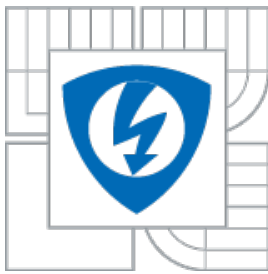




VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V BRNĚ
BRNO UNIVERSITY OF TECHNOLOGY



FAKULTA ELEKTROTECHNIKY A KOMUNIKAČNÍCH
TECHNOLOGIÍ
ÚSTAV ELEKTROTECHNOLOGIE

FACULTY OF ELECTRICAL ENGINEERING AND COMMUNICATION
DEPARTMENT OF ELECTROTECHNOLOGY

SCINTILAČNÍ DETEKTOR SEKUNDÁRNÍCH ELEKTRONŮ PRO ESEM

SCINTILLATION SECONDARY ELECTRONS DETECTOR FOR ESEM

DOKTORSKÁ PRÁCE
DOCTORAL THESIS

AUTOR PRÁCE
AUTHOR

ING. PAVEL ČUDEK

VEDOUCÍ PRÁCE
SUPERVISOR

DOC. ING. JOSEF JIRÁK, CSC.

BRNO 2015

Abstrakt

Práce se zabývá problematikou scintilačního detektoru sekundárních elektronů pro environmentální rastrovací elektronový mikroskop, včetně jeho návrhu a konstrukce. Východiskem bylo modelování elektrostatických polí v elektrodovém systému detektoru, pohybu elektronů v těchto polích a simulace rozložení tlaků a proudění plynů v jednotlivých částech detektoru. Na základě provedených simulací byly postupně realizovány konstrukční úpravy detektoru. Detekční účinnost jednotlivých verzí detektoru byla určena v práci popsanou metodou vyhodnocování velikosti signálu z pořízených snímků, kvalita snímků byla stanovena z poměru signálu k šumu. V práci je popsán celý postup při úpravách detektoru, od počátečního stavu, kdy detektor pracoval v rozsahu tlaku 300 – 900 Pa vodních par v komoře vzorku mikroskopu s nižší účinností, až po finální verzi detektoru umožňující jeho použití v rozmezí tlaků menších než 10^{-1} Pa do 1000 Pa vodních par v komoře vzorku mikroskopu.

Klíčová slova

Rastrovací elektronový mikroskop, environmentální rastrovací elektronový mikroskop, scintilační detektor sekundárních elektronů, primární elektrony, sekundární elektrony, zpětně odražené elektrony, detekce sekundárních elektronů, úroveň detekovaného signálu, poměr signál – šum.

Abstract

The thesis deals with the scintillation secondary electron detector for environmental scanning electron microscope, its design and construction. The starting point was numerical simulation of electrostatic fields and electron trajectories in the electrode system of the detector and simulation of pressure distribution and flow of gases in different parts of the detector. On the basis of modeling and simulation, construction changes of the detector were gradually implemented. Detection efficiency of each version of the detector was determined by the method described in the work. This method enables to evaluate signal level from the captured images of the specimen, quality of images was stated from signal to noise ratio. The thesis describes the whole process of the detector improvement from initial state, when the detector operated with lower efficiency in the pressure range from 300 to 900 Pa, to final version that enables usage of the detector in the range from vacuum up to 1000 Pa of water vapors in the specimen chamber of the microscope.

Keywords

Scanning electron microscope, environmental scanning electron microscope, scintillation secondary electron detector, primary electrons, secondary electrons, backscattered electrons, detection of secondary electrons, detected signal level, signal noise ratio.

Bibliografická citace

ČUDEK, P. *Scintilační detektor sekundárních elektronů pro ESEM*. Brno: Vysoké učení technické v Brně, Fakulta elektrotechniky a komunikačních technologií, 2015. 137 s. Vedoucí dizertační práce doc. Ing. Josef Jirák, CSc..

Prohlášení autora

Prohlašuji, že svou disertační práci na téma „Scintilační detektor sekundárních elektronů pro ESEM“ jsem vypracoval samostatně pod vedením vedoucího disertační práce doc. Ing. Josefa Jiráka, CSc. a s použitím odborné literatury a dalších informačních zdrojů, které jsou všechny citovány v práci a uvedeny v seznamu literatury na konci práce. Jako autor uvedené disertační práce dále prohlašuji, že v souvislosti s vytvořením této disertační práce jsem neporušil autorská práva třetích osob, zejména jsem nezasáhl nedovoleným způsobem do cizích autorských práv osobnostních a/nebo majetkových a jsem si plně vědom následků porušení ustanovení § 11 a následujících autorského zákona č. 121/2000 Sb., o právu autorském, o právech souvisejících s právem autorským a o změně některých zákonů (autorský zákon), ve znění pozdějších předpisů, včetně možných trestněprávních důsledků vyplývajících z ustanovení části druhé, hlavy VI. Díl 4 Trestního zákoníku č. 40/2009 Sb.

V Brně dne 29.12.2015

.....

(podpis autora)

Poděkování

Rád bych touto cestou poděkoval svému vedoucímu doc. Ing. Josefu Jirákovi, CSc., za rady, konzultace, ochotu a důvěru, Ing. Et Ing. Vilému Nedělovi, Ph.D. za rady, konzultace, technické a finanční zázemí, bez něhož by tato práce nemohla být realizována.

Dále děkuji RNDr. Jiřímu Runštukovi za technickou a odbornou pomoc, Ústavu přístrojové techniky AV ČR, v.v.i. za poskytnutí mikroskopu AquaSem, doc. Ing. Jiřímu Maxovi, Ph.D. za pomoc při simulacích a technických návrzích výkresové dokumentace detektoru a Ústavu elektrotechnologie FEKT VUT v Brně.

V neposlední řadě bych chtěl poděkovat rodině za podporu a důvěru a dále pak všem, kteří mi věřili, podporovali mě a stáli při mě po celou tu dobu.

Děkuji

Obsah

1 Úvod.....	1
2 Environmentální rastrovací elektronová mikroskopie.....	3
2.1 Princip funkce rastrovacího elektronového mikroskopu.....	3
2.2 Environmentální rastrovací elektronový mikroskop.....	4
2.3 Interakce primárních elektronů se vzorkem.....	7
2.3.1 Pružný rozptyl	8
2.3.2 Nepružný rozptyl	8
2.3.3 Zpětně odražené elektrony	10
2.3.4 Sekundární elektrony	12
2.4 Charakteristické hodnoty SEM.....	15
2.4.1 Rozlišení rastrovacího elektronového mikroskopu	15
2.4.2 Zvětšení rastrovacího elektronového mikroskopu	15
2.4.3 Hloubka ostrosti rastrovacího elektronového mikroskopu	16
3 Dosavadní vývoj v oblasti detekce sekundárních elektronů v ESEM.....	17
3.1 Ionizační detektory.....	17
3.1.1 Deskový ionizační detektor	18
3.1.2 Segmentový ionizační detektor	20
3.1.3 Detektor Helix	20
3.1.4 Ionizační detektor sekundárních elektronů	21
3.2 Scintilační detektory.....	22
3.3 Scintilační SE detektory pro ESEM.....	23
3.3.1 Scintilační SE detektor pro ESEM	24
3.3.2 Dvoukomorový scintilační detektor sekundárních elektronů s kanálkovým zesilovačem pro ESEM	25
3.3.3 Nízkovakuový detektor sekundárních elektronů Tescan	25
4 Cíle disertace.....	27

5	Úvod k řešení disertační práce.....	29
5.1	Laboratorní podmínky experimentálního měření.....	29
5.2	Stanovení velikosti detekovaného signálu.....	30
5.3	Stanovení kvality obrazu (poměr signál – šum).....	32
5.4	Scintilační detektor sekundárních elektronů pro ESEM.....	33
6	Experimentální část.....	35
6.1	Výchozí uspořádání detektoru.....	35
6.2	Stanovení pracovního rozsahu původního detektoru.....	37
6.3	Další postup při řešení disertační práce.....	38
6.4	Použití nového izolačního materiálu pro stabilizaci detektoru.....	40
6.5	Přiblížení elektrostatického pole detektoru ke vzorku.....	42
6.6	Optimalizace proudění plynů detektorem změnou clony A1.....	47
6.7	Optimalizace proudění plynů detektorem změnou clony A2.....	50
6.7.1	Simulace proudění plynů detektorem	50
6.7.2	Simulace drah elektronů v programu Simion	51
6.7.3	Měření s použitím různých clon A2	53
6.8	Úprava konstrukce detektoru za účelem možnosti přiložení napětí až 10 kV na scintilátor.....	57
6.9	Využití účinnějších scintilačních materiálů.....	59
6.10	Ověření možnosti použití clon s větším množstvím malých otvorů.....	61
6.11	Optimalizované řešení detektoru se scintilátorem CRY-18.....	64
6.11.1	Měření závislosti tlaku v diferenciální komoře a u scintilátoru na tlaku vodních par v komoře vzorku mikroskopu	66
6.11.2	Měření velikosti signálu na tlaku v komoře vzorku mikroskopu pro různé otvory ve clonách A1 a A2	69
6.11.3	Měření velikosti poměru signál - šum na tlaku v komoře vzorku mikroskopu pro různé otvory ve clonách A1 a A2	75
6.11.4	Vyhodnocení naměřených výsledků pro optimalizované řešení detektoru se scintilátorem CRY-18	76

6.12	Ověření možnosti pozorování biologických vzorků SSED detektorem.....	77
6.13	Pozorování vzorků při malých proudech.....	79
7	Závěr.....	82
	Seznam použité literatury.....	94

1 Úvod

Mikroskopie je vědní obor zabývající se pozorováním a diagnostikou objektů jejichž velikost je pod rozlišovací schopností lidského oka. Mikroskopii rozdělujeme na mikroskopii pracující s elektromagnetickým vlněním (optická mikroskopie, rastrovací elektronová mikroskopie, atd.) a mikroskopii blízkého pole (tzv. mikroskopii rastrujícím hrotem).

Rastrovací elektronová mikroskopie představuje důležitou metodu využívanou pro pozorování struktury a složení vzorků v mnoha vědních i průmyslových oborech. Moderní rastrovací elektronový mikroskop (SEM) je zařízení sloužící k získávání detailních snímků povrchu vzorků s vysokým rozlišením pod 0,5 nm (v případě extreme high resolution SEM). Limitujícím faktorem rozlišení vedle průměru stopy primárních elektronů (PE) dopadajících na vzorek, je i velikost excitačního objemu pro jednotlivé detekované signály.

Po dlouhou dobu byly vyráběny pouze rastrovací elektronové mikroskopy pracující s tlakem řádově 10^{-2} Pa v komoře vzorku mikroskopu. V období od 80 let dvacátého století se začaly vyvíjet rastrovací elektronové mikroskopy dovolující pracovat s plynným prostředím v komoře vzorku mikroskopu. Plynné prostředí v komoře vzorku mikroskopu umožňuje eliminovat nabíjení elektricky nevodivých vzorků a přímé pozorování vzorků obsahujících kapalnou fázi. Uvedený typ mikroskopu má všeobecné označení environmentální rastrovací elektronový mikroskop (ESEM¹) [1], [2].

V literatuře je možno nalézt rozdílné označení pro environmentální rastrovací elektronový mikroskop od různých výrobců (např. Univac SEM, Variable-Pressure SEM, Low-Vacuum SEM, atd.), vždy se však jedná o rastrovací elektronový mikroskop, umožňující pracovat s vyšším tlakem v komoře vzorku.

Důležitým milníkem v environmentální rastrovací elektronové mikroskopii byl rok 1988, kdy Danilatos [3] dosáhl v ESEM tlaku 2,66 kPa (20 Torr) a získal signál zabudovaným detektorem sekundárních elektronů, u něhož k zesílení signálu dochází

¹ ESEM[®] je registrovanou obchodní známkou FEI Company. Reg. Number: 1704613; S/N: 74093365

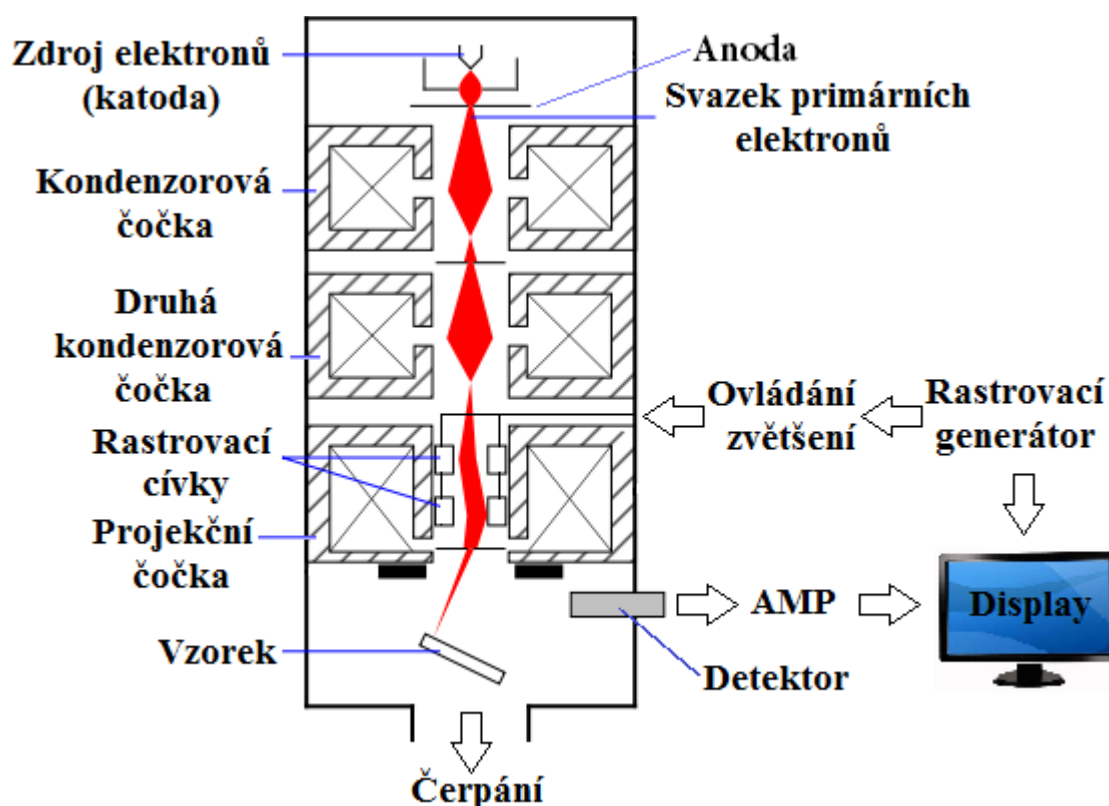
v procesu nárazové ionizace v plynném prostředí komory vzorku mikroskopu [2]. V následujícím období došlo k prudkému nárůstu zájmu o environmentální rastrovací elektronovou mikroskopii a masivní komerční využití [1].

Poslední novinkou v oblasti environmentální rastrovací elektronové mikroskopie jsou tzv. atmosférické rastrovací elektronové mikroskopy (atmosferical SEM) umožňující pozorování velmi tenkých vzorků v transmisním uspořádání při běžném atmosférickém tlaku.

2 Environmentální rastrovací elektronová mikroskopie

2.1 Princip funkce rastrovacího elektronového mikroskopu

Rastrovací elektronový mikroskop, schématicky zobrazený na Obr. 2.1, je zařízení skládající se z tubusu, komory vzorku a vakuového čerpacího systému. Tubus mikroskopu obsahuje katodu (zdroj elektronů), na níž je přivedeno záporné napětí v řádu stovek voltů až desítek kV. Katoda termoemísí, autoemísí nebo na základě



Obr. 2.1: Zjednodušené schéma základních komponentů SEM [1].

Schottkyho principu emituje primární elektrony (PE). PE jsou urychleny ze zdroje elektronů směrem k anodě, která je na zemním potenciálu. Při použití termoemisních zdrojů se v okolí anody nachází první křižště elektronového svazku. U autoemisních zdrojů není tvorba křižště v oblasti anody nezbytná a lze pracovat přímo se svazkem PE emitovaným z katody (zdánlivým zdrojem) [4]. Rozdíl potenciálu mezi anodou a katodou udává výslednou energii primárních elektronů. Za anodou svazek PE dále prochází elektronově optickou částí mikroskopu obsahující jednu nebo dvě

kondenzorové čočky fokusující primární svazek a zmenšující průměr křížště. Všechny elektromagnetické čočky rastrovacího elektronového mikroskopu se chovají jako spojky. V optické soustavě mikroskopu jsou umístěny clony zabraňující průchodu elektronů, jejichž trajektorie je příliš vzdálená od osy mikroskopu, čímž přispívají ke zmenšení průměru výsledného křížště a pomáhají minimalizovat vady čoček. Kondenzorové čočky umožňují nastavení velikosti proudu ve stopě primárního svazku. Projekční čočka dále zmenšuje průměr křížště elektronů a umožňuje zaostření do roviny vzorku. V oblasti projekční čočky se nacházejí stigmatory sloužící ke korekci astigmatické vady a rastrovací cívky zajišťující rastrování zaostřeného svazku primárních elektronů po povrchu vzorku. Při interakci PE se vzorkem dochází k emisi signálů, jejichž detekcí lze získat specifické informace o vzorku [1], [4], [5].

Nevýhodou SEM je, že pro správnou funkci musí být celý přístroj vakuově čerpán. Termoemisní zdroje elektronů vyžadují tlak minimálně 10^{-3} Pa a v případě autoemisních katod tlak až 10^{-8} Pa u zdroje elektronů. Možnost pozorování vzorků je tedy omezena. Nevodivé vzorky se musí pokovovat, neboť by docházelo k jejich nabíjení a biologické vzorky se musí speciálně připravovat, aby při nízkém tlaku nedošlo k jejich vysušení a degradaci [5].

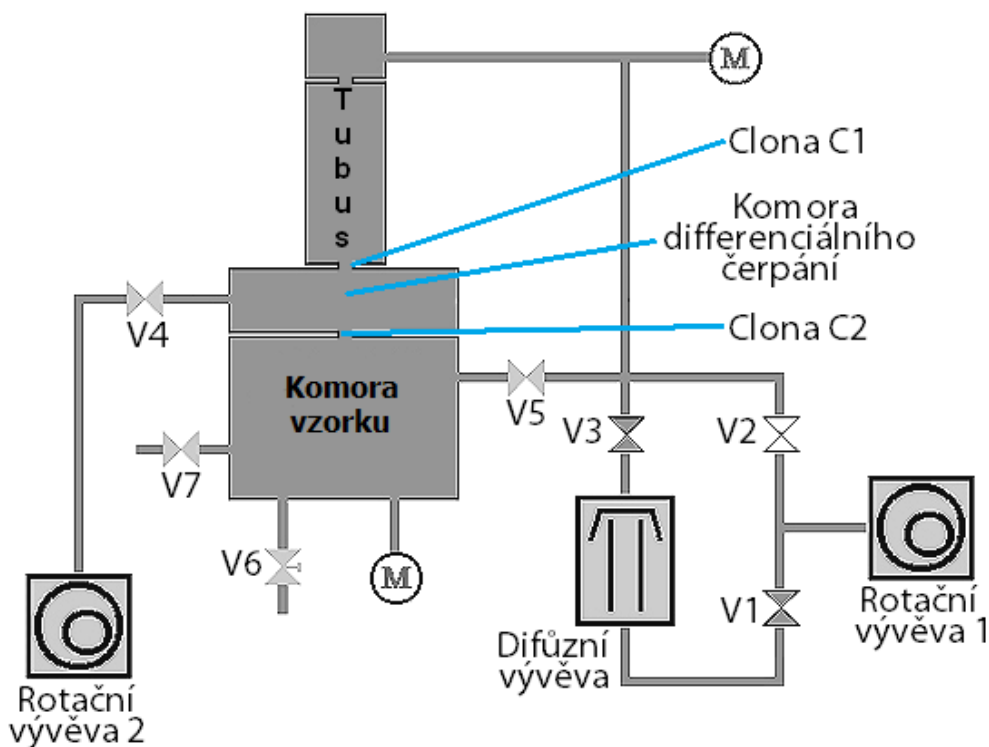
2.2 Environmentální rastrovací elektronový mikroskop

Oproti SEM pracujícím s tlakem nižším než 10^{-2} Pa v komoře vzorku mikroskopu dovoluje ESEM používat v komoře vzorku různé plyny (většinou dusík, vodní pára) [1], [5], s tlakem až 3000 Pa [6].

Dosažení vysokého tlaku v komoře vzorku při udržení nízkého tlaku u zdroje elektronů (až 10^{-8} Pa u autoemisních ESEM) je umožněno díky systému diferenciálního vakuového čerpání ESEM. Vakuové schéma mikroskopu AquaSem², na kterém byly prováděny experimenty uvedené v této práci, je zobrazeno na Obr. 2.2. Jednotlivé prostory mikroskopu jsou odděleny pomocí tzv. tlak omezujících clon, s otvory o průměru řádově stovky mikrometrů omezujícími proudění plynů mezi různými,

2 AquaSem je typ ESEM, vyrobený ve spolupráci fy. TESCAN, a.s., ÚPT AV ČR, v. v. i. a FEKT VUT v Brně

separátně vakuově čerpanými prostory mikroskopu. Otvory současně umožňují průchod primárních elektronů od zdroje elektronů ke vzorku [1].

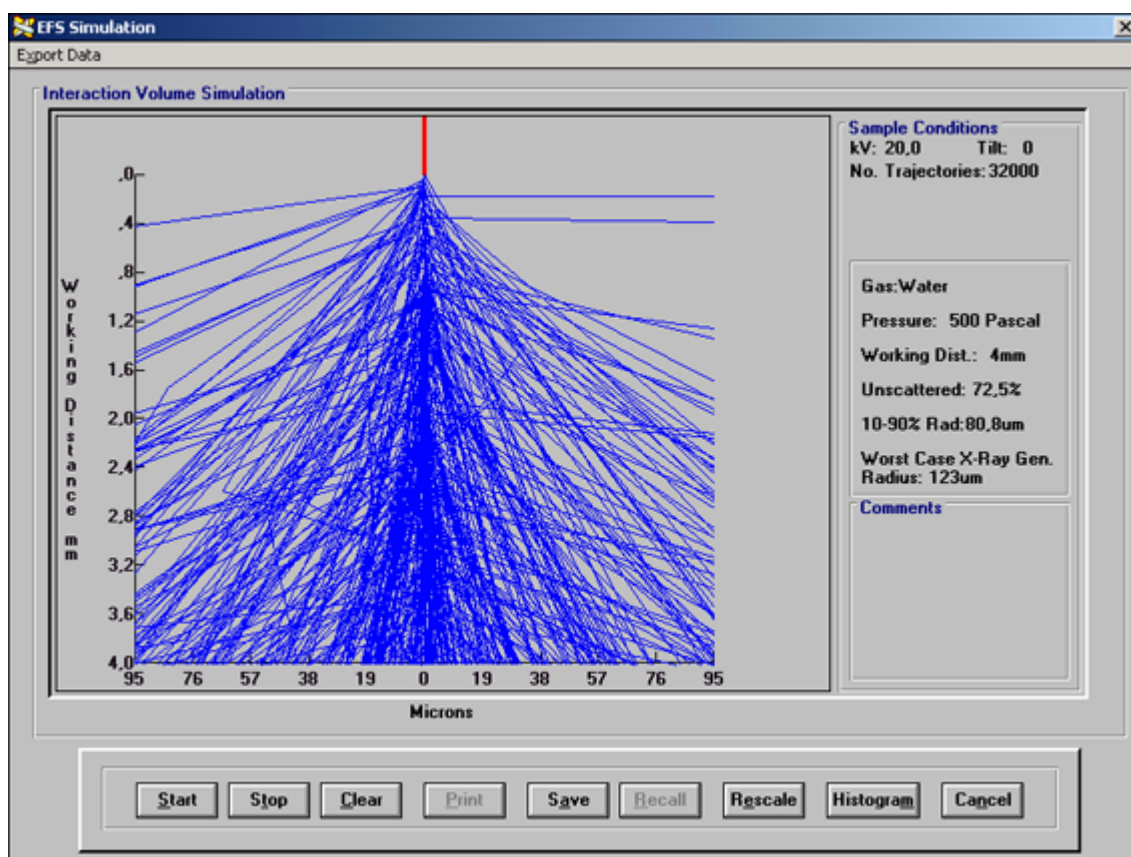


Obr. 2.2: Schéma diferenciálního čerpání environmentálního rastrovacího elektronového mikroskopu AquaSem. M: vakuové měrky; V1 – V5: vakuové ventily; V6: jehlový ventil pro připouštění plynů komory vzorku; V7: ventil pro připouštění vodní páry.

Vysoký tlak v komoře vzorku ESEM však způsobuje rozptyl svazku primárních elektronů (viz Obr. 2.3). Se vzrůstajícím tlakem v komoře vzorku mikroskopu, popř. vzrůstající pracovní vzdáleností (vzdálenost mezi poslední tlak omezující clonou a vzorkem), roste pravděpodobnost srážky primárního elektronu s atomy či molekulami plynu, a tím i rozptyl primárních elektronů. Zároveň dochází ke zvětšování průměru místa zasaženého rozptýlenými PE. Ve výsledku je oblast zasažená rozptýlenými PE větší, než je pozorované místo na vzorku. Signály generované z této oblasti se projevují ve výsledném obraze pozorovaného místa jako šum, což vede ke snížení celkového poměru signál – šum (SNR) v pozorovaném obraze [1].

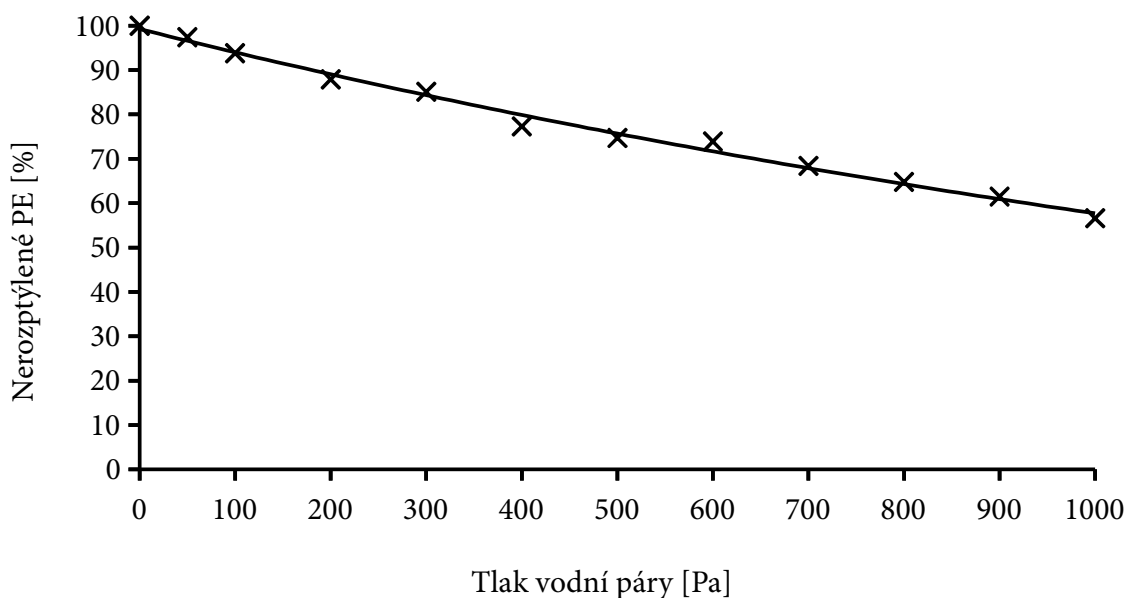
Výsledek simulace rozptylu svazku PE v plynném prostředí komory vzorku, provedený pomocí počítačového programu Electron Flight Simulator 3.1-E, je zobrazen na Obr. 2.3. Pracovní podmínky pro simulaci byly zvoleny následovně: pracovní

vzdálenost k vzorku $W_D = 4$ mm, urychlovací napětí primárního svazku $U_K = 20$ kV. Podmínky odpovídají nastavení mikroskopu při experimentech v praktické části práce. Procentuální závislost počtu nerozptýlených PE na tlaku vodních par v komoře vzorku mikroskopu pro tlaky v rozmezí 0,1 Pa až 1000 Pa je vynesena na Obr. 2.4. Závislost poloměru rozptylu pro 10 – 90 % rozptýlených primárních elektronů na tlaku vodní páry v komoře vzorku na Obr. 2.5.

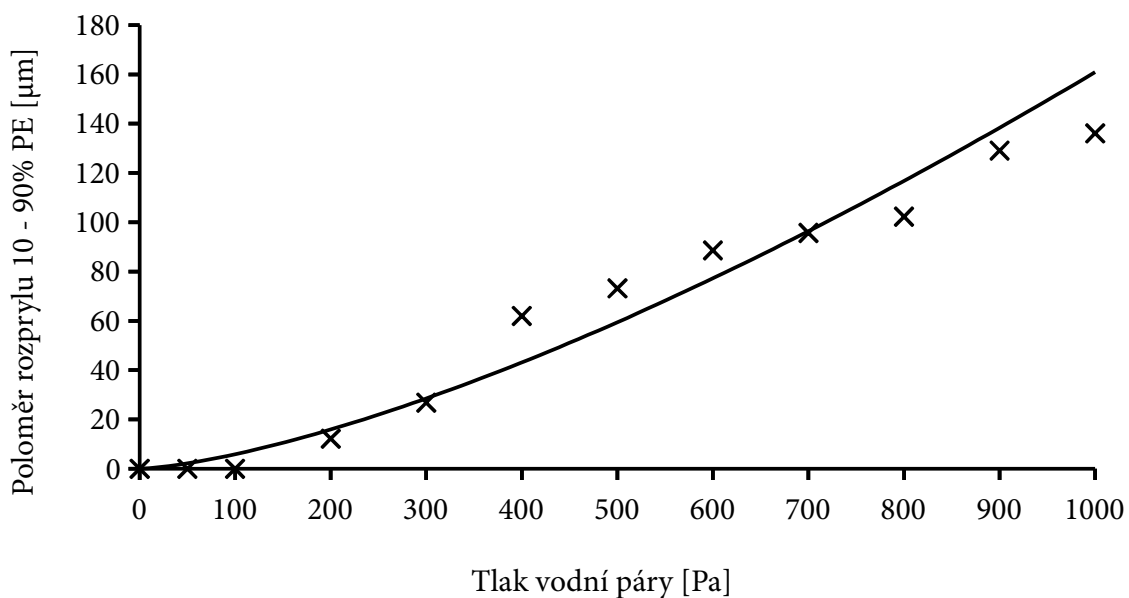


Obr. 2.3: Simulace drah 32 000 elektronů v plynném prostředí vodních par pomocí počítačového programu Electron Flight Simulator 3.1-E. Pracovní vzdálenost $W_D = 4$ mm, urychlovací napětí

$U_K = 20$ kV, tlak $P = 500$ Pa.



Obr. 2.4: Závislost počtu nerozptýlených PE v plynném prostředí ESEM na tlaku vodních par v komoře vzorku. Pracovní vzdálenost $W_D = 4$ mm, urychlovací napětí $U_K = 20$ kV.



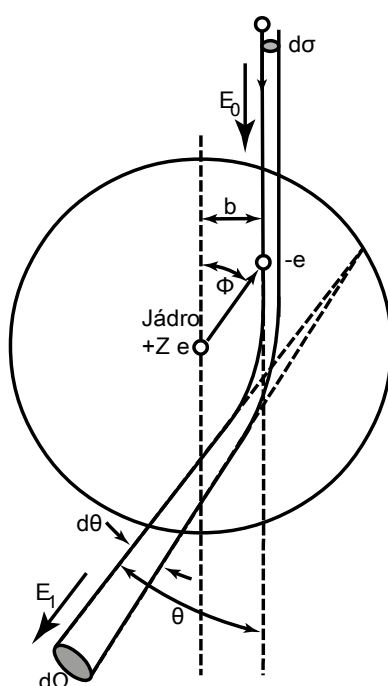
Obr. 2.5: Závislost poloměru rozptýlu pro 10 - 90 % primárních elektronů na tlaku vodních par v komoře vzorku. Pracovní vzdálenost $W_D = 4$ mm, urychlovací napětí $U_K = 20$ kV.

2.3 Interakce primárních elektronů se vzorkem

Při vniku PE do objemu vzorku dochází k náhodnému pružnému a nepružnému rozptýlu (pružným a nepružným srážkám) primárních elektronů s atomy vzorku.

2.3.1 Pružný rozptyl

Při pružném rozptylu elektron změní dráhu letu bez významnějších ztrát své kinetické energie $E_0 \approx E_1$ [1], [7]. K pružnému rozptylu dochází, pokud se primární elektron v rámci své dráhy dostane do dosahu elektrostatického pole jádra atomu plochy $d\sigma$ vzdálenosti b od jádra atomu (Obr. 2.6). Jakmile se primární elektron ocitne v místě působení Coulombovské přitažlivé síla jádra dojde k odchýlení elektronu o úhel Θ . Úhel Θ může nabývat libovolné velikosti od 0° do 180° , v závislosti na vzdálenosti od jádra atomu, většinou však 2° - 5° pro každý rozptyl [1], [5], [7].



Obr. 2.6: Schématický diagram znázorňující klasický model pružného rozptylu elektronu prolétajícího plochou $d\sigma$ ve vzdálenosti b od jádra atomu a vychýleného o úhel Θ do plochy $d\Omega$.

E_0 : energie přilétajícího elektronu; E_1 : energie rozptýleného elektronu [1], [5], [7].

Pravděpodobnost pružného rozptylu se zvyšuje se snižující se energií primárního elektronu a se zvyšujícím se protonovým číslem vzorku [1].

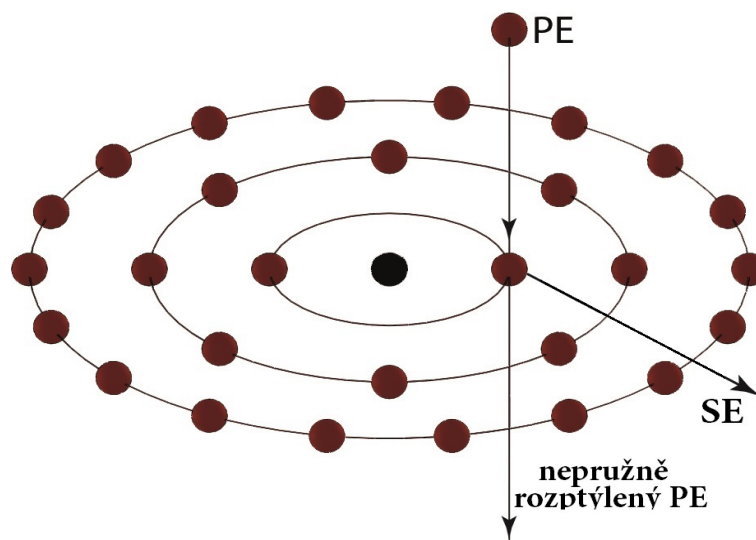
2.3.2 Nepružný rozptyl

Nepružný rozptyl může nastat s jádrem nebo elektronovým obalem atomu vzorku. Při nepružném rozptylu elektron ztrácí kinetickou energii. Změna trajektorie pohybujícího se elektronu při nepružném rozptylu je méně než $0,1^\circ$ [1].

Nepružný rozptyl s elektronovým jádrem způsobí, že elektron ztrácí část své kinetické energie a ta je vyzářena v podobě spojitého RTG záření. Vlnová délka vzniklého RTG záření je závislá na vzdálenosti mezi elektronem a jádrem při nepružném rozptylu a je přímo úměrná ztrátě energie prolétajícího elektronu. Pravděpodobnost nepružného rozptylu závisí pouze na energii primárního elektronu E_{PE} . Více informací o nepružném rozptylu elektronu s jádrem atomu lze najít např. v [8].

V případě nepružného rozptylu mezi PE a elektronovým obalem může dojít k ionizaci nebo excitaci atomu.

Při ionizaci atomu je v důsledku interakce PE s elektronovým obalem emitován sekundární elektron, viz Obr. 2.7. Pokud je v rámci rozptylu emitován některý z elektronů z vnitřních vrstev atomu, vzniklá vakance je spontánně zaplněna elektronem z vyšší energetické hladiny a rozdíl energií se realizuje emisí Augerova elektronu (AE) nebo emisí kvanta charakteristického rentgenového záření (RTG). Pravděpodobnost emise kvanta charakteristického RTG nebo Augerova elektronu je přibližně 1 : 1 a je závislá na atomovém čísle atomu vzorku [4], [5].



Obr. 2.7: Model nepružného rozptylu elektronu s elektronovým obalem atomu.

V případě excitace atomu vlivem interakce primárního elektronu s elektronovým obalem předá PE část své kinetické energie nějakému z elektronů na nižších energetických hladinách v elektronovém obalu atomu a ten přechází z nižší energetické hladiny na některou z vyšších hladin. Neprodleně po excitaci atomu přecházejí elektrony

z vyšších hladin zpět na nižší až do původního stavu. Rozdíl energií je opět vyzářen v podobě AE nebo kvanta charakteristického RTG [5].

2.3.3 Zpětně odražené elektrony

V rámci rozptylu dochází k situaci, že primární elektron při interakcích se vzorkem změní dráhu letu o více než 90° a je emitován ze vzorku v podobě zpětně odraženého elektronu (BSE) nebo elektron postupně ztratí veškerou svoji kinetickou energii a zůstane ve vzorku jako absorbovaný elektron [1]. Hloubka, ze které mohou být BSE emitovány závisí na energii PE a protonovém čísle vzorku. Protože PE při nepružném rozptylu ve vzorku ztrácí svoji kinetickou energii, mohou být BSE emitovány z hloubky odpovídající přibližně polovině hloubky vniku primárních elektronů (Obr. 2.8). Dolet primárních elektronů v látce lze spočítat z empirického vzorce

$$R = 10 \cdot E^{1,43} \left[\frac{\mu g}{cm^2} \right], \quad (1)$$

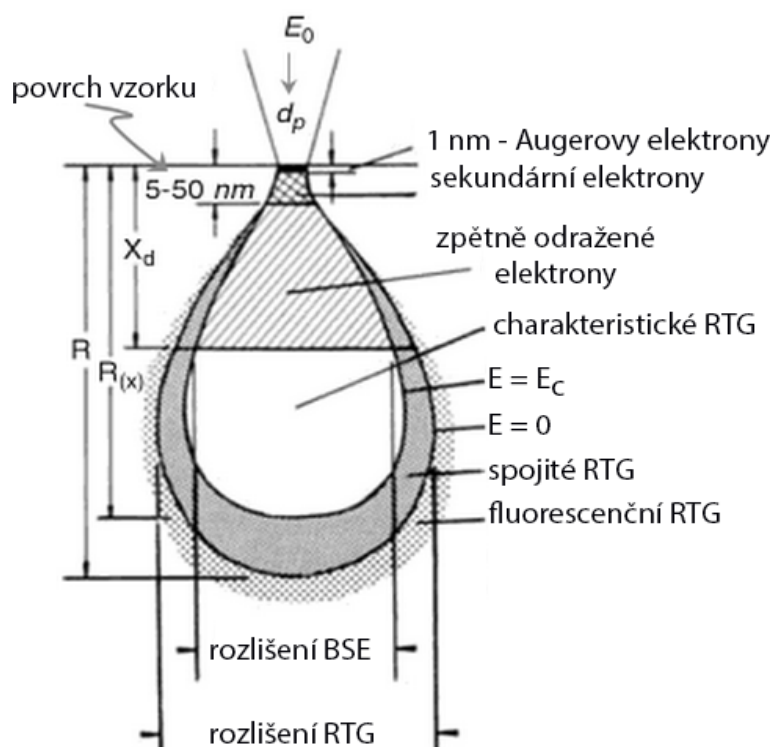
kde E je energie svazku primárních elektronů v keV. Hloubka vniku h primárních elektronů pro konkrétní vzorek je

$$h = \frac{R}{\rho} \text{ [cm]}, \quad (2)$$

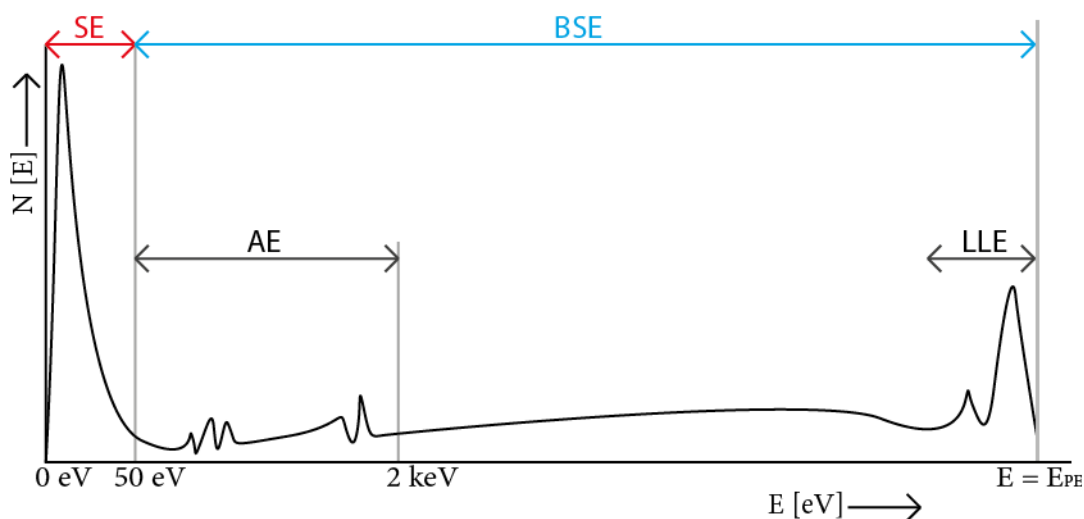
kde ρ je hustota materiálu v $\mu g/cm^3$. Hloubku ze které mohou být BSE emitovány je tedy přibližně $h/2$.

V závislosti na počtu srážek PE s atomy vzorku může energie BSE dosahovat hodnot od 50 eV do energie svazku primárních elektronů E_{PE} . Nejvyšší podíl BSE emitovaných ze vzorku však představují BSE s energiemi mezi 75 - 85 % (někdy uváděno 65 - 85 %) energie primárních elektronů dopadajících na povrch vzorku, viz Obr. 2.9 [1], [5].

Obecně se BSE dále dělí na nízkoztrátové BSE (LLE) typu I s energiemi nad 50 % energie PE a typu II nízkoenergiových BSE. Materiály s vyšším protonovým číslem Z mají celkově vysoký podíl BSE typu I. Typ II BSE představují primární elektrony prošlé větším objemem vzorku, přičemž ztratily většinu své energie vlivem velkého počtu srážek s atomy vzorku než byly emitovány ze vzorku.



Obr. 2.8: Schématický diagram zobrazující rozptyl PE v objemu vzorku a některé procesy související s interakcemi primárních elektronů s atomy vzorku [1], [4], [5].



Obr. 2.9: Energetické spektrum elektronů emitovaných ze vzorku po dopadu PE.

SE - sekundární elektrony, BSE - zpětně odražené elektrony, AE - Augerovy elektrony, LLE - nízkoztrátové zpětně odražené elektrony [1], [4], [5].

Protože hloubka, ze které se ze vzorku mohou uvolňovat BSE, se zmenšuje ve vzrůstajícím protonovém čísle vzorku (resp. hustotou vzorku), bude počet BSE emitovaných ze vzorku se vzrůstajícím protonovým číslem stoupat. Materiály s vyšším

protonovým číslem budou poskytovat větší signál BSE než materiály s nižším protonovým číslem. BSE tedy přenášejí materiálovou informaci o vzorku.

Množství emitovaných BSE ze vzorku stanovuje koeficient emise zpětně odražených elektronů η definován vztahem

$$\eta = \frac{I_{\text{BSE}}}{I_{\text{p}}} \quad , \quad (3)$$

kde I_{BSE} je proud BSE uvolněných ze vzorku a I_{p} proud ve stopě svazku primárních elektronů [1], [5], [9]. Koeficienty emise BSE lze nalézt např. v [5] nebo [10].

