



# VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V BRNĚ

BRNO UNIVERSITY OF TECHNOLOGY

## FAKULTA ELEKTROTECHNIKY A KOMUNIKAČNÍCH TECHNOLOGIÍ

FACULTY OF ELECTRICAL ENGINEERING AND COMMUNICATION

## ÚSTAV ELEKTROTECHNOLOGIE

DEPARTMENT OF ELECTRICAL AND ELECTRONIC TECHNOLOGY

## VLIV PRACOVNÍCH PODMÍNEK V ENVIRONMENTÁLNÍM SEM NA VÝSLEDKY EDS

INFLUENCE OF WORKING CONDITIONS ON RESULTS OF EDS ANALYSIS IN  
ENVIRONMENTAL SEM

## BAKALÁŘSKÁ PRÁCE

BACHELOR'S THESIS

### AUTOR PRÁCE

AUTHOR

Oleksii Kaplenko

### VEDOUCÍ PRÁCE

SUPERVISOR

Ing. Pavel Čudek

BRNO 2016



# Bakalářská práce

bakalářský studijní obor **Mikroelektronika a technologie**

Ústav elektrotechnologie

**Student:** Oleksii Kaplenko

**ID:** 164742

**Ročník:** 3

**Akademický rok:** 2015/16

**NÁZEV TÉMATU:**

## Vliv pracovních podmínek v environmentálním SEM na výsledky EDS

### POKYNY PRO VYPRACOVÁNÍ:

Nastudujte princip funkce environmentálního rastrovacího elektronového mikroskopu a problematiku detekce charakteristického rentgenového záření. Seznamte se s obsluhou rastrovacího elektronového mikroskopu VEGA 3 XMU a energiově disperzním spektroskopem XFlash 6|10. Provedte kontrolní energiově disperzní rentgenovou mikroanalýzu vhodného vzorku a vyhodnoťte naměřené výsledky. Dále realizujte měření stejného vzorku při různých pracovních podmínkách v komoře vzorku mikroskopu. Ze získaných dat stanovte vliv tlaku vodních par a dusíku v komoře vzorku mikroskopu na výsledky EDS. Vyhodnoťte, jakým způsobem ovlivňuje velikost urychlovacího napětí výsledky EDS. Porovnejte naměřená data. Výsledky prezentujte a proveďte diskusi.

### DOPORUČENÁ LITERATURA:

Podle pokynů vedoucího práce.

**Termín zadání:** 8.2.2016

**Termín odevzdání:** 2.6.2016

**Vedoucí práce:** Ing. Pavel Čudek

**Konzultant bakalářské práce:**

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

### UPOZORNĚNÍ:

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

## **ABSTRAKT**

Bakalářská práce obsahuje princip funkce environmentálního rastrovacího elektronového mikroskopu (ESEM), problematiku detekce charakteristického rentgenového záření metodou energiově disperzní spektroskopie. Popisuje detekci rentgenového záření pomocí silicon drifted detektoru a také princip kvalitativní a kvantitativní rentgenové mikroanalýzy. Cílem této práce je studium vlivu pracovních podmínek v rastrovacím elektronovém mikroskopu VEGA3 XMU vybaveného Xflash 6 | 10 spektroskopem na výsledky rentgenové mikroanalýzy a jejich vyhodnocení.

## **KLÍČOVÁ SLOVA**

Rastrovací elektronový mikroskop, environmentální rastrovací elektronový mikroskop, charakteristické rentgenové záření, silicon drifted detektor, energiově disperzní spektroskopie, prvková analýza.

## **ABSTRACT**

The bachelor thesis contains an operating principle of the environmental scanning electron microscope (ESEM), issue of detection of characteristic X-Ray by using an energy dispersive spectroscopy method. The work describes detection of X-rays through silicon drifted detector, and also the principle of qualitative and quantitative X-ray microanalysis. The aim of this work is to study the influence of working conditions in the scanning electron microscope VEGA3 XMU equipped with Xflash 6 | 10 spectroscope on the results of X-ray microanalysis and their evaluations.

## **KEYWORDS**

Scanning electron microscope, environmental scanning electron microscope, characteristic X-Ray, silicon drifted detector, energy dispersive spectroscopy, element analysis.

KAPLENKO, O. *Vliv pracovních podmínek v environmentálním SEM na výsledky EDS*. Brno: Vysoké učení technické v Brně, Fakulta elektrotechniky a komunikačních technologií, 2016. 59 s. Vedoucí bakalářské práce Ing. Pavel Čudek.

## PROHLÁŠENÍ

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

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

V Brně dne .....

.....

(podpis autora)

## **PODĚKOVÁNÍ**

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

V Brně dne .....

.....

(podpis autora)

# OBSAH

<b>Úvod</b>	<b>1</b>
<b>1 Rastrovací elektronový mikroskop</b>	<b>2</b>
<b>2 Environmentální rastrovací elektronový mikroskop</b>	<b>4</b>
<b>3 Interakce primárních elektronů s pevnou látkou</b>	<b>6</b>
3.1 Zpětně odražené elektrony .....	8
3.2 Sekundární elektrony .....	8
3.3 Spojité rentgenové záření .....	8
3.4 Charakteristické rentgenové záření .....	9
3.5 Augerové elektrony .....	11
3.6 Katodoluminiscence .....	11
<b>4 Rentgenová spektrální mikroanalýza</b>	<b>12</b>
4.1 Silicon drifted detektor .....	12
4.2 Kvalitativní analýza .....	14
4.3 Kvantitativní analýza .....	15
4.3.1 ZAF faktory .....	16
4.3.2 Bezstandardová kvantitativní analýza .....	16
4.4 Rentgenová spektrální mikroanalýza za přítomnosti plynu .....	17
<b>5 Praktická část</b>	<b>20</b>
5.1 Laboratorní podmínky .....	20
5.2 Prvková analýza za optimálních podmínek .....	21
5.3 Vliv urychlovacího napětí na výsledky energiově disperzní spektroskopie ve vakuu	23
5.4 Vliv přítomnosti dusíkové atmosféry v komoře vzorku na výsledky energiově disperzní spektroskopie .....	25
5.5 Vliv přítomnosti vodní páry v komoře vzorku na výsledky energiově disperzní spektroskopie .....	31
<b>6 Závěr</b>	<b>38</b>
<b>Literatura</b>	<b>40</b>

<b>Seznam obrázků</b>	<b>42</b>
<b>Seznam tabulek</b>	<b>45</b>
<b>Seznam zkrátek a symbolů</b>	<b>46</b>
<b>Příloha</b>	<b>48</b>
Výsledky mapovací analýzy za optimálních podmínek .....	48
Tabulky naměřených hodnot .....	49



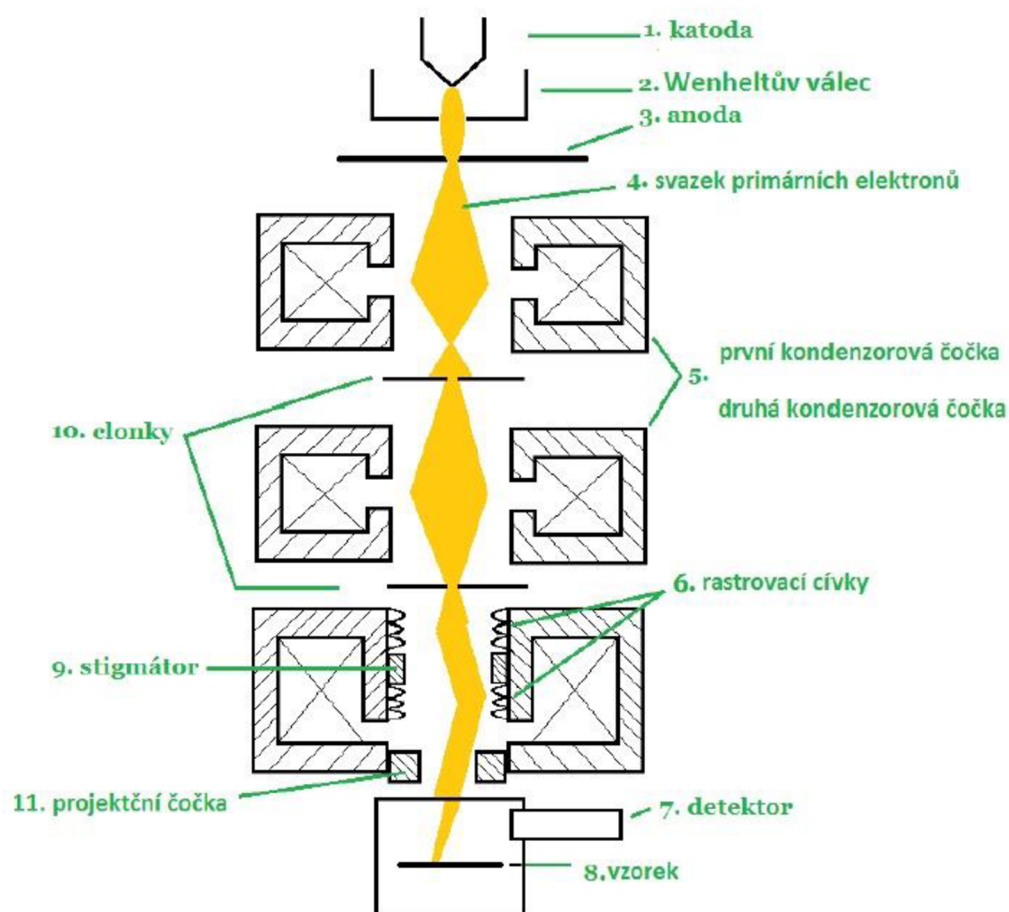
# ÚVOD

Rastrovací elektronový mikroskop (SEM) je univerzální nástroj umožňující pozorování vzorků při velkém zvětšení. Hlavním důvodem širokého využití rastrovacího elektronového mikroskopu je jeho vysoká rozlišovací schopnost. Nejlepší vyráběné přístroje dosahují v současnosti hodnoty 0,8 nm [10]. Výhodou SEM je velká hloubka ostrosti. Velká hloubka ostrosti a jednoduchost interpretace zobrazených předmětů dovolují získat významnou informaci o topografii objektů v rozsahu zvětšení od 10x do 1 000 000x [11].

Využití signálu vznikajících při interakci svazku primárních elektronů (PE) a zkoumaného vzorku poskytuje informace o elementárním složení vzorku z hlediska koncentrace chemických prvků a také jejich rozmístění. Mezi přídatná zařízení SEM patří analyzátory umožňující stanovit lokální chemické složení materiálu na základě analýzy charakteristického RTG záření vystupujícího ze vzorku. Podle způsobu analýzy RTG rozlišujeme energiově disperzní spektroskopii (EDS) a vlnově disperzní spektroskopii (WDS). Protože systém EDS se použije během měření, bude popsán především jeho princip [2].

# 1 RASTROVACÍ ELEKTRONOVÝ MIKROSKOP

Rastrovací elektronový mikroskop, jehož principiální schéma je znázorněno na Obr. 1.1 se využívá hlavně k pozorování a diagnostice vzorků při velkém zvětšení.



Obr. 1.1 Principiální schéma rastrovacího elektronového mikroskopu [1]

SEM se skládá z tubusu a komory vzorku. Tubus elektronového rastrovacího mikroskopu je elektronové optické zařízení, které vytváří a polohuje elektronový svazek. Tubus SEM se skládá z těchto částí: 1. katoda, 2. Wehneltův válec v případě žhavené katody, 3. anoda, 5. kondenzorové čočky, 6. rastrovací cívky, 9. stigmátor, 10. clonky, 11. projekční čočka. Katoda je zdrojem elektronů. Katoda a Wehneltův válec jsou připojeny na záporný elektrický potenciál, ale Wehneltův válec je na kladnějším potenciálu než katoda, anoda a zbytek tubusu jsou uzemněny. Katoda je tvořena wolframovým vláknem žhaveným na teplotu 2800K, při které dochází k termoemisi volných elektronů. Velikost napětí mezi katodou a anodou určuje urychlující napětí elektronů a tím i jejich energii. Proud elektronů z trysky je charakterizovaný emisním proudem. Emisní proud se mění proudem katodou a je nezbytné, aby byl konstantní.

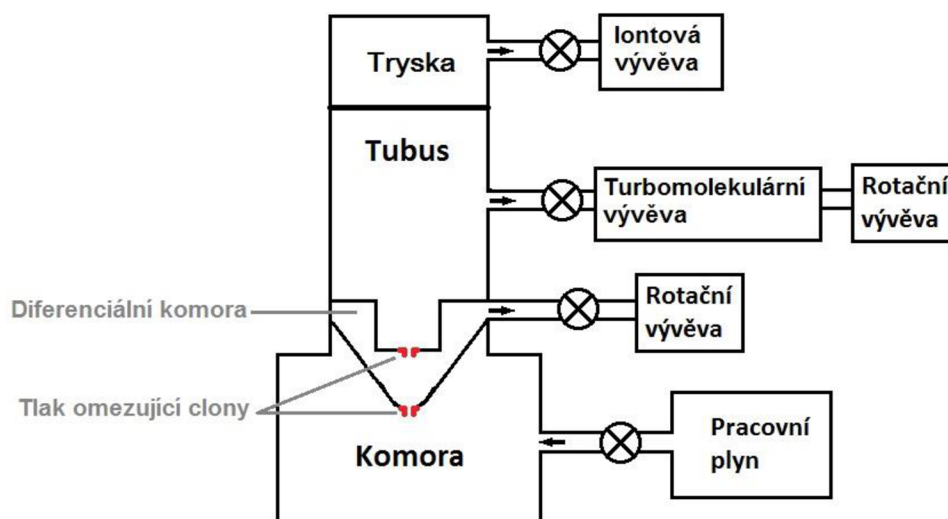
Dvojice kondenzorových čoček slouží k zaostření svazku a nastavení proudu primárních elektronů. Čím větší je buzení kondenzorových čoček, tím kratší je její ohnisková vzdálenost a tím menší je požadovaná velikost stopy svazku PE nebo proud svazku primárních elektronů. První kondenzorová čočka přitom ovlivňuje velikost křížité a druhá kondenzorová čočka navíc ještě velikost aperturního úhlu. Clonky jsou v tubusu z důvodu omezení optických vad [2].

Rastrovací cívkou slouží k rastrování svazku PE po povrchu vzorku. Rastrovací cívkou spolu se stigmátorem tvoří jeden konstrukční blok. Stigmátor slouží ke korekci astigmatické vady. Projekční čočka je poslední magnetickou čočkou tubusu, která formuje výsledný elektronový svazek. V běžných režimech zobrazování určuje buzení projekční čočky tzv. pracovní vzdálenost, což je vzdálenost mezi vzorkem a spodním koncem tubusu [2].

## 2 ENVIRONMENTÁLNÍ RASTROVACÍ ELEKTRONOVÝ MIKROSKOP

Pro správnou funkci SEM je nezbytné udržování vysokého vakua v celém mikroskopu. Kvůli tomu SEM neumožňuje zkoumání nevodivých či biologických vzorků bez speciální úpravy. Rovněž není možné v SEM pozorovat vzorky obsahující kapalnou fázi. Tyto nedostatky řeší environmentální rastrovací elektronový mikroskop (ESEM), který umožňuje pozorování vzorků při tlacích od vakua do 4000 Pa [13] nejčastěji dusíku nebo vodních par v komoře vzorku mikroskopu. ESEM a SEM konstrukčně vycházejí ze stejného základu, rozdíl je pouze v oddělení vakuového prostředí v tubusu mikroskopu od prostředí komory vzorku s vyšším tlakem. Obrovský rozdíl tlaků, mezi komorou vzorku a tubusem mikroskopu, se udržuje diferenciálním čerpáním plynu v komoře diferenciálního čerpání umístěnou mezi tubusem a komorou vzorku mikroskopu [4].

Zjednodušené schéma vakuového systému environmentálního mikroskopu je na Obr. 2.1.



Obr. 2.1 Vakuový systém environmentálního rastrovacího elektronového mikroskopu [2]

Komora trysky v tubuse mikroskopu je část mikroskopu s nejnižším tlakem. Prostor trysky je čerpán iontovou vývěvou. Celý tubus mikroskopu je čerpán turbomolekulární vývěvou. Aby bylo možné udržet požadovaný tlak v komoře vzorku, je třeba použít dvojici tlak omezujících clon. Tyto clony s malými otvory umožňují potlačit proudění plynu mezi jednotlivými prostory mikroskopu s rozdílnými tlaky a společně pomáhají dosáhnout požadovaného spádu tlaků, účinným čerpáním jednotlivých oblastí. Prostor mezi clonami se nazývá komorou diferenciálního čerpání. Tento prostor je odčerpáván rotační vývěvou [4].

Přítomnost tlaku v komoře vzorku má i nevýhody. Podstatnou nevýhodou je, že v důsledku vysokého tlaku plynu v komoře vzorku narůstá počet interakcí svazku PE s molekulami a atomy plynu. Dochází k rozptylu primárních elektronů ve svazku, rozptýlené elektrony dopadají až několik mm daleko od stopy primárního svazku a budí nežádoucí signály, což se projeví zhoršením poměru signálu a šumu v detekovaném

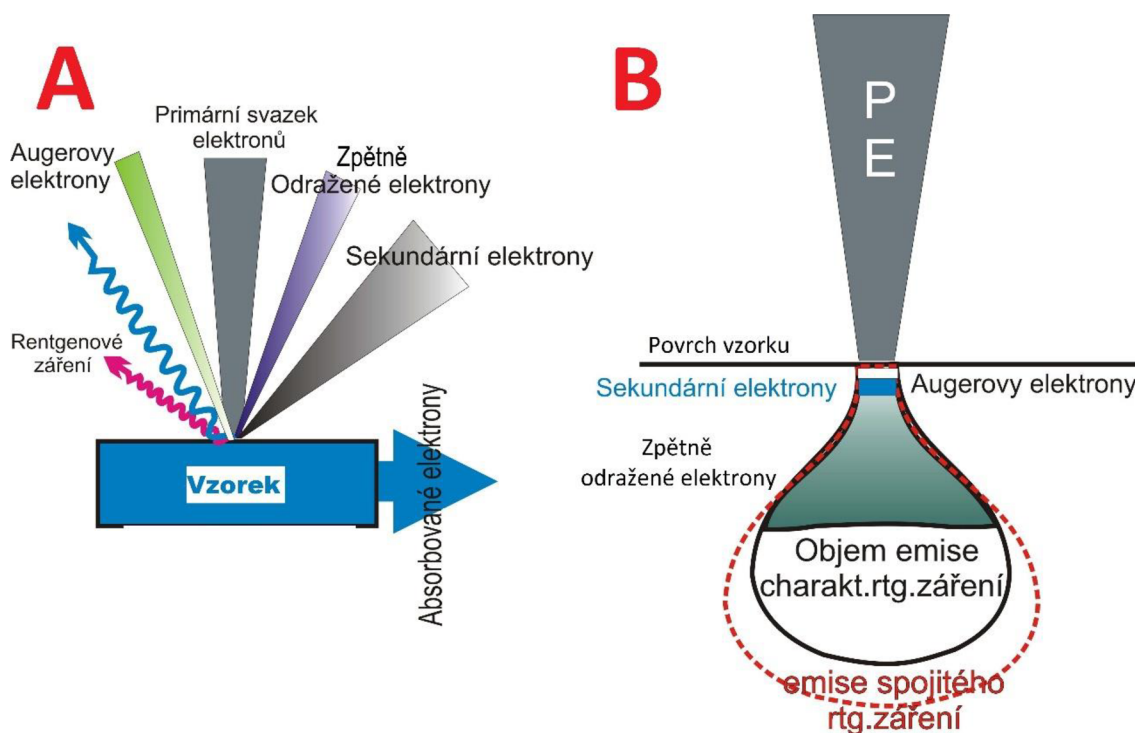
signálu, popř. vzniku charakteristického RTG záření mimo pozorovanou oblast vzorku. Při vyšším tlaku v komoře vzorku se v důsledku ionizačních srážek atomů a molekul plynů s elektrony neprojevuje záporný náboj na izolačních vzorcích, neboť tento náboj je dostatečně kompenzován kladnými srážkovými ionty. Díky kompenzaci elektrického náboje, je umožněno pozorování elektricky nevodivých vzorku a to bez nutnosti pokrytí jejich povrchu elektrický vodivou vrstvou. Je možné pozorovat vzorky obsahující kapalnou fázi a to použitím vyššího tlaku plynů v komoře vzorku [4].

### 3 INTERAKCE PŘÍMÁRNÍCH ELEKTRONŮ S PĚVNOU LÁTKOU

Informace o vzorku získáme ze signálů vznikající při interakci PE s jeho povrchem. Energie primárních elektronů, daná použitým urychlovacím napětím, ovlivňuje tvar oblasti pod povrchem vzorku, ze které se uvolňují jednotlivé signály, tzv. excitační objem viz. Obr. 3.1. Tato oblast se s klesající hodnotou urychlovacího napětí stává menší co do hloubky a větší co do šířky, což znamená, že se snižujícím se urychlovacím napětím klesá rozlišovací schopnost mikroskopu a roste průměr stopy. Na hloubku vniku primárních elektronů do vzorku má kromě urychlovacího napětí vliv i hustota, resp. protonové číslo vzorku. Hloubka vniku elektronů do materiálu je dána vztahem

$$h = \frac{10E^{1.43}}{\rho}, \quad (1)$$

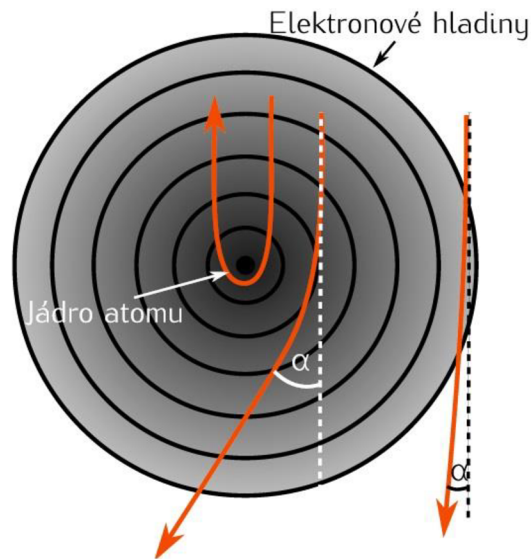
kde  $h$  je hloubka vniku svazku PE v cm,  $E$  je energie urychlených elektronů v keV a  $\rho$  je hustota materiálu vzorku v  $\mu\text{g}/\text{cm}^3$ .



Obr. 3.1 A: signály uvolňující se ze vzorku při interakci PE s povrchem pevné látky.  
B: Schématické zobrazení rozptylu primárního svazku v pevné látce s vyjádřením excitačního objemu pro některé signály

Při interakci urychleného primárního elektronu s prvky vzorku dochází k jeho pružnému a nepružnému rozptylu. Při pružném rozptylu dochází ke změně dráhy elektronu, typicky  $2 - 5^\circ$  maximálně  $180^\circ$  bez významnějších ztrát energie. Při změně

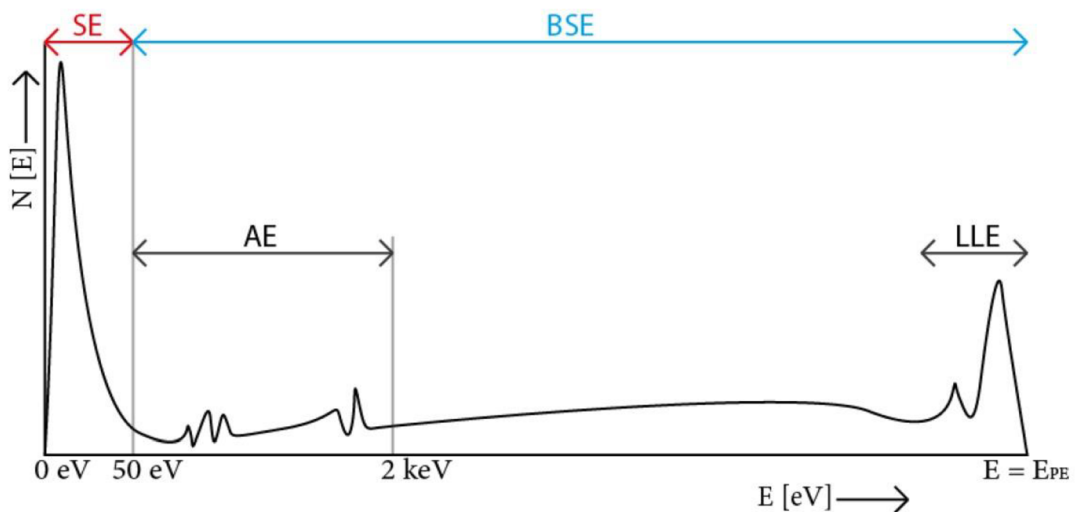
dráhy o více než  $90^\circ$  jsou primární elektrony emitovány ven ze vzorku a nazývají se zpětně odražené elektrony (BSE). K pružnému rozptylu dochází při vzájemném působení mezi urychlenými elektrony a jádrem atomu vzorku, viz. Obr. 3.2.



