



# VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V BRNĚ

BRNO UNIVERSITY OF TECHNOLOGY

## FAKULTA STROJNÍHO INŽENÝRSTVÍ

FACULTY OF MECHANICAL ENGINEERING

## ÚSTAV MATERIÁLOVÝCH VĚD A INŽENÝRSTVÍ

INSTITUTE OF MATERIALS SCIENCE AND ENGINEERING

# TECHNIKY VYUŽÍVAJÍCÍ SVAZEK NABITÝCH ČÁSTIC K ZOBRAZENÍ A ANALÝZE MATERIÁLŮ

TECHNIQUES USING BEAM OF CHARGED PARTICLES FOR IMAGING AND MATERIAL ANALYSIS

## BAKALÁŘSKÁ PRÁCE

BACHELOR'S THESIS

## AUTOR PRÁCE

AUTHOR

Leona Lamborová

## VEDOUCÍ PRÁCE

SUPERVISOR

Mgr. Jan Čupera

BRNO 2019

# Zadání bakalářské práce

Ústav:	Ústav materiálových věd a inženýrství
Studentka:	<b>Leona Lamborová</b>
Studijní program:	Strojírenství
Studijní obor:	Základy strojního inženýrství
Vedoucí práce:	<b>Mgr. Jan Čupera</b>
Akademický rok:	2018/19

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

## **Techniky využívající svazek nabitých částic k zobrazení a analýze materiálů**

### **Stručná charakteristika problematiky úkolu:**

V rámci bakalářské práce vypracuje student rešeršní práci zabývající se popisem technik, které využívají k analýze různorodých materiálů svazek nabitých částic. Zejména se bude zabývat metodami skenovací elektronové mikroskopie, transmisní elektronové mikroskopie a metodou fokusovaného iontového svazku. Teoretická část bude obsahovat popis konstrukcí mikroskopů a dostupných detektorů sloužících k obrazové a chemické analýze, jejich možností a limitů. Teoretická část bude doplněna o vzhled do podstaty elektronové popřípadě iontové optiky a fyzikální podstaty tvorby signálů (SE, BSE, X-ray, EBSD, atd.).

### **Cíle bakalářské práce:**

Pochopit teoretické základy technik využívajících nabitých částic pro analýzu materiálů, fyzikální podstatu tvorby signálů a podstatu elektronové popřípadě iontové optiky.

### **Seznam doporučené literatury:**

ECHLIN, P., C. E. FIORI, J. GOLDSTEIN, D. C. JOY and D. E. NEWBURY. Advanced Scanning Electron Microscopy and X-Ray Microanalysis [online]. B.m.: Springer US, 2013. ISBN 978-1-47-7-9027-6.

SCHWARTZ, A. J., M. KUMAR, B. L. ADAMS and D. P. FIELD. Electron Backscatter Diffraction in Materials Science [online]. B.m.: Springer US, 2009. ISBN 978-0-387-88135-5.

GIANNUZZI, Lucille and Fred STEVIE. Introduction to Focused Ion Beams: Instrumentation, Theory, Techniques and Practice [online]. B.m.: Springer US, 2006. ISBN 978-0-387-23313-0.

GOLDSTEIN, J., D. E. NEWBURY, D. C. JOY, C. E. LYMAN, P. ECHLIN, E. LIFSHIN, L. SAWYER and J. R. MICHAEL. Scanning Electron Microscopy and X-ray Microanalysis: Third Edition [online]. B.m.: Springer US, 2012. ISBN 978-1-4615-0215-9.

WILLIAMS, David Bernard and C. Barry CARTER. Transmission Electron Microscopy: A Textbook for Materials Science [online]. B.m.: Springer US, 2009. Cambridge library collection. ISBN 978-0-3-7-76501-3.

REIMER, Ludwig and Helmut KOHL. Transmission Electron Microscopy: Physics of Image Formation [online]. B.m.: Springer New York, 2008. Springer Series in Optical Sciences. ISBN 978-0-387-40-93-8.

Termín odevzdání bakalářské práce je stanoven časovým plánem akademického roku 2018/19

V Brně, dne

L. S.

---

prof. Ing. Ivo Dlouhý, CSc.  
ředitel ústavu

---

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

## **Abstrakt**

Tato bakalářská práce se zabývá technikami využívající svazek nabitých částic pro zobrazení a analýzu materiálu. Mezi nabitě částice využívající se pro tyto účely patří elektrony a ionty. Tato rešeršní práce je tedy rozdělena na podstatu elektronové a podstatu iontové optiky. Dále je zde pojednáno o principu funkce, konstrukci a detektorech, které slouží k obrazové a chemické analýze skenovací elektronové mikroskopie, transmisní elektronové mikroskopie a metody fokusovaného iontového svazku.

## **Klíčová slova**

Skenovací elektronová mikroskopie, transmisní elektronová mikroskopie, metoda fokusovaného iontového svazku, svazek nabitých částic

## **Abstract**

This bachelor's thesis deals with techniques using beam of charged particles for imaging and material analysis. There are two types of charged particles that are used for this purpose, electrons and ions. This research study is divided into principles of electron optics and principles of ion optics. Further, there is mentioned function, construction and detectors used for imaging and chemical analysis of scanning electron microscopy, transmission electron microscopy and focused ion beam.

## **Keywords**

Scanning electron microscopy, transmission electron microscopy, focused ion beam, beam of charged particles

## **Bibliografická citace**

LAMBOROVÁ, Leona. *Techniky využívající svazek nabitých částic k zobrazení a analýze materiálů*. Brno, 2019. Dostupné také z: <https://www.vutbr.cz/studenti/zav-prace/detail/116013>.  
Bakalářská práce. Vysoké učení technické v Brně, Fakulta strojního inženýrství, Ústav materiálových věd a inženýrství. Vedoucí práce Jan Čupera.

## **Prohlášení**

Prohlašuji, že jsem bakalářskou práci na téma *Techniky využívající svazek nabitých částic pro zobrazení a analýzu materiálu* vypracovala samostatně s použitím odborné literatury a pramenů, které jsou součástí této práce.

V Brně dne:

Podpis:

## **Poděkování**

Ráda bych poděkovala svému vedoucímu Mgr. Janu Čuperovi za cenné rady, vedení a trpělivost při zpracování této bakalářské práce. Dále bych ráda poděkovala svým blízkým za podporu během studia.

# Obsah

1	Úvod.....	1
2	Podstata elektronové optiky .....	2
2.1	Úvod .....	2
2.2	Základní pojmy.....	2
2.3	Historie .....	6
2.4	Elektron v časově neproměnném elektromagnetickém poli.....	7
2.4.1	Elektron v elektrostatickém poli .....	7
2.4.2	Elektron v magnetickém poli .....	9
2.5	Elektronové trysky.....	10
2.5.1	Parametry elektronových trysek.....	10
2.5.2	Rozdělení elektronových trysek .....	11
2.6	Elektronové čočky .....	15
2.6.1	Elektrostatické elektronové čočky.....	15
2.6.2	Elektromagnetické čočky .....	15
2.7	Vady v zobrazení .....	15
2.7.1	Sférická vada.....	16
2.7.2	Chromatická vada.....	16
2.7.3	Vada způsobená difrakcí .....	17
2.7.4	Asigmatismus .....	17
2.7.5	Optimální nastavení elektronového mikroskopu.....	19
2.8	Interakce elektronového svazku s hmotou.....	19
2.8.1	Interakční objem.....	20
2.8.2	Vliv energie elektronů a materiálu vzorku na interakční objem .....	21
2.8.3	Pružný rozptyl elektronů .....	25
2.8.4	Nepružný rozptyl.....	31
2.9	Detektory .....	36
2.9.1	Scintilační detektory.....	36
2.9.2	Detektory pro zpětně odražené elektrony.....	42
2.9.3	CCD detektory.....	45
2.9.4	Faradayova klec.....	45
2.10	Vznik digitálního obrazu .....	46
3	Skenovací elektronová mikroskopie .....	47

3.1	Úvod .....	47
3.2	Historie skenovacích elektronových mikroskopů.....	48
3.3	Konstrukce.....	49
3.3.1	Elektronový sloupec .....	49
3.4	Příprava vzorku.....	52
3.4.1	Příprava kovových vzorků, jejich slitin a kovových materiálů .....	52
3.5	Možnosti a limity .....	55
4	Transmisní elektronová mikroskopie .....	56
4.1	Úvod .....	56
4.2	Konstrukce.....	56
4.2.1	Ozařovací systém .....	57
4.2.2	Objektiv .....	58
4.2.3	Zobrazovací systém.....	59
4.3	Příprava vzorku.....	60
4.4	Příprava vzorku bez podpory .....	60
4.4.1	Příprava vzorku pro konečné ztenčení .....	60
4.4.2	Konečné ztenčení vzorku .....	61
4.5	Příprava vzorku na mřížce .....	62
4.5.1	Elektrolytické leštění.....	62
4.5.2	Ultramikrotomie .....	62
4.5.3	Broušení a drcení.....	63
4.5.4	Replikace a extrakce.....	63
4.6	Možnosti a limity .....	64
5	Podstata iontové optiky .....	65
5.1	Úvod .....	65
5.2	Zdroj iontů .....	66
5.2.1	Zdroj iontů s tekutým kovem .....	66
5.3	Iontová optika .....	67
5.4	Interakce iontu s hmotou .....	67
6	Fokuseovaný iontový svazek .....	68
6.1	Úvod .....	68
6.2	Historie .....	68
6.3	Konstrukce.....	68

6.3.1	Iontový sloupec .....	68
6.3.2	Vakuový systém .....	69
6.3.3	Držák pro vzorek .....	69
6.3.4	Detektory .....	69
6.4	Princip funkce .....	69
6.5	Použití .....	69
6.5.1	Zobrazování .....	69
6.5.2	Leptání .....	70
6.5.3	Depozice .....	70
6.5.4	Příprava vzorku pro transmisní elektronovou mikroskopii .....	70
7	Závěr .....	71
8	Literatura .....	72
9	Seznam použitých zkratk a symbolů .....	74
10	Seznam obrázků .....	76

# 1 Úvod

Techniky využívající svazek nabitých částic pro zobrazení a analýzu materiálu jsou velmi užitečným nástrojem nejen pro materiálové inženýrství. Dříve využívané světelné mikroskopy mají omezenou rozlišovací schopnost, která je způsobena velikostí vlnové délky fotonu. Aby tedy bylo umožněno náhledu do mikro a nano světa je nutné použít částici, která má kratší vlnovou délku. Toto kritérium je splněno jak pro elektrony, tak i pro ionty. Cílem této bakalářské práce je pochopení teoretických základů technik využívajících těchto nabitých částic pro zobrazení a analýzu materiálu a dále pochopení fyzikální podstaty tvorby signálů a podstatu elektronové a iontové optiky.

Elektronové a iontové mikroskopy pracují na principu bombardování vzorku rychle letícími nabitými částicemi z fokusovaného paprsku. Jakmile dosáhne paprsek povrchu vzorku dojde k interakci nabitě částice s atomy materiálu. Interakcí jsou generovány signály, které jsou následně detekovány a poté je vytvořen obraz.

Elektronové mikroskopy jsou z hlediska způsobu tvorby obrazu rozděleny na skenovací a transmisní. Výstupem u skenovacího elektronového mikroskopu je jen obraz povrchu vzorku, kdežto u transmisního elektronového mikroskopu je vytvořen nejen obraz, ale i analýza vnitřní struktury.

Metody využívající fokusovaný iontový svazek slouží nejen pro zobrazování vzorku, ale i pro jeho modifikaci a pro přípravu vzorků pro ostatní zobrazovací technologie. Pro zobrazování je využíváno skenovacího iontového mikroskopu, který je založen na stejném principu jako skenovací elektronový mikroskop, elektrony jsou však nahrazeny rychle letícími ionty.

## 2 Podstata elektronové optiky

### 2.1 Úvod

Dříve bylo zkoumání mikrosvěta omezeno pouze na světelný mikroskop, jehož rozlišovací schopnost je dána vlnovou délkou viditelného světla. Náhradou fotonů urychlenými elektrony je možné dosáhnout vyšší rozlišovací schopnosti, neboť vlnová délka urychlených elektronů je mnohonásobně menší než vlnová délka světelných částic. [1, 2]

Elektronové mikroskopy jsou v mnoha vlastnostech podobné těm optickým, ale je zde i mnoho odlišností. Například elektronový mikroskop vyžaduje pro svou funkci vakuum, aby se elektrony mohly pohybovat požadovanou rychlostí a nebyly během pohybu rozptylovány, nemůže tedy pracovat za přítomnosti vzduchu o atmosférickém tlaku. Zatímco optické mikroskopy mají fixované ohnisko a mění se vzdálenost mezi vzorkem a objektivem, elektronové mikroskopy obsahují fokusační čočky a vzdálenosti mezi vzorkem a objektivem se nemění. Elektronové mikroskopy obsahují elektromagnetické čočky, které jsou tvořeny cívkami. Těmito cívkami protéká proud, který ovlivňuje zvětšení obrazu. Světelné mikroskopy vytvářejí virtuální obraz, který vznikne pohlcením světla vzorkem. Kdežto elektronový mikroskop vytváří obraz reálný pomocí snímání odražených elektronů. [1, 3, 4]

Samotná elektronová optika zajišťuje fokusaci elektronů na povrch vzorku. Skládá se z elektronové trysky, která je zdrojem elektronů, elektrostatických nebo elektromagnetických čoček, sloužících pro fokusaci elektronového paprsku, a vychylovacích cívek. [3, 5]

Výsledkem fokusace elektronů je tenký elektronový svazek, který dopadá na povrch zkoumaného materiálu. Pro ideální výsledky skenování je potřeba, aby optika zajišťovala co největší možný proud elektronů soustředěný na co nejmenší plochu. [1, 3, 5, 6]

Pro tvorbu obrazu je rozhodujícím parametrem intenzita jednotlivých emitovaných signálů, která je dána intenzitou proudu elektronů fokusovaných na povrch vzorku. Mezi základní signály jsou zařazeny sekundární elektrony (SE), zpětně odražené elektrony (BSE) a charakteristické rentgenové záření. Dále jsou jako signály označovány Augerovy elektrony (AE), elektrony, které projdou materiálem (TE), rentgenové záření (RTG) a fotony viditelného světla. [1, 3, 5]

### 2.2 Základní pojmy

Základní vlastností mikroskopů je rozlišovací schopnost  $R$  [ $\text{m}^{-1}$ ], která je dána vztahem:

$$R = \frac{1}{d_{min}}, \quad (2.1.)$$

kde  $d_{min}$  [m] je rozlišitelná vzdálenost.

Rozlišitelná vzdálenost je minimální vzdálenost dvou ještě rozlišitelných bodů a je dána vztahem:

$$d_{min} = \frac{\lambda}{N.A.}, \quad (2.2.)$$

kde  $\lambda$  [m] je vlnová délka částice a  $N.A.$  [-] je numerická apertura. Tento vztah je odvozen z Abbého kritéria rozlišitelnosti.

Pro numerickou aperturu platí:

$$N.A. = n \cdot \sin\Phi, \quad (2.3.)$$

kde  $n$  [-] je index lomu prostředí před objektivem a  $\Phi$  [°] je polovina vrcholového úhlu kužele paprsků vstupujících do objektivu.

Mikroskopy jsou konstruovány tak, aby dosáhly co největší rozlišovací schopnosti, toho lze docílit zvětšením numerické apertury, nebo použitím částice o menší vlnové délce.

Další vlastností, která charakterizuje mikroskop je hloubka ostrosti. Aby byl tedy výsledný snímek ostrý je zapotřebí, aby se zkoumaný předmět nacházel v určitém intervalu vzdáleností, nazývaném hloubka ostrosti. Stejně jako rozlišitelná vzdálenost je tato vlastnost ovlivněna čočkami. Je závislá na aperturním úhlu čočky a na rozlišitelné vzdálenosti a pro světelnou mikroskopii je dána vztahem:

$$H = \frac{d_{min}}{tg\alpha}, \quad (2.4.)$$

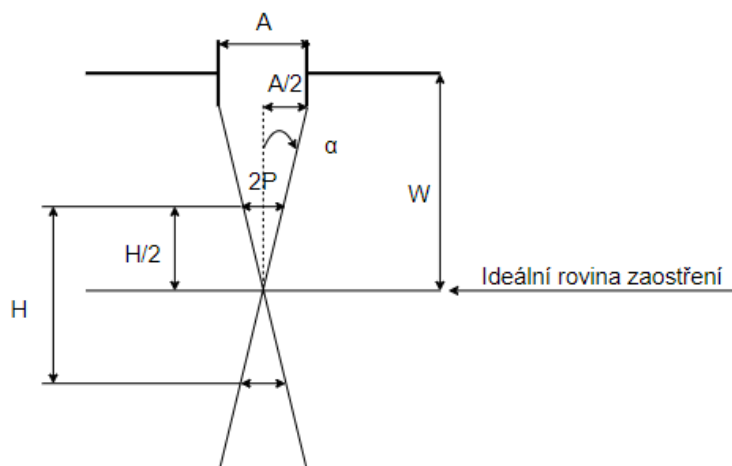
kde  $d_{min}$  [m] je rozlišitelná vzdálenost mikroskopu a  $\alpha$  [°] je aperturní úhel čočky. [1, 3]

Pro elektronovou mikroskopii pak platí vztah:

$$H = \frac{4 \cdot 10^5 \cdot W}{A \cdot M}, \quad (2.5.)$$

kde  $W$  [m] je pracovní vzdálenost,  $A$  [m] je průměr apertury a  $M$  [-] je zvětšení.

Pomocí schématu znázorněného na Obrázku 1 lze tyto dva vztahy porovnat a potvrdit jejich rovnost.



Obrázek 1 - Schéma pro odvození hloubky ostrosti

Kde  $A$  [m] je průměr apertury,  $P$  [nm] je velikost pixelu,  $W$  [m] je pracovní vzdálenost,  $H$  [nm] je hloubka ostrosti a  $\alpha$  [°] je aperturní úhel čočky.

Tangens aperturního úhlu  $\alpha$  lze vyjádřit jako:

$$\operatorname{tg}\alpha = \frac{\frac{A}{2}}{W} = \frac{A}{2 \cdot W}. \quad (2.6.)$$

Po vynásobení rovnice 2.6. dvěma bude možné vyjádřit poměr  $\frac{W}{A}$ , který je dán rovnicí:

$$\frac{W}{A} = \frac{1}{2 \cdot \operatorname{tg}\alpha}. \quad (2.7.)$$

Jestliže bude do rovnice 2.5. dosazen poměr z rovnice 2.7., vznikne rovnice:

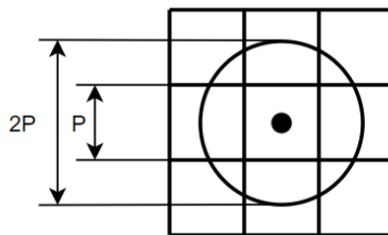
$$H = \frac{2 \cdot 10^5}{\operatorname{tg}\alpha \cdot M}. \quad (2.8.)$$

Tangens aperturního úhlu  $\alpha$  lze také vyjádřit jako:

$$\operatorname{tg}\alpha = \frac{P}{H/2} = \frac{2 \cdot P}{H}, \quad (2.9.)$$

kde  $P$  [nm] označuje velikost pixelu.

Pixel je označení pro nejmenší jednotku digitálního obrazu. Na Obrázku 2 je znázorněna velikost pixelu  $P$ .



Obrázek 2 - Velikost pixelu

Po vyjádření hloubky ostrosti z 2.9. a porovnáním s 2.8. je dosaženo rovnosti:

$$\frac{2 \cdot 10^5}{\operatorname{tg}\alpha \cdot M} = \frac{2 \cdot P}{\operatorname{tg}\alpha}. \quad (2.10.)$$

Dále bude ze vztahu 2.10. vyjádřena velikost pixelu:

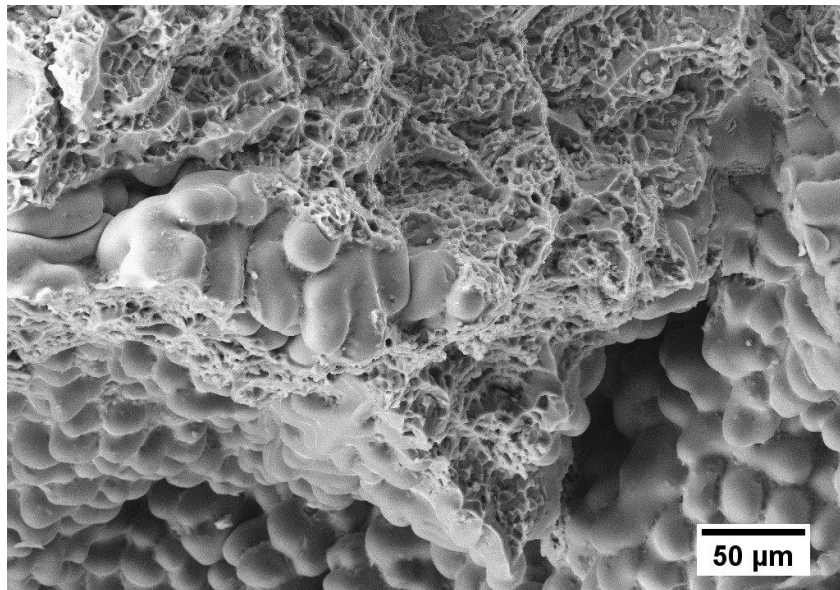
$$P = \frac{10^5}{M}. \quad (2.11.)$$

Porovnáním 2.10. a 2.4. lze odvodit, že pro hloubku ostrosti platí:

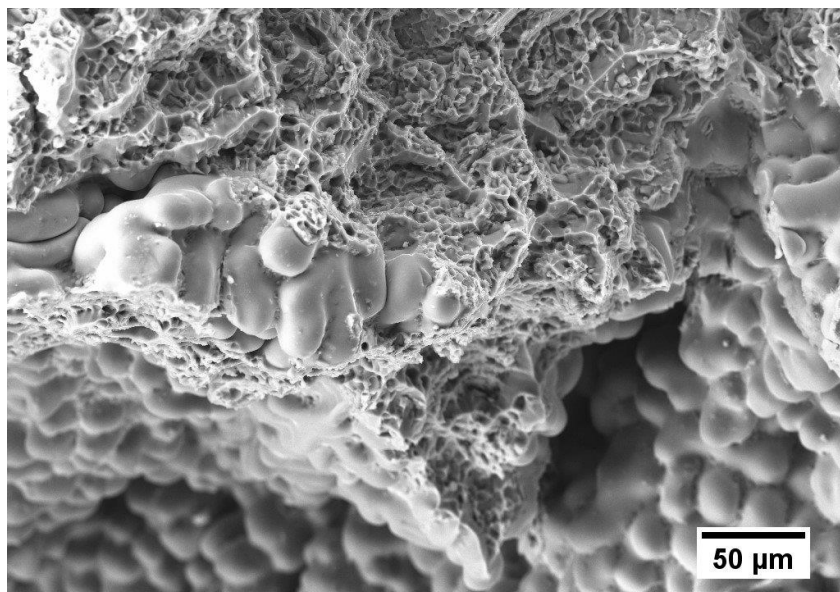
$$H = \frac{2 \cdot P}{\operatorname{tg} \alpha} = \frac{d_{\min}}{\operatorname{tg} \alpha}. \quad (2.12.)$$

Z rovnice 2.12. tedy vyplývá, že minimální rozlišitelná vzdálenost je rovna dvojnásobku velikosti pixelu. Jestliže je signál generovaný z kruhové plochy s průměrem o velikosti dvou pixelů a menším, bude se obraz jevit jako ostrý.

Na obrázcích 3 a 4 je znázorněna závislost hloubky ostrosti na velikosti apertury, kdy na Obrázku 3 je aplikována apertura o velikosti 30  $\mu\text{m}$  a hloubka ostrosti je 0,474 mm, kdežto na Obrázku 4 o velikosti 120  $\mu\text{m}$  a hloubka ostrosti je 0,119 mm.



Obrázek 3 - Hloubka ostrosti při velikosti apertury 30  $\mu\text{m}$ ; H=0,474 mm



Obrázek 4 - Hloubka ostrosti velikosti apertury 120  $\mu\text{m}$ ; H=0,119 mm

## 2.3 Historie

Historie elektronových mikroskopů začala objevem Ernsta Karla Abbe, který stanovil závislost rozlišitelné vzdálenosti na vlnové délce částice. Tento objev nezávisle na Abbém učinil i Hermann von Helmholtz. V tuto dobu však ještě nebyla známá částice, která by tento předpoklad splňovala. To se změnilo roku 1897, kdy byl J. J. Thompsonem objeven elektron. [2, 7, 8]

Další důležitý objev, který umožnil vznik elektronového mikroskopu, učinil v roce 1925 Louis de Broglie, který vyslovil myšlenku, že rychle letící částice lze popsat nejen jako částici, ale i jako vlnu. Vycházel z Einsteinovy duality světelných částic a tuto jeho myšlenku převedl na všeobecnou platnost pro všechny částice. Podle de Broglieho hypotézy má každá částice určitou vlnovou délku, kterou lze zjistit podle de Broglieho vztahu:

$$\lambda = \frac{h}{p} = \frac{h}{\gamma m v} = \frac{h}{m v} \sqrt{1 - \frac{v^2}{c^2}}, \quad (2.13.)$$

kde  $h$  [J·s popřípadě eV·s] je Planckova konstanta,  $p$  [kg·m·s<sup>-1</sup>] je hybnost částice,  $m$  [kg] je hmotnost částice,  $v$  [m·s<sup>-1</sup>] rychlost částice a  $c$  [m·s<sup>-1</sup>] rychlost světla ve vakuu. Tato rovnice zahrnuje relativistické efekty. [1, 2, 7, 8]

Tato hypotéza byla v roce 1927 experimentálně potvrzena týmem amerických fyziků Clintonem Davissonem a Lesterem Germerem pomocí elektronové difrakce. V tomto experimentu dopadal urychlený svazek elektronů na krystal niklu, a bylo zjištěno, že se elektrony po dosažení povrchové vrstvy krystalu rozptýlí do všech směrů. Intenzita rozptýlených elektronů v závislosti na směru vykazuje maxima, která jsou způsobena konstruktivní interferencí, což je charakteristická vlastnost vln. Tím se potvrdila de Broglieho hypotéza. [7–9]

Dalším důležitým milníkem v objevování elektronové mikroskopie byla práce Hanse Busche, která položila teoretický základ elektronové mikroskopie. Ten se mezi léty 1926 a 1927 zabýval vychylováním dráhy elektronů pomocí magnetických polí solenoidů (magnetických čoček). Výsledkem jeho práce byl poznatek, že paprsek elektronů je možno vychýlit pomocí magnetických čoček stejně jako je paprsek fotonů vychylován pomocí čoček optických. [7, 8]

Roku 1930 byl Ernstem Ruskou a W. D. Rieckem v Berlíně sestrojen první zvětšovací systém. Tato konstrukce využívala dvou magnetických elektronových čoček a měla velký význam v mikroskopii, neboť umožňovala překonat omezení v rozlišení, které je dáno vlnovou délkou světla. [3]

První návrh elektronového mikroskopu byl zformulován roku 1931 Maxem Knollem a Ernstem Ruskou. Tato konstrukce potvrzovala praktické využití svazku elektronů pro zobrazování mikroskopické struktury vzorku. Tento první návrh však poskytoval rozlišitelnou vzdálenost větší než u optického mikroskopu (200 nm). Efektivnější elektronový mikroskop byl sestrojen roku 1933, kdy byla dosažena rozlišovací vzdálenost 10 nm. [1, 2, 8]

Vývoj této technologie byl založen na dosahování menší rozlišitelné vzdálenosti. Hlavním cílem bylo nahlédnout do mikrosvěta na atomární úrovni.

Roku 1935 Max Knoll sepsal první práci, která pojednávala o konceptu skenovacího elektronového mikroskopu, který byl později sestaven Vladimírem Zworykinem, který vynalezl fotonásobič a použil jej k detekci sekundárních elektronů. [3]

Roku 1936 Otto Scherzer potvrdil domněnku, že sférické a chromatické vady (osové vady) nelze u rotačně symetrických elektronových čoček zcela odstranit tak jako u optických čoček. Je však možno provést korekci osových vad pomocí multipólů. [3]

Výroba elektronových mikroskopů byla rozšířena po roce 1946, kdy byl vynalezen stigmátor, který slouží pro zmírnění astigmatismu.

Maďarský fyzik Dennis Gabor pracoval roku 1947 na zlepšení elektronových mikroskopů, které v tuto dobu dosahovaly rozlišovací schopnosti na hranici atomové struktury. Hlavním problémem byla sférická vada magnetických čoček, která zabraňovala menší rozlišitelné vzdálenosti. Gabor k tomuto problému přistoupil tak, že vytvořil obraz pomocí elektronového svazku, který sice neměl požadovanou rozlišitelnou vzdálenost, ale obsahoval všechny informace. Rozlišitelnou vzdálenost pak zmenšil optickými metodami. [3]

Od roku 1941 až do roku 1963 dochází ke zlepšení jak v rozlišitelné vzdálenosti, tak v pohodlnosti užívání TEM, a to zejména díky používání vyššího urychlovacího napětí, lepších elektrických čoček, ale i zajištěním vyššího stupně vakua a použitím elektronové trysky s vyšším jasem. V tomto období se rozlišitelná vzdálenost u TEM pohybuje v rozmezí 0,2–0,3 nm, u SEM je to 10 nm. [1]

## 2.4 Elektron v časově neproměnném elektromagnetickém poli

Jestliže se elektron pohybuje v časově neproměnném elektromagnetickém poli, působí na něj síla, která je dána vztahem:

$$\vec{F}_e = -e(\vec{E} + [\vec{v} \times \vec{B}]) = -e\vec{E} + e[\vec{B} \times \vec{v}]. \quad (2.14.)$$

Kde  $B$  [T] je magnetická indukce,  $E$  [ $\text{V} \cdot \text{m}^{-1}$ ] je intenzita elektrického pole,  $e$  [C] je elektrický náboj elektronu a  $v$  [ $\text{m} \cdot \text{s}^{-1}$ ] je rychlost elektronu.

Tuto rovnici lze rozdělit na sílu způsobenou elektrostatickým polem  $-e\vec{E}$ , a sílu způsobenou magnetickým polem  $e[\vec{B} \times \vec{v}]$ , která je označována jako Lorentzova síla. Složka síly od elektrostatického pole způsobuje změnu velikosti rychlosti, zatímco Lorentzova síla mění pouze směr pohybu. Sledovat pohyb elektronu v elektromagnetickém poli je však složitým problémem, proto bude tento pohyb zkoumán samostatně v jednotlivých případech. [5, 10]

### 2.4.1 Elektron v elektrostatickém poli

Elektrostatické pole vzniká v důsledku rozdílu elektrických potenciálů  $\phi_1$  a  $\phi_2$  dvou navzájem rovnoběžných desek. Elektrostatické pole je časově neproměnné elektrické pole. Pohybuje-li se v tomto poli elektron, pak podléhá síle o velikosti  $-e\vec{E}$ . Jeho změna hybnosti v čase se rovná působící síle a dráha, kterou urazí je tedy dána rovnicí:

$$\frac{d}{dt}(m_e \vec{v}) = -e\vec{E}. \quad (2.15.)$$

Jelikož se jedná o elektron, jehož rychlost se blíží rychlosti světla, přestává platit klasická Newtonova mechanika a hmotnost této částice nebude konstantní, ale bude popsána rovnicí:

$$m = \frac{m_0}{\sqrt{1 - \frac{v^2}{c^2}}}. \quad (2.16.)$$

Kde  $m$  [kg] je hmotnost částice,  $m_0$  [kg] je klidová hmotnost,  $v$  [ $\text{m}\cdot\text{s}^{-1}$ ] je rychlost částice a  $c$  [ $\text{m}\cdot\text{s}^{-1}$ ] je rychlost světla ve vakuu. Tato rovnice vyjadřuje závislost hmotnosti elektronu na rychlosti, tedy že hmotnost s rostoucí rychlostí roste.

