

C8080 Analytická elektronová mikroskopie v materiálové chemii

Ing. Ivo Kuběna, Ph.D.

Mgr. Ondřej Zobač, Ph.D.

zobac@ipm.cz



Literatura:

- J. Goldstein aj.: Scanning Electron Microscopy and X-Ray Analysis (3rd ed., Kluwer, NY, 2003)
- D. B. Williams a C. B. Carter: Transmission Electron Microscopy (4 díly, Plenum Press, NY, 1996)
- Hulínský V. a Jurek K.: Zkoumání látek elektronovým svazkem. SNTL Praha 1982.
- M. Karlík: Úvod do transmisní elektronové mikroskopie (nakladatelství ČVUT, Praha, 2011)
- skripta UPOL, Roman Kubínek, Klára Šafářová, Milan Vůjtek, Elektronová mikroskopie

- Podzimní škola elektronové mikroskopie (ÚPT+ÚFM AVČR v.v.i.)



Brno: město elektronové mikroskopie

téměř třetina celosvětové produkce elektronových mikroskopů se vyrobí v Brně



TEM (Transmission EM)
ThermoFisher Talos

SEM (Scanning EM)
Tescan Lyra

TEM /LVEM (low voltage EM)
Delong LVEM 25

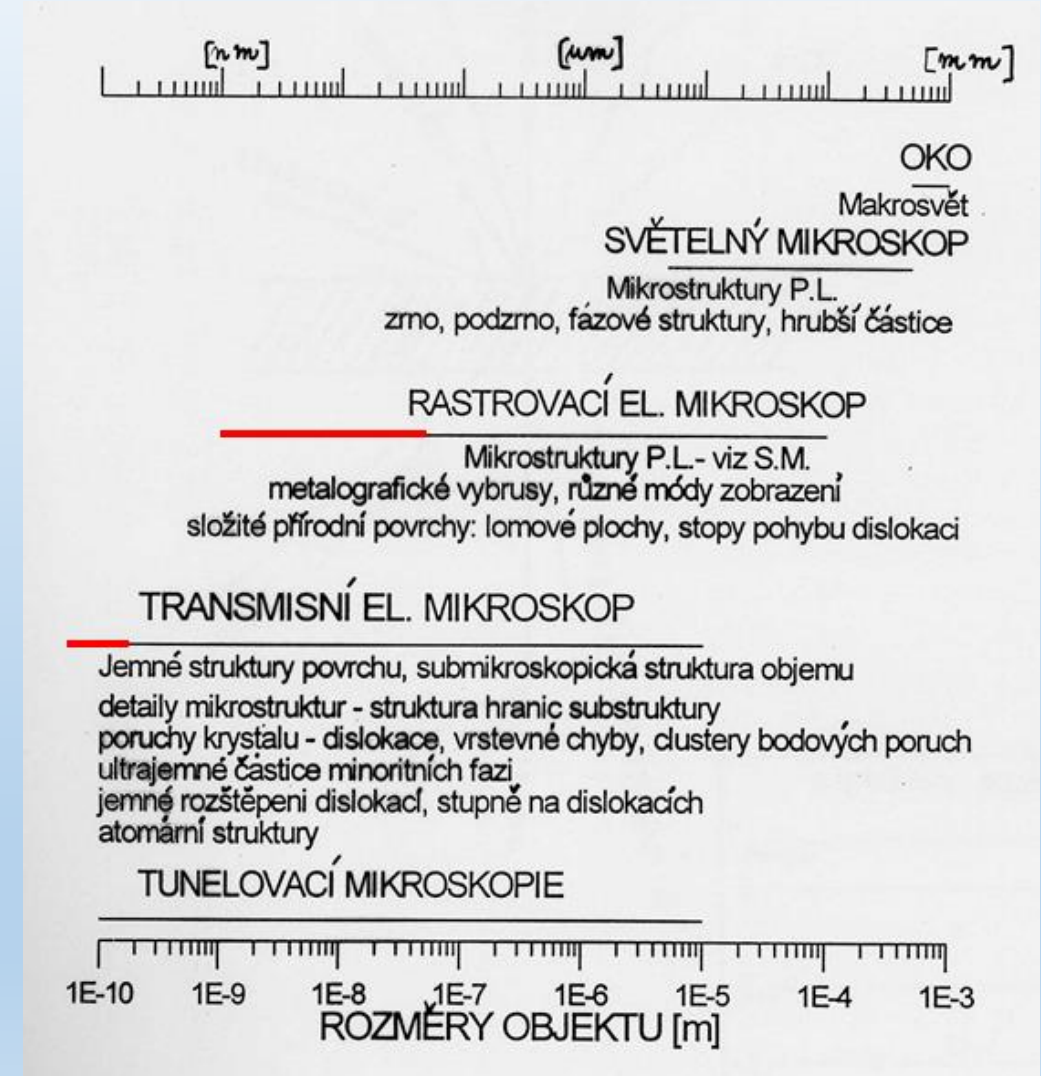
Úvod-proč elektronová mikroskopie?



- Světelné mikroskopy využívají ke zobrazení elektromagnetické vlnění ve viditelné oblasti (UV-VIS)
- Rozlišovací mez je omezena *difrakčním limitem*, který tvoří přibližně polovina vlnové délky použitého záření
- Elektronové mikroskopy používají ke zobrazování urychlené elektrony, kde využívají jak částicový, tak i vlnový charakter (de Broglie, NP 1929)



- Lidské vidění a optické přístroje pro jeho zdokonalení.
- Řešení: větší rozsah vlnových délek, náhrada světla jinou sondou
- Z široké škály zobrazovacích metod se zde omezíme na zobrazení pomocí **elektronového svazku** a na aplikace při studiu anorganických (a zejména **krystalických**) pevných látek.
- EM: nejen zlepšení rozlišení, ale i kvalitativní rozšíření „vidění“
- Srovnání EM s RTG/gamma záření: vlnová délka, intenzita rozptylu, manipulovatelnost svazku





- Elektronová mikroskopie je metoda umožňující studium mikrostruktury zkoumaných objektů.
- Mikrostruktura je studována ve vakuu pomocí elektronového svazku, který vzniká emisí elektronů z katody jež jsou dále urychlovány k anodě. Svazek je fokusován vhodně upravený elektrickým, magnetickým nebo elektromagnetickým polem, aby bylo dosaženo požadovaného zvětšení. Elektronový svazek vytváří obraz interakcemi s pozorovaným preparátem.
- Podle fyzikální tvorby obrazu dělíme elektronovou mikroskopii na dva základní druhy, transmisní elektronovou mikroskopii a skenovací elektronovou mikroskopii.

- TEM

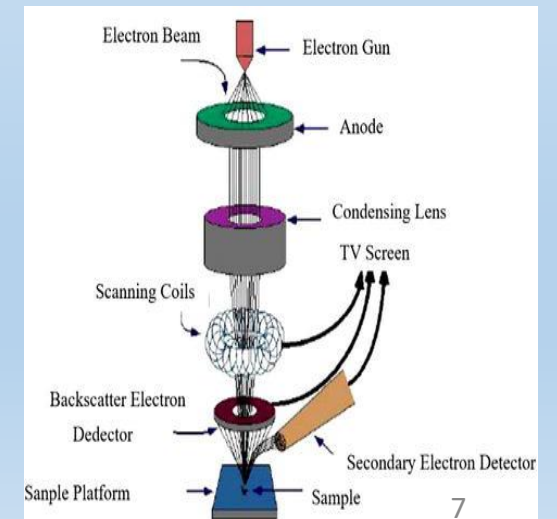
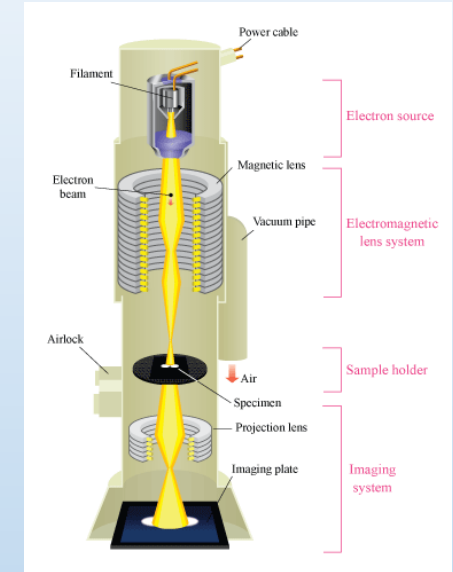
- Elektronové proudy pronikají pozorovaným preparátem a interakcemi s ním jsou odchylovány od původního směru, jímž se pohyboval hlavní svazek. Obraz je tvořen dopadem převážně neodchýlených elektronů na zobrazovací systém.

<https://www.youtube.com/watch?v=fQJYuTpK8Fs>

- SEM (REM)

- Elektronové proudy dopadají na pozorovaný preparát a interakcí s hmotou vyrážejí ze vzorku elektrony. Tyto elektrony jsou pomocí vhodného potenciálu přitahovány na detektory, které vytvářejí signál upravený pro zpracování v zobrazovacím systému. Výsledným obrazem je snímek, který zachycuje povrchovou strukturu preparátu.

<https://www.youtube.com/watch?v=uQ1gClkCbIQ&t=10s>





- první TEM: 1932 (Knoll a Ruska, Nobelova cena 1986)
- první SEM 1937 (Ardenne, Manfred)
- 1949: Heidenreich ztenčuje kovové fólie
- 50. léta: pozorování čarových a plošných defektů krystalové mřížky, rozvoj mikroanalytických metod, vysokovoltážní a *in situ* mikroskopie, řádkovacích módů, rozlišení ~ 0.4 nm
- 1957: Cowley, Moodie: základy teorie a simulace HREM obrazu
 - zlepšení teplotní stability, mechanické stability, kvality vakua, elektronické stability, designu čoček (CS korektory, energiové filtry), nové typy katod
 - zlepšení možnosti reprodukovatelné přípravy kvalitních tenkých fólií
 - rozlišovací schopnost ~ 0.1 nm
- 1965: Oatley, první komerční SEM „Streoscan“



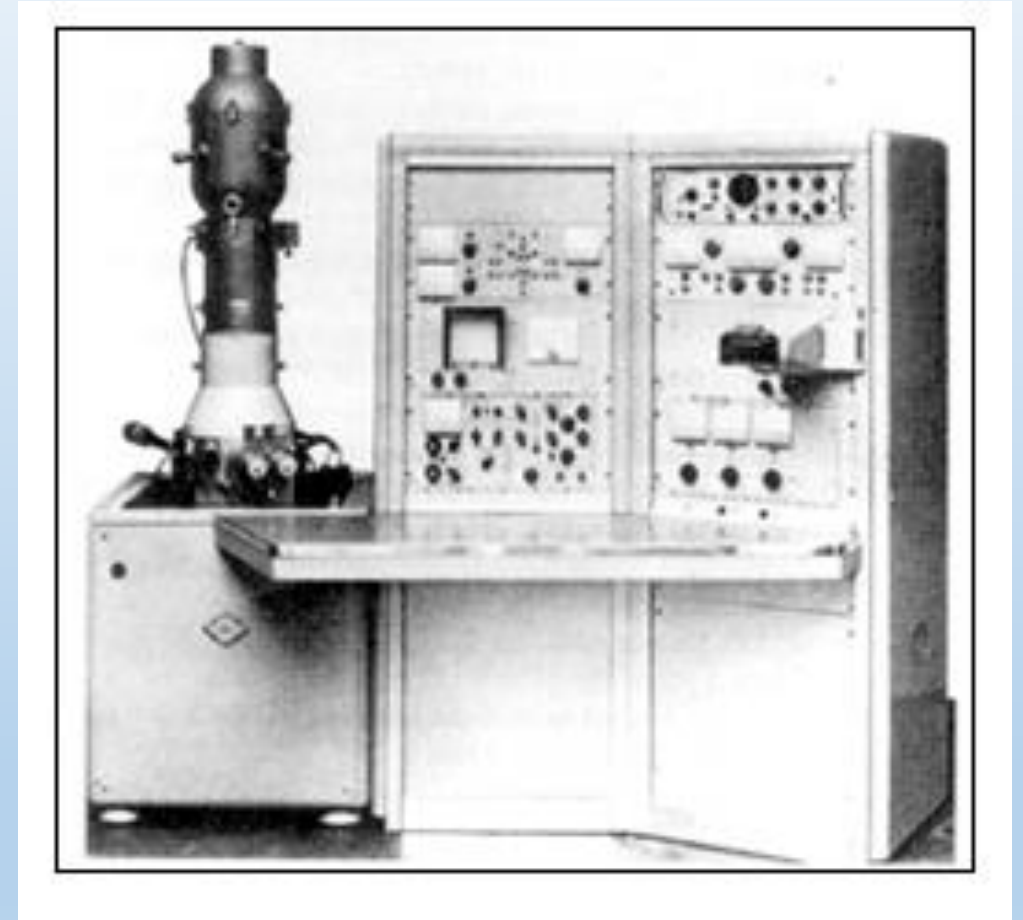
Figure 1.1. The electron microscope built by Ruska and Knoll in Berlin in the early 1930s.

1932 Knoll a Ruska-první TEM (NP 1986)

1931: 16*

1933: 12000* zvětšení

M. Knoll, Z. Tech. Phys. 16 (1935) 467



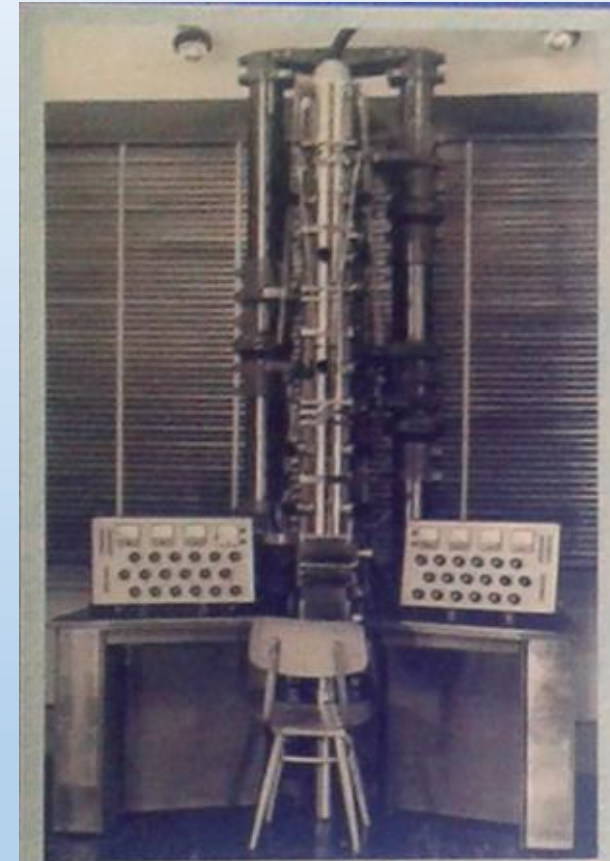
1965: Oatley, první komerční SEM „Stereoscan“

Brno, 1950 (Trojnožka)



The first ("three-legged")
Czechoslovak electron
microscope is born in Brno

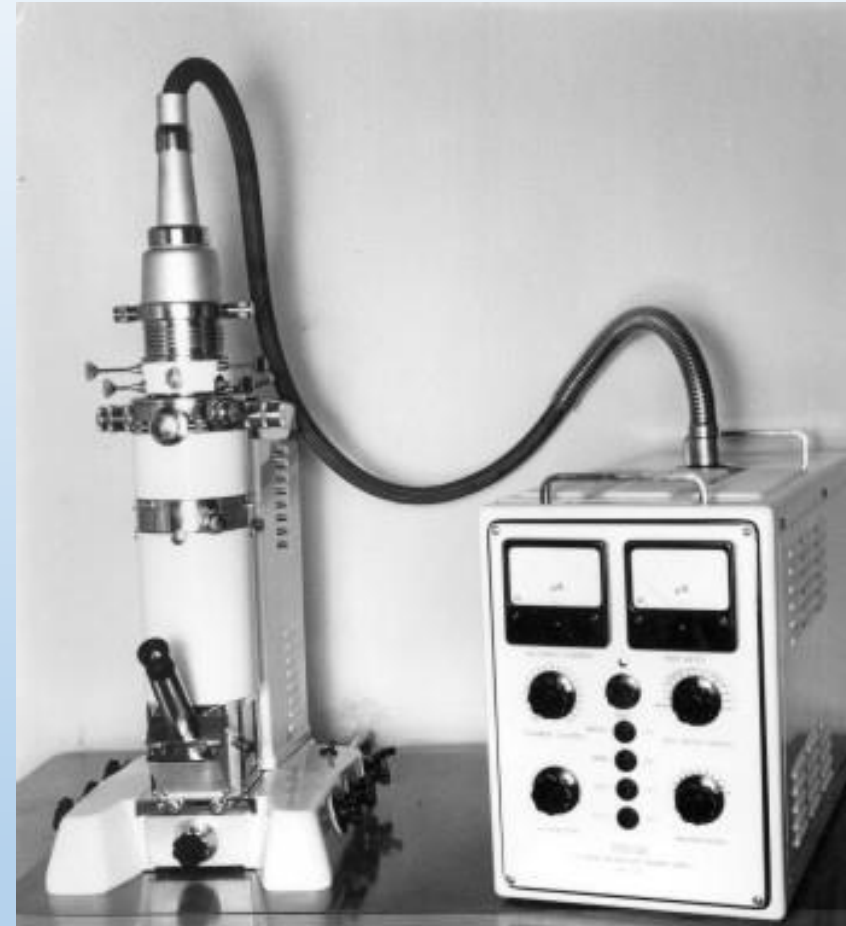
Brno, 1968



Brno: a 150 keV TEM
aiming for 2 Å resolution.



První transmisní elektronový mikroskop (TEM) v Brně [Bláha, Delong, Drahoš, Zobač, 1951], vyrobeno 25 kusů. Energie primárních elektronů: 50 keV, rozlišení 2 nm.



Stolní TEM navržený v laboratořích ČSAV, vyrobeno 1000 kusů v n.p. Tesla Brno. Energie elektronů: 30-75 keV, rozlišení 2nm. Zlatá medaile na Expo v Bruselu 1954.

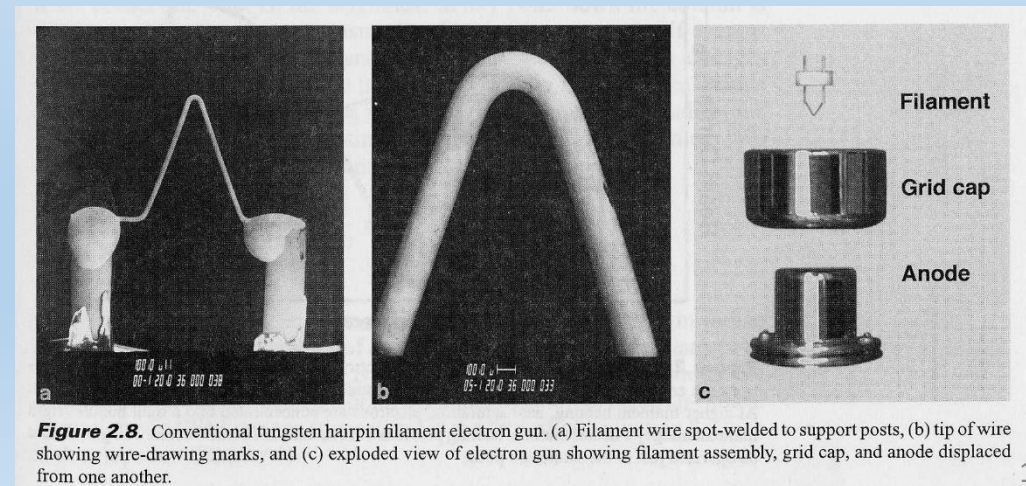
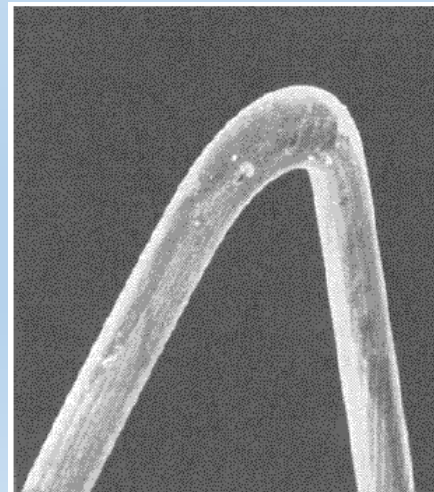
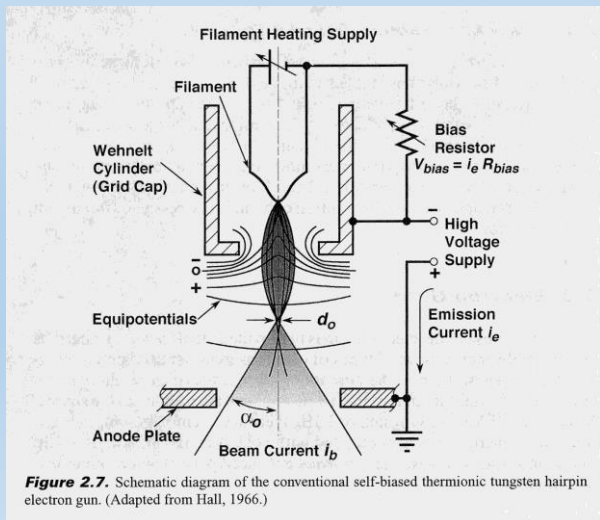
- e. je vázán v krystalu výstupní energií (E_v), pro uvolnění je nutné dodat vyšší energii než je E_v
- zdroj e. v EM se označuje jako **elektronová tryska** popř. **elektronové dělo**

Nejčastější typy emise v EM:

- **sekundární emise**: studené kovové vlákno (katoda) je bombardováno urychlenými ionty, které vyrazí elektrony z povrchu elektrody (u prvních typů TEM)
- **termoemise**: zahříváním katody se zvyšuje její vnitřní energie, až je větší než E_v , dochází k uvolňování e. z jejího povrchu. Nejčastější a nejlevnější postup v EM
- **autoemise** (emise napětím): proti studenému kovovému vláknu ve tvaru hrotu se umístí elektroda s vysokým napětím. Vzniklé el. pole je schopno vytrhávat e. z povrchu hrotu

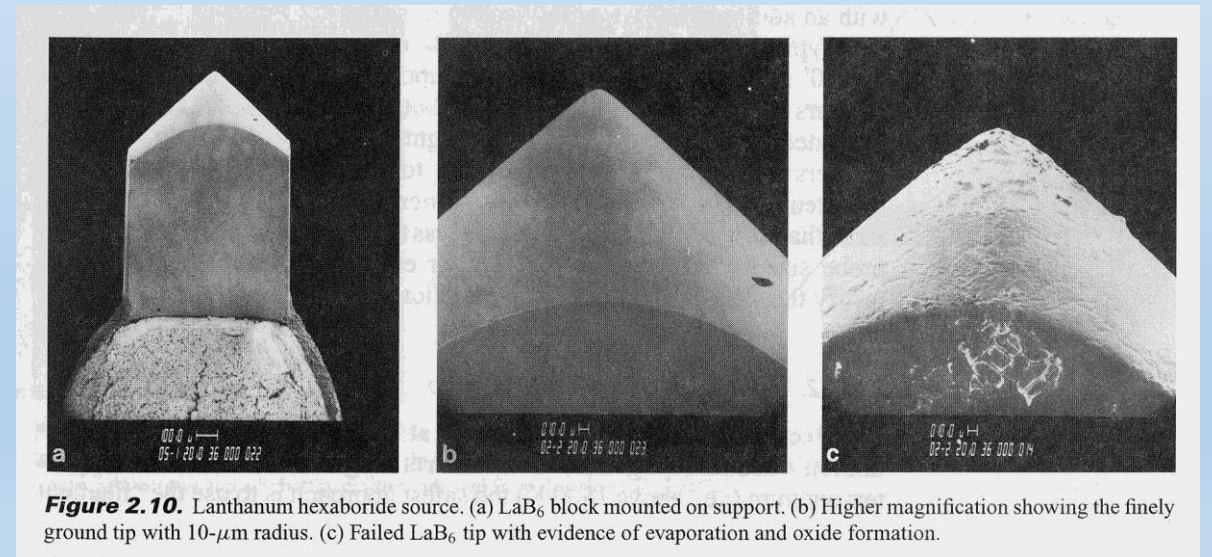
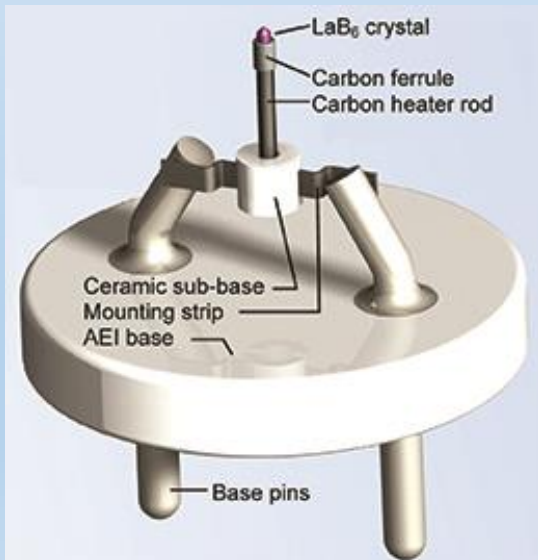
Wolframová elektroda

- účinnost emise lze zvýšit vytvarováním katody do tvaru písmene V, což usnadní uvolnění e. v místě ohybu
 - + nízká hodnota $E_v = 4,5\text{eV}$, $T_m = 3653\text{ K}$, nevyžaduje vysoké vakuum
 - provozní teplota cca 2800 K , živostnost cca 40 hodin



Elektroda z LaB_6 (popř. CeB_6)

- účinnost emise zvýšena vytvarováním monokrystalu LaB_6 do ostrého vrcholu + 10x větší emise e. než W elda, provozní T 1800K, životnost cca rok provozu
- vyžaduje mnohem vyšší hodnotu vakua (min. 10^{-4} Pa)



- **Schottkyho jev:** zvýšení průtoku e. z povrchu zahřátého materiálu působením el. pole
- katoda: monokrystalický W drát vyleptaný do tvaru hrotu zakončený ploškami kryst. rovin (**Fig. a**)
 - přivařený k polykrystalickému W drátu, který je připojen ke zdroji napětí
 - asi v polovině monokr. drátu je nanesený rezervoár z ZrO_x , který zajišťuje plochám (100) nižší výstupní práci
- e. dělo: tvoří katoda umístěná ve Wehneltovu válci, který má proti špičce vlákna katody otvor
 - za válcem je umístěna dobře uzemněná anoda s otvorem uprostřed
 - Wehneltův válec vytváří el. pole \rightarrow svazek e. se zužuje tak, že těsně před otvorem v anodě vytváří **křížiště**=bodový zdroj urychlených e.
 - pomocí elektrostatické optiky je pak přes anodu svazek zaostřen \rightarrow bodový koherentní svazek

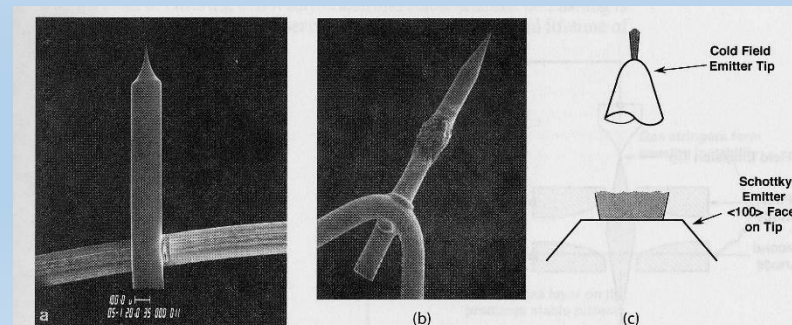
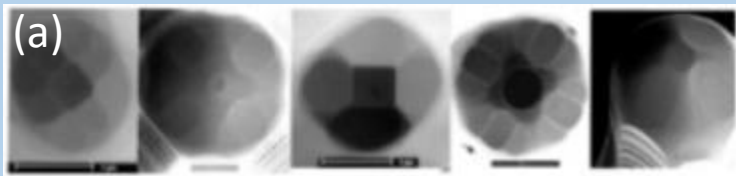
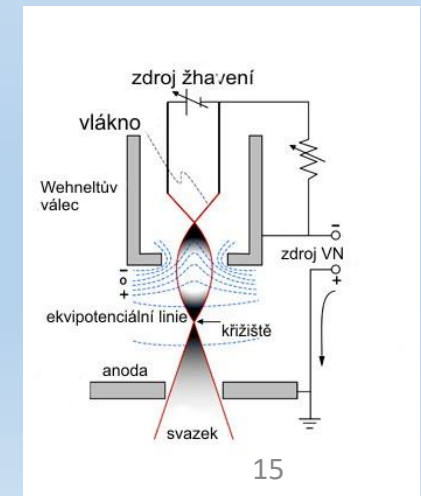


Figure 2.12. Examples of field emission sources. (a) Cold field emission tip of (310) single-crystal wire spot-welded to a tungsten wire. (b) Schottky field emission tip (courtesy of FEI Beaverton, OR). (c) Schematic diagram of emission patterns from a cold field emitter and a Schottky emitter (adapted from Tuggle *et al.*, 1985).



Pohybující se elektron o energii E a hybnosti $p=mv$ má vlnovou povahu (de Brogli)

Chová se tedy jako vlna o frekvenci $f = \frac{E}{h}$ a vlnové délce $\lambda = \frac{h}{m \cdot v}$ kde h je Planckova konst.

Rychlost elektronů v EM se blíží rychlosti světla a je tedy nutné uvažovat relativistické vztahy

$$\lambda = \frac{h}{\sqrt{2m_0eU \left(1 + \frac{eU}{m_0c^2}\right)}} \approx \frac{h}{\sqrt{2m_0eU}} \Rightarrow \lambda = \frac{1,226}{\sqrt{U}} [nm]$$

po dosazení

$U=10\text{kV}$ (běžné pro SEM) $\rightarrow \lambda=0,01226 \text{ nm}$

$U=100\text{kV}$ (běžné pro TEM) $\rightarrow \lambda=0,0039 \text{ nm}$

λ světla cca 500 nm \Rightarrow elektronový svazek může přinést mnohem podrobnější informace, protože nelze dosáhnout lepší hodnoty rozlišení než je polovina použitého světla (difrakce)

Pohyb elektronů v elmag. poli.



Pohybuje-li se elektron rychlostí \vec{v}
v časově neproměnném magnetickém poli o magnetické indukci \vec{B}
působí na něj Lorentzova síla \vec{F}

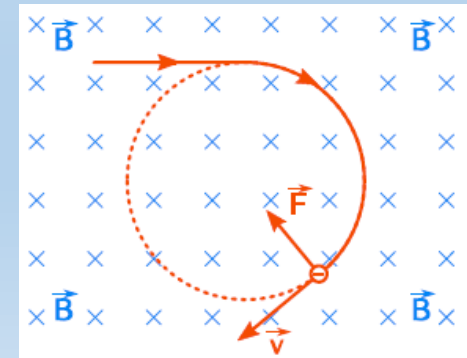
$$\vec{F} = e(\vec{v} \times \vec{B})$$

e -elementární náboj (1,6E-19 C)

Pro velikost síly F pak platí vztah $F=e \cdot v \cdot B \cdot \sin\theta$, kde θ je úhel, který mezi sebou svírají vektory \vec{v} a \vec{B} . Jestliže elektron vletne do mg. pole ve směru kolmém k \vec{B} , pak působící síla zakřivuje jeho trajektorii a ten se začne pohybovat po kružnici o poloměru

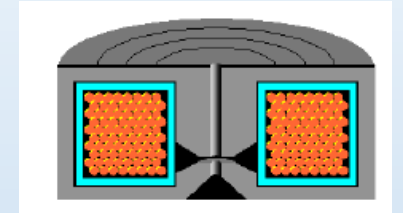
$r = \frac{m_e v}{Be}$, kde m_e je hmotnost elektronu

Ovlivnění trajektorie elektronu magnetickým polem lze využít k sestrojení **elektromagnetické čočky**

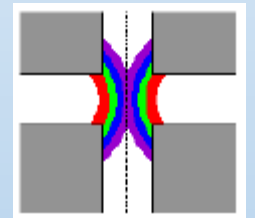


Elektromagnetické čočky

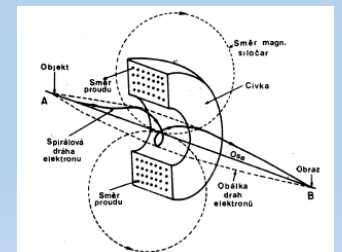
- nejjednodušší tzv. **solenoid**-cívka s velkým počtem závitů, jejichž průměr je mnohem menší než délka cívky
- uvnitř solenoidu vzniká téměř homogenní magnetické pole
 - neidealita magnetického pole vede ke vzniku aberací (odchylek)
- trajektorie elektronu, který vlétne do mg. pole elmag. čočky má tvar prostorové spirály
- e^- , které procházejí stejným bodem na ose čočky se za čočkou opět protínají ve stejném bodě
- větší proud procházející čočkou \rightarrow větší mg. indukce \rightarrow kratší ohnisková vzdálenost
- průchodem vysokého proudu vzniká Joulovo teplo-čočky musí být chlazeny (např. kap. N_2 nebo Peltierův článek)



schematický řez
elmag. čočky



neidealita mg. pole
čočky



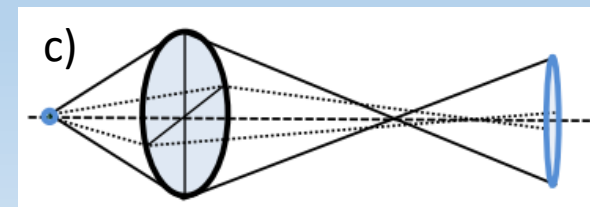
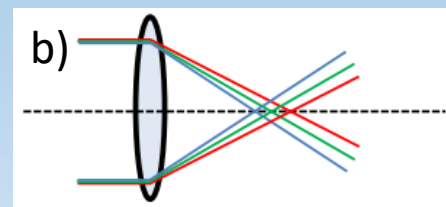
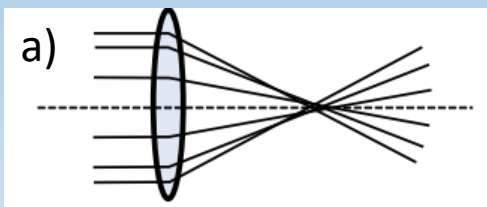
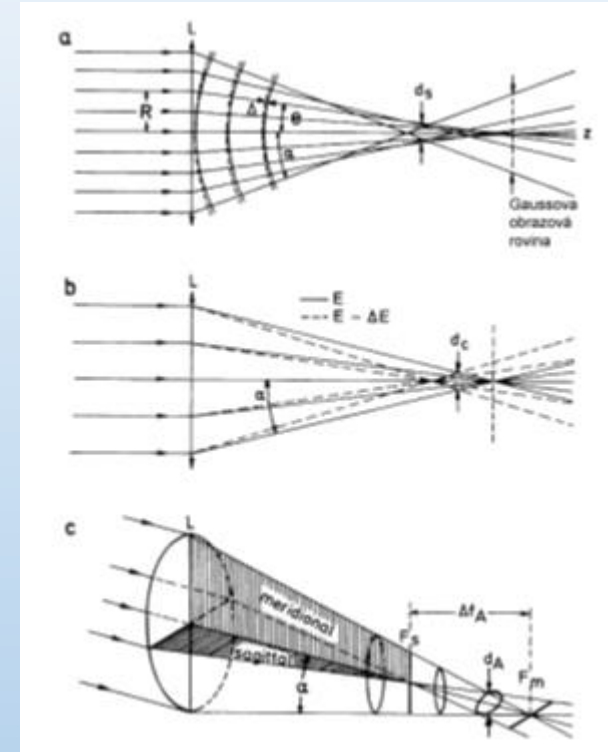
trajektorie elektronů
uvnitř čočky¹⁸

Mg. pole v čočce není ideálně homogenní, což vede k mnoha vadám (podstatou obdoba vad u optických čoček)

a) **sférická (otvorová)**-čočka nefokusuje všechny e⁻ paprsky vycházejí z bodového zdroje na ose pouze do jednoho bodu. Lze kompenzovat zmenšením průměru clony

b) **chromatická vada**- důsledkem rozdílných energií a rychlosti e⁻ ve svazku a dochází k odlišnému vychylování v mg. poli čočky. Ke změně energie e⁻ dochází i při průchodu substrátem. Lze eliminovat stabilizací urychlovacího napětí, snížením tloušťky substrátu.

c) **osový astigmatismus**-nesymetrií e⁻ svazku a mg. pole => jednotlivé e⁻ svazky na sebe kolmé mají různé ohnisko. Koriguje se dodatečným mg. polem stigmátorů při každém zaostření mikroskopu, zejm. při větších zvětšení. Zdrojem mohou být i nečistoty na clonách a pólových nástavcích.

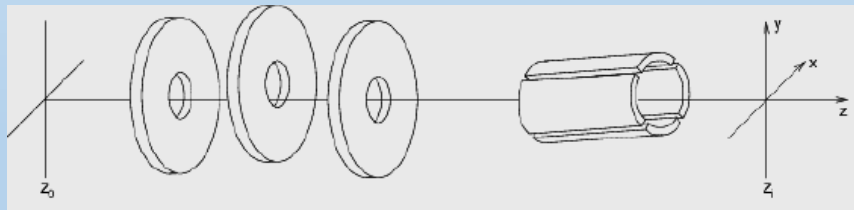
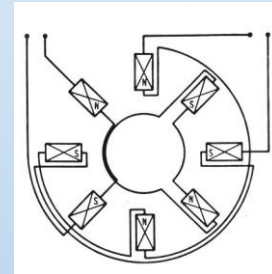
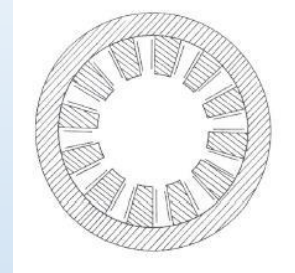


Korekce osového astigmatismu

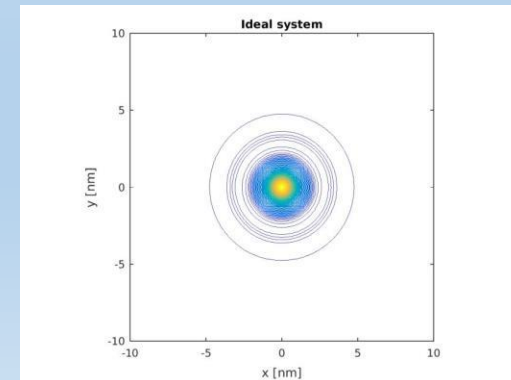
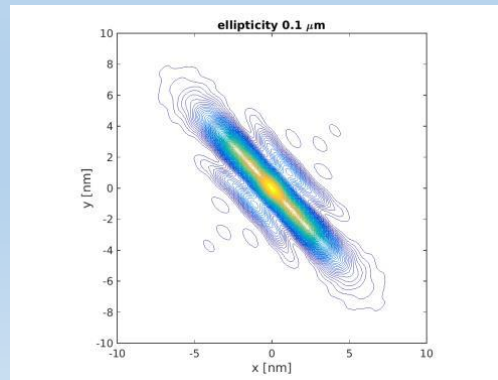


- v praxi nelze očekávat, že čočky vytváří pole ideálně osově symetrické
 - obrábění pólových nástavců, zejména vrtání ve středu čočky
 - nepřesnosti vinutí cívky
 - nehomogenity materiálu
 - lokální náboj na clonách...

- quadrupólovým/ hexapólovým elektrickým či magnetickým polem kolmým k optické ose můžeme astigmatismus vykompenzovat
- v praxi je však potřeba měnit velikost i orientaci tohoto pole a proto se jako korektor astigmatismu používá nejčastěji oktapól



astigmatický svazek **korigovaný svazek**





Rozptylové události

- **Pružný rozptyl:** mění se směr pohybu primárních e., ale zachovává se mechanická energie. Převážně srážky primárních e. a atomových jader vzorku. Excitační E jádra je cca 100^* vyšší než energie primárního e. => pravděpodobnost předání E je minimální – PE opouští vzorek jako rozptýlený elektron

Ize to přirovnat ke srážce korálku a gymnastického míče -> korálek nemůže pohnout míčem a odrazí se (téměř) stejnou rychlostí zpět

- **Nepružný rozptyl:** mění se směr pohybu primárních e., mechanická (kinetická) energie postupně klesá – je předávána dalším e., s nimiž primární e. interaguje

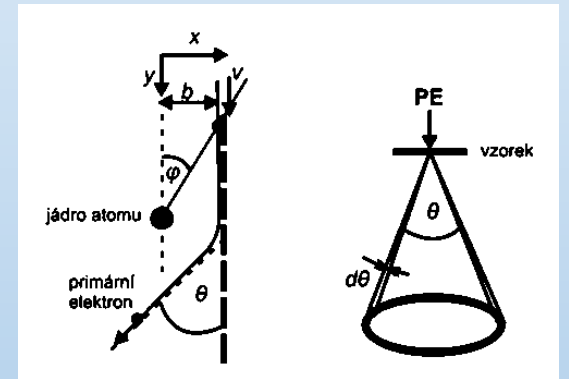
pokud se srazí dva korálky (nebo dva gymnastické míče), předají si vzájemně svoji energii a mohou tedy ovlivnit směr svého pohybu

- Vychýlení primárního elektronu v poli kladného náboje jádra atomu stíněného vnějšími elektrony – změna trajektorie.
- za předpokladu, že hmotnost $e. \ll$ hmotnost jádra, rychlost $e.$ je dostatečně malá a mezi částicemi působí pouze elektrostatické Coulombovské síly, může být pružný rozptyl popsán pomocí klasické mechaniky

$$\frac{d\sigma_{el}}{d\Omega} = \frac{e^4 Z^2}{16(4\pi\epsilon_0)^2 E^2} \frac{1}{\sin^4(\theta/2)}$$

Dif. účinný průřez: Ruthefordův rozptyl na nestíněném jádře

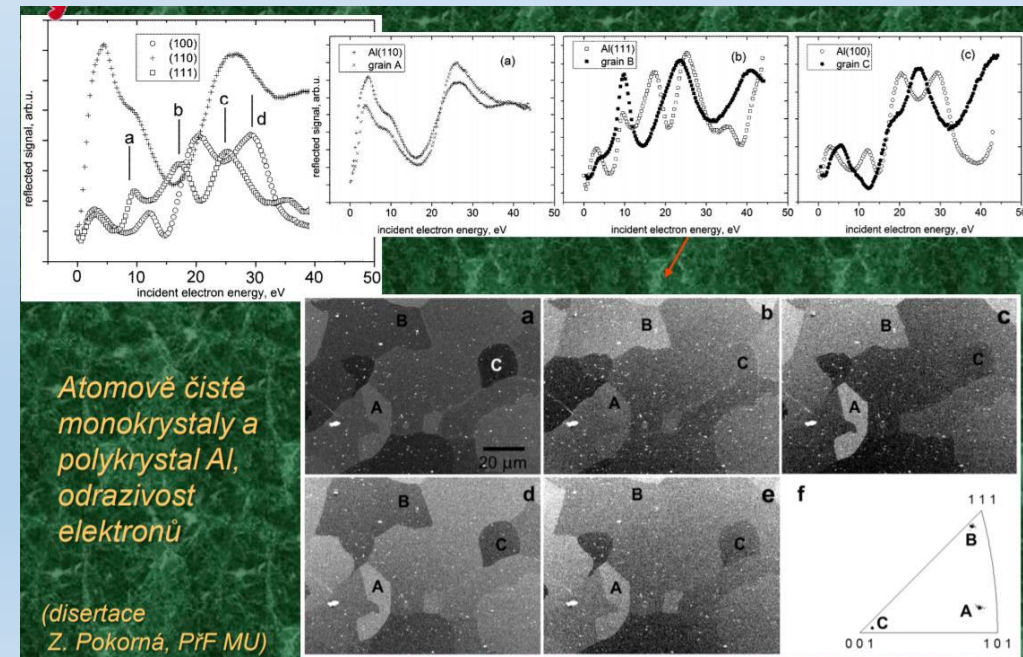
- Diferenciální účinný průřez -pravděpodobnost, že elektron přibližující se k atomu bude rozptýlen do prostorového úhlu $d\Omega$, je funkcí úhlu θ
- Interakční účinný průřez: celková pravděpodobnost rozptylu v plošných jednotkách, efektivní plocha terče
- Střední volná dráha: průměrná vzdálenost mezi dvěma rozptylovými událostmi



Klasický model nezahrnuje vliv stínění jádra elektronovým obalem a vliv spinu elektronů. Lze použít pro energie nad 100keV.

- Pro nižší energie (vlnová povaha elektronů)–kvantové modely.
- Pro dosažení dostatečné přesnosti výpočtu účinného průřezu pro energie jednotek keV a nižších-relativistický přístup (zahrnuje spin letícího elektronu, jeho orientaci, spin-orbitální interakci).

Dopadá-li elektron s energií pod 30eV a „narazí“ na zakázaný pás–dojde k pružnému odrazu. Odrazivost je poté přímo úměrná lokální hustotě stavů navázaných na dopadající vlnu.



- je charakterizován postupnou ztrátou E dopadajícího e . při průchodu materiálem
- zpravidla je doprovázen excitací elektronu materiálu
- Hlavní interakční mechanismy: excitace vodivostních elektronů (elektron-elektron), ionizace vnitřních elektronových hladin, excitace plasmonů, excitace fononů.

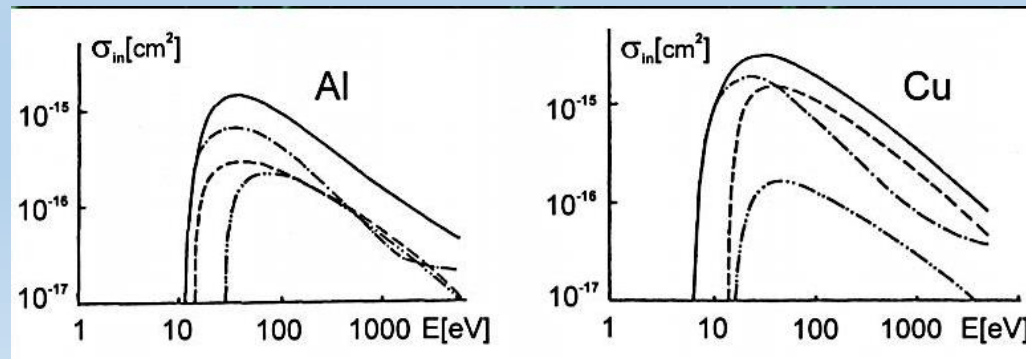
$$\frac{d\sigma_{in}}{dW} = \frac{\pi e^4}{(4\pi\epsilon_0)^2} \frac{1}{EW^2}$$

účinný průřez pro nep pružný rozptyl
(klasická mechanika)

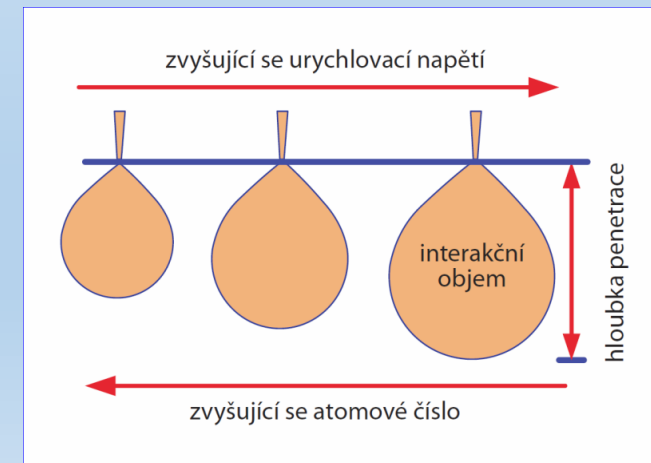
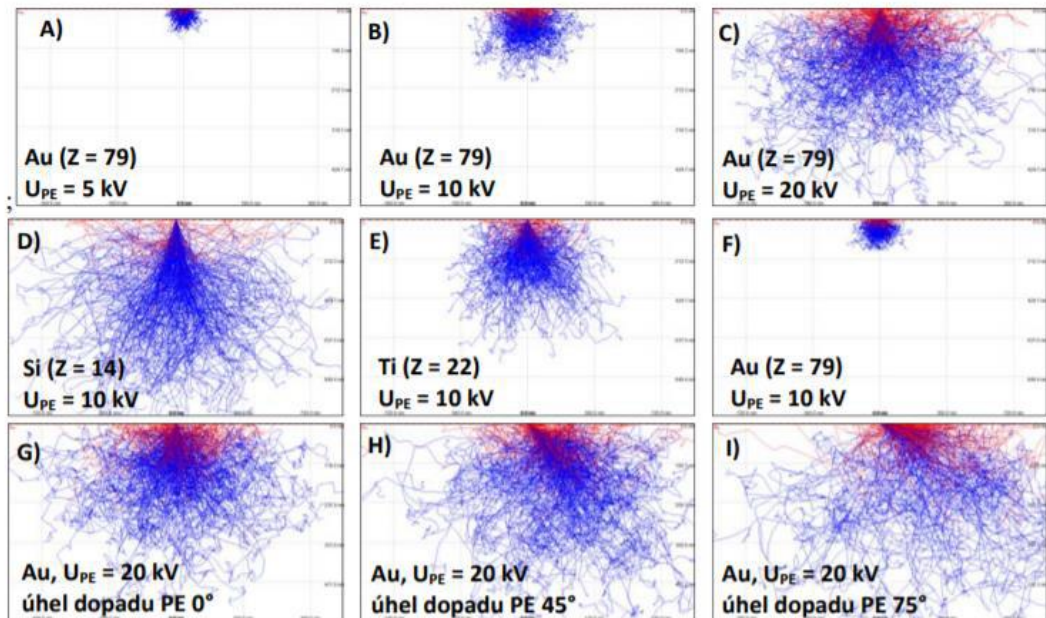
- Excitační procesy v látce vystihují nejlépe modely zahrnující tzv. dielektrickou funkci a tzv. brzdou sílu (zahrnuje ionizační potenciál).

Totální účinný průřez:

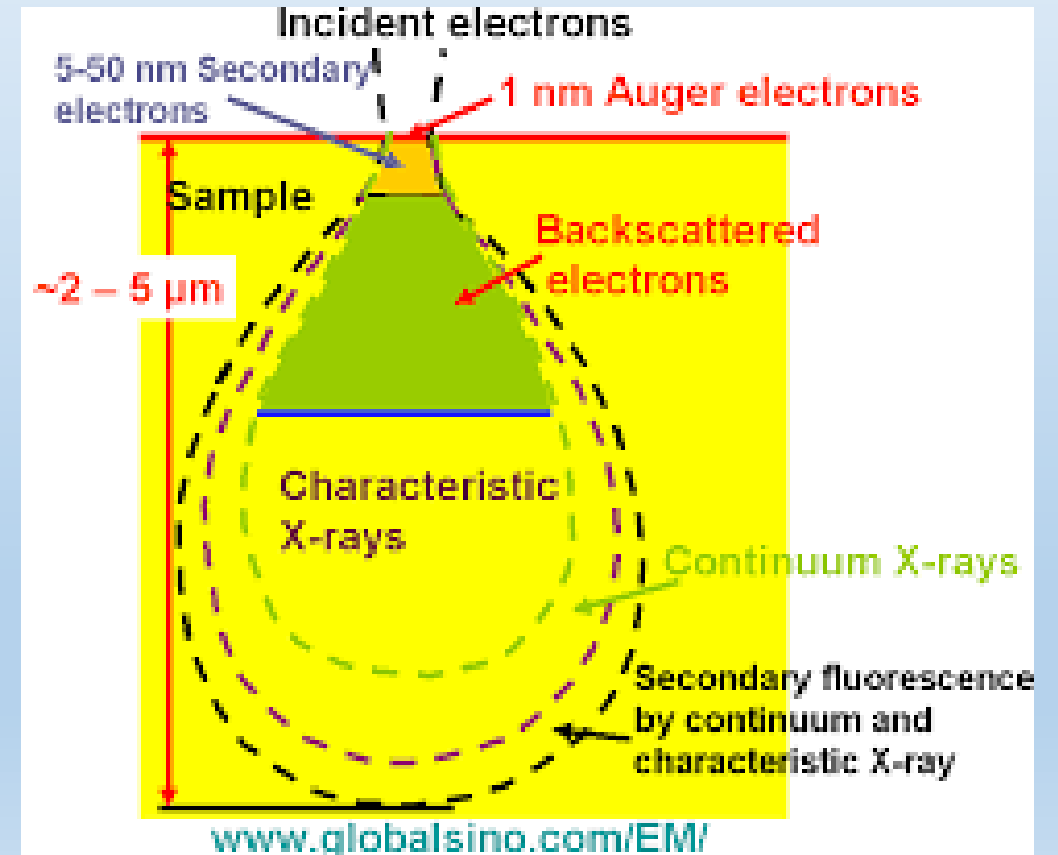
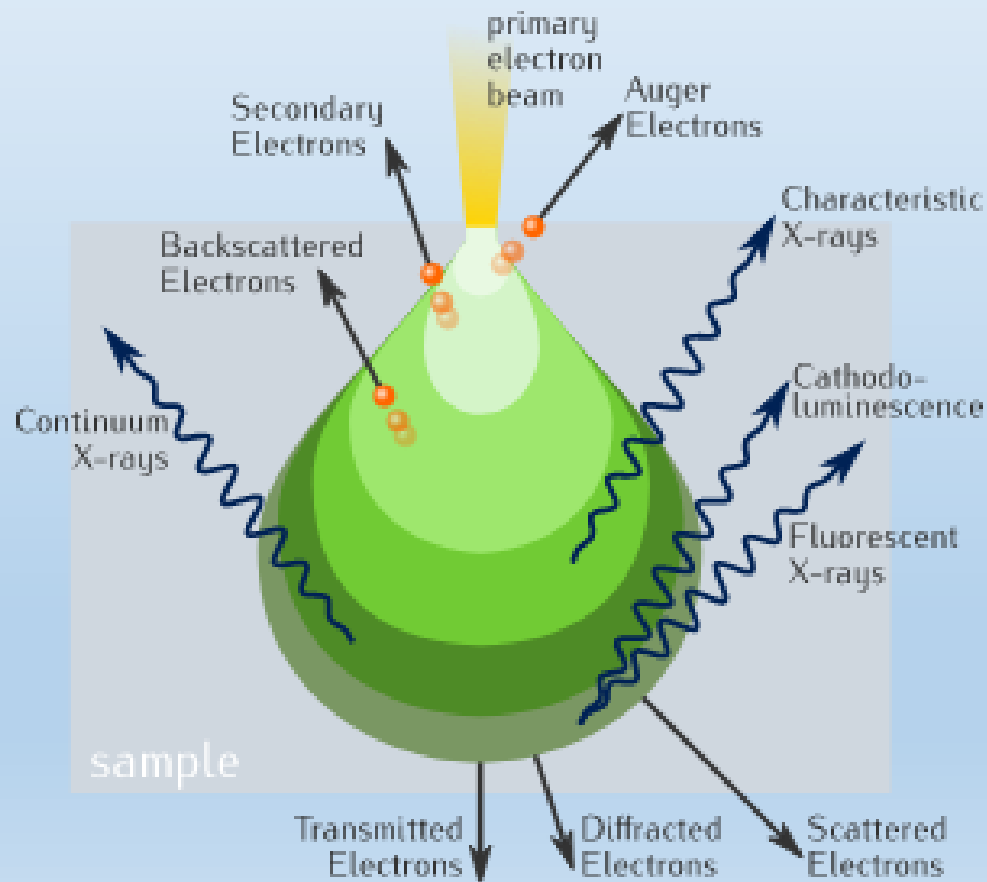
- Al, Cu v závislosti na excitační energii



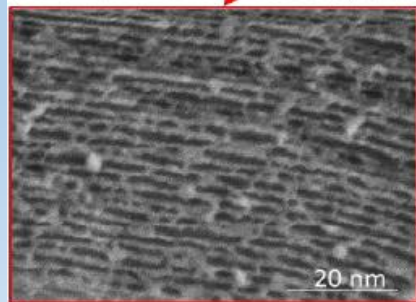
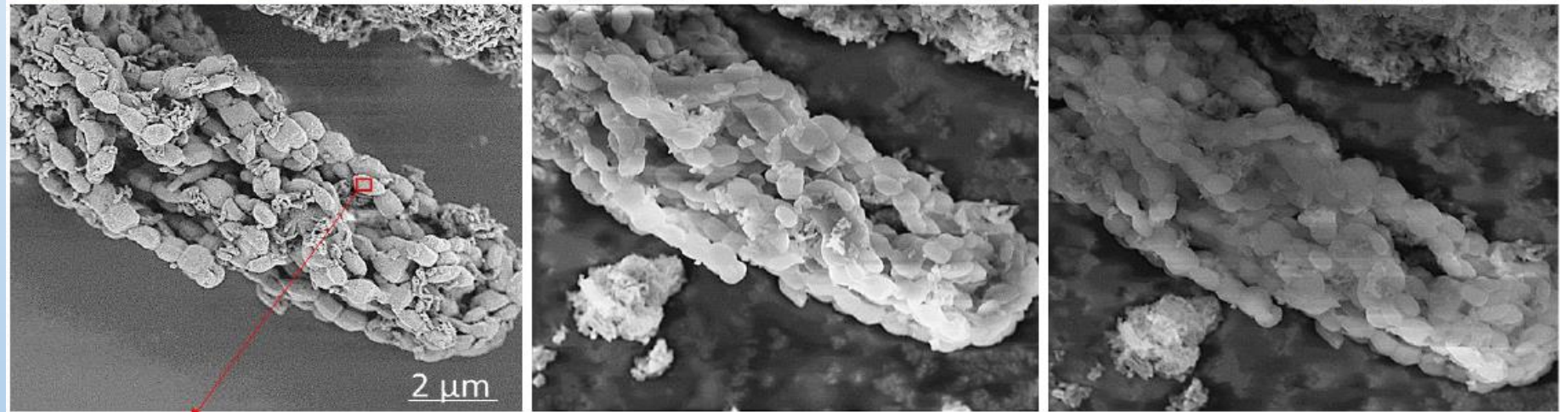
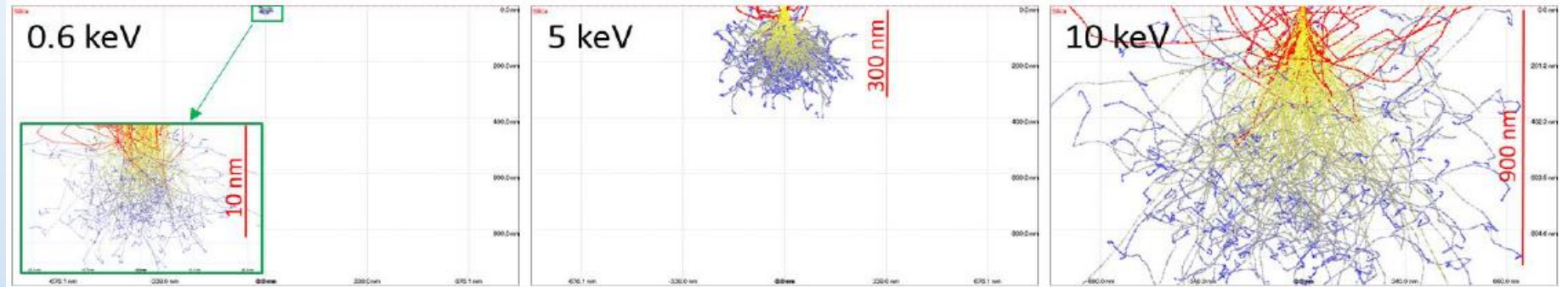
- 3D oblast, kde urychlené primární e. interagují se vzorkem a generují charakteristické signály
- Velikost závisí na materiálovém složení, struktuře vzorku, energii a úhlu dopadu PE
- Rozptyl PE a vliv výše uvedených parametrů dopadajícího svazku je možno simulovat pomocí počítačových simulací pravděpodobnosti – např. Monte Carlo metoda
(numerická metoda využívající jako vstupy náhodná čísla)



Rozložení charakteristických hloubek a typy signálů pro SEM

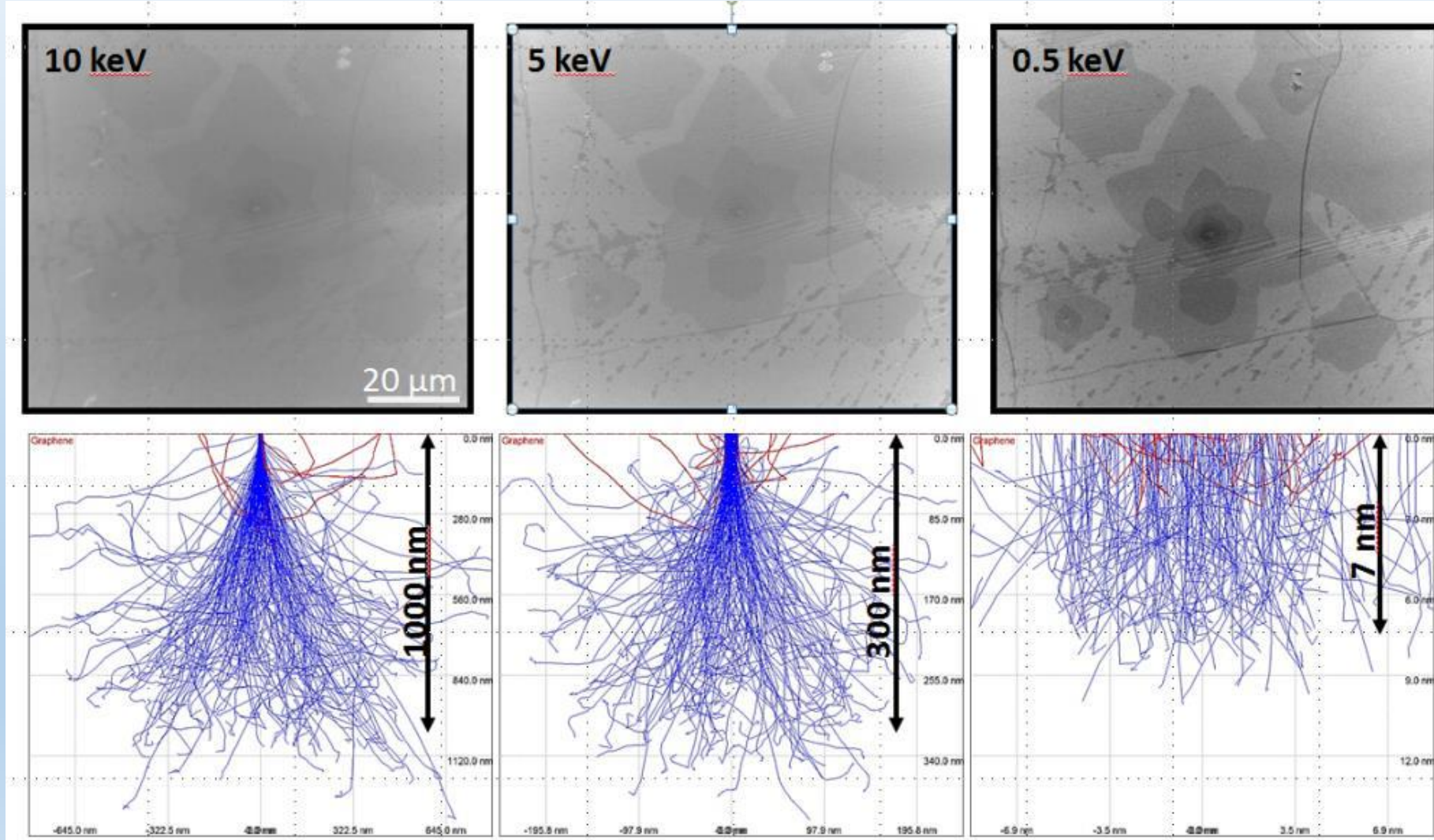


Mezoporézní silika

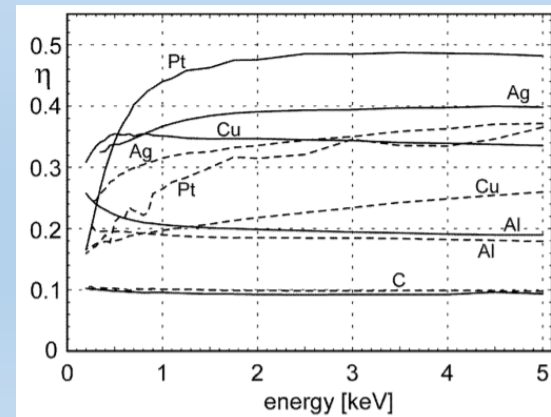
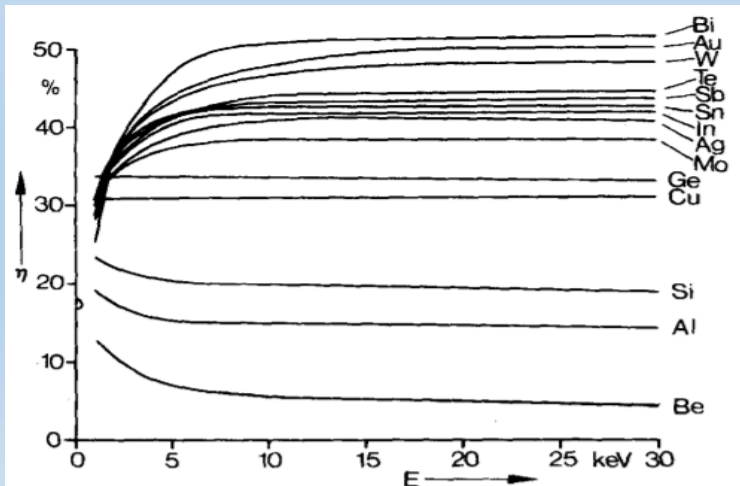


Energy (keV)	0.6	1	2	5	10	20	30
Interaction volume (nm)	10	20	55	300	900	2800	6000

Interakční objem-grafen



- produktem několikanásobného pružného i nepružného rozptylu primárních e.
- kvantifikováno koeficientem **emise zpětně odražených elektronů η** (poměr proudu BSE/poměr proudu PE).
- **BSE je závislá na protonovém čísle Z** (materiálový kontrast) a **úhlu dopadu**.
- $E_{PE} > 10$ keV (η je téměř nezávislý na dopadové energii a roste zvětšujícím se úhlem dopadu, závislost na Z se nemění)
- $E_{PE} > 5$ keV se začíná projevovat materiálový kontrast (výrazněji se projevuje pro prvky s malým Z , od $Z=40$ kontrast slábne. Pro velké úhly dopadu se objevují odchylky v char. závislosti η na Z)

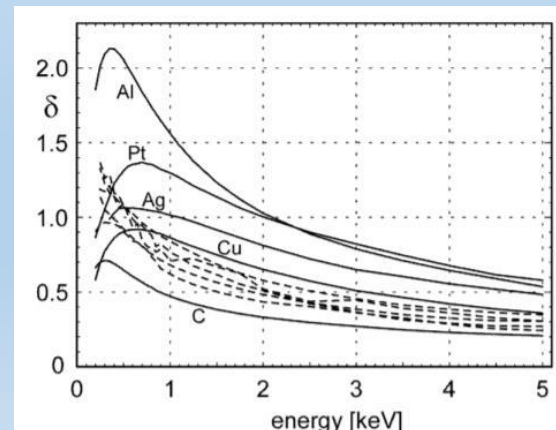
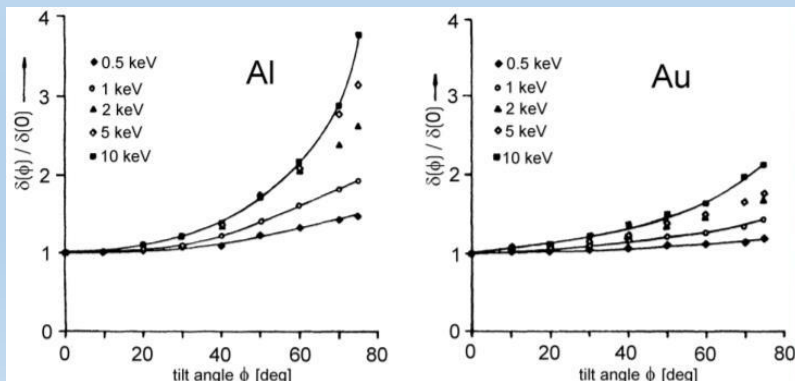
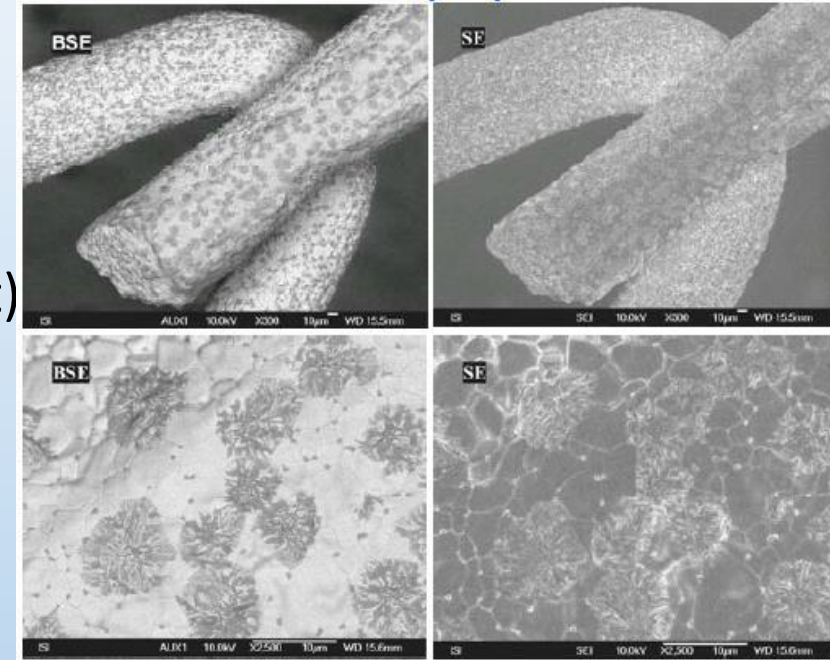


Závislost na stavu povrchu (---neočištěné vzorky)

Sekundární elektrony (SE)

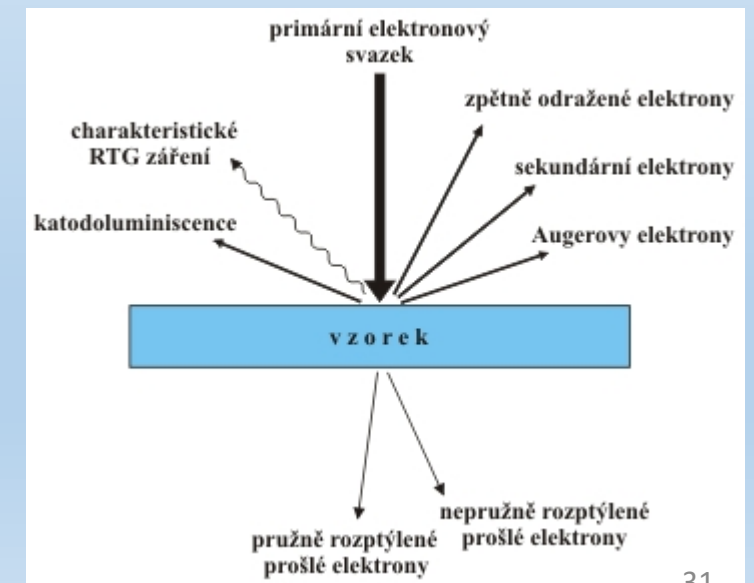
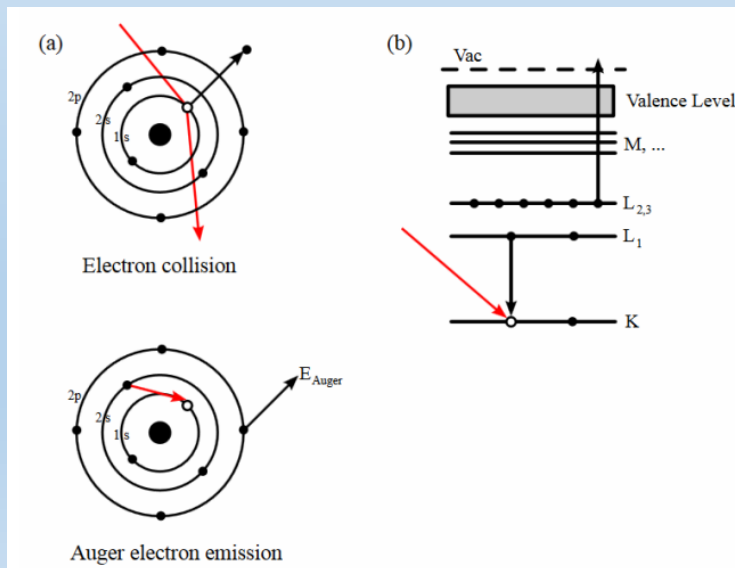


- SE elektrony jsou volně vázané elektrony z vodivostních (resp. valenčních pásů) atomů vzorku, které při nepružné srážce s PE či BSE přijaly kinetickou energii dostatečnou pro emisi ze vzorku.
- SE do 50 eV (jsou generovány z malé hloubky = povrchová citlivost)
- Kvantifikuje se emisním koeficientem δ (poměr proudu emitovaných SE a primárních elektronů).
- Emisní koeficient δ roste s klesající energií primárních e. a není výrazně závislý na Z. Zásadně závisí na úhlu dopadu.



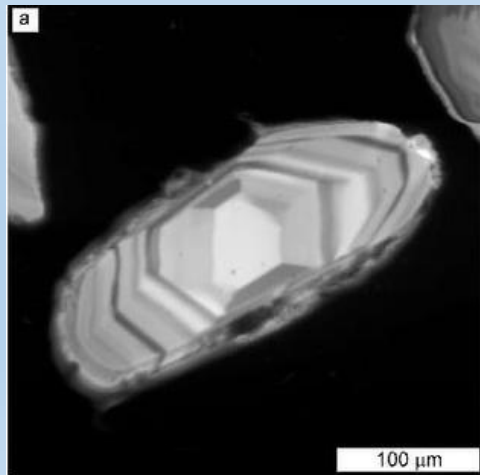
Augerovy elektrony (AE)

- AE jsou elektrony, které vznikají při přechodu elektronů z vyšších energetických hladin do vakance, při kterém se uvolní kvantum energie.
- Tato energie může být vyzářena ve formě fotonu (charakteristického RTG záření) nebo předána některému elektronu ve vnější slupce, který tím získá dostatek energie k tomu, aby atom opustil a dojde k emisi tzv. Augerova elektronu
- Augerovy elektrony se výrazně projevují u lehčích prvků, například uhlík, dusík či bór

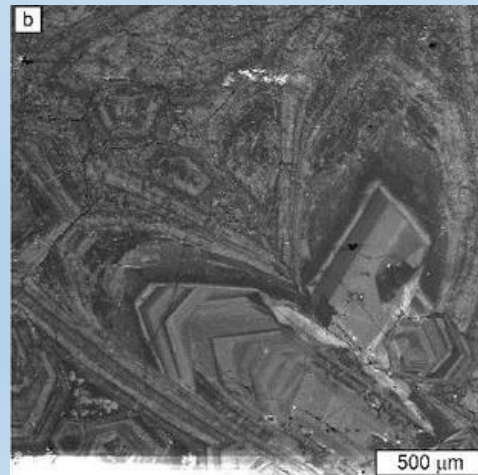


- produkce fotonů ve viditelné části spektra
 - odráží změny chemismu aktivátorů CL (Mn, REE,...) v ppm – informace o vnitřní textuře vzorku
- Různé fáze o různém složení, které jsou vystaveny působení proudu elektronů, často vykazují katodoluminiscenci, tedy elektromagnetické záření o různých intenzitách a vlnových délkách

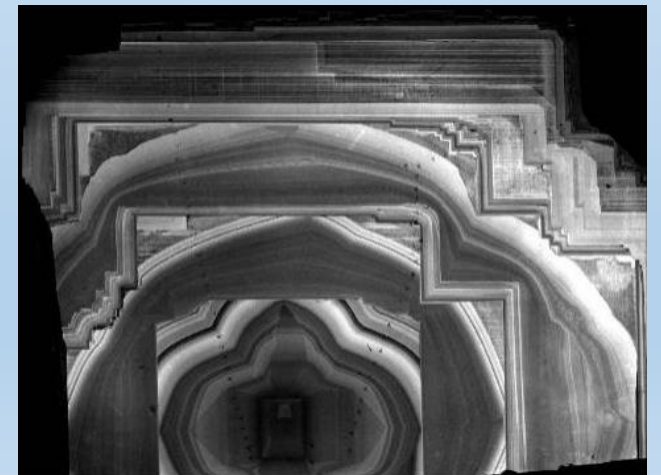
Charakter záření je silně ovlivněn obsahem různých prvků i stopového množství či defekty krystalové mřížky fází. V některých případech lze díky němu tudíž pozorovat jinými metodami neviditelnou zonalitu související s přítomností stopových prvků či s deformací krystalové mřížky a rekrytalizací



zonální zrno zirkonu



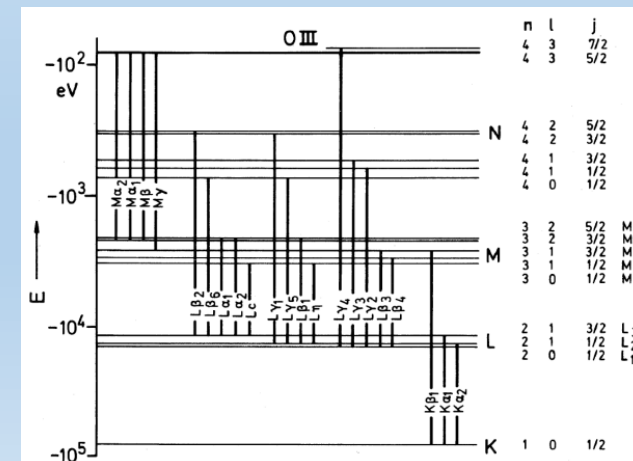
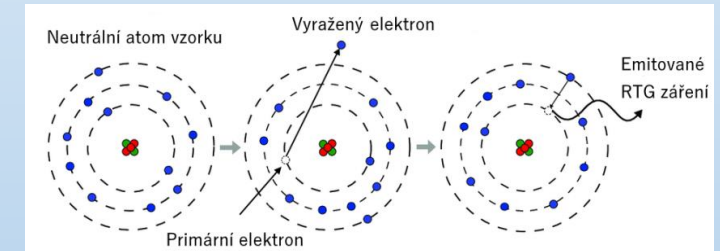
zonální křemen ve vzorku skarnu



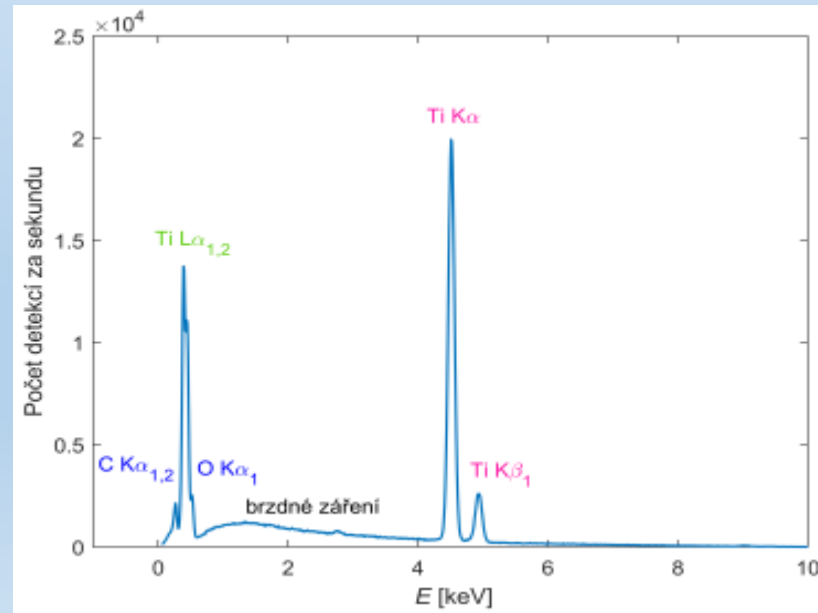
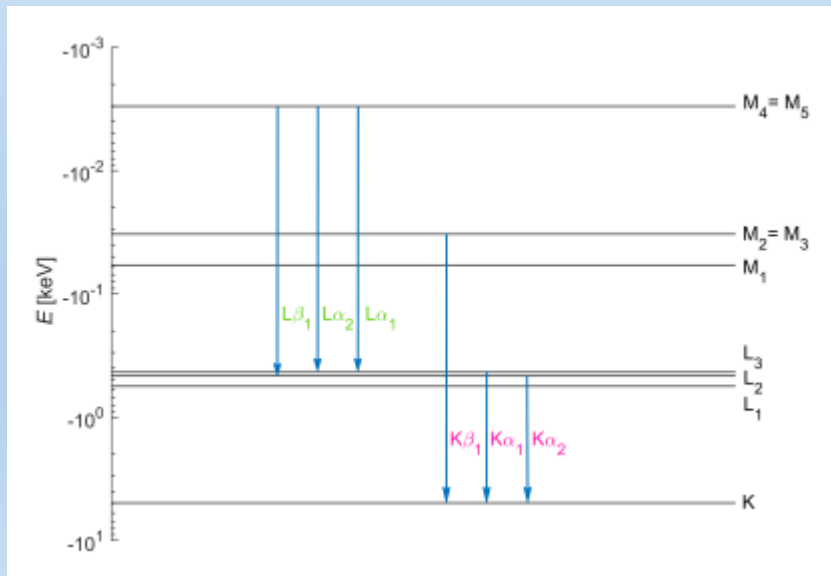
variace dusíku v diamantu

- doprovodný jev při interakci primárních elektronů s atomy vzorku
- Primární elektron je schopen vyrazit silně vázaný elektron ze slupky, vzniklá vakance je zaplněna elektronem z vyšší slupky a dojde k uvolnění RTG záření odpovídající rozdílu E hladin
- Tento E rozdíl je charakteristický pro každý prvek
- Detekcí charakteristického záření dokážeme identifikovat daný prvek => složení vzorku
- Vzniklé spektrum obsahuje energiové píky, odpovídající e- přechodům
- Zavedeno Siegbahnovo značení
 - rtg. čáry se označují dle slupky, ze které byl původně e- vyražen (K,L,M...)
 - Řecké písmeno (α , β , γ , atd.) označuje přechod přes slupky
 - Číslo značí intenzitu dané čáry v sestupném pořadí

(tzn. $K_{\alpha 1}$ je intenzivnější než $K_{\alpha 2}$)



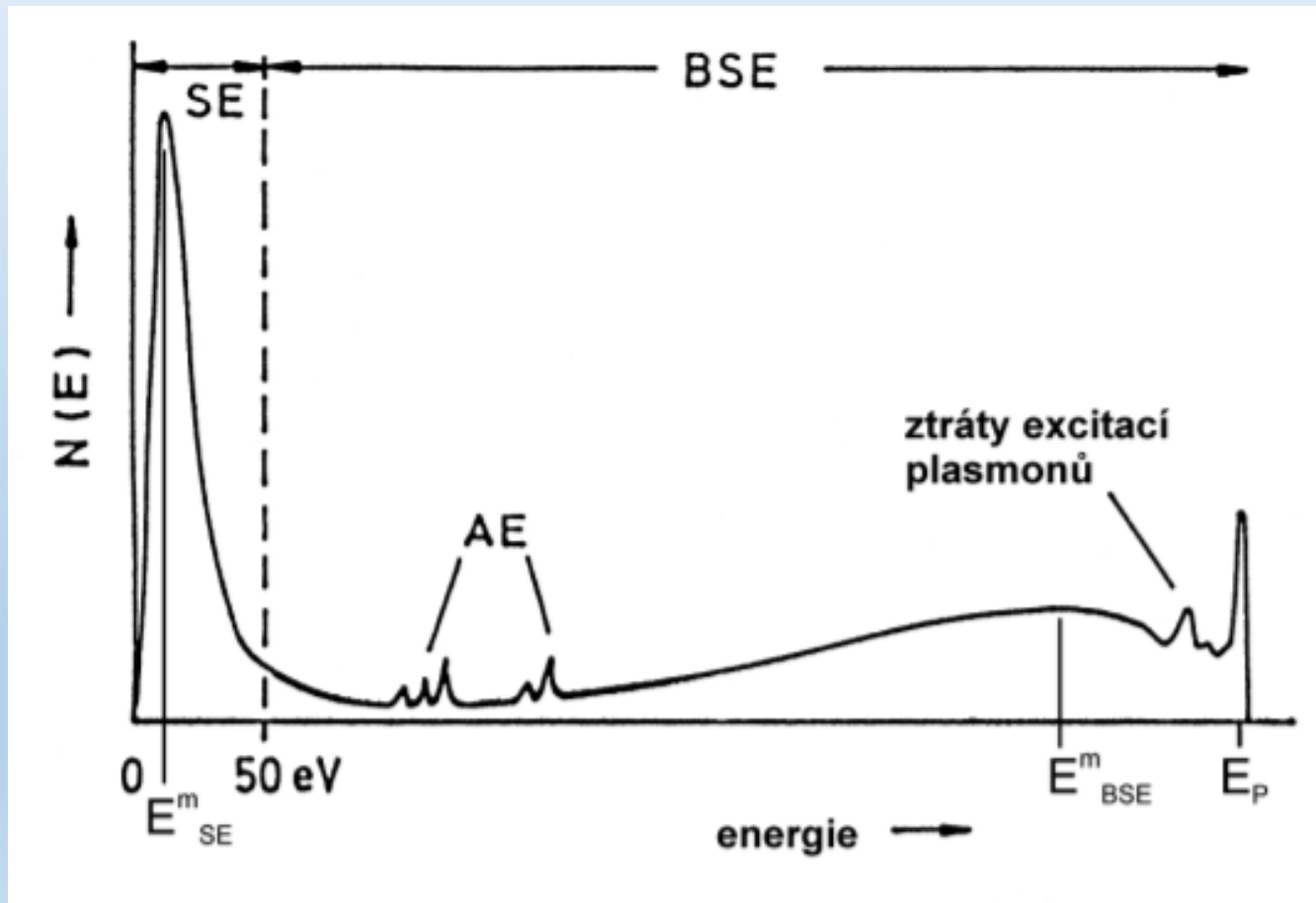
- vzniká při zpomalování primárních elektronů v elektrostatickém poli jádra atomu vzorku
- tím dochází k úbytku energie a vyzáření fotonu
- PE mohou ztratit jakoukoliv energii při coulombovských interakcích s jádrem atomu (pár eV až celkovou kinetickou E) =>brzdné záření vytváří spojité spektrum
- Zhoršuje kvalitu analýzy charakteristického RTG záření - nežádoucí v materiálových vědách
 - Může mít význam v biologických vědách –závisí na atomovém čísle



- a) E hladiny pro atom Ti v log. škále a názvosloví pro e-přechody vedoucí k emisi char. záření
- b) referenční rtg. spektrum pro Ti při urychlovacím napětí 10kV znázorňující rtg. čáry z K-série a L-série a brzdné záření

Energiové spektrum emitovaných e.

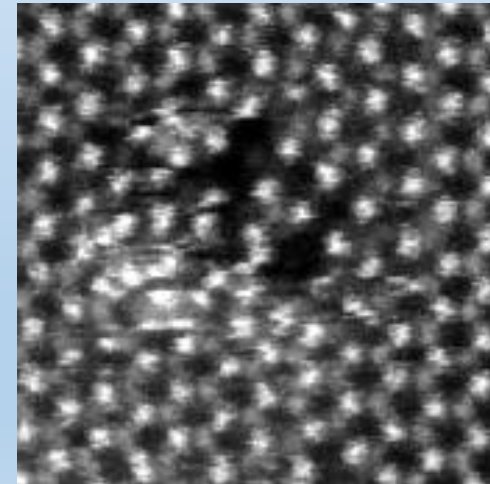
emise signálu buzeného PE



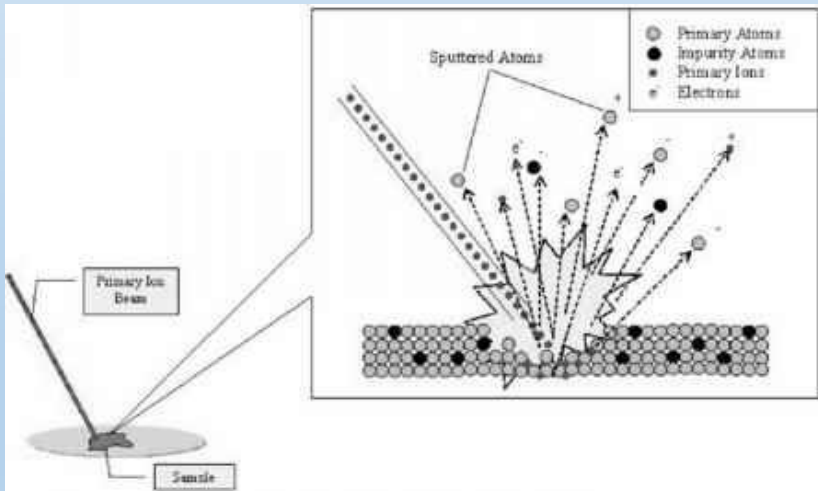
- **Vyražení nebo přesunutí atomu** je zapříčiněno elastickými srážkami primárních elektronů, které předají energii atomovému jádru.
- Velikost „displacement“ energie závisí na vlastnostech vzorku (druh vazeb, krystalografie, atomové hmotnosti–druh atomu).
- nastává u TEMu ($E_0 > 100$ keV), v SEM nenastává ($E_0 < 30$ keV)

Displacement energy E_d ; and the corresponding threshold value of incident energy E_0 , for some common materials (Hobbs, 1987)

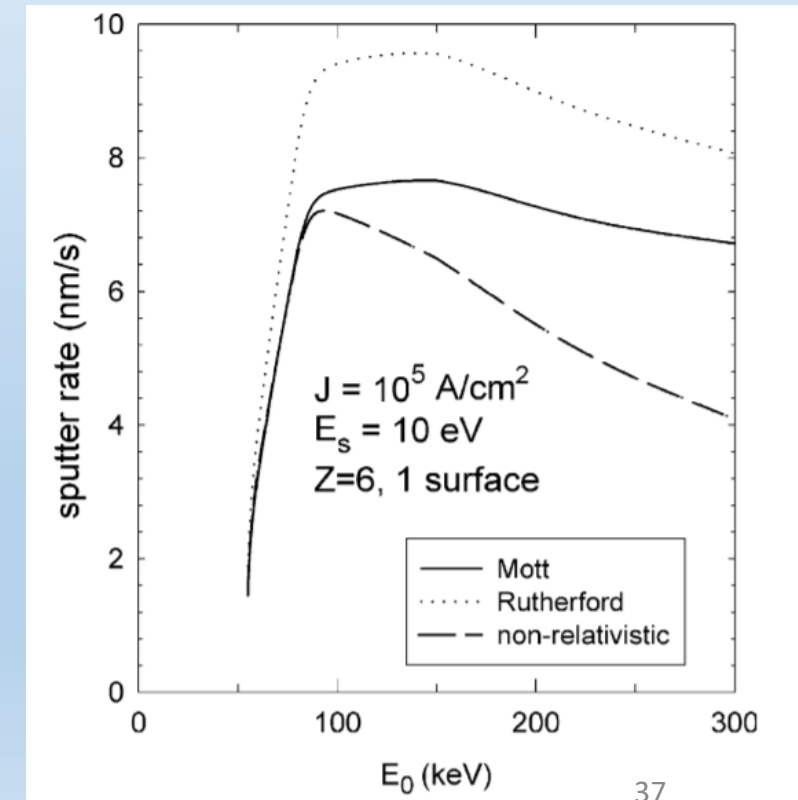
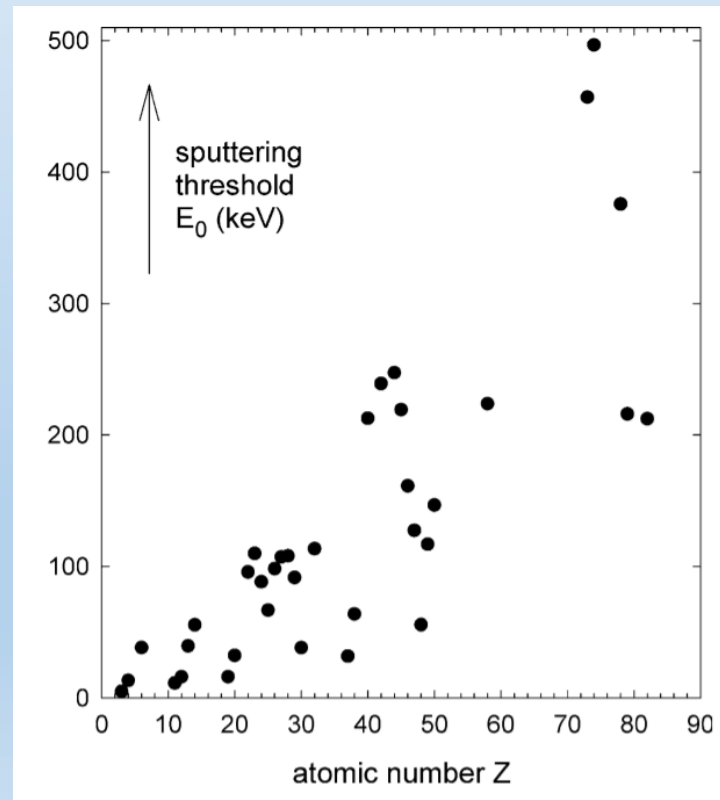
Material	E_d (eV)	E_0 (keV)
Graphite	30	140
Diamond	80	330
Aluminum	17	180
Copper	20	420
Gold	34	1320



- **Electron beam sputtering:** odstranění (odprášení) atomu z povrchu vzorku
- energie pro odprášení povrchových atomů je mnohem menší než v případě objemu látky-můžeme pozorovat i v SEM



Ion beam sputtering process

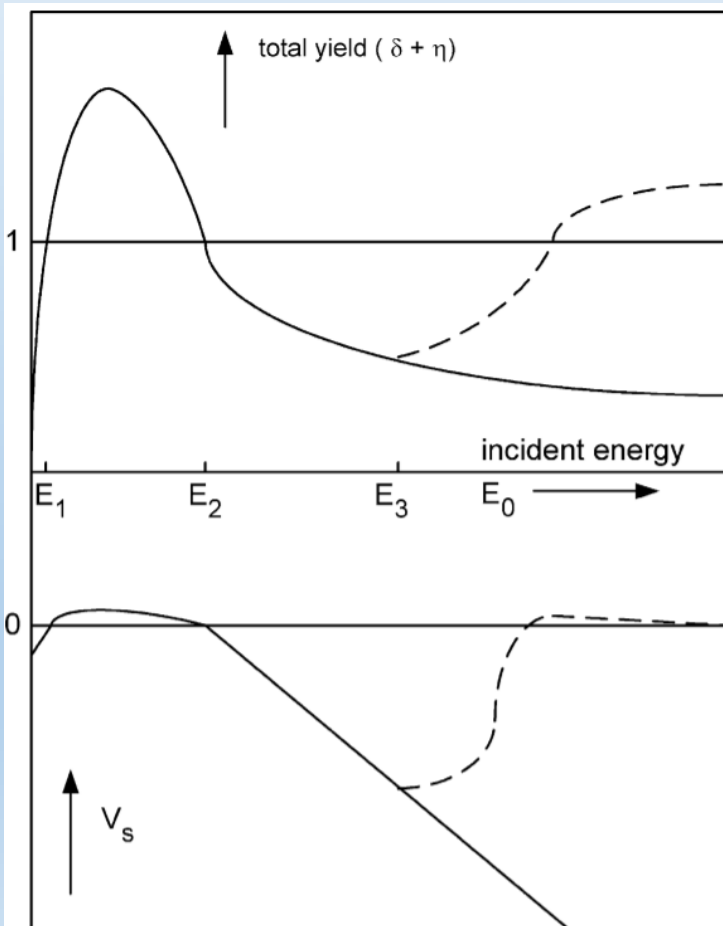


- **Zahřívání vzorku:** vzniká na základě nepružných srážek primárních e. s elektrony v látce (srovnatelná hmotnost interagujících částic)
- **TEM:** problém při velkých proudech nebo u organických materiálů (např. polymery). Závisí na tepelné vodivosti vzorku, primárním proudu, střední volné dráze e. ve vzorku atd.. **Zanedbatelné** v běžném módu
- **SEM:** v běžném módu zanedbatelné (např. kovy: pro $U=20\text{keV}$, $I=1\text{nA}$, $dT=0,1\text{K}$, při pomalém skenování ještě méně. Pro polymery jen pár stupňů.)
- ve **STEM** módu (tenké vzorky) a pomalé elektrony (E pod 2keV) u polymerů naměřeno stovky stupňů

$$\Delta T_{obj.} = \frac{3dUI}{2\pi cR}$$

d je podíl absorbovaného proudu svazku, U a I urychlovací napětí a proud svazku, c tepelná vodivost

- **Nabíjení vzorku:**
- nevodivé vzorky, zahrnuje pružné i nepružné (koeficient BSE a výtěžek SE)



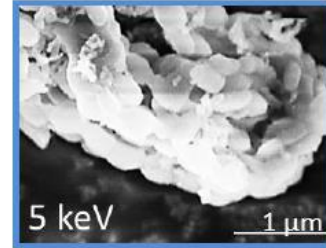
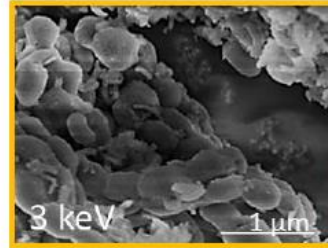
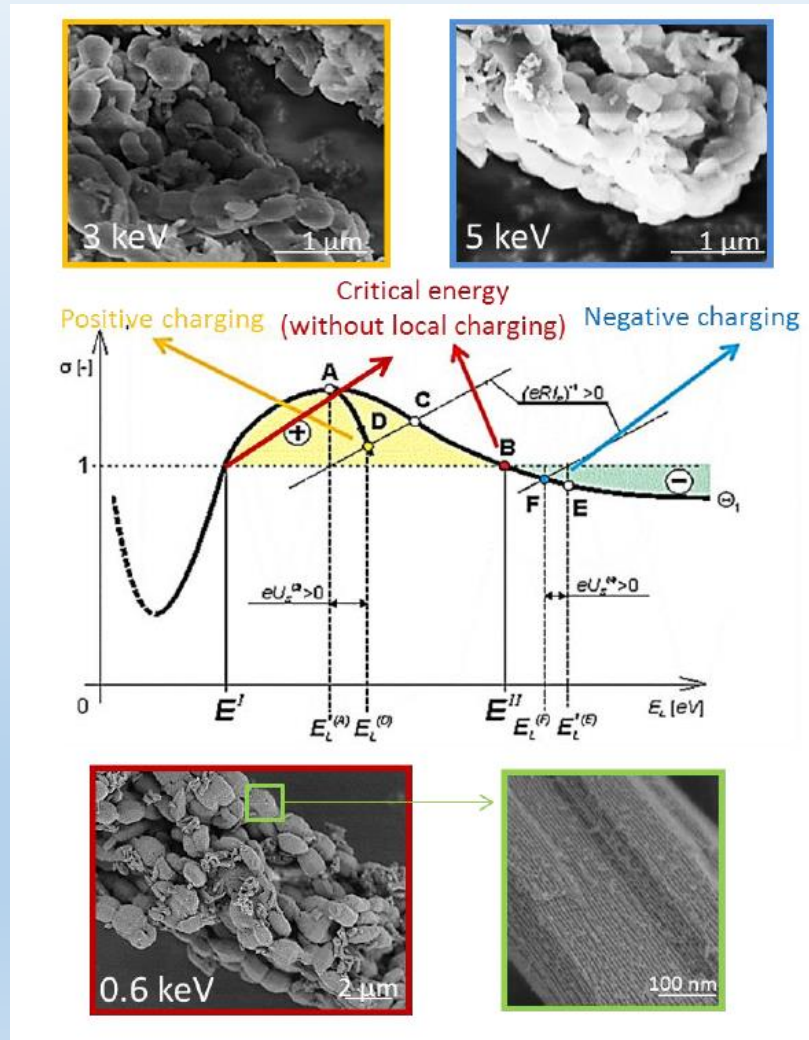
Jednoduchý model nabíjení tenké desky na povrchu vzorku, časová konstanta nabíjení ovlivňujícího obraz.

$$\tau_C \cong 2,5 \frac{\varepsilon a E_C^2}{eI(1 - \eta)}$$

ε – permitivita vzorku, d – průměr zorného pole, I_p – průměr zorného pole, η – výtěžek BSE

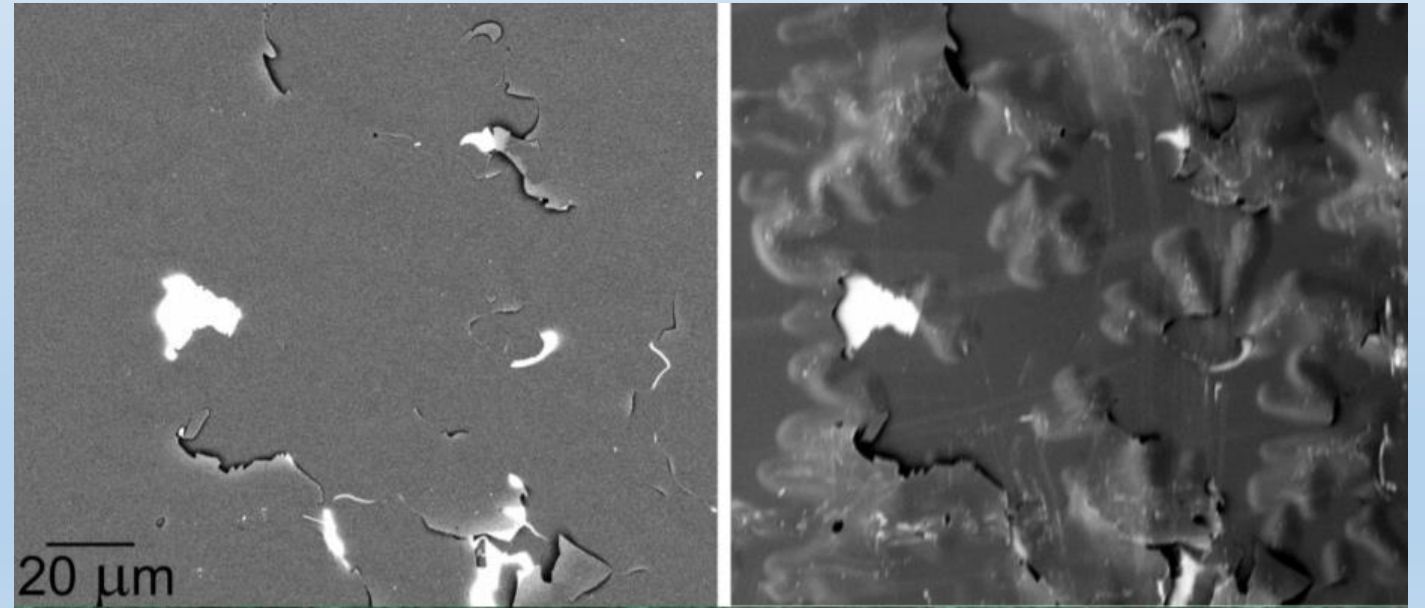
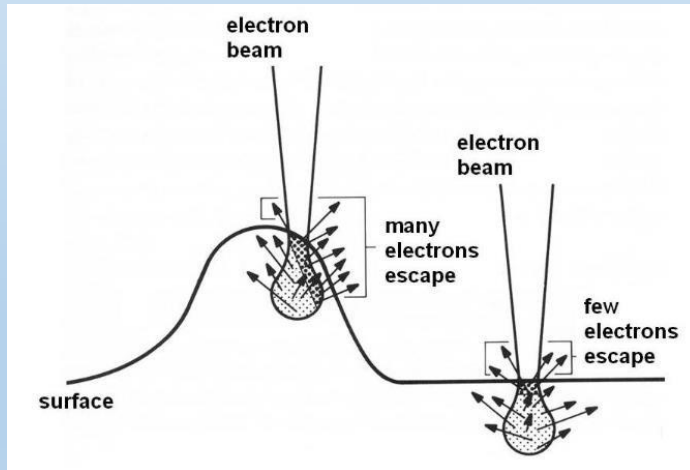
standardní řešení: pokrytí zkoumaného vzorku tenkou vodivou vrstvou (Au, Cu...) napařením či naprášením
pokročilé řešení: nalezení tzv. kritické energie

Nabíjení vzorku:
využití oblasti
kritické energie bez
efektu lokálního
nabíjení



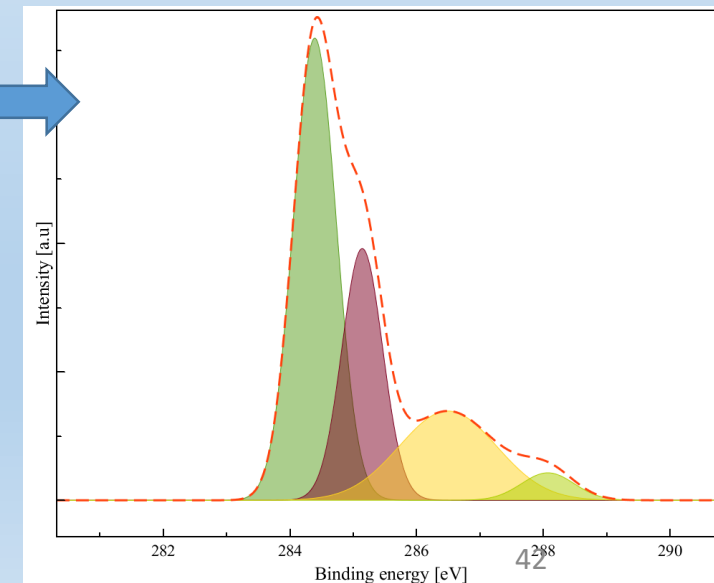
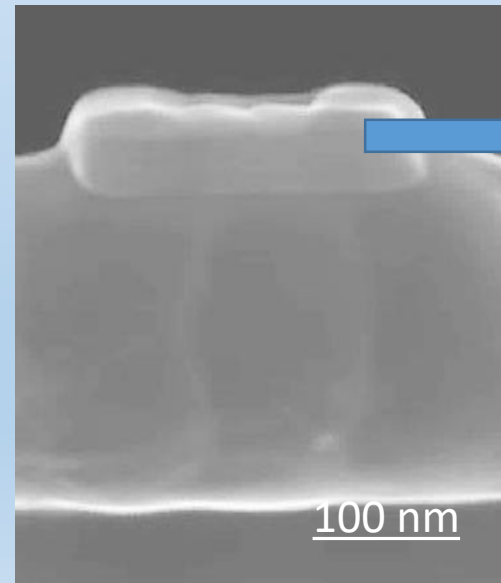
Nabíjení vzorku (edge effect)

- způsobeno vyšší emisí e. z hran vzorků a píků (závisí na topografii vzorku)
- nadměrné generování sekundárních e.
- **řešení:** zobrazení pomocí BSE, elektronová filtrace



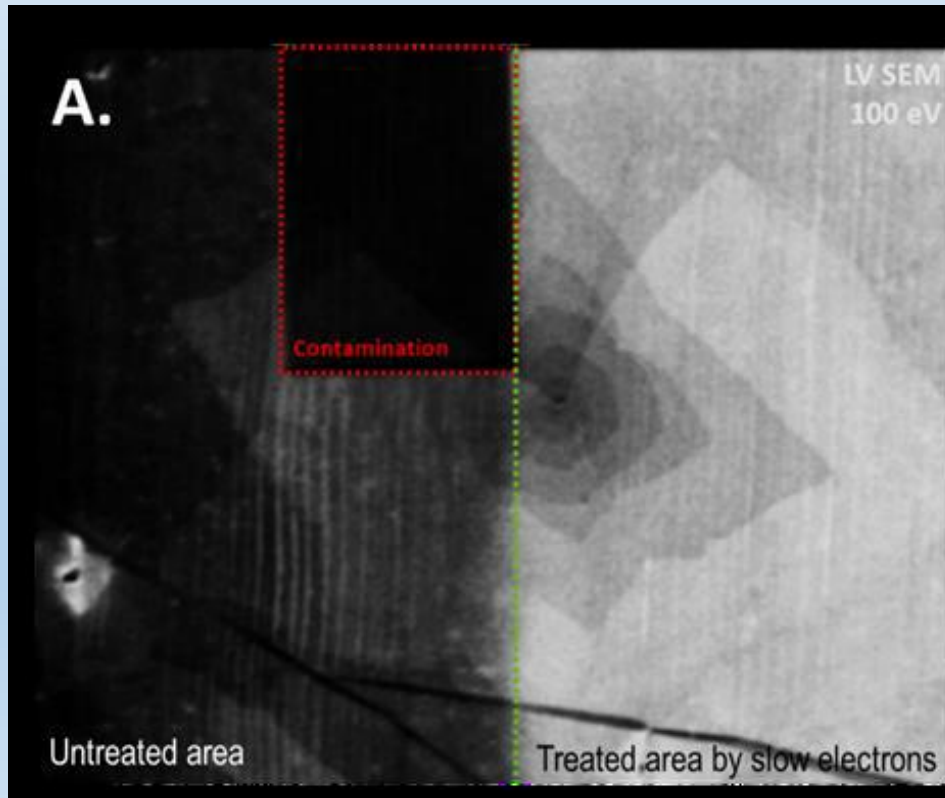
Kontaminace

- velmi rozšířený problém v elektronové mikroskopii
- Přítomné uhlovodíky jsou na povrchu nejdříve e. svazkem rozkládány (ionizace, disociace) a poté spojovány do amorfnní vrstvy na bázi uhlíku (de-ionizace, rekombinace, depozice)
- **Zdroj uhlovodíků:** vakuum (dříve užívané olejové pumpy) + vzorek (skladování, příprava)
- **Dynamický proces:** depozice a desorpce uhlovodíků probíhá současně, do místa ozařování difundují uhlovodíky z okolí

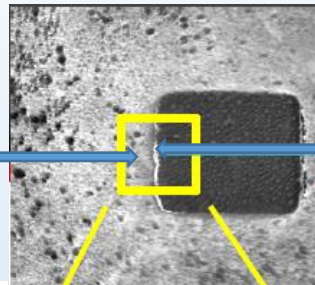


Kontaminace

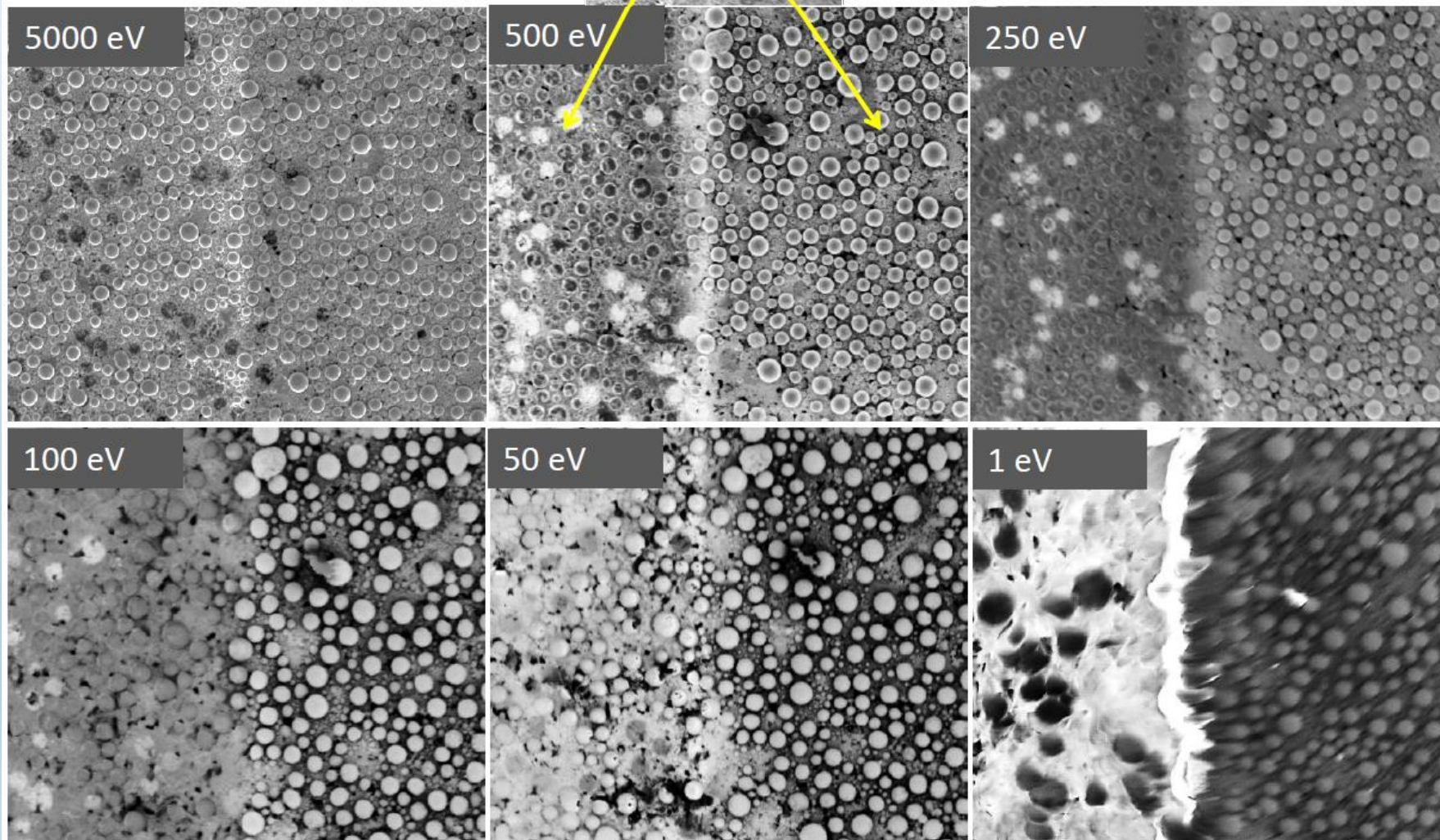
- 1) Vysoké rozlišení
- 2) Low voltage EM
- 3) Spektroskopie – mapování (dlouhé ozařování vybrané oblasti)



Nekontaminovaná
oblast



Vyčištěná oblast



Čištění vzorku (dekontaminace)



1) vyhřívání vzorku (in-situ, mimo vakuum)

- min. 200°C (aktivační E potřebná k uvolnění uhlovodíků)
- mimo vakuum není příliš účinné
- nevhodné pro vzorky s nízkou teplotní stabilitou

2) plasma (kyslíkové radikály, N₂, N₂ + Ar, atd.)

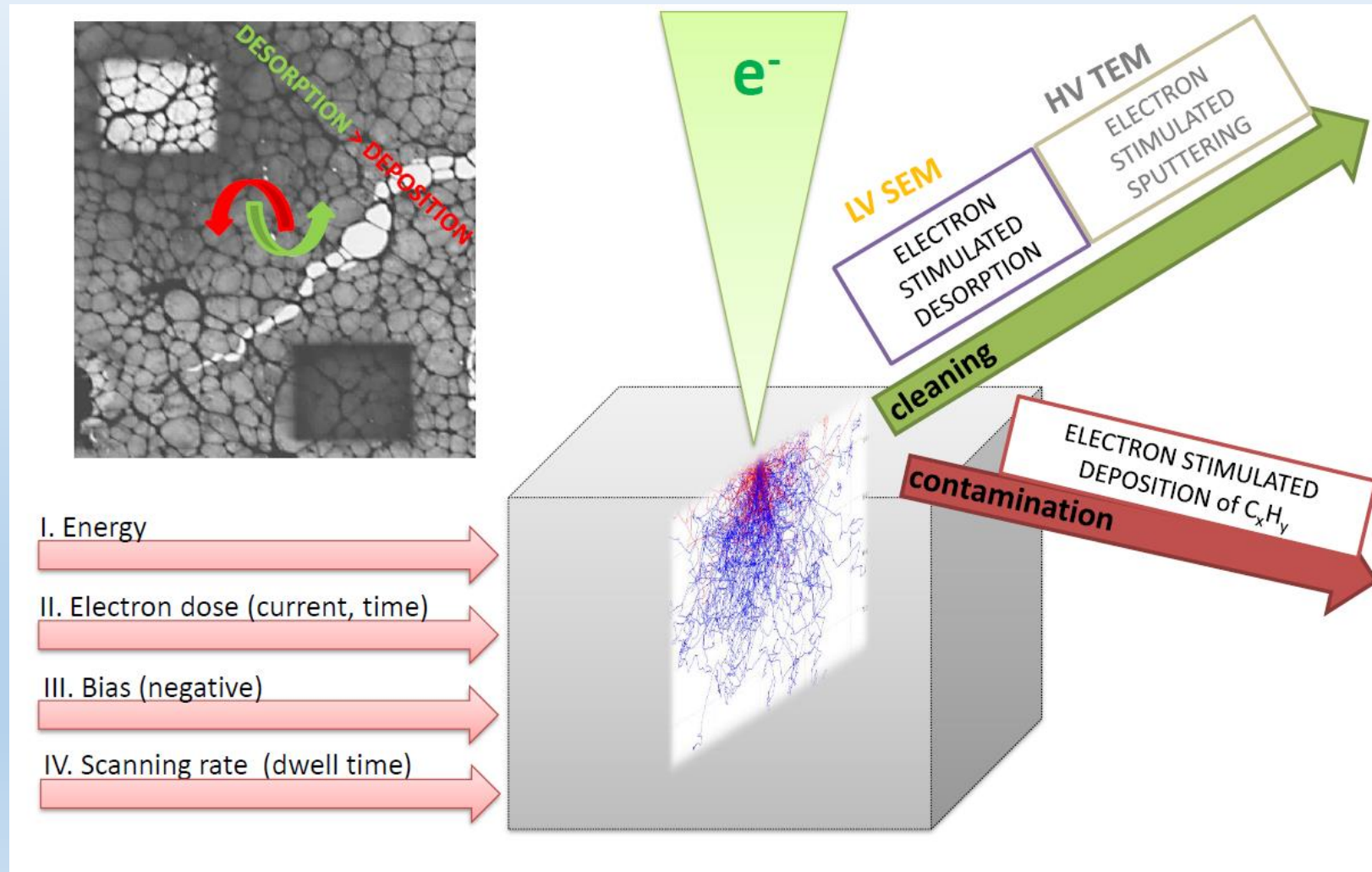
- čištění i komory mikroskopu
- velice účinná
- nevhodná pro vzorky na bázi uhlíku
- může poškodit detektory v komoře mikroskopu

3) **Cold trap**: chlazená obálka kolem vzorku, kdy se uhlovodíky přednostně vysráží na chladnějším místě

4) **Ozáření vzorku kolem pozorovaného místa** (zabránění difúze uhlovodíku)

5) **Elektronová desorpce**

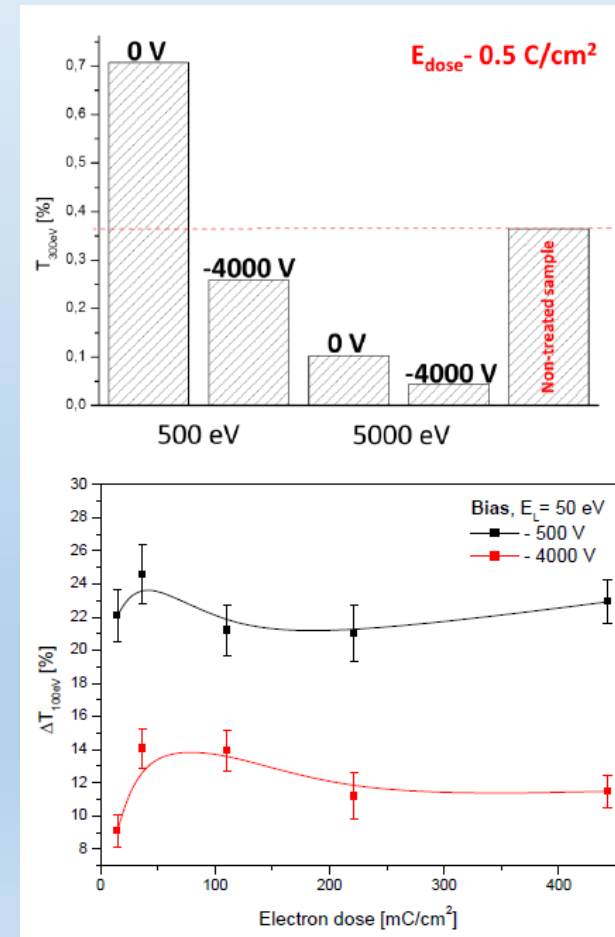
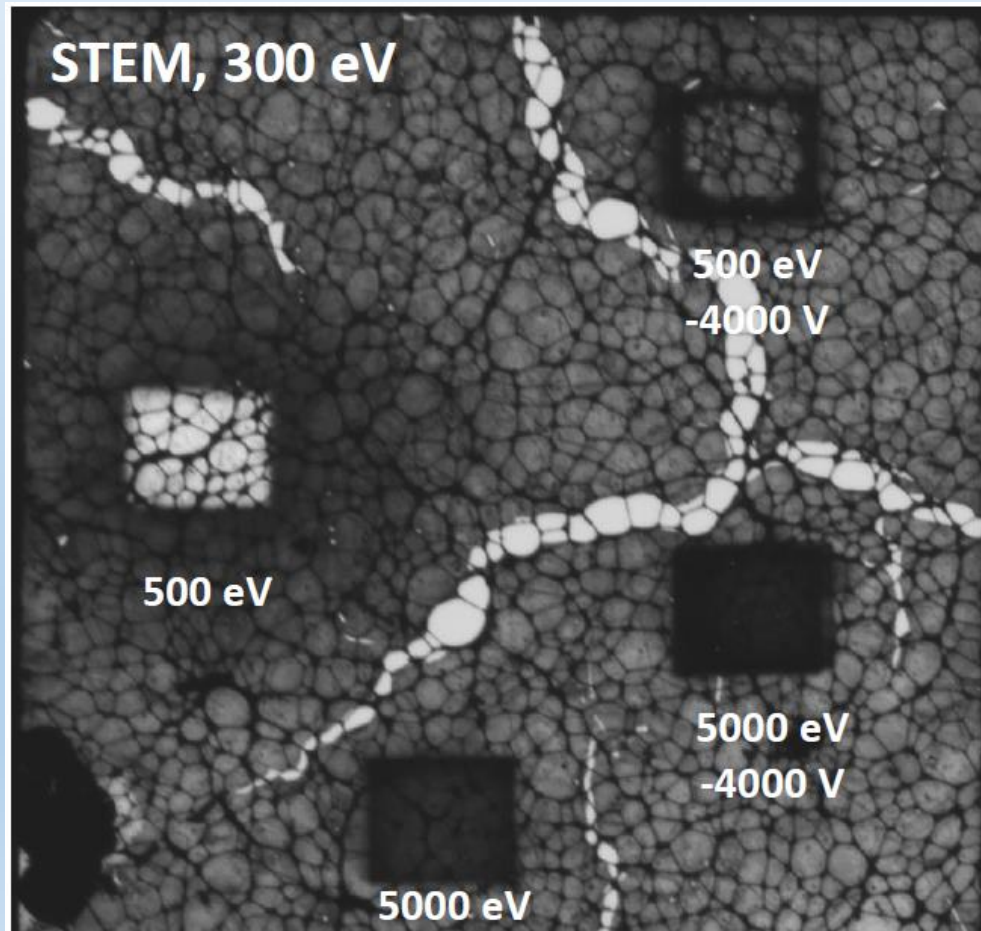
5) Elektronová desorpce



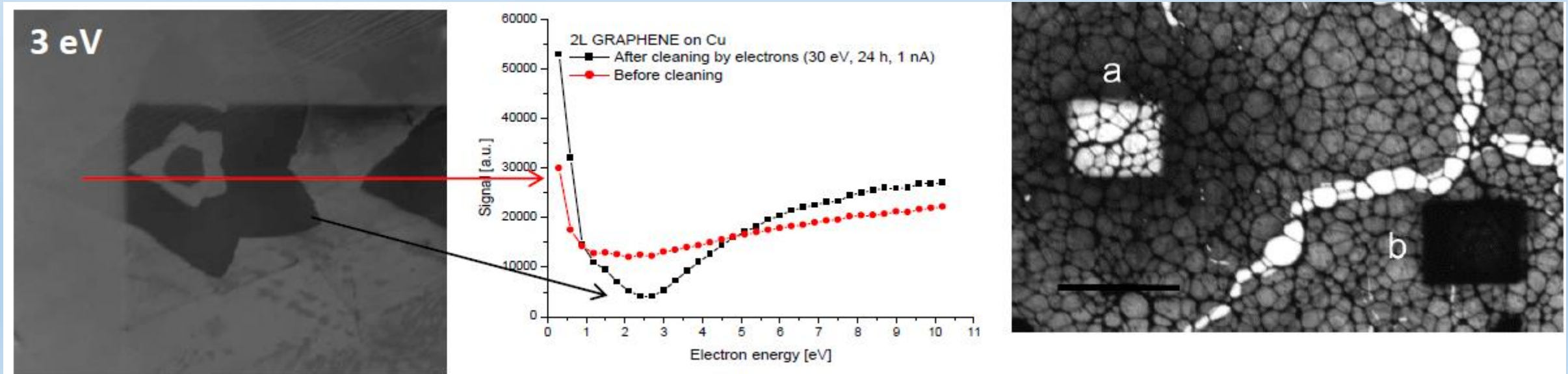
Záporné předpětí na vzorku

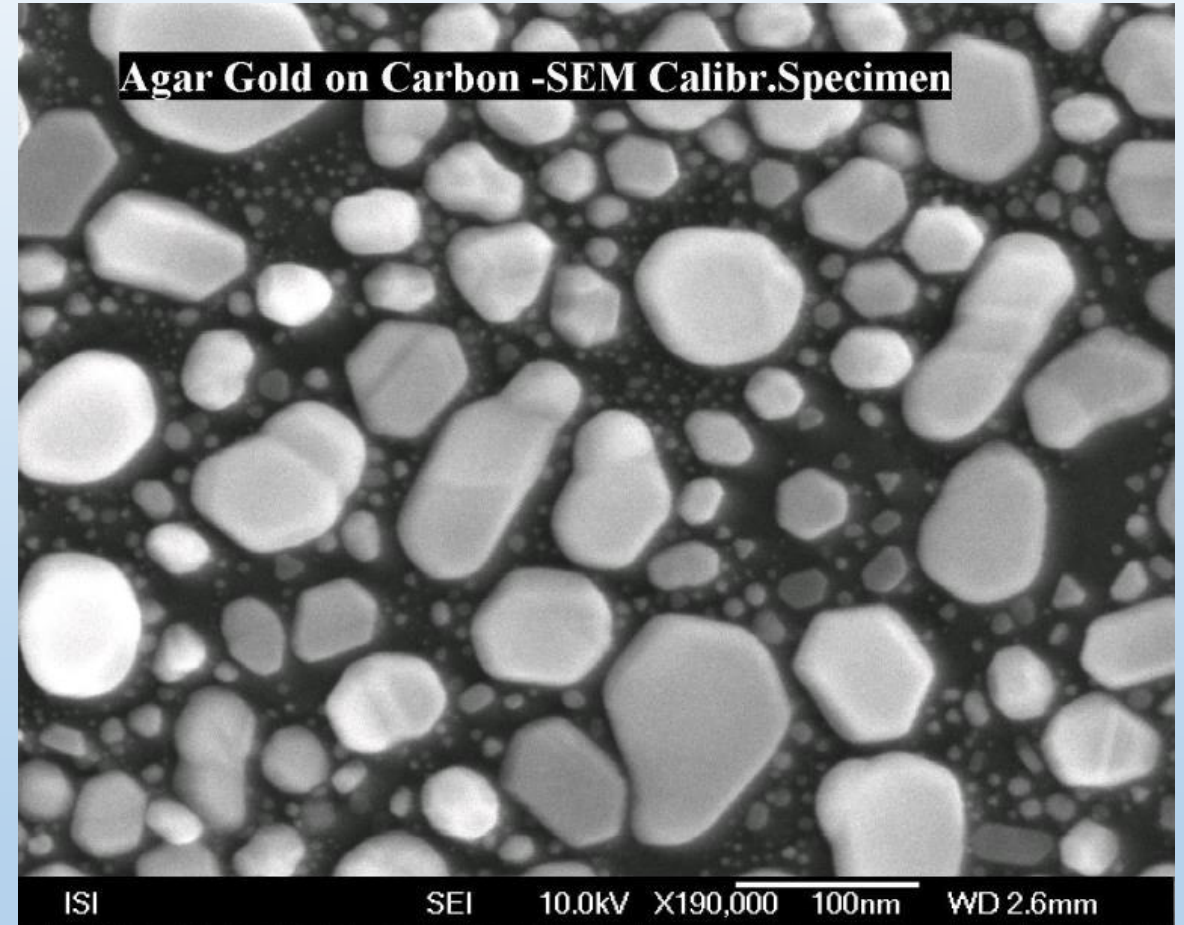
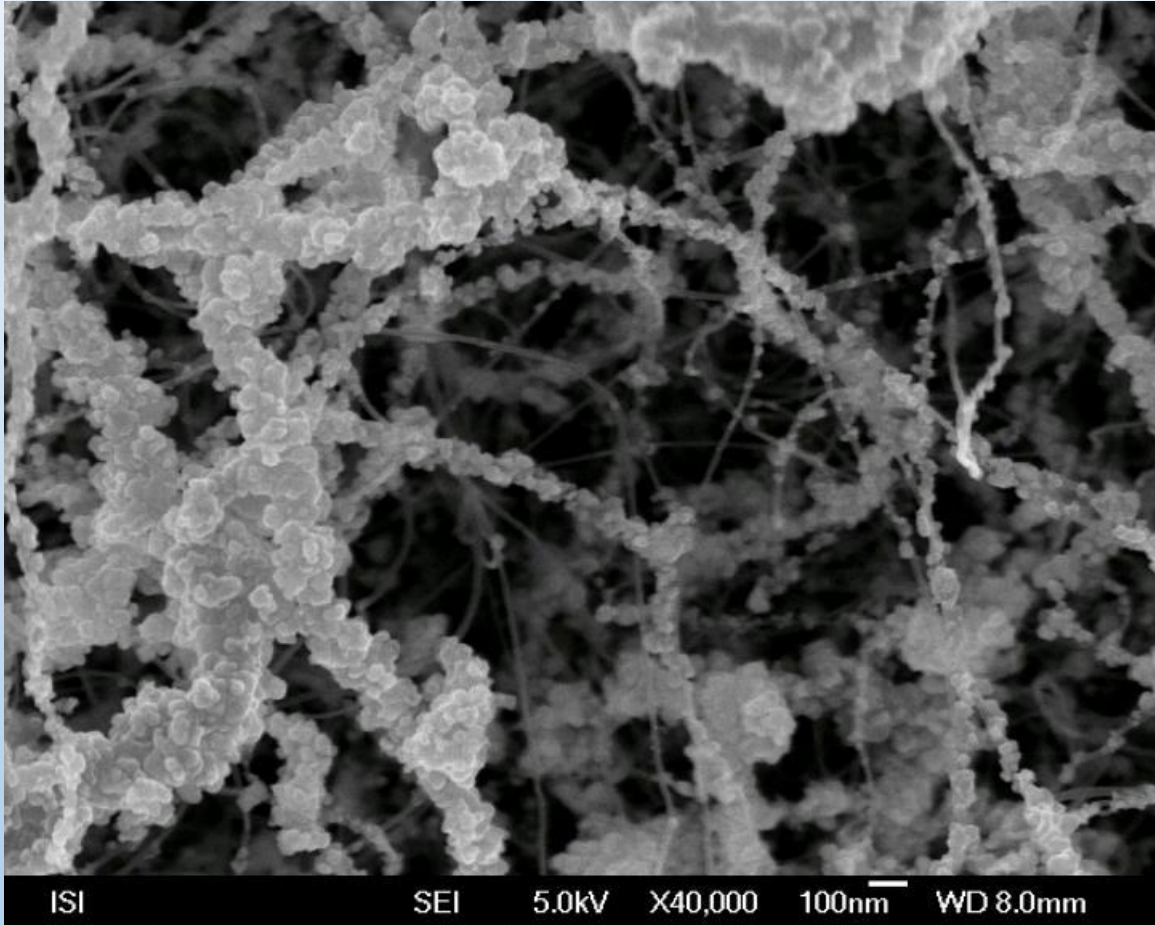


- Záporné předpětí se užívá ke zpomalení primárních e. (od 350eV)
- Kladné ionty vzniklé více-elektronovým procesem jsou přitahovány ke vzorku

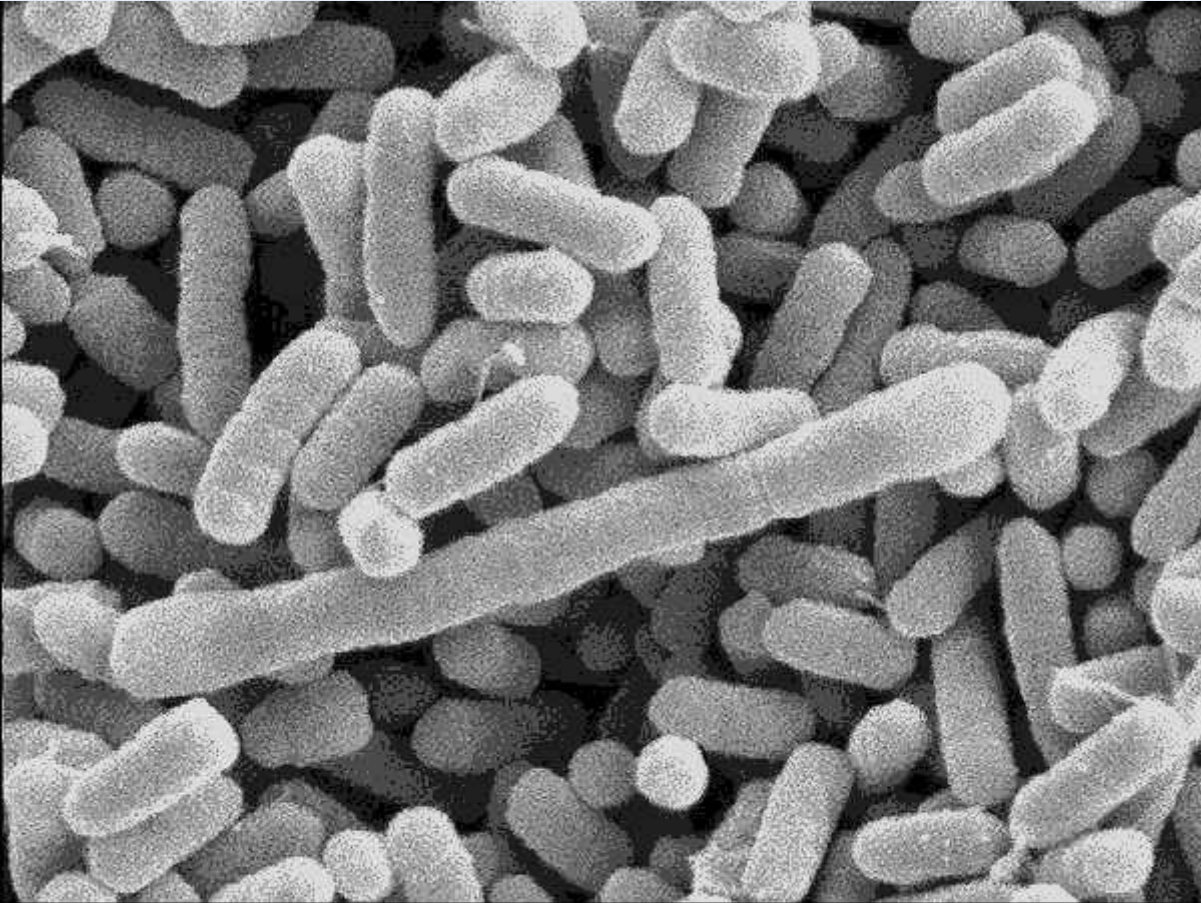


- **Energie**
max. účinnost okolo 700 eV (citlivé vzorky pod 100 eV)
- **Předpětí**
záporné předpětí negativně ovlivňuje čištění elektronovým svazkem
- **Proud**
doporučen alespoň 200 pA

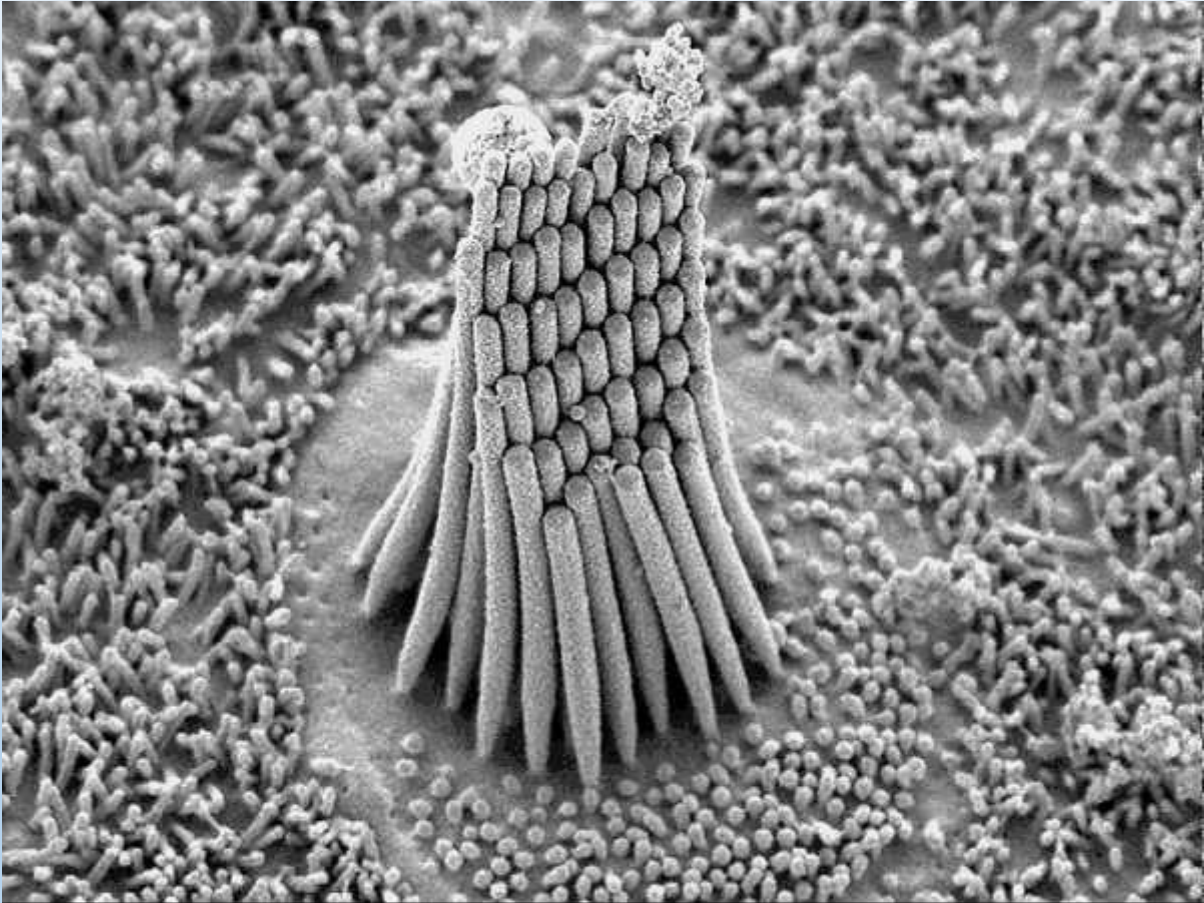




Nanostruktury na bázi uhlíku s částicemi Fe na Si matrici



Salmonella Bacteria --- 5KV --- 20,000X --- SEI-Mode



Mouse Inner Ear--- 2KV--- 12,000X--- SEI Mode



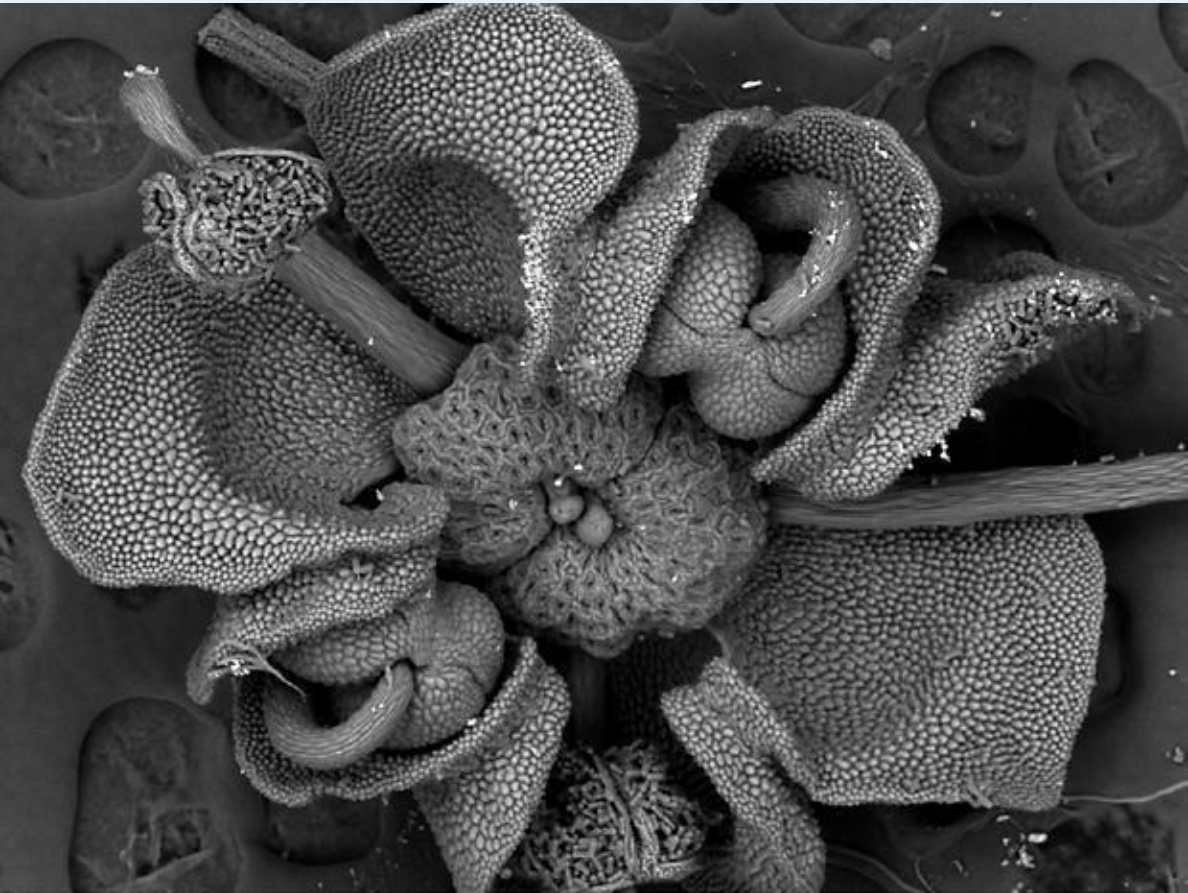
SEM MAG: 99 x DET: LVSTD
HV: 15.0 kV DATE: 07/12/02 500 µm Vega ©Tescan
VAC: LowVac, 150 Pa Digital Microscopy Imaging

Roztoč



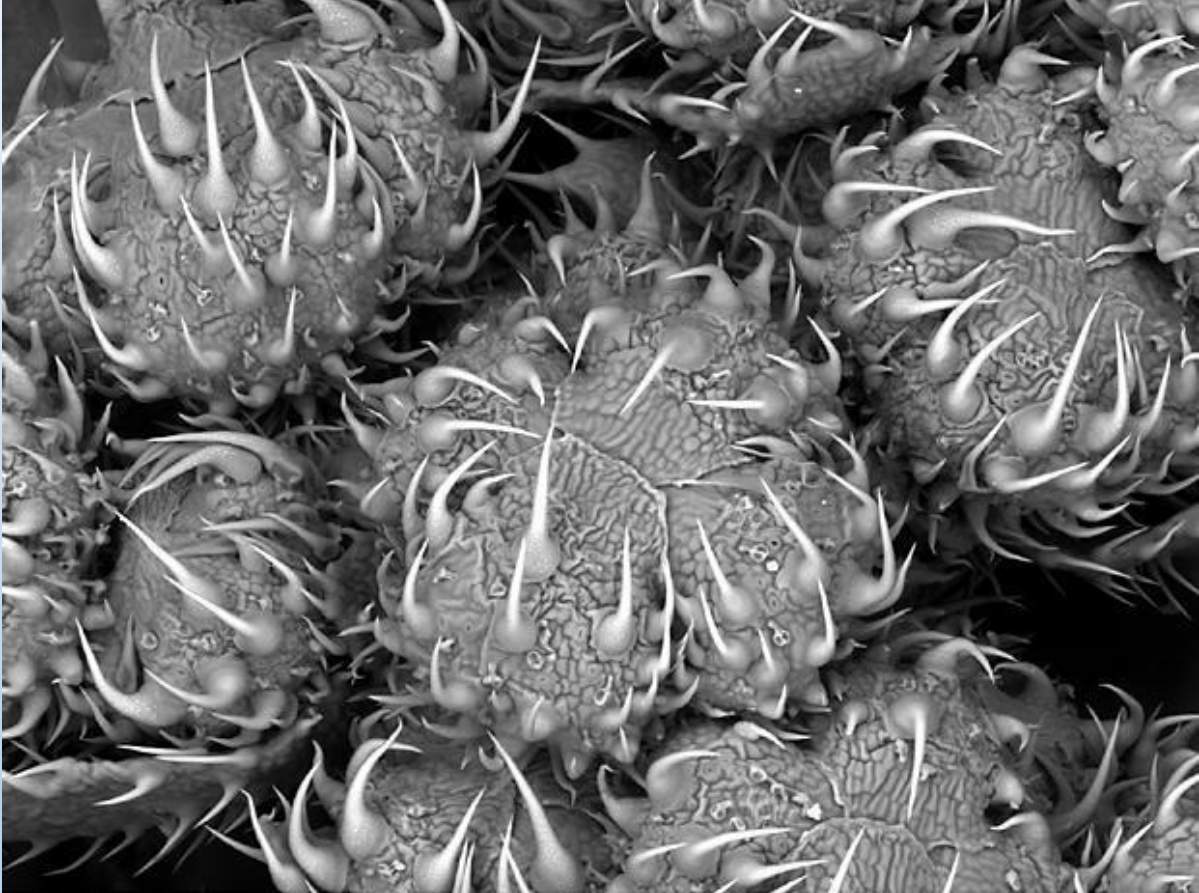
SEM MAG: 356 x DET: BSE Detector
HV: 30.0 kV DATE: 06/25/02 500 µm Vega ©Tescan
VAC: LowVac, 16 Pa Digital Microscopy Imaging

Mšice



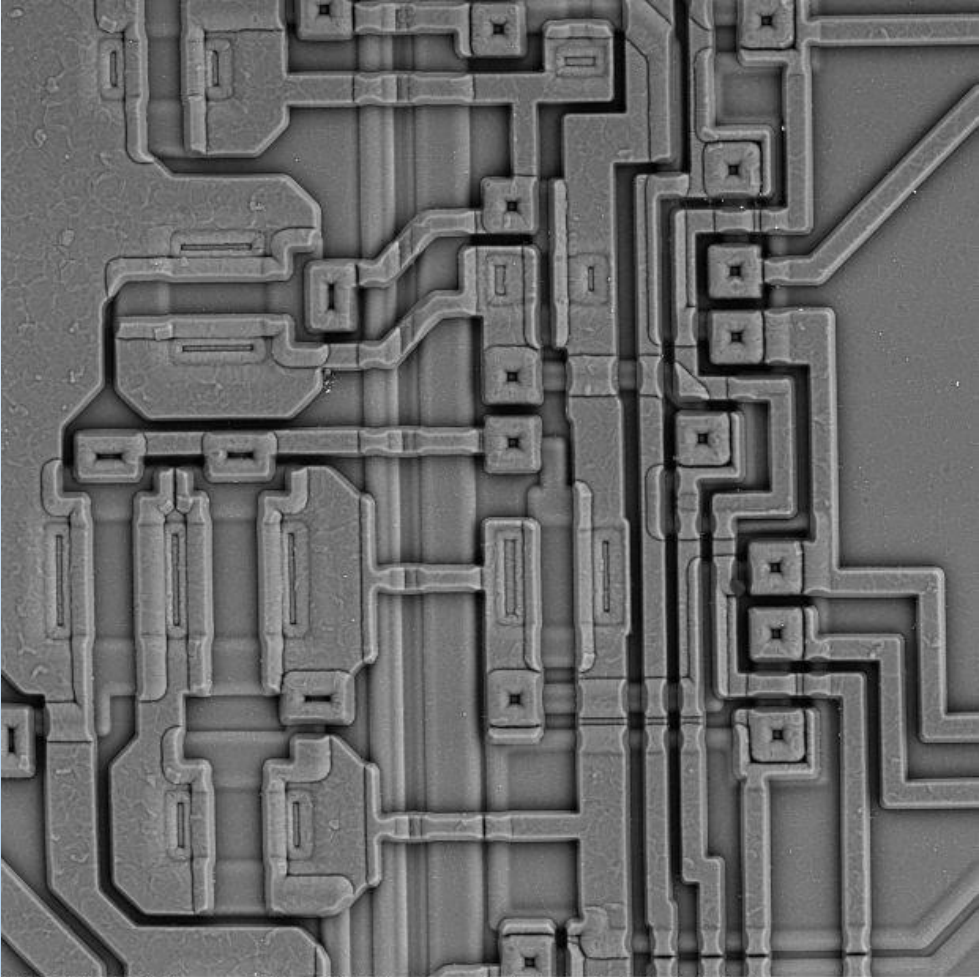
SEM MAG: 237 x DET: BSE Detector 1 mm Vega ©Tescan
HV: 30.0 kV DATE: 07/24/02 Digital Microscopy Imaging
VAC: LowVac, 14 Pa

Střed květiny



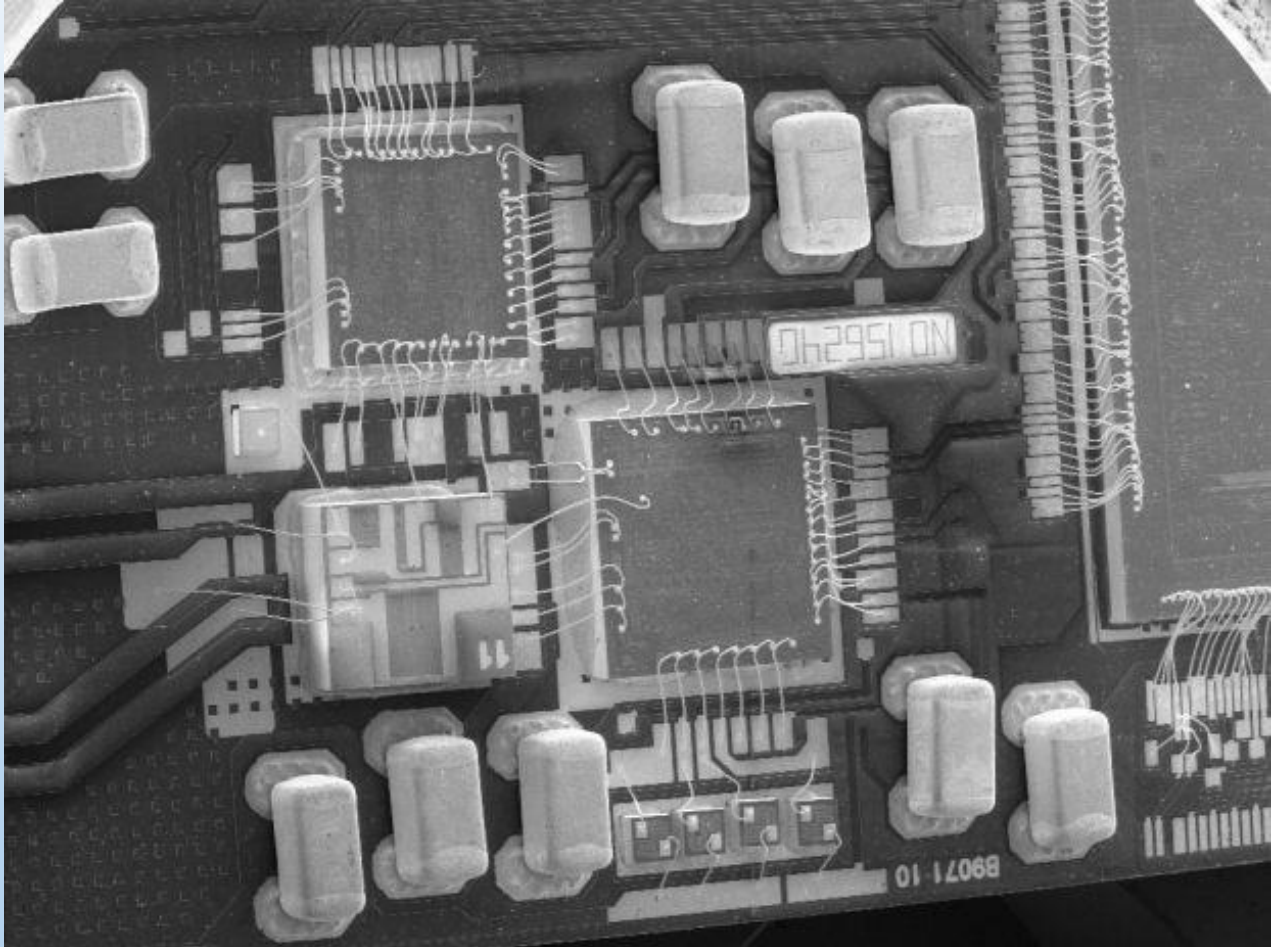
SEM MAG: 313 x DET: BSE Detector 500 µm Vega ©Tescan
HV: 30.0 kV DATE: 07/25/02 Digital Microscopy Imaging
VAC: LowVac, 15 Pa

List kopřivy



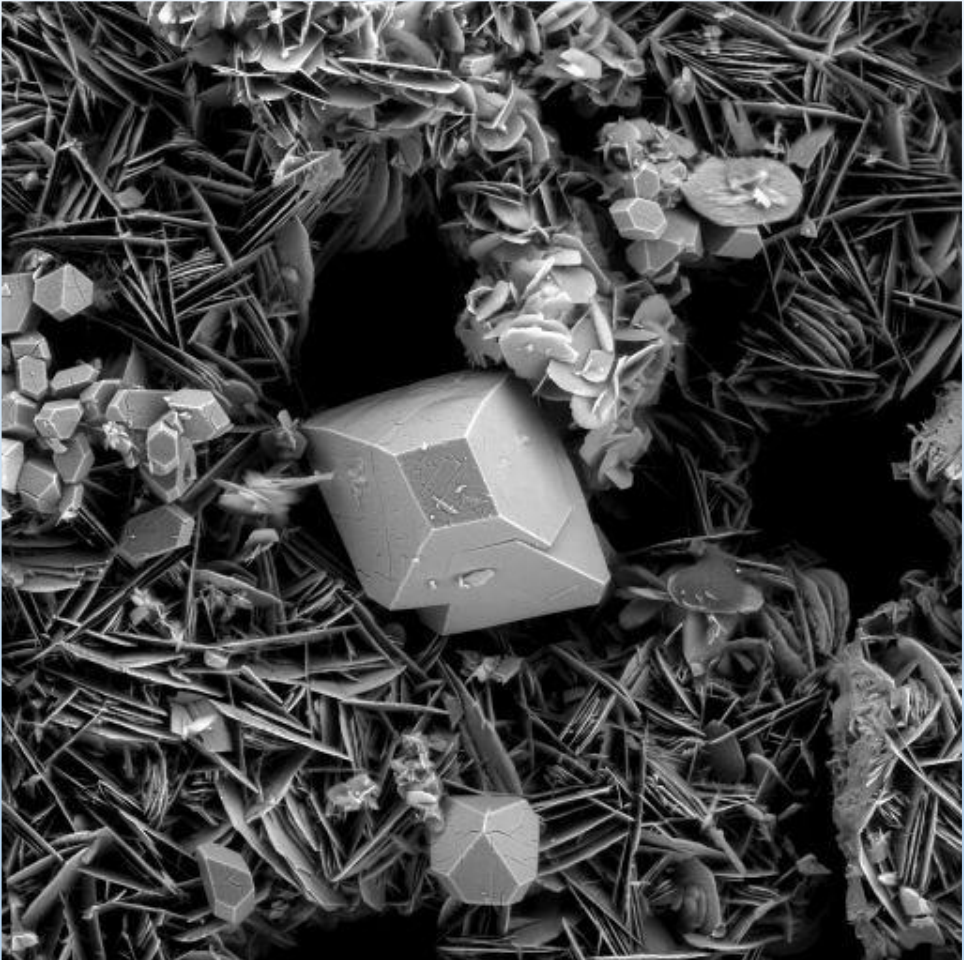
SEM MAG: 3.42 kx DET: BSE Detector
HV: 10.0 kV DATE: 12/15/03 50 µm
VAC: HiVac Device: TS5136XM Vega ©Tescan
Digital Microscopy Imaging

Integrovaný obvod



SEM MAG: 22 x DET: SE
HV: 10.0 kV DATE: 07/22/03 5 mm
VAC: HiVac Device: TS5136MM Vega ©Tescan
Digital Microscopy Imaging

Hybridní elektronický obvod



SEM MAG: 270 x DET: BSE Detector 500 µm
HV: 30.0 kV DATE: 05/26/03 Vega ©Tescan
VAC: LowVac, 20 Pa Device: TS5136MM Digital Microscopy Imaging

Vinný kámen



Chemical vapor deposited copper oxide---5kV---100X
courtesy of Jim Stets, Air Products Co.

Deponovaný CuO