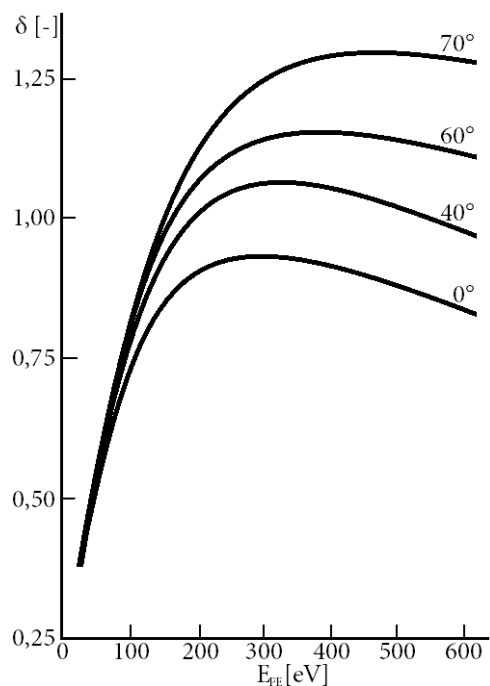
2.3.4 Sekundární elektrony

Při interakci primárního svazku se vzorkem dochází v rámci nepružného rozptylu PE s elektronovými obaly atomů k emisi sekundárních elektronů (SE). Z [11] vyplývá, že k vyvolání emise sekundárních elektronů ze vzorku je nutno dodat elektronům vázaným ve vzorku energii označovanou jako výstupní práce W [10]. Uvolněné sekundární elektrony mají typicky energii $E_{\text{SE}} = 1 - 5 \text{ eV}$, maximálně 50 eV viz Obr. 2.9. Vzhledem k nízké energii, se sekundární elektrony mohou pohybovat ve vzorku pouze na omezenou vzdálenost (několik jednotek až desítek nm v závislosti na typu materiálu). Ze vzorku se tedy uvolňují pouze sekundární elektrony vznikající v tenké vrstvě u povrchu do hloubky maximálně $d_s \leq 3 - 5 \text{ nm}$ pro kovy, $d_s \leq 10 \text{ nm}$ pro uhlík a $d_s \leq 50 \text{ nm}$ pro izolanty (Obr. 2.8) [1], [5]. Velikost koeficientu emise sekundárních elektronů δ , definovaného vztahem

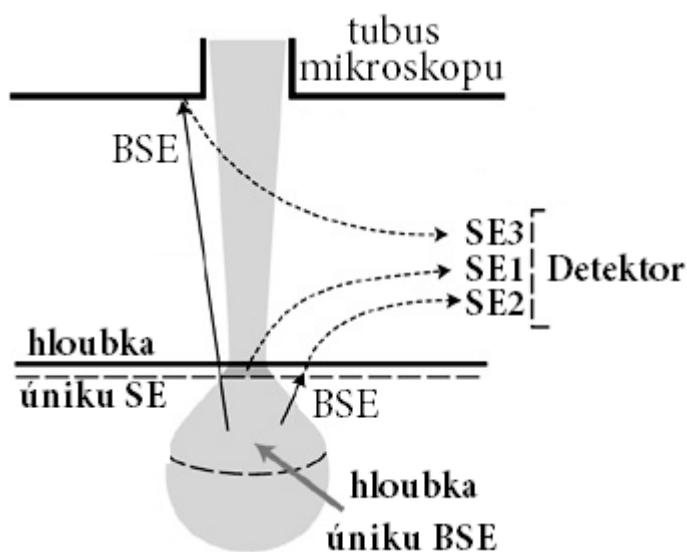
$$\delta = \frac{I_{\text{SE}}}{I_{\text{p}}} \quad , \quad (4)$$

je mimo jiné závislá i na energii primárních elektronů E_{PE} . Při energiích primárních elektronů E_{PE} , kdy platí, že hloubka vniku primárních elektronů do vzorku je menší než hloubka, ze které se emitují sekundární elektrony $h < d_s$, dochází se zvyšováním E_{PE} ke zvýšení δ až do stavu, kdy $h = d_s$. Při rostoucích energiích E_{PE} a hloubce vniku primárních elektronů větší než je hloubka, ze které se emitují sekundární elektrony $h > d_s$ začíná docházet k mírnému poklesu velikosti koeficientu δ [5], [10].

Velký vliv na počet emitovaných SE ze vzorku má úhel dopadu ϕ PE na povrch vzorku a urychlovací napětí U_k viz Obr. 2.10. Větší úhel dopadu mezi osou primárního svazku a normálou k povrchu v místě dopadu primárních elektronů zvyšuje množství sekundárních elektronů emitovaných ze vzorku [10]. Dle místa a způsobu vzniku dělíme sekundární elektrony na několik typů zobrazených na Obr. 2.11 [1], [5].



Obr. 2.10: Závislost koeficientu emise sekundárních elektronů δ na energii primárních elektronů při různých úhlech dopadu primárních elektronů na vzorek NiC [10].



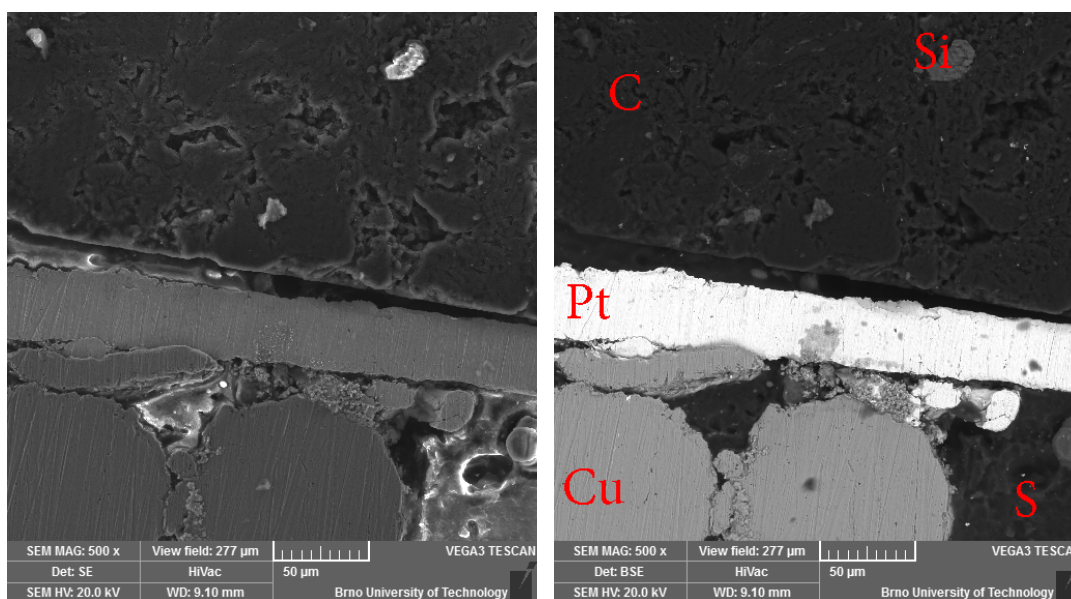
Obr. 2.11: Místo a způsob vzniku sekundárních elektronů v SEM / ESEM [1], [12].

SE 1 – Často nazývané jako pravé sekundární elektrony, vznikají přímo v místě dopadu primárních elektronů na povrch vzorku. Přenášejí pouze topografickou informaci o povrchu vzorku [1], [5].

SE 2 – Sekundární elektrony emitovány v důsledku interakce BSE se vzorkem. Vznikají v tenké vrstvičce (do 50 nm) pod povrchem vzorku. Přenášejí topografickou a materiálovou informaci o vzorku [1], [5].

SE 3 – Vznikají při interakci BSE uvolněných ze vzorku s konstrukcí mikroskopu, jejich detekce je nežádoucí [1], [5].

ESE – Sekundární elektrony vzniklé v procesu nárazové ionizace signálních elektronů s atomy plynu v plynném prostředí ESEM [1], [5].



Obr. 2.12: Vzorek platina, měď, síra a uhlík s příměsí křemíku. Porovnání obrazu sekundárních elektronů vlevo s obrazem ze zpětně odražených elektronů napravo.

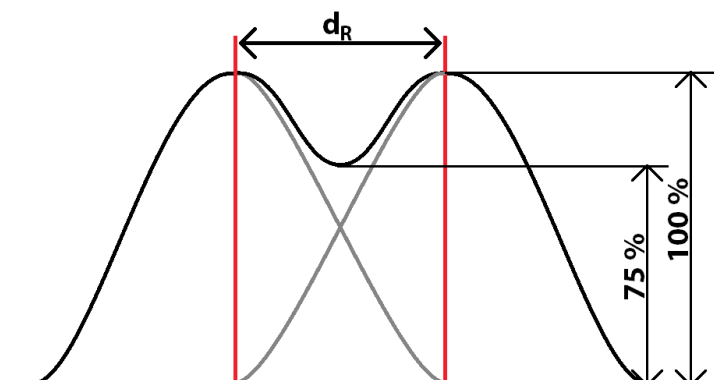
Na Obr. 2.12 je znázorněn rozdíl v obraze sekundárních elektronů vlevo oproti obrazu zpětně odražených elektronů vpravo.

2.4 Charakteristické hodnoty SEM

2.4.1 Rozlišení rastrovacího elektronového mikroskopu

Kontrast a rozlišení v SEM je ovlivněno vlastnostmi svazku primárních elektronů, typem pozorovaného vzorku a použitým detekčním systémem. Primární elektrony jsou po průchodu elektronově optickou částí mikroskopu zaostřeny do místa na povrchu vzorku. Konečný průměr stopy primárních elektronů v místě dopadu na vzorek udávající rozlišení je ovlivněn velikostí urychlovacího napětí, použitým zdrojem elektronů a vadami elektromagnetických čoček.

Rozlišovací schopnost je minimální vzdálenost dvou bodů předmětu, které jsou po zobrazení mikroskopem rozlišitelné jako dva body. Dle obecné definice pro rozlišení tzv. Rayleigh kritéria, lze od sebe dva body ve vzdálenosti d_R rozlišit, pokud velikost emitovaného signálu nepřesáhne v polovině jejich vzdálenosti 75 % maximální intenzity signálu, viz Obr. 2.13 [1], [3], [5].



Obr. 2.13: Schématické znázornění Rayleigh kritéria pro rozlišení dvou bodů v SEM [1], [5].

2.4.2 Zvětšení rastrovacího elektronového mikroskopu

Zvětšení M rastrovacího elektronového mikroskopu je definováno jako délka hrany zobrazené na monitoru bod po bodu ku délce hrany oblasti vzorku rastrované primárními elektrony.

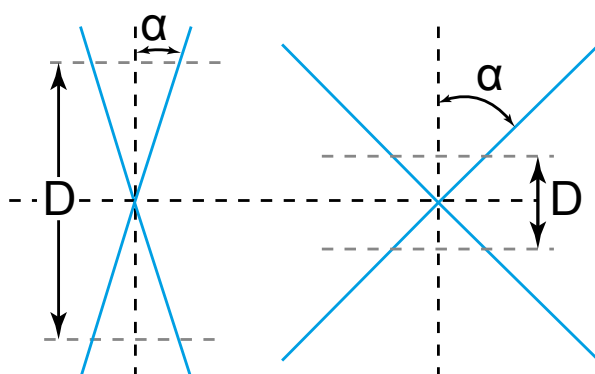
$$M = \frac{L_{monitor}}{L_{vzorek}} \quad (5)$$

Závislost zvětšení na daném typu monitoru nebo velikosti vytisknutého snímku může vést k zavádějícím informacím při porovnání téhož obrazu na různých přístrojích, neboť

zvětšení neumožňuje stanovení velikosti pozorovaného objektu. Pro stanovení velikosti objektů je nutno znát délku hrany rastrované oblasti (field of view) nebo ve snímcích zobrazovat měřítko [1].

2.4.3 Hloubka ostrosti rastrovacího elektronového mikroskopu

Hloubka ostrosti D rastrovacího elektronového mikroskopu je vertikální vzdálenost, ve které jsou všechny body pozorovatelné s dostatečným rozlišením. V SEM je hloubka ostrosti závislá na velikosti aperturního úhlu projekční čočky α , pod kterým fokusovaný svazek primárních elektronů dopadá na vzorek viz Obr. 2.14. Se snižujícím se α roste hloubka ostrosti [1], [5].



Obr. 2.14: Schématické znázornění jak hloubka ostrosti D závisí na úhlu α . Menší úhel α (vlevo) poskytuje větší hloubku ostrosti D než velký úhel α (vpravo) [1], [5].

Zmenšení úhlu α lze realizovat zmenšením finální apertury v projekční čočce mikroskopu. Velikost clony je však výrobcem vždy optimalizována pro daný typ mikroskopu. Druhou možností jak zmenšit úhel α je zvětšení pracovní vzdálenosti nad výrobcem doporučené hodnoty, čímž se však zhoršuje rozlišení a kvalitu obrazu, což se projeví hlavně při větších zvětšeních. Pro zachování optimální pracovní vzdálenosti a zároveň velké hloubky ostrosti jsou dnešní SEM vybaveny režimem s automatickým přeostréváním [1].

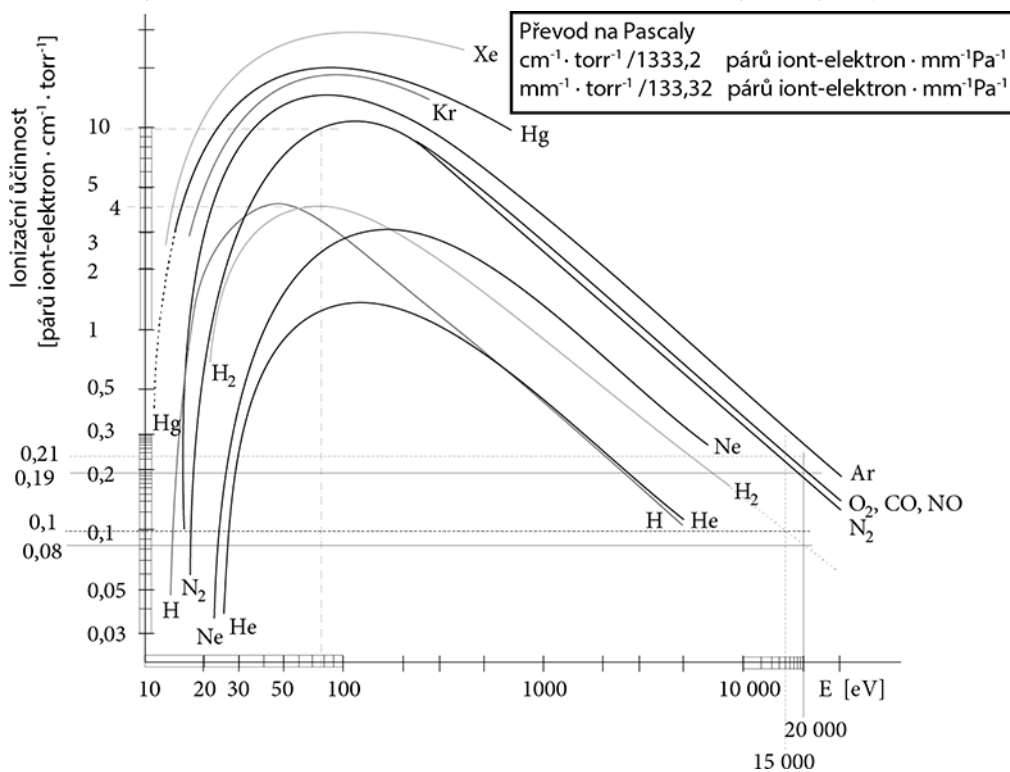
3 Dosavadní vývoj v oblasti detekce sekundárních elektronů v ESEM

V ESEM se pro získání informací o pozorovaných vzorcích využívá převážně signálu sekundárních a zpětně odražených elektronů, popř. charakteristického RTG a katodoluminiscence. Vzhledem ke kontaminaci povrchu pozorovaných vzorků adsorbovanými plyny se Augerovy elektrony uvolňující se z horních atomových vrstev vzorku v ESEM nedetekují.

Pro detekci SE a BSE se využívají především detektory jejichž funkce je založena na ionizačním nebo scintilačním principu.

3.1 Ionizační detektory

Ionizační detektor (ID^3), pracuje na principu zesílení signálu SE a BSE v procesu nárazové ionizace v plynném prostředí v komoře vzorku mikroskopu. Optimální energie elektronů pro vyvolání nárazové ionizace s většinou používaných plynů je okolo 100 eV,



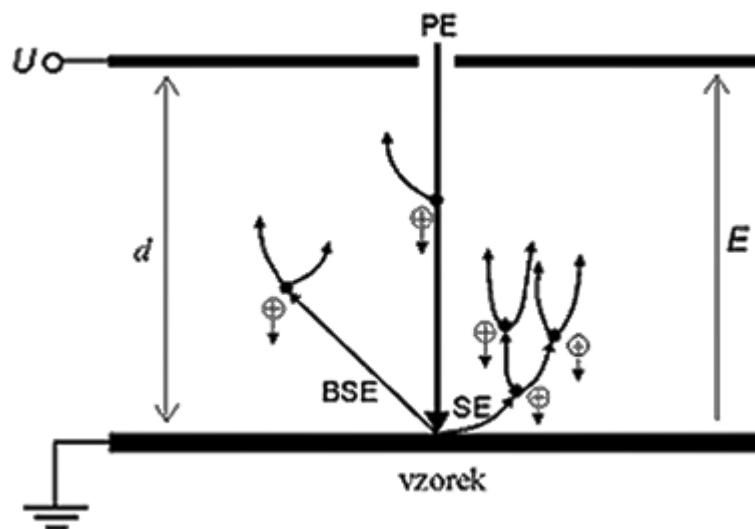
Obr. 3.1: Ionizační účinnost některých plynů [13]

3Princip detekce signálních elektronů ionizačními detektory je chráněn patenty fy. FEI company

viz Obr. 3.1. Sekundární elektrony emitované ze vzorku s energií nejčastěji v rozmezí 1 - 5 eV získávají potřebnou energii v elektrickém poli vytvořeném mezi elektrodou ionizačního detektoru a uzemněným vzorkem. BSE a PE také vstupují do procesu nárazové ionizace. Účinnost ionizačního procesu BSE a PE s plynným prostředím ESEM je vzhledem k jejich vysoké energii nižší [2].

3.1.1 Deskový ionizační detektor

Principiální schéma deskového ionizačního detektoru (gaseous detector device (GDD)⁴), s elektrodou umístěnou nad vzorkem je znázorněno na Obr. 3.2 [2]. Na elektrodu deskového ionizačního detektoru se přikládá napětí do 500 V. V procesu srážek SE, BSE a PE s plynným prostředím se uvolňují další elektrony a kladné ionty. Nově vzniklé elektrony se po získání potřebné energie opět účastní procesu nárazové ionizace. Uvedený mechanismus zesílení signálních elektronů je detailně popsán např. ve [14], [15].



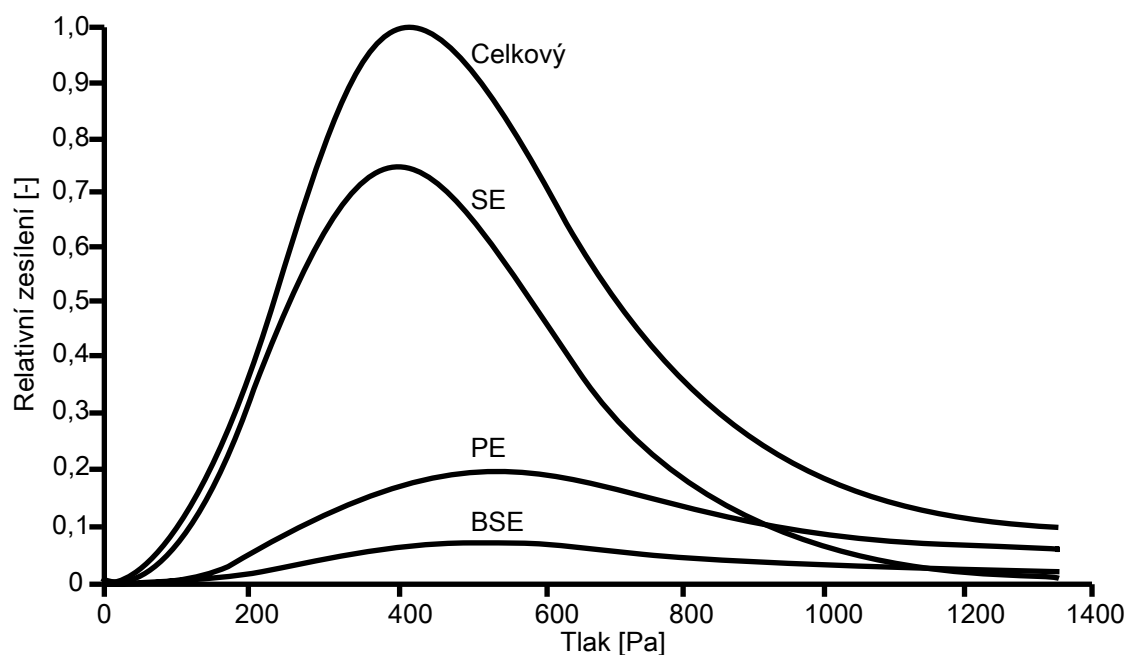
Obr. 3.2: Principiální schéma funkce deskového ionizačního detektoru [16].

Kladné ionty vznikající v průběhu nárazové ionizace se pohybují směrem ke vzorku a kompenzují záporný náboj, který vzniká na povrchu elektricky nevodivých vzorků a znemožňuje jejich pozorování v klasickém SEM. Zesílení signálu elektronů v procesu nárazové ionizace dosahuje hodnot 100 - 1000 krát. Elektrony prošlé dějem nárazové ionizace jsou sbírány kladnou elektrodou nad vzorkem a po dalším elektronickém zpracování obvykle modulují jas na obrazovce monitoru.

⁴Na použití detektoru GDD se vztahuje US patent No. US 4785182 A

Nevýhodou GDD je detekce směsi signálu sekundárních i zpětně odražených elektronů. Vývoj v oblasti ionizačních detektorů se proto zaměřil i na tuto problematiku. Byly hledány detekční systémy umožňující detekci signálu převážně SE nebo BSE.

Činnost GDD je závislá na nárazové ionizaci elektronů v plynu (Obr. 3.3) a tedy i na tlaku v komoře vzorku mikroskopu. S klesajícím tlakem dochází k úbytku atomů a molekul plynů nezbytných pro funkci GDD a tím ke snížení zisku detekovaného signálu.



Obr. 3.3: Zesílení signálů v procesu nárazové ionizace při detekci ionizačním detektorem. Pracovní vzdálenost $W_D = 7$ mm, Napětí na detekční elektrodě 300 V. Upraveno dle [1].

Se vzrůstajícím tlakem plynu nad určitou hodnotu roste počet kladných iontů plynu vzniklých nárazovou ionizací přitahovaných ke vzorku. Kladné ionty v blízkosti povrchu vzorku tvoří tzv mrak a snižují průchod sekundárních emitovaných ze vzorku do prostředí, kde dochází k uplatnění nárazové ionizace, čímž dochází k poklesu detekovaného signálu.

V procesu nárazové ionizace signálních elektronů s plyny dochází i ke vzniku fotonů. Variantou pro detekci signálních elektronů v ESEM jsou i tzv. fotonové detektory, které detekují fotony vzniklé v procesu nárazové ionizace. Tyto fotonové detektory jsou popsány v [17], [18].

3.1.2 Segmentový ionizační detektor

Jednou z možností pro získání signálu převážně SE nebo BSE je segmentový ionizační detektor (SID) zobrazený na Obr. 3.4. Princip SID vychází z klasického GDD, kde místo jediné elektrody je několik soustředných elektrod. Pokročilé verze tohoto detektoru jsou vhodné pro detekci SE (složek SE1 a SE2) nebo pro detekci BSE. Detekce signálu z různých elektrod a volba vhodného napětí na ostatních segmentových elektrodách ovlivní podíl signálu získaného z SE nebo BSE. Detailnější informace o funkci a technických řešeních segmentového ionizačního detektoru jsou uvedeny v[2], [19].



Obr. 3.4: Segmentový ionizační detektor [19].

Činnost SID, stejně jako GDD jsou závislé na tlaku v komoře vzorku a při tlacích pod 100 Pa je jejich funkce značně omezena. Popsané problémy s detekcí při nízkém tlaku jsou vyřešeny u detektoru Helix [16], [20], [21].

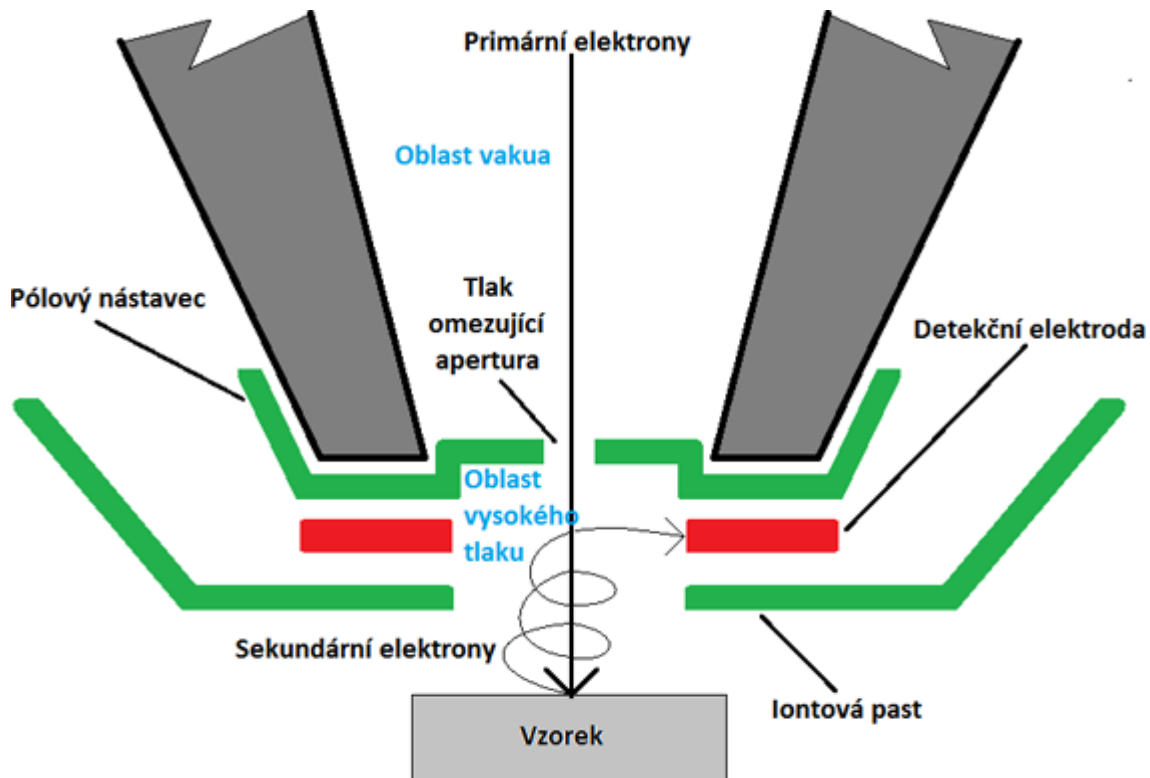
3.1.3 Detektor Helix

Detektor Helix⁵, jehož konstrukční schéma je na Obr. 3.5, je používán v environmentálních rastrovacích elektronových mikroskopech s imerzním objektivem [22] firmy FEI company. Detektor Helix slouží k detekci sekundárních elektronů do tlaku 300 Pa v komoře vzorku mikroskopu. Na sekundární elektrony uvolněné ze vzorku působí kombinace magnetického pole imerzní čočky objektivu a elektrického pole vytvořeného napětím přivedeným k elektrodě detektoru.

Výsledkem kombinace působení magnetického a elektrického pole na sekundární elektrony je, že se pohybují spirálovitě okolo svazku primárních elektronů směrem k detekční elektrodě jak je znázorněno na Obr. 3.5. Prodloužení dráhy letu sekundárních elektronů od vzorku k detektoru působením magnetického pole způsobí zvýšení

⁵ Na použití detektoru Helix se vztahuje US. patent No. US 6972412 B2

nárazové ionizace v plynném prostředí komory vzorku, což přispívá ke generaci většího počtu ESE a vyšší účinnosti detektoru Helix oproti detektoru GDD při nižších tlacích do 300 Pa v komoře vzorku. Vyšší ionizace sekundárních elektronů umožňuje funkci



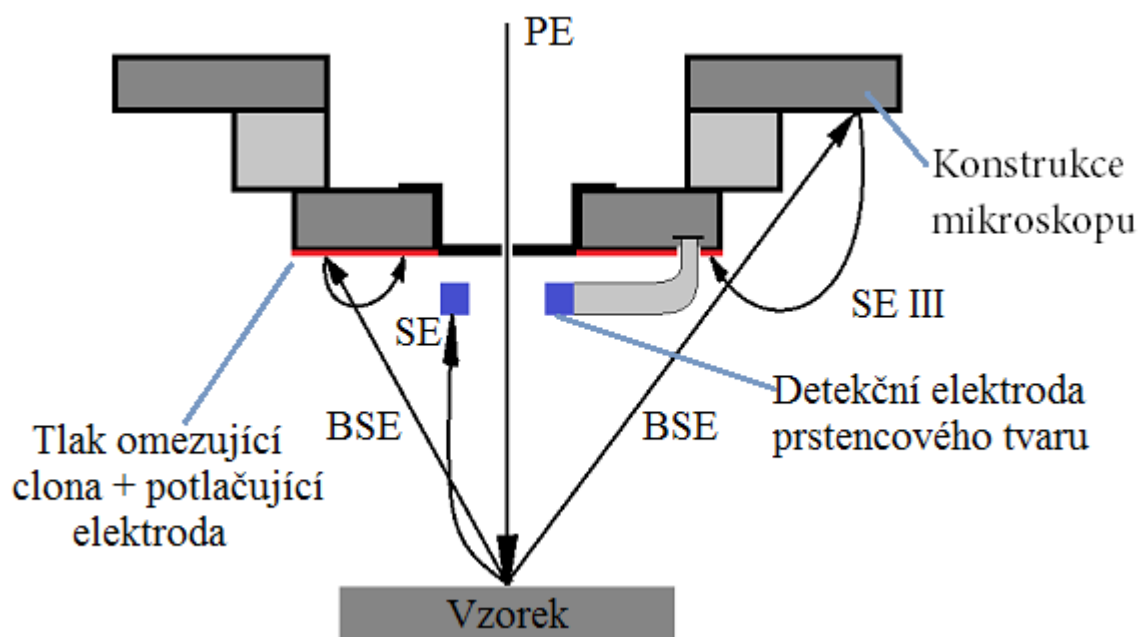
Obr. 3.5: Konstrukční uspořádání detektoru Helix [21], [16].

detektoru i při menších pracovních vzdálenostech vzorku od poslední tlak omezující clony, což vede ke zkrácení dráhy letu primárních elektronů v plynném prostředí komory vzorku mikroskopu a tím ke snížení jejich rozptylu. Důsledkem zvýšené nárazové ionizace plynu mezi vzorkem a detektorem je nárůst velkého množství kladných iontů plynu. Detektor Helix je proto vybaven regulovatelnou iontovou pastí sloužící k eliminaci nadměrného množství volných kladných iontů [20], [21], [16].

3.1.4 Ionizační detektor sekundárních elektronů

Ionizační detektor sekundárních elektronů (gaseous secondary electron detector (GSED)⁶), využívaný v environmentálních rastrovacích elektronových mikroskopech firmou FEI Company, má elektrodový systém uspořádaný pro potlačení příspěvku BSE v detekovaném signálu. Pod pólovým nástavcem projekční čočky mikroskopu je umístěna tzv. potlačující elektroda s vhodným potenciálem, která přitahuje složku SE3

6 Na použití detektoru GSED se vztahuje US. patent No. US 5412211 A

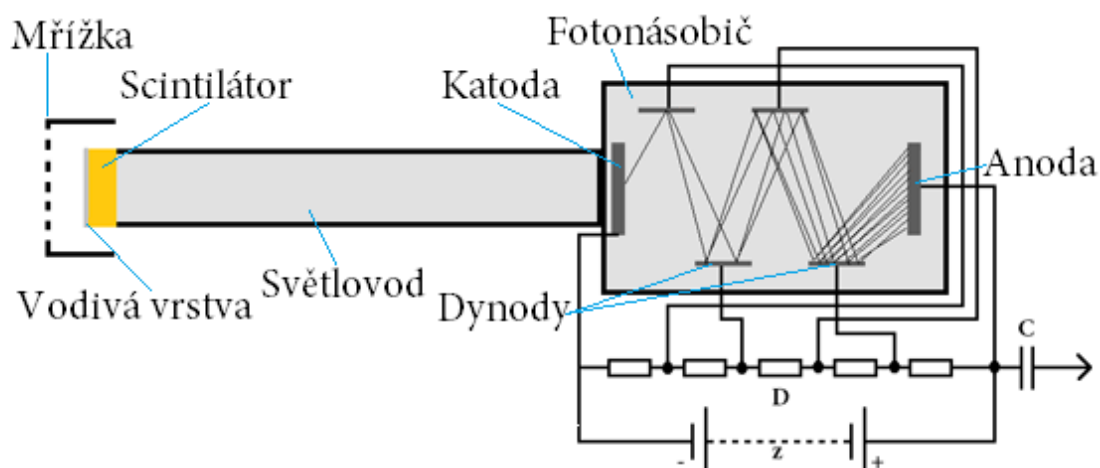


Obr. 3.6: Ionizační detektor sekundárních elektronů.

generovanou signálem BSE. Detekční elektroda, sloužící k detekci sekundárních elektronů uvolněných ze vzorku, je oproti potlačující elektrodě umístěna blíže ke vzorku jak je patrné z Obr. 3.6. Uvedený způsob konstrukce ionizačního detektoru umožňuje detekci převážně složku SE1 a SE2 sekundárních elektronů emitovaných ze vzorku [14].

3.2 Scintilační detektory

Klasický scintilační detektor označovaný po svých tvůrcích jako Everhart – Thornley (ET) detektor je využíván v rastrovacích elektronových mikroskopech k detekci sekundárních nebo zpětně odražených elektronů [5], [10]. Hlavními prvky ET detektoru znázorněného na Obr. 3.7 jsou scintilátor, světlovod a fotonásobič. Ve scintilátoru dochází po dopadu elektronů ke generaci fotonů. Fotony jsou následně vedeny světlovodem k fotonásobiči a dopadají na fotokatodu. Na fotokatodě fotonásobiče dochází k sekundární emisi tzv. fotoelektronů. Fotoelektrony jsou přitahovány potenciálem na dynodách fotonásobiče a dochází k další sekundární emisi a tím zesilování signálu. Po průchodu soustavou dynod dopadají elektrony na anodu fotonásobiče a jsou zde převedeny na elektrický signál, jenž je dále zpracován na obrazovou informaci.



Obr. 3.7: Scintilační Everhart – Thornley detektor [5], [10].

Nevýhodou celého systému je nízká účinnost scintilátoru (cca 8 – 15 % dle použitého materiálu) a ztráty ve světlovodu. Ztráty jsou kompenzovány ve fotonásobiči jehož hodnota zesílení je až 10^8 krát při nízké úrovni šumu.

Detekce BSE scintilačním detektorem je vzhledem k jejich vysoké energii bezproblémová. Pro účinnou detekci SE o energiích 1 – 5 eV ET detektorem je nezbytné dodat sekundárním elektronům potřebnou energii k vyvolání scintilací ve scintilátoru. Na scintilátoru se pro účel detekce SE vytváří tenké vodivé vrstvy (< 30 nm), většinou z hliníku nebo Indiumoxidcínu (90 hm.% In_2O_3 a 10 hm.% SnO_2 (ITO)). Na vrstvu je přiloženo napětí minimálně 3 kV (obvykle 10 kV), které před scintilátorem vytváří elektrické pole sloužící k dodání potřebné energie SE pro vyvolání scintilací [5], [10]. ET detektor bývá pro detekci SE rovněž vybaven sběrnou sítkou s potenciálem několika set Voltů, toto napětí slouží k přitažení SE emitovaných ze vzorku k ústí detektoru.

V ESEM se klasický SD využívá pouze k detekci BSE. Pro detekci SE nelze přiložit na scintilátor umístěný přímo v komoře vzorku požadované napětí, neboť by docházelo k výbojům v plynu.

3.3 Scintilační SE detektory pro ESEM

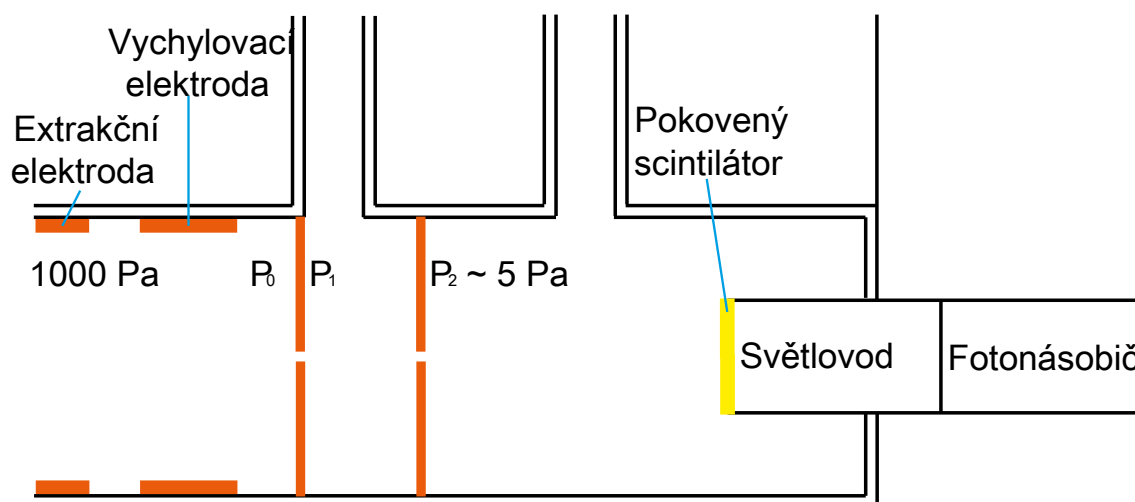
Scintilační SE detektory pro ESEM vychází z umístění scintilátoru do zvlášť čerpaného prostoru, s tlaky dosahujícími maximálně jednotek Pascalů při tlaku až tisíců Pascalů v komoře vzorku mikroskopu. Tlak jednotek Pascalů v komoře scintilátoru umožňuje přiložit napětí až 10 kV na scintilátor a urychlit nízkoenergievé sekundární

elektrony k vybuzení scintilací. Pro dosažení tlaku jednotek Pascalů v komoře scintilátoru je nutné využít systém diferenciálního vakuového čerpání. Způsob oddělení jednotlivých prostor systému diferenciálního čerpání musí umožnit průchod SE z komory vzorku mikroskopu ke scintilátoru.

3.3.1 Scintilační SE detektor pro ESEM

Původní návrh scintilačního SE detektoru pro ESEM obsahoval tři clony a jednu extrakční elektrodu, sloužící pro přitažení SE ze vzorku k detektoru [23]. Clony sloužily k omezení proudění plynů mezi komorou vzorku a komorou se scintilátorem a zároveň tvořily elektrostatickou čočku umožňující průchod SE ze vzorku ke scintilátoru.

U dalších návrhů detektoru byl nejprve snížen počet tlak omezujících clon na dvě a poté byla přidána ještě vychylovací elektroda jak je patrné z Obr. 3.8. Jednalo se o výslednou verzi detektoru, která byla zkonstruována a posléze přihlášena do patentového řízení (příhláška č. PV 2004 – 1139).



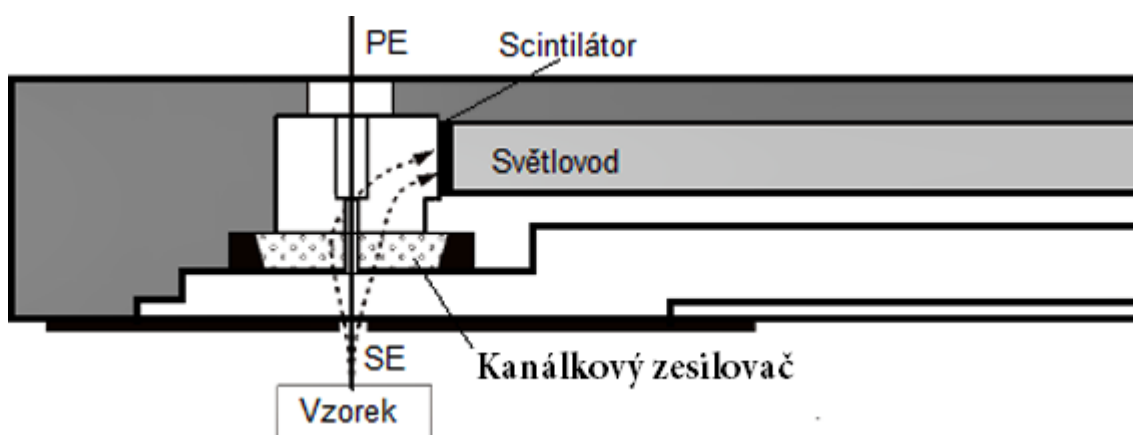
Obr. 3.8: Scintilační SE detektor pro ESEM

(varianta pro vyšší tlak v komoře vzorku mikroskopu). Upraveno podle [23].

Při experimentech s tímto detektorem byl používán proud svazku primárních elektronů až 750 pA a pracoval v rozsahu tlaků 200 Pa až 900 Pa vodních par v komoře vzorku mikroskopu. Nevýhodou prototypu detektoru byla nižší účinnost detekce oproti komerčním typům detektorů pracujících při nízkých tlacích v komoře vzorku mikroskopu [23]. Návrh detektoru byl však unikátní a vychází z něj další koncepce scintilačních detektorů pro ESEM.

3.3.2 Dvoukomorový scintilační detektor sekundárních elektronů s kanálovým zesilovačem pro ESEM

Dvoukomorový scintilační detektor sekundárních elektronů s kanálovým zesilovačem pro ESEM je znázorněn na Obr. 3.9. Mezi komorou vzorku mikroskopu a scintilátorem se nachází komora čerpaná rotační vývěvou, která je od komory vzorku oddělena tlak omezující clonou a od komory se scintilátorem kanálovým zesilovačem. Uvedené řešení umožňuje dosažení tlaku do 1 Pa v komoře scintilátoru což dovoluje přiložení napětí potřebného k urychlení SE na scintilátor. Napětí přiložené na kanálový zesilovač je až 3 kV. Použití kanálového zesilovače na místě druhé tlak omezující clony zvyšovalo účinnost detektoru [24], [25].



Obr. 3.9: Principiální schéma SD s kanálovým zesilovačem SE pro ESEM [25].

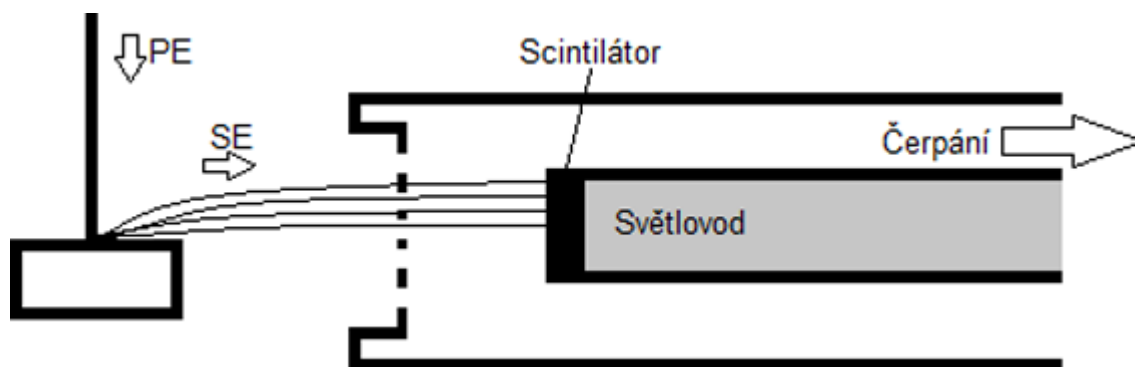
Nevýhodou použití kanálového zesilovače jako druhé tlak omezující clony detektoru byla jeho rychlá degradace při tlacích řádově stovek Pa v komoře vzorku mikroskopu. Vzhledem k ukončení výroby daného typu kanálového zesilovače Izraelskou firmou byly experimenty s tímto detektorem pozastaveny.

3.3.3 Nízkovakuový detektor sekundárních elektronů Tescan

V roce 2003 publikoval Jacka a kol. [26] scintilační detektor SE pro nízkovakuový rastrovací elektronový mikroskop zobrazený na Obr. 3.10. Později byl detektor přejmenován na nízkovakuový detektor sekundárních elektronů Tescan (low-vacuum secondary electron Tescan detector (LVSTD)⁷). Komora scintilátoru detektoru byla v původním řešení detektoru oddělena od komory vzorku mikroskopu perforovanou

⁷ Na použití detektoru LVSTD se vztahuje US. patent No. 7.93.222

plastovou membránou s velkým počtem malých otvorů. Plastová membrána byla pokovena a bylo na ní přivedeno napětí pro směřování SE do prostoru scintilátoru. Detektor vykazoval nízký podíl detekovaných BSE. Problém byl s funkcí detektoru při vyšším tlaku v komoře vzorku mikroskopu.



Obr. 3.10: Scintilační detektor SE pro nízkovakuový SEM [26].

