



- **SEM:** zvětšení  $10^6$ , 200 V -30 kV, rozlišení 1,5 nm-0,5 nm, části: zdroj e. el.mag a el.stat. čočky, astigmátory, deflektory
- **čočky**
  - el.stat. – e. získávají radiální i axiální přírůstek rychlosti, nerotují kolem osy
  - el.mag. – e. získávají radiální a azimutální přírůstek rychlosti, výsledná dráha má tvar spirály
  - **kondenzory:** první čočka za zdrojem, upravují tvar svazku: silné buzení/malá stopa a vice versa
  - **objektivové čočky:** poslední čočka před vzorkem, el.mag. (pokud to neruší vzorek), největší efekt na výsledné optické vlastnosti přístroje
  - **deflektory:** dva páry pro vychýlení ve směry x a y
- **detektory**
  - **E-T detektor SE:** scintilační: kolektor -> scintilátor-> fotony na fotonásobič-vzniklý proud detekován
    - umístěn mezi čočkou objektivu a vzorkem mimo osu
  - **BSE detektor:** polovodičový, prstencová Si destička pod objektivem, může být rozdělen na víc segmentů BSE topo, nemá kolektor
- **vývěvy: transportní/sorpční**
  - **rotační olejová vývěva:** rotující lopatky vyváří tok, ot. až  $1500 \text{ min}^{-1}$ , olej: těsní, maže, chladí, p až  $10^{-2} \text{ Pa}$
  - **turbomolekulární vývěva:** lopatky udělí hybnost mol. plynu, ot. až  $90\,000 \text{ min}^{-1}$ , tlak až  $10^{-7} \text{ Pa}$

# Signální elektrony v SEM

výsledkem interakcí PE se vzorkem je generace signálních e.

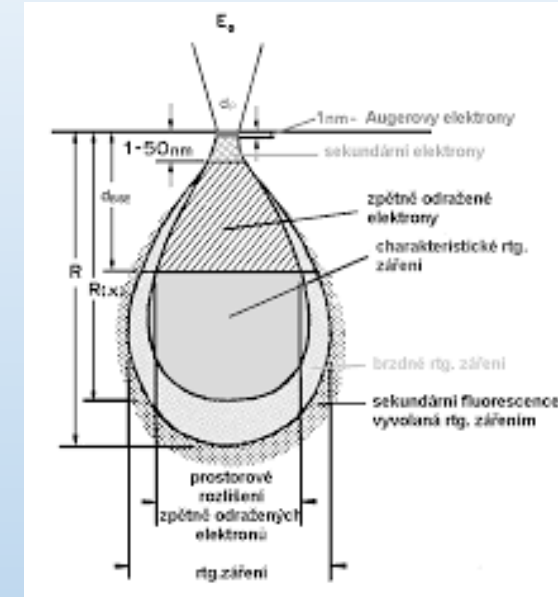
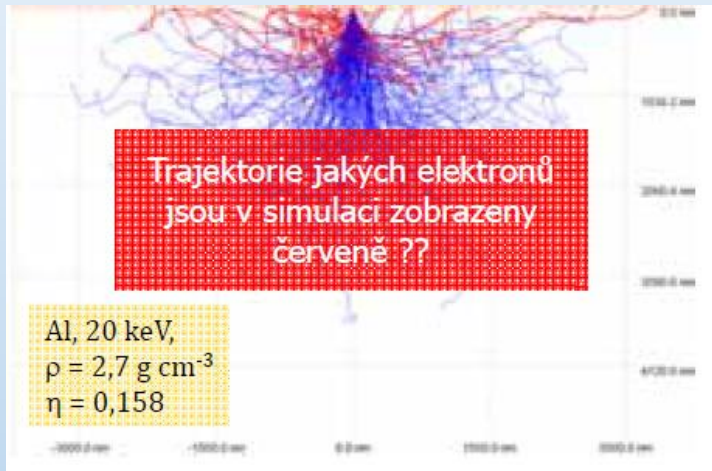


Schéma energiového rozdělení signálních e.

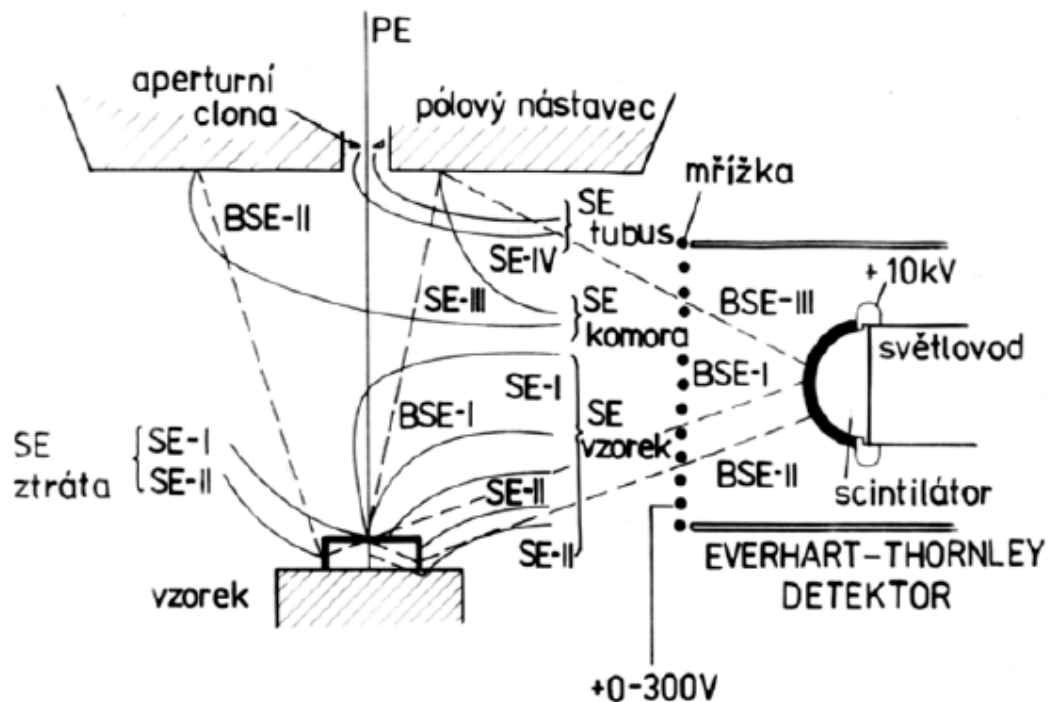
Dvě hlavní skupiny:

- 1) Elektrony s energií  $E \leq 50 \text{ eV}$  – Sekundární elektrony (SE)
  - 2) Elektrony s energií  $50 \text{ eV}$  až  $E_{PE}$  – zpětně odražené elektrony BSE
- Výtěžek SE (počet SE/počet PE) = koef. emise SE  $\delta$
  - Výtěžek BSE (počet BSE/počet PE) = koef. emise BSE  $\eta$

obecně platí:

- $\delta$  se zvyšuje s  $E_{PE}$  (300-800 eV) a pak se snižuje se zvyšující  $E_{PE}$
- $\eta$  zůstává pro  $E_{PE} > 10 \text{ keV}$  téměř neměnný. Roste se středním protonovým číslem  $\bar{Z}$  vzorku

# Klasifikace signálních elektronů v EM



**SE I** – generované primárními elektrony ve vzorku.

**SE II** – generované ve vzorku v důsledku srážky BSE

**SE III** – generované na stěnách komory vzorku po dopadu BSE

**SE IV** – generované v tubusu po dopadu PE

**BSE I** – generované primárními elektrony ve vzorku (pružně).

**BSE II** – generované primárními elektrony ve vzorku (nepružně).

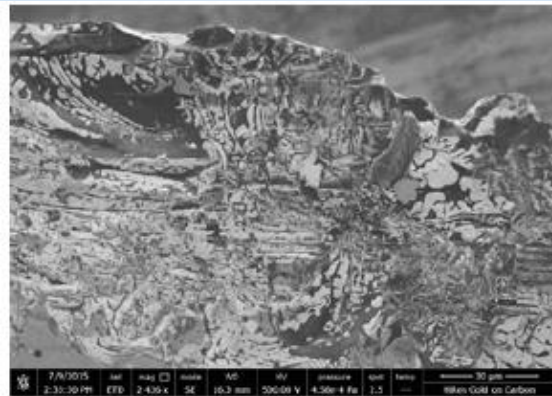
**BSE III** – generované po dopadu BSE I od komory vzorku

Pozn: SE I nesou informaci z plochy vzorku odpovídající průměru stopy dopadajících PE

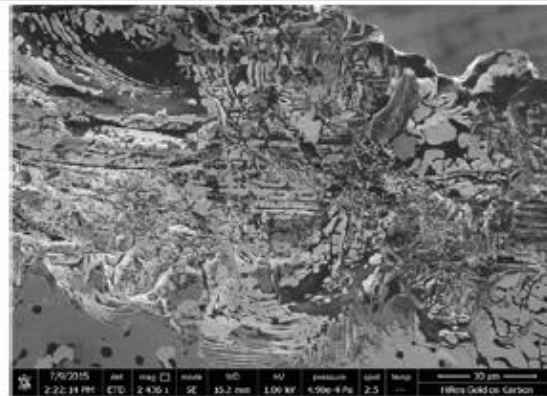
# Klasifikace signálních elektronů v EM



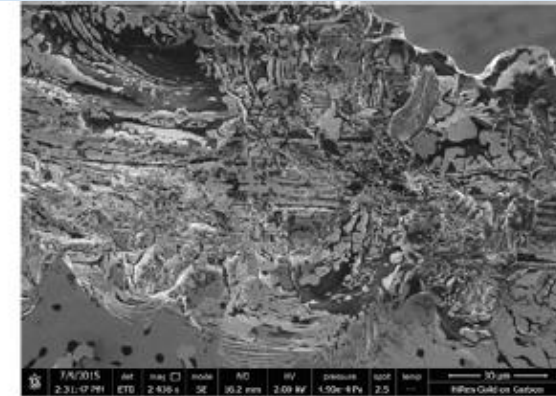
S rostoucí energií PE roste interakční objem ve vzorku, roste energie BSE, které jsou emitovány ze stále větší hloubky a je jejich rostoucí energií roste jejich schopnost vyrazet detekovatelné, avšak parazitní signální elektrony z kovových částí v komoře vzorku (SE III). Současně klesá koeficient emise (SE I a Se II). V důsledku toho dochází ke změně informace zachycené detektorem, interpretované změnou kontrastů v obraze.



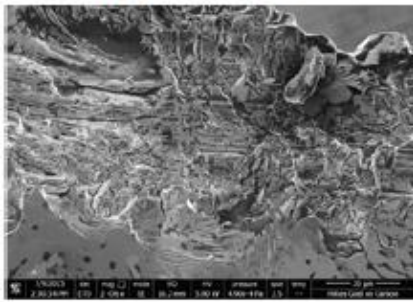
Vyštípnutý křemíkový wafer.  
 $E_{PE} = 0,5$  keV, ET detektor.



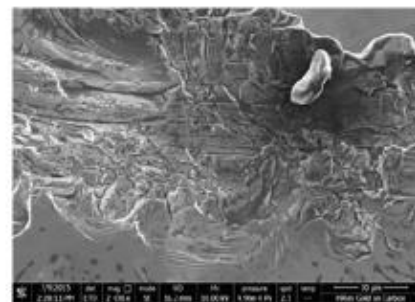
$E_{PE} = 1$  keV



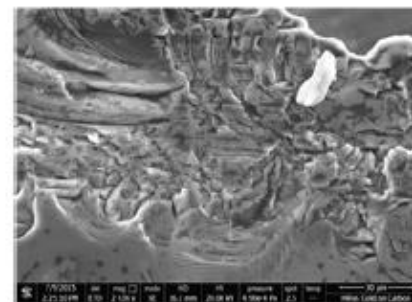
$E_{PE} = 2$  keV



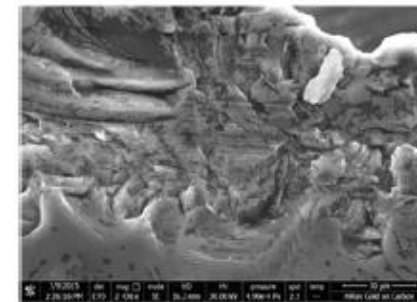
$E_{PE} = 5$  keV



$E_{PE} = 10$  keV



$E_{PE} = 20$  keV

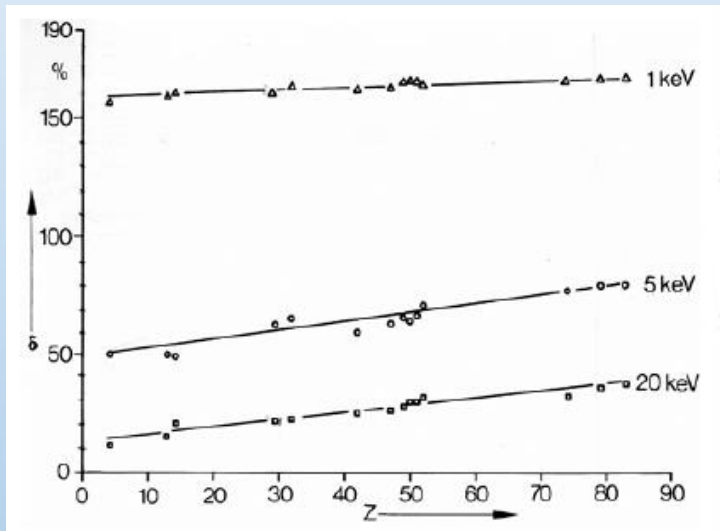
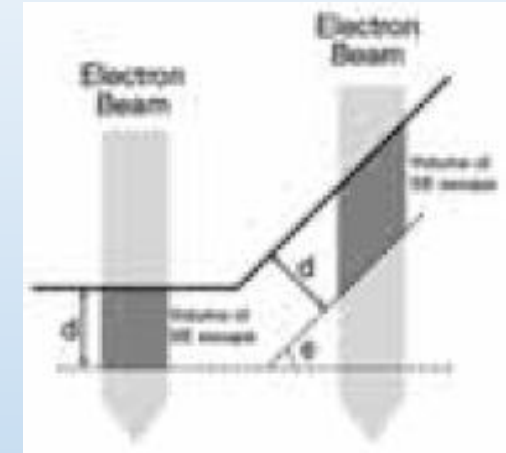
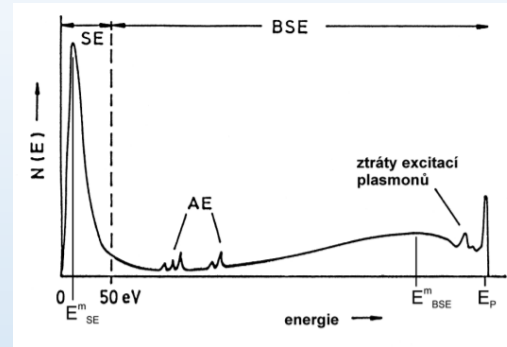


$E_{PE} = 30$  keV

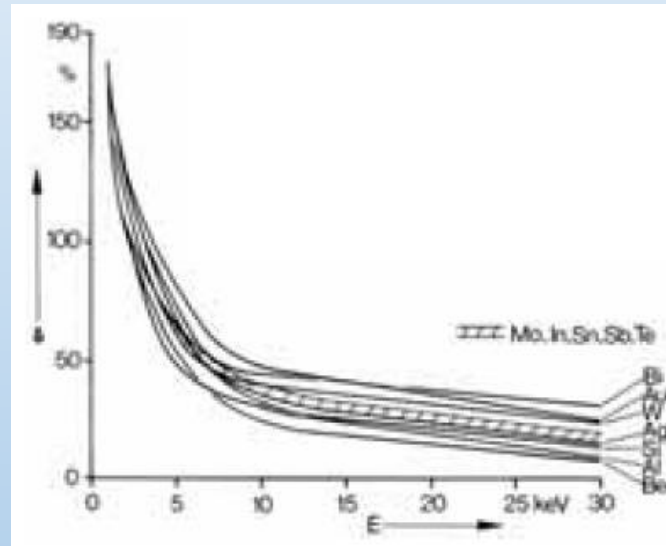
# Detekce SE

koef. emise SE  $\delta$ : intenzita SE/intenzita PE

- $\delta$  roste při snižující se energii PE
- $\delta$  roste při zvyšujícím se náklonu vzorku



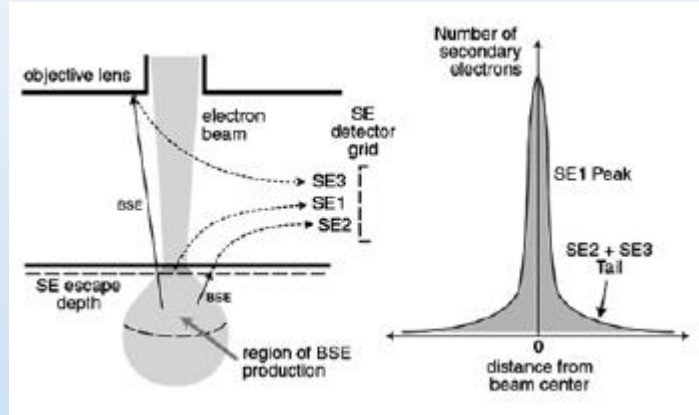
$\delta$  jako funkce Z pro energii PE 1,5 a 20 keV



$\delta$  jako funkce energie PE pro různé prvky

Koeficient  $\delta$  roste v důsledku nárůstu objemu v nakloněném vzorku (úhel náklonu  $\phi$ ), z něhož jsou schopny SE uniknout (tmavě šedá oblast)

# Vliv jednotlivých složek SE signálu na rozlišení obrazu



Emise jednotlivých typů SE

## Vyšší rozlišení SE I + SE II

- SE I vystupují z povrchové oblasti vzorku
- SE I emisní plocha srovnatelná se stopou elektronového svazku
- SE II – generace pomocí BSE
- SE II – emise z větší hloubky vzorku než SE I
- SE I + SE II tvoří méně jak 50 % signálu (poměr může být vyšší u optimalizovaných ETD)

vzorek	Z	$\eta$	$\delta$	SE-I+II %	SE-III %	SE-IV %
Al	13	0,2	0,28	55	43	2
Cu	29	0,34	0,38	47	51	2
Mo	42	0,38	0,34	44	53	3
Au	79	0,45	0,47	39	58	3

Podíl výtěžku jednotlivých složek SE v celkové hodnotě SE signálu (ET detektor umístěný pod objektivem)

## Charakteristický typ elektronů – složka SE III

- zavádí do obrazu BSE signál
- snižuje rozlišení
- projevuje se jako „temný šum“
- může tvořit až polovinu celkového signálu u detektoru umístěného pod objektivem



- Rozdílný počet elektronů složek SE I a SE II závisí na emisní hloubce a na průměru emisního povrchu
- SE I jsou zdrojem nejvyššího rozlišení
- SE I vychází z hloubky vzorku asi 5 nm
- průměr emise SE I odpovídá průměru stopy elektronového svazku
- experimentální oddělení SE I a SE II je obtížné
- Lze využít odečítání následujících signálů (doc. Neděla UPT AVČR)

$$SE = SE I + SE II + SE III$$

BSE je zdrojem SE II a SE III

$$SE - BSE = SE I + SE II + SE III - (SE II + SE III) = SE I$$

odečtením BSE signálu od SE signálu je možné obdržet obraz s vysokým podílem složky SE I.

