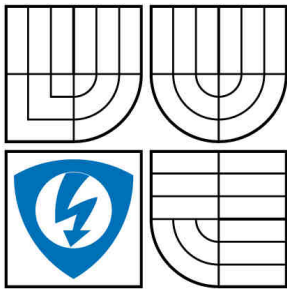


VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V BRNĚ

BRNO UNIVERSITY OF TECHNOLOGY



FAKULTA ELEKTROTECHNIKY A KOMUNIKAČNÍCH  
TECHNOLOGIÍ

ÚSTAV ELEKTROTECHNOLOGIE

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

## POZOROVÁNÍ IZOLANTŮ V ESEM

OBSERVATION OF INSULATORS IN ESEM

DIPLOMOVÁ PRÁCE

MASTER'S THESIS

AUTOR PRÁCE

AUTHOR

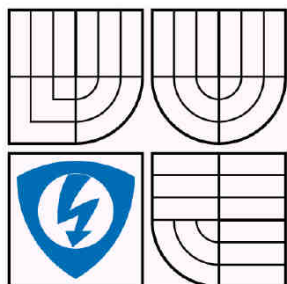
Bc. MILAN MATĚJKA

VEDOUCÍ PRÁCE

SUPERVISOR

doc. Ing. JOSEF JIRÁK, CSc.

BRNO 2008



VYSOKÉ UČENÍ  
TECHNICKÉ V BRNĚ

Fakulta elektrotechniky  
a komunikačních technologií

Ústav elektrotechnologie

## Diplomová práce

magisterský navazující studijní obor  
**Elektrotechnická výroba a management**

**Student:** Matějka Milan Bc.

**ID:** 50439

**Ročník:** 2

**Akademický rok:** 2007/2008

**NÁZEV TÉMATU:**

### Pozorování izolantů v ESEM

#### POKYNY PRO VYPRACOVÁNÍ:

Prostudujte problematiku spojenou s činností environmentálního rastrovacího elektronového mikroskopu (ESEM) a s možnostmi jeho využití pro pozorování povrchové struktury izolantů s omezením projevů nabíjecího jevu. Experimentálně stanovte vhodné podmínky pro pozorování povrchové struktury izolantu při detekci sekundárních elektronů scintilačním a ionizačním detektorem.

#### DOPORUČENÁ LITERATURA:

Podle pokynů vedoucího práce

**Termín zadání:** 11.2.2008

**Termín odevzdání:** 30.5.2008

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

**prof. Ing. Jiří Kazelle, CSc.**  
*předseda oborové rady*

#### UPOZORNĚNÍ:

Autor diplomové práce nesmí při vytváření diplomové práce porušit autorská práva třetích osob, zejména nesmí zasahovat nedovoleným způsobem do cizích autorských práv osobnostních a musí si být plně vědom následků porušení ustanovení § 11 a následujících autorského zákona č. 121/2000 Sb., včetně možných trestněprávních důsledků vyplývajících z ustanovení § 152 trestního zákona č. 140/1961 Sb.

# LICENČNÍ SMLOUVA

## POSKYTOVANÁ K VÝKONU PRÁVA UŽÍT ŠKOLNÍ DÍLO

uzavřená mezi smluvními stranami:

### 1. Pan/paní

Jméno a příjmení: Bc. Milan Matějka  
Bytem: Sadovského 823/14, 61200, Brno - Královo Pole  
Narozen/a (datum a místo): 2.7.1982, Brno

(dále jen "autor")

a

### 2. Vysoké učení technické v Brně

Fakulta elektrotechniky a komunikačních technologií  
se sídlem Údolní 244/53, 60200 Brno 2  
jejímž jménem jedná na základě písemného pověření děkanem fakulty:  
doc. Ing. Marie Sedlaříková, CSc.

(dále jen "nabyvatel")

## Článek 1

### Specifikace školního díla

1. Předmětem této smlouvy je vysokoškolská kvalifikační práce (VŠKP):

- disertační práce
- diplomová práce
- bakalářská práce

jiná práce, jejíž druh je specifikován jako .....

(dále jen VŠKP nebo dílo)

Název VŠKP: Pozorování izolantů v ESEM  
Vedoucí/školitel VŠKP: doc. Ing. Josef Jirák, CSc.  
Ústav: Ústav elektrotechnologie  
Datum obhajoby VŠKP: .....

VŠKP odevzdal autor nabyvateli v:

- tištěné formě - počet exemplářů 1
- elektronické formě - počet exemplářů 1

2. Autor prohlašuje, že vytvořil samostatnou vlastní tvůrčí činností dílo shora popsané a specifikované. Autor dále prohlašuje, že při zpracovávání díla se sám nedostal do rozporu s autorským zákonem a předpisy souvisejícími a že je dílo dílem původním.
3. Dílo je chráněno jako dílo dle autorského zákona v platném znění.
4. Autor potvrzuje, že listinná a elektronická verze díla je identická.

## Článek 2

### Udělení licenčního oprávnění

1. Autor touto smlouvou poskytuje nabyvateli oprávnění (licenci) k výkonu práva uvedené dílo nevýdělečně užít, archivovat a zpřístupnit ke studijním, výukovým a výzkumným účelům včetně pořizování výpisů, opisů a rozmnoženin.
2. Licence je poskytována celosvětově, pro celou dobu trvání autorských a majetkových práv k dílu.
3. Autor souhlasí se zveřejněním díla v databázi přístupné v mezinárodní síti
  - ihned po uzavření této smlouvy
  - 1 rok po uzavření této smlouvy
  - 3 roky po uzavření této smlouvy
  - 5 let po uzavření této smlouvy
  - 10 let po uzavření této smlouvy(z důvodu utajení v něm obsažených informací)
4. Nevýdělečné zveřejňování díla nabyvatelem v souladu s ustanovením § 47b zákona č. 111/1998 Sb., v platném znění, nevyžaduje licenci a nabyvatel je k němu povinen a oprávněn ze zákona.

## Článek 3

### Závěrečná ustanovení

1. Smlouva je sepsána ve třech vyhotoveních s platností originálu, přičemž po jednom vyhotovení obdrží autor a nabyvatel, další vyhotovení je vloženo do VŠKP.
2. Vztahy mezi smluvními stranami vzniklé a neupravené touto smlouvou se řídí autorským zákonem, občanským zákoníkem, vysokoškolským zákonem, zákonem o archivnictví, v platném znění a popř. dalšími právními předpisy.
3. Licenční smlouva byla uzavřena na základě svobodné a pravé vůle smluvních stran, s plným porozuměním jejímu textu i důsledkům, nikoliv v tísní a za nápadně nevýhodných podmínek.
4. Licenční smlouva nabývá platnosti a účinnosti dnem jejího podpisu oběma smluvními stranami.

V Brně dne: .....

.....

Nabyvatel

.....

Autor

## Abstrakt:

*Diplomová práce se v teoretické části zabývá principem a problematikou detekce signálních elektronů v rastrovací elektronové mikroskopii a problematikou projevů nabíjení izolačních vzorků.*

*V experimentální části je popsána metodika kvalifikace a kvantifikace projevů nabíjení izolačního vzorku pozorovaném v environmentálním rastrovacím mikroskopu pomocí ionizačního detektoru a scintilačního detektoru sekundárních elektronů v závislosti na tlaku vodních par v komoře vzorku.*

*Cílem práce je vytvoření metodiky vhodné pro vyhodnocení nabíjecích projevů při pozorování u izolačních vzorku a na základě měření, stanovení optimálních podmínek pozorování izolantů v EREM pro ionizační a scintilační detektor.*

## Abstract:

*This graduation theses in introduction deals with principle and problems of electron signal detection in scanning electron microscopy and charging of insulating specimens in SEM.*

*The experimental part of the thesis describe the methods of qualification and quantification of insulating specimen charging effect observed in environmental scanning electron microscope through the use of ionisation detector and scintillation detector of secondary electron in dependence on water vapour pressure in specimen chamber.*

*The goal of the thesis is formation of the procedure useful to evaluate charging effect at insulating specimens observing and on the basis of measuring, determine optimal conditions for insulating specimen observation with ionisation and scintillation detector.*

## Klíčová slova:

*EREM, elektronová rastrovací mikroskopie, izolační materiály, nabíjecí jevy, environmentální mikroskopie, zpracování obrazu*

## Keywords:

*ESEM, scanning electron microscopy, insulating materials, charging effects, environmental microscopy, image processing.*

## Bibliografická citace díla:

MATĚJKA, M. *Pozorování izolantů v ESEM*. Brno: Vysoké učení technické v Brně, Fakulta elektrotechniky a komunikačních technologií, 2008. 59 s. Vedoucí diplomové práce doc. Ing. Josef Jirák, CSc.

## Prohlášení autora o původnosti díla:

Prohlašuji, že jsem tuto vysokoškolskou kvalifikační práci vypracoval samostatně pod vedením vedoucího diplomové práce, s použitím odborné literatury a dalších informačních zdrojů, které jsou všechny citovány v práci a uvedeny v seznamu literatury. Jako autor uvedené diplomové práce dále prohlašuji, že v souvislosti s vytvořením této diplomové práce jsem neporušil autorská práva třetích osob, zejména jsem nezasáhl nedovoleným způsobem do cizích autorských práv osobnostních a jsem si plně vědom následků porušení ustanovení § 11 a následujících autorského zákona č. 121/2000 Sb., včetně možných trestněprávních důsledků vyplývajících z ustanovení § 152 trestního zákona č. 140/1961 Sb.

V Brně dne 29.5.2008

.....

## Poděkování:

Děkuji vedoucímu diplomové práce Doc. Ing. Josefu Jirákovi, CSc. za metodické a cíleně orientované vedení při plnění úkolů realizovaných v návaznosti na diplomovou práci. Dále děkuji Ing. Pavlu Černochovi za poskytnutou metodickou pomoc a odborné rady při experimentálních měřeních.

**POPISNÝ SOUBOR ZÁVĚREČNÉ PRÁCE**

Autor: Bc. Milan Matějka

Název závěrečné práce: Pozorování izolanů v ESEM

Název závěrečné práce ENG: Observation of Insulators in ESEM

Anotace závěrečné práce: Diplomová práce se v teoretické části zabývá principem a problematikou detekce signálních elektronů v rastrovací elektronové mikroskopii a problematikou projevů nabíjení izolačních vzorků.

V experimentální části je popsána metodika kvalifikace a kvantifikace projevů nabíjení izolačního vzorku pozorovaném v environmentálním rastrovacím mikroskopu pomocí ionizačního a scintilačního detektoru v závislosti na tlaku vodních par v komoře vzorku.

Cílem práce je vytvoření metodiky vhodné pro vyhodnocení nabíjecích projevů při pozorování u izolačních vzorku a na základě měření, stanovení optimálních podmínek pozorování izolanů v EREM pro ionizační a scintilační detektor.

Anotace závěrečné práce ENG: This graduation theses in introduction deals with principle and problems of electron signal detection in scanning electron microscopy and charging of insulating specimens in SEM.

The experimental part of the thesis describe the methods of qualification and quantification of insulating specimen charging effect observed in environmental scanning electron microscope through the use of ionisation and scintillation detector in dependence on water vapour pressure in specimen chamber.

The goal of the thesis is formation of the methodics useful to evaluate charging effect at insulating specimens observing and on the basis of measuring, determine optimal conditions for insulating specimen observation with ionisation and scintillation detector.

Klíčová slova: EREM, elektronová rastrovací mikroskopie, izolační materiály,

**POPISNÝ SOUBOR ZÁVĚREČNÉ PRÁCE**

nabíjecí jevy, environmentalní mikroskopie, zpracování obrazu

Klíčová slova ENG: ESEM, scanning electron microscopy, insulating materials, charging effects, environmental microscopy, image processing

Typ závěrečné práce: diplomová práce

Datový formát elektronické verze: pdf

Jazyk závěrečné práce: čeština

Přidělovaný titul: Ing.

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

Škola: Vysoké učení technické v Brně

Fakulta: Fakulta elektrotechniky a komunikačních technologií

Ústav / ateliér: Ústav elektrotechnologie

Studijní program: Elektrotechnika, elektronika, komunikační a řídicí technika

Studijní obor: Elektrotechnická výroba a management

## OBSAH

<b>1. ÚVOD DO RASTROVACÍ ELEKTRONOVÉ MIKROSKOPIE .....</b>	<b>9</b>
1.1 Historie .....	9
1.2 Konstrukce rastrovacího elektronového mikroskopu.....	10
1.2.1 Popis základní funkce přístroje .....	11
<b>2. ENVIRONMENTÁLNÍ RASTROVACÍ MIKROSKOPIE .....</b>	<b>12</b>
<b>3. INTERAKCE ELEKTRONU S LÁTKOU .....</b>	<b>13</b>
3.1 Excitační objem .....	14
3.2 Rozptyl elektronů .....	15
3.2.1 Pružný rozptyl .....	15
3.2.2 Nepružný rozptyl.....	16
3.3 Emise elektronů.....	16
3.3.1 Zpětně odražené elektrony .....	17
3.3.2 Sekundární elektrony .....	19
<b>4. INTERAKCE ELEKTRONŮ S PLYNNÝM PROSTŘEDÍM .....</b>	<b>20</b>
<b>5. DETEKCE SIGNÁLŮ .....</b>	<b>23</b>
5.1 Scintilační detektor s fotonásobičem.....	23
5.2 Detektory zpětně odražených elektronů v EREM .....	25
5.3 Detektory sekundárních elektronů v EREM .....	26
<b>6. NABÍJENÍ IZOLAČNÍCH VZORKŮ .....</b>	<b>30</b>
6.2 Nabíjení vzorků v environmentálním mikroskopu.....	32
<b>7. EXPERIMENTÁLNÍ ČÁST .....</b>	<b>34</b>
7.1 Popis měřicího zařízení.....	34
7.1.1 Vakuový čerpací systém.....	35
7.1.2 Vytváření pracovního prostředí v EREM.....	36
7.1.3 Měřicí vzorky.....	36
7.2 Postup experimentálního měření.....	37
7.3 Zpracování výsledku měření .....	40
7.3.1 Metoda rozdílových obrazů.....	40
7.3.2 Vyhodnocování rozdílových obrazu.....	43

7.3.3	Kvantifikace rozdílových obrazů.....	45
<b>7.4</b>	<b>Výsledky měření .....</b>	<b>45</b>
<b>7.5</b>	<b>Zpracování a hodnocení výsledků měření .....</b>	<b>52</b>
7.5.1	Vliv zvětšení na míru nabíjení izolačních vzorku.....	54
7.5.2	Projevy nabíjení v závislosti na typu použitého detektoru.....	55
7.5.3	Celkové zhodnocení výsledku měření .....	55
<b>8.</b>	<b>ZÁVĚR .....</b>	<b>57</b>
<b>9.</b>	<b>SEZNAM POUŽITÉ LITERATURY A PRAMENŮ .....</b>	<b>59</b>

# 1. Úvod do rastrovací elektronové mikroskopie

## 1.1 Historie

Vynález rastrovacího principu v elektronové mikroskopii je připisován německému fyzikovi M. von Ardenne, který jej roku 1938 publikoval. Rastrovací princip byl však použit pouze k transmisní mikroskopii tenkých preparátů (STEM).

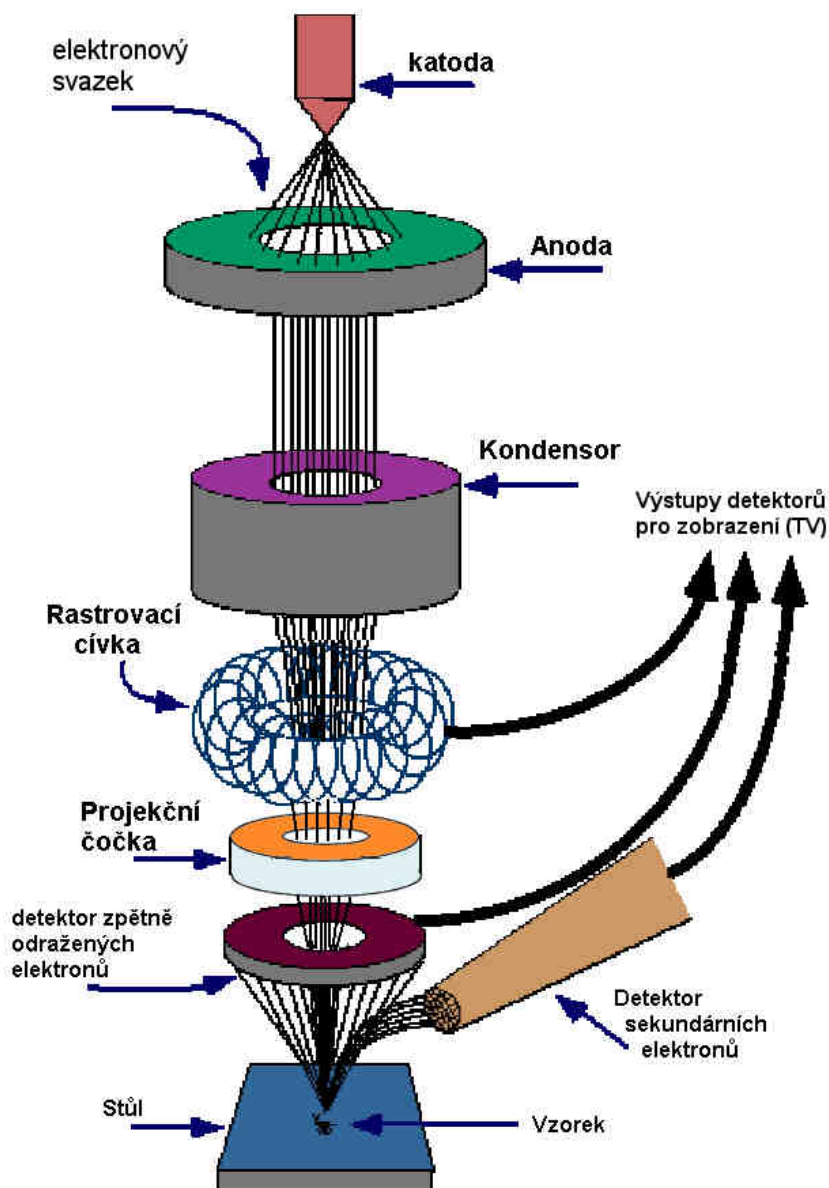
První skutečný rastrovací elektronový mikroskop (REM) byl vyvinut a postaven v roce 1942 Zworykinem a kol. Přístroj používal celkem tři elektrostatické čočky a jednu elektromagnetickou rastrovací, umístěnou mezi druhou a třetí elektrostatickou čočku. Jako detektor byl použit fotonásobič, který detekoval scintilace na fosforovém okénku způsobené emisí sekundárních elektronů ze vzorku.

