



VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V BRNĚ

BRNO UNIVERSITY OF TECHNOLOGY

FAKULTA STROJNÍHO INŽENÝRSTVÍ

FACULTY OF MECHANICAL ENGINEERING

ÚSTAV FYZIKÁLNÍHO INŽENÝRSTVÍ

INSTITUTE OF PHYSICAL ENGINEERING

**NÁVRH ZDROJE ULTRAKRÁTKÝCH ELEKTRONOVÝCH
PULSŮ V RASTROVACÍM ELEKTRONOVÉM MIKRO-
SKOPU**

DESIGN OF A SOURCE OF ULTRASHORT ELECTRON PULSES IN A SCANNING ELECTRON
MICROSCOPE

DIPLOMOVÁ PRÁCE

MASTER'S THESIS

AUTOR PRÁCE

AUTHOR

Bc. PŘEMYSL PACHL

VEDOUCÍ PRÁCE

SUPERVISOR

doc. Ing. ANDREA KONEČNÁ, Ph.D.

BRNO 2025

Zadání diplomové práce

Ústav:	Ústav fyzikálního inženýrství
Student:	Bc. Přemysl Pachi
Studijní program:	Fyzikální inženýrství a nanotechnologie
Studijní obor:	bez specializace
Vedoucí práce:	doc. Ing. Andrea Konečná, Ph.D.
Akademický rok:	2024/25

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

Návrh zdroje ultrakrátkých elektronových pulsů v rastrovacím elektronovém mikroskopu

Stručná charakteristika problematiky úkolu:

Ultrarychlá elektronová mikroskopie se opírá o stroboskopická měření využívající velmi krátké elektronové pulzy synchronizované s externím stimulem vzorku. Nejmodernější experimentální sestavy poskytují femtosekundové nebo dokonce attosekundové časové rozlišení, které umožňuje detekci velmi rychlých jevů, jako je vývoj optických blízkých polí nebo fázové přechody.

Tato diplomová práce se bude zabývat návrhem a testováním fotoemisního elektronového zdroje pro adaptaci konvenčního rastrovacího elektronového mikroskopu (SEM) na ultrarychlý SEM. Konstrukce bude vyžadovat úpravy současné komory elektronového zdroje, aby bylo možné zavést femtosekundový laser, a připravit související optickou aparaturu pro zavedení, kolimaci a fokusaci laserového paprsku. Po úspěšném dokončení a sestavení fotoemisního zdroje student také otestuje jeho funkčnost a parametry.

Cíle diplomové práce:

- 1) Provedte rešerši literatury týkající se ultrarychlé elektronové mikroskopie a nedávném vývoji v oboru.
- 2) Připravte návrh modifikace konvenčního elektronového zdroje na fotoemisní zdroj umožňující vytváření ultrakrátkých elektronových pulzů. Navrhněte optickou aparaturu umožňující zavedení laserových pulzů k elektronovému zdroji.
- 3) Sestavte navržený modifikovaný zdroj elektronů a optickou aparaturu.
- 4) Navrhněte a – pokud to bude možné – proveďte experimenty pro otestování vlastností nově vyvinutého zdroje.

Seznam doporučené literatury:

CHIRITA MIHAILA, Marius Constantin; WEBER, Philipp; SCHNELLER, Matthias; GRANDITS, Lucas; NIMMRICHTER, Stefan et al. Transverse Electron-Beam Shaping with Light. *Physical Review X*. 2022, roč. 12, č. 3. Dostupné z: <https://doi.org/10.1103/PhysRevX.12.031043>.

SOLÀ GARCIA, Magdalena. Electron-matter interaction probed with time-resolved cathodoluminescence. Online, PhD Thesis. Amsterdam: AMOLF, 2021. Dostupné z: https://www.lmpv.nl/wp-content/uploads/2021/05/MSolaGarcia_PhDThesis_complete.pdf

FEIST, Armin; BACH, Nora; RUBIANO DA SILVA, Nara; DANZ, Thomas; MÖLLER, Marcel et al. Ultrafast transmission electron microscopy using a laser-driven field emitter: Femtosecond resolution with a high coherence electron beam. *Ultramicroscopy*. 2017, roč. 176, s. 63-73. Dostupné z: <https://doi.org/10.1016/j.ultramic.2016.12.005>.

Termín odevzdání diplomové práce je stanoven časovým plánem akademického roku 2024/25

V Brně, dne

L. S.

prof. RNDr. Tomáš Šíkola, CSc.
ředitel ústavu

doc. Ing. Jiří Hlinka, Ph.D.
děkan fakulty

Abstrakt

Ultrarychlá elektronová mikroskopie kombinuje vysoké prostorové rozlišení konvenční elektronové mikroskopie s detailním časovým rozlišením, čímž umožňuje sledovat extrémně rychlé dynamické procesy v materiálech. Tato technika využívá stroboskopická měření založená na velmi krátkých elektronových pulzech synchronizovaných s externí stimulací vzorku. Přestože nejmodernější sestavy nabízejí femtosekundové až attosekundové rozlišení, tato měření jsou převážně prováděna na transmisních elektronových mikroskopech, které jsou však velmi drahé a neumožňují studium objemových vzorků. Tato diplomová práce se zabývá možností realizace dostupnějšího ultrarychlého rastrovacího elektronového mikroskopu a to úpravou komerčně dostupného rastrovacího elektronového mikroskopu. Konkrétně se jednalo o návrh a realizaci úprav kontinuálního standardního zdroje elektronů na zdroj schopný generovat ultrakrátké elektronové pulzy pomocí procesu fotoemise, iniciované femtosekundovým laserem. Práce zahrnovala návrh a realizaci konstrukčních změn funkčního rastrovacího elektronového mikroskopu, sestavení optické dráhy laserového svazku a zprovoznění celého systému. Funkčnost modifikovaného mikroskopu byla úspěšně ověřena prostřednictvím prvních experimentálních měření, při kterých byla demonstrována generace ultrakrátkých elektronových pulzů. Výsledky diplomové práce tak představují základní krok ve vývoji ultrarychlého rastrovacího elektronového mikroskopu na CEITEC Nano VUT.

Abstract

Ultrafast electron microscopy combines the high spatial resolution of conventional electron microscopy with detailed temporal resolution, allowing extremely fast dynamic processes in materials to be observed. This technique uses stroboscopic measurements based on very short electron pulses synchronized with external stimulation of the sample. Although state-of-the-art set-ups offer femtosecond to attosecond resolution, these measurements are mostly performed on transmission electron microscopes, which are very expensive and do not allow the study of bulk samples. This thesis examines the possibility of realizing a more affordable ultrafast scanning electron microscope by modifying a commercially available scanning electron microscope. Specifically, this involved the design and implementation of a modification of a continuous standard electron source to one capable of generating ultrashort electron pulses through a photoemission process initiated by a femtosecond laser. The work included the design and implementation of structural modifications to the functional scanning electron microscope, the assembly of the optical path of the laser beam and the commissioning of the entire system. The functionality of the modified microscope was successfully verified through the first experimental measurements, which demonstrated the generation of ultrashort electron pulses. The results of the thesis thus represent a fundamental step in the development of the ultrafast scanning electron microscope at CEITEC Nano BUT.

Klíčová slova

ultrarychlá elektronová mikroskopie, rastrovací elektronová mikroskopie, časově rozlišené měření, elektronové a optické pulzy, femtosekundový laser, fotoemise

Keywords

ultrafast electron microscopy, scanning electron microscopy, time-resolved measurement, electron and optical pulses, femtosecond laser, photoemission

Citace

PACHL, Přemysl. *Návrh zdroje ultrakrátkých elektronových pulsů v rastrovacím elektronovém mikroskopu*. Brno, 2025. Diplomová práce. Vysoké učení technické v Brně, Fakulta strojního inženýrství. Vedoucí práce doc. Ing. Andrea Konečná, Ph.D.

Prohlášení

Prohlašuji, že předložená diplomová práce je původní a zpracoval jsem ji samostatně s využitím nástrojů umělé inteligence výhradně, jen a pouze za účelem zlepšení stylistické a jazykové úpravy textu. Po použití těchto nástrojů jsem provedl kontrolu obsahu a přebírám za něj plnou zodpovědnost. Prohlašuji, že citace použitých pramenů je úplná a že jsem ve své práci neporušil autorská práva (ve smyslu zákona č. 121/2000 Sb., o právu autorském a o právech souvisejících s právem autorským).

.....

Přemysl Pachel
17. května 2025

Poděkování

Děkuji doc. Ing. Andreji Konečné, Ph.D. za odborné vedení, cenné rady, trpělivost a neustálou ochotu s úsměvem pomoci při řešení problémů během celé práce. Její vstřícný a lidský přístup mi byl velkou oporou. Významnou pomocí při kontrole výkresové dokumentace a ověřování správnosti provedených úprav na modifikovaných dílech mi byli Ing. Irena Antošová, Ph.D. a Ing. Stanislav Petráš ze společnosti TESCAN GROUP, a.s., kteří mi rovněž poskytli cenné informace o konstrukci mikroskopu. V průběhu odborné stáže ve výrobních prostorách společnosti TESCAN GROUP, a.s. mi byl velkou oporou pan Igor Darda, který mě detailně seznámil se správnými postupy při rozebírání mikroskopu a aktivně mi pomohl při samotné demontáži a výměně modifikovaných dílů. Děkuji taktéž Ing. Zdeňku Nekuľovi za rady při návrhu optické sestavy. Mé upřímné díky patří celé mé rodině za trvalou podporu, povzbuzení a pochopení během celého mého studia. Tato práce byla provedena za podpory výzkumné infrastruktury CzechNanoLab (IDL2023051, MŠMT, 2023–2026), CEITEC Vysoké učení technické v Brně. Tato práce byla podpořena Grantovou agenturou České republiky (GAČR), grant Junior Star č. 23-05119M.

Obsah

Úvod	3
1 Elektronová mikroskopie	4
1.1 Interakce elektron-vzorek	5
1.2 Zdroje elektronů	9
1.3 Typy elektronových mikroskopů	13
1.4 Ultrarychlá elektronová mikroskopie	16
1.4.1 Mikrovlnné kavity	16
1.4.2 Laserem buzená katoda	17
1.4.3 Srovnání možností vytváření elektronových pulzů	18
1.4.4 Vývoj v ultrarychlé elektronové mikroskopii	18
1.4.5 Ultrarychlá rastrovací elektronová mikroskopie	19
2 Motivace a cíle práce	20
3 Optický návrh	23
3.1 Rastrovací elektronový mikroskop S6000 MIRA	23
3.2 Pulzní laser Monaco 1035	23
3.3 Teoretické schéma optické sestavy	24
4 Konstrukční modifikace SEM	28
4.1 Původní konstrukce SEM	28
4.2 Modifikovaná konstrukce SEM	29
4.2.1 Katodový modul	29
4.2.2 Komora a topný pás	31
4.2.3 Nosné prvky a stínění	32
4.2.4 Sestava	33
5 Montáž SEM	36
5.1 Výměna dílů v tubusu SEM	36
5.2 První start SEM a jeho odzkoušení	38
6 Montáž optické sestavy	43
6.1 Sestavení a kalibrace optické cesty laseru	43

6.2	Tvorba elektronových pulzů	45
	Závěr	53
	Literatura	54

Úvod

Rastrovací elektronová mikroskopie je dlouhodobě osvědčeným nástrojem pro zobrazení povrchové struktury materiálů s vysokým prostorovým rozlišením. V posledních letech se však stále více ukazuje potřeba nejen analyzovat statické struktury, ale také sledovat rychlé děje a procesy, které probíhají na ultrakrátkých časových škálách. Tradiční rastrovací elektronové mikroskopy však nemají dostatečné časové rozlišení potřebné k pozorování rychlých dějů na úrovni femtosekund až pikosekund, což významně omezuje jejich aplikace v dynamických studiích.

Ultrarychlá elektronová mikroskopie představuje řešení tohoto problému díky své schopnosti kombinovat vysoké prostorové rozlišení s pokročilými technikami časového rozlišení. Dosavadní aplikace ultrarychlé elektronové mikroskopie byly realizovány převážně v rámci transmisních elektronových mikroskopů. Ačkoliv ty nabízejí vynikající prostorové i časové rozlišení, jejich vysoká pořizovací cena a nutnost složité přípravy tenkých vzorků značně omezují jejich širší využití v běžných laboratorních podmínkách.

Cílem této diplomové práce je navrhnout, realizovat a otestovat nový zdroj ultrakrátkých elektronových pulzů v rámci komerčního rastrovacího elektronového mikroskopu TESCAN S6000 MIRA. Integrací femtosekundového ultrafialového laserového záření k fotoemisi elektronových pulzů jsme vytvořili základní pilíř pro získání dostupné varianty ultrarychlé rastrovací elektronové mikroskopie, která zachovává výhody konvenčního kontinuálního režimu a zároveň poskytuje potřebné časové rozlišení pro studium dynamických procesů. V následujících kapitolách je detailně popsán návrh systému, konstrukční úpravy, praktická implementace a experimentální ověření funkčnosti návrhu.

1 Elektronová mikroskopie

Mikroskopie je vědecká metoda, která umožňuje pozorování malých objektů, jež nejsou viditelné pouhým okem. K tomuto účelu využívá přístroj nazývaný mikroskop, jenž zvětšuje obraz pozorovaného objektu. Mikroskopie se dělí do mnoha skupin, přičemž optická mikroskopie je nejrozšířenější v běžné praxi, zatímco elektronová mikroskopie je klíčová pro zkoumání vlastností materiálů, biologických systémů, nanotechnologií a zejména v polovodičovém průmyslu.

Elektronová mikroskopie je zobrazovací metoda, jenž využívá svazek urychlených elektronů místo světla k dosažení velmi vysokého rozlišení a to mnohonásobně většího než u konvenční světelné mikroskopie. To je způsobeno Abbeho zákonem, který nám říká, že minimální vzdálenost mezi dvěma body d , jenž lze rozlišit, je přímo úměrná vlnové délce λ dopadajícího záření:

$$d = \frac{0.61\lambda}{NA}, \quad (1.1)$$

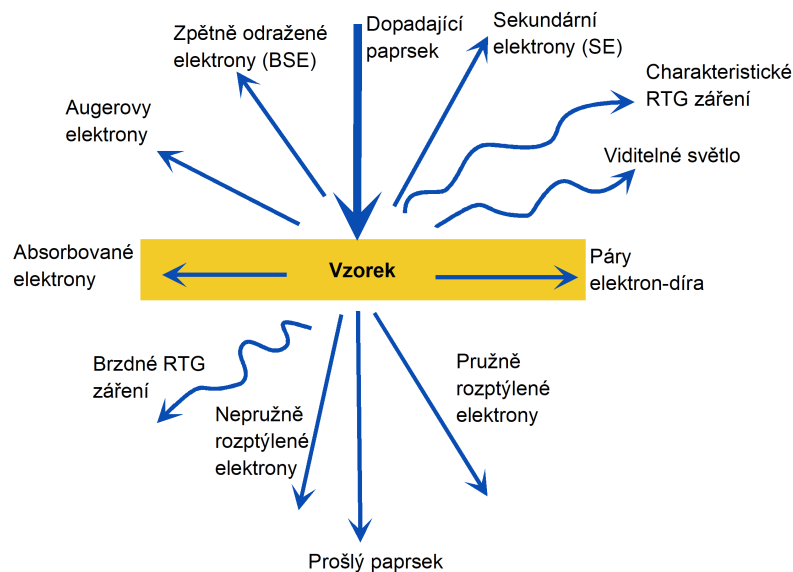
kde NA je numerická apertura. Tento zákon tak nastavuje limit pro prostorové rozlišení všech mikroskopů. U běžných optických mikroskopů pracujících s viditelným světlem je limit přibližně 250 nm [1]. V elektronové mikroskopii zaručuje mnohonásobně kratší vlnová délka elektronu posunutí tohoto rozlišovacího limitu až do pikometrových měřítek. Vlnová délka elektronu se řídí de Broglieho teorií [2], která říká, že vlnová délka pohybující se částice je nepřímo úměrná její hybnosti p :

$$\lambda = \frac{h}{p} = \frac{h}{mv} \sqrt{1 - \frac{v^2}{c^2}}, \quad (1.2)$$

kde h je Planckova konstanta, m klidová hmotnost elektronu, v jeho rychlost a c je rychlost světla ve vakuu. Díky rovnici (1.2) můžeme určit vlnovou délku elektronů urychlených na 30 keV, která je 7 pm, což je mnohem menší než vlnová délka viditelného světla (380 nm - 750 nm) a to má za následek mnohem větší prostorové rozlišení než u optických mikroskopů. V praxi je rozlišení současných elektronových mikroskopů však omezeno především aberacemi elektromagnetických čoček a fyzikálními mechanismy interakce elektronu se vzorkem a nikoli Abbeho rozlišovací schopností [3].

Historie elektronové mikroskopie sahá do 30. let 20. století, kdy Ernst Ruska přišel s myšlenkou nahradit světelné záření urychlenými elektrony. První prototyp elektronového mikroskopu byl sestaven roku 1931 a dosahoval skromného zvětšení 14,4 [4]. Následně se v roce 1939 dostává na trh první komerční elektronový mikroskop se zvětšením 30000 [5]. Jednalo se o transmisní elektronový mikroskop (TEM) od firmy Siemens, kde obraz byl zaznamenáván na fotografický papír. Více než padesát let však trvalo, než v roce 1986 získal E. Ruska Nobelovu cenu za fyziku za tento průlomový objev a přínos do světa elektronové mikroskopie.

Dalším důležitým krokem ve vývoji elektronové mikroskopie byla realizace prototypu rastrovacího elektronového mikroskopu (SEM) v roce 1935 M. Knollem s rozlišením přibližně 0,1 mm a to z důvodu velkého průměru stopy zaostřeného svazku na vzorek. V roce 1938 M. von Ardenne jasně vyjádřil teoretické principy, na nichž je založen SEM, jak jej



Obrázek 1.1: Typy signálu vznikající po dopadu vysokoenergetického paprsku elektronů na vzorek.

známe dnes a následně první skutečný SEM popsal a vyvinul v roce 1942 V. K. Zworykin, který ukázal, že sekundární elektrony poskytují topografický kontrast. To bylo umožněno tím, že kolektor byl na kladnějším potenciálu než vzorek, díky čemuž byly sekundární elektrony přitahovány ke kolektoru. Jedním z jeho hlavních vylepšení bylo použití elektronového násobiče jako předzesilovače emisního proudu sekundárních elektronů. Následné zlepšování rozlišovací schopnosti SEM však nepřinášelo kýženého výsledku dostat se na stejné hodnoty rozlišení jako u TEM. Z tohoto důvodu a obtížnosti vytváření tenkých vzorků pro TEM byl SEM orientován spíše na pozorování povrchu vzorků. Zavedení průmyslové výroby SEM však bránila absence v praxi použitelného detektoru sekundárních elektronů. Vhodný detektor sestrojili až roku 1960 T. E. Everhart a R. F. M. Thornley. Následné zdokonalování elektronové optiky a detektoru sekundárních elektronů vedlo k uvedení prvního komerčního rastrovacího elektronového mikroskopu firmou Cambridge Scientific Instruments v roce 1965 [6].

1.1 Interakce elektron-vzorek

Elektrony při interakci se vzorkem mohou podléhat různým typům rozptylu, přičemž klíčovou roli hraje jejich elastická a neelastická interakce s atomy materiálu. V závislosti na vlastnostech vzorku a zvoleném pozorovacím módu lze využívat primární elektrony prošlé vzorkem nebo odražené elektrony. Při interakci vznikají i další signály, jak je ukázáno na obrázku 1.1, mezi něž patří sekundární elektrony, na jejichž detekci se zejména zaměřím v rámci mé práce, Augerovy elektrony či charakteristické rentgenové záření. Tyto produkty interakce nacházejí široké uplatnění v analytické elektronové mikroskopii (AEM), která umožňuje získat detailní informace o chemickém složení a struktuře vzorku [7]. Podrobnější popis jednotlivých mechanismů interakce bude uveden v následujících podsekcích.

Sekundární elektrony

Sekundární elektrony (SE) jsou excitované elektrony s energií menší než 50 eV, které vznikají v důsledku nepružného rozptylu primárních elektronů na atomech vzorku. Tyto elektrony se uvolňují, když primární elektrony předávají svou energii atomům, čímž vytrhnou slabě vázané valenční elektrony (u iontově nebo kovalentně vázaných materiálů) nebo elektrony z vodivostního pásu s nízkou vazebnou energií (u kovů).

Tyto elektrony jsou emitovány z povrchových vrstev vzorku, obvykle do hloubky nepřesahující 20 nm. Díky těmto vlastnostem se sekundární elektrony využívají především pro topografickou analýzu povrchu vzorku, například k hodnocení drsnosti, porézности nebo k identifikaci drobných defektů, vad a případného znečištění [8].

Nejpoužívanějším detektorem sekundárních elektronů (SE) je Everhart-Thornley detektor, pojmenovaný po svých vynálezci. Tento detektor se skládá z kolektoru, scintilátoru potaženého hliníkovou fólií, vlnovodu, fotonásobiče a zesilovače. Kolektor, který má tvar mřížky, je napájen napětím 100 V, což přitahuje sekundární elektrony. Tyto elektrony jsou dále urychlovány vysokým kladným napětím 10 kV, které je připojeno na hliníkovou fólii scintilátoru. Po dopadu elektronů na scintilátor dochází k emisi světla. Toto emitované světlo je následně vedeno vlnovodem k fotonásobiči, kde je zesíleno a přeměněno zpět na elektrony. Elektrony jsou v zesilovači dále násobeny a následně převedeny na elektrický signál a zesíleny. V univerzálních SEM systémech je detektor obvykle umístěn mezi objektivem a vzorkem na jedné straně. Toto uspořádání má však nevýhody, jako je nesymetrická detekce sekundárních elektronů a potřeba větší pracovní vzdálenosti vzorku kvůli prostorovým omezením. Naopak v SEM s vysokým rozlišením je detektor sekundárních elektronů umístěn uvnitř objektivu. Toto uspořádání umožňuje menší pracovní vzdálenost a zajišťuje symetričtější detekci elektronů, což přispívá k dosažení vyššího rozlišení [9].

Zpětně odražené elektrony

Zpětně odražené elektrony (BSE) vznikají pružným rozptylem primárních elektronů dopadajících na vzorek a jejich energie je vyšší než 50 eV. BSE se používají na určení chemického složení vzorku a částečně k určení jeho topografie. Obecně je prostorové rozlišení obrazu BSE horší než rozlišení obrazu SE a to až o jeden řád. BSE jsou emitovány z velké hloubky i několika mikrometrů od povrchu (v závislosti na urychlovacím napětí dopadajícího svazku). To způsobuje velkou difúzi BSE, než dosáhnou povrchu vzorku, což má za následek nízké rozlišení [10].

Pro detekci BSE se nejčastěji využívá polovodičový detektor, který pracuje na principu křemíkové fotodiody typu PN. Na přechodu mezi vrstvou P a vrstvou N se vytváří prázdná vrstva, ve které nejsou přítomny vodivé elektrony ani díry. Když BSE vstoupí do této vrstvy, dochází k tvorbě párů elektron-díra. Potenciálový rozdíl mezi vrstvami P a N pak způsobí, že elektrony proudí směrem k vrstvě N, zatímco díry se přesouvají do vrstvy P. Elektrický proud, který je výsledkem pohybu těchto částic, je zesílen a následně použit k vytvoření obrazu zpětně odražených elektronů. K detekci BSE lze použít i Everhart-Thornley detektor, avšak bez přivedeného potenciálu na kolektor, jak bylo popsáno u detekce SE [11].

Augerovy elektrony

Augerovy elektrony vznikají při zaplnění vakance po vyraženém SE, což je způsobeno dopadem primárního svazku. Tento proces uvolňuje energii, která může být předána jinému elektronu, jenž následně opouští atom a stává se tzv. Augerovým elektronem. Augerovy elek-

trony se vyznačují píky na charakteristických energiích, které jsou specifické pro jednotlivé chemické prvky. Toho se využívá v analytické metodě známé jako Augerova elektronová spektroskopie (AES), která umožňuje identifikaci chemických prvků ve vzorku. Augerovy elektrony mají nízkou energii, typicky v rozmezí 50 eV až 3 keV a jsou emitovány z hloubky okolo 1 nm. Díky tomu je AES extrémně citlivá na povrchové vrstvy materiálů. Nicméně při analýze povrchu vzorku je nutné počítat s přítomností nečistot na jeho povrchu. Abychom mohli získat spolehlivé výsledky, je často zapotřebí umístit vzorek do ultravysokého vakua, což je však finančně velmi nákladné. Z tohoto důvodu se Augerovy elektrony nepoužívají pro povrchovou analýzu tak často jako jiné metody, i když nabízejí výjimečnou povrchovou citlivost [12].

Charakteristické rentgenové záření

Charakteristické rentgenové záření vzniká, když se elektron dostane z vyšší energetické hladiny na nižší, což vede k uvolnění energie ve formě rentgenového záření. Dochází k tomu, když je elektron z vnitřní slupky atomu vyražen dopadajícím primárním svazkem (vznikne tedy SE). Vlnová délka emitovaného záření je specifická, neboť rozdíl mezi energetickými hladinami jsou jedinečné pro každý chemický prvek. Tyto píky umožňují určit přítomnost konkrétních prvků ve vzorku a využívají se v disperzní rentgenové spektroskopii (EDS) [13].

Pro detekci rentgenovského záření se používá zařízení, jenž slouží k měření energie přichozích fotonů na základě množství ionizací, které tyto fotony vyvolají v detekčním materiálu. Dříve byly používány Si(Li) detektory, které však musely být chlazeny dusíkem kvůli eliminaci šumu. Dnes se častěji používají SDD polovodičové detektory, které díky soustavě prstencových elektrod usměřňují pohyb náboje k malé sběrné elektrodě, čímž minimalizují šum a zvyšují detekční rychlost [14].

Brzdné rentgenové záření

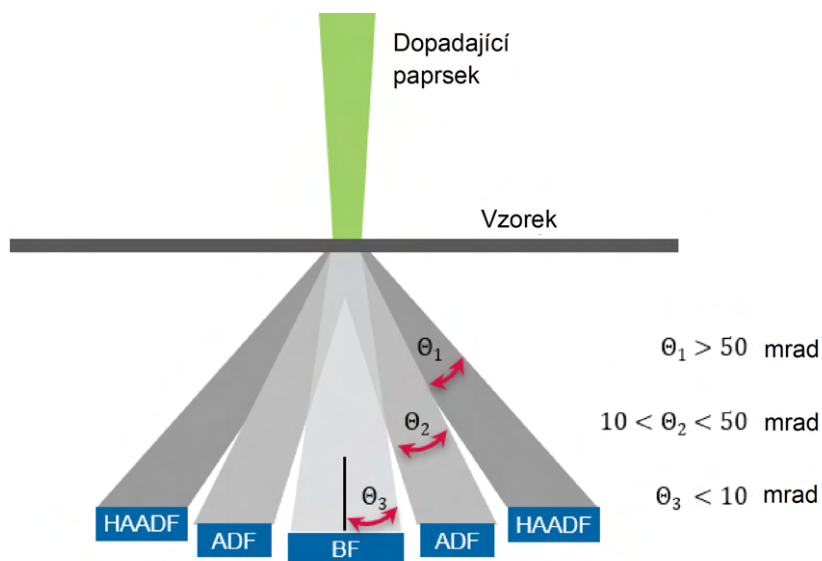
Brzdné rentgenové záření (Bremsstrahlung) vzniká, když elektrony z primárního svazku prolétají v blízkosti atomů vzorku a interagují s jejich elektrickým polem. Tato interakce způsobuje vychýlení elektronů, což vede ke změně jejich směru a velikosti rychlostí. V důsledku tohoto zrychlení dochází k emisi elektromagnetického záření, jehož spektrum je spojitě a zasahuje do oblasti rentgenového záření. Přestože toto záření vzniká při interakci elektronů se vzorkem, není obvykle příliš využíváno pro analytické účely [15].

