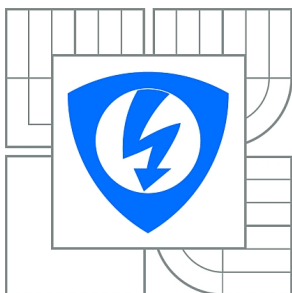




VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V BRNĚ

BRNO UNIVERSITY OF TECHNOLOGY



FAKULTA ELEKTROTECHNIKY A KOMUNIKAČNÍCH
TECHNOLOGIÍ

ÚSTAV ELEKTROTECHNOLOGIE

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

VÍCEELEKTRODOVÝ SYSTÉM IONIZAČNÍHO DETEKTORU PRO ENVIRONMENTÁLNÍ RASTROVACÍ ELEKTRONOVÝ MIKROSKOP

MULTI-ELECTRODE SYSTEM OF IONIZATION DETECTOR FOR ENVIRONMENTAL SCANNING
ELECTRONE MICROSCOPE

DIPLOMOVÁ PRÁCE

MASTER'S THESIS

AUTOR PRÁCE

AUTHOR

Bc. VÍT UHLÁŘ

VEDOUCÍ PRÁCE

SUPERVISOR

doc. Ing. JOSEF JIRÁK, CSc.

BRNO 2014



VYSOKÉ UČENÍ
TECHNICKÉ V BRNĚ

Fakulta elektrotechniky
a komunikačních technologií

Ústav elektrotechnologie

Diplomová práce

magisterský navazující studijní obor
Elektrotechnická výroba a management

Student: Bc. Vít Uhlář

ID: 125330

Ročník: 2

Akademický rok: 2013/2014

NÁZEV TÉMATU:

Víceelektrodivý systém ionizačního detektoru pro environmentální rastrovací elektronový mikroskop

POKYNY PRO VYPRACOVÁNÍ:

Prostudujte problematiku nárazové ionizace v plynech a detekce signálních elektronů ionizačním detektorem v environmentálním rastrovacím elektronovém mikroskopu. Na víceelektrodivém systému ionizačního detektoru experimentálně ověřte vliv podmínek detekce na detekovaný signál. Experimenty uskutečňte v prostředí vodních par v komoře vzorku. Výsledky vyhodnoťte a navrhněte vhodné podmínky pro detekci signálu s vyšším podílem sekundárních elektronů.

DOPORUČENÁ LITERATURA:

Podle pokynů vedoucího diplomové práce.

Termín zadání: 10.2.2014

Termín odevzdání: 29.5.2014

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

Konzultanti diplomové práce:

doc. Ing. Petr Bača, Ph.D.

Předseda oborové rady

UPOZORNĚNÍ:

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

Abstrakt

Diplomová práce se zabývá problematikou environmentální rastrovací elektronové mikroskopie a detekce signálních elektronů s použitím ionizačního detektoru. První část práce hovoří o principu a uspořádání environmentálního rastrovacího elektronového mikroskopu. Druhá část práce popisuje druhy rozptylu a jednotlivé signály, které vznikají při interakci primárního elektronového svazku se vzorkem. Třetí část práce vysvětluje problematiku nárazové ionizace a ionizačního detektoru.

Experimentální část práce se zabývá použitím segmentového ionizačního detektoru a stanovením zesílení výsledného signálu z mědi a platiny v závislosti na zapojení elektrod detektoru. Dále práce zkoumá vliv uspořádání elektrod ionizačního detektoru na materiálový kontrast a na změny napěťového kontrastu na přechodu báze emitor bipolárního tranzistoru typu NPN. Všechny experimenty byly prováděny v závislosti na tlaku nasycených par v komoře vzorku.

Klíčová slova

Rastrovací elektronová mikroskopie (REM), environmentální elektronová mikroskopie (EREM), ionizační detektor, sekundární elektrony, zpětně odražené elektrony, nárazová ionizace v plynu, napěťový kontrast, materiálový kontrast

Abstract

This thesis deals with environmental scanning electron microscopy and with detection of signal electrons by using an ionization detector. The first part talks about the principle of environmental scanning electron microscopy. The second part describes signals generated by interaction of a primary electron beam with a sample. The third section explains the principle of impact ionization and an ionization detector.

The experimental part deals with usage of a segmental ionization detector and with measuring of signal amplification from copper and platinum. The thesis also examines arrangement of electrodes of an ionization detector on material contrast and examines also on influence of voltage contrast on the base-emitter junction of an NPN bipolar transistor. All experiments were carried out in dependency on saturated water vapour pressure in the sample chamber.

Keywords

Scanning electron microscopy (SEM), environmental scanning electron microscopy (ESEM), ionization detector, secondary electrons, back-scattered electrons, impact ionization in gas, voltage contrast, material contrast

Bibliografická citace práce

UHLÁŘ, V. *Víceelektrodový systém ionizačního detektoru pro environmentální rastrovací elektronový mikroskop*. Brno: Vysoké učení technické v Brně, Fakulta elektrotechniky a komunikačních technologií, 2014. 69 s. Vedoucí diplomové práce doc. Ing. Josef Jirák, CSc..

Prohlášení

Prohlašuji, že svou diplomovou práci na téma Víceelektrodový systém ionizačního detektoru pro environmentální rastrovací elektronový mikroskop jsem vypracoval samostatně pod vedením vedoucího diplomové práce, s použitím odborné literatury a dalších informačních zdrojů, které jsou všechny citovány v práci a uvedeny v seznamu literatury.

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

V Brně dne 29. 5. 2014

.....
podpis autora

Poděkování

Děkuji svému vedoucímu panu doc. Ing. Josefu Jirákovi, CSc., za metodické vedení, cenné rady, konzultace a pozitivní přístup komunikace.

V neposlední řadě patří velké poděkování i celé mé rodině, zejména pak rodičům za jejich morální a finanční podporu, bez které by mé studium nebylo možné.

V Brně dne 29. 5. 2014

.....
podpis autora

Obsah

Obsah	8
Seznam obrázků.....	10
Seznam tabulek.....	13
Úvod	15
1 Rastrovací elektronová mikroskopie	16
1.1 Princip činnosti SEM.....	16
1.2 Vakuová soustava ESEM.....	19
2 Interakce primárních elektronů s pevnou látkou	20
2.1 Mechanismy rozptylu.....	20
2.1.1 Pružný rozptyl.....	21
2.1.2 Nepružný rozptyl.....	21
2.2 Excitační objem.....	21
2.3 Sekundární signály.....	22
2.3.1 Zpětně odražené elektrony (BSE).....	22
2.3.2 Sekundární elektrony (SE).....	24
3 Interakce primárních elektronů s plynným prostředím	26
3.1 Nárazová ionizace v plynech.....	27
3.2 Princip činnosti ionizačního detektoru.....	28
3.3 Zesílení ionizačního detektoru.....	29
3.4 Potlačení vlivu BSE s použitím segmentového ionizačního detektoru.....	31
3.5 Příspěvky SE, BSE a PE k celkovému zesílení ID.....	32
3.1 Vliv různých pracovních plynů na zesílení.....	33
3.2 Druhy ionizačních detektorů.....	34
3.2.1 Deskový ionizační detektor – Gaseous Detector Device (GDD).....	34

3.2.2	Ionizační detektor sekundárních elektronů – Gaseous Secondary Electron Detector (GSED)	35
3.2.3	Detektor Helix (HD).....	36
4	Napět'ový kontrast.....	37
5	Experimentální část.....	38
5.1	Cíle experimentů	38
5.2	Popis pracoviště	38
5.3	Ovládání vakuového systému mikroskopu	39
5.4	Použitý elektrodový systém ionizačního detektoru	40
5.5	Vzorek pro měření velikosti zesílení	41
5.6	Měření proudu primárního svazku.....	41
5.7	Měřicí metoda velikosti zesílení signálu.....	41
5.7.1	Výsledky měření velikosti signálu z platiny	45
5.7.2	Výsledky měření velikosti signálu z mědi	47
5.7.3	Vyhodnocení experimentu stanovení zesílení signálu	49
5.8	Vyhodnocení materiálového kontrastu mezi Pt a Cu.....	50
5.9	Měření napět'ového kontrastu na bipolárním tranzistoru mezi bází a emitorem	53
5.9.1	Výsledky měření napět'ového kontrastu na bipolárním tranzistoru mezi bází a emitorem	56
5.9.2	Vyhodnocení experimentu napět'ového kontrastu na bipolárním tranzistoru mezi bází a emitorem	57
6	Závěr.....	58
	Literatura.....	59
	Seznam zkratk a použitých symbolů	60
	Seznam příloh.....	62
	Příloha P1.....	63
	Příloha P2.....	66
	Příloha P3.....	69

Seznam obrázků

Obr. 1: Vady čoček.....	17
Obr. 2: Zjednodušené blokové schéma principu činnosti elektronového mikroskopu	18
Obr. 3: Zjednodušené blokové schéma mikroskopu využívajícího systému EREM	19
Obr. 4: Signály vznikající při dopadu elektronového svazku na povrch pevné látky	20
Obr. 5: Excitační objem	21
Obr. 6: Energiové rozložení signálních elektronů.....	22
Obr. 7: Závislost koeficientu emise zpětně odražených elektronů η na protonovém čísle Z pro různé úhly dopadu primárního svazku Φ	23
Obr. 8: Závislost koeficientu emise zpětně odražených elektronů η na energii primárních elektronů E	23
Obr. 9: Složky sekundární emise.....	25
Obr. 10: Závislost koeficientu emise sekundárních elektronů δ na energii primárních elektronů pro různé úhly dopadu primárního svazku Φ	25
Obr. 11: Vychýlení elektronu primárního svazku po srážce s plynným prostředím.....	26
Obr. 12: Závislost proudové hustoty v plynu na intenzitě elektrického pole.....	28
Obr. 13: Princip činnosti ionizačního detektoru. E – intenzita elektrického pole ($V \cdot m^{-1}$), d – vzdálenost elektrod (m).....	29
Obr. 14: Závislost zesílení na tlaku pro pracovní vzdálenosti vzorku 1, 2 a 3 mm pro vzorek zlata v prostředí vodních par	31
Obr. 15: Příspěvky SE, BSE a primárních elektronů k celkovému zesílení v závislosti na tlaku. Vzorek je zlato, vzdálenost elektrod 2 mm a plynným prostředím jsou vodní páry.....	31
Obr. 16: Schematické uspořádání děleného elektrodového systému ionizačního detektoru, A, B, C – Elektrody tvaru mezikruží, d – vzdálenost mezi ID a vzorkem.....	32
Obr. 17: Závislost normalizovaného zesílení na tlaku s uvedením jednotlivých příspěvků k celkovému detekovanému signálu. Napětí na ionizačním detektoru bylo 400 V a urychlovací napětí 20 keV	33
Obr. 18: Závislost normalizovaného zesílení na tlaku různých plynů pro pracovní vzdálenost	33
Obr. 19: Principiální schéma deskového ionizačního detektoru (GDD).....	34

Obr. 20: Principiální schéma detektoru GSED	35
Obr. 21: Principiální schéma detektoru Helix	36
Obr. 22: Uspořádání tranzistoru pro měření napěťového kontrastu.....	37
Obr. 23: Pracoviště s environmentálním rastrovacím elektronovým mikroskopem typu Aquasem I od firmy Tescan	38
Obr. 24: Schéma vakuového systému ESEM Aquasem Proxima.....	39
Obr. 25: Použitý ionizační detektor (vlevo), nákres ionizačního detektoru v milimetrech (vpravo).....	40
Obr. 26: Vzorek pro měření zesílení signálu. Uhlíkový váleček o průměru 8 mm s otvorem o průměru 500 μ m a hloubkou 10 mm, vlevo fólie mědi, vpravo fólie platiny.	41
Obr. 27: Vzorek uhlíkového válečku s uhlíkovou dírou, fólií Cu a Pt s vyznačenými oblastmi k odečítání úrovně šedi při zvětšení 600x.....	42
Obr. 28: Snímek sledovaného vzorku detekovaný při zapojení 3 vnitřních elektrod jako elektroda detekční. Proud PE 50 pA, urychlovací napětí PE 20 keV, napětí na detekční elektrodě 350 V a na okolní elektrodě 50 V, zvětšení 600x, tlak 500 Pa. (vlevo) pracovní vzdálenost vzorku 3 mm, (vpravo) pracovní vzdálenost vzorku 4 mm	44
Obr. 29: Snímek sledovaného vzorku detekovaný při zapojení 2 vnitřních elektrod jako elektroda detekční. Proud PE 50 pA, urychlovací napětí PE 20 keV, napětí na detekční elektrodě 350 V a na okolní elektrodě 50 V, zvětšení 600x, tlak 500 Pa. (vlevo) pracovní vzdálenost vzorku 3 mm, (vpravo) pracovní vzdálenost vzorku 4 mm	44
Obr. 30: Snímek sledovaného vzorku detekovaný při zapojení 1 vnitřní elektrody jako elektroda detekční. Proud PE 50 pA, urychlovací napětí PE 20 keV, napětí na detekční elektrodě 350 V a na okolní elektrodě 50 V, zvětšení 600x, tlak 500 Pa. (vlevo) pracovní vzdálenost vzorku 3 mm, (vpravo) pracovní vzdálenost vzorku 4 mm	44
Obr. 31: Závislosti velikosti signálu z Pt na tlaku vodních par v komoře vzorku pro pracovní vzdálenost vzorku 3 mm při různých napětích a zapojení okolní elektrody. 3 vnitřní elektrody tvoří detekční elektrodu.	45
Obr. 32: Závislosti velikosti signálu z Pt na tlaku vodních par v komoře vzorku pro pracovní vzdálenost vzorku 3 mm při různých napětích a zapojení okolní elektrody. 2 vnitřní elektrody tvoří detekční elektrodu.	45
Obr. 33: Závislosti velikosti signálu z Pt na tlaku vodních par v komoře vzorku pro pracovní vzdálenost vzorku 3 mm při různých napětích a zapojení okolní elektrody. 1 vnitřní elektroda tvoří detekční elektrodu.....	45

- Obr. 34: Závislosti velikosti signálu z Pt na tlaku vodních par v komoře vzorku pro pracovní vzdálenost vzorku 4 mm při různých napětích a zapojení okolní elektrody. 3 vnitřní elektrody tvoří detekční elektrodu. 46
- Obr. 35: Závislosti velikosti signálu z Pt na tlaku vodních par v komoře vzorku pro pracovní vzdálenost vzorku 4 mm při různých napětích a zapojení okolní elektrody. 2 vnitřní elektrody tvoří detekční elektrodu. 46
- Obr. 36: Závislosti velikosti signálu z Pt na tlaku vodních par v komoře vzorku pro pracovní vzdálenost vzorku 4 mm při různých napětích a zapojení okolní elektrody. 1 vnitřní elektroda tvoří detekční elektrodu..... 46
- Obr. 37: Závislosti velikosti signálu z Cu na tlaku vodních par v komoře vzorku pro pracovní vzdálenost vzorku 3 mm při různých napětích a zapojení okolní elektrody. 3 vnitřní elektrody tvoří detekční elektrodu. 47
- Obr. 38: Závislosti velikosti signálu z Cu na tlaku vodních par v komoře vzorku pro pracovní vzdálenost vzorku 3 mm při různých napětích a zapojení okolní elektrody. 2 vnitřní elektrody tvoří detekční elektrodu. 47
- Obr. 39: Závislosti velikosti signálu z Cu na tlaku vodních par v komoře vzorku pro pracovní vzdálenost vzorku 3 mm při různých napětích a zapojení okolní elektrody. 1 vnitřní elektroda tvoří detekční elektrodu..... 47
- Obr. 40: Závislosti velikosti signálu z Cu na tlaku vodních par v komoře vzorku pro pracovní vzdálenost vzorku 4 mm při různých napětích a zapojení okolní elektrody. 3 vnitřní elektrody tvoří detekční elektrodu. 48
- Obr. 41: Závislosti velikosti signálu z Cu na tlaku vodních par v komoře vzorku pro pracovní vzdálenost vzorku 4 mm při různých napětích a zapojení okolní elektrody. 2 vnitřní elektrody tvoří detekční elektrodu. 48
- Obr. 42: Závislosti velikosti signálu z Cu na tlaku vodních par v komoře vzorku pro pracovní vzdálenost vzorku 4 mm při různých napětích a zapojení okolní elektrody. 1 vnitřní elektroda tvoří detekční elektrodu..... 48
- Obr. 43: Závislost materiálového kontrastu mezi Pt a Cu na tlaku vodních par při různých napětích na okolní elektrodě pro pracovní vzdálenost vzorku 3 mm, 3 vnitřní elektrody tvoří detekční elektrodu 50
- Obr. 44: Závislost kontrastu mezi Pt a Cu na tlaku vodních par při různých napětích na okolní elektrodě pro pracovní vzdálenost vzorku 3 mm, 2 vnitřní elektrody tvoří detekční elektrodu..... 50
- Obr. 45: Závislost kontrastu mezi Pt a Cu na tlaku vodních par při různých napětích na okolní elektrodě pro pracovní vzdálenost vzorku 3 mm, 1 vnitřní elektroda tvoří detekční elektrodu..... 51
- Obr. 46: Závislost kontrastu mezi Pt a Cu na tlaku vodních par při různých napětích na okolní elektrodě pro pracovní vzdálenost vzorku 4 mm, 3 vnitřní elektrody tvoří detekční elektrodu..... 51

Obr. 47: Závislost kontrastu mezi Pt a Cu na tlaku vodních par při různých napětích na okolní elektrodě pro pracovní vzdálenost vzorku 4 mm, 2 vnitřní elektrody tvoří detekční elektrodu.....	51
Obr. 48: Závislost kontrastu mezi Pt a Cu na tlaku vodních par při různých napětích na okolní elektrodě pro pracovní vzdálenost vzorku 4 mm, 1 vnitřní elektroda tvoří detekční elektrodu.....	52
Obr. 49: Bipolární tranzistor NPN použitý pro měření napět'ového kontrastu	53
Obr. 50: Napět'ový kontrast na přechodu emitor – báze NPN tranzistoru. Závěrné napětí na přechodu 10 V. Napětí na detekční elektrodě 350 V. Napětí na okolní elektrodě 350 V. Tlak vodních par 500 Pa. Pracovní vzdálenost vzorku 3 mm. Zvětšení 700x. Proud svazku primárních elektronů 50pA, urychlovací napětí primárního svazku elektronů 20 keV.....	54
Obr. 51: Napět'ový kontrast na přechodu emitor – báze NPN tranzistoru. Závěrné napětí na přechodu 10 V. Napětí na detekční elektrodě 350 V. Napětí na okolní elektrodě 350 V. Tlak vodních par 500 Pa. Pracovní vzdálenost vzorku 4 mm. Zvětšení 700x. Proud svazku primárních elektronů 50 pA, urychlovací napětí primárního svazku elektronů 20 keV.....	55
Obr. 52: Závislost napět'ového kontrastu na závěrně orientovaném přechodu EB bipolárního tranzistoru na tlaku vodních par v komoře vzorku pro pracovní vzdálenost vzorku 3 mm. Napětí na detekční elektrodě 350 V, okolní elektroda s napětím 50, 150 a 350V, uzemněna resp. nezapojena.....	56
Obr. 53: Závislost napět'ového kontrastu na závěrně orientovaném přechodu EB bipolárního tranzistoru na tlaku vodních par v komoře vzorku pro pracovní vzdálenost vzorku 3 mm. Napětí na detekční elektrodě 350 V, okolní elektroda s napětím 50, 150 a 350V, uzemněna resp. nezapojena.....	56

Seznam tabulek

Tab. 1: Maximální hodnoty koeficientů emise sekundárních elektronů pro kovy.....	24
Tab. 2: Naměřené hodnoty signálů Cu a Pt pro 3 vnitřní elektrody zapojené jako detekční elektroda při pracovní vzdálenosti vzorku 3 mm.....	63
Tab. 3: Naměřené hodnoty signálů Cu a Pt pro 3 vnitřní elektrody zapojené jako detekční elektroda při pracovní vzdálenosti vzorku 4 mm.....	63
Tab. 4: Naměřené hodnoty signálů Cu a Pt pro 2 vnitřní elektrody zapojené jako detekční elektroda při pracovní vzdálenosti vzorku 3 mm.....	64
Tab. 5: Naměřené hodnoty signálů Cu a Pt pro 2 vnitřní elektrody zapojené jako detekční elektroda při pracovní vzdálenosti vzorku 4 mm.....	64
Tab. 6: Naměřené hodnoty signálů Cu a Pt pro 1 vnitřní elektrodu zapojenou jako detekční elektroda při pracovní vzdálenosti vzorku 3 mm.....	65

Tab. 7: Naměřené hodnoty signálů Cu a Pt pro 1 vnitřní elektrodu zapojenou jako detekční elektroda při pracovní vzdálenosti vzorku 4 mm	65
Tab. 8: Naměřené hodnoty materiálového kontrastu mezi Pt a Cu pro 3 vnitřní elektrody zapojené jako detekční elektroda při pracovní vzdálenosti vzorku 3 mm	66
Tab. 9: Naměřené hodnoty materiálového kontrastu mezi Pt a Cu pro 3 vnitřní elektrody zapojené jako detekční elektroda při pracovní vzdálenosti vzorku 4 mm	66
Tab. 10: Naměřené hodnoty materiálového kontrastu mezi Pt a Cu pro 2 vnitřní elektrody zapojené jako detekční elektroda při pracovní vzdálenosti vzorku 3 mm	67
Tab. 11: Naměřené hodnoty materiálového kontrastu mezi Pt a Cu pro 2 vnitřní elektrody zapojené jako detekční elektroda při pracovní vzdálenosti vzorku 4 mm	67
Tab. 12: Naměřené hodnoty materiálového kontrastu mezi Pt a Cu pro 1 vnitřní elektrodu zapojenou jako detekční elektroda při pracovní vzdálenosti vzorku 3 mm	68
Tab. 13: Naměřené hodnoty materiálového kontrastu mezi Pt a Cu pro 1 vnitřní elektrodu zapojenou jako detekční elektroda při pracovní vzdálenosti vzorku 4 mm	68
Tab. 14: Naměřené hodnoty signálů na přechodu BE NPN tranzistoru pro 1 vnitřní elektrodu zapojenou jako detekční elektroda při pracovní vzdálenosti vzorku 3 mm	69
Tab. 15: Naměřené hodnoty signálů na přechodu BE NPN tranzistoru pro 1 vnitřní elektrodu zapojenou jako detekční elektroda při pracovní vzdálenosti vzorku 4 mm	69

Úvod

Od počátku lidského věku se člověk snaží rozvíjet svoje schopnosti a zkoumat svět okolo sebe. Problém nastává ve chvíli, když už nestačí rozlišovací schopnost lidského oka, proto člověk vynalezl mikroskop, který mu umožňuje pozorovat velice malé objekty při velkém zvětšení a rozlišení.

Dnes se mikroskopy uplatňují v široké škále průmyslových i neprůmyslových odvětví od potravinářství a chemie přes strojírenství a elektrotechniku po zdravotnictví a školství. Mikroskopy otevírají zkoumání vzorků na atomární úrovni ve vysokém rozlišení, čímž se vytváří prostor pro nové možnosti využití.

První objevy vedoucí k sestrojení mikroskopu sahají už do 16. století. V roce 1590 se pokusil o sestrojení prvního drobnohledu Zacharias Janssen. O dvacet let později se jeho poznatky zabýval Galileo Galilei. Další 3 století mnoho objevitelů postupně zdokonalovalo konstrukci optického mikroskopu a v roce 1847 byla zahájena komerční výroba optických mikroskopů.

Převratem v mikroskopii bylo objevení elektronové mikroskopie ve 20. století. K revoluci vedly dílčí objevy. Prvním takovým bylo objevení a popsání elektronu fyzikem J. J. Thompsonem v roce 1897, dalším krokem bylo popsání vlnového charakteru elektronu Luisem de Broglieem v roce 1925. První transmisní elektronový mikroskop sestrojili Max Knoll a Ernst Ruska v roce 1931 v Německu. Ernst Ruska dostal později za objev mikroskopu Nobelovu cenu. V roce 1939 spustila první komerční výrobu elektronových mikroskopů firma Siemens a Halske. Předchozí úspěchy se vztahovaly k transmisnímu elektronovému mikroskopu. Rastrovací elektronovou mikroskopii popsal teoreticky v roce 1938 německý fyzik M. von Ardenne. První rastrovací elektronový mikroskop sestrojil americký vědec Zworikyn s použitím fotonásobiče k detekci sekundárních elektronů.

Transmisní elektronový mikroskop (TEM) pracuje na principu průchodu elektronového svazku tenkým vzorkem. Výsledný obraz je zobrazen na stínítku, na které dopadají průchozí elektrony. Mikroskop má vysoké rozlišení až pod 0,1 nm, ale má složitý systém přípravy vzorků.

Rastrovací elektronový mikroskop (SEM) a jeho environmentální mód ESEM využívají rastrování velmi tenkého primárního svazku elektronů po povrchu vzorku a následné detekce signálů, které vznikají interakcí svazku se vzorkem.

