



VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V BRNĚ

BRNO UNIVERSITY OF TECHNOLOGY

FAKULTA STROJNÍHO INŽENÝRSTVÍ

FACULTY OF MECHANICAL ENGINEERING

ÚSTAV FYZIKÁLNÍHO INŽENÝRSTVÍ

INSTITUTE OF PHYSICAL ENGINEERING

**APLIKACE TRANSMISNÍ ELEKTRONOVÉ MIKROSKOPIE
S VYSOKÝM ROZLIŠENÍM PRO STRUKTURNÍ ANALÝZU
NANOVLÁKEN**

APPLICATION OF HIGH RESOLUTION TRANSMISSION ELECTRON MICROSCOPY FOR STRUCTURE
ANALYSIS OF NANOWIRES

DIPLOMOVÁ PRÁCE

MASTER'S THESIS

AUTOR PRÁCE

AUTHOR

Bc. Lukáš Kachtík

VEDOUCÍ PRÁCE

SUPERVISOR

Ing. Miroslav Kolíbal, Ph.D.

BRNO 2016

Zadání diplomové práce

Ústav: Ústav fyzikálního inženýrství
Student: **Bc. Lukáš Kachtík**
Studijní program: Aplikované vědy v inženýrství
Studijní obor: Fyzikální inženýrství a nanotechnologie
Vedoucí práce: **Ing. Miroslav Kolíbal, Ph.D.**
Akademický rok: 2015/16

Ředitel ústavu Vám v souladu se zákonem č. 111/1998 o vysokých školách a se Studijním a zkušebním řádem VUT v Brně určuje následující téma diplomové práce:

Aplikace transmisní elektronové mikroskopie s vysokým rozlišením pro strukturní analýzu nanovláken

Stručná charakteristika problematiky úkolu:

Strukturní analýza nanostruktur je téměř výhradně závislá na transmisní elektronové mikroskopii. V případě polovodičových nanovláken, které jsou předmětem výzkumu na ÚFI, je požadovanou informací krystalografická orientace a zejména výskyt defektů (dvojčatění, atd.), které zásadním způsobem ovlivňují fyzikální vlastnosti tohoto typu nanostruktur. Defekty však zřejmě hrají i důležitou roli při samotném procesu růstu, kdy se při vzniku dislokace/dvojčatění předpokládá i změna směru růstu vláken. Práce se bude zabývat analýzou připravených struktur pomocí TEM s vysokým rozlišením.

Cíle diplomové práce:

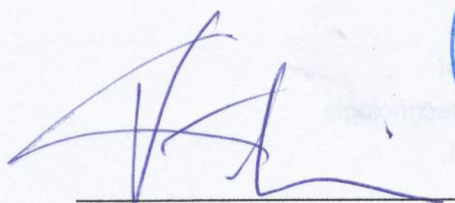
1. Seznamte se s transmisní elektronovou mikroskopii, prakticky zvládněte ovládání mikroskopu ve všech základních módech zobrazování
2. Analyzujte připravené nanostruktury s důrazem na jejich krystalovou strukturu, krystalografickou orientaci a výskyt defektů

Seznam literatury:

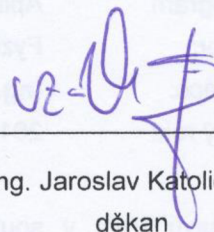
Karlík, M. Úvod do transmisní elektronové mikroskopie. ČVUT Praha, 2011.

Termín odevzdání diplomové práce je stanoven časovým plánem akademického roku 2015/16.

V Brně, dne 18. 11. 2015



prof. RNDr. Tomáš Šikola, CSc.
ředitel ústavu



doc. Ing. Jaroslav Katolický, Ph.D.
děkan

Abstrakt

Diplomová práce se zabývá strukturní analýzou polovodičových nanovláken za pomoci transmisní elektronové mikroskopie. Představena je konstrukce mikroskopu, jeho základní módy zobrazování a funkce jednotlivých prvků v těchto módech. V experimentální části jsou diskutovány výsledky měření několika germaniových nanovláken s důrazem na jejich krystalografickou strukturu a orientaci.

Summary

This diploma thesis deals with the structural analysis of semiconductor nanowires by transmission electron microscopy. The construction of microscope is introduced together with its basic imaging modes and with the function of each construction element in these modes. In the experimental part the results of analysis of several germanium nanowires are discussed, with emphasis on their crystallographic structure and orientation.

Klíčová slova

TEM, transmisní elektronový mikroskop, zlato, germanium, nanočástice, nanovlákná

Keywords

TEM, transmission electron microscope, gold, germanium, nanoparticles, nanowires

KACHTÍK, Lukáš. *Aplikace transmisní elektronové mikroskopie s vysokým rozlišením pro strukturní analýzu nanovláken*. Brno, 2016. 65 s. Diplomová práce. Vysoké učení technické v Brně. Fakulta strojního inženýrství. Vedoucí práce Miroslav KOLÍBAL.

Prohlašuji, že jsem diplomovou práci *Aplikace transmisní elektronové mikroskopie s vysokým rozlišením pro strukturní analýzu nanovláken* vypracoval samostatně pod vedením Ing. Miroslava Kolíbala, Ph.D. s použitím materiálů uvedených v seznamu literatury.

Bc. Lukáš Kachtík

Děkuji svému vedoucímu Ing. Miroslavu Kolíbalovi, Ph.D. za důležité rady a diskuze při vedení mé diplomové práce, Ing. Janu Michaličkovi za vstřícnou pomoc s měřením struktur a jejich vyhodnocováním, Ing. Jakubu Zlámalovi, Ph.D. za cenné diskuze k částicové optice, Dr. Michaelovi Stöger-Pollachovi za uvedení do transmisní elektronové mikroskopie na studijní stáži ve Vídni, své přítelkyni Barboře a rodině za trpělivost a podporu a všem, kteří se jakkoli podíleli na vzniku této práce. Na závěr bych chtěl poděkovat Sdílené laboratoři přípravy a charakterizaci nanostruktur CEITEC VUT za umožněné analýzy vzorků, které byly hrazeny z projektu CEITEC - open access LM2011020.

Bc. Lukáš Kachtík

Obsah

Úvod	1
1. Úvod do elektronové mikroskopie	3
2. Popis transmisního elektronového mikroskopu	5
2.1. Zobrazovací módy	6
2.1.1. Zobrazovací mód TEM	6
2.1.2. Zobrazovací mód STEM	6
2.2. Konstrukce mikroskopu	7
2.2.1. Vakuový systém	8
2.2.2. Zdroj elektronů	8
2.2.3. Osvětlovací soustava	10
2.2.4. Projekční soustava	18
2.2.5. Detektory	19
2.3. Popis zobrazení	22
2.3.1. Interakce elektronu s pevnou látkou	22
2.3.2. Optické vady	25
2.3.3. Vznik kontrastu v módu TEM	28
2.3.4. Vznik kontrastu v módu STEM	36
3. Germaniová nanovlákná	39
3.1. Základy krystalografie	39
3.2. Koloidní zlatá nanočástice (TEM)	44
3.3. První germaniové nanovlákná (TEM)	47
3.4. Druhé germaniové nanovlákná (STEM)	50
3.5. Třetí germaniové nanovlákná (TEM, difrakce)	54
Závěr	61
Literatura	63

Úvod

Transmisní elektronové mikroskopy (TEM) mají na rozdíl od světelných mikroskopů o několik řádů lepší rozlišovací schopnost [1], proto jsou často používány pro analýzu struktur pevných látek. V dnešní době lze pomocí těchto mikroskopů pozorovat jejich krystalovou strukturu, čehož se využívá například v polovodičovém průmyslu. Pozorováním atomární struktury polovodičových nanovláken má hned několik důvodů. Například určením krystalografické orientace a defektů krystalové mřížky u nanovláken můžeme získat cennou zpětnou vazbu pro termodynamiku jejich růstu [2]. Z analýzy nanovláken pomocí mikroskopu TEM pak můžeme například změřit mezirovinnou vzdálenost mezi atomy a následně určit indexy těchto rovin [3]. Navíc lze pozorovat defekty krystalové mřížky [4], které jsou v mnoha případech tvořeny dvojčatěním [5]. Diplomová práce se zabývá popisem transmisí elektronové mikroskopie a určením krystalografické orientace germaniových nanovláken pomocí transmisního elektronového mikroskopu FEI Titan Themis umístěného v Laboratoři strukturní analýzy CEITEC VUT.

Protože na Vysokém učení technickém doposud žádný transmisní elektronový mikroskop nebyl dostupný, prvním cílem této práce bylo popsat a vysvětlit, jak takový mikroskop funguje, jaké jsou jeho hlavní komponenty a jaká je jejich funkce. Byl kladen důraz na uvědomění si, jaká konfigurace mikroskopu a jeho nastavení pomůže k získání vysokého rozlišení schopného zobrazovat atomární struktury. V první kapitole jsou vysvětleny základní rozdíly mezi světelným a transmisním elektronovým mikroskopem a připomíná milníky, které vedly k vývoji této zobrazovací techniky. Druhá kapitola popisuje konstrukci transmisního elektronového mikroskopu, funkci jednotlivých komponent a zmiňuje dva základní módy zobrazování. Kapitola je zakončena nezbytnými základy, které je nutné znát pro uvědomění si jak vzniká obraz v transmisním elektronovém mikroskopu v jednotlivých zobrazovacích módech.

Druhým cílem této práce bylo využití předešlých znalostí o transmisní elektronové mikroskopii a pozorování atomární struktury germaniových nanovláken. Úkolem bylo určení jejich krystalografického směru růstu. To se provádělo zobrazováním krystalografických rovin a atomárních sloupců a určováním orientace krystalové struktury pomocí mezirovinných vzdáleností a vzájemných úhlů těchto rovin. Třetí kapitola se zabývá definováním krystalografické mřížky a jsou vypočítány vzdálenosti základních atomárních rovin a jejich vzájemné úhly, které je možné pozorovat v transmisním elektronovém mikroskopu. Následují výsledky několika změřených struktur různými technikami, diskutována je jejich krystalová struktura a určena jejich krystalografické orientace.

ÚVOD

1. Úvod do elektronové mikroskopie

Mikroskop je zařízení určené pro pozorování objektů, které jsou natolik malé, že jsou pro lidské oko neviditelné. Objevení světelného mikroskopu v 17. století proto přineslo nový způsob, jakým nahlížíme na takovéto objekty.

Z pohledu toho, co používáme k zobrazování preparátů, lze mikroskopy dělit na světelné (případně širší elektromagnetické spektrum), elektronové, iontové a další. Světelné mikroskopy jsou s transmisními elektronovými mikroskopy koncepčně velice podobné, liší se ale především v jednotlivých částech, které musí být u světelných mikroskopů uzpůsobeny pro práci se světlem a u elektronových mikroskopů pro práci s elektrony.

K vytvoření prvního elektronového mikroskopu vedlo několik milníků. Nejprve v roce 1897 objevil Joseph John Thomson elektron¹ [6]. Následně v roce 1924 definoval Luise de Broglie ve své doktorské práci vlnovou délku částice² [7]. Následoval vynález elektromagnetické čočky, jejíž podstatu v roce 1926 odvodil Hans Busch [8]. Poté v roce 1930 vytvořili Riecke a Ruska první zvětšovací systém ze dvou elektromagnetických čoček, jehož zvětšení bylo přibližně 15krát [9, 10]. Konečně v roce 1931 Ernst Ruska³ a Max Knoll sestrojili první prototyp transmisního elektronového mikroskopu (obr. 1.1) [11].



Obrázek 1.1: První transmisní elektronový mikroskop sestrojený v roce 1931 Maxem Knollem (vlevo) a Ernstem Ruskou (vpravo). Obrázek převzat z [12].

¹Joseph John Thomson získal v roce 1906 Nobelovu cenu za fyziku.

²Luise de Broglie získal v roce 1929 Nobelovu cenu za fyziku.

³Ernst Ruska získal v roce 1986 Nobelovu cenu za fyziku.

1. ÚVOD DO ELEKTRONOVÉ MIKROSKOPIE

Stejně jako světelné mikroskopy obsahují zdroj světla (výbojka, laser, ...), elektronové mikroskopy obsahují zdroj elektronů v podobě elektronových trysek (kap. 2.2.2). Čočky ze skla (případně jiného materiálu) jsou nahrazeny čočkami magnetickými. Čočky pak v obou případech tvoří kondenzorový systém (kap. 2.2.3), objektiv i projekční systém (kap. 2.2.4). Stejně jako ve světelné mikroskopii se k záznamu obrazu používají CCD kamery (CCD — Charge-coupled device), případně kamery CMOS (Complementary metal-oxide-semiconductor). V případě elektronové mikroskopie mají na povrchu scintilační vrstvu pro konverzi elektronů na světlo. Pro přímé pozorování obrazu okem se používá fluorescenční stínítko, které většinou emituje zelené světlo (kap. 2.2.5).

Zásadní rozdíl mezi světelnou a elektronovou mikroskopií je u čoček. Světelná mikroskopie obsahuje oba typy čoček — spojky i rozptylky, ale s pevnou ohniskovou vzdáleností. Elektronová mikroskopie neumožňuje vytvoření rotačně symetrické rozptylky, zato u všech čoček lze jednoduše měnit jejich ohniskovou vzdálenost. Navíc lze v elektronové mikroskopii jednoduše vytvořit a ovládat multipólové čočky.

Při pohledu na optické vady čoček elektronová optika vykazuje prakticky stejné vady jako světelná optika. Vzhledem k absenci rozptylné čočky nelze sférickou vadu korigovat jednoduše jako ve světelné optice, proto došlo v uplynulých letech k vývoji korektoru sférické vady pomocí multipólů [13, 14].

Elektronové mikroskopy se standardně dělí do dvou skupin. První skupinu tvoří rastrovací elektronové mikroskopy — SEM (Scanning electron microscope). Obraz v rastrovacích elektronových mikroskopech vzniká rastrováním úzkého svazku elektronů po povrchu preparátu, záznamem emitovaných signálů a přiřazením pozice z preparátu do výsledného obrazu. Mikroskopy SEM slouží primárně k zobrazování povrchu preparátu.

Druhou skupinu tvoří transmisní elektronové mikroskopy — TEM (Transmission electron microscope). Na rozdíl od mikroskopů SEM mikroskopy TEM detekují prošlé elektrony a nezobrazují tedy povrch preparátu, ale jeho objem. Standardně mikroskopy TEM osvětlují preparát rovnoběžným svazkem elektronů a poté se obraz zvětšuje, stejně jako u světelných mikroskopů. Kromě osvětlení rovnoběžným svazkem elektronů mohou mikroskopy TEM rastrovat stejně jako mikroskopy SEM, s tím rozdílem, že v mikroskopu TEM se detekují prošlé elektrony. Obraz potom vzniká podobným způsobem.

2. Popis transmisního elektronového mikroskopu

Transmisní elektronový mikroskop je zařízení zobrazující předmět urychleným svazkem elektronů. V biologii a medicíně slouží k zobrazování struktury buněk, makromolekul nebo virů, u anorganických materiálů dokáže zobrazit struktury řádově mikrometrů až po atomární rozlišení. U krystalických materiálů lze pomocí difrakce určit symetrii krystalové mřížky i její orientaci. Pomocí elektronových spektrometrů lze pak provádět kvantitativní analýzu prvků s prostorovým rozlišením kolem 1 nm [15].

Největší část mikroskopu tvoří elektronový tubus, ve kterém jsou umístěny magnetické čočky určené k manipulaci s elektronovým svazkem. V horní části tubusu bývá umístěn zdroj elektronů, uprostřed pak bývá pozorovaný preparát a ve spodní části tubusu jsou detektory a další záznamová zařízení. V dnešní době je mikroskop ovládán převážně pomocí počítače a záznam probíhá taktéž do digitální podoby.

Pro správnou funkci mikroskopu je nezbytné v oblasti kde se pohybují elektrony vytvořit vakuum řádově 10^{-5} Pa. To je zapotřebí proto, aby střední volná dráha letícího elektronu v tubusu byla mnohonásobně delší než dráha, kterou musí elektron uletět mezi zdrojem elektronů a detektorem, aby tak nedocházelo k rozptylu elektronů.

Elektrony jsou nejčastěji urychlovány na energii v řádu desítek až stovek keV. Relativistickou vlnovou délku lze vypočítat podle vztahu [7]

$$\lambda = \frac{h}{\sqrt{2m_0eU}} \frac{1}{\sqrt{1 + \frac{eU}{2m_0c^2}}}, \quad (2.1)$$

kde $h = 6,626 \cdot 10^{-34}$ J · s je Planckova konstanta, $m_0 = 9,109 \cdot 10^{-31}$ kg je klidová hmotnost elektronu, $e = 1,602 \cdot 10^{-19}$ C je náboj elektronu, U [V] je urychlovací napětí a $c = 2,99 \cdot 10^8$ m · s⁻¹ je rychlost světla ve vakuu. Pro urychlovací napětí 300 keV je vlnová délka 1,969 pm. Tato vlnová délka je o několik řádů menší než vlnová délka viditelného světla (stovky nm). Relativistický výpočet je na místě, jelikož elektron s takovou energií dosahuje rychlosti 0,78 násobku rychlosti světla.

K popisu funkce transmisního elektronového mikroskopu je nezbytné znát jeho dva základní zobrazovací módy, které jsou popsány v kapitole 2.1. Po znalosti těchto módů je důležité vědět, jak fungují jednotlivé součásti mikroskopu v daných módech (kap. 2.2) a jak dochází k interakci elektronu s pevnou látkou (kap. 2.3.1) a ke tvorbě výsledného obrazu (kap. 2.3.3 a 2.3.4).

2.1. Zobrazovací módy

Zobrazení pomocí transmisního elektronového mikroskopu se dělí do dvou základních módů — na zobrazení v klasickém prozařovacím módu TEM a na zobrazení pomocí rastrování po preparátu v módu STEM (Scanning transmission electron microscopy — rastrovací transmisní elektronová mikroskopie). Obě metody mají zcela odlišný způsob vzniku obrazu a každá má své výhody a nevýhody, které jsou popsány v následujících odstavcích.

2.1.1. Zobrazovací mód TEM

Mód TEM je základní zobrazovací mód v transmisním elektronovém mikroskopu. V tomto módu dochází k osvětlení preparátu rovnoběžným, konvergentním nebo divergentním svazkem elektronů. Při dopadu elektronů na preparát dochází k interakci elektronů s látkou (kap. 2.3.1). Z preparátu poté vychází svazek elektronů obsahující informace o preparátu a jeho obraz je pak optickou soustavou zvětšen a přenesen na záznamové zařízení.

Rozlišení obrazu v módu TEM určuje energie elektronového svazku, jeho prostorová i časová koherence a především optické vady magnetických čoček, kde ve většině případů převládá sférická (otvorová) vada. Pokud dojde k větším ztrátám energie elektronu na preparátu, může se ve větší míře projevit i chromatická vada. V případě transmisní elektronové mikroskopie s vysokým rozlišením HR-TEM (high-resolution transmission electron microscopy) začínají tvořit nezanedbatelnou část vad i vady vyšších řádů [16]. Hlavní optické vady jsou blíže vysvětleny v kapitole (2.3.2).

V mikroskopii HR-TEM má zobrazovací mód TEM jednu zásadní nevýhodu. Obraz na záznamovém zařízení vzniká interferencí elektronových vln, jejichž fáze je ovlivněna vlastnostmi objektivové čočky (kap. 2.2). Výsledný obraz pak nemusí být jednoduché interpretovat, protože část jeho prostorových frekvencí může tvořit kladný kontrast a část prostorových frekvencí může tvořit obrácený kontrast. Objasnění a vysvětlení vzniku kontrastu v módu TEM je věnována samostatná kapitola 2.3.3.

2.1.2. Zobrazovací mód STEM

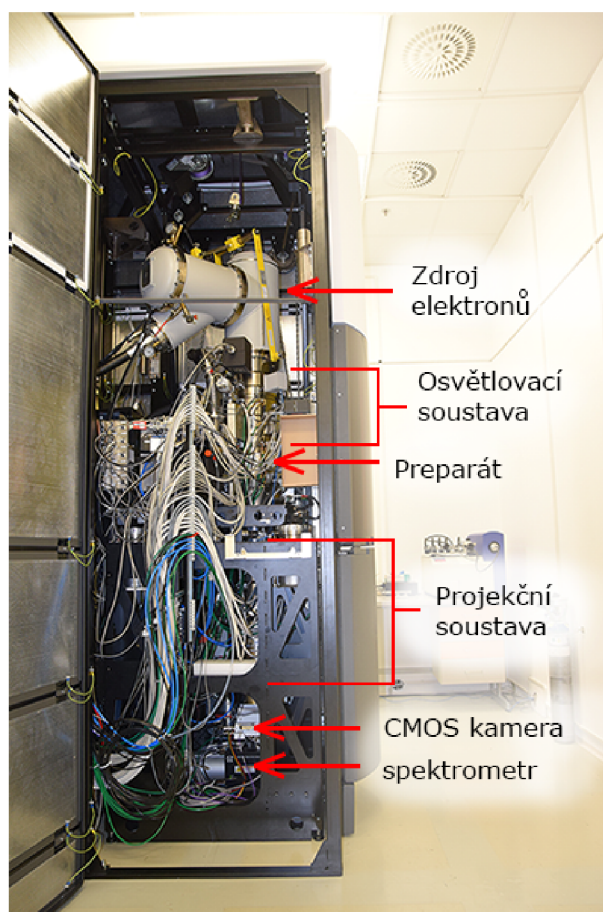
Mód STEM je mód zobrazení, při kterém vzniká obraz podobně jako v rastrovacím elektronovém mikroskopu SEM. Místo rovnoběžného osvětlení preparátu dochází k fokusaci elektronového svazku do co nejmenšího místa, které se nazývá sonda. Tato sonda poté rastruje bod po bodu na části preparátu, která je vymezena zorným polem. V každém bodě poté dochází k interakci elektronu s pevnou látkou (kap. 2.3.1). Elektrony vycházející z preparátu jsou pak přeneseny na detektory. Obraz následně vzniká tak, že jednomu pixelu obrazu na počítači jsou přiřazeny informace z daného bodu na preparátu.

Rozlišení obrazu v módu STEM určuje především velikost rastrovací sondy a nastavené rozlišení pro dané zorné pole v počítači. Vzhledem k tomu, že rastrovací sonda je projekcí zdroje elektronů, určuje její velikost především velikost tohoto zdroje, kterou ovlivňují i optické vady (viz kap. 2.3.2). V mikroskopii HR-STEM (high-resolution STEM), kde se kladou požadavky na rozlišení pod 1 nm, by byla sonda velikosti elektronového zdroje nedostatečná (desítky nm). Proto před vznikem sondy dochází ke zmenšení obrazu zdroje elektronů o několik řádů. To ale přináší nevýhodu v podobě řádově menšího proudu elektronů tvořící rastrovací sondu (viz kap. 2.2).

V případě správného nastavení rozlišení získávaného obrazu by měl jeden pixel odpovídat přibližně velikosti rastrovací sondy. Pokud je například šířka zorného pole $1\ \mu\text{m}$ a velikost rastrovací sondy $1\ \text{nm}$, je vhodné zvolit počet rastrovacích bodů v jedné řadě přibližně 1000. V případě nižšího rozlišení obrazu bude docházet ke ztrátě informací z míst mezi rastrovacími body. V případě vyššího rozlišení nebude sice docházet přímo ke ztrátě informací, ale rastrovací body se mohou příliš překrývat a doba potřebná k získání obrazu se bude prodlužovat. Delší doba rastrování mimo jiné znamená větší dávku elektronů které dopadnou na preparát a tím dojde k většímu poškození preparátu. Navíc při nestabilitě držáku preparátu může docházet k jeho pohybu a ve výsledku k deformaci obrazu. V mikroskopii HR-STEM, kde je zorné pole většinou malé, je limitujícím prvkem především velikost rastrovací sondy. Vzniku kontrastu ve módu STEM je opět věnována samostatná kapitola 2.3.4.

2.2. Konstrukce mikroskopu

Konstrukce transmisního elektronového mikroskopu se liší model od modelu. V zásadě všechny ale musí obsahovat vakuový systém, zdroj elektronů, osvětlovací soustavu, místo pro preparát, projekční soustavu a nějaká detekční zařízení.



Obrázek 2.1: Transmisní elektronový mikroskop FEI Titan Themis umístěný ve Středoevropském technologickém institutu CEITEC VUT.

Následující části týkající se konstrukce mikroskopu popisují především konstrukci transmisního elektronového mikroskopu FEI Titan Themis umístěného ve Středoevrop-

2. POPIS TRANSMISNÍHO ELEKTRONOVÉHO MIKROSKOPU

ském technologickém institutu CEITEC VUT (obr. 2.1). Bylo ale také přihlédnuto k obecnějšímu popisu, který se týká i ostatních transmisních elektronových mikroskopů.

2.2.1. Vakuový systém

Vakuový systém obstarává dostatečně vysoké vakuum v různých částech mikroskopu. Podle typu zdroje elektronů bývá vakuum nejvyšší u elektronové trysky a u preparátu, aby nedocházelo k jejich kontaminaci. Vakuový systém také zajišťuje předčerpání mezikomory při vkládání preparátu.

Vysoké vakuum u zdroje elektronů zajišťuje často iontová vývěva (IGP - ion-getter pump). Své vysoké efektivitě čerpání dosahuje až u nižších tlaků ($<10^{-3}$ Pa) a potřebuje tedy předčerpat jinou vývěvou. Vzhledem k tomu, že nekontaminuje své okolí a nevytváří vibrace, je vhodná nejen pro čerpání vakua v oblasti trysky, ale i v oblasti preparátu.

Kromě iontové vývěvy u preparátu se zde nachází také tzv. "Cold trap". Tento Cold trap má za úkol zachytávat molekuly zbytkové atmosféry, především pak vodu, čímž zvyšuje vakuum v okolí preparátu a snižuje jeho kontaminaci.

Jako pomocná vývěva se používá turbomolekulární vývěva (TMP — turbo-molecular pump). Její výhodou je poměrně rychlé dosažení ultravysokého vakua. Obvykle se nepoužívá při čerpání přímo atmosférického tlaku, proto se společně s ní používá další vývěva (např. rotační vývěva), která slouží pro předčerpání atmosférického tlaku [15]. Turbomolekulární vývěva se proto používá pro předčerpání mezikomory při vkládání preparátu, ze které je potřeba vyčerpat atmosférický tlak na tlak srovnatelný s vakuem uvnitř tubusu mikroskopu během několika minut. Její nevýhodou jsou vibrace které vytváří, proto se před začátkem měření vypíná, aby nedocházelo k přenosu vibrací a rušení obrazu.

2.2.2. Zdroj elektronů

Zdroj elektronů, nazývaný často jako elektronová tryska, je jedna z nejdůležitějších součástí elektronových mikroskopů, která přímo ovlivňuje výslednou kvalitu zobrazení.

Základním parametrem elektronových trysek je směrová proudová hustota B (brightness), někdy také nazývána jako jas. Určuje proud elektronů I [A] který je vyzařován z plochy zdroje S [m²] do prostorového úhlu Ω [sr] podle vztahu [15]

$$B = \frac{I}{S\Omega} \approx \frac{4I}{\pi^2 \alpha_0^2 d_z^2}, \quad (2.2)$$

kde α_0 [rad] je vyzařovací úhel a d_z [m] je průměr zdroje elektronů.

Mezi další zásadní parametry, ve kterých se elektronové trysky liší, patří např. proud ve svazku, požadované vakuum u trysky nebo životnost katody. Podle typu extrakce elektronů se elektronové trysky dělí na dvě základní skupiny, na termoemisioní elektronové trysky a na autoemisioní elektronové trysky (FEG — field emission gun).

Termoemisioní elektronová tryska je tvořena katodou, Wehneltovým válcem a uzemněnou anodou. Katoda, která je žhavena na teplotu kolem 2700 K, je nejčastěji tvořena zahnutým wolframovým vláknem ve tvaru písmene V nebo krystalem hexaboridu lanthanu (LaB₆). Hustota proudu u termoemisioních trysek J_T se řídí Richardsonovým-Duschmanovým zákonem [15]

$$J_T = AT^2 \exp\left(-\frac{\Phi_S}{k_B T}\right), \quad (2.3)$$

kde A je Richardsonova konstanta [$\text{A} \cdot \text{m}^{-2} \cdot \text{K}^{-2}$], T [K] teplota katody, Φ_s [eV] výstupní práce a k_B [eV/K] Boltzmannova konstanta. Při emisi elektronů prochází emitované elektrony středem záporně nabitého Wehneltového válce, který formuje vystupující svazek elektronů do křížiče mezi katodou a anodou. Křížiče následně slouží jako reálný zdroj elektronů, který je poté použit k zobrazování. Kvalitu křížiče určuje významně jeho velikost. Ta je dána velikostí předpětí mezi katodou a Wehneltovým válcem, které určuje výstupní plochu elektronů z katody. Průměr reálného křížiče u termoemisních elektronových trysek dosahuje hodnoty několika desítek mikrometrů [15].

Při použití krystalu LaB_6 místo wolframového vlákna lze dosáhnout přibližně 10krát větší směrové proudové hustoty. To je dáno rozdílnou výstupní prací wolframu ($\Phi_s = 4,5$ eV) a krystalu LaB_6 ($\Phi_s = 2,4$ eV). Použití LaB_6 ale vyžaduje vyšší vakuum [15].

Autoemisní elektronová tryska je tvořena katodou, extrakční anodou a urychlovací anodou. Katodu v tomto případě tvoří monokrystal wolframu s hrotem o poloměru křivosti několika desítek nanometrů [15]. Extrakci elektronů zde způsobuje silné elektrické pole E_A extrakční anody o velikosti několika kV, které u hrotu katody vytváří velmi vysokou intenzitu elektrického pole, okolo $10^9 \text{ V} \cdot \text{m}^{-1}$, a k emisi elektronů dochází tunelovým jevem. Velikost proudové hustoty autoemisní elektronové trysky je dána Fowlerovou-Nordheimovou rovnicí [15]

$$J_A = \frac{k_1 E_A^2}{\Phi_S} \exp\left(-\frac{k_2 \Phi_S^{3/2}}{E_A}\right), \quad (2.4)$$

kde k_1 a k_2 jsou konstanty. Na rozdíl od termoemisních trysek se u autoemisní trysky neformuje žádné křížiče, proto se jako zdroj pro zobrazování uvažuje virtuální zdroj umístěný uvnitř hrotu katody. Tento virtuální zdroj je ve srovnání s reálným zdrojem termoemisní trysky (křížičem) mnohonásobně menší (5–30 nm) a vyzařovací úhel dosahuje mnohonásobně nižší hodnoty, proto je podle vztahu 2.2 směrová proudová hustota řádově vyšší. Celkový emisní proud je ale u autoemisních trysek menší [15].

