



# VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V BRNĚ

BRNO UNIVERSITY OF TECHNOLOGY

## FAKULTA ELEKTROTECHNIKY A KOMUNIKAČNÍCH TECHNOLOGIÍ

FACULTY OF ELECTRICAL ENGINEERING AND COMMUNICATION

## ÚSTAV ELEKTROTECHNOLOGIE

DEPARTMENT OF ELECTRICAL AND ELECTRONIC TECHNOLOGY

## VLIV PRACOVNÍCH PODMÍNEK V ESEM NA VÝSLEDKY EDS

INFLUENCE OF WORKING CONDITIONS ON THE RESULTS OF EDS IN ESEM

### BAKALÁŘSKÁ PRÁCE

BACHELOR'S THESIS

### AUTOR PRÁCE

AUTHOR

David Pospíchal

### VEDOUCÍ PRÁCE

SUPERVISOR

Ing. Pavel Čudek, Ph.D.

BRNO 2019



# Bakalářská práce

bakalářský studijní obor **Mikroelektronika a technologie**

Ústav elektrotechnologie

**Student:** David Pospíchal

**ID:** 195621

**Ročník:** 3

**Akademický rok:** 2018/19

**NÁZEV TÉMATU:**

## Vliv pracovních podmínek v ESEM na výsledky EDS

**POKYNY PRO VYPRACOVÁNÍ:**

Nastudujte princip funkce environmentálního rastrovacího elektronového mikroskopu a problematiku detekce charakteristického rentgenového záření. Seznamte se s obsluhou rastrovacího elektronového mikroskopu VEGA 3 XMU a energiově disperzním spektroskopem XFlash 6|10. Proveďte kontrolní energiově disperzní rentgenovou mikroanalýzu vhodného vzorku a vyhodnoťte naměřené výsledky. Dále realizujte měření stejného vzorku při různých pracovních podmínkách v komoře vzorku mikroskopu. Ze získaných dat stanovte vliv různých pracovních podmínek v komoře vzorku mikroskopu na výsledky EDS. Vyhodnoťte, jakým způsobem ovlivňují pracovní podmínky výsledky EDS. Výsledky prezentujte a proveďte diskusi.

**DOPORUČENÁ LITERATURA:**

Podle pokynů vedoucího práce.

**Termín zadání:** 4.2.2019

**Termín odevzdání:** 30.5.2019

**Vedoucí práce:** Ing. Pavel Čudek, Ph.D.

**Konzultant:**

**doc. Ing. Jiří Háze, Ph.D.**  
*předseda oborové rady*

**UPOZORNĚNÍ:**

Autor bakalářské práce nesmí při vytváření bakalářské práce porušit autorská práva třetích osob, zejména nesmí zasahovat nedovoleným způsobem do cizích autorských práv osobnostních a musí si být plně vědom 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**

Bakalářská práce se zabývá energiově disperzní spektroskopií a detekcí charakteristického rentgenového záření v oblasti environmentálního rastrovacího elektronového mikroskopu. Cílem semestrální práce je porovnat výsledky prvkové mikroanalýzy vzorku při optimálních podmínkách a sledovat změny výsledků při změně pracovních podmínek, resp. tlaku dusíku a vodních par v komoře vzorku rastrovacího elektronového mikroskopu Vega3 XMU s LaB<sub>6</sub> katodou firmy TESCAN, a.s osazeného spektroskopem Xflash 6|10 firmy Bruker.

## **Klíčová slova**

Rastrovací elektronový mikroskop, environmentální rastrovací elektronový mikroskop, křemíkový driftový detektor, prvková mikroanalýza, charakteristické rentgenové záření, spojitě rentgenové záření

## **Abstract**

The bachelor thesis deals with energy dispersion spectroscopy and detection of characteristic X-rays in the field of environmental scanning electron microscope. The aim of the semester work is to compare the results of elemental microanalysis of samples under optimal conditions and to monitor changes of results, when changing working conditions, resp. nitrogen and water vapor pressure in the sample chamber of the scanning electron microscope Vega3 XMU with LaB6 cathode. TESCAN, a.s equipped with Xflash 6 | 10 spectrophotometer. Bruker

## **Keywords**

Scanning electron microscope, environmental scanning electron microscope, silicon drift detector, elemental microanalysis, characteristic X-rays, continuous X-rays

## **Bibliografická citace:**

POSPÍCHAL, David. Vliv pracovních podmínek v ESEM na výsledky EDS [online]. Brno, 2019 [cit. 2019-05-29]. Dostupné z: <https://www.vutbr.cz/studenti/zav-prace/detail/119593>. Bakalářská práce. Vysoké učení technické v Brně, Fakulta elektrotechniky a komunikačních technologií, Ústav elektrotechnologie. Vedoucí práce Pavel Čudek.

## **Prohlášení**

„Prohlašuji, že svou bakalářskou práci na téma *Vliv pracovních podmínek v ESEM na výsledky EDS*, jsem vypracoval samostatně pod vedením vedoucího semestrální práce a s použitím odborné literatury a dalších informačních zdrojů, které jsou všechny citovány v práci a uvedeny v seznamu literatury na konci práce.

Jako autor uvedené bakalářské práce dále prohlašuji, že v souvislosti s vytvořením této semestrální 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 následujícího 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.

V Brně dne:

.....

podpis autora

## **Poděkování**

Děkuji vedoucímu bakalářské práce Ing. Pavlu Čudkovi, Ph.D. za účinnou metodickou, pedagogickou a odbornou pomoc a další cenné rady při zpracování mé bakalářské práce.

V Brně dne:

.....  
podpis autora

# OBSAH

1.	Úvod.....	10
2.	Elektronový mikroskop.....	11
2.1	Rastrovací elektronový mikroskop.....	11
2.2	Environmentální rastrovací elektronový mikroskop.....	12
3.	Zdroj elektronů.....	13
3.1	Termoemisioní zdroje.....	13
3.2	Autoemisioní zdroje.....	14
3.3	Schottkyho zdroj.....	15
4.	Vady elektromagnetických čoček.....	16
4.1	Sférická vada.....	16
4.2	Chromatická vada.....	16
4.3	Astigmatismus.....	17
4.4	Difrakce.....	18
5.	Interakce svazku primárních elektronů s povrchem vzorku.....	19
5.1	Pružná srážka.....	20
5.2	Nepružná srážka.....	20
5.3	Charakteristické rentgenové záření.....	20
5.4	Sekundární elektrony.....	21
5.5	Zpětně odražené elektrony.....	22
5.6	Spojité rentgenové záření.....	22
5.7	Augerovy elektrony.....	22
5.8	Katodoluminiscence.....	23
6.	Rentgenová spektrální mikroanalýza.....	24
6.1	Křemíkový driftový detektor.....	24
6.2	Si(Li <sup>+</sup> ) detektor.....	25
6.3	Princip spektrální analýzy.....	26
7.	Praktická část.....	27
7.1	Pracovní podmínky při zkoumání vzorku.....	27
7.2	Simulace rozptylu elektronů.....	27
7.3	Zkoumaný vzorek.....	29



7.4	Prvková analýza za optimálních podmínek.....	29
7.5	Prvková analýza za přítomnosti dusíkové atmosféry .....	32
7.6	Prvková analýza za přítomností vodní páry .....	36
8.	Závěr .....	41

# 1. ÚVOD

Mikroskopy slouží k pozorování předmětů a organismů, které nejsou pouhým okem viditelné. Lze s nimi pozorovat i struktury materiálů a různých buněk. Mikroskop pomocí zorného úhlu opticky zvětšuje objekt, a tím umožňuje pozorování i velmi malých předmětů.

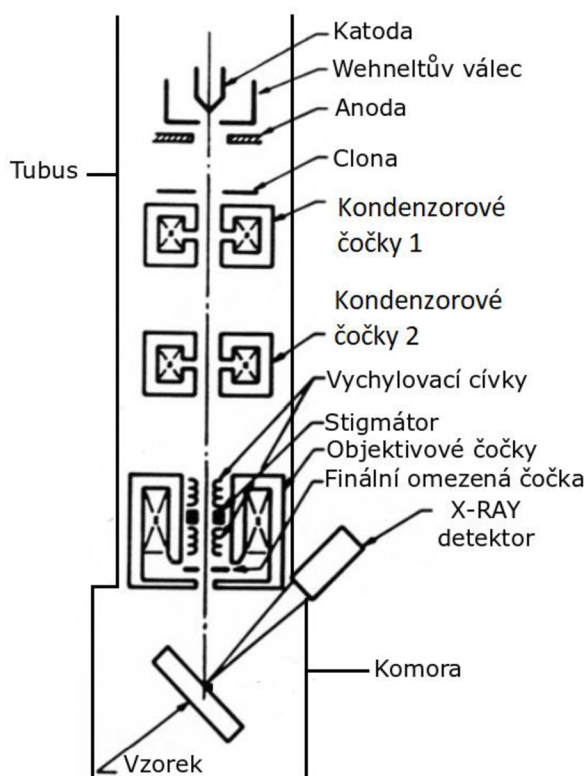
Mikroskopy lze rozdělit na optické, elektronové a s rastrujícím hrotem. U optického mikroskopu se využívá fokusovaného světla pomocí soustavy optických čoček. Elektronovou mikroskopii lze rozdělit na transmisní elektronovou mikroskopii (TEM) a rastrovací elektronovou mikroskopii (SEM). V TEM svazek primárních elektronů prochází tenkým vzorkem a obraz je tvořen na stínítku. Rastrovací elektronová mikroskopie slouží k pozorování detailů povrchu vzorku a využívá signály vznikající při interakci elektronů s pevným tělesem. SEM pracuje pouze ve vakuu, a tak vznikly mikroskopy, které umožňují pracovat v plynném prostředí uvnitř komory vzorku mikroskopu a ty se jmenují environmentální rastrovací elektronové mikroskopy (ESEM). Environmentální rastrovací elektronová mikroskopie umožňuje zkoumat vzorky živé a neživé přírody i v podmínkách vysokých tlaků. V komoře může být přítomné vakuum, nebo může být připouštěn pracovní plyn (vodní pára a dusík) [1].

K získání informací o prvkovém složení materiálu slouží rentgenová spektrální mikroanalýza a ta se dělí na vlnově disperzní spektroskopii (WDS) a energiově disperzní spektroskopii (EDS) [1].

## 2. ELEKTRONOVÝ MIKROSKOP

### 2.1 Rastrovací elektronový mikroskop

Rastrovací elektronový mikroskop (SEM) slouží k pozorování struktury a složení vzorků s vysokým rozlišením až 0,5 nm. SEM, který je zobrazen na Obr. 2.1 se skládá z komory a tubusu. [2].



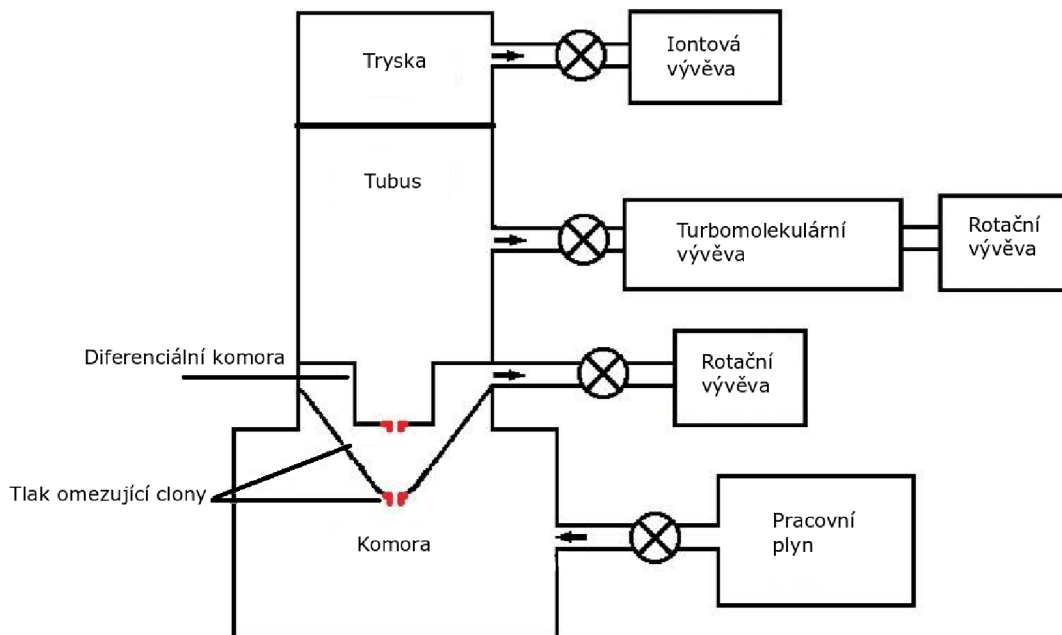
**Obr. 2.1 Schéma rastrovacího elektronového mikroskopu [5]**

V tubusu SEM se nachází ve vrchní části zdroj elektronů, clony, kondenzorové čočky, vychylovací cívky a stigmátor viz. Obr. 2.1. Clony částečně kompenzují vady elektromagnetických čoček a vylepšují odstíny. Elektromagnetické čočky jsou nastavitelné a zmenšují průměr svazku elektronů, které dopadají na vzorek a kontrolují velikost proudu. Objektiv obsahuje stigmátor, vychylovací cívky a finální aperturu. Vychylovací cívky vychylují svazek PE vertikálně i horizontálně, a tím zabezpečí rastrování po celém vzorku. Vychylovací systém se skládá nejméně ze 4 elektrod. Pomocí stigmátoru lze koordinovat astigmatismus elektromagnetických čoček. Objektiv je doplněn elektrostatickou čočkou, která slouží k doostření a upravuje křížiště, ve kterém se kříží elektrony. Jakmile svazek dopadne na povrch vzorku, uvolňují se různé signály a jejich detekcí získáváme obraz, nebo jiné informace o vzorku [2] [6].

Celý SEM se nachází ve vakuu. Aby se zabránilo náhodným srážkám primárních elektronů s molekulami vzduchu, které by změnili jejich energii a směr pohybu, vyčerpává se prostor tubusu. Pracovní vakuum se pohybuje od  $10^{-3}$  až  $10^{-8}$  Pa. Proces čerpání vzduchu a kvalita vakua je řízena automaticky. Rotační vývěva slouží k předčerpání zavzdušněného vnitřku mikroskopu a je schopna snížit tlak přibližně na  $10^{-1}$  Pa. Elektronová tryska vyžaduje nejvyšší stupeň vakua až  $10^{-8}$  Pa, kterého je dosaženo iontovými vývěvami. Vzduch navíc obsahuje molekuly  $O^2$ ,  $N^2$ ,  $CO^2$  a uhlovodíky, které kontaminují tubus i vzorek [7].

## 2.2 Environmentální rastrovací elektronový mikroskop

SEM pracuje pouze ve vakuu, tudíž neumožňuje pozorování nevodivých nebo biologických vzorků. Environmentální rastrovací elektronový mikroskop (ESEM) vychází z konstrukce SEM, rozdíl je v oddělení vakuového prostředí od tubusu a dovoluje používat různé plyny v komoře vzorku (dusík, vodní pára). Mikroskop musí být vybaven dostatečně výkonnými vývěvami různých typů. Nejpoužívanější jsou rotační, iontové a turbomolekulární. Díky kompenzaci elektrického náboje je možné pozorovat elektricky nevodivé vzorky, aniž by se musel jejich povrch pokryt elektricky vodivou vrstvou. V tubusu dochází ke kontaminaci zbytky vodních par a molekulami uhlovodíku [7].

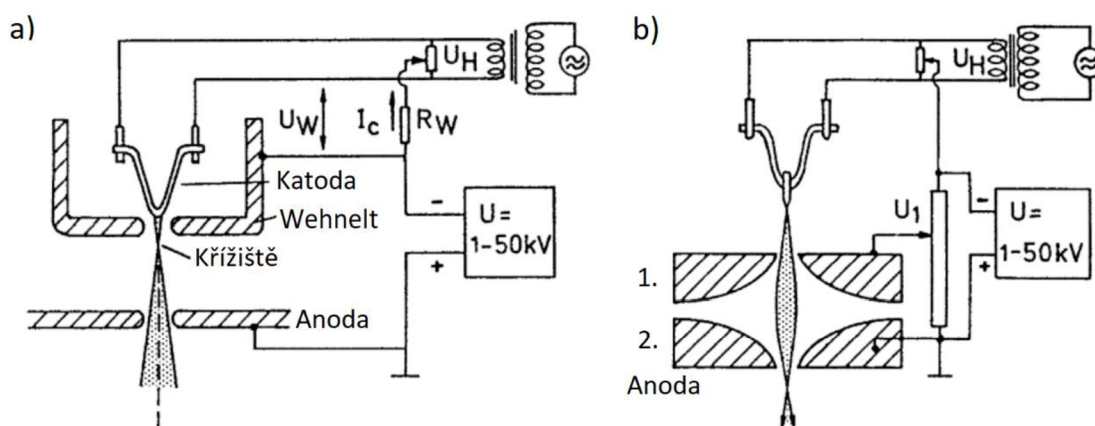


**Obr. 2.2 Vakuový systém environmentálního rastrovacího elektronového mikroskopu [8]**

Komora je oddělena od tubusu pomocí komory diferenciálního čerpání, ta umožňuje zachování tlaku v tubusu  $10^{-3}$  Pa, při tlaku dusíku nebo vodních par až 4 kPa v komoře vzorku mikroskopu. Zjednodušené schéma vakuového systému je zobrazeno na Obr.2.2. V komoře se srážejí molekuly plynu s elektrony svazku a dochází k rozšíření původního svazku elektronů. Tlaku omezující clony umožňují průchod elektronů a zároveň zabraňují průchodu plynu do tubusu [6].

### 3. ZDROJ ELEKTRONŮ

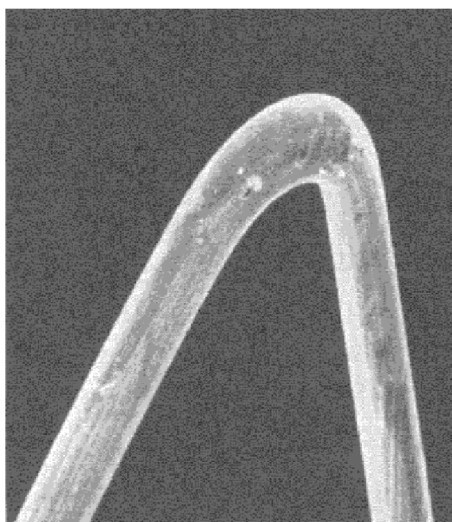
Zdroje elektronů jsou termoemisní (přímožhavené, nepřímžhavené), autoemisní nebo pracující na Schottkyho principu.