1 Rastrovací elektronová mikroskopie

Rastrovací elektronová mikroskopie REM z anglického slova (scanning electron microscopy SEM) využívá pro zkoumání látek rastrovací elektronový mikroskop. Tato technologie používá pro vytvoření výsledného obrazu sekundární signály, které jsou tvořeny zpětně odraženými a sekundárními elektrony. Dále při interakci primárního svazku elektronů se zkoumaným materiálem vznikají další signály nesoucí mnoho dalších informací o vzorku. SEM je charakterizována velkou hloubkou ostrosti a velkým rozlišením, které se pohybuje až v jednotkách nanometrů, což nám může poskytnout velice přesné informace. [8]

Hlavní částí REM je elektronová tryska, která je umístěna přímo v tubusu mikroskopu. Abychom dosáhli co nejmenšího rozptylu paprsku a zároveň ho přiměřeně urychlili, je zapotřebí nízkého tlaku $10^{-3} - 10^{-7}$ Pa. Další částí je komora se vzorkem, kde dochází ke vzniku sekundárních signálů. Pokud tubus a komora mikroskopu nejsou od sebe nijak odděleny, je tlak v komoře kolem 10^{-2} Pa a nižší. Tlak může mít za následek některé negativní dopady. Například tak nízký tlak může být nepříjemný pro některé organické vzorky, dalším problémem je nutnost uzemnit vzorek proti případnému nabíjení jeho povrchu. V případě pozorování elektricky nevodivých vzorků se musí upravit povrch pokovením zajišťujícím odvod elektrického náboje. [2], [8], [9]

Kvůli předcházejícím nedostatkům byla vyvinuta technologie nazývaná environmentální elektronová mikroskopie EREM z anglického slova (environmental scanning electron microscopy ESEM), jejíž hlavním účelem bylo odstranit problém s nabíjením elektricky nevodivých vzorků napouštěním plynů do komory vzorku. Tím bylo umožněno zkoumat vzorky s obsahem vody a práce při vyšším tlaku. [2], [9]

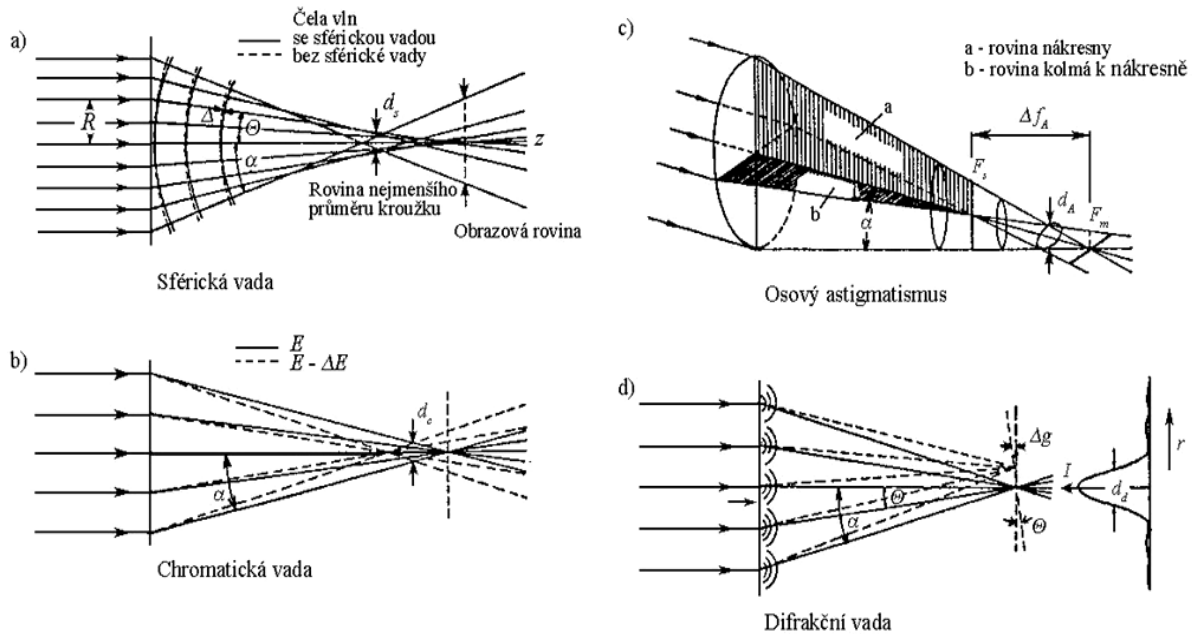
1.1 Princip činnosti SEM

Jak už bylo řečeno, rastrovací elektronový mikroskop se skládá z tubusu, komory vzorku. Další část tvoří detektory sekundárních signálů. Princip činnosti spočívá v detekci a vyhodnocování sekundárních signálů, které vznikají při interakci primárního svazku elektronů vyslaného elektronovou tryskou se zkoumaným substrátem. Schéma rastrovacího elektronového mikroskopu zachycuje Obr. 2. [2], [6], [8]

Zdrojem primárního svazku může být tryska s přímo žhavenou katodou, nepřímo žhavenou katodou a autoemisní tryska. Primární svazek je urychlen napětím 5 – 50 kV mezi katodou a anodou a poté je pomocí vícestupňové elektromagnetické soustavy čoček zaostřen na povrch vzorku, tak aby byl zachován co největší proud a zároveň nejmenší průměr svazku. Každá soustava elektromagnetických čoček vykazuje chyby (Obr. 1), které je třeba vhodným způsobem omezit nebo úplně eliminovat, protože způsobují ve výsledku vady v zobrazení. [2], [6], [8]

První chybou bývá sférická vada způsobená neschopností čočky zaostřit všechny paprsky vycházející z bodového zdroje opět do jednoho bodu, což se projevuje zobrazením kroužku místo bodu. Sférická vada je závislá na ohniskové vzdálenosti. Sférickou poruchu nelze úplně vyloučit, ale můžeme ji částečně omezit odstraněním okrajových paprsků pomocí clony. Další chybou je chromatická vada, která se projevuje deformacemi obrazu. Příčinou chromatické vady jsou rozdílné energie elektronů v elektronovém svazku. Pomalejší elektrony jsou v magnetickém poli vychylovány odlišně a protínají osu cívky v jiném bodě než rychlejší elektrony. Chromatickou vadu nelze úplně odstranit, ale můžeme docílit snížení maximální

stabilizací urychlovacího napětí mikroskopu, čímž dosáhneme zlepšením koherentnosti a monochromatickosti elektronového svazku. Další vada, která vzniká v soustavě, je astigmatismus. Vada je způsobena nesymetrií magnetického pole. Nejčastějším zdrojem jsou nečistoty na vnitřních plochách mikroskopu. Korigování vady se provádí pomocí stigmátoru. Stigmátor je zařízení, které generuje slabé magnetické pole a následně koriguje nesymetrické pole čočky. Poslední chybu čoček vytváří difrakční vada, která způsobuje ohyb paprsků primárního svazku. [2], [6], [9]

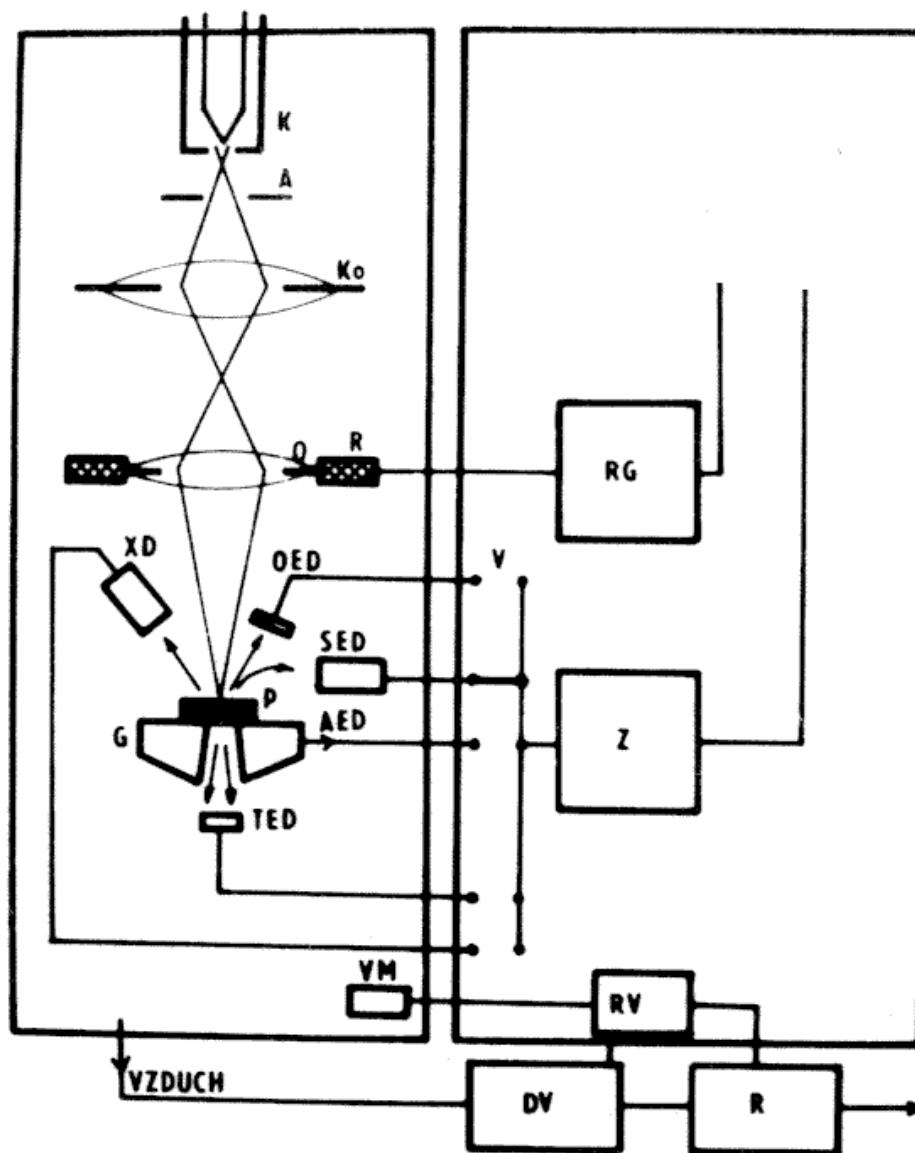


Obr. 1: Vady čoček [4]

- Sférická vada
- Chromatická vada
- Osový Astigmatismus
- Difrakční vada

Elektrony letící z katody, které prošly soustavou čoček, jsou vychylovány soustavou vychylovacích cívek ve dvou na sebe kolmých směrech. Tím dochází k rastrování po povrchu vzorku. Při dopadu na vzorek dochází k interakci, která vede ke vzniku sekundárních signálů podávajících informace o vzorku. [2], [6], [8]

Komora se zkoumaným vzorkem se nachází ve spodní části. Vzorek se umísťuje na stolek, který je schopen vykonávat pohyb ve třech osách. Při dopadu elektronového svazku na nevodivý vzorek dochází k jeho nabíjení, což má za následek znemožnění pozorování. Tento jev lze odstranit pokovením povrchu vzorku. [2], [6], [8]



Obr. 2: Zjednodušené blokové schéma principu činnosti elektronového mikroskopu [6]

K – katoda

A – anoda

Ko – kondenzor

O – objektiv

R – rastrovací cívky

P – preparát

G – goniometrický stolek

TED – detektor transmitovaných elektronů

AED – detektor absorbovaných elektronů

SED – detektor sekundárních elektronů

OED – detektor zpětně odražených elektronů

XD – detektor rentgenového záření

VM – vakuová měrka

RG – rastrovací generátor

V – přepínač

Z – zesilovač

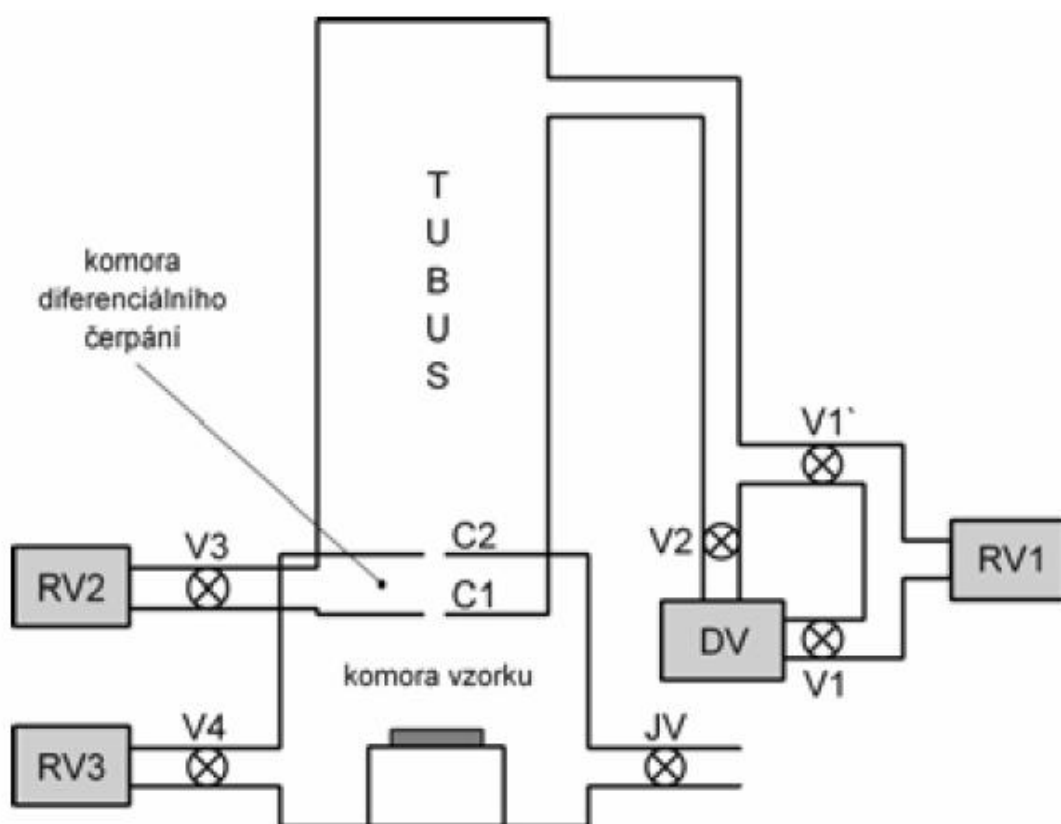
DV – difuzní vývěva

R – rotační vývěva

1.2 Vakuová soustava ESEM

Pro správnou činnost je třeba vzít v potaz tlak v tubusu 10^{-3} a nižší, protože při vyšším tlaku dochází k rozptylu primárního svazku elektronů a srážkám s atomy a molekulami plynu, zároveň hrozí poškození katody ionty plynu. V komoře vzorku je tlak $100 - 10^3$ Pa. Správnou činnost mikroskopu zajišťuje tzv. systém diferenciálního čerpání, který je vidět na Obr. 3. [5]

Elektronová tryska je oddělena od komory soustavou tlak omezujících clonek, nejčastěji se používá dvojice, mezi nimiž se nachází komora, která zajišťuje diferenciální čerpání. Středem clon prochází díra, která zajišťuje průchod elektronového paprsku, přičemž velikost otvoru v clonce C2 je dána požadavky optiky a zároveň plní funkci aperturní clony objektivu mikroskopu. Oproti tomu velikost otvoru clonky C1 mění velikost zorného pole mikroskopu. Regulace tlaku v komoře vzorku se provádí připouštěním vodních par pomocí jehlového ventilu JV a odčerpáním komory rotační vývěvou RV3. [5]

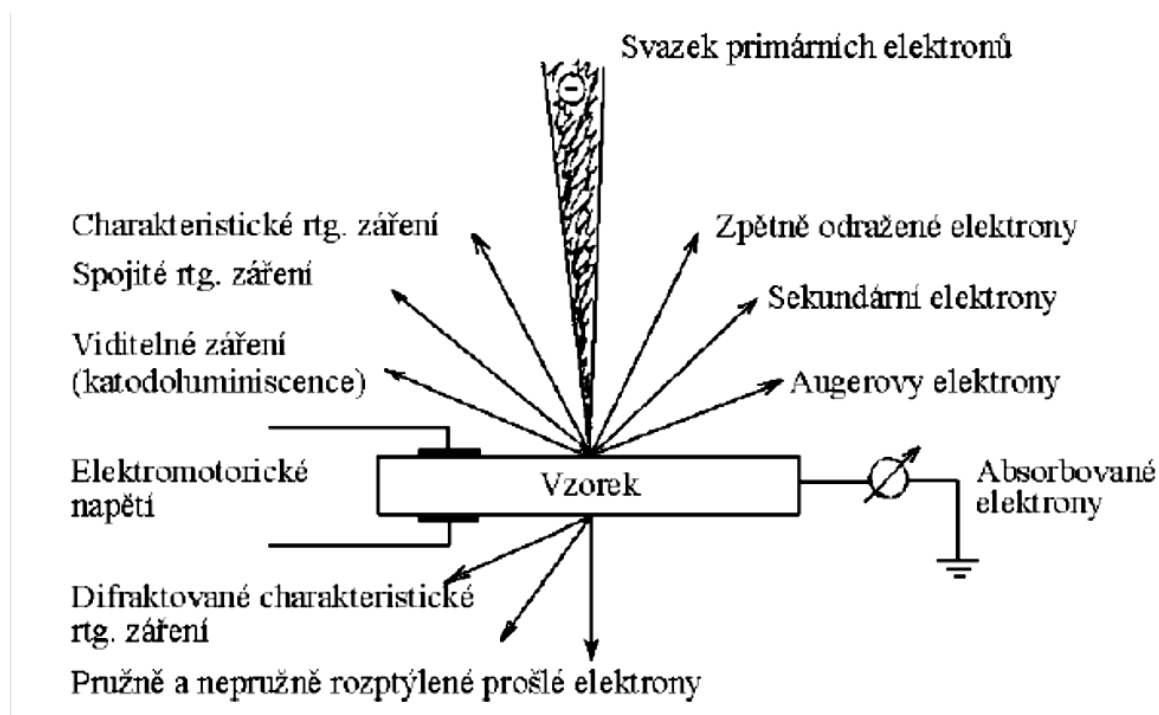


Obr. 3: Zjednodušené blokové schéma mikroskopu využívajícího systému ESEM [5]

C1, C2 – tlak omezující clony, **JV** – jehlový ventil, **RV1, RV2, RV3** – rotační vývěvy, **DV** – difúzní vývěva, **V1, V1, V2, V3, V4** – vakuové ventily.

2 Interakce primárních elektronů s pevnou látkou

Základem činnosti elektronových mikroskopů je interakce primárního svazku elektronů (PE) s povrchem vzorku a následný vznik sekundárních signálů. Při analýze vznikajících signálů je možné určit prvkové složení preparátů v dané oblasti a při porovnání s vhodným standardem určit i kvantitativní zastoupení jednotlivých prvků. Mezi tyto signály patří zpětně odražené elektrony (BSE), sekundární elektrony (SE), rentgenové záření (RTG), Augerovy elektrony (AE), katodoluminiscence a jiné. [6]



Obr. 4: Signály vznikající při dopadu elektronového svazku na povrch pevné látky [4]

2.1 Mechanismy rozptylu

Pružný a nepružný rozptyl elektronů na jednotlivých atomech a excitace elektronů v látce jsou základními procesy, které ovlivňují dolet elektronů, hloubkové rozdělení ionizace atomů a emisi sekundárních a zpětně odražených elektronů z povrchu. [5]

Při popisu rozptylu elektronů, které se pohybují volně v materiálu vzorku, se zavádí pojem diferenciální účinný průřez, který udává účinný průřez atomu pro rozptyl do směru s definovaným odklonem od původního směru pohybu. Pro několikanásobný rozptyl se definuje pojem střední volná dráha elektronu, která vyjadřuje průměrnou vzdálenost mezi rozptylovými událostmi. [5]

V důsledku několikanásobného pružného rozptylu dochází ke zvětšování úhlové šířky svazku, směřující až k odrazu elektronu zpět, zatímco v důsledku několikanásobného nepružného rozptylu dochází ke ztrátám energie elektronu podél jeho trajektorie. [5]

2.1.1 Pružný rozptyl

Pružný rozptyl je charakterizován odchýlením elektronu při srážce téměř beze ztráty energie (kinetické rychlosti). Vzniká působením elektrického pole jádra atomu na pohybující se elektron. Mezi oběma částicemi působí Coulombova síla. Výsledná dráha elektronu bude hyperbolická, přičemž jádro atomu bude ležet v jejím ohnisku.[6]

Se zmenšující se náměrnou vzdáleností se zvětšuje úhel rozptylu, dokonce při hodně malé vzdálenosti může být elektron vychýlen zpět. Při tomto výpočtu je třeba brát, že hmotnost jádra považujeme vzhledem k hmotnosti elektronu za nekonečně velkou a rychlost elektronu za dostatečně malou. [6]

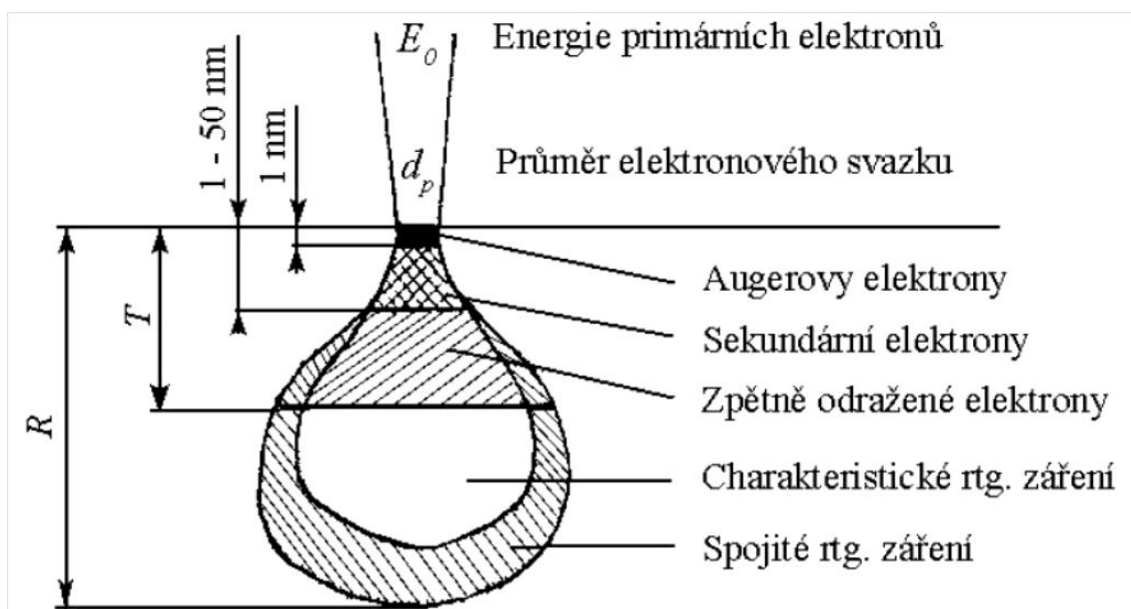
2.1.2 Nepružný rozptyl

Při nepružném rozptylu dochází při srážce elektronu s elektronovým obalem atomu ke ztrátě části energie elektronu, kterou elektron předá. Ztráta vzniká interakcí primárního svazku s obalem atomu a následně dochází k excitaci elektronu v atomovém obalu. [6]

Nepružný rozptyl se podílí na vzniku sekundárních elektronů, Augerových elektronů a charakteristického rentgenového záření. [6]

2.2 Excitační objem

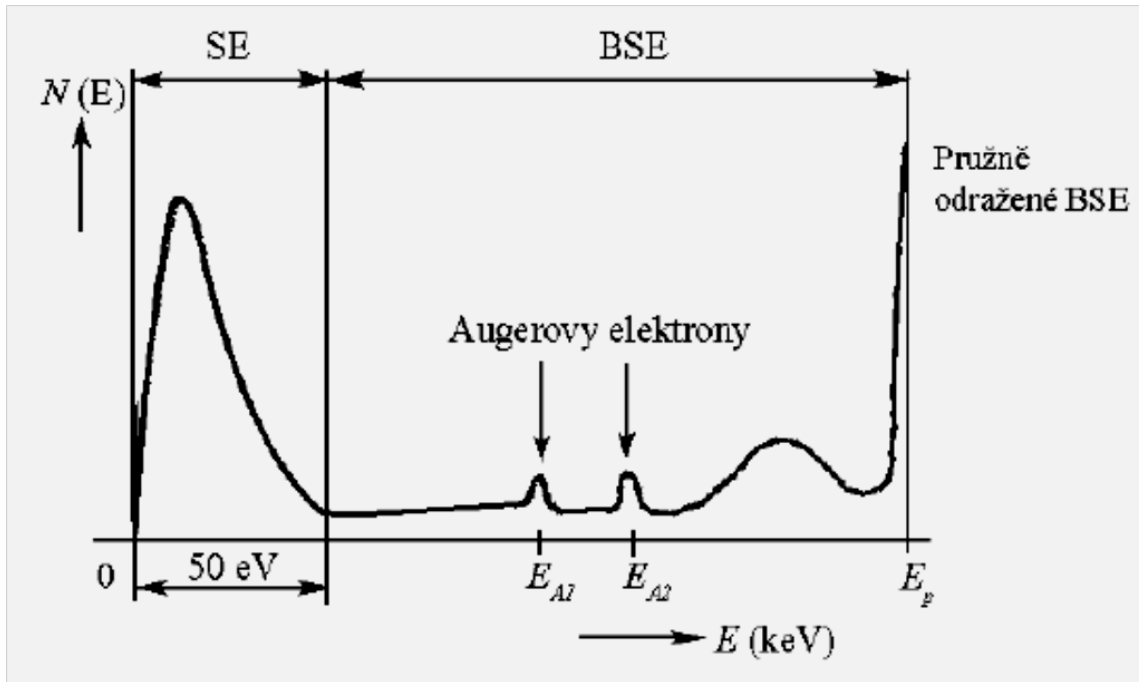
Na Obr. 5 je zobrazen excitační objem, který charakterizuje hloubku, ze které se uvolňují signály při interakci primárního svazku s materiálem vzorku. Velikost urychlovacího napětí primárních elektronů udává tvar excitačního objemu. Významný vliv na hloubku vniku primárních elektronů má energie primárního svazku a složení vzorku. Látky s vyšším protonovým číslem budou mít menší hloubku vniku. [6]



Obr. 5: Excitační objem [4]

2.3 Sekundární signály

Hlavní detekované signály jsou BSE a SE. Na následujícím Obr. 6 je zobrazeno spektrum, jež bylo získáno při dopadu elektronů o energii E_p na vzorek. Sekundární elektrony (SE) se emitují do energie 50 eV. Vyšší energii mají maxima Augerových elektronů (AE). Největší energie dosahují pružně zpětně odražené elektrony (pružné BSE), které mají energii blízkou se energii primárního svazku E_p . [6]



Obr. 6: Energové rozložení signálních elektronů [4]