Řešením se stalo nahrazení plastové membrány kovovou sítkou s otvory, která zajišťovala lepší průchod SE na scintilátor. Síťka byla umístěna ve vzdálenosti 45 mm od vzorku a bylo na ní přivedeno napětí 500 V pro směřování SE do prostoru detektoru. Detektor byl posléze doplněn o další síťku. Prostor mezi oběma sítěkami je separátně vakuově čerpán, což umožňuje použití detektoru i při tlaku nad 300 Pa [26]. LVSTD je v současnosti využíván v rastrovacích elektronových mikroskopech firmy Tescan, a. s. pracujících s vyšším tlakem v komoře vzorku.

Nevýhodou LVSTD je absence soustavy elektrod umožňující směřování SE na scintilátor. Přímé umístění sítky na okraj detektoru se nejeví jako ideální a dochází ke ztrátám při detekci sekundárních elektronů.

4 Cíle disertace

Scintilační detektor sekundárních elektronů pro ESEM představuje komplexní zařízení, u kterého je nutné řešit kromě problematiky optimalizace přenosu sekundárních elektronů generovaných ze vzorku ke scintilátoru i oblast spojenou s prouděním a čerpáním plynů. Systém diferenciálního čerpání detektoru musí zajistit v prostoru scintilátoru tlak do 5 Pa, při tlacích až 1000 Pa v komoře vzorku mikroskopu. Dvě tlak omezující clony s přiloženým napětím stovek voltů, použité v návrhu scintilačního detektoru, působí zároveň jako elektrostatická čočka, usměrňující dráhy elektronů ke scintilátoru. Tvar a umístění clon musí být optimalizován jak z pohledu elektronové optiky, tak proudění plynů. Vzhledem k faktu, že se v komoře vzorku mikroskopu i v prostoru scintilačního detektoru nacházejí plyny, je nutné počítat při pohybu signálních elektronů od vzorku ke scintilátoru s uplatněním procesu nárazové ionizace, komplikujícího problematiku detekce sekundárních elektronů.

V současné době neexistuje detektor sekundárních elektronů umožňující pozorování vzorků od vakua až do tlaků používaných v přístrojích ESEM. Navržená koncepce scintilačního detektoru pro ESEM by mohla tyto ambice naplnit.

K hlavnímu cíli disertace náleží studium a řešení elektrodového systému detektoru, který by zajišťoval optimální přenos sekundárních elektronů od vzorku ke scintilátoru v širokém rozmezí tlaků. K naplnění tohoto cíle se využije dříve získaných poznatků, možnost simulace drah elektronů v elektrostatických polích elektrodového systému detektoru ve vakuu pomocí dostupných počítačových programů a konfrontace simulací s experimenty. Problematika musí být řešena i s ohledem na uplatnění procesu nárazové ionizace při pohybu signálních elektronů ke scintilátoru. Elektrony se zde pohybují v prostorech s různými intenzitami elektrického pole a při různých tlacích.

Dalším cílem disertace je řešení problematiky diferenciálního vakuového čerpání detektoru. Obdobně k naplnění tohoto cíle bude kromě dosavadních poznatků využita možnost simulace proudění plynů pomocí počítačového programu. Vzhledem ke skutečnosti, že části vakuového systému detektoru jsou i součástí elektrodového systému detektoru, musí být oba cíle řešeny ve vzájemné návaznosti.

K vedlejším cílům disertace lze zařadit možnost využití nejnovějších scintilačních materiálů pro scintilátor detektoru, které se vyznačují nejen větší scintilační účinností, ale mohou i přispět ke snížení nároků na hodnotu tlaku v komoře scintilátoru.

5 Úvod k řešení disertační práce

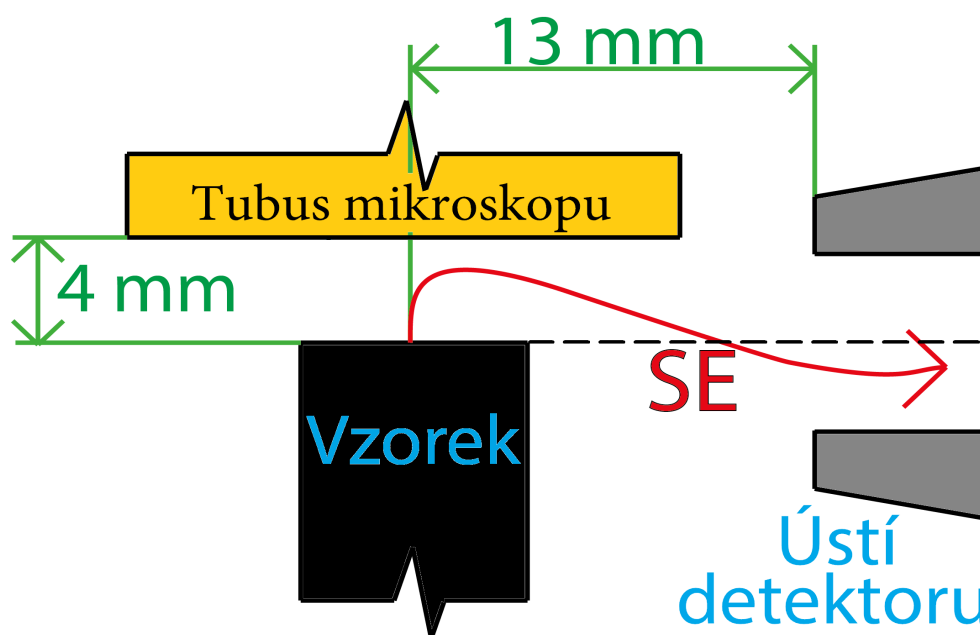
Návrh a konstrukce scintilačního detektoru sekundárních elektronů pro ESEM (SSED) vychází z prací popsaných ve [23]. Ke studiu vlastností a optimalizaci konstrukce detektoru byly využity poznatky z odborné literatury, počítačových simulací a experimentů.

Počítačové simulace byly realizovány za využití programů Simion, sloužícího k simulacím elektrostatických polí v elektrodovém systému detektoru a pohybu elektricky nabitých částic v těchto polích a Cosmos FloWorks a Ansys umožňujících simulace proudění plynů, rozložení tlaku plynů či výpočet gradientu proudění plynů. Návrh konstrukce detektoru byl realizován s využitím počítačových programů AutoCAD a Solidworks.

5.1 Laboratorní podmínky experimentálního měření

Veškeré experimenty byly prováděny s využitím environmentálního rastrovacího elektronového mikroskopu AquaSem fy. Tescan a. s. Umístěném v laboratoři na Ústavu přístrojové techniky AV ČR, v. v. i.

Pokud není v textu uvedeno jinak, byla všechna měření prováděna při nastaveném urychlovacím napětí primárních elektronů $U_K = 20$ kV, proudu svazku primárních elektronů $I_p = 100$ pA (měřeno a nastaveno ve vakuu) a pracovní vzdálenosti (vzdálenost mezi poslední tlak omezující clonou vakuového systému mikroskopu a povrchem vzorku) $W_D = 4$ mm. Z konstrukčních důvodů a umístění otvorů pro zavedení externích zařízení do komory vzorku mikroskopu, byl střed vzorku ve vzdálenosti 13 mm od ústí detektoru a povrch vzorku se nacházel v ose detektoru, viz Obr. 5.1. Při experimentech při vyšším tlaku v komoře vzorku mikroskopu se používala vodní pára. K měření tlaku vodních par byly použity kapacitní měrky fy. Pfeiffer, typ CMR 363 a CMR 364. Měrky umožňují práci v rozmezí teplot 5 °C až 50 °C s chybou měření $0,2$ % [27], [28]. Veškeré experimenty se uskutečnily při pokojové teplotě.



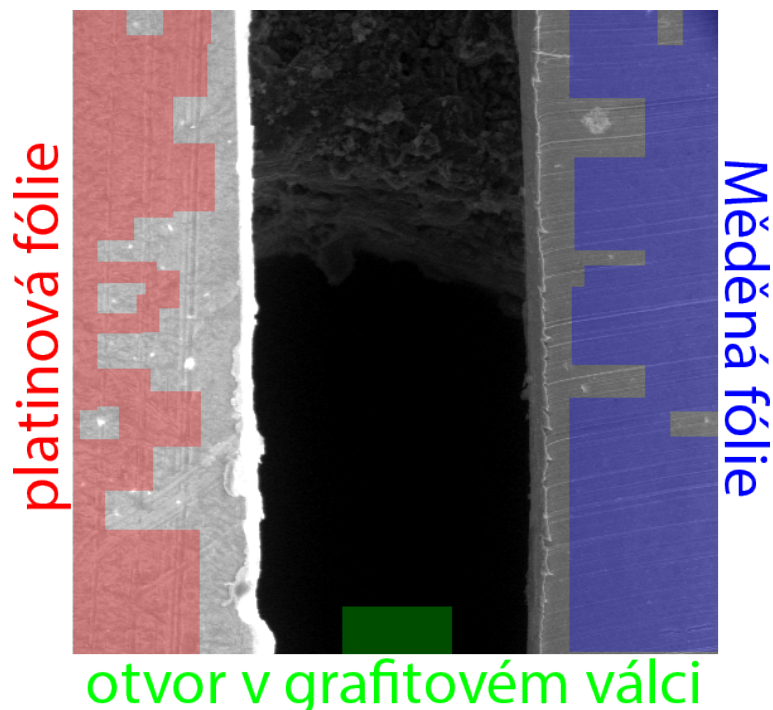
Obr. 5.1: Umístění scintilačního SE detektoru pro ESEM v komoře vzorku mikroskopu AquaSem

5.2 Stanovení velikosti detekovaného signálu

Pro vyhodnocení velikosti signálu byla stanovena metoda odečítání stupňů šedi z pořízených snímků. Jedná se o typickou metodu vyhodnocování velikosti signálu, v dnešní době běžně dostupnou přímo v ovládacím prostředí moderních mikroskopů. Programové vybavení mikroskopu AquaSem však neumožňuje přímý odečet velikosti signálu ve stupních šedi. Z daného důvodu byly využity externí nástroje pro zpracování obrazu.

Princip stanovení velikosti signálu spočívá v pořízení snímku vzorku, viz Obr. 5.2 za předem stanovených neměnných podmínek. Z části obrazu neobsahující artefakty, oblast fólie platiny vyznačená červeně a oblast fólie mědi označená modře, je odečtena střední hodnota šedi reprezentující signálovou (kontrast) a stejnosměrnou (jas) složku signálu. Následně je za stejných podmínek pořízen snímek z otvoru ve grafitovém válci, ze kterého by se neměly uvolňovat žádné elektrony rovněž odečtena střední hodnota šedi. Otvor v grafitovém válci viz Obr. 5.2, kde je oblast otvoru pro měření střední hodnoty šedi vyznačená zeleně, nahrazoval při experimentech Faradayovu klec. Protože z otvoru v grafitovém válci, stejně jako z Faradayovy klece, by se neměl uvolňovat žádný signál, získaná střední hodnota šedi odpovídá stejnosměrné složce signálu. Pro určení

velikosti signálu z měřené části vzorku se od střední hodnoty šedi vzorku odečte velikost střední hodnoty šedi z obrazu otvoru Faradayovy klece (otvoru v grafitovém válci).



Obr. 5.2: Vizuální znázornění masky pro vyhodnocení signálu z platiny a mědi měřeného vzorku.

Při vyhodnocování může dojít k situaci, kdy za daných pracovních podmínek signál nabude neměřitelné hodnoty, kdy rozdíl mezi střední hodnotou šedi z otvoru v grafitovém válci a vzorkem je více než 255 úrovní šedi. V daném případě lze snížit stejnosměrnou složku signálu pod nulovou úroveň a při znalosti závislosti mezi stejnosměrnou složkou signálu a úrovní šedi pro daný vzorek při určitých pracovních podmínkách dopočítat rozdíl ze série snímků a stanovit velikost signálu nad jeho měřitelné maximum 255.

Druhou metodou stanovení velikosti signálu nad hodnotu 255 je pořízení stejné série snímků při změněných pracovních podmínkách, stanovení závislosti mezi standardními a změněnými podmínkami a následné dopočítání chybějících hodnot.

Obě zmíněné metody byly během měření kombinovány v závislosti na možnostech a vhodnosti použití. Při porovnávání obou metod s testovací sérií snímků pro přepočítání bylo dosaženo přibližně stejných výsledků s chybou měření do 10%.

5.3 Stanovení kvality obrazu (poměr signál – šum)

Obraz pořízený detektorem je tvořen informacemi o vzorku, užitečným signálem a šumem pozadí. Šum v obraze může být způsoben umístěním a kvalitou detektoru, velikostí detekovaného signálu, množstvím rozptýlených primárních elektronů v plynném prostředí ESEM a jejich produkty při srážkách s plynným prostředím a po dopadu na povrch vzorku mimo stopu svazku, popř. dalšími vlivy. Kvalitu snímku pořízeného detektorem za daných pracovních podmínek lze stanovit z poměru signál - šum (SNR) [23], [29], [30].

Neboť softwarové vybavení mikroskopu AquaSem neumožňuje přímo stanovit SNR, bylo využito externích programů pro zpracování dat, popsanych v [23] a [30].

Metodika stanovení SNR byla publikovaná poprvé v [29]. Vyhodnocení velikosti SNR se dále věnuje [30], kde je popisována metoda vyhodnocení SNR ze dvou snímků téhož místa vzorku, pořízených za stejných podmínek, s minimální časovou prodlevou. Rovněž jsou v [30] uvedeny podmínky, při jejichž dodržení lze stanovit SNR z jediného snímku vzorku, aniž by docházelo k větší chybě při vyhodnocení. Při této zjednodušené metodě stanovení SNR se metodika omezuje na výpočty variancí, kovariancí a korelací mezi dvěma po sobě jdoucími řádky snímaného obrazu téhož vzorku. Poměr SNR je v tomto případě definován vztahem

$$SNR = \frac{R_n}{1 - R_n}, \quad (6)$$

kde

$$R_n = \frac{[(X_i - E(X))(Y_i - E(Y))]}{\left[\left(\frac{1}{n} \sum_1^n (X_i - E(X))^2 \right) \left(\frac{1}{n} \sum_1^n (Y_i - E(Y))^2 \right) \right]^{\frac{1}{2}}}, \quad (7)$$

což lze vyjádřit vztahem

$$R_n = \frac{cov(X, Y)}{\sqrt{var(X) var(Y)}}, \quad (8)$$

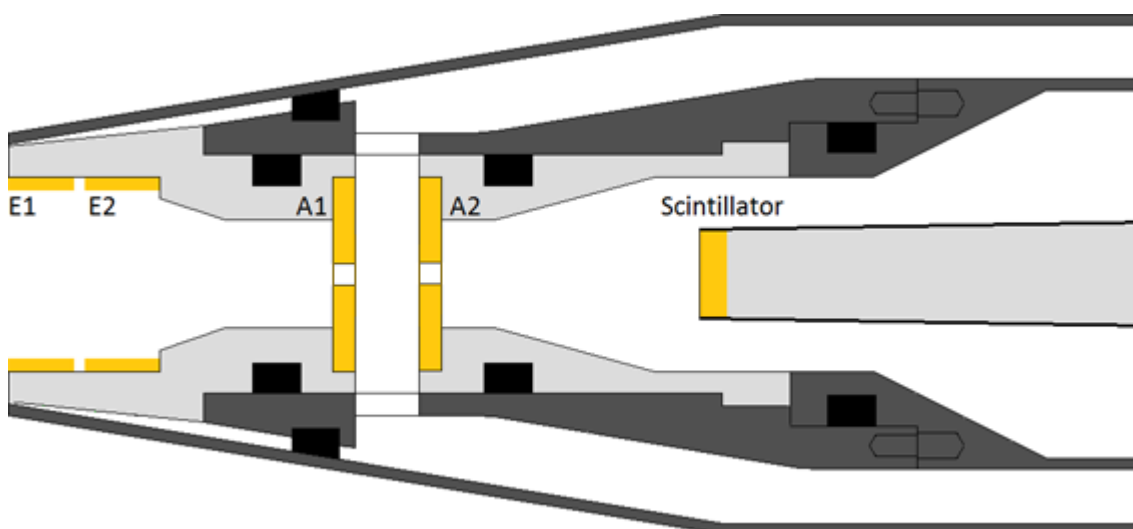
kde X_i , Y_i jsou hodnoty úrovně šedi (0-255) i -tých pixelů v po sobě jdoucích řádcích obrazu, n je počet pixelů v řádku obrazu [23], [30]. Uvedené metody výpočtu využívá

makro SMART pro program Scion Image, jenž byl využit ke stanovení SNR při experimentech.

Výpočet SNR byl prováděn z pořízených snímků standardního vzorku cínových kuliček na uhlíkovém substrátu, vzorek Agar Scientific S1937, při výchozích pracovních podmínkách a nastavení detektoru pro získání vizuálně nejlepšího snímku vzorku.

5.4 Scintilační detektor sekundárních elektronů pro ESEM

Scintilační detektory mají všeobecně velmi dobré vlastnosti (vysoká rychlost snímání, nízký šum apod.), avšak nelze je využít pro detekci sekundárních elektronů při vysokém tlaku v komoře vzorku ESEM, vzhledem k elektrickým výbojům v plynu, které by způsobilo napětí o velikosti až 10 kV přiložené na scintilátor. Základní myšlenka návrhu SSED vychází z [23] a předpokládá umístění scintilátoru scintilačního detektoru do zvlášť čerpané komory s tlakem do 5 Pa, oddělené od komory vzorku soustavou tlak omezujících clonek či sítěk, umožňujících průlet sekundárních elektronů ke scintilátoru, viz Obr. 5.3.



Obr. 5.3: Scintilační SE detektor pro ESEM [31].

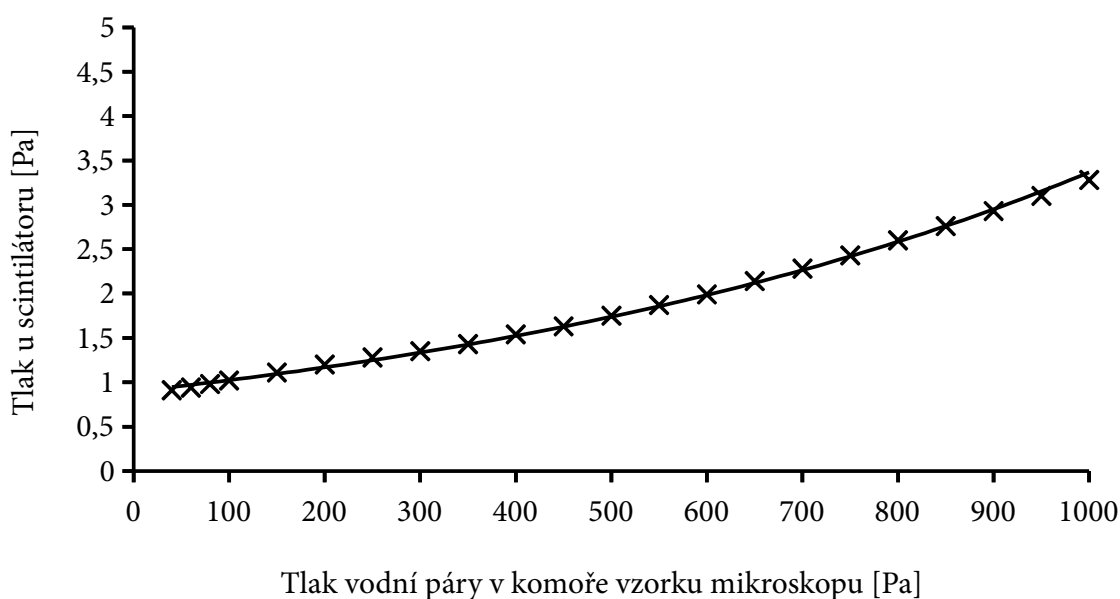
V ústí detektoru je elektroda E1, sloužící k přitažení a směrování SE ze vzorku do prostoru detektoru, dále elektroda E2, jejíž funkcí je fokusovat SE do otvoru aperturní clony A1. Aperturní clony A1 a A2 s přiloženým napětím řádově stovek voltů vytváří elektrostatickou čočku, sloužící k přenosu signálních elektronů ke scintilátoru a zároveň působí jako tlak omezující clony, oddělující komoru scintilátoru detektoru,

čerpanou turbomolekulární vývěvou s čerpací rychlostí 36 m³/hod., od komory vzorku mikroskopu. Prostor mezi clonami A1 a A2, čerpaný rotační vývěvou s čerpací rychlostí 4 m³/hod., je označen jako komora diferenciálního čerpání a je určen k postupnému snížení tlaku mezi komorou vzorku mikroskopu a komorou scintilátoru detektoru. Uvedený systém vakuového čerpání detektoru umožňuje dosažení tlaku do 5 Pa v komoře scintilátoru detektoru, při tlaku až 1000 Pa v komoře vzorku mikroskopu. Podle Paschenova zákona [32] tlak vodních par do 5 Pa v komoře scintilátoru umožňuje přiložení napětí 10 kV na scintilátor, aniž by docházelo k výbojům v plynu.

6 Experimentální část

6.1 Výchozí uspořádání detektoru

Původní scintilační detektor sekundárních elektronů, zobrazený na Obr. 5.3, obsahoval dvě mosazné tlak omezující clony A1 a A2 s otvory uprostřed o průměru 0,6 mm zajišťující dosažení tlaku pod 5 Pa v komoře scintilátoru, při tlaku až 1000 Pa v komoře vzorku. Tloušťka clon byla 0,3 mm. Prostor scintilátoru byl čerpán turbomolekulární vývěvou s čerpací rychlostí 36 m³/hod., a prostor mezi clonami rotační vývěvou s čerpací rychlostí 4 m³/hod. Tloušťky clon a čerpací rychlosti vývěv se během práce nezměnily. Měřená závislost tlaku v komoře scintilátoru na tlaku v komoře vzorku detektoru je vynesena v grafu na Obr. 6.1.



Obr. 6.1: Závislost tlaku v komoře scintilátoru scintilačního SE detektoru pro ESEM na tlaku v komoře vzorku mikroskopu s clonami s otvory A1 = 0,6 mm a A2 = 0,6 mm.

K detekci SE byl použit scintilační krystal YAG: Ce³⁺ (Y₃Al₅O₁₂: Ce³⁺) s naprášenou hliníkovou vrstvou o tloušťce 50 nm pro připojení vysokého napětí. Detektor byl osazen světlovodem z polymethylmetakrylátu (PMMA) a fotonásobičem Hamamatsu R6094 [33]. Tělo detektoru bylo zhotoveno z oceli. Elektricky izolační prvky detektoru byly vyrobeny z polyoximetylen⁸ (POM), který se vyznačuje dobrou elektrickou pevností,

⁸ Registrovaná obchodní známka polyoximetyleny fy. Du Pont je Delrin.

malým uvolňováním plynů v prostředí s nízkým tlakem, minimální navlhavostí a velmi dobrými mechanickými vlastnostmi, viz Tab. 6.1. Součásti z POM jsou odolné a vydrží opakovanou demontáž a montáž, aniž by docházelo k jejich výraznému opotřebení nebo poškození.

Tab. 6.1: Fyzikální vlastnosti vybraných izolačních materiálů

Materiál	PTFE Polytetrafluorethylen	POM Polyoximethylen	PMMA Polymethylmetakrylát
Hustota [kg · m ⁻³]	2100	1410	1190
Absorpce H ₂ O za 24 hod. při 20 °C [mg]	0,01	15	0,6
Povrchová rezistivita [Ω]	4 · 10 ¹³	10 ¹³	10 ¹⁴
Vnitřní rezistivita [Ωm]	>10 ¹⁶	10 ¹¹	10 ¹⁹
Relativní permitivita [-]	2,1	3,7	3,3
Elektrická pevnost [kV · mm ⁻¹]	48	70	15

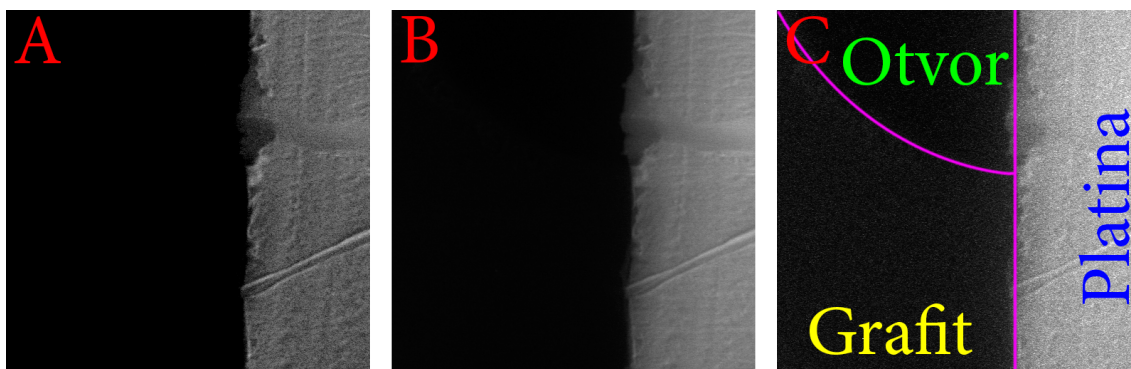
Použité vodiče o průměru 0,1 mm přivádějící napětí na elektroodový systém detektoru obsahovaly polytetrafluorethylenovou⁹ (PTFE) izolaci neboť se jedná o materiál s dobrou elektrickou pevností, nízkým uvolňováním plynů a minimální navlhavostí jak je též patrné z Tab. 6.1.

⁹ Registrovaná obchodní známka polytetrafluorethylenu fy. DuPont je Teflon.

6.2 Stanovení pracovního rozsahu původního detektoru

Nejprve byl stanoven pracovního rozsahu detektoru, definovaný jako rozmezí tlaku vodních par v komoře vzorku mikroskopu, při kterých je možná detekce signálu scintilačním detektorem. Detekce signálu je dokumentována závislostí velikosti signálu na tlaku v komoře vzorku mikroskopu. Součástí měření je i stanovení pracovního napětí na elektrodovém systému detektoru a maximálního napětí, které lze přiložit na scintilátor.

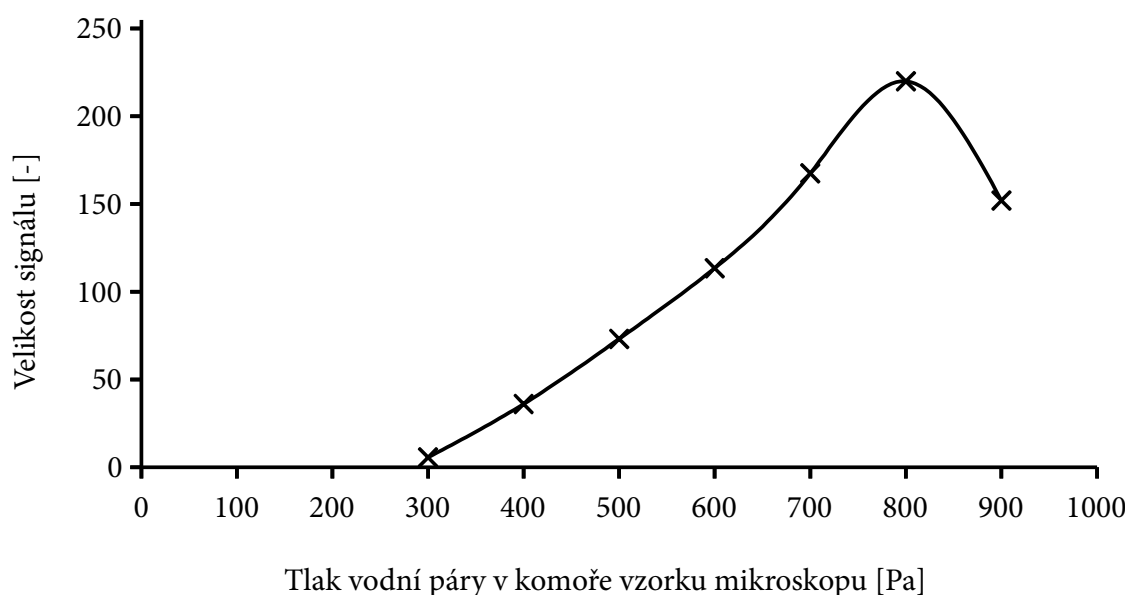
Pro stanovení velikosti signálu na tlaku v komoře vzorku byl připraven vzorek skládající se z platinové fólie na grafitovém válci s otvorem o průměru 1 mm a hloubkou 10 mm uprostřed viz Obr. 6.2. Otvor v grafitovém válci slouží pro nastavení proudu primárního svazku I_p a stanovení stejnosměrné složky signálu.



Obr. 6.2: Platina na grafitovém válci s otvorem uprostřed. Platina vpravo, otvor v grafitovém válci nahore uprostřed. Tlak v komoře vzorku mikroskopu: A – 300 Pa, B – 500 Pa, C – 900 Pa.
Velikost zorného pole: 299,3 μm .

Výsledky měření velikosti signálu na tlaku v komoře vzorku jsou dokumentovány na Obr. 6.2 a prokázaly možnost detekce signálu detektorem v rozsahu tlaků cca 300 - 900 Pa vodních par v komoře vzorku mikroskopu, s pozorovatelným nárůstem šumu v obraze při tlaku nad 700 Pa. Změřená závislost velikosti signálu na tlaku v komoře vzorku detektoru je vynesena na Obr. 6.3.

Napětí přiložené na elektrodový systém detektoru, zajišťující činnost detektoru v uvedeném rozmezí tlaků, bylo stanoveno následovně: napětí na elektrodě E1: $U_{E1} = 9 \text{ V}$, napětí na elektrodě E2: $U_{E2} = 30 \text{ V}$, napětí na cloně A1: $U_{A1} = 430 \text{ V}$, napětí na cloně A2: $U_{A2} = 550 \text{ V}$.



Obr. 6.3: Závislost velikosti signálu na tlaku v komoře vzorku mikroskopu.

Dalším výstupem prací bylo určení maximální hodnoty napětí trvale udržitelného na scintilátoru, aniž by docházelo k výbojům při tlacích vodních par v komoře vzorku mikroskopu do 1000 Pa. Konstrukce scintilačního detektoru umožňovala trvale přiložit na scintilátor napětí $U_{\text{scint}} = 7$ kV. Pro efektivní detekci elektronů scintilátorem YAG: Ce^{3+} je však vhodné, aby energie dopadajících elektronů byla alespoň 10 keV. Nižší napětí na scintilátoru způsobuje nižší účinnosti detektoru.

6.3 Další postup při řešení disertační práce

Cílem disertace bylo realizovat koncepci scintilačního detektoru umožňujícího detekci sekundárních elektronů v rozmezí tlaku vodních par od 0,1 Pa do 1000 Pa v komoře vzorku mikroskopu. U stávající verze detektoru byl pracovní rozsah značně ovlivněn častou nestabilitou způsobenou elektrickými výboji na izolačních prvcích detektoru.

Výchozí stanovené cíle byly spojeny s odstraněním uvedené nestability, s přiblížením elektrostatického pole detektoru ke vzorku za účelem zlepšení detekce sekundárních elektronů detektorem, s optimalizací velikosti otvorů tlak omezujících clon, resp. s možností užití sítěk s velkým počtem malých otvorů pro dosažení vyšší účinnosti detektoru.

Další cíle byly spojeny s úpravou konstrukce detektoru, pro zajištění možnosti trvalého připojení napětí 10 kV na tenkou vodivou vrstvu na scintilátoru při tlacích do 1000 Pa vodních par v komoře vzorku mikroskopu, případně s možností využití nejnovějších scintilačních materiálů.

Předpokládalo se, že splnění těchto cílů a další úpravy detektoru přispějí ke snížení šumu v obraze vzorků při vyšších tlacích v komoře vzorku mikroskopu.

Prvním krokem při řešení disertační práce byla stabilizace detektoru a omezení výbojů uvnitř detektoru. To bylo realizováno na základě dosavadních zkušeností nahrazením izolačních materiálů z POM za prvky z jiného izolantu. Po odstranění výbojů v oblasti detektoru byl další postup zaměřen na rozšíření elektrostatického pole detektoru blíže ke vzorku přidáním sběrné sítě s kladným potenciálem na ústí detektoru.

Následně byly práce zaměřeny na optimalizaci clon a proudění plynů detektorem. Pro různé typy clon A1 a velikosti otvoru v nich se sledoval dopad na detekovaný signál. Obdobné experimenty byly provedeny se clonou A2, kdy byly hledány i možnosti nahrazení clony s jedním otvorem za clony s větším počtem malých otvorů.

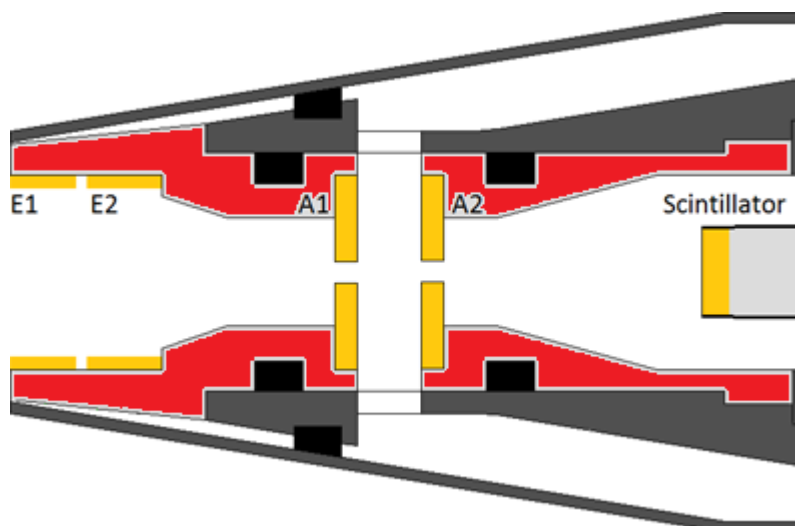
V průběhu všech prací stále probíhaly simulace proudění plynů detektorem pro různé varianty clon a sítěk, které měly umožnit nahrazení clon efektivnějším řešením. Na základě simulací v počítačovém programu Ansys byly nakonec navrženy speciální clony s velkým počtem malých otvorů, které byly realizovány a možnost jejich použití v detektoru byla ověřena.

Realizace úpravy detektoru a použití účinnějšího scintilačního materiálu umožnily dosáhnout dostatečné úrovně signálu v celém pracovním rozsahu detektoru při nízké úrovni šumu v obraze vzorku při dvou optimálních kombinacích otvorů ve clonách.

Závěrem byly možnosti detekce signálu detektorem ověřeny při pozorování biologických vzorků v řízeném prostředí komory vzorku mikroskopu AquaSEM a při pozorování vzorků při proudech 100, 10 a 1 pA.

6.4 Použití nového izolačního materiálu pro stabilizaci detektoru

Použití izolačních konstrukčních prvků detektoru z polyoxymethylenu způsobovalo občasnou nestabilitu a výboje uvnitř detektoru, projevující se světláním obrazu do určitého maxima následovaného elektrickým výbojem, následným ztmavnutím obrazu a opakováním celého procesu. Jev se dal částečně omezit snížením napětí na elektrodovém systému detektoru, což však vedlo k poklesu detekovaného signálu. Pro omezení negativních jevů spojených s použitím izolačních součástí z materiálů POM, označených červeně na Obr. 6.4, došlo k použití jiných izolačních materiálů. Požadavky na izolační materiály byly nízká adsorpce vody, velká hodnota povrchové i vnitřní rezistivity, dobré mechanické vlastnosti a zpracovatelnost. Uvedeným požadavkům vyhovují mimo POM ještě PTFE a PMMA. Základní fyzikální vlastnosti uvedených materiálů jsou uvedeny v kapitole 6.1 Tab. 6.1.

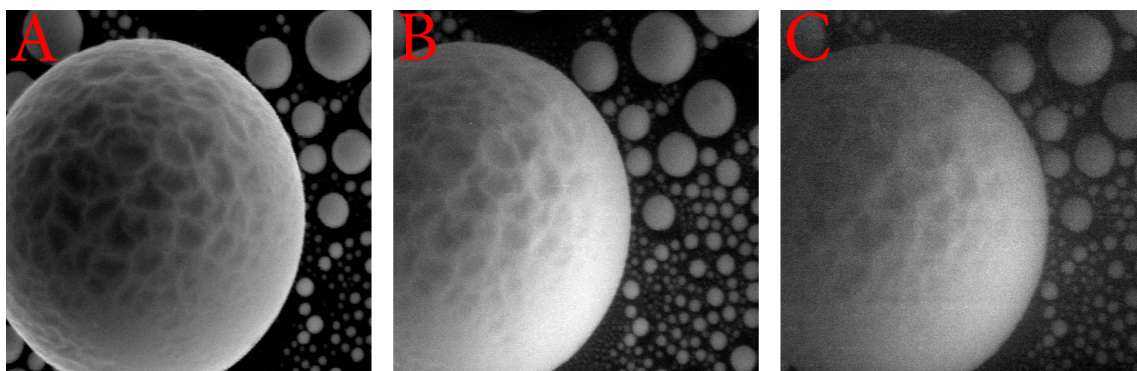


Obr. 6.4: Přední část SSED detektoru. Červeně znázorněno použití dílů z izolačních materiálů

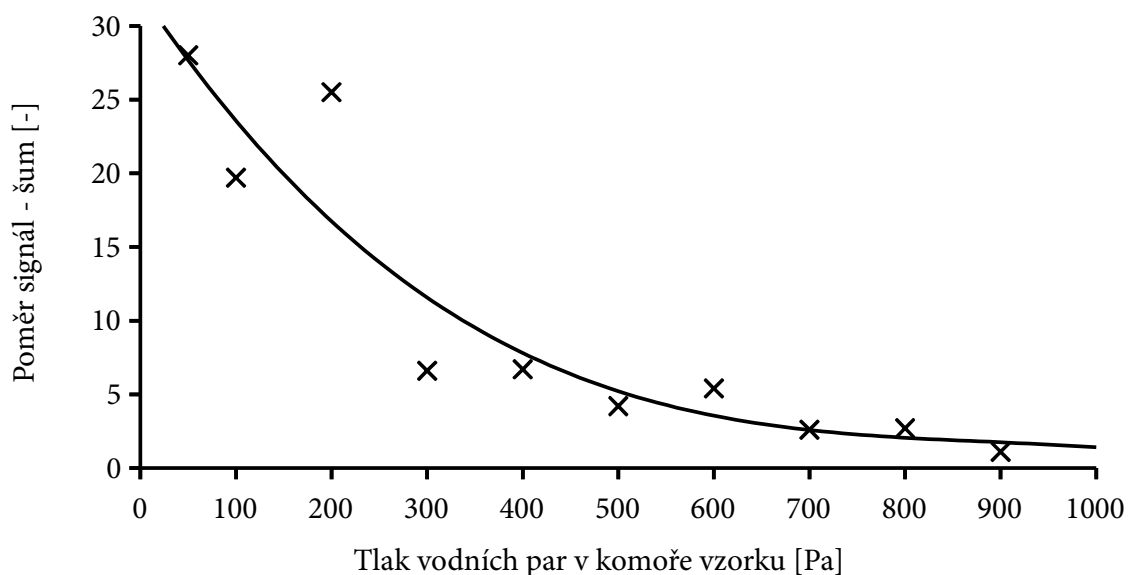
Pro experiment byly izolační součástky detektoru vyrobeny kromě původního POM ještě z PTFE a PMMA. Následně byly jednotlivé izolační části detektoru měněny a byla provedena pozorování různých vzorků, včetně standardního vzorku cínových kuliček na uhlíku (Agar Scientific S1937), při nichž byla sledována stabilita detektoru při různém tlaku vodních par v komoře vzorku.

Experimentálně bylo zjištěno, že nejvyšší stability detektoru lze dosáhnout při použití izolačních konstrukčních prvků z PMMA. Dalším cílem bylo stanovení pracovního rozsahu detektoru používajícího jako izolační materiál PMMA. Experiment, jehož

výsledky jsou zobrazeny na Obr. 6.5, a který byl publikován v [34], prokázal schopnost SSED pracovat nově v rozsahu tlaků vodních par v komoře vzorku mikroskopu od 50 do 900 Pa. Pro stanovení kvality obrazu, pořizovaného detektorem, byl z celé série snímků vzorku Agar Scientific S1937, jejichž ukázka je zobrazena na Obr. 6.5, vyhodnocen poměr signál – šum a závislost byla vynesena do grafu na Obr. 6.6.



Obr. 6.5: Standardní vzorek Agar Scientific S1937. Tlak vodních par v komoře vzorku mikroskopu:
A – 50 Pa, B – 400 Pa, C – 900 Pa. Velikost zorného pole: 19,8 μm .



Obr. 6.6: Závislost SNR na tlaku vodních par v komoře vzorku mikroskopu při standardních pracovních podmínkách viz Kapitola 5.1, pro clony o velikosti otvorů $A1 = 0,6 \text{ mm}$, $A2 = 0,6 \text{ mm}$.

Z grafu na Obr. 6.6 je patrný rychle klesající poměr signál – šum rostoucím tlakem v komoře vzorku mikroskopu. Graf zachycuje počáteční stav detektoru a v průběhu dalších měření sloužil k vyhodnocení vlivu změn detektoru na změny poměru signál - šum.

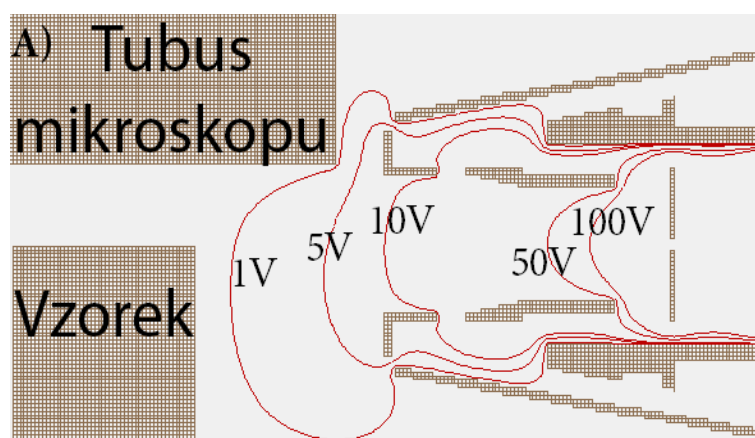
Při tlaku klesajícím pod 100 Pa v komoře vzorku mikroskopu dochází k omezení jevu nárazové ionizace sekundárních elektronů v plynném prostředí uvnitř detektoru a detektor detekuje převážně sekundární elektrony uvolňující se přímo ze vzorku. I přesto byl signál při tlaku 50 Pa kvalitní. Pod 50 Pa velikost signálu prudce poklesla a pod 40 Pa nebylo možné získat obraz vzorku.

Změna izolačního materiálu rovněž umožnila přiložit vyšší napětí na elektrodový systém detektoru. Nově přiložená napětí na elektrodový systém detektoru byla $U_{E1} = 110 \text{ V}$, $U_{E2} = 150 \text{ V}$, $U_{A1} = 430 \text{ V}$ a $U_{A2} = 550 \text{ V}$.

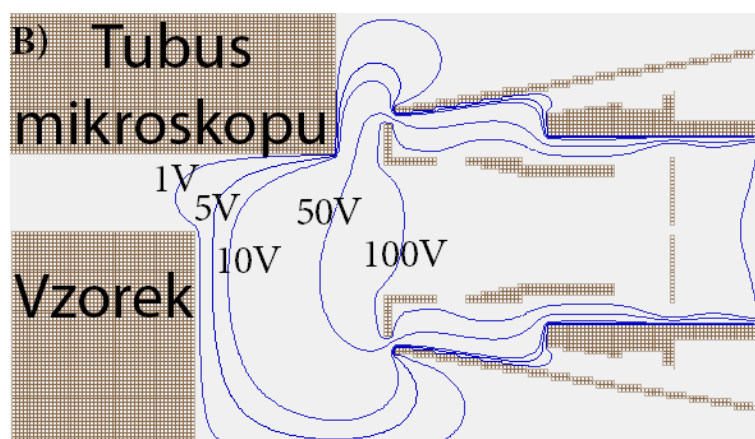
6.5 Přiblížení elektrostatického pole detektoru ke vzorku

Předpokládá se, že zvětšení pracovního rozsahu scintilačního detektoru sekundárních elektronů pro ESEM směrem k nízkým tlakům v komoře vzorku mikroskopu lze dosáhnout přiložením vyššího napětí na elektrody E1, E2 a přiblížením elektrostatického pole detektoru blíže ke vzorku. Pro ověření této teorie byly provedeny simulace elektrostatických polí v programu Simion, zobrazené na Obr. 6.7 a Obr. 6.8.

Ze simulací je patrné, že zvýšení napětí na vstupních elektrodách elektrodového systému detektoru z původních $U_{E1} = 9 \text{ V}$, $U_{E2} = 30 \text{ V}$ na $U_{E1} = 110 \text{ V}$, $U_{E2} = 150 \text{ V}$ přiblížilo elektrostatické pole detektoru ke vzorku. Elektrostatické pole blíže místa emise ze vzorku přitáhne více SE o nízkých energiích k detektoru, což by se mělo projevit nárůstem signálu zejména při nižších tlacích v komoře vzorku mikroskopu.



