

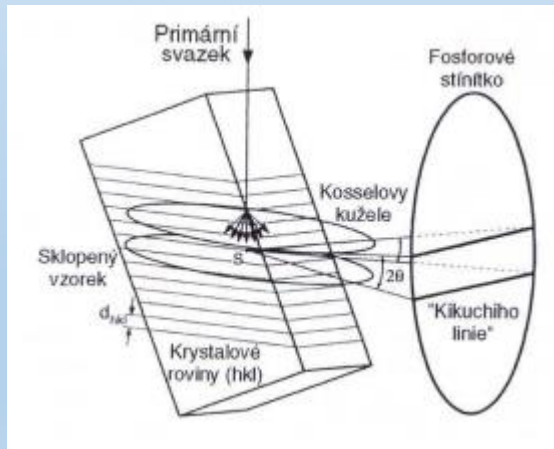
Při svisle dopadajícím svazku primárních elektronů a vodorovně umístěné trubici detektoru se volí sklon vzorku  $70^\circ$  pro optimální zisk BSE

Vznik EBSD obrazců je rozdělen do dvou kroků, u kterých se předpokládá, že se vzájemně neovlivňují

1. PE proniknou do určité hloubky pod povrchem vzorku (typicky 10-50nm), kde dochází k jejich rozptylu. Nepružně rozptýlené elektrony (BSE) jsou rozptýleny do všech směrů; pro účely EBSD jsou vhodné elektrony, jejichž ztráta energie činí cca 3-10% energie PE.
2. BSE se šíří vzorkem a v případě, že dopadnou na krystalové roviny vyhovující Braggově difrakční podmínce, dojde k jejich difrakci:

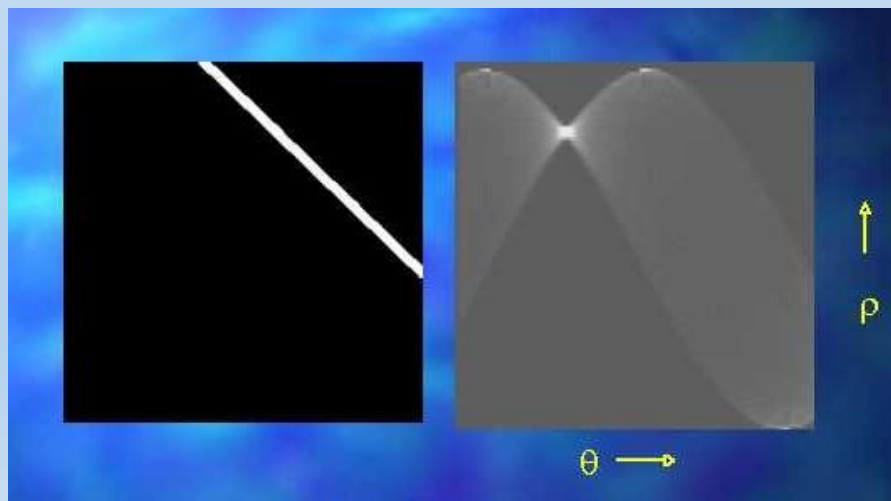
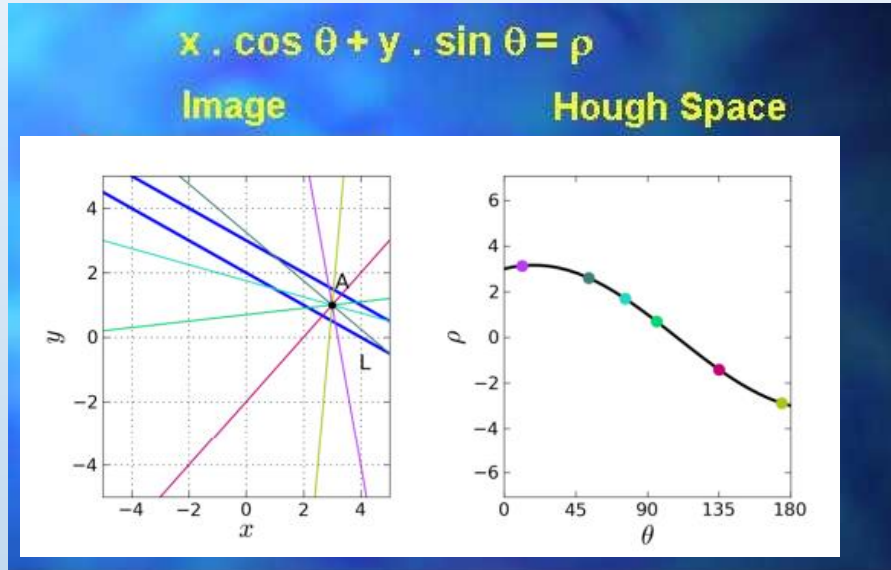
$$n\lambda = 2d_{hkl}\sin\theta$$

, kde  $n$  je řád difrakce,  $\lambda$  vlnová délka e.,  $d_{hkl}$  mezivínná vzdálenost difraktujících rovin a  $\theta$  je úhel dopadu e. na danou osnovu rovin

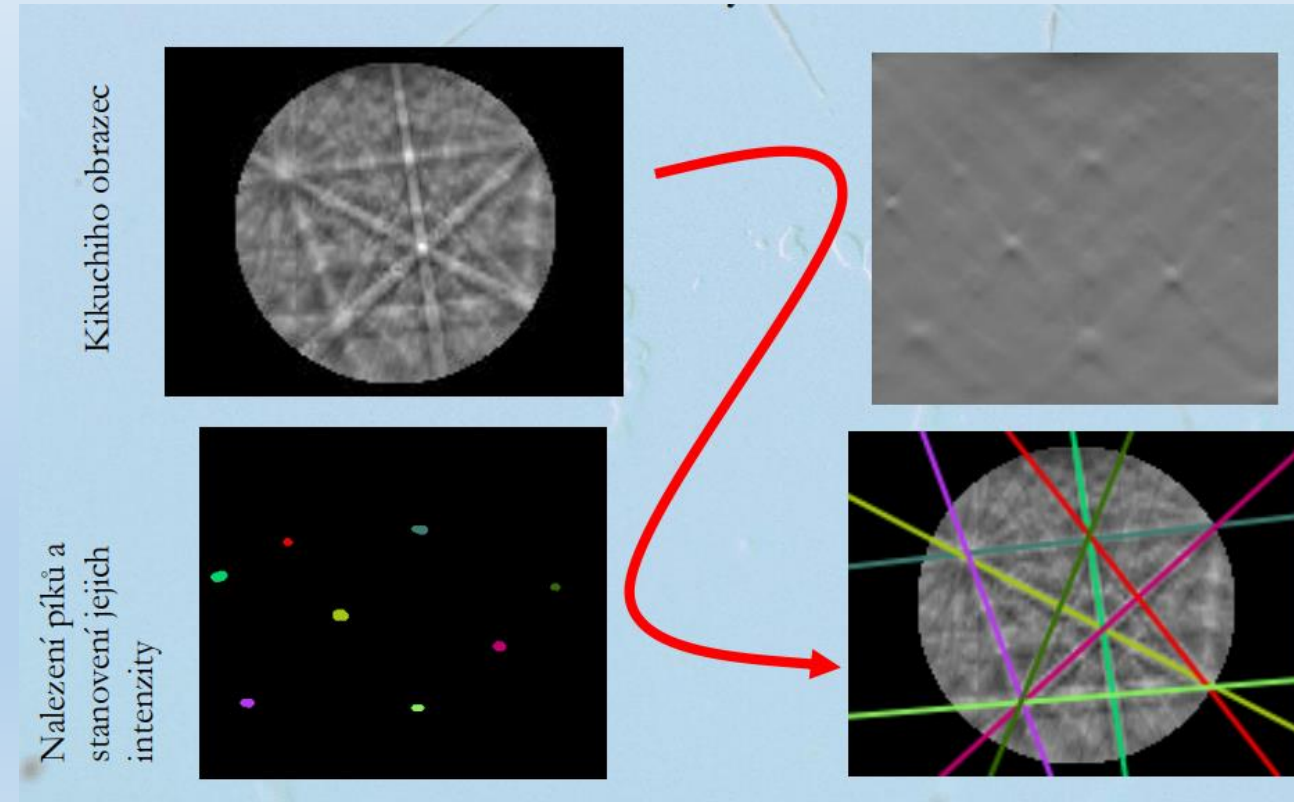


Difraktované paprsky vystupují z nakloněného vzorku, které tvoří povrchy kuželů s vrcholovým úhlem  $4\theta$ . Každé osnově rovin přísluší dvojice difrakčních kuželů (difrakce z obou stran dané osnovy rovin). Při průtoku rovinného stínítka vznikají dvě hyperboly se zanedbatelnou křivostí, které můžeme aproximovat dvěma difrakčními liniemi. Mezi základní parametry párů difrakčních linií, které vytvářejí difrakční pásy, náleží: poloha osy difrakčních pásů, šířka difrakčních pásů a úhly mezi difrakčními pásy

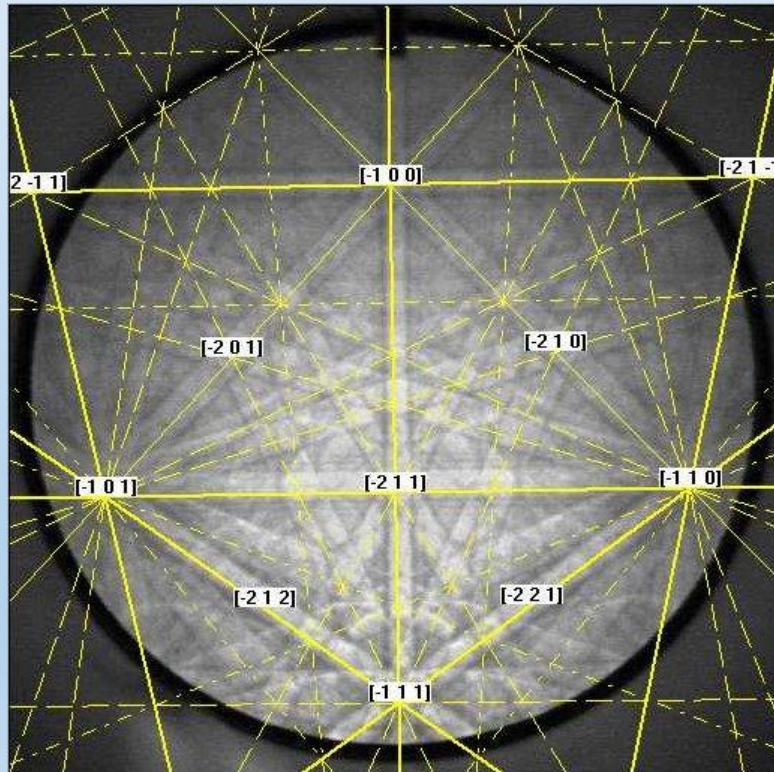
# Vyhodnocení Kikuchiho obrazců



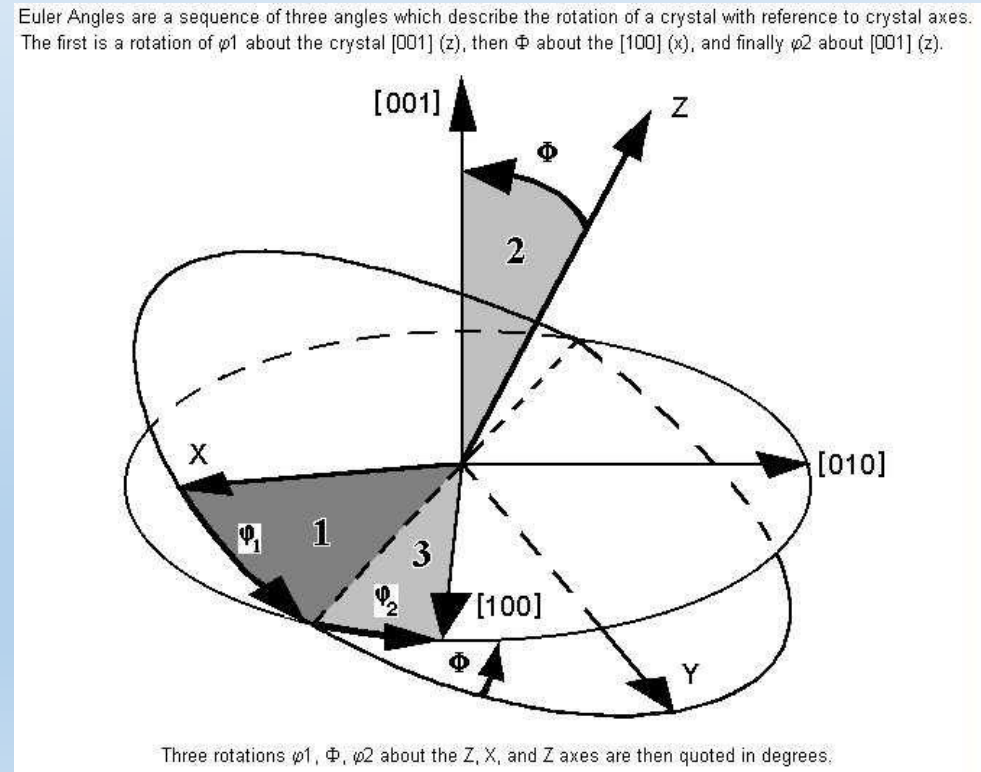
Houghova transformace: Slouží k transformaci Kikuchiho pásů na píky. Pás – přímku si parametrizuje v polárních souřadnicích  $(r, \sigma)$  načez sečteme intenzitu „po přímce“



vyhodnocený obrazec



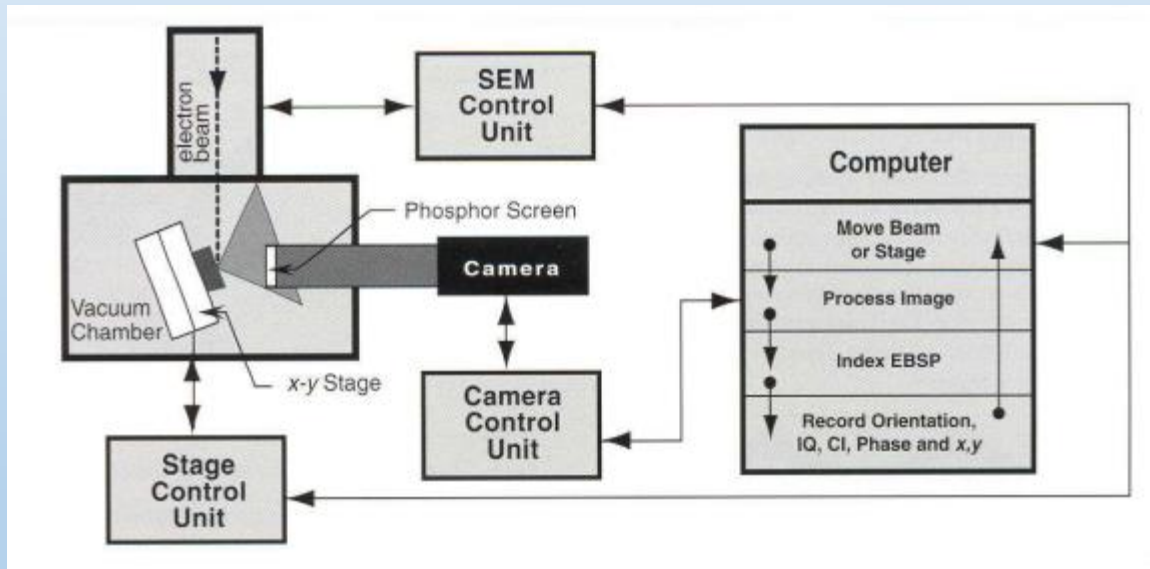
definice Eulerových úhlů



Obrazec Kikuchiho linií je automaticky vyhodnocen v každém bodě v průběhu řádkování.