U elektronového mikroskopu je elektronová optika uspořádána jako příčné elektrostatické pole a platí že  $E_y = \vec{E}$ ,  $E_x = E_z = 0$  a  $v_y = \vec{v}$ ,  $v_x = v_z = 0$ . Rovnici dráhy můžeme tedy přepsat do tvaru:

$$m_e \frac{dv_y}{dt} = -eE_y. \quad (2.17.)$$

Tento vztah popisuje rovnoměrně zrychlený přímočarý pohyb. Jakmile elektron projde úsekem této dráhy, změní se jeho energie o hodnotu, která je dána vztahem:

$$E = eE_y(y_2 - y_1) = e(V_2 - V_1). \quad (2.18.)$$

Kde  $y_2 - y_1$  je dráha, kterou urazí elektron v elektronové optice,  $V_2$ ,  $V_1$  jsou potenciály v místě  $y_2$  a  $y_1$ . Jestliže je potenciál v bodě 2 větší než potenciál v bodě 1, změna energie se projeví zvýšením kinetické energie a tím i zvýšením rychlosti.

$$\frac{1}{2} m_e (v_2^2 - v_1^2) = e(V_2 - V_1). \quad (2.19.)$$

Elektron má při vstupu do elektronové optiky nulovou počáteční rychlost, tedy  $v_1 = 0$ . Dále vyjádříme-li  $e(V_2 - V_1)$  jako napětí  $U$  [V], pak rychlost elektronu budeme moci z předchozí rovnice zapsat jako:

$$v = \sqrt{\frac{2eU}{m_e}}. \quad (2.20.)$$

Kde  $m_e$  [kg] je hmotnost elektronu,  $e$  [C] je elektrický náboj elektronu a  $v$  [ $\text{m}\cdot\text{s}^{-1}$ ] je jeho rychlost.

Jestliže bude vztah 2.20. dosazen do 2.13., lze de Broglieho vztah bez relativistických efektů vyjádřit jako:

$$\lambda = \frac{h}{\sqrt{2eUm_e}}. \quad (2.21.)$$

Velikost vlnové délky částice je závislá na urychlovacím napětí. Tato závislost je vyjádřena v Tabulce 1. Dále je zde uvedena rychlost elektronů jako procento z rychlosti světla. Pokud se částice pohybují rychlostí blížíící se rychlosti světla, tedy nad 10% rychlosti světla, je nutno započítávat relativistické efekty. Je tedy nutné, aby byla hmotnost elektronu přepočítána, neboť už neplatí Newtonova mechanika. Tím se změní i velikost vlnové délky.

Urychlovací napětí U [kV]	1	5	10	15	20	50	100
Rychlost elektronů k rychlosti světla [%]	6	14	18	24	28	44	63
Přírůstek hmotnosti	1	1,0040	1,0100	1,0307	1,0416	1,1154	1,2822
Vlnová délka $\lambda$ [nm] bez relativistických efektů	0,0388	0,0173	0,0123	0,0100	0,0087	0,0055	0,0039
Vlnová délka $\lambda$ [nm] s relativistickými efekty	0,0388	0,0173	0,0121	0,0099	0,0085	0,0052	0,0034

Tabulka 1 - Závislost urychlovacího napětí na vlnové délce elektronu

#### 2.4.2 Elektron v magnetickém poli

Elektrony, pohybující se v elektromagnetickém poli jsou ovlivněny působením Lorentzovy síly, která způsobuje změnu směru pohybu, ale velikost rychlosti nemění.

Síly na částice pohybující se v neproměnném magnetickém poli působí pouze tehdy, jestliže elektrony při svém pohybu protínají siločáry tohoto magnetického pole. Z Lorentzova vztahu je zřejmé, že magnetické pole na elektrony nepůsobí žádnou silou, jestliže jsou siločáry rovnoběžné s trajektorií elektronů, a to proto, že vektorový součin rovnoběžných vektorů je roven nule. [5]

Aby elektron protínal siločáry musí být zajištěno příčné magnetické pole. Pak na elektron bude působit Lorentzova síla o velikosti  $F=eBv_0$ , která zajistí, že se dráha elektronu zakříví a změní se z přímé trajektorie na kruhovou. Bude-li porovnána síla F se silou odstředivou:

$$\frac{m_e v_0^2}{r} = eBv_0, \quad (2.22.)$$

pak lze vyjádřit poloměr kruhové trajektorie jako:

$$r = \frac{m_e v_0}{eB}. \quad (2.23.)$$

Poloměr dráhy je tedy přímo úměrný velikosti původní rychlosti a nepřímo úměrný magnetické indukci.

Pokud se tedy elektron pohybuje v elektromagnetickém poli působí na něj síly způsobené jak elektrostatickým, tak i magnetickým polem. Elektrostatické síly elektron urychlují a síly magnetické zakřívují trajektorii na kruhovou. Výslednou dráhou, která vznikne působením obou silových polí zároveň, je tedy prostorová spirála. [5]

## 2.5 Elektronové trysky

Elektronová tryska funguje nejen jako stabilní zdroj elektronů, ale také elektrony urychluje. Elektronové trysky obsahují katodu, která produkuje elektrony a anodu, do které elektrony vstupují. Rozdílným potenciálem mezi katodou a anodou se vytvoří silné elektrické pole, které urychluje elektrony od katody směrem k anodě. Důležitým parametrem elektronových trysek je množství a stabilita elektrického proudu, který tryska produkuje. Trysky se hodnotí podle různých parametrů, například proudu emitovaných elektronů, životnosti, velikosti zdroje, rozsah energie elektronů, stability. Nejdůležitějším je však jas, protože kvalita obrazu je přímo závislá právě na tomto parametru. Pro optimální funkci elektronových trysek je zapotřebí zajistit vysoké vakuum. [3, 5, 10]

### 2.5.1 Parametry elektronových trysek

#### 2.5.1.1 Proud emitovaných elektronů

Proud emitovaných elektronů se u termoemisních trysek pohybuje kolem 100  $\mu\text{A}$ , kdežto u autoemisních jen 10–30  $\mu\text{A}$ . Toto jsou však elektrony, které vycházejí přímo z elektronových trysek. Ne všechny elektrony projdou anodou, díky tomu, že zdroj elektronů není bodový a elektrony tak vycházejí z trysky více směry. Dále se proud elektronů zmenšuje v optice. [3]

#### 2.5.1.2 Životnost

U termoemisních trysek je zahříváno wolframové vlákno, které se začne vypařovat, čím se zmenší jeho průměr až dojde k nefunkčnosti vlákna. Životnost je možno prodloužit, pokud vlákno nebude zahříváno více, než je pro vytvoření obrazu potřeba. Životnosti jednotlivých zdrojů elektronů jsou vypsány v Tabulce 2. [3]

Zdroj	Životnost [h]
Wolframové vlákno	200
LaB <sub>6</sub>	1000
Autoemisní tryska	> 2000
Schottkyho tryska	>2000

Tabulka 2 - Životnost elektronových trysek

#### 2.5.1.3 Velikost zdroje

Velikost zdroje přímo ovlivňuje prostorovou soudržnost (koherenci). Ideální prostorová soudržnost by znamenala, že elektrony vycházejí z jednoho bodu. Pokud se tedy zmenší velikost zdroje zlepšuje se prostorová koherence. Tryska s přímo žhaveným wolframovým vláknem má typicky velikost 50  $\mu\text{m}$ , tryska s nepřímo žhavenou katodou 5  $\mu\text{m}$  a autoemisní tryska 5–25 nm. [1, 3]

### 2.5.1.4 Rozsah energie elektronů

Rozsah energie elektronů úzce souvisí s koherentností záření. Koherentní záření je takové záření, které obsahuje částice o stejné vlnové délce, tedy frekvenci. Pokud všechny částice mají totožné frekvence, pak mají stejnou koherentní délku. Ta je dána vztahem

$$\lambda_c = \frac{vh}{\Delta E}. \quad (2.24.)$$

Kde  $v$  [ $\text{m}\cdot\text{s}^{-1}$ ] je rychlost elektronu,  $h$  [ $\text{J}\cdot\text{s}$  popřípadě  $\text{eV}\cdot\text{s}$ ] je Planckova konstanta a  $\Delta E$  [J] je rozsah energie elektronů.

Pro dosažení malého  $\Delta E$  je třeba zajistit stabilní napájení. Malé  $\Delta E$  zajišťuje dobře definovanou vlnovou délku. Je-li přidán spektrometr, který určuje rozsah elektronů vystupující z trysky, je možno zajistit rozsah energie elektronů menší než 10 meV. Typická velikost koherence je v řádu několika set nanometrů. [1, 3, 10]

### 2.5.1.5 Stabilita

Stabilita vyjadřuje, jak konstantní je emise elektronů v řádu minut až hodin. Pokud není zajištěna, pak je téměř znemožněno interpretovat obrazy a analytická měření. Nejvyšší stabilitu vykazují Schottkyho trysky, termoemisní elektronové trysky mají dostatečnou stabilitu, avšak studené autoemisní trysky jsou nestabilní. [1, 3]

### 2.5.1.6 Jas

Jas vyjadřuje hustotu proudu, tedy počet elektronů vyzářený z jednotky plochy za jednotku času. Je to konzervativní veličina, což znamená, že je v každém bodě sloupce elektronového mikroskopu stejná, jako byla naměřena u zdroje. Pro jas platí:

$$\beta = \frac{i_p}{\frac{\Pi d_p^2}{4} \cdot \Pi \alpha_p^2} = \frac{4i_p}{\Pi^2 d_p^2 \alpha_p^2}. \quad (2.25.)$$

Kde  $\beta$  [ $\text{A}/\text{cm}^2/\text{sr}$ ] je jas katody,  $\alpha_p$  [rad] je úhel konvergence (či divergence),  $i_p$  [A] je proud elektronů, které byly vytrženy z katody a  $d_p$  [mm] je průměr katody. [1, 3, 10]

Ze vzorce však není zřejmá lineární závislost jasu na urychlovacím napětím, která platí jen pro termoemisní trysky. Čím vyšší je jas, tím více elektronů je ve svazku a tím více informací je možno vygenerovat ze vzorku. [1, 3]

## 2.5.2 Rozdělení elektronových trysek

Podle způsobu dodávání energie elektronů se elektronové trysky dělí na termoemisní a autoemisní. Katody termoemisních elektronových trysek jsou připojeny na zdroj napětí, kterým jsou zahřívány. Po zahřátí katody dosáhnou některé elektrony tak vysoké kinetické energie, že mohou překonat energetickou bariéru (výstupní práci) materiálu katody a uvolní se. Při použití autoemisní trysky je využíváno silné elektrické pole, které vytrhává elektrony

z katody. Dělí se na studené, které pro vytrhnutí elektronů z katody využívají pouze elektrické pole a žhavené, které jsou navíc zahřívány. [1, 10]

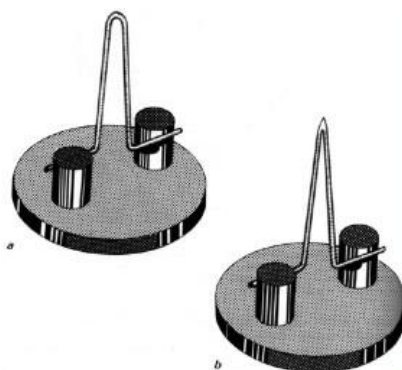
### 2.5.2.1 Tryska s přímo žhavenou katodou

Tryska s přímo žhavenou katodou využívá pro odtržení elektronů termoemise. Je složena z katody, fokusační elektrody (Wehneltův válec) a anody. Katoda i fokusační elektroda mají vysoký záporný potenciál, zatímco anoda je spojena s kostrou mikroskopu a má tedy nulový potenciál. Mezi katodou a anodou se vytvoří silné elektrické pole. [1, 3, 5]

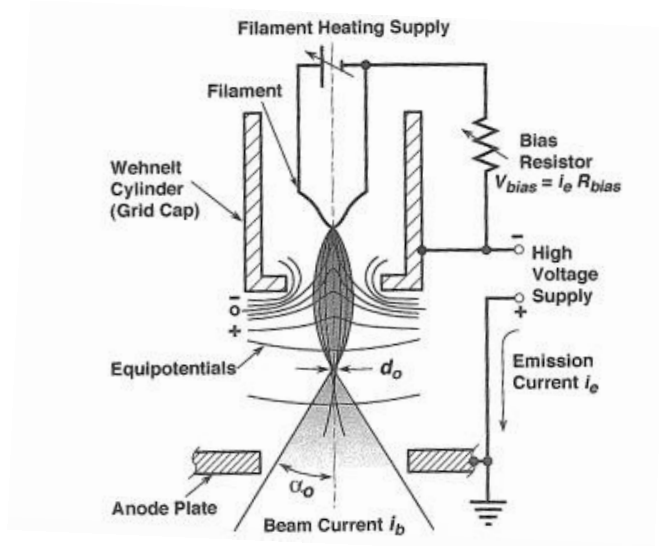
Princip funkce trysky s přímo žhavenou katodou je znázorněn na Obrázku 6. Katoda je ve většině případů tvořena wolframovým vláknem, které je ohnuto do písmene V, a to z důvodu zvýšení účinnosti emise elektronů. Účinnost je znázorněna v Tabulce 3, ve které je vyjádřen rozdíl mezi vláknem ohnutým do písmene U a V. Tato provedení vláken jsou zobrazeny na Obrázku 5. Pro vytvoření termoemise je nezbytně nutné, aby se katoda zahřála. Toho je docíleno pomocí odporu vůči proudu, který jí protéká. Jakmile se katoda dostatečně nahřeje některé elektrony uvnitř dosáhnou energii potřebnou k překonání energetické bariéry a vystoupí z katody. Vlivem působícího elektrického pole se elektrony urychlují na své dráze z katody do anody. V tomto okamžiku je jejich prostorová soudržnost nedostatečná, jelikož se po výstupu z katody začnou pohybovat různými směry a různými rychlostmi. Je tedy zapotřebí elektrony fokusovat do tenkého svazku, kdy se trajektorie elektronů protínají v křížišti, kde má svazek elektronů nejmenší příčný průřez. Fokusaci zajišťuje Wehneltův válec, který má vyšší záporný potenciál než katoda. Napětí mezi katodou a fokusační elektrodou způsobí ohnutí proudu elektronů, tím dojde k jejich fokusaci. [1, 3, 5, 11]

	Vláknem ohnuto do písmene U	Vláknem ohnuto do písmene V
Průměr křížišťe [ $\mu\text{m}$ ]	20–50	0,02
Energetická šířka [eV]	1,5–3	0,26
Jas katody $\beta$ [ $\text{A}/\text{cm}^2/\text{sr}$ ]	$10^5$	$10^8$

Tabulka 3 - Porovnání hrotů wolframového vlákna



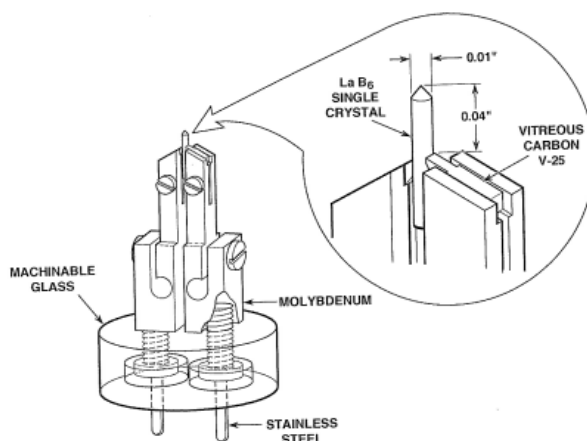
Obrázek 5 - Hroty wolframového vlákna a) tvar U, b) tvar V [3]



Obrázek 6 - Schéma trysky s přímo žhavenou katodou [3]

### 2.5.2.2 Tryska s nepřímo žhavenou katodou

U tohoto typu trysky je nahrazeno wolframové vlákno tyčinkou z hexaboridlanthanu ( $\text{LaB}_6$ ), která produkuje více emisních elektronů, a to při nižší teplotě. Avšak je zapotřebí zajištění vyššího stupně vakua. Nepřímo žhavená elektroda, jejíž schéma je zobrazeno na Obrázku 7, je výhodná z hlediska delší životnosti a zejména díky vyššímu jas. Tyto výhody jsou závislé na ostrosti hrotu a to tak, že čím ostřejší je hrot, tím vyšší je jas, ale tím menší je životnost. [3, 5, 10]



Obrázek 7 - Schéma trysky s nepřímo žhavenou katodou [3]

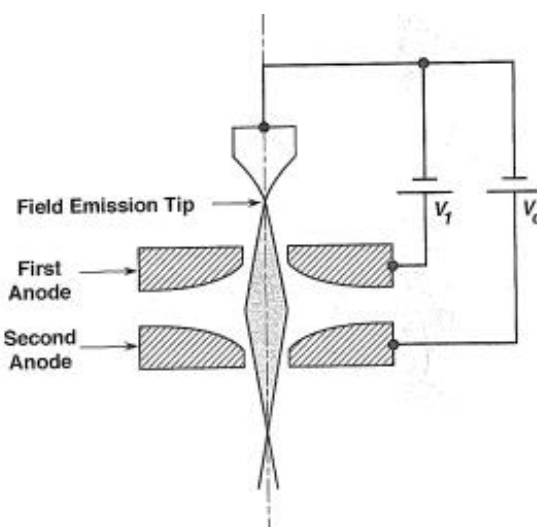
### 2.5.2.3 Autoemisní tryška

Autoemise je jev, kdy k emisi volných elektronů z kovu dojde pouze za studena, nebo jen za ohřevu emisním proudem. Katoda je ve většině případů tvořena z wolframu, jelikož je dostatečně pevný na to, aby přetrval vysoká mechanická napětí. Autoemisní katoda je vytvarována do ostrého hrotu, do kterého je koncentrován veškerý záporný potenciál. Intenzita elektrického pole autoemisní trysky snižuje potenciálovou bariéru a elektrony se mohou jednodušeji vytrhnout z materiálu katody.

Autoemisní tryska je tvořena katodou a nejméně dvěma anodami, jak je ukázáno na Obrázku 8. První anoda slouží k ovládní emisního proudu, tedy k samotnému vytržení elektronů. Elektrické pole mezi anodami má stejné účinky jako elektrostatická čočka a urychluje svazek elektronů. [1, 3, 5, 10]

Studená autoemisní tryska zajišťuje malý rozsah energie elektronů, což umožňuje práci za nízkých urychlovacích napětí a dále má vyšší životnost, což přispívá reprodukovatelnosti výsledků a spolehlivosti trysky. Je však nutno udržet čistý hrot, aby bylo zajištěno snížení šumu a nestability. [1, 3, 5, 10]

Mezi autoemisí trysky využívající ohřev emisním proudem patří teplá autoemisní tryska a Schottkyho tryska. Teplá termoemisní tryska má stejné vlastnosti jako studená termoemisní tryska, jen pracuje za zvýšených teplot, což přispívá k udržení čistoty na hrotu. Schottkyho tryska využívá elektrické pole na hrotu pro snížení energetické bariéry. Pro další snížení energetické bariéry je na hrot aplikován  $ZrO_2$ . I když je Schottkyho tryska teplou autoemisní tryskou je jeho jas a hustota vyzářených elektronů srovnatelná se studenými autoemisními tryskami. Navzdory tomu, že Schottkyho tryska nepožaduje vysoký stupeň vakua jako trysky studené, je vhodné zajistit ultra vysoké vakuum. A to proto, že vakuum pomáhá zvýšit dlouhodobou stabilitu zdroje a zvyšuje jas. [1, 3, 5, 10]



Obrázek 8 - Schéma autoemisní trysky [3]

Charakteristické vlastnosti jednotlivých trysek jsou porovnány v Tabulce 4.

Vlastnosti/typ trysky	Termoemisní	LaB <sub>6</sub>	Autoemisní	Schottkyho
Provozní teplota [K]	2800	1900	300	1800
Hustota proudu elektronů [A/cm <sup>2</sup> ]	3	30	17000	5300
Celkový proud elektronů [μA]	200	80	5	200
Jas [A/cm <sup>2</sup> *sr*kV]	10 <sup>4</sup>	10 <sup>5</sup>	2·10 <sup>7</sup>	10 <sup>7</sup>
Životnost [h]	200	1000	>2000	>2000
Minimální vakuum [Pa]	<10 <sup>-2</sup>	<10 <sup>-4</sup>	<10 <sup>-8</sup>	<10 <sup>-6</sup>

Tabulka 4 - Porovnání vlastností elektronových trysek

## 2.6 Elektronové čočky

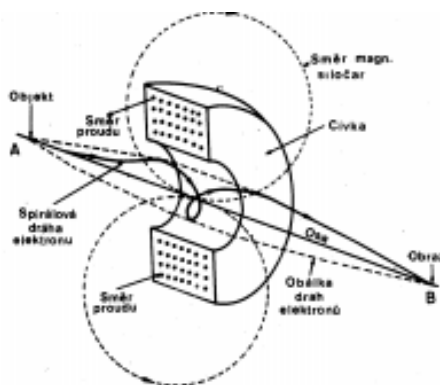
### 2.6.1 Elektrostatické elektronové čočky

Čočky jsou nástroje pro samotnou fokusaci elektronového svazku. I tady existuje jistá analogie se světelným mikroskopem. Světelné čočky jsou nahrazeny těmi elektrostatickými. Toto nahrazení je možno protože ohyb světelných paprsků v prostředí se spojitě proměnným indexem lomu a pohyb elektronu v příčném elektrickém poli jsou si velmi podobné. Lze tedy nalézt takové rozložení potenciálů, ve kterém se částice budou pohybovat obdobně jako světelné paprsky v optickém zařízení. Index lomu na rozhraní dvou prostředí je nespojitou funkcí, ale elektrostatické čočky využívají spojitou změnu potenciálu, z tohoto důvodu není možné dosáhnout stejných výsledků, tedy není možná úplná analogie mezi světelnými a elektrostatickými čočkami.

Pro elektrostatické čočky je potřeba zajistit stabilní zdroj vysokého napětí a jejich parametry nejsou tak kvalitní jako při použití čoček elektromagnetických, proto se u elektronových mikroskopů již více nepoužívají. [3, 5]

### 2.6.2 Elektromagnetické čočky

Nejjednodušší elektromagnetickou čočkou je solenoid, tedy kruhová cívka, který je zobrazen na Obrázku 9. V jejím okolí se vytváří magnetické pole, které ovlivňuje dráhu letícího elektronu. Vstoupí-li do magnetického pole cívky elektron pod úhlem, změní se jeho dráha na prostorovou spirálu. Dráha paraxiálních paprsků (paprsky v blízkosti optické osy přístroje) bude nezměněna. Při výstupu z čočky jsou elektrony směřovány do tenkého svazku. [2, 5]



Obrázek 9 - Schéma elektromagnetické čočky [2]

## 2.7 Vady v zobrazení

Vady v zobrazení se vyskytují, jelikož není možné zajistit homogenní elektromagnetické pole cívky. Kvůli vadám nelze dosáhnout teoretické rozlišovací schopnosti, což je maximální možná rozlišovací schopnost, jaké může mikroskop dosáhnout. Na rozdíl od světelné mikroskopie není možné vady způsobené čočkami odstranit za pomoci systému čoček. Je však možné tyto vady minimalizovat. [1, 3, 10]

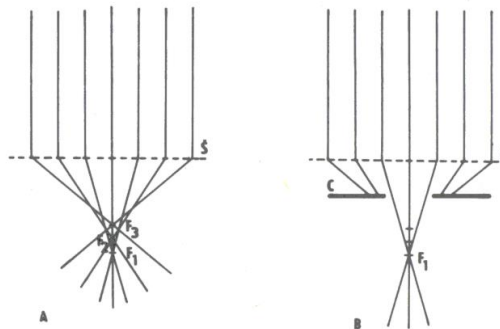
### 2.7.1 Sférická vada

Sférická vada nastává, pokud čočka není schopna fokusovat všechny paprsky vycházející ze zdroje opět do jednoho bodu-ohniska. To je způsobeno silou, která působí na elektrony letící v elektrickém nebo magnetickém poli. Tato síla závisí na vzdálenosti elektronů od optické osy, při větší vzdálenosti působí na elektron větší síla, která ohýbá jeho dráhu. Proto se elektrony neprotnou v ohnisku, ale obecně v řadě bodů. To způsobí, že po vytvoření obrazu bude zvětšení v jeho krajích jiné než v jeho středu. Méně zaostřená oblast, která má tvar disku a obklopuje centrální zaostřenou část, je nazývána jako kroužek rozostření. Poloměr tohoto kroužku je určen vztahem:

$$D_S = \frac{1}{2} C_S \alpha^3. \quad (2.26.)$$

Kde  $C_S$  [cm] je koeficient sférické vady a  $\alpha$  [rad] je poloviční aperturní úhel čočky vymezený kruhovou clonou.

U magnetických čoček lze tuto vadu ovlivnit velikostí ohniskové vzdálenosti čočky-čím menší ohnisková vzdálenost je, tím menší je sférická vada. [1, 3, 5, 10, 12]



Obrázek 10 - Sférická vada [11]

### 2.7.2 Chromatická vada

Díky existenci závislosti ohniskové vzdálenosti na vlnové délce částice vzniká chromatická vada, která je způsobena rozdílnou energií ve svazku elektronů, kde pomalejší elektrony o větší vlnové délce jsou po průchodu magnetickým polem vychylovány jinak a protínají optickou osu v jiném bodě než elektrony s rychlostí vyšší. Stejně jako u sférické vady vznikne kroužek rozostření. Jeho průměr je dán vztahem:

$$D_{ch} = C_C \alpha \frac{\Delta E}{E}. \quad (2.27.)$$

Kde  $C_C$  [cm] je koeficient chromatické vady,  $\Delta E$  [J] rozsah energie elektronů,  $E$  [J] střední energie elektronového svazku a  $\alpha$  [rad] poloviční aperturní úhel čočky.

Užitím monochromátorů, energetických filtrů nebo stabilizací urychlovacího napětí mikroskopu dojde ke zlepšení koherentnosti a monochromatickosti elektronového svazku, to má za následek snížení chromatické vady, nejde však odstranit úplně. [1, 3, 5, 10, 12]

### 2.7.3 Vada způsobená difrakcí

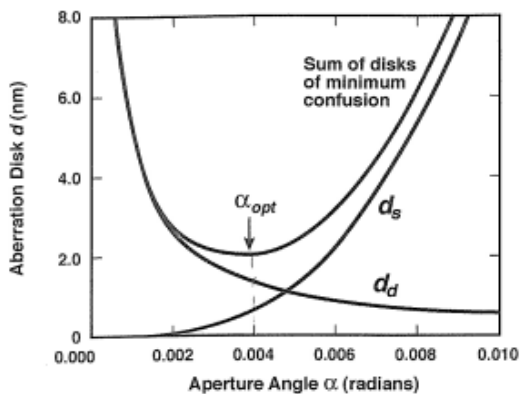
Vada způsobená difrakcí se projeví vytvořením interferenčních kroužků, které vzniknou v důsledku interferenčních jevů, které jsou projevem vlnového charakteru elektronů. Jak je znázorněno na Obrázku 12, tak se vlivem této vady bodový objekt P zobrazí jako rozostřený zvětšený bod. Tato vada je ovlivnitelná dvěma způsoby. Vlnovou délkou částice, tedy čím menší je vlnová délka, tím menší je vada. A podobně jako sférická vada velikostí úhlu apertury, ale s opačným požadavkem, tedy čím větší bude úhlová apertura, tím menší bude difrakční vada. Poloměr interferenčního kroužku je dán vztahem:

$$D_D = \frac{1,22\lambda}{\alpha_0}. \quad (2.28.)$$

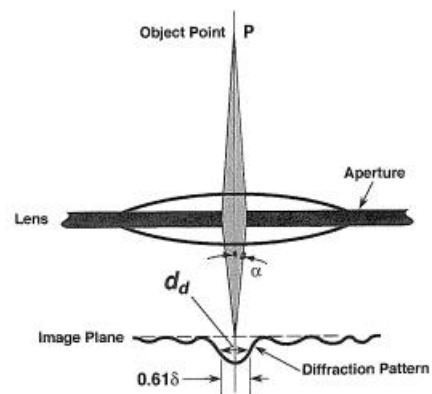
Kvůli rozdílným požadavkům na úhel apertury musí být nalezena jeho optimální hodnota:

$$\alpha_{opt} = A \cdot \sqrt[4]{\frac{\lambda}{C_{sf}}}, \quad (2.29.)$$

kde  $A$  je konstanta, která je ve většině případů rovna 1,13,  $\lambda$  [m] je vlnová délka elektronu a  $C_{sf}$  [mm] je konstanta sférické vady. Optimální úhel apertury zohledňující jak sférickou vadu, tak i vadu způsobenou difrakcí je znázorněn na Obrázku 11. [3, 5]



Obrázek 11 - Optimální nastavení [3]



Obrázek 12 - Vada způsobena difrakcí [3]

### 2.7.4 Asigmatismus

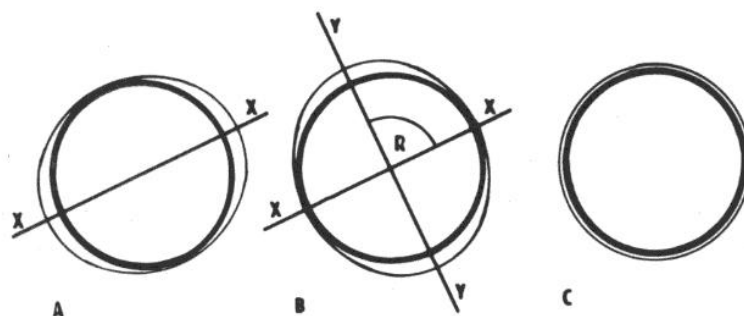
Asigmatismus je způsoben naší neschopností zajistit dokonale symetrické magnetické pole. To je dáno chybami ve výrobě, nehomogenitou, nedokonalou válcovou čočkou a nečistotami. Projevuje se protažením obrazových bodů do dvou navzájem kolmých směrů, jak je znázorněno na Obrázku 13. Poloměr disku nejmenšího zkreslení astigmatické čočky je:

$$D_A = 2\Delta f_A \alpha, \quad (2.30.)$$

kde  $\Delta f_A$  [m] je rozdíl ohniskových vzdáleností  $f_H$  a  $f_V$  a je dán vztahem:

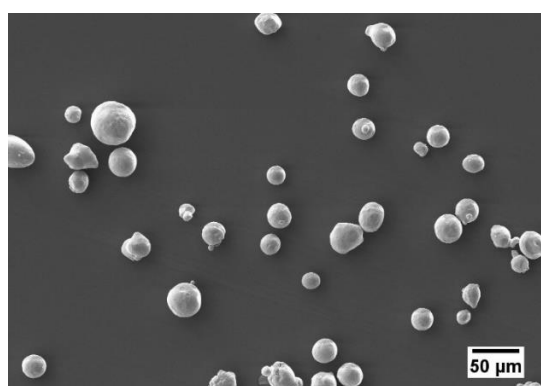
$$\Delta f_A = |f_H - f_V|. \quad (2.31.)$$

Tuto vadu lze korigovat, pokud je zavedeno slabé magnetické pole, které upravuje nesymetrické pole čočky. Toto slabé magnetické pole je tvořeno soustavou cívek, která je nazývána stigmátor. Soustava cívek musí být sudého počtu, aby byla zajištěna symetrie. [3, 5]

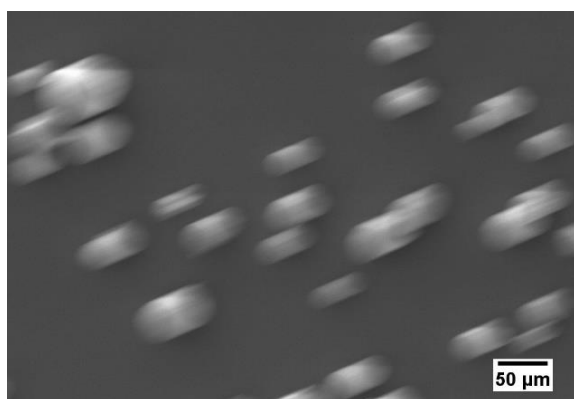


Obrázek 13 - Astigmatismus [13]

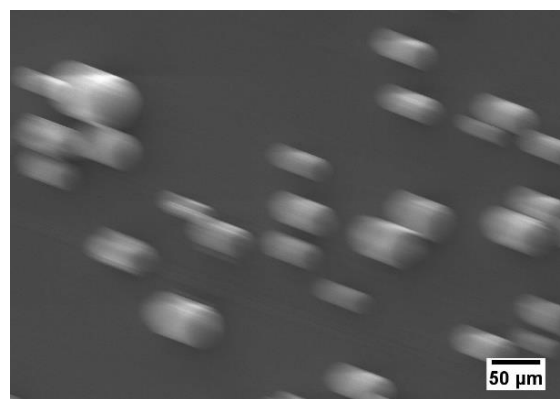
Vliv polohy stigmátoru na výsledný obraz je znázorněn na obrázcích 14–16. Kdy na Obrázku 14 je ostrá fotografie se stigmátorem ve správné poloze. Na obrázcích 15 a 16 je stigmátor vychýlen.