Autoemisní elektronové trysky se dále dělí podle toho, jestli k extrakci napomáhá zvýšená teplota katody či nikoliv. V případě, kdy je vliv teploty zanedbatelný, se jedná o studenou autoemisní trysku (C-FEG — cold field emission gun). Studená autoemisní tryska pracuje při teplotě 300 K a dosahuje nejvyšších proudových hustot, zato její celkový emisní proud dosahuje nejnižších hodnot. Nízká teplota navíc umožňuje fyzisorpci a chemisorpci zbytkových plynů z vakua na povrch hrotu, což průběžně zapříčiňuje snižování jeho kvality a katodu je proto nutno formovat (čistit žíháním) [15].

Za účelem snížení těchto nevýhod se katoda autoemisní elektronové trysky zahřívá na teplotu okolo 1 800 K. Tento typ trysky se nazývá termoautoemisní elektronová tryska (thermal-assisted field emission gun). Zvýšená teplota působí pozitivně na čistotu hrotu a podporuje a stabilizuje emisi elektronů [15].

Pro zvýšení emisního proudu se využívá Schottkyho efektu. K jeho aktivaci dojde při vytvoření tenké vrstvy ZrO na povrchu hrotu, která způsobí snížení výstupní práce na hodnotu $\Phi_s = 2,4$ eV. Díky tomu dojde ke zvýšení stability a emise elektronů. Tento typ elektronové trysky se někdy označuje jako S-FEG (Schottky field emission gun).

S-FEG se díky svým vlastnostem postupně stává nejrozšířenějším typem elektronových trysek a z kategorie autoemisních elektronových trysek je S-FEG nejčastějším typem. Význam zastoupení této elektronové trysky dokazuje i fakt, že pokud je někde uveden typ elektronové trysky jako FEG, myslí se tím skoro vždy právě S-FEG.

2. POPIS TRANSMISNÍHO ELEKTRONOVÉHO MIKROSKOPU

Shrnutí předešlých odstavců udává následující tabulka porovnávající čtyři různé typy elektronových trysek, kde dvě spadají do kategorie termosemisních elektronových trysek a další dvě do kategorie autoemisních elektronových trysek.

Tabulka 2.1: Srovnání vlastností elektronových trysek. Tabulka převzata z [15].

Tryska	Termoemisní		Autoemisní	
	vlákno W	LaB ₆	Schottky W/ZrO	studený W hrot
Směrová proudová hustota [$A \cdot m^{-2} \cdot sr^{-1}$]	10 ⁹	10 ¹⁰	5×10^{12}	10 ¹¹ – 10 ¹³
Proud ve svazku $\varnothing = 1$ nm [pA]	0,1	1	500	100 – 1000
Maximální proud svazku [nA]	1000	1000	300	10
Velikost zdroje elektronů [μm]	50	10	0,03	0,005
Disperze energie elektronů ΔE [eV]	3	1,5	0,3 – 1	0,3
Pracovní teplota [K]	2700	1900	1800	300
Tlak [Pa]	10 ⁻³	10 ⁻⁵	<10 ⁻⁶	10 ⁻⁸
Životnost katody [h]	40-100	<1000	>2000	>2000
Formování katody	ne	ne	ne	~ 8 hodin

Z tabulky je zřejmé, že termoemisní elektronové trysky mají oproti autoemisním elektronovým tryskám menší směrovou proudovou hustotu, větší celkový proud, mnohonásobně větší velikost zdroje elektronů, nižší pracovní vakuum a kratší životnost katody. Z termoemisních elektronových trysek pak krystal LaB₆ vykazuje obecně lepší parametry, jeho cena je ale vyšší. Z autoemisních elektronových trysek vykazuje studená W katoda vyšší proudovou hustotu, zato ale vyžaduje její formování.

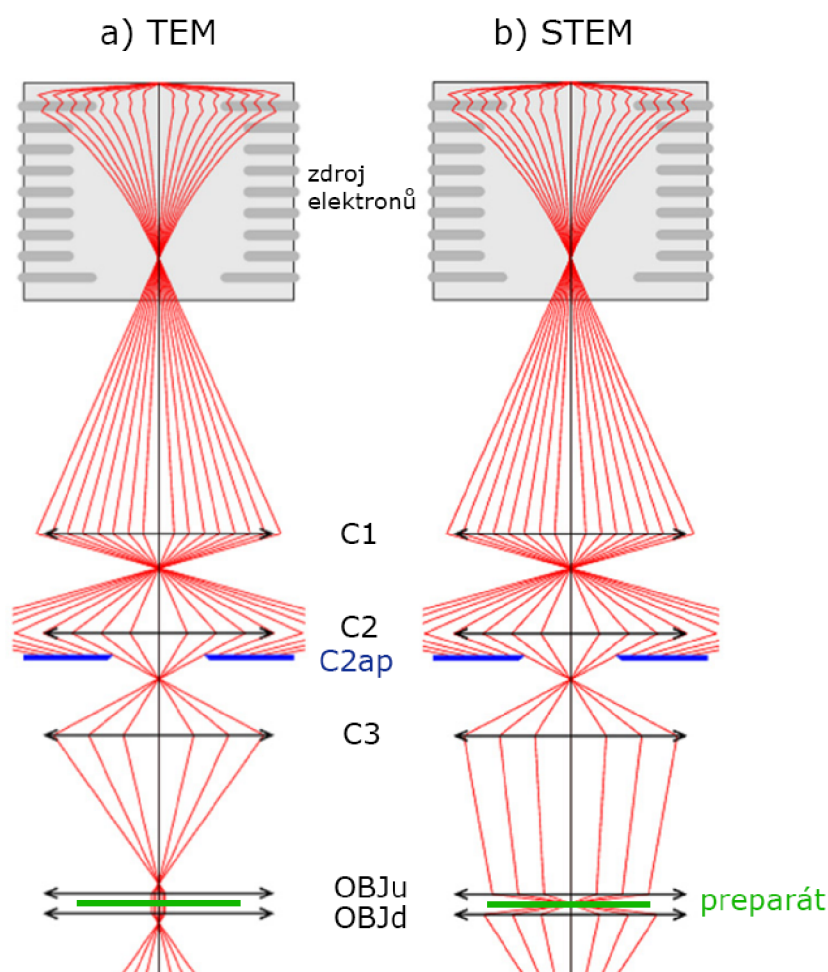
2.2.3. Osvětlovací soustava

Osvětlovací soustava slouží k formování dopadajícího elektronového svazku na pozorovaný preparát. Nachází se v horní části mikroskopu mezi zdrojem elektronů a preparátem a obsahuje soustavu magnetických čoček a clon za účelem vytvoření požadovaného osvětlení preparátu.

Schéma osvětlovací soustavy je na obrázku 2.2. Na schématu je vidět čočka elektronové trysky, první kondenzorová čočka C1, druhá kondenzorová čočka C2, výměnná clona druhého kondenzoru C2ap, třetí kondenzorová čočka C3, horní pólový nástavec objektivu OBJu, dolní pólový nástavec objektivu OBJd a pozice pro preparát znázorněna zelenou úsečkou. Kromě zmíněných čoček obsahuje osvětlovací soustava ještě stigmátory sloužící ke korekci kondenzorového a objektivového astigmatismu a vychylovací cívky pro mód STEM. Kromě clony C2ap obsahuje osvětlovací soustava ještě clonu prvního kondenzoru a clonu třetího kondenzoru, které ale nejsou pro přehlednost znázorněny.

V transmisní elektronové mikroskopii se rozlišuje mezi dvoukondenzorovým a tříkondenzorovým osvětlovacím systémem. Tříkondenzorový systém se používá především u největších mikroskopů, dříve tvořily základ osvětlovací soustavy pouze dva kondenzory. Úloha osvětlovacího systému sestaveného ze dvou kondenzorových čoček je shrnuta v následujících bodech [17]:

- Fokusace elektronového svazku na preparát tak, aby byla dosažena vysoká intenzita osvětlení i při vysokých zvětšeních,
- osvětlení pouze pozorované oblasti preparátu nezávisle na zvětšení, aby nedocházelo k jeho poškození mimo oblast pozorování,
- možnost změny úhlu dopadajícího svazku (convergence semi-angle), který je při malých zvětšeních v řádu mrad a při vysokorozlišovací mikroskopii a aplikaci fázového kontrastu menší než 0,1 mrad,
- tvorba malé rastrovací sondy (bodu) pro možnost rastrování svazkem po preparátu v módu STEM a pro možnost analytických aplikací.



Obrázek 2.2: Schéma osvětlovací soustavy mikroskopu. Na obrázku je viditelná čočka trysky, první kondenzor C1, druhý kondenzor C2, apertura druhého kondenzoru C2ap, třetí kondenzor C3, horní pólový nástavec objektivu OBJu a dolní pólový nástavec objektivu OBJd. Zelenou úsečkou je znázorněna pozice preparátu. a) Mód zobrazení: TEM, b) mód zobrazení: STEM. Převzato a upraveno z [18].

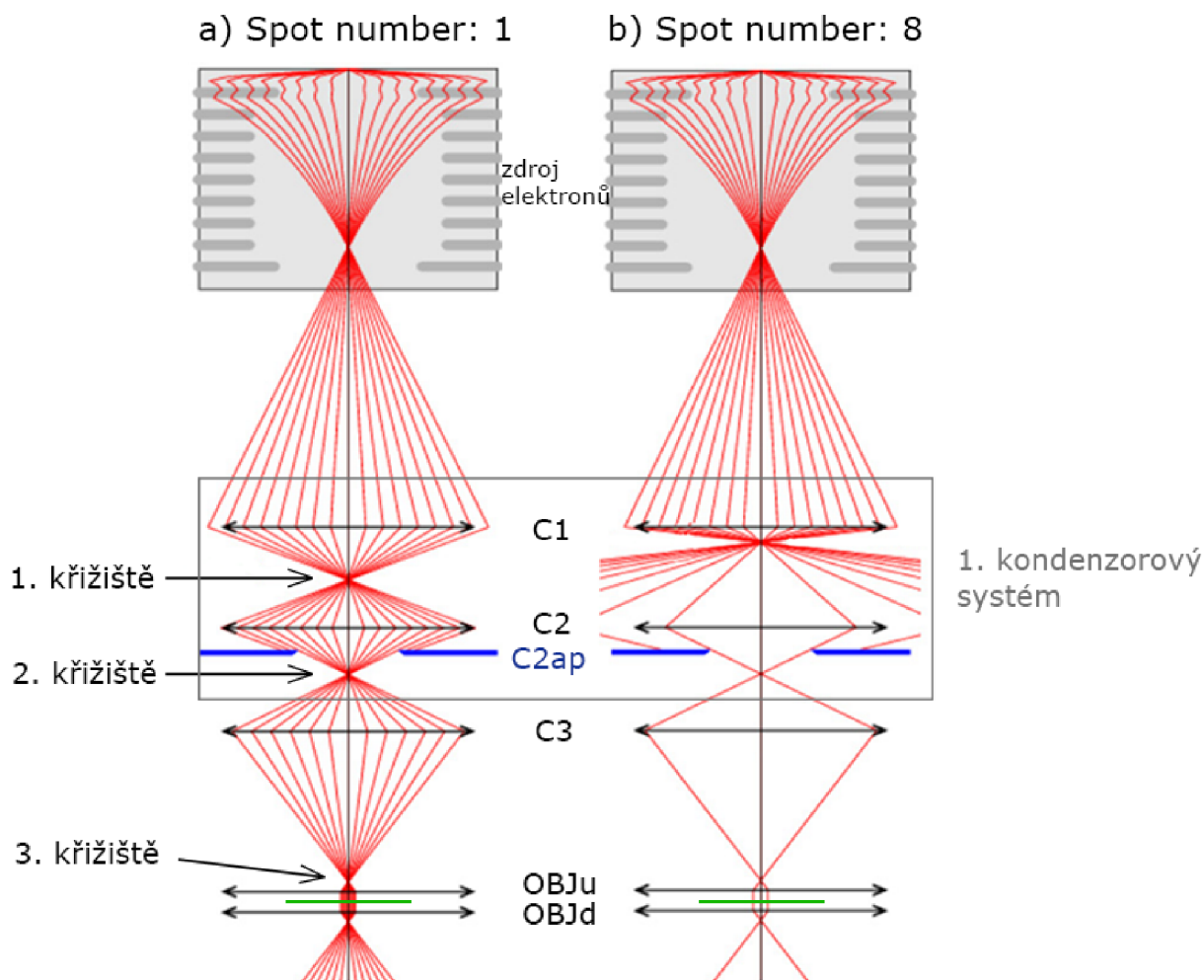
Třetí kondenzor u tříkondenzorového systému odstraňuje nevýhodu dvoukondenzorového systému, u kterého dochází k rovnoběžnému osvětlení pouze při jedné dané velikosti osvětlené oblasti preparátu. Při menší, respektive větší osvětlené oblasti preparátu dochází ke konvergentnímu, respektive divergentnímu osvětlení. Se vzrůstající vzdáleností

2. POPIS TRANSMISNÍHO ELEKTRONOVÉHO MIKROSKOPU

svazku od optické osy lineárně vzrůstá i úhel směru svazku od této osy a na okrajích osvětlené oblasti tedy dochází k největší úhlové výchylce svazku od optické osy. Tříkondenzorový systém tedy umožňuje osvětlení preparátu rovnoběžným svazkem elektronů v určitém rozsahu velikosti osvětlené oblasti. V případě osvětlení rastrovací sondou umožňuje tříkondenzorový systém v určitém rozsahu měnit úhel konvergence svazku tvořící sondu.

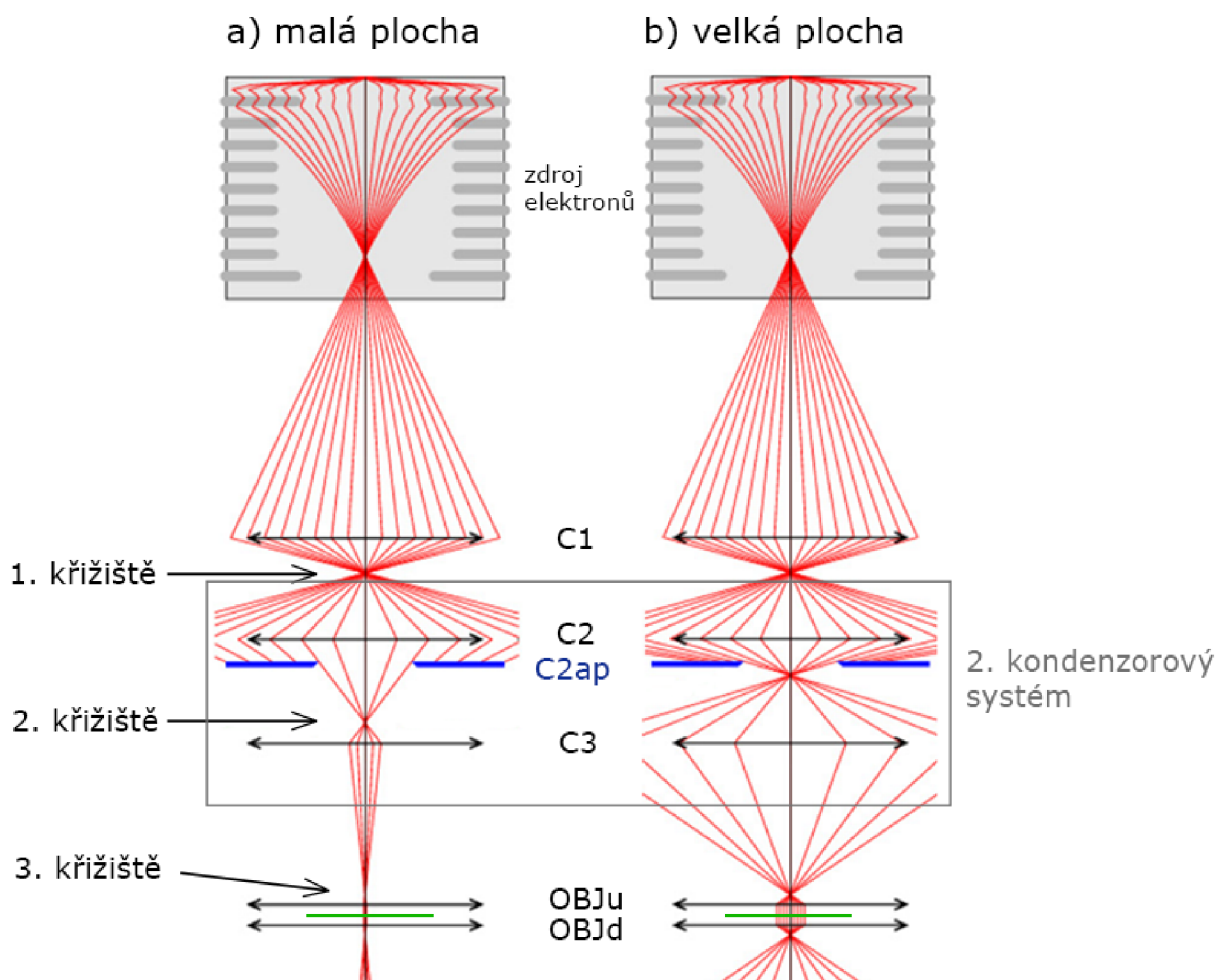
Význam jednotlivých čoček a jejich kombinací

Elektronový svazek vycházející ze zdroje nejprve prochází prvním kondenzorem. Úkolem tohoto kondenzoru je zmenšení zdroje elektronové trysky, což vede ke zvýšení prostorové koherence a tedy i kvality svazku elektronů. Za prvním kondenzorem vzniká první křižičště, které je zmenšeným obrazem zdroje elektronové trysky. Míra zmenšení zdroje je regulovatelná a parametr, který určuje velikost zmenšení, se nazývá „Spot number“. Spot number dosahuje hodnot od 1 do 11, přičemž Spot number 1 je nejmenší zmenšení a Spot number 11 je největší zmenšení zdroje elektronů. Spot number 11 tedy označuje maximální vybuzení první kondenzorové cívký.



Obrázek 2.3: Význam prvního kondenzorového systému (parametr Spot number) v módu TEM. Při zvyšování parametru Spot number dochází ke zmenšování křižičště mezi prvním a druhým kondenzorem. Mimo to dochází zároveň ke snižování proudu ve svazku. Obrázek převzat a upraven z [18].

Vzhledem k tomu, že svazek vycházející z prvního křížiče je vysoce divergentní, dochází k jeho omezení druhou kondenzorovou clonou C2ap. Při zvyšování parametru Spot number dochází tedy i ke snižování celkového proudu elektronů ve svazku. Změna parametru Spot number o 1 způsobuje přibližně dvojnásobné zmenšení proudu ve svazku, proto je proud ve svazku při Spot number 11 asi 1000krát menší než při použití Spot number 1 ($2^{11-1} = 1024$).



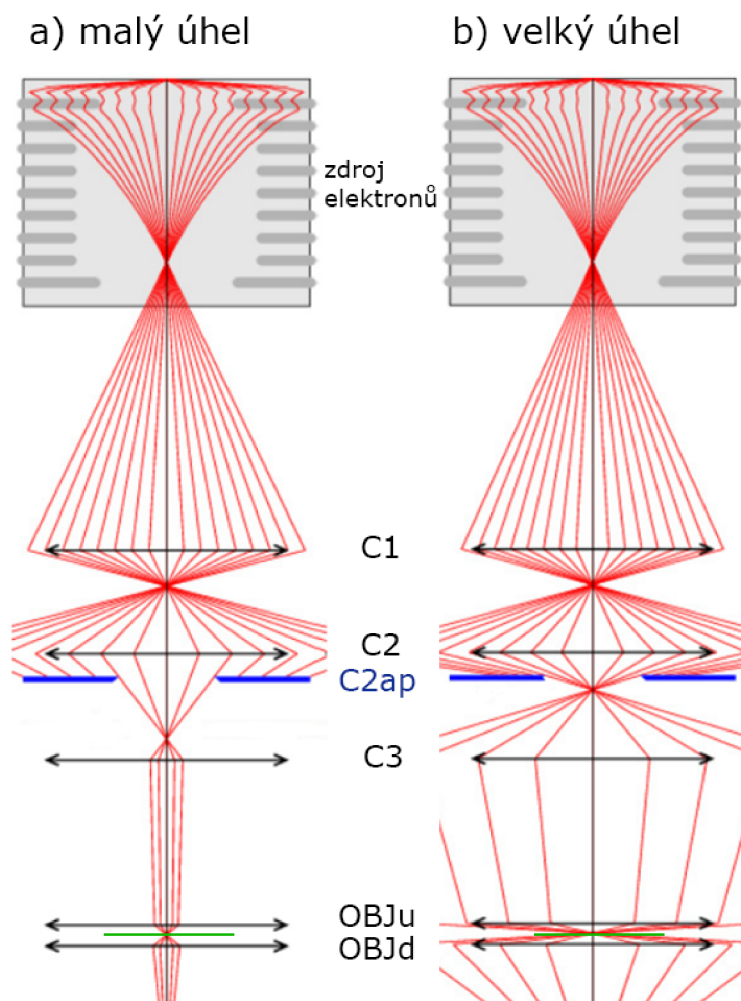
Obrázek 2.4: Význam druhého kondenzorového systému v módu TEM. Při přesunu křížiče mezi druhým a třetím kondenzorem směrem nahoru dochází k rozšíření svazku v místě třetího kondenzoru a následně ke zvětšení osvětlené oblasti na pozorovaném preparátu. Obrázek převzat a upraven z [18].

V případě změny parametru Spot number se zároveň budí druhý kondenzor tak, aby byl tento divergentní svazek poté fokusován dále do stále stejného místa a vytváří se tak druhé křížiče. Vzhledem k tomu, že první křížiče se posunuje mezi prvním a druhým kondenzorem zatímco zdroj (předmět) a druhé křížiče (obraz) zůstávají stále na stejném místě, se tento systém dvou kondenzorů C1 a C2 nazývá „kondenzorový systém C1-C2“ (v angličtině Zoom system). Úkolem tohoto kondenzorového systému je tedy úprava kvality koherence a proudu ve svazku zatímco obraz tohoto kondenzorového systému (druhé křížiče) zůstává stále na stejném místě. Funkce tohoto kondenzorového systému je zobrazena na obrázku 2.3.

Po průchodu svazku druhým kondenzorem svazek prochází třetím kondenzorem a následně horním pólovým nástavcem objektivu a dopadá na preparát. Vzhledem k tomu,

2. POPIS TRANSMISNÍHO ELEKTRONOVÉHO MIKROSKOPU

že po svazku dopadajícím na preparát požadujeme, aby byl rovnoběžný, musí být svazek vycházející z třetího kondenzoru fokusován do předmětové ohniskové roviny horního nástavce objektivu, kde tedy také vzniká třetí křižičtě. Budeme-li uvažovat fixní Spot number, a tedy i neměnnost pozice prvního křižičtě (předmět), a dále bereme-li v úvahu, že třetí kondenzor fokusuje svazek stále do stejného místa (obraz), vzniká z kondenzorů C2 a C3 kondenzorový systém s názvem „kondenzorový systém C2-C3“ (obr. 2.4). Pro jednoduchost se kondenzorový systém C1-C2 bude nazývat „první kondenzorový systém“ a kondenzorový systém C2-C3 se bude nazývat „druhý kondenzorový systém“.



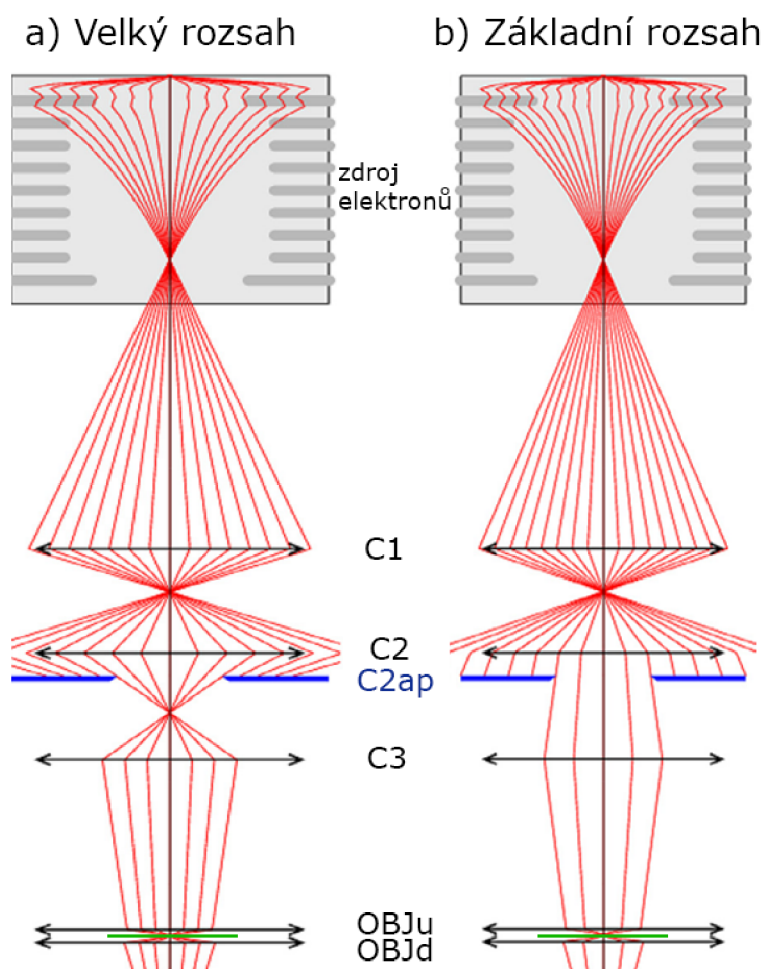
Obrázek 2.5: Význam druhého kondenzorového systému v módu STEM. Při přesunu křižičtě mezi druhým a třetím kondenzorem směrem nahoru dochází k rozšíření svazku v místě třetího kondenzoru a následně ke zvětšení úhlu konvergence svazku utvářejícího rastrovací sondu na preparátu. Obrázek převzat a upraven z [18].

Úkolem druhého kondenzorového systému je změna velikosti osvětlené oblasti na preparátu při zachování rovnoběžného osvětlení. Rozsah velikosti osvětlené oblasti je limitován a je určen schopností druhého kondenzorového systému fokusovat svazek. Při příliš velké osvětlené oblasti preparátu dochází k fokusaci svazku pod ohniskovou rovinu horního nástavce objektivu a svazek dopadající na preparát je tedy divergentní. V případě příliš malé osvětlené oblasti preparátu je svazek fokusován nad ohniskovou rovinu horního pólového nástavce objektivu a svazek dopadající na preparát je konvergentní.

Význam jednotlivých členů v módu STEM

Mód STEM je označení takového zobrazovacího módu, kdy preparát není osvětlen rovinným svazkem elektronů, ale místo toho je svazek v místě preparátu fokusován do co nejmenšího bodu (obr. 2.2b). Tomuto bodu se říká sonda a jejím účelem je rastrovat bod po bodu po preparátu a vytvářet tak jeho obraz. Tato metoda zobrazení byla popsána v kapitole 2.1.2.

První kondenzorový systém určuje shodně jako v módu TEM tak v módu STEM proud ve svazku a velikost zmenšení zdroje elektronu. V módu STEM je první kondenzorový systém značně důležitý, protože bez něj by bylo prakticky nemožné zobrazovat pomocí STEM s vysokým rozlišením (nebylo by jednoduše možné vytvořit dostatečně malou rastrovací sondu, viz kap. 2.1.2). V případě změny parametru Spot number z hodnoty 1 na hodnotu 11 dojde ke zmenšení průměru sondy přibližně 32krát ($2^{(11-1)/2} = 32$).



Obrázek 2.6: Rozdíl mezi módem STEM s velkým rozsahem úhlů a se základním rozsahem úhlů konvergence svazku. Obrázek převzat a upraven z [18].

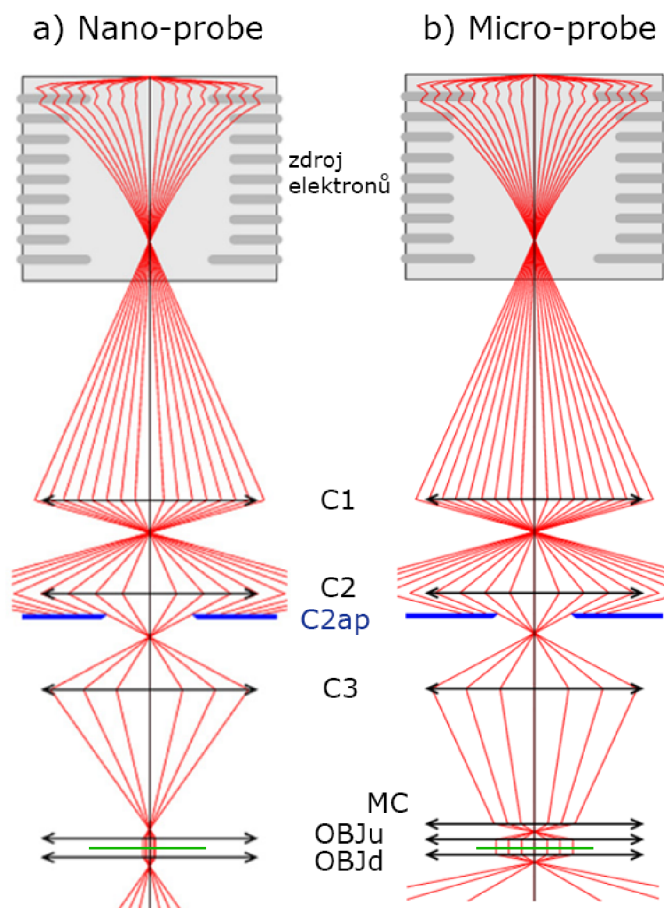
Druhý kondenzorový systém pak neurčuje velikost osvětlené oblasti preparátu, ale konvergenci svazku tvořící rastrovací sondu (obr. 2.5). Úhel daný svazkem se nazývá úhel konvergence. Jeho význam je především v analytických metodách a v metodách závislých na úhlu konvergence, například LACBED (large angle convergent beam electron diffraction — elektronová difrakce s velkým úhlem konvergence svazku).

