM, podstupují PE pružné a nepružné srážky s molekulami a atomy plynů. Prochází-li elektron plochou obklopující molekulu plynu, definovanou jako pružný účinný průřez molekuly plynu σ_e, dojde k odchýlení elektronu z původní stopy primárního elektronového svazku o úhel ξ, přičemž ke ztrátě energie

elektronu nedochází. Nepružný účinný průřez molekuly plynu σ_i je definován obdobně jako pružný, avšak projde-li elektron touto plochou, ztratí část své energie tím, že ji předá molekule plynu. Velikost celkového účinného průřezu molekul plynu σ_T je dána součtem σ_i a σ_e, závisí na druhu plynu a s rostoucí kinetickou energií elektronů klesá. To ve svých publikacích potvrzují např. Dayashankar a kol. [81], Katase a kol. [82], Zecca [83] a He a kol. [84]. Velikost účinných průřezů molekul dusíku (N_2) v závislosti na úhlu ξ, pro elektrony s energií 25 keV ukazuje obr. 2.4.



Obr. 2.3 Velikost střední volné dráhy elektronů λ v závislosti na kinetické energii elektronů a tlaku dusíku [80]



Obr. 2.4 Velikost pružného, nepružného a celkového účinné průřezu molekul dusíku v závislosti na úhlu ξ, pro elektrony s energií 25 keV [85]

Zatímco pružný rozptyl se významněji uplatňuje u elektronů rozptýlených pod úhlem ξ > 0,004 rad (1 rad ≈ 57,3°), většina PE je rozptýlena pod úhlem ξ < 0,004 rad a tudíž díky nepružnému rozptylu, jak ukazuje obrázek 2.4 publikovaný Moncrieffem [85]. Závislosti vynesené v tomto obrázku vycházejí z předpokladu, že jen zanedbatelné množství elektronů podstoupí více než jednu srážku.

Rozptyl PE pohybujících se v prostředí vysokého tlaku plynů je charakterizován průměrným počtem srážek *m* připadajících na jeden elektron, který je definován jako,

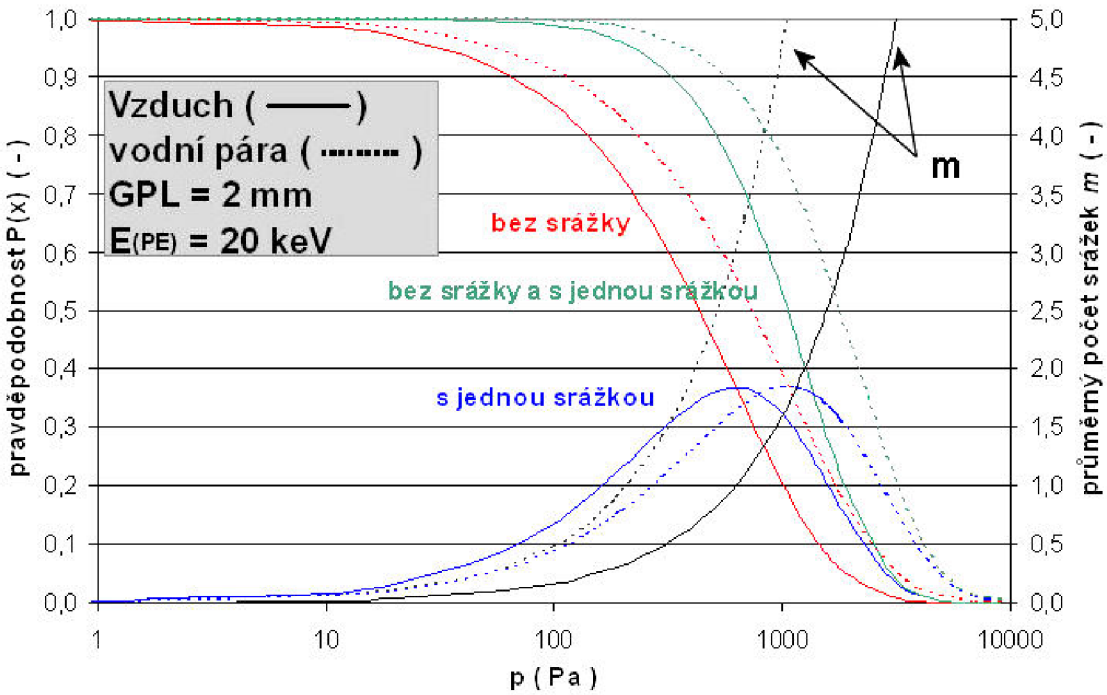
$$m = \sigma_T \cdot \int_0^{GPL} n(z)\, dz \tag{2.3}$$

kde *GPL* je délka dráhy elektronu v prostředí s vysokým tlakem.

Za předpokladu, že rozptyl PE lze popsat Poissonovým rozdělením, lze pomocí vzorce (2.4) publikovaného Danilatem [30, 86] stanovit pravděpodobnost, se kterou se elektrony primárního svazku srazí s molekulami plynu x-krát.

$$P(x) = \frac{m^x \cdot e^{-m}}{x!} \tag{2.4}$$

Pro podmínky EREM, kde je obvykle v komoře vzorku tlak od 1 do 1000 Pa nabývá *m* hodnot od $1{,}58 \cdot 10^{-3}$ do 1,58, jak ukazuje závislost průměrného počtu srážek *m* na tlaku vzduchu vynesená v obrázku 2.5, počítáno pro GPL=2 mm a E_{PE}=20 keV. Pro tyto podmínky ze vzorce (2.4) vyplývá, že od 99,8 % do 19,8 % PE nepodstoupí srážku s molekulami plynu (v obrázku 2.5 vyneseno červenou čarou), přičemž jednu srážku podstoupí od 0,16 % do 32 % elektronů (v obrázku 2.5 vyneseno modrou čarou). Je zajímavé si všimnout, že za jinak stejných podmínek, ale v prostředí vodních par dopadne v původní stopě svazku od 99,9 % do 39,1 % PE a jednu srážku podstoupí od 0,09 % do 36,7 % PE, viz. Obrázek 2.5 (čárkované čáry). To je způsobeno rozdílnou velikostí celkového účinného průřezu σ_T molekul vzduchu a vodní páry.



Obr. 2.5 Vypočtená hodnota pravděpodobnosti, se kterou PE nepodstoupí, podstoupí jednu, nebo nepodstoupí a podstoupí jednu srážku s molekulami vzduchu a vodní páry a vypočtená hodnota průměrného počtu srážek m připadajících na jeden elektron v závislosti na tlaku vzduchu nebo vodní páry

Pro konkrétní podmínky v EREM, charakterizované hodnotou *m,* je možné vypočítat tu část PE, která prochází prostředím vysokého tlaku plynů bez rozptylu, tedy v původní stopě svazku. Zbývající část PE je rozptýlena do oblasti nazývané „skirt“. Proudu PE, jenž projde v původní stopě nerozptýleného svazku primárních elektronů v EREM je možné pomocí vzorců (2.3) a (2.4) vypočítat jako,

$$I = I_{PE} \cdot e^{-m} \tag{2.5}$$

kde I_{PE} je proud PE ve vakuu. Praktickou aplikací této problematiky na vybrané typy EREM se podrobně zabýval Danilatos [86].

Laterální rozložení rozptýlených PE lze vyjádřit kumulativní pravděpodobností, umožňující určit poloměr rozptýleného svazku $r_{1/2}$. Ten je

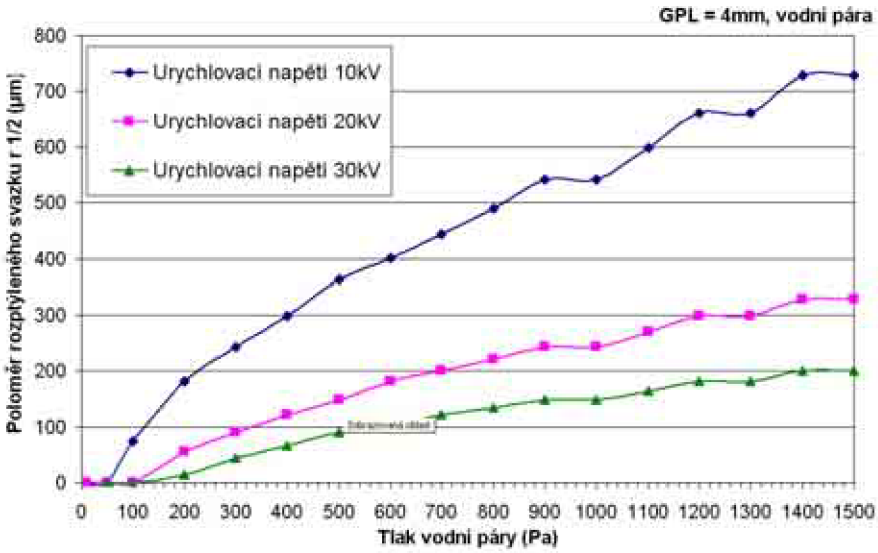
definován Danilatem [34] jako poloměr, uvnitř kterého se nachází 50 % rozptýlených elektronů vyjma nerozptýlených PE v původní stopě svazku. Pro výpočet $r_{1/2}$ byl Danilatem [30] odvozen a Berrem [87] a Newburym [88] použit vztah,

$$r_{1/2} = \left(\frac{364{,}19 \cdot Z}{E}\right) \cdot \left(\frac{p}{T}\right)^{1/2} \cdot GPL^{3/2} \qquad (2.6)$$

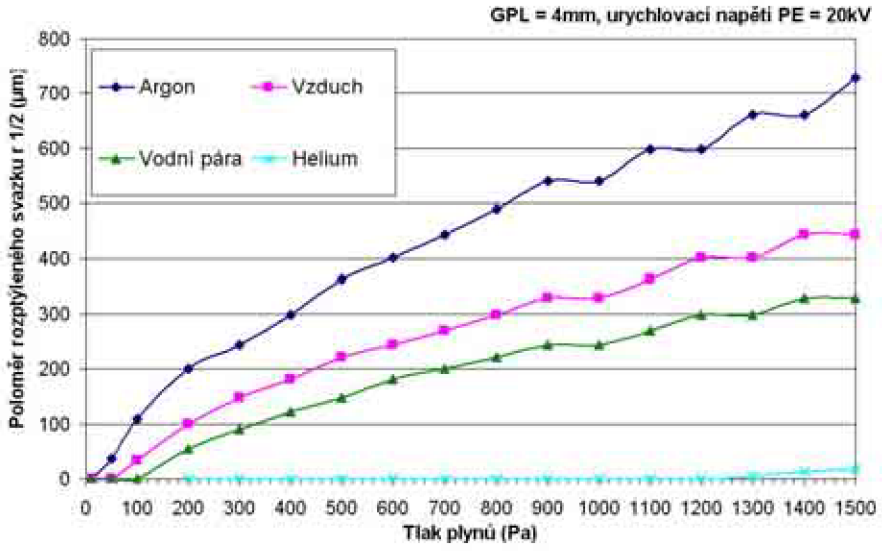
kde E je energie primárních elektronů a Z je střední atomové číslo plynu. Vzorec (2.6) byl odvozen za předpokladu, že svazek PE má nekonečně malý průměr, což však v praxi neplatí. Další varianty výpočtu $r_{1/2}$ uvažující toto zjednodušení popisuje Danilatos [30]. Výsledky experimentálního měření rozptylu PE v EREM popisuje Wight a kol. [89, 90].

Obdobně lze stanovit kumulativní pravděpodobnost i pro PE, jejichž rozložení proudové hustoty elektronů ve stopě je vyjádřeno Gaussovým rozdělením, charakterizovaným velikostí směrodatné odchylky σ_G. Podle Daniláta [30] a Autraty [91], s rostoucí hodnotou σ vzrůstá velikost proudu v původní stopě svazku nad hodnotu e^{-m}, která odpovídá poklesu proudu ve stopě s nekonečně malým průměrem. Přírůstek proudu pochází od těch rozptýlených elektronů, které zpětně dopadnou do původní stopy svazku.

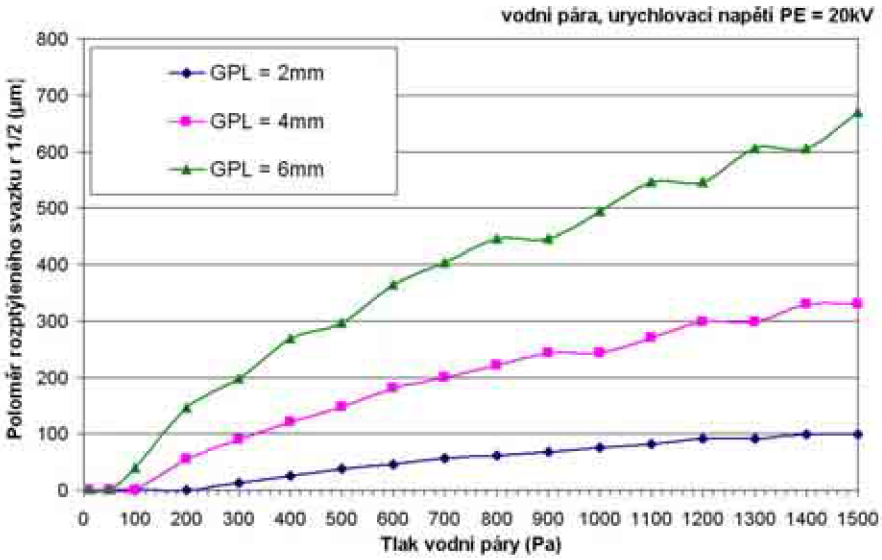
Moderním přístupem k výpočtu hodnot $r_{1/2}$ je použití metody Monte Carlo. Závislost $r_{1/2}$ na vybraných parametrech EREM ukazují obr. 2.6 a, b, c. Tyto závislosti byly speciálně pro tuto disertační práci simulovány prof. Raynaldem Gauvinem pomocí jeho softwaru CASINO a představují doposud nepublikovaná data. Z presentovaných obrázků a ze vzorce 2.6 vyplývá, že hodnota $r_{1/2}$ klesá s rostoucí energií PE a teplotou plynu a se snižující se GPL, tlakem plynu a středním atomovým číslem plynu Z, jak ve své práci potvrzuje také Gauvin [92].



Obr. 2.6 a Závislost poloměru rozptýleného svazku PE na tlaku vodní páry a urychlovacím napětí PE, při GPL=4 mm v EREM. Simulováno pomocí softwaru CASINO



Obr. 2.6 b Závislost poloměru rozptýleného svazku PE na tlaku plynů, při GPL=4 mm a urychlovacím napětí PE 20 kV v EREM. Simulováno pomocí softwaru CASINO



Obr. 2.6 c Závislost poloměru rozptýleného svazku PE na tlaku vodní páry při různé GPL a urychlovacím napětí PE 20 kV v EREM. Simulováno pomocí softwaru CASINO

2.2.2 Rozptyl elektronů v pevné látce

Na interakce PE s molekulami a atomy plynů v EREM lze nahlížet podobně jako na interakce PE s atomy pevné látky, přičemž hustota pevné látky je v porovnání s plynem výrazně vyšší a po celou dobu relativně konstantní. Při průchodu PE pevnou látkou se elektrony nejen rozptylují, ale také ztrácejí při srážkách s atomy část své energie. Analogicky s plynným prostředím může v pevné látce docházet k pružnému či nepružnému rozptylu PE a k excitaci elektronů v látce. Tyto základní procesy ovlivňují dolet elektronů, hloubkové rozdělení ionizace atomů a emisi sekundárních a zpětně odražených elektronů z povrchu vzorku. Zatímco v důsledku několikanásobného pružného rozptylu dochází ke zvětšování úhlové šířky svazku až po zpětný odraz elektronu, několikanásobný nepružný rozptyl je provázen ztrátou energie elektronů podél

jejich trajektorie a může být provázen např. emisí sekundárních elektronů nebo rentgenového záření, jak uvádí například Müllerová [93].

Pružný rozptyl

Pohybuje-li se elektron po dráze míjející v určité vzdálenosti jádro atomu, je vlivem jeho pole vychýlen o úhel θ. Navzájem rovnoběžné trajektorie, které procházejí plochou $d\sigma$, jsou rozptýleny o úhel θ do prostorového úhlu $d\Omega$. Výpočet diferenciálního účinného průřezu pro pružný rozptyl dle Reimera [94], který uvažuje vliv stínění jádra elektronovým obalem a vliv spinu elektronů, je dán rovnicí,

$$\left(\frac{d\sigma}{d\Omega}\right)_{R_S} = \frac{e^4 Z^2}{4(4\pi\varepsilon_0)^2 m_e^{\,2} v_e^{\,4}\left[\sin^2(\theta/2)+\sin^2(\theta_0/2)\right]^2} \tag{2.7}$$

kde e je elektrický náboj elektronu, Z je atomové číslo, ε_0 je permitivita vakua, m_e je hmotnost elektronu, v_e je rychlost elektronu, θ_0 je charakteristický stínící úhel, $\theta_0/2 = \lambda/4\pi R$ (R je stínící poloměr atomu); de Broglieho vlnová délka v nm je λ=1,226/E pro E v eV.

Rovnice 2.7 neplatí pro elektrony s nízkou energií, kdy se vlnová délka elektronů blíží meziatomovým vzdálenostem a to zejména pro větší rozptylové úhly a prvky s vyšším atomovým číslem, jak uvádí například Müllerová [93].

Pro studium elektronů s nižší energií, rozptylujících se do větších úhlů, je vhodnější použít tzv. Mottův diferenciální účinný průřez [95],

$$\left(\frac{d\sigma}{d\Omega}\right)_M = |f(\theta)|^2 + |g(\theta)|^2 \tag{2.8}$$

kde pro rozptylové amplitudy f(θ) a g(θ) platí vztahy které publikoval Ding a kol. [96],

$$f(\theta) = \frac{1}{2ik_e}\sum_{l=0}^{\infty}\left[(l+1)\left(e^{i2\delta_l^+}-1\right)+l\left(e^{i2\delta_l^-}-1\right)\right]P_l(\cos\theta) \tag{2.9}$$

$$g(\theta) = \frac{1}{2ik_e}\sum_{l=1}^{\infty}-\left(e^{i2\delta_l^+}+e^{i2\delta_l^-}\right)P_l^1(\cos\theta) \tag{2.10}$$

kde k_e je vlnové číslo elektronu, P_l a P_l^1 jsou Legendrova funkce, resp. přidružená Legendrova funkce a δ_l^+, δ_l^- značí fázové posuvy pro l-tou parciální vlnu pro oba směry spinu. Podrobnější rozbor této problematiky uvádí například Reimer [94].

Z hlediska pravděpodobnosti pružného rozptylu lze podle Goldsteina a kol. [79] říci, že roste přibližně s druhou mocninou atomového čísla vzorku (těžší atomy mají o mnoho vyšší kladný náboj atomových jader) a snižuje se s druhou mocninou energie elektronů.

Nepružný rozptyl

Nejdůležitější mechanismy doprovázející nepružný rozptyl jsou jednoduchá elektronová excitace při rozptylu elektron-elektron, ionizace atomů na vnitřních hladinách, přechody uvnitř energiového pásu a mezi pásy a ztráty energie excitací povrchových a objemových plazmonů.

V základním modelu, popisujícím rozptyl vysokoenergiového elektronu na volném elektronu (bez vazebních sil) lze účinný průřez $d\sigma/dW$ pro změnu energie zasaženého elektronu mezi W a dW vyjádřit jako,

$$\frac{d\sigma}{dW} = \frac{\pi e^4}{(4\pi\varepsilon_0)^2}\frac{1}{EW^2} \tag{2.11}$$

kde $E=m_0v^2/2$ je nerelativistická kinetická energie dopadajícího elektronu, jak uvádí například Reimer [97]. Diferenciální účinný průřez, který uvažuje vazební energii elektronů E_i je vyjádřen poloempirickým vztahem, jenž odvodil Gryziński [98],

$$\frac{d\sigma_i}{dW} = n_i \frac{\pi e^4}{(4\pi\varepsilon_0)^2}\frac{E_i}{EW^3}\left(\frac{E}{E+E_i}\right)^{3/2}\left(1-\frac{W}{E}\right)^{E_i/(E_i+W)}$$
$$\left\{\frac{W}{E_i}\left(1-\frac{E_i}{E}\right)+\frac{4}{3}\ln\left[2{,}7+\left(\frac{E-W}{E_i}\right)^{1/2}\right]\right\} \tag{2.12}$$

kde n_i je počet elektronů i-té hladiny. Za předpokladu, že dopadající elektron koliduje pouze s elektrony na jednotlivých hladinách a že interakce elektronů atomu s jádrem může být během kolize zanedbána ($W>>E_i$), přechází pro $E_i \rightarrow 0$ vztah 2.12 do vztahu 2.11, jak ve své práci ukazuje například Müllerová [93].

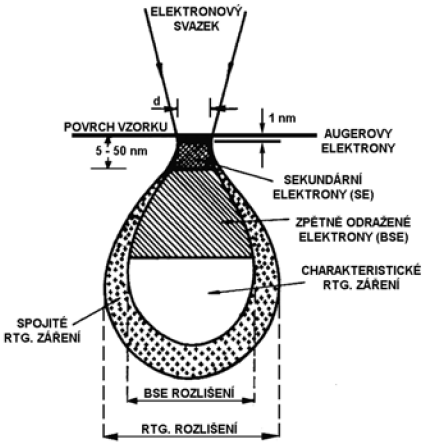
Problematiku střední volné dráhy podrobně řeší Ding a kol. [96], Kotera a kol. [99] a Powell [100], problematiku brzdné síly pak Bethe [101] a Tung a kol. [102], a problematiku elektronového doletu Tung a kol. [102], Joy a kol [103] a Drescher a kol. [104].

Rozptyl PE ve vzorku je prostorově ohraničen tzv. interakčním objemem, viz. obr. 2.7, jehož velikost významně ovlivňuje rozlišení obrazu. Interakční objem se s rostoucí energií PE zvětšuje, zatímco s rostoucím protonovým číslem vzorku a rostoucím úhlem dopadu svazku PE (vzhledem k normále povrchu vzorku) klesá a mění svůj tvar, jak uvádí např. Goldstein [79]. Interakce PE s pevnou látkou souborně řeší Reimer [94]. Výsledky simulací metodou Monte Carlo publikovali např. Kyser a kol. [105, 106] a Joy [107].

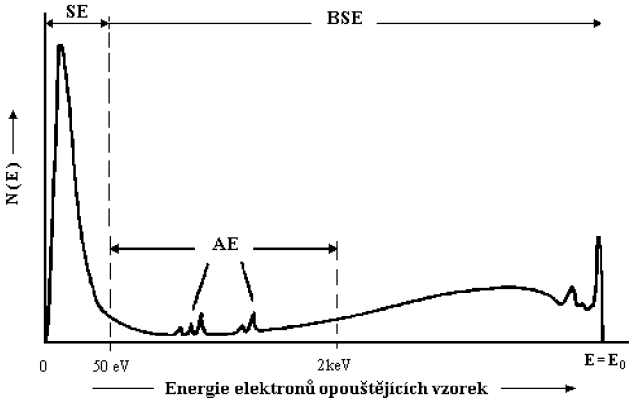
2.2.3 Emise signálních elektronů

Při interakci PE se vzorkem dochází v rámci interakčního objemu ke generování různých druhů signálů. Jedná se zejména o sekundární elektrony, zpětně odražené elektrony, Augerovy elektrony (AE), rentgenové záření, fotony, a další. Část kinetické energie primárních elektronů se přemění v tepelnou energii a způsobí ohřev vzorku, viz. Liu a kol. [108]. Je možné měřit také absorbovaný proud vzorkem, jak ukazuje například Fletcher [109].

Z těchto signálů jsou v EREM detekovány zpětně odražené elektrony („backscattered electrons“) BSE, sekundární elektrony („secondary electrons“) SE, fotony a rentgenovo záření („X-Ray“), přičemž detekce fotonů bude řešena jen okrajově a detekci rentgenova záření nebude v této práci věnována pozornost. Energiové spektrum signálních elektronů ukazuje obr. 2.8.



Obr. 2.7 Schematická ilustrace rozptylu PE v objemu vzorku (interakční objem) a různé procesy související s elektronovými interakcemi



Obr. 2.8 Energiové spektrum signálních elektronů emitovaných z povrchu vzorku jako důsledek interakce PE se vzorkem, kde E_0 je E_{PE}

Zpětně odražené elektrony

Zpětně odražené elektrony lze obecně definovat jako elektrony, které eventuelně i po několikanásobném pružném a nepružném rozptylu PE ve vzorku opouštějí jeho povrch s energií vyšší než 50 eV. Vystupují z hloubky řádově desítek až stovek nm, viz. obr. 2.7, v závislosti na energii a úhlu dopadu PE, tloušťce vrstvy a materiálu vzorku. Nesou převážně materiálovou informaci, i když ve speciálních případech mohou poskytnout i topografickou informaci o povrchu vzorku, jak ukazuje například Autrata [110]. Průměrná energie BSE je závislá na typu vzorku a její hodnota je často definována jako 75 % energie PE. Jejich energiová spektra, počítaná Hoffmannem a kol. [111] metodou transportních rovnic, vykazují maximum při 0,7 až 0,9 energie PE.

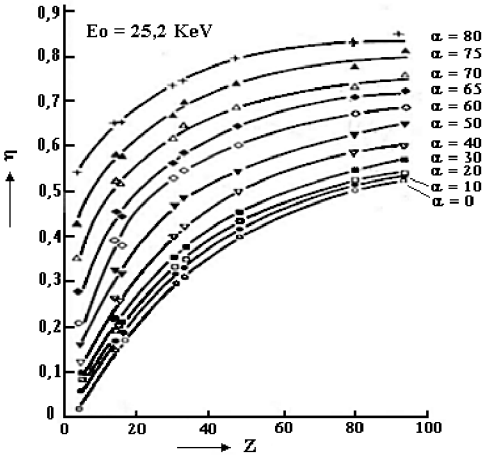
Zpětně odražené elektrony lze dle Autraty a kol. [112] dělit na BSE I - nízkoztrátové zpětně odražené elektrony generované po pružném rozptylu PE ve vzorku, BSE II – vysokoztrátové zpětně odražené elektrony generované po nepružném rozptylu PE ve vzorku a BSE III - nejpravděpodobněji generované po odrazu BSE I a II od komory vzorku. Další možná dělení BSE v závislosti na úhlu emise a sběru, pro různé materiály či náklon vzorku řeší Autrata [110].

Pro kvantitativní popis emise BSE je zaveden koeficient emise zpětně odražených elektronů η, který publikoval např. Reimer [94] a je definován jako,

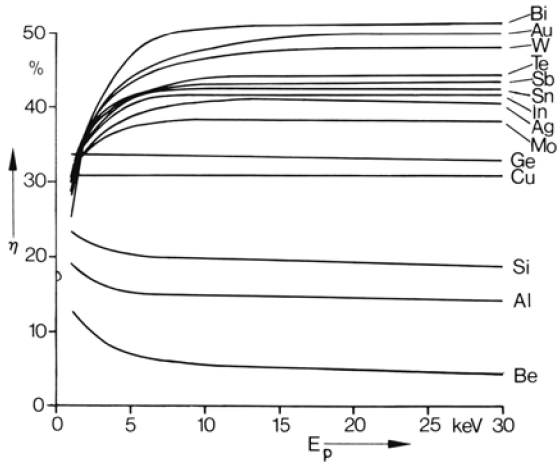
$$\eta = \frac{\sum \text{emitovaných BSE ze vzorku}}{\sum \text{dopadajících PE na vzorek}} = \frac{I_{BSE}}{I_{PE}} \qquad (2.13)$$

kde I_{BSE} je proud emitovaných BSE z povrchu vzorku a I_{PE} je proud dopadajících PE na vzorek.

Koeficient emise zpětně odražených elektronů η a tedy i výtěžek těchto elektronů ze vzorku monotónně roste se zvyšujícím se atomovým číslem Z a pro kolmý dopad PE na vzorek dosahuje hodnot mezi 0,07 a 0,53, viz. obr. 2.9. Tento nárůst je podle Goldsteina a kol. [79] strmý pro prvky s atomovým číslem menším než 50, zatímco pro prvky, jejichž Z je vyšší než 50 roste pozvolna.



Obr. 2.9 Závislost η na Z pro různé úhly dopadu PE (kde α je úhel mezi normálou k povrchu vzorku a PE) [104]



Obr. 2.10 Závislost koeficientu η *na* energii PE [113]

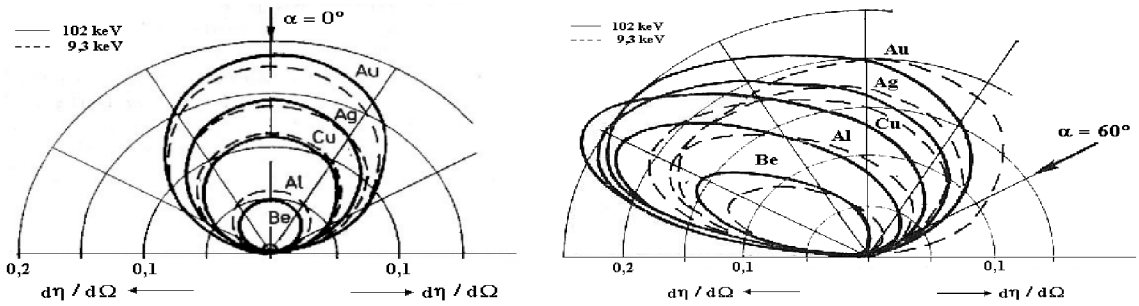
Empirický vzorec popisující závislost η na Z při energii PE 20 keV uvádí např. Reuter [114]. Jiná definice, která byla na základě hodnot vypočtených metodou Monte Carlo publikována Lovem a Scotem [115], vykazuje dobrou shodu s výsledky experimentálního měření Darlinktna [116]. Tato problematika je také obsáhle řešena například Reimerem [94] nebo Hulínským [117].

Koeficient emise zpětně odražených elektronů η je ovlivněn také velikostí energie PE a úhlem jejich dopadu α na vzorek. Pro energie v intervalu 10 až 100 keV je koeficient na energii PE nezávislý, viz obr. 2.10. Zvyšující se úhel dopadu PE (vzhledem k normále k povrchu vzorku) způsobuje dominanci emise vysokoenergiových elasticky rozptýlených PE v blízkosti povrchu vzorku, oproti elektronům, které pronikají do hlouby vzorku, jak vysvětluje Goldstein a kol. [79]. V důsledku toho je emitováno více BSE II a dochází k nárůstu koeficientu η, což ukazuje obr. 2.9.

Vzhledem ke své energii se v oblasti bez pole šíří BSE přímočaře v prostorovém úhlu $\Omega = 2\pi$ sr. Distribuční funkce diferenciálního koeficientu emise zpětně odražených elektronů $d\eta / d\Omega$ vynesená do polárních souřadnic pro různé materiály, energie a úhly dopadu PE publikována Reimerem [94] je na obr. 2.11. V případě kolmého dopadu PE na vzorek, lze závislost velikosti η na úhlu emise Ω vyjádřit Lambertovým kosinovým zákonem,

$$\eta(\Omega) = \eta_n \cdot \cos\Omega \tag{2.14}$$

kde η_n je koeficient emise BSE měřený na normále k povrchu vzorku.

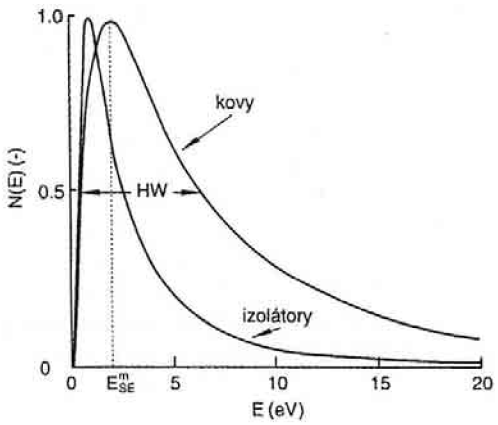


Obr. 2.11 Polární diagram úhlového rozdělení diferenciálního koeficientu emise BSE pro různé materiály, úhly dopadu PE α = 0 a 60° a energie PE 102 keV a 9,3 keV [94]

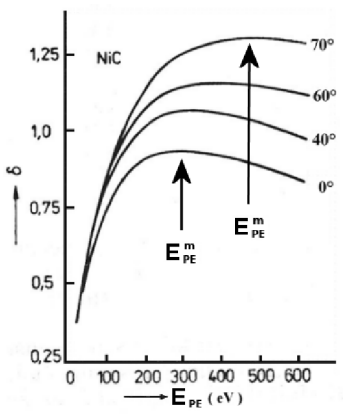
Sekundární elektrony

Z energiového hlediska jsou za sekundární elektrony považovány ty elektrony, jejichž energie je v okamžiku opuštění povrchu vzorku rovna nebo menší než 50 eV, viz. obr. 2.8. Vznikají v důsledku nepružného rozptylu PE na atomech vzorku a mezi jejich hlavní zdroje patří uvolnění excitovaných valenčních nebo vodivostních elektronů v důsledku nárazové ionizace a anihilace plazmonů, viz. Drucker [118]. Je-li kinetická energie absorbovaná valenčním elektronem v okamžiku nárazové ionizace dostatečná, dojde k vyražení elektronu z valenčního pásu atomu vzorku a k jeho cestě vzorkem, např. směrem k povrchu. Velikost kinetické energie se pohybuje v řádu desítek eV, jak ukazuje např. Schreiber a Fitting [119]. Značné energiové ztráty provázející elektron šířící se hmotou determinují hloubku, ze které je elektron v závislosti na své energii schopen z hmoty uniknout, na 0,6 až 2,1 nm pro kovy, jak ukazuje Zadražil a El-Gomati [120], nebo až desetkrát více pro izolanty, dle Seilera [121] a Joye [122]. Tato hloubka je řádově menší než u BSE. Sekundární elektrony nesou informaci o topografii vzorku.

