



VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V BRNĚ

BRNO UNIVERSITY OF TECHNOLOGY



FAKULTA ELEKTROTECHNIKY A KOMUNIKAČNÍCH  
TECHNOLOGIÍ

ÚSTAV ELEKTROTECHNOLOGIE

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

# KONTRAST V OBRAZE ZÍSKANÉM POMOCÍ SCINTILAČNÍHO DETEKTORU SEKUNDÁRNÍCH ELEKTRONŮ VE VP SEM

CONTRAST IN IMAGE ACQUIRED BY SCINTILLATION SE DETECTOR FOR VP SEM

DIPLOMOVÁ PRÁCE

MASTER'S THESIS

AUTOR PRÁCE

AUTHOR

Bc. OLDŘICH KOUDELA

VEDOUCÍ PRÁCE

SUPERVISOR

doc. Ing. JOSEF JIRÁK, CSc.

BRNO 2011



VYSOKÉ UČENÍ  
TECHNICKÉ V BRNĚ

Fakulta elektrotechniky  
a komunikačních technologií

Ústav elektrotechnologie

# Diplomová práce

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

**Student:** Bc. Oldřich Koudela

**ID:** 78645

**Ročník:** 2

**Akademický rok:** 2010/2011

## NÁZEV TÉMATU:

**Kontrast v obraze získaném pomocí scintilačního detektoru sekundárních elektronů ve VP SEM**

## POKYNY PRO VYPRACOVÁNÍ:

Seznamte se s problematikou činnosti rastrovacího elektronového mikroskopu pracujícího při vyšším tlaku v komoře vzorku (VP SEM) a detekcí signálu sekundárních elektronů scintilačním detektorem. Stanovte a vyhodnoťte kontrast v obraze vzorku obsahujícího wolfram a měď při jeho pozorování scintilačním detektorem sekundárních elektronů v závislosti na tlaku vodních par v komoře vzorku mikroskopu. Posuďte vliv napětí na elektrodách detektoru, příp. dalších pracovních podmínek na hodnotu kontrastu.

## DOPORUČENÁ LITERATURA:

Podle pokynů vedoucího diplomové práce.

**Termín zadání:** 7.2.2011

**Termín odevzdání:** 26.5.2011

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

**prof. Ing. Jiří Kazelle, CSc.**

*Předseda oborové rady*

## UPOZORNĚNÍ:

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

**Anotace:**

První část této práce je teoretické pojednání o základech rastrovací elektronové mikroskopie, složení a funkci elektronového mikroskopu, jeho speciálním případu rastrovacím elektronovým mikroskopu pro vyšší tlak (VP SEM), interakci elektronů s prostředím a o scintilačním detektoru.

Praktická část je zaměřena na vyhodnocení materiálového kontrastu na vzorku mědi a wolframu v závislosti na tlaku vodních par v komoře vzorku mikroskopu a podmínkách detekce.

**Klíčová slova:**

Rastrovací elektronový mikroskop pracující při vyšším tlaku, scintilační detektor, materiálový kontrast.

**Abstract:**

First part of this thesis is a theoretical essay which deals with the basics of scanning electron microscopy, with structure and function of a scanning electron microscope, its' special case of an various pressure scanning electron microscope, electron interaction with surrounding environment and with a scintillation detector.

The applied part of the thesis is focused on evaluation of material contrast on Cu-W specimen. Material contrast is evaluated for different pressures of water vapors in the microscope specimen chamber and for different detection conditions.

**Keywords:**

Various pressure scanning electron microscope, scintillation detector, material contrast.

KOUDELA, O. *Kontrast v obraze získaném pomocí scintilačního detektoru sekundárních elektronů ve VP SEM*. Brno: Vysoké učení technické v Brně, Fakulta elektrotechniky a komunikačních technologií, 2011. 67 s. Vedoucí diplomové práce doc. Ing. Josef Jirák, CSc..

## **Prohlášení**

Prohlašuji, že svou diplomovou práci na téma Kontrast v obraze získaném pomocí scintilačního detektoru sekundárních elektronů ve VP SEM, jsem vypracoval samostatně pod vedením vedoucího diplomové práce a s použitím odborné literatury a dalších informačních zdrojů, které jsou všechny citovány v práci a uvedeny v seznamu literatury na konci práce.

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

V Brně dne 26. května 2011

.....  
podpis autora

# Poděkování

Děkuji vedoucímu semestrální práce doc. Ing. Josefu Jirákovi, CSc. a Ing. Pavlu Čudkovi za účinnou metodickou, pedagogickou a odbornou pomoc a další cenné rady při zpracování mé diplomové práce.

V Brně dne 26. května 2011

.....  
podpis autora

# Obsah

|  |    |
|--|----|
| Úvod.....  | 7  |
| 1. Rastrovací elektronový mikroskop REM.....                                   | 9  |
| 2. Interakce elektronů se vzorkem.....   | 11 |
| 2.1. Rozptyl elektronů .....   | 11 |
| 2.2. Mechanismy rozptylu.....  | 11 |
| 2.2.1. Pružný rozptyl .....  | 11 |
| 2.2.2. Nepružný rozptyl.....   | 12 |
| 2.3. Signály uvolňující se ze vzorku .....                                     | 13 |
| 2.4. Energetické rozložení signálních elektronů a jejich excitovaný objem..... | 15 |
| 2.5. Zpětně odražené elektrony .....   | 16 |
| 2.5.1. Kontrast v obraze BSE .....   | 17 |
| 2.6. Sekundární elektrony.....   | 19 |
| 2.6.1. Kontrast v obraze SE.....   | 20 |
| 3. VP SEM.....   | 22 |
| 3.1. Detekce signálů ve VP SEM .....   | 23 |
| 3.1.1. Ionizační detektor .....  | 23 |
| 3.1.2. Scintilační detektor.....   | 24 |
| 3.1.2. Scintilační detektor BSE pro VP SEM.....                                | 25 |
| 3.1.4. Scintilační detektor SE pro VP SEM .....                                | 26 |
| 4. Experimentální část .....   | 27 |
| 4.1. Experiment 1 .....  | 31 |
| 4.2. Experiment 2 .....  | 33 |
| 4.3. Experiment 3 .....  | 34 |
| 4.4. Experiment 4 .....  | 35 |
| 4.5. Shrnutí dosažených výsledků .....   | 40 |
| 4.6. Modelování drah elektronů v programu SIMION 8.....                        | 42 |
| 5. Závěr.....  | 45 |
| Literatura .....   | 47 |
| Seznam obrázků .....   | 49 |
| Seznam symbolů a zkratk .....  | 51 |
| Seznam příloh.....   | 53 |
| Příloha A .....  | 54 |
| Příloha B.....   | 61 |

# Úvod

Práce pojednává o problematice detekce signálních elektronů scintilačním detektorem SE v rastrovacím elektronovém mikroskopu pracujícím při vyšším tlaku v komoře vzorku (VP SEM). V teoretické části se zabývá základy rastrovací elektronové mikroskopie a popisem rastrovacího elektronového mikroskopu, přístroje sloužícího k zobrazení povrchů vzorků. V současnosti však samotná funkce zobrazování povrchu materiálu nestačí, přidáním různých detektorů a spektrometrů je možné přístroj použít k prvkovým analýzám materiálů. Ve VP SEM dochází k ozařování zkoumaného materiálu dopadajícím svazkem primárních elektronů, který je základním prostředkem pro získání informací. Následně zpětně odražené a sekundární elektrony se využívají k diagnostice povrchu zkoumaného materiálu a získání informace o jeho složení. Vznik jednotlivých typů elektronů je rozdílný a bude jim věnována samostatná kapitola. Jednou z výhod VP SEM je možnost pozorovat vlhké vzorky a děje na fázových rozhraních. Elektricky nevodivé materiály nepotřebují pokovení a díky podmínkám v komoře vzorku je možné pozorovat i živé biologické vzorky. Ve VP SEM nebývají ani problémy se vzorky ohřívány na vyšší teplotu.

V praktické části se práce bude zabývat vyhodnocováním materiálového kontrastu na vzorku wolframu a mědi při různých napětích na elektrodách scintilačního detektoru pro tlaky vodních par v komoře vzorku v rozmezí 50 až cca 600 Pa.

Vynálezcem rastrovacího elektronového mikroskopu je německý fyzik Manfred von Ardenne, který přístroj publikoval v roce 1938. V roce 1942 Zworykin použil poprvé rastrovací princip a detekci sekundárních elektronů pomocí fotonásobiče. Po 2. Světové válce v Anglii skupina vědců kolem Oatleye vytvořila rastrovací elektronový mikroskop s rozlišením 50 nm.[7]

Počátky VP SEM se datují od 70. let, kdy se vědci snažili odstranit působení elektrického náboje na povrchu elektricky nevodivých vzorků napouštěním komory vzorku plynem. Bylo dokázáno, že ionizovaný plyn v komoře vzorku je schopen zabraňovat působení negativního náboje na vzorku izolantů. Vědci kolem Robinsona a Lanea zjistili, že pokud plyn obsahuje vodu, je možné, aby vzorek zůstal vlhký, což je podstatou VP SEM - pozorovat vlhké vzorky. Na konci 70. a v průběhu 80. let dochází ke zvratu ve vývoji elektronových mikroskopů pracujících při vyšším tlaku zejména díky Danilatovi a jeho pracem. Spočíval v použití dvou tlak omezujících clon mezi komorou vzorku a tubusem, čímž bylo možné vytvořit v komoře vzorku prostředí o výrazně jiném tlaku než v tubusu. [7]

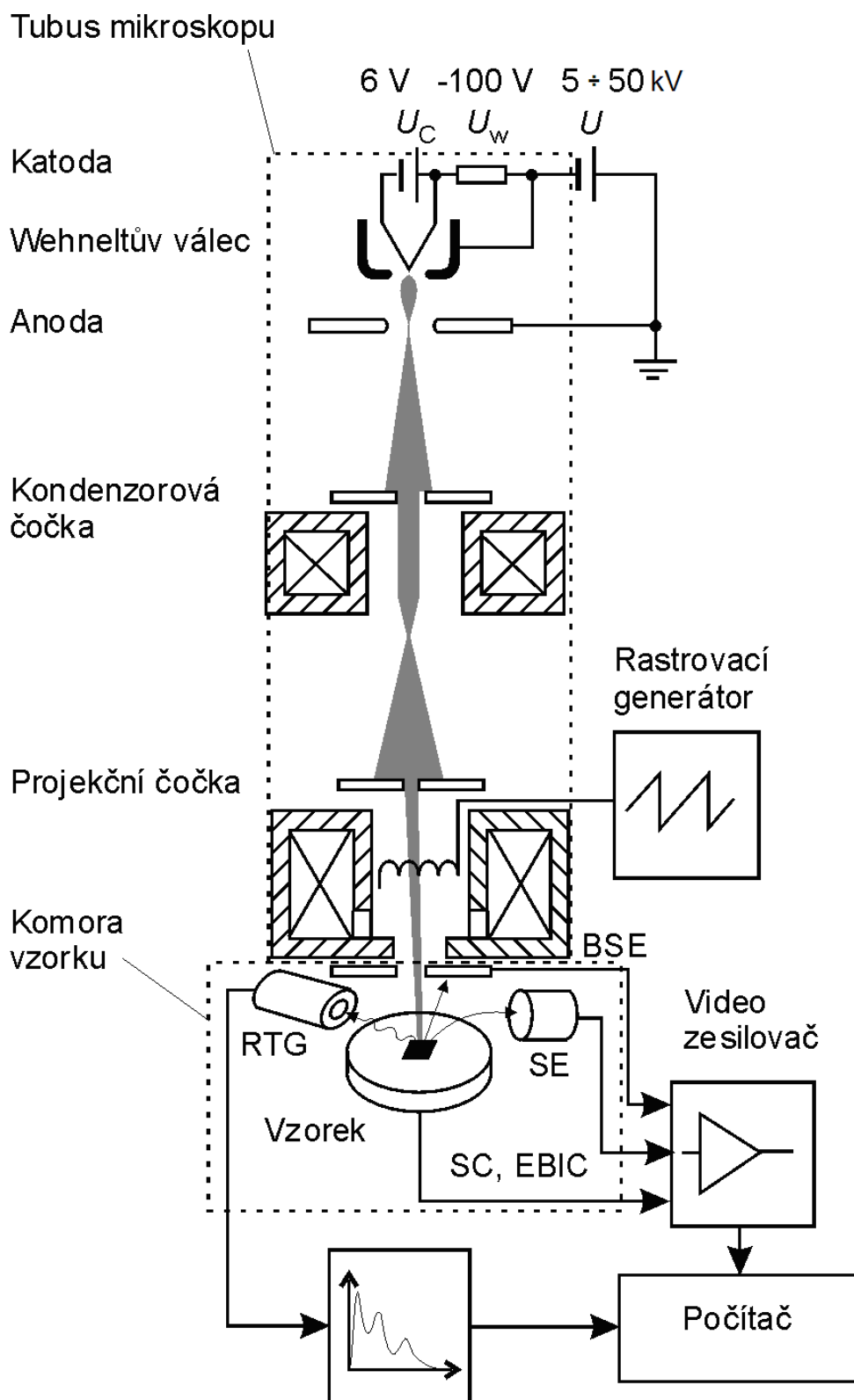
# 1. Rastrovací elektronový mikroskop REM

Rastrovací elektronový mikroskop se vyznačuje vysokou rozlišovací schopností kolem 1 nm a zvětšením řádově 100 000x. Klasické optické mikroskopy používají ke své funkci fotony a zvětšují obraz pomocí optických čoček. Elektronové mikroskopy využívají urychlené elektrony, které mají mnohem menší vlnovou délku než fotony, a elektromagnetické čočky. Elektronový svazek je za pomoci elektromagnetického pole čoček tvarován a rastruje po povrchu vzorku. Dle vlastností povrchu se mění úroveň signálu v detektorech na jejichž základě je sestavován výsledný obraz.

Na obrázku 1.1 je schéma rastrovacího elektronového mikroskopu. V rastrovacím elektronovém mikroskopu dopadá na povrch vzorku úzký svazek urychlených elektronů. Ty jsou emitovány přímo žhavenou katodou z vlákna wolframu či krystal hexaboridu lanthanu nebo autoemisní katodou. V určité vzdálenosti od katody se nachází anoda. V prostoru mezi katodou a anodou jsou elektrony urychlovány urychlovacím napětím v řádu kV, obvykle v rozmezí 0,1 až 50 kV. Jejich rychlost se po urychlení dále nemění. Pohyb elektronů je až k první elektromagnetické čočce přímočarý, pak se změní na pohyb po spirále. Kondenzorová čočka soustřeďuje elektrony do prvního ohniska (křížště) pomocí rotačně symetrického magnetického pole. Další čočka – projekční, ostří obraz křížště do roviny vzorku. Průměr křížště na vzorku by měl být co nejmenší, jeho velikost určuje rozlišovací schopnost mikroskopu. V oblasti projekční čočky se nachází soustava cívek pro korekci astigmatismu, což je nedokonalost osové symetrie magnetického pole elektromagnetické čočky

Zaostřený svazek elektronů je vychylovacími cívkami vychylován a rastruje po povrchu vzorku. Po dopadu elektronového svazku na plochu vzorku dochází k dějům popisovaných v následující kapitole práce. Signály, které se uvolní ze vzorku, jsou detekovány a poté analyzovány.

Důležitým poznatkem je, že komora se vzorkem, detektory i celý tubus mikroskopu jsou vakuově čerpány a to při použití wolframové přímo žhavené katody na hodnotu nejméně  $1 \cdot 10^{-3}$  Pa. [7]



Obr. 1.1 Schéma rastrovacího elektronového mikroskopu [ 13 ]

RTG – rentgenové záření, SC – proud vzorkem (specimen current), SE – sekundární elektrony (secondary electrons), BSE – zpětně odražené elektrony (backscattered electrons), EBIC – proud indukovaný svazkem elektronů (electron beam induced current)

## 2. Interakce elektronů se vzorkem

### 2.1. Rozptyl elektronů

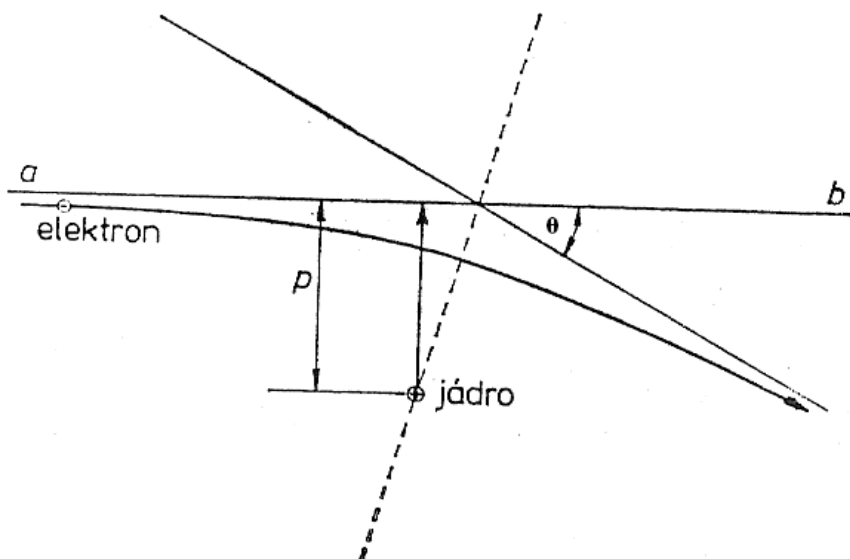
Jedná se o jev, ke kterému dochází při průchodu elektronu hmotou. Tento děj si můžeme představit jako velké množství srážek, ke kterým dochází mezi dopadajícím elektronem a atomy látky, kterou elektron prochází. V souvislosti s rozptylem elektronů se zavádí veličina záchytný průřez  $\sigma$ , jež vyjadřuje v součinu s  $N$  (koncentrace rozptylujících částic ve vrstvě) pravděpodobnost, že nastane rozptyl. [7]

### 2.2. Mechanismy rozptylu

Při průchodu elektronů látkou mohou nastat dva děje. Je, kdy elektron pouze změni směr své dráhy, aniž aby předal částici, s níž interaguje svou energii, se nazývá pružný rozptyl. Je, kdy část své energie předá a zmenší svou kinetickou energii, se nazývá nepružný rozptyl.

#### 2.2.1. Pružný rozptyl

Jak jsem již napsal výše, při tomto jevu nedochází k předání energie, resp. změna energie je velmi malá. Elektron je při pružném rozptylu ovlivňován kladným nábojem jádra a to způsobí, že se jeho dráha zakřiví. Zakřivení trajektorie elektronu je tím větší čím menší je vzdálenost mezi jádrem a pohybujícím se elektronem. Tato vzdálenost se značí  $p$  [7].

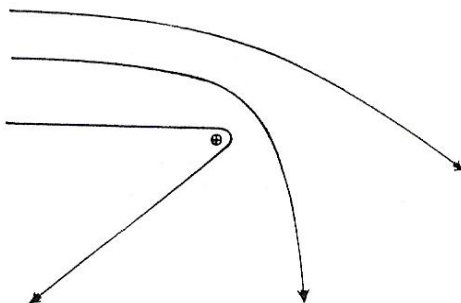


Obr. 2.1 Zakřivení trajektorie elektronu v elektrickém poli jádra [ 7 ]

Úhel odchýlení dráhy elektronu od původního směru se značí  $\theta$  - rozptylový úhel, lze jej vypočítat dle rovnice

$$\cot \frac{\theta}{2} = \frac{m_e v^2}{2e^2 Z} p, \quad (1)$$

Závislost rozptylového úhlu na vzdálenosti pohybujícího se elektronu od jádra vyjadřuje obrázek 2.2.



Obr. 2.2 Závislost rozptylového úhlu na náměrné vzdálenosti [ 7 ]

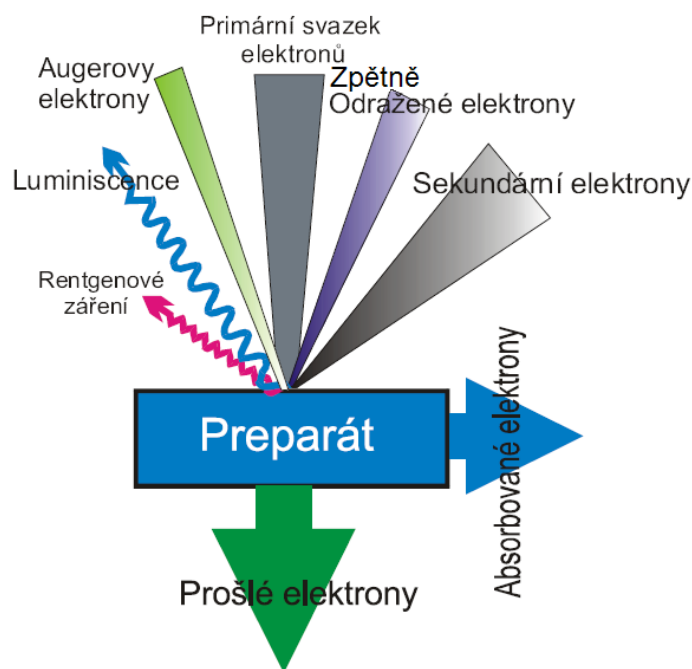
Při pružném rozptylu dochází též ke vzniku tzv. brzdného záření. Jev nastane, když pohybující se elektron způsobí časovou změnu elektrického pole v okolí jádra. Časová změna indukuje magnetické pole. Vzniknou elektromagnetické vlny šířící se prostorem. Elektron, který zapříčinil jejich vznik, předá malou část své energie látce. [7]

### 2.2.2. Nepružný rozptyl

Oproti pružnému rozptylu dopadající elektron předává atomu část své energie a může dojít buď k ionizaci atomu nebo přechodu elektronů v elektronovém obalu atomu do excitovaného stavu. Elektron uvolněný při ionizaci atomu se nazývá sekundární elektron. Celkový záchytný průřez pro nepružný rozptyl je roven součtu záchytných průřezů na jednotlivých hladinách. [7]

### 2.3. Signály uvolňující se ze vzorku

Při dopadu svazku primárních elektronů na vzorek dochází k mnoha dějům. Některé elektrony jsou ve vzorku absorbovány, jiné jím v případě velmi tenkých vzorků projdou, část elektronů je emitována ze vzorku. Obrázek 2.3 zobrazuje děje následující po dopadu svazku primárních elektronů.



Obr. 2.3 Interakce primárního elektronového svazku s hmotou vzorku [ 10 ]

#### *Zpětně odražené elektrony – (BSE)*

Zpětně odražené elektrony jsou ty primární elektrony, které prošly jednou a více pružnými a nepružnými srážkami a poté se uvolnily z povrchu vzorku. (více viz kapitola 2.5.)

#### *Sekundární elektrony – (SE)*

Sekundární elektrony pocházejí z atomů materiálu vzorku, kterým byla nepružnou srážkou s primárním elektronem dodána energie, jež jim umožnila uvolnit se z elektronového obalu atomu. Pokud vzniknou v dostatečné blízkosti povrchu, je pravděpodobné, že se z látky uvolní jako sekundární elektron. Pokud zůstanou v látce, stávají se absorbovanými elektrony. (více viz kapitola 2.6.)

### *Rentgenové záření (RTG) a Augerovy elektrony*

RTG záření je elektromagnetické vlnění s vlnovou délkou přibližně 0,01 – 10 nm. Má 2 složky, spojitě RTG a charakteristické RTG. Dopadající urychlené primární elektrony předávají svou kinetickou energii vnitřním vrstvám elektronového obalu atomů vzorku, a dochází k uvolnění SE. Návrat atomů do původního energetického stavu bývá doprovázen vyzářením fotonu charakteristického rentgenového záření, nebo je energie rozdílu energetických hladin předána dalšímu elektronu z elektronového obalu atomu, který se uvolňuje jako Augerův elektron. [13]

Augerovy elektrony se ve VP SEM nedetekují.

### *Luminiscence (katodoluminiscence)*

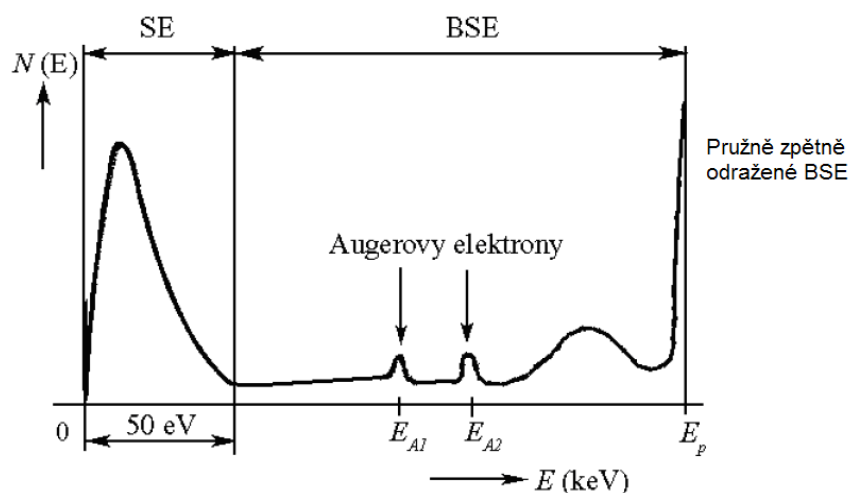
Pohlcováním energie primárních elektronů v atomech materiálu vzorku může dojít k vybuzení luminiscenčních center a vyzářením fotonu ultrafialového, viditelného či infračerveného světla. [13]

### *Absorbované elektrony*

Absorbované elektrony jsou tvořeny částí primárních a sekundárních elektronů, jenž se neuvolní ze vzorku. V případě, že vzorek je elektricky nevodivý, vytvářejí tyto elektrony ve vzorku oblast záporně nabitou, kterou znehodnotí pozorovaný obraz.