2. POPIS TRANSMISNÍHO ELEKTRONOVÉHO MIKROSKOPU

Apertura C2ap v módu STEM pak podobně jako druhý kondenzorový systém určuje opět úhel konvergence svazku, tedy 2krát menší průměr apertury C2ap způsobí 2krát menší úhel konvergence svazku. Navíc při použití menší apertury C2ap dochází i ke snížení proudu elektronů ve svazku.

Vychylování svazku v módu STEM poté obstarávají deflektory umístěné v osvětlovací soustavě mikroskopu (nejsou zobrazeny na žádném obrázku).

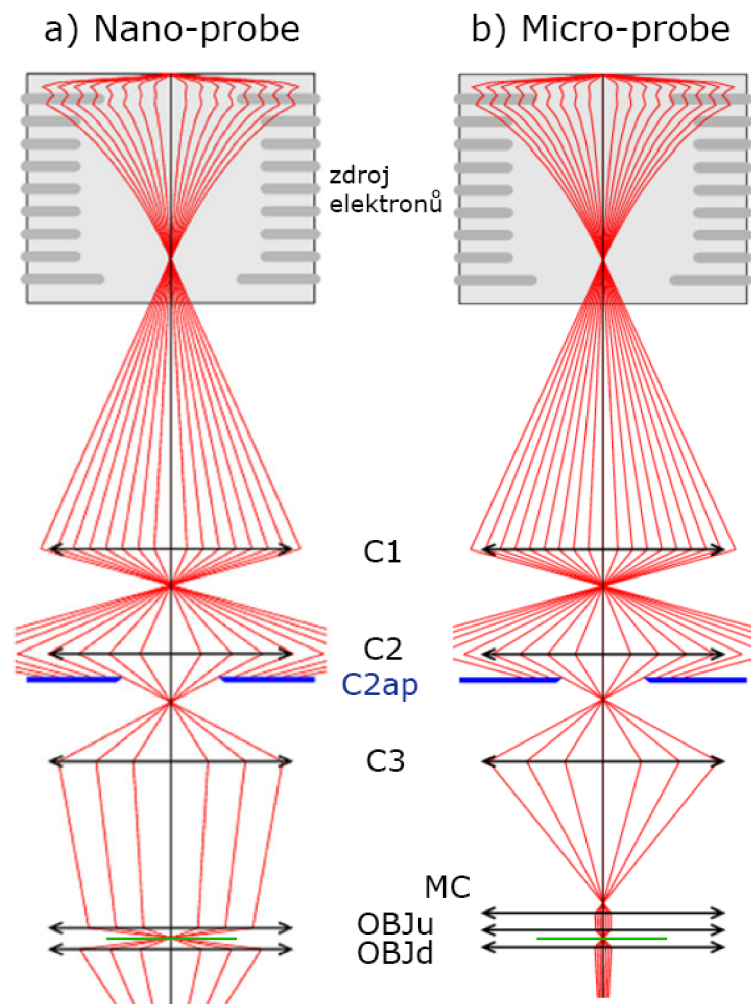
Vznik křížště mezi druhým a třetím kondenzorem není podmínkou pro provozování v módu STEM. Druhý kondenzorový systém může pouze přenášet elektronový svazek z prvního kondenzorového systému k objektivu a měnit tak pouze svazek z divergentního na konvergentní (obr. 2.6). To přináší především výhodu v tom, že druhý kondenzor je v takovém případě téměř vypnutý a nepřidává tak do systému další příspěvek sférické vady (více v kap. 2.3.2). Nevýhodou je značně nižší rozsah úhlů konvergence. Proto se případ s reálným křížštěm nazývá mód s velkým rozsahem úhlů a případ bez reálného křížště se nazývá mód se základním rozsahem úhlů. Protože velký rozsah úhlů není běžně v módu STEM potřebný, používá se pro tento typ zobrazení standardně mód se základním rozsahem úhlů. Mód s velkým rozsahem úhlů se používá u aplikací, u kterých je potřeba svazek s velkým úhlem konvergence. Takovou aplikací může být například již zmíněná metoda LACBED [18].



Obrázek 2.7: Zobrazení módem TEM bez minikondenzoru (MC) a s minikondenzorem. V případě použití minikondenzoru dochází ke značně větší osvětlené oblasti pozorovaného preparátu. Obrázek převzat a upraven z [18].

Význam minikondenzoru

Minikondenzor je magnetická čočka umístěná těsně nad horním pólovým nastavcem objektivu (obr. 2.7). Jeho úkolem je pomáhat při osvětlení pozorovaného preparátu. Vezmeme-li v úvahu fakt, že předmětová ohnisková rovina objektivu je od třetího kondenzoru vzdálena mnohem více než od samotného objektivu, dojdeme k závěru, že nelze osvětlit pozorovaný preparát širokým a zároveň stále rovnoběžným svazkem elektronů. Tento problém řeší právě minikondenzor umístěný těsně před objektivem. Minikondenzor má dva stavy, je buď zapnutý nebo vypnutý. Standardně jej nelze ovládat jinak. Při zapnutém minikondenzoru třetí kondenzor už nefokusuje svazek do předmětové ohniskové roviny objektivu, ale osvětluje minikondenzor širokým svazkem tak, že minikondenzor poté fokusuje svazek do předmětové ohniskové roviny objektivu pod mnohem větším úhlem a ve výsledku tak dochází k rovnoběžnému osvětlení preparátu širokým svazkem elektronů. Rozdíl mezi zobrazením bez minikondenzoru a s minikondenzorem v módu TEM je ilustrován na obrázku 2.7.



Obrázek 2.8: Zobrazení módem STEM bez minikondenzoru (MC) a s minikondenzorem. V případě použití minikondenzoru je úhel konvergence svazku tvořícího rastrovací sondu menší, zároveň ale dochází k mírnému zvětšení samotné sondy. Obrázek převzat a upraven z [18].

2. POPIS TRANSMISNÍHO ELEKTRONOVÉHO MIKROSKOPU

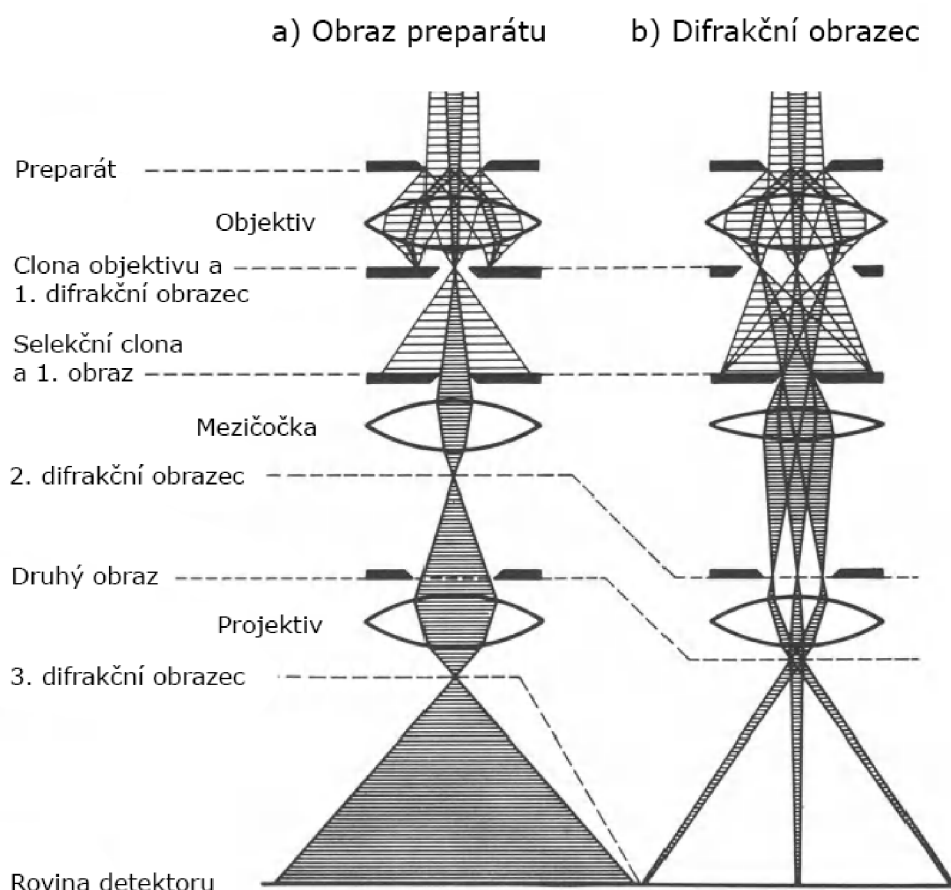
Minikondenzor v tomto případě zvětší jak osvětlenou oblast, tak rozsah osvětlené oblasti přibližně 5krát [18]. Navíc při vypnutém minikondenzoru dochází k 5krát větším změnám úhlu konvergence svazku mimo jeho rovnoběžný rozsah než při zapnutém minikondenzoru.

V módu STEM zapnutý minikondenzor způsobuje přibližně 5krát menší úhel konvergence svazku a 5krát menší rozsah úhlů konvergence (obr. 2.8). Velikost rastrovací sondy je ale ve výsledku větší, což je nežádoucí [18].

Vzhledem k využití minikondenzoru je jeho zapnutý stav označován jako Microprobe a jeho vypnutý stav jako Nanoprobe. Z předešlých závěrů je pak zřejmé, že při zobrazení módem TEM je výhodnější používat Microprobe (zapnutý minikondenzor) a při zobrazení módem STEM je výhodnější používat Nanoprobe (vypnutý minikondenzor).

2.2.4. Projekční soustava

Projekční soustava slouží k úpravě a přenosu požadovaného obrazu na záznamová zařízení umístěná pod projekční soustavou. Nachází se v dolní části mikroskopu mezi preparátem a detektory a obsahuje soustavu magnetických čoček a obvykle dvě clony, které pomáhají utvářet výsledný obraz. Schéma projekční soustavy je na obrázku 2.9.



Obrázek 2.9: Schéma projekční soustavy se dvěma projekčními čočkami. Na obrázku je vyznačena objektivová clona, selekční clona a roviny obrazů preparátu a difrakčních obrazců. a) Pozorování preparátu ve světlém poli za použití selekční clony pro výběr nulového difrakčního bodu, b) pozorování difrakčního obrazce preparátu. Obrázek převzat a upraven z [17].

Projekční soustava obsahuje soustavu mezičoček a projektivů, dohromady obvykle 2, 3 nebo 4 čočky. Její funkcí je zvětšovat a přenášet v módu TEM obraz nebo difrakční obrazec preparátu, v módu STEM pak pomáhá přenášet prošlý nebo rozptýlený svazek elektronů na příslušné detektory. Pro další výklad je důležité vědět, že v projekční soustavě vzniká rovina s difrakčním obrazcem a rovina s obrazem preparátu, a s těmito rovinami se pak dále pracuje pomocí clon.

První clona v projekční soustavě je umístěna v obrazové ohniskové rovině objektivu, ve které také vzniká difrakční obrazec pozorovaného preparátu. Proto je nazývána jako objektivová clona nebo difrakční clona. Malá difrakční clona se používá při práci s difrakčním kontrastem (více v kap. 2.3.3) — lze vybrat pouze jeden nebo více difrakčních směrů z difrakčního obrazce, které pak slouží k formování výsledného obrazu. Lze tak získat obraz ve světlém nebo tmavém poli, čehož se většinou využívá pro zvýšení kontrastu obrazu preparátu. Výběr difrakčního bodu nebo bodů v difrakčním obrazci je snadný, stačí mikroskop přepnout do zobrazení difrakce a projektivy přenesou obraz difrakční roviny na detektor (například stínítko), na kterém se pak promítnou zaostřené difrakční body spolu se zaostřenou difrakční clonou (viz obr. 2.9b). Po výběru difrakčního bodu pak stačí přepnout zpět do normálního zobrazení a na detektoru uvidíme obraz preparátu tvořený svazkem elektronů z vybraného difrakčního bodu (obr. 2.9a). Další výhodou při použití malé objektivové clony je snížení sférické vady objektivu.

Při zobrazování metodou fázového kontrastu se používá velká objektivová clona, aby došlo k propuštění co největšího množství elektronů, které pak spolu interferují a vytváří tak fázový kontrast. Tato metoda je opět detailněji rozebrána v samostatné kapitole 2.3.3.

Druhá clona v projekční soustavě je umístěna v obrazové rovině objektivu, kde vzniká první obraz pozorovaného preparátu. Vzhledem k pozici clony dochází k její projekci spolu s obrazem preparátu na detektor, lze tedy pomocí ní vybrat místo na preparátu, ze kterého chceme získávat informace a zbytek obrazu preparátu tím odstínit. Toho se často využívá v analytických metodách, při kterých je kladen požadavek na získání signálu v módu TEM pouze z určité oblasti preparátu. Vzhledem k jejímu významu se tato clona nazývá selekční. Zde je vhodné zdůraznit, že selekční clona omezuje pouze obraz preparátu, nikoliv oblast, která je osvětlena svazkem elektronů, což má za následek to, že může dojít k poškození pozorovaného preparátu i mimo oblast pozorování.

2.2.5. Detektory

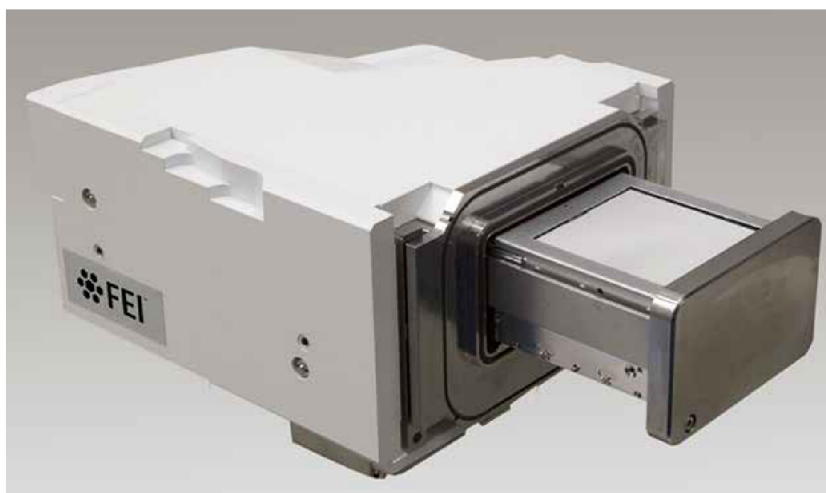
K zobrazování preparátu se nejčastěji používá fluorescenční stínítko. To přináší řadu výhod — obraz pozorovaného preparátu vidíme bez zpoždění, stínítko je vysoce odolné a k jeho viditelnému poškození dochází až po velmi dlouhé době při fokusaci svazku do jednoho místa. Jeho pořizovací cena je z dostupných detektorů většinou nejnižší. Jeho nenahraditelnost dokazuje i fakt, že výrobci transmisních elektronových mikroskopů používají fluorescenční stínítko i u mikroskopů, které nemají žádné okno pro pozorování stínítka a obraz z něho je přenášen pomocí kamery na monitor počítače. To sice přináší nenulovou odezvu, ale odolnost stínítka je pořád nenahraditelným faktorem. Navíc při přenosu obrazu pomocí kamery je obraz digitalizován a je tedy možné použít různé metody zpracování obrazu, například Fourierovu transformaci, aniž by byla použita CCD kamera¹ k detekci elektronů, která je náchylnější na poškození. Vzhledem ke svým vlast-

¹Slovem „kamera“ se zde i v dalším textu bude označovat kamera, která snímá stínítko a přenáší jeho obraz na monitor počítače, označením „CCD kamera“ bude myšlena kamera, která se používá přímo k detekci elektronů které na ni dopadnou.

2. POPIS TRANSMISNÍHO ELEKTRONOVÉHO MIKROSKOPU

nostem je fluorescenční stínítka využíváno především při seřizování mikroskopu, kdy je potřeba fokusovat svazek do malého bodu a není vyžadována vysoká kvalita obrazu.

Obraz z kamery přenášející obraz ze stínítka nemá dostatečnou obrazovou kvalitu, a proto se pro záznam zvětšeného obrazu preparátu využívají CCD (CMOS) kamery pokryté scintilační vrstvou pro převod elektronů na viditelné záření (obr. 2.10). Ty jsou mnohem náchylnější na poškození než fluorescenční stínítka, především pak scintilační vrstva, která je schopna konvertovat na viditelné záření řádově 10^5 elektronů za sekundu. Takových intenzit není problém dosáhnout, především při zaznamenávání difrakčního obrazce hrozí poškození scintilátoru a proto se intenzita často snižuje a v difrakčním obrazci se zakrývá nejsilnější, nultý řád, difrakce. CCD kamera se používá pro záznam obrazu ve vysokém rozlišení a obraz z ní lze následně digitálně zpracovávat. Využití CCD kamery je především v módu TEM, v módu STEM se CCD kamera používá zřídka.

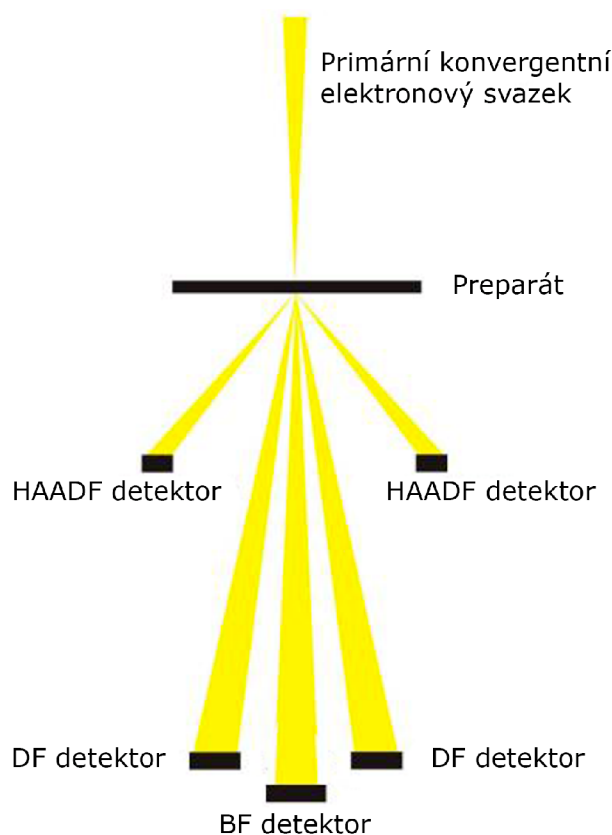


Obrázek 2.10: Zatažitelná CMOS kamera FEI Ceta 16M. Chlazení zajišťuje Peltierův článek umístěný pod CMOS čipem. Obrázek převzat z [19].

Pro záznam obrazu v módu STEM se používají detektory ve tvaru kruhového prstence (obr. 2.11). První detektor, který má jako jediný tvar kruhu (nemá v sobě díru), je označován jako BF (bright field — světlé pole). Jak už z názvu vyplývá, slouží pro zobrazení ve světlém poli. Je umístěn v optické ose mikroskopu a detekuje tedy nerozptýlené (a/nebo zanedbatelně rozptýlené) elektrony.

Další detektor, s názvem DF (dark field — tmavé pole), má tvar prstence (má v sobě uprostřed díru) a slouží k zobrazení v tmavém poli. Z jeho geometrie vyplývá, že nerozptýlené elektrony projdou skrze díru uprostřed a dojde tak k detekci pouze rozptýlených elektronů. Tento typ detektorů se často používá pro registraci obrazu s vyšším kontrastem (kap. 2.3.4). Některé mikroskopy navíc mohou obsahovat více detektorů DF s různými vnitřními a vnějšími poloměry prstence. To nabízí možnost detekce více a méně rozptýlených elektronů separovaně. Detektory DF mají oproti detektoru BF jednu velkou výhodu, a to takovou, že neodstíní kompletně elektronový svazek a ten je tak možné dále analyzovat dalšími detektory.

Poslední z běžně dostupných kruhových detektorů se nazývá HAADF (high-angle annular dark field — detektor elektronů rozptýlených pod velkým úhlem). Na rozdíl od detektorů s označením DF má detektor HAADF značně větší vnější i vnitřní poloměr a je tak mnohem dále od optické osy mikroskopu. Slouží proto k detekci nejvíce rozptýlených elektronů na preparátu. Pomocí tohoto detektoru vzniká v obrazu kontrast, který je



Obrázek 2.11: Schematické znázornění detektorů pro zobrazení v módu STEM. BF — světlé pole, DF — tmavé pole, HAADF — detektor elektronů rozptýlených pod velkým úhlem. Obrázek převzat a upraven z [20].

definován především atomovou hmotností prvku, na kterém se elektron rozptýlil — tzv. Z-kontrast (kap. 2.3.4).

Další detektor, který bývá u transmisních elektronových mikroskopů často přítomen, je spektrometr EELS (Electron energy loss spectroscopy — Spektroskopie ztrát energie elektronů). Ten bývá umístěn ve spodní části mikroskopu. Metoda EELS je analytická metoda měřící energii elektronů dopadajících do tohoto spektrometru. Ze známé počáteční energie dopadajících elektronů lze rozdílem vypočítat energii, kterou elektron ztratil při průletu preparátem. Ze známé ztrátové energie lze následně analyzovat, k jakému rozptylu v preparátu došlo a určit tak například chemické složení, tloušťku preparátu a jiné energiově ztrátové jevy. Více se spektroskopické metodě EELS věnuje například Egerton [21].

Další z často dostupných detektorů je spektrometr EDX (Energy-dispersive X-ray spectroscopy — Energiově disperzní spektroskopie RTG záření). Vzhledem k tomu, že detekuje fotony emitované preparátem, je umístěn v oblasti blízko preparátu. Často bývá těchto detektorů v mikroskopu umístěno více kolem optické osy (např. 4), aby se zvýšila účinná detekční plocha. Detektory EDX se používají především k určení chemického složení preparátu.

Z dostupných detektorů bývá někdy zastoupen i detektor sekundárních elektronů (SE — secondary electron). Slouží k detekci sekundárních elektronů vyražených z preparátu primárním svazkem elektronů.

2. POPIS TRANSMISNÍHO ELEKTRONOVÉHO MIKROSKOPU

Využitelnost spektrometrů EELS, EDX a SE je především v módu STEM, pomocí kterého se provádí analytická měření a mapování preparátu.

Transmisní elektronový mikroskop FEI Titan Themis umístěný ve Středoevropském technologickém institutu CEITEC VUT umožňuje pracovat v obou základních režimech zobrazování — TEM i STEM. Jako zdroj elektronů obsahuje autoemisní elektronovou trysku s označením X-FEG. Jeho osvětlovací soustavu tvoří tříkondenzorový systém včetně minikondenzoru. Každý ze tří kondenzorů obsahuje jednu měnitelnou clonu. Z důvodu zjednodušení zde byla diskutována pouze clona C2ap, která je obecně nejpoužívanější. Její dostupné velikosti jsou: $150\ \mu\text{m}$, $100\ \mu\text{m}$, $70\ \mu\text{m}$ a $50\ \mu\text{m}$. Projekční soustava je pak tvořena dvěma mezičočkami a dvěma projekčními čočkami. V projekční soustavě jsou také umístěny dvě clony — objektivová a selekční. Mikroskop obsahuje fluorescenční stínítko, jehož obraz je kamerou přenášen na vzdálený počítač. Tubus tedy neobsahuje okno pro pozorování stínítka. Z dostupných detektorů je pak dostupná CMOS kamera s rozlišením 4096×4096 bodů. Pro záznam v zobrazovacím módu STEM je dostupný jeden kruhový detektor BF, dva prstencové detektory DF a DF2 a jeden prstencový detektor HAADF. Ve spodní části mikroskopu je umístěn spektrometr GIF (Gatan image filter) od firmy Gatan. Slouží k zobrazování spekter EELS a k zobrazování v módu EFTEM (Energy-filtered TEM — energiově filtrovaný TEM). U preparátu je umístěn také detektor EDX.

2.3. Popis zobrazení

Obraz v transmisním elektronovém mikroskopu vzniká interakcí elektronového svazku s pozorovaným preparátem. Při interakci dochází k rozptylu elektronového svazku, k jeho difrakci, ztrátě energie elektronu nebo fázovému posunu rovinné vlny. V případě zobrazení módem TEM je obraz zachycen na stínítko nebo CCD kameru. Pro zobrazení v módu STEM se používají prstencové detektory uvedené v předchozí části (kap. 2.2.5). V případě analytických metod se nejčastěji používají spektrometry EELS a EDX.

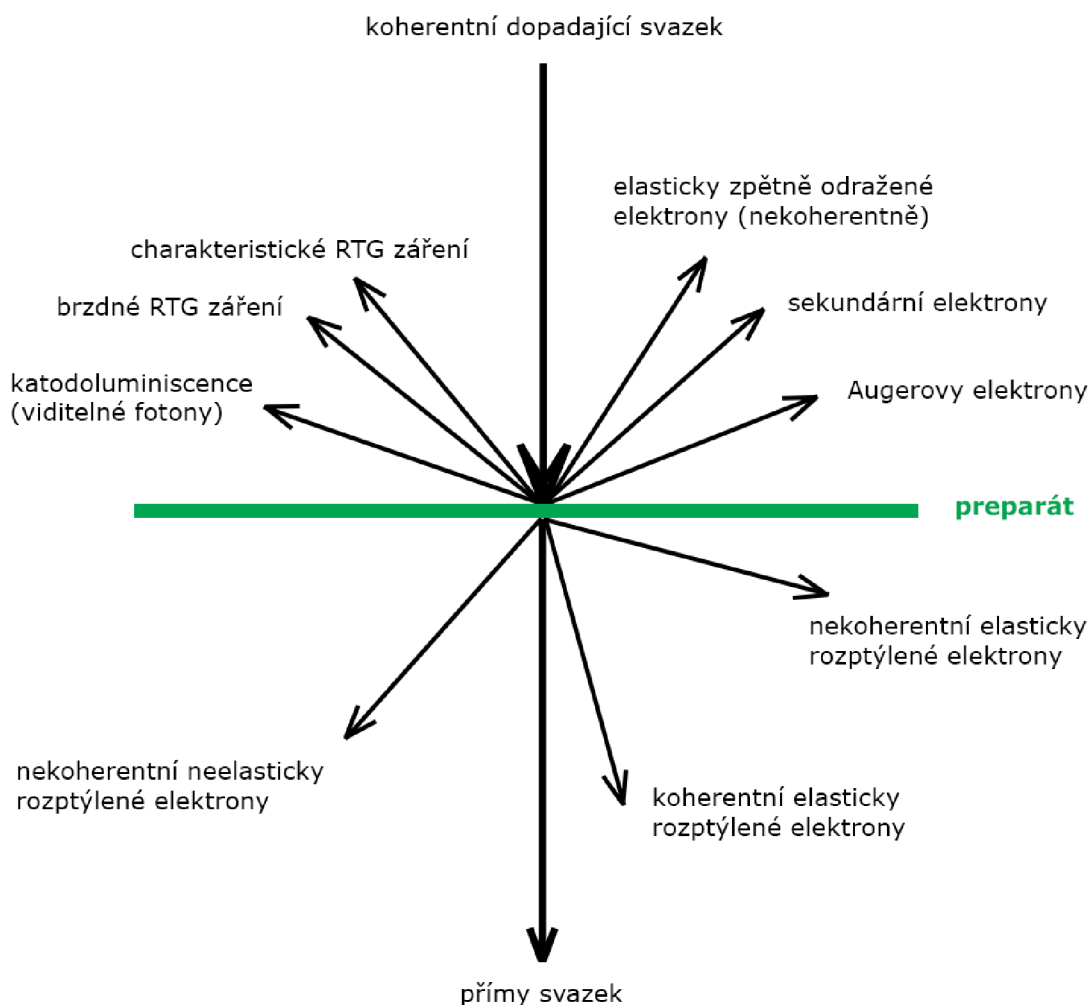
2.3.1. Interakce elektronu s pevnou látkou

V transmisním elektronovém mikroskopu dochází k obdobné interakci elektronů s látkou jako v případě běžných rastrovacích elektronových mikroskopů. Oproti rastrovací elektronové mikroskopii se ale transmisní elektronová mikroskopie liší především v těchto bodech:

- Energie dopadajících elektronů se pohybuje v řádech desítek až stovek keV (běžně 60–300 keV, poslední dobou se směřuje ke snižování energie, např. 20 keV), oproti tomu rastrovací elektronové mikroskopy dosahují energií řádu jednotek eV až desítek keV (typicky 50 eV až 30 keV),
- tloušťka preparátu se v transmisním elektronovém mikroskopu pohybuje maximálně v řádech stovek nm (v případě HR-TEM ideálně desítky nm), zatímco pro rastrovací elektronové mikroskopy jsou standardně užívány preparáty s tloušťkou neumožňující průchod elektronů a hloubka a šířka interakčního objemu dosahuje řádu μm (závisí především na energii elektronů a atomové hmotnosti atomů preparátu), kdežto v transmisním elektronovém mikroskopu je interakční objem omezen tloušťkou preparátu,

- v transmisním elektronovém mikroskopu může dopadat elektronový svazek na preparát v podobě rovinné vlny, přičemž může dojít ke koherentnímu rozptylu a k následné interferenci prošlých a rozptýlených vln.

V transmisním elektronovém mikroskopu jsou detekovány především prošlé a rozptýlené elektrony. Z energetického hlediska dopadající elektrony podstupují interakci způsobující pružný rozptyl, při kterém je změna kinetické energie elektronu zanedbatelná, a nepružný rozptyl, při kterém dochází k nezanedbatelné ztrátě kinetické energie elektronu. Různé signály a typy rozptylů vznikajících při interakci elektronu s látkou jsou znázorněny na obrázku 2.12.