Energiové spektrum emitovaných SE, jako základní charakteristika sekundární emise publikovaná např. Bouchartem a kol. [123] nebo Müllerovou [93], je na obr. 2.12.



Obr. 2.12 Energiové rozdělení SE z kovů a izolantů [123]



Obr. 2.13 Závislost koeficientu δ na energii a úhlu dopadu PE na vzorek (měřeno na NiC) [121]

Tato charakteristika, kde $N(E)=d\delta/dE_{SE}$, je pro kovy a izolanty prakticky nezávislá na energii PE větší než 100 eV. Definuje ji nejpravděpodobnější energie sekundárních elektronů E_{SE}^{m} a plná šířka v poloviční výšce maxima HW, jak ukazuje Seiler [121] nebo Chung a kol. [124]. Podle obr. 2.12 je HW menší pro izolanty než pro kovy, přičemž poslední měření Schäfera a Hölzla [125] na čistých površích kovů ukazují, že 1 eV ≤ E_{SE}^{m} ≤ 5 eV a 3 eV ≤ HW ≤ 15 eV. Obě tyto veličiny závisí na materiálu a čistotě povrchu vzorku.

Jak ukazuje např. Autrata [110] nebo Reimer [94], sekundární elektrony lze dělit na SE I – elektrony generované PE v těsné blízkosti povrchu vzorku, nesoucí informaci o topografii vzorku s vysokým rozlišením, SE II - elektrony generované v důsledku prostupu BSE povrchovou vrstvou vzorku o tloušťce v níž vznikají i SE I, podléhají většímu rozptylu v látce a tudíž nenesou informaci o topografii vzorku v místě dopadu PE, SE III – elektrony generované na stěnách komory vzorku po dopadu zpětně odražených elektronů, nesou zprostředkovanou informaci, SE IV - elektrony šířící se z tubusu mikroskopu a generované elektrony primárního elektronového svazku, často po jejich srážce s aperturní clonou objektivu. Sekundární elektrony typu I a II jsou některými autory, např. Autrata [110], nazývány pravými sekundárními elektrony.

Kvantitativní popis emise SE umožňuje koeficient emise sekundárních elektronů δ, který je např. Reimerem [94] definován jako,

$$\delta = \frac{\sum \textit{emitovaných SE ze vzorku}}{\sum \textit{dopadajících PE na vzorek}} = \frac{I_{SE}}{I_{PE}} \tag{2.15}$$

kde I_{SE} je proud emitovaných SE z povrchu vzorku a I_{PE} je proud dopadajících PE na vzorek.

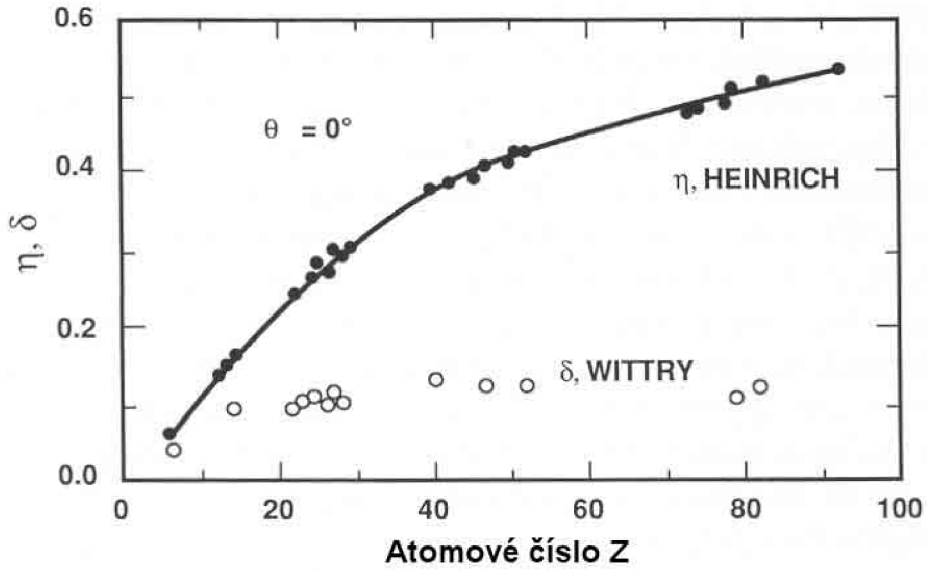
Hodnota koeficientu δ roste až do energie E_{PE}^{m}, kde E_{PE}^{m} je energie PE pro níž dosahuje δ maximální hodnoty δ^{m} a poté klesá, jak ukazuje obr. 2.13. Podle Seilera [121] se hodnota δ^{m} pohybuje v rozmezí 0,35 až 1,6 při 100 eV ≤ E_{PE}^{m} ≤ 800 eV pro kovy a 1 až 10 při 300 eV ≤ E_{PE}^{m} ≤ 2000 eV pro izolanty. Hodnoty δ^{m} při energiích E_{PE}^{m} spolu s hodnotami η *pro energie PE > 10 keV a* δ pro energie PE 20 keV, publikoval souhrnně pro různé materiály např. Seiler [121]. Obecně lze říci, že pro energie PE používané v EREM platí, že s rostoucí energií PE hodnota koeficientu emise SE klesá. Tento pokles je vyjádřen rovnicí 2.16 publikovanou Seilerem [121] a odvozenou pomocí experimentálních dat, které změřil Ono a Kanaya [126]. E_{PE} je v rovnici 2.16 dosazováno v keV.

$$\delta = 0{,}86 \cdot \left(\delta^{m}\right)^{1{,}35} \cdot \left(E_{PE}\right)^{-0{,}35} \tag{2.16}$$

Z hlediska úhlových charakteristik emise SE je velmi podstatná závislost sekundární emise na úhlu dopadu PE, neboť přináší informaci o topografii vzorku. Zajímavé je také úhlové rozložení emitovaných SE. Nárůst koeficientu δ s rostoucím úhlem dopadu PE (vzhledem k normále povrchu vzorku) je pro energie PE používané v EREM strmější, než v případě koeficientu η. Analytické vyjádření této závislosti, graficky vyjádřené obr. 2.13, publikovali např. Seiler [121], Reimer [94] a Kanter [127]. Je zajímavé, že pro energie PE menší než 200 eV se stává δ na úhlu dopadu PE téměř nezávislý, jak ukazuje např. Joy

[128]. Úhlové rozložení emitovaných SE z polykrystalických materiálů má nezávisle na energii PE průběh daný kosinovou funkcí, jak ukazuje např. Kanaya a kol. [129].

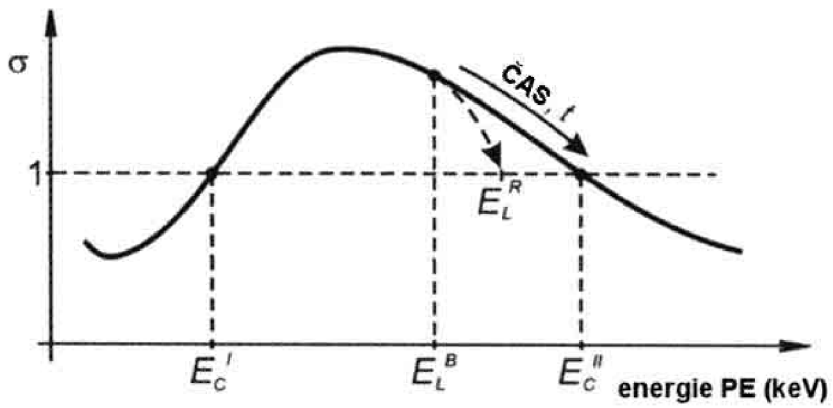
Závislost δ na atomovém čísle vzorku Z je pro energie PE v EREM a čisté povrchy vzorků velmi slabá. Mohou ji způsobovat SE II, ovlivňující δ zprostředkovanou informací BSE. Závislost η a δ na Z, podle experimentálních dat Wittryho [130] a Heinricha [131], ukazuje obr. 2.14. Pro většinu materiálů je hodnota δ rovna 0,1. Určitou výjimku tvoří uhlík (Z=6, $\delta \approx 0{,}05$) a zlato (Z=79) jehož δ převyšuje 0,2.



Obr. 2.14 Závislost koeficientu δ a η na atomovém čísle Z vzorku [130, 131]

2.2.4 Nabíjení vzorku

Nabíjení elektricky nevodivých vzorků v elektronovém mikroskopu je obecně známý problém. Z hlediska jeho hodnocení je důležitá úhrnná nábojová bilance, která může být posuzována na základě znalosti celkového výtěžku elektronů σ. Tento výtěžek je definován jako $\sigma = \eta + \delta$ a je tvořen součtem koeficientu sekundárních a zpětně odražených elektronů. Je-li $\sigma > 1$, je ze vzorku emitováno více elektronů než na něj prostřednictvím PE dopadá a vzorek se nabíjí kladně. Kladně nabitý povrch vzorku přitahuje zpět SE a nábojová rovnováha ($\sigma = 1$, po přechodu E_L^B do E_L^R, viz. obr. 2.15) nastane při nízkém povrchovém potenciálu. Kladné nabíjení nevodivého vzorku nastává v oblasti mezi kritickými energiemi E_C^I a E_C^{II}, viz obr. 2.15. Velikost E_C^I se pohybuje v řádu desítek až stovek eV, zatímco E_C^{II} může dosahovat stovek eV až jednotek keV. Obě tyto energie závisí na chemickém složení, krystalové orientaci a na čistotě povrchu vzorku. Energie E_C^{II} pak navíc ještě závisí na úhlu dopadu PE na vzorek.

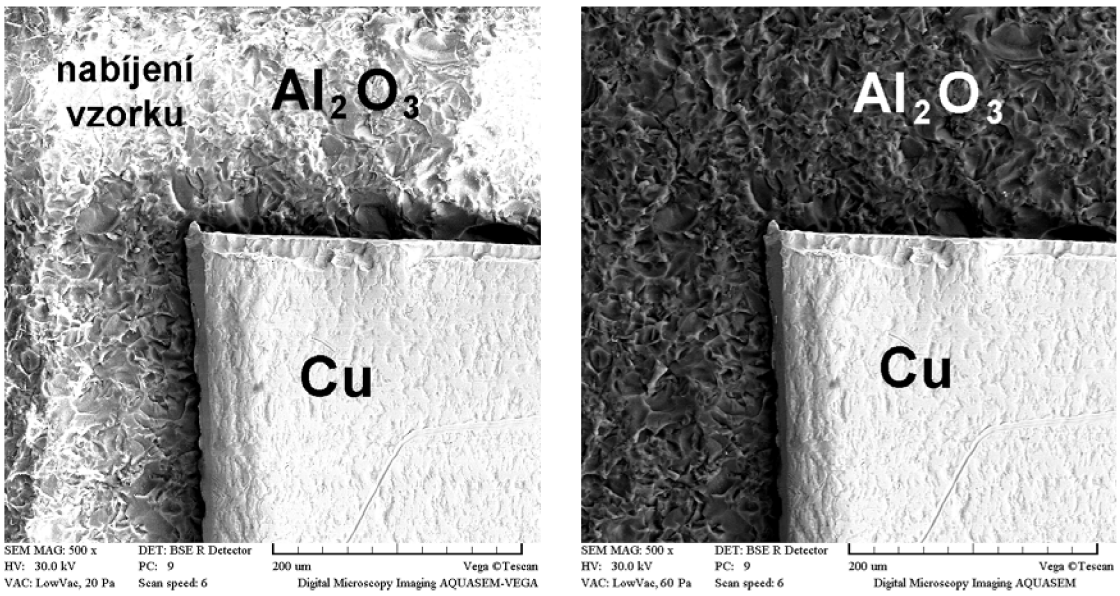


Obr. 2.15 Závislost celkového výtěžku $\sigma = \eta + \delta$ emitovaných elektronů ze vzorku na energii PE

Je-li energie PE rovna těmto energiím, v nichž křivka na obrázku 2.15 protíná jednotkovou úroveň, je počet dopadajících a emitovaných elektronů v rovnováze a k nabíjení vzorku nedochází. Pro případ, kdy E_C^I > energie PE > E_C^{II} a $\sigma < 1$, dopadá na vzorek více elektronů než je z něho emitováno a nevodivý vzorek se nabíjí záporně. K tomu obvykle dochází při použití energie PE v řádu desítek keV ve standardním SEM.

Problémy s nabíjením nevodivých vzorků se v praxi řeší mnoha metodami. Patří mezi ně např. kompenzace náboje na povrchu vzorku iontovým svazkem, či svazkem elektronů o energii odlišné, než je energie PE, jak ukazuje Crawford [132], Akahori a kol. [133], Ichimura a kol.[134] nebo Morin a kol. [135]. Nejpoužívanější metodou v REM je pokrytí povrchu nevodivého vzorku tenkou vodivou vrstvou, s tloušťkou řádově v jednotkách nm, nejčastěji ze zlata či platiny.

Další metodou je zobrazení na tzv. kritických energiích, jak ukazuje Reimer a kol. [136], Frank a kol. [137] a Zadražil a kol. [138]. Univerzální řešení problému nabíjení nevodivých vzorků nabízí environmentální rastrovací elektronová mikroskopie, jako technologie dnes již světově známá a obecně rozšířená, jak například uvádí Neděla a kol. [47]. Kompenzaci záporného náboje na povrchu korundové keramiky v obraze zaznamenaném BSE YAG detektorem v EREM AQUASEM II, při zvýšení tlaku plynu v komoře vzorku z 20 Pa na 60 Pa, demonstruje obrázek 2.16.



Obr. 2.16 Měděný plech na korundové keramice, na obrázku vlevo s viditelnými nábojovými artefakty při tlaku vzduch 20 Pa a na obrázku vpravo bez projevů nabíjení při tlaku 60 Pa v komoře vzorku EREM. Zaznamenáno pomocí BSE YAG detektoru v EREM AQUASEM II, PV= 3,5 mm, E_{PE}= 30 keV, I_{PE}=110 pA

2.3 Detektory zpětně odražených elektronů v EREM

Zpětně odražené elektrony se díky své vysoké energii pohybují na krátkých drahách v plynném prostředí EREM téměř bez ztráty energie a jejich trajektorie jsou v porovnání se sekundárními elektrony přímé a v oblasti slabého elektrostatického pole málo ovlivnitelné. Proto je podle Reimera [97] nebo Autraty [112] pro účinnou detekci BSE v EREM nutné konstruovat detektory tak, aby bylo možné umístit jejich detekční prvek v co nejkratší vzdálenosti od vzorku a v optimálním úhlu sběru. V současné době jsou k detekci BSE v mikroskopech s vysokým tlakem v komoře vzorku nejčastěji používány detektory scintilační a nebo polovodičové.

2.3.1 Polovodičové detektory

První použití polovodičového detektoru za účelem detekce BSE v REM popsal Kimoto a kol. [139] v roce 1966. Od té doby byla publikována celá řada konfigurací tohoto detektoru s využitím PN nebo Schottkyho přechodu, např. Gedcke a kol. [140], Frost a kol. [141], Kikutchi a kol. [142] a Müllerová a kol. [143].

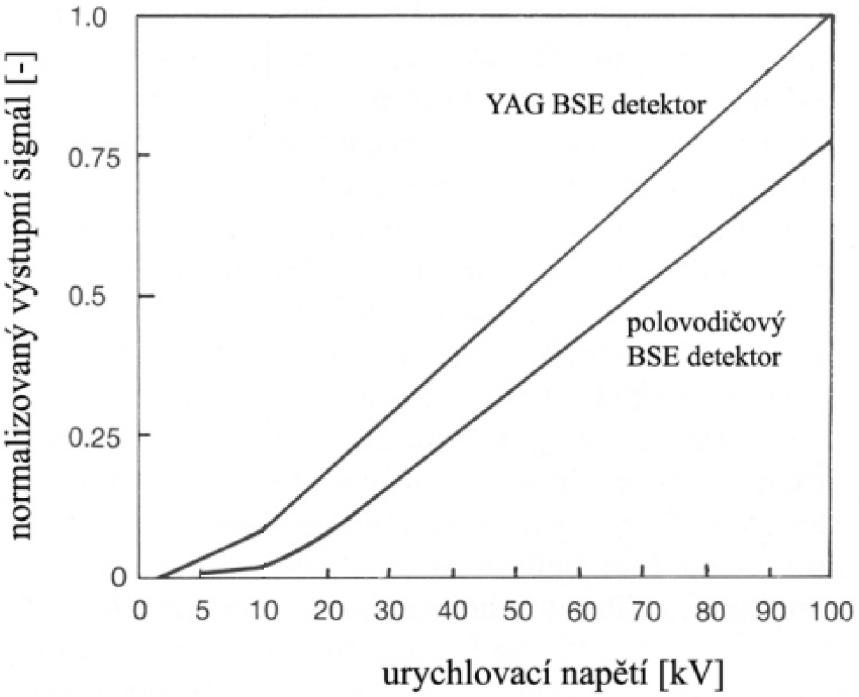
Polovodičový detektor pracuje na principu generace párů elektron-díra v polovodiči po dopadu elektronu určité energie. Energie potřebná k produkci jednoho páru elektron-díra v křemíku je podle Goldsteina [79] a Reimera [94] rovna asi 3,6 eV, tedy po dopadu elektronu s energií 10 keV je produkováno přibližně 2800 párů elektron-díra. Pokud jsou páry elektron-díra generovány přímo v oblasti prostorového náboje na přechodu PN nebo v jeho blízkosti,

elektrické pole přechodu je oddělí dříve, než zrekombinují a obvodem detektoru začne protékat proud.

Výhodou polovodičového detektoru je především jeho jednoduchost a v důsledku toho i nízká cena. Může být zhotoven v nejrůznějších tvarech a velikostech, nejčastěji v podobě tenké destičky umístěné v komoře vzorku těsně pod pólovým nástavcem EREM. Více segmentová varianta detektoru umožňuje využít výhody plynoucí ze sčítání a odečítání signálů z jednotlivých segmentů, nebo jejich separátní zobrazení. Pro svoji funkci nepotřebuje na rozdíl od scintilačního detektoru světlovod ani fotonásobič. Je velmi často použit v mikroskopech nižší a střední třídy, se zdrojem elektronů v podobě přímo žhavené wolframové katody.

Mezi nevýhody polovodičového detektoru patří delší časová odezva způsobená parazitními kapacitami, nižší poměr signálu k šumu a nízká detekční kvantová účinnost. Nízká citlivost při detekci nízkoenergiových BSE je způsobena velkou ztrátou energie elektronů při průchodu povrchovou vrstvou elektrody detektoru. Typická hodnota prahové energie elektronů dopadajících na detektor je v současnosti asi 2-5 keV, jak ukazují parametry detektoru S9904 firmy HAMAMATSU. Srovnání polovodičového BSE detektoru s YAG BSE detektorem publikoval například Autrata a kol. [144], viz obr. 2.17, nebo Erlandsen a kol. [145].

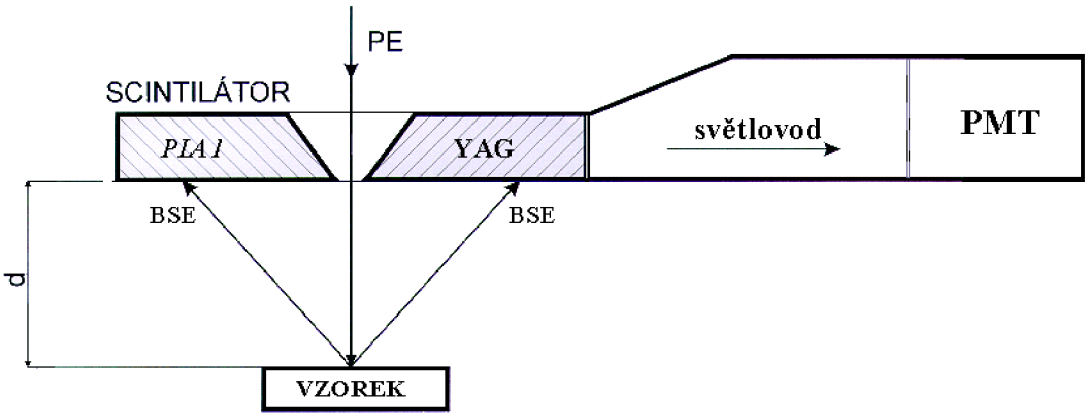
Slibné výsledky při detekci nízkoenergiových BSE vykazuje fotodioda s pasivační vrstvou SiO_2 o tloušťce 6 nm, jak ukazuje Funsten a kol [146]. Polovodičové BSE detektory pracující na principu křemíkové diody při nízkých energiích PE (až 0,4 keV) nabízí na internetových stránkách firma KE Developments [147].



Obr. 2.17 Srovnání výstupního signálu scintilačního a polovodičového BSE detektoru v závislosti na urychlovacím napětí detekovaných elektronů [144]

2.3.2 Scintilační detektory

Scintilačními detektory lze detekovat signál SE i BSE, přičemž pro detekci SE v REM je nejčastěji používán scintilačně-fotonásobičový systém dle Everharta a Thornleyho (ET-detektor) [148]. Vysoké napětí (+10 kV až +14 kV), které je k urychlení detekovaných SE přivedeno na povrch scintilátoru opatřený vodivou vrstvou, však znemožňuje použití ET-detektoru v podmínkách vysokého tlaku plynů komory vzorku EREM. Na obr. 2.18 je znázorněna scintilačně-fotonásobičová varianta detektoru BSE s velkým úhlem sběru signálu. Takto koncipovaný BSE detektor představuje doposud nejúčinnější způsob detekce BSE v komoře vzorku REM i EREM, přičemž scintilátor lze použít současně jako tlak omezující clonu (PLA) v EREM, jak ukazuje např. Neděla [149].



Obr. 2.18 Scintilačně-fotonásobičová var. BSE detektoru s velkým úhlem sběru signálu [91]

Princip detektoru je založen na energiové přeměně elektron–foton ve scintilátoru, po dopadu signálních elektronů na jeho povrch. Vzniklé fotony jsou vedeny světlovodem k fotokatodě fotonásobiče, kde dochází k jejich zpětné přeměně na elektrony. Ty jsou zesilovány fotonásobičem (PMT). Elektrický signál z výstupu fotonásobiče je dále zesílen a zpracován v elektronických obvodech mikroskopu.

Scintilátor

Tvoří nejdůležitější část detekčního systému. Jeho výstupním signálem jsou fotony, které vznikají v důsledku rekombinace párů elektron-díra prostřednictvím luminiscenčních center. Množství těchto párů přímo závisí na energii elektronů dopadajících na scintilátor, přičemž průměrná energie potřebná k produkci jednoho páru je v případě monokrystalických scintilátorů asi 3 eV.

Pro detekci signálních elektronů bylo navrženo mnoho různých druhů scintilačních materiálů, jak ukazuje Autrata [150]. Jsou to zejména plasty, lithiem aktivované sklo, práškové krystalické luminofory, anorganické monokrystaly a organické scintilátory. Díky náročným požadavkům, viz. Autrata [112], zejména v oblasti časových charakteristik, jako je doba doznívání

luminiscenčního děje kratší než 100 ns, se jejich použitelné množství v elektronové mikroskopii značně omezuje.

Jedním z příkladů plastického scintilátoru je např. NE 102A. K jejich obecným výhodám patří snadná výroba různých tvarů a velikostí a velmi krátká doba doznívání (τ<10 ns). Hlavní nevýhodou je jejich nízká odolnost proti poškození dopadajícím zářením, jak ukazují Li a kol. [151] a Hamada a kol. [152]. Pawley [153] naměřil jen 50 % výtěžku signálu scintilátoru po hodině provozu při proud svazku PE 10 nA. Plastické scintilátory je možné zregenerovat přeleštěním nebo opětovným nanesením tenké vodivé vrstvy, jak ukazují Hatzakis [154] a Taylor [155]. Vlnová délka emitovaného záření je 400 až 430 nm, což pro běžné světlovody vyrobené z polymetylmetakrylátu není ideální. Nacházejí uplatnění v detektorech zpětně odražených elektronů, viz. Robinsonův detektor [156]. Přehled vlastností různých druhů plastických scintilátorů lze nalézt na internetových stránkách jednoho z výrobců (firma Saint-Gobain, www.bicron.com).

Lithiem aktivované sklo je proti poškození zářením přibližně 10 krát odolnější než plastické scintilátory, viz. Pawley [153] a má krátkou dobu doznívání nezbytnou pro použití v REM. Podstatnou nevýhodou lithiem aktivovaných skel je však o 40 % nižší světelný výtěžek ve srovnání s plastickými scintilátory.

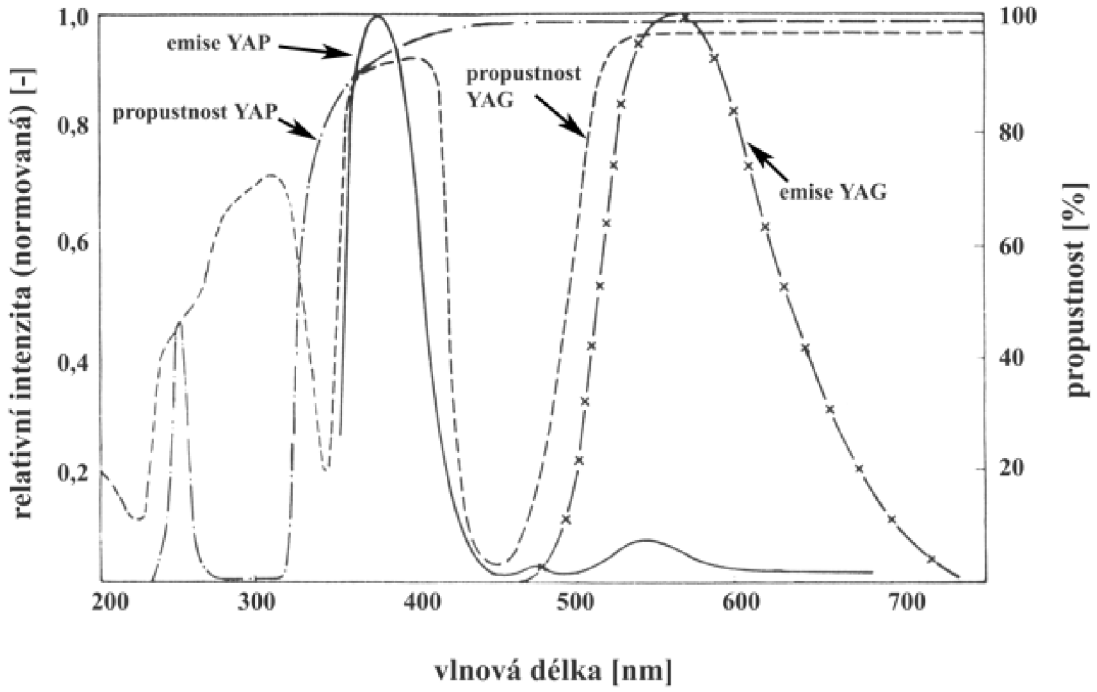
Nejúčinnějším práškovým krystalickým luminoforem je křemičitan yttritý aktivovaný cerem, označovaný jako P47 (Bril a kol. [157]). Světelný výtěžek P47 je v porovnání s plastickým scintilátorem 2,5 krát vyšší, odolnost proti poškození zářením je vyšší 100 krát a doba doznívání je asi 40 ns. Jeho hlavní nevýhoda spočívá v práškové formě, což ve většině případů vyžaduje jeho nanesení na podložku např. z křemenného skla. Kromě P47 je v současnosti komerčně dostupných několik dalších typů práškových scintilátorů, lišících se účinností a dobou doznívání, viz. firma El-Mul (www.el-mul.com).

Jediným vhodným organickým scintilátorem pro detekci elektronů s energií v řádu jednotek až desítek keV je antracén. Jeho světelný výtěžek je 150-200 % oproti plastickému scintilátoru, ale značnou nevýhodou jsou jeho hygroskopické vlastnosti.

Anorganické monokrystalické scintilátory představují relativně nejnovější skupinu scintilačních materiálů a spolu s práškovým P47 hrají stěžejní roli v oblasti detekce signálních elektronů. Monokrystal yttrito hlinitého granátu (YAG-$Y_3Al_5O_{12}$) byl jako scintilační materiál vhodný k detekci signálních elektronů v REM představen Autratou a kol. [158] v roce 1978, zatímco monokrystal yttrito hlinitého perovskitu (YAP-$YAlO_3$) byl tímto autorem (Autrata a kol. [159]) představen až v roce 1983. Jejich výraznou výhodou je vysoká účinnost přeměny elektron-foton, prakticky neomezená životnost a je-li jako aktivační prvek použit trojmocný cer, i rychlé doznívání luminiscenčního děje. Přehledné srovnání monokrystalických a organických scintilátorů lze nalézt na webových stránkách výrobce (Crytur s.r.o., www.crytur.cz).

Z hlediska použití scintilátoru jako základního prvku detektoru signálních elektronů je zásadní znalost následujících charakteristik: 1) *Spektrum emitovaného světelného záření*, které podle obrázku 2.19 dosahuje maxima pro monokrystal YAG:Ce^{3+} na vlnové délce 555 nm a pro monokrystal YAP:Ce^{3+} na vlnové délce 375 nm. 2) *Vlastní absorpce emitovaného světla*, která klesla pro

5 mm tlustý YAP:Ce^{3+} z původních 20 % podle Autraty [110], na 10 % v důsledku úprav provedených Autratou a Schauerem [160].



Obr. 2.19 Normovaná relativní intenzita emise a vlastní propustnost světla v závislosti na vlnové délce světla pro monokrystalické scintilátory YAG a YAP [161]

3) *Doba doznívání katodoluminiscenčního děje* τ, což je časový interval mezi koncem excitace a poklesem intenzity katadoluminiscence na hodnotu e-krát nižší (e jako základ přirozeného logaritmu) je pro YAG:Ce^{3+} asi 70 ns a pro YAP:Ce^{3+} je τ=20 ns. 4) *Dosvit*, jako procento původní intenzity emise v čase o několik řádů delším než je doba doznívání, je pro YAG:Ce^{3+} 3 % po 5 μs od ukončení excitace a pro YAP:Ce^{3+} je ve stejném časovém intervalu dosvit pouze 1 %.

Nejdůležitější vlastnosti monokrystalických scintilátorů YAG:Ce^{3+} a YAP:Ce^{3+} jsou shrnuty a srovnány s dvěmi fázemi (α, β) nejúčinnějšího práškového scintilátoru P47 v práci Autrata [112] a v tabulce 2.1. Nejlépe vychází monokrystal YAP a to nejen pro svou vysokou relativní účinnost, ale také díky velmi krátké době doznívání katodoluminiscenčního děje.

Podstatnou nevýhodou všech scintilátorů je závislost jejich výtěžku na energii dopadajících elektronů, což výrazně omezuje jejich použití k detekci nízkoenergiových BSE.

Tab. 2.1 Přehled a srovnání základních parametrů vybraných scintilačních materiálů [112]

	YAG	**YAP**	**Práškový P47 α**	**Práškový P47 β**
Vzorec	$Y_3Al_5O_{12}$	$YAlO_3$	$Y_2Si_2O_7$	$Y_2Si_2O_7$
kvantová účinnost	5 %	7 %	6 %	8 %
vlnová délka světelné emise	555 nm	375 nm	415 nm	390 nm
doba doznívání lumin. děje	70 ns	20 ns	30 ns	40 ns
vlastní absorpce v 5 mm tlustém krystalu	9%	10%	-	-
zhášení luminiscence	350 °C	400 °C	-	-
tepelná odolnost	1500 °C	1500 °C	-	-
relativní účinnost	85 %	120 %	**100 %**	65 %
životnost	neomezená	neomezená	≈ 2000 h	≈ 2000 h
Index lomu světla	1,82	1,95	-	-

Světlovod

Účinnost vedení světla světlovodem od scintilátoru k fotonásobiči je dána optickými vlastnostmi světlovodu. Optické vlastnosti povrchu světlovodu jsou určeny převážně indexem lomu světla materiálu a jeho závislostí na vlnové délce procházejícího záření. Důležitá je také znalost ztrát způsobených odrazy záření na rozhraní světlovod-vakuum, případně světlovod-plyn. Povrch světlovodu musí být dokonale vyleštěn a nesmí být v kontaktu s materiálem o vyšším indexu lomu světla nebo s materiálem s vysokou hodnotou absorpčního koeficientu, jako je například kov, způsobující mnohonásobné neřízené odrazy. Světlo se ve světlovodu šíří po dráze vymezené úhlem totálního odrazu na jeho vnitřním povrchu. Optimálních optických vlastností lze dosáhnout při použití světlovodu kruhového průřezu. U složitějších tvarů světlovodu je nutno počítat s vyššími ztrátami signálu, jak ukazuje Schauer [162].