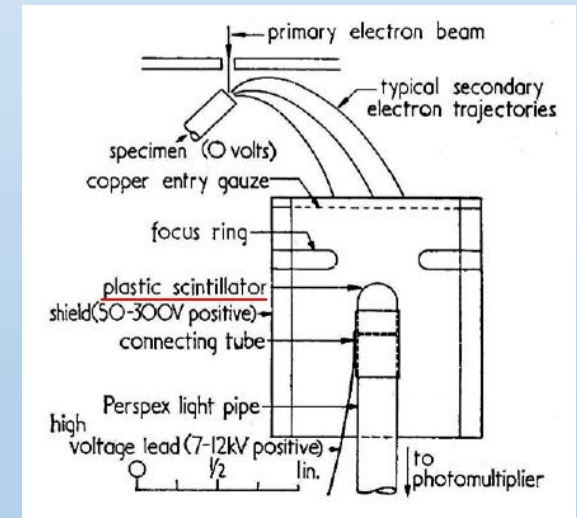
## Everhart-Thornley (E-T) detektor

- SE emitované ze vzorku jsou směřovány pomocí elektrody (**kolektor**) na které je vloženo napětí až stovky V na scintilátor
- vedené SE jsou urychleny vysokým napětím +10 kV aplikovaným na Al-film scintilátoru a dále pomocí scintilátoru přeměněny na světlo (fotony)
- povrch scintilátoru je potažen hliníkem, aby se zabránilo vybíjení a degradaci povrchu)
- vzniklé fotony jsou pomocí fotonásobiče (PMT) přeměněny na elektrický proud, který je zesílen a následně detekován.
- pomocí ET detektoru je také detekováno několik množství zpětně odražených elektronů
- ET detektor je umístěn v prostoru mezi čočkou objektivu a vzorkem (v boční části komory)

Velikost detekovaného proudu:

$$I_C = I_P \delta C$$

$\sigma$  – koeficient sekundární emise  
C – sběrová účinnost detektoru



Původní schéma E-T detektoru SE

Původní návrh: Everhart T.E. a Thornley R.F.M., J. Sci. Instruments 37 (1960) 246.



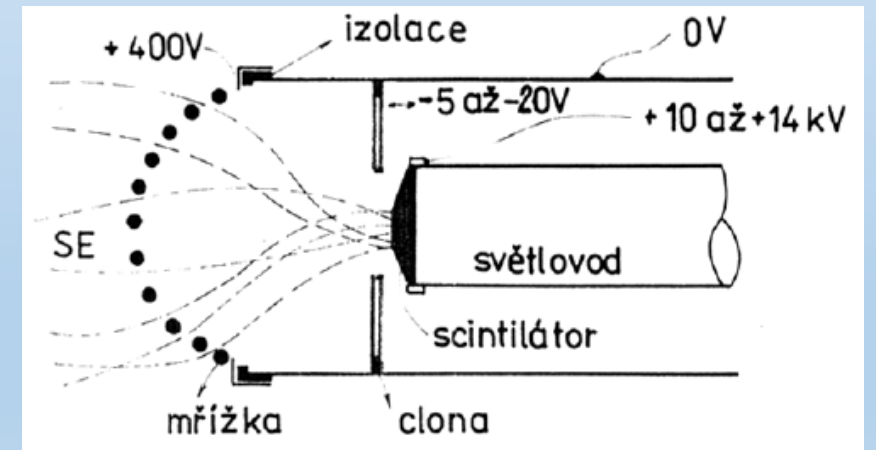
**Výhody:** detektor podával ve srovnání s ostatními systémy nejkvalitnější informaci o zkoumaném povrchu látky

**Nevýhody:**

- plastický scintilátor s nízkou účinností energiové přeměny elektron-foton
- nevhodná geometrie detektoru
- nevhodná geometrie scintilátoru – hemisféra => ztráta světla na okrajích

**Řešení (ÚPT AVČR)**

- monokrystalický scintilátor YAG ( $Y_3Al_5O_{12}$ ), YAP ( $YAlO_3$ )
- změna geometrie
- kuželová geometrie scintilátoru (v praxi se spíše užívá disk)

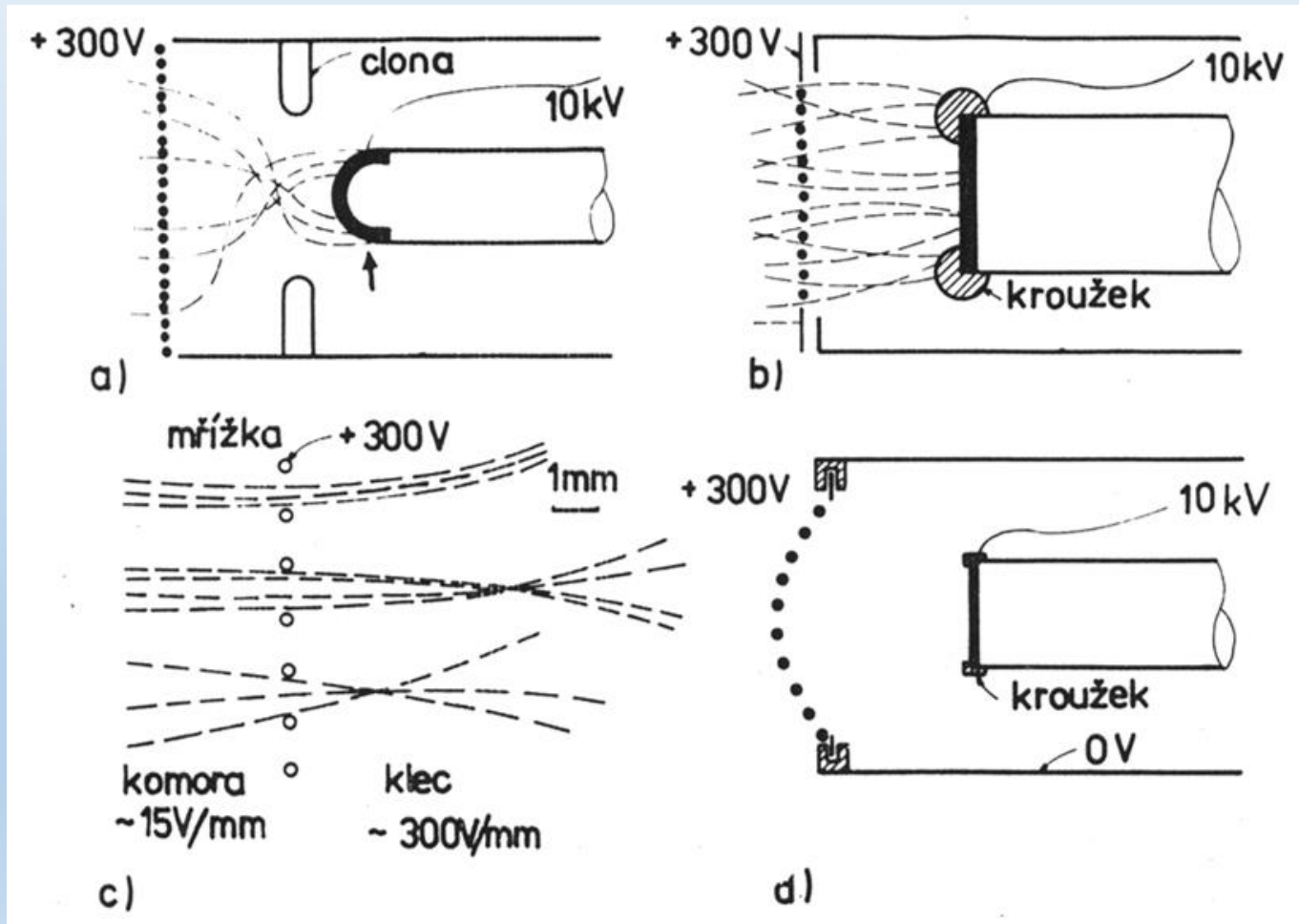


SE detektor s monokrystalickým kuželově tvarovaným scintilátorem YAG

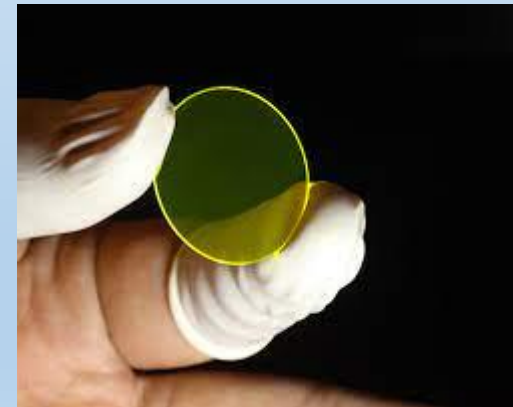
# Everhart-Thornley (E-T) detektor



Téměř 100% vyráběných SEM využívá scinitlačně - fotonásobičový systém detektorů SE



- detektor konvenční
- konvenční JEOL detektor
- vliv kolektorové mřížky
- modifikovaný detektor s monokrystalickým scintilátorem



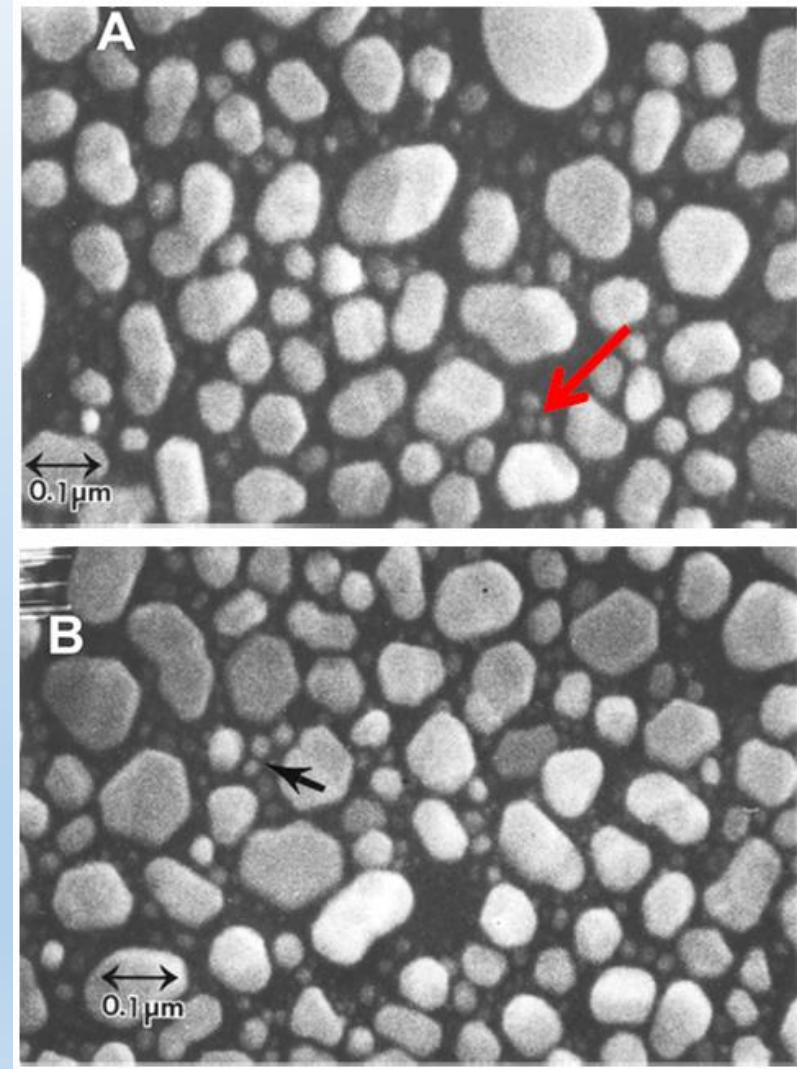
# Vliv konstrukčních úprav SE detektroou



Vzorek	Signál (rel.j.)			
	Konvenční detektor (JSM-U3)	Modifikovaný detektor		
		Fokusací mřížky	Zvětšená oka mřížky	Zmenšený povrch kroužku
Hliník	20	27	30	31
Měď	39	51	55	58
zlato	67	81	89	92
		Zlepšení v %		
		<b>31</b>	<b>9</b>	<b>4</b>

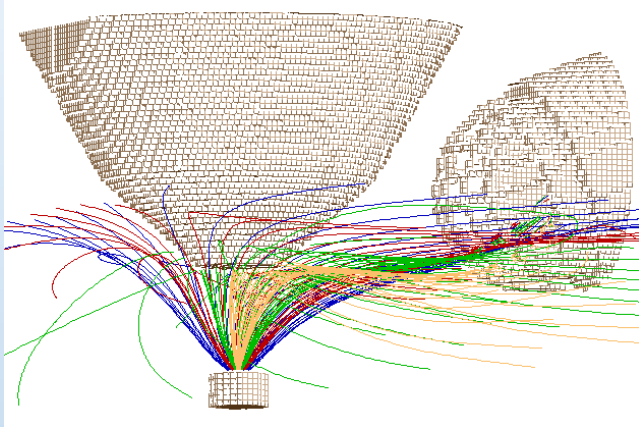
- úpravou tvaru kolektorové mřížky, zvětšením ok mřížky a zmenšením povrchu přitlačného kroužku byl zvýšen výstupní signál SE modifikovaného detektoru o 44%, vůči konvenčnímu JEOL detektoru
- Díky tomuto zlepšení je možné použít nižší proud svazku o 44% při zachování původního poměru signálu k šumu. Nižší proud svazku může znamenat zmenšení poměru stopy svazku a tedy vyšší rozlišovací schopnost. Ale také menší radiační poškození, kontaminaci atp...

- částice zlata zobrazené pomocí rozdílných detektorů
  - a) konvenčním JEOL SE detektorem
  - b) modifikovaným SE detektorem
- Parametry měření:
  - $I_0 = 10 \text{ pA}$ ,  $E_0 = 20 \text{ keV}$
  - WD = 10 mm, zvětšení 100 000x
  - W katoda, scinitlator prášek P47

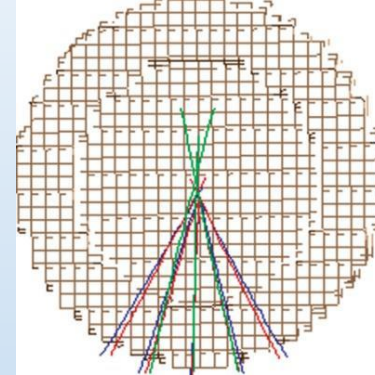


# Simulace sběrové účinnosti detektoru SE

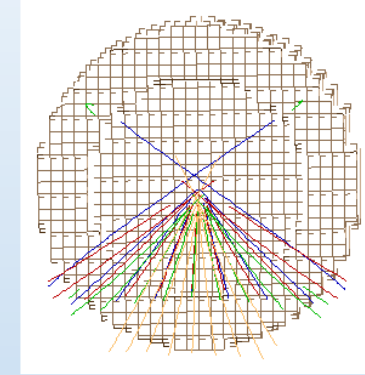
pólový nástavec objektivu



ET detektor



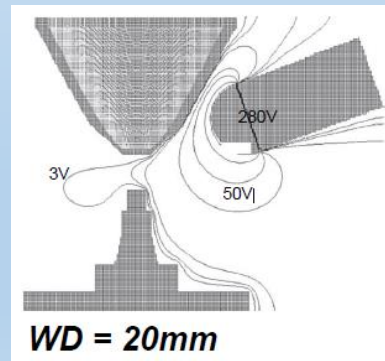
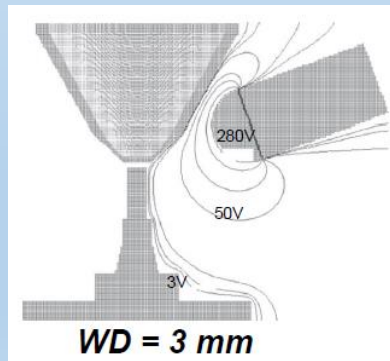
WD=10 mm



