



VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V BRNĚ

BRNO UNIVERSITY OF TECHNOLOGY

FAKULTA ELEKTROTECHNIKY

A KOMUNIKAČNÍCH TECHNOLOGIÍ

ÚSTAV MIKROELEKTROTECHNIKY

FFACULTY OF ELECTRICAL ENGINEERING AND COMUNICATION

DEPARTMENT OF MICROELECTRONICS

Vliv pracovních podmínek na velikost signálu získaného pomocí LVSTD detektoru

Evaluation of the quality of the signal depending on the working conditions in the scanning electron microscope VEGA 3 XMU detected by the LVSTD detector.

BAKALÁŘSKÁ PRÁCE

BACHELOR'S THESIS

AUTOR PRÁCE

AUTHOR

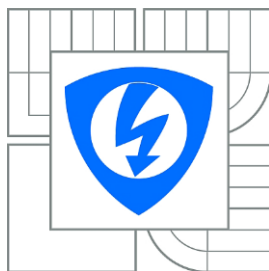
ONDŘEJ TYLICH

VEDOUcí PRÁCE

SUPERVISOR

ING. PAVEL ČUDEK

BRNO 2014



VYSOKÉ UČENÍ
TECHNICKÉ V BRNĚ

Fakulta elektrotechniky
a komunikačních technologií

Ústav elektrotechnologie

Bakalářská práce

bakalářský studijní obor
Mikroelektronika a technologie

Student: Ondřej Tylich
Ročník: 3

ID: 146119
Akademický rok: 2013/2014

NÁZEV TÉMATU:

Vliv pracovních podmínek na velikost signálu získaného pomocí LVSTD detektoru

POKYNY PRO VYPRACOVÁNÍ:

Seznamte se s teorií činnosti nízkovakuového rastrovacího elektronového mikroskopu (LV-SEM) a s problematikou detekce sekundárních elektronů. Prostudujte způsoby měření velikosti signálu ze vzorku a hodnocení poměru signál – šum ze snímků získaných pomocí rastrovacího elektronového mikroskopu. Proveďte pozorování sekundárních elektronů pomocí LVSTD detektoru v mikroskopu VEGA 3 XMU, určete a vyhodnoťte vliv pracovních podmínek na funkci detektoru.

DOPORUČENÁ LITERATURA:

Dle pokynu vedoucího.

Termín zadání: 10. 2. 2014

Termín odevzdání: 5. 6. 2014

Vedoucí práce: Ing. Pavel Čudek

Konzultanti bakalářské práce:

doc. Ing. Jiří Háze, Ph.D.
Předseda oborové rady

UPOZORNĚNÍ:

Autor bakalářské práce nesmí při vytváření bakalářské 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.

Abstrakt

Bakalářská práce seznamuje s činností nízkovakuového elektronového rastrovacího mikroskopu a popisuje jeho jednotlivé součásti. Vysvětluje rozdíl mezi nízkovakuovým a vysokovakuovým rastrovacím elektronovým mikroskopem. Obsahuje informace o vzniku signálů a detekci sekundárních elektronů pomocí scintilačního detektoru. Zjednodušeně popisuje výpočet poměru signál šum a metodu získávání hodnoty velikosti signálu. Práce se zaměřuje na zkoumání vlivu pracovních podmínek na velikost signálu získaného pomocí Low Vacuum Secondary Electron Tescan Detektoru (LVSTD) a na měření poměru signál šum. Cílem práce je zjistit stabilitu a vliv pracovních podmínek na LVSTD.

Klíčová slova

Rastrovací elektronový mikroskop, nízkovakuový rastrovací elektronový mikroskop, nízkovakuový Tescan detektor sekundárních elektronů, scintilační detektor, poměr signál - šum, sekundární elektrony, velikost signálu.

Abstract

This bachelor project includes information about function of low vacuum scanning electron microscope and describes it's parts. It explains the difference between low vacuum and high vacuum scanning electron microscope. Contains informations about creation and detection of secondary electrons using scintillation detectors. It describes the calculation of signal to noise ratio and the method for obtaining the values of signal. Project is focused to determine the value of signal with a change in working conditions obtained by using Low Vacuum Secondary Electron Detector Tescan (LVSTD). The aim is to determine the stability of the effect of working conditions on LVSTD.

Key words

Scanning electron microscope, enviromental scanning electron microscope, Low Vacuum Secondary Electron Tescan Detektoru, secondary electrons, scintillation detector, noise, signal, detector, environmental,.

Bibliografická citace

TYLICH, O. Vliv pracovních podmínek na velikost signálu získaného pomocí LVSTD detektoru Brno: Vysoké učení technické v Brně, Fakulta elektrotechniky a komunikačních technologií, 2014. 34 s. Vedoucí bakalářské práce Ing. Pavel Čudek.

Poděkování

Děkuji vedoucímu bakalářské práce Ing. Pavlu Čudkovi za účinnou metodickou, pedagogickou a odbornou pomoc a další cenné rady při zpracování projektu.

V Brně dne 4. června 2014

.....

Podpis autora

Prohlášení autora o původnosti díla

Prohlašuji, že svou bakalářskou práci na téma hodnocení kvality signálu detekovaného pomocí LVSTD detektoru v závislosti na pracovních podmínkách v rastrovacím elektronovém mikroskopu VEGA 3 XMU jsem vypracoval samostatně pod vedením vedoucího bakalářské 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 bakalářské práce dále prohlašuji, že v souvislosti s vytvořením této 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 § 270 Zákona č. 40/2009 Sb., trestního zákoníku.

V Brně dne 4. června 2014

.....

Podpis autora

Obsah

Úvod.....	6
1 Rastrovací elektronový mikroskop.....	7
1.1 Zdroje elektronů.....	8
1.1.1 Termoemisioní zdroje.....	8
1.1.2 Autoemisioní zdroje	9
1.1.3 Tabulka vlastností zdrojů elektronů [3]	10
2 Nízkovakuový rastrovací elektronový mikroskop	10
3 Signály emitované ze vzorku	11
3.1 Sekundární elektrony	12
3.2 Zpětně odražené elektrony	13
3.3 Augerovy elektrony	13
4 Scintilační detektory.....	14
4.1 Everhart-Thorney Scintilační detektor.....	14
4.2 Nízkovakuový Tescan detektor sekundárních elektronů (LVSTD).....	15
5 Program Smart.....	16
5.1 Stručný úvod k programu	16
6 Měření hodnoty signálu.....	17
7 Praktická část.....	18
7.1 Simulace rozptylu elektronů ve vodních parách a dusíku při změně tlaku	18
7.2 Měření stability LVSTD v čase	19
7.3 Měření stability LVSTD v čase na vzorku platiny	22
7.4 Měření velikosti signálu na tlaku dusíku v komoře vzorku.....	25
7.5 Měření velikosti signálu na tlaku vodních par v komoře vzorku.....	26
Závěr	28
Bibliografie	30
Seznam obrázků	32
Seznam zkratk	33
Seznam příloh.....	33

Úvod

Mikroskopie je v širším smyslu odvětví aplikované fyziky zabývající se zobrazením struktur vzorků menších, než je rozlišovací schopnost lidského oka pomocí mikroskopu. V užším smyslu je mikroskopie technická práce s mikroskopem.

Pro pozorování struktur s rozlišením do $0,2 \mu\text{m}$ lze použít optické mikroskopy. Optický mikroskop je přístroj určený k přesnému měření a pozorování vzorků pod zorným úhlem zvětšeným optickou soustavou složenou z čoček, pro něž platí zákony světelné optiky. [12]

Pro dosažení rozlišení vyššího než $0,2 \mu\text{m}$ je třeba využít mikroskop pracující s elektromagnetickým zářením o kratší vlnové délce. Jedná se především o elektronové mikroskopy pracující se svazkem urychlených elektronů.

Elektronové mikroskopy lze rozdělit na transmisní elektronové mikroskopy a rastrovací elektronové mikroskopy. V transmisním elektronovém mikroskopu (TEM) je obraz tvořen elektrony prošlými pozorovaným vzorkem a dopadajícími na stínítko nebo CCD kameru pod pozorovaným vzorkem. V rastrovacím elektronovém mikroskopu je obraz tvořen signály emitovanými ze vzorku vzniklými při interakci svazku urychlených elektronů s povrchem.

Cílem bakalářské práce je seznámit se s teorií činnosti nízkovakuového rastrovacího mikroskopu, s problematikou a funkcí scintilačního detektoru, získat informace o způsobu vyhodnocování poměru signál – šum a provést pozorování vzorku pomocí LVSTD detektoru a vyhodnotit vliv pracovních podmínek na velikost signálu.

Pro vyhodnocování poměru signál šum byl vybrán program DC Joy – SMART.

K vyhodnocování velikosti signálu je využito metody vyhodnocení stupňů šedi a osciloskopické metody, jenž je součástí softwarové výbavy mikroskopu

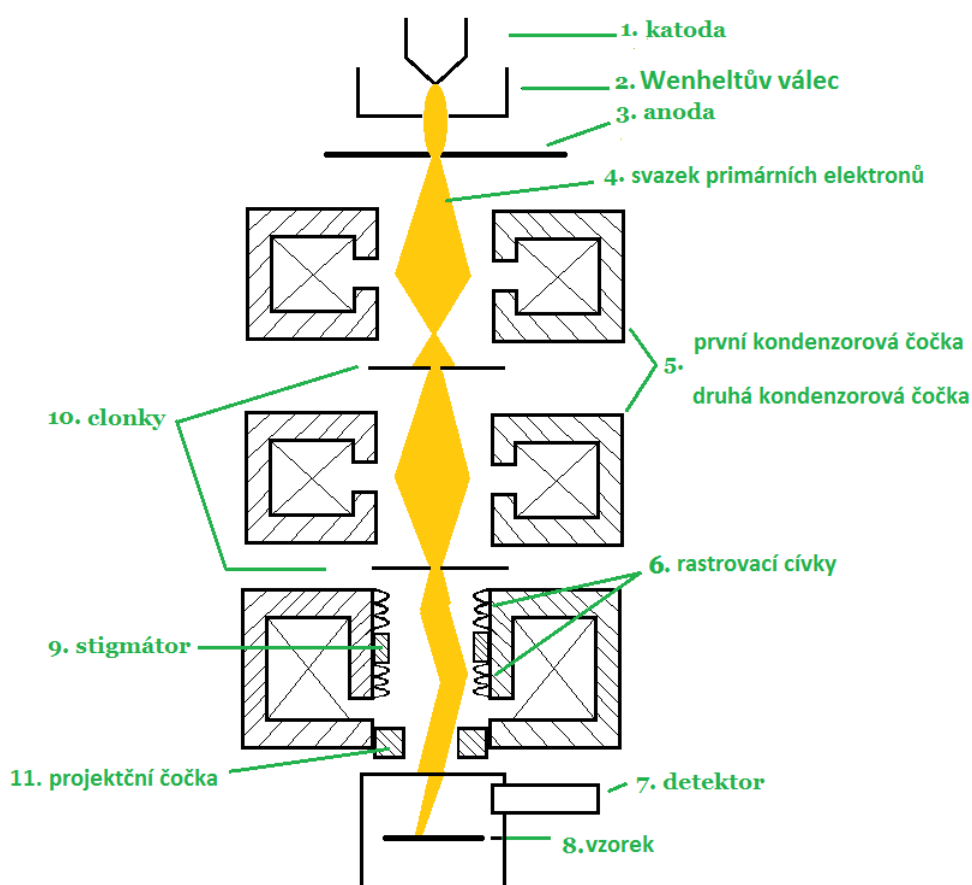
Teoretická část práce popisuje princip rastrovacího elektronového mikroskopu a nízkovakuového rastrovacího elektronového mikroskopu, jejich rozdíly a výhody. Dále popisuje druhy zdrojů elektronů, signály emitované ze vzorku a detektory sekundárních elektronů.

Následně se lze seznámit s postupy měření velikosti signálu a způsoby vyhodnocení poměru signál - šum.

Praktická část se zaměřuje na měření konkrétních vzorků a určení vlivu pracovních podmínek na velikost signálu.

1 Rastrovací elektronový mikroskop

Rastrovací elektronový mikroskop (SEM), jehož principiální schéma je zobrazeno na obr. 1.1, se skládá z tubusu a komory vzorku. Elektronový svazek o energii nejčastěji do 20 - 30 keV je emitován ze zdroje elektronů neboli katody (1) umístěné ve wehneltově válci (2). Wehneltův válec na záporném potenciálu slouží k vytvoření shluku elektronů v prostoru před katodou. Shluk elektronů slouží jako bodový zdroj elektronů. Anoda (3) připojená k zemi přitahuje elektrony ze shluku před katodou. Dodává přitaženým elektronům energii danou rozdílem potenciálů na katodě a anodě. Urychlené elektrony procházejí tubusem přes dvojici kondenzorů a několik clonek. Kondenzory slouží jako elektromagnetická čočka zaostřující paprsek. Clonky jsou v tubusu z důvodu nastavení úhlové apertury objektivu a redukci sférické vady objektivu. Na konci tubusu v objektivu jsou vychylovací cívky, sloužící k ovládní rastrování svazku elektronů po povrchu sledovaného vzorku a stigmátor sloužící k opravě astigmatismu kondenzorové soustavy. Svazek elektronů poté dopadá na sledovaný objekt. Při dopadu svazku elektronů na povrch vzorku jsou generovány signály v podobě elektronů, rentgenového záření a fotonů. Signály mohou být dále zpracovány detektory pro získání různých informací o vzorku.



Obr. 1.1. Princip funkce rastrovacího elektronového mikroskopu [2], [3].

Výhodou rastrovacího elektronového mikroskopu je jeho vysoké rozlišení až 0,8 nm oproti optickému mikroskopu s maximálním rozlišením 0,2 μm . Nevýhodou rastrovacího elektronového mikroskopu je potřeba vakua v komoře vzorku. Vzhledem k nutnosti vakua v komoře vzorku musí být pozorovaný vzorek vodivý a nesmí obsahovat kapalnou fázi. Nevodivé a biologické vzorky se musí před pozorováním v SEM speciálně upravovat např. pokovením či kryofixací. Pokud by vzorek nebyl zbaven vody, došlo by k prudkému vypařování a tím k jeho znehodnocení. [2]

1.1 Zdroje elektronů

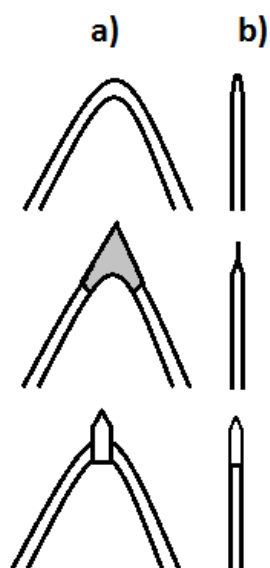
Zdroje elektronů můžeme rozdělit na termoemisní a autoemisní.

1.1.1 Termoemisní zdroje

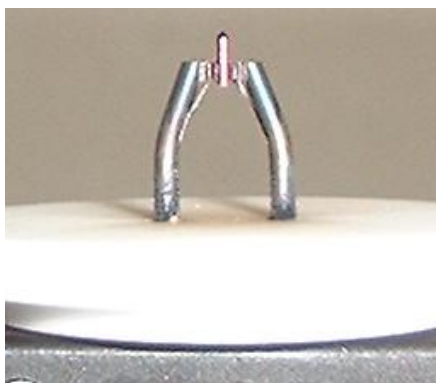
Průchodem elektrického proudu vláknem zdroje elektronů dochází k termoemisi. Termoemise je jev, při kterém elektrony kovu získají dostatečnou kinetickou energii tepelným působením. Do vakua emitují elektrony s energií dostatečnou pro překonání potenciální bariéry. Energie potřebná k emisi elektronů je rovna energetické úrovni volných elektronů ve vakuu.

Nejběžnější termoemisní zdroj je wolframové vlákno o průměru asi 0,1mm ohnuté do tvaru písmene V. Wolfram vyniká svými vlastnostmi. Velká životnost a optimální proudová hustota spolu s nízkou cenou a potřebou nízkého vakua dělá z wolframu nejčastěji používaný zdroj elektronů. Wolframové katody lze najít v různých provedeních jak je vidět na Obr. 1.2. Wolfram může být z kulatého drátku, ve špičce slisovaného popřípadě s malým hrotem na špičce.

Další termoemisní zdroj je katoda z materiálu LaB_6 (Lanthanhexaboridu) zobrazená na Obr. 1.3, k provozu potřebuje lepší vakuum než u wolframu ale dosahuje větší emise elektronů při nižší teplotě než wolframová katoda. Tlak je potřeba alespoň 10^{-4} Pa. [3]



Obr. 1.2. a) nárys b) bokorys [3].



Obr. 1.3. LaB₆ [3].

1.1.2 Autoemisní zdroje

Autoemisní zdroje jsou zdroje využívající silného elektrického pole. Silné elektrické pole pomáhá volným elektronům překonat potenciálové bariéry mezi kovem a vakuem kolem trysky a vytrhává je z kovu ven. Výhodou autoemisního zdroje je téměř stejná energie vyzářených elektronů. Díky tomu má vysokou směrovou proudovou hustotu $2 \cdot 10^9 \text{ A cm}^{-2} \text{ sr}^{-1}$, což je o dva řády více než u termoemisního zdroje. Problémem u autoemisních zdrojů je potřeba vysokého vakua 10^{-8} Pa . Pro autoemisní zdroje se používá nejčastěji wolfram [3].



Obr. 1.4 Autoemisní zdroj elektronů [9].

1.1.3 Tabulka vlastností zdrojů elektronů [3]

Zdroj elektronů	Proudová hustota	Životnost	Velikost zdroje	Rozptyl energií elektronů	Stabilita
	[A/cm ² sr]	[h]	-	[eV]	[%/h]
Wolfram	10 ⁵	3000	30/100 μm	1 - 3	1
LaB ₆	10 ⁶	1500	5/50 μm	1 - 2	1
Autoemisní wolfram	10 ⁸	> 1000	< 5 nm	0,3	5
Schottkyho	10 ⁸	> 1000	15-30 nm	0,3 - 1	1

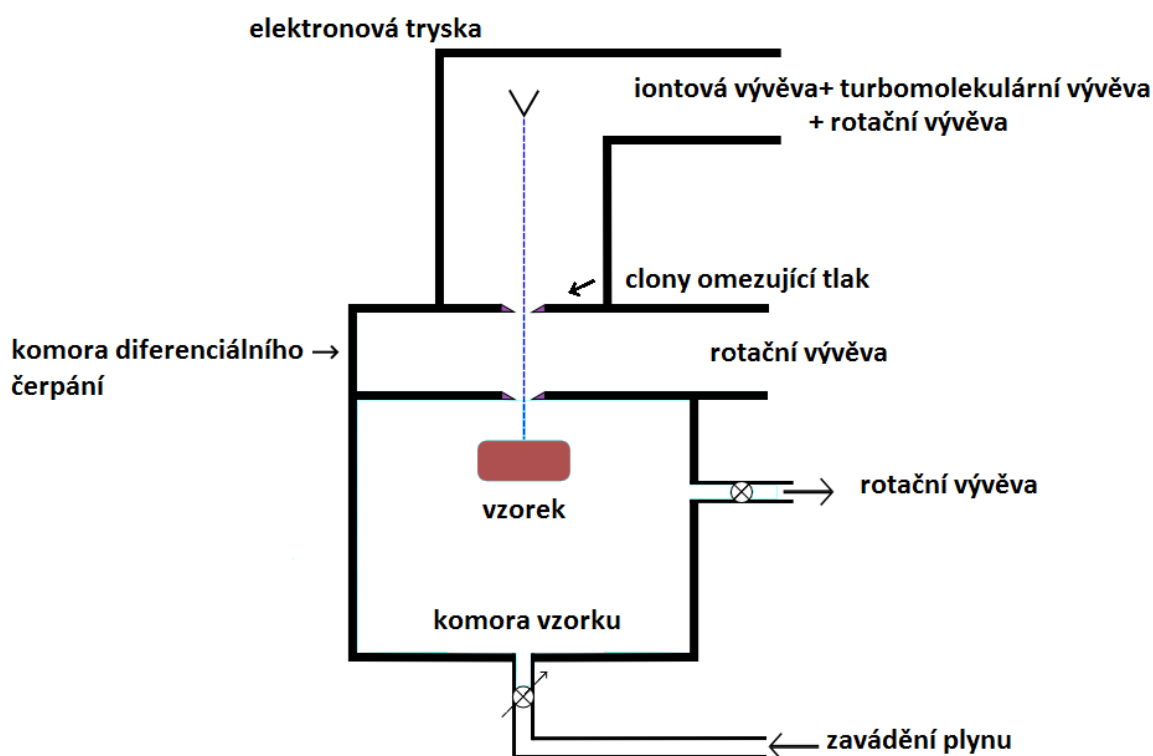
2 Nízkovakuový rastrovací elektronový mikroskop

Nízkovakuový rastrovací elektronový mikroskop (LV-SEM) se od klasického vysokovakuového SEM liší možností pozorování vzorků při tlacích až 4000 Pa v komoře vzorku mikroskopu. Vysoký tlak v komoře vzorku mikroskopu je velkou výhodou a poskytuje možnost pozorování elektricky nevodivých vzorků a biologických vzorků bez speciálních úprav, vzorků obsahujících kapaliny a děje na fázových rozhraních. Použití různých plynů v komoře vzorku při vyšších tlacích umožňuje dosažení lepších výsledků pozorování než při pozorování ve vakuu. V atmosférách např. dusíku a vodních par dochází k menšímu rozptylu elektronů.

V LV-SEM, jehož zjednodušené vakuové schéma je zobrazeno na Obr. 2.1, je komora vzorku oddělena od tubusu pomocí komory diferenciálního čerpání sloužící k postupnému snížení tlaku. Diferenciálně čerpaná komora dosahuje tlaku několik desítek Pascalů. Rozdílu mezi jednotlivými komorami je dosaženo pomocí systému diferenciálního čerpání. Diferenciálně čerpaná komora obsahuje tlak omezující clony s otvory s průměrem v desítkách až stovkách mikrometrů. Malými otvory je zajištěno

spolehlivé omezení proudění plynů mezi tubusem a komorou. Zároveň není omezen průchod elektronů. Správná a účinná funkce diferenciálně čerpané komory je důležitým faktorem ovlivňujícím kvalitu pozorování v mikroskopu. Hlavním požadavek na konstrukci diferenciální komory je minimální tlak v oblasti průchodu elektronového svazku komorou.

Tlak v komoře vzorku ovlivňuje interakci elektronů s plynem. Rozptyl primárního svazku elektronů se zvyšuje s rostoucím tlakem, pracovní vzdáleností a klesajícím urychlovacím napětím. Se zvýšeným tlakem zůstane velmi málo nerozptýlených elektronů, následkem je pokles poměru signál šum. [6]



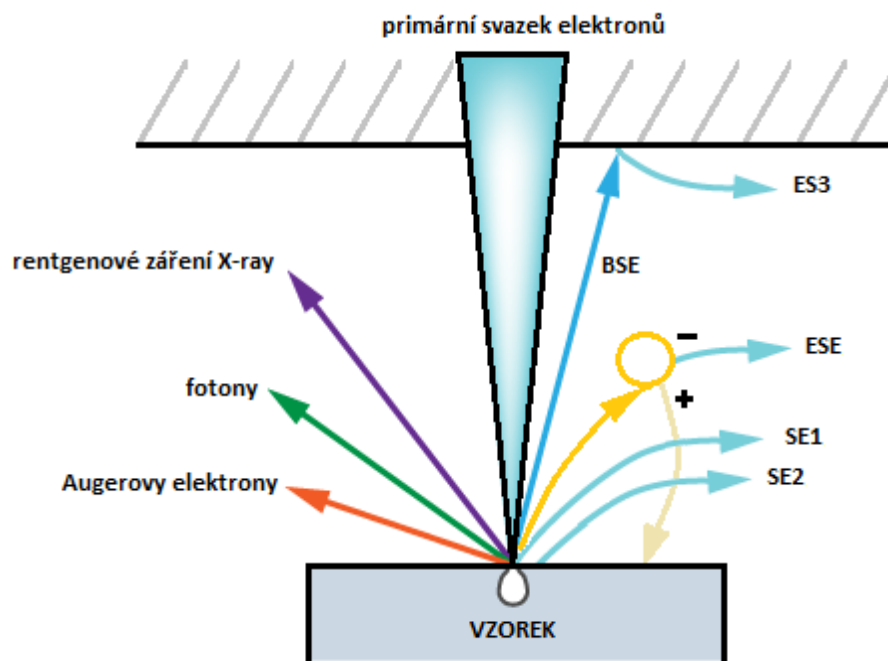
Obr. 2.1 Zjednodušené vakuové schéma LV-SEM [6]

3 Signály emitované ze vzorku

Při interakci svazku primárních elektronů (PE) se vzorkem dochází ke generaci celé řady signálů viz Obr. 3.1. Dopadem svazku na povrch vzorku může dojít k pružné nebo nepružné srážce.

Při pružné srážce dochází k vychýlení elektronu vlivem elektrického pole atomu bez srážek s elektrony na energetických hladinách atomu. Pokud dojde k většímu počtu pružných srážek, může se stát, že vychýlený elektron zcela obrátí svůj směr. Elektrony pružnou srážkou ztrácejí jen málo ze své energie.

Nepružná srážka může nastat interakcí s elektronovým obalem atomu, což může způsobit generaci sekundárního elektronu nebo interakcí s atomovým jádrem a způsobit generaci spojitého tzv. brzdného rentgenového záření. Vlivem nepružné srážky ztrácí urychlený elektron část své energie [3]



Obr. 3.1. Interakce elektronů se vzorkem [7].

3.1 Sekundární elektrony

V případě nepružné srážky primárních nebo zpětně odražených elektronů (BSE) se z atomů uvolňují sekundární elektrony (SE). Sekundární elektrony mají energii do 50 eV viz Obr. 3.2, přičemž nejčastěji se energie sekundárních elektronů pohybuje mezi 3-5 eV a 90 % všech sekundárních elektronů má energii mezi 0 a 10 eV. Sekundární elektrony jsou emitovány z tenké povrchové struktury vzorku, proto přenášejí topografické informace. Jsou vhodné pro pozorování složitých povrchových struktur. Z míst, které nejsou kolmé k primárnímu svazku elektronů, se emituje více sekundárních elektronů. Tím je dosaženo viditelných rozdílů ve struktuře.[3]

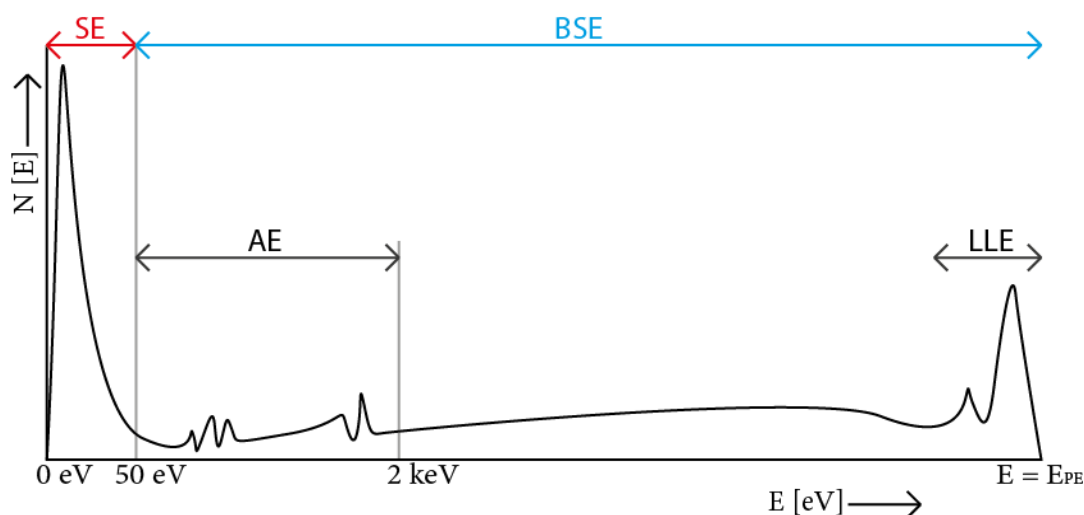
Sekundární elektrony můžeme zjednodušeně rozdělit na 4 druhy.

- SE1** – Sekundární elektrony vyzářené z povrchové struktury vzorku v místě dopadu primárních elektronů.
- SE2** – Sekundární elektrony emitované interakcí zpětně odražených elektronů s pozorovaným vzorkem.

- SE3** – Sekundární elektrony emitované ze stěny komory vzorku při interakci zpětně odražených elektronů.
- ESE** – Sekundární elektrony vzniklé v procesu nárazové ionizace interakcí signálních elektronů s molekulami plynu v komoře vzorku mikroskopu

3.2 Zpětně odražené elektrony

V případě pružné srážky primárních elektronů se vzorkem dochází k průchodu elektronů vzorkem. Elektrony, které vnikají do vzorku vlivem mnohonásobných pružných srážek s malým úhlem dopadu, ztrácejí část své energie. Pokud však nedojde k velké ztrátě energie vlivem nepružné srážky, mohou vzorek opustit. Elektrony, které vzorek opustí, nazýváme zpětně odražené elektrony. Energie BSE se pohybuje od 50 eV do energie primárního svazku. Zpětně odražené elektrony přenášejí převážně materiálovou informaci. [3]



Obr. 3.2 Schématické energetické spektrum elektronů emitovaných ze vzorku po dopadu PE [7].

3.3 Augerovy elektrony

Pokud je z vnitřní struktury atomu vyražen elektron např. elektronem primárního svazku, vznikne na vrstvě díra. Díra je nezaplňená energetická hladina atomu. Nesrovnalost na energetické hladině je okamžitě vyrovnána přechodem elektronu z vnější vrstvy. Elektron z vnější vrstvy atomu při svém přechodu uvolňuje energii, která může být vyzářena jako rentgenové záření nebo může být pohlcena jako kinetická energie elektronem z vyšší hladiny atomu. Přijatá energie umožní elektronu opustit strukturu atomu. Elektrony emitované výše popsáním způsobem se nazývají Augerovy elektrony.

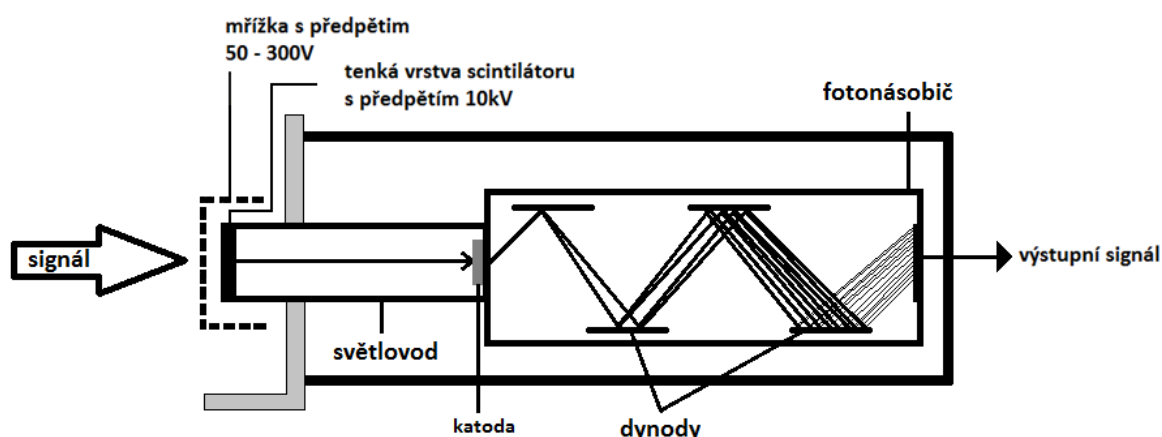
Augerovy elektrony lze využít ke kvantitativní a kvalitativní spektroskopické analýze lehkých prvků jako jsou uhlík, dusík, bor. [3]

4 Scintilační detektory

4.1 Everhart-Thorney Scintilační detektor

Everhart-Thorney scintilační detektor se skládá z mřížky, scintilátoru, světlovodu a fotonásobiče.

Mřížka je umístěna vně detektoru a je na ni přivedeno kladné napětí přibližně 300 V. Mřížka slouží k přitahování SE z komory vzorku na detektor. Přitahované SE dopadají na tenkou vodivou vrstvu scintilátoru nejčastěji tvořenou z hliníku, popř. ITO (Indium tin oxide). Vodivá vrstva scintilátoru je připojena na vysoké napětí okolo 10 kV. Energie dodaná vysokým napětím scintilátoru umožní dopadajícím elektronům vyvolat scintilaci, která by jinak nebyla možná z důvodu malé energie sekundárních elektronů. Scintilace vyvolaná na scintilátoru generuje fotony s účinností okolo 10%. Scintilátor je umístěn na vstupu světlovodu. Na světlovod navazuje fotonásobič. Fotony generované scintilátorem se přemísťují světlovodem a dopadají na katodu fotonásobiče. Fotonásobič je složen z katody na vstupu, soustavy dynod uvnitř a anody na výstupu. Na katodě fotonásobiče dochází k sekundární emisi tzv. fotoelektronů, ty jsou přitahovány potenciálem na soustavě dynod, kde dochází k jejich zesílení. Po průchodu soustavou dynod dopadají na anodu fotonásobiče. Anoda pohlcuje znásobené fotoelektrony a převádí je na elektrické impulsy. Elektrické impulsy vzniklé na anodě tvoří obraz sledovaného vzorku. [7]

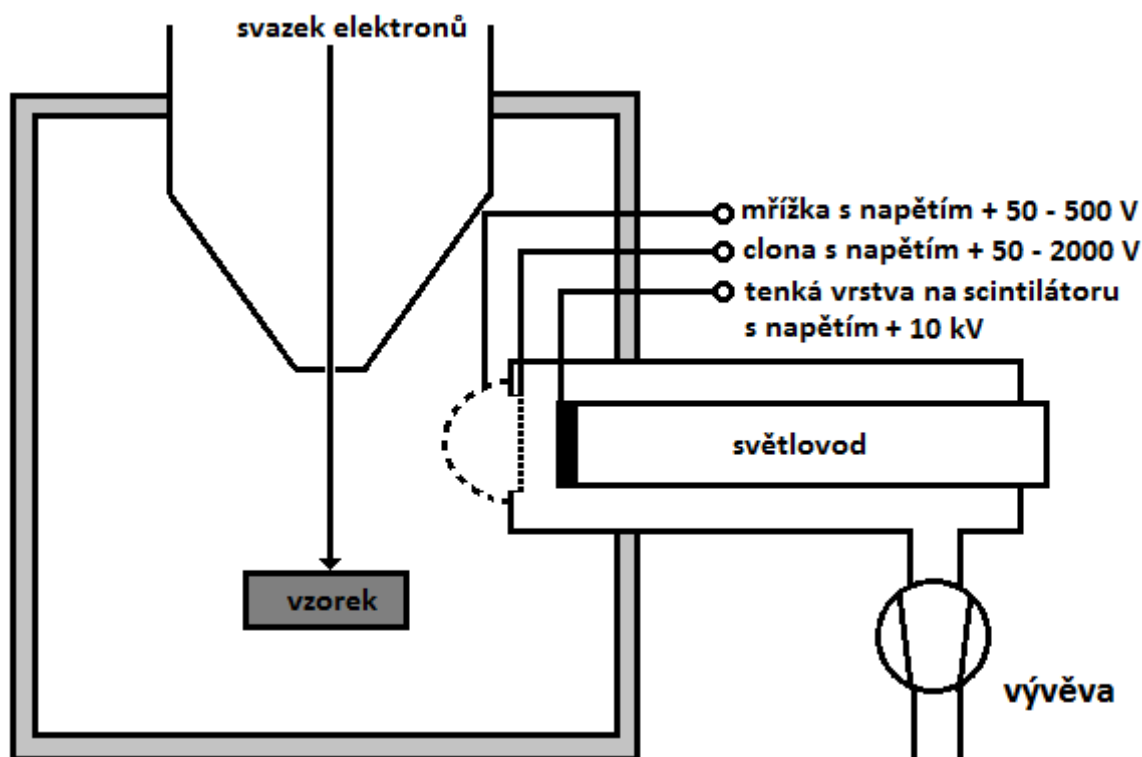


Obr.4.1 Everhart-Thorney Scintilační detektor [2]

Everhart-Thorney detektor má dobrou účinnost. Velkou nevýhodou však je, že může být použit pouze ve vakuu. V nízkovakuovém režimu mikroskopu nelze přiložit na scintilátor vysoké napětí, neboť by docházelo k výbojům v plynu.

4.2 Nízkovakuový Tescan detektor sekundárních elektronů (LVSTD)

Detektor LVSTD společnosti TESCAN chráněný patentem [5] z roku 2003 umožňuje detekci sekundárních elektronů v nízkovakuovém rastrovacím elektronovém mikroskopu. LVSTD detektor je tvořen mřížkou, clonou, scintilátorem, světlovodem a komorou s připojenou vývěvou. Vně detektoru je polokulovitá elektricky vodivá mřížka překrytá zvenčí vstupní sítkou připojenou na nízké napětí 50 – 500 V. Komora detektoru je připojena na vývěvu pro vytvoření vakua uvnitř detektoru potřebného pro správnou funkci scintilátoru. Komora má na vstupní straně clonu určenou k oddělení vakua komory detektoru od tlaku komory vzorku. Clona je tvořena elektricky vodivou mřížkou z mědi, nebo kaptonovou membránou s otvory o průměru desítek až stovek mikrometrů. Velikostí otvorů v mřížce je zajištěn vysoký odpor vůči prostupu plynu. Malý odpor vůči prostupu elektronů je zajištěn elektronovými mikročočkami tvořenými elektrickým polem. Elektrické pole vzniká na vodivých povlacích, kterými je pokryta clona z obou stran. Povlaky jsou od sebe elektricky odděleny a jsou připojeny na zdroj předpětí 50 – 2000 V. Uvnitř komory je na světlovodu umístěný scintilátor s vodivým povlakem na povrchu, připojeným na zdroj vysokého napětí umožňující vyvolání scintilace dopadajícími sekundárními elektrony [5], [11].



Obr.4.2 Zjednodušený náčrt LVSTD detektoru [5]

Použití LVSTD v LV-SEM k detekci sekundárních elektronů je umožněno právě oddělením tlaku v komoře vzorku od vakua v komoře detektoru což je výhodou oproti ET detektoru, který v LV-SEM nelze použít pro detekci sekundárních elektronů. Při použití LVSTD detektoru spolu s atmosférou vodních par je možné pozorovat vzorky obsahující vodu nad teplotou 0°C bez potřeby speciálních příprav.[11]

5 Program Smart

5.1 Stručný úvod k programu

Poměr signál šum (SNR) je číslo definující úroveň měřeného signálu vzhledem k šumu. Hodnota poměru vychází ze vztahu (1) a (2) viz [4].

$$SNR = \frac{R_n}{1 - R_n} \quad (1) [8]$$

$$R_n = \frac{\langle (X_i - \bar{X})(Y_i - \bar{Y}) \rangle}{\langle (X_i - \bar{X})^2 \rangle \langle (Y_i - \bar{Y})^2 \rangle^{\frac{1}{2}}} = \frac{cov(X, Y)}{\sqrt{var(X) * var(Y)}} \quad (2) [8]$$

Při zjišťování SNR jsou vyfoceny dva obrázky X a Y na stejném místě a jednotlivé pixely obrázků jsou porovnávány pomocí vztahu [2] kde X_i a Y_i jsou shodné pixely dvou obrázků a \bar{X} a \bar{Y} jsou střední hodnoty pixelů, $cov(X, Y)$ je kovariance X a Y, $var(X)$ a $var(Y)$ jsou rozptyly obou obrázků.

Program Smart může využívat k výpočtu poměru signál šum vztahů (1) a (2), nebo může využít zjednodušenou metodu výpočtu SNR. Místo porovnávání pixelů dvou obrázků porovnává řádky jednoho obrázku. Vždy porovnává dva po sobě jdoucí řádky pixelů. První řádek porovná s druhým řádkem a vypočte SNR, pokračuje porovnáním druhého s třetím výpočtem SNR. Postupně porovná všechny řádky obrázku a průběžné hodnoty SNR zprůměruje pro získání výsledné celkové hodnoty SNR.

Zjednodušená metoda je odvozena od původní metody s dvěma obrázky. Funguje správně za předpokladu, že rozlišení obrázku je 3 nm nebo méně. Tím je zajištěno, že dva po sobě jdoucí řádky jsou v podstatě stejné na rozdíl od šumu, který bude rozpoznatelný.

6 Měření hodnoty signálu

Velikost signálu udává množství detekovaného signálu na určitém místě. Při měření na ploše vzorku měříme relativní hodnotu signálu.

Pro zjištění reálné velikosti signálu je potřeba odečíst stejnosměrnou složku. Naměřená hodnota v díře vzorku je stejnosměrná složka, odečteme-li stejnosměrnou složku signálu od relativní hodnoty signálu dostáváme reálnou velikost signálu na určitém místě.



Obr. 6.1. Příklad histogramu vybrané plochy snímku

Pro měření velikosti signálu je potřeba použít histogram viz Obr. 6.1. Histogram je grafické znázornění distribuce signálu, ze kterého lze získat střední hodnotu signálu.

7 Praktická část

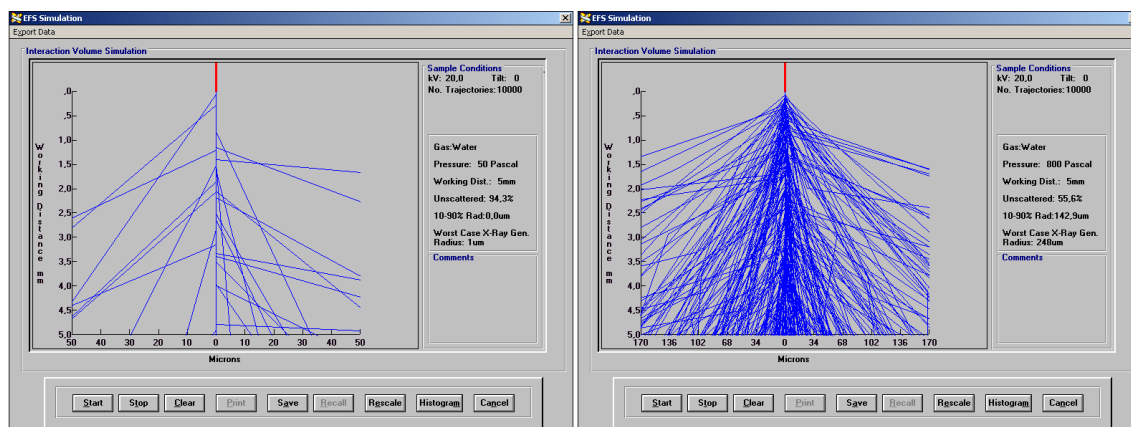
V experimentální části byly na začátku provedeny simulace rozptylu primárního svazku elektronů ve vodních parách a v dusíku. Dále proběhlo měření poměru signál šum a velikosti signálu na čase na různých vzorcích a dále proběhlo měření závislosti změny velikosti signálu na tlaku při různých napětích a v různých atmosférách.

Pro všechny měření bylo stanoveno optimální (výrobce doporučené) nastavení pro pracovní vzdálenost $Wd = 5$ mm, proud primárního svazku $I_p = 100$ pA, napětí na dynodách fotonásobiče 500 V a úroveň stejnosměrné hodnoty signálu na 90%, pokud není uvedeno jinak.

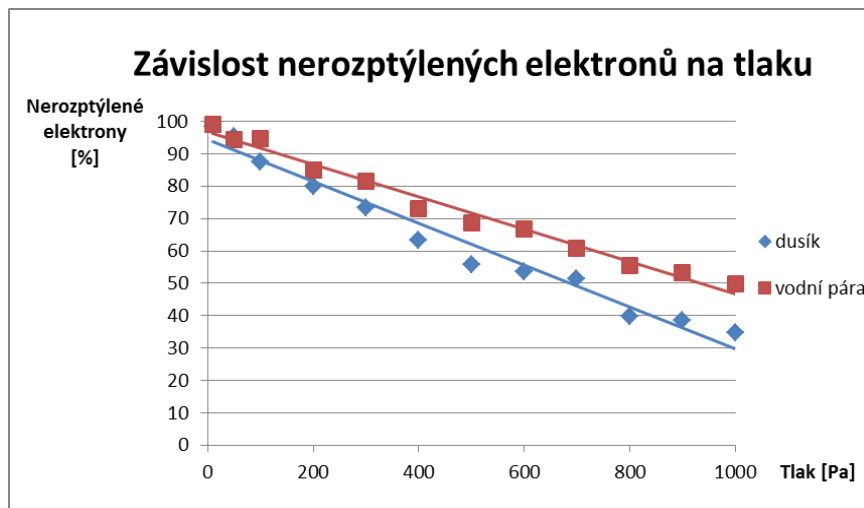
Pro experimenty byly zvoleny vzorky standardních cínových kuliček na uhlíku (tin on carbon universal resolution Agar S1937) a experimentálně připravený vzorek proužku platiny na uhlíkovém válci o velikosti 5 cm a průměru 1 cm s dírou o průměru 1 mm pro měření proudu primárního svazku uprostřed.

7.1 Simulace rozptylu elektronů ve vodních parách a dusíku při změně tlaku

Elektrony prolétající komorou vzorku interagují s molekulami plynu a tím dochází k jejich rozptylu vlivem pružných a nepružných srážek. S rostoucím tlakem se v atmosféře nachází více molekul plynu což má za následek větší rozptyl elektronů. Na Obr. 7.1 je ukázka výstupu simulace pro 50 Pa (vlevo) a 800 Pa (vpravo).



Obr. 7.1 Okno simulace nerozptýlených elektronů v atmosféře vodních par



Obr. 7.2 Simulace závislosti nerozptýlených elektronů na tlaku

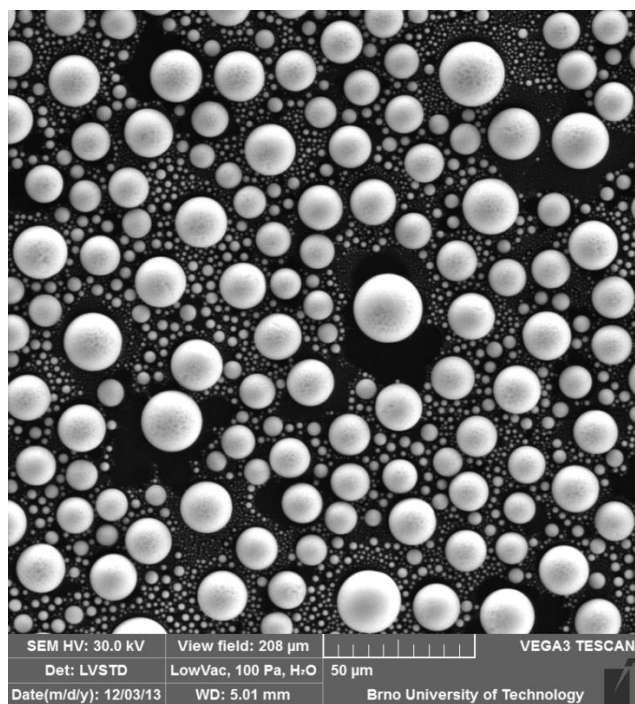
Z výsledků simulací vynesných do grafu viz Obr. 7.2 můžeme vidět patrný rozdíl mezi atmosférou vodních par a dusíku, kdy v atmosféře vodních par dochází k menšímu rozptylu elektronů než v dusíkové atmosféře. Ze simulace lze soudit, že ve vodních parách bude při stejném tlaku lepší poměr signál šum.

7.2 Měření stability LVSTD v čase

Prvním experimentem bylo stanovení stability LVSTD v čase při tlaku 100 Pa vodních par v komoře vzorku mikroskopu.

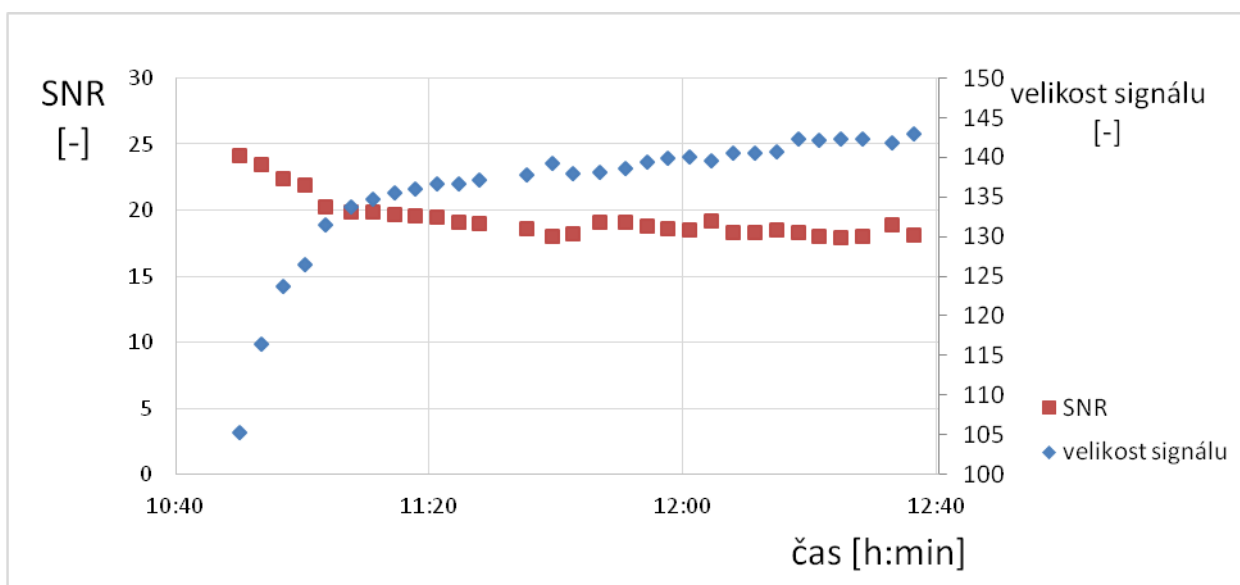
Standardní vzorek cínových kuliček na uhlíku (Obr. 7.3) byl umístěn do komory vzorku mikroskopu a následně byl v komoře nastaven tlak 100 Pa vodních par. Po ustálení tlaku na požadovanou hodnotu bylo provedeno kontrolní pozorování vzorku a nastaveny všechny pracovní podmínky mikroskopu. Při experimentálním pozorování vzorku bylo nastaveno zvětšení 1 000 krát, urychlovací napětí $U_k = 30$ kV.

Během experimentu bylo pořízeno 30 snímků, jenž jsou všechny uvedeny v příloze č. 1 na CD, nastaveného místa vzorku v časovém intervalu cca 1 hod. 50 min (pořízení jednoho snímku trvalo 3 – 4 min).



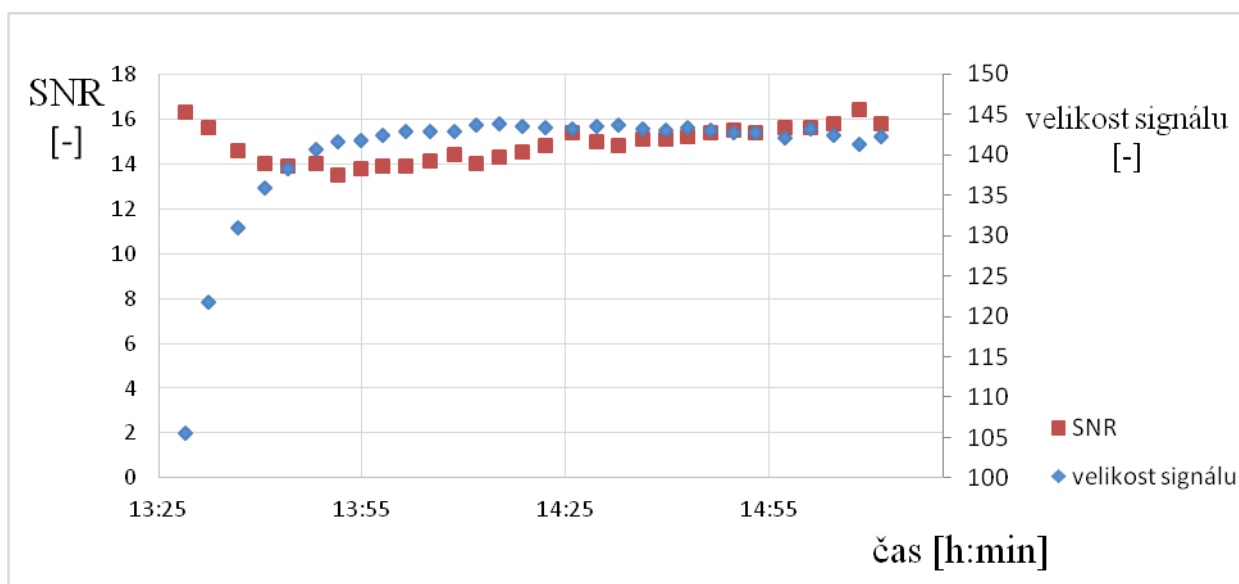
Obr. 7.3. Standardní vzorek cínových kuliček na uhlíkovém substrátu.

Po celou dobu měření vykazoval mikroskop i detektor nestabilitu projevovanou samovolným posunem vzorku a světláním obrazu. Poměr signál – šum byl získáván z celé plochy fotky. Z důvodu posunu vzorku byla při vyhodnocování velikosti signálu obrazu použita vždy stejná vyřezaná část obrazu. Pomocí histogramu byla zjištěna velikost signálu a zaznamenána do grafu viz Obr. 7.4. Při stálých podmínkách rostla relativní hodnota signálu a klesal poměr signál - šum.



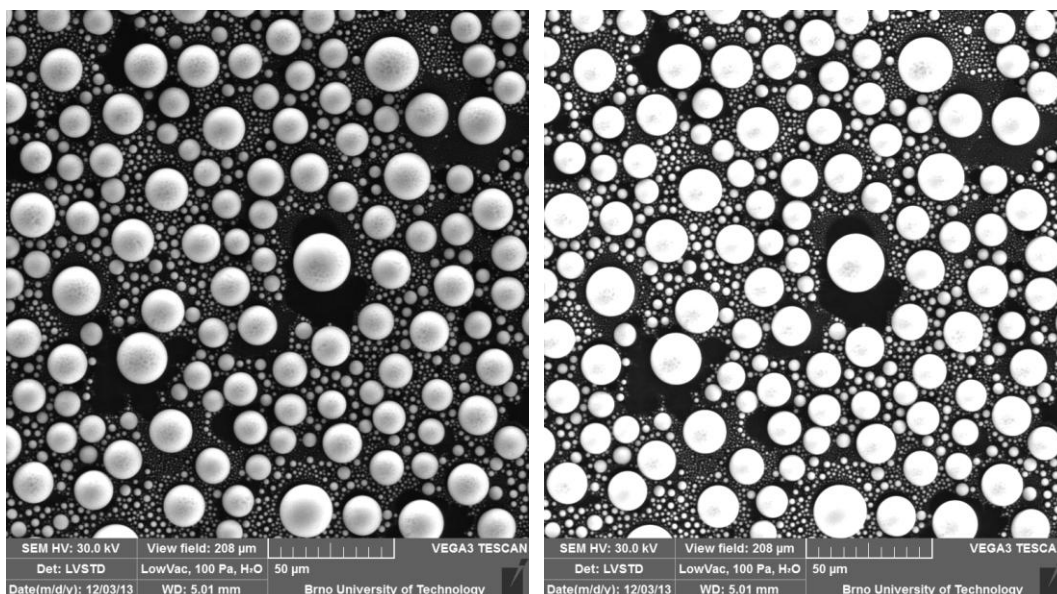
Obr. 7.4 Závislost SNR a velikosti signálu na čase pro experiment č. 1.

Pro ověření správnosti výsledků byl experiment opakován. Nejprve byl mikroskop na půl hodiny odstaven. Po půl hodině probíhalo měření při stejných podmínkách jako první část. Průběh vypadá podobně viz Obr. 7.5, ale hodnota SNR pokračovala v klesání od hodnot na konci první části experimentu. Velikost signálu byla po odstavce na původních hodnotách, ale během půl hodiny se zvýšila na svou maximální hodnotu, a to přibližně 145. Během měření bylo pořízeno 30 snímků, všechny snímky jsou uvedeny v příloze č. 2 na CD. Experiment prokázal značnou nestabilitu detektoru v čase projevenou kolísáním poměru signál šum a nárustem velikosti signálu s časem. Teoretickým předpokladem byly stabilní průběhy poměru signál šum na čase a velikosti signálu na čase.



Obr. 7.5 Závislost SNR a velikosti signálu na čase druhé části experimentu č. 1.

Prokázaná nestabilita se projevila ztuhláním vzorku kuliček a není jasné jestli roste jen stejnosměrná složka nebo velikost signálu. Světlení můžeme vidět na získaných snímcích, tmavší první snímek a světlejší poslední snímek viz Obr. 7.6 Snímky cínových kuliček na začátku a na konci měření. Je to způsobeno růstem velikosti signálu v čase.



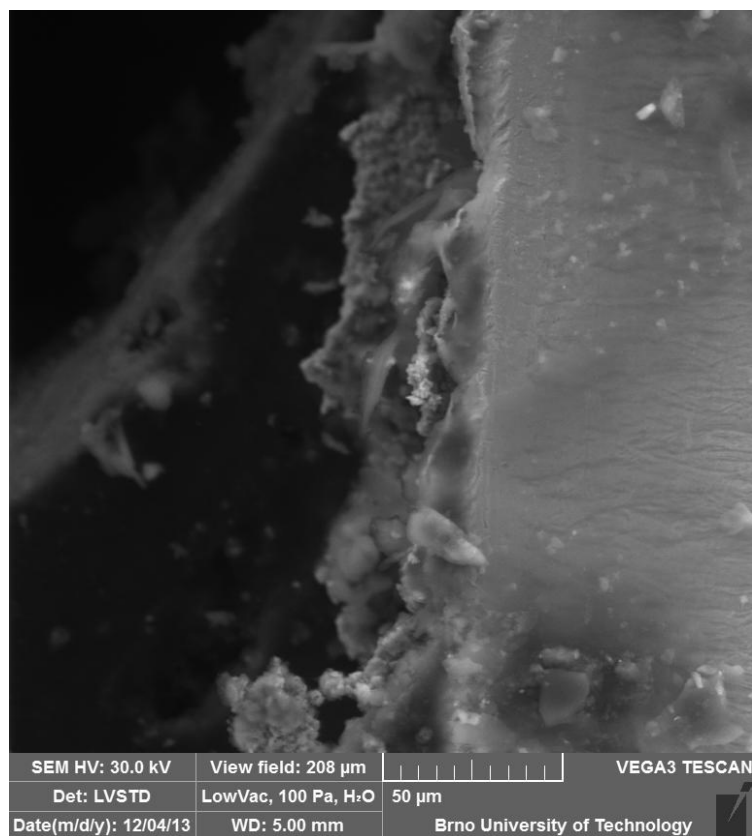
Obr. 7.6 Snímky cínových kuliček na začátku a na konci měření.

7.3 Měření stability LVSTD v čase na vzorku platiny

Druhým experimentem bylo měření vzorku platiny na uhlíkovém válci. Experiment měl potvrdit chování detektoru LVSTD na jiném vzorku a zjistit jestli se mění velikost signálu nebo stejnosměrná složka. Proběhlo měření poměru signál šum a velikosti signálu na čase v atmosféře vodních par při tlaku 100 Pa v komoře vzorku mikroskopu.

Vzorek platiny na uhlíkovém válci (Obr. 7.7) byl umístěn do komory vzorku mikroskopu a následně byl v komoře nastaven tlak 100 Pa vodních par. Po ustálení tlaku na požadovanou hodnotu bylo provedeno kontrolní pozorování vzorku a nastaveny pracovní podmínky mikroskopu. Nastavené zvětšení 1 000 krát, urychlovací napětí $U_k = 30 \text{ kV}$.

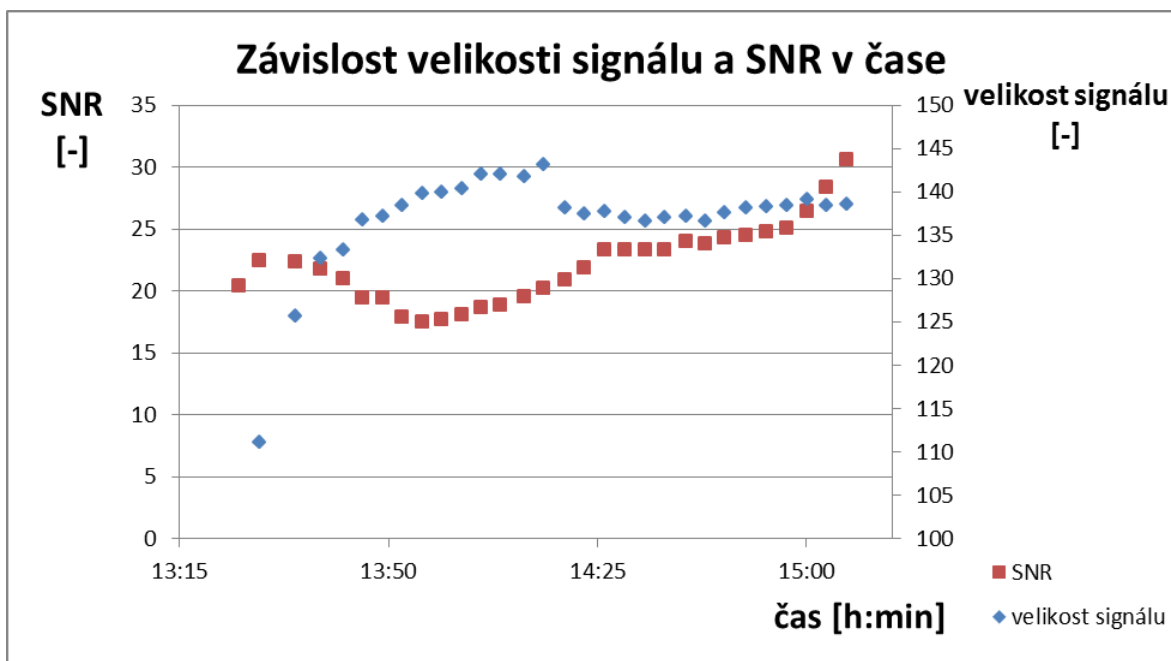
Během experimentu bylo pořízeno 30 snímků, jenž jsou všechny uvedeny v příloze č. 3 na CD, nastaveného místa vzorku v časovém intervalu cca 1 hod. 40 min (pořízení jednoho snímku trvalo 3 – 4 min).



Obr. 7.7. Vzorek platiny na uhlíkovém válci

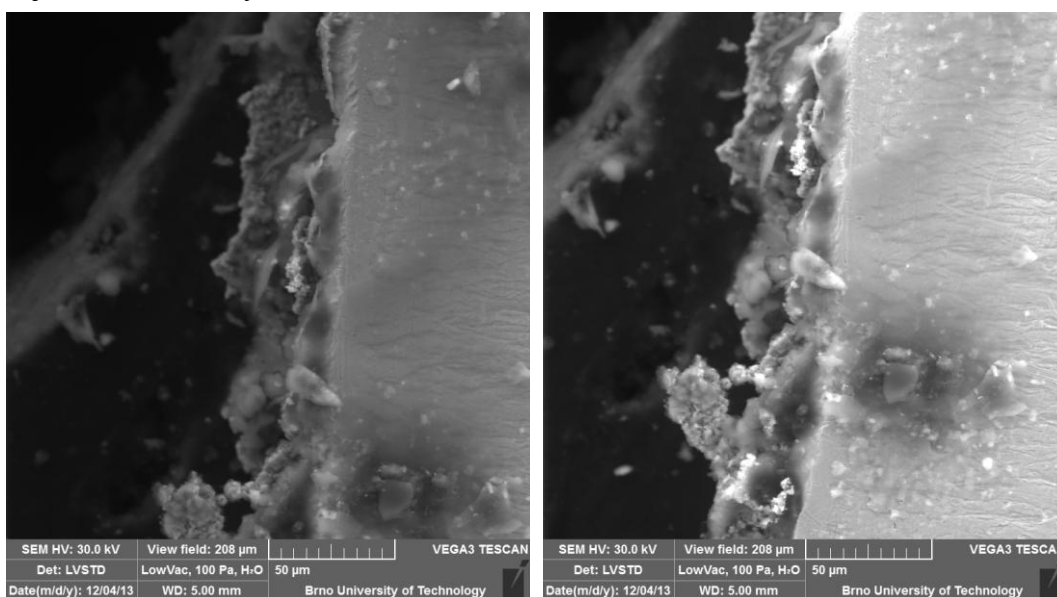
Při vyhodnocování výsledků byla velikost signálu získávána z jednoho místa na vzorku o velikosti 40 x 40 pixelů. Pro získání reálné velikosti signálu byla od naměřené střední hodnoty signálu vzorku odečtena stejnosměrná velikost signálu v díře na vzorku viz kapitola 6 Měření hodnoty signálu. Během měření byl pozorován nárůst stejnosměrné složky signálu projevující se světláním obrazu. Poměr signál – šum byl získáván z celé plochy fotky.

Získané hodnoty byly vyneseny do grafu viz Obr. 7.8.



Obr. 7.8 Závislost SNR a velikosti signálu na čase pro experiment č. 2

Experimentem se podařilo potvrdit chování detektoru i na jiném vzorku. Nestabilita přetrvává a lze ji jednoduše vidět na pořízených snímcích viz první a poslední snímek série experimentu č. 2. Z grafu viz Obr 7.6 vidíme průběh měření v které velikost signálu během první půl hodiny měření narostla na maximální hodnotu a dále se pohybovala s odchylkou ± 5 což se dá považovat ze relativně stabilní. Vzhledem ke světlání můžeme říct že jde o nárůst stejnosměrné složky.

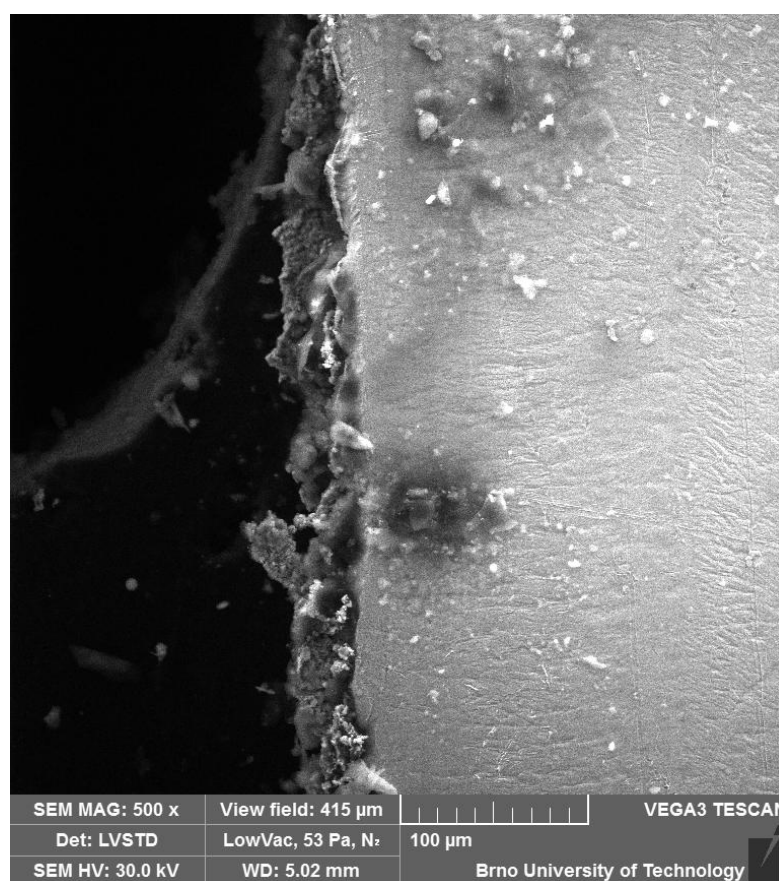


Obr. 7.9 Snímky platiny na uhlíkovém válci na začátku a na konci měření.

7.4 Měření velikosti signálu na tlaku dusíku v komoře vzorku

Třetí experiment bylo měření závislosti velikosti signálu na tlaku v komoře vzorku v atmosféře dusíku při dvou různých urychlovacích napětích. Použitý vzorek byla platina na uhlíkovém válci. Proběhly dvě měření, zjištění velikosti signálu proběhlo pomocí metody vyhodnocování stupňů šedi a osciloskopické metody, jenž je součástí softwarové výbavy mikroskopu.

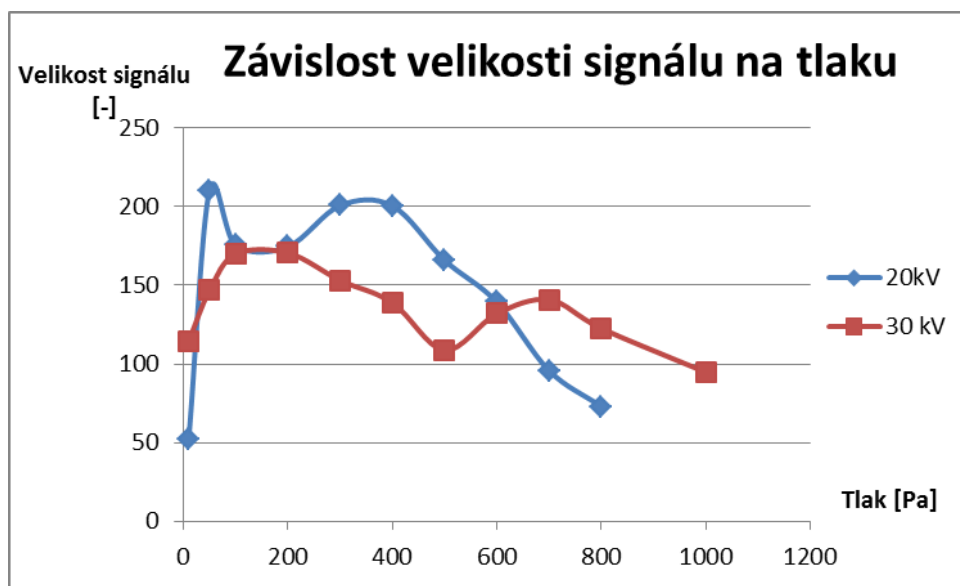
Vzorek platiny na uhlíkovém válci (Obr. 7.10) byl umístěn do komory vzorku mikroskopu a následně byl v komoře nastaven tlak 10 Pa dusíku. Po ustálení tlaku na požadovanou hodnotu bylo provedeno kontrolní pozorování vzorku a nastaveny pracovní podmínky mikroskopu: zvětšení 500 krát, urychlovací napětí $U_k = 20$ kV, $U_k = 30$ kV a úroveň stejnosměrné hodnoty signálu na 80 % - 90 %.



Obr. 7.10 Vzorek platiny na uhlíkovém válci

Během experimentu bylo pořízeno 42 snímků, jenž jsou všechny uvedeny v příloze č. 4 na CD, nastaveného místa vzorku v tlakovém rozsahu 10 Pa – 1000 Pa. Získané hodnoty byly vyneseny do grafu viz Obr. 7.11. Z grafu je patrné nepředvídatelné

chování detektoru způsobené nestabilitou. Průběhy pro měření na obou urychlovací napětích si měli být podobné.

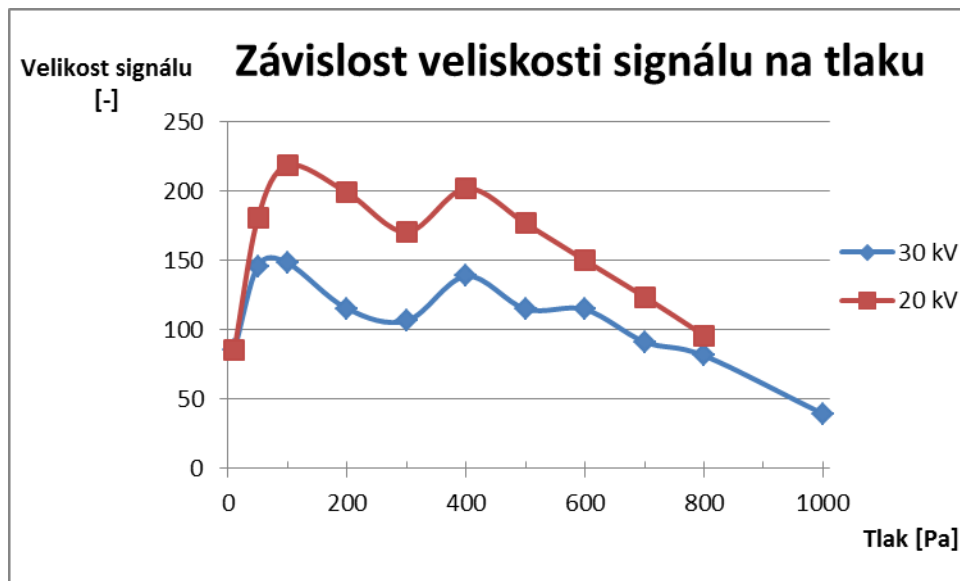


Obr. 7.11 Závislost velikosti signálu na tlaku dusíku při urychlovacím napětí 30 kV a 20 kV

7.5 Měření velikosti signálu na tlaku vodních par v komoře vzorku

Čtvrtým experimentem bylo měření závislosti velikosti signálu na tlaku v komoře vzorku v atmosféře vodních par při urychlovacích napětích $U_k = 20$ kV, $U_k = 30$ kV a úrovní stejnosměrné hodnoty signálu 75 % - 94 %. Použitý vzorek byla platina na uhlíkovém válci. Proběhly dvě měření, zjištění velikosti signálu proběhlo pomocí metody vyhodnocování stupňů šedi a osciloskopické metody, jenž je součástí softwarové výbavy mikroskopu.

Vzorek platiny na uhlíkovém válci (Obr. 7.10) byl umístěn do komory vzorku mikroskopu. Po ustálení tlaku na hodnotu 10 Pa bylo provedeno kontrolní pozorování vzorku a nastaveno zvětšení 500 krát.



Obr. 7.12 Závislost velikosti signálu na tlaku vodních par při urychlovacím napětí 20 kV a 30 kV

Během experimentu bylo pořízeno 42 snímků v tlakovém rozsahu 10 Pa – 1000 Pa, jenž jsou všechny uvedeny v příloze č. 5 na CD. Při vyhodnocování velikosti signálu byla brána na snímku plocha platiny, umístěná na vzorku vpravo a plocha díry umístěné nalevo. Získané hodnoty jsou vyneseny do grafu viz Obr. 7.12. Z grafu můžeme vidět změnu velikosti signálu s rostoucím tlakem. Ve vodní páře detektor pracoval nepředvídatelně a průběhy na dvou různých napětí jsou rozdílná.

Závěr

V teoretické části je popsán princip funkce SEM, LV-SEM a popsány rozdíly mezi oběma přístroji. Dále byly popsány signály uvolňující se ze vzorku po dopadu svazku primárních elektronů se zaměřením na sekundární elektrony. Následuje popis funkce Everhart-Thornley scintilačního detektore sekundárních elektronů pro vysoké vákuum na kterou navazuje popis nízkovakuového TESCAN detektoru sekundárních elektronů.

V závěru teoretické části je popsán program Smart určený pro výpočet poměru signál – šum a postup pro stanovení velikosti signálu metodou odečítání stupňů šedi.

Praktická část byla zaměřena na stanovení vlivu pracovních podmínek na funkci LVSTD detektoru.

Nejprve byly provedeny simulace rozptylu primárního svazku se vzrůstajícím tlakem dusíku a vodních par v komoře vzorku mikroskopu. Ze simulací vyplynulo, že v dusíkové atmosféře dochází k vyššímu rozptylu primárního svazku oproti prostředí vodní páry.

Prvním experimentem bylo měření stability LVSTD v čase. Detektor i mikroskop vykazovali nestabilitu. Posuvný stolek v komoře vzorku se z neznámých důvodů samovolně pohyboval, což mělo za následek posun vzorku viditelný na získaných snímcích. Z toho důvodu byli některé snímky posunovány manuálně nazpět aby nedošlo k úplnému přesunutí sledované plochy. Detektor vykazoval v prvních 30 minutách značnou nestabilitu projevující se nárůstem velikosti detekovaného signálu a zhoršujícím se poměrem signál šum. Zhruba po půlhodině již nedocházelo k výraznějším změnám a velikost signálu i poměr signál – šum se měnili jen pozvolna.

Dále bylo provedeno opakované měření po půlhodinové odstavce mikroskopu, které mělo potvrdit chování detektoru. Byla zjištěna stejná nestabilita velikosti signálu projevovaná světlením vzorku a rostoucí průběh poměru signál šum. Průběhy obou měření však nelze srovnávat, oba jsou nestabilní. Z výsledku však lze říct, že po uplynutí zhruba 30 minut se detektor začíná mírně stabilizovat.

Následně proběhlo měření téže stability se vzorkem platiny na uhlíkovém válci s dírou uprostřed, aby se vyloučila možnost chyby vzniklé vzorkem. Měřením se potvrdila nestabilita detektoru. Velikost signálu během půl hodiny vzrostla ze 110 na 140. U průběhu poměru signál šum docházelo k nepředvídatelným výkyvům.

I přes nestabilitu detektoru byly provedeny experimenty stanovující závislost velikosti signálu a SNR na tlaku vodních par a dusíku v komoře vzorku pro různá urychlovací napětí U_k , jejichž výsledkem by měli být sobě podobné průběhy. Měření probíhali na vzorku platiny na uhlíkovém válci. Výstupy při měření v dusíku vycházejí pro urychlovací napětí 20 kV a 30 kV naprosto odlišně. Lze tedy opět stanovit, že detektor se chová nestabilně. Při měření závislosti ve vodních parách však vypadají průběhy velikosti

signálu podobně. Lze tedy stanovit, že lepší je provádět měření v prostředí vodních par než v prostředí dusíku

Z naměřených hodnot vyplývá, že detektor je naprosto nestabilní a nelze s ním dojít k žádným opakovatelným výsledkům. I když se s detektorem měří hodinu a půl, pořád se chová nestabilně a prakticky není možné ho jakkoli stabilizovat. Nelze předpokládat jak se bude chovat na jiných vzorcích se stejným nastavením pracovních podmínek ani v dlouhodobém měření. Se změnou tlaku dochází ke kolísání hodnot nepředvídatelným způsobem. Dalším problémem je posun stolku mikroskopu se vzorkem, což komplikuje jakékoli opakovatelné měření.

Bibliografie

- [1] FEI COMPANY, *Tools for nanotech: schottkyho zdroj*. [online]. [cit. 2013-10-28]. Dostupné z: <http://www.edlin.cz/fei/schott.htm>
- [2] GOLDSTAIN, J. NEWBURY, D. et al. *Scanning electron microscopy and X-ray microanalysis*, 3. vydání, Kluwer Academic, New York 2003, 675 stran, ISBN 0-306-47292-9
- [3] HULÍNSKÝ, V. a JUREK, K. *Zkoumání látek elektronovým paprskem*, Praha 1982, 396 stran, ISBN
- [4] JOY, D. C. *The Royal Microscopical Society SMART a program to measure SEM resolution and imaging performance*, University of Tennessee, October 2002, TN 37831-6064
- [5] MARCUS, J. ZADRAŽIL, M. LOPOUR, F. *Detektor sekundárních elektronů, zejména v rastrovacím elektronovém mikroskopu*. [online]. 2003 [cit. 2013-11-12]. Dostupné z: <http://isdv.upv.cz/portal/pls/portal/portlets.pts.det?xprim=428945&lan=cs>
- [6] NEBESÁŘOVÁ, Jana. *Elektronová mikroskopie pro biology: Detekce sekundárních a odražených elektronů* [online]. 2001 [cit. 2013-10-28]. Dostupné z: <http://www.paru.cas.cz/lem/book/Podkap/7.3.html>
- [7] REIMER, L. *Scanning Electron Microscopy Physics of Image Formation and Microanalysis*, 2. vydání, Springer Berlin, 1985, 447 stran, ISBN 3-540-13530-8
- [8] Stokes, D.J *Principles and Practice of Variable Pressure/Environmental Scanning Electron Microscopy (VP-ESEM)*, 1. vydání, Chichester, U.K. : Wiley, 2008, 221 stran, ISBN 978-0-470-06540-2.
- [9] York Probe Sources, Field Emission Gun (FEG) [online]. 2012. [cit. 2013-12-7]. Dostupné z: <http://www.yps-ltd.com/index.php/products/field-emission-guns/>
- [10] Everhart, T. E, Thornley, R. F. M. *Wide-band detector for micro-microampere low-energy electron currents*, Journal of Scientific Instruments, 37. vydání, článek 7, 246-248 stran, 1960,
- [11] Vega3 User's manual, TESCAN a.s., Brno, 50 stran, 2011, Dostupné z: www.arianespace.com/launch-services-vega/VEGAUsersManual.pdf [cit. 2013-24-5].

[12] Josef Jirák, Svatopluk Havlíček, Zdenka Rozsivalová, *Skripta diagnostika a zkušebnictví*. 53 stran.

Seznam obrázků

Obr. 1.1. Princip funkce rastrovacího elektronového mikroskopu [2], [3].....	7
Obr. 1.2. a) nárys b) bokorys [3].....	9
Obr. 1.3. LaB ₆ [3].....	9
Obr. 1.4 Autoemisní zdroj elektronů [9].....	10
Obr. 2.1 Zjednodušené vakuové schéma LV-SEM [6].....	11
Obr. 3.1. Interakce elektronů se vzorkem [7].....	12
Obr. 3.2 Schématické energetické spektrum elektronů emitovaných ze vzorku po dopadu PE [7].	13
Obr.4.1 Everhart-Thorney Scintilační detektor [2].....	14
Obr.4.2 Zjednodušený nákres LVSTD detektoru [5].....	15
Obr. 6.1. Příklad histogramu vybrané plochy snímku	17
Obr. 7.1 Okno simulace nerozptýlených elektronů v atmosféře vodních par	18
Obr. 7.2 Simulace závislosti nerozptýlených elektronů na tlaku	19
Obr. 7.3. Standardní vzorek cínových kuliček na uhlíkovém substrátu.....	20
Obr. 7.4 Závislost SNR a velikosti signálu na čase pro experiment č. 1.	20
Obr. 7.5 Závislost SNR a velikosti signálu na čase druhé části experimentu č. 1.	21
Obr. 7.6 Snímky cínových kuliček na začátku a na konci měření.	22
Obr. 7.7. Vzorek platiny na uhlíkovém válci	23
Obr. 7.8 Závislost SNR a velikosti signálu na čase pro experiment č. 2	24
Obr. 7.9 Snímky platiny na uhlíkovém válci na začátku a na konci měření.....	24
Obr. 7.10 Vzorek platiny na uhlíkovém válci	25
Obr. 7.11 Závislost velikosti signálu na tlaku dusíku při urychlovacím napětí 30 kV a 20 kV	26
Obr. 7.12 Závislost velikosti signálu na tlaku vodních par při urychlovacím napětí 20 kV a 30 kV.....	27

Seznam zkratk

SE	sekundární elektrony (secondary electrons)
BSE	zpětně odražené elektrony (backscattered electrons)
SEM	rastrovací elektronový mikroskop
LV-SEM	nízkovakuový rastrovací elektronový mikroskop
LVSTD	Detektor sekundárních elektronů pro nízké vakuum (Low Vacuum Secondary Electron TESCAN Detector)
ITO	Indium Tin Oxide
SNR	Signal Noise Ration
LaB ₆	Lanthanhexaborid
AE	Augerovy elektrony (Augers electrons)
ET	Everhart-Thorney

Seznam příloh

- Příloha 1 – snímky experimentu č.1
- Příloha 2 – snímky opakování experimentu č.1
- Příloha 3 – snímky experimentu č. 2
- Příloha 4 – snímky experimentu č. 3
- Příloha 5 – snímky experimentu č. 4