Optické vlastnosti objemu světlovodu jsou závislé především na velikosti absorpce světlovodu, která závisí především na délce trajektorie optického signálu a na koeficientu absorpce použitého materiálu.

Nejběžnějším světlovodným materiálem je polymetylmetakrylát (PMMA), který je schopen přenést více než 90 % záření o vlnové délce nad 400 nm, a tudíž je velmi vhodný pro detektory se scintilátorem YAG. Monokrystal YAP má ovšem maximum emise na 375 nm a proto je pro něj světlovod z PMMA nevhodný. V posledních letech byl uveden na trh nový typ světlovodu z PMMA (firma Saint-Gobain, materiál Bicron 800), jehož optické vlastnosti dovolují průchod světla s vlnovou délkou zasahující do oblasti UV záření a tudíž je spektrálně přizpůsoben k použití v kombinací s YAP scintilátorem. Kromě PMMA je možno pro výrobu světlovodu použít křemenné sklo, které je schopno přenést až 95 % záření o vlnové délce 200-2000 nm (firma Heraeus, http://www.heraeusoptics.com). Nevýhodou křemenného skla je jeho vysoká cena a velmi obtížná obrobitelnost. Používá se především u SE detektorů a v ultravysokovakuových aparaturách, kde je z důvodu vysokých teplot nemožné použít PMMA.

Fotonásobič

Fotonásobič je vakuovým prvkem pracujícím na principu fotoelektrického jevu. Dopadající tok fotonů, přiváděný světlovodem ze scintilátoru, způsobuje ve fotokatodě emisi elektronů. Fotokatoda má na celkové zesílení fotonásobiče rozhodující vliv. Jejími charakteristickými vlastnostmi jsou kvantová účinnost (počet elektronů emitovaných z fotokatody po dopadu jednoho fotonu) a radiační spektrální účinnost (poměr proudu emitovaných fotoelektronů a zářivého výkonu dopadajících fotonů). Obě tyto veličiny závisí na vlnové délce dopadajícího záření. S ohledem na použitý scintilátor je proto nutné volit vhodný typ fotonásobiče.

Elektrony emitované z fotokatody fotonásobiče postupně dopadají na jeho dynody, které jsou opatřeny povlakem z materiálu, jehož koeficient sekundární emise je 2–10. Následné urychlení a generace sekundárních elektronů na osmi až deseti dynodách má za následek výsledné zesílení fotonásobiče v řádu 10^6.

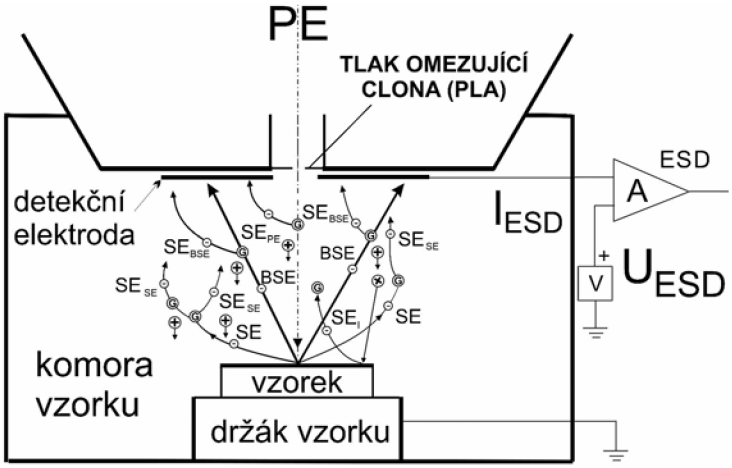
2.4 Detektory sekundárních elektronů v EREM

Přítomnost vysokého tlaku plynů v komoře vzorku EREM vytváří zcela specifické požadavky na konstrukci detektorů SE a zásadním způsobem ovlivňuje strategii detekce. Tato kapitola bude zaměřena zejména na fyzikální popis dějů provázejících vznik signálu detekovaného nejpoužívanějšími detektory SE v EREM a to detektory pracujícími na principu ionizace molekul plynů. Dále budou popsány některé další detektory SE tak, aby vznikl ucelený popis problematiky detekce SE v EREM jak hlediska principu činnosti, tak z hlediska jejich použití v mikroskopech různých firem.

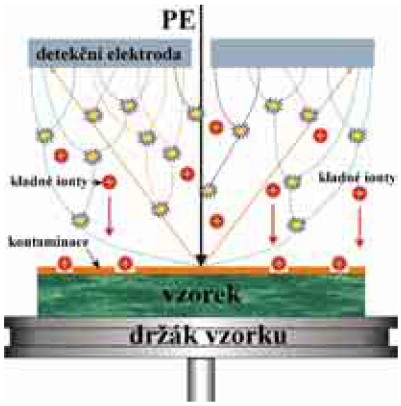
2.4.1 Environmental secondary detector (ESD) – ionizační detektor sekundárních elektronů

Vychází z fyzikálního principu proporcionálních čítačů. Ty stejně jako ESD využívají ke své činnosti nárazovou ionizaci v plynu, jehož přítomnost způsobuje zesílení detekovaného signálu. Stěžejní práci popisující problematiku ionizace plynů publikoval von Engel [163]. Souhrnná teorie zabývající se ESD byla publikována Danilatem [30, 32], který jej jako první použil k detekci SE v prostředí vysokého tlaku plynů EREM, viz. Electroscan [35].

Pro zjednodušený popis principu činnosti ESD lze tento systém přirovnat k deskovému kondenzátoru s plynným dielektrikem, jak ukazují např. Autrata a Jirák [91]. Z této úvahy vychází také schéma ESD na obrázku 2.20 a 2.21.



Obr. 2.20 Základní konfigurace ESD a mechanizmus vzniku detekovaného signálu a kladných iontů



Obr. 2.21 Snižování kontaminace vzorku kladnými ionty v ESD

Celý systém detektoru je dvouelektrodový, kde katodou je vzorek na uzemněném držáku a anodou je detekční elektroda, na kterou je přivedeno kladné napětí v řádu desítek až stovek voltů. Primární svazek elektronů prochází otvorem v anodě a po průchodu plynným prostředím mezi oběma elektrodami dopadá na vzorek. Silové účinky elektrostatického pole mezi anodou a katodou urychlují SE emitované ze vzorku směrem k anodě, čímž zvyšují jejich kinetickou energii a maximalizují sběrovou účinnost detekční elektrody. Mají-li SE dostatečnou energii (v ideálním případě rovnající se optimální energii pro ionizaci molekul plynu) a je-li vzdálenost (d) mezi anodou a katodou větší než střední volná dráha SE v plynu, může docházet k nárazové ionizaci molekul plynu a v důsledku toho k lavinovému násobení signálů, jak uvádí Meredith a spol. [38]. K původním generačních zdrojům tohoto procesu patří SE, BSE a PE. V důsledku nárazové ionizace však nevznikají pouze elektrony, ale také kladné ionty. Ty dopadají zpět na vzorek, z jehož povrchu vyrážejí další elektrony podporující proces nárazové ionizace a přispívající k celkovému proudu elektronů a iontů, jak ukazuje von Engel [163] a Nasser [164]. Takto vzniklý signálový příspěvek představuje šum v detekovaném signálu. V případě použití vodních par jako pracovního plynu, může být za určitých podmínek podle Fletchera a kol. [109] a Thiela a kol. [165] jeho vliv zanedbatelný. Kladné ionty na povrchu elektricky nevodivých vzorků kompenzují záporný elektrický náboj a snižují kontaminaci vzorku [166], viz. obr. 2.21.

Signální elektrony emitované ze vzorku a elektrony vznikající nárazovou ionizací v plynu procházejí od vzorku k anodě detektoru a v souladu s platností teorie o pohybu volného náboje v elektrickém poli mezi dvěma elektrodami, dochází k indukci elektrického náboje na těchto elektrodách. Tvoří-li tyto elektrody elektrický obvod, může jím protékat proud.

Při pohybu náboje v elektrostatickém poli o intenzitě E, je práce elektronů rovna indukovanému náboji podle vzorce

$$U \cdot dq = e \cdot E \cdot ds \qquad (2.17)$$

Pro velikost indukovaného proudu i tak lze odvodit

$$i = e \cdot E \cdot \frac{v}{U} \tag{2.18}$$

Rovnice 2.17 a 2.18 vyjadřují velikost proudu a celkový náboj vzniklý indukcí. V případě paralelního uspořádání elektrod detektoru ESD platí, že E=U/d. Rovnice 2.18 pak může být přepsána do tvaru

$$i = e \cdot \frac{v}{d} \tag{2.19}$$

Z rovnice 2.19 vyplývá, že k indukci proudu dochází pouze v případě, že se nabitá částice mezi elektrodami pohybuje a s rostoucí rychlostí pohybu bude i velikost indukovaného proudu větší. V případě, že se v prostoru mezi elektrodami nachází více nabitých částic, je celkový indukovaný proud dán superpozicí jednotlivých indukovaných příspěvků. Měnící se proud je v předzesilovači ESD zesílen a převeden na výstupní napětí detektoru.

Hlavní předností ESD je především to, že detekovaný signál může být po nárazové ionizaci elektronů s molekulami plynu zesílen v řádu 10^2, jak uvádí Meredith a kol [38], nebo až 10^3 podle Morgana a kol. [43]. Kladné ionty, vracející se díky elektrostatickému poli ESD zpět na vzorek mohou podle Mereditha [38] v případě nevodivého vzorku kompenzovat záporný náboj vznikající na jeho povrchu.

Hlavní nevýhodou ESD je jeho nízká schopnost selektivní detekce signálu pravých SE.

Fyzikální model

Níže uvedený fyzikální model popisuje procesy vzniku signálních elektronů v prostředí vysokého tlaku plynů a jejich zesílení formou nárazové ionizace molekul plynu a demonstruje vliv parametrů EREM na signál detekovaný pomocí ESD. Model publikovaný Meredithem a kol. [38] a dále zdokonalený Thielem a kol [165], jakož i další modely publikované Moncrieffem a kol. [168], Danilatem [32], Farleyem a Shahem [76, 77] a Durkinem a Shahem [169], vychází ze zjednodušujících předpokladů platných pro deskový kondenzátor s plynným dielektrikem a ze základní teorie popisující fyzikální procesy v ionizovaných plynech, publikované Townsendem [170], von Engelem [171] a dále např. Duttonem [172]. Model předpokládá uzemněný, ideálně rovný a hladký vzorek tvořící spodní elektrodu kondenzátoru, neuvažuje vliv ionizovaných molekul plynu na zesílení signálu (např. rekombinační procesy) a proces lavinového násobení signálu považuje za lineární.

Celkový proud iontů I_{ion}, nebo také proud elektronů emitovaných z povrchu vzorku a vzniklých v důsledku nárazové ionizace molekul plynu mezi oběma elektrodami ESD za výše zmíněných podmínek jeho činnosti a detekovaný detekční elektrodou, lze podle Mereditha a kol. [38] vyjádřit vzorcem,

$$I_{ion} = I_{PE}^{g} + I_{BSE}^{g} + I_{SE}^{g} \tag{2.20}$$

kde $I^g_{PE}, I^g_{BSE}, I^g_{SE}$ jsou jednotlivé složky tohoto proudu vznikající v důsledku nárazové ionizace PE, BSE a SE s molekulami a atomy plynu. Ty lze podle Thiela a kol [165], Totha a kol. [173] a Morgana [174] definovat jako,

$$I^g_{PE} = \frac{I_{PE} \cdot S_{PE} \cdot p}{\alpha^{sw}_{ion}} \cdot \left(e^{\alpha^{sw}_{ion} \cdot d} - 1\right) \cdot k \tag{2.21}$$

$$I^g_{BSE} = \frac{I_{PE} \cdot \eta \cdot S_{BSE} \cdot p}{\alpha^{sw}_{ion}} \cdot \left(\frac{\overline{d}_{BSE}}{d}\right) \cdot \left(e^{\alpha^{sw}_{ion} \cdot d} - 1\right) \cdot k \tag{2.22}$$

$$I^g_{SE} = I_{PE} \cdot \delta \cdot \left(e^{\alpha^{sw}_{ion} \cdot d} - 1\right) \cdot k \tag{2.23}$$

kde, I_{PE} (A) je proud svazku PE za podmínek vysokého tlaku plynů EREM, p (Pa) je tlak plynů v komoře vzorku EREM, δ (-) je koeficient emise SE, η (-) je koeficient emise BSE, d (m) je vzdálenost elektrod ESD a $\overline{d}_{BSE}$ (m) je střední dráha BSE ve směru od vzorku k detekční elektrodě ESD. Koeficienty S_{PE} a S_{BSE} (počet iontových párů·m^{-1}·Pa^{-1}) charakterizují ionizační účinnosti PE a BSE (schopnost PE a BSE ionizovat molekuly a atomy plynu kterým prostupují). Hodnota S_{PE} je podle Morgana [174] pro E=20 keV a vodní páry rovna 0.1425 a hodnota S_{BSE} je pro ty samé podmínky rovna 0,18. Pro dusík, má pak podle von Engela [163] pro E=20 keV S_{PE} hodnotu 0,21 a S_{BSE} hodnotu 0,261. Při výpočtu hodnot S_{BSE}, byla uvažována energie BSE rovna 75 % energie PE. Koeficient k charakterizuje příspěvek elektronů, které vznikají zejména v důsledku dopadu kladných iontů na povrch vzorku. Tyto elektrony představují další signál účastnící se nárazové ionizace molekul plynu a přispívající k celkovému signálu detekovanému detekční elektrodou ESD. Při dodržení konvergenčního kritéria $\gamma^2 \cdot \left(e^{\alpha_{ion} d} - 1\right)^2 < 1$, jak podrobně odvozuje Morgan [174], lze k definovat:

$$k = \frac{1}{1 - \gamma \cdot \left(e^{\alpha_{ion} \cdot d} - 1\right)} \tag{2.24}$$

Druhý Townsendův koeficient γ (-) vyjadřuje účinnost, se kterou jsou emitovány elektrony z povrchu vzorku po dopadu kladných iontů na jeho povrch. Jeho velikost je závislá na intenzitě elektrostatického pole mezi detekční elektrodou ESD a vzorkem, typu a tlaku plynu a na materiálu vzorku, jak uvádí von Engel [163]. Koeficient α_{ion}^{sw} (iontové páry·m^{-1}), nebo-li první Townsendův koeficient v podmínkách definovaných oblastí III viz. obr. 2.22 b, vyjadřuje průměrnou hodnotu iontových párů na jednotku délky, vytvořených SE a jejich produkty v procesu nárazové ionizace molekul plynu a urychlených ve směru pole detekční elektrody ESD. Původní fyzikální model, publikovaný např. Meredithem [38], předpokládá konstantní hodnotu tohoto koeficientu na délce d a definuje jej,

$$\alpha^{sw}_{ion} = A \cdot p \cdot e^{\frac{-B \cdot p \cdot d}{U_{ESD}}} \tag{2.25}$$

kde A (m^{-1}·Pa^{-1}) a B (V·m^{-1}·Pa^{-1}) jsou koeficienty charakterizující daný plyn. Podle von Engela [163] nabývá koeficient A hodnotu 11,25 a koeficient B hodnotu 273,8 pro dusík. Pro vodní páru má pak A hodnotu 9,75 a B hodnotu

217,5. Thiel [165] však publikoval pro vodní páru hodnoty A a B přibližně poloviční. U_{ESD} je napětí na detekční elektrodě ESD.

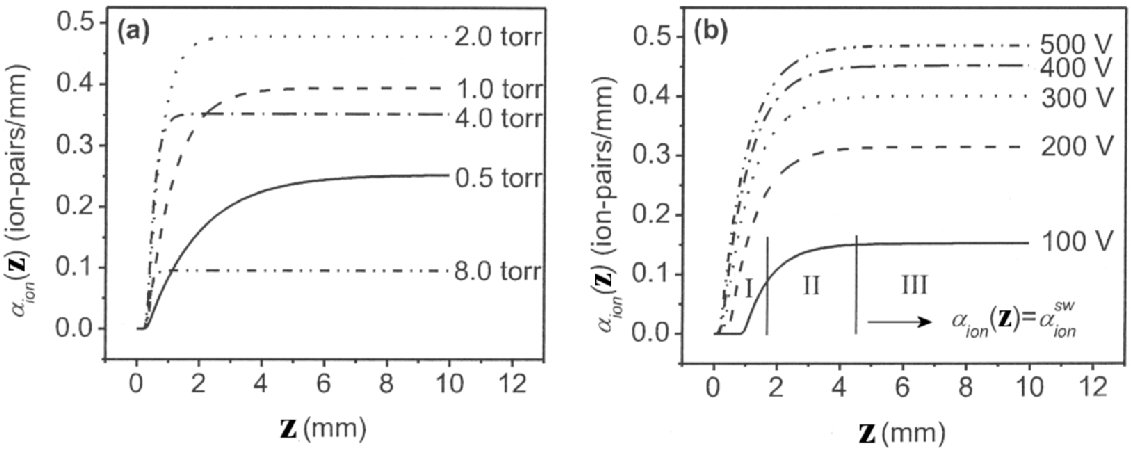
Na základě výsledků simulací vypočtených pomocí metody Monte Carlo Thiel [165] dokázal, že předpoklad konstantní hodnoty prvního Townsendova koeficientu na délce d je nesprávný. Vypočtenou závislost prvního Townsendova koeficientu na z (kde z=0 je na povrchu vzorku) v rámci vzdálenosti d, při daných parametrech EREM a druhu plynu aproximoval takto,

$$\alpha_{ion}(z) = \alpha_{ion}^{sw} \cdot \left[1 - e^{-C \cdot p \cdot (z - z_0)}\right] \tag{2.26}$$

kde konstanta C ($m^{-1} \cdot Pa^{-1}$) charakterizuje vlastnosti daného plynu a pro vodní páry je podle Thiela [165] její velikost asi 9. Vzdálenost z_0 (m) je definována jako vzdálenost od povrchu vzorku, v rámci které dojde v důsledku elektrostatického pole detekční elektrody ESD k urychlení SE na minimálně takovou energii V_i^1, při které jsou SE schopny ionizovat molekuly plynu. Pro vodní páry je energie V_i^1 rovna 12,6 eV a pro dusík 15,5 eV. Vzdálenost z_0 lze podle Thiela [165] stanovit jako:

$$z_0 \equiv \frac{\left(V_i^1 - E_{SE}^m\right) \cdot e \cdot d}{e \cdot U_{ESD}} \tag{2.27}$$

kde E^m_{SE} (eV) je nejpravděpodobnější energie sekundárních elektronů a e (C) je elementární náboj elektronu. Závislost velikosti prvního Townsendova koeficientu na z, tlaku plynu a velikosti napětí U_{ESD} publikoval Morgan [174] a je uvedena na obrázku 2. 22 a, b.



Obr. 2.22 Velikost prvního Townsendova koeficientu α_{ion} na (a) pozici z a tlaku vodní páry p a (b) na velikosti napětí U_{ESD} [174]

Jak ukazuje obr. 2.22, první Townsendův koeficient nelze považovat za konstantní v celém rozsahu d, ale jeho velikost se zejména v oblasti I, viz obr. 2.22 b, silně mění v závislosti na z. Podle Morgana [174] je však vhodné, a to jak z hlediska již dříve odvozené teorie, tak z hlediska korelace vypočtených a naměřených průběhů signálů detekovaných pomocí ESD, aby tento teoretický model nadále používal první Townsendův koeficient jako konstantu. Z tohoto důvodu je nutné stanovit takovou část d, pro kterou je velikost Townsendova koeficientu opravdu přibližně konstantní a rovnající se α_{ion}^{sw}. Tento požadavek

splňuje nově zavedená efektivní vzdálenost d_{eff}, definovaná rovnicí 2.28, jejíž proměnnou je vedle tlaku plynu i druh plynu, ale také intenzita elektrostatického pole mezi detekční elektrodou ESD a vzorkem a vzdálenost z_0.

$$d_{eff} = d - z_0 + \frac{1}{C \cdot p} \cdot (e^{-C \cdot p \cdot (d - z_0)} - 1) \tag{2.28}$$

Po dosazení d_{eff} do rovnic (2.21 až 2.24) a takto upravených jednotlivých složek proudu do rovnice (2.20), lze podle Thiela [165] a Morgana [174] definovat celkový proud iontů (I_{ion}) nebo také proud elektronů emitovaných z povrchu vzorku a vzniklých v důsledku nárazové ionizace molekul plynu mezi oběma elektrodami ESD za výše zmíněných podmínek jeho činnosti a detekovaný detekční elektrodou jako:

$$I_{ion} = I_{PE} \cdot \left(e^{\alpha_{ion}^{sw} \cdot d_{eff}} - 1 \right) \cdot \left\{ \frac{S_{PE} \cdot p}{\alpha_{ion}^{sw}} + \frac{\eta \cdot S_{BSE} \cdot p}{\alpha_{ion}^{sw}} \cdot \left(\frac{\overline{d}_{BSE}}{d} \right) + \delta \right\} \cdot k \tag{2.29}$$

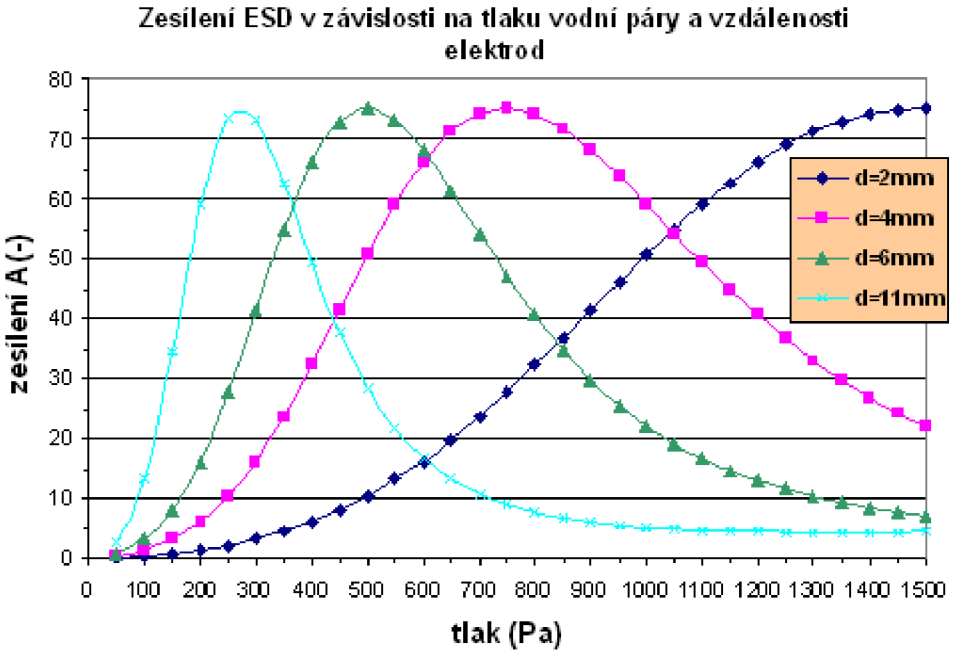
Celkové zesílení ESD lze podle Fletchera [109] a Morgana [174] definovat jako poměr I_{ion} a celkového množství elektronů emitovaných z povrchu vzorku:

$$A_{ESD} = \frac{I_{ion}}{I_{PE} \cdot (\eta + \delta)} \tag{2.30}$$

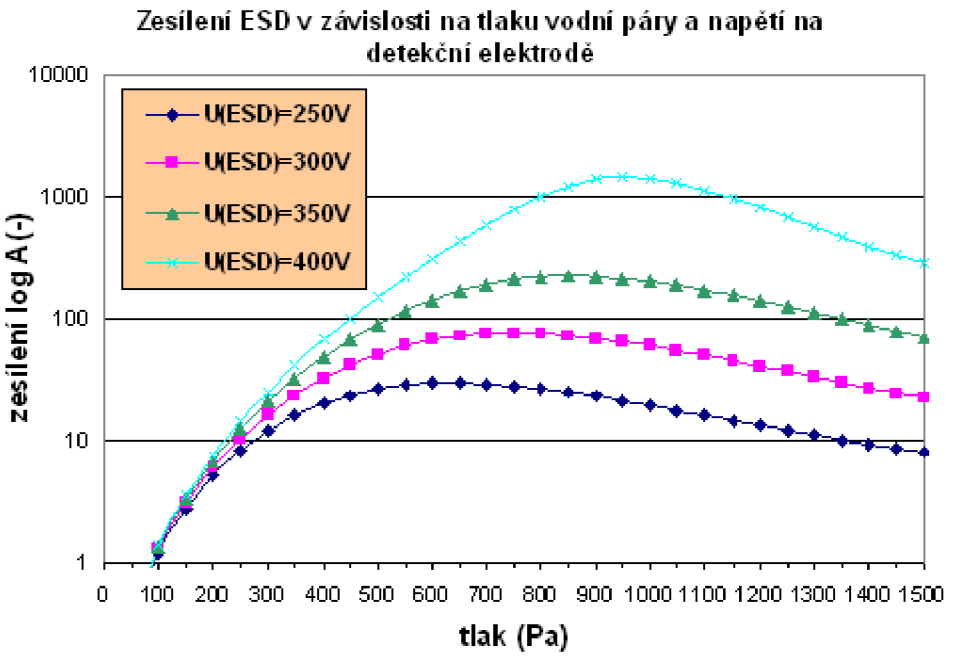
Po dosazení (2.26 do 2.27) lze celkové zesílení ESD vyjádřit takto:

$$A_{ESD} = \frac{e^{\alpha_{ion}^{sw} \cdot d_{eff}} - 1}{(\eta + \delta)} \cdot \left\{ \frac{S_{PE} \cdot p}{\alpha_{ion}^{sw}} + \frac{\eta \cdot S_{BSE} \cdot p}{\alpha_{ion}^{sw}} \cdot \left(\frac{\overline{d}_{BSE}}{d} \right) + \delta \right\} \cdot k \tag{2.31}$$

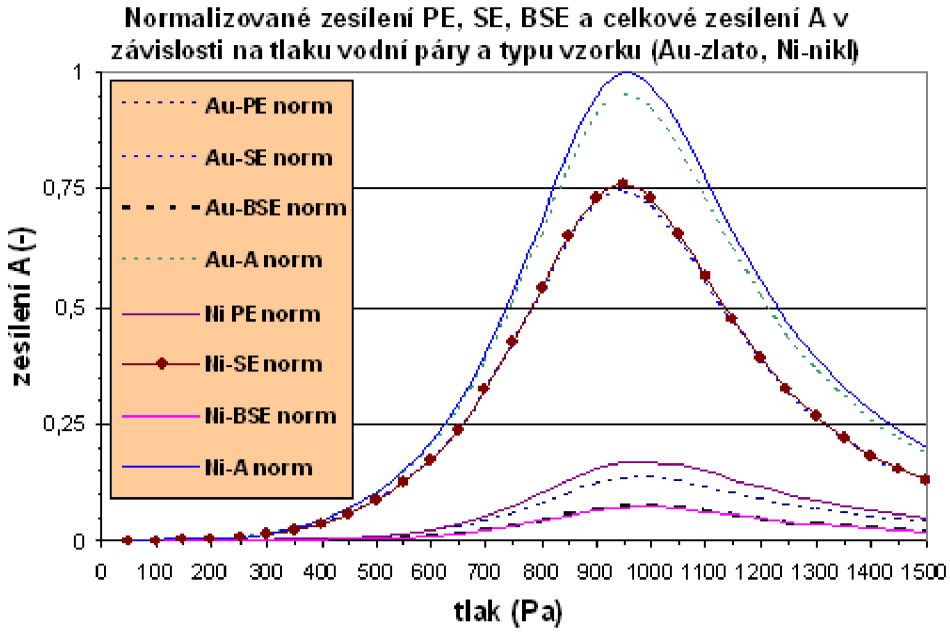
Vybrané charakteristiky ESD, vynesené na základě výsledků vypočtených z popsaného fyzikálního modelu, ukazují obrázky 2.23 až 2.26. Rostoucí vzdálenost elektrod (d), při konstantním U_{ESD}, je provázena posunem maxima celkového zesílení signálu ESD směrem k nižším tlakům plynu, spolu se zmenšující se plnou šířkou v poloviční výšce maxima (HW) zesílení signálu, viz. obr. 2.23. Zvyšování hodnoty U_{ESD} v závislosti na rostoucím tlaku plynu, při konstantní vzdálenosti d, je provázeno posunem maxima zesílení signálu ESD směrem k vyšším tlakům, viz. obr. 2.24. Obrázek 2.25 ukazuje míru příspěvku zesílení jednotlivých signálů (SE, BSE a PE) k celkovému zesílení signálu ESD a dále poskytuje srovnání těchto příspěvků a celkového zesílení signálu v závislosti na materiálu vzorku. Průběh zesílení signálu SE, BSE a PE v závislosti na tlaku plynu v komoře vzorku EREM, je patrný z obr. 2.26. Tento obrázek ukazuje, že schopnost selektivní detekce signálu SE pomocí ESD je závislá na tlaku plynu v komoře vzorku EREM a s jeho nárůstem se snižuje.



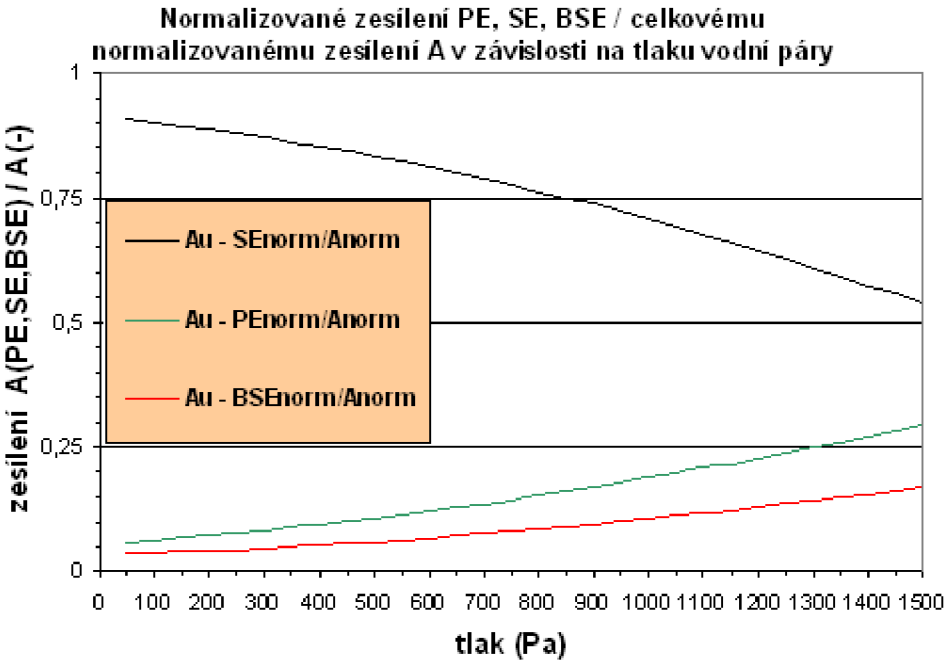
Obr. 2.23 Celkové zesílení signálu ESD v závislosti na tlaku vodních par (50-1500 Pa) v komoře vzorku EREM a pro vzdálenosti elektrod (d=2,4,6,11 mm). Urychlovací napětí PE=20 kV, $\overline{d}_{BSE}/d$=1 mm, vzorek: zlato (η=0,45, δ=0,47), S_{PE}=0,1425 iont.párů·m^{-1}·Pa^{-1}, S_{BSE}=0,18 iont. párů·m^{-1}·Pa^{-1}, A=4,875 m^{-1}·Pa^{-1}, B=108,761 V·m^{-1}·Pa^{-1}, C=9 m^{-1}·Pa^{-1}, U_{ESD}=300 V, γ=0,0015, E_{SE}^{m}=3 eV, V_i^1=12,6 eV



Obr. 2.24 Celkové zesílení signálu ESD v závislosti na tlaku vodních par v komoře vzorku EREM a pro napětí na detekční elektrodě (U_{ESD}=250, 300, 350, 400 V). Vzdálenost elektrod (d=4 mm), jinak za stejných podmínek jako v obrázku 2.23



Obr. 2.25 Normalizované zesílení signálů PE, SE, BSE a celkového zesílení A v závislosti na tlaku vodních par v komoře vzorku EREM a pro druhy vzorku: zlato (η=0,45, δ=0,47), nikl (η=0,34, δ=0,37). Vzdálenost elektrod (d=4 mm), U_{ESD}=400 V, jinak za stejných podmínek jako v obr. 2.23

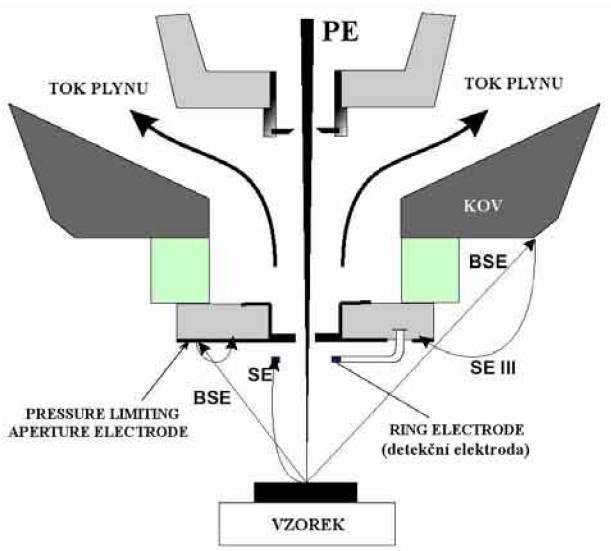


Obr. 2.26 Podíl normalizovaného zesílení signálů PE, SE, BSE a normalizovaného celkového zesílení signálu ESD v závislosti na tlaku vodních par v komoře vzorku EREM. Vzdálenost elektrod (d=4 mm), U_{ESD}=400 V, jinak za stejných podmínek jako v obrázku 2.23

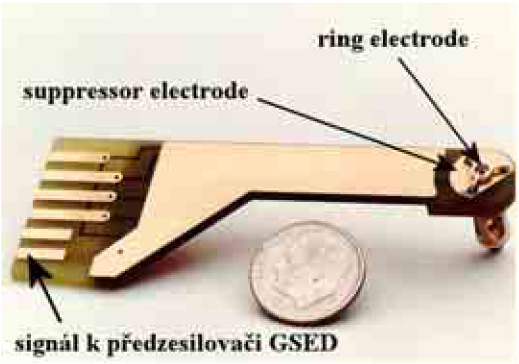
2.4.2 Gaseous secondary electron detector (GSED™) – ionizační detektor sekundárních elektronů

GSED je dalším ze skupiny detektorů SE, které využívají principu nárazové ionizace molekul plynů k lavinovému násobení signálů v prostředí komory vzorku ESEM. Byl vytvořen jako novější verze detektoru ESD a patentován Knowlesem v rámci firem Electroscan [37] a Philips, dnešní FEI Company [175]. Díky inovovanému designu a nově koncipovanému systému elektrod umožňuje selektivnější detekci signálu čistých SE, jak experimentálně dokázal Fletcher a kol. [176]. Popis činnosti GSED je stejně jako fyzikální model prakticky totožný s ESD, viz. kapitola 2.4.1. Konfigurace elektrodového systému GSED je na obrázku 2.27.