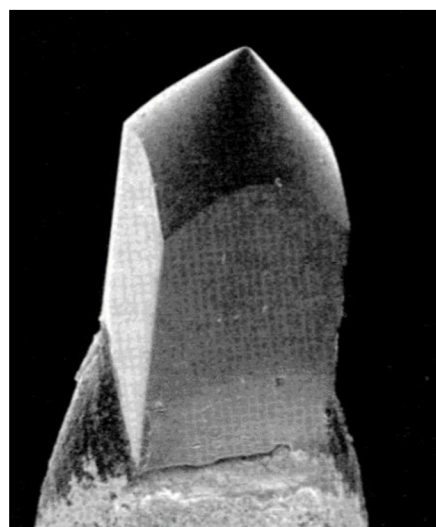
Obr. 3.1 (a) Principiální schéma katody skládající se z termoemisního zdroje elektronů, Wehneltova válce a anody (b) Autoemisní zdroj [21]

#### 3.1 Termoemisní zdroje

Termoemisní trysky se dělí na přímožhavené a nepřímžhavené. Základní rozdíl je ve způsobu ohřevu. U přímožhavených je zdrojem ohřevu wolframové vlákno vytvarované do písmene V. Katoda je zahřívána na teplotu až 2700 K průchodem stejnosměrného žhavicího proudu a zároveň je na ni přivedeno záporné napětí v rozmezí 200–30 kV. Pod katodou je umístěna anoda, která je na potenciálu země. Mezi elektrodami vzniká napětí, které urychluje emitované elektrony.



Obr. 3.2 Wolframová katoda



Obr. 3.3 Katoda z Lab<sub>6</sub>

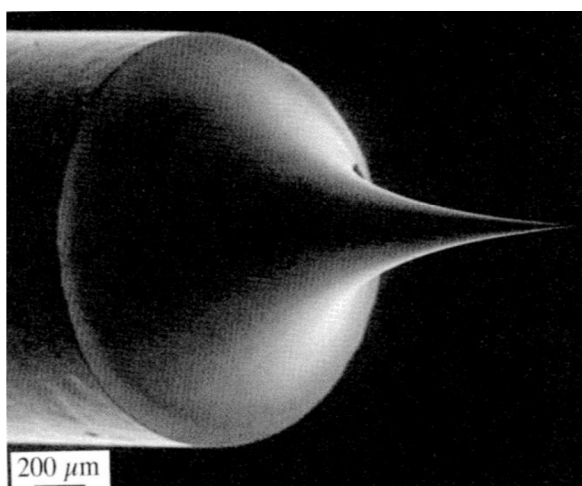
U přímožhavené trysky je potřeba hodnota vakua v řádech  $10^{-3}$  Pa. Wolfram má nízkou výstupní energii valenčních elektronů. Jakmile překročí teplota katody její mezní teplotu, začnou se uvolňovat elektrony z jejího povrchu. Termoemisioní přímožhavená wolframová katoda je nejstarší a zároveň nepoužívanější typ elektronového zdroje [8].

Nepřímožhavená katoda se skládá z topného tělesa a krystalu ( $\text{LaB}_6$ ), resp.  $\text{CeB}_6$ , přičemž je konec krystalu vytvarován do hrotu viz. Obr. 3.3. Topné těleso ohřívá krystal.  $\text{LaB}_6$  vyžaduje vyšší hodnotu vakua a má větší emisi elektronů než wolframová katoda. Provozní teplota se pohybuje od 1700–2100 K [8].

Elektrony jsou v atomech vázány výstupní energií ( $E_v$ ). K uvolnění elektronů z vazby, je potřeba dodat větší energii než  $E_v$ . Toho lze dosáhnout několika způsoby. Žhavicí napětí nesmí překročit hodnotu, při které dochází ke stavu nasycení. Anoda již nestihá odsávat všechny emitované elektrony a u hrotu vznikne oblast prostorového náboje. U hrotu se nachází Wehneltův válec, který funguje jako zpětná vazba a stabilizuje emisi elektronů. Katoda se zahřívá těsně pod její teplotu tání, jelikož v téhle teplotě mají největší emisi elektronů [8].

### 3.2 Autoemisioní zdroje

Autoemisioní zdroje používají k emisi silné elektrické pole, teplota pouze podporuje emisi. Autoemisioní trysky potřebují vakuum větší než  $10^{-8}$  Pa, jinak by mohlo dojít ke zničení hrotu ze zbytkových plynů. Autoemise se vyhřívá, aby nedocházelo k adsorbci vody ze vzduchu. Hrot se skládá z monokrystalu, pod kterým se nachází 2 elektrody. První elektroda usměrňuje elektrické pole tzv. stínící. Druhá elektroda urychluje elektrony. Elektrody mohou pracovat za pokojových teplot [10].



Obr. 3.5 Autoemisioní tryska

### 3.3 Schottkyho zdroj

Jedná se o nejpokročilejší dostupný zdroj, který je používán v rastrovací elektronové mikroskopii. Využívá se zde Schottkyho jevu, což je zvýšení průtoku elektronů z povrchu zahřátého materiálu působením elektrického pole. Minimální energie požadovaná k tomu, aby elektron opustil povrch daného materiálu, je zajištěna pomocí zvýšené teploty. S rostoucím elektrickým polem klesá výstupní práce, a tím je zvýšen emisní proud elektronů.

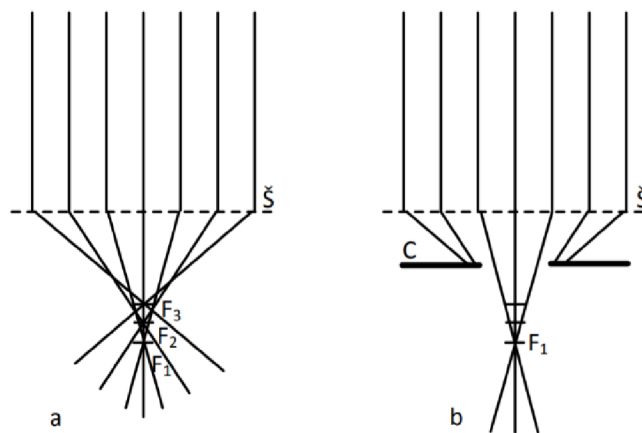
Schottkyho zdroj se skládá z monokrystalického wolframového drátu, na kterém je vrstva ZrO. Při působení teploty a elektrického pole, elektrony tunelují z wolframu přes ZrO do vakua. [8]

## 4. VADY ELEKTROMAGNETICKÝCH ČOČEK

Vady elektromagnetických čoček jsou hlavním důvodem, proč nelze dosáhnout teoretické rozlišovací schopnosti.

### 4.1 Sférická vada

Sférickou vadu způsobuje rozdílná velikost elektromagnetického pole čočky působícího na svazek PE. Na elektrony procházející dále od osy působí silnější elektromagnetické pole, než na elektrony procházející blíže ke středu čočky, důsledkem čehož vzniká více než jedno ohnisko a svazek primárních elektronů nedopadá do jednoho bodu, ale má určitý minimální průměr. Elektrony, které procházejí vnější částí čočky, jsou zaostřovány do bodu, který se nachází blíže k čočce než elektrony, které procházejí čočkou v těsné blízkosti optické osy. Sférická vada způsobuje že svazek nedopadá do jednoho křížičště viz. Obr 4.1 (a). Čím větší je ohnisková vzdálenost čočky, tím větší je sférická vada. Sférická vada se kompenzuje zacloněním viz. Obr. 4.1 [12].



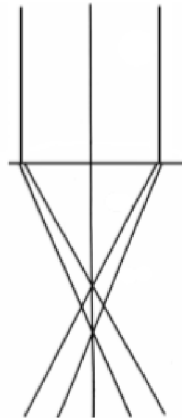
Obr. 4.1 a) sférická vada čočky b) regulace sférické vady [22]

### 4.2 Chromatická vada

Chromatická vada je způsobena rozdílnou energií, resp. vlnovou délkou svazku PE. Elektrony s větší vlnovou délkou, jsou v magnetickém poli vychylovány jinak než elektrony s nižší vlnovou délkou. Zvětšuje se, se snižující energií svazku primárních elektronů. Chromatickou vadu lze omezit použitím kvalitnějšího zdroje elektronů a



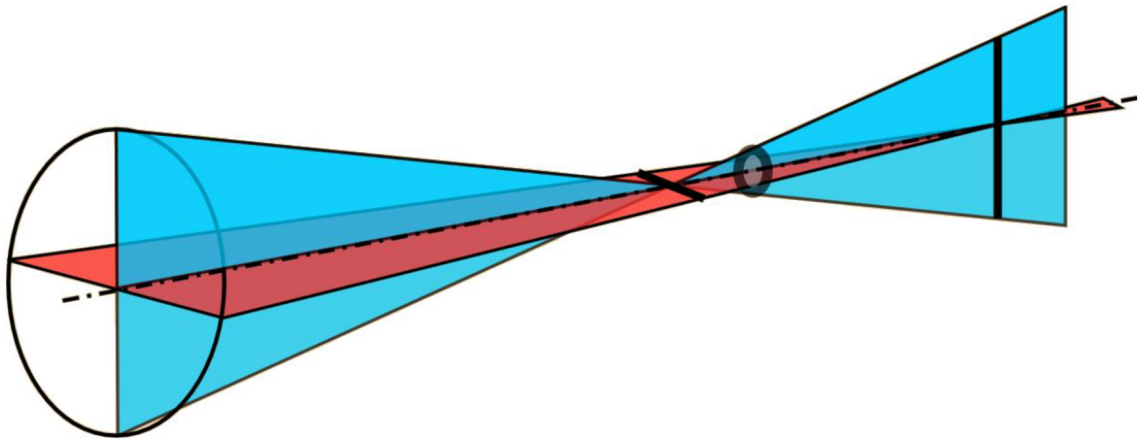
vhodným umístěním clon s malým průměrem mezi elektromagnetické čočky. Odstranit tuto vadu zcela nelze [12].



Obr. 4.2 chromatická vada čočky [13]

### 4.3 Astigmatismus

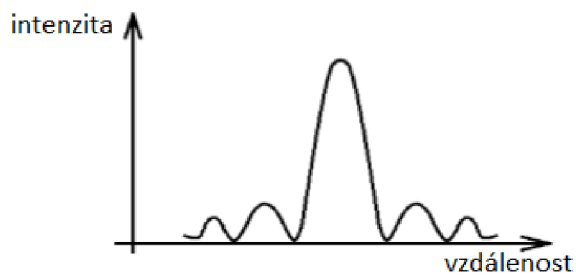
Osový astigmatismus bývá způsoben nesymetrií magnetického pole a nečistotami na vnitřních plochách mikroskopu. Nečistoty, které bývají nevodivé, se nabíjí a jejich rušivým elektrickým polem způsobují změny v dráhách elektronů. Elektrony procházející elektromagnetickou čočkou, mají různé ohnisko a promítají se v odlišných rovinách. Vada se kompenzuje kombinací více čoček a koriguje se magnetickým polem stigmátoru [12].



Obr. 4.3 zobrazení astigmatismu [13]

## 4.4 Difrakce

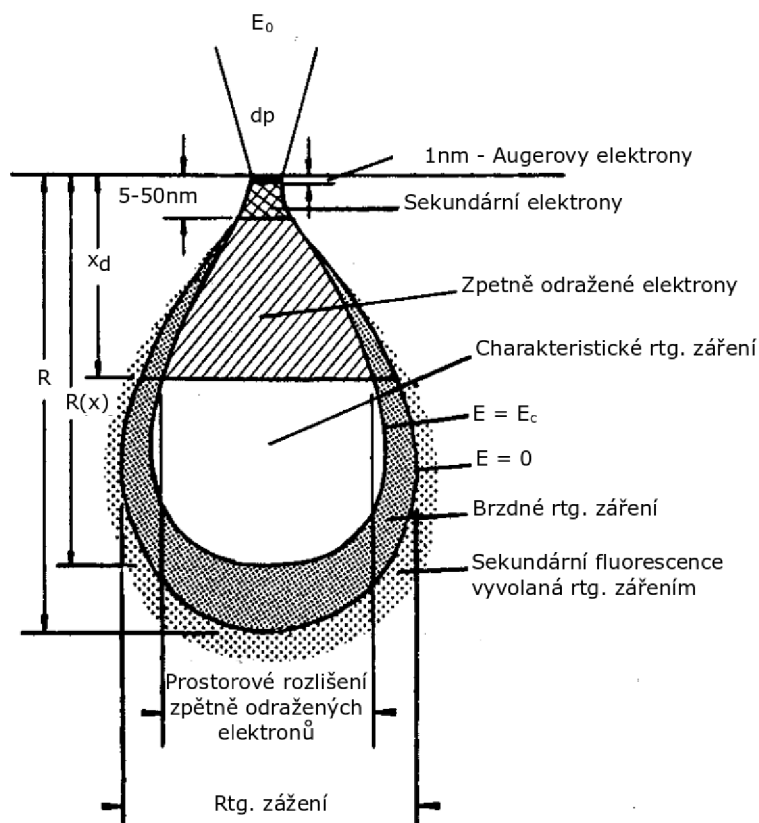
Difrakce nastává při průchodu elektronů malou clonou. Clona, která omezuje průměr primárního svazku, způsobuje difrakci vlnění svazku PE. Za clonou vzniknou soustředěné kruhy s centrálním maximem. Velikost clon se volí s ohledem na to, aby difrakce byla dostatečně malá a zároveň chromatická vada nebyla velká. Zmenšováním průměru clony, dochází k nárůstu centrálního maxima podle Gaussovy distribuční funkce viz Obr. 4.4 [8].



Obr. 4.4 Difrakce [8]

## 5. INTERAKCE SVAZKU PRIMÁRNÍCH ELEKTRONŮ S POVRCHEM VZORKU

K získání informací o vzorku slouží signály, které vznikají při interakci PE s povrchem vzorku viz. Obr.5.1. Jakmile dopadne elektronový svazek na povrch vzorku, začnou jim pronikat elektrony a dochází k pružným a nepružným srážkám s atomy vzorku [8].



Obr. 5.1 Signály vznikající při dopadu elektronů na povrch vzorku [14]

Na hloubku vniku PE má vliv urychlovací napětí a protonové číslo vzorku. K vypočtení hloubky vniku PE lze využít empirický vzorec

$$h = \frac{10E^{1,43}}{\rho}, \quad (1)$$

kde  $E$  je energie primárních elektronů v keV a  $\rho$  hustota materiálu vzorku v  $\mu\text{g}/\text{cm}^3$ .

## 5.1 Pružná srážka

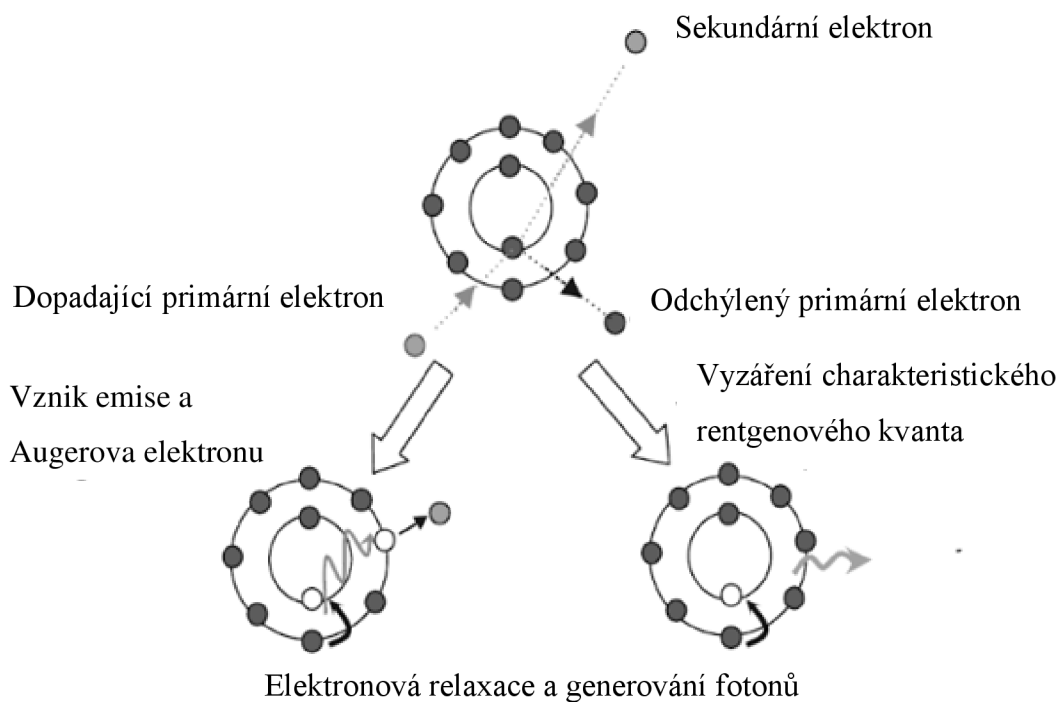
Při pružné srážce dojde ke změně dráhy letu PE, bez ztráty jeho kinetické energie. PE bývá nejčastěji vychýlen o 2-5°, ale může být vychýlen až o 180° a elektron může být zpětně odražen. Pravděpodobnost pružné srážky se zvyšuje se snižující energií primárního elektronu a se zvyšujícím se protonovým číslem vzorku [8].

## 5.2 Nepružná srážka

Nepružná srážka může nastat s elektronovým obalem nebo jádrem atomu. Při nepružné srážce s elektronovým obalem, dochází k vybuzení elektronů v atomu vzorku na vyšší energetickou hladinu, nebo nastane ionizace atomu. Elektron předá energii dalšímu atomu a pokračuje se zmenšenou kinetickou energií. Při nepružné srážce je změna trajektorie pohybujícího se elektronu menší než 0,1°. Při nepružné srážce s jádrem atomu elektron ztratí část své kinetické energie a ta je vyzářena v podobě spojitého RTG záření. Energie vyzářeného RTG záření je závislá na vzdálenosti mezi elektronem a jádrem atomu. [8]

## 5.3 Charakteristické rentgenové záření

Elektrony jsou vázány na určité energetické hladiny, které se nachází v elektronovém obalu. Hladiny lze rozdělit na K, L, M, N, O, P, Q. Platí že hladina K je nejbližší k jádru



Obr. 5.4 Průběh nepružné interakce urychleného elektronu s elektronovým obalem atomu [8]

atomu, následuje hladina L s menší vazební energií. Se vzdalující se hladinou klesá i vazební energie. Vazební energie popisuje, jaká energie je potřebná k uvolnění elektronu z jeho hladiny. Charakteristické rentgenové záření vzniká při přechodu elektronu z vyšší energetické hladiny na nižší [17]. Vznik RTG záření je zobrazen na Obr. 5.4.

Při nepružné srážce PE s elektronovým obalem, může dojít k uvolnění elektronu z vnitřní hladiny elektronového obalu. Pokud PE odevzdá dostatečnou energii, elektron opustí obal a dojde k ionizaci. Atom se dostane do excitovaného stavu s vyšší hodnotou energie. Excitovaný atom přejde do stavu s minimální možnou energií. Energie elektronů v hladinách a rozdíl energií je přesně definován, proto je pojmenováno charakteristické rentgenové záření. Každý prvek má odlišnou vazební energii elektronů. [8] Hodnota energie charakteristického rentgenového záření je popsána rovnicí:

$$E_{char} = E_v - E_h = hf = h \frac{c}{\lambda} \quad (5)$$

Kde  $E_v$  je energie elektronu na vnitřní hladině,  $E_h$  je energie elektronu na vyšší hladině,  $h$  je Planckova konstanta,  $c$  je rychlost světla a  $\lambda$  je vlnová délka RTG kvanta [17].

## 5.4 Sekundární elektrony

Sekundární elektrony (SE) jsou excitované elektrony uvolněné z vnější vrstvy elektronového obalu atomu vzorku v důsledku nepružné srážky urychleného PE s elektronovým obalem atomu vzorku. Energie SE se pohybuje v rozmezí 3–5 eV, ale může dosáhnout i hodnoty 50 eV. SE se tedy mohou pohnout ve vzorku pouze na velmi malou vzdálenost a jsou ze vzorku emitovány pouze z hloubky 3-5 nm, maximálně 50 nm. Z toho vyplývá, že čím větší je úhel mezi svazkem primárních elektronů a vzorkem, tím je větší počet SE, které mohou být emitovány ze vzorku. Sekundární elektrony přenášejí především topografickou informaci. [8].

Množství emitovaných SE je definováno jako koeficient emise sekundárních elektronů  $\delta$ , který lze vypočítat dle vztahu (2)

$$\delta = \frac{n_{SE}}{n_{PE}} = \frac{I_{SE}}{I_{PE}}, \quad (2)$$

Kde platí že,  $I_{SE}$  je proud sekundárních elektronů a  $I_{PE}$  je proud primárních elektronů. SE lze rozdělit do 3 skupin, podle jejich místa vzniku.

SE1-sekundární elektrony, které se uvolňují v místě dopadu PE na vzorek. Tyto elektrony nesou topografické informace.

SE2-sekundární elektrony generované BSE, nesou taktéž topografické informace a zároveň i informace o kontrastu materiálu.

SE3-Sekundární elektrony vzniknou na stěně komory při dopadu BSE. Tyto elektrony nejsou vhodné k detekci, jelikož přenášejí pouze informace materiálové [8].

## 5.5 Zpětně odražené elektrony

Primární elektrony, které při pružné a nepružné srážce se vzorkem změnili svou dráhu o více než 90° a emitovali ze vzorku ven, se nazývají zpětně odraženými elektrony. S rostoucím protonovým číslem vzorku a úhlem dopadu svazku PE, roste i počet BSE. Počet uvolněných elektronů je definován koeficientem emise BSE (3) [8].

$$\eta = \frac{I_{BSE}}{I_{PE}}, \quad (3)$$

Kde  $I_{BSE}$  je proud zpětně odražených elektronů, které byly emitovány ze vzorku a  $I_{PE}$  je proud primárního svazku.

## 5.6 Spojité rentgenové záření

Spojité rentgenové záření, je způsobeno nepružnou srážkou PE s jádrem atomu vzorku. Elektrostatické pole atomů je složeno ze záporného náboje vázaných elektronů a kladného náboje atomového jádra a ty se navzájem vyvažují. Při zpomalení primárního elektronu elektrostatickým polem atomu, dochází ke ztrátě energie PE, a ta je vyzářena formou kvant elektromagnetického záření [6]. Změna energie je dána vztahem:

$$E_{spoj} = \Delta E = hf = h \frac{c}{\lambda}, \quad (4)$$

Kde  $\Delta E$  je rozdíl energií mezi hladinami,  $h$  je Planckova konstanta,  $c$  je rychlost světla ve vakuu a  $\lambda$  je vlnová délka vyzářeného RTG kvanta.

Spojité RTG záření nepřenáší žádné informace o vzorku, působí jako šum při prvkové mikroanalýze [8].

## 5.7 Augerovy elektrony

Je-li atom v excitovaném stavu po nepružné srážce PE s elektronovým obalem, dojde k relaxaci jeho stavu do stavu s nižší energetickou hladinou. Při tomto přechodu se musí rozdíl energie předat některému valenčnímu elektronu, a ten je vyzářen v podobě Augerova elektronu. Rozdíl energie se může ještě vyzářit ve formě kvanta RTG. Pravděpodobnost je 1:1, že dojde k vyzáření RTG nebo Augerova elektronu a zároveň je

i závislá na protonovém čísle atomu vzorku. Augerovy elektrony se v ESEM nedetekují, jelikož je vzorek rychle zkontaminován [8].

## 5.8 Katodoluminiscence

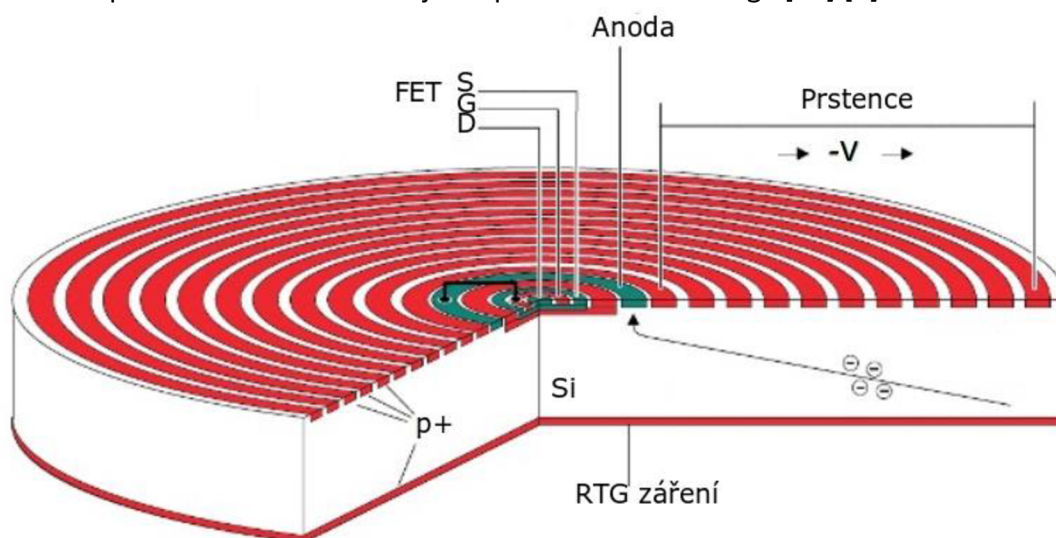
Katodoluminiscenční záření vzniká při přechodu elektronů z valenčního pásma přes zakázané pásmo do vodivostního. Ve valenčním páse vznikne díra a celý tento proces je vyvolán nepružnou srážkou. Rekombinací elektronu je vyzářena přebytečná energie ve formě fotonu, který se může nacházet ve viditelné, ultrafialové nebo infračervené části spektra [8] [18].

## 6. RENTGENOVÁ SPEKTRÁLNÍ MIKROANALÝZA

Rentgenová spektrální mikroanalýza umožňuje určení prvkového složení daného vzorku, detekcí charakteristického rentgenového záření. K identifikaci chemického prvku se používá vlnová délka, nebo energie charakteristického RTG záření. K detekci RTG lze využít několika detektorů. Hlavní funkce detektoru je změna energie ionizujícího záření na elektrické pulsy, kterou je možné zaznamenávat. Důležitými parametry detektorů jsou účinnost, linearita, energetická proporcionalita a rozlišení [6].

### 6.1 Křemíkový driftový detektor

Křemíkové driftové detektory (SDD) na bázi polovodiče viz. Obr.6.1, slouží k detekci rentgenového záření. Detektor je složen z anody, unipolárního FET tranzistoru a křemíkového polovodiče typu N, na kterém jsou soustředěné prstence typu P. Prstence začínají u anody poblíž středu detektoru. Spodní strana detektoru je tvořena polovodičem typu P. Při přiložení záporného napětí do oblasti typu P na spodní straně a mezi anodu, se vytvoří v N typu depletiční oblast tj. bez volných nosičů náboje. Uvnitř detektoru je elektrické pole tzv. driftové, od kterého je odvozen název detektoru a jeho gradient je tvořen potenciálovým rozdílem mezi prvním prstencem typu P u anody a prstencem který je nejdál od středu. Napětí na jednotlivých prstencích je definované integrovaným děličem napětí, jen první a krajní prsteneček musí být napájen zvlášť. Objem detektoru je citlivý na absorbování rentgenového záření a každý vygenerovaný elektron se musí přesunout do místa s nejnižší potenciálovou energií [14] [6].



Obr. 6.1 Princip křemíkového driftového detektoru [4]

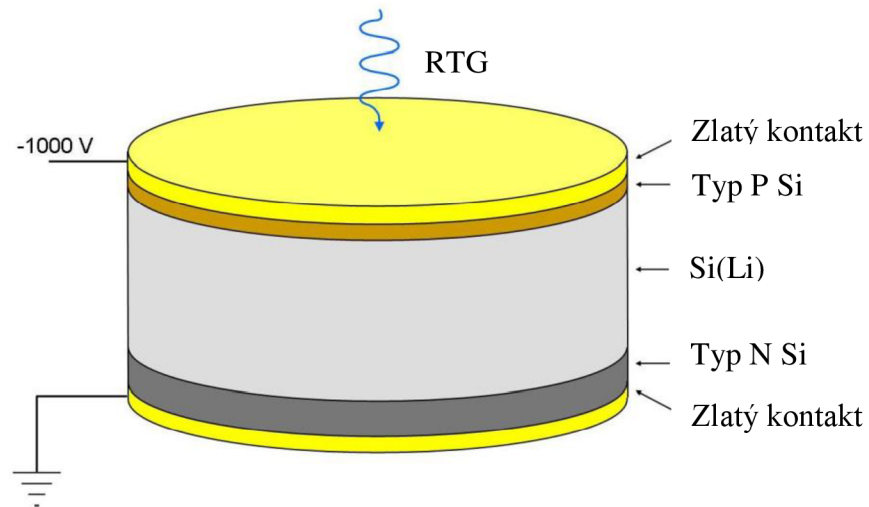


Výhoda SDD je, že mají analogové vyčítání a umožňují určit energetickou ztrátu částice, která jimi prošla. Používá se při experimentech se srážkami těžkých iontů, protože zvládají vysokou multiplicitu.

Nevýhoda je potřebné vysoké napětí a velké nároky na udržování přesné teploty. Mají relativně nízkou rychlost ve srovnání s ostatními polovodičovými detektory (pixelové, mikrostripové) [27].

## 6.2 Si(Li<sup>+</sup>) detektor

Si(Li<sup>+</sup>) detektor má záření na základě křemíku dopovaného lithiem typu P a má tloušťku několik mm. Na okrajích se nachází vysoká koncentrace Li atomů a ty tvoří oblast typu N. Kontakt je z jedné strany pozlacený a z druhé strany je Schottkyho bariéra. Na pozlacený kontakt je připojeno napětí v rozmezí 300–1000 V. Jakmile vstoupí foton, vzniknou páry elektron-díra, jejichž počet je přímo úměrný energii dopadajícího kvanta. Výstupní signál je v tomhle případě slabý, protože zde neexistuje žádné vnitřní zesílení signálu. Si(Li<sup>+</sup>) detektory v rastrovacích elektronových mikroskopech byly nahrazeny SDD detektory. Problém Si(Li<sup>+</sup>) detektoru spočívá v nutnosti chlazení kapalným dusíkem a má malé rozlišovací schopnosti. [24]



Obr. 6.2 Schéma Si(Li<sup>+</sup>) detektoru [23]

### 6.3 Princip spektrální analýzy

Kvalitativní analýza slouží ke stanovení přítomnosti chemického prvku ve zkoumaném vzorku. Prvky se dělí na majoritní, minoritní a stopové. Majoritní prvky lze přiřadit s vysokou jistotou oproti minoritním a stopovým prvkům, u těch se může objevit chyba v přiřazení jednotlivých čar. Přesahuje-li intenzita charakteristického rentgenového záření o energii příslušejícího prvku hodnotu spojitého spektra, tak je chemický prvek v analyzovaném bodě přítomný. Polohu spektrální čáry lze téměř jednoznačně určit na základě údajů v tabulce. Mezi důležité informace pro správné určení prvků patří energie spektrální čáry.

Kvantitativní analýza slouží ke stanovení obsahu prvku v hmot. % a to na základě srovnání intenzity charakteristického rentgenového záření určitého prvku, změřeného na analyzovaném vzorku s intenzitou charakteristického rentgenového záření stejného prvku změřeném na vhodném standartu. [6] Koncentrace prvku  $C_A$  je dána vzorcem:

$$C_A = \frac{I_A}{I_S} * C_S \quad (2)$$

Kde  $I_A$  je intenzita RTG záření,  $I_S$  je RTG intenzita prvku A ve standartu a  $C_S$  je koncentrace prvku A ve standartu.

Bezstandardová analýza spoléhá pouze na spektrum, které bylo získané ze zkoumaného vzorku. Intenzita spektrální čáry je získána výpočtem. Pro bezstandardovou metodu jsou nutné přesné hodnoty energie vzorku, úhel pod kterým opouští rentgenové záření vzorek a účinnost detektoru. Bezstandardové metody lze rozdělit do dvou skupin. První je tzv. pravá, kde je intenzita ze standardu vypočítaná na základě fyzikálních principů. Druhá je tzv. metoda přizpůsobených standardů, kde je intenzita spektrální čáry odvozena od souboru experimentálních standardových měření.

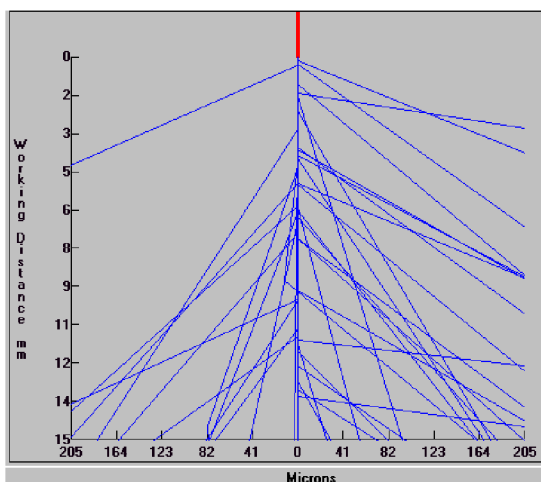
# 7. PRAKTICKÁ ČÁST

## 7.1 Pracovní podmínky při zkoumání vzorku

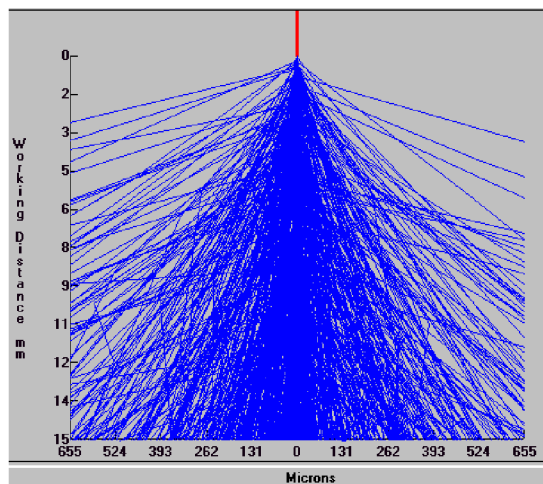
Veškerá měření byla prováděna v laboratoři mikroskopických technik na Ústavu elektrotechnologie FEKT VUT v Brně. Měření probíhala v rastrovacím elektronovém mikroskopu VEGA3XMU s LaB<sub>6</sub> katodou firmy TESCAN, a.s. osazeného energiově disperzním spektroskopem Xflash 6|10 firmy Bruker. Mezi důležité parametry, které stanovují pracovní podmínky patří pracovní vzdálenost, což je vzdálenost od pólového nástavce mikroskopu ke vzorku. Pracovní vzdálenost, byla u každého měření nastavena na 15 mm, což je výrobcem doporučená vzdálenost pro prvkové analýzy. Optimální velikost proudu primárního svazku odpovídá hodnota 3 nA, který byl měřen v nastavení mikroskopu. Urychlovací napětí bylo nastaveno na 15 kV a následně na 30 kV.

## 7.2 Simulace rozptylu elektronů

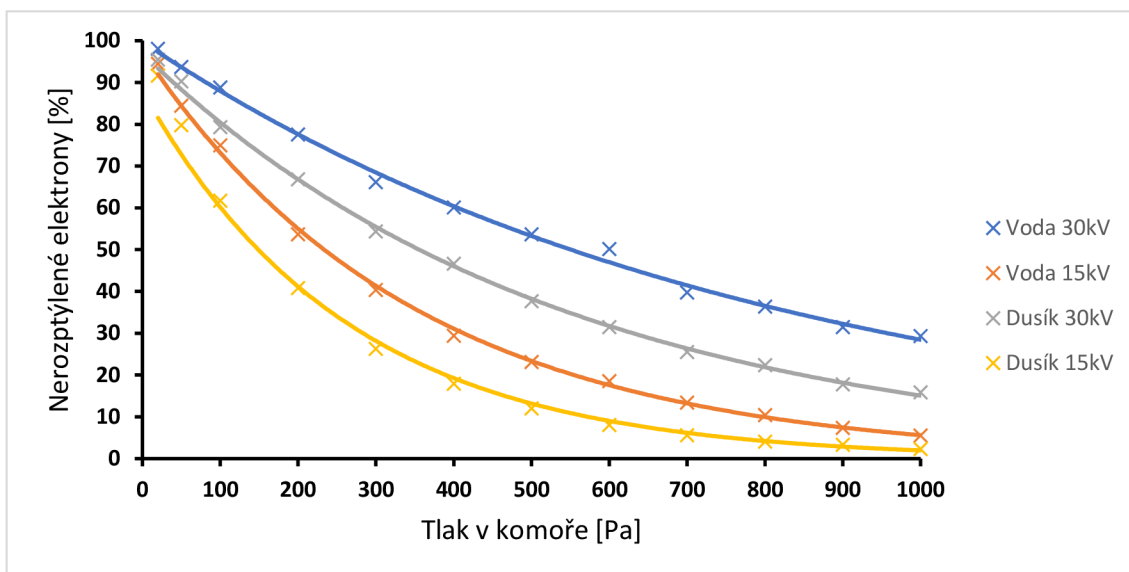
Pomocí simulace byl zjištěn vliv přítomnosti plynu v komoře vzorku na svazek PE. Simulace rozptylu elektronu byla zhotovena pomocí programu Electron Flight Simulator. Interakce molekul plynu, který se nachází v pracovní komoře se svazkem PE, způsobí rozptyl elektronů do oblastí okolo sledovaného místa. Při simulaci rozptylu elektronu ve vodní páře, bylo nastaveno urychlovací napětí 30 kV, pracovní vzdálenost 15 mm a příslušný tlak plynu v komoře vzorku. Z Obr. 7.1 a 7.2 plyne, že při zvýšení tlaku se zvětšuje rozptyl elektronů.



Obr. 7.1 Rozptyl elektronů při tlaku 100 Pa

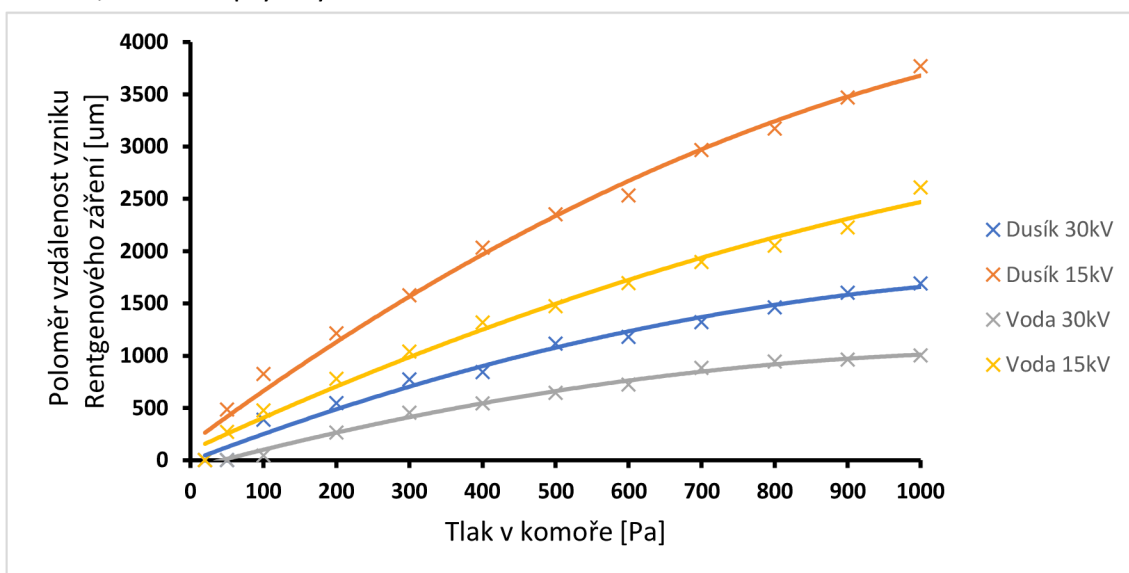


Obr. 7.2 Rozptyl elektronů při tlaku 1000 Pa



**Obr. 7.3** Závislost množství nerozptýlených elektronů na tlaku v komoře pro vodu a dusík při změně urychlovacího napětí

Na Obr. 7.3 je znázorněna závislost množství nerozptýlených elektronů na tlaku plynu v komoře vzorku pro vodní páru a dusík při urychlovacím napětí  $U_k=15$  kV a  $U_k=30$  kV. Z výsledků simulace je viditelné, že s rostoucím tlakem klesá počet nerozptýlených primárních elektronů. Při urychlovacím napětí 30 kV, je počet nerozptýlených elektronů pro vodní páru pod tlakem 1000 Pa 29,3 % a pro dusík 15,8 %. Při změně urychlovacího napětí na 15 kV, se hodnoty změní pro vodu na 5,5 % a pro dusík 2,3 % nerozptýlených elektronů.

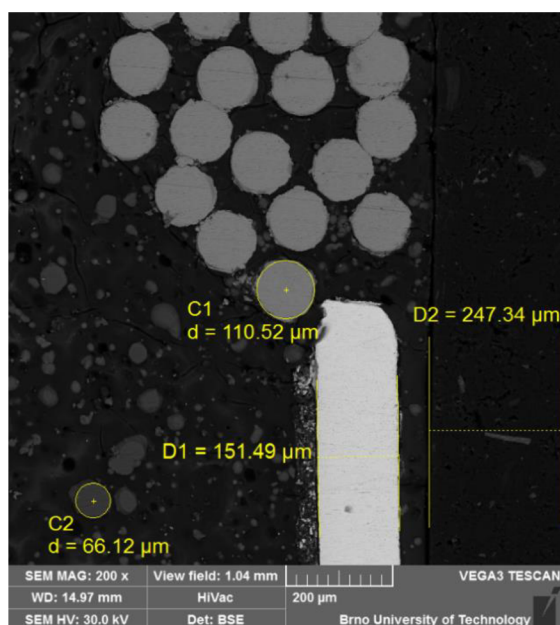


**Obr. 7.4** Poloměr vzdálenosti vzniku rentgenového záření na tlaku v komoře pro vodu a dusík při změně urychlovacího napětí

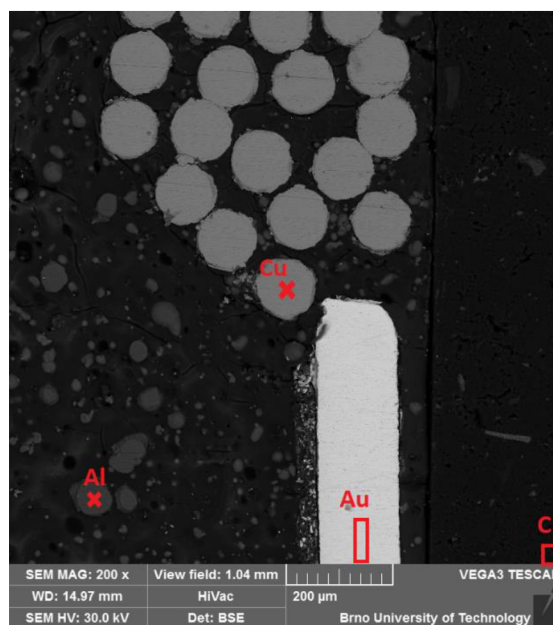
Ostatní primární elektrony, které byly rozptýleny, dopadají do vzdálenosti jednotek milimetrů od sledovaného bodu. Rentgenové záření je generováno rozptylem svazku primárních elektronů ze sledovaného bodu i z jeho okolí. Na Obr. 7.4 je znázorněn poloměr vzdálenosti vzniku rentgenového záření na tlaku vodní páry a dusíku v komoře vzorku mikroskopu.

### 7.3 Zkoumaný vzorek

Pro provedení energiově disperzní rentgenové spektroskopie, byl k dispozici vybraný vzorek, u kterého bylo předem známo jeho prvkové složení. Vzorek je složen z různých oblastí, které obsahují uhlík, zlato, měď, hliník a síru. Každá oblast by se měla skládat pouze z jednoho chemického prvku, ale objevují se tam i další chemické prvky. Při každém měření bylo nezbytné, aby byl vzorek umístěn ve stejné poloze viz. Obr 7.5. vzorek byl rozdělen do 4 oblastí viz. obr.7.6, měděná, zlatá, uhlíková a hliníková oblast. K vytvoření obrazu byl použit BSE detektor.



Obr. 7.5 Měřený vzorek s vyznačenými vzdálenostmi jednotlivých oblastí.



Obr. 7.6 Měřený vzorek se znázorněním míst, ze kterých byly prováděny prvkové analýzy

### 7.4 Prvková analýza za optimálních podmínek

Nejprve byla provedena prvková analýza z celé oblasti vzorku a po určení všech prvků, byl proveden mapping viz. obr.7.9 kde byly získány prostorové informace o rozložení chemických prvků. Následně byly vybrány jednotlivé oblasti pro EDS viz. Obr.7.6. Prvkové analýzy za optimálních podmínek, probíhali ve vakuovém prostředí

v komoře vzorku. Hliníková a měděná oblast byly vybrány pomocí bodu point. Zlatá a uhlíková oblast byla vybrána pomocí obdélníkového výběru viz Obr. 7.6. Spektra provedených analýz ve vakuu při 15 kV a 30 kV pro zlatou oblast, lze vidět na Obr. 7.7 a 7.8. Jednotlivé mapové oblasti jsou uvedeny v příloze.

Zlatá oblast					
Urychlovací napětí	C [%]	Au [%]	Ni [%]	Ag [%]	Cu [%]
15 kV	0,63	92,91	0,56	3,09	2,8
30 kV	0,98	87,93	1,47	4,82	4,79

Tab. 7.1 Kvantitativní výsledky EDS při optimálních podmínkách pro zlatou oblast

Měděná část				
Urychlovací napětí	C [%]	O [%]	Al [%]	Cu [%]
15kV	12,55	2,12	0,53	84,4
30kV	13,23	2,32	0,73	84,1

Tab. 7.2 Kvantitativní výsledky EDS při optimálních podmínkách pro měděnou oblast

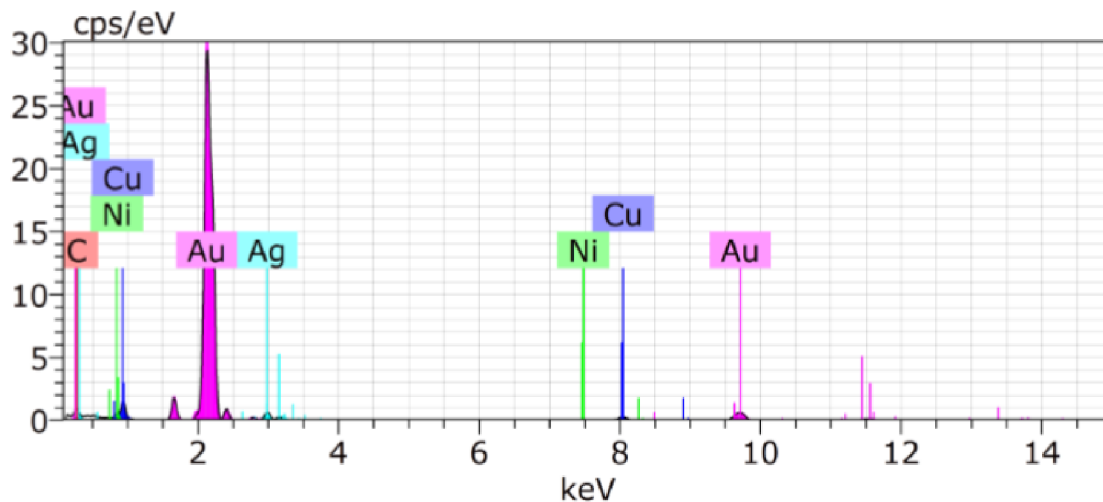
Hliníková část					
Urychlovací napětí	C [%]	O [%]	Al [%]	Cu [%]	Si [%]
15kV	15,53	3,5	76,13	0,58	3,58
30kV	21,81	3,82	73,36	0,93	0,75

Tab. 7.3 Kvantitativní výsledky EDS při optimálních podmínkách pro hliníkovou oblast

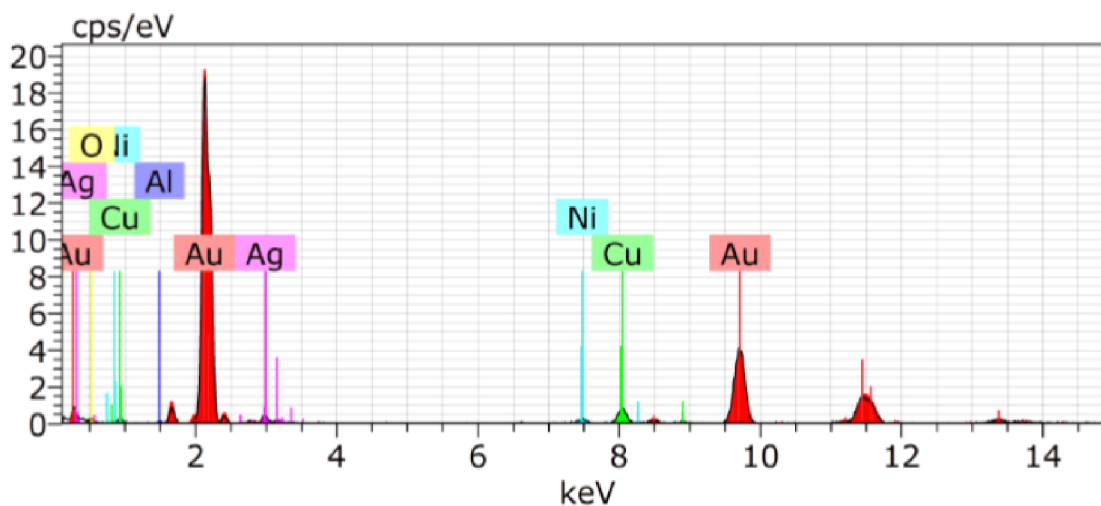
Uhlíková část						
Urychlovací napětí	C [%]	O [%]	Al [%]	Cu [%]	Si [%]	S [%]
15kV	77,62	15,72	0,24	0,68	0,74	4,66
30kV	70,54	21,09	0,58	2,29	0,21	5,63

Tab. 7.4 Kvantitativní výsledky EDS při optimálních podmínkách pro uhlíkovou oblast

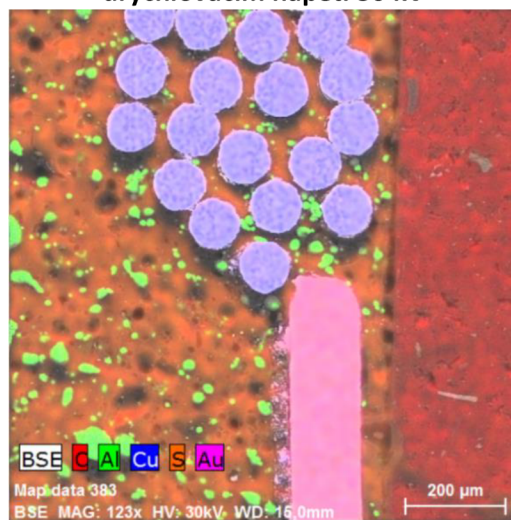
Kvantitativní výsledky z prvkové analýzy pro jednotlivé oblasti jsou zobrazeny v tab.7.1 až tab.7.4. Při zkoumání jednotlivých oblastí, byly detekovány i jiné chemické prvky jako kyslík, síra a křemík. Při zvýšení urychlovacího napětí, se zmenšila detekce hmotn. % primárního prvku v měděné oblasti o 0,3 %, u hliníku o 2,77 %, u zlata o 4,98 % a u uhlíku o 7,08 %. S rostoucím urychlovacím napětím vzrostla detekce u všech ostatních chemických prvků, které se nacházeli v okolí zkoumaného bodu až na křemík, u kterého klesala jeho detekce hmotn. %.



Obr. 7.7 Spektrum rentgenového záření za optimálních podmínek pro zlatou oblast při urychlovacím napětí 15 kV



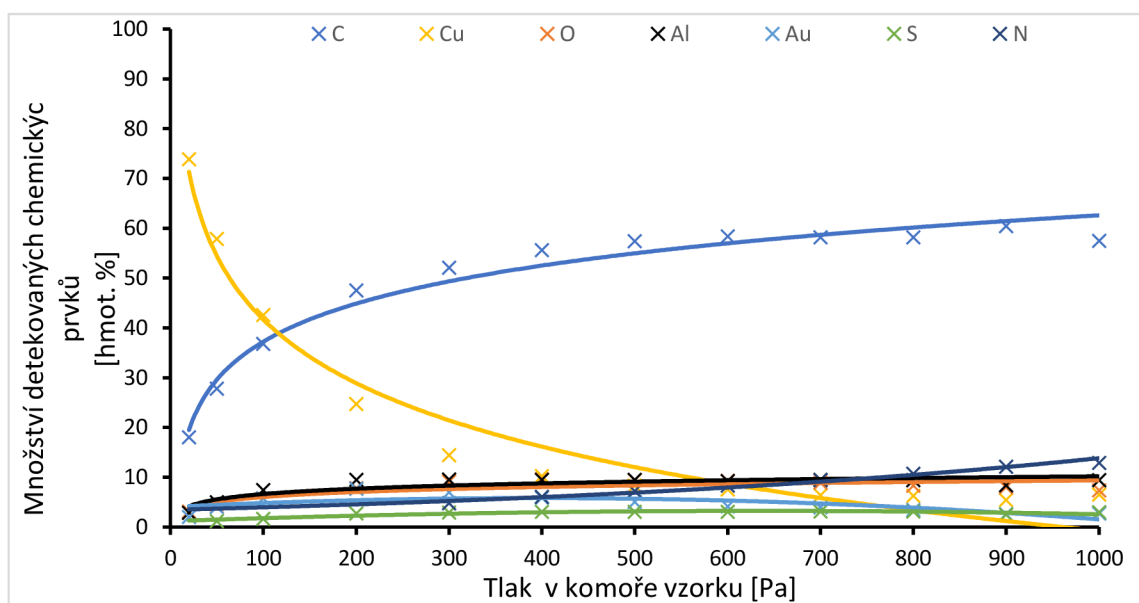
Obr. 7.8 Spektrum rentgenového záření za optimálních podmínek pro zlatou oblast při urychlovacím napětí 30 kV



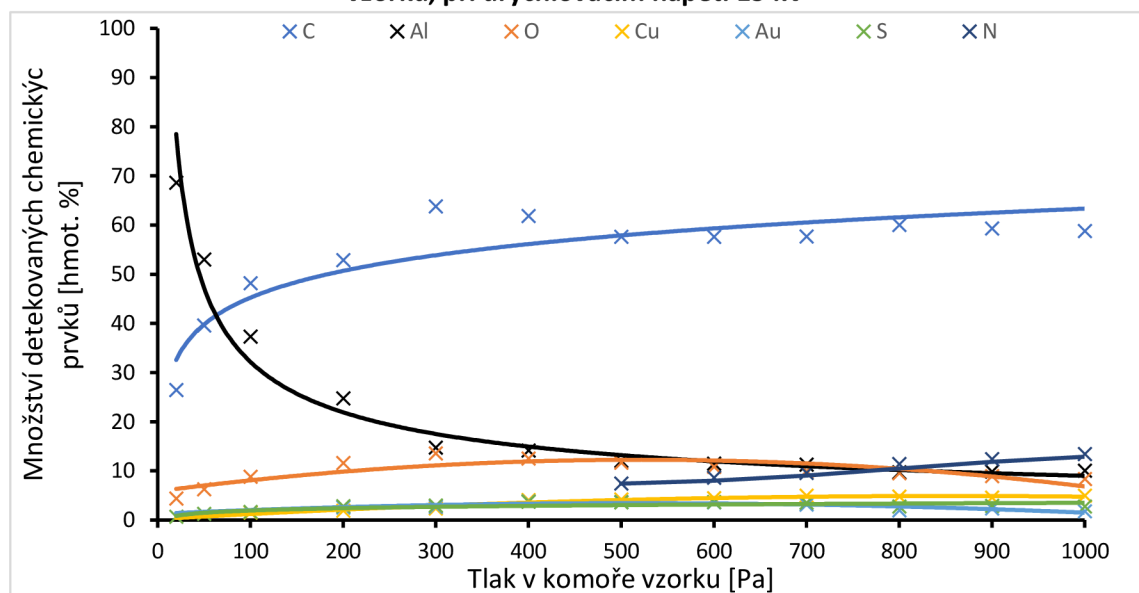
Obr. 7.9 Prostorové rozložení chemických prvků v celé oblasti vzorku získané pomocí mapovací analýzy

## 7.5 Prvková analýza za přítomnosti dusíkové atmosféry

Do komory vzorku mikroskopu byl připouštěn dusík v rozmezí 20–1000 Pa a byl sledován jeho vliv na výsledky EDS. Svazek primárních elektronů se rozptyluje v důsledku interakce s molekulami plynu do okolí sledovaného bodu. SDD detektor nerozlišuje kde RTG záření vzniklo, tudíž zpracovává RTG ze zkoumaného bodu i z jeho okolí, to má za důsledek, že se ve spektru objeví i spektrální čáry ostatních chemických prvků, které se vyskytují v okolí. Naměřené výsledky byly vyneseny do grafů.