Obrázek 14 - Ostrá fotografie se stigmátorem ve správné poloze



Obrázek 15 - Stigmátor vychýlený do jednoho směru

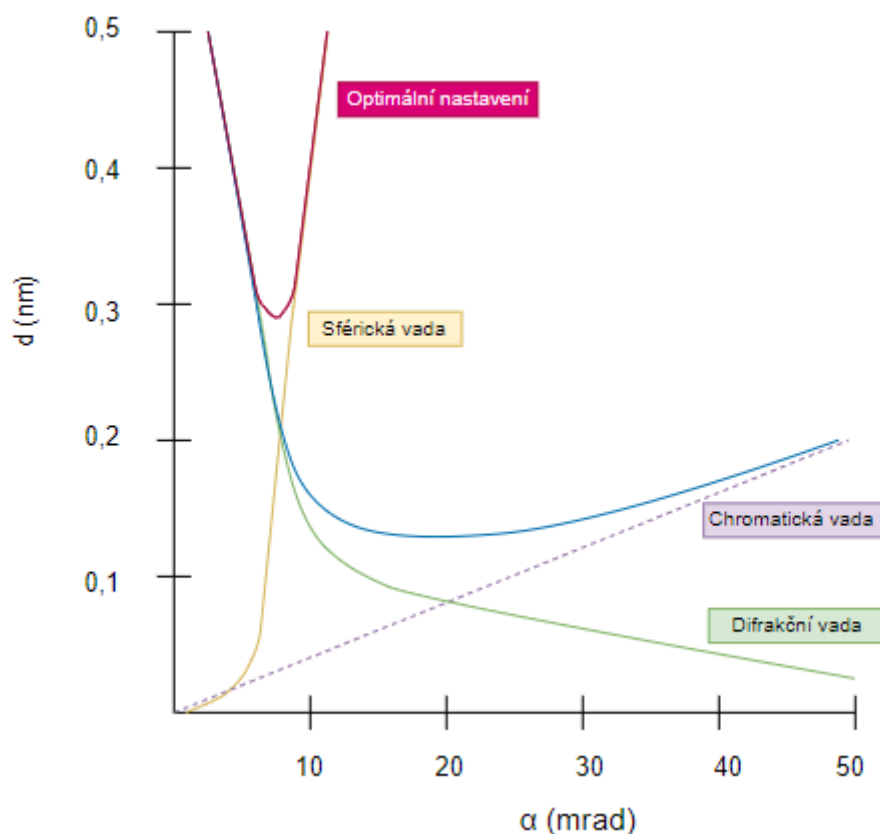


Obrázek 16 - Stigmátor vychýlený do druhého směru

## 2.7.5 Optimální nastavení elektronového mikroskopu

Pro maximální rozlišovací schopnost elektronového mikroskopu je zapotřebí, aby bylo těmto vadám porozuměno a bylo vybráno optimální nastavení čoček pro minimalizaci vlivu těchto vad. Na Obrázku 17 jsou znázorněny všechny vady čoček a jejich vliv na průměr elektronového svazku. Optimální nastavení aperturního úhlu je pak vyznačeno červenou čarou. Matematické vyjádření této závislosti je pak:

$$D = \sqrt{D_{ch}^2 + D_d^2 + D_s^2 + D_A^2}. \quad (2.32.)$$

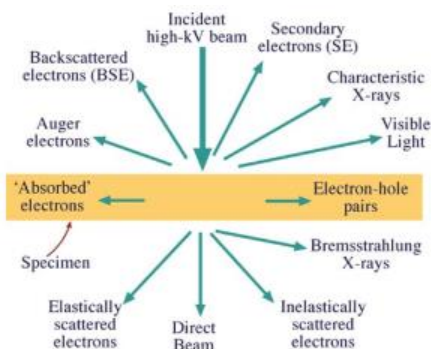


Obrázek 17 - Vlivy vad na průměr svazku nabitých částic

## 2.8 Interakce elektronového svazku s hmotou

Elektrony patří mezi ionizující záření, což je záření, které je schopno narušovat pevné vazby mezi atomy. Toto narušení je možné díky energii, kterou elektron dodá prvku, na který dopadá. Vytváří tak mnoho sekundárních signálů, které jsou v elektronové mikroskopii využívány k tvorbě obrazu. Pro vytvoření kvalitního signálu je nezbytně nutné dodávat velmi kvalitní zdroj elektronů. Zdroj elektronového svazku je ovlivněn koeficientem sférické vady. Omezením této vady bude dosaženo menšího průměru elektronového svazku s vyšším proudem elektronů. Při interakci elektronu s hmotou může dojít buď k pružnému nebo nepružnému rozptylu a elektrony mohou být absorbovány nebo odraženy. Mohou vznikat takzvané sekundární elektrony, Augerovy elektrony, charakteristické rentgenové záření, rentgenové záření, nebo fotony, anebo může elektron vzorkem projít. Tyto signály jsou schematicky znázorněny na Obrázku 18. Díky kombinaci pružného a nepružného rozptylu je zamezeno průniku

elektronového paprsku do materiálu. Oblast interakce mezi pevnou látkou a paprskem je známý jako interakční objem. [1, 5, 10]

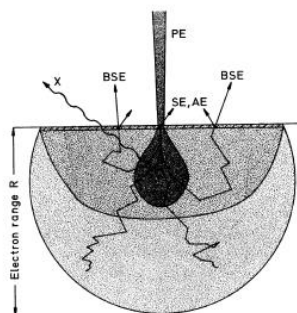


Obrázek 18 - Schéma interakce elektronového svazku s hmotou [1]

### 2.8.1 Interakční objem

Interakční objem může být pozorován v plastických materiálech, u kterých dochází vlivem elektronového paprsku k poškození molekulárních vazeb, což činí tento materiál citlivý na leptání ve vhodném rozpouštědle. Pokud tedy bude plast naleptán, může být zobrazen interakční objem, ale pouze u materiálu s nízkým atomovým číslem. Pro materiály s vyšším atomovým číslem je pro zobrazení interakčního objemu využita statistická metoda Monte Carlo, která simuluje trajektorie elektronů. [1, 3]

Na Obrázku 19 jsou znázorněny oblasti vzniku různých druhů signálů v interakčním objemu. Pro materiály o nízké hustotě a malém atomovém čísle má interakční objem pro nejnižší energetickou depozici tvar hrušky. Tento tvar je způsoben pronikáním elektronů do materiálu u povrchu vzorku, což vytvoří tenký krček. Hluběji pod povrchem dochází ke srážkám elektronů z paprsku s elektrony ve vzorku, čímž se snižuje energie primárních elektronů. Čím hlouběji elektron prostoupí, tím více ztrácí energie, což vede k odchylování elektronů v trajektoriích. [3]

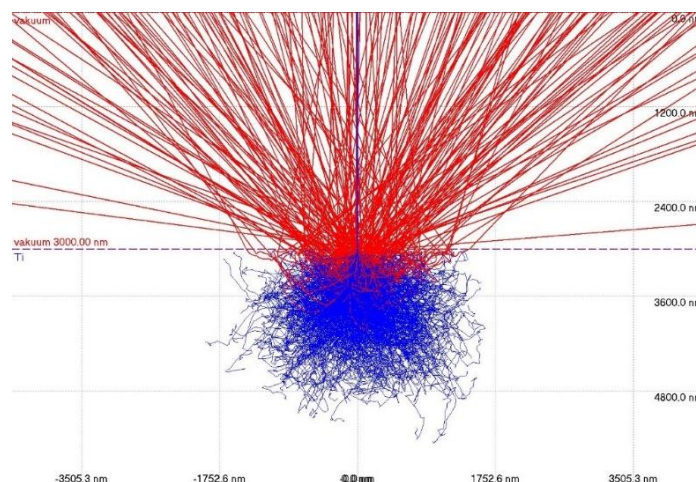


Obrázek 19 - Oblasti vzniku různých druhů signálů v interakčním objemu [11]

Pro vytvoření simulace Monte Carlo jsou zapotřebí vhodné modely pro výpočty rozptylových úhlů, vzdáleností mezi rozptyly (délka kroku) a míru ztráty energie vzhledem k uražené vzdálenosti. Z těchto modelů jsou následně určeny efekty pružného a nepružného rozptylu.

Trajektorie elektronů může být simulována postupně z místa, kde vstupuje elektronový svazek do vzorku, do jeho konečného stavu. [3]

Trajektorie jsou vykreslovány, dokud elektrony neztratí příliš mnoho energie. Tato ztráta je způsobena nepružným rozptylem a energie je uchována ve vzorku, nebo dodána ostatním elektronům, které proniknou zpět ze vstupní oblasti ven a opustí vzorek jako zpětně odražené elektrony. Na Obrázku 20 je zobrazena simulace interakčního objemu pomocí programu CASINO, kde červené trajektorie znázorňují zpětně odražené elektrony, zatímco modré trajektorie odpovídají elektronům absorbovaným. [3, 14]



Obrázek 20 - Interakční objem, kde jsou červeně vyznačeny trajektorie BSE a modře trajektorie elektronů absorbovaných

## 2.8.2 Vliv energie elektronů a materiálu vzorku na interakční objem

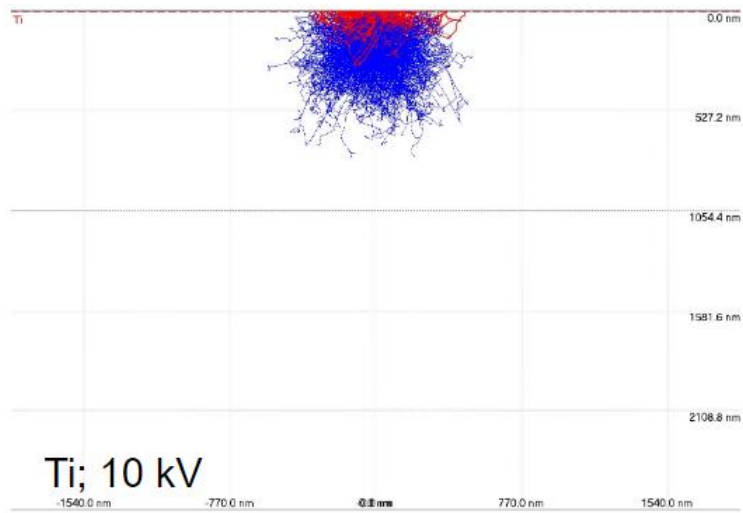
### 2.8.2.1 Vliv svazku elektronů

Velikost interakčního objemu je velmi silně závislá na energii, kterou působí svazek elektronů na povrch vzorku. Na obrázcích 21, 22 a 23 je zobrazena závislost interakčního objemu na velikosti energie elektronového svazku. Na Obrázku 21 je elektronový paprsek urychlen na napětí o velikosti 10 kV. Průřez elastického rozptylu je v tomto případě nepřímo úměrný druhé mocnině energie, tato závislost je vyjádřena rovnicí 2.33. Jakmile se energie elektronového paprsku zvýší, pak elektrony v blízkosti povrchu prostupují mnohem hlouběji do pevné látky. Poté dochází ke kumulativnímu efektu, který je způsoben několika elastickými rozptyly. Tento efekt způsobí, že se některé elektrony vrací zpět k povrchu vzorku. Jak elektron postupuje dále do vzorku, ztrácí lineárně energii. [3, 6]

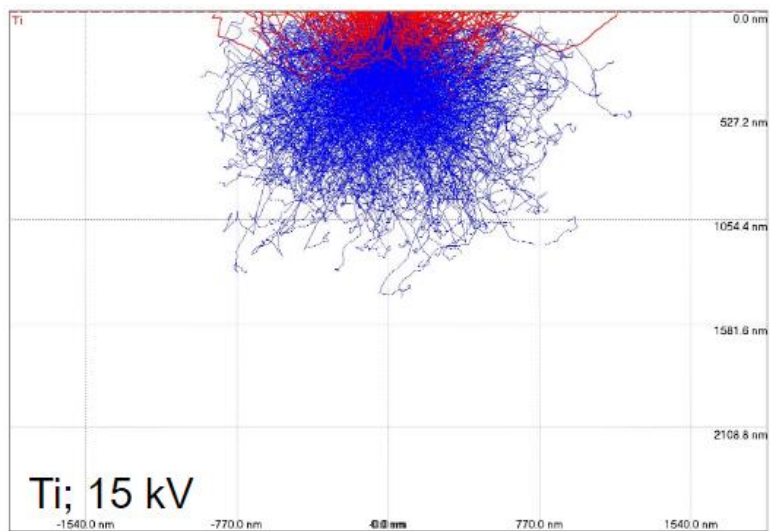
$$Q = \frac{1}{E^2}, \quad (2.33.)$$

kde  $Q$  [ $\text{cm}^2$ ] je průřez elastického rozptylu a  $E$  [J] je energie svazku elektronů.

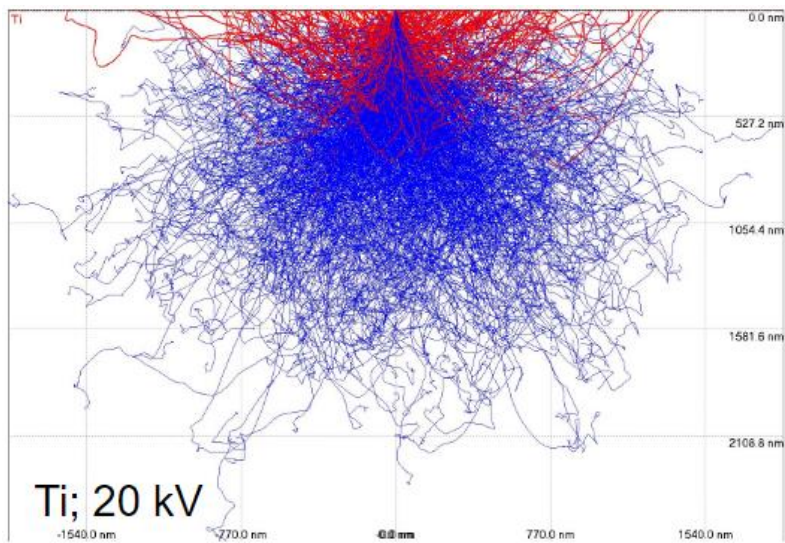
Na Obrázku 22 a 23 působí na vzorek urychlené napětí o velikosti 15 a 20 kV. Tímto navýšením energie je umožněno, že elektrony pronikají hlouběji do materiálu a ztrácejí svou energii s menším úbytkem. [3, 6]



Obrázek 21 - Interakční objem Ti při 10 kV



Obrázek 22 - Interakční objem Ti při 15 kV

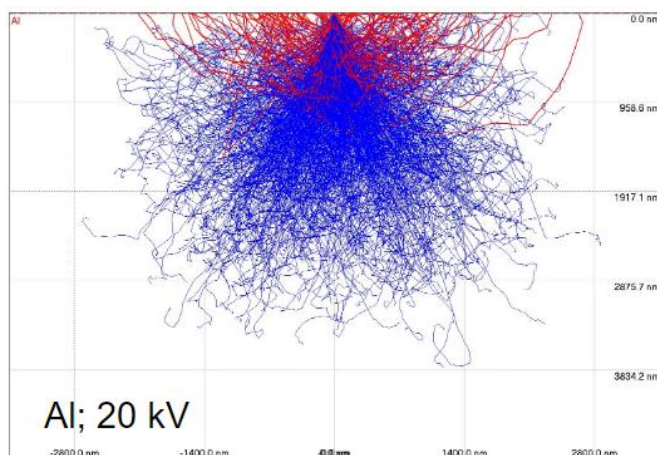


Obrázek 23 - Interakční objem Ti při 20 kV

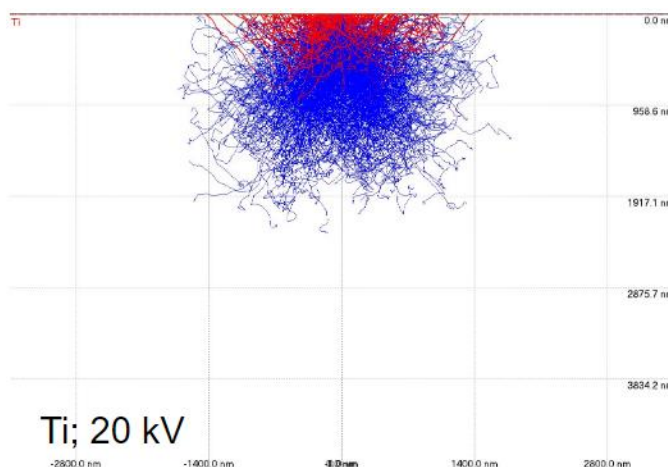
### 2.8.2.1.1 Vliv atomového čísla vzorku

Lineární rozměry interakčních objemů klesají s rostoucím atomovým číslem materiálu vzorku při stejné energii elektronového svazku. Tato skutečnost je vyjádřena na obrázcích 24, 25 a 26, kde jsou zobrazeny interakční objemy tří různých prvků při stejném urychlovacím napětí 20 kV. Pokud je vzorek z materiálu o vysokém atomovém čísle, jako je železo na Obrázku 26, pak dochází k více elastickým rozptylům na jednotkovou vzdálenost než u materiálu s nižším atomovým číslem, jako je hliník, který je na Obrázku 24. Trajektorie elektronů v materiálu s vyšším atomovým číslem mají tendenci se odchýlit se od původního směru rychleji. U těchto materiálu se také zvyšuje produkce zpětně odražených elektronů a redukuje se pronikání elektronů do pevné látky. [3]

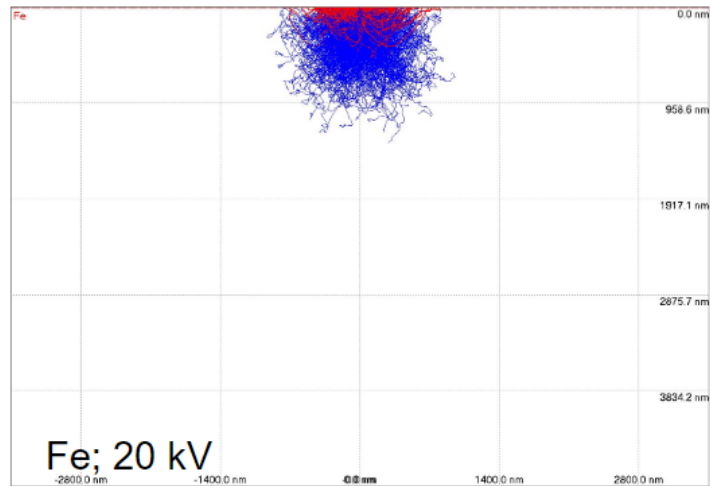
S rostoucím atomovým číslem roste ztráta energie elektronů při průchodu materiálem. U materiálu s nižším atomovým číslem je elastický rozptyl méně pravděpodobný a trajektorie elektronů se méně odchylují od původního směru, což umožňuje materiálu prostoupit hlouběji do materiálu. Ztráta energie je v takových materiálech menší, což vede k většímu interakčnímu objemu. [3]



Obrázek 24 - Interakční objem Al při urychlovacím napětí 20 kV



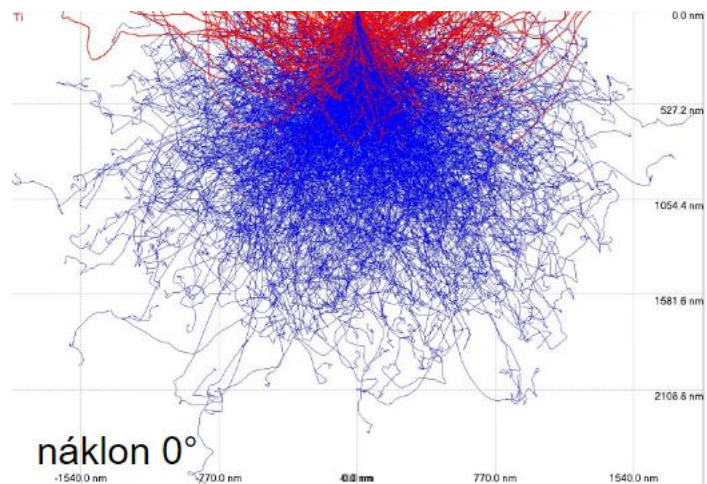
Obrázek 25 - Interakční objem Ti při urychlovacím napětí 20 kV



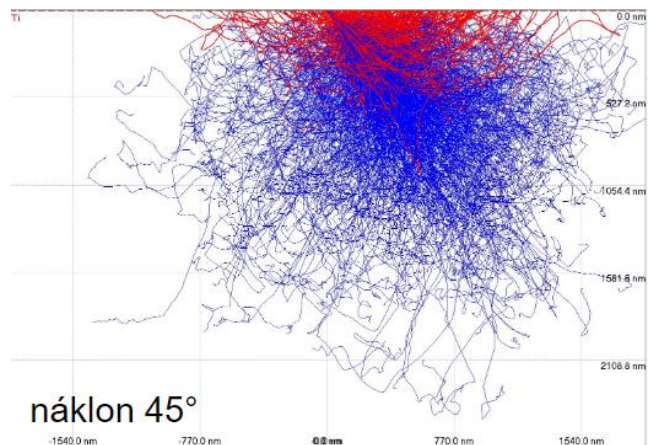
Obrázek 26 - Interakční objem Fe při urychlovacím napětí 20 kV

### 2.8.2.1.2 Vliv naklonění vzorku

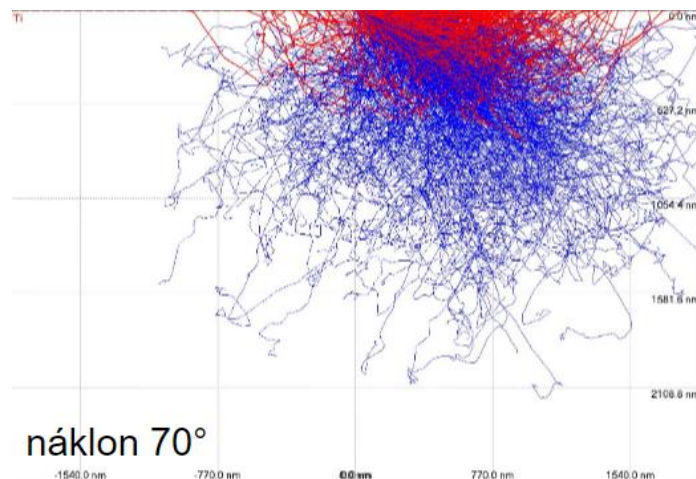
Na obrázcích 27, 28 a 29 jsou zobrazeny interakční oblasti titanu v závislosti na náklonu elektronového svazku o velikosti 20 kV. Se změnou úhlu naklonění vzorku klesá úhel sklonu elektronového svazku a interakční oblast klesá a tvarově se stává asymetrickou. [3, 6]



Obrázek 27 - Interakční objem Ti při náklonu 0°



Obrázek 28 - Interakční objem Ti při náklonu 45°



Obrázek 29 - Interakční objem Ti při náklonu 70°

### 2.8.3 Pružný rozptyl elektronů

Při tomto typu rozptylu nedochází k výraznému poklesu energie. K pružnému rozptylu dochází, pokud urychlené elektrony interagují s kladně nabitými jádry. Pro vysvětlení pružného rozptylu je nutno porozumět jak částicové, tak i vlnové charakteristice elektronu. [1, 10, 11]

Pokud je elektron uvažován jako částice, pak na něj při interakci s jádrem nebo mořem elektronů působí Coulombovy síly. [1]

Pravděpodobnost, že elektron bude interagovat s atomy je označována jako interakční průřez. Každá možná interakce má jiný průřez, který závisí na energii částice. Průřez nevyjadřuje skutečnou oblast, ale pravděpodobnost, že dojde k pružnému rozptylu. [1]

Diferenciální účinný průřez popisuje úhlové rozložení rozptylu elektronů od atomu. Elektrony mohou být rozptýleny pod určitým úhlem  $\Theta$  na pevný úhel  $\Omega$ , jak je znázorněno na Obrázku 30. Mezi těmito úhly je geometrická závislost dána rovnicí 2.34.

$$\Omega = 2 \cdot \pi \cdot (1 - \cos\Theta). \quad (2.34.)$$

Pak je diferenciální průřez rozptylu pro jeden izolovaný atom definován rovnicí 2.35.

$$\frac{d\sigma}{d\Omega} = \frac{1}{2 \cdot \pi \cdot \sin\Theta} \cdot \frac{d\sigma}{d\Theta}. \quad (2.35.)$$

Po integraci rovnice 2.35. vyjde rovnice 3.36., která vyjadřuje rozptyl do všech úhlů větších než  $\Theta$ .

$$\sigma_{atom} = \int_0^\pi d\sigma = \int_0^\pi \frac{d\sigma}{d\Omega} \sin\Theta d\Theta. \quad (2.36.)$$

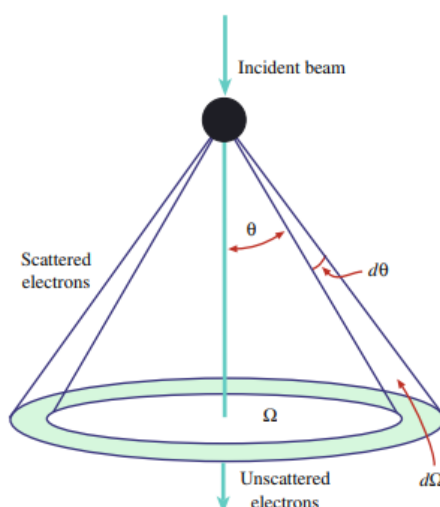
Celkový účinný průřez je pak dán rovnicí 2.37. a vyjadřuje počet rozptylů na jednotku vzdálenosti, kterou urazí elektron ve vzorku.

$$\sigma_{celkový} = N \cdot \sigma_{atom}, \quad (2.37.)$$

kde  $N$  [-] vyjadřuje množství atomů na jednotku objemu a je vyjádřeno v rovnici 2.38.

$$N = N_0 \cdot \frac{\rho \cdot \Omega t}{A}, \quad (2.38.)$$

kde  $N_0$  [ $\text{mol}^{-1}$ ] je Avogadrova konstanta,  $A$  [ $\text{kg} \cdot \text{mol}^{-1}$ ] je atomová hmotnost rozptylovaného atomu ve vzorku,  $t$  [m] je tloušťka vzorku a  $\rho$  [ $\text{kg} \cdot \text{m}^{-3}$ ] je hustota atomů. [1]

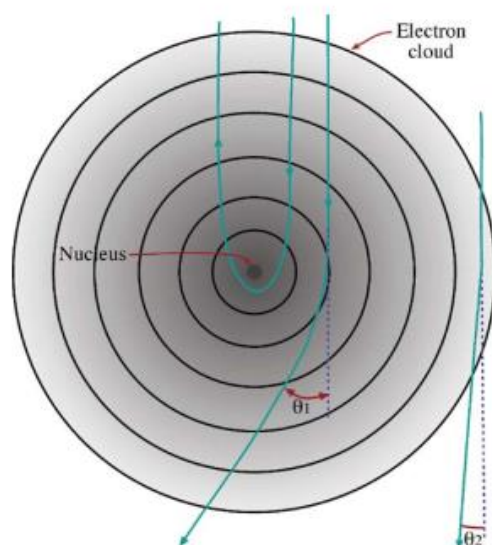


Obrázek 30 - Diferenciální účinný průřez [1]

Jestliže je uvažována vlnová charakteristika elektronu, pak tyto vlny mohou být ohýbány atomy nebo rozptylovými centry, a to, jak moc bude vlna ohnuta je dáno rozptylovou amplitudou atomu. [1]

Dále budou mechanismy pružného rozptylu rozděleny do dvou různých situací. První z nich je chování samotného elektronu s izolovaným atomem, kdežto druhá situace zahrnuje svazek elektronů interagující se vzorkem.

Interakce samotného elektronu s izolovaným atomem může proběhnout buď mezi elektronem ze svazku a mořem elektronů atomu ze vzorku, nebo s elektronem ze svazku a jádrem atomu. Na Obrázku 31 jsou vyobrazeny obě situace, kde první interakce způsobí rozptyl elektronu o malý úhel, kdežto druhá možná interakce vychýlí elektron o velký úhel. [1, 11]



Obrázek 31 - Odrážení elektronů [1]

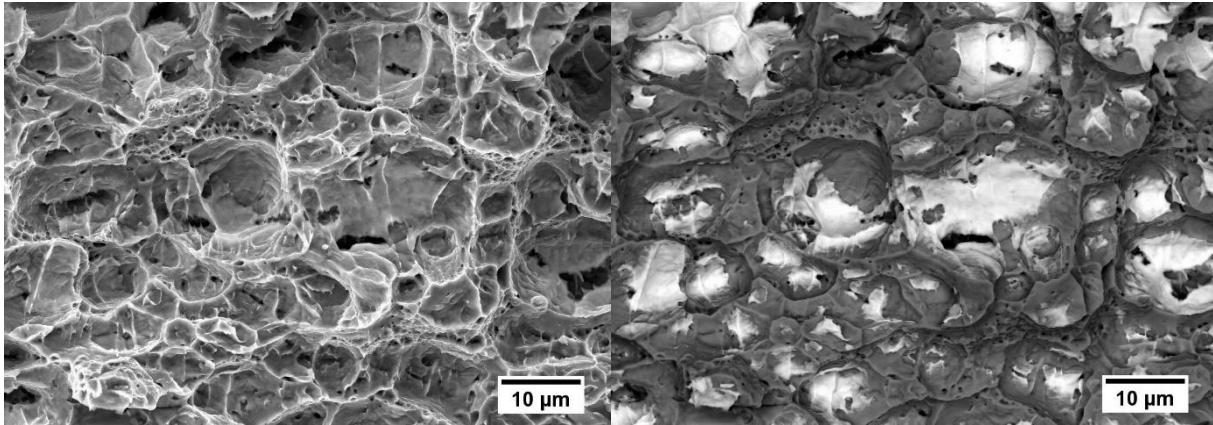
Je-li uvažována situace, kdy svazek elektronů interaguje se vzorkem, pak je výhodné uvažovat vlnovou charakteristiku elektronu, neboť nejvýznamnější formou tohoto případu je ohyb. [1]

### 2.8.3.1 Zpětně odražené elektrony

Tyto elektrony vznikají při pružném rozptylu. Pojmeme zpětně odražené elektrony jsou označovány elektrony, které vnikly do povrchu vzorku a díky působení Coulombových sil byly rozptýleny pod velkým úhlem ( $>90^\circ$ ), tedy odraženy. Jak je možno pozorovat na obrázcích 24, 25 a 26, intenzita zpětného rozptylu roste s rostoucím atomovým číslem vzorku. Tato závislost je nazývána jako Z kontrast. [3, 11]

Pokud zpětně odražené elektrony vzniknou jednoduchým pružným rozptylem, kdy je elektron při jedné srážce odražen do úhlu většího než  $90^\circ$ , pak jsou tyto elektrony označovány jako BSE1. Pokud dojde k více pružným srážkám elektronu s atomy materiálu, pak jsou elektrony, které vylétly zpět do volného prostoru označovány jako BSE2. Jestliže BSE1 dopadnou na stěnu komory, pak jsou vygenerovány BSE3. Tento druh zpětně odražených elektronů způsobuje šum výsledného obrazu. Zpětně odražené elektrony jsou generovány z hloubek až sta nanometrů. [3]

Na obrázcích 32 a 33 je znázorněn rozdíl v detekci signálu získaného ze stejného místa na lomu klíče z automatové oceli. Zatím co na Obrázku 32 je zobrazen topografický kontrast, kterého je dosaženo detekcí sekundárních elektronů, na Obrázku 33 je kompozitní kontrast, který byl získán detekcí zpětně odražených elektronů.