GSED je na rozdíl od ESD vybaven mimo detekční elektrody „ring electrode“ také speciální „pressure limiting aperture electrode“ („suppressor electrode“), viz. obr. 2.27 a 2.28. Tyto elektrody jsou koncipovány jako odnímatelné a lze je spolu s tlak omezující clonou použít pouze v případě, kdy je mikroskop používán v režimu vysokého tlaku. Kladné napětí v rozsahu 30 V až 550 V je přivedeno na detekční elektrodu, která je v podobě kovového kroužku o průměru 3 mm umístěna blíže vzorku, jak popisuje Morgan [174]. „Suppressor electrode“, na kterou je přivedeno napětí asi o 9 V vyšší než na detekční elektrodu a má oproti detekční elektrodě větší plochu, je situována dále od vzorku, viz obr. 2.27 a 2.28. Sekundární elektrony, jejichž trajektorie jsou elektrostatickým polem systému elektrod značně ovlivněny, jsou dříve přitaženy a zachyceny detekční elektrodou. Zpětně odražené elektrony, jejichž trajektorie nejsou vzhledem k jejich energii výrazně ovlivněny polem elektrod, dopadají s vysokou pravděpodobností, danou také jejich úhlovým rozložením emise, spíše na velkou plochu „suppressor electrode“, než na plochu tenkého kroužku detekční elektrody. SE III, vznikající v důsledku dopadu BSE na kovové části pólového nástavce objektivu, ale i na „suppressor electrode“, jsou elektrostatickým polem této elektrody přitaženy a jejich vliv na detekovaný signál SE detekční elektrodou je minimální.



Obr. 2.27 Schéma uspořádání GSED v mikroskopu firmy FEI



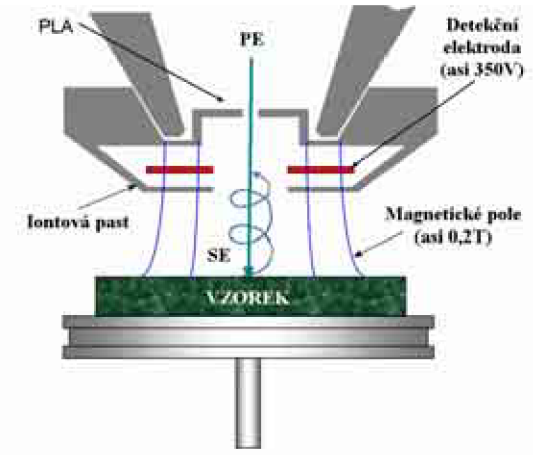
Obr. 2.28 Konfigurace elektrod GSED dle uspořádání pro mikroskopy firmy FEI

2.4.3 Helix™ detektor

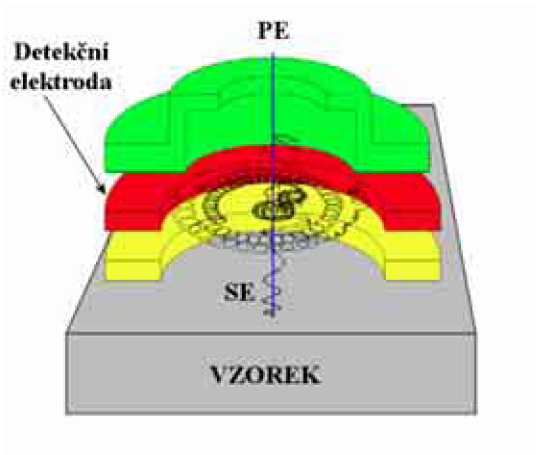
Představuje doposud nejnovější a nejúčinnější systém pro detekci SE v prostředí nízkého vakua, patentovaný firmou FEI Company. Využívá magnetické pole imerzní objektivové čočky (s intenzitou až 0,2 T) a elektrostatické pole detekčního elektrodového systému prstencové konfigurace (s přivedeným kladným napětím v řádu stovek voltů), viz. obr. 2.29.

Sekundární elektrony, jejichž dráha je ovlivněna účinky silného magnetického i elektrostatického pole, směřují po spirálových drahách kolem optické osy primárního elektronového svazku směrem do objektivu. Zatímco v oblasti těsně u vzorku jsou siločáry magnetického a elektrostatického pole téměř rovnoběžné, v oblasti blízké detekční elektrodě jsou na sebe vzájemně kolmé. Zkřížené magnetické a elektrostatické pole způsobuje cyklotronový pohyb SE po kružnicích s rostoucím průměrem směrem k detekční elektrodě, jak ukazují obrázky 2.29, 2.30 a popisuje Thiel a kol. [80]. Výrazné prodloužení dráhy SE v oblasti s vyšším tlakem má za následek nárůst ionizačních srážek elektronů s plynem, což způsobí velmi výrazné zesílení efektu lavinového násobení signálu detekovaného detekční elektrodou. Výsledkem je až 5000 krát vyšší zesílení signálu. Detekční elektroda je stejně jako u ESD a GSED spojena s předzesilovačem. Mezi detekční elektrodou a vzorkem je umístěna tzv. iontová past, která umožňuje ovlivňovat množství iontů vznikajících v prostoru detekční elektrody a tím také řídit míru kompenzace záporného náboje vznikajícího na povrchu izolačních vzorků, viz obr. 2.29.

S mikroskopem Nova™ Nano SEM (LV SEM s autoemisní katodou firmy FEI) lze podle Knowlese a kol. [166] díky detektoru Helix™ zaznamenat obraz s rozlišením 1,8 nm při urychlovacím napětí PE 3 kV, tlaku plynu v komoře vzorku do 200 Pa a pracovní vzdálenosti do 3 mm. V podmínkách vakua pak lze dosáhnout rozlišení 1 nm při 15 kV a 1,8 nm při 1kV.



Obr. 2.29 Vliv elektrostatického pole detektoru Helix a magnetického pole imerzního objektivu mikroskopu Nova™ Nano SEM (FEI Company) na SE emitované z povrchu vzorku



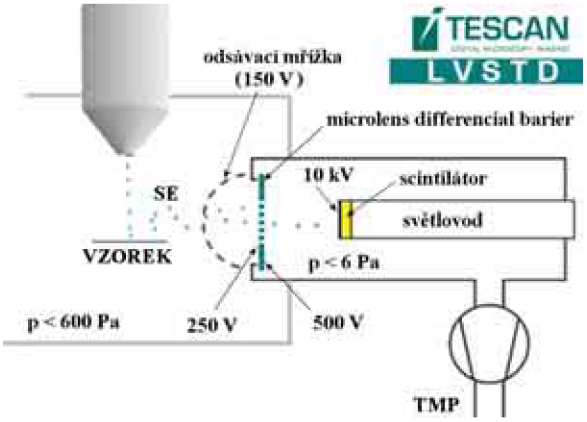
Obr. 2.30 Cyklotronový pohyb SE v důsledku působení elektrostatického a magnetického pole v oblasti detekční elektrody detektoru Helix™

2.4.4 Low vacuum secondary TESCAN detector (LVSTD™) – detektor sekundárních elektronů pro vyšší tlaky plynů

Vychází z původního principu detektoru SE, dle Evertharta a Thornleyho [177], který je doplněn o předřazenou diferenciálně čerpanou komoru, oddělenou od prostoru komory vzorku mikroskopu pomocí „microlens differencial barier“, viz obr. 2.31. Díky této komoře, čerpané turbomolekulární vývěvou na tlak nižší než 6 Pa pro tlak do 600 Pa v komoře vzorku mikroskopu, je možné přivést vysoké napětí na povrch scintilátoru opatřený vodivou vrstvou a dát tak sekundárním elektronům dopadajícím na scintilátor YAG:Ce^{3+} dostatečnou energii k produkci fotonů, jak popisuje Jacka a Zadražil [178].

Sekundární elektrony a další elektrony, vzniklé v důsledku ionizačních srážek signálních elektronů s plynným prostředím komory vzorku mikroskopu, jsou vlivem elektrostatického pole odsávací mřížky (150 V) směrovány od vzorku k LVSTD™. Po průchodu odsávací mřížkou jsou jejich trajektorie ovlivněny elektrostatickým polem první vodivé vrstvy „microlens differencial barier“, viz obr. 2.31. Ta je tvořena soustavou dvou vodivých a vzájemně oddělených vrstev, opatřených mnoha drobnými otvory.

Elektrostatické pole první vrstvy, s přivedeným napětím 250 V, napomáhá fokusovat elektrony do ok odsávací mřížky tak, aby jejich srážky s mřížkou byly minimální. Druhá vrstva, s přivedeným napětím 500 V, napomáhá fokusovat elektrony do otvorů „microlens differencial barier“ tak, aby jen v minimální míře dopadaly na první vrstvu a v maximální míře procházely. Po průchodu elektronů do detekční komory detektoru, jsou tyto strhávány elektrostatickým polem scintilátoru, na jehož vodivý povrch je přivedeno napětí 10 kV.



Obr. 2.31 Schéma LVSTD™

Obr. 2.32 LVSTD™ jako komerční produkt firmy Tescan s.r.o

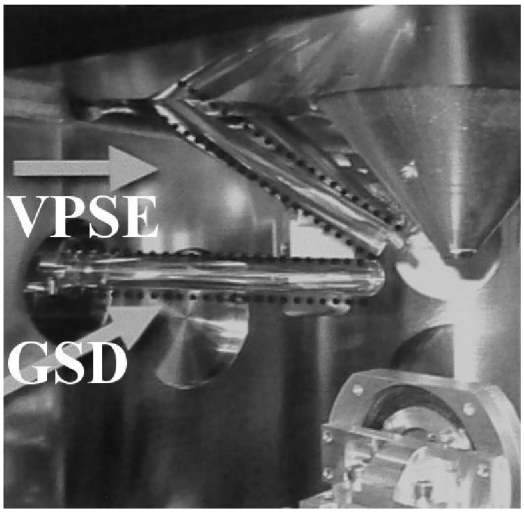
LVSTD™ je univerzálním detektorem SE pro podmínky nízkého vakua a je patentovám firmou Tescan s.r.o., viz. obr. 2.32.

2.4.5 VPSE detector a GSD - scintilační detektor fotonů pro vyšší tlaky plynů

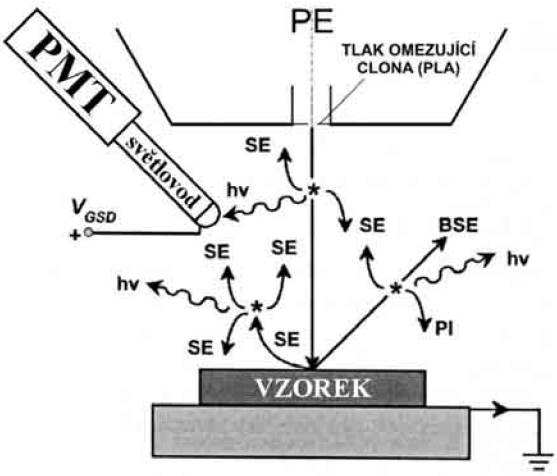
Studium vzorku v podmínkách vysokého tlaku plynů EREM nemusí být nutně spojeno s detekcí signálních elektronů, ale jak ukázal Danilátos [29, 32, 179], detekovat lze také fotony. Luminiscence v plynu („gaseous scintillation"), jako následek nepružných, excitačních srážek signálních elektronů s molekulamami plynu a jejich následné deexcitace (proces trvá asi 10^{-8} s), je provázena emisí světelných kvant v oblasti od ultrafialového až po infračervené záření, jak ukazuje např., Takahashi a kol. [180] a Fraga a kol. [181].

„Variable pressure scanning electron detector" (VPSE detecr) patentovaný firmou Zeiss [182, 183], stejně jako „gaseous scintillation detecor" (GSD) představený a popsaný Morganem a kol. [43], zachycují a vedou detekované fotony světlovodem směrem k fotonásobiči, viz obr. 2.33. Výstupní signál z fotonásobiče je zpracováván obvyklým způsobem elektronikou mikroskopu. Polokulová čelní strana světlovodu GSD je opatřena vodivou vrstvou ITO („indium tin oxide") a je na ní přivedeno kladné napětí v řádu desítek až stovek voltů (V_{GSD}), viz. obr. 2.34. Elektrostatické pole vytvořené v důsledku tohoto napětí zvyšuje energii elektronů, ovlivňuje směr jejich pohybu a stejně jako u GSED podporuje lavinové násobení signálu. Emise fotonů je v závislosti na rostoucím napětí V_{GSD} a pracovní vzdálenosti (v podmínkách experimentů prováděných Morganem a kol. [43]) rostoucí a závisí také na druhu plynu. Srovnání GSED a GSD v závislosti na různých podmínkách EREM publikoval Morgan a kol. [43]. Fotony, jako produkt excitačních srážek elektronů a molekul plynů jsou sbírány a odváděny světlovodem. Vlnová délka detekovaného záření je vymezena vlastnostmi přenosové charakteristiky použitého světlovodu a fotonásobiče.

Detekce fotonů, poskytujících zprostředkovanou informaci o zkoumaném vzorku v EREM, umožňuje využít alternativní a značně perspektivní způsob detekce signálu v prostředí vysokého tlaku plynů, které se aktivně podílí na jeho zesílení.



Obr. 2.33 Světlovody VPSE a GSD v ESEM



Obr. 2.34 Konfigurace GSD a sběr signálu fotonů v podmínkách vysokého tlaku ESEM

2.4.6 Ostatní detektory sekundárních elektronů v EREM

Tato kapitola osahuje stručnou charakteristiku některých dalších systémů pro detekci SE v prostředí vysokého tlaku plynů EREM, které jsou obecně používány, nebo byly vybrány z důvodu jejich zajímavé konstrukce či principu činnosti.

TSSE detektor

„Two-Stage Secondary Electron Detector“ (TSSE detector) byl zkonstruován týmem profesora Slówka na Technické universitě ve Wroclavi. Využívá myšlenku umístit scintilačně-fotonásobičové uspořádání detektoru SE spolu s tzv. „Micro sphere plate“ (MSP) do podmínek sníženého tlaku diferenciálně čerpané komory, oddělené od prostotu s vyšším a nižším tlakem systémem tlak omezujících clon, jak popisuje Slówko [184, 185, 186, 187].

Sekundární elektrony emitované z povrchu vzorku jsou vlivem elektrostatického pole spodní tlak omezující clony detektoru přitahovány do prostoru diferenciálně čerpané komory. Zde procházejí přes MSP, na kterou je přivedeno napětí v řádu jednotek kV (asi 3 kV) a která je tvořena mnoha kanálky z materiálu s vysokým koeficientem emise elektronů. Signál elektronů je až tisíckrát zesílen v důsledku jejich interakce se stěnami MSP. Elektrony jsou přitahovány silným elektrostatickým polem scintilátoru, na jehož vodivou vrstvu je přivedeno napětí 15 kV. Scintilátor je umístěn v podmínkách nízkého tlaku za MSP, jejímž úkolem je také účinně omezit proudění plynů do prostoru se scintilátorem. Signál je dále detekován obvyklým způsobem jako u klasického detektoru typu Everthart-Thonley [177].

Tento detektor je podle Slówka [184] schopen zesílit signál SE na velmi krátké GPL bez využití principu lavinového násobení signálu v prostředí ionizovaného plynu. Podobně jako původní ET-detektor, i tento detektor zaznamenává signál obsahující topografickou i materiálovou informaci. TSSE detektor lze použít k detekci SE v klasickém REM i EREM.

Scintilační detektor SE pro EREM

V kolektivu Doc. Jiráka z FEKT VUT v Brně a prof. Autraty z ÚPT AV ČR v.v.i v Brně [188, 189] byl navržen scintilačně-fotonásobičový detekční systém, schopný detekovat signál čistých SE v podmínkách tlaků od 100 do 1000 Pa v komoře vzorku EREM. Detekční systém je koncipován jako vícekomorový, kde každá z komor detektoru je vybavena samostatným systémem čerpání. Komory jsou vzájemně odděleny pomocí clon s malým otvorem v jejich středu, což umožňuje průchod elektronů od vzorku až ke scintilátoru YAG:Ce^{3+} a současně významně omezuje proudění plynů mezi jednotlivými komorami. Napětí přivedené na clony umožňuje jejich funkci jako elektrostatické čočky, mající za účel fokusovat detekované sekundární elektrony do otvorů jednotlivých clon až na povrch scintilátoru. Povrch scintilátoru, v jehož okolí je tlak maximálně 6 Pa, je opatřen vodivou vrstvou, na kterou je přivedeno napětí +10 kV. Díky tomuto napětí jsou dopadající sekundární elektrony urychleny a jejich energie je dostatečná pro účinnou produkci fotonů v monokrystalu. Podrobný rozbor problematiky tohoto detektoru lze najít např. v disertační práci publikované Skřivánkem [190].

Jehlový „needle“ ionizační detektor SE

Je optimalizovanou verzí ionizačního detektoru pro práci v podmínkách velmi vysokých tlaků (více než 2000 Pa) v komoře vzorku ESEM, jak ukazuje Toth [191]. Umožňuje studium vlhkých vzorků při teplotách blížících se pokojové teplotě a nebo realizaci různých speciálních dynamických „in-situ“ experimentů. Detektor pracuje na stejném principu jako ESD, ovšem jeho detekční elektroda je realizována v podobě tenkého drátku, umístěného asi 10 mm od optické osy PE v prostoru mezi vzorkem a pólovým nástavcem mikroskopu. Kladné napětí, asi 800 V, přivedené na detekční elektrodu vytváří nesymetrické elektrostatické pole urychlující SE ve směru této elektrody. Druhá elektroda, která je situována obdobně jako elektroda detekční, ovšem v úrovni povrchu vzorku, může být uzemněna nebo je na ní přivedeno malé záporné napětí. Kladné ionty, vznikající v procesu nárazové ionizace plynu a lavinového násobení signálu jsou přitahovány touto elektrodou a jejich informace může být, vedle informace z detekční elektrody, využita k tvorbě obrazu. Výrazná nesymetrie elektrostatického pole mezi elektrodami a uzemněným vzorkem silně závisí na přesném umístění a tvaru obou elektrod stejně jako na tvaru vzorku.

Ionizační detektor SE s nanodrátkem

Stejně jako některé dříve popsané detekční systémy i tento využívá principu nárazové ionizace v plynu. Jeho specifikem je detekční elektroda, která je ve formě velmi tenkého a kvalitně stíněného vodiče vedena od předzesilovače detektoru až ke vzorku. V těsné blízkosti vzorku, méně než 1 mm od povrchu vzorku i od optické osy svazku PE, je tento velmi tenký vodič zbaven izolace tak, aby z ní vyčnívala jen jeho velmi malá část. Napětí, asi 400 V, které je na tento tenký vodič obdobně jako na detekční elektrodu ESD přivedeno, způsobuje elektrostatické pole. Lavinově násobený signál SE je tímto tenkým drátkem detekován, jak popisuje patent firmy Zeiss [192].

Tento detektor umožňuje detekovat signál SE s minimálním příspěvkem signálu PE a BSE. To je způsobeno velmi malou vzdáleností detekčního drátku od povrchu vzorku. Tato vzdálenost je menší než vzdálenost odpovídající střední volné dráze BSE v plynu o daném tlaku. To umožňuje detekovat pouze signál SE a signál vznikající vlivem jejich interakcí s molekulami plynu.

3 Cíle práce

Různé varianty ionizačních detektorů sekundárních elektronů, pracujících v podmínkách vysokého tlaku plynů a využívajících principu nárazové ionizace atomů a molekul plynů, představují podobně jako scintilační BSE detektory dnes již obecně známé a značně rozšířené detekční systémy. I přesto je však detekce pravých sekundárních a zpětně odražených elektronů v podmínkách vysokého tlaku plynů EREM aktuální a stále ještě kompletně nedořešený problém. Tématika disertační práce je proto zaměřena do této oblasti.

Cílem disertační práce je navrhnout nový, komplexní detekční systém, umožňující detekci výrazně zesíleného signálu pravých sekundárních elektronů s unikátní možností jejich volitelné energiové selekce a se schopností současné detekce signálu zpětně odražených elektronů s vysokou účinností. Systém musí být schopen pracovat v podmínkách vysokého tlaku plynů komory vzorku environmentálního rastrovacího elektronového mikroskopu, musí zachovat původní přednosti ionizačního detektoru i BSE YAG detektoru a poskytnout nové, doposud nepublikované možnosti detekce signálních elektronů v tomto typu mikroskopů.

- Zatímco detekce zpětně odražených elektronů bude realizována pomocí vysoce účinného BSE YAG detektoru, pro detekci sekundárních elektronů bude navržen zcela nový, původní detekční systém. Systém bude pracovat na principu multi-elektrodového ionizačního detektoru s originálně uspořádanými elektrodami a bude umožňovat energiově selektivní detekci výrazně zesíleného signálu sekundárních elektronů s minimálním podílem SE III v detekovaném signálu. Komplexní systém pro detekci pravých sekundárních a zpětně odražených elektronů by měl být konstrukčně jednoduchý a snadno použitelný v různých typech mikroskopů, pracujících s vysokým tlakem plynů v komoře vzorku.
- Pro zajištění uvedeného cíle budou jednotlivé detektory, tvořící nový systém pro detekci pravých SE a BSE optimalizovány a navrženy tak, aby byla možná jejich vzájemná integrace. U ionizačního detektoru SE bude navržen zcela nový systém uspořádání detekčních elektrod, a to v několika variantách. Detektor bude navíc vybaven přídavnými elektrodami, umožňujícími jeho použití v několika režimech.
- V prvním kroku budou využity poznatky získané při modelování drah elektronů v elektrostatických polích detektoru, pomocí programu SIMION 3D. Vzhledem k tomu, že program SIMION 3D neumožňuje provádět simulace v prostředí vysokého tlaku plynů, bude další významná část práce založena na experimentálním měření úrovní signálů, detekovaných jednotlivými detektory nového systému pro detekci pravých SE a BSE, pomocí cíleně koncipovaných experimentů.

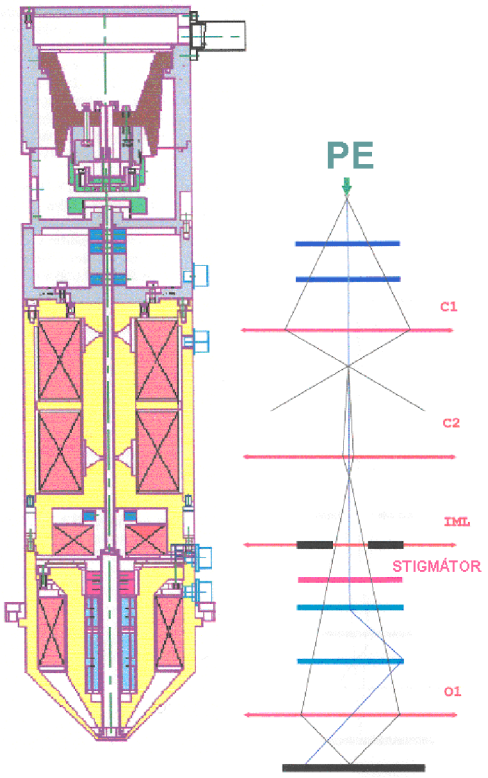
Pro experimentální ověření vlastností nového systému pro detekci pravých SE a BSE v podmínkách vysokého tlaku plynů v komoře vzorku EREM bude v rámci disertační práce postaven nový EREM AQUASEM II. Stavba nového mikroskopu bude zahrnovat realizaci originální diferenciálně čerpané komory s detektorovou deskou, hydratačního systému, úpravu komory vzorku, úpravu vakuového systému a systému řízení tlaků v mikroskopu. Bude použit originální tubus REM VEGA, hardware a řídící software dodaný firmou Tescan s.r.o. Realizace EREM AQUASEM II v nové laboratoři environmentální rastrovací elektronové mikroskopie v ÚPT AV ČR v.v.i v Brně přinese možnost zvýšení kvality prováděných experimentů a ve svém důsledku i přispěje k vyšší úrovni publikační činnosti pracoviště.

4 Environmentální REM AQUASEM II

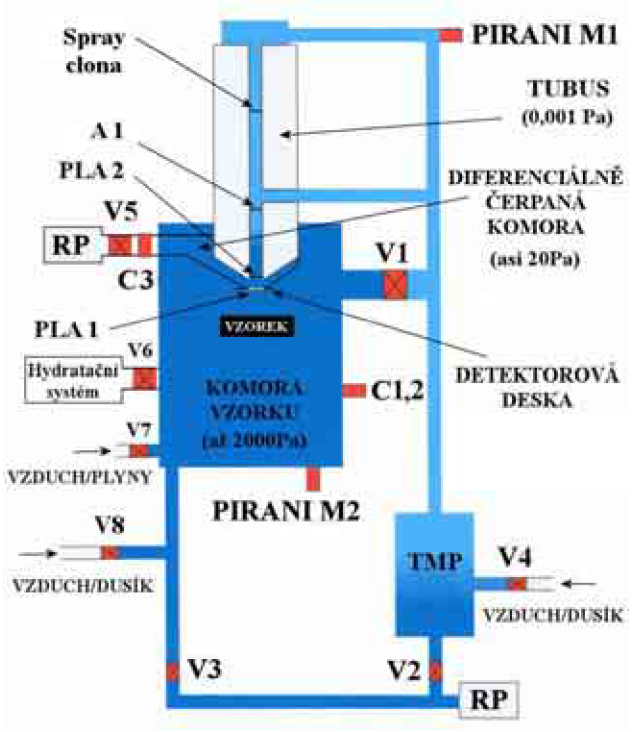
Experimentální EREM AQUASEM II byl postaven v rámci této disertační práce na ÚPT AV ČR v.v.i. v Brně, jako náhrada za dnes již zastaralý mikroskop AQUASEM I. EREM AQUASEM II, jako originální a doposud nepublikované nové zařízení, vytváří kvalitní experimentální podmínky pro testování stávajících a vývoj nových detekčních systémů pracujících v podmínkách vakua, ale zejména v podmínkách vysokého tlaku plynů komory vzorku EREM. Mikroskop také umožňuje studium různých druhů elektricky nevodivých a vlhkých, často biologických vzorků a vzorků při tzv. dynamických „in-situ“ experimentech pomocí několika typů detektorů. Detekovaný signál ze vzorku lze přesně měřit a vyhodnocovat díky softwarovým doplňkům profesionálního řídícího softwaru mikroskopu, popřípadě díky dalším externím měřicím zařízením, jako je přesný pikoampérmetr či osciloskop.

4.1 Základní popis mikroskopu

Mikroskop AQUASEM II je vybaven upraveným tubusem s elektronovou optikou REM VEGA TS 5140, viz. obrázek 4.1, jehož podrobnější popis je obsažen v příloze A. Tubus mikroskopu a řídící hardware a software byly pro EREM AQUASEM II zakoupeny od firmy Tescan [193]. Komora vzorku mikroskopu, diferenciálně čerpaná komora s detektorovou deskou, detekční systémy SE a BSE, hydratační systém, přídavné napěťové zdroje a další systémy byly navrženy a testovány v rámci předkládané disertační práce a vyrobeny na ÚPT AV ČR v.v.i. Úpravy byly provedeny také v čerpacím systému mikroskopu tak, aby byl schopen pracovat v podmínkách tlaku vodní páry do 2000 Pa v komoře vzorku a v softwaru mikroskopu tak, aby bylo možné s jeho pomocí řídit přídavné napěťové zdroje, předzesilovač ionizačního detektoru a odečítat současně více měřených hodnot detekovaného signálu ze vzorku pomocí metody „line-scane“. Tato metoda, jakož i některé další systémy mikroskopu AQUASEM II budou podrobněji popsány v následujících kapitolách disertační práce.

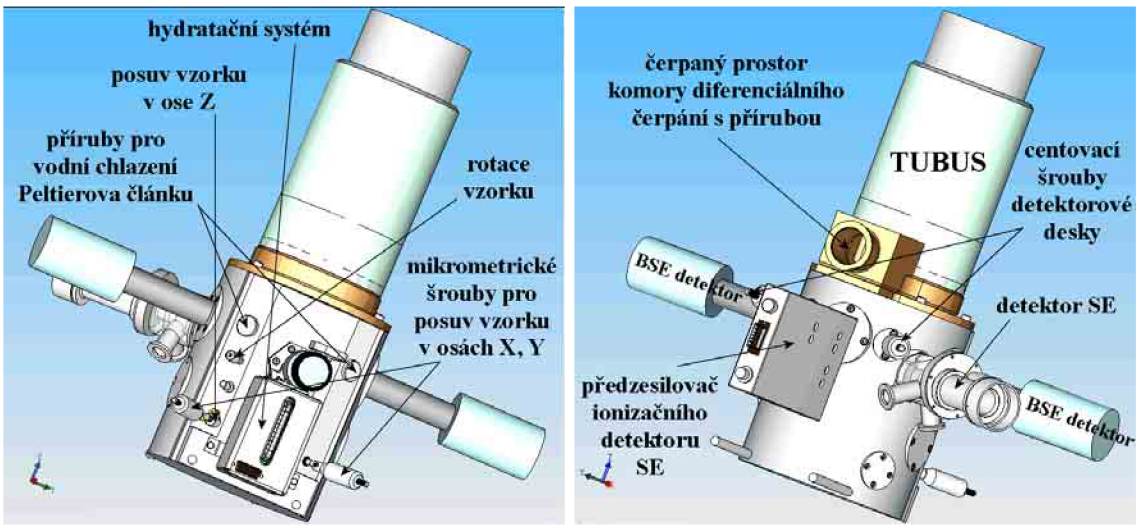


Obr. 4.1 Konstrukční schéma tubusu REM VEGA TS 5140 a svazek PE procházející tímto tubusem v zobrazovacím módu „RESOLUTION“



Obr. 4.2 Vakuové schéma EREM AQUASEM II včetně provedených úprav

Diferenciálně čerpaná komora s detektorovou deskou je umístěna mezi objektivem a komorou vzorku EREM AQUASEM II. Způsob umístění byl zvolen především pro svoji jednoduchost a následující výhody. Čerpaný prostor diferenciálně čerpané komory není integrován v tubusu, a proto lze použít komerční tubus REM bez složitých úprav. Do prostoru diferenciálně čerpané komory lze jednoduše umístit další detekční systém. Komoru diferenciálního čerpání lze ze strany vzorku uzavřít pomocí detektorové desky a tu využít k řadě dalších účelů. Vedle výhod má tato varianta také nevýhody. Je to především malé zorné pole mikroskopu vymezené průměrem otvoru v PLA 1 a znemožňující studium vzorků při malých zvětšeních, zhoršení optických vlastností mikroskopu dané prodloužením pracovní vzdálenosti o prostor diferenciálně čerpané komory a komplikovanější čištění clony PLA 2, která je v případě EREM AQUASEM II konfigurovaného pro režim vysokého tlaku nezbytná. Komora vzorku EREM AQUASEM II je vybavena několika porty. Dva z nich jsou využity pro půlený BSE YAG detektor, jeden pro Everthart-Thornley detektor SE, jeden pro ionizační detektor SE, dva pro centrovací manipulátory detektorové desky a na portu dveří komory vzorku je připojen hydratační systém, jak ukazuje obrázek 4.3. Zbylé porty lze využít jako průchodky pro kabely napěťových zdrojů, pikoampérmetru, čidel pro měření teploty, popřípadě pro připojení Peltierova článku chlazeného držáku vzorku a jeho vodního chlazení. Komora vzorku je vybavena držákem vzorku s manuálním posuvem v osách X, Y a Z umožňujícímu také rotaci vzorku.