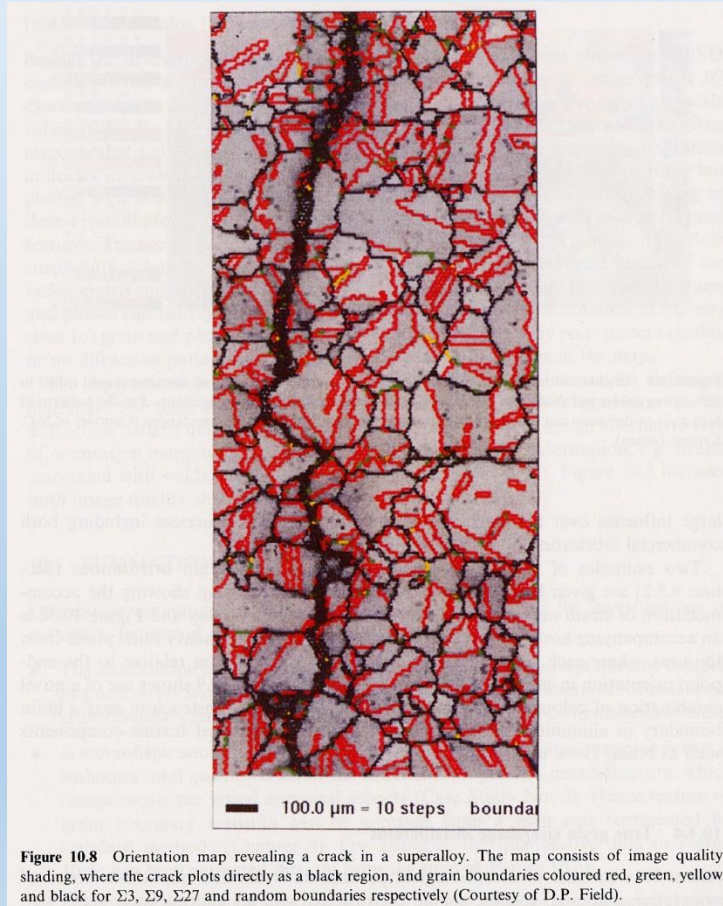
Z vyhodnocení plyne:

- lokální orientace
- identifikace struktury

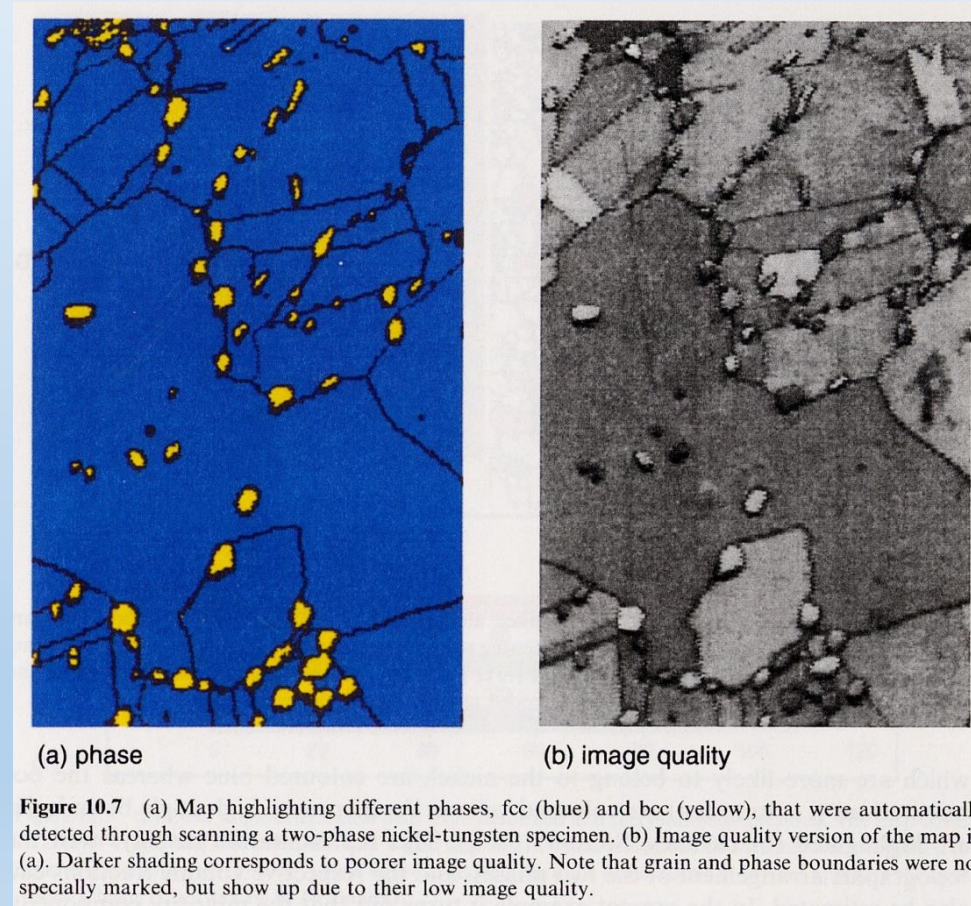


Objemový vzorek je v držáku mikroskopu nakloněn na úhel cca 70°, aby bylo možné pozorovat Kikuchiho linie vystupující z povrchu vzorku na fluorescenčním fosforovém stínítku. Toto stínítko je obvykle umístěno ve vzdálenosti cca 25-40mm od studovaného vzorku. Difraktogramy jsou ze stínítka snímány CCD kamerou. Držák vzorku mikroskopu je ovládán piezoelektrickým x-y manipulátorem. Vzorek se pohybuje v rovině rovnoběžné s rovinou pohybu držáku - pohyb vzorku v této rovině zachovává zfokusovaný elektronový svazek

orientace zrn, identifikace speciálních hranic zrn



orientace zrn a současně identifikace částic jiné fáze



detailní informace o struktuře polykrystalických materiálů

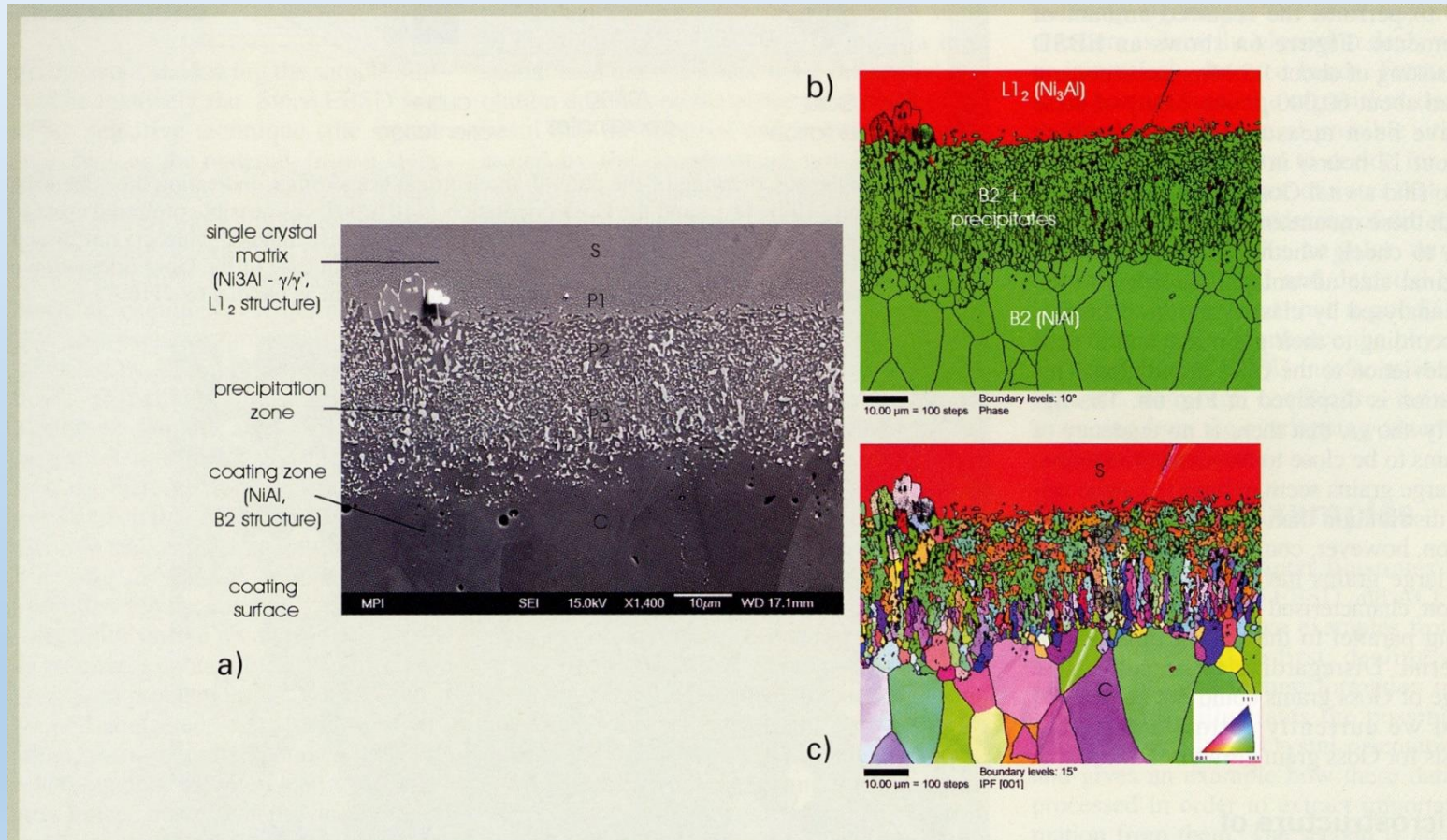
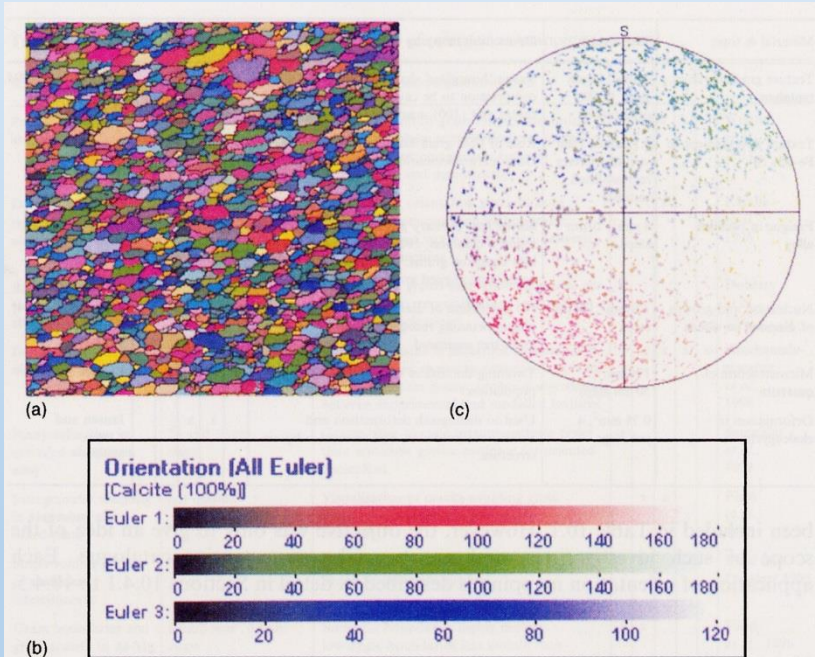


Fig. 7 Microstructure of the interface between a Ni-based superalloy single crystal (top) and an Al-rich coating formed by pack-cementation (bottom). a) BSE image showing mainly compositional contrast. The ACOM of the area marked in a) are shown in b) and c). b) is the phase distribution (showing fcc=Ni<sub>3</sub>Al, bcc=NiAl). c) is the crystal direction distribution. As reference direction serves the (001) direction of the matrix single crystal.

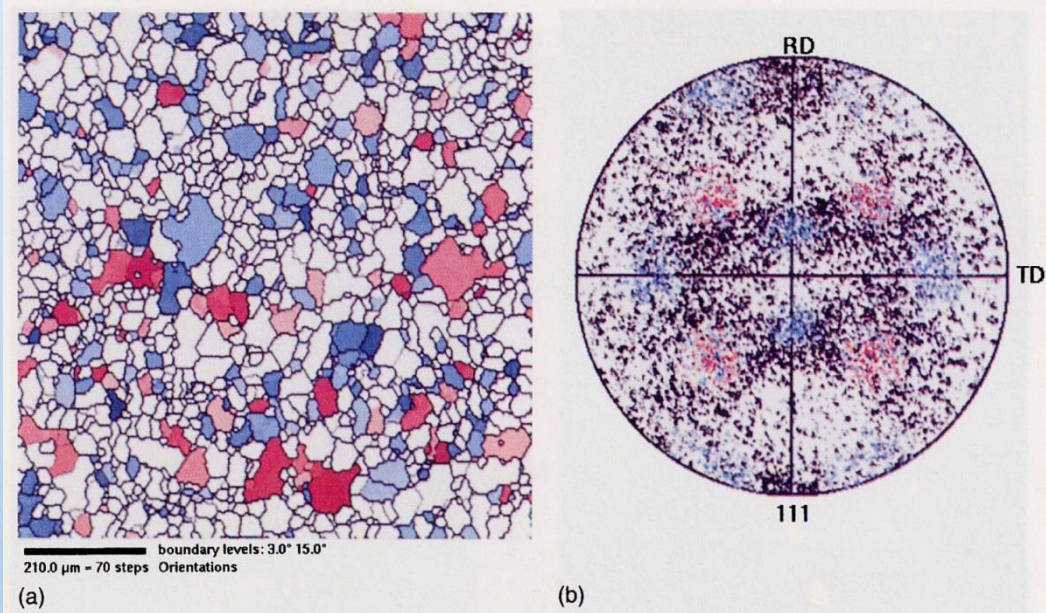
## Způsoby prezentace informace o textuře materiálů

barevné kódování Eulerových úhlů

nejrůznější typy informace, pólové obrazce



**Figure 10.5** (a) Euler angle orientation map from deformed and recrystallised limestone. The map covers an area of 1 mm<sup>2</sup> and was obtained with a grid step size of 4 μm, giving 62,500 orientations altogether; (b) Euler angle colour key; (c) {0001} pole figure, obtained from the orientations in (a) and applying the Euler colour scheme (Courtesy of B. Neumann).

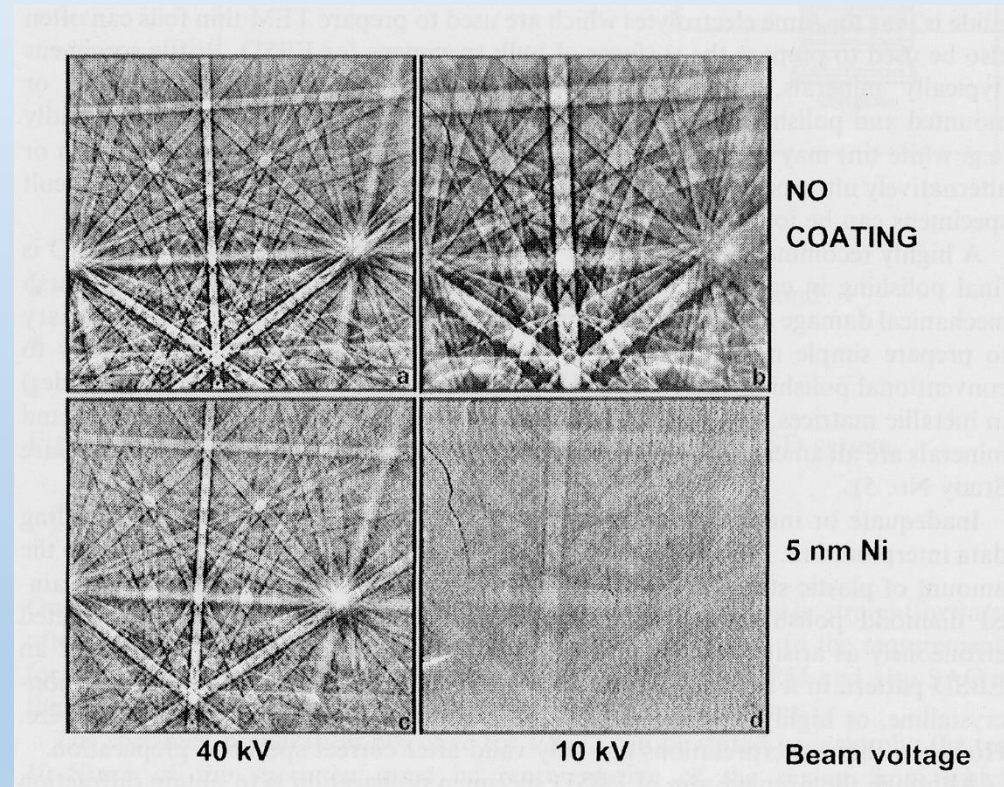


**Figure 10.6** (a) Orientation map of recrystallised aluminium sheet. Cube and *R*-oriented grains are coloured red and blue respectively in a post processing step; high-angle and low-angle grain boundaries are depicted by thick and thin lines respectively; (b) {111} pole figure derived from the map in (a). Cube and *R* clusters on the pole figure are again colour coded red and blue respectively.