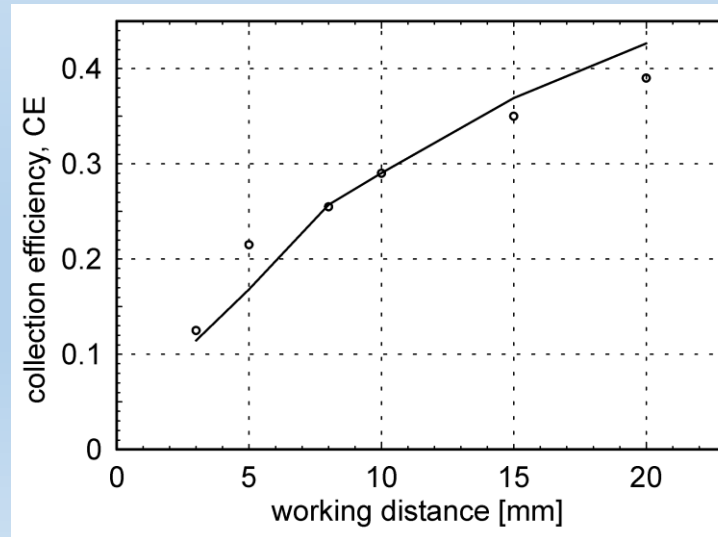
WD=20 mm

Trajektorie SE dopadajících na scintilátor

Trajektorie SE emitovaných pod různým polárním a azimutálním úhlem

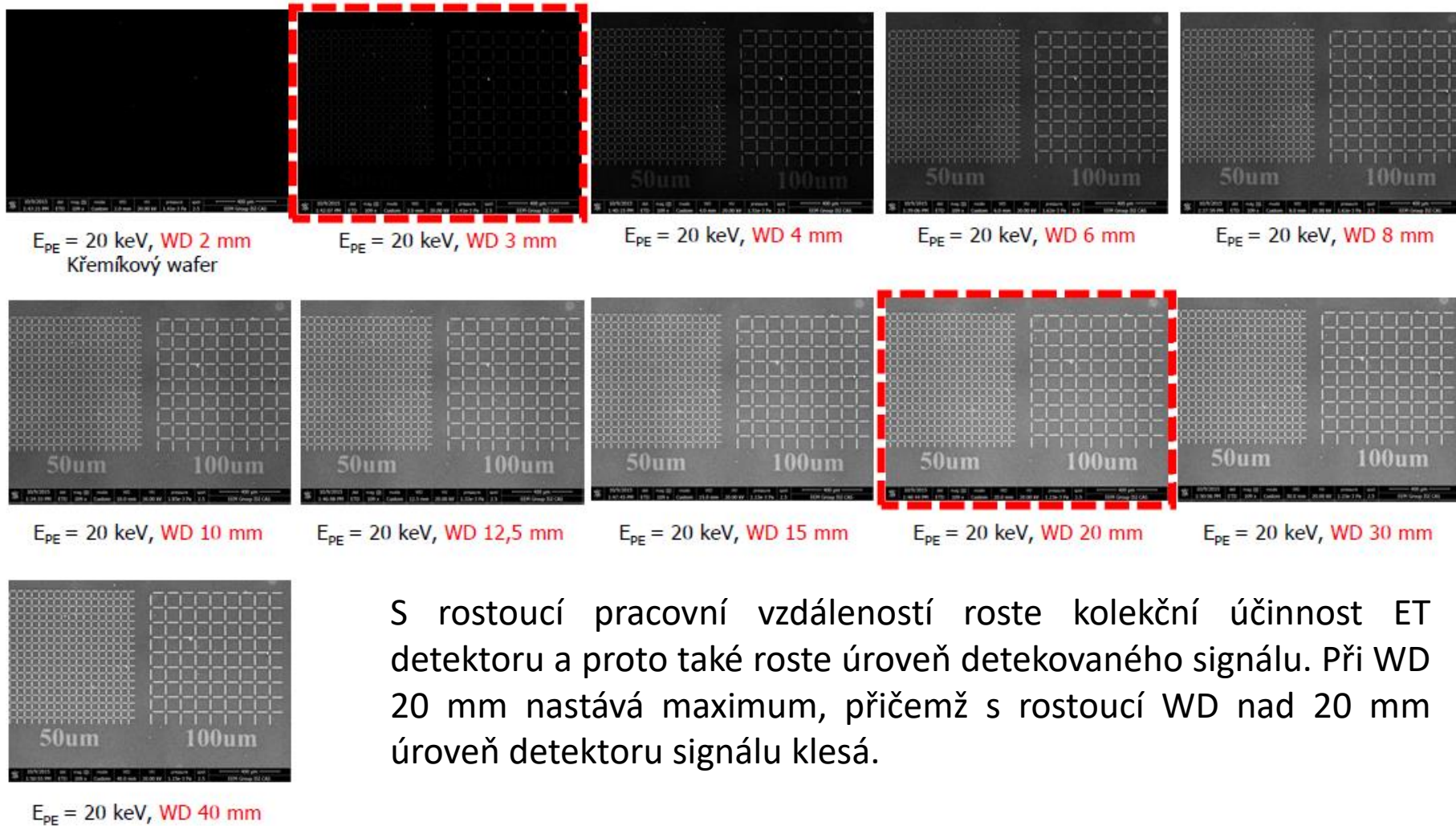


Rozložení ekvipotenciál při různých WD

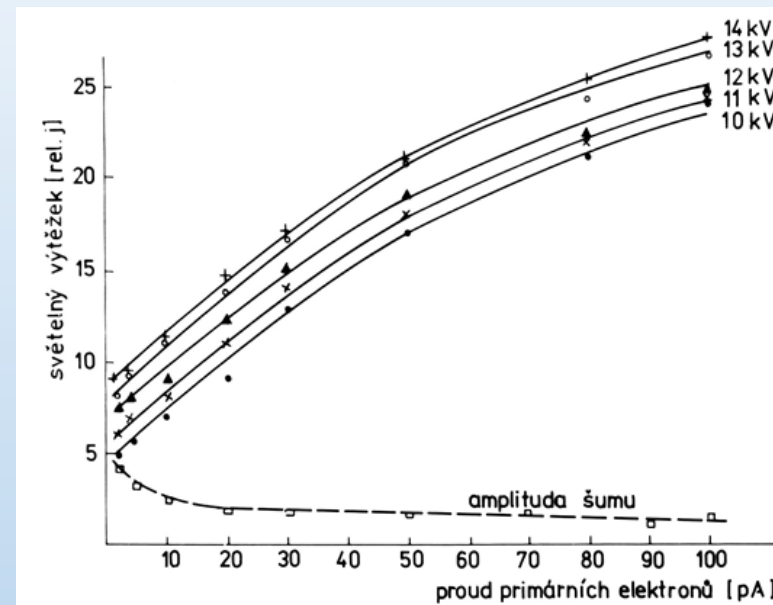
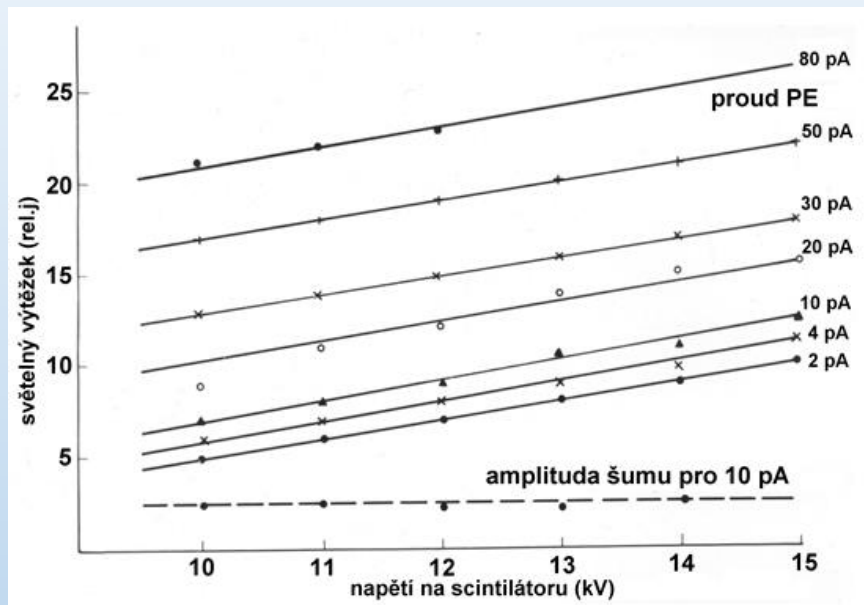


Sběrová účinnost detektoru SE v závislosti na pracovní vzdálenosti

# E-T detektor, vliv WD



S rostoucí pracovní vzdáleností roste kolekční účinnost ET detektoru a proto také roste úroveň detekovaného signálu. Při WD 20 mm nastává maximum, přičemž s rostoucí WD nad 20 mm úroveň detektoru signálu klesá.

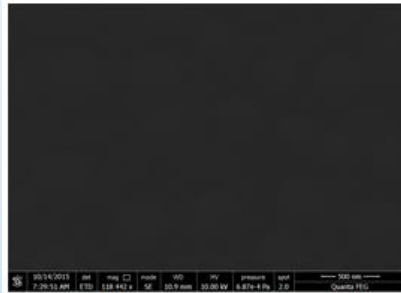


Světelný výtěžek detektoru jako funkce napětí na scintilátoru pro různé proudy

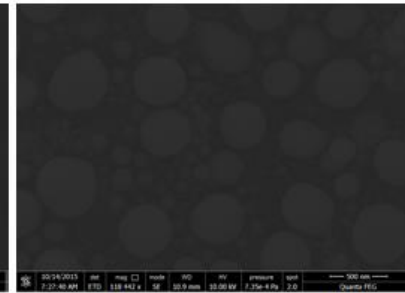
Světelný výtěžek detektoru jako funkce proudu elektronového svazku pro různé napětí na scintilátoru

**Ze závislostí je vidět, jak je možné zvýšit poměr signálu k šumu**

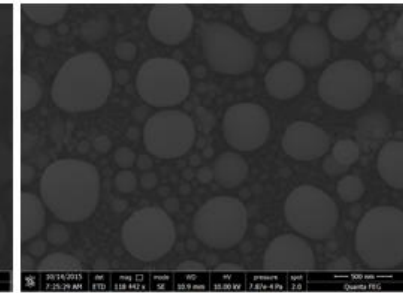
# E-T detektor, vliv napětí na scintilátoru



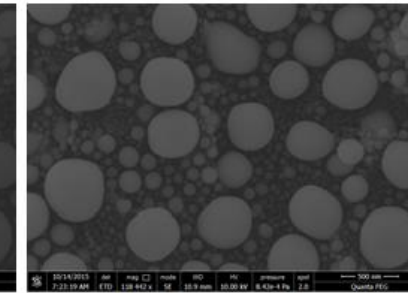
250 V na odsávací mřížce ETD,  
2 kV na scintilátoru, WD 11 mm



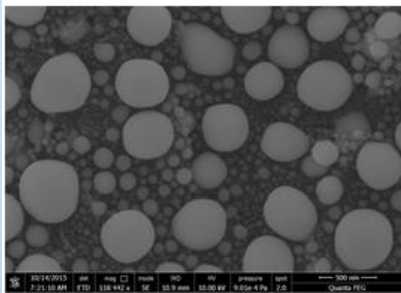
250 V na odsávací mřížce ETD,  
3 kV na scintilátoru, WD 11 mm



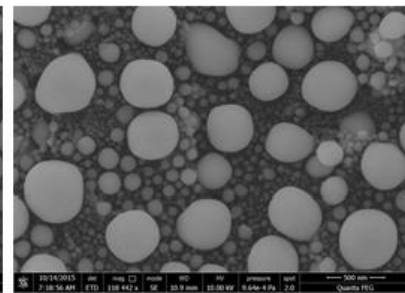
250 V na odsávací mřížce ETD,  
4 kV na scintilátoru, WD 11 mm



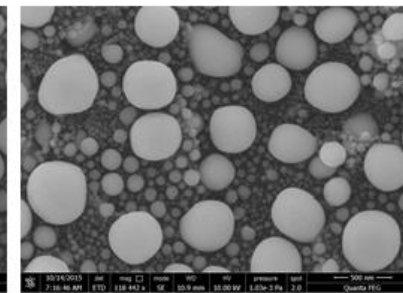
250 V na odsávací mřížce ETD,  
5 kV na scintilátoru, WD 11 mm



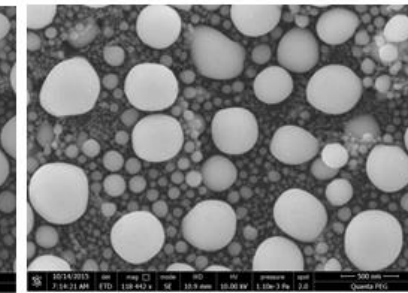
250 V na odsávací mřížce ETD,  
6 kV na scintilátoru, WD 11 mm



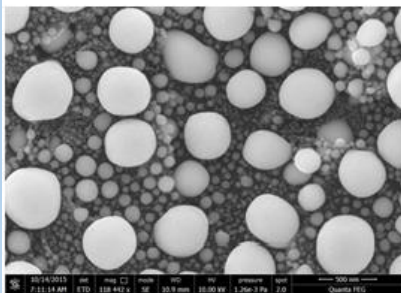
250 V na odsávací mřížce ETD,  
7 kV na scintilátoru, WD 11 mm



250 V na odsávací mřížce ETD,  
8 kV na scintilátoru, WD 11 mm



250 V na odsávací mřížce ETD,  
9 kV na scintilátoru, WD 11 mm



250 V na odsávací mřížce ETD,  
10 kV na scintilátoru, WD 11 mm

S rostoucím napětím na vodivé vrstvě scintilátoru

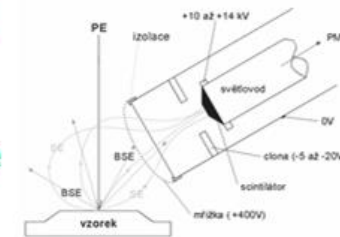
ET detektoru roste úroveň detekovaného signálu

ze vzorku (cínové kuličky) a roste také poměr

signálu k šumu v obraze. Detekovaná informace se

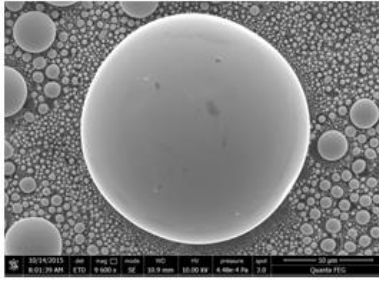
však vzhledem ke konstantnímu napětí na

odsávací mřížce detektoru nemění.

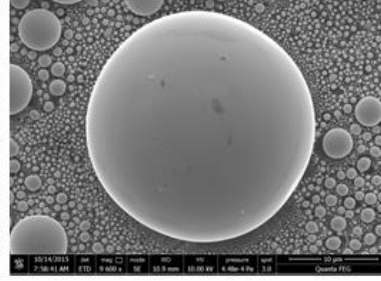




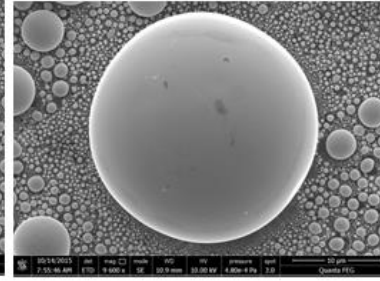
# E-T detektor, vliv napětí na mřížce



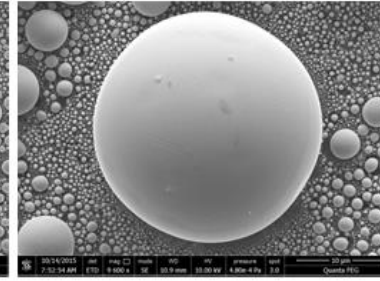
+260 V na odsávací mřížce ETD,  
10 kV na scintilátoru, WD 11 mm



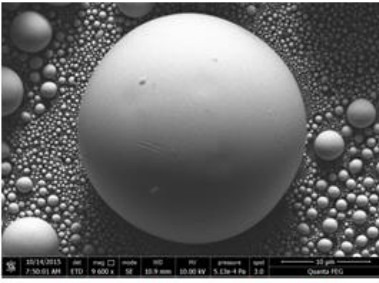
+100 V na odsávací mřížce ETD,  
10 kV na scintilátoru, WD 11 mm



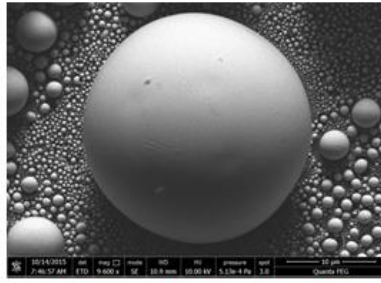
+50 V na odsávací mřížce ETD,  
10 kV na scintilátoru, WD 11 mm



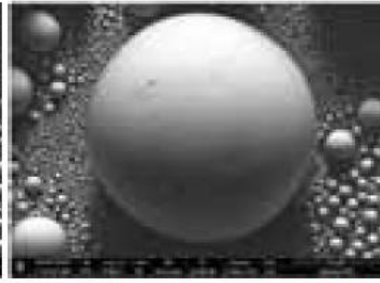
0 V na odsávací mřížce ETD,  
10 kV na scintilátoru, WD 11 mm



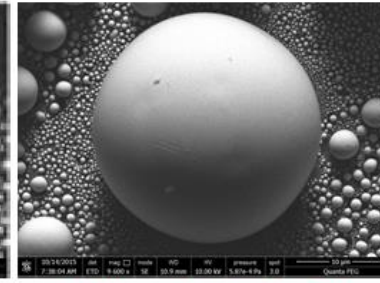
-50 V na odsávací mřížce ETD,  
10 kV na scintilátoru, WD 11 mm



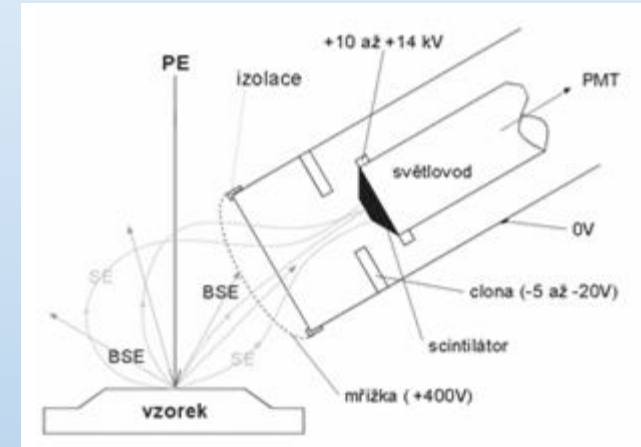
-100 V na odsávací mřížce ETD,  
10 kV na scintilátoru, WD 11 mm



-200 V na odsávací mřížce ETD,  
10 kV na scintilátoru, WD 11 mm



-239 V na odsávací mřížce ETD,  
10 kV na scintilátoru, WD 11 mm



S klesajícím napětím na odsávací mřížce ET detektoru klesá úroveň detekovaného signálu (musí být stále více kompenzována hodnota kontrastu – zesílením zesilovače) a převažuje podíl vysokoenergiových signálních elektron., což ale nemusí znamenat ztrátu informace o topografii. Napětí na vodivé vrstvě scintilátoru je konstantních 10 kV

# E-T detektor, konfigurace



ET detektor firmy Tescan



ET detektor firmy Termo  
Fisher Scientificis



ET detektor firmy Termo  
Fisher Scientificis

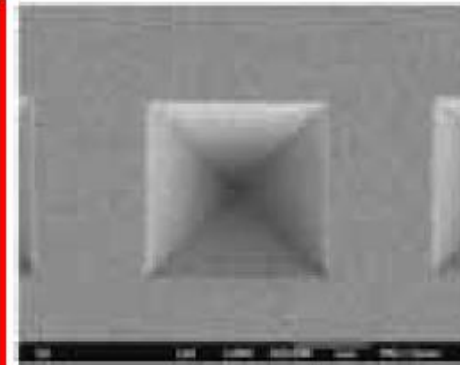
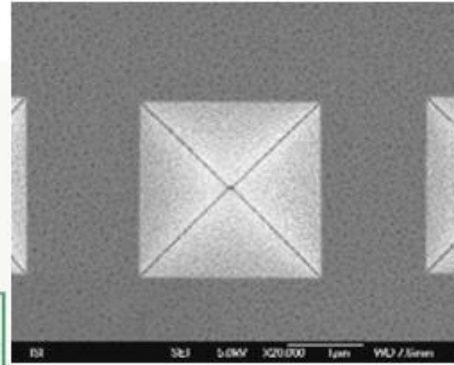
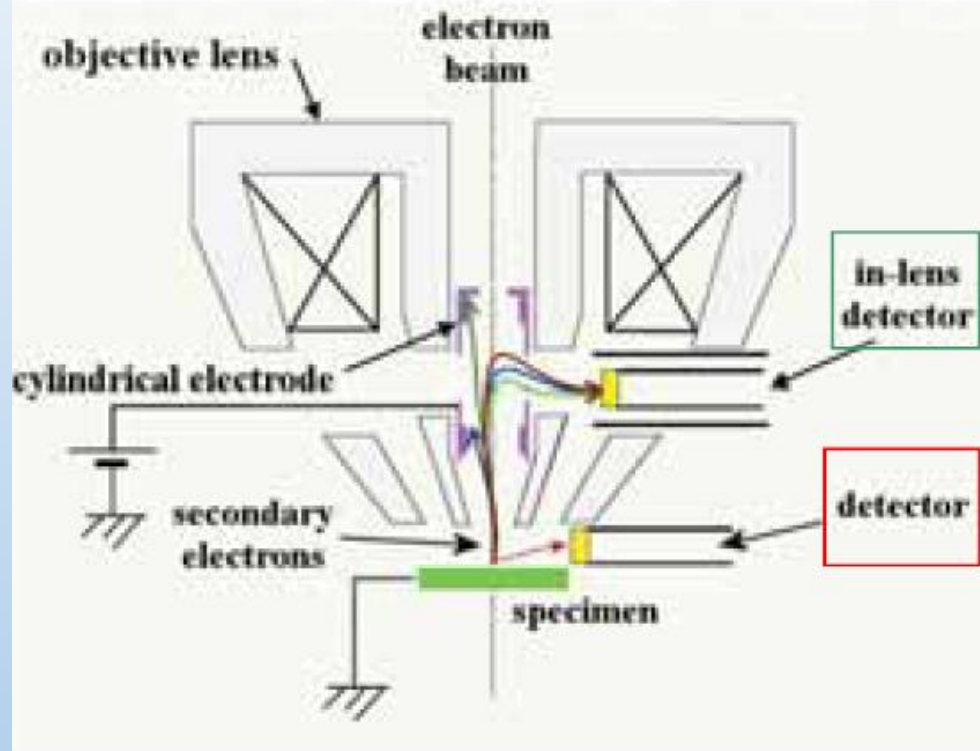


ET detektor (SED) firmy Zeiss

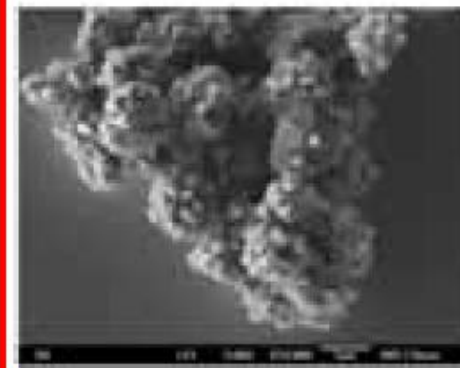
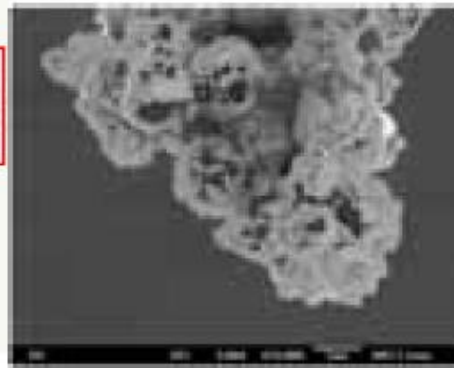


Konfigurace  
detektorů včetně  
ET detektoru v  
mikroskopu firmy  
Hitachi

# E-T detektor, vliv umístění



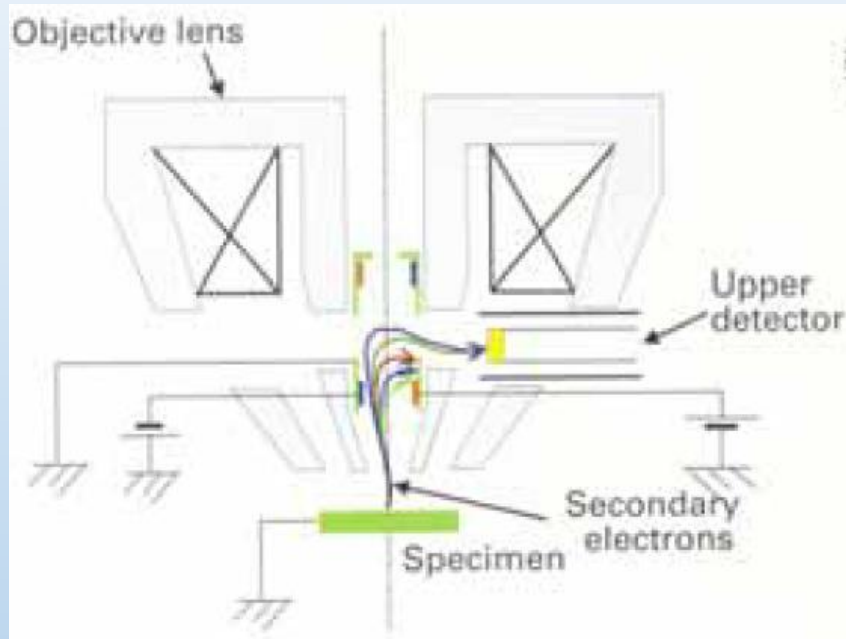
Leptaný povrch křemíku



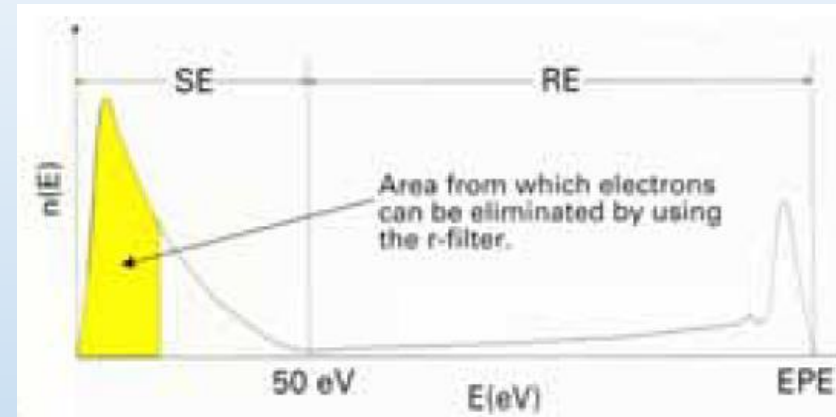
Slitina Mg<sub>2</sub>Si se submikronovými částicemi Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>.