Obr. 4.3 Model EREM AQUASEM II v zobrazení zepředu (vlevo) a v zobrazení zezadu (vpravo)

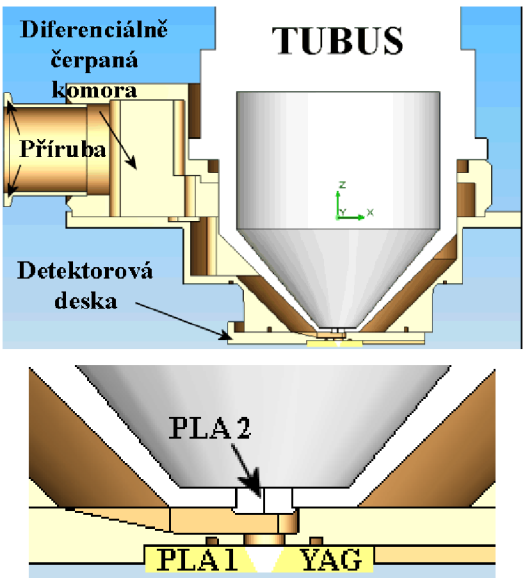
4.2 Vakuový systém mikroskopu

Vakuový systém je důležitou součástí každého elektronového mikroskopu. Jeho úkolem je vytvořit a udržet v jednotlivých částech mikroskopu takový tlak plynu, který je z hlediska předepsaných parametrů mikroskopu přípustný. V případě mikroskopu AQUASEM II byl v rámci disertační práce tento systém částečně upraven a doplněn tak, aby bylo možné pracovat v prostředí vodních par o vysoké relativní vlhkosti vzhledem k teplotě vzorku umístěného v komoře vzorku mikroskopu. Vakuové schéma na obrázku 4.2 ukazuje finální podobu vakuového systému EREM AQUASEM II, včetně provedených úprav. Podrobnější popis vakuového systému, způsobu měření tlaku v jednotlivých částech EREM AQUASEM II a popis způsobu čerpání komory vzorku EREM AQUASEM II provozovaného v režimu vakua, nízkého vakua a v environmentálním režimu, je obsažen v příloze B disertační práce.

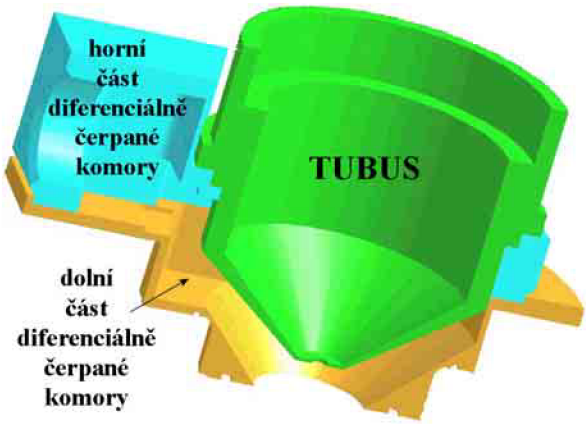
4.3 Diferenciálně čerpaná komora s detektorovou deskou

Diferenciálně čerpaná komora s detektorovou deskou je nejdůležitějším konstrukčním dílem EREM AQUASEM II. Umožňuje jeho činnost v podmínkách nízkovakuových režimů a díky detektorové desce také dovoluje využití některých speciálních detekčních systémů. V rámci předkládané disertační práce byla navržena, zkonstruována a vyrobena v ÚPT AV ČR v.v.i v Brně a je unikátní součástí EREM AQUASEM II.

Diferenciálně čerpaná komora (DK) se skládá z horní a dolní části, které jsou vakuově těsně spojeny. Z obrázku 4.5 je patrné, že DK je vakuově těsně spojena také s tubusem EREM AQUASEM II a její objem se zvětšuje ve směru čerpaného plynu od PLA 1 k přírubě DK. Prostor DK je v oblasti optické osy mikroskopu vymezen clonami PLA 2 a PLA 1, jak ukazuje obrázek 4.4. Tento prostor je z hlediska velikosti tlaku plynu kritický, protože právě zde prochází přes DK primární svazek elektronů. Problematice tlaku plynů v prostoru DK budou proto věnovány samostatné kapitoly.



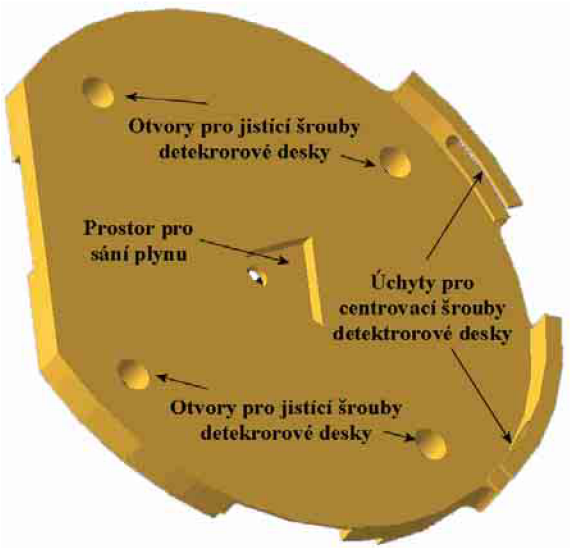
Obr. 4.4 Řez spodní částí mikroskopu AQUASEM II (nahoře) s detailním pohledem na čerpaný prostor mezi clonami PLA 1 a PLA 2 (dole)



Obr. 4.5 Řez diferenciálně čerpanou komorou s částí tubusu EREM AQUASEM II

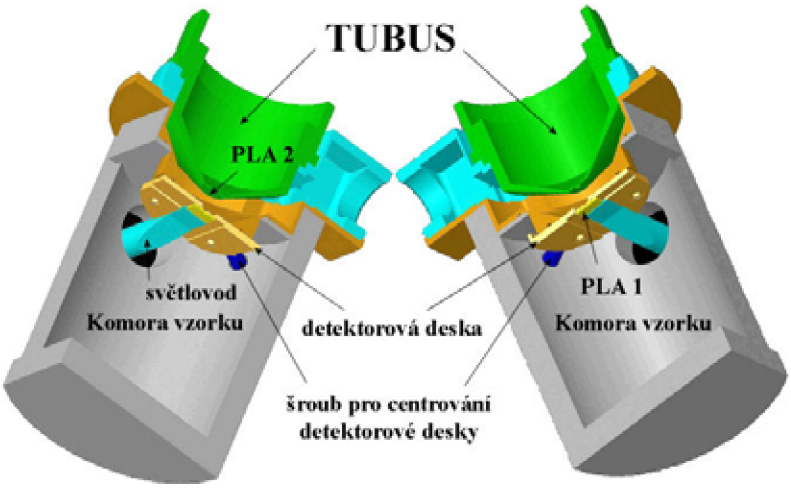
Spodní část DK je tvořena detektorovou deskou, která je z pohledu od komory vzorku EREM zobrazena na obrázku 4.6 a z pohledu od DK na obrázku 4.7. Detektorová deska, která je k DK těsněna pomocí „O“ kroužku, je opatřena otvorem v jejím středu, díky němuž mohou PE procházet do komory vzorku. Tlak omezující clona PLA 1, která je v EREM AQUASEM II tvořena monokrystalem YAG:CE^{3+}, je k detektorové desce ze strany komory vzorku uchycena pomocí konektoru a utěsněna také pomocí „O“ kroužku. Průměr otvoru v PLA 1 je 500 μm. Průchod PE musí být tímto otvorem zajištěn optimálně, je nutné celou detektorovou desku včetně PLA 1 vzhledem k optické ose EREM centrovat. K tomuto účelu slouží centrovací mikrometrické šrouby, jejichž uchycení k desce je na obrázku 4.7.

Obr. 4.6 Model detektorové desky z pohledu od komory vzorku EREM AQUASEM II



Obr. 4.7 Model detektorové desky z pohledu od diferenciálně čerpané komory EREM AQUASEM II

Světlovodům, odvádějícím světlo z monokrystalu YAG:Ce^{3+} do fotonásobičů BSE YAG detektoru, byl přizpůsoben tvar detektorové desky, což je patrné z obrázku 4.6 (světlovod A a B). Řez spodní částí mikroskopu AQUASEM II je na obrázku 4.8. Spodní část tubusu, DK s detektorovou deskou, centrovací šrouby, monokrystal YAG a oba světlovody jsou na obrázku 4.9.

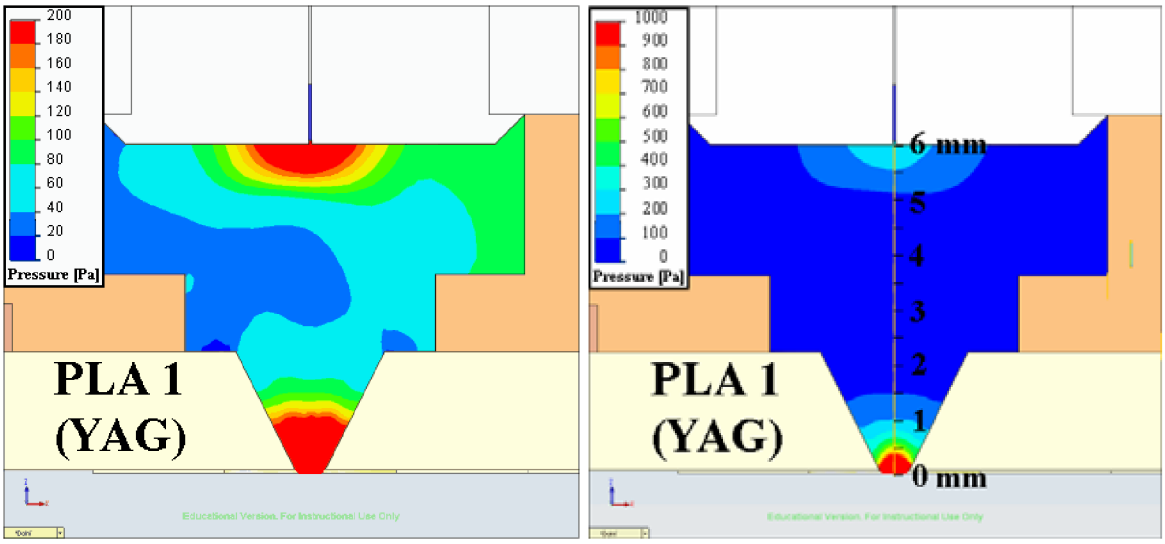


Obr. 4.8 Řez spodní částí modelu mikroskopu AQUASEM II včetně detektorové desky, šroubů pro centrování detektorové desky, monokrystalu a světlovodů BSE YAG detektoru a čerpací příruby diferenciálně čerpané komory

Obr. 4.9 Model diferenciálně čerpané komory s detektorovou deskou a monokrystalem YAG:Ce^{3+} (PLA 1) s oběma světlovody

4.3.1 Simulace proudění plynů pomocí programu CosmosFloWorks

Kritickou oblastí v DK, z hlediska rozptylu primárního elektronového svazku při interakci elektronů s molekulami plynů, je oblast vymezená clonami PLA 1 a PLA 2 podél optické osy EREM AQUASEM II. Mechanizmus rozptylu PE v prostředí vysokého tlaku plynů EREM je popsán v teoretické části práce, kapitola 2.2.1. Celková geometrie DK, velikost otvorů v PLA 1 a PLA 2, účinnost čerpacího systému mikroskopu, ale i druh a teplota čerpaného plynu jsou parametry ovlivňující velikost tlaku plynu v této části a tím i míru rozptylu PE pohybujících se po dráze mezi clonami PLA 1 a PLA 2. Vzhledem k tomu, že přímé měření tlaku plynu v prostoru mezi PLA 1 a PLA 2 je značně komplikované, velikost tlaku plynu, jeho rozložení vzhledem ke geometrii DK a rychlost proudění plynu v DK byly simulovány pomocí softwaru CosmosFloWorks [195]. Jedná se o efektivní softwarový nástroj pro vytváření 3D simulací proudění kapalin a plynů, ale také například pro simulace přestupu a prostupu tepla. Tento software je nástavbou grafického systému SolidWorks (CAD) [195], jenž byl použit při konstrukci všech částí mikroskopu AQUASEM II. Vstupní parametry simulací, které odpovídají reálným podmínkám v EREM AQUASEM II byly nastaveny takto: statický tlak na cloně PLA 1 byl 1500 Pa, průměr otvoru v cloně PLA byl 500 μm, statický tlak na cloně PLA 2 byl 0,01 Pa, průměr otvoru v cloně PLA 2 byl 50 μm, čerpací rychlost plynu na přírubě DK byla 0,01388 m^3/s, teplota plynu byla 293,2 K a jako druh plynu byl zvolen vzduch. Výsledky simulací DK v EREM AQUASEM II počítané v programu CosmosFloWorks jsou na obrázcích 4.10a a 4.10b, kde velikosti tlaku plynu definuje barevná škála.

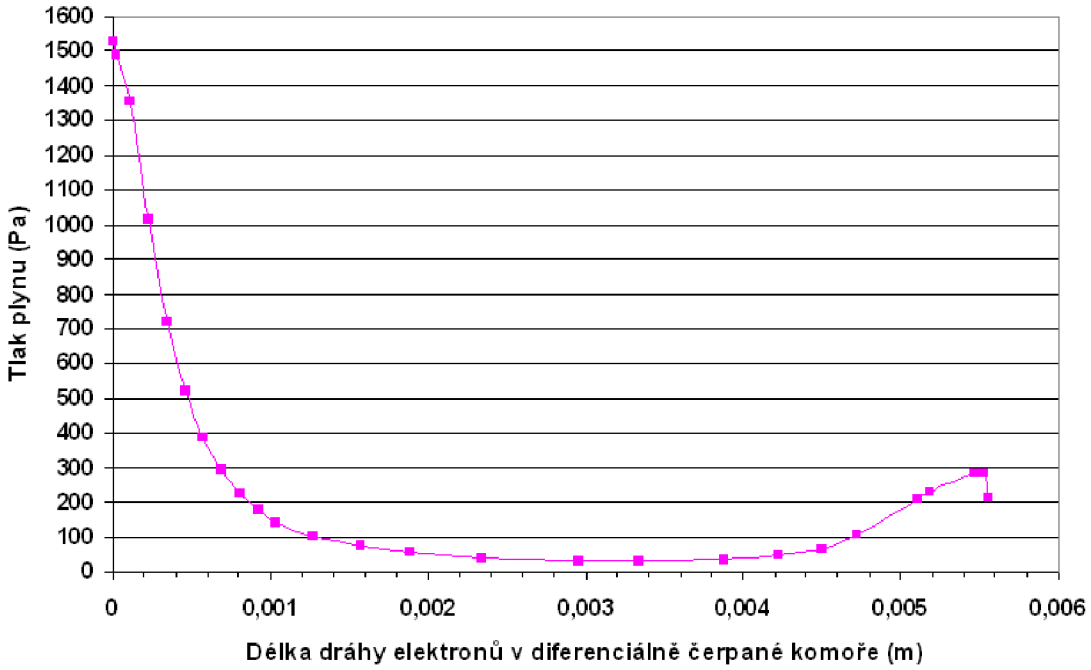


a) 0 až 200 Pa **b)** 0 až 1000 Pa

Obr. 4.10 a, b Rozložení tlaku vzduchu v oblasti mezi clonami PLA 1 a PLA 2 v DK EREM AQUASEM II. Barevná škála od modré po červenou pro a) tlaky vzduchu od 0 do 200 Pa, b) tlaky vzduchu od 0 do 1000 Pa

Z obrázků je patrné, že hodnota tlaku plynu dosahuje dle očekávání svého maxima v těsné blízkosti clony PLA 1. Zvýšený tlak plynů, asi 300 Pa, se však

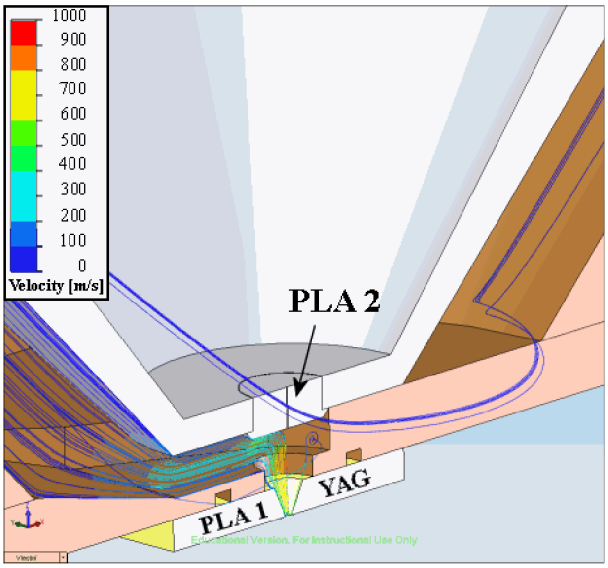
objevuje také v blízkosti clony PLA 2. Celkové rozložení tlaku plynu v této oblasti je dosti komplikované a dokazuje, že výpočet rozptylu PE nemůže být založen pouze na předpokladu konstantní hodnoty tlaku plynu v DK změřené například na přírubě této komory. Velikost tlaku plynu v závislosti na délce dráhy, po které letí PE v rámci prostoru DK směrem do komory vzorku, je vynesena v grafu na obrázku 4.11. Celková délka této dráhy je asi 6 mm. Z obrázku je patrné, že největší rozptyl PE v DK nastává na dráze 1 mm v těsné blízkosti PLA 1, kde se tlak prudce mění z hodnoty 1500 Pa na hodnotu 250 Pa. Rozptyl PE na zbývající dráze 5 mm, lze vzhledem k průměrné hodnotě tlaku pod 150 Pa označit jako méně významný.



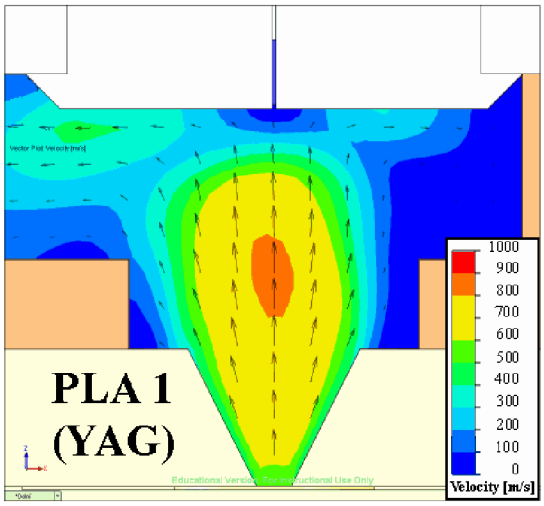
Obr. 4.11 Velikost tlaku plynu v závislosti na délce dráhy, kterou PE absolvují při průletu prostorem diferenciálně čerpané komory podél optické osy EREM AQUASEM II, viz. obrázek 4.10 b

Výsledky simulace rychlosti proudění plynu mezi clonami PLA 1 a PLA 2 ukazuje obrázek 4.13. Zde je metodou vektorů presentován směr proudění plynu a pomocí barevné škály jeho rychlost od 0 až do 1000 m/s. Proudění plynu v oblasti dolní části DK je na obrázku 4.12 presentováno metodou proudnic. Nejvyšší rychlosti, až 900 m/s, dosahují molekuly plynu ve střední části prostoru mezi PLA 1 a PLA 2, kde je také podle obrázku 4.10a nejnižší tlak. Směrem k cloně PLA 2 se rychlost molekul plynu výrazně snižuje, až na hodnotu menší než 100 m/s a velká část z nich naráží do pólového nástavce mikroskopu AQUASEM II. V důsledku toho vzniká v oblasti pod clonou PLA 2 prostor s vyšším tlakem. Plyn mezi clonami PLA 1 a PLA 2 je bohužel odčerpáván pouze jedním směrem a v druhém směru, kde je čerpaný prostor zaslepen, dochází ke vzniku vírů. Optimalizované varianty geometrie

diferenciálně čerpané komory včetně řady simulací v softwaru CosmosFloWorks publikovali Maxa a Neděla [196,197].



Obr. 4.12 Simulace rychlosti proudění plynů v dolní části DK EREM AQUASEM II zobrazena pomocí proudnic

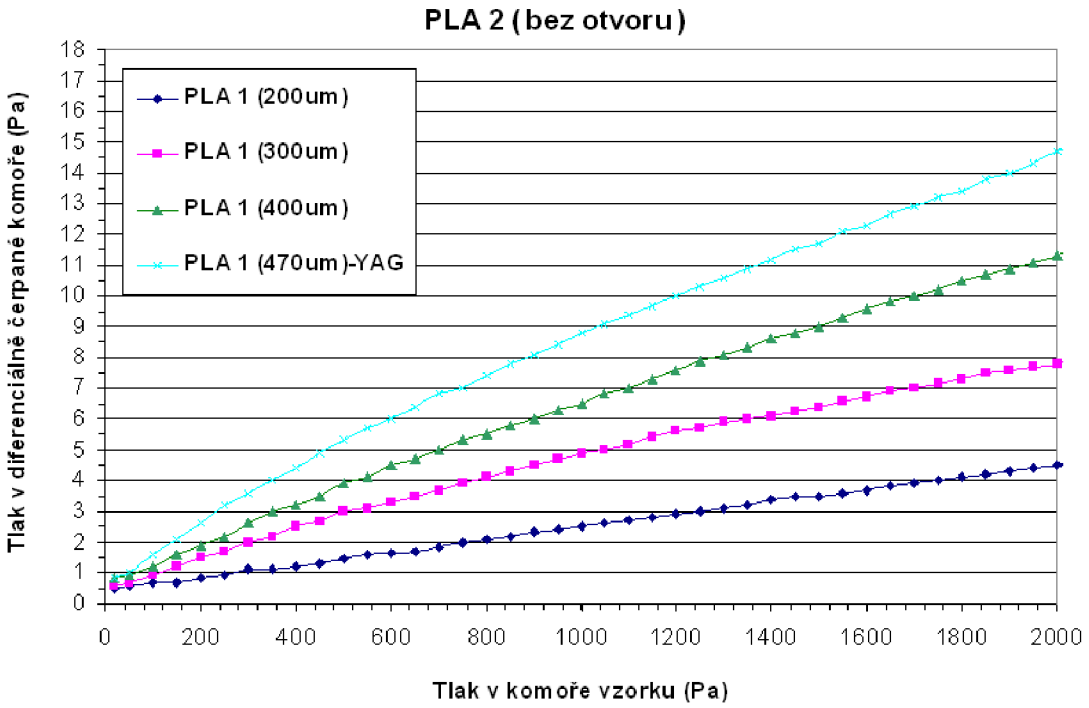


Obr. 4.13 Simulace rychlosti proudění plynů v oblasti mezi PLA 1 a PLA 2 EREM AQUASEM II metodou vektorů

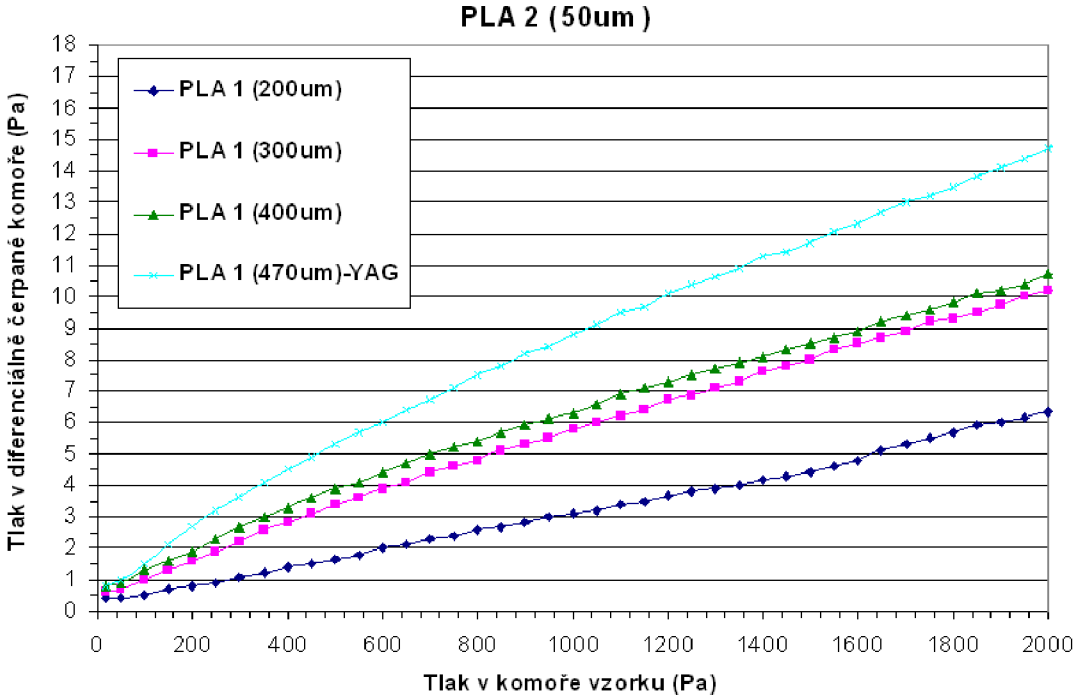
4.3.2 Měření tlakových závislostí v mikroskopu

Závislost tlaku plynu v diferenciálně čerpané komoře na tlaku plynu v komoře vzorku EREM AQUASEM II byla experimentálně měřena pomocí kapacitních měrek C1 až C3, jejichž umístění je na obrázku 4.2. Kapacitní měrky tlaku CMR 261 (C1, pro rozsah tlaků od 10 Pa do 110 kPa) a CMR 262 (C2, pro rozsah tlaků od 1 Pa do 11 kPa) firmy Pfeiffer, byly připojeny na komoru vzorku a měrka CMR 236 (C3, pro rozsah tlaků od 0,1 Pa do 1100 Pa) na přírubu DK EREM. Hodnoty tlaku byly vyhodnocovány pomocí jednotky TPG 264A MaxiGuage Measurement unit od firmy Pfeiffer. Tlak v tubusu mikroskopu byl kontrolován pomocí Piraniho měrky M1, viz. obrázek 4.2 a v průběhu experimentů nepřekročil hodnotu $1 \cdot 10^{-2}$ Pa, což jsou vyhovující podmínky pro činnost přímo žhavené wolframové katody EREM AQUASEM II. V průběhu experimentů byly měněny clony PLA 1 s průměrem otvoru 200, 300, 400 a 470 μm (otvor v monokrystalu YAG) a clona PLA 2 s otvorem 50 μm a bez otvoru. Použití clony PLA 2 bez otvoru vytváří podmínky vhodné pro studium vlivu čerpání plynu clonou PLA 2 do tubusu na tlak plynu v DK. Na obrázcích 4.14 a 4.15 jsou tyto závislosti presentovány. S rostoucí hodnotou tlaku plynu v komoře vzorku přibližně lineárně vzrůstá i hodnota tlaku plynu v DK a to v případě otvoru o průměru 50 μm v cloně PLA 2 i v případě kdy clona PLA 2 je bez otvoru. Výsledky experimentu naznačují, že proudění plynu clonou PLA 2 s průměrem otvoru 50 μm je tak malé, že výrazně neovlivňuje hodnotu tlaku v DK měřenou na přírubě DK. S rostoucím průměrem otvoru v cloně PLA 1 roste i tlak v DK, kdy při průměru 470 μm byl na přírubě DK naměřen tlak 15 Pa při tlaku 2000 Pa v komoře vzorku EREM AQUASEM II. Experimentální výsledky jsou v souladu s hodnotami tlaku získanými na základě simulací v programu CosmosFloWorks, kdy při průměru otvoru 500 μm v PLA 1 a tlaku 1500 Pa na této cloně a průměru otvoru 50 μm v PLA 2 je hodnota tlaku na

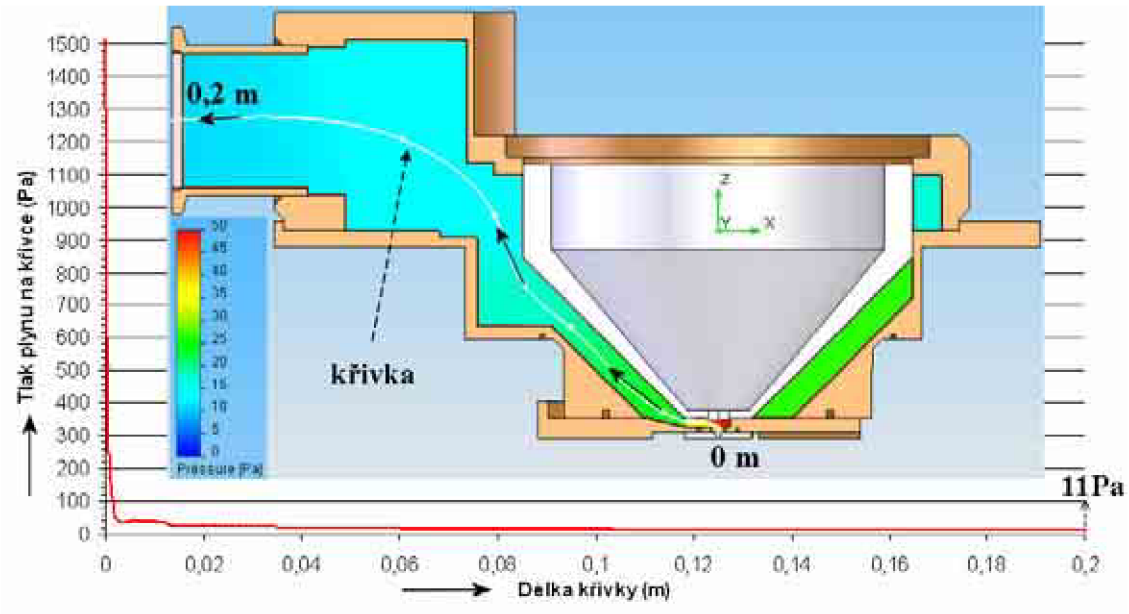
přírubě DK (na konci přímky ve vzdálenosti 0,2 m, dle obrázku 4.16) asi 11 Pa. Při obdobných podmínkách a průměru otvoru 470 μm v PLA 1 je podle obrázku 4.15 změřená hodnota tlaku na přírubě DK asi 11,7 Pa. Závěrem tohoto experimentu je důležité konstatovat, že hodnota tlaku plynu měřeného na přírubě DK odpovídá pouze tlaku plynu v tomto místě a nelze ji zobecňovat pro jakékoli jiné místo v DK a tudíž nemůže být hodnotou použitou při úvahách o rozptylu PE v DK.



Obr. 4.14 Měřená závislost tlaku vzduchu v diferenciálně čerpané komoře na tlaku vzduchu v komoře vzorku EREM AQUASEM II, pro několik průměrů otvoru 200, 300, 400, 470 μm v PLA 1 a pro konfiguraci, kdy PLA 2 byla bez otvoru



Obr. 4.15 Měřená závislost tlaku vzduchu v diferenciálně čerpané komoře na tlaku vzduchu v komoře vzorku EREM AQUASEM II, pro několik průměrů otvoru 200, 300, 400, 470 μm v PLA 1 a pro konfiguraci, kdy průměr otvoru v PLA 2 byl 50 μm



Obr. 4.16 Simulace velikosti tlaku vzduchu v závislosti na délce vytýčené křivky, vedoucí z prostoru mezi PLA 1 a PLA 2 do prostoru příruby diferenciálně čerpané komory EREM AQUASEM II

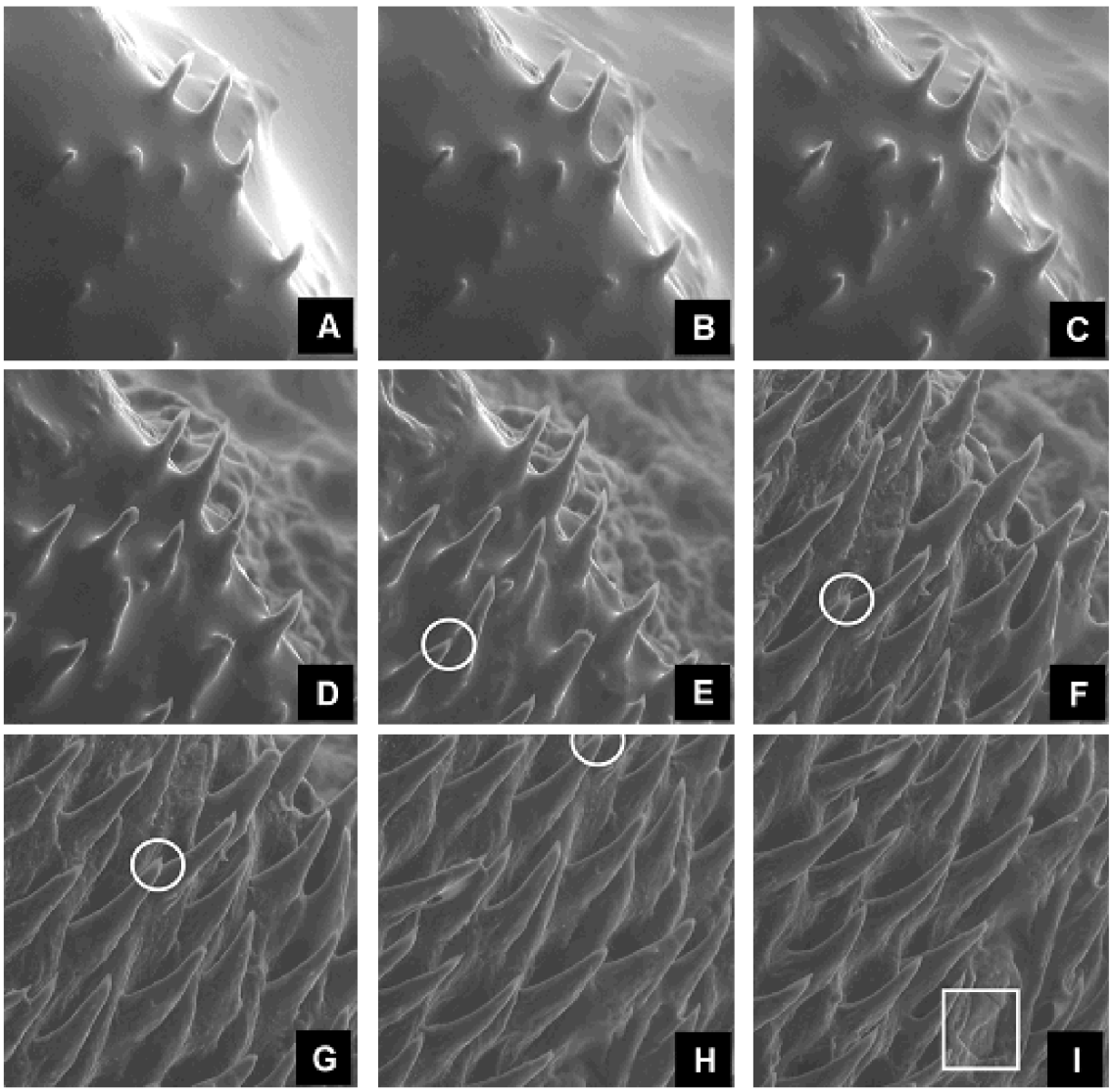
4.4 Hydratační systém v mikroskopu

Nový hydratační systém, viz. obrázek 4.18, byl navržen a testován v rámci předkládané disertační práce a vyroben v ÚPT AV ČR v.v.i v Brně. Je originálním zařízením pracujícím v součinnosti s EREM AQUASEM II. Výrazně

rozšiřuje jeho experimentální i aplikační možnosti. Umístění systému v rámci EREM AQUASEM II, na jehož komoru vzorku je připojen, lze vidět na obrázku 4.3. Podrobnější popis hydratačního systému obsahuje příloha C disertační práce.