Cathodoluminiscence

Cathodoluminiscence (CL) je jev, při kterém materiál emituje viditelné světlo, když je vystaven elektronovému paprsku. Jedná se o jev, kdy dojde k vytvoření párů elektron-díra v polovodiči, což vede k emisi světla při rekombinaci těchto párů. Pokud je materiál přímým polovodičem, tedy s přímým zakázaným pásem, světlo, které je emitováno, bude mít frekvenci odpovídající energii zakázaného pásu dělené Planckovou konstantou. Díky této vlastnosti je možné studovat velikosti zakázaných pásů v závislosti na vlnové délce vyzářeného světla [16].

Prošlé pružně rozptýlené elektrony

Pružně rozptýlené prošlé elektrony vznikají při interakci primárního paprsku s atomy tenkého vzorku, přičemž si zachovávají původní energii, avšak změní směr pohybu. Tento typ



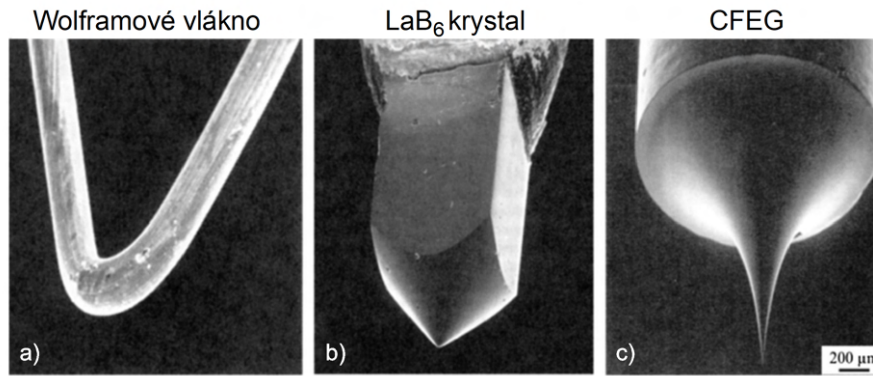
Obrázek 1.2: Diagram úhlů rozptylu elektronů na vzorku s příslušnými detektory. Převzato a upraveno z [19].

rozptylu vzniká v důsledku Coulombovských interakcí mezi primárními elektrony a atomovými jádry nebo elektronovými obaly atomů. Úhel rozptylu elektronů závisí na vzdálenosti, v jaké elektron interaguje s atomem. Při malých úhlech rozptylu typicky v rozmezí 10-50 mrad je elektron ovlivněn zejména elektronovým obalem atomu vzorku. To nám přináší informaci o krystalových strukturách, jako jsou fázové přechody, uspořádání atomů a orientace krystalových zrn. Naopak při větších úhlech rozptylu typicky větších než 50 mrad, dochází k Rutherfordovu rozptylu, kdy primární elektrony jsou ovlivněny zejména jádry atomů vzorku. To lze využít pro analýzu chemického složení a zobrazování atomové struktury vzorku [17].

Pro detekci elasticky rozptýlených elektronů se využívají specializované detektory v závislosti na jejich úhlu rozptylu, jež jsou zobrazeny na obrázku 1.2. Elektrony nerozptýlené jsou detekovány detektorem světlého pole (BF), jenž je umístěn v ose paprsku. Elektrony rozptýlené pod většími úhly jsou zachycovány anulárním detektorem temného pole (ADF), který umožňuje rozlišit krystalové struktury. Pro velmi vysoké úhly rozptylu se používá anulární detektor temného pole na vysokých úhlech (HAADF), který poskytuje Z-kontrast, tj. obraz závislý na atomovém čísle [18].

Prošlé nepružně rozptýlené elektrony

Prošlé nepružně rozptýlené elektrony během svého průchodu vzorkem v transmisním elektronovém mikroskopu (TEM) ztratí část své energie v důsledku interakce s atomy vzorku. Tyto elektrony již nemají původní energii urychlovacího paprsku, což je odlišuje od elasticky rozptýlených elektronů, které neztrácejí energii. Dle velikosti ztráty energie je možné určit povahu interakce pomocí metody ztrát energie elektronů (EELS). Tato metoda umožňuje zkoumat chemické složení, vazebné stavy, elektronovou strukturu materiálů a analyzovat excitace fononů [20].



Obrázek 1.3: Snímky ze SEM z detektoru SE srovnávající tři typy hrotů sloužících jako zdroje elektronů: a) wolframové vlákno, b) krystal LaB_6 a c) hrot zdroje se studenou emisí. Převzato a upraveno z [24]. Měřítko všech snímků je stejné.

1.2 Zdroje elektronů

Standardní elektronové mikroskopy využívají jako zdroj elektronů kovové hroty, jejichž špička má poloměr zakřivení v řádu nižších jednotek mikrometrů, což zajišťuje dostatečně malou emisní oblast pro efektivní generaci elektronového svazku. Nejčastěji používané zdroje se dělí do tří kategorií, jenž se liší především fyzikálním principem emise, materiálem, vhodností pro různé technologie a výslednou kvalitou elektronového paprsku. Jedná se o termoemisní zdroj (TE), zdroj se studenou emisí a Schottkyho zdroj, který budu zejména využívat v rámci mé práce. Každý z těchto zdrojů má své výhody a nevýhody. V tabulce 1.1 jsou uvedeny základní charakteristiky jednotlivých druhů elektronových zdrojů. Jsou zde uvedeny tyto hodnoty: W je výstupní práce, T je provozní teplota, E_{ext} označuje velikost extrakčního pole, J je proudová hustota, B je jas, ΔE_0 energiový rozptyl, p označuje tlak vakua, při kterém zdroj pracuje, „Životnost“ určuje dobu, po kterou zdroj pracuje a „Cena“ určuje porovnání pořizovací ceny zdrojů mezi sebou. Výstupní práce W je definována jako energie, kterou je potřeba dodat elektronu, aby mohl opustit materiál do vakua [21]

$$W = -e\Phi - E_F, \quad (1.3)$$

kde $-e$ určuje náboj elektronu, Φ je elektrostatický potenciál ve vakuu nad povrchem a E_F je Fermiho energie vzorku. Jas zdroje B je důležitá charakteristika zdroje elektronů, která je definována jako schopnost zdroje generovat elektronový paprsek o jednotkovém proudu na jednotku plochy:

$$B = \frac{I}{A\Omega}, \quad (1.4)$$

kde I určuje celkový vyzářený proud, A je plocha zdroje a Ω je prostorový úhel, do kterého se elektrony vyzářují [22].

Termoemisní zdroj

Termoemisní zdroje jsou založeny na principu, že pokud zahřejeme materiál na vysokou teplotu, jsme schopni elektronům dodat dostatečnou energii k překonání výstupní práce a tím mohou uniknout z materiálu. Tento jev lze popsat pomocí Richardsonova zákona,

Tabulka 1.1: Charakteristika základních zdrojů elektronů. TE označuje termoemisi, Φ je výstupní práce, T je provozní teplota, E_{ext} označuje velikost extrakčního pole, J je proudová hustota, B je jas, ΔE_0 energiový rozptyl, p označuje tlak vakua při kterém zdroj pracuje, „Životnost“ určuje dobu po kterou zdroj pracuje a „Cena“ určuje porovnání pořizovací ceny zdrojů mezi sebou. Data byla získána z [23].

Parametry	LaB ₆ (TE)	W (TE)	Shottky	Studená emise
Materiál	LaB ₆	W	ZrO/W [100]	W [310]
W (eV)	2.4	4.5	3.0	4.5
T (K)	1700	2700	1700	300
E_{ext} (Vm ⁻¹)	-	-	$\sim 10^8$	$> 10^9$
J (Am ⁻²) při 100 kV	10^2	5	10^5	10^6
B (Am ⁻² sr ⁻¹) při 100 kV	5×10^{11}	10^{10}	5×10^{12}	10^{13}
ΔE_0 (eV)	1.5	3	0.7	0.3
p (Pa)	10^{-4}	10^{-2}	10^{-6}	10^{-9}
Životnost (hod)	1000	100	> 5000	> 5000
Cena	nejnižší	nižší	vyšší	nejvyšší

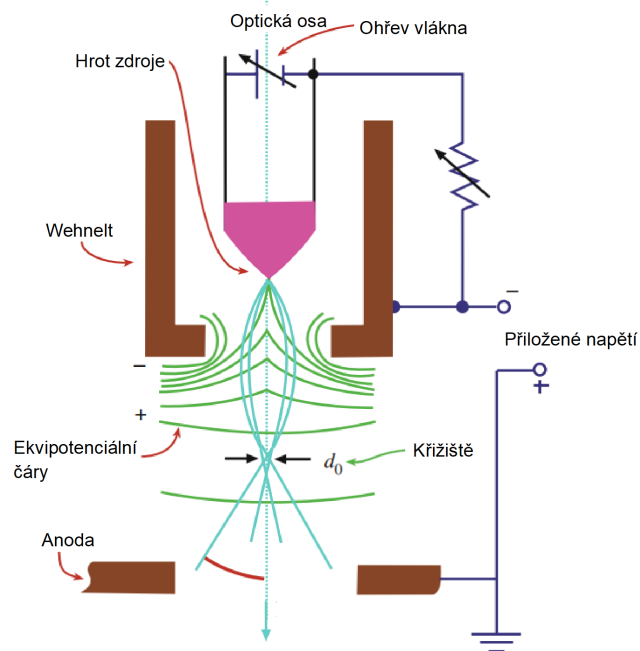
jenž vyjadřuje vyzářenou proudovou hustotu J v závislosti na teplotě materiálu T :

$$J = AT^2 e^{-\frac{\Phi}{kT}}, \quad (1.5)$$

přičemž k je Boltzmannova konstanta a A je Richardsonova konstanta, která je charakteristická pro daný materiál zdroje.

Z rovnice (1.5) je patrné, že pro získání elektronů je nutné zahřát materiál na dostatečně vysokou teplotu, která překoná výstupní práci. Bohužel většina materiálů se při těchto teplotách roztaví, což znamená, že jsou vhodné pouze materiály s vysokou teplotou tání nebo nízkou výstupní prací. Dříve se hojně používalo wolframové vlákno, jenž je zobrazeno na obrázku 1.3 a). Jak je z obrázku zřejmé, jedná se o velmi tenký zahnutý drátek, jenž nemá přesně definovaný hrot. Jeho použití však v nynější době klesá kvůli vysokému energiovému rozptylu, nízkému proudu a krátké životnosti. V současnosti se nejčastěji používá hexaborid lanthanu (LaB₆), jenž je zobrazen na obrázku 1.3 b). Zde je již přesněji definovaný hrot a to přináší delší životnost, větší stabilitu, robustnost a o něco vyšší jas. Na druhou stranu jsou zde vyšší nároky na vakuum, což zvyšuje jeho cenu oproti wolframovému vláknu. Velkou výhodou termoemisních zdrojů v porovnání s ostatními typy zdrojů je jejich nízká cena a schopnost fungovat při relativně nízkém vakuu, ale neexcelují v množství vyzářovaného proudu, stabilitě a jejich životnost je poměrně krátká [23].

Samotná konstrukce termoemisního zdroje je znázorněna na obrázku 1.4. Při zahřátí hrotu se uvolňují elektrony, které jsou následně urychlovány díky vysokému napětí mezi hrotem zdroje a anodou. Tento urychlený paprsek je fokusován do bodu křižště pomocí napětí přivedeného na Wehneltovu elektrodu. Tento bod se také někdy označuje jako virtuální obraz zdroje. Wehneltův válec tedy funguje jako jednoduchá čočka, která zároveň ovlivňuje intenzitu paprsku [25].



Obrázek 1.4: Schéma termoemisního elektronového zdroje. Mezi hrotem zdroje a anodou je vytvořeno velké elektrické pole, které je modifikováno potenciálem na Wehneltově válci, jenž funguje jako čočka a soustřeďuje elektrony do křížového bodu o průměru d_0 , které je obrazem zdroje pro následné čočky v mikroskopu. Převzato a upraveno z [26].

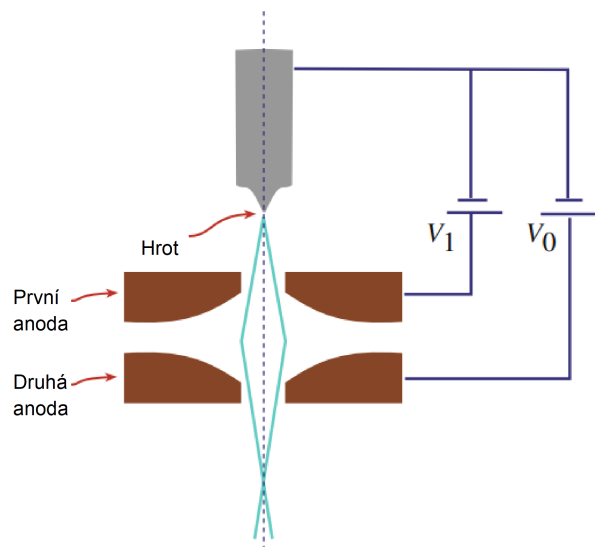
Zdroj se studenou emisí

Zdroj se studenou emisí (CFEG) funguje na principu emisí elektronů z velice ostrého hrotu při působení intenzivního elektrického pole, přičemž je hrot udržován na pokojové teplotě. Takový hrot je ukázán na obrázku 1.3 c). U tohoto typu zdroje je využíváno zvýšeného elektrického pole na ostrém hrotu, kde je intenzita elektrického pole značně vyšší díky malému poloměru hrotu [27]. Když je na tento hrot aplikováno napětí, dochází k emisím elektronů z materiálu na základě tunelového jevu [28], což znamená, že elektrony procházejí přes potenciálovou bariéru, i když nemají dostatek energie k jejímu klasickému překonání. K dosažení tohoto efektu je třeba, aby byl povrch hrotu čistý, což se zajišťuje pomocí ultra-vysokého vakua (UHV), díky kterému se povrch udržuje bez kontaminantů a oxidů. Pokud dojde ke znečištění povrchu, může být potřeba provést tzv. „flashing“ proces, což spočívá v otočení polarizace potenciálu na hrotu nebo jeho rychlém zahřátí, aby se odstranily povrchové kontaminanty [29].

Samotná konstrukce zdroje se studenou emisí je znázorněna na obrázku 1.5. Mezi hrotem zdroje a anodami je vytvořeno velké elektrické pole, díky němuž elektrony tunelují a následně jsou urychlovány. Tato dvojice anod také funguje jako čočka, která fokusuje svazek do bodu křížového bodu, které se také někdy označuje jako virtuální obraz zdroje [30].

Schottkyho zdroj

Schottkyho zdroj využívá kvantový jev známý jako Schottkyho efekt, který byl popsán W. Schottkym v roce 1939 [31]. Tento efekt se projevuje na kovových površích při aplikaci



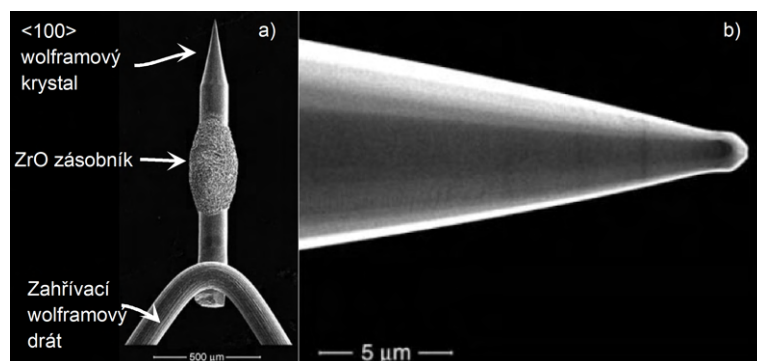
Obrázek 1.5: Schéma zdroje se studenou emisí. Mezi hrotem zdroje a anodami je vytvořeno velké elektrické pole. Anody zde fungují také jako čočky, jež fokusují svazek. Převzato a upraveno z [30].

velmi silného elektrického pole. To snižuje potenciálovou bariéru na povrchu materiálu a tedy výstupní práci elektronů. Tento jev je následně zkombinován se zahřátím zdroje, čímž dodáme elektronům potřebnou energii k překonání výstupní práce a tím možnost uniknout z materiálu. Tato teplota však není tak vysoká jako u termoemisního zdroje, neboť potenciálová bariéra byla snížena díky Schottkyho efektu a elektron nepotřebuje dodat tolik energie k jejímu překonání.

Konstrukce Schottkyho zdroje (hrotu) je znázorněna na obrázku 1.6. Na obrázku 1.6 a) jsou popsány komponenty zdroje. Hrot je navařen na zahřívacím wolframovém vlákně, kudy teče proud a zajišťuje, že hrot má přesně stanovenou teplotu. Na něm je následně navařen krystal wolframu $\langle 100 \rangle$ se zásobníkem oxidu zirkoničitého ZrO , jenž funguje jako rezervoár pro povlak ZrO , který pokrývá hrot zdroje. Tato vrstva snižuje výstupní práci elektronů z materiálu a zvyšuje tak životnost zdroje. Zásobník se však v průběhu používání vyprazdňuje a pokud dojde k jeho úplnému vyčerpání, je zapotřebí celou katodu vyměnit za novou. Samotná špička hrotu je znázorněna na obrázku 1.6 b), kde je vidět, že její průměr se pohybuje okolo jednoho mikrometru [32]. Následná konstrukce samotného zdroje je podobná jako u zdroje se studenou emisí, až na to, že samotný hrot se zahřívá typicky na teplotu 1700 K.

Porovnání zdrojů

Každý z těchto zdrojů má své místo v širokém spektru aplikací elektronových mikroskopů. Termoemisní zdroje jsou cenově dostupné, jednoduché a nekladou velké požadavky na úroveň vakua, ale nabízejí nižší kvalitu a stabilitu paprsku. Schottkyho zdroje jsou výkonnější, stabilnější a poskytují lepší kontrolu nad emisí, ale jsou dražší. Zdroje se studenou emisí se používají pro aplikace vyžadující extrémně vysoké rozlišení a stabilitu, avšak s vyššími náklady a složitějšími požadavky na kvalitu vakua. Výběr mezi těmito technologiemi závisí na konkrétních požadavcích dané aplikace, včetně potřebné přesnosti, nákladů a provozních podmínek.



Obrázek 1.6: Snímky ze SEM z detektoru SE Schottkyho katody, kde a) popisuje komponenty hrotu a b) ukazuje detail špičky hrotu. Převzato a upraveno z [33, 34].

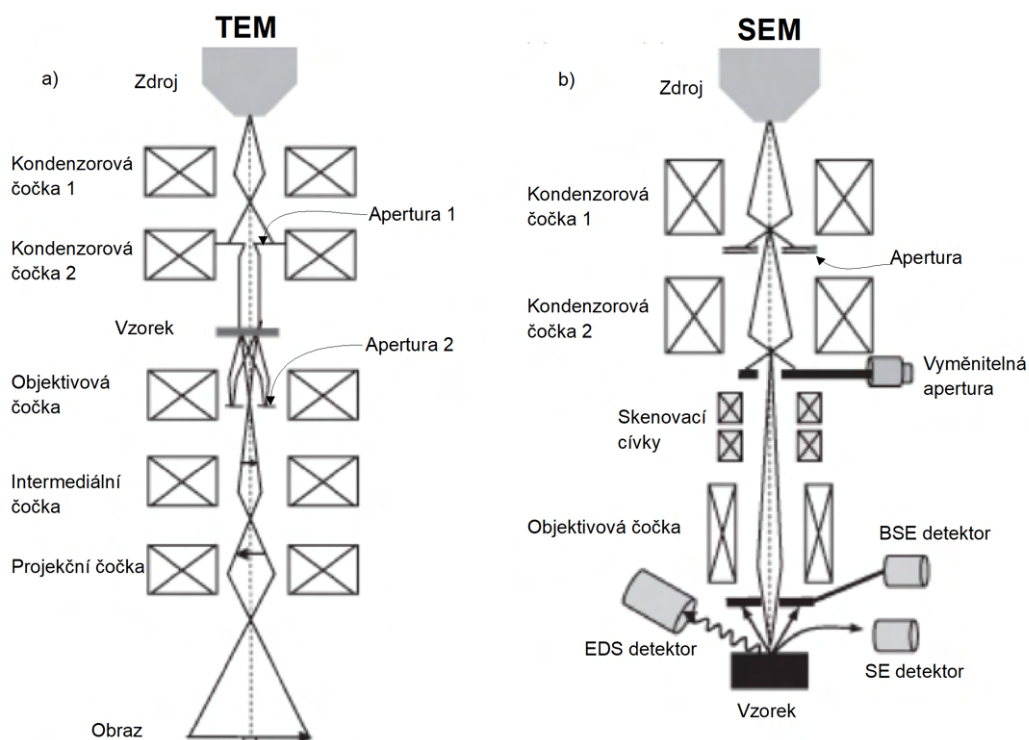
1.3 Typy elektronových mikroskopů

Ve světě elektronové mikroskopie existují dva hlavní typy mikroskopů, jsou to již zmiňované transmisní elektronové mikroskopy (TEM) a rastrovací elektronové mikroskopy (SEM). V současnosti získává stále větší pozornost také rastrovací transmisní elektronový mikroskop (STEM), který kombinuje výhody obou hlavních technik a tím nabízí vyšší rozlišovací schopnost.

Transmisní elektronový mikroskop

TEM umožňuje zkoumání struktur s vysokým rozlišením a to až na atomární úroveň. Tato technika využívá urychlený svazek elektronů, jež jakožto rovinná vlna osvětluje tenký vzorek. Záření prochází vzorkem a na základě interakce elektronů s materiálem vytváří obraz vzorku. Z důvodu nutnosti prozáření vzorku je zapotřebí využívat extrémně tenké lamely s tloušťkou v řádu desítek nanometrů. Platí přitom, že čím tenčí vzorek, tím detailnější obraz lze získat a to až na úroveň jednotlivých atomů.

Zjednodušené schéma TEM je znázorněno na obrázku 1.7 a). Nejčastěji se v TEM používá termoemisionní nebo Schottkyho zdroj, ze kterého jsou urychlovány elektrony na energii typicky v rozmezí 80–300 keV. Následně je pomocí dvojice kondenzorových čoček zformována rovnoběžná elektronová vlna, jež následně osvětluje vzorek. Mezi kondenzorovými čočkami se nachází „Apertura 1“, která slouží k výběru elektronů na základě jejich konvergenčního úhlu. Tato komponenta reguluje proud elektronů, které dopadají na vzorek a také filtruje elektrony s vysokým konvergenčním úhlem. Po průchodu vzorkem elektronový paprsek prochází „Aperturou 2“, která slouží k dalšímu filtrování elektronového paprsku. Následující optickou komponentou je objektivová čočka, která je klíčová pro zvětšení a je zodpovědná za dosažení požadovaného rozlišení. Objektivová čočka se může skládat ze dvou částí, horní, která se nachází nad vzorkem a pomáhá kondenzorovému systému při formování osvětlení, a spodní, jež slouží k projekci obrazu. Po objektivové čočce elektronový paprsek prochází intermediální čočkou, která slouží k úpravě velikosti obrazu a redukci případných optických vad. Tato čočka zajišťuje korekci a jemné doladování obrazu, což je důležité pro dosažení co nejostřejšího zobrazení vzorku. Na závěr elektronový paprsek prochází jednou nebo vícero projekčními čočkami, které zajišťují finální zaostření, zvětšení obrazu a jeho nasměrování na detektor nebo obrazovku. Projekční čočka je tedy zodpovědná za zobrazení finálního obrazu vzorku, který je následně analyzován a interpretován [35].

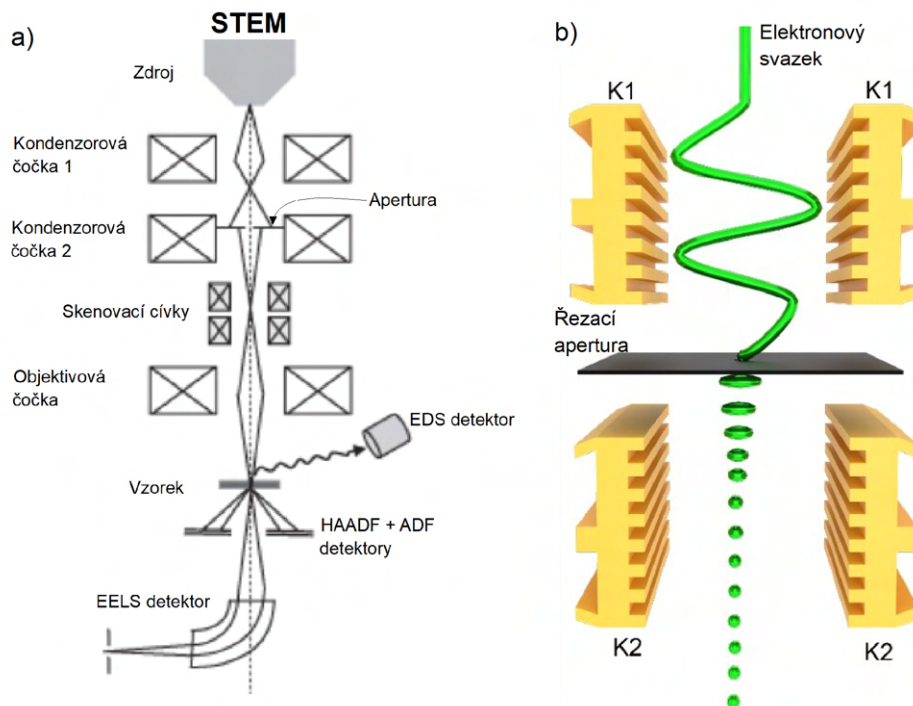


Obrázek 1.7: Zjednodušené schéma: a) transmisního elektronového mikroskopu (TEM), b) rastrovacího elektronového mikroskopu (SEM). Převzato a upraveno z [36].

Rastrovací elektronový mikroskop

SEM umožňuje detailní zobrazení a zkoumání povrchu vzorků, aniž bychom potřebovali tenké vzorky, jak je tomu u TEM. V SEM se používá urychlený elektronový paprsek, který je fokusován do malého bodu na vzorek. Tento paprsek interaguje s povrchem vzorku a vytváří různé typy signálů, které jsou následně detekovány. Pomocí rychlého skenování úzce zfokusovaného svazku po vzorku získáváme signál z jednotlivých míst, který následně převádíme do obrazu.

Zjednodušené schéma SEM je znázorněno na obrázku 1.7 b). Na tomto schématu je elektronový paprsek vycházející ze zdroje, přičemž nejčastěji se používá termoemisní nebo Schottkyho zdroj, dále urychlován na 1–30 keV a kolimován pomocí dvou kondenzorových čoček. Mezi kondenzory se nachází úzká apertura, která slouží k regulaci konvergence elektronového paprsku, čímž se minimalizují optické vady. Následně paprsek prochází přes vyměnitelnou aperturu, kde regulujeme proud elektronů, který dopadá na vzorek. Tento svazek elektronů pak prochází skenovacími cívkami, které umožňují pohyb paprsku po vzorku. Dalším důležitým optickým prvkem je objektivová čočka, která zaostří paprsek do co nejmenšího bodu a hraje klíčovou roli v dosažení vysokého rozlišení. Po dopadu paprsku na vzorek vzniká množství signálů 1.1, zejména sekundární elektrony (SE), zpětně rozptýlené elektrony (BSE) a rentgenovské záření, které využíváme k získání informací o povrchu vzorku [37].