Obr. 3.2 Ukázka pružně rozptýlených elektronů [3]

Nepružný rozptyl může nastat s elektronovým obalem atomu nebo jeho jádrem. Při nepružném rozptylu primárního elektronu se silně vázanými elektrony v elektronovém obalu atomu dochází k excitaci nebo ionizaci atomu a atom se dostává do vyššího stavu. Při nepružné srážce s jádrem atomu dochází ke ztrátě energie PE, vyzářené ve formě spojitého RTG záření.

Na Obr. 3.3 je znázorněno energetické spektrum elektronů emitovaných při dopadu primárních elektronů na povrch vzorku.



Obr. 3.3 Energetické spektrum signálních elektronů (SE – sekundární elektrony, BSE – zpětně odražené elektrony, AE – Augerové elektrony, LLE – nizkoztrátové zpětně odražené elektrony)

### 3.1 Zpětně odražené elektrony

Primární elektrony, které v rámci pružného a nepružného rozptylu se vzorkem změnily svou dráhu o více než  $90^\circ$  a byly emitovány ven ze vzorku, se nazývají zpětně odražené elektrony. Počet BSE emitovaných ze vzorku vzrůstá s protonovým číslem vzorku a s rostoucí energií primárních elektronů. Lze jej vyjádřit koeficientem emise zpětně odražených elektronů  $\eta$ .

$$\eta_{\text{BSE}} = \frac{I_{\text{BSE}}}{I_{\text{P}}}, \quad (2)$$

kde  $I_{\text{BSE}}$  je proud BSE emitovaných ze vzorku a  $I_{\text{P}}$  proud svazku primárních elektronů [2].

### 3.2 Sekundární elektrony

Sekundární elektrony vznikají v důsledku nepružného rozptylu primárního elektronu s elektronovým obalem atomů vzorku, kdy primární elektron vyrazí elektron z elektronové vrstvy atomu. Energie sekundárních elektronů (SE) je typicky 3 – 5 eV, maximálně 50 eV. S rostoucím úhlem mezi svazkem primárních elektronů a normálou k povrchu vzorku se zvyšuje počet sekundárních elektronů, které mohou být emitovány ze vzorku.

Pro kvantitativní popis SE se používá koeficient emise sekundárních elektronů  $\delta_{\text{SE}}$ .

$$\delta_{\text{SE}} = \frac{I_{\text{SE}}}{I_{\text{P}}}, \quad (3)$$

kde  $I_{\text{SE}}$  je proud sekundárních elektronů emitovaných ze vzorku a  $I_{\text{P}}$  proud primárních elektronů [2].

### 3.3 Spojité rentgenové záření

Spojité RTG záření, bývá též nazýváno jako brzdné záření, vzniká v důsledku nepružné srážky primárního elektronu s jádrem atomu vzorku. Při zpomalení elektrostatickým polem jádrem atomu dochází ke ztrátě energie primárních elektronů. Tato energie je vyzářena ve formě kvanta elektromagnetického záření. Změna energie je závislá pouze na vzdálenosti mezi elektronem a jádrem atomu a její velikost je dána vzorcem

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

kde  $\Delta E$  je rozdíl energií mezi hladinami,  $h$  je Planckova konstanta,  $c$  je rychlost světla (konstanta:  $3 \cdot 10^8 \text{ ms}^{-1}$ ),  $\lambda$  je vlnová délka vyzářeného RTG kvanta.

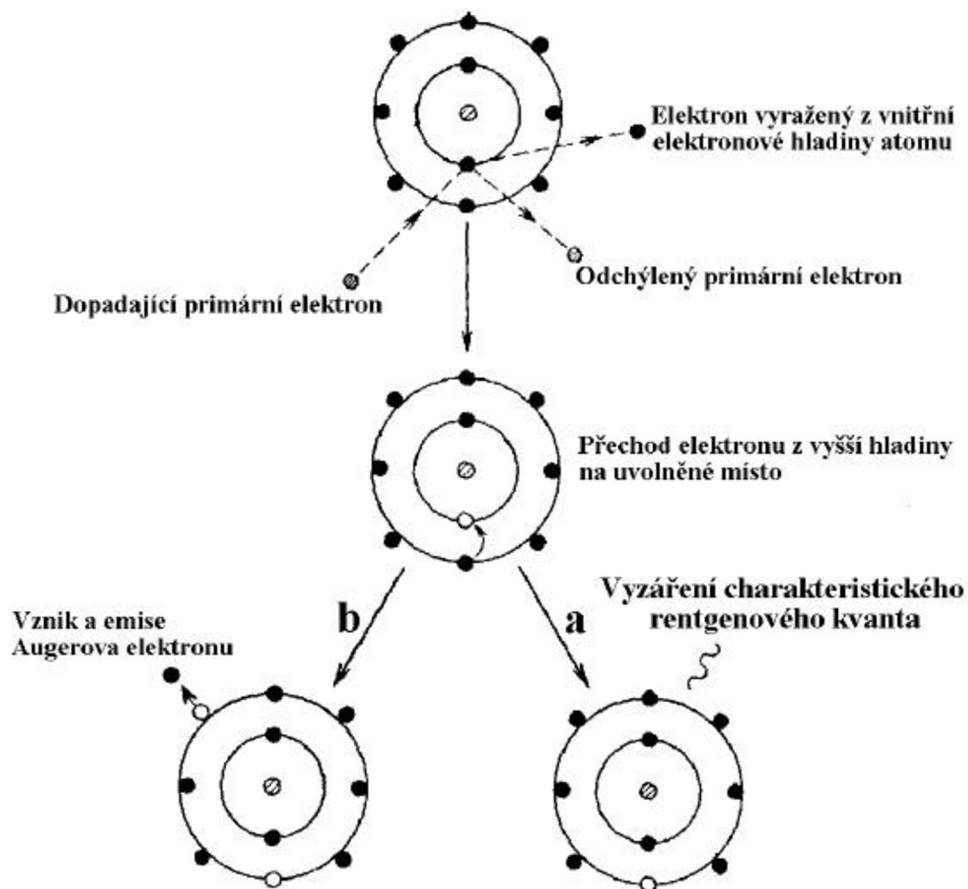
Elektron může ztratit libovolné množství energie. Znamená to, že spojité RTG záření může nabýt jakoukoli hodnotu energie v rozmezí od nuly až do původní energie



zpomalovaného elektronu a formuje spojité spektrum. Spojité rentgenové záření má v metodě RTG mikroanalýzy rušivý vliv, neboť působí jako šum [3].

### 3.4 Charakteristické rentgenové záření

Charakteristické rentgenové záření vzniká přechodem atomu z vyššího do nižšího energetického stavu. Pokud v důsledku nepružné srážky primárního elektronu s atomovým obalem vzorku dojde k vyražení sekundárního elektronu z některé z nižších vrstev, ocitne se atom v nestabilním stavu. Elektron z nějaké z vyšších vrstev přechází na tuto nižší vrstvu a nahradí vyražený elektron. Rozdíl energií je následně vyzářen v podobě kvanta charakteristického RTG, viz. Obr. 3.4 [1], [5].



Obr. 3.4 Vznik charakteristického rentgenového záření [5]

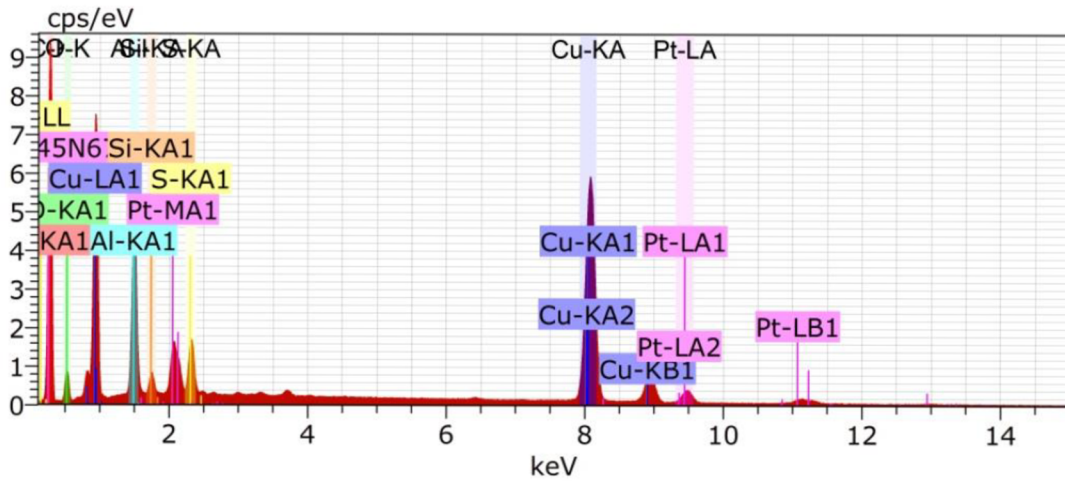
Energie elektronů v hladinách elektronového obalu, stejně jako rozdíl energií těchto hladin, jsou velmi přesně definovány a charakteristické pro každý prvek periodické soustavy od beryllia, proto hovoříme o charakteristickém RTG. Energie charakteristického RTG kvanta  $E$  je rovna:

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

kde  $E_v$  je energie elektronu na vnitřní hladině,  $E_h$  je energie elektronu na vyšší hladině, který přechází na vnitřní hladinu,  $h$  je Planckova konstanta,  $c$  je rychlost světla,  $\lambda$  je vlnová

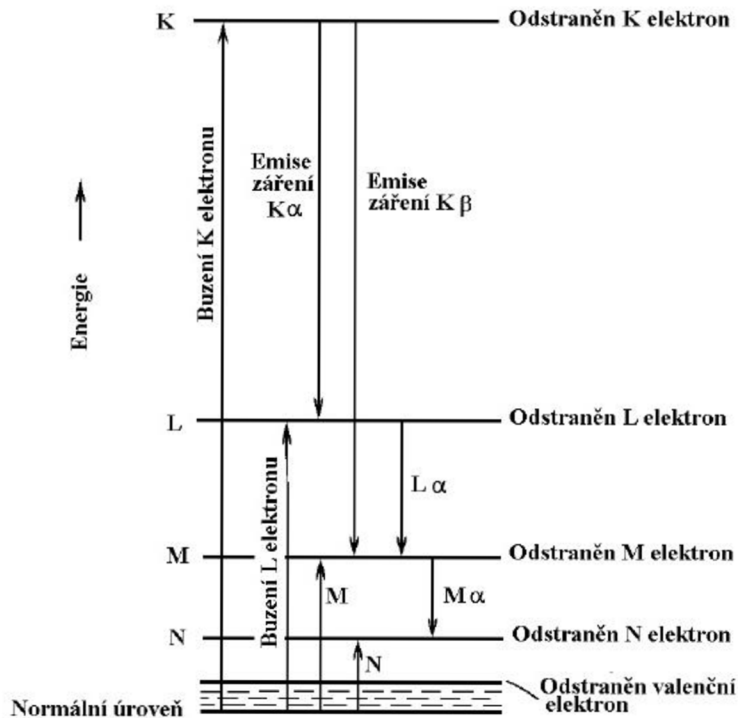
délka vyzářeného RTG kvanta.

Při dopadu elektronů na povrch pevné látky dochází vždy k vybuzení spojitého RTG spektra, na nějž jsou superponovány spektrální čáry charakteristického RTG záření prvků přítomných v elektrony ozařovaném místě pevné látky (Obr. 3.6) [5].



Obr. 3.5 Spektrum rentgenového záření

Na Obr. 3.6 jsou znázorněné energetické poměry při buzení atomu a následném vyzáření charakteristického RTG [5].



Obr. 3.6 Zjednodušené schéma energetických poměrů v atomu při jeho buzení a následné emisi kvant charakteristického RTG [5]

Ne všechny přechody mezi hladinami resp. podhladinami elektronového obalu atomu jsou dovolené a vzniká při nich rentgenové záření. Platí princip, že se zvyšováním rozdílu energií mezi jednotlivými podhladinami klesá pravděpodobnost vzniku charakteristického rentgenového záření a intenzita spektrální čáry.

V praxi se nejvíce využívá charakteristické záření produkované tehdy, když je elektron vyražen z hladiny K a na jeho místo se posune elektron z hladiny L a M. Tím vznikne série charakteristických linií, které označujeme  $K_{\alpha 1}$ ,  $K_{\alpha 2}$  a  $K_{\beta}$ .

$K_{\alpha 1}, K_{\alpha 2}$        $L \rightarrow K$

$K_{\beta 1}, K_{\beta 2}$        $M \rightarrow K$

Protože rozdíl v energiích mezi L a K orbitalem je menší než mezi M a K,  $K_{\alpha}$  má vždy delší vlnovou délku než  $K_{\beta}$ .  $K_{\alpha 1}$  je dvakrát intenzivnější než  $K_{\alpha 2}$  a 3-6 krát silnější než  $K_{\beta 1}$ .  $K_{\beta 2}$  je obvykle tak slabá, že se ignoruje. Se zvyšujícím se atomovým číslem prvků se jejich charakteristické čáry posouvají ke kratším vlnovým délkám [1].

### 3.5 Augerové elektrony

Pokud se atom nachází v excitovaném stavu v důsledku srážky s primárním elektronem, musí dojít k relaxaci tohoto stavu do nižší energetické hladiny. Při přechodu elektronu z vyšší energetické hladiny na nižší se rozdíl energie vyzáří buď formou kvanta charakteristického RTG, nebo je tato energie předána některému z valenčních elektronů a ten je vyzářen jako Augerův elektron. Pravděpodobnost vyzáření charakteristického RTG nebo Augerova elektronu je přibližně 1:1 a je závislá na protonovém čísle atomu pozorovaného vzorku. Kinetická energie těchto elektronů je relativně nízká. Kvůli nízké energii Augerové elektrony mohou opustit povrch vzorku pouze z hloubky několika atomových vrstev. Vzhledem k rychlé kontaminaci vzorku se Augerovy elektrony v ESEM nedetekují [2].

### 3.6 Katodoluminiscence

Proces vzniku katodoluminiscence je podobný jako vznik charakteristického rentgenového záření nebo Augerových elektronů, souvisí s relaxací vybuzeného stavu ve vnějším elektronovém obalu atomu. Uvolňování energie je obecně mnohem menší a vede k uvolnění fotonu energie v ultrafialové až infračervené oblasti elektromagnetického spektra.

Elektrony přestupují z valenčního pásma do vodivostního, v důsledku nepružného rozptylu při interakci se svazkem primárních elektronů. Tento proces následně vytvoří díru ve valenčním pásmu. Pokud pár elektron - díra rekombinuje, přebytek energie se uvolní ve formě fotonu elektromagnetického záření. Energie tohoto záření odpovídá šířce zakázaného pásu  $E_g$  [2].

## 4 RENTGENOVÁ SPEKTRÁLNÍ MIKROANALÝZA

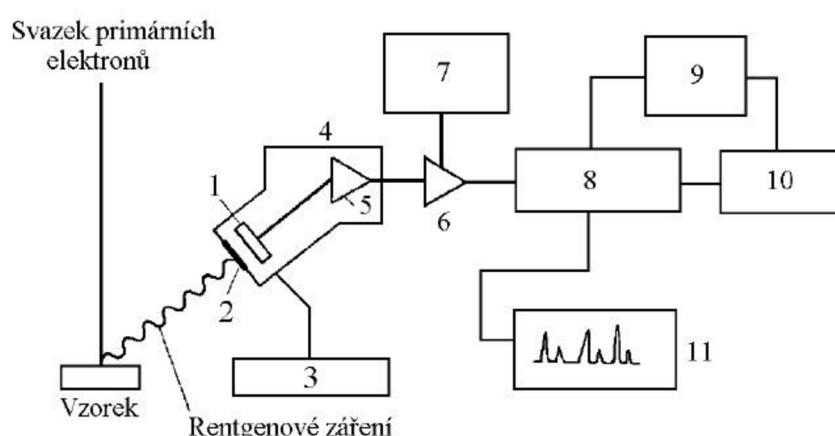
Při interakci PE s povrchem vzorku dochází ke vzniku charakteristického RTG pro všechny prvky s atomovým číslem  $Z \geq 3$  a vyšším. Vodík a helium má jen jednu energetickou hladinu, ke vzniku charakteristického RTG záření nedochází. Z technických důvodů je však možné určit prvky na základě charakteristického RTG od beryllia ( $Z = 4$ ), v případě využití vlnově disperzního spektroskopu, resp. bóru ( $Z = 5$ ) při použití energiově disperzního spektroskopu, s dostatečnou přesností pak od sodíku ( $Z = 11$ ).

RTG záření může být popsáno svou energií nebo vlnovou délkou. To znamená, že může být detekováno a měřeno na základě energie nebo vlnové délky. Z toho plyne existence dvou základních druhů detekčních přístrojů, které na detekci RTG záření používáme. Jsou to vlnově disperzní spektroskopy (WDS) a energiově disperzní spektroskopy (EDS)

Protože při zpracování bakalářské práce byl použit energiově disperzní spektroskop Xflash 6|10 fy. Bruker, bude popsána především metoda energiově disperzní spektroskopie. K detekci rentgenového záření pomocí EDS se používají převážně detektory na bázi polovodiče. Dříve se používaly polovodičové detektory Si popř. Ge dotované  $\text{Li}^+$ , které musely být chlazeny tekutým dusíkem a měly malou rozlišovací schopnost. Dnes se už používají Silicon drifted detectory (SDD) vyznačující se vyšším rozlišením. Mezi další výhody patří možnost chlazení detektoru pomocí Peltierova článku. Kromě polovodičových detektorů pro EDS existují i detektory pracující na jiných fyzikálních principech [1].

### 4.1 Silicon drifted detector

Blokové schéma SDD je na Obr. 4.1.



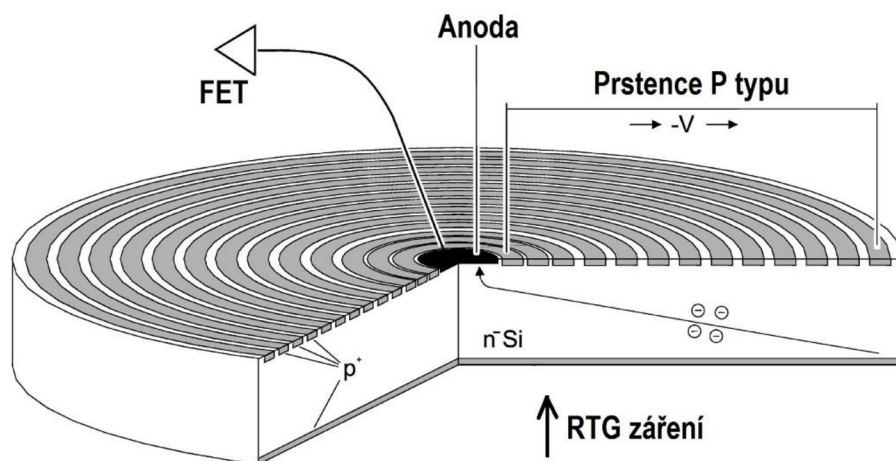
Obr. 4.1 Blokové schéma elektroniky SDD [5]

1-SDD detektor, 2-okno propustné pro RTG záření, 3-napájecí zdroj, 4-kryostat, 5- předzesilovač, 6-zesilovač, 7-obvod odstranění nakupení impulzů, 8-analogově-

digitální převodník a mnohokanálový analyzátor, 9-výstupní zařízení, 10-počítač, 11-monitor.

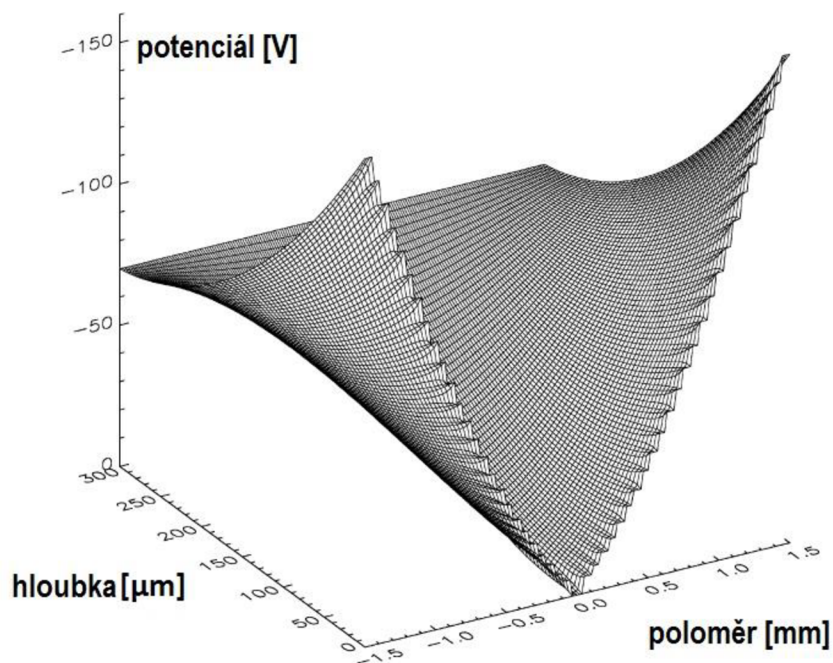
SDD jsou zařízení chlazená Peltierovým článkem. Vytvářejí napěťové pulzy, jejichž energie je shodná s energií dopadajících fotonů. Napěťové pulzy se pak třídí, měří a počítají mnohokanálovým analyzátozem, jehož výstupem je energetické spektrum fotonů, na základě kterého můžeme zjistit, z jakých chemických prvků se vzorek skládá. Počet pulzů při daných charakteristických energiích (intenzita) odpovídá hmotnostnímu podílu jednotlivých prvků. SDD mohou být snadno spojené s většinou elektronových mikroskopů. Omezení pro detekovanou energetickou hladinu je dáno použitým tenkým Beryliovým okénkem, přes které musí RTG záření procházet do detektoru. SDD mohou být umístěny ve velmi malé vzdálenosti od vzorku, což umožňuje zmenšování proudu paprsku a zkracování času analýzy. Tím se zároveň snižuje možnost zničení vzorku a uvolňování prchavějších prvků. Vážnou nevýhodou SDD je jejich poměrně slabá rozlišovací schopnost způsobující překrývání se několika píků.

Principiální schéma SDD je na Obr. 4.2.



Obr. 4.2 Principiální schéma funkce SDD [9]

Samotný detektor RTG jehož principiální schéma je na Obr. 4.2 se skládá z křemíkového polovodiče N typu, ve kterém se nachází soustředné prstence polovodiče P typu. Prstence začínají vedle anody blízko středu detektoru. Na spodní straně detektoru se nachází oblast P typu, kterou je polovodič N typu pokrytý celý. Přiložením závěrného napětí, mezi anodu a oblast P typu na spodní straně detektoru, se v celém objemu polovodiče N typu vytvoří depletiční oblast tj. oblast bez volných nosičů náboje. V objemu detektoru je vytvořeno elektrické pole souběžně s povrchem detektoru. Gradient elektrického pole je vytvořen rozdílovým potenciálem mezi prvním prstencem P typu, umístěným vedle anody, a krajním prstencem. Celý objem detektoru je citlivý na absorbování rentgenového záření a každý vygenerovaný elektron se musí dostat do místa s nejnižší potenciální energií, což je anoda na přední straně detektoru. Obr. 4.3 znázorňuje rozložení potenciálu elektrického pole v objemu detektoru.