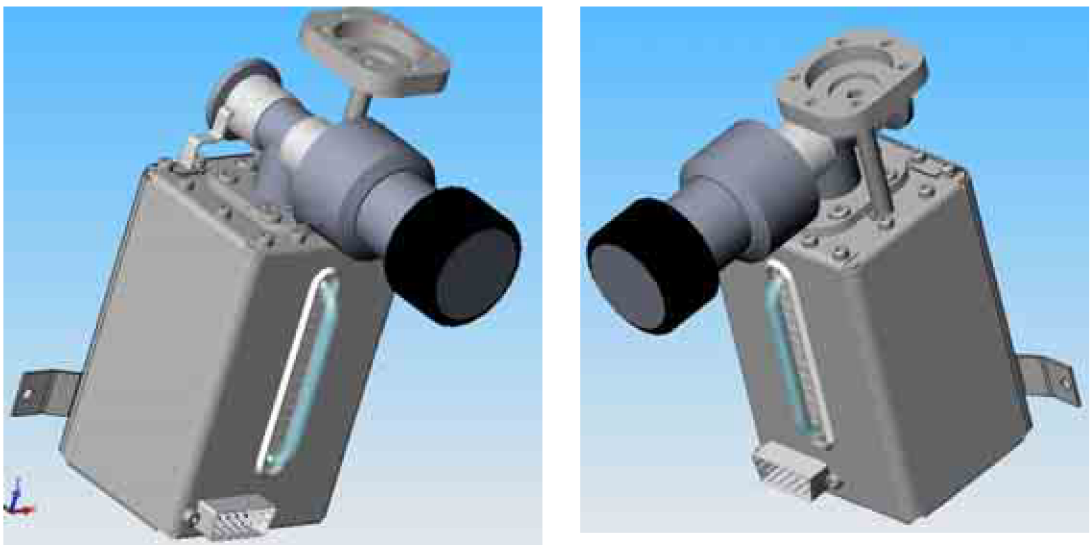
Hydratační systém umožňuje připouštět do komory vzorku EREM vodní páru. Jeho přítomnost v komerčních mikroskopech typu VP SEM není samozřejmostí a nelze ho ani běžně přikoupit. Mikroskopy, jejichž součástí tento systém je, jsou obvykle vybaveny také chlazeným držákem vzorku, pracujícím nejčastěji na principu Peltierova jevu. Díky oběma těmto zařízením umožňuje EREM AQUASEM II pozorovat biologické vzorky s menším či větším obsahem vody tak, že při dosažení termodynamické rovnováhy v prostředí nasycených vodních par nedochází ke kondenzaci ani odpařování vody z povrchu pozorovaného vzorku a vzorek nevysychá. To ve své publikaci potvrzují například Cameron a Donald [48]. Vzhledem k teplotě vzorku a tlaku vodní páry v komoře vzorku EREM AQUASEM II je také možné nechat vodu z povrchu vzorku řízeně odpařovat nebo na něm kondenzovat, studovat děje na fázových rozhraních látek, popřípadě realizovat jiné dynamické „in-situ“ experimenty.

Praktický příklad použití hydratačního systému, při realizaci dynamického „in-situ“ experimentu, je na obrázku 4.17. Obrázek ukazuje změnu povrchové mikrostruktury biologického vzorku (jazyka krysy) při změně termodynamických podmínek, poklesu relativní vlhkosti vodní páry v komoře vzorku EREM AQUASEM II. Článek s názvem „Dynamical „in situ” observation of biological samples using variable pressure scanning electron microscope“, popisující tento velmi obtížně realizovatelný experiment a podrobně komentující jeho výsledky, byl přijat k tisku v prestižním impaktovaném vědeckém časopise *Journal of Physics.* Bílá kolečka v obrázku 4.17 E-G upozorňují na posunující se oblast na vzorku, jako typický projev deformace vzorku při jeho vysychání v celém objemu. Bílý čtvereček, v obrázku 4.17 I, vyznačuje dehydratací poškozenou a zdeformovanou chuťovou buňku jazyka.

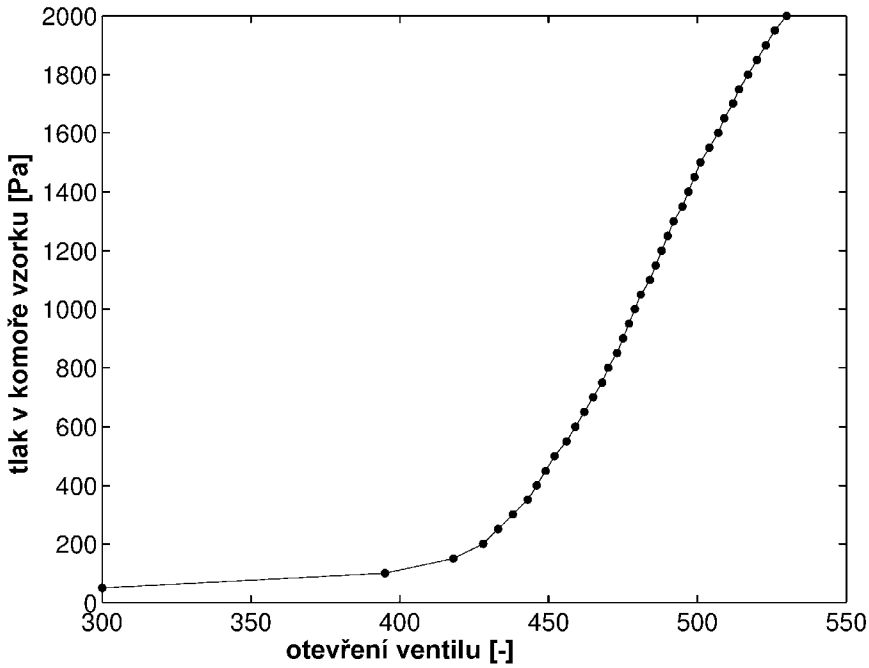


Obr. 4.17 Jazyk krysy v podmínkách měnících se termodynamických podmínek v komoře vzorku EREM AQUASEM II. Konstantní teplota vzorku 2 °C, při tlaku vodní páry A) 750 Pa, B) 715 Pa, C až I) 708 Pa. Obrázky A až E byly zaznamenávány chronologicky po sobě v časovém intervalu 5 min, obrázky F až I poté v časovém intervalu 10 min. Zorné pole obrázků je 250 μm, energie PE = 20 keV, I_{PE} = 100 pA, VP = 2,5 mm. Zaznamenáno pomocí ionizačního detektoru, ionizační napětí na detekční elektrodě 370 V

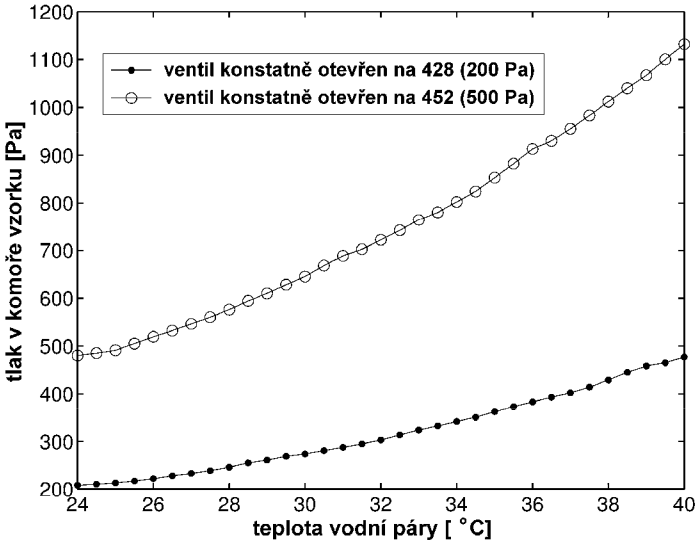
Velikost tlaku vodní páry v komoře vzorku EREM AQUASEM II (měřeno v environmentálním režimu měrkami C1 a C2 při obvyklé konfiguraci clon a otvorech 470 μm v PLA 1 a 50 μm v PLA 2) v závislosti na míře otevření mikrometrického ventilu hydratačního systému, je zobrazena na obrázku 4.19. Vliv teploty vodní páry na tlak vodní páry v komoře vzorku EREM AQUASEM II při dvou variantách konstantního otevření ventilu a rostoucí teplotě vodní páry je zobrazen na obrázku 4.20. Tento obrázek demonstruje jedinečnou výhodu hydratačního systému, která spočívá v možnosti jemné regulace průtoku plynu do komory vzorku EREM jak otevřením mikrometrického ventilu, tak i změnou teploty vodní páry v systému. Tato přednost má zásadní význam při dynamických „in situ“ experimentech, jak demonstruje obrázek 4.17.



Obr. 4.18 Model hydratačního systému v EREM AQUASEM II, pohled zprava a zleva



Obr. 4.19 Měřená závislost tlaku vodní páry v komoře vzorku EREM AQUASEM II na míře otevření mikrometrického ventilu hydratačního systému při konstantní teplotě vodní páry 20 °C



Obr. 4.20 Měřená závislost tlaku vodní páry v komoře vzorku EREM AQUASEM II na teplotě vodní páry v hydratačním systému při dvou variantách konstantního otevření mikrometrického ventilu hydratačního systému

4.5 Prostředí vodních par v komoře vzorku mikroskopu

Relativní vlhkost plynu v komoře vzorku EREM AQUASEM II je velmi důležitým parametrem. Zcela zásadní je zejména při pozorování vzorků obsahujících vodu nebo při některých dynamických „in-situ“ experimentech. Důležitá je však také při měření úrovně detekovaného signálu ze vzorku, kdy může významně ovlivnit jeho úroveň a to zejména u detektorů SE pracujících na principu ionizace plynu.

V EREM AQUASEM II je vodní pára připouštěna do komory vzorku z hydratačního systému popsaného v kapitole 4.4 a to pouze v environmentálním režimu. V počátečním stavu, kdy je tlak ve všech částech EREM roven tlaku atmosférickému, je do komory vzorku vložena miska s destilovanou vodou. Mikroskop je poté uveden do environmentálního režimu, kdy komora vzorku je čerpána pouze otvorem ve cloně PLA 1. Poté co se tlak v komoře vzorku ustálí na hodnotě odpovídající tlaku nasycených vodních par při teplotě vody vložené do komory vzorku, viz. obrázek 2.1 křivka 100 %, pokles tlaku ustane. Po odpaření veškeré destilované vody začne tlak v komoře vzorku opět klesat a vodní pára musí být připouštěna ventilem V6, viz. obrázek 4.2, z hydratačního systému. Hodnota tlaku plynu v komoře vzorku EREM AQUASEM II je dána rovnováhou mezi množstvím plynu odčerpávaným otvorem v PLA 1 a množstvím plynu vstupujícím do komory vzorku z hydratačního systému mikrometrickým ventilem V6. Pro zajištění dokonalé výměny prostředí vzduchu v komoře vzorku za prostředí vodních par z hydratačního systému, je tlak plynu v komoře vzorku snížen na hodnotu 100 Pa a poté povolením ventilu V6 opětovně zvýšen na hodnotu 2000 Pa. Tato operace je opakována v šesti cyklech. Poté je tlak vodní páry nastaven na požadovanou hodnotu. Výše popsaný postup byl aplikován při všech experimentech popisovaných v této práci, kdy pracovním plynem byla vodní pára.

5 Detektor zpětně odražených elektronů v EREM AQUASEM I

6 Ionizační detektor sekundárních elektronů v EREM AQUASEM II

7 Ionizační detektor SE s elektrostatickým separátorem (ISEDS)

8 Závěr

Text ve výše zmíněných kapitolách byl vypuštěn z důvodu omezení daných platností licenční smlouvy.

9 Seznam použitých symbolů

λ	střední volná dráha elektronu	(m)
k	Boltzmanova konstanta ($k = 1{,}38 \cdot 10^{-23}$)	($J \cdot K^{-1}$)
	koeficient ve fyzikálním modelu ionizačního detektoru	(-)
T	Termodynamická teplota	(K)
$\sigma_{(T)}$	celkový účinný průřez	(m^2)
$\sigma_{(e)}$	pružný účinný průřez	(m^2)
$\sigma_{(i)}$	nepružný účinný průřez	(m^2)
σ	celkový výtěžek elektronů	(-)
σ_G	směrodatná odchylka Gaussova rozdělení	(-)
ξ	úhel rozptylu PE po interakci s molakulami plynu	(rad)
GPL	délka dráhy elektronů v plynu	(m)
p	tlak plynu	(Pa)
n	koncentrace částic v plynu	(m^{-3})
I	proud nerozptýleného primárního elektronového svazku v EREM	(A)
I_{PE}	proud primárního elektronového svazku ve vakuu	(A)
$r_{1/2}$	poloměr rozptýleného primárního elektronového svazku	(μm)
Z	střední atomové číslo plynu	(-)
E	energie elektronů v primárním elektronovém svazku	(eV)
K	koeficien vyjadřující poměr signálu k šumu	(-)
e	elementární náboj elektronu ($1{,}602 \cdot 10^{-19}$)	(C)
τ	doba při rastrování připadající na jeden pixel („dwell time”)	(s)
θ	rozptylový úhel	(°)
θ_0	charakteristický stínící úhel	(°)
ε_0	permitivita vakua	($N \cdot m^2 \cdot C^{-2}$)
m_e	klidová hmotnost elektronu ($9.109 \cdot 10^{-31}$)	(kg)
v_e	rychlost elektronu	
k_e	vlnové číslo elektronu	(-)
E_i	vazebná energie elektronu	(eV)
n_i	počet elektronů i-té hladiny	(-)
v	rychlost	($m \cdot s^{-1}$)
U	napětí	(V)
W	energie zasaženého elektronu	(eV)
m	průměrný počet srážek PE s atomy resp. molekulami plynu připadající na jeden elektron	(-)
I_{BSE}	proud BSE emitovaných z povrchu vzorku	(A)
η	koeficient emise zpětně odražených elektronů	(-)
δ	koeficient emise sekundárních elektronů	(-)
E_{SE}	energie sekundárních elektronů	(eV)
E_{PE}	energie primárních elektronů	(eV)
E_L^B	nastavená energie PE	(eV)
E_L^R	energie změněná povrchovým potenciálem	(eV)

E_C^{I}	kritická energie	(eV)
E_C^{II}	kritická energie	(eV)
τ	doba doznívání katodoluminiscenčního děje	(ns)
I_{ion}	celkový proud iontů	(A)
I_{SE}	proud SE emitovaných z povrchu vzorku	(A)
$\overline{d}_{BSE}$	střední dráha BSE ve směru od vzorku k detekční elektrodě ESD	(m)
S_{PE}	koeficient ionizační účinnosti pro PE (počet iontových párů·m^{-1}·Pa^{-1})	
S_{BSE}	koeficient ionizační účinnosti pro BSE(počet iontových párů·m^{-1}·Pa^{-1})	
α_{ion}^{sw}	první Townsendův koeficient	(iontové páry·m^{-1})
γ	druhý Townsendův koeficient	(-)
A	konstanta pro daný plyn	(m^{-1}·Pa^{-1})
B	konstanta pro daný plyn	(V·m^{-1}·Pa^{-1})
C	konstanta pro daný plyn	(m^{-1}·Pa^{-1})
U_{ESD}	napětí na detekční elektrodě ESD	(V)
d_{eff}	efektivní vzdálenost ve fyzikálním modelu ionizačního detektoru	(m)
A_{ESD}	celkové zesílení ionizačního detektoru ESD	(-)
d	vzdálenost mezi povrchem vzorku a detekční elektrodou ESD	(m)
z	vzdálenost v rámci d (speciálním případem z je z_0)	(m)
z_0	vzdálenost mezi vzorkem a ionizačním detektorem potřebná k dodání sekundárnímu elektronu energie dostatečné pro vyvolání nárazové ionizace	(m)
V_i^1	minimální energie elektronu potřebná pro ionizaci molekuly daného plynu	(eV)
E^m_{SE}	nejpravděpodobnější energie sekundárních elektronů	(eV)
U_i	ionizační napětí	(V)
Uo	napětí na odsávací elektrodě ISEDS	(V)
Ud	napětí na detekční elektrodě ISEDS	(V)
Up	napětí na prstencové elektrodě ISEDS	(V)
Ur	napětí na retardační elektrodě ISEDS	(V)
PV	pracovní vzdálenost	(mm)
PVd	pracovní vzdálenost detekční elektrody ISEDS	(mm)
PVp	pracovní vzdálenost prstencové elektrody ISEDS	(mm)
PVr	pracovní vzdálenost retardační elektrody ISEDS	(mm)
α	úhel mezi normálou k povrchu vzorku a PE	(°)
E^m_{SE}	nejpravděpodobnější energie SE	(eV)
E^m_{PE}	energie PE pro níž dosahuje δ maximální hodnoty	(eV)
Ω	prostorový úhel šíření BSE	(sr)
η_n	koeficient emise BSE měřený na normále k povrchu vzorku	(-)
δ^m	maximální hodnota koeficientu δ	(-)

10 Seznam použitých zkratek

SEM	scanning electron microscope
REM	rastrovací elektronový mikroskop
FEREM	rastrovací elektronový mikroskop s autoemisní katodou
TEM	transmisní elektronový mikroskop
ESEM®	environmental scanning electron microscope
EREM	environmentální rastrovací elektronový mikroskop
PE	elektrony primárního elektronového svazku
SE	sekundární elektrony
BSE	zpětně odražené elektrony
X-Ray	rentgenové záření
PV	vzdálenost od povrchu vzorku po clonu PLA1 v EREM AQUASEM II
YAG	scintilační monokrystal yttrito hlinitého granátu
YAP	scintilační monokrystal yttrito hlinitého perovskitu
EDS	energiově disperzní spektrometr
PLA	tlak omezující clona
HW	plná šířka v poloviční výšce maxima signálu
PMT	fotonásobič
ESD	environmental secondary detector
GSED	gaseous secondary electron detector
GSD	gaseous scintillation detektor
MSP	micro sphere plate
ISEDS	ionizační detektor s elektrostatickým separátorem
DK	diferenciálně čerpaná komora
RP	rotační vývěva
TM	turbomolekulární vývěva
PMMA	polymetylmetakrylát
VP SEM	variable pressure SEM
WD	pracovní vzdálenost (working distance)
ITO	elektricky vodivá vrstva (indium tin oxide)
SE I	typ sekundárních elektronů
SE II	typ sekundárních elektronů
SE III	typ sekundárních elektronů
SE IV	typ sekundárních elektronů
BSE I	typ zpětně odražených elektronů
BSE II	typ zpětně odražených elektronů
BSE III	typ zpětně odražených elektronů
AE	Augerovy elektrony

11 Použitá literatura

[1] ABBE, E., Beiträge zur Theorie des Mikroskops und der mikroskopischen Wahrnehmung, *Arch. Mikrosk. Anat.*, 9, 1873, p. 413-468.

[2] STINTZING, H., Einrichtung zum automatischen Nachweiss, Messung und Zählung von Einzellteilchen beliebiger Art, Form und Grösse nach Patent 485155, insbesondere zur Erzeugung sehr enger Strahlenbündel. German patent No 485156 (1929b).

[3] KNOLL, M., Aufladepotentiel und Sekundäremission elektronenbestrahlter Körper, *Zeit. techn. Phys. 16*, 1935, p. 467-475.

[4] von ARDENE, M., The scanning electron microscope: practical construction (in German), *Zeit. techn. Phys. 19*, 1938, p. 407-416.

[5] ZWORYKIN, V. K., MORTON, G. A., RAMBERG, E. G., HILLIER, J., and VANCE, A. W., Electron optics and the electron microscope. New York : J. Wiley & sons, inc.; London, Chapman & Hall, limited, 1945. xi, 766 p.

[6] BROERS, A. N., In SEM/1974 IIT Research Institute, Chicago, 1974, p.9.

[7] CREWE, A. V., EGGENBERGER, D. N., WALL, J., WELTER, L.M., Electron gun using a field emission source, *Rev. Sci. Instrum.*, 39, 1968, p. 576-583.

[8] FULLAM, E. F., A closed wet cell for the electron microscope, *Rev. Sci. Instrum.,* 1972, vol. 43, no.2, p. 245-247.

[9] SWIFT, J. A., BROWN, A. C., An environmental cell for the examination of wet biological specimens at atmospheric pressure by transmission scanning electron microscopy, *J. Phys. E: Sci. Instrum.,* 1970, vol. 3, p. 924-926.

[10] LANE, W. C., The environmental control stage, *Scanning electron microscopy*, 1970, p. 43-48.

[11] ROBINSON, V. N. E., The construction and uses of an efficient backscattered electron detector for scanning electron microscopy, *J. Phys. E: Sci. Instrum.*, 1974, vol. 7, p. 650-652.

[12] ROBINSON, V. N. E., Backscattered electron imaging, *Scanning electron microscopy*, 1975, p. 51-57.

[13] ROBINSON, V. N. E., A wet stage modification to a scanning electron microscope, *Journal of Microscopy*, 1975, vol. 103., part 1, p. 71-77.

[14] ROBINSON, V. N. E., The SEM examination of wet specimens, *Scanning*, 1978, vol. 1, p. 149-156.

[15] MONCRIEFF, D. A., ROBINSON, V. N. E., HARRIS, L. B., Charge neutralization of insulating surfaces in the SEM by gas ionisation, *J. Phys. D: Appl. Phys.*, 1978, vol. 11, p. 2315-2325.

[16] ROBINSON, V. N. E., The elimination of charging artefacts in the scanning electron microscope, *J. Phys. E: Sci. Instrum.*, 1975, Vol. 8, p. 638-640.

[17] ROBINSON, V. N. E., Scanning electron microscope environmental cells, *Scanning electron microscopy*, 1976, p. 91-99.

[18] SHAH, J. S., BECKETT, A., A preliminary evaluation of moist environment ambient temperature scanning electron microscopy, *Micron*, 1979, vol. 10, p. 13-23.

[19] DANILATOS, G. D., ROBINSON, V. N. E., Principles of scanning electron microscopy at high specimen chamber pressures, *Scanning*, 1979, vol. 2, p. 72-82.

[20] DANILATOS, G. D., An atmospheric scanning electron microscope (ASEM), *Micron*, 1980, vol. 11, p. 335-336.

[21] DANILATOS, G. D., Design and construction of an atmospheric or environmental SEM (Part.1), *Scanning*, 1980, vol. 4, p. 9-20.

[22] DANILATOS, G. D., The examination of fresh or living plant material in an environmental scanning electron microscope, *Journal of Microscopy*, 1981, vol. 121, Part 2, p. 235-238.

[23] DANILATOS, G. D., POSTLE, R., The environmental scanning electron microscope and its applications, *Scanning electron microscopy*, 1982, p. 1-16.

[24] DANILATOS, G. D., POSTLE, R., Advances in environmental and atmospheric scanning electron microscopy, *Micron*, 1982, vol. 13, no. 3, p. 253-254.

[25] DANILATOS, G. D., A gaseous detector device for an environmental SEM, *Micron*, 1983, vol. 14, no. 4, p. 307-318.

[26] DANILATOS, G. D., POSTLE, R., Design and construction of an atmospheric or environmental SEM (Part 2), *Micron*, 1983, vol. 14, no. 1, p. 41-52.

[27] DANILATOS, G. D., Design and construction of an atmospheric or environmental SEM (Part 3), *Scanning*, 1985, vol. 7, p. 26-42.

[28] DANILATOS, G. D., Environmental scanning electron microscope in colour, *Journal of Microscopy*, 1986, vol. 142, Part 3, p. 317-325.

[29] DANILATOS, G. D., Cathodoluminiscence of gaseous scintillation in the environmental SEM, *Scanning*, 1986, vol. 8, p. 279-284.

[30] DANILATOS, G. D., Foundation of Environmental Scanning Electron Microscopy, *Advances in Electronics and electron Physics*, Boston, Academic Press, 1988, vol. 71, p. 109-250.

[31] DANILATOS, G. D., Design and construction of an environmental SEM (Part 4), *Scanning*, 1990, vol. 12, p. 23-27.

[32] DANILATOS, G. D., Theory of the Gaseous Detector Device in the Environmental Scanning Electron Microscopy, *Advances in Electronics and electron Physics*, Boston, Academic Press, 1990, vol. 78, p. 1-102.

[33] DANILATOS, G. D., Mechanisms of detection and imaging in the ESEM, *Journal of Microscopy*, 1990, vol. 160, Part 1, p. 9-19.

[34] DANILATOS, G. D., Equation of charge distribution in the environmental scanning electron microscope (ESEM), *Scanning microscopy*, 1990, vol. 4, no. 4, P. 799-823.

[35] MANCUSO, J. F., MAXWELL, W. B., DANILATOS, G. D., Electroscan Corporation, *Secondary electron detector for use in a gaseous atmosphere*, USA 4 785 182, 1988-11-15.

[36] DANILATOS, G. D., Electroscan Corporation, Integrated electron optical/differential pimping/imaging signal detection system for an environmental scanning electron microscope, USA 4 823 006, 1989-04-18.

[37] KNOWLES, W. R., Electroscan Corporation, *Environmental scanning electron microscope*, USA 5 412 211, 1995-05-02.

[38] MEREDITH, P., DONALD, A. M., THIEL, B.: Electron-gas interactions in the environmental scanning electron microscopes gaseous detector, *Scanning*, 1996, vol. 18, p. 467-473. ISSN 0161-0457.

[39] GRIFFIN, B. J., Charge contrast imaging of material growth and defects in environmental scanning electron microscopy - linking electron emission and cathodoluminescence, *Scanning*, 2000, vol. 22, p. 234-242. ISSN 0161-0457.

[40] GRIFFIN, B. J., Effect of chamber pressure and accelerating voltage on X-ray resolution in the ESEM, Proc. 50th Annual Meeting, Electron microscopy society of America, G. W. Bailey, J. Bentley, and J. A. Small, eds., San Francisco Press, 1992, p.1324-1325.

[41] DOEHNE, E., BOWER, N., Empirical evaluation of the electron skirt in the environmental SEM: Implication for energy dispersive x-ray microanalysis, *Microbeam Analysis 2*, 1993, S35-36.

[42] CARLTON, R., The effect of some Instrumental operating conditions on the X-ray microanalysis of particles in the environmental scanning electron microscope, *Scanning*, 1997, vol.19, p. 85-91.

[43] MORGAN, S. W., PHILLIPS, M. R., Transient analysis of gaseous electron-ion recombination in the environmental scanning electron microscope, *Journal of Microscopy*, 2006, vol. 221, pt. 3, p. 183-202. ISSN 0021-7921.

[44] HAHN, Y., Electron-ion recombination processes-an overview, *Reports on progress in physics*, 1997, vol. 60, p. 691–759. ISSN 0034-4885.

[45] MANERO, J. M., MASSON, D. V., MARSAL, M., PLANNEL, J. A. Application of the technique of environmental scanning electron microscopy to the paper industry, *Scanning*, 1998, vol. 21, p. 36–39. ISSN 0161-0457.

[46] NEDĚLA, V., AUTRATA R., Investigation of the Viton Surface by the Help of Gaseous Detektor in ESEM, Proceeding of the 7th Multinational Congress on Microscopy, 26-30.6.2005, Portoroz, s. 369-370, ISBN 961-6303-69-4.

[47] NEDĚLA, V., AUTRATA, R., Environmentální rastrovací elektronová mikroskopie, *Československý časopis pro fyziku (3),* 2005, s. 251, ISSN 0009-0700.

[48] CAMERON, R. E., DONALD, A. M., Minimizing sample evaporation in the environmental scanning electron microscope, *Journal of Microscopy*, 1994, vol. 173, p. 227 – 237, ISSN 0021-7921.

[49] ROYALL, C. P., DONALD, A. M., Optimisation of the environmental scanning electron microscope for observation of drying of matt water-based lacquers, *Scanning*, 2002, vol. 24, p. 305-313, ISSN 0161-0457.

[50] MATHEWS, R. G., DONALD, A. M., Conditions for imaging emulsion in the environmental scanning electron microscope, *Scanning*, 2002, vol. 24, 2002, p. 75–85, ISSN 0161-0457.

[51] STOKES, D. J., Investigating biological ultrastructure using environmental scanning electron microscopy (ESEM). *In Science, technology and education of microscopy: an overview*. Badajos : Formatex, 2003, vol. 2, p. 564–570, ISBN 84-307-6699-3.

[52] STOKES, D. J., REA, S. M., BEST, S. M., BONFIELD, W., Electron microscopy of mammalian cells in the absence of fixing, freezing, dehydration, or specimen coating, *Scanning*, 2003, vol. 25, p. 181-184, ISSN 0161-0457.

[53] TAI, S. S. W., TANG, X. M., Manipulating biological samples for environmental scanning electron microscopy, *Scanning*, 2001, Vol. 23, p. 267-272.

[54] UWINS, P. J. R., MURRAY, M., GOULD, R. J., Effect of four different processing techniques on the microstructure of potatoes: comparison with fresh samples in the ESEM, *Microscopy and Research Technique*, 1993, Vol. 25, p. 412-418.

[55] RIZZI, S. C. et al., Biodegradable polymer/hydroxyapatite composites: Surface analysis and initial attachment of human osteoblasts, *Journal od Biomedicine Material Res.,* 2001, Vol. 55, p. 475-486.

[56] LARGE, D. A., SUJATA, K., JENNINGS, H. M., Observation of wet cement using electron microscopy, *Ultramicroscopy*, 1991, Vol. 37, p. 234-238.

[57] NEUBAUER, C. M., JENINGS, H. M., The role of the ESEM in the investigation of cement-based materials, *Scanning*, 1996, Vol. 18, p. 515-521.

[58] MEREDITH, P., DONALD, A. M., LUKE, K., Pre-induction and induction hydration of tricalcium silicate: an environmental scanning electron microscopy study, *Journal of Material Science*, 1995, Vol. 39, p. 1921-1930.

[59] NITZ, H., SEMKE, H., MULHAUPT, R., Influence of lignin type on the mechanical properties of lignin based compounds, *Macromol. Mater. Eng.*, 2001, Vol. 286, p. 737-743.

[60] GU, H., ZINK-SHARP, A., SELL, J., Hypothesis on the role of cell wall structure in differential transverse shrinkage of wood, *Holz Roh Werkst*, 2001, Vol. 59, p. 436-442.

[61] JENKINS, L., DONALD, A. M., Use of the ESEM for the observation of the swelling behavior of cellulosic fibers, *Scanning*, 1997, Vol. 19, p. 92-97.

[62] CAMERON, R. E., DURRANI, C. M., DONALD, A. M., Gelation of amylopectin withoud long range order, *Stärke*, 1994, Vol. 46, p. 285-297.

[63] DARKIN, M., GILPIN, C., WILLIAMS, J., SANGHA, C., Direct wet surface imaging of an anaerobic biofilm by environmental scanning electron microscopy: Application to landfill clay liner barriers, *Scanning*, 2001, Vol. 23, p. 346-350.