Obrázek 1.8: Zjednodušené schéma: a) rastrovacího transmisního elektronového mikroskopu (STEM). b) Detail radiofrekvenční kavity K1 - deflektor, K2 - korektor. Převzato a upraveno z [36, 38].

Rastrovací transmisní elektronový mikroskop

Rastrovací transmisní elektronová mikroskopie (STEM) je technika, která kombinuje výhody SEM a TEM, což jí umožňuje zkoumat vzorky na atomární úrovni a analyzovat jejich chemické složení. Stejně jako u TEM je i zde nezbytné použít extrémně tenké lamely s tloušťkou v řádu desítek nanometrů, aby elektronový paprsek mohl procházet vzorkem.

Na obrázku 1.8 a) je zobrazeno schéma STEM, kde elektronový paprsek je generován obvykle Schottkyho zdrojem nebo zdrojem se studenou emisí. Elektrony jsou urychlovány na energii v rozmezí 30–300 keV, v závislosti na požadované analýze vzorku. Tento urychlený paprsek je následně kolimován pomocí dvojice kondenzorových čoček. Mezi nimi se nachází úzká apertura, která reguluje konvergenci elektronového paprsku a řídí jeho proud dopadající na vzorek. Elektronový paprsek prochází skenovacími cívkami, které umožňují pohyb paprsku po vzorku a objektivovou čočkou, která zaostřuje paprsek do co nejmenšího bodu, čímž zajišťuje vysoké rozlišení. Po dopadu na vzorek paprsek interaguje s materiálem a generuje různé signály, které jsou detekovány. Mezi hlavní detektory ve STEM patří EDS detektor (detektor pro energii disperzního rentgenového záření), který umožňuje analýzu chemického složení vzorku, a detektory HAADF (High-Angle Annular Dark-Field) a ADF (Annular Dark-Field), které umožňují získávání obrazů na základě elastického rozptylu elektronů 1.1. Tyto detektory poskytují obrazy s vysokým kontrastem a detailní zobrazení atomární struktury vzorku. V současnosti se v STEM stále častěji používá také detektor energiových ztrát elektronů (EELS), který detekuje neelasticky rozptýlené elektrony. Tato metoda poskytuje cenné informace o chemickém složení, elektronové struktuře a vazbách zkoumaného materiálu [35].

1.4 Ultrarychlá elektronová mikroskopie

Ultrarychlá elektronová mikroskopie (UEM) představuje moderní technologii, která kombinuje vysoké prostorové rozlišení konvenční elektronové mikroskopie s mimořádným časovým rozlišením na úrovni femtosekund. Tato metoda umožňuje získávat informace o dynamických strukturních změnách materiálů, které probíhají v extrémně krátkých časových úsecích a tak přináší zcela nové možnosti pro zkoumání rychlých procesů na atomární úrovni. Typické rozlišení se pohybuje okolo stovek femtosekund a jednotek nanometrů [39]. Nejčastěji se UEM využívá v rámci TEM, zatímco v SEM se zatím běžně neprovádí. Ve své práci se však zaměřím na jeho realizaci právě v SEM, což je méně obvyklý přístup. Elektronové pulzy budu generovat pomocí laserem buzené katody a k jejich detekci využiji sekundární elektrony.

Základem UEM je stroboskopický princip, který spočívá v opakovaném osvětlování vzorku ultrakrátkými pulzy elektronů synchronizovanými s laserovými impulzy. Laser zde plní funkci spouštěče analyzovaného děje, zatímco elektronovými pulzy se tento děj snímá. Synchronizace elektronových pulzů a laseru se provádí postupným zvyšováním časového zpoždění mezi těmito pulzy, což umožňuje zachytit dynamický proces v různých stádiích jeho vývoje. Jednotlivé snímky z různých časových bodů jsou následně složeny do sekvence, která vytváří dynamický obraz (video) procesu. Díky této metodě lze detailně analyzovat rychlé změny v materiálu, avšak pouze u procesů, které lze opakovaně spustit za stejných podmínek [40].

Technologie ultrarychlé elektronové mikroskopie nachází široké uplatnění. Jedním z klíčových využití je studium fázových přechodů, například tavení, tuhnutí nebo přechodů mezi různými krystalovými strukturami. Díky vysokému časovému rozlišení lze sledovat nukleaci a růst nových fází na atomární úrovni [41]. Dalším důležitým polem aplikací je přenos energie a náboje [42], kde UEM umožňuje sledovat dynamiku elektronových excitací, relaxačních procesů nebo přenosu tepla v nanostrukturách. Tato technologie rovněž umožňuje detailní zkoumání restrukturalizace nanočástic během katalytických reakcí, kdy dochází ke změnám jejich tvaru, velikosti a povrchových vlastností [43]. V oblasti nanomechanických pohybů UEM odhaluje dynamiku deformací, jako jsou vibrace [44] nebo napětí [45] v nanostrukturách, což je klíčové pro vývoj nanotechnologií. Tyto aplikace nacházejí uplatnění v mnoha oblastech od materiálového výzkumu přes biomedicínu až po energetiku [46, 47].

Nejdůležitějším aspektem UEM je získání ultrakrátkých elektronových pulzů, které umožňují snímání dějů s vysokým časovým rozlišením. Těchto pulzů lze dosáhnout několika způsoby, přičemž nejběžnější metodou je použití fotoemise, kde pulzní laserový paprsek osvětluje katodu a uvolňuje elektronové pulzy [48, 49]. Alternativní přístup využívá radiofrekvenční kavity, které přetvářejí kontinuální elektronové svazky do ultrakrátkých pulzů [50, 51, 52]. Tyto technologie jsou klíčové, protože detektory nejsou dostatečně rychlé, aby zachytily děje probíhající na femtosekundové časové škále. Přesná kontrola délky a frekvence elektronových pulzů je proto nezbytná pro dosažení požadovaného časového rozlišení.

1.4.1 Mikrovlnné kavity

Mikrovlnné kavity slouží ke generování ultrakrátkých elektronových pulzů pomocí vysokofrekvenčního elektromagnetického pole, čehož je následně využíváno v aplikacích pro UEM. Opakovací frekvence provozu těchto kavit se pohybují v širokém rozmezí od 1 Hz do 12 GHz, což zajišťuje flexibilitu jejich využití. Generované elektronové pulzy mohou dosahovat délky

několika pikosekund, přičemž kvalita svazku zůstává zachována díky minimalizaci Coulombovských odpudivých efektů [53].

Princip fungování těchto kavit je znázorněn na obrázku 1.8 b) a spočívá v tom, že elektronový svazek prochází prvním rezonančním polem K1, kde je oscilujícím polem o vysoké frekvenci rozkmitán. Tento rozkmitaný svazek poté prochází řezací aperturou, kterou projde jenom část svazku a vytváří tak diskrétní elektronové pulzy. Následně druhé rezonanční pole K2, které pracuje s opačným fázovým posunem pole než K1, eliminuje indukované laterální oscilace a obnovuje původní dráhu svazku podél optické osy [38, 51].

Společnost Euclid Techlabs vyvinula elektrické hřebínkové systémy, které vytvářejí elektronové pulzy přerušováním kontinuálního elektronového svazku pomocí radiofrekvenčního pole. Tyto systémy jsou jednoduché na implementaci a lze je snadno synchronizovat se stávajícími mikroskopy. Jejich hlavní nevýhodou však je, že jsou omezeny na pevnou energii svazku, což omezuje jejich flexibilitu při aplikacích, které vyžadují různorodé energetické rozsahy [54].

Na druhé straně magnetické mikrovlnné kavity využívají oscilující magnetická pole k modulaci svazku. Tento přístup umožňuje generovat vysoce kvalitní ultrakrátké pulzy s minimálním rozptylem energie a zachovat tak emisní charakteristiky zdroje [51].

Zatímco elektrické systémy jsou jednodušší a cenově dostupnější, magnetické nabízejí lepší kontrolu nad délkou a kvalitou pulzů. Nicméně použití mikrovlnných kavit má i své nevýhody. Klíčovým problémem je citlivost na přesnou synchronizaci RF pole mezi jednotlivými kavitami. Jakýkoli nesoulad v této synchronizaci může vést k rozostření svazku a ztrátě časového nebo prostorového rozlišení. Dále je nutné zajistit precizní řízení RF zdrojů a synchronizačních systémů, což může zvyšovat složitost implementace [38].

1.4.2 Laserem buzená katoda

Laserem řízená fotoemise umožňuje generovat ultrakrátké elektronové pulzy s vysokou časovou a prostorovou koherencí v širokém rozmezí opakovacích frekvencí od 1 Hz do 25 MHz. Tento proces využívá pulzního laserového zdroje zaostřeného na hrot katody zdroje (zobrazeno na obrázku 1.9), kde jsou díky fotoelektrickému jevu uvolňovány elektrony. Typicky se využívá Schottkyho zdroj se zirkoniovým oxidem nanoseným na wolframu (ZrO/W), jehož výstupní práce je 3 eV. Ten je nejčastěji ozařován ultrafialovým zářením laseru o vlnové délce 258 nm, což odpovídá energii 4,82 eV. Energie fotonů laseru je tedy vyšší než výstupní práce, což zajišťuje efektivní uvolňování elektronů překonáním potenciálové bariéry. Tento proces umožňuje dosáhnout kontinuální a stabilní emise. Pokud je fotonová energie nižší než pracovní funkce materiálu, může docházet k vícefotonové fotoemisi, kdy elektrony absorbují více fotonů, aby překonaly energetickou bariéru. Nicméně tento jev je méně častý a závisí na přesném nastavení experimentálních parametrů [48].

Reálná implementace laserem řízené fotoemise zahrnuje práci s nízkou teplotou hrotu katody, která minimalizuje kontinuální tepelnou emisi. Extrakční pole se přitom využívá k redukci energiové bariéry a laserové světlo poskytuje většinu energie potřebné k uvolnění elektronů v pulzech. Nicméně s ochlazením hrotu je spojeno i s jedním z hlavních problémů, a to snižování efektivity fotoemise během dlouhotrvajících experimentů. V praxi bylo pozorováno, že účinnost emise klesá o přibližně 30% po 90 minutách provozu [55]. Důvodem je snížená difuze povlaku ZrO a tím zvýšení výstupní práce. To lze řešit zahřátím hrotu na vysokou teplotu mezi experimenty, což obnoví vrstvu ZrO a tak i původní vlastnosti katody. Dalším omezením je nízký proud elektronů generovaný tímto způsobem, což může být nevhodné pro aplikace vyžadující vysokou intenzitu svazku.

1.4.3 Srovnání možností vytváření elektronových pulzů

Při srovnání laserem řízené fotoemise s mikrovlnnými kavitami pro vytváření elektronových pulzů zjistíme, že je zde několik zásadních rozdílů v implementaci a provozu. Laserem řízená fotoemise má výhodu jednoduššího sladění s excitací vzorku, díky jednomu laseru, ze kterého pulzy vytváříme, což umožňuje vyšší přesnost při časově rozlišených experimentech. Na druhou stranu, zavedení laserové excitace do mikroskopu je složitější a vyžaduje velké úpravy zdroje. Navíc lasery generují pulzy s nižší frekvencí než mikrovlnné kavity, což může být omezením pro některé aplikace.

Mikrovlnné kavity nabízejí vyšší frekvence pulzů a snadnější instalaci do stávajících mikroskopů bez nutnosti rozsáhlých úprav. Kromě toho poskytují větší flexibilitu při nastavování délky pulzů změnou výkonu RF pole. Nevýhodou je však složitější synchronizace kavity s laserem, jenž vybuduje vzorek, nutnost precizního řízení RF systémů a jejich omezenost na jednu pevně danou energii svazku. V současnosti jsou kavity navrhovány výhradně pro TEM a nejsou známy žádné aplikace v SEM.

1.4.4 Vývoj v ultrarychlé elektronové mikroskopii

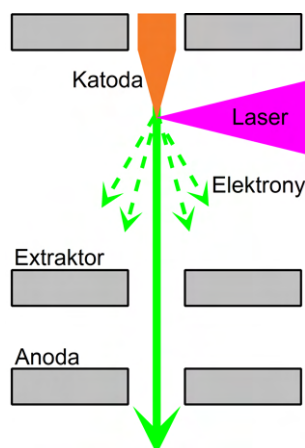
Jedním z hlavních směrů současného výzkumu UEM je přímé zobrazování fotoindukovaných fázových přechodů. Například dynamika fotoindukované vlny hustoty náboje (CDW) v 1T-TaS₂ [56] byla sledována s prostorovým rozlišením 5 nm a časovým rozlišením 200 fs pomocí techniky elektronové difraktometrie, pro její přímý přístup ke krystalografickým informacím [57, 58]. Tento výzkum odhalil fázový přechod ze skoro „commensurate“ fáze při nízkých teplotách do „incommensurate“ fáze při vyšších teplotách, což zahrnuje tání supermřížek a ztrátu satelitních píků v difraktogramech.

Další důležitou oblastí výzkumu je dynamika akustických fononů a napěťových vln v dvourozměrných materiálech, spouštěných různými prvky, jako jsou hrany vrstev [45], nedokonalosti mřížky [59] a plazmonické nanodráty [44]. Tyto experimenty využívají vysoké citlivosti elektronového svazku na mřížkové deformace, což umožňuje časově a prostorově rozlišit šíření a relaxaci akustických fononů. Tyto studie prokázaly schopnost UEM vizualizovat anisotropní chování fononů na atomární úrovni a korelovat je s krystalografickou orientací a lokálními defekty v materiálu.

Mapování dynamiky náboje v pevných látkách umožňuje sledovat časový vývoj nosičů náboje a jejich korelace se strukturou atomární mřížky. Při studiu polovodiče InAs byly rekonstruovány prostorově a časově rozlišené mapy blízkého pole oscilujícího na THz frekvencích, které vznikají v důsledku rozdílů v difuzi děr a elektronů. Tento přístup odhalil dynamiku přenosu náboje a jeho interakci s mřížkovými deformacemi, což je klíčové pro pochopení fotovoltaických procesů a optimalizaci materiálů pro energetické aplikace [42].

V Lorentzově mikroskopii bylo zobrazeno fototermálně indukované magnetické pole a tzv. magnetické skyrmiony, které představují topologické magnetické textury. UEM měření dokázalo poskytnout nové poznatky o časovém vývoji magnetických skyrmionů a jejich interakcích s elektronovou mřížkou, což je zásadní pro vývoj spintronických zařízení a materiálů [60].

Dále byl zobrazován časový a prostorový vývoj polaritonových vlnových balíků v dvourozměrných materiálech. Byla sledována dynamika fonon-polaritonových (PhP) excitací v hexagonálním nitridu boru (hBN) s nanometrovým prostorovým a femtosekundovým časovým rozlišením. Tento přístup umožnil odhalit jevy, jako je štěpení vlnových balíků, jejich zrychlování a zpomalování během šíření, což souvisí s disperzní povahou PhP [61].



Obrázek 1.9: Lokalizovaná emise elektronů ze špičky katodového hrotu pomocí fokusovaného laseru. Převzato a upraveno z [48].

V budoucnu se nejspíše UEM bude kombinovat s dalšími technikami pro simultánní analýzu chemických, strukturních a elektronických vlastností materiálů. Dále také v oblasti biologie pro in-situ studium citlivých organických materiálů a pochopení ultrarychlé molekulární interakce v kapalném nebo kryogenním prostředí, jakožto formování a štěpení chemických vazeb na femtosekundové škále, při minimálním poškození elektronovým svazkem [62].

1.4.5 Ultrarychlá rastrovací elektronová mikroskopie

Ultrarychlý rastrovací elektronový mikroskop (USEM) obohacuje konvenční SEM o UEM. V porovnání s ultrarychlým transmisním elektronovým mikroskopem (UTEM), který je běžněji využíván pro UEM experimenty, nabízí USEM hlavní výhodu a to možnost pracovat s objemovými vzorky a pozorovat jejich povrch. Díky tomu jsou minimalizované nároky na jejich přípravu a tedy i pravděpodobnost jejich poškození při výrobě.

Z technického hlediska USEM využívá laserem buzenou katodu pro generaci ultrakrátkých elektronových pulzů synchronizovaných s excitujícími laserovými pulzy. Skenování vzorku probíhá podobně jako v klasickém SEM, avšak s možností zachytit časovou dynamiku signálu. Jednotlivé snímky pořízené s různým časovým zpožděním mezi laserovým a elektronovým pulzem lze následně skládat do časově rozlišených sekvencí a následně analyzovat dynamické procesy ve vzorku.

Praktické aplikace USEM se soustřeďují především na studium fotony generovaných nosičů náboje v polovodičích [63, 64] a časově rozlišenou katodoluminiscenci [65, 66, 67].

2 Motivace a cíle práce

Základní myšlenkou projektu, v rámci kterého zpracovávám svoji diplomovou práci, je modifikovat konvenčně dostupný rastrovací elektronový mikroskop do podoby, která by umožnila vytvoření elektronových pulzů, korekci vad elektronového svazku a externí stimulaci vzorku, to vše pomocí vysoce energetického pulzního synchronizovaného laseru. V minulosti byla již podobná myšlenka realizována na vídeňské univerzitě [49]. Tento projekt měl však několik konstrukčních nedostatků, neumožňujících přesné a rychlé ostření laseru k tvorbě elektronových pulzů a dále pouze omezené možnosti aplikací. Z těchto důvodů jsme přišli s vlastním návrhem modifikací, jenž tyto nedostatky odstraní.

Naše řešení spočívá ve využití vysoce výkonného pulzního femtosekundového laseru, který budeme zavádět do mikroskopu hned ve třech místech (1, 2, 3), jak je znázorněno na zjednodušeném schématu rastrovacího elektronového mikroskopu na obrázku 2.1. Optická větev číslo 1 má za účel vytvořit elektronové pulzy, které se následně budou šířit dále mikroskopem. Optická větev číslo 2 moduluje optický pulz, jenž následně interaguje s elektronovým pulzem a mění ho do námi požadované podoby. Na závěr optická větev číslo 3 slouží ke stimulaci vzorku pro zkoumání dynamických procesů v něm probíhajících.

Sestava na obrázku 2.1 se skládá z vysokoenergetického femtosekundového pulzního laseru emitujícího světelné záření, které dopadá na první dělič svazku (D1), jenž 90 % intenzity propustí a 10 % odrazí. Paprsek s větší intenzitou následně dopadá na druhý dělič svazku (D2), jenž 10 % propustí a 90 % odrazí. Prošlý paprsek s menší intenzitou následně prochází dvojicí nelineárních krystalů, které změni jeho vlnovou délku do ultrafialových hodnot. Světlo je poté zaostřeno pomocí čočky na Schottkyho katodu, která je udržována na takových podmínkách, kdy dopadající pulz fotonů dokáže ze zdroje emitovat pulz elektronů, jenž se zaostří pomocí kondenzorové čočky do roviny interakce (IP). Světlo nepohlaceno Schottkyho katodou projde a je zobrazeno na CCD kameru (CCD1), kde slouží pro rychlejší a přesnější ostření laseru na hrot zdroje. To je nezbytné, neboť průměr hrotu zdroje je 1 μm a průměr fokusovaného svazku je okolo 9 μm . Najít správnou pozici je tedy velmi náročné na přesnost a CCD kamera (CCD1) nám tak usnadňuje nalezení optimálního nastavení.

Laserové pulzy odražené na děliči svazku (D2), jenž obsahují téměř 80 % celkové intenzity vyzářené laserem, nasvětlují prostorový modulátor světla (SLM), který slouží k fázové i amplitudové modulaci světla. Ten je tvořen maticí pixelů, které lze individuálně řídit, aby měnily vlastnosti odráženého světla. Každý pixel může měnit fázi nebo intenzitu světelného paprsku, což umožňuje vytvářet složité vzory a obrazy v příčném profilu laseru. Takto upravený světelný pulz je následně fokusován do roviny interakce (IP), kde moduluje pulz elektronů emitovaných ze Schottkyho zdroje do námi požadované podoby. Aby došlo k přesné interakci laserového pulzu s elektronovým pulzem, je do optické větve vložena zpoždovací linka, která umožňuje prodloužení, případně zkrácení optické trasy (t_1), což zajišťuje synchronizaci obou pulzů. Pro lepší orientaci a kontrolu interakce, se nepohlacené laserové záření zobrazuje na CCD kameru (CCD2) a pomáhá nám tak se správným nastavením.

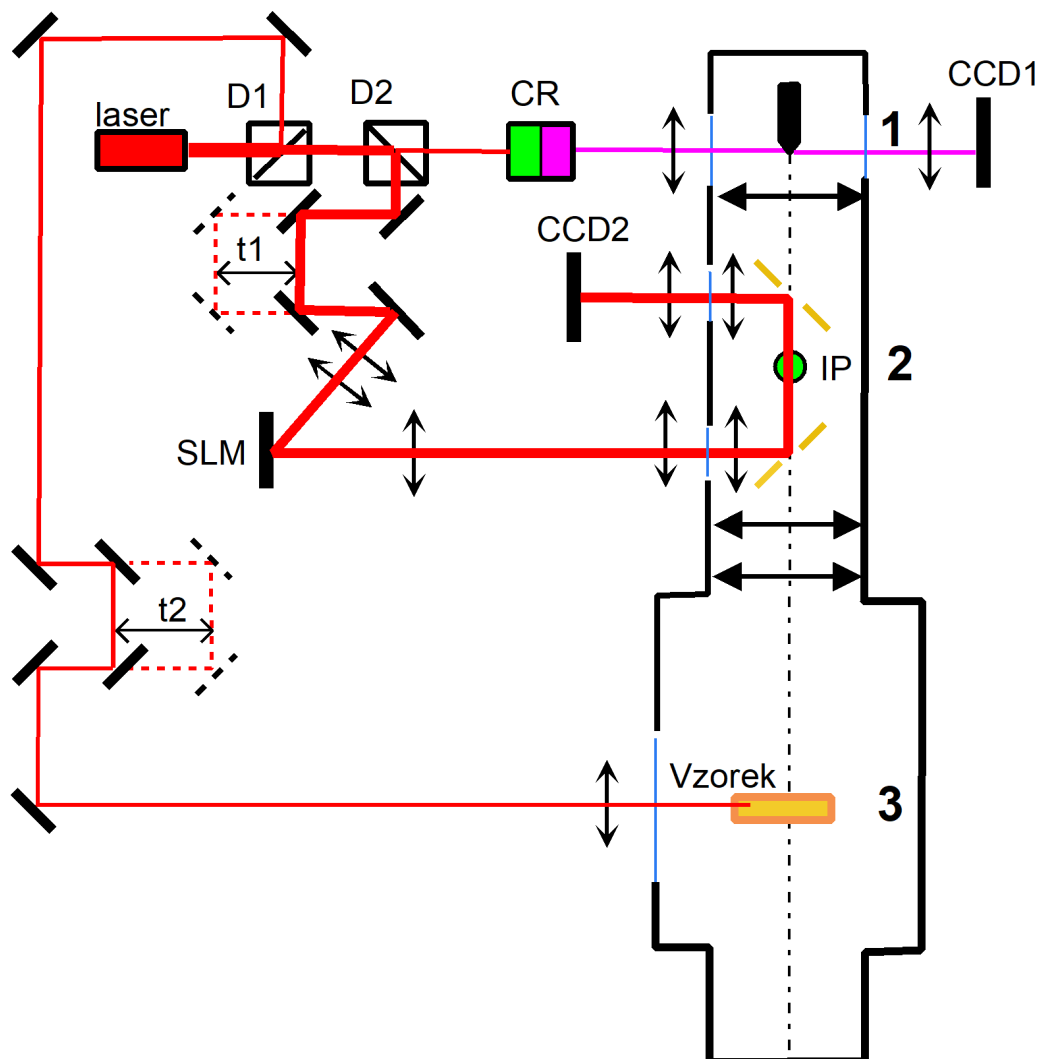
Laserové pulzy odražené na děliči svazku (D1), slouží k externí stimulaci vzorku. To může vést například k lokálnímu zahřátí nebo fázové přeměně zkoumané struktury. Tímto

způsobem jsme schopni vytvořit časově rozlišené snímky, které ukazují, jak struktura vzorku reaguje na optickou stimulaci v reálném čase. Optická větev taktéž obsahuje zpoždovací linku, která umožňuje prodloužení, případně zkrácení optické trasy (t_2) a tím zajistit synchronizaci již modulovaného elektronového pulzu a stimulaci vzorku.

Pro tyto účely je zapotřebí velké množství konstrukčních modifikací samotného SEM. Projekt je tudíž rozložen do tří samostatných etap, kde prvním krokem je získání elektronových pulzů. Zde je zapotřebí upravit komoru Schottkyho zdroje do podoby, kde je možný vstup i výstup laseru pomocí okének, aniž by byla narušena jeho funkčnost. Druhým krokem bude zavedení laseru do interakční roviny (IP), kde pro optimální zobrazení této roviny na objektiv bude muset být do mikroskopu přidána další magnetická kondenzorová čočka. Tento úkon bude velice náročný, neboť bude zapotřebí taktéž velké změny v softwaru a hardwaru mikroskopu. Závěrečným úkolem bude zavedení laseru na vzorek pomocí modifikace dveří do komory a držáku vzorku.

Tato diplomová práce se zabývá první etapou modifikací, tedy návrhem a testováním fotoemisního elektronového zdroje pro adaptaci konvenčního SEM na ultrarychlý SEM, k čemuž bylo zapotřebí:

- Navrhnout schéma sestavy.
 - Seznámit se s konstrukcí a výkresovou dokumentací mikroskopu.
 - Seznámit se s provozem laseru.
 - Vytvořit schéma optické sestavy.
- Navrhnout konstrukční řešení modifikací mikroskopu.
 - Provést konstrukční změny mikroskopu ve 3D modelu.
 - Vytvořit výkresy modifikovaných dílů a sestav.
 - Zadat výkresy do výroby a nechat díly zhotovit.
 - Očistit a zkontrolovat správnost vyrobených dílů.
- Vyměnit upravené součásti v mikroskopu.
 - Rozebrat část mikroskopu pro přístup k výměně dílů.
 - Zaměnit upravené součásti.
 - Sestavit mikroskop s modifikovanými díly.
 - Seřídít, spustit a zkontrolovat správnou funkci mikroskopu v kontinuálním režimu provozu Schottkyho zdroje.
- Zkompletovat optickou sestavu.
 - Převést vlnovou délku laseru do ultrafialových hodnot.
 - Přenést záření laseru mezi optickým stolem a stolem mikroskopu.
 - Nasměrovat laser na hrot katody.
 - Odzkoušet funkčnost tvorby pulzů.