Obrázek 2.12: Znázornění různých signálů vznikajících při interakci elektronů s látkou v transmisním elektronovém mikroskopu.

Pružný rozptyl nastává při interakci elektronu s elektrostatickým Coulombovským potenciálem jader atomů, které jsou částečně stíněny elektronovým obalem. Změnu energie elektronu ΔE lze odhadnout podle nerelativistického vztahu [15]

$$\frac{\Delta E}{E} = 4 \frac{m_e}{m_{at}} \sin^2 \frac{\Theta}{2}, \quad (2.5)$$

2. POPIS TRANSMISNÍHO ELEKTRONOVÉHO MIKROSKOPU

kde m_{at} je hmotnost jádra atomu, m_e je klidová hmotnost elektronu a Θ je úhel, do kterého se elektron rozptýlil. Při běžné velikosti úhlu rozptylu o velikosti Braggova úhlu² v řádech desítek mrad a hmotnosti elektronu m_e o několik řádů menší než hmotnost jader m_{at} dosahuje relativní změna energie $\Delta E/E$ hodnot řádu 10^{-8} (pro běžnou energii elektronu 300 keV vychází ΔE několik meV, což je přibližně 100krát menší hodnota než je běžná pološířka monochromatizovaného elektronového svazku). Takováto změna energie způsobí minimální změnu časové koherence a rozptyl se tedy dá považovat za koherentní.

Pro úhel nad 30 mrad dochází ke změně energie elektronu $\Delta E/E$ přibližně řádu 10^{-7} , což jsou setiny až desetiny eV. Tato hodnota už je srovnatelná s pološířkou monochromatizovaného svazku a rozptyl se tedy od této hodnoty dá považovat za nekoherentní.

Nep pružný rozptyl nastává například při excitaci vázaných elektronů, excitaci jednotlivých volných elektronů, kolektivní excitaci volných elektronů (plasmony), nebo například při vzniku Čerenkovova záření. U nep pružného rozptylu dochází navíc k radiačnímu poškození preparátu. Při interakci dopadajícího elektronu s elektronem atomu v krystalu dojde podle vztahu (2.5) k mnohonásobně většímu přenosu energie než při interakci s jádrem atomu, protože hmotnosti interagujících částic jsou shodné. Nep pružné interakce proto způsobují přenos energie v řádu zlomků eV až násobků keV. Měřením energie, kterou dopadající elektron ztratil při průletu preparátem, se zabývá metoda EELS, která byla zmíněna v části 2.2.5.

Pravděpodobnost, že dopadající elektron bude daným způsobem interagovat s jinou částicí preparátu, vyjadřuje účinný průřez σ . Definuje se jako plocha, kterou když dopadající elektron proletí, tak bude interagovat a když danou plochou neproletí, tak k interakci nedojde. Každý typ interakce může mít různou velikost účinného průřezu, pro elastický a neelastický rozptyl se definují účinné průřezy σ_{elast} a $\sigma_{neelast}$, jež definují celkový účinný průřez σ_{tot} jako

$$\sigma_{tot} = \sigma_{elast} + \sigma_{neelast}. \quad (2.6)$$

Velikost σ lze definovat jako

$$\sigma = \pi r^2, \quad (2.7)$$

kde r je efektivní poloměr rozptylového centra příslušející danému typu rozptylu [15]. Vyšší účinný průřez znamená tedy vyšší pravděpodobnost daného typu rozptylu. Součtem účinných průřezů všech N atomů můžeme získat představu o velikosti účinného průřezu všech atomů z makroskopického hlediska jako [15]

$$\sum_T = N\sigma_{tot} = \frac{N_A\sigma_{tot}\varrho}{A}, \quad (2.8)$$

kde N_A je Avogadrova konstanta, A atomová hmotnost a ϱ hustota materiálu preparátu. Protože jednotka veličiny \sum_T je m^{-1} , což vyjadřuje počet rozptylů na jednotku délky, lze pravděpodobnost rozptylu v preparátu získat vynásobením rovnice (2.8) tloušťkou preparátu t

$$\sum_T t = \frac{N_A\sigma_{tot}\varrho t}{A}. \quad (2.9)$$

Převrácená hodnota součtu účinných průřezů je ekvivalentní střední volné dráze λ_{MFP} , která vyjadřuje střední volnou dráhu mezi dvěma interakcemi

$$\lambda_{MFP} = \frac{1}{\sum_T} = \frac{A}{N_A\sigma_{tot}\varrho}. \quad (2.10)$$

²Vychází z Braggova zákona: $2d \sin \Theta = n\lambda$, kde d je mezivrstevná vzdálenost. Braggův úhel se určuje pro $n = 1$ [22].

Rovnici (2.9) lze pak přepsat do tvaru vyjadřující pravděpodobnost rozptylu P

$$P = \sum_T t = \frac{N_A \sigma_{tot} Q t}{A} = \frac{t}{\lambda_{MFP}}. \quad (2.11)$$

Střední volná dráha pro elektron o energii 200 keV dosahuje běžně hodnot přibližně v rozmezí 50 až 500 nm [23]. V preparátu nepřesahujícím tloušťku 50 nm tedy dojde nejčastěji maximálně k jednomu rozptylu, s rostoucí tloušťkou preparátu pak stoupá pravděpodobnost i počet podstoupených rozptylů. Pro elektrony s vyšší energií je pak účinný průřez menší. Střední volná dráha je tak delší a pravděpodobnost rozptylu je menší [15].

Podrobné odvození účinného průřezu uvádí například Reimer [17].

2.3.2. Optické vady

Optické vady jsou přítomny v zobrazení každou čočkou, ať už se jedná o skleněnou čočku pro světelnou optiku nebo magnetickou čočku pro elektronovou optiku. Zatímco světelné čočky lze poměrně jednoduše korigovat, u elektronové optiky tomu tak není [1]. Kromě sférické a chromatické vady a astigmatismu se v elektronové optice nacházejí stejně jako ve světelné optice taktéž vady vyšších řádů [16].

Sférická vada

Základní optickou vadou doprovázející magnetické čočky je sférická vada. K této vadě dochází pokud magnetická čočka fokusuje svazek procházející mimo její optickou osu. Svazek procházející magnetickou čočkou dále od optické osy je fokusován více. Ve výsledku se bodový objekt zobrazí jako disk nenulové velikosti, což znemožňuje pozorování detailů. Znázornění sférické vady je na obrázku 2.13.

Nejdůležitější pro výslednou kvalitu obrazu je velikost sférické vady objektivu. Při zvětšování obrazu projekčními čočkami je totiž velikost sférické vady objektivu násobena [1]. Velikost sférické vady je dána vztahem [1, 15]

$$\delta = C_s \beta^3, \quad (2.12)$$

kde C_s je konstanta nazývaná se koeficient sférické vady a β je aperturní úhel svazku. V obrazové rovině objektivu potom vznikne rozostření s průměrem disku $2C_s \beta^3$ [1].

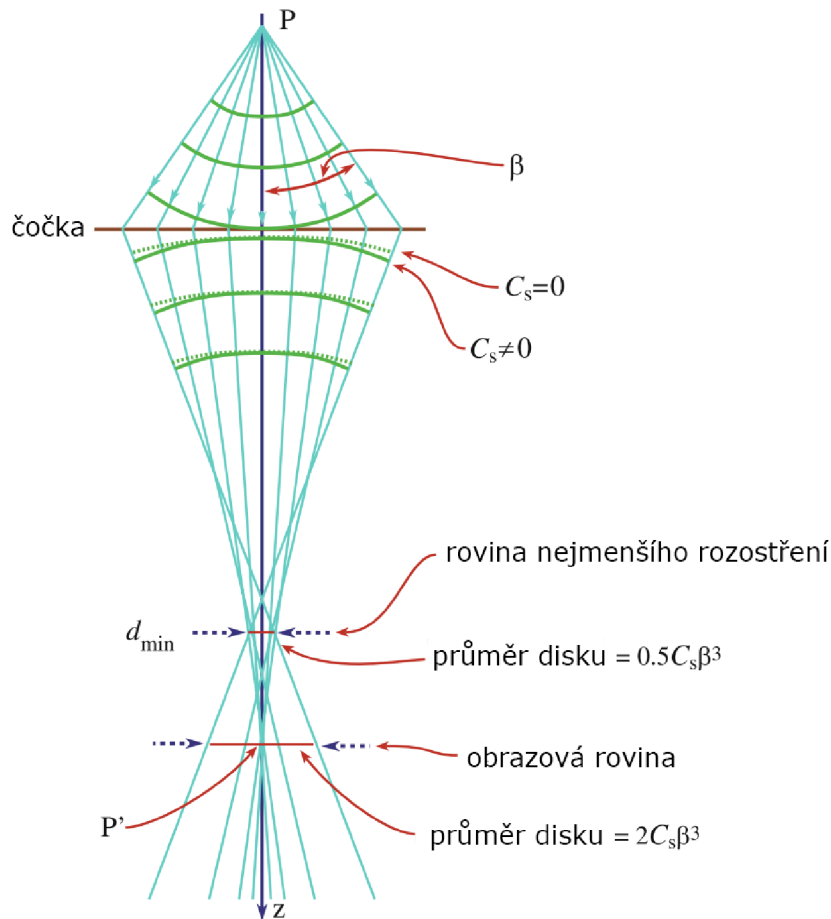
Pomocí koeficientu sférické vady je často definováno rozlišení dané tímto koeficientem. Toto rozlišení se odvozuje od poloměru disku v předmětové rovině objektivu dané vztahem [1]

$$r_{sph} = C_s \beta^3. \quad (2.13)$$

Vzhledem k tomu, že r_{sph} a C_s mají rozměr délky, C_s je v řádu milimetrů (srovnatelné s velikostí ohniskové vzdálenosti čočky) a β je velmi malé, je r_{sph} taktéž velmi malé [1]. Z obrázku 2.13 je pak patrné, že nejmenší velikost r_{sph} nenastává v obrazové rovině, ale v rovině nejmenšího rozostření.

V dnešní době už existují korektory sférické vady. Konstrukce těchto korektorů je ale velice složitá, sestává z několika kvadrupólů a oktupólů, nebo několika hexapólů [1].

2. POPIS TRANSMISNÍHO ELEKTRONOVÉHO MIKROSKOPU



Obrázek 2.13: Znázornění sférické vady magnetické čočky. Po průchodu divergentní vlny čočkou vychází z čočky konvergentní vlna ovlivněná sférickou vadou čočky. S nulovou sférickou vadou by došlo k fokusaci svazku do obrazové roviny čočky, s nenulovou sférickou vadou se vytvoří disk s nejmenším průměrem d_{min} v rovině nejmenšího rozostření. β - aperturní úhel, C_s - koeficient sférické vady, P - předmět, P' - obraz. Obrázek převzat a upraven z [1].

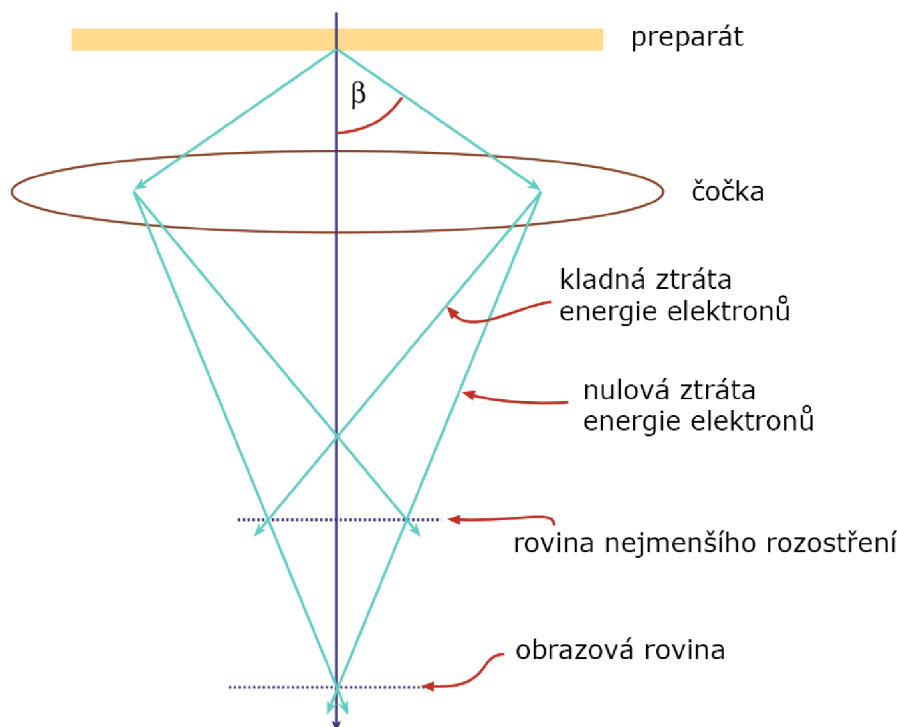
Chromatická vada

Chromatická vada je uvažována ve spojení s energiovou šířkou elektronů (obr. 2.14). Elektronové svazky emitované elektronovými zdroji nejsou monochromatické (viz tab. 2.1). Obvykle se pološířka jejich energie pohybuje v desetinách až jednotkách eV (záleží na typu zdroje a energii elektronů). Běžně je vliv chromatické vady v porovnání se sférickou vadou zanedbatelný. Jiná situace nastává při vložení preparátu do elektronového svazku, kde elektrony mohou ztratit značnou část své energie. Elektrony s menší energií jsou objektivovou čočkou fokusovány více a v obrazové rovině objektivu opět nedochází k tvorbě bodu, ale k tvorbě disku nenulové velikosti. Velikost toho disku v obrazové rovině čočky lze definovat vztahem [1]

$$r_{chr} = C_c \frac{\Delta E}{E_0} \beta, \quad (2.14)$$

kde C_c je koeficient chromatické vady čočky a ΔE je rozdíl energie od původní energie E_0 . Koeficient C_c má stejně jako koeficient C_s rozměr délky opět srovnatelný s ohniskovou vzdáleností čočky [1]. Velikost r_{chr} se zvětšuje v případě hmotnějších preparátů s větší tloušťkou, u kterých dochází k větším energiovým ztrátám. Rozlišení ovlivněné chroma-

tickou vadou je pak horší a pro pozorování ve vysokém rozlišení jsou potřeba preparáty s menší tloušťkou.



Obrázek 2.14: Znázornění chromatické vady magnetické čočky. Pro elektrony s menší energií dochází k větší fokusaci. β - aperturní úhel. Obrázek převzat a upraven z [1].

Jedním ze způsobů jak korigovat chromatickou vadu objektivu je použití korektoru chromatické vady [24]. Dalším způsobem jak zmírnit účinek chromatické vady se liší podle toho, zda je požadováno korigovat elektronový svazek vycházející z elektronové trysky nebo z preparátu. Korekce svazku vycházejícího z elektronové trysky se provádí monochromátorem, který oddělí části elektronového svazku podle jejich energií a úzkou štěrbinou se vybere část svazku s požadovanou energií a zbytek svazku se odstíní. V případě korekce chromatické vady elektronů vzniklých na preparátu se používají energiové filtry stejným způsobem a výsledný obraz potom tvoří pouze elektrony o určité energii. Tato metoda se nazývá EFTEM (Energy filtered TEM — energiově filtrovaný TEM).

Astigmatismus

Astigmatismus je způsoben odlišnou fokusací elektronového svazku v různých rovinách procházejících optickou osou. K této odlišné fokusaci dochází nedokonalým vyrobením magnetických čoček nebo jejich špatným vycentrováním s optickou osou. Navíc pokud jsou clony kontaminované, mohou se nabíjet a tím opět vychylovat svazek elektronů [1]. Velikost této vady je dána vztahem [1]

$$r_{ast} = \beta \Delta f, \quad (2.15)$$

kde Δf je koeficient osového astigmatismu.

Korekce astigmatismu je snadno proveditelná pomocí stigmátorů umístěných v osvětlovacím systému (kondenzorový astigmatismus) i v projekční soustavě (objektivový astigmatismus). Stigmátory pak kompenzují astigmatismus vytvořením dodatečného kvadrupólového magnetického pole.

2.3.3. Vznik kontrastu v módu TEM

Získávání kontrastu obrazu v transmisním elektronovém mikroskopu je nezbytnou součástí práce s mikroskopem. Vysoký kontrast nevzniká sám od sebe, ale je nutné jej získat správným seřízením mikroskopu, umístěním vhodných velikostí clon, náklonem preparátu, nastavením dopadajícího svazku atd.

Kontrast obrazu C je definován vztahem [15]

$$C = \frac{I_2 - I_1}{I_2} = \frac{\Delta I}{I_2}, \quad (2.16)$$

kde $I_2 - I_1$ je rozdíl mezi intenzitami dvou sousedních částí obrazu. Při práci na mikroskopu si pak lze všimnout výraznější citlivosti detektorů než lidského oka, kdy lidské oko už přestává rozeznávat kontrast v obraze, zatímco kamera je schopna u zdigitalizovaného obrazu kontrast následně zvýraznit. Obecně lze říci, že k vyššímu kontrastu dochází u průměrně nižší intenzity osvětlení. Z tohoto důvodu může být výhodnější snížit intenzitu osvětlení a zvýšit dobu expozice. Nastane-li ale případ, kdy držák preparátu je nestabilní (např. kvůli tepelné roztažnosti, vibracím, proměnlivému vnějšímu atmosférickému tlaku působícímu na držák), dochází k posuvu preparátu a použití delší doby expozice je z důvodu rozmazání obrazu nemožné. V takovém případě je nutné najít kompromis mezi velikostí kontrastu a rozmazáním obrazu.

Standardně se v transmisní elektronové mikroskopii dělí kontrast na [15]:

- amplitudový kontrast (rozptylový a difrakční kontrast),
- fázový kontrast (interferenční kontrast),
- kontrast intenzity (Z -kontrast, kde Z je atomové číslo).

Rozptylový kontrast

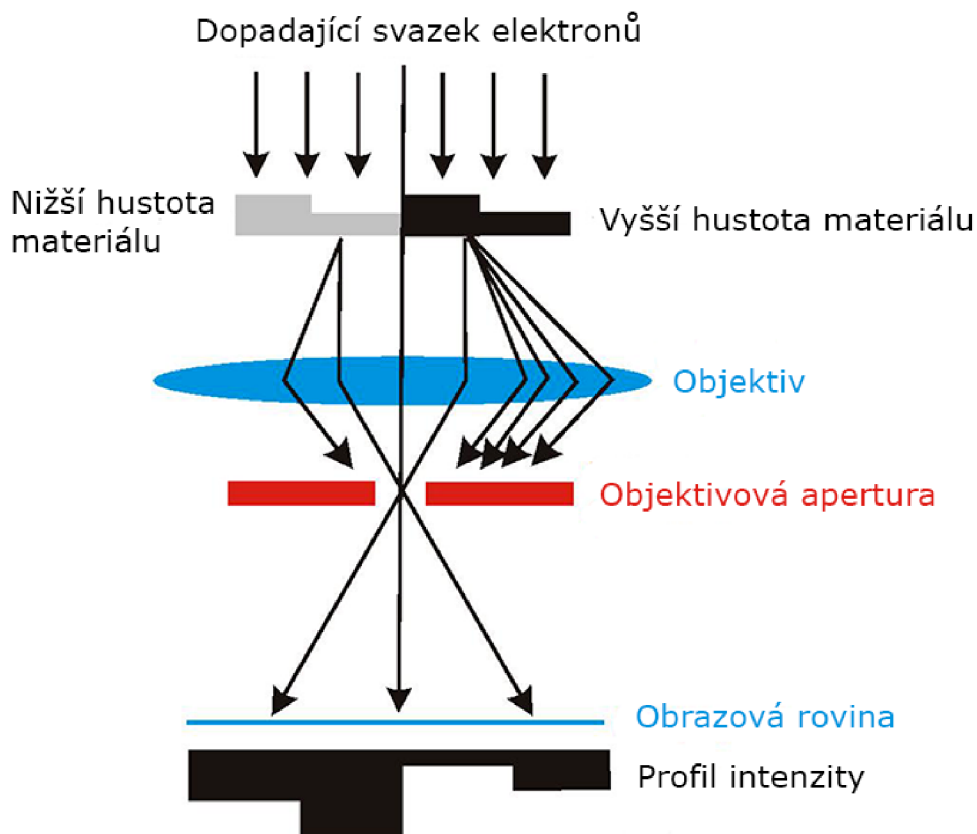
Rozptylový kontrast vzniká při pružném rozptylu elektronů na elektrostatickém potenciálu jader atomů, které odklání původní trajektorii elektronů (obr. 2.15). Elektrony procházející oblastí s vyšší hustotou preparátu (obsahující prvky s vyšším atomovým číslem Z) nebo oblastí s vyšší tloušťkou preparátu jsou rozptylovány více, než elektrony procházející oblastí s nižší hustotou preparátu nebo oblastí s menší tloušťkou. Při použití objektivové clony poté dochází k odstínění těchto rozptýlených elektronů a v případě zobrazení ve světlém poli se v obraze tyto oblasti jeví jako tmavé [15].

Z obrázku 2.15 je zřejmé, že u rozptylového kontrastu dochází k určité nejistotě, kdy nelze na první pohled s jistotou říci, zda-li jsou tmavé oblasti v obraze způsobeny větší tloušťkou preparátu nebo vyšší hustotou dané oblasti.

Míra elastického rozptylu, která určuje i velikost rozptylového kontrastu, je dána celkovým účinným průřezem elastického rozptylu σ_{el}

$$\sigma_{el} \approx \frac{Z^2}{\beta^2 E_0^2}, \quad (2.17)$$

kde β je aperturní úhel objektivové clony [15]. Rozptylový kontrast nevytváří tedy pouze rozdílná atomová hmotnost Z , ale lze jej zvýšit zmenšením velikosti objektivové clony nebo snížením urychlovacího napětí elektronů a tedy i jejich energie.



Obrázek 2.15: Znázornění vzniku rozptylového kontrastu ve světlém poli způsobeného vyšší hustotou preparátu nebo jeho větší tloušťkou. Obrázek převzat a upraven z [20].

Difrakční kontrast

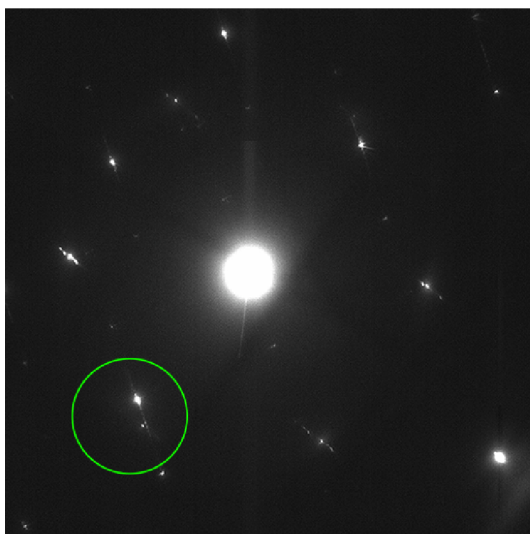
Difrakční kontrast vzniká difrakcí elektronových vln na preparátu v kombinaci s použitím objektivové (difrakční) clony. Nejprve je nutné mikroskop přepnout do difrakčního módu, kdy dojde k zobrazení difrakční roviny (obrazové ohniskové roviny objektivu — kap. 2.2.4) na stínítko. Následně se krystal (preparát) nakloní vůči dopadajícímu elektronovému svazku tak, aby byly splněny Laueho difrakční podmínky³. Splnění těchto podmínek se v difrakčním obrazci projeví intenzivními difrakčními body odpovídajícími difrakci na rovinách definovaných indexy h , k a l , které jsou celočíselným násobkem mřížkového parametru krystalu ve směrech \vec{a} , \vec{b} a \vec{c} . Po získání difrakčního obrazce se zasune objektivová clona. Protože je v difrakčním módu okraj objektivové clony zaostřený, lze pomocí ní jednoduše vybrat difrakční bod, který bude propuštěn a zbytek difrakčního obrazce bude touto clonou odstíněn. Při přepnutí zpět z difrakčního módu do klasického módu pro zobrazování uvidíme obraz preparátu tvořený pouze elektrony, které byly difraktovány na příslušné krystalové rovině patřící vybranému difrakčnímu bodu. Různou velikostí a polohou objektivové clony lze vytvářet různý kontrast, například výběrem více difrakčních bodů.

Zobrazovací technika, při které dojde k propuštění přímého (nedifraktovaného) svazku objektivovou clonou, se nazývá zobrazení ve světlém poli (BF — bright field). Při odstínění přímého svazku objektivovou clonou dojde k zobrazení v tmavém poli (DF —

³ $\vec{a} \cdot (\vec{n} - \vec{n}_0) = h\lambda$, $\vec{b} \cdot (\vec{n} - \vec{n}_0) = k\lambda$, $\vec{c} \cdot (\vec{n} - \vec{n}_0) = l\lambda$, kde \vec{a} , \vec{b} a \vec{c} jsou elementární translační vektory, \vec{n} vektor difraktovaného svazku, \vec{n}_0 vektor dopadajícího svazku a h , k , l jsou celá čísla.

2. POPIS TRANSMISNÍHO ELEKTRONOVÉHO MIKROSKOPU

dark field). Při zobrazení v tmavém poli je objektivová clona umístěna mimo optickou osu mikroskopu a svazek přenášející obraz preparátu taktéž prochází mimo optickou osu (nedifraktovaný svazek clonou neprochází) (obr. 2.16). Takovéto zobrazení s sebou nese velké optické vady, proto se při zobrazení v tmavém poli naklání dopadající svazek elektronů vůči preparátu. Nakláněním dopadajícího svazku dochází k posunování difrakčního obrazce a daným náklonem svazku můžeme posunout požadovaný difrakční bod do optické osy mikroskopu. Objektivová clona je pak také umístěna v optické ose mikroskopu a výsledný obraz již není zatížen velkými optickými vadami [15]. Příklad zobrazení ve světlém poli a v tmavém poli je vidět na obrázku 2.17. Zlato jako prvek těžší než germanium se ve světlém poli jeví tmavě, v případě tmavého pole byl vybrán difrakční bod příslušející zlatu, a proto se část zlata jeví světlejší než germanium a pozadí.



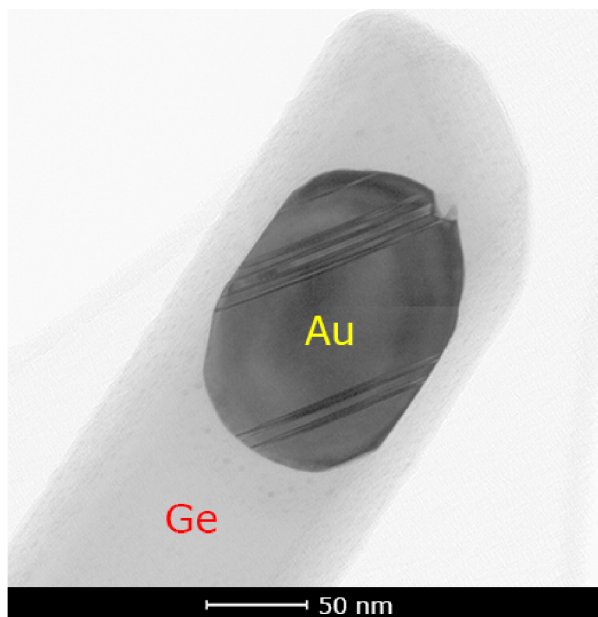
Obrázek 2.16: Difrakční obrazec získaný difrakcí na germaniovém nanovlákně se zlatým katalyzátorem zobrazeném na obrázku 2.17. Zelený kruh značí pozici objektivové (difrakční) clony vůči difrakčnímu obrazci při zobrazení obrázku 2.17b, při jehož získávání byl difrakční bod i clona přesunuty do optické osy mikroskopu.

Difrakční kontrast má obrovskou výhodu při analýze složitých difrakčních obrazců, které vznikly difrakcí z mnoha různých částí preparátu (roviny, krystalové poruchy, precipitáty s jinou krystalovou strukturou, zrna preparátu s různou krystalografickou orientací atd.). Malou objektivovou clonou je možné vybírat jeden difrakční bod po druhém a v klasickém zobrazovacím módu pak pozorovat, jaká část preparátu způsobila daný difrakční bod. Postupně tak lze touto cestou analyzovat celý difrakční obrazec (problém by mohly způsobit překrývající se difrakční body).

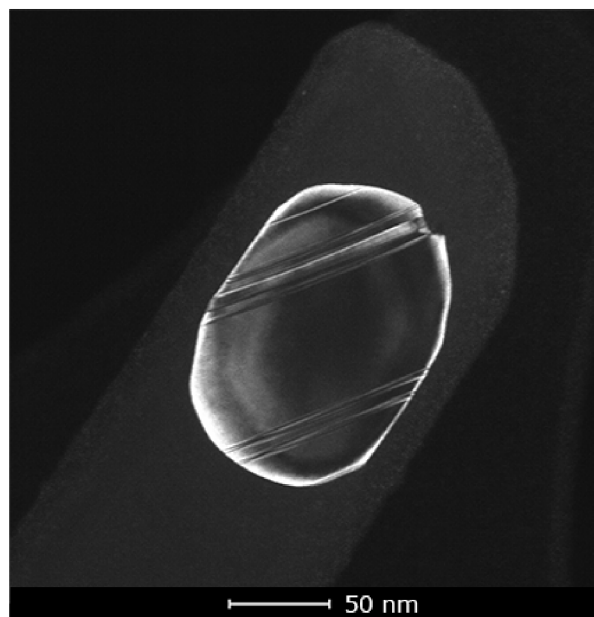
Difrakčním kontrastem lze zobrazovat i krystalové poruchy. Při hranové dislokaci dochází k lokálnímu natočení krystalové roviny. Nakloní-li se preparát tak, aby lokálně natočená rovina splňovala difrakční podmínky, dojde na této rovině k difrakci svazku a při zobrazení ve světlém poli se tento difraktovaný svazek zachytí objektivovou clonou a tato hranová dislokace se bude jevit jako tmavá. Při zobrazení v tmavém poli se nakloní dopadající svazek elektronů tak, aby difraktovaný svazek procházel optickou osou a hranová dislokace se bude jevit jako světlá, ostatní části budou pak tmavé.