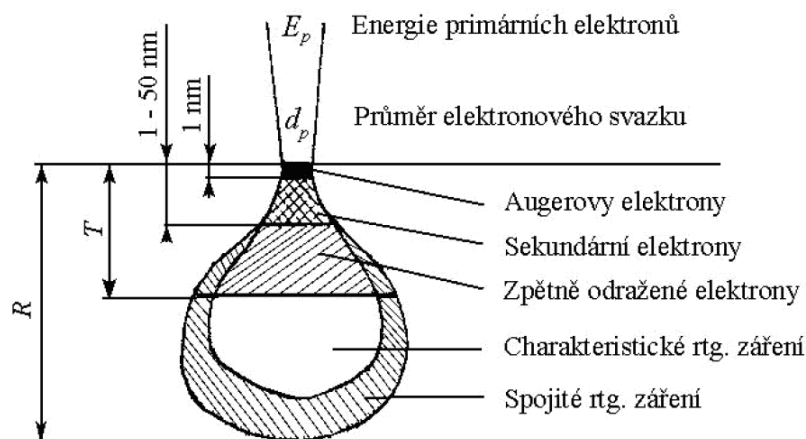
## 2.4. Energiové rozložení signálních elektronů a jejich excitovaný objem

Na obrázku 2.4 je zobrazeno energetické rozložení signálních elektronů. Sekundární elektrony se vyskytují s energií do 50 eV. Od 50 eV výše se nacházejí zpětně odražené a Augerovy elektrony. Augerovy elektrony jsou v intervalu 50 – 2000 eV. Pík v blízkosti energie primárních elektronů představuje zpětně odražené elektrony, které prošly pružnou srážkou a jejich energie se téměř nezměnila od energie primárních elektronů. Toto pásmo je široké přibližně 100 – 200 eV. [7]



Obr. 2.4 Energiové rozložení signálních elektronů [ 5 ]

Obrázek 2.5 ukazuje, z jakého objemu se jednotlivé typy signálů uvolňují ze vzorku.



Obr. 2.5 Velikost excitovaného objemu pro některé signály [ 5 ]

Dosah primárních elektronů  $R$  je závislý na jejich energii a hustotě vzorku. Roste s rostoucí energií primárních elektronů  $E_p$  a klesá s rostoucí hustotou vzorku.  $T$  je hloubka, ze které ještě uniknou zpětně odražené elektrony, platí pro ni přibližný vztah:

$$T = \frac{1}{2} \cdot R, \quad (2)$$

## 2.5. Zpětně odražené elektrony

Vznik zpětně odražených elektronů vyplývá z pružného rozptylu primárních elektronů. Zpětně odražené elektrony jsou ty, které se po jedné či více pružných a nepružných srážkách s atomy vzorku uvolní z povrchu vzorku. [9]

Za BSE se obecně považují elektrony s energií vyšší než 50 eV, viz obr. 2.4.

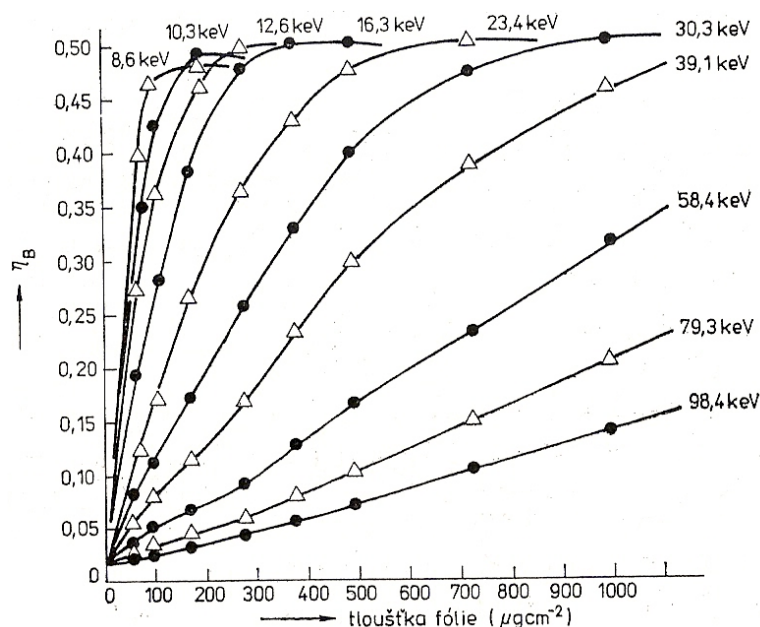
V souvislosti se zpětně odraženými elektrony je definován poměr proudu zpětně odražených elektronů  $I_{BSE}$  k proudu dopadajících primárních elektronů  $I_{PE}$  jako koeficient emise zpětně odražených elektronů  $\eta$ .

$$\eta = \frac{I_{BSE}}{I_{PE}}, \quad (4)$$

Na tenkých vrstvách je koeficient emise BSE zpočátku úměrný tloušťce vrstvy, avšak od určité tloušťky nabývá konstantní hodnoty, jež odpovídá hodnotě koeficientu emise pro tlusté vzorky. Jeho hodnota nikdy nepřesahuje hodnotu 1.

Závislost koeficientu emise zpětně odražených elektronů na hustotní tloušťce vzorku je zobrazena na obrázku 2.6. [7]

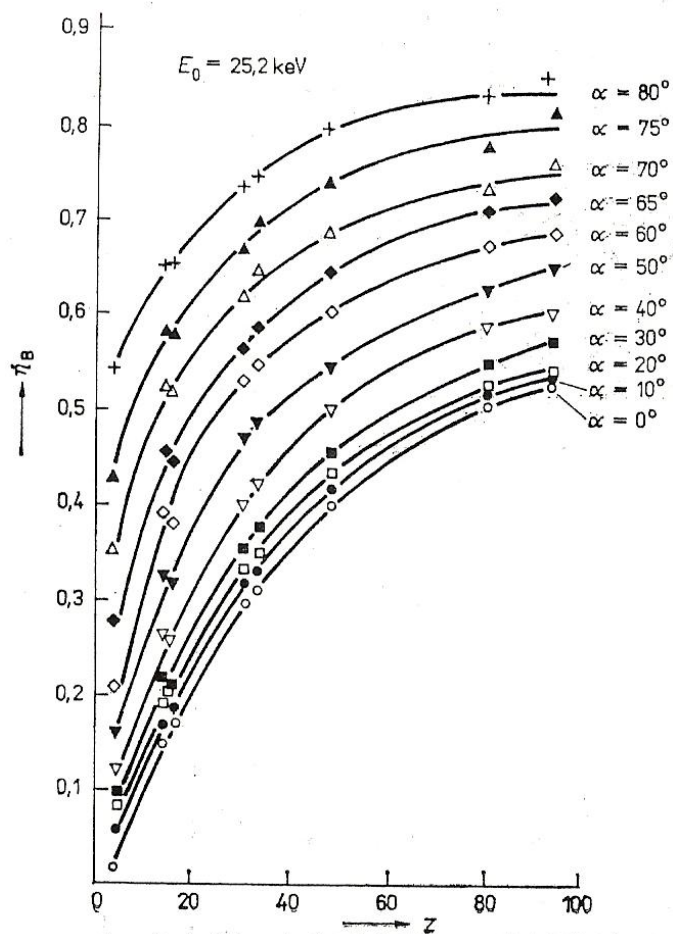
Podílem hustotní tloušťky a hustoty materiálu vzorku získáme dosah primárních elektronů  $R$



Obr. 2.6 Závislost koeficientu emise BSE  $\eta$  na hustotní tloušťce fólie pro různé energie primárních elektronů (Experiment prováděn s foliemi Au) [ 7 ]

U vzorků závisí koeficient emise BSE velmi silně na úhlu dopadu primárních elektronů  $\alpha$  a protonovém čísle  $Z$ , viz obr 2.7. Úhel dopadu je definován jako úhel mezi

dopadajícím svazkem elektronů a kolmicí k povrchu vzorku v místě dopadu primárního svazku.



Obr. 2.7 Závislost koeficientu emise BSE  $\eta$  na protonovém čísle  $Z$  pro různé úhly dopadu  $\alpha$  [ 7 ]

### 2.5.1. Kontrast v obraze BSE

V obraze BSE se uplatňují tyto typy kontrastů:

- Topografický kontrast
- Materiálový kontrast
- Kontrast kanálováním

Topografický kontrast v obraze BSE je dán:

- *Kontrastem náklonu* vyplývajícím ze závislosti koeficientu emise BSE  $\eta$  na úhlu dopadu primárních elektronů
- *Stínovým kontrastem*, který je ovlivněn reliéfem povrchu a polohou detektoru. Části povrchu za hranou či prohlubní se budou ve výsledném obraze jevit tmavší v důsledku přímočarého pohybu BSE k detektoru.

- *Hranovým kontrastem*, který se projevuje přesvětlením hran. Na hranách je při rastrování svazkem PE větší plocha, odkud se uvolní BSE. Kontrast je opět silně závislý na poloze detektoru vůči dané hraně. [9]

Materiálový kontrast je dán závislostí koeficientu emise BSE  $\eta$  na protonovém čísle materiálu jak je patrné z obr 2.7. [9]

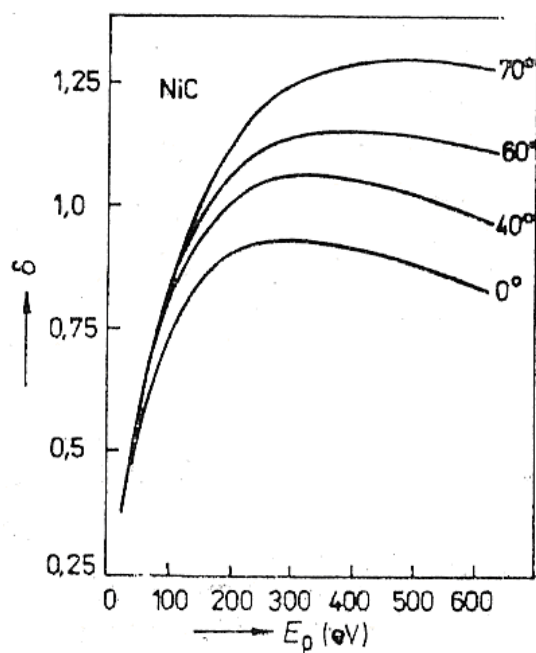
S kontrastem kanálováním se setkáváme u polykrystalických vzorků. V závislosti na úhlu, který svírají hlavní krystalografické roviny polykrystalu s dopadajícím svazkem elektronů, dochází k většímu či menšímu uvolňování BSE ze vzorku. [9]

## 2.6. Sekundární elektrony

Jedná se o skupinu elektronů s energií do 50 eV, nejvíce se jich uvolňuje ze vzorku s energií 3–5 eV, viz obr. 2.4. Vznikají jako produkt nepružných srážek primárních elektronů. Při ionizaci se uvolní z elektronového obalu jádra, pokud mají dostatečnou energii a nejsou příliš hluboko ve vzorku, mohou uniknout. Maximální hloubka  $t_{SE}$ , ze které mohou ještě uniknout, se udává 0,5 ÷ 3 nm u kovů, 10 nm u uhlíku a do 50 nm u izolantů. Koeficient emise SE  $\delta$  slouží pro posouzení účinnosti emise sekundárních elektronů a je roven podílu proudů sekundárních elektronů  $I_{SE}$  a primárních elektronů  $I_{PE}$  dopadajících na vzorek. [7]

$$\delta = \frac{I_{SE}}{I_{PE}}, \quad (3)$$

Koeficient emise SE  $\delta$  prudce vzrůstá s rostoucím úhlem dopadu primárních elektronů  $\alpha$ , viz obr 2.8. S rostoucí energií primárních elektronů se zmenšuje, největších hodnot dosahuje při energiích primárních elektronů řádově stovek eV, viz obr 2.8.

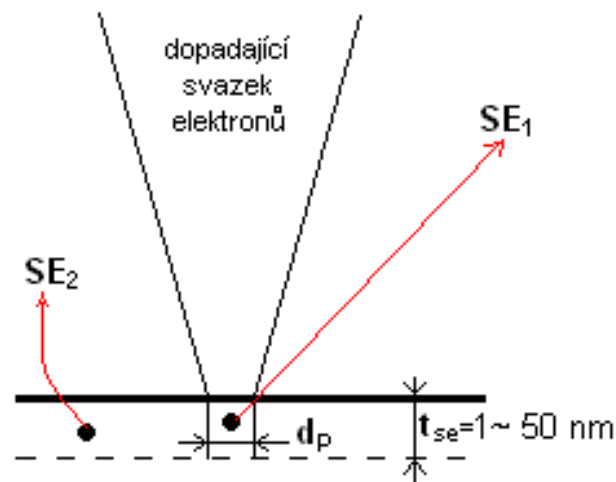


Obr. 2.8 Závislost koeficientu emise SE  $\delta$  na energii primárních elektronů  $E_p$  při různých úhlech dopadu  $\alpha$  [ 7 ]

Sekundární elektrony lze rozdělit do tří složek:

- *Složka  $SE_1$*  – jedná se o elektrony, které se uvolňují do hloubky  $t_{se}$  v oblasti dopadu svazku elektronů o průměru  $d_p$ , jsou to SE s nejvyšším rozlišením, nesou čistě topografickou informaci o vzorku.

- *Složka SE<sub>2</sub>* – jsou to elektrony vybuzené do hloubky  $t_{se}$  zpětně odraženými elektrony, ale mimo oblast dopadu svazku primárních elektronů. Nesou informaci jak o topografii, tak i o materiálu vzorku.
- *Složka SE<sub>3</sub>* – vzniká srážkou zpětně odraženého elektronu s konstrukcí mikroskopu, tyto elektrony jsou nejméně žádoucí při detekci.[9]



Obr. 2.9 Vznik složek sekundárních elektronů SE<sub>1</sub> a SE<sub>2</sub>

### 2.6.1. Kontrast v obraze SE

V obraze sekundárních elektronů se uplatňují tyto typy kontrastu

- Topografický kontrast
- Materiálový kontrast
- Kontrast napěťový a magnetický

Topografický kontrast v obraze SE je dán:

- *Kontrast náklonem* - vychází ze závislosti koeficientu emise SE  $\delta$  na úhlu dopadu  $\alpha$  primárních elektronů.
- *Stínový kontrast* - ovlivněn reliéfem povrchu a polohou detektoru. Části povrchu za hranou či prohlubní se budou ve výsledném obraze jevit tmavší.
- *Hranový kontrast* - projevuje se přesvětlením hran, neboť na hranách je při rastrování svazkem PE mnohem větší povrch, odkud se SE mohou uvolňovat.[9]

Materiálový kontrast:

Složka sekundárních elektronů  $SE_2$  vybuzená BSE procházejícími tenkou povrchovou vrstvou obsahuje kromě topografické informace i informaci o materiálu vzorku.[9]

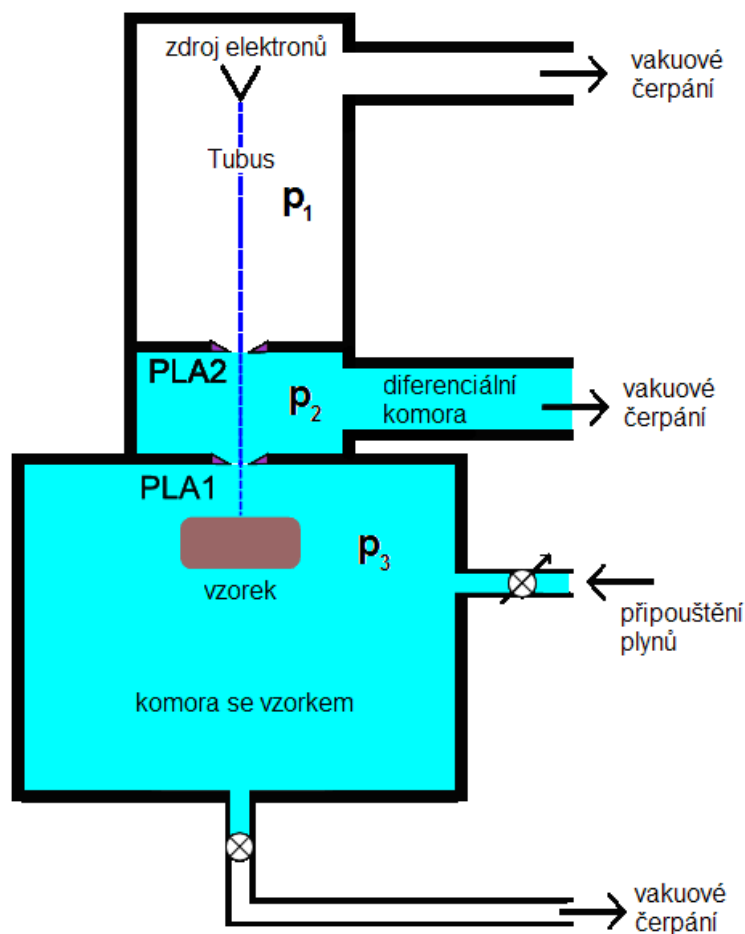
Kontrast napěťový a magnetický.

Vyplývá z působení elektrických a magnetických polí ve vzorcích na sekundární elektrony. Tento typ kontrastu umožňuje pozorování rozložení elektrických a magnetických polí na pozorovaných vzorcích.[9]

### 3. VP SEM

Rastrovací elektronový mikroskop pro vyšší tlak v komoře vzorku neboli VP SEM, pracuje na stejném principu jako výše popsaný rastrovací elektronový mikroskop, je zde však důležitá odlišnost. U VP SEM je komora vzorku tlakově oddělena od tubusu systémem tlak omezujících clon, PLA1 a PLA2: Jednotlivé prostory jsou samostatně vakuově čerpány, což umožňuje dosáhnout v nich rozdílných tlaků.

Obrázek 3.1 nastiňuje vakuové čerpání v VP SEM. Jednotlivé prostory bývají čerpány rotačními, difusními, turbomolekulárními vývěvami, případně jinými typy vývěv.



Obr. 3.1 Schéma vakuového čerpání ve VP SEM [ 2 ]

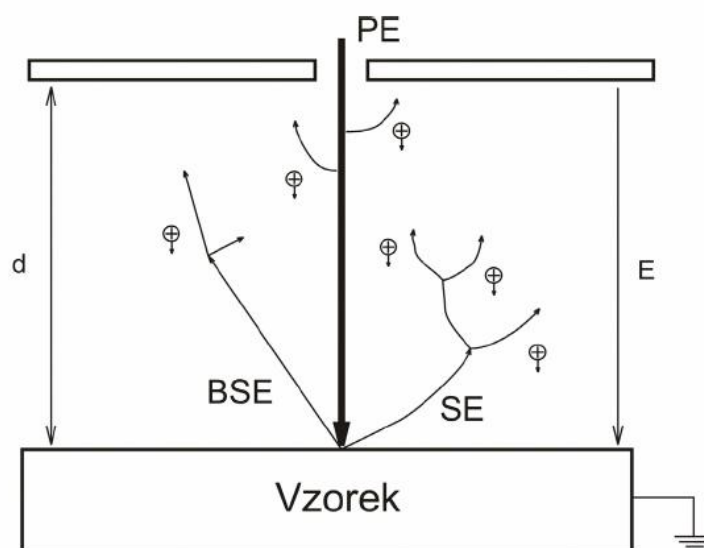
$p_{0,1,2}$  - tlak v komoře vzorku, diferenciální komoře a v tubusu, PLA – tlak omezující clona (pressure limiting aperture)

Uvedený systém tzv. diferenciálního čerpání umožňuje dosáhnout hodnotu tlaku v tubusu  $\sim 10^{-3}$  Pa při tlacích tisíce Pa v komoře vzorku.

### 3.1. Detekce signálů ve VP SEM

#### 3.1.1. Ionizační detektor

Ionizační detektor je typ detektoru používající k zesílení signálu nárazovou ionizaci v plynech. Činnost detektoru lze popsat na funkci deskového kondensátoru s plynným dielektrikem. Uzemněný vzorek si představíme jako spodní elektrodu deskového kondensátoru, detektor jako horní. Detektor je na kladném potenciálu oproti vzorku v řádu stovek voltů. Mezi elektrodami je dostatečná intenzita elektrického pole k vyvolání podmínek nárazové ionizace. PE dopadnou na vzorek a způsobí emisi SE a BSE. V procesu nárazové ionizace dochází k zesílení signálů z jednotlivých generačních zdrojů, které představují SE, BSE a PE. Kladné ionty vzniklé v procesu nárazové ionizace se pohybují ke vzorku a kompenzují záporný náboj na povrchu vzorku. Elektrony generované v plynném prostředí nárazovou ionizací jsou zachyceny horní elektrodou (detektorem), tento signál je dále zpracováván a přináší informaci o vzorku.[13]



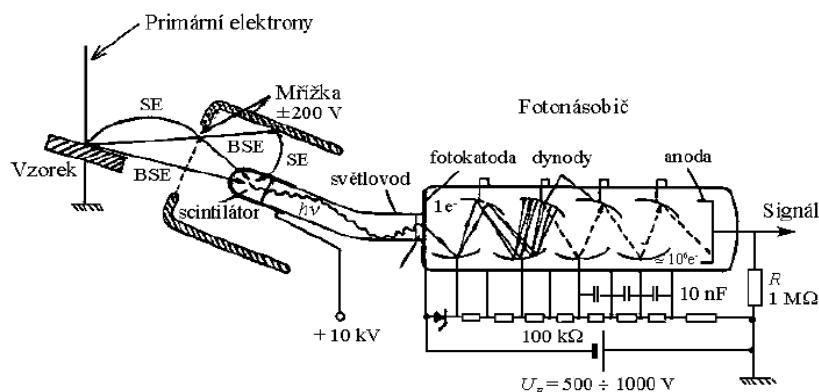
Obr. 3.2 Princip činnosti ionizačního detektoru [ 6 ]

d – pracovní vzdálenost, E – intenzita elektrického pole

### 3.1.2. Scintilační detektor

Everhart-Thornleyův detektor - ETD, je velmi často používaný typ detektoru. Využívá se k detekci sekundárních i zpětně odražených elektronů.

Na obrázku 3.3 je znázorněno zachycení signálních elektronů detektorem: BSE jsou detekovány pouze v případě, že směřují do detektoru. Sekundární elektrony je možné kladným napětím na mřížce do detektoru přitáhnout.