Obrázek 2.1: Schéma sestavy pro časově rozlišenou „ultrafast“ rastrovací elektronovou mikroskopii, modulaci elektronového svazku pomocí laseru a externí stimulaci vzorku. Pulz vyzářený laserem dopadá na první dělič svazku (D1), jenž 90 % intenzity propustí a 10 % odrazí. Paprsek s větší intenzitou následně dopadá na druhý dělič svazku (D2), jenž 10 % propustí a 90 % odrazí. Prošlý paprsek s menší intenzitou následně prochází dvojicí nelineárních krystalů (CR). Paprsek je poté fokusován pomocí čočky na Schottkyho katodu a prošlé světlo je zobrazeno na CCD kameru (CCD1). Laserový pulz odražený na dělič svazku (D2), prochází skrz zpožďovací linku (t1) a nasvětluje prostorový modulátor světla (SLM). Upravený světelný pulz je fokusován do roviny interakce (IP), kde moduluje pulz elektronů. Nepohlčené světlo zobrazujeme na CCD kameru (CCD2). Laserový pulz odražený na dělič svazku (D1) prochází skrz zpožďovací linku (t2) a vybudzuje děje ve vzorku.

3 Optický návrh

V této kapitole se budeme zabývat optickým návrhem trasy navedení pulzního laserového svazku na hrot katody zdroje v SEM. Nejprve bude nutné se seznámit se samotným elektronovým mikroskopem, který budeme modifikovat, a rovněž s pulzním laserem, z důvodu bezpečné a spolehlivé obsluhy. Následně bude nutné zvážit veškeré optické komponenty, které upravují laserový svazek před jeho dopadem na hrot, určit jejich přesné umístění v optické dráze, navrhnout jejich vhodný způsob uchycení a zajistit jejich objednání.

3.1 Rastrovací elektronový mikroskop S6000 MIRA

Rastrovací elektronový mikroskop TESCAN MIRA, postavený na platformě S6000, je vybaven Schottkyho katodou s životností minimálně dva roky. Tato katoda zajišťuje stabilní elektronový svazek v energiovém rozsahu od 200 eV do 30 keV, přičemž je možné využít zpomalování svazku nad vzorkem a zmenšit dopadovou energii elektronu na 50 eV. To je výhodné zejména pro vysoké rozlišení při nízkých urychlovacích napětích. Systém je také vybaven inovativním optickým řešením „Wide Field“, které umožňuje reálný přehled o vzorku již od dvojnásobného zvětšení.

Ovládání mikroskopu zajišťuje moderní a uživatelsky přívětivý software „TESCAN Essence“, který umožňuje přesné nastavení dopadového proudu elektronového svazku. Součástí softwaru je také 3D kolizní model, jenž v reálném čase vizualizuje polohu vzorku, detektorů a dalších komponent v komoře a tím zabraňuje jejich kolizím.

Mikroskop je osazen dvěma detektory v komoře a to Everhart-Thornley detektorem pro sekundární elektrony a motorizovaně vysouvateľným detektorem pro zpětně odražené elektrony. Dále je vybaven dvojicí „in-column“ detektorů (pro sekundární i zpětně odražené elektrony), které zajišťují vysokou kvalitu snímání i při malé pracovní vzdálenosti. Mikroskop je taktéž připraven pro možnost vložení přídatných detektorů. Maximálního rozlišení 1 nm lze u mikroskopu dosáhnout při použití urychlovacího napětí 30 keV, při detekci sekundárních elektronů a proudu svazku 300 pA.

Komora je vybavena pětiosým stolem, který umožňuje komplexní manipulaci se vzorkem v rozsahu: $X = 80$ mm, $Y = 60$ mm, $z = 50$ mm, náklon $\pm 80^\circ$ a rotace 360° . Maximální velikost vzorku může být až 100 mm v průměru, s hmotností až 1 kg v závislosti na režimu manipulace.

3.2 Pulzní laser Monaco 1035

Laser Monaco 1035 od společnosti Coherent je diodou pumpovaný vláknový femtosekundový laser, který využívá architekturu typu MOPA (Master Oscillator Power Amplifier) v kombinaci se dvěma akusto-optickými modulátory (AOM). Princip jeho činnosti spočívá ve vytvoření femtosekundových pulzů v základním oscilátoru, jejich časovém řízení, zesílení a následném finálním zpracování.

Generování těchto ultrakrátkých pulzů je založeno na jevu módové synchronizace (mode-locking). Laserový rezonátor pumpovaný diodami umožňuje současnou oscilaci mnoha podélných módů o diskrétních frekvencích rovnoměrně rozmístěných podle délky rezonátoru.

Pokud tyto módy oscilují nezávisle, výsledný svazek je spojitý a neobsahuje žádné pulzy. V režimu módové synchronizace jsou však fáze jednotlivých módů sladěny pomocí elektro-optického modulátoru, který mění ztráty v rezonátoru na vysokých frekvencích. Tím dochází ke konstruktivní interferenci a generování periodické řady ostrých femtosekundových pulzů s vysokou opakovací frekvencí. Vzniklé femtosekundové pulzy následně procházejí prvním akusto-optickým modulátorem, který umožňuje výběr a flexibilní nastavení jejich opakovací frekvence či počtu pulzů v čase. Vybrané pulzy jsou poté vedeny do vláknového zesilovače, který významně zvyšuje jejich energii při zachování jejich původní délky, spektrálních vlastností a kvality svazku. Druhý akusto-optický modulátor zařazený na výstupu systému slouží jako rychlá bezpečnostní závěrka, schopná okamžitě zablokovat výstupní svazek a zároveň umožňuje externě řízenou modulaci výstupní energie. Stabilita celého laseru je zajištěna umístěním všech komponent do monolitického frézovaného bloku hliníku, což zaručuje vysokou mechanickou stabilitu a dlouhodobou provozní spolehlivost.

Laser pracuje na střední vlnové délce 1035 ± 5 nm a umožňuje generování pulzů o délce až 400 fs, přičemž délku pulzu lze ladit s přesností na 10 ps. Maximální průměrný výstupní výkon systému dosahuje až 40 W a energie jednoho pulzu může být až 40 μ J. Systém je schopen pracovat s širokým rozsahem opakovacích frekvencí od jednotlivých pulzů až po 50 MHz.

Kvalita laserového svazku v prostorovém módu TEM₀₀ je $M^2 < 1,2$. Průměr svazku, měřený v místech, kde intenzita klesne na $1/e^2$ hodnoty maxima ve středu, se pohybuje v rozmezí 2,4 až 3,0 mm a divergence nepřesahuje 1 mrad. Polarizace svazku je lineární vertikální s polarizačním poměrem 100:1. Stabilita výstupní energie se pohybuje pod 1,5 % RMS (střední kvadratická odchylka relativně ke střední hodnotě), což spolu s dlouhodobou směrovou stabilitou < 25 μ rad/ $^{\circ}$ C zajišťuje velmi konzistentní provoz. Zařízení je klasifikováno jako laser třídy 4.

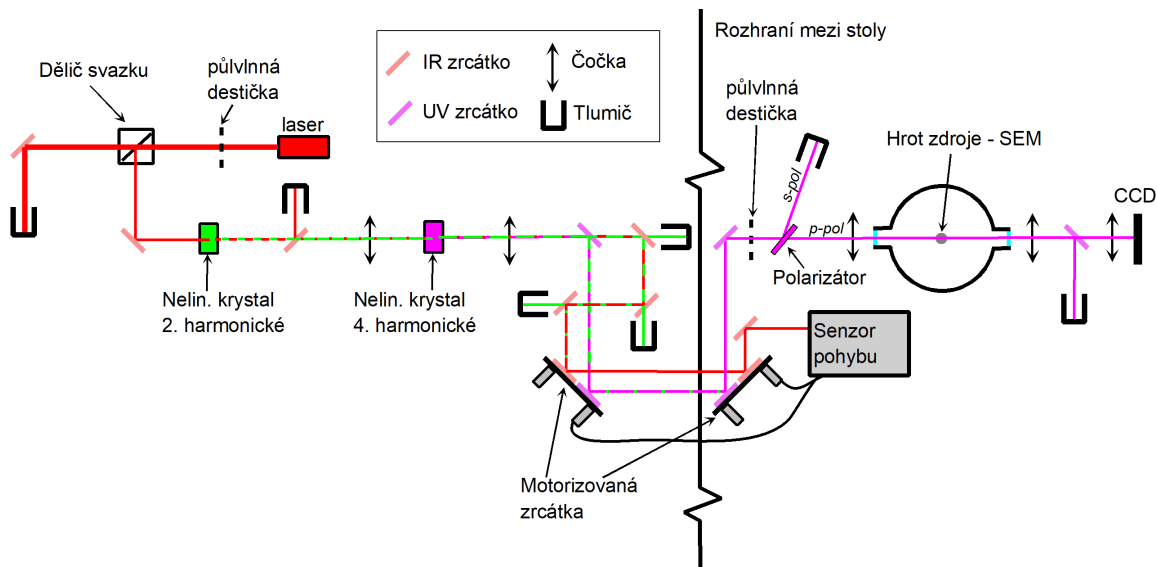
3.3 Teoretické schéma optické sestavy

Optická trasa laserového svazku byla navržena s cílem nasměrovat generované laserové pulzy na hrot zdroje SEM, aby zde mohlo dojít k fotoemisi elektronů. Svazek přechází mezi optickým stolem a stolem SEM a je tedy zapotřebí korigovat vzájemné vibrace pro stabilitu svazku. Celkové uspořádání je znázorněno na obrázku 3.1.

Pulzní laser Monaco generuje lineárně polarizovaný svazek, který nejprve dopadá na půlvlnnou destičku. Ta slouží ke stočení roviny polarizace tak, aby ovlivnila poměr mezi odraženou a prošlou částí svazku na následném děliči, který propouští p-polarizované světlo a odráží s-polarizovanou složku. Úpravou úhlu natočení půlvlnné destičky lze tedy řídit rozdělení intenzity mezi obě větve. Odrážená část paprsku pokračuje dále k nelineárnímu krystalu generujícímu druhou harmonickou, kde dochází k částečné konverzi původního infračerveného záření (1035 nm) na zelené světlo (518 nm). Výstup z tohoto krystalu obsahuje směs infračerveného a zeleného záření, což je na obrázku 3.1 znázorněno čerchovanými čarami. Tento smíšený svazek následně dopadá na IR zrcátko, které z 95 % odráží infračervené záření do tlumiče. Zbývá část svazku, obsahující převážně zelené světlo, postupuje dále na čočku, která zaostří svazek do druhého nelineárního krystalu, abychom zvýšili jeho účinnost. V tomto druhém krystalu dochází ke generaci čtvrté harmonické, tedy k přeměně zeleného záření na ultrafialové (256 nm). I v tomto případě však ke konverzi nedochází zcela, výsledný svazek obsahuje přibližně 25 % ultrafialového záření, 65 % zeleného a 10 % zbytkového infračerveného. Následuje kolimace svazku pomocí čočky. Dále je nutné oddělit ultrafialovou složku, která se bude využívat pro fotoemisi, což zařídíme sérií filtračních zr-

cátek. Svazek následně tedy dopadá na UV zrcátko, které odráží 95 % ultrafialové složky, zatímco ostatní spektrální složky propouští. Z propuštěné části paprsku je vyfiltrována infračervená složka pomocí IR zrcátek, která následně slouží jako referenční signál pro korekci relativního pohybu mezi optickým stolem a stolem SEM. Dvojice paprsků tedy prochází dvojicí motorizovaných zrcátek, kterými díky následné referenci infračerveného paprsku dovedeného na senzor pohybu můžeme kompenzovat vzájemné vibrace obou optických stolů a tím stabilizovat optickou dráhu. Motorizovaná zrcátka využívají krokové motory k regulaci větších úhlových odchylek, zatímco pro jemné doladění slouží piezoelektrické motory. Pohyb zrcátek je řízen pomocí senzoru pohybů, který se skládá z dvojice detektorů zaznamenávajících změnu polohy a úhlu referenčního svazku. Nyní již téměř spektrálně čistý ultrafialový svazek dopadá na další půlvlnnou destičku, která stočí polarizaci tak, aby převažovala p-polarizovaná složka, neboť původní polarizace se průchodem optickými prvky změnila. Ta je pak selektivně propouštěna polarizátorem nastaveným pod Brewsterovým úhlem, zatímco s-polarizace je odražena. Toto nastavení provádíme kvůli tomu, aby polarizace laserového svazku souzněla se směrem elektrického pole kolem hrotu zdroje, čímž významně zvýšíme účinnost emise elektronů. Výsledný p-polarizovaný ultrafialový svazek dopadá na čočku, která jej zaostří na hrot zdroje v komoře SEM. Tato čočka je upevněna v úchytu s justážními šrouby, které umožňují precizní navedení svazku na špičku hrotu. Po průchodu tímto bodem svazek prochází ještě jednou čočkou, která jej znovu kolimuje. Na závěr dopadá svazek na UV zrcátko, které odráží přibližně 95 % záření a zbylou část propouští na čočku, která zobrazuje rovinu hrotu zdroje na čip CCD kamery. Tím je zajištěno, že kamera není přesycena intenzivním zářením a zároveň je možné vizuálně kontrolovat pozici svazku vůči hrotu zdroje.

Následným krokem bylo zapotřebí vybrat vhodné komponenty do optické cesty, jež odpovídají našim požadavkům. Klíčovými kritérii byly jejich funkce, vhodnost pro požadovanou vlnovou délku a odolnost vůči vysokému výkonu pulzního laseru. V tabulce 3.1 jsou vypsány hlavní komponenty dle optického schématu z obrázku 3.1. S návrhem optické trasy mi byl nápomocen Ing. Zdeněk Nekula, který již v minulosti měl zkušenosti s podobným systémem na vídeňské univerzitě.



Obrázek 3.1: Schéma optické sestavy pro generování elektronových pulzů fotoemisí z hrotu v komoře SEM pomocí ultrafialových laserových pulzů. Laserový svazek vycházející z pulzního laseru Monaco nejprve prochází půlvlnnou destičkou, která stáčí polarizaci a následně vstupuje do děliče svazku. Ten rozděljuje záření podle polarizační složky, kde p-polarizace je propouštěna, s-polarizace odražena. Odražená složka pokračuje ke dvěma nelineárním krystalům, ve kterých dochází k postupné generaci druhé a čtvrté harmonické. Tím se vlnová délka mění z infračervené (1035 nm), přes zelenou (518 nm), až po ultrafialovou (256 nm). Výstupní smíšený svazek prochází sérií selektivních zrcátek, která oddělují jednotlivé spektrální složky. Infračervená složka je pomocí systému IR zrcátek vedena na senzor pohybu, který sleduje změnu úhlu a polohy dopadajícího referenčního paprsku. Tyto informace slouží k aktivní stabilizaci optické trasy mezi optickým stolem a mikroskopem prostřednictvím motorizovaných zrcátek. Ultrafialová složka, určená pro fotoemisi, je filtrována sérií UV zrcátek a je dále vedena na druhou půlvlnnou destičku, která stáčí polarizaci tak, aby vzniklo převážně p-polarizované světlo. Následně svazek vstupuje do polarizátoru pracujícího pod Brewsterovým úhlem, kde je p-polarizace propouštěna a s-polarizace odražena. Výsledný ultrafialový svazek je poté ostřen čočkou na hrot zdroje elektronů v komoře SEM, kde dochází k vlastní fotoemisi. Po dopadu na hrot je svazek kolimován druhou čočkou a následně dopadá na UV zrcátko, které odraží většinu záření a propouští malou část na čočku, která zobrazuje rovinu hrotu zdroje na čip CCD kamery. Tím je zajištěna možnost vizuální kontroly zarovnání svazku na hrot.

Tabulka 3.1: Komponenty využívané v optické sestavě. Zde f označuje ohniskovou vzdálenost.

Komponenta	Označení	Vlnová délka dopadajícího záření [nm]	Dodavatel
Půlvlnná destička	16-889	1035	Edmund Optics
Polarizující dělič svazku	PBSW-1030	1035	Thorlabs
IR zrcátko	042-1030HHR	1035	EKSMA Optics
Nelineární krystal 2. harmonické	BBO-655H	1035	EKSMA Optics
Čočka $f = 300$ mm	LA4579-532	518	Thorlabs
Nelineární krystal 4. harmonické	BBO-644H	518	EKSMA Optics
Čočka $f = 300$ mm	LA4579-UV	256	Thorlabs
Aktivní stabilizace svazku	Aligna	-	TEM Messtechnik
Půlvlnná destička	48-486	256	Edmund Optics
Polarizátor	420-1240E	256	EKSMA Optics
Čočka $f = 150$ mm	38-665	256	Edmund Optics
Čočka $f = 200$ mm	LA4102-UV	256	Thorlabs
CCD kamera	BVS CA-SF2- 0016ZG-111120-001	256	Balluff

4 Konstrukční modifikace SEM

V této kapitole se budeme věnovat konstrukci rastrovacího elektronového mikroskopu, který budeme upravovat tak, abychom mohli přivést laserový svazek přímo na hrot zdroje elektronů a zároveň vizuálně sledovat přesnou pozici laserového svazku vůči hrotu. Pro tento účel využijeme dvojici protilehlých okének instalovaných na komoru mikroskopu. Nejprve se seznámíme s původní konstrukcí elektronového mikroskopu a následně detailně rozebereme jednotlivé komponenty. Dále popíšeme postup návrhu a uvedeme konkrétní díly a jejich modifikace, které byly nutné pro zachování plné funkčnosti mikroskopu jak v klasickém kontinuálním režimu, tak i v nově implementovaném pulzním režimu proudu elektronů. Pro realizaci konstrukčních změn jsme měli k dispozici 3D model mikroskopu s jednotlivými součástmi, které jsme postupně upravili tak, aby byla zajištěna optimální průchodnost laserového paprsku až na samotný hrot zdroje a kontrola jeho polohy.

Při kontrole výkresové dokumentace a ověřování správnosti provedených úprav na modifikovaných dílech mi byli významně nápomocni Ing. Irena Antošová, Ph.D a Ing. Stanislav Petráš ze společnosti TESCAN GROUP, a.s., kteří mi rovněž poskytli cenné informace o samotné konstrukci mikroskopu.

4.1 Původní konstrukce SEM

Nyní si popíšeme původní konstrukci rastrovacího elektronového mikroskopu (SEM) na základě obrázku 4.1, který představuje svislý řez jeho tubusem. Obrázek zobrazuje hlavní komponenty mikroskopu, které budou následně modifikovány, osu elektronového svazku od zdroje až po vzorek a místo, kde se bude mikroskop rozebírat. Zdrojem elektronů je Schottkyho katoda, která se nachází v katodovém modulu, jež zajišťuje emisi elektronů a první úpravu stopy svazku. Napájení modulu je umístěno v keramickém nosiči v horní části sestavy a vše je pro přesné ustavení vůči optické ose mikroskopu umístěno na centrovacím vlnovci trysky, umožňující jemné polohování ve vodorovném směru pomocí čtveřice stavěcích šroubů. Z důvodu nutnosti provozu ve velmi vysokém vakuu (UHV) je modul umístěn v komoře trysky, která je čerpána iontovou pumpou. Pro dosažení maximální čistoty a vysokého vakua je komora vybavena topným pásem, který ji obepíná po celém obvodu a je uchycen pomocí plechové objímky. Modrou čarou je na obrázku znázorněna osa elektronového svazku. Ten opouští katodový modul a vstupuje do titanového trychtýře, kde je dráha elektronů ovlivňována magnetickým polem generovaným cívkami kondenzoru. Dále svazek prochází skenovacími cívkami, které umožňují pohybovat elektronovým paprskem po povrchu vzorku. Následně elektronový svazek prochází clonou o průměru 10 μm , která přesně nastavuje proud elektronového svazku a významně ovlivňuje jeho výslednou kvalitu. Tato clona je umístěna ve speciální patroně uvnitř titanového trychtýře. Protože kvalita svazku závisí přímo na tvaru a čistotě clony, jde o jedno z nejcitlivějších míst celého mikroskopu. Z tohoto důvodu je během montáže nutné clonu pečlivě kontrolovat a chránit ji před znečištěním nebo případným ucpáním. Veškeré doposud zmíněné komponenty jsou upevněny na plášti kondenzoru, který slouží jako nosná kostra. Uvnitř něj se nachází vnitřní permalloy, jehož úkolem je odstínit nežádoucí magnetické pole. Tento permalloy je oddělen od pláště kondenzoru pomocí teflonové vložky. Níže v sestavě se pak nachází ventil zdroje (GVL),

který odděluje vysokovakuovou část zdroje od zbytku mikroskopu. Elektronový svazek poté prochází objektivem, který jej ostří přímo na povrch vzorku. V objektivu je rovněž integrován speciální detektor typu „in-column“, který umožňuje dosáhnout vyšší rozlišovací schopnosti mikroskopu. Celý tubus je následně zakryt vnějším permalloyem, jenž odstiňuje veškeré magnetické pole.

4.2 Modifikovaná konstrukce SEM

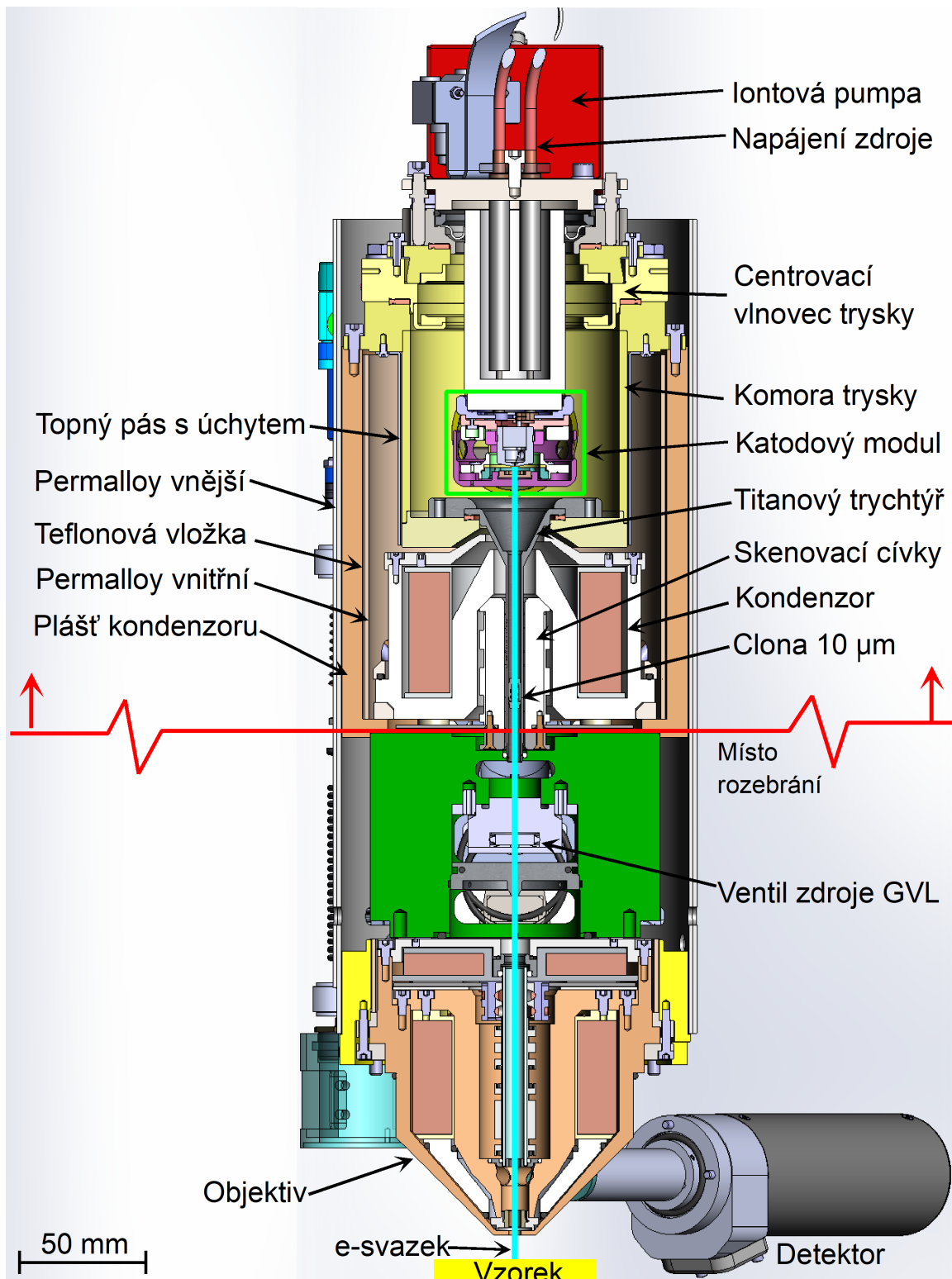
V této části se zaměříme na samotnou modifikaci jednotlivých dílů SEM tak, abychom umožnili průchod laserového paprsku přímo na hrot zdroje elektronů. Jak již bylo zmíněno, k tomuto účelu využijeme dvojici protilehlých okének. První okénko zajistí vstup laseru do tubusu, druhé bude sloužit jako výstupní okno, kterým lze na kameře sledovat přesnou polohu laserového svazku vůči hrotu.

Nejprve bylo zapotřebí důkladně posoudit vhodné místo pro zavedení laseru. Zde se ukázalo, že jedinou možností, která nenarušovala stávající geometrii a byla tak nejméně invazivní, bylo navrtat otvory do plného materiálu, abychom se vyhnuli všem důležitým komponentám. Po provedení modifikací jednotlivých částí ve 3D modelu v programu SolidWorks jsme vytvořili výrobní výkresy, podle nichž byly díly následně zadány do výroby a vytvořeny.

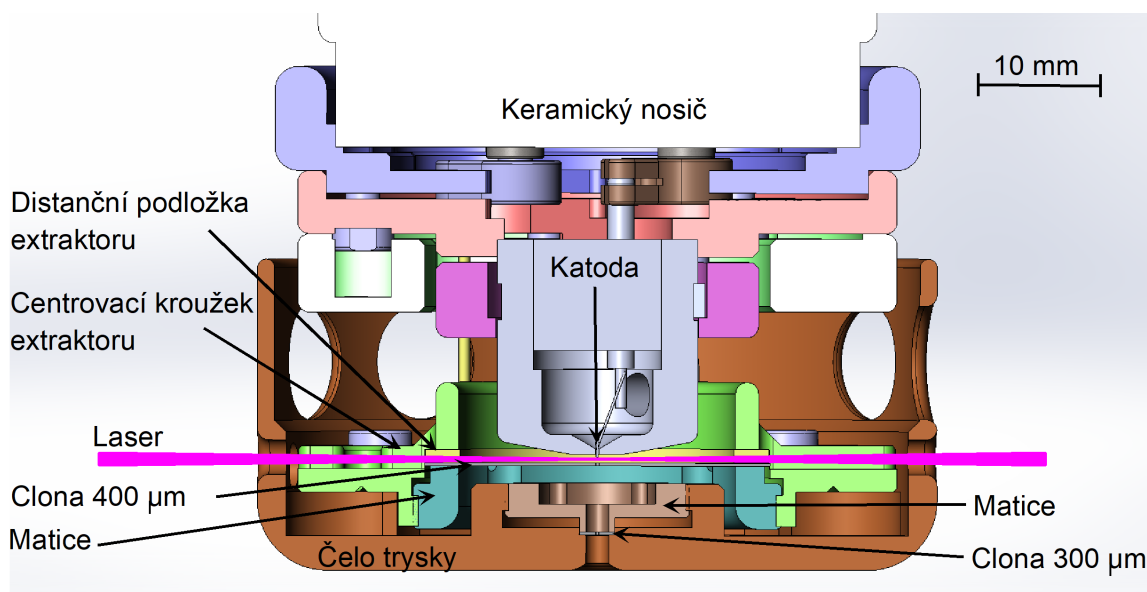
4.2.1 Katodový modul

Jako první jsme přistoupili k úpravě konstrukce katodového modulu, protože jde o nejsložitější část celého systému. Jeho správná funkce výrazně závisí na přesném mechanickém sestavení, vhodném umístění hrotu a stabilitě v silném elektrickém poli. Tyto faktory totiž značně zvyšují riziko komplikací jak během montáže, tak i následného provozu. Na příčném svislém řezu na obrázku 4.2 je znázorněn již upravený katodový modul s vyznačenou dráhou laserového paprsku. Modul obsahuje Schottkyho katodu, z níž vystupuje hrot zdroje elektronů. Pod katodou se nachází extraktorová clona o průměru 400 μm , umístěná v přesně definované vzdálenosti od hrotu zdroje, což zajišťuje distanční podložka extraktoru. Tato vzdálenost je jedním z klíčových parametrů kvality elektronového svazku, proto je přesně měřena. Extraktorová clona společně s podložkou je připevněna k centrovacímu kroužku extraktoru pomocí matice. K centrovacímu kroužku extraktoru je také připevněno titanové čelo trysky, které tvoří ochranný plášť celého modulu. Povrch čela trysky musí být dokonale hladký a lesklý, bez jakýchkoli škrábanců, všechny jeho hrany a otvory musí být pečlivě zaobleny a vyleštěny. Toto je nezbytné proto, aby se zabránilo tvorbě nežádoucích vysokých elektrických polí na otřepích, která by mohla narušit trajektorii elektronového svazku. V čele trysky je navíc vsazena ještě jedna clona o průměru 300 μm , která také slouží k prostorovému omezení svazku. Na již zmíněné části je přiváděno extrakční napětí, které napomáhá efektivní extrakci elektronů ze zdroje. Se zbytkem modulu jsou tyto díly spojeny pomocí nevodivých keramických soudečků.