Při měření difrakčních obrazců se dá použít taktéž selekční clona (kap. 2.2.4). Pokud je preparát tvořen mnoha různorodými částmi, interpretace výsledného difrakčního obrazce může být složitá. Při použití selekční clony lze vymezit část preparátu, která bude použita

a) světlé pole



b) tmavé pole



Obrázek 2.17: Příklad difrakčního kontrastu. a) Světlé pole. b) Tmavé pole s výběrem difrakčního bodu příslušejícímu zlatu a odstíněním přímého svazku (obr. 2.16).

k tvorbě difrakčního obrazce. Tímto způsobem lze získat difrakční obrazce různých částí preparátu separovaně a dále s nimi pracovat.

Další možností, jak vymezit oblast určenou k získání difrakčního obrazce, je osvětlení úzkým rovnoběžným svazkem. Úzký rovnoběžný svazek se získá tak, že se vybere nejmenší druhá kondenzorová clona C2ap, mikroskop se přepne do Nano-probe módu a druhý kondenzorový systém se nastaví tak, aby osvětlená oblast byla co nejmenší v rozsahu rovnoběžného osvětlení. Tímto způsobem lze získat svazek mnohonásobně užší než je oblast, kterou lze vybrat selekční clonou [15]. Při zobrazení úzkým rovnoběžným svazkem už není zapotřebí použití selekční clony, jelikož oblast preparátu je už vymezena samotným úzkým svazkem.

Velikost difrakčního obrazce v obrazové ohniskové rovině objektivu je malá, řádově desítky μm . Aby byl difrakční obrazec čitelný, musí být nejprve zvětšen. To se provádí změnou parametru „délka kamery“ (viz kap. 2.3.4). Délka kamery je vzdálenost preparátu od záznamového zařízení (fluorescenční stínítko, CCD kamera atd.). Větší délka kamery znamená větší vzdálenost mezi difrakčními body a tedy celkově větší difrakční obrazec. Vzdálenost R_{hkl} mezi přímým svazkem a difraktovaným svazkem na rovině (hkl) je dána rovnicí

$$R_{hkl} = L \cdot \text{tg } 2\Theta_B \approx 2L\Theta_B, \quad (2.18)$$

kde L je délka kamery a Θ_B je Braggův úhel. Velikost Braggova úhlu lze vypočítat z Braggovy rovnice

$$2d_{hkl} \sin \Theta_B = n\lambda \approx 2d_{hkl}\Theta_B, \quad (2.19)$$

kde d_{hkl} je vzdálenost mezi rovinami (hkl), Θ_B je úhel difraktovaného svazku a n je řád difrakce. Pro malé řády difrakce je Braggův úhel dostatečně malý, proto v předešlých

2. POPIS TRANSMISNÍHO ELEKTRONOVÉHO MIKROSKOPU

dvou rovnicích můžeme uvažovat $\operatorname{tg} \Theta_B \approx \Theta_B$ a $\sin \Theta_B \approx \Theta_B$. Dosazením rovnice (2.19) do rovnice (2.18) a dosazením za $n = 1$ dostaneme

$$R_{hkl} = L \frac{\lambda}{d_{hkl}}. \quad (2.20)$$

V případě kubické krystalové mřížky s parametrem a lze definovat vzdálenost d_{hkl} mezi rovinami (hkl) podle vztahu

$$d_{hkl}^2 = \frac{a^2}{h^2 + k^2 + l^2}. \quad (2.21)$$

Dosazením rovnice (2.21) do rovnice (2.20) získáme vztah

$$R_{hkl}^2 = \left(\frac{\lambda L}{a} \right)^2 (h^2 + k^2 + l^2). \quad (2.22)$$

Přeskládáním členů v této rovnici lze získat následující tvar

$$\left(\frac{a R_{hkl}}{\lambda L} \right)^2 = (h^2 + k^2 + l^2) = N, \quad (2.23)$$

kde N je celé číslo závislé na indexech (hkl). Hodnotu levé strany rovnice lze určit na základě změřené vzdálenosti R_{hkl} . Tato hodnota by se měla rovnat celému číslu, a to číslu N . Indexy (hkl) jsou pro $N \leq 24$ jednoznačné až na $N = 9$ (roviny (300) a (221)), $N = 17$ (roviny (410) a (322)) a $N = 18$ (roviny (411) a (330)). Pro hodnoty $N = 7, 15$ a 23 neexistuje žádná kombinace indexů (hkl). Pro základní krystalové roviny lze tedy difrakční body určit jednoznačně. Z předešlých výpočtů lze tedy odvodit, na které krystalové rovině došlo k difrakci daného difrakčního bodu. Tímto způsobem lze určit další difrakční body, případně lze určit dva body (ideálně jejichž vektory jsou kolmé) a z nich pak jednoduše kombinací dopočítat hodnoty (hkl) ostatních difrakčních bodů.

Fázový kontrast

Fázový kontrast vzniká interferencí elektronů procházejících preparátem, ať už přímých či difraktovaných. Tento typ kontrastu se používá při zobrazování v atomárním rozlišení, v elektronové holografii nebo při zobrazování magnetických domén [15]. Při měření pomocí fázového kontrastu se používá velká objektivová clona, která zajistí dostatečný počet elektronů, které spolu interferují a vytvářejí tak výsledný obraz.

Aby mohlo k interferenci dojít, musí být elektronové vlny koherentní. Proto se při vysokorozlišovací mikroskopii klade velký důraz na kvalitu zdroje. Jeho velikost určuje prostorovou koherenci svazku a energie emitovaných elektronů pak určuje časovou koherenci elektronového svazku. Z tohoto důvodu se pro dosažení vyšší rozlišovací schopnosti zdroj elektronů zmenšuje, aby se zvýšila jeho prostorová koherence (viz kap. 2.2.3). Pro zvýšení časové koherence se používají monochromátory, které zmenšují energiovou pološířku svazku. Co se zdroje elektronů týče, omezení prostorovou koherencí je ve většině případů převládajícím faktorem.

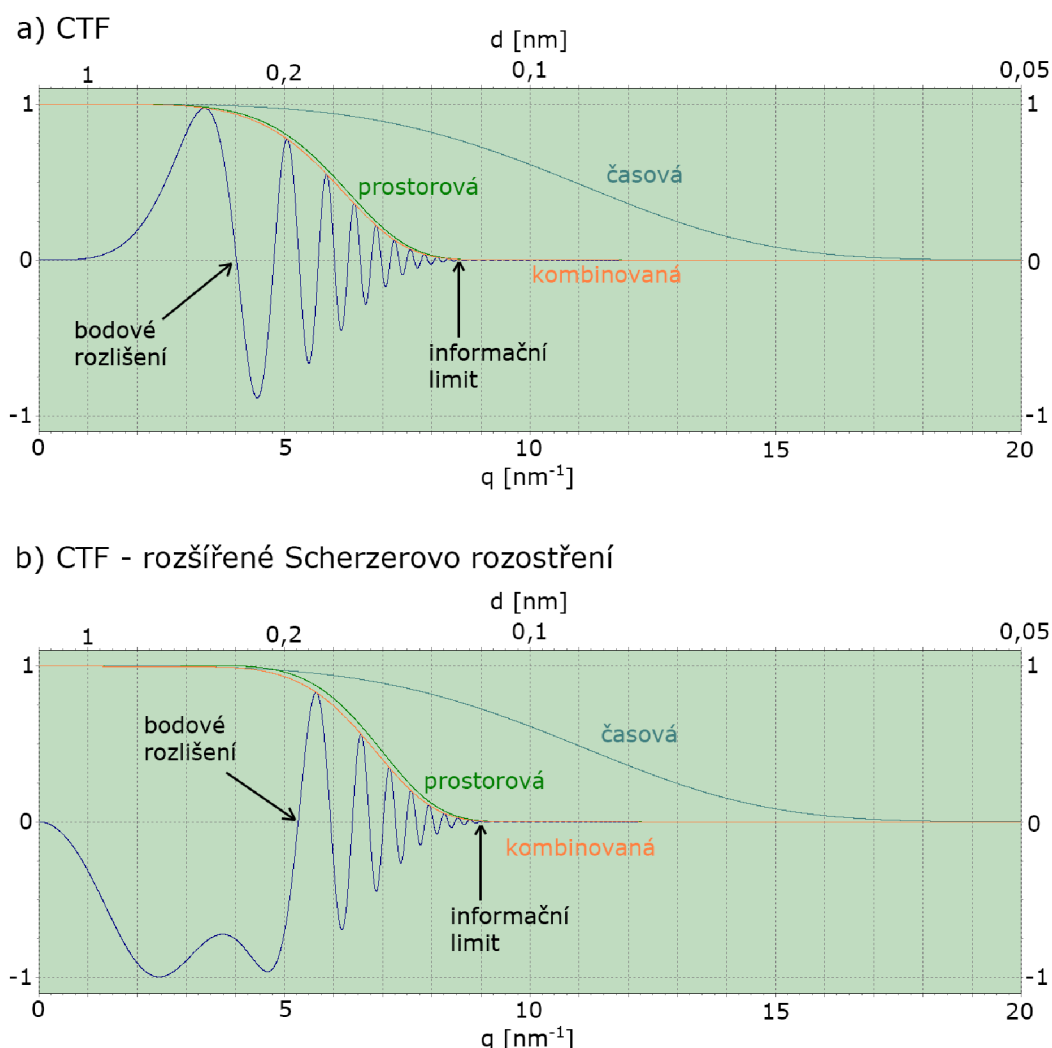
Tvorbu obrazu metodou fázového kontrastu významnou měrou ovlivňuje také sférická vada (především objektivu). Protože důsledek sférické vady je ten, že elektrony dále od optické osy jsou fokusovány více, způsobuje tato vada také změnu fáze elektronové vlny. Velikost této změny je úměrná $-\beta^4$ [15]. Pro elektrony dále od osy (elektrony mající větší úhel konvergence) dochází k záporné změně fáze elektronové vlny.

Další změnu fáze způsobuje změna buzení objektivové čočky vlivem změny zaostření Δz . Velikost tohoto příspěvku je úměrná $-\beta^2/\Delta z$ [15]. Zápornou změnou Δz (podostření) dojde ke kladné změně fáze elektronové vlny. Ovlivněním hodnoty Δz lze tedy kompenzovat příspěvek fáze způsobený sférickou vadou.

Zobrazení v transmisním elektronovém mikroskopu metodou fázového kontrastu lze popsat přenosovou funkcí kontrastu CTF (contrast transfer function). Ta popisuje závislost amplitudy a fáze přenesených prostorových frekvencí na koeficientu sférické vady C_s , vlnové délce λ , míry rozostření objektivu Δz a prostorové frekvenci q podle vztahu [25]

$$T(q) = -\sin\left[\frac{\pi}{2}C_s\lambda^3q^4 + \pi\Delta z\lambda q^2\right]. \quad (2.24)$$

Její různá vyobrazení jsou vidět na obrázcích 2.18 a 2.19, které jsou vytvořeny pomocí programu „Contrast Transfer Function Explorer“ [25].



Obrázek 2.18: Přenosová funkce kontrastu CTF. $E = 300$ keV, $\Delta E = 0,6$ eV, $C_c = 1,2$ nm, $C_s = 1$ nm. a) $\Delta Z = 0$ nm, bodové rozlišení = 0,39 nm, informační limit = 0,13 nm. b) $\Delta Z = -54$ nm (Scherzerovo rozšířené), bodové rozlišení = 0,19 nm, informační limit = 0,12 nm. Převzato a upraveno z [25].

Obrázek 2.18 ukazuje závislost funkce CTF na prostorové frekvenci a k ní příslušné velikosti v reálném prostoru, ze kterého lze získat rozlišení mikroskopu pro danou prostorovou frekvenci. Z obrázku je zřejmý periodický průběh této funkce, při kterém dochází

2. POPIS TRANSMISNÍHO ELEKTRONOVÉHO MIKROSKOPU

k otáčení znaménka funkce při každém průniku s osou x . Na ose x tedy vznikají úseky prostorových frekvencí, při kterých má funkce CTF kladnou hodnotu a úseky, při kterých má funkce zápornou hodnotu. Tyto úseky jsou odděleny uzlovými body, které protínají osu x . Veškeré informace, které jsou přenášeny prostorovými frekvencemi z jednoho úseku se ve výsledném obraze projeví stejným kontrastem. Například atomární sloupce, které tvoří prostorové frekvence z úseku funkce se zápornými hodnotami, bude tvořit pozitivní fázový kontrast a ve výsledném obraze budou světlé atomární sloupce na tmavém pozadí. Při tvorbě obrazu prostorových frekvencí z úseku kladných hodnot bude tvořit obraz obrácený kontrast, který se projeví jako tmavé atomární sloupce na světlém pozadí. Prostorové frekvence příslušející uzlovým (nulovým) bodům nebudou tvořit žádný kontrast [25].

Na obrázku si lze dále všimnout útlumu funkce CTF, který je způsobený prostorovou a časovou koherencí. Obálka prostorové koherence je dána úhlem konvergence dopadajícího svazku a velikostí rozostření objektivu. Obálku časové koherence určuje především velikost koeficientu chromatické vady objektivu C_c a velikost energiové pološířky svazku ΔE . Rychlost kmitání samotné křivky funkce CTF je dána především koeficientem sférické vady C_s a velikostí rozostření objektivu.

Pomocí funkce CTF lze určit teoretickou hodnotu bodového rozlišení. To je určeno pozicí prvního uzlového bodu na ose x . Pro funkci CTF na obrázku 2.18a je hodnota bodového rozlišení rovna 0,39 nm. Pro prostorové frekvence do této hodnoty je obraz přímo interpretovatelný, protože je celý tvořen obráceným kontrastem.

Z průběhu funkce CTF lze definovat také informační limit. Ten je určen pozicí na ose x , kde je funkce CTF utlumena koherenčními obálkami. Informační limit určuje hranici prostorové frekvence, po kterou lze nepřímo interpretovat získaný obraz. To se provádí měřením více obrazů předmětu při různých velikostech rozostření, které způsobuje změnu průběhu funkce CTF.

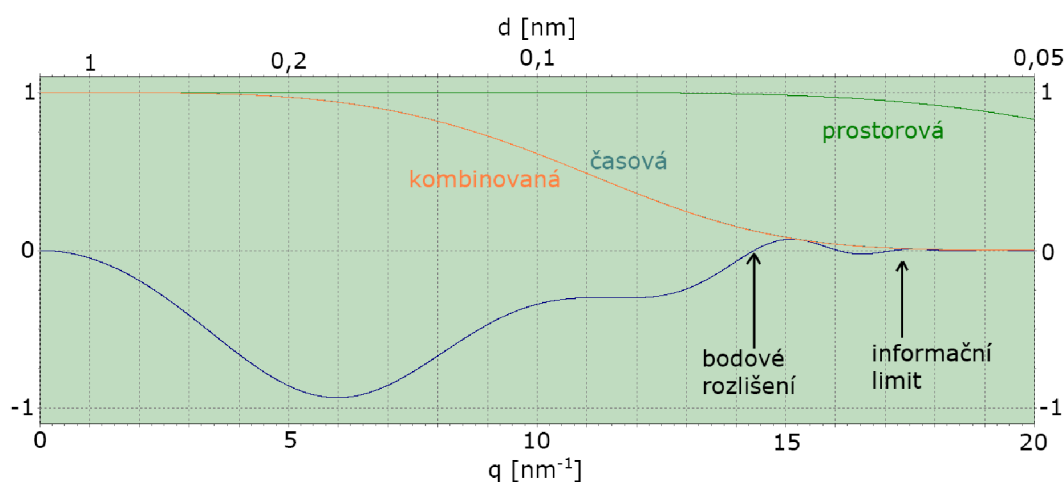
Jeden ze způsobů jak zlepšit hodnotu bodového rozlišení je nastavení Scherzerova rozostření (Scherzerův defokus). To je definováno jako hodnota Δz , při které je přenášen přímo interpretovatelný jeden široký úsek prostorových frekvencí (od nuly do prvního uzlového bodu) podle vztahu [15]

$$\Delta z = -1,2\sqrt{C_s\lambda}. \quad (2.25)$$

Kromě Scherzerova rozostření se definuje ještě rozšířené Scherzerovo rozostření (obr. 2.18b). Jediný rozdíl mezi standardním a rozšířeným Scherzerovým rozostřením je ten, že v prvním úseku prostorových frekvencí mezi nulovou hodnotou a prvním uzlovým bodem dojde ke vzniku lokálního maxima (funkce CTF začíná zpravidla poklesem do záporných hodnot), které se ale příliš nepřibližuje nulové hodnotě. Protože je hodnota Scherzerova rozostření běžně záporná, je hodnota rozšířeného Scherzerova rozostření ještě nižší. Rozostření je tedy v druhém případě větší.

Zlepšování bodového rozlišení pomocí rozostření objektivu je dostupnou a především nenákladnou cestou. Má však své hranice a zlepšení není příliš velké. Další možností je tedy použití korektoru sférické vady objektivu [26], který má za následek snížení koeficientu sférické vady C_s . Koeficient C_s ovlivňuje především rychlost kmitání funkce CTF. Nižší rychlost kmitání způsobí delší první úsek prostorových frekvencí se stejným typem kontrastu a hodnota bodového rozlišení se tedylepší. V ideálním případě se hodnota bodového rozlišení dostane až k hodnotě informačního limitu a vzniklý obraz bude v celém svém rozsahu přímo interpretovatelný.

Hranici informačního limitu (a v ideálním případě i hranici bodového rozlišení) lze zlepšit snížením útlumu křivky funkce CTF koherenčními obálkami. Útlum způsobený prostorovou koherencí je dán hlavně úhlem konvergence dopadajícího svazku na preparát. V případě dvoukondenzorového systému (kap. 2.2.3) se rovnoběžný svazek nastaví změnou velikosti osvětlené oblasti preparátu, v případě tříkondenzorového systému by měl být svazek rovnoběžný v určitém rozsahu velikosti osvětlené oblasti preparátu. Útlum způsobený prostorovou koherencí je ve většině případů větší než útlum způsobený časovou koherencí. V případě použití korektoru sférické vady a rovnoběžného osvětlení dochází k mnohem menšímu útlumu prostorovou koherencí a časová koherence je poté limitujícím faktorem. Tento případ je znázorněn na obrázku 2.19. Z něj je patrný široký úsek prostorových frekvencí v záporných hodnotách funkce CTF. Dále je vidět útlum křivky způsobený prakticky pouze časovou koherencí, obálka prostorové koherence v daném rozsahu téměř nepřispívá k útlumu této křivky. V porovnání s křivkami z obrázku 2.18 je vidět nezanedbatelné zlepšení hodnoty bodového rozlišení (z 0,19 nm na 0,07 nm) i informačního limitu (z 0,12 nm na 0,06 nm). Cena korektoru sférické vady je ale značná.



Obrázek 2.19: Přenosová funkce kontrastu CTF s korektorem sférické vady. $E = 300$ keV, $\Delta E = 0,6$ eV, $C_c = 1,2$ nm, $C_s = 0,02$ nm, $\Delta z = -8$ nm (Scherzerovo rozšíření), bodové rozlišení = 0,07 nm, informační limit = 0,06 nm. Převzato a upraveno z [25].

Dalším možným krokem je snížení vlivu útlumu časové koherence. Její obálka je ovlivněna především koeficientem chromatické vady C_c a pološířkou energie svazku ΔE . Pološířku energie svazku lze redukovat použitím monochromátoru, zatímco koeficient C_c se redukuje korektorem chromatické vady. Mezi výhody použití tohoto korektoru patří dosažení lepšího rozlišení a kontrastu v obraze nebo dosažení vyššího poměru signálu a šumu v energiově filtrovaném módu detektoru EELS (kap. 2.2.5) [24]. Cena těchto korektorů je ale opět značná.

Transmisní elektronový mikroskop FEI Titan Themis umístěný ve Středoevropském technologickém institutu CEITEC VUT obsahuje monochromátor, pomocí něhož lze redukovat energiovou pološířku svazku pod hodnotu 0,2 eV při počáteční energii elektronů 300 keV. Mikroskop mimo jiné obsahuje i korektor sférické vady umístěný v projekční soustavě.

2.3.4. Vznik kontrastu v módu STEM

Obraz v módu STEM vzniká zcela odlišným způsobem, než je tomu v případě módu TEM. Základy této metody byly již popsány v kapitole 2.1.2. Za připomenutí stojí, že obraz je vytvářen bodovým rastrováním po preparátu a každému pixelu ve výsledném obraze jsou přiřazeny informace z daného bodu rastru. Správným výběrem těchto informací se pak získává různý typ kontrastu. Způsob vzniku obrazu rastrováním má jednu zásadní nevýhodu, kterou je dlouhá doba potřebná ke vzniku obrazu preparátu.

Při dopadu elektronu na preparát dochází opět k interakcím, které jsou znázorněny na obrázku 2.12. Rozdíl oproti módu TEM je ten, že v případě módu TEM se obraz zaznamenává na CCD kameru tvořící jednotlivé pixely, kdežto v módu STEM se prošlé elektrony detekují na kruhových detektorech (viz kap. 2.2.5). Protože jsou tyto detektory kruhově symetrické, hlavním parametrem ovlivňujícím výsledný kontrast je úhel rozptylu. Úhel rozptylu je dán jak úhlem konvergence dopadající svazku, tak složením samotného preparátu.

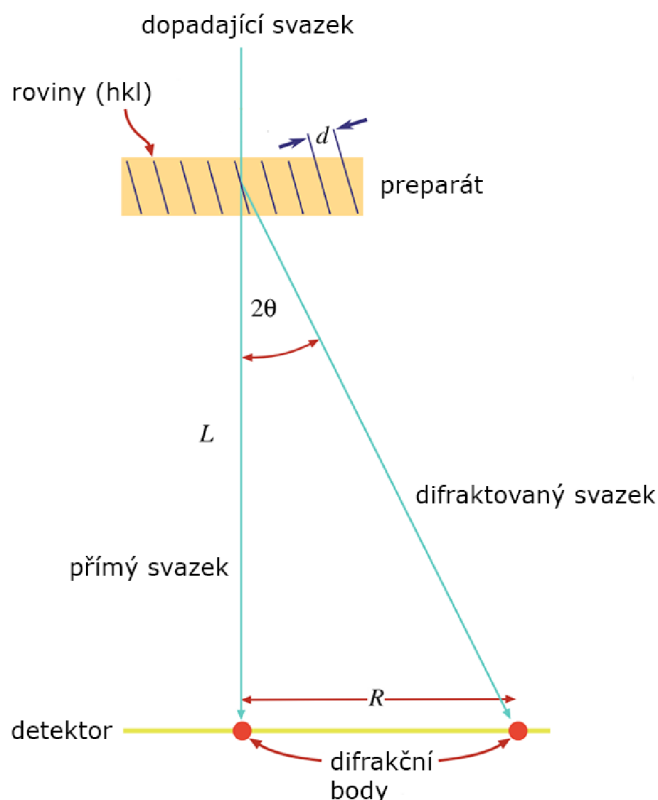
Detektory se dělí v základu na detektory pro zobrazení ve světlém poli (BF) a na detektory pro zobrazení v tmavém poli (DF, DF2, ..., HAADF), které mají v sobě díru. Každý z těchto detektorů pak detekuje různý rozsah rozptylových úhlů.

Protože se v módu STEM nepřenáší obraz preparátu projekční soustavou, nevnaší čočky projekční soustavy do obrazu optické vady. To přináší především výhodu v nulové velikosti chromatické vady způsobené energiovými ztrátami elektronů na preparátu. Z toho vyplývá, že preparáty s velkou tloušťkou podléhají v módu TEM velké chromatické vadě, v módu STEM se tato vada způsobená velkými energiovými ztrátami na preparátu neprojevuje.

Velikost úhlu, pod kterým rozptýlený svazek dopadne na detektor, se dá projekční soustavou měnit. Zvětšení nebo zmenšení tohoto úhlu je dáno parametrem L , který se nazývá „délka kamery“. Význam tohoto parametru je na obrázku 2.20.

Délkou kamery se rozumí efektivní vzdálenost mezi preparátem a daným detektorem. Ta je odlišná od absolutní délky, která je dána geometrickým uspořádáním jednotlivých součástí. Délka kamery je určována projekční soustavou, která zvětšuje nebo zmenšuje původní úhel rozptylu na jiný úhel dopadu. Z obrázku 2.20 je pak patrné, že změnou tohoto úhlu dojde ke změně vzdálenosti R , která definuje vzdálenost mezi přímým a difraktovaným (nebo rozptýleným) svazkem. Změnou délky kamery tedy dochází ke změně efektivní vzdálenosti mezi preparátem a detektorem, což má za následek zvětšení nebo zmenšení vzdáleností mezi jednotlivými difraktovanými nebo rozptýlenými svazky. Protože se délka kamery používá obecně v difrakčním módu, který zároveň slouží pro snímání difrakčního obrazce v módu TEM, určuje délka kamery zvětšení tohoto difrakčního obrazce. Mikroskop v módu STEM pracuje tedy zároveň v difrakčním módu.

Aktivace difrakčního módu v módu STEM zajišťuje, že se nebude měnit difrakční obrazec v závislosti na poloze rastrovací sondy na preparátu a tím i výsledný kontrast. Aby nedocházelo k deformaci difrakčního obrazce v obrazové ohniskové rovině objektivu, musí být rastrovací sonda v každém bodě preparátu na něj kolmá [1]. To je rozdíl oproti mikroskopům SEM, kde z principu nemusí být rastrovací sonda kolmá na preparát, a proto se při rastrování úhel mezi ní a rovinou preparátu mění. Pokud bude rastrovací sonda v každém místě preparátu na něj kolmá, budou elektronové svazky rozptýlené do stejného směru zobrazeny vždy do jednoho bodu v difrakční rovině (obrazové ohniskové rovině objektivu), nezávisle na pozici rastrovací sondy na preparátu. Tím se zajistí, že všechny elektronové svazky rozptýlené pod stejným úhlem budou detekovány na stejném detektoru a nebude tedy docházet ke změně kontrastu v závislosti na pozici rastrovací



Obrázek 2.20: Význam parametru L - délka kamery. Obrázek převzat a upraven z [1].

sondy na preparátu. Protože v obrazové ohniskové rovině je už umístěna objektivová clona, na kruhové detektory zde už nezbývá místo. Proto jsou tyto detektory umístěny v projekční soustavě. V mikroskopu je pak aktivní difrakční mód, který zajišťuje přenos difrakčního obrazce z obrazové ohniskové roviny objektivu na tyto kruhové detektory.

Použitím daného typu detektoru určujeme kontrast. Detektor BF detekuje přímý svazek a vidíme zobrazení ve světlém poli, detektor DF detekuje difraktované svazky a vidíme tedy obraz v tmavém poli. Nejvzdálenější detektor od optické osy HAADF detekuje elektrony rozptýlené pod úhlem větším než 50 mrad. Z rovnice 2.5 pak lze vypočítat, že elektrony rozptýlené pod takovými úhly podstupují nezanedbatelnou ztrátu energie a rozptyl je tedy nekoherentní. Nekoherentní rozptyl mimo jiné znamená, že elektrony spolu již neinterferují a výsledný obraz je na rozdíl od obrazu v módu TEM přímo interpretovatelný [1, 15]. Protože intenzita výsledného obrazce není ovlivněna interferencí, určuje ji především součet elektronů, které dopadnou na daný detektor za určitý čas. Protože je počet těchto elektronů úměrný Z^2 [15], je kontrast v obraze tvořeném detektorem HAADF dán především atomovou hmotností jednotlivých atomů, kterému se říká Z-kontrast.

Velikostí délky kamery lze pak ovládat, jaká část rozptýlených elektronů dopadne na jaký detektor. Použije-li se velká délka kamery, může detektor DF velice snadno detekovat i přímý svazek a obraz z detektoru DF bude tedy reprezentovat zobrazení ve světlém poli. Na detektor HAADF pak mohou dopadat i koherentně rozptýlené elektrony, které mohou ovlivnit výslednou intenzitu jejich vzájemnou interferencí a výsledný obraz tedy nebude záviset především na Z-kontrastu. Naopak snížením délky kamery můžeme zajistit, že na detektor HAADF budou dopadat opravdu jenom nekoherentně rozptýlené elektrony.

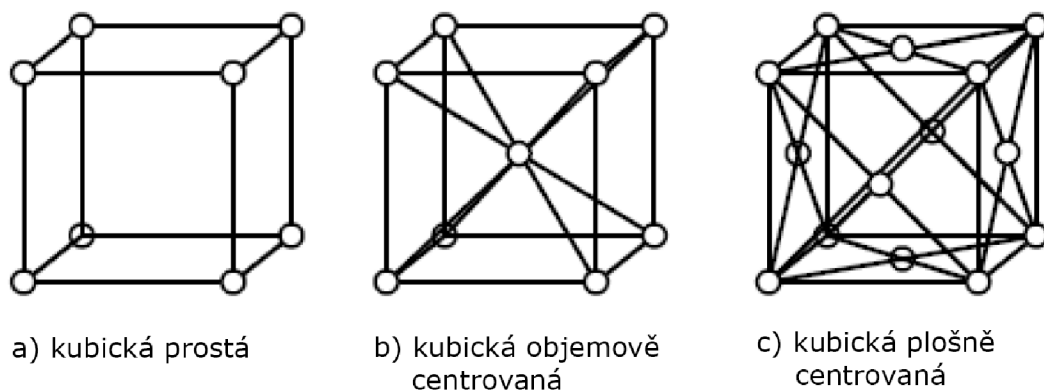
2. POPIS TRANSMISNÍHO ELEKTRONOVÉHO MIKROSKOPU

3. Germaniová nanovlákná

3.1. Základy krystalografie

Krystalografie je důležitou součástí práce s pevnými látkami. Někdy to nemusí být na první pohled zřejmé, ale krystalografické uspořádání vykazuje většina kovových, keramických a polovodičových látek. Krystalické materiály většinou dělíme na monokrystaly, tedy ty, které mají jediné krystalografické uspořádání v celém svém objemu, a polykrystaly, jejichž objem společně utváří agregáty menších monokrystalů [15].