[64] DOUGLAS, S., DOUGLAS, D., Structural and geomicrobiological characteristics of a microbial community from a cold sulfide spring, *Geomicrobiol J.*, 2001, Vol. 18, p. 401-422.

[65] DONALD, A. M., The use of environmental scanning electron microscopy for imaging wet and insulating materials, *Nature materials*, 2003, vol. 2, p. 511-516. ISSN 1476-1122.

[66] UVINS, P. J. R., Environmental scanning electron microscopy, *Mater forum.*, 1994, Vol. 18, p. 51-75.

[67] SCHALEK, R. L., DRZAL, L. T., Characterisation of advanced materials using an environmental SEM, *J. Adv. Mater.*, 2000, Vol. 32, p. 32-38.

[68] MARONI, V. A., TEPLITSKY, M., RUPICH, M. W., An ESEM study of the Ag/Bi-2223 composite conductor from 25-840C*, Physican C1999*, 1999, p. 169-174.

[69] KJELSEN, K. O, JENINGS, H. M., Observation of microcracking in cement paste upon drying and rewetting by environmental scanning electron microscopy, *Adv. Cem. Based Mater*, 1996, Vol. 3, p. 14-19.

[70] HUGGETT, J. M., UWINS, P. J. R., Observation of water-clay reactions in watersensitive sandstone and mudrocks using an ESEM, *J. Perlol. Sci. Eng.*, 1994, Vol. 23, p. 255-266.

[71] SCHMID, B., AAS, N., ODEGARD, D., High-temperature oxidation of nickel and chromium studies with an in-situ environmental scanning electron microscope, *Scanning*, 2001, Vol. 23, p. 255-266.

[72] TRICART, J. P., DURRIEU, J., LAGARDE, F., Imaging of pseudo oil base mud by ESEM, *Rev. I.Fr. Petrole*, 1997, Vol. 52, p. 151-159.

[73] MEREDITH, P., DONALD, A. M., PAYNE, R. S., Freeze drying: in situ observations using cryoESEM and DSC, *J. Pharm. Sci.,* 1996, Vol. 85, p. 631-637.

[74] Vacuum diagram of ESEM (LaB_6-filament) http://www.poco.phy.cam.ac.uk/research/esem/index.html.

[75] DANILATOS, G. D., Reverse flow pressure limiting aperture, *Microscopy and Microanalysis,* 2000, vol. 6, p. 21–30. ISSN 1431-9276.

[76] FARLEY, A. N., SHAH, J. S., Primary consideration for image enhancement in high-pressure scanning electron micron microscopy. 1 Electron beam scattering and contrast, *Journal of Microscopy* , 1990, Vol. 158, p. 379-388.

[77] FARLEY, A. N., SHAH, J. S., Primary consideration for image enhancement in high-pressure scanning electron micron microscopy. 2 Image contrast, *Journal of Microscopy*, 1990, Vol. 158, p. 389-401.

[78] AUTRATA, R., JIRÁK. J., ŠPINKA, J., Scanning electron microscopy of wet specimens, *Jemná mechanika a optika*, 1993, Vol. 5-6, p. 124-126.

[79] GOLDSTEIN, J. I., et al., Scanning electron microscopy and x-ray microanalysis. 3rd ed. *New York : Springer Science + Media*, 2003. 689 s. + 1 CD. ISBN 0-306-47292-9.

[80] THIEL, B. L., TOTH, M,. SCHROEMGES, R. P. M., SCHOLTZ, J. J., VEEN, G., van KNOWLES, W. R., Two-stage gas amplifier for ultrahigh resolution low vacuum scanning electron microscopy, *Review of scientific instruments*, 2006, vol. 77, p. 033705, ISSN 0034-6748.

[81] DAYASHANKAR, GREEN, A. E. S., Analytic electron impact inelastic cross section for water vapor and a study of energy deposition, *Radiat. Phys. Chem.,* 1992, vol. 40, no.6, p. 523-528.

[82] KATASE, A. et al., Elastic scattering of electrons by water molecules over the range 100eV – 1000eV, *J. Phys. B: At. Mol. Phys*., 1986, Vol. 19, p. 2715-2734.

[83] ZECCA, A., et al.,Total absolute cross sections for electron scattering on H_2O at intermediate energies, *Journal of physics B : atomic, molecular and optical physics*, 1987, vol. 20, p. 133-136. ISSN 0953-4075.

[84] HE, JING, JOY, D.C., Measurement of total gas scattering cross-section, *Scanning*, 2003, vol. 25, p. 285-290.

[85] MONCRIEFF, D. A., BARKER, P. R., ROBINSON, V. N. E., Electron scattering by gas in the scanning electron microscope, *J. Phys. D: Appl. Phys*., 1979, vol. 12, p. 481-488.

[86] DANILATOS, G. D. Electron beam current loss at the high-vacuum : high-pressure boundary in the environmental scanning electron microscope, *Microscopy and Microanalysis*, 2001, vol. 7, p. 397-406. ISSN 1431-9276.

[87] BERRE, J. F. LE, DEMOPOULOS, G. P., GAUVIN, R., Skirting: A limitation for the performance of X-ray microanalysis in the variable pressure or environmental scanning electron microscopy, *Scanning*, 2007, vol. 29, p. 114-122.

[88] NEWBURY, DALE, E., X-Ray microanalysis in the variable pressure (environmental) scanning electron microscopy, *J. Res. Natl. Inst. Stand. Technol*., 2002, Vol. 107, p. 567-603.

[89] WIGHT, SCOTT, A., ZEISSLER, CYNTHIA, J., Direct measurement of electron beam scattering in the environmental scanning electron microscope using phosphor image plates, *Scanning*, 1999, vol. 22, p. 167-172.

[90] WIGHT, SCOTT, A., Experimental data and model simulations of beam spread in the environmental scanning electron microscope, *Scanning*, 2001, vol. 23, p. 320-327.

[91] AUTRATA, R., JIRÁK, J., Environmentální rastrovací elektronová mikroskopie, In FRANK, L. - KRÁL, J., *Metody analýzy povrchů*, Praha: Academia, 2002, s. 484, ISBN 80-200-0594-3 .

[92] GAUVIN, R., X-Ray microanalysis of real materials using Monte Carlo simulations, *Surf. Interface Anal.*,2005, Vol. 37, p. 875-886.

[93] MÜLLEROVÁ, I., Mikroskopie pomalými elektrony, In FRANK, L. - KRÁL, J. *Metody analýzy povrchů*, Praha: Academia, 2002, s. 484, ISBN 80-200-0594-3.

[94] REIMER, L., Scanning Electron Microscopy, *Physics of image formation and microanalysis, second edition*, Berlin, Springer Verlag, 1998, vol. 45, 527p, ISBN 3-540-63976-4.

[95] MOTT, N. F., MASSEY, H. S. W., *The theory of atomic collision*, 3rd ed. Oxford University Press, London, 1965.

[96] DING, Z.-J., SHIMIZU, R., A monte carlo modeling of electron interaction with solids including cascade secondary electron production, *Scanning*, 1996, vol. 18, p. 92-113.

[97] REIMER, L., Scanning Electron Microscopy, *Springer Series in Optical Sciences 45, ed.* Hawkes P.W., Springer-Verlag, Berlin, 1985.

[98] GRYZIÑSKI, M., Classical theory of atomic collisions. I. Theory of inelastic collisions*, Phys. Rev. A 138*, 1965, p. 336-358.

[99] KOTERA, M., IJICHI, R., FUJIWARA, T., SUGA, H., WITTRY, D. B., A simulation of electron scattering in metals, *Jpn. J. Appl. Phys.*, 1990, Vol. 29, p. 2277.

[100] POWELL, C. J., The energy dependence of electron inelastic mean free path, *Surf. Interf. Anal.*, 1987, Vol. 10, p. 349-354.

[101] BETHE, H., Zur Theorie des Durchgangs schneller Korpuskularstrahlen durch Materie, *Ann. Phys. 5*, 1930, p. 325-400.

[102] TUNG, C. J., ASHLEY, J. C., and RITCHIE, R. H., Electron inelastic mean free path and energy losses in solids, II. Electron gas statistical model, *Surface Sci. 81*, 1979, p. 427-439.

[103] JOY, D. C., JOY, C. S., Low voltage scanning electron microscopy, *Micron 27*, 1996, p. 247-263.

[104] DRESCHER, H., REIMER, L., SEIDEL, H., Rückstreukoeffizient und Sekundärelektronen-Ausbeute von 10-100keV Elektronen und Beziehungen zur Raster-Elektronenmikroskopie, *Z. angew. Phys.29*, 1970, p. 331.

[105] KYSER, D. F., MURATA, K., Application of Monte-Carlo simulation to electron microprobe analysis of thin films on substrates. In Use of Monte Carlo Calculations in Electron Probe Microanalysis and Scanning Electron Microscopy. *NBS Spec. Publ. 460* (U.S. Dep. Of Commerce, Washington, DC), 1976, p.129.

[106] KYSER D. F., Monte Carlo calculations for electron microscopy, microanalysis, and microlithography, In *Electron Beam Interactions with Solids*, ed. by D.F. Kyser et. Al. (SEM Inc., AMF O´Hare, IL), 1982, p.119.

[107] JOY, D. C., Beam interactions, contrast and resolution in the SEM, Journal *of Microscopy* – Oxford, 1984, vol. 136, p. 241-258. ISSN 0022-2720.

[108] LIU, M., XU, L., LIN, X., Heating effect of electron beam bombardment, *Scanning*, 1994, vol.16, p. 1-5.

[109] FLETCHER, A. L., THIEL, B. L., DONALD, A. M., Amplification measurement of alternative imaging gases in environmental SEM, *J. Phys. D: Appl. Phys.*, 1997, vol.30, p. 2249-2257.

[110] AUTRATA, R., *Metody detekce signálních elektronů v elektronové mikroskopii pomocí monokrystalických scintilátorů*. Doktorská disertační práce, 1986.

[111] HOFFMANN, K. E., SCHMORANZER, H., Inelestic and elastic multiple scattering of fast electrons described by the transport equation. *In Electron Beam Ineractions with Solids*, ed. by D.F.Kyser et al. (SEM Inc., AMF O'Hare, IL 1982) p.209.

[112] AUTRATA, R., LENCOVÁ, B., NEDĚLA, V., Detekce signálních elektronů v rastrovací elektronové mikroskopii, *Československý časopis pro fyziku*, (56), 2006, s. 228-235, ISSN 0009-0700.

[113] REIMER, L., TOLLKAMP, C., Measuring the backscattering coefficient and secondary electron yield inside a SEM, *Scanning*, 1980, vol.3, p.35.

[114] REUTER, W., The ionisation function and its application to the electron probe analysis of thin films. In Proc. 6th Int'l. Conf. on X-Ray Optics and Microanalysis, ed. by G. Shinota et. al., (Univ. Tokyo Press, Tokyo 1972), p.121.

[115] LOVE, G., SCOTTY, V. D., A critical appraisal of some recent correction procedures for quantitative electron-probe microanalysis, *J. Phys. D: Appl. Phys.,Vol. 13*, 1980, p. 995-1004.

[116] DARLINGTON, E. F. H. St. G., 5th Int. Congress on X Ray Optics and Microanalysised, G. Möllenstedt and K. H. Gaukler (Heidelberg: Springer-Verlag), 1969, p. 76-9.

[117] HULÍNSKÝ, V. JUREK, K., *Zkoumání látek elektronovým paprskem*. Praha, SNTL, 1983, s. 401.

[118] DRUCKER, J., SCHEINFEIN, M. R., LIU, J., AND WEISS, J. K., Electron coincidence spectroscopy studies of secondary and Auger-electron generation mechanisms, *J. Appl. Phys. 74*, 1993, p. 7329-7339.

[119] SCHREIBER, E., AND FITTING, H.-J., Monte Carlo simulation of secondary electron emission from the insulator SiO_2, *J. El. Spectrosc. Rel. Phenom.* 124, 2002, p. 25-37.

[120] ZADRAŽIL, M., AND EL-GOMATI, M. M., 2002. Unpublished data.

[121] Seiler, H., Secondary electron emission in the scanning electron microscope, *J. Appl. Phys. 54*, 1983, R1-R18.

[122] JOY, D. C., A database of electron-solid interaction, Rev. 01-01. http://web.utk.edu/ ~ srcutk/htm/interact.htm.

[123] BAUCHARD, C., CARETTE, J. D., The secondary electron emission coefficient of disordered surfaces, *Surf. Sci. 100*, 1980, p. 241-250.

[124] CHUNG, M. S., AND EVERHART, T. E., Simple calculation of energy distribution of low-energy secondary electrons emitted from metals under electron bombardment, *J. Appl. Phys. 70*, 1974, p. 707-709.

[125] SCHÄFER, J., HÖLZL, J., A contribution to the dependence of secondary electron emission from the work function and Fermi energy, *Thin Solid Films 18*, 1972, p. 81-86.

[126] ONO, S., KANAYA, K., The energy dependence of secondary emission based on the range-energy retardation power formula, *J. Phys. D 12*, 1979, p. 619-632.

[127] KANTER, H., Contribution of backscattered electrons to secondary electron formation, *Phys. Rev. 121*, 1961, p. 681-684.

[128] JOY, D. C., JOY, C. S., Low voltage scanning electron microscopy, *Micron 27*, 1996, p. 247-263.

[129] KANAYA, K., KAWAKATSU, H., Secondary electron emission due to primary and backscattered electrons, *J. Phys. D: Appl. Phys.5*, 1972, p.1727-1742.

[130] WITTRY, D. B., Secondary Electron Emission in the Electron Probe. In Proceeding of the 4th International Conference on X-ray Optics and Microanalysis (R. Castaing, P.Deschamps, and J. Philibert, eds.), Hermann, Paris, 1966, p. 168-188.

[131] HEINRICH, K. F. J., Electron probe microanalysis by specimen current measurement. In Proceeding of the 4th International Conference on X-ray Optics and Microanalysis (R. Castaing, P.Deschamps, and J. Philibert, eds.), Hermann, Paris, 1966, p. 159-167.

[132] CRAWFORD, C. K., Ion charge neutralization effects in scanning electron microscopes. In: *scanning electron micropy IV*, ed. O'Hare A.M.F, p.11-25, (SEM Inc., Chicago), 1979.

[133] AKAHORI, H. at al., Studies on the SEM examination of un-coated non-conductive speciments prepared by plasma-ion shower mothod, *J. El. Microscopy 46(6), 1997*, p. 457-466.

[134] ICHIMURA, S., BAUER, H. E., SEILER, H., HOFMANN, S., Reduction of charging in surface analysis of insulating materials by AES, *Surface and Interface Analysis*, 14 (5), 1989, p. 250-256.

[135] MORIN, P., PITAVAL, M., VICARIO, E., Direct observation of insulators with a scanning electron microscope, *J. Phys. E: Sci. Instrum.* 9 No. 11, 1976, p. 1017-1020.

[136] REIMER, L., at. al., Charging of bulk specimens, insulating layers and free supporting films in scanning electron microscopy, *Optik 92*, 1992, p. 14-22.

[137] FRANK, L., ZADRAŽIL, M., MÜLLEROVÁ, I., Low Energy Imaging of Nonconductive Surfaces in SEM, *Mikrochimica Acta 13* [Suppl.], 1996, p. 289-298.

[138] ZADRAŽIL, M., FRANK, L., MÜLLEROVÁ, I., Noncharging scanning electron microscopy of non-conductors at automatically adjusted critical energies. In: Proceedings of the 14th International Congress on Electron Microscopy (1998). - Bristol, Institute of Physics Publishing Ltd.. - p. 457-458.

[139] KIMOTO, S., HASHIMOTO, H., Stereoscopic observation in scanning microscopy using multiple detector. In: Proc. Electron Microbe symp. New York, John Wiley and Sons 1966, p. 480-489.

[140] GEDCKE, D. S., AYERS J. B, DC NEE P. B., A solid state backscattered electron detector capable of operating at TV scan rates, *Scanning Electron Microsc., I*, 1978, p .581-594.

[141] FROST, M. T., HARROWFIELD, I. R., ZUIDERWYK, M., A wide band silid state BSE detector for the SEM and microbe, *J. Phys. E.: Sci. Instrum. 14*, 1981, p. 597-601.

[142] KIKUCHI, N., TAKASHIMA, S., Multi-purpose backscattered electron detector, In: Proc. 9th Int. Cong. Electron Microscopy. I. Toronto, 1978, p. 82-83.

[143] MÜLLEROVÁ, I., LENC, M., FLORIÁN, M., A Small Area Semiconductor Detector for Backscattered Electrons, *Scanning. vol. 9*, 1986, p. 42-44.

[144] AUTRATA, R., WALTHER, P., KRIZ, S., MÜLLER, M., A BSE Scintillation Detector in the (S)TEM, *Scanning. vol. 8*, 1985, p. 3-8.

[145] ERLANDSEN, S. L., MACECHKO, P. T., FRETHEM, C., High Resolution Backscatter Electron (BSE) Imaging of Immunogold with In-lens and Below-the-lens Field Emission Scanning Electron Microscopes, *Scanning Microscopy. vol. 13*, 1999, p. 43-54.

[146] FUNSTEN, H. O., SUSCZYNSKY, D. M., RITZAU, S. M., KORDE, R., Response of 100% Internal Quantum Efficiency Silicon Photodiodes to 200 eV - 40 keV Electrons, IEEE Trans. *Nucl. Sci. vol. 44*, 1997, p. 2561-2565.

[147] http://www.kedev.co.uk/sem.htm

[148] EVERHART, T. E., THORNLEY, R. F. M., Wideband Detektor for Micro-Micro-Ampere Low-Energy Elektron Currents, *J. Sci. Instrum. vol. 37*, 1960, p. 246-248.

[149] NEDĚLA, V., MAXA, J., AUTRATA, R., Environmental Scanning Electron Microscope Aquasem II – the Design and Applications, in Proceedings of 10th International Seminar, 22.-26.5. 2006, Skalský Dvůr (2006), s. 55-56, ISBN 80-239-6285-X.

[150] AUTRATA, R., SCHAUER, P., KVAPIL, JOS., KVAPIL J., Single crystal aluminates - a new generation of scintillators in SEM and transparent screens in electron optical devices., *Scanning Electron Microsc.*, 1983, s. 489-500.

[151] LI, Z., CHONG, W., et al., Properties of plastic Scintillators after Irradiation, *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research A. vol. 552,* 2005, p. 449-455.

[152] HAMADA, M. M., RELA, P. R., DA COSTA, F. E., DE MESQUITA, C. H., Radiation Damage Studies of the Optical and Mechanical Poperties of Plastic Scintillators, *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research A. vol. 422,* 1999, p. 148-154.

[153] PAWLEY, J. B., Performance of SEM Scintillation Materials, *Scanning Electron Microscopy*, IITRI, 1974, p. 27-34.

[154] HATZAKIS, M., A New Method of Forming Scintillators for Electron Collectors, *Rev. Sci. Instrum. vol. 41*, 1970, p. 128.

[155] TAYLOR, M. E., An Improved Light Pipe for the SEM, *Rev. Sci. Instr. vol. 43*, 1972, p. 1846-1847.

[156] ROBINSON, V. N. E., The construction and uses of an efficient backscattered electron detector for SEM*, J. Phys. E7,* 1974, p. 650–655.

[157] BRIL, A., BLASSE, G., POORTER, J. A., Fast-decay phosphors, *J. Electrochem. Soc. vol. 117*, 1970, p. 346-348.

[158] AUTRATA, R., SCHAUER, P., KVAPIL, J., KVAPIL, J., A Single Crystal of YAG – New Fast Scintillator in SEM, *J. Phys. E: Sci. Instrum. vol. 11*, 1978, p. 707-708.

[159] AUTRATA, R., SCHAUER, P., KVAPIL, J., KVAPIL, J., A Single Crystal of YAl03:Ce3+ as a Fast Scintillator in SEM, *Scanning. vol. 5*, 1983, p. 91-96.

[160] AUTRATA, R., SCHAUER, P., New Fast and Efficient YAP Scintillator for the Detection in SEM. In proc. of 3rd Interdisciplinary and Technical Forum, 15th ICEM. Durban, 2002, p. 347-348.

[161] AUTRATA, R., SCHAUER, P., KVAPIL, Jos., KVAPIL, Ji., Single crystal aluminates - a new generation of scintillators in SEM and transparent screens in electron optical devices., *Scanning Electron Microsc.*, 1983, p. 489-500.

[162] SCHAUER, P., Extended Algorithm for Simulation of Light Transport in Single Crystal Scintillation Detectors for S(T)EM., *Scanning 29 No.6*, 2007, p. 249-253.

[163] ENGEL, von., *Ionized gasses, second edition*, Oxford, Oxford University Press, 1965, 325p.

[164] NASSER, E., *Fundamentals of Gaseous Ionisation and Plasma Electronics*, Wiley-Interscience, Ney York.

[165] THIEL, B. L., BACHE, I. C., FLETCHER, A. L., MEREDITH, P., DONALD, A. M., An improved model for gaseous amplification in the environmental SEM, *Journal of microscopy,* 1997, vol. 187, p. 143-157. ISSN 0021-7921.

[166] RICE, T., KNOWLES, R., Ultra High Resolution SEM on Insulators and Contaminating Samples, *Microscopy Today*, May, 2005, p. 40-42.

[167] FOLCH, A., SERVAT, J., ESTERE, J., TEJADA, J., High-vacuum versus „environmental“ electron beam deposition, *J. VAc. Sci. Technik. B 14(4)*, 1996, p. 2609-2614.

[168] MONCRIEFF, D. A., ROBINSON, V. N. E. , HARRIS, L. B., Charge neutralization of insulating surfaces in the SEM by gas ionization, *J. Phys. D. Appl. Phys*, 1978, 11, p. 2315-2325.

[169] DURKIN, R., SHAH, J. S., Amplification and noise in high pressure scanning electron microscope, *J.Microsc.*, 1993, 169, p. 33-51.

[170] TOWNSEND, J. S., *Electrons in Gases*. Hutchinson's Scientific and Technical Publication, London, 1974.

[171] ENGEL, VON A., Production of charged particles, *In ionized Gases*, Clarendon Press, Oxford, 1955, p.25-93.

[172] DUTTON, J., Spark breakdown in uniform fields. In *Electrical Breakdown of Gases* (Eds. Meek J.M. Craggs J.D). John Willey & Sons, New York, 1978, p. 209-314.

[173] TOTH, M., DANIELS, D. R., THIEL, B. L., DONALD, A. M., Quantification of electron-ion recombination in an electron-beam-irradiated gas capacitor, *Journal of physics D: applied physics*, 2002, vol. 35, p. 1796-1804. ISSN 0022-3727.

[174] MORGAN, S. W., *Gaseous secondary electron detection and cascade amplification in the environmental scanning electron microscope*, PhD thesis, Faculty of Science, University of technology, Sydney, Australia, 2005.

[175] Philips Electronics North America Corporation, European Patent Application, Knowles, R.W. et al., EP, 0 924 743 A1, 1999-06-23.

[176] FLETCHER, A. L., THIEL, B. L., DONALD, A. M., Signal components in the environmental scanning electron microscope, *Journal of Microscopy*, 1999, vol. 196, p. 26-34. ISSN 0021-7921.

[177] EVERHARDT, T. E., THORNLEY, R. F. M., Wide-band Detector for Microampere Low Energy Electron Currents*, J. Sci. Instrum. 37*, 1960, 246p.

[178] JACKA, M., ZADRAŽIL, M., LOPOUR, F., Differentilally Pumped Secondary Electron Detector for Low-Vacuum Scanning Electron Microscopy, *Scanning 25*, 2003, p. 243-246.

[179] DANILATOS, G. D., Secondary-electron imaging by scintillating gaseous detection device, Proceedings of the 50th Annual Meeting EMSA, edited by G.W.Bailey, J. Bentley, and J.A. Small (San Francisco Press, San Francisco, 1992), p. 1302-1303.

[180] TAKAHASHI, T., HIMI, S., SUZUKI, M., RUAN, J., KUBOTA, S., Emission spectra from Ar---Xe, Ar---Kr, Ar---N2, Ar---CH4, Ar---CO2 and Xe---N2 gas scintillation proportional counters, *Nucl. Instrum Methods Phys. Res. 205*, 1983, 591p.

[181] FRAGA, M. M. F. R., FRAGA, F. A. F., POLICARPO, A. J. P. L., Modelling of an IR Scintillation Counter, *Nucl. Instr. and. Meth. in Phys. Res. A442*, 2000, p. 423-427.

[182] http://www.zeiss.cz/C1256E4600307C70/EmbedTitelIntern/the_new_high_resolution_fesem_with_vp_capabilites/$File/the_new_high_resolution_fe-sem_with_vp_capabilites.pdf

[183] LEO Electron Microscopy Limited, US Patent application, Sudraud, P., Corbin, A., Sailer, R., et all., US 6,365,898, 2002.

[184] SŁÖWKO, W., Electron signal acquisition in HPSEM, *Vacuum*, 2003, vol. 70, p. 157-162. ISSN 0042-207X.

[185] SŁÖWKO, W., DRZAZGA, W., PRASOŁ, H., Equipment for environmental technique in a standard SEM, *Material chemistry and physics*, 2003, vol. 81, p. 224–226. ISSN 0254-0584.

[186] SŁÖWKO, W., PRASOŁ, H., Micro-sphere plate as an electron detector at low vacuum, *Vacuum*, 2002, vol. 67, p. 191-198. ISSN 0042-207X.

[187] SŁÖWKO, W. Secondary electron detector with a micro-porous plate for environmental SEM, *Vacuum*, 2001, vol. 63, p. 457-461. ISSN 0042-207X.

[188] JIRÁK, J., NEDĚLA, V., ČERNOCH, P., ŠPINKA, J., Scintillation Secondary Electron Detector in Environmental SEM. In Proceedings of 8th Multinational Congress on Mi$croscopy, Czechoslovak Microscopy Society, 2007, p. 89 - 90. ISBN 978-80-239-9397-4.

[189] JIRÁK, J., ČERNOCH, P., NEDĚLA, V., ŠPINKA, J., Scintillation SE Detector for Variable Pressure Scanning Electron Microscope. In Proceedings of 14th European Microscopy Congress. European Microscopy Society, 2008, in print.

[190] SKŘIVÁNEK, J., *Detekční systémy pro ESEM*, Disertační práce, Vysoké Učení Technické FEKT, Brno, 2005, 98s.

[191] TOTH, M., BAKER, F. S., Secondary electron imaging a gas pressures in excess 15 Torr, *Microsc. and Microanal.*, 2004, vol.10, p. 1062-1064.

[192] LEO Electron Microscopy Limited, GB Patent application, Heinz, A.H., GB 2 391 696, 2003-5-29.

[193] http://www.tescan.com

[194] http://www.pfeiffer-vacuum.de

[195] http://solidvision.cz

[196] MAXA, J., NEDĚLA, V., Using Cosmos FloWorks to design the Differntially pumped Chamber, *Engineering Mechanics*, 2008, Svratka, p. 603 – 611. ISBN 978-80-87012-11-6.

[197] MAXA, J., NEDĚLA, V., Using Cosmos FloWorks to design the Differntially pumped Chamber, *Engineering Mechanics*, 2008, Svratka, s. 156 - 157. ISBN 978-80-87012-11-6.

[198] NEDĚLA, V., MAXA, J., Hydratační systém pro environmentální rastrovací elektronové mikroskopy, *Fine mechanics and optics (11-12)*, 2006, s. 329-331, ISSN : 0447-6441.

[199] http://sales.hamamatsu.com/de/produkte/electron-tubedivision/detectors/ /photomultiplier-tubes-pmts.php

[200] KONVALINA, I., HOVORKA, M., DVOŘÁKOVÁ, M. AND MÜLLEROVÁ I. Signal Collection with Secondary Electron Detectors in SEM. In Proceedings of the 11th International Seminar Recent Trends in Charged Particle Optics and Surface Physics Instrumentation. Skalský Dvůr: Institute of Scientific Instruments AS CR, v.v.i., 2008, p. 61-64. ISBN 978-80-254-0905-3.

12 Přehled vlastních publikací

[201] NEDĚLA, V., ROMANOVSKÝ, L., Influence of the Cross-section of Gas Molecules upon Detection in Environmental SEM, in Proceedings of 2nd CSMS Annual Assembly, Vranovská Ves, 2002, p. 83-84.

[202] ROMANOVSKÝ, L., NEDĚLA, V., Influence of Magnetic Field upon Detection in Environmental SEM, in Proceedings of 2nd CSMS Annual Assembly, Vranovská Ves, 2002, p. 99-100.

[203] NEDĚLA, V., Scintillation Detector and its Exploitation in Environmental SEM, in Proceedings of 8th Conference Student EEICT 2002, Brno, 2002, p. 127-131.

[204] ROMANOVSKÝ, L., NEDĚLA, V., AUTRATA, R., Influence of the Gas Used on Amplification of Signals in Environmental SEM, in Proceedings of 8th International Seminar, Skalský Dvůr, 2002, p. 63-64.

[205] ROMANOVSKÝ, L., NEDĚLA, V., HUTAŘ, O., Dispersion and Detection of Signal Electrons in Environmental SEM, in Proceedings of 8th International Seminar, Skalský Dvůr, 2002, p. 65-66.

[206] NEDĚLA, V., Problematika detekce sekundárních a zpětně odražených elektronů ve vysokém tlaku ESEM, in: PDS 2002, 16.12.2002, ISI ASCR, 2002, p. 25-28, (ISBN 80-236-9915-5).

[207] NEDĚLA, V., Adaptation of scanning electron microscope to environmental scanning electron microscope, in Proceedings of 9th Conference Student EEICT, Brno, 2003, p. 495-500.

[208] NEDĚLA, V., Signal Detection by Scintillation Detector from Organic and Inorganic Specimens in Environmental SEM, in Proceedings of Conference Elektrotechnika a informatika 2002, Nečtiny, 2002, p. 192-195.

[209] NEDĚLA, V., Construction of Differential Pumping Chamber with Detector Board for Adaptation of Scanning Electron Microscope for Working in Higher Pressure, in Proceedings of the International Conference and Competition Student EEICT 2003, Brno, 2003, p. 199-203.

[210] MAXA, J., PROCHÁZKA, P., NEDĚLA, V., Experience with the establishment of teaching EPD, in Proceeding of Engineering Mechanics 2003, *Inženýrská mechanika 2003*, Žďár nad Sázavou, 2003, p. 198–199, ISBN 80-86246-18-3

[211] MAXA, J., PROCHÁZKA, P., NEDĚLA, V., Evaluation as a part of the Electronics Product Definition (EPD), in Proceeding of the 6th Multinational Congress DIS 2003, Košice, 2003, p. 15-19, ISBN 80-8073-046-6

[212] AUTRATA, R., NEDĚLA, V., HORKÝ, D., Influence of water environment on biological specimens imaging in ESEM, in Proceeding of the 6th Multinational Congress on Microscopy, Pula, 2003, p. 497-498.

[213] AUTRATA, R., NEDĚLA, V., HORKÝ, D., SCHAUER, P., Comparison of imaging with SE ionisation and BSE scintillation detector in ESEM, in Proceeding of the 6th Multinational Congress on Microscopy, Pula, 2003, p. 487-488.

[214] NEDĚLA, V., 3D Construction View of Differential Pumping Chamber with Detector Board of Environmental Scanning Electron Microscope, in Proceedings of Conference Elektrotechnika a informatika 2003, Nečtiny, 2003, p. 96-99.

[215] NEDĚLA, V., Physical Conditions and their Influence on Degradation of Wet Specimen in ESEM, in Proceedings of 10th Conference Student EEICT 2004, Brno, 2004, p. 656-659.

[216] NEDĚLA, V., Komora diferenciálního čerpání v EREM-VEGA a její aplikace při studiu vzorků obsahujících vodu, in: PDS 2003, 30.1.2004, ISI ASCR, Brno, 2004, s. 43-51 (ISBN 80-239-2268-8).

[217] NEDĚLA, V., AUTRATA, R., Electron microscopy methods for observation of water containing specimens, *Fine mechanics and optics (4)*, 2004, p. 112-114.

[218] AUTRATA, R., NEDĚLA, V., Optimalization of hydration conditions in ESEM, in Proceedings of 9th International Seminar, Skalský Dvůr, 2004, p. 9-10, ISBN 80-239-3246-2.

[219] AUTRATA, R., JIRÁK, J., NEDĚLA, V., ŠPINKA, J., Humidity Measurement and Adjustment at Environmental Conditions, in Proceedings of 9th International Seminar, Skalský Dvůr, 2004, p. 7-8, ISBN 80-239-3246-2.

[220] AUTRATA, R., NEDĚLA, V., Methods of observation water containing specimens in ESEM, in Proceeding of 13th European Microscopy Congress, Antwerp, 2004, p. 351-352.

[221] MAXA J., PROCHÁZKA P., NEDĚLA V.: K problematice inovací v oblasti výuky počítačových podpor výroby, in Proceedings of 45th International Conference of Machine Design Departments, Blansko, (2004) 292-295, ISBN 80-214-2702-7

[222] NEDĚLA, V., AUTRATA, R., Environmentální rastrovací elektronová mikroskopie, *Československý časopis pro fyziku (3)*, 2005, 251p., ISSN 0009-0700.