Obr. 4.3 Rozložení elektrického potenciálu v objemu SSD [9]

Pole je zobrazeno v řezu anodou kolmo na povrch. V pozadí grafu je vidět potenciál vstupního okna detektoru tvořeného P typem na spodní straně detektoru. V popředí grafu je znázorněn gradient pole, který roste směrem k okraji detektoru s narůstajícím počtem prstenců P typu na přední straně detektoru [9].

Když foton RTG záření vstupuje do detektoru, dochází ke vzniku páru elektron díra. Elektrony jsou přitahovány k anodě a díry k P oblastem. Náboj přítomný na anodě je připojen ke hradlu FET tranzistoru. FET tranzistor je fyzicky umístěn ve středu detektoru, kde dochází k počáteční fázi pulzního zesílení. Amplituda pulsu odpovídá energii dopadajícího RTG kvanta. Hlavní výhodou tohoto typu detektoru, ve srovnání s konvenčním křemíkovým detektorem, je malá hodnota kapacity anody, což má následek kratší dobu náběhu výstupního signálu a větší amplitudu impulsů. To znamená, že je možné zpracovávat mnohem větší množství kvant RTG. Další výhodou SDD je jeho schopnost pracovat spolehlivě již při relativně vysokých teplotách na rozdíl od jiných detektorů, pracujících při teplotách blízkých teplotě zkapalněného dusíku. Hlavním omezením SDD (jakož i jiných detektorů pro EDS) je omezená citlivost pro prvky s atomovým číslem menším než sodík ( $Z = 11$ ) [1].

## 4.2 Kvalitativní analýza

Kvalitativní analýza slouží k identifikaci jednotlivých chemických prvků, nacházejících se ve zkoumaném vzorku, na základě získaného rentgenového spektra. Doprovázená je jednoduchou klasifikací zjištěných chemických prvků na majoritní, minoritní a stopové. Identifikace majoritních prvků lze uskutečnit s vysokou jistotou, ale pokud jde o minoritní nebo stopové prvky, mohou se objevit chyby v přiřazení jednotlivých spektrálních čar. Přesná rentgenová kvalitativní analýza záleží na několika základních informacích. První důležitou informací pro určení přítomnosti chemického

prvku je energie spektrální čáry, charakteristická pro každý prvek. EDS musí být nastaven, aby zobrazil pozici spektrální čáry ve spektru s přesností 10 eV pro energie větší než 1keV. Pro energie pod 1keV může i dobře kalibrovány EDS vykazovat určitou nelinearitu. Existují grafické pomůcky zobrazující energie jednotlivých spektrálních čar K, L, M série pro chemické prvky s různým atomovým číslem. Druhou důležitou skutečností je existence sérií nebo skupin spektrálních čar pro všechny prvky s atomovým číslem větším než  $Z > 9$ . Všechny spektrální čáry, patřící do skupiny, musí existovat ve spektru. Absence nějaké spektrální čáry může vést ke zjištění, že součástí vzorku jsou i další prvky [1].

### 4.3 Kvantitativní analýza

Kromě kvalitativní analýzy, která poskytuje informaci o tom, jaké prvky danou vzorek tvoří, je velmi důležité znát i koncentraci daného prvku. Koncentrace prvku A ( $C_A$ ) je dána vzorcem:

$$C_A = \frac{I_A}{I_S} C_S \quad (6)$$

kde  $I_A$  je intenzita RTG záření nebo integrální intenzita píku prvku A ve vzorku,  $I_S$  je RTG intenzita prvku A ve standardu a  $C_S$  je koncentrace prvku A ve standardu. Pokud je standard čistým prvkem pak  $C_S = 1$  a  $C_A$  je konstanta. V mnoha případech však není možné nebo není ani účelné připravovat homogenní monoprvkové standardy, a proto je třeba použít jistou korekci, nejčastěji se jedná o tzv. ZAF korekci, po jejímž použití koncentrace prvku A v daném vzorku je dána vzorcem:

$$C_A = ZAF \frac{I_A}{I_S} C_S \quad (7)$$

kde Z znamená korekci na atomové číslo, A na absorpci a F na sekundární fluorescenční efekty. Po použití opravných faktorů na úpravu původní koncentrace dané poměrem intenzit RTG záření daného prvku ve vzorku a ve standardu dostáváme novou korigovanou koncentraci. V případě, že standard není jednosložkový materiál, musí se brát v úvahu i efekty vznikající uvnitř standardního materiálu. Z uvedeného je zřejmé, že výpočet skutečné koncentrace analyzovaného prvku v daném vzorku je relativně složitý, a proto každý analyzátor je vybaven počítačem s odpovídajícím softwarem. Významným parametrem pro matematické zpracování RTG spekter je i úhel mezi dopadajícím elektronovým paprskem a vznikajícím RTG zářením. Nejlepší výsledky se získávají při použití vysoce leštěných povrchů. Nerovnosti, poruchy povrchu způsobují zvláštní problémy při výpočtech. V takových případech je nutné použít korekční metody, které minimalizují efekt morfologie vzorku na samotnou analýzu.

K nejvýznamnějším vlastnostem elektronové mikroanalýzy patří především přesnost analýzy, minimální detekovatelná koncentrace daného prvku, a minimální plocha vzorku, která může být analyzována. Na základě současného stupně vývoje elektronové mikroanalytických přístrojů můžeme relativní přesnost analýz označit  $\pm 2\%$ , minimální koncentrace detekovatelná energiově disperzními spektroskopy je 0,1% a vlnově

disperzními spektroskopy 0,01%. Minimální průměr analyzujícího elektronového svazku je přibližně 2  $\mu\text{m}$ . Uvedené údaje platí pro přístroje vyráběné v současnosti, avšak lze je vypočítat pro každý daný přístroj zvlášť [1], [4].

### 4.3.1 ZAF faktory

Korekce na atomové číslo vyrovnává ztrátu ionizací způsobenou zpětným rozptylem PE a určuje poměr počtu ionizací ve vzorku a ve standardu.

Korekce na absorpci je korekcí na atomové číslo, která určuje počet ionizací na jeden dopadající elektron, a tím také intenzitu RTG záření. Protože toto záření vzniká pod povrchem vzorku, je vlivem absorpce zeslabované, takže měřená intenzita je menší. Absorpce RTG záření je funkcí tloušťky materiálu a závisí proto na hloubce, do které pronikají primární elektrony. Je třeba znát rozdělení primárního RTG záření od povrchu vzorku do hloubky.

Korekce na fluorescenci vyrovnává vliv fluorescenčního RTG na výsledky kvantitativní analýzy. Jev fluorescence spočívá ve vybuzení charakteristického RTG záření analyzovaného prvku charakteristickým RTG ostatních prvků ve vzorku obsažených a dále ještě spojitým RTG zářením.

### 4.3.2 Bezstandardová kvantitativní analýza

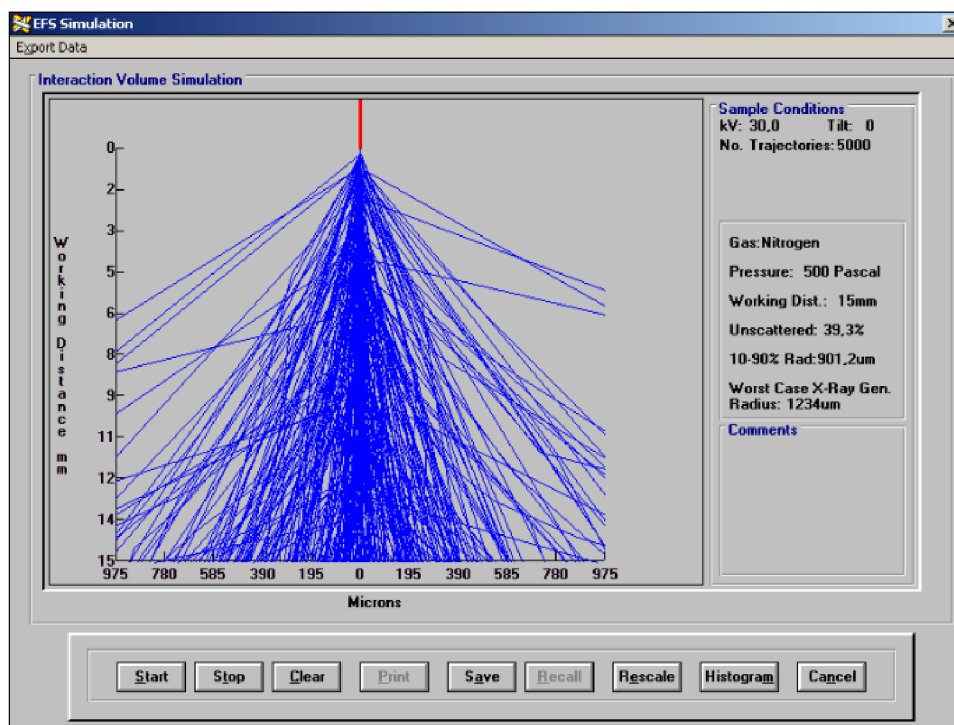
V kapitole 4.3 o kvantitativní analýze byla popsána tradiční metoda, která závisí na precizním měření vzorku a standardu při identických podmínkách. Avšak s takovým měřením jsou spojeny značné komplikace způsobené právě potřebou stejných podmínek. Tento problém roste ještě víc u EDS, protože zde existuje značná volnost při umístění zkoumaných vzorků a standardů. Proto byly vyvinuty tzv. bezstandardové metody kvantitativní analýzy. Tyto metody se spoléhají pouze na spektrum získané ze zkoumaného vzorku. Čistá intenzita spektrální čáry ve standardu není získána přímým měřením na standardu, ale výpočtem. Pro bezstandardové metody jsou nutné pouze přesné hodnoty energie svazku PE, úhlu pod kterým opouští RTG záření vzorek a účinnosti detektoru. Eliminace potřeby měření na standardu a přesné kontroly dalších parametrů analýzy, značně zjednodušuje kvantitativní analýzu. Toto zjednodušení se ale odráží na snížení přesnosti analýzy ve srovnání s tradičním přístupem. Bezstandardové metody se dělí do dvou skupin podle způsobu výpočtu čisté intenzity spektrální čáry na standardu. První skupina je tzv. pravá, kde je intenzita ze standardu vypočítaná na základě fyzikálních principů a berou se v úvahu všechny aspekty ovlivňující generaci rentgenového záření, postupu RTG záření vzorkem a jeho detekci. Druhá skupina je tzv. metoda přizpůsobených standardů, kde je intenzita spektrální čáry ze standardu odvozena od souboru experimentálních standardových měření. Tato měření proběhly v laboratoři výrobce přístroje nebo pomocí softwaru. Výrobce získané intenzity ze standardu jsou pak už jen přizpůsobené parametrem měření na zkoumaném vzorku [1].



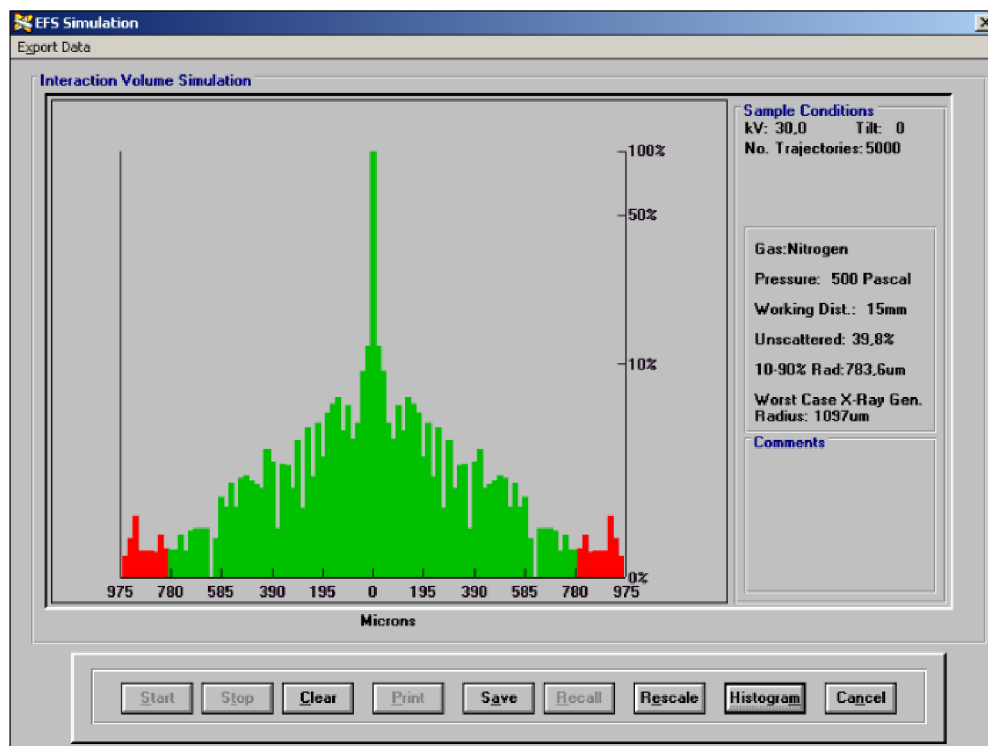
## 4.4 Rentgenová spektrální mikroanalýza za přítomnosti plynu

Rentgenová spektrální mikroanalýza může být prováděna za přítomnosti plynu v komoře vzorku. V důsledku přítomnosti plynu dochází k rozšíření průměru svazku primárních elektronů, což má vliv i na rentgenovou spektrální mikroanalýzu, protože zvětšuje místo, ze kterého bude emitované rentgenové záření. V důsledku odrazu elektronů od molekul plynu a jejich odchýlení z původního svazku, může dojít ke snížení počtu emitovaných kvant RTG a vzniku falešných spektrálních čar vzniklých emisí RTG z dalších součástí vzorku i samotné komory vzorku. Nevýhody jsou kompenzované schopností ESEM analyzovat nevodivé materiály i při vyšších energiích svazku PE. V důsledku zvýšení energie PE se mohou ve spektru objevit další použitelné spektrální čáry a také dojde k emitování většího počtu kvant RTG. Většina vzorků, zkoumaných v ESEM, jsou buď izolanty, nebo slabé vodiče. Pokud nedojde k nábojové rovnováze na povrchu vzorku, tak to má značný vliv na výsledky měření. Povrch nabitý záporně sníží efektivní energii dopadajících PE. Snížení efektivní energie může vést ke zmišení při nábojové rovnováze slabě viditelných spektrálních čar. Kladně nabitý povrch zvyšuje efektivní energii PE, což opět vede k chybám. Analýzy prováděné při vysokém tlaku mohou přispívat k emisi spektrálních čar způsobených přítomností plynu v komoře vzorku, např. spektrální čára kyslíku z vodní páry. Velikost spektrální čáry vzniklé v důsledku přítomnosti plynu přímo souvisí s tlakem plynu. Přítomnost plynu nemá žádný významný vliv na absorpci rentgenového záření [1].

Byly provedeny simulace rozptylu primárních elektronů za přítomnosti dusíku a vodní páry v komoře vzorku mikroskopu v programu Electron Flight Simulator (EFS). Cílem simulace bylo zjistit vliv přítomnosti plynu v komoře vzorku na svazek PE.



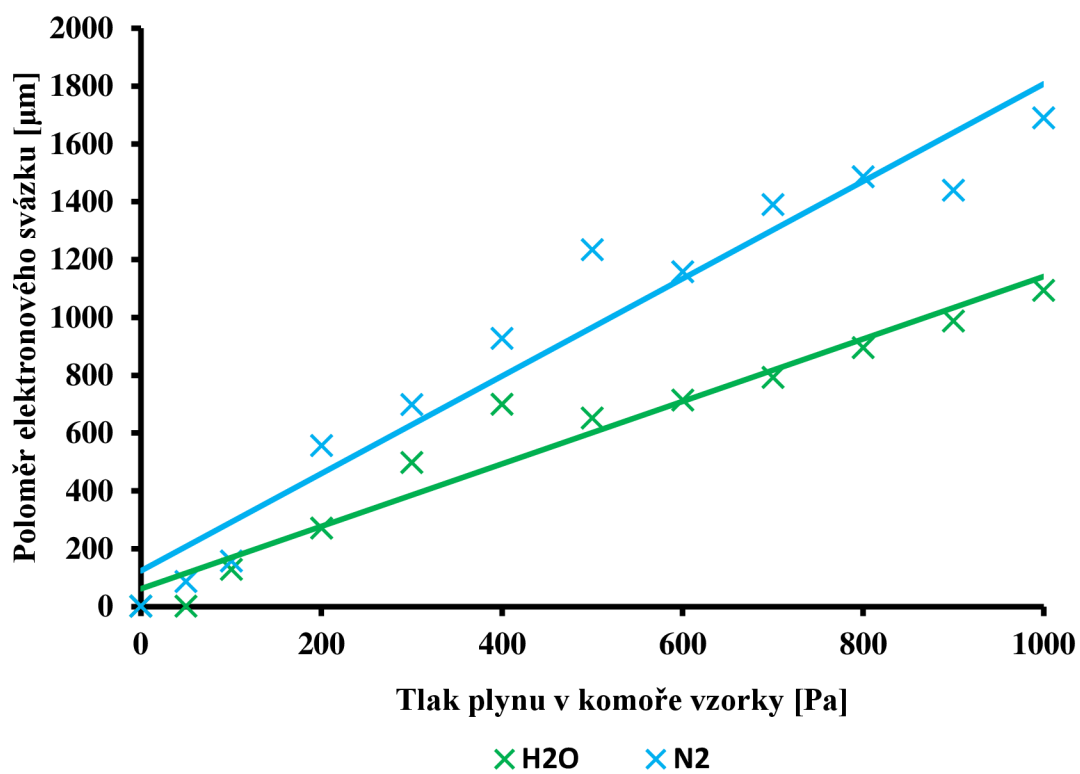
Obr. 4.4 Simulace rozptylu svazku primárních elektronů. Tlak dusíku  $P = 500$  Pa, urychlovací napětí  $U_K = 30$  kV, pracovní vzdálenost  $W_D = 15$  mm



Obr. 4.5 Histogram simulace rozptylu svazku primárních elektronů se znázorněným poloměrem rozptylu 10 – 90%. Tlak dusíku  $P = 500$  Pa, urychlovací napětí  $U_K = 30$  kV, pracovní vzdálenost  $W_D = 15$  mm

Pro simulaci byly nastaveny parametry odpovídající pracovním podmínkám v ESEM. Urychlovací napětí 30 kV,  $W_D = 15$  mm a příslušný tlak plynu v komoře vzorku. Simulační počet PE byl zvolen na 5000. Interakce molekul plynu přítomného v komoře vzorku a svazku PE způsobuje rozptýlení PE do oblastí v okolí sledovaného místa na povrchu vzorku. Při optimální pracovní vzdálenosti 15 mm je rozptyl PE značný. Na Obr. 4.4 je znázorněná simulace drah rozptýleného svazku PE, a na Obr. 4.5 histogram rozptýleného svazku PE při tlaku dusíku 500 Pa.

Na Obr. 4.6 je ukázána závislost poloměru rozptýleného svazku PE na tlaku plynu v komoře vzorku pro vodní páru a dusík. Z výsledků simulace je viditelně, že s rostoucím tlakem plynu v komoře vzorku roste poloměr rozptýleného svazku PE. Za přítomnosti vodní páry v komoře vzorku se při tlaku 1000 Pa nerozptýlí 45,5% PE a za přítomnosti dusíku pouze 28,5% PE. Všechny ostatní PE změny svou dráhu po srážkách s molekulami plynu a dopadají až do vzdálenosti jednotek milimetrů od sledovaného bodu. Za přítomnosti plynu v komoře vzorku je RTG generováno v důsledku rozptylu svazku PE nejen ze sledovaného bodu ale i z jeho okolí, což je hlavní nevýhodou ESEM.



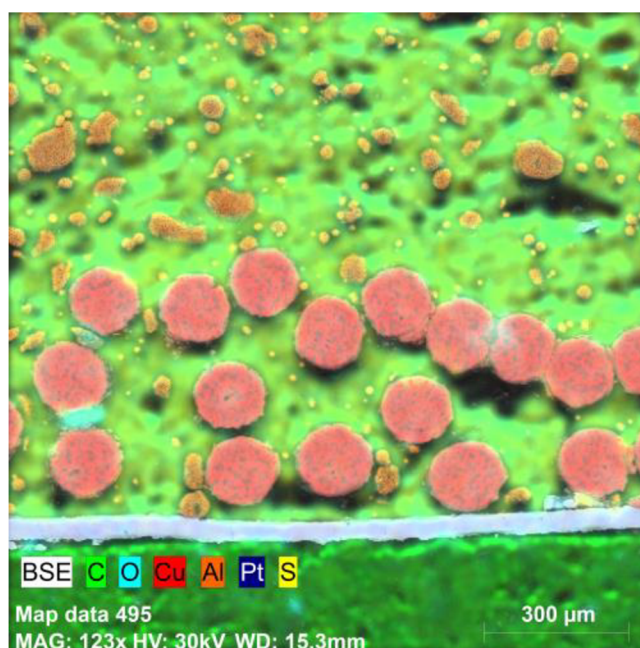
Obr. 4.6 Závislost poloměru elektronového svázku na tlaku plynu v komoře vzorky pro vodní páru a dusík získané programem EFS

## 5 PRAKTICKÁ ČÁST

### 5.1 Laboratorní podmínky

Veškerá měření, pokud není v dané kapitole uvedeno jinak, byla prováděna za pokojové teploty na Environmentálním rastrovacím elektronovém mikroskopu VEGA3 XMU s LaB<sub>6</sub> katodou vybaveného spektroskopem Xflash 6|10. Při veškerých měřeních byla nastavena pracovní vzdálenost  $W_D = 15$  mm což odpovídá doporučeným nastavením uvedených ve specifikaci spektroskopu [6]. Mezi parametry, které stanoví pracovní podmínky EDS patří tlak plynu v komoře vzorku, velikost proudu primárního svazku a urychlující napětí. Optimálním podmínkám odpovídá proud primárního svazku o hodnotě 2,9 nA při urychlovacím napětí 30kV aby měli PE dostatečné množství energie na vybudění kvant charakteristického RTG záření pro jednotlivé chemické prvky. Tlak plynu v komoře vzorku, podobně jako  $W_D$  a proud primárního svazku, nastavuje pracovní podmínky spektroskopu Xflash 6|10 a pro optimální podmínky se v komoře vzorku nachází vakuum.

Na realizaci energiově disperzní rentgenové spektroskopie byl k dispozici zkušební vzorek se známým víceprvkovým složením. Vzorek se skládá z oblastí vykazujících přítomnost pouze jednoho chemického prvku vsazených do směsi obsahující uhlík, kyslík síru a hliník. Mezi čisté chemické prvky vyskytující se na povrchu vzorku patří např. měď a platina. Přesné rozložení prvků v oblasti je znázorněno na Obr. 5.1. Mapovací analýza přesně vymezuje oblasti obsahující pouze jeden chemický prvek. Jedna se o pásek platiny a měděné drátky. Tyto oblasti jsou vloženy do směsi tvořené uhlíkem, sírou, kyslíkem a hliníkem. Prostorové rozložení každého prvku vyskytujícího se ve vybrané oblasti je zobrazeno v příloze.