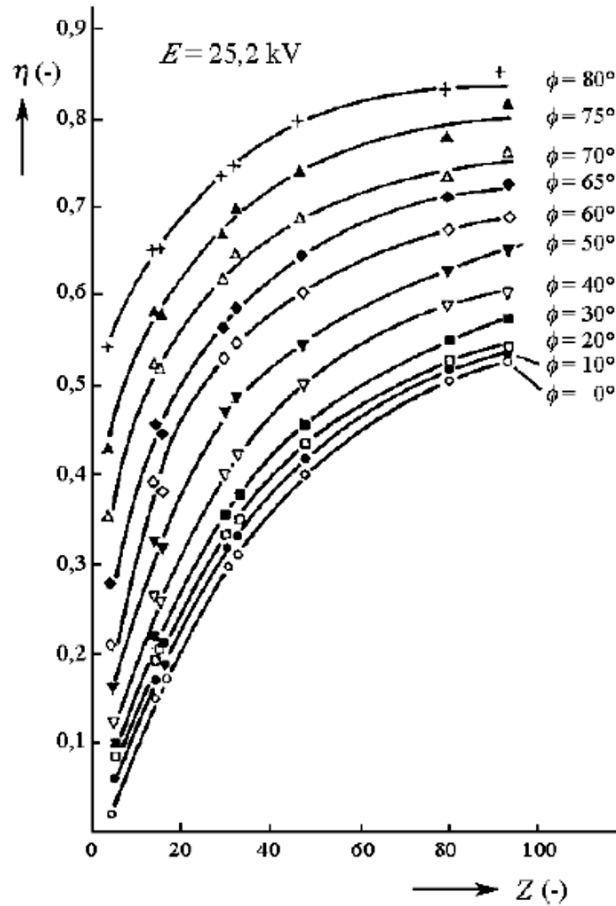
2.3.1 Zpětně odražené elektrony (BSE)

BSE vznikají při pružných rozptylech dvěma způsoby. První možností je dostatečně velký úhel rozptylu, který zajistí odrazení primárního urychleného elektronu zpět téměř beze ztráty energie. Druhou možností obrácení směru pohybu elektronu jsou mnohonásobné srážky s malými úhly rozptylu, jestliže elektron neztratí energii nepružnými srážkami. Pravdou je, že elektron vždy část své energie ztratí ve vzorku. Primární elektrony, které jsou schopny opustit vzorek, se nazývají zpětně odražené. Jejich energie je větší než 50 eV. [2] [6] [9]

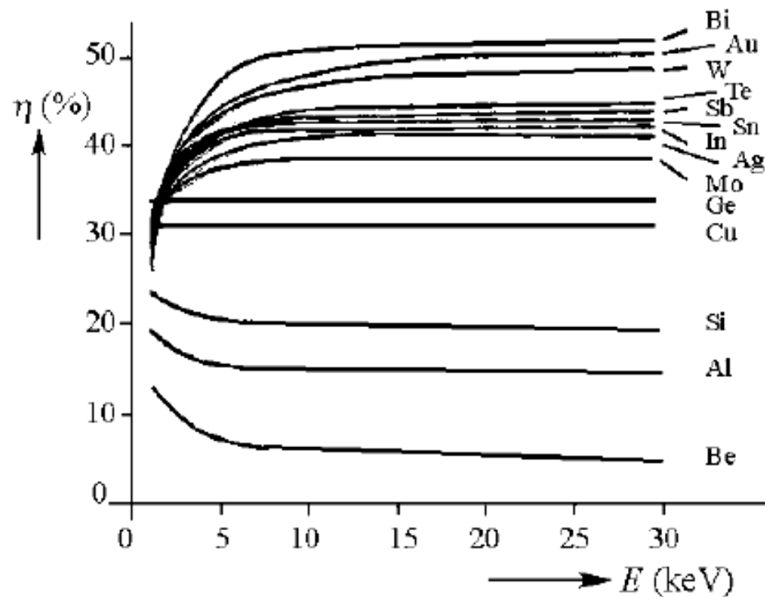
Poměr proudu zpětně odražených elektronů I_{BSE} (A) k proudu primárních elektronů I_p (A) se nazývá koeficient emise zpětně odražených elektronů η [6]:

$$\eta = \frac{I_{BSE}}{I_p} \quad [-] \quad (1)$$

Počet odražených elektronů narůstá s protonovým číslem Z a úhlem dopadajícího primárního svazku Φ (Obr. 7). Výrazné změny η jsou do hodnoty urychlovacího napětí primárních elektronů 5kV, při vyšších hodnotách je koeficient emise zpětně odražených elektronů téměř konstantní (Obr. 8). [2] [6] [9]



Obr. 7: Závislost koeficientu emise zpětně odražených elektronů η na protonovém čísle Z pro různé úhly dopadu primárního svazku ϕ [4]



Obr. 8: Závislost koeficientu emise zpětně odražených elektronů η na energii primárních elektronů E [4]

2.3.2 Sekundární elektrony (SE)

Při dopadu primárního svazku urychlených elektronů na vzorek vzniká nepružnými srážkami při povrchu materiálu skupina elektronů, která se nazývá sekundární elektrony. Tyto elektrony mají mnohem menší energii než BSE, jednotky až desítky eV. Sekundární elektrony mají mnohem menší energii, jsou pomalejší a jejich pohyb prostorem se rychle zpomaluje. Pomalá rychlost má za následek možnost opustit povrch vzorku jenom v případě, že jejich generace neprobíhá příliš hluboko ve vzorku. Z tohoto důvodu je dána maximální hloubka možného vzniku SE pro kovy je to 0,5 – 1,5 nm, pro uhlík 10 nm a pro izolanty 10 – 30 nm. Sekundární elektrony nepřesáhnou energii 50 eV. [2] [6] [9]

Účinnost emise sekundárních elektronů určuje koeficient sekundární emise δ elektronů, který je definován jako poměr proudu sekundárních elektronů I_{SE} generovaných z povrchu vzorku k proudu primárních elektronů I_p [6].

$$\delta = \frac{I_{SE}}{I_p} \quad [-] \quad (2)$$

Jeden z hlavních činitelů, který má vliv na emisi SE je úhel dopadu primárního svazku Φ a velikost urychlovacího napětí dopadajících PE to je pozorovatelné na Obr. 10. Při růstu úhlu dopadu PE dochází k navýšení množství SE. [2] [6] [9]

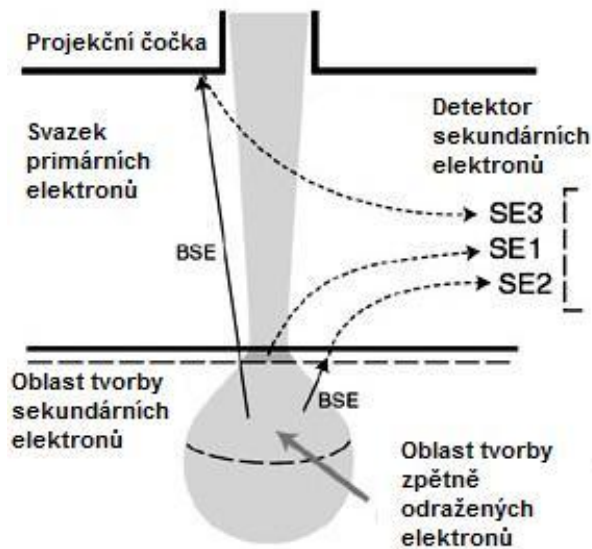
Tab. 1: Maximální hodnoty koeficientů emise sekundárních elektronů pro kovy [6]

Prvek	$\delta_{max} [-]$	$E_{0max} [eV]$	$w [eV]$
Li	0,57	100	2,28
Be	0,4 -0,55	220 – 300	3,16
C	1,01	300	4
Mg	0,95	290	2,42
Al	0,98	300	2,26
Ti	0,9	285	-
Ni	1,28 – 1,35	500	5
Cu	1,27	550	4,4
Ag	1,48	800	4,74
Pt	1,79	750	6,27
Au	1,2 – 1,45	400 – 1000	4,9

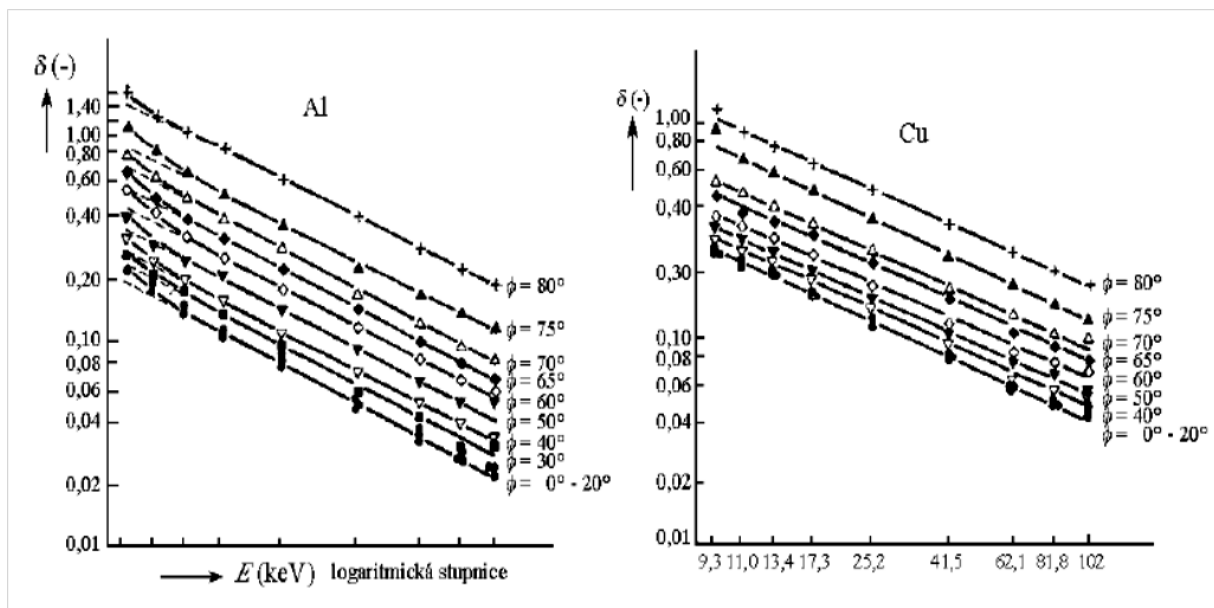
Kde: w – výstupní práce sekundárních elektronů, E_{0max} – energie primárních elektronů, při které koeficient emise sekundárních elektronů dosahuje maxima δ_{max}

Složky sekundárních elektronů [3]:

- SE₁ – jsou sekundární elektrony generované přímo v místě dopadu primárních elektronů. Tyto se považují za hlavní složku SE a poskytují nejkvalitnější informaci o topologii vzorku.
- SE₂ – jsou sekundární elektrony generované zpětně odraženými elektrony v blízkosti povrchu vzorku v okamžiku, kdy BSE vystupují z povrchu vzorku.
- SE₃ - vznikají při interakci BSE s konstrukčními částmi komory vzorku mikroskopu.



Obr. 9: Složky sekundární emise



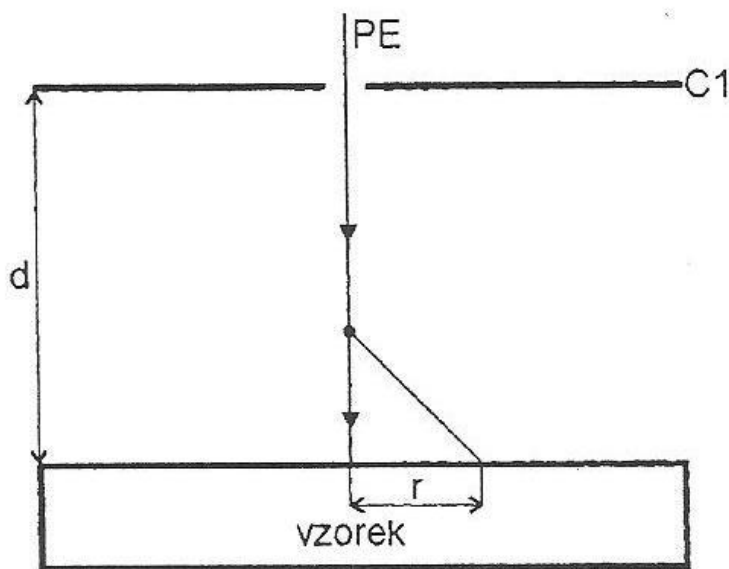
Obr. 10: Závislost koeficientu emise sekundárních elektronů δ na energii primárních elektronů pro různé úhly dopadu primárního svazku Φ [4]

3 Interakce primárních elektronů s plynným prostředím

Pokud primární svazek prochází plynným prostředím, zvyšuje se počet interakcí, přičemž dochází k vzájemnému ovlivňování primárního svazku elektronů s plynným prostředím, se vzorkem i sekundárními signály vzniklými při interakci primárního svazku se vzorkem. Nové provázanosti vedou ke změně činnosti přístroje, která je spojena interakcí primárního svazku s plynem, signálem a plynem, plynem a vzorkem. [5]

Při průchodu primárního svazku plynem dochází k jeho rozptylu, který je způsoben srážkami elektronů s atomy a molekulami plynu. Dále dochází ke generaci sekundárních signálů (SE, BSE, fotonů, rentgenového záření), které považujeme za užitečné signály, a celkové změně stavu plynu tvorbou iontů, excitovaných atomů a molekul. Plynné prostředí komory vzorku omezuje použití některých klasických detektorů, ale na druhou stranu rozšiřuje aplikační oblast elektronových mikroskopů použitím detektorů s jiným způsobem detekce. Navíc jak už bylo řečeno v kapitole 1, ionizované plyny kompenzují elektrický náboj, což umožňuje zkoumání nevodivých látek bez předchozích povrchových úprav. [5]

Vzájemné srážky primárního svazku elektronů a atomů, případně molekul, plynu se podílejí na tvorbě rozptylu, který výrazně ovlivňuje funkci přístroje. Pro správnou činnost mikroskopů ve vyšších tlacích se vytvářejí takové podmínky k pozorování, při kterých část primárního svazku zůstává v původní stopě i po průchodu plynem. Tato část svazku poté vytváří sekundární signály při interakci se vzorkem. [5]



Obr. 11: Vychýlení elektronu primárního svazku po srážce s plynným prostředím. [5]

Při jedné srážce je úhel vychýlení nebo ztráta energie vůči energii primárního elektronu velmi malá. To znamená, že při nízkém průměrném počtu srážek je malé výsledné odchylení elektronu z původní stopy svazku a délka dráhy elektronu je rovna tloušťce vrstvy plynu. Tuto skutečnost ukazuje Obr. 11 a rovnice 3. [5]

$$m = \frac{\sigma_T \cdot p \cdot d}{k \cdot T} \quad [-] \quad (3)$$

Kde: σ_T značí celkový záchytný průřez plynu (m^2), p je tlak (Pa), d je tloušťka vrstvy plynu, kterou elektron prochází (m), k je Boltzmanova konstanta (J.K-1) a T je absolutní teplota (K). Pravděpodobnost, že se elektron srazí s atomy (molekulami) plynu n -krát je dána Poissonovým rozdělením: [5]

$$P(x) = \frac{m^x \cdot e^{-m}}{x!} \quad (4)$$

S plynným prostředím za daných podmínek, které jsou dány průměrným počtem srážek m (-), neinteraguje e^{-m} elektronů. [5]

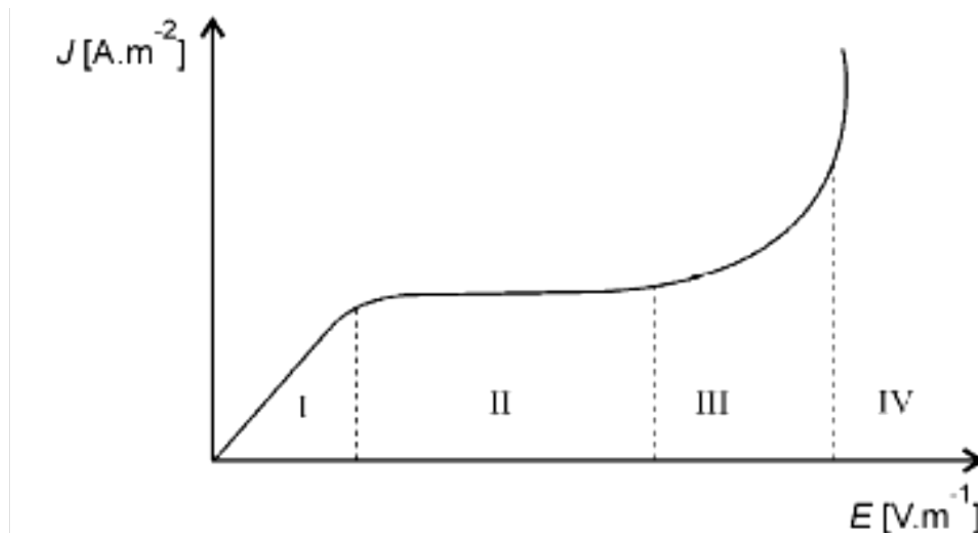
Elektrony tvořené primárním svazkem dopadající v původní stopě, tvoří v případě detekce elektronů užitečný signál podávající informace o pozorovaném vzorku. Rozptýlené elektrony přispívají k tvorbě pozadí signálu. [5]

3.1 Nárazová ionizace v plynech

Ionizace v plynech je děj, při kterém dochází ke štěpení atomu na elektron a kladný iont. Současně probíhá uvnitř plynu i děj opačný - rekombinace. [10]

Nachází-li se ionizovaný plyn v elektrickém poli mezi dvěma elektrodami, vzniká elektrický proud jako uspořádaný pohyb kladných iontů k uzemněné u vzorku katodě a elektronů ke kladně nabitě anodě. Elektrický proud v plynu, který se udržuje jen po dobu působení ionizátoru, se nazývá nesamostatný výboj. Jakmile přestane ionizátor působit, převládne rekombinace nad ionizací a elektrický proud zaniká. [10]

Je-li napětí malé, většina iontů zanikne rekombinací dříve, než dorazí na elektrody. V této fázi je počet elektronů, které předají svoje náboje elektrodám přímo úměrný napětí a platí tedy Ohmův zákon. S rostoucím napětím se pohyb elektronů zrychluje, až při určitém napětí jich převážná část nestačí rekombinovat a doletí k elektrodám. Plynem prochází nasycený proud, který se při dalším růstu napětí dlouho nemění. K dalšímu zvýšení proudu dochází až po překročení zápalného napětí. Příčinou zvýšení proudu je nárazová ionizace, kdy elektrony a ionty vzniklé ionizací narážejí při svém pohybu na neutrální molekuly, kterým předávají kinetickou energii získanou urychlením pomocí elektrického pole. Jsou-li urychleny dostatečně, mají takovou kinetickou energii, že jsou schopny nárazem na neutrální molekulu tuto molekulu ionizovat. Počet iontů tak lavinovitě narůstá a postupně nastává samostatný výboj, který je nezávislý na vnějším ionizátoru. Celý princip je vyobrazen na Obr. 12, kde první oblast je oblast Ohmova zákona, druhá je oblastí nasycení proudu, třetí je oblastí nárazové ionizace a čtvrtá je oblastí samostatného výboje. [10]

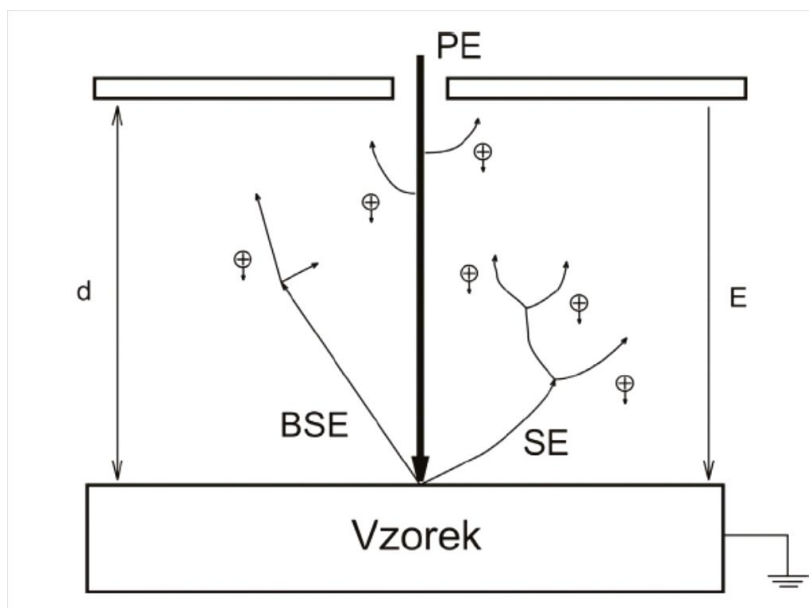


Obr. 12: Závislost proudové hustoty v plynu na intenzitě elektrického pole [10]

3.2 Princip činnosti ionizačního detektoru

Pro pochopení činnosti ionizačního detektoru (Obr. 13), můžeme vyjít z funkce deskového kondenzátoru. Vzorek je uzemněn a působí jako spodní elektroda deskového kondenzátoru. Svazek primárních elektronů (PE) vstupuje otvorem ve středu horní desky detektoru, který je na kladném potenciálu. Intenzita elektrického pole mezi horní deskou kondenzátoru a vzorkem je dostatečná, aby vytvořila podmínky pro nárazovou ionizaci v plynném prostředí komory vzorku. Při interakci primárního svazku elektronů se vzorkem dochází k emisi zpětně odražených elektronů (BSE) a sekundárních elektronů (SE) ze vzorku. Jako původní generační zdroje pro nárazovou ionizaci v plynu působí primární svazek elektronů, zpětně odražené elektrony a sekundární elektrony. [5]

Při nárazové ionizaci charakterizované prvním Townsendovým ionizačním činitelem dochází k lavinovému zesílení signálu z jednotlivých generačních zdrojů. Současně vznikají kladné ionty pohybující se směrem ke vzorku. Z jeho povrchu se uvolňují nové elektrony s pravděpodobností danou druhým Townsendovým ionizačním činitelem. Tyto nově generované elektrony se opět účastní procesu nárazové ionizace a přispívají k celkovému proudu elektronů a iontů. Kladné ionty na povrchu nevodivých vzorků kompenzují záporný elektrický náboj vznikající dopadem elektronového svazku. Elektrony generované v plynném prostředí nárazovou ionizací jsou zachyceny horní elektrodou. Signál je elektricky zesílen a přináší informaci o vzorku. [5]



Obr. 13: Princip činnosti ionizačního detektoru. E – intenzita elektrického pole ($V \cdot m^{-1}$), d - vzdálenost elektrod (m) [5]

3.3 Zesílení ionizačního detektoru

Elektrony obsažené v primárním svazku při svém pohybu mezi elektrodami deskového kondenzátoru (Obr. 13) vytvářejí proud generovaných elektronů (I_{GP}), přičemž zároveň dochází ke generaci stejného množství kladně nabitých iontů (I_{GP+}). Velikost proudu generovaných elektronů odpovídá velikosti proudu kladně nabitých iontů. Tuto skutečnost udává rovnice 5 [5].

$$I_{GP} = I_{GP+} = I_p \cdot S_p \cdot p \cdot k_d \quad [A] \quad (5)$$

Kde: I_p je proud primárních elektronů (A), S_p je ionizační účinnost primárních elektronů ($m^{-1}Pa^{-1}$), p je tlak (Pa), k_d je koeficient zpětné vazby zesílení ionizačního detektoru (m).

U sekundárních a zpětně odražených elektronů nastává obdobný děj, jako u primárního svazku. Poté proudy generovaných elektronů označujeme I_{GS} resp. I_{GZ} a těm odpovídá stejné množství kladných iontů I_{GS+} a I_{GZ+} , dle níže uvedených rovnic 6 a 7 [5].

$$I_{GS} = I_{GS+} = I_p \cdot \delta \cdot \alpha \cdot k_d \quad [A] \quad (6)$$

$$I_{GZ} = I_{GZ+} = I_p \cdot \eta \cdot S_z \cdot p \cdot k_d \cdot d' / d \quad [A] \quad (7)$$

Kde: I_p je proud primárních elektronů (A), α je 1. Townsendův ionizační činitel (m^{-1}), S_z je ionizační účinnost zpětně odražených elektronů ($m^{-1}Pa^{-1}$), η je koeficient emise zpětně odražených elektronů (-), δ je koeficient emise sekundárních elektronů (-), p je tlak (Pa), d je vzdálenost elektrod deskového kondenzátoru (m), d' je střední dráha BSE v deskovém kondenzátoru (m), a k je koeficient zpětné vazby zesílení ionizačního detektoru (m), který se dá vyjádřit rovnicí 8 [5].

$$k_d = \frac{\exp(\alpha \cdot d) - 1}{\alpha [1 - \beta (\exp(\alpha \cdot d) - 1)]} \quad [-] \quad (8)$$

Kde: α je 1. Townsendův ionizační činitel (m^{-1}), β je 2. Townsendův ionizační činitel (-), d je vzdálenost mezi elektrodami deskového kondenzátoru (m).

Celkové zesílení ionizačního detektoru se dá potom vyjádřit jako [5]:

$$Z = \frac{I_{GP} + I_{GS} + I_{GZ}}{I_P} \quad [-] \quad (9)$$

Kde: I_P je proud primárních elektronů (A), I_{GP} je proud elektronů generovaných primárním svazkem (A), I_{GS} je proud elektronů generovaných sekundárními elektrony (A), I_{GZ} je proud elektronů generovaných zpětně odraženými elektrony (A).

