

Stages and Manipulation

Manipulace se vzorkem

František Vaške



FEITM

Úvod

Obecná pravidla a požadavky

Cílem mé přednášky je seznámit vás s problematikou manipulace se vzorkem v elektronovém mikroskopu.

Tak jak mikroskopy rozlišujeme z pohledu funkce na rastrovací-SEM a prozařovací -TEM, tak můžeme říct, že pro každý druh mikroskopu platí i specifická pravidla pro zařízení umožňující pohyb preparátu, nebo obecně manipulaci se vzorkem. Tato zařízení nazýváme obvykle stolkem preparátu, anglicky jednoduše stage.

Z principu a použití jednotlivých mikroskopů vyplývají také různé požadavky na rozsahy pohybů používané pro jednotlivé druhy stolků.

U SEM stolků, kdy je potřeba zkoumat ve většině případů rozměrné vzorky typu waferů pro polovodičový průmysl je požadavek na rozsah pohybů řádově v desítkách až stovkách milimetrů.

U TEM stolků, které slouží převážně pro detailní zkoumání specifického vzorku při velmi vysokém rozlišení, pak jde o pohyby řádově v jednotkách milimetrů.

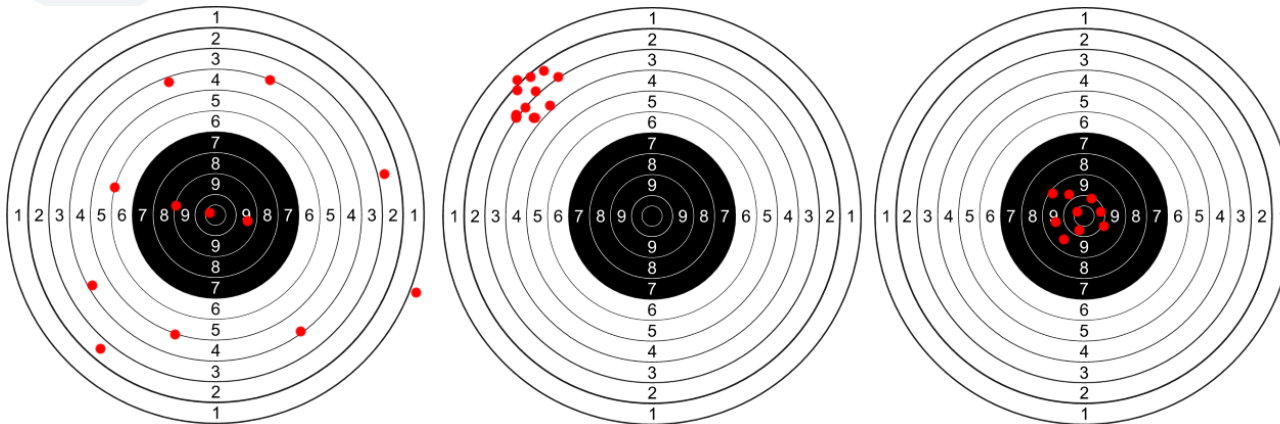
Přehled témat

1. všeobecné požadavky na pohyb vzorku
 - Repeatabilita pohybu, stabilita-tepelné a jiné vlivy na drift obrazu, vibrace
 - Eucentrický bod a jeho stabilita, compucentrický systém
2. Stolky v TEM
 - Specifika konstrukce (pohony, materiálové požadavky)
 - Rozsah pohybu
 - Upevňování preparátu
3. Stolky v SEM
 - Konstrukční řešení,(pohony, materiálové požadavky)
 - Rozsahy pohybů
4. Odebírání vzorku z preparátu - Manipulátory
 - Manipulace se vzorkem (způsoby upevňování, příprava, ...), technická řešení
 - Manipulátor
5. Upevnění vzorků na stolek
 - Speciální držáky – Stage Adaptors
 - Flip-Stage, Multiloader, Loadlock
 - Zařízení umožňující ohřev, chlazení a testování vzorku

Všeobecné požadavky

Opakovatelnost vs přesnost

Opakovatelnost je důležitější - kalibrovatelná, mapovatelná



Stabilita obrazu

- Drift obrazu - vlivem deformací optické soustavy versus chyby mechanické
- Vliv teploty na stabilitu obrazu a polohování
- Mechanické vibrace a jejich omezení
- Nemagnetičnost
- Zamezení nabíjení vzorku

Všeobecné požadavky

Zamezení přenosu vibrací

– Zdroje vibrací

- **Rušení vnější** – kročejové frekvence, akustické rušení, vibrace z podlahy, proudění vzduchu
- **Rušení z přídatných zařízení** – vakuový systém, přídatné mechanismy

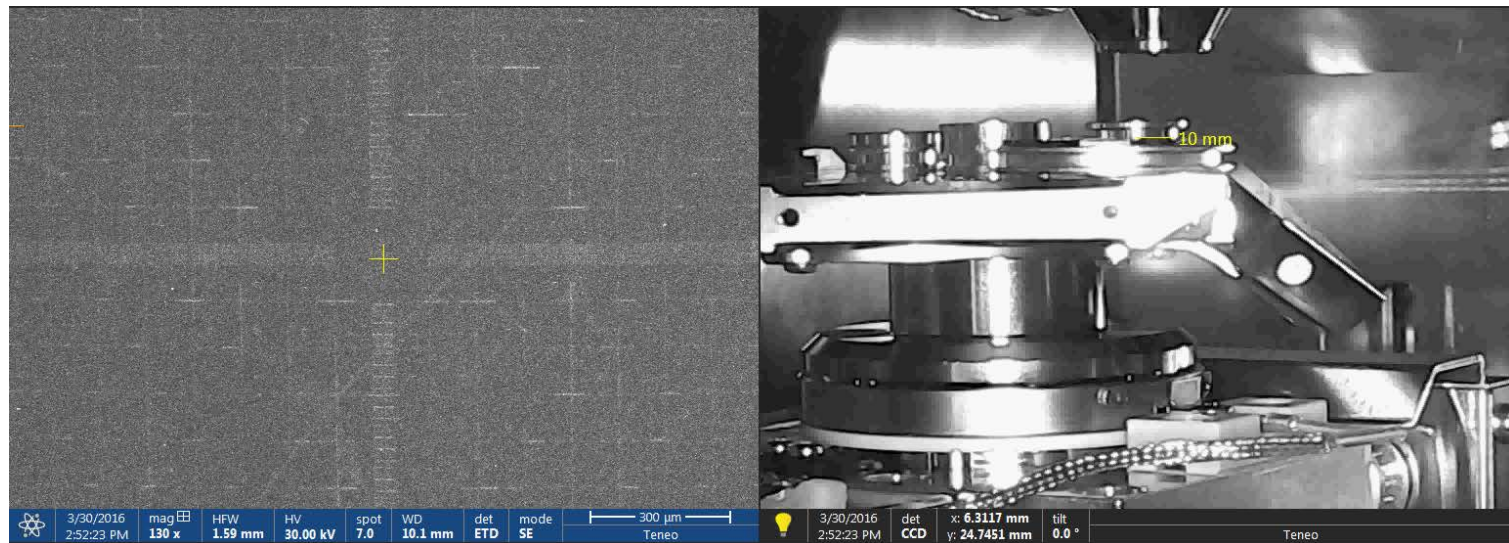
– Zamezení přenosu vibrací na preparát

- Systém odpružení – několik stupňů tlumících prvků zamezuje přenos vibrací z podlahy i generovaných na podstavném rámu přístroje
- Vlastní „naladění“ komory preparátu na frekvence vyšší než 100 Hz
- Robustní konstrukce a přesné uložení
- Blokátor – zařízení umožňující na určitou dobu spojit pevně těleso stolku s vlastní komorou

Všeobecné požadavky

Eucentrický bod

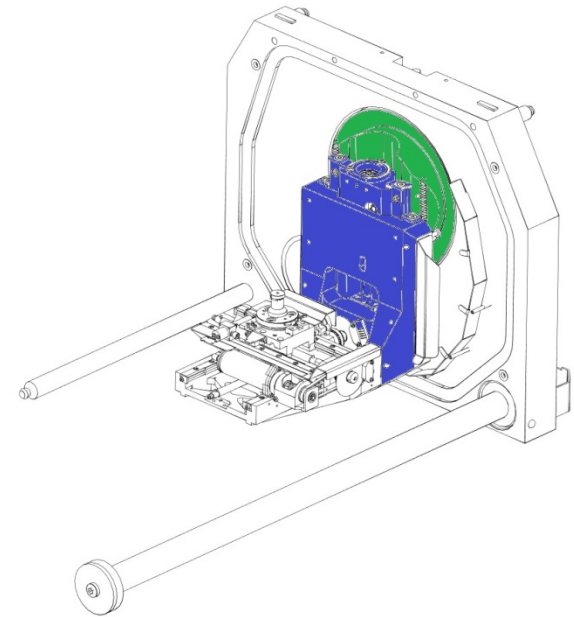
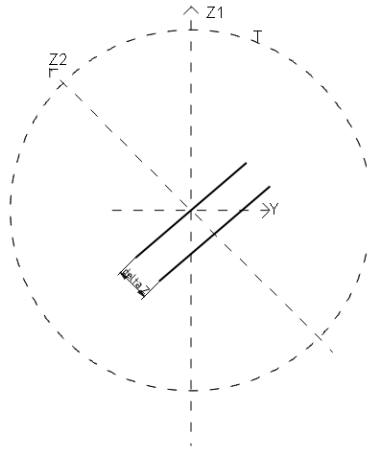
- Průsečík SEM a FIB svazku s osu náklonu stolku
- Eucentrická vzdálenost je pracovní vzdálenost, kdy eucentrická osa prochází právě rovinou preparátu, u SEM se zpravidla nastavuje pro Z



Všeobecné požadavky

Eucentrický

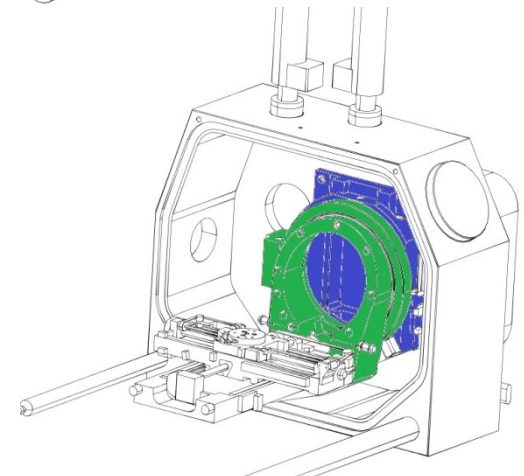
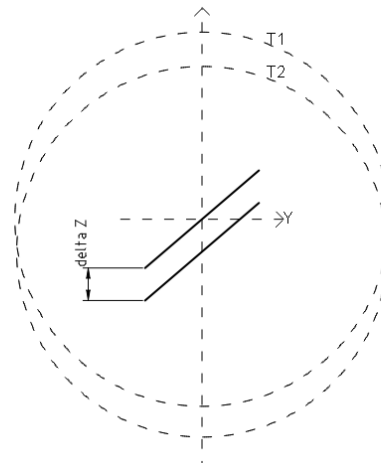
- Osa T před Z
- Preferované pro SEM/FIB



Ne-eucentrický

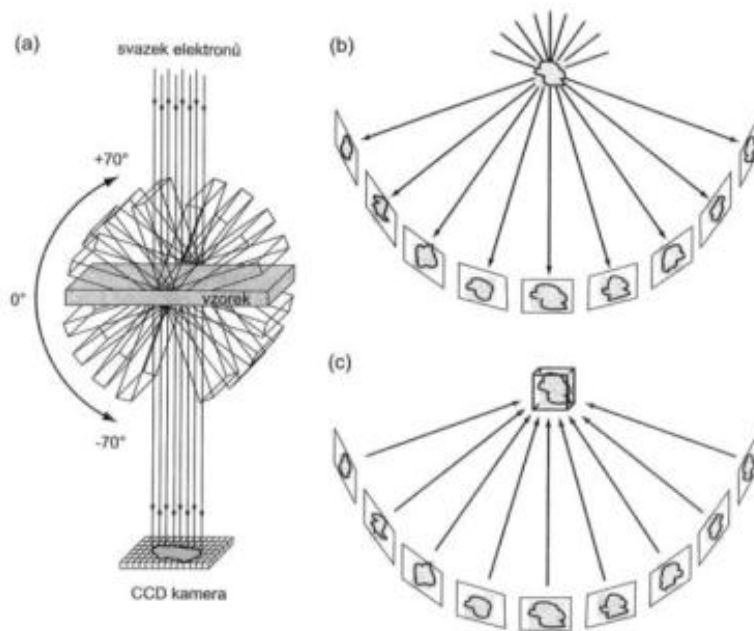
(Compucentrický)