Obr. 6.7: Počítačová simulace rozložení elektrostatického pole v přední části detektoru a komoře vzorku mikroskopu z programu Simion. Napětí na elektrodách: $U_{E1} = 9 \text{ V}$, $U_{E2} = 30 \text{ V}$, $U_{A1} = 430 \text{ V}$ a $U_{A2} = 550 \text{ V}$.



Obr. 6.8: Počítačová simulace rozložení elektrostatického pole v přední části detektoru a komoře vzorku mikroskopu z programu Simion. Napětí na elektrodách: $U_{E1} = 110 \text{ V}$, $U_{E2} = 150 \text{ V}$, $U_{A1} = 430 \text{ V}$ a $U_{A2} = 550 \text{ V}$.

Pro získání co největšího signálu při nízkých tlacích a přiblížení elektrostatického pole před detektorem směrem ke vzorku byly provedeny simulace rozložení elektrostatického pole při napětí přikládaném na elektrodu E1 detektoru (Obr. 5.3) až $U_{E1} = 400 \text{ V}$. Dále bylo na základě počátečních simulací a experimentů ověřeno, že platí, že pro zajištění průchodu SE detektorem a efektivní detekci signálu, se napětí na elektrodách směrem ke scintilátoru musí postupně zvyšovat. Experimenty publikované v [35] však ukazují, že příliš vysoké napětí na cloně A1 může způsobit nestabilitu systému při vyšším tlaku v komoře vzorku mikroskopu. Proto je nezbytné volit napětí na elektrodovém systému detektoru tak, aby napětí byla dostatečně vysoká pro efektivní detekci sekundárních elektronů a zároveň byl detektor stabilní.

Následně byly hledány možnosti dalšího rozšíření elektrostatického pole před detektorem při zachování nebo snížení napětí na elektrodovém systému detektoru. Původní návrh detektoru neuvažoval mřížku. Po simulacích v simulačním programu Simion byla přidána mřížka na ústí detektoru. Ta při zachování používaných napětí na elektrodovém systému detektoru rozšířila elektrostatické pole před detektorem. Mřížka pro první experimenty byla vyrobena z Cu vodiče o průměru 0,1 mm a fixně připevněna na izolační díl z PMMA, sloužící kromě uchycení mřížky zároveň k její elektrické izolaci vůči elektrodě E1.

Po umístění mřížky na vstupu detektoru bylo provedeno měření, publikované v [36], stanovující závislost velikosti detekovaného signálu na napětí na mřížce a

na elektrodovém systému detektoru. Výsledky experimentů, stanovující optimální napětí na elektrodovém systému detektoru s ohledem na velikost detekovaného signálu, jsou uvedeny pro jednotlivé tlaky vodních par v komoře vzorku mikroskopu v Tab. 6.2. Z výsledků uvedených v Tab. 6.2 je patrné, že optimální napětí pro mřížku a elektrodu E1, je pro tlaky 400 a více Pascalů vodních par v komoře vzorku stejné.

Tab. 6.2: Optimální nastavení elektrodového systému detektoru s otvory v aperturách 0,6 mm a oddělenou mřížkou pro různé tlak v komoře vzorku mikroskopu pro maximální zisk signálu.

Tlak v komoře vzorku [Pa]	U_{Grid} [V]	U_{E1} [V]	U_{E2} [V]	U_{A1} [V]	U_{A2} [V]
100	150	200	300	470	750
200	100	150	250	460	750
400	100	100	110	400	750
600	100	100	110	420	750
800	100	100	110	400	750

S ohledem na tuto skutečnost byla mřížka připevněná na izolantu z PMMA odstraněna a nahrazená novou mřížkou, připevněnou na měděný prstenec, elektricky propojený s elektrodou E1. Elektrické propojení mřížky s elektrodou E1 celkově zjednodušilo práci s detektorem. Pro nové uspořádání detektoru s mřížkou bylo opět provedeno stanovení závislosti velikosti signálu na napětí na elektrodovém systému detektoru. Výsledné optimální nastavením detektoru s mřížkou, elektricky propojenou s elektrodou E1, vzhledem k velikosti detekovaného signálu je pro jednotlivé tlaky vodních par v komoře vzorku mikroskopu uvedeno v Tab. 6.3.

Na základě dosažených výsledků bylo následně provedeno měření, jehož cílem bylo stanovit rozsah tlaků vodních par v komoře vzorku mikroskopu, při kterých je možná prokazatelná detekce signálu, s vysokým podílem SE, scintilačním detektorem.

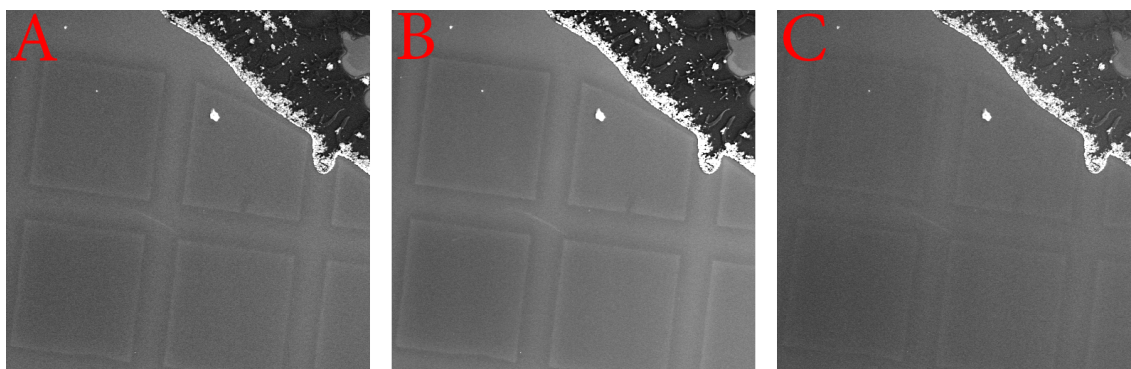
Schopnost detekce sekundárních elektronů byla ověřována pozorováním tenké uhlíkové vrstvy o tloušťce 3 nm, naprášené na křemíkovém substrátu, přes masku vytvořenou z podložní sítky vzorku pro transmisní elektronový mikroskop viz Obr. 6.9 a

napětového kontrastu mezi bází a emitorem výkonového NPN tranzistoru s přiloženým závěrným napětím 10 V , Obr. 6.10.

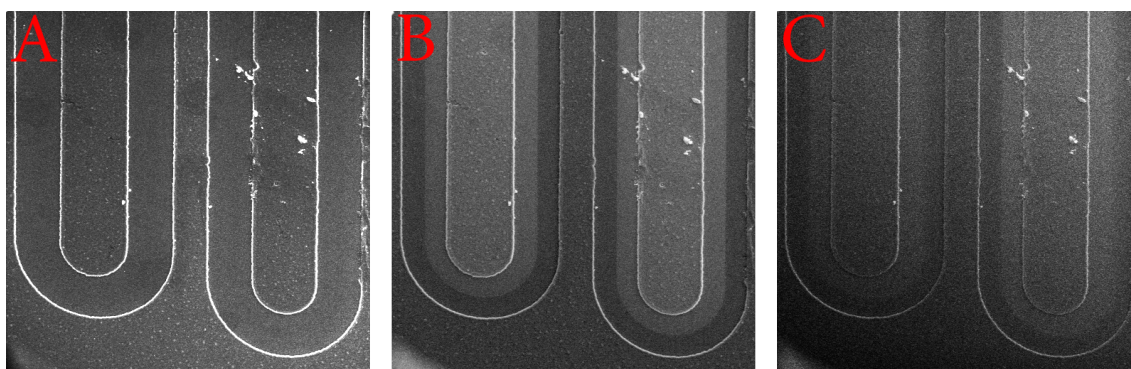
Tab. 6.3: Optimální napětí na elektrodovém systému detektoru s mřížkou elektricky propojenou s elektrodou E1 pro dosažení maximálního signálu při tlacích v rozmezí 50 až 800 Pa vodních par v komoře vzorku mikroskopu.

Tlak vodních par v komoře vzorku [Pa]	Napětí na mřížce a elektrodě E1 $U_{\text{Grid}} + U_{\text{E1}}$ [V]	Napětí na elektrodě E2 U_{E2} [V]	Napětí na cloně A1 U_{A1} [V]	Napětí na cloně A2 U_{A2} [V]
50	200	400	550	750
100	200	400	550	750
200	200	400	550	750
300	200	220	440	750
400	100	120	420	750
600	100	120	420	750
800	5	30	370	750

Možnost pozorování velmi tenkých uhlíkových vrstev na křemíkovém substrátu a napětového kontrastu je typická právě pro detekci sekundárních elektronů. Při detekci BSE nejsou tenké uhlíkové vrstvy pozorovatelné a napětový kontrast se neprojeví [5], [20], [37], [34], [38].



Obr. 6.9: Uhlíková vrstva o tloušťce 3 nm, naprášená na křemíkovém substrátu, tlak vodních par: A – 50 Pa, B – 100 Pa, C – 250 Pa. Velikost zorného pole: 442,4 μm .



Obr. 6.10: Výkonový NPN tranzistor, přechod báze – emitor. A – tlak vodních par: 300 Pa, bez přiloženého napětí, B – tlak vodních par: 30 Pa, přiložené závěrné napětí $U = 10$ V, C – tlak vodních par: 420 Pa, přiložené závěrné napětí $U = 10$ V. Velikost zorného pole: 518,2 μm .

Následně byly stanoveny podmínky pro optimální detekci signálu s vysokým podílem detekovaných SE. Výsledkem experimentů bylo zjištění, že snižováním napětí na elektrodě E1 při vzrůstajícím tlaku dochází k nárůstu detekovaného signálu, avšak současně k poklesu podílu SE ve výsledném obraze. Napětí na elektrodovém systému detektoru byla proto opětovně optimalizována, tentokrát pro docílení maximálního podílu signálu SE při dostatečné kvalitě obrazu. Zároveň byly zjišťovány hodnoty napětí, umožňující jejich použití pro co nejvyšší rozsah tlaků v komoře vzorku mikroskopu, bez nutnosti jejich změny. Experimentálně zjištěné hodnoty napětí jsou uvedeny v Tab. 6.4.

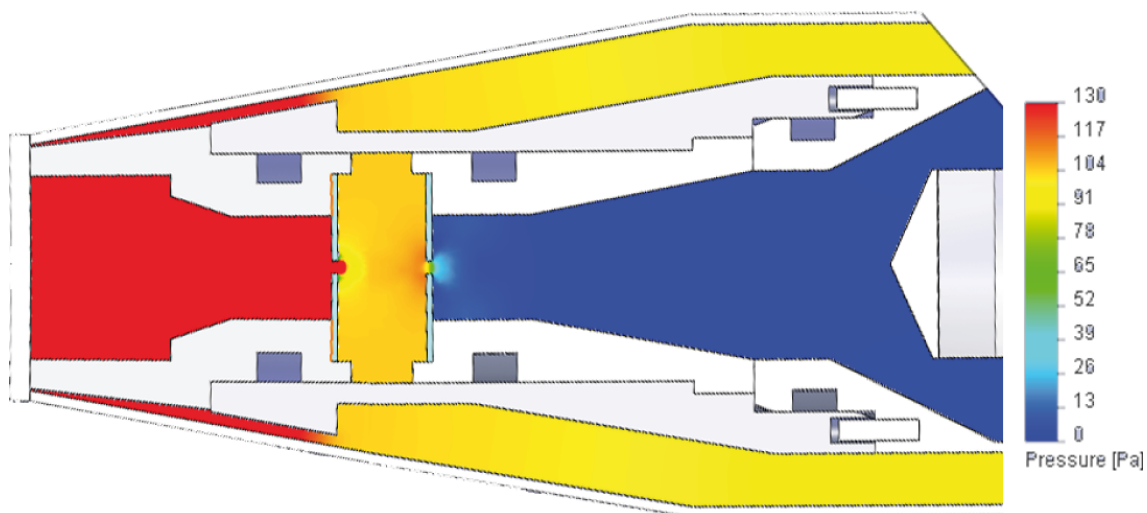
Tab. 6.4: Optimální nastavení elektrodového systému detektoru s mřížkou propojenou s E1 pro různý tlak v komoře vzorku mikroskopu pro maximální zisk signálu ze SE.

Tlak vodních par v komoře vzorku [Pa]	Napětí na mřížce a elektrodě E1 $U_{\text{Grid}} + U_{\text{E1}}$ [V]	Napětí na elektrodě E2 U_{E2} [V]	Napětí na cloně A1 U_{A1} [V]	Napětí na cloně A2 U_{A2} [V]
≤ 50	300	500	550	1000
100	300	500	550	1000
200	300	500	550	1000
300	300	500	520	1000
400	300	320	520	1000

Uvedeným detektorem bylo možné pozorovat napěťový kontrast v rozsahu tlaků vodních par od 30 Pa do 420 Pa.

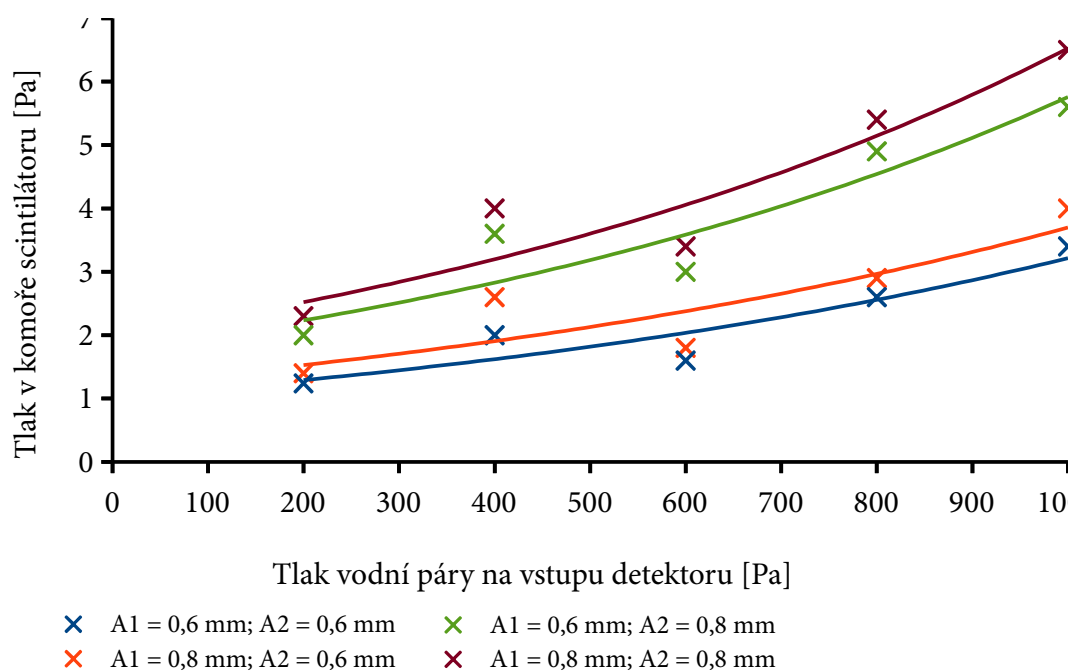
6.6 Optimalizace proudění plynů detektorem změnou clony A1

Následné práce byly spojeny s optimalizací proudění plynů detektorem s cílem udržení tlaku v komoře scintilátoru do 5 Pa při tlaku 1000 Pa vodních par v komoře vzorku a s tím spojených možnostmi zlepšení detekce sekundárních elektronů. Nejprve byly provedeny simulace proudění plynů detektorem pro různé kombinace clon A1 a A2 s otvory o průměrech 0,6 mm a 0,8 mm, při tlacích vodních par 200, 400, 600, 800 a 1000 Pa na vstupu detektoru. Simulace byly prováděny v počítačovém programu Cosmos FloWorks. Grafické znázornění výstupu simulací tlaku v detektoru, při použití tlak omezujících clon A1 a A2 s otvory o průměrech 0,6 mm je na Obr. 6.11. Výsledky uskutečněných simulací jsou shrnuty v Obr. 6.12, kde jsou uvedeny vypočtené hodnoty tlaku v komoře scintilátoru v závislosti na tlaku vodních par na vstupu detektoru.



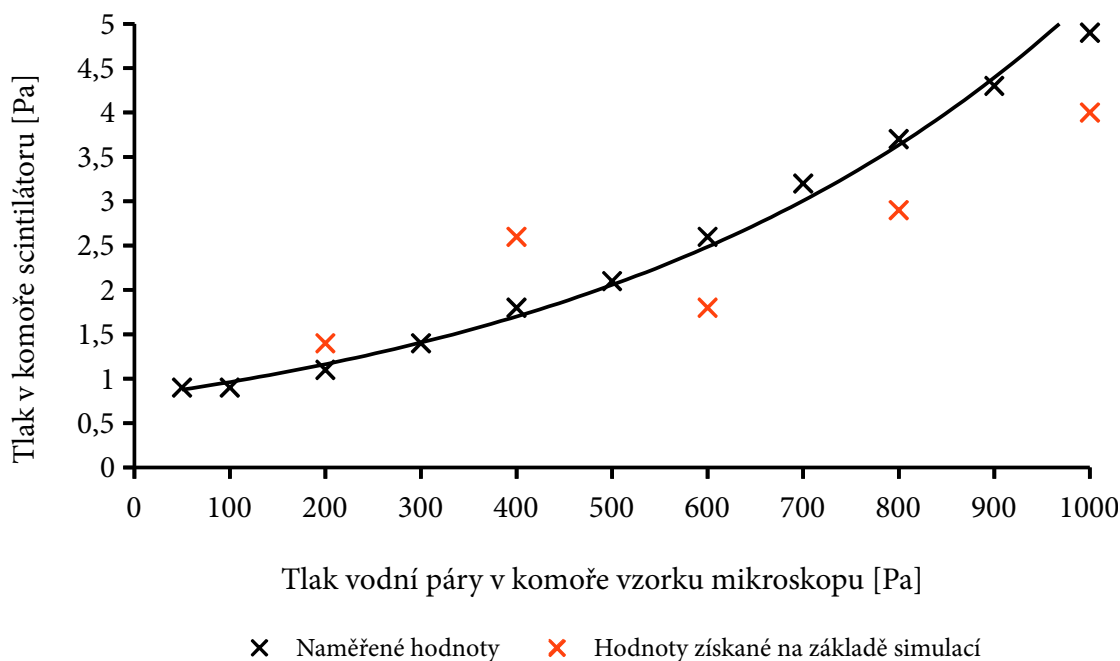
Obr. 6.11: Výstup simulace rozložení tlaků v SSED. Simulace provedena v počítačovém programu Cosmos FloWorks. Tlak na ústí detektoru $P = 1000$ Pa vodních par [39].

Počítačové simulace proudění plynů, na základě jejichž výsledků byly vyneseny závislosti na Obr. 6.12, naznačily, že velikost otvorů ve cloně A1 výrazněji neovlivňuje hodnotu tlaku u scintilátoru. Z uvedeného důvodu byla clona A1 o průměru otvoru 0,6 mm nahrazena clonou o průměru 0,8 mm a následovalo proměření závislosti tlaku v komoře scintilátoru na tlaku v komoře vzorku mikroskopu pro tuto kombinaci clon.



Obr. 6.12: Závislost tlaku v komoře scintilátoru na tlaku vodní páry na vstupu detektoru stanovená počítačovou simulací v programu Cosmos FloWorks pro různé kombinace průměru otvorů ve clonách A1 a A2.

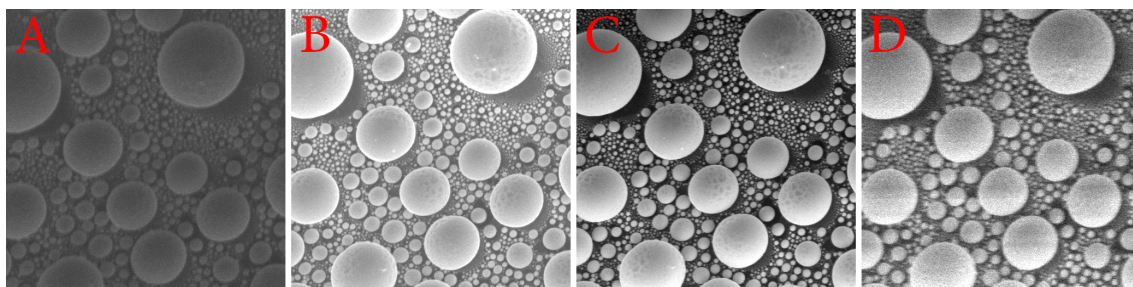
Porovnání naměřené závislosti a závislosti získané simulací pro průměry otvorů ve clonách A1 = 0,8mm a A2 = 0,6 mm je vyneseno v grafu na Obr. 6.13.



Obr. 6.13: Závislost tlaku v komoře scintilátoru na tlaku vodních par v komoře vzorku mikroskopu pro clony o velikosti otvorů A1 = 0,8 mm, A2 = 0,6 mm.

Z grafu na Obr. 6.13 lze vyčíst, že změřená hodnota tlaku a hodnota tlaku u scintilátoru získaná simulací se lišila až o 1 Pa. Přesto však lze simulace proudění plynů použít k určení, zda při změně určitého konstrukčního prvku detektoru dojde k nárůstu či poklesu tlaku u scintilátoru oproti stávajícímu stavu.

Následně byl stanoven pracovní rozsah detektoru s clonami o průměrech otvorů $A1 = 0,8$ mm a $A2 = 0,6$ mm pozorováním univerzálního vzorku cínových kuliček na uhlíkovém substrátu (Agar Scientific S1937) viz Obr. 6.14.

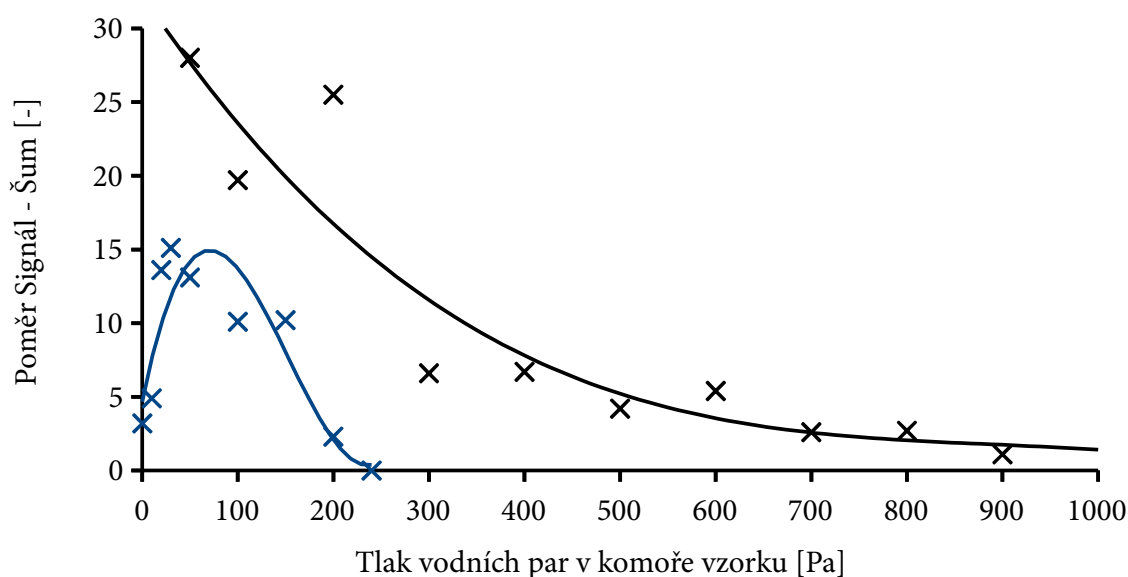


Obr. 6.14: Univerzální vzorek Agar Scientific S1937.

Tlak vodních par v komoře vzorku mikroskopu: A – 0,1 Pa, B – 20 Pa, C – 150 Pa, D – 200 Pa.

Z provedeného pozorování, jehož výstupy jsou vyobrazeny na Obr. 6.14 vyplynulo, že zvětšením průměru otvoru ve cloně A1 z 0,6 mm na 0,8 mm došlo ke zlepšení detekce signálu detektorem v oblasti nízkých tlaků. Nově bylo možné, i když při nízké úrovni signálu a nízkém SNR, získat obraz vzorku již při tlacích 10^{-1} Pa, nad 20 Pa vodních par v komoře vzorku pak kvalitní obraz vzorku. Pro stanovení kvality obrazu byla vynesena závislost velikosti SNR na tlaku vodních par v komoře vzorku mikroskopu pro kombinaci clon s otvory o průměru $A1 = 0,8$ mm a $A2 = 0,6$ mm a porovnána se závislostí SNR na tlaku v komoře vzorku pro původní kombinaci clon s otvory o průměru $A1 = 0,6$ mm a $A2 = 0,6$ mm, vynesená na Obr. 6.15.

Zvětšení otvoru clony A1 však rovněž způsobilo prudký nárůst šumu v obraze při tlacích nad 150 Pa v komoře vzorku, jak je patrné z Obr. 6.14 a nemožnost získat kvalitní obraz vzorku při vyšším tlaku. Z experimentu lze usoudit, že zvětšení otvoru ve cloně A1 způsobuje nežádoucí nárůst šumu v obraze. Následující práce, týkající se optimalizace rozložení tlaků v detektoru, byly zaměřeny na změny otvoru ve cloně A2. Průměr otvoru ve cloně A1 byl nadále volen 0,6 mm nebo menší.



× A1 = 0,6 mm; A2 = 0,6 mm × A1 = 0,8 mm; A2 = 0,6 mm

Obr. 6.15: Závislost SNR na tlaku vodních par v komoře vzorku mikroskopu při standardních pracovních podmínkách viz Kapitola 5.1, pro clony o různých velikostech otvorů.

Přesto daný experiment podpořil myšlenku, že je možné, pomocí optimalizace detektoru, navrhnout detektor schopný pracovat jak v podmínkách nízkého tlaku v komoře vzorku mikroskopu (SEM režim), tak v podmínkách vyšších tlaků v komoře vzorku (ESEM režim).

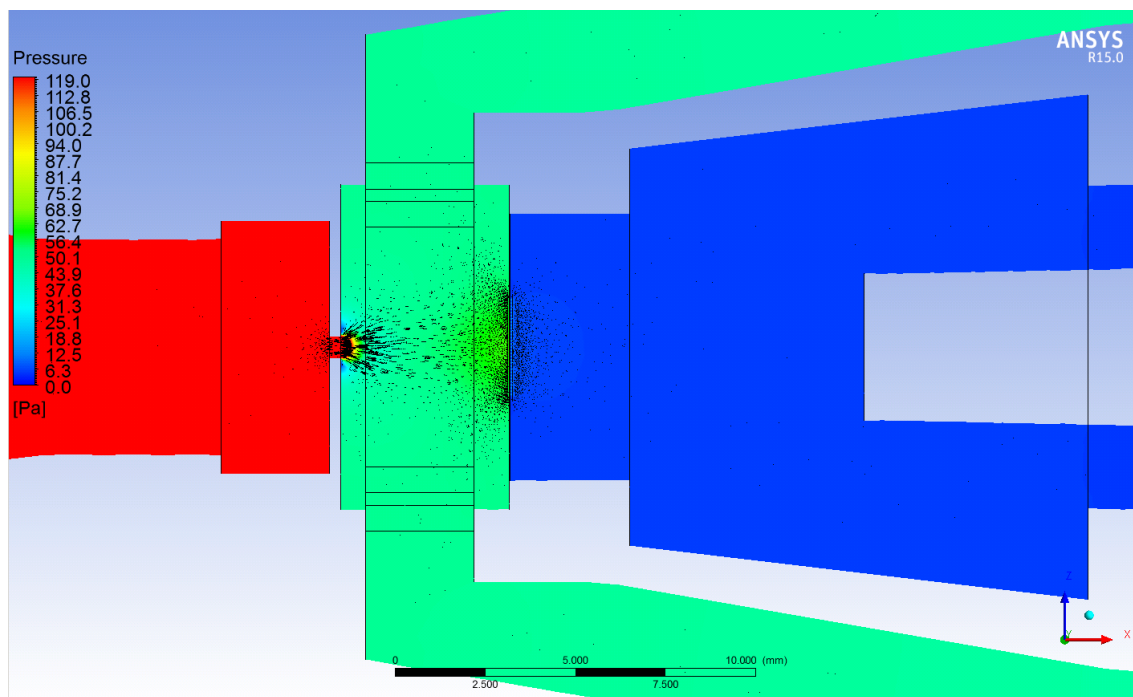
6.7 Optimalizace proudění plynů detektorem změnou clony A2

Pro optimalizaci clony A2 byly využity simulace proudění plynů (vodní páry) clonou v počítačovém programu Ansys a následně simulace drah elektronů v počítačovém programu Simion.

6.7.1 Simulace proudění plynů detektorem

Do programu Ansys byl importován upravený model aktuální verze SSED. Na model detektoru byly přidány záslepky otvorů a trubice simulující délku hadic mezi detektorem a vývěvami. Místo clony A2 s jedním otvorem však byla simulována síťka s 300 oky hexagonálního tvaru. Takovéto síťky se používají jako podložní síťky preparátů v transmisní elektronové mikroskopii. Síťka byla zvažována jako náhrada klasické clony s jedním otvorem. Okrajové podmínky simulace byly nastaveny na čerpání komory scintilátoru vývěvou s čerpací rychlostí 36 m³/hod. a statický tlak na vstupu detektoru byl nastaven na hodnotu 1000 Pa plynného prostředí vodních par. Prostor mezi clonami

byl čerpán vývěvou s čerpací rychlostí 4 m³/hod. Nastavení simulace odpovídalo reálným pracovním podmínkám. Grafický výstup simulace je znázorněn na Obr. 6.16.



Obr. 6.16: Grafický výstup simulace rozložení tlaku v SSED s vyznačenými vektory proudění tekutin.

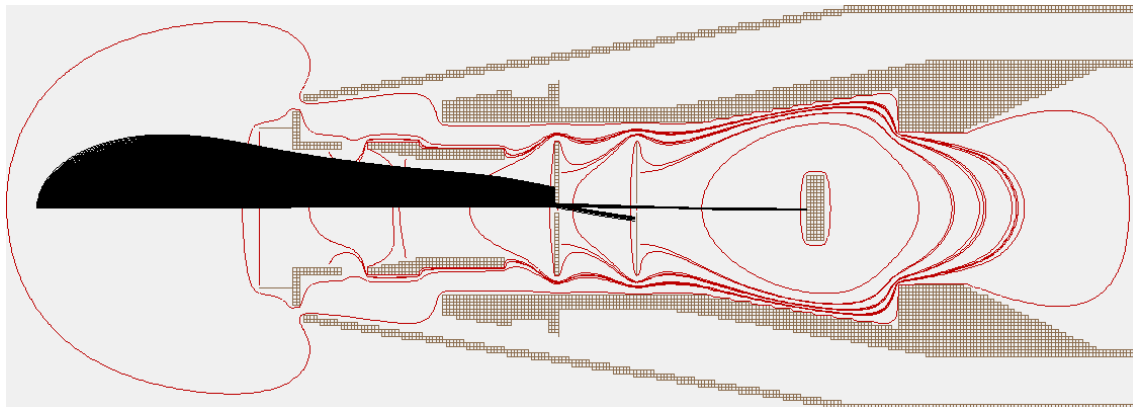
Detailní pohled

Výsledkem simulace byl tlak 2,2 Pa vodní páry u scintilátoru a 38,1 Pa v diferenciální komoře, respektive na místech, kde jsou u detektoru umístěny měrky pro měření tlaku, při tlaku 1000 Pa vodních par na ústí detektoru. Z výsledného simulovaného tlaku 2,2 Pa u scintilátoru se dá předpokládat výrazné zlepšení funkce detektoru z hlediska dosaženého poklesu tlaků. Počítačové simulace proudění plynů v programu Ansys tedy podpořily myšlenku, že klasické clony lze nahradit sítkami s větším počtem malých otvorů, při docílení nižšího tlaku v oblasti scintilátoru [40].

6.7.2 Simulace drah elektronů v programu Simion

Pro zjištění účinnosti detekce sekundárních elektronů scintilačním detektorem sekundárních elektronů pro ESEM byly provedeny simulace drah elektronů detektorem v počítačovém programu Simion viz Obr. 6.17. Simion umožňuje tvorbu jednoduchých modelů s elektrodami z elektricky vodivého materiálu ve vakuu a přiřazení elektrického potenciálu tomuto materiálu. Izolační materiál v programu simulovat nelze. Vzhledem

ke značným omezením použité 32 bitové verze programu byly veškeré simulace prováděny ve 2D modelu detektoru.



Obr. 6.17: Počítačová simulace rozložení elektrostatických polí v SSED s průměry otvorů ve clonách 0,6 mm a drah jednotlivých elektronů s energiemi od 1 do 10 eV s počátečním úhlem pohybu ze vzorku $0^\circ - 90^\circ$ a krokem 2° , počet simulovaných elektronů 450.

Celkem byly vytvořeny a modelovány 3 detektory a to detektor s clonami o průměrech otvorů $A1 = 0,6 \text{ mm}$ a $A2 = 0,6 \text{ mm}$, dále s clonami o průměrech otvorů $A1 = 0,6 \text{ mm}$ a $A2 = 1 \text{ mm}$ a nakonec s clonou s otvorem o průměru $A1 = 0,6 \text{ mm}$ a na místě clony $A2$ s ideální sítkou o průměru 3 mm . Vzhledem k možnostem programu Simion síťka představovala elektrodu, průchozí pro všechny na ni dopadající elektrony.

Pro simulace drah elektronů v programu Simion byl volen počáteční počet elektronů 45 s úhlem úniku $0^\circ - 90^\circ$ z místa umístění středu vzorku a s krokem 2° pro každou simulaci. Všechny simulace byly provedeny pro energii elektronu $1 - 50 \text{ eV}$ s krokem 1 eV , rozdělených po 10 eV . Celkem bylo provedeno 5 simulací pro každý model detektoru a všechny simulace obsahovaly dráhu 450 elektronů. U výsledku jednotlivých simulací byl následně stanoven počet elektronů dopadajících na scintilátor a vyjádřen procentuální podíl dopadajících elektronů, zaznamenaný do Tab. 6.5.

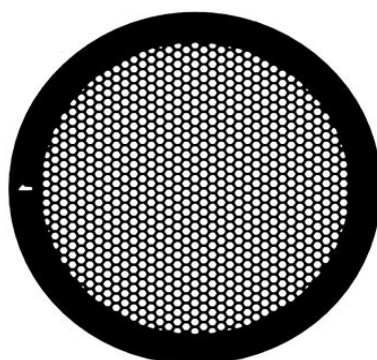
Z výsledků simulací drah elektronů v elektrostatickém poli detektoru vyplynulo, že použití clony s větším otvorem nebo sítky na místě clony $A2$ mírně zvýší efektivitu detekce sekundárních elektronů s energiemi do 20 eV . Vzhledem k celkově nízké účinnosti detekce sekundárních elektronů při simulacích ($4\% - 14\%$), i nárůst detekovaného signálu o 1% by zvýšil celkový počet detekovaných elektronů uvolňujících se ze vzorku.

Tab. 6.5: Výsledky simulací drah elektronů v elektrostatickém poli detektoru

Energie simulovaných sekundárních elektronů [eV]	Počet elektronů dopadajících na scintilátor vyjádřený v [%]		
	Clony s otvory A1 = 0,6 mm; A2 = 0,6 mm	Clony s otvory A1 = 0,6 mm; A2 = 1,0 mm	Clona s otvorem A1 = 0,6 mm a ideální síťka na pozici clony A2
1 – 10	14,2 (viz Obr. 6.17)	15,4	15,6
11 – 20	6,2	6,4	7,1
21 – 30	4,4	4,4	4,4
31 – 40	4,4	4,4	4,4
41 – 50	4,4	4,4	4,4

6.7.3 Měření s použitím různých clon A2

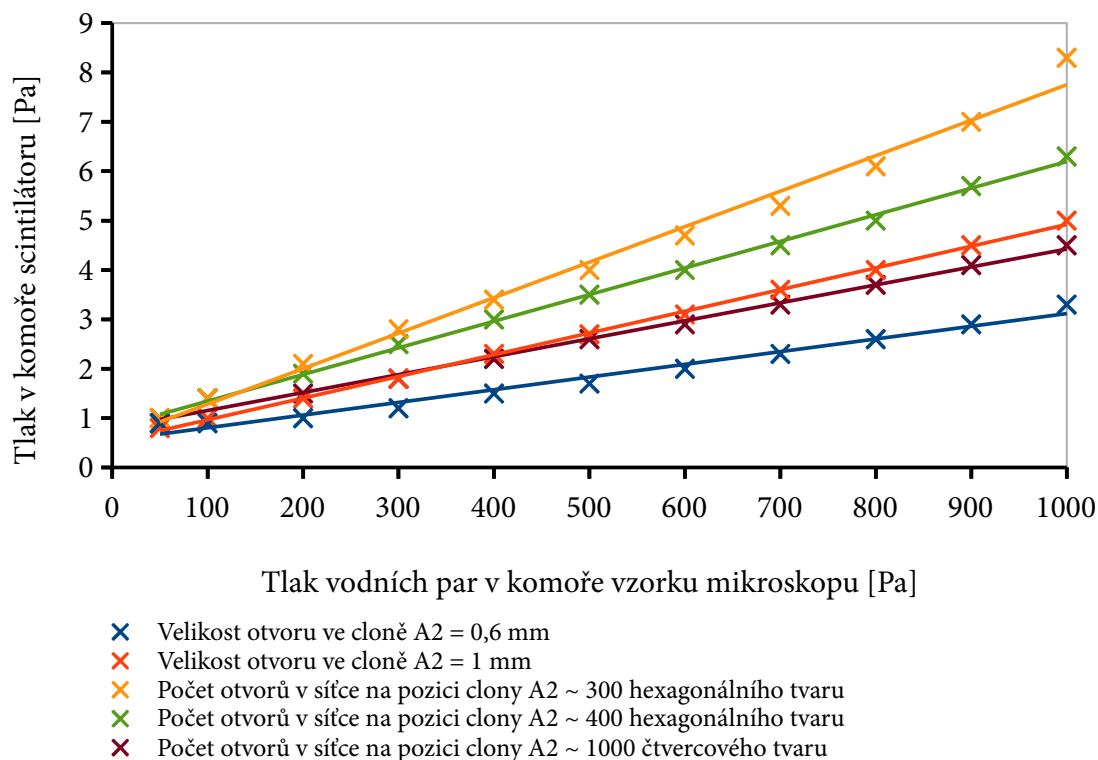
Pro experiment, publikovaný v [40], byla clona A2 s průměrem otvoru 0,6 mm nahrazená clonou s průměrem otvoru 1 mm a též měděnými sítěkami o vnějším průměru 3,05 mm s 300 otvory hexagonálního tvaru, viz Obr. 6.18, 400 otvory hexagonálního tvaru a 1000 otvory čtvercového tvaru. Jedná se o standardní sítěky, využívané pro uchycení vzorku v transmisních elektronových mikroskopech. Standardní tloušťka sítěk je 0,1 mm. Pro detektor byly navrženy a vyrobeny speciální držáky těchto sítěk, umožňující jejich použití na pozici clony A2.



Obr. 6.18: Síťka s 300 oky hexagonálního tvaru [41]

Měření tlaku v komoře scintilátoru na tlaku vodních par v komoře vzorku mikroskopu, graficky zpracované na Obr. 6.19, prokázalo, že při použití clony A1 s otvorem o průměru 0,6 mm a clony A2 s otvorem o průměru do 1 mm, popř. clony A2

s 1000 oky čtvercového tvaru na ploše 3,05 mm, lze dosáhnout tlaku do 5 Pa v komoře scintilátoru, při tlaku 1000 Pa vodních par v komoře vzorku. Při použití clon s 300 a 400 oky hexagonálního tvaru na ploše 3,05 mm nebylo dosaženo požadovaného tlaku pod 5 Pa v komoře scintilátoru, při tlaku 1000 Pa vodních par v komoře vzorku [40].



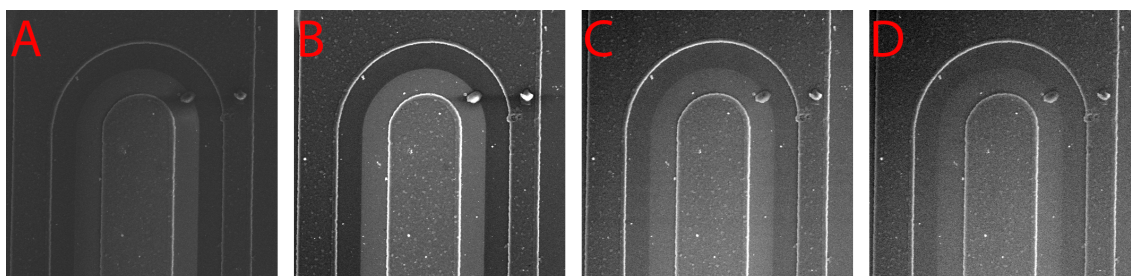
Obr. 6.19: Závislost tlaku v komoře scintilátoru na tlaku vodních par v komoře vzorku mikroskopu při použití různých typů a průměrů otvorů ve cloně A2. Průměr otvoru ve cloně A1 = 0,6 mm [40].

Následně byl stanoven rozsah tlaků vodních par v komoře vzorku mikroskopu, při kterých je možná detekce sekundárních elektronů pozorováním napěťového kontrastu na přechodu báze – emitor výkonného NPN tranzistoru. Při experimentu byla použita clona A1 s otvorem o průměru 0,6 mm. Na pozici clony A2 byla použita clona s otvorem o průměru 1 mm a následně síťka s 1000 oky čtvercového tvaru.

Při použití sítěk s 1000 oky čtvercového tvaru však docházelo při vyšším tlaku v komoře vzorku mikroskopu k jejich opakovaným destrukcím z důvodů velkého rozdílu tlaků mezi diferenciální komorou a komorou scintilátoru. Daný problém se během experimentů nepodařilo vyřešit. Funkční rozsah detektoru byl tak omezen na tlaky 20 Pa až 500 Pa vodních par v komoře vzorku mikroskopu. Pod 20 Pa nebylo možné pořídít obraz vzorku a při dlouhodobém nastavení tlaku nad 500 Pa vodních par v komoře

vzorku docházelo k náhodným destrukcím sítěk. Z uvedených důvodů byly další experimenty se sítěkami pozastaveny.

Výsledek pozorování napěťového kontrastu detektorem osazeným kombinací clon s otvory o průměrech $A1 = 0,6$ mm a $A2 = 1$ mm na Obr. 6.20 ukazuje, že nově bylo možné pozorovat napěťový kontrast v rozmezí tlaku 0,1 – 600 Pa vodních par v komoře vzorku mikroskopu. Napětí na elektrodovém systému detektoru bylo se změnou tlaku vodních par průběžně měněno, pro dosažení nejlepších výsledků. Nevýhodou použití clon s otvory o průměrech $A1 = 0,6$ mm a $A2 = 1$ mm při tlacích nad 650 Pa vodních par v komoře vzorku mikroskopu byl pozorovatelný vzrůstající šum v obraze.



Obr. 6.20: Výkonový NPN tranzistor, přechod báze – emitor, přiložené závěrné napětí $U = 10$ V.

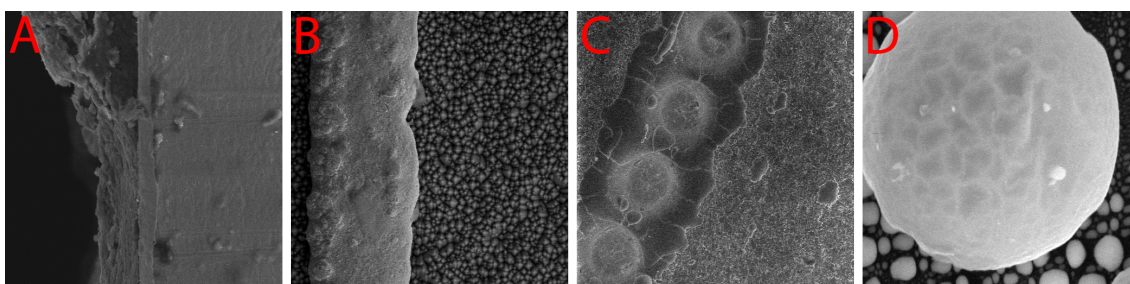
Použitá kombinace clon s otvory o průměrech $A1 = 0,6$ mm, $A2 = 1$ mm

Tlak vodních par: A: 0,1 Pa, B: 50 Pa, C: 500 Pa, D: 600Pa

Následně byla hledána optimální napětí na elektrodách detektoru, která poskytují dostatečně velký signál, bez potřeby změny tohoto napětí s měnícím se tlakem v komoře vzorku mikroskopu. Při experimentech byl využit vzorek platinové fólie na grafitovém válci s otvorem uprostřed viz Obr. 6.21A, vzorek křemíkového fotovoltaického článku viz Obr. 6.21B, vzorek korundové keramiky opracován laserovým paprskem a plazmou viz Obr. 6.21C a vzorek cínových kuliček na uhlíku viz Obr. 6.21D.