Sekundární elektrony, které jsou emitovány, nemají dostatečnou energii k tvorbě nárazové ionizace, proto se jim musí energie dodat, tzn. urychlit je elektrostatickým polem. S tím souvisí vzdálenost z_0 nad zkoumaným vzorkem, od které jsou sekundární elektrony schopné ionizovat plyny. [2], [5]

$$z_0 = \frac{(E_i - \overline{E_{SE}}) \cdot d}{e \cdot U} \quad [-] \quad (10)$$

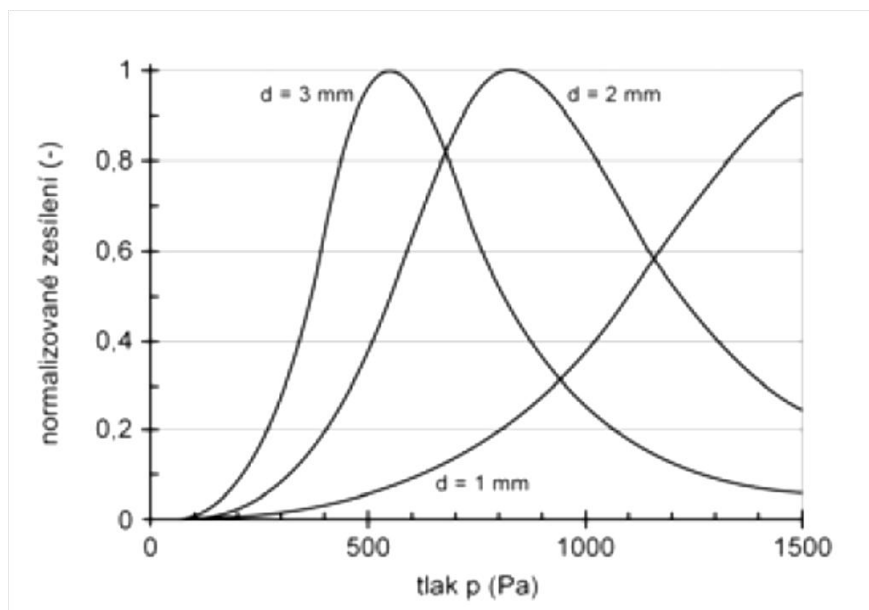
Kde: $\overline{E_{SE}}$ je průměrná energie sekundárních elektronů (eV)

E_i – ionizační energie plynu (eV)

e – elementární náboj (C)

U – napětí na anodě detektoru (V)

d – vzdálenost mezi vzorkem a detektorem (m)

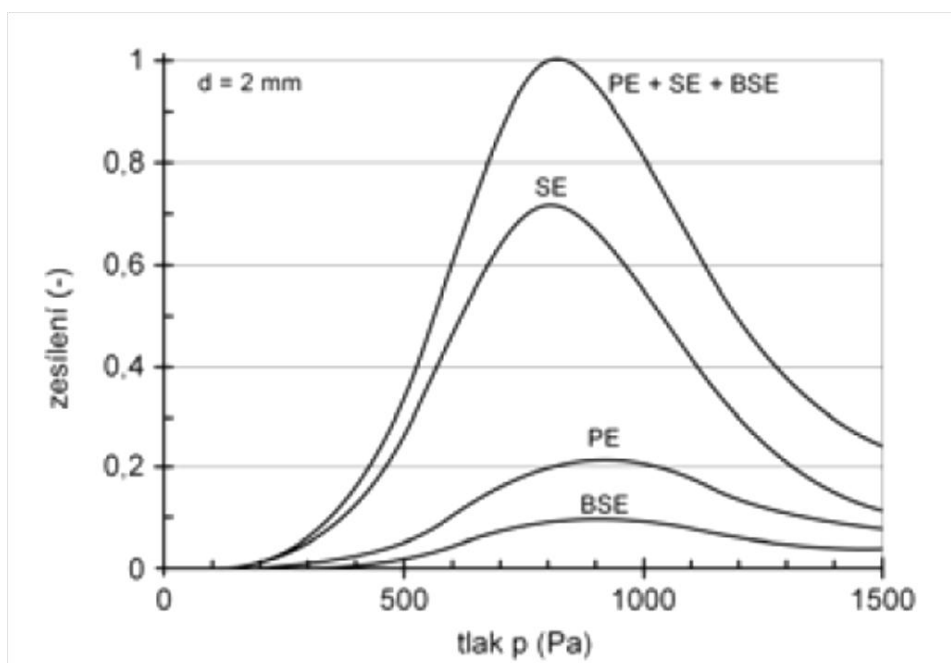


Obr. 14: Závislost zesílení na tlaku pro pracovní vzdálenosti vzorku 1, 2 a 3 mm pro vzorek zlata v prostředí vodních par [5]

Na Obr. 14 můžeme vidět hlavní parametry, které nejvíce ovlivňují zesílení ionizačního detektoru. Za tyto parametry považujeme vzdálenost mezi vzorkem a detektorem a tlak plynu v komoře.

3.4 Potlačení vlivu BSE s použitím segmentového ionizačního detektoru

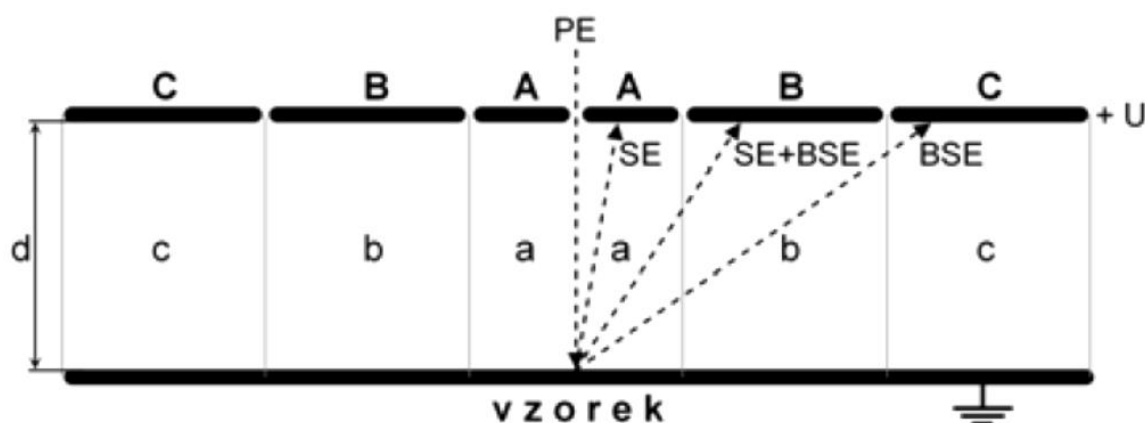
Při detekci sekundárních signálů pomocí ionizačního detektoru jsou zesilovány signály BSE, SE a elektrony primárního svazku, což je patrné na Obr. 15.



Obr. 15: Příspěvky SE, BSE a primárních elektronů k celkovému zesílení v závislosti na tlaku. Vzorek je zlato, vzdálenost elektrod 2 mm a plynným prostředím jsou vodní páry. [5]

Sekundární elektrony nesou hlavní informaci o topografii povrchu, naproti tomu zpětně odražené elektrony nám dávají informace o složení vzorku. To znamená, že při detekci SE a BSE se získá výsledný obraz tvořící informace o topografii a materiálovém složení. U některých pozorování je však žádoucí jenom topografie povrchu, jako v případech, kde je potřeba vysoké rozlišení, tak u jiných měření je žádoucí jen materiálové složení. Pro tento případ lze využít vhodné uspořádání ionizačního detektoru, kterým lze potlačit určité signály. [2], [5]

Rozdělením horní části ionizačního detektoru na několik mezikruží, které budou tvořit několik samostatných elektrod, lze ovlivnit podíl SE a BSE na výsledné informaci o obrazu signálu. Jednotlivé segmenty detektoru lze pak různě využít jako detekční elektrody s určitou úrovní podílu SE a BSE v detekovaném signálu nebo okolní elektrody, které umožňují změnu zesílení výsledného signálu. Při detekci signálu je možné upřednostnit signál SE před BSE a naopak. Schéma popisující jednotlivé podíly detekovaných signálů na různých elektrodách je vidět na Obr. 16. [2], [5]

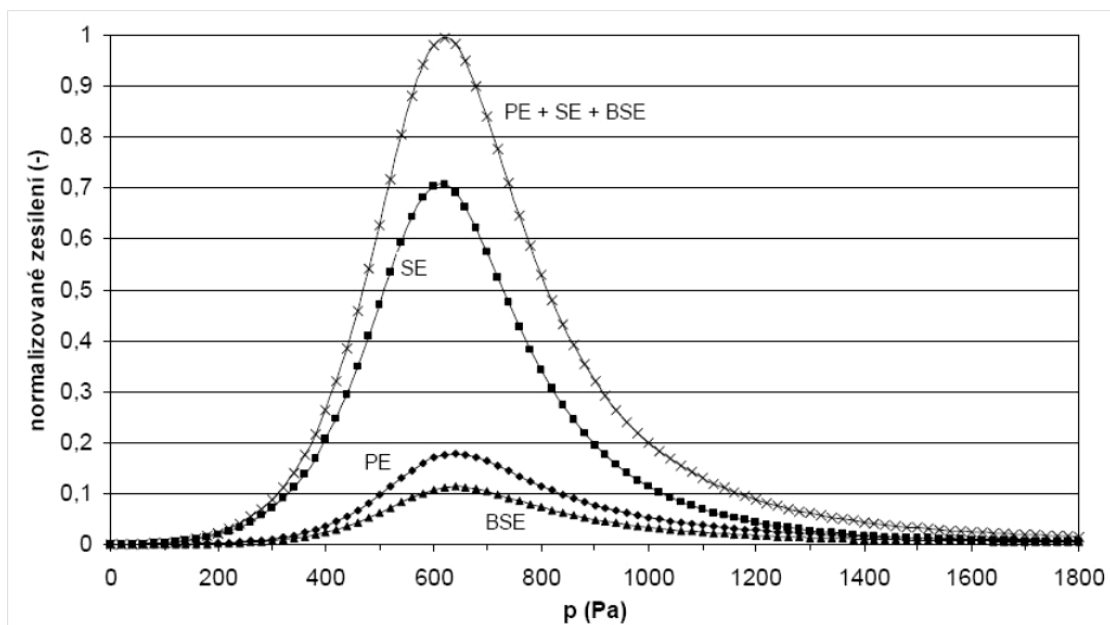


Obr. 16: Schematické uspořádání děleného elektrodového systému ionizačního detektoru, A, B, C – Elektrody tvaru mezikruží, d – vzdálenost mezi ID a vzorkem [5]

Pro použití ionizačního detektoru pro vysoké rozlišení s vysokým podílem SE je nejvhodnější zapojení s detekční elektrodou A, ostatní elektrody v zapojení jako okolní elektrody. Naopak pro zapojení ve stavu sběru informací o materiálovém složení je třeba použít elektrodu C jako detekční. [2], [5]

3.5 Příspěvky SE, BSE a PE k celkovému zesílení ID

Jak už bylo řečeno v kapitole 3.4, je celkové zesílení signálu u ionizačního detektoru dáno součtem tří hlavních zesilovaných složek emitovaných signálů. Hlavní složku tvoří sekundární elektrony s největším vlivem na velikost výsledného signálu. Primární svazek elektronů má výrazně nižší příspěvek k celkovému signálu, nejméně výraznou složku tvoří zpětně odražené elektrony. Všechny příspěvky jednotlivých složek emitovaných signálů k výslednému zesílení detekovaného signálu jsou vidět na Obr. 17. [6]

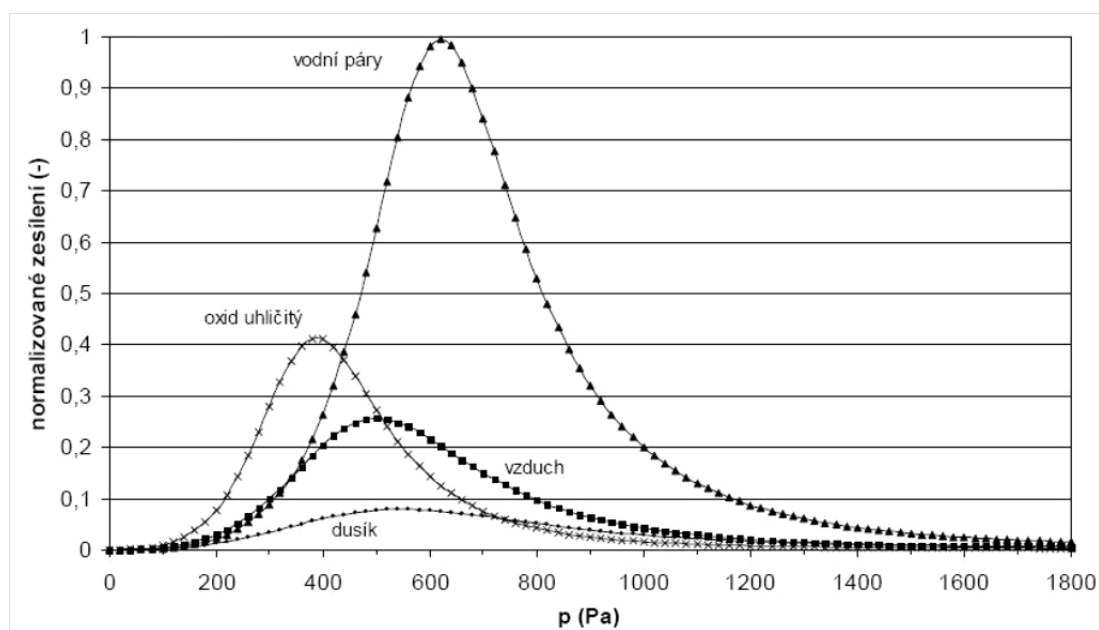


Obr. 17: Závislost normalizovaného zesílení na tlaku s uvedením jednotlivých příspěvků k celkovému detekovanému signálu. Napětí na ionizačním detektoru bylo 400 V a urychlovací napětí 20 keV. [6]

3.1 Vliv různých pracovních plynů na zesílení

Každý pracovní plyn, který se používá pro práci s ESEM v komoře vzorku, má jiný vliv na zesílení ionizačního detektoru. Pro běžné aplikace je nejvhodnější používat vodní páry či vzduch. Vodní páry disponují větším zesílením signálu v procesu nárazové ionizace a možností použití vyšších napětí na elektrodách detektoru. [6]

Jednotlivé plyny se liší nejen velikostí zesílení, ale i hodnotou tlaku pro maximální zesílení, což je patrné na Obr. 18.

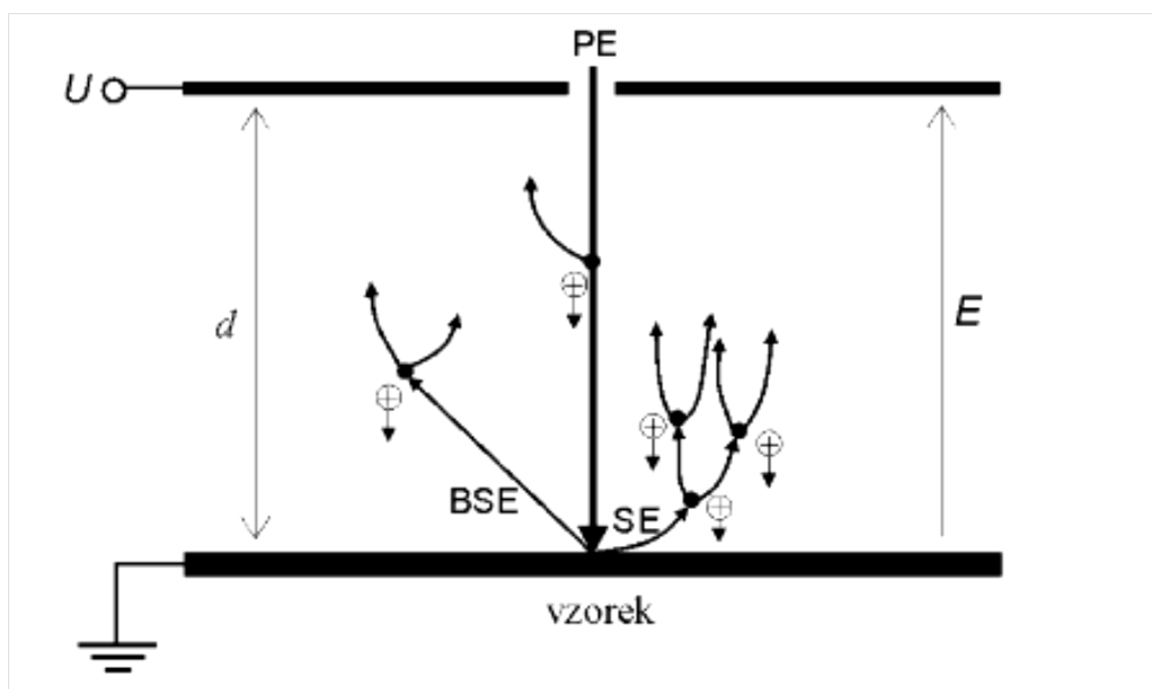


Obr. 18: Závislost normalizovaného zesílení na tlaku různých plynů pro pracovní vzdálenost 4 mm mezi detektorem a vzorkem při urychlovacím napětí 20 keV, napětí na ID 400 V. [6]

3.2 Druhy ionizačních detektorů

3.2.1 Deskový ionizační detektor – Gaseous Detector Device (GDD)

Deskový ionizační detektor byl vůbec prvním detektorem, který dokázal využít principu nárazové ionizace v plynu v elektrostatickém poli environmentálního elektronového mikroskopu mezi vzorkem a elektrodou detektoru. Za vývojem detektoru stojí G. D. Danilatos. Detektor je složen z jedné nebo více elektrod, které jsou ve tvaru kruhu s připojeným potenciálem řádově až několik stovek voltů, naopak vzorek je připojen k potenciálu země. Princip činnosti detektoru zachycuje Obr. 19. [3] [5]

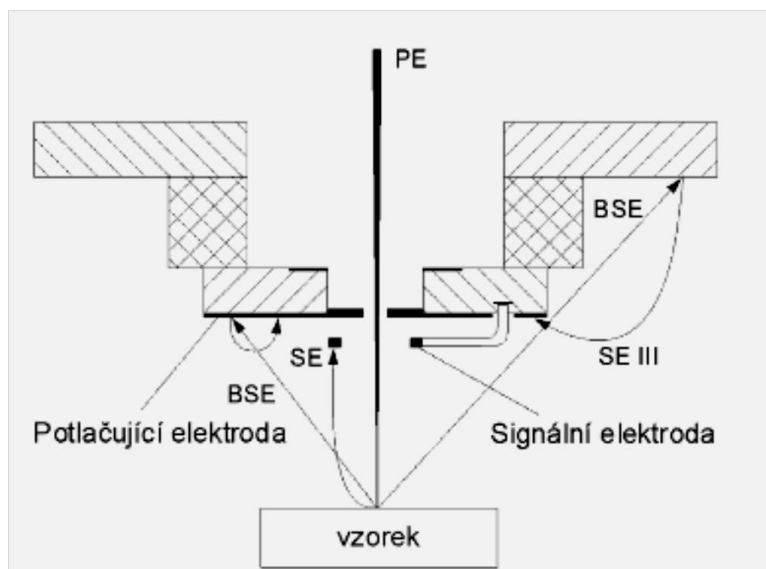


Obr. 19: Principiální schéma deskového ionizačního detektoru (GDD) [5]

Kde: U je napětí na detektoru, d je vzdálenost elektrod od vzorku a E je intenzita elektrického pole.

3.2.2 Ionizační detektor sekundárních elektronů – Gaseous Secondary Electron Detector (GSED)

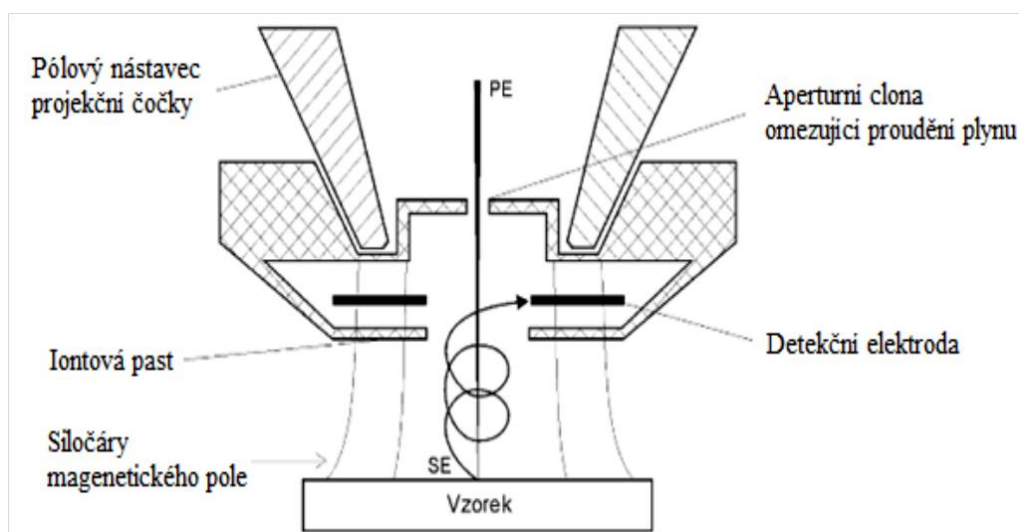
Ionizační detektor sekundárních elektronů, který je zobrazen na Obr. 20, využívá podobný princip funkce jako detektor GDD. Rozdíl je v odlišně navrženém uspořádání elektrod detektoru, tak aby se největší možnou měrou eliminovaly složky jiných sekundárních signálů než sekundární elektrony. Hlavní složkou těchto signálů jsou zpětně odražené elektrony, které je důležité potlačit. O detektor se zasloužil Knowless. Pod pólový nástavec projekční čočky se umístí potlačující elektroda, pod kterou je vložena elektroda detekující signál (signální elektroda). Obě elektrody jsou napájeny takovým napětím, aby tvořily dostatečně vhodné detekční elektrické pole. Potlačující elektroda má slabší elektrické pole a je dále od vzorku, sbírá převážně zpětně odražené elektrony a jejich produkty. Signální elektroda je umístěna blíže ke vzorku než potlačující elektroda a má silné elektrické pole, které způsobuje přitahování většího podílu sekundárních elektronů. [3] [5]



Obr. 20: Principiální schéma detektoru GSED [5]

3.2.3 Detektor Helix (HD)

Detektor Helix je ionizační detektor, který využívá magnetického pole imerzní čočky. Princip detektoru Helix je vidět na Obr. 21. Sekundární elektrony jsou přitahovány detekční elektrodou, která je napájena napětím řádově stovky voltů. Působení magnetického pole způsobí pohyb elektronů po spirálovité dráze, čímž dochází k prodloužení jejich dráhy v plynném prostředí komory vzorku. Výhodou prodloužení dráhy sekundárních elektronů je možnost umístění vzorku blíže k detekční elektrodě a zároveň snížení tlaku v komoře vzorku, aniž se změní počet ionizačních srážek. Vzorek umístěný blíže k aperturní cloně zabraňující proudění plynu a nižší tlak v komoře vzorku se podílejí na snížení rozptylu primárního svazku při průchodu plynným prostředím komory vzorku, čímž se zvýší rozlišení v obraze zkoumaného vzorku. Detektor má také jednu negativní stránku a to, že při prodloužení dráhy sekundárních elektronů dochází k vytváření většího množství kladných iontů. Tento problém řeší regulovatelná iontová past, která zachytává přebytečné kladné ionty. Detektor Helix je hojně využíván v environmentálních mikroskopech společnosti FEI. [3]



Obr. 21: Principiální schéma detektoru Helix [9]

4 Napěťový kontrast

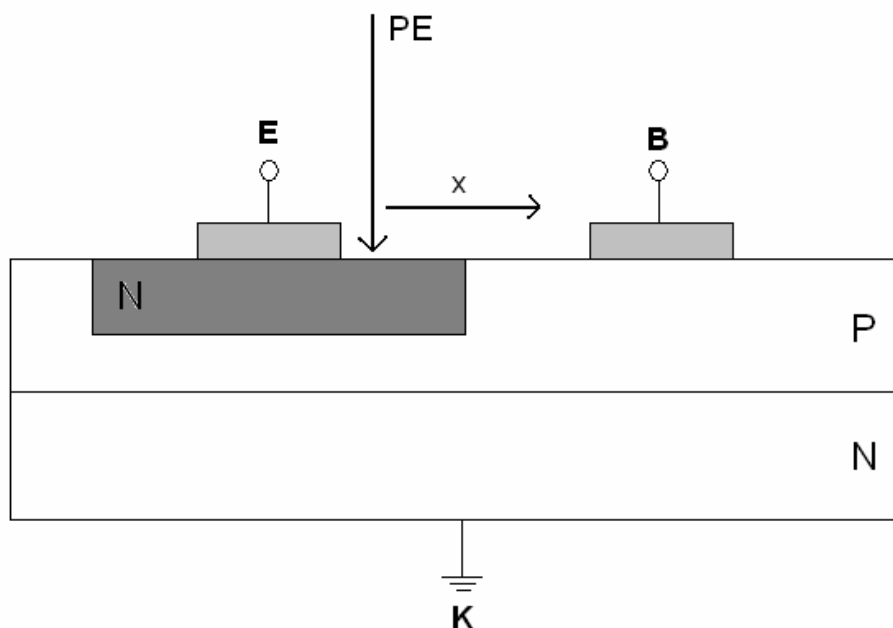
Metoda napěťového kontrastu je typická pro detekci sekundárních elektronů a vyznačuje možností zobrazení elektrických potenciálů na povrchu vzorku. Vzhledem k vysoké energii zpětně odražených elektronů se v jejich dráze neprojevuje. Pro napěťový kontrast platí, že v místech na vzorku s kladným potenciálem je nižší úroveň signálu sekundárních elektronů, což se projeví tmavým obrazem daného místa. Naproti tomu místa se záporným potenciálem se v obraze sekundárních elektronů jeví jako světlá. [1], [7]

Pro vznik napěťového kontrastu je důležitá přítomnost elektrického pole, jehož složky působí na dráhy sekundárních elektronů. Rovnoběžná složka elektrického pole s povrchem polovodiče mění směr pohybu SE, naproti tomu kolmá složka mění velikost energie SE. [1], [7]

Pro místa s kladným potenciálem se uplatňuje opětovné přitažení emitovaných SE zpět. V místech se záporným potenciálem dochází k urychlení emitovaných SE. Hlavním rušícím elementem napěťového kontrastu je topografický kontrast. [1], [7]

Další problémy při pozorování napěťového kontrastu jsou způsobeny přítomností izolantů ve vzorku a zapouzdření vzorků, neboť způsobují nabíjecí jevy. U environmentální rastrovací elektronové mikroskopie tyto problémy odpadají, neboť nabíjecí jevy zde nevznikají. [1], [7]

Metoda napěťového kontrastu se často využívá pro studium a diagnostiku polovodičových materiálů a součástek. Uspořádání tranzistoru pro měření napěťového kontrastu je vidět na Obr. 22, přechod emitor báze musí být vnějším napětím orientován v závěrném směru. Pozorování napěťového kontrastu je i důkazem detekce sekundárních elektronů. [1], [7]



Obr. 22: Uspořádání tranzistoru pro měření napěťového kontrastu [1]

5 Experimentální část

5.1 Cíle experimentů

Hlavní cíle experimentální části byly dva. Prvním bylo zjistit změny úrovně signálu v závislosti na tlaku vodních par v komoře vzorku mikroskopu, pro dvě vzdálenosti vzorku od ionizačního detektoru a při různých napětích přivedených na elektrodový systém detektoru. Druhým cílem bylo ověřit možnost potlačení signálu BSE na segmentovém ionizačním detektoru vhodným zapojením jednotlivých elektrod.

