



SPECIÁLNÍ PRAKTIKUM – F7571

podzimní semestr 2012 a jarní semestr 2013

Úloha: Skenovací elektronová mikroskopie s duálním svazkem (SEM + FIB)

Autor návodů: doc. RNDr. Petr Mikulík, Ph.D.

Verze návodů: 12. dubna 2013

1. Úvod

Skenovací (rastrovací) elektronový mikroskop, resp. skenovací elektronová mikroskopie (SEM), umožňuje zkoumání povrchu vzorků tak, že urychlený zaostřený svazek elektronů dopadá na vzorek a současně detektory umístěné nad vzorkem detekují vycházející elektrony nebo rentgenové záření. Počítač zobrazuje získaný signál jako dvourozměrný obraz povrchu vzorku. Pixel výstupního obrazu je dán velikostí stopy dopadajících elektronů, velikost zvětšení je dána velikostí obrazu na monitoru a velikostí plochy rastrované na vzorku (zorné pole). Vzniklý obraz pro určitý vzorek (materiál) tedy závisí na použitém detektoru (můžeme detekovat zpětně odražené elektrony, sekundární elektrony nebo vybuzené rtg záření) a na energii dopadajících elektronů (typicky stovky eV až desítky keV). Kvalitní obrázek získáme pečlivým laděním urychlovacího napětí, velikosti stopy, proudu a času snímání.

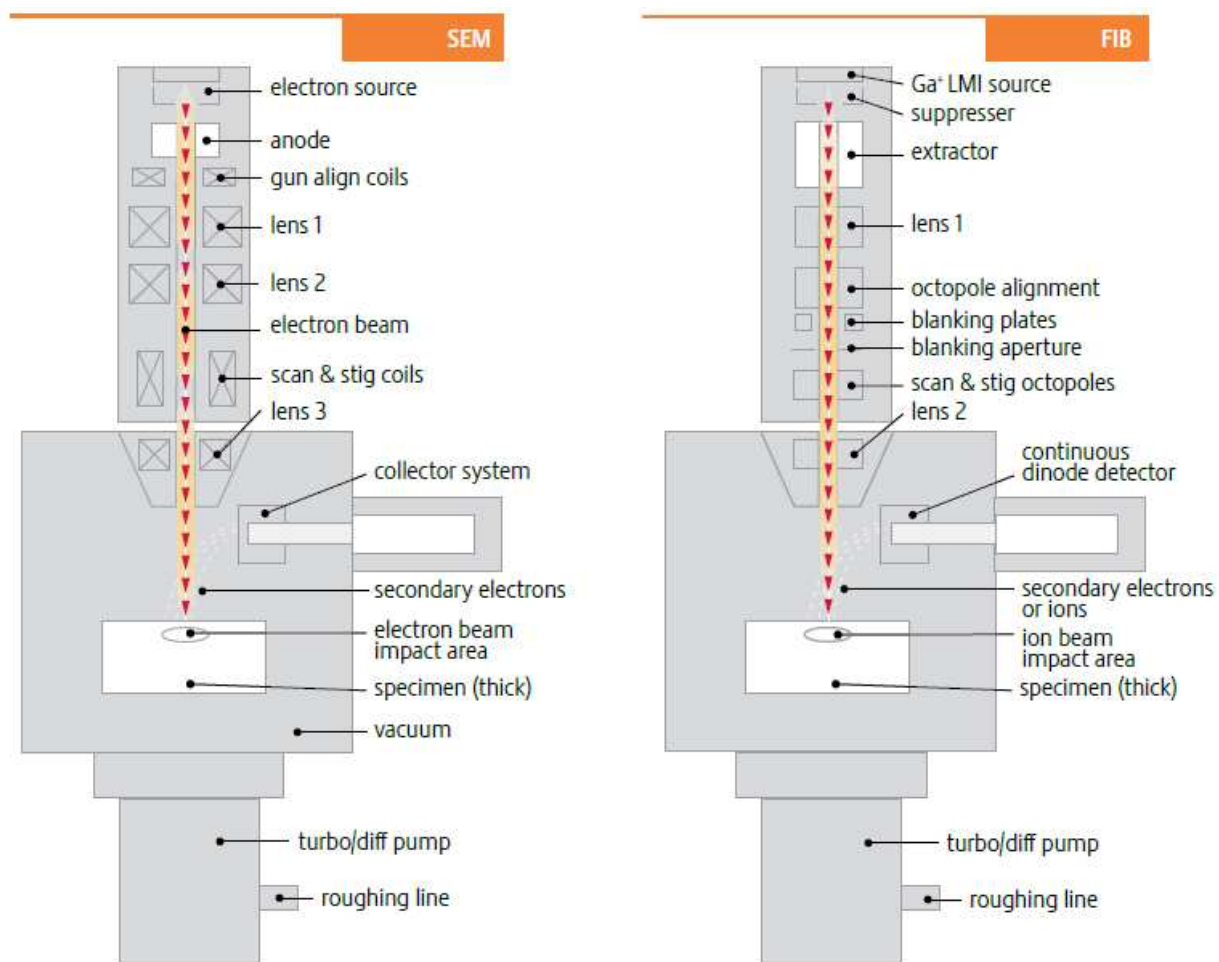
Elektrony jsou nabitě částice, proto je třeba zobrazení provádět ve vysokém vakuu. Přitom dochází k nabíjení vzorku, nabitý povrch odpuzuje dopadající elektrony a zhoršuje obraz. Proto *zobrazování ve vysokém vakuu* funguje dobře pouze pro vodivé vzorky (vzorek musí být spojen s uzemněným stolem). Nevodivé vzorky můžeme pokovit tenkou kovovou vrstvou, čímž můžeme studovat topologii povrchu ve vysokém vakuu. V režimu *nízkého vakuu* můžeme studovat i nevodivé vzorky, náboj je odváděn při ionizaci molekul vzduchu, rozlišení však bude horší. Některé mikroskopy je možné provozovat i v režimu *environmental SEM* (ESEM), kdy při tlaku cca desítky až několik tisíc pascalů dochází k odpařování vody záměrně umístěné do komory mikroskopu, což zmenšuje degradaci zkoumaných biologických vzorků.