Každá krystalová struktura se popisuje krystalovou mřížkou a bází. Krystalovou mřížku lze definovat jako "uspořádání nekonečného počtu bodů, z nichž každý má stejné a stejně orientované okolí" [15]. V krystalu lze poté definovat elementární buňku jako rovnoběžnostěn vymežující nejmenší objem. Skládáním elementárních buněk vedle sebe lze pak vyplnit celý objem krystalu. Tvar elementární buňky je dán elementárními translačními vektory mřížky \vec{a} , \vec{b} a \vec{c} , které mezi sebou svírají úhly α , β a γ . Celkem existuje 7 krystalových soustav a 14 Bravaisových mřížek lišících se umístěním báze v krystalové struktuře [15]. Báze pak definuje počet, typ a uspořádání atomů v bázi, která je pak podle typu Bravaisovy mřížky umístěna v rozích (uzlové body), stěně nebo v objemu elementární buňky. Příklad třech typů kubické mřížky je na obrázku 3.1.



Obrázek 3.1: Příklad typů kubické mřížky. a) Kubická mřížka prostá, b) kubická mřížka objemově centrovaná a c) kubická mřížka plošně centrovaná. Převzato a upraveno z [27].

Stejně jako lze pomocí vektorů \vec{a} , \vec{b} a \vec{c} a jejich násobkem celými čísly u , v a w určit směr v krystalové struktuře, lze pomocí těchto vektorů a jejich násobku celými čísly h , k a l (Millerovy indexy) určit roviny krystalové struktury. Indexy h , k a l se vypočítávají ze vzdálenosti průsečíků roviny se základními vektory mřížky \vec{a} , \vec{b} a \vec{c} . V případě kubické prosté mřížky ($a = b = c$, $\alpha = \beta = \gamma$) lze každý index h , k a l vypočítat jako převrácenou hodnotu zmíněné vzdálenosti, navíc ale musí být všechny výsledné indexy vynásobeny stejným nejmenším celým číslem tak, aby výsledné indexy h , k a l byly taktéž celá čísla.

3. GERMANIOVÁ NANOVLÁKNA

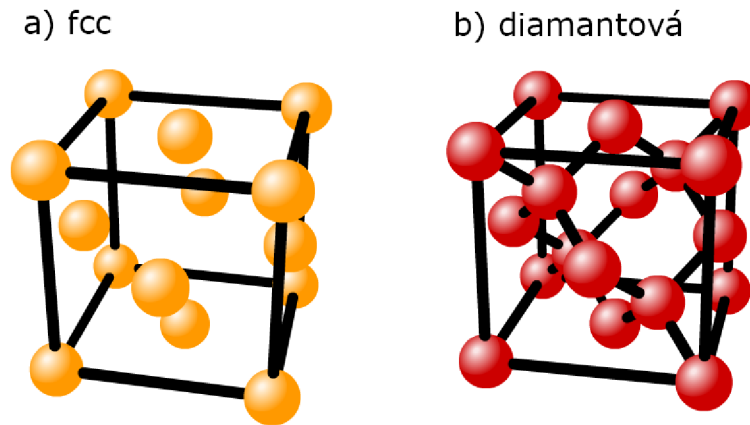
Tato rovina se pak označuje jako rovina (hkl) a soubor rovin rovnoběžných s touto rovinou jako hkl .

Vzhledem k tomu, že cílem této práce bylo měření germaniových a zlatých nanostruktur, které vytváří kubickou mřížku, bude následující výklad zjednodušen pouze na tyto typy krystalové mřížky. Parametr krystalové mřížky bude tedy a ve všech směrech a úhly mezi vektory \vec{a} , \vec{b} a \vec{c} jsou vždy kolmé.

Pro vzdálenost d_{hkl}^2 mezi rovinami h, k a l platí vztah [22]

$$d_{hkl}^2 = \frac{a^2}{h^2 + k^2 + l^2}. \quad (3.1)$$

Určit vzdálenosti pro zlato a germanium ale není tak jednoduché, protože oba tyto prvky tvoří plošně centrovanou kubickou mřížku, v případě germania je to navíc struktura se dvěma atomy v bázi, které vytváří diamantovou strukturu (obr. 3.2).



Obrázek 3.2: Pohled na a) strukturu tvořenou kubickou mřížkou plošně centrovanou a b) diamantovou strukturu. Obrázek převzat a upraven z [28].

Tabulka 3.1 udává skutečné vzdálenosti mezi rovinami $\{100\}$, $\{110\}$ a $\{111\}$ pro zlato (plošně centrovaná kubická mřížka) a germanium (diamantová struktura). Velikost parametru mřížky a pro zlato je 408 pm a pro germanium 566 pm [22].

Tabulka 3.1: Vzdálenosti mezi rovinami $\{100\}$, $\{100\}$ a $\{111\}$ ve 2D projekci.

Roviny	Vzdálenost mezi rovinami	
	Au ($a = 408$ pm)	Ge ($a = 566$ pm)
$\{100\}$	$a/2 = 204$ pm	$a/4 = 142$ pm
$\{110\}$	$\sqrt{2}a/4 = 144$ pm	$\sqrt{2}a/4 = 200$ pm
$\{111\}$	$\sqrt{3}a/3 = 236$ pm	$\sqrt{3}a/3 = 327$ pm

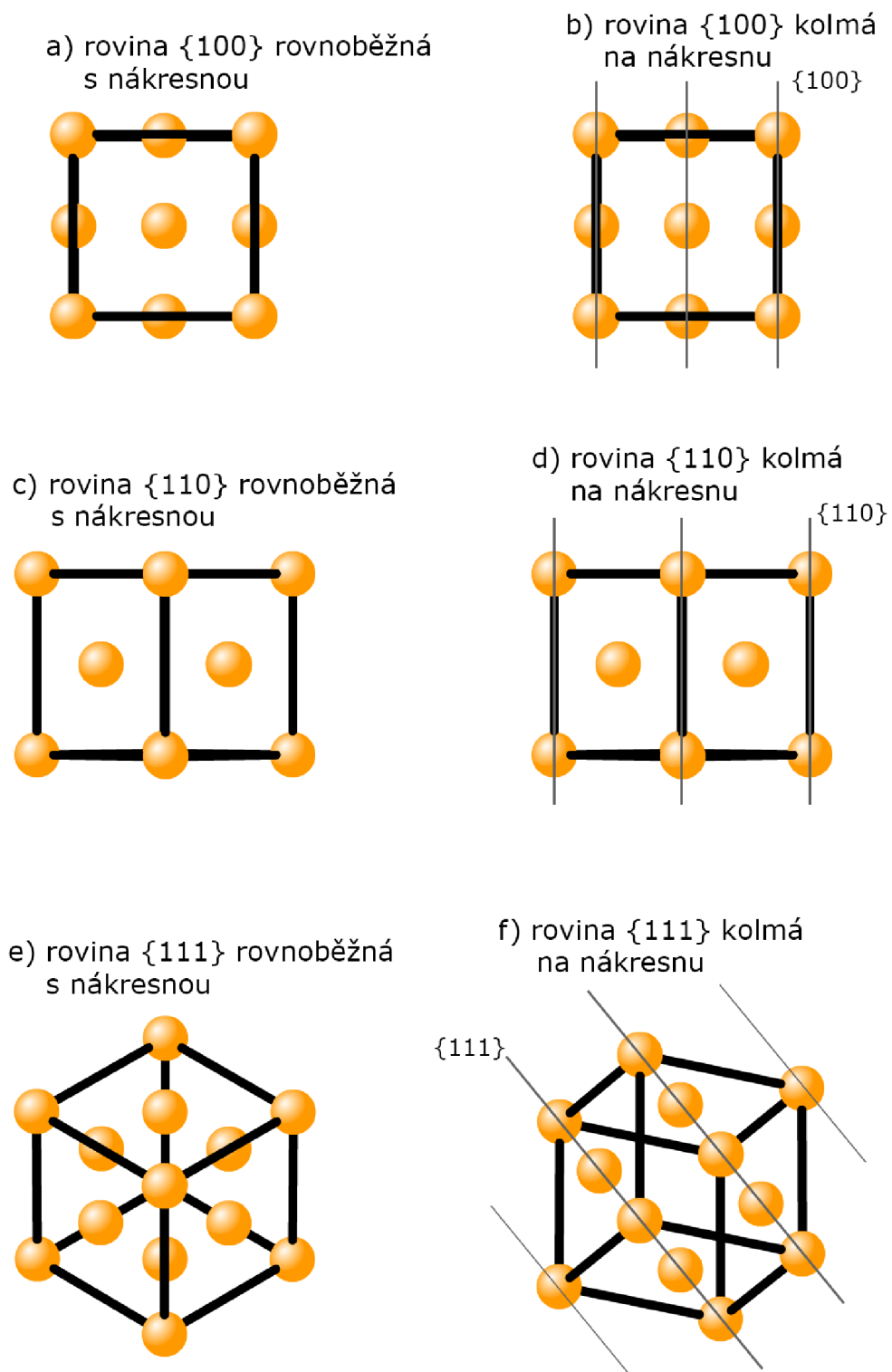
Protože je zobrazení v transmisním elektronovém mikroskopu projekcí 3D objektu do 2D obrazu, mohou normály dvou daných rovin při různém úhlu natočení preparátu svírat v 2D obraze různé úhly. Následující tabulka 3.2 udává všechny úhly, které mohou svírat normály rovin $\{100\}$, $\{110\}$ a $\{111\}$.

Tabulka 3.2: Úhly mezi rovinami $\{100\}$, $\{110\}$ a $\{111\}$ ve 2D projekci.

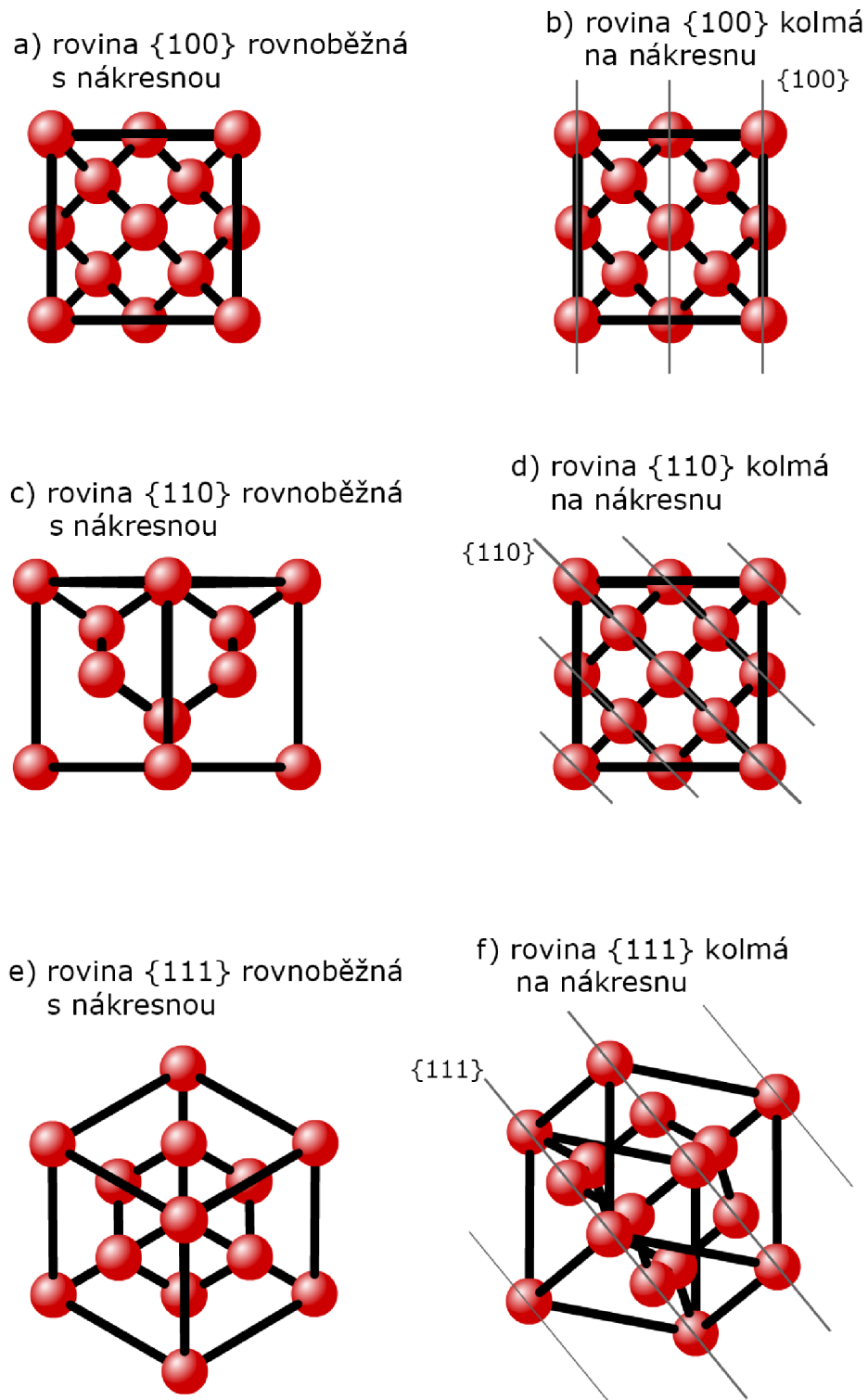
První rovina	Druhá rovina	Úhel mezi rovinami
$\{100\}$	$\{100\}$	$0^\circ, 90^\circ$
$\{100\}$	$\{110\}$	$45^\circ, 90^\circ$
$\{100\}$	$\{111\}$	$54,7^\circ$
$\{110\}$	$\{110\}$	$0^\circ, 90^\circ$
$\{110\}$	$\{111\}$	$35,3^\circ, 90^\circ$
$\{111\}$	$\{111\}$	$0^\circ, 70,6^\circ$

Na obrázcích 3.3 a 3.4 jsou pohledy na strukturu fcc a diamantovou strukturu, které lze očekávat při zobrazování těchto struktur v transmisním elektronovém mikroskopu. Pohledy jsou ukázány na roviny $\{100\}$, $\{110\}$ a $\{111\}$.

3. GERMANIOVÁ NANOVLÁKNA



Obrázek 3.3: Pohled na základní roviny krystalové struktury fcc. a) Rovina $\{100\}$ je rovnoběžná s nákresnou, c) rovina $\{110\}$ je rovnoběžná s nákresnou, e) rovina $\{111\}$ je rovnoběžná s nákresnou, b) rovina $\{100\}$ je kolmá k nákresně, d) rovina $\{110\}$ je kolmá k nákresně a f) rovina $\{111\}$ je kolmá k nákresně. V obrázcích b), d) a f) jsou šedou úsečnou vyznačeny příslušné roviny. Obrázek převzat a upraven z [28].



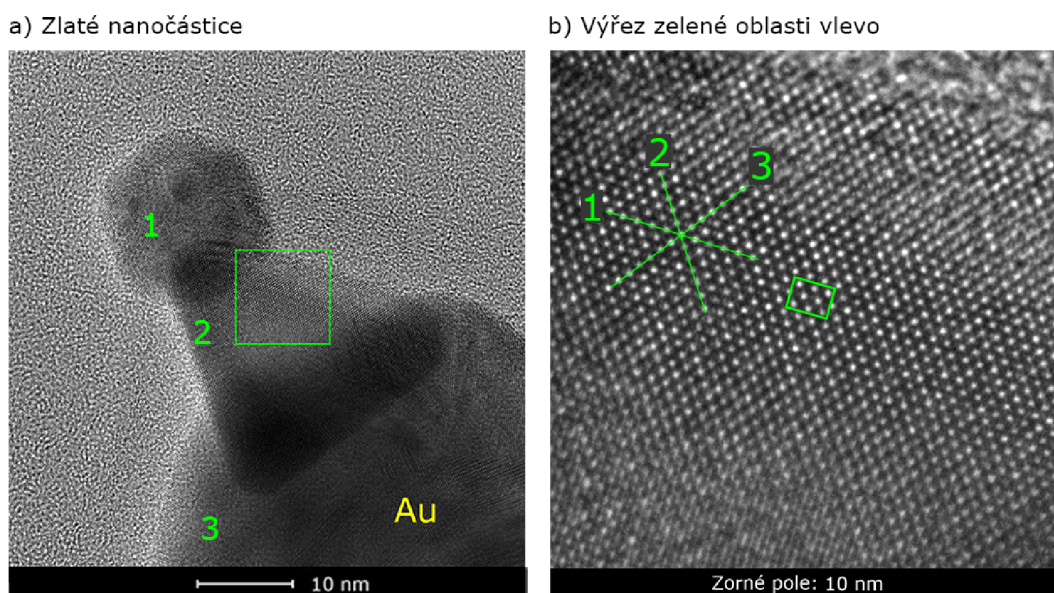
Obrázek 3.4: Pohled na základní roviny diamantové krystalové struktury. a) Rovina $\{100\}$ je rovnoběžná s nákresnou, c) rovina $\{110\}$ je rovnoběžná s nákresnou, e) rovina $\{111\}$ je rovnoběžná s nákresnou, b) rovina $\{100\}$ je kolmá k nákresně, d) rovina $\{110\}$ je kolmá k nákresně a f) rovina $\{111\}$ je kolmá k nákresně. V obrázcích b), d) a f) jsou šedou úsečnou vyznačeny příslušné roviny. Obrázek převzat a upraven z [28].

3.2. Koloidní zlatá nanočástice (TEM)

V této práci budou analyzovány dva druhy struktur — zlaté nanočástice a germaniová nanovlákna se zlatými katalytickými nanočásticemi. V prvním případě byly zlaté nanočástice připraveny RNDr. Michaelou Šimšíkovou, Ph.D., v druhém případě byla germaniová nanovlákna se zlatými katalytickými částicemi připravena Ing. Tomášem Pejchalem.

Nejprve byla změřena zlatá nanočástice, jejíž krystalovou strukturou je mřížka fcc s jedním atomem v bázi (obr. 3.2a). Příprava tohoto preparátu pro mikroskop TEM nebyla složitá. Pomocí pipety se kápala kapka o objemu $1\ \mu\text{l}$ koloidního roztoku zlatých nanočástic a vody na měděnou mřížku s uhlíkovou membránou. Po odpaření vody byl preparát připraven k měření.

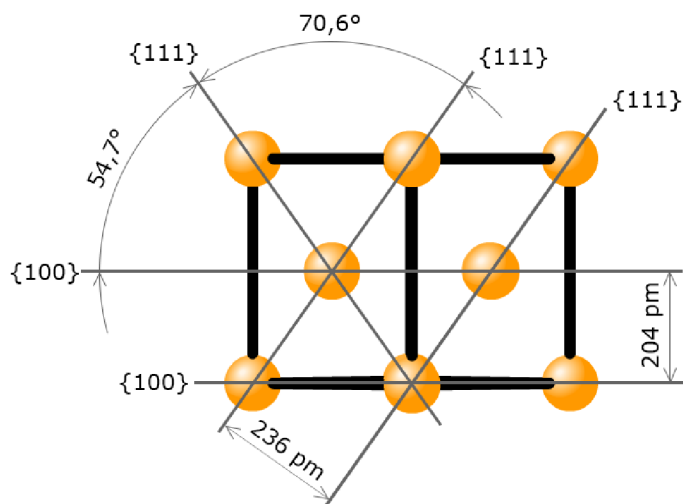
Měření probíhalo v módu TEM. Velikosti a tvar těchto nanočástic byly různé. Na obrázku 3.5a jsou vidět 3 takovéto nanočástice. První nanočástice umístěná na tomto obrázku vlevo nahoře má tvar podobající se kouli. Druhá nanočástice umístěná uprostřed vypadá jako trojhran se zaoblenými rohy. Poslední nanočástice vpravo dole vypadá opět jako koule. Na pozadí tohoto obrázku je vidět uhlíková membrána.



Obrázek 3.5: a) Tři zlaté nanočástice zobrazené v módu TEM. Vlevo nahoře nanočástice podobající se tvaru koule, uprostřed nanočástice vypadající jako trojhran, vpravo dole opět koule, která zde není zachycena celá. Zelený čtverec znázorňuje výřez, který je zobrazen na pravém obrázku. b) Atomární struktura zlata. Z obrázku lze vyčíst periodicitu krystalové mříže a vzdálenosti mezi jednotlivými krystalovými rovinami a atomárními sloupci. Obrázek byl zaostřen tak, aby byly vidět tyto sloupce. Úsečka 1 značí krystalovou rovinu $\{100\}$, úsečky 2 a 3 roviny $\{111\}$. Zelený obdélník znázorňuje výřez pro obrázek 3.7.

Na všech nanočásticích je na první pohled zřejmý vliv rozptylového kontrastu. Za předpokladu, že jsou tyto nanočástice celé ze zlata, určuje rozptylový kontrast především tloušťka těchto nanočástic. Protože je obraz tvořen projekcí trojrozměrného předmětu do dvourozměrného obrazu, nelze s jistotou určit třetí rozměr této nanočástice, tedy tloušťku. Z rozptylového kontrastu je ale například u třetí nanočástice zřejmé, že je u okrajů světlejší a tloušťka je zde tedy menší. Dále lze z rozptylového kontrastu rozpoznat, že se nanočástice částečně překrývají. Nelze už ale jednoduše určit, která z nanočástic je nahoře a která dole.

3.2. KOLOIDNÍ ZLATÁ NANOČÁSTICE (TEM)



Obrázek 3.6: Pohled na krystalovou rovinu $\{110\}$ krystalové struktury zlata (fcc). Znázorněny jsou krystalové roviny a jejich vzájemné vzdálenosti a úhly. Vzdálenost atomárních sloupců v rovině $\{100\}$ je 289 pm a v rovině $\{111\}$ 250 pm. Pro zachování přehlednosti zůstaly zakótovány pouze mezirovinné vzdálenosti.

Na obrázku 3.5b je výřez vyznačený na obrázku 3.5a zeleným čtvercem. V tomto výřezu je patrný fázový kontrast. Obrázek byl zaostřen tak, aby ukázal co nejlepší detaily, nebyla tedy použita žádná konkrétní hodnota rozostření (viz kap. 2.3.3). Uprostřed tohoto obrázku jsou vidět atomární sloupce znázorněné světlými body. Podmínka vzniku těchto bodů je taková, že atomární sloupec musí být rovnoběžný s dopadajícím svazkem elektronů. Obvykle se proto preparát naklání do této polohy, v tomto konkrétním případě ale náklon použit nebyl, nanočástice už shodou okolností v této poloze byla.

Kromě atomárních sloupců lze v tomto obrázku vidět v pravém horním rohu neostrou uhlíkovou membránu a vlevo nahoře část první nanočástice, což se projevuje menší intenzitou v této oblasti a neostrým obrazem. Spodní část tohoto obrázku není příliš ostrá, lze v ní ale pozorovat krátké čáry naznačující směr určité krystalové roviny.

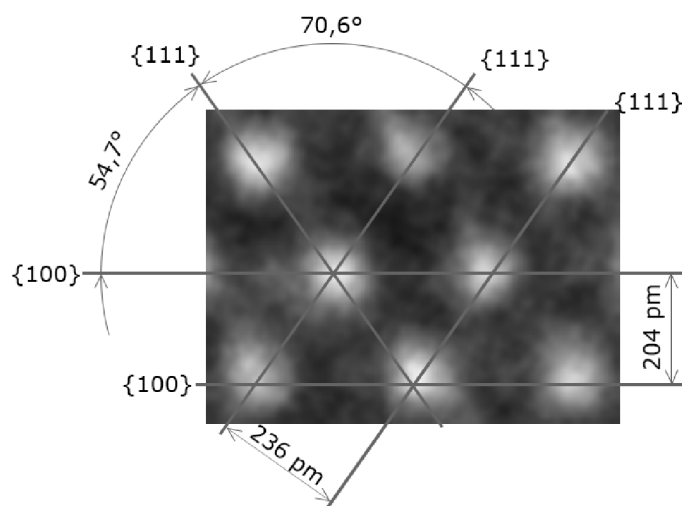
Pro určení krystalografické orientace této nanočástice lze použít vzdálenosti mezi jednotlivými atomárními sloupci, krystalovými rovinami nebo úhly mezi těmito rovinami. Tři zřejmé krystalové roviny na obrázku 3.5b jsou znázorněny zelenými úsečkami. Změřením úhlů mezi jednotlivými krystalovými rovinami dostaneme hodnoty uvedené v tabulce 3.3.

Tabulka 3.3: Změřené a teoretické úhly mezi krystalovými rovinami koloidní nanočástice.

Roviny v obrázku	Odpovídající index rovin	Změřený úhel [°]	Teoretický úhel [°]	Odchylka [%]
1-2	$\{100\}$ - $\{111\}$	53,7	54,7	1,9
2-3	$\{111\}$ - $\{111\}$	71,6	70,6	1,4
3-1	$\{111\}$ - $\{100\}$	54,7	54,7	0,0

Hodnotám úhlů z tabulky 3.3 se blíží pohled na teoretickou krystalovou strukturu na obrázku 3.6. Porovnáme-li teoretické hodnoty pro tento pohled se změřenými hodnotami (viz tab. 3.3), dostaneme shodu, která se liší maximálně o 2%. Podle vzájemných úhlů

3. GERMANIOVÁ NANOVLÁKNA



Obrázek 3.7: Obdoba obrázku 3.6 s tím rozdílem, že teoretická krystalová struktura zlata byla nahrazena výřezem z obrázku 3.5. Porovnání s obrázkem 3.6 ukazuje dokonalou shodu. Vyznačené hodnoty jsou teoretické.

mezi krystalovými rovinami lze tedy potvrdit stejnou krystalografickou orientaci měřené nanočástice s teoretickým předpokladem na obrázku 3.6.

Změřením vzdáleností mezi atomárními sloupci v jednotlivých rovinách dostaneme hodnoty uvedené v tabulce 3.4.

Tabulka 3.4: Změřené a teoretické vzdálenosti mezi atomárními sloupci koloidní nanočástice.

Rovina v obrázku	Odpovídající index	Změřená vzdálenost [pm]	Teoretická vzdálenost [pm]	Odchylka [%]
1	{100}	293	289	1,4
2	{111}	251	250	0,4
3	{111}	248	250	0,8

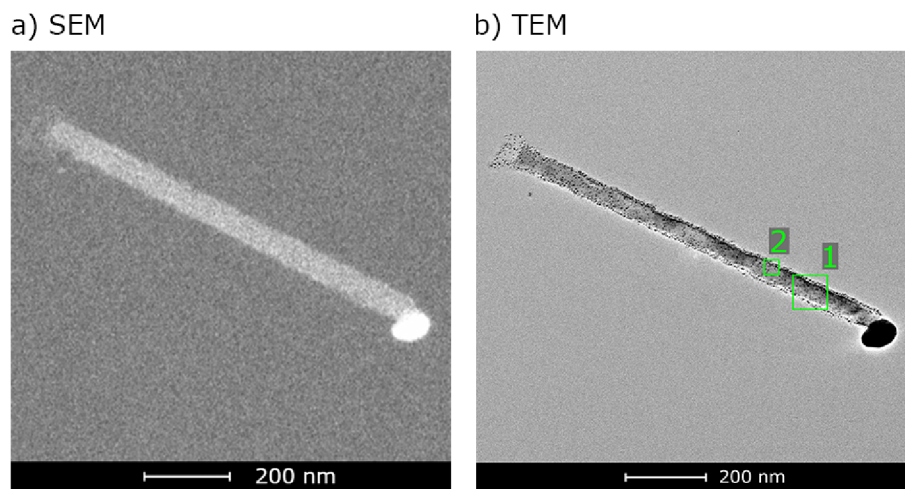
Budeme-li uvažovat stejný teoretický předpoklad, tedy strukturu na obrázku 3.6, můžeme pro tento pohled vypočítat vzdálenosti mezi atomárními sloupci v jednotlivých krystalových rovinách. Doplněním těchto hodnot do tabulky 3.4 lze zjistit, že se změřené hodnoty liší od teoretických hodnot maximálně o 1,4 %, což můžeme považovat za potvrzení předešlého výsledku. Z těchto dvou měření lze tedy potvrdit, že struktura na obrázku 3.5 s jistotou odpovídá struktuře na obrázku 3.6.

Provedeme-li výřez z obrázku 3.5b vyznačený zeleným obdélníkem a překryjeme-li s ním teoretickou krystalovou strukturu na obrázku 3.6, dostaneme obrázek 3.7. Na něm lze vidět shodu mezi teoretickou a změřenou strukturou.

Z takto přesného určení orientace krystalové mříže lze pak jednoduše určit i směry kolmé na směr pohledu na tuto strukturu v obrázku 3.7.

3.3. První germaniové nanovláknko (TEM)

Germaniové nanovláknko má krystalovou strukturu fcc s dvouatomovou bází, tvoří tedy diamantovou strukturu viditelnou na obrázku 3.2 b). Na jednom jeho konci je zlatá katalytická nanočástice, která slouží jako katalyzátor při přípravě těchto nanovláken. Příprava preparátu probíhala obdobně jako v případě zlatých nanočástic, místo vody byl ale roztok tvořen isopropylalkoholem. Předpokládaný směr růstu germaniového nanovláknka byl $\langle 110 \rangle$ (normála k rovině $\{110\}$), s menší pravděpodobností pak směr $\langle 111 \rangle$ (normála k rovině $\{111\}$).



Obrázek 3.8: Srovnání zobrazení germaniového nanovláknka ve dvou různých elektronových mikroskopech. a) Zobrazení pomocí mikroskopu SEM, detekce sekundárních elektronů. b) Zobrazení pomocí mikroskopu TEM, zobrazovací mód TEM. Zeleně jsou vyznačeny oblasti, které jsou zobrazeny na obrázcích 3.9 (oblast 1) a 3.12 (oblast 2).

Nanovláknko bylo nejprve nalezeno v rastrovacím elektronovém mikroskopu FEI Verios 460L při detekci sekundárních elektronů (obr. 3.8a), poté bylo zobrazeno transmisním elektronovým mikroskopem v módu TEM (obr. 3.8b). Srovnáním kvality těchto obrázků lze jednoznačně vidět více detailů v mikroskopu TEM.