5.2 Popis pracoviště

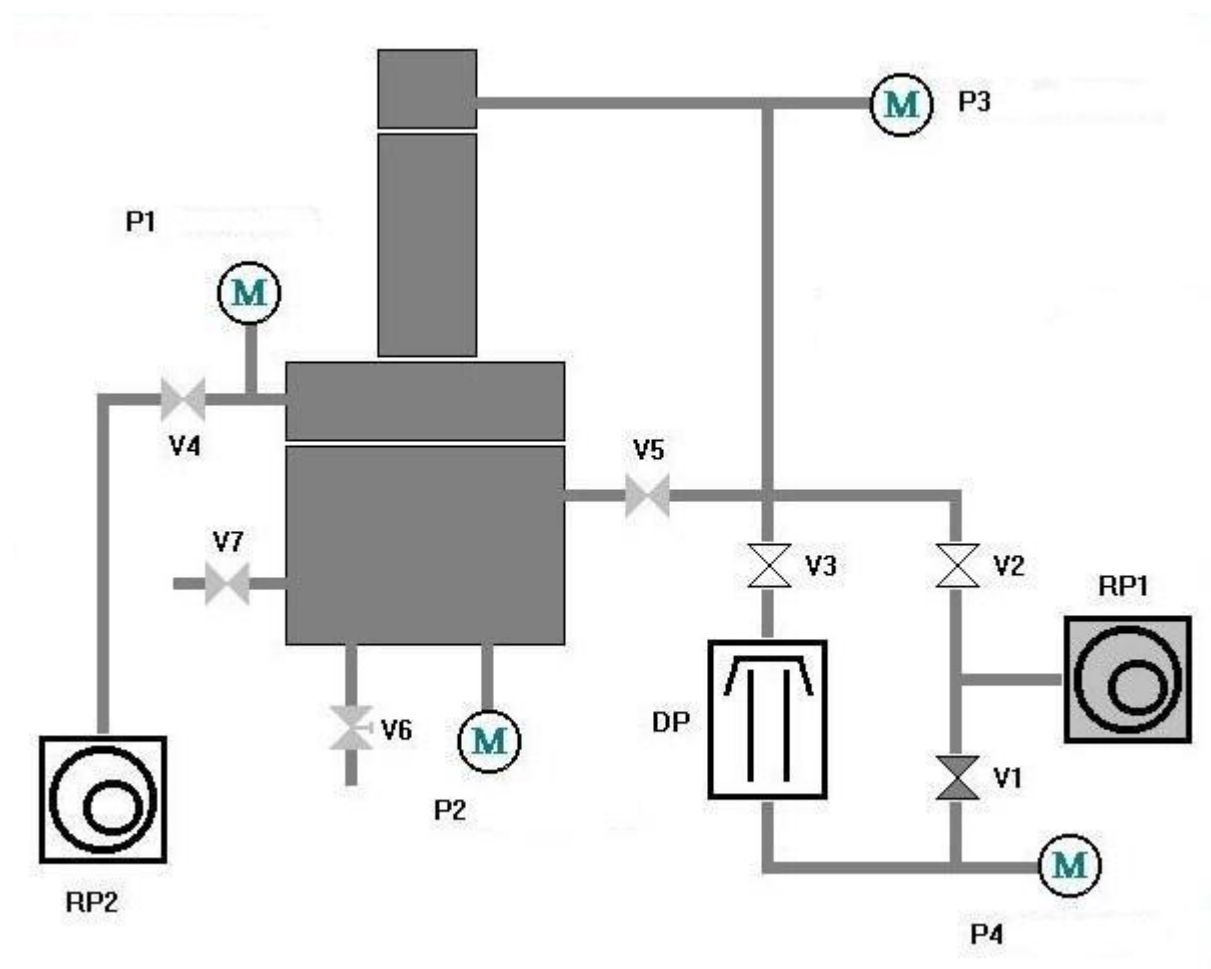
Při měření byl použit environmentální rastrovací elektronový mikroskop typu Aquasem I od firmy Tescan Brno umístěný v laboratoři na Ústavu přístrojové techniky AV v Brně. Mikroskop používá scintilační detektor a ionizační segmentový detektor, zdrojem elektronů je přímo žhavená wolframová katoda. Pro urychlení primárního svazku elektronů používá urychlovací napětí v rozmezí od 5 kV do 20 kV. Mikroskop pracuje s rozlišením až 9 nm a zvětšením až 100 000x. Dalšími částmi vybavení je počítač s příslušným softwarem ovládající mikroskop. Dva stabilizované zdroje napětí sloužily v průběhu experimentů k přivedení napětí na okolní elektrodu a sledovaný PN přechod bipolárního tranzistoru. Pracoviště s environmentálním rastrovacím elektronovým mikroskopem je zobrazen na Obr. 23.



Obr. 23: Pracoviště s environmentálním rastrovacím elektronovým mikroskopem typu Aquasem I od firmy Tescan [7]

5.3 Ovládání vakuového systému mikroskopu

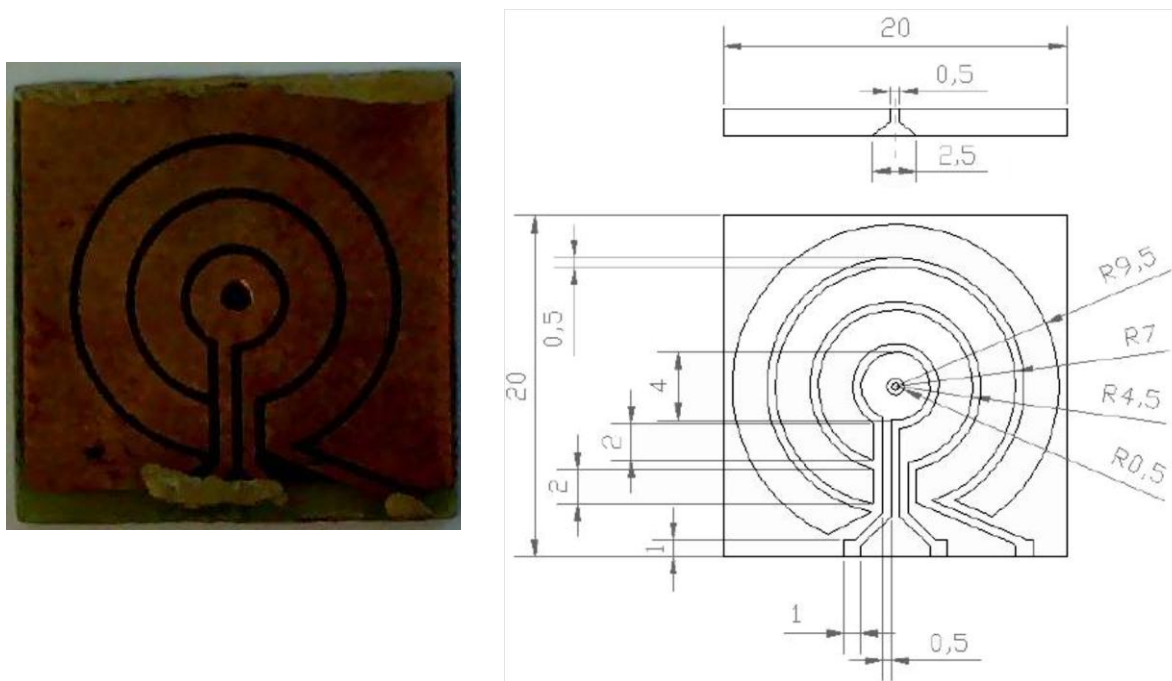
Na Obr. 24 je znázorněno schéma vakuového systému mikroskopu Aquasem I. Čerpání mikroskopu je zajištěno pomocí dvou rotačních vývěv RP1 a RP2 a difuzní vývěvy DP. Diferenciální systém čerpání mikroskopu umožňuje dosáhnout požadovaného vakua pro přímo žhavenou katodu 10^{-3} Pa a zároveň pracovního tlaku v komoře vzorku mikroskopu až 2000 Pa. Při experimentech se v komoře vzorku pracovalo v prostředí vodních nasycených par při tlaku 100 až 1000 Pa. Vodní páry jsou do komory vzorku přiváděny pomocí jehlového ventilu V6 z nádoby s destilovanou vodou. Aby bylo dosaženo prostředí nasycených vodních par, bylo třeba provést úvodní cyklování pouštěním vodních par do komory vzorku na hodnotu 1000 Pa a poté uzavřít jehlový ventil a nechat odsát vodní páry na hodnotu kolem 200 Pa. Tento děj se musel nejméně 6 krát opakovat. Ventily V1 až V5, V7 jsou vakuové ventily. P1 až P4 jsou tlaková čidla.



Obr. 24: Schéma vakuového systému ESEM Aquasem Proxima

5.4 Použitý elektrodový systém ionizačního detektoru

V experimentální části byl použit segmentový elektrodový systém ionizačního detektoru s uspořádáním čtyř oddělených elektrod, jak je vidět na Obr. 25 i s nákresem a rozměry. Při vlastním měření bylo použito třech kombinací zapojení elektrod pro měření. Při prvním měření byly 3 vnitřní elektrody spojeny stříbrnou pastou a použity jako detekční elektroda a vnější elektroda použita jako okolní elektroda.

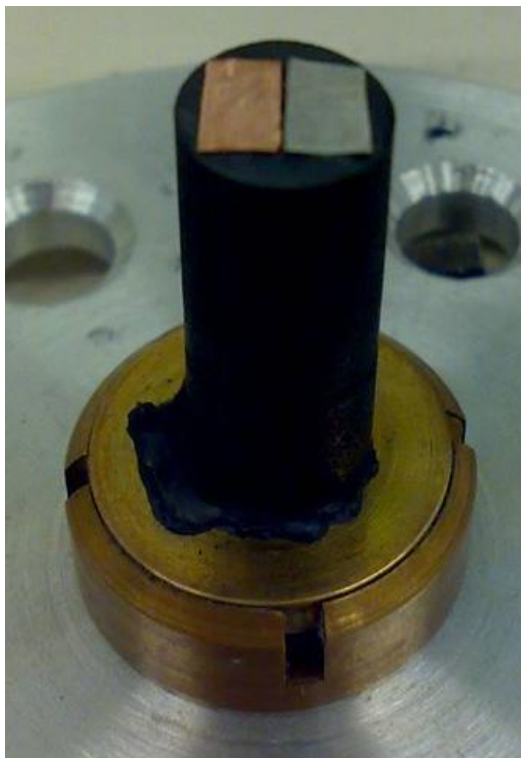


Obr. 25: Použitý ionizační detektor (vlevo), nákras ionizačního detektoru v milimetrech (vpravo) [2]

Při druhém a třetím měření se postupně ubíraly vnitřní elektrody jako detekční a propojovaly se s vnější elektrodou. Horní plocha detektoru se uzemnila. Detekční elektroda, ze které byl signál veden k předzesilovači, byla připojena na napětí 350 V. Okolní elektroda byla připojena na stabilizovaný zdroj napětí, jehož velikost se měnila od 0 do 350 V, případně byla okolní elektroda uzemněna resp. nezapojena.

5.5 Vzorek pro měření velikosti zesílení

Pro měření velikosti zesílení byl použit vzorek ve tvaru uhlíkového válečku o průměru 8 mm s otvorem uprostřed o průměru 500 μm a hloubce 10 mm. Na okraje otvoru byly přilepeny uhlíkovou pastou fólie platiny a mědi o tloušťce 50 μm . Vzorek je možné vidět na Obr. 26.



Obr. 26: Vzorek pro měření zesílení signálu. Uhlíkový váleček o průměru 8 mm s otvorem o průměru 500 μm a hloubkou 10 mm, vlevo fólie mědi, vpravo fólie platiny.

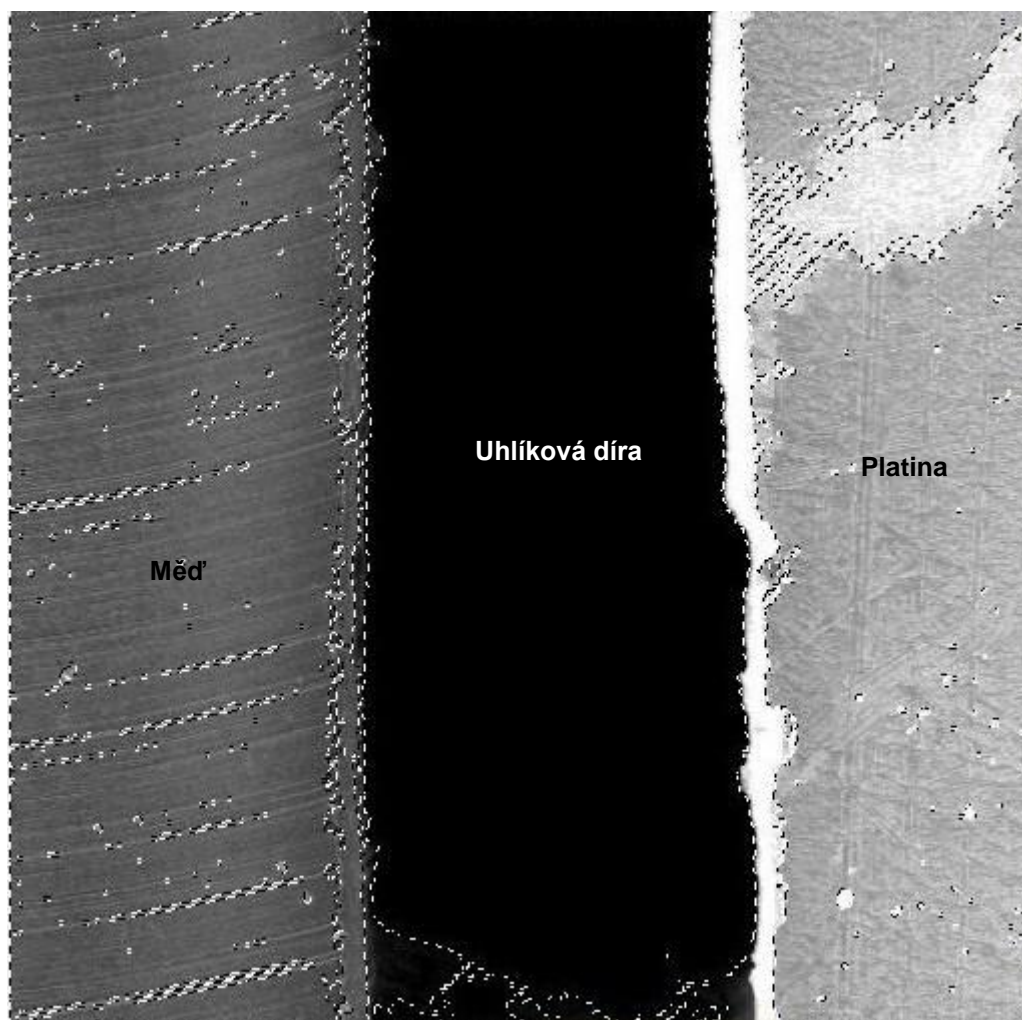
5.6 Měření proudu primárního svazku

Před každým měřením se měřil a nastavoval proud primárního svazku elektronů změnou nastavení kondenzorových čoček. Vzorek se připojil na pikoampérmetr. Pro omezení srážek primárních elektronů s atomy a molekulami vzduchu se snížil tlak v komoře vzorku na 50 Pa, tím se docílilo průchodu co největší části elektronů primárního svazku ke vzorku. Svazek primárních elektronů se zaostřil do otvoru uhlíkového válečku, zvětšení se nastavilo na 10 000x. Změnou buzení kondenzorových čoček se nastavil proud primárního svazku na hodnotu 50 pA, která se udržovala v průběhu všech experimentů konstantní.

5.7 Měřicí metoda velikosti zesílení signálu

Pro měření, které probíhalo v komoře vzorku v prostředí nasycených vodních par, byl použit již zmíněný uhlíkový vzorek s platinou a mědí. Při experimentu se pozorovala změna velikosti signálu z platiny i mědi, při změně tlaku, vzdálenosti vzorku od detektoru a pro různá napětí na okolní elektrodě. Pro orientační stanovení velikosti byla použita funkce LINESCAN, která zobrazuje velikost signálu při pohybu elektronového paprsku po přímce na povrchu vzorku.

Hlavní použitou metodou bylo stanovení velikosti signálu z úrovně šedi, které se provádí z uložených obrazů vzorku z mikroskopu. Samotné měření probíhalo v krocích po sto Pa od 100 do 1000 Pa při zvětšení 600x. Dále se měnilo napětí na okolní elektrodě od 0 do 350V, vzdálenost vzorku od detektoru byla 3 a 4 mm.



Obr. 27: Vzorek uhlíkového válečku s uhlíkovou dírou, fólií Cu a Pt s vyznačenými oblastmi k odečítání úrovně šedi při zvětšení 600x

Při odečítání úrovně šedi z obrazu vzorku byly vymezeny oblasti na folii mědi, platiny a v uhlíkovém otvoru viz. Obr. 27. Mikroskop obrazy zaznamenává v 256 úrovních šedi, které odpovídají velikostem detekovaného signálu. Vyhodnocení úrovně šedi bylo provedeno v programu GIMP 2.8 pomocí funkce histogramu.

Samotné vyhodnocení signálu z mědi i platiny bylo provedeno odečtením signálu (úrovně šedé) z otvoru uhlíku od signálu (úrovně šedé) z Pt a Cu, jak to popisují následující rovnice.

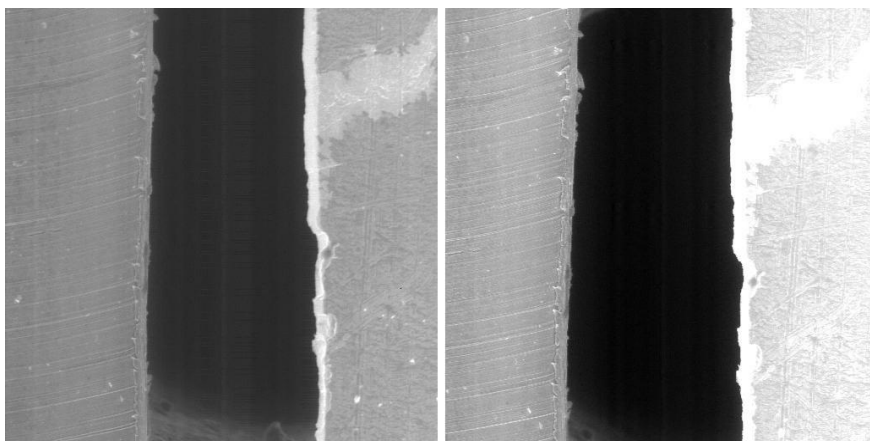
$$S_1 = S_{Pt} - S_0 \quad (11)$$

$$S_2 = S_{Cu} - S_0 \quad (12)$$

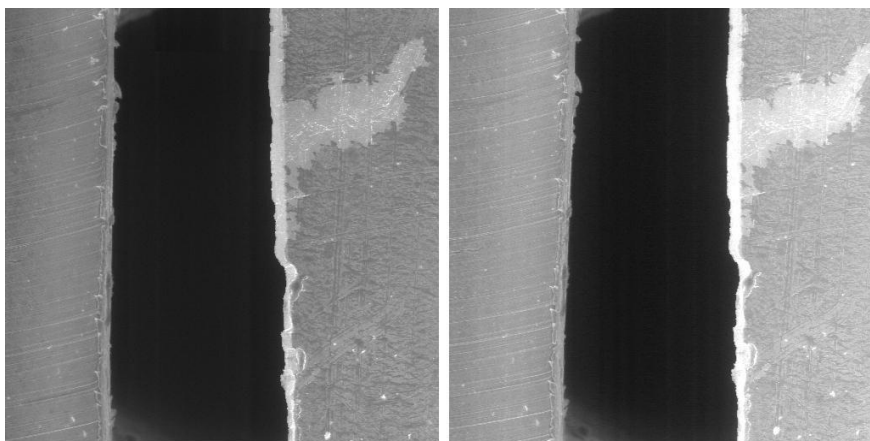
Kde S_1 a S_2 jsou výsledné signály z platiny a mědi, S_0 je signál z uhlíkového otvoru, S_{Pt} a S_{Cu} jsou signály z platiny a mědi odečtené z úrovně šedi.

Jak už bylo zmíněno, měření bylo prováděno pro přivedené napětí 350V na detekční elektrodu a pro napětí na okolní elektrodě 50, 150, 250, 350V. Tato měření byla doplněna uzemněním, při kterém byla okolní elektroda uzemněna, resp. nebyla nikam připojena (volný potenciál). Nejvyšší přivedené napětí na okolní elektrodě bylo 350V. Vyšší napětí nebylo možné použít, protože by okolní elektroda odsávala sekundární elektrony. Po celou dobu měření se používalo urychlovací napětí elektronového svazku 20kV.

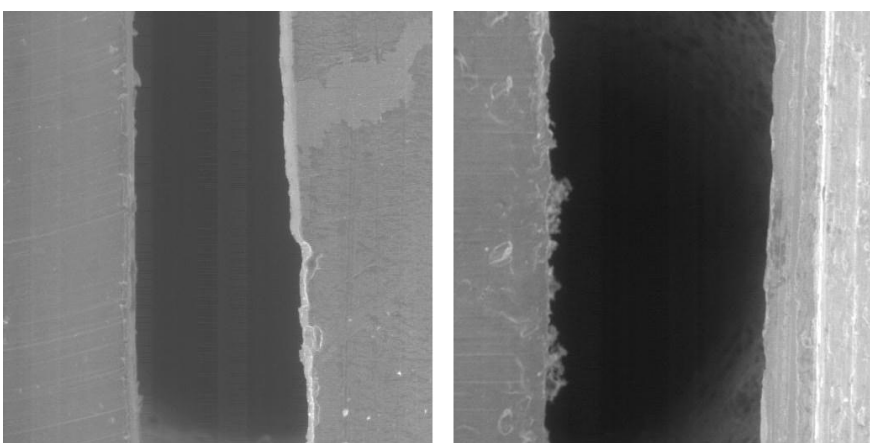
Na obrázcích Obr. 28, Obr. 29, Obr. 30 jsou zobrazeny snímky vzorku při tlaku 500 Pa, napětí na okolní elektrodě 50 V, napětí na detekční elektrodě 350 V. Pracovní vzdálenost vzorku byla 3 a 4 mm. Snímky se liší zapojením elektrod segmentového detektoru.



Obr. 28: Snímek sledovaného vzorku detekovaný při zapojení 3 vnitřních elektrod jako elektroda detekční. Proud PE 50 pA, urychlovací napětí PE 20 keV, napětí na detekční elektrodě 350 V a na okolní elektrodě 50 V, zvětšení 600x, tlak 500 Pa. (vlevo) pracovní vzdálenost vzorku 3 mm, (vpravo) pracovní vzdálenost vzorku 4 mm

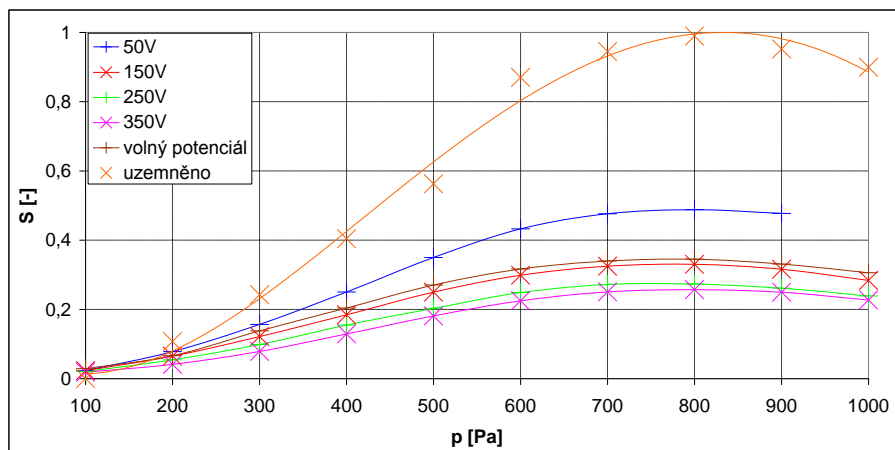


Obr. 29: Snímek sledovaného vzorku detekovaný při zapojení 2 vnitřních elektrod jako elektroda detekční. Proud PE 50 pA, urychlovací napětí PE 20 keV, napětí na detekční elektrodě 350 V a na okolní elektrodě 50 V, zvětšení 600x, tlak 500 Pa. (vlevo) pracovní vzdálenost vzorku 3 mm, (vpravo) pracovní vzdálenost vzorku 4 mm

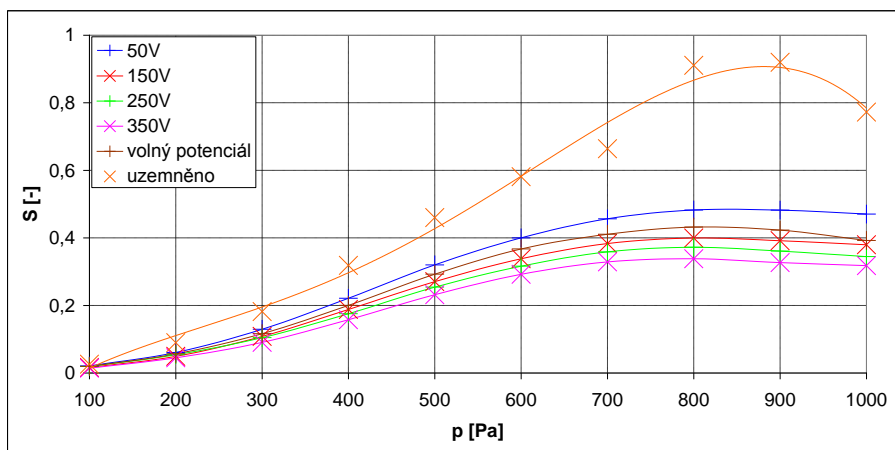


Obr. 30: Snímek sledovaného vzorku detekovaný při zapojení 1 vnitřní elektrody jako elektroda detekční. Proud PE 50 pA, urychlovací napětí PE 20 keV, napětí na detekční elektrodě 350 V a na okolní elektrodě 50 V, zvětšení 600x, tlak 500 Pa. (vlevo) pracovní vzdálenost vzorku 3 mm, (vpravo) pracovní vzdálenost vzorku 4 mm

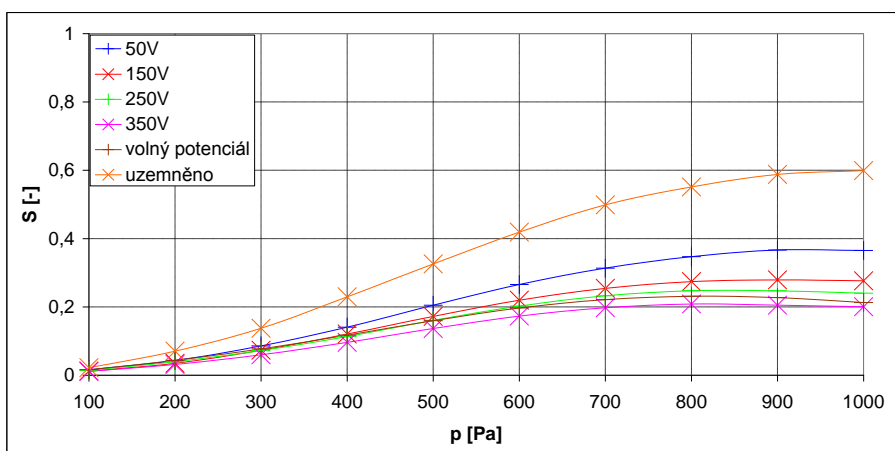
5.7.1 Výsledky měření velikosti signálu z platiny



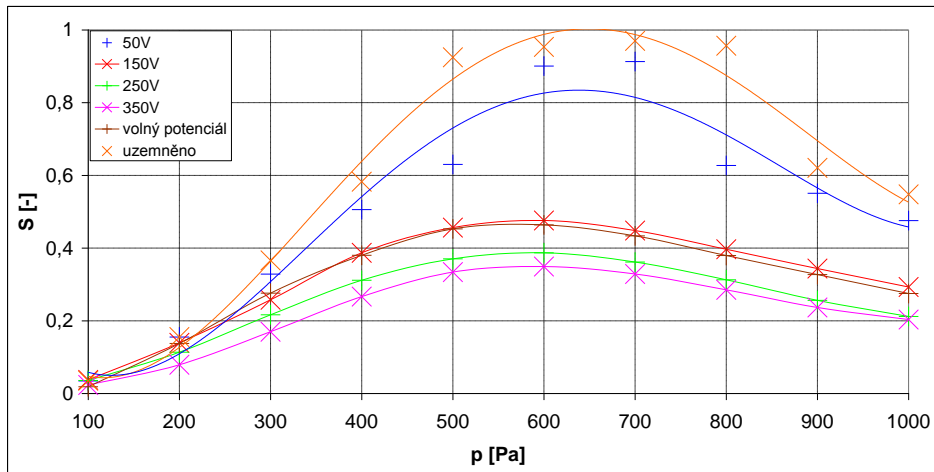
Obr. 31: Závislosti velikosti signálu z Pt na tlaku vodních par v komoře vzorku pro pracovní vzdálenost vzorku 3 mm při různých napětích a zapojení okolní elektrody. 3 vnitřní elektrody tvoří detekční elektrodu.