# Příprava vzorku EBSD

Náročná příprava velmi hladkého povrchu bez vnitřních pnutí apod.  
Nevodivé povrchy je nutno povlakovat

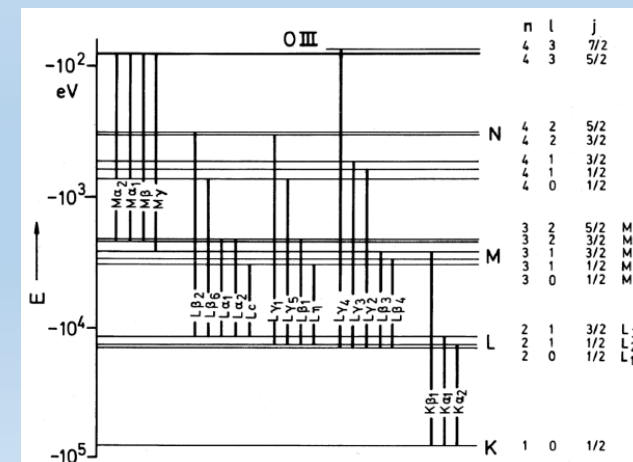
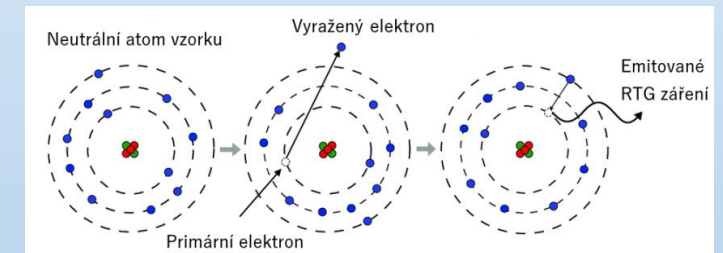


**Figure 7.8** Illustration of the penetration depth of the electron beam in a silicon EBSD specimen. (a) No coating, 40 kV accelerating voltage; (b) no coating, 10 kV accelerating voltage; (c) coating with 5 nm of nickel, 40 kV accelerating voltage; (d) coating with 5 nm nickel, 10 kV accelerating voltage. There is less beam penetration at 10 kV since the underlying silicon pattern is indistinct (Courtesy of J.R. Michael).

# Charakteristické RTG záření

- 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 ( $\alpha$ ,  $\beta$ ,  $\gamma$ , atd.) označuje přechod přes slupky
  - Číslo značí intenzitu dané čáry v sestupném pořadí

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





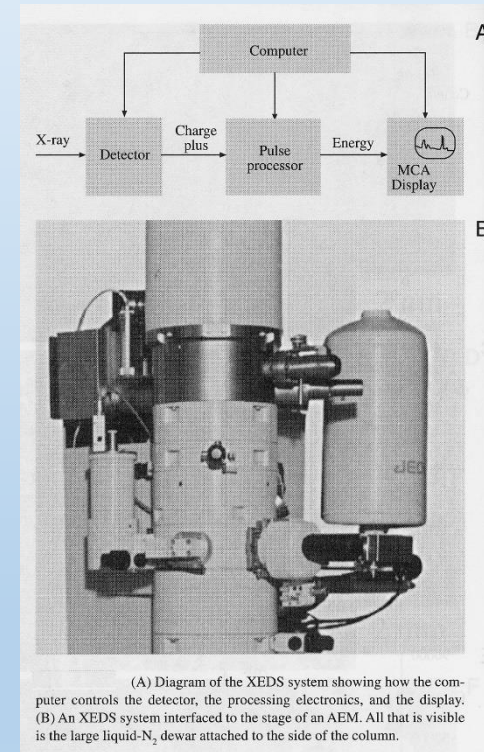
- charakteristické spektrum RTG záření je zásadní pro analýzy chemického složení vzorku
- je nutná rychlá a přesná detekce emitovaného RTG záření
- analyzátoři:
  - Energy Dispersive Spectrometer – EDX, EDS: rozklad záření dle energie
  - Wavelength Dispersive Spectrometer – WDX, WDS: rozklad záření dle vlnové délky



# Energiově disperzní spektrometr EDX



- schopný registrovat více než  $10^6$  RTG pulzů za sekundu a roztrždit v mnohakanálovém analyzátoru do podoby charakteristického spektra
- často mají Si(Li) detektor chlazený kap. dusíkem nebo přes Peltierův článek
- je schopný poskytnout mikroanalýzu s vysokým rozlišením čar energií RTG spektra
- aktivní oblast 10-50 mm<sup>2</sup>



- detektor – princip obráceně polarizované PIN diody
- RTG záření interaguje s polovodičem, dochází k přechodu elektronů z valenčního pásu do pásu vodivostního a vytvoření páru elektron-díra
- Vysokoenergetické elektrony ztratí energii v křemíku (Si)
- Charakteristické rtg záření s typickou energií více než 1 keV může vygenerovat tisíce párů elektron-díra.
- Počet vytvořených párů elektron-díra je přímo úměrný energii přicházejícího rtg záření

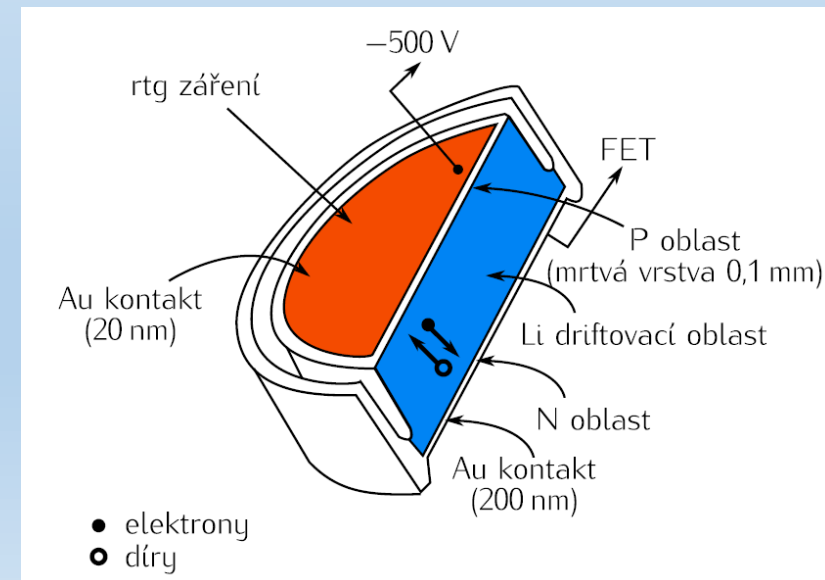
$$n = \frac{E_x}{\omega}$$

, kde  $E_x$  je energie fotonů RTG záření a  $\omega$  je energie potřebná pro vytvoření 1 páru (pro Si  $\omega(\text{Si})=3.6$  eV)

- amplituda impulsu napětí je vyjádřena vztahem:

$$U = \frac{en}{C} = \frac{eE_x}{\omega C}$$

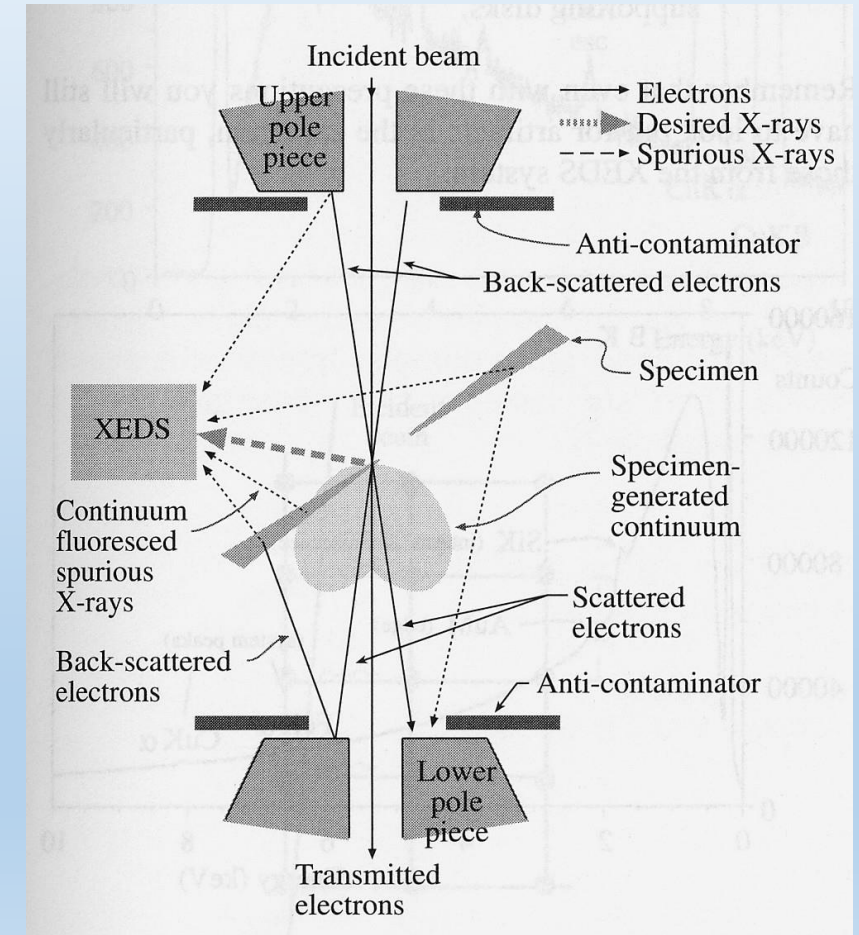
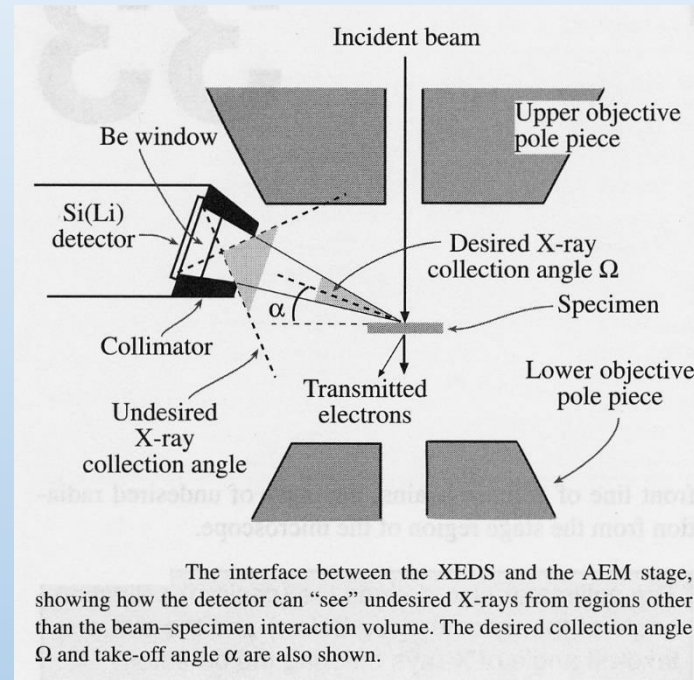
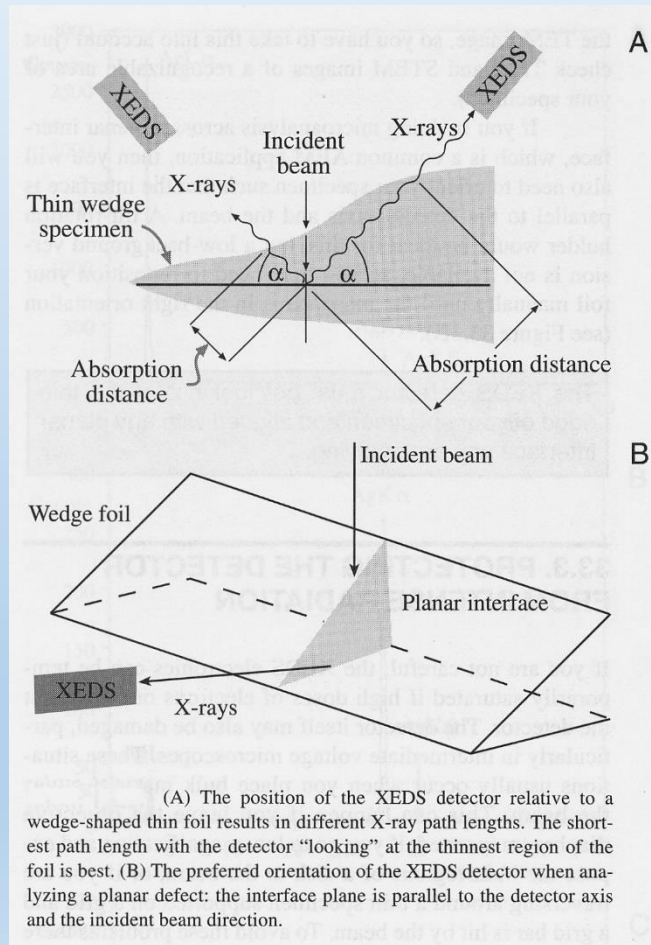
, kde  $e$  je elementární náboj a  $C$  celková kapacita systému





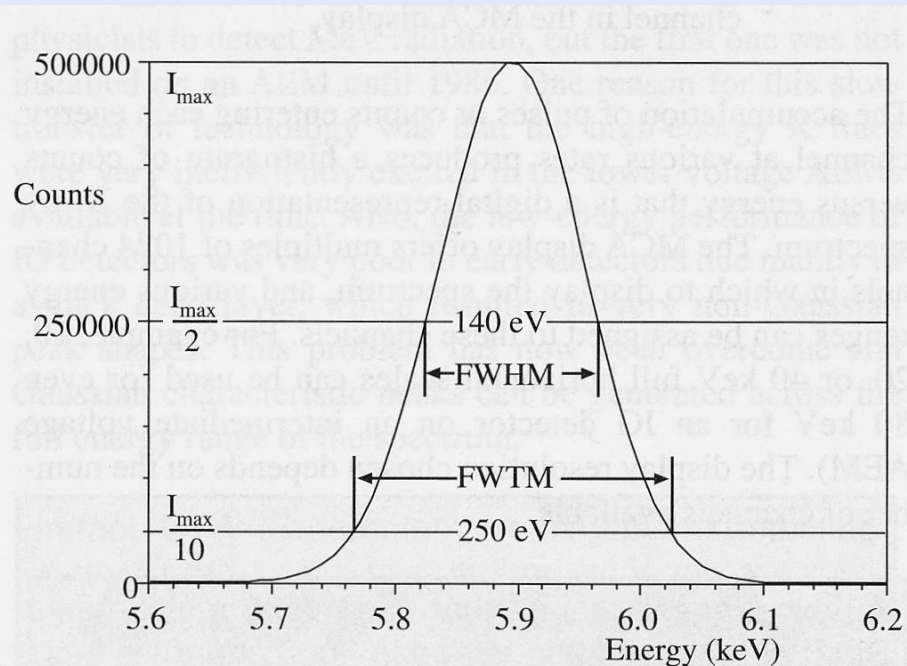
- RTG záření proniká hmotou snadněji než e., potřebujeme pro RTG záření vnitřní oblast mezi P a N polovodičem o tloušťce asi 3 mm k tomu, aby vytvořila páry elektron-díra
- RTG záření interaguje s polovodičem, dochází k přechodu elektronů z valenčního pásu do pásu vodivostního a vytvoření páru elektron-díra
- Si obvykle obsahuje nečistoty akceptorového druhu (P polovodič), proto je dopován Li, které nasytí akceptorovou příměs a kompenzuje vliv příměsi.
- Náboj vytvoření e. a dírami je velmi malý ( $10^{-16}$  C)-sběr zajišťuje záporné předpětí mezi čelní (20nm Au, Ni) a zadní stranou (200 nm)
- Aplikujeme-li závěrné napětí, záporný náboj je dislokován na P oblasti v přední části detektoru a kladný náboj na zadní části. Elektrony a díry jsou oddělené a může tak být měřen puls elektronů v zadním ohmickém kontaktu. Následně je signál zesílen tranzistorem řízeným polem (FET). Velikost tohoto pulsu je úměrná energii rtg záření, které vygenerovalo páry elektron-díra.
- Chlazení detektoru - omezení tepelné energie, která by aktivovala páry elektron-díra a zvyšovala tak úroveň šumu.