Při dlouhodobém pozorování vzorku může někdy docházet ke vzniku a pozorování různých artefaktů – přesvětlené oblasti vzniklé nabíjením neodvedeného náboje, degradace materiálu vzorku, apod.

V současné době se jako zdroj elektronů používá buď *žhavená wolframová anoda* nebo *studený Schottkyho zdroj* (Schottky FEG – Schottky Field Emission Gun). Schottky FEG umožňuje dosáhnout většího rozlišení a má delší životnost než jednotlivá wolframová vlákna, která jsou však podstatně levnější.

Elektronový mikroskop může být osazen (kromě elektronového zdroje) i zdrojem *fokusem iontového svazku* – focused ion beam (FIB). Obvykle se jedná o zdroj kapalného galia (teplota tání galia je 29,8 °C) a urychlovací optikou nezávislou na elektronové. Detektorem sekundárních elektronů pak můžeme sledovat signál způsobený dopadem těchto iontů, které ovšem značně poškozují povrch vzorku. Toho je ovšem možné použít i k užitečné činnosti, a to k řízenému odběru materiálu – hloubení malých děr definovaného tvaru.

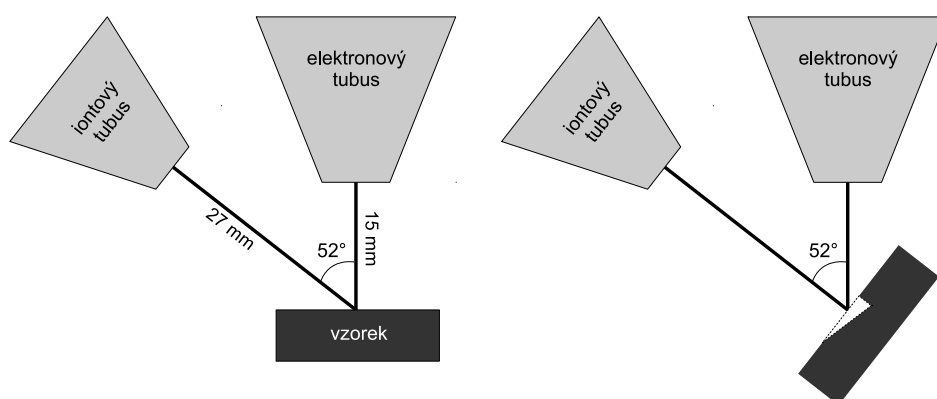
Elektronový mikroskop může být též osazen i *plynným depozičním systémem* – gas injection system (GIS). Dutou jehlou, která se vysune do blízkosti vzorku, proudí nad vzorek plyn (například metalorganika s platinou), při jeho rozkladu nad vzorkem dochází k depozici např. platiny. Kombinací FIBu a GISu tak můžeme například opravovat kontakty na čipech. Dále se FIB používá při přípravě tenkých lamel pro prozařování v transmisním elektronovém mikroskopu (TEM), pokud je mikroskop navíc osazen i speciálním manipulátorem (podavačem), ke kterému je lamela přivařena GISem.



Obrázek 1.1. Schéma elektronového a iontového tubusu (materiály FEI).













2. Elektronový mikroskop FEI Quanta 3D 200i

V praktiku použijeme elektronový mikroskop FEI Quanta 3D 200i. Tento elektronový mikroskop je třídy DualBeam (duální svazek), obsahuje tedy elektronový tubus pro zobrazení SEM, iontový tubus (ionty galia) pro FIB a systém GIS. Na rozdíl od mikroskopů SEM, do kterých je přidán tubus FIBu, obsahuje systém DualBeam další technická vylepšení zlepšující kvalitu obrazu při obsazení mikroskopu oběma zdroji. Úhel mezi oběma tubusy je 52° , při opracování vzorku ionty je tedy nutné vzorek o tento úhel otočit kolem eucentrické polohy (průsečík os těchto tubusů), která se nachází 15 mm (koincidenční vzdálenost) od elektronového tubusu, viz následující obrázek.