Dalším vývojem prošel rastrovací elektronový mikroskop roku 1948 kdy skupina vědců vedena C. W. Oatleyem vyvinula a postavila přístroj dosahující rozlišení 50 nm.

Smith vypracoval principy zpracování signálu nelineárním zesílením, nahradil elektrostatické elektronové čočky za elektromagnetické a zavedl princip dvojitého vychylování.

## 1.2 Konstrukce rastrovacího elektronového mikroskopu

Aby bylo možné pochopit princip rastrovacího elektronového mikroskopu je potřeba si udělat zběžnou představu o jeho činnosti. V řezu přístrojem uvedeném na obr 1-1 můžeme vidět příklad uspořádání subsystémů přístroje.



Obr 1-1. Schéma rastrovacího elektronového mikroskopu

### 1.2.1 Popis základní funkce přístroje

Na elektronovou trysku je přivedeno stejnosměrné záporné vysoké napětí obvykle 1 až 50 kV, střídavé žhavicí napětí a záporné předpětí pro ostřicí elektrodu, která má tvar kužele nebo válce. Pod otvorem ostřicí elektrody, odkud jsou emitovány elektrony z katody, je souose v jisté vzdálenosti umístěna válcová anoda, která je na potenciálu země. Průletem dráhy mezi ostřicí elektrodou a anodou získají elektrony potřebnou energii, danou rozdílem potenciálů mezi těmito elektrodami. Elektrony dále procházejí kondenzorem, kde je rotačně symetrické magnetické pole zaostřuje do prvního ohniska zhruba uprostřed tubusu. Finální projekční čočka zaostřuje svazek na povrch vzorku. Rastrovací cívký umožňují vychylování svazku ve dvou kolmých směrech a rastrování po povrchu vzorku. K detekci sekundárních elektronů slouží Scintilační detektor, upevněný ve stěně komory vzorku. Zpětně odražené elektrony jsou obvykle detekovány pomocí polovodičového detektoru umístěného nad vzorkem. Celý tubus a komora vzorku jsou čerpány na hodnotu tlaku nejméně  $10^{-3}$  Pa.

## 2. Environmentální rastrovací mikroskopie

Environmentální rastrovací elektronová mikroskopie (EREM) je jedním z posledních vývojových stádií rastrovací elektronové mikroskopie. Počátky této mikroskopie se datují od 70.let, kdy předmětem mnohých badatelů bylo odstranění elektrického náboje z povrchu nevodivých vzorků napouštěním plynů do komory vzorku. V důsledku ionizačních srážek atomů a molekul plynů s elektrony se neprojevuje žádný povrchový negativní náboj na izolačním vzorku, neboť tento náboj je kompenzován srážkovými ionty. Tato kompenzace elektrického náboje umožňuje přímé pozorování nevodivých preparátů bez jejich pokrytí elektricky vodivou vrstvou. Podstatou této mikroskopie spočívá také v možnosti pozorovat vzorky obsahující určité procento vody nebo je pozorovat při vyšších tlacích ve vzorkové komoře.

Základním rozdílem mezi konvenčními rastrovacími elektronovými mikroskopy a EREM je tlak v komoře vzorku. Elektronová tryska je obvykle umístěna při tlaku kolem  $10^{-3}$  Pa, ale v komoře vzorku může být tlak od jednotek Pa do tisíců Pa. Pro srovnání tlak v konvenčním REM bývá  $10^{-3}$  Pa. Důvodem rozdílných tlaků v komoře vzorku a v tubusu s elektronovou optikou je snaha omezit dráhu elektronů v plynném prostředí, na kterém dochází díky jeho srážkám s elektrony k značnému rozptylu elektronového svazku.

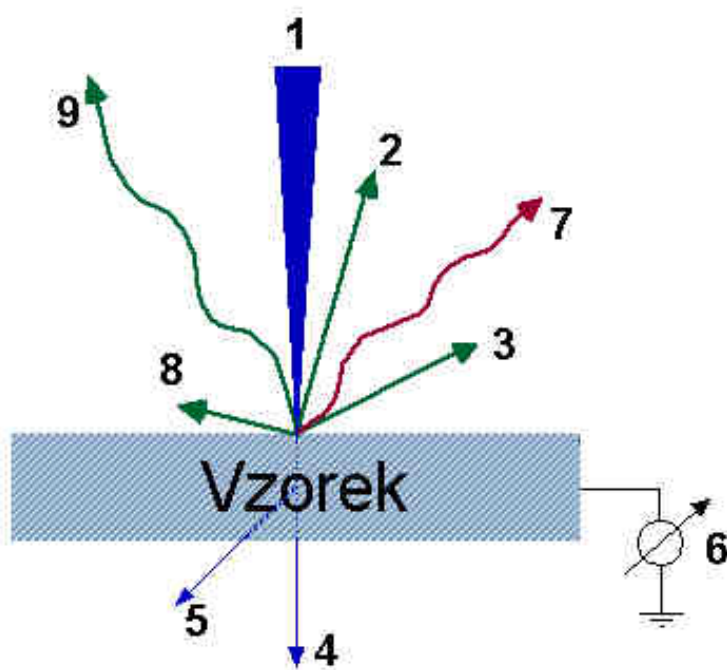
Oddělení jednotlivých prostorů s rozdílnými tlaky je uskutečněno pomocí tlak omezujících clon s otvorem velikosti stovek mikrometrů. Tyto clony účinně omezují proudění plynů mezi jednotlivými oblastmi mikroskopu, dále jejich separátní čerpání a otvorem clony je zajištěn průchod primárních elektronů elektronového svazku směrem ke vzorku.

Pro pozorování izolačních vzorků nebo vzorků odolnějších tkání se používají mikroskopy s jednou omezující clonou, ve kterých tlak ve vzorkové komoře nepřevyšuje 300 Pa. Hlavní výhodou těchto mikroskopů je omezení nabíjecích jevů, odpadá nutnost pokovení vzorků, snížené vysoušení vzorků a snadný přechod do funkce konvenčního REM.

Mikroskopy pracující s tlakem v komoře vzorku nad 300 Pa vyžadují užití minimálně dvou tlak omezujících clon. Prostor mezi nimi, nazývaný komora diferenciálního čerpání, je vakuově čerpán obvykle rotační vývěvou.

### 3. Interakce elektronu s látkou

Při interakci rychlých elektronů emitovaného svazku s hmotou vzorku jsou elektrony rozptylovány a bržděny v poli jader a elektronových obalů atomů látky vzorku. K jednotlivým událostem dochází náhodně, ale při velkém počtu částic platí statistické zákony. Při těchto událostech vznikají signály, které je přinášejí různé informace o elementárním složení zkoumaného objektu, jako topografie povrchu vzorku, chemické složení, rozložení elektrických a magnetických polí atd. (obr. 2-1).



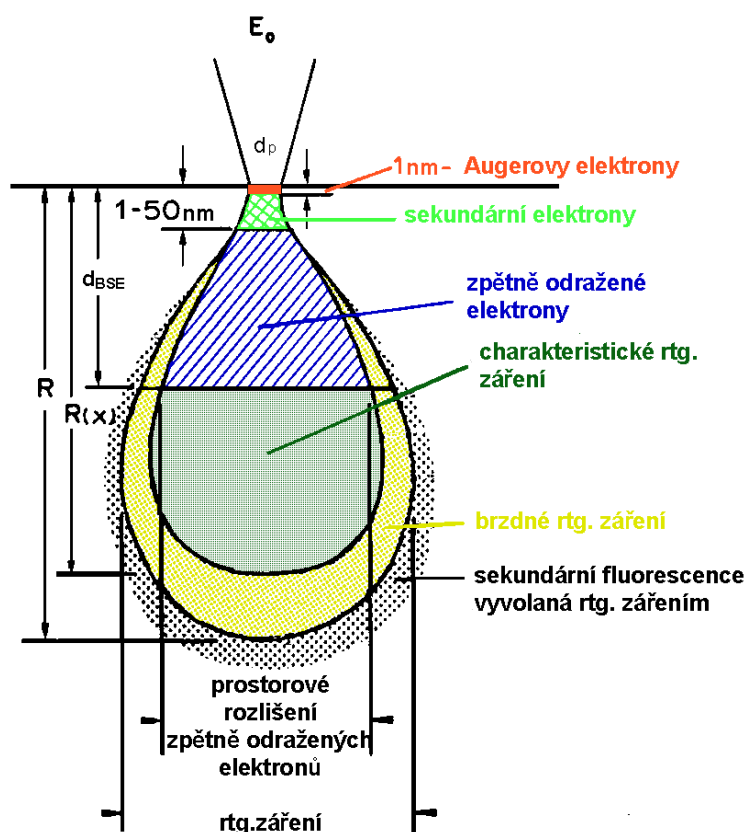
**Obr. 3-1.** Signály vyvolané interakcí urychleného elektronového svazku s materiálem vzorku: 1 – svazek primárních elektronů, 2 – zpětně odražené elektrony, 3 – sekundární elektrony, 4 – prošelé (transmitované) elektrony, 5 – rozptýlené (difraktované) elektrony, 6 – absorbované el., 7 – katodoluminiscence, 8 – Augerovy el., 9 – charakteristické a spojitě rentgenové záření.

### 3.1 Excitační objem

Excitační objem představuje oblast nacházející se pod povrchem preparátu. V této oblasti dochází k postupnému brždění primárních elektronů a tím ke vzniku charakteristických signálů pro dané části excitačního objemu.

Tvar excitačního objemu ovlivňuje především energie primárních elektronů, která je dána urychlovacím napětím, a složení zkoumaného preparátu. Platí, že se zvyšující se hodnotou urychlovacího napětí se zvyšuje hloubka průniku PE do preparátu, excitační objem se tedy zvyšuje. Z hlediska chemického složení preparátu platí, že těžší prvky produkují více zpětně odražených elektronů než lehké prvky a hloubka průniku PE do vzorku tvořena těžšími prvky bude menší.

Na obr. 3-2 můžeme vidět příklad excitačního objemu a jeho částí, z kterých jsou uvolňovány jednotlivé signály.



**Obr. 3-2.** Excitační objem - oblast pod povrchem preparátu, ve které se brzdí urychlené primární elektrony a uvolňují se jednotlivé signály.  $E_0$  – energie svazku primárních elektronů,  $d_p$  – průměr svazku,  $d_{BSE}$  – hladina, do které se ještě mohou uvolňovat BSE,  $R(x)$  – hladina, do které ještě dochází ke vzniku charakteristického rtg. záření  $R$  – hloubka průniku PE do vzorku. [8]

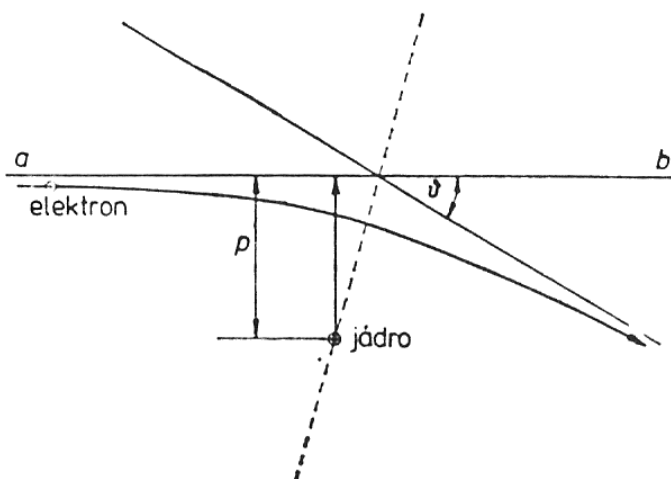
## 3.2 Rozptyl elektronů

Při průchodu hmotou se rychlé elektrony začnou rozptylovat, tedy odchylovat od původního směru svého pohybu. Tento jev si můžeme představit tak, že letící elektron naráží na náhodně rozložené koule (atomy), od kterých se odráží do různých směrů. Předpokládáme, že každý elektron, který projde plochou  $\sigma$  se buďto odrazí (odchýlí do jiného směru) bez ztráty své původní rychlosti (energie), nebo část své energie předá atomu a dále se pohybuje se zmenšenou kinetickou energií.

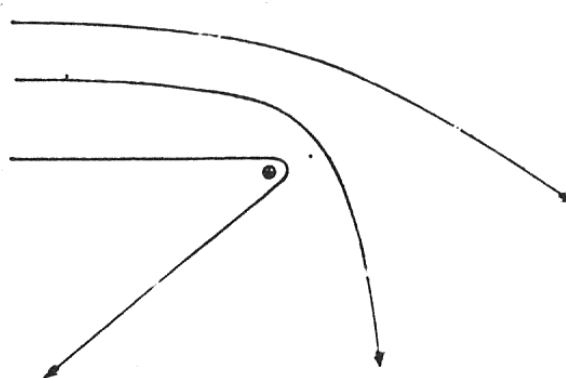
První případ si lze představit jako ráz pružných koulí známý z klasické mechaniky, proto se v tomto případě mluví o pružném rozptylu. Druhý případ lze přirovnat k rázu nepružných těles, proto se tento druh rozptylu nazývá nepružným.

### 3.2.1 Pružný rozptyl

Při pružném rozptylu dochází k odchylení elektronu z dráhy vlivem elektrického pole jádra atomu. Při tomto typu rozptylu ztrácí elektrony vlivem časových změn v elektrickém poli v blízkosti jádra atomu část své kinetické energie a jejich pohyb je mírně bržděn. Elektromagnetické vlnění, které při brždění elektronů primárního svazku v hmotě látky vzniká se nazývá brzdné RTG záření. Princip pružného rozptylu je nastíněn v obr. 3-3 a obr. 3-4.



Obr. 3-3. Zakřivení dráhy elektronu v poli jádra



Obr. 3-4. Závislost rozptylového úhlu na náměrné vzdálenosti

### 3.2.2 Nepružný rozptyl

Při nepružném rozptylu jsou v důsledku srážky vybudeny elektrony v atomu na vyšší energetickou hladinu nebo dochází k ionizaci atomu. Produktem nepružných srážek jsou mimo jiné sekundární elektrony. Obecně lze konstatovat, že při malých úhlech rozptylu převažuje rozptyl nepružný, při velkých úhlech naopak převažuje rozptyl pružný.

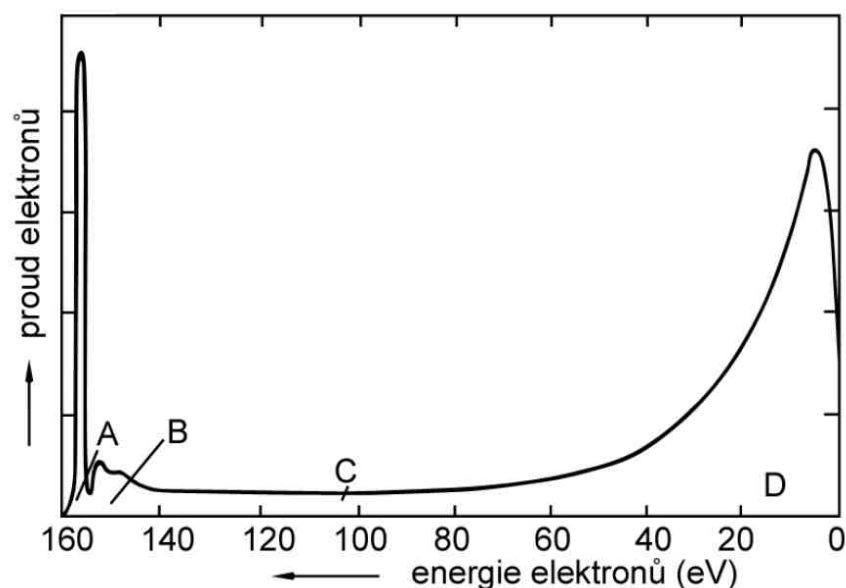
### 3.3 Emise elektronů

V rastrovací elektronové mikroskopii (REM) a enviromentální elektronové rastrovací mikroskopii (EREM) se pro zobrazování vzorku, bombardovaného primárními elektrony, nejčastěji používají signály sekundárních (SE) a zpětně odražených (BSE) elektronů.

Na obr. 3-5. můžeme vidět příklad typického rozložení spektra energie elektronů uvolněných při interakci PE o energii 160 eV se vzorkem stříbra.

Celkovou emisi elektronů ze vzorku nám udává koeficient celkové emise elektronů  $\sigma$ , který je dán součtem koeficientu emise sekundárních a zpětně odražených elektronů.

$$\sigma = \delta + \eta$$



**Obr. 3-5.** Energetické spektrum elektronů uvolněných při interakci PE s preparátem. Oblast A – pružně rozptýlené zpětně odražené elektrony, B – zpětně odražené elektrony (nepružné srážky), C – přechodová oblast, D – sekundární elektrony. [1]

### 3.3.1 Zpětně odražené elektrony

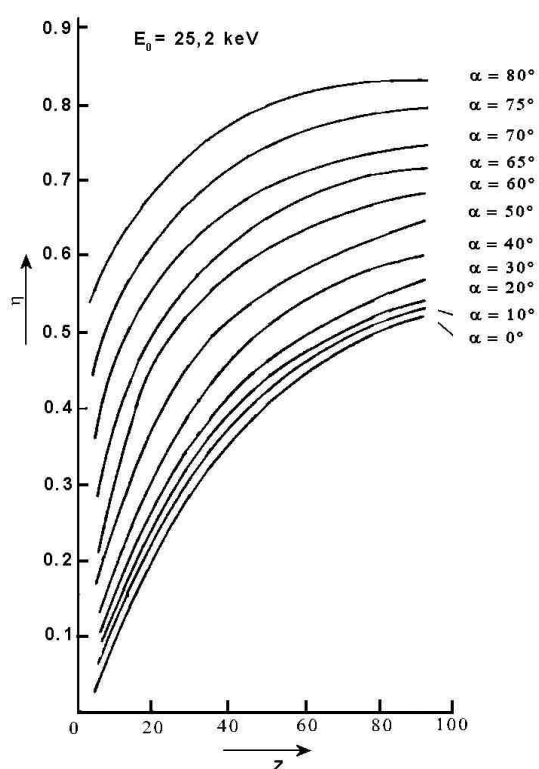
K odrazu může dojít vlivem pružného rozptylu tím, že úhel rozptylu bude tak velký, že urychlený primární elektron může být vržen zpět. Obracení směru pohybu může nastat také mnohonásobnými srážkami s malým úhlem rozptylu. Teoreticky pokud by elektron neztratil energii nepružnou srážkou, mohl by vzorek i opustit. Ve skutečnosti však elektron vždy část své energie ve vzorku ztratí.