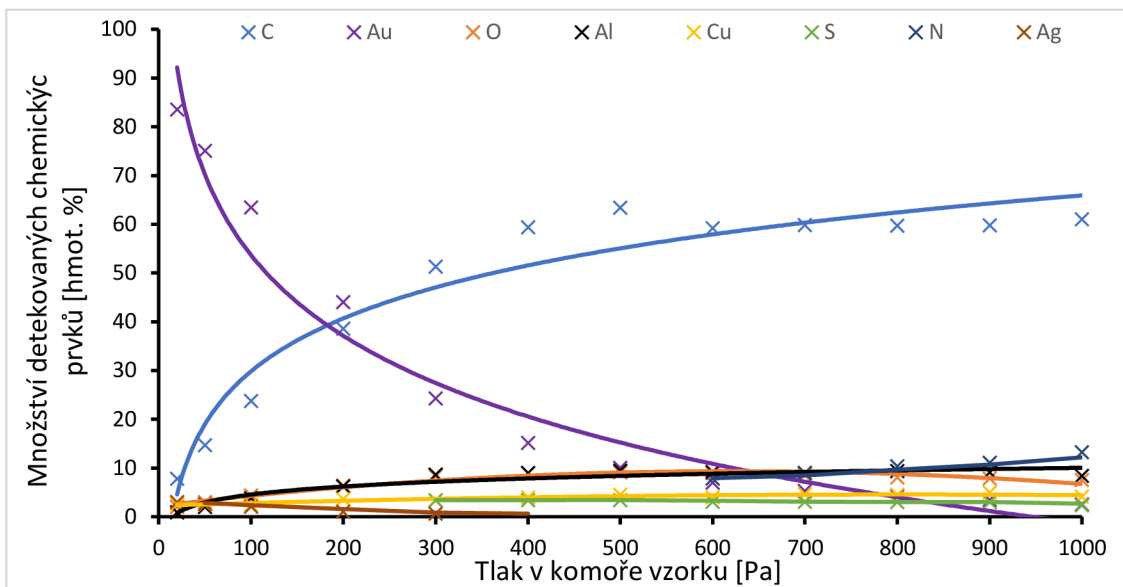


Obr. 7.10 Závislost výsledků bodové analýzy pro měděnou oblast na tlaku v komoře vzorku, při urychlovacím napětí 15 kV

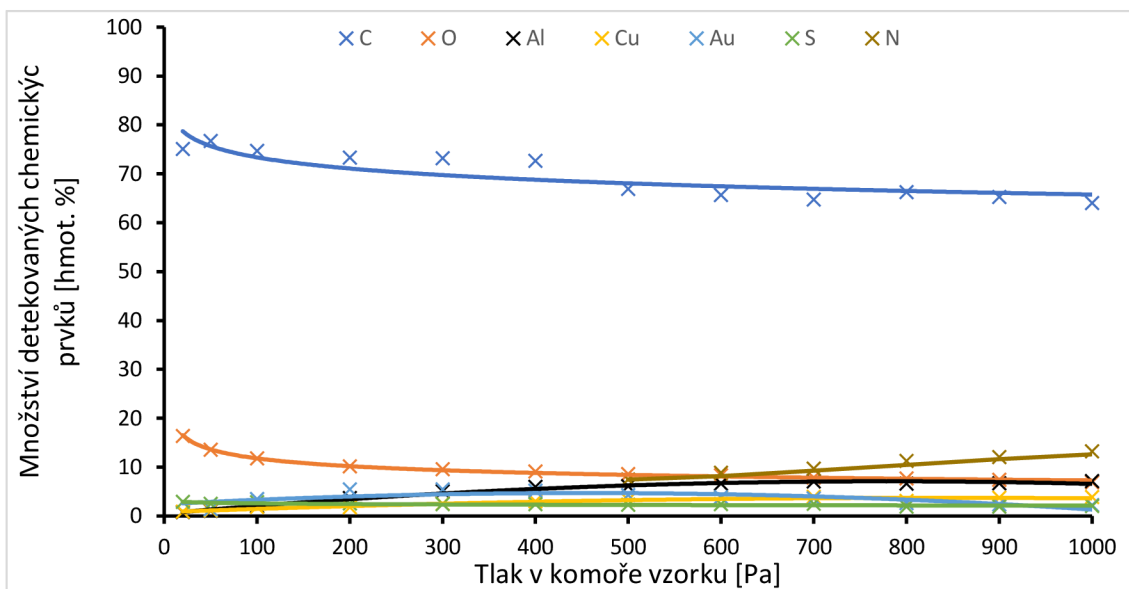


Obr. 7.11 Závislost výsledků bodové analýzy pro hliníkovou oblast na tlaku v komoře vzorku, při urychlovacím napětí 15 kV

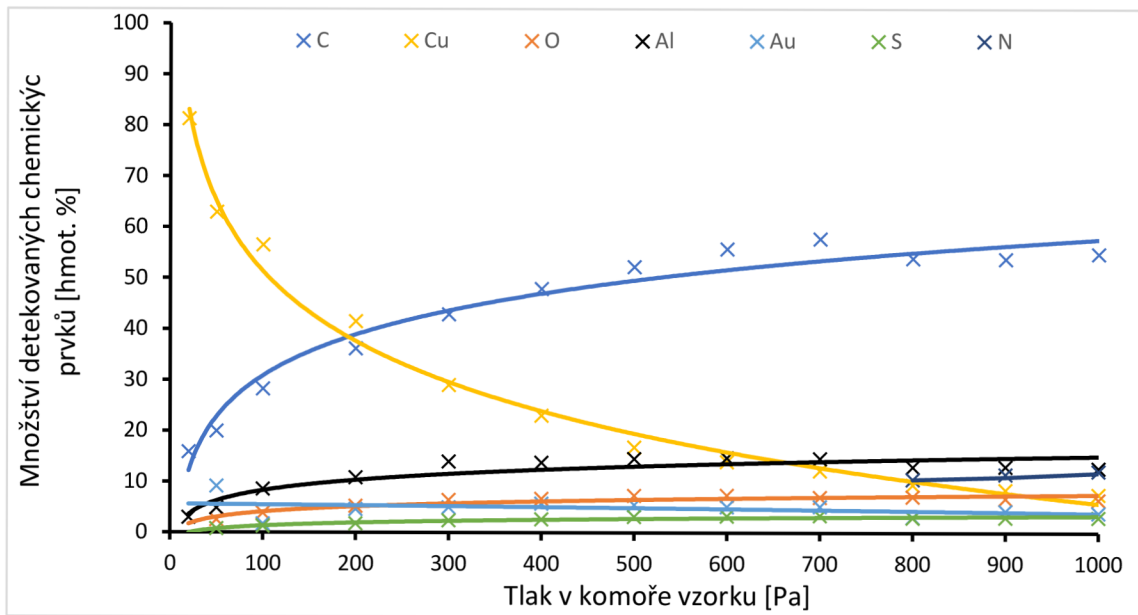




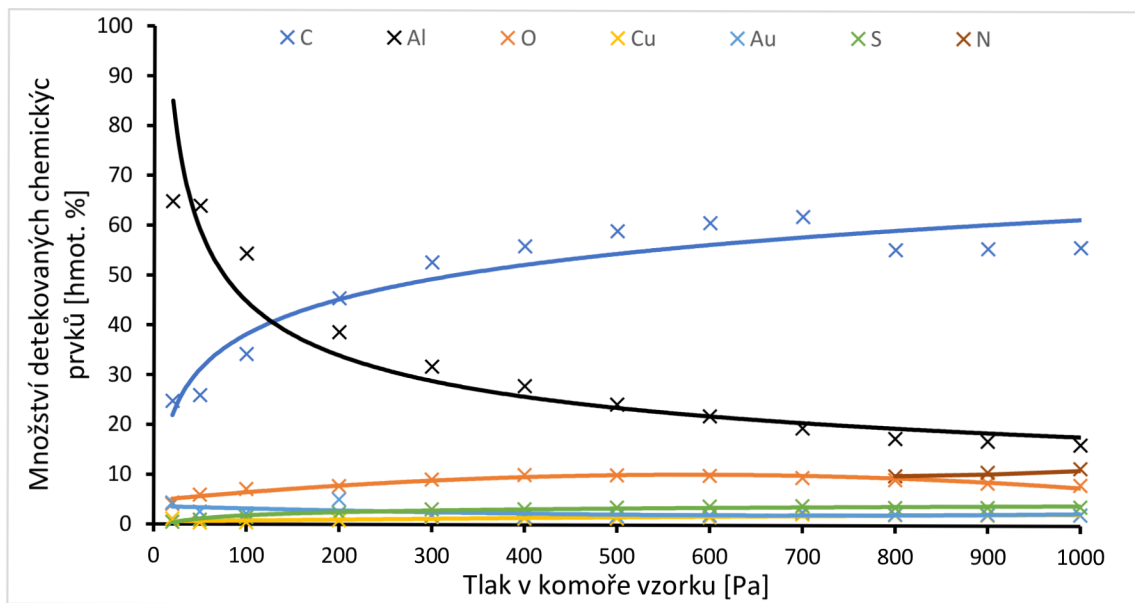
Obr. 7.12 Závislost výsledků bodové analýzy pro zlatou oblast na tlaku v komoře vzorku, při urychlovacím napětí 15 kV



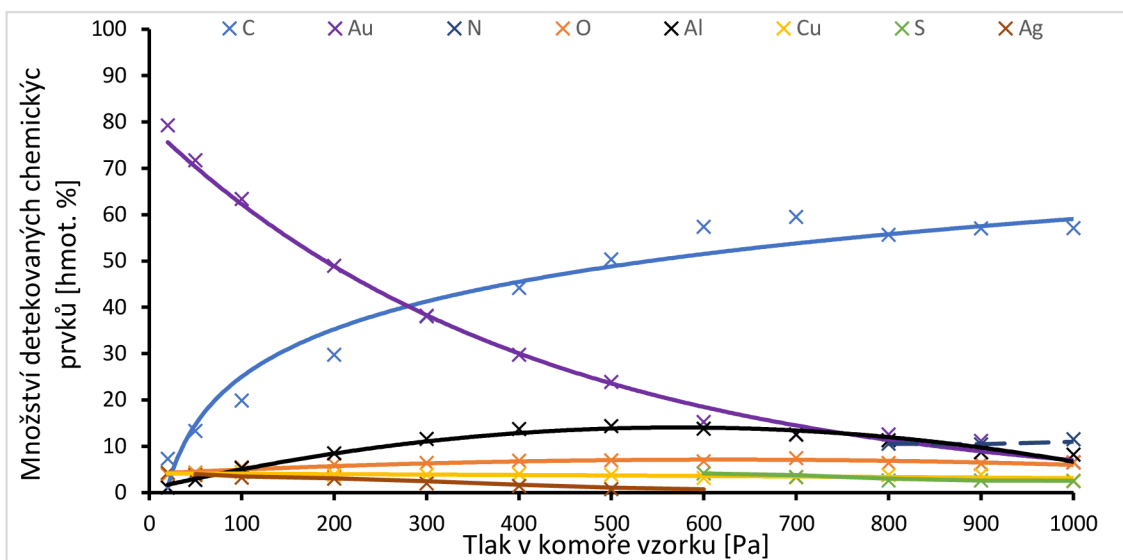
Obr. 7.13 Závislost výsledků bodové analýzy pro uhlíkovou oblast na tlaku v komoře vzorku, při urychlovacím napětí 15 kV



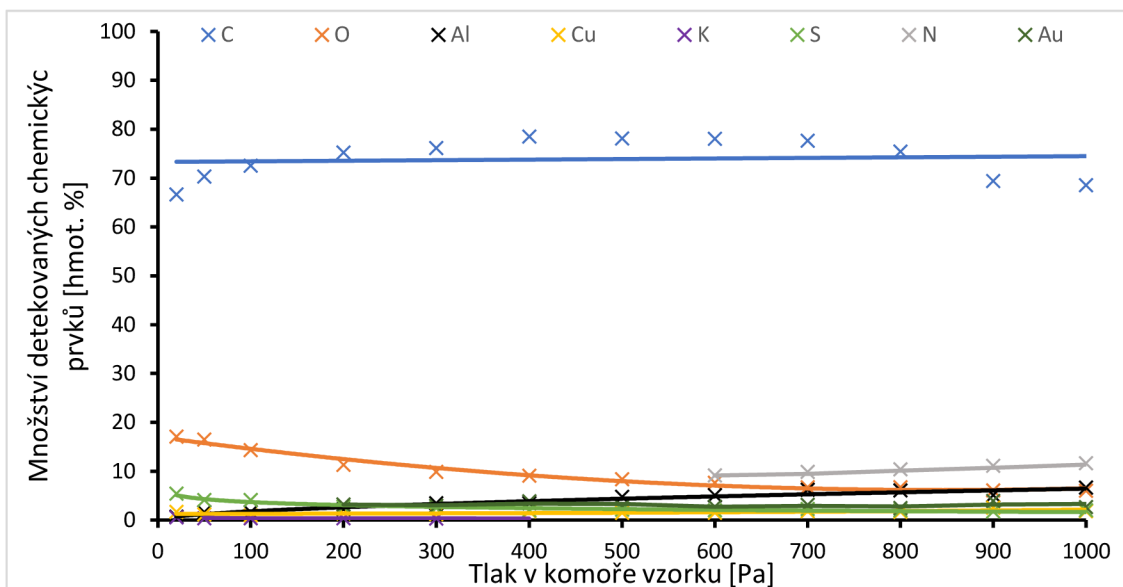
Obr. 7.14 Závislost výsledků bodové analýzy pro měděnou oblast na tlaku v komoře vzorku, při urychlovacím napětí 30 kV



Obr. 7.15 Závislost výsledků bodové analýzy pro hliníkovou oblast na tlaku v komoře vzorku, při urychlovacím napětí 30 kV



Obr. 7.15 Závislost výsledků bodové analýzy pro zlatou oblast na tlaku v komoře vzorku, při urychlovacím napětí 30 kV



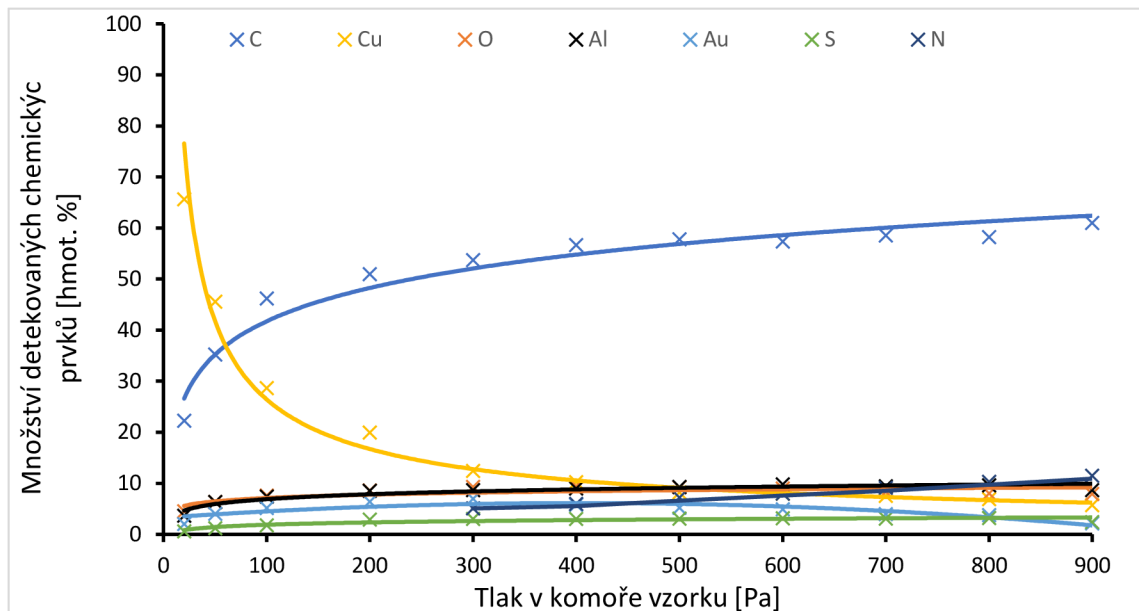
Obr. 7.17 Závislost výsledků bodové analýzy pro uhlíkovou oblast na tlaku v komoře vzorku, při urychlovacím napětí 30 kV

Na Obr. 7.10 – 7.13 jsou znázorněny výsledky prvkové analýzy z jednotlivých zkoumaných oblastí, při urychlovacím napětí  $U_k=15$  kV a na Obr. 7.14 – 7.17 pro urychlovací napětí  $U_k=30$  kV. Za přítomnosti dusíku v komoře vzorku klesá detekce primárního chemického prvku s rostoucím tlakem. Vlivem interakce svazku primárních elektronů s molekulami plynu v komoře vzorku, jsou detekovány chemické prvky, které

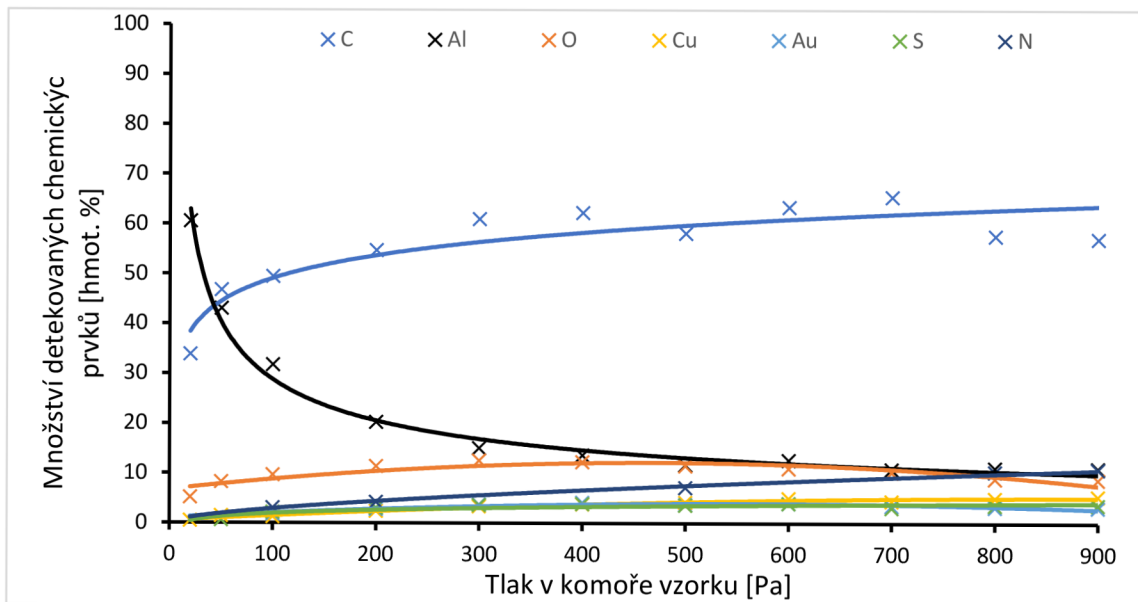
se ve zkoumaném bodu nenacházejí, ale jsou v jeho okolí. U bodové analýzy platí, že při zvyšování urychlovacího napětí, dochází k pomalejšímu poklesu množství detekovaných hmotn. % zkoumaného chemického prvku a k rychlejšímu nárustu ostatních chemických prvků, které jsou detekovány. Ve zlaté oblasti bylo navíc detekováno stříbro a v uhlíkové oblasti při 30 kV byl detekován i draslík. Ve všech oblastech bylo detekováno nadměrné množství uhlíku, které rostlo spolu s tlakem. Abnormální výskyt uhlíku byl způsoben jeho rozpoštěním blízko měřené oblasti. Vzorek byl zalitý pastou ze síry, tím lze vysvětlit její detekci.