SEI (in-lens)

LEI



Se detektorový systém s r-filtrem



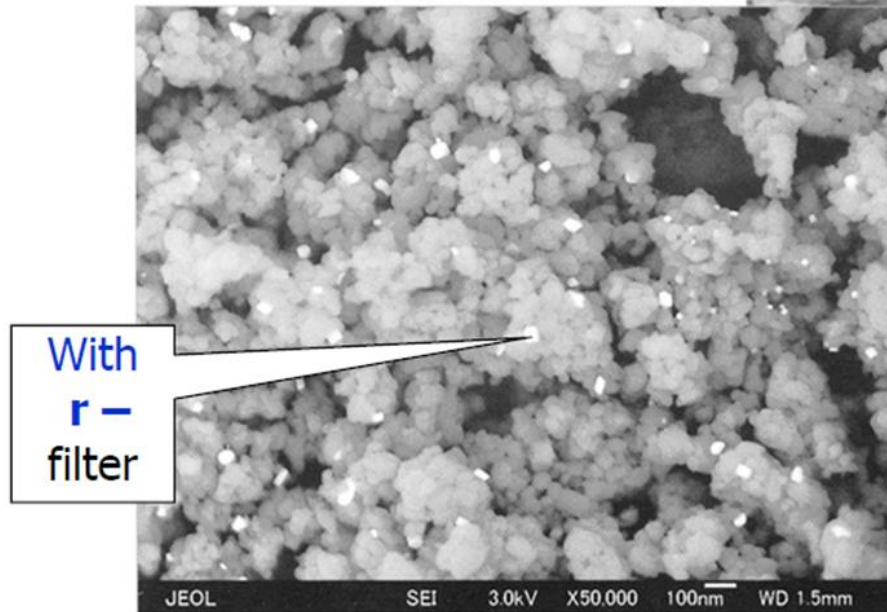
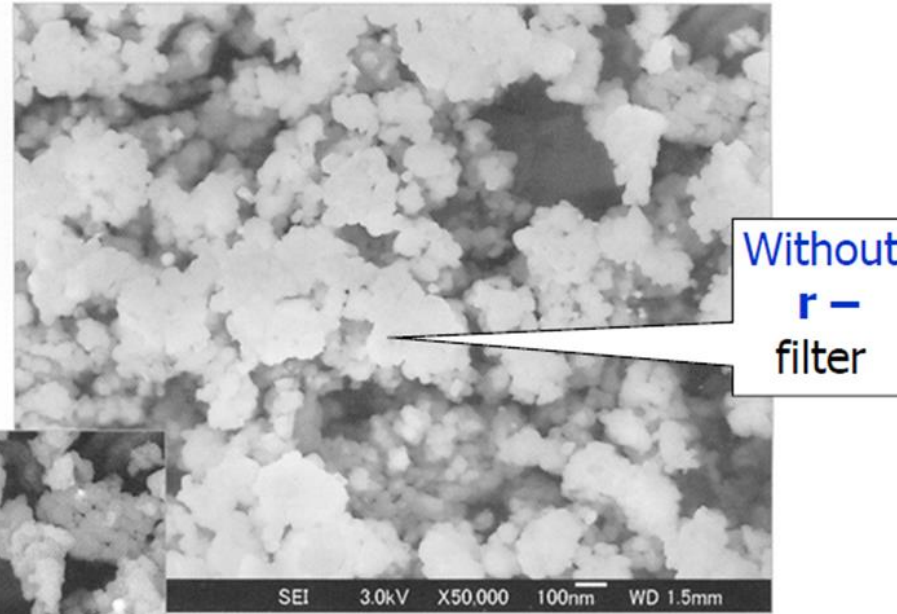
Energiové rozdělení s potlačením nízkoenergiových elektronů prostřednictvím r-filtru

- elektrody s kladným a záporným napětím desítky volt
- různý ohyb elektronů v elektrostatickém poli
- nízkoenergiové SE dopadají na filtr
- SE s vyšší energií jsou detekovány
- vhodné pro práci při nízkých energiích primárního elektronového svazku (do 3 keV)

# In-lens SE detektor s r-filtrem

snížení nábojových artefaktů pomocí SE in-lens detekčního systému s r-filtrem

nabíjecí efekt na nevodivém vzorku je potlačen selektivní detekcí sekundárních elektronů použitím r-filtru



Alumina-supported platinum catalyst (uncoated)

With r-filter

Nízkoenergiové zpětně odražené elektrony jsou detekovány při potlačení nízkoenergiových sekundárních elektronů díky r-filtru. V tomto nastavení je zachován koncentrační kontrast

# SE detektory-shrnutí

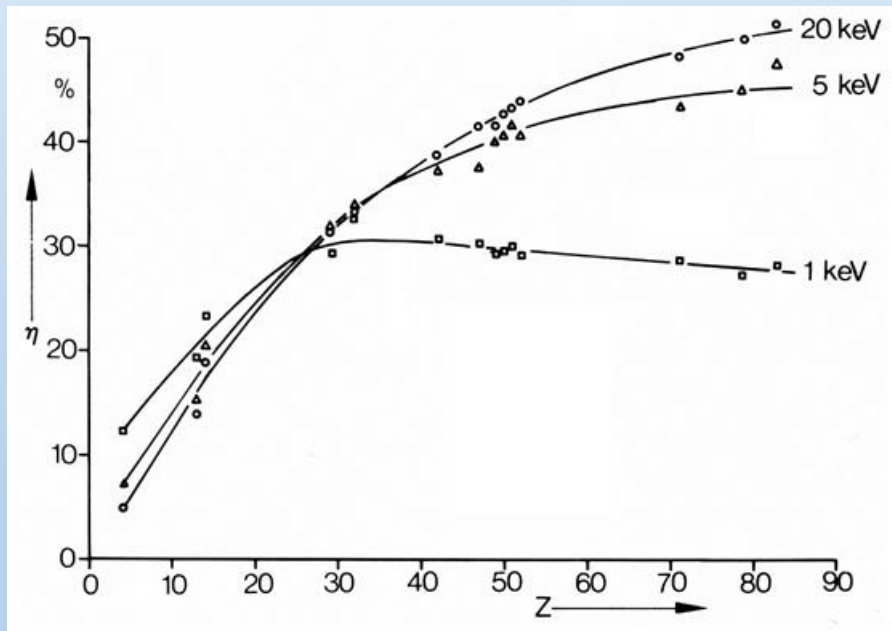


- účinný scintilátor s vysokým světelným výtěžkem a rychlými časovými odezvami
- spektrální přizpůsobení scintilátoru k fotokatodě PMT
- optimální geometrie detektoru a jeho elektrické parametry
- malý průměr stopy elektronového svazku
- nízký proud elektronového svazku (u wolfram. katody)
- blízká energie elektronového svazku
- náklon vzorku k detektoru
- eliminace složky SE III a BSE
- umístění detektoru v objektivové čočce

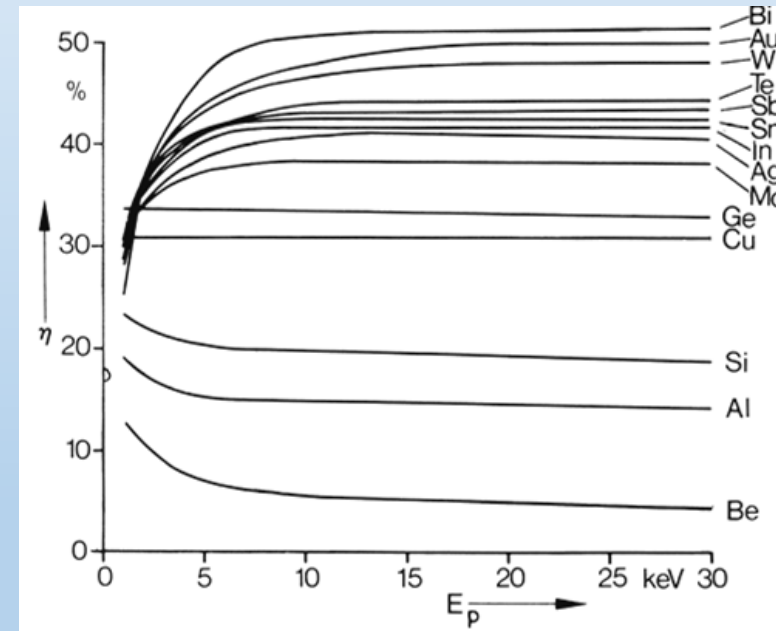


- BSE-elektrony, které opouštějí vzorek s energií větší než 50 eV
- spektrální přizpůsobení scintilátoru k fotokatodě PMT
- optimální geometrie detektoru a jeho elektrické parametry
- malý průměr stopy elektronového svazku
- nízký proud elektronového svazku (u wolfram. katody)
- blízká energie elektronového svazku
- náklon vzorku k detektoru
- eliminace složky SE III a BSE
- umístění detektoru v objektivové čočce

- koeficient zpětného odrazu  $\eta$ : poměr intenzity BSE a intenzity PE
  - $\eta$  se zvyšuje se středním protonovým číslem vzorku  $\bar{Z}$
  - $\eta$  se zvyšuje se zvyšujícím náklonem vzorku



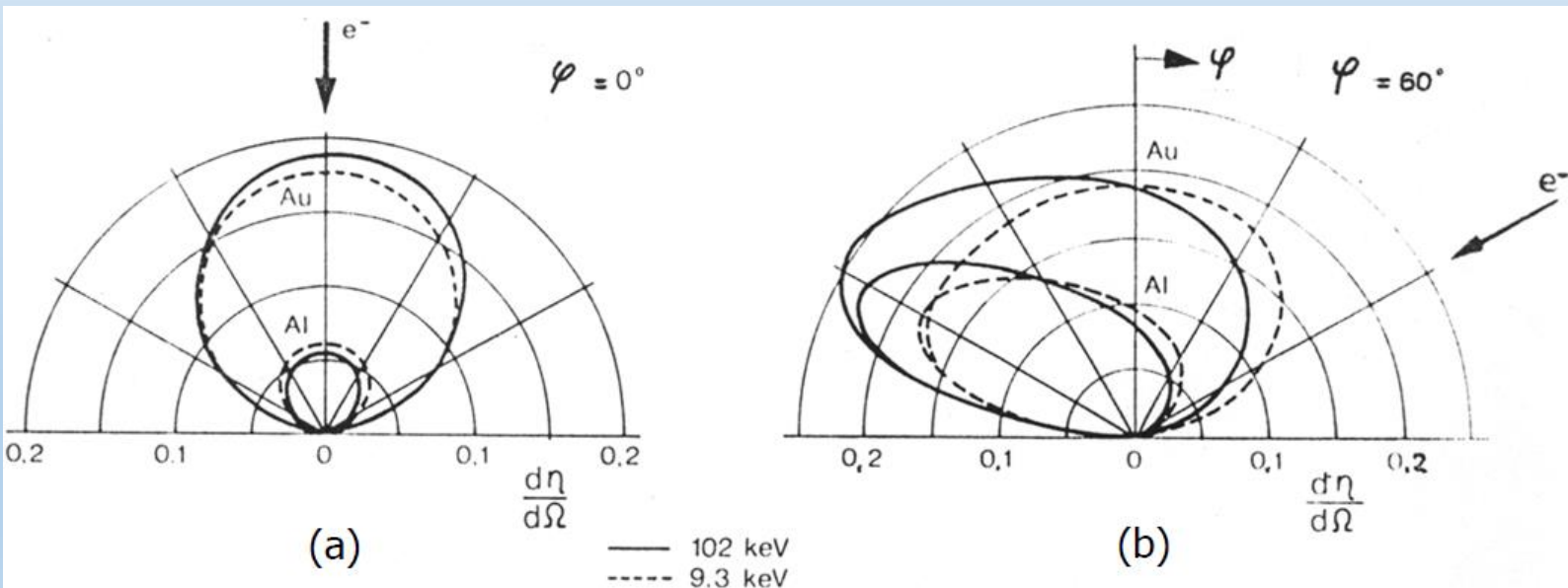
$\eta$  jako funkce protonového čísla  $Z$  pro energii el. svazku 1, 5 a 20 keV



$\eta$  jako funkce energie el. svazku



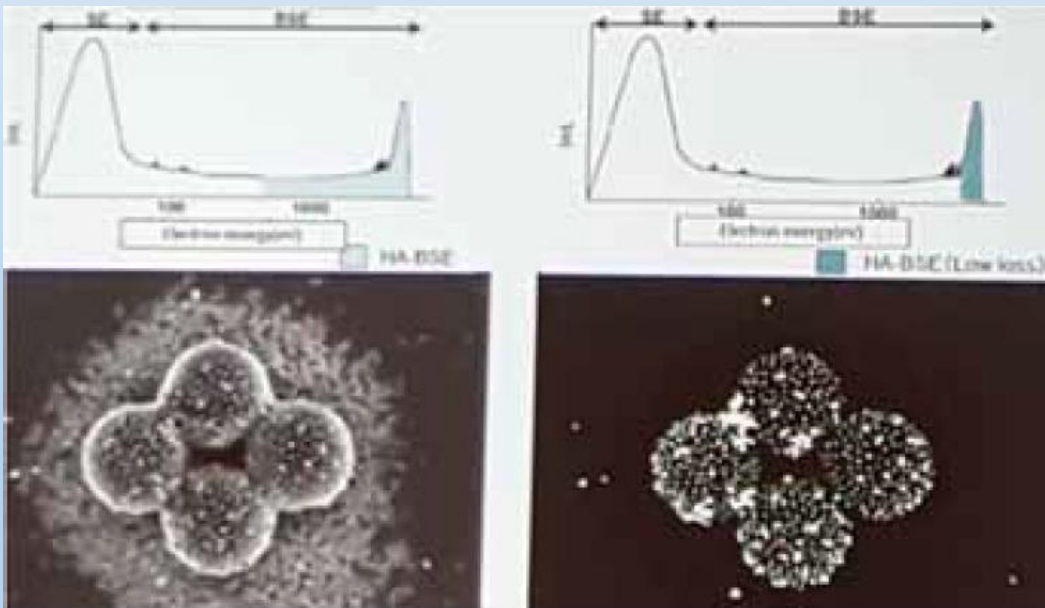
- BSE se šíří v oblasti bez pole přímočaře v prostorovém úhlu 0 až  $2\pi$  sr
  - závisí na: směru dopadajících primárních elektronů (PE), tloušťce vrstvy vzorku, energii PE, atomovém čísle vzorku
  - pro kolmý dopad elektronů je vyjádřeno Lambertovým kosinovým zákonem



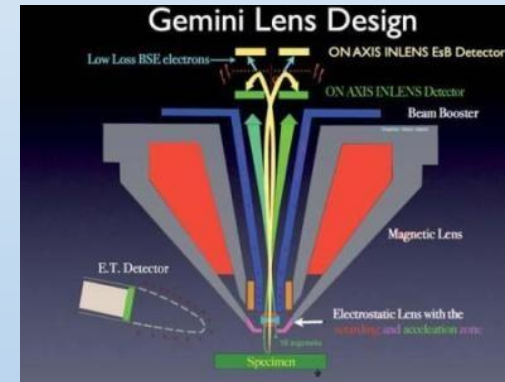
$$\frac{d\eta}{d\Omega} = \frac{\eta}{\pi} \cos \varphi$$

Úhlové rozdělení  $\eta$  z hliníku a zlata pro a) kolmý a b) šikmý dopad PE

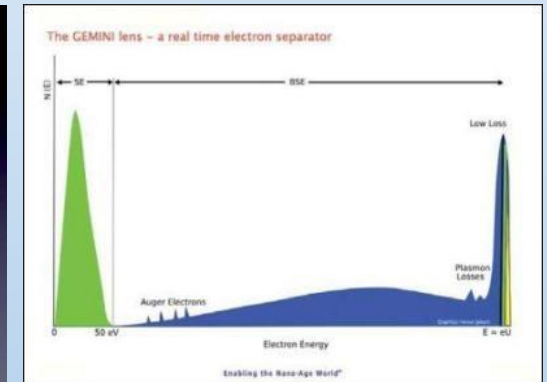
- low loss BSE je možné detekovat díky účinné úhlové a poté energiové filtraci v tubusu SEM
- mají energii jen o cca 100eV nižší než je energie primárního elektronového svazku
- emitovány z výrazně menšího interakčního objemu než BSE a proto lze jejich detekcí dosáhnout vyššího rozlišení



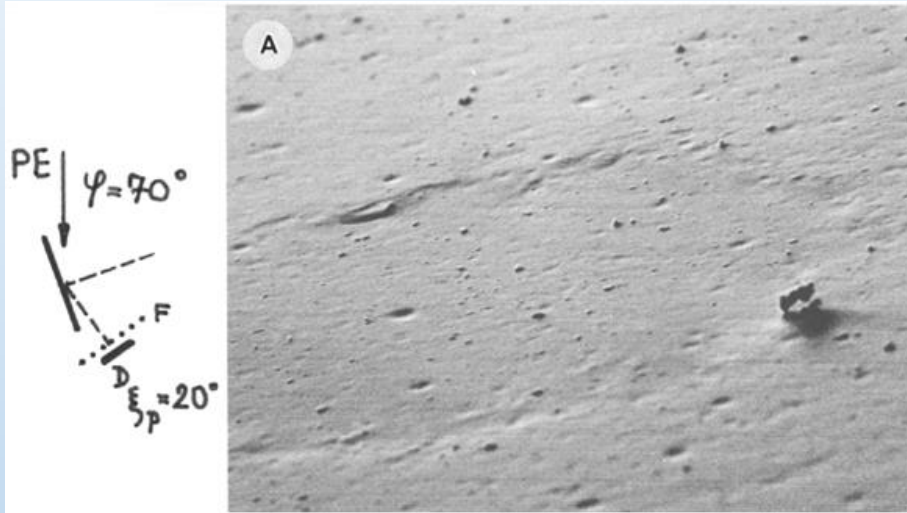
Polystyrenové kuličky značené koloidním zlatem zobrazené pomocí BSE (vlevo) a Low-loss BSE (vpravo) v SEM Hitachi vybaveným in-lense filtrem BSE