## Vliv geometrie uspořádání a zdroje rušivých signálů





## Stanovení energetického rozlišení EDX spektrometru

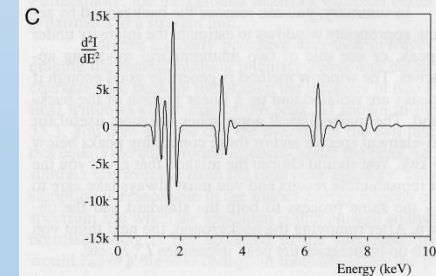
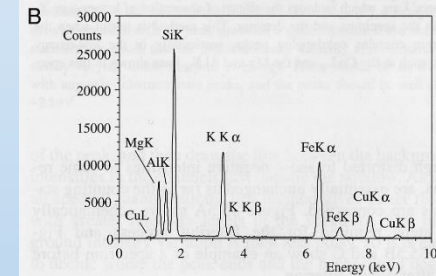
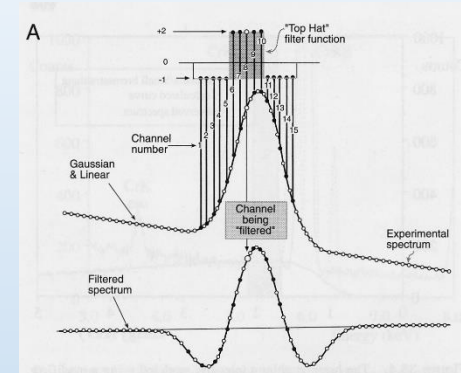
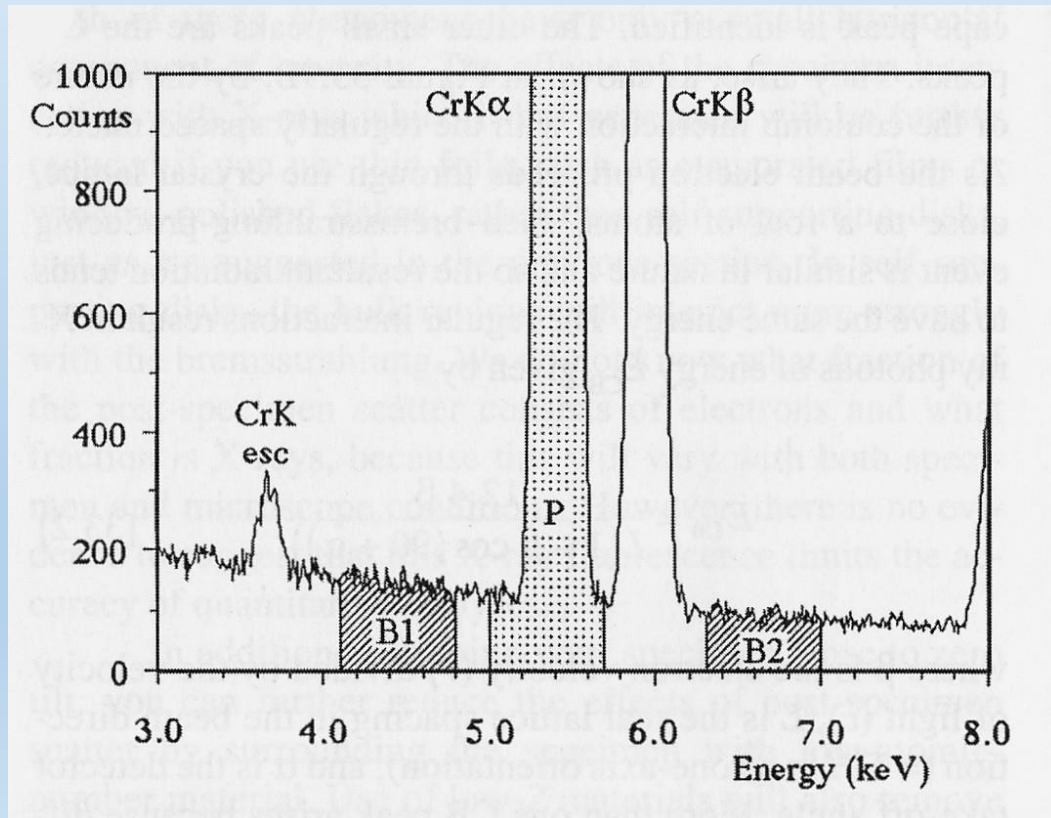


Measurement of the energy resolution of an XEDS detector by determining the number of channels that encompass the FWHM of the Mn  $K_{\alpha}$  peak. The number of channels multiplied by the eV per channel gives the resolution, which typically should be about 130–140 eV. We can measure the FWTM also to give an indication of the degree of the incomplete charge collection which distorts the low-energy side of the peak. The FWTM should be  $\sim 1.82$  times the FWHM.

Stanoví se smluvně jako tzv. pološířka (FWHM) píku  $K_{\alpha}$  Mn.

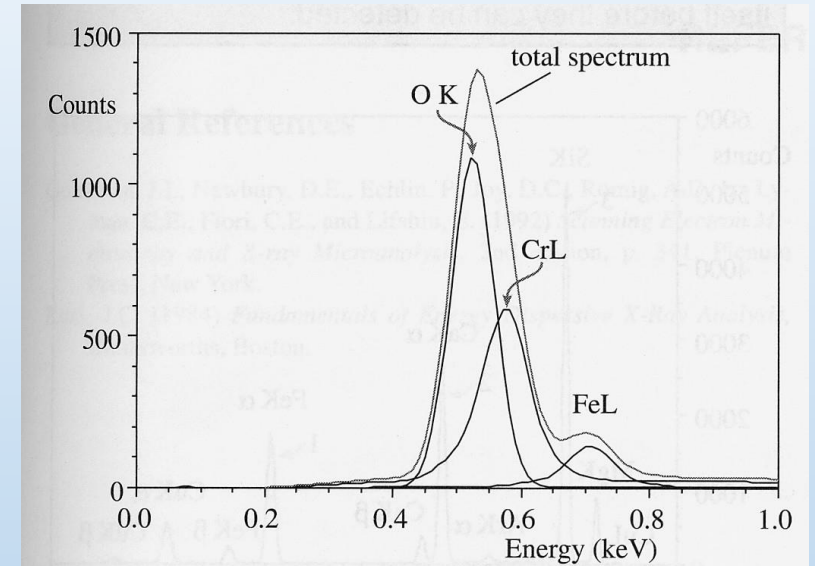
Hodnoty se pohybují kolem 130-140 eV.

Vyhodnocení spekter: Nejdříve odečtení pozadí (jednoduchá interpolace pozadí nebo složitější metody filtrování, např. „top hat filter“).



(A) Digital filtering involves convolution of a top-hat filter function with the acquired spectrum. To obtain the filtered spectrum, each channel has the top-hat filter applied to it. The channels either side of that being filtered (#8 in this case) are multiplied by the appropriate number in the top-hat function. So channels 1–5 and 11–15 are multiplied by -1 and channels 6–10 by +2. The sum of the multiplications is divided by the total number of channels (15) and allotted to channel #8 in the filtered spectrum at the bottom. The digital filtering process in (A) applied to a spectrum from biotite (B) results in the filtered spectrum (C) in which the background intensity is assigned to zero at all places, and the characteristic peaks remain effectively unchanged.

... v případě překryvu blízkých píků je nutná dekonvoluce



The total spectrum arises from the overlap of three Gaussian spectral peaks (the  $L_{\alpha}$  lines of Fe and Cr and the  $O K_{\alpha}$  line) from a mixed Fe-Cr oxide. Deconvolution is essential to determine the intensities in the three constituent peaks, prior to any attempt at quantification.

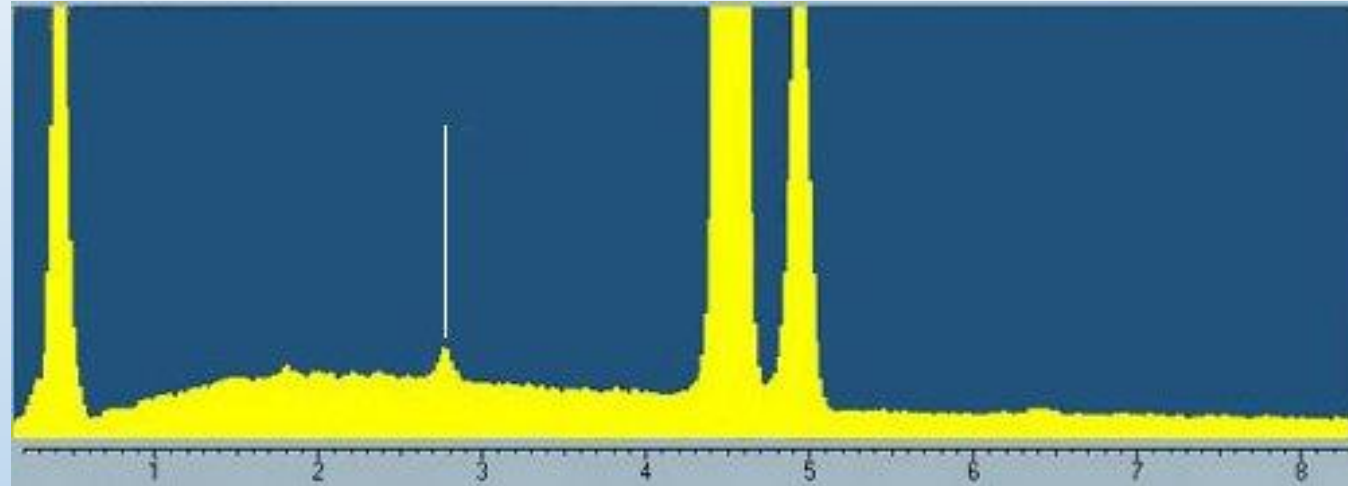
Statistický přístup k určení chyby stanovení složení:

za předpokladu, že pík reprezentuje Gaussovské rozdělení, je standardní deviace  $\sigma = \sqrt{N}$ . Máme pravděpodobnost 67% (resp. 95%, 99.7%), že naše  $N$  je v intervalu  $\pm\sigma$  (resp.  $\pm 2\sigma$ ,  $\pm 3\sigma$ ) kolem skutečné hodnoty.

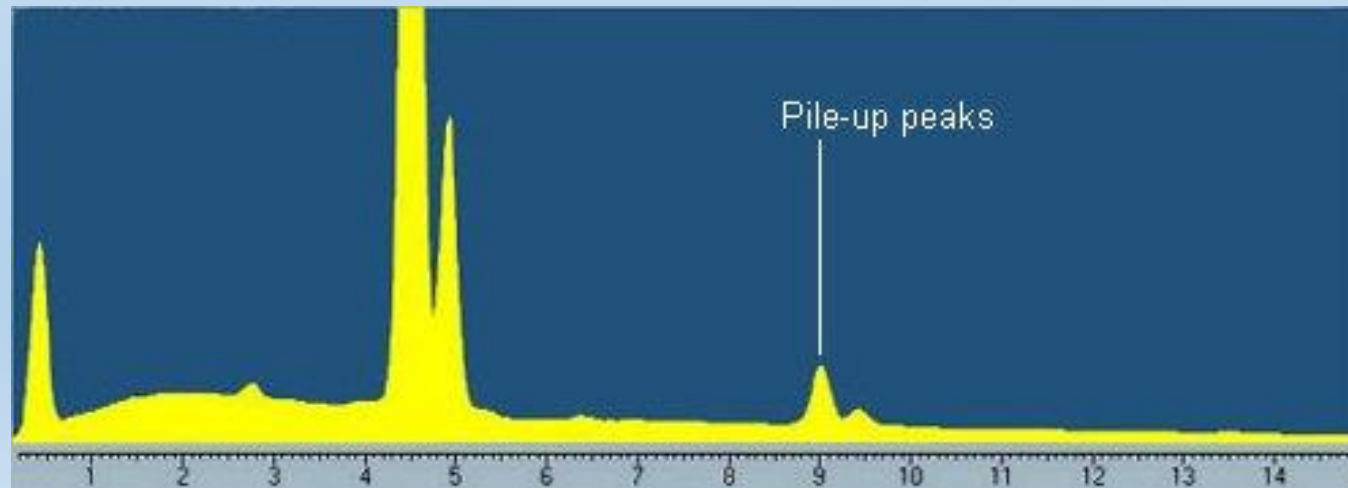
Relativní chyba potom je  $\frac{\sqrt{N}}{N}$  (resp.  $\frac{2}{\sqrt{N}}$ ,  $\frac{3}{\sqrt{N}}$ )

## Artefakty ve spektrech EDX

„escape“ pík  
( $\text{SiK}_\alpha = 1.74\text{keV}$ )



„pile-up“ píky  
(dvojnásobek)

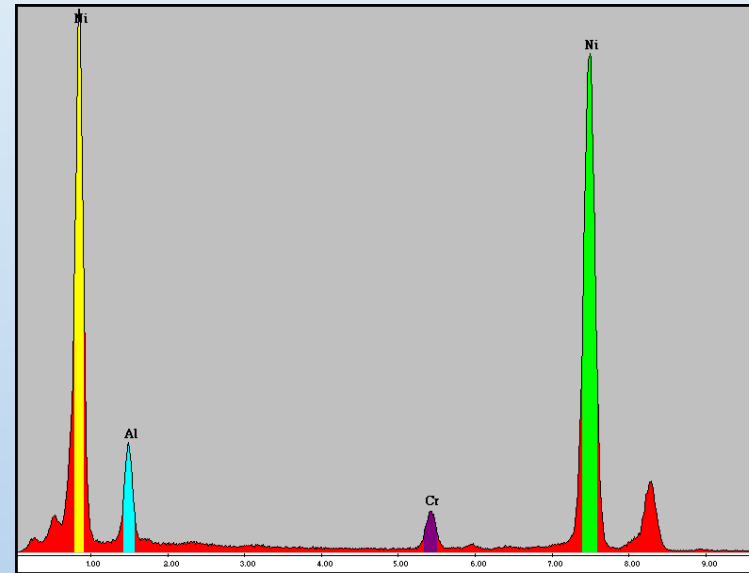


**Kvantifikace EDX spektra:** Cliff a Lorimer: proporcionalita mezi intenzitami  $I_i$  (plochy píků) a váhovými zlomky  $C_i$  prvků:

$$\frac{C_A}{C_B} = k_{AB} \frac{I_A}{I_B}$$

$$C_i = \frac{k_{ix} I_i}{\sum k_{ix} I_i}, \quad i = A, B, \dots,$$

$x$  ... referenční prvek (Si nebo Fe)



Toto je nejjednodušší přístup, který se dá použít v TEM v případě velmi tenkých fólií. U běžných tloušťek fólie je nutno brát ohled na absorpci.