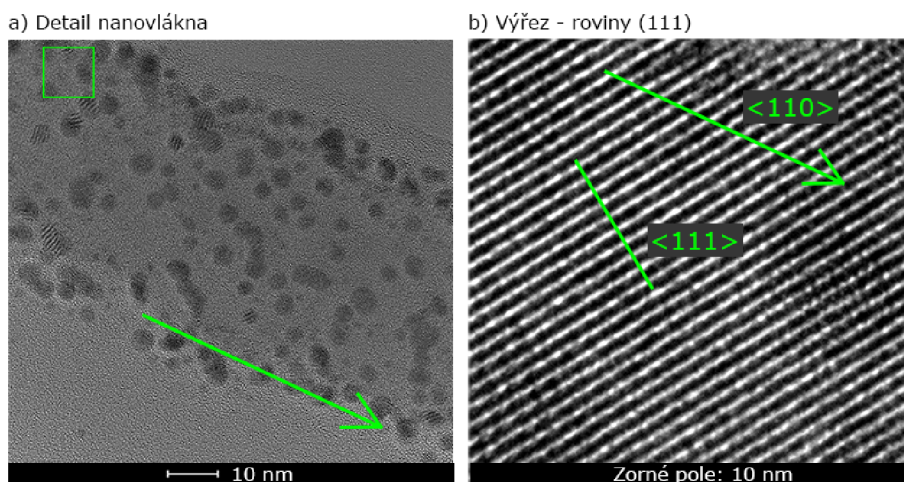
V mikroskopu SEM má zlatá nanočástice nejvyšší intenzitu, protože emituje nejvíce sekundárních elektronů, zatímco v mikroskopu TEM je zlatá nanočástice tmavá, protože zlato má větší atomovou hmotnost než germanium ($Z_{\text{Au}}=79$, $Z_{\text{Ge}}=32$). Obrázek 3.8b je tedy tvořen především rozptylovým kontrastem.

Přiblížením nanovláknka v mikroskopu TEM do první zelené čtvercové oblasti na obrázku 3.8b dostaneme obrázek 3.9a. Na tomto obrázku jsou na první pohled zřejmé tmavé oblasti na nanovláknku, což jsou zlaté nanočástice, které zůstaly na povrchu nanovláknka při jeho růstu. Pro určení krystalografického směru nanovláknka (zelená šipka v obrázcích 3.9) je nezbytné nalezení atomárních sloupců, v horším případě postačí pouze nalezení krystalových rovin.

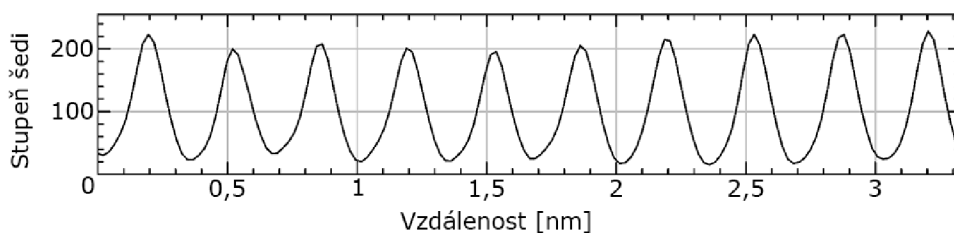
Po provedení výřezu ze čtvercové oblasti na obrázku 3.9a dostaneme obrázek 3.9b. Z něj jsou patrné pouze krystalové roviny, atomární sloupce nejsou nikde rozeznatelné. Zelená úsečka pak značí oblast, ze které byl vytvořen profil na obrázku 3.10. Z tohoto profilu lze velmi přesně změřit a vypočítat vzdálenosti mezi jednotlivými rovinami¹.

¹V této práci byl profil použit vždy ke změření vzdáleností krystalových rovin nebo atomárních sloupců, pokud nebude uvedeno jinak.

3. GERMANIOVÁ NANOVLÁKNA



Obrázek 3.9: a) Detail nanovláčka na obrázku 3.8b z oblasti označené číslem 1. Šipka označuje směr růstu nanovláčka, vyznačená čtvercová oblast je výřez na obrázku vpravo. b) Šipka opět označuje směr růstu nanovláčka, úsečka znázorňuje profil na obrázku 3.10. Vzdálenost mezi viditelnými rovinami je 333 pm, což odpovídá vzdálenosti mezi krystalovými rovinami $\{111\}$. Úhel mezi normálou těchto rovin a směrem růstu je $33,7^\circ$. Směr růstu tedy odpovídá směru $\langle 110 \rangle$.



Obrázek 3.10: Profil z obrázku 3.9b vyznačený úsečkou. Profil slouží k přesnému odměření vzdáleností mezi rovinami na obrázku 3.9. V tomto případě vzdálenost mezi jednotlivými rovinami byla 333 pm.

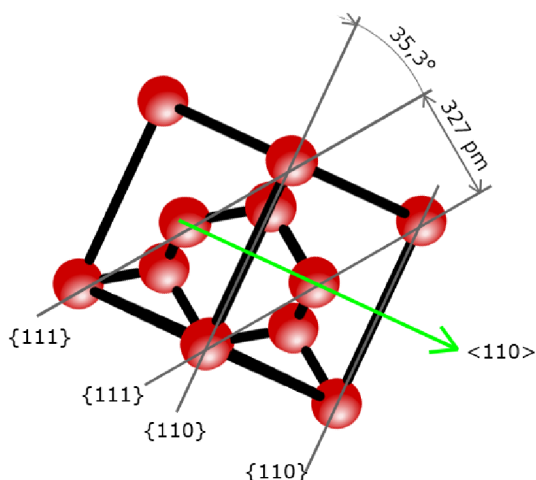
V případě obrázku 3.9 je změřená vzdálenost mezi krystalovými rovinami rovna hodnotě 338 pm.

Porovnáním s teoretickými hodnotami z tabulky 3.1 je tato hodnota nejbližší teoretické hodnotě 327 pm pro vzdálenost mezi krystalovými rovinami $\{111\}$. Roviny na obrázku 3.9b jsou tedy s nejvyšší pravděpodobností roviny $\{111\}$. Normála těchto rovin svírá se směrem růstu nanovláčka úhel $33,7^\circ$. Porovnáním této hodnoty s teoretickými hodnotami úhlu mezi krystalovými rovinami v tabulce 3.2 dostáváme nejbližší shodu s úhlem $35,3^\circ$, který je mezi rovinami $\{110\}$ a $\{111\}$. Na základě těchto hodnot lze tedy určit směr růstu nanovláčka jako $\langle 110 \rangle$. Na obrázku 3.11 pak lze vidět teoretický pohled na diamantovou strukturu s vyznačeným krystalografickým směrem růstu nanovláčka, která by měla odpovídat pozorované krystalografické struktuře.

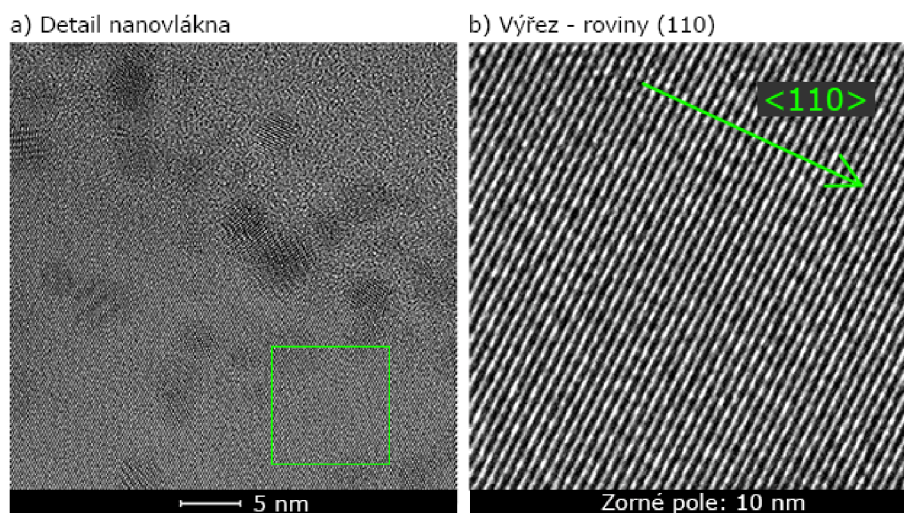
Pro další analýzu bylo nanovláčko nakloněno tak, aby byly vidět jiné krystalové roviny než na obrázku 3.9. Na obrázku 3.12a lze vidět detail tohoto nakloněného nanovláčka, který byl pořízen z druhé čtvercové oblasti na obrázku 3.8b.

Vzdálenost mezi rovinami na obrázku 3.12b je 222 pm. Porovnáním s teoretickými hodnotami z tabulky 3.1 se tato hodnota nejvíce blíží hodnotě 200 pm pro roviny $\{110\}$. Úhel mezi normálou rovin z obrázku 3.12b a směrem růstu nanovláčka je 2° . Protože

3.3. PRVNÍ GERMANIOVÉ NANOVLÁKNO (TEM)



Obrázek 3.11: Pohled na diamantovou strukturu odpovídající struktuře na obrázku 3.9b, kde viditelné krystalové roviny odpovídají rovinám $\{111\}$ a krystalografickému směru růstu $\langle 110 \rangle$. Šipka označuje směr růstu nanovlákná. Šipka označuje směr růstu nanovlákná.

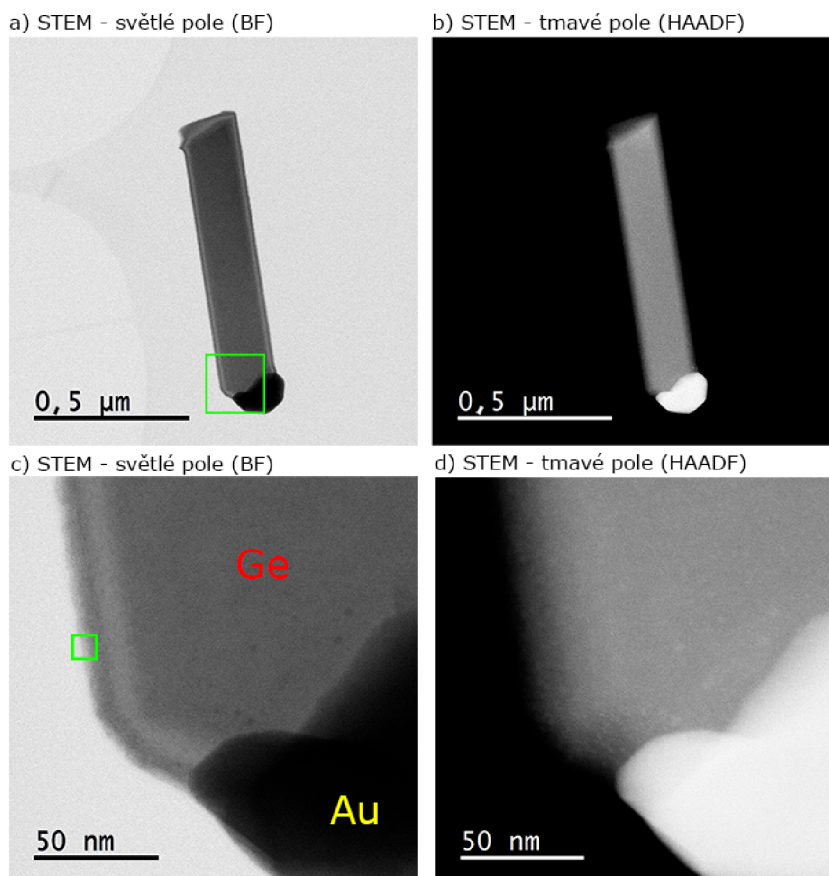


Obrázek 3.12: Nanovlákná nakloněné o určitý nespécifický úhel. a) Detail druhé čtvercové oblasti z obrázku 3.8b. b) Výřez čtvercové oblasti z obrázku vlevo. Šipka označuje směr růstu nanovlákná. Vzdálenost mezi rovinami odpovídá rovinám $\{110\}$.

byl preparát v tomto případě nakloněn, mohl se mírně změnit i směr nanovlákná vůči prvnímu snímku na obrázku 3.8b. Navíc nelze v tomto obrázku přesně odměřit směr růstu nanovlákná, protože jeho hrana není zřetelně rozeznatelná. Odchylku 2° můžeme tedy brát jako zanedbatelnou a s velkou pravděpodobností potvrdit předešlý výsledek, tedy to, že nanovlákná rostlo ve směru $\langle 110 \rangle$.

3.4. Druhé germaniové nanovláknko (STEM)

Druhé nanovláknko bylo měřeno pomocí módu STEM. Tato metoda byla použita především pro srovnání kvality se zobrazovacím módem TEM a pro zjištění možností vyhodnocování těchto obrázků. Veškerý záznam probíhal pomocí detektorů BF a HAADF. Zkoumané nanovláknko je vidět na obrázcích 3.13a a 3.13b.



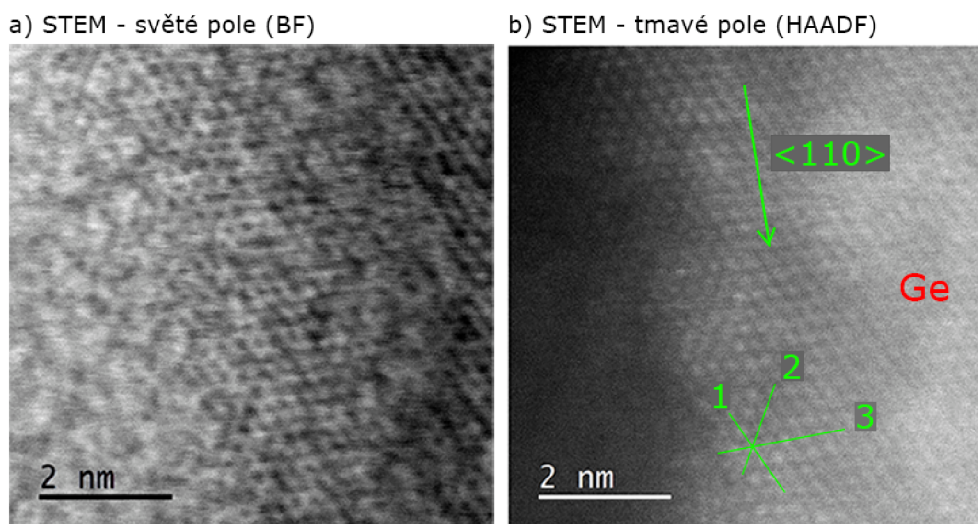
Obrázek 3.13: Germaniové nanovláknko zobrazené pomocí módu STEM. Obrázky a) a c) jsou zobrazeny ve světlém poli (detektor BF), obrázky b) a d) jsou zobrazeny v tmavém poli (detektor HAADF). Obrázky c) a d) jsou pořízeny z oblasti vyznačené v obrázku a). V obrázku c) je vyznačena oblast ze které byl pořízen obrázek 3.14.

Z obrázků je na první pohled patrný rozdíl mezi zobrazením ve světlém poli a v tmavém poli. Zlatá těžká nanočástice je ve světlém poli tmavá, protože rozptyluje většinu elektronových svazků, které jsou zachyceny na detektor HAADF a v tmavém poli je tedy zlatá nanočástice světlá. Naopak pozadí tvořené především uhlíkovou membránou nerozptyluje téměř žádné elektrony, proto je intenzita pozadí v tmavém poli nízká a většina elektronových svazků je tak zachycena na detektor BF.

Obrázky 3.13c a 3.13d ukazují přiblížené nanovláknko na rozhraní mezi zlatem, germaniem a pozadím. Germaniové nanovláknko bylo opět měřeno na jeho okraji, kde by mělo mít menší tloušťku, aby byla kvalita zobrazení vyšší a byly rozeznatelné atomární sloupce, případně roviny. Na obrázku 3.13c je vyznačena pozice, ve které bylo nanovláknko měřeno a ze které byla určována jeho krystalografická orientace. Snímek z této oblasti je zobrazen na obrázku 3.14.

3.4. DRUHÉ GERMANIOVÉ NANOVLÁKNO (STEM)

Na něm je vidět krystalová struktura germania tvořená atomárními sloupci. V zobrazení ve světlém poli jsou tmavé atomy na světlém pozadí, v zobrazení ve tmavém poli jsou atomy světlé zobrazené na tmavém pozadí. Porovnáním těchto dvou zobrazení lze vidět, že zobrazení v tmavém poli vykazuje o něco lepší hodnotu kontrastu než zobrazení ve světlém poli. Odečet vzdáleností mezi atomy v jednotlivých rovinách je tedy vhodnější provést ze zobrazení v tmavém poli.



Obrázek 3.14: Detail struktury z oblasti vyznačené na obrázku 3.13c. Zelená šipka značí směr růstu nanovlákn. Úsečky 1, 2 a 3 značí roviny, které byly použity pro měření. a) Zobrazení ve světlém poli (BF), b) zobrazení v tmavém poli (HAADF).

Na obrázku 3.14b je zelenou šipkou vyznačen směr růstu nanovlákn, který byl určen z obrázku 3.13a. Nanovlákn nebylo v průběhu měření nakláněno, určení směru růstu by mělo být tedy přesné. V obrázku 3.14b jsou vyznačeny zřejmé roviny. Změřením úhlů mezi jednotlivými krystalovými rovinami dostaneme hodnoty uvedené v tabulce 3.5.

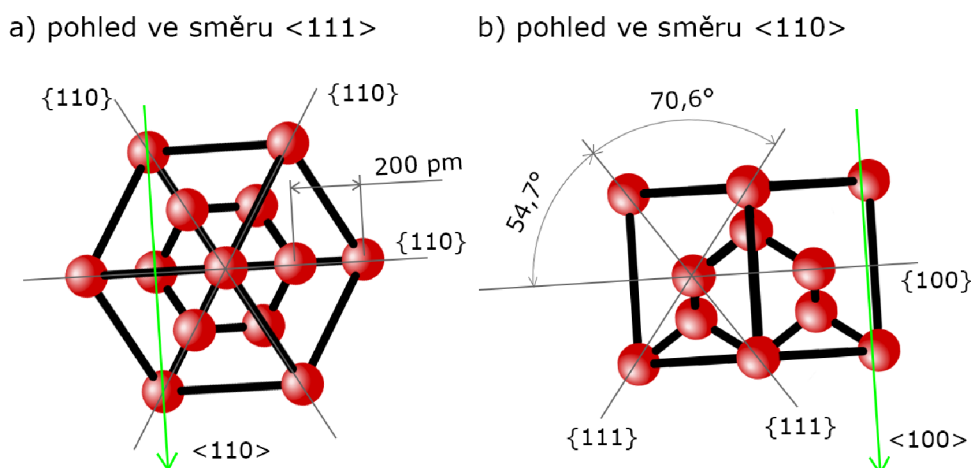
Tabulka 3.5: Změřené a teoretické úhly mezi krystalovými rovinami druhého germaniového nanovlákn. První uvažovaný případ (obr. 3.15a).

Roviny v obrázku	Odpovídající index rovin	Změřený úhel [°]	Teoretický úhel [°]	Odchylka [%]
1-2	{111} - {111}	63	60	4,8
2-3	{111} - {111}	54	60	11,1
3-1	{111} - {111}	63	60	4,8

Ze změřených hodnot úhlů je zřejmé, že se krystalová struktura nejvíce podobá teoretické struktuře na obrázku 3.15a. Dosazením teoretických hodnot úhlů mezi rovinami pro tuto strukturu do tabulky 3.5 a porovnáním se změřenými hodnotami si lze všimnout poměrně velké odchylky o velikosti až 11,1 %.

Druhou metodou jak zjistit krystalografickou orientaci pozorované struktury je změření vzdáleností mezi atomárními sloupci v jednotlivých rovinách. Výsledné změřené hodnoty jsou uvedeny v tabulce 3.6, společně s teoretickými hodnotami předpokládané struktury z obrázku 3.15a.

3. GERMANIOVÁ NANOVLÁKNA



Obrázek 3.15: a) První teoretická struktura k případu na obrázku 3.14b. Úhly mezi rovinami jsou ve všech případech 60° , vzdálenosti mezi atomy v jednotlivých rovinách jsou ve všech případech 200 pm. b) Druhá teoretická struktura k případu na obrázku 3.14b. Úhly mezi rovinami jsou vyznačeny v obrázku, vzdálenosti mezi atomy v rovinách $\{111\}$ jsou 349 pm, v rovinách $\{100\}$ pak 400 pm. Zelená šipka ukazuje směr růstu nanovlákná v případě obrázku 3.14.

Tabulka 3.6: Změřené a teoretické vzdálenosti mezi atomárními sloupci druhého germaniového nanovlákná. První uvažovaný případ (obr. 3.15a)

Rovina v obrázku	Odpovídající index	Změřená vzdálenost [pm]	Teoretická vzdálenost [pm]	Odchylka [%]
1	$\{111\}$	277	200	27,8
2	$\{111\}$	283	200	29,3
3	$\{111\}$	265	200	24,5

Z tabulky 3.6 je vidět, že změřené hodnoty se od teoretických hodnot liší až o 30 %. Dosavadní výsledky tedy naznačují, že by mohl být špatný teoretický předpoklad, kterým je struktura na obrázku 3.15a. Další možná teoretická struktura, která se podobá měřené struktuře, je na obrázku 3.15b. Vypočítáme-li teoretické hodnoty úhlů mezi rovinami pro tento případ a použijeme-li již změřené hodnoty úhlů mezi rovinami, dostaneme tabulku 3.7.

Tabulka 3.7: Změřené a teoretické úhly mezi krystalovými rovinami druhého germaniového nanovlákná. Druhý uvažovaný případ (obr. 3.15b).

Roviny v obrázku	Odpovídající index rovin	Změřený úhel $[\circ]$	Teoretický úhel $[\circ]$	Odchylka [%]
1-2	$\{100\} - \{111\}$	63	54,7	13,2
2-3	$\{111\} - \{111\}$	54	70,6	30,7
3-1	$\{111\} - \{100\}$	63	54,7	13,2

3.4. DRUHÉ GERMANIOVÉ NANOVLÁKNO (STEM)

Z této tabulky je patrné, že se změřené hodnoty opět značně liší od teoretických hodnot. V prvním uvažovaném případě to byla odchylka přibližně 5–10 %, v tomto případě je velikost odchylky přibližně 10–30 %. Z těchto dvou uvažovaných případů se tedy první jeví jako pravděpodobnější. Výpočtem teoretických vzdáleností atomárních sloupců v daných rovinách a uvažováním předešlých změřených výsledků dostaneme následující tabulku 3.8.

Tabulka 3.8: Změřené a teoretické vzdálenosti mezi atomárními sloupci druhého germaniového nanovlákná. Druhý uvažovaný případ (obr. 3.15b).

Rovina v obrázku	Odpovídající index	Změřená vzdálenost [pm]	Teoretická vzdálenost [pm]	Odchylka [%]
1	{111}	277	349	26,0
2	{111}	283	349	23,3
3	{100}	265	400	50,9

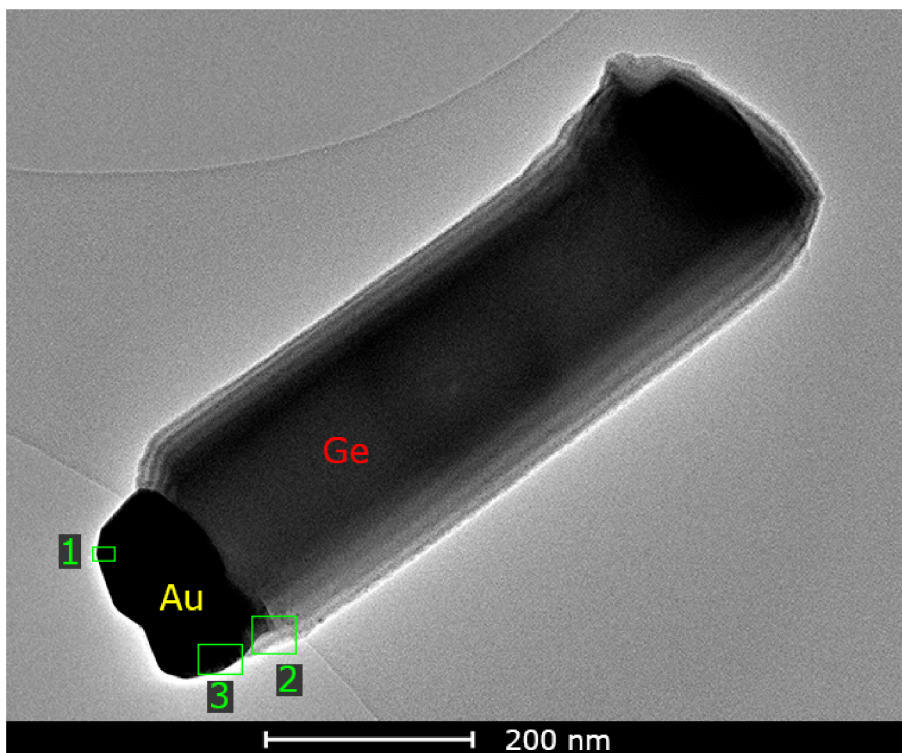
Tato tabulka opět ukazuje velkou odchylku mezi teoretickými a změřenými hodnotami vzdáleností mezi atomárními sloupci pro všechny tři uvažované roviny. V prvním uvažovaném případě se velikost odchylky pohybovala v rozmezí 25–30 %, v tomto případě se odchylka pohybuje v rozmezí přibližně 25–50 %. Z těchto dvou uvažovaných případů (obr. 3.15) se tedy změřené hodnoty více blíží prvnímu případu, odchylky jsou ale v obou případech značné.

Hledáním dalších možných pohledů na diamantovou strukturu zjistíme, že už žádný jiný pohled ani zdaleka neodpovídá změřených hodnotám. S jistotou to tedy musí být jedna ze struktur na obrázku 3.15. Na druhé struktuře si lze všimnout, že její roviny nejsou v tomto pohledu přesně definovány. Roviny {111} mají nepravidelnou vzdálenost mezi jednotlivými atomy a u rovin {100} nelze přesně definovat jejich mezirovinnou vzdálenost. Mimo jiné změřená struktura (obr. 3.14) vykazuje symetrické uspořádání atomů jako první uvažovaný případ. S přihlédnutím ke změřeným hodnotám by se dalo tedy říci, že struktura na obrázku 3.14 s nejvyšší pravděpodobností odpovídá prvnímu uvažovanému případu, tedy struktuře na obrázku 3.15a. Pro tento případ vychází směr růstu nanovlákná $\langle 110 \rangle$. To souhlasí i s očekávaným směrem růstu. Pro druhý uvažovaný případ by byl směr růstu nanovlákná $\langle 100 \rangle$.

Velká odchylka ve změřených vzdálenostech mezi atomy je ale nezanedbatelná. Ta mohla být způsobena špatným zkalibrováním módu STEM. V budoucnu proto bude v tomto módu ověřena jeho kalibrace za použití kalibračního vzorku.

3.5. Třetí germaniové nanovláknko (TEM, difrakce)

Poslední nanovláknko, které bylo měřeno, je vidět na obrázku 3.16. Nejprve bylo opět nalezeno v mikroskopu SEM. Vybráno bylo kvůli jeho umístění na uhlíkové membráně a kvůli pozici zlaté nanočástice. Cílem bylo vytvoření jednoduchého difrakčního obrazce, který by byl jasně interpretovatelný. K dosažení tohoto cíle bylo potřeba, aby se zlatá nanočástice nepřekrývala s germaniovým nanovláknkem. Výhodou tohoto nanovláknka navíc bylo, že se zlatá nanočástice nacházela nad dírou v uhlíkové membráně, výsledný difrakční obrazec by tak tvořilo pouze zlato.

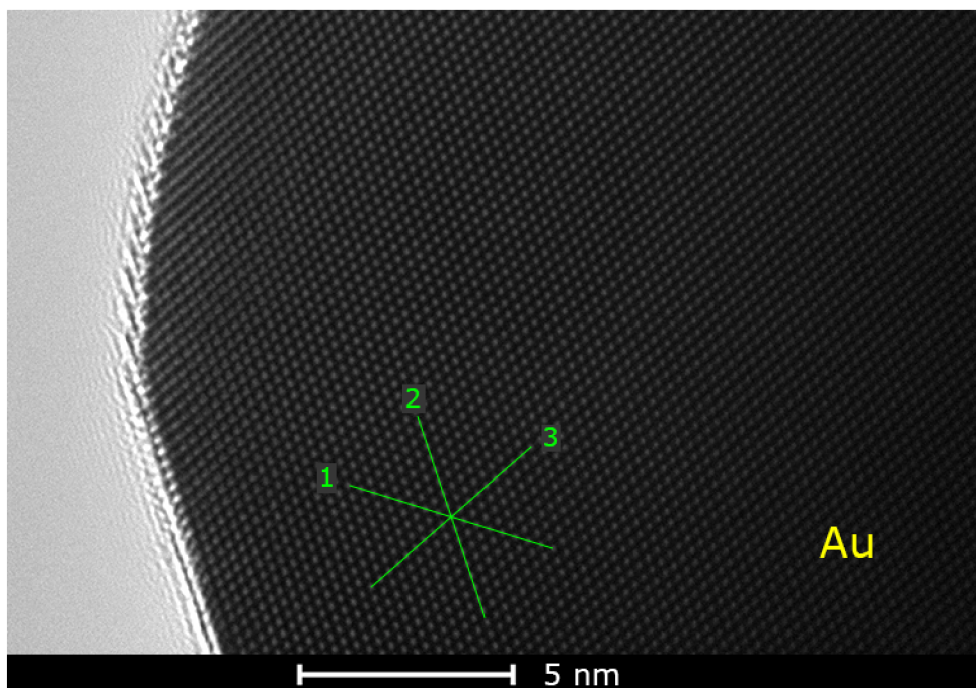


Obrázek 3.16: Germaniové nanovláknko zobrazené módem TEM. Výhodou tohoto nanovláknka je umístění jeho zlaté nanočástice mimo germaniovou část nanovláknka. Navíc je tato nanočástice umístěna nad dírou v uhlíkové membráně. Díky tomu je možné získat jednoduše interpretovatelnou difrakci z části zlaté nanočástice.