Obr. 3.3 Everhart-Thornleyho detektor v uspořádání pro detekci SE [ 5 ]

Sekundární elektrony, které projdou mřížkou, jsou dále urychleny předpětím obvykle 10 kV přiloženým na vodivou vrstvu na scintilátoru. Vodivá vrstva je velmi tenký film o tloušťce jednotek nanometrů, většinou bývá realizována naprášením hliníku nebo nanesením oxidu indiociničitého. [13]

Scintilátor může být vyroben z YAG:Ce - itrity-hlinitý-granát dotovaný cerem, nebo YAP - itrity-hlinitého-petrovskitu

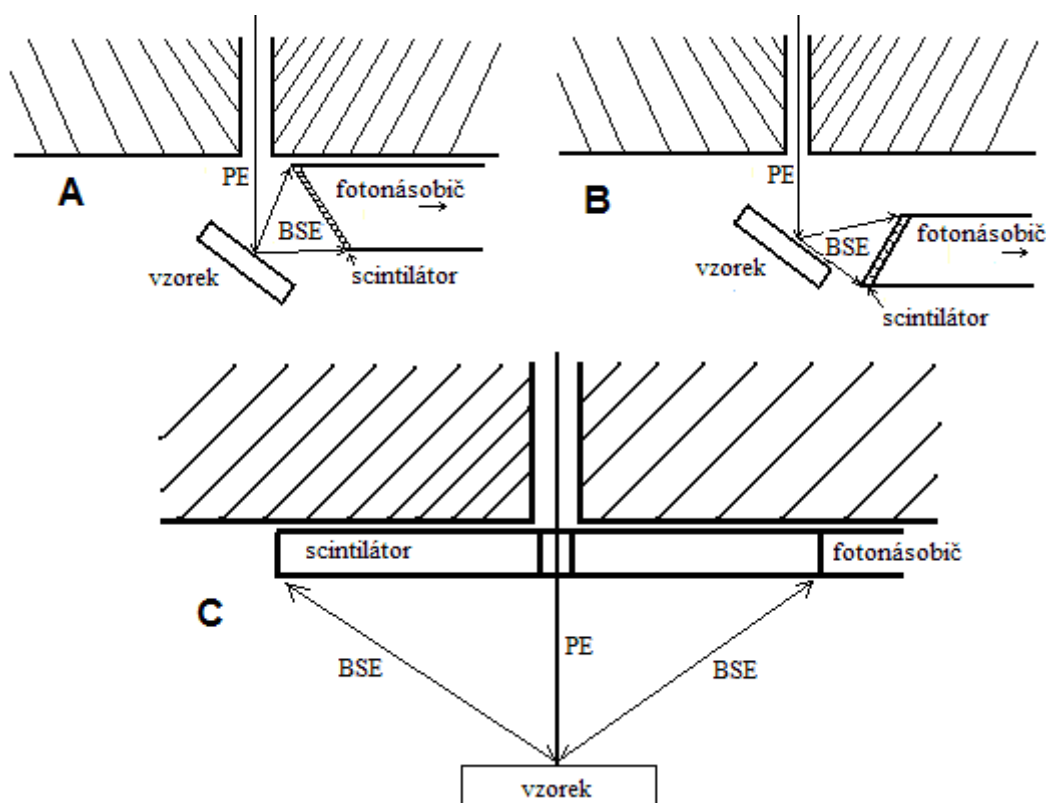
Urychlené SE elektrony jsou schopné tenkou vrstvou procházet a uvnitř scintilátoru generují velké množství párů elektron-díra. Energie  $E_p$  potřebná pro vznik jednoho páru elektron-díra je asi 3 eV. Z poměru energií vyplývá, že jeden sekundární elektron urychlený potenciálem 10 kV generuje ve scintilátoru přibližně 3000 párů elektron - díra. Tyto páry rekombinují na luminiscenčních centrech, jen malá část asi 1-3% se přemění na fotony. Fotony se dále šíří světlovodem do fotonásobiče. Světlovod bývá obvykle z PMMA, pro scintilátor z YAP je vyroben z křemenného skla.[13]

Fotony ze světlovodu dopadají na fotokatodu fotonásobiče, ze které vyráží fotoelektrony. Fotoelektrony jsou urychleny k první dynodě s kladným předpětím vzhledem k fotokatodě. Dynody jsou z materiálu s vysokou emisí sekundárních elektronů, ve fotonásobiči dochází až k milion-násobnému zesílení signálu s velmi nízkou úrovní šumu.[13]

### 3.1.2. Scintilační detektor BSE pro VP SEM

Zpětně odražené elektrony se do určité vzdálenosti od vzorku pohybují přímočaře. Pokud není vzdálenost vzorku a detektoru příliš velká, je vychýlení elektronů od původního směru emise zanedbatelné. Proto musí být detektory BSE pro VP SEM konstrukčně navrženy tak, aby jejich geometrické uspořádání umožnilo omezit délku dráhy elektronů v plynném prostředí. Zpětně odražené elektrony mají dostatečnou energii, aby produkovaly velké množství kvant záření ve scintilátoru bez toho, aby byly v elektrostatickém poli o potenciálu cca 10 kV urychleny. Obrázek 3.4 nastiňuje několik možných poloh scintilátoru vůči vzorku, kdy dojde k zachycení velkého množství BSE scintilačním detektorem. Je zřejmé, že čím větší plocha detektoru, tím větší množství BSE detektor zachytí a detekovaný signál je kvalitnější. Ve verzi C je scintilační detektor použit i ve funkci tlak omezující clony vakuového systému rastrovacího elektronového mikroskopu pracujícího při vyšším tlaku, kde scintilační monokrystal obsahuje kruhový otvor umožňující průchod svazku primárních elektronů a zároveň omezuje proudění plynů mezi komorou vzorku a diferenciální komorou.

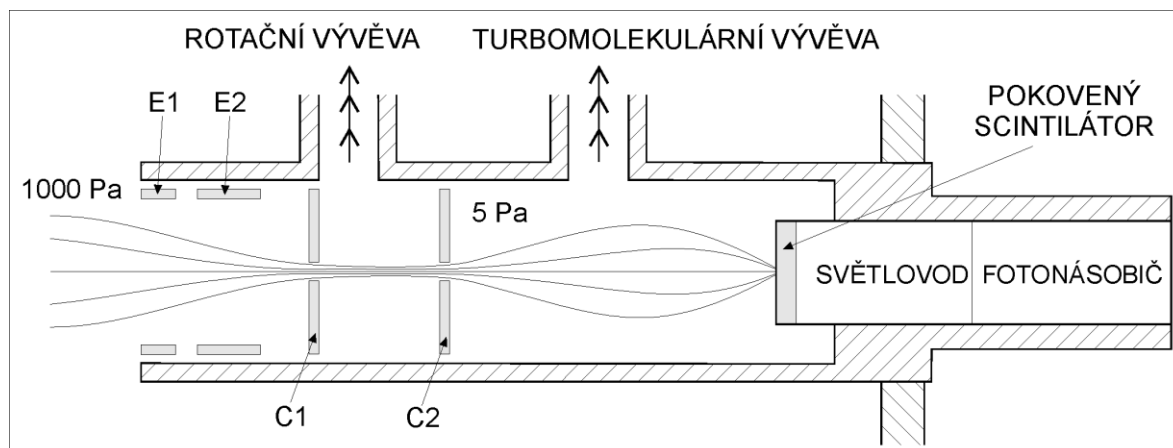
[6]



Obr. 3.4 Typy scintilačního detektoru BSE pro VP SEM [ 13 ]

### 3.1.4. Scintilační detektor SE pro VP SEM

Vysoký tlak plynů v komoře vzorku u VP SEM znemožňuje použití klasického Everhart-Thornleyova detektoru, kvůli požadavku vysokého přepětí přivedeného na scintilátor detektoru k urychlení SE, proto se musí použít jeho modifikovaná verze, viz Obr. 3.5.



Obr. 3.5 Modifikace scintilačního detektoru SE pro VP SEM [ 9 ]

Prostor mezi komorou vzorku a scintilátorem je oddělen dvěma clonami, díky nimž je možné vytvořit u scintilátoru prostředí s nižším tlakem oproti komoře vzorku. Aby mohly být sekundární elektrony urychlovány předpětím 10 kV, a nedocházelo k výboji v plynech, musí být v prostoru před scintilátorem tlak maximálně 5 Pa.

Extrakční a vychylovací elektroda s napětím stovek voltů (E1, E2) přitahují sekundární elektrony emitované ze vzorku a umožňují jejich průchod směrem ke clonám C1 a C2. Clony C1 a C2 s napětím do cca 1000 V vytvářejí elektrostatickou čočku umožňující průchod elektronů směrem ke scintilátoru. Elektrody i clony jsou od těla detektoru elektricky izolovány. Prostor mezi clonami je čerpán rotační vývěvou a slouží k postupnému snižování tlaku mezi komorou vzorku a komorou scintilátoru. Za clonou C2 u scintilátoru je prostor čerpán turbomolekulární vývěvou. [8]

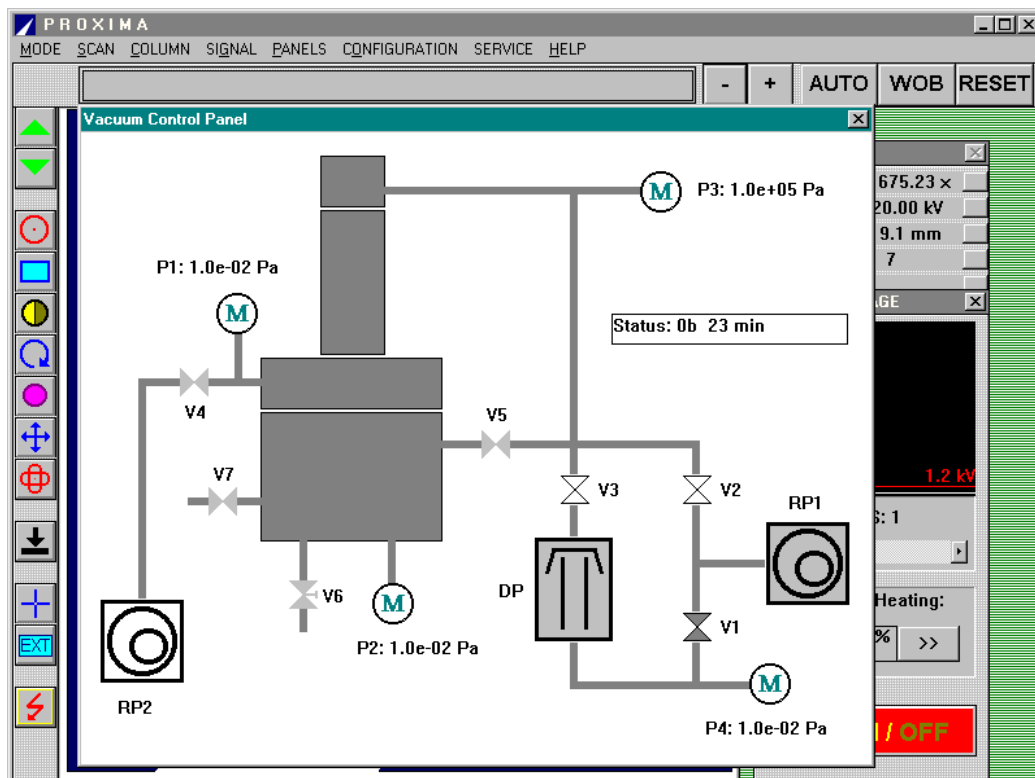
## 4. Experimentální část

V experimentální části diplomové práce bylo mým úkolem vyhodnotit materiálový kontrast mezi wolframem a mědí při různých napětích na elektrodách scintilačního detektoru pro tlaky vodních par v komoře vzorku v rozmezí 50 až cca 600 Pa. Měření probíhalo na rastrovacím elektronovém mikroskopu pracujícím při vyšším tlaku typu AQUASEM na Ústavu přístrojové techniky Akademie věd České republiky v Brně.



Obr. 4.1 Snímek pracoviště VP SEM na UPT AVČR

Mikroskop je řízen počítačem. Pomocí obslužného softwaru můžeme pozorovat povrch vzorku, měnit rychlost rastrování, měnit napětí na dynodách fotonásobiče, také ovládat nastavení mikroskopu. Pozorovaný obraz se dá zaostřit, zvětšovat a v neposlední řadě i ukládat. Zdrojem primárních elektronů je přímo žhavená wolframová katoda, jejíž pracovní napětí (urychlovací napětí) dosahuje hodnoty až 20 kV. Žhavení lze zapínat či vypínat pomocí softwaru. Dalším nastavitelným parametrem mikroskopu je proud svazku PE. U scintilačního detektoru nastavujeme jas obrazu (stejnoseměrná složka signálu) a zesílení fotonásobiče detektoru (napětí na dynodách).



Obr. 4.2 Snímek obslužného softwaru Proxima k VP SEM

Neměnné nastavení mikroskopu

Proud svazku primárních elektronů  $I_{PE} = 100 \text{ pA}$

Urychlovací napětí  $U = 20 \text{ kV}$

Napětí na scintilátoru detektoru  $U_S = 9 \text{ kV}$

Napětí na cloně  $U_{C2} = 1000 \text{ V}$

Zvětšení obrazu 500x

Vzorek byl umístěn v prostředí nasycených vodních par. Zkoumaný vzorek je na obrázku 4.3. Jedná se o váleček z uhlíku, ve kterém je tenký drát z wolframu a několik velmi tenkých drátků mědi, detail viz obr. 4.4.

Wolfram – šedý až stříbřitě bílý kov, těžký, tvrdý, má nejvyšší bod tavení ze všech kovů, je velmi stálý – netečný k vodě a atmosférickým plynům.

Měď – načervenalý ušlechtilý kov, důležitý pro elektrotechniku kvůli velmi dobré elektrické a tepelné vodivosti. Je to kov měkký a dobře se opracovává.

Uhlík – jedná se o nekovový prvek, jeho nejčastější modifikací je grafit, využívá se například k výrobě nanotrubic. Jeho tvrdost se odvíjí podle alotropní modifikace.

Tab. 1.: Koeficienty emise BSE a SE wolframu, mědi a uhlíku [3], [4]

| materiál | Koeficient emise BSE $\eta$ | Koeficient emise SE $\delta$ |
|----------|-----------------------------|------------------------------|
| W        | 0,43                        | 0,38                         |
| Cu       | 0,34                        | 0,38                         |
| C        | 0,10                        | 0,23                         |

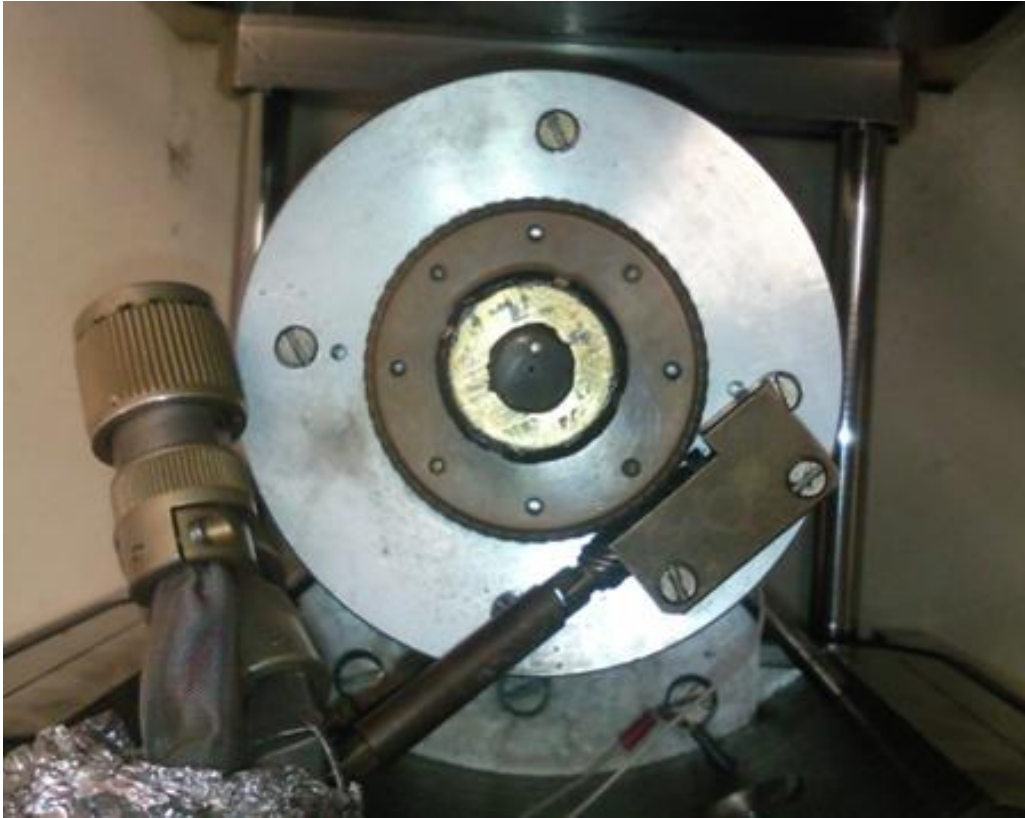
V průběhu měření jsem měnil napětí na extrakční elektrodě E1 v rozmezí 300 - 425 V v závislosti na napětí na vychylovací elektrodě E2 a tlak v komoře vzorku v rozsahu 50 ÷ 600 Pa.

V práci byl sledován vliv změn napětí na elektrodách E1, E2 a na cloně C1 na kontrast v obraze pozorovaného vzorku W, Cu při pracovních vzdálenostech vzorku WD (vzdálenost mezi vzorkem a poslední tlak omezující clonou tubusu mikroskopu) v rozmezí od 4 do 6 mm.

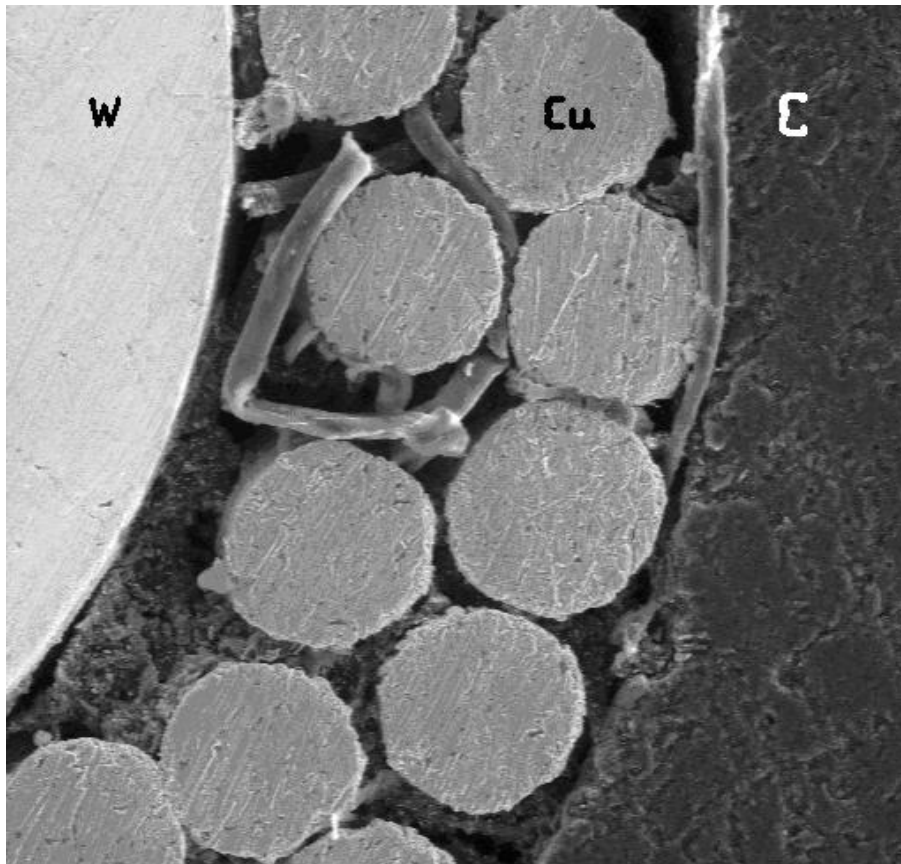
Pomocí programu COREL PHOTO PAINT jsem z histogramů snímků z mikroskopu zjišťoval úrovně šedi v obraze vzorku z míst W, Cu a C.

Kontrast v obraze mezi wolframem a mědí  $C_{W-Cu}$  byl stanoven jako rozdíl kontrastů mezi wolframem a uhlíkem  $C_{W-C}$  a mědí a uhlíkem  $C_{Cu-C}$  viz rovnice 4.

$$C_{W-Cu} = C_{W-C} - C_{Cu-C} \quad (4)$$



Obr. 4.3 Pozorovaný vzorek ve stolku vzorku mikroskopu



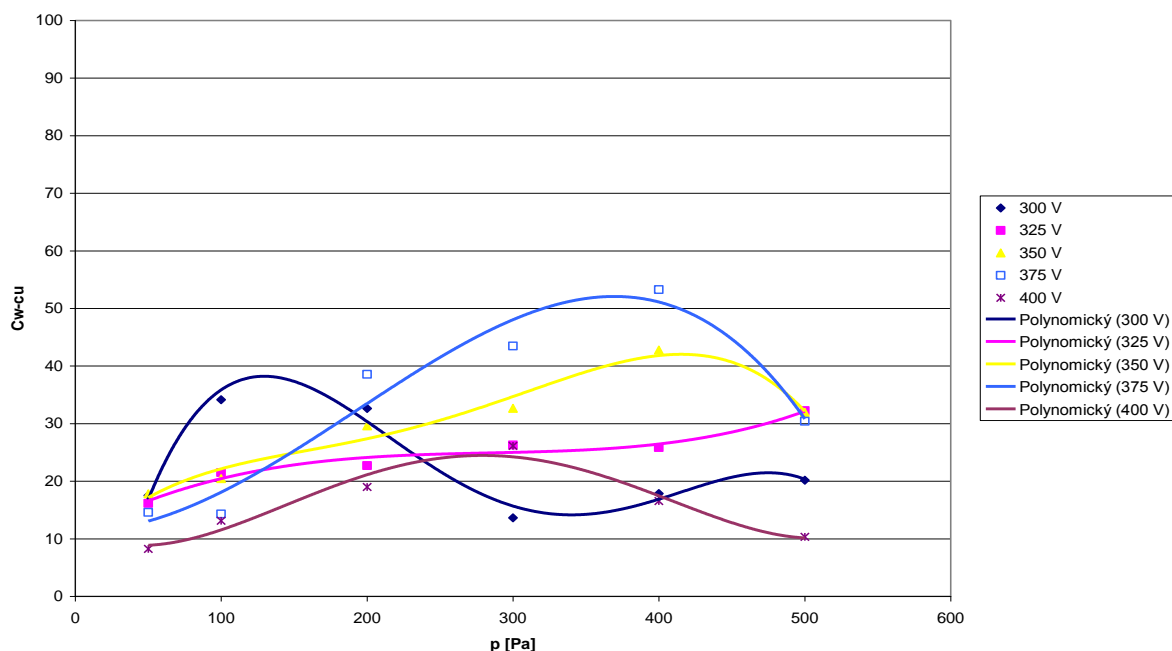
Obr. 4.4 Detail části povrchu vzorku, zvětšení obrazu 500x (W – wolfram, Cu – měď, C - uhlík)

## 4.1. Experiment 1

Výchozí měření bylo uskutečněno pro nastavení mikroskopu VP SEM:

- Napětí na elektrodě E2  $U_{E2} = 400$  V;
- Napětí na cloně C1  $U_{C1} = 500$  V;
- Napětí na dynodách fotonásobiče  $U_D = 500$  V;
- Pracovní vzdálenost  $WD = 4$  mm;

Výsledky měření jsou uvedeny v na obr. 4.5 případně v Tab. A.1. v příloze A



Obr. 4.5 Kontrast v obraze W a Cu v závislosti na tlaku vodních par v komoře vzorku mikroskopu pro napětí na E1 v rozmezí 300 – 400 V,  $U_D = 500$  V

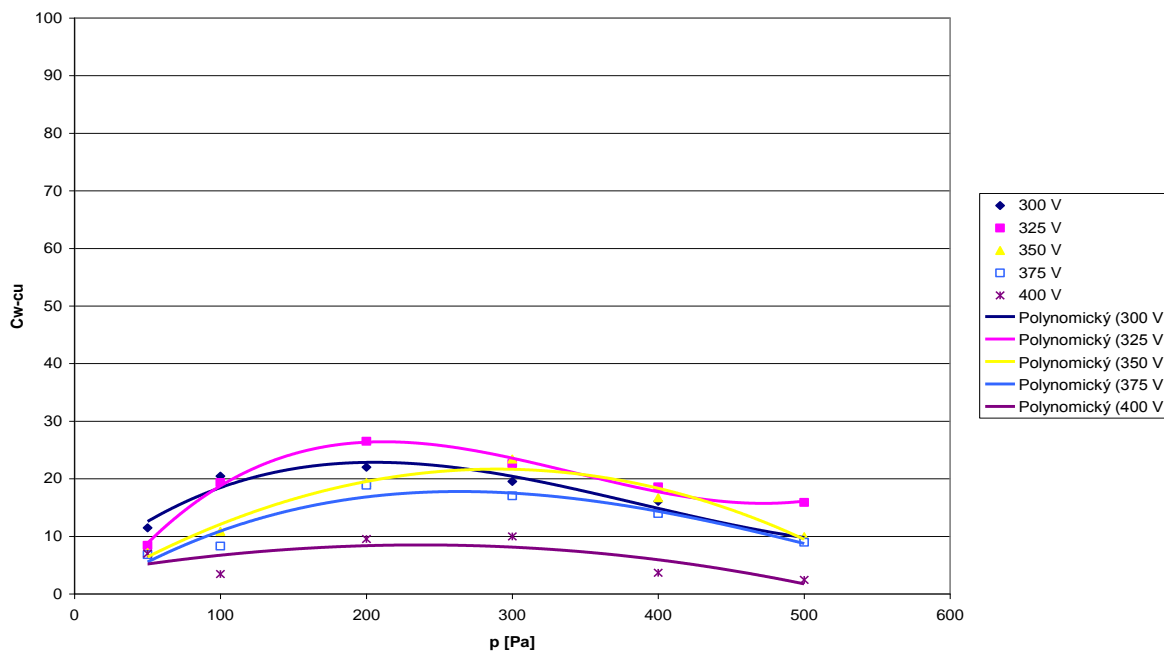
Ze změřených závislostí z obr. 4.5 je patrné, že uvedeným detektorem je detekována nejen složka  $SE_1$  sekundárních elektronů, ale i složka  $SE_2$ , závislá na materiálovém složení vzorku a přinášející materiálový kontrast v obraze sekundárních elektronů.

Na materiálovém kontrastu v obraze se však mohou podílet i elektrony vzniklé při nárazové ionizaci zpětně odražených elektronů s plynným prostředím, které mohou být napětím na elektrodách E1 a E2 přitaženy a směřovány do detektoru.

Ze závislostí dále uvedených je zřejmé, že největší kontrast (ale i detekovaný signál) se v oblasti nižších tlaků (do 200 Pa) projeví při velkém rozdílu napětí na E1 a E2 ( $U_{E1} = 300$  V,  $U_{E2} = 400$  V), zatímco největší kontrast v oblasti tlaků nad 300 Pa je při rozdílu napětí mezi E1 a E2 kolem 25 V ( $U_{E1} = 375$  V,  $U_{E2} = 400$  V).

Vzhledem ke skutečnosti, že u rozdílných měření (Experiment 2 a dále) se již začaly projevovat problémy s nastavením jasu (stejnoseměrné složky v obraze) a aby bylo možné jednotlivé změřené závislosti mezi sebou porovnat, byl experiment opakován, ale s napětím na dynodách fotonásobiče sniženým na 450 V. Výsledky měření jsou uvedeny na obr. 4.6, tendence zmíněné v předchozím odstavci textu zde již nejsou tak patrné.