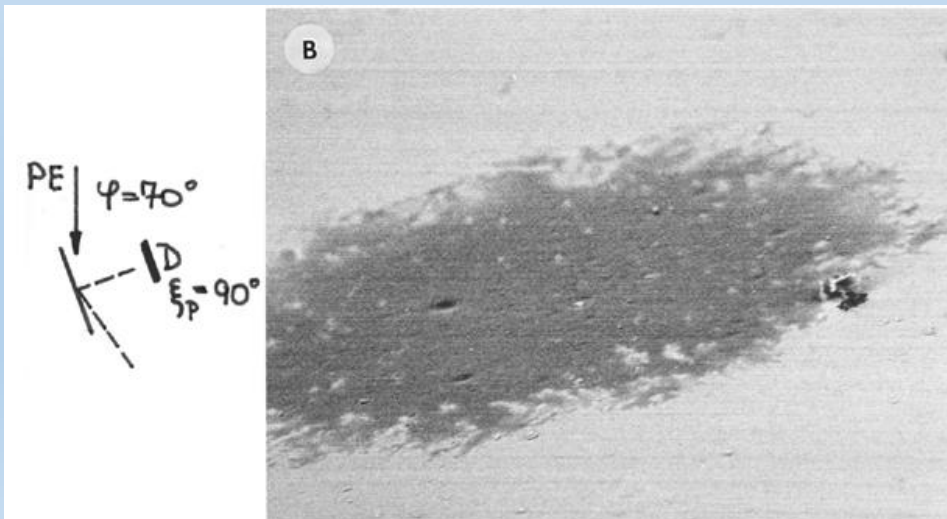
Schématické uspořádání detektoru low-loss BSE



Energetické spektrum emitovaných elektronů

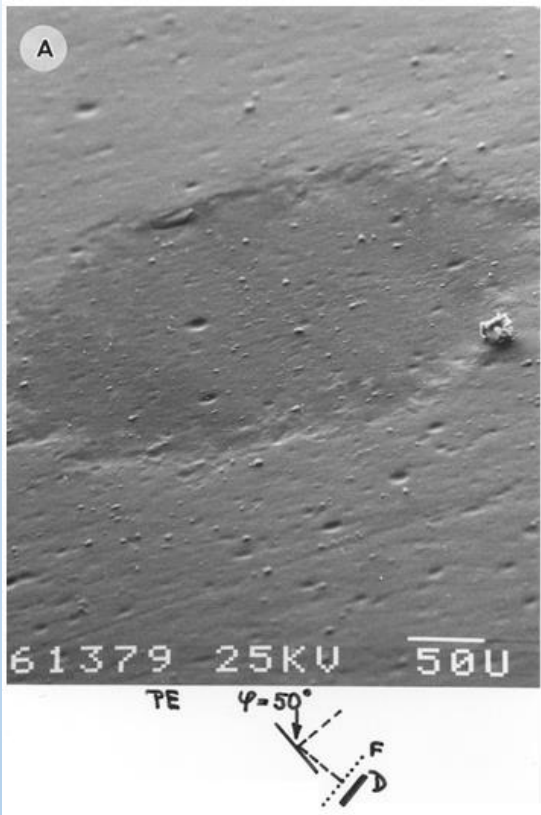


A) nízkoztrátové BSE (s filtrem): přinášejí topografický kontrast

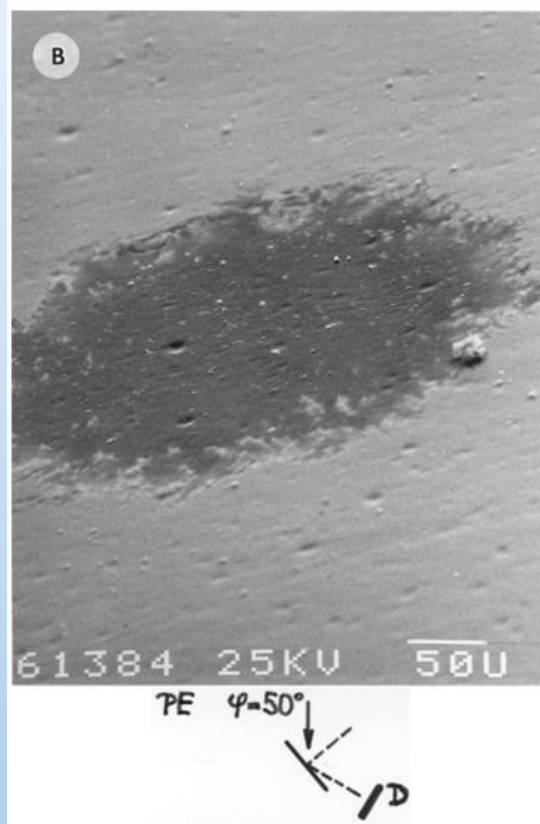


B) vysokoztrátové BSE: přinášejí materiálový kontrast

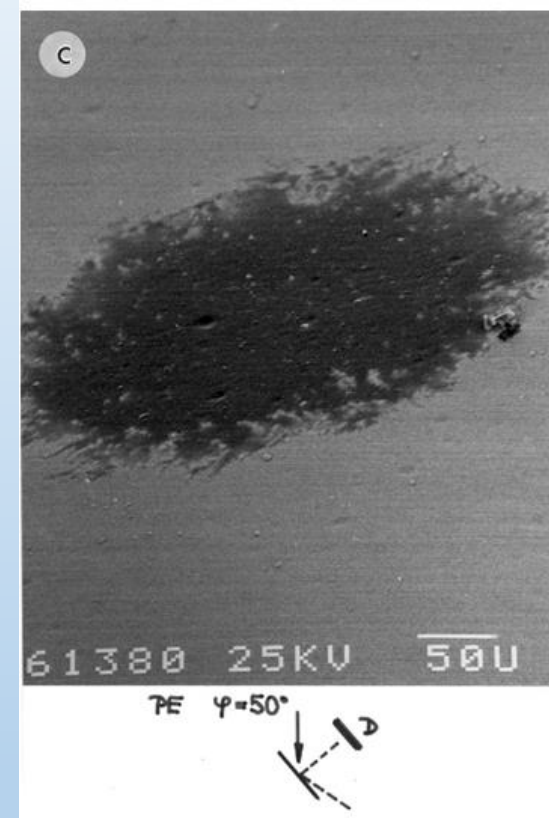
# Detekce BSE



nízkoztrátové BSE (s filtrací)



nízkoztrátové BSE  
(bez filtrace)



vysokoztrátové BSE



- **Polovodičové na bázi dotovaného Si**

Nejpoužívanější detektory v mikroskopech střední třídy

Výhody:

- jednoduchá konstrukce a elektronika
- možnost záznamu materiálového i topografického kontrastu
- úspornost rozměru detektoru

Nevýhody:

- dříve nižší citlivost pro nízkoenergiové BSE
- nízký poměr S/N při velmi vysokých rychlostech rastrování

- **Robinson detektor s plastickým scintilátorem**

Výhody:

- snadno opracovatelný plastický materiál
- krátké časové charakteristiky

Nevýhody:

- velmi nízká odolnost vůči poškození zářením
- bez možnosti topografického kontrastu



- **Kanálkové násobiče**

Výhody:

- možnost jednoduché úpravy tvaru kolektoru

Nevýhody:

- pokles účinnosti s častou změnou vakuum-vzduch
- malá šíře pásma, nevhodná pro TV snímání
- nízká kvantová účinnost pro nízkoenergetické elektrony

- **Monokrystalická YAG a YAP**

Výhody:

- vysoká konverzní účinnost
- citlivost pro BSE s energií od 1keV (možnost pro energie  $>0,2$  keV)
- dostatečná šíře pásma pro TV snímání
- neomezená životnost, variabilita geometrie monokrystalů (obrobitelnost)

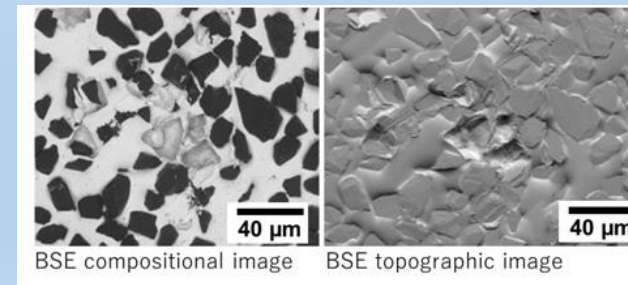
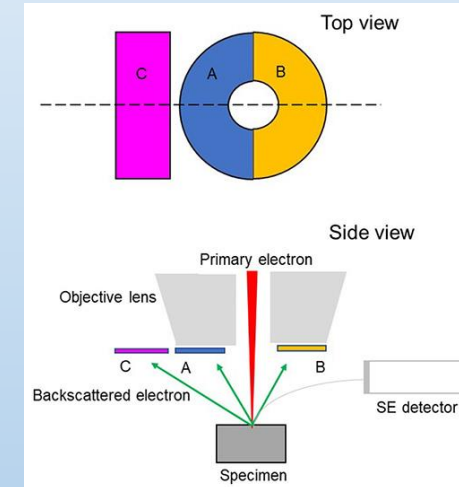
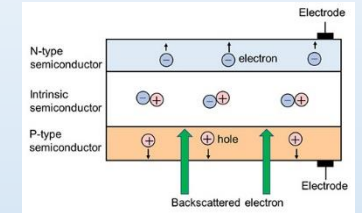
Nevýhody:

- vysoká cena
- zdvojení elektroniky pro současný záznam topografického a materiálového kontrastu a nutnost použití světlovodů



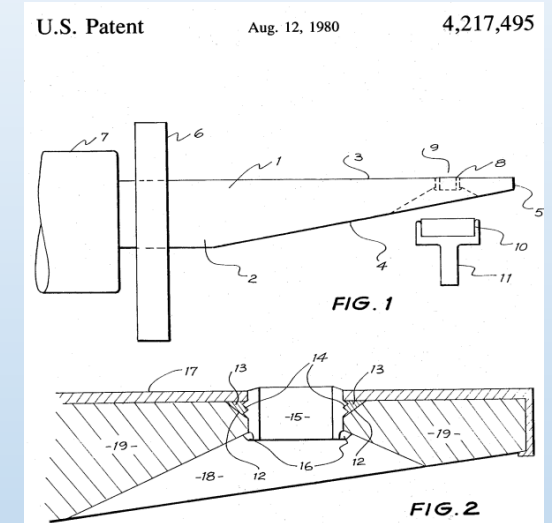
## Křemíkový polovodičový detektor-běžně užívaný

- využívá fotodiody PIN – při vstupu BSE vznikne pár  $e(-)$ -díra(+) v I vrstvě->tok  $e(-)$  do N a díra(+) do P => zesilováním proudu tokem  $e(-)$  a díra(+) vzniká BSE obraz
- prstencová tenká deska s otvorem uprostřed umístěná pod objektivem-vysoká účinnost
- na detektor není aplikováno napětí (na rozdíl od SE-detektoru), protože BSE mají dostatečnou E k dopadu na detektor
- často rozdělen na dva (nebo čtyři) segmenty –při součtu signálů vzniká koncentrační obraz, při odečtení vzniká topografický obraz
- může být doplněn dalším polovodičovým detektorem pro detekci BSE pod nízkým úhlem -> lepší stereoskopický obraz



BSE +BSE-topo, diamond  
grindstone, 10kV

- detektor BSE elektronového mikroskopu obsahující rameno ze scintilačního materiálu s otvorem, kterým prochází elektronový paprsek, přičemž otvor je opatřen odnímatelnou uzemněnou vložkou pro usnadnění čištění a předcházení problémům s astigmatismem v důsledku hromadění elektronů
- skládá se ze scintilátoru (1), trubice fotonásobiče (7), příruby pro montáž (6)
- scintilátor je vyroben z vysoce leštěného polymeru se spodním povrchem potaženým scintilačním materiálem rozpuštěným v toluenu a nedetekční horní a boční plochy jsou elektricky stíněny uzemněným hliníkovým štítem z důvodu ochrany scintilátoru.
- Centrálně umístěný otvor (lemovaný zlatým povlakem) procházející horním a spodním povrchem scintilátoru umožňuje průchod svazku primárních elektronů, když je detektor umístěn v provozní poloze. Když zpětně odražené elektrony narazí na scintilační povlak, produkují se fotony světla. Ty vstupují do čirého polymerového světlovodu, který nasměruje fotony do přiložené trubice fotonásobiče. Fotonásobič zesiluje signál, který lze použít k vytvoření obrazu.





# YAG detektor s vysokým úhlem snímání

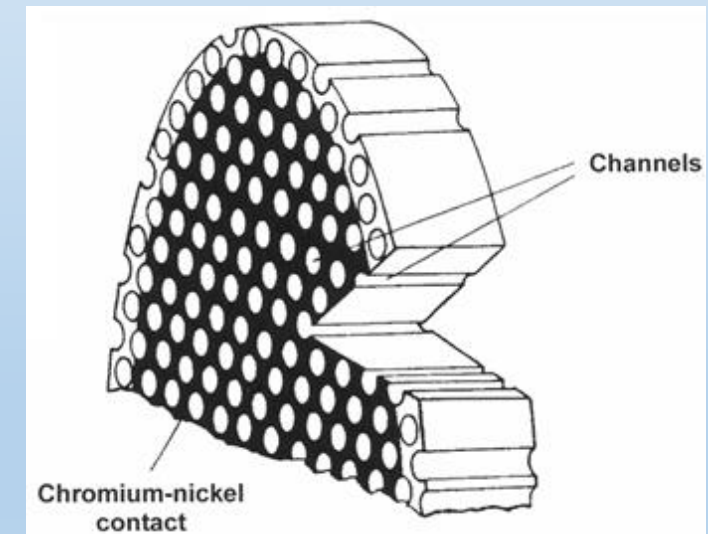
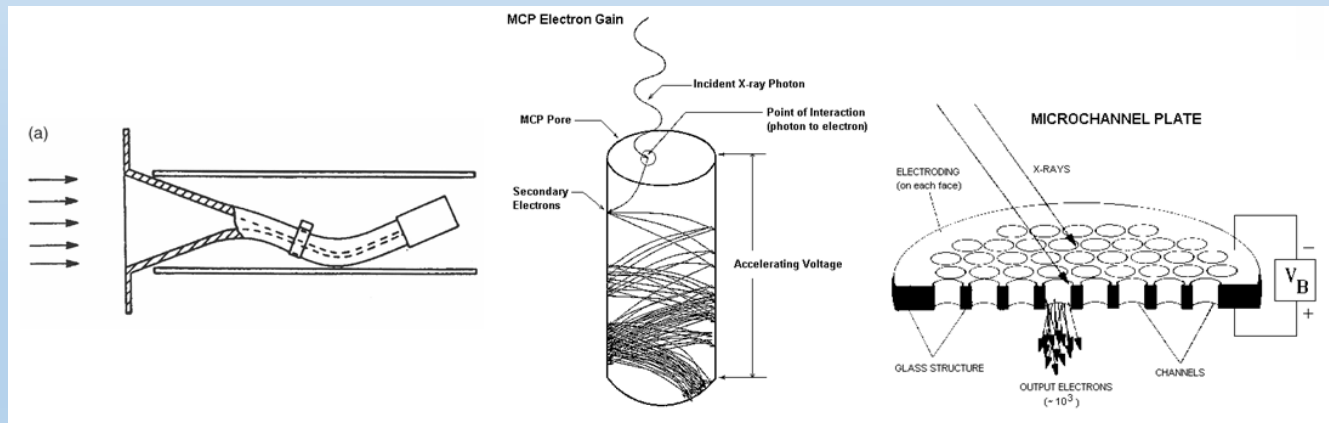


- YAG scintilátor ve tvaru kotoučové desky o průměru 20mm
- tloušťka 2 mm, uprostřed kónusová díra o průměru 1,7 mm
- vodivý povrch
- materiálový kontrast ve vysokém úhlu snímání
- stínový kontrast (TOPO) při vysunutí scintilátoru do stranové polohy

# Kanálkový násobič



- Microchannel plate (MCP) je elektronový multiplikátor pro detekci rentgenového záření, ultrafialového záření a nabitých částic.
- Deska se skládá ze skleněných trubiček spojených dohromady do tenkého disku. Obě strany disku jsou pokoveny, aby poskytovaly paralelní elektrické připojení ke všem kanálům. Ve vakuu a s rozdílem potenciálů na desce se každý kanál stává kontinuálním dynodovým elektronovým multiplikátorem, který funguje na stejném principu jako jednorázový multiplikátor





- koeficient  $\eta$  se zvyšuje se  $Z$ , je nezávislý na  $E_0=10-100$  keV, zvyšuje se s náklonem vzorku
- úhlové rozdělení při kolmém dopadu PE se řídí kosinovým zákonem
- energiové rozdělení se pohybuje v rozsahu 50eV až energie PE a výtěžek BSE roste s náklonem vzorku
- interakční objem se snižuje s náklonem vzorku
- BSE mohou poskytnout zisk materiálového, topografického a kanálového kontrastu
- obraz podléhá méně nábojovým a kontaminačním vlivům, neobjevuje se přesvětlení hran vzorku v obraze

# Scintilační materiály



- Výběr scintilátoru ovlivňuje zásadním způsobem vlastnosti detektoru. Přehled a srovnání vlastností scintilačních materiálů.

scintilátor	struktura	charakter. emise	radiční účinnost	doba dozrání	životnost	DQE koeficient	literatura
		nm	%	ns	h.		
plast. NE 102 A	amorf. blokový	416		2,4	0,9	0,37	Comins 1978 Hatzakis 1970 Pawley 1974
plast. ÚPT-ČSAV	amorf. vrstva	416		2,4	10	0,45	Comins 1978 Autrata 1977
sklo (Li) NE 901 (OS 1)	amorf.	395		75	10 >230	0,1	Marshall 1972 Pawley 1974
P-47 $Y_2 Si_2 O_7 : Ce^{3+}$	$\alpha$ - fáze polykryst.	415	6	30	100	0,6	Autrata 1983 Bril 1971
P-47 $Y_2 Si_2 O_7 : Ce^{3+}$	$\beta$ - fáze polykryst.	380	8	40	100	0,39	Baumann 1981 Pawley 1974
P-47 $Y_2 Si_2 O_7 : Ce$	$\gamma$ - fáze polykryst.	375	6,5	40	100	0,25-0,39	Comins 1978 Pawley 1974
P-46 $Y_3 Al_5 O_{12} : Ce^{3+}$	granát polykryst.	560	4.	70 75	$2 \cdot 10^4$	0,28	Bril 1971 Pawley 1974
$Y Al O_3 : Ce^{3+}$	perovskit polykryst.	380	7	30	$2 \cdot 10^4$		Thirtwall 1981 Takeda 1980
P-15 ZnO: Zn	polykryst.						
P-16 $Ca_2 Mg Si_2 O_7 : Ce^{3+}$	akemanit polykryst.	370	4	80			Bril 1971 Gomez 1969
$Sr Ga_2 S_4 : Ce^{3+}$	thiogalát polykryst.	345	5	80		v EM nepoužit	Faber 1967 Peters 1972
$Ca_2 Al_2 Si O_7 : Ce^{3+}$	gehlenit polykryst.	405	4,5	50		v EM nepoužit	Bril 1970 Peters 1972
$YPO_4 : Ce^{3+}$	polykryst.	330	2,5	25		v EM nepoužit	Bril 1970 Gomez 1969
antracen	monokryst.	447		30	$1 \cdot 10^3$		Faber 1967
$CaF_2 : Eu$	monokryst.	435		1000	$5 \cdot 10^3$	0,22	Pawley 1974
$Ce P_5 O_{14}$	malé monokryst.	335		12			Bimberg 1975



## 1. Plastické scintilátory

- snadná výroba chemickou polymerací
- možnost levného tvarování polymethylmethakrylátu
- velmi krátká doba doznívání (jednotky ns)
- vážná nevýhoda: nízká odolnost proti poškození zářením (pokles účinnosti až 50% za 1 hod)

## 2. Skleněné scintilátory

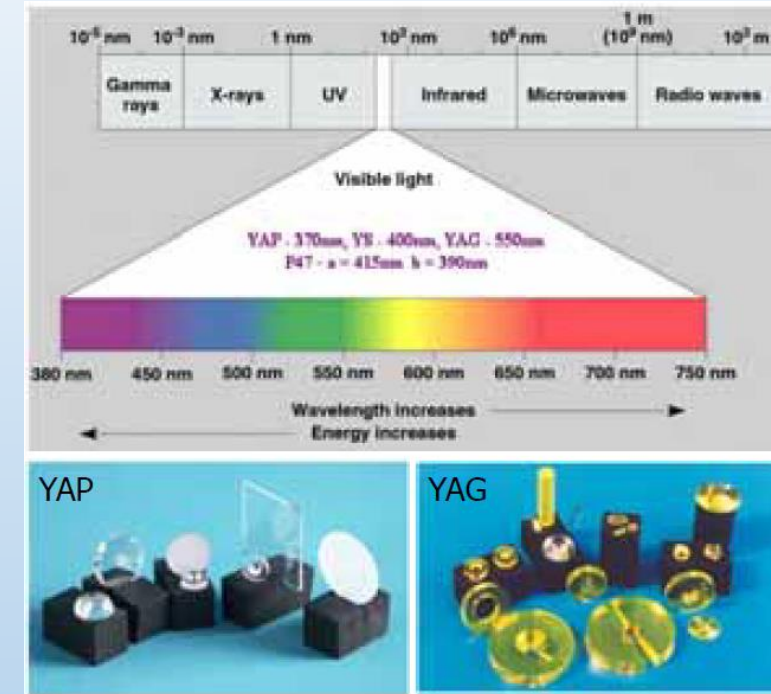
- skla aktivovaná lithiem
- krátká časová konstanta
- nízký světelný výtěžek (40% plast. scintilátoru)

## 3. Práškové scintilátory

- často používaný P47 – křemičitan ytřitý aktivovaný cérem
- 2,5krát vyšší světelný výtěžek ve srovnání s plast. scintilátorem
- doba doznívání krátká (40 ns)
- náchylnost k poškození a nutnost častější výměny
- bez podložky nepoužitelný

## Monokrystalické scintilátory

- Organické monokrystaly
  - jediný vhodný zástupce je antracén
  - vysoký světelný výtěžek (150% oproti platu)
  - vyhovující doba doznívání (30ns)
  - pro hydroskopičnost nepoužitelný v elektronovém mikroskopu
- Anorganické monokrystaly
  - ytrito-hlinitý granát (YAG) nebo perovskit (YAP)
  - krátká doba doznívání pokud aktivovaný cérem
  - vysoká účinnost
  - neomezená životnost
- nevýhody: složitá příprava, vysoká cena



Anorganické monokrystalické scintilátory dnes hrají vedle práškového P47 stěžejní roli při stavbě detektorových systémů v SEM.