Výchozím předpokladem bylo přiložení co nejvyššího napětí na elektrodu E1 pro přiblížení elektrostatického pole detektoru co nejbližší ke vzorku a vzrůstající napětí na elektrodách a clonách elektrodového systému detektoru směrem ke scintilátoru. Zároveň napětí na elektrodách a clonách detektoru nesmělo vyvolávat výboje v plynu nebo nestabilitu detektoru, projevující se postupným světláním obrazu.

Bylo zjištěno, že při tlaku pod 10^{-1} Pa v komoře vzorku mikroskopu má zvyšování napětí na elektrodě E1 nad 300 V minimální vliv na velikost signálu. Optimální napětí



Obr. 6.21: Sada vzorků použitých při stanovování optimálního nastavení napětí na elektrodovém systému detektoru. A – platinová fólie na grafitovém válci s otvorem uprostřed; B – křemíkový fotovoltaický článek; C – korundová keramika opracována laserovým paprskem a plazmou; D – cínové kuličky na uhlíkovém substrátu.

na elektrodě E2 bylo o 10 V větší než na elektrodě E1, bez ohledu na velikost napětí na této elektrodě. Hodnota napětí na cloně A1 = 550 V přinesla největší zesílení signálu při napětích na elektrodách E1 = 300 V a E2 = 310 V. Se zvyšujícím se napětím na cloně A2 rostla velikost signálu, vyšší napětí na této cloně však může vést k výbojům v detektoru.

Při tlacích vyšších než je 10^{-1} Pa platilo, že optimální hodnota napětí na elektrodě E2 byla o 100 V vyšší než hodnota napětí na elektrodě E1. Se vzrůstajícím tlakem nad 150 Pa vodních par v komoře vzorku mikroskopu se optimální rozdíl napětí mezi elektrodami E1 a E2 postupně snižoval až na 10 V (zhruba při tlaku 250 Pa vodních par v komoře vzorku). Se vzrůstajícím tlakem však hrozily elektrické výboje způsobené napětím na cloně A2 = 550 V, proto bylo nezbytné toto napětí postupně snižovat až k hodnotě 440 V. Vzhledem k tomu, že při tlacích nad 1 Pa v komoře vzorku mikroskopu docházelo při napětí 1500 V na cloně A2 k elektrickým výbojům, byla tato hodnota napětí snížena na 1000 V. Souhrn použitelných hodnot napětí pro tuto verzi detektoru je uveden v Tab. 6.6.

Zvětšení otvoru ve cloně A2 vedlo nově k možnosti pozorovat vzorky ve vakuu, resp. při tlacích pod 0,1 Pa v komoře vzorku mikroskopu. Pro rozsah tlaku od vakua do tlaku 650 Pa vodních par v komoře vzorku mikroskopu pak byla stanovena dvě optimální nastavení elektrodového systému detektoru. Nad hodnotu 650 Pa vodních par v komoře vzorku musela být napětí na elektrodovém systému detektoru postupně snižována se vzrůstajícím tlakem, aby nedocházelo k výbojům v detektoru. Maximální

tlak vodních par v komoře vzorku mikroskopu, kdy bylo možné pořídit snímek vzorku byl 900 Pa.

Tab. 6.6: Optimální nastavení elektrodového systému detektoru.

Použitelné při tlaku v komoře vzorku [Pa]	$U_{\text{Grid}} + U_{\text{E1}}$ [V]	U_{E2} [V]	U_{A1} [V]	U_{A2} [V]
$\leq 0,1$	300	310	550	1500 (2000)
1 – 400	300	400	550	1000
100 – 650	300	310	440	1000

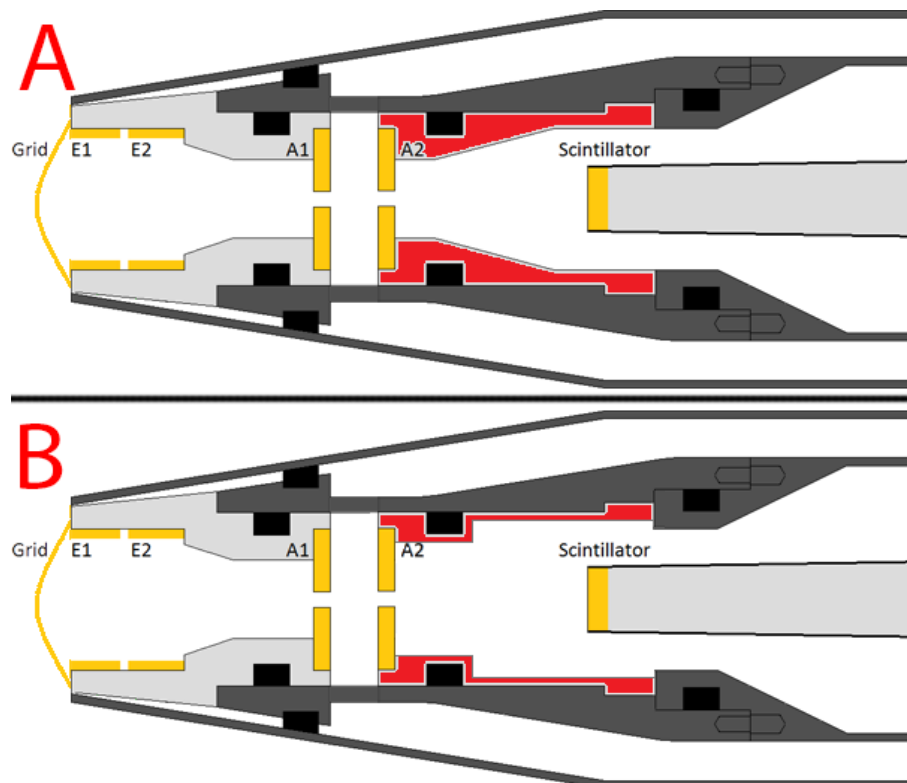
6.8 Úprava konstrukce detektoru za účelem možnosti přiložení napětí až 10 kV na scintilátor

Pro účinnou detekci sekundárních elektronů je potřebné přiložit na tenkou elektricky vodivou vrstvu, vytvořenou na povrchu scintilátoru detektoru, napětí $U_{\text{scint}} = 10$ kV. Stávající konstrukční řešení detektoru s držákem clony A2 z PMMA však umožňovalo trvale přiložit napětí pouze $U_{\text{scint}} = 7$ kV, viz kapitola 6.2. Z daného důvodu došlo k návrhu a realizaci nového držáku clony A2 znázorněného červeně na Obr. 6.22. Nově navržený držák, rovněž z PMMA byl subtilnější, čímž se zvětšila vzdálenost izolačního materiálu jak od osy detektoru, kde se nachází nejvíce elektronů, tak od scintilátoru.

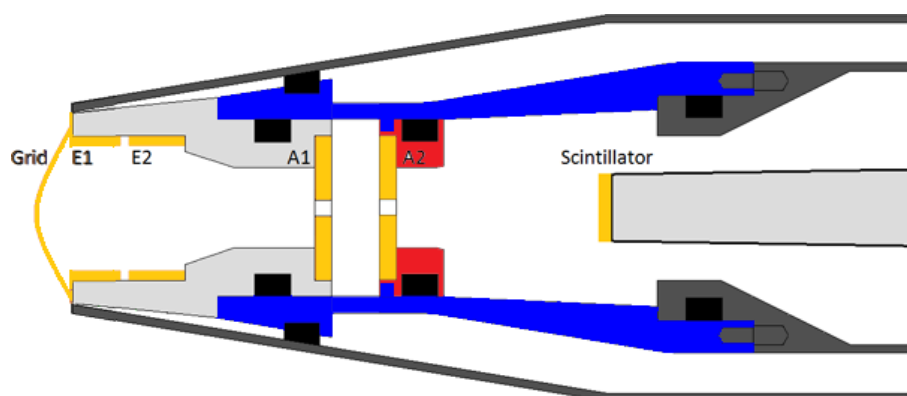
Upravená konstrukce držáku clony A2 umožnila přiložit až 10 kV na scintilátor v environmentálním režimu mikroskopu, při vakuu v komoře vzorku mikroskopu však pouze 9 kV. Vyšší napětí nebylo možné ve vakuu na scintilátor přiložit, neboť docházelo k elektrickým výbojům a částečné nestabilitě detektoru způsobené nabíjením izolačního materiálu.

Na základě této skutečnosti tak dalším krokem bylo naprosté omezení použití izolačních konstrukčních dílů z PMMA v komoře scintilátoru. Z důvodů možnosti uchycení nového držáku clony A2 z PMMA o minimálních rozměrech, musela být zároveň navržena a vyrobena nová přední část detektoru z ocele. Konstrukční změny

detektoru jsou na Obr. 6.23 vyznačeny červeně pro držák clony A2 z PMMA a modře pro přední konstrukční díl z oceli.



Obr. 6.22: Scintilační detektor sekundárních elektronů pro ESEM. A – původní verze detektoru; B – Upravená verze detektoru s novým držákem clony A2.

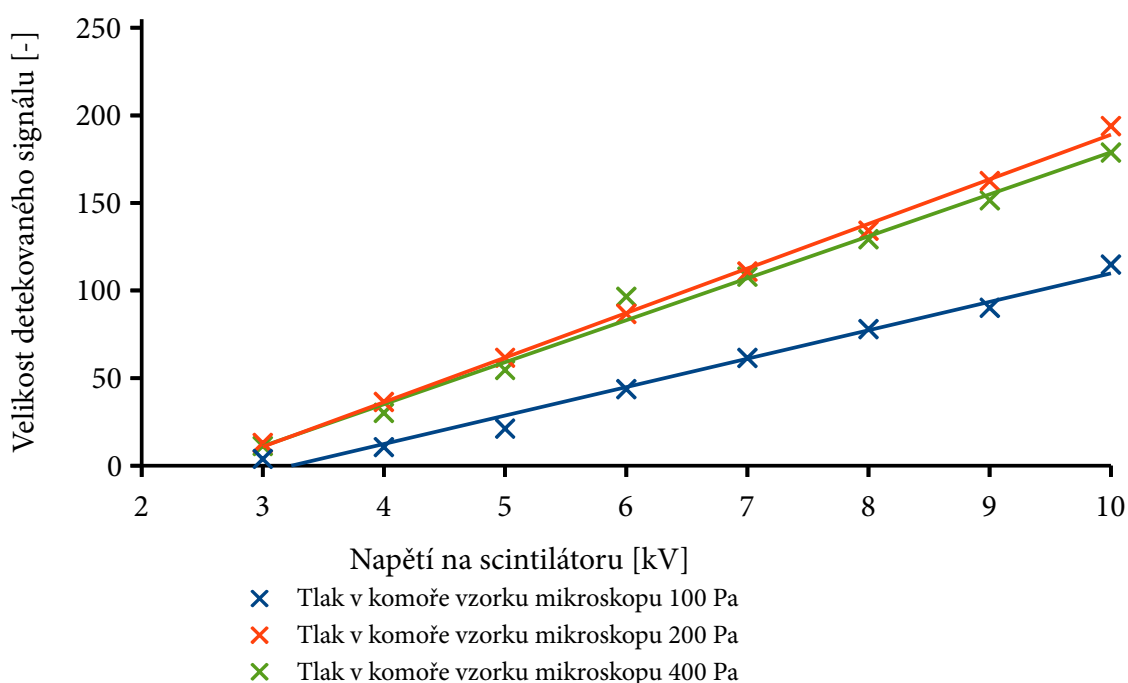


Obr. 6.23: Scintilační SE detektor pro ESEM. Červeně znázorněn nový držák clony A2 z PMMA, modře znázorněn upravený konstrukční díl z oceli.

Uvedené řešení umožnilo trvale přiložit napětí 10 kV na vodivou vrstvu na scintilátoru jak při vakuu v komoře vzorku mikroskopu, tak v environmentálním režimu mikroskopu. Pro ověření zvýšené účinnosti detektoru bylo provedeno měření

velikosti signálu ze vzorku z fólie platiny na grafitovém válci s otvorem uprostřed v závislosti na napětí na vodivé vrstvě na scintilátoru SSED. Experiment byl proveden při tlaku vodních par v komoře vzorku 100, 200 a 400 Pa.

Výsledky měření, vynesené do grafu na Obr. 6.24, ukazují lineární nárůst velikosti detekovaného signálu se vzrůstajícím napětím na vodivé vrstvě scintilátoru detektoru. Nárůst velikosti detekovaného signálu nově upraveným detektorem umožňujícím přiložení napětí 10 kV na scintilátor, oproti předchozí verzi umožňující přiložení napětí maximálně 7 kV, byl pro měřené hodnoty mezi 75 – 85 %. Výpočet byl proveden z tabulky naměřených hodnot uvedené v Příloze I, Tab. I.IX.



Obr. 6.24: Závislost velikosti detekovaného signálu na velikosti napětí na scintilátoru YAG: Ce³⁺ při různém tlaku v komoře vzorku mikroskopu. Průměr otvorů ve clonách A1 = 0,6 mm, A2 = 1 mm

6.9 Využití účinnějších scintilačních materiálů

Pro další zvýšení účinnosti detektoru byl následný postup zaměřen na výměnu stávajícího scintilátoru YAG: Ce³⁺ za scintilátor s vyšší scintilační účinností. Po srovnání parametrů komerčně dostupných scintilačních materiálů byl vybrán materiál CRY-18 české firmy Crytur s.r.o. Z porovnání parametrů scintilátorů YAG: Ce³⁺ a CRY-18, viz Tab. 6.7, je patrné, že CRY-18 má oproti YAG: Ce³⁺ vyšší účinnost a rychlejší odezvu [42], [43]. Nevýhodou CRY-18 oproti YAG: Ce³⁺ je kratší vlnová délka emitovaného

záření a cena scintilátoru. Více o porovnání scintilátorů YAG: Ce³⁺ a CRY-18 lze nalézt např. v [42].

Tab. 6.7: Srovnání vlastností scintilátorů YAG: Ce³⁺ a CRY-18 [42], [43].

	YAG: Ce ³⁺	CRY-18
Hustota [g / cm ⁻³]	4,55	4,5
Index lomu světla[-]	1,82	1,79
Scintilační účinnost [% vzhledem k YAG: Ce ³⁺]	100	150
Vlnová délka emitovaných fotonů [nm]	550	425
Odezva [ms]	70	45

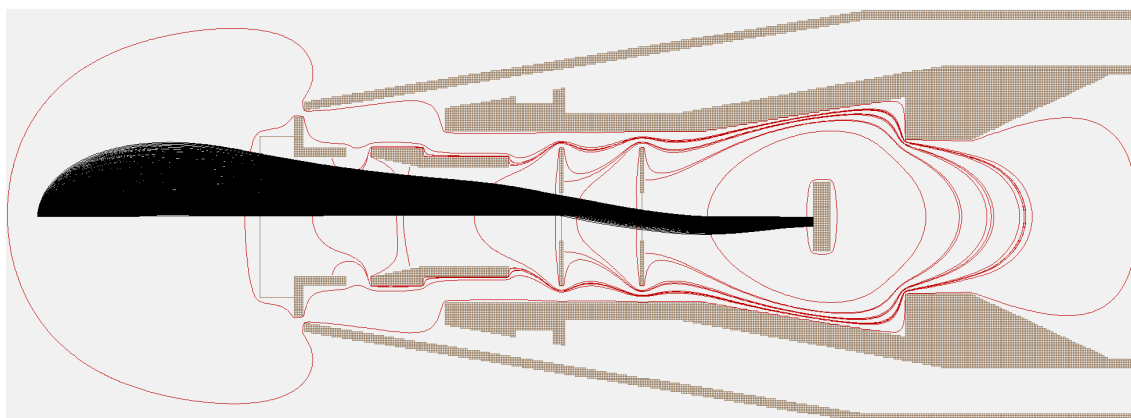
V důsledku kratší vlnové emitovaného záření musel být pro kompletaci detektoru rovněž nově pořízen světlovod z křemenného skla, neboť stávající světlovod z PMMA neumožňoval účinný přenos fotonů o vlnových délkách 425 nm. Dosud používaný fotonásobič Hamamatsu R6094 má navíc při vlnové délce záření 425 nm vyšší účinnost než při vlnové délce 550 nm a své maximální účinnosti dosahuje při 420 nm. Spektrální rozsah fotonásobiče Hamamatsu R6094 je od 300 do 650 nm [33].

Další změnou bylo nahrazení stávající hliníkové vrstvy o tloušťce 50 nm, naprášené na scintilátor za ITO vrstvu o šířce 20 nm. Výhodou ITO vrstvy oproti hliníkové je, že lze použít vrstvu o menší tloušťce, což usnadňuje průlet urychlených elektronů vrstvou. Další nespornou výhodou ITO vrstvy oproti hliníkové je index lomu světla. Zatímco index lomu hliníku je 1,0972, index lomu ITO vrstvy je 1,8270, což odpovídá přibližně indexu lomu použitých scintilačních materiálů uvedených v Tab. 6.7.

Celkově přinesla změna scintilačního krystalu a na něm vytvořené tenké vodivé vrstvy výrazné zvýšení účinnosti detektoru. Zvýšení účinnosti však nemohlo být v laboratorních podmínkách změřeno přímo, neboť při stejném nastavení napětí na elektrodovém systému detektoru a napětí na fotonásobiči, což je nezbytný předpoklad k relevantnímu porovnání změn ve velikosti detekovaného signálu, byl překročen maximální měřitelný rozsah velikosti detekovaného signálu.

6.10 Ověření možnosti použití clon s větším množstvím malých otvorů

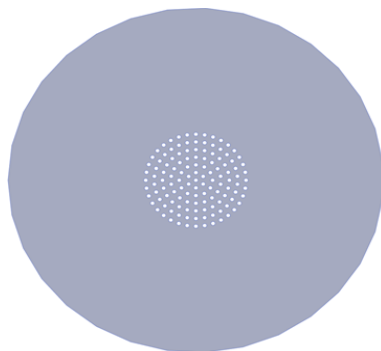
V rámci snížení tlaku v prostoru detektoru při zachování nebo zvýšení účinnosti detekce signálu, byly hledány různé varianty tlak omezujících clon. Byly provedeny počítačové simulace drah elektronů v programu Simion, viz Obr. 6.25, které ukázaly, že při použití zcela transparentních sítěk pro elektrony o průměru otvorů 2,3 mm na pozicích obou clon dojde k detekci 100% elektronů o energiích do 10 eV uvolněných ze vzorku. U detektoru s clonami s velkým počtem malých otvorů se však dá předpokládat určitý pokles velikosti detekovaného signálu oproti simulaci, způsobený konečnou velikostí jednotlivých malých otvorů a jejich vzájemnou vzdáleností.



Obr. 6.25: Počítačová simulace rozložení elektrostatických polí v SSED s transparentními sítěkami a drah jednotlivých elektronů s energiemi od 1 do 10 eV, s počátečním úhlem pohybu $0^\circ - 90^\circ$ a krokem 2° . Počet elektronů 450.

Byla provedena řada simulací proudění plynů s různými clonami, na jejichž základě byly navrženy speciální clony s velkým počtem malých otvorů o průměru 0,1 mm. U konstrukce nově navržených clon bylo navíc využito jevu, že rychlost proudění při stěně otvoru je menší než v ose otvoru, což popisuje průtokový součinitel, který vyjadřuje tzv. efektivní průtočný průřez. Výsledkem simulací byl návrh clon s velkým počtem otvorů o průměru 0,1 mm, které však propustí stejné množství proudícího plynu jako clona s jediným centrálním větším otvorem. Výhodou daného řešení je skutečnost, že celkový průřez všech malých otvorů je větší než průřez jediného většího otvoru. Např. simulace ukázaly, že clonou o průměru otvoru 0,6 mm bude protékat přibližně stejné množství plynu jako clonou se 127 otvory o průměru 0,1 mm umístěnými na kruhové

ploše o průměru 2,5 mm, zobrazené na Obr. 6.26. Přitom celková plocha otvorů je u clony z Obr. 6.26 třikrát větší, než plocha jednoho otvoru o průměru 0,6 mm. Obdobným způsobem byla navržena clona, jejichž efektivní průtočný průřez odpovídal cloně o průměru otvoru 1 mm.



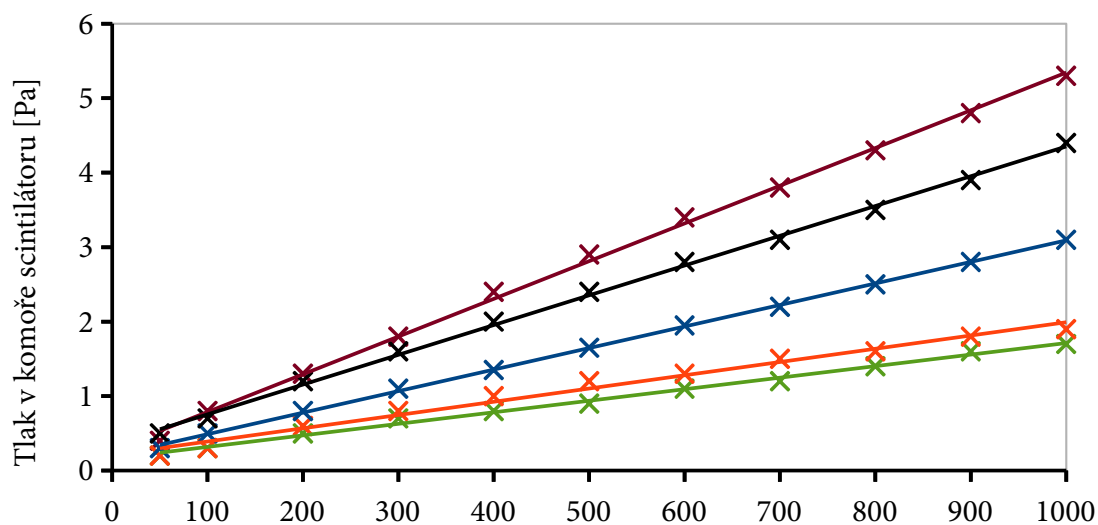
Obr. 6.26: Clona o průměru 9 mm se 127 otvory o průměru 0,1 mm na ploše kruhu o průměru 2,5 mm

Po zkušenostech se sítkami byly clony vyrobeny na zakázku z titanového plechu o tloušťce 0,3 mm. Otvory byly připraveny pomocí laseru. Pro kontaktování clon, byl na titanové sítce nabodován niklový drát.

Následovalo měření tlaku u scintilátoru v závislosti na tlaku v komoře vzorku mikroskopu, pro kombinace různých typů clon. Po proměření všech závislostí bylo zjištěno, že kombinace s jakoukoli clonou obsahující větší množství malých otvorů je lepší než kombinace dvou klasických clon. Výsledky veškerých měření jsou vyneseny v grafu na Obr. 6.27.

V rámci měření s upravenými clonami byl detektor upraven. Zadní clona A2 byla dočasně z detektoru odstraněna a na místě clony A1 byla umístěna clona se 127 otvory o průměru 0,1 s efektivním průtočným průřezem odpovídajícím cloně o průměru otvoru 0,6 mm. Následně bylo realizováno pozorování vzorku platinové fólie na grafitovém válci s otvorem uprostřed, viz Obr. 6.28. Vzhledem k rychle rostoucímu tlaku v komoře scintilátoru při zvyšování tlaku vodních par v komoře vzorku mikroskopu však bylo provedeno pouze pozorování ve vakuu.

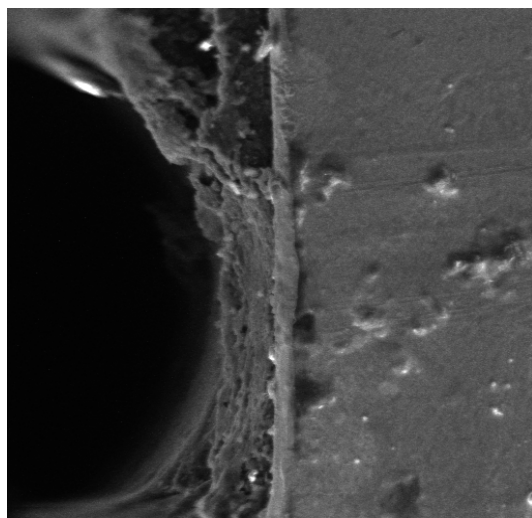
Vzhledem k tomu, že se nepodařilo pořídit obraz vzorku při použití dvou clon s velkým počtem malých otvorů, popř. při kombinaci klasické clony s jedním otvorem s clonou s velkým počtem malých otvorů se však přínos tohoto řešení neprokázal.



Tlak vodních par v komoře vzorku mikroskopu [Pa]

- × Clona o průměru otvoru A1 = 0,6 mm; Clona o průměru otvoru A2 = 1,0 mm
- × Clona jejichž efektivní průtočný průřez odpovídá cloně o průměru otvoru A1 ~ 0,6 mm; Clona o průměru otvoru A2 = 1,0 mm
- × Clona o průměru otvoru A1 = 0,6 mm; Clona jejichž efektivní průtočný průřez odpovídá cloně o průměru otvoru A2 ~ 1 mm
- × Clona jejichž efektivní průtočný průřez odpovídá cloně o průměru otvoru A1 ~ 0,6 mm; Clona jejichž efektivní průtočný průřez odpovídá cloně o průměru otvoru A2 ~ 1 mm;
- × Clona jejichž efektivní průtočný průřez odpovídá cloně o průměru otvoru A1 ~ 1 mm; Clona jejichž efektivní průtočný průřez odpovídá cloně o průměru otvoru A1 ~ 1 mm;

Obr. 6.27: Závislost tlaku u scintilátoru na tlaku vodních par v komoře vzorku mikroskopu pro různé typy clon A1 a A2



Obr. 6.28: Pt na C válci s otvorem uprostřed. Snímek pořízen upraveným detektorem s clonou o 127 otvorch na pozici clony A1, bez clony A2. Tlak v komoře vzorku mikroskopu: 0,1 Pa.

Nemožnost pořídit obraz vzorku detektorem osazeným clonami s velkým počtem malých otvorů lze zřejmě přisoudit příliš velké vzdálenosti jednotlivých malých otvorů. V případě použití dvou clon s velkým počtem malých otvorů pak nebylo možné dát jednotlivé malé otvory v obou clonách do zákrytu. Vzhledem k celkové finanční náročnosti experimentu a nejistým výsledkům byly další experimenty se clonami o velkém počtu malých otvorů ukončeny. Další optimalizace detektoru byly nadále soustředěny na varianty s clonami A1 a A2 s jedním otvorem uprostřed.

6.11 Optimalizované řešení detektoru se scintilátorem CRY-18

Během řešení práce byla na detektoru provedena řada úprav. Součástky z izolačního materiálu POM byly nahrazeny materiálem PMMA. Na vstup detektoru byla přidána sběrná síťka. Dále byla provedena konstrukční změna přední části detektoru z oceli a držáku clony A2. Poslední významnou změnou pak bylo nahrazení scintilátoru YAG:Ce³⁺ s naprášenou tenkou hliníkovou vrstvou za scintilátor CRY-18 s ITO vrstvou. Všechny tyto změny vycházející i z modelování elektrostatických polí detektoru a proudění plynů v něm zvýšily účinnost detektoru. Během prací na detektoru byly provedeny i úpravy, jež měly nahradit clony s jedním otvorem uprostřed za síťky či clony s velkým počtem malých otvorů. Od těchto úprav se očekávalo dosažení jak lepšího čerpání plynů v jednotlivých částech detektoru, tak zvýšení účinnosti detekce signálních elektronů. Přínos takovýchto řešení však nebyl potvrzen.

Celkové provedené změny v konstrukci detektoru přinesly kromě zvýšení jeho účinnosti i značné změny v chování detektoru a možnost přikládat mnohem vyšší napětí na celý elektrodový systém detektoru. Z uvedených důvodů byly další kroky opět zaměřeny na stanovení nové optimální kombinace clon pro upravenou verzi detektoru. Vzhledem k vysoké účinnosti upraveného detektoru byl tentokrát kladen větší důraz na velikost poměru signál – šum i za cenu snížení velikosti detekovaného signálu.

Z měření provedených v kapitole 6.6 je patrné, že zvětšování otvoru ve cloně A1 přímo ovlivňuje nárůst šumu v obraze vzorku. Tento jev lze přisoudit vzrůstajícímu tlaku v diferenciální komoře detektoru. Velikost otvoru ve cloně A1 však rovněž pozitivně ovlivňuje velikost detekovaného signálu. Z výsledků uvedených v kapitole 6.7 pak vyplývá, že zvětšení otvoru ve cloně rovněž A2 přispívá ke zvýšení detekovaného signálu,

ale negativně se projevuje zvýšením tlaku u scintilátoru. Proto je nezbytné volit vhodnou kombinaci clon s ohledem na velikost detekovaného signálu, množství šumu v obraze a tlak v komoře scintilátoru detektoru.

Doposud byla na pozici clony A1 zachovávána clona s otvorem o průměru 0,6 mm a na pozici A2 clona o průměru otvoru 1 mm, což poskytlo dostatečnou účinnost detektoru. Nevýhodou se jevilo, že optimální napětí na elektrodovém systému detektoru, viz Tab. 6.6, bylo možné udržovat pouze do hodnoty 650 Pa vodní páry v komoře vzorku mikroskopu. Při vyšších tlacích bylo potřebné tato napětí snižovat, což vedlo k poklesu velikosti detekovaného signálu sekundárních elektronů. Řešením se jevilo zmenšení otvoru ve cloně A1, při zachování nebo zvětšení otvoru ve cloně A2, což by mělo přinést nižší šum v obraze vzorku při vyšších tlacích v komoře vzorku mikroskopu a zároveň umožnit udržení optimálního napětí na elektrodovém systému detektoru i při vyšších tlacích. Doposud tento postup nebyl možný, neboť už při kombinaci clon s otvory o průměrech 0,6 mm na pozici clony A1 a 1 mm na pozici clony A2 byl signál ve vakuu velice nízký a další zmenšení otvoru ve cloně A1 by jej dále snížilo. Změny konstrukce detektoru, popsané v kapitole 6.8 a použití nového scintilačního materiálu uvedené v kapitole 6.9 však značně zvýšily účinnost detektoru, což umožnilo zabývat se myšlenkami na další změny průměru otvorů ve clonách za účelem rozšíření pracovního rozsahu detektoru od vakua do 1000 Pa vodních par v komoře vzorku mikroskopu při nízké úrovni šumu.

Stanoveným cílem tedy bylo zjištění nejlepší použitelné kombinace clon pro upravenou verzi detektoru se scintilátorem CRY-18. Měření byla provedena pro kombinace clon s otvory o průměrech $A1 = 0,3 - 0,7$ mm a $A2 = 1 - 1,5$ mm. Během prací byla proměřena závislost tlaku u scintilátoru a tlaku v diferenciální komoře detektoru na tlaku vodních par v komoře vzorku mikroskopu, závislost velikosti signálu na tlaku vodních par v komoře vzorku mikroskopu a velikost SNR při tlacích 0,1 - 1000 Pa vodních par v komoře vzorku mikroskopu.

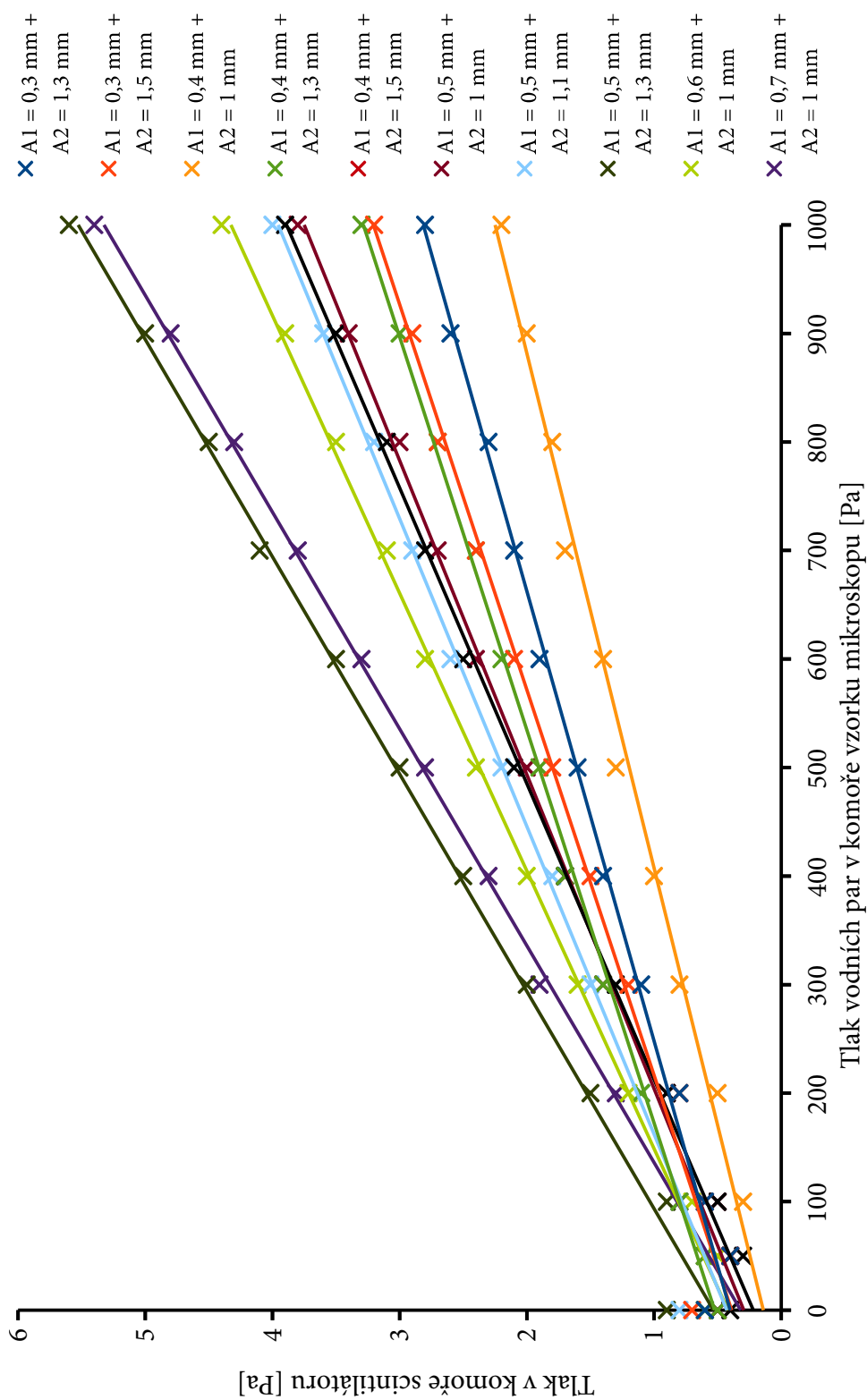
6.11.1 Měření závislosti tlaku v diferenciální komoře a u scintilátoru na tlaku vodních par v komoře vzorku mikroskopu

Měření vlivu velikosti otvorů ve clonách A1 a A2 na závislosti tlaku u scintilátoru na tlaku vodních par v komoře vzorku mikroskopu mělo za cíl stanovit maximální nastavitelnou hodnotu tlaku v komoře vzorku mikroskopu, pro kterou hodnota tlaku u scintilátoru nepřesáhne hodnotu 5 Pa. Navíc dosažení nižší hodnoty tlaku v komoře scintilátoru je vždy výhodnější zejména z hlediska možnosti vzniku nežádoucích výbojů.

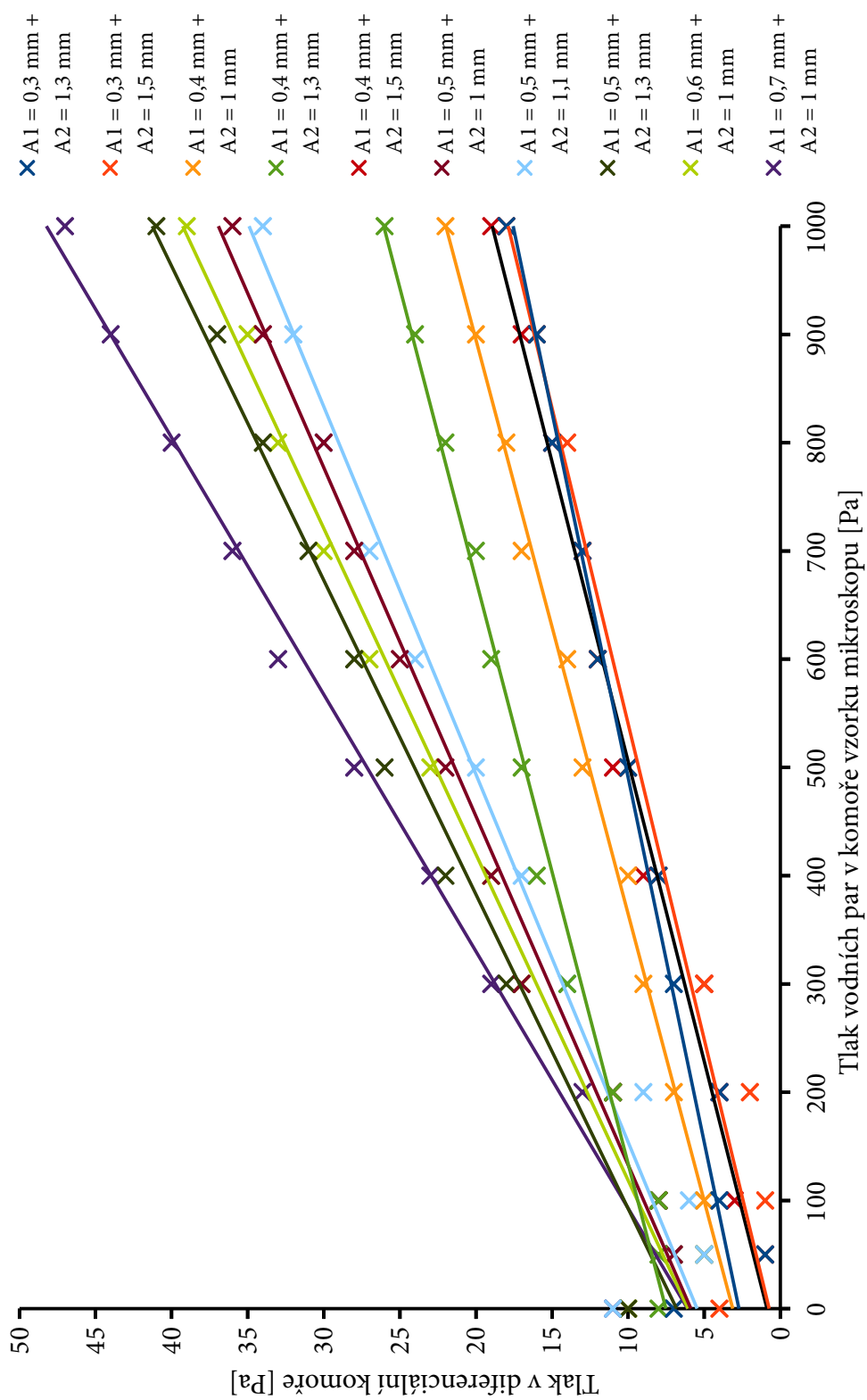
Výsledky měření tlaku v komoře scintilátoru na tlaku vodních par v komoře vzorku mikroskopu jsou zobrazeny na Obr. 6.29.

Z grafu na Obr. 6.29 lze vyčíst, že až na kombinace clon s otvory o průměrech $A1 = 0,5 \text{ mm}$, $A2 = 1,3 \text{ mm}$ a $A1 = 0,7 \text{ mm}$, $A2 = 1 \text{ mm}$ splňovaly všechny ostatní zvolené kombinace clon podmínku pro udržení tlaku do 5 Pa v komoře scintilátoru, při tlaku 1000 Pa vodních par v komoře vzorku mikroskopu. Nejlepších výsledků pak bylo dle očekávání dosaženo při použití clon s menšími průměry otvorů, kdy vždy platí, že čím je menší průměr otvoru ve clonách, tím je menší tlak v komoře scintilátoru.

Závislosti tlaku v diferenciální komoře detektoru na tlaku vodních par v komoře vzorku mikroskopu jsou vyneseny na Obr. 6.30. Ze závislostí je patrné, že velikost tlaku v diferenciální je přímo ovlivněna velikostí otvoru ve cloně A1. Dalším zajímavým zjištěním je, že zvětšení otvoru ve cloně A2 v kombinaci s malým otvorem ve cloně A1 způsobilo nárůst tlaku v diferenciální komoře, zatímco zvětšení otvoru ve cloně A2 v kombinaci s větším otvorem ve cloně A1 způsobilo pokles tlaku v diferenciální komoře detektoru.



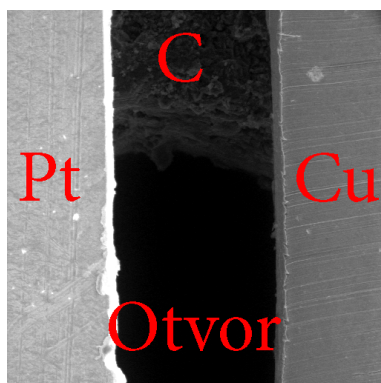
Obr. 6.29: Závislost tlaku v komoře scintilátoru detektoru na tlaku vodních par v komoře vzorku mikroskopu pro různé kombinace průměrů otvorů clon A1 a A2.



Obr. 6.30: Závislost tlaku v diferenciální komoře detektoru na tlaku vodních par v komoře vzorku mikroskopu pro různé kombinace průměrů otvorů clon A1 a A2.

6.11.2 Měření velikosti signálu na tlaku v komoře vzorku mikroskopu pro různé otvory ve clonách A1 a A2

Pro stanovení závislosti velikosti signálu na tlaku vodních par v komoře vzorku mikroskopu byl využit vzorek připravený přilepením platinové a měděné fólie na grafitový válec s otvorem uprostřed, viz Obr. 6.31. Všechna měření probíhala při nastavených standardních podmínkách popsaných v kapitole 5.1. většina měření byla prováděna při napětí 500 V na dynodách fotonásobiče. Pro měření byly stanoveny dva

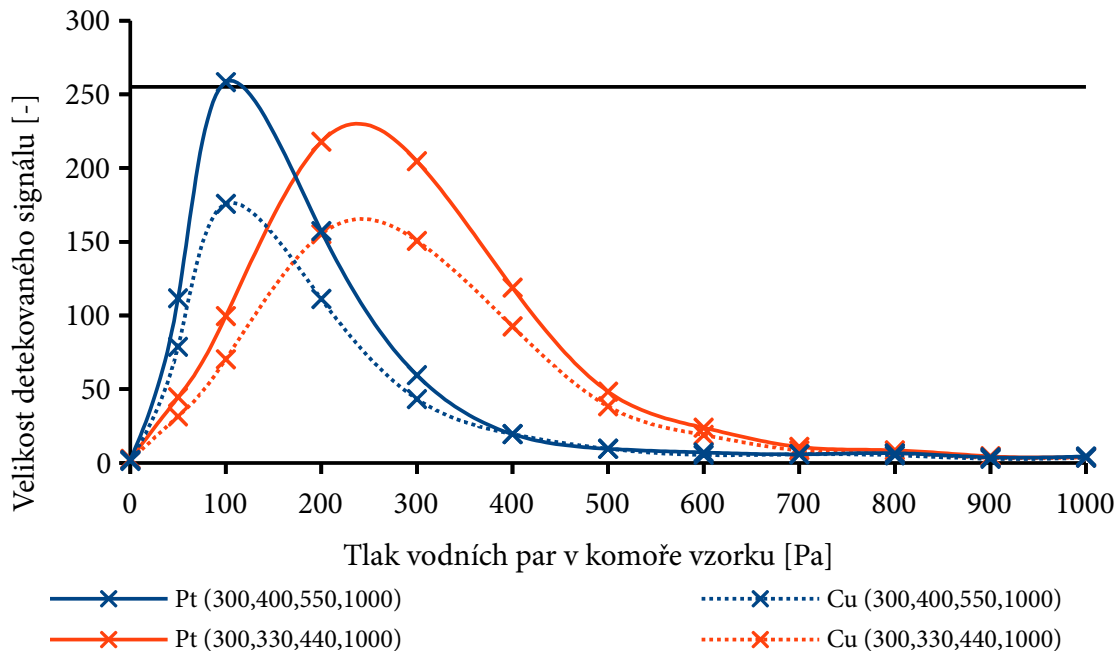


Obr. 6.31: Vzorek platinové a měděné fólie na uhlíkovém válci s otvorem uprostřed

soubory napětí na elektrodovém systému detektoru při nichž byl detektor stabilní a vykazoval dobrý zisk signálu. Napětí byla $U_{E1} = 300 \text{ V}$, $U_{E2} = 400 \text{ V}$, $U_{A1} = 550 \text{ V}$, $U_{A2} = 1000 \text{ V}$ ($U_{A2} = 1500 \text{ V}$ ve vakuu) a $U_{E1} = 300 \text{ V}$, $U_{E2} = 310 \text{ V}$, $U_{A1} = 440 \text{ V}$, $U_{A2} = 1000 \text{ V}$ ($U_{A2} = 1500 \text{ V}$ ve vakuu). V legendách jednotlivých závislostí jsou tato napětí uvedena v závorce. Napětí na tenké vodivé vrstvě scintilátoru bylo při všech měřeních $U_{scint} = 10 \text{ kV}$. Uvedené hodnoty napětí byly udržovány do co nejvyššího tlaku vodních par v komoře vzorku mikroskopu, kdy bylo možné získat obraz vzorku a zároveň nedocházelo k výbojům v detektoru. Poté byly dle potřeby napětí na elektrodovém systému detektoru snižovány. Pokud byly snižené napětí na elektrodovém systému detektoru stále, jsou uvedeny v legendě jejich hodnoty. U některých případů docházelo k situaci, že napětí se musela se vzrůstajícím napětím stále měnit. Z daného důvodu je u dané hodnoty uvedeno pouze „xxx“. U některých kombinací clon lze předem stanovená napětí zvýšit, aniž by to mělo vliv na stabilitu detektoru. V takovém případě je místo hodnot napětí v legendě uvedeno pouze „Optimum“.