Za zpětně odražené považujeme všechny elektrony, které po dopadu PE vzorek opustí s energií  $E_{BSE} \geq 50$  eV. Spektrum energie zpětně odražených elektronů má většinou maximum při  $E/E_0 = 0,8$  až  $0,9$  ( $E_0$  – energie primárních elektronů,  $E$  – skutečná energie elektronů).

Pro určení účinnosti zpětně odražených elektronů byl zaveden tzv. koeficient emise zpětně odražených elektronů  $\eta$ . Ten je definován jako poměr proudu zpětně odražených elektronů  $I_{BSE}$  k proudu dopadajících primárních elektronů  $I_{PE}$ .

$$\eta = \frac{I_{BSE}}{I_{PE}}$$

Závislost koeficientu  $\eta$  na protonovém čísle vzorku s parametrem různých úhlu dopadu, při konstantní energii primárního svazku elektronů je zobrazena v následujícím grafu (viz obr. 3-6).



**Obr. 3-6.** Závislost koeficient emise zpětně odražených elektronů  $\eta$  na protonovém čísle  $Z$  pro různé úhly dopadu. [1]

Jak je patrné z grafu na koeficient emise zpětně odražených elektronů má velký vliv, kromě protonového čísla zkoumaného preparátu, také úhlu dopadu PE. Je definován jako úhel, který svírá paprsek PE s normálou k rovině povrchu vzorku. S rostoucím úhlem dopadu roste počet emitovaných BSE.

### 3.3.2 Sekundární elektrony

Další jevem, který se objevuje při dopadu svazku rychlých elektronů na povrch vzorku, je emise sekundárních elektronů. Tedy kromě zpětně odražených elektronů se v blízkosti povrchu objeví další skupina elektronů, které mají energii jednotek až desítek eV a nazývají se sekundární. Za sekundární elektrony považujeme elektrony, které opouští vzorek s energií menší než 50 eV.

Sekundární elektrony vznikají při pronikání primárních elektronů hmotou jako produkt nepružných srážek. Při ionizaci se uvolňují elektrony z elektronových obalů atomů. Mají-li dostatečnou energii, mohou se ve vzorku pohybovat. Protože se však jejich pohyb při tom rychle zpomaluje, mohou uniknout ze vzorku jen v případě, že nejsou generovány hlouběji, než v jisté maximální hloubce  $d_{SE}$ . Hloubka  $d_{SE}$ , ze které mohou sekundární elektrony ještě proniknout na povrch vzorku, je řádu jednotek až desítek nm.

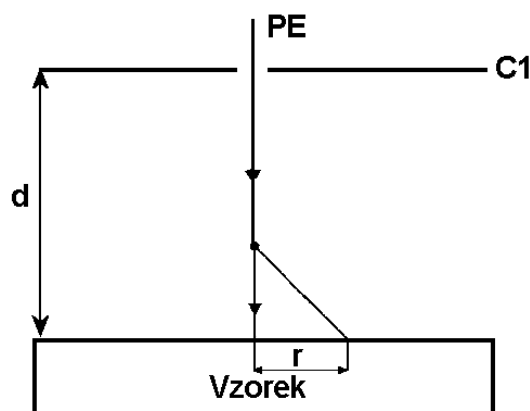
K posouzení emise sekundárních elektronů se zavádí koeficient emise sekundárních elektronů  $\delta$ , který je definován jako poměr počtu sekundárních elektronů emitovaných z povrchu vzorku k počtu dopadajících primárních elektronů.

$$\delta = \frac{I_{SE}}{I_{PE}}$$

Koeficient emise sekundárních elektronů je závislý na energii primárního a svazku úhlu dopadu PE.

## 4. Interakce elektronů s plynným prostředím

V klasickém vakuovém elektronovém mikroskopu dochází působením elektronového svazku na vzorek k vzniku signálů, ohřevu a nabíjení vzorku. Pokud se však v okolí vzorku nachází plynné prostředí, dochází k nárůstu interakcí. Nejvýznamnější změny v činnosti přístroje jsou spojeny s interakcí mezi svazkem a plynem, signálem a plynem, plynem a vzorkem (viz. Obr 4-1).



**Obr.4-1.** Vychýlení elektronů primárního svazku po srážce s plynným prostředím.

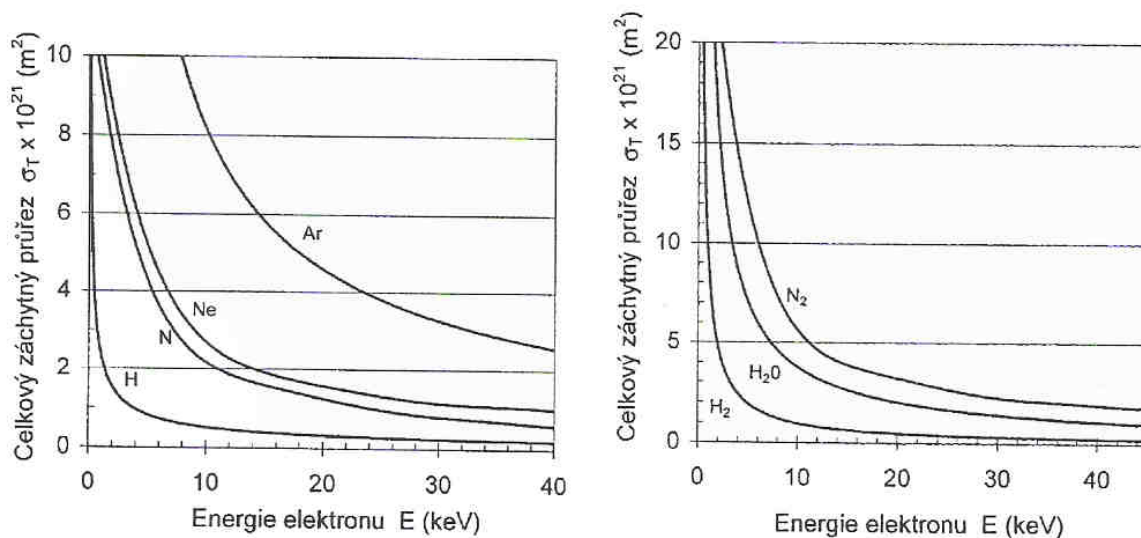
Při působení svazku a plynu dochází k rozptylu primárních elektronů, generaci signálů a celkové změně stavu plynu ( tvorba iontů, excitovaných atomů, molekul apod.). Signály generované svazkem primárních elektronů v plynu se přičítají k odpovídajícím užitečným signálům ze vzorku. Obdobně jako při působení primárního svazku s plynem dochází ke změnám vlastních signálů, ionizaci a vybuzení částic plynu, při vzájemném působení mezi signálem a plynem. Plyn v komoře vzorku tak omezuje možnost použití některých klasických detektorů, naopak umožňuje využít nové způsoby detekce.

Hlavní pozornost je zaměřena na rozptyl svazku primárních elektronů v plynu. Činnost mikroskopů pracujících za vyšších tlaků v komoře vzorku je založena na skutečnosti, že lze vytvořit takové podmínky pozorování, při kterých zůstává určitá část elektronového svazku i po průchodem plynným prostředím v původní stopě. Právě tato část elektronového svazku pak interakcí se vzorkem vytváří užitečný signál.

Při průchodu elektronů primárního svazku plynným prostředím o vyšších tlacích dochází k jejich srážkám s atomy a molekulami plynu. Elektrony při těchto srážkách mohou ztratit část své energie a změnit směr dráhy. Tento děj má statistický charakter. Průměrný úhel vychýlení při jedné srážce, stejně jako ztráta energie vzhledem k původní energii primárního svazku, jsou velmi malé. Průměrný počet srážek elektronů prohybujícím se v plynném prostředí lze stanovit ze vztahu:

$$m = \sigma_T \frac{p \cdot d}{kT}$$

kde  $m$  je průměrný počet srážek elektronů,  $\sigma_T$  je celkový záchytný průřez plynu,  $p$  značí tlak,  $d$  je tloušťka vrstvy plynu kterou elektron prochází,  $k$  je Boltzmanova konstanta a  $T$  je absolutní teplota. Příklady celkového záchytného průřezů pro některé atomární a molekulární plyny v závislosti na energii elektronů jsou vyneseny na obr.4-2.



**Obr. 4-2.** Celkový záchytný průřez plynu v závislosti na energii elektronů pro některé:

a) atomární, b) molekulární plyny.

Pravděpodobnost, že se elektron na své dráze srazí s atomy popřípadě molekulami plynu,  $x$ -krát je dána Poissonovým rozložením

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

S plynným prostředím tak za daných podmínek, charakterizovaných průměrným počtem srážek  $m$ , neinteraguje  $e^{-m}$  elektronů. Oblast činnosti mikroskopů, pracujících za vyšších tlaků, se převážně omezuje na takové pracovní podmínky, při nichž je  $m$  menší než 3.

## 5. Detekce signálů

Kromě charakteristického rentgenového záření jsou při interakci primárního svazku elektronů s atomy vzorku emitovány zpětně odražené elektrony, nízkoenergetické sekundární elektrony, Augerovy elektrony, viditelné ultrafialové nebo infračervené záření. Část elektronů se absorbuje ve vzorku a objeví se jako proud protékající zpět do kladného pólu zdroje urychlovacího napětí.

Každý z těchto signálů přináší cenné informace o fyzikálních a chemických vlastnostech zkoumaného materiálu v případě, že je použito takové detekční čidlo, které je schopné takový signál účinně a selektivně zachytit.

Vyzařování elektronů má zhruba rovnoměrné prostorové rozložení v prostorové úhlu představujícím polokouli. Vzhledem k tomu, že se prakticky nedá realizovat takový detektor, který by zachytil všechny elektrony v tak velkém prostorovém úhlu, můžeme očekávat, že proud elektronů, který na reálný detektor dopadá bude o řád i méně nižší než proud elektronů primárního svazku. Protože pracujeme poměrně s malými proudy je nutné aby detektor vykazoval velké zesílení, avšak při co nejmenším možném šumu.

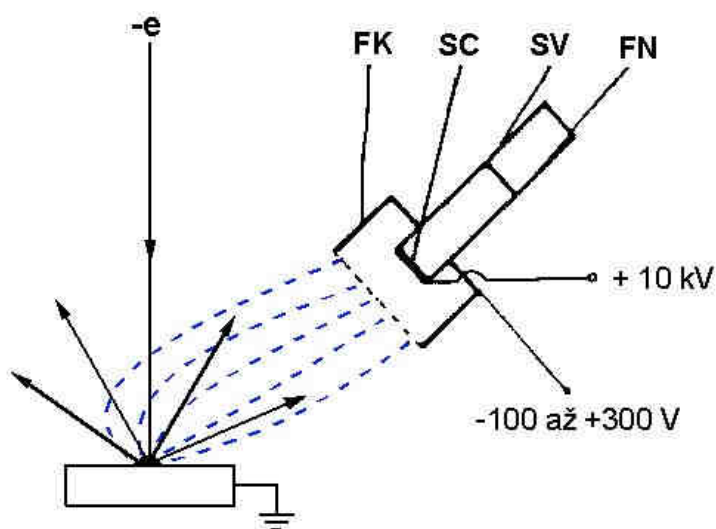
### 5.1 Scintilační detektor s fotonásobičem

Tento detektor vyvinuli Zworkin, Hiller a Snyder. Na jeho zdokonalení do dnešní podoby mají zásluhy Everhart a Thornley . Proto se tomuto detektoru také říká *detektor ET*.

Zařízení zobrazené na obr. 5-1 je obdobou scintilačního detektoru. Pro citlivost scintilačního detektoru je rozhodující fluorescenční účinnost scintilační látky. Doba vyhasínání luminiscence pak omezuje rychlost snímání signálu.

Tvar světlovodu může být zakřivený, což umožňuje optimalizaci geometrického uspořádání vzorku a detektoru. Velmi důležitý je dobrý optický kontakt jednotlivých částí, který zabraňuje ztrátám světla odrazem na rozhraní. Aby ve scintilátoru vznikl dostatečný počet záblesků, musí mít elektrony, které mají vyvolat záblesky dostatečnou energii. Pokud tuto energii nemají (např. sekundární elektrony), lze je urychlit pomocným kladným napětím, které se přiloží na vrstvu hliníku na scintilátoru SC. Elektrické pole, které se vytvoří mezi povrchem vzorku a kolektorem FK, slouží k odsávání sekundárních elektronů z povrchu vzorku.

Elektrickým potenciálem a tvarem kolektoru je možno odstínit elektricky nabitý povrch scintilátoru. Na kolektor lze vkládat napětí  $-100\text{V}$  až  $+300\text{V}$  vůči vzorku; tak přebírá kolektor funkci řídicí mřížky, která při napětí  $-100\text{V}$  zcela zamezí přístup pomalých sekundárních elektronů, jež se na anodu scintilátoru nedostanou. Zpětně odražené elektrony s vysokými energiemi však tímto polem ovlivněny nejsou, a pokud detektor "vidí" přímo na povrch vzorku, dopadnou na scintilátor SC vždy a jsou registrovány; detektor vytváří obraz zpětně odraženými elektrony.



**Obr. 5-1.** Detekce zpětně odražených a sekundárních elektronů detektorem na bázi scintilátor-fotonásobič (Everhartův-Thornleyův detektor): e – primární elektrony, FK - kolektor, SC - scintilátor, SV - světlovod, FS - fotonásobič

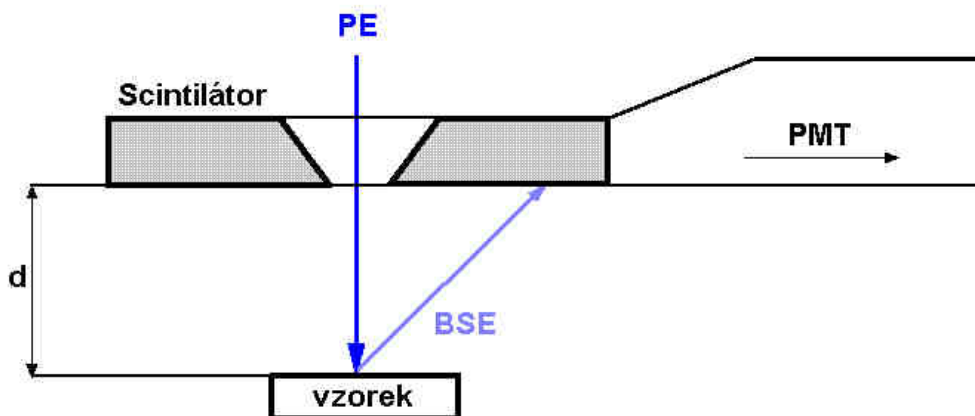
Při kladném napětí kolektoru se registrují sekundární elektrony. Sekundární elektrony mohou být zachyceny detektorem ve velkém prostorovém úhlu zásluhou kladného napětí kolektoru a jeho tvaru a odsáty i z dutin vzorku. Uvedeným systémem jsou registrovány i sekundární elektrony, které vznikají v místech, kam detektor přímo "nevidí". Tohoto faktu lze využít k téměř úplnému zamezení detekce energetických zpětně odražených elektronů, které se pohybují pouze přímočaře. Detektor sekundárních elektronů se tedy často umísťuje pod rovinu povrchu preparátu do boční stěny komory vzorku. Může se umístit i pod tenký preparát; potom slouží jako detektor elektronů, které prošly vzorkem. Pro svou citlivost je tento systém nejvhodnější k detekci sekundárních elektronů, kde se pracuje obvykle s

velmi malými proudy primárního svazku. Díky světlovodu lze detektor umísťovat do různých míst komory vzorku. Citlivost detektoru je ovlivněna velikostí plochy scintilátoru a velikostí fotokatody fotonásobiče. Detektor je velmi citlivý na světlo, takže komora vzorku musí být při jeho provozu světlotěsně uzavřena.

## **5.2 Detektory zpětně odražených elektronů v EREM**

Zpětně odražené elektrony se vzhledem ke své energii pohybují plynným prostředím komory vzorku na kratší vzdálenosti bez větší ztráty energie. Pokud tedy není vzdálenost mezi vzorkem a detektorem příliš velká, je zanedbatelná i část elektronů, které se vychýlí do větší vzdálenosti od původního směru emise. Detektory zpětně odražených elektronů proto musí být navržen tak, aby jejich geometrické uspořádání vyhovovalo požadavkům na omezenou délku dráhy elektronů v plynném prostředí. Pro detekci se užívají scintilační nebo polovodičové detektory. Plyn v komoře vzorku zajišťuje omezení nabíjecích jevů, proto scintilátor detektoru nemusí být pokoven, pokud kovová vrstva slouží pouze k odvedení elektrického náboje z jeho povrchu.

Příklad konstrukčního uspořádání scintilačního detektoru s velkým sběrovým úhlem, zajišťující účinnou detekci při vyšších tlacích používaných u environmentálních mikroskopu, je patrný z obr.5-2. Detektor může také současně plnit funkci tlak omezující clony. Pro zajištění co nejmenších ztrát elektronů primárního svazku způsobeného srážkami s plyny je nutné použít co nejmenší pracovní vzdálenost clony (detektoru) od vzorku.