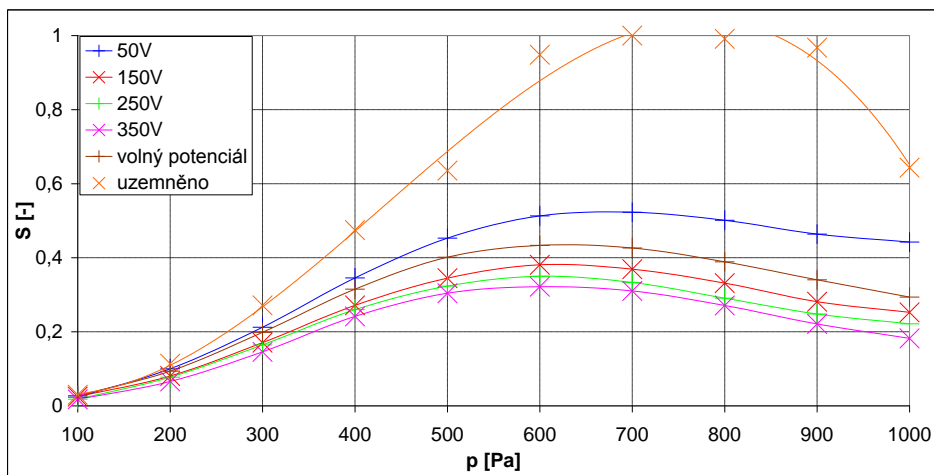
Obr. 32: Závislosti velikosti signálu z Pt na tlaku vodních par v komoře vzorku pro pracovní vzdálenost vzorku 3 mm při různých napětích a zapojení okolní elektrody. 2 vnitřní elektrody tvoří detekční elektrodu.



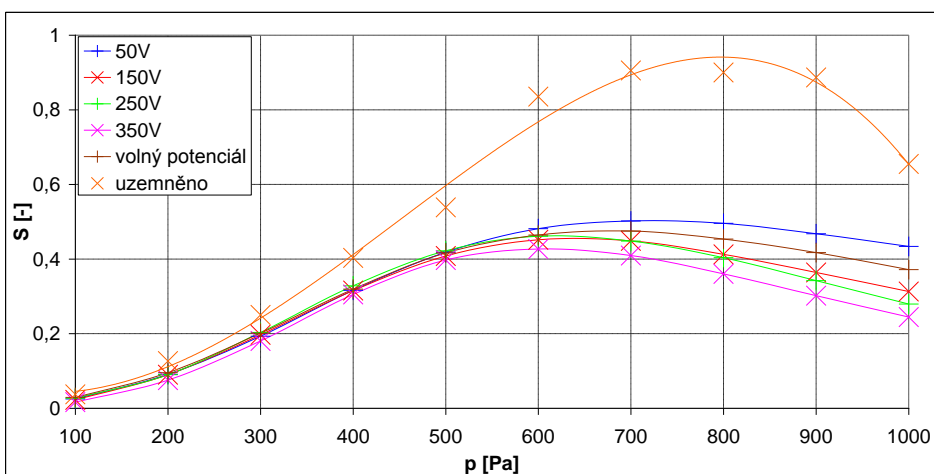
Obr. 33: Závislosti velikosti signálu z Pt na tlaku vodních par v komoře vzorku pro pracovní vzdálenost vzorku 3 mm při různých napětích a zapojení okolní elektrody. 1 vnitřní elektroda tvoří detekční elektrodu.



Obr. 34: Závislosti velikosti signálu z Pt na tlaku vodních par v komoře vzorku pro pracovní vzdálenost vzorku 4 mm při různých napětích a zapojení okolní elektrody. 3 vnitřní elektrody tvoří detekční elektrodu.

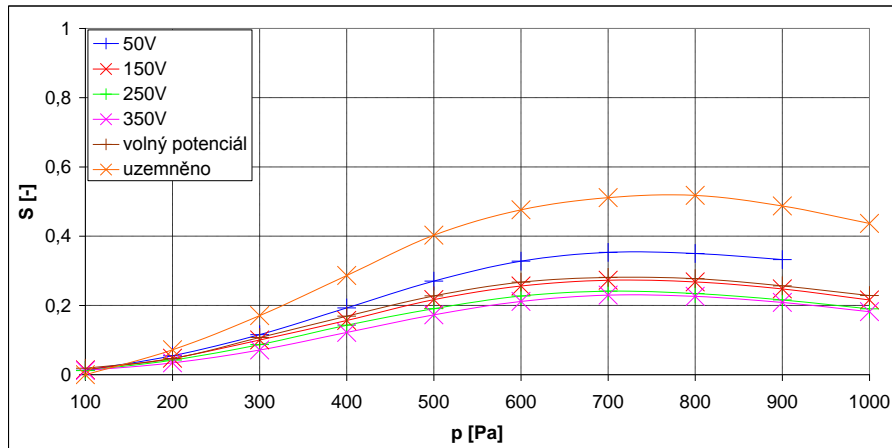


Obr. 35: Závislosti velikosti signálu z Pt na tlaku vodních par v komoře vzorku pro pracovní vzdálenost vzorku 4 mm při různých napětích a zapojení okolní elektrody. 2 vnitřní elektrody tvoří detekční elektrodu.

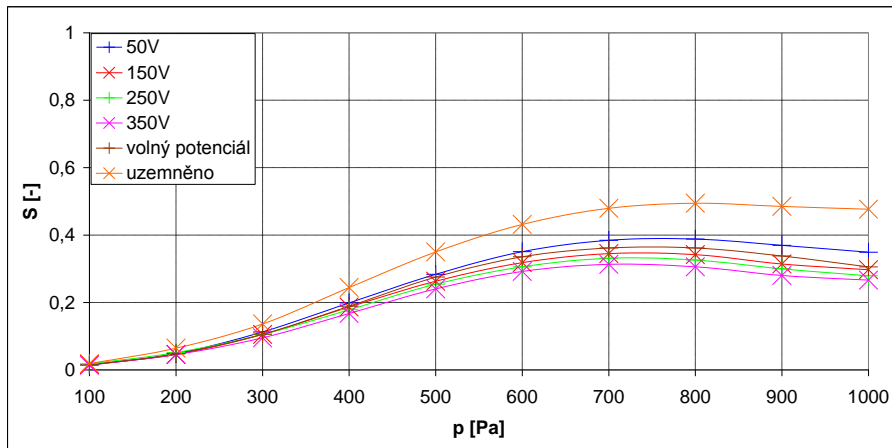


Obr. 36: Závislosti velikosti signálu z Pt na tlaku vodních par v komoře vzorku pro pracovní vzdálenost vzorku 4 mm při různých napětích a zapojení okolní elektrody. 1 vnitřní elektroda tvoří detekční elektrodu.

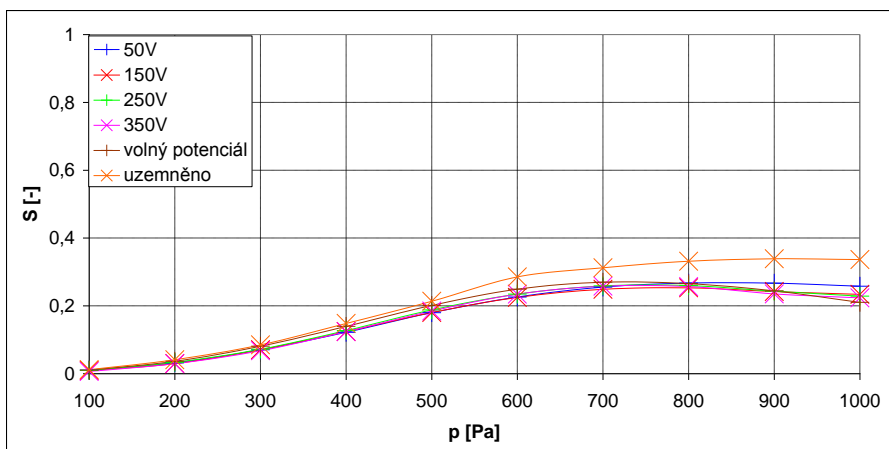
5.7.2 Výsledky měření velikosti signálu z mědi



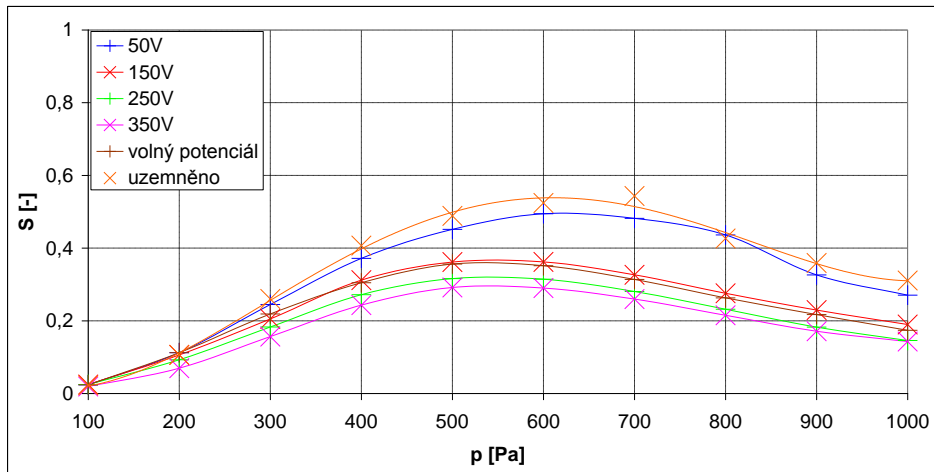
Obr. 37: Závislosti velikosti signálu z Cu na tlaku vodních par v komoře vzorku pro pracovní vzdálenost vzorku 3 mm při různých napětích a zapojení okolní elektrody. 3 vnitřní elektrody tvoří detekční elektrodu.



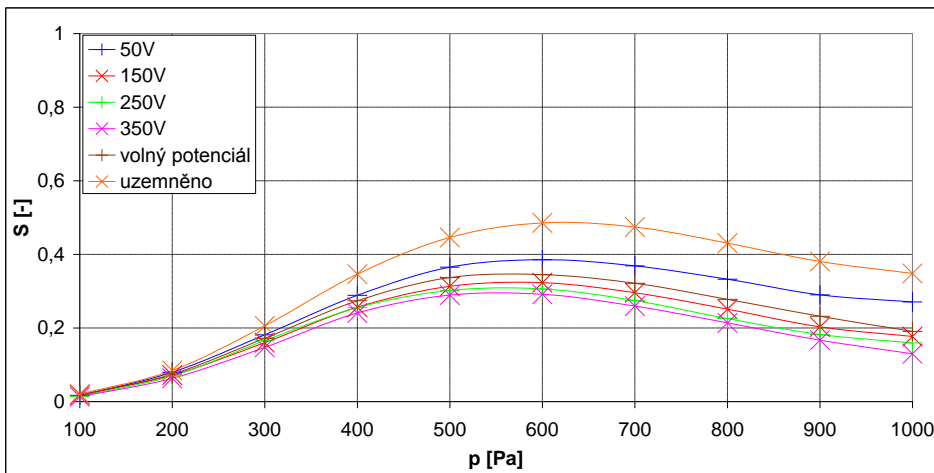
Obr. 38: Závislosti velikosti signálu z Cu na tlaku vodních par v komoře vzorku pro pracovní vzdálenost vzorku 3 mm při různých napětích a zapojení okolní elektrody. 2 vnitřní elektrody tvoří detekční elektrodu.



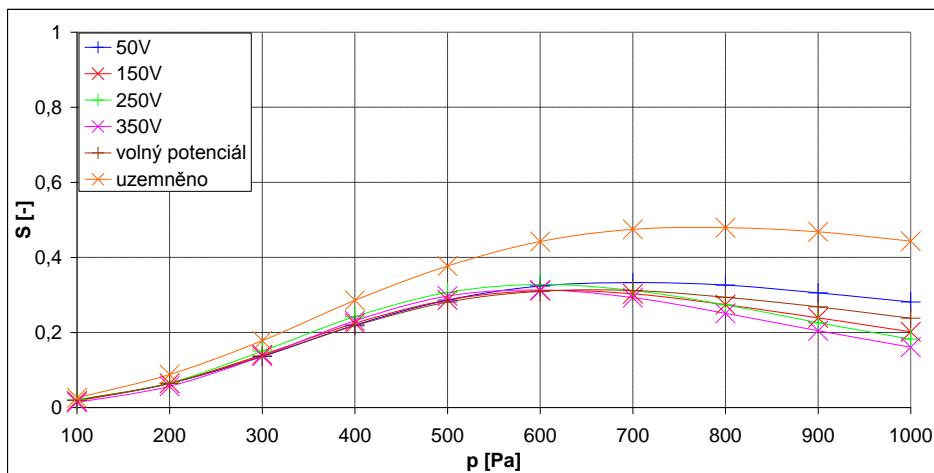
Obr. 39: Závislosti velikosti signálu z Cu na tlaku vodních par v komoře vzorku pro pracovní vzdálenost vzorku 3 mm při různých napětích a zapojení okolní elektrody. 1 vnitřní elektroda tvoří detekční elektrodu.



Obr. 40: Závislosti velikosti signálu z Cu na tlaku vodních par v komoře vzorku pro pracovní vzdálenost vzorku 4 mm při různých napětích a zapojení okolní elektrody. 3 vnitřní elektrody tvoří detekční elektrodu.



Obr. 41: Závislosti velikosti signálu z Cu na tlaku vodních par v komoře vzorku pro pracovní vzdálenost vzorku 4 mm při různých napětích a zapojení okolní elektrody. 2 vnitřní elektrody tvoří detekční elektrodu.



Obr. 42: Závislosti velikosti signálu z Cu na tlaku vodních par v komoře vzorku pro pracovní vzdálenost vzorku 4 mm při různých napětích a zapojení okolní elektrody. 1 vnitřní elektroda tvoří detekční elektrodu.

5.7.3 Vyhodnocení experimentu stanovení zesílení signálu

V předchozích 12 grafických závislostí je zobrazena závislost zesílení signálu z Pt a Cu na tlaku při vzdálenostech vzorku od detektoru pro 3 a 4 mm a při různých napětích a zapojení okolní elektrody a při různé velikosti plochy detekční elektrody. Zesílení signálu je uváděno v relativních hodnotách vztažených k maximální stanovené hodnotě signálu v průběhu experimentů, která je vzata jako hodnota „1”.

Ze závislostí je patrné, že při připojení vnějšího potenciálu na okolní elektrodu dochází s rostoucím napětím k poklesu signálu snímaného detekční elektrodou, což lze pozorovat už při tlaku 200 Pa. Dále je zřejmé, že s vyšším tlakem se prohlubuje rozdíl mezi ostatními signály a signálem ve stavu, kdy je okolní elektroda uzemněna.

Srovnáme-li naměřené závislosti velikosti signálu pro dvě různé pracovní vzdálenosti 3 a 4 mm ukazuje se, že maxima signálů se při kratší vzdálenosti posouvají k vyšším tlakům. To odpovídá teoretickým poznatkům, že k maximálnímu zesílení signálu dochází v daném plynu při přibližně stejné hodnotě součinu tlaku a pracovní vzdálenosti, kdy platí

$$konst. = p \cdot d \quad (13)$$

Kde p – tlak plynu (Pa) a d – vzdálenost v plynu (m)

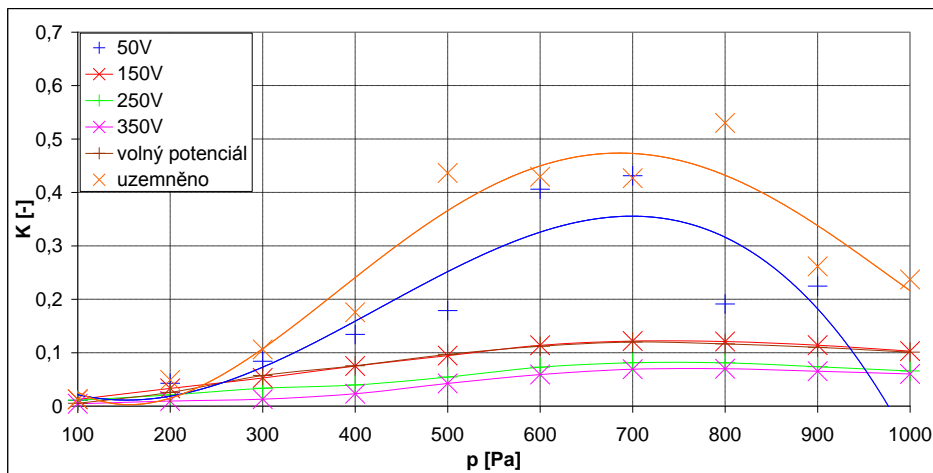
Stejný poznatek lze aplikovat i na vliv velikosti plochy detekční elektrody. Čím je větší plocha detekční elektrody, tím větší je i střední dráha elektronů ze vzorku k detektoru, což se opět projevuje posuvem maxima naměřených signálů k nižším tlakům (viz. např. závislosti na Obr. 31 až Obr. 33.

5.8 Vyhodnocení materiálového kontrastu mezi Pt a Cu

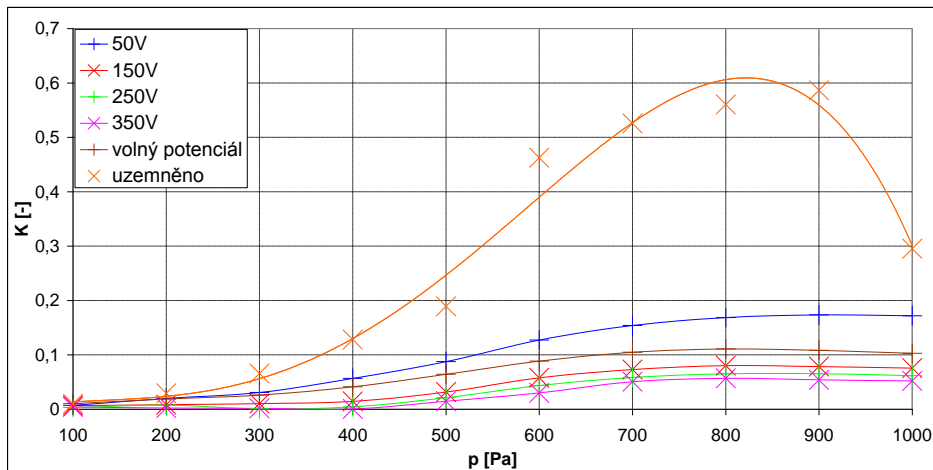
Materiálový kontrast byl stanoven z rozdílu signálů Pt a Cu získaných z odečtení hodnot úrovně šedé. Tuto skutečnost popisuje rovnice 14:

$$K = S_{Pt} - S_{Cu} \quad [-], \quad (14)$$

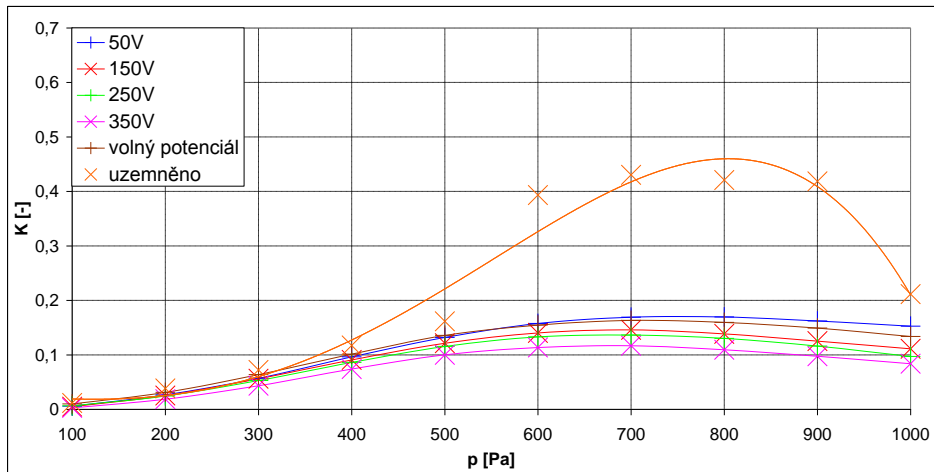
kde: K je hodnota materiálového kontrastu, S_{Pt} a S_{Cu} jsou hodnoty velikosti signálů platiny a mědi, stanovené z vyhodnocování úrovně šedi pomocí programu GIMP 2.8.