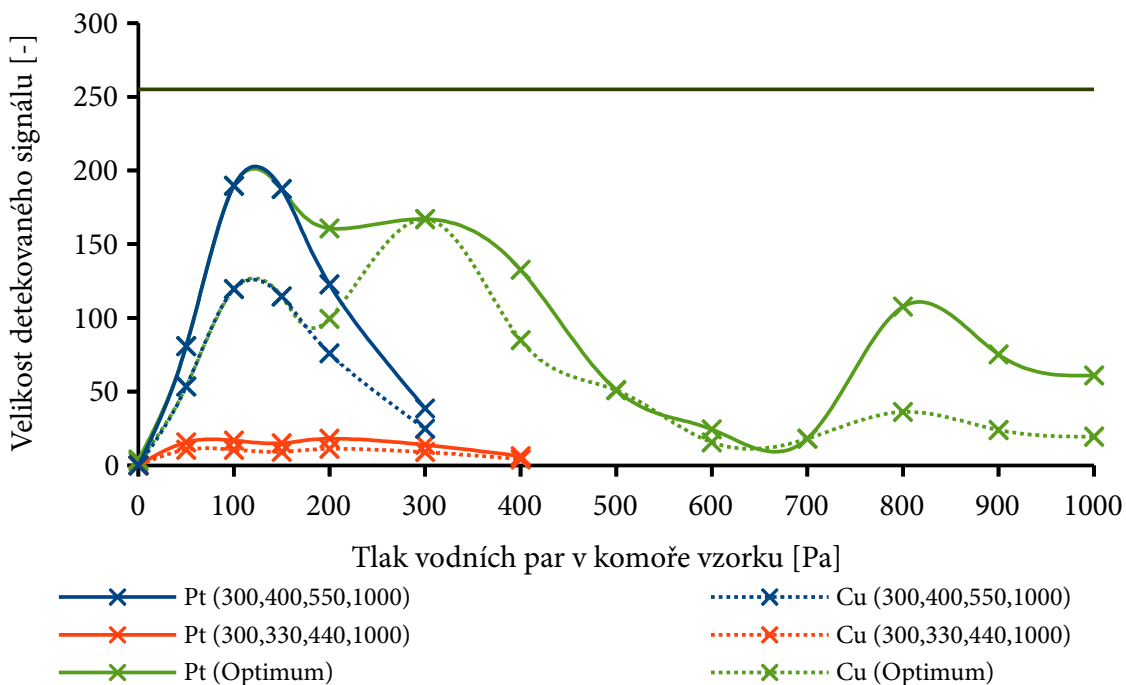
Kompletní sady měření velikosti signálu ze vzorku platinové a měděné fólie na grafitovém válci s otvorem uprostřed v závislosti na tlaku vodních par v komoře

vzorku mikroskopu, pro různé velikosti otvorů ve clonách A1 a A2 jsou uvedeny v grafech na Obr. 6.32 až Obr. 6.41. Každý jednotlivý graf reprezentuje jednu kombinaci clon a danou závislost velikosti signálu z Pt a Cu pro výše uvedená napětí



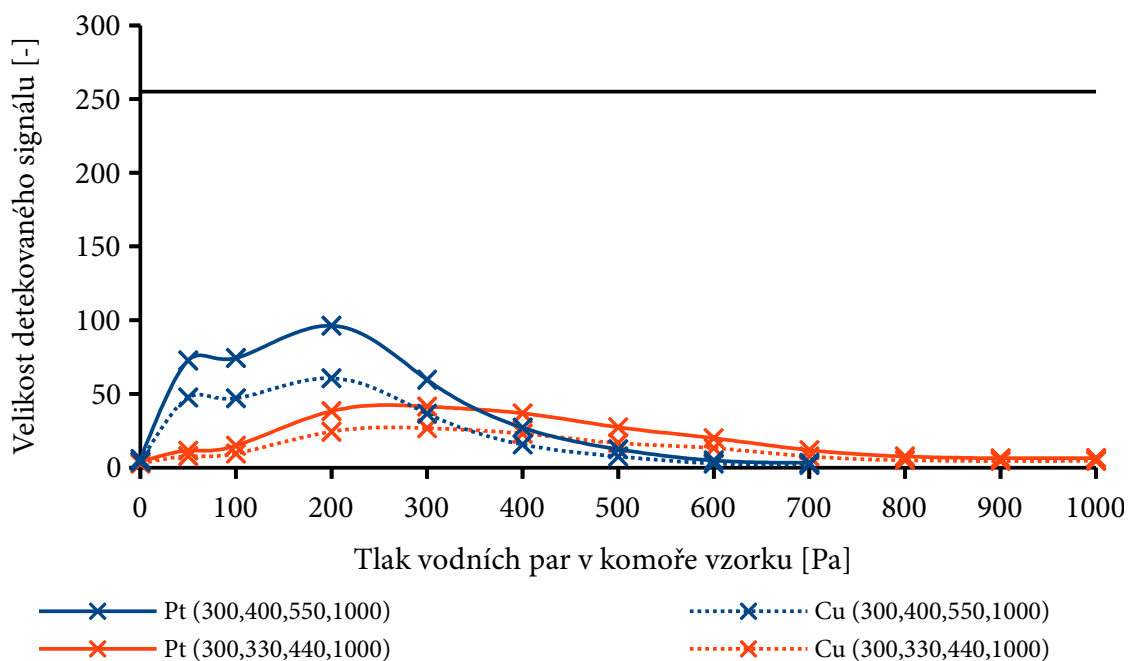
Obr. 6.32: Závislost velikosti signálu na tlaku vodních par v komoře vzorku mikroskopu.

Velikost průměru otvorů ve clonách A1 = 0,3 mm, A2 = 1,3 mm



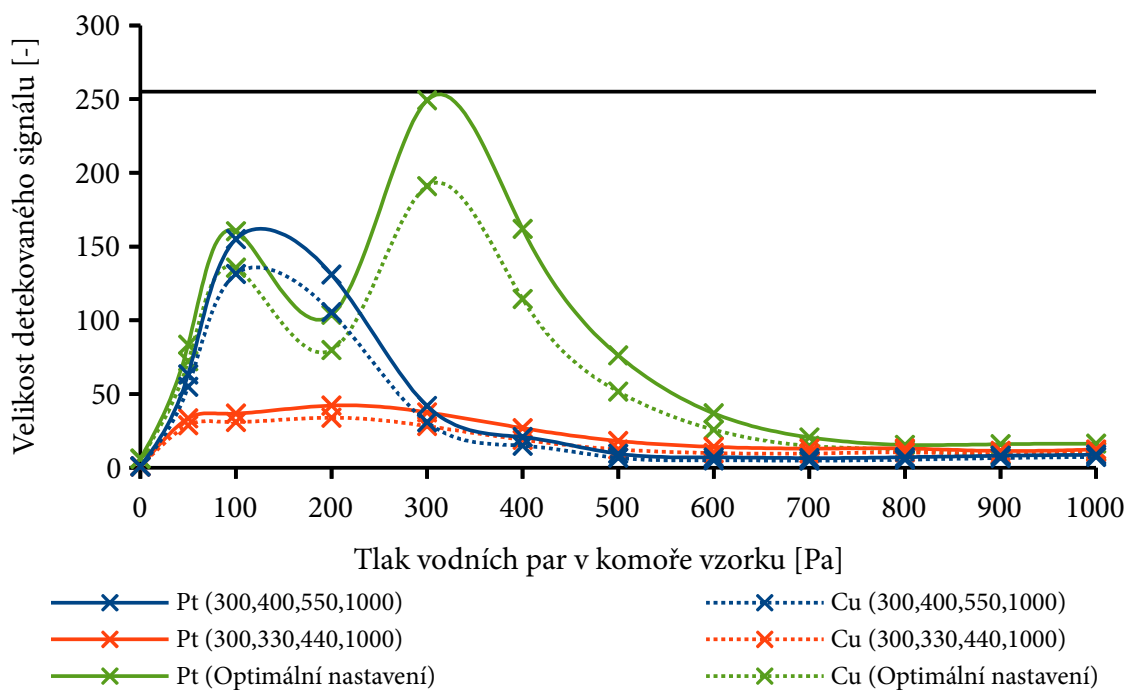
Obr. 6.33: Závislost velikosti signálu na tlaku vodních par v komoře vzorku mikroskopu.

Velikost průměru otvorů ve clonách A1 = 0,3 mm, A2 = 1,5 mm



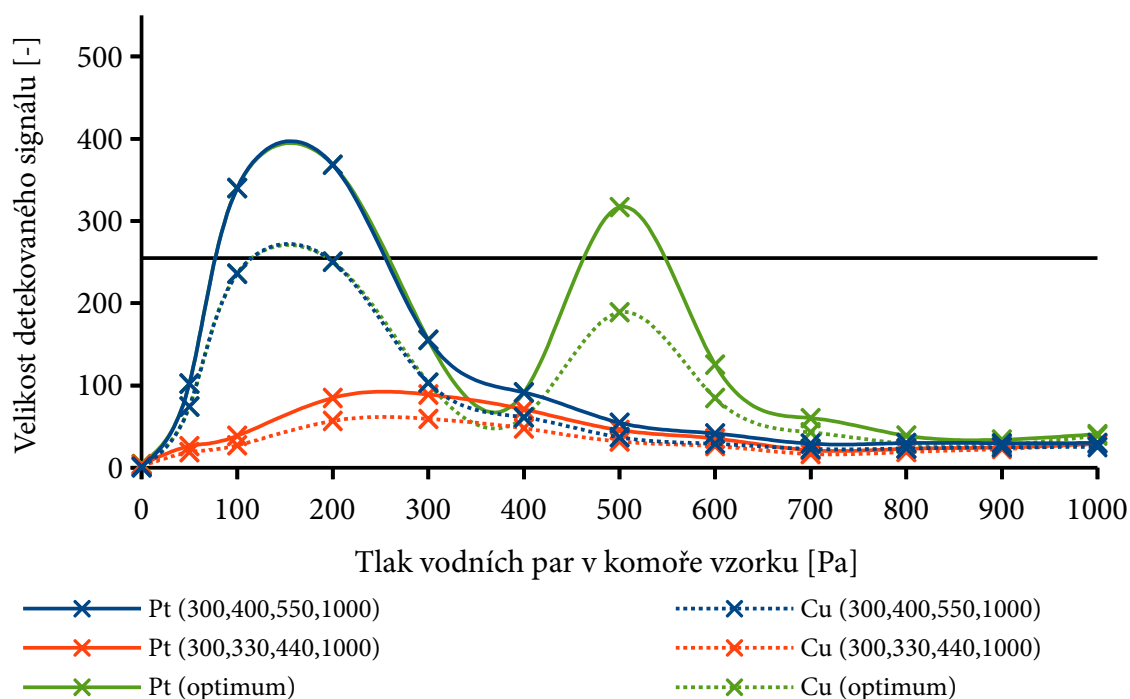
Obr. 6.34: Závislost velikosti signálu na tlaku vodních par v komoře vzorku mikroskopu.

Velikost průměru otvorů ve clonách A1 = 0,4 mm, A2 = 1,0 mm



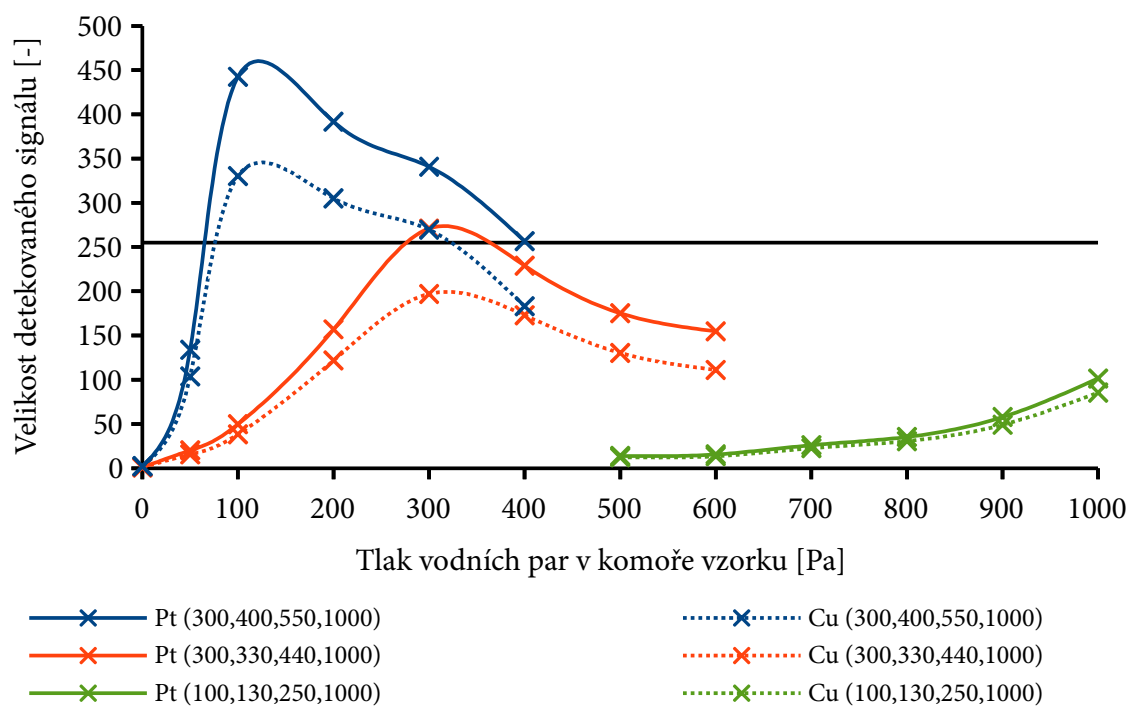
Obr. 6.35: Závislost velikosti signálu na tlaku vodních par v komoře vzorku mikroskopu.

Velikost průměru otvorů ve clonách A1 = 0,4 mm, A2 = 1,3 mm



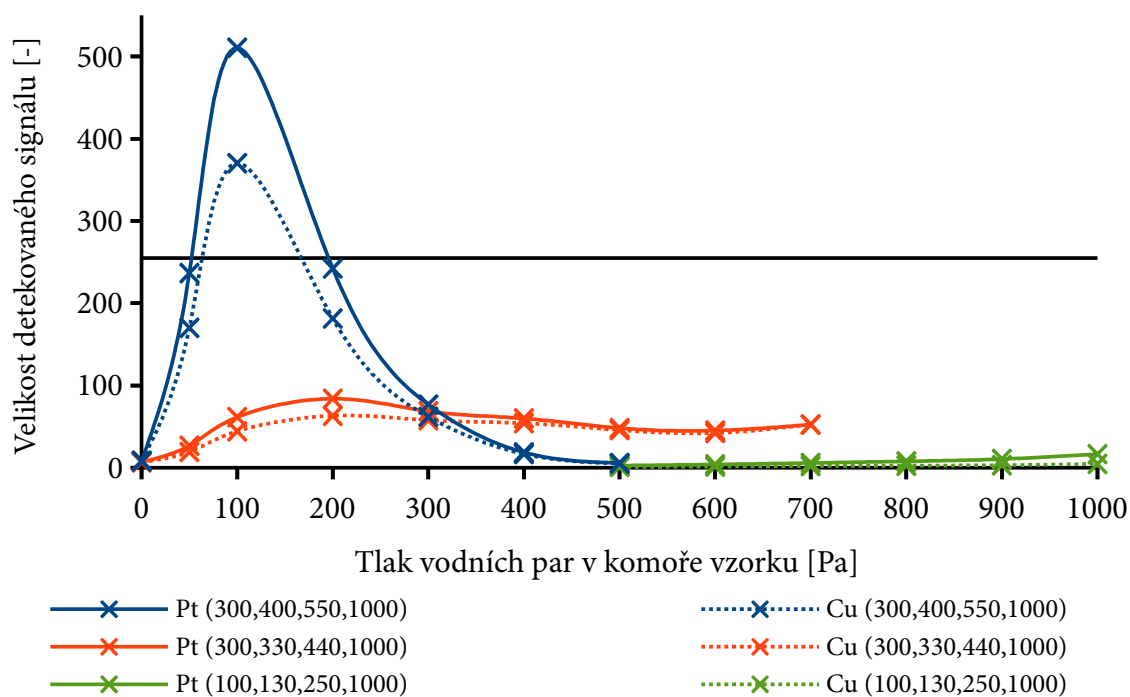
Obr. 6.36: Závislost velikosti signálu na tlaku vodních par v komoře vzorku mikroskopu.

Velikost průměru otvorů ve clonách A1 = 0,4 mm, A2 = 1,5 mm



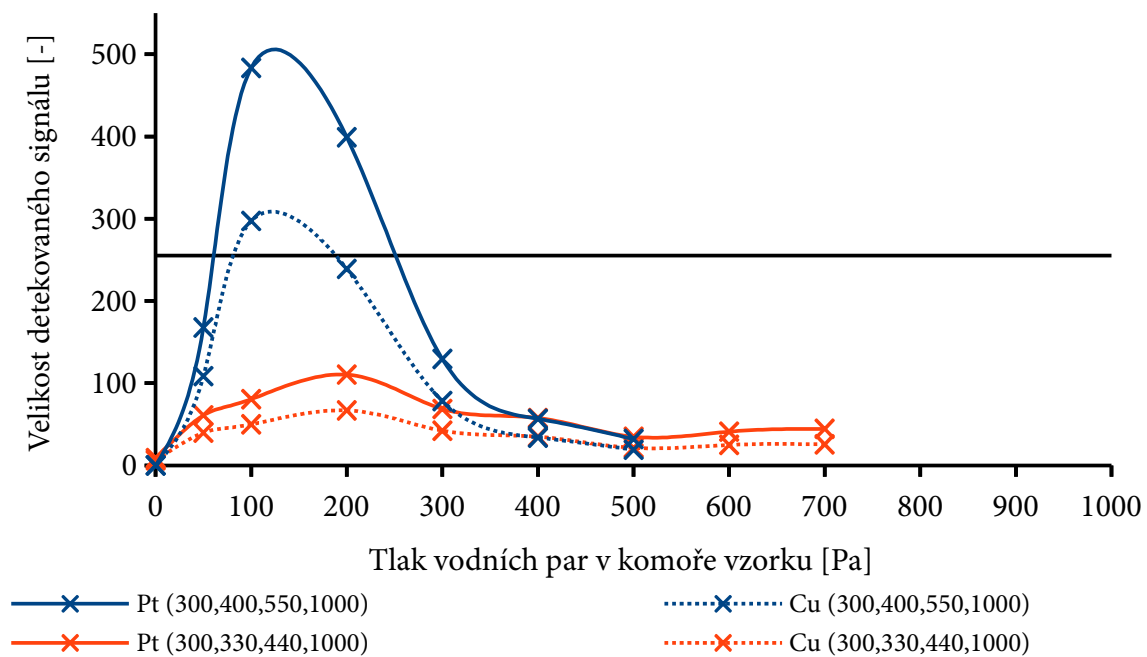
Obr. 6.37: Závislost velikosti signálu na tlaku vodních par v komoře vzorku mikroskopu.

Velikost průměru otvorů ve clonách A1 = 0,5 mm, A2 = 1,0 mm



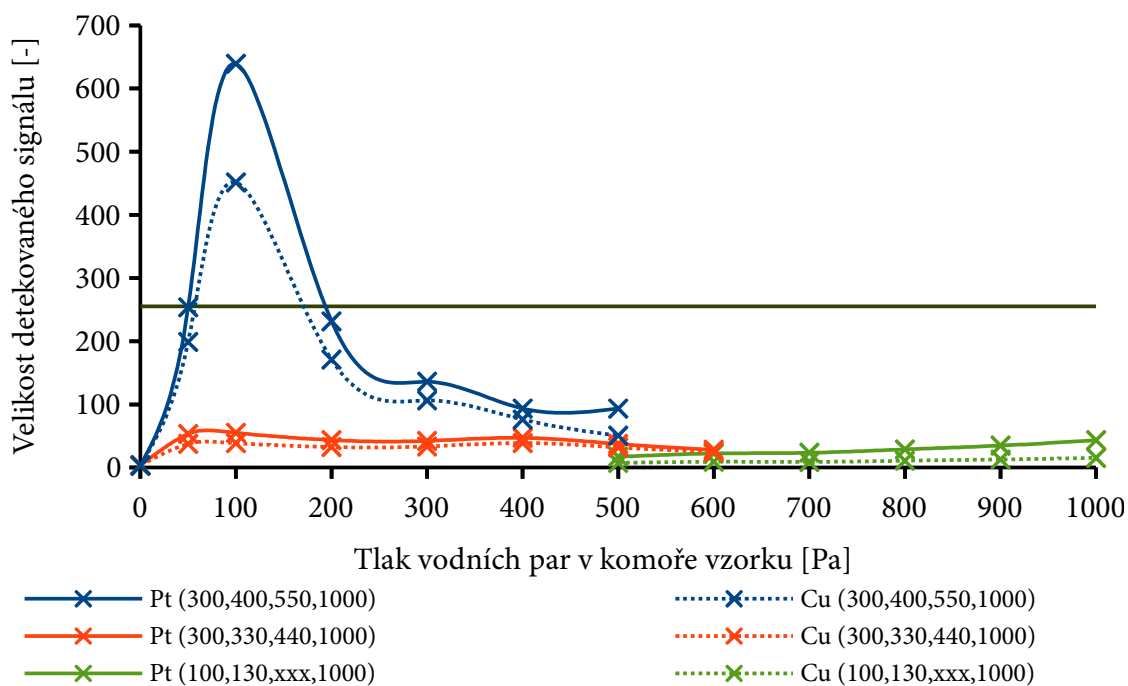
Obr. 6.38: Závislost velikosti signálu na tlaku vodních par v komoře vzorku mikroskopu.

Velikost průměru otvorů ve clonách A1 = 0,5 mm, A2 = 1,1 mm

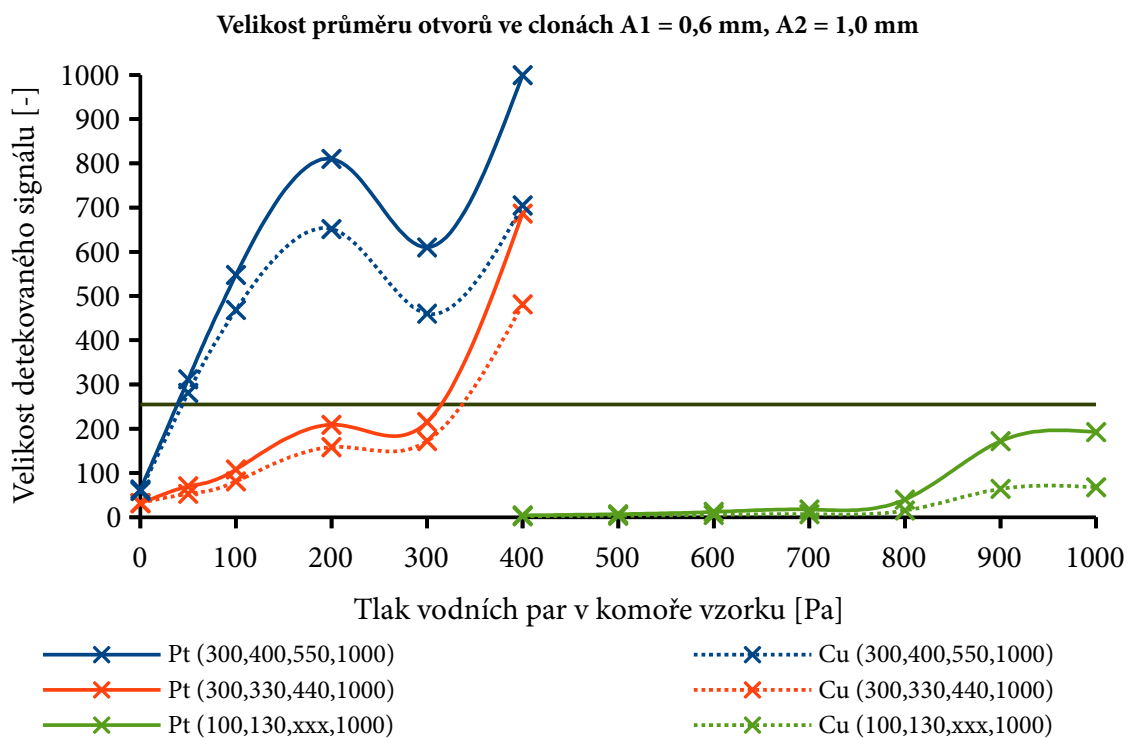


Obr. 6.39: Závislost velikosti signálu na tlaku vodních par v komoře vzorku mikroskopu.

Velikost průměru otvorů ve clonách A1 = 0,5 mm, A2 = 1,3 mm



Obr. 6.40: Závislost velikosti signálu na tlaku vodních par v komoře vzorku mikroskopu.



Obr. 6.41: Závislost velikosti signálu na tlaku vodních par v komoře vzorku mikroskopu.

Velikost průměru otvorů ve clonách A1 = 0,7 mm, A2 = 1,0 mm

na elektrodovém systému detektoru. Vyznačená úroveň 255 v grafech symbolizuje teoretickou maximální hodnotu signálu. Velikosti signálu nad hodnotu 255 jsou přepočteny dle kapitoly 5.2.

Z grafů lze stanovit, že většina kombinací clon je použitelná pro celý rozsah tlaků vodních par. Nejlepších výsledků však, vzhledem k celému rozsahu tlaků, pro který je detektor určen, s ohledem na velikost detekovaného signálu bylo dosaženo při použití clon s otvory o průměrech $A1 = 0,4$ mm a $A2 = 1,5$ mm, resp. $A1 = 0,5$ mm a $A2 = 1,0$ mm.

Kromě uvedených dvou kombinací clon lze případně ještě využít kombinace clon s otvory o průměrech $A1 = 0,3$ mm a $A2 = 1,5$ mm, resp. $A1 = 0,4$ mm a $A2 = 1,3$ mm. Zbývající kombinace velikosti otvorů ve clonách se projevily jako znatelně horší.

6.11.3 Měření velikosti poměru signál - šum na tlaku v komoře vzorku mikroskopu pro různé otvory ve clonách A1 a A2

Cílem měření bylo stanovit nejlepší kombinaci velikosti otvorů ve clonách A1 a A2 vzhledem k velikosti poměru signálu k šumu, pro tlak 0,1 – 1 000 Pa vodních par v komoře vzorku mikroskopu. Při měření byl použit vzorek cínových kuliček na uhlíku. Nastavené zvětšení při pozorování vzorku bylo 15 000x, což odpovídá zornému poli 13,3 μ m. Pracovní podmínky odpovídaly standardním pracovním podmínkám, definovaným v kapitole 5.1. Ze získaných snímků byl metodou popsanou v kapitole 5.3 vypočítán poměr signál – šum. Vypočítané hodnoty jsou uvedeny v Tab. 6.8, zeleně jsou vyznačeny hodnoty, kdy je poměr signál – šum vyšší než 10. Tato hodnota byla určena subjektivně jako mez, kdy se opticky ve snímcích začíná projevovat šum. Červeně jsou pak vyznačeny hodnoty, kdy je poměr signál – šum 0,1 nebo nižší. Při poměru signál - šum pod hodnotou 1 se jeví snímky, dle subjektivního hodnocení, značně zašumělé, hodnota poměru signál – šum 0,1 je mezní pro informace o vzorku.

Ze stanovených hodnot poměru signál – šum vyplývá, že nejlepších výsledků lze dosáhnout s clonami o průměrech otvorů $A1 = 0,4$ mm a $A2 = 1,3$ mm, $A1 = 0,4$ mm a $A2 = 1,5$ mm, $A1 = 0,5$ mm + $A2 = 1,0$ mm.

Tab. 6.8: Poměr signál – šum při tlaku vodních par v komoře vzorku mikroskopu 0,1 - 1000 Pa pro různé velikosti otvorů ve clonách A1 a A2.

Velikost otvorů ve clonách	Tlak v komoře vzorku mikroskopu [Pa]											
	0,1	50	100	200	300	400	500	600	700	800	900	1000
	Poměr signál – šum [-]											
A1 = 0,3 mm; A2 = 1,3 mm	20,8	47,4	20,7	20,5	14,5	7,3	3,8	1,5	0,8	0,4	0,2	0,1
A1 = 0,3; mm A2 = 1,5 mm	1,6	53,3	66,7	53,6	33,3	18,2	7,8	2,5	1	0,5	0,2	0,1
A1 = 0,4 mm; A2 = 1,3 mm	12,7	32,8	36,7	37,3	34,2	15,2	10,7	2,9	1,7	1,1	2	1,4
A1 = 0,4 mm; A2 = 1,5 mm	11,8	69,8	78,5	47,3	43	21,9	31	14,6	6,1	2,5	1,2	0,5
A1 = 0,5 mm; A2 = 1,0 mm	29,6	36,5	37,1	42,6	41,3	37,4	25,8	15,7	6,4	4,5	3	1,9
A1 = 0,5 mm; A2 = 1,3 mm	20,7	27,3	42,2	49,7	45,3	38,7	25,5	13,8	4	3,3	0,1	
A1 = 0,6 mm; A2 = 1,0 mm	18,8	24,3	18,2	14,8	8,7	8,7	4,3	1,2	2,5	3,4	0,8	0,9
A1 = 0,7 mm; A2 = 1,0 mm	27,6	42,7	51	46,5	45,4	10,5	8,6	5,4	2,6	0,1		

6.11.4 Vyhodnocení naměřených výsledků pro optimalizované řešení detektoru se scintilátorem CRY-18

Optimální kombinace velikosti otvorů clon A1 a A2 pro detektor se scintilátorem CRY-18 byly vybrány na základě dosažení dostatečně vysokých hodnot detekovaného signálu v rozmezí tlaků od 0,1 do 1000 Pa vodních par v komoře vzorku mikroskopu při nízké úrovni šumu v obraze vzorku v co největším rozmezí tlaků.

Výsledky měření velikosti signálu a výpočtu SNR ukázaly dvě optimální kombinace clon A1 a A2. Jedná se o kombinace clon s otvory o průměrech A1 = 0,4 mm a A2 = 1,5 mm, resp. A1 = 0,5 mm a A2 = 1,0 mm. Výhodou použití kombinace clon s otvory A1 = 0,4 mm a A2 = 1,5 mm je možnost udržení vysokého napětí na elektrodovém systému detektoru i při tlaku 1000 Pa vodních par v komoře vzorku mikroskopu, což přispívá k lepší detekci sekundárních elektronů. Výhodou kombinace clon s otvory A1 = 0,5 mm a A2 = 1,0 mm je vyšší hodnota velikosti signálu,

a to především ve vakuu. Tlak u scintilátoru se pro jednotlivé kombinace clon lišil pouze o 0,1 Pa.

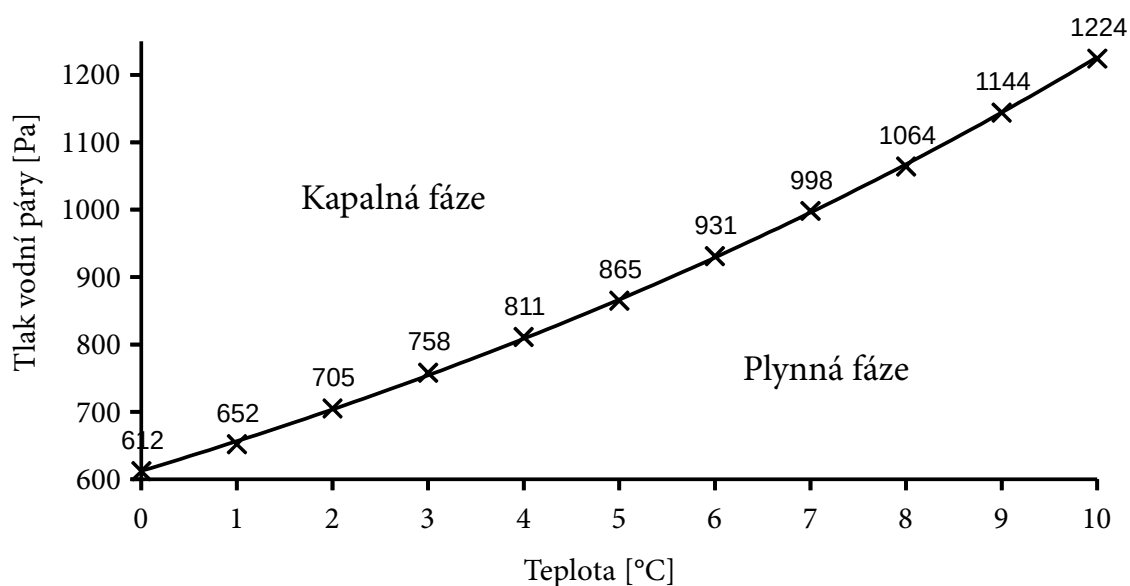
Kvalita snímků získaných při obou kombinacích velikosti otvorů clon A1 a A2 je podobná. Na základě dosažených výsledků se ukázalo, že je jedno, která z obou kombinací velikosti otvorů clon A1 a A2 bude v detektoru využita. Vzhledem k nutnosti snižování napětí na elektrodovém systému detektoru při použití clony o průměru 0,5 mm na pozici clony A1 však lze doporučit použití spíše varianty se clonou o průměru 0,4 mm na pozici clony A1 a s otvorem clony A2 o průměru 1,5 mm.

6.12 Ověření možnosti pozorování biologických vzorků SSED detektorem

V kapitole je prezentováno použití detektoru v jedné z oblastí předpokládaných aplikací detektoru, konkrétně při pozorování biologických vzorků umístěných v kontrolovaném prostředí vodních par v komoře vzorku mikroskopu

Pro pozorování biologických vzorků byl do komory vzorku mikroskopu připojen Peltiérův článek firmy TESCAN, a.s., umožňující teplotní stabilizaci vzorků v environmentálním prostředí mikroskopu AquaSem. Teplota vzorků byla během experimentů nastavována na hodnotu 1 až 5 °C a následně bylo provedeno pozorování vzorků při postupném snižování tlaku vodních par v rozmezí od 900 Pa do 0,1 Pa v komoře vzorku mikroskopu. Cílem bylo prokázání schopnosti pozorovat detektorem biologické vzorky v regulovaném prostředí. Část výsledků byla publikovaná v [44]. Z fázového diagramu vody zobrazeného na Obr. 6.42, popř. z Tab. I.XXIII v příloze I, je patrné, že vzorek se při teplotě 5 °C začne vysušovat už při tlaku vodních par pod 865 Pa, zatímco při teplotě 1 °C až při tlaku 652 Pa vodních par v komoře vzorku mikroskopu [1].

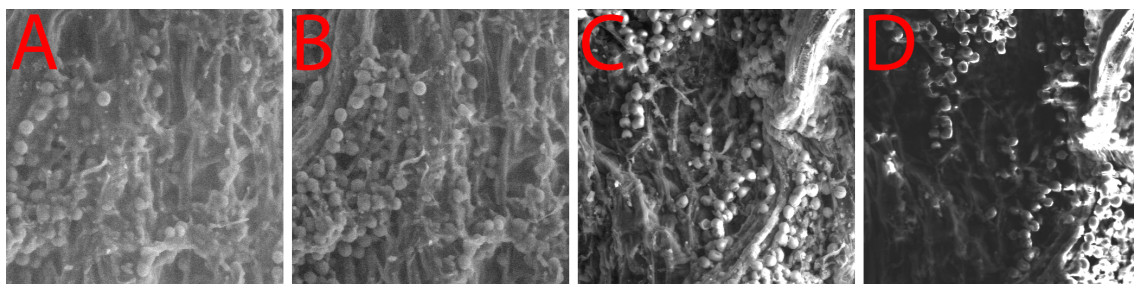
Pro pozorování byl detektor vybaven clonami o průměrech otvorů $A1 = 0,5$ mm a $A2 = 1$ mm. Proud primárního svazku byl nastaven na hodnotu 200 pA. Další nastavení mikroskopu odpovídalo optimálním pracovním podmínkám popsáním v kapitole 5.1.



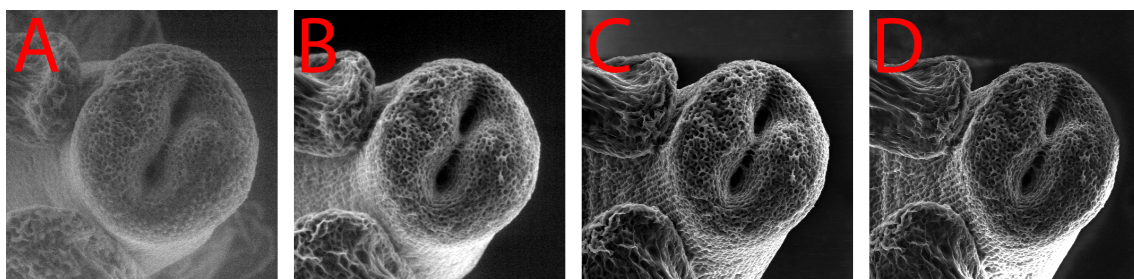
Obr. 6.42: Fázový diagram vody. Data pro graf převzata z [1].

Byla pozorována řada vzorků, z nichž uvedeny jsou plíseň vyrostlá na mrkvi zobrazená na Obr. 6.43, řez brokolící znázorněn na Obr. 6.44 a pyl lilie na Obr. 6.45.

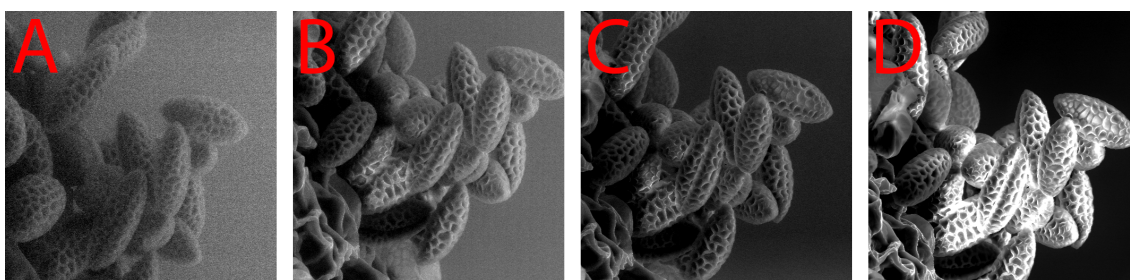
Ze snímků je patrné postupné vysušování biologických vzorků spojené s vystupováním detailů v obraze a i růst projevů nabíjení se snižujícím se tlakem v komoře vzorku mikroskopu. U vzorku pylu lilie není uveden snímek při tlaku 0,1 Pa



Obr. 6.43: Plíseň vyrostlá na mrkvi, zorné pole 200 μm , teplota vzorku 5 $^{\circ}\text{C}$, proud primárního svazku 200 pA. Tlak vodních par: A: 900 Pa, B: 800 Pa, C: 300 Pa, D: 0,1 Pa.



Obr. 6.44: Řez brokolící, zorné pole 288 μm , teplota vzorku 1 $^{\circ}\text{C}$, proud primárního svazku 200 pA. Tlak vodních par: A: 700 Pa, B: 500 Pa, C: 100 Pa, D: 0,1 Pa.



Obr. 6.45: Pyl lilie, zorné pole 198 μm , teplota vzorku 1 $^{\circ}\text{C}$, proud primárního svazku 200 pA. Tlak vodních par: A: 800 Pa, B: 600 Pa, C: 300 Pa, D: 100 Pa.

v komoře vzorku mikroskopu, kdy docházelo k extrémnímu nabíjení vzorku, znemožňujícím jeho pozorování

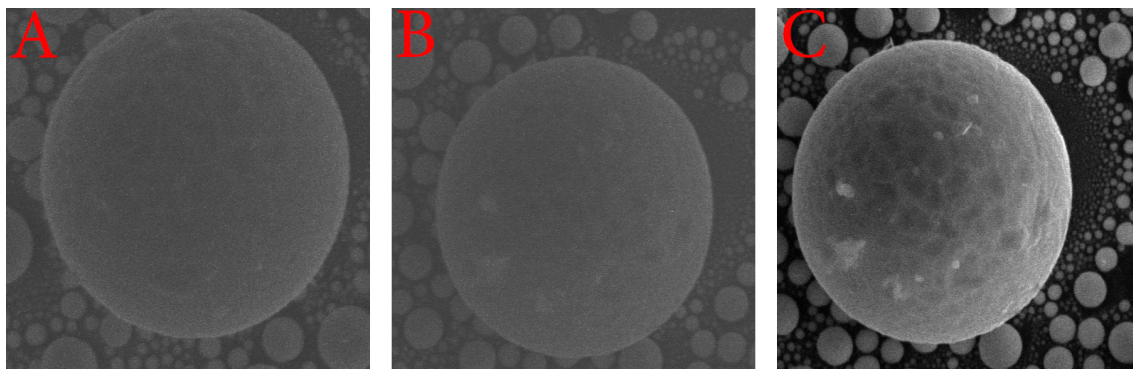
Experiment prokázal možnost detektorem pozorovat biologické vzorky při tlaku od vakua do 900 Pa vodních par v komoře vzorku mikroskopu.

6.13 Pozorování vzorků při malých proudech

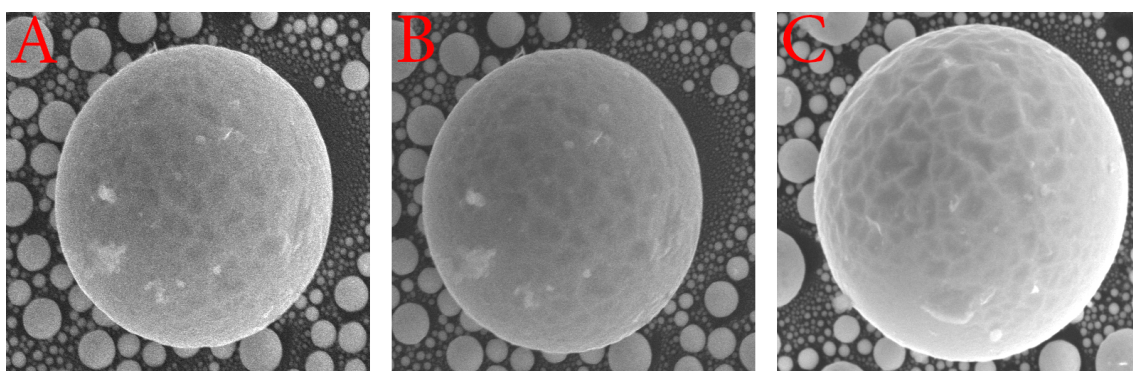
Při pozorování vzorků v rastrovacím elektronovém mikroskopu, lze za určitých okolností zvyšovat proud primárního svazku a tím kompenzovat nízkou úroveň signálu detekovaného detektorem. Vyšší proud primárního svazku však způsobuje namáhání vzorků a v případě jemných struktur na povrchu vzorku, může vést k jejich destrukci. Nízký proud primárního svazku je tedy žádoucí zvláště v režimu ESEM při pozorování některých biologických vzorků, polymerních materiálů, gelů apod. V komerčních mikroskopech vybavených standardními detektory se při pozorování vzorků v režimu ESEM, k získání kvalitního obrazu povrchu vzorku, běžně používají proudy primárních elektronů o velikosti několika set pA. Použití tak velkých proudů však vede u citlivých vzorků k jejich degradaci.