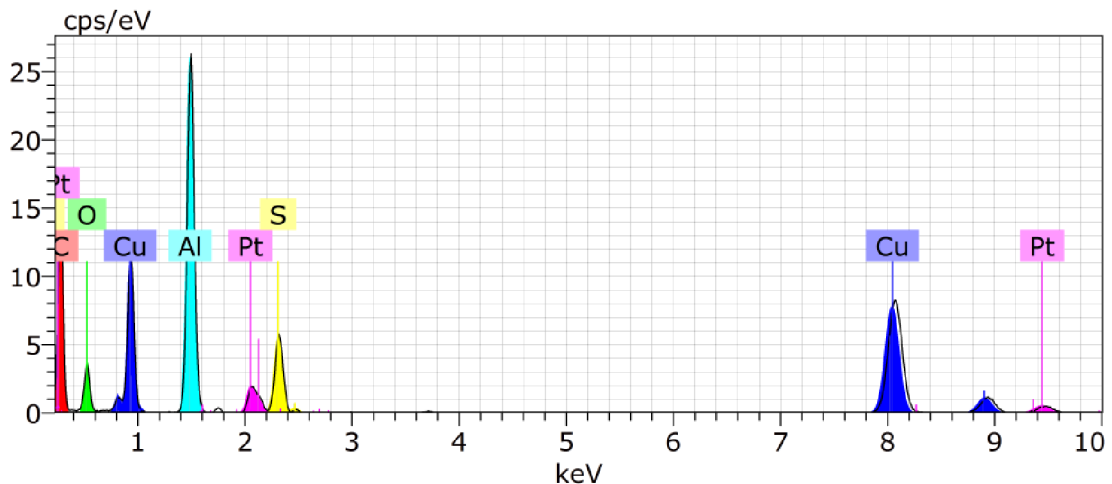
Obr. 5.1 Prostorové rozložení chemických prvků ve vybrané oblasti získané mapovací analýzou

## 5.2 Prvková analýza za optimálních podmínek

Při analýze byly nastaveny optimální podmínky pro EDS. Analýza probíhá za přítomnosti vakua v komoře vzorku,  $W_D$  byla nastavena na hodnotu 15 mm a velikost proudu primárního svazku byla nastavena na hodnotu 2,9 nA. Cílem analýzy za optimálních podmínek bylo ověřit známé prvkové složení vzorku, získat prostorové rozložení chemických prvků ve vybrané oblasti (tzv. Mapping) a získat výsledky EDS pro srovnání s analýzami uskutečněnými při jiných než optimálních podmínkách.

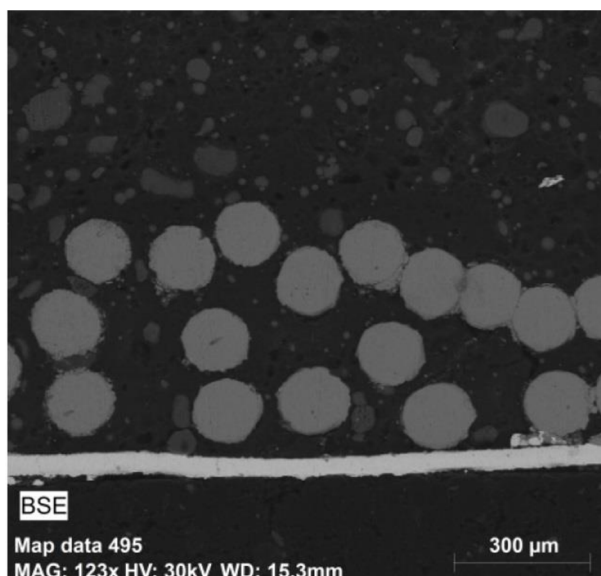
Nejprve byla provedena analýza multipoint z celého povrchu vybrané oblasti. Pro získání prostorového rozložení prvků v dané oblasti byla použita mapovací analýza pro prvky získané ve spektru analýzy multipoint. Následně byla provedena bodová analýza na částech vybrané oblasti, vykazujících v mapovací analýze výskyt pouze jednoho chemického prvku.

Na Obr. 5.2 je zobrazeno filtrované spektrum RTG získané z celé vybrané oblasti. Ze spektra lze jednoznačně určit přítomnost jednotlivých chemických prvků. Na povrchu vybrané oblasti se nachází uhlík, kyslík, měď, hliník, platina, síra.



Obr. 5.2 Spektrum rentgenového záření získaného analýzou multipoint z celé analyzované oblasti za optimálních podmínek

Na zkušební vzorku byla vybrána jedna oblast sloužící k vykonání všech prvkových analýz za příslušných pracovních podmínek. Na Obr. 5.3 je znázorněno přiblížení vybrané oblasti zkoumaného vzorku. Pro zobrazení oblasti je použit BSE detektor, protože podává viditelnější informaci o materiálovém kontrastu.



Obr. 5.3 Přiblížení vybrané oblasti zkoumaného vzorku

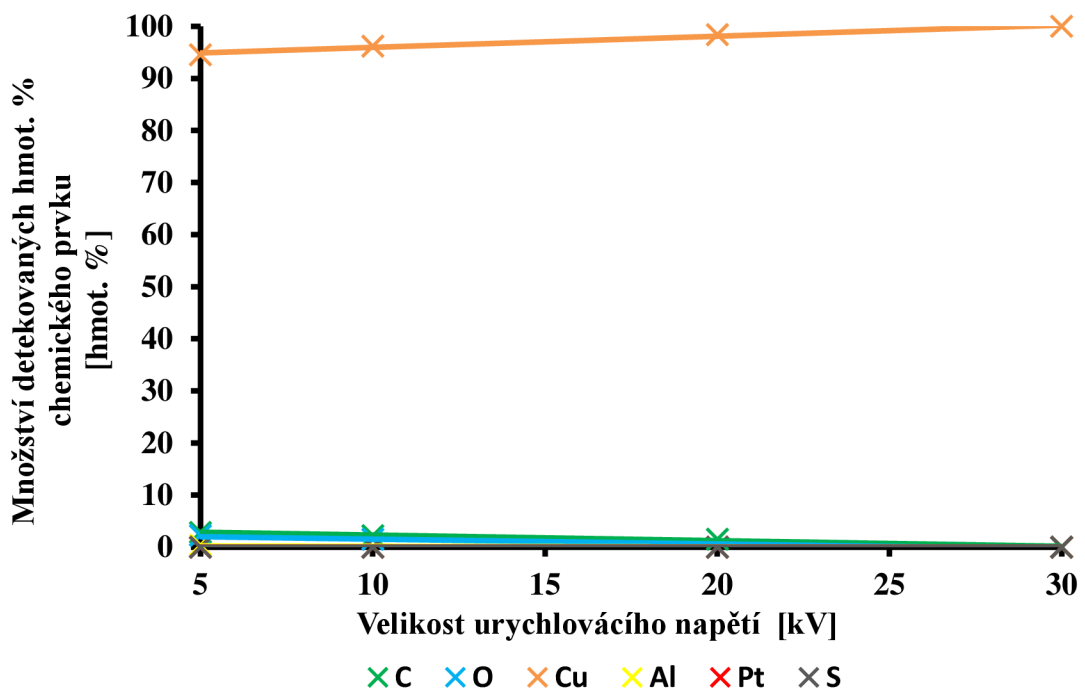
Prvková analýza za optimálních podmínek poskytla kvalitativní a kvantitativní výsledky (Tab. 5.1) EDS, které jsou považovány za správné a jsou použity ke srovnání s výsledky analýz probíhajícími za neideálních podmínek.

Tab. 5.1 Kvantitativné výsledky EDS za optimálních podmínek pro jednotlivé typy analýz

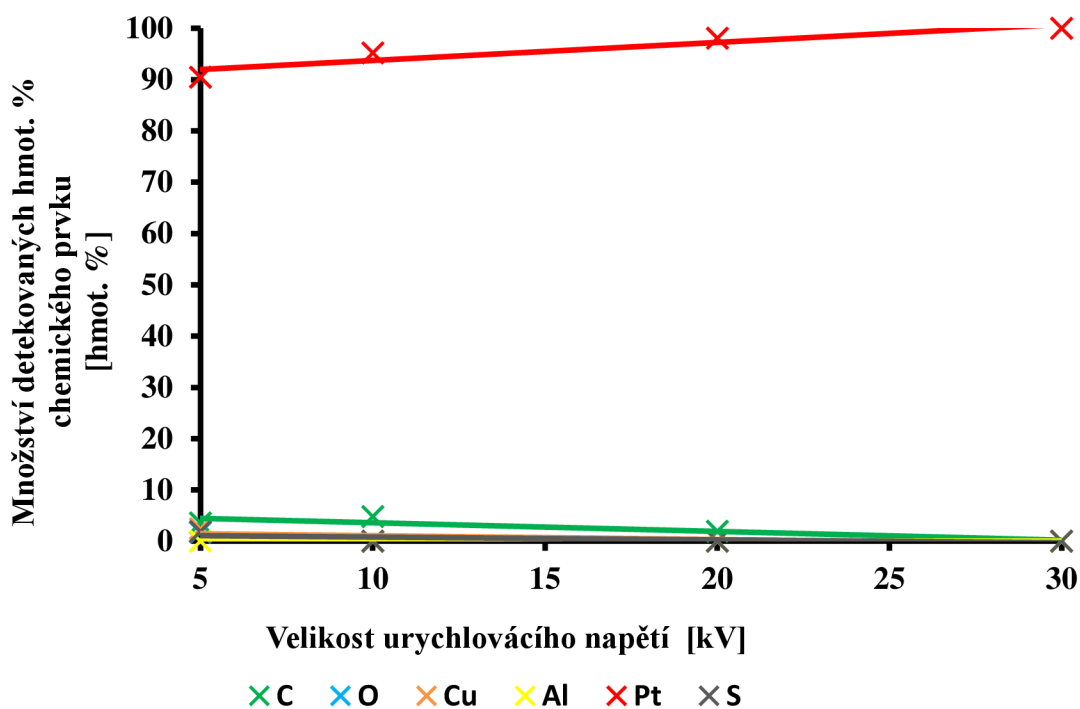
Typ analýzy	Kvantitativní výsledky EDS za optimálních podmínek [hmot. %]					
	C	O	Cu	Al	Pt	S
analýza multipoint z celé vybrané oblasti	56,81	13,60	12,73	10,82	3,82	2,21
analýza multipoint z oblasti směsi uhlíku, kyslíku a síry	59,49	21,87	/	14,94	/	3,70
analýza multipoint z oblasti výskytu uhlíku	92,89	6,54	/	0,57	/	/
Bodová analýza v místě výskytu mědi	/	/	100	/	/	/
Bodová analýza v místě výskytu platiny	/	/	/	/	100	/

### 5.3 Vliv urychlovacího napětí na výsledky energiově disperzní spektroskopie ve vakuu

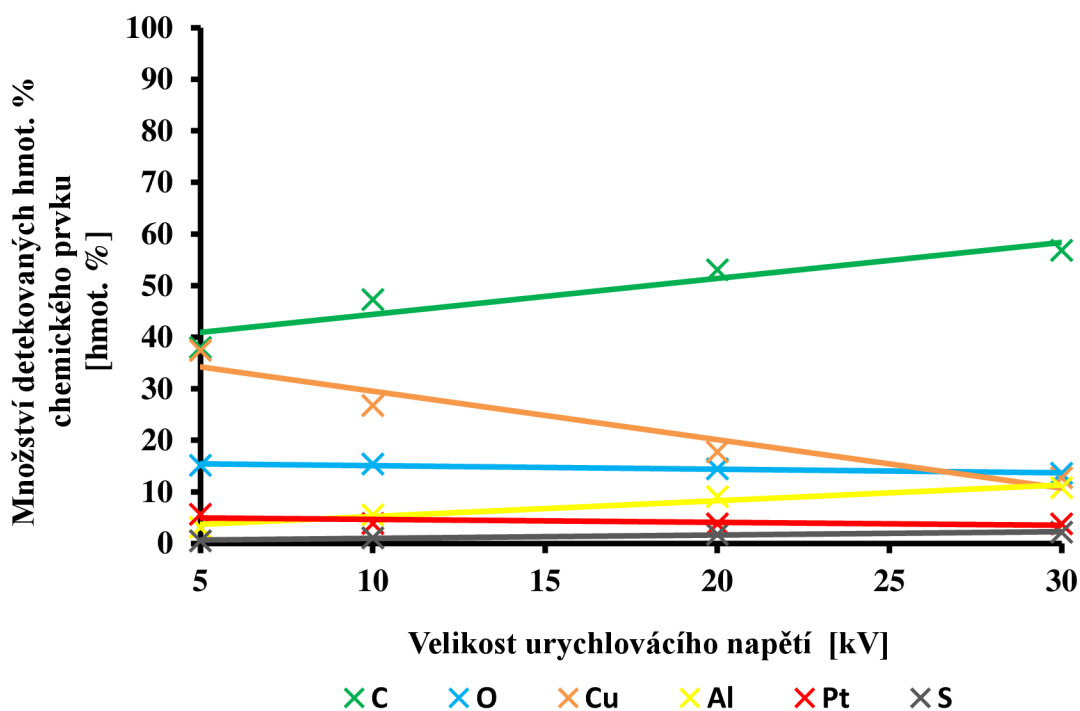
Velikost urychlovacího napětí je parametr vymezující pracovní podmínky EDS. Urychlovací napětí určuje v podstatě energii primárního elektronového svazku. Energie PE přímo souvisí s energií vygenerovaných kvant RTG. Větší energie dopadajících PE vygeneruje větší množství kvant RTG, protože je větší pravděpodobnost jevů vedoucích ke vzniku charakteristického a spojitého rentgenového záření. Velikost urychlovacího napětí byla stanovena na 30, 20, 10 a 5 kV. Cílem experimentu bylo sledovat, jak bude ovlivňovat zmenšování urychlovacího napětí výsledky EDS.  $W_D$  byla ponechána na optimální hodnotě 15 mm a v komoře vzorku se nacházelo vakuum. Byla převedena bodová analýza pro oblasti s výskytem mědi a platiny a analýza multipoint pro celou vybranou oblast.



Obr. 5.4 Závislost výsledků kvantitativní bodové analýzy pro vybranou oblast mědi na velikosti urychlovacího napětí ve vakuu



Obr. 5.5 Závislost výsledků kvantitativní bodové analýzy pro vybranou oblast platiny na velikosti urychlovacího napětí ve vakuu



Obr. 5.6 Závislost výsledků kvantitativní analýzy multipoint z celé oblasti na velikosti urychlovacího napětí ve vakuu

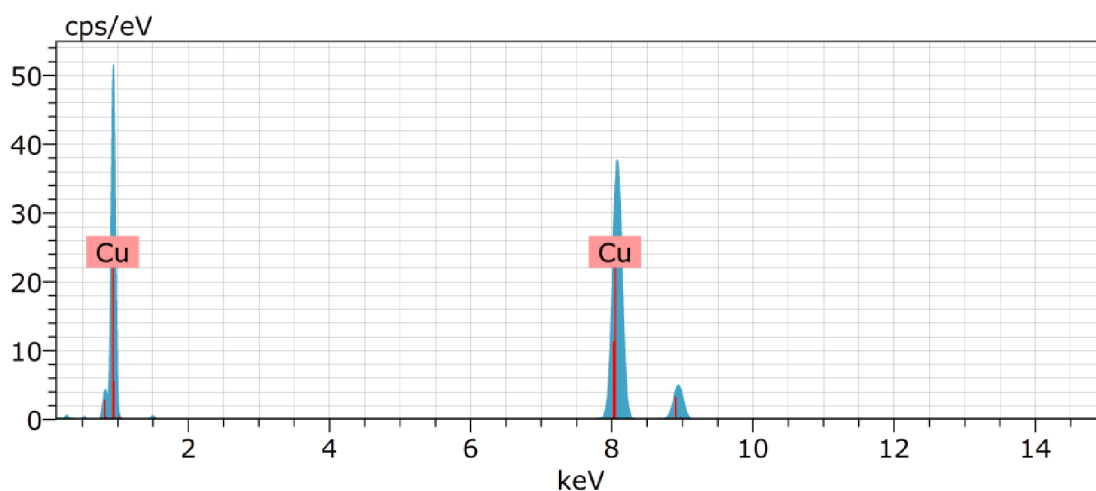


Z Obr. 5.4 a Obr. 5.5 lze vidět, že s klesajícím urychlovacím napětím, klesá množství detekovaných hmot. % chemického prvku, pro který byla prováděna bodová analýza, a zároveň roste množství detekovaných hmot. % lehčích stopových chemických prvků.

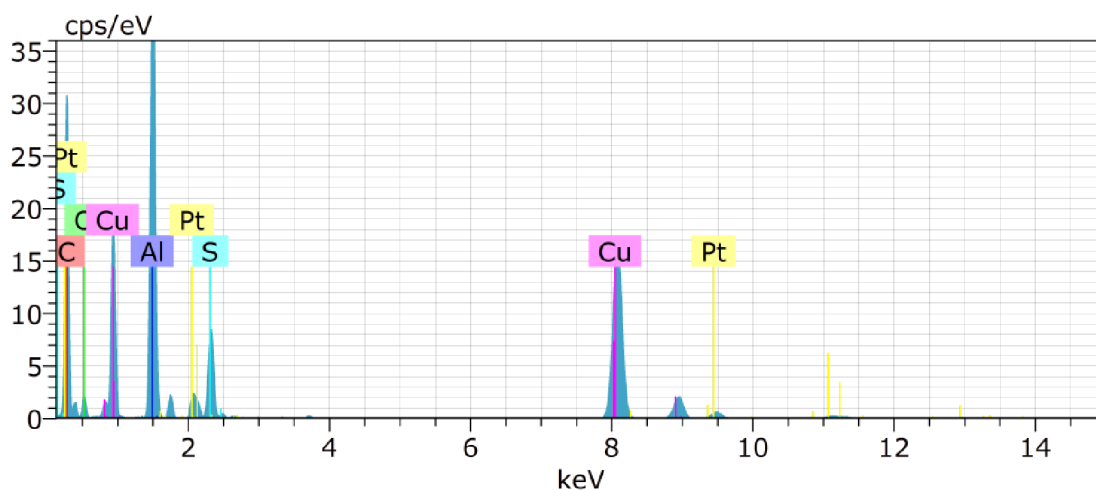
Z Obr. 5.6 pro analýzu multipoint lze usoudit, že s růstem urychlovacího napětí klesá množství detekovaných hmot. % těžších chemických prvků (jako měď nebo platina) a zároveň roste množství detekovaných hmot. % lehčích chemických prvků (jako uhlík, kyslík, hliník a síra).

## 5.4 Vliv přítomnosti dusíkové atmosféry v komoře vzorku na výsledky energiově disperzní spektroskopie

Při experimentu byl do komory vzorku připuštěn dusík v rozmezí tlaku od  $10^{-2}$  Pa do 1000 Pa. Ve vakuu se při bodové analýze v místě výskytu jediného prvku objeví v RTG spektru jen spektrální čáry patřící danému prvku. Se zvyšujícím se tlakem dusíku se svazek PE rozptyluje v důsledku interakce s molekulami plynu do okolí sledovaného bodu (do vzdálenosti jednotek mm). Rozptýlení PE má za následek, že RTG se generuje nejen z požadovaného bodu ale i z jeho okolí. SDD detektor nerozlišuje kde detekované RTG vzniklo a zpracovává stejně RTG ze zkoumaného bodu jako RTG generované z okolí tohoto bodu. Zpracování všeho detekovaného RTG bez rozlišení místa jeho vzniku má za následek, že ve spektru rentgenového záření se objeví i spektrální čáry ostatních chemických prvků vyskytujících se v okolí požadovaného bodu. Nové spektrální čáry v RTG spektru ovlivňují kvantitativní analýzu a ve svém důsledku vedou ke snížení zastoupení hmot. % chemického prvku. Jev přidání spektrálních čar patřících prvkem vyskytujících se v okolí sledovaného bodu je znázorněn na Obr. 5.7 a Obr. 5.8.

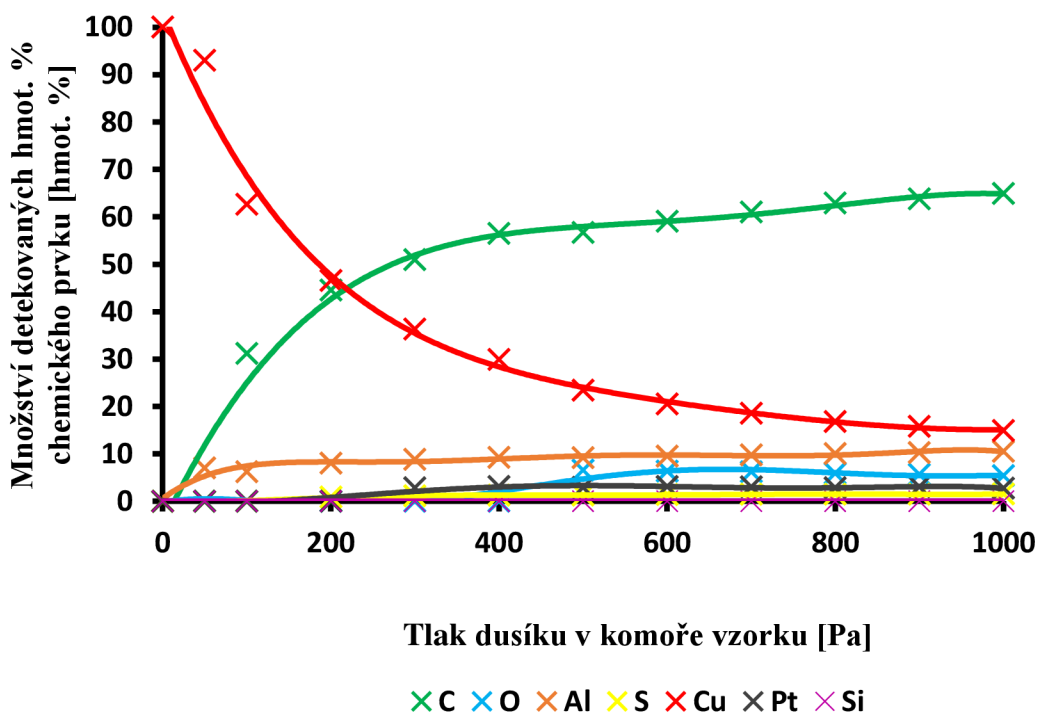


Obr. 5.7 Stanovené spektrum RTG při bodové analýze pro vybranou oblast mědi za optimálních podmínek v komoře vzorku

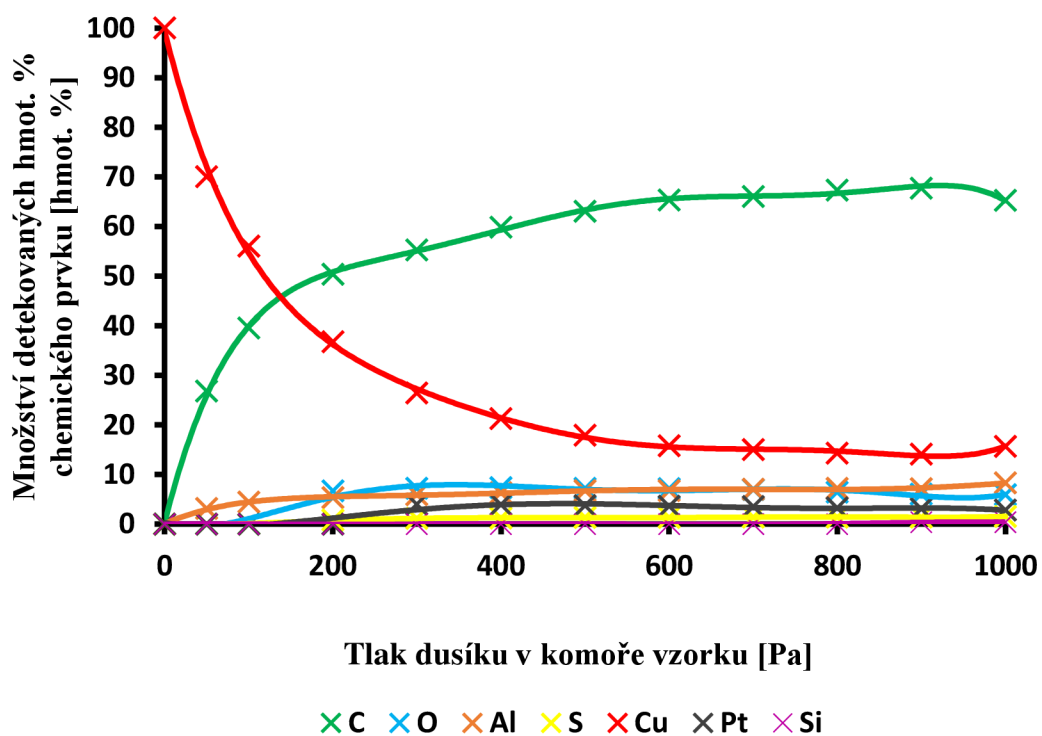


Obr. 5.8 Stanovené spektrum RTG při bodové analýze pro vybranou oblast mědi za přítomnosti dusíku v komoře vzorku při tlaku 1000 Pa