Výsledky měření pro snížení napětí na dynodách fotonásobiče 450 V jsou uvedeny na obr. 4.6 případně v Tab. A. 3. v příloze A



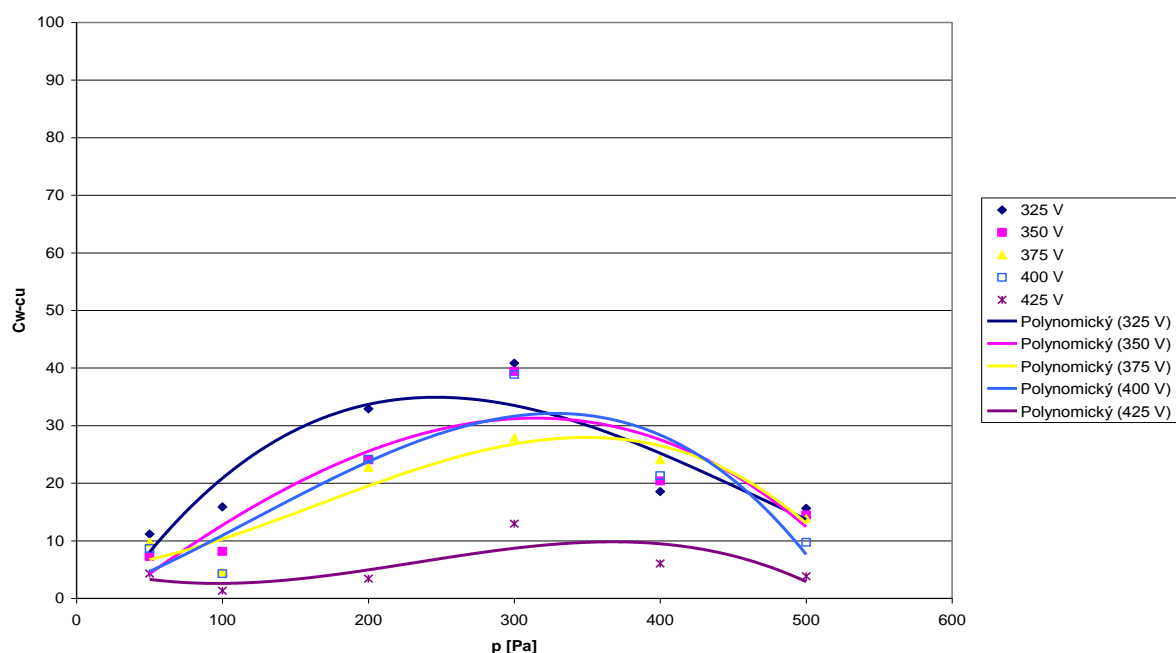
Obr. 4.6 Kontrast v obraze W a Cu v závislosti na tlaku vodních par v komoře vzorku mikroskopu pro napětí na E1 v rozmezí 300 – 400 V,  $U_D = 450$  V

## 4.2. Experiment 2

Následující měření bylo uskutečněno pro nastavení mikroskopu VP SEM:

- Napětí na elektrodě E2  $U_{E2} = 425 \text{ V}$ ;
- Napětí na cloně C1  $U_{C1} = 500 \text{ V}$ ;
- Napětí na dynodách fotonásobiče  $U_D = 450 \text{ V}$ ;
- Pracovní vzdálenost  $WD = 4 \text{ mm}$ ;

Výsledky uskutečněného měření jsou uvedeny na obr. 4.7 a v příloze A Tab. A. 5.



Obr. 4.7 Kontrast v obraze W a Cu v závislosti na tlaku vodních par v komoře vzorku mikroskopu pro napětí na E1 v rozmezí 325 – 425 V,  $U_{C1} = 500 \text{ V}$

Ze závislostí uvedených na obr. 4.7 je zřejmé, že vyšší hodnota napětí na elektrodě E2 (425 V) oproti závislosti na obr. 4.6 (400 V) přinesla vyšší kontrast v obraze vzorku W,Cu (ale i vyšší detekovaný signál).

Maximální hodnoty kontrastu se posouvají k poněkud vyšším hodnotám tlaků v komoře vzorku. Nadále platí, že větší kontrast (i signál) při nižších tlacích se projeví při větším rozdílu napětí na elektrodách E1 a E2, zatímco při tlacích vyšších nad 300 Pa se větší kontrast uplatní u snižování rozdílu napětí mezi elektrodami E1 a E2.

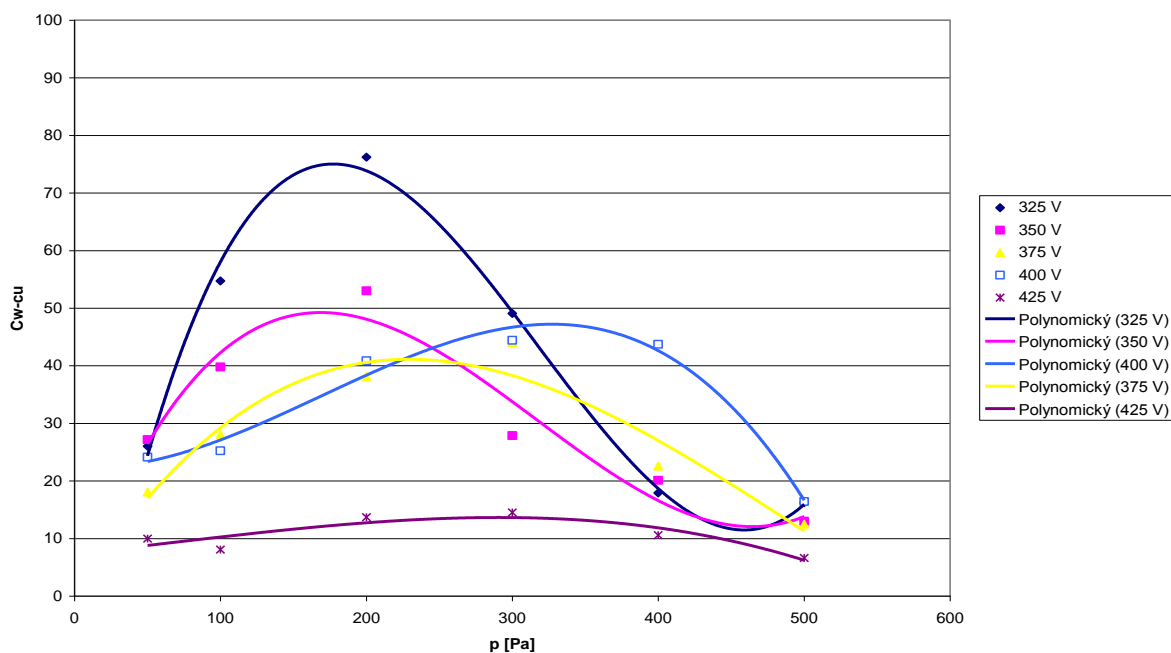
### 4.3. Experiment 3

Následující měření si dalo za cíl posoudit vliv růstu napětí na cloně C1 na velikost kontrastu. Hodnota napětí  $U_{C1} = 530$  V byla zvolena jako limitní, neboť při jejím překročení se již začínaly projevovat nestability v obraze vzorku, zejména při vyšších hodnotách tlaku v komoře vzorku.

Nastavení mikroskopu VP SEM:

- Napětí na elektrodě E2  $U_{E2} = 425$  V;
- Napětí na cloně C1  $U_{C1} = 530$  V;
- Napětí na dynodách fotonásobiče  $U_D = 450$  V;
- Pracovní vzdálenost  $WD = 4$  mm;

Výsledky uskutečněného měření jsou uvedeny na obr. 4.8 a v příloze A Tab. A.7.



Obr. 4.8 Kontrast v obraze W a Cu v závislosti na tlaku vodních par v komoře vzorku mikroskopu pro napětí na E1 v rozmezí 325 – 425 V,  $U_{C1} = 530$  V

Oproti předchozímu měření je patrné, že došlo k dalšímu zvýšení kontrastu v obraze vzorku W, Cu (ale i velikosti signálu z jednotlivých materiálů). Tendence s velikostí signálu v závislosti na rozdílu napětí mezi elektrodami E1 a E2 jsou stejné jako v experimentu 1

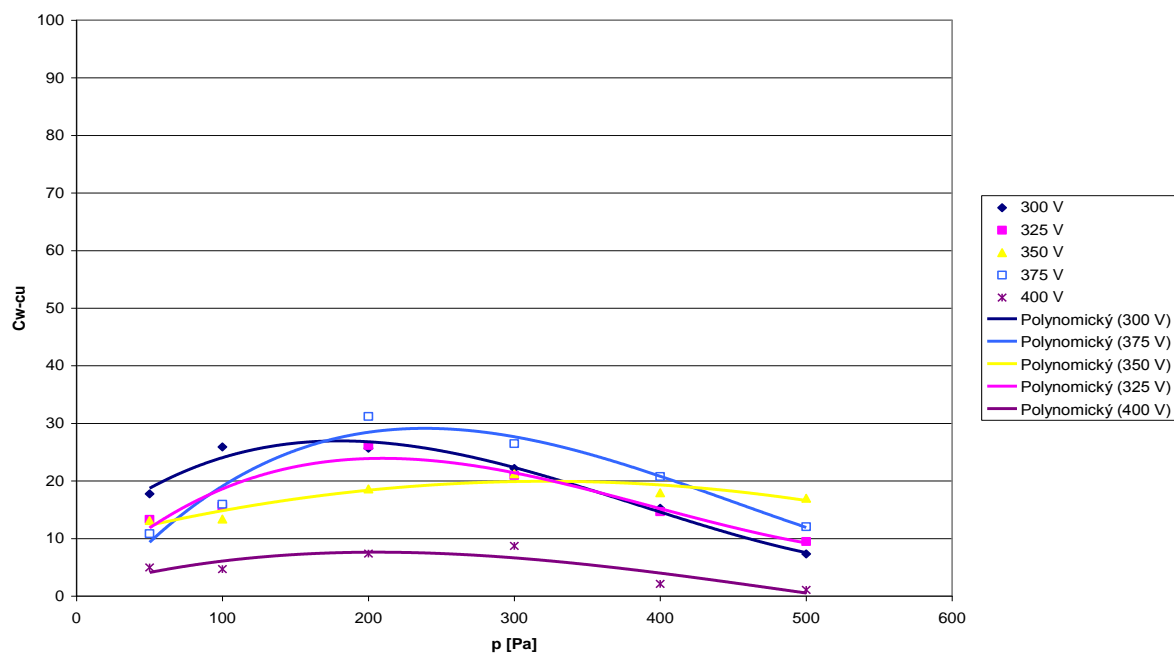
#### 4.4. Experiment 4

Další série měření se zaměřila na vyhodnocení vlivu pracovní vzdálenost na velikost kontrastu v obraze vzorku.

Nastavení mikroskopu VP SEM:

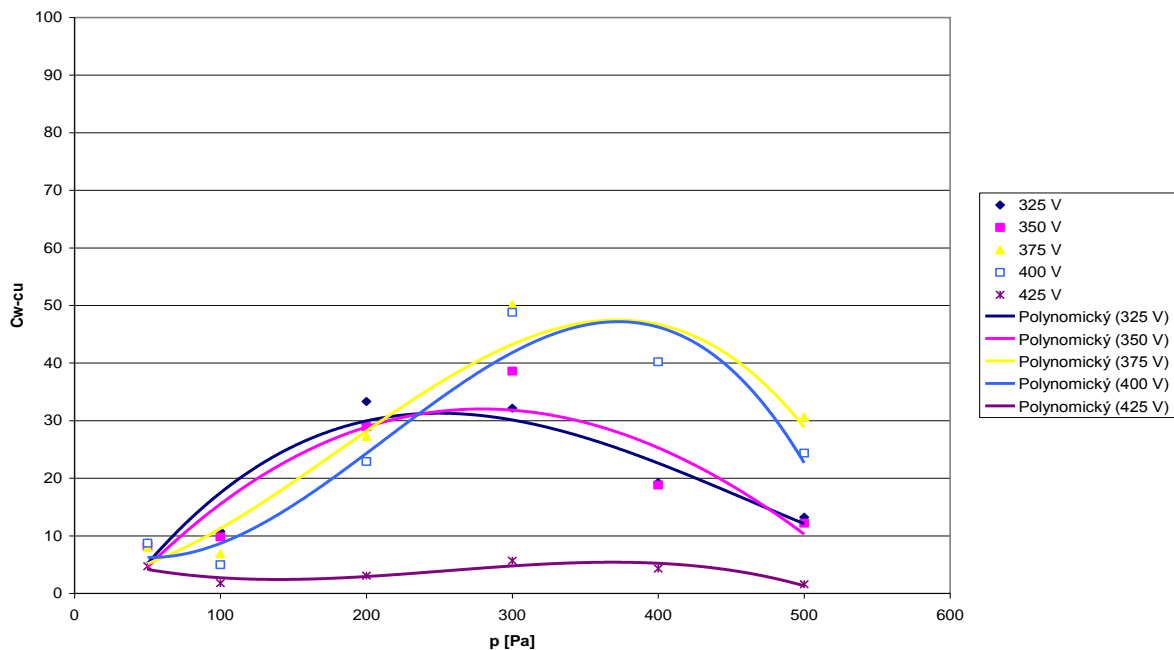
- Napětí na elektrodě E2  $U_{E2} = 400$  V;
- Napětí na cloně C1  $U_{C1} = 500$  V;
- Napětí na dynodách fotonásobiče  $U_D = 450$  V;
- Pracovní vzdálenost  $WD = 5$  mm;

Výsledky měření pro pracovní vzdálenost 5 mm a napětí na elektrodě E2  $U_{E2} = 400$  V jsou zobrazeny na obr. 4.9 a v tabulce Tab. A. 9. a pro  $U_{E2} = 425$  V na obr. 4.10 a v tabulce Tab. A. 11.



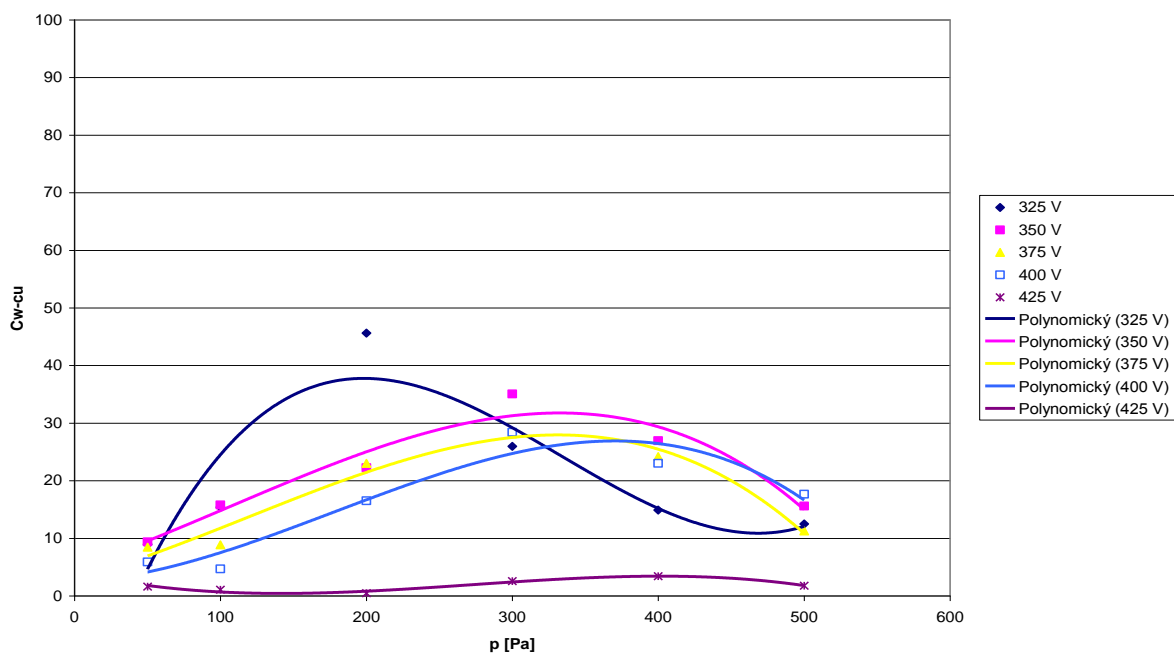
Obr. 4.9 Kontrast v obraze W a Cu v závislosti na tlaku vodních par v komoře vzorku mikroskopu pro napětí na E1 v rozmezí 300 – 400 V,  $WD = 5$  mm,  $U_{E2} = 400$  V

Mírně vyšších hodnot dosahuje kontrast při nižších tlacích a vyšším rozdílu napětí na elektrodách E1 a E2, což je stejný trend jako u obr. 4.6.



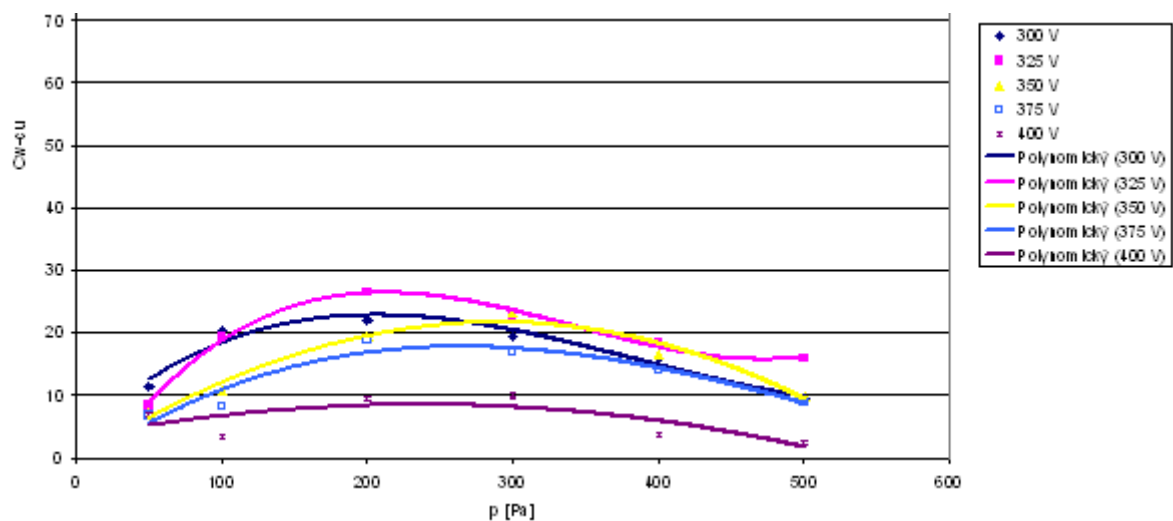
Obr. 4.10 Kontrast v obraze W a Cu v závislosti na tlaku vodních par v komoře vzorku mikroskopu pro napětí na  $E1$  v rozmezí 325 – 425 V,  $WD = 5$  mm,  $U_{E2} = 425$  V

Následující obr. 4.11 je výsledkem měření pro pracovní vzdálenost 6 mm, napětí na elektrodě  $E2$   $U_{E2} = 425$  a napětí na cloně  $C1$   $U_{C1} = 500$  V, naměřené hodnoty viz Tab. A. 13.

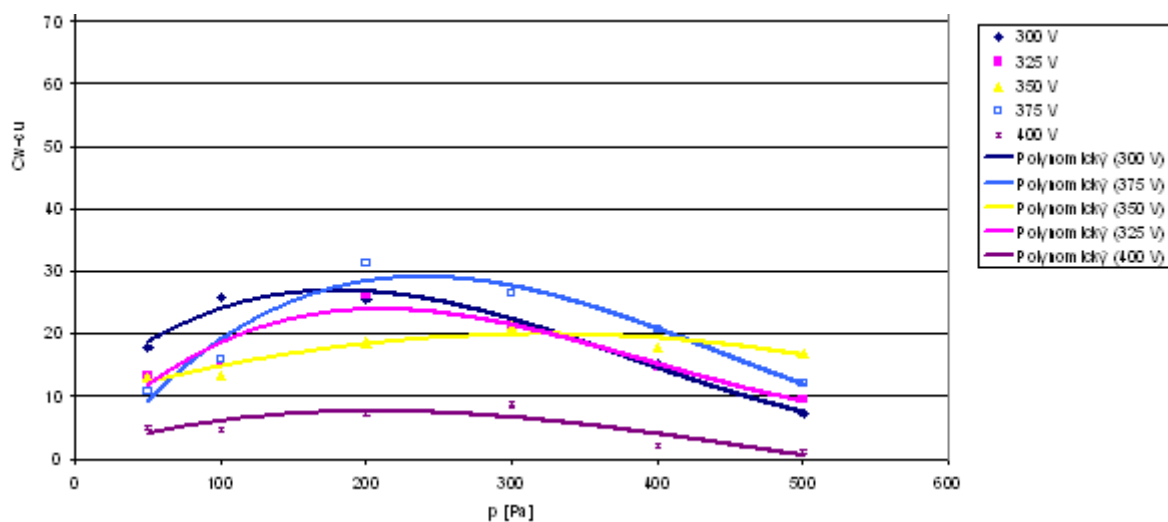


Obr. 4.11 Kontrast v obraze W a Cu v závislosti na tlaku vodních par v komoře vzorku mikroskopu pro napětí na  $E1$  v rozmezí 325 – 425 V,  $WD = 6$  mm

Ze srovnání závislostí pro pracovní vzdálenosti 4, 5 a 6 mm a srovnatelná napětí na elektrodách E1, E2 a cloně C1 vyplývá:

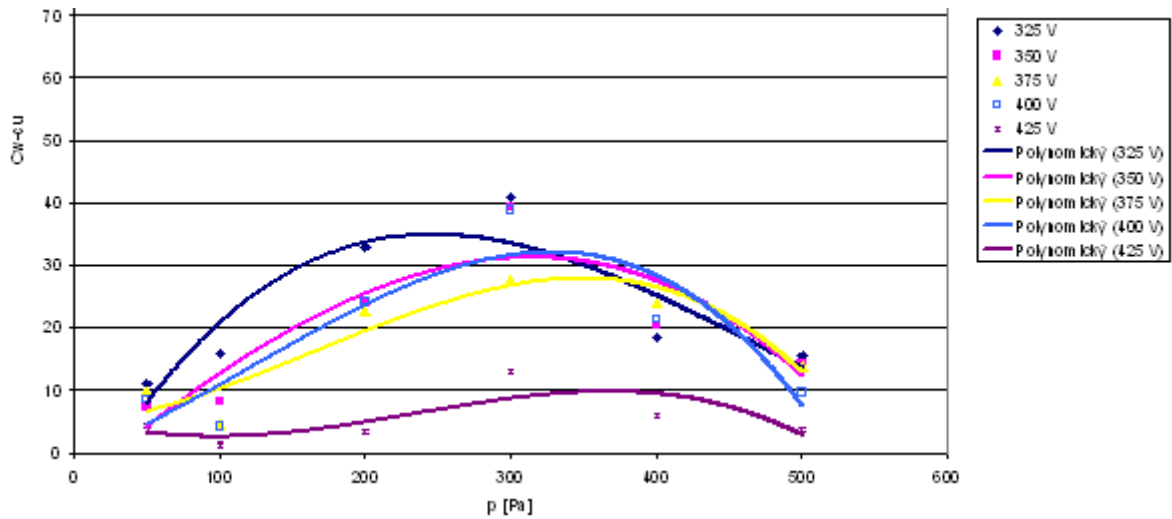


Obr. 4.12 Původní obr. 4.6, WD = 4 mm

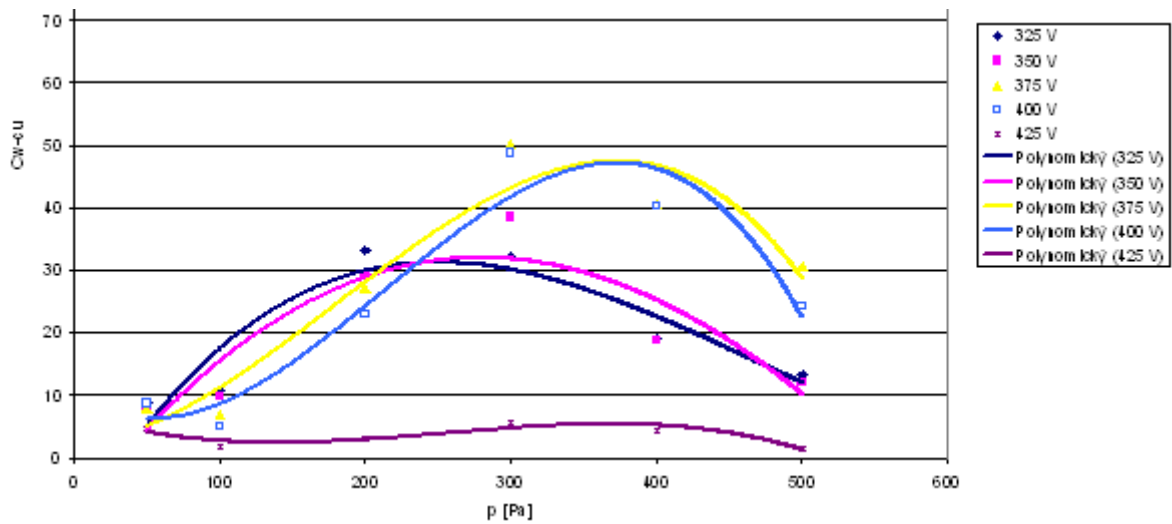


Obr. 4.13 Původní obr. 4.9, WD = 5 mm

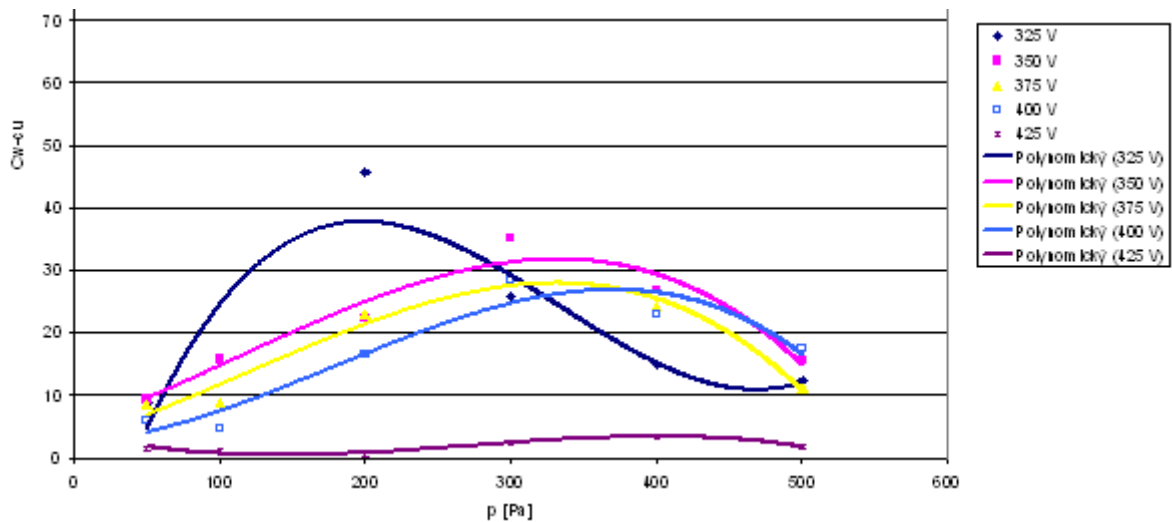
Při napětí na elektrodě E1 (300 – 400 V),  $U_{E2} = 400$  V a na cloně C1  $U_{C1} = 500$  V došlo pouze k mírnému navýšení kontrastu, při zvětšení pracovní vzdálenosti o 1 mm (ze 4 mm na 5 mm).