**Obr. 5-2.** Detektor zpětně odražených elektronů se scintilačním monokrystalem yttrito-hlinitého granátu aktivovaného cerem (YAG:Ce)

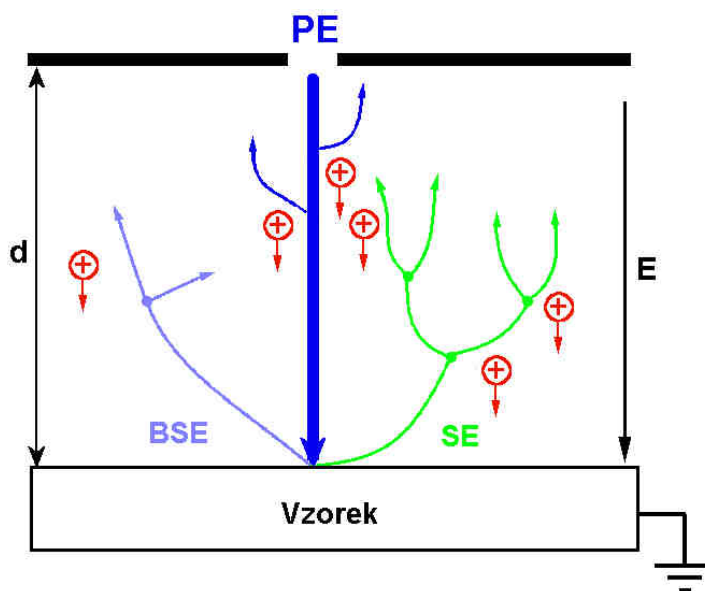
### 5.3 Detektory sekundárních elektronů v EREM

Pro detekci sekundárních elektronů se využívají scintilační a ionizační detektory.

Scintilační detektory vyžadují užití urychlovacího pole s potenciálem několika kilovoltů. Elektrické urychlovací pole o požadované intenzitě dodává sekundárním elektronům potřebnou energii, která je nutná k vybuzení scintilací, popřípadě vybuzení dostatečného počtu párů elektron-díra. Toto urychlovací pole však není možné realizovat v případě, kdy se pracuje s tlaky v komoře řádově stovek až tisíců Pa. V tomto případě se pro detekci sekundárních elektronů nabízí použití ionizačního detektoru.

Ionizační detektor používá k zesílení signálů nárazovou ionizaci v plynech. Při jeho popisu lze vyjít z funkce deskového kondenzátoru s plynným dielektrikem. Principiální schéma ionizačního detektoru můžeme vidět na obr.5-3. Vzorek je uzemněn a plní funkci spodní elektrody deskového kondenzátoru. Primární svazek elektronů vstupuje otvorem v horní elektrodě kondenzátoru, která je oproti vzorku na kladném potenciálu řádově stovek voltů. Intenzita elektrického pole mezi deskami kondenzátoru je dostatečná k vyvolání podmínek nárazové ionizace v plynném prostředí komory vzorku. Při dopadu primárních elektronů na vzorek dochází k emisi sekundárních a zpětně odražených elektronů. Jako původní generační zdroje pro

nárazovou ionizaci působí elektrony jak primárního svazku tak i sekundární a zpětně odražené elektrony. V procesu nárazové ionizace, charakterizované Townsendovým ionizačním součinitelem, dochází k lavinovému zesílení signálů z jednotlivých generačních zdrojů. Dále přispívají k celkovému proudu elektronů účastnících se procesu nárazové ionizace i elektrony, které byly uvolněny z povrchu vzorku ze srážek s kladnými ionty, které putují k uzemněnému povrchu vzorku. Nově uvolněné elektrony, ze srážek kladných iontu s povrchem, vznikají s pravděpodobností danou druhým Townsendovým ionizačním součinitelem. Kladné ionty zároveň kompenzují záporný elektrický náboj na povrchu elektricky nevodivých vzorků, který vzniká dopadem primárního svazku elektronů.

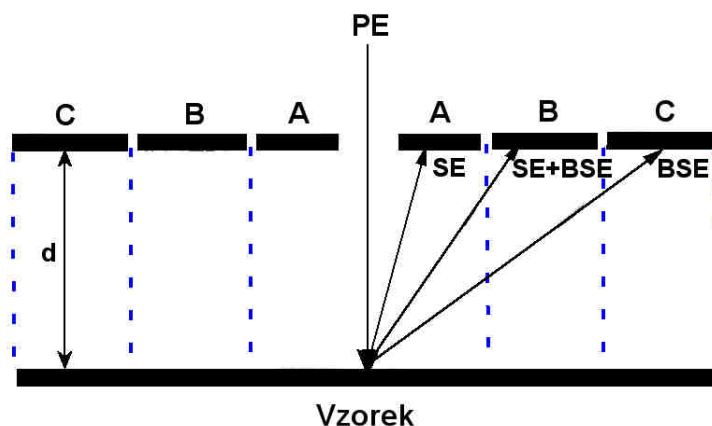


Obr. 5-3. Principiální schéma ionizačního detektoru

Celkový signál detekovaný ionizačním detektorem se skládá z jednotlivých příspěvků daných sekundárními elektrony, tak i zpětně odraženými elektrony a elektrony primárního svazku. Konstruktivním uspořádáním elektrod ionizačního detektoru můžeme dosáhnout potlačení podílu složky zpětně odražených elektronů na celkovém detekovaném signálu.

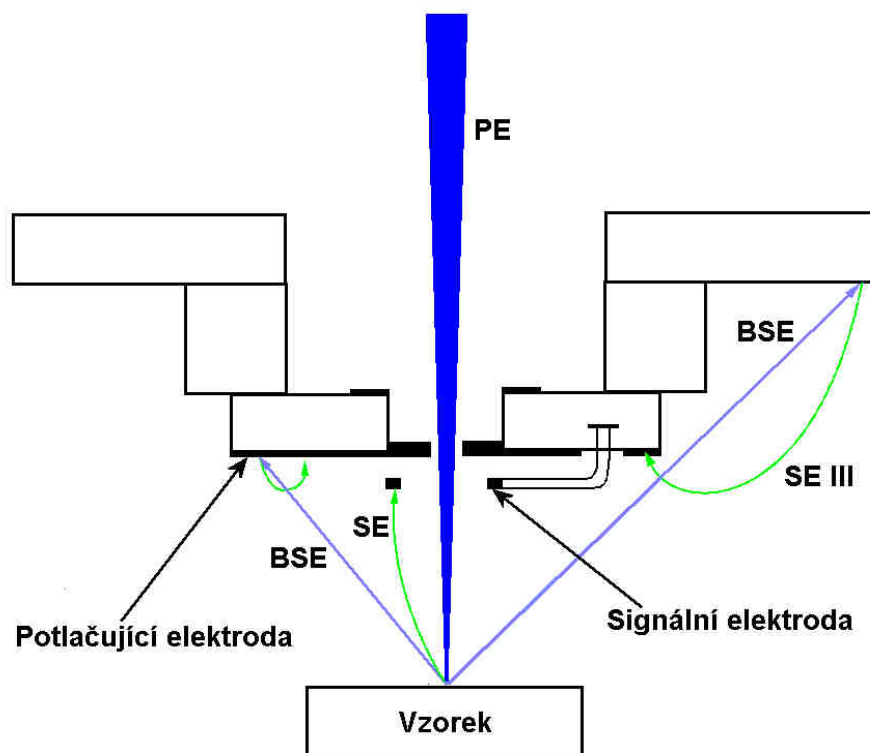
Příklad konstrukčního uspořádání děleného elektrodového systému ionizačního detektoru můžeme vidět na obr.5-4. V tomto případě je horní elektroda deskového kondenzátoru rozdělena do tří částí ve tvaru mezikružích, označených A, B, C. Všechny elektrody je možné připojit na stejný potenciál, nicméně signál bude detekován nezávisle jednotlivými elektrodami. Prostor nad vzorkem, v němž každá

elektroda definuje jiný detekční objem, je tak rozdělen na tři část. V obrazu získaném ze signálu z elektrody označené A, bude převažovat topografický kontrast, tedy k tvorbě obrazu na této elektrodě přispívají především sekundární elektrony. Materiálový kontrast tvořený zpětně odraženými elektrony bude potlačen. Se zvětšující se vzdáleností elektrod od místa generace signálu se budou na ionizaci plynu podílet stále větším dílem zpětně odražené elektrony.



**Obr. 5-4.** Schématické uspořádání děleného elektrodového systému ionizačního detektoru

Dosud nejúčinnější způsob pro potlačení příspěvku zpětně odražených elektronů v signálu sekundárních elektronů navrhl Knowless. Pod pólový nástavec objektivu čočky je umístěna tzv. potlačující elektroda a pod touto elektrodou je elektroda detekující signál, tzv. signální elektroda. Obě tyto elektrody jsou napájeny tak aby vytvořily vhodné detekční elektrické pole. Signální elektroda, která je umístěna blíže ke vzorku než potlačující elektroda, vytváří silnější pole a sbírá tak větší podíl sekundárních elektronů. Zpětně odražené elektrony jsou převážně sbírány potlačující elektrodou. Princip elektrodového systému takového ionizačního detektoru je znázorněn na obr. 5-5.

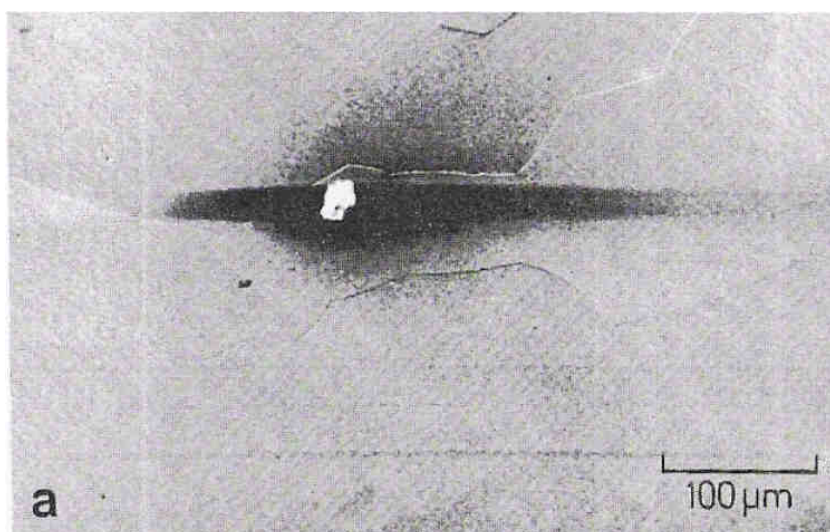


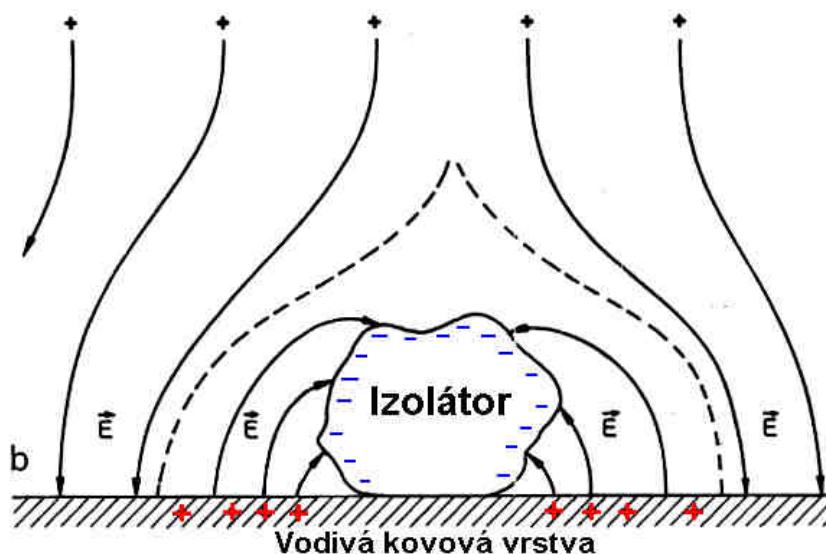
**Obr. 5-5.** Elektrodotový systém ionizačního detektoru se sníženým příspěvkem detekce zpětně odražených elektronů



záporným nábojem může být do jisté míry redukováno pokud vzorek vykazuje povrchovou nebo vnitřní vodivost s odporem o velikosti  $R$  vůči zemi.

Na obr. 6-2a) můžeme vidět typický příklad jak je ovlivněno zobrazení pomocí sekundárních elektronů, při záporném nabíjení prachové částice na vodivém povrchu hliníku. Prachová částice se zobrazuje světle, což je zaviněno zvýšenou emisí sekundárních elektronů z hrubého povrchu. Velikost částice je taková, že se více elektronů absorbuje než je emitováno, což zapříčiní nabíjení částice záporným elektrickým nábojem. Záporný náboj částice vytváří deformaci elektrického pole, která je schématicky znázorněna na obr 6-2b). Na části vodivého povrchu v okolí částice prachu je indukovaný kladný náboj. Z tohoto nabitého vodivého povrchu vycházejí siločáry elektrického pole a končí na povrchu záporně nabité částice. V oblasti, která vznikne v okolí částice, se nemohou ze vzorku emitovat žádné sekundární elektrony. Tato skutečnost zapříčiní, že obraz v okolí prachové částice obsahuje tmavé oblasti, tedy v jejím okolí dojde ke snížení kontrastu.





**Obr.6-2.** a) Obrázek částice prachu na hliníkovém substrátu zobrazený pomocí SE b) schéma elektrického pole, které vznikne v okolí záporně nabitě prachové částice. Čárkovanou čarou je vymezena oblast, v které dojde ke snížení kontrastu obrazu (ztmavení).

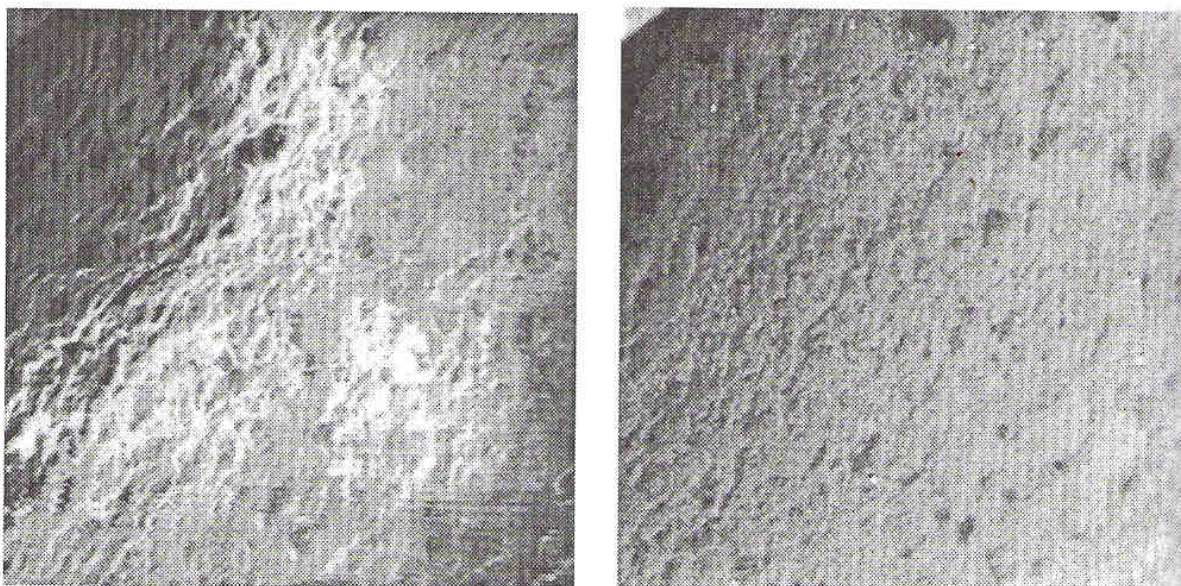
## 6.2 Nabíjení vzorků v environmentálním mikroskopu

Jednou z předností environmentální rastrovací elektronové mikroskopie je možnost pozorování elektricky nevodivých vzorků. Tato skutečnost je umožněna díky zvýšenému tlaku v komoře vzorku, při kterém u preparátu nedochází k jevům spojeným s jejich nabíjením. Kladné ionty, vznikající v plynném prostředí nárazovou ionizací vyvolanou různými zdroji, neutralizují záporný elektrický náboj, který se vytváří na povrchu nevodivých vzorků při dopadu elektronů primárního svazku. Podmínku kompenzace záporného povrchového náboje je možné vyjádřit vztahem

$$I_+ = I_p [1 - (\eta - \delta)].$$

Tlaky, při kterých dochází ke kompenzaci náboje, závisí na podmínkách pozorování konkrétního vzorku. Hodnoty tlaků uváděných v literatuře, stanovené pro práci s ionizačním detektorem, se mohou lišit od experimentálně stanovených, zejména v případě pozorování vzorků detektory, které nevyužívají nárazovou ionizaci v plynném prostředí k zesílení signálu. Příklad nabíjení typického izolačního

materiálu keramiky na bázi  $\text{Al}_2\text{O}_3$  v podmínkách konvenčního REM a EREM je uveden na obrázcích 4-3a a 4-3b. Oproti zobrazení v REM, se u stejného vzorku v EREM při tlaku vzduchu 300 Pa neobjevují žádné nábojové artefakty.



**Obr. 6-3.** Povrch vzorku keramiky  $\text{Al}_2\text{O}_3$  : A) Nábojové artefakty při pozorování obrazu SE ve vakuu, urychlovací napětí 20 kV. B) Obraz získaný pomocí ionizačního detektoru, tlak v komoře vzorku 300 Pa, urychlovací napětí 20 kV

## 7. Experimentální část

Cílem experimentálního měření bylo sledování problematiky nabíjení izolačního materiálu v elektronovém mikroskopu Aquasem. Jako vzorek byl použit korund ( $\text{Al}_2\text{O}_3$  o čistotě 99%) ve tvaru destičky o tloušťce 1 mm. Měření proběhlo při sledování vzorku ionizačním a scintilačním detektorem.