# Scintilační materiály



	YAG	YAP	YS	Powdered P47
Formula	$Y_3Al_5O_{12}$	$YAlO_3$	$Y_2Si_2O_7$	$\alpha$ $\beta$ $Y_2Si_2O_7$
Quantum efficiency maximum	5%	7%	8%	$\alpha = 6\%$ $\beta = 8\%$
Light emission maximum wavelength	550nm	370nm	400nm	$\alpha = 415nm$ $\beta = 390nm$
Decay time	70ns	25ns	20ns	30ns
Self-absorption in 5nm thick single crystal	9%	10%	9%	-
Luminescence quenching	350 °C	400 °C	300 °C	
Temperature resistant	1500 °C	1500 °C	1300 °C	
Relative efficiency	85%	120%	120%	100%
Lifetime	Unlimited	Unlimited	Unlimited	$\approx 2000h$
Symmetry	Cubic	Rhombic		
Index of refraction	1,82	1,95	1,6	
Density	4,55	5,35	1,6	
Chemical resistance at normal temperature	Inert	Inert	Limited	Limited
Use for screens	yes	no	no	no

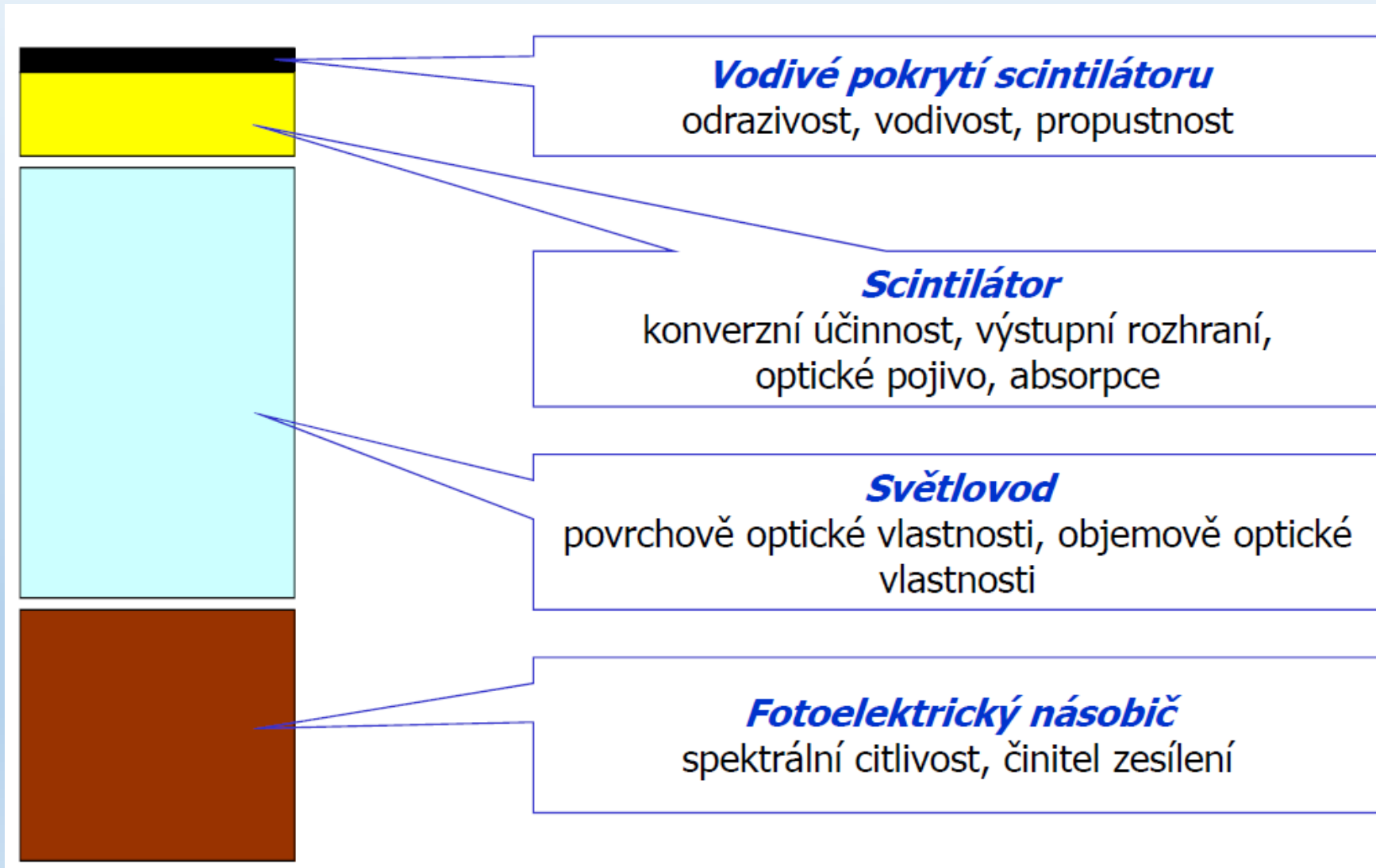


## Požadavky kladené na účinný scintilátor

- emise světla ve spektrální oblasti odpovídající maximální citlivosti fotoelektrického násobiče
- velká propustnost světla vlastní emise
- vysoká účinnost energetické přeměny elektron-foton
- nízký vlastní šum
- velký dynamický rozsah
- velká optická účinnost výstupu světla
- odolnost proti poškození záření
- dlouhá živostnost
- vakuová netečnost
- schopnost tvarování

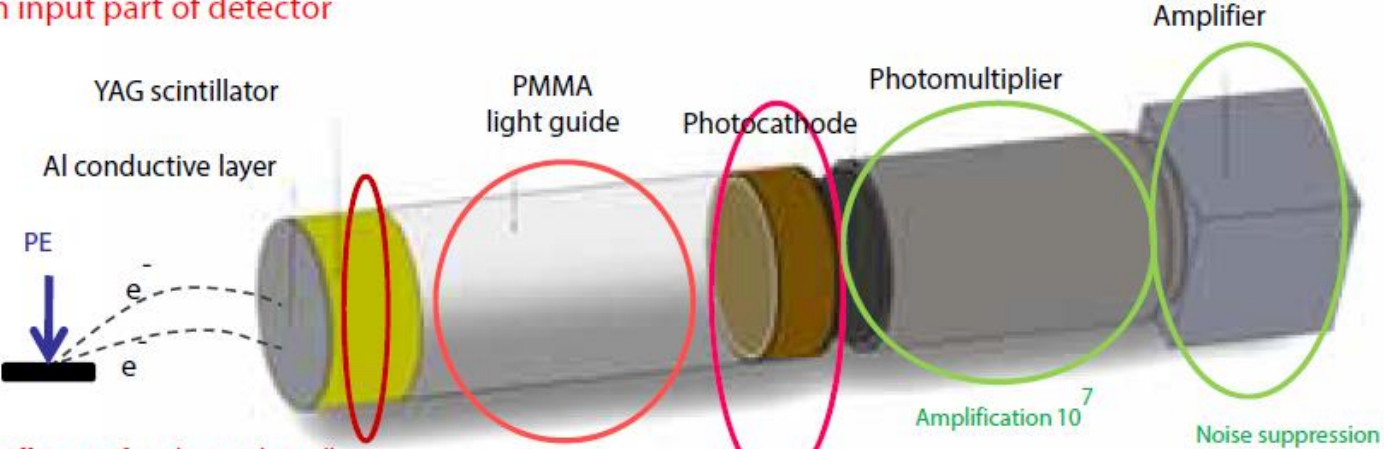


# Rozbor elektronové optických vlastností scintilačně-fotonásobičového řetězce

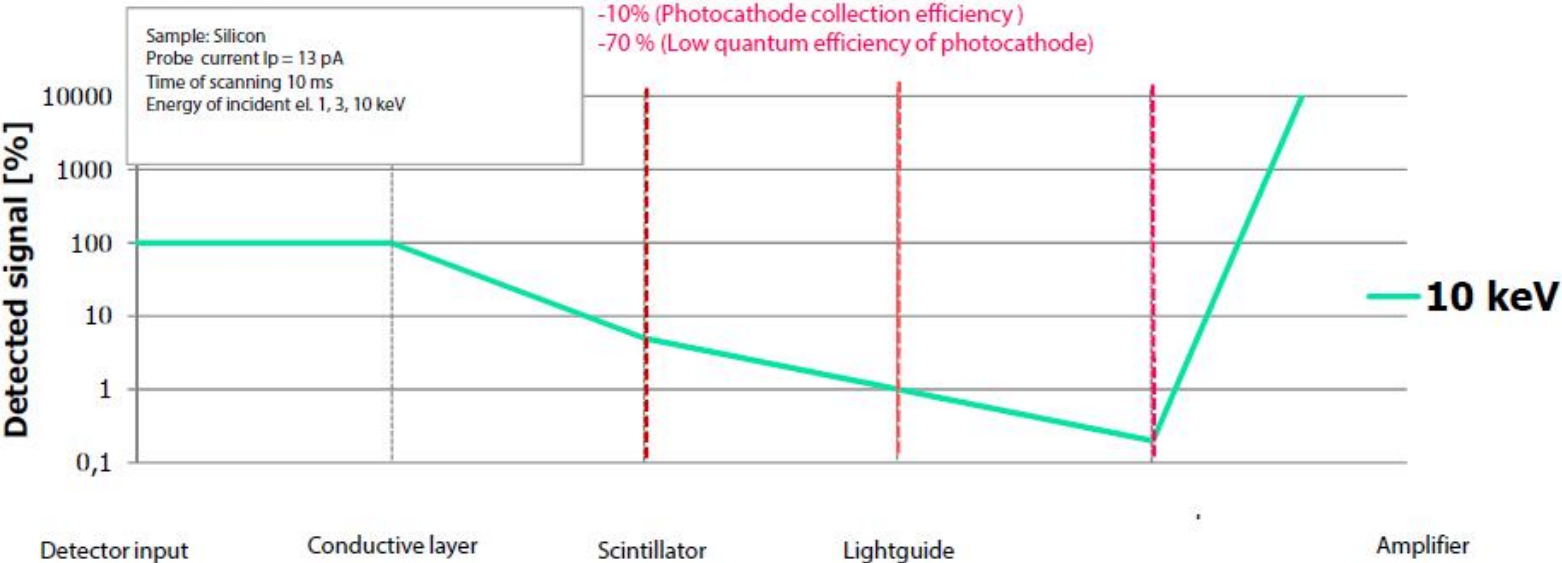


# Rozbor elektronové optických vlastností scintilačně-fotonásobičového řetězce

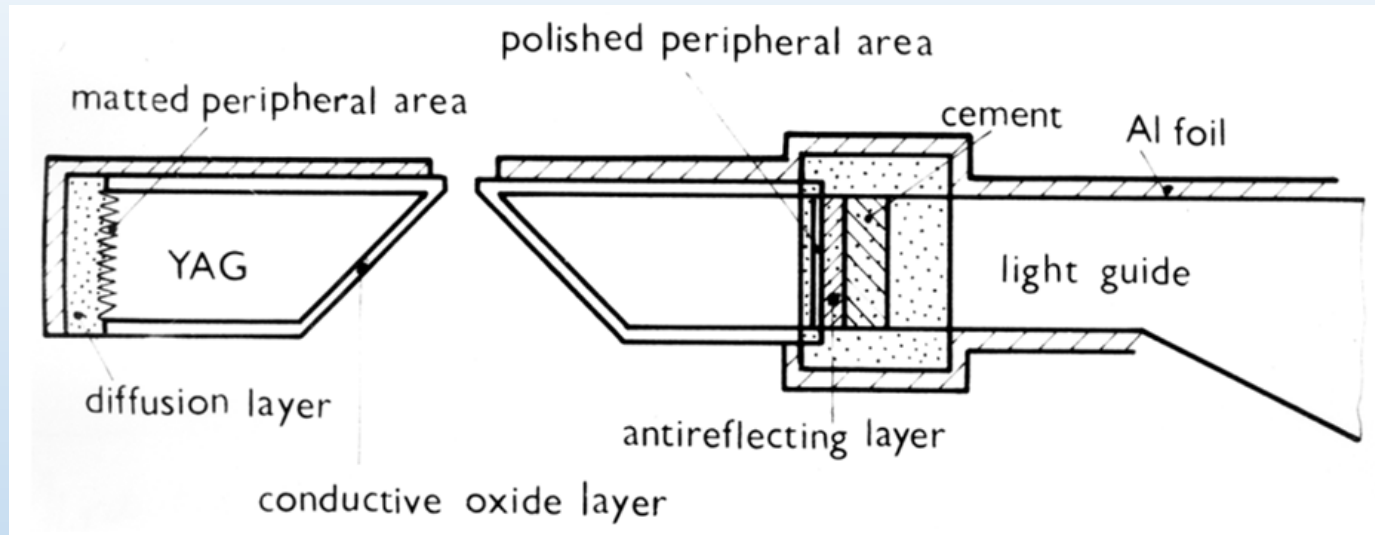
High energy loss in input part of detector



- 95% (Efficiency of single crystal scintillator)
- 80% (Energy loss in scintillator-lightguide boundary)



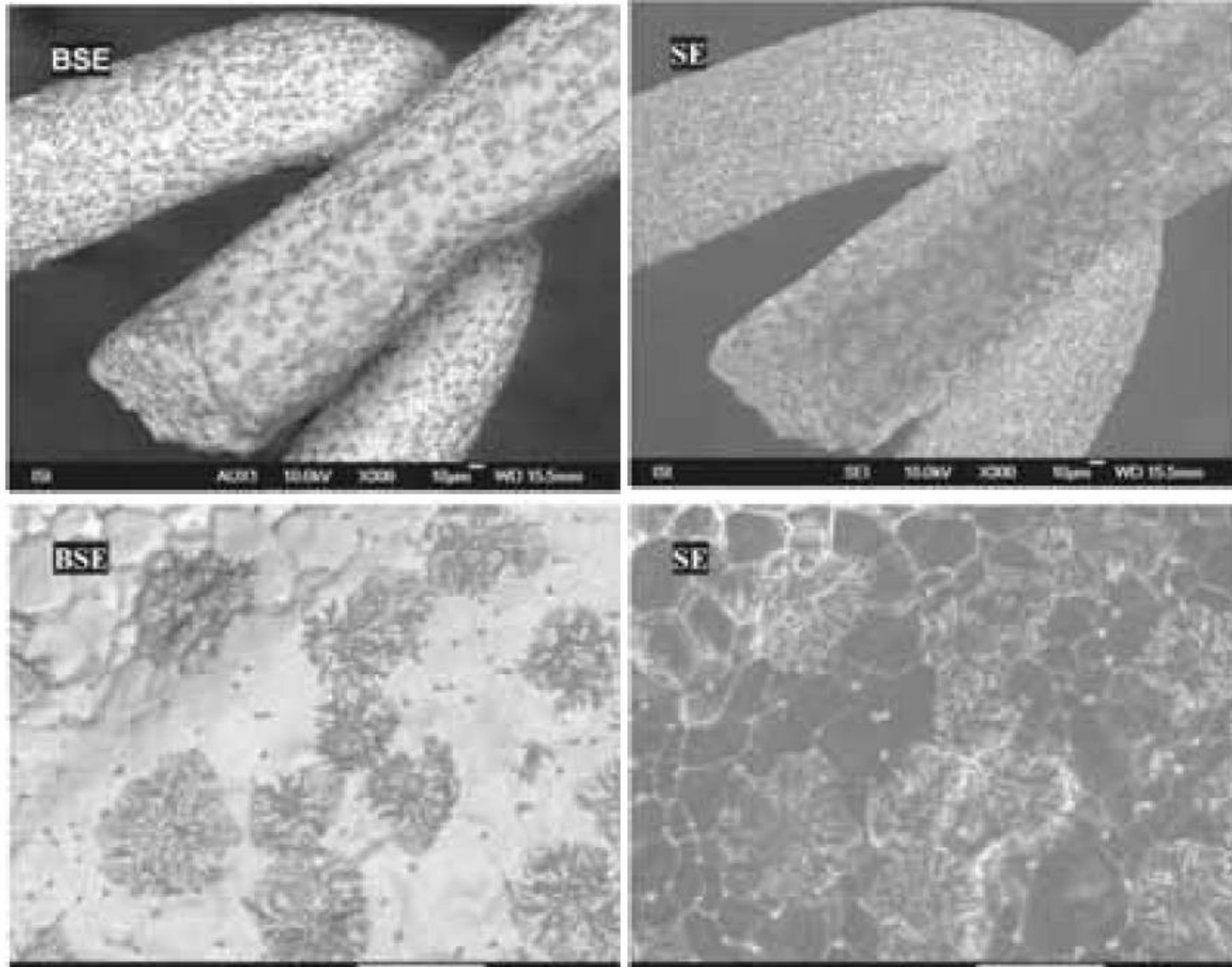
# Verze vysokoúčinného YAG detektoru



Modifikace YAG detektoru s vysokým úhlem snímání pro vysokoúčinný přenos fotonů k PMT