Obr. 4.14 Původní obr. 4.7, WD = 4 mm



Obr. 4.15 Původní obr. 4.10, WD = 5 mm



Obr. 4.16 Původní obr. 4.11, WD = 6 mm

Pro napětí na elektrodě E1 (325 – 425 V),  $U_{E2} = 425$  V a napětí na cloně C1  $U_{C1} = 500$  V dochází v oblasti vyšších tlaků u obr. 4.15 k výraznému zvýšení kontrastu, kdežto při pracovní vzdálenosti 6 mm (obr. 4.16) již nastává pokles kontrastu v obraze vzorku. Při velkém rozdílu napětí mezi E1 a E2 dosahuje kontrast mezi W, Cu při  $WD = 6$  mm stejné úrovně jako při  $WD = 4$  mm. Kromě těchto nezaznamenávám ve výsledných grafech žádné další odchylky.

#### **4.5. Shrnutí dosažených výsledků**

Wolfram a měď se vyznačují stejným koeficientem emise sekundárních elektronů, tudíž by měly být na obrázcích z rastrovacího elektronového mikroskopu pracujícího při vyšším tlaku téměř nerozeznatelné. To, že je budu schopen rozeznat, je dáno vyšším koeficientem emise zpětně odražených elektronů u wolframu viz Tab. 1. Scintilační detektor SE pro VP SEM malou část BSE zachytí, a proto se wolfram bude jevit v obraze světlejší. Dále se na kontrastu podílejí elektrony z ionizovaných molekul plynu v komoře vzorku, které jeho hodnotu zvyšují.

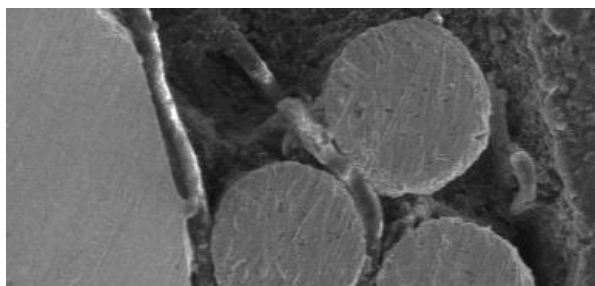
Změny v rozdílu mezi napětími elektrod E1 a E2 mají za následek v závislosti na tlaku vzrůst či pokles kontrastu. Podle dalších nastavení scintilátoru detektoru bych mohl konkrétněji popsat, který z dějů nastane. Je to však děj velmi proměnlivý.

Zvyšování napětí na elektrodě E2 má za následek zvyšování kontrastu v obraze vzorku W, Cu a s ním i vyšší detekovaný signál. Největší navýšení nastalo při vyšších tlacích a menších rozdílech napětí mezi elektrodami E1 a E2.

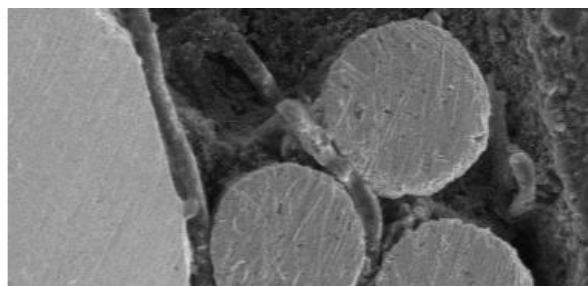
Zvýšení napětí na cloně C1 má stejný vliv jako vzrůst napětí na E2, dostáváme větší kontrast v obraze, ten nárůst je však mnohem větší než při změně napětí na elektrodě E2.

Vliv pracovní vzdálenosti na kontrast v obraze vzorku W, Cu není příliš velký. Při napětí na elektrodě E1 (300 – 400 V),  $U_{E2} = 400$  V a na cloně C1  $U_{C1} = 500$  V je patrný pouze menší nárůst.

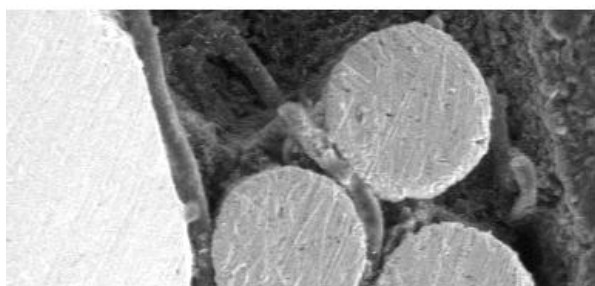
Pro napětí na elektrodě E1 (325 – 425 V),  $U_{E2} = 425$  V a na cloně C1  $U_{C1} = 500$  V je u pracovní vzdálenosti 5 mm výrazný nárůst kontrastu při vyšším tlaku a menším rozdílu napětí mezi E1 a E2. U pracovní vzdálenosti 6 mm došlo k opačnému jevu, kdy při největším rozdílu napětí na elektrodách E1 a E2 a nejnižším tlaku je kontrast nejvyšší.



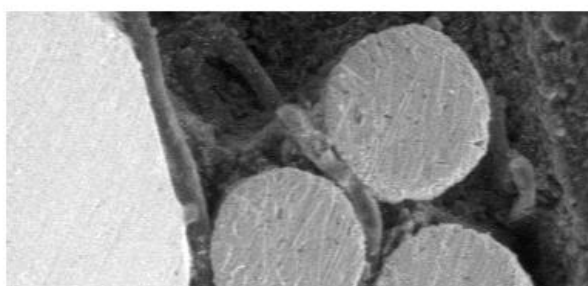
**50 Pa**



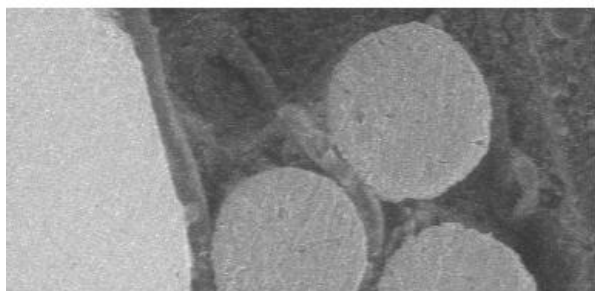
**100 Pa**



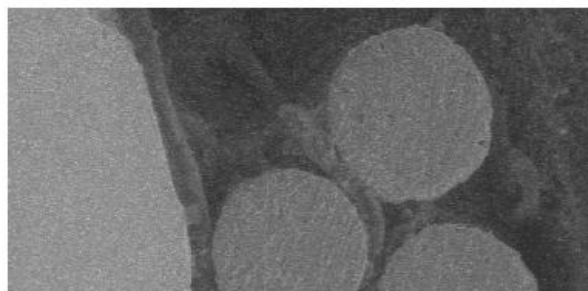
**200 Pa**



**300 Pa**



**400 Pa**

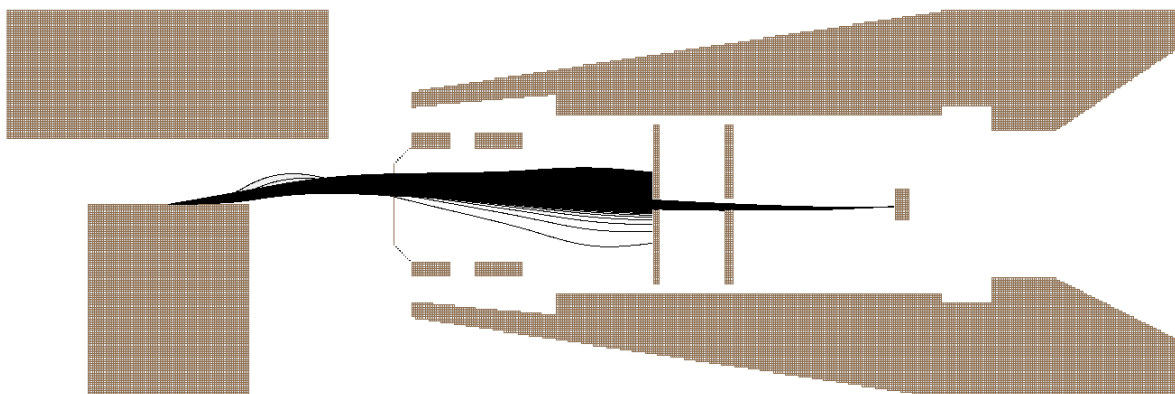


**500 Pa**

Obr. 4.17 Snímky zkoumaného vzorku získané pomocí scintilačního detektoru při tlacích v komoře vzorku 50 – 500 Pa, konstantní proud svazku primárních elektronů  $I_{PE} = 100 \text{ pA}$ , napětí na extrakční elektrodě  $U_{E1} = 300 \text{ V}$ , napětí na vychylovací elektrodě  $U_{E2} = 400 \text{ V}$ , napětí na cloně 1  $U_{C1} = 500 \text{ V}$ , napětí na dynodách  $U_D = 500 \text{ V}$ , pracovní vzdálenost  $WD = 4 \text{ mm}$ ,

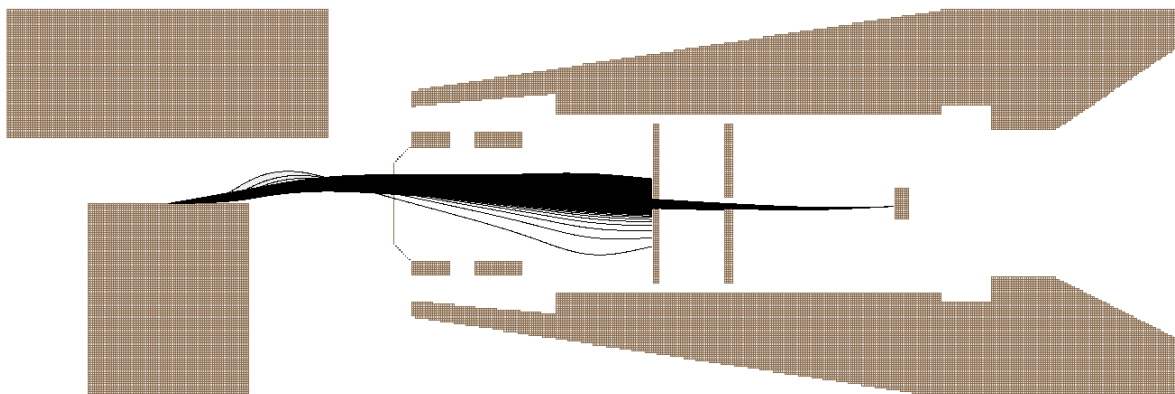
#### 4.6. Modelování drah elektronů v programu SIMION 8

SIMION 8 je software primárně určený k modelování elektrických polí a simulování drah nabitých částic v těchto polích za dané konfigurace elektrod, napětí na nich a při definovaných vstupních vlastnostech nabitých částic. SIMION 8 jsem použil k simulaci drah elektronů mezi vzorkem a scintilátorem scintilačního detektoru pro několik nastavení napětí na elektrodách a clonách scintilačního detektoru SE ve VP SEM. Tato nastavení korespondovala s nastavením elektrod a clon reálného scintilačního detektoru SE pro VP SEM použitým při měření experimentální části.



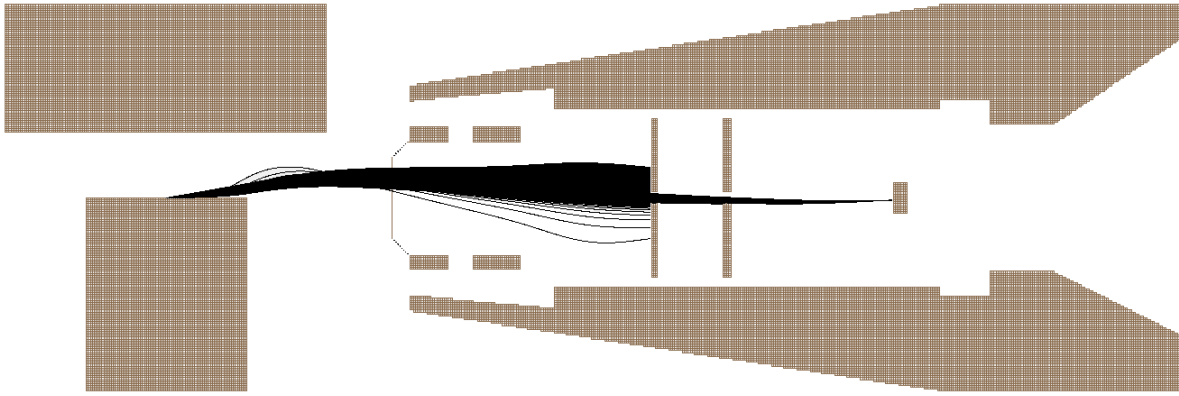
Obr. 4.18 Simulace drah SE,  $U_{E1} = 300 \text{ V}$ ,  $U_{E2} = 400 \text{ V}$ ,  $U_{C1} = 500 \text{ V}$ , energie simulovaných SE = 3 eV, počet generovaných elektronů  $n = 100$ , počáteční úhel  $\omega = 0^\circ$ , úhel rozptylu  $\Delta\omega = 0,1^\circ$

Při tomto nastavení detektoru prošlo ke scintilátoru 23 elektronů ze 100.



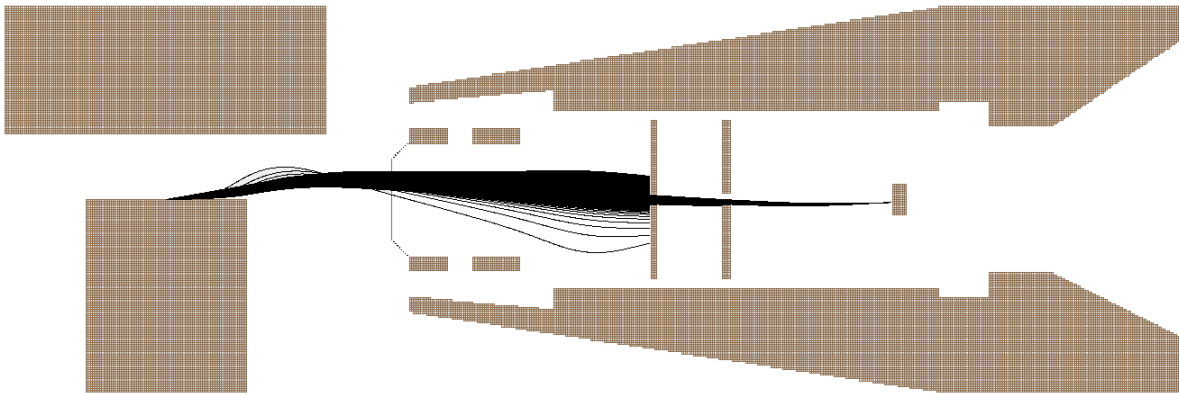
Obr. 4.19 Simulace drah SE,  $U_{E1} = 400 \text{ V}$ ,  $U_{E2} = 400 \text{ V}$ ,  $U_{C1} = 500 \text{ V}$ , energie simulovaných SE = 3 eV, počet generovaných elektronů  $n = 100$ , počáteční úhel  $\omega = 0^\circ$ , úhel rozptylu  $\Delta\omega = 0,1^\circ$

Pro nastavení na obrázku 4.19 prošlo ke scintilátoru detektoru 21 elektronů za 100, z čehož vyplývá, že k detektoru se dostane přibližně stejné množství elektronů (jsou více rozptýlené) jako na obr. 4.18, ikdyž zmenšíme rozdíl napětí na elektrodách E1 a E2.



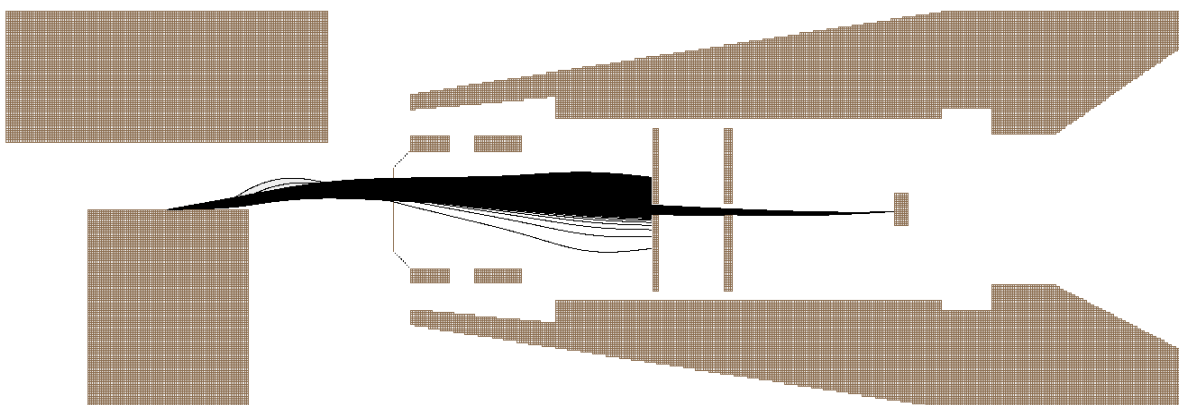
Obr. 4.20 Simulace drah SE,  $U_{E1} = 325 \text{ V}$ ,  $U_{E2} = 425 \text{ V}$ ,  $U_{C1} = 500 \text{ V}$ , energie simulovaných SE = 3 eV, počet generovaných elektronů  $n = 100$ , počáteční úhel  $\omega = 0^\circ$ , úhel rozptylu  $\Delta\omega = 0,1^\circ$

Simulace při větším napětí na elektrodě E2, ale se stejným rozdílem jako u obr. 4.18 nevykazuje jakoukoliv změnu, i zde se ke scintilátoru detektoru dostane 23 elektronů ze 100.



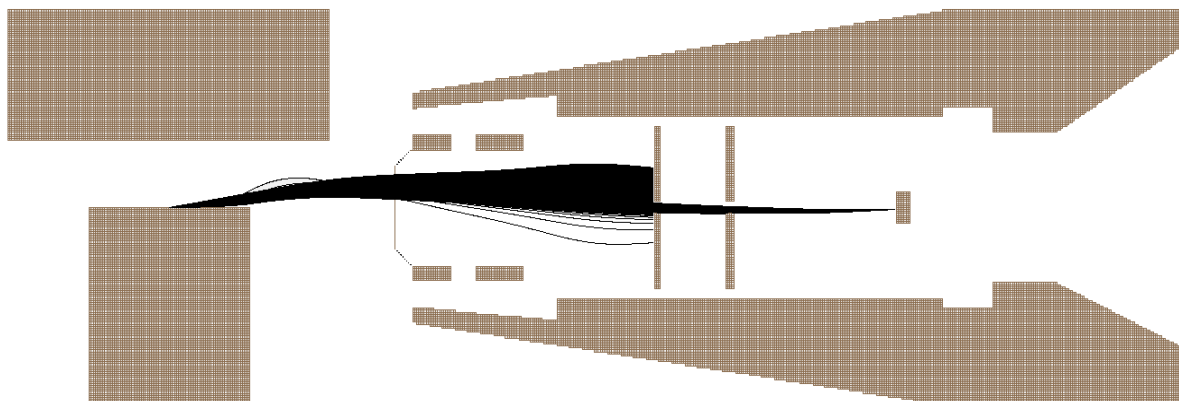
Obr. 4.21 Simulace drah SE,  $U_{E1} = 425 \text{ V}$ ,  $U_{E2} = 425 \text{ V}$ ,  $U_{C1} = 500 \text{ V}$ , energie simulovaných SE = 3 eV, počet generovaných elektronů  $n = 100$ , počáteční úhel  $\omega = 0^\circ$ , úhel rozptylu  $\Delta\omega = 0,1^\circ$

Simulace při vyšším napětí na elektrodě E2, ale se stejným rozdílem jako u obr. 4.19 vykazuje úbytek jednoho elektronu oproti obr. 4.19.



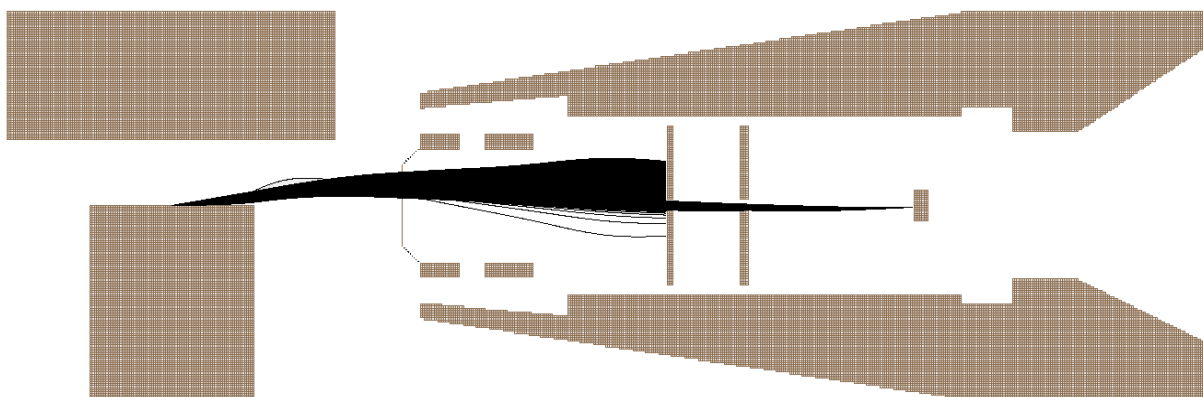
Obr. 4.22 Simulace drah SE,  $U_{E1} = 300 \text{ V}$ ,  $U_{E2} = 400 \text{ V}$ ,  $U_{C1} = 530 \text{ V}$ , energie simulovaných SE = 3 eV, počet generovaných elektronů  $n = 100$ , počáteční úhel  $\omega = 0^\circ$ , úhel rozptylu  $\Delta\omega = 0,1^\circ$

Zopakoval jsem simulaci pro napětí na cloně C1  $U_{C1} = 530$  V a srovnání s obr. 4.18 je shodné. Také zde prošlo ke scintilátoru detektoru 23 elektronů ze 100.



Obr. 4.23 Simulace drah SE,  $U_{E1} = 300$  V,  $U_{E2} = 400$  V,  $U_{C1} = 500$  V, energie simulovaných SE = 4 eV, počet generovaných elektronů  $n = 100$ , počáteční úhel  $\omega = 0^\circ$ , úhel rozptylu  $\Delta\omega = 0,1^\circ$

Na scintilátor detektoru dopadlo 22 elektronů ze 100, což je skoro totéž jako u ostatních nastavení.



Obr. 4.24 Simulace drah SE,  $U_{E1} = 300$  V,  $U_{E2} = 400$  V,  $U_{C1} = 500$  V, energie simulovaných SE = 5 eV, počet generovaných elektronů  $n = 100$ , počáteční úhel  $\omega = 0^\circ$ , úhel rozptylu  $\Delta\omega = 0,1^\circ$

Zvýšení energie elektronů způsobilo, že elektrony jsou více rozptýlené a končí na cloně C1, ke scintilátoru detektoru jich prochází 21 ze 100 a tedy stále přibližně stejné množství.