[223] LINHART, J., NEDĚLA V., Difference between SE and BSE contrast in ESEM, In Proceedings of 7th Conference on Electrical Engineering & Information Technology-Elitech, Bratislava, 2005, p. 103-105.

[224] MAXA, J., PROCHÁZKA, P., NEDĚLA, V., Volba informačního systému PDM, in Proceedings of Conference Kybernetika a informatika, Dolný Kubín, 2005, in print.

[225] MAXA, J., PROCHÁZKA, P., NEDĚLA, V., Selection of Information System for the Concerns, In Proceedings of Conference Inženýrská mechanika 2005, Svratka, 9-12.5.2005, p. 219-220, ISBN 80-85918-93-5.

[226] LINHART, J., NEDĚLA, V., Study of the biological specimen by BSE and gaseous detector at variable pressures in ESEM, in Proceedings of 11th Conference Student EEICT, Brno, 2005, p. 274-278, ISBN 80-214-2889-9.

[227] NEDĚLA, V., AUTRATA, R., Investigation of the Viton Surface by the Help of Gaseous Detektor in ESEM, in Proceeding of the 6th Multinational Congress on Microscopy, Portoroz, 2005, p. 369-370, ISBN 961-6303-69-4.

[228] NEDĚLA, V., AUTRATA, R., Improvement of the Method for Observation of Water Containing Specimen in ESEM, in Proceeding of the Conference CSMS Mikroskopie 2005, Nové Město na Moravě, 2005, 14p.

[229] NEDĚLA, V., AUTRATA, R., Additional hydration methods for observation of wet samples in ESEM, Dreiländertagung Microscopy Conference, Davos, 2005, 218p., ISSN 1019-6447.

[230] NEDĚLA, V., Problematika detekce sekundárních a zpětně odražených elektronů ve vysokém tlaku EREM se zřetelem na studium vzorků obsahujících vodu, PDS 2004, ÚPT AV ČR, Brno, 2005, s. 43-48, ISBN 80-239-4561-0.

[231] MAXA, J., NEDĚLA, V., Selection of PDM information System. International Conference on Engineering Education and Research "Progress Through Partnership, Gliwice-Poland, ISSN 1562-3580, 2005, roč. 2005, č. 3, s. 453 - 457.

[232] LINHART, J., NEDĚLA, V., Computation of an improved version of the scintillation SE detector for ESEM, In Proceedings of the 12th Conference STUDENT EEICT 2006, Brno, ISBN 80-214-3162-8, p. 203-205.

[233] LINHART, J., NEDĚLA, V., AUTRATA, R., Napěťový kontrast v ESEM, Proceeding of the Conference CSMS Mikroskopie 2006, Nové Město na Moravě, s.36.

[234] LINHART, J., NEDĚLA, V., Výpočet a návrh zlepšené verze scintilačního detektoru sekundárních elektronů pro EREM, In Proceeding of the Conference

Elektrotechnika a informatika 2006, Plzeň, Fakulta elektrotechnická Západočeská univerzita v Plzni, 2006, s. 25 - 28, ISBN 80-7043-474-0.

[235] NEDĚLA, V., AUTRATA, R., Additional Hydration Methods for Observation of Wet Samples in ESEM, Proceeding of the Conference CSMS Mikroskopie 2006, Nové Město na Moravě, s.38.

[236] NEDĚLA, V., LINHART, J., AUTRATA, R., Detection of the True Secondary Electrons with a Newly Designed Ionization Detector for ESEM, Proceeding of the 16th International Microscopy Congress, Sapporo - Japan, 2006, Vol.2, 982p.

[237] ČERNOCH, P., JIRÁK, J., NEDĚLA, V., Signal Detection with Segmantal Ionization Detector, Proceeding of the 16th International Microscopy Congress, Sapporo - Japan, 2006, Vol.2, 981p.

[238] AUTRATA, R., LENCOVÁ, B., Neděla V., Detekce signálních elektronů v rastrovací elektronové mikroskopii, *Československý časopis pro fyziku, (56),* 2006, s. 228-235, ISSN 0009-0700.

[239] JIRÁK, J., LINHART, J., NEDĚLA V., Scintillation SE Detektor for Variable Pressure Microscopes, in Proceedings of 10th International Seminar, Skalský Dvůr, 2006, s. 37-38, ISBN 80-239-6285-X.

[240] NEDĚLA, V., MAXA, J., AUTRATA, R., Environmental Scanning Electron Microscope Aquasem II – the Design and Applications, in Proceedings of 10th International Seminar, Skalský Dvůr, 2006,s. 55-56, ISBN 80-239-6285-X.

[241] MAXA, J., NEDĚLA, V., Experience with the Establishment of Teaching Solidworks., In Proceedings of Conference Inženýrská mechanika 2006, Svratka, 2006, s.238-242, ISBN 80-86246-27-2.

[242] MAXA, J., NEDĚLA, V., Výuka Electronics Product Definition pomocí Solidworks., In Proceedings of Conference Kybernetika a informatika, Michalovce, 2006, s. 132-137, ISBN 80-227-2431-9.

[243] MAXA, J., NEDĚLA, V., In Proceedings of Conference XIX. DIDMATTECH 2006, Komárno, 2006, s.95-102, ISBN 80-238-2261-9.

[244] JEŽEK, J., ČIŽMÁR, T., NEDĚLA V., Zemánek P., Formation of long and thin polymer fiber using nondiffracting beam, *Optics Express*. Roč. 14, č. 19, 2006, s. 8506-8515. ISSN 1094-4087.

[245] NEDĚLA, V., MAXA, J., Hydratační systém pro environmentální rastrovací elektronové mikroskopy, *Fine mechanics and optics (11-12)*, 2006, s. 329-331, ISSN : 0447-6441.

[246] NEDĚLA, V., Problematika detekce sekundárních a zpětně odražených elektronů ve vysokém tlaku EREM se zřetelem na studium vzorků obsahujících vodu, Na semináři PDS 2006, 2006.

[247] NEDĚLA, V., Methods for Additive Hydration Allowing Observation of Fully Hydrated State of Wet Samples in Environmental SEM, *Microscopy research and technique*, Vol.70, p.95-100, ISSN: 1059-910X.

[248] ROUBALÍKOVÁ, L., NEDĚLA, V., Morphological Analysis of Root Canal Walls after the Er,Cr: YSGG Laser and Hand Preparation, 13th Biennial Congress of the European Society of Endodontology, 2007, Istambul, Turkey, p. 19.

[249] ROUBALÍKOVÁ, L., NEDĚLA, V., Polenik, P., Adhesive Preparation – a Comparison of Various Methods, 4th Congress of the International Society for Oral Laser Application SOLA, 2007, Bruges, Belgium, p. 41.

[250] MAXA, J., NEDĚLA, V., Selection of PDM Information System, 3rd International Conference Mechatronic Systems and Materials 2007 (MSM 2007), 2007, Kaunas, Lithuania, p. 277, ISSN: 1822-8283.

[251] NEDĚLA, V., ROUBALÍKOVÁ, L., Study of tooth cement using variable pressure SEM, Proceeding of the 8th Multinational congress on Microscopy, 2007, Praha, s. 293-294, ISBN 978-80-239-9397-4.

[252] JIRÁK, J., NEDĚLA, V., ČERNOCH, P., ŠPINKA, J., Scintillation secondary elektron detector in Environmental SEM, Proceeding of the 8th Multinational congress on Microscopy, 2007, Praha, s. 89-90, ISBN 978-80-239-9397-4.

[253] NEDĚLA, V., ROUBALÍKOVÁ, L., ČERNOCH, P., Study of Tooth Root Surface Treated with Various Techniques Using Variable Pressure SEM. *MICROSCOPY AND MICROANALYSIS,* 13(3), p. 234 – 235, ISSN 1431-9276.

[254] NEDĚLA, V., WEYDA, F., ČERNOCH, P., Advantages of Study of Amber Fossils with Ionization Detector in Variable Pressure SEM, *MICROSCOPY AND MICROANALYSIS,* 13(3), p. 250 – 251, ISSN 1431-9276.

[255] ROUBALÍKOVÁ, L., NEDĚLA, V., Vaněk J., Adhezivní preparace s použitím Er,Cr: YSGG laseru. Středoevropské symposium - IX Brněnské implantologické a dentální dny, 2007, Brno, s. 24-25, ISBN: 978-80-210-4461-6.

[256] NEDĚLA, V., Dynamical „in situ" observation of biological samples using variable pressure scanning electron microscope, *Journal of Physics*, IN PRINT.

[257] NEDĚLA, V., Dynamical „in-situ" observation of biological samples using variable pressure scanning electron microscope, Proceeding of the EMAG 2007 Conference, 2007, Glasgow, 41p.

[258] NEDĚLA, V., WEIDA, F., Advantages of Study of Amber Fossils with Ionization Detector in Variable Pressure SEM, *Digitální mikroskopie a analýza obrazu v metalografii*, Plzeň, 2007.

[259] NEDĚLA, V., WEYDA, F., Advantages of study of amber fossils with ionization detector in variable pressure SEM. In: Abstracts from Mikroskopie 2008, Nové Město na Moravě, 36p.

[260] JIRÁK, J., ČERNOCH, P., NEDĚLA, V., Scintillation SE Detector for Variable Pressure Scanning Electron Microscopes, Journal of Microscopy, in print.

[261] NEDĚLA, V., ROUBALÍKOVÁ, L, WEIDA, F., Environmentální rastrovací elektronová mikroskopie a její aplikační možnosti, *Fine mechanics and optics (2),* 2008, s. 53-56, ISSN : 0447-6441.

[262] NEDĚLA, V., JÁNSKÝ, P., LENCOVÁ, B., ZLÁMAL, J., Experimental and simulated signal amplification in variable pressure SEM, Proceeding of the 14th European Microscopy Congress, 2008, Aachen, IN PRIN.

[263] JIRÁK, J., ČERNOCH, P., NEDĚLA, V., ŠPINKA, J., Scintillation SE Detector for Variable Pressure Scanning Electron Microscope, Proceeding of the 14th European Microscopy Congress, 2008, Aachen, IN PRINT.

[264] RUNŠTUK, J., NEDĚLA, V., Study of highly-aggressive samples using the variable pressure SEM, Proceeding of the 14th European Microscopy Congress, 2008, Aachen, IN PRINT.

[265] MAXA, J., NEDĚLA, V., Using Cosmos FloWorks to design the Differentially pumped Chamber, *Engineering Mechanics*, 2008, Svratka, p. 603 – 611. ISBN 978-80-87012-11-6.

[266] MAXA, J., NEDĚLA, V., Using Cosmos FloWorks to design the Differentially pumped Chamber, *Engineering Mechanics*, 2008, Svratka, s. 156 - 157. ISBN 978-80-87012-11-6.

[267] MAXA, J., NEDĚLA, V., Propojení prostředí EPD a PDM ve výuce, *Trendy ve vzdělávání*, 2008, Votobia, Olomouc, s.379-386. ISBN 978-80-7220-311-6.

[268] MAXA, J., NEDĚLA, V., Využití Cosmos FloWorks ve výuce při návrhu diferenciálně čerpané komory, *Trendy ve vzdělávání*, 2008, Votobia, Olomouc, s.172-179, ISBN 978-80-7220-311-6.

[269] MAXA, J., NEDĚLA, V., Simulované prostředí EPD a PDM ve výuce, *Pedagogický software 2008*, Scientific Pedagogical Publishing, Č.Budějovice, s. 101-106, ISBN 80-85645-59-9.

[270] MAXA, J., NEDĚLA, V., Systém Cosmos FloWorks ve výuce v návaznosti na výuku Elektronické definice výrobku, *Pedagogický software 2008*, Scientific Pedagogical Publishing, Č.Budějovice, s. 107-114, ISBN 80-85645-59-9.

[271] MAXA, J., NEDĚLA, V., Propojení prostředí EPD a PDM ve výuce, *ITCAD 3/2008*, s.46-48, http://www.cad.cz/index.php?sec=casopis&id_vydani=383.

[272] MAXA, J., NEDĚLA, V., Interconnection of EPD and PDM environments in instruction, Proceedings of 3 rd Conference with international participation, 2008, Prešov, Slovakia.

[273] MAXA, J., NEDĚLA, V., Differentially Pumped Chamber of VP-SEM computed by the use of Cosmos Floworks software, Proceedings of 3 rd Conference with international participation, 2008, Prešov, Slovakia

[274] MAXA, J., NEDĚLA, V., Selection of PDM Information System, *Solid State Phenomena*, 2007, roč. 15, č. 3, s. 217, ISSN: 10120394.

[275] MAXA, J., NEDĚLA, V., PROCHÁZKA, P., Selection of PDM Information System, *Journal of Cybernetics and Informatics, ISSN 1336-4774*, 2005, roč. 2005, č. 2, s. 170 - 173.

[276] MAXA, J., NEDĚLA, V., Teorie zavedení simulovaného prostředí EPD a PDM do výuky. VUT FEKT Brno, 2007.

[277] MAXA, J., NEDĚLA, V., Selection of PDM Information Systém, Proceedings of 3 rd Conference with international participation, 2008, Prešov, Slovakia.

13 Přehled citací vlastních publikací

NEDĚLA, V., Methods for Additive Hydration Allowing Observation of Fully Hydrated State of Wet Samples in Environmental SEM, *Microscopy research and technique*, Vol.70, p.95-100, ISSN: 1059-910X.

[1] UROUKOV, I.S., Patton, D, Optimizing environmental scanning electron microscopy of spheroidal reaggregated neuronal cultures, , *Microscopy research and technique*, Vol.71, in print, ISSN: 1059-910X.

on-line available: http://www3.interscience.wiley.com/journal/112610755/issue

JEŽEK, J., ČIŽMÁR, T., NEDĚLA V., Zemánek P., Formation of long and thin polymer fiber using nondiffracting beam, *Optics Express*. Roč. 14, č. 19, 2006, s. 8506-8515. ISSN 1094-4087.

[1] WANG, H., LEE, K.S., LI, S.M., et al., Fabrication of CdSe-ZnS nanocrystal-based local fluorescent aperture probes by active polymerization of photosensitive epoxy, *Optics Communications*, Vol. 281, Issue: 6, Pages: 1588-1592, Published: MAR 15 2008.

[2] KARASEK, V., ZEMANEK, P., Analytical description of longitudinal optical binding of two spherical nanoparticles, *Journal of Optics A-Pure and Applied Optics*, Volume: 9, Issue: 8, Special Issue: Sp. Iss. SI, Pages: S215-S220, Published: AUG 2007.

14 Seznam příloh

A Popis tubusu EREM AQUASEM II

B Popis vakuového systému EREM AQUASEM II

C Hydratační systém EREM AQUASEM II

D Vybrané vlastnosti BSE YAG detektoru

E Vlastnosti ionizačního detektoru sekundárních elektronů

Curriculum Vitae Resume

Personal data

Name:	Dipl.Ing. Vilém Neděla
Born:	April 23, 1976, Třebíč, Czech republic
Marital status:	Married
Nationality:	Czech republic
Address:	Metelkova 1492/8 Kuřim, 66434
Telephone:	+420 604 192 469
E-mail	vilem@isibrno.cz

Education

2001 - until now	Brno University of Technology, Faculty of Electrical Engineering and Communication, Department of Electrotechnology, Ph.D. study. Institute of Scientific Instruments Academy of Sciences of the Czech Republic, Department of Electron Optics, Detection systems team, specialization: Detection of signal electrons in SEM and ESEM.
2000 - 2003	Brno University of Technology, Faculty of Business and Management, specialization: Economics and Management in Industry (Master study).
1997 - 2001	Brno University of Technology, Faculty of Electrical Engineering and Communication, specialization: Electrical Manufacturing and Management (Master study).
1993 - 1995	Secondary school, Manželů Curieových 734, Třebíč, subject: Electrician for audio-video apparatus.
1990 - 1993	Secondary school, Třebíč, subject: Consumer Electrician.

Work experience

2001 - until now	Institute of Scientific Instruments, Academy of Sciences of the Czech Republic, Department of Electron Optics, Head of Detection systems team, full time job.
1993 - 1996	I&C Energo company, technician of measurements and regulation in Nuclear Power Station, full time job.

Date Brno, August 20, 2008 Dipl. Ing. Vilém Neděla

VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V BRNĚ
BRNO UNIVERSITY OF TECHNOLOGY

FAKULTA ELEKTROTECHNIKY A KOMUNIKAČNÍCH TECHNOLOGIÍ
ÚSTAV ELEKTROTECHNOLOGIE

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

DETEKCE SIGNÁLNÍCH ELEKTRONŮ V PROSTŘEDÍ VYSOKÉHO TLAKU PLYNŮ ENVIRONMENTÁLNÍHO RASTROVACÍHO ELEKTRONOVÉHO MIKROSKOPU

DETECTION OF SIGNAL ELECTRONS IN HIGH PRESSURE CONDITIONS OF ENVIRONMENTAL SCANNING ELECTRON MICROSCOPY

PŘÍLOHY DOKTORSKÉ PRÁCE
DOCTORAL THESIS APPENDIX

AUTOR PRÁCE Ing. VILÉM NEDĚLA
AUTHOR

VEDOUCÍ PRÁCE Doc.Ing. JOSEF JIRÁK, CSc.
SUPERVISOR

BRNO 2008

Obsah

A	Popis tubusu EREM AQUASEM II	1
B	Popis vakuového systému EREM AQUASEM II	2
C	Hydratační systém EREM AQUASEM II	3
D	Vybrané vlastnosti BSE YAG detektoru	4
E	Vlastnosti ionizačního detektoru sekundárních elektronů	6

A Popis tubusu EREM AQUASEM II

Kvalita zobrazované informace v REM je vedle účinné detekce signálních elektronů a vlastností vzorku ovlivněna převážně primárním elektronovým svazkem. Jeho parametry závisí především na elektronově optické části mikroskopu nazývané tubus. Tubus EREM AQUASEM II, tedy tubus mikroskopu Vega TS 5140 bez pomocné „intermediate lens“ (IML) čočky, viz. obrázek 4.1, dovoluje práci pouze v základním zobrazovacím módu „RESOLUTION“, který je určen pro studium vzorků ve vysokém rozlišení.

Primární elektronový svazek, při průchodu tubusem mikroskopu v módu „RESOLUTION“, je zobrazen na obrázku 4.1 vpravo. Elektronová tryska, skládající se z přímo žhavené wolframové katody, Weneltova válce a anody, je centrována pomocí magnetických vychylovacích cívek umístěných pod tryskou. Řízení těchto cívek pomocí funkce „gun alignment“ umožňuje naklánět svazek PE tak, aby byly v optické ose mikroskopu.

„Spray“ clona viz. obr. 4.2, umístěná pod centrovacími cívkami trysky, slouží k zadržení okrajových částí svazku PE emitovaného katodou. Průměr jejího otvoru je asi 500 μm.

Tubus EREM AQUASEM II je vybaven dvěma kondenzory C1 a C2, viz. obr. 4.1, což jsou silné magnetické čočky sloužící ke zmenšení virtuálního zdroje elektronů. Clona A1, viz obr. 4.2, ořezává výsledný svazek PE po průchodu oběma kondenzory. Je-li mikroskop AQUASEM II konfigurován jako klasický REM je tato clona s průměrem otvoru 50 μm clonou aperturní.

Stigmátor, umístěný pod kondenzory, je elektromagnetický oktupól umožňující korekci astigmatismu objektivu mikroskopu. Dvě patra rastrovacích toroidálních cívek, umístěných pod stigmátorem, viz. obr. 4.1, naklání svazek PE tak, aby rastroval po vzorku. Poslední magnetická čočka tubusu je objektiv O1, viz. obr. 4.1, který formuje výsledný tvar svazku PE před jeho dopadem na vzorek.

B Popis vakuového systému EREM AQUASEM II

Vakuový systém mikroskopu AQUASEM II je koncipován jako dvoustupňový s rotační a turbomolekulární vývěvou. Oddělení jednotlivých částí mikroskopu zajišťují softwarově řízené elektromagnetické, popřípadě manuální ventily.

Rotační vývěva čerpá při otevřeném ventilu V3 komoru vzorku a současně přes otevřený ventil V2 předčerpává turbomolekulární vývěvu (TPM) z atmosférického tlaku do tlaku vhodného pro její provoz. Díky této konfiguraci je možné v tubusu mikroskopu dosáhnout tlak řádově 0,001 Pa v prostoru zdroje elektronů a 0,01 Pa pod clonou A1. Velikost tlaku plynu v prostoru zdroje elektronů je měřena pomocí Piraniho měrky M1. Diferenciálně čerpaná komora (DK) je samostatně čerpána rotační vývěvou RP s velkou čerpací rychlostí. Tato vývěva je pomocí vakuového vedení spojena s manuálně ovládaným ventilem V5, který je připojen na přírubu DK, zobrazenou na obrázku 4.3 vpravo. Tlak plynů v DK je v závislosti na průměrech otvorů v PLA a zejména v závislosti na tlaku plynů v komoře vzorku EREM řádově v jednotkách až desítkách Pa a vzhledem k možné přítomnosti zbytků vodní páry je měřen pomocí kapacitní měrky C3 (Pfeiffer CMR 263). Tato přesná měrka umožňuje měření tlaku plynů nezávisle na druhu plynu a spolu s dalšími dvěma kapacitními měrkami C1 a C2 (CMR 261 a CMR 262), které měří tlak plynů v komoře vzorku a vyhodnocovacím zařízením fy. Pfeiffer [194] (TPG 264A MaxiGuage Measurement unit) tvoří profesionální systém měření, pracující nezávisle na softwaru EREM AQUASEM II.

Komora vzorku EREM AQUASEM II je čerpána v závislosti na provozních módech mikroskopu několika způsoby. Je-li EREM v režimu vakua, v němž pracuje jako klasický REM s tlakem v komoře vzorku asi 0,01 Pa, je komora vzorku čerpána pomocí RP a TMP přes ventily V1 a V2. Režim nízkého vakua, vhodný pro studium izolačních nebo lehce vlhkých vzorků při tlacích do 330 Pa vzduchu v komoře vzorku, je dosažen díky uzavření manuálního ventilu V1 a čerpáním komory vzorku pomocí RP ventilem V3 a také otvorem v PLA 1 do diferenciálně čerpané komory. Uzavření ventilu V1 umožní udržet při tlaku 330 Pa v komoře vzorku tlak 0,001 Pa v tubusu EREM. Připouštění plynu a tím i regulace tlaku plynu v komoře vzorku je možná díky ventilu V7. Environmentální režim je vhodný zejména pro studium silně vlhkých elektricky nevodivých vzorků a pro realizaci dynamických „in-situ“ experimentů při tlacích plynu do 2000 Pa v komoře vzorku. Tento režim je v EREM AQUASEM II dosažen obdobným způsobem jako režim nízkého vakua, ale navíc je uzavřen i ventil V3 a čerpání komory vzorku je realizováno pouze otvorem v PLA 1. Otevřením ventilu V6 je umožněno, aby vodní páry z hydratačního systému proudily do komory vzorku a vytvářely tak prostředí s vysokou relativní vlhkostí vzhledem k teplotě vzorku. Prostředí s různou koncentrací vodní páry, případně kombinací vodní páry s jiným plynem je možné v komoře vzorku vytvořit otevřením ventilu V6 a připouštěním plynu přes ventil V7.

EREM AQUASEM II je v případě výměny vzorku napouštěn dusíkem, což nastane po otevření ventilů V8 a V4. Mikroprocesorem řízené vakuové automatiky EREM AQUASEM II umožňují snadný a rychlý přechod mezi jeho vakuovými režimy a chrání mikroskop před poškozením v důsledku netěsností.

C Hydratační systém EREM AQUASEM II

Hydratační systém v EREM AQUASEM II umožňuje připojení přesné kapacitní měrky tlaku plynu firmy Pfeiffer (typ CMR 26X), díky které je možné měřit tlak vodní páry v prostoru zásobníku vody.

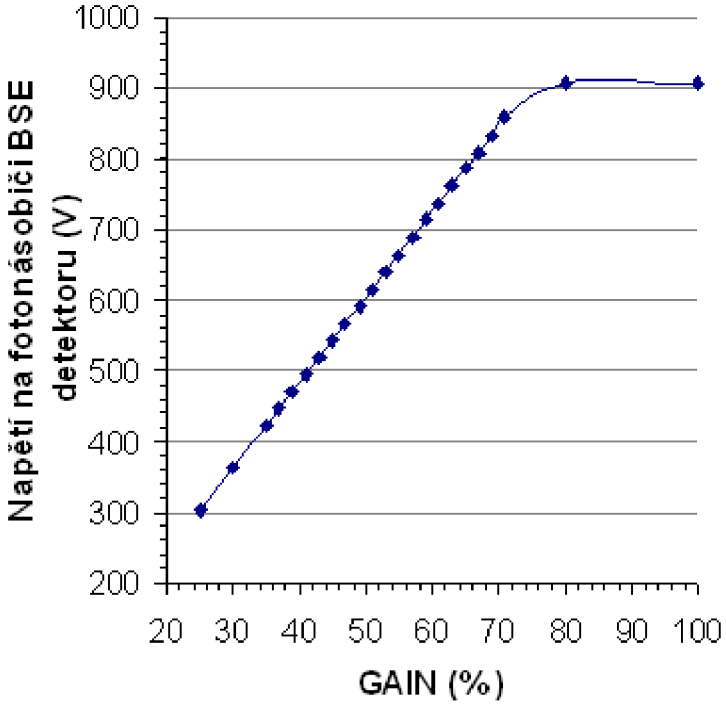
Systém je dále vybaven přesným teplotním čidlem (PT100 s kompenzačním třívodičovým zapojením pro eliminaci úbytku napětí na parazitních odporech vedení) a mikrometrickým ventilem Leybold EV 016 DOS AB s cejchovaným průtokem plynu v závislosti na otevření ventilu. Teplotní čidlo je umístěno v pouzdře, jehož část obklopující čidlo a zajišťující přenos tepla z prostředí vodních par v zásobníku k čidlu je vyrobena z materiálu s vysokou tepelnou vodivostí. Druhá část pouzdra, procházející krytem systému, je vyrobena z tenkostěnné trubičky z materiálu s velmi špatnou tepelnou vodivostí. Díky tomu je teplota měřená čidlem jen minimálně ovlivněna teplotou topení či krytu systému. Nosné části systému jsou vyrobeny z nerezové oceli a ty části, u nichž je požadována dobrá tepelná vodivost jsou vyrobeny z mosazi.

Celý systém, včetně mikrometrického ventilu, je tepelně vyhříván pomocí odporového topení, které je napájeno zdrojem proměnného proudu. Ohřev vody v zásobníku je regulován dle okamžité hodnoty teploty vodní páry pomocí PID regulátoru. Díky tomu je možné regulovat teplotu vodní páry s přesností na 0,1 °C. Vyhřívání ventilu odstraňuje problémy se zamrzáním ventilu. Zásobník vody je od okolí izolován kvalitní termo-izolační vrstvou, která je součástí krytu systému. Díky této vrstvě jsou minimalizovány tepelné ztráty systému a měření teploty vody v zásobníku není ovlivňováno okolní teplotou. Hladina vody a její množství v zásobníku může být kontrolována pomocí skleněné měrky umístěné v plášti systému a připojené k horní a dolní části zásobníku. Destilovaná voda je do systému doplňována tenkou trubičkou, na jejímž konci je tato buď utěsněna, nebo je připojena již výše zmíněná kapacitní měrka tlaku. Konstrukce celého hydratačního systému je vakuově těsná a je navržena tak, aby byla kompatibilní s komorou vzorku mikroskopu AQUASEM-VEGA na níž je připojena. Systém však může být po drobných úpravách připojen na jakýkoli EREM.

Podrobný popis systému včetně možností jeho použití publikoval Neděla [198].

D Vybrané vlastnosti BSE YAG detektoru

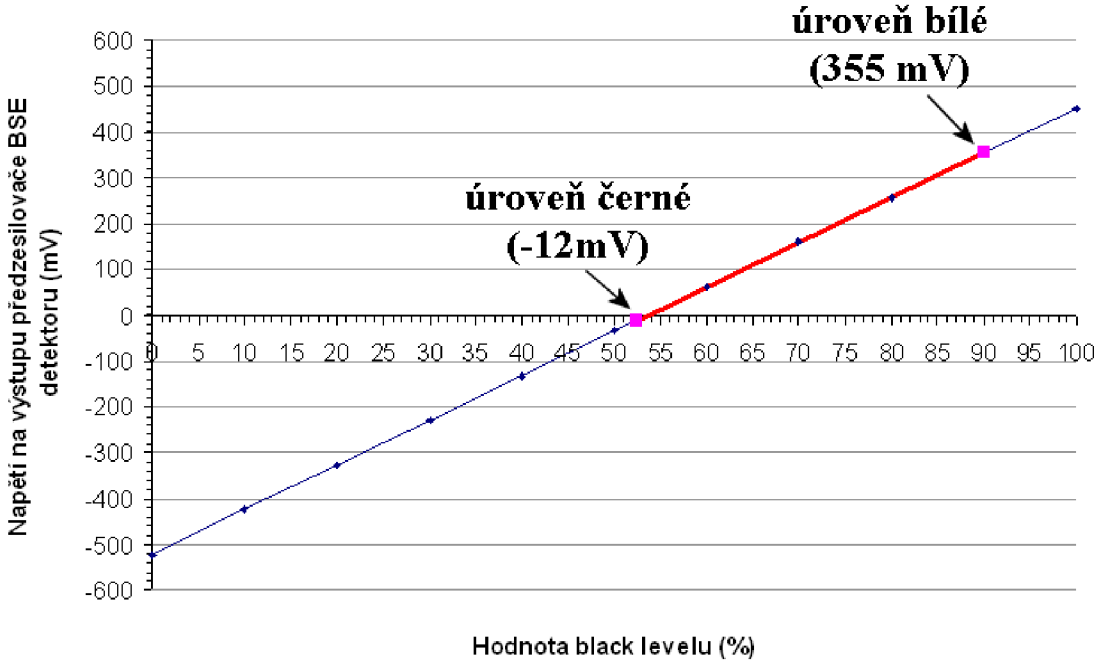
Velikost a stejnosměrnou úroveň signálu detekovaného BSE YAG detektorem v EREM AQUASEM II lze ovládat pomocí řídícího softwaru mikroskopu. Velikost signálu se řídí velikostí napětím přiváděným na dynody fotonásobiče BSE detektoru, neboli tzv. „gainem“. V závislosti na velikosti tohoto napětí se mění zisk fotonásobiče. V EREM AQUASEM II je možné nastavit „gain“ v rozsahu 0 až 100 %. Měřená závislost napětí přiváděného na dělič fotonásobiče na procentuelní hodnotě „gainu“ nastaveného operátorem v řídícím softwaru EREM AQUASEM II je ukázána na obrázku D1. Stejnosměrná úroveň signálu je ovládána změnou velikosti napětí přiváděného do předzesilovače detektoru. Toto stejnosměrné napětí posunuje úroveň detekovaného signálu a stejně jako „gain“ je možné jeho velikost nastavovat v rozsahu 0 až 100 % pomocí softwarové funkce „black level“.



Obr. D.1 Velikost napětí přiváděného na fotonásobič BSE YAG detektoru v závislosti na procentuelní hodnotě „gainu“ nastaveného operátorem v řídícím softwaru EREM AQUASEM II

Analogový signál je z předzesilovače detektoru veden do elektroniky mikroskopu, kde je převáděn 12 bitovým A/D převodníkem na digitální signál. Ten dále prochází přes 8 bitový signálový procesor, na jehož výstupu je signál ve 256 úrovních šedé a tak je i zobrazován na monitoru počítače. Úroveň signálu detekovaného BSE YAG detektorem, ale také všemi ostatními detektory popisovanými v praktické části disertační práce byla vyhodnocována na základě informace o těchto úrovních šedé, kdy nultá úroveň odpovídá černé a 255 odpovídá bílé barvě. Závislost napětí na výstupu předzesilovače BSE YAG detektoru na operátorem nastavené hodnotě „black levelu“ a při nadefinovaném

rozsahu napěťové úrovně videosignálu vstupujícího do 8 bitového signálového procesoru ukazuje obrázek D.2. Z obrázku je patrné, že úroveň napětí -12 mV odpovídá černé a úroveň napětí 355 mV odpovídá bílé. To umožňuje vypočítat hodnotu napětí 1,42 mV odpovídající změně signálu o jeden stupeň šedé, platí v rámci rozsahu viz. obrázek D.2. Znalost této hodnoty dovoluje přepočítat úroveň signálu původně měřeného ve stupních šedé na úroveň v mV. V případě, že úroveň detekovaného signálu přesáhne v průběhu experimentu definovanou mez pro zobrazení černé nebo bílé (-12 mV až 355 mV), je možné ji pomocí „black levelu“ nebo „gainu“ upravit tak, aby signál mohl být bez zkreslení zobrazen a měřen. Při vyhodnocování výsledků jsou výše zmíněné úpravy úrovně signálu zohledněny přepočtem tak, aby nevznikla chyba v měřených datech. Důsledkem přepočtu je skutečnost, že měřená úroveň signálu vynesená v grafech může přesáhnout hodnotu 256 úrovní šedé.



Obr. D.2 Závislost napětí na výstupu předzesilovače BSE YAG detektoru na operátorem nastavené hodnotě „black levelu“ a při nadefinovaném rozsahu napěťové úrovně videosignálu vstupujícího do 8 bitového signálového procesoru