Obrázek 2.2. Natočení vzorku při kolmém pozorování elektrony (vlevo) a při opracování a kolmém pozorování ionty (vpravo). Pohled ze směru od dvířek komory.

Níže uvedená tabulka zobrazuje standardní tvary, do kterých umí Quanta povrch vzorku opracovat. Cross-section znamená vytvoření příčného řezu, což se využívá pro studování příčného profilu materiálů, a to buď jednorázově nebo postupným odběrem materiálu a snímáním obrazu řezu pro 3D analýzu struktury materiálu.

	rectangle	cross-section	line and circle	bitmap
Top				
Side				
3D				

Standard available patterning and deposition toolkit.

Obrázek 2.3. Schémata tvarů vyřezávaných metodou FIB či deponovaných metodou GIS (materiály FEI).

Následující tabulka shrnuje parametry mikroskopu. Vzhledem k počítačovému zpracování dat se rozlišení u EM definuje jako přechod mezi 15 a 85 procenty kontrastu.

Elektronový zdroj	Wolframové vlákno (termální emise)	
	Rozlišení obrazu	Vysoké vakuum: 3,0 nm při 30 kV Nízké vakuum: < 12 nm při 3 kV ESEM: 3,0 nm při 30 kV
	Urychlovací napětí	200 V – 30 kV
	Proud elektronů	kontinuálně až do 1 μ A
	Režim neutralizace náboje pro opracování nevodivých vzorků	
Iontový zdroj	Kapalné kovové galium	
	Rozlišení	9 nm, koincidenční bod, 30 kV a 1 pA
		7 nm, optimální prac. vzdálenost, 30 kV a 1 pA
	Urychlovací napětí	2–30 kV
	Proud	1 pA až 65 nA v 15 krocích (clonky)
Vakuum v komoře	Vysoké vakuum	< $6 \cdot 10^{-4}$ Pa
	Nízké vakuum	10–130 Pa
	ESEM	10–2600 Pa
Detektory	Everhart Thornleyův (sekundární elektrony – SED)	
	Plynový SED s velkým zorným polem (používaný v nízkém vakuu)	
	Plynový SED (používaný v režimu ESEM)	
	Zpětně odražené elektrony (BSED)	
	Infračervená CCD kamera	
Elektrony a ionty	Úhel mezi e^- a iontovou kolonou	52°
	Koincidenční bod (prac. vzdál.)	15 mm
Stolek vzorku	Rozsah laterálního posunu vzorku X,Y = 50 mm	
	Rozsah vertikálního posunu vzorku Z = 25 mm	
	Náklon vzorku -10° až $+60^\circ$	
	Rotace vzorku 360° kontinuální	

Vysokého vakua se v mikroskopu dosahuje turbomolekulární pumpou umístěnou pod mikroskopem s předčerpáním spirálovým čerpadlem, které je kvůli omezení vibrací umístěno mimo místnost s mikroskopem.

3. Úkoly

V tomto praktiku se seznámíte s ovládáním mikroskopu FEI Quanta 3D se zobrazování elektronovým svazkem a tvarováním povrchu metodou FIB. Při měření zvolíme vhodné napětí a zaostříme na vzorek. Pro vysoké rozlišení je vhodné dojet vzorkem na malou vzdálenost (5 mm nebo vyšší) od elektronového tubusu a dosáhnout ostrého obrazu kombinací ostření a korekce astigmatismu. Pro sejmutí kvalitního obrázku nastavíme pomalý průchod svazku zorným polem a průměrování obrazů při vícenásobném průchodu.

Pro použití FIBu nastavíme vzorek do koincidenční vzdálenosti 15 mm, pootočíme o malý úhel 10–15° a zkorigujeme eucentrický bod, poté otočíme vzorkem na 52°. Ionty zaostříme na takovém místě vzorku, které nechceme poškodit, poté přejedeme na místo, které chceme pozorovat nebo opracovávat.

Úkoly budou následující:

1. Prozkoumejte obraz povrchu několika vzorků ve vysokém vakuu použitím detektoru sekundárních a zpětně odražených elektronů za různých pozorovacích podmínek. Použijte různá urychlovací napětí, velikost proudu, dobu snímání, atd.
2. Prozkoumejte a opracujte povrch vzorku iontovým svazkem.

V protokolu nezapomeňte popsat parametry při sejmutí jednotlivých obrázků. Budou-li na obrázcích charakteristické objekty, popište jejich topologii (velikosti, vzdálenosti, popř. plochu). Jsou-li obrázky příliš světlé nebo tmavé, tak jim před vložením do protokolu upravte kontrast a jas.

4. Odkazy

Popis mikroskopu na stránkách firmy FEI:

<http://www.fei.com/products/dualbeams/quanta3d.aspx>

Popis mikroskopu u firmy Edlin (zástupce FEI pro Českou republiku):

<http://www.edlin.cz/fei/33quanta3d.htm>