## 5. Závěr

Cílem mé práce bylo prostudovat problematiku interakce elektronů s prostředím, poznat funkci rastrovacího elektronového mikroskopu a seznámit se s jeho speciálním případem rastrovacím elektronovým mikroskopem pro vyšší tlak a prací na něm, dále prostudovat problematiku sekundárních elektronů a jejich detekce pomocí scintilačního detektoru. První kapitoly práce jsem tedy věnoval popisu rastrovacího elektronového mikroskopu, interakci elektronů s prostředím a zpětně odraženým a sekundárním elektronům, jakožto pro mne nejdůležitějším signálům uvolněných z pozorovaného vzorku. Detekcí signálových elektronů se zabývá třetí kapitola, ve které se zmiňuji o ionizačním detektoru. V této kapitole blíže popisuji Everhart – Thornleyův scintilační detektor, jeho modifikaci scintilační detektor sekundárních elektronů pro VP SEM, který je stěžejní pro měření experimentální části mé diplomové práce i scintilační detektor BSE pro VP SEM.

V praktické části jsem se naučil pracovat s rastrovacím elektronovým mikroskopem pro vyšší tlak a vyhodnocoval jsem kontrast obrazu na vzorku složeném z uhlíku s vláknem wolframu a několika vlákny mědi. V rozmezí tlaků v komoře vzorku 50 – cca 600 Pa jsem pozoroval změny kontrastu v obraze vzorku při měnícím se napětí na extrakční elektrodě scintilačního detektoru v rozmezí 300 – 425 V, vychylovací elektrodě E2 (400 – 425 V), cloně C1 (500 – 530 V) a měnící se pracovní vzdálenosti (4 – 6 mm).

Jak jsem již zmínil v kapitole Shrnutí dosažených výsledků, wolfram a měď se vyznačují stejným koeficientem emise sekundárních elektronů. Protože má wolfram vyšší koeficient emise zpětně odražených elektronů bylo možné oba materiály od sebe rozeznat.

Nejvyššího kontrastu v obraze vzorku bylo dosaženo v Experimentu 3, tudíž bych toto nastavení: napětí na elektrodě E2  $U_{E2} = 425$  V; napětí na cloně C1  $U_{C1} = 530$  V; napětí na dynodách fotonásobiče  $U_D = 450$  V; pracovní vzdálenost  $WD = 4$  mm; volil jako nejvhodnější pro pozorování kontrastu v obraze vzorku W,Cu. Zvolené nastavení potvrzuje fakta zjištěná při srovnávání vlivů jednotlivých parametrů scintilačního detektoru a pracovní vzdálenosti. Vychylovací elektroda E2 a clona C1 ovlivňují dráhy sekundárních elektronů a umožňují zvýšení počtu prošlých SE až ke scintilátoru detektoru. Ze srovnání je zřejmé, že růst obou napětí je spjat s nárůstem kontrastu v obraze vzorku a zároveň se zvyšuje i signál. Vliv pracovní vzdálenosti na materiálový kontrast je zanedbatelný.

Za kapitolu Shrnutí dosažených výsledků jsem umístil obr. 4.17 znázorňující, jak se měnil materiálový kontrast na vzorku s rostoucím tlakem. Z vyobrazení je znatelné, že snímek byl nejostřejší a s nejlepším signálem při tlacích do 200 Pa. Co však nejde poznat je, že i

napětí na elektrodě E1 musí být velmi nízké, aby bylo dosaženo nejvyšší kvality obrazu. S rostoucím tlakem a napětím na E1 narůstá šum.

Pro úplnost jsem simuloval v programu SIMION 8 dráhy sekundárních elektronů od vzorku ke scintilátoru detektoru pro několik nastavení elektrod a clony C1 detektoru pro energie sekundárních elektronů 3 – 5 eV. Při bližším prozkoumání výsledků viz obr. 4.18 – 4.24 jsem došel k závěru, že počet elektronů, které se dostaly až ke scintilátoru, byl v rozmezí 20 až 23 elektronů ze 100 a tedy vždy téměř stejný. Na jednotlivých výsledcích jsou patrné jen minimální odlišnosti. Musím však dodat, že v SIMIONU 8 nelze simulovat tlak v komoře vzorku, který je významným činitelem projevujícím se na počtu elektronů dopadajících na scintilátor detektoru.

Měření doprovázela dlouhá řada technických obtíží.

# Literatura

- [ 1 ] BOUŠEK, J. *Vakuová technika*, Brno: Vysoké učení technické v Brně, Fakulta elektrotechniky a komunikačních technologií, 2005. 97 stran, ISBN MEL 502
- [ 2 ] DANILATOS, G. Sborník prací. Dostupné na WWW: <http://www.danilatos.com>
- [ 3 ] FLETCHER, A. L., THIEL, B. L., DONALD, A. M. Signal Components in the Environmental Scanning Electron Microscope. *J. Microsc. (Oxford)*, 1999, vol. 196, p. 26–34.
- [ 4 ] FRANK, L. *Elektronové spektroskopie*. Brno: Učební text, Ústav přístrojové techniky AV ČR, 2002. 27 s.
- [ 5 ] FRANK, L. JIRÁK, J. *Speciální diagnostika*, Brno: Vysoké učení technické v Brně, Fakulta elektrotechniky a komunikačních technologií, 2005. 92 stran, ISBN MEL 502
- [ 6 ] FRANK, L. KRÁL, J. *Metody analýzy povrchů, Iontové sondové a speciální metody*. Praha: Academia, 2002. Kapitola: AUTRATA, R. JIRÁK, J. Environmentální rastrovací elektronová mikroskopie. s. 459 - 484. ISBN 80-200-0594-3.
- [ 7 ] HULÍNSKÝ, V. JUREK, K. *Zkoumání látek elektronovým paprskem*. Praha: SNTL – Nakladatelství technické literatury, 1982. 404 stran.
- [ 8 ] JIRÁK, J., et al. Scintillation SE detector for variable pressure scanning electron microscopes. *J. Microsc. (Oxford)*, 2010, vol. 239, p. 233–238.
- [ 9 ] JIRÁK, J. *Prezentace SD-SE pro VP SEM a SID\_v2*. 2007. 30 stran.
- [ 10 ] KUBÍNEK, R. *Elektronová mikroskopie – přednášky*. 2003. 56 stran. Dostupné na WWW: <http://apfyz.upol.cz/ucebnice/elmikro.html>

- [ 11 ] NAVRÁTIL, J. BÁREK, A. FOJTŮ, P. SOLNÝ, P. *Elektronová mikroskopie ve výzkumu materiálů*. Dostupné na WWW: <http://fyztyd.fjfi.cvut.cz/2005/cd/prispevky/sbpdf/matvyzk.pdf>
- [ 12 ] NEBESÁŘOVÁ, J. *Vady elektromagnetických čoček*. Dostupné na WWW: <http://www.paru.cas.cz/lem/book/Podkap/2.3.html>
- [ 13 ] REIMER, L. *Scanning electron microscopy*. II. Vyd. Berlin: Springer, 1998. 527 stran, ISBN 3-540-63976-4.

# Seznam obrázků

|   |              |
|---|--------------|
| <b>Obr. 1.1</b> Schéma rastrovacího elektronového mikroskopu  | <b>s. 10</b> |
| <b>Obr. 2.1</b> Zakřivení trajektorie elektronu v elektrickém poli jádra  | <b>s. 11</b> |
| <b>Obr. 2.2</b> Závislost rozptylového úhlu na náměrné vzdálenosti  | <b>s. 12</b> |
| <b>Obr. 2.3</b> Interakce primárního elektronového svazku s hmotou vzorku   | <b>s. 13</b> |
| <b>Obr. 2.4</b> Energiové rozložení signálních elektronů  | <b>s. 15</b> |
| <b>Obr. 2.5</b> Velikost excitovaného objemu pro některé signály  | <b>s. 15</b> |
| <b>Obr. 2.6</b> Závislost koeficientu emise BSE $\eta$ na hustotní tloušťce fólie pro různé energie primárních elektronů<br>(Experiment prováděn s foliemi Au)                  | <b>s. 16</b> |
| <b>Obr. 2.7</b> Závislost koeficientu emise BSE $\eta$ na protonovém čísle $Z$ pro různé úhly dopadu $\alpha$   | <b>s. 17</b> |
| <b>Obr. 2.8</b> Závislost koeficientu emise SE $\delta$ na energii primárních elektronů $E_p$ při různých úhlech dopadu $\alpha$  | <b>s. 19</b> |
| <b>Obr. 2.9</b> Vznik složek sekundárních elektronů $SE_1$ a $SE_2$   | <b>s. 20</b> |
| <b>Obr. 3.1</b> Schéma vakuového čerpání ve VP SEM  | <b>s. 22</b> |
| <b>Obr. 3.2</b> Princip činnosti ionizačního detektoru  | <b>s. 23</b> |
| <b>Obr. 3.3</b> Everhart-Thornleyho detektor v uspořádání pro detekci SE  | <b>s. 24</b> |
| <b>Obr. 3.4</b> Typy scintilačního detektoru BSE pro VP SEM   | <b>s. 25</b> |
| <b>Obr. 3.5</b> Modifikace scintilačního detektoru SE pro VP SEM  | <b>s. 26</b> |
| <b>Obr. 4.1</b> Snímek pracoviště VP SEM na UPT AVČR  | <b>s. 27</b> |
| <b>Obr. 4.2</b> Snímek obslužného softwaru Proxima k VP SEM   | <b>s. 28</b> |
| <b>Obr. 4.3</b> Pozorovaný vzorek ve stolku vzorku mikroskopu   | <b>s. 30</b> |
| <b>Obr. 4.4</b> Detail části povrchu vzorku, zvětšení obrazu 500x (W – wolfram, Cu – měď, C - uhlík)  | <b>s. 30</b> |
| <b>Obr. 4.5</b> Kontrast v obraze W a Cu v závislosti na tlaku vodních par v komoře vzorku mikroskopu pro napětí na $E_1$ v rozmezí 300 – 400 V, $U_D = 500$ V                  | <b>s. 31</b> |
| <b>Obr. 4.6</b> Kontrast v obraze W a Cu v závislosti na tlaku vodních par v komoře vzorku mikroskopu pro napětí na $E_1$ v rozmezí 300 – 400 V, $U_D = 450$ V                  | <b>s. 32</b> |
| <b>Obr. 4.7</b> Kontrast v obraze W a Cu v závislosti na tlaku vodních par v komoře vzorku mikroskopu pro napětí na $E_1$ v rozmezí 325 – 425 V, $U_{C1} = 500$ V               | <b>s. 33</b> |
| <b>Obr. 4.8</b> Kontrast v obraze W a Cu v závislosti na tlaku vodních par v komoře vzorku mikroskopu pro napětí na $E_1$ v rozmezí 325 – 425 V, $U_{C1} = 530$ V               | <b>s. 34</b> |
| <b>Obr. 4.9</b> Kontrast v obraze W a Cu v závislosti na tlaku vodních par v komoře vzorku mikroskopu pro napětí na $E_1$ v rozmezí 300 – 400 V, $WD = 5$ mm, $U_{E2} = 400$ V  | <b>s. 35</b> |
| <b>Obr. 4.10</b> Kontrast v obraze W a Cu v závislosti na tlaku vodních par v komoře vzorku mikroskopu pro napětí na $E_1$ v rozmezí 325 – 425 V, $WD = 5$ mm, $U_{E2} = 425$ V | <b>s. 36</b> |
| <b>Obr. 4.11</b> Kontrast v obraze W a Cu v závislosti na tlaku vodních par v komoře vzorku mikroskopu pro napětí na $E_1$ v rozmezí 325 – 425 V, $WD = 6$ mm                   | <b>s. 36</b> |
| <b>Obr. 4.12</b> Původní obr. 4.6, $WD = 4$ mm  | <b>s. 37</b> |
| <b>Obr. 4.13</b> Původní obr. 4.9, $WD = 5$ mm  | <b>s. 37</b> |
| <b>Obr. 4.14</b> Původní obr. 4.7, $WD = 4$ mm  | <b>s. 38</b> |
| <b>Obr. 4.15</b> Původní obr. 4.10, $WD = 5$ mm   | <b>s. 38</b> |

- Obr. 4.16** Původní obr. 4.11,  $WD = 6 \text{ mm}$  **s. 38**
- Obr. 4.17** Snímky zkoumaného vzorku získané pomocí scintilačního detektoru při tlacích v komoře vzorku 50 – 500 Pa, konstantní proud svazku primárních elektronů  $I_{PE} = 100 \text{ pA}$ , napětí na extrakční elektrodě  $U_{E1} = 300 \text{ V}$ , napětí na vychylovací elektrodě  $U_{E2} = 400 \text{ V}$ , napětí na cloně 1  $U_{C1} = 500 \text{ V}$ , napětí na dynodách  $U_D = 500 \text{ V}$ , pracovní vzdálenost  $WD = 4 \text{ mm}$ , **s. 41**
- Obr. 4.18** Simulace drah SE,  $U_{E1} = 300 \text{ V}$ ,  $U_{E2} = 400 \text{ V}$ ,  $U_{C1} = 500 \text{ V}$ , energie simulovaných SE = 3 eV, počet generovaných elektronů  $n = 100$ , počáteční úhel  $\omega = 0^\circ$ , úhel rozptylu  $\Delta\omega = 0,1^\circ$  **s. 42**
- Obr. 4.19** Simulace drah SE,  $U_{E1} = 400 \text{ V}$ ,  $U_{E2} = 400 \text{ V}$ ,  $U_{C1} = 500 \text{ V}$ , energie simulovaných SE = 3 eV, počet generovaných elektronů  $n = 100$ , počáteční úhel  $\omega = 0^\circ$ , úhel rozptylu  $\Delta\omega = 0,1^\circ$  **s. 42**
- Obr. 4.20** Simulace drah SE,  $U_{E1} = 325 \text{ V}$ ,  $U_{E2} = 425 \text{ V}$ ,  $U_{C1} = 500 \text{ V}$ , energie simulovaných SE = 3 eV, počet generovaných elektronů  $n = 100$ , počáteční úhel  $\omega = 0^\circ$ , úhel rozptylu  $\Delta\omega = 0,1^\circ$  **s. 43**
- Obr. 4.21** Simulace drah SE,  $U_{E1} = 425 \text{ V}$ ,  $U_{E2} = 425 \text{ V}$ ,  $U_{C1} = 500 \text{ V}$ , energie simulovaných SE = 3 eV, počet generovaných elektronů  $n = 100$ , počáteční úhel  $\omega = 0^\circ$ , úhel rozptylu  $\Delta\omega = 0,1^\circ$  **s. 43**
- Obr. 4.22** Simulace drah SE,  $U_{E1} = 300 \text{ V}$ ,  $U_{E2} = 400 \text{ V}$ ,  $U_{C1} = 530 \text{ V}$ , energie simulovaných SE = 3 eV, počet generovaných elektronů  $n = 100$ , počáteční úhel  $\omega = 0^\circ$ , úhel rozptylu  $\Delta\omega = 0,1^\circ$  **s. 43**
- Obr. 4.23** Simulace drah SE,  $U_{E1} = 300 \text{ V}$ ,  $U_{E2} = 400 \text{ V}$ ,  $U_{C1} = 500 \text{ V}$ , energie simulovaných SE = 4 eV, počet generovaných elektronů  $n = 100$ , počáteční úhel  $\omega = 0^\circ$ , úhel rozptylu  $\Delta\omega = 0,1^\circ$  **s. 44**
- Obr. 4.24** Simulace drah SE,  $U_{E1} = 300 \text{ V}$ ,  $U_{E2} = 400 \text{ V}$ ,  $U_{C1} = 500 \text{ V}$ , energie simulovaných SE = 5 eV, počet generovaných elektronů  $n = 100$ , počáteční úhel  $\omega = 0^\circ$ , úhel rozptylu  $\Delta\omega = 0,1^\circ$  **s. 44**

# Seznam symbolů a zkratek

- $\alpha$  – Úhel dopadu primárních elektronů [rad]  
 $\Delta\omega$  – Úhel rozptylu [deg].  
 $\delta$  – Koeficient emise SE [-]  
 $\eta$  – Koeficient emise zpětně odražených elektronů [-]  
 $\theta$  – Nejpravděpodobnější úhel rozptylu [rad]  
 $\sigma$  – Záchytný průřez [ cm<sup>2</sup> ]  
 $\omega$  – Počáteční úhel [deg]  
 $C_{Cu-C}$  – Materiálový kontrast měď - uhlík [-]  
 $C_{W-C}$  – Materiálový kontrast wolfram - uhlík [-]  
 $C_{W-Cu}$  – Materiálový kontrast wolfram - měď [-]  
 $d_p$  – Průměr svazku PE [m]  
 $e$  – Náboj elektronu [C]  
 $E_P$  – Energie primárních elektronů [eV]  
 $I_{BSE}$  – Proud zpětně odražených elektronů [A]  
 $I_{PE}$  – Proud dopadajících primárních elektronů [A]  
 $I_{SE}$  – Proud sekundárních elektronů [A]  
 $m_e$  – Hmotnost elektronu [kg]  
 $n$  – Počet generovaných elektronů [-]  
 $N$  – Koncentrace rozptylujících se částic [-]  
 $p$  – Náměrná vzdálenost [m]  
 $p_0$  – Tlak v komoře vzorku [Pa]  
 $p_1$  – Tlak v diferenciální komoře [Pa]  
 $p_2$  – Tlak v tubusu mikroskopu [Pa]  
 $R$  – Range (dosah primárních elektronů) [mg.cm<sup>-2</sup>]  
 $t_{se}$  – Hloubka, z níž se uvolní SE [m]  
 $T$  – Hloubka, ze které ještě uniknou zpětně odražené elektrony [mg.cm<sup>-2</sup>]  
 $U$  – Urychlovací napětí [V]  
 $U_{EI}$  – Napětí na extrakční elektrodě scintilačního detektoru SE [V]  
 $U_{E2}$  – Napětí na vychylovací elektrodě scintilačního detektoru SE [V]  
 $U_{C1}$  – Napětí na cloně 1 scintilačního detektoru SE [V]  
 $U_{C2}$  – Napětí na cloně 2 scintilačního detektoru SE [V]

$U_D$  – Napětí na dynodách fotonásobiče ve scintilačním detektoru SE [V]

$U_S$  – Napětí na scintilátoru scintilačního detektoru SE [V]

$v$  – Rychlost elektronu [ $\text{m}\cdot\text{s}^{-1}$ ]

$WD$  – Pracovní vzdálenost [mm]

$Z$  – Protonové číslo [-]

**BSE** – Backscattered electrons

**C** – Uhlík

**C1** – Tlak limitující clona 1 ve scintilačním detektoru SE pro VP SEM

**C2** – Tlak limitující clona 2 ve scintilačním detektoru SE pro VP SEM

**Cu** – Měď

**E1** – Extrakční elektroda scintilačního detektoru SE pro VP SEM

**E2** – Vychylovací elektroda scintilačního detektoru SE pro VP SEM

**EBIC** – Electron beam induced current

**ETD** – Everhart-Thornleyho detektor

**PE** – Primární elektrony

**PLA** – Pressure limiting aperture

**PMMA** – Polymethylmetakrylát

**REM** – Rastrovací elektronový mikroskop

**RTG** – Rentgenové záření

**SC** – Specimen current (proud vzorkem)

**SE** – Sekundární elektrony

**SE<sub>1,2,3</sub>** – Složky sekundárních elektronů

**VP SEM** – Various pressure scanning electron microscope

**W** – Wolfram

**YAG:Ce** – Itrito-hlinitý-granát dotovaný cerem  $\text{Ce}^{3+}$

**YAP** – Itrito-hlinitý-petrovskit

# Seznam příloh

**Příloha A:** Tabulky vybraných a kompletních hodnot kontrastu v obraze vzorku zjištěných z histogramů snímků jednotlivých experimentů

**Příloha B:** Snímky zkoumané části povrchu vzorku ve VP SEM ze všech experimentů

# Příloha A

Tab. A. 1. Kontrast v obraze wolfram a měď, v rozmezí tlaků 50 – 500 Pa,  $U_D = 500$  V

| U [V] | p [Pa]     | 50    | 100   | 200   | 300   | 400   | 500   |
|-------|------------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|
| 300   | $C_{W-Cu}$ | 17,49 | 34,15 | 32,64 | 13,63 | 17,85 | 20,16 |
| 325   | $C_{W-Cu}$ | 16,15 | 21,5  | 22,71 | 26,27 | 25,85 | 32,25 |
| 350   | $C_{W-Cu}$ | 17,83 | 20,46 | 29,62 | 32,67 | 42,78 | 31,95 |
| 375   | $C_{W-Cu}$ | 14,6  | 14,29 | 38,55 | 43,48 | 53,28 | 30,4  |
| 400   | $C_{W-Cu}$ | 8,23  | 13,14 | 18,99 | 26,14 | 16,55 | 10,33 |

Tab. A. 2. Kompletní experimentálně zjištěné hodnoty pro experiment 1,  $U_D = 500$  V

| U [V] | p [Pa]     | 50     | 100    | 200    | 300    | 400    | 500    |
|-------|------------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|
| 300   | $C_{W-Cu}$ | 17,49  | 34,15  | 32,64  | 13,63  | 17,85  | 20,16  |
|       | $C_{Cu-C}$ | 82,69  | 87,67  | 118,22 | 115,38 | 122,03 | 92,31  |
|       | $C_{W-C}$  | 100,18 | 121,82 | 150,86 | 129,01 | 139,88 | 112,47 |
| 325   | $C_{W-Cu}$ | 16,15  | 21,50  | 22,71  | 26,27  | 25,85  | 32,25  |
|       | $C_{Cu-C}$ | 76,41  | 101,66 | 114,41 | 111,34 | 100,06 | 127,12 |
|       | $C_{W-C}$  | 92,56  | 123,16 | 137,12 | 137,61 | 125,91 | 159,37 |
| 350   | $C_{W-Cu}$ | 17,83  | 20,46  | 29,62  | 32,67  | 42,78  | 31,95  |
|       | $C_{Cu-C}$ | 61,48  | 129,16 | 122,83 | 90,16  | 71,21  | 106,17 |
|       | $C_{W-C}$  | 79,31  | 149,62 | 152,45 | 122,83 | 113,99 | 138,12 |
| 375   | $C_{W-Cu}$ | 14,60  | 14,29  | 38,55  | 43,48  | 53,28  | 30,40  |
|       | $C_{Cu-C}$ | 56,84  | 73,11  | 94,48  | 71,45  | 67,77  | 84,91  |
|       | $C_{W-C}$  | 71,44  | 87,40  | 133,03 | 114,93 | 121,05 | 115,31 |
| 400   | $C_{W-Cu}$ | 8,23   | 13,14  | 18,99  | 26,14  | 16,55  | 10,33  |
|       | $C_{Cu-C}$ | 116,55 | 97,64  | 170,28 | 91,69  | 123,11 | 103,27 |
|       | $C_{W-C}$  | 124,78 | 110,78 | 189,27 | 117,83 | 139,66 | 113,6  |

Tab. A. 3. Kontrast v obraze wolfram a měď, v rozmezí tlaků 50 – 500 Pa,  $U_D = 450$  V

| U [V] | p [Pa]     | 50    | 100   | 200   | 300   | 400   | 500   |
|-------|------------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|
| 300   | $C_{W-Cu}$ | 11,49 | 20,45 | 22,01 | 19,54 | 16,06 | 9,42  |
| 325   | $C_{W-Cu}$ | 8,44  | 19,34 | 26,50 | 22,63 | 18,58 | 15,88 |
| 350   | $C_{W-Cu}$ | 7,21  | 10,86 | 19,35 | 23,44 | 16,71 | 9,96  |
| 375   | $C_{W-Cu}$ | 6,83  | 8,30  | 18,85 | 17,03 | 13,94 | 8,96  |
| 400   | $C_{W-Cu}$ | 7,01  | 3,46  | 9,53  | 9,98  | 3,68  | 2,45  |

Tab. A. 4. Kompletní experimentálně zjištěné hodnoty pro experiment 1,  $U_D = 450$  V

| U [V] | p [Pa]     | 50     | 100    | 200    | 300    | 400    | 500    |
|-------|------------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|
| 300   | $C_{W-Cu}$ | 11,49  | 20,45  | 22,01  | 19,54  | 16,06  | 9,42   |
|       | $C_{Cu-C}$ | 101,90 | 133,06 | 153,13 | 103,72 | 106,45 | 148,11 |
|       | $C_{W-C}$  | 113,39 | 153,51 | 175,14 | 123,26 | 122,51 | 157,53 |
| 325   | $C_{W-Cu}$ | 8,44   | 19,34  | 26,50  | 22,63  | 18,58  | 15,88  |
|       | $C_{Cu-C}$ | 111,22 | 129,32 | 141,13 | 113,93 | 116,30 | 145,67 |
|       | $C_{W-C}$  | 119,66 | 148,66 | 167,63 | 136,56 | 134,88 | 161,55 |
| 350   | $C_{W-Cu}$ | 7,21   | 10,86  | 19,35  | 23,44  | 16,71  | 9,96   |
|       | $C_{Cu-C}$ | 140,04 | 139,31 | 144,13 | 131,06 | 138,13 | 152,12 |
|       | $C_{W-C}$  | 147,25 | 150,17 | 163,48 | 154,5  | 154,84 | 162,08 |
| 375   | $C_{W-Cu}$ | 6,83   | 8,30   | 18,85  | 17,03  | 13,94  | 8,96   |
|       | $C_{Cu-C}$ | 136,47 | 157,66 | 151,44 | 115,66 | 171,69 | 157,44 |
|       | $C_{W-C}$  | 143,3  | 165,96 | 170,29 | 132,69 | 185,63 | 166,40 |
| 400   | $C_{W-Cu}$ | 7,01   | 3,46   | 9,53   | 9,98   | 3,68   | 2,45   |
|       | $C_{Cu-C}$ | 135,16 | 136,81 | 144,71 | 145,90 | 137,13 | 129,27 |
|       | $C_{W-C}$  | 142,17 | 140,27 | 154,24 | 155,88 | 140,81 | 131,72 |