**Efekt absorpce:**

$$\frac{C_A}{C_B} = k_{AB} \frac{I_A}{I_B} \frac{A_A}{A_B}$$

$$\frac{A_A}{A_B} = \frac{(\mu/\rho)_{A,S} [1 - \exp[-(\mu/\rho)_{B,S}(\rho t)]]}{(\mu/\rho)_{B,S} [1 - \exp[-(\mu/\rho)_{A,S}(\rho t)]]}$$

$(\mu/\rho)_{X,S}$  ... „mass absorption coefficient“ prvku X ve vzorku (S)

$$(\mu/\rho)_{X,S} = \sum_i C_i (\mu/\rho)_{X,i}$$

$(\mu/\rho)_{X,i}$  ... „mass absorption coefficient“ prvku X v prvku i  
(tabelováno)

V případě objemových vzorků v SEM se provádějí komplexní

korekce na

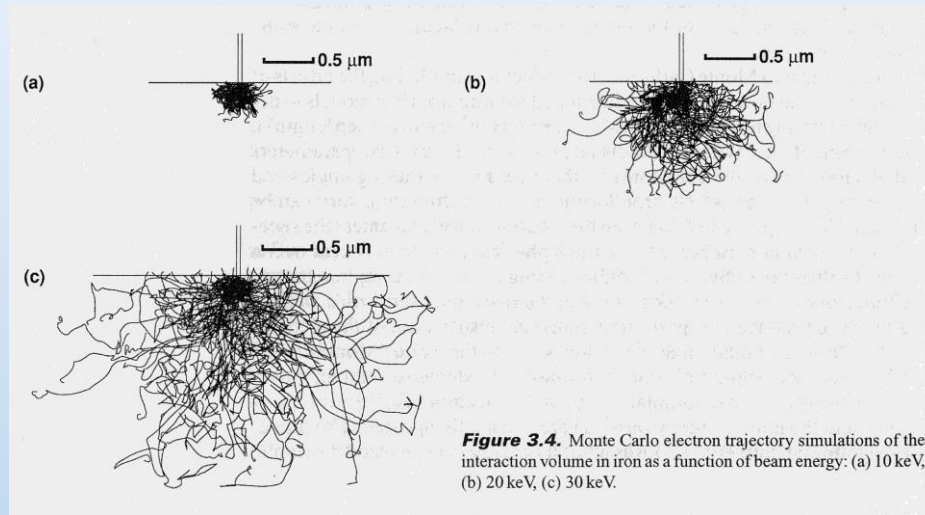
- atomové číslo
- absorpci
- fluorescenci

Z  
A  
F

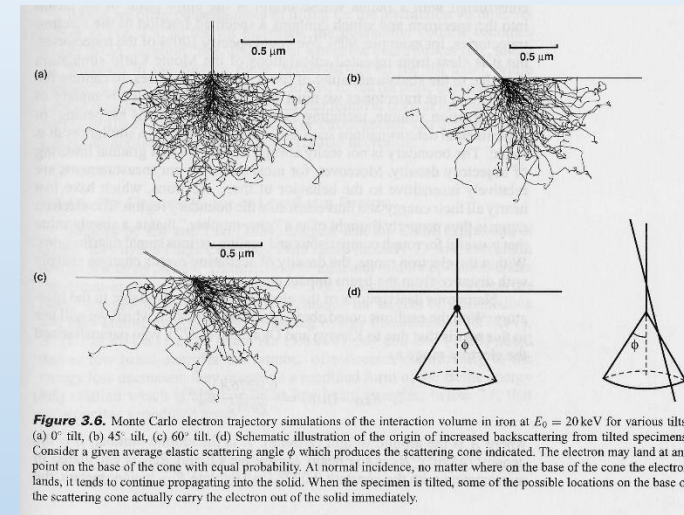


# Energiově disperzní spektrometr EDX

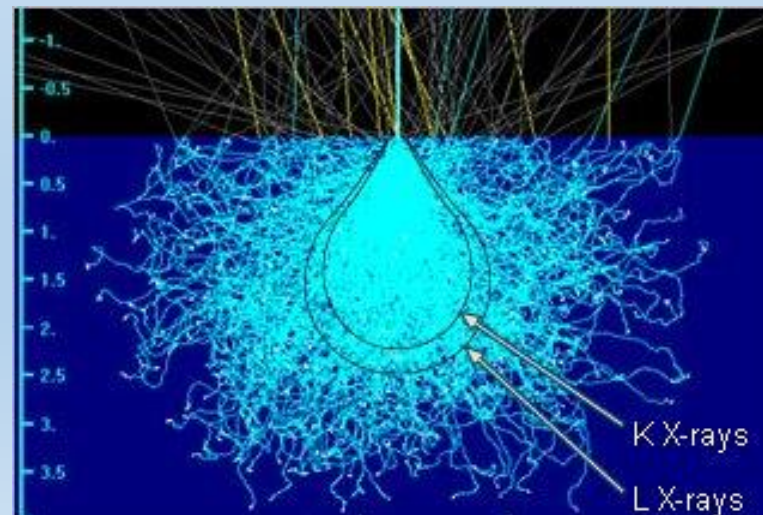
vliv urychlovacího napětí: 10, 20 a 30 kV



vliv směru dopadajícího svazku



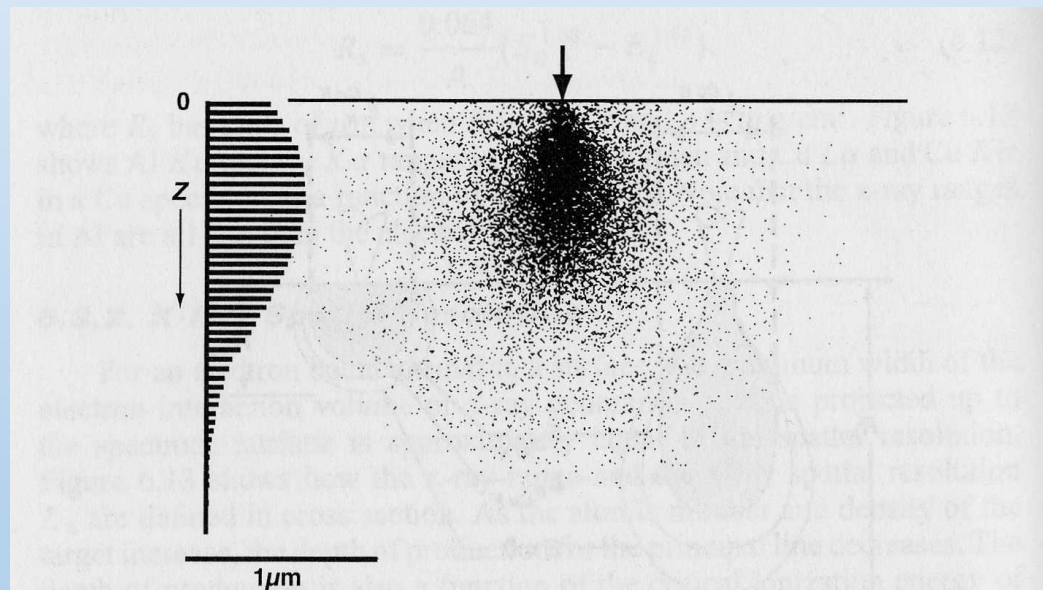
závislost interakčního objemu  
na energii generovaného  
kvanta



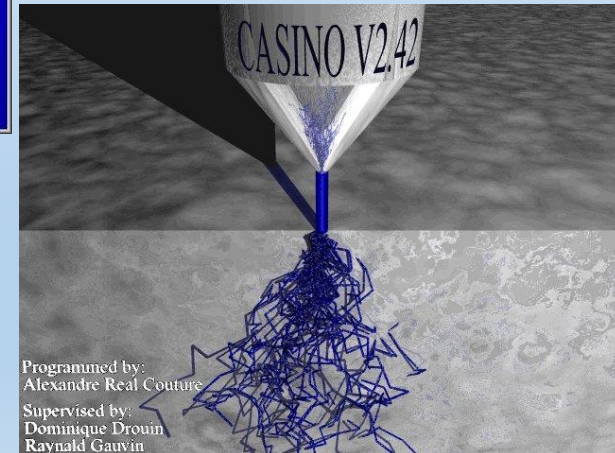
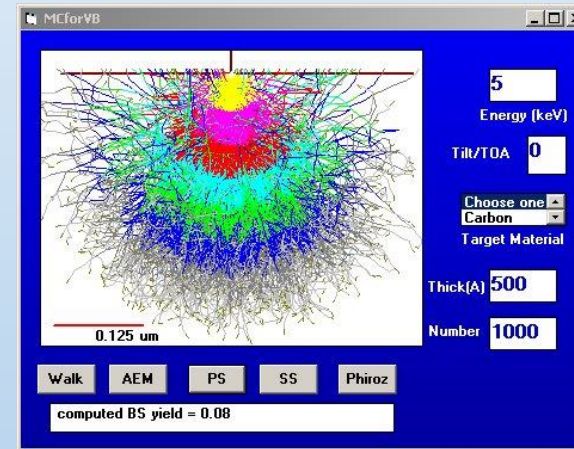


Jiný, novější přístup využívá místo korekcí ZAF popis pomocí distribuce počtu generovaných kvant v závislosti na hloubce v materiálu - tzv. **metoda  $\Phi(\rho z)$** .

Metoda je užitečná zejména v případě nehomogenních materiálů (např. multivrstev nebo tenkých povlaků).



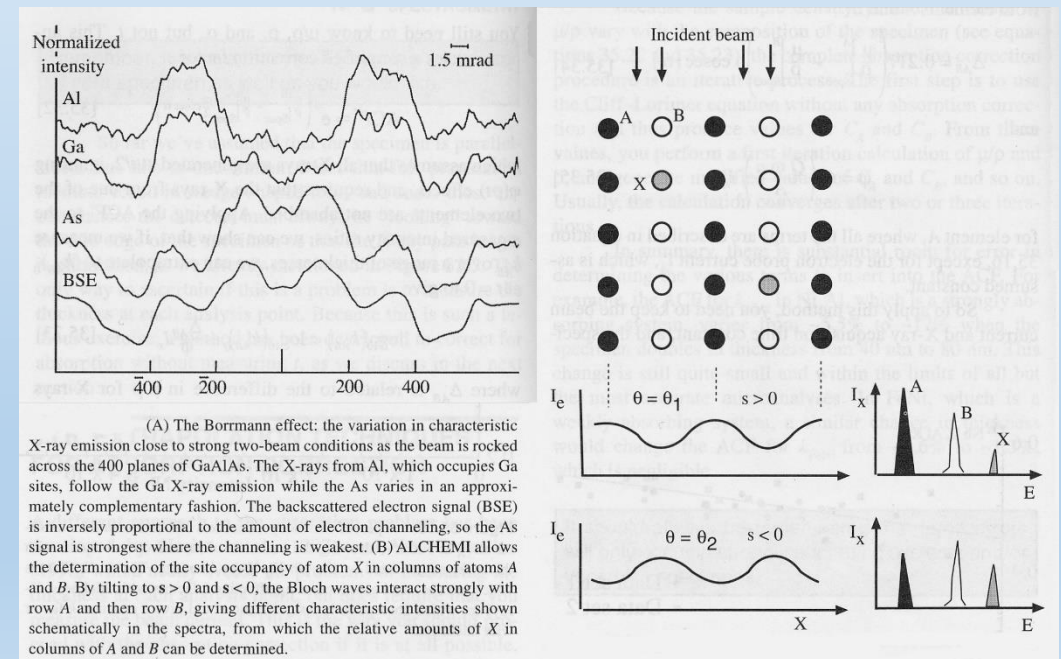
**Figure 6.14.** (Right) Monte Carlo simulation of the generation of Al  $K\alpha$  x-rays in pure Al at 30 keV. The electron beam enters the specimen at the surface, 0, and progresses into the specimen as a function of distance  $Z$ . (Left) A histogram of the x-ray generation function with depth,  $\phi(\rho z)$ . X-ray generation increases to a maximum just below the surface and then decreases as fewer x-rays are generated deeper within the specimen.



Obecně se doporučuje provádět analýzy na vzorku orientovaném dále od nízkoindexových pólů, neboť tam nastává jev kanálování, který ovlivní výsledky analýz.

Metoda **ALCHEMI** (atom location by channeling enhanced microanalysis) naopak tohoto jevu dokáže využít ke stanovení rozdílu v chemickém složení různých atomových rovin.

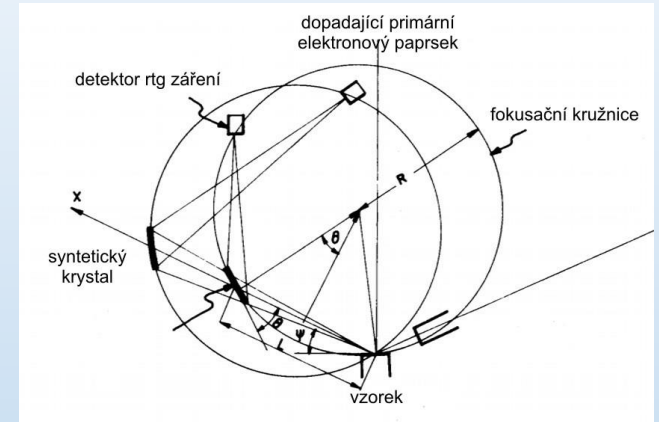
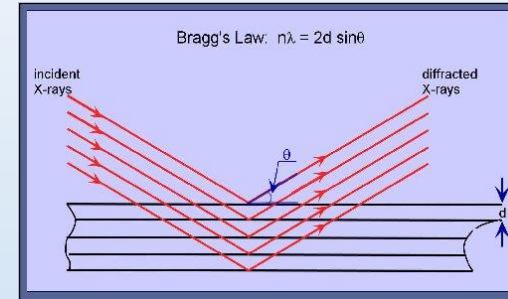
Provádí se analýza v okolí difrakční podmínky (pro  $s > 0$  a  $s < 0$ , tj. pro Blochovu vlnu silně interagující s atomovými rovinami, které díky uspořádání mohou mít různé složení) a z malých rozdílů v naměřeném složení se určují obsazovací koeficienty v různých mřížkových pozicích.



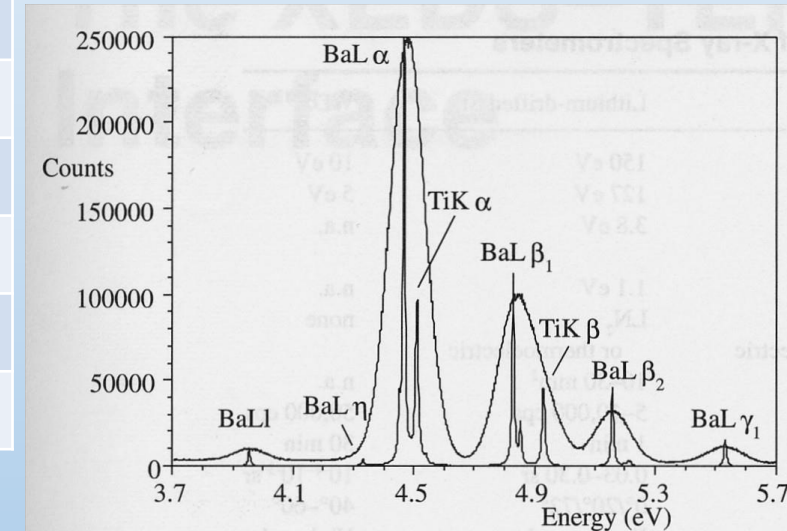
# Vlnově disperzní spektrometr WDS



- v porovnání s EDX získává mnohem přesnější spektra energií => přesnější stanovení chemického složení
- Při WDS se využívá Braggova vztahu  $2d \sin \vartheta = n \cdot \lambda$  pro difrakční maxima, z něhož lze při známém  $d$  určit  $\lambda$  a tím i energii Rtg. záření.
- Základem detekce je krystalový detektor se syntetickým krystalem, případně systémem krystalů s velkou vzdáleností krystalových rovin  $d$ , aby byla umožněna i analýza lehkých prvků (Be, B, C, O, N). Energie dopadajícího svazku elektronů musí být 2 až 2,5krát vyšší než je excitační energie (energie absorpční hrany) pro daný prvek.
- Touto metodou však můžeme dosáhnout mnohem vyššího rozlišení energií až 5 eV (oproti 150 eV u EDS).