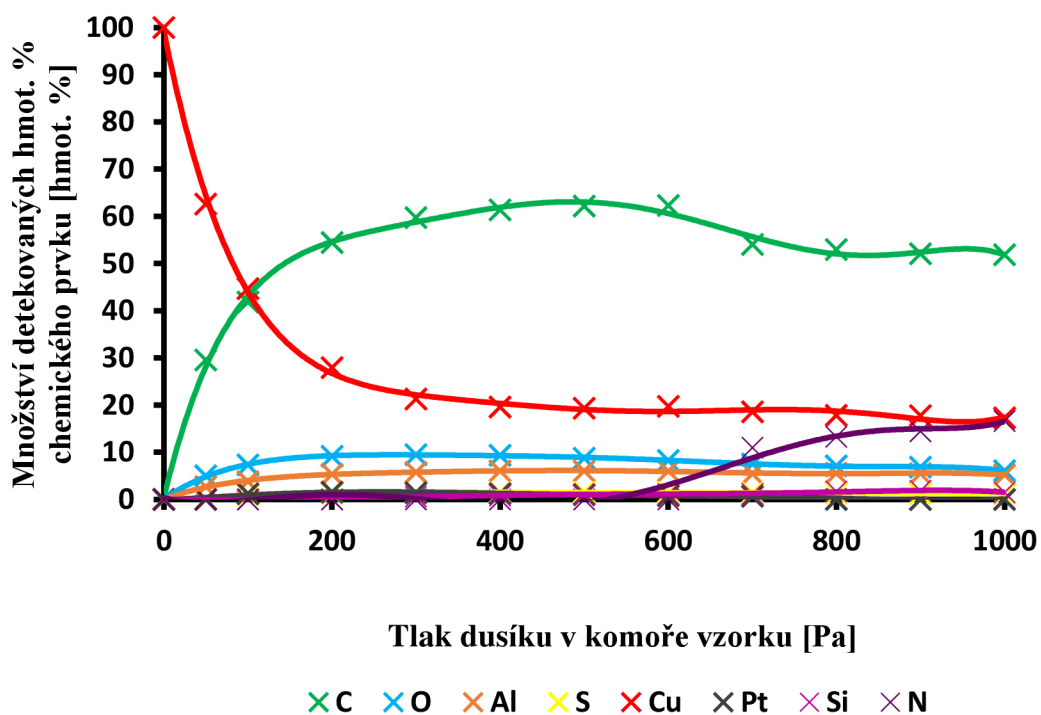
Uskutečněné byly bodové analýzy v místě výskytu jednoho chemického prvku pro platínu a měď a analýza multipoint z celé vybrané oblasti. Také se při experimentu měnila hodnota urychlovacího napětí, která byla postupně nastavena na 30, 20 a 10 kV. Byl sledován vliv tlaku dusíku a urychlovacího napětí na výsledky EDS při bodové analýze.



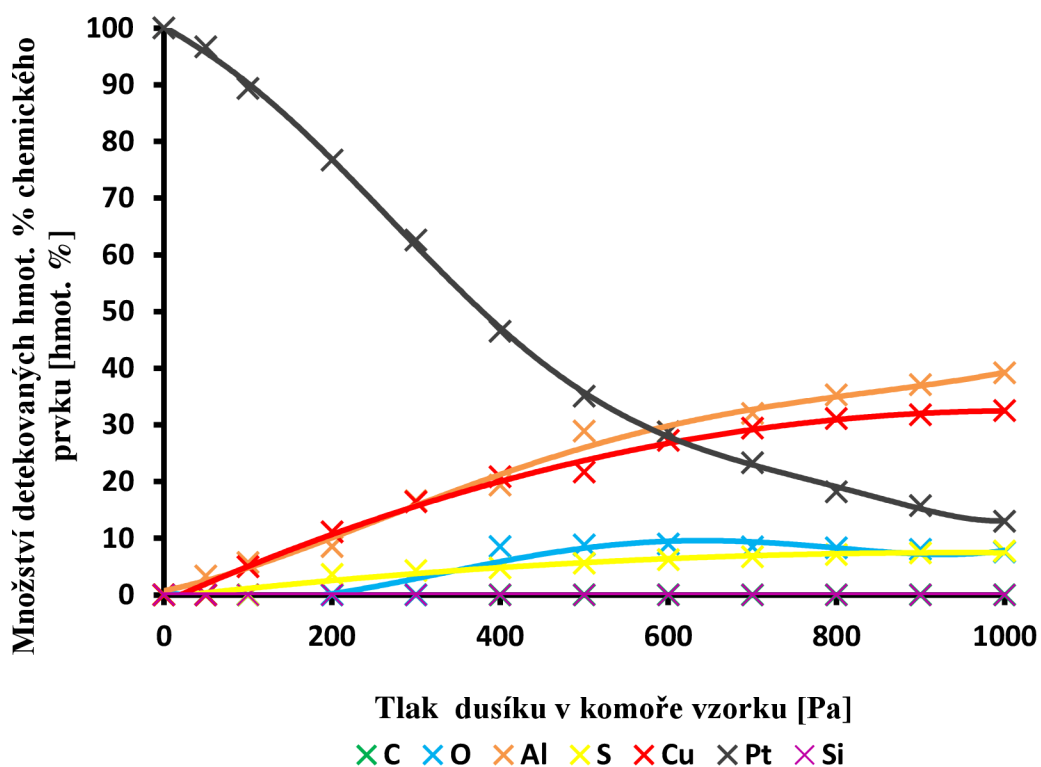
Obr. 5.9 Závislost výsledků kvantitativní bodové analýzy pro vybranou oblast mědi na tlaku dusíku v komoře vzorku mikroskopu. Nastavené urychlovací napětí  $U_K = 30$  kV



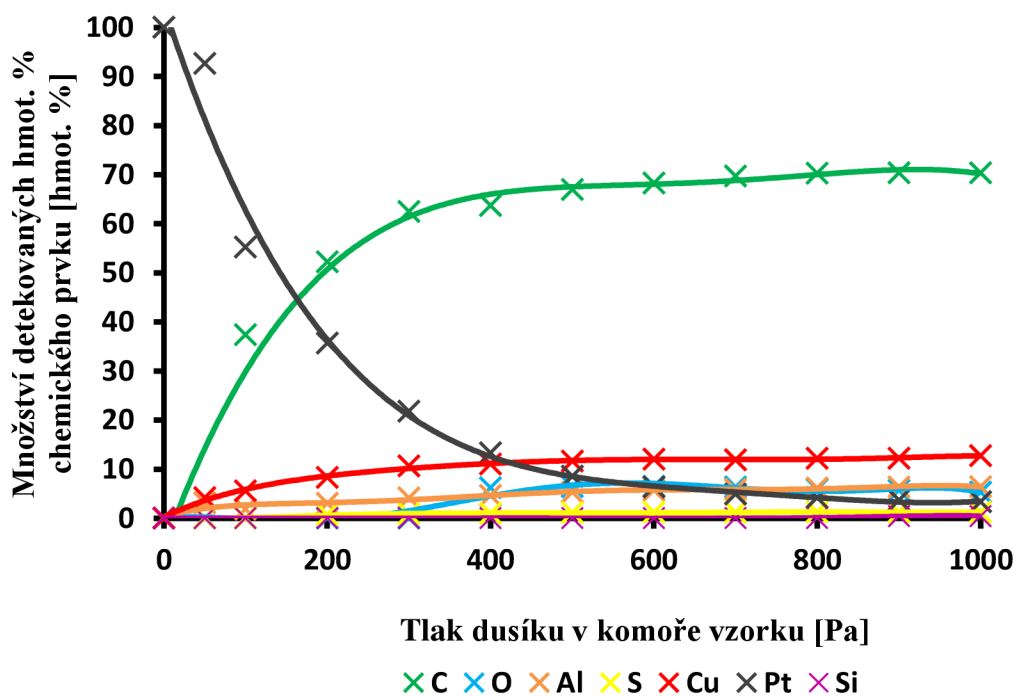
Obr. 5.10 Závislost výsledků kvantitativní bodové analýzy pro vybranou oblast mědi na tlaku dusíku v komoře vzorku mikroskopu. Nastavené urychlovací napětí  $U_K = 20$  kV



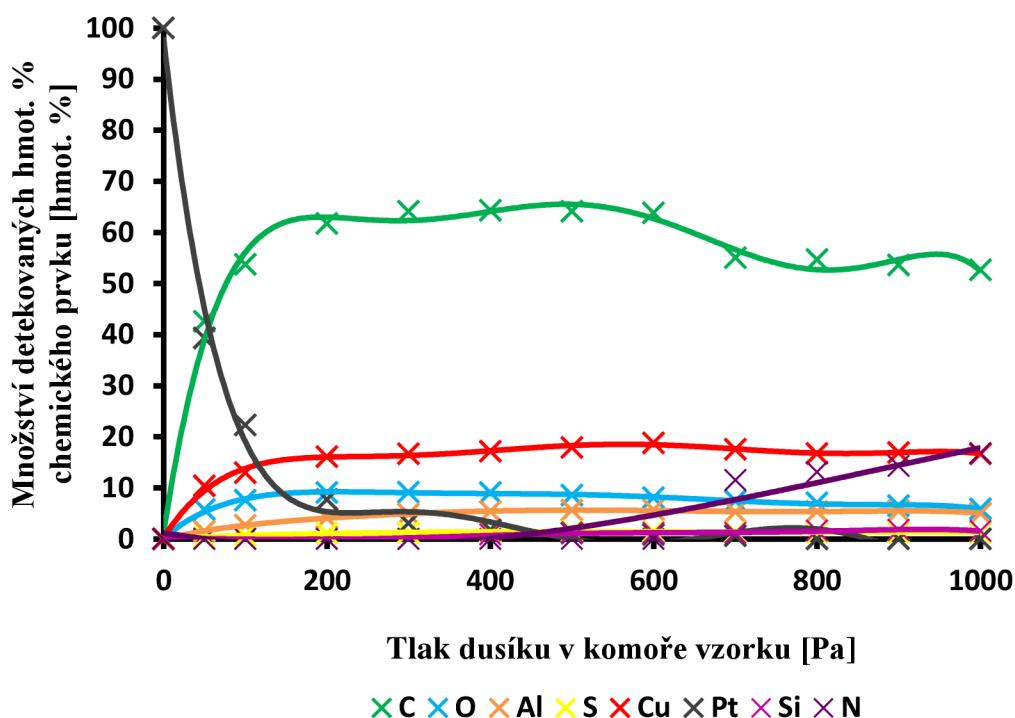
Obr. 5.11 Závislost výsledků kvantitativní bodové analýzy pro vybranou oblast mědi na tlaku dusíku v komoře vzorku mikroskopu. Nastavené urychlovací napětí  $U_K = 10$  kV



Obr. 5.12 Závislost výsledků kvantitativní bodové analýzy pro vybranou oblast platiny na tlaku dusíku v komoře vzorku mikroskopu. Nastavené urychlovací napětí  $U_K = 30$  kV



Obr. 5.13 Závislost výsledků kvantitativní bodové analýzy pro vybranou oblast platiny na tlaku dusíku v komoře vzorku mikroskopu. Nastavené urychlovací napětí  $U_K = 20$  kV

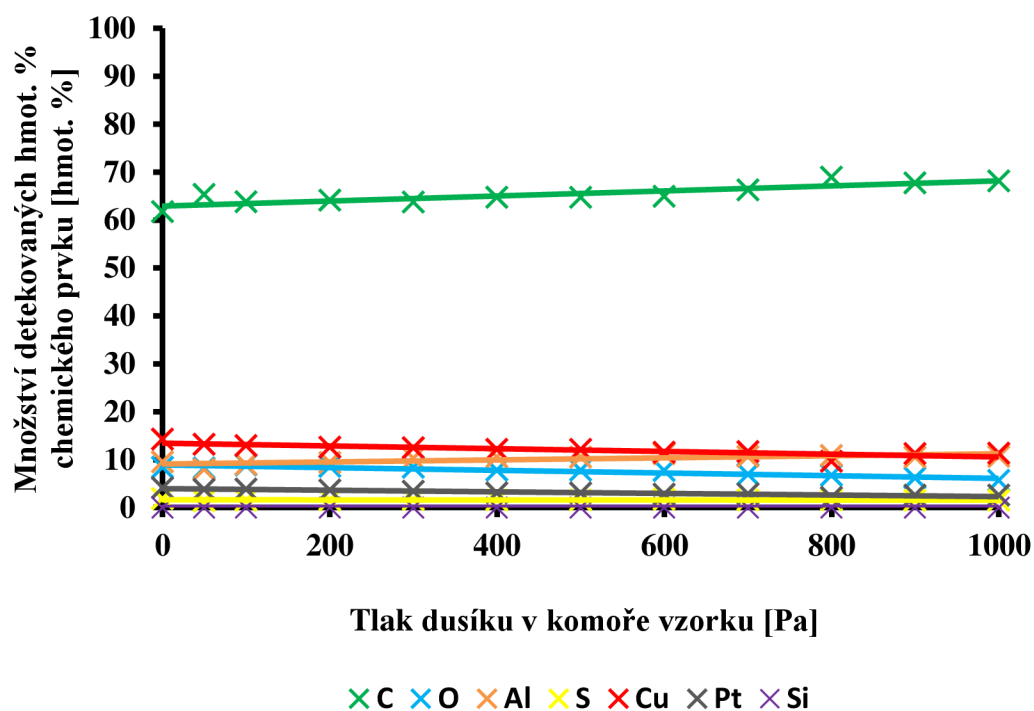


Obr. 5.14 Závislost výsledků kvantitativní bodové analýzy pro vybranou oblast platiny na tlaku dusíku v komoře vzorku mikroskopu. Nastavené urychlovací napětí  $U_K = 10$  kV

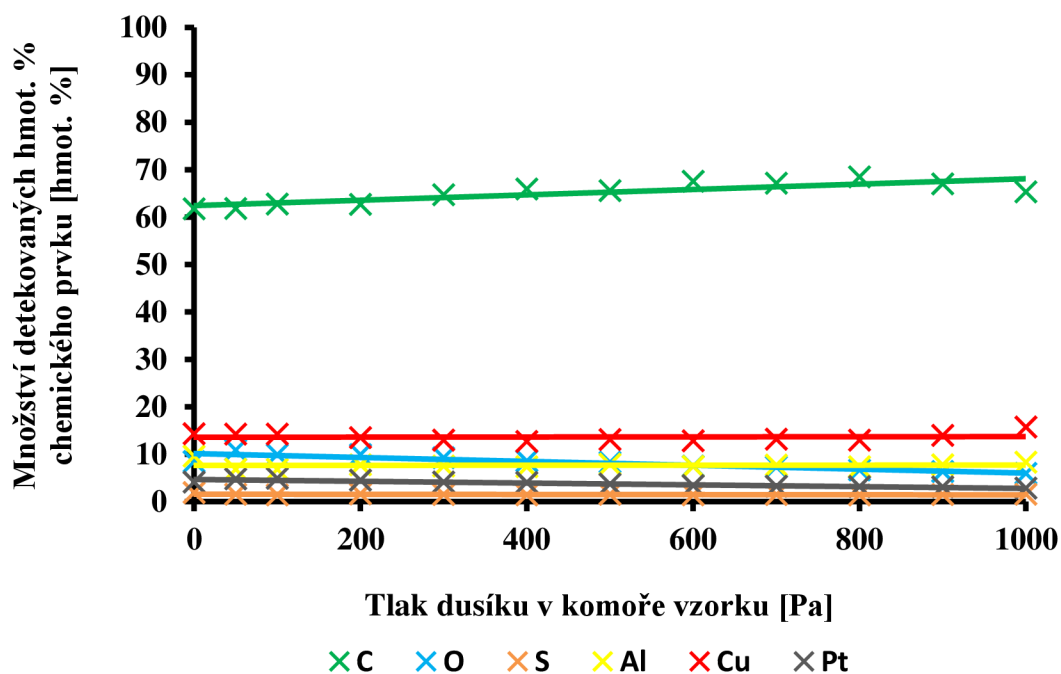
Při urychlovacím napětí 10 kV a vyšším tlaku se ve spektru objevily spektrální čáry odpovídající dusíku (Obr. 5.11 a 5.14), který není součástí vzorku. Spektrální čáry dusíku se objevily ve spektru v důsledku interakce PE s dusíkovou atmosférou uvnitř komory vzorku.

Pro bodové analýzy obecně platí, že při zmenšování urychlovacího napětí, dochází k rychlejšímu poklesu množství detekovaných hmot. % analyzovaného chemického prvku a rychlejšímu nárůstu stopových chemických prvků, které se za optimálních podmínek v analyzovaném bodě neobjevily. Což je způsobeno zmenšováním energie PE a následně zvětšováním průměru primárního elektronového svazku už při menších hodnotách tlaku v komoře vzorku.

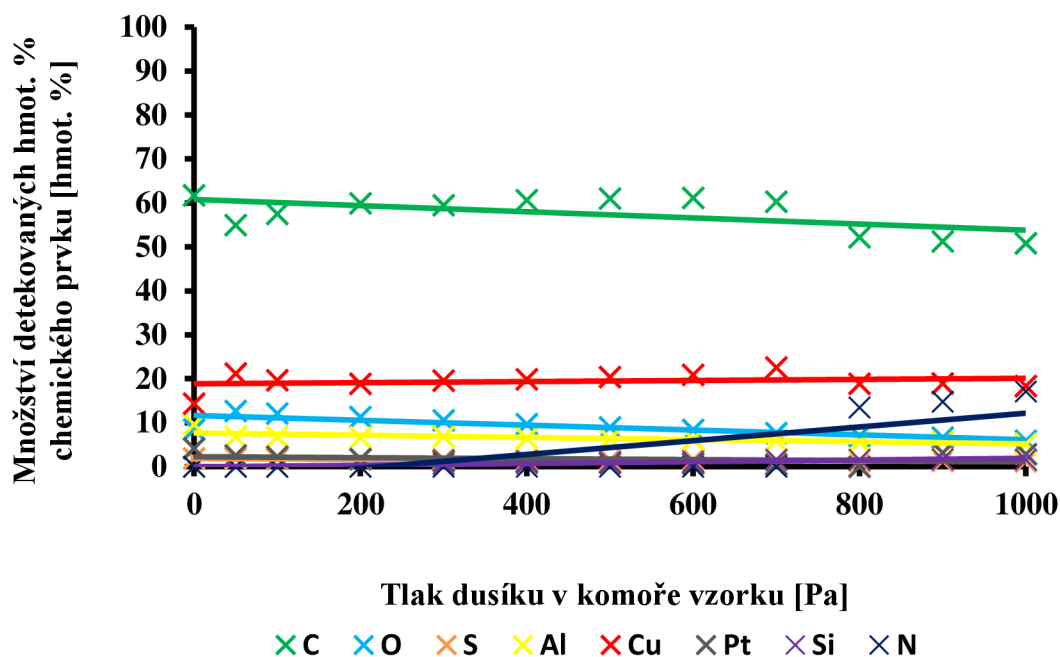
Následně byl sledován vliv urychlovacího napětí na výsledky EDS při analýze multipoint z celé vybrané oblasti v dusíkové atmosféře.



Obr. 5.15 Závislost výsledků kvantitativní analýzy multipoint z celé vybrané oblasti na tlaku dusíku v komoře vzorku při urychlovacím napětí  $U_K = 30$  kV



Obr. 5.16 Závislost výsledků kvantitativní analýzy multipoint z celé vybrané oblasti na tlaku dusíku v komoře vzorku při urychlovacím napětí  $U_K = 20$  kV

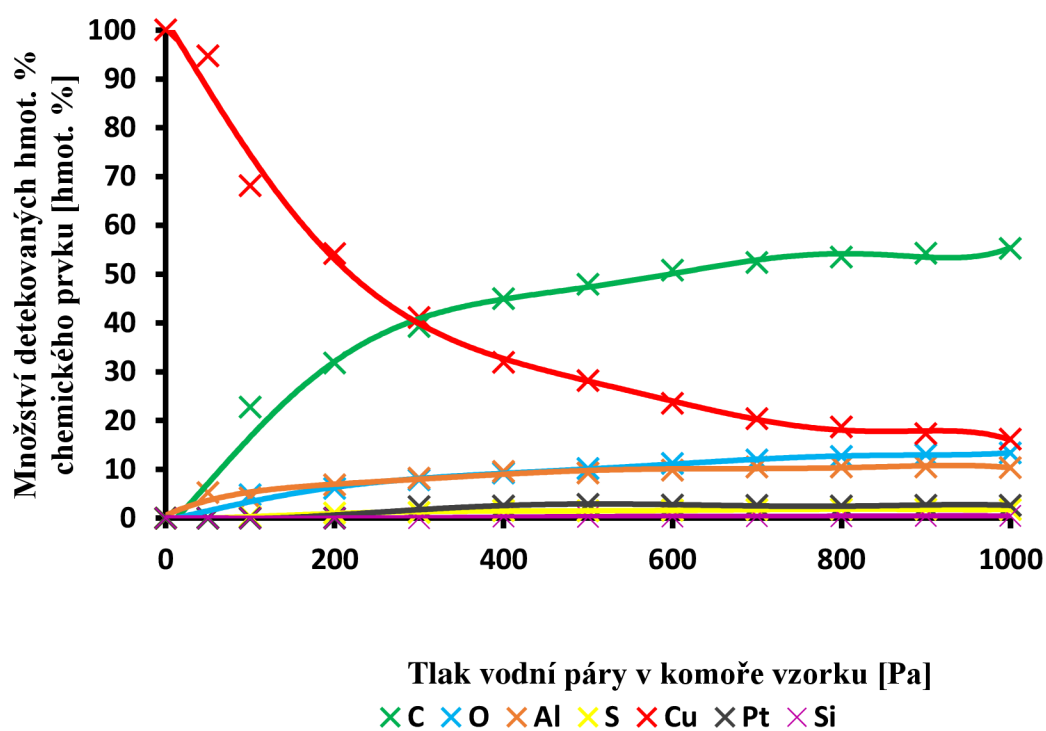


Obr. 5.17 Závislost výsledků kvantitativní analýzy multipoint z celé vybrané oblasti na tlaku dusíku v komoře vzorku při urychlovacím napětí  $U_K = 10$  kV

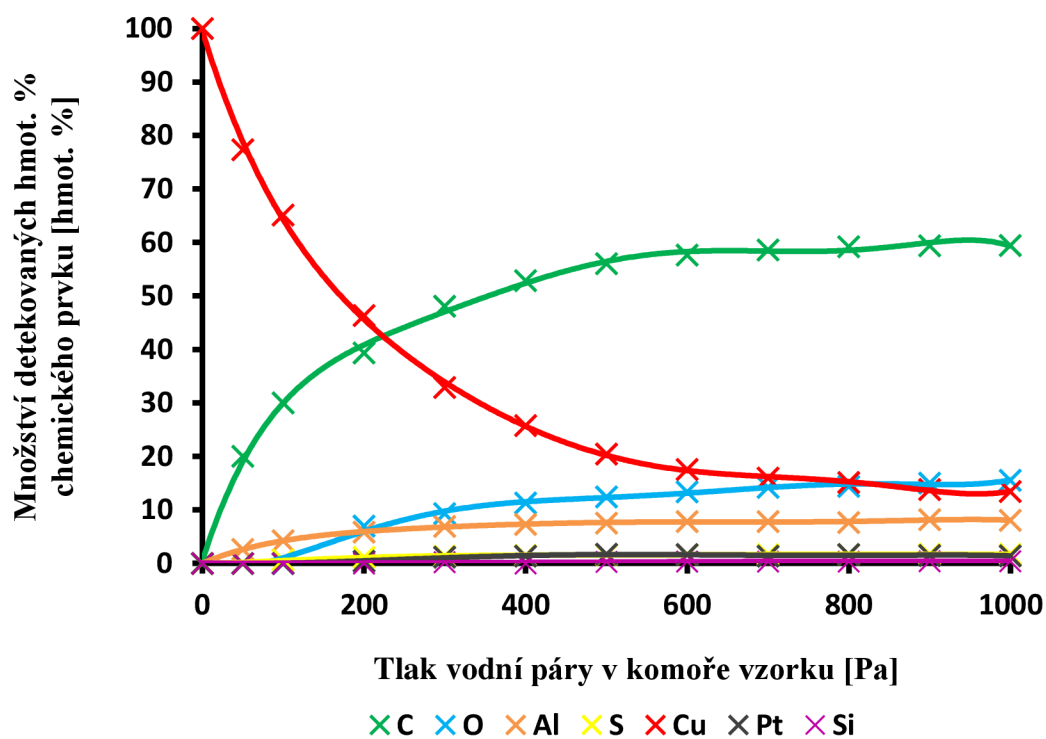
Ze závislosti na Obr. 5.15, Obr. 5.16 a Obr. 5.17 vyplývá, že tlak dusíku a hodnota urychlovacího napětí má na analýzu multipoint, na rozdíl od bodové analýzy, jen minimální vliv. Analýza multipoint probíhá z celé vybrané oblasti. Je zřejmé, že rozptyl svazku PE nemá zásadní vliv na analýzu multipoint. Jelikož analýza multipoint probíhá z každého bodu oblasti, dochází k rozptylu svazku PE u každého bodu a rozptýlené PE generují RTG opět ve zkoumané oblasti. Poměr hmot. % jednotlivých prvků se nemění, protože rozptyl PE generuje RTG, které zvyšuje zastoupení všech prvků v oblasti stejně. Problém nastává při okrajových bodech oblasti, protože rozptylem svazku PE se generuje RTG i mimo zkoumanou oblast. Okolí vybrané oblasti má téměř stejný charakter jako oblast samotná, v důsledku čehož generace RTG mimo zkoumanou oblast nemá v daném případě skoro žádný vliv na výsledky analýzy multipoint a neovlivní jak kvalitativní tak i kvantitativní výsledky analýz. Jako i při bodové analýze při urychlovacím napětí 10 kV došlo k objevení ve spektru čár odpovídajících dusíku.