V tomto případě bylo zkoumané nanovláknko jako jediné cíleně nakloněné do takové polohy, aby byly při měření v módu TEM jasně vidět atomární sloupce. Náklon byl proveden podle krajní části zlaté nanočástice. Pozice této části je vyznačena na obrázku 3.16 oblastí 1. Tato část byla vybrána, protože se předpokládala nižší tloušťka u kraje této nanočástice a zlato bylo vybráno kvůli úspěchu měření první nanočástice v kapitole 3.2. Výsledný snímek ze zkoumané oblasti je vidět na obrázku 3.17.

V obrázku je na první pohled viditelná hranice zlaté nanočástice a vakua. Při bližším pohledu si lze všimnout světlých atomárních sloupců na tmavém pozadí. Tyto atomární sloupce jsou tvořeny atomy zlata umístěnými rovnoběžně s dopadajícím svazkem elektronů. V obrázku jsou vyznačeny roviny, které posloužily k identifikaci krystalové struktury této části zlata. Změřením vzájemných úhlů mezi vyznačenými rovinami pak dostáváme hodnoty uvedené v tabulce 3.9.

3.5. TŘETÍ GERMANIOVÉ NANOVLÁKNO (TEM, DIFRAKCE)



Obrázek 3.17: Světlé atomární sloupce zlata na tmavém pozadí získané z krajní části zlaté nanočástice vyznačené na obrázku 3.16 oblastí 1. Nanočástice byla před měřením nakloněna do ideální polohy, aby bylo možné rozlišit jednotlivé atomární sloupce. V obrázku jsou vyznačeny roviny, které byly použity pro určení této krystalové struktury.

Tabulka 3.9: Shrnutí výsledků úhlů mezi atomárními rovinami druhého germaniového nanovlákná.

Roviny v obrázku	Odpovídající index rovin	Změřený úhel [°]	Teoretický úhel [°]	Odchylka [%]
1-2	{100} - {111}	54	54,7	1,3
2-3	{111} - {111}	68	70,6	3,8
3-1	{111} - {100}	58	54,7	5,7

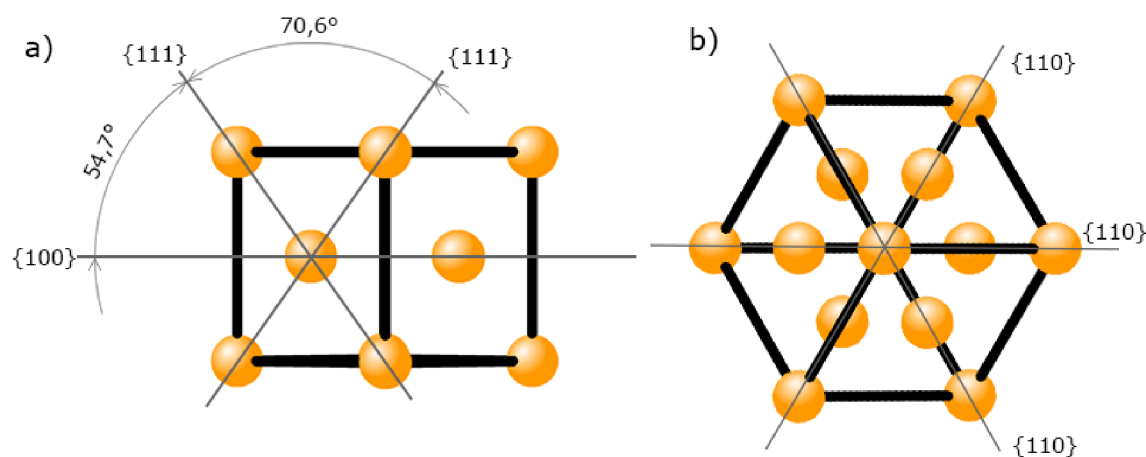
Změřené vzájemné úhly mezi rovinami naznačují pohled na teoretickou strukturu, která je na obrázku 3.18a. Dosadíme-li teoretické hodnoty do tabulky 3.9 a porovnáme se změřenými hodnotami, dostaneme odchylku přibližně 1–6 %. Změřené hodnoty se tedy poměrně dobře shodují s teoretickými hodnotami, ale ne úplně přesně. V případě třetího změřeného úhlu je odchylka od teoretické hodnoty skoro 3°, která ale vzhledem ke kvalitě obrázku nemůže být způsobena nejistotou způsobenou odečtem hodnot. Protože první a třetí změřený úhel by měl být stejný, ale není, neměla by tato chyba být způsobena kalibrací měřítka mikroskopu v tomto módu. V následující tabulce pak lze vidět změřené vzdálenosti mezi atomárními sloupci v jednotlivých rovinách, spolu s teoretickými hodnotami struktury z obrázku 3.18a.

3. GERMANIOVÁ NANOVLÁKNA

Tabulka 3.10: Shrnutí výsledků vzdáleností mezi atomy druhého germaniového nanovlákná.

Rovina v obrázku	Odpovídající index	Změřená vzdálenost [pm]	Teoretická vzdálenost [pm]	Odchylka [%]
1	{100}	315	289	9,3
2	{111}	290	250	13,8
3	{111}	275	250	9,1

Zde lze pozorovat opět odchylku mezi změřenými hodnotami a teoretickými hodnotami o velikosti kolem 10%. Druhá a třetí změřená hodnota by měla být alespoň stejná, ale tomu tak není.



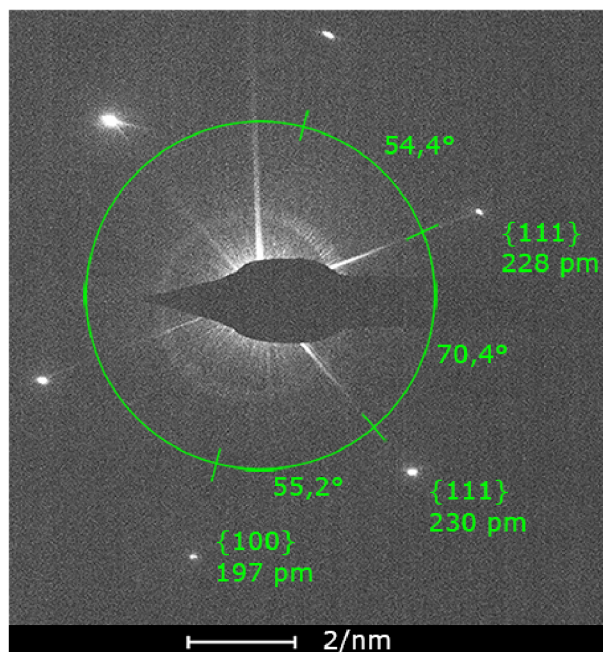
Obrázek 3.18: Teoretické pohledy na krystalovou strukturu mřížky fcc. Případ a) nastává při pohledu ve směru $\langle 110 \rangle$. Při tomto pohledu jsou vzdálenosti mezi atomy v rovině {100} rovny 28 pm, v rovině {111} jsou pak atomy od sebe vzdáleny 250 pm. Případ b) je pak pohled ve směru $\langle 111 \rangle$. Při tomto pohledu jsou vzdálenosti atomů v jednotlivých rovinách rovny hodnotě 144 pm.

V tomto bodě přichází na řadu zpochybnění předpovězené teoretické struktury na obrázku 3.18a. Z mřížky fcc se změřené struktury podobá ještě pohled na teoretickou strukturu na obrázku 3.18b. Zde jsou atomy v jednotlivých vyznačených rovinách od sebe vzdáleny 144 pm ve všech třech případech. Změřeným hodnotám jsou tedy ještě více vzdáleny než v prvním uvažovaném případě a navíc jsou všechny tři teoretické hodnoty stejné, což se o změřených hodnotách říci nedá. Pohledem na teoretické úhly o velikosti 60° mezi všemi vyznačenými rovinami lze vidět, že pro tento případ se změřené úhly opět liší více než v prvním případě. Z těchto dvou předpovězených struktur (obr. 3.18) se tedy jeví jako pravděpodobnější první případ. Bohužel ať se podíváme na mřížku fcc jakkoliv jinak, nikdy nedostaneme lepší shodu pro změřenou strukturu z obrázku 3.17 než v prvním uvažovaném případě.

Další možností jak určit krystalografickou orientaci pozorované struktury je provedení difrakce rovnoběžného svazku elektronů v místě zájmu. Provádět lokální difrakci má výhodu v tom, že výsledný difrakční obrazec se skládá pouze z difraktovaných svazků z daného místa a interpretace difrakčního obrazce je pak jednodušší. Pro výběr lokálního místa a omezení ostatních difraktovaných svazků se provádí selekční clonou. Ta byla použita i

3.5. TŘETÍ GERMANIOVÉ NANOVLÁKNO (TEM, DIFRAKCE)

v tomto případě a difrakce byla provedena pouze z nejkrajnější zlaté části podobné na obrázku 3.17. Výsledný difrakční obrazec je vidět na obrázku 3.19.



Obrázek 3.19: Difrakční obrazec získaný difrakcí rovnoběžného svazku elektronů na krajní části zlata vyznačené na obrázku 3.16 oblastí 1. Zlatá nanočástice byla před měřením nakloněna do ideální polohy pro difrakci. V obrázku jsou k jednotlivým difrakčním bodům přiřazeny jejich vzdálenosti v reálném (přímém) prostoru. Podle těchto hodnot jsou pak určeny indexy příslušejících krystalových rovin. Zobrazeny jsou i úhly mezi jednotlivými body, které odpovídají úhlům mezi příslušejícími rovinami.

Z difrakčního obrazce jsou patrné difrakční body, které podstoupily difrakci na zlaté nanočástici. Odměření vzdálenosti dvou protějších bodů, dělením této hodnoty faktorem 2 a převrácením výsledné hodnoty ($1/x$ kde x je výsledná hodnota) dostaneme vzdálenost mezi krystalovými rovinami v reálném (přímém) prostoru. Tyto hodnoty jsou vepsány do difrakčního obrazce ke každému bodu a z porovnání s teoretickými hodnotami jsou přiřazeny i roviny odpovídající těmto vzdálenostem. Znázorněny jsou i změřené úhly mezi danými body odpovídající úhlům mezi přiřazenými rovinami. Vzdálenosti mezi rovinami změřené z difrakčního obrazce a teoretické hodnoty pro strukturu na obrázku 3.18a jsou uvedeny v tabulce 3.11.

Tabulka 3.11: Shrnutí výsledků vzdáleností mezi rovinami třetího germaniového nanovlákná.

Rovina v obrázku	Odpovídající index	Změřená vzdálenost [pm]	Teoretická vzdálenost [pm]	Odchylka [%]
1	{100}	197	204	3,6
2	{111}	230	236	2,6
3	{111}	228	236	3,5

3. GERMANIOVÁ NANOVLÁKNA

Výsledné hodnoty mezirovinných vzdáleností jsou velmi blízké teoretickým hodnotám. Změřené hodnoty jsou sice všechny o něco menší než teoretické hodnoty, to ale v tomto případě může být způsobeno nepřesnou kalibrací měřítka před odečtem samotných hodnot. Rozdíl změřených hodnot v rovinách $\{111\}$, které by měly být stejné, se dá považovat za chybu způsobenou jejich nepřesným odečtem. Následující tabulka 3.12 udává úhly mezi rovinami které byly změřeny z difrakčního obrazce, společně s teoretickými hodnotami struktury na obrázku 3.18a.

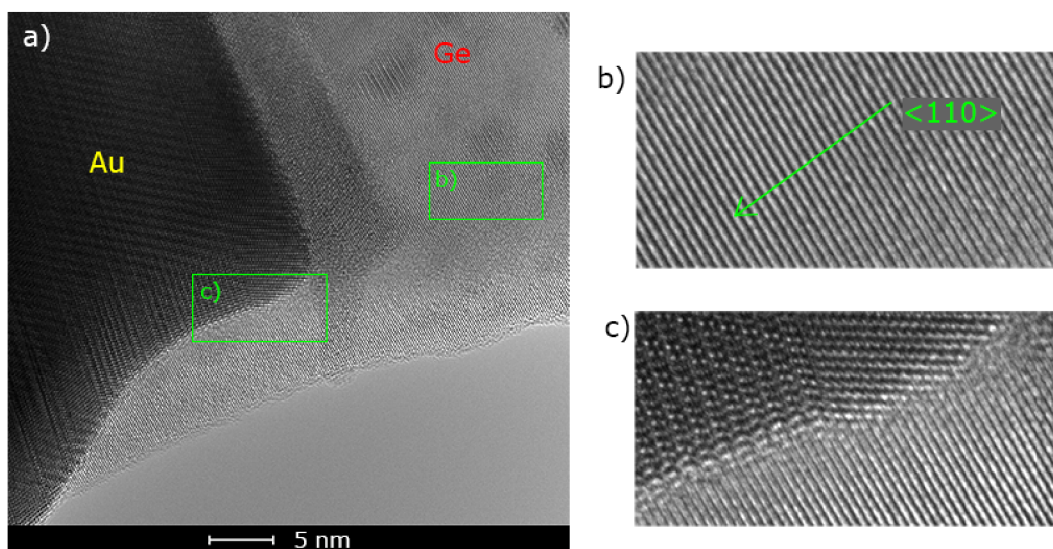
Tabulka 3.12: Shrnutí výsledků úhlů mezi rovinami třetího germaniového nanovlákná.

Roviny v obrázku	Odpovídající index rovin	Změřený úhel [°]	Teoretický úhel [°]	Odchylka [%]
1-2	$\{100\}$ - $\{111\}$	55,2	54,7	0,9
2-3	$\{111\}$ - $\{111\}$	70,4	70,6	0,3
3-1	$\{111\}$ - $\{100\}$	54,4	54,7	0,6

Porovnáním změřených hodnot úhlů mezi rovinami s teoretickými hodnotami z obrázku lze vidět prakticky dokonalou shodu mezi těmito úhly. Odchylky lze opět považovat za nejistotu způsobenou odečtem hodnot.

Z předchozích závěrů vzešlých z měření difrakce lze s velkou jistotou potvrdit, že zlatá nanočástice v obrázku 3.17 odpovídá struktuře zobrazené na obrázku 3.18a.

Další měření probíhalo na rozhraní zlaté nanočástice, germaniové části nanovlákná a pozadí. Tato oblast je vyznačena na obrázku 3.16 oblastí 2. Výsledný snímek z této oblasti lze vidět na obrázku 3.20. Při tomto zobrazování už nanovlákná nebylo nijak dodatečně nakláněno. Při měření se zachovala výchozí pozice nalezená při předešlých měřeních.

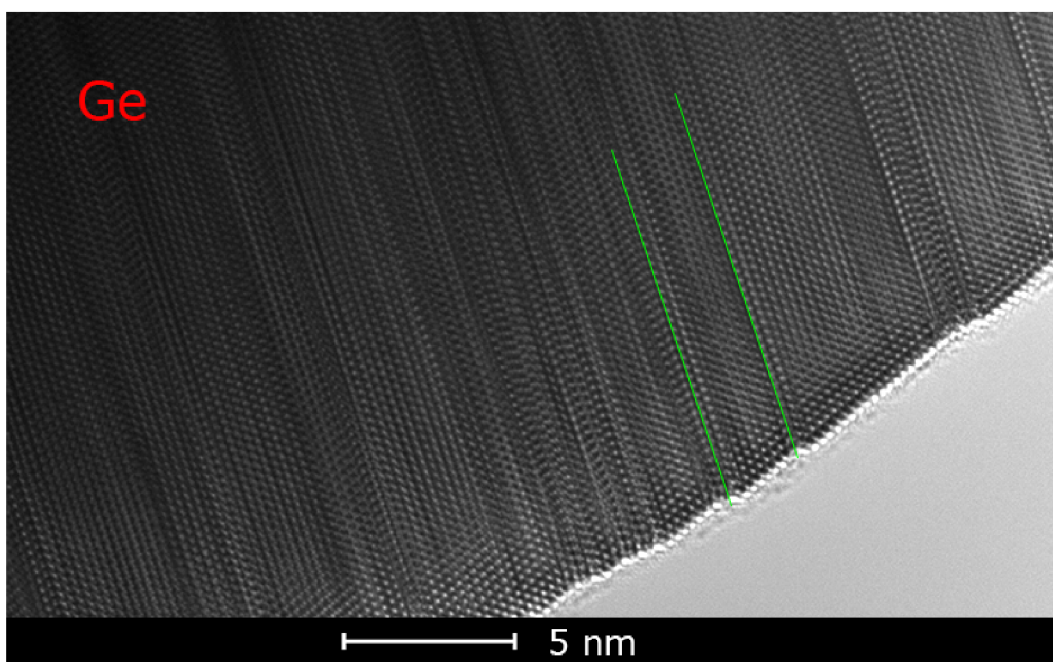


Obrázek 3.20: a) Rozhraní zlaté nanočástice, germaniového nanovlákná a pozadí získané z oblasti 2 vyznačené na obrázku 3.16. b) a c) jsou výřezy vyznačené na obrázku a). Zelená šipka ukazuje směr růstu nanovlákná.

Na obrázku 3.20a je vidět zmíněné rozhraní. Ve výřezu z oblasti b) jsou viditelné krystalové roviny. Změřením jejich vzdáleností dostaneme hodnotu 201 pm. Ta skoro přesně

3.5. TŘETÍ GERMANIOVÉ NANOVLÁKNO (TEM, DIFRAKCE)

odpovídá teoretické hodnotě 200 pm pro vzdálenosti mezi rovinami $\{110\}$. Úhel mezi normálou měřených rovin a směrem růstu nanovlákn je 6° . Předpokládaná hodnota je přitom 0° . Tato odchylka pravděpodobně vznikla z porovnávání dvou směrů z různých obrázků. Směr růstu nanovlákn byl určen z obrázku 3.16, zatímco směr růstu krystalových rovin byl určen z obrázku 3.20. Pokud došlo ke změně polohy nanovlákn mezi měřeními, mohlo dojít k jeho jiné orientaci na zmíněných obrázcích, což by vedlo i ke změně vypočítané hodnoty úhlu mezi normálou rovin $\{110\}$ a směrem růstu nanovlákn. Kromě toho mohly být krystalové roviny v této oblasti ovlivněny rozhraním zlato/germanium/vakuum. Rozhraní zlato/germanium je vidět na obrázku 3.20c. Kromě toho úhel 6° neodpovídá žádnému úhlu mezi základními rovinami $\{100\}$, $\{110\}$ ani $\{111\}$. Vzhledem k přesné shodě teoretické a změřené vzdálenosti mezi rovinami $\{110\}$ a zřejmé shodě této roviny s orientací růstu nanovlákn lze určit směr růstu nanovlákn jako směr $\langle 110 \rangle$.



Obrázek 3.21: Dvojčatění vzniklé v krystalové struktuře zlaté nanočástice. Zelenými úsečkami jsou znázorněny dvě z mnoha rovin dvojčatění viditelných v tomto obrázku.

Protože v průběhu měření byly na zlaté nanočástici vidět krystalové poruchy, byl na závěr vytvořen ještě snímek těchto poruch (obr. 3.21). Při detailnějším pohledu jsou na obrázku vidět roviny, které oddělují oblasti s mírně odlišnou krystalografickou orientací. Tomuto krystalografickému defektu se říká dvojčatění a roviny oddělující tyto oblasti se nazývají jako roviny dvojčatění. I přesto, že určení jejich přesné polohy není z tohoto obrázku příliš zřejmé, jsou pro představu dvě z nich znázorněny zelenými úsečkami přímo v obrázku.

3. GERMANIOVÁ NANOVLÁKNA

Závěr

Tato práce se zabývá popisem transmisního elektronového mikroskopu s důrazem na kvalitu zobrazování, především popisem jeho důležitých prvků a dvou základních zobrazovacích módů a následnou analýzou a vyhodnocováním krystalové struktury polovodičových nanovláken s důrazem na určení jejich krystalografického směru růstu.

Popis transmisního elektronového mikroskopu odpovídá především popisu mikroskopu FEI Titan Themis, byl ale brán zřetel i na obecnější popis který by se dal vztáhnout i na podobné typy mikroskopů. V teoretické části je v kapitole 2.1 nejprve vysvětlen rozdíl mezi zobrazovacím módem TEM a zobrazovacím módem STEM a vysvětlen rozdíl ve způsobu vzniku obrazu. Následuje kapitola 2.2 s podrobným popisem konstrukce transmisního elektronového mikroskopu se důrazem kladeným na výslednou kvalitu zobrazování. Jsou popsány základní typy elektronových trysek a vysvětleno, proč jsou pro zobrazení ve vysokém rozlišení vhodnější autoemisní elektronové trysky FEG. Podrobně je popsán tříkondenzorový osvětlovací systém, jež přímo ovlivňuje výslednou kvalitu dopadajícího svazku elektronů na pozorovaný preparát. Jsou vysvětleny jeho výhody oproti dvoukondenzorovému osvětlovacímu systému a popsány funkce jednotlivých kondenzorů a jejich kombinací v obou základních módech zobrazování TEM a STEM. Vysvětlena je i funkce minikondenzoru, který i přes svůj název má velmi důležitou úlohu především při zobrazování v módu TEM. Následně jsou popsány nejpožívanější detektory, jejich využití v jednotlivých módech a také použití v daných aplikacích. V kapitole 2.3 jsou nejprve popsány základy interakce elektronů s pevnou látkou a vysvětleny hlavní optické vady. Informace z těchto kapitol jsou pak použity k popisu vzniku rozptylového, difrakčního a fázového kontrastu v módu TEM, kde je taktéž popsána přenosová funkce kontrastu CTF. Následně je popsán i vznik kontrastu v módu STEM.

Praktická část je cílena na určení krystalografického směru germaniových nanovláken. Nejprve je diskutována diamantová krystalová struktura a její možné projekce do 2D obrazu. Jsou vypočítány mezirovinné vzdálenosti pro roviny $\{100\}$, $\{110\}$ a $\{111\}$ v této projekci a jejich možné vzájemné úhly. Určení krystalografického směru růstu probíhalo jak ze znalosti pouze jedné mezirovinné vzdálenosti a úhlu mezi danou rovinou a směrem růstu nanovláčka, tak i z projekce atomárních sloupců a znalosti všech mezirovinných a meziatomárních vzdáleností a úhlů v dané 2D projekci. Určení krystalografického směru růstu je provedeno nejen v zobrazovacím módu TEM, ale i v zobrazovacím módu STEM. V případě zobrazovacího módu STEM nedávaly výsledné hodnoty velkou shodu s teoretickými předpoklady. To mohlo být způsobeno například špatnou kalibrací zobrazovacího módu STEM. Tento mód bude proto v budoucnu ověřen a případně zkalibrován. Ověření výsledků nanovláčka zobrazeného v módu TEM je navíc provedeno referenční metodou — difrakcí. Z té jsou určeny hodnoty mezirovinných vzdáleností a jejich vzájemných úhlů, které potvrzují teoretické předpoklady. Při měření posledního nanovláčka byla vidět velice častá krystalografická porucha - dvojčatění.

ZÁVĚR

Vzhledem k tomu, že na Vysokém učení technickém v Brně je FEI Titan Themis prvním dostupným transmisním elektronovým mikroskopem, může teoretická část diplomové práce posloužit budoucím uživatelům transmisního elektronového mikroskopu jako základ, který je nutné mít na vědomí při práci s tímto mikroskopem. Praktická část pak poslouží především pro budoucí analýzu nanovláken, ve které budou kladeny požadavky i na lokalizaci a určení krystalových poruch struktury nanovláken.

Literatura

- [1] Williams, D. B. a Carter C. B. *Transmission electron microscopy: a textbook for materials science*. Druhé vydání. New York: Springer, 2008. 779 s. ISBN 978-0-387-76500-6.
- [2] Schmidt, V., Wittemann V. a Gösele U. Growth, Thermodynamics, and Electrical Properties of Silicon Nanowires. *Chemical Reviews*. 2010, vol. 110, no. 1, s. 361–388. ISSN 0009-2665. Dostupné z: doi:10.1021/cr900141g.
- [3] Adhikari, H., Marshall A., Chidsey C. a McIntyre P. Germanium Nanowire Epitaxy: Shape and Orientation Control. *Nano Letters*. 2006, vol. 6, no. 2, s. 318–323. ISSN 1530-6984. Dostupné z: doi:10.1021/nl052231f.
- [4] Davidson, F., Lee D., Fanfair D. a Korgel B. Lamellar Twinning in Semiconductor Nanowires. *The Journal of Physical Chemistry C*. 2007, vol. 111, no. 7, s. 2929–2935. ISSN 1932-7447. Dostupné z: doi:10.1021/jp0672205.
- [5] Conesa, S., Zardo, I., Estradé, D., Wei, L., Alet, P., Cabarrocas, P., Morante, J., Peiró, F., Morral, A. a Arbiol, J. Defect Formation in Ga-Catalyzed Silicon Nanowires. *Crystal Growth & Design*. 2010, vol. 10, no. 4, s. 1534–1543. Dostupné z: doi:10.1021/cg900741y.
- [6] Bedřich, S. a Štoll, I. *Elektrína a magnetismus*. Praha: Academia, 2002. ISBN 978-80-200-1004-9.
- [7] Beiser, A. *Úvod do moderní fyziky*. Praha: Academia, 1978.
- [8] Electron microscope (Inventions). [online]. Dostupné z: <http://what-when-how.com/inventions/electron-microscope-inventions/>.
- [9] The Nobel Prize in Physics 1986 - Perspectives. *Nobel Media AB* [online]. 2014. Dostupné z: http://www.nobelprize.org/nobel_prizes/physics/laureates/1986/perspectives.html.
- [10] Watt, I. *The principles and practice of electron microscopy*. 2nd ed. Cambridge ; New York: Cambridge University Press, 1997. 484 s. ISBN 978-0-521-43456-0 978-0-521-43591-8.
- [11] Ruska, E. The Development of the Electron Microscope and of Electron Microscopy (Nobel Lecture). *Angewandte Chemie International Edition in English*. 1987, vol. 26, no. 7, s. 595–605. ISSN 0570-0833. Dostupné z: doi:10.1002/anie.198705953.
- [12] *The Scanning Electron Microscope*. [online]. [Cit. 2016-05-07]. Dostupné z: <http://poster.sciencemag.org/sem/>.

LITERATURA

- [13] Haider, M., Rose, H., Uhlemann, S., Schwan, E., Kabius, B. a Urban, K. A spherical-aberration-corrected 200kV transmission electron microscope. *Ultramicroscopy* [online]. 1998 [cit. 2016-05-18], roč. 75, č. 1, s. 53–60. Dostupné z: <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0304399198000485>.
- [14] Sawada, H., Tanishiro, Y., Ohashi, N., Tomita, T., Hosokawa, F., Kaneyama, T., Kondo, Y. a Takayanagi, K. STEM imaging of 47-pm-separated atomic columns by a spherical aberration-corrected electron microscope with a 300-kV cold field emission gun. *Journal of Electron Microscopy*. 2009, vol. 58, no. 6, s. 357–361. ISSN 0022-0744. Dostupné z: doi:10.1093/jmicro/dfp030.
- [15] Karlík, M. *Úvod do transmisní elektronové mikroskopie*. Praha: České vysoké učení technické v Praze, 2011. ISBN 978-80-01-04729-3.
- [16] Barthel, J., Forschungszentrum Jülich a Forschungszentrum Jülich. *Ultra-precise measurement of optical aberrations for sub-Angström transmission electron microscopy* [online]. 2008. Forschungszentrum Jülich in der Helmholtz-Gemeinschaft, Zentralbibliothek, Verlag. Dostupné z: http://www.iaea.org/inis/collection/NCLCollectionStore/_Public/39/099/39099095.pdf.
- [17] Reimer, Ludwig. *Transmission electron microscopy: physics of image formation and microanalysis*. 3. ed. Berlin: Springer, 1993. 545 s. Springer series in optical sciences. ISBN 3-540-56849-2.
- [18] *FEI Titan Themis manual*.
- [19] *FEI | High-performance Microscopy Workflow Solutions*. [online]. [Cit. 2016-04-20]. Dostupné z: <http://www.fei.com/>.
- [20] *Electron microscopy*. [online]. [Cit. 2016-04-17]. Dostupné z: <http://www.microscopy.ethz.ch/>.
- [21] Egerton, R. F. Electron Energy-Loss Spectroscopy and Nanoanalysis (TEM-EELS). [online]. [Cit. 2016-05-18]. Dostupné z: <http://tem-eels.ca/education/2012-ASU-review.pdf>.
- [22] Kittel, Ch. *Introduction to solid state physics*. 8th ed. Hoboken, NJ: Wiley, 2005. 680 s. ISBN 978-0-471-41526-8.
- [23] Iakoubovskii, K., Mitsuishi, K., Nakayama, Y. a Furuya, K. Mean free path of inelastic electron scattering in elemental solids and oxides using transmission electron microscopy: Atomic number dependent oscillatory behavior. *Physical Review B*. 2008, roč. 77, č. 10, s. 104102. Dostupné z: doi:10.1103/PhysRevB.77.104102.
- [24] Wen, J.-G., Miller, D., Zaluzec, N., Hiller, J. a Cook, R. Contribution of Cc-Correction to High-Resolution TEM at All Electron Energy Loss Regimes. *Microscopy and Microanalysis* [online]. 2013 [cit. 2016-05-19], roč. 19, s. 594–595. Dostupné z: http://journals.cambridge.org/abstract_S1431927613004960.
- [25] *Home of the ctExplorer*. [online]. [Cit. 2016-05-18]. Dostupné z: <http://www.maxsidorov.com/ctexplorer/>.
- [26] Lencová, B., Vysoké učení technické v Brně a Fakulta strojního inženýrství. *Optika nabitých částic - okno do nanosvěta*. Brno: VUTIUM, 2005. ISBN 978-80-214-3007-5.
- [27] Soubusta, J. *Fyzika pevných látek SLO/PL*. Olomouc: Univerzita Palackého v Olomouci, 2012. ISBN 978-80-244-3095-9.

- [28] *Flash: 3D Crystal Viewer*. [online]. [Cit. 2016-05-08]. Dostupné z: <http://www.dawgSDK.org/crystal/en/library/diamond>.