Proto byly práce zaměřeny i na ověření možnosti pozorování vzorků detektorem při nízkých proudech primárního svazku elektronů. Během měření byl pozorován standardní vzorek cínových kuliček na uhlíku (Agar Scientific S1937) v rozmezí tlaku 0,1 až 1000 Pa vodních par v komoře vzorku mikroskopu, při proudech svazku primárních elektronů 1 pA, 10 pA a 100 pA. Pozorování vzorku proběhlo při standardních pracovních podmínkách a detektor byl osazen clonami o průměru otvorů $A_1 = 0,4 \text{ mm}$ a $A_2 = 1,5 \text{ mm}$. Na Obr. 6.46 až Obr. 6.49 je vždy zobrazena série snímků povrchu vzorku cínových kuliček na uhlíku, přičemž snímky označené A byly

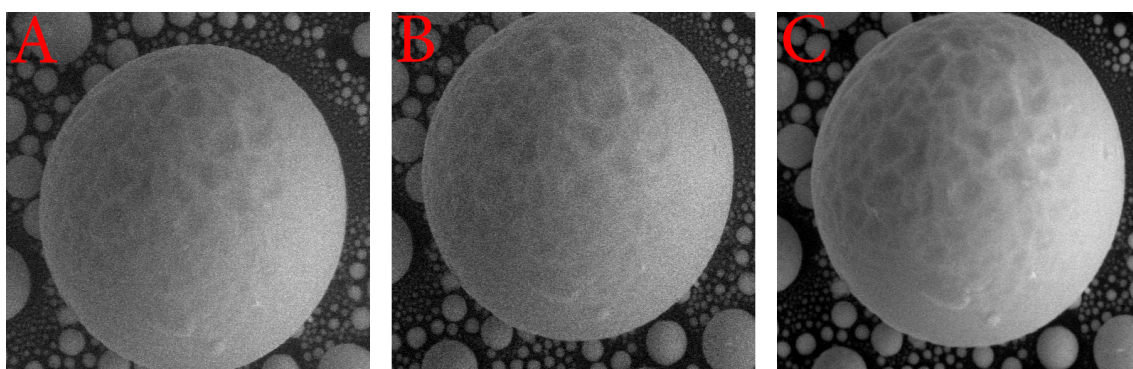
pořízeny při proudu primárního svazku $I_p = 1$ pA, B při proudu $I_p = 10$ pA a C při proudu $I_p = 100$ pA. Na Obr. 6.46 je uvedena série pro tlak $P = 0,1$ Pa, na Obr. 6.47 série pro tlak 50 Pa, na Obr. 6.48 série pro tlak 500Pa a na Obr. 6.49 série pro tlak 800 Pa vodních par v komoře vzorku mikroskopu.



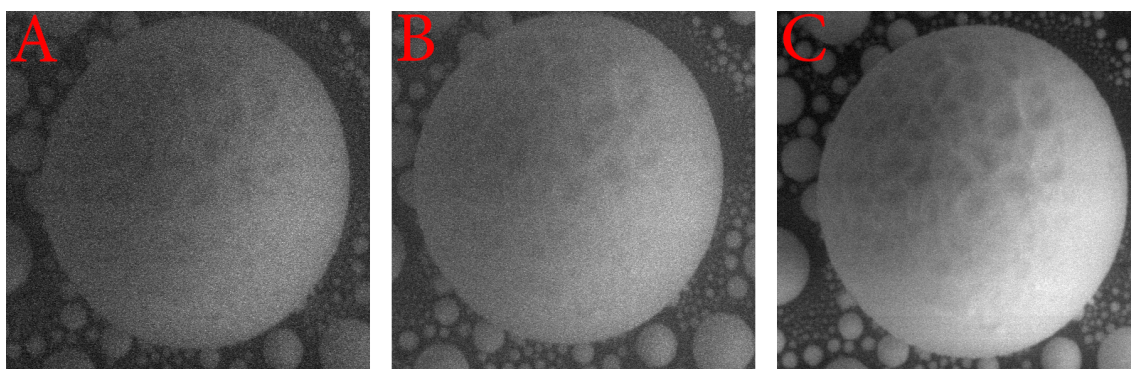
Obr. 6.46: Univerzální vzorek cínových kuliček na uhlíku. Tlak vodních par v komoře vzorku: 0,1 Pa.
Urychlovací napětí $U_k = 20$ kV. Proud primárního svazku A - 1 pA, B - 10 pA, C - 100 pA.



Obr. 6.47: Univerzální vzorek cínových kuliček na uhlíku. Tlak vodních par v komoře vzorku: 50 Pa.
Urychlovací napětí $U_k = 20$ kV. Proud primárního svazku A - 1 pA, B - 10 pA, C - 100 pA



Obr. 6.48: Univerzální vzorek cínových kuliček na uhlíku. Tlak vodních par v komoře vzorku: 500 Pa.
Urychlovací napětí $U_k = 20$ kV. Proud primárního svazku A - 1 pA, B - 10 pA, C - 100 pA



Obr. 6.49: Univerzální vzorek cínových kuliček na uhlíku. Tlak vodních par v komoře vzorku: 800 Pa. Urychlovací napětí $U_k = 20$ kV. Proud primárního svazku A - 1 pA, B - 10 pA, C - 100 pA

Výsledky pozorování ukázaly možnost pozorování vzorků detektorem při proudech primárního svazku od 1 pA v ESEM režimu mikroskopu do 800 Pa. Při tlacích nad 800 Pa vodních par v komoře vzorku mikroskopu již nebylo možné při proudech primárního svazku 1 pA a 10 pA pořídit obraz standardního vzorku. Bylo zapotřebí použití vyššího proudu primárních elektronů. Při tlaku v komoře vzorku pod 1 Pa bylo možné získat kvalitní obraz vzorku až při proudu 100 pA. Provedené měření ukázalo, že detektor lze s určitými omezeními využít v režimu ESEM pro pozorování vzorků, vyžadujících použití velmi malých proudů primárního svazku.

7 Závěr

Environmentální rastrovací elektronový mikroskop je jedinečné zařízení, umožňující pozorování elektricky nevodivých a biologických vzorků bez speciálních úprav, případně jevů odehrávajících se na fázových rozhraních s přítomností látky v plynné, kapalně a pevné fázi. Celé odvětví environmentální rastrovací elektronové mikroskopie se neustále vyvíjí a stále se hledají nové možnosti pozorování různých typů vzorků, které nelze v SEM běžně pozorovat. V současné době jsou známy dva způsoby detekce sekundárních elektronů a to s využitím detektorů pracujících na scintilačním principu a na ionizačním principu. Princip detekce elektronů detektory na ionizačním principu je však chráněn patenty vlastněnými firmou FEI Company. V této práci je popsán návrh a úpravy detektoru sekundárních elektronů pro environmentální rastrovací elektronový mikroskop, pracující na scintilačním principu. Realizovaný experimentální detektor sekundárních elektronů pro ESEM je plně funkční a je umístěn v environmentálním rastrovacím elektronovém mikroskopu AquaSem na Ústavu přístrojové techniky AV ČR, v. v. i.

Součástí předkládané práce je úvod do environmentální rastrovací elektronové mikroskopie a nastínění problematiky detekce signálů různými typy detektorů. V praktické části je uveden použitý způsob vyhodnocování velikosti signálu ze snímků pořízených mikroskopem a následně je popsána metodika, použitá při vyhodnocování kvality obrazu získaných snímků.

Hlavním cílem práce bylo realizovat scintilační detektor sekundárních elektronů pracující v širokém rozsahu tlaků v komoře vzorku environmentálního rastrovacího elektronového mikroskopu. K cíli patřil i návrh realizace elektrodového systému detektoru umožňující efektivní přenos sekundárních elektronů ze vzorku ke scintilátoru. Řešení této problematiky bylo úzce spojeno s optimalizací diferenciálního, vakuového čerpání detektoru pro zajištění dostatečně nízkého tlaku v komoře scintilátoru, který umožní přiložit napětí 10 kV na tenkou vodivou vrstvu na jeho povrchu. S uvedenými cíli souvisí i konstrukční úpravy detektoru.

Při návrhu elektrodového systému detektoru byl využit simulační program Simion, ve kterém byla modelována elektrostatická pole detektoru a pohyb elektricky nabitých částic v těchto polích. Dále byly využity počítačové programy Solidworks FlowSimulation a Ansys, ve kterých bylo simulováno rozložení tlaků a proudění plynů detektorem pro různé navrhované varianty detektoru. Na základě dosažených výsledků byly provedeny konstrukční návrhy úprav detektoru pomocí CAD systémů AutoCAD a Solidworks, které byly následně realizovány. Výsledky úprav byly vyhodnoceny sériemi uskutečněných experimentálních měření.

Výsledná varianta detektoru, popsána v kapitole 6.11, obsahuje sběrnou sítku pro přitažení SE ze vzorku, optimalizovanou přední část a nové uchycení clon A1 a A2. Detektor je osazen scintilátorem CRY-18, světlovodem z křemenného skla a fotonásobičem Hamamatsu R6094. Pro efektivní činnost detektoru lze využít kombinace clon s otvory o průměrech $A1 = 0,4 \text{ mm}$, $A2 = 1,5 \text{ mm}$ nebo $A1 = 0,5 \text{ mm}$, $A2 = 1 \text{ mm}$. Výhodou použití kombinace clon s otvory $A1 = 0,4 \text{ mm}$, $A2 = 1,5 \text{ mm}$ je možnost udržovat vysoké napětí na elektrodovém systému detektoru v celém jeho pracovním rozsahu. Kombinace clon $A1 = 0,5 \text{ mm}$, $A2 = 1 \text{ mm}$ pak umožňuje dosáhnout větší úrovně signálu. Nespornou výhodou detektoru je možnost jeho použití už při proudcích primárních elektronů 1 pA oproti komerčním detektorům vyžadujícím řádově větší hodnoty proudu primárního svazku pro zajištění obrazu vzorku.

Řešení disertační práce přineslo spoustu nových poznatků v oblasti detekce sekundárních elektronů detektory, pracujícími na scintilačním principu. Výstupem práce je unikátní scintilační detektor sekundárních elektronů pro environmentální rastrovací elektronový mikroskop pracující v rozsahu od $0,1 \text{ Pa}$ do tlaku 1000 Pa vodních par v komoře vzorku mikroskopu.

Seznam obrázků

Obr. 2.1: Zjednodušené schéma základních komponentů SEM [1].....	3
Obr. 2.2: Schéma diferenciálního čerpání environmentálního rastrovacího elektronového mikroskopu AquaSem. M: vakuové měrky; V1 – V5: vakuové ventily; V6: jehlový ventil pro připouštění plynů komory vzorku; V7: ventil pro připouštění vodní páry.....	5
Obr. 2.3: Simulace drah 32 000 elektronů v plynném prostředí vodních par pomocí počítačového programu Electron Flight Simulator 3.1-E. Pracovní vzdálenost $WD = 4$ mm, urychlovací napětí $UK = 20$ kV, tlak $P = 500$ Pa.....	6
Obr. 2.4: Závislost počtu nerozptýlených PE v plynném prostředí ESEM na tlaku vodních par v komoře vzorku. Pracovní vzdálenost $WD = 4$ mm, urychlovací napětí $UK = 20$ kV.....	7
Obr. 2.5: Závislost poloměru rozptylu pro 10 – 90 % primárních elektronů na tlaku vodních par v komoře vzorku. Pracovní vzdálenost $WD = 4$ mm, urychlovací napětí $UK = 20$ kV.....	7
Obr. 2.6: Schématický diagram znázorňující klasický model pružného rozptylu elektronu prolétajícího plochou $d\sigma$ ve vzdálenosti b od jádra atomu a vychýleného o úhel Θ do plochy $d\Omega$. E_0 : energie přilétajícího elektronu; E_1 : energie rozptýleného elektronu [1], [5], [7].....	8
Obr. 2.7: Model nepružného rozptylu elektronu s elektronovým obalem atomu.....	9
Obr. 2.8: Schématický diagram zobrazující rozptyl PE v objemu vzorku a některé procesy související s interakcemi primárních elektronů s atomy vzorku [1], [4], [5].....	11
Obr. 2.9: Energetické spektrum elektronů emitovaných ze vzorku po dopadu PE. SE - sekundární elektrony, BSE - zpětně odražené elektrony, AE - Augerovy elektrony, LLE - nízkoztrátové zpětně odražené elektrony [1], [4], [5].....	11
Obr. 2.10: Závislost koeficientu emise sekundárních elektronů δ na energii primárních elektronů při různých úhlech dopadu primárních elektronů na vzorek NiC [10].	13
Obr. 2.11: Místo a způsob vzniku sekundárních elektronů v SEM / ESEM [1], [12].....	13

Obr. 2.12: Vzorek platina, měď, síra a uhlík s příměsemi křemíku. Porovnání obrazu sekundárních elektronů vlevo s obrazem ze zpětně odražených elektronů napravo.....	14
Obr. 2.13: Schématické znázornění Rayleigh kritéria pro rozlišení dvou bodů v SEM [1], [5].....	15
Obr. 2.14: Schématické znázornění jak hloubka ostrosti D závisí na úhlu α . Menší úhel α (vlevo) poskytuje větší hloubku ostrosti D než velký úhel α (vpravo) [1], [5]....	16
Obr. 3.1: Ionizační účinnost některých plynů [13].....	17
Obr. 3.2: Principiální schéma funkce deskového ionizačního detektoru [16].....	18
Obr. 3.3: Zesílení signálů v procesu nárazové ionizace při detekci ionizačním detektorem. Pracovní vzdálenost WD = 7 mm, Napětí na detekční elektrodě 300 V. Upraveno dle [1].....	19
Obr. 3.4: Segmentový ionizační detektor [19].....	20
Obr. 3.5: Konstrukční uspořádání detektoru Helix [21], [16].....	21
Obr. 3.6: Ionizační detektor sekundárních elektronů.....	22
Obr. 3.7: Scintilační Everhart – Thornley detektor [5], [10].....	23
Obr. 3.8: Scintilační SE detektor pro ESEM (varianta pro vyšší tlak v komoře vzorku mikroskopu). Upraveno podle [23].....	24
Obr. 3.9: Principiální schéma SD s kanálkovým zesilovačem SE pro ESEM [25].....	25
Obr. 3.10: Scintilační detektor SE pro nízkovakuový SEM [26].....	26
Obr. 5.1: Umístění scintilačního SE detektoru pro ESEM v komoře vzorku mikroskopu AquaSem.....	30
Obr. 5.2: Vizuální znázornění masky pro vyhodnocení signálu z platiny a mědi měřeného vzorku.....	31
Obr. 5.3: Scintilační SE detektor pro ESEM [31].....	33
Obr. 6.1: Závislost tlaku v komoře scintilátoru scintilačního SE detektoru pro ESEM na tlaku v komoře vzorku mikroskopu s clonami s otvory $A_1 = 0,6$ mm a $A_2 = 0,6$ mm.....	35

- Obr. 6.2: Platina na grafitovém válci s otvorem uprostřed. Platina vpravo, otvor v grafitovém válci nahoře uprostřed. Tlak v komoře vzorku mikroskopu: A – 300 Pa, B – 500 Pa, C – 900 Pa.....37
- Obr. 6.3: Závislost velikosti signálu na tlaku v komoře vzorku mikroskopu.....38
- Obr. 6.4: Přední část SSED detektoru. Červeně znázorněno použití dílů z izolačních materiálů.....40
- Obr. 6.5: Standardní vzorek Agar Scientific S1937. Tlak vodních par v komoře vzorku mikroskopu: A – 50 Pa, B – 400 Pa, C – 900 Pa. Velikost zorného pole: 19,8 μm41
- Obr. 6.6: Závislost SNR na tlaku vodních par v komoře vzorku mikroskopu při standardních pracovních podmínkách viz Kapitola 5.1, pro clony o velikosti otvorů $A_1 = 0,6 \text{ mm}$, $A_2 = 0,6 \text{ mm}$41
- Obr. 6.7: Počítačová simulace rozložení elektrostatického pole v přední části detektoru a komoře vzorku mikroskopu z programu Simion. Napětí na elektrodách: $U_{E1} = 9 \text{ V}$, $U_{E2} = 30 \text{ V}$, $U_{A1} = 430 \text{ V}$ a $U_{A2} = 550 \text{ V}$42
- Obr. 6.8: Počítačová simulace rozložení elektrostatického pole v přední části detektoru a komoře vzorku mikroskopu z programu Simion. Napětí na elektrodách: $U_{E1} = 110 \text{ V}$, $U_{E2} = 150 \text{ V}$, $U_{A1} = 430 \text{ V}$ a $U_{A2} = 550 \text{ V}$43
- Obr. 6.9: Uhlíková vrstva o tloušťce 3 nm, naprášená na křemíkovém substrátu, tlak vodních par: A – 50 Pa, B – 100 Pa, C – 250 Pa. Velikost zorného pole: 442,4 μm45
- Obr. 6.10: Výkonový NPN tranzistor, přechod báze – emitor. A – tlak vodních par: 300 Pa, bez přiloženého napětí, B – tlak vodních par: 30 Pa, přiložené závěrné napětí $U = 10 \text{ V}$, C – tlak vodních par: 420 Pa, přiložené závěrné napětí $U = 10 \text{ V}$. Velikost zorného pole: 518,2 μm46
- Obr. 6.11: Výstup simulace rozložení tlaků v SSED. Simulace provedena v počítačovém programu Cosmos FloWorks. Tlak na ústí detektoru $P = 1000 \text{ Pa}$ vodních par [39].....47

- Obr. 6.12: Závislost tlaku v komoře scintilátoru na tlaku vodní páry na vstupu detektoru stanovená počítačovou simulací v programu Cosmos FloWorks pro různé kombinace průměru otvorů ve clonách A1 a A2.....48
- Obr. 6.13: Závislost tlaku v komoře scintilátoru na tlaku vodních par v komoře vzorku mikroskopu pro clony o velikosti otvorů A1 = 0,8 mm, A2 = 0,6 mm.....48
- Obr. 6.14: Univerzální vzorek Agar Scientific S1937. Tlak vodních par v komoře vzorku mikroskopu: A – 0,1 Pa, B – 20 Pa, C – 150 Pa, D – 200 Pa.....49
- Obr. 6.15: Závislost SNR na tlaku vodních par v komoře vzorku mikroskopu při standardních pracovních podmínkách viz Kapitola 5.1, pro clony o různých velikostech otvorů.....50
- Obr. 6.16: Grafický výstup simulace rozložení tlaku v SSED s vyznačenými vektory proudění tekutin. Detailní pohled.....51
- Obr. 6.17: Počítačová simulace rozložení elektrostatických polí v SSED s průměry otvorů ve clonách 0,6 mm a drah jednotlivých elektronů s energiemi od 1 do 10 eV s počátečním úhlem pohybu ze vzorku 0° – 90° a krokem 2°, počet simulovaných elektronů 450.....52
- Obr. 6.18: Síťka s 300 oky hexagonálního tvaru [41].....53
- Obr. 6.19: Závislost tlaku v komoře scintilátoru na tlaku vodních par v komoře vzorku mikroskopu při použití různých typů a průměrů otvorů ve cloně A2. Průměr otvoru ve cloně A1 = 0,6 mm [40].....54
- Obr. 6.20: Výkonový NPN tranzistor, přechod báze – emitor, přiložené závěrné napětí U = 10 V. Použitá kombinace clon s otvory o průměrech A1 = 0,6 mm, A2 = 1 mm Tlak vodních par: A: 0,1 Pa, B: 50 Pa, C: 500 Pa, D: 600Pa.....55
- Obr. 6.21: Sada vzorků použitých při stanovování optimálního nastavení napětí na elektrodovém systému detektoru. A – platinová fólie na grafitovém válci s otvorem uprostřed; B – křemíkový fotovoltaický článek; C – korundová keramika opracovaná laserovým paprskem a plazmou; D – cínové kuličky na uhlíkovém substrátu.....56
- Obr. 6.22: Scintilační detektor sekundárních elektronů pro ESEM. A – původní verze detektoru; B – Upravená verze detektoru s novým držákem clony A2.....58

- Obr. 6.23: Scintilační SE detektor pro ESEM. Červeně znázorněn nový držák clony A2 z PMMA, modře znázorněn upravený konstrukční díl z oceli.....58
- Obr. 6.24: Závislost velikosti detekovaného signálu na velikosti napětí na scintilátoru YAG: Ce3+ při různém tlaku v komoře vzorku mikroskopu. Průměr otvorů ve clonách A1 = 0,6 mm, A2 = 1 mm.....59
- Obr. 6.25: Počítačová simulace rozložení elektrostatických polí v SSED s transparentními sítkami a drah jednotlivých elektronů s energiemi od 1 do 10 eV, s počátečním úhlem pohybu 0° – 90° a krokem 2°. Počet elektronů 450.....61
- Obr. 6.26: Clona o průměru 9 mm se 127 otvory o průměru 0,1 mm na ploše kruhu o průměru 2,5 mm.....62
- Obr. 6.27: Závislost tlaku u scintilátoru na tlaku vodních par v komoře vzorku mikroskopu pro různé typy clon A1 a A2.....63
- Obr. 6.28: Pt na C válci s otvorem uprostřed. Snímek pořízen upraveným detektorem s clonou o 127 otvorech na pozici clony A1, bez clony A2. Tlak v komoře vzorku mikroskopu: 0,1 Pa.....63
- Obr. 6.29: Závislost tlaku v komoře scintilátoru detektoru na tlaku vodních par v komoře vzorku mikroskopu pro různé kombinace průměrů otvorů clon A1 a A2.....67
- Obr. 6.30: Závislost tlaku v diferenciální komoře detektoru na tlaku vodních par v komoře vzorku mikroskopu pro různé kombinace průměrů otvorů clon A1 a A2.....68
- Obr. 6.31: Vzorek platinové a měděné fólie na uhlíkovém válci s otvorem uprostřed.....69
- Obr. 6.32: Závislost velikosti signálu na tlaku vodních par v komoře vzorku mikroskopu. Velikost průměru otvorů ve clonách A1 = 0,3 mm, A2 = 1,3 mm.....70
- Obr. 6.33: Závislost velikosti signálu na tlaku vodních par v komoře vzorku mikroskopu. Velikost průměru otvorů ve clonách A1 = 0,3 mm, A2 = 1,5 mm.....70
- Obr. 6.34: Závislost velikosti signálu na tlaku vodních par v komoře vzorku mikroskopu. Velikost průměru otvorů ve clonách A1 = 0,4 mm, A2 = 1,0 mm.....71
- Obr. 6.35: Závislost velikosti signálu na tlaku vodních par v komoře vzorku mikroskopu. Velikost průměru otvorů ve clonách A1 = 0,4 mm, A2 = 1,3 mm.....71

- Obr. 6.36: Závislost velikosti signálu na tlaku vodních par v komoře vzorku mikroskopu.
Velikost průměru otvorů ve clonách $A_1 = 0,4$ mm, $A_2 = 1,5$ mm.....72
- Obr. 6.37: Závislost velikosti signálu na tlaku vodních par v komoře vzorku mikroskopu.
Velikost průměru otvorů ve clonách $A_1 = 0,5$ mm, $A_2 = 1,0$ mm.....72
- Obr. 6.38: Závislost velikosti signálu na tlaku vodních par v komoře vzorku mikroskopu.
Velikost průměru otvorů ve clonách $A_1 = 0,5$ mm, $A_2 = 1,1$ mm.....73
- Obr. 6.39: Závislost velikosti signálu na tlaku vodních par v komoře vzorku mikroskopu.
Velikost průměru otvorů ve clonách $A_1 = 0,5$ mm, $A_2 = 1,3$ mm.....73
- Obr. 6.40: Závislost velikosti signálu na tlaku vodních par v komoře vzorku mikroskopu.
Velikost průměru otvorů ve clonách $A_1 = 0,6$ mm, $A_2 = 1,0$ mm.....74
- Obr. 6.41: Závislost velikosti signálu na tlaku vodních par v komoře vzorku mikroskopu.
Velikost průměru otvorů ve clonách $A_1 = 0,7$ mm, $A_2 = 1,0$ mm.....74
- Obr. 6.42: Fázový diagram vody. Data pro graf převzata z [1].....78
- Obr. 6.43: Plíseň vyrostlá na mrkvi, zorné pole 200 μ m, teplota vzorku 5 °C, proud primárního svazku 200 pA. Tlak vodních par: A: 900 Pa, B: 800 Pa, C: 300 Pa, D: 0,1 Pa.....78
- Obr. 6.44: Řez brokolicí, zorné pole 288 μ m, teplota vzorku 1 °C, proud primárního svazku 200 pA. Tlak vodních par: A: 700 Pa, B: 500 Pa, C: 100 Pa, D: 0,1 Pa.....78
- Obr. 6.45: Pyl lilie, zorné pole 198 μ m, teplota vzorku 1 °C, proud primárního svazku 200 pA. Tlak vodních par: A: 800 Pa, B: 600 Pa, C: 300 Pa, D: 100 Pa.....79
- Obr. 6.46: Univerzální vzorek cínových kuliček na uhlíku. Tlak vodních par v komoře vzorku: 0,1 Pa. Urychlovací napětí $U_k = 20$ kV. Proud primárního svazku A – 1 pA, B – 10 pA, C – 100 pA.....80
- Obr. 6.47: Univerzální vzorek cínových kuliček na uhlíku. Tlak vodních par v komoře vzorku: 50 Pa. Urychlovací napětí $U_k = 20$ kV. Proud primárního svazku A – 1 pA, B – 10 pA, C – 100 pA.....80
- Obr. 6.48: Univerzální vzorek cínových kuliček na uhlíku. Tlak vodních par v komoře vzorku: 500 Pa. Urychlovací napětí $U_k = 20$ kV. Proud primárního svazku A – 1 pA, B – 10 pA, C – 100 pA.....80

Obr. 6.49: Univerzální vzorek cínových kuliček na uhlíku. Tlak vodních par v komoře vzorku: 800 Pa. Urychlovací napětí $U_k = 20$ kV. Proud primárního svazku A – 1 pA, B – 10 pA, C – 100 pA.....81

Seznam tabulek

Tab. 6.1: Fyzikální vlastnosti vybraných izolačních materiálů.....	36
Tab. 6.2: Optimální nastavení elektrodového systému detektoru s otvory v aperturách 0,6 mm a oddělenou mřížkou pro různý tlak v komoře vzorku mikroskopu pro maximální zisk signálu.....	44
Tab. 6.3: Optimální napětí na elektrodovém systému detektoru s mřížkou elektricky propojenou s elektrodou E1 pro dosažení maximálního signálu při tlacích v rozmezí 50 až 800 Pa vodních par v komoře vzorku mikroskopu.....	45
Tab. 6.4: Optimální nastavení elektrodového systému detektoru s mřížkou propojenou s E1 pro různý tlak v komoře vzorku mikroskopu pro maximální zisk signálu ze SE.....	46
Tab. 6.5: Výsledky simulací drah elektronů v elektrostatickém poli detektoru.....	53
Tab. 6.6: Optimální nastavení elektrodového systému detektoru.....	57
Tab. 6.7: Srovnání vlastností scintilátorů YAG: Ce ³⁺ a CRY-18 [42], [43].....	60
Tab. 6.8: Poměr signál – šum při tlaku vodních par v komoře vzorku mikroskopu 0,1 - 1000 Pa pro různé velikosti otvorů ve clonách A1 a A2.....	76
Tab. I.I: Data pro grafy na Obr. 2.4: Závislost počtu nerozptýlených PE v plynném prostředí ESEM na tlaku vodních par v komoře vzorku. Pracovní vzdálenost WD = 4 mm, urychlovací napětí UK = 20 kV. a Obr. 2.5: Závislost poloměru rozptylu pro 10 – 90 % primárních elektronů na tlaku vodních par v komoře vzorku. Pracovní vzdálenost WD = 4 mm, urychlovací napětí UK = 20 kV.....	1
Tab. I.II: data pro graf na Obr. 6.1: Závislost tlaku v komoře scintilátoru scintilačního SE detektoru pro ESEM na tlaku v komoře vzorku mikroskopu s clonami s otvory A1 = 0,6 mm a A2 = 0,6 mm.....	2
Tab. I.III: Data pro graf na Obr. 6.3: Závislost velikosti signálu na tlaku v komoře vzorku mikroskopu.....	2
Tab. I.IV: Data pro graf na Obr. 6.6: Závislost SNR na tlaku vodních par v komoře vzorku mikroskopu při standardních pracovních podmínkách viz Kapitola 5.1, pro clony o velikosti otvorů A1 = 0,6 mm, A2 = 0,6 mm.....	2

Tab. I.V: data pro graf na Obr. 6.12: Závislost tlaku v komoře scintilátoru na tlaku vodní páry na vstupu detektoru stanovená počítačovou simulací v programu Cosmos FloWorks pro různé kombinace průměru otvorů ve clonách A1 a A2.....	3
Tab. I.VI: Data pro graf na Obr. 6.13: Závislost tlaku v komoře scintilátoru na tlaku vodních par v komoře vzorku mikroskopu pro clony o velikosti otvorů A1 = 0,8 mm, A2 = 0,6 mm.....	3
Tab. I.VII: Doplňková data pro graf na Obr. 6.15: Závislost SNR na tlaku vodních par v komoře vzorku mikroskopu při standardních pracovních podmínkách viz Kapitola 5.1, pro clony o různých velikostech otvorů.....	3
Tab. I.VIII: Data pro graf na Obr. 6.19: Závislost tlaku v komoře scintilátoru na tlaku vodních par v komoře vzorku mikroskopu při použití různých typů a průměrů otvorů ve cloně A2. Průměr otvoru ve cloně A1 = 0,6 mm [40].....	4
Tab. I.IX: Data pro graf na Obr. 6.24: Závislost velikosti detekovaného signálu na velikosti napětí na scintilátoru YAG: Ce ³⁺ při různém tlaku v komoře vzorku mikroskopu. Průměr otvorů ve clonách A1 = 0,6 mm, A2 = 1 mm.....	4
Tab. I.X: Data pro graf na Obr. 6.27: Závislost tlaku u scintilátoru na tlaku vodních par v komoře vzorku mikroskopu pro různé typy clon A1 a A2.....	5
Tab. I.XI: Data pro graf na Obr. 6.29: Závislost tlaku v komoře scintilátoru detektoru na tlaku vodních par v komoře vzorku mikroskopu pro různé kombinace průměrů otvorů clon A1 a A2.....	6
Tab. I.XII: Data pro graf na Obr. 6.30: Závislost tlaku v diferenciální komoře detektoru na tlaku vodních par v komoře vzorku mikroskopu pro různé kombinace průměrů otvorů clon A1 a A2.....	7
Tab. I.XIII: Data pro graf na Obr. 6.32: Závislost velikosti signálu na tlaku vodních par v komoře vzorku mikroskopu. Velikost průměru otvorů ve clonách A1 = 0,3 mm, A2 = 1,3 mm.....	8
Tab. I.XIV: Data pro graf na Obr. 6.33: Závislost velikosti signálu na tlaku vodních par v komoře vzorku mikroskopu. Velikost průměru otvorů ve clonách A1 = 0,3 mm, A2 = 1,5 mm.....	9

Tab. I.XV: Data pro graf na Obr. 6.34: Závislost velikosti signálu na tlaku vodních par v komoře vzorku mikroskopu. Velikost průměru otvorů ve clonách $A_1 = 0,4$ mm, $A_2 = 1,0$ mm.....	10
Tab. I.XVI: Data pro graf na Obr. 6.35: Závislost velikosti signálu na tlaku vodních par v komoře vzorku mikroskopu. Velikost průměru otvorů ve clonách $A_1 = 0,4$ mm, $A_2 = 1,3$ mm.....	11
Tab. I.XVII: Data pro graf na Obr. 6.36: Závislost velikosti signálu na tlaku vodních par v komoře vzorku mikroskopu. Velikost průměru otvorů ve clonách $A_1 = 0,4$ mm, $A_2 = 1,5$ mm.....	12
Tab. I.XVIII: Data pro graf na Obr. 6.37: Závislost velikosti signálu na tlaku vodních par v komoře vzorku mikroskopu. Velikost průměru otvorů ve clonách $A_1 = 0,5$ mm, $A_2 = 1,0$ mm.....	14
Tab. I.XIX: Data pro graf na Obr. 6.38: Závislost velikosti signálu na tlaku vodních par v komoře vzorku mikroskopu. Velikost průměru otvorů ve clonách $A_1 = 0,5$ mm, $A_2 = 1,1$ mm.....	15
Tab. I.XX: Data pro graf na Obr. 6.39: Závislost velikosti signálu na tlaku vodních par v komoře vzorku mikroskopu. Velikost průměru otvorů ve clonách $A_1 = 0,5$ mm, $A_2 = 1,3$ mm.....	16
Tab. I.XXI: Data pro graf na Obr. 6.40: Závislost velikosti signálu na tlaku vodních par v komoře vzorku mikroskopu. Velikost průměru otvorů ve clonách $A_1 = 0,6$ mm, $A_2 = 1,0$ mm.....	17
Tab. I.XXII: Data pro graf na Obr. 6.41: Závislost velikosti signálu na tlaku vodních par v komoře vzorku mikroskopu. Velikost průměru otvorů ve clonách $A_1 = 0,7$ mm, $A_2 = 1,0$ mm.....	18
Tab. I.XXIII: Data pro graf na Obr. 6.42: Fázový diagram vody. Data pro graf převzata z [1].....	19

Seznam použité literatury

- [1] STOKES, D. J. *Principles and practice of variable pressure/environmental scanning electron microscopy (VP-ESEM)*. Chichester: John Wiley & Sons Ltd, 2008. 221 s. ISBN: 978-0-470-06540-2
- [2] DANILATOS, G. D. *Theory of gaseous device in the environmental scanning electron microscope*. Sydney: Academic press, 1990. 102 s. ISBN: 6-12-014678-9
- [3] DANILATOS, G. D. Foundation of environmental scanning elektron microscopy, *Advances in Electronics and Electron Physic*, 1988, vol. 71, p. 109 - 250. ISSN: 0065-2539
- [4] ECKERTO VÁ, L.; FRANK, L. *Metody analýzy povrchů: elektronová mikroskopie a difrakce*. Praha: Academica, 1996. 379 s. ISBN: 80-200-0329-0
- [5] REIMER, L. *Scanning electron microscopy: Physics of image formation and microanalysis*. Berlin: Springer-Verlag, 1998. 527 s. ISBN: 3-540-63976-4
- [6] Carl Zeiss Microscopy "Scanning Electron Microscopes (SEM)", Carl Zeiss Microscopy, 2012. [Online]. Dostupné z:
[http://www.smt.zeiss.com/C12571B7004D04BC/0/3260694C54767689C12571B80043B10D/\\$file/evo_brochure.pdf](http://www.smt.zeiss.com/C12571B7004D04BC/0/3260694C54767689C12571B80043B10D/$file/evo_brochure.pdf)
- [7] GOLDSTEIN, J.; NEWBURY, D.E.; JOY, D.C.; LYMAN, C.E.; ECHLIN, P.; LIFSHIN, E.; SAWYER, L.; MICHAEL, J.R. *Scanning Electron Microscopy and X-Ray Microanalysis, 3rd edition*. Boston, MA: Springer US, 2003. 690 s. ISBN: 978-146-1502-159
- [8] LI, Y. C.; TU, Y.H.; KWEI, C. M.; TUNG, C. J. Influence of the direction of motion on the inelastic interaction between electrons and solid surfaces, *Surface Science*, 2005, vol. 589, p. 67-76. ISSN: 0039-6028
- [9] ASSA'D, A. M. D.; EL GOMATI, M. M. Backscattering coefficients for low energy electrons, *Scanning Microscopy*, 1998, vol. 12, p. 185 - 192. ISSN: 0891-7035
- [10] HULÍNSKÝ, V.; JUREK, K. *Zkoumání látek elektronovým paprskem*. Praha: SNTL, 1982. 401 s. ISBN: neuvedeno

- [11] JURŠÍK, F. *Anorganická chemie kovů*. Praha: VŠCHT Praha, 2002. 152 s. ISBN: 80-7080-504-8
- [12] WITTKE, J. H. "Signals", Northern Arizona University, 2008. [Online]. Dostupné z: <http://www4.nau.edu/microanalysis/microprobe-sem/signals.html>
- [13] von ENGEL, A. *Ionized gases*. Woodbury, New York: American Institute of Physics, 1994. 325 s. ISBN: 9781563962721
- [14] FRANK, L. *Metody analýzy povrchů: iontové, sondové a speciální metody*. Praha: Academica, 2002. 489 s. ISBN: 80-200-0594-3
- [15] MEREDITH, P.; DONALD, A. M.; THIEL, B. Electron-gas interactions in the environmental scanning electron microscopes gaseous detector, *Scanning*, 1996, vol. 18, p. 467-473. ISSN: 1932-8745
- [16] RICE, T.; KNOWLES, R. Ultra High Resolution SEM on Insulators and Contaminating Samples, *Microscopy today*, 2005, vol. 13, p. 40-42. ISSN: 1551-9295
- [17] GNAUCK, P. A "New High Resolution Field Emission SEM With Variable Pressure Capabilities", LEO Elektronenmikroskopie, 2006. [Online]. Dostupné z: <http://www.smt.zeiss.com>
- [18] ZEISS "LEO Elektronenmikroskopie. Document: SE Detector.", Carl Zeiss, únor 2006. [Online]. Dostupné z: <http://www.smt.zeiss.com>
- [19] ČERNOCH, P. *Detekce signálu segmentovým ionizačním detektorem v environmentálním SEM*. Brno: Vysoké učení technické v Brně, Fakulta elektrotechniky a komunikačních technologií, 2008. 95 s. ISBN: Neuvedeno
- [20] THIEL, B. L., TOTH, M., SCHOEMGES, R. P. M., SCHOLZ J. J., van VEEN, G., KNOWLES, W. R. Two-stage gas amplifier for ultrahigh resolution low vacuum scanning electron microscopy, *Review of Scientific Instruments*, 2006, vol. 77, p. 39-44. ISSN: Neuvedeno. DOI: <http://dx.doi.org/10.1063/1.2183082>

- [21] KNOWLES, W. R., TOTH, M., THIEL, B. L., SCHOEMGES, R. Ion Control for Optimized Imaging with a Novel Gaseous Detector, *Microscopy and microanalysis*, 2005, vol. 11, p. 28-29. ISSN: Neuvedeno. DOI: <http://dx.doi.org/10.1017/S1431927605506196>
- [22] HAWKES, P. W. *Principles of electron optics*. London: Academic press, Inc., 1996. 558 s. ISBN: 0-12-333342-3
- [23] SKŘIVÁNEK, J. *Detekční systémy pro ESEM*. Brno: Vysoké Učení Technické v Brně, 2005. 69 s. ISBN: neuvedeno
- [24] SŁÓWKO, W. Secondary electron detector with a micro-porous plate for environmental SEM, *Vacuum*, 2001, vol. 63, p. 457-461. ISSN: 0042-207X
- [25] SLOWKO, W., KRZSTOF, M. Electron detection in the intermediate chamber of variable pressure SEM, *Jurnal of microscopy*, 2010, vol. 237, p. 292-298. ISSN: Neuvedeno. DOI: 10.1111/j.1365-2818.2009.03245.x
- [26] JACKA, M., ZADRAZIL, M., LOPOUR, F. A. Differentially Pumped Secondary Electron Detector for Low-Vacuum, *Scanning*, 2003, vol. 25, p. 243-246. ISSN: Neuvedeno. DOI: 10.1002/sca.4950250505
- [27] Pfeifer Vacuum GmbH "CMR 363, 10 hPa F.S., 8VCR", Pfeifer Vacuum GmbH, Neuvedeno. [Online]. Dostupné z: <http://www.pfeiffer-vacuum.com/productPdfs/PTR24623.en.pdf>
- [28] Pfeifer Vacuum GmbH "CMR 364, 1 hPa F.S., 8VCR", Pfeiffer Vacuum GmbH, Neuvedeno. [Online]. Dostupné z: <http://www.pfeiffer-vacuum.com/productPdfs/PTR24633.en.pdf>
- [29] FRANK, J., AL-ALI, L. Signal-to-noise ratio of electron micrographs obtained by cross correlation, *Nature*, 1975, vol. 256, p. 376-379. ISSN: NEUVEDENO. DOI: 10.1038/256376a0
- [30] JOY, D., C. SMART – a program to measure SEM resolution and imaging performance, *Journal of Microscopy*, 2002, vol. 208, p. 24 – 34. ISSN: 1365-2818. DOI: 10.1046/j.1365-2818.2002.01062.x ;

- [31] JIRÁK, J., NEDĚLA, V., ČERNOCH, P., ČUDEK, P., RUNŠTUK, J. Scintillation SE detector for variable pressure scanning electron microscopes, *Journal of Microscopy*, 2010, vol. 239, p. 233-238. ISSN: 0022- 2720
- [32] PASCHEN, F. Ueber die zum Funkenübergang in Luft, Wasserstoff und Kohlensäure bei verschiedenen Drucken erforderliche Potentialdifferenz, *Annalen der Physik*, 1889, vol. 273, p. 69-96. ISSN: Neuvedeno. DOI: 10.1002/andp.18892730505
- [33] HAMAMATSU PHOTONICS "PHOTOMULTIPLIER TUBESR6094, R6095", Hamamatsu photonics, 1996. [Online]. Dostupné z: <http://pdf.datasheetarchive.com/datasheetsmain/Datasheets-28/DSA-543371.pdf>
- [34] ČUDEK, P. Scintilační detektor sekundárních elektronů prorastovací elektronový mikroskop pracující s vyšším tlakem, *Elektrotechnika a informatika*, 2009, vol. , p. 11-14. ISSN: 978-80-7043-810-7
- [35] ČUDEK, P. Scintilační detektor sekundárních elektronů pro environmentální rastrovací elektronový mikroskop, *Elektrotechnika a informatika 2008*, 2008, vol. , p. 11-14. ISSN: 978-80-7043-702- 5
- [36] ČUDEK, P. Scintillation secondary electron detector for variable pressure scanning electronmicroscope., *Proceedings of the 16th Conference Student EEICT 2010*, 2010, vol. 16, p. 189 - 193. ISSN: 978-80-214-4079-1
- [37] ČUDEK, P.; JIRÁK, J.; NEDĚLA, V. Detection of Secondary Electrons by Scintillation Detector in Variable Pressure Scanning Electron Microscopes, *Imaging & Microscopy*, 2010, vol. 11, p. 2. ISSN: Neuvedeno
- [38] ČUDEK, P.; JIRÁK, J.; NEDĚLA, V. Scintillation secondary electron detector for variable pressure scanning electron microscope, *MC2009 Graz*, 2009, vol. 1, p. 221-222. ISSN: 978-3-85125-062- 6. DOI: 10.3217/978-3-85125-062-6-109
- [39] ČUDEK, P. Scintillation secondary electron detector for VP-SEM, *Student EEICT proceedings of the 17th conference*, 2011, vol. 3, p. 402-406. ISSN: 978-80-214-4273-3

- [40] ČUDEK, P. Optimalizace experimentálního scintilačního detektoru sekundárních elektronů pro SEM pracující s vyšším tlakem., *Elektrotechnika a informatika 2010*, 2010, vol. 1, p. 23-24. ISSN: 978-80-7043-913- 5
- [41] Agar scientific "Hexagonal mesh grids - Copper", Agar scientific, 2010. [Online]. Dostupné z: <http://www.agarscientific.com/tem/grids-agar/hexagonal-mesh-grids.html>
- [42] HORODYSKÝ, P.; BLAŽEK, K.; JIRUŠE, J.; NEDĚLA, V.; ŠPINKA, J.; NIKL, M. New scintillator materials for EM, *MC 2009*, 2009, vol. 1, p. 223-224. ISSN: 978-3-85125-062-6
- [43] Crytur Ltd. "CRY-018 Scintillation Material", Crytur Ltd., 2010. [Online]. Dostupné z: <http://www.crytur.cz/files/editor/file/import/CRY018.pdf>
- [44] JIRÁK, J.; ČUDEK, P.; NEDĚLA, V. Scintillation Secondary Electron Detector For ESEM And SEM, *Microscopy and Microanalysis*, 2012, vol. 18, Supplement S2, p. 1266-1267. ISSN: 1431- 9276. DOI: 10.1017/S1431927612008185

Seznam vlastních publikací

- [1] KAZDA, T.; VONDRÁK, J.; SEDLAŘÍKOVÁ, M.; VISINTIN, A.; TICHÝ, J.; HUMANA, R.; ČUDEK, P. Influence of the scandium doping to the properties of high voltage spinel cathode. In *16th ABAF International Conference proceeding*. Brno: Brno University of Technology, FEKT, UETE, 2015. p. 77-78. ISBN: 978-80-214-5109- 4.
- [2] KAZDA, T.; ČUDEK, P.; VONDRÁK, J.; SEDLAŘÍKOVÁ, M.; SLÁVIK, M. Lithium- sulfur accumulator based on biological structures. In *16th ABAF International Conference proceeding*. Brno: Brno University of Technology, FEKT, UETE, 2015. p. 55-56. ISBN: 978-80-214-5109- 4.
- [3] KAZDA, T.; VONDRÁK, J.; SEDLAŘÍKOVÁ, M.; GÓMEZ-ROMERO, P.; MUSIL, M.; ČUDEK, P.; STRAKOVÁ FEDORKOVÁ, A.; KAŠPÁREK, V. The Influence of Solvents and Salts on the Properties of High- Voltage Cathode Materials. *INTERNATIONAL JOURNAL OF ELECTROCHEMICAL SCIENCE*, 2015, vol. 2015, no. 8, p. 6288-6301. ISSN: 1452- 3981.
- [4] ČUDEK, P.; KAZDA, T.; VONDRÁK, J.; SEDLAŘÍKOVÁ, M. Diagnostika katodových materiálů pro elektrochemické zdroje elektrické energie. In *36. Nekonvenční zdroje elektrické energie*. 2015. s. 18-21. ISBN: 978-80-02-02593- 1.
- [5] KAZDA, T.; VONDRÁK, J.; DI NOTO, V.; SEDLAŘÍKOVÁ, M.; ČUDEK, P.; OMELKA, L.; ŠAFAŘÍKOVÁ, L.; KAŠPÁREK, V. Study of electrochemical properties and thermal stability of the high-voltage spinel cathode material for lithium- ion accumulators. *Journal of Solid State Electrochemistry*, 2015, vol. 19, no. 6, p. 1579-1590. ISSN: 1432- 8488.
- [6] KAVÁLEK, O.; VONDRÁK, J.; ČUDEK, P. Intercalation of lithium into delctrodeposited microstructured Pb layer. *ECS Transactions*, 2014, vol. 63, no. 1, p. 61-64. ISSN: 1938- 5862.