## 5.5 Vliv přítomnosti vodní páry v komoře vzorku na výsledky energiově disperzní spektroskopie

Při experimentu byla do komory vzorku připuštěna vodní pára do tlaku 1000 Pa. Podobně jako při připuštění dusíku byla provedena bodová analýza v místech výskytu jen jednoho chemického prvku a analýza multipoint z celé vybrané oblasti. Byl sledován vliv přítomnosti vodní páry v komoře vzorku a změny urychlovacího napětí na výsledky EDS.

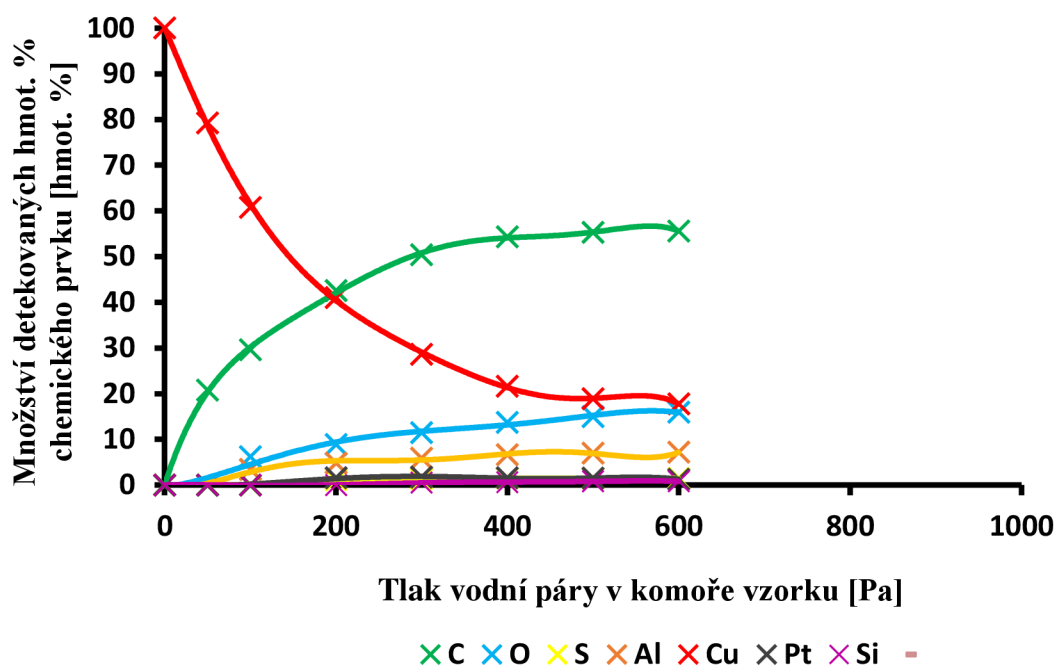


Obr. 5.18 Závislost výsledků kvantitativní bodové analýzy pro vybranou oblast mědi na tlaku vodní páry v komoře vzorku mikroskopu. Nastavené urychlovací napětí  $U_K = 30$  kV

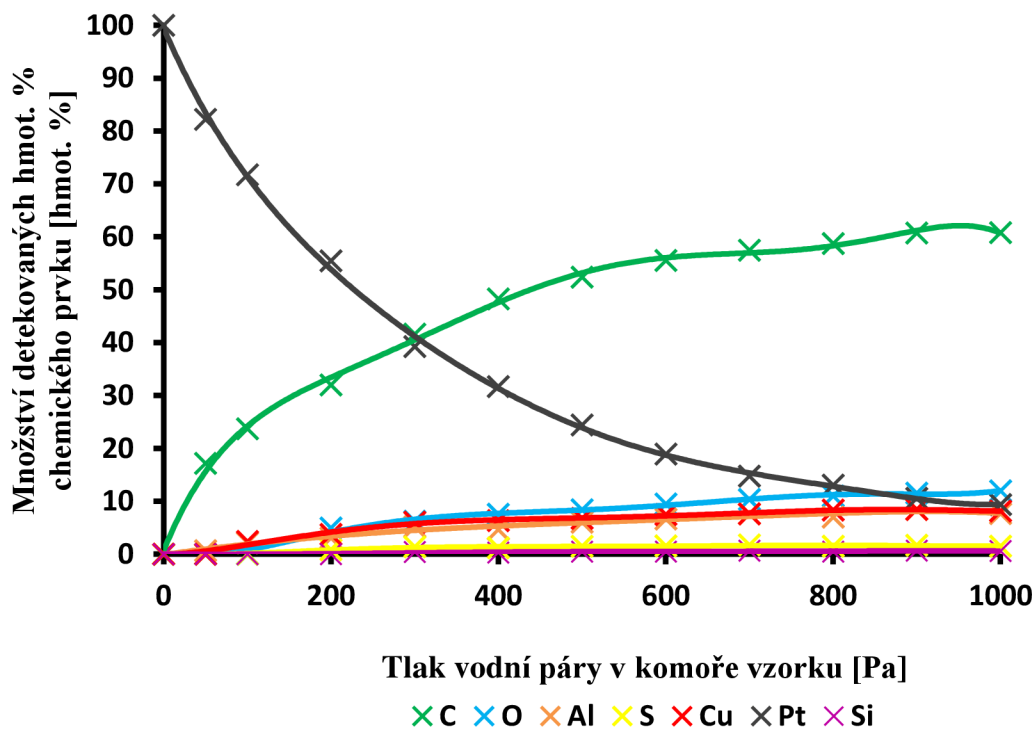


Obr. 5.19 Závislost výsledků kvantitativní bodové analýzy pro vybranou oblast mědi na tlaku vodní páry v komoře vzorku mikroskopu. Nastavené urychlovací napětí  $U_K = 20$  kV

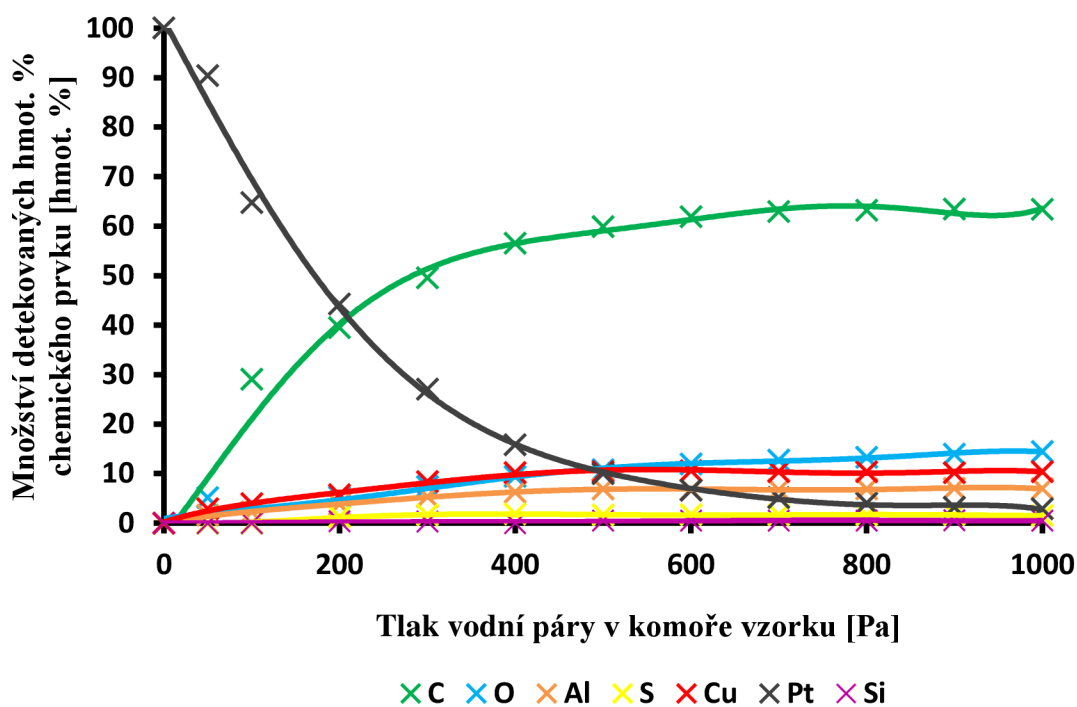




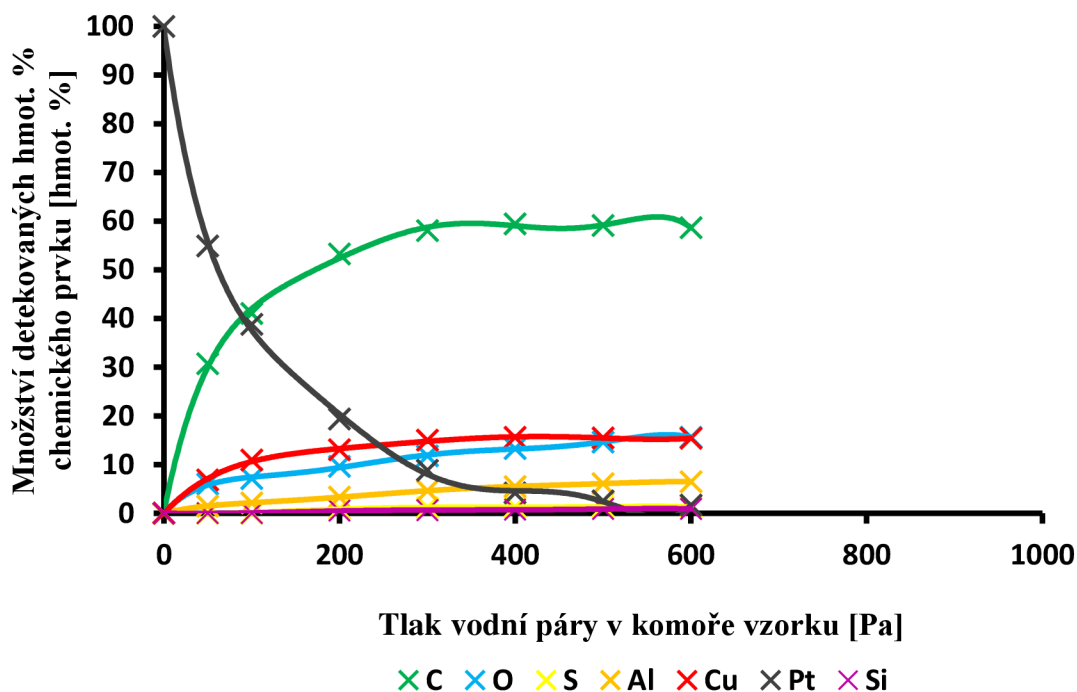
Obr. 5.20 Závislost výsledků kvantitativní bodové analýzy pro vybranou oblast mědi na tlaku vodní páry v komoře vzorku mikroskopu. Nastavené urychlovací napětí  $U_K = 10$  kV



Obr. 5.21 Závislost výsledků kvantitativní bodové analýzy pro vybranou oblast platiny na tlaku vodní páry v komoře vzorku mikroskopu. Nastavené urychlovací napětí  $U_K = 30$  kV



Obr. 5.22 Závislost výsledků kvantitativní bodové analýzy pro vybranou oblast platiny na tlaku vodní páry v komoře vzorku mikroskopu. Nastavené urychlovací napětí  $U_K = 20$  kV



Obr. 5.23 Závislost výsledků kvantitativní bodové analýzy pro vybranou oblast platiny na tlaku vodní páry v komoře vzorku mikroskopu. Nastavené urychlovací napětí  $U_K = 10$  kV

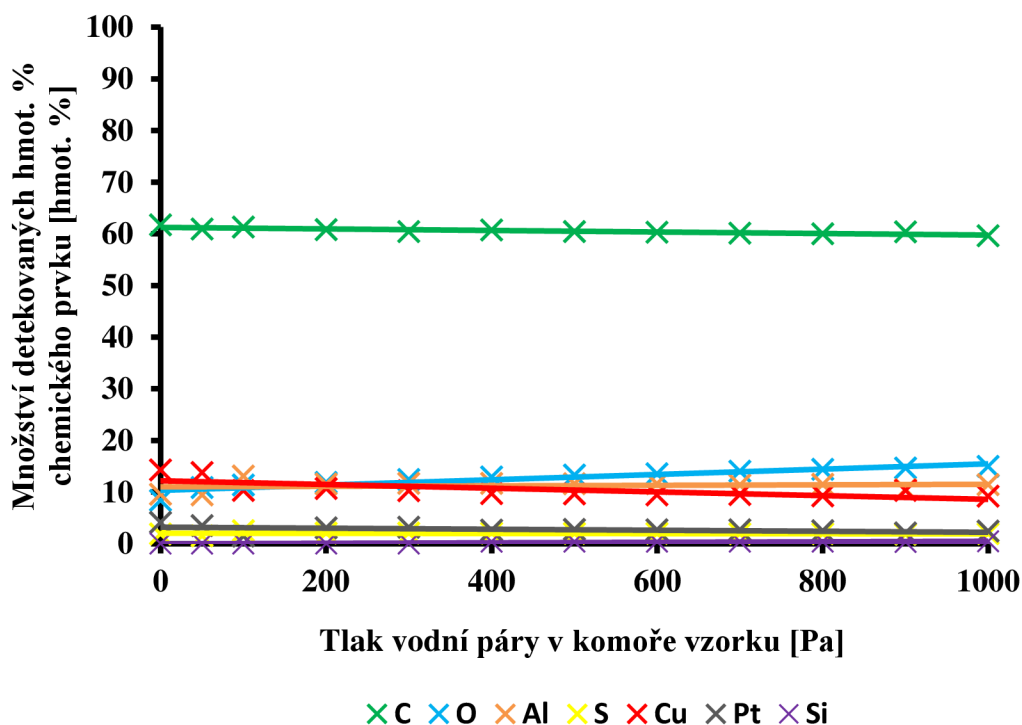
Závislost má podobný charakter jako při přítomnosti dusíku v komoře vzorku. Opět se projevuje efekt interakce svazku PE s molekulami plynu v komoře vzorku. RTG se generuje nejen z analyzovaného bodu ale i z jeho okolí (rozptyl PE) a do spektra se dostávají spektrální čáry chemických prvků, které se v analyzovaném bodě nenacházejí.

Při přítomnosti vodní páry v komoře vzorku je jev rozptýlení PE menší než za přítomnosti dusíku. Z této závislosti je následně viditelný pokles hmot. % daného chemického prvku při větších hodnotách tlaku než při dusíkové atmosféře. Pravděpodobnost rozptylu svazku PE roste s větším atomovým číslem napouštěného plynu, což se potvrdilo během simulace.

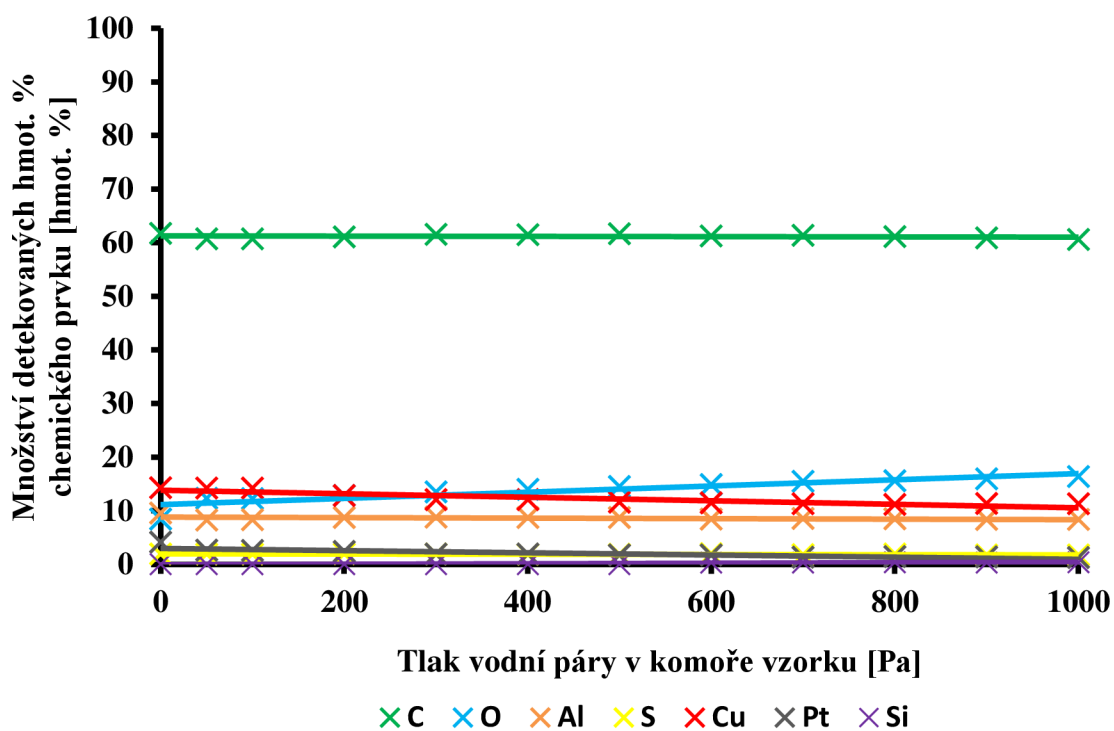
Při urychlovacím napětí 10 kV se nepovedlo provést analýzy pro tlak plynu větší než 600 Pa, protože při vyšším tlaku byl obraz povrchu vzorku natolik zašuměn, že nebylo možné vybrat požadovanou analyzovanou oblast.

Jako i v dusíkové atmosféře pro bodové analýzy platí, že při zmenšování urychlovacího napětí, dochází k rychlejšímu poklesu množství detekovaných hmot. % analyzovaného chemického prvku a rychlejšímu nárůstu obsahu stopových chemických prvků.

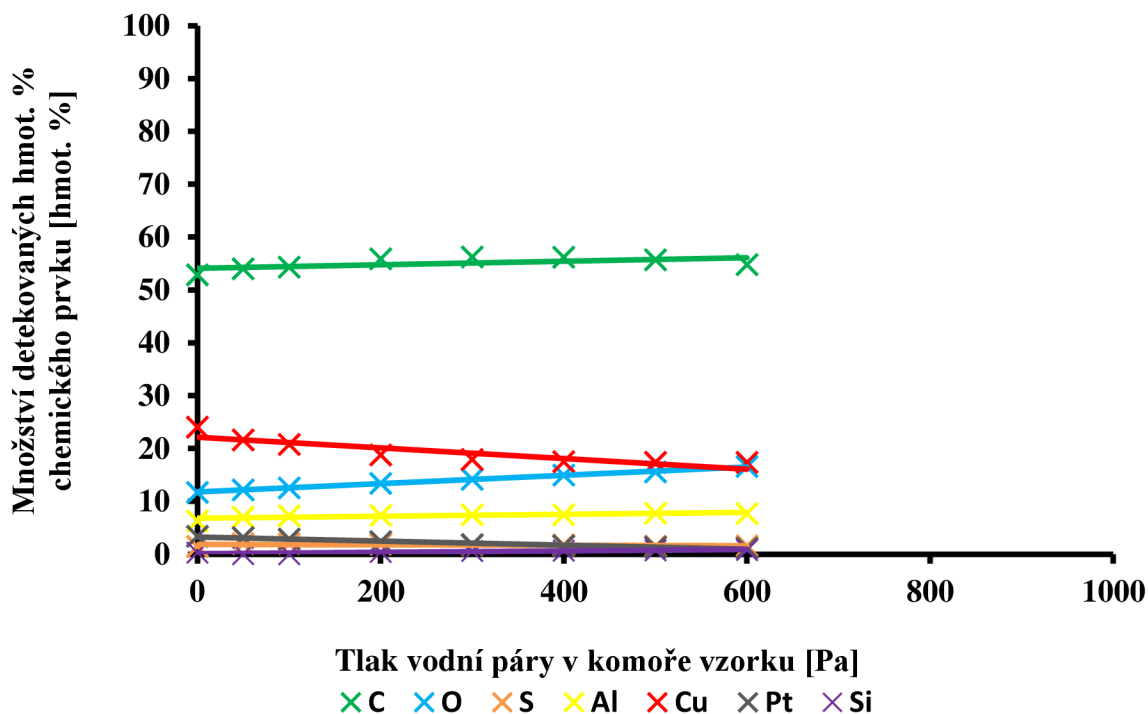
Následně byl sledován vliv urychlovacího napětí na výsledky EDS při analýze multipoint z celé vybrané oblasti ve vodní páře.