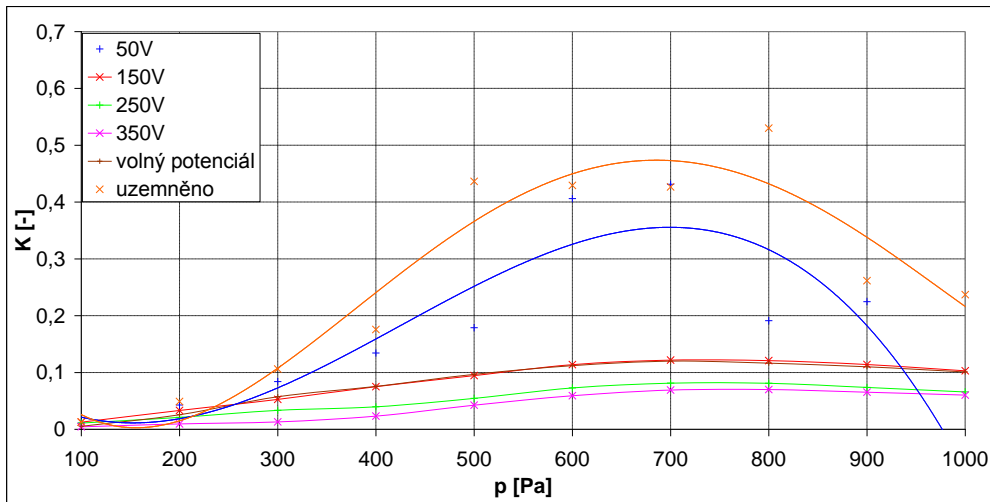
Obr. 43: Závislost materiálového kontrastu mezi Pt a Cu na tlaku vodních par při různých napětích na okolní elektrodě pro pracovní vzdálenost vzorku 3 mm, 3 vnitřní elektrody tvoří detekční elektrodu



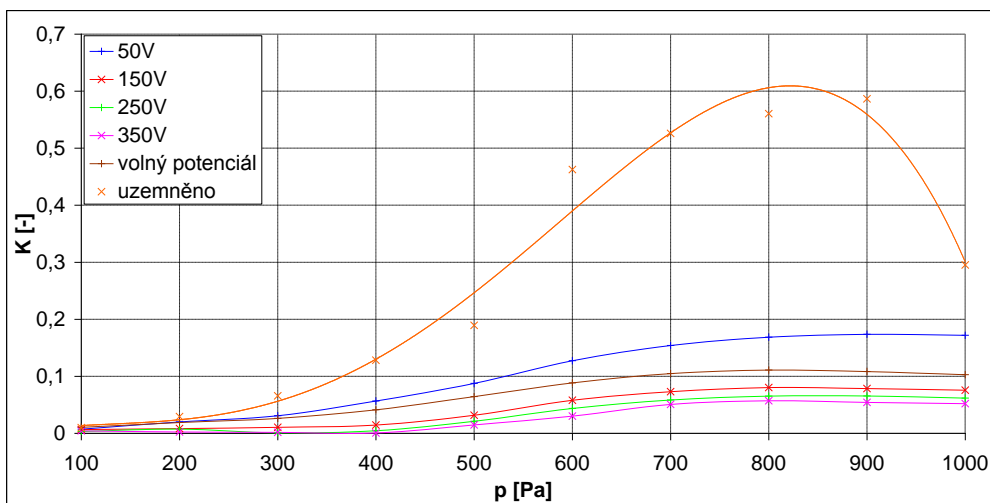
Obr. 44: Závislost kontrastu mezi Pt a Cu na tlaku vodních par při různých napětích na okolní elektrodě pro pracovní vzdálenost vzorku 3 mm, 2 vnitřní elektrody tvoří detekční elektrodu



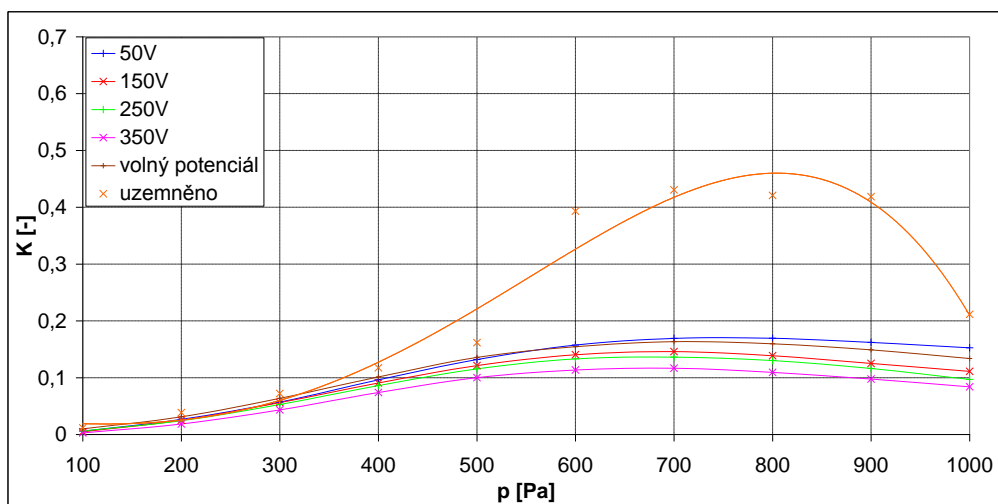
Obr. 45: Závislost kontrastu mezi Pt a Cu na tlaku vodních par při různých napětích na okolní elektrodě pro pracovní vzdálenost vzorku 3 mm, 1 vnitřní elektroda tvoří detekční elektrodu



Obr. 46: Závislost kontrastu mezi Pt a Cu na tlaku vodních par při různých napětích na okolní elektrodě pro pracovní vzdálenost vzorku 4 mm, 3 vnitřní elektrody tvoří detekční elektrodu



Obr. 47: Závislost kontrastu mezi Pt a Cu na tlaku vodních par při různých napětích na okolní elektrodě pro pracovní vzdálenost vzorku 4 mm, 2 vnitřní elektrody tvoří detekční elektrodu



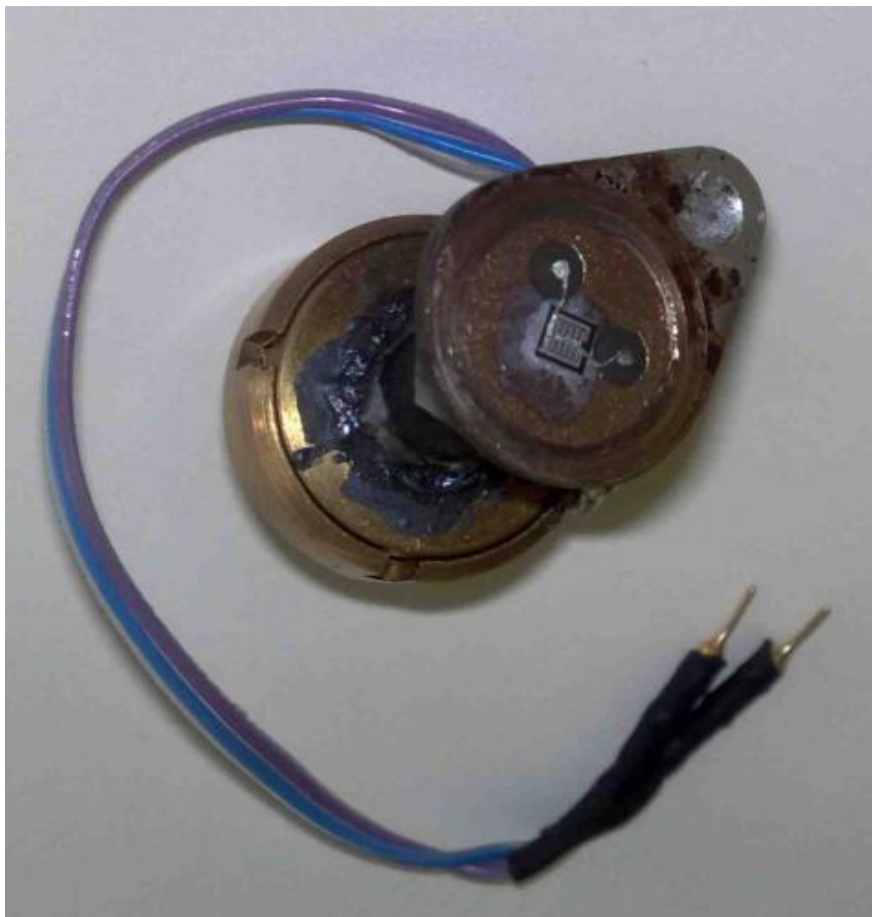
Obr. 48: Závislost kontrastu mezi Pt a Cu na tlaku vodních par při různých napětích na okolní elektrodě pro pracovní vzdálenost vzorku 4 mm, 1 vnitřní elektroda tvoří detekční elektrodu

Materiálový kontrast mezi Pt a Cu byl stanoven po posouzení velikosti příspěvku zpětně odražených elektronů v celkovém detekovaném signálu. Pokud se materiálový kontrast snižuje, lze usuzovat i na omezení vlivu zpětně odražených elektronů na celkové zesílení signálu a tedy na detekci signálu převážně sekundárních elektronů, což může být v mnoha aplikacích žádoucí.

Na Obr. 43 až Obr. 48 je zaznamenána změna materiálového kontrastu v závislosti na tlaku nasycených vodních par pro různé velikosti detekční elektrody, různá napětí na okolní elektrodě a pro dvě různé pracovní vzdálenosti vzorku od detektoru. Srovnání závislosti pro pracovní vzdálenost 3 mm (Obr. 43 až Obr. 45) ukazuje, že z hlediska co nejmenšího materiálového kontrastu je nejvhodnější zapojení, při kterém je jako detekční elektroda použita nejmenší vnitřní elektroda a okolní elektroda je na stejném potenciálu (350 V) jako elektroda detekční. Toto zapojení elektrod lze doporučit, pokud chceme detekovat signál převážně sekundárních elektronů s co nejmenším podílem příspěvku zpětně odražených elektronů.

5.9 Měření napětového kontrastu na bipolárním tranzistoru mezi bází a emitorem

Pro ověření výsledků předchozích měření, že nejvhodnější zapojení detektoru pro detekci signálu s největším podílem SE je zapojení se středovou elektrodou jako detekční a ostatní elektrody působí jako okolní elektroda, byl ke studiu napětového kontrastu použit bipolární tranzistor NPN se zkoumaným přechodem báze - emitor, který vidíte na Obr. 49.



Obr. 49: Bipolární tranzistor NPN použitý pro měření napětového kontrastu [7]

Pro měření napětového kontrastu na bipolárním tranzistoru, bylo nutné zajistit přivedení závěrného napětí 10V na přechod báze - emitor pomocí dalšího zdroje napětí. Měřicí metoda byla obdobná jako u předchozího měření. Nejprve se nastavil proud primárního svazku elektronů na hodnotu 50 pA změnou buzení kondenzátorových čoček. Tato hodnota proudu se udržovala po celou dobu měření konstantní.

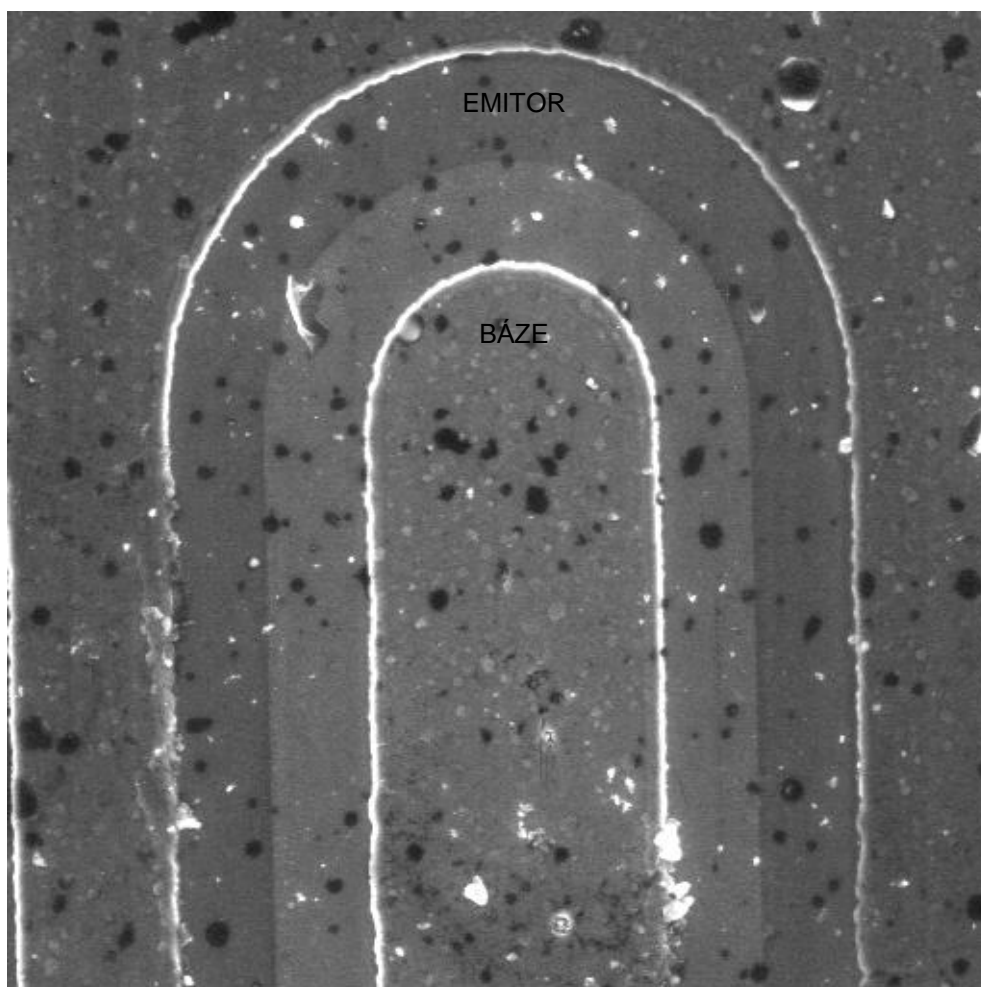
Experiment byl prováděn při urychlovacím napětí primárního svazku 20 kV. Napětí přivedené na detekční elektrodu bylo jako v předchozím měření konstantní 350 V. Na ostatních elektrodách spojených do okolní elektrody se použilo napětí z potenciálového zdroje 50, 150, 350V, příp. okolní elektroda zůstala nezapojená nebo byla uzemněna. Měření se provádělo v krocích v závislosti na tlaku nasycených vodních par v komoře vzorku od 100 do 1000 Pa s krokem 100 Pa. Při měření byly použity dvě pracovní vzdálenosti vzorku 3 a 4 mm.

Způsob stanovení velikosti výsledného kontrastu byl obdobný jako v případě vzorku platina a měď rovnicí:

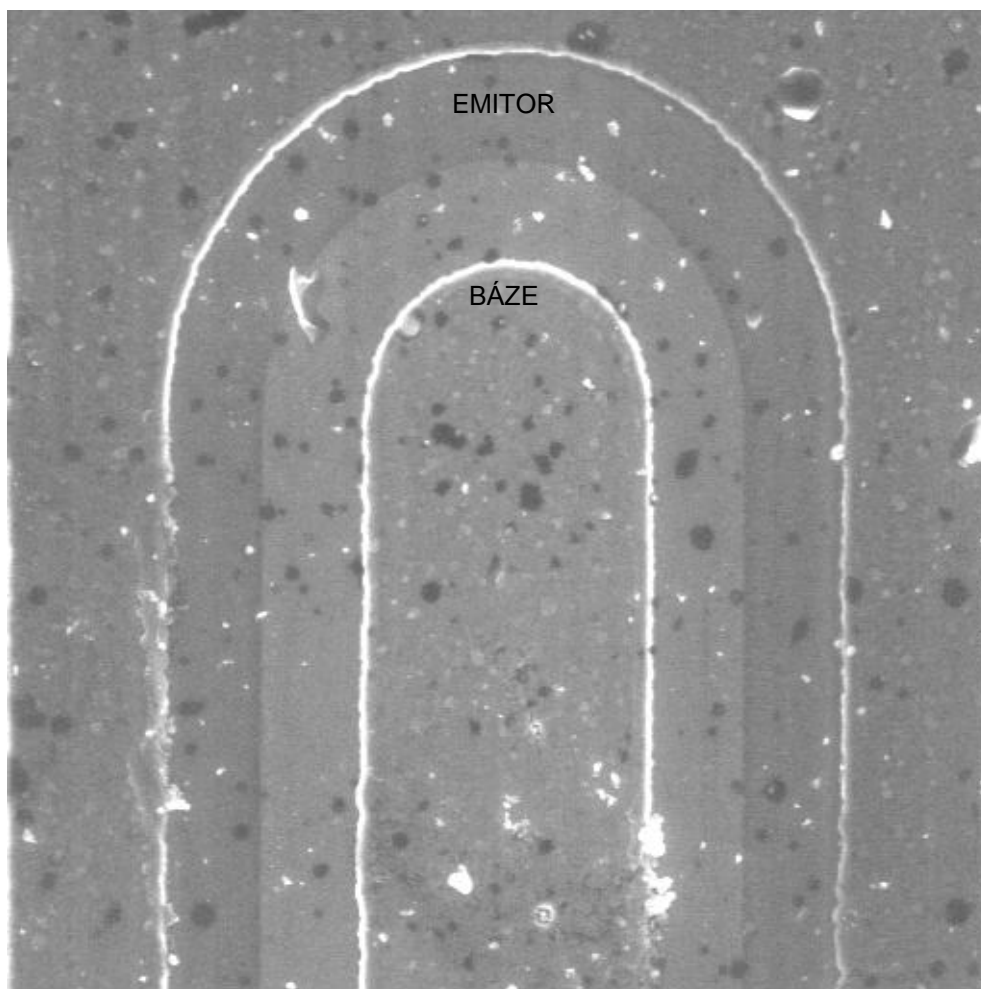
$$K_U = S_B - S_E \quad [-], \quad (15)$$

kde: K_U je hodnota napěťového kontrastu, S_B a S_E jsou hodnoty velikosti signálů v oblasti báze a emitoru, stanovené z vyhodnocování úrovně šedi pomocí programu GIMP 2.8.

Na Obr. 50 a Obr. 51 je zobrazen zkoumaný přechod báze - emitor NPN tranzistoru s napěťovým kontrastem při napětí na okolní elektrodě 350V pro dvě pracovní vzdálenosti vzorku 3 a 4 mm při tlaku nasycených vodních par 500 Pa.



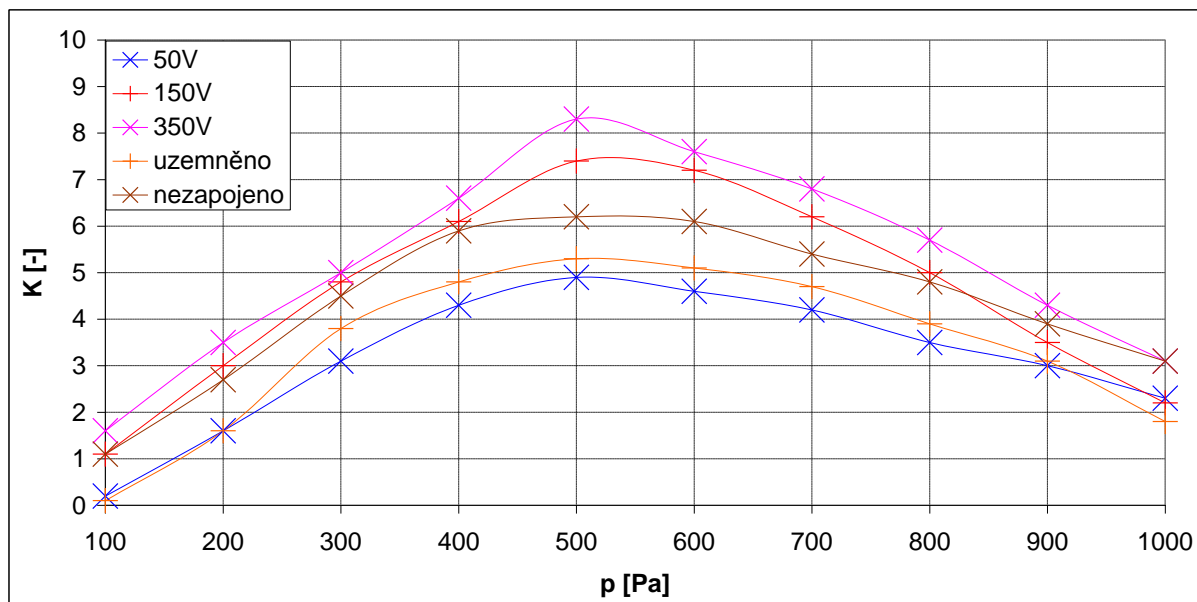
Obr. 50: Napěťový kontrast na přechodu emitor – báze NPN tranzistoru. Závěrné napětí na přechodu 10 V. Napětí na detekční elektrodě 350 V. Napětí na okolní elektrodě 350 V. Tlak vodních par 500 Pa. Pracovní vzdálenost vzorku 3 mm. Zvětšení 700x. Proud svazku primárních elektronů 50pA, urychlovací napětí primárního svazku elektronů 20 keV.



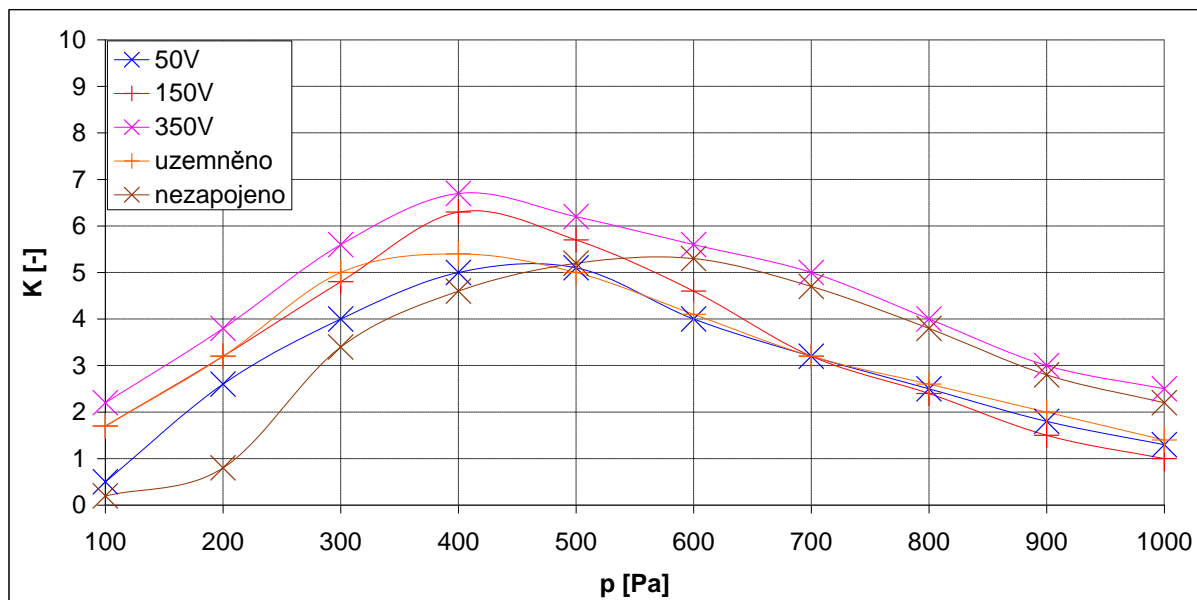
Obr. 51: Napěťový kontrast na přechodu emitor – báze NPN tranzistoru. Závěrné napětí na přechodu 10 V. Napětí na detekční elektrodě 350 V. Napětí na okolní elektrodě 350 V. Tlak vodních par 500 Pa. Pracovní vzdálenost vzorku 4 mm. Zvětšení 700x. Proud svazku primárních elektronů 50 pA, urychlovací napětí primárního svazku elektronů 20 keV.

5.9.1 Výsledky měření napětového kontrastu na bipolárním tranzistoru mezi bází a emitorem

Závislosti napětového kontrastu na závěrně orientovaném přechodu EB bipolárního tranzistoru na tlaku vodních par pro dvě pracovní vzdálenosti vzorku 3 a 4 mm jsou uvedeny na Obr. 52 a Obr. 53. Napětový kontrast na přechodu BE NPN bipolárního tranzistoru je uváděn v hodnotách odečtených z rozdílů velikosti signálu úrovně šedé na přechodu BE.



Obr. 52: Závislost napětového kontrastu na závěrně orientovaném přechodu EB bipolárního tranzistoru na tlaku vodních par v komoře vzorku pro pracovní vzdálenost vzorku 3 mm. Napětí na detekční elektrodě 350 V, okolní elektroda s napětím 50, 150 a 350V, uzemněna resp. nezapojena.



Obr. 53: Závislost napětového kontrastu na závěrně orientovaném přechodu EB bipolárního tranzistoru na tlaku vodních par v komoře vzorku pro pracovní vzdálenost vzorku 3 mm. Napětí na detekční elektrodě 350 V, okolní elektroda s napětím 50, 150 a 350V, uzemněna resp. nezapojena.

5.9.2 Vyhodnocení experimentu napěťového kontrastu na bipolárním tranzistoru mezi bází a emitorem

Z výsledků experimentu (Obr. 52 a Obr. 53) vyplývá, že s rostoucím napětím na okolní elektrodě, roste napěťový kontrast na přechodu BE tranzistoru. Tato skutečnost se projevuje pro obě pracovní vzdálenosti vzorku. Současně je patrný posun maxima napěťového kontrastu s větší pracovní vzdáleností vzorku k nižším tlakům.

Největší kontrast na přechodu BE tranzistoru se projevil při napětí na okolní elektrodě 350 V. To jenom potvrzuje nejvhodnější použití zapojení nejmenší vnitřní elektrody jako detekční elektrody, protože napěťový kontrast je tvořen hlavně příspěvky sekundárních elektronů.

6 Závěr

Cílem diplomové práce bylo seznámit se problematikou environmentálního rastrovacího elektronového mikroskopu využívajícího pro detekci signálních elektronů ionizační detektor, experimentálně ověřit vliv podmínek detekce a uspořádání elektrodového systému detektoru na detekovaný signál.

V teoretické části diplomové práce jsem se seznámil s problematikou rastrovací elektronové mikroskopie, funkcí environmentálního rastrovacího elektronového mikroskopu a jeho uspořádáním. V další části jsem popsal interakci primárního svazku elektronů se vzorkem a vznikající signály v komoře vzorku. Pozornost jsem věnoval zpětně odraženým elektronům a sekundárním elektronům, jejichž detekcí jsem se zabýval v experimentální části. Následně jsem se seznámil s principem nárazové ionizace a jejím využitím k detekci signálních elektronů v environmentálním rastrovacím elektronovém mikroskopu pomocí ionizačního detektoru.

Experimentální část popisuje využití víceelektrodového segmentového ionizačního detektoru s hledáním uspořádání elektrod, které by umožnilo detekci převážně sekundárních elektronů při zkoumání použitých vzorků.

Z naměřených závislostí velikosti signálu z platiny a mědi na tlaku vodních par v komoře vzorku je patrné, že velikost detekovaného signálu roste s velikostí plochy detekční elektrody a pro danou velikost plochy detekční elektrody roste i s klesajícím napětím na okolní elektrodě. Současně se potvrdilo, že při klesající pracovní vzdálenosti vzorku roste tlak, při kterém dosahuje velikost signálu maximálních hodnot.

Materiálový kontrast, který je v práci definován jako rozdíl signálů z platiny a mědi, a který signalizuje zvýšený podíl zpětně odražených elektronů v detekovaném signálu, naopak klesá se zmenšující se plochou detekční elektrody a se zmenšujícím se rozdílem napětí mezi detekční a okolní elektrodou. Na základě vyhodnocení materiálového kontrastu lze stanovit, že pro detekci signálu sekundárních elektronů s co nejmenším příspěvkem detekovaných zpětně odražených elektronů je vhodné použít elektrodový systém ionizačního detektoru s malou detekční elektrodou a s okolní elektrodou, která je na stejném potenciálu jako elektroda detekční.

Uvedený závěr se potvrdil i při měření napěťového kontrastu, který naopak dosahoval nejvyšších hodnot při stejném potenciálu na detekční i okolní elektrodě.

Literatura

- [1] **Buchta, M.** *Problematika napěťového kontrastu v ESEM*. Brno: Vysoké učení technické v Brně, Fakulta elektrotechniky a komunikačních technologií, 2008. 67s.
- [2] **Černoch, D.** *Ionizační detektor pro EREM*. Brno : Vysoké učení technické v Brně, Fakulta elektrotechniky a komunikačních technologií, 2009. 52 s.
- [3] **Černoch, P.** *Detekce signálu segmentovým ionizačním detektorem SEM*. Brno : Vysoké učení technické v Brně, Fakulta elektrotechniky a komunikačních technologií, 2008. 129 s.
- [4] **Frank, L.; Jiráček, J.; Rek, A.; Rozsivalová, Z.** *Speciální diagnostika*. Brno : Vysoké učení technické v Brně, Fakulta elektrotechniky a komunikačních technologií, 2002. 79 s.
- [5] **Frank, L.; Král, L.** *Metody analýzy povrchu*. Praha : Academia, 2002. 489 s. ISBN 80-200-0594-3.
- [6] **Hulínský, V.; Jurek, K.** *Zkoumání látek elektronovým paprskem*. Praha : SNTL, 1982. 404 s. ISBN 04-817-83.
- [7] **Jaburek, L.** *Metoda napěťového kontrastu při detekci sekundárních elektronů scintilačním detektorem ve VP SEM*. Brno : Vysoké učení technické v Brně, Fakulta elektrotechniky a komunikačních technologií, 2011. 39 s.
- [8] **Nebesářová, J.** Elektronová mikroskopie. [Online] [Citace: 20. 10 2013.] <http://www.paru.cas.cz/lem/book>.
- [9] **Pokluda, T.** *Ionizační detektor pro ESEM*. Brno : Vysoké učení technické v Brně, Fakulta elektrotechniky a komunikačních technologií, 2013. 56 s.
- [10] **Reichl, J.** Nesamostatný a samostatný výboj v plynu. [Online] [Citace: 28. 10. 2013.] <http://fyzika.jreichl.com/main.article/view/282-nesamostatny-a-samostatny-vyboj-v-plynu>.