### 7.1 Popis měřicího zařízení

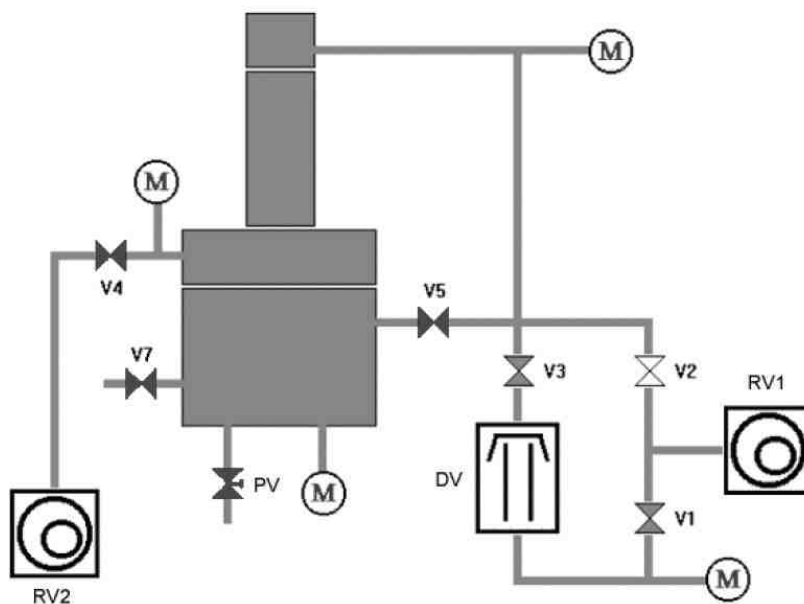
Pozorování vzorků byla prováděna na přístroji Aquasem EREM, který je upraven pro práci v environmentálním režimu. Zdroj elektronů v mikroskopu je přímo žhavená katoda, tvořena wolframovým vláknem. Mezi katodou a anodou je přivedeno urychlovací napětí 20 kV. Díky komoře diferenciálního čerpání, umístěné mezi tubusem a vzorkovou komorou, umožňuje přístroj pozorování vzorků při tlaku v komoře vzorku až do 1500 Pa při rozlišovací schopnosti až 11 nm. K detekci signálu (elektronů) slouží scintilační detektor, který je tvořen scintilátorem z monokrystalu yttrito-hlinitého granátu (YAG) a fotonásobičem, a ionizační detektor tvořený v našem případě dvěma elektrodami. Na obr. 7-1 můžeme vidět uspořádání pracoviště.



Obr. 7-1. Pracoviště elektronového mikroskopu Aquasem

### 7.1.1 Vakuový čerpací systém

Čerpání vakuového systému přístroje zajišťuje několik vývěv různých typů, společně s ventilovým a měřícím systémem. Schéma vakuového systému EREM Aquasem je zobrazeno na obr. 7-2.



**Obr. 7-2.** Schéma vakuového a ventilového systému čerpání EREM Aquasem

RV – rotační vývěva, DV – difúzní vývěva, V – vakuové ventily, PV – připouštěcí ventil

Rotační vývěva RV1 zajišťuje předčerpání tubusu a komory vzorku mikroskopu na hodnotu přibližně 10 Pa. Tím se vytvoří podmínky nezbytné pro správnou funkci difúzní vývěvy, která je schopná čerpat až do tlaku  $10^{-3}$  Pa. Komora diferenciálního čerpání (střední díl na schématu mikroskopu) je čerpána rotační vývěvou RV2. Slouží jako mezistupeň mezi komorou vzorku s vyšším pracovním tlakem a tubusem elektronové optiky, který pro svou správnou funkci potřebuje nižší pracovní tlak řádově v  $10^{-3}$ . Připouštěcí ventil PV vede k zásobníku vody umístěném na komoře vzorku a umožňuje nastavitelné připouštění vodních par do komory vzorku. Ventil V7 slouží pro napouštění vzduchu do komory vzorku.

### 7.1.2 Vytváření pracovního prostředí v EREM

Před samotným měřením je potřeba vytvořit pracovní prostředí. V případě mikroskopu Aquasem se používá jako pracovní prostředí atmosféra vodních par.

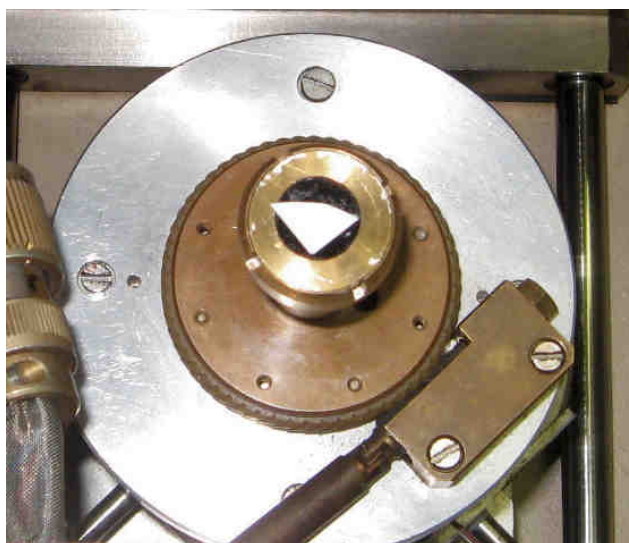
Postup vytváření pracovního prostředí v komoře vzorku je následující. Do komory je vložen vzorek izolantu umístěný na vodivý terčík. Dále je do prostoru komory navrženo určité množství destilované vody (přibližně 1 ml) a následně je komora hermeticky uzavřena. V dalším kroku je z komory odčerpán vzduch na hodnotu tlaku 100 Pa. Následně je potřeba vytvořit v komoře vzorku ustálenou koncentraci vodních par. Toho dosáhneme tím, že v několika cyklech vyčerpáme komoru vzorku na hodnotu 100 Pa a následně napustíme přes připouštěcí ventil vodní páry na hodnotu tlaku 1000 Pa. Tím dosáhneme výměny původního prostředí za prostředí vodních par a může se začít s měřením.

Při měření izolačních vzorku byl v komoře vzorku pomocí připouštěcího ventilu regulován tlak vodních par, přibližně v rozmezí 50 až 1000 Pa. Další parametry jako urychlovací napětí, zesílení detektoru a proud svazku se při měření pomocí ionizačního detektoru neměnily. Při měření pomocí scintilačního detektoru se měnily i parametry zesílení detektoru a proud svazku, při konstantním urychlovacím napětí.

Proud svazku elektronů byl určen před vlastním měřením na vzorku uhlíku s otvorem pomocí pikoampérmetru Keithley 485.

### 7.1.3 Měřicí vzorky

Jako experimentální vzorek byl pro měření vybrán z několika druhů keramik úlomek z korundové destičky ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ , 99%) o tloušťce 1mm. Destička byla z jedné strany leštěná z druhé strany s hrubým povrchem. Vzorek byl zvolen, protože u něj byly předpokládány značné projevy nabíjení.



**Obr. 7-3.** Vzorek korundové keramiky

Pozorována byla neleštěná plocha vzorku. Vzorek byl uchycen na terčík pomocí samolepící elektricky vodivé uhlíkové podložky, tedy byl ze spodní strany uzemněn. Na obr. 7-3. můžeme vidět umístění vzorku na držáku vzorku.

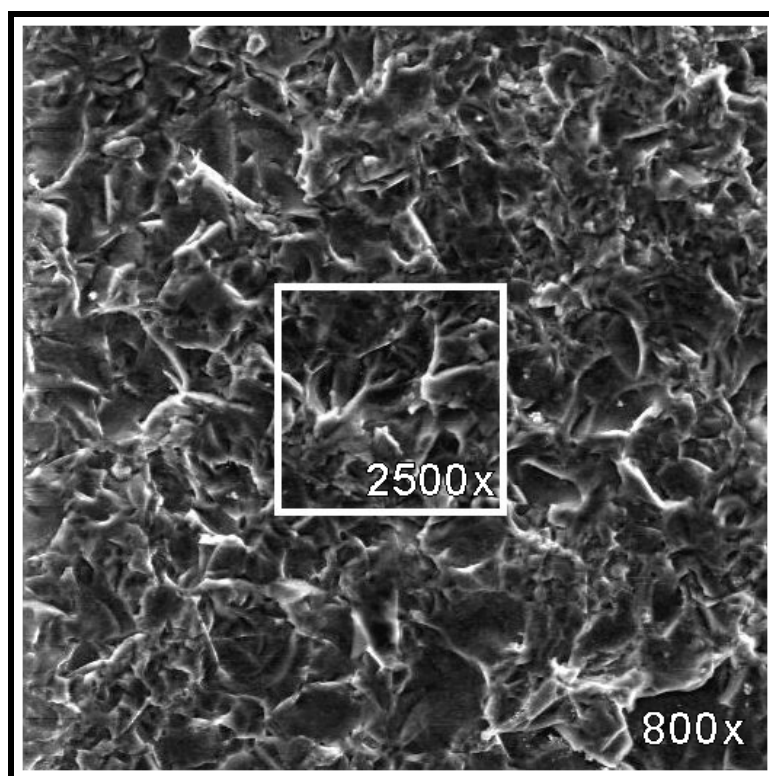
## 7.2 Postup experimentálního měření

Vybraný vzorek byl pozorován v EREM Aquasem:

- A)** za pomoci ionizačního detektoru a při podmínkách měření:
- konstantní urychlovací napětí  $U_p = 20kV$
  - konstantní proud elektronového svazku  $I_p = 100 pA$
  - konstantní napětí na elektrodách ionizačního detektoru  $450V$
  - konstantní elektronické zesílení v každé sadě měření –  $1x$  a  $3x$ .
  - Signál detekován *vnitřní* popřípadě *vnější* elektrodou ID
  - konstantní rastrovací rychlost *slow speed 1*
  - konstantní pracovní vzdálenost vzorku od detektoru  $d = 3 mm$
  - zvětšení obrazu *800-krát* a *2500-krát*
  - tlak vodních par v komoře vzorku v rozmezí  $50$  až  $1000 Pa$

**B)** za pomoci scintilačního detektoru a při podmínkách měření:

- konstantní urychlovací napětí  $U_p = 20kV$
- proud elektronového svazku – v první sadě měření  $I_p$  v rozmezí 100 až 1160 pA v závislosti na tlaku v komoře vzorku.
  - v druhé sadě měření  $I_p = konst. = 583 pA$
- konstantní rastrovací rychlost – *slow speed 2*
- konstantní pracovní vzdálenost – v první sadě měření  $d = 4 mm$ 
  - v druhé sadě měření  $d = 6,4 mm$
- zvětšení obrazu 800-krát a 2500-krát
- tlak vodních par v komoře vzorku v rozmezí 50 až 700 Pa
- napětí na dynodách fotonásobiče 500 až 700 V



**Obr. 7-4.** Ukázka velikosti zobrazené oblasti při zvětšeních použitých k pozorování vzorku.

Hodnota měřicího tlaku v komoře byl nastavován pro ionizační detektor na hodnoty 50, 100, 150, 200, 250, 300, 400, 500, 600, 700, 800, 900 a 1000 Pa. S ionizačním detektorem byly uskutečněny celkem čtyři sady měření a to za následujících podmínek:

- Měření vnitřní elektrodou ID, elektronické zesílení 1-krát
- Měření vnitřní elektrodou ID, elektronické zesílení 3-krát
- Měření vnější elektrodou ID, elektronické zesílení 1-krát
- Měření vnější elektrodou ID, elektronické zesílení 3-krát

Sady měření byly zvoleny záměrně, aby mohl být porovnán vliv nabíjení při měření vnitřní elektrodou a vnější elektrodou ionizačního detektoru. Cílem bylo ověřit teoretický předpoklad, že u měření vnější elektrodou jsou projevy nabíjení vzorku menší, než u z měření elektrodou vnitřní.

V případě scintilačního detektoru se tlak v komoře nastavoval na hodnoty 50, 100, 150, 200, 250, 300, 350, 400, 500, 600, 700 Pa. S ionizačním detektorem byly vytvořeny celkem dvě sady měření při následujících podmínkách:

- Měření s pracovní vzdáleností  $d=4mm$ , při proměnném proudu svazku v závislosti na pracovním tlaku v komoře vzorku  
 $I_p=100 pA$  pro tlak v komoře 400 až 700 Pa  
 $I_p=157 pA$  pro tlak v komoře 250 až 350 Pa  
 $I_p=1160 pA$  pro tlak v komoře 100 až 150 Pa
- Měření s pracovní vzdáleností  $d=6,4mm$ , při konst. proudu svazku  
 $I_p=583 pA$
- Nastavené hodnoty napětí na scintilačním detektoru sekundárních elektronů při měření:

$$E1 = 1,55 \quad E2 = 14,2 \quad U_{scint} = 7 kV$$

$$C1 = 450 V \quad C2 = 610 V$$

Měření scintilačním detektorem sekundárních elektronů při různých pozorovacích vzdálenostech. Dosud nebylo uskutečněno a mělo stanovit vliv nabíjecích jevů na detekci signálu tímto novým detektorem

## 7.3 Zpracování výsledku měření

Z průběžných výsledku měření vyplývalo, že se projevy nabíjení v EREM Aquasem na zkoumaném vzorku projevovaly jako různé deformace obrazu rozpoznatelné jako oblasti s nárůstem kontrastu nebo jasů, případně jako světlý závoj při okraji snímku. Aby bylo možné kvalitativně i kvantitativně určit projevy nabíjení při různých tlacích v komoře vzorku, bylo nutné pro měření zvolit vhodný způsob jejich zpracování a vyhodnocování. Bylo potřeba volit takovou metodiku zpracování, jenž by nebyla založena pouze na subjektivním vnímání snímku jako souboru naměřených dat. K tomuto účelu posloužila metoda rozdílových obrazů, která je popsána v následující kapitole.

Z průběžných výsledků měření s ionizačním detektorem, které proběhlo až do 1000 Pa, je patrné, že snímky pořízené při tlacích v komoře nad 500 Pa nejsou vhodné pro vyhodnocování nabíjecích jevů pomocí rozdílových obrazů, vzhledem k jejich přílišnému přesvětlení. Nebyly tedy do vyhodnocení měření pomocí rozdílových obrazů zahrnuty.

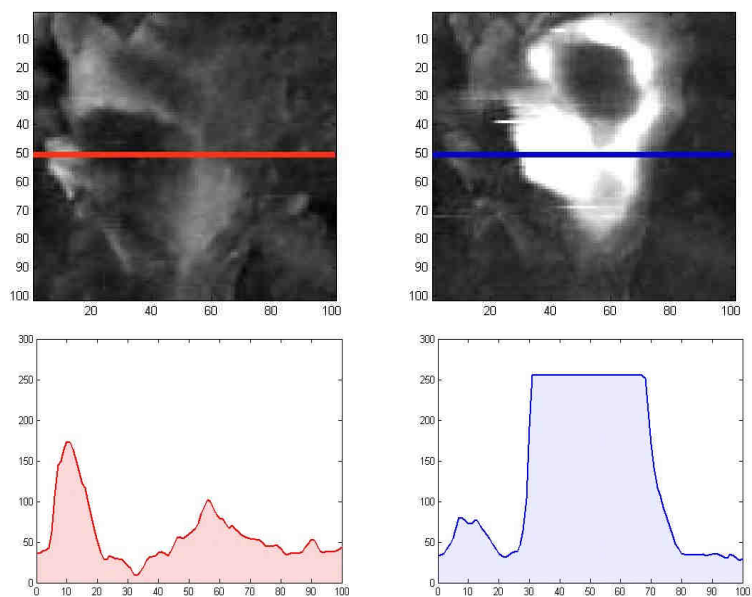
### 7.3.1 Metoda rozdílových obrazů

Účelem této metody je získání kontrastního obrazu, pomocí matematických operací mezi jednotlivými snímky s naměřenými daty, v kterém jsou zvýrazněny projevy nabíjení jednotlivých měření a jsou vhodné pro další matematické vyhodnocení.

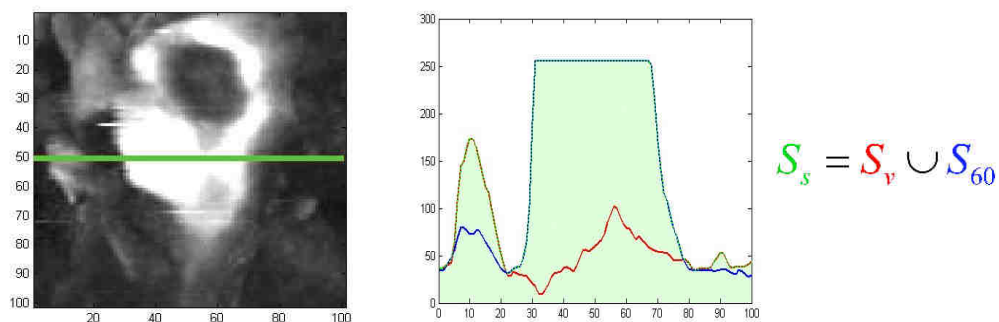
K vyhodnocení a zpracování naměřených dat byl pro tento účel vytvořen program v programovém prostředí *Matlab*. Program *Matlab* byl zvolen z praktických důvodů, protože umožňuje poměrně snadnou práci s maticemi dat a je vhodný pro vývoj a simulaci aplikací.