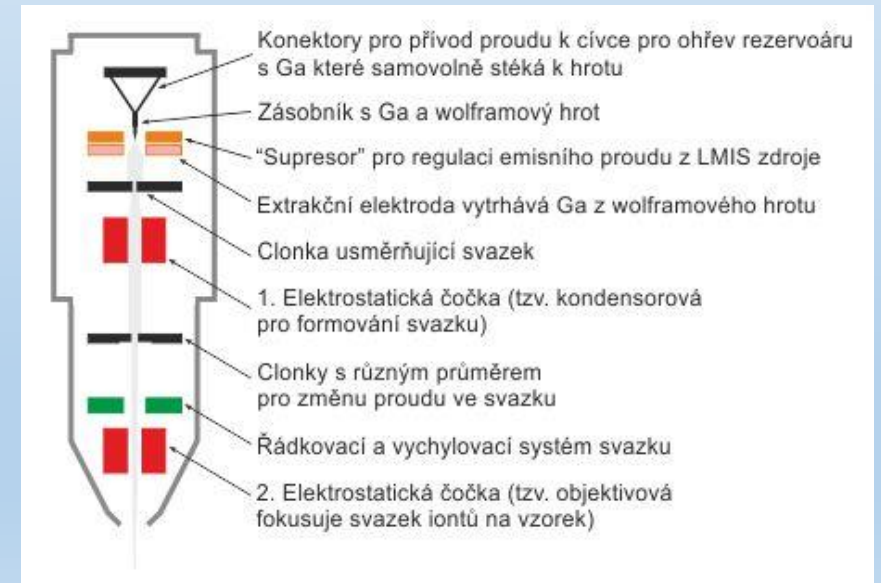
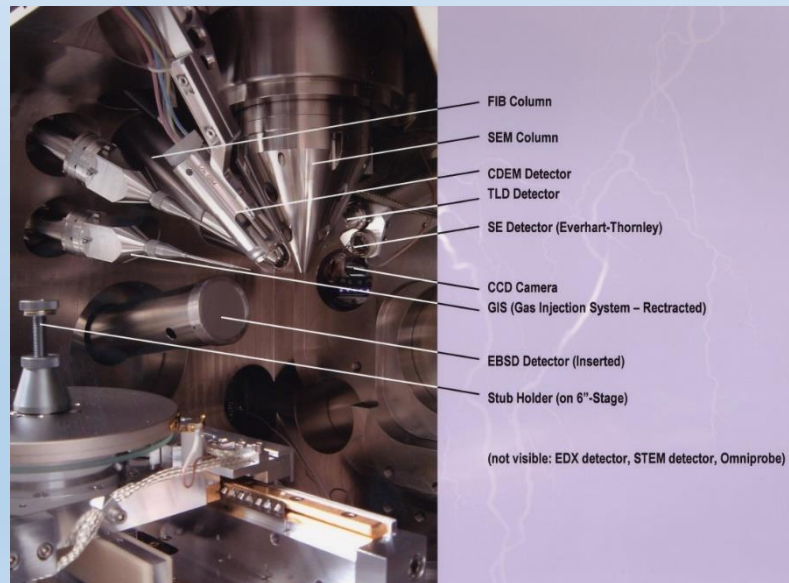
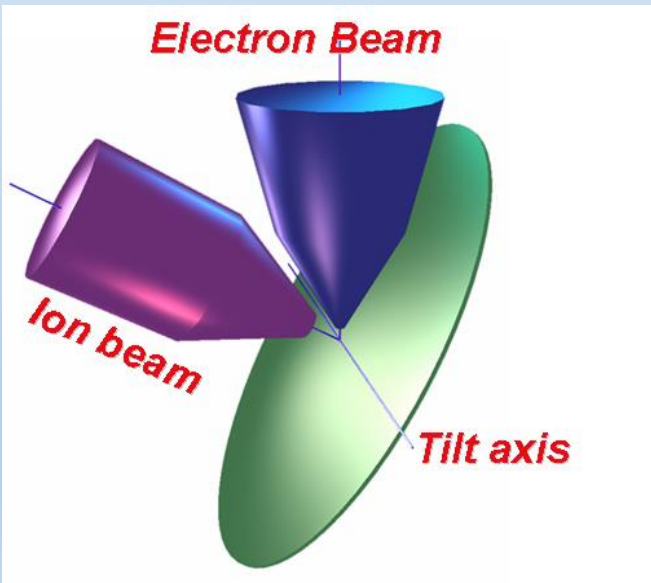
WDS	EDS
Vysoké spektrální rozlišení (2–6 eV)	Nízké spektrální rozlišení (130–155 eV)
Nižší účinnost při nabírání spektra (pomalejší)	Vysoká účinnost při nabírání spektra (rychlejší)
Vyšší citlivost na změnu geometrie vzorku	Nižší citlivost na změnu geometrie vzorku
Řídké artefakty ve spektru	Časté artefakty ve spektru
Nevyžaduje LN <sub>2</sub>	Vyžaduje LN <sub>2</sub>
Dochází k pohybu mechanických částí	Nedochází k pohybu mechanických částí
Je nutná relativně vysoká energie svazku	Nízká energie svazku není problémem
Nákladné zařízení	Méně nákladné zařízení



A WDS spectrum from BaTiO<sub>3</sub>, but plotted against energy rather than wavelength. WDS easily resolves the Ba L $\alpha$ /Ti K $\alpha$  overlap, which is impossible with an EDS as shown in the overlapping spectrum. The improved resolution of WDS (~8 eV) is obvious.

# Focused ion beam (FIB)

- Fokusovaný iontový svazek (FIB) je speciální technika SEM, která využívá místo urychlených elektronů nabité částice kovů (kationy Ga, Au, Ir). Ga je umístěno v kontaktu s W jehlou-po zahřátí se v elektrickém poli formuje Ga do tvaru špičky (tzv. Taylor kužel) ( $d=2\text{nm}$ ). Napětí na hrotu ( $10^8 \text{ V}\cdot\text{cm}^{-1}$ ) způsobuje ionizaci a emisní pole atomů galia. Zdrojové ionty jsou urychleny urychlovacím napětím 1-50 keV a zaostřeny elektrostatickými čočkami. Šířka fokusovaného svazku dosahuje jednotek nm.

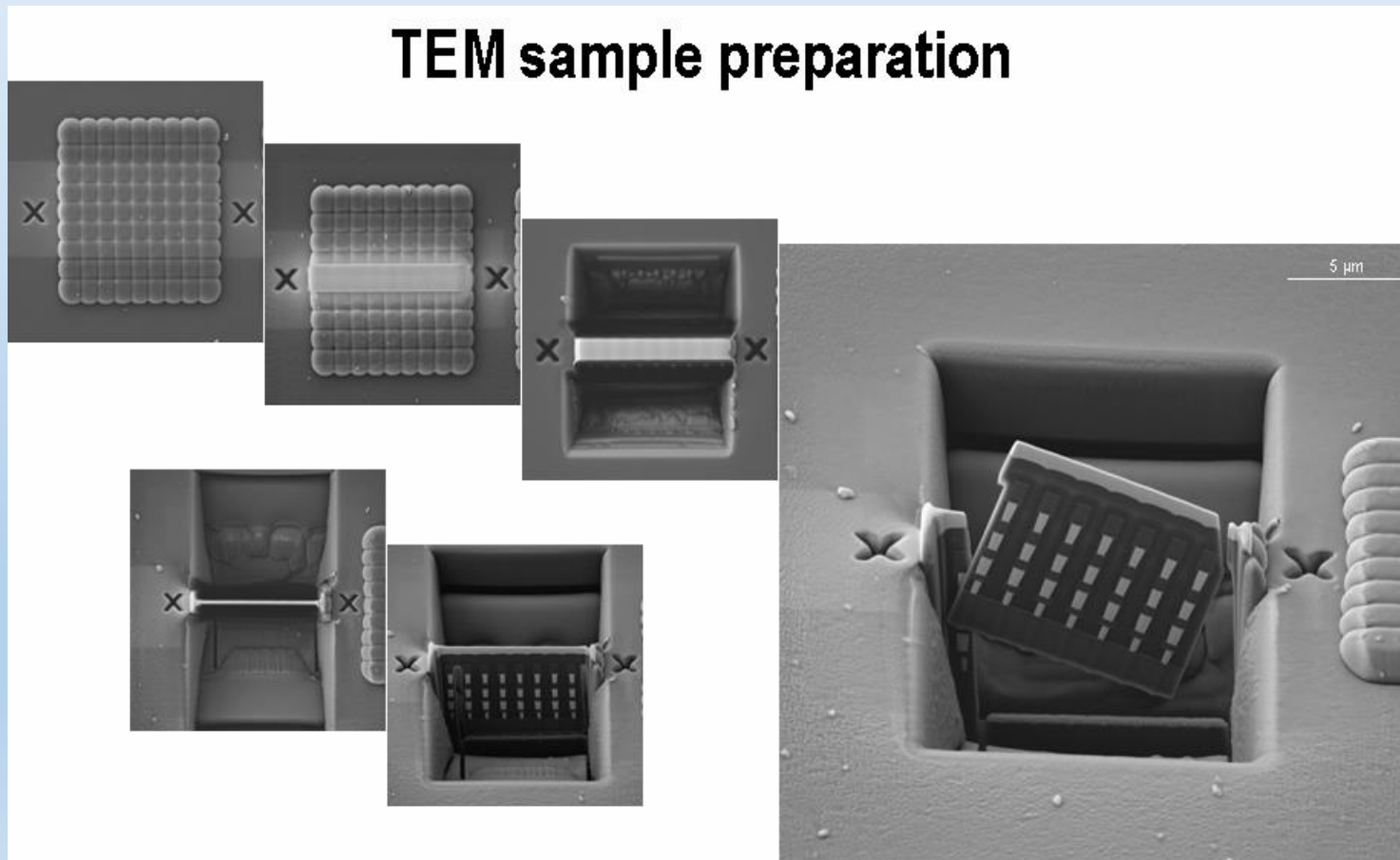


# Focused ion beam (FIB)



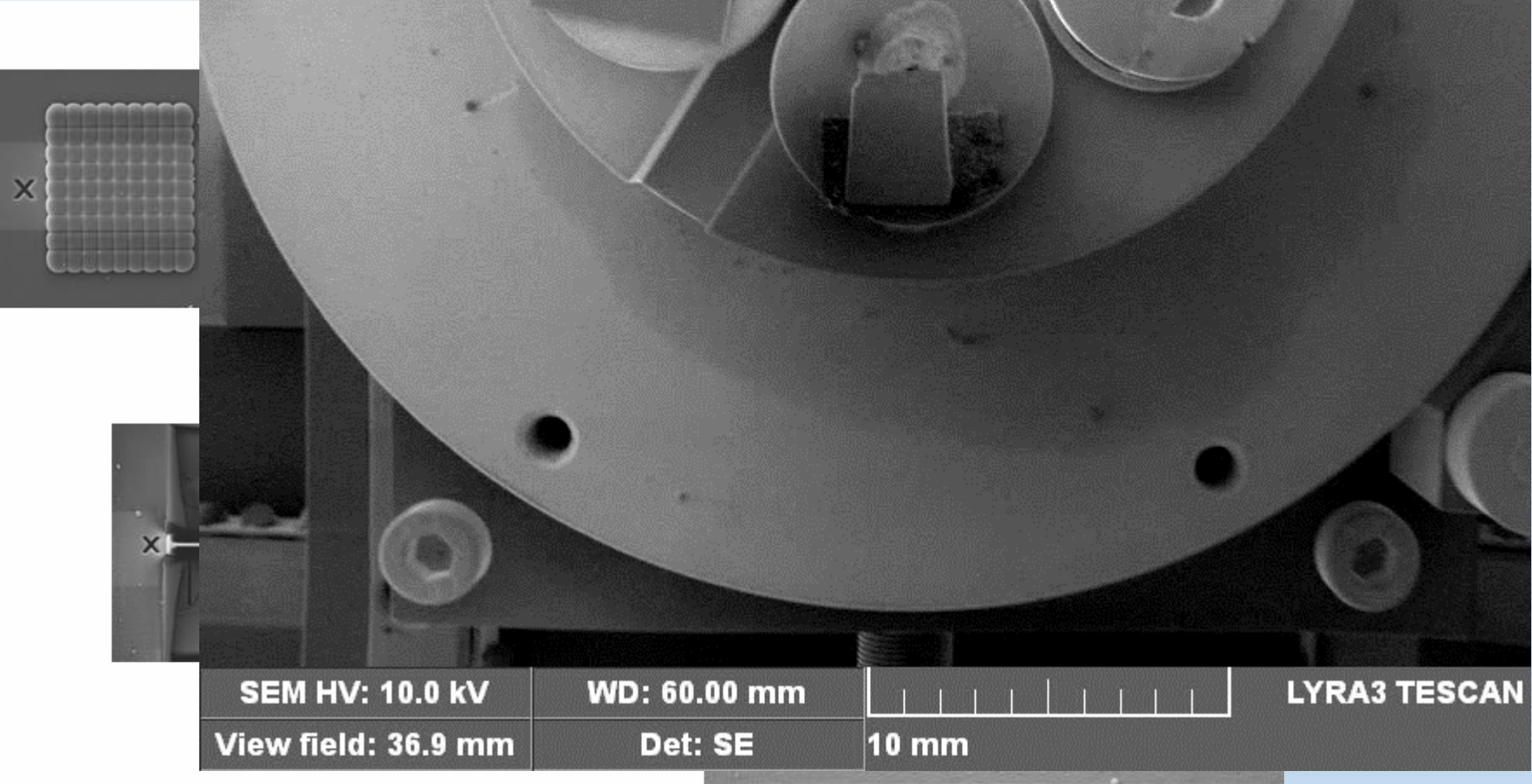
	Iont Ga	Elektron
Průměr částice	0,27 nm	0,000005 nm
Hmotnost částice	$1,2 \times 10^{-25}$ kg	$9,1 \times 10^{-31}$ kg
Rychlost částic při urychlovacím napětí 30 kV	280 km/s	100 000 km/s
Rychlost částic při urychlovacím napětí 2 kV	73 km/s	26 000 km/s
	<b>Svazek Ga iontů ve FIB</b>	<b>Svazek elektronů v SEM</b>
Průměr svazku	$10^0 - 10^2$ nm	$10^{-1} - 10^1$ nm
Obvyklé urychlovací napětí	5-30 kV	1-30 kV
Proud ve svazku	$10^0 - 10^5$ pA	$10^0 - 10^5$ pA
Hloubka vniku částice do železa při urychlovacím napětí 30 kV	střední ~11 nm maximální ~30 nm	střední ~1100 nm maximální ~3500 nm

- **Příprava vzorků TEM:** pomocí metody FIB-SEM lze selektivně vybrat vhodné místo pro přípravu lamelky vzorků pro TEM o tloušťce cca 100 nm. Při výrobě je nutné dávat pozor na zpětnou depozici