## 7.6 Prvková analýza za přítomnosti vodní páry

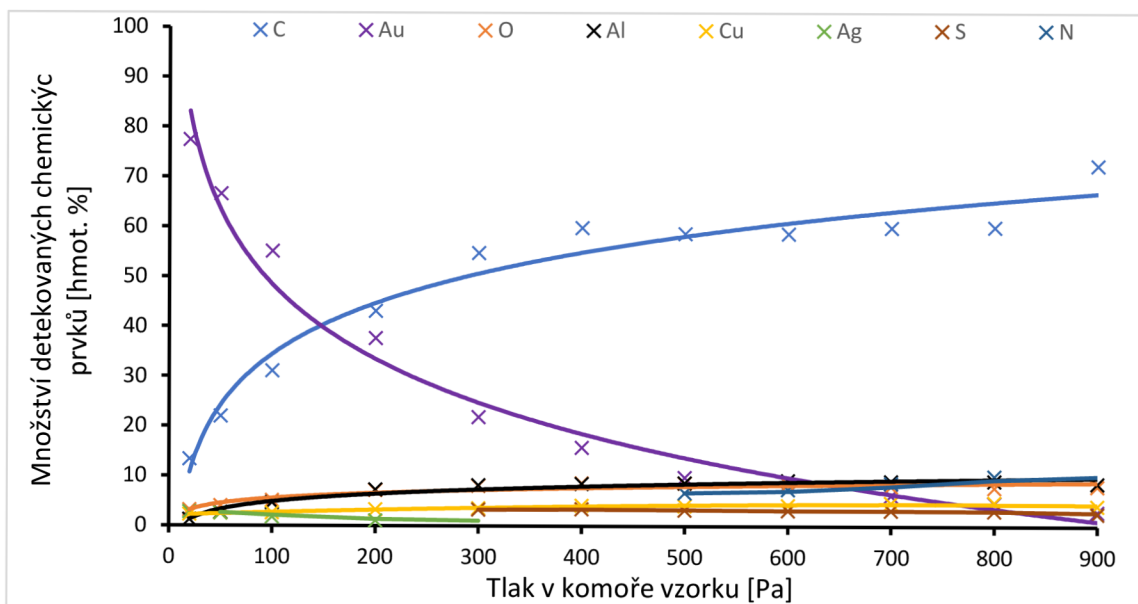
Do komory vzorku, byla připouštěna vodní pára v rozmezí tlaku 20-1000 Pa. Obdobně jako při dusíku byla provedena bodová analýza pro 4 vybrané oblasti. Byl sledován vliv přítomnosti páry v komoře vzorku na výsledky EDS a bylo měněno urychlovací napětí.



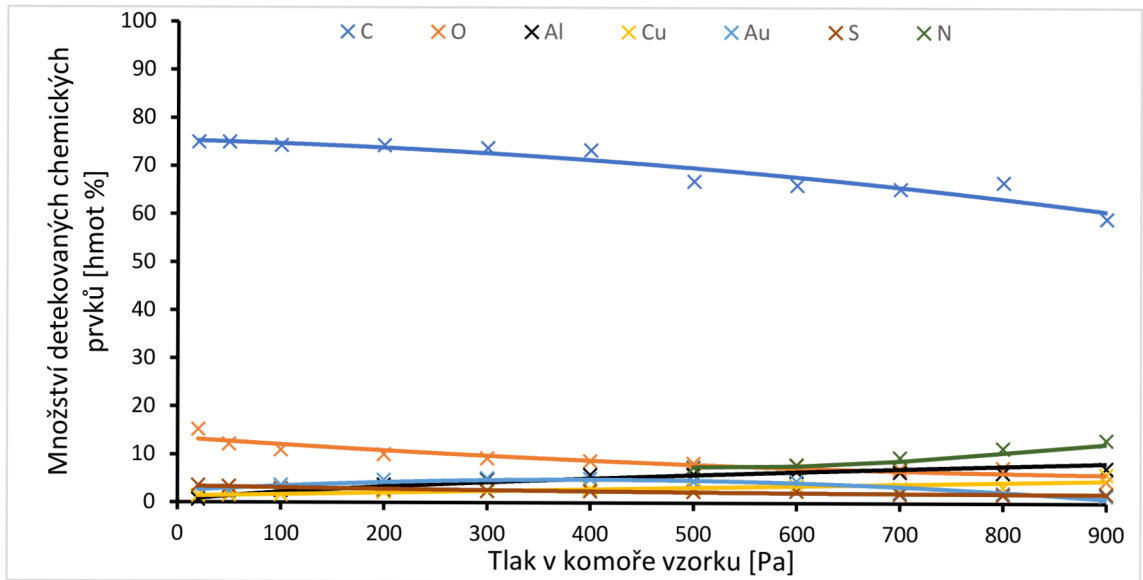
Obr. 7.18 Závislost výsledků bodové analýzy pro měděnou oblast na tlaku v komoře vzorku, při urychlovacím napětí 15 kV



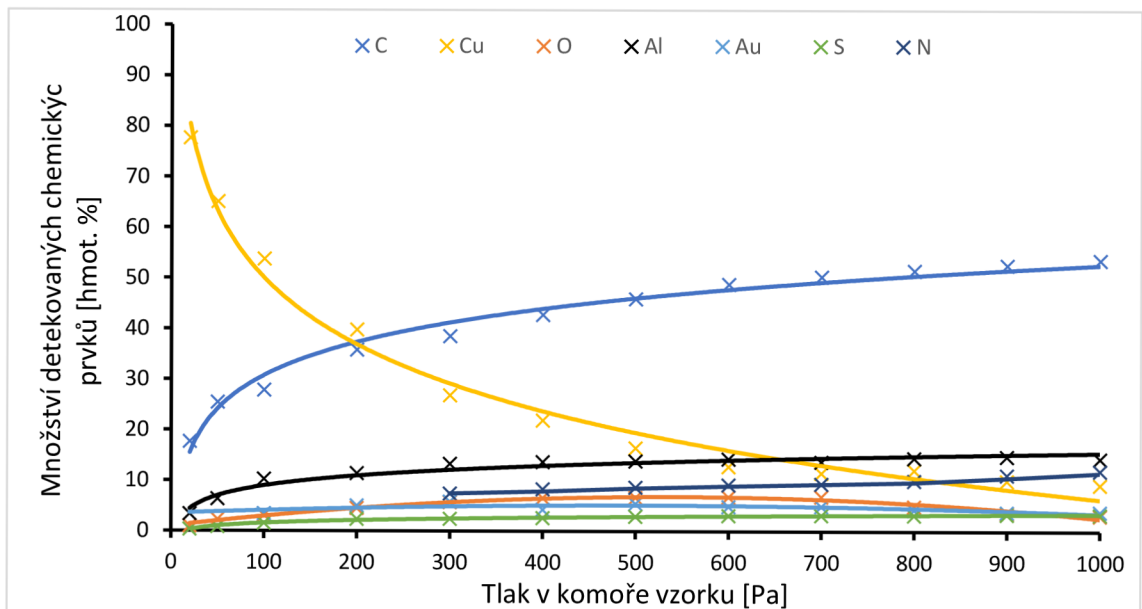
Obr. 7.19 Závislost výsledků bodové analýzy pro hliníkovou oblast na tlaku v komoře vzorku, při urychlovacím napětí 15 kV



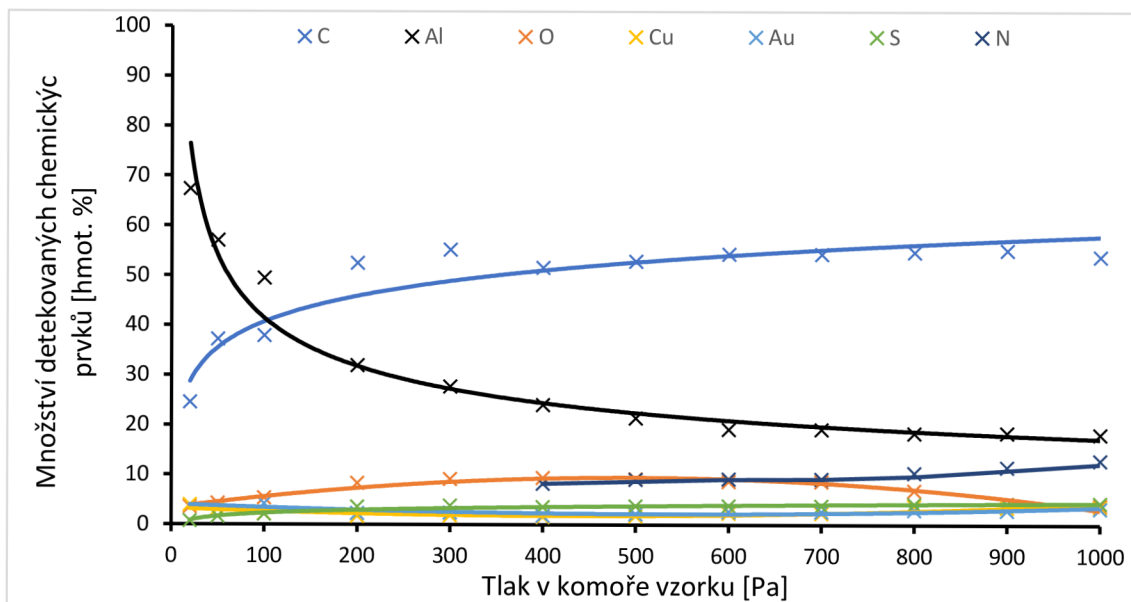
Obr. 7.20 Závislost výsledků bodové analýzy pro zlatou oblast na tlaku v komoře vzorku, při urychlovacím napětí 15 kV



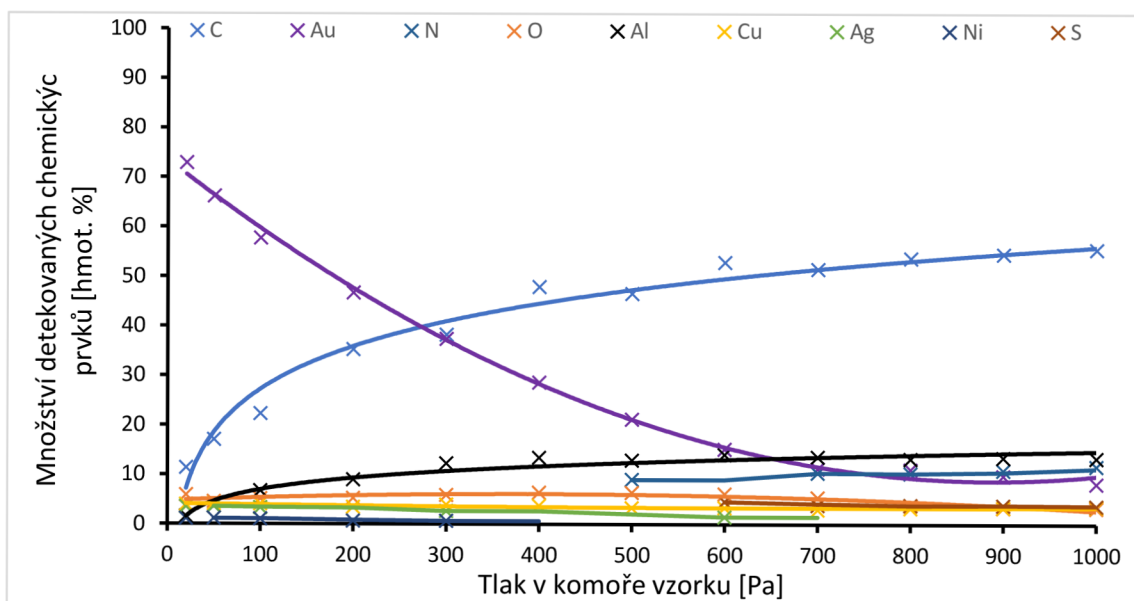
Obr. 7.21 Závislost výsledků bodové analýzy pro uhlíkovou oblast na tlaku v komoře vzorku, při urychlovacím napětí 15 kV



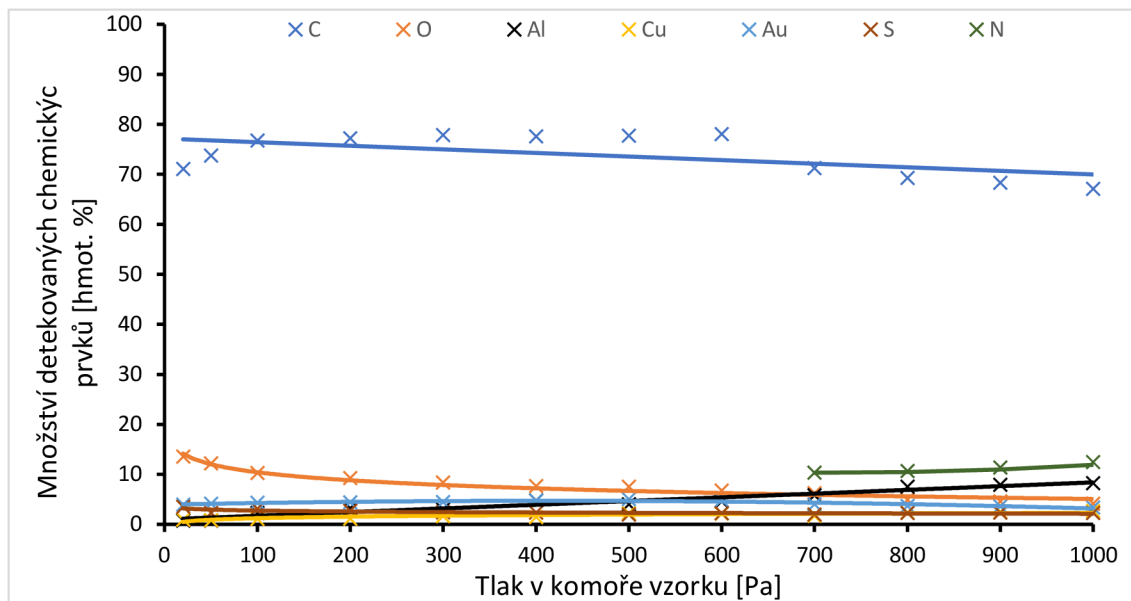
Obr. 7.22 Závislost výsledků bodové analýzy pro měděnou oblast na tlaku v komoře vzorku, při urychlovacím napětí 30 kV



Obr. 7.23 Závislost výsledků bodové analýzy pro hliníkovou oblast na tlaku v komoře vzorku, při urychlovacím napětí 30 kV



Obr. 7.24 Závislost výsledků bodové analýzy pro zlatou oblast na tlaku v komoře vzorku, při urychlovacím napětí 30 kV



**Obr. 7.25 Závislost výsledků bodové analýzy pro uhlíkovou oblast na tlaku v komoře vzorku, při urychlovacím napětí 30 kV**

Na Obr. 7.18-7.21 je zobrazena závislost prvkové analýzy na tlaku vodní páry při urychlovacím napětí  $U_k=15$  kV a na Obr.7.22-7.25 pro urychlovací napětí  $U_k=30$  kV. Při zvyšování tlaku vodní páry, klesá detekce primárního zkoumaného prvku. Za přítomnosti vodní páry, se snížila detekce chemických prvků a k detekování došlo až při vyšších tlacích než v dusíkové atmosféře. U zlaté oblasti při urychlovacím napětí 30 kV, začal být detekován nikl, který se v předchozích měřeních nikde nenacházel. Obdobně jako při dusíkové atmosféře, dochází zde k rozptylu primárních elektronů v důsledku interakce s molekulami plynu do okolí sledovaného bodu. U ostatních detekovaných prvků z okolí jako jsou síra, dusík a kyslík zůstala jejich % hmotn. téměř stejná.



## 8. ZÁVĚR

Bakalářská práce se zabývá vlivem pracovních podmínek v rastrovacím elektronovém mikroskopu VEGA3XMU s LaB<sub>6</sub> fy. Tescan, který je vybaven energiově disperzním spektroskopem Xflash 6|10 fy. Bruker na výsledky rentgenové mikroanalýzy.

V teoretické části práce byly popsány základní principy rastrovací elektronové mikroskopie a environmentální rastrovací elektronové mikroskopie. U rastrovacího elektronového mikroskopu, byla popsána jeho funkce a princip a následně odlišnosti od environmentálního rastrovacího elektronového mikroskopu. Byly popsány jednotlivé zdroje elektronů (termoemise, autoemise a schottkyho zdroj). Vyskytující se vady elektromagnetických čoček, byly znázorněny v kapitole č. 4. Důležitou teoretickou částí je interakce svazku primárních elektronů s povrchem vzorku, která je znázorněna v kapitole č. 5, kde bylo vysvětleno charakteristické rentgenové záření a spojitě rentgenové záření a vznikající signály. V kapitole č. 6 je popsán křemíkový driftový detektor a křemíkový detektor dotovaný lithiem.

V praktické části práce byla provedena energiově disperzní spektroskopie pomocí mikroanalýzy multipoint z celé zkoumané oblasti a následně pomocí mikroanalýzy bodové z jednotlivých vybraných oblastí v rozmezí tlaku 20–1000 Pa. Vzorek byl rozdělen do 4 oblastí (uhlíková, zlatá, hliníková a měděná) viz. Obr.7.6. Prvková analýza byla zhotovena za optimálních podmínek ve vakuu a následně při změně pracovního plynu v komoře vzorku na závislosti tlaku. Rozptyl elektronů byl simulován pomocí programu Electron Flight Simulator. Počet nerozptýlených elektronů se zvyšujícím se tlakem lze vidět na Obr. 7.3.

Spektrum rentgenového záření za optimálních podmínek je zobrazeno na Obr. 7.7 až Obr. 7.8. Prvková analýza zkoumaného vzorku za přítomnosti dusíkové atmosféry v komoře vzorku je zobrazena na Obr. 7.10 až Obr. 7.17. Přítomnost vodní páry v komoře vzorku je zobrazena na Obr. 7.18 až Obr. 7.25. Při prvkové analýze za přítomnosti plynu v komoře vzorku mikroskopu dochází k rozptylu svazku primárních elektronů. Interakce spolu s tlakem roste, tudíž při větších tlacích je větší rozptyl elektronů. Rozptýlení svazku ovlivňuje výsledky prvkové analýzy, jelikož změní spektrum detekovaného RTG záření a vyskytují se spektrální čáry chemických prvků, které se nacházejí v okolí zkoumaného bodu. Při zvyšování urychlovacího napětí, dochází k pomalejšímu poklesu množství detekovaných hmotn. % zkoumaného chemického prvku. Mapové rozpoložení jednotlivých chemických prvků lze vidět z mapovací analýzy viz. Obr. 7.9.