Obr. 5.24 Závislost výsledků kvantitativní analýzy multipoint na tlaku vodní páry v komoře vzorku při urychlovacím napětí  $U_K = 30$  kV



Obr. 5.25 Závislost výsledků kvantitativní analýzy multipoint na tlaku vodní páry v komoře vzorku při urychlovacím napětí  $U_K = 20$  kV



Obr. 5.26 Závislost výsledků kvantitativní analýzy multipoint na tlaku vodní páry v komoře vzorku při urychlovacím napětí  $U_K = 10$  kV

Na Obr. 5.24, 5.25 a 5.26 je znázorněna závislost výsledků kvantitativní analýzy multipoint na tlaku vodní páry v komoře vzorku a urychlovacím napětím. Závislost má skoro stejný průběh jako závislost při přítomnosti dusíku v komoře vzorku, při zvyšování tlaku docházelo k většímu zastoupení hmot. % kyslíku, atomy kterého byly součástí molekul vodní páry. Rozptýlení svazku PE nastává při každém bodě oblasti. Generace RTG z okolních oblastí každého bodu zdánlivě zvyšuje zastoupení každého chemického prvku stejně, přičemž se poměr jejich hmot. % prakticky nemění. Podobně jako při analýze za přítomnosti dusíku generace RTG mimo zkoumanou oblast nemá vliv na výsledky analýzy, v důsledku podobného charakteru zkoumané oblasti a její okolí.

## 6 ZÁVĚR

Bakalářská práce se zabývá studiem vlivu pracovních podmínek v rastrovacím elektronovém mikroskopu VEGA3XMU fy. Tescan vybaveného energiově disperzním spektroskopem Xflash 6|10 fy. Bruker na výsledky rentgenové mikroanalýzy. Práce se skládá z teoretické a praktické části.

V teoretické části jsou popsány základní principy elektronové rastrovací mikroskopie, environmentální rastrovací elektronové mikroskopie a spektrální rentgenové mikroanalýzy. Nejprve je popsán princip funkce rastrovacího elektronového mikroskopu a dále pak odlišnosti environmentálního rastrovacího elektronového mikroskopu od klasického SEM. Následuje popis jednotlivých signálů vznikajících při interakci svazku primárních elektronů s povrchem vzorku, s důrazem kladeným na charakteristické a spojitě rentgenové záření. V poslední kapitole teoretické části práce je popsán princip detekce rentgenového záření pomocí silicon drifted detektoru a metody kvalitativní a kvantitativní rentgenové mikroanalýzy.

V praktické části práce jsou uvedeny provedené prvkové mikroanalýzy na vzorku obsahující známé chemické prvky viz. Obr. 5.1. Prvkové analýzy byly nejprve uskutečněny při nastaveném urychlovacím napětí 30 kV a tlaku  $10^{-2}$  Pa v komoře vzorku mikroskopu, pro ověření elementárního složení vzorku, zjištění přesného rozložení prvků na povrchu vybrané oblasti (mapovací analýza) a získání výsledků pro srovnání s analýzami při vyšším tlaku v komoře vzorku mikroskopu resp. při nižším urychlovacím napětím jsou uvedeny v Tab. 5.1

Při energiově disperzní spektroskopii byly vždy prováděny dva typy měření. Byla provedena bodová mikroanalýza v místech s výskytem jen jednoho chemického prvku a mikroanalýza multipoint z vybrané oblasti povrchu vzorku. Po uskutečnění prvotních mikroanalýz ve vakuu byla provedena řada rentgenových mikroanalýz za přítomnosti dusíku viz. grafy na Obr. 5.9 až Obr. 5.17 resp. vodní páry viz. Obr. 5.18 až Obr. 5.26 v komoře vzorku do tlaku 1000 Pa při různých urychlovacích napětích.

Při prvkových analýzách za přítomnosti plynu v komoře vzorku dochází k rozptylu svazku primárních elektronů a interakcí s molekulami přítomného plynu. Se zvyšujícím se tlakem plynu je interakce častější a dochází k většímu rozptylu primárních elektronů. Jev rozptýlení svazku primárních elektronů jednoznačně ovlivňuje výsledky bodové mikroanalýzy viz grafy na Obr. 5.9 až Obr. 5.14 a Obr. 5.18 až Obr. 5.23, neboť se zvětšuje oblast dopadu PE a s tím i místo vzniku rentgenového záření. Ve výsledku tento jev vede ke změnám ve spektru detekovaného RTG záření, výskytu spektrálních čar chemických prvků nacházejících se v okolí zkoumaného místa na vzorku a změnám ve výsledcích kvantitativních analýz. Výsledky prvkové mikroanalýzy multipoint z celé vybrané oblasti viz. grafy na Obr. 5.15 až Obr. 5.17 a Obr. 5.24 až Obr. 5.26 se se zvyšováním tlaku v komoře vzorku mikroskopu popř. se změnou urychlovacího napětí téměř nemění neboť při analýze multipoint dochází k rozptýlení primárních elektronů v každém bodě pozorované oblasti, což ve výsledku neovlivní výsledky prvkové analýzy. Jediný problém nastává na okrajích vybrané části vzorku, kde rozptýlené primární elektrony zasahují i mimo sledovanou oblast. Neboť však okolí vybrané oblasti měřeného vzorku mělo stejný charakter jako oblast samotná, nedocházelo ke změnám ve výsledcích

prvkových analýz multipoint. Rovněž poměr zastoupení jednotlivých prvků se téměř neměnil a kvantitativní výsledky se od sebe příliš nelišily.

Celkově však během prvkových analýz prováděných při vyšším tlaku dusíku resp. vodní páry v komoře vzorku a zároveň urychlovacím napětím 10 kV docházelo k detekci charakteristického RTG emitovaného z použitého pracovního plynu. To se projevilo detekcí dusíku, resp. nárůstem množství detekovaných hmotnostních procent kyslíku.

Z výsledků práce vyplývá, že ideální je provádění prvkových analýz při co nejnižším tlaku v komoře vzorku mikroskopu. Při nutnosti použití vyššího tlaku v komoře vzorku mikroskopu je třeba uvažovat negativní vlivy způsobené okolím vzorku popř. použitou atmosférou. Detekce prvků z okolí vzorku se dá částečně eliminovat prováděním prvkových analýz z malé oblasti ve středu větších homogenních vzorků. Negativní vliv detekce charakteristického RTG z použité atmosféry se pak dá eliminovat ve výsledcích kvalitativní mikroanalýzy za předpokladu, že vzorek neobsahuje prvky obsažené v pracovním plynu.

# LITERATURA

- [1] GOLDSTEIN, Joseph et al. *Scanning electron microscopy and X-ray microanalysis*. 3rd ed. New York: Kluwer, 2003. xix, 689 s. ISBN 0-306-47292-9.
- [2] DEBBIE, J. Stokes. *Principles and practice of variable pressure / environmental scanning electron microscopy (VP-ESEM)*. Chichester: Wiley, 2008, 7. vyd. 221s. ISBN 978-0-470-06540-2.
- [3] KUBÍNEK, E., ŠAFAŘOVÁ, K., VŮJTEK, M., *Elektronová mikroskopie*, (přednáška, pdf, 57 MB) [online]. [cit. 2015-10-03] Dostupné z:  
<http://fyzika.upol.cz/cs/system/files/download/vujtek/granty/elmikro.pdf>
- [4] ВЛАСОВ А. И. *Электронная микроскопия : учеб. пособие / М. : Изд-во МГТУ им. Н. Э. Баумана, 2011. – 168 с. : ил. (Библиотека «Наноинженерия» : в 17 кн. Кн. 11). ISBN 978-5-7038-3502-9.*
- [5] FRANK L., JIRÁK J., REK A. a Zdenka ROZSIVÁLOVÁ Z. *Speciální diagnostika*. Brno. 79s. Skripta. Vysoké učení technické v Brně.
- [6] TESCAN. *Technické parametry mikroskopu Vega3 XMU* .[online]. [cit. 2015-11-15]. Dostupné z:  
<http://www.tescan.com/en/products/vega-sem/vega3-xm>
- [7] BRUKER. *Technické parametre detektoru Flash 6|10* .[online]. [2015-11-15]. Dostupné z:  
<http://www.bruker.com/products/x-ray-diffraction-and-elemental-analysis/eds-wds-ebds-sem-micro-xrf-and-sem-micro-ct/quantax-eds-for-sem/quantax-hardware/xflashr-6-10-detector.html>
- [8] BRUKER. *Introduction XFlash 6 The new EDS detector series for SEM and TEM*. 68 s. [https://www.google.ru/url?sa=t&rct=j&q=&esrc=s&source=web&cd=6&cad=rja&uact=8&ved=0CDgQFjAFahUKEwiQ-7jww5LJAhXMECwKHZ39AfU&url=https%3A%2F%2Fwww.bruker.com%2Ffileadmin%2Fuser\\_upload%2F8-PDF-Docs%2FX-rayDiffraction\\_ElementalAnalysis%2FMicroanalysis\\_EBSD%2FWebinars%2FBruker\\_EDS\\_Webinar\\_XFlash6\\_2012-06-13\\_lowres.pdf&usg=AFQjCNGyb7NRgZSCxy61IS2I2Befi2JTEQ&bvm=bv.107467506,d.bGg](https://www.google.ru/url?sa=t&rct=j&q=&esrc=s&source=web&cd=6&cad=rja&uact=8&ved=0CDgQFjAFahUKEwiQ-7jww5LJAhXMECwKHZ39AfU&url=https%3A%2F%2Fwww.bruker.com%2Ffileadmin%2Fuser_upload%2F8-PDF-Docs%2FX-rayDiffraction_ElementalAnalysis%2FMicroanalysis_EBSD%2FWebinars%2FBruker_EDS_Webinar_XFlash6_2012-06-13_lowres.pdf&usg=AFQjCNGyb7NRgZSCxy61IS2I2Befi2JTEQ&bvm=bv.107467506,d.bGg)
- [9] LECHNER et al. *Silicon drift detectors for high count rate X-Ray spectroscopy at room temperature*. Nuclear Instruments and Methods In Physics Research A 458, 2001. [online]. [cit. 2015-12-5]. Dostupné z:  
<http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S016890020000872X>
- [10] FEI. *Technické parametry mikroskopu Magellan™ XHR SEM*. [online]. [cit. 2016-05-27]. Dostupné z:  
[http://labsoft.pl/wordpress/wp-content/uploads/2013/08/magellan\\_ds.pdf](http://labsoft.pl/wordpress/wp-content/uploads/2013/08/magellan_ds.pdf)
- [11] JEOL. *Technické parametry mikroskopu JSM 7500F* [online]. [cit. 2016-05-27]. Dostupné z:



<http://aiim.uow.edu.au/content/groups/public/@web/@aiim/documents/doc/uow154681.pdf>

- [12] FEI. *Technické parametry mikroskopu Quanta 250 FEG*. [online]. [cit. 2016-05-27].

Dostupné z:

[https://www.google.cz/url?sa=t&rct=j&q=&esrc=s&source=web&cd=4&cad=rja&uact=8&ved=0ahUKEwj-qM\\_jvPrMAhUBFxQKHTG\\_DusQFggyMAM&url=https%3A%2F%2Fwww.fei.com%2FWorkArea%2FDownloadAsset.aspx%3Fid%3D21474838669&usg=AFQjCNGqA72b0ZBQXOr-jA5Ojye3WflZRQ&sig2=6w2cD7ZV4iGRN6UCe\\_A7TA&bvm=bv.122676328,d.bGg](https://www.google.cz/url?sa=t&rct=j&q=&esrc=s&source=web&cd=4&cad=rja&uact=8&ved=0ahUKEwj-qM_jvPrMAhUBFxQKHTG_DusQFggyMAM&url=https%3A%2F%2Fwww.fei.com%2FWorkArea%2FDownloadAsset.aspx%3Fid%3D21474838669&usg=AFQjCNGqA72b0ZBQXOr-jA5Ojye3WflZRQ&sig2=6w2cD7ZV4iGRN6UCe_A7TA&bvm=bv.122676328,d.bGg)

# SEZNAM OBRÁZKŮ

Obr. 1.1	Principiální schéma rastrovacího elektronového mikroskopu [1] .....	2
Obr. 2.1	Vakuový systém environmentálního rastrovacího elektronového mikroskopu [2] .....	4
Obr. 3.1	A: signály uvolňující se ze vzorku při interakci PE s povrchem pevné látky. B: Schématické zobrazení rozptylu primárního svazku v pevné látce s vyjádřením excitačního objemu pro některé signály .....	6
Obr. 3.2	Ukázka pružně rozptýlených elektronů [3] .....	7
Obr. 3.3	Energiové spektrum signálních elektronů (SE – sekundární elektrony, BSE – zpětně odražené elektrony, AE – Augerové elektrony, LLE – nízkozářivé zpětně odražené elektrony) .....	7
Obr. 3.4	Vznik charakteristického rentgenového záření [5] .....	9
Obr. 3.5	Spektrum rentgenového záření .....	10
Obr. 3.6	Zjednodušené schéma energetických poměrů v atomu při jeho buzení a následné emisi kvant charakteristického RTG [5] .....	10
Obr. 4.1	Blokové schéma elektroniky SDD [5] .....	12
Obr. 4.2	Principiální schéma funkce SDD [9] .....	13
Obr. 4.3	Rozložení elektrického potenciálu v objemu SSD [9] .....	14
Obr. 4.4	Simulace rozptylu svazku primárních elektronů. Tlak dusíku $P = 500$ Pa, urychlovací napětí $U_K = 30$ kV, pracovní vzdálenost $W_D = 15$ mm .....	17
Obr. 4.5	Histogram simulace rozptylu svazku primárních elektronů se znázorněným poloměrem rozptylu 10 – 90%. Tlak dusíku $P = 500$ Pa, urychlovací napětí $U_K = 30$ kV, pracovní vzdálenost $W_D = 15$ mm .....	18
Obr. 4.6	Závislost poloměru elektronového svazku na tlaku plynu v komoře vzorku pro vodní páru a dusík získané programem EFS .....	19
Obr. 5.1	Prostorové rozložení chemických prvků ve vybrané oblasti získané mapovací analýzou .....	20
Obr. 5.2	Spektrum rentgenového záření získaného analýzou multipoint z celé analyzované oblasti za optimálních podmínek .....	21
Obr. 5.3	Přiblížení vybrané oblasti zkoumaného vzorku .....	22
Obr. 5.4	Závislost výsledků kvantitativní bodové analýzy pro vybranou oblast mědi na velikosti urychlovacího napětí ve vakuu .....	23
Obr. 5.5	Závislost výsledků kvantitativní bodové analýzy pro vybranou oblast platiny na velikosti urychlovacího napětí ve vakuu .....	24
Obr. 5.6	Závislost výsledků kvantitativní analýzy multipoint z celé oblasti na velikosti urychlovacího napětí ve vakuu .....	24
Obr. 5.7	Stanovené spektrum RTG při bodové analýze pro vybranou oblast mědi za	

optimálních podmínek v komoře vzorku .....	25
Obr. 5.8 Stanovené spektrum RTG při bodové analýze pro vybranou oblast mědi za přítomnosti dusíku v komoře vzorku při tlaku 1000 Pa.....	26
Obr. 5.9 Závislost výsledků kvantitativní bodové analýzy pro vybranou oblast mědi na tlaku dusíku v komoře vzorku mikroskopu. Nastavené urychlovací napětí $U_K = 30$ kV .....	26
Obr. 5.10 Závislost výsledků kvantitativní bodové analýzy pro vybranou oblast mědi na tlaku dusíku v komoře vzorku mikroskopu. Nastavené urychlovací napětí $U_K = 20$ kV .....	27
Obr. 5.11 Závislost výsledků kvantitativní bodové analýzy pro vybranou oblast mědi na tlaku dusíku v komoře vzorku mikroskopu. Nastavené urychlovací napětí $U_K = 10$ kV .....	27
Obr. 5.12 Závislost výsledků kvantitativní bodové analýzy pro vybranou oblast platiny na tlaku dusíku v komoře vzorku mikroskopu. Nastavené urychlovací napětí $U_K = 30$ kV.....	28
Obr. 5.13 Závislost výsledků kvantitativní bodové analýzy pro vybranou oblast platiny na tlaku dusíku v komoře vzorku mikroskopu. Nastavené urychlovací napětí $U_K = 20$ kV.....	28
Obr. 5.14 Závislost výsledků kvantitativní bodové analýzy pro vybranou oblast platiny na tlaku dusíku v komoře vzorku mikroskopu. Nastavené urychlovací napětí $U_K = 10$ kV.....	29
Obr. 5.15 Závislost výsledků kvantitativní analýzy multipoint z celé vybrané oblasti na tlaku dusíku v komoře vzorku při urychlovacím napětí $U_K = 30$ kV .....	30
Obr. 5.16 Závislost výsledků kvantitativní analýzy multipoint z celé vybrané oblasti na tlaku dusíku v komoře vzorku při urychlovacím napětí $U_K = 20$ kV .....	30
Obr. 5.17 Závislost výsledků kvantitativní analýzy multipoint z celé vybrané oblasti na tlaku dusíku v komoře vzorku při urychlovacím napětí $U_K = 10$ kV .....	31
Obr. 5.18 Závislost výsledků kvantitativní bodové analýzy pro vybranou oblast mědi na tlaku vodní páry v komoře vzorku mikroskopu. Nastavené urychlovací napětí $U_K = 30$ kV.....	32
Obr. 5.19 Závislost výsledků kvantitativní bodové analýzy pro vybranou oblast mědi na tlaku vodní páry v komoře vzorku mikroskopu. Nastavené urychlovací napětí $U_K = 20$ kV.....	32
Obr. 5.20 Závislost výsledků kvantitativní bodové analýzy pro vybranou oblast mědi na tlaku vodní páry v komoře vzorku mikroskopu. Nastavené urychlovací napětí $U_K = 10$ kV.....	33
Obr. 5.21 Závislost výsledků kvantitativní bodové analýzy pro vybranou oblast platiny na tlaku vodní páry v komoře vzorku mikroskopu. Nastavené urychlovací napětí $U_K = 30$ .....	33
Obr. 5.22 Závislost výsledků kvantitativní bodové analýzy pro vybranou oblast platiny na tlaku vodní páry v komoře vzorku mikroskopu. Nastavené urychlovací napětí $U_K = 20$ kV .....	34

Obr. 5.23 Závislost výsledků kvantitativní bodové analýzy pro vybranou oblast platiny na tlaku vodní páry v komoře vzorku mikroskopu. Nastavené urychlovací napětí $U_K = 10$ kV .....	34
Obr. 5.24 Závislost výsledků kvantitativní analýzy multipoint na tlaku vodní páry v komoře vzorku při urychlovacím napětí $U_K = 30$ kV .....	35
Obr. 5.25 Závislost výsledků kvantitativní analýzy multipoint na tlaku vodní páry v komoře vzorku při urychlovacím napětí $U_K = 20$ kV .....	36
Obr. 5.26 Závislost výsledků kvantitativní analýzy multipoint na tlaku vodní páry v komoře vzorku při urychlovacím napětí $U_K = 10$ kV .....	36

# SEZNAM TABULEK

Tab. 5.1 Kvantitativné výsledky EDS za optimálných podmínek pro jednotlivé typy analýz .....	22
---	----

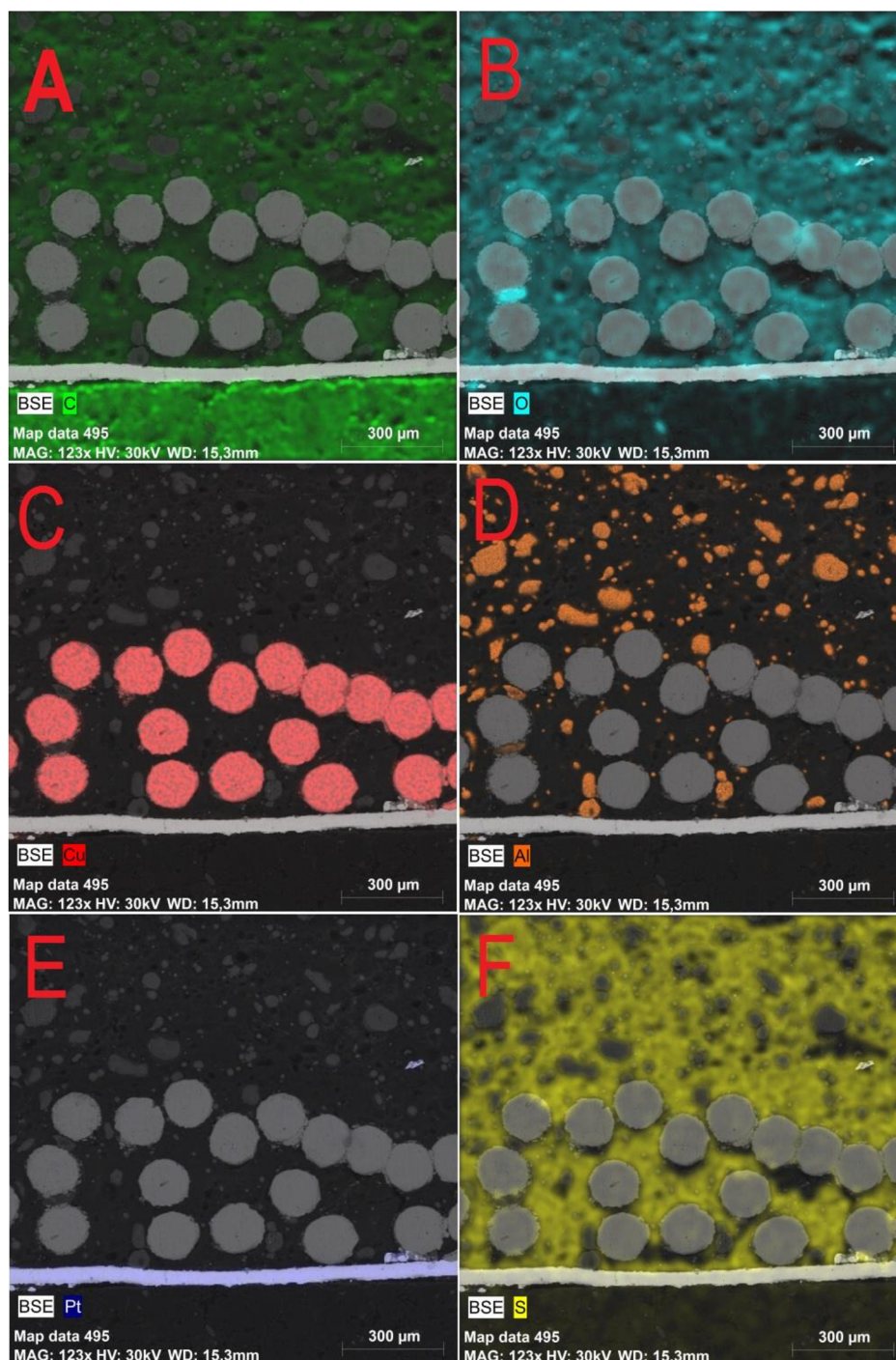
## SEZNAM ZKRÁTEK A SYMBOLŮ

SEM	rastrovací elektronový mikroskop
RTG	rentgenové záření
EDS	energieově disperzní spektroskopie
WDS	vlnově disperzní spektroskopie
ESEM	environmentální rastrovací elektronový mikroskop
$h$	hloubka vniku svazku primárních elektronů
$E$	energie urychlených elektronů
$P$	hustota materiálu vzorku
PE	primární elektrony
SE	sekundární elektrony
BSE	zpětně odražené elektrony
AE	Augerové elektrony
LLE	nizkoztrátové zpětně odražené elektrony
$\eta_{\text{BSE}}$	koeficient emise zpětně odražených elektronů
$I_{\text{BSE}}$	proud zpětně odražených elektronů emitovaných ze vzorku
$I_p$	proud svazku primárních elektronů.
$\delta_{\text{SE}}$	koeficient emise sekundárních elektronů
$I_{\text{SE}}$	proud sekundárních elektronů
$E_{\text{spoj}}$	energie spojitého rentgenového záření
$h$	Planckova konstanta
$c$	rychlost světla (konstanta: $3 \cdot 10^8 \text{ ms}^{-1}$ )
$\lambda$	vlnová délka vyzářeného RTG kvanta
$E_v$	energie elektronu na vnitřní hladině
$E_h$	energie elektronu na vyšší hladině, který přechází na vnitřní hladinu
$E_g$	šířka zakázaného pásu
$Z$	atomové číslo
Si(Li)	křemíkové lithiový detektor
SDD	silicon drifted detektor
FET	field-effect tranzistor
$C_A$	koncentrace prvku
$I_A$	intenzita RTG záření prvku ve vzorku
$I_S$	RTG intenzita prvku ve standardu

$C_S$	koncentrace prvku ve standardu
ZAF efekty	Z korekce na atomové číslo, A na absorpci a F na sekundární fluorescenční efekty
$W_D$	pracovní vzdálenost
hmot. %	hmotnostní procenta
cps/ev	counts per second per electronvol

# PŘÍLOHA

## Výsledky mapovací analýzy za optimálních podmínek



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



## Tabulky naměřených hodnot

Tab. 0.1 Simulace v programu EFS. Závislost poloměru elektronového svazku na tlaku plynu.