Konkrétní modifikace zahrnovaly úpravu titanového čela trysky, centrovacího kroužku extraktoru a distanční podložky extraktoru. V titanovém čele trysky byly vyvrtány dva protilehlé otvory, jejichž hrany byly pečlivě zahlazeny. V titanovém centrovacím kroužku extraktoru byly vyfrézovány dvě drážky umožňující průchod laserového paprsku. Samotná distanční podložka z nerezové oceli byla rozdělena na dvě ve tvaru písmene C, čímž se uvolnil prostor pro průchod laseru. Při návrhu těchto úprav bylo také důležité myslet na smontovatelnost, proto byl do postupu montáže zahrnut pomocný přípravek a to dvě jeh-



Obrázek 4.1: Svislý řez 3D modelem původní konstrukce SEM.



Obrázek 4.2: Svislý řez 3D modelem modifikovaného katodového modulu s vyznačenou dráhou laseru.

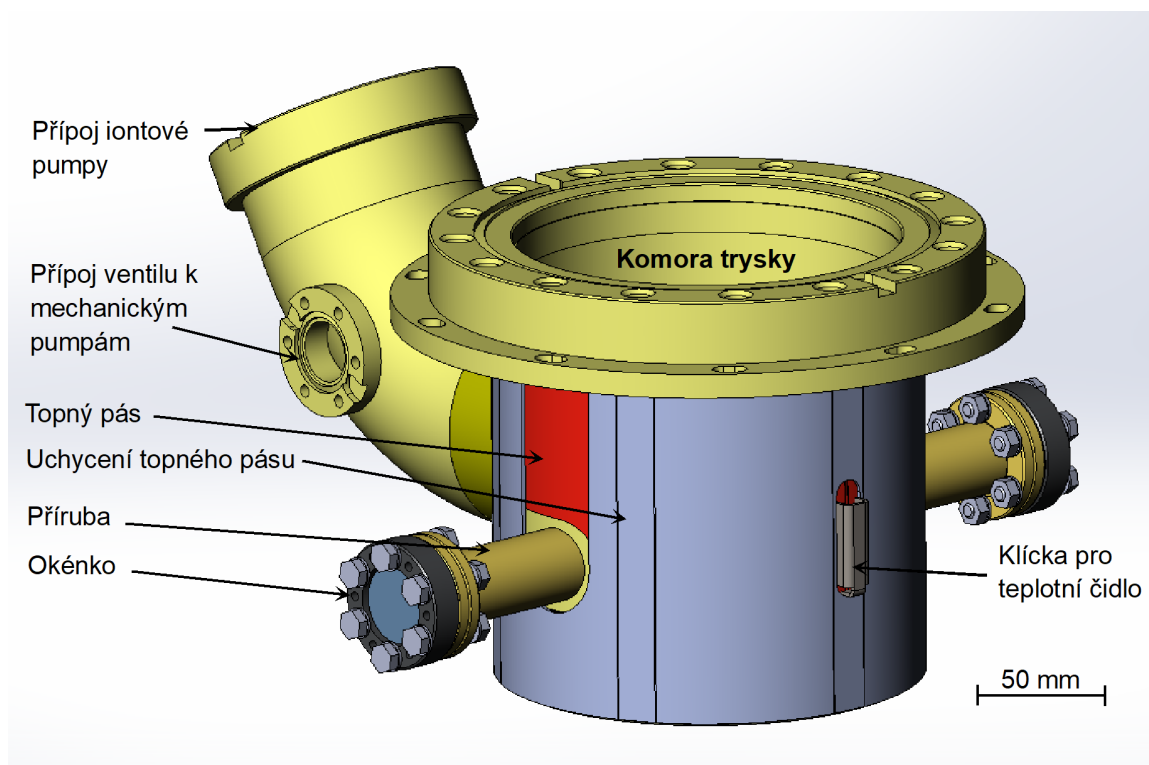
ličky, které umožňují přesné ustavení upravených komponent tím, že je prostrčíme skrz nově zhotovené otvory tak, aby byla zaručena průchodnost laseru.

4.2.2 Komora a topný pás

Další důležitou částí mikroskopu, která vyžadovala úpravy, je komora trysky. Tento díl zajišťuje ultravysoké vakuum (UHV) s hodnotami až $1 \times 10^{-8} Pa$ v okolí hrotu elektronového zdroje. Takto vysoké vakuum je nezbytné pro správné fungování zdroje a umožňuje elektronům volně prolétat bez kolizí s molekulami plynu. Při prvním spuštění systému je prostor komory nejprve vyčerpán pomocí rotační pumpy a následně turbomolekulární pumpou. Po dosažení potřebné hodnoty vakua se uzavře přívod k mechanickým pumpám a vakuum je nadále udržováno pouze iontovou pumpou.

Pro dosažení maximální čistoty a optimálního vakua je komora z vnějšku obepnuta topným pásem. Ten při prvním spuštění umožňuje vypékání komory, což odstraní zbytkové nečistoty. Topný pás tvoří odporové drátky, které po přivedení proudu zahřívají povrch komory. Přichycení pásu ke komoře zajišťuje plechový úchyt, který rovnoměrně přitlačí topný plášť po obvodu komory trysky, aby docházelo k rovnoměrnému přenosu tepla.

Celá sestava upravené komory trysky včetně okének, topného pásu a úchyty je znázorněna na obrázku 4.3. V rámci modifikace byly na komoru proti sobě navařeny dvě přírubové trubky o průměru DN 16. Okraje trubek byly upraveny do tvaru komory, aby nezasahovaly do jejího vnitřního prostoru. Na opačném konci trubek jsou umístěny normované CF 16 příruby, na které byla namontována speciální okénka z taveného oxidu křemičitého. Tato okénka mají vysokou propustnost pro ultrafialové záření a minimalizují jeho pohlčení. Jejich utěsnění zajišťuje měděné těsnění, které se vtláčí do bříty příruby pomocí šesti šroubů. Do objímky každého okénka byla navíc vyvrtána šestice otvorů pro uchycení optického systému s čočkou, která zajistí přesné směřování a zaostření laserového paprsku na hrot elektronového zdroje. Velmi důležitou součástí úprav je také kontrola kvality svarů, protože



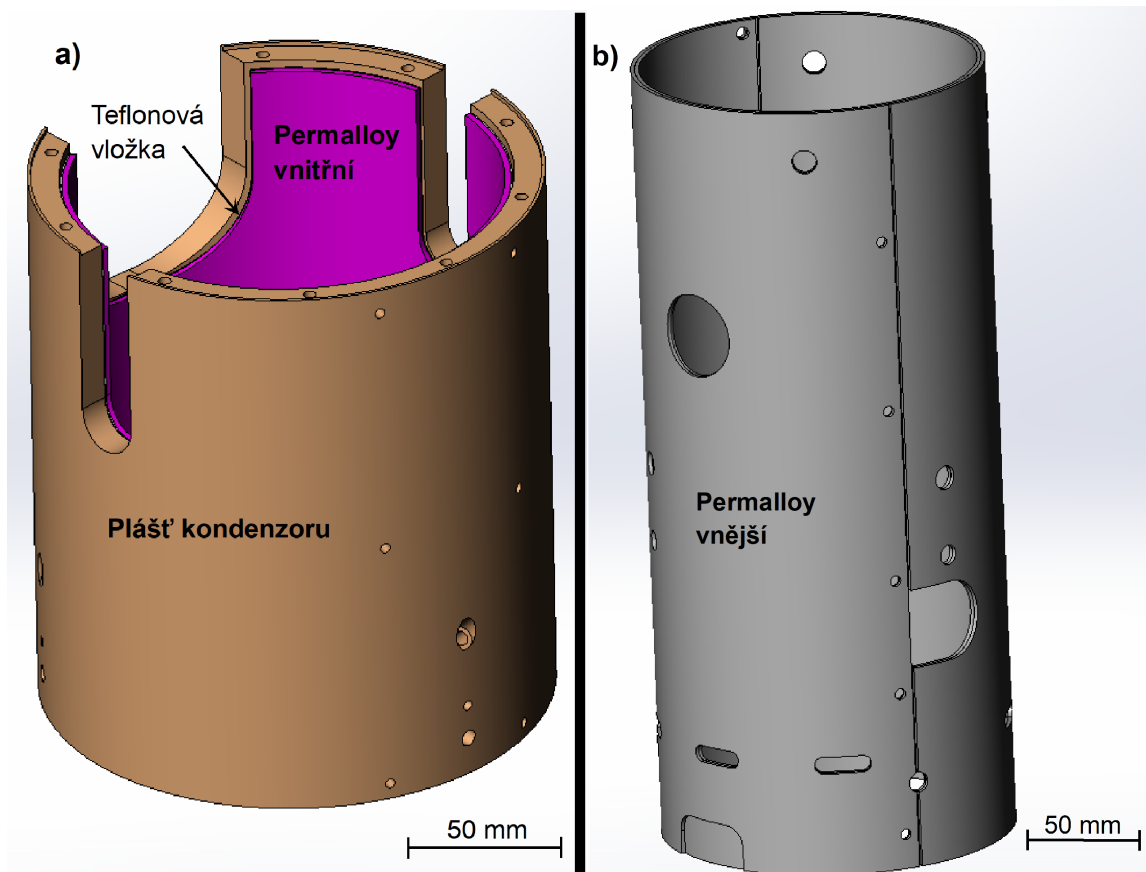
Obrázek 4.3: 3D model modifikované komory trysky s topným pásem, úchytem topného pásu, klíčkou teplotního čidla, okénky a přírubami.

jakákoli netěsnost by znemožnila dosažení požadovaného vysokého vakua a spuštění emise elektronů.

Kvůli instalaci nových přírub bylo nutné upravit i původní topný pás, jak je znázorněno na obrázku 4.3. Byly do něj vyříznuty dvě drážky, díky kterým lze pás bez problémů nasadit i po provedených modifikacích. Topný pás je napájen napětím 240 V a jeho provoz je řízen softwarem pomocí kontrolního teplotního čidla. Pro uchycení topného pásu a čidla byl navržen a vyroben nový plechový úchyt, přizpůsobený nové geometrii komory s navařenými přírubami. Držák byl vytvořen vyříznutím základního tvaru z plechu, který byl poté ohnut a stočen do finální podoby.

4.2.3 Nosné prvky a stínění

Dále se zaměříme na nosné prvky mikroskopu a jeho stínění proti vlivu magnetického pole. Prvním důležitým komponentem je plášť kondenzoru, který je zobrazen v modifikované podobě na obrázku 4.4 a) a představuje poměrně složitou součástku, která obsahuje velké množství frézovaných otvorů a děr. Tento plášť slouží nejen jako nosná konstrukce pro magnetickou čočku kondenzoru a její vystředění, ale zároveň nese i komoru trysky. Uvnitř pláště kondenzoru je umístěn vnitřní permalloy, jehož úkolem je odstínění magnetického pole. Aby nedocházelo ke kontaktu mezi pláštěm kondenzoru a permalloyem, je mezi ně vložena teflonová vložka. Tyto komponenty bylo nutné upravit tak, aby mohly být spojeny s již zmíněnou komorou trysky, na kterou byly navařeny dvě nové příruby s trubkami pro průchod laserového svazku. Ve všech třech dílech byly proto vyfrézovány dvě protilehlé drážky, které umožňují nasunutí komory shora. Samotná komora je následně připevněna



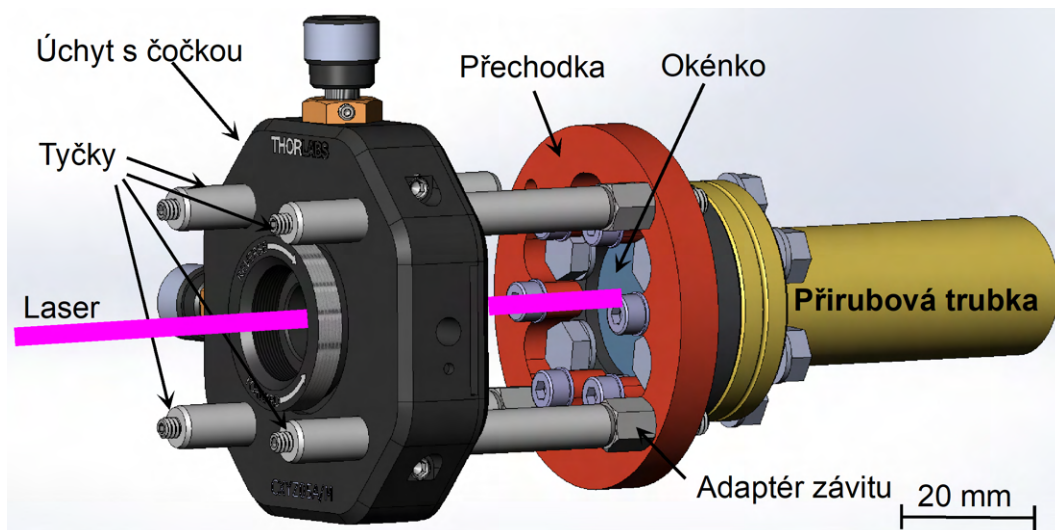
Obrázek 4.4: a) 3D model modifikovaného pláště kondenzoru se vsunutou teflonovou vložkou a vnitřním permalloyem, b) 3D model modifikovaného vnějšího permalloye.

k plášti kondenzoru šrouby po obvodu, jejichž rozmístění bylo rovněž upraveno. V průběhu návrhu panovaly mírné obavy, že vyfrézování těchto otvorů by mohlo způsobit deformaci pláště kondenzoru a narušení jeho kruhovitosti, což by znemožnilo přesné usazení komory. Po konzultaci s výrobcem však bylo rozhodnuto, že se tato možnost vyzkouší a v případě neúspěchu bude hledána jiná alternativa. Naštěstí výrobce dodržel požadované tolerance a nedošlo k deformaci, takže komora mohla být přesně usazena na plášť kondenzoru, který ji zároveň střeďí.

Poslední díl, který vyžadoval úpravy, je vnější permalloy zobrazený na obrázku 4.4 b). Tento díl slouží jako finální magnetické stínění a obepíná celý tubus mikroskopu. V tomto vnějším permalloy byly vyvrtány dva otvory většího průměru, než mají samotná okénka, což umožňuje nasunutí stínění na upravenou konstrukci mikroskopu.

4.2.4 Sestava

Závěrečným krokem bylo navržení uchycení ostřičí čočky k okénku a ke komoře trysky, jak je znázorněno na obrázku 4.5. Pro konstrukční řešení byl zvolen „cage“ systém s normovaným úchytem čočky od společnosti Thorlabs, který umožňuje přesné nastavení polohy čočky v osách X a Y a jemné zaostření v ose Z. Úchyt je přichycen na čtyřech nosných tyčkách, které rovněž umožňují hrubé polohování v ose Z. Tyto nosné tyčky mají imperiální závit, proto bylo nezbytné použít adaptéry na metrický systém. Samotné přichycení celého

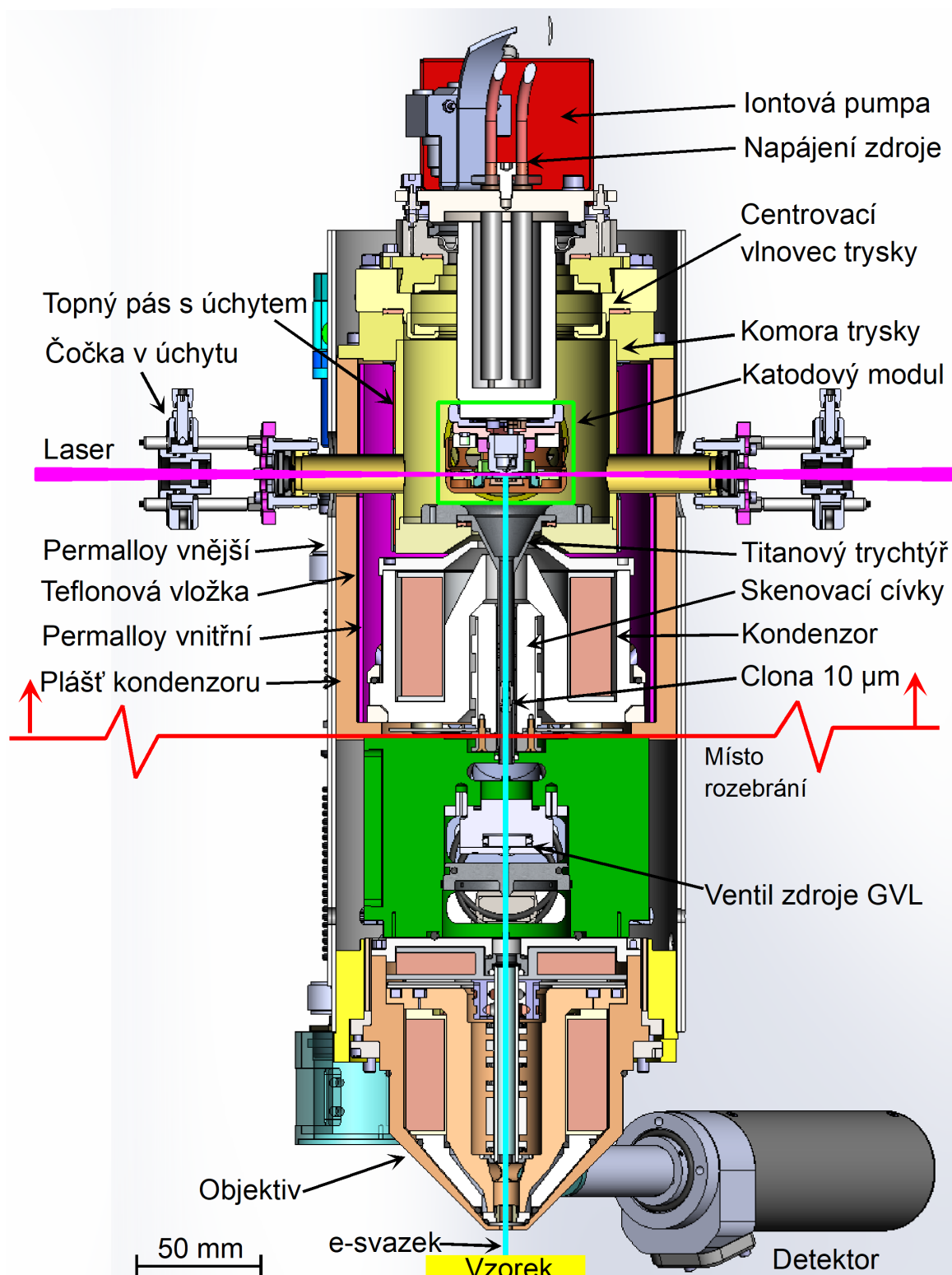


Obrázek 4.5: 3D model uchycení ostřicí čočky na přírubovou trubku na komoru s vyznačeným laserem.

systemu k okénku bylo realizováno pomocí speciálně navrženého dílu „přechodka“, který spojuje nosné tyčky s okénkem. Díky tomu tvoří čočka s komorou kompaktní celek bez nežádoucích vibrací.

Na závěr bylo nutné vytvořit celkový 3D model modifikovaného tubusu mikroskopu, který je zobrazen na obrázku 4.6 ve formě svislého řezu. Poté následovala tvorba kompletní výkresové dokumentace všech upravených dílů a vyhledání vhodných firem pro jejich výrobu. Nezbytnou součástí tohoto kroku byla aktivní komunikace s výrobními firmami, během které probíhaly konzultace výkresů a řešení případných technických komplikací. Problémy se objevily zejména v situacích, kdy firmy, které původně výrobu přislíbily, ji nakonec nerealizovaly. Bylo proto nutné hledat nové dodavatele, což celý proces poněkud prodloužilo. Některé díly navíc musely být vyráběny u více dodavatelů, jelikož finální povrchová úprava vyžadovala speciální podmínky, které některé firmy samy nezajišťovaly. Proto bylo důležité také koordinovat návaznost jednotlivých výrobních operací.

Tímto postupem vznikla ucelená konstrukční modifikace rastrovacího elektronového mikroskopu (SEM), která umožňuje přístup laserového svazku k hrotu zdroje elektronů a zároveň poskytuje možnost kontroly jeho polohy. Tato modifikace je nezbytným krokem pro připravovaný ultrarychlý SEM.



Obrázek 4.6: 3D model svislého řezu tubusem SEM s modifikovanými díly pro zavedení vyznačeného laseru na hrot zdroje.

5 Montáž SEM

V následující kapitole se detailně zaměříme na celý postup montáže a výměny dílů rastrovacího elektronového mikroskopu (SEM) pro umožnění vstupu laseru na hrot zdroje. Popsány budou jednotlivé kroky od dodání vyrobených modifikovaných dílů, čištění, montáže až po opětovné zprovoznění mikroskopu do původního kontinuálního režimu.

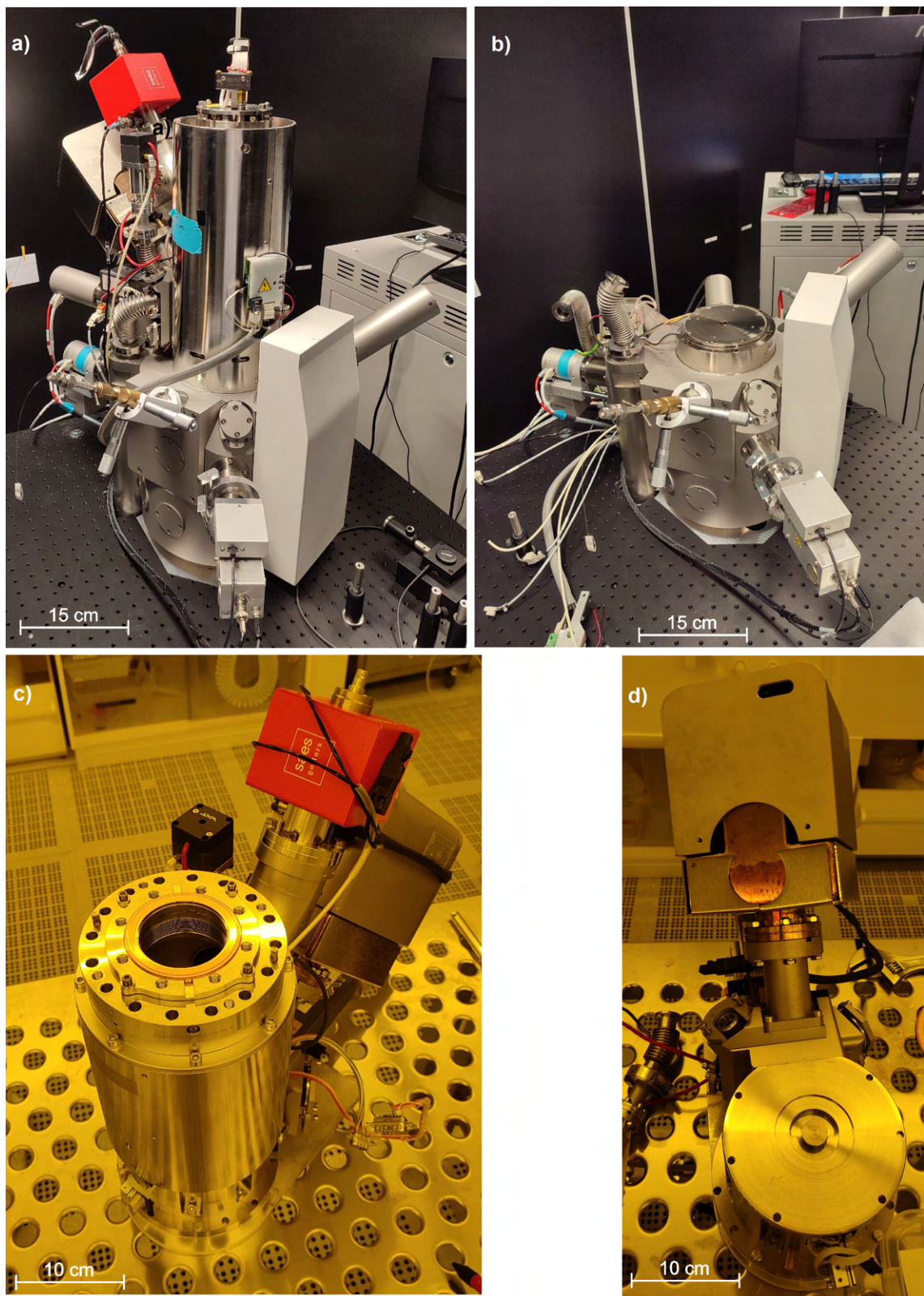
V průběhu stáže ve výrobních prostorách společnosti TESCAN GROUP, a.s. mi byl velkou oporou pan Igor Darda, který mi podrobně ukázal správný postup při rozebírání mikroskopu a upozornil na klíčové body, kterým je třeba věnovat pozornost. Byl mi také nápomocen při samotné demontáži a výměně modifikovaných dílů na našem mikroskopu.

5.1 Výměna dílů v tubusu SEM

Prvním krokem byla důkladná kontrola všech dodaných modifikovaných dílů podle výkresové dokumentace. Po ověření správnosti a kvality dílů následovala deaktivace a rozebrání původní konstrukce mikroskopu, jenž je zobrazen na obrázku 5.1 a). Ta spočívala ve vypnutí emise elektronů, odpojení napájení, odpojení iontové pumpy a zavzdušnění systému. Dále byly odpojeny mechanické pumpy a všechny elektrické i signální kabely. Následně bylo odstraněno vnější permalloyové stínění a byla odebrána část tubusu nad objektivem, jak ukazuje obrázek 5.1 b).