Změna pracovního plynu měla minimální vliv na výsledky EDS. Výsledky EDS především ovlivňoval tlak. Při vyšším tlaku dusíkové atmosféry a vodní páry v komoře vzorku, byl detekován dusík a rostla detekce hmotn. % kyslíku. Vzorek byl zalit pastou ze síry, ale pracovní podmínky na ni téměř neměli vliv.

Z naměřených a vyhodnocených výsledků plyne, že za přítomnosti dusíkové atmosféry i vodní páry, se zmenšuje detekce hlavního zkoumaného prvku s rostoucím tlakem. Vzorky mohou být nevodivé, ale je potřeba do komory vzorku připouštět dusík nebo vodní páru. U dusíku se při zvýšeném urychlovacím napětí objevil i draslík, který při jiných podmínkách nebyl detekován. U vodní páry docházelo k menší detekci prvků, které se nacházeli v okolí zkoumaného bodu, tudíž se měření ve vodě dá považovat za úspěšnější oproti měření v dusíku. Ideální provedení prvkových analýz je při nejnižším tlaku v komoře vzorku mikroskopu. Detekce prvků, které se nacházejí v okolí vzorku, lze částečně omezit provedením prvkové analýzy z malé oblasti ve středu větších homogenních vzorků.

# Literatura

- [1] Elektřina kolem nás. Jointlab [online]. Praha: Albatros, 1985, 1985 [cit. 2018-12-12]. Dostupné z: [http://jointlab.upol.cz/~soubusta/OSYS/El\\_mikr/El\\_mikr.html](http://jointlab.upol.cz/~soubusta/OSYS/El_mikr/El_mikr.html)
- [2] Elektronová mikroskopie. Vscht [online]. [cit. 2018-12-12]. Dostupné z: [http://old.vscht.cz/nmr/mol\\_model\\_bioinfo/lekce/mikroskopie.pdf](http://old.vscht.cz/nmr/mol_model_bioinfo/lekce/mikroskopie.pdf)
- [3] Transmisní elektronová mikroskopie. Atmilab [online]. [cit. 2018-12-12]. Dostupné z: <http://atmilab.upol.cz/texty/TEM-teorie.pdf>
- [4] AZOMaterials: An Introduction to Silicon Drift Detectors [online]. 2015 [cit. 2018-12-12]. Dostupné z: <https://www.azom.com/article.aspx?ArticleID=11973>
- [5] Geochemical instrumentation and analysis: Scanning electron microscopy [online]. University of Wyoming [cit. 2018-12-12]. Dostupné z: [https://serc.carleton.edu/research\\_education/geochemsheets/techniques/SEM.html](https://serc.carleton.edu/research_education/geochemsheets/techniques/SEM.html)
- [6] GOLDSTEIN, Joseph et al. Scanning electron microscopy and X-ray microanalysis. 3rd ed. New York: Kluwer, 2003. xix, 689 s. ISBN 0-306-47292-9.
- [7] Elektronová mikroskopie. Elektronová mikroskopie [online]. Univerzita Palackého v Olomouci [cit. 2018-12-12]. Dostupné z: <http://fyzika.upol.cz/cs/system/files/download/vujtek/granty/elmikro.pdf>
- [8] DEBBIE, J. Stokes. Principles and practice of variable pressure / environmental scanning electron microscopy (VP-ESEM). Chichester: Wiley, 2008, 7. vyd. 221s. ISBN 978-0-470-06540-2.
- [9] ECKERTO VÁ, Ludmila a FRANK, Luděk. Metody analýzy povrchů: Elektronová mikroskopie a difrakce. 1. vyd. Praha: Academia, 1996, 379 s. ISBN 80-200-0261-8.
- [10] NEBESÁŘOVÁ, Jana. Elektronová mikroskopie pro biology: Zdroj elektronů [online]. 2001 [cit. 2018-12-12]. Dostupné z: <http://triton.paru.cas.cz/old-lem/book/Podkap/3.1.html>
- [11] Elektronová mikroskopie pro biology [online]. 2001 [cit. 2018-11-14]. Dostupné z: <http://www.paru.cas.cz/lem/book/Podkap/1.0.html>
- [12] NEBESÁŘOVÁ, Jana. Elektronová mikroskopie pro biology: Vady elektromagnetických čoček. Elektronová mikroskopie pro biology: Vady elektromagnetických čoček [online]. 2001, 2001 [cit. 2018-12-12]. Dostupné z: <http://triton.paru.cas.cz/old-lem/book/Podkap/2.3.html>
- [13] UNSW Astrophysics Postgraduate Course: Optical and Infrared Techniques [online]. [cit. 2018-12-12]. Dostupné z: [http://newt.phys.unsw.edu.au/~mgb/pg\\_mod3\\_lec1.html](http://newt.phys.unsw.edu.au/~mgb/pg_mod3_lec1.html)

- [14] ScienceDirect: Silicon drift detectors for high count rate X-ray spectroscopy at room temperature [online]. [cit. 2018-12-12]. Dostupné z: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S016890020000872X>
- [15] JIRÁK,, Josef Doc. Ing. Csc a . Speciální diagnostika [online]. Fakulta elektrotechniky a komunikačních technologií vysoké učení technické v Brně [cit. 2018-12-12]. Dostupné z: [https://moodle.vutbr.cz/pluginfile.php/386007/mod\\_resource/content/1/Specialni\\_diagnostika\\_S.pdf](https://moodle.vutbr.cz/pluginfile.php/386007/mod_resource/content/1/Specialni_diagnostika_S.pdf)
- [16] Physics: Vady zobrazení (aberrace) [online]. [cit. 2018-12-12]. Dostupné z: [https://physics.mff.cuni.cz/kfpp/skripta/kurz\\_fyziky\\_pro\\_DS/display.php/optika/3\\_3](https://physics.mff.cuni.cz/kfpp/skripta/kurz_fyziky_pro_DS/display.php/optika/3_3)
- [17] ] Bushberg JT, Seibert JA, Leidholdt EM, Boone JM. The essential physics of medical imaging. Second edition. Lippincott Williams & Wilkins, 2002, Philadelphia
- [18] Elektronová mikroskopie: Interakce [online]. [cit. 2018-12-12]. Dostupné z: [http://triton.paru.cas.cz/old-lem/bak/2\\_3.htm](http://triton.paru.cas.cz/old-lem/bak/2_3.htm)
- [19] NEBESÁŘOVÁ, Jana. Tvorba obrazu. Triton [online]. [cit. 2019-05-15]. Dostupné z: <http://triton.paru.cas.cz/old-lem/book/Podkap/Pic/7.2/1.gif>
- [20] MAGÁT, Martin, Jan PEKÁREK a Radimír VRBA. NANOCON. NANOCON [online]. Brno, Brno [cit. 2019-05-17]. Dostupné z: [http://nanocon2014.tanger.cz/files/proceedings/nanocon\\_11/lists/papers/1166.pdf](http://nanocon2014.tanger.cz/files/proceedings/nanocon_11/lists/papers/1166.pdf)
- [21] Nptel: Microscopic techniques [online]. [cit. 2019-05-17]. Dostupné z: <https://nptel.ac.in/courses/102103044/module3/lec17/3.html>
- [22] VAŠÍČEK, Martin. CHARAKTERIZACE AUTOEMISNÍCH ZDROJŮ PRO ELEKTRONOVOU MIKROSKOPII. Brno, 2013. Diplomová práce. Vysoké učení technické v Brně. Vedoucí práce Prof. Ing. LUBOMÍR GRMELA, CSc.
- [23] Si(Li) detektor. In: Wikipedia: the free encyclopedia [online]. San Francisco (CA): Wikimedia Foundation, 2001- [cit. 2019-05-17]. Dostupné z: [https://de.wikipedia.org/wiki/Si\(Li\)-Detektor](https://de.wikipedia.org/wiki/Si(Li)-Detektor)
- [24] Izotopové metody: detektory. 2005. Dostupné také z: [https://is.muni.cz/el/1431/jaro2005/C7670/um/IZOTOPOVE\\_METODY\\_k5.pdf](https://is.muni.cz/el/1431/jaro2005/C7670/um/IZOTOPOVE_METODY_k5.pdf)
- [25] BRUKER: XFlash 6 | 10 [online]. [cit. 2019-05-18]. Dostupné z: <https://www.bruker.com/products/x-ray-diffraction-and-elemental-analysis/eds-wds-ebsd-sem-micro-xrf-and-sem-micro-ct/quantax-eds-for-sem/quantax-hardware/xflashr-6-10-detector.html>
- [26] TESCAN: VEGA3 [online]. [cit. 2019-05-18]. Dostupné z: <https://www.tescan.com/en-us/technology/sem/vega3>
- [27] Křemikové driftové detektory: výhody a nevýhody. In: Wikipedia: the free encyclopedia [online]. San Francisco (CA): Wikimedia Foundation, 2001-, 2013 [cit. 2019-05-24]. Dostupné z:

[https://cs.wikipedia.org/wiki/K%C5%99em%C3%ADkov%C3%A9\\_driftov%C3%A9\\_detektory#V%C3%BDhody\\_a\\_nev%C3%BDhody\\_SDD](https://cs.wikipedia.org/wiki/K%C5%99em%C3%ADkov%C3%A9_driftov%C3%A9_detektory#V%C3%BDhody_a_nev%C3%BDhody_SDD)

## Seznam obrázků

Obr. 2.1 Schéma rastrovacího elektronového mikroskopu [5] .....	11
Obr. 2.2 Vakuový systém environmentálního rastrovacího elektronového mikroskopu [8].....	12
Obr. 3.1 (a) Principiální schéma katody skládající se z termoemisního zdroje elektronů, Wehneltova válce a anody (b) Autoemisní zdroj [21].....	13
Obr. 4.1 a) sférická vada čočky b) regulace sférické vady [22] .....	16
Obr. 4.2 chromatická vada čočky [13] .....	17
Obr. 4.3 zobrazení astigmatismu [13].....	17
Obr. 4.4 Difrakce [8].....	18
Obr. 5.1 Signály vznikající při dopadu elektronů na povrch vzorku [14] .....	19
Obr. 5.4 Průběh nepružné interakce urychleného elektronu s elektronovým obalem atomu [8].....	20
Obr. 6.1 Princip křemíkového driftového detektoru [4] .....	24
Obr. 6.2 Schéma Si(Li <sup>+</sup> ) detektoru [23].....	25
Obr. 7.1 Rozptyl elektronů při tlaku 100 Pa      Obr. 7.2 Rozptyl elektronů při tlaku 1000 Pa .....	27
.....	28
Obr. 7.3 Závislost množství nerozptýlených elektronů na tlaku v komoře pro vodu a dusík při změně urychlovacího napětí .....	28
Obr. 7.4 Poloměr vzdálenosti vzniku rentgenového záření na tlaku v komoře pro vodu a dusík při změně urychlovacího napětí.....	28
Obr. 7.5 Měřený vzorek s vyznačenými      Obr. 7.6 Měřený vzorek se znázorněním míst, .....	29
vzdálenostmi jednotlivých oblastí.      ze kterých byly prováděny prvkové analýzy .....	29
Obr. 7.7 Spektrum rentgenového záření za optimálních podmínek pro zlatou oblast při urychlovacím napětí 15 kV .....	31
Obr. 7.8 Spektrum rentgenového záření za optimálních podmínek pro zlatou oblast při urychlovacím napětí 30 kV .....	31
Obr. 7.9 Prostorové rozložení chemických prvků v celé oblasti vzorku získané pomocí mapovací analýzy .....	31

Obr. 7.10 Závislost výsledků bodové analýzy pro měděnou oblast na tlaku v komoře vzorku, při urychlovacím napětí 15 kV .....	32
Obr. 7.11 Závislost výsledků bodové analýzy pro hliníkovou oblast na tlaku v komoře vzorku, při urychlovacím napětí 15 kV .....	32
Obr. 7.12 Závislost výsledků bodové analýzy pro zlatou oblast na tlaku v komoře vzorku, při urychlovacím napětí 15 kV .....	33
Obr. 7.13 Závislost výsledků bodové analýzy pro uhlíkovou oblast na tlaku v komoře vzorku, při urychlovacím napětí 15 kV .....	33
Obr. 7.14 Závislost výsledků bodové analýzy pro měděnou oblast na tlaku v komoře vzorku, při urychlovacím napětí 30 kV .....	34
Obr. 7.15 Závislost výsledků bodové analýzy pro hliníkovou oblast na tlaku v komoře vzorku, při urychlovacím napětí 30 kV .....	34
Obr. 7.15 Závislost výsledků bodové analýzy pro zlatou oblast na tlaku v komoře vzorku, při urychlovacím napětí 30 kV .....	35
Obr. 7.17 Závislost výsledků bodové analýzy pro uhlíkovou oblast na tlaku v komoře vzorku, při urychlovacím napětí 30 kV .....	35
Obr. 7.18 Závislost výsledků bodové analýzy pro měděnou oblast na tlaku v komoře vzorku, při urychlovacím napětí 15 kV .....	36
Obr. 7.19 Závislost výsledků bodové analýzy pro hliníkovou oblast na tlaku v komoře vzorku, při urychlovacím napětí 15 kV .....	37
Obr. 7.20 Závislost výsledků bodové analýzy pro zlatou oblast na tlaku v komoře vzorku, při urychlovacím napětí 15 kV .....	37
Obr. 7.21 Závislost výsledků bodové analýzy pro uhlíkovou oblast na tlaku v komoře vzorku, při urychlovacím napětí 15 kV .....	38
Obr. 7.22 Závislost výsledků bodové analýzy pro měděnou oblast na tlaku v komoře vzorku, při urychlovacím napětí 30 kV .....	38
Obr. 7.23 Závislost výsledků bodové analýzy pro hliníkovou oblast na tlaku v komoře vzorku, při urychlovacím napětí 30 kV .....	39
.....	39
Obr. 7.24 Závislost výsledků bodové analýzy pro zlatou oblast na tlaku v komoře vzorku, při urychlovacím napětí 30 kV .....	39
Obr. 7.25 Závislost výsledků bodové analýzy pro uhlíkovou oblast na tlaku v komoře vzorku, při urychlovacím napětí 30 kV .....	40

## Seznam tabulek

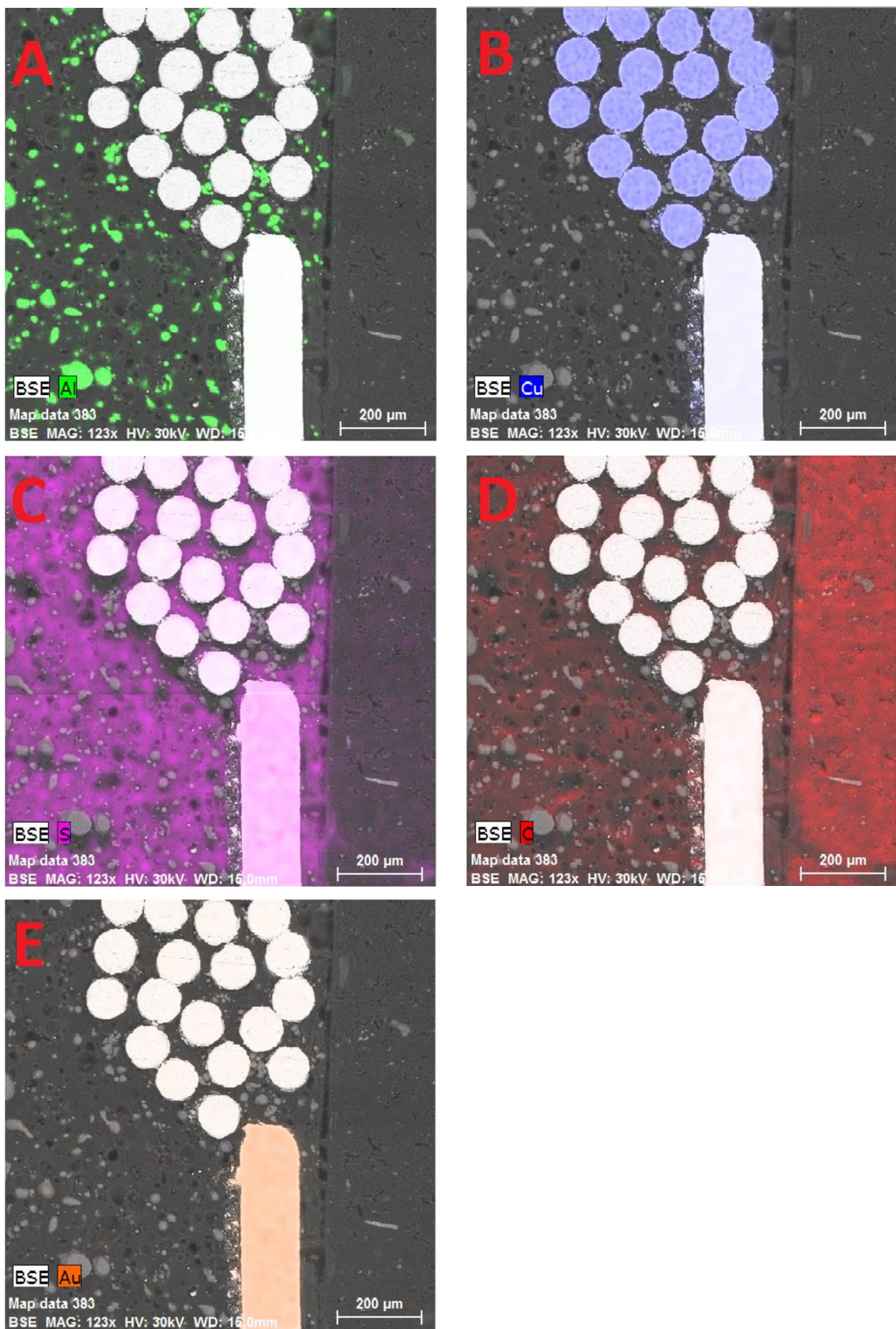
Tab. 7.1 Kvantitativní výsledky EDS při optimálních podmínkách pro zlatou oblast .....	30
Tab. 7.2 Kvantitativní výsledky EDS při optimálních podmínkách pro měděnou oblast .....	30
Tab. 7.3 Kvantitativní výsledky EDS při optimálních podmínkách pro hliníkovou oblast .....	30
Tab. 7.4 Kvantitativní výsledky EDS při optimálních podmínkách pro uhlíkovou oblast .....	30