Nyní k popisu principu metody. Algoritmus zpracování snímků je poměrně jednoduchý. V první řadě je potřeba zvolit „vztažný snímek“ s měřením, u kterého se neprojevují vlivy nabíjení vzorku nebo jsou již nepostřehnutelné. Při výběru vztažného snímku jsou kladeny i další požadavky, aby snímek měl dobrý kontrast, neměl příliš přesvětlené hrany apod. Výše zmíněným nárokům na *vztažné snímky* odpovídají snímky získané při tlacích 500 Pa s ionizačním detektorem a 700 Pa při měření scintilačním detektorem. Následuje postup tvorby rozdílových obrazů:

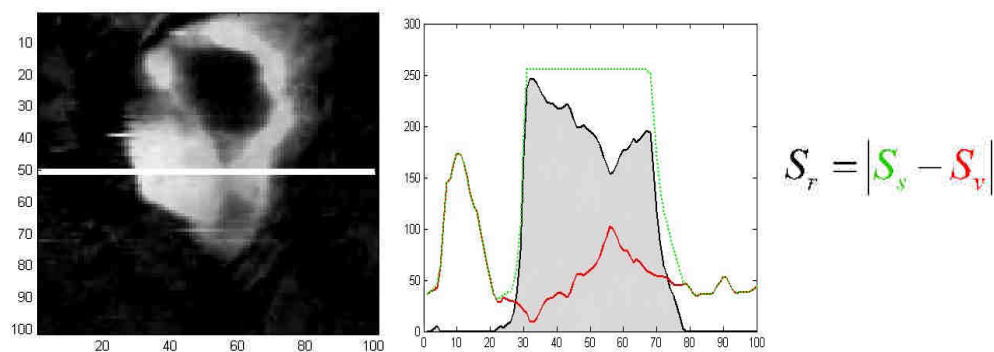
- Vybereme dva snímky, *vztažný snímek* dále jen  $S_v$  a jeden snímek z řady měření například při 60 Pa dále jen  $S_{60}$ . (viz Obr.7-5)
- Aplikujeme na snímky matematickou funkci *OR*, získáme tak součtový obraz ( $S_s$ ),  $S_s = S_v \cup S_{60}$ , (viz Obr.7-6)
- Z součtového obrazu ( $S_s$ ) a vztažného snímku ( $S_v$ ) vytvoříme rozdílový obraz ( $S_r$ ) a to pomocí matematické funkce  $S_r = |S_s - S_v|$ , (viz Obr.7-7)



**Obr. 7-5** Příklad vstupních data pro grafický filtr. Vlevo výřez ze *vztažného snímek* (500 Pa) bez projevu nabíjení, vpravo výřez ze *srovnávaného snímku* (60 Pa) s projevy nabíjení.

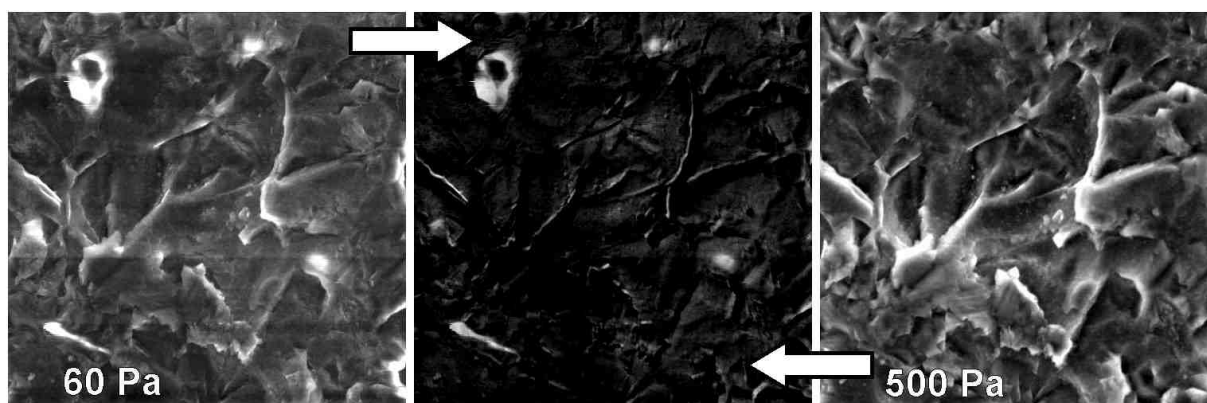


**Obr. 7-6.** Princip tvorby součtového obrazu. Vlevo detail součtového snímku. Vpravo znázornění výpočtu jedné linky součtového snímku pomocí funkce OR mezi průběhy vztažného snímku a zkoumaného snímku.

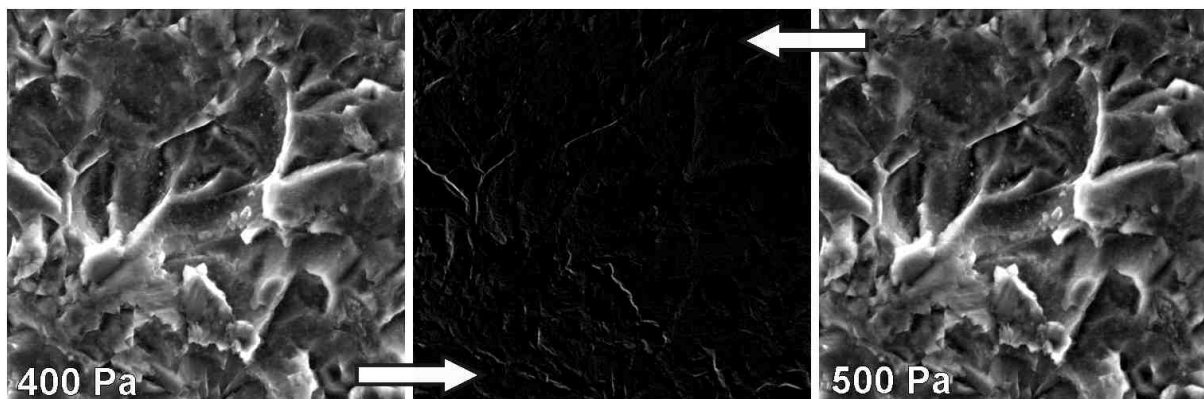


**Obr. 7-7.** Princip tvorby rozdílového obrazu. Vlevo detail rozdílového snímku. Vpravo znázornění výpočtu jedné linky snímku pomocí grafického rozdílu průběhu součtového obrazu a vztažného snímku.

Získaný rozdílový snímek obsahuje informace o oblastech porovnávaného snímku s výrazně vyšším jasnem než u snímku vztažného. Umožní tak lépe rozlišit a identifikovat artefakty v zobrazení způsobené například právě nabíjením vzorku.



**Obr. 7-8.** Rozdílový obraz s jasnými projevy nabíjení (uprostřed) vytvořený ze dvou snímků pořízených při tlacích 60 a 500 Pa



**Obr. 7-9.** Rozdílový obraz bez výrazných projevů nabíjení (uprostřed) vytvořený ze dvou snímků pořízených při tlacích 400 a 500 Pa

### 7.3.2 Vyhodnocování rozdílových obrazu

Před samotným procesem vyhodnocení snímku metodou rozdílových obrazu je potřeba zajistit aby vstupní snímky pro zpracování měly co nejvíce totožnou geometrii v osách X-Y, u níž by mohly vzniknout nepřesnosti například nestejným zvětšením nebo posunem vzorku. V neposlední řadě je při samotném měření potřeba dbát na to aby měly vstupní snímky pro rozdílový obraz podobné rozložení kontrastu. Ke kontrole nám v tomto případě poslouží histogramy jednotlivých měření.

Snímky, které vykazují vady musí před samotným zpracováním projít úpravou například v některém grafickém editoru. Vady v geometrii lze jednoduše odstranit vhodným ořezáním nebo natočením snímku. Vady v kontrastu a jasu se již odstraňují hůře a to přes funkce korekce jasu / kontrastu a funkce úpravy histogramu. Vzhledem k tomu, že aplikace automatických algoritmů na úpravu jasu a kontrastu není příliš vhodná či je zcela nemožná, ve většině případů pak znamená úprava snímku měření časově náročnou manuální práci s následnou nutností kontroly celé sady měření.

Pokud dodržíme výše zmíněné předpoklady pro tvorbu rozdílových obrazů, získáme s rozdílovým obrazem kvalitativní mapu rozložení projevů nabíjecích jevu na povrchu vzorku. Ty se projevují jako lokální nárůst jasu v obrazu.

Pro kvantifikaci nabíjecích jevů u povrchu vzorku lze použít míru zesvětlení obrazu. Čím světlejší je obraz tím silnější jsou projevy nabíjení vzorku (dále viz kap. 7.3.3).

V případě, že nejsou dodrženy předpoklady pro tvorbu rozdílových obrazu mohou na snímcích vzniknout následující artefakty zobrazení:

- Šum – bodový bílý šum při nízkých tlacích v komoře vzorku  
– náhodný šum při vysokých tlacích v komoře vzorku
- Vystoupení hran – při nedokonalém vystředění a srovnání zvětšení obrazu
- Zesvětlení černého pozadí – při nedokonalé korekci jasu a kontrastu

Tyto vady zobrazení ovlivňují převážně kvantitativní zpracování měření, kde se projeví jako nárůst v průměrném jasu obrazu a ovlivňují tak přesnost měření. Z kvalitativního hlediska lze na základě subjektivního vnímání rozdílových obrazů některé artefakty zobrazení identifikovat a vyloučit je jako projev nabíjení. Jako vhodný nástroj pro snadnou identifikaci nabíjecích jevu lze použít například vykreslení rozdílového obrazu pomocí vrstevnic viz. Obr. 7-10. Tento typ zobrazení prakticky odstraní defekty způsobené zesvětlením černého pozadí. Tuto metodu však lze úspěšně použít pouze pro výrazné nabíjecí jevy.



**Obr. 7-10.** Porovnání zobrazení rozdílového obrazu v odstínech šedi a pomocí vrstevnicového zobrazení pro snadnější identifikaci silných projevů nabíjení.

### 7.3.3 Kvantifikace rozdílových obrazů

Pomocí rozdílového snímku je dále možné kvantifikovat projevy nabíjení v jednotlivých měřeních. Toho dosáhneme určením aritmetického průměru jasu jednotlivých rozdílových snímků a to podle vzorce:

$$\text{Průměrný jas obrazu} = \frac{\sum_{X=m, Y=n}^{X=m, Y=n} \text{bod } \underline{X}, \underline{Y} \text{ rozdílového snímku}}{m.n}$$

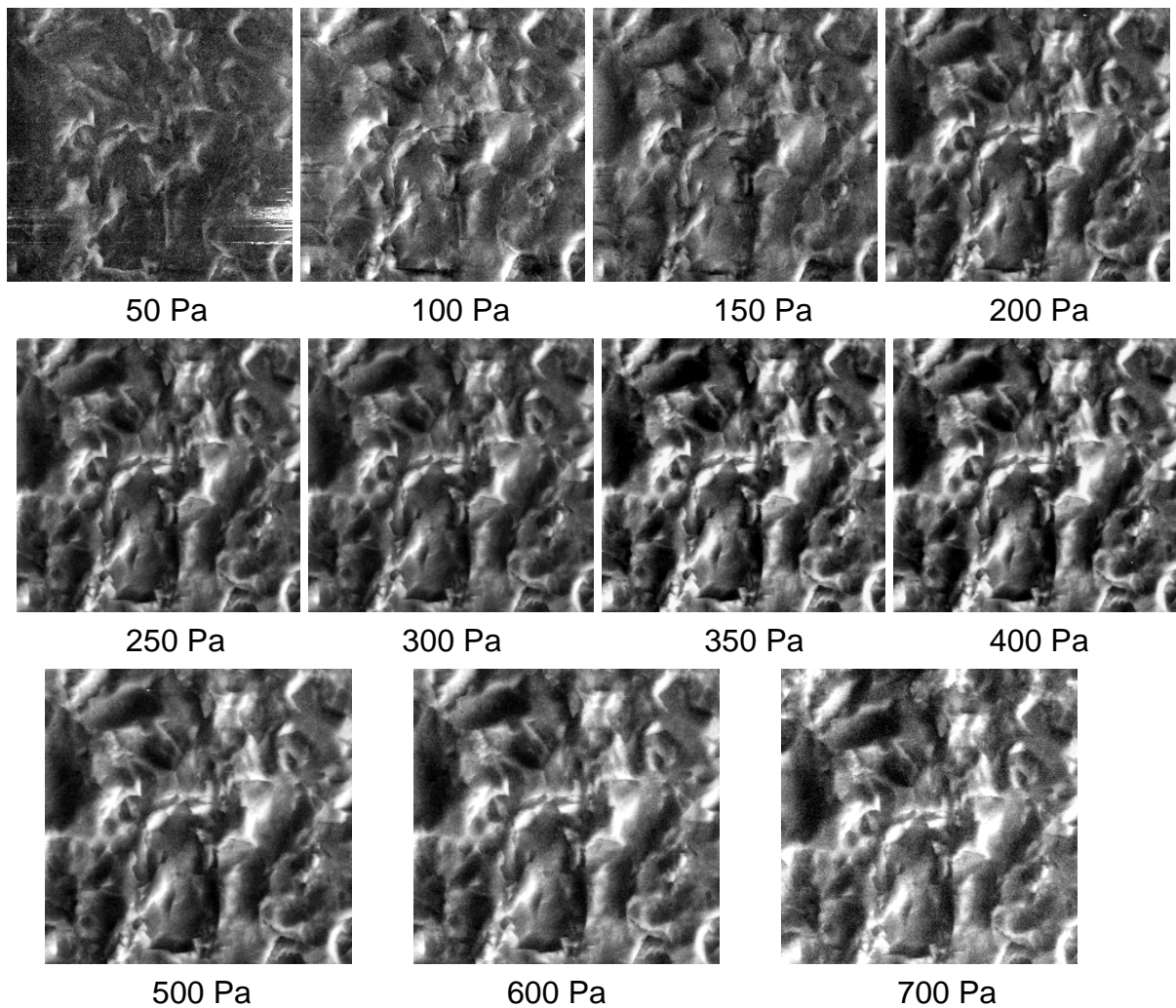
kde  $\underline{m}$  a  $\underline{n}$  je rovno rozlišení snímku v osách  $\underline{X}$  a  $\underline{Y}$  (při velikosti snímku 512 x 512,  $m = n = 512$ ).

Výsledky získané stanovením průměrného jasu jednotlivých měření je však nutné brát s určitou rezervou. Do výpočtu průměrného jasu jsou totiž zahrnuty i různé parazitní jevy způsobené například šumem, nestejným kontrastem srovnávaných snímků nebo drobnými výchyly v geometrii vzorku, způsobené drobnými odchylkami ve zvětšení nebo tepelnou dilatací vzorku. Všechny tyto výše zmíněné aspekty podstatně zasahují do přesnosti výsledku získaného výpočtem. Obzvláště se pak tyto nepřesnosti projevují na rozdílových snímcích při vyšších tlacích, kde se již příliš neprojevují vlivy nabíjení a značně se projevuje růst úrovně šumu v obrazech vzorku.

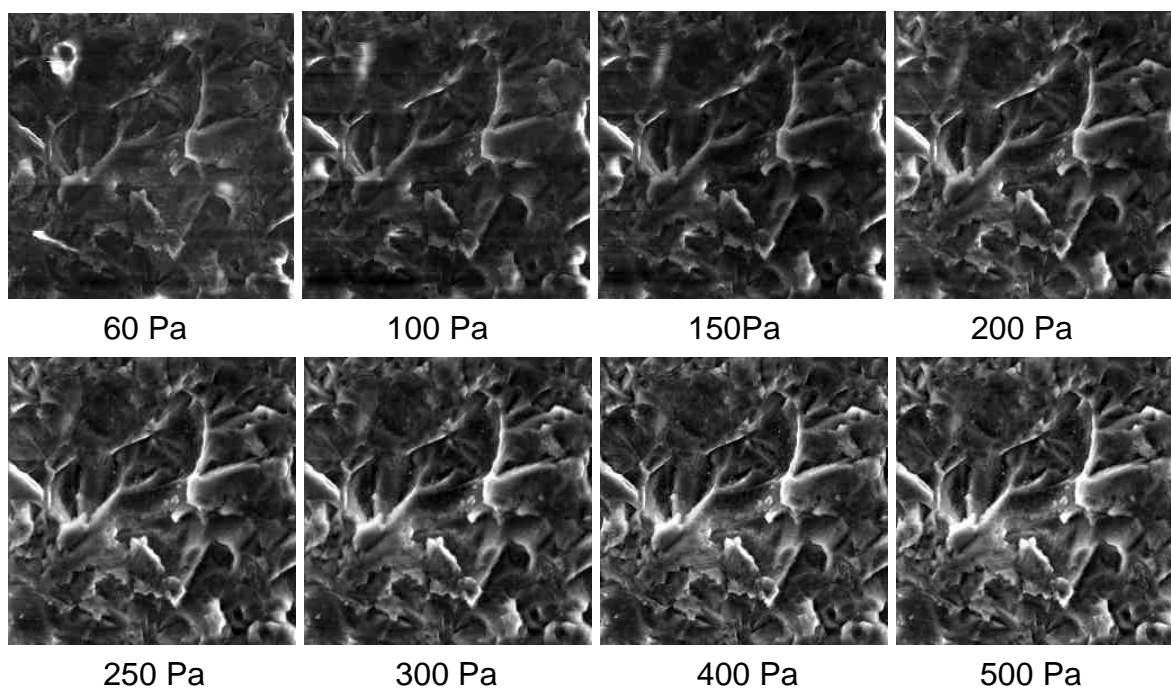
Avšak i přes tyto zřejmé nedostatky mají získané údaje průměrných jasu rozdílových snímků cennou vypovídací schopnost.

## 7.4 Výsledky měření

Následují příklady dvou naměřených sad snímků získaných z pozorování vzorku ionizačním a scintilačním detektorem při zvětšení 2500x (viz Obr. 7-11 a Obr. 7-12). Sada všech snímků měření izolačních vzorku je uvedena v příloze A.

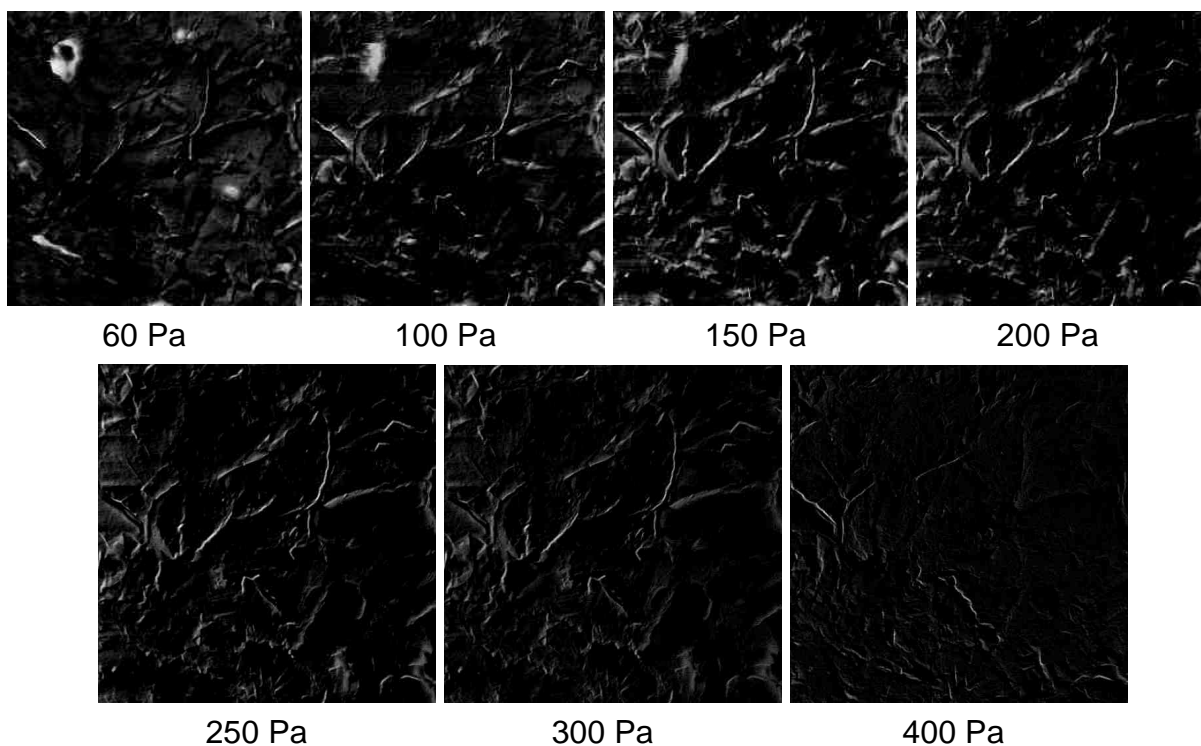


**Obr. 7-11.** Snímky korundové keramiky pořízené scintilačním detektorem při tlacích v komoře vzorku 50 až 700 Pa, zvětšení 2500x, konstantní proud svazku elektronů  $I_p=583 \text{ pA}$ , pracovní vzdálenost  $d = 6,4 \text{ mm}$ .

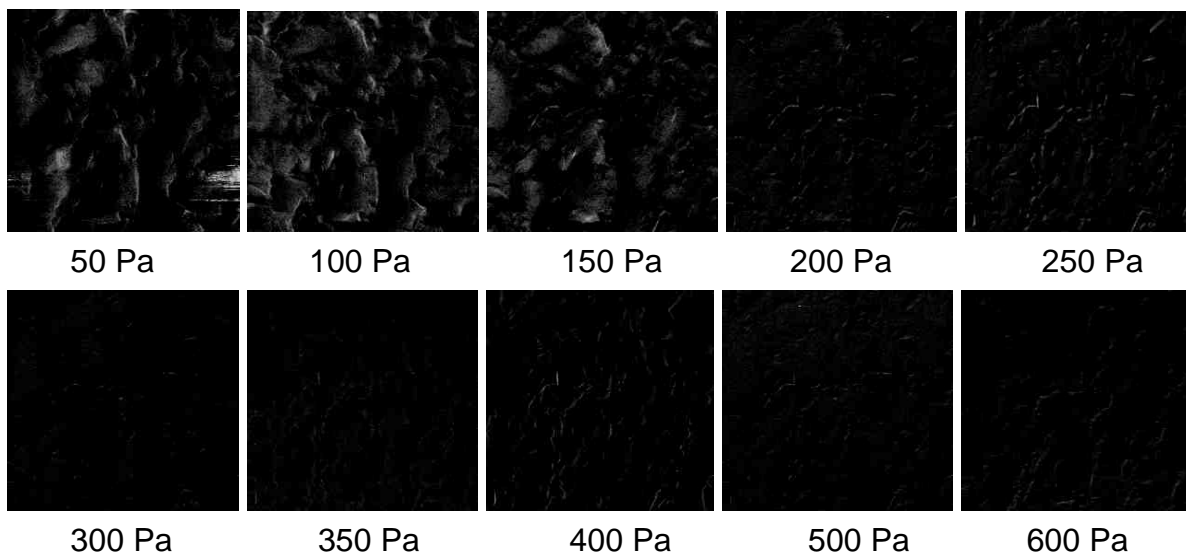


**Obr. 7-12.** Snímky korundové keramiky pořízené ionizačním detektorem při tlacích v komoře vzorku 60 až 500 Pa, zvětšení 2500x,  $I_p = 100 \text{ pA}$ , elektronické zesílení předzesilovače detektoru 1x.

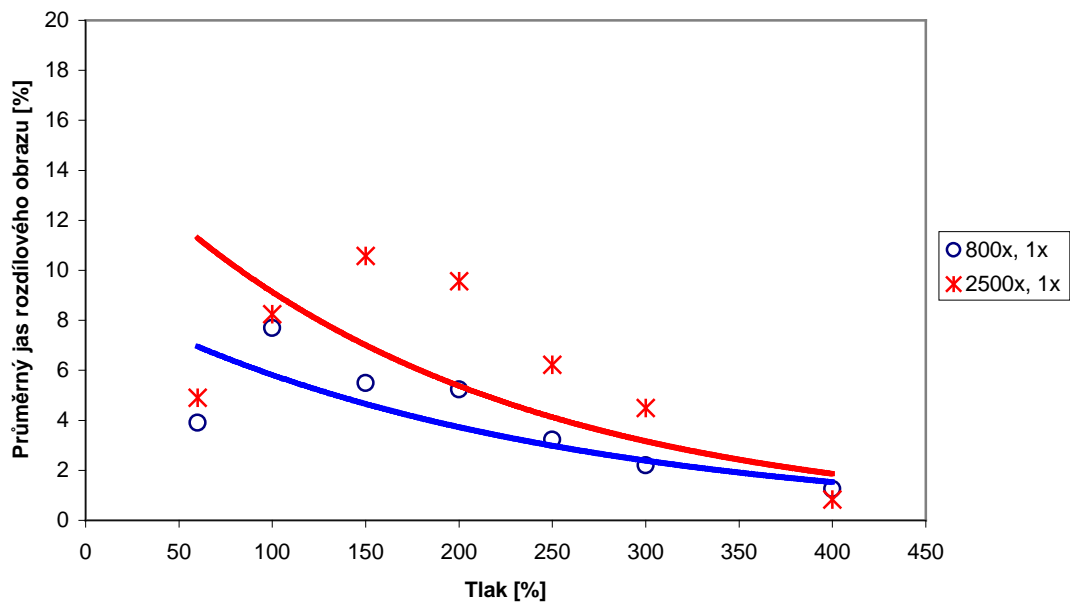
Z naměřených snímků byly v dalším kroku vytvořeny rozdílové obrazy podle postupu uvedeného v kap. 7.3.1 (viz Obr. 7-13 a Obr. 7-14). Rozdílové obrazy byly kvantitativně zpracovány podle metodiky uvedené v kap. 7.3.2 a kap. 7.3.3. Hodnoty průměrného jasů rozdílových obrazů byly, pro každou sadu měření, vyneseny v grafické závislosti na tlaku s parametrem zvětšení a elektronického zesílení.



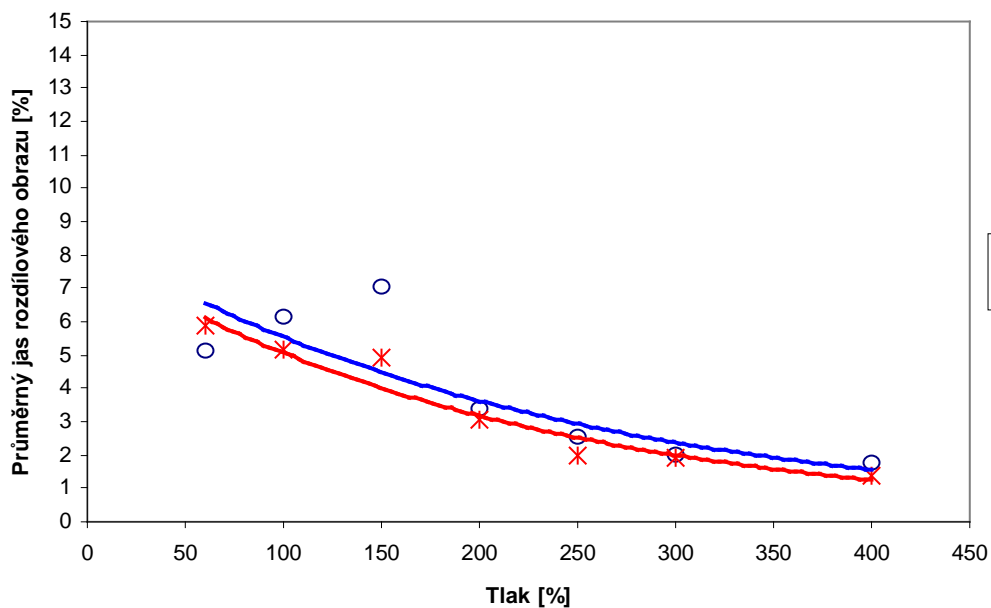
**Obr. 7-13.** Rozdílové obrázky pořízené ze snímku měření vzorku korundové keramiky ionizačním detektorem při tlacích v komoře vzorku 60 až 500 Pa, zvětšení 2500x, vztažný snímek 500 Pa.



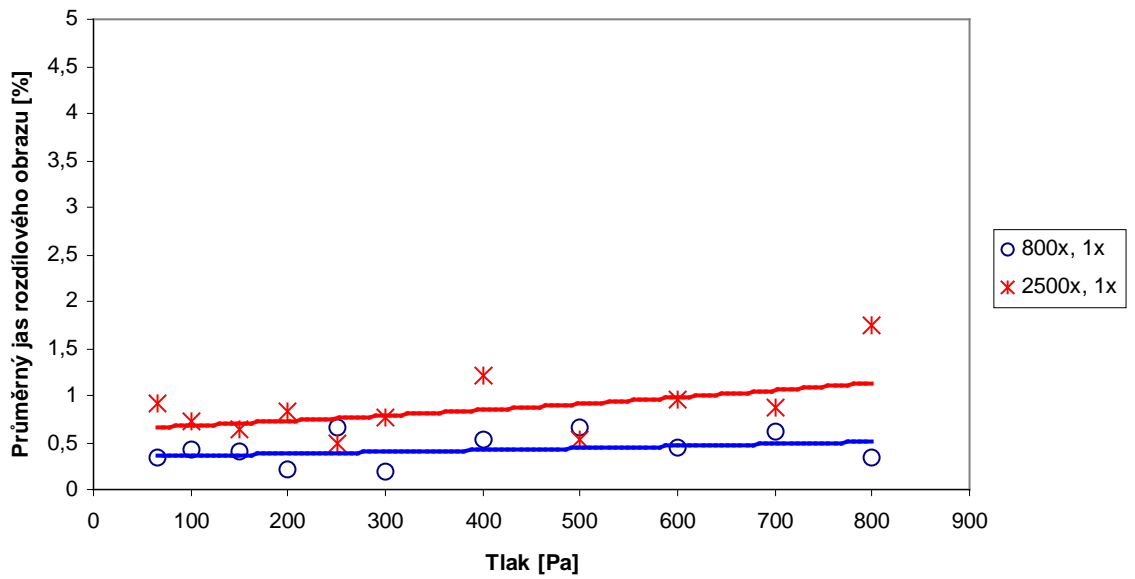
**Obr. 7-14.** Rozdílové obrázky pořízené ze snímku měření vzorku korundové keramiky scintilačním detektorem při tlacích v komoře vzorku 50 až 600 Pa, zvětšení 2500x, vztažný snímek 700 Pa, pozorovací vzdálenost  $d = 6,4 \text{ mm}$ .



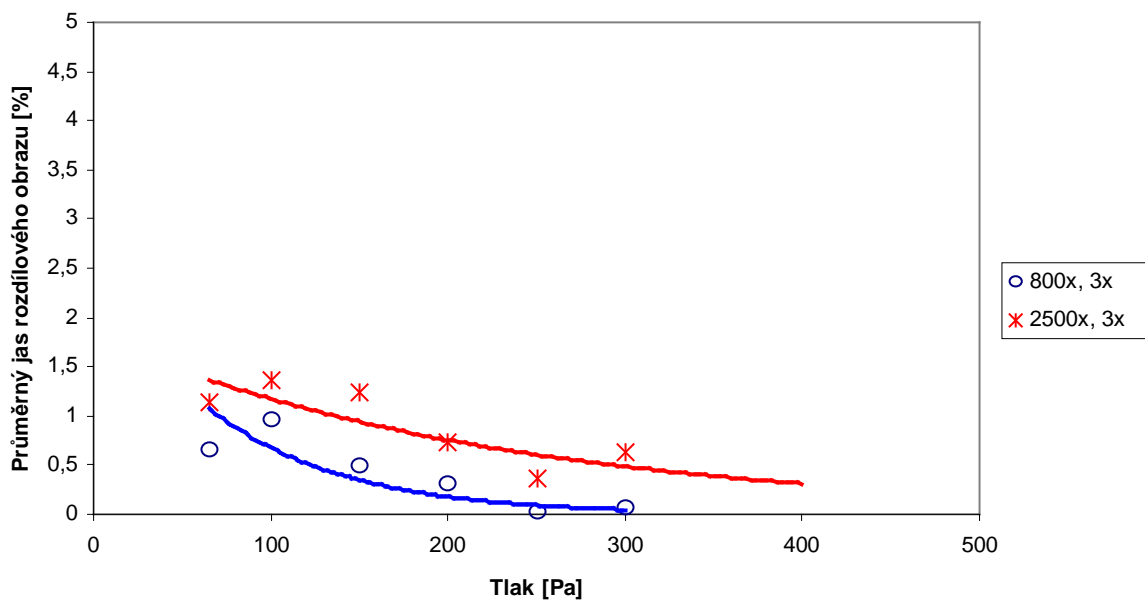
**Obr. 7-15.** Závislost hodnoty průměrného jasu rozdílových obrazů na tlaku při měření pomocí vnitřní elektrody ionizačního detektoru pro různá zvětšení.  $I_p = 100$  pA, elektronické zesílení předzesilovače detektoru 1x.



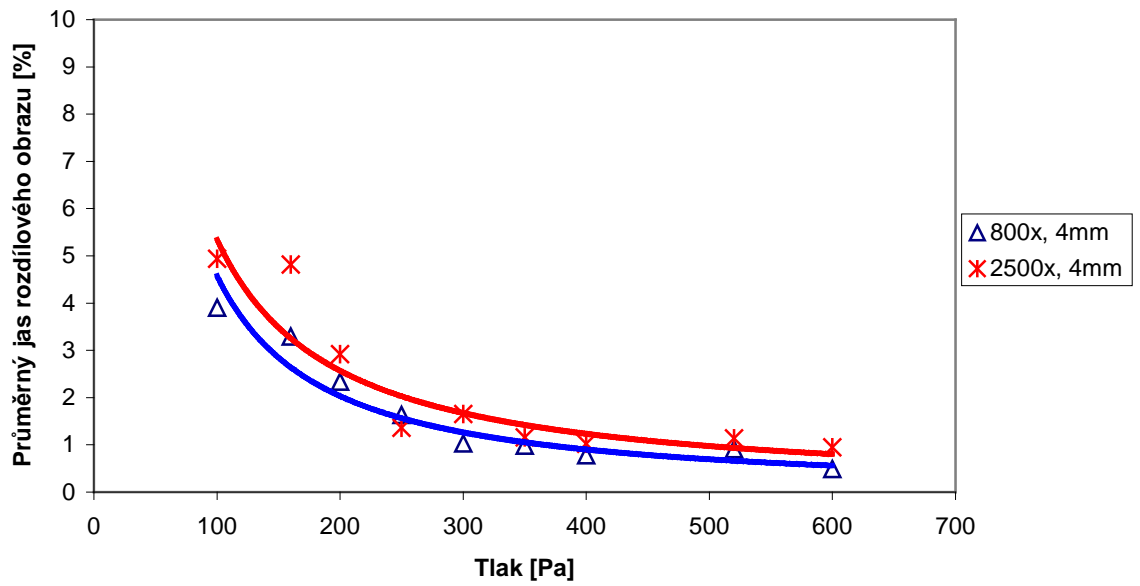
**Obr. 7-16.** Závislost hodnoty průměrného jasu rozdílových obrazů na tlaku při měření pomocí vnitřní elektrody ionizačního detektoru pro různá zvětšení.  $I_p = 100$  pA, elektronické zesílení předzesilovače detektoru 3x.



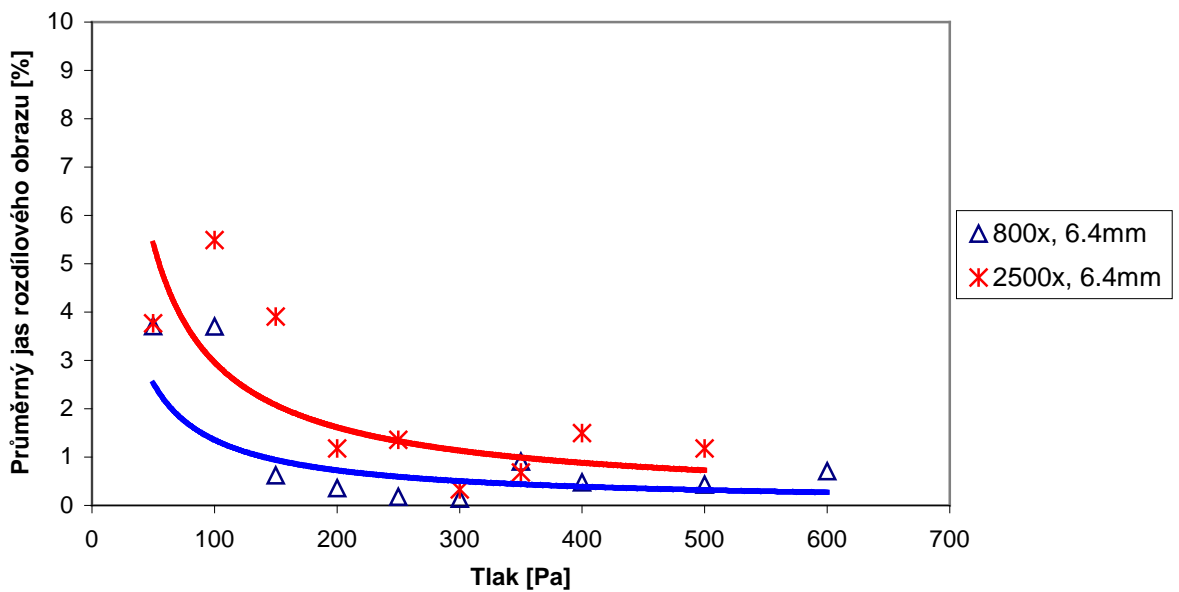
**Obr. 7-17.** Závislost hodnoty průměrného jasu rozdílových obrazů na tlaku při měření pomocí vnější elektrody ionizačního detektoru pro různá zvětšení.  $I_p = 100$  pA, elektronické zesílení předzesilovače detektoru 1x.



**Obr. 7-18.** Závislost hodnoty průměrného jasu rozdílových obrazů na tlaku při měření pomocí vnější elektrody ionizačního detektoru pro různá zvětšení.  $I_p = 100$  pA, elektronické zesílení předzesilovače detektoru 1x.



**Obr. 7-19.** Závislost hodnoty průměrného jasu rozdílových obrazů na tlaku při měření pomocí scintilačního detektoru pro různá zvětšení.  $I_p = \langle 100, 1160 \rangle \text{ pA}$ , pracovní vzdálenost  $d = 4\text{mm}$ .



**Obr. 7-20.** Závislost hodnoty průměrného jasu rozdílových obrazů na tlaku při měření pomocí scintilačního detektoru pro různá zvětšení.  $I_p = 583 \text{ pA}$ , pracovní vzdálenost  $d = 6,4\text{mm}$

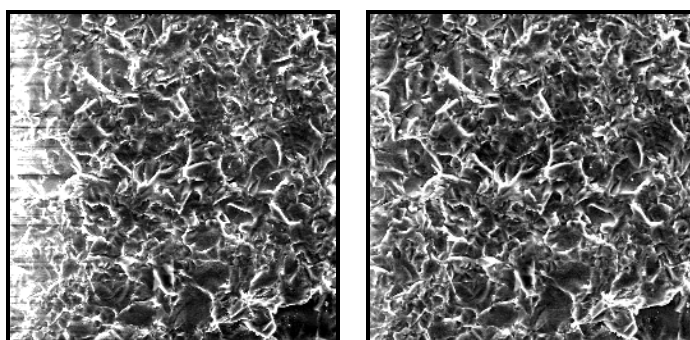
## 7.5 Zpracování a hodnocení výsledků měření

Cílem měření bylo určit pro daný detektor hranici tlaku vodních par v komoře vzorku, pod kterou se začnou ve větší míře projevovat defekty způsobené nabíjecími jevy na povrchu vzorku. Dalším cílem bylo sledování vlivu elektronického zesílení signálu předzesilovače ionizačního detektoru a velikosti zvětšení na míru a výraznost projevů nabíjení vzorků pro oba detektory

Pro ionizační detektor byl dále ověřován předpoklad, že projevy nabíjení vzorku jsou menší při snímání signálu vnější elektrodou ionizačního detektoru ve srovnání se snímáním vnitřní elektrodou ionizačního detektoru. Tento předpoklad vychází z podílu detekovaného signálu jednotlivými elektrodami, kdy vnitřní elektroda by měla detekovat převážně signál sekundárních elektronů, zatímco u vnější elektrody se očekává výraznější podíl detekce zpětně odražených elektronů.

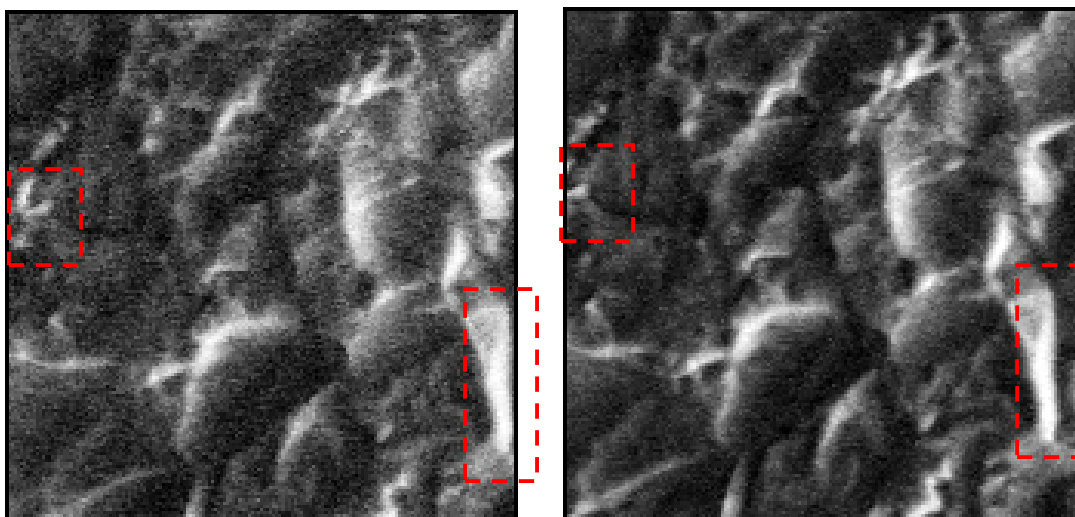
Pro scintilační detektor byl navíc jako parametr zkoumán vliv velikosti pracovní vzdálenosti (vzdálenosti mezi spodní rovinou ID a vzorkem) na míru projevů nabíjení vzorku v měřících snímcích.

U měření pomocí ionizačního detektoru se při zvětšení 800x a nižším tlaku v komoře vzorku projevil v zobrazení defekty. Na měřeních se zobrazovaly jako světlý závoj při levé straně snímku (viz. Obr. 7-21). Tyto artefakty zobrazení nakonec nebyly identifikovány jako projev nabíjení vzorku, ale jako lokální změna generačně-rekombinačních podmínek v oblasti nad povrchem vzorku, kdy část signálu SE může rekombinovat s kladnými ionty plynného prostředí a tak způsobovat změnu v kontrastu a jasů obrazu. Nejsilněji se tento jev projevoval při měření s trojnásobným zesílením předzesilovače signálu detektoru v rozmezí tlaků v komoře vzorku 150 až 250 Pa. Uvedený jev byl v odborné literatuře publikován v souvislosti s ustálením generačně rekombinačních jevů na začátku rastrování při vytváření každého řádku obrazu. Při kvantifikaci výsledku měření takto ovlivněných musela být pro výpočet průměrného jasů rozdílového obrazu použita jen výseč z originálního snímku, kde se tento jev neprojevoval.



**Obr. 7-21.** Srovnání snímku s projevy (vlevo) a bez projevů (vpravo) změny generačně-rekombinačních podmínek nad povrchem.

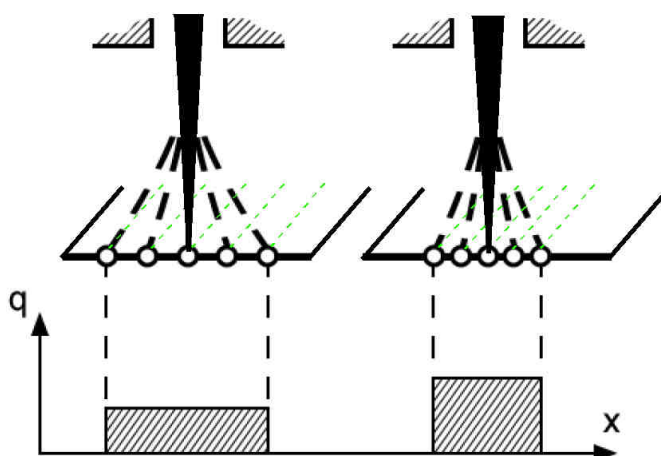
U měření pomocí scintilačního detektoru se objevil jistý druh vady v geometrii získaných snímku, který vykazoval závislost na tlaku v komoře vzorku. Tato vada se na snímcích projevila jako drobný posun zobrazované oblasti řádové o jednotky pixelů a současně jako drobná odchylka ve zvětšení (viz Obr.7-22). Tento projev posunu snímané oblasti se objevil na všech sadách měření pomocí scintilačního detektoru při obou zvětšení. Před tvorbou rozdílových obrazů proto musely být všechny snímky upraveny tak aby si jejich geometrie navzájem odpovídala. Toho bylo docíleno pomocí oříznutí snímků a korekcí zvětšení u některých z nich, řádově o jednotky procent. Posun mohl být způsoben tepelnou dilatací vzorku při použití větších proudů primárního svazku ve srovnání s měřeními pomocí ionizačního detektoru.



**Obr. 7-22.** Srovnání výřezů snímku z měření pomocí scintilačního detektoru při tlaku 600 Pa (vlevo) a 150 Pa (vpravo) zobrazující projevu posunu oblasti snímané detektorem v závislosti na tlaku.

### 7.5.1 Vliv zvětšení na míru nabíjení izolačních vzorku

Obecně lze předpokládat, že mimo vlivu tlaku v komoře vzorku budou mít na míru nabíjení vzorku a následně projevů nabíjení vliv i další parametry měření. Mezi tyto parametry patří například rychlost rastrování, velikost proud svazku primárních elektronů a také velikost plochy, na kterou svazek dopadá. Pokud zvolíme při měření konstantní rychlost rastrování a konstantní proud primárního svazku elektronů, můžeme sledovat vliv zvětšení mikroskopu na míru projevů nabíjecích jevů na povrchu vzorku.



**Obr. 7-22.** Vliv zvětšení mikroskopu na hustotu náboje nad povrchem vzorku.

Při rostoucím zvětšením se snižuje plocha, na kterou primární svazek působí při zachování předaného elektrického náboje povrchu vzorku (viz. Obr. 7-23). Roste tedy hustota předávaného elektrického náboje předávané ploše (objemu) vzorku. Lze tedy předpokládat, že projevy nabíjení u izolačního vzorku budou při vyšších zvětšeních podstatně výraznější než při zvětšeních menších.

V souladu s předpokladem se podařilo při měření pomocí obou detektorů potvrdit zvýšení projevů nabíjení s rostoucím zvětšením mikroskopu ( viz Obr. 7-15 až 7-20)

### 7.5.2 Projevy nabíjení v závislosti na typu použitého detektoru

Porovnáním výsledku měření pomocí vnitřní a vnější elektrody ionizačního detektoru (viz obr. 7-15 až 7-18) vyplývá, že při použití vnější elektrody ionizačního detektoru jsou projevy nabíjení izolačního vzorku na měřeních podstatně nižší než při detekci pomocí vnitřní elektrody ionizačního detektoru. Tato skutečnost je způsobena sníženým poměrem detekce sekundárních elektronů oproti zpětně odraženým elektronům u vnější elektrody detektoru a tedy i potlačením vlivu nabíjení vzorku na detekovaný signál. Zpětně odražené elektrony s velkou energií jsou obecně méně ovlivnitelné projevy nabíjení vzorku než elektrony sekundární. Řádově je potlačení vlivu nabíjení vzorku v měřeních téměř desetinásobné.

Předpokladu, že elektronické zesílení signálu detektoru bude mít vliv na míru zobrazení nabíjecích jevu na povrchu vzorku se v měřeních potvrdil. Nicméně společně se zesílením zobrazení projevů nabíjení došlo k zesílení šumu a dalších artefaktů zobrazení.

Porovnáním výsledku měření scintilačním detektorem při dvou různých pracovních vzdálenostech vyplývá, že při vyšší pracovní vzdálenosti se nepatrně snížily projevy nabíjení vzorku. Což však může být i v rámci chyby u použité vyhodnocovací metody.

Při srovnání měření ionizačním a scintilačním detektorem lze konstatovat, že scintilační detektor je na projevy nabíjení méně citlivý než detektor ionizační (měření s vnitřní elektrodou). Oproti ionizačnímu detektoru však scintilační detektor vykazuje na snímcích při tlaku v komoře vzorku nad 500 Pa podstatný nárůst šumu v signálu.

### 7.5.3 Celkové zhodnocení výsledku měření

Pro měření **vnitřní elektrodou ionizačního detektoru** byla určena jako hodnota mezního tlaku, při kterém se přestává výrazněji projevovat nabíjení vzorku korundu, hodnota tlaku **300 Pa** v komoře vzorku. Pro měření **vnější elektrodou ionizačního detektoru** byla určena jako hodnota mezního tlaku, při kterém se přestává výrazněji projevovat nabíjení vzorku, **200 Pa**. Současně byla stanovena hranice tlaku, od které se začne v měřeních podstatným dílem projevovat šum. Tato hranice mezního tlaku byla stanovena na **600 Pa**.

Pro **scintilační detektor** byla určena mezní hodnota tlaku v komoře vzorku, při níž se přestává výrazně projevovat nabíjení izolačního vzorku korundu, **200 Pa**. Hranice tlaku s počátky silnějších projevů šumu v signálu detektoru byla stanovena na hodnotu *500 Pa*.

## 8. Závěr

Při provedených experimentálních měřeních izolačního vzorku pomocí ionizačního detektoru a scintilačního detektoru sekundárních elektronů byla sledována závislost projevů nabíjení vzorku na tlaku vodních par v komoře vzorku EREM, na použitém zvětšení mikroskopu, případně dalších parametrech pozorování vzorku.

Pro zpracování měření byla vyvinuta metoda rozdílových obrazů, s jejíž pomocí bylo možné přesněji kvalifikovat a kvantifikovat projevy nabíjení v jednotlivých měřeních.

Pro oba detektory byl stanoven tlak, při kterém se výrazněji přestalo projevovat nabíjení vzorku a při kterém došlo k nárůstu šumu v obraze.

V případě detekce signálu za použití vnitřní elektrody ionizačního detektoru byla stanovena hranice tlaku v komoře vzorku  $300 \text{ Pa}$ , při které se přestávají výrazně projevovat vlivy nabíjení vzorku. V případě detekce signálu za použití vnější elektrody ionizačního detektoru byl mezní tlak projevu nabíjení nižší a to  $200 \text{ Pa}$ . Podařilo se tak ověřit fakt, že v signálu detekovaném vnější elektrodou ionizačního detektoru je menší podíl nízkoenergetických sekundárních elektronů, které jsou citlivé na projevy nabíjení vzorku. Při tlacích vyšších než stanovené mezní hranice tlaku se kvalita snímku a to i vzhledem k většímu zesílení signálu v průběhu nárazové ionizace zlepšovala. Za horní hranici vhodnou pro měření lze považovat tlak  $600 \text{ Pa}$ , nad tuto hranici již výrazně roste šum v obraze.

Pro scintilační detektor sekundárních elektronů byl stanoven tlak v komoře vzorku, při němž se přestávají výrazně projevovat projevy nabíjení vzorku, na hodnotu  $200 \text{ Pa}$ . Od této hranice výše lze scintilačním detektorem získat vhodný snímek se zanedbatelnými projevy nabíjení vzorku v obraze. S rostoucím tlakem se kvalita snímku pomalu zhoršuje převážně díky projevům šumu. Horní hranice tlaku vhodná pro měření izolačních vzorků scintilačním detektorem byla přibližně stanovena na hodnotu  $500 \text{ Pa}$ .

Vliv zvětšení mikroskopu na míru projevu nabíjení v měřeních byl sledován pouze za účelem ověření předpokladu, že s rostoucí hustotou elektrického náboje předaného primárním svazkem elektronů na plochu izolačního vzorku roste míra projevu nabíjení vzorku v obrazech měření. Tento předpoklad se podařilo ověřit.

Pro další studium projevů nabíjení izolačních vzorku v závislosti na tlaku v komoře vzorku bude vhodné opět volit takový vzorek izolantu, který bude mít výrazné plošné projevy nabíjení na svém povrchu. Bylo by také vhodné sledovat projevy nabíjení při různých hodnotách proudu primárního svazku a ověřit proudovou závislost nabíjení.

Z hlediska hodnocení metody rozdílových obrazů se zdá, že tato forma zpracování měření je nejvhodnější a dostatečně efektivní. Podmínkou však je geometrická identita srovnávaných snímků, která může být ovlivněna změnou zvětšení, posuvem, případně natočením vzorku.

## 9. Seznam použité literatury a pramenů

- [1] HULÍNSKÝ V., JUREK K. : Zkoumání látek elektronovým paprskem, SNTL, Praha 1982, 404 str.
- [2] AUTRATA R., JIRÁK J.: Environmentální rastrovací elektronová mikroskopie
- [3] REIMER, L.: Scanning electron microscopy. Physics of Image Formation and Microanalysis, Springer-Verlag, Berlin 1985, 457 str.
- [4] Scanning Electron Microscope, [cit. 2008-05-02], Dostupné z WWW: <http://www.gmu.edu/departments/SRIF/tutorial/REM/REM.htm>
- [5] Scanning Electron Microscopy Allen R. Sampson, Advanced Research Systems (1996), [cit. 2007-10-11]. Dostupné z WWW: <http://www.REM.com/analytic/REM.htm>
- [6] Image Formation in the REM, [cit. 2008-05-02], Dostupné z WWW: <http://accept.asu.edu/PiN/rdg/elmicr/elmicr.shtml>
- [7] Introduction to Electron Microscopes Version 2.1, Peter Goodhew, *University of Liverpool*, Abigail Callanan, MATTER, [cit. 2008-15-04], Dostupné z WWW: <http://www.matter.org.uk/matscidrom/manual/em.html>
- [8] Elektronová mikroskopie pro biology, Tvorba obrazu, [cit. 2008-15-04], Dostupné z WWW: <http://www.paru.cas.cz/lem/book/Podkap/7.2.html>