Obrázek 32 - Topografický kontrast

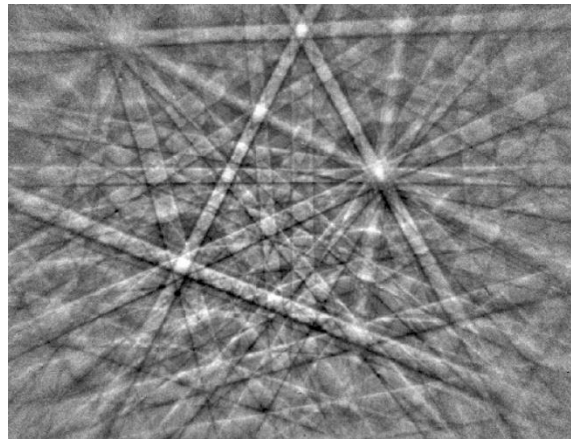
Obrázek 33 - Kompozitní kontrast

Zpětně odražené elektrony jsou využívány pro zobrazování orientace mřížky za pomoci metody elektronového kanálovacího kontrastního zobrazování (ECCI), popřípadě metody difrakce zpětně odražených elektronů (EBSD). [3, 15]

#### 2.8.3.1.1 Difrakce zpětně odražených elektronů

Difrakce zpětně odražených elektronů je doplňkovou metodou pro elektronovou mikroskopii. S její pomocí lze určit orientaci zrn, lokální texturu, přednostní orientaci a fázové složení. [3, 15]

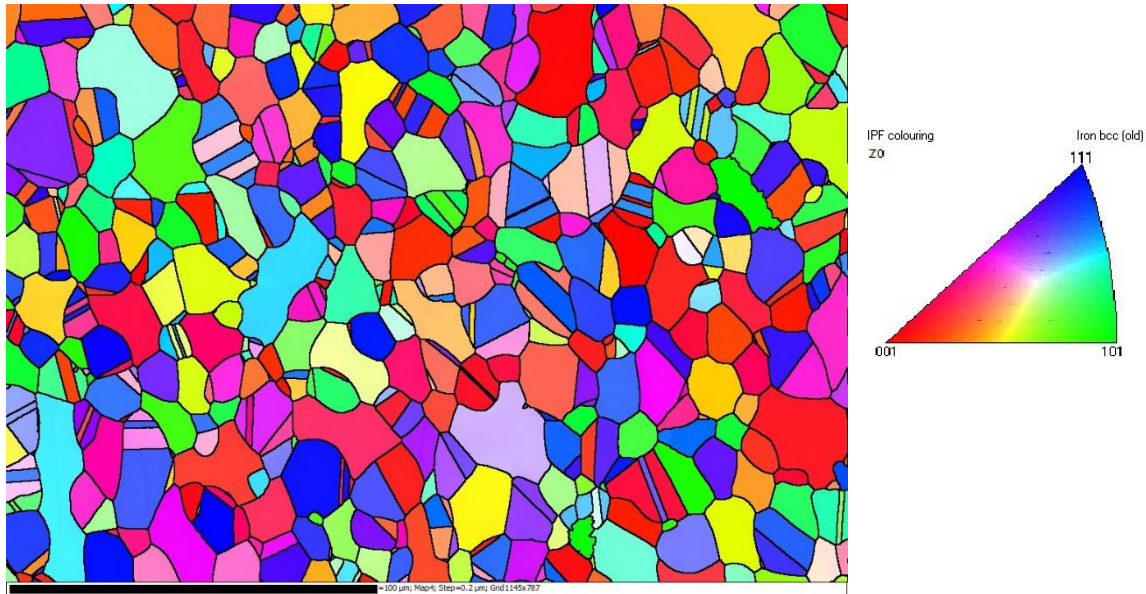
Charakteristickým znakem difrakční stopy je pravidelné uspořádání paralelních světlých pruhů, jak je zobrazeno na Obrázku 34. Průsečíky těchto pásků formují nápadné a jasné osové oblasti. [15]



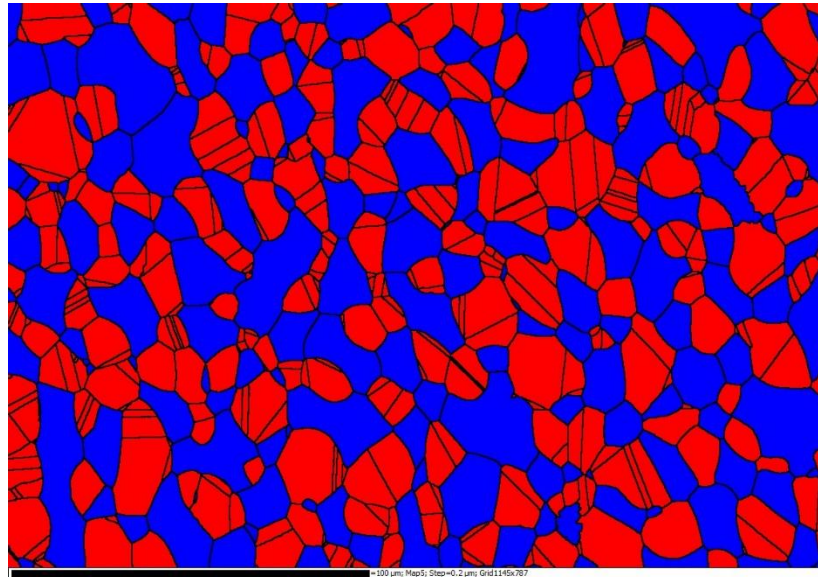
Obrázek 34 - Difrakční stopa křemíku

Difrakční stopy jsou generovány na fosforovou obrazovku díky difrakci zpětně odražených elektronů ze stabilního paprsku vysokoenergetických elektronů. Hloubka, ze které jsou difrakční stopy generovány je přibližně 20 nm po povrchem vzorku. Výsledky jsou zaznamenávány na vysokorychlostní kameru. Vzorek je do komory vložen pod vysokým úhlem (70°). Toto naklonění umožňuje, aby bylo detekováno více elektronů. [15]

Jakmile elektrony dopadnou na vzorek jsou odrazeny po krystalografických rovinách a splňují tak Braggovu difrakční podmínku. Odražené elektrony interferují a vytvoří tak difrakční stopu. Tyto stopy reprezentují odrazové plochy. S každou změnou difrakční stopy je zaznamenávána změna v orientaci mřížky. Na obrázcích 35 a 36 jsou orientační a fázové zobrazení duplexní oceli. [3, 15]



Obrázek 35 - Orientační zobrazení duplexní oceli s legendou

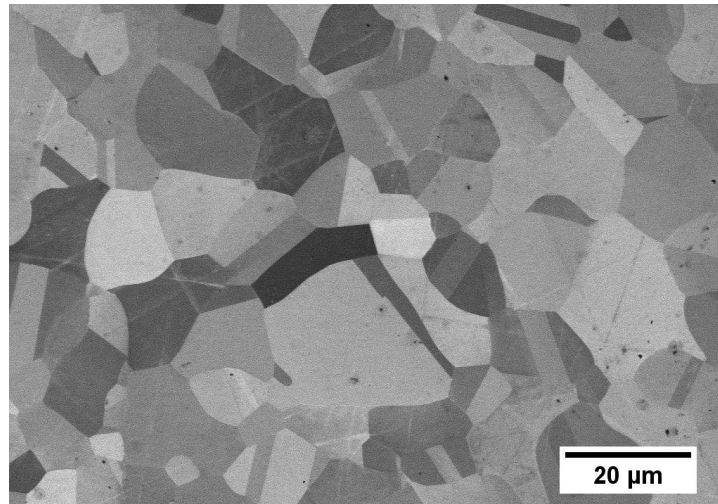


Obrázek 36 - Fázové zobrazení duplexní oceli; BCC fáze je modrá a FCC červená

### 2.8.3.1.2 Elektronové kanálovací kontrastní zobrazování

Elektronové kanálovací kontrastní zobrazování umožňuje zobrazení vad, které jsou v blízkosti povrchu, jako jsou mřížkové poruchy, dislokace, plastické deformace a skluzové pásy. Tato metoda využívá závislost množství generovaných zpětně odražených elektronů na vzájemné orientaci mezi dopadajícím svazkem elektronů a krystalové mřížky zkoumaného materiálu.

Elektrony primárního svazku proniknou hlouběji do krystalu, pokud je krystal orientován tak, že elektrony projdou kanály, což jsou sloupce mezi atomy. Jestliže elektrony projdou hlouběji je menší pravděpodobnost jejich návratu zpět na povrch. Mění se tedy intenzita signálu. [12, 16]



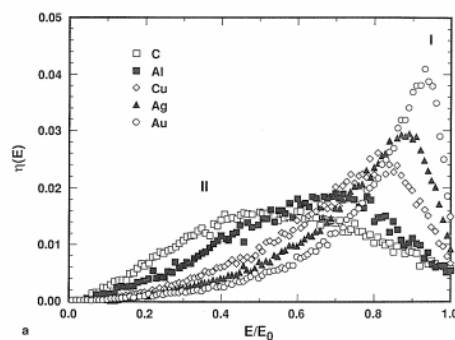
Obrázek 37 - Orientace zrn podle ECCI

### 2.8.3.1.3 Energetické spektrum zpětně odražených elektronů

Jak elektronový svazek prostupuje vzorkem, tak na něj působí nepružné rozptyly, které více a více redukuje energii elektronů. Než samotné zpětně odražené elektrony opustí vzorek mohou se pohybovat po trajektoriích, které mají různé délky a mohou tak ztratit různé množství energie. [3]

Energetické spektrum zpětně odražených elektronů nabývá hodnot od nuly až po energii elektronového paprsku. Toto spektrum je zobrazeno na Obrázku 38 a dělí se na 2 oblasti. První z nich, na obrázku označena jako oblast I, reprezentuje vysokoenergetickou část zpětně odražených elektronů, které ztratili méně než 50 % své původní energie. Druhá oblast, značena oblast II, obsahuje méně energetické elektrony a postupně klesá k nule. [3]

Distribuce energie zpětně odražených elektronů závisí na úhlu, pod kterým je spektrum měřeno. Většina zpětně odražených elektronů si uchováva alespoň 50 % energie z původního svazku. [3]



Obrázek 38 - Distribuce energie zpětně odražených elektronů [3]

## 2.8.4 Nepružný rozptyl

U nepružného rozptylu dochází ke srážkám primárních elektronů s elektrony ve vzorku, tím se výrazně snižuje jejich energie a mění se vlnová délka. Energie z primárních elektronů je předávána do atomů ve vzorku. Tento princip probíhá postupně, a tak elektrony projdou mnoha vrstvami vzorku, než dojde k ztrátě veškeré energie. Při nepružném rozptylu dochází ke vzniku charakteristického rentgenového záření, sekundárních elektronů, fotonů a Augerových elektronů. [1, 3, 6, 10]

Alternativou pro účinný průřez, charakterizující pružný rozptyl, je střední volná dráha. Tato dráha označuje průměrnou vzdálenost, kterou urazí elektron při rozptylu. Matematické vyjádření je vyjádřeno rovnicí 2.39.

$$\lambda = \frac{1}{\sigma_{celkový}} = \frac{A}{N_0 \cdot \rho \cdot \sigma_{atom}}, \quad (2.39.)$$

Kde  $A$  [ $\text{kg} \cdot \text{mol}^{-1}$ ] je atomová hmotnost,  $N_0$  [ $\text{mol}^{-1}$ ] je Avogadrova konstanta,  $\rho$  [ $\text{kg} \cdot \text{m}^{-3}$ ] je hustota atomu a  $\sigma_{atom}$  [ $\text{MPa}$ ] je účinný průřez atomu.

Hodnoty střední volné dráhy se obvykle pohybují v řádu desítek nm. Ze vztahu 2.39. lze pak vyjádřit vztah pro pravděpodobnost odrazu, který je vyjádřen rovnicí 2.40. [1]

$$p = \frac{1}{\lambda} = \frac{N_0 \cdot \rho \cdot \sigma_{atom}}{A}. \quad (2.40.)$$

### 2.8.4.1 Sekundární elektrony

Sekundární elektrony jsou slabě vázané valenčními elektrony a po interakci se svazkem elektronů jsou vyraženy ze vzorku. Sekundární elektrony jsou využívány k tvorbě obrazů citlivých na topologii povrchu. Jsou nejčastější produkci interakce elektronového svazku se slabě vázanými elektrony z valenční vrstvy v materiálech. [1, 6, 11]

Existují čtyři druhy sekundárních elektronů. První skupinu tvoří sekundární elektrony, které jsou vytvářeny primárními elektrony ve vzorku, jsou označovány jako SE1. Pokud sekundární elektrony vzniknou srážkami zpětně odražených elektronů s atomy vzorku jsou označovány jako SE2. Po interakci zpětně odražených elektronů se stěnami komory mikroskopu vznikají SE3. Poslední skupinou jsou SE4, které jsou generovány po dopadu primárních elektronů na stěny tubusu. [1, 3, 6]

#### 2.8.4.1.1 Energetické spektrum sekundárních elektronů

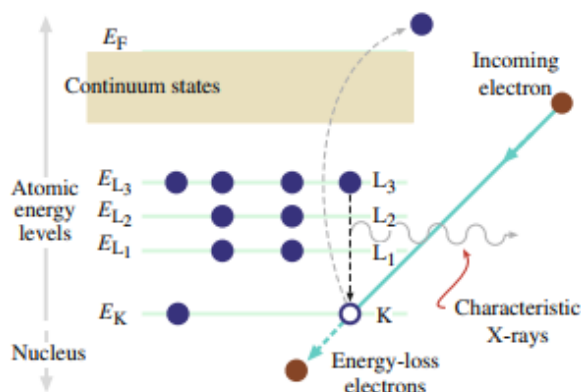
Jednou z hlavních charakteristik sekundárních elektronů je velmi nízká kinetická energie, se kterou opouštějí povrch vzorku. Mezi elektrony v paprsku a elektrony ve vzorku jsou velké rozdíly ve velikosti energií. [3]

Sekundární elektrony lze rozdělit na rychlé a pomalé. Rychlé sekundární elektrony dosahují energie dosahující poloviny energie původního elektronového svazku. Tyto elektrony jsou výsledkem rozptylových reakcí s mnohem těsnějšími vazbami elektronů. Počet rychlých

sekundárních elektronů je minoritní vůči počtu pomalých sekundárních elektronů. Energie pomalých sekundárních elektronů se nejpravděpodobněji pohybuje od 2 do 5 eV. [3]

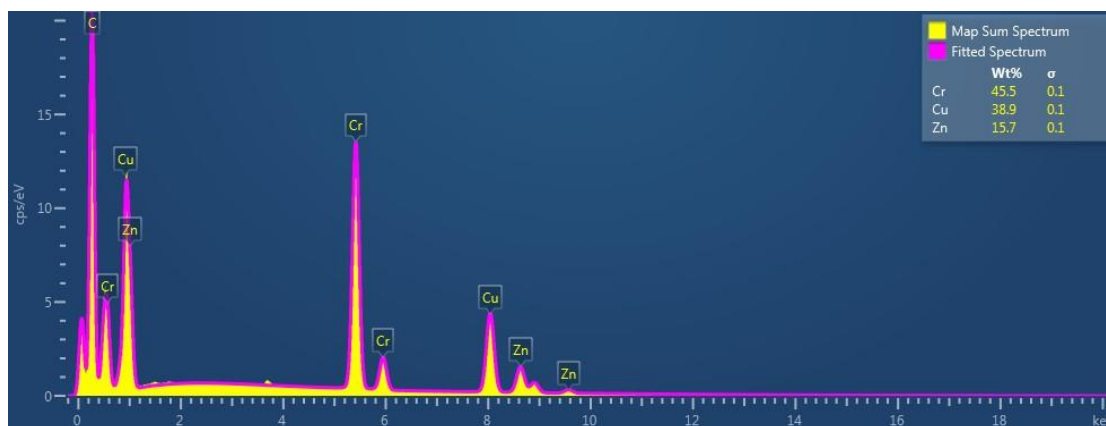
### 2.8.4.2 Charakteristické rentgenové záření

Princip vzniku charakteristického rentgenového záření je znázorněn na Obrázku 39. Aby vzniklo charakteristické rentgenové záření musí svazek elektronů proniknout k vnitřním orbitalům (nebo jádru) elektronů. Jakmile dosáhnou této polohy je elektronům předáno určité množství energie, které je dostatečné proto, aby mohly být elektrony vyraženy z materiálu. Atom má pak více energie a je nazýván jako ionizovaný atom. Aby se atom vrátil do původního energetického stavu prázdné místo musí být vyplněno elektronem z vnějšího orbitalu. Tento přechod je doprovázen emisí charakteristického rentgenového záření. [1]



Obrázek 39 - Schéma vzniku charakteristického rentgenového záření [1]

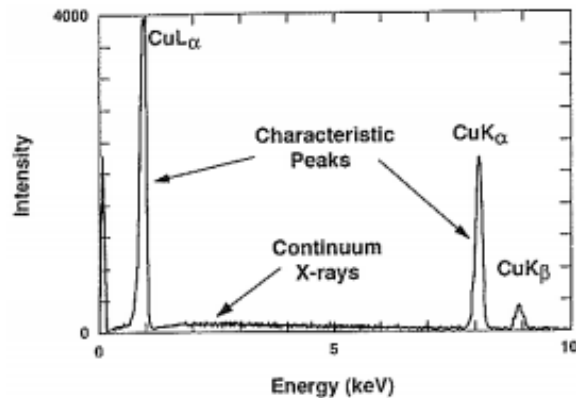
Charakteristické rentgenové záření je jedním z nejdůležitějších sekundárních signálů, jelikož z něj mohou být získány informace o prvkovém složení materiálu. Každý prvek vyzařuje rentgenová kvanta s charakteristickými energiemi. Této skutečnosti je využíváno při rentgenové kvalitativní analýze, která je zobrazena na Obrázku 40, kdy jsou rozpoznány prvky ve směsi prášků. [1, 3]



Obrázek 40 - EDS spektrum charakteristického rentgenového záření

### 2.8.4.3 Rentgenové záření

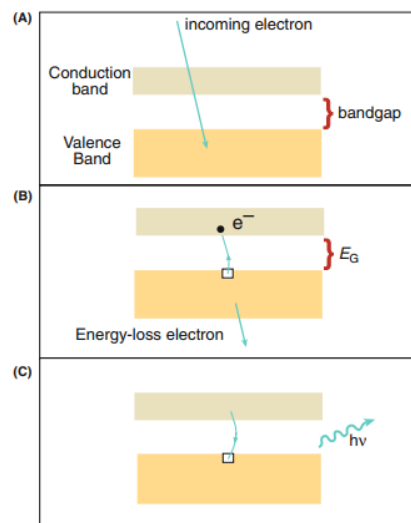
Rentgenové záření je produkováno, pokud při interakci elektronového svazku s elektrickým polem jádra atomu dojde ke změně hybnosti elektronu. Při této interakci změní elektron hybnost a dojde tak, podle síly této interakce, ke ztrátě energie. Jelikož elektron může ztratit jakékoliv množství energie, pak rentgenové záření může nabývat jakékoliv energie, dokonce i energie elektronů ve svazku. Vznikne tak spojitě elektromagnetické spektrum. Na Obrázku 41 je zobrazeno rentgenové spektrum s vyznačeným spojitým rentgenovým zářením. [1, 3]



Obrázek 41 - Rentgenové spektrum [3]

### 2.8.4.4 Viditelné světlo

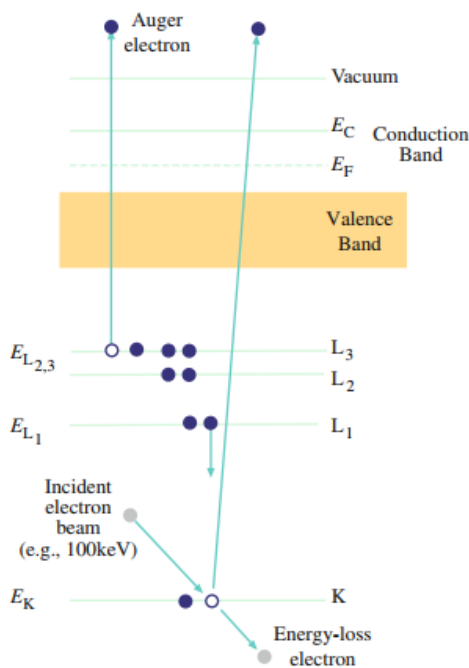
Viditelné světlo vzniká díky jevu zvanému katodoluminiscence, který je schematicky znázorněn na Obrázku 42. V části A je znázorněn výchozí stav, tedy stav před elektronovým bombardováním valenční vrstvy. V části B jsou elektrony z valenční vrstvy excitovány přes zakázaný pás do vodivé vrstvy, přičemž vznikne díra ve valenční vrstvě. V části C je díra opět zaplněna elektronem z vodivé vrstvy. Při tomto procesu vzniká foton. Frekvence, a tím i barva fotonu je dána energií zakázaného pásu. Pokud velikost zakázaného pásu není konstantní, pak je emitováno spektrum světla. [1, 11]



Obrázek 42 - Schéma emisí elektromagnetického vlnění ve viditelné oblasti spektra [1]

### 2.8.4.5 Augerovy elektrony

Augerovy elektrony vznikají spolu s rentgenovým zářením, když se ionizovaný atom vrací do nejnižšího energetického stavu. Na Obrázku 43 je schematicky znázorněn proces ionizace vnitřní K vrstvy a následující emise Augerových elektronů. Jakmile elektron  $L_1$  vyplní mezeru v K vrstvě uvolní se energie. Tato energie je přenesena na elektron ve vrstvě  $L_{2,3}$ , který je poté vyražen jako Augerův elektron. [1]



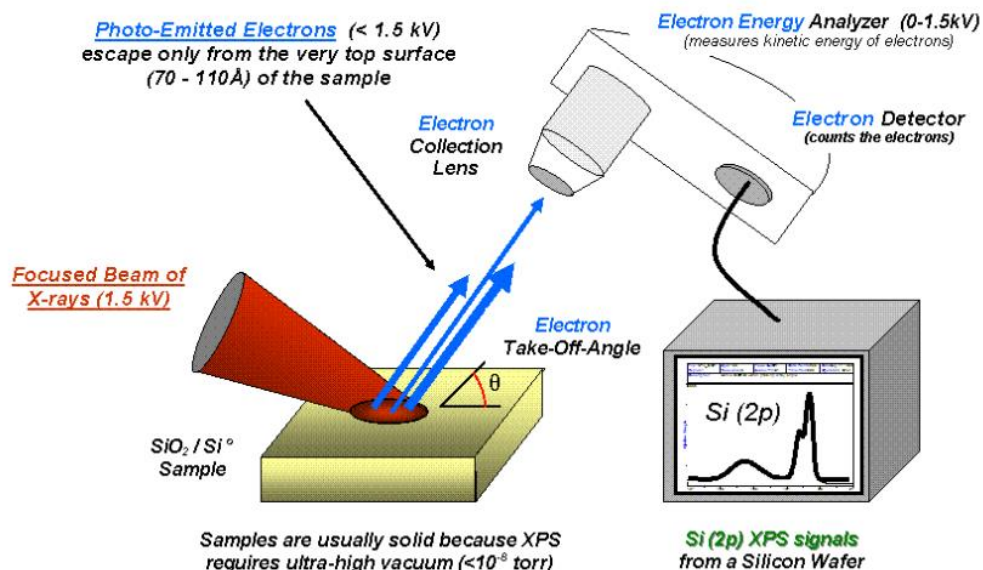
Obrázek 43 - Augerovy elektrony [1]

Augerovy elektrony mají charakteristickou velikost energie, která závisí na elektronové struktuře ionizovaného atomu a je srovnatelná s energií rentgenového záření. Tato energie je nízká, a tak Augerovy elektrony, které jsou vyraženy pocházejí z oblasti velmi blízké povrchu vzorku. (do hloubky 1–3 nm). Z tohoto důvodu je tato metoda využívána pro analýzu složení materiálu jen pro velmi tenké vzorky. Tyto elektrony obsahují informace o chemickém složení vzorku, ale není využíván pro chemickou analýzu, neboť jsou využívány techniky ESCA a SIMS. [1]

#### 2.8.4.5.1.1 ESCA (Elektronová spektroskopie pro chemickou analýzu)

Elektronová spektroskopie pro chemickou analýzu je technika, která měří kompozici, chemický a elektrický stav prvků, které se nacházejí uvnitř zkoumaného materiálu. Tyto charakteristiky jsou měřeny pomocí fotoelektronů generovaných na povrchu vzorku působením rentgenového záření. [6]

Fotoelektronové spektrum je naměřeno pomocí výchylek. Každý prvek má svou charakteristickou výchylku (kromě H a He), která závisí na elektronové konfiguraci atomů. Na Obrázku 44 je schematické znázornění této spektroskopie. [6]

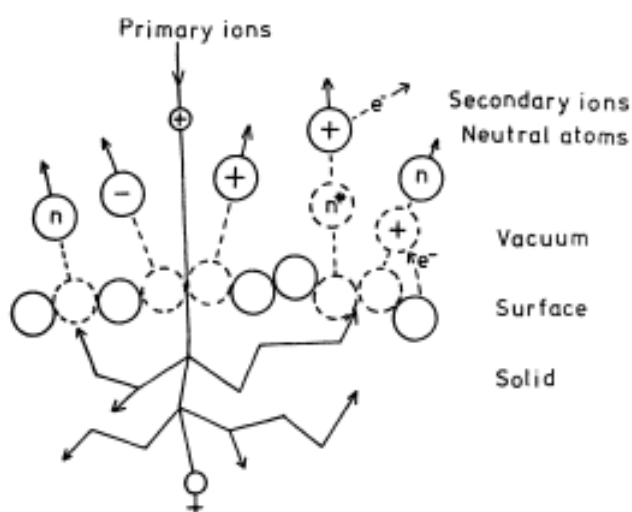


Obrázek 44 - Komponenty ESCA systému [17]

#### 2.8.4.5.1.2 SIMS (Hmotnostní spektrometrie sekundárních iontů)

Hmotnostní spektrometrie sekundárních iontů je technika využívaná k analýze kompozice pevných povrchů ozařováním povrchu vzorku fokusovaným svazkem primárních iontů. Interakcí iontů s povrchem vzorku vznikají sekundární ionty, které jsou poté detekovány a analyzovány. Nevýhodou této technologie je poškození vzorku při probíhající analýze. [6]

Vysokoenergetický svazek iontů, který je produkován iontovou tryskou je fokusován na povrch vzorku, což ionizuje a vytrhne některé atomy z povrchu. Vzniknou tak sekundární ionty, jejich vznik je znázorněn na Obrázku 45. Tyto ionty jsou sesbírány iontovými čočkami a seřazeny podle atomové hmotnosti. Poté jsou sekundární ionty poslány do elektronového zesilovače, Faradayovy klece nebo CCD obrazovky. [6]



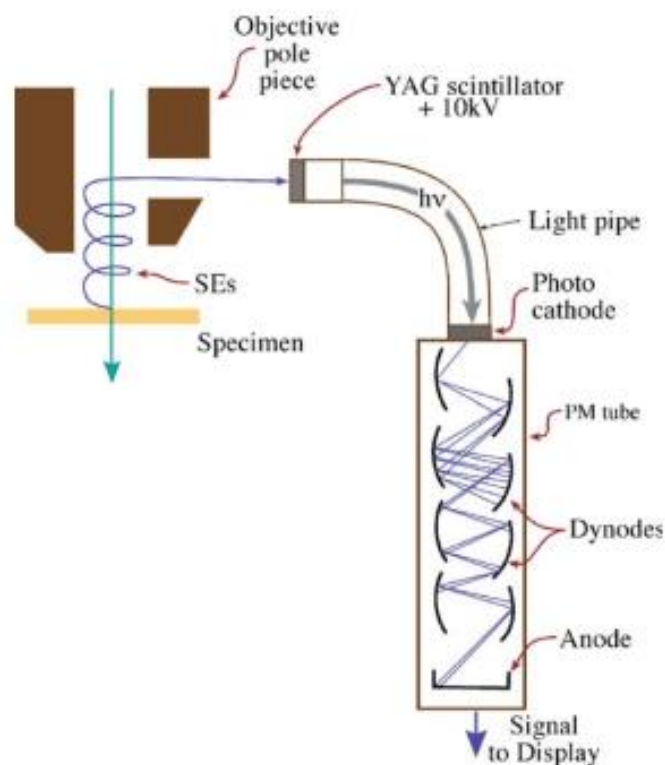
Obrázek 45 - Vznik sekundárních iontů [6]

## 2.9 Detektory

Detektory jsou zařízení, která slouží k snímání signálů vycházejících ze vzorku, který je bombardován svazkem elektronů. Tyto signály jsou poté v detektoru přetvořeny na elektrický signál, z něhož je vytvořen výsledný obraz. Umístění detektoru je dáno typem signálu, který snímá. Například detektory určené pro snímání zpětně odražených a sekundárních elektronů jsou umístěny nad vzorkem, kdežto detektory pro elektrony, které projdou vzorkem jsou umístěny pod vzorek. [1, 3, 10]

### 2.9.1 Scintilační detektory

Scintilační detektory jsou tvořeny scintilačním krystalem, fotokatodou a fotonásobičem. Jeho konstrukce je schematicky znázorněna na Obrázku 46. Jako materiál pro scintilační krystal jsou využívány materiály YAG (yttrito-hlinitý granát), scintilační plasty a sklo. [1]



Obrázek 46 - Schéma scintilačního detektoru [1]

Scintilační krystal je takový materiál, který po dopadu ionizujícího záření absorbuje jeho energii a přetvoří ji na fotony viditelného světla. Tento děj probíhá, jelikož při dopadu ionizujícího záření na povrch krystalu dochází k dodání energie elektronům, které následně excitují do vyšších energetických vrstev. Tento stav však není pro atomy udržitelný, a tak dochází k deexcitaci, kdy se elektron vrací zpět na uvolněné místo. Právě tento jev je vždy doprovázen uvolněním energie ve formě elektromagnetického záření. Počet fotonů viditelného světla je přímo úměrný velikosti energie vstupujícího záření. [1, 10]

Po uvolnění ze scintilačního krystalu míří fotony na fotokatodu, což je zařízení, které umožňuje fotoelektrický jev, tedy přeměnu fotonů na elektrony. Při tomto jevu dopadají částice světla na

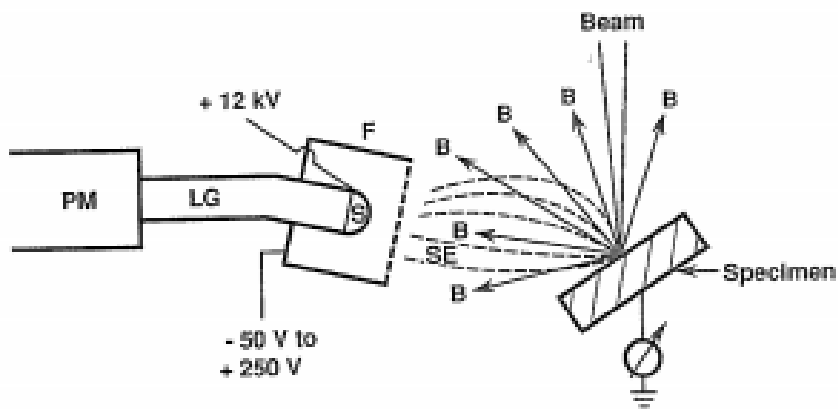
povrch krystalu a energie fotonů se v něm akumuluje až dosáhne hodnoty excitace elektronů. Elektrony se poté z krystalu uvolní a jsou někdy nazývány jako primární fotoelektrony.