Poté byl tubus přenesen do superčistých prostor (třída čistoty 100/1.000), kde pracovníci musí nosit kompletní ochranné oblečení, obličejovou masku, speciální boty a dvojité rukavice, aby se zabránilo jakékoli kontaminaci, což je zásadní i pro zachování čistoty tubusu při demontáži starých a následně montáži nových dílů. V těchto prostorách proběhlo další rozebrání tubusu: vyndání katodového modulu, byla odpojena iontová pumpa, která se vložila do exsíkátoru, dále centrovací vlnovec trysky, titanová trubka, komora trysky s topným pásem s úchytem, kondenzorová magnetická čočka se skenovacími cívkami, vnitřní permalloy, teflonová vložka a plášť kondenzoru. Na obrázku 5.1 c) je znázorněn tubus s odebraným katodovým modulem a na obrázku 5.1 d) již je celý tubus rozebrán až do místa rozebrání nad ventilem zdroje (GVL), který je čerpán „getterovou“ pumpou.

Velmi důležitou částí montáže byla výměna dílů v katodovém modulu. Bylo nutné vyměnit čelo trysky, centrovací kroužek extraktorů a distanční podložku extraktorů. Katodový modul byl nejprve oddělen od keramického nosiče 5.2 e) a vložen na speciální držák, kde bylo odebráno čelo trysky 5.2 a), extraktorová clona a centrovací kroužek extraktorů. Následovalo pečlivé čištění nových modifikovaných dílů v ultrazvukové lázni po dobu 15 minut s povrchově aktivním 5% čistícím roztokem DECON 90 rozpuštěného v demineralizované vodě. Poté následovalo opláchnutí v čisté demineralizované vodě a znova ultrazvuková lázeň, tentokrát po dobu 8 minut v demineralizované vodě a poté taktéž oplach. Nakonec jsme díly plazmaticky čistili po dobu 10 minut. Po čištění byla dočasně nasazena testovací katoda, která sloužila ke kontrole případných vysokých elektrických polí na hranách dílů. Dále byl zpět namontován nový centrovací kroužek extraktorů spolu s novou distanční podložkou 5.2 b), která byla vybrána dle přesně změřené tloušťky a to 1,2 mm, jak je zobrazeno na obrázku 5.1 c). Při montáži byla použita dvojice nerezových jehel k zajištění správné orientace pro průchod laserového svazku. Extraktorová clona byla následně pečlivě vystředěna



Obrázek 5.1: a) SEM v původním stavu, b) SEM po odmontování tubusu, c) tubus SEM s odebraným katodovým modulem, d) ventil zdroje (GVL) u SEM v místě rozebrání a „getterová“ pumpa.

vůči hrotu katody, jak je zobrazeno na obrázku 5.1 d). Povrch čela trysky byl zkontrolován v SEM, aby bylo ověřeno, že všechny povrchové hrany byly precizně vyleštěny a bez nečistot, které by mohly ovlivňovat elektronový svazek. Následně bylo stejným způsobem jako extraktorová clona vystředěno také čelo trysky. Následovalo odzkoušení katodového modulu proti nežádoucímu nabíjení a správné funkčnosti pomocí testovací katody. Po úspěšném testu byla katoda vyměněna zpět za původní provozní a znovu bylo provedeno vystředění. Složený katodový modul je znázorněn na obrázku 5.2 f) i s vyznačeným vstupem pro laser.

Dalším krokem byla kontrola 10 μm clony v titanové trubce. Samotná clona se nachází v takzvané patroně, která je vložena do titanové trubky a drží tak clonu na přesně definovaném místě. Patronu se clonou bylo nutné vyjmout a podrobit kontrole v SEM. Kvůli zjištěnému silnému znečištění a nabíjení byla clona vyměněna. Nová clona a patrona byly opět čištěny výše uvedeným způsobem s doplněním speciálního procesu opalování clony nad plamenem. Po výměně byla clona opět zkontrolována v SEM, jak je vidět na obrázku 5.3 a vložena zpět do titanové trubky.

Montáž pokračovala vložím kondenzorové magnetické čočky do nového pláště kondenzoru s vnitřním permalloyem a teflonovou vložkou 5.4 a). Následně byla komora trysky osazena upraveným topným pásem, držákem topného pásu a teplotním čidlem 5.4 b). Poté byla instalována iontová pumpa a titanová trubka do komory trysky. Pro ochranu 10 μm clony v titanové trubce byl použit speciální těsnící špunt 5.4 c), jenž zabránil spadu nečistot a možnému ucpání clony během montáže.

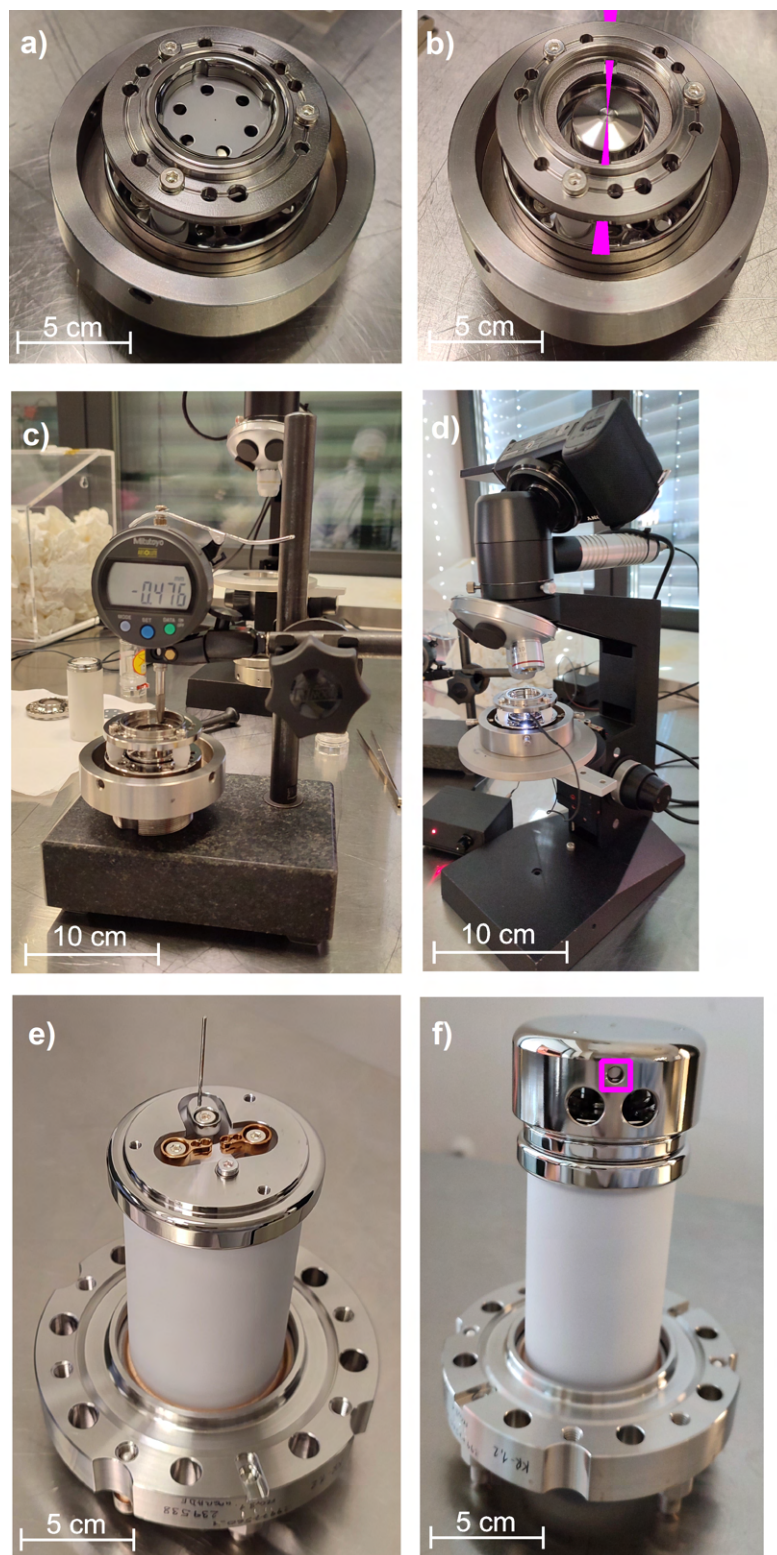
Po sestavení bylo nutné otestovat těsnost sestavy pomocí rotační pumpy a heliového detektoru. Jednalo se o vyčerpání tubusu pomocí rotační pumpy a následné ofukování tubusu heliem, při kterém se sledovalo na heliovém detektoru možné proniknutí helia do tubusu mikroskopu. Díky testu byla ověřena těsnost všech spojů a měděných těsnění, což je nutné pro správnou funkčnost systému.

Závěrečným krokem montáže bylo opětovné nasazení kompletně sestaveného tubusu na tělo mikroskopu, připojení všech potřebných kabelů a mechanických pump a následná instalace vnějšího permalloyového stínění. Mikroskop byl poté tepelně izolován a vypékán po dobu 48 hodin, což zajistilo odstranění všech zbytkových nečistot a nastartování iontových pump. Výsledný tlak v komoře se ustálil na hodnotě $1,1 \times 10^{-8}$ Pa. Kompletně smontovaný mikroskop s modifikovanými částmi a průhledem na hrot zdroje skrz laserové okénko je znázorněn na obrázku 5.4 d).

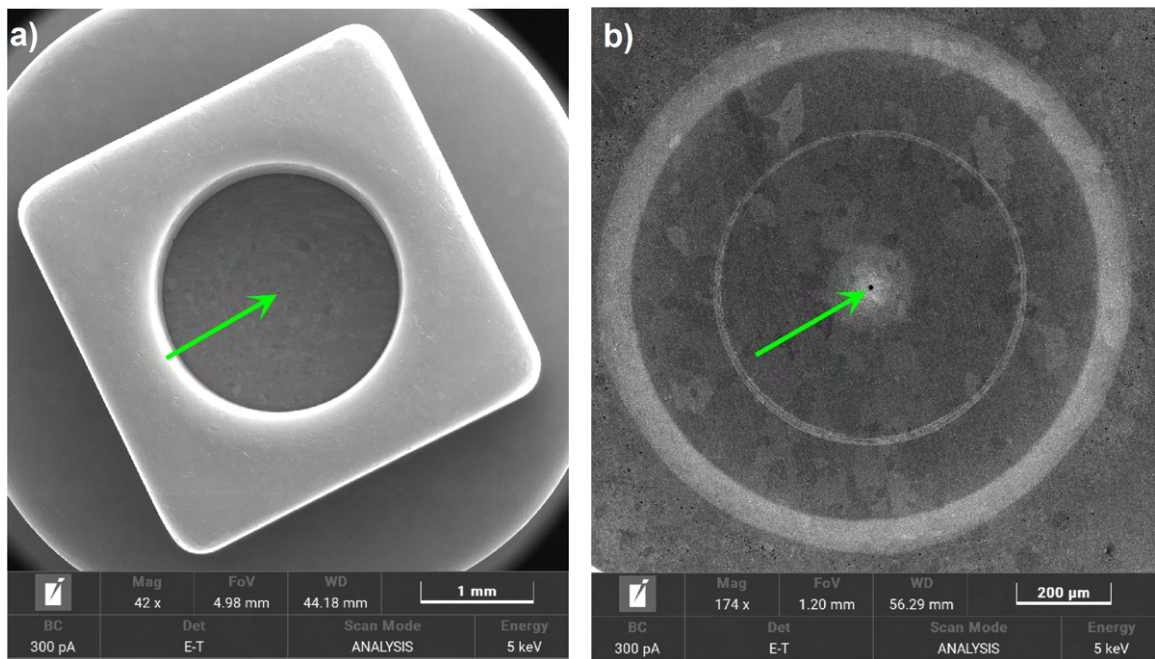
5.2 První start SEM a jeho odzkoušení

Po úspěšném složení SEM, jeho vypékání a spuštění iontových pump, se nyní přesuneme do fáze uvedení modifikovaného mikroskopu do provozu v kontinuálním režimu.

Prvním krokem bylo připojení vysokonapěťových konektorů napájení ke zdroji. Následovala první kondice trysky, která spočívala v pomalém nastartování za důkladného sledování tlaku v komoře a případných anomálií. Maximální provozní proud katody dle specifikace činil 2,34 A, pro prodloužení životnosti dle doporučení výrobce jsme ho mírně snížili na hodnotu 2,32 A. Dále bylo nastaveno napětí na extraktoru na maximální hodnotu 5 kV a napětí na supresoru na 0,3 kV. Při automatickém nastartování trysky docházelo k postupnému zvyšování proudu protékáním hrotem i napětí na supresoru, přičemž jsme kontrolovali tlak v komoře, aby nepřesáhl hodnotu 3×10^{-7} Pa. Následovalo ruční nastavení napětí na extraktoru, kdy jsme postupně zvyšovali napětí s krátkými pauzami mezi jednotlivými kroky až do hodnoty extrakčního proudu 65 μA při konečné hodnotě napětí na extraktoru 3,1 kV. Po dokončení této procedury byl zdroj vypnut.



Obrázek 5.2: a) Originální klíčka katodového modulu v držáku, b) modifikovaná klíčka katodového modulu v držáku s vyznačenou cestou laseru, c) určování tloušťky distanční podložky extraktorů, d) centrování clony extraktorů vůči katodě, e) keramický nosič katodového modulu, f) modifikovaný katodový modul s vyznačeným vstupem laseru.



Obrázek 5.3: a) Pohled v SEM na patronu s 10 μm clonou s vyznačeným otvorem, b) přiblížený pohled v SEM na 10 μm clonu s vyznačeným otvorem.

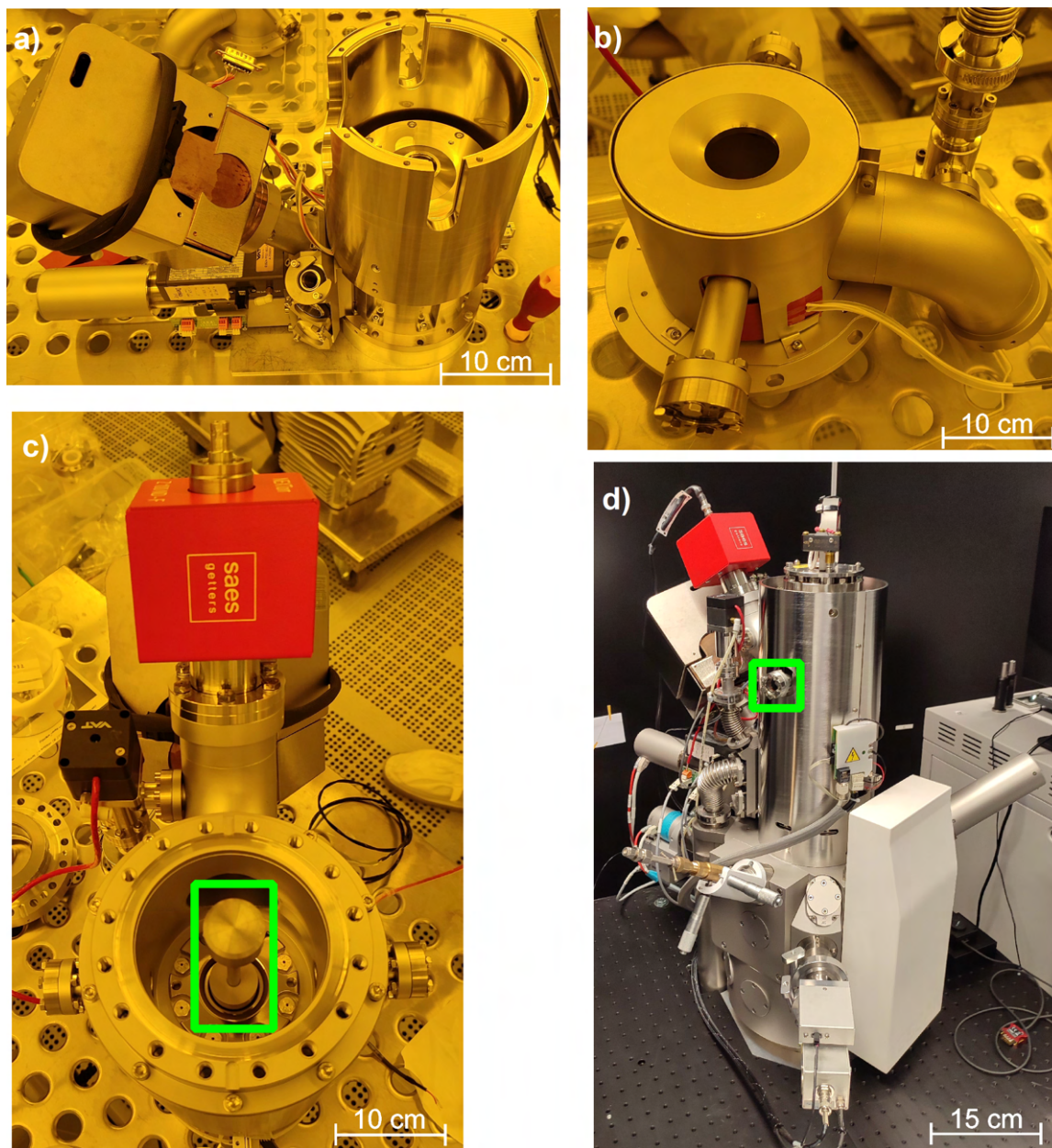
Následně proběhla druhá vysokonapěťová kondice trysky. Během této kondice jsme pomalu nastavili urychlovací napětí na maximum 30 kV a toto napětí jsme udržovali po dobu jedné hodiny. Poté jsme periodicky rychle měnili urychlovací napětí a zároveň sledovali hodnoty vakua. Obě kondice trysky proběhly úspěšně a vakuum zůstávalo v požadovaných mezích.

Dalším krokem bylo mechanické vystředění zdroje vůči 10 μm cloně. To jsme prováděli pomocí čtyř justážních šroubů, které posouvají zdroj v centrovacím vlnovci, přičemž centrování bylo nutné provést při dvou hodnotách urychlovacího napětí (30 kV a 200 V) s vypnutou kondenzorovou čočkou. Obtížnost spočívala v tom, že nastavení v jednom režimu ovlivňovalo druhý režim. Po několika pokusech se však podařilo najít optimální polohu vyhovující oběma režimům.

Poté následovalo vystředění magnetické kondenzorové čočky, opět ve dvou režimech a to při hodnotě urychlovacího napětí rovné napětí na extraktoru 3,1 kV a nižšímu napětí 200 V. Kondenzorová čočka byla nyní opět zapnuta. Pomocí tří justážních šroubů jsme nastavovali přesné překrytí obrazců v obou režimech. Toto vystředění bylo komplikováno kvůli vzájemnému ovlivňování obou režimů, nicméně nakonec jsme dosáhli požadovaného výsledku.

Dalším krokem bylo mechanické vystředění magnetické čočky objektivu. Nejdříve bylo nutné mírně povolit uchycení tubusu, aniž by dovnitř pronikl vzduch. Poté jsme použili funkci „wobbler“, která způsobuje malé a rychlé kolísání proudu objektivové čočky. Pomocí šroubů, které středí magnetickou čočku objektivu, jsme minimalizovali boční posun obrazu. Po úspěšném vystředění jsme tubus pevně dotáhli.

Další krokem bylo elektronické vystředění elektronového svazku v tubusu. Toto nastavení jsme provedli pomocí funkce „Wizard“, umožňující přesné vycentrování všech klíčových komponent (zdroj, kondenzor, objektiv). Pro každý zobrazovací režim, vybrané hod-



Obrázek 5.4: a) Pohled na osazený plášť kondenzoru s vnitřním permalloyem, teflonovou vložkou a magnetickou čočkou kondenzoru na tubus SEM, b) pohled na komoru trysky s osazeným topným pásem s úchytem, teplotním čidlem a ventilem k mechanickým pumpám, c) osazená komora trysky na tubus SEM s vloženou titanovou trubicí, která je zakryta vyznačeným dočasným špuntem proti spadu nečistot na 10 μm clonu, d) mikroskop osazený modifikovaným tubusem i s vnějším permalloyem a vyznačeným vstupním okénkem pro laser.

noty proudu svazku a urychlovacího napětí, byly uloženy odpovídající hodnoty zarovnání svazku. Při tomto kroku jsme využili rozlišovací vzorek složený z cínových kuliček na uhlíkovém substrátu, které jsou dobrými referenčními objekty.

Poté bylo nutné provést trasování kondenzoru, neboť se změnil průměr clony v patroně, z důvodu její výměny. Tato nová hodnota byla zadána do softwaru a následně jsme provedli trasování, při kterém byl softwarově nastavený proud svazku srovnáván se skutečným proudem svazku měřeným na Faradayově měrce v komoře pro každý zobrazovací režim, vybrané hodnoty proudu svazku a urychlovacího napětí. Pro každé nastavení se tedy určilo buzení cívek kondenzorové čočky tak, aby softwarově ukázaný proud svazku odpovídal skutečnému proudu svazku.

Poslední operací bylo ověření rozlišovací schopnosti mikroskopu při maximálním zvětšení s využitím cínových kuliček na uhlíkovém substrátu jako vzorku. Z tohoto testu vyplynulo, že rozlišení nebylo omezeno samotnou konstrukcí mikroskopu, ale vibracemi v laboratoři způsobenými mechanickými pumpami. K dosažení lepšího rozlišení by bylo nutné mikroskop instalovat na betonový podstavec, odstranit rotační pumpy z laboratoře a minimalizovat okolní vibrace. Můžeme tedy konstatovat, že mikroskop byl úspěšně uveden do provozu v původním kontinuálním režimu s modifikovanými díly a díky výměně původní 10 μm clony se rozlišení dokonce mírně zlepšilo.

6 Montáž optické sestavy

Mikroskop je nyní připraven pro vstup laserového svazku na hrot elektronového zdroje a tvorbu elektronových pulzů. V této kapitole se budeme soustředit na zavedení laserového paprsku na hrot zdroje a jeho úpravu po cestě podle teoretického schématu z obrázku 3.1.

Postup zavedení laseru na hrot bude probíhat v následujících krocích:

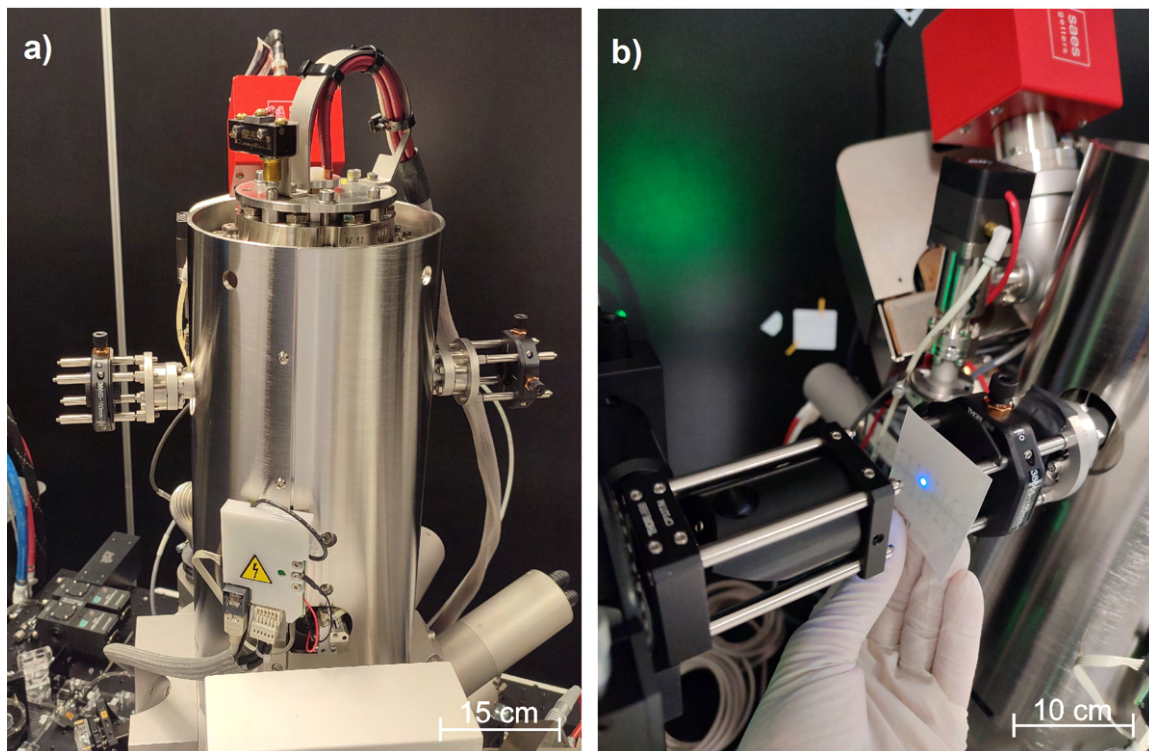
- Připojení ostřicí čočky ke komoře zdroje dle modelu na obrázku 4.5.
- Převod vlnové délky laserového paprsku z infračervené oblasti na ultrafialovou pomocí nelineárních krystalů.
- Vyfiltrování laserového svazku od nežádoucích vlnových délek.
- Převod laserového paprsku na druhý optický stůl pomocí motorizovaných zrcátek za účelem kompenzace vzájemných vibrací.
- Vedení svazku do vyšší úrovně pro dosažení potřebné výšky odpovídající úrovni zdroje.
- Polarizace laserového svazku, jeho zaostření na hrot zdroje a zobrazení polohy svazku pomocí kamery.
- Test emise elektronů s využitím pulzního laseru a ověření maximálního dosažitelného rozlišení.

6.1 Sestavení a kalibrace optické cesty laseru

Prvním krokem při sestavování optické cesty bylo namontování ostřicí čočky na okénka komory trysky pomocí přechodky a standardizovaného „cage“ systému od firmy Thorlabs, dle modelu 4.5. Nejdříve jsme namontovali přechodku pomocí šesti šroubů. Protože systém používá imperiální závity, využili jsme adaptéry, které umožňují přechod z metrického závitu na imperiální. Na tyto adaptéry byla našroubována čtveřice tyček, na které byl následně upevněn úchyt čočky ve vzdálenosti 150 mm od hrotu zdroje, což odpovídá ohnisku čočky. Samotná čočka byla vložena do úchytu vypouklou stranou směrem k přicházejícímu laserovému svazku, aby došlo ke správnému zaostření. Stejný postup jsme zopakovali také na druhé straně komory trysky, kde čočka slouží k zobrazování polohy laserového paprsku na kameře vůči hrotu zdroje, konstrukce je zobrazena na obrázku 6.1 a).

Dále bylo zapotřebí správně navést laserový svazek přímo na hrot elektronového zdroje dle schématu 3.1. Vzhledem k tomu, že jsme pracovali s laserem ve výkonostní třídě 4, museli jsme po celou dobu používat ochranné brýle, jelikož přímé zasažení oka by mohlo způsobit vážné poranění.

Již lineárně polarizovaný laserový svazek nejprve dopadá na půlvlnnou destičku, která stáčí jeho polarizaci. To umožňuje řízení poměru prošlého a odraženého svazku na polarizačním děliči svazku, kde p-polarizace prochází a s-polarizace je odražena. Prošlá složka je zachycena v tlumiči a později bude využita pro modulaci elektronového svazku. Odražená s-polarizace dopadá na zrcátko a je odražena k další úpravě.



Obrázek 6.1: a) Pohled na tubus SEM s okénky, na kterých je namontována ostřicí čočka, b) pohled na tvar laseru vstupujícího do komory trysky SEM.