Tab. A. 5. Kontrast v obraze wolfram a měď, v rozmezí tlaků 50 – 500 Pa,  $U_{C1} = 500$  V

| U [V] | p [Pa]     | 50    | 100   | 200   | 300   | 400   | 500   |
|-------|------------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|
| 325   | $C_{W-Cu}$ | 11,17 | 15,90 | 32,92 | 40,83 | 18,54 | 15,63 |
| 350   | $C_{W-Cu}$ | 7,26  | 8,15  | 24,03 | 39,39 | 20,39 | 14,47 |
| 375   | $C_{W-Cu}$ | 9,75  | 4,55  | 22,78 | 27,85 | 24,10 | 13,86 |
| 400   | $C_{W-Cu}$ | 8,66  | 4,28  | 24,16 | 38,86 | 21,30 | 9,72  |
| 425   | $C_{W-Cu}$ | 4,31  | 1,34  | 3,41  | 12,98 | 6,06  | 3,83  |

Tab. A. 6. Kompletní experimentálně zjištěné hodnoty pro experiment 2,  $U_{C1} = 500$  V

| U [V] | p [Pa]     | 50     | 100    | 200    | 300    | 400    | 500    |
|-------|------------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|
| 325   | $C_{W-Cu}$ | 11,17  | 15,90  | 32,92  | 40,83  | 18,54  | 15,63  |
|       | $C_{Cu-C}$ | 144,28 | 85,30  | 73,01  | 71,92  | 104,42 | 117,20 |
|       | $C_{W-C}$  | 155,45 | 101,20 | 105,93 | 112,75 | 122,96 | 132,83 |
| 350   | $C_{W-Cu}$ | 7,26   | 8,15   | 24,03  | 39,39  | 20,39  | 14,47  |
|       | $C_{Cu-C}$ | 142,09 | 83,30  | 78,79  | 82,21  | 111,94 | 118,06 |
|       | $C_{W-C}$  | 149,35 | 91,45  | 102,82 | 121,60 | 132,33 | 132,53 |
| 375   | $C_{W-Cu}$ | 9,75   | 4,55   | 22,78  | 27,85  | 24,10  | 13,86  |
|       | $C_{Cu-C}$ | 140,50 | 123,60 | 58,42  | 108,34 | 146,97 | 119,57 |
|       | $C_{W-C}$  | 150,25 | 128,15 | 81,20  | 136,19 | 171,07 | 133,43 |
| 400   | $C_{W-Cu}$ | 8,66   | 4,28   | 24,16  | 38,86  | 21,30  | 9,72   |
|       | $C_{Cu-C}$ | 136,50 | 140,94 | 54,23  | 100,98 | 107,68 | 131,28 |
|       | $C_{W-C}$  | 145,16 | 145,22 | 78,39  | 139,84 | 128,98 | 141,00 |
| 425   | $C_{W-Cu}$ | 4,31   | 1,34   | 3,41   | 12,98  | 6,06   | 3,83   |
|       | $C_{Cu-C}$ | 140,41 | 130,30 | 133,11 | 118,30 | 126,20 | 127,13 |
|       | $C_{W-C}$  | 144,72 | 131,64 | 136,52 | 131,28 | 132,26 | 130,96 |

Tab. A. 7. Kontrast v obraze wolfram a měď, v rozmezí tlaků 50 – 500 Pa,  $U_{C1} = 530$  V

| U [V] | p [Pa]     | 50    | 100   | 200   | 300   | 400   | 500   |
|-------|------------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|
| 325   | $C_{W-Cu}$ | 26,02 | 54,72 | 76,23 | 49,07 | 17,92 | 16,24 |
| 350   | $C_{W-Cu}$ | 27,16 | 39,80 | 53,00 | 27,87 | 20,10 | 13,00 |
| 375   | $C_{W-Cu}$ | 18,07 | 28,05 | 38,18 | 44,03 | 22,58 | 12,49 |
| 400   | $C_{W-Cu}$ | 24,13 | 25,25 | 40,87 | 44,42 | 43,71 | 16,43 |
| 425   | $C_{W-Cu}$ | 9,99  | 8,07  | 13,71 | 14,51 | 10,60 | 6,64  |

Tab. A. 8. Kompletní experimentálně zjištěné hodnoty pro experiment 3,  $U_{C1} = 530$  V

| U [V] | p [Pa]     | 50     | 100    | 200    | 300    | 400    | 500    |
|-------|------------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|
| 325   | $C_{W-Cu}$ | 26,02  | 54,72  | 76,23  | 49,07  | 17,92  | 16,24  |
|       | $C_{Cu-C}$ | 121,96 | 61,07  | 72,71  | 106,12 | 97,91  | 130,74 |
|       | $C_{W-C}$  | 147,98 | 115,79 | 148,94 | 155,19 | 115,83 | 146,98 |
| 350   | $C_{W-Cu}$ | 27,16  | 39,80  | 53,00  | 27,87  | 20,10  | 13,00  |
|       | $C_{Cu-C}$ | 128,89 | 51,66  | 90,24  | 113,43 | 116,42 | 137,53 |
|       | $C_{W-C}$  | 156,05 | 91,46  | 143,24 | 141,30 | 136,52 | 150,53 |
| 375   | $C_{W-Cu}$ | 18,07  | 28,05  | 38,18  | 44,03  | 22,58  | 12,49  |
|       | $C_{Cu-C}$ | 110,35 | 71,94  | 87,18  | 81,29  | 93,86  | 148,01 |
|       | $C_{W-C}$  | 128,42 | 99,99  | 125,36 | 125,32 | 116,44 | 160,50 |
| 400   | $C_{W-Cu}$ | 24,13  | 25,25  | 40,87  | 44,42  | 43,71  | 16,43  |
|       | $C_{Cu-C}$ | 135,04 | 73,22  | 92,67  | 86,83  | 104,40 | 127,56 |
|       | $C_{W-C}$  | 159,17 | 98,47  | 133,54 | 131,25 | 148,11 | 143,99 |
| 425   | $C_{W-Cu}$ | 9,99   | 8,07   | 13,71  | 14,51  | 10,60  | 6,64   |
|       | $C_{Cu-C}$ | 98,43  | 83,32  | 154,94 | 148,21 | 139,67 | 132,65 |
|       | $C_{W-C}$  | 108,42 | 91,39  | 168,65 | 162,72 | 150,27 | 139,29 |

Tab. A. 9. Kontrast v obraze wolfram a měď, v rozmezí tlaků 50 – 500 Pa,  $U_{E2} = 400$  V

| U [V] | p [Pa]     | 50    | 100   | 200   | 300   | 400   | 500   |
|-------|------------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|
| 300   | $C_{W-Cu}$ | 17,77 | 25,89 | 25,67 | 22,15 | 15,25 | 7,31  |
| 325   | $C_{W-Cu}$ | 13,32 | 15,59 | 26,15 | 20,97 | 14,64 | 9,49  |
| 350   | $C_{W-Cu}$ | 13,14 | 13,38 | 18,61 | 21,23 | 17,93 | 17,01 |
| 375   | $C_{W-Cu}$ | 10,83 | 15,96 | 31,20 | 26,49 | 20,76 | 12,06 |
| 400   | $C_{W-Cu}$ | 4,98  | 4,70  | 7,39  | 8,73  | 2,11  | 1,08  |

Tab. A. 10. Kompletní experimentálně zjištěné hodnoty pro experiment 4,  $U_{E2} = 400$  V

| U [V] | p [Pa]     | 50     | 100    | 200    | 300    | 400    | 500    |
|-------|------------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|
| 300   | $C_{W-Cu}$ | 17,77  | 25,89  | 25,67  | 22,15  | 15,25  | 7,31   |
|       | $C_{Cu-C}$ | 174,39 | 71,23  | 83,74  | 156,19 | 91,96  | 139,74 |
|       | $C_{W-C}$  | 192,16 | 97,12  | 109,41 | 178,34 | 107,21 | 147,05 |
| 325   | $C_{W-Cu}$ | 13,32  | 15,59  | 26,15  | 20,97  | 14,64  | 9,49   |
|       | $C_{Cu-C}$ | 167,14 | 96,79  | 100,60 | 151,29 | 99,40  | 139,30 |
|       | $C_{W-C}$  | 180,46 | 112,38 | 126,75 | 172,26 | 114,04 | 148,79 |
| 350   | $C_{W-Cu}$ | 13,14  | 13,38  | 18,61  | 21,23  | 17,93  | 17,01  |
|       | $C_{Cu-C}$ | 161,49 | 106,17 | 95,40  | 165,33 | 113,34 | 126,75 |
|       | $C_{W-C}$  | 174,63 | 119,55 | 114,01 | 186,56 | 131,27 | 143,76 |
| 375   | $C_{W-Cu}$ | 10,83  | 15,96  | 31,20  | 26,49  | 20,76  | 12,06  |
|       | $C_{Cu-C}$ | 159,48 | 113,84 | 107,86 | 119,00 | 142,81 | 137,11 |
|       | $C_{W-C}$  | 170,31 | 129,80 | 139,06 | 145,49 | 163,57 | 149,17 |
| 400   | $C_{W-Cu}$ | 4,98   | 4,70   | 7,39   | 8,73   | 2,11   | 1,08   |
|       | $C_{Cu-C}$ | 141,00 | 139,98 | 145,80 | 143,73 | 135,94 | 124,56 |
|       | $C_{W-C}$  | 145,98 | 144,68 | 153,19 | 152,46 | 138,05 | 125,64 |

Tab. A. 11. Kontrast v obraze wolfram a měď, v rozmezí tlaků 50 – 500 Pa,  $U_{E2} = 425$  V

| U [V] | p [Pa]     | 50   | 100   | 200   | 300   | 400   | 500   |
|-------|------------|------|-------|-------|-------|-------|-------|
| 325   | $C_{W-Cu}$ | 8,75 | 10,74 | 33,32 | 32,14 | 19,24 | 13,21 |
| 350   | $C_{W-Cu}$ | 8,06 | 9,79  | 28,95 | 38,59 | 18,80 | 12,17 |
| 375   | $C_{W-Cu}$ | 7,97 | 6,88  | 27,26 | 50,16 | 40,50 | 30,62 |
| 400   | $C_{W-Cu}$ | 8,72 | 4,99  | 22,90 | 48,79 | 40,19 | 24,36 |
| 425   | $C_{W-Cu}$ | 4,72 | 1,77  | 3,06  | 5,67  | 4,31  | 1,59  |

Tab. A. 12. Kompletní experimentálně zjištěné hodnoty pro experiment 4,  $U_{E2} = 425$  V

| U [V] | p [Pa]     | 50     | 100    | 200    | 300    | 400    | 500    |
|-------|------------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|
| 325   | $C_{W-Cu}$ | 8,75   | 10,74  | 33,32  | 32,14  | 19,24  | 13,21  |
|       | $C_{Cu-C}$ | 93,72  | 101,62 | 92,28  | 112,94 | 115,22 | 128,68 |
|       | $C_{W-C}$  | 102,47 | 112,36 | 125,60 | 145,08 | 134,46 | 141,89 |
| 350   | $C_{W-Cu}$ | 8,06   | 9,79   | 28,95  | 38,59  | 18,80  | 12,17  |
|       | $C_{Cu-C}$ | 130,08 | 114,21 | 128,14 | 126,04 | 135,56 | 141,73 |
|       | $C_{W-C}$  | 138,14 | 124,00 | 157,09 | 164,63 | 154,36 | 153,90 |
| 375   | $C_{W-Cu}$ | 7,97   | 6,88   | 27,26  | 50,16  | 40,50  | 30,62  |
|       | $C_{Cu-C}$ | 126,38 | 123,51 | 114,56 | 122,40 | 147,54 | 119,15 |
|       | $C_{W-C}$  | 134,35 | 130,39 | 141,82 | 172,56 | 188,04 | 159,77 |
| 400   | $C_{W-Cu}$ | 8,72   | 4,99   | 22,90  | 48,79  | 40,19  | 24,36  |
|       | $C_{Cu-C}$ | 124,59 | 133,11 | 125,36 | 110,19 | 111,35 | 132,89 |
|       | $C_{W-C}$  | 133,31 | 138,10 | 148,26 | 158,98 | 151,54 | 157,25 |
| 425   | $C_{W-Cu}$ | 4,72   | 1,77   | 3,06   | 5,67   | 4,31   | 1,59   |
|       | $C_{Cu-C}$ | 133,08 | 130,77 | 135,40 | 145,16 | 139,26 | 130,93 |
|       | $C_{W-C}$  | 137,80 | 132,54 | 138,46 | 150,83 | 143,57 | 132,52 |

Tab. A. 13. Kontrast v obraze wolfram a měď, v rozmezí tlaků 50 – 500 Pa, WD = 6 mm

| U [V] | p [Pa]     | 50   | 100   | 200   | 300   | 400   | 500   |
|-------|------------|------|-------|-------|-------|-------|-------|
| 325   | $C_{W-Cu}$ | 8,97 | 15,41 | 45,64 | 25,97 | 14,90 | 12,48 |
| 350   | $C_{W-Cu}$ | 9,37 | 15,80 | 22,26 | 35,06 | 26,95 | 15,59 |
| 375   | $C_{W-Cu}$ | 8,46 | 8,88  | 23,02 | 28,16 | 24,18 | 11,30 |
| 400   | $C_{W-Cu}$ | 5,89 | 4,70  | 16,52 | 28,40 | 23,02 | 17,65 |
| 425   | $C_{W-Cu}$ | 1,63 | 1,08  | 0,48  | 2,56  | 3,44  | 1,78  |

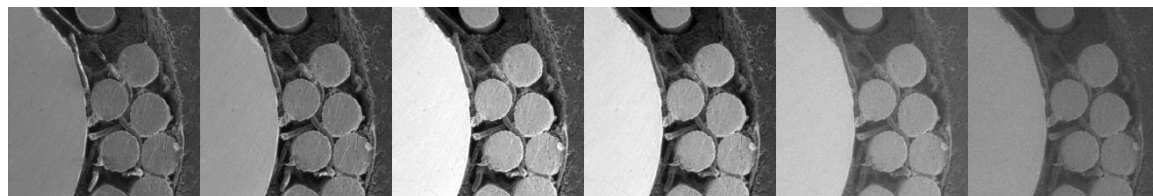
Tab. A. 14. Kompletní experimentálně zjištěné hodnoty pro experiment 4, WD = 6 mm

| U [V] | p [Pa]     | 50     | 100    | 200    | 300    | 400    | 500    |
|-------|------------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|
| 325   | $C_{W-Cu}$ | 8,97   | 15,41  | 45,64  | 25,97  | 14,90  | 12,48  |
|       | $C_{Cu-C}$ | 160,22 | 169,51 | 106,17 | 139,55 | 106,90 | 146,29 |
|       | $C_{W-C}$  | 169,19 | 184,92 | 151,81 | 165,52 | 121,80 | 158,77 |
| 350   | $C_{W-Cu}$ | 9,37   | 15,80  | 22,26  | 35,06  | 26,95  | 15,59  |
|       | $C_{Cu-C}$ | 139,49 | 162,45 | 89,35  | 148,23 | 132,58 | 126,3  |
|       | $C_{W-C}$  | 148,86 | 178,25 | 111,61 | 183,29 | 159,53 | 141,89 |
| 375   | $C_{W-Cu}$ | 8,46   | 8,88   | 23,02  | 28,16  | 24,18  | 11,30  |
|       | $C_{Cu-C}$ | 134,52 | 134,41 | 104,13 | 119,99 | 147,27 | 168,72 |
|       | $C_{W-C}$  | 142,98 | 143,29 | 127,15 | 148,15 | 171,45 | 180,02 |
| 400   | $C_{W-Cu}$ | 5,89   | 4,70   | 16,52  | 28,40  | 23,02  | 17,65  |
|       | $C_{Cu-C}$ | 131,52 | 134,18 | 143,27 | 126,62 | 152,04 | 127,56 |
|       | $C_{W-C}$  | 137,41 | 138,88 | 159,79 | 155,02 | 175,06 | 145,21 |
| 425   | $C_{W-Cu}$ | 1,63   | 1,08   | 0,48   | 2,56   | 3,44   | 1,78   |
|       | $C_{Cu-C}$ | 115,32 | 130,21 | 129,00 | 129,83 | 134,14 | 139,77 |
|       | $C_{W-C}$  | 116,95 | 131,29 | 129,48 | 132,39 | 137,58 | 141,55 |