Tlak v komoře vzorku [Pa]	Poloměr elektronového svazku [ $\mu\text{m}$ ]	
	H <sub>2</sub> O	N <sub>2</sub>
0	1,00	1,00
50	1,00	86,00
100	129,00	157,00
200	271,00	557,00
300	498,00	698,00
400	700,00	928,00
500	652,00	1234,00
600	714,00	1158,00
700	793,00	1390,00
800	895,00	1486,00
900	987,00	1440,00
1000	1093,00	1690,00

Tab. 0.2 Simulace v programu EFS. Závislost nerozptýlených PE na tlaku plynu v komoře vzorku.

Tlak v komoře vzorku [Pa]	Množství nerozptýlených PE pro jednotlivé plyny [%]	
	H <sub>2</sub> O	N <sub>2</sub>
vakuum	100,00	100,00
10	98,30	99,60
50	92,70	91,50
100	90,10	86,60
200	80,90	71,80
300	73,80	58,80
400	63,20	53,70
500	66,30	44,50
600	62,80	43,60
700	56,80	38,40
800	52,90	38,50
900	51,30	32,10
1000	45,50	28,50

Tab. 0.3 Kvantitativní výsledky analýzy multipoint ve vakuu.

Velikost urychlovacího napětí [kV]	Kvantitativní výsledky analýzy multipoint [hmot. %]					
	C	O	Cu	Al	Pt	S
5	38,00	15,19	37,45	3,14	5,67	0,55
10	47,31	15,41	26,77	5,57	3,86	1,07
20	53,06	14,51	17,75	9,10	3,84	1,74
30	56,81	13,60	12,73	10,82	3,82	2,21

Tab. 0.4 Kvantitativní výsledky analýzy v bodě výskytu mědi ve vakuu.

Velikost urychlovacího napětí [kV]	Kvantitativní výsledky analýzy v bodě výskytu mědi [hmot. %]					
	C	O	Cu	Al	Pt	S
5	2,84	2,25	94,55	0,36	0,00	0,00
10	2,20	1,57	96,24	0,00	0,00	0,00
20	1,55	0,00	98,45	0,00	0,00	0,00
30	0,00	0,00	100,00	0,00	0,00	0,00

Tab. 0.5 Kvantitativní výsledky analýzy v bodě výskytu platiny ve vakuu.

Velikost urychlovacího napětí [kV]	Kvantitativní výsledky analýzy v bodě výskytu platiny [hmot. %]					
	C	O	Cu	Al	Pt	S
5	3,55	1,72	2,45	0,00	90,44	1,84
10	4,80	0,00	0,00	0,00	95,20	0,00
20	1,93	0,00	0,00	0,00	98,07	0,00
30	0,00	0,00	0,00	0,00	100,00	0,00

Tab. 0.6 Kvantitativní výsledky analýzy multipoint při urychlovacím napětí 30 kV v dusíkové atmosféře.

Tlak v komoře vzorku [Pa]	Kvantitativní výsledky analýzy multipoint [hmot. %]						
	C	O	Al	S	Cu	Pt	Si
0	61,72	8,41	9,57	1,89	14,29	4,12	0,00
50	65,33	8,30	7,99	1,37	13,20	3,80	0,00
100	63,81	8,87	9,00	1,52	12,93	3,87	0,00
200	64,13	8,61	9,40	1,57	12,61	3,69	0,00
300	63,74	8,44	10,30	1,67	12,46	3,39	0,00
400	64,76	7,84	10,56	1,62	12,12	3,10	0,00
500	64,76	7,84	10,56	1,62	12,12	3,10	0,00
600	64,94	7,72	11,24	1,71	11,55	2,83	0,00
700	66,25	6,93	10,69	1,62	11,66	2,85	0,00
800	68,98	6,72	10,87	1,60	9,69	2,14	0,00
900	67,75	6,22	10,54	1,56	11,30	2,63	0,00
1000	68,14	5,68	10,67	1,56	11,37	2,58	0,00

Tab. 0.7 Kvantitativní výsledky analýzy v místě výskytu mědi při urychlovacím napětí 30 kV v dusíkové atmosféře.

Tlak v komoře vzorku [Pa]	Kvantitativní výsledky analýzy v místě výskytu mědi [hmot. %]						
	C	O	Al	S	Cu	Pt	Si
0	0,00	0,00	0,00	0,00	100,00	0,00	0,00
50	0,00	0,00	7,00	0,00	93,00	0,00	0,00
100	31,15	0,00	6,23	0,00	62,62	0,00	0,00
200	44,56	0,00	8,02	0,86	46,56	0,00	0,00
300	50,92	0,00	8,82	1,14	36,31	2,81	0,00
400	56,49	0,00	9,27	1,29	29,87	3,08	0,00
500	56,69	6,51	9,14	1,29	23,43	2,93	0,00
600	59,04	6,37	9,53	1,39	20,52	3,13	0,00
700	60,98	6,22	9,78	1,46	18,55	3,02	0,00
800	62,89	5,90	10,04	1,47	16,83	2,86	0,00
900	63,76	5,67	10,23	1,50	15,81	3,03	0,00
1000	64,91	5,37	10,52	1,54	14,91	2,75	0,00

Tab. 0.8 Kvantitativní výsledky analýzy v místě výskytu platiny při urychlovacím napětí 30 kV v dusíkové atmosféře.

Tlak v komoře vzorku [Pa]	Kvantitativní výsledky analýzy v místě výskytu platiny [hmot. %]						
	C	O	Al	S	Cu	Pt	Si
0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	100,00	0,00
50,00	0,00	0,00	3,33	0,00	0,00	96,67	0,00
100,00	0,00	0,00	5,71	0,00	4,95	89,34	0,00
200,00	0,00	0,00	8,52	3,64	11,14	76,71	0,00
300,00	0,00	0,00	16,63	4,30	16,46	62,61	0,00
400,00	0,00	8,54	19,39	4,76	20,82	46,49	0,00
500,00	0,00	8,79	28,90	5,57	21,67	35,07	0,00
600,00	0,00	8,99	28,77	6,24	27,26	28,74	0,00
700,00	0,00	8,48	32,04	6,74	29,42	23,32	0,00
800,00	0,00	8,29	35,27	7,13	31,12	18,18	0,00
900,00	0,00	8,00	37,08	7,39	31,79	15,73	0,00
1000,00	0,00	7,57	39,19	7,72	32,52	13,00	0,00

Tab. 0.9 Kvantitativní výsledky analýzy multipoint při urychlovacím napětí 20 kV v dusíkové atmosféře.

Tlak v komoře vzorku [Pa]	Kvantitativní výsledky analýzy multipoint [hmot. %]					
	C	O	S	Al	Cu	Pt
0	61,72	8,41	1,89	9,57	14,29	4,12
50	61,79	10,83	1,53	6,83	14,25	4,76
100	62,73	9,88	1,44	6,78	14,26	4,91
200	62,68	9,94	1,61	7,77	13,51	4,49
300	64,67	9,25	1,50	7,50	12,96	4,12
400	65,89	8,59	1,44	7,33	12,71	4,04
500	65,54	8,27	1,54	7,88	13,08	3,68
600	67,51	7,50	1,44	7,40	12,79	3,36
700	67,12	7,32	1,48	7,69	13,18	3,20
800	68,44	6,68	1,44	7,36	12,94	3,14
900	66,98	6,31	1,49	7,76	13,97	3,10
1000	65,28	5,96	1,56	8,31	15,68	2,83

Tab. 0.10 Kvantitativní výsledky analýzy v místě výskytu mědi při urychlovacím napětí 20 kV v dusíkové atmosféře.

Tlak v komoře vzorku [Pa]	Kvantitativní výsledky analýzy v místě výskytu mědi [hmot. %]						
	C	O	Al	S	Cu	Pt	Si
0	0,00	0,00	0,00	0,00	100,00	0,00	0,00
50	26,80	0,00	3,14	0,00	70,06	0,00	0,00
100	39,54	0,00	4,44	0,00	56,02	0,00	0,00
200	50,38	6,68	5,32	0,86	36,76	0,00	0,00
300	55,30	7,20	5,95	1,15	26,42	3,99	0,00
400	59,82	7,36	6,33	1,24	21,30	3,94	0,00
500	63,05	7,20	6,76	1,33	17,90	3,76	0,00
600	65,35	7,13	6,78	1,35	15,77	3,62	0,00
700	66,01	6,99	7,04	1,40	15,00	3,56	0,00
800	67,34	6,44	7,19	1,42	14,33	3,28	0,00
900	67,71	6,04	7,17	1,43	14,12	3,12	0,40
1000	65,28	5,96	8,31	1,56	15,68	2,83	0,38

Tab. 0.11 Kvantitativní výsledky analýzy v místě výskytu platiny při urychlovacím napětí 20 kV v dusíkové atmosféře.

Tlak v komoře vzorku [Pa]	Kvantitativní výsledky analýzy v místě výskytu platiny [hmot. %]						
	C	O	Al	S	Cu	Pt	Si
0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	100,00	0,00
50,00	0,00	0,00	3,15	0,00	4,19	92,66	0,00
100,00	37,39	0,00	1,84	0,00	5,57	55,21	0,00
200,00	52,21	0,00	3,05	0,73	8,30	35,71	0,00
300,00	62,45	0,00	4,17	0,95	10,63	21,79	0,00
400,00	63,72	6,22	4,66	1,02	11,04	13,33	0,00
500,00	66,99	6,40	5,28	1,12	11,66	8,55	0,00
600,00	68,29	6,47	5,70	1,18	12,03	6,33	0,00
700,00	69,68	6,38	5,90	1,21	11,89	4,95	0,00
800,00	70,30	5,88	6,17	1,26	12,20	4,19	0,00
900,00	70,34	5,72	6,33	1,27	12,22	3,66	0,45
1000,00	70,36	5,33	6,44	1,28	12,75	3,38	0,45

Tab. 0.12 Kvantitativní výsledky analýzy multipoint při urychlovacím napětí 10 kV v dusíkové atmosféře.

Tlak v komoře vzorku [Pa]	Kvantitativní výsledky analýzy multipoint [hmot. %]							
	C	O	S	Al	Cu	Si	N	Pt
0	61,72	8,41	1,89	9,57	14,29	0,00	0,00	4,12
50	54,97	12,65	1,85	6,83	21,16	0,00	0,00	2,54
100	57,50	12,10	1,75	6,78	19,61	0,00	0,00	2,25
200	59,86	11,28	1,67	6,62	18,82	0,00	0,00	1,76
300	59,42	10,56	1,66	6,81	19,59	0,65	0,00	1,32
400	60,64	9,69	1,54	6,43	19,83	0,80	0,00	1,07
500	60,95	8,97	1,53	6,32	20,37	0,97	0,00	0,89
600	61,11	8,32	1,51	6,28	20,89	1,16	0,00	0,73
700	60,25	7,66	1,44	6,06	22,52	1,56	0,00	0,52
800	52,16	7,00	1,33	5,68	18,80	1,61	13,42	0,00
900	51,23	6,58	1,27	5,61	18,88	1,68	14,76	3,10
1000	50,78	5,90	1,21	5,18	18,32	1,56	17,06	2,83

Tab. 0.13 Kvantitativní výsledky analýzy v místě výskytu mědi při urychlovacím napětí 10 kV v dusíkové atmosféře.

Tlak v komoře vzorku [Pa]	Kvantitativní výsledky analýzy v místě výskytu mědi [hmot. %]							
	C	O	Al	S	Cu	Pt	Si	N
0	0,00	0,00	0,00	0,00	100,00	0,00	0,00	0,00
50	29,59	5,07	2,76	0,00	62,58	0,00	0,00	0,00
100	41,84	7,32	3,86	1,04	44,71	1,23	0,00	0,00
200	54,47	9,19	5,39	1,39	27,98	1,58	0,00	0,00
300	59,74	9,52	5,80	1,47	21,34	1,47	0,66	0,00
400	61,39	9,39	6,04	1,48	19,61	1,26	0,83	0,00
500	62,19	8,78	6,08	1,51	19,34	1,03	1,07	0,00
600	62,29	8,32	6,08	1,53	19,75	0,82	1,21	0,00
700	54,06	7,56	5,46	1,39	18,57	0,74	1,19	11,03
800	52,99	7,12	5,59	1,37	17,85	0,00	1,73	13,35
900	52,07	6,88	5,55	1,34	17,80	0,00	1,85	14,50
1000	51,85	6,12	5,22	1,29	17,30	0,00	1,55	16,66

Tab. 0.14 Kvantitativní výsledky analýzy v místě výskytu platiny při urychlovacím napětí 10 kV v dusíkové atmosféře.

Tlak v komoře vzorku [Pa]	Kvantitativní výsledky analýzy v místě výskytu platiny [hmot. %]							
	C	O	Al	S	Cu	Pt	Si	N
0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	100,00	0,00	0,00
50,00	42,60	5,78	1,51	0,35	10,39	39,37	0,00	0,00
100,00	53,75	7,58	2,68	0,72	12,95	22,33	0,00	0,00
200,00	61,79	9,10	4,16	1,11	16,09	7,74	0,00	0,00
300,00	64,16	9,13	4,92	1,29	16,67	3,11	0,00	0,00
400,00	64,30	9,07	5,41	1,37	17,20	1,78	0,87	0,00
500,00	64,15	8,60	5,63	1,42	17,91	1,21	1,07	0,00
600,00	63,86	8,11	5,71	1,47	18,80	0,88	1,17	0,00
700,00	55,04	7,45	5,24	1,32	17,57	0,64	1,21	11,52
800,00	54,67	7,08	5,39	1,32	16,76	0,00	1,67	13,11
900,00	53,60	6,53	5,50	1,35	16,95	0,00	1,75	14,32
1000,00	52,67	5,92	5,05	1,29	16,70	0,00	1,55	16,81

Tab. 0.15 Kvantitativní výsledky analýzy multipoint při urychlovacím napětí 30 kV ve vodní páře.

Tlak v komoře vzorku [Pa]	Kvantitativní výsledky analýzy multipoint [hmot. %]						
	C	O	Al	S	Cu	Pt	Si
0	61,72	8,41	9,57	1,89	14,29	4,12	0,00
50	60,89	10,89	9,42	1,53	13,76	3,52	0,00
100	61,25	11,34	13,12	2,49	10,33	1,48	0,00
200	60,77	11,84	11,57	2,10	10,65	3,06	0,00
300	60,39	12,44	11,64	2,09	10,27	3,16	0,00
400	60,73	12,91	11,68	2,05	9,66	2,62	0,37
500	60,39	13,26	11,58	2,02	9,62	2,76	0,37
600	60,31	13,55	11,59	2,02	9,47	2,67	0,38
700	60,11	14,00	11,39	1,95	9,48	2,68	0,39
800	59,97	14,38	11,50	1,97	9,27	2,48	0,42
900	60,33	14,67	10,48	1,82	10,33	2,08	0,31
1000	59,58	14,98	11,40	1,94	9,21	2,45	0,44

Tab. 0.16 Kvantitativní výsledky analýzy v místě výskytu mědi při urychlovacím napětí 30 kV ve vodní páře.

Tlak v komoře vzorku [Pa]	Kvantitativní výsledky analýzy v místě výskytu mědi [hmot. %]						
	C	O	Al	S	Cu	Pt	Si
0	0,00	0,00	0,00	0,00	100,00	0,00	0,00
50	0,00	0,00	5,25	0,00	94,75	0,00	0,00
100	22,73	4,76	4,10	0,27	68,13	0,00	0,00
200	31,77	6,12	6,80	1,07	54,24	0,00	0,00
300	39,27	7,88	8,22	1,20	41,09	2,35	0,00
400	44,94	9,23	9,57	1,54	31,92	2,49	0,32
500	47,91	10,13	9,23	1,48	28,21	2,80	0,25
600	50,81	11,23	9,83	1,61	23,52	2,67	0,32
700	52,39	11,93	10,47	1,76	20,39	2,64	0,39
800	53,46	12,65	10,50	1,80	18,67	2,51	0,41
900	54,25	13,05	10,50	1,83	17,31	2,62	0,43
1000	55,25	13,37	10,37	1,79	16,16	2,63	0,43

Tab. 0.17 Kvantitativní výsledky analýzy v místě výskytu platiny při urychlovacím napětí 30 kV ve vodní páře.

Tlak v komoře vzorku [Pa]	Kvantitativní výsledky analýzy v místě výskytu platiny [hmot. %]						
	C	O	Al	S	Cu	Pt	Si
0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	100,00	0,00
50,00	17,17	0,00	0,66	0,00	0,00	82,18	0,00
100,00	23,71	0,00	2,14	0,00	2,41	71,74	0,00
200,00	31,97	4,94	3,08	0,80	3,76	55,46	0,00
300,00	41,61	6,20	5,18	1,36	6,03	39,24	0,38
400,00	48,28	7,54	4,63	1,20	6,34	31,71	0,30
500,00	52,37	8,39	6,06	1,49	6,77	24,44	0,48
600,00	55,51	9,48	6,62	1,53	7,48	18,89	0,49
700,00	57,43	10,34	7,58	1,71	7,60	14,73	0,62
800,00	58,72	10,98	7,00	1,47	8,33	13,03	0,47
900,00	60,71	11,54	8,43	1,68	8,43	10,55	0,66
1000,00	60,80	11,95	7,65	1,52	8,13	9,38	0,57



Tab. 0.18 Kvantitativní výsledky analýzy multipoint při urychlovacím napětí 20 kV ve vodní páře.

Tlak v komoře vzorku [Pa]	Kvantitativní výsledky analýzy multipoint [hmot. %]						
	C	O	Al	S	Cu	Pt	Si
0	61,72	8,41	9,57	1,89	14,29	4,12	0,00
50	60,70	12,31	8,24	1,94	14,19	2,61	0,00
100	60,71	12,27	8,32	1,93	14,20	2,57	0,00
200	61,04	12,81	8,70	1,98	12,86	2,40	0,00
300	61,56	13,50	8,80	1,91	12,07	1,94	0,00
400	61,49	13,97	8,72	1,86	12,06	1,90	0,00
500	61,64	14,48	8,74	1,87	11,56	1,71	0,00
600	61,25	14,84	8,41	1,95	11,49	1,75	0,32
700	61,34	15,46	8,53	1,78	11,27	1,31	0,31
800	61,14	15,61	8,45	1,89	11,14	1,41	0,36
900	60,90	15,95	8,35	1,74	11,36	1,35	0,31
1000	60,61	16,38	8,37	1,74	11,30	1,24	0,37

Tab. 0.19 Kvantitativní výsledky analýzy v místě výskytu mědi při urychlovacím napětí 20 kV ve vodní páře.

Tlak v komoře vzorku [Pa]	Kvantitativní výsledky analýzy v místě výskytu mědi [hmot. %]						
	C	O	Al	S	Cu	Pt	Si
0	0,00	0,00	0,00	0,00	100,00	0,00	0,00
50	20,04	0,00	2,62	0,00	77,34	0,00	0,00
100	30,00	0,00	4,21	0,66	65,13	0,00	0,00
200	39,33	7,00	5,87	1,10	46,32	0,38	0,00
300	48,10	9,32	6,95	1,38	32,86	1,16	0,23
400	52,88	11,26	7,26	1,50	25,75	1,35	0,00
500	56,04	12,40	7,53	1,58	20,47	1,69	0,29
600	57,63	13,37	7,83	1,64	17,55	1,66	0,32
700	58,61	14,21	7,85	1,67	15,94	1,37	0,36
800	59,21	14,43	7,63	1,63	15,12	1,63	0,35
900	59,37	15,01	8,20	1,73	13,79	1,48	0,42
1000	59,44	15,55	8,04	1,71	13,45	1,41	0,40

Tab. 0.20 Kvantitativní výsledky analýzy v místě výskytu platiny při urychlovacím napětí 20 kV ve vodní páře.

Tlak v komoře vzorku [Pa]	Kvantitativní výsledky analýzy v místě výskytu platiny [hmot. %]						
	C	O	Al	S	Cu	Pt	Si
0	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	100,00	0,00
50	0,00	5,12	1,58	0,00	2,88	90,42	0,00
100	29,04	0,00	2,25	0,00	3,94	64,77	0,00
200	39,44	5,27	3,76	1,27	5,70	44,24	0,33
300	49,55	7,38	5,33	1,66	8,37	27,07	0,27
400	56,56	9,39	6,27	1,82	10,16	15,81	0,00
500	59,87	10,74	6,89	1,67	10,38	9,97	0,49
600	61,91	11,94	6,76	1,70	10,59	6,63	0,47
700	62,92	12,73	6,72	1,64	10,35	5,14	0,50
800	63,20	13,27	6,90	1,65	10,39	4,07	0,51
900	63,42	13,94	7,02	1,70	10,20	3,20	0,53
1000	63,37	14,44	6,93	1,50	10,41	2,85	0,49

Tab. 0.21 Kvantitativní výsledky analýzy multipoint při urychlovacím napětí 10 kV ve vodní páře.

Tlak v komoře vzorku [Pa]	Kvantitativní výsledky analýzy multipoint [hmot. %]						
	C	O	S	Al	Cu	Si	Pt
0	52,87	11,70	1,43	6,31	24,01	0,29	3,39
50	54,01	12,20	2,00	7,02	21,61	0,00	3,16
100	54,29	12,54	2,01	7,28	20,76	0,00	2,84
200	55,86	13,38	1,85	7,34	18,79	0,44	2,35
300	56,26	14,18	1,76	7,47	17,93	0,59	1,80
400	56,15	14,94	1,74	7,43	17,50	0,66	1,58
500	55,68	15,57	1,53	7,76	17,37	0,75	1,34
600	54,77	16,59	1,60	7,71	17,35	0,81	1,17

Tab. 0.22 Kvantitativní výsledky analýzy v místě výskytu mědi při urychlovacím napětí 10 kV ve vodní páře.

Tlak v komoře vzorku [Pa]	Kvantitativní výsledky analýzy v místě výskytu mědi [hmot. %]						
	C	O	S	Al	Cu	Si	Pt
0	0,00	0,00	0,00	0,00	100,00	0,00	0,00
50	20,79	0,00	0,00	0,00	79,21	0,00	0,00
100	29,58	6,22	0,00	3,44	60,76	0,00	0,00
200	42,57	8,89	1,15	4,84	40,98	0,00	1,58
300	50,42	11,50	1,32	5,87	28,61	0,54	1,75
400	54,32	13,70	1,54	6,62	21,60	0,65	1,57
500	55,30	14,98	1,49	6,99	18,91	0,81	1,51
600	55,61	15,92	1,44	7,18	17,76	0,82	1,26

Tab. 0.23 Kvantitativní výsledky analýzy v místě výskytu platiny při urychlovacím napětí 10 kV ve vodní páře.

Tlak v komoře vzorku [Pa]	Kvantitativní výsledky analýzy v místě výskytu platiny [hmot. %]						
	C	O	S	Al	Cu	Si	Pt
0	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	100,00
50	30,74	6,01	0,00	1,49	6,89	0,00	54,87
100	41,00	7,13	0,00	2,16	10,94	0,00	38,78
200	53,24	9,62	0,94	3,30	13,01	0,54	19,36
300	58,06	11,77	1,13	4,62	14,98	0,61	8,82
400	59,41	13,29	1,29	5,51	15,58	0,73	4,18
500	59,09	14,63	1,33	6,09	15,49	0,85	2,52
600	58,63	15,61	1,29	6,46	15,41	0,90	1,69