Primární fotoelektrony dále míří do fotonásobiče, jehož úkolem je zvětšit počet fotoelektronů natolik, aby se při průchodu anodou vytvořil dostatečně velký proudový impuls. Fotonásobič se skládá z několika dynod, což jsou elektrody, jejichž povrchová úprava umožňuje vznik sekundárních fotoelektronů. Dynody jsou připojeny na různá napětí, čímž se mezi nimi vytváří elektrické pole a je umožněn pohyb elektronů směrem k anodě. S každou další dynodou roste počet sekundárních fotoelektronů. [1, 10]

Scintilační detektory jsou používány více než detektory polovodičové, ačkoliv je nutno minimalizovat svazky s vysokou intenzitou, které by mohly poškodit detektor a snížit jeho efektivnost. [1]

### 2.9.1.1 Everhart-Thornleyho detektor

Everhart-Thornleyho (E-T) detektor přijímá jako signál jak sekundární, tak i zpětně odražené elektrony. E-T detektor, který je zobrazen na Obrázku 47, snímá elektrony, které dopadly na scintilační krystal. z tohoto krystalu jsou díky fotoelektrickému jevu vysílány fotony viditelného světla. Fotony jsou vedeny přes světelnou trubici do fotonásobiče. Jelikož je procházející signál ve formě fotonů může tak projít přes skleněné okno na první dynodu fotonásobiče. Scintilační krystal je uvnitř Faradayovy klece, aby byl svazek částic ochráněn před zakřivením způsobeným velkým potenciálem v komoře se vzorkem. Na Faradayově kleci jsou typicky naměřeny potenciály od -50 do +250 V. Tato rozmezí zajišťují, že sekundární elektrony budou detektorem buď odmítnuty (-50 V), nebo naopak sbírány (+250 V). [1, 3]



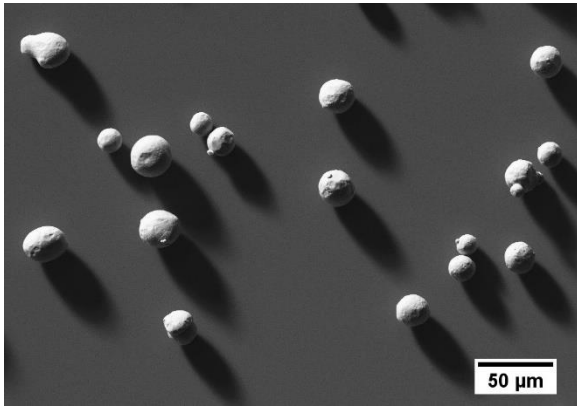
Obrázek 47 - Schéma Everhart-Thornleyho detektoru [2]

#### 2.9.1.1.1 Negativní náboj na Faradayově kleci

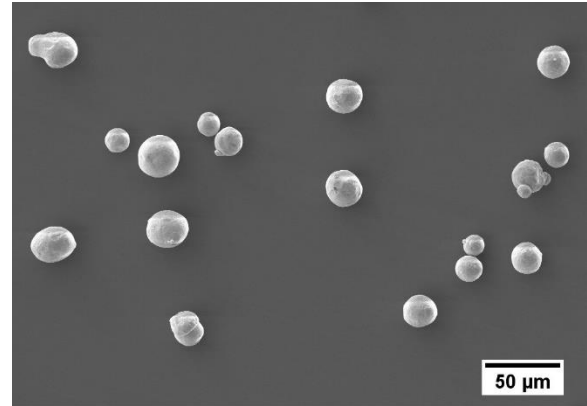
Při tomto zapojení jsou detekovány pouze zpětně odražené elektrony, neboť všechny sekundární elektrony jsou odpuzeny díky negativnímu náboji. E-T detektor však zaznamenává pouze zpětně odražené elektrony s vysokou energií, které byly odraženy přímo k scintilačnímu krystalu detektoru. [3]

Na Obrázku 48 je výstup z elektronového mikroskopu při použití Everhart-Thornleyho detektoru s negativním předpětím -250 V na Faradayově kleci při pozorování prášku mědi na

křemíkové podložce. Při porovnání tohoto obrázku s Obrázkem 49 je zřejmé, že v tomto případě záleží na umístění detektoru, neboť částice vytvoří stín, způsobený velkým rozptylovým úhlem sekundárních elektronů, kdy nejsou detekovány žádné signály.



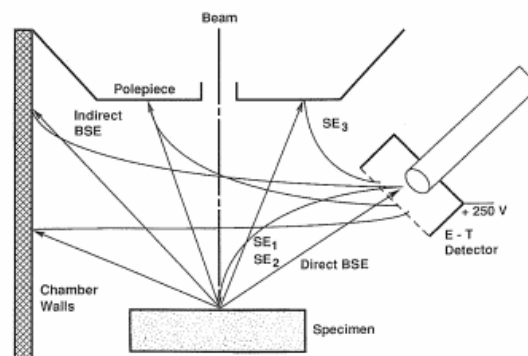
Obrázek 48 - ET detektor s negativním nábojem



Obrázek 49 - ET detektor s pozitivním nábojem

### 2.9.1.1.2 Pozitivní náboj na Faradayově kleci

Pokud je na Faradayově kleci pozitivní náboj, pak E-T detektory pracují zcela jinak. Hlavním rozdílem je, že jsou detekovány jak zpětně odražené elektrony, tak i sekundární elektrony. Toto zapojení umožňuje detekci sekundárních elektronů pod větším úhlem, neboť pozitivní náboj zakřivuje trajektorii elektronů. Faradayova klec s pozitivním nábojem neovlivňuje přímé zpětně odražené elektrony, které jsou detekovány bez ohledu na náboj klece. Ovlivňuje však nepřímé zpětně odražené elektrony. Většina zpětně odražených elektronů se nepohybuje po trajektorii s přímým směrem k detektoru, ale směřují k čošce a stěnám komory se vzorkem. Takto se pohybující zpětně odražené elektrony vytvářejí sekundární elektrony na Obrázku 50 označené jako SE<sub>3</sub>, které do výsledného obrazu vnášejí šum.[3]



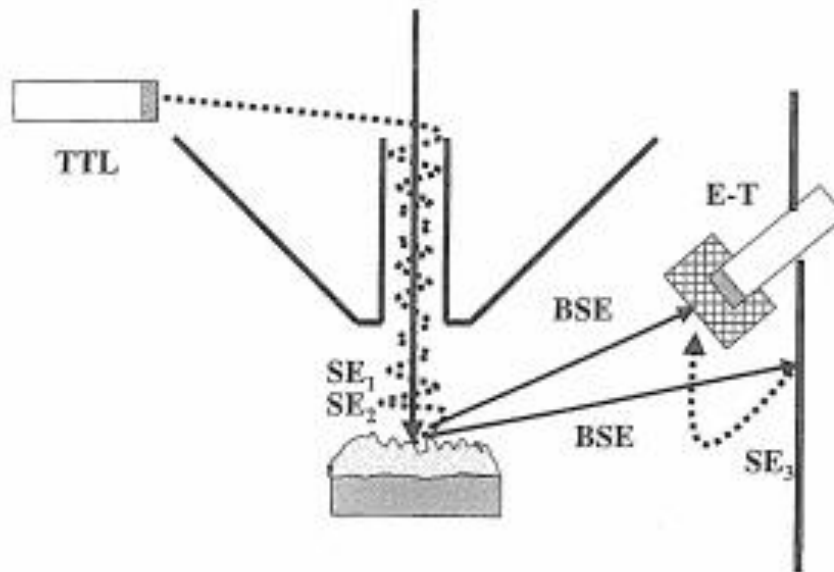
Obrázek 50 - Detekované signály [2]

### 2.9.1.2 TTL detektor

TTL (Through-the-Lens, někdy označován jako In-lens detektor) detektor je vhodný pro mikroskopy produkující silné magnetické pole, které je vysíláno do komory se vzorkem. Díky magnetickému poli je umožněno účinné zachycování sekundárních elektronů, jejichž trajektorie se stanou spirálními, jak je znázorněno na Obrázku 51. TTL detektor je tvořen scintilačním krystalem s vysokým kladným potenciálem. Ačkoliv jsou zpětně odražené

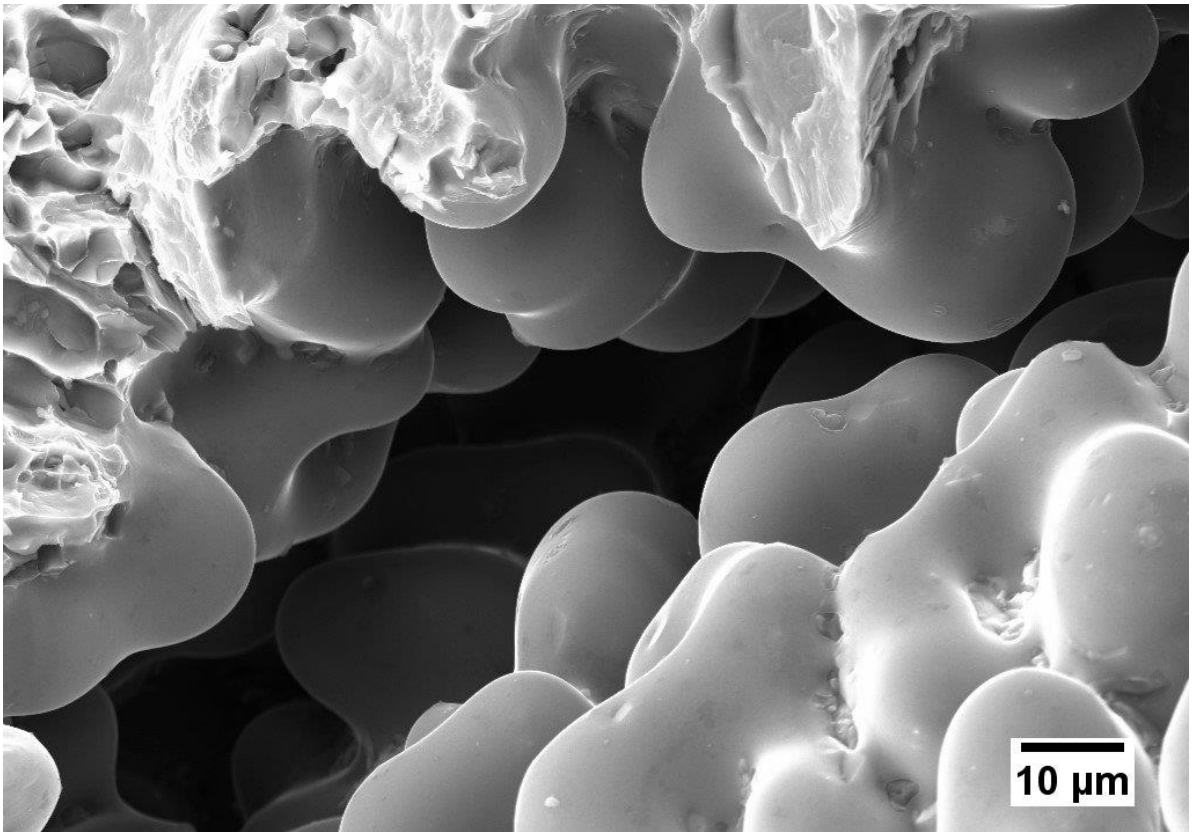
elektrony za běžných podmínek mikroskopu vytvářeny mimo optickou osu, nebo mají příliš vysokou energii pro detekci scintilátorem, je možné tyto signály detekovat při použití nízkých energií primárního svazku (do 3keV). Takto generované zpětně odražené elektrony mají velký výstupní úhel a mohou tak snadno proniknout k TTL detektoru, který je umístěn uvnitř tubusu. [3]

Nedetkuje také SE3, protože jsou tvořeny mimo optickou osu kolizí zpětně odražených elektronů s čočkou nebo stěnami komory. TTL detektory umožňují tvorbu obrazů bez zastínění s velmi vysokou topografickou rozlišovací schopností. [3]

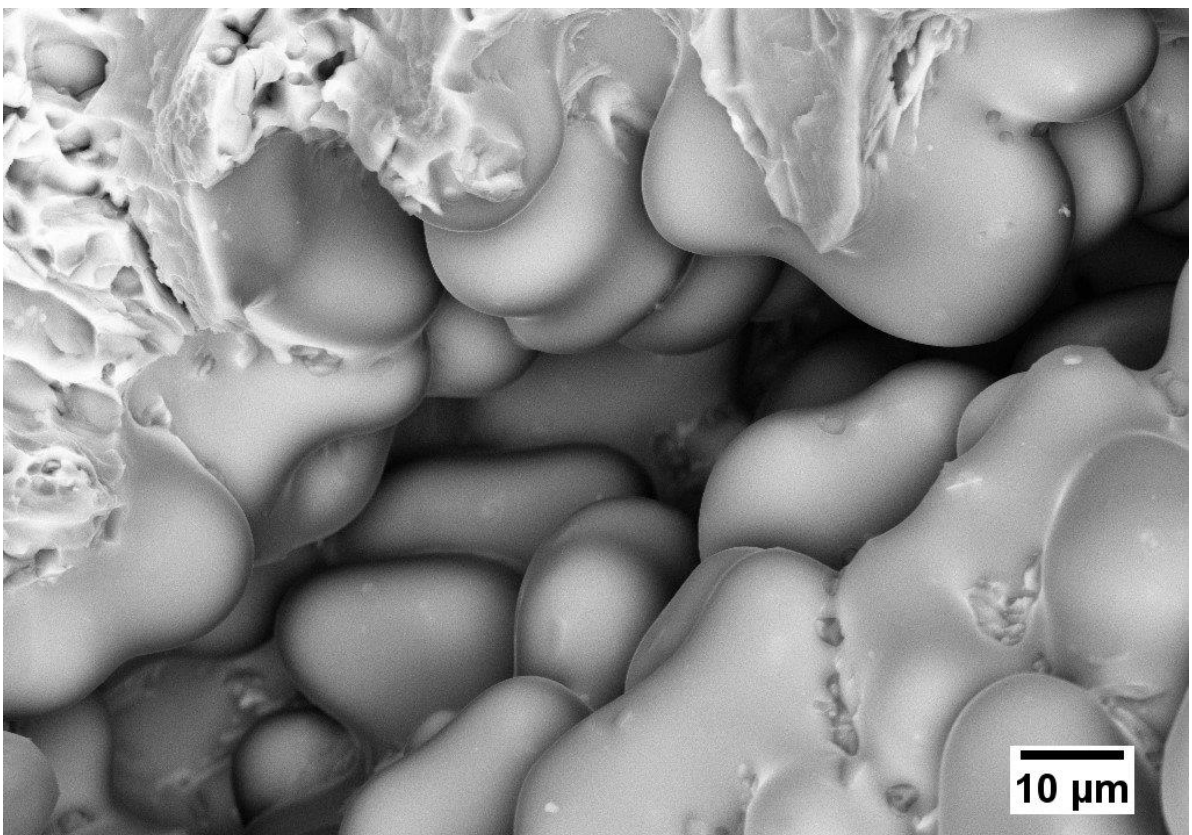


Obrázek 51 - Schematické znázornění TTL detektoru [3]

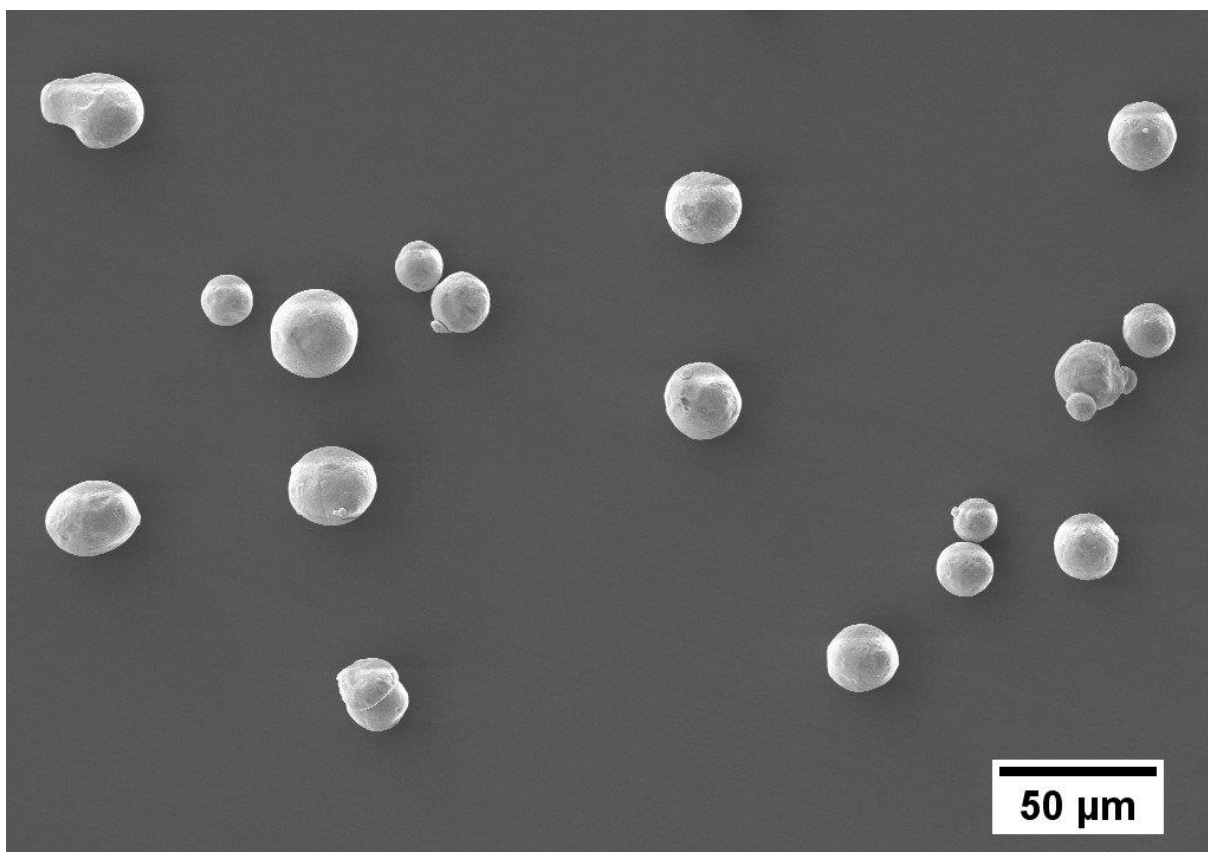
Na obrázcích 52 a 53 je porovnání zobrazení stejného místa při použití detekčních signálů sekundárních elektronů (52) a při použití TTL (53). Na obrázcích 54 a 55 je porovnání TTL detektoru (54) a Everhart-Thornleyho detektoru (55). Ačkoliv TTL detektor produkuje méně šumu, je citlivý na nabíjení částic, což způsobuje rozmazání v blízkosti částic.



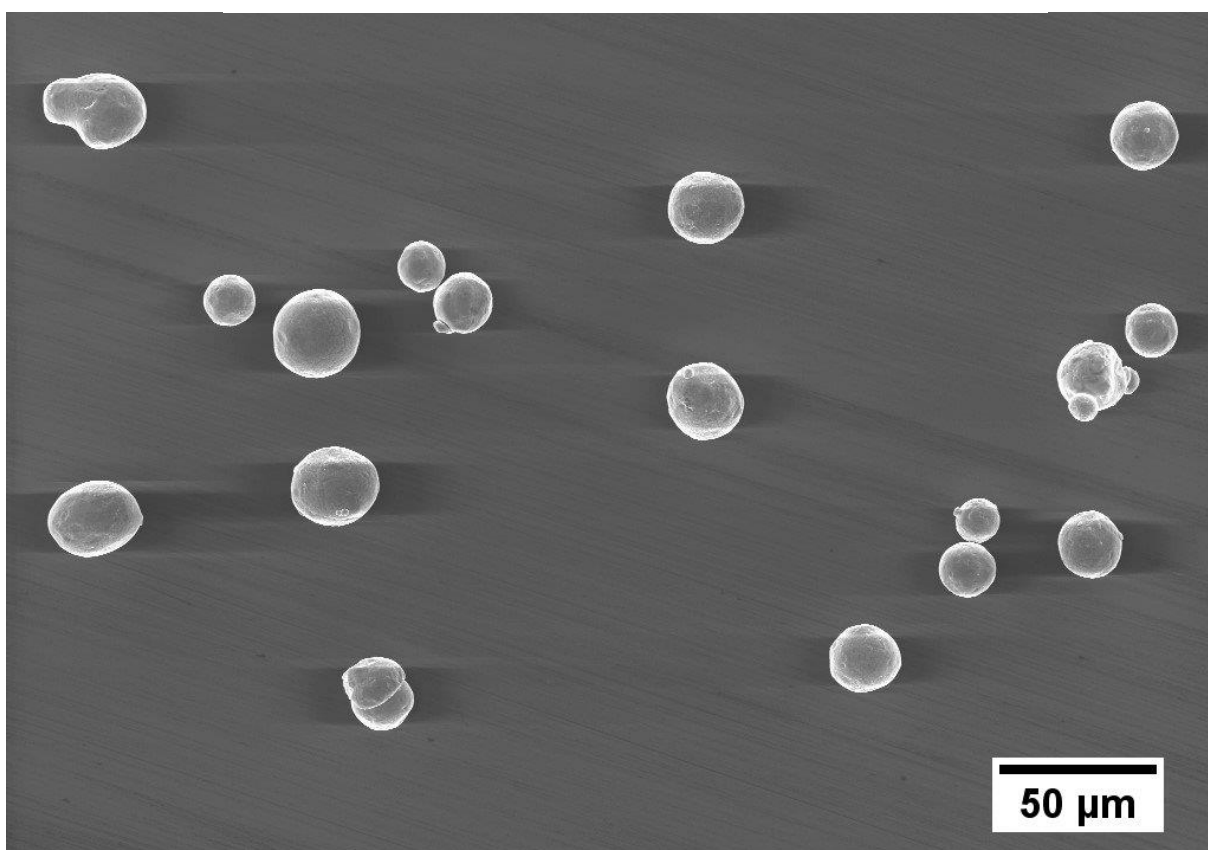
Obrázek 52 - Detekčním signálem jsou SE



Obrázek 53 - Použití TTL detektoru



Obrázek 54 - Zobrazení prášku Cu pomocí TTL detektoru



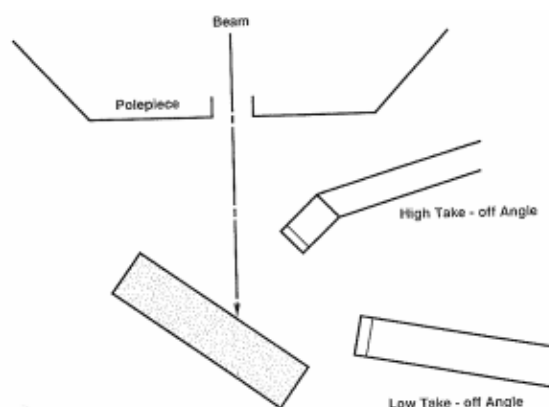
Obrázek 55 - Zobrazení prášku Cu pomocí ET detektoru

## 2.9.2 Detektory pro zpětně odražené elektrony

Tyto detektory tvoří významnou část, neboť při dopadu svazku elektronů na povrch vzorku je zpětně odražených elektronů emitováno 2 až 10krát více než elektronů sekundárních. Jelikož zpětně odražené a sekundární elektrony mají velmi rozdílnou energii, je možno zkonstruovat detektory, které snímají pouze zpětně odražené elektrony. Takovým detektorem je například E-T detektor s negativním nábojem na Faradayově kleci, který byl podrobně zmíněn v předcházejícím textu. [3]

### 2.9.2.1 Pasivní scintilační detektor pro zpětně odražené elektrony

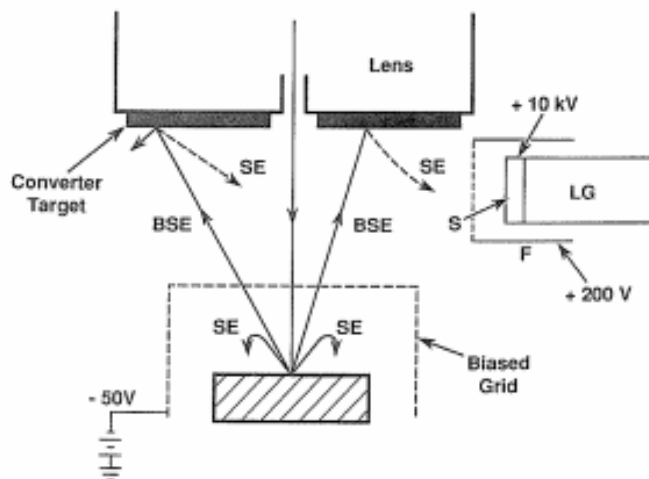
Schéma tohoto detektoru je zobrazeno na Obrázku 56. Je konstruován tak, že na elektrodě nacházející se za vzorkem není žádné napětí. Absence napětí způsobí, že za vzorkem nedochází k urychlování elektronů. Tato skutečnost zajišťuje detekci pouze zpětně odražených elektronů, neboť tyto elektrony mají dostatečnou energii, aby byly excitovány ze scintilátoru. Naopak sekundární elektrony nebudou detektorem zaznamenány a jediným signálem se tedy stanou zpětně odražené elektrony. Díky pasivní elektrodě nedochází k ovlivňování trajektorie svazku nabitých částic, takže detektor může být umístěn blízko vzorku, což vede k účinnější detekci signálu. [3]



Obrázek 56 - Pasivní scintilační detektor pro zpětně odražené elektrony [3]

### 2.9.2.2 Detektor transformující zpětně odražené elektrony na sekundární elektrony

Tyto detektory pracují na stejném principu jako E-T detektor s pozitivním nábojem na Faradayově kleci. Obrázek 57 ukazuje schematické znázornění transformace zpětně odražených elektronů na sekundární elektrony. Kolem vzorku je umístěna mřížka napojena na napětí  $-50$  V. Zatímco vysokoenergetické zpětně odražené elektrony projdou otvory v mřížce, sekundární elektrony jsou touto mřížkou odraženy. Sekundární elektrony jsou pak produkovány dopadem zpětně odražených elektronů na transformační cíl. Pro zvýšení účinnosti může být transformační cíl pokryt tenkou vrstvou MgO, která produkuje velké množství sekundárních elektronů. Sekundární elektrony jsou pak detekovány pomocí E-T detektoru s kladným nábojem na Faradayově kleci. Detektorů transformujících zpětně odražené elektrony na sekundární elektrony se využívá zejména pro elektronové mikroskopy s nízkým napětím. [3]



Obrázek 57 - Transformace zpětně odražených elektronů na sekundární elektrony [3]

### 2.9.2.3 Detektor s usměrňovací deskou

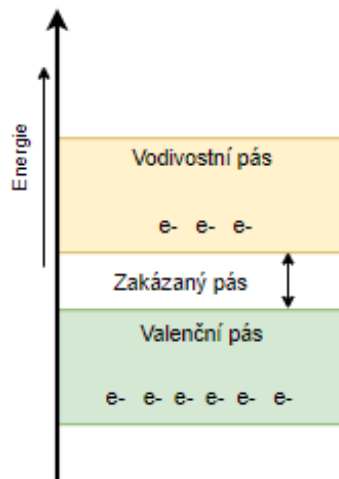
Detektor s usměrňovací deskou pracuje na principu detektoru transformujícího zpětně odražené elektrony na sekundární elektrony, ale transformace probíhá uvnitř detektoru. Usměrňovací deska je složena z minimálně jedné řady malých, asi milimetr dlouhých, natočených skleněných kapilár. Na koncovém otvoru těchto kapilár je aplikováno urychlující napětí. Jakmile elektron dopadne na stěnu kapiláry uvolní se sekundární elektrony, které jsou dále urychlovány uvnitř kapiláry. Tyto kapiláry lze tedy považovat za malé elektronové urychlovače, kdy je po dopadu elektronu na jeho stěnu produkováno více a více sekundárních elektronů. Pro zvýšení produktivity mohou být aplikovány dvě usměrňovací desky. Tento typ detektoru je také vhodný pro elektronové mikroskopy pracující za nízkého napětí, neboť produkce sekundárních elektronů roste s poklesem energie svazku elektronů.[3]

### 2.9.2.4 Polovodičové detektory

Polovodičové detektory využívají k detekci signálů polovodiče s P-N přechodem, který se nachází pod vodivou vrstvou na povrchu. P-N přechod je vytvořen spojením dvou typů polovodičů, tedy typu P a typu N. [1, 10]

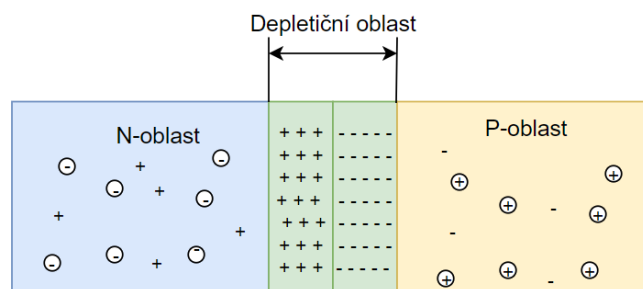
Polovodič typu N vznikne příměsí pětimocného prvku do čtyřmocného křemíku. Jeden elektron tedy nebude navázan a může se tak snadno uvolnit. Tento elektron je nazýváme volný elektron. Pohybem těchto elektronů je zprostředkována elektrická vodivost. Polovodič typu P je naopak vytvořen příměsí trojmocného prvku do křemíku. Vznikne zde tedy díra, což je místo, které není obsazeno elektronem.

Každý polovodič obsahuje valenční, zakázaný a vodivostní pás, jak je ukázáno na Obrázku 58. Ve valenčním pásu jsou volné elektrony, které mohou přecházet do vodivostního pásu. Tento pohyb je však podmíněn energií elektronu, která musí být větší než energetická bariéra. Velikost energetické bariéry je dána šířkou zakázaného pásu.