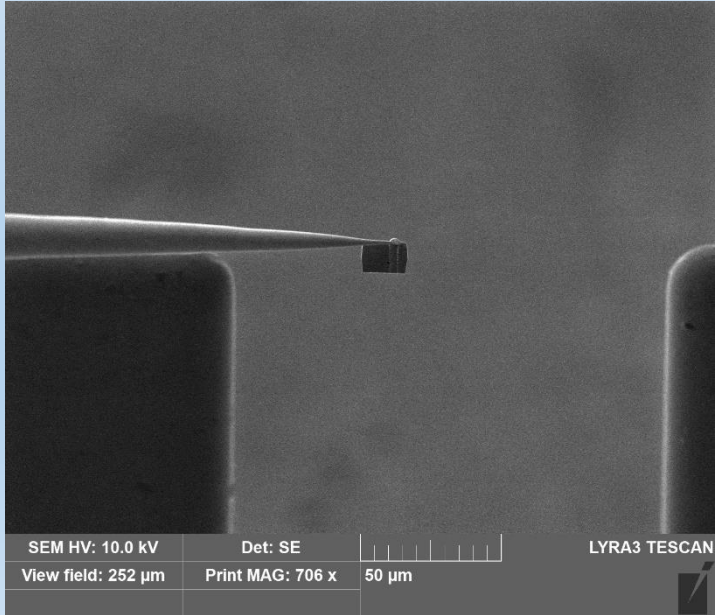
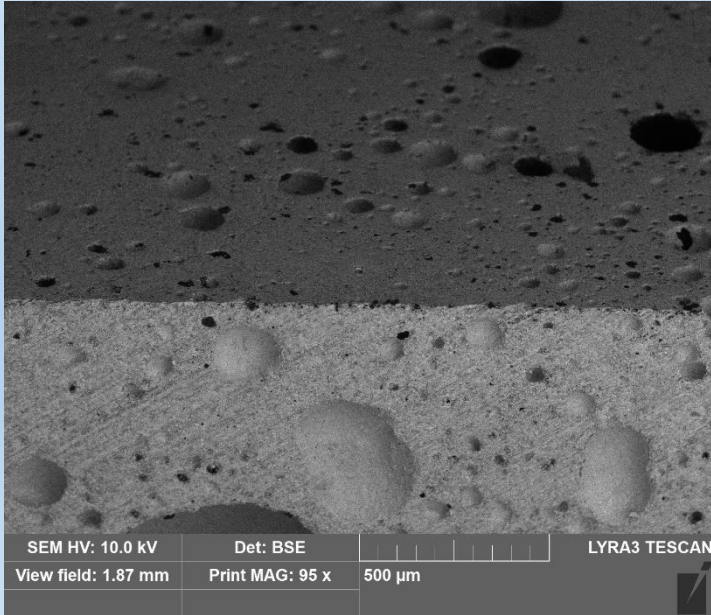
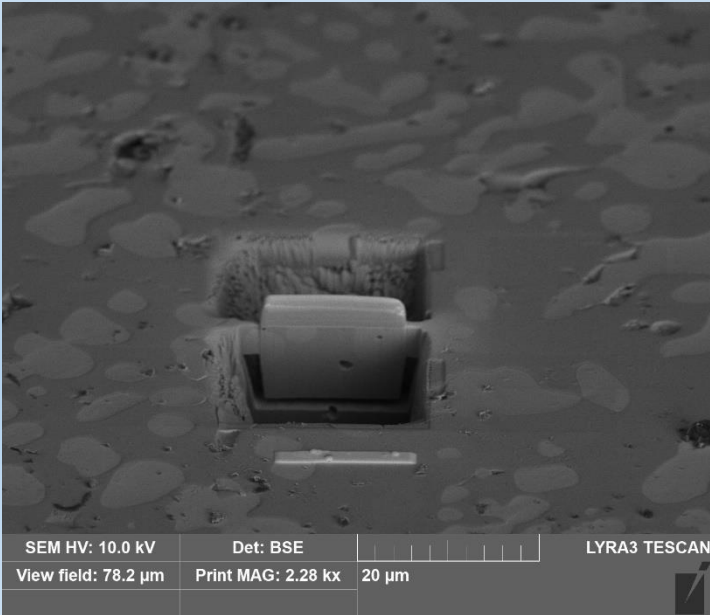
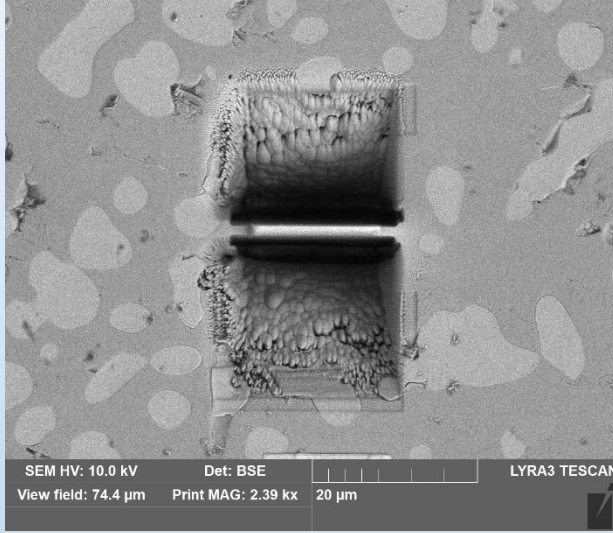
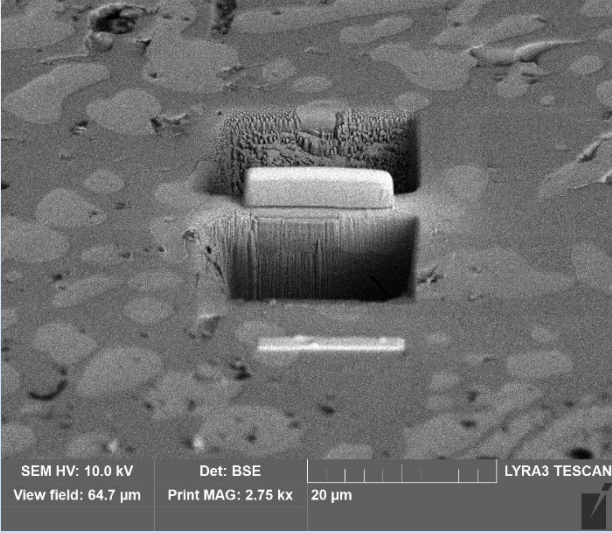
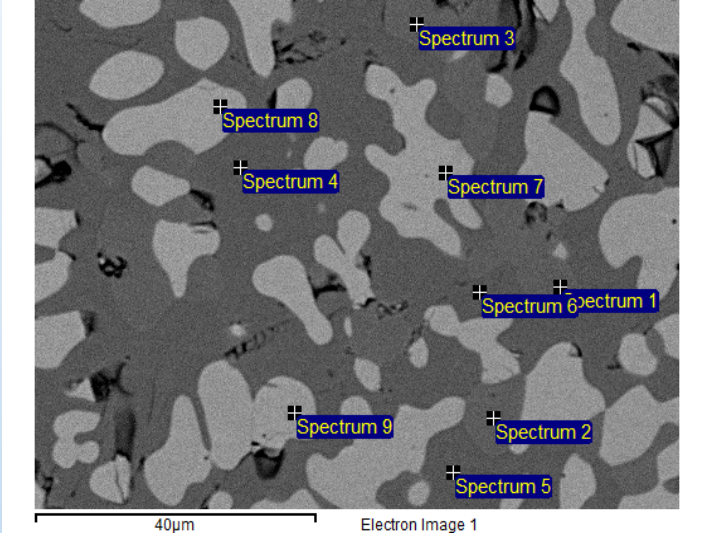
- Příprava v  
přípravu la

é místo pro

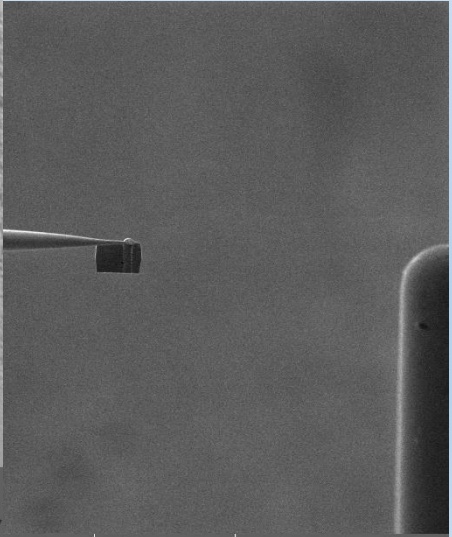
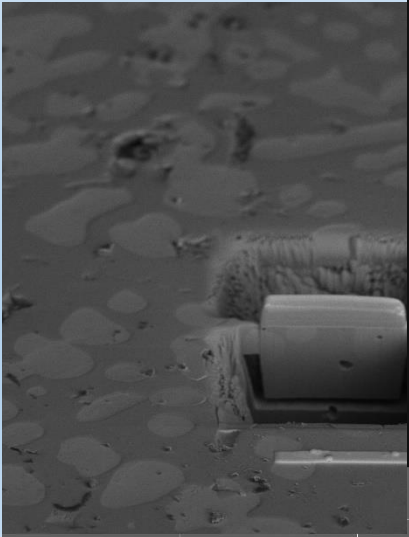
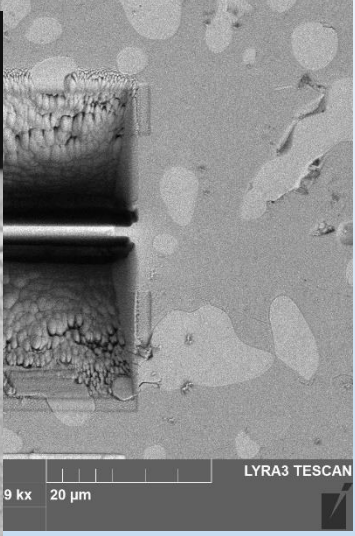
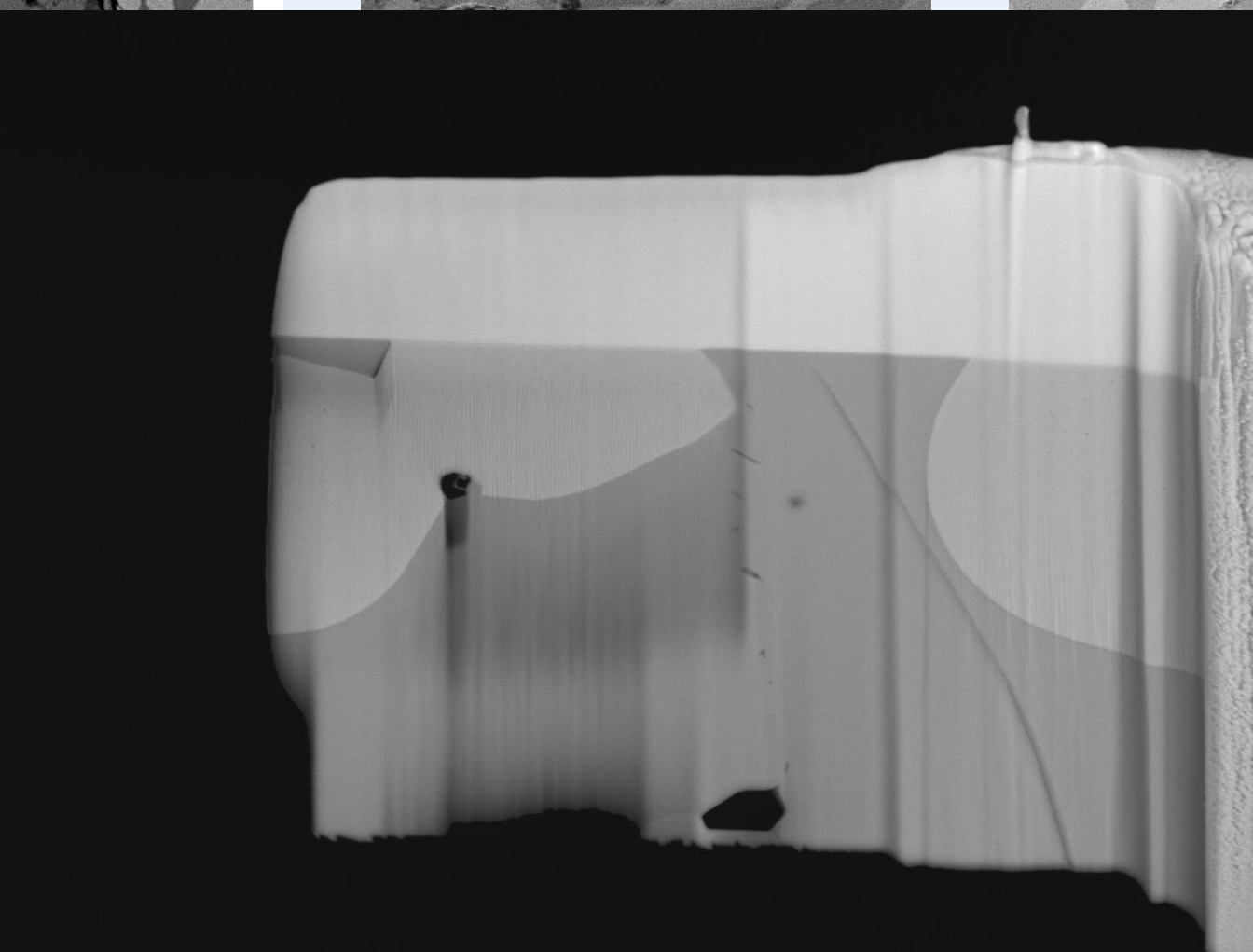
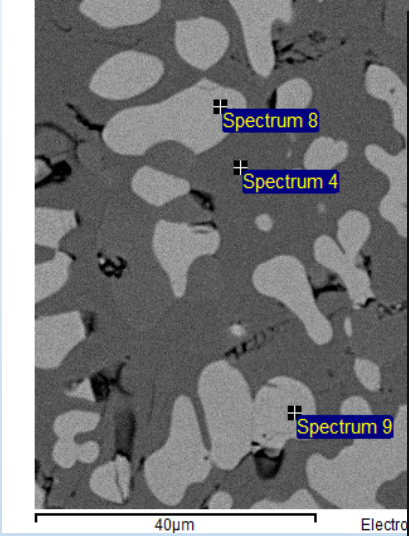




# Focused ion beam (FIB)-lamelka NiSeSn



# Focused ion beam (FIB)-lamelka NiSeSn



SEM HV: 10.0 kV Det: BSE  
View field: 78.2 µm Print MAG: 2.28 kx 20 µm

SEM HV: 10.0 kV Det: BSE  
View field: 18.8 µm Print MAG: 9.45 kx 5 µm  
LYRA3 TESCAN

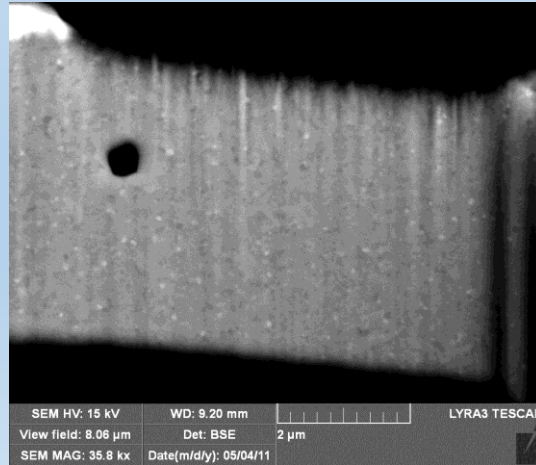
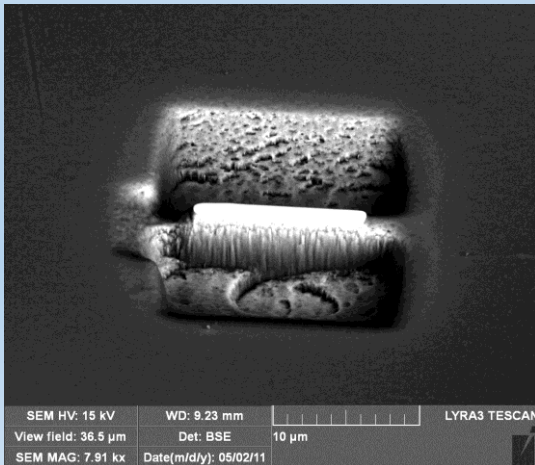
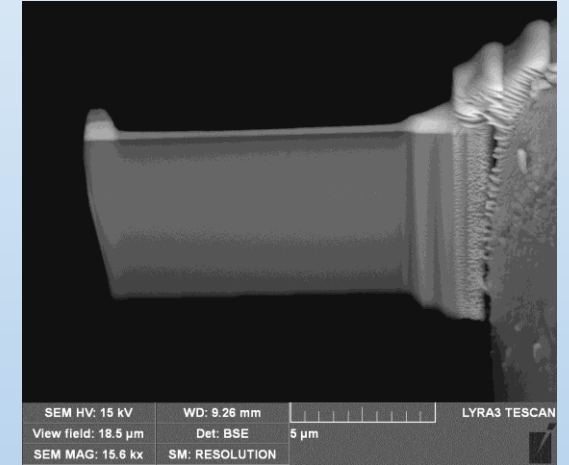
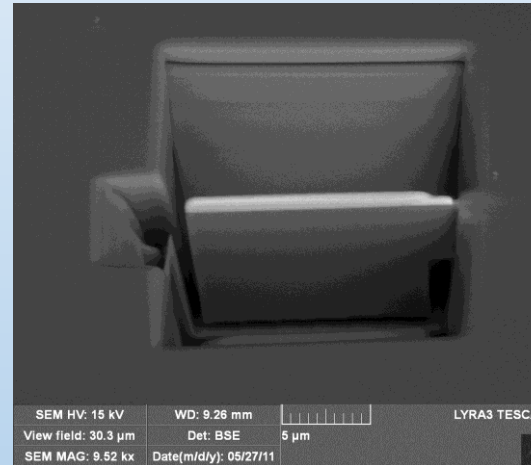
: SE  
.G: 706 x 50 µm  
LYRA3 TESCAN