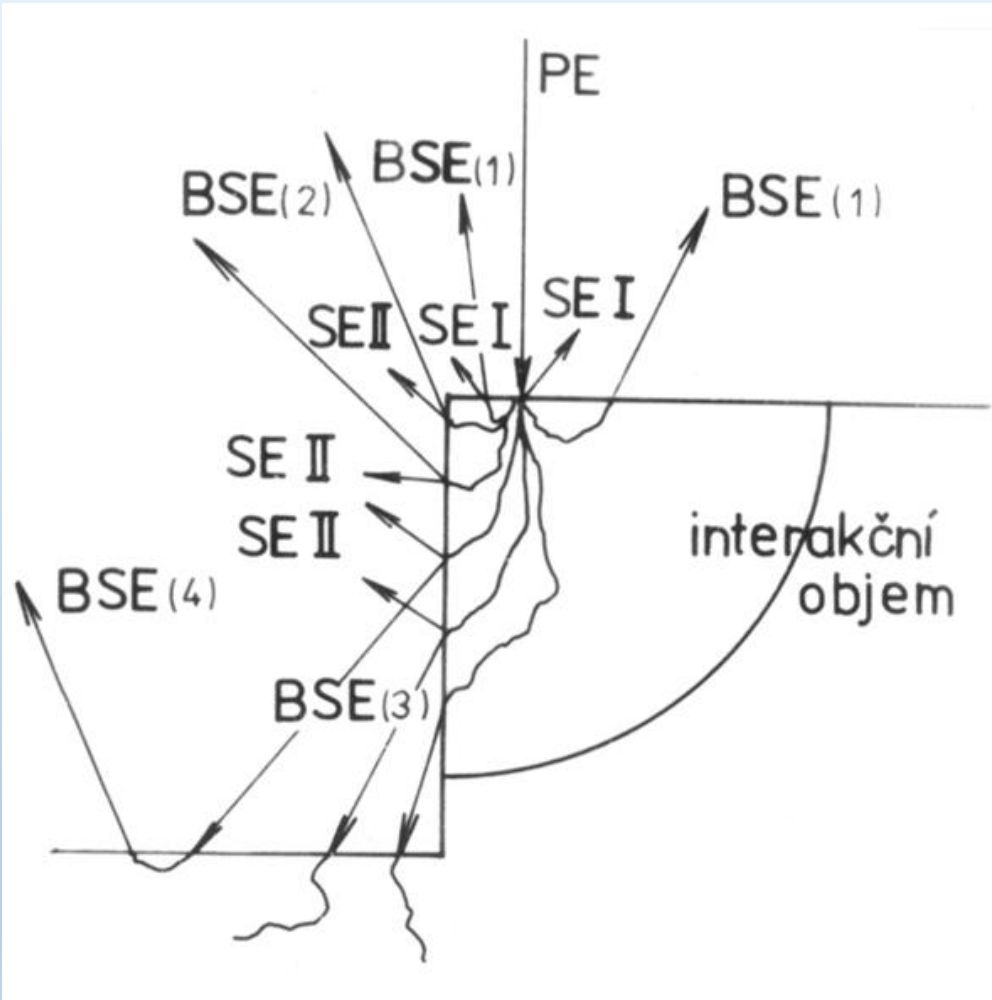
- 4× vyšší signál ve srovnání s původním stavem
- rozlišení středního atomového čísla 0,07
- rozlišovací schopnost pro proteinové částice značené koloidním zlatem 0,8 nm
- rozlišovací schopnost u vzorku s materiálovým kontrastem srovnatelná s „in lens“ SE detektorem

# Verze vysokoúčinnného YAG detektoru



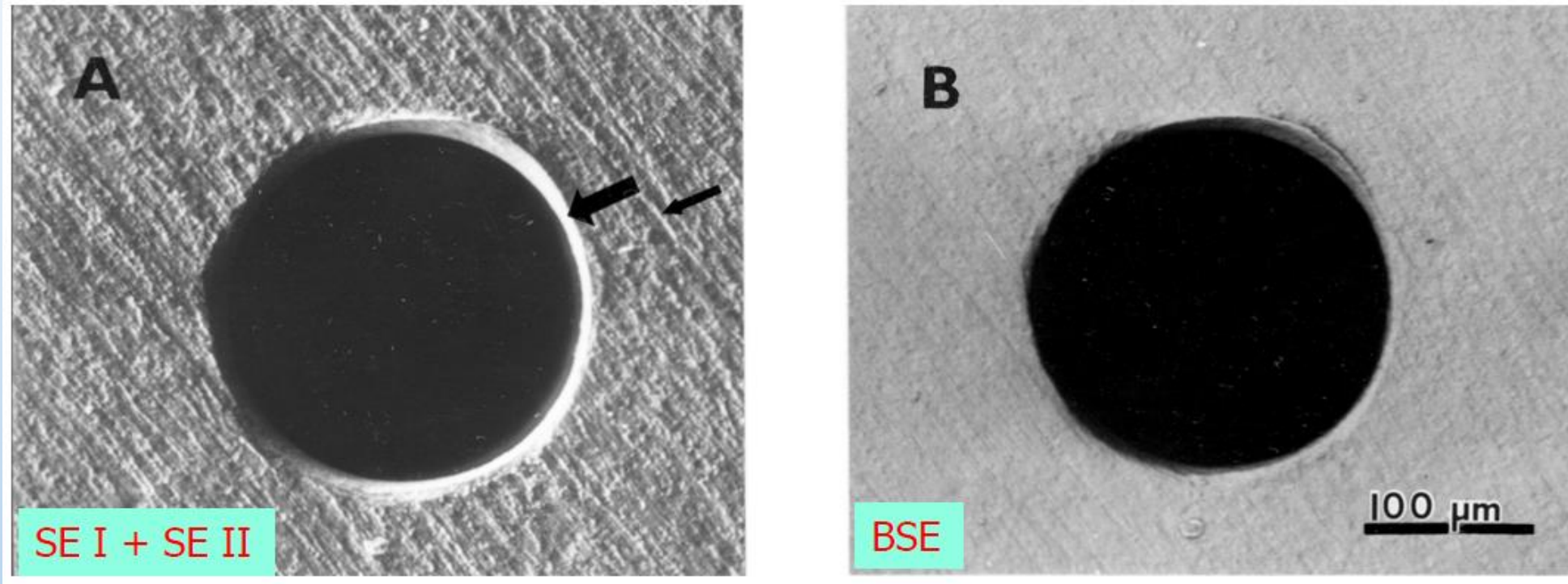
Výsledek zobrazení s vysokoúčinnným YAG-BSE detektorem při vysokém úhlu snímání

- zirkonium na wolframu

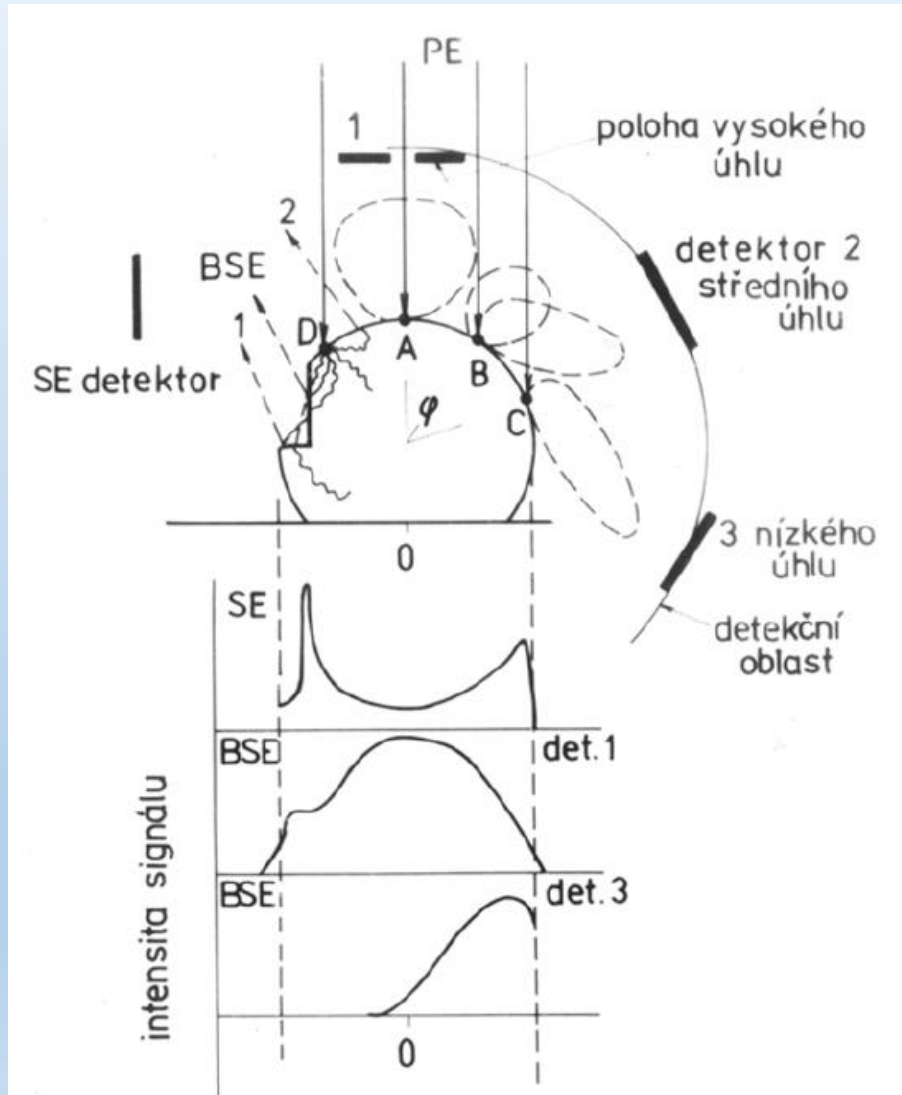


- hrana je příčinou zvýšeného počtu vystupujících elektronů-hlavně BSE II
- BSE II jsou zdrojem SE II
- SE II jsou detekovány, ale BSE II směřují dolů do vzorku
- počet detekovaných SE II je mnohem vyšší než počet detekovaných BSE (k přesvětlení hran dochází v obraze SE)

Model elektronových trajektorií na hraně vzorku



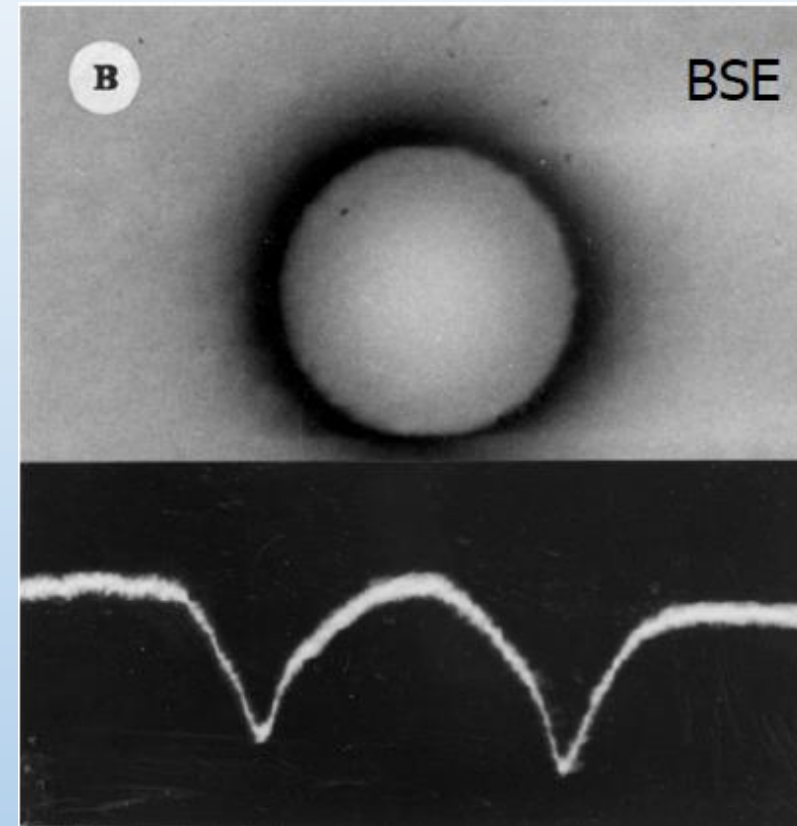
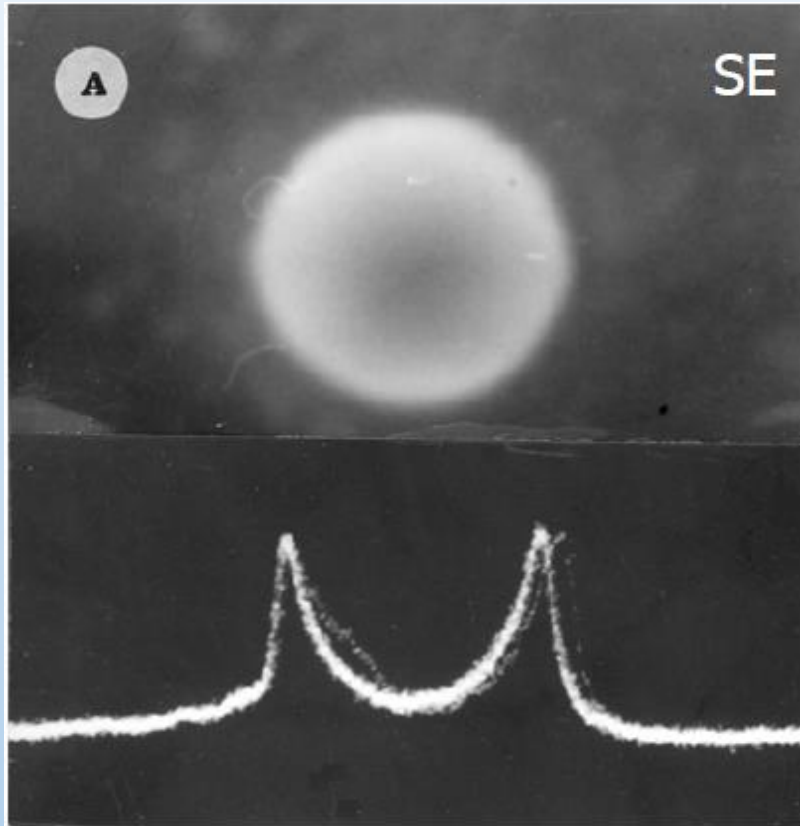
- Díra v molybdenovém plechu a její zobrazení v SE II+II (A) módu a BSE módu
- BSE detektor v poloze vysokého úhlu snímání
- přesvětlení hrany v SE módu na straně přivrácené k SE detektoru
- přesvětlení hran má negativní vliv na správné měření rozlišovacích schopností na vzorku tvořeného trhlinami v kovu



## Modelová situace profilu signálu BSE a SE

- BSE detektory s různým úhlem snímání
- silná intenzita SE signálu na hraně D
- pouze mírně zvýšená intenzita BSE na hraně D. Jsou generovány vpřed rozptýlené BSE I.

# Zobrazení profilu BSE a SE signálu (BSE při vysokém úhlu snímání)



Intenzita SE signálu se zvyšuje od středu do k obvodu kuličky (A) – koeficient SE emise  $\delta$  se zvyšuje s náklonem vzorku

Intenzita BSE signálu roste naopak od obvodu ke středu kuličky (B) – trajektorie BSE na obvodu kuličky jsou rozptýlené vpřed (směrem dolů) a nemohou být zachyceny detektorem v pozici vysokého úhlu snímání





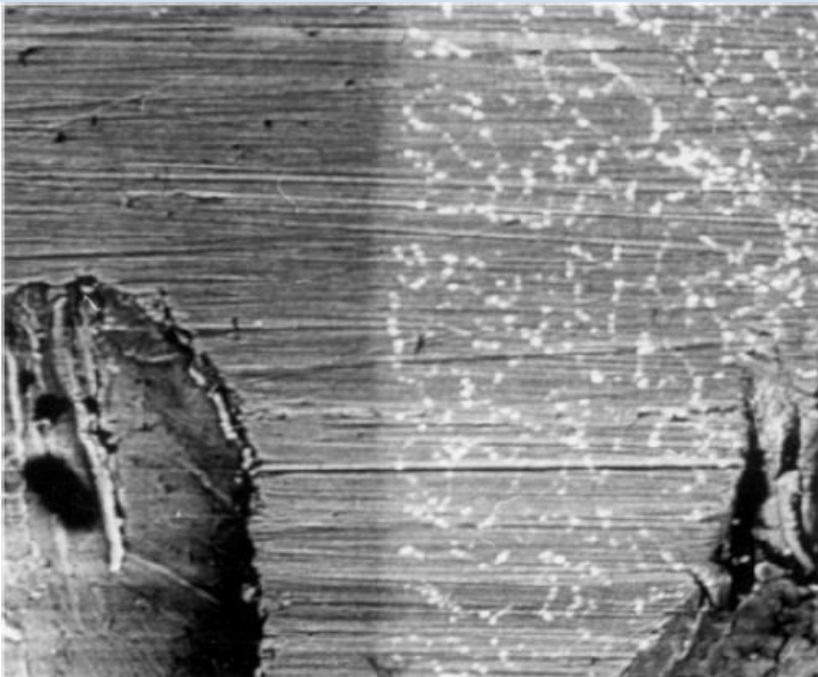
Byly zavedeny dva pojmy BSE kontrastu dle podmínek snímání

- 1. Emisní kontrast:** Je vytvářen celkovým počtem BSE emitovaných ze vzorku v prostorovém úhlu  $2\pi$  sr. Je směsí topografického a materiálového kontrastu jejichž převaha závisí na povaze vzorku
- 2. Sběrný kontrast:** Je vytvářen vybraným počtem BSE podle úhlového a energiového rozložení BSE. Detektor detekuje BSE ve vymezeném úhlu sběru, ve stanoveném úhlu snímání s daným náklonem vzorku a podle předpokládaného energiového rozložení BSE, případně jejich energiové filtrace. Výsledkem je převážně topografický kontrast.

Vznik materiálového kontrastu je BSE má příčinu v monotónně rostoucí závislosti koeficientu zpětného odrazu  $\eta$  na středním protonovém čísle vzorku  $Z$ . přitom platí, že  $\eta$  se téměř s energií PE nemění v rozsahu 10-40 keV.

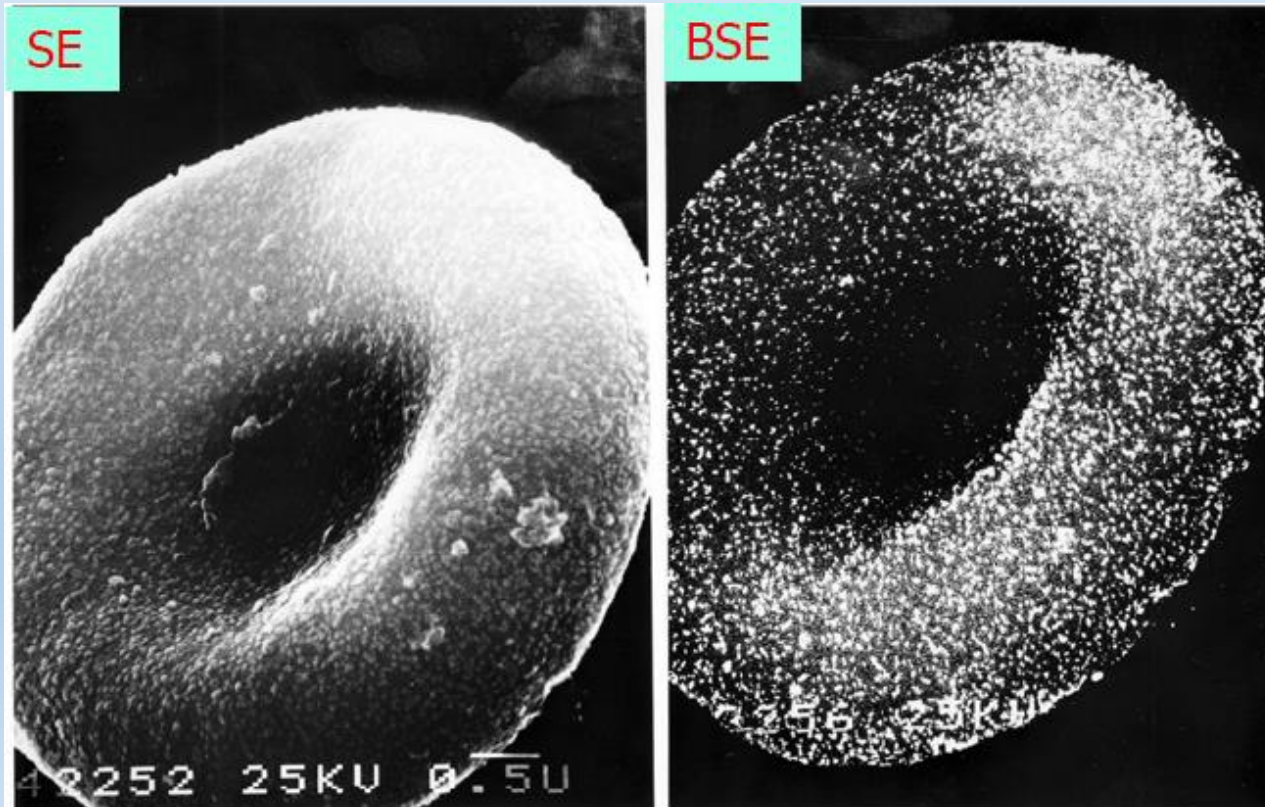
Materiálový kontrast mezi dvěma oblastmi vzorku je vyjádřen jako:

$$C = \frac{\eta_{max} - \eta_{min}}{\eta_{max}}$$



Materiálový kontrast, představující v levé polovině měď ( $Z=29$ ) a v pravé polovině slitinu Cu-10%Zn ( $Z=29.1$ ). Bílé body v pravé polovině jsou zrna Zn ( $Z=30$ ). BSE detektor s vysokým úhlem snímání. Materiálové rozlišení 0,1  $Z$ . Zvětšení 5000\*