- Osa Z před T
- Nutná kompenzace v Y

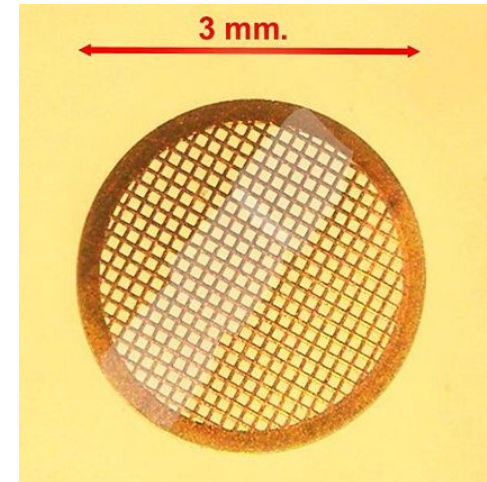


Stolky v TEM

- Rozsah pro standardní vzorek \varnothing 3 mm
- Velikost vzorku (praktičnost) versus velikost zvětšení
- Náklon pro 3D rekonstrukci vzorku, 3D krystalografii

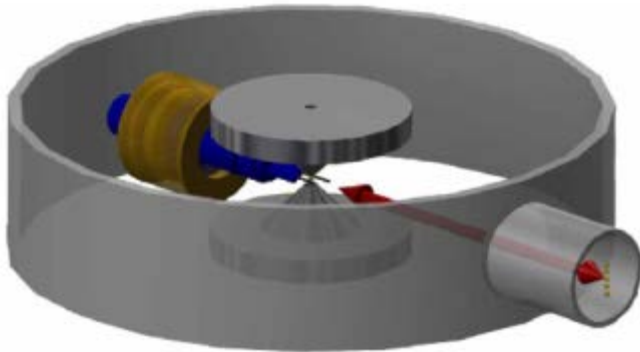
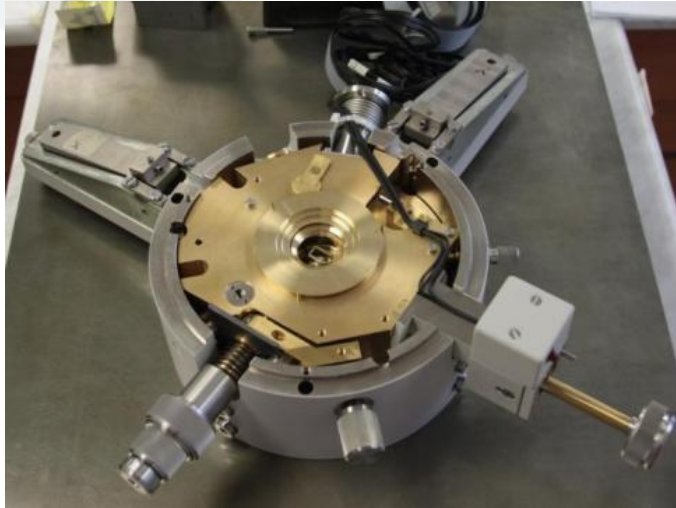


Obr. 9.41. Schéma elektronové tomografie a 3D rekonstrukce: (a) Registrace série snímků při postupném naklápění vzorku v rozmezí úhlů $\pm 70^\circ$, (b) Průměty objektu na jednotlivých snímcích, (c) Zpětná počítačová rekonstrukce původního trojrozměrného objektu. Upraveno podle [SB05].



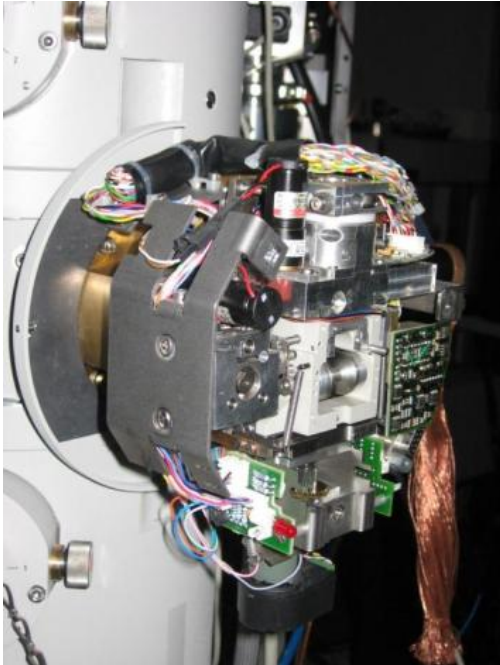
Stolky v TEM

Vzorek v objektivu mikroskopu



Stolky v TEM

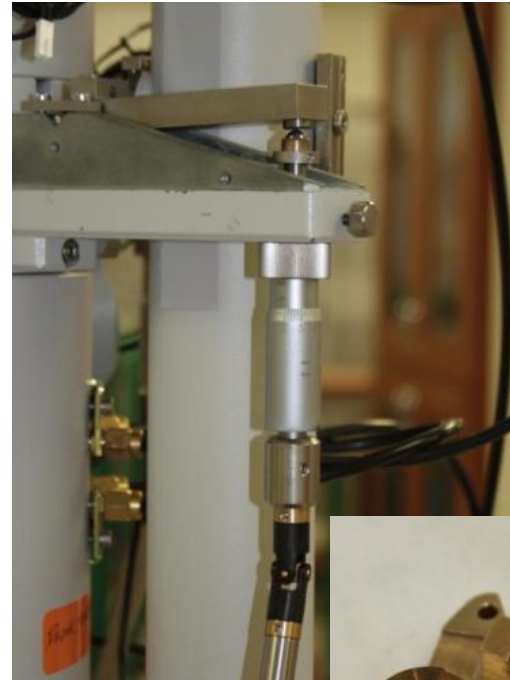
- Ohřívání vzorku proudem elektronů - Cold Trap
- Udržení čistoty – Cold trap, minimalizace ventování



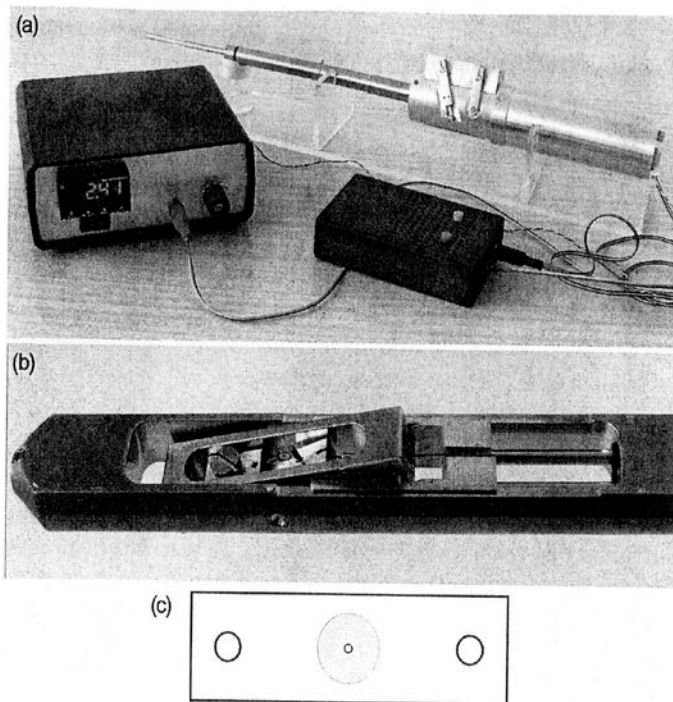
Stolky v TEM

Základní konstrukční řešení

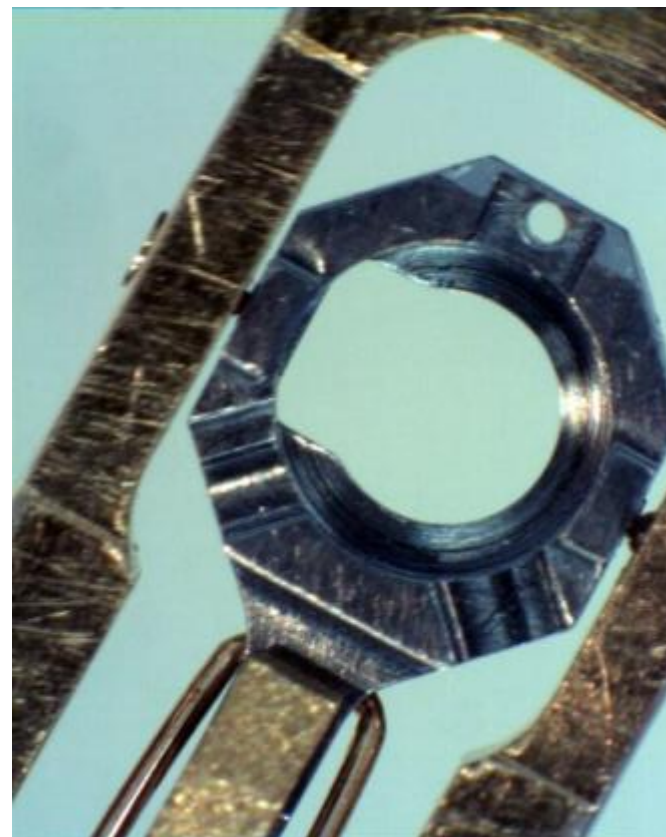
- Vysoká tuhost, malý rozsah pohybu, nejmenší kroky v jednotkách nm
 - Kluzná uložení
 - Paralelogramy, pákové mechanismy
 - Předepjaté převody
- Motorizované osy
 - Piezo,DC
- Zpětnovazební řízení
 - Senzory polohy
 - Řízeno počítačem



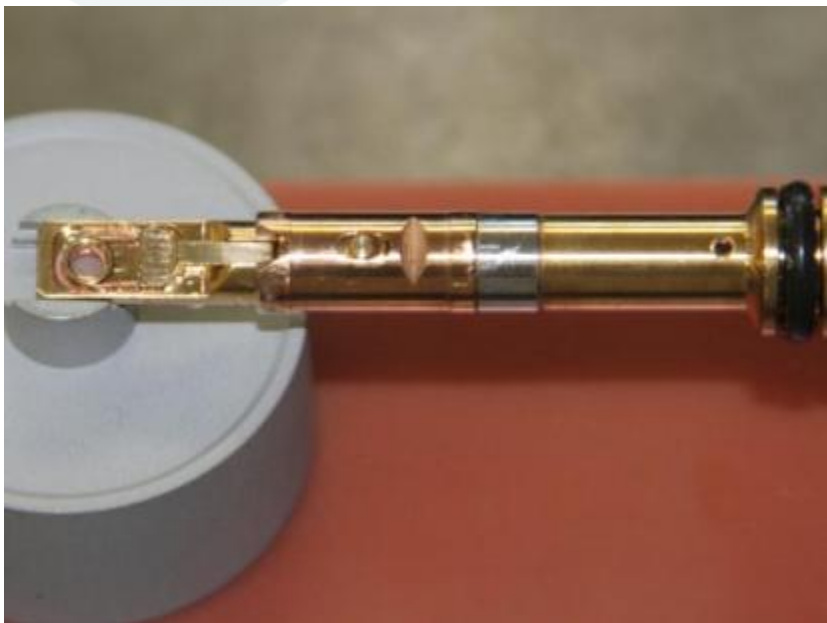
Stolky v TEM



Obr. 9.39. Držák pro deformaci tenkých fólií *in situ* v transmisním elektronovém mikroskopu, zkonstruovaný ve Fyzikálním ústavu AV ČR v Praze [DGG04]. Držák umožňuje provádění experimentů při pokojové teplotě, maximální síla je 25 N, náklon ve směru $x = \pm 30^\circ$, ve směru $y = \pm 10^\circ$. (a) Celkový pohled na držák a ovládací elektroniku, (b) Detail části pro upínání vzorku, (c) Schéma vzorku (7 mm \times 2 mm) s fixačními otvory a ztenčenou oblastí uprostřed. Snímky Z. Dlabáček, Fyzikální ústav AV ČR, Praha.



Stolky v TEM



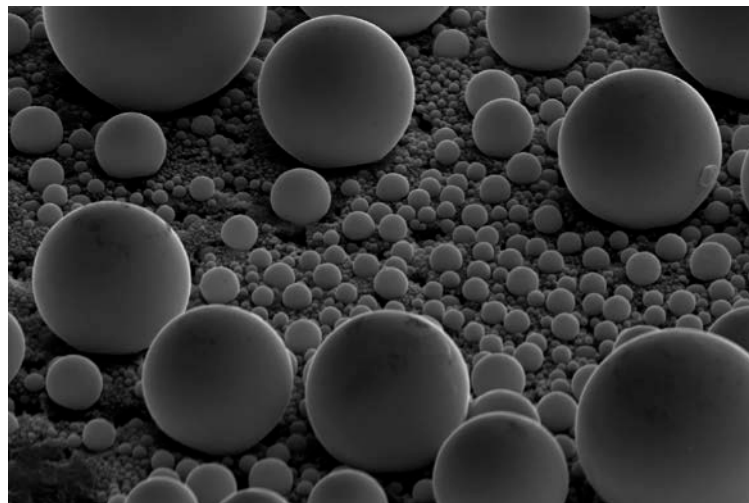
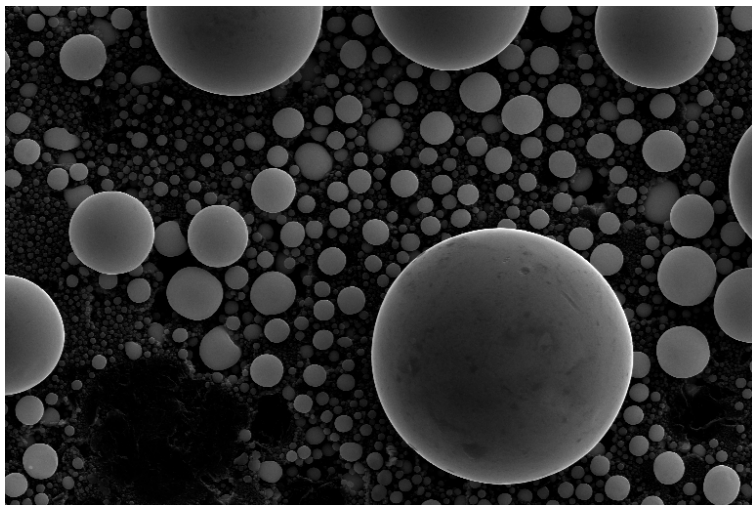
Stolky v SEM/FIB

Větší rozsah pohybu

- Velké vzorky
- Obsluha příslušenství – LoadLock, STEM

Náklon

- Informace o topografii
- Přejíždění SEM - FIB



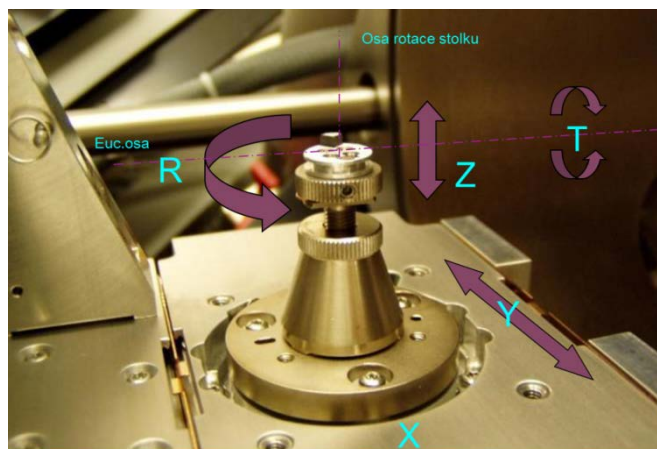
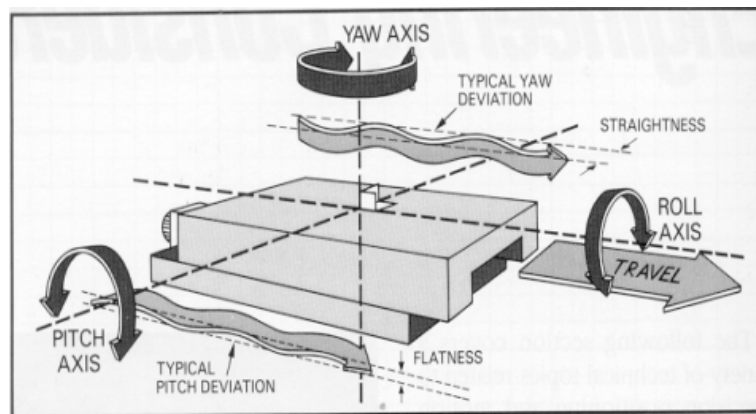
Stolky v SEM/FIB

Požadavky

- Pevné – vysoké vlastní frekvence
- Lehké
- Přesné – 1-5 μ m
- Nemagnetické – neovlivňují obraz
- Pokud možno levné – proti všemu ostatnímu

Základní konstrukční řešení

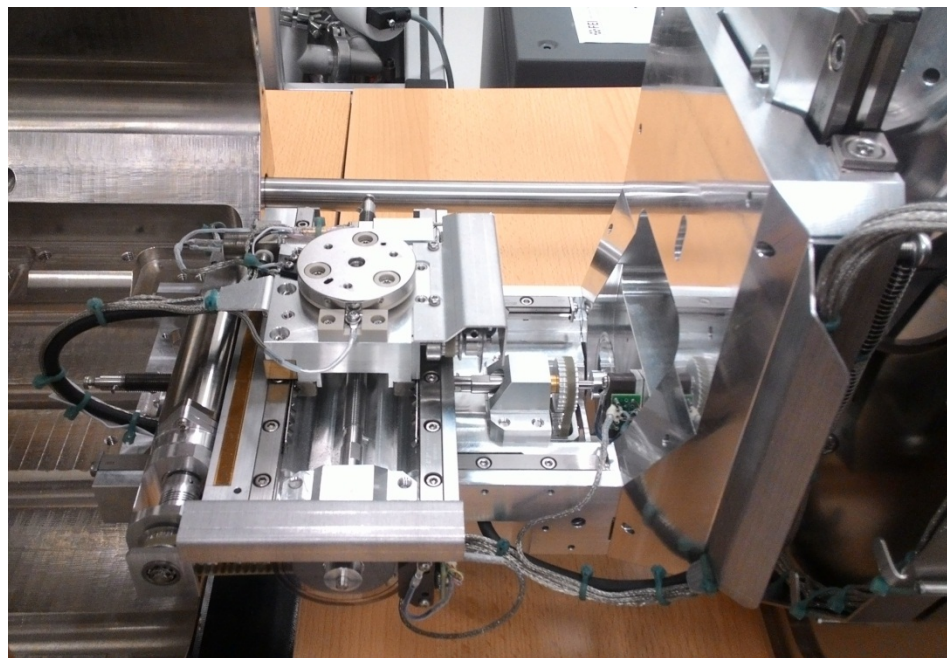
- 5 os (X,Y,Z,R,T)
- Manuální, DC, BLDC, Piezo, flexure
- lineární vedení, párová ložiska,
- předepjaté převody
- Vakuová maziva
- Chlazení vedením



Stolky v SEM/FIB

Závitová tyč a DC motor - 110mm

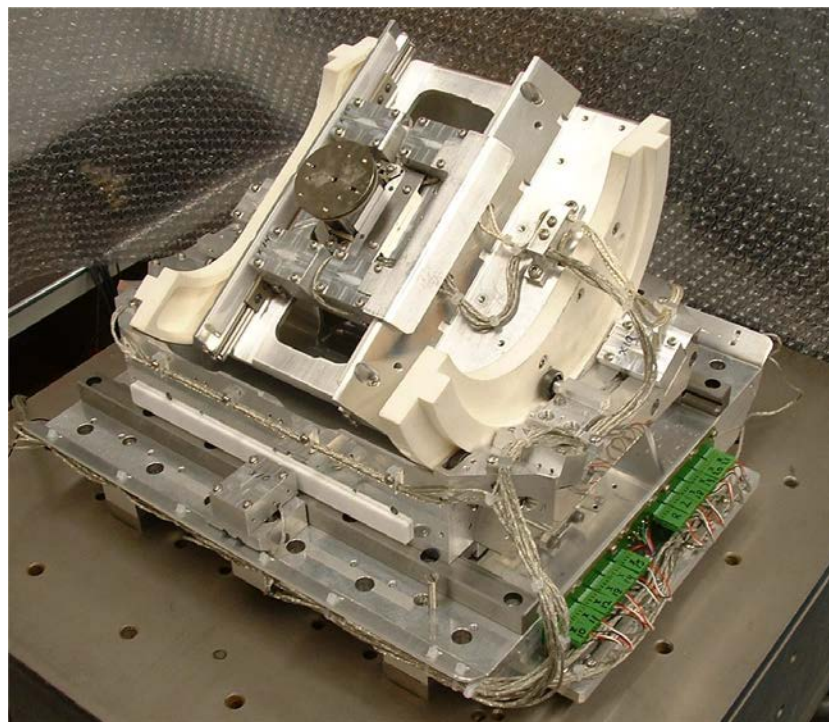
- Přesnost 5 μ m
- Drift 20nm/min
- Nižší dynamika, vyšší tření, stínění
- Jednoduché, ne tak drahé



Stolky v SEM/SDB

Piezo (ultrasonic) - UHR

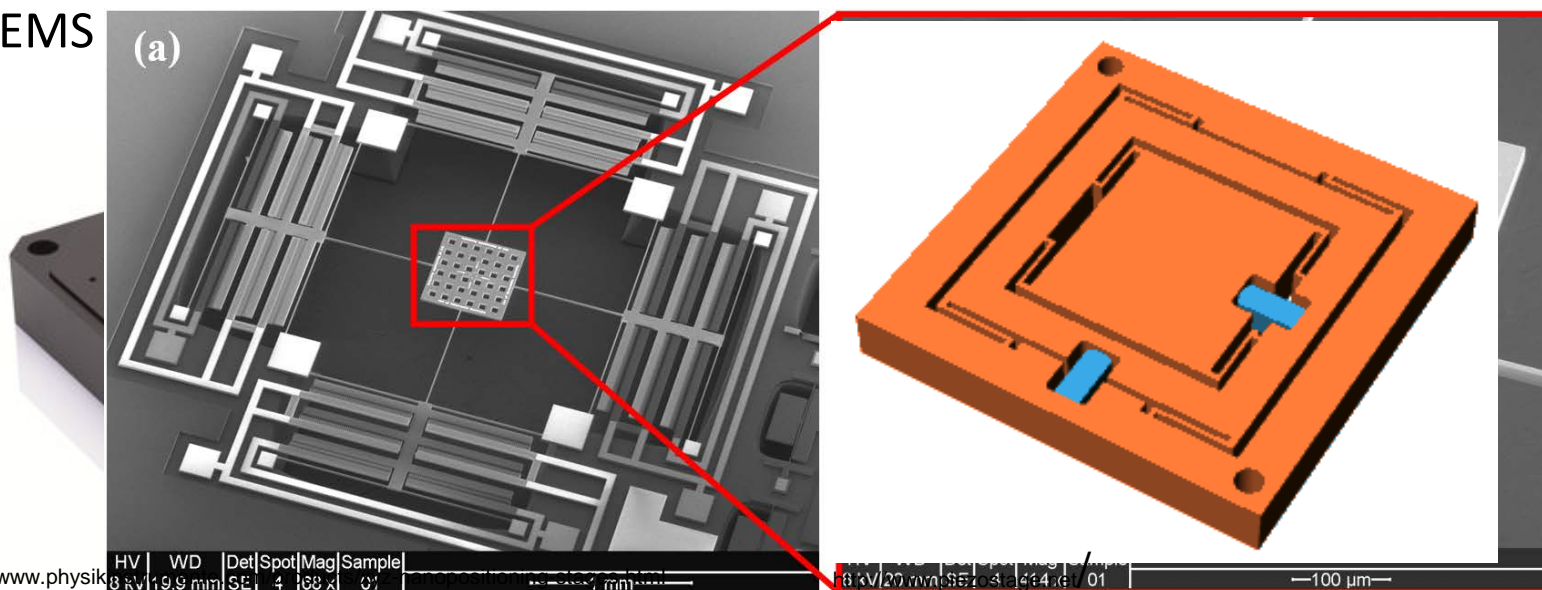
- Přesnost $0,5\mu\text{m}$
 - Drift $8\text{nm}/\text{min}$
 - Přímý pohon – žádné vůle, vysoká tuhost
- nejmenší krok pod 100 nm



Stolky v SEM/FIB

Flexure (piezo)

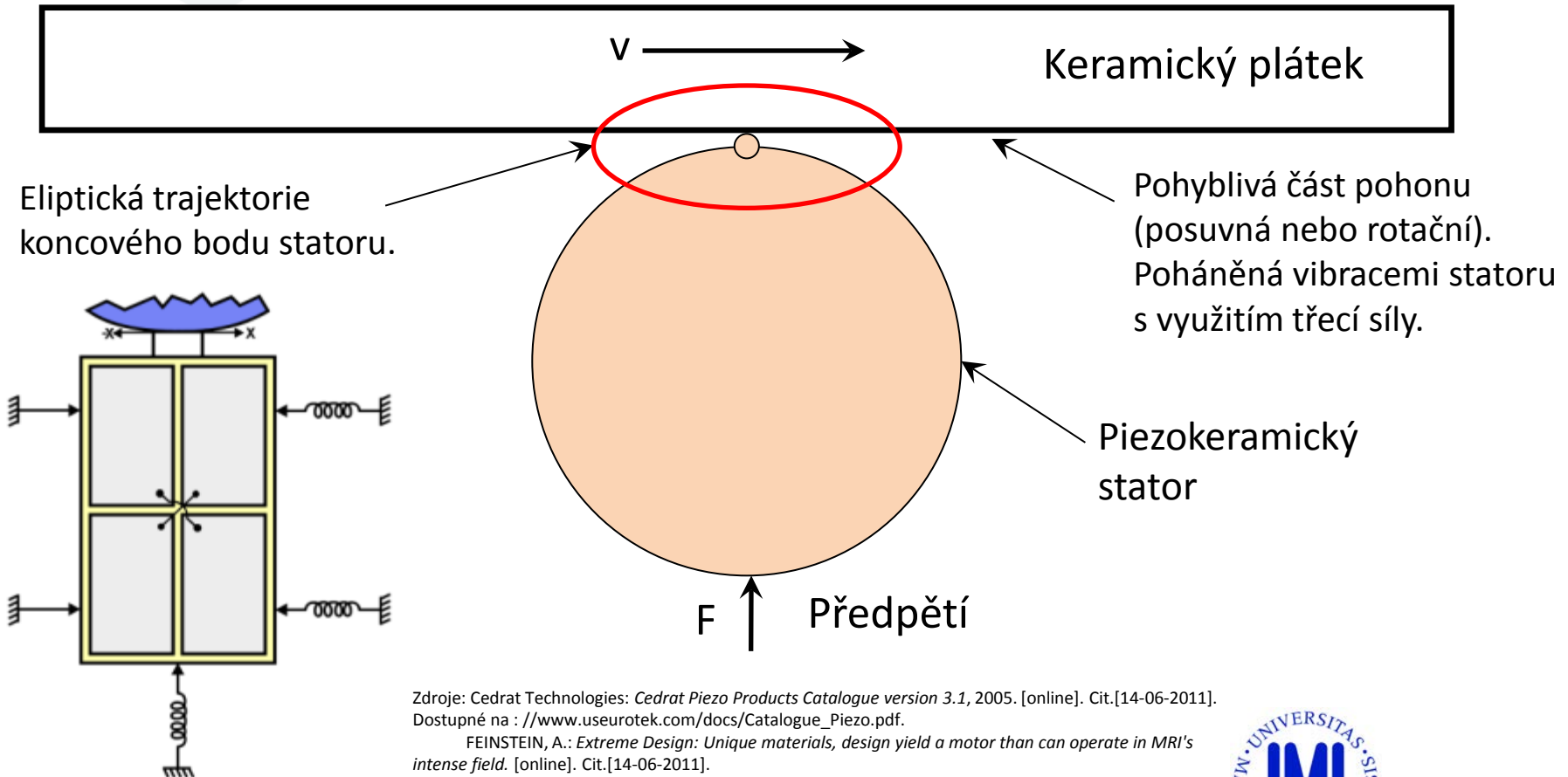
- Spíše pro AFM nebo substage
- Rozsah jednotky μm
- nejmenší krok pod 1nm – blíží se atomárnímu rozlišení
- Žádné tření
- MEMS



<http://dcn-mechanics.net/a-micromachined-2dof-nanopositioner-with-integrated-capacitive-displacement-sensor/>

Princip činnosti piezo motorků

Nepřímý piezoelektrický jev (elektrostriktce) - vybuzení mechanického kmitání v krystalové mřížce vlivem vnějšího střídavého elektrického pole.



Zdroje: Cedrat Technologies: *Cedrat Piezo Products Catalogue version 3.1*, 2005. [online]. Cit.[14-06-2011].
Dostupné na : http://www.useurotek.com/docs/Catalogue_Piezo.pdf.

FEINSTEIN, A.: *Extreme Design: Unique materials, design yield a motor than can operate in MRI's intense field*. [online]. Cit.[14-06-2011].

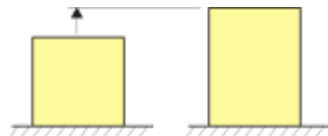
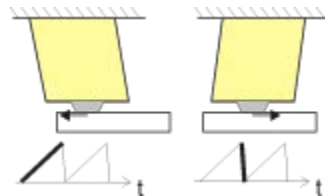
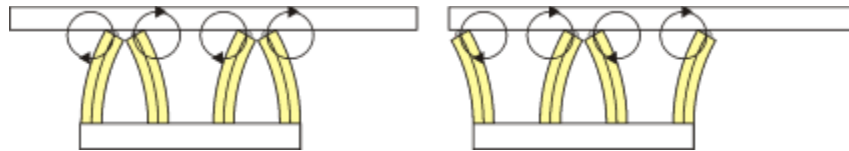
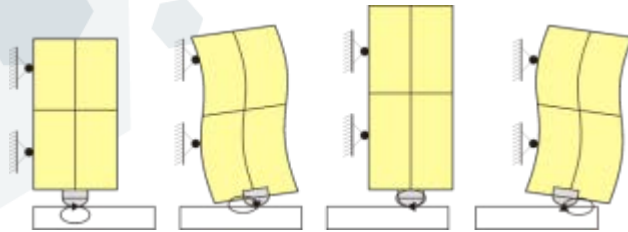
Dostupné na WWW: <http://www.johnsonelectric.com/en/news/products/extreme-design-unique-materials-design-yield-a-motor-than-can-050109.html>.

Explore. Discover. Resolve.

Vybrané partie z elektronové mikroskopie



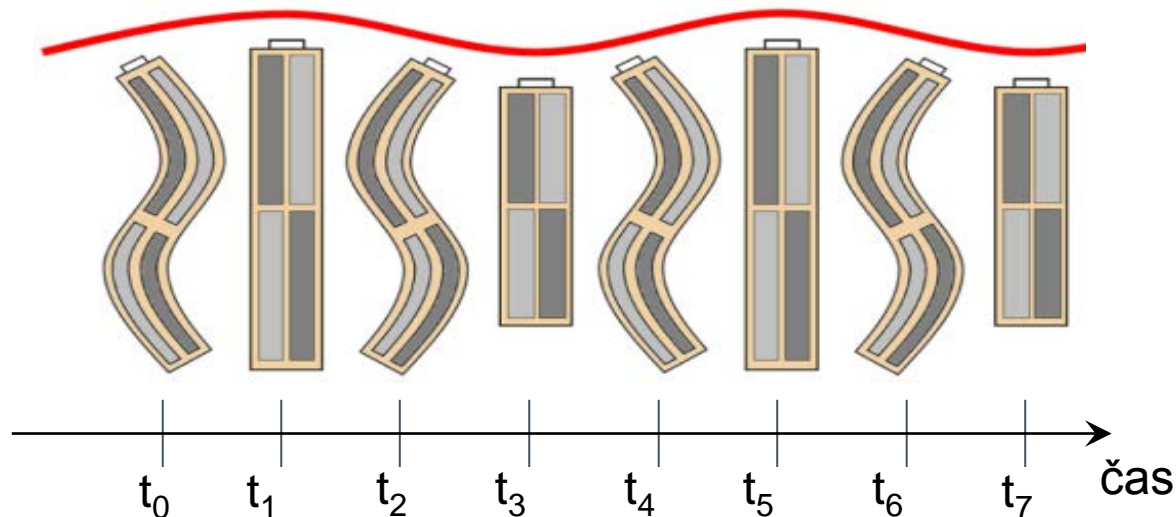
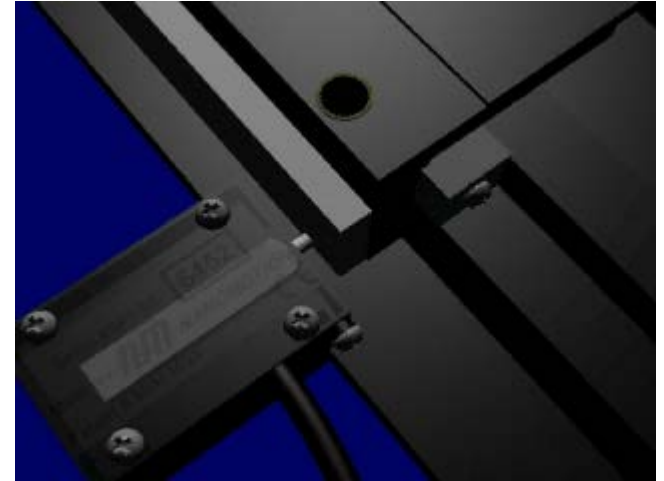
Piezo Aktuátory - Principy



- Ultrasonic
(40kHz, 300V)
- Walking leg
(0-1.5kHz, 50V)
- Sliding Inertia
(0 – 20kHz, 120V)
- Stack
(0-xxkHz, 150V)

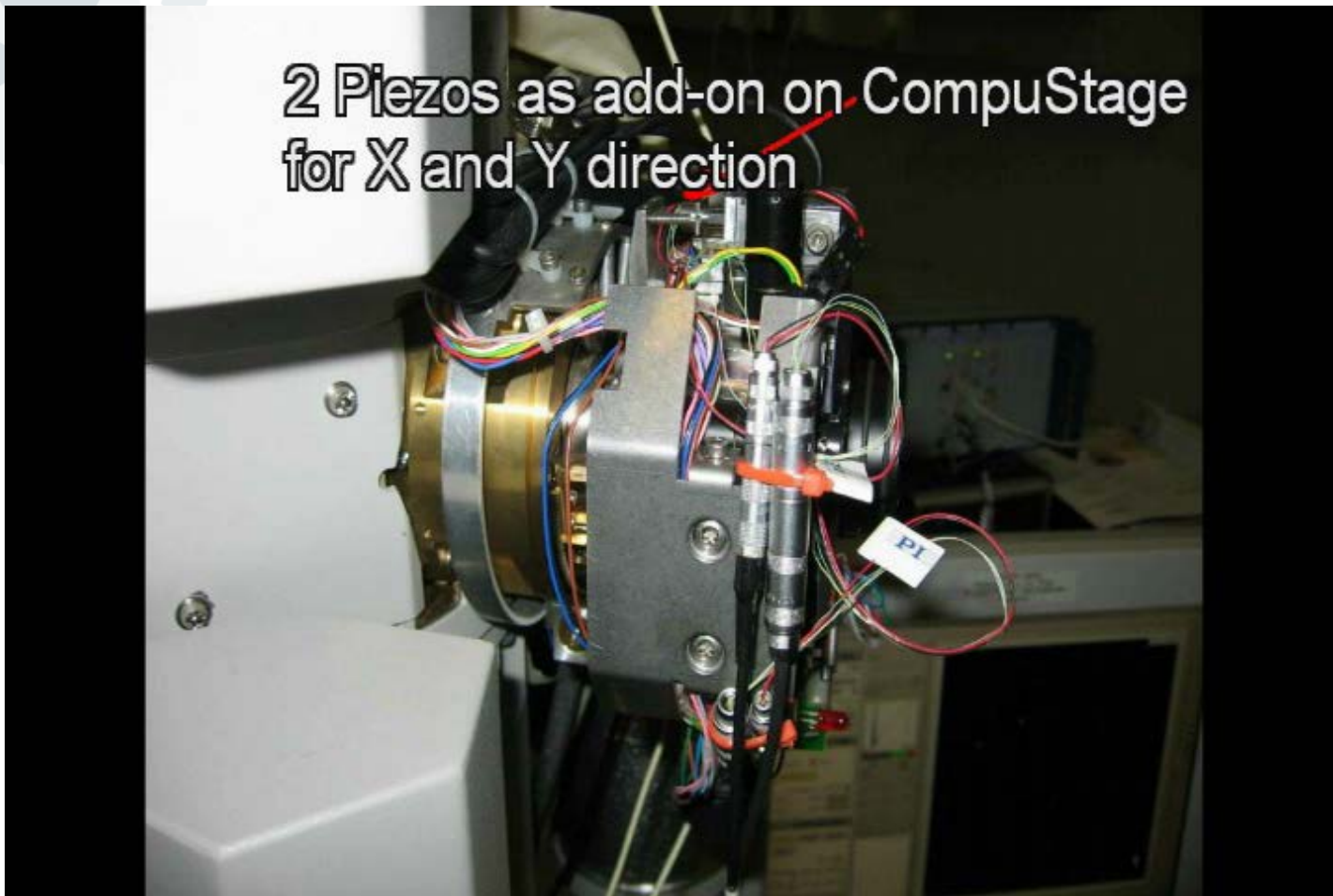
Piezo motory Ultrasonic

- Koncový bod motoru opisuje elipsu.
- Pohyb je prováděn skokově, s přírůstkem v řádu desítek nanometrů.
- Opakovací frekvence 39,6 kHz.
- Budicí napětí do $250V_{RMS}$



Piezo použití

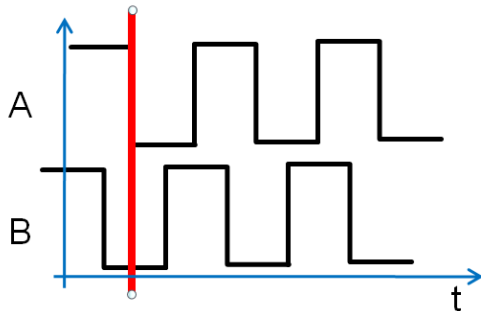
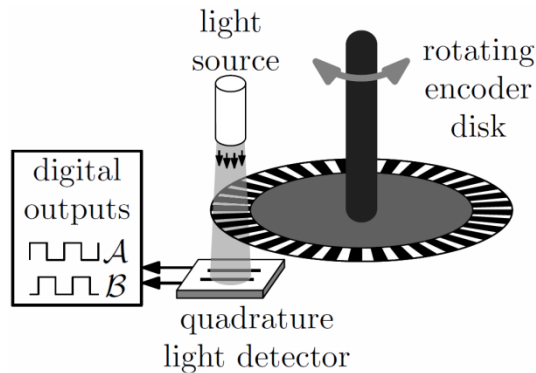
2 Piezos as add-on on CompuStage
for X and Y direction



Optické enkodéry

- Inkrementální x absolutní
- Důležité je umístění

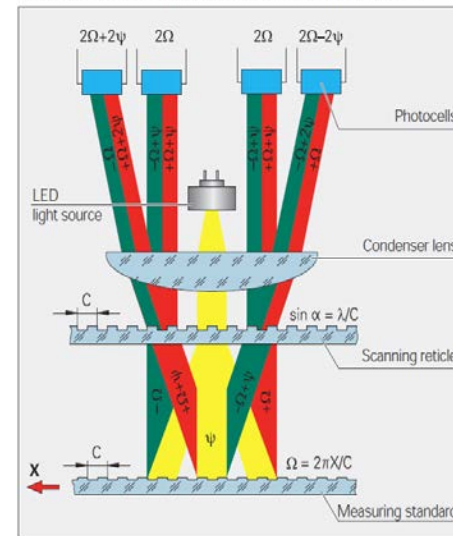
Rotační



Lineární - interferenční

Interferential scanning principle (optics schematics)

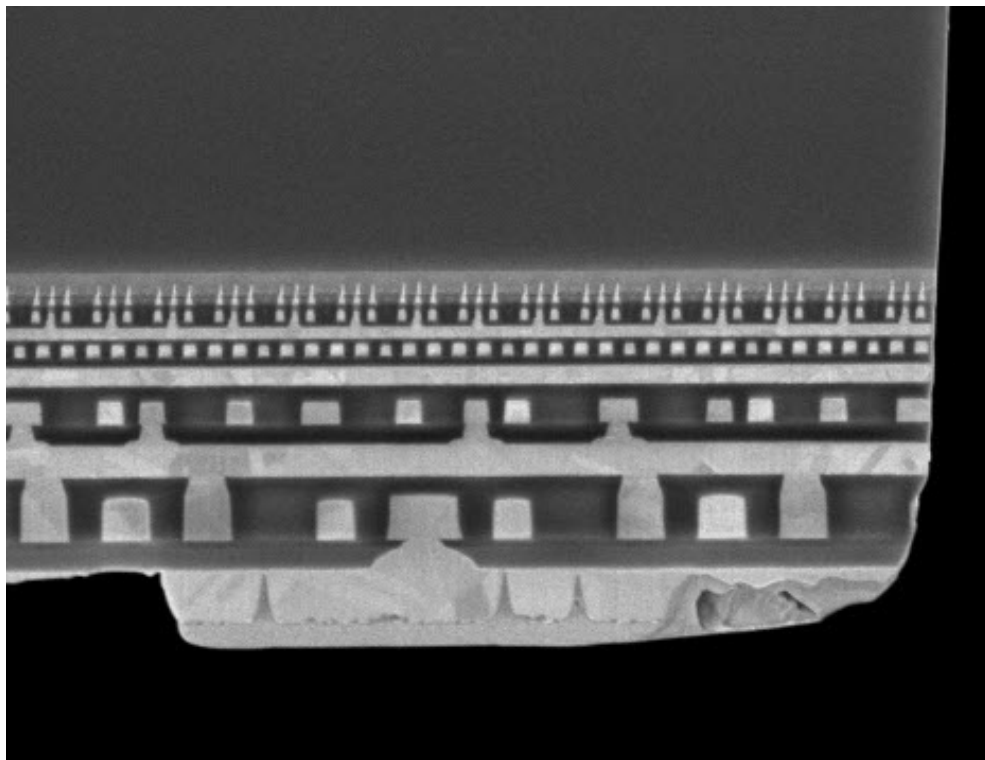
- C Grating period
- ψ Phase shift of the light wave when passing through the scanning reticle
- Ω Phase shift of the light wave due to motion X of the scale



Odebírání vzorku z preparátu

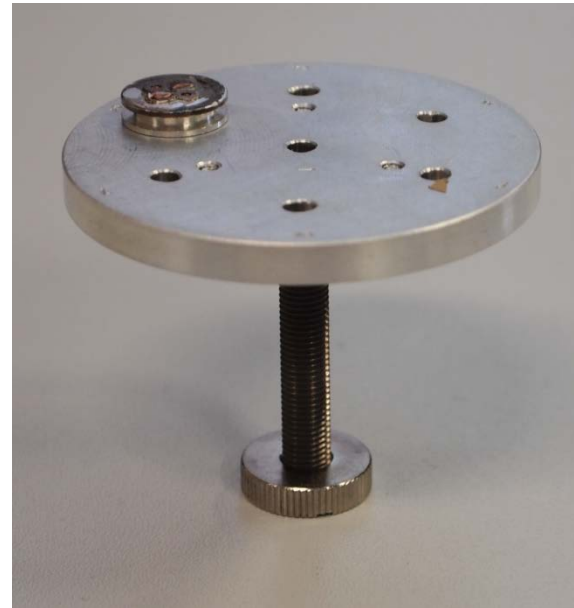
Příprava TEM preparátů

- Použití SDB a FIB na přípravu lamel



Upevnění vzorků na stolek

- Pro horizontální upevnění vzorku
- Jeden nebo více vzorků
- Vzorky musí být patřičně zafixované
- Díky vhodnému designu redukují možné vibrace
- Musí být nemagnetické a vakuově kompatibilní, vodivé



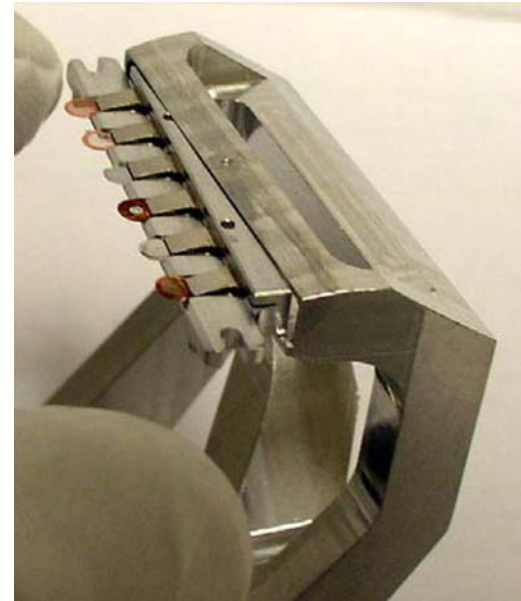
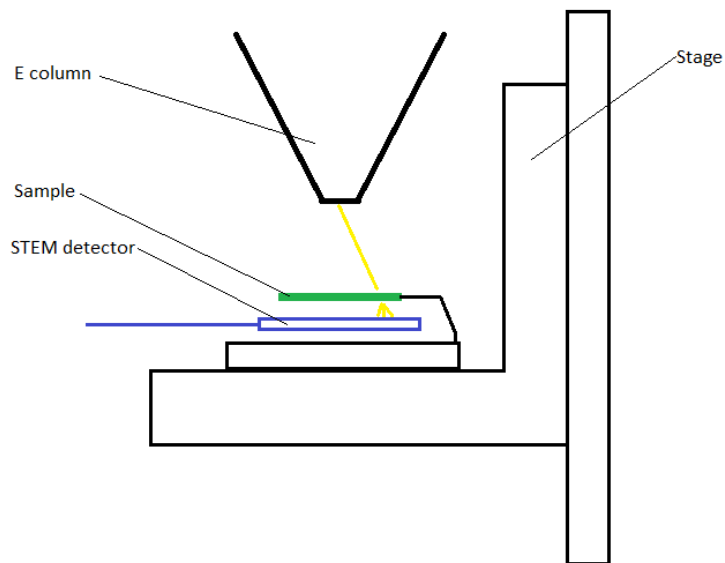
Speciální držáky – Stage Adaptors

- Vícenásobný držák pro zařízení MLA
- MLA = Mineral Liberation Analysis
- Použití standardizovaných vzorků – rozměr a tvar
- BSE zobrazení pro Z contrast
- EDS mapping
- 24/7 operační mód



Speciální držáky – Stage Adaptors

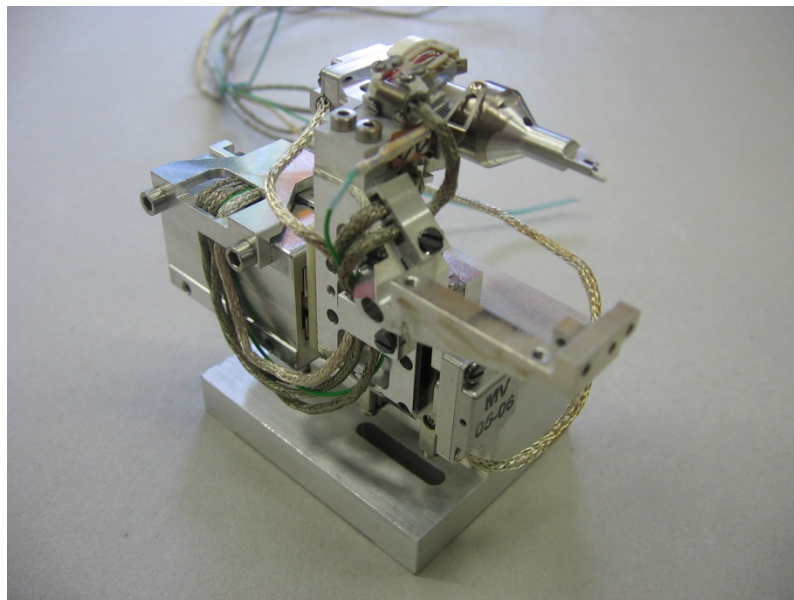
- Nosič pro až 6 TEM-mřížek
- Pozorování v transmisním módu – retractable detector umístěný pod tenkým vzorkem



Přídavná zařízení

Flip stage

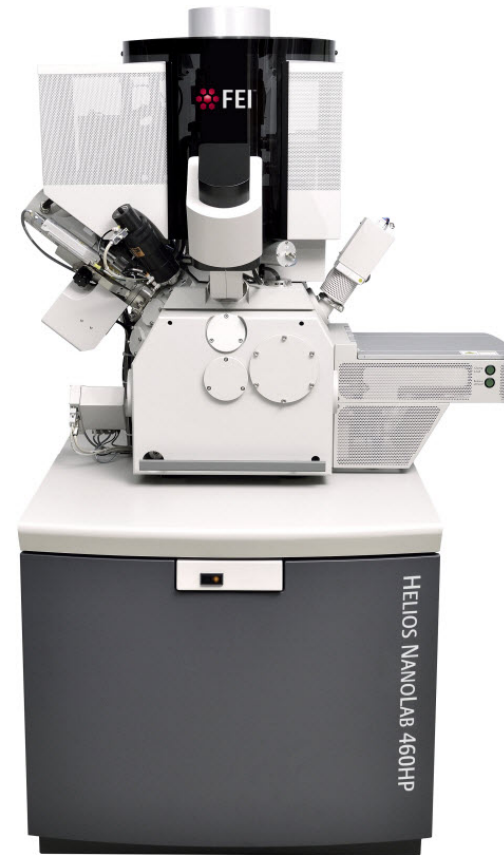
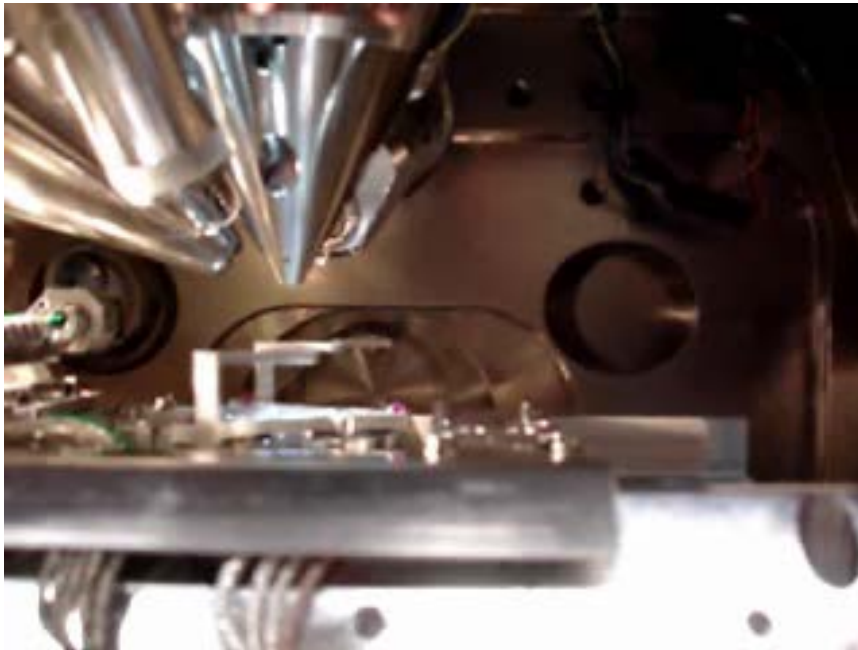
- Pohyb nezávislý na bulk stage
- Příprava lamely
- STEM



Přídavná zařízení

Load Lock

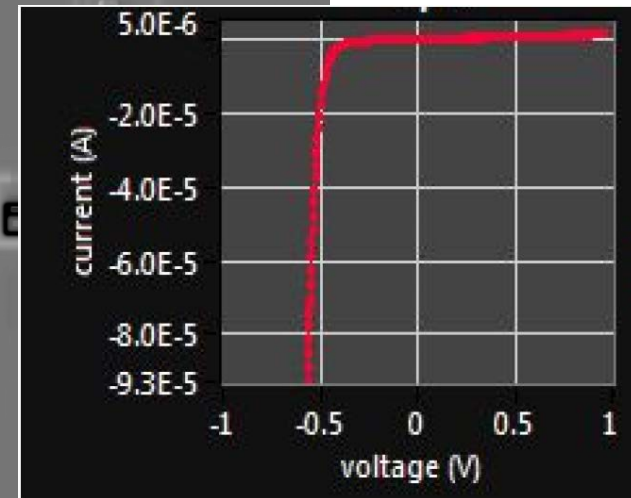
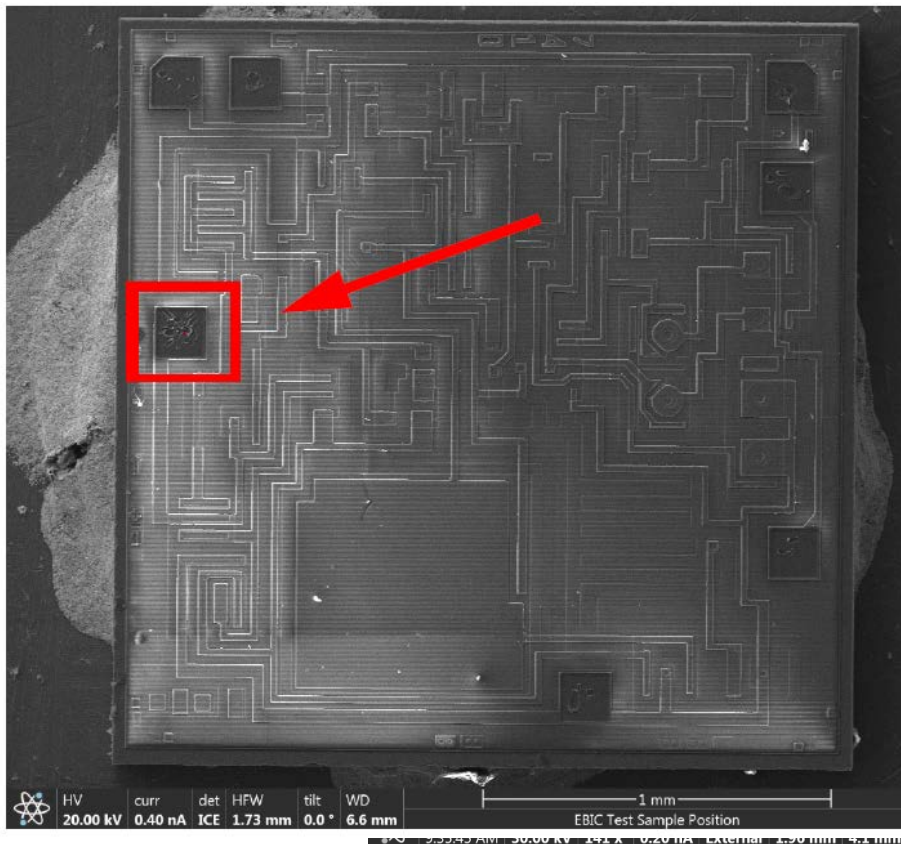
- Zkrácení čerpacího cyklu
- Zavezení kontaminace, udržení úrovně vakua
- Standarizovaný držák



Přídavná zařízení

Electrical failure inspection

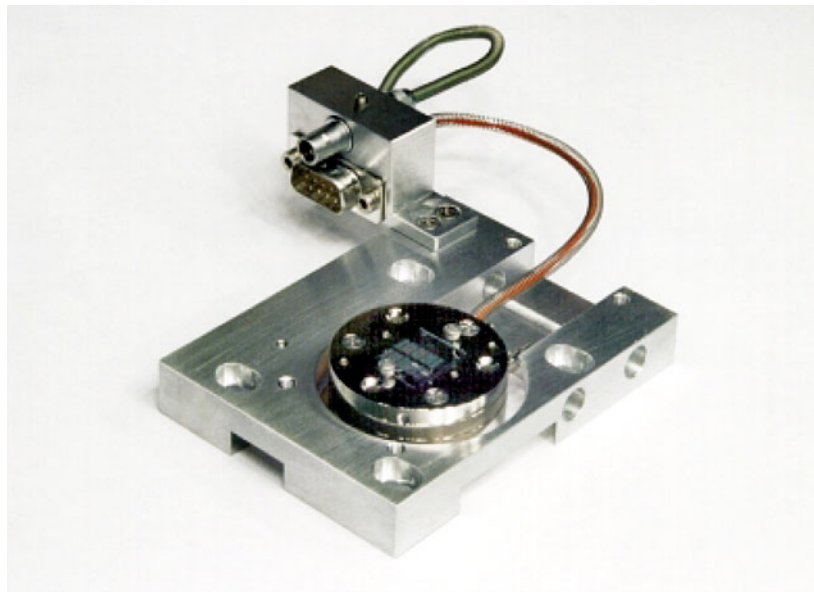
- Fyzické nakontaktování IC
- Měření charakteristiky diskretních komponent



Přídavná zařízení

Vysokoteplotní stolky

- Ex-situ nebo In-situ pozorování při vzrůstající teplotě
- Nízko-teplotní verze < 400°C
- Středně-teplotní rozsah do 1000°C – potřebuje stínění
- Vysokoteplotní rozsah do 1400°C – vyžaduje speciální konstrukci a materiály

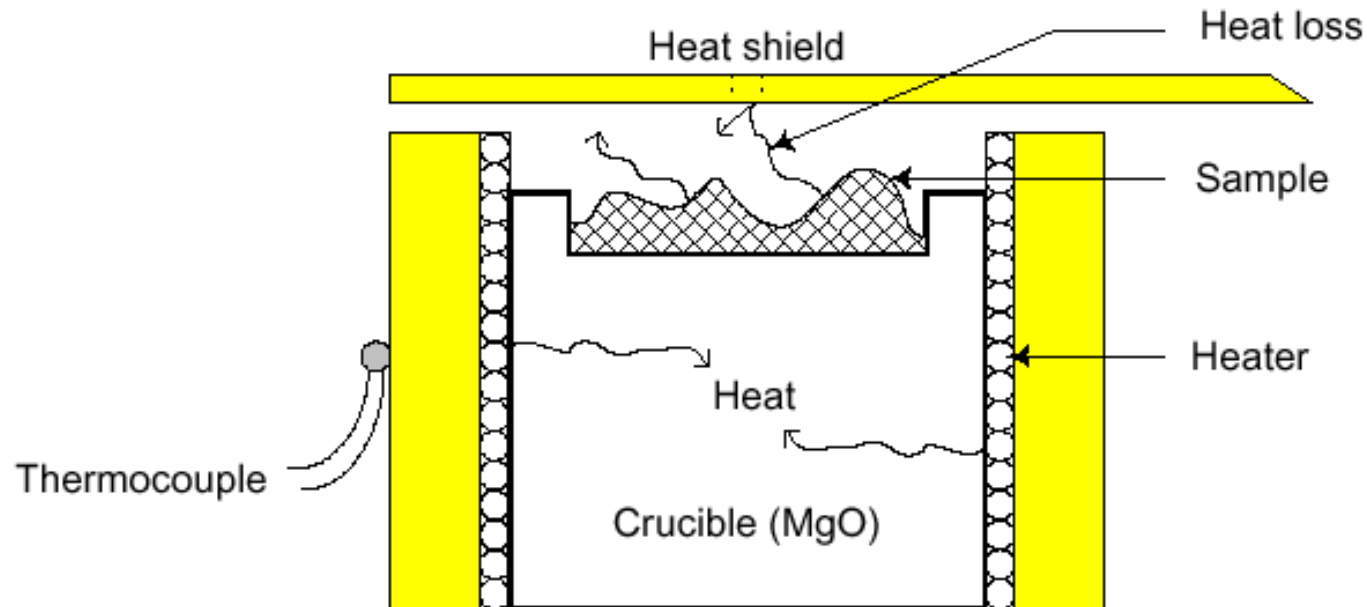


Heating Module 300 - 500 °C (K&W)

Přídavná zařízení

Vysokoteplotní stolky

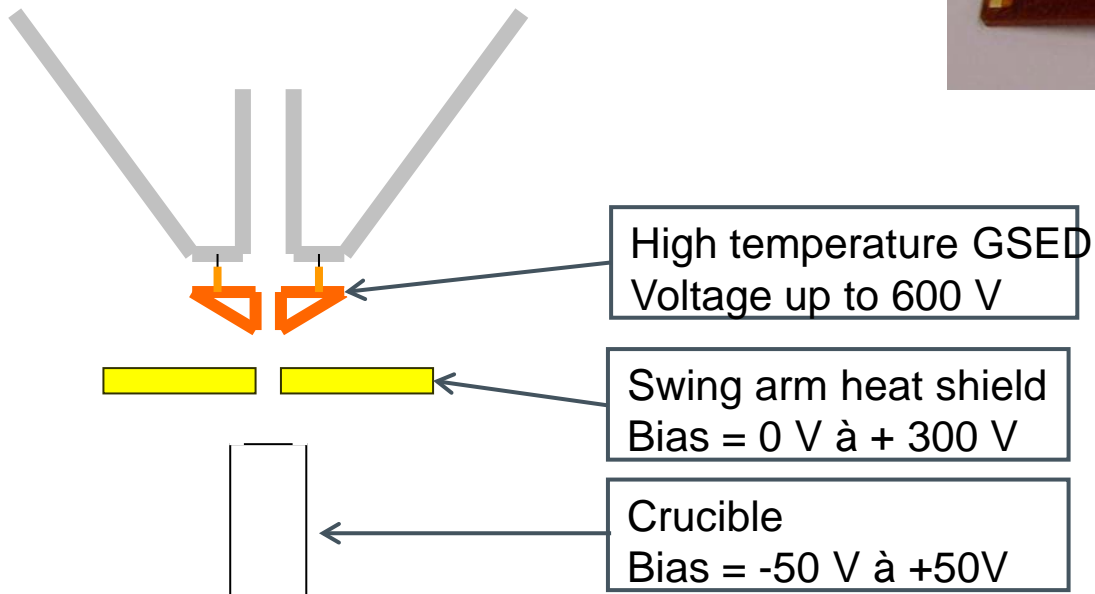
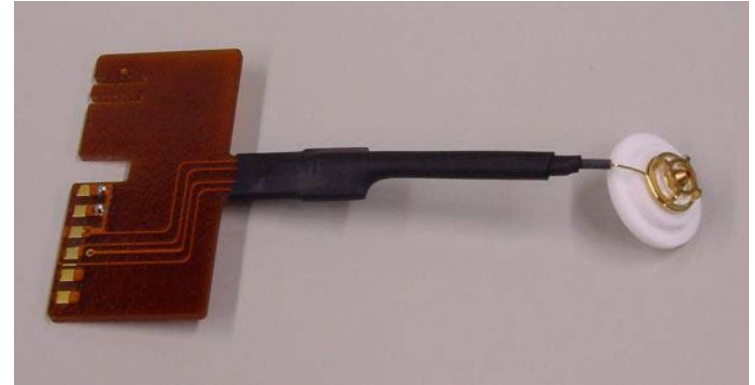
- MgO nebo graphite kelímek pro zlepšení homogenity teplotního pole
- Tepelný štít redukuje potřebný příkon a vrací záření zpět



Přídavná zařízení

Vysokoteplotní stolky

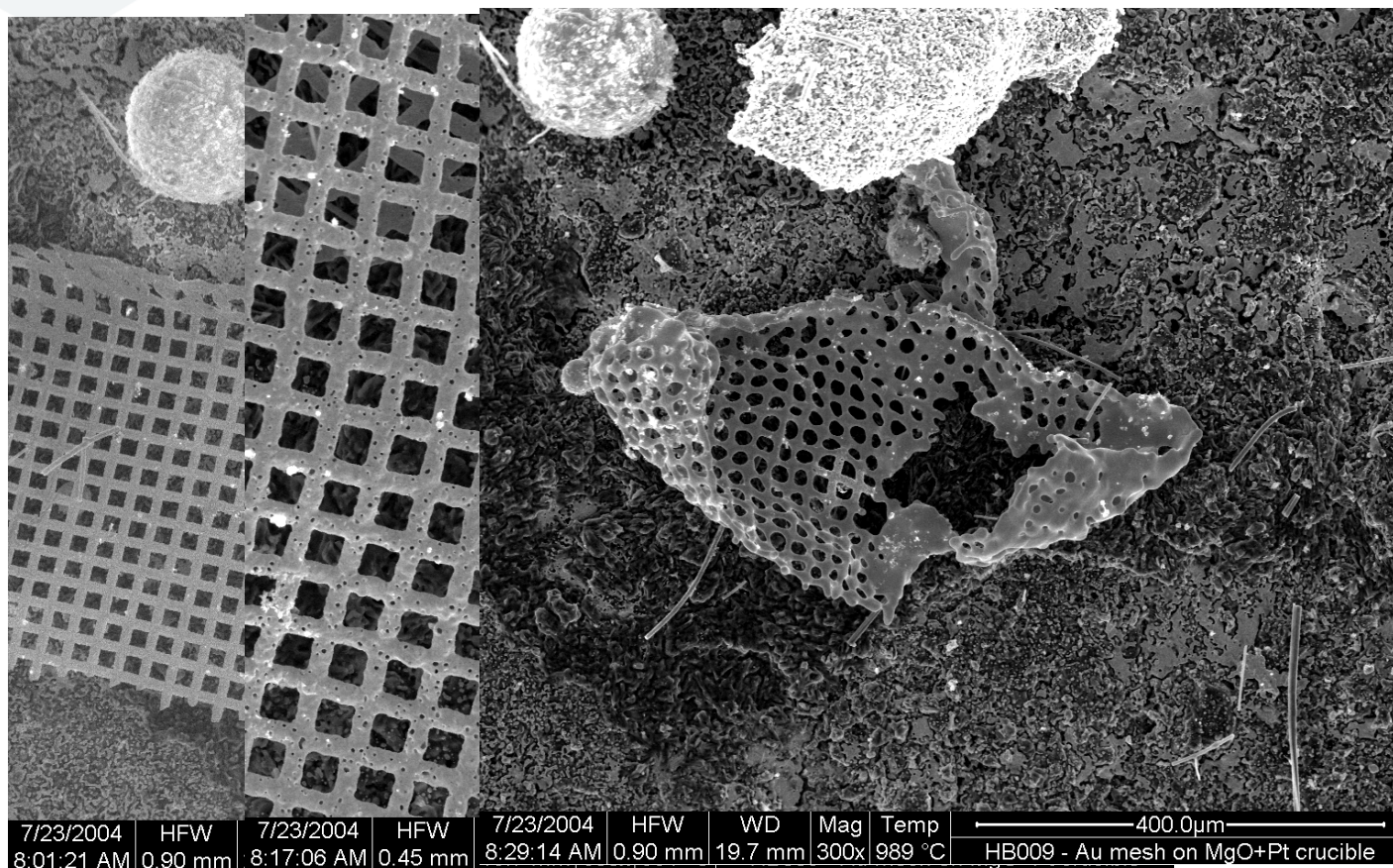
- Teplem vybuzené elektrony převažují při teplotách nad 1000°C
- Předpětí na vzorku a tepelném štítu ke zvýšení kontrastu a potlačení TE
- Vysokoteplotní GSED použité pro zobrazování



Přídavná zařízení

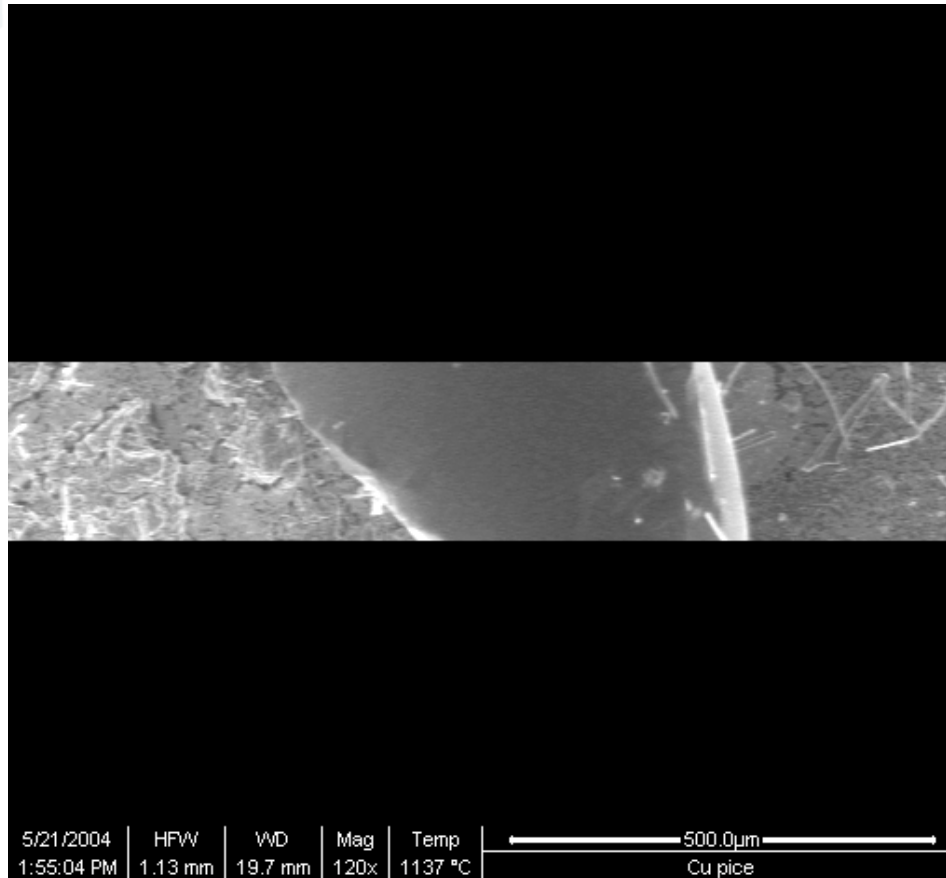
Vysokoteplotní stolky

- Přesná teplotní kalibrace pomocí vhodných vzorků – Au 1064°C



Přídavná zařízení

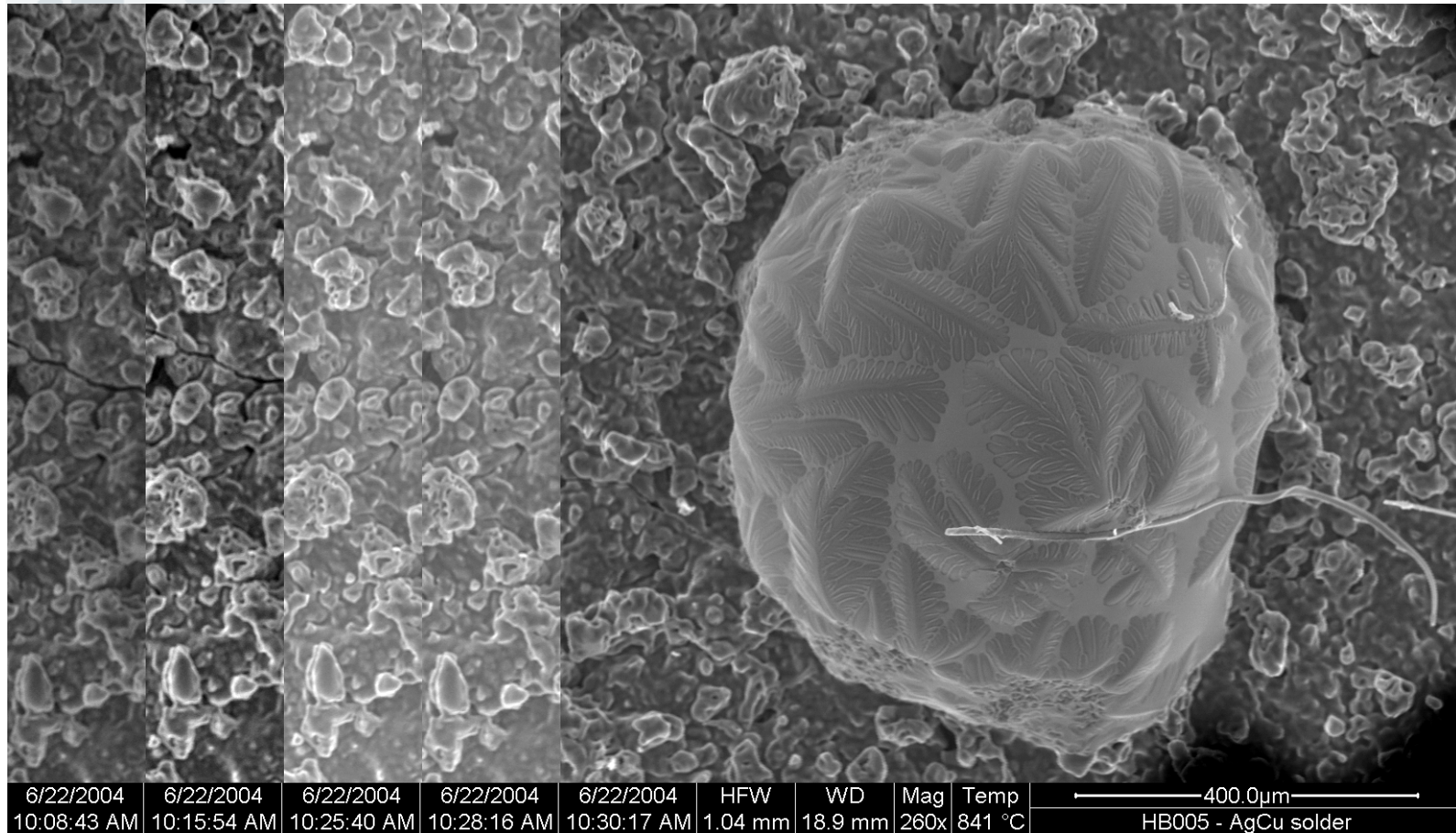
- In-situ pozorování tepelně závislých procesů



Copper sample around melting temperature

Přídavná zařízení

- In-situ pozorování tepelně závislých procesů



Melting and recrystallization of AgCu solder

Přídavná zařízení

Nízkoteplotní stolky

- Velká přesnost a řízení již od pokojové teploty
- Široké spektrum použitelných materiálů
- Jednoduchá a levná konstrukce – Peltier nebo N₂
- Rovnoměrná teplota
- Lze snadno kombinovat s dalším příslušenstvím

C1003

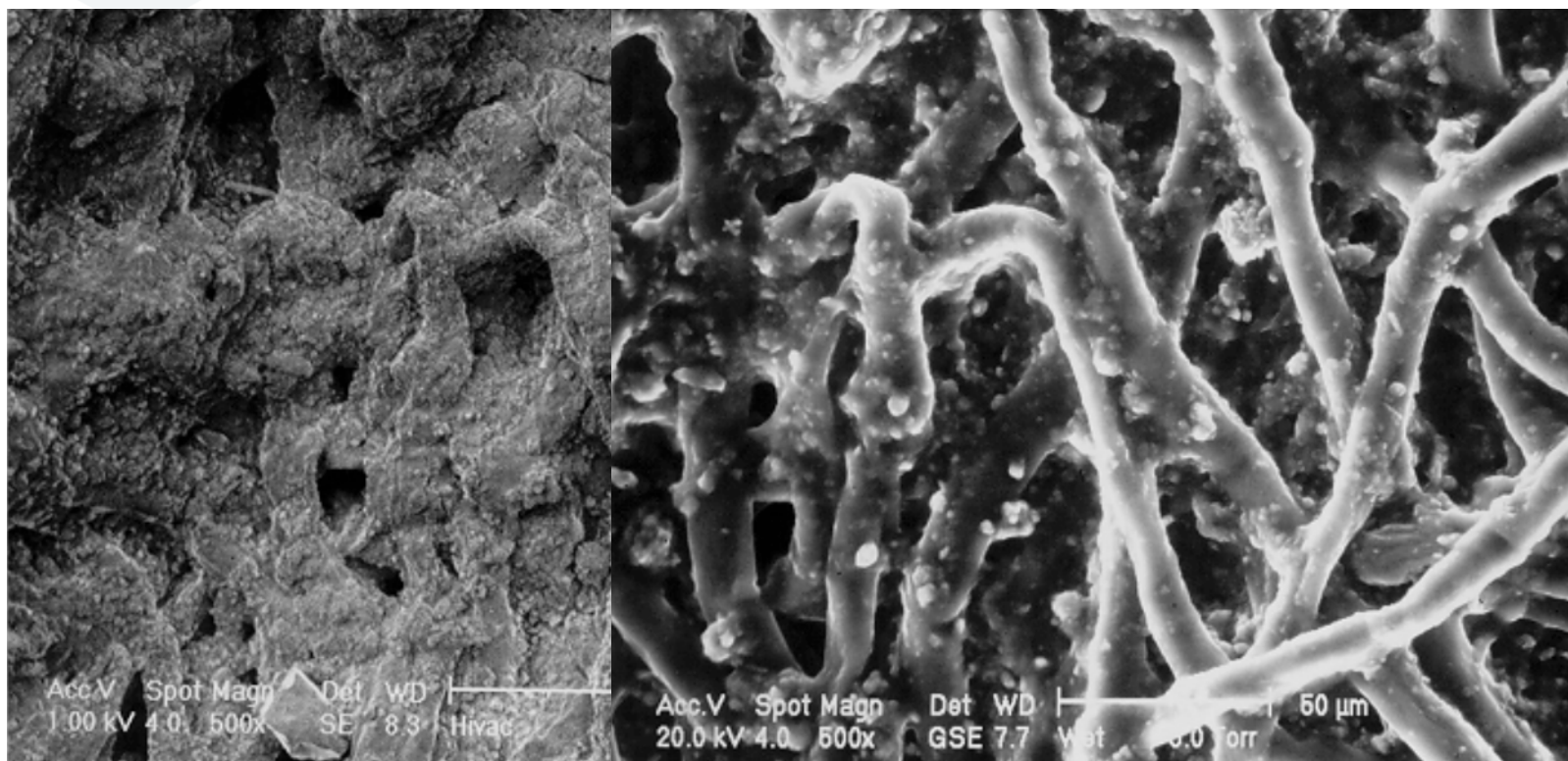


Cooling / heating stage module -185°C to +400°C

Přídavná zařízení

Nízkoteplotní stolky s Peltiérovým článkem

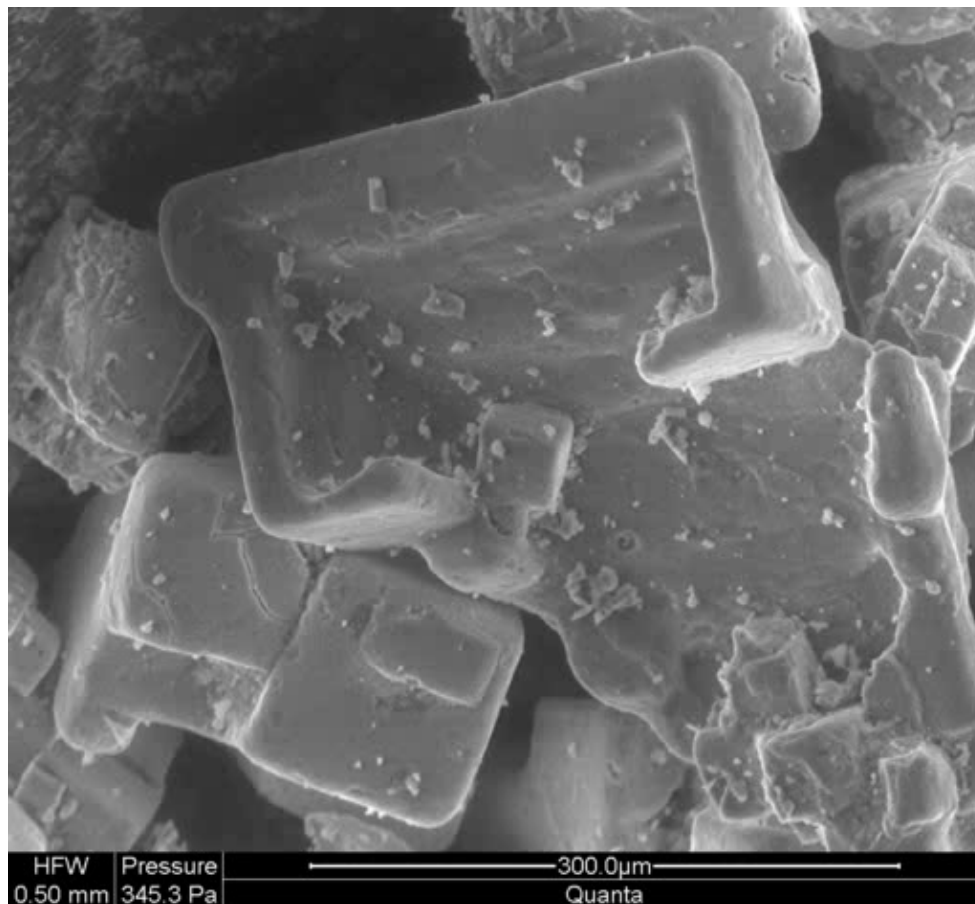
Pozorování biologických vzorků v jejich přirozeném prostředí – zde vzorek řasy/chaluhy



Přídavná zařízení

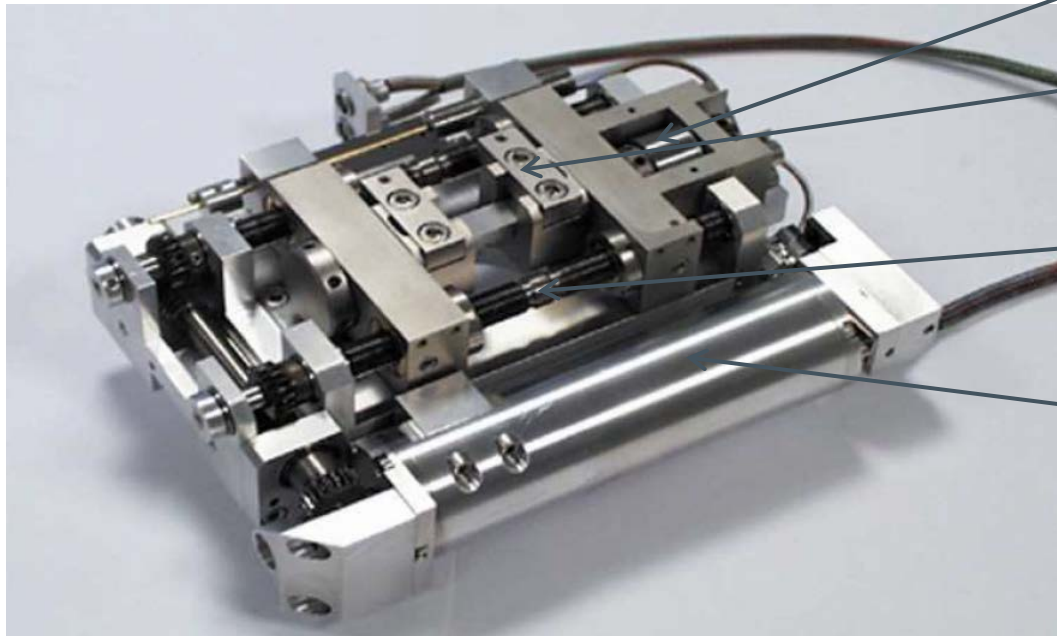
Nízkoteplotní stolky s Peltiérovým článkem

Pozorování hydratačního a dehydratačního procesu



Přídavná zařízení pro testování materiálů

- Přídavný stolek, nebo celá jednotka pro mechanické testování
- Zařízení pro deformace ve třech až čtyřech bodech
- Tah / tlak / krut režimy testování
- Micro tahohová verze s velkou přesností pro tenké vzorky
- Důležitá vlastnost kvalitních zařízení – pozorovaná oblast vždy zůstává nepohyblivá



Force probe

Clamps for sample attachment

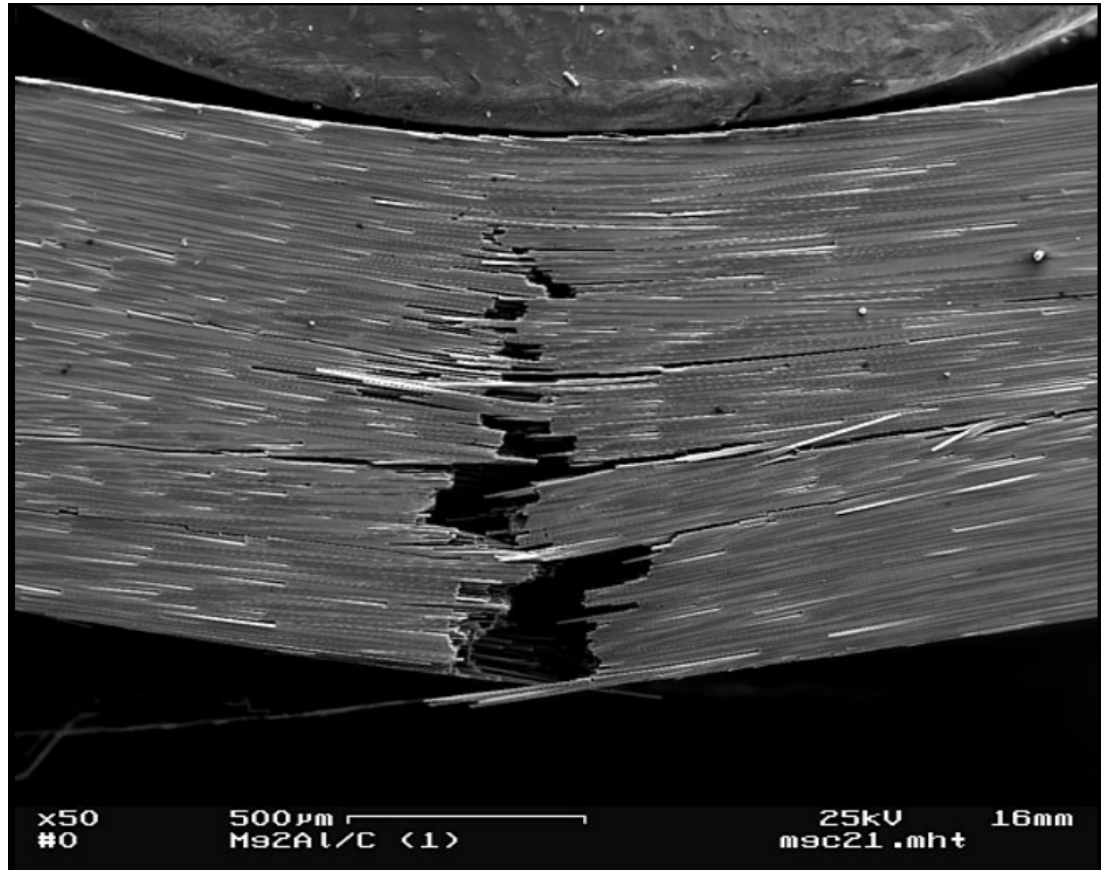
Symmetric worm drive

Hi-power DC motors

Přídavná zařízení pro testování materiálů

Modul pro tlakovou zkoušku

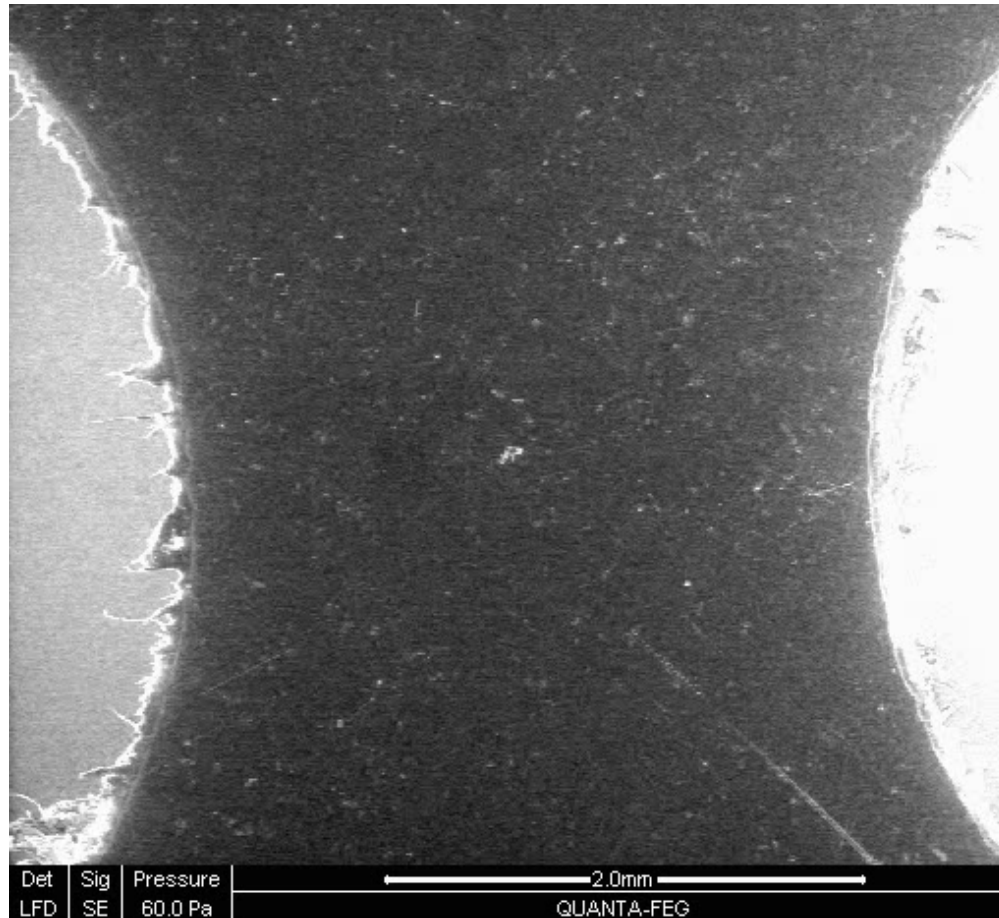
- Dvousměrná verze dovoluje sledování řezné roviny i povrchu
- Nastavitelný rozsah zatížení do 200 N
- Nejvýkonnější „lámací“ modul má výkon až 5000 N
- Statické i dynamické mechanické zatěžování řízené SW



Přídavná zařízení pro testování materiálů

Modul pro trhací zkoušku

- Příklad experimentu - přetržení vzorku z Tetrapaku





Děkuji za pozornost