- [7] CHLADIL, L.; DVOŘÁK, P.; ČUDEK, P.; NOVÁK, V. Pulse Deposition of Zinc in Alkaline Electrolytes for Ni- Zn Secondary Batteries. In *15th International Conference on Advanced Batteries, Accumulators and Fuel Cells (ABAF 2014)*. ECS Transactions. st, Pennington, USA: ECS, 2014. p. 217-223. ISBN: 978-1-62332-230- 4. ISSN: 1938- 5862.
- [8] KAZDA, T.; ČECH, O.; VONDRÁK, J.; STRAKOVÁ FEDORKOVÁ, A.; VISINTIN, A.; ČUDEK, P.; KAŠPÁREK, V. Comparative Study of the Properties of High Voltage Spinel Cathode Material Depending on the Method of Synthesis. In *15th International Conference on Advanced Batteries, Accumulators and Fuel Cells (ABAF 2014)*. ECS Transactions. USA: ECS, 2014. p. 15-21. ISBN: 978-1-62332-230- 4. ISSN: 1938- 5862.
- [9] KAZDA, T.; VONDRÁK, J.; SEDLAŘÍKOVÁ, M.; ČUDEK, P. Doping LiCoO₂ by Potassium and His Influence to Electrochemical Properties Depending on Time. In *15th International Conference on Advanced Batteries, Accumulators and Fuel Cells (ABAF 2014)*. ECS Transactions. USA: ECS, 2014. p. 65-70. ISBN: 978-1-62332-230- 4. ISSN: 1938- 5862.
- [10] ŠIMONOVÁ, L.; ŠUBARDA, J.; ČUDEK, P.; STRACHALA, D.; DANOVÍČ, J. Protective Coatings Against Thermal Degradation of the Metal Thin Film. In *15th International Conference on Advanced Batteries, Accumulators and Fuel Cells (ABAF 2014)*. ECS Transactions. USA: ECS Transaction, 2014. p. 297-306. ISBN: 978-1-62332-230- 4. ISSN: 1938- 5862.
- [11] KAZDA, T.; VONDRÁK, J.; SEDLAŘÍKOVÁ, M.; VISINTIN, A.; ČUDEK, P. Changing the electrochemical properties of LiCoO₂ depending on the time elapsed from the synthesis. *ECS Transactions*, 2014, vol. 2014, no. 62, p. 117-122. ISSN: 1938- 5862.
- [12] KAZDA, T.; VONDRÁK, J.; DI NOTO, V.; STRAKOVÁ FEDORKOVÁ, A.; SEDLAŘÍKOVÁ, M.; ČUDEK, P.; VYROUBAL, P. Effect of used precursors to properties of high voltage cathode materials. *Journal of Solid State Electrochemistry*, 2014, vol. 19, no. 2, p. 1-7. ISSN: 1432- 8488.

- [13] KAVÁLEK, O.; VONDRÁK, J.; ČUDEK, P. Intercalation of lithium into electrodeposited microstructured Pb layer. In *ABAF 15th*. 2014. p. 23-26. ISBN: 978-80-214-5008- 0.
- [14] ČUDEK, P.; JIRÁK, J.; NEDĚLA, V. a kol. Optimization of Signal Detection in Scintillation Secondary Electron Detector for ESEM and SEM. *Microscopy and Microanalysis*, 2014, vol. 20, no. S3, p. 40-41. ISSN: 1435- 8115.
- [15] KAZDA, T.; ČECH, O.; VONDRÁK, J.; STRAKOVÁ FEDORKOVÁ, A.; VISINTIN, A.; ČUDEK, P. Comparison of the properties of high voltage spinel cathode material depending on the method of synthesis. In *Advanced Batteries Accumulators and Fuel Cells – 15th ABAF*. Brno: Brno University of Technology, 2014. p. 51-54. ISBN: 978-80-214-5008- 0.
- [16] KAZDA, T.; VONDRÁK, J.; SEDLAŘÍKOVÁ, M.; ČUDEK, P. Influence of doping LiCoO₂ by potassium to electrochemical properties depending on time. In *Advanced Batteries Accumulators and Fuel Cells – 15th ABAF*. Brno: Brno University of Technology, 2014. p. 57-59. ISBN: 978-80-214-5008- 0.
- [17] CHLADIL, L.; ČUDEK, P.; NOVÁK, V. Pulse Deposition of Zinc in Alkaline Electrolytes for Ni- Zn Secondary Batteries. In *Advanced Batteries Accumulators and Fuel Cells – 15 th ABAF*. 2014. p. 173-176. ISBN: 978-80-214-5008- 0.
- [18] TOŠER, P.; BAČA, P.; FRK, M.; ČUDEK, P.; MICKA, K.; VYROUBAL, P. INVESTIGATION OF THE MUTUAL INTERACTION OF CARBON AND ORGANIC EXPANDER ON THE PERFORMANCE OF NEGATIVE LEAD ACCUMULATOR ELECTRODES DURING PSoC OPERATION – part I. *9 th International conference on lead-acid batteries - LABAT 2014 PROCEEDINGS*, 2014, vol. 2014, no. 1, p. 61-64. ISSN: 2367- 4881.
- [19] KAZDA, T.; VONDRÁK, J.; SEDLAŘÍKOVÁ, M.; ČUDEK, P. Vliv času na vlastnosti katodového materiálu LiCoO₂. In *35. NEKONVENČNÍ ZDROJE ELEKTRICKÉ ENERGIE*. Blansko: Tribun EU s.r. o, 2014. s. 57-60. ISBN: 978-80-02-02528- 3.

- [20] TOŠER, P.; BAČA, P.; ČUDEK, P.; FRK, M. INFLUENCE OF THE MUTUAL INTERACTION OF CARBON AND ORGANIC EXPANDER ON THE PERFORMANCE OF THE NEGATIVE LEAD ACCUMULATOR ELECTRODES. In 35. *Nekonvenční Zdroje Elektrické Energie*. Brno: Tribun EU s.r.o., 2014. p. 122-125. ISBN: 978-80-02-02528- 3.
- [21] KAZDA, T.; VONDRÁK, J.; SEDLAŘÍKOVÁ, M.; ČUDEK, P. Úprava struktury materiálu LiCoO₂ pomocí sodíku. *Elektrorevue - Internetový časopis* (<http://www.elektrorevue.cz>), 2013, roč. 15, č. 6, s. 350-353. ISSN: 1213- 1539.
- [22] KAZDA, T.; VONDRÁK, J.; DI NOTO, V.; SEDLAŘÍKOVÁ, M.; ČUDEK, P. Comparison of production processes of high- voltage cathode materials. In *Advanced Batteries Accumulators and Fuel Cells - 14th ABAF*. Brno: Brno University of Technology, 2013. p. 36-39. ISBN: 978-80-214-4767- 7.
- [23] PLÉHA, D.; MUSIL, M.; ČUDEK, P. Characterization of PVdF fibrous separators for lithium- ion rechargeable batteries. In *ABAF 14th*. Brno: 2013. p. 52-55. ISBN: 978-80-214-4767- 7.
- [24] CHLADIL, L.; MUSIL, M.; ČUDEK, P. Growth of zinc dendrites from the aqueous KOH solution. In *ABAF 14th*. 2013. p. 93-95. ISBN: 978-80-214-4767- 7.
- [25] CHMELA, O.; STARÝ, J.; ŠUBARDA, J.; ČUDEK, P.; PRÁŠEK, J.; ČÍŽEK, J. Polyethylenterephthalate surface pretreatment. In *Electronic Devices and Systems, IMAPS CS International Conference 2013*. 1. Brno: Vysoké učení technické v Brně, 2013. p. 205-209. ISBN: 978-80-214-4754- 7.
- [26] KAZDA, T.; VONDRÁK, J.; SEDLAŘÍKOVÁ, M.; ČUDEK, P. Stabilizace struktury katodového materiálu LiCoO₂ pomocí sodíku. In 33. *Nekonvenční zdroje elektrické energie*. 1. Hrotovice: Česká elektrotechnická společnost, 2013. s. 178-181. ISBN: 978-80-02-02372- 2.
- [27] JIRÁK, J.; ČUDEK, P.; NEDĚLA, V. Scintillation Secondary Electron Detector For ESEM And SEM. *MICROSCOPY AND MICROANALYSIS*, 2012, vol. 2012 (18), no. Suppl 2, p. 1266-1267. ISSN: 1431- 9276.

- [28] JAKUBIS, I.; SEDLAŘÍKOVÁ, M.; VONDRÁK, J.; ČUDEK, P. Reversible incorporation of lithium ions into electrodeposited layers of TiO₂. *ECS Transaction*, 2012, vol. 2012(40), no. 1, p. 85-91. ISSN: 1938- 6737.
- [29] ČUDEK, P.; FLODROVÁ, E.; PLÉHA, D. Diagnostika projevu stárnutí zinkových elektrod elektrochemických zdrojů elektrické energie. *ElectroScope* - <http://www.electroscope.zcu.cz>, 2012, roč. 2012, č. 1, s. 1-4. ISSN: 1802- 4564.
- [30] ČUDEK, P.; TIHLAŘÍKOVÁ, E.; PLÉHA, D. Surface Diagnostic of Zinc Electrodes in Electrochemical Battery System. *ECS Transactions*, 2012, vol. 40, no. 1, p. 219-225. ISSN: 1938- 5862.
- [31] ČUDEK, P. Optimalizace detekce sekundárních elektronů experimentálním scintilačním SE detektorem pro VP- ESEM. In *Elektrotechnika a Informatika 2011*. 2011. s. 13-16. ISBN: 978-80-261-0016- 4.
- [32] ČUDEK, P.; FLODROVÁ, E.; PLÉHA, D. Surface diagnostic of electrodes used in electrochemical power source. In *Advanced Batteries Accumulators and Fuel Cells-12th ABAF Proceeding of the ABAF- 12 Meeting*. 2011. p. 194-200. ISBN: 978-80-214-4357- 0.
- [33] JAKUBIS, I.; SEDLAŘÍKOVÁ, M.; VONDRÁK, J.; ČUDEK, P. Electrodeposited Thin Layers of TiO₂. In *Advanced Batteries Accumulators and Fuel Cells-12th ABAF Proceeding of the ABAF- 12 Meeting*. Brno: Brno University of Technology, 2011. p. 98-102. ISBN: 978-80-214-4357- 0.
- [34] DRBOHLAVOVÁ, J.; CHOMOUCKÁ, J.; HRDÝ, R.; PRÁŠEK, J.; MRAVEC, F.; ČUDEK, P.; VACULOVIČOVÁ, M.; ADAM, V.; KIZEK, R.; HUBÁLEK, J. Template Based Fabrication of Titania Quantum Dots Array. In *NANOCON 2011 - sborník příspěvků*. TANGER spol. s r.o., 2011. p. 362-366. ISBN: 978-80-87294-27- 7.
- [35] ČUDEK, P.; JIRÁK, J.; TIHLAŘÍKOVÁ, E. Aplikace environmentální rastrovací elektronové mikroskopie ve výuce. In *Elektrotechnologie 2011*. Brno: 2011. s. 72-74.

- [36] ČUDEK, P.; FLODROVÁ, E.; PLÉHA, D. Diagnostika povrchu elektrod používaných v elektrochemických zdrojích elektrické energie. In 32. *nekonvenční zdroje elektrické energie*. 2011. s. 99-103. ISBN: 978-80-02-02323- 4.
- [37] JIRÁK, J.; ČUDEK, P.; NEDĚLA, V. Detection of secondary electrons by scintillation detector at VP SEM. *MICROSCOPY AND MICROANALYSIS*, 2011, vol. 2, no. 17, p. 922-923. ISSN: 1431- 9276.
- [38] ČUDEK, P. Scintillation secondary electron detector for VP- SEM. In *Student EEICT proceedings of the 17th conference volume 3*. 2011. p. 402-406. ISBN: 978-80-214-4273- 3.
- [39] ČUDEK, P. Optimalizace experimentálního scintilačního detektoru sekundárních elektronů pro SEM pracující s vyšším tlakem. In *Elektrotechnika a informatika 2010*. 2010. s. 23-24. ISBN: 978-80-7043-913- 5.
- [40] ČUDEK, P.; JIRÁK, J.; NEDĚLA, V. Detection of Secondary Electrons by Scintillation Detector in Variable Pressure Scanning Electron Microscopes. In -. Rio de Janeiro, Brazílie: 2010. p. - (- p.)
- [41] JIRÁK, J.; NEDĚLA, V.; ČERNOCH, P.; ČUDEK, P.; RUNŠTUK, J. Scintillation SE detector for variable pressure scanning electron microscopes. *Journal of Microscopy*, 2010, vol. 3, no. 239, p. 233-238. ISSN: 0022- 2720.
- [42] ČUDEK, P. Scintillation secondary electron detector for variable pressure scanning electron microscope. In *Proceedings of the 16th conference student EEICT 2010*. první. Brno: 2010. p. 189-193. ISBN: 978-80-214-4079- 1.
- [43] ČUDEK, P. Scintilační detektor sekundárních elektronů pro rastrovací elektronový mikroskop pracující s vyšším tlakem. In *Elektrotechnika a informatika 2009 část první - Elektrotechnika*. Plzeň: Západočeská univerzita v Plzni, 2009. s. 11-14. ISBN: 978-80-7043-810- 7.
- [44] ČUDEK, P.; JIRÁK, J.; NEDĚLA, V. Scintillation secondary electron detector for variable pressure scanning electron microscope. In *MC2009 Graz*. Graz: 2009. p. 221-222. ISBN: 978-3-85125-062- 6.

- [45] NEDĚLA, V.; ČUDEK, P.; JIRÁK, J. a kol. In- situ observation of salt crystallization using environmental scanning electron microscopy. In *MC2009 Graz*. Graz: 2009. p. 225-226. ISBN: 978-3-85125-062- 6.
- [46] ČUDEK, P. Scintillationsecondary electron detector for variable pressure scanning electron microscope. In *Proceedings of the 15th conference Student EEICT 2009 - Volume 3*. Brno: Novpress s.r. o, 2009. p. 187-191. ISBN: 978-80-214-3869- 9.
- [47] ČUDEK, P. Scintilační detektor sekundárních elektronů pro environmentální rastrovací elektronový mikroskop. In *Elektrotechnika a informatika 2008*. Plzeň: Západočeská univerzita v Plzni, 2008. s. 11-14. ISBN: 978-80-7043-702- 5.

Seznam použitých zkratk

AE	Augerovy elektrony
A1	Apertura experimentálního scintilačního detektoru sekundárních elektronů pro ESEM
A2	Apertura experimentálního scintilačního detektoru sekundárních elektronů pro ESEM
BSE	Zpětně odražené elektrony
C	Uhlík
Cu	Měď
E1	Elektroda experimentálního scintilačního detektoru sekundárních elektronů pro ESEM
E2	Elektroda experimentálního scintilačního detektoru sekundárních elektronů pro ESEM
ESE	Typ sekundárních elektronů
ESEM	Environmentální rastrovací elektronový mikroskop
ET	Everhart – Thornley
GDD	Deskový ionizační detektor
GSED	Ionizační detektor sekundárních elektronů
ID	Ionizační detektor
LaB6	Lanthan hexaborid
LLE	Nízkoztrátové zpětně odražené elektrony
LVSTD	Nízkovakuový Tescan detektor sekundárních elektronů
PE	Primární elektrony
PMMA	Polymethylmetakrylat
POM	Polyoxymethylen
Pt	Platina
PTFE	Polytetrafluorethylen
RTG	Rentgenové záření
SE	Sekundární elektrony
SE1	Typ sekundárních elektronů
SE2	Typ sekundárních elektronů
SE3	Typ sekundárních elektronů
SEM	Rastrovací elektronový mikroskop
SNR	Poměr signál – šum
SSED	Scintilační detektor sekundárních elektronů pro environmentální rastrovací elektronový mikroskop

Seznam použitých symbolů

δ	Koeficient emise sekundárních elektronů	[-]
η	Koeficient emise zpětně odražených elektronů	[-]
ρ	hustota	[$\mu\text{g}/\text{cm}^3$]
d_s	Hloubka ze které se uvolňují SE	[nm]
E_{PE}	energie primárních elektronů	[keV]
E_{SE}	energie sekundárních elektronů	[eV]
h	hloubka vniku primárních elektronů	[cm]
I_p	proud primárních elektronů	[pA]
L	Délka hrany	[mm]
M	zvětšení	[-]
P	tlak	[Pa]
R	dolet primárních elektronů	[$\mu\text{g}/\text{cm}^2$]
U_{A1}	Napětí na cloně A1	[V]
U_{A2}	Napětí na cloně A2	[V]
U_{E1}	Napětí na elektrodě E1	[V]
U_{E2}	Napětí na elektrodě E2	[V]
U_{Grid}	Napětí na síťce	[V]
U_K	Urychlovací napětí	[kV]
U_{Scint}	Napětí na scintilátoru	[kV]
W_D	Pracovní vzdálenost	[mm]

Životopis

Osobní údaje

Jméno	Pavel Čudek, Ing.
Datum narození	19.8.1981 v Opavě
Adresa	Kolejní 2 / A03-0205, 612 00 Brno
Kontakt	E-mail: cudek@hotmail.cz; tel: +420 774 227 821

Pracovní praxe

1. 2. 2009 – dosud	Ústav elektrotechnologie, FEKT, Vysoké učení technické v Brně Pracovní zařazení: technicko-hospodářský pracovník
1. 9. 2011 – 31 .8. 2014	Ústav elektrotechnologie, FEKT, Vysoké učení technické v Brně Pracovní zařazení: vědecký pracovník
1. 1. 2011 – 31. 12 2013	Centrum výzkumu a využití obnovitelných zdrojů energie, VUT v Brně Pracovní zařazení: výzkumný asistent
9. 1. 2008 – 31. 12. 2008	Ústav přístrojové techniky AV ČR, v.v.i., Brno Pracovní zařazení: samostatný technik výzkumu a vývoje

Vzdělání

2008 – 2015	Obor: Mikroelektronika a technologie FEKT, Vysoké učení technického v Brně Doktorské studium
2006 – 2008:	Obor: Elektrotechnická výroba a management FEKT, VUT v Brně Studium ukončeno státní závěrečnou zkouškou, získán titul inženýr
2002 – 2006:	Obor: Mikroelektronika a technologie, FEKT, Vysoké učení technického v Brně Studium ukončeno státní závěrečnou zkouškou, získán titul bakalář

Doplňkové vzdělání

13. 5. 2007	Solidworks CAD systém – Získán certifikát
12 – 16.10.2009	Podzimní škola elektronové mikroskopie – Získáno osvědčení

Relevantní znalosti

Cizí jazyk	Angličtina
Řidičský průkaz	A, B – kategorie (aktivní řidič)
Další znalosti a dovednosti	Dlouholetá praxe v oblasti environmentální rastrovací elektronové mikroskopie, znalost problematiky detekce signálů v rastrovacím elektronovém mikroskopu i environmentálním. Praxe v oblasti rentgenové mikroanalýzy (energieově disperzní spektroskopie). Znalost problematiky mikroskopie atomárních sil.

Počítačové znalosti

Solidworks CAD system – certifikát	MS SQL – základní znalosti
Adobe InDesign, Photoshop, Illustrator – pokročilé znalosti	Autocad – základní znalosti
Microsoft Office – pokročilé znalosti	Simion 3D – základní znalosti
OpenOffice.org / LibreOffice – pokročilé znalosti	Electron Flight Simulator - pokročilé znalosti
Microsoft Windows – pokročilé znalosti	FTP Server hosting - základní znalosti

Charakteristika a zájmy

Jsem komunikativní, kreativní, flexibilní a zodpovědný. Baví mě učit se nové věci a potkávat nové lidi.

I. Příloha

Tab. I.I: Data pro grafy na Obr. 2.4: Závislost počtu nerozptýlených PE v plynném prostředí ESEM na a Obr. 2.5: Závislost poloměru rozptylu pro 10 – 90 % primárních elektronů na tlaku vodních par v komoře vzorku. Pracovní vzdálenost WD = 4 mm, urychlovací napětí UK = 20 kV.

Tlak vodní páry [Pa]	Nerozptýlené PE [%]	Poloměr rozptylu 10 – 90% elektronů [μm]
0,1	100	0
50	97,4	0
100	93,8	0
200	87,9	12,2
300	85,1	26,8
400	77,3	62
500	74,7	73,2
600	73,9	88,6
700	68,4	95,7
800	64,8	102
900	61,5	129
1000	56,6	136

Tab. I.II: data pro graf na Obr. 6.1: Závislost tlaku v komoře scintilátoru scintilačního SE detektoru pro ESEM na tlaku v komoře vzorku mikroskopu s clonami s otvory A1 = 0,6 mm a A2 = 0,6 mm.

Tlak vodní páry v komoře vzorku mikroskopu [Pa]	Tlak u scintilátoru [Pa]	Tlak vodní páry v komoře vzorku mikroskopu [Pa]	Tlak u scintilátoru [Pa]
40	0,91	500	1,75
60	0,94	550	1,87
80	0,98	600	1,99
100	1,02	650	2,14
150	1,11	700	2,28
200	1,2	750	2,43
250	1,28	800	2,6
300	1,35	850	2,76
350	1,43	900	2,93
400	1,54	950	3,1
450	1,63	1000	3,28

Tab. I.III: Data pro graf na Obr. 6.3: Závislost velikosti signálu na tlaku v komoře vzorku mikroskopu.

Tlak v komoře vzorku mikroskopu [Pa]	300	400	500	600	700	800	900
Velikost signálu [-]	5,57	36,05	73,12	113,42	167,48	219,92	151,99

Tab. I.IV: Data pro graf na Obr. 6.6: Závislost SNR na tlaku vodních par v komoře vzorku mikroskopu při standardních pracovních podmínkách viz Kapitola 5.1, pro clony o velikosti otvorů A1 = 0,6 mm, A2 = 0,6 mm.

Tlak v komoře vzorku mikroskopu [Pa]	50	100	200	300	400
SNR [-]	28	19,7	25,5	6,6	6,7
Tlak v komoře vzorku mikroskopu [Pa]	500	600	700	800	900
SNR [-]	4,2	5,4	2,6	2,7	1,1

Tab. I.V: data pro graf na Obr. 6.12: Závislost tlaku v komoře scintilátoru na tlaku vodní páry na vstupu detektoru stanovená počítačovou simulací v programu Cosmos FloWorks pro různé kombinace průměru otvorů ve clonách A1 a A2.

Tlak v komoře vzorku [Pa]	A1 = 0,6 mm; A2 = 0,6 mm	A1 = 0,8 mm; A2 = 0,6 mm	A1 = 0,6 mm; A2 = 0,8 mm	A1 = 0,8 mm; A2 = 0,8 mm
200	1,24	1,4	2	2,3
400	2	2,6	3,6	4
600	1,6	1,8	3	3,4
800	2,6	2,9	4,9	5,4
1000	3,4	4	5,6	6,5

Tab. I.VI: Data pro graf na Obr. 6.13: Závislost tlaku v komoře scintilátoru na tlaku vodních par v komoře vzorku mikroskopu pro clony o velikosti otvorů A1 = 0,8 mm, A2 = 0,6 mm.

Tlak v komoře vzorku mikroskopu [Pa]	Tlak u scintilátoru [Pa]	Tlak v komoře vzorku mikroskopu [Pa]	Tlak u scintilátoru [Pa]
50	0,9	600	2,6
100	0,9	700	3,2
200	1,1	800	3,7
300	1,4	900	4,3
400	1,8	1000	4,9
500	2,1		

Tab. I.VII: Doplnková data pro graf na Obr. 6.15: Závislost SNR na tlaku vodních par v komoře vzorku mikroskopu při standardních pracovních podmínkách viz Kapitola 5.1, pro clony o různých velikostech otvorů.

Tlak [Pa]	0,1	10	20	30	50	100	150	200
SNR	3,2	4,9	13,6	15,1	13,1	10,1	10,2	2,3

Tab. I.VIII: Data pro graf na Obr. 6.19: Závislost tlaku v komoře scintilátoru na tlaku vodních par v komoře vzorku mikroskopu při použití různých typů a průměrů otvorů ve cloně A2. Průměr otvoru ve cloně A1 = 0,6 mm [40].

Tlak v komoře vzorku mikroskopu [Pa]	Tlak v komoře scintilátoru scintilačního detektoru [Pa] pro různé typy otvorů v apertuře A2				
	A2=0,6mm	A2=1mm	A2~300HEX	A2~400HEX	A2~1000ČT V
50	0,9	0,8	1	1	0,9
100	0,9	1	1,4	1,4	1,4
200	1	1,4	2,1	1,9	1,5
300	1,2	1,8	2,8	2,5	1,8
400	1,5	2,3	3,4	3	2,2
500	1,7	2,7	4	3,5	2,6
600	2	3,1	4,7	4	2,9
700	2,3	3,6	5,3	4,5	3,3
800	2,6	4	6,1	5	3,7
900	2,9	4,5	7	5,7	4,1
1000	3,3	5	8,3	6,3	4,5

Tab. I.IX: Data pro graf na Obr. 6.24: Závislost velikosti detekovaného signálu na velikosti napětí na scintilátoru YAG: Ce3+ při různém tlaku v komoře vzorku mikroskopu. Průměr otvorů ve clonách A1 = 0,6 mm, A2 = 1 mm

Napětí na scintilátoru [kV]	Tlak v komoře vzorku mikroskopu		
	100 Pa	200 Pa	400 Pa
	Velikost signálu [-]	Velikost signálu [-]	Velikost signálu [-]
3	3,84	13	11,24
4	10,6	36,36	30,12
5	21,16	61,63	54,68
6	43,69	86,71	96,48
7	61,5	110,82	107,93
8	78,02	134,14	129,32
9	90,15	162,51	151,48
10	114,81	193,91	178,71

Tab. I.X: Data pro graf na Obr. 6.27: Závislost tlaku u scintilátoru na tlaku vodních par v komoře vzorku mikroskopu pro různé typy clon A1 a A2

Tlak v komoře vzorku mikroskopu [Pa]	Tlak v komoře scintilátoru scintilačního detektoru [Pa]				
	A1 = 0,6 mm A2 = 1 mm	A1 ~ 0,6 mm A2 = 1 mm	A1 = 0,6 mm A2 ~ 1 mm	A1 ~ 0,6 mm A2 ~ 1 mm	A1 ~ 1 mm A2 ~ 1 mm
50	0,5	0,3	0,2	0,2	0,4
100	0,7	0,5	0,3	0,3	0,8
200	1,2	0,8	0,6	0,5	1,3
300	1,6	1,1	0,8	0,7	1,8
400	2	1,35	1	0,8	2,4
500	2,4	1,65	1,2	0,9	2,9
600	2,8	1,95	1,3	1,1	3,4
700	3,1	2,2	1,5	1,2	3,8
800	3,5	2,5	1,6	1,4	4,3
900	3,9	2,8	1,8	1,6	4,8
1000	4,4	3,1	1,9	1,7	5,3

Tab. I.XI: Data pro graf na Obr. 6.29: Závislost tlaku v komoře scintilátoru detektoru na tlaku vodních par v komoře vzorku mikroskopu pro různé kombinace průměrů otvorů clon A1 a A2.

Tlak v komoře vzorku SEM [Pa]	Tlak v diferenciální komoře detektoru [Pa] pro různou velikost otvorů ve clonách [mm]									
	A1 = 0,3 A2 = 1,3	A1 = 0,3 A2 = 1,5	A1 = 0,4 A2 = 1	A1 = 0,4 A2 = 1,3	A1 = 0,4 A2 = 1,5	A1 = 0,5 A2 = 1	A1 = 0,5 A2 = 1,1	A1 = 0,5 A2 = 1,3	A1 = 0,6 A2 = 1	A1 = 0,7 A2 = 1
0,1	7	4		8			11	10	10	11
50	1	1		8		7	5	7	5	5
100	4	1	5	8	3	8	6	8	8	8
200	4	2	7	11	4	11	9	11	11	13
300	7	5	9	14	5	17	14	18	17	19
400	8	8	10	16	9	19	17	22	19	23
500	10	10	13	17	11	22	20	26	23	28
600	12	12	14	19	12	25	24	28	27	33
700	13	13	17	20	13	28	27	31	30	36
800	15	14	18	22	15	30	30	34	33	40
900	16	16	20	24	17	34	32	37	35	44
1000	18	18	22	26	19	36	34	41	39	47

Tab. I.XII: Data pro graf na Obr. 6.30: Závislost tlaku v diferenciální komoře detektoru na tlaku vodních par v komoře vzorku mikroskopu pro různé kombinace průměrů otvorů clon A1 a A2.

Tlak v komoře vzorku SEM [Pa]	Tlak u scintilátoru detektoru [Pa] pro různou velikost otvorů ve clonách [mm]									
	A1 = 0,3 A2 = 1,3	A1 = 0,3 A2 = 1,5	A1 = 0,4 A2 = 1	A1 = 0,4 A2 = 1,3	A1 = 0,4 A2 = 1,5	A1 = 0,5 A2 = 1	A1 = 0,5 A2 = 1,1	A1 = 0,5 A2 = 1,3	A1 = 0,6 A2 = 1	A1 = 0,7 A2 = 1
0,1	0,6	0,7		0,5	0,4	0,5	0,8	0,9	0,6	0,5
50	0,4	0,4		0,6	0,3	0,4	0,4	0,6	0,5	0,4
100	0,6	0,6	0,3	0,8	0,5	0,5	0,6	0,9	0,7	0,8
200	0,8	0,8	0,5	1,1	0,9	0,9	1,1	1,5	1,2	1,3
300	1,1	1,2	0,8	1,4	1,3	1,4	1,5	2	1,6	1,9
400	1,4	1,5	1	1,7	1,7	1,7	1,8	2,5	2	2,3
500	1,6	1,8	1,3	1,9	2,1	2	2,2	3	2,4	2,8
600	1,9	2,1	1,4	2,2	2,5	2,4	2,6	3,5	2,8	3,3
700	2,1	2,4	1,7	2,4	2,8	2,7	2,9	4,1	3,1	3,8
800	2,3	2,7	1,8	2,7	3,1	3	3,2	4,5	3,5	4,3
900	2,6	2,9	2	3	3,5	3,4	3,6	5	3,9	4,8
1000	2,8	3,2	2,2	3,3	3,9	3,8	4	5,6	4,4	5,4

Tab. I.XIII: Data pro graf na Obr. 6.32: Závislost velikosti signálu na tlaku vodních par v komoře vzorku mikroskopu. Velikost průměru otvorů ve clonách A1 = 0,3 mm, A2 = 1,3 mm

Tlak v komoře vzorku mikroskopu [Pa]	(U _{E1} = 300 V, U _{E2} = 400 V, U _{A1} = 550 V, U _{A2} = 1000 V)	
	Velikost signálu z Cu [-]	Velikost signálu z Pt [-]
0,1	1,33	2,05
50	78,77	111,66
100	175,75	258,29
200	111,19	157,27
300	43,26	59,5
400	19,5	19,5
500	9,55	9,55
600	5,36	7,06
700	5,81	5,81
800	5,14	6,55
900	2,74	3,75
1000	3,39	4,43
	(U _{E1} = 300 V, U _{E2} = 330 V, U _{A1} = 440 V, U _{A2} = 1000 V)	
0,1	1,85	2,61
50	31,53	44,5
100	70,29	99,59
200	155,17	217,8
300	150,61	204,62
400	92,59	118,84
500	38,32	48,32
600	18,91	23,82
700	8,49	10,8
800	6,69	8,49
900	3,38	4,46
1000	3,85	3,85

Tab. I.XIV: Data pro graf na Obr. 6.33: Závislost velikosti signálu na tlaku vodních par v komoře vzorku mikroskopu. Velikost průměru otvorů ve clonách $A_1 = 0,3$ mm, $A_2 = 1,5$ mm

Tlak v komoře vzorku mikroskopu [Pa]	(U _{E1} = 300 V, U _{E2} = 400 V, U _{A1} = 550 V, U _{A2} = 1000 V)	
	Velikost signálu z Cu [-]	Velikost signálu z Pt [-]
0,1	0	0
50	53,46	80,82
100	119,66	189,71
150	114,6	187,44
200	75,98	122,78
300	24,85	38,57
(U _{E1} = 300 V, U _{E2} = 330 V, U _{A1} = 440 V, U _{A2} = 1000 V)		
0,1	0	0
50	10,57	15,65
100	10,59	16,8
150	9,19	14,94
200	11,2	18,09
300	8,97	13,9
400	4,09	6,2
(Průběžně měněná napětí nastavená na optimum)		
0,1	2,48	4,04
50	53,46	80,82
100	119,66	189,71
150	114,6	187,44
200	99,38	160,76
300	167,04	167,04
400	84,91	132,67
500	50,98	50,98
600	15,64	24,45
700	18,08	18,08
800	36,2	107,71

900	23,96	75,25
1000	19,42	60,93

Tab. I.XV: Data pro graf na Obr. 6.34: Závislost velikosti signálu na tlaku vodních par v komoře vzorku mikroskopu. Velikost průměru otvorů ve clonách A1 = 0,4 mm, A2 = 1,0 mm

Tlak v komoře vzorku mikroskopu [Pa]	(U _{E1} = 300 V, U _{E2} = 400 V, U _{A1} = 550 V, U _{A2} = 1000 V)	
	Velikost signálu z Cu [-]	Velikost signálu z Pt [-]
0,1	3,832	5,828
50	47,47	72,62
100	47,01	74,33
200	60,59	96,24
300	36,58	59,57
400	15,66	27,02
500	7,53	12,42
600	2,79	4,81
700	1,82	3,18
(U _{E1} = 300 V, U _{E2} = 330 V, U _{A1} = 440 V, U _{A2} = 1000 V)		
0,1	2,60	3,88
50	7,73	11,49
100	9,51	14,86
200	24,34	38,27
300	26,71	41,37
400	23,04	36,80
500	16,64	27,35
600	13,21	19,93
700	7,56	11,84
800	4,97	7,55
900	4,46	6,38
1000	4,58	6,42

Tab. I.XVI: Data pro graf na Obr. 6.35: Závislost velikosti signálu na tlaku vodních par v komoře vzorku mikroskopu. Velikost průměru otvorů ve clonách $A_1 = 0,4$ mm, $A_2 = 1,3$ mm

Tlak v komoře vzorku mikroskopu [Pa]	$(U_{E1} = 300$ V, $U_{E2} = 400$ V, $U_{A1} = 550$ V, $U_{A2} = 1000$ V)	
	Velikost signálu z Cu [-]	Velikost signálu z Pt [-]
0,1	0,9	0,77
50	54,87	63,3
100	131,45	155,03
200	105,5	130,99
300	30,88	41,93
400	14,93	20,77
500	6,71	9,47
600	5,02	6,98
700	4,75	6,5
800	5,45	7,1
900	6,56	8,12
1000	7,3	8,82
	$(U_{E1} = 300$ V, $U_{E2} = 330$ V, $U_{A1} = 440$ V, $U_{A2} = 1000$ V)	
0,1	0,88	0,75
50	28,78	33,47
100	30,99	36,69
200	33,9	42,15
300	28,25	37,56
400	18,88	26,87
500	12,38	18,11
600	9,94	14,13
700	9,63	12,95
800	10,45	13,02
900	9,17	11,33
1000	10,46	12,45

	(Průběžně měněná napětí nastavená na optimum)	
0,1	6,3	6,01
50	72,15	83,43
100	135,64	160,4
200	79,78	103,66
300	191	249,24
400	114,44	161,98
500	51,65	76,17
600	25,72	36,86
700	14,81	20,55
800	12,08	15,51
900	8,44	15,94
1000	11,11	16,29

Tab. I.XVII: Data pro graf na Obr. 6.36: Závislost velikosti signálu na tlaku vodních par v komoře vzorku mikroskopu. Velikost průměru otvorů ve clonách A1 = 0,4 mm, A2 = 1,5 mm

Tlak v komoře vzorku mikroskopu [Pa]	(U _{E1} = 300 V, U _{E2} = 400 V, U _{A1} = 550 V, U _{A2} = 1000 V)	
	Velikost signálu z Cu [-]	Velikost signálu z Pt [-]
0,1	0,66	1,16
50	74,43	102,32
100	236,05	340,08
200	250,48	368,4
300	103,42	155,49
400	61,31	91,63
500	37,08	54,79
600	29,2	41,63
700	22,97	29,35
800	23,52	30,06
900	24,96	29,9
1000	25,27	30,24

	(U _{E1} = 300 V, U _{E2} = 330 V, U _{A1} = 440 V, U _{A2} = 1000 V)	
0,1	2,08	4,04
50	19	26,36
100	27,32	38,79
200	56,96	84,94
300	59,46	89,04
400	47,99	71,03
500	31,92	45,87
600	26,3	35,62
700	16,73	21,26
800	19,17	23
900	22,76	24,72
1000	29,21	29,31
	(Průběžně měněná napětí nastavená na optimum)	
0,1	2,35	4,58
50	74,43	102,32
100	236,05	340,08
200	250,48	368,4
300	103,42	155,49
400	61,31	91,63
500	189,12	316,92
600	84,9	125,5
700	43,06	60,37
800	29,08	39,05
900	27,88	34,21
1000	38,97	40,98

Tab. I.XVIII: Data pro graf na Obr. 6.37: Závislost velikosti signálu na tlaku vodních par v komoře vzorku mikroskopu. Velikost průměru otvorů ve clonách A1 = 0,5 mm, A2 = 1,0 mm

Tlak v komoře vzorku mikroskopu [Pa]	(U _{E1} = 300 V, U _{E2} = 400 V, U _{A1} = 550 V, U _{A2} = 1000 V)	
	Velikost signálu z Cu [-]	Velikost signálu z Pt [-]
0,1	1,96	2,17
50	103,7	133,78
100	330,24	442,53
200	305,07	391,79
300	269,62	340,81
400	183,05	256,63
(U _{E1} = 300 V, U _{E2} = 330 V, U _{A1} = 440 V, U _{A2} = 1000 V)		
0,1	0,93	0,89
50	15,53	20,15
100	38,27	49,65
200	121,77	157
300	197,01	270,92
400	172,88	228,98
500	130,32	175,19
600	111,09	154,7
(U _{E1} = 100 V, U _{E2} = 130 V, U _{A1} = 250 V, U _{A2} = 1000 V)		
500	12,3	13,96
600	13,5	15,51
700	22,61	26
800	30,58	35,29
900	49,06	57,83
1000	85,44	101,4

Tab. I.XIX: Data pro graf na Obr. 6.38: Závislost velikosti signálu na tlaku vodních par v komoře vzorku mikroskopu. Velikost průměru otvorů ve clonách A1 = 0,5 mm, A2 = 1,1 mm

Tlak v komoře vzorku mikroskopu [Pa]	(U _{E1} = 300 V, U _{E2} = 400 V, U _{A1} = 550 V, U _{A2} = 1000 V)	
	Velikost signálu z Cu [-]	Velikost signálu z Pt [-]
0,1	7,95	8,48
50	170,12	236,67
100	370,29	510,63
200	181,5	242,24
300	62,01	76,8
400	16,67	18,65
500	5,05	5,77
(U _{E1} = 300 V, U _{E2} = 330 V, U _{A1} = 440 V, U _{A2} = 1000 V)		
0,1	6,78	6,86
50	19,09	26,7
100	44,38	61,54
200	63,16	83,95
300	57,76	68,7
400	54,19	59,89
500	45,86	48,2
600	42,25	45,22
700	52,56	52,49
(U _{E1} = 100 V, U _{E2} = 130 V, U _{A1} = 250 V, U _{A2} = 1000 V)		
500	1,04	2,59
600	1,45	4,04
700	2,08	5,85
800	2,54	7,76
900	3,12	10,58
1000	4,69	16,54

Tab. I.XX: Data pro graf na Obr. 6.39: Závislost velikosti signálu na tlaku vodních par v komoře vzorku mikroskopu. Velikost průměru otvorů ve clonách A1 = 0,5 mm, A2 = 1,3 mm

Tlak v komoře vzorku mikroskopu [Pa]	(U _{E1} = 300 V, U _{E2} = 400 V, U _{A1} = 550 V, U _{A2} = 1000 V)	
	Velikost signálu z Cu [-]	Velikost signálu z Pt [-]
0,1	0	0
50	108,56	167,61
100	297,33	483,49
200	238,96	399,14
300	78,38	129,37
400	33,88	56,56
500	19,13	32,13
(U _{E1} = 300 V, U _{E2} = 330 V, U _{A1} = 440 V, U _{A2} = 1000 V)		
0,1	6,09	8,96
50	39,87	60,96
100	49,91	80,55
200	66,93	110,42
300	42,22	68,74
400	34,91	57,7
500	21,37	34,91
600	24,94	41,11
700	25,69	44,51

Tab. I.XXI: Data pro graf na Obr. 6.40: Závislost velikosti signálu na tlaku vodních par v komoře vzorku mikroskopu. Velikost průměru otvorů ve clonách A1 = 0,6 mm, A2 = 1,0 mm

Tlak v komoře vzorku mikroskopu [Pa]	(U _{E1} = 300 V, U _{E2} = 400 V, U _{A1} = 550 V, U _{A2} = 1000 V)	
	Velikost signálu z Cu [-]	Velikost signálu z Pt [-]
0,1	3,02	3,06
50	198,77	253,7
100	451,43	639,10
200	170,93	231,5
300	106,21	135,87
400	76,01	93,44
500	50,6	93,43
(U _{E1} = 300 V, U _{E2} = 330 V, U _{A1} = 440 V, U _{A2} = 1000 V)		
0,1	3,65	3,6
50	37,55	53,25
100	38,64	55,03
200	32,55	43,48
300	33,42	42,21
400	38,8	47,04
500	31,89	37,34
600	24,49	28,27
(U _{E1} = 100 V, U _{E2} = 130 V, U _{A1} = 250 V, U _{A2} = 1000 V)		
500	7,38	17,04
600	9,22	22,22
700	9,01	23,48
800	10,81	28,77
900	12,79	34,77
1000	15,39	43,31

Tab. I.XXII: Data pro graf na Obr. 6.41: Závislost velikosti signálu na tlaku vodních par v komoře vzorku mikroskopu. Velikost průměru otvorů ve clonách A1 = 0,7 mm, A2 = 1,0 mm

Tlak v komoře vzorku mikroskopu [Pa]	(U _{E1} = 300 V, U _{E2} = 400 V, U _{A1} = 550 V, U _{A2} = 1000 V)	
	Velikost signálu z Cu [-]	Velikost signálu z Pt [-]
0,1	58,91	62,62
50	281,02	311,59
100	468,43	547,72
200	651,64	810,23
300	460,04	610,08
400	704,83	999,48
(U _{E1} = 300 V, U _{E2} = 330 V, U _{A1} = 440 V, U _{A2} = 1000 V)		
0,1	32,2	31,09
50	52,74	69,68
100	80,77	107,75
200	158,31	208,99
300	172,14	215,07
400	481,18	686,58
(U _{E1} = 100 V, U _{E2} = 130 V, U _{A1} = 250 V, U _{A2} = 1000 V)		
400	1,89	3,93
500	3,29	6,89
600	5,08	11,87
700	6,86	17,26
800	15,01	39,69
900	63,86	171,76
1000	67,74	192,3

Tab. I.XXIII: Data pro graf na Obr. 6.42: Fázový diagram vody. Data pro graf převzata z [1].

Teplota [°C]	Tlak vodní páry [Pa]	Teplota [°C]	Tlak vodní páry [Pa]
0	612	6	931
1	652	7	998
2	705	8	1064
3	758	9	1144
4	811	10	1224
5	865		