Následuje převod vlnové délky laserového svazku z infračervené oblasti do ultrafialové oblasti pomocí dvojice nelineárních krystalů. První nelineární krystal druhé harmonické provádí převod infračervené složky (1035 nm) na zelenou (518 nm). Protože účinnost převodu není stoprocentní, zůstává v paprsku část infračerveného záření, které je odstraněno pomocí filtračního zrcátka, které odráží 95 % infračervené složky do tlumiče. Důležitou součástí tohoto kroku je přesné natočení krystalu, které výrazně ovlivňuje účinnost převodu. Správný úhel natočení krystalu je obtížné nalézt, neboť jen v malém rozsahu úhlů dochází k efektivnímu převodu. K nalezení maximální účinnosti převodu bylo zapotřebí přesného natočení krystalu vůči svazku za pomoci spektrometru, kde jsme se snažili získat největší intenzitu svazku na vlnové délce 518 nm.

Následně probíhá převod vlnové délky do ultrafialové oblasti (256 nm) pomocí druhého nelineárního krystalu čtvrté harmonické. Před tímto krystalem je umístěna ostřicí čočka, která zvyšuje účinnost převodu zaostřením svazku do krystalu. Nastavení druhého krystalu je ještě náročnější, protože převod na ultrafialovou oblast je méně efektivní a současně se objevuje značné množství zbylé zelené složky. Pro získání čistě ultrafialové složky byla použita sada filtračních zrcátek odrážejících pouze ultrafialovou složku. Přesné natočení druhého krystalu je opět kontrolováno spektrometrem, přičemž se snažíme získat největší intenzitu svazku na vlnové délce 256 nm.

Dalším krokem je rozdělení laserového svazku na dvě samostatné větve. První, výkonnější větev v ultrafialové oblasti bude nasměrována přímo na hrot elektronového zdroje. Druhá větev tvořená zbyvajícím infračervenou složkou slouží jako referenční paprsek pro regulační systém motorizovaných zrcátek, který kompenzuje vibrace mezi optickými stoly. Motorizovaná zrcátka jsou řízena dvěma typy motorů: krokovými a piezoelektrickými. Kro-

kové motory jsou určeny pro větší a hrubší pohyby, zatímco piezoelektrické motory umožňují jemnější a přesnější regulaci polohy svazku. Tento regulační systém je nejprve pečlivě nastaven tak, aby referenční paprsek přesně dopadal na detektor snímající jeho polohu a úhel. Pro správnou regulaci vibrací mezi stoly je nutné nejprve motory naučit specifické pohyby. Tento proces začíná vytvořením matice pohybů pro krokové motory. Matice je navržena tak, aby pohyby v jednotlivých osách X , Y a na sebe kolmých úhlech α a β se neovlivňovaly. Tato matice zajišťuje efektivní a nezávislou hrubou regulaci. Následně probíhá přesnější kalibrace pomocí piezoelektrických motorů, které zajišťují jemnou regulaci. I pro tyto motory je vytvořena samostatná matice pohybů, která zabezpečuje, že pohyby v jednotlivých osách a úhlech jsou navzájem nezávislé. Během kalibrace se ukazuje, že detektory jsou při vyšších intenzitách laserového paprsku přesvíceny (saturovány), a proto je do optické cesty přidáno zrcátko, které snižuje intenzitu infračerveného záření. Správná funkčnost regulačního systému je ověřena testem, při kterém je zdrojový optický stůl mírně rozhybán. Díky aktivní regulaci pomocí motorizovaných zrcátek však paprsek zůstává stabilní na stole mikroskopu.

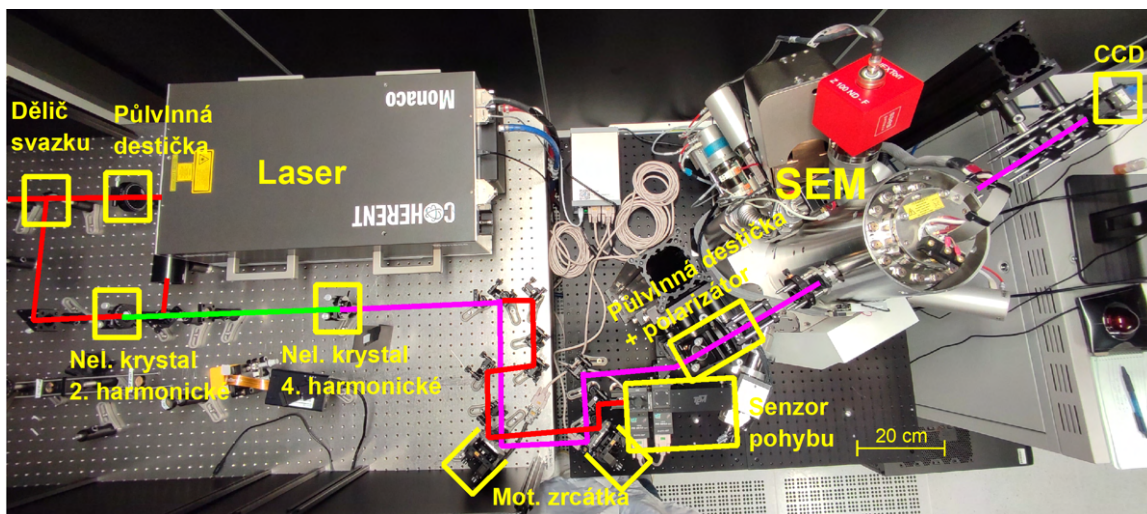
Poté je ultrafialový svazek pomocí zrcátek převeden do stejné výškové úrovně, ve které se nachází hrot elektronového zdroje. Následně laserový paprsek dopadá na půlvlnnou destičku, která stáčí jeho polarizaci tak, aby byl výsledný svazek převážně p-polarizovaný, neboť původní polarizace se průchodem optickými prvky změnila. Správnost natočení půlvlnné destičky kontrolujeme pomocí následujícího polarizátoru využívajícího Brewsterův úhel, jenž je 56° , který odráží s-polarizaci a propouští p-polarizaci. Otáčením půlvlnné destičky maximalizujeme intenzitu procházejícího p-polarizovaného svazku. Toto nastavení provádíme, aby polarizace laserového svazku souzněla se směrem elektrického pole kolem hrotu zdroje, čímž významně zvýšíme účinnost emise elektronů. Za tímto polarizátorem je umístěna ostřicí čočka, která zaostřuje laserový svazek přímo na hrot elektronového zdroje.

Další náročnou fází je přesné nasměrování laserového svazku skrz okénka komory mikroskopu tak, aby svazek prošel skrz komoru zdroje a vystoupil na opačné straně. Toto nastavení vyžaduje velmi přesnou úpravu jak polohy, tak i úhlu laserového paprsku, protože průchod komorou je dlouhý a otvory, kterými svazek prochází, jsou velmi malé. Je nezbytné zajistit, aby paprsek nenarazil do stěny komory. Po průchodu komorou je svazek kolimován čočkou a následně další čočka zobrazí rovinu hrotu elektronového zdroje na kameru. Aby nedošlo k přesvícení a poškození kamery vysokým výkonem ultrafialového záření, je před kamerou umístěno zrcátko, které propouští pouze 5 % intenzity ultrafialového svazku.

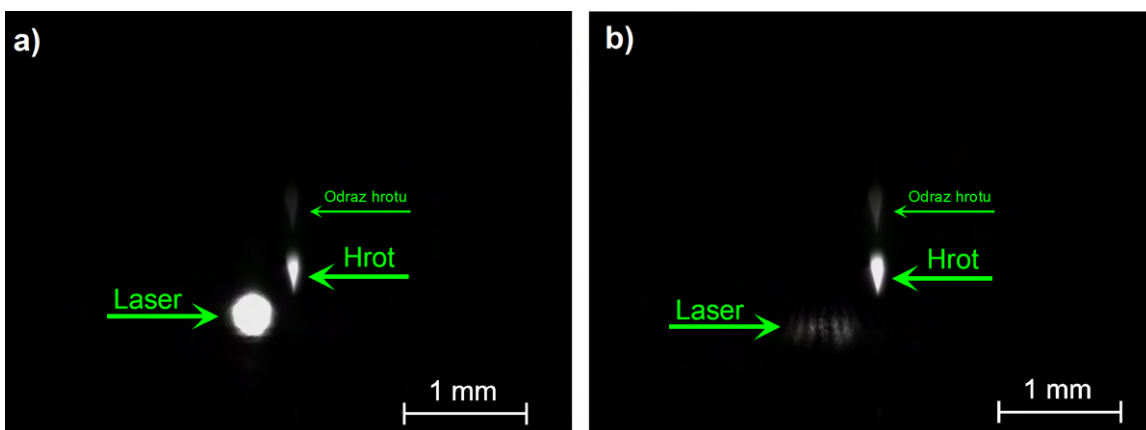
Pohled na tvar laseru vstupujícího do komory trysky SEM je ukázán na obrázku 6.1 b). Celá sestava optické cesty je zobrazena na obrázku 6.2, kde je barevně vyznačena trajektorie laserového svazku podle jednotlivých vlnových délek, včetně hlavních optických prvků.

6.2 Tvorba elektronových pulzů

Pro vlastní zaostření svazku na hrot zdroje v kontinuálním režimu je nejprve využit obraz z kamery 6.3 a). Zde se ukazuje, že skutečná poloha zaostření svazku se liší od viditelného obrazu kvůli rozdílům v lomu ultrafialového a viditelného světla v optické soustavě. Proto je sledován stín vytvořený absorpcí laserového záření, čímž je zajištěno přesné nasměrování svazku na hrot zdroje, jak ukazuje obrázek 6.3 b). Správné zaostření je kontrolováno pomocí zvýšení proudu měřeného na Faradayově měrce. Na obou obrázcích 6.3 je nad reálným hrotem zdroje taktéž slabý odraz od vyleštěné části katodového modulu, jenž je vidět také okem při pohledu do okénka komory trysky.



Obrázek 6.2: Pohled shora na realizaci cesty laseru, jenž je ostřen na hrot zdroje SEM. Barevnými úsečkami je vyznačena trajektorie laserového svazku, kde barvy symbolizují jednotlivé vlnové délky (červeně 1035 nm, zeleně 518 nm, fialově 256 nm). Nejdůležitější optické prvky jsou zvýrazněny žlutě.



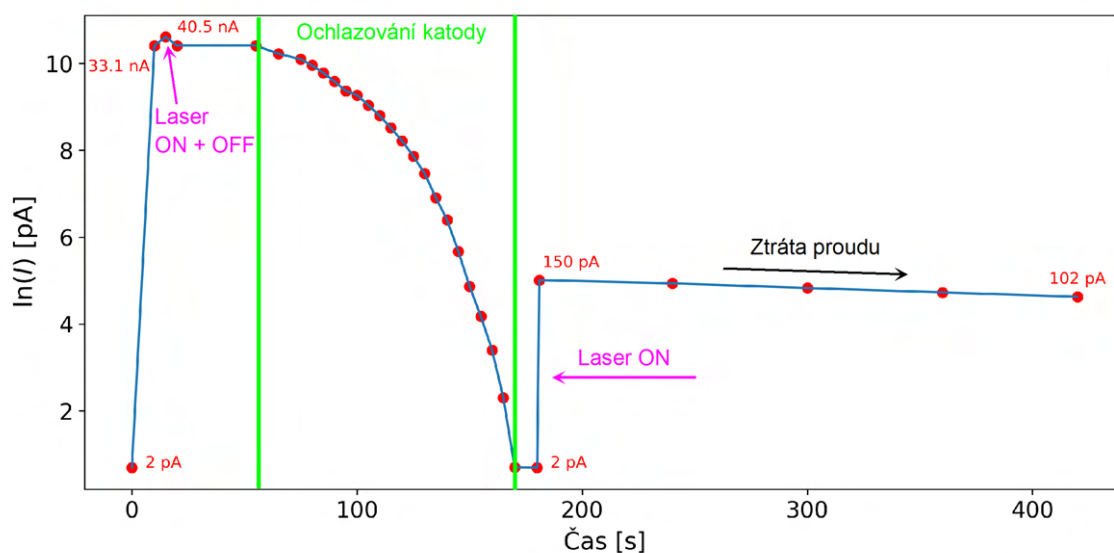
Obrázek 6.3: a) Pohled CCD kamerou do roviny hrotu zdroje se stopou laserového svazku mimo hrot s vyznačenou pozicí laseru a hrotu, b) pohled CCD kamerou do roviny hrotu zdroje se stopou laserového svazku zaostřenou na hrot s vyznačenou pozicí laseru a hrotu.

Postup pro dosažení pulzního režimu emise elektronů ilustruje grafu 6.4, který ukazuje závislost proudu elektronů zaznamenaných na Faradayově měrce v logaritmickém měřítku na čase. Laser byl nastaven na výstupní frekvenci 1 MHz, délku pulzu 283 fs a výkon zesílený na 100 %. Teoretická hodnota proudu elektronů byla nastavena v softwaru mikroskopu na $BC = 100 \text{ nA}$.

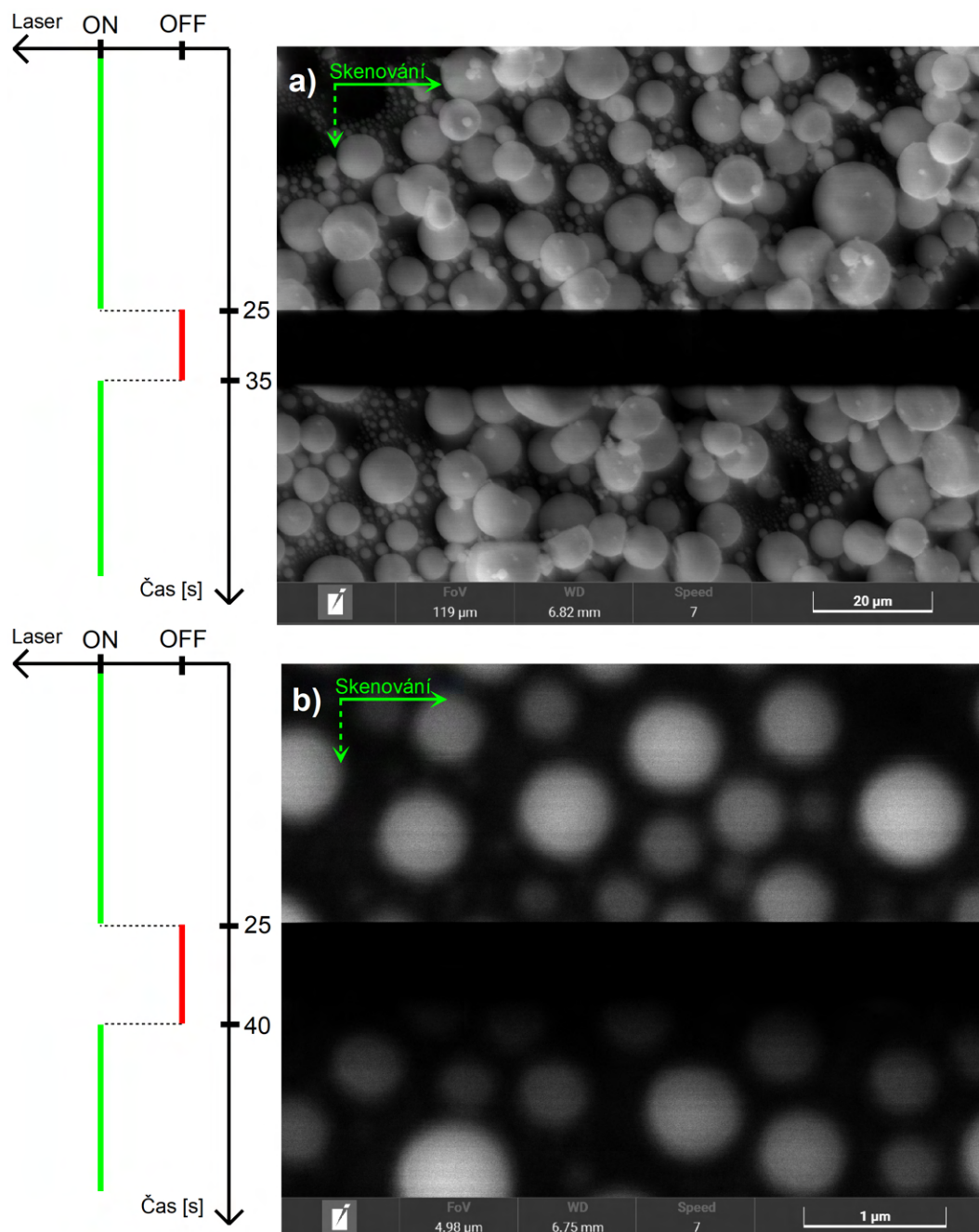
Nejprve jsme pomocí Faradayovy měrky, umístěné v komoře mikroskopu při zakrytém elektronovém svazku, změřili hodnotu pozadí proudu, která byla stanovena na 2 pA. Tudíž se jedná čistě o šum detektoru. Následně jsme na Faradayovu měrku nasměrovali elektronový svazek v kontinuálním režimu a naměřili hodnotu proudu 33,1 nA. Poté jsme ověřili vliv laseru na zahřátou katodu v kontinuálním režimu, což je v grafu 6.4 znázorněno označením „Laser ON + OFF“. Tímto krokem došlo ke zvýšení proudu na 40,5 nA, což prokázalo vliv laseru na zvýšení emise elektronů. Po vypnutí laseru následovala fáze ochlazování katody, během níž jsme snižovali postupně proud protékající katodou, jenž ji zahřívá, z hodnoty 2,32 A na 1,9 A, což eliminuje kontinuální emisi elektronů. To bylo ověřeno na Faradayově měrce díky poklesu proudu svazku až k výchozí hodnotě pozadí 2 pA, jak je znázorněno v oblasti mezi dvěma zelenými svislými čarami v grafu 6.4. Následně jsme opět zapnuli laser (označeno „Laser ON“ v grafu 6.4), což vedlo k vytvoření fotoemisního proudu elektronů o hodnotě 150 pA. Při pokračujícím zapnutém laseru jsme monitorovali změnu proudu svazku v čase. Pozorovali jsme postupný pokles proudu, jak ukazuje sestupná tendence. Tento pokles proudu je způsoben tím, že Schottkyho zdroj, který je optimalizován pro vyšší provozní teploty, má při nižších teplotách zvýšenou výstupní práci vlivem snížené difuze viz 1.2. Celý tento experimentální průběh potvrzuje, že emise elektronů je způsobena absorpcí ultrafialového záření laseru na hrotu Schottkyho katody.

Dalším ověřením laserem stimulované emise elektronů je experiment na vzorku tvořeném cínovými kuličkami na uhlíkovém substrátu. Během skenování je laser na chvíli zakryt, což se projeví jako tmavá oblast v obrázku 6.5 a), protože bez laseru nedopadají elektrony na vzorek. Po odkrytí laseru je vzorek opět viditelný, což potvrzuje, že emise elektronů závisí výhradně na ultrafialovém laserovém svazku. Stejný test je proveden i s větším zvětšením, což je zobrazeno na obrázku 6.5 b). Na obou těchto obrázcích je však při srovnání šířky tmavé oblasti bez signálu a doby deaktivace laserového osvětlení viditelné mírné zpoždění „náběhu obrazu“ a to pouze při opětovném spuštění fotoemise, kdy emise jakoby nabíhá. To by mohlo být způsobeno tím, že zde nedochází pouze k přímé fotoemisi, ale laser taktéž zahřívá katodu a dochází tak také ke kontinuální emisi díky zvýšení teploty katody.

Dalším krokem bylo testování modifikovaného SEM v pulzním režimu s různými nastaveními laseru. Výchozí konfigurace laseru byla stanovena na frekvenci 1 MHz, délku pulzu 283 fs a výkon 100 %. Experiment spočíval v měření proudu elektronů zachycených na Faradayově měrce při změně jednoho parametru laserového svazku (frekvence, délky pulzu nebo výkon), zatímco zbývající dva parametry byly vždy zachovány původní. Nejprve byla měněna délka laserových pulzů, což je zachyceno na grafu 6.6 a). Tento vývoj je poměrně neobvyklý. Pokud by emise elektronů probíhala převážně na základě lineární fotoemise, pak by při konstantním výkonu laseru neměla samotná délka pulzu výrazně ovlivnit výsledný proud, neboť celkový počet fotonů dopadajících na hrot během jednoho pulzu totiž zůstává nezměněn. Pozorovaná závislost však naznačuje, že významným faktorem může být hustota fotonů, tedy jejich počet dopadající na jednotkovou plochu za jednotku času. Lze proto předpokládat, že pravděpodobnost uvolnění elektronu závisí také na koncentraci dopadajících fotonů. Pokud by tento vliv nehrál roli, byla by závislost proudu na délce pulzu přibližně konstantní. V dalším kroku byla měněna frekvence laserových pulzů, kde výsledky jsou znázorněny v grafu 6.6 b). Zde je patrná rostoucí tendence proudu se zvyšující se frek-



Obrázek 6.4: Znázornění experimentálního průběhu dosažení pulzního režimu emise elektronů, kdy je proud elektronů detekován pomocí Faradayovy měrky v logaritmickém měřítku v závislosti na čase. Experiment byl prováděn s laserem o výstupní frekvenci 1 MHz, délce pulzu 283 fs a výkonu nastaveném na 100 %. Na začátku experimentu byla stanovena základní hodnota pozadí proudu 2 pA. Následně byla určena hodnota proudu pro svazek v kontinuálním režimu a byla naměřena hodnota proudu 33,1 nA. Krátké zapnutí a vypnutí laseru na zahřátou katodu (označeno „Laser ON + OFF“) způsobilo zvýšení proudu na 40,5 nA, což prokázalo přímý vliv laseru na emisi elektronů. Následovala fáze ochlazování katody, během níž byl snižován zahřívací proud katody z 2,32 A na 1,9 A, což vedlo k eliminaci kontinuální emise elektronů a poklesu proudu na výchozí hodnotu 2 pA. Začátek a konec ochlazování je vyznačeno dvěma zelenými svislými čarami. Po opětovném aktivování laseru (označeno „Laser ON“) byl zaznamenán fotoemisní proud o hodnotě 150 pA. Při delším osvětlení hrotu laserem byl následně monitorován pokles proudu, který je důsledkem zvýšení výstupní práce Schottkyho katody při nižších teplotách, jak bylo podrobně vysvětleno v kapitole 1.2.

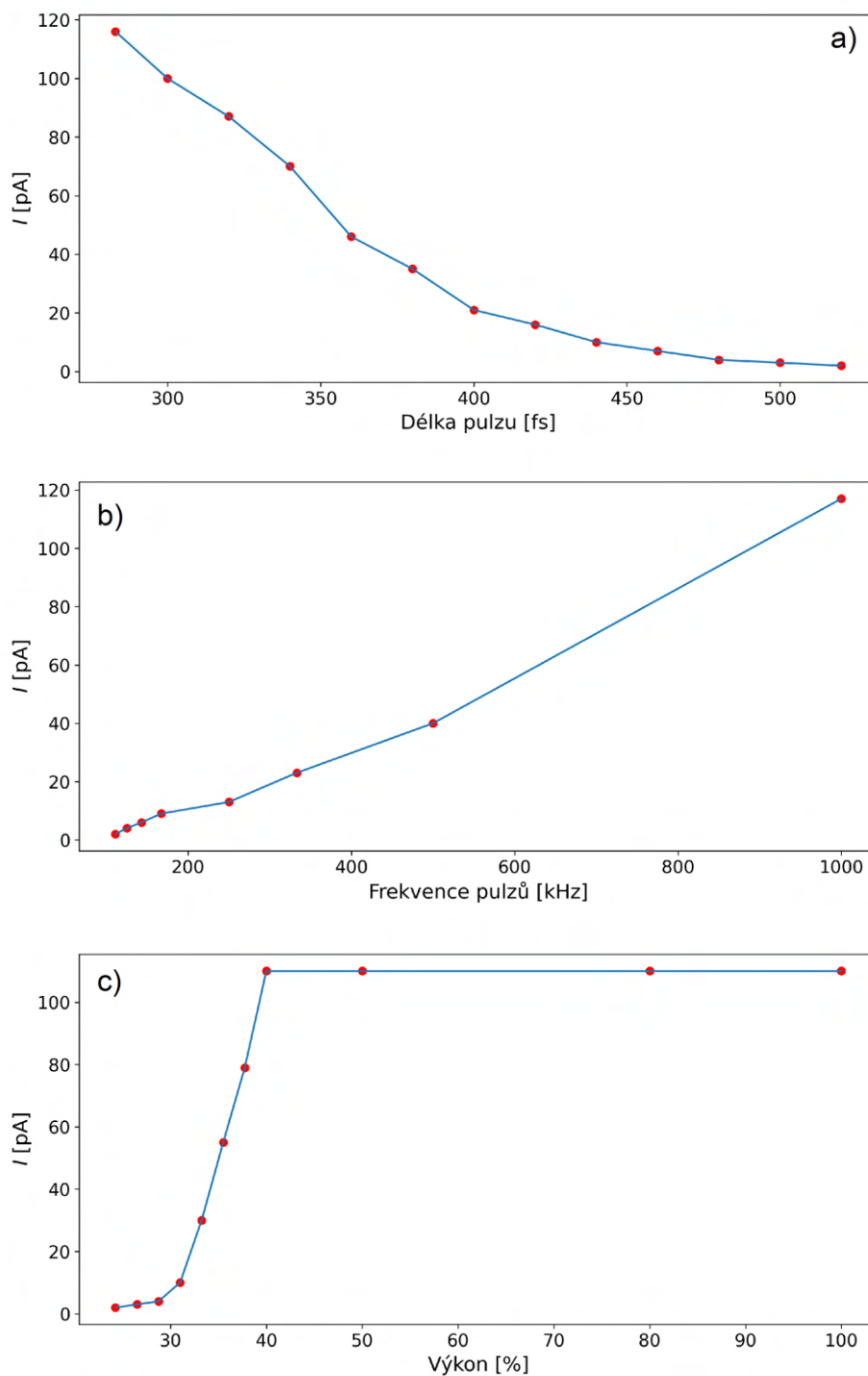


Obrázek 6.5: a) Pohled v SEM na cínové kuličky na uhlíkovém substrátu pomocí elektronů emitovaných laserem. Jako důkaz emise byl v polovině skenování laser zakryt, proto zde je tmavá oblast a následně znova odkryt, což je schématicky znázorněno v grafu vlevo od obrázku. Na obrázku je taktěž vyznačen směr skenování elektronového svazku. b) Pohled v SEM (v porovnání s a) větší zvětšení) na cínové kuličky na uhlíkovém substrátu pomocí elektronů emitovaných laserem. Jako důkaz emise byl v polovině skenování laser zakryt, proto zde je tmavá oblast a následně znova odkryt, což je schématicky znázorněno v grafu vlevo. Na obrázku je taktěž vyznačen směr skenování elektronového svazku.