## Seznam zkratek

TEM	transmisní elektronový mikroskop
SEM	rastrovací elektronový mikroskop
ESEM	environmentální rastrovací elektronový mikroskop
RTG	rentgenové záření
EDS	energieově disperzní spektroskopie
WDS	vlnově disperzní spektroskopie
PE	primární elektrony
SE	sekundární elektrony
BSE	zpětně odražené elektrony
$E_v$	energie nižší elektronové hladiny
$E_h$	energie vyšší elektronové hladiny
$h$	Planckova konstanta $6,626 \cdot 10^{-34}$ J.s
$\rho$	hustota materiálu vzorku
$I_{BSE}$	proud zpětně odražených elektronů
$I_{PE}$	proud primárních elektronů
$\eta$	koeficient emise zpětně odražených elektronů
$C$	rychlost světla
$\lambda$	vlnová délka
WD	pracovní vzdálenost
SDD	křemíkový disperzní detektor
$I_{SE}$	proud sekundárních elektronů
$I_{PE}$	proud primárních elektronů
$E_{spoj}$	změna energie
$\Delta E$	rozdíl energie mezi hladinami
Hmot. %	hmotnostní procenta
FET	field-effect tranzistor
Si(Li)	křemíkový lithiový detektor

## Příloha



Obr. 0.1 Rozmístění jednotlivých chemických prvků ve zkoumané oblasti A) hliník B) měď C) síra D) uhlík E) zlato

Kvantitativní výsledky analýzy multipoint v dusíkové atmosféře							
Tlak [Pa]	C [%]	O [%]	Al [%]	Cu [%]	Au [%]	S [%]	N [%]
20	18,05	3,14	2,88	73,89	2,03	/	/
50	27,8	4,17	4,97	57,88	4,01	1,17	/
100	36,79	5,79	7,43	42,54	5,78	1,68	/
200	47,51	7,83	9,49	24,72	7,71	2,73	/
300	52,08	9,19	9,54	14,46	7,01	2,93	4,79
400	55,61	9,59	9,51	10,28	5,9	3,05	6,07
500	57,39	9,39	9,5	8,35	5,06	3,07	7,24
600	58,37	9,31	9,21	7,56	4,18	3,04	8,33
700	58,16	8,89	9,5	6,41	3,97	3,15	9,4
800	58,18	8,34	9,42	6,27	3,42	3,11	10,68
900	60,43	7,98	8,42	5,44	2,58	2,47	12,15
1000	57,47	7,35	9,44	6,55	2,75	2,97	12,86

Tab. 0.1 Výsledky prvkové analýzy měděné oblasti při urychlovacím napětí Uk=15 kV

Kvantitativní výsledky analýzy multipoint v dusíkové atmosféře							
Tlak [Pa]	C [%]	O [%]	Al [%]	Cu [%]	Au [%]	S [%]	N [%]
20	15,82	/	2,92	81,26	/	/	/
50	19,89	2,53	4,86	62,89	9,1	0,73	/
100	28,21	3,83	8,53	56,48	1,72	1,23	/
200	36,11	5,24	10,79	41,5	4,6	1,75	/
300	42,89	6,41	13,94	28,95	4,97	2,4	/
400	47,89	6,65	13,73	23,01	5,7	2,66	/
500	52,23	7,31	14,53	16,78	5,48	3,12	/
600	55,73	7,33	14,71	13,93	5,07	3,24	/
700	57,75	7	14,57	12,17	5,14	3,36	/
800	53,95	7,12	12,96	9,45	3,08	2,93	10,5
900	53,78	6,74	13	8,42	4,28	3,04	11,5
1000	54,83	6,45	12,72	7,57	3,9	3	12,1

Tab. 0.2 Výsledky prvkové analýzy měděné oblasti při urychlovacím napětí Uk=30 kV

Kvantitativní výsledky analýzy multipoint v dusíkové atmosféře							
Tlak [Pa]	C [%]	O [%]	Al [%]	Cu [%]	Au [%]	S [%]	N [%]
20	26,42	4,35	68,59	/	/	0,65	/
50	39,56	6,26	52,95	/	/	1,23	/
100	48,18	8,8	37,27	1,51	/	1,62	/
200	52,81	11,58	24,72	1,86	2,56	2,76	/
300	63,74	13,54	14,73	2,35	2,69	2,95	/
400	61,83	12,52	14,1	4,05	3,79	3,7	/
500	57,58	11,62	12	4,15	3,64	3,6	7,4
600	57,6	10,8	11,42	4,44	3,55	3,62	8,58
700	57,63	9,97	11,25	4,97	3,12	3,49	9,56
800	59,97	9,5	9,72	4,74	1,96	2,75	11,36
900	59,25	8,92	9,8	4,56	2,31	2,83	12,33
1000	58,73	8,35	10,04	4,94	1,77	2,74	13,42

Tab. 0.3 Výsledky prvkové analýzy hliníkové oblasti při urychlovacím napětí Uk=15 kV

Kvantitativní výsledky analýzy multipoint v dusíkové atmosféře							
Tlak [Pa]	C [%]	O [%]	Al [%]	Cu [%]	Au [%]	S [%]	N [%]
20	24,75	4,05	64,85	1,09	4,29	0,45	
50	25,92	5,9	63,9	0,33	2,53	0,91	
100	34,19	7,07	54,35	0,37	2,14	1,45	
200	45,44	7,75	38,59	0,87	5	2,35	
300	52,71	9,1	31,75	1,54	1,82	3,08	
400	55,95	10,01	27,92	1,29	1,66	3,16	
500	59,07	10,05	24,22	1,34	1,8	3,52	
600	60,7	9,95	21,94	1,61	1,99	3,81	
700	62,01	9,6	19,57	2,28	2,64	3,91	
800	55,39	9,19	17,46	2,13	2,23	3,62	9,98
900	55,63	8,53	16,98	2,15	2,29	3,68	10,74
1000	55,91	8,16	16,27	2,18	2,21	3,79	11,48

tab. 0.4 Výsledky prvkové analýzy hliníkové oblasti při urychlovacím napětí Uk=30 kV

Kvantitativní výsledky analýzy multipoint v dusíkové atmosféře								
Tlak [Pa]	C [%]	O [%]	Al [%]	Cu [%]	Au [%]	S [%]	N [%]	Ag [%]
20	7,79	2,06	0,89	2,65	83,57			3,03
50	14,72	3	2,02	2,52	75,1			2,64
100	23,75	4,4	3,83	2,45	63,48			2,08
200	38,62	6,41	6,24	3,63	44,08			1,03
300	51,31	8,34	8,69	3,33	24,28	3,42		0,63
400	59,39	9,01	8,98	4,03	15,18	3,41		
500	63,38	9,13	9,44	4,56	10,06	3,44		
600	59,22	8,9	9,2	4,01	7,02	3,11	7,91	
700	59,9	8,51	8,98	4,65	5,32	3,08	8,99	
800	59,72	8,09	9,37	4,56	4,22	2,99	10,35	
900	59,81	7,88	9,13	4,98	3,45	3,02	11,1	
1000	61,07	7,54	8,43	4,12	2,57	2,34	13,27	

tab. 0.5 Výsledky prvkové analýzy zlaté oblasti při urychlovacím napětí Uk=15 kV

Kvantitativní výsledky analýzy multipoint v dusíkové atmosféře								
Tlak [Pa]	C [%]	O [%]	Al [%]	Cu [%]	Au [%]	S [%]	N [%]	Ag [%]
20	7,32	3,82	1,11	4,21	79,28			4,26
50	13,34	4,34	2,78	4	71,73			3,81
100	19,86	5,48	5,29	4,38	63,37			3,24
200	29,75	6,04	8,48	3,82	48,92			2,99
300	38,04	6,43	11,56	3,81	38,17			1,99
400	44,18	6,9	13,74	4,01	29,77			1,41
500	50,3	6,96	14,32	3,82	23,86			0,73
600	57,39	6,76	13,8	3,18	15,23	4,14		
700	59,53	7,46	12,56	3,28	12,51	3,4		
800	55,61	6,43	11,32	3,75	12,56	2,61	10,52	
900	56,98	6,23	8,68	3,88	11,19	2,64	10,42	
1000	57,11	6,46	8,2	2,63	6,55	2,5	11,55	

tab. 0.6 Výsledky prvkové analýzy zlaté oblasti při urychlovacím napětí Uk=30 kV

Kvantitativní výsledky analýzy multipoint v dusíkové atmosféře							
Tlak [Pa]	C [%]	O [%]	Al [%]	Cu [%]	Au [%]	S [%]	N [%]
20	75,03	16,36	0,74	0,82		2,88	
50	76,67	13,54	1,01	1,12	1,37	2,45	
100	74,63	11,79	2,03	1,8	3,42	2,81	
200	73,31	10,11	3,66	1,72	5,43	2,53	
300	73,16	9,56	5,04	2,45	5,41	2,42	
400	72,65	9,09	5,91	3	5,12	2,43	
500	66,9	8,53	6,04	3,28	4,21	2,3	7,45
600	65,6	8,28	6,56	3,72	3,87	2,39	8,82
700	64,72	7,85	7,07	3,89	3,56	2,47	9,67
800	66,24	7,63	6,57	3,08	2,59	1,9	11,25
900	65,24	7,38	6,68	3,68	2,34	1,89	12,04
1000	63,98	6,86	7,1	3,82	2,22	2,01	13,2

tab. 0.7 Výsledky prvkové analýzy uhlíkové oblasti při urychlovacím napětí Uk=15 kV

Kvantitativní výsledky analýzy multipoint v dusíkové atmosféře								
Tlak [Pa]	C [%]	O [%]	Al [%]	Cu [%]	K [%]	S [%]	N [%]	Au [%]
20	66,6	17,04	0,66	1,68	0,54	5,4		
50	70,31	16,44	1,62	1,14	0,36	4,07		
100	72,51	14,32	1,58	0,95	0,37	4,08		
200	75,19	11,32	2,2	1,31	0,37	2,71		3,16
300	76,12	9,87	3,41	1,17	0,3	2,42		2,9
400	78,48	9,06	3,4	1,77		2		3,83
500	78,06	8,36	4,73	1,45		2,13		2,73
600	78,01	7,64	5,05	1,48		1,97	9,12	2,71
700	77,64	6,7	6,2	1,76		2,23	9,85	3,12
800	75,42	6,71	6,02	1,66		2,01	10,35	2,45
900	69,38	6,06	5,04	2,49		1,72	11,09	3,88
1000	68,53	5,99	6,65	1,82		2,02	11,6	2,65

tab. 0.8 Výsledky prvkové analýzy uhlíkové oblasti při urychlovacím napětí Uk=30 kV

Kvantitativní výsledky analýzy multipoint ve vodní páře							
Tlak [Pa]	C [%]	O [%]	Al [%]	Cu [%]	Au [%]	S [%]	N [%]
20	22,26	4,51	3,62	65,6	2,04	0,6	
50	35,2	6,31	6,31	45,56	4,04	1,22	
100	46,21	7,58	7,43	28,63	5,17	1,77	
200	50,94	8,57	8,52	19,96	6,42	2,92	
300	53,73	9,29	8,65	12,44	6,97	3,01	5,07
400	56,67	9,42	8,94	10,2	5,75	3,04	5,99
500	57,78	9,2	9,28	8,23	5,24	3,05	7,22
600	57,36	8,95	9,76	7,98	4,87	3,12	7,95
700	58,57	8,32	9,42	7,54	3,96	3,09	9,11
800	58,2	8,06	9,62	6,89	3,76	3,19	10,29
900	60,97	7,92	8,68	5,69	2,15	2,41	11,5

tab. 0.9 Výsledky prvkové analýzy měděné oblasti při urychlovacím napětí Uk=15 kV

Kvantitativní výsledky analýzy multipoint ve vodní páře							
Tlak [Pa]	C [%]	O [%]	Al [%]	Cu [%]	Au [%]	S [%]	N [%]
20	17,67	0,98	3,39	77,65		0,31	
50	25,45	2,32	6,32	65,04		0,87	
100	27,83	3,11	10,29	53,74	3,45	1,57	
200	35,79	4,49	11,43	39,8	5,05	2,35	
300	38,53	5,69	13,3	26,8	5,81	2,43	7,43
400	42,75	6,58	13,65	21,89	4,23	2,62	8,28
500	45,94	6,68	13,86	16,45	5,43	2,94	8,7
600	48,83	6,8	14,31	12,79	4,92	3,15	9,2
700	50,31	6,87	13,76	11,51	4,97	3,16	9,41
800	51,52	4,96	14,48	12,1	4,27	3,21	10,03
900	52,6	3,65	14,84	10,01	3,81	3,36	11,15
1000	53,61	3,12	14,39	9,18	3,88	3,34	11,97

tab. 0.10 Výsledky prvkové analýzy měděné oblasti při urychlovacím napětí Uk=30 kV

Kvantitativní výsledky analýzy multipoint ve vodní páře							
Tlak [Pa]	C [%]	O [%]	Al [%]	Cu [%]	Au [%]	S [%]	N [%]
20	33,83	5,18	60,55	0,44			
50	46,74	8,26	43,02	1,4		0,58	
100	49,4	9,65	31,7	1,25	1,83	2,12	3,04
200	54,7	11,38	20,23	2,36	2,79	3,04	4,21
300	60,95	12,54	15,03	3,38	3,77	3,61	
400	62,29	12,27	13,62	3,79	4,14	3,89	
500	58,13	11,49	11,69	4,2	3,71	3,64	7,13
600	63,39	10,96	12,66	4,99	3,98	4,02	
700	65,49	10,21	10,83	4,46	3,45	3,1	
800	57,66	8,96	11,13	4,99	3,25	3,63	10,38
900	57,07	8,76	11,07	5,38	3,16	3,68	10,88

tab. 0.11 Výsledky prvkové analýzy hliníkové oblasti při urychlovacím napětí Uk=15 kV

Kvantitativní výsledky analýzy multipoint ve vodní páře							
Tlak [Pa]	C [%]	O [%]	Al [%]	Cu [%]	Au [%]	S [%]	N [%]
20	24,52	3,55	67,32	3,93		0,69	
50	37,16	4,23	56,97	3,14		1,64	
100	37,87	5,31	49,44	2,13	4,2	2,06	
200	52,44	8,32	31,91	1,65	2,26	3,54	
300	55,12	9,14	27,7	1,84	2,41	3,79	
400	51,51	9,38	24,03	1,52	1,79	3,54	8,23
500	52,8	9,17	21,39	1,73	2,12	3,71	9,07
600	54,31	8,69	19,11	2,3	2,66	3,77	9,16
700	54,31	8,69	19,11	2,3	2,66	3,77	9,16
800	54,7	6,87	18,35	3,77	2,95	4,19	10,4
900	55,1	4,3	18,4	3,52	2,88	4,26	11,56
1000	53,79	3,93	18,12	3,61	3,29	4,36	12,9

tab. 0.12 Výsledky prvkové analýzy hliníkové oblasti při urychlovacím napětí Uk=30 kV

Voda 30kV zlatá oblast									
Tlak [Pa]	C [%]	O [%]	Al [%]	Cu [%]	Au [%]	Ag [%]	Ni [%]	S [%]	N [%]
20	11,32	5,84	1,54	3,88	72,89	3,48	1,06		
50	17,01	4,48	3,61	4,05	66,16	3,55	1,13		
100	22,23	5,05	6,67	4,05	57,72	3,25	1,02		
200	35,2	5,22	8,94	3,37	46,66		0,61		
300	38,19	5,83	12,25	3,88	37,35	2,64	0,63		
400	47,91	6,38	13,4	3,74	28,59				
500	46,55	6,39	12,91	3,29	21,14				8,98
600	52,83	6,12	14,02	3,33	15,16	1,48		4,55	
700	51,52	5,38	13,58	2,92	11,23			3,81	10,35
800	53,71	3,85	13,19	3,26	11,08			3,89	10,28
900	54,53	3,33	13,45	3,41	9,8			3,86	10,86
1000	55,53	3,24	13,33	3,54	8,19			3,72	11,71

tab. 0.13 Výsledky prvkové analýzy zlaté oblasti při urychlovacím napětí Uk=30 kV

Voda 15kV zlatá oblast								
Tlak [Pa]	C [%]	O [%]	Al [%]	Cu [%]	Au [%]	Ag [%]	S [%]	N [%]
20	13,33	3,11	1,18	2,21	77,39	2,77		
50	21,91	3,97	2,63	2,49	66,52	2,49		
100	31,05	5,03	4,6	2,57	55,06	1,69		
200	43,03	7,13	7,23	3,29	37,57	1,04		
300	54,74	8,01	8,11	3,54	21,79		3,28	
400	59,79	8,56	8,49	4,1	15,69		3,37	
500	58,65	8,57	8,63	4	9,75		3,17	6,68
600	58,66	8,49	9,14	4,16	8,45		3,14	7,39
700	59,87	8,02	9,02	4,67	6,13		3,13	8,62
800	60	7,75	9,1	4,78	4,68		3,06	10,08
900	72,36	8	8,59	4,1	2,9		2,51	

tab. 0.14 Výsledky prvkové analýzy zlaté oblasti při urychlovacím napětí Uk=15 kV

Voda 15kV uhlíková oblast							
Tlak [Pa]	C [%]	O [%]	Al [%]	Cu [%]	Au [%]	S [%]	N [%]
20	74,98	15,23	0,65	1,46		3,61	
50	74,96	12,18	1,56	1,56	2,35	3,4	
100	74,29	10,99	2,53	1,67	3,65	2,92	
200	74,29	10,05	3,73	2,27	4,74	2,64	
300	73,8	9,23	4,84	2,46	5,1	2,43	
400	73,36	8,73	5,85	2,89	5,04	2,44	
500	66,96	8,23	5,99	3,1	4,45	2,41	7,48
600	66,11	7,84	6,65	3,61	4,57	2,51	7,99
700	65,35	7,09	6,5	3,12	2,24	1,92	9,54
800	66,73	7,4	6,34	3,35	2,12	1,81	11,46
900	59,19	4,59	7,33	6,07	1,58	1,92	13,15

tab. 0.15 Výsledky prvkové analýzy uhlíkové oblasti při urychlovacím napětí Uk=15 kV

Voda 30kV uhlíková oblast							
Tlak [Pa]	C [%]	O [%]	Al [%]	Cu [%]	Au [%]	S [%]	N [%]
20	71,08	13,53	0,76	0,95	3,96	3,5	
50	73,75	12,16	0,75	0,77	4,11	2,28	
100	76,73	10,26	2,29	1,02	4,32	3,12	
200	77,21	9,24	3,21	1,14	4,4	2,7	
300	77,85	8,32	2,99	1,64	4,47	2,4	
400	77,58	7,65	4,75	1,44	4,79	2,35	
500	77,72	7,51	4,02	2,23	5,02	1,93	
600	78,04	6,77	4,58	2,13	4,8	2,23	
700	71,24	6,23	5,76	1,7	3,99	1,97	10,32
800	69,23	4,89	7,51	2,35	3,67	2,27	10,62
900	68,28	4,57	7,91	2,44	3,62	2,31	11,35
1000	67,07	4,09	8,23	2,67	3,38	2,29	12,44

tab. 0.16 Výsledky prvkové analýzy uhlíkové oblasti při urychlovacím napětí  $U_k=30$  kV