Obrázek 58 - Schéma polovodiče

P–N přechod, který je znázorněn na Obrázku 59, vznikne spojením polovodiče typu N a typu P, tento přechod propouští elektrický proud pouze jedním směrem. Rekombinací, tedy zánikem dvojice elektron-díra, na rozhraní zaniknou volné nosiče nábojů. Tato oblast je nazývána depletiční (vyprázdněná) oblast.



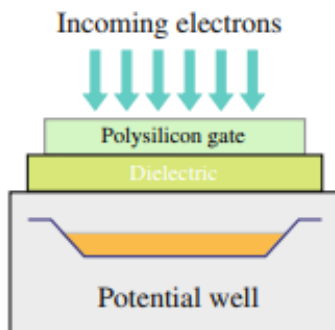
Obrázek 59 - P-N přechod

Jestliže do této vyprázdněné oblasti vnikne ionizující záření způsobené vysokoenergetickým svazkem elektronů, pak v polovodiči dojde k přeskokům elektronů do vodivostního pásu. Vzniknou tak páry elektron-díra. Tento jev je způsoben dodáním ionizační energie elektronům, která je úměrná počtu vytvořených párů. Díru a elektron je možno oddělit vytvořením kladného a záporného náboje na detektoru, a to tak že polovodič typu P představuje záporný náboj, kdežto polovodič typu N představuje náboj kladný. Elektrony, které byly odděleny od děr se tedy začnou pohybovat ke kladnému náboji. Tyto elektrony vytvoří v elektrickém obvodu krátký proudový impuls, jehož amplituda je úměrná detekovanému záření. [1, 3, 10]

Polovodičové detektory jsou velmi efektivní ve vytváření a zvětšování elektronových signálů. Nejsou však vhodné pro detekci rychlých změn v intenzitě signálu. [1]

### 2.9.3 CCD detektory

CCD detektor se skládá z velkého počtu ( $1024^2$  až  $4096^2$ ) křemíkových fotodiod, tedy pixelů, které jsou zobrazeny na Obrázku 60. Pixely jsou tvořeny kladně nabitou elektrodou, izolací a kondenzátorem. Typické rozměry pixelu jsou  $20 \times 20 \mu\text{m}^2$ . [1, 10]

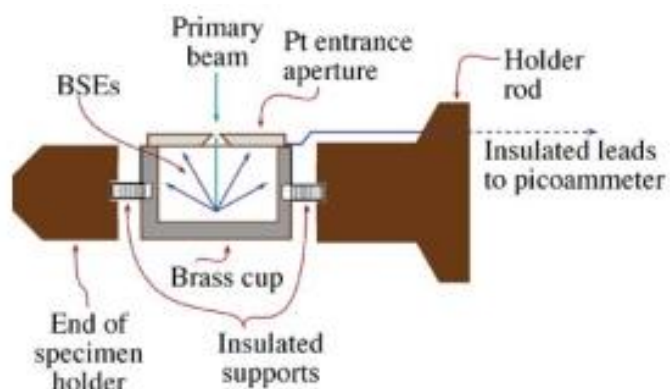


Obrázek 60 - Schematické znázornění CCD detektoru [1]

Tyto detektory pracují podobně jako scintilační detektory na principu fotoelektrického jevu, tedy při dopadu částic viditelného světla na detektor jsou uvolněny elektrony. Tyto elektrony jsou poté zachyceny kladně nabitou elektrodou, která je umístěna pod pixely. Počet elektronů v kondenzátoru určuje její napětí, což je signál, který je dále zpracováván počítačem. [1]

### 2.9.4 Faradayova klec

Faradayova klec, která je zobrazena na Obrázku 61, není využívána pro zobrazování, ale jako měřič proudu nabitých částic. Obsahuje uzemněnou ochranu, v níž je díra. Tato díra musí být natolik malá, aby bylo zajištěno, že po odrazu elektronů projdou pouze ty, které mají zanedbatelný odrazový úhel. Sekundární elektrony, které vzniknou v kleci, musejí v kleci také zůstat. Tyto elektrony jsou pak měřeny zařízením, které je upevněno na uzemnění, do něž všechny elektrony směřují. [1, 10]



Obrázek 61 - Faradayova klec [1]

## 2.10 Vznik digitálního obrazu

Po detekci analogových signálů dochází k jejich digitalizaci a následně je tento digitální obraz převeden na obraz analogový. Digitální obraz sestává z číselné řady ( $x$ ,  $y$ ,  $S$ ), která je uložena v počítačové paměti. Hodnoty  $x$  a  $y$  odpovídají pozici a  $S$  zastupuje intenzitu signálu. [3, 6]

U konvenčních skenovacích elektronových mikroskopů je svazek elektronů posouván bod po bodu přes povrch vzorku. Pozice snímání je převedena pomocí digitálně-analogového převodníku na napětí pro řízení snímacího obvodu. Jakmile je svazek elektronů poslán na místo skenování, pak detektory změří analogové signály. Elektronový svazek je synchronizován s maticovým polem v paměti počítače. [1, 3, 6]

Napěťový signál vycházející ze zesilovače signálu je digitalizován. Digitalizací je rozuměno přiřazení čísla znamenající intenzitu signálu, bude tedy získána hodnota  $S$  z číselné řady. Tato informace je pak dále uchovávána jako diskrétní číselná hodnota. [3, 6]

Pokud budou číselné hodnoty převedeny opět na analogový signál pomocí převaděče digitálního signálu na analogový, pak bude opět sestaven analogový obraz. Tento obraz se vykreslí na CRT, nebo televizní, či počítačovou obrazovku. [1, 3, 6]

Obrazy obsahují nesmírné množství informací, a tak manipulace s nimi vyžadují použití počítače. Díky použití počítačové techniky je možno obrazy nejen skladovat, ale i zobrazovat v reálném čase. Aplikace tvorby obrazu v reálném čase a interakce s počítačem jsou hlavními výhodami skenovací elektronové mikroskopie. Další výhodou je minimalizace škod na vzorku způsobených radiací vyvolanou svazkem elektronů. [3, 6]

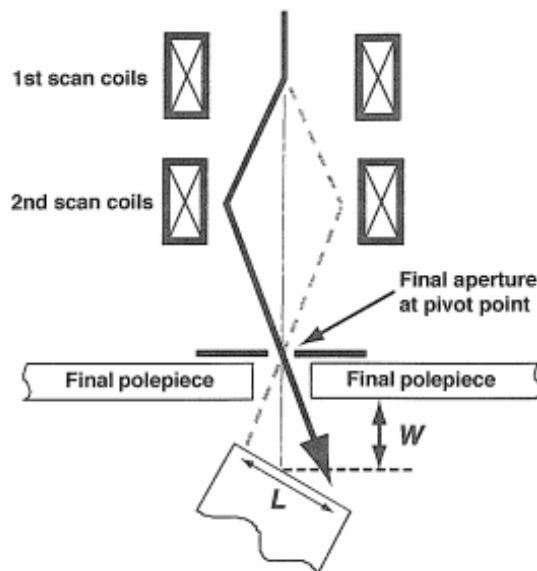
Digitální rozlišovací schopností je rozuměn počet pixelů, jejichž vzor musí být symetrický, aby bylo zamezeno zkreslení [3, 6]

### 3 Skenovací elektronová mikroskopie

#### 3.1 Úvod

Skenovací elektronová mikroskopie (SEM) umožňuje pozorování a charakterizaci heterogenních povrchů materiálů, zvětšování obrazu a poskytuje informaci o chemickém složení materiálu. Umožňuje také vykreslit trojrozměrný aspekt obrazu. [3, 18, 19]

Při použití skenovací elektronové mikroskopie je vzorek ozáren fokusovaným svazkem elektronů, který je následně posouván bod po bodu, čímž vykonává samotnou skenovací funkci. Proto v elektronovém sloupci musí být umístěn systém, který odklání elektronový paprsek. Tento systém, který je zobrazen na Obrázku 62, sestává ze dvou párů cívek a způsobí, že se paprsek pohybuje na sérii bodů. Skenovací proces probíhá obvykle po čárové trajektorii a jakmile dosáhne konce, je elektronový paprsek namířen na bod pod ní, a tak pokračuje, dokud není naskenován celý požadovaný obraz. Stejná mřížka je pak vytvořena i na zobrazovací obrazovce. [3]



Obrázek 62 - Schematické znázornění odklonového systému [2]

Svazek však může být staticky vyzařován na jeden bod, kdy bude získána analýza tohoto bodu. Při práci tohoto zařízení je nezbytně nutné zajistit vysoké vakuum a velmi suché pracovní prostředí, které umožní vytvořit vysokoenergetický svazek elektronů nutný pro tvorbu obrazu a pro chemickou analýzu. Interakcí elektronového paprsku s povrchem vzorku vznikají signály, jako jsou sekundární elektrony, zpětně odražené elektrony, charakteristické rentgenové záření a fotony, které mohou nabývat různých energií.[3, 18, 19]

V tomto typu mikroskopie je využíváno zejména sekundárních a zpětně odražených elektronů, neboť tyto signály reagují primárně na rozdílnou topografii povrchu. Sekundární elektrony jsou detekovány blízko oblasti narušení svazkem elektronů, čímž je docíleno vysoké rozlišovací schopnosti. Trojrozměrný aspekt obrazu je vytvořen díky velké hloubce ostrosti. [3, 18, 19]

Při dopadu svazku elektronů na vzorek dochází také ke vzniku charakteristického rentgenového záření. Analýzou tohoto záření je možné získat jak kvalitativní identifikaci, tak i základní kvantitativní informace z oblasti vzdálené několik mikrometrů od svazku. [3]

Zobrazovací systém skenovacího elektronového mikroskopu pracuje pouze tehdy, pokud je vzorek dostatečně elektricky vodivý, aby bylo zajištěno, že většina přichozích elektronů bude uzemněna. [18]

### **3.2 Historie skenovacích elektronových mikroskopů**

První prací, která se zabývala skenovací elektronovou mikroskopií byla práce Maxe Knolla z roku 1935. Knoll umístil elektronovou trysku a vzorek do uzavřené skleněné trubice, ze které odčerpal vzduch tak, aby vzniklo vakuum. [3]

Následně byly roku 1938 Manfredem von Ardenem přidány skenovací cívkky do transmisního elektronového mikroskopu a vznikl tak skenovací transmisní elektronový mikroskop. Tento mikroskop poskytoval 8000x zvětšení a rozlišovací schopnost 0,1 až 0,2  $\mu\text{m}$ . Výsledná fotografie obsahovala 400 x 400 skenovacích bodů a trvalo 20 minut, než byla vytvořena. [3, 19]

Další vývoj byl uskutečněn Vladimírem Zworykinem a jeho týmem, který zmenšil velikost paprsku a zlepšil poměr mezi signálem a šumem. Aby toho bylo docíleno, bylo třeba uvažovat všechny vlivy způsobené vadami čoček, elektronovými tryskami a velikostí paprsku. Velikost paprsku je funkcí proudu elektronů ve svazku. Pro zvýšení proudu elektronů ve svazku byla použita emisní tryska. Tato tryska však vykazuje nestabilitu, a proto nadále byly používány termoemisní trysky. [19]

První skenovací elektronový mikroskop, který byl použit pro zkoumání silného materiálu byl roku 1942 sestaven Vladimírem Zworykinem. Dále použil elektronový násobič, který sloužil jako předzesilovač sekundárního emisního proudu vycházejícího ze vzorku. Zworykin uvedl, že sekundární elektrony vytvářejí topografický kontrast. [3, 19]

V následujících letech C. W. Oatley a D. McMullan sestrojili tento typ mikroskopu a roku 1952 bylo jejich konstrukcí dosaženo rozlišitelné vzdálenosti 50 nm. Na jejich práci navázal K. C. A. Smith, který jako první použil skenování pomocí odklonového systému. [3]

Dalším milníkem bylo vylepšení detekce sekundárních elektronů. Roku 1960 Everhart a Thornley využili scintilátoru pro transformaci elektronů na světlo. Toto vylepšení zvýšilo množství signálů detekovaných a dále zlepšilo poměr mezi signálem a šumem. [3, 19]

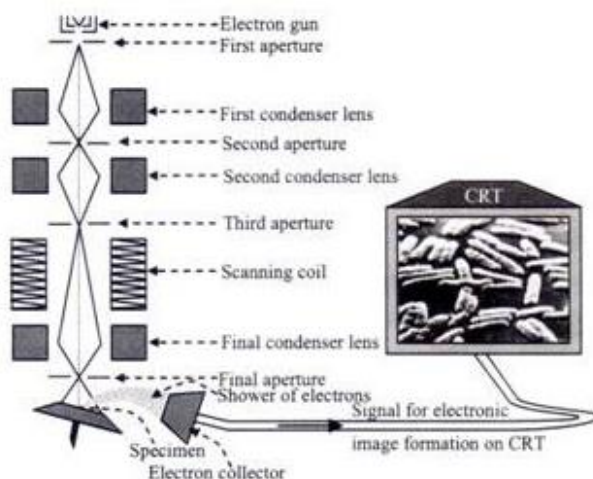
První komerčně vyráběný skenovací elektronový mikroskop byl roku 1963 sestaven Fabianem Peasem. Později bylo provedeno mnoho vylepšení, jako například použití trysky s nepřímo žhavenou elektrodou. Roku 1942 byla tryska s přímo žhavenou elektrodou nahrazena za autoemisní trysku. [3, 19]

První komerční skenovací elektronový mikroskop, který obsahoval všechny komponenty jako dnešní mikroskop byl zkonstruován roku 1965. Od tohoto roku bylo provedeno mnoho

vylepšení jako vývoj LaB<sub>6</sub> elektronovým zdrojem. Tento zdroj má vysokou hodnotu jasu, takže může být více elektronů koncentrováno na menší bod na vzorku. [19]

### 3.3 Konstrukce

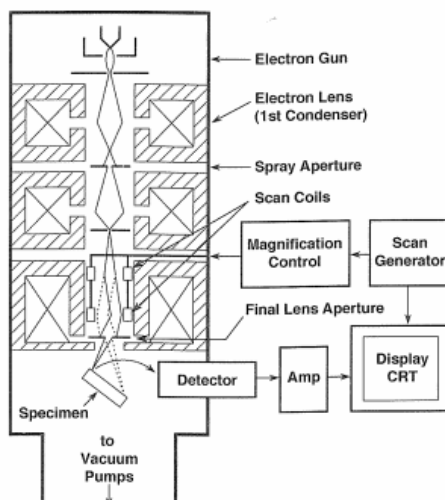
Hlavními komponenty skenovacího elektronového mikroskopu jsou elektronový sloupec a obrazovka počítače, tyto komponenty jsou vyobrazeny na Obrázku 63. Ve sloupci se nachází systém čoček, elektronová tryska, vakuový systém, držák se vzorkem a elektronový detektor. [3, 19]



Obrázek 63 - Konstrukce skenovacího elektronového mikroskopu [20]

#### 3.3.1 Elektronový sloupec

V této části skenovacího elektronového mikroskopu dochází k vytvoření stabilního elektronového svazku, k řízení jeho proudu, velikosti, tvaru a k řízení jeho pohybu. Na Obrázku 64 je schematické znázornění elektronového sloupce. Elektronové trysky byly zmíněny v kapitole 2. [3]



Obrázek 64 - Schematické znázornění elektronového sloupce [3]

### 3.3.1.1 Elektronové čočky

Elektronové čočky slouží ke zmenšení průměru paprsku elektronů. Pro skenovací elektronovou mikroskopii je zapotřebí tenkého elektronového svazku.

#### 3.3.1.1.1 Kondenzační čočka

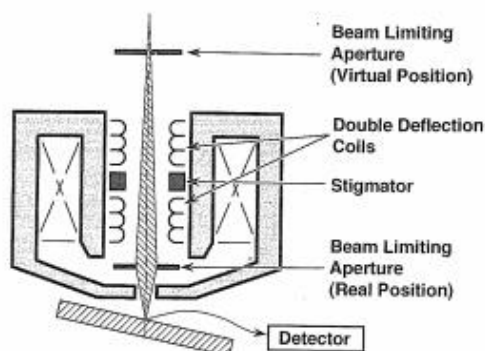
Pro zmenšení průměru paprsku je obvykle zapotřebí jedné až tří kondenzačních čoček. První čočka je proměnlivá a určuje velikost zmenšení. Pokud mikroskop obsahuje druhou kondenzační čočku, pak jsou nastavovány obě čočky pro dosažení požadovaného průměru paprsku. [3, 10]

#### 3.3.1.1.2 Objektiv

Poslední čočka ve sloupci fokusuje elektronový paprsek na povrch vzorku. Tato čočka je mnohem silnější než kondenzační čočka a protéká jí více proudu, proto je obvykle chlazena vodou. Objektiv musí být konstruován tak, aby do něj mohly být vloženy skenovací cívkky, stigmátor a apertura omezující svazek. Existují tři základní konstrukce objektivu. [3]

##### 3.3.1.1.2.1 Dírková komora

Při tomto provedení je vzorek umístěn vně čočky a její magnetické pole. Asymetrická dírková komora, vykreslena na Obrázku 65, je nejčastějším objektivem. Magnetické pole je udržováno pouze v čočce, což vytváří nad vzorkem oblast bez působení pole. Tato skutečnost umožňuje detekci sekundárních elektronů. Vzorek musí být umístěn velmi blízko čočky, aby byl minimalizován výskyt vad, neboť jak ohnisková vzdálenost, tak i výskyt vad roste s rostoucí vzdáleností vzorku. Jelikož je vzorek umístěn mimo objektiv, nejsou přísné požadavky na jeho velikost. [3]

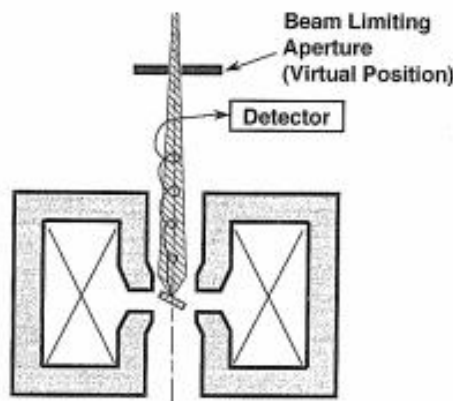


Obrázek 65 - Schematické znázornění dírkové komory [3]

##### 3.3.1.1.2.2 Imerzní čočka

Imerzní čočka, jejíž schématické znázornění je na Obrázku 66, je sestrojena tak, že se vzorek nachází uvnitř ní a jejího magnetického pole. Jelikož je vzorek umístěn uvnitř, může dosahovat velikosti maximálně 5 mm. Vady této čočky jsou tímto řešením minimalizovány, neboť závisí na ohniskové vzdálenosti, která je za těchto okolností velmi malá. Na vzorek působí magnetické pole čočky. Po vytvoření sekundárních elektronů způsobí aplikované magnetické pole změnu jejich trajektorie na spirální, a tím jsou vedeny přímo k detektoru umístěnému nad čočkou. Při této konstrukci objektivu je většinou využíváno TTL detektoru, neboť sekundární elektrony mohou být odděleny od elektronů zpětně odražených. Toto je způsobeno tím, že zpětně

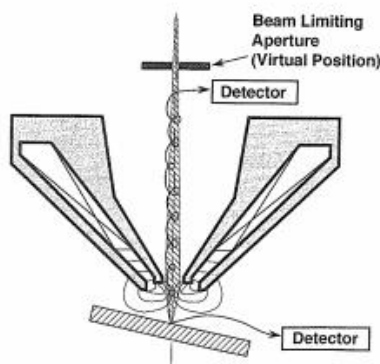
odražené elektrony mají vysokou hodnotu energie, a tak jsou méně přitahovány magnetickým polem a k detektoru se nedostanou. [3]



Obrázek 66 - Schematické znázornění imerzní čočky [3]

### 3.3.1.1.2.3 Snorkelova čočka

Snorkelova čočka je zobrazena na Obrázku 67. Vzorek je zde umístěn pod čočkou, avšak silné magnetické pole čočky na něj působí. Toto konstrukční řešení kombinuje nejlepší vlastnosti obou předchozích objektivů. Má nízké vady jako imerzní čočka, ale je možno zde umístit velké vzorky. Mohou také být použity oba typy detektorů, tedy jak Everhart-Thornleyho detektor, tak i TTL detektor. [3]



Obrázek 67 - Schematické znázornění Snorkelovy čočky [3]

### 3.3.1.2 Držák se vzorkem

Držák skenovacího elektronového mikroskopu slouží nejen jako podpora vzorku, ale i k jeho manipulaci. Držák se může pohybovat horizontálně, tedy ve směru osy x a y, vertikálně-ve směru osy z, může se natáčet a rotovat. Horizontální pohyb slouží k výběru zkoumané oblasti, vertikální pohyb ke změně rozlišitelné vzdálenosti a hloubce ostrosti. [3, 18]

### 3.3.1.3 Vakuový systém

Uvnitř komory se vzorkem musí být udržováno vysoké vakuum v rozsahu  $10^{-3}$  až  $10^{-4}$  Pa, aby byl zajištěn koherentní paprsek elektronů. Obecně platí, že čím je vakuum vyšší, tím je kontaminace vzorku nižší. [1, 3]

Elektronové mikroskopy obsahují obvykle dvě vakuové pumpy, jednu pro odčerpání vzduchu a druhou pro zajištění vysokého vakua. Pumpy pro zajištění vysokého vakua mohou být difuzní, turbomolekulární, iontové, nebo kryogenické. [1, 3]

Difuzní pumpy sestávají ze zahřívacích plátů a otvorů pro únik páry. Pláty zahřejí syntetické oleje, které mají nízký tlak páry, aby bylo zamezeno kontaminaci. Při úniku olejových par jsou zachyceny molekuly vzduchu a společně jsou vyvedeny otvory ven z komory mikroskopu. Turbomolekulární pumpy využívají turbíny pro odčerpání vzduchu. Iontový vakuový systém odčerpává vzduch na základě ionizace. Tento systém obsahuje katodu, ze které jsou emitovány elektrony, které jsou následně zakřiveny do spirály díky působícímu magnetickému poli. Vznikne pak ionizovaný vzduch, který je zachycen pomocí katody a odveden z mikroskopu. Kryogenické pumpy využívají tekutý dusík pro ochlazení molekul vzduchu. Vznikne tak chladný povrch, který efektivně odstraňuje vzduchové molekuly. [1]

Pro výměnu vzorku jsou používány dvě metody. Buď je vyvětrána celá komora, nebo je využito vzduchové komory, zatímco je v komoře se vzorkem stále udržováno vakuum. [3]

#### **3.3.1.4 Detektory**

Signály detekované při skenovací elektronové mikroskopii jsou sekundární a zpětně odražené elektrony. Obvykle je používán Everhart-Thornleyho detektor, přičemž mohou být použity oba způsoby uspořádání, TTL detektor a polovodičový detektor. Tyto detektory byly podrobně popsány v kapitole 2. [3]

### **3.4 Příprava vzorku**

Příprava vzorku je naprostou nezbytností pro mikroskopii a analýzu. Každý vzorek, který bude podroben skenovací elektronové mikroskopii musí projít nějakou formou přípravy. [3, 18]

Existuje velké množství druhů vzorků. Pro zjednodušení jsou rozděleny do 6 skupin podle charakteristiky. Každá skupina tak může mít jiné požadavky na přípravu vzorku. Je však nutné s těmito skupinami pracovat opatrně a ne exaktně, neboť mnoho vzorků je složeno z materiálu z více skupin. [18]

První skupinou jsou kovy, jejich slitiny a kovové materiály. Tyto materiály se vyznačují svou vysokou elektrickou vodivostí, chemickou stabilitou a odolností vůči poškození způsobenému radiací. Tepelná vodivost se u kovů liší. [18]

Mezi další skupiny patří tvrdé, suché anorganické látky, suché přírodní organické materiály, syntetické organické polymerní materiály, biologické organismy a materiály a vlhké a tekuté vzorky. Prvky jsou do těchto skupin zařazeny zejména podle elektrické a tepelné vodivosti, chemické stability a citlivostí na radiaci, které má za následek poškození vzorku. [18]

#### **3.4.1 Příprava kovových vzorků, jejich slitin a kovových materiálů**

Způsob přípravy vzorku se odvíjí od analýzy, nebo zobrazování, které bude na skenovacím elektronovém mikroskopu provedeno. Příprava vzorku na topografii je odlišná od přípravy vzorku na mikrochemickou analýzu. [3]

### **3.4.1.1 Příprava vzorku pro povrchovou topografii**

Nespornou výhodou skenovací elektronové mikroskopie je, že mnoho vzorků je možno zkoumat, aniž by došlo k jejich přípravě. Je však nezbytně nutné, aby byl vzorek ořezán na požadovanou velikost. Tato velikost je dána velikostí držáku, na kterém bude vzorek umístěn. Je také nutno dbát na to, aby při vyřezávání vzorku nedošlo k jeho kontaminaci nebo zničení. [3, 18]

Dalším nezbytným krokem v přípravě je čištění vzorku. Čištění nelze považovat za jednorázovou činnost, ale spíše jako kontinuální proces, který je potřeba opakovat během přípravy. Při tomto procesu jsou odstraňovány jakékoliv částice, které nejsou pevnou součástí vzorku. Pokud tedy v dalším procesu přípravy vzorku dojde k jeho kontaminaci, musí být vzorek znovu očištěn, než se přistoupí k další operaci. Čištění vzorku probíhá ve vhodném rozpouštědle, jako je například aceton, a následně je použit ultrazvukový čistič. Zbylá rezidua povlaku na vzorku mohou být odstraněna pomocí methanolu. Zvolené rozpouštědlo by však nemělo poškodit vzorek, nebo jakkoliv změnit jeho povrch. [3, 18]

Existují dva druhy čištění, a to bezkontaktní, kdy nedochází k žádnému kontaktu vzorku s čisticím. Dalším druhem je kontaktní čištění, kdy dochází k fyzickému nebo i chemickému kontaktu. Je zřejmé, že se přednostně používá bezkontaktní čištění, jelikož se tak předejde poškození povrchu vzorku. Pomocí čisticích se z kovových vzorků odstraňují minerální a organické oleje, mastnota, barva a anorganické a organické chemikálie na povrchu. [18]

Pokud vzorek obsahuje jemné částice, které by se mohly snadno oddělit od povrchu vzorku je nejlepší variantou vzorek vůbec nečistit. [3]

Poté, co je vzorek nařezán a očištěn je upevněn do držáku. Obvykle je připevňován pomocí vodivé barvy, popřípadě pomocí vodivé pásky. Vodivé pásky mohou být uhlíkové, nebo měděné. Vzorek je však možné připevnit i nevodivým lepidlem. V tomto případě je nutné, aby byl vzorek pokryt páskem vodivé barvy, popřípadě byl uzemněn vodivou páskou. Bude tak zajištěna vodivá stopa pro elektrické uzemnění. Aplikace této vodivé vrstvy je nutná i v případě, že kovový vzorek obsahuje keramické částice. [3]

### **3.4.1.2 Příprava vzorků pro mikrostrukturální a mikrochemickou analýzu**

Mikrostrukturální a mikrochemická analýza skenovacích elektronových mikroskopů umožňuje zobrazení složek a struktury kovů a slitin. Příprava vzorku pro takovou analýzu se shoduje s přípravou vzorku pro světelnou mikroskopii. [3]

Správná příprava vzorku je nezbytně nutná, jelikož mikrostruktura a mikroanalýza by nevhodnou přípravou mohla být pozměněna nebo vyhodnocena nesprávně. [3]

#### **3.4.1.2.1 Výběr vzorku a jeho příprava**

Prvním krokem k analýze materiálu je vhodný výběr oblasti vzorku pro zkoumání a přípravu. Tento krok je velmi důležitý, neboť vzorky vyžadují leštící proces, který je časově i finančně náročný. [3]

Tato oblast pak musí být vyřezána ve vhodné velikosti, která je obvykle jen několik centimetrů čtverečních. Během řezacího procesu je nutné, aby vzorek nebyl poškozen. Poškození je ve

většině případů způsobeno přílišným ohřátím řezacího nástroje. Z tohoto důvodu je nástroj chlazen vodou. Další příčinou poškození je přílišná deformace. Zóna deformace může být minimalizována, pokud bude pro řezání využito diamantového kotouče, nebo suspenzního kotouče pily. [3, 18]

Další kroky se odvíjí od velikosti vzorku a informace, která je pomocí analýzy získávána. Vzorek může a nemusí být vložen do držáku. Pokud je však vzorek malý, je držák nezbytný [3]

Při výběru materiálu držáku je nutné, aby materiál, z něhož bude vyhotoven byl nevodivý a aby výška držáku byla v souladu s velikostí komory, do které bude spolu se vzorkem vkládán. Obecně se jedná o 1 až 2 cm. [3]

#### **3.4.1.2.2 Broušení a leštění**

Leštění vzorku probíhá postupně pomocí více abrazivních materiálů. První leštění zahrnuje hrubé broušení, kdy jsou odstraněna poškození způsobena řezacím procesem. Dále jsou postupně používány jemnější a jemnější brusky. Tento krok je velmi flexibilní a odvíjí se od výchozího stavu povrchu materiálu, tedy jeho drsnosti a tvrdosti. Při broušení dochází k velkému uvolnění tepla, což by mohlo mít za následek znehodnocení vzorku, proto jsou tyto procesy chlazeny. [3]

Jakmile je vzorek vybroušen přichází na řadu leštění, které zajistí rovnou plochu bez rýh. Při leštění, případně lapování, vzorku abrazivy jsou použity částice o velikosti od 30  $\mu\text{m}$  do částic o velikosti 1  $\mu\text{m}$ , nebo méně. Deformace způsobené brusným a leštícím procesem mohou být odstraněny elektrolytickým leštěním, tato varianta nastává jen pro některé vzorky, zejména ty, které jsou vyhotoveny z měkkých materiálů. Výsledným produktem tohoto kroku je vyleštěný, rovný povrch bez rýh. [3]

Pro mikrostrukturální analýzu je zapotřebí leptání vzorku. To je provedeno za pomoci chemikálií, tepleného tónování nebo tónovacího leptání. Tónovací metody však způsobují vznik oxidační vrstvy na povrchu vzorku, což je pro skenovací elektronovou mikroskopii nepřijatelné. Leptání umožňuje pohled do mikrostruktury pomocí selektivního rozpouštění mikrostrukturálních komponent. Začíná se s krátkými leptacími časy, aby bylo zamezeno přílišnému leptání, což by mohlo znehodnotit informace, které vzorek obsahuje. Alternativně lze místo leptání využít zobrazování pomocí zpětně odražených elektronů. [3]

Posledním krokem před vyšetřením vzorku je jeho povlakování tenkou vodivou vrstvou. Tento krok není nezbytný, pokud je zajištěna vodivá vrstva k uzemnění. [3]

#### **3.4.1.2.3 Příprava na mikroanalýzu**

Příprava vzorku pro mikroanalýzu je ve většině případů stejná jako příprava pro mikrostrukturální analýzu. Je však nutné zamezit výchylky rentgenového záření, které mohou být emitovány z materiálu držáku, nebo mohou vzniknout při leštění materiálu díky neúplnému odstranění leštící sloučeniny ze vzorku. Tato leštidla mohou obsahovat několik druhů částic, které mohou mít za následek tyto výchylky v rentgenovém spektru. [3]

Kvalitní rentgenová analýza vyžaduje, aby byl vzorek perfektně plochý. Aby byl tento předpoklad zajištěn jsou provedeny stejné operace jako pro leštění vzorku při mikrostrukturální

analýze. Pro kvalitní analýzu je zapotřebí také eliminovat veškeré rýhy. Plochostí vzorku bude zajištěna minimální topografie. Vzorek musí být tedy vyleštěn, ale nesmí být leptán. [3]