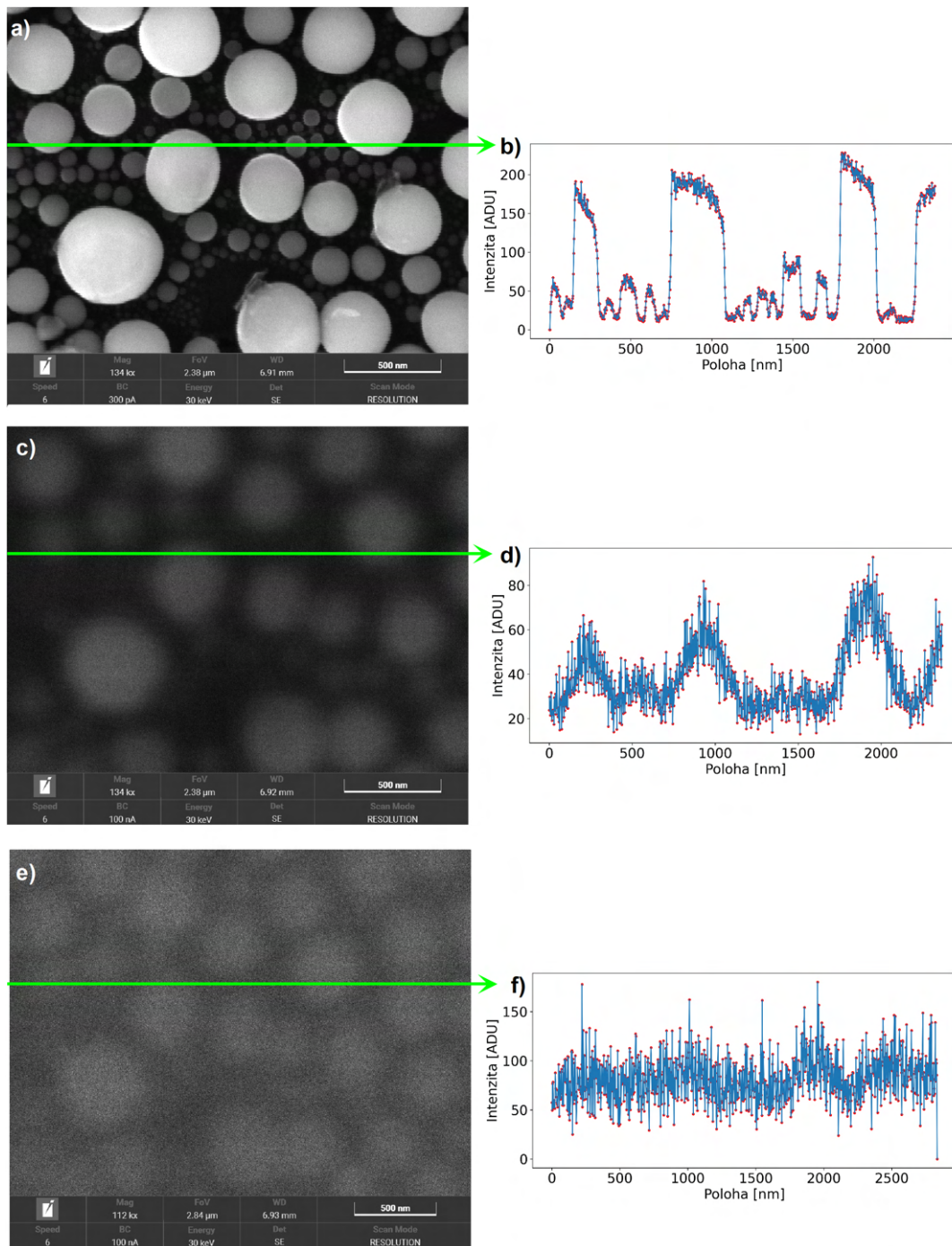
venčí pulzů. Limitní spodní frekvence pro detekovatelný proud byla stanovena na 111 kHz. Tato závislost je intuitivní, neboť se zvyšující se frekvencí pulzů dopadá na hrot více laserových pulzů za jednotku času, čímž roste i celkový počet fotonů, které mohou vyvolat emisi elektronů. Výsledkem je tedy vyšší emitovaný proud. Zajímavé výsledky byly získány při měření závislosti proudu na výkonu laseru, který je řízen nastavením zesilovače, jak ukazuje graf 6.6 c). Překvapivě jsme zjistili, že maximální hodnota proudu není dosažena až při 100 % zesílení, ale již při 40 %. Toto chování bylo následně vysvětleno měřičem výkonu, který ukázal, že skutečný výkon laseru dosahuje svého maxima již při 40 % nastavení zesílení a při dalším zvyšování výkonu již nedochází k jeho zesilování. Z průběhu této závislosti jsme schopni získat informace o charakteru emise elektronů. Pokud by emise probíhala výhradně prostřednictvím lineární fotoemise (jeden foton emituje jeden elektron), očekávali bychom lineární vztah mezi proudem a výkonem laseru. Reálný průběh však ukazuje složitější chování a to v počáteční fázi proud roste lineárně, poté dochází k jeho nelineárnímu zalomení a následně se opět vrací k přibližně lineárnímu růstu. Tato změna trendu naznačuje, že se na výsledné emisi podílí více mechanismů. Kromě samotné fotoemise se domníváme, že laserové záření může způsobovat lokální ohřev katody, což vede ke zvýšení její teploty a kontinuální emisi elektronů. Zároveň se může uplatňovat i vícenásobná fotoemise způsobená přítomností zbytkového, ne zcela odfiltrovaného, infračerveného a zeleného laserového záření. K určení přesného charakteru emise bude zapotřebí dalšího experimentálního zkoumání.

Pro určení rozlišovací schopnosti modifikovaného SEM bylo provedeno srovnání a to za různých režimů provozu mikroskopu. Porovnání bylo provedeno na vzorku, který se skládá z cínových kuliček na uhlíkovém substrátu a to vždy na identickém místě, aby výsledky byly vzájemně porovnatelné. Nejprve jsme vyhodnotili rozlišení v klasickém kontinuálním režimu, jak ukazuje obrázek 6.7 a). Zde je vyznačen skenovaný řádek zelenou vodorovnou čarou, podél něhož byl proveden profil řezu, kde graf intenzity v něm je ukázán na obrázku 6.7 b). Jednotlivé cínové kuličky jsou zde ostré a jasně rozlišitelné s výraznými píky, které odpovídají jednotlivým kuličkám. Rozlišovací schopnost v tomto režimu je odhadem kolem 10 nm. Dále bylo provedeno porovnání rozlišovací schopnosti v pulzním režimu s nastavením laseru na výstupní frekvenci 1 MHz, délkou pulzu 283 fs a výkonem zesíleným na 100 %. Odpovídající snímek z SEM je na obrázku 6.7 c). Graf příčného řezu ve stejném skenovacím řádku, uvedený na obrázku 6.7 d), ukazuje výrazně sníženou viditelnost menších kuliček, které se ztrácejí v šumu. Zřetelně viditelné jsou pouze větší kuličky. Rozlišovací schopnost se zde odhadem zhoršila přibližně desetkrát na 100 nm. Jako poslední krok jsme provedli stejný experiment, tentokrát s jiným nastavením laseru s výstupní frekvencí 250 kHz, délkou pulzu 400 fs a výkonem zesíleným na 100 %. Snímek z tohoto nastavení je zobrazen na obrázku 6.7 e) a příslušný graf příčného řezu na obrázku 6.7 f). V tomto režimu je patrný značný šum, který výrazně snižuje rozlišovací schopnost. I větší kuličky se již částečně ztrácejí v šumu. Rozlišení bylo odhadnuto na přibližně 400 nm. Díky tomuto porovnání můžeme konstatovat, že rozlišovací schopnost modifikovaného mikroskopu v pulzním režimu se oproti kontinuálnímu zhoršila a v rámci nastavení laseru se taktéž zhoršuje s menší frekvencí laseru a delším trváním jednotlivých pulzů.

Těmito kroky byla úspěšně dokončena úprava a navedení laserového svazku, dosaženo emise elektronů vyvolané laserem a ověřena funkčnost celého systému. Další fáze bude zahrnovat provedení dalších experimentů s pulzním elektronovým svazkem, jeho důkladné ověření a posouzení správnosti hypotézy týkající se zahřívání katody laserem a možnosti vzniku pulzního svazku elektronů s kontinuálním pozadím.



Obrázek 6.6: Testování modifikovaného SEM pomocí změn proudu na Faradayově měřce v závislosti na změnách parametrů laseru. Výchozí konfigurace laseru byla nastavena na frekvenci 1 MHz, délku pulzu 283 fs a výkon 100 % a následně byl měněn jeden parametr (frekvence, délky pulzu nebo výkon), zatímco zbyvajících dva parametry byly vždy zachovány původní. Graf a) ukazuje závislost proudu elektronů na délce pulzu laseru. Graf b) znázorňuje závislost proudu elektronů na frekvenci laserových pulzů. Graf c) znázorňuje závislost proudu elektronů na výkonu laseru ovládaného zesilovačem.



Obrázek 6.7: Srovnání rozlišovací schopnosti modifikovaného SEM při různých provozních režimech. Test byl proveden na vzorku sestávajícím z cínových kuliček na uhlíkovém substrátu, vždy na stejném místě vzorku. Na obrázku a) je zobrazen snímek vzorku v klasickém kontinuálním režimu s vyznačeným příčným řezem (zelená čára). Graf intenzity tohoto řezu je uveden na obrázku b). Na obrázku c) je snímek vzorku v pulzním režimu s laserem nastaveným na frekvenci 1 MHz, délku pulzu 283 fs a výkon 100 % a odpovídající příčný řez na obrázku d). Snímek e) zachycuje režim s nižší frekvencí laseru 250 kHz, delší délkou pulzu 400 fs a výkonem 100 %, kde odpovídající příčný řez je vynesena v grafu f).

Závěr

V rámci této diplomové práce byl navržen, realizován a testován nový zdroj ultrakrátkých elektronových pulzů pro rastrovací elektronový mikroskop. Integrací pulzního ultrafialového femtosekundového laserového záření do komerčního rastrovacího elektronového mikroskopu TESCAN S6000 MIRA vznikla základní část budoucího ultrarychlého rastrovacího elektronového mikroskopu, který bude kombinovat výhody klasického rastrovacího elektronového mikroskopu s pokročilými časově rozlišitelnými metodami.

Navržený systém vytváří ultrakrátké elektronové pulzy pomocí fotoemise, vyvolané ultrafialovým p-polarizovaným femtosekundovým laserovým zářením. Výsledky tohoto experimentu odpovídají podobným realizacím využívajícím fotoemisi v rastrovacích elektronových mikroskopech, avšak navržená metoda poskytuje výrazně rychlejší seřízení. Oproti drahým transmisním elektronovým mikroskopům, které běžně využívají femtosekundové až attosekundové rozlišení, nabízí naše řešení ekonomicky dostupnější variantu vhodnou pro studium objemových vzorků.

Mezi hlavní omezení navrženého systému patří nižší velikost průměrného proudu ve srovnání s kontinuálním režimem, časově klesající proud elektronů způsobený ochlazením zdroje s nutností pravidelného ožívování zahříváním katody a nutnost precizního nastavení laserového systému. Dalším omezením je také snížení prostorového rozlišení, které se však podle provedených testů pohybuje pouze okolo desetinásobného zhoršení. Pro budoucí vylepšení a dosažení optimálních parametrů je nezbytná detailnější kalibrace optomechanických a elektrooptických komponent, důkladnější testování systému a případně implementace pokročilých metod kompenzace vibrací.

Na tuto práci v budoucnu naváže následný krok v podobě korektního otestování pulzního charakteru elektronového svazku. Dále budou následovat další konstrukční úpravy, které povedou k plně funkčnímu ultrarychlému rastrovacímu elektronovému mikroskopu v CEITEC Nano VUT.

Literatura

- [1] ABBE, E. Beiträge zur Theorie des Mikroskops und der mikroskopischen Wahrnehmung. *Archiv für mikroskopische Anatomie*. Springer. 1873, sv. 9, č. 1, s. 413–468.
- [2] BROGLIE, L. de. The reinterpretation of wave mechanics. *Foundations of Physics*. 1970, sv. 1, č. 1, s. 5–15. DOI: 10.1007/BF00708650.
- [3] EGERTON, R. Limits to the spatial, energy and momentum resolution of electron energy-loss spectroscopy. *Ultramicroscopy*. Elsevier. 2007, sv. 107, č. 8, s. 575–586.
- [4] RUSKA, E. The Development of the Electron Microscope and of Electron Microscopy (Nobel Lecture). *Angewandte Chemie International Edition in English*. 1987, sv. 26, č. 7, s. 595–605. DOI: 10.1002/anie.198705951.
- [5] BORRIES, B. von a RUSKA, E. *Vorläufige Mitteilung über Fortschritte im Bau und in der Leistung des Übermikroskopes*. Springer, 1938.
- [6] BOGNER, A., JOUNEAU, P.-H., THOLLET, G., BASSET, D. a GAUTHIER, C. A history of scanning electron microscopy developments: Towards “wet-STEM” imaging. *Micron*. Elsevier. 2007, sv. 38, č. 4, s. 390–401.
- [7] WILLIAMS, D. B. a CARTER, C. B. *Transmission Electron Microscopy: A Textbook for Materials Science*. New York: Springer, 1996. 7 s.
- [8] HACHENBERG, O. a BRAUER, W. Secondary electron emission from solids. In: *Advances in electronics and electron physics*. Elsevier, 1959, sv. 11, s. 413–499.
- [9] JEOL. *Glossary of SEM Terms*. Accessed: December 30, 2024. Dostupné z: <https://www.jeol.com/words/semterms/20121024.070858.php#gsc.tab=0>.
- [10] JEOL. *Glossary of SEM Terms: Reflected electron, backscattered electron*. Accessed: December 30, 2024. Dostupné z: <https://www.jeol.com/words/semterms/20121024.072858.php#gsc.tab=0>.
- [11] JEOL. *Glossary of SEM Terms: Backscattered electron detector, BE detector, BSE detector*. Accessed: December 30, 2024. Dostupné z: <https://www.jeol.com/words/semterms/20121023.083357.php#gsc.tab=0>.
- [12] MATHIEU, H. J. Auger electron spectroscopy. *Surface Analysis the Principal Techniques*. John Wiley & Sons West Sussex, UK. 2009, s. 9–46.
- [13] NGO, P. D. Energy dispersive spectroscopy. In: *Failure analysis of integrated circuits: Tools and techniques*. Springer, 1999, s. 205–215.

- [14] JEOL. *Glossary of SEM Terms: Silicon-drift detector*. Accessed: December 30, 2024. Dostupné z: <https://www.jeol.com/words/senterms/20121024.042859.php#gsc.tab=0>.
- [15] AHMED, S. N. 2 - Interaction of radiation with matter. In: AHMED, S. N., ed. *Physics and Engineering of Radiation Detection (Second Edition)*. Second Edition. Elsevier, 2015, s. 65–155. DOI: <https://doi.org/10.1016/B978-0-12-801363-2.00002-4>. ISBN 978-0-12-801363-2. Dostupné z: <https://www.sciencedirect.com/topics/physics-and-astronomy/bremsstrahlung>.
- [16] WILLIAMS, D. B. a CARTER, C. B. *Transmission Electron Microscopy: A Textbook for Materials Science*. New York: Springer, 1996. 129,379 s.
- [17] WILLIAMS, D. B. a CARTER, C. B. *Transmission Electron Microscopy: A Textbook for Materials Science*. New York: Springer, 1996. 39-50 s.
- [18] WILLIAMS, D. B. a CARTER, C. B. *Transmission Electron Microscopy: A Textbook for Materials Science*. New York: Springer, 1996. 129,379 s.
- [19] GATAN. *Advanced STEM detectors*. N.d. Accessed: 2024-10-26. Dostupné z: <https://www.gatan.com/products/tem-imaging-spectroscopy/advanced-stem-detectors>.
- [20] WILLIAMS, D. B. a CARTER, C. B. *Transmission Electron Microscopy: A Textbook for Materials Science*. New York: Springer, 1996. 53-68 s.
- [21] KITTEL, C. *Introduction to Solid State Physics*. 7th. Wiley, 1996.
- [22] WILLIAMS, D. B. a CARTER, C. B. *Transmission Electron Microscopy: A Textbook for Materials Science*. New York: Springer, 1996. 76 s.
- [23] WILLIAMS, D. B. a CARTER, C. B. *Transmission Electron Microscopy: A Textbook for Materials Science*. New York: Springer, 1996. 74 s.
- [24] HENNING, S. a ADHIKARI, R. Scanning electron microscopy, ESEM, and X-ray microanalysis. In: *Microscopy methods in nanomaterials characterization*. Elsevier, 2017, s. 1–30.
- [25] WILLIAMS, D. B. a CARTER, C. B. *Transmission Electron Microscopy: A Textbook for Materials Science*. New York: Springer, 1996. 78 s.
- [26] WILLIAMS, D. B. a CARTER, C. B. *Transmission Electron Microscopy: A Textbook for Materials Science*. New York: Springer, 1996. 75 s.
- [27] BRAILSFORD, D. a ROBERTSON, A. Calculation of electric field strengths at a sharp edge. *International Journal of Mass Spectrometry and Ion Physics*. 1968, sv. 1, č. 1, s. 75–85. DOI: [https://doi.org/10.1016/0020-7381\(68\)80006-3](https://doi.org/10.1016/0020-7381(68)80006-3). ISSN 0020-7381. Dostupné z: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/0020738168800063>.
- [28] KANE, E. O. Theory of tunneling. *Journal of applied Physics*. AIP Publishing. 1961, sv. 32, č. 1, s. 83–91.
- [29] WILLIAMS, D. B. a CARTER, C. B. *Transmission Electron Microscopy: A Textbook for Materials Science*. New York: Springer, 1996. 80-81 s.

- [30] WILLIAMS, D. B. a CARTER, C. B. *Transmission Electron Microscopy: A Textbook for Materials Science*. New York: Springer, 1996. 80 s.
- [31] SCHOTTKY, W. Zur halbleiterttheorie der sperrschicht-und spitzengleichrichter. *Zeitschrift für Physik*. Springer. 1939, sv. 113, s. 367–414.
- [32] NANO, M. to. *YPS Schottky Thermal Field Emission Sources*. 2025. Accessed: 2025-01-01. Dostupné z: <https://www.microtonano.com/YPS-TFE-emitters-schottky-thermal-field-emission-sources.php>.
- [33] SWANSON, L. a MARTIN, N. Field electron cathode stability studies: Zirconium/tungsten thermal-field cathode. *Journal of Applied Physics*. American Institute of Physics. 1975, sv. 46, č. 5, s. 2029–2050.
- [34] SWANSON, L. a MARTIN, N. Field electron cathode stability studies: Zirconium/tungsten thermal-field cathode. *Journal of Applied Physics*. American Institute of Physics. 1975, sv. 46, č. 5, s. 2029–2050.
- [35] WILLIAMS, D. B. a CARTER, C. B. *Transmission Electron Microscopy: A Textbook for Materials Science*. New York: Springer, 1996. 141-169 s.
- [36] E BOOKSHELF. *Download E-bookshelf - Index*. N.d. Accessed: December 30, 2024. Dostupné z: <https://download.e-bookshelf.de/download/0000/7529/92/L-X-0000752992-0001829642.XHTML/index.xhtml>.
- [37] MOHAMMED, A. a ABDULLAH, A. Scanning electron microscopy (SEM): A review. In: *Proceedings of the 2018 International Conference on Hydraulics and Pneumatics—HERVEX, Băile Govora, Romania*. 2018, sv. 2018, s. 7–9.
- [38] REISBICK, S., HAN, M.-G., LIU, C., ZHAO, Y., MONTGOMERY, E. et al. Stroboscopic Ultrafast Imaging Capabilities Using RF Strip-lines in a Commercial Transmission Electron Microscope. Spencer Reisbick, Myung-Geun Han, Chuhang Liu, yubin zhao, Eric Montgomery 2022.
- [39] FEIST, A., BACH, N., SILVA, N. R. da, DANZ, T., MÖLLER, M. et al. Ultrafast transmission electron microscopy using a laser-driven field emitter: Femtosecond resolution with a high coherence electron beam. *Ultramicroscopy*. Elsevier. 2017, sv. 176, s. 63–73.
- [40] ARBOURET, A., CARUSO, G. M. a HOUELLIER, F. Advances in Imaging and Electron Physics. *Advances in Imaging and Electron Physics*. 2003, sv. 207.
- [41] ROEHLING, J. D., COUGHLIN, D. R., GIBBS, J. W., BALDWIN, J. K., MERTENS, J. C. et al. Rapid solidification growth mode transitions in Al-Si alloys by dynamic transmission electron microscopy. *Acta Materialia*. Elsevier. 2017, sv. 131, s. 22–30.
- [42] YANNAI, M., DAHAN, R., GORLACH, A., ADIV, Y., WANG, K. et al. Ultrafast electron microscopy of nanoscale charge dynamics in semiconductors. *ACS nano*. ACS Publications. 2023, sv. 17, č. 4, s. 3645–3656.
- [43] VENDELBO, S. a., ELKJÆR, C. F., FALSIG, H., PUSPITASARI, I., DONA, P. et al. Visualization of oscillatory behaviour of Pt nanoparticles catalysing CO oxidation. *Nature materials*. Nature Publishing Group UK London. 2014, sv. 13, č. 9, s. 884–890.

- [44] KIM, Y.-J., JUNG, H., HAN, S. W. a KWON, O.-H. Ultrafast electron microscopy visualizes acoustic vibrations of plasmonic nanorods at the interfaces. *Matter*. Elsevier. 2019, sv. 1, č. 2, s. 481–495.
- [45] ZHANG, Y. a FLANNIGAN, D. J. Observation of anisotropic strain-wave dynamics and few-layer dephasing in MoS₂ with ultrafast electron microscopy. *Nano letters*. ACS Publications. 2019, sv. 19, č. 11, s. 8216–8224.
- [46] LEONHARDT, D., MONTGOMERY, E., JING, C., WYDERSKI, B., ZHAO, Y. et al. Advancements in UltraFast Electron Microscopy. *Microscopy and Microanalysis*. Cambridge University Press. 2022, sv. 28, S1, s. 1802–1803.
- [47] ALCORN, F. M., JAIN, P. K. a VEEN, R. M. van der. Time-resolved transmission electron microscopy for nanoscale chemical dynamics. *Nature Reviews Chemistry*. Nature Publishing Group UK London. 2023, sv. 7, č. 4, s. 256–272.
- [48] FEIST, A., BACH, N., SILVA, N. R. da, DANZ, T., MÖLLER, M. et al. Ultrafast transmission electron microscopy using a laser-driven field emitter: Femtosecond resolution with a high coherence electron beam. *Ultramicroscopy*. Elsevier. 2017, sv. 176, s. 63–73.
- [49] CHIRITA MIHAILA, M. C., WEBER, P., SCHNELLER, M., GRANDITS, L., NIMMRICHTER, S. et al. Transverse electron-beam shaping with light. *Physical Review X*. APS. 2022, sv. 12, č. 3, s. 031043.
- [50] VERHOEVEN, W., VAN RENS, J., TOONEN, W., KIEFT, E., MUTSAERS, P. et al. Time-of-flight electron energy loss spectroscopy by longitudinal phase space manipulation with microwave cavities. *Structural Dynamics*. AIP Publishing. 2018, sv. 5, č. 5.
- [51] VERHOEVEN, W., VAN RENS, J., KIEFT, E., MUTSAERS, P. a LUITEN, O. High quality ultrafast transmission electron microscopy using resonant microwave cavities. *Ultramicroscopy*. Elsevier. 2018, sv. 188, s. 85–89.
- [52] REISBICK, S. A., POFELSKI, A., HAN, M.-G., LIU, C., MONTGOMERY, E. et al. Characterization of transverse electron pulse trains using RF powered traveling wave metallic comb striplines. *Ultramicroscopy*. Elsevier. 2023, sv. 249, s. 113733.
- [53] REISBICK, S. A., HAN, M.-G., LIU, C., POFELSKI, A., MONTGOMERY, E. et al. *Broadband Ultrafast Electron Microscopy Using Electrically Driven Pulse Generation*. Oxford University Press US, 2023.
- [54] TECHLABS, E. *TEM Upgrade*. Accessed: January 23, 2025. Dostupné z: <https://euclidtechlabs.com/tem-upgrade/>.
- [55] SUN, J., MELNIKOV, V. A., KHAN, J. I. a MOHAMMED, O. F. Real-space imaging of carrier dynamics of materials surfaces by second-generation four-dimensional scanning ultrafast electron microscopy. *The Journal of Physical Chemistry Letters*. ACS Publications. 2015, sv. 6, č. 19, s. 3884–3890.
- [56] DANZ, T., DOMRÖSE, T. a ROPERS, C. Ultrafast nanoimaging of the order parameter in a structural phase transition. *Science*. American Association for the Advancement of Science. 2021, sv. 371, č. 6527, s. 371–374.

- [57] ZONG, A., SHEN, X., KOGAR, A., YE, L., MARKS, C. et al. Ultrafast manipulation of mirror domain walls in a charge density wave. *Science advances*. American Association for the Advancement of Science. 2018, sv. 4, č. 10, s. eaau5501.
- [58] HAN, T.-R. T., ZHOU, F., MALLIAKAS, C. D., DUXBURY, P. M., MAHANTI, S. D. et al. Exploration of metastability and hidden phases in correlated electron crystals visualized by femtosecond optical doping and electron crystallography. *Science advances*. American Association for the Advancement of Science. 2015, sv. 1, č. 5, s. e1400173.
- [59] REISBICK, S. A., ZHANG, Y. a FLANNIGAN, D. J. Influence of discrete defects on observed acoustic–phonon dynamics in layered materials probed with ultrafast electron microscopy. *The Journal of Physical Chemistry A*. ACS Publications. 2020, sv. 124, č. 9, s. 1877–1884.
- [60] SHIMOJIMA, T., NAKAMURA, A., YU, X., KARUBE, K., TAGUCHI, Y. et al. Nano-to-micro spatiotemporal imaging of magnetic skyrmion’s life cycle. *Science Advances*. American Association for the Advancement of Science. 2021, sv. 7, č. 25, s. eabg1322.
- [61] KURMAN, Y., DAHAN, R., SHEINFUX, H. H., WANG, K., YANNAI, M. et al. Spatiotemporal imaging of 2D polariton wave packet dynamics using free electrons. *Science*. American Association for the Advancement of Science. 2021, sv. 372, č. 6547, s. 1181–1186.
- [62] KIM, Y.-J., PARK, W.-W., NHO, H.-W. a KWON, O.-H. High-resolution correlative imaging in ultrafast electron microscopy. *Advances in Physics: X*. Taylor & Francis. 2024, sv. 9, č. 1, s. 2316710.
- [63] MOHAMMED, O. F., YANG, D.-S., PAL, S. K. a ZEWAİL, A. H. 4D scanning ultrafast electron microscopy: visualization of materials surface dynamics. *Journal of the American Chemical Society*. ACS Publications. 2011, sv. 133, č. 20, s. 7708–7711.
- [64] SUN, J., ADHIKARI, A., SHAHEEN, B. S., YANG, H. a MOHAMMED, O. F. Mapping carrier dynamics on material surfaces in space and time using scanning ultrafast electron microscopy. *The journal of physical chemistry letters*. ACS Publications. 2016, sv. 7, č. 6, s. 985–994.
- [65] MERANO, M., SONDEREGGER, S., CROTTINI, A., COLLIN, S., RENUCCI, P. et al. Probing carrier dynamics in nanostructures by picosecond cathodoluminescence. *Nature*. Nature Publishing Group UK London. 2005, sv. 438, č. 7067, s. 479–482.
- [66] SHAHMOHAMMADI, M., GANIÈRE, J.-D., ZHANG, H., CIECHONSKI, R., VESCOVI, G. et al. Excitonic diffusion in InGaN/GaN core–shell nanowires. *Nano letters*. ACS Publications. 2016, sv. 16, č. 1, s. 243–249.
- [67] GARCIA, M. M. S. *Electron-matter interaction probed with time-resolved cathodoluminescence*. 2021. Disertační práce. University of Amsterdam.