# Příloha B

Snímky z mikroskopu - Experiment 1 –  $U_D = 500$  V

$U_{E1} = 300$  V,  $p = 50 - 500$  Pa



50 Pa

100 Pa

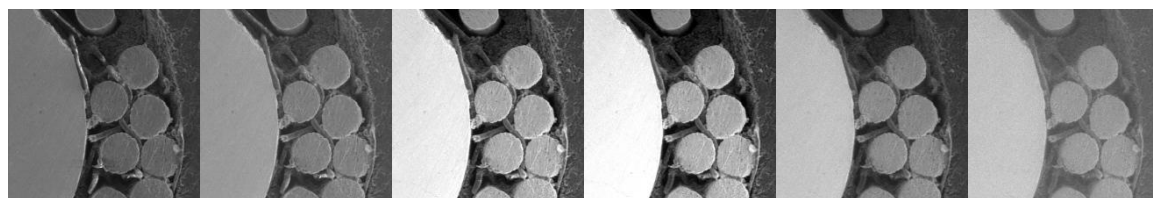
200 Pa

300 Pa

400 Pa

500 Pa

$U_{E1} = 325$  V,  $p = 50 - 500$  Pa



50 Pa

100 Pa

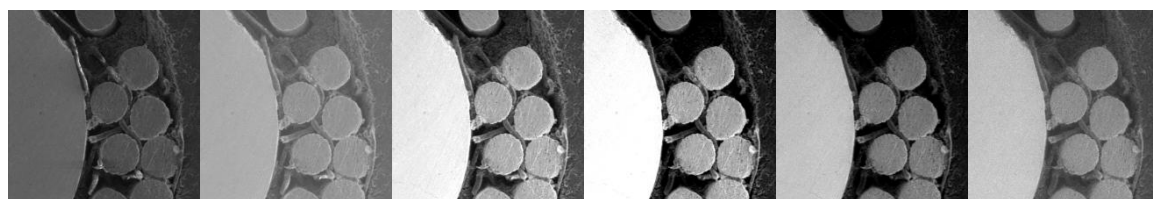
200 Pa

300 Pa

400 Pa

500 Pa

$U_{E1} = 350$  V,  $p = 50 - 500$  Pa



50 Pa

100 Pa

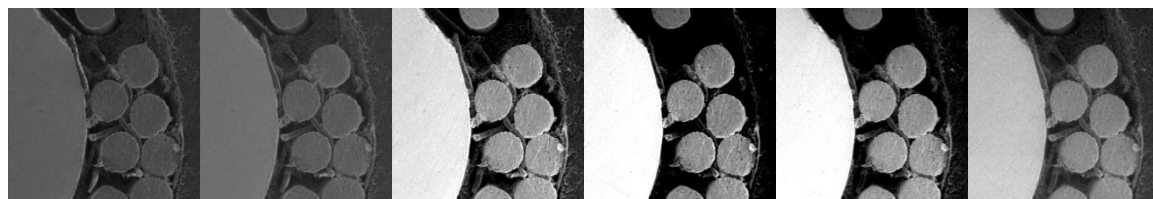
200 Pa

300 Pa

400 Pa

500 Pa

$U_{E1} = 375$  V,  $p = 50 - 500$  Pa



50 Pa

100 Pa

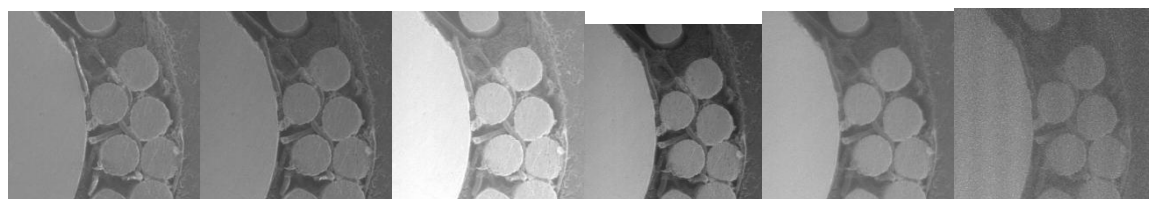
200 Pa

300 Pa

400 Pa

500 Pa

$U_{E1} = 400$  V,  $p = 50 - 500$  Pa



50 Pa

100 Pa

200 Pa

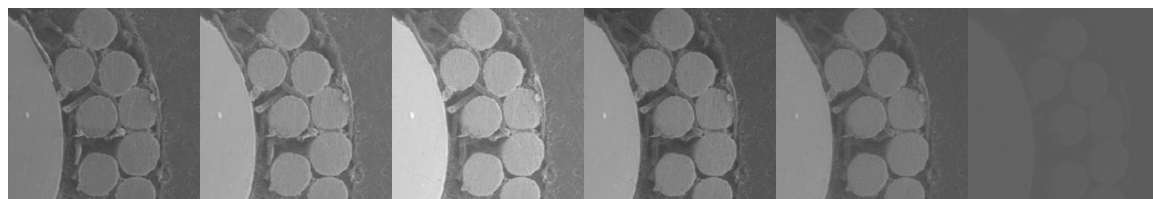
300 Pa

400 Pa

500 Pa

Snímky z mikroskopu - Experiment 1 –  $U_D = 450 \text{ V}$

$U_{E1} = 325 \text{ V}$ ,  $p = 50 - 500 \text{ Pa}$



50 Pa

100 Pa

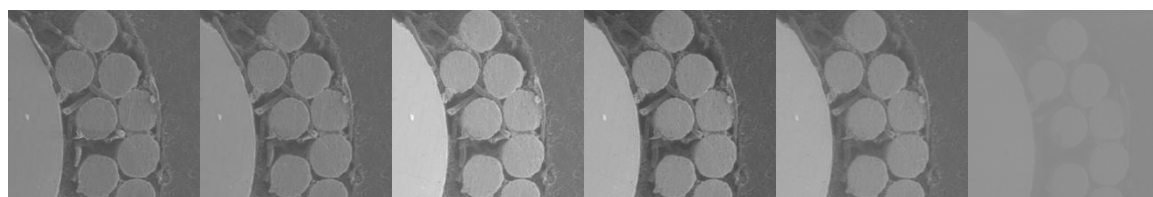
200 Pa

300 Pa

400 Pa

500 Pa

$U_{E1} = 350 \text{ V}$ ,  $p = 50 - 500 \text{ Pa}$



50 Pa

100 Pa

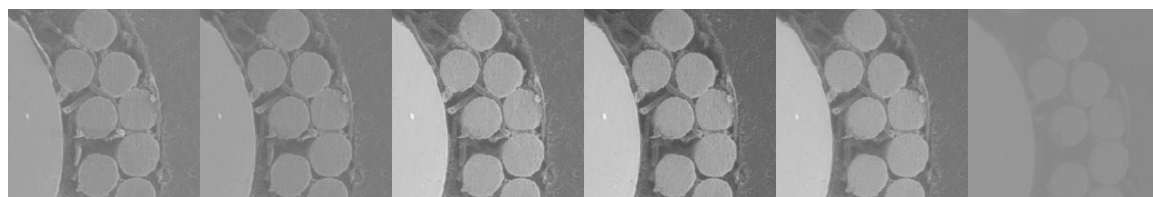
200 Pa

300 Pa

400 Pa

500 Pa

$U_{E1} = 375 \text{ V}$ ,  $p = 50 - 500 \text{ Pa}$



50 Pa

100 Pa

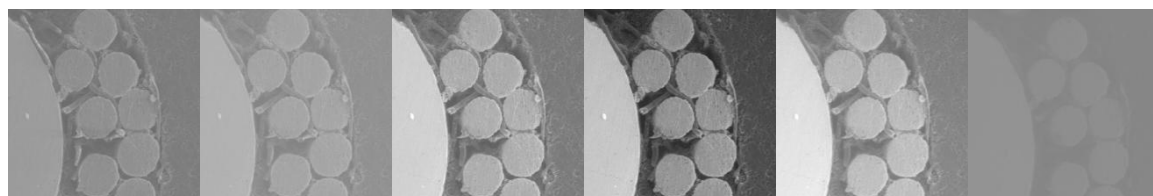
200 Pa

300 Pa

400 Pa

500 Pa

$U_{E1} = 400 \text{ V}$ ,  $p = 50 - 500 \text{ Pa}$



50 Pa

100 Pa

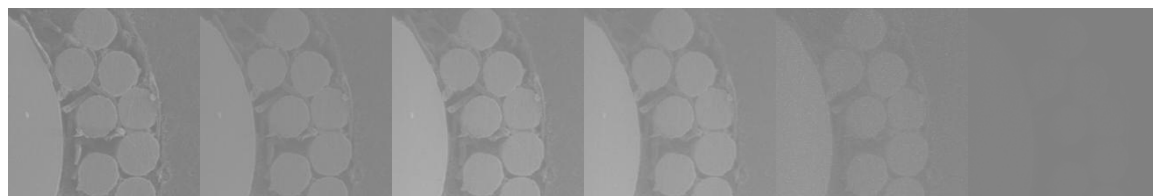
200 Pa

300 Pa

400 Pa

500 Pa

$U_{E1} = 425 \text{ V}$ ,  $p = 50 - 500 \text{ Pa}$



50 Pa

100 Pa

200 Pa

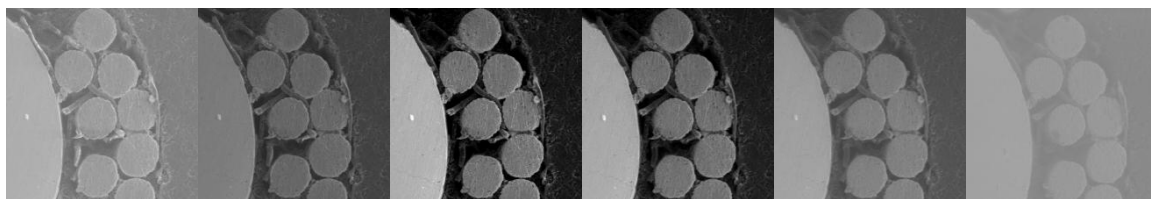
300 Pa

400 Pa

500 Pa

Snímky z mikroskopu - Experiment 2 –

$U_{E1} = 325 \text{ V}$ ,  $p = 50 - 500 \text{ Pa}$



50 Pa

100 Pa

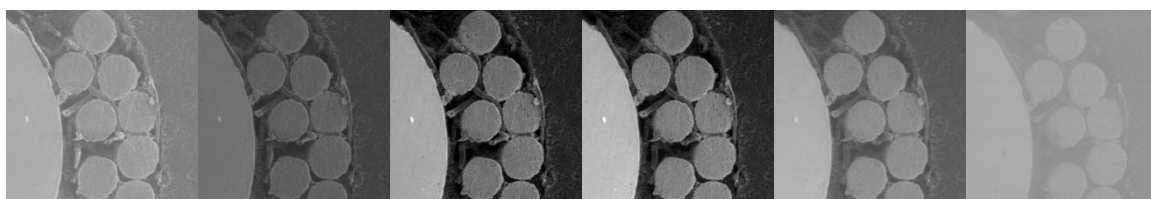
200 Pa

300 Pa

400 Pa

500 Pa

$U_{E1} = 350 \text{ V}$ ,  $p = 50 - 500 \text{ Pa}$



50 Pa

100 Pa

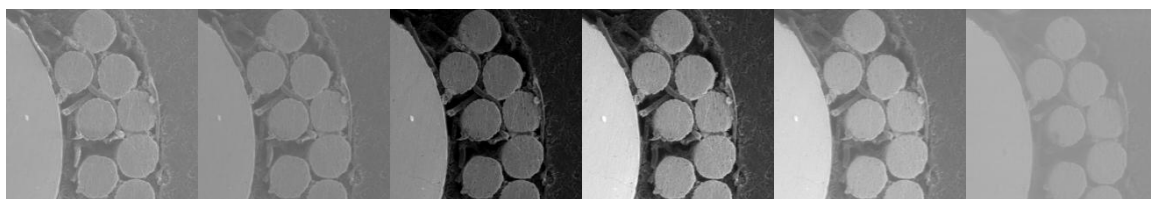
200 Pa

300 Pa

400 Pa

500 Pa

$U_{E1} = 375 \text{ V}$ ,  $p = 50 - 500 \text{ Pa}$



50 Pa

100 Pa

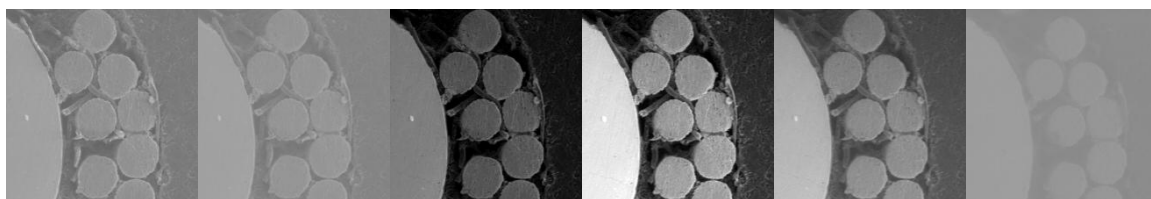
200 Pa

300 Pa

400 Pa

500 Pa

$U_{E1} = 400 \text{ V}$ ,  $p = 50 - 500 \text{ Pa}$



50 Pa

100 Pa

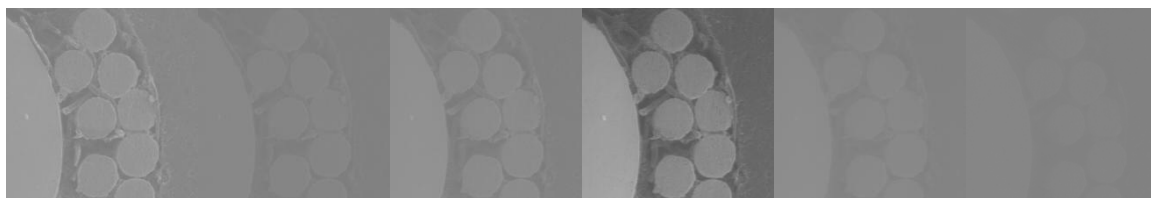
200 Pa

300 Pa

400 Pa

500 Pa

$U_{E1} = 425 \text{ V}$ ,  $p = 50 - 500 \text{ Pa}$



50 Pa

100 Pa

200 Pa

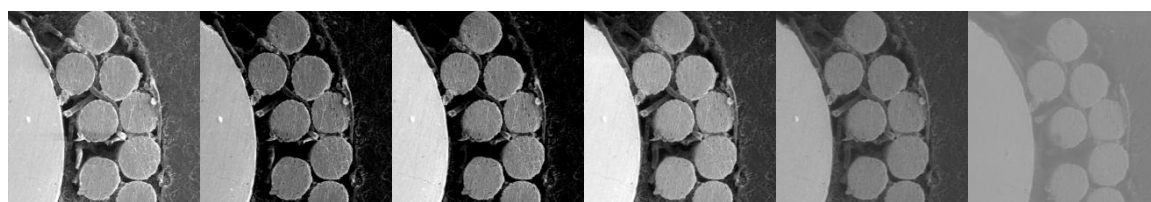
300 Pa

400 Pa

500 Pa

Snímky z mikroskopu - Experiment 3 –

$U_{E1} = 325 \text{ V}$ ,  $p = 50 - 500 \text{ Pa}$



50 Pa

100 Pa

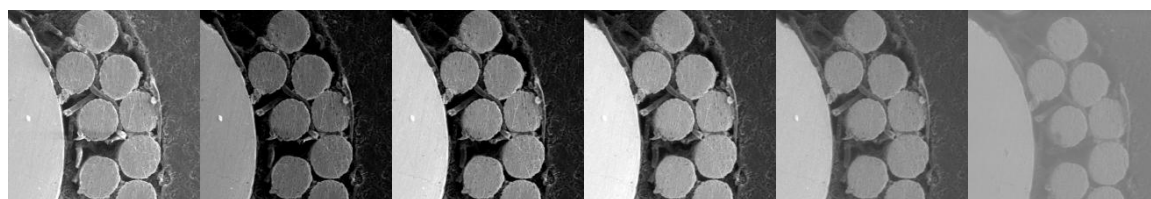
200 Pa

300 Pa

400 Pa

500 Pa

$U_{E1} = 350 \text{ V}$ ,  $p = 50 - 500 \text{ Pa}$



50 Pa

100 Pa

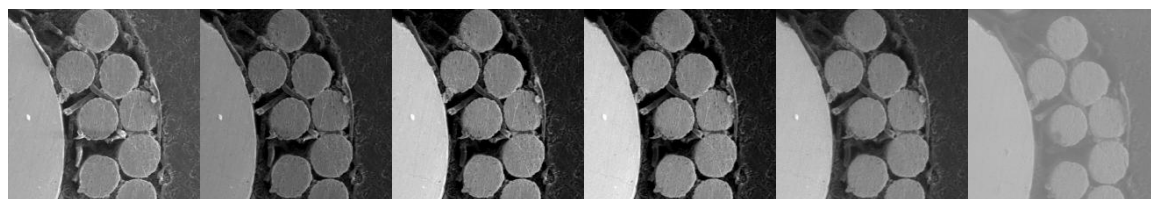
200 Pa

300 Pa

400 Pa

500 Pa

$U_{E1} = 375 \text{ V}$ ,  $p = 50 - 500 \text{ Pa}$



50 Pa

100 Pa

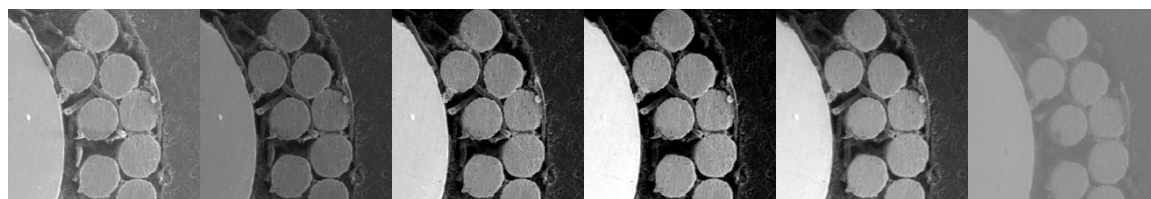
200 Pa

300 Pa

400 Pa

500 Pa

$U_{E1} = 400 \text{ V}$ ,  $p = 50 - 500 \text{ Pa}$



50 Pa

100 Pa

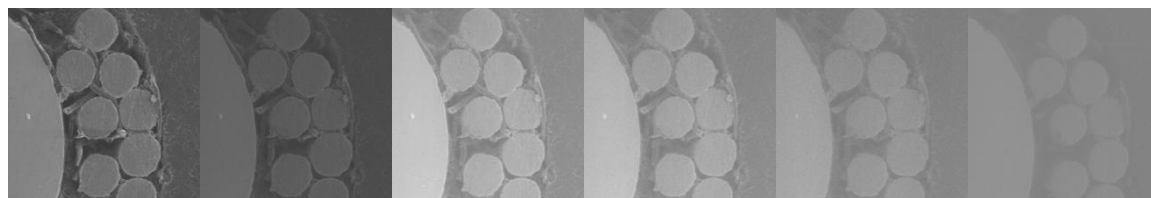
200 Pa

300 Pa

400 Pa

500 Pa

$U_{E1} = 425 \text{ V}$ ,  $p = 50 - 500 \text{ Pa}$



50 Pa

100 Pa

200 Pa

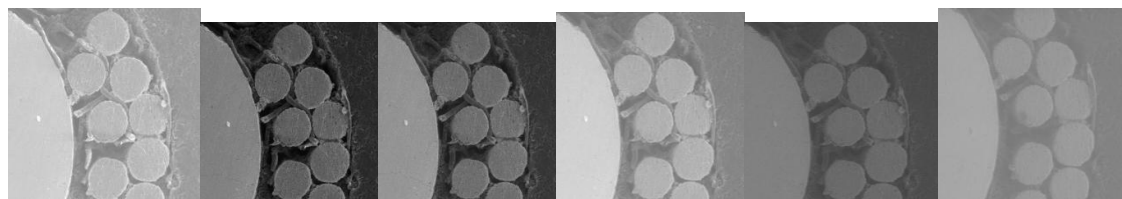
300 Pa

400 Pa

500 Pa

Snímky z mikroskopu - Experiment 4 –  $WD = 5 \text{ mm}$ ,  $U_{E2} = 400 \text{ V}$

$U_{E1} = 300 \text{ V}$ ,  $p = 50 - 500 \text{ Pa}$



50 Pa

100 Pa

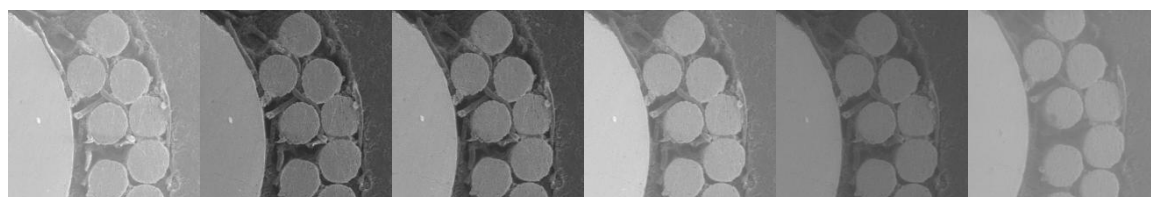
200 Pa

300 Pa

400 Pa

500 Pa

$U_{E1} = 325 \text{ V}$ ,  $p = 50 - 500 \text{ Pa}$



50 Pa

100 Pa

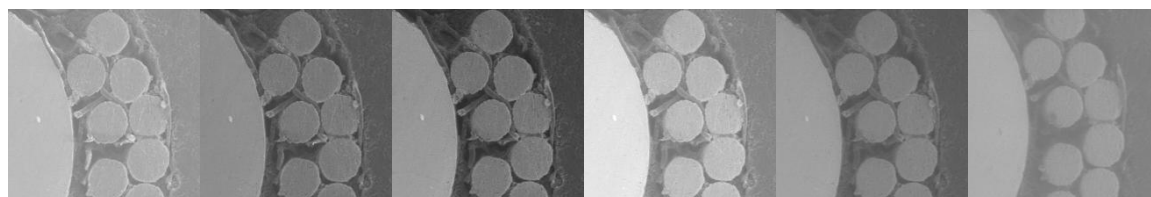
200 Pa

300 Pa

400 Pa

500 Pa

$U_{E1} = 350 \text{ V}$ ,  $p = 50 - 500 \text{ Pa}$



50 Pa

100 Pa

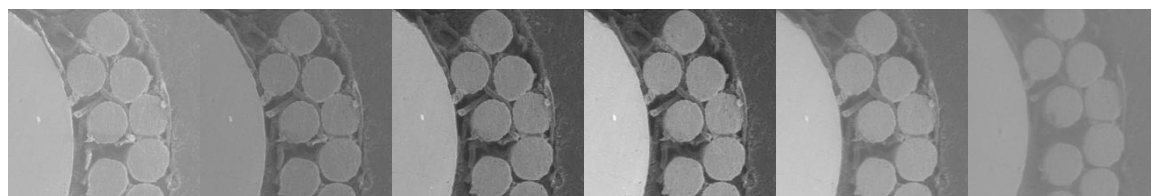
200 Pa

300 Pa

400 Pa

500 Pa

$U_{E1} = 375 \text{ V}$ ,  $p = 50 - 500 \text{ Pa}$



50 Pa

100 Pa

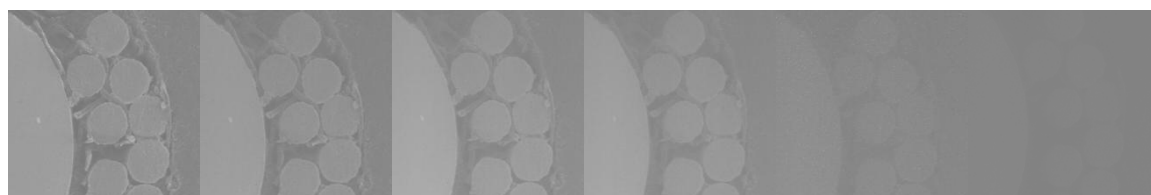
200 Pa

300 Pa

400 Pa

500 Pa

$U_{E1} = 400 \text{ V}$ ,  $p = 50 - 500 \text{ Pa}$



50 Pa

100 Pa

200 Pa

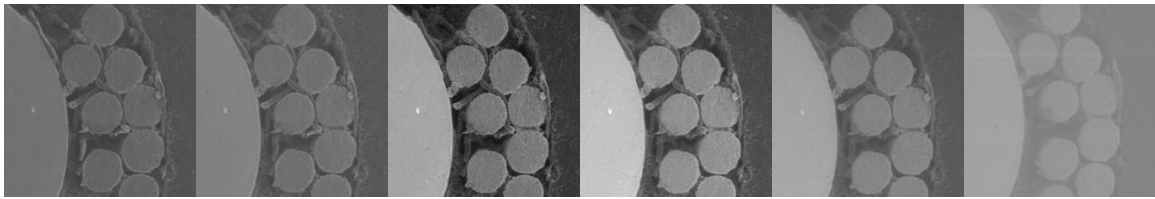
300 Pa

400 Pa

500 Pa

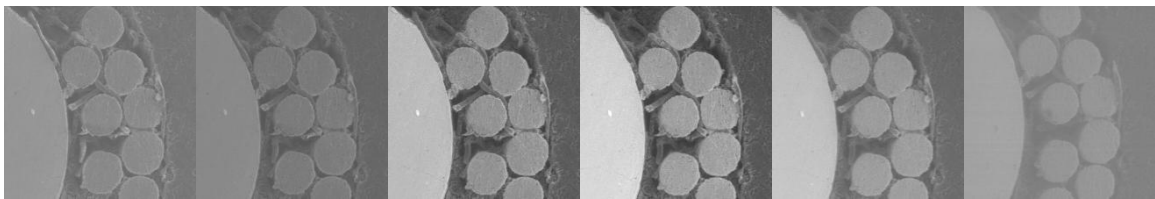
Snímky z mikroskopu - Experiment 4 – WD = 5 mm,  $U_{E2} = 425$  V

$U_{E1} = 325$  V,  $p = 50 - 500$  Pa



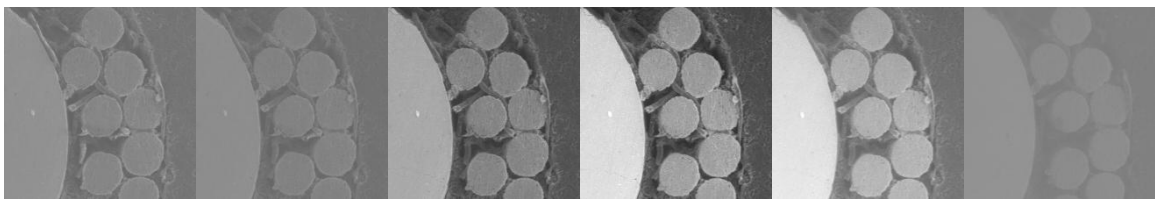
50 Pa      100 Pa      200 Pa      300 Pa      400 Pa      500 Pa

$U_{E1} = 350$  V,  $p = 50 - 500$  Pa



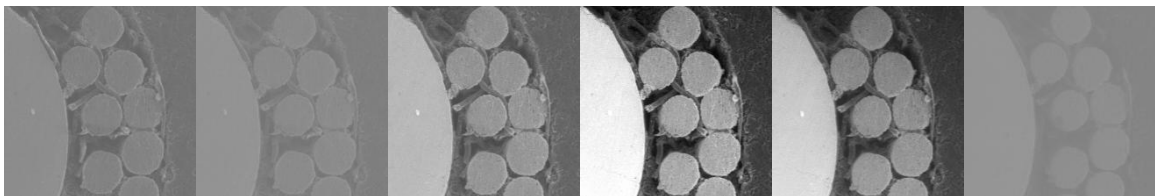
50 Pa      100 Pa      200 Pa      300 Pa      400 Pa      500 Pa

$U_{E1} = 375$  V,  $p = 50 - 500$  Pa



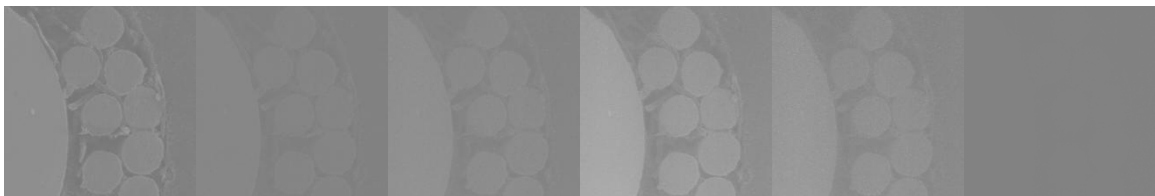
50 Pa      100 Pa      200 Pa      300 Pa      400 Pa      500 Pa

$U_{E1} = 400$  V,  $p = 50 - 500$  Pa



50 Pa      100 Pa      200 Pa      300 Pa      400 Pa      500 Pa

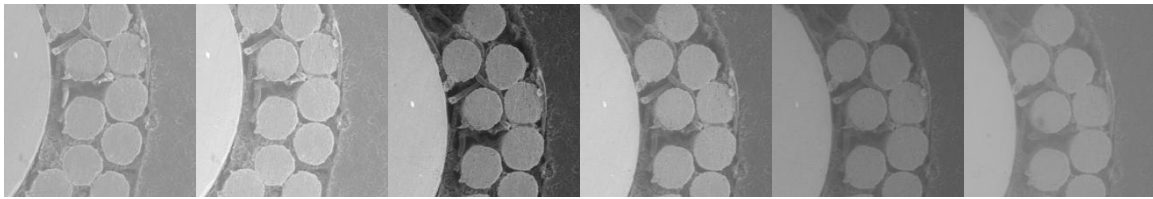
$U_{E1} = 425$  V,  $p = 50 - 500$  Pa



50 Pa      100 Pa      200 Pa      300 Pa      400 Pa      500 Pa

Snímky z mikroskopu - Experiment 4 – WD = 6 mm

$U_{E1} = 325 \text{ V}$ ,  $p = 50 - 500 \text{ Pa}$



50 Pa

100 Pa

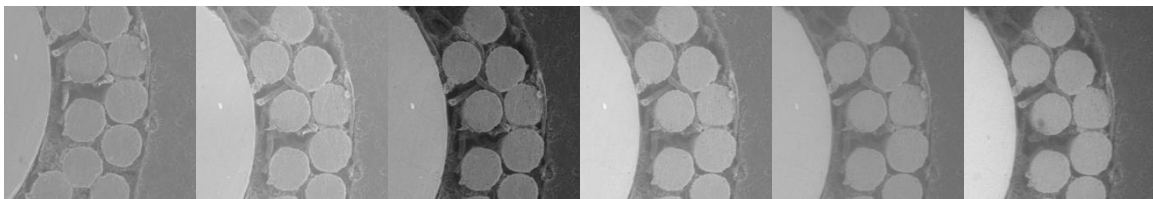
200 Pa

300 Pa

400 Pa

500 Pa

$U_{E1} = 350 \text{ V}$ ,  $p = 50 - 500 \text{ Pa}$



50 Pa

100 Pa

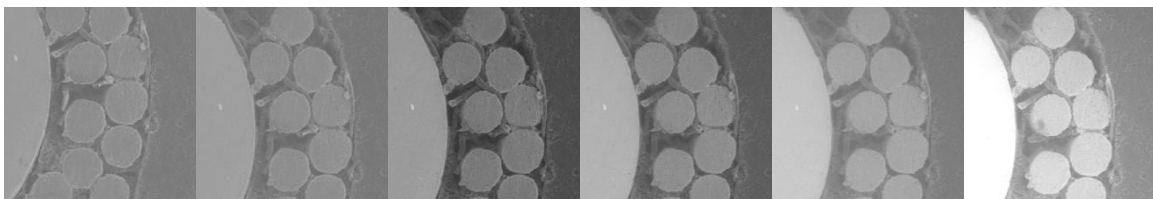
200 Pa

300 Pa

400 Pa

500 Pa

$U_{E1} = 375 \text{ V}$ ,  $p = 50 - 500 \text{ Pa}$



50 Pa

100 Pa

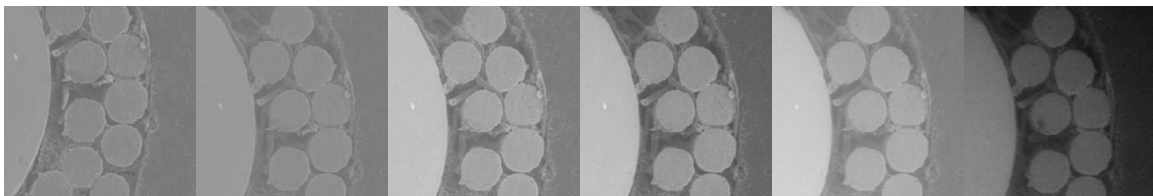
200 Pa

300 Pa

400 Pa

500 Pa

$U_{E1} = 400 \text{ V}$ ,  $p = 50 - 500 \text{ Pa}$



50 Pa

100 Pa

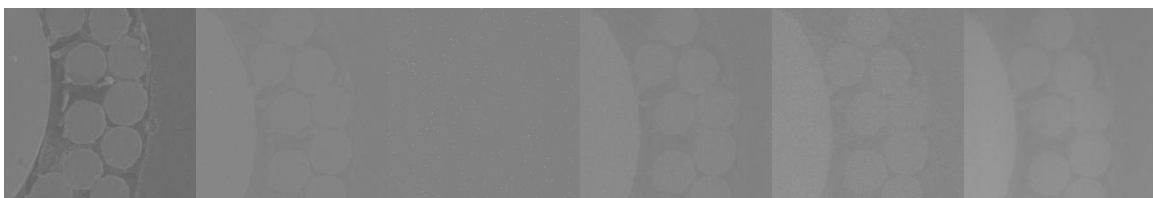
200 Pa

300 Pa

400 Pa

500 Pa

$U_{E1} = 425 \text{ V}$ ,  $p = 50 - 500 \text{ Pa}$



50 Pa

100 Pa

200 Pa

300 Pa

400 Pa

500 Pa