- přináší informaci o materiálovém složení vzorku
- umožňuje provést hrubou prvkovou analýzu vzorku
- umožňuje lokalizovat částice, které jsou nepozorovatelné v SE modu
- přináší informace z podpovrchových oblastí vzorku



vzorek krevní buňky na němž jsou proteinové částice značkovány částicemi koloidního zlata o rozměrech 10nm. Jejich koncentrace nelze analyzovat z obrázku v SE (vlevo). BSE obraz (vpravo) umožňuje diagnostikovat jejich hustotu (asi 1000 částic na  $10 \mu\text{m}^2$ )



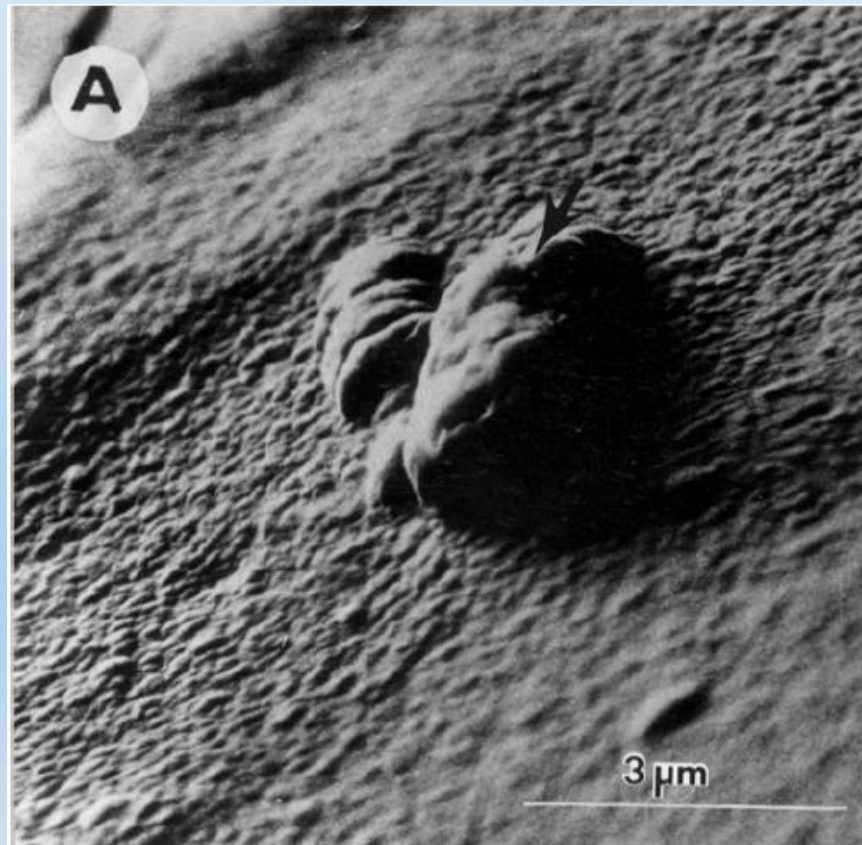
- je komplikován souhrnem několika faktorů
  - zásadně je ovlivněn dvěma složkami (podobně jako u materiálového kontrastu)
- 1. emisní složka:** vyjadřuje rozdíl v počtu elektronů emitovaných ze vzorku. Protože  $\eta$  je rostoucí funkcí náklonu vzorku  $\varphi$ , počet BSE vystupujících z různě nakloněných vzorků se mění v závislosti na úhlu dopadu PE. (u materiálového kontrastu je to závislost počtu BSE jako funkce  $Z$ , u topografického kontrastu závislost počtu BSE na jako funkce náklonu vzorku  $\varphi$ )
  - 2. směrová složka:** vyjadřuje rozdíl v počtu elektronů emitovaných v různých směrech k detektorům. (U materiálového kontrastu tvoří tuto složku závislost počtu BSE jako funkce sběrového úhlu  $\Omega$ , u topografického kontrastu jako závislost počtu BSE jako funkce úhlu snímání  $\xi$ 
    - čím nižší bude úhel snímání detektoru  $\xi$ , tím vyšší bude topografický kontrast a naopak
    - topografický kontrast se zvyšuje s náklonem vzorku  $\varphi$  a se schopností detektoru snímat BSE v jejich maximu odrazu
    - nositelem topografické informace jsou vpřed odražené BSE, které jsou emitovány u silně nakloněného vzorku. Detektor musí být umístěn v poloze nízkého úhlu snímání

# Výsledek topografického zobrazení v BSE v nízkém úhlu snímání

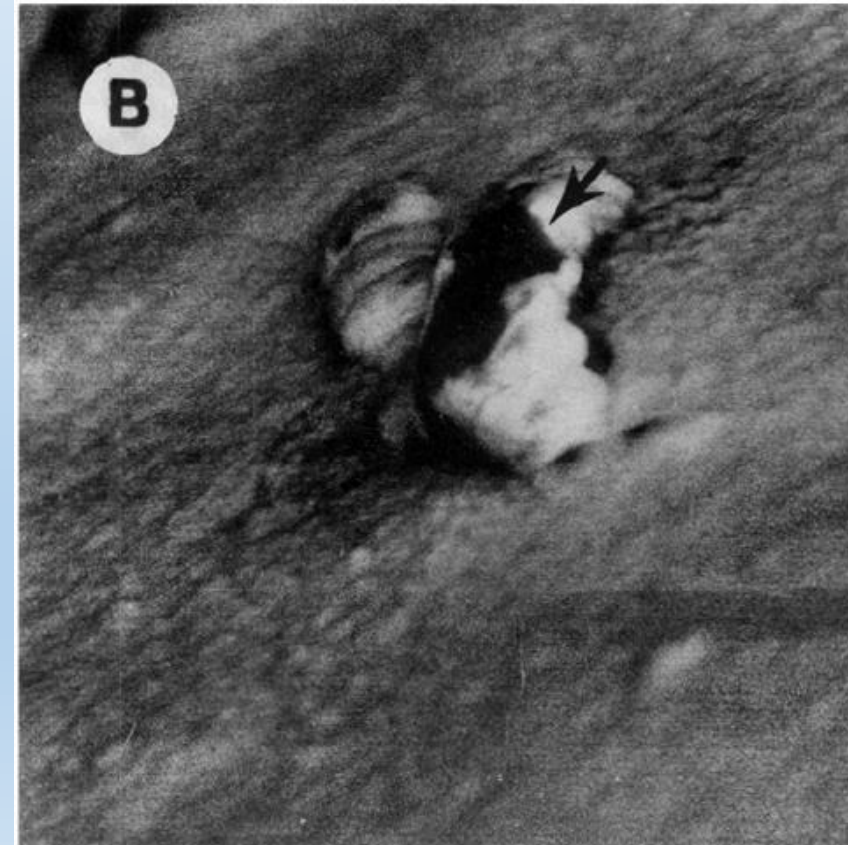


- náklon vzorku  $\varphi = 70^\circ$
- úhel sběru  $\Omega = 1/3\pi$  sr
- úhel snímání  $\xi = 15^\circ$
- vzorek s příměsí mědi

a) topografický kontrast



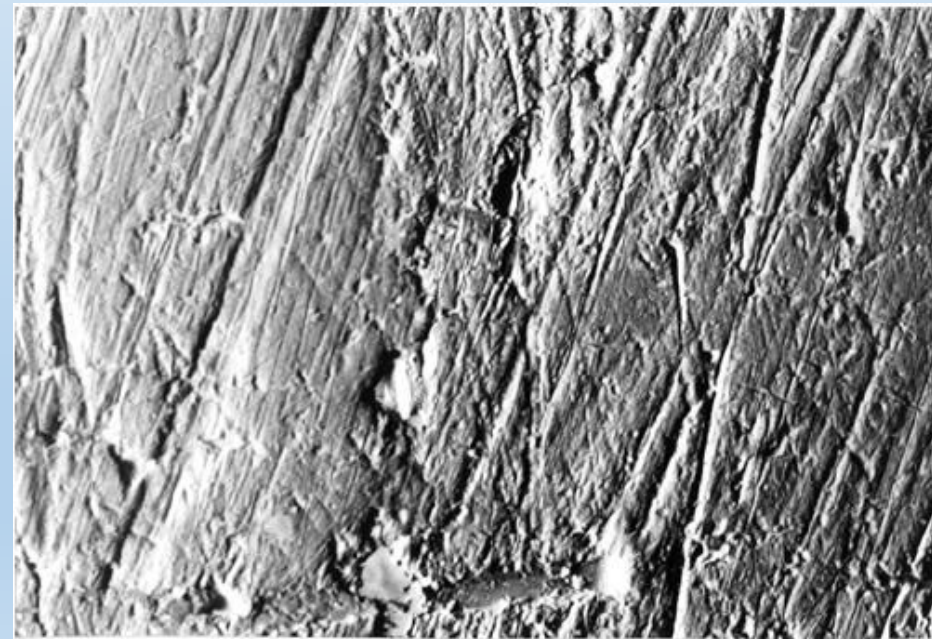
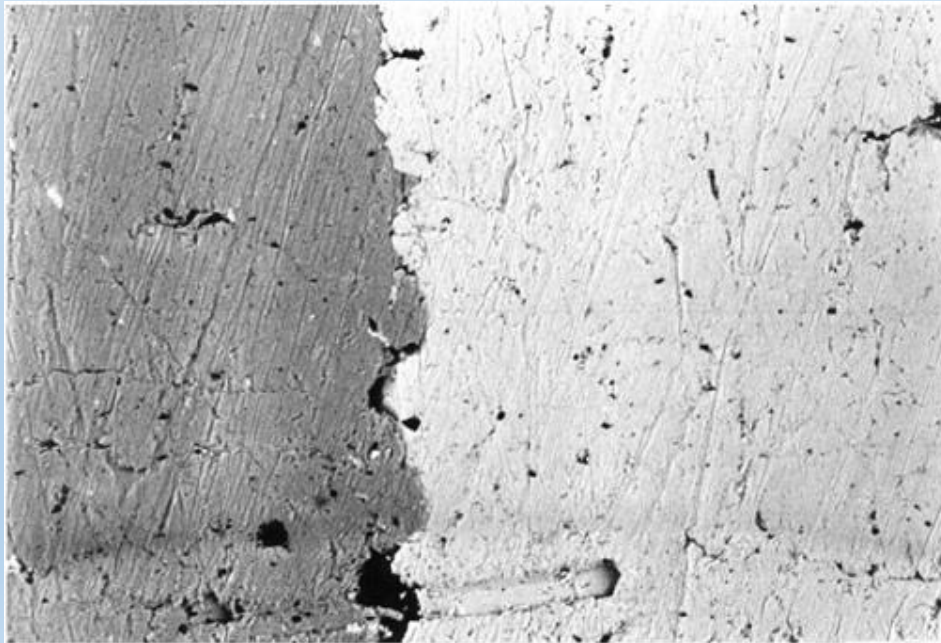
b) materiálový kontrast



# BSE topografický kontrast odečítáním signálu



- nejpoužívanější metoda zisku BSE topografického kontrastu
- PE dopadají kolmo na povrch vzorku
- BSE jsou detekovány párem detektorů označených jako A a B ve středním úhlu snímání  $\xi = +50^\circ$  a  $-50^\circ$
- Topografický kontrast je dán odečítáním signálu detektoru A od detektoru B



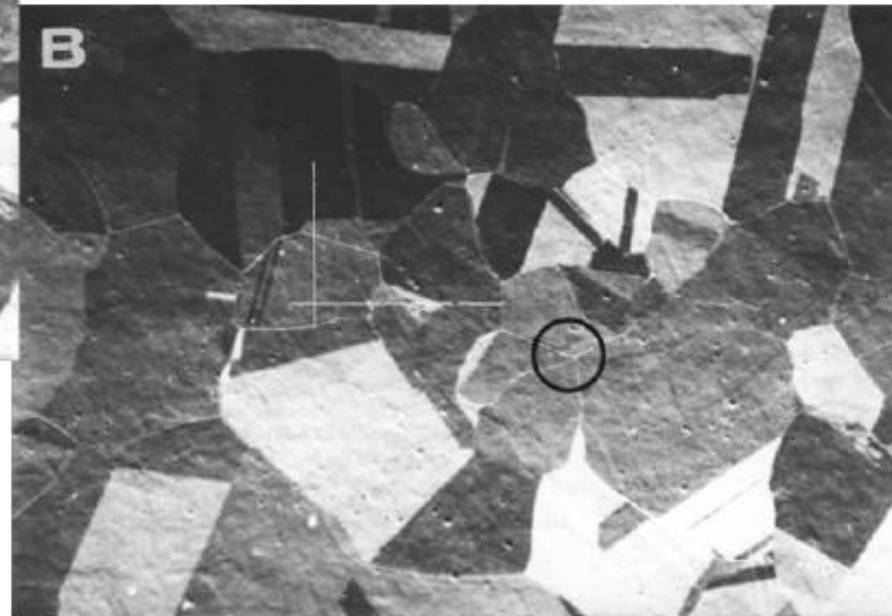


- Je-li vzorek složen z oblastí, kde jsou atomy pravidelně uspořádány v krystalové mříži, dochází ke změnám v počtu BSE a SE emitovaných z těchto oblastí. Výsledkem těchto změn je kanálový kontrast (též zvaný orientační)
- **příčina změny počtu emitovaných BSE a SE spočívá v tom, že PE dopadající na krystalický vzorek pod určitým úhlem, pronikají do kanálů mezi rovinami atomů, přičemž průniková hloubka a rozptyl e. jsou závislé na vzájemné orientaci atomových krystalických rovin a úhlu dopadu PE.** Průniková hloubka i úhel rozptylu souvisí s počtem SE a BSE emitovaných ze vzorku
- maximální hloubka kanálového kontrastu je obecně velmi nízká (0,05)
- pro dosažení kanálového kontrastu je proto nutné:
  - vzorek s minimálním topografickým reliéfem=dokonale vyleštěný povrch
  - dokonale čistý povrch vzorku
  - vzorek o jednotném Z, aby se neuplatnil materiálový kontrast
  - konstantní náklon vzorku. Jeho změna o  $1^\circ$  způsobuje změnu kanálového kontrastu
  - co nejmenší odchylky svazku PE

# Kanálový kontrast-polykrystalická Cu



SE mód



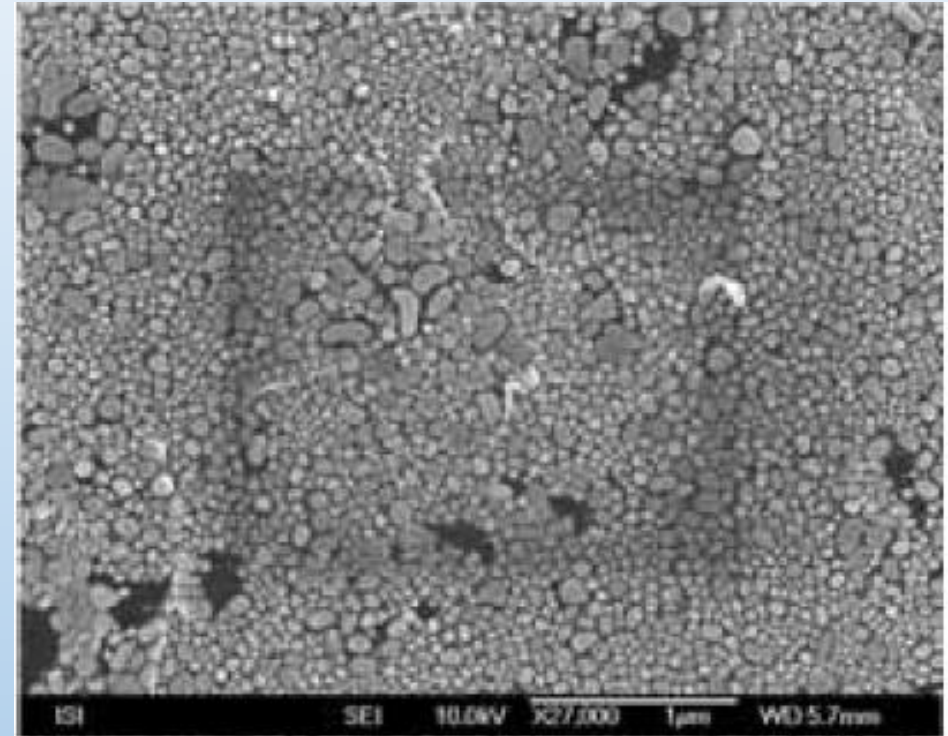
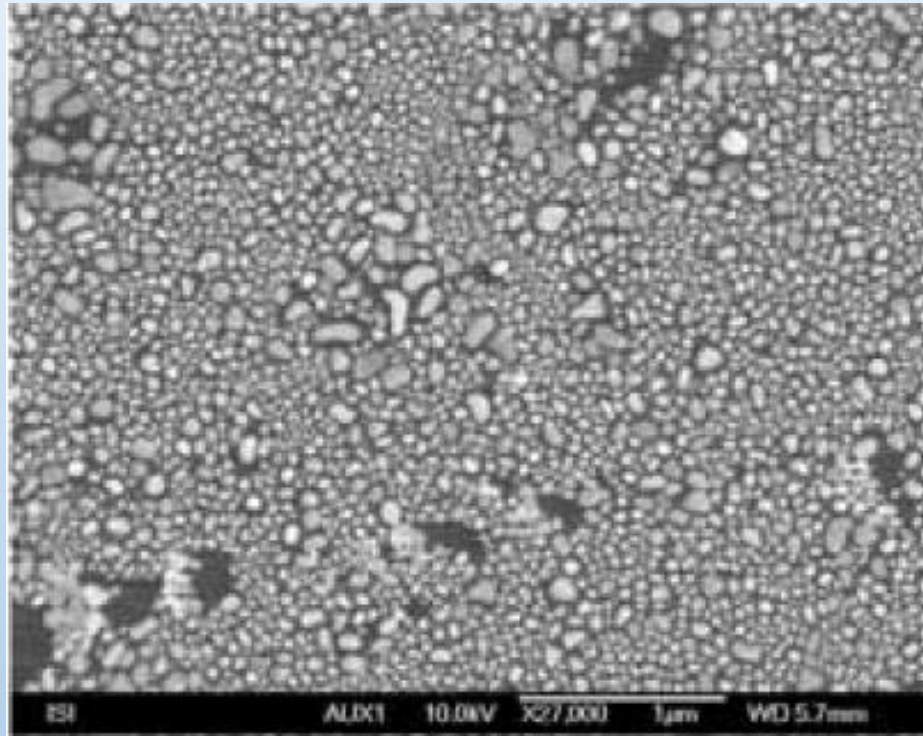
BSE mód





- Kontaminační zdroje:
  - a) uhlovodíkové a silikonové materiály v mikroskopu
  - b) uhlovodíky a zbytkové plyny ze vzorku
- projevy: snížený výtěžek SE, ztmavnutí obrazu při větším zvětšení
- Tloušťka kontaminační vrstvy závislá na proudové hustotě a době dopadu PE na vzorek
- Potlačení kontaminace: zlepšení vakua, chlazení vzorku, ohřev vzorku, omývání dusíkem, ultravakuum v komoře vzorku, snížení proudu a doby dopadu PE na vzorek, využití přítomnosti plynu v okolí vzorku (EREM)
- snížení projevu kontaminace: detekce BSE, protože BSE o vyšší energii pronikají snadněji kontaminační vrstvou

# Snížení vlivu kontaminace pomocí BSE



Zlaté kuličky na uhlíku. AUX 1 = YAG-BSE detektor (vlevo), SEI = „in lens“ SE detektor (vpravo)