# Focused ion beam (FIB)-lamelka



**Materiál při přípravě lamelky reaguje selektivně:**  
Příklad pásků Fe–Si–Nb připravených metodou melt spinning  
a následně žíhaných za různých podmínek

**470 °C, vac.**



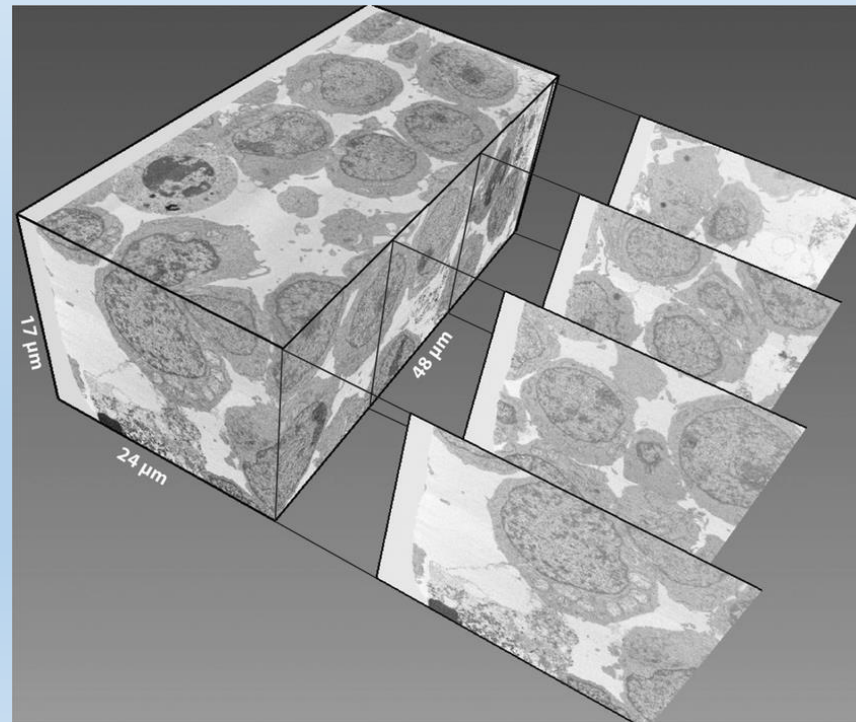
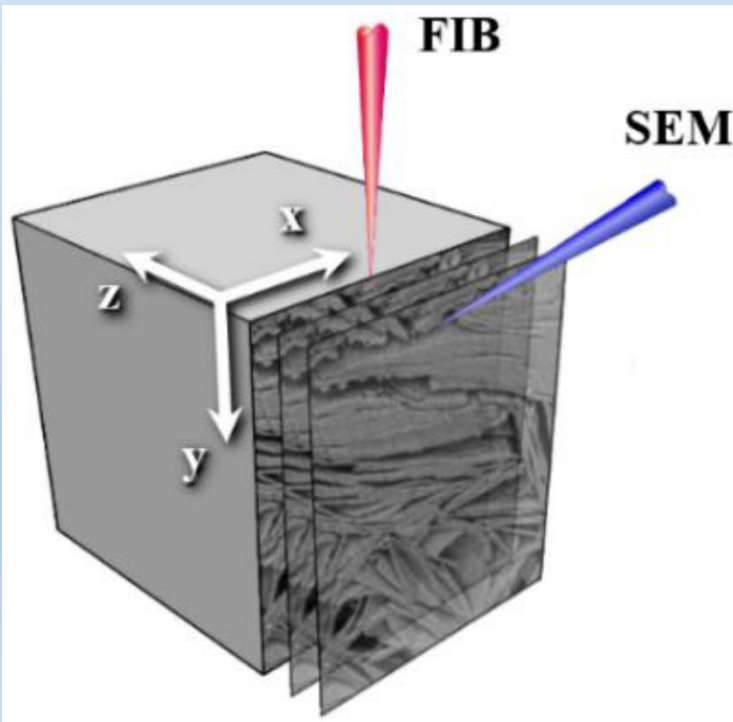
**650 °C, vac.**

# Focused ion beam (FIB)-aplikace



- **FIB-SEM tomografie**-kombinuje metody SEM a FIB pro získání informace o vnitřní struktuře pevných 3D vzorků. Vrstva vzorku je postupně odprášena pomocí FIB, zatímco nově exponovaný povrch je sledován pomocí SEM. Shromážděná série obrázků řezů je následně digitálně rekonstruována do 3D objemu. Tato metoda je destruktivní.

<https://www.youtube.com/watch?v=z1qdan8f5QA>

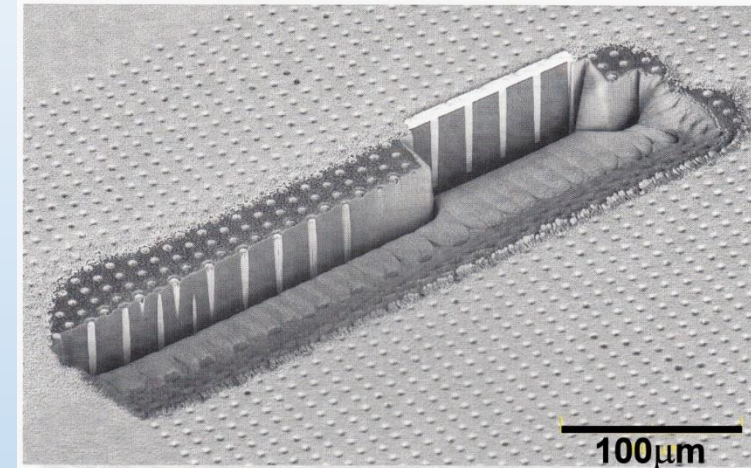


3D-Virological synapses  
between infected and  
uninfected T cells

# FIB-plazmový zdroj iontů



- poměrně nová alternativa tradičnímu FIB
- zdrojem iontů pro fokusovaný iontový svazek je plazma xenonu vytvořená pomocí elektrického výboje
- **výhody:**
  - možnost dosažení vysokých proudů ( $\sim \mu\text{A}$ ) ve svazku
  - spolu s vysokou hmotností Xe to vede k rychlejšímu odemílání materiálu
  - Další výhodou oproti Ga FIB je inertnost Xe iontů, které při interakci s pevnou látkou chemicky nereagují i když se mohou do povrchu implantovat
- **nevýhody:**
  - výrazně horší možnost fokusace oproti Ga (rozlišení Ga FIB  $\sim 5$  nm, Xe FIB  $\sim 25$  nm při 30 kV)
    - => nelze obrábět s takovou přesností jako Ga FIB
    - => horší rozlišení v režimu zobrazování
- vhodné především na hrubší obrábění a a provádění velkých řezů ( $> 100 \mu\text{m}$ )

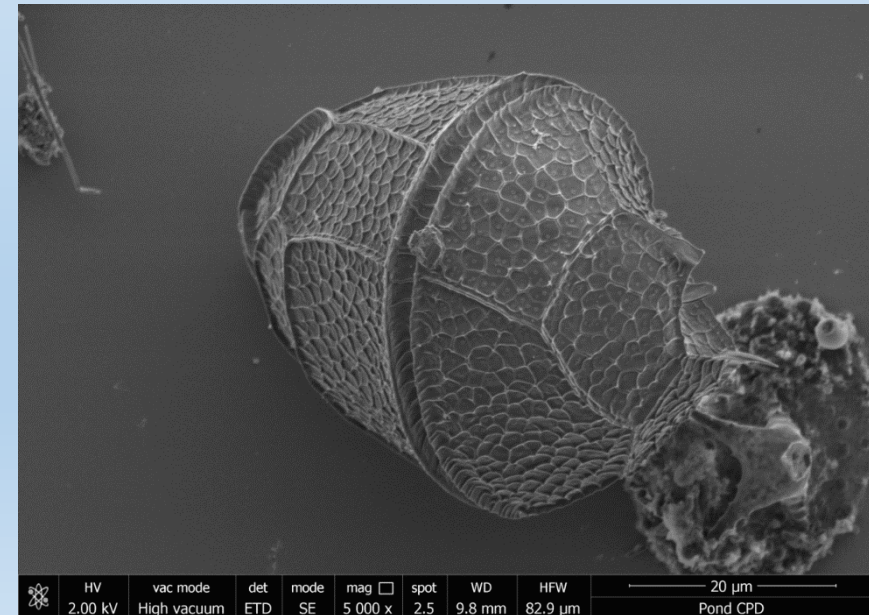
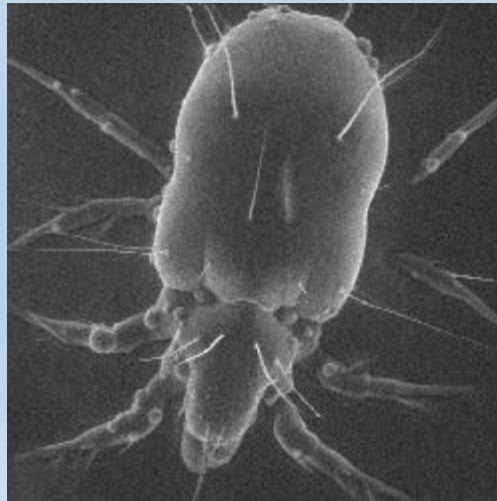


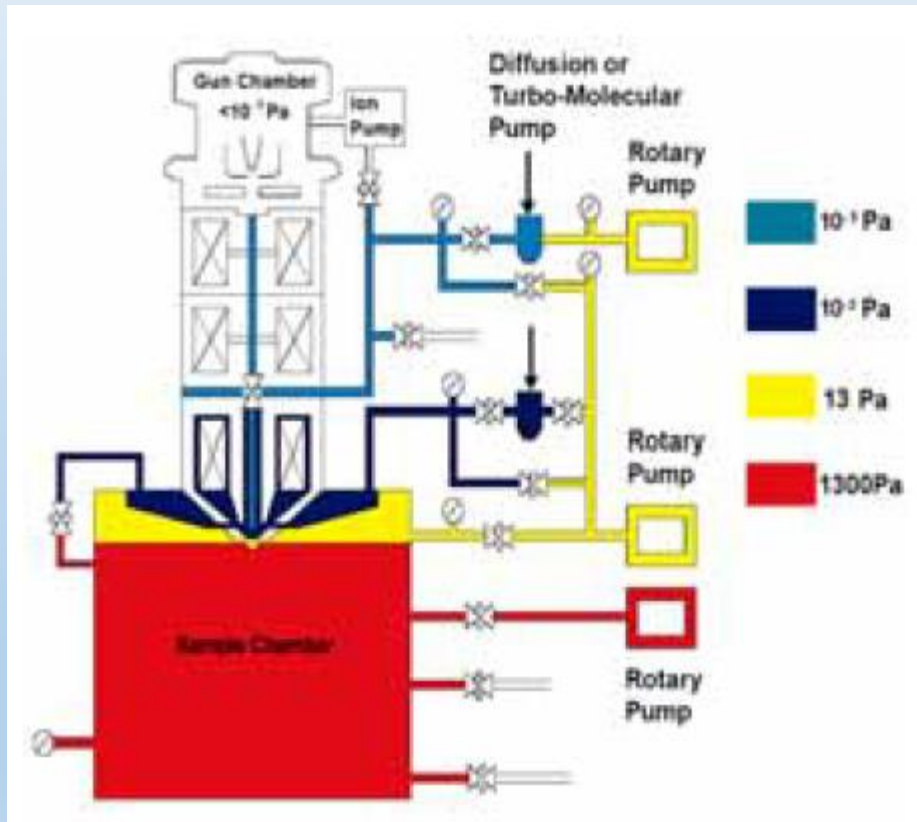
*TSV cross section was milled 45 minutes, using Xe beam at 30 kV, 2  $\mu\text{A}$ . Its dimensions are 400 microns long, 100 microns wide and 50 microns deep. Deep fine polishing of 4 vias took 30 minutes. Using ion beam would need approximately 40 hours for rough milling and another at least 10 hours fine polishing.*

- Žižkova 22, Brno-Žabovřesky (zastávka MHD Čápkova nebo Konečného náměstí)
- Posláním ÚFM je objasňovat vztah mezi chováním a vlastnostmi materiálů a jejich strukturními a mikrostrukturními charakteristikami
- dvě vědecká oddělení: Oddělení mechanických vlastností; Experimentálních studií a modelování struktury
- zaměstnává 165 pracovníků (140 FTE)-cca polovina vědeckých pracovníků + doktorandi



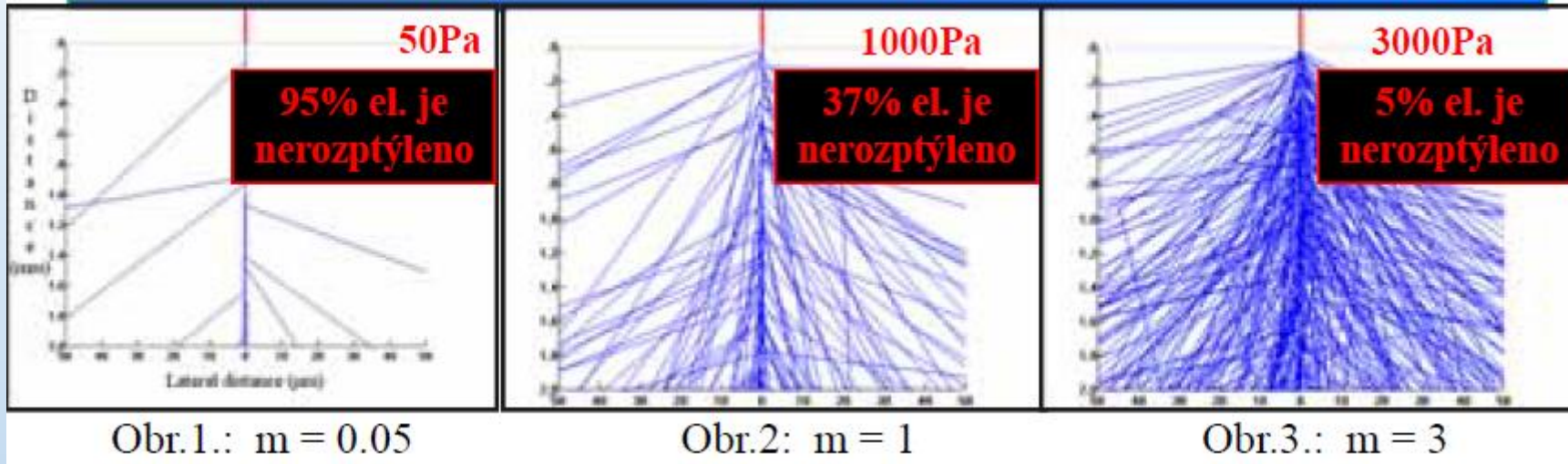
- Environmentální rastrovací elektronová mikroskopie umožňuje zkoumání vzorků živé či neživé přírody v podmínkách vysokého tlaku plynů – až 3000 Pa. V důsledku vysokého tlaku plynů v komoře vzorku EREM dochází ke zvýšenému počtu interakcí e. s molekulami a atomy plynů, což je provázáno s rozptylem primárního e. svazku, zvětšením průměru jeho stopy při dopadu na vzorek a nárůstem šumu v obraze. Rozptyl PE roste se zvyšujícím se tlakem plynu, pracovní vzdáleností a s klesajícím urychlovacím napětím svazku. To je ale kompenzováno tím, že vzorky mohou být pozorovány bez nutnosti jejich předchozí preparace, či výskytu nežádoucích nabíjecích artefaktů na jejich povrchu





- **High vacuum:** vhodný pro vysušené, elektricky vodivé vzorky
- **Low vacuum:** (asi do 330 Pa) vhodný pro elektricky nevodivé vzorky bez nutnosti zvodivění jejich povrchu
- **ESEM:** (asi do 2500 Pa) vhodný pro vysoce vlhké nevodivé vzorky bez nutnosti zvodivění jejich povrchu a dynamické in-situ experimenty jako je např. tání, tuhnutí, kondenzace aj. často za využití chlazeného či vyhřívaného držáku vzorku





Flight simulator (metoda Monte Carlo), 10000 elektronů prim. svazku v prostředí vodních par komory vