

# Elektronová mikroskopie a mikroanalýza

# proč elektronový mikroskop ?

- Klasický mikroskop využívá viditelné světlo a soustavu optických čoček. Jeho zvětšení je limitováno vlnovou délkou světla 400-600 nm.
- Elektronový mikroskop využívá místo světla svazek urychlených elektronů a soustavu elektromagnetických čoček. Vlnová délka urychlených elektronů je až 6 pm což umožňuje mnohem větší zvětšení.
  - U skenovacího elektronového mikroskopu je zvětšení až 300 000 x, transmisní elektronový mikroskop může dosahovat zvětšení až 1 200 000.
  - Obraz studovaného předmětu není pozorován přímo, ale pomocí detektoru a monitoru.
  - Při interakci urychlených elektronů se vzorkem vzniká celá řada záření, které mohou být využity pro další charakteristiku vzorku.

# Elektronová mikroskopie a mikroanalýza – základní pojmy

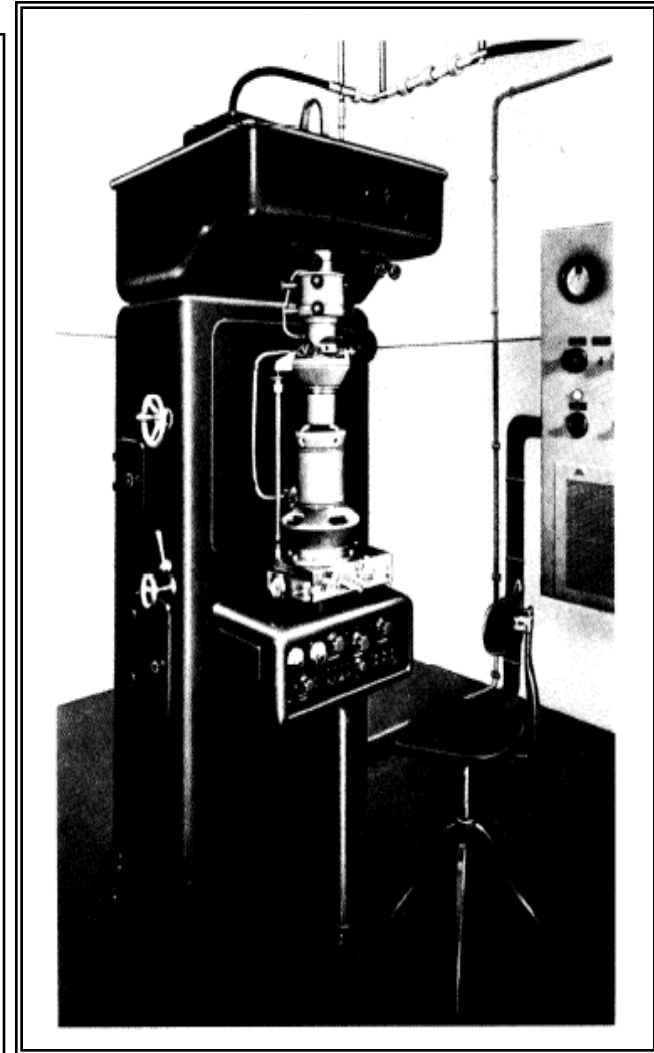
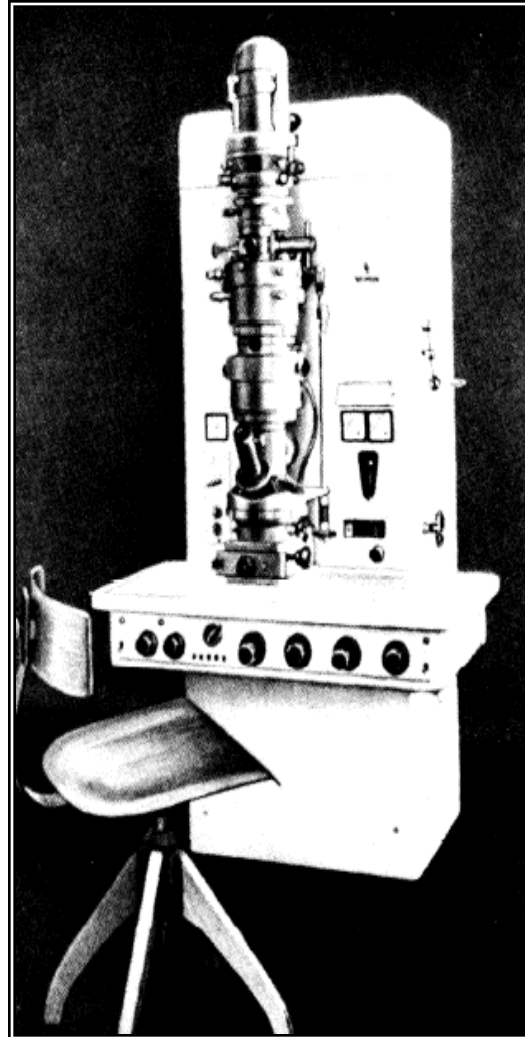
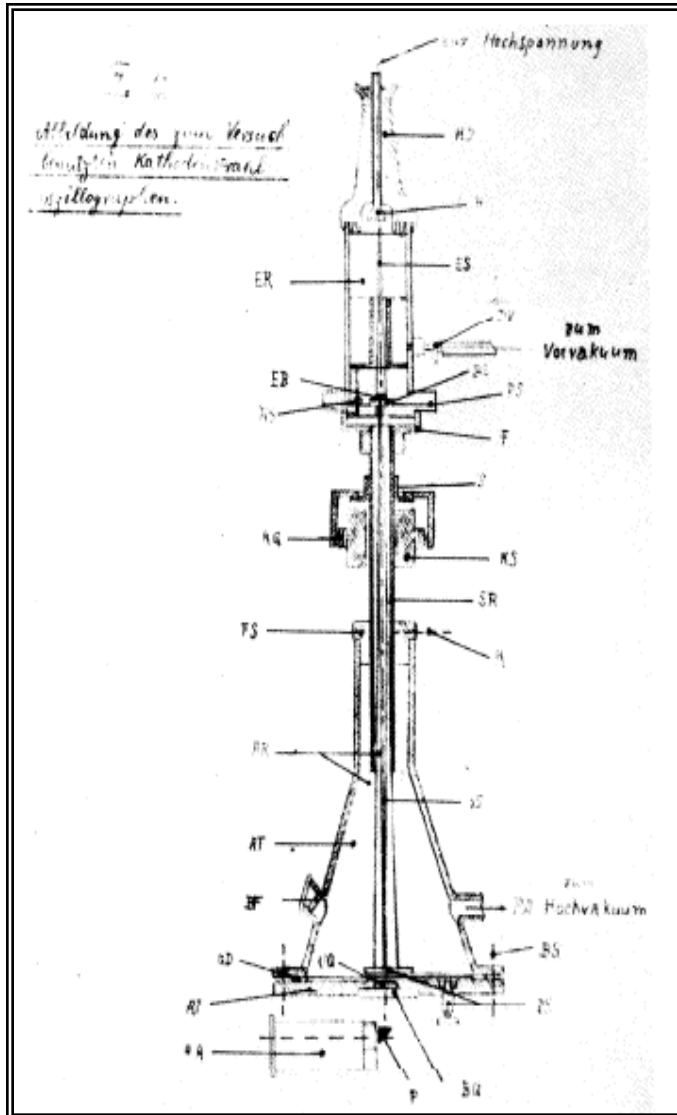
- elektronový mikroskop
  - transmisní elektronový mikroskop (TEM, HRTEM)
    - elektronový svazek prochází skrz zkoumaný vzorek a výsledný obraz je pozorován na fluorescenčním stínítku
    - zvětšení až 1 200 000 x.
    - je možné pozorovat jednotlivé atomy a jejich uspořádání v krystalové mřížce
  - scanovací (rastrovací) el. mikroskop (SEM, REM)
    - el. svazek se pohybuje po vzorku podobně jako el. svazek na TV obrazovce
    - zvětšení 3x-300 000x
- elektronová mikroanalýza
  - využívá RTG záření vznikající při interakce urychlených el. a povrchu vzorku
  - RTG záření je buzeno z malého objemu vzorku
- elektronová mikrosonda
  - el. mikroskop speciálně designovaný pro analytické účely (vysoké proudy, osazení WDX spektrometry, malá pracovní vzdálenost)

# elektronový mikroskop

- 1931 Ernst Ruska a Max Knoll postavili první transmisní elektronový mikroskop (TEM)

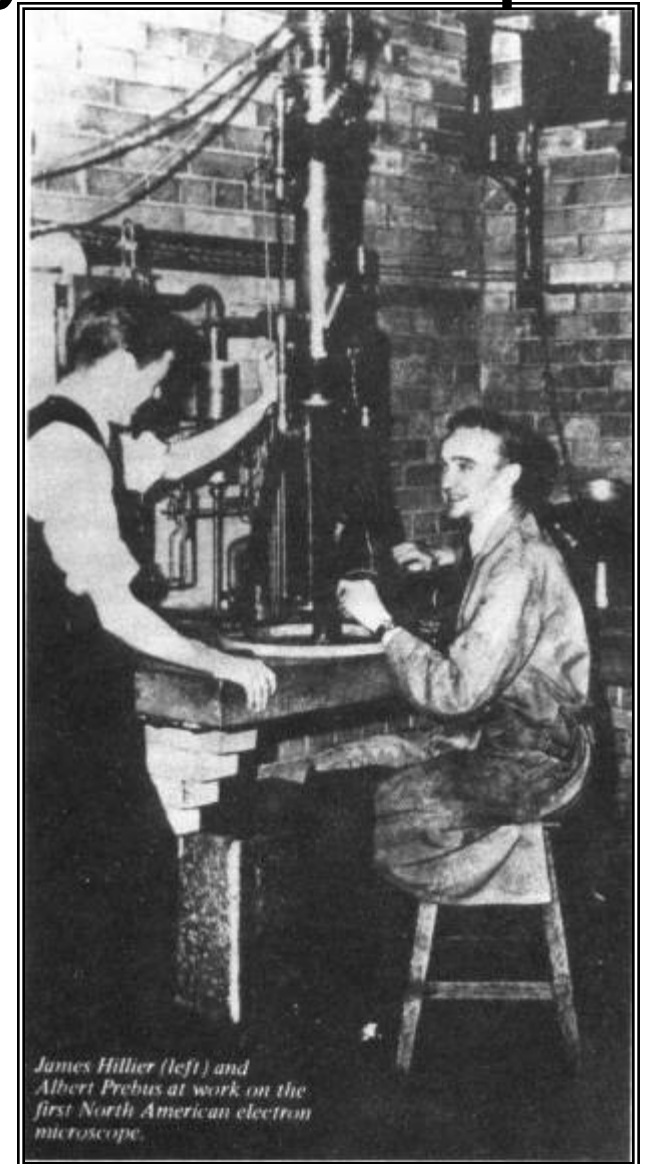


# první transmisní elektronové mikroskopy



# scanovací elektronový mikroskop

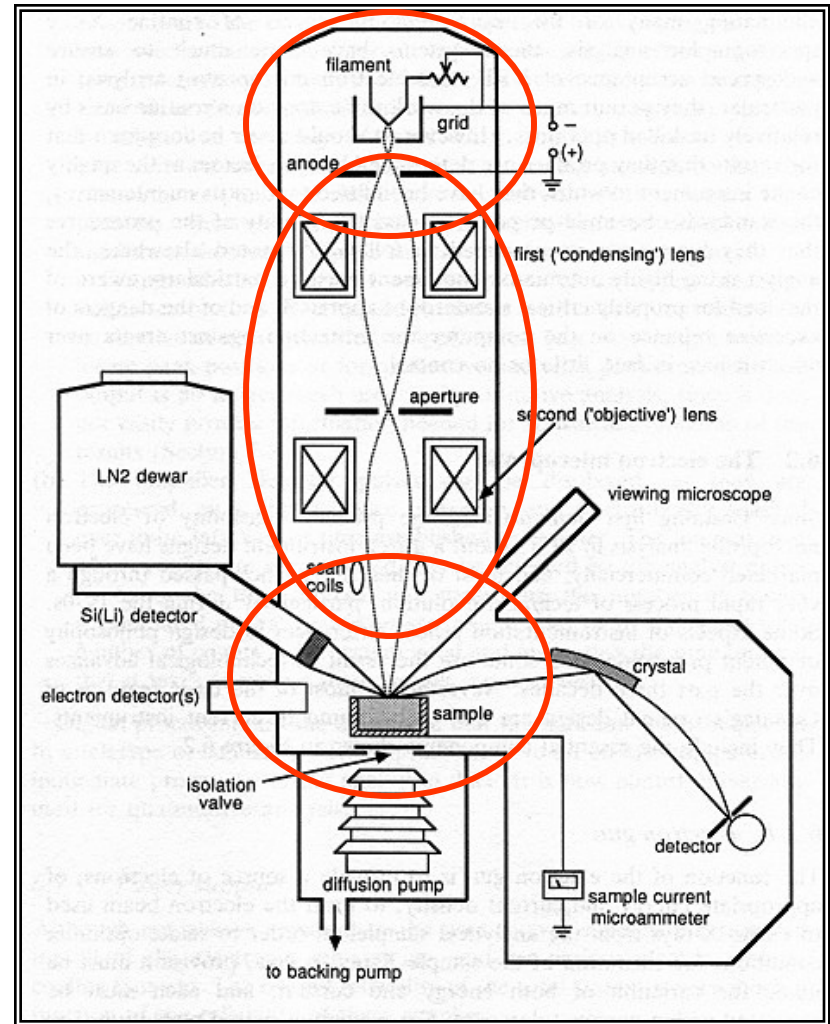
- 1937 studenti PhD. J. Hillier and A. Prebus z University of Toronto postavili první scanovací elektronový mikroskop, který zvětšoval 7000x



*James Hillier (left) and  
Albert Prebus at work on the  
first North American electron  
microscope.*

# principy elektronové mikroskopie

- vakuový systém
- elektronové dělo
  - zdroj elektronů-katoda
    - wolframové vlákno
    - $\text{LaB}_6$
    - field emission gun (FEG)
  - wheneltův válec
- elektronová optika
  - elmgaxnetické čočky
  - clony
  - vychylovací cívky
- komora pro vzorky
  - motorizovaný držák vzorků X,Y,Z,R,T
  - otvory pro detektory
- detektory
  - BSE, SE, CL, EBSD, EDS, WDS



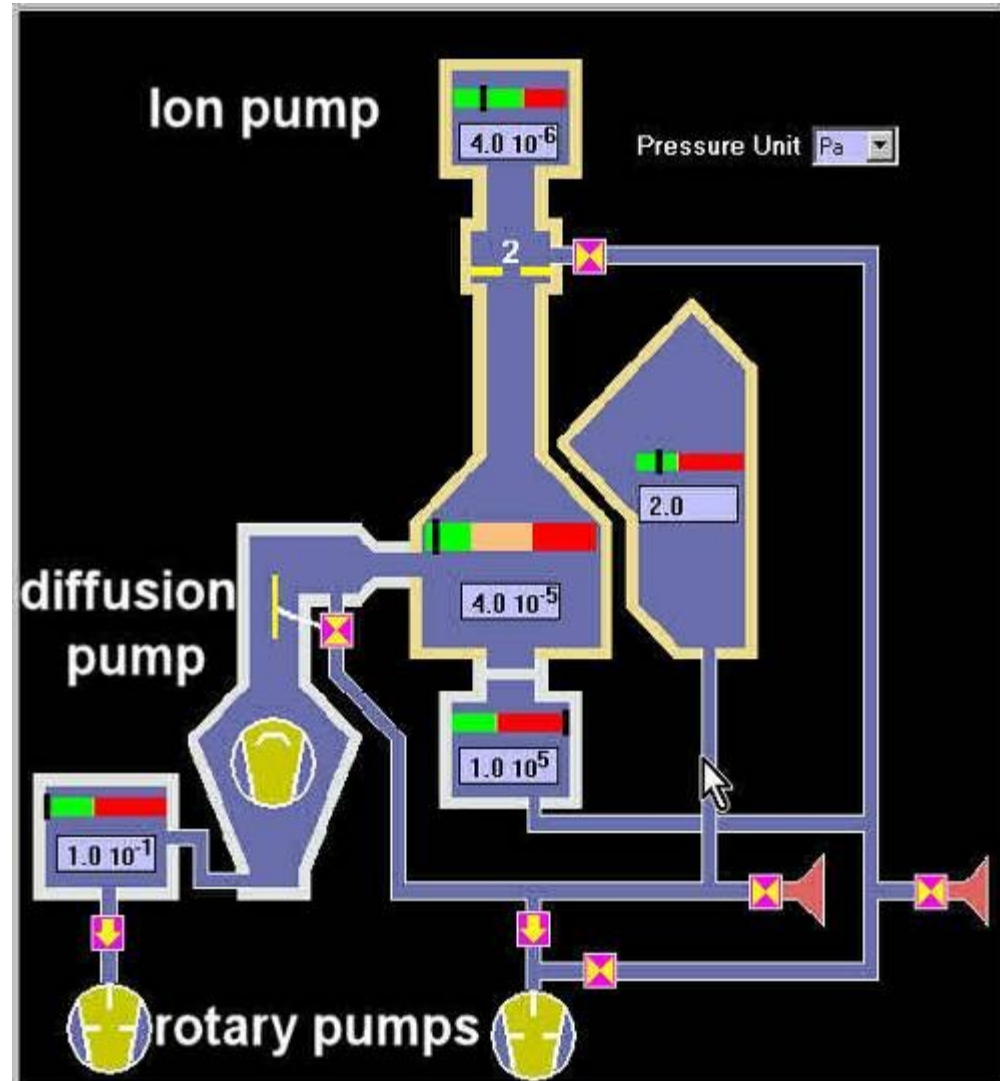
# vakuový systém

- proč je systém pod vakuem?
  - molekuly vzduchu by bránily průchodu elektronového svazku
    - absorpce a rozptyl
  - vysoké vakuum je dobrý elektrický izolant
    - mezi katodou a anodou je rozdíl potenciálu až 40 kV na vzdálenosti 2 cm



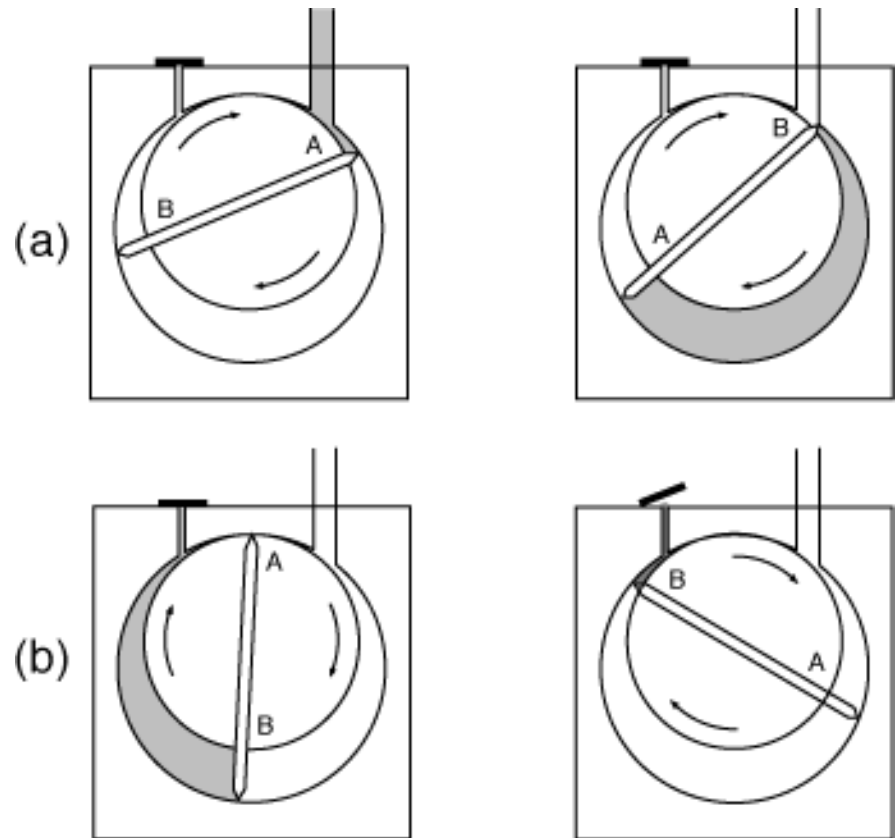
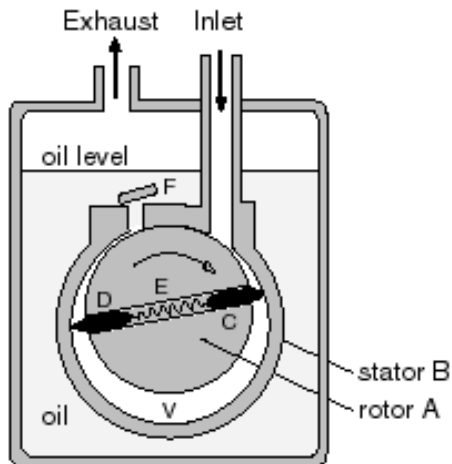
# vakuový systém

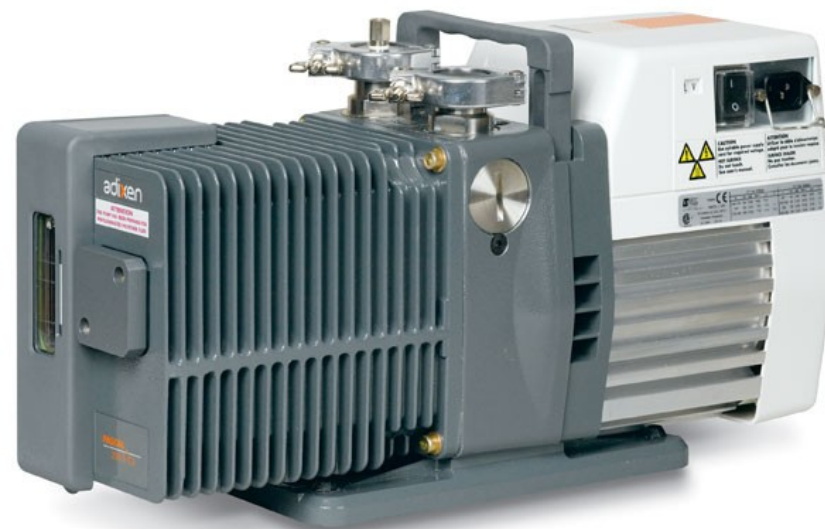
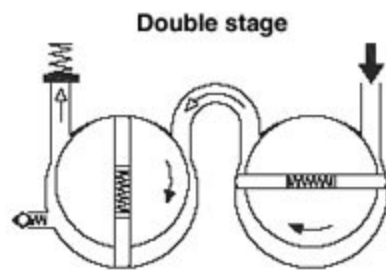
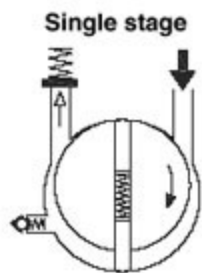
- primární vakuum 1 atm – 0.1 Pa
  - rotační pumpa
  - membránová pumpa
- sekundární vakuum 0.1 –  $10^{-9}$  Pa
  - potřebuje předčerpávání
    - difúzní olejová pumpa
    - turbomolekulární pumpa
    - iontová pumpa
- měrka primárního vakua
  - pirani
- měrka sekundárního vakua
  - iontová pumpa
  - ionizační měrky



# rotační pumpa

- olejová rotační vývěva
- excentricky rotující válec s pohyblivými lamelami
- jednostupňová, dvojestupňová
- 100 000 - 0.1 Pa
- primární vakuum, forvakuum



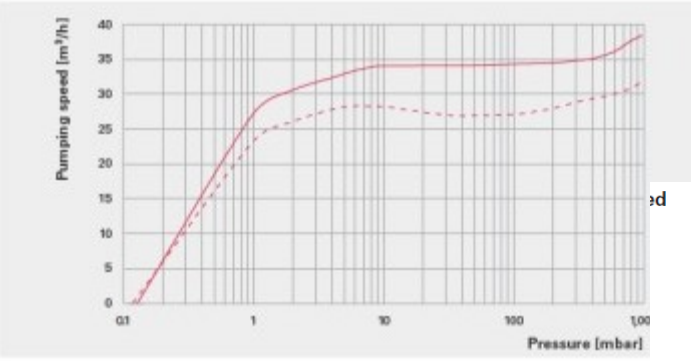


dvoustupňová rotační pumpa  
Adixen 2015 CH

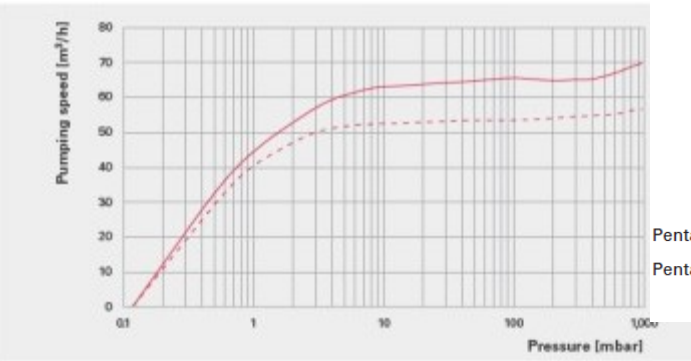
# Pumping speed

# rychlost čerpání vs. tlak,

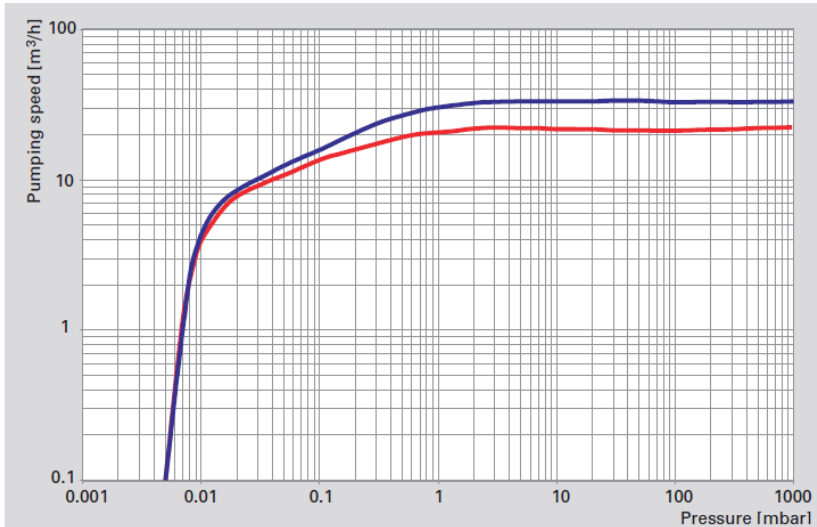
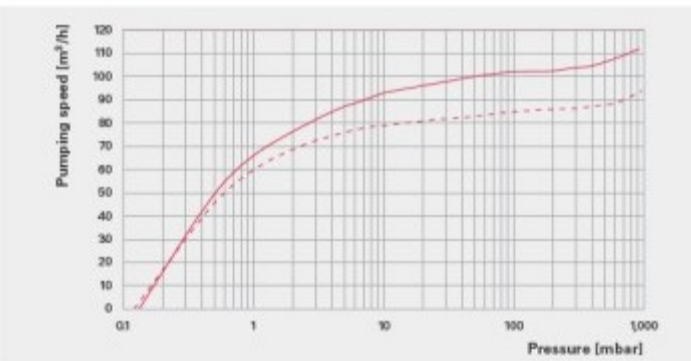
Hena 25



Hena 60



Hena 100



ad

Penta 35 —  
Penta 20 —

# membránová pumpa

- diaphragm pump
- změnou tvaru membrány se mění objem plynu uvnitř pumpy
- odčerpávání zajišťují vzduchové klapky
- zdrojem pohybu membrány je elektromotor nebo elektromagnet
- několikastupňové zapojení
- 100 000 – 1 Pa

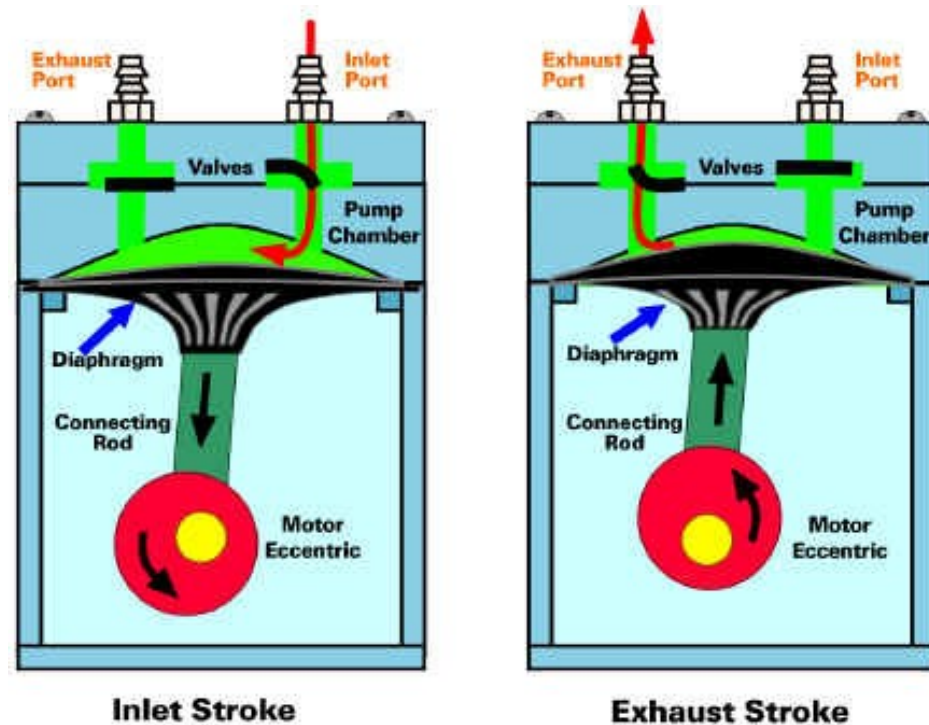
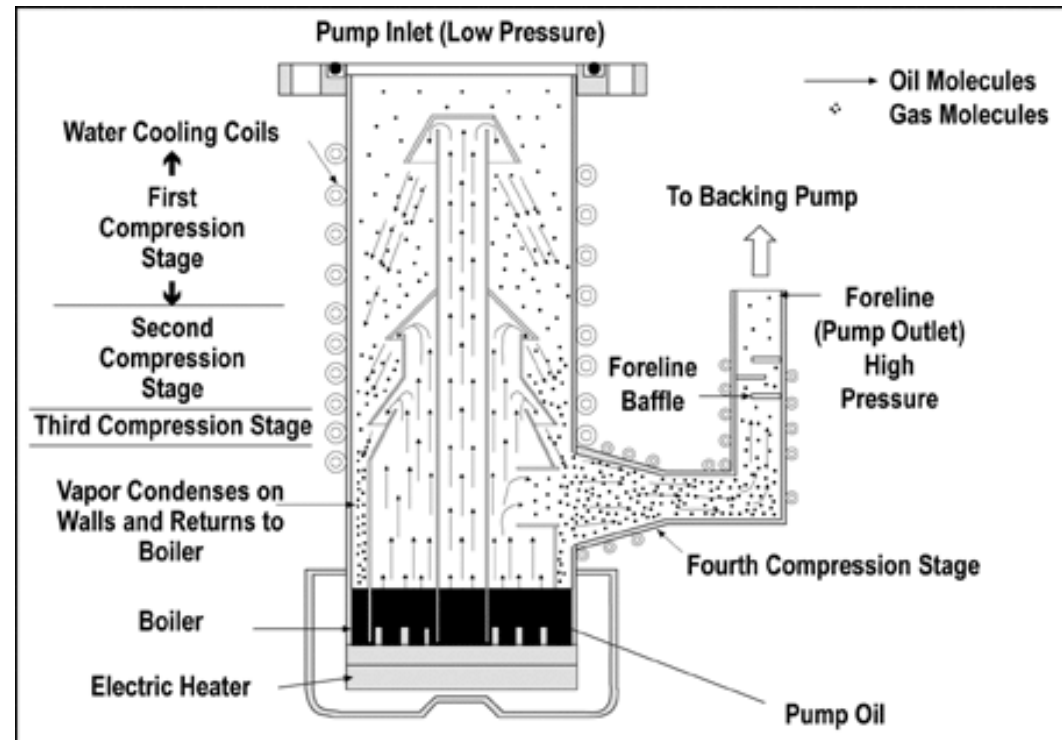


Figure 1 Operation of a liquid diaphragm pump.

# difúzní pumpa

- olejová difúzní pumpa
- nemůže pracovat samostatně, je potřeba jí čerpat pomocí RP
- speciální silikonový olej
- molekuly vzduchu jsou strhávány proudem olejových par, které kondenzují na stěnách
- $0.1 - 5 \cdot 10^{-4}$  Pa
- je potřeba ji chladit vodou
- jednoduchá údržba



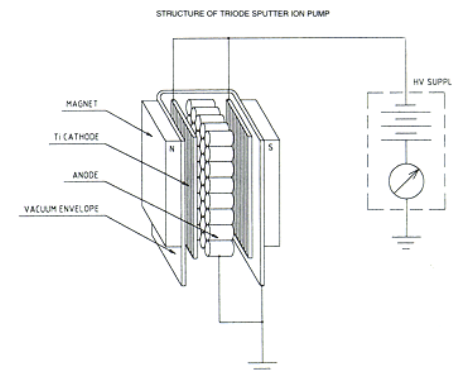
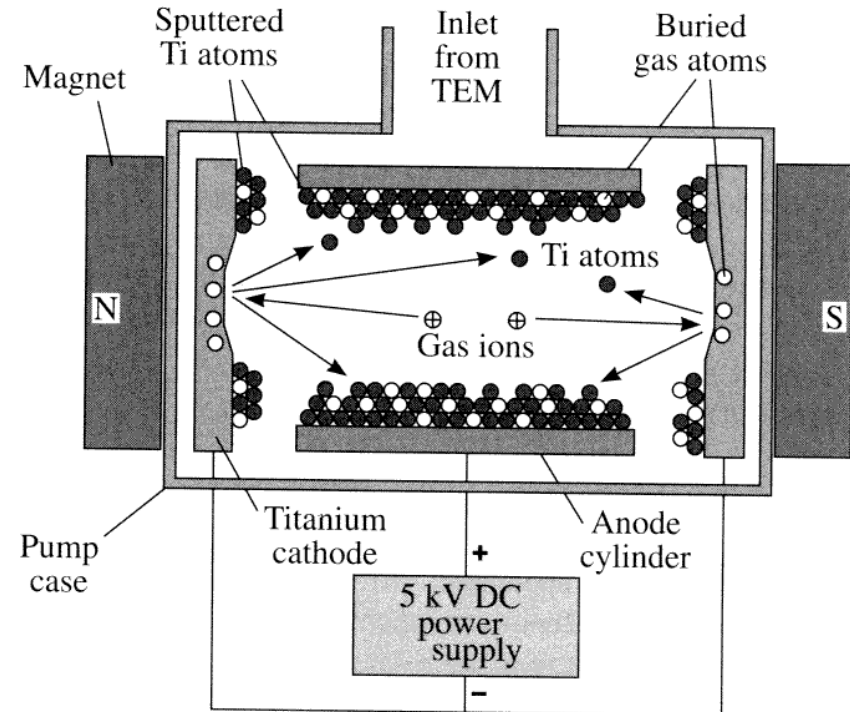
# turbomolekulární pumpa

- nemůže pracovat samostatně, je potřeba jí čerpat pomocí RP nebo membránové pumpy
- v podstatě ultra rychlý ventilátor
- až 90 000 rpm
- tlačí molekuly plynu směrem k pumpě primárního vakua
- $0.1-10^{-8}$  Pa



# iontová pumpa

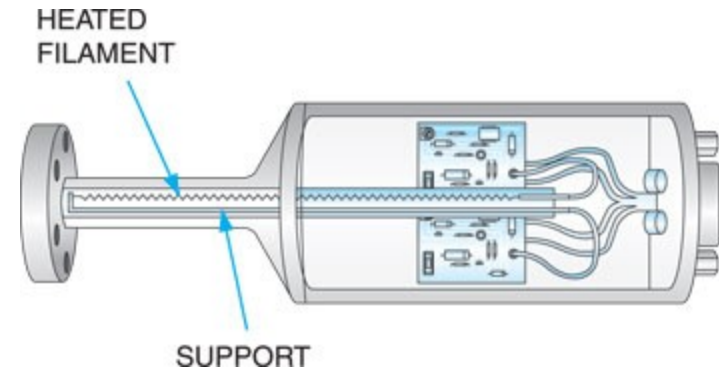
- neobsahuje žádné pohybující se části
- mezi elektrodami IP je vysoké napětí 5-10 kV, molekuly plynu jsou ionizovány, urychleny a vystřeleny směrem ke katodě
- pravděpodobnost ionizace je zvýšena silným magnetickým polem, pohybující se částice se navíc pohybují po spirále
- ionty plynu jsou do katody implantovány a/nebo vyrazí atomy katody, které se usadí na jiných částech IP. Jejich usazováním dochází také i izolací molekul plynu.
- katoda je nejčastěji vyrobena z Ti nebo Ti/Ta slitin v závislosti na plynu (vzduch, Ar, He,.....)
- nedochází k transportu plynu, ale k sorpci na povrch elementů IP
- $10^{-2} - 10^{-9}$  Pa
- velikost el.proudu mezi elektrodami závisí na kvalitě vakua. Čím horší vakuum, tím větší proud.
- IP tudíž rovněž měří kvalitu vakua (tlak)





# měrka vakua - pirani

- rozsah 100 000 Pa –  $10^{-3}$  Pa
- pro nízké stupně vakua
- rozžhavené vlákno měrky je ochlazováno molekulami plynu, které mu odnímají teplo.
- pro měření tlaku se využívá závislosti elektrického odporu rozžhaveného vlákna na teplotě
- měří se proud protékající vláknem při konstantním napětí
- $I=U/R$
- po kalibraci dostaneme přímou závislost odporu vlákna na tlaku



# ionizační měrky vakua

- se žhavou katodou
  - $0.1-10^{-6}$  Pa
  - rozžhavená katoda produkuje elektrony, které ionizují plyn a jeho ionty dopadají na sběrnou elektrodu.
  - iontový proud závisí na tlaku okolního plynu
- se studenou katodou
  - $0.1-10^{-10}$
  - napětí několik kV
  - měří se el. proud mezi katodou a anodou
  - dráha elektronů je prodloužena magnetickým polem
  - penning
  - inverted magnetron