Velké množství vzorků má mnoho vrstev o různých tvrdostech, což vede k nespojitostem na mezifázovém rozhraní. Tyto skoky lze upozorovat i na hranicích zrn. Tuto skutečnost je však možné minimalizovat pomocí leštících utěrek. Nespojitost ve vzorku může mít za následek chybovost v kvalitativní analýze, protože tyto skoky pohlcují rentgenové záření. [3]

Někdy je před kvalitativní analýzou nutno vzorek naleptat a zkoumat ho pomocí světelné mikroskopie. Po této analýze je nutno, aby byl vzorek znovu vyleštěn, aby byla odstraněna naleptaná vrstva. Tento proces leštění, naleptání a další leštění může způsobit, že povrch vzorku už nebude dostatečně rovný. [3]

### **3.5 Možnosti a limity**

Skenovací elektronová mikroskopie je univerzálním nástrojem pro zkoumání materiálu. Při interakci svazku elektronů s kovovým povrchem vzorku vzniká mnoho signálů, ale pro tento typ elektronového mikroskopu jsou rozhodujícími signály zejména sekundární a zpětně odražené elektrony. Pomocí nich lze získat informace o topografii (sekundární i zpětně odražené elektrony), kompozici (zpětně odražené elektrony), orientaci zrn (zpětně odražené elektrony), elektrickém (sekundární elektrony) a magnetickém poli (sekundární i zpětně odražené elektrony) a o proudu elektronů ve svazku (elektrony absorbované vzorkem). [3, 6, 19]

Tento mikroskop provádí měření až do hloubky v řádu mikrometrů, což je přibližně 10 000 atomových vrstev. Tato hloubka je dána ztrátou energií elektronů, která je způsobena nepružným rozptylem. Pružný rozptyl naopak způsobí odklon svazku od původní trajektorie. [6]

Skenovací elektronové mikroskopy dosahují rozlišitelné vzdálenosti až 2,5 nm, dále mohou vytvářet 3-D obraz, jak již bylo zmíněno dříve. Rozmanitost signálu jako jsou rentgenové záření a Augerovy elektrony mohou poskytnout informace o kompozici na povrchu vzorku. [3, 6]

Kvalitativní analýza je omezena na prvky s atomovým číslem větším než 5. Prvky s menším atomovým číslem, jako je vodík a helium, totiž neprodukují rentgenové záření. Prvky s větším atomovým číslem, jako je lithium a beryllium, naopak produkují rentgenové záření o velké vlnové délce s tak malými energiemi, že jsou absorbovány vzorkem. [6]

Dalším limitem je velikost a tvar vzorku. Existují dva typy komor se vzorky. První možností je, že se při výměně vzorku celá komora napustí na hodnotu atmosférického tlaku, tady tedy žádná omezení na velikost vzorku nejsou. Ovšem druhý typ pracuje s tzv. air lockem, jehož výhodou je, že nemusí být napuštěna celá komora, ale omezuje velikost vzorku. [18]

## 4 Transmisní elektronová mikroskopie

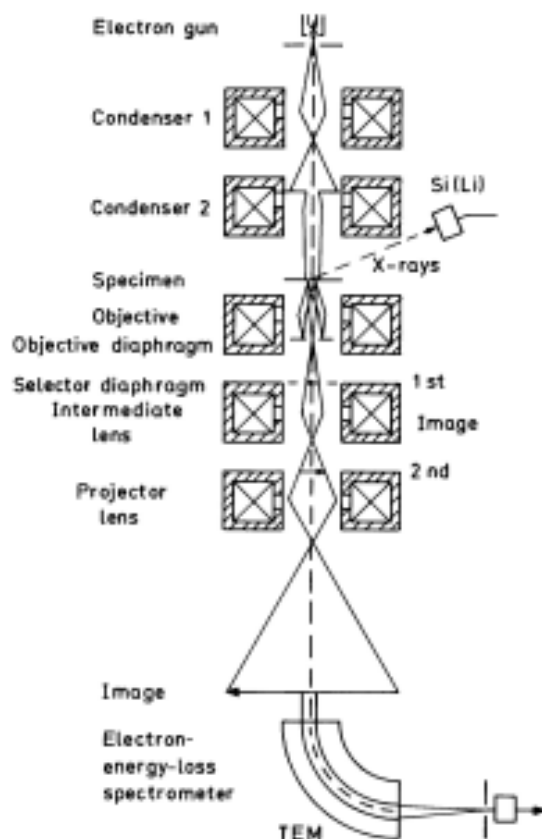
### 4.1 Úvod

Transmisní elektronový mikroskop (TEM) je univerzální nástroj pro charakterizaci vnitřní struktury materiálů až do nano rozměrů. Pomocí tohoto mikroskopu mohou být zkoumány krystalové struktury a může být provedena i chemická analýza. [1, 10]

Při transmisní elektronové mikroskopii je obraz získáván díky prozáření vzorku elektronovým paprskem. Vzorek pro tuto mikroskopii musí být velmi tenký, obvykle v řádu 5 až 100 nm. Proto je nezbytná speciální příprava vzorku, která bude zmíněna v následujícím textu. Transmisní elektronový mikroskop je založen na stejném principu jako světelný mikroskop. Vzorek je však namísto světelným paprskem prozařován svazkem elektronů. Detekují se pak zejména elektrony, které prošly tímto vzorkem a dopadly na fluorescenční obrazovku. [10]

### 4.2 Konstrukce

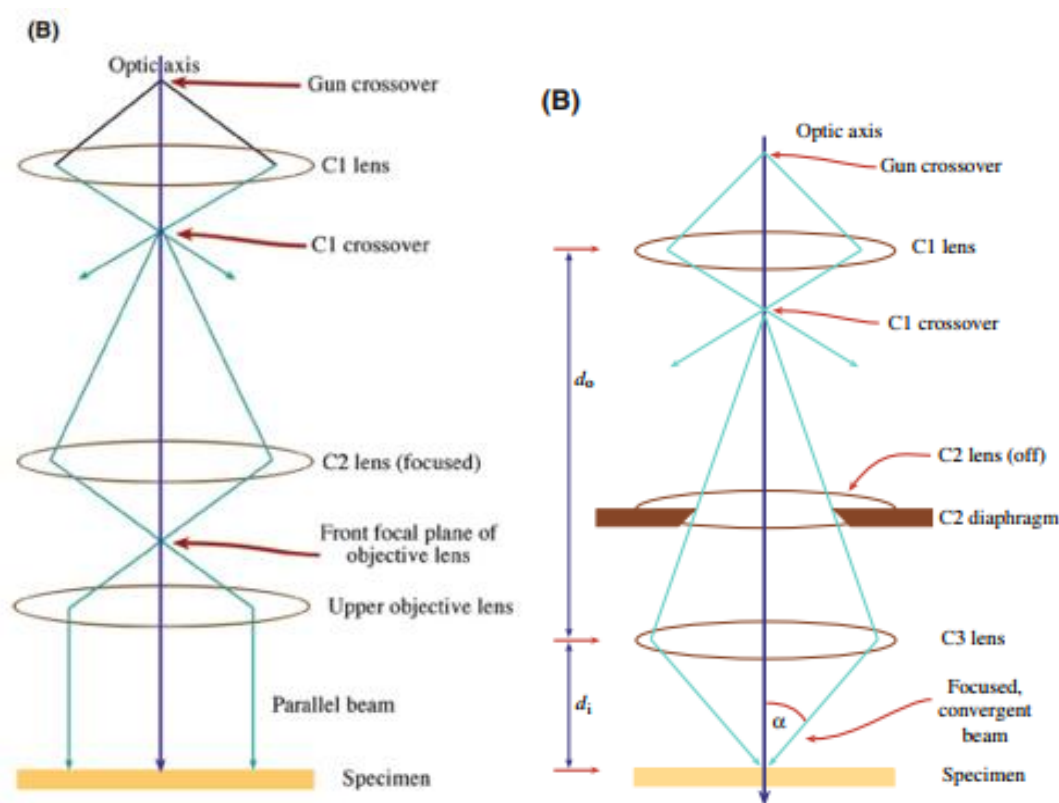
Konstrukce transmisního elektronového mikroskopu je schematicky zobrazena na Obrázku 68. Tyto mikroskopy jsou složeny z ozařovacího systému, objektivu a ze zobrazovacího systému. [1]



Obrázek 68 - Konstrukce transmisního elektronového mikroskopu [8]

### 4.2.1 Ozařovací systém

Ozařovací systém obsahuje elektronovou trysku a kondenzační čočky. Funkcí tohoto systému je vytvořit elektronový svazek a namířit ho na vzorek. Existují dva módy tohoto systému, první mód vytváří paralelní svazek a druhý vytváří konvergentní svazek. Na Obrázku 69 jsou zobrazeny oba tyto případy. [1, 10]



Obrázek 69 - Objektivy transmisního elektronového mikroskopu [1]

Elektronové trysky používané v elektronové mikroskopii byly uvedeny v kapitole 2. Systém kondenzačních čoček fokusuje elektronový svazek na povrch vzorku, který je tak ozařen a upravuje úhel apertury. Ozařovací systém obsahuje nejméně dvě kondenzační čočky. [10]

#### 4.2.1.1 Paralelní svazek

Jedná se o tradiční mód pro transmisní elektronovou mikroskopii, kdy je vzorek ozařen elektronovým paprskem, který není fokusován na jeden bod. Kondenzační čočka C1 zajišťuje tvorbu obrazu svazku elektronů, který vychází z elektronové trysky. Čočka C2 zajišťuje další fokusaci tohoto obrazu. Dalším prvkem je vrchní část objektivu, která se chová jako třetí kondenzační čočka. Úkolem této čočky je kontrola, aby elektronový svazek dopadal na povrch vzorku. Tento systém, který kombinuje kondenzační čočky a objektiv je přítomen téměř u všech transmisních elektronových mikroskopů. Jak bude svazek paralelní závisí zejména na velikosti zvětšení kondenzační čočky C2. Čím větší je zvětšení, tím silnější je čočka C2, a tím je elektronový svazek méně paralelní. [1, 10]

### 4.2.1.2 Konvergentní svazek

Konvergentní svazek je využíván zejména pro skenovací transmisní elektronovou mikroskopii. Pro dosažení fokusovaného svazku elektronů lze dojít vícero cestami. Pokud je naším cílem zmenšit oblast vzorku, která bude ozařována je zapotřebí pouze změnit kondenzační čočku C2. Bude tak fokusována. Tohoto módu je využíváno pro zobrazení obrazu elektronového svazku, čímž bude možné upravit saturaci elektronové trysky. Nebo je tak možno měřit rozměry elektronového svazku. Při tomto typu je elektronový svazek nejvíce konvergentní. Druhý mód je přednastavený v mikroskopu. Je tak vytvořen svazek o průměru menším, než je 1 nm a slouží pro analýzu materiálu. Pro dosažení tohoto stavu je však nutné, aby byl objektiv složen ze dvou různých cívek, pak je možno nastavit horní část objektivu mnohem silnější a čočku C2 úplně vypnout. Na Obrázku 69 je patrné, že navzdory tomu, že je čočka C2 vypnutá, její apertura stále modifikuje úhel konvergence  $\alpha$ . [1, 10]

### 4.2.1.3 Kondenzační objektivová čočka

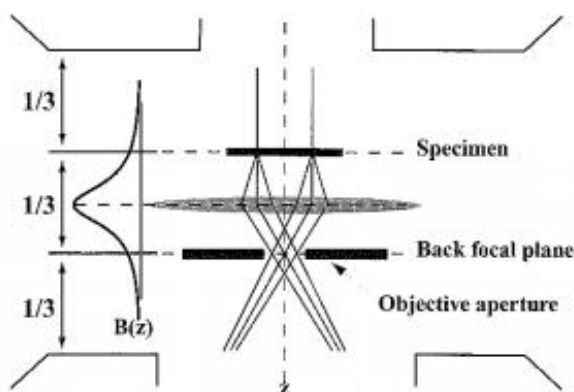
U tohoto typu čoček je magnetické pole uvnitř objektivu velmi silné. Jeho funkcí je nejen pracovat jako další kondenzační čočka, ale i zůstat fokusovaným i po tom, co svazek elektronů pronikne dovnitř materiálu vzorku. Jelikož není dosaženo ideálního paralelního svazku za použití této čočky, jsou do systému zavedeny další čočky, nazývány mini čočky. [1]

## 4.2.2 Objektiv

Objektiv spolu s držákem vzorku je pro transmisní elektronovou mikroskopii tím nejdůležitějším prvkem. Je obvykle umístěn v centru elektronového mikroskopu. Zde se odehrávají veškeré interakce svazku elektronů se vzorkem. Probíhá zde tvorba obrazu a difrakční interference. Kvalita objektivu určuje kvalitu informací, které jsou získávány ze vzorku. Existují dva typy objektivu, a to symetrické a asymetrické čočky. [1, 4]

### 4.2.2.1 Asymetrické čočky

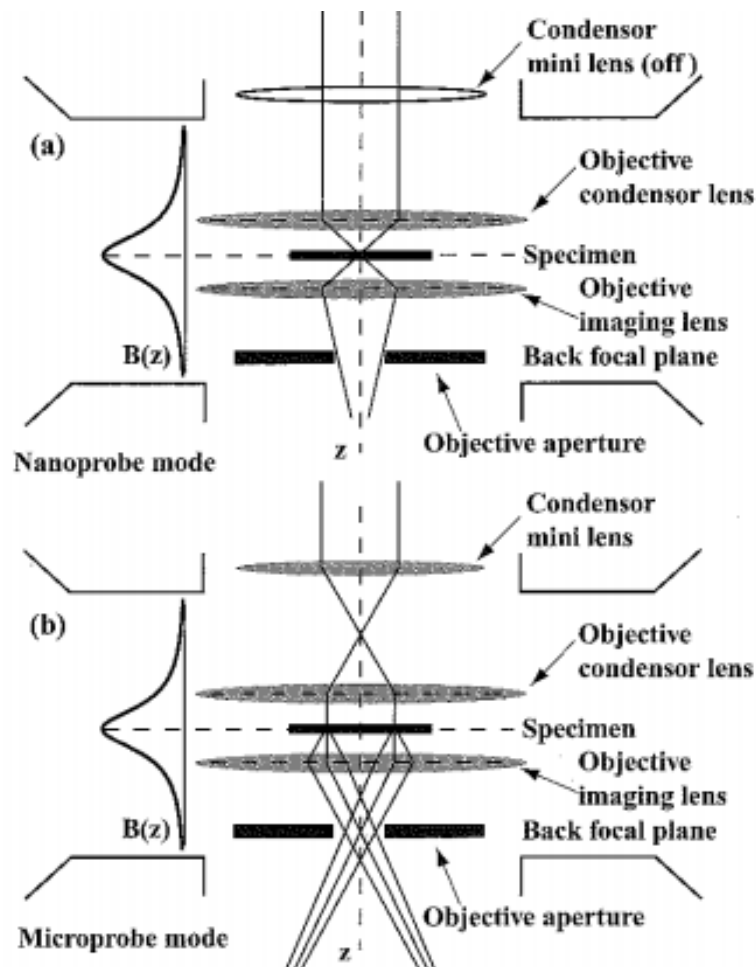
Při použití asymetrických čoček jsou vzorky umístěny v jedné třetině vzdálenosti mezi konci čočky. Toto rozmístění je znázorněno na Obrázku 70. Ve dvou třetinách je pak umístěna clona. Horní část čočky má většinou užší průměr otvoru než ta spodní, proto jsou tyto čočky nazývány jako asymetrické. [4]



Obrázek 70 - Schematické znázornění asymetrické čočky [4]

#### 4.2.2.2 Symetrické čočky

V tomto uspořádání je vzorek umístěn uprostřed mezi oběma částmi objektivu, jak je zobrazeno na Obrázku 71. Jak je z tohoto schematického znázornění patrné je u části Obrázku a) dosaženo konvergentního paprsku a u části b) je dosaženo paralelního paprsku. u symetrických čoček jsou otvory objektivu stejně velké. [4]



Obrázek 71 - Schematické znázornění symetrické čočky [4]

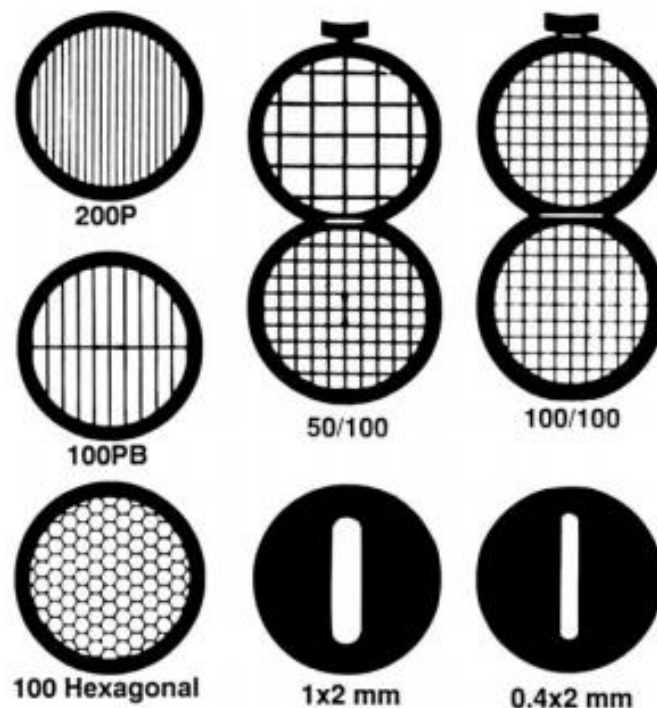
#### 4.2.3 Zobrazovací systém

Na konci celého zobrazovacího procesu transmisního elektronového mikroskopu je detekce signálů a následné zformování obrazu. Ve většině případů je využívána fluorescenční obrazovka, která po dopadu elektronu produkuje fotony o vlnové délce 450 nm. Aby byl obraz snadno čitelný lidským okem je nutno zvětšit vlnovou délku na 550 nm. Ve spektru viditelného světla odpovídá tato vlnová délka zelené barvě. Tohoto navýšení je dosaženo povlakem ZnS, který je umístěn na povrch obrazovky. Mnoho moderních transmisních elektronových mikroskopů stále obsahuje fluorescenční obrazovky. Ale ani tato oblast neodolá digitalizujícímu trendu a ty nejmodernější mikroskopy již obsahují displej, který je umístěn mimo sloupec. Digitalizace také umožňuje následný post processing. [1, 10]

### 4.3 Příprava vzorku

Příprava vzorku je důležitou částí transmisní elektronové mikroskopie, neboť vzorek musí být natolik tenký, aby jím prošly elektrony. Vzorky jsou rozděleny do dvou skupin. Na vzorky, co musí být umístěny na podporné mřížce, a na ty, co podpůrnou mřížku nepotřebují. Tato mřížka je většinou vyrobena z mědi, nebo zlata, niklu, beryllia, uhlíku, nebo olova. Metoda přípravy vzorku závisí na informaci, kterou chceme pomocí mikroskopie získat. [1, 10]

Je-li vzorek tvořen jedním materiálem, pak není zapotřebí využít žádnou podporu. Ostatní druhy vzorků musí být umístěny na mřížku. Pokud bude použita mřížka, pak má vzorek průměr 3 mm. Používané typy mřížek, které jsou vyobrazeny na Obrázku 72, se odlišují tvarem mřížky a tvarem. [1]



Obrázek 72 - Mřížky pro transmisní elektronovou mikroskopii [1]

Jelikož je vzorek pro transmisní elektronovou mikroskopii velmi tenký, je manipulace s ním možná pouze pomocí vakuových pinzet. [1, 10]

### 4.4 Příprava vzorku bez podpory

#### 4.4.1 Příprava vzorku pro konečné ztenčení

Tato příprava se skládá ze tří následujících kroků. Prvním krokem je prvotní ztenčení materiálu na 100–200  $\mu\text{m}$ . Poté je z materiálu vyřezán kotouč o průměru 3 mm. Posledním krokem před je ztenčení střední oblasti z jedné, nebo z obou stran tohoto disku na několik mikrometrů. Metoda, která je pro přípravu vzorku vhodná závisí na charakteristice materiálu. [1, 21]

#### **4.4.1.1 Ztenčení materiálu**

Pokud se jedná o tvárné materiály, jako jsou například kovy, není vhodné, aby byl materiál mechanicky poškozen. Proto se využívá strunová pila, kotoučová pila, nebo jiskrová eroze. Těmito nástroji je možno vyřezat materiál o tloušťce menší, než 200  $\mu\text{m}$ . Zatímco pro křehké materiály, jako je keramika, existují dva případy. Prvním je nemožnost mechanického poškození a ve druhém na poškození nezáleží. Materiály s definovanou rovinou štěpení je možno opakovaně oddělit žiletkou. Pokud je zapotřebí zkoumat rovinu, která nesouhlasí s rovinou štěpení je nutno řezat materiál diamantovou kotoučovou pilou. [1, 21]

#### **4.4.1.2 Řezání kotouče**

Pokud je materiál tvárný, a mechanické poškození není rozhodující, pak disky vzorku mohou být vyrobeny pomocí mechanického průbojníku. Pokud je toto zařízení dobře navrženo, pak je dosaženo minimálního poškození v okolí obvodu nástroje. Pro křehčí materiály je využíváno buď jiskrové eroze, ultrazvukového vrtání, nebo broušeného vrtání. [1]

Nástroj pro řezání kotouče je tvořen trubkou o velikosti vnitřního průměru 3 mm. Je třeba, aby stěny trubky byly co nejtenčí, což způsobí menší množství odpadu. Jiskrová eroze je využívána pro vodivé materiály a zajišťuje nejmenší velikost poškození. Při použití ultrazvukového, nebo broušeného vrtání je řezání docíleno mechanickým způsobem a dochází tak k mechanickému poškození. Jsou využívány zejména pro keramiky a polovodiče. Tyto brusné metody produkují oblast poškození, která je 3x větší než oblast broušení. [1]

#### **4.4.1.3 Ztenčení střední oblasti vzorku**

Cílem tohoto kroku je ztenčit střed kotouče a minimalizovat poškození na povrchu vzorku. Jakékoliv poškození způsobené tímto krokem bude odstraněno konečným procesem přípravy vzorku. Pro broušení a leptání je využíváno nástroje o malém poloměru, který zajistí konstantní poloměr zaoblení. Pomocí tohoto nástroje je možno dosáhnout tloušťky materiálu až 10 mikrometrů. [1, 21]

Po broušení a leptání následuje leštění, které probíhá postupně od největších úběrů, po ty nejmenší. Čím lépe bude vzorek vyleštěn, tím kvalitnější bude konečný vzorek. [1]

### **4.4.2 Konečné ztenčení vzorku**

#### **4.4.2.1 Elektrolytické leštění**

Toto leštění může být použito jen pro elektricky vodivé materiály, jako jsou kovy a slitiny. Ztenčení vzorku probíhá bez mechanického poškození, může však být pozměněno chemické složení vzorku. [1]

Po dosažení požadované tloušťky vzorku je nutné, aby byl vzorek omyt ve vhodném rozpouštědle. Bude tak odstraněno veškeré residuum elektrolytu, které by mohlo způsobit nechtěné leptání povrchu. [1]

#### **4.4.2.2 Iontové vymílání**

Při iontovém vymílání dochází k bombardování velmi tenkého vzorku ionty, nebo neutrálními atomy. Dochází tak k odstranění vrstvy materiálu, dokud není dosaženo dostatečně tenkého vzorku pro zkoumání transmisním elektronovým mikroskopem. Iontový paprsek vždy do určité míry projde vzorkem. Aby byla tato skutečnost minimalizována je usměrněn náklon mezi povrchem vzorku a paprskem iontů. [1]

Při ionizujícím vymílání je typické postupovat od rychlých vymílacích procesů, kdy je na vzorek aplikován paprsek těžkých iontů pod vysokým úhlem náklonu, a postupně tento proces zpomalovat. [1]

Pro téměř všechny materiály je doporučeno chlazení vzorku, jelikož iontový paprsek by jinak mohl ohřát vzorek až na 200 °C. Iontové vymílání je vhodné pro keramiku, kompozice, polovodiče i slitiny. [1]

### **4.5 Příprava vzorku na mřížce**

Pro tento typ přípravy jsou na mřížku umístěny drobné částičky vzorku. Mezi mřížkou a vzorkem se nachází tenká vrstva amorfni, nebo krystalické látky. Tato vrstva musí mít po celém povrchu stejnou tloušťku, aby minimálně ovlivňovala zobrazování vzorku umístěném na ní. Částice vzorku buď přilnou k vrstvě, nebo jsou drženy mezi dvěma mřížkami. [1]

#### **4.5.1 Elektrolytické leštění**

Elektrolytické leštění lze použít pro velké množství kovů a slitin. Výsledkem jsou velké oblasti vyleštěného materiálu. Prvním krokem elektrolytického leštění je řezání materiálu o tloušťce 0,1 – 0,5 mm na čtverec o délce stěny 10 mm. Poté jsou rohy tohoto čtverce natřeny polymerním lakem, který je odolný vůči kyselinám. Nepokrytá část vzorku je namočena do elektrolytu. Na vzorek je aplikováno napětí, které zajišťuje, že se elektrolyt uchytí na povrchu vzorku. Elektrolyt způsobí kontrolovaný úbytek na tloušťce materiálu. V průběhu celého procesu musí být zajištěna provozní teplota a napětí na konstantní hodnotě. Po dosažení požadované tloušťky je nutno očistit vzorek. Výsledkem tohoto leštění je ztenčení vzorku jen v centrální oblasti. [1, 21]

#### **4.5.2 Ultramikrotomie**

Mikrotom je nástroj pro řezání extrémně tenkých vzorků. Pro transmisní elektronovou mikroskopii jsou využívány vzorky o tloušťce menší, než je 100 nm. Ultramikrotomie je využívána pro měkké materiály, jako jsou biologické vzorky a polymery. Tuto technologii lze využít pro vícefázové materiály. Další výhodou je, že při řezání nedochází k chemické modifikaci materiálu. Ultramikrotomie však vyžaduje zlomení a deformaci materiálu, což není vhodné pro vzorky, které nesmí být mechanicky poškozeny. [1]

Během tohoto procesu je vzorek řezán čepelí nože, který může být zhotoven ze skla, nebo z diamantu. Může dojít ke dvěma případům. V prvním je měkký vzorek řezán nožem a ve druhém je vzorek podroben kontrolovanému lomu. Kontrolovaný lom je aplikován na vzorky o větší tvrdosti. [1]

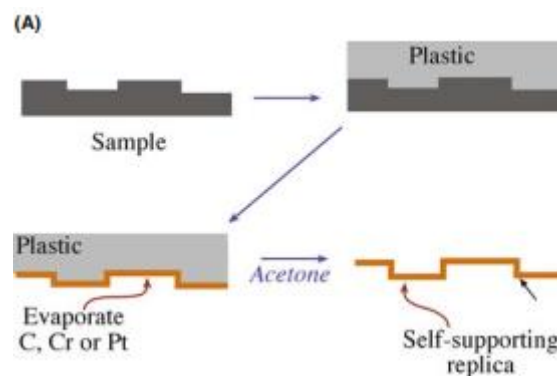
### 4.5.3 Broušení a drcení

Tato metoda je vhodná pro křehké materiály. Drcení probíhá ve hmoždíři, většinou za přítomnosti tekutiny. Kapka této tekutiny je pak umístěna na vrstvu na mřížce. V suchém prostředí se však odpaří a zanechá částice na mřížce. [1]

Pokud je zapotřebí, aby byl vzorek nadrcen v suchém stavu je zde nebezpečí, že elektrostatické síly způsobí spojení částic, což může způsobit obtíže v umísťování vzorku na mřížku. Tato obtíž může být napravena smícháním částic s epoxidem a následnou ultramikrotomií této směsi. [1]

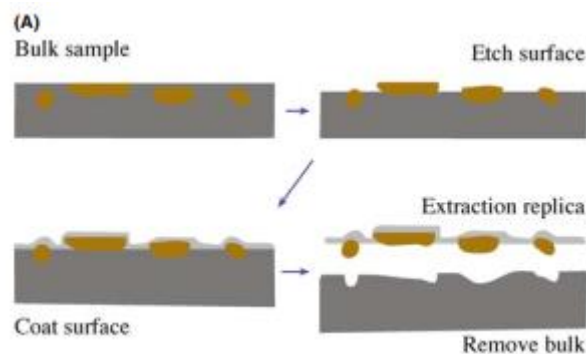
### 4.5.4 Replikace a extrakce

Tato metoda patří k nejstarším metodám přípravy vzorku pro transmisní elektronovou mikroskopii. Slouží pro studium lomových struktur a topografií vzorku. Princip replikace je zobrazen na Obrázku 73. V prvním kroku je na povrch vzorku nanesen aceton. Poté je na vzorek aplikována vrstva plastického materiálu. Po zatvrdnutí plastického materiálu je tato vrstva sejmuta. V následujícím kroku je na plast aplikována vrstva uhlíku, chromu, nebo olova. Plast je poté roztaven pomocí acetonu, přičemž vrstva uhlíku si zachovává původní topografii. [1]



Obrázek 73 - Metoda replikace a extrakce [1]

Metoda extrakce replikace je zobrazena na Obrázku 74. Matrice obsahující částice je naleptána, což způsobí, že částice materiálu vystoupí z povrchu. Na tento povrch je aplikována vrstva amorfni uhlíkové látky. Poté je leptán zbytek matrice a částice jsou tak zcela uvolněny. [1]



Obrázek 74 - Extrakce replikace [1]

## 4.6 Možnosti a limity

Ačkoliv je transmisní elektronový mikroskop velmi univerzálním nástrojem pro zkoumání nanostruktur materiálu se zvětšením až 1500000x a rozlišitelnou vzdáleností až 0,1 nm má i mnoho nevýhod. Tou největší je samotná příprava vzorku, který musí být dostatečně tenký, jinak neposkytne žádné informace. [1]

Dále je nebezpečí, že ionizující záření poškodí vzorek. Pravděpodobnost poškození však klesá s využitím elektronových trysek o vyšší intenzitě spolu s citlivějšími detektory. Dále je možné využít následného počítačového zpracování, kdy je vylepšen šum obrazu. [1]

Jelikož je výstupním obrazem transmisního elektronového mikroskopu 2-D obraz, který vznikl z 3-D obrazu je možná špatná interpretace. Obrazy vytvořené tímto mikroskopem nemají hloubku ostroty, neboť jsou snímány z velmi tenkého vzorku. Proto je transmisní elektronová mikroskopie doplněna i jinými technologiemi jako jsou techniky využívající fokusovaný iontový svazek, skenovací elektronový mikroskop a Augerova spektroskopie. Další možností je elektronová tomografie, kdy je 3-D obraz vytvořen skladbou obrazů získaných při různých natočení vzorku. [1]

Před zkoumáním vzorku pomocí transmisní elektronové mikroskopie je vzorek podroben zkoumání pomocí jiných technik, které nejsou tak invazivní a zajišťují lepší využití vzorku. Ale tyto techniky mají horší rozlišitelnou vzdálenost. Mezi tyto techniky patří zkoumání vzorku pohledem, světelným mikroskopem a pomocí skenovací elektronové mikroskopie. [1]

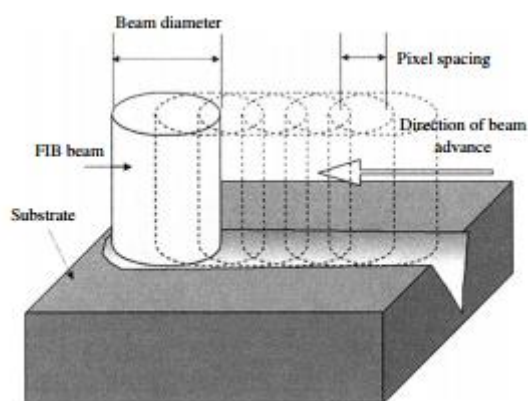
## 5 Podstata iontové optiky

### 5.1 Úvod

Elektrony nejsou jedinými nabitými částicemi, které mohou být urychlovány a fokusovány s využitím elektrických a magnetických polí. Atomy jsou složeny z kladně nabitého jádra a elektronového obalu. Obvykle jsou atomy neutrální, neboť obsahují stejné množství protonů a elektronů. Mohou se však vyskytovat i atomy, kterým elektrony chybí, nebo naopak přebývají. Předmětem této kapitoly jsou atomy, které mají o jeden, nebo více elektronů méně než protonů. Takové atomy pak mají kladný náboj a mohou být urychlovány, vychylovány a fokusovány podobně jako elektrony. Nejdůležitějším rozdílem mezi elektrony a ionty je hmotnost, kdy ten nelehčí iont je 2000krát těžší než elektron. [12, 14, 22]

Konstrukce přístroje využívající metodu fokusovaného iontového svazku je velmi podobná konstrukci skenovacího elektronového mikroskopu. Namísto elektronového svazku však využívá svazku iontů. Iontový paprsek je schopen uvolnit neutrální i nabitě částice z povrchu vzorku. Ionizované atomy a molekuly vytržené ze vzorku jsou nazývány jako sekundární ionty. Tyto sekundární ionty pak mohou být využity pro vytvoření obrazu a ke kompozitní analýze. Spolu se sekundárními ionty jsou vlivem bombardování vzorku svazkem iontů vytvořeny také sekundární elektrony, které mohou být využity stejně jako u skenovací elektronové mikroskopii pro vytvoření obrazu.[14]

Fokusovaný iontový svazek může být použit nejen pro tvorbu obrazu, nebo analýzu materiálu, ale také k modifikaci vzorku pomocí mikro-obrábění. Jakmile svazek elektronů dopadne na povrch materiálu je atomům v místě dopadu a jeho blízkém okolí dodána energie. K mikro-obrábění dochází, pokud je tato energie dostatečně velká, aby byly atomy vytrženy z povrchu materiálu. Mikro-obrábění tak umožňuje přesné a lokalizované vyrážení atomů ze vzorku. Tím dochází k vymílání (odprašování) materiálu. Princip tohoto obrábění je zobrazen na Obrázku 75, kde je svazek iontů posouván z místa na místo, a tato místa se navzájem překrývají. [12, 22]



Obrázek 75 - Princip mikro-obrábění [22]

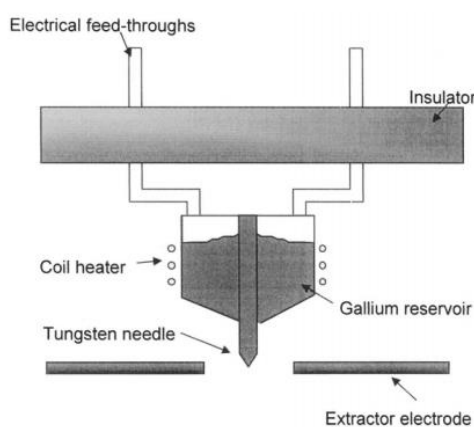
Mikro-obrábění je primárním použitím fokusovaného iontového svazku a je využíváno pro výrobu, analýzu, nebo opravu součástek. Praktické využití tak nachází v polovodičovém průmyslu. V tomto případě je svazek iontů využíván pro řezání a průřez oblasti, kde je

přepokládáno poškození a pro modifikaci tohoto zařízení. Dráty a tím i vodivé cesty mohou být připojeny, nebo naopak odpojeny od integrovaného obvodu za pomoci řezání mikro-  
obráběním. Mezi další aplikace jsou zařazeny příprava vzorku pro transmisní elektronovou  
mikroskopii, materiálová analýza pro SIMS a oprava optických a rentgenových masek. [12, 22]

## 5.2 Zdroj iontů

### 5.2.1 Zdroj iontů s tekutým kovem

Tento zdroj je používán ve většině případů pro vytvoření nabitého svazku iontů. Ostatní typy  
zdrojů jsou používány jen ve speciálních aplikacích. Jak je schematicky znázorněno na  
Obrázku 76 se tyto zdroje skládají z ostré wolframové jehly pokryté tekutým kovem. Tekutý  
kov je uskladněn v zásobníku, který je ohříván cívkou. [12, 14]



Obrázek 76 - Schéma emisní trysky [14]

Jako tekutý kov je nejčastěji využíváno galium, a to zejména kvůli jeho nízké teplotě tání  
(29,8 °C). Galium také slabě reaguje na wolframovou jehlu a difunduje s ní pouze minimálně.  
Dále má nízkou těkavost při teplotě tání, což ochraňuje životnost zásobníku tekutého kovu.  
Galium je možno použít v surovém stavu, neboť má nízký tlak páry při teplotě tání. Tato  
skutečnost zajišťuje dlouhou životnost zdroje, neboť kov nebude vypařován. Mezi další výhody  
použití galia jako tekutého kovu patří také jeho vysoké povrchové napětí a jednoduchost  
použití. [12, 14]

Wolframová jehla směřuje k otvoru v extrakční elektrodě. V této pozici je udržována pomocí  
drátu, který je k ní přivařen. Jehla je ohřívána na teplotu tavení galia, které se na povrchu jehly  
roztaví a obalí špičku jehly o průměru 2–5  $\mu\text{m}$ . [12, 14]

Extrakční elektroda je napojena na vysoké napětí, které formuje tekuté galium do tvaru kužele.  
Tento kužel je nazýván Taylorův kužel. Kuželový tvar se vytváří jako odezva na vyrovnání  
elektrostatického a povrchového napětí. Jakmile je této rovnováhy dosaženo, pak je špička  
kužele dostatečně malá na to, aby napětí způsobené extrakční elektrodou vypařilo galium  
z wolframové jehly. Vypaření galia z povrchové vrstvy je možno díky snížení energetické  
bariéry napětím elektrody. [12, 14]

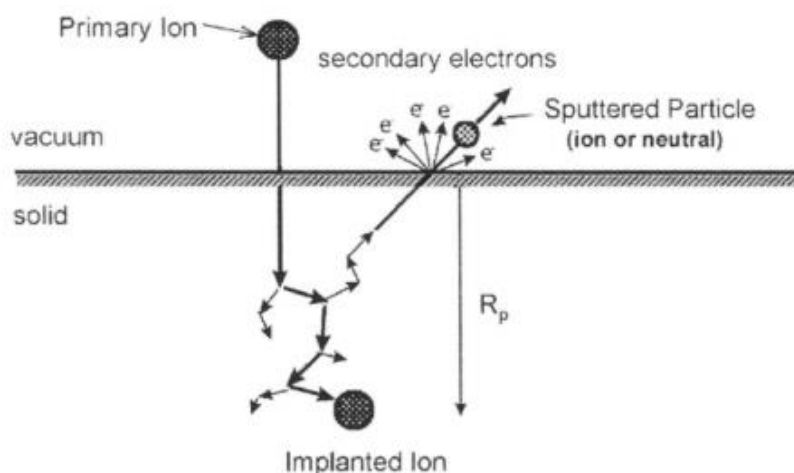
### 5.3 Iontová optika

Jakmile jsou ionty vytrženy z vrcholu iontového zdroje o průměru 5 nm působí na ně Coulombovy síly, které způsobí, že efektivní průměr svazku bude v řádu 50 nm. Je tedy zapotřebí tento svazek iontů fokusovat, což zajišťuje iontová optika. [12, 14]

Iontová optika sestává především z elektrostatických čoček. Tento typ čoček je využíván, jelikož magnetické síly nemají na ionty prakticky žádný účinek, neboť jsou, jak je popsáno v rovnici 2.14., závislé na rychlosti. Rychlost je podle rovnice 2.20. závislá na hmotnosti a jak již bylo řečeno, ionty jsou mnohem hmotnější než elektrony, a tím pádem dosahují mnohem menších rychlostí. Jediná síla, která na ionty působí je tedy elektrická. Elektrostatické čočky sestávají z dvou a více elektrod s rozdílnými potenciály. [12, 14]

### 5.4 Interakce iontu s hmotou

Pomocí metod využívajících svazek iontů je možné ze vzorku nejen vytvářet obraz, ale i vzorek analyzovat a modifikovat jeho povrch. Tyto funkce závisí na povaze interakce iontů s hmotou. Na Obrázku 77 jsou schematicky znázorněny některé možné interakce iontů s hmotou, které jsou způsobeny bombardováním vzorku iontovým svazkem. [14]



Obrázek 77 - Interakce iontu s hmotou [14]

## 6 Fokusovaný iontový svazek

### 6.1 Úvod

Metody využívající fokusovaný svazek iontů (FIB) jsou založeny na stejném principu jako skenovací elektronová mikroskopie, jen jsou elektrony nahrazeny ionty. Ionty mají vyšší hmotnost než elektrony, což umožňuje svazku narušit povrch vzorku. Nejenže budou touto interakcí produkovány sekundární elektrony potřebné k tvorbě obrazu, ale dojde také k procesu vymílání. [14, 22]

Pokud je fokusovaný iontový svazek zkombinován se skenovacím elektronovým mikroskopem vznikne tak velmi účinný nástroj. Tyto dva svazky umožňují zobrazování s vysokou rozlišitelnou schopností pomocí skenovacího elektronového mikroskopu během vymílání povrchu fokusovaným iontovým svazkem. Tyto systémy kombinují výhody obou mikroskopů. [23]

### 6.2 Historie

Roku 1975 byl sestaven první systém využívající fokusovaný iontový svazek. Tato konstrukce byla provedena Orloffem a Swansonem. Jako zdroj iontů byl využit iontový zdroj využívající plynu. [12]

V roce 1961 byl Krohnem a Ringem vyvinut první iontový zdroj využívající tekutého kovu. [22]

V roce 1978 byl zkonstruován systém využívající iontový svazek, který obsahoval zdroj iontů s tekutým kovem. Toto konstrukční řešení bylo provedeno Seligerem a jeho společníky.

### 6.3 Konstrukce

Konstrukce systému využívající svazek nabitých částic je obvykle složena ze zdroje iontů, iontového sloupce, vakuového systému, držáku pro vzorek, detektorů a počítače. Celá konstrukce je velmi obdobná konstrukci skenovacího elektronového mikroskopu. Iontové sloupce těchto systémů byly zabudovány také do dalších analytických nástrojů jako je skenovací elektronový mikroskop, Augerova elektronová spektrometrie a transmisní elektronový mikroskop. [14]

#### 6.3.1 Iontový sloupec

Uvnitř iontového sloupce je vytvořen gradient potenciálu, jenž slouží k urychlení iontů vycházejících z iontového zdroje. Urychlovací napětí se pohybují v rozmezí 5–50 keV. Součástí iontového sloupce je i iontová optika. Ta se obvykle skládá z dvou čoček, kondenzační čočky a objektivu. Stejně jako u elektronové mikroskopie slouží kondenzační čočka k zformování paprsku, kdežto objektiv slouží pro jeho soustředění na vzorek. Iontový sloupec má velkou pracovní vzdálenost, tedy 2 cm nebo méně, což umožňuje zkoumat vzorky s rozlišnou topografií. [14, 22]

### **6.3.2 Vakuový systém**

Vakuum je stejně jako pro elektronovou mikroskopii i zde velmi důležité, zamezuje totiž kontaminaci zdroje a vybíjení ve vysokonapětovém iontovém sloupci. V systémech využívajících fokusovaný iontový svazek jsou umístěny obvykle tři vakuové pumpy. Jedna pro zdroj iontů a iontový sloupec, druhá pro vzorek a detektory a třetí pro výměnu vzorku. [14]

### **6.3.3 Držák pro vzorek**

Držák vzorku umožňuje pohyb po pěti osách. Po ose x, y, z a dále umožňuje jeho rotaci a natočení. Tento pohyb je většinou motorizován, aby byl umožněn přesný posun. [14]

### **6.3.4 Detektory**

Detekce signálu je umožněna pomocí scintilačního detektoru, nebo detektor s usměrňovací deskou. Oba tyto detektory byly zmíněny v předešlé kapitole. [12, 14]

## **6.4 Princip funkce**

Stejně jako u elektronové mikroskopie jsou ionty galia, které byly vytrženy z iontového zdroje, urychleny a fokusovány do svazku pomocí elektrického pole. Soustředění iontů do tenčího svazku je docíleno iontovou optikou. Svazek iontů pak dopadá na povrch vzorku. Interakce iontového svazku s atomy ve vzorku mohou být pružné, nebo nepružné. Mezi pružné interakce patří vymílání, kdežto při nepružné interakci dochází k přesunu energie, což vede k emisi sekundárních elektronů a iontů. [12, 14, 22]

## **6.5 Použití**

### **6.5.1 Zobrazování**

Dříve soužily systémy s fokusovaným iontovým svazkem pouze pro přípravu vzorků pro zobrazovací technologie jako skenovací elektronové mikroskopy, transmisní elektronové mikroskopy a skenovací transmisní elektronové mikroskopy. Fokusovaný iontový svazek však může sloužit i k tvorbě obrazu, pak se jedná o skenovací iontový mikroskop (SIM). Tento mikroskop vytváří obraz během celého procesu vymílání. Rozlišovací vzdálenost dosažitelná tímto mikroskopem je 5 nm. Jelikož je iontová mikroskopie citlivější na povrch vzorku je zde dosaženo viditelnějšího kontrastu zrn než u skenovacího elektronového mikroskopu. [12, 14]

Skenovací iontová a skenovací elektronová mikroskopie vytváří obraz bod po bodu. V případě iontové mikroskopie jsou vytvářené signály iontem indukované sekundární elektrony (ISE), iontem indukované sekundární ionty (ISI), iontem indukované atomy (IA) a fotony. Atomy a fotony se však pro zobrazování nevyužívají. [12]

Hlavním rozdílem mezi skenovací elektronovou mikroskopii a mikroskopii využívající fokusovaný iontový svazek je v hloubce, do jaké prostupují primární nabitě částice ze svazku. Pro ionty je tato hloubka obvykle menší než pro elektrony, což znamená, že skenovací iontový mikroskop je citlivější na povrchovou topografii. [12, 22]

Iontem indukované sekundární elektrony jsou generovány buď pomocí nízkoenergetických, nebo vysokoenergetických iontů. V prvním z těchto případů jsou sekundární elektrony vytvořeny Augerovým, nebo rezonančním procesem. Jakmile nízkoenergetický iont dopadne na povrch vzorku, je vysoká pravděpodobnost, že vznikne Augerův elektron. Vznik tohoto elektronu byl již pospán v předchozí kapitole. [1, 12]

Pokud iontem indukované sekundární elektrony vzniknou působením vysokoenergetických iontů, pak je energie iontů dostatečně velká na to, aby byly elektrony z materiálu vzorku vyraženy. Ionty tak ionizují vzorek a vzniknou vakance. Pak mohou být Augerovy elektrony zpětně emitovány. [12]

U iontem indukovaných sekundárních iontů je možnost, že jsou emitovány s pozitivním, nebo negativním nábojem. Množství těchto iontů produkovaných interakcí svazku s materiálem závisí na chemickém složení vzorku, energii a atomové hmotnosti svazku iontů. [12]

### **6.5.2 Leptání**

Zařízení využívající fokusovaný iontový svazek umožňují velmi přesné odstraňování materiálu z vybrané oblasti na vzorku. Jedním ze způsobu odběru materiálu je leptání. Aby bylo možno materiál leptat pomocí fokusovaného iontového svazku je potřeba do systému přivést reaktivní neutrální plyn, který způsobí zpomalení redepozice odprášeného materiálu. Tento plyn je přiváděn pomocí tenkých kapilár. Proces leptání je založen na reakci odprášených částic materiálu vzorku s přiváděným plynem. Touto reakcí tak vznikne nestálá sloučenina, která je následně odvedena vakuovým systémem. [12, 22]

### **6.5.3 Depozice**

Depozice, tedy tuhnutí molekul z roztoku, je důležitým doplňkem odstraňování materiálu, stejně tak je to samostatný proces pro zobrazování struktur s vysokým rozlišením, aniž by bylo třeba tuto strukturu předem naleptat. [12, 14]

### **6.5.4 Příprava vzorku pro transmisní elektronovou mikroskopii**

Pro transmisní elektronovou mikroskopii je třeba připravit velmi tenký vzorek, který umožňuje průchod elektronů. Prvním krokem je určit oblast zájmu na vzorku, tato oblast je poté natřena ochrannou vrstvou wolframu, nebo olova. K tomuto nátěru je využívána depozice. Část vzorku je poté odstraněna za pomoci vymílání. Tato odstraněná část je nazývána jako mikro vzorek. Tento mikro vzorek je následně umístěn do držáku a může být ztenčen za pomoci mikro-  
obrábění. [12, 14]

## 7 Závěr

Cílem této práce bylo porozumět teoretickým základům technik využívajících svazku nabitých částic pro zobrazení a analýzu materiálu, tvorbě signálů a podstatě elektronové a iontové optiky.

O podstatě elektronové optiky bylo pojednáno v úvodu práce. Do této kapitoly byly zařazeny nejen fyzikální podstaty funkce elektronové optiky, ale i funkce jednotlivých částí elektronových mikroskopů a vady optických zařízení. Dále zde byly zahrnuty interakce elektronů s materiálem vzorku, která vysvětlují podstatu tvorby signálu. Poté, co je signál vytvořen je nutno jej detekovat, aby bylo možné vytvořit obraz. Proto byly do této kapitoly zařazeny také detektory, ať už pro detekci sekundárních elektronů, nebo zpětně odražených elektronů.

V další části této rešeršní práce byly uvedeny základní elektronové mikroskopy, jako jsou skenovací elektronový mikroskop a transmisní elektronový mikroskop. V těchto kapitolách byly popsány jejich konstrukce, princip jejich funkce, příprava vzorků a jejich možnosti a limity.

Druhá oblast zájmu této práce byla podstata iontové optiky. Při metodách využívajících fokusovaný iontový svazek je nahrazen svazek elektronů iontovým, neboť vykazuje podobné vlastnosti jako elektrony. Kromě zobrazování vzorku umožňují tyto techniky také modifikaci materiálu jako je mikro-obrábění, leptání a depozice materiálu.

## 8 Literatura

- [1] WILLIAMS, David a Barry CARTER. *Transmission Electron Microscopy-a Textbook For Materials Science*. Springer Science. 2009. ISBN 978-0-387-76500-6.
- [2] KUBÍNEK, Roman, Klára ŠAFÁŘOVÁ a Milan VŮJTEK. *Elektronová mikroskopie*. B.m., nedatováno. b.n.
- [3] GOLDSTEIN, Joseph, Dale NEWBURY, David JOY, Charles LYMAN, Patrick ECHLIN, Eric LIFSHIN, Linda SAWYER a J.R. MICHAEL. *Scanning Electron Microscopy and X-ray Microanalysis*. 3. vydání. New York: Kluwer Academic/Plenum Publishers, 2003. ISBN 0-306-47292-9.
- [4] DE GRAEF, Marc. *Introduction to Conventional Transmission Electron Microscopy*. Cambridge: Cambridge University Press, 2003. ISBN 978-0-521-62006-6.
- [5] VAJNRIB, E.A. a V.I. MILJUTIN. *Elektronová optika*. 1. vydání. Praha: ČSAV, 1956.
- [6] GOLDSTEIN, Joseph, Dale NEWBURY, David JOY, Patrick ECHLIN a Charles FIORI. *Advanced Scanning Electron Microscopy and X-Ray Microanalysis*. 1st edition. New York: Sprigers Science, 1986. ISBN 978-1-4757-9029-0.
- [7] BOZZOLU, John J. a Lonnie DU TUSSELL. *Electron Microscopy: Principles and Techniques for Biologists*. 2nd edition. Toronto: Jones and Battlett Learning, 1999. ISBN 0-7637-0192-0.
- [8] FREUNDLICH, Martin M. Origin of the Electron Microscope. *Science* [online]. 1963. Dostupné z: <https://science.sciencemag.org/content/142/3589/185>
- [9] DAVISSON, C. J. The diffraction of electrons by a crystal of nickel. *Bell Labs Technical Journal* [online]. 1928. Dostupné z: <https://onlinelibrary.wiley.com/doi/abs/10.1002/j.1538-7305.1928.tb00342.x>
- [10] KOHL, Helmut a Ludwig REIMER. *Transmission Electron Microscopy: Physics of Image Formation*. 5th edition. New York: Springer Science, 2008. ISBN 978-0-387-40093-8.
- [11] REIMER, Ludwig. *Scanning Electron Microscopy - Physics of Image Formation and Microanalysis*. 2nd edition. New York: Springer Science, 2007. ISBN 978-3-642-08372-3.
- [12] ORLOFF, Jon, Mark UTLAUT a Lynwood SWANSON. *High Resolution Focused Ion Beams: FIB and Its Applications*. 1st edition. B.m.: Springer Science, 2003. ISBN 978-1-4613-5229-7.
- [13] NEBESÁŘOVÁ, Jana. Elektronová mikroskopie pro biology. *Elektronová mikroskopie pro biology* [online]. 2001. Dostupné z: <http://triton.paru.cas.cz/old-lem/book/Podkap/7.1.html>
- [14] GIANNUZZI, Lucille A. a Fred A. STEVIE. *Introduction to Focused Ion Beams Instrumentation, Theory, Techniques and Practice*. 1st edition. Boston: Springer Science, 2005. ISBN 0-387-23116-1.

- [15] SCHWARTZ, Adam J., Mukul KUMAR, Brent L. ADAMS a David P. FIELD. *Electron Backscatter Diffraction in Materials Science*. 2nd edition. B.m.: Springer Science, 2009. ISBN 978-0-387-88135-5.
- [16] *Max Planck Institut* [online]. Dostupné z: <https://www.mpie.de/2281/en>
- [17] *Wikipedia* [online]. Dostupné z: <https://www.wikipedia.org/>
- [18] ECHLIN, Patrick. *Handbook of Sample Preparation for Scanning Electron Microscopy and X-Ray Microanalysis*. New York: Springer Science, 2009. ISBN 978-0-387-85730-5.
- [19] GOLDSTEIN, Joseph, H YAKOWITZ, Dale NEWBURY, Eric LIFSHIN, J. COLBY a J. COLEMAN. *Practical Scanning Electron Microscopy*. New York: Springer Science, 1975. ISBN 978-1-4613-4424-7.
- [20] *Your Article Library* [online]. Dostupné z: <http://www.yourarticlelibrary.com/>
- [21] THOMPSON-RUSSEL, K. C. a J. W. EDINGTON. *Electron Microscope Specimen Preparation Techniques in Material Science*. 1st edition. London: Palgrave, nedatováno. ISBN 978-1-349-03405-5.
- [22] YAO, Nan. *Focused Ion Beam Systems*. Cambridge: Cambridge University Press, 2007. ISBN 978-0-521-83199-4.
- [23] FIB-SEM. *Tescan-Performance in nanospace* [online]. Dostupné z: <https://www.tescan.com/en-us/>

## 9 Seznam použitých zkratk a symbolů

### Zkratky

AE	Augerovy elektrony
BSE	Zpětně odražené elektrony
EBSD	Difrakce zpětně odražených elektronů
ECCI	Elektronové kanálovací kontrastní zobrazování
ESCA	Elektronová spektrometrie pro chemickou analýzu
ET	Everhart-Thornley
FIB	Fokusovaný iontový svazek
IA	Iontem indukovaný sekundární atomy
ISE	Iontem indukovaný sekundární elektron
ISI	Iontem indukované sekundární ionty
LaB <sub>6</sub>	Hexaboridlanthan
RTG	Rentgenové záření
SE	Sekundární elektrony
SEM	Skenovací elektronová mikroskopie
SI	Sekundární ionty
SIM	Skenovací iontová mikroskopie
SIMS	Hmotnostní spektrometrie sekundárních iontů
TE	Elektrony, které projdou materiálem
TEM	Transmisní elektronová mikroskopie
TTL	Through-the-Lens

### Symboly

$\alpha$	[rad]	Aperturní úhel čočky
$\alpha_p$	[rad]	Úhel konvergence
$\beta$	[A/cm <sup>2</sup> /sr]	Jas katody
$\Delta f_a$	[m]	Rozdíl ohniskových vzdáleností
$\Delta E$	[J]	Rozsah energie elektronů
$\Phi$	[°]	Polovina vrcholového úhlu
$\lambda$	[m]	Vlnová délka částice
$\rho$	[kg·m <sup>-3</sup> ]	Hustota
A	[kg·mol <sup>-1</sup> ]	Atomová hmotnost
A	[m]	Průměr apertury
B	[T]	Magnetická indukce
C <sub>c</sub>	[cm]	Koeficient chromatické vady
C <sub>s</sub>	[cm]	Koeficient sférické vady
c	[m·s <sup>-1</sup> ]	Rychlost světla ve vakuu

D	[m]	Optimální nastavení elektronového mikroskopu
D <sub>A</sub>	[cm]	Poloměr disku nejmenšího zkreslení
D <sub>D</sub>	[cm]	Poloměr interference kroužku
D <sub>CH</sub>	[cm]	Poloměr chromatické vady
d <sub>min</sub>	[m]	Rozlišitelná vzdálenost
d <sub>p</sub>	[mm]	Průměr katody
D <sub>S</sub>	[cm]	Poloměr kroužku rozostření
E	[J]	Střední energie elektronového svazku
E	[V·m <sup>-1</sup> ]	Intenzita elektrického pole
e	[C]	Elektrický náboj elektronu
F <sub>e</sub>	[N]	Elektrická síla
H	[m]	Hloubka ostrosti
h	[J·s/eV·s]	Planckova konstanta
i <sub>p</sub>	[A]	Proud elektronů
M	[-]	Zvětšení
m	[kg]	Hmotnost
m <sub>0</sub>	[kg]	Klidová hmotnost
m <sub>e</sub>	[kg]	Hmotnost elektronu
N <sub>0</sub>	[mol <sup>-1</sup> ]	Avogadrova konstanta
N	[-]	Množství atomů na jednotku objemu
n	[-]	Index lomu
N.A.	[-]	Numerická apertura
P	[mm]	Velikost pixelu
p	[kg·m·s <sup>-1</sup> ]	Hybnost
Q	[cm <sup>2</sup> ]	Průřez elastického rozptylu
R	[m]	Rozlišovací schopnost mikroskopu
r	[m]	Poloměr kruhové trajektorie
t	[m]	Tloušťka
v	[m·s <sup>-1</sup> ]	Rychlost
W	[m]	Pracovní vzdálenost

## 10 Seznam obrázků

- Obrázek 1 Schéma pro odvození hloubky ostrosti  
Obrázek 2 Velikost pixelu  
Obrázek 3 Hloubka ostrosti při velikosti apertury 30  $\mu\text{m}$ ;  $H=0,474$   
Obrázek 4 Hloubka ostrosti při velikosti apertury 120  $\mu\text{m}$ ;  $H=0,119$   
Obrázek 5 Hroty wolframového vlákna a) tvar U b) tvar V  
Obrázek 6 Schéma trysky s přímo žhavenou katodou  
Obrázek 7 Schéma trysky s nepřímo žhavenou katodou  
Obrázek 8 Schéma autoemisní trysky  
Obrázek 9 Schéma elektromagnetické čočky  
Obrázek 10 Sférická vada  
Obrázek 11 Optimální nastavení  
Obrázek 12 Vada způsobená difrakcí  
Obrázek 13 Astigmatismus  
Obrázek 14 Ostrá fotografie se stigmatorem ve správné poloze  
Obrázek 15 Stigmátor vychýlený do jednoho směru  
Obrázek 16 Stigmátor vychýlený do druhého směru  
Obrázek 17 Vlivy vad na průměr svazku nabitých částic  
Obrázek 18 Schéma interakce elektronového svazku s hmotou  
Obrázek 19 Oblast vzniku různých druhů signálů v interakčním objemu  
Obrázek 20 Interakční objem, kde jsou červeně vyznačeny trajektorie zpětně odražených elektronů a modře trajektorie elektronů absorbovaných  
Obrázek 21 Interakční objem Ti při 10 kV  
Obrázek 22 Interakční objem Ti při 15 kV  
Obrázek 23 Interakční objem Ti při 20 kV  
Obrázek 24 Interakční objem Al při urychlovacím napětí 20 kV  
Obrázek 25 Interakční objem Ti při urychlovacím napětí 20 kV  
Obrázek 26 Interakční objem Fe při urychlovacím napětí 20 kV  
Obrázek 27 Interakční objem Ti při náklonu  $0^\circ$   
Obrázek 28 Interakční objem Ti při náklonu  $45^\circ$   
Obrázek 29 Interakční objem Ti při náklonu  $70^\circ$   
Obrázek 30 Difrakční účinný průřez  
Obrázek 31 Odražení elektronů  
Obrázek 32 Topografický kontrast  
Obrázek 33 Kompozitní kontrast  
Obrázek 34 Difrakční stopa křemíku  
Obrázek 35 Orientační zobrazení duplexní oceli  
Obrázek 36 Fázové zobrazení duplexní oceli  
Obrázek 37 Orientace zrn podle ECCI  
Obrázek 38 Distribuce energie zpětně odražených elektronů  
Obrázek 39 Schéma vzniku charakteristického rentgenového záření  
Obrázek 40 EDS spektrum charakteristického rentgenového záření  
Obrázek 41 Rentgenové spektrum

Obrázek 42	Schéma emise elektromagnetického vlnění ve viditelné oblasti spektra
Obrázek 43	Augerovy elektrony
Obrázek 44	Komponenty ESCA systému
Obrázek 45	Vznik sekundárních iontů
Obrázek 46	Schéma scintilačního detektoru
Obrázek 47	Schéma Everhart-Thornleyho detektoru
Obrázek 48	ET s negativním nábojem
Obrázek 49	ET s pozitivním nábojem
Obrázek 50	Detekované signály
Obrázek 51	Schematické znázornění TTL detektoru
Obrázek 52	Detekčním signálem jsou SE
Obrázek 53	Použití TTL detektoru
Obrázek 54	Zobrazení prášku Cu pomocí TTL detektoru
Obrázek 55	Zobrazení prášku Cu pomocí ET detektoru
Obrázek 56	Pasivní scintilační detektor pro zpětně odražené elektrony
Obrázek 57	Transformace zpětně odražených elektronů na sekundární elektrony
Obrázek 58	Schéma polovodiče
Obrázek 59	Schéma P-N přechodu
Obrázek 60	Schéma CCD detektoru
Obrázek 61	Faradayova klec
Obrázek 62	Schematické znázornění odklonového systému
Obrázek 63	Konstrukce skenovacího elektronového mikroskopu
Obrázek 64	Schematické znázornění elektronového sloupce
Obrázek 65	Schematické znázornění dírkové komory
Obrázek 66	Schematické znázornění imerzní čočky
Obrázek 67	Schematické znázornění Snorkelovy čočky
Obrázek 68	Konstrukce transmisního elektronového mikroskopu
Obrázek 69	Objektivy transmisního elektronového mikroskopu
Obrázek 70	Schematické znázornění asymetrické čočky [3]
Obrázek 71	Schematické znázornění symetrické čočky
Obrázek 72	Mřížky pro transmisní elektronovou mikroskopii
Obrázek 73	Metoda replikace a extrakce
Obrázek 74	Extrakce a replikace
Obrázek 75	Princip mikro-obrábění
Obrázek 76	Schéma emisní trysky
Obrázek 77	Interakce iontu s hmotou