Seznam zkratek a použitých symbolů

AE	Augerovy elektrony
BSE	zpětně odražené elektrony
ESEM	environmentální rastrovací elektronová mikroskopie
GDD	deskový ionizační detektor
GSED	ionizační detektor sekundárních elektronů
HD	detektor Helix
ID	ionizační detektor
PE	primární elektrony
RTG	rentgenové záření
SE	sekundární elektrony
SEM	rastrovací elektronová mikroskopie
TEM	transmisní elektronová mikroskopie
d	tloušťka vrstvy plynu (vzdálenost vzorku od detektoru)
d'	střední dráha zpětně odražených elektronů v deskovém detektoru
E	elementární náboj
E	intenzita elektrického pole
E_{0max}	energie primárních elektronů
E_i	ionizační energie plynu
\overline{E}_{SE}	průměrná energie sekundárních elektronů
I_{BSE}	proud zpětně odražených elektronů
I_{GP}	proud generovaných elektronů
I_{GP+}	proud generovaných kladně nabitých iontů
I_{GS}	proud generovaných sekundárních elektronů
I_{GZ}	proud generovaných zpětně odražených elektronů
I_p	proud primárních elektronů
I_{SE}	proud sekundárních elektronů
J	proudová hustota

K	materiálový kontrast
k	Boltzmanova konstanta
k_d	koeficient zpětné vazby zesílení ionizačního detektoru
K_U	napěťový kontrast
m	počet srážek částic
p	tlak
S	výsledný signál získaný rozdílem užitečného signálu a uhlíkového otvoru z úrovně šedé
S₀	signál z uhlíkového otvoru
S_B	signál z báze tranzistoru NPN
S_{Cu}	signál z mědi
S_E	signál z emitoru tranzistoru NPN
S_p	ionizační účinnost primárních elektronů
S_{Pt}	signál z platiny
S_Z	ionizační účinnost zpětně odražených elektronů
T	absolutní teplota
U	napětí na anodě detektoru
w	výstupní práce sekundárních elektronů
Z	protonové číslo
Z	zesílení ionizačního detektoru
z₀	vzdálenost nad vzorkem určující schopnost sekundárních elektronů ionizovat plyny
α	1. Townsendův ionizační činitel
β	2. Townsendův ionizační činitel
δ	koeficient emise sekundárních elektronů
η	koeficient emise zpětně odražených elektronů
σ_T	záchytný průřez plynu
Φ	úhel dopadajícího primárního svazku

Seznam příloh

Příloha P1 – Tabulky hodnot signálů Platiny a mědi pro vyhodnocení zesílení signálu.

Příloha P2 – Tabulky hodnot signálů Platiny a mědi pro vyhodnocení materiálového kontrastu.

Příloha P3 – Tabulky hodnot signálů na přechodu BE pro vyhodnocení napěťového kontrastu

Příloha P1

Tab. 2: Naměřené hodnoty signálů Cu a Pt pro 3 vnitřní elektrody zapojené jako detekční elektroda při pracovní vzdálenosti vzorku 3 mm

Napětí na okolní elektrodě	50 V		150 V		250 V		350 V		Uzemněno		Nezapojeno	
	S _{Cu} [-]	S _{Pt} [-]	S _{Cu} [-]	S _{Pt} [-]	S _{Cu} [-]	S _{Pt} [-]	S _{Cu} [-]	S _{Pt} [-]	S _{Cu} [-]	S _{Pt} [-]	S _{Cu} [-]	S _{Pt} [-]
100	0,0128	0,0230	0,0140	0,0233	0,0117	0,0207	0,0119	0,0189	0	0	0,0186	0,0291
200	0,0548	0,0781	0,0475	0,0650	0,0419	0,0545	0,0341	0,0414	0,0719	0,1075	0,0466	0,0664
300	0,1156	0,1564	0,1002	0,1218	0,0868	0,0987	0,0714	0,0786	0,1707	0,2426	0,1075	0,1381
400	0,1928	0,2502	0,1564	0,1847	0,1430	0,1550	0,1221	0,1293	0,2863	0,4043	0,1689	0,2042
500	0,2703	0,3498	0,2167	0,2499	0,1908	0,2030	0,1727	0,1812	0,4029	0,5628	0,2275	0,2706
600	0,3277	0,4326	0,2560	0,2989	0,2272	0,2488	0,2115	0,2249	0,4763	0,8701	0,2671	0,3166
700	0,3533	0,4763	0,2726	0,3248	0,2412	0,2721	0,2298	0,2505	0,5115	0,9449	0,2808	0,3399
800	0,3498	0,4879	0,2680	0,3303	0,2345	0,2735	0,2263	0,2572	0,5179	0,9895	0,2773	0,3452
900	0,3324	0,4771	0,2476	0,3161	0,2158	0,2613	0,2086	0,2496	0,4873	0,9522	0,2566	0,3309
1000			0,2158	0,2837	0,1902	0,2389	0,1821	0,2272	0,4369	0,8995	0,2284	0,3059

Tab. 3: Naměřené hodnoty signálů Cu a Pt pro 3 vnitřní elektrody zapojené jako detekční elektroda při pracovní vzdálenosti vzorku 4 mm

Napětí na okolní elektrodě	50 V		150 V		250 V		350 V		Uzemněno		Nezapojeno	
	S _{Cu} [-]	S _{Pt} [-]	S _{Cu} [-]	S _{Pt} [-]	S _{Cu} [-]	S _{Pt} [-]	S _{Cu} [-]	S _{Pt} [-]	S _{Cu} [-]	S _{Pt} [-]	S _{Cu} [-]	S _{Pt} [-]
100	0,0239	0,0347	0,0248	0,0373	0,0248	0,0358	0,0192	0,0236	0,0224	0,0352	0,0239	0,0186
200	0,1124	0,1553	0,1060	0,1392	0,0926	0,1136	0,0696	0,0792	0,1063	0,1553	0,1121	0,1378
300	0,2447	0,3286	0,2051	0,2578	0,1829	0,2164	0,1567	0,1698	0,2601	0,3662	0,2188	0,2761
400	0,3717	0,5060	0,3120	0,3871	0,2718	0,3114	0,2432	0,2665	0,4069	0,5826	0,3047	0,3801
500	0,4515	0,6304	0,3618	0,4565	0,3161	0,3705	0,2916	0,3341	0,4885	0,9248	0,3562	0,4530
600	0,4946	0,9007	0,3621	0,4760	0,3143	0,3871	0,2901	0,3493	0,5240	0,9534	0,3516	0,4637
700	0,4818	0,9132	0,3265	0,4483	0,2805	0,3618	0,2598	0,3289	0,5433	0,9700	0,3137	0,4337
800	0,4364	0,6274	0,2759	0,3967	0,2319	0,3128	0,2153	0,2852	0,4264	0,9566	0,2630	0,3796
900	0,3262	0,5508	0,2295	0,3437	0,1826	0,2563	0,1713	0,2365	0,3592	0,6207	0,2170	0,3271
1000	0,2706	0,4757	0,1899	0,2930	0,1459	0,2118	0,1430	0,2033	0,3108	0,5479	0,1739	0,2750

Tab. 4: Naměřené hodnoty signálů Cu a Pt pro 2 vnitřní elektrody zapojené jako detekční elektroda při pracovní vzdálenosti vzorku 3 mm

Napětí na okolní elektrodě	50 V		150 V		250 V		350 V		Uzemněno		Nezapojeno	
	S _{Cu} [-]	S _{Pt} [-]	S _{Cu} [-]	S _{Pt} [-]	S _{Cu} [-]	S _{Pt} [-]	S _{Cu} [-]	S _{Pt} [-]	S _{Cu} [-]	S _{Pt} [-]	S _{Cu} [-]	S _{Pt} [-]
100	0,0143	0,0210	0,0154	0,0163	0,0181	0,0195	0,0140	0,0143	0,0186	0,0259	0,0146	0,0198
200	0,0481	0,0606	0,0460	0,0492	0,0516	0,0539	0,0454	0,0452	0,0644	0,0897	0,0478	0,0568
300	0,1127	0,1296	0,1054	0,1084	0,1054	0,1049	0,0953	0,0906	0,1363	0,1818	0,1060	0,1165
400	0,1987	0,2214	0,1864	0,1882	0,1786	0,1756	0,1675	0,1579	0,2444	0,3187	0,1888	0,2001
500	0,2834	0,3201	0,2630	0,2706	0,2546	0,2543	0,2403	0,2319	0,3501	0,4602	0,2756	0,2927
600	0,3507	0,4002	0,3184	0,3385	0,3059	0,3163	0,2922	0,2925	0,4317	0,5811	0,3356	0,3673
700	0,3845	0,4565	0,3452	0,3833	0,3312	0,3586	0,3134	0,3289	0,4795	0,6639	0,3618	0,4107
800	0,3880	0,4824	0,3420	0,3997	0,3260	0,3723	0,3059	0,3382	0,4946	0,9109	0,3618	0,4320
900	0,3694	0,4821	0,3143	0,3918	0,3000	0,3609	0,2802	0,3271	0,4850	0,9199	0,3379	0,4230
1000	0,3490	0,4704	0,2971	0,3798	0,2791	0,3446	0,2665	0,3181	0,4768	0,7725	0,3056	0,3924

Tab. 5: Naměřené hodnoty signálů Cu a Pt pro 2 vnitřní elektrody zapojené jako detekční elektroda při pracovní vzdálenosti vzorku 4 mm

Napětí na okolní elektrodě	50 V		150 V		250 V		350 V		Uzemněno		Nezapojeno	
	S _{Cu} [-]	S _{Pt} [-]	S _{Cu} [-]	S _{Pt} [-]	S _{Cu} [-]	S _{Pt} [-]	S _{Cu} [-]	S _{Pt} [-]	S _{Cu} [-]	S _{Pt} [-]	S _{Cu} [-]	S _{Pt} [-]
100	0,0163	0,0236	0,0184	0,0251	0,0146	0,0178	0,0131	0,0175	0,0201	0,0300	0,0169	0,0274
200	0,0798	0,0999	0,0719	0,0804	0,0696	0,0772	0,0635	0,0658	0,0845	0,1139	0,0746	0,0935
300	0,1815	0,2124	0,1602	0,1707	0,1655	0,1646	0,1474	0,1456	0,2057	0,2715	0,1722	0,1984
400	0,2887	0,3455	0,2566	0,2712	0,2552	0,2598	0,2409	0,2415	0,3463	0,4745	0,2738	0,3152
500	0,3653	0,4530	0,3131	0,3449	0,3021	0,3233	0,2895	0,3044	0,4460	0,6353	0,3370	0,4014
600	0,3857	0,5130	0,3230	0,3810	0,3061	0,3498	0,2916	0,3219	0,4856	0,9482	0,3449	0,4334
700	0,3688	0,5229	0,2960	0,3691	0,2747	0,3332	0,2595	0,3102	0,4742	1,0000	0,3216	0,4264
800	0,3324	0,5010	0,2511	0,3315	0,2255	0,2907	0,2138	0,2709	0,4305	0,9910	0,2779	0,3889
900	0,2901	0,4637	0,2027	0,2814	0,1823	0,2479	0,1669	0,2211	0,3807	0,9674	0,2319	0,3402
1000	0,2706	0,4425	0,1768	0,2525	0,1596	0,2214	0,1299	0,1821	0,3481	0,6435	0,1908	0,2936

Tab. 6: Naměřené hodnoty signálů Cu a Pt pro 1 vnitřní elektrodu zapojenou jako detekční elektroda při pracovní vzdálenosti vzorku 3 mm

Napětí na okolní elektrodě	50 V		150 V		250 V		350 V		Uzemněno		Nezapojeno	
	S _{Cu} [-]	S _{Pt} [-]	S _{Cu} [-]	S _{Pt} [-]	S _{Cu} [-]	S _{Pt} [-]	S _{Cu} [-]	S _{Pt} [-]	S _{Cu} [-]	S _{Pt} [-]	S _{Cu} [-]	S _{Pt} [-]
100	0,0105	0,0157	0,0093	0,0122	0,0099	0,0143	0,0067	0,0114	0,0119	0,0221	0,0108	0,0163
200	0,0320	0,0431	0,0300	0,0350	0,0332	0,0396	0,0294	0,0318	0,0411	0,0705	0,0367	0,0437
300	0,0705	0,0859	0,0708	0,0731	0,0722	0,0722	0,0679	0,0600	0,0851	0,1375	0,0810	0,0772
400	0,1221	0,1404	0,1244	0,1209	0,1273	0,1136	0,1238	0,0964	0,1483	0,2295	0,1395	0,1174
500	0,1797	0,2048	0,1803	0,1722	0,1882	0,1608	0,1847	0,1369	0,2138	0,3260	0,2013	0,1596
600	0,2260	0,2657	0,2249	0,2196	0,2348	0,2027	0,2348	0,1733	0,2855	0,4192	0,2493	0,1969
700	0,2552	0,3134	0,2488	0,2543	0,2590	0,2324	0,2584	0,1975	0,3126	0,4987	0,2697	0,2214
800	0,2671	0,3472	0,2531	0,2741	0,2598	0,2476	0,2569	0,2086	0,3318	0,5514	0,2657	0,2313
900	0,2668	0,3664	0,2424	0,2791	0,2432	0,2470	0,2354	0,2051	0,3391	0,5878	0,2444	0,2272
1000	0,2578	0,3653	0,2339	0,2764	0,2287	0,2400	0,2237	0,2007	0,3367	0,5992	0,2103	0,2126

Tab. 7: Naměřené hodnoty signálů Cu a Pt pro 1 vnitřní elektrodu zapojenou jako detekční elektroda při pracovní vzdálenosti vzorku 4 mm

Napětí na okolní elektrodě	50 V		150 V		250 V		350 V		Uzemněno		Nezapojeno	
	S _{Cu} [-]	S _{Pt} [-]	S _{Cu} [-]	S _{Pt} [-]	S _{Cu} [-]	S _{Pt} [-]	S _{Cu} [-]	S _{Pt} [-]	S _{Cu} [-]	S _{Pt} [-]	S _{Cu} [-]	S _{Pt} [-]
100	0,0192	0,0251	0,0175	0,0224	0,0207	0,0271	0,0137	0,0166	0,0259	0,0376	0,0192	0,0291
200	0,0644	0,0912	0,0647	0,0900	0,0655	0,0900	0,0568	0,0754	0,0880	0,1264	0,0644	0,0955
300	0,1360	0,1931	0,1407	0,1969	0,1503	0,2033	0,1369	0,1803	0,1780	0,2502	0,1375	0,2013
400	0,2196	0,3161	0,2246	0,3155	0,2421	0,3283	0,2310	0,3050	0,2858	0,4031	0,2179	0,3193
500	0,2863	0,4183	0,2866	0,4081	0,3064	0,4221	0,2971	0,3973	0,3769	0,5386	0,2808	0,4165
600	0,3239	0,4815	0,3114	0,4518	0,3280	0,4611	0,3131	0,4267	0,4422	0,8354	0,3096	0,4643
700	0,3329	0,5022	0,3029	0,4489	0,3117	0,4480	0,2927	0,4096	0,4748	0,9053	0,3117	0,4751
800	0,3262	0,4958	0,2741	0,4128	0,2735	0,4037	0,2508	0,3603	0,4792	0,9001	0,2939	0,4535
900	0,3056	0,4678	0,2389	0,3641	0,2260	0,3423	0,2045	0,3021	0,4681	0,8867	0,2683	0,4174
1000	0,2811	0,4337	0,2019	0,3131	0,1823	0,2793	0,1608	0,2447	0,4433	0,6548	0,2380	0,3717

Příloha P2

Tab. 8: Naměřené hodnoty materiálového kontrastu mezi Pt a Cu pro 3 vnitřní elektrody zapojené jako detekční elektroda při pracovní vzdálenosti vzorku 3 mm

<i>Napětí na okolní elektrodě</i>	50 V	150 V	250 V	350 V	Nezapojeno	Uzemněno
Tlak [Pa]	K [-]	K [-]	K [-]	K [-]	K [-]	K [-]
100	0,0102	0,0093	0,0090	0,0070	0,0105	0,0000
200	0,0233	0,0175	0,0125	0,0073	0,0198	0,0355
300	0,0408	0,0216	0,0119	0,0073	0,0306	0,0719
400	0,0574	0,0283	0,0119	0,0073	0,0352	0,1180
500	0,0795	0,0332	0,0122	0,0084	0,0431	0,1599
600	0,1049	0,0428	0,0216	0,0134	0,0495	0,3938
700	0,1229	0,0521	0,0309	0,0207	0,0591	0,4334
800	0,1381	0,0623	0,0390	0,0309	0,0679	0,4716
900	0,1448	0,0685	0,0454	0,0411	0,0743	0,4649
1000		0,0679	0,0486	0,0452	0,0775	0,4626

Tab. 9: Naměřené hodnoty materiálového kontrastu mezi Pt a Cu pro 3 vnitřní elektrody zapojené jako detekční elektroda při pracovní vzdálenosti vzorku 4 mm

<i>Napětí na okolní elektrodě</i>	50 V	150 V	250 V	350 V	Nezapojeno	Uzemněno
Tlak [Pa]	K [-]	K [-]	K [-]	K [-]	K [-]	K [-]
100	0,0108	0,0125	0,0111	0,0044	0,0052	0,0128
200	0,0428	0,0332	0,0210	0,0096	0,0256	0,0489
300	0,0839	0,0527	0,0335	0,0131	0,0574	0,1060
400	0,1343	0,0752	0,0396	0,0233	0,0754	0,1756
500	0,1789	0,0947	0,0545	0,0425	0,0967	0,4364
600	0,4061	0,1139	0,0728	0,0591	0,1121	0,4294
700	0,4314	0,1218	0,0813	0,0690	0,1200	0,4267
800	0,1911	0,1209	0,0810	0,0699	0,1165	0,5301
900	0,2246	0,1142	0,0737	0,0652	0,1101	0,2616
1000	0,2051	0,1031	0,0658	0,0603	0,1011	0,2371

Tab. 10: Naměřené hodnoty materiálového kontrastu mezi Pt a Cu pro 2 vnitřní elektrody zapojené jako detekční elektroda při pracovní vzdálenosti vzorku 3 mm

<i>Napětí na okolní elektrodě</i>	50 V	150 V	250 V	350 V	Nezapojeno	Uzemněno
Tlak [Pa]	K [-]	K [-]	K [-]	K [-]	K [-]	K [-]
100	0,0067	0,0009	0,0015	0,0003	0,0052	0,0073
200	0,0125	0,0032	0,0023	0,0003	0,0090	0,0253
300	0,0169	0,0029	0,0006	0,0047	0,0105	0,0454
400	0,0227	0,0017	0,0029	0,0096	0,0114	0,0743
500	0,0367	0,0076	0,0003	0,0084	0,0172	0,1101
600	0,0495	0,0201	0,0105	0,0003	0,0318	0,1494
700	0,0719	0,0382	0,0274	0,0154	0,0489	0,1844
800	0,0944	0,0577	0,0463	0,0323	0,0702	0,4163
900	0,1127	0,0775	0,0609	0,0469	0,0851	0,4349
1000	0,1215	0,0827	0,0655	0,0516	0,0868	0,2957

Tab. 11: Naměřené hodnoty materiálového kontrastu mezi Pt a Cu pro 2 vnitřní elektrody zapojené jako detekční elektroda při pracovní vzdálenosti vzorku 4 mm

<i>Napětí na okolní elektrodě</i>	50 V	150 V	250 V	350 V	Nezapojeno	Uzemněno
Tlak [Pa]	K [-]	K [-]	K [-]	K [-]	K [-]	K [-]
100	0,0073	0,0067	0,0032	0,0044	0,0105	0,0099
200	0,0201	0,0084	0,0076	0,0023	0,0189	0,0294
300	0,0309	0,0105	0,0009	0,0017	0,0262	0,0658
400	0,0568	0,0146	0,0047	0,0006	0,0414	0,1282
500	0,0877	0,0318	0,0213	0,0149	0,0644	0,1893
600	0,1273	0,0580	0,0437	0,0303	0,0886	0,4626
700	0,1541	0,0731	0,0585	0,0507	0,1049	0,5258
800	0,1687	0,0804	0,0652	0,0571	0,1110	0,5604
900	0,1736	0,0786	0,0655	0,0542	0,1084	0,5867
1000	0,1719	0,0757	0,0618	0,0521	0,1028	0,2954

Tab. 12: Naměřené hodnoty materiálového kontrastu mezi Pt a Cu pro 1 vnitřní elektrodu zapojenou jako detekční elektroda při pracovní vzdálenosti vzorku 3 mm

<i>Napětí na okolní elektrodě</i>	50 V	150 V	250 V	350 V	Nezapojeno	Uzemněno
Tlak [Pa]	K [-]	K [-]	K [-]	K [-]	K [-]	K [-]
100	0,0052	0,0029	0,0044	0,0047	0,0055	0,0102
200	0,0111	0,0050	0,0064	0,0023	0,0070	0,0294
300	0,0154	0,0023	0,0000	0,0079	0,0038	0,0524
400	0,0184	0,0035	0,0137	0,0274	0,0221	0,0813
500	0,0251	0,0082	0,0274	0,0478	0,0417	0,1121
600	0,0396	0,0052	0,0320	0,0615	0,0524	0,1337
700	0,0583	0,0055	0,0265	0,0609	0,0484	0,1861
800	0,0801	0,0210	0,0122	0,0484	0,0344	0,2196
900	0,0996	0,0367	0,0038	0,0303	0,0172	0,2488
1000	0,1075	0,0425	0,0114	0,0230	0,0023	0,2625

Tab. 13: Naměřené hodnoty materiálového kontrastu mezi Pt a Cu pro 1 vnitřní elektrodu zapojenou jako detekční elektroda při pracovní vzdálenosti vzorku 4 mm

<i>Napětí na okolní elektrodě</i>	50 V	150 V	250 V	350 V	Nezapojeno	Uzemněno
Tlak [Pa]	K [-]	K [-]	K [-]	K [-]	K [-]	K [-]
100	0,0058	0,0050	0,0064	0,0029	0,0099	0,0117
200	0,0268	0,0253	0,0245	0,0186	0,0312	0,0385
300	0,0571	0,0562	0,0530	0,0434	0,0638	0,0722
400	0,0964	0,0909	0,0862	0,0740	0,1014	0,1174
500	0,1320	0,1215	0,1156	0,1002	0,1357	0,1617
600	0,1576	0,1404	0,1331	0,1136	0,1547	0,3932
700	0,1692	0,1459	0,1363	0,1168	0,1634	0,4305
800	0,1695	0,1387	0,1302	0,1095	0,1596	0,4209
900	0,1622	0,1253	0,1162	0,0976	0,1491	0,4186
1000	0,1526	0,1113	0,0970	0,0839	0,1337	0,2115

Příloha P3

Tab. 14: Naměřené hodnoty signálů na přechodu BE NPN tranzistoru pro 1 vnitřní elektrodu zapojenou jako detekční elektroda při pracovní vzdálenosti vzorku 3 mm

Napětí na okolní elektrodě	50 V		150 V		350 V		Uzemněno		Nezapojeno	
	Tlak [Pa]	S _E [-]	S _B [-]	S _E [-]	S _B [-]	S _E [-]	S _B [-]	S _E [-]	S _B [-]	S _E [-]
100	82,7	82,5	109	107,9	107,6	106	124	123,9	108,4	107,3
200	122,9	121,3	130,6	127,6	102,4	98,9	110,1	108,5	126,3	123,6
300	136,1	133	139,7	134,9	123,2	118,2	116,2	112,4	136,7	132,2
400	139,8	135,5	139,1	133	121,8	115,2	126,1	121,3	122,7	116,8
500	123,3	118,4	139,3	131,9	116,3	108	121,3	116	159,2	153
600	134,4	129,8	123,5	116,3	115,1	107,5	131,9	126,8	134,4	128,3
700	109,2	105	104,7	98,5	121,6	114,8	129,2	124,5	138,4	133
800	125	121,5	129,9	124,9	117,3	111,6	116,2	112,3	115,4	110,6
900	132,1	129,1	146,3	142,8	133,8	129,5	148,3	145,2	135,7	131,8
1000	118,6	116,3	122,1	119,9	111,5	108,4	129,5	127,7	119,7	116,6

Tab. 15: Naměřené hodnoty signálů na přechodu BE NPN tranzistoru pro 1 vnitřní elektrodu zapojenou jako detekční elektroda při pracovní vzdálenosti vzorku 4 mm

Napětí na okolní elektrodě	50 V		150 V		350 V		Uzemněno		Nezapojeno	
	Tlak [Pa]	S _E [-]	S _B [-]	S _E [-]	S _B [-]	S _E [-]	S _B [-]	S _E [-]	S _B [-]	S _E [-]
100	82,7	82,5	109	107,9	107,6	106	124	123,9	108,4	107,3
200	122,9	121,3	130,6	127,6	102,4	98,9	110,1	108,5	126,3	123,6
300	136,1	133	139,7	134,9	123,2	118,2	116,2	112,4	136,7	132,2
400	139,8	135,5	139,1	133	121,8	115,2	126,1	121,3	122,7	116,8
500	123,3	118,4	139,3	131,9	116,3	108	121,3	116	159,2	153
600	134,4	129,8	123,5	116,3	115,1	107,5	131,9	126,8	134,4	128,3
700	109,2	105	104,7	98,5	121,6	114,8	129,2	124,5	138,4	133
800	125	121,5	129,9	124,9	117,3	111,6	116,2	112,3	115,4	110,6
900	132,1	129,1	146,3	142,8	133,8	129,5	148,3	145,2	135,7	131,8
1000	118,6	116,3	122,1	119,9	111,5	108,4	129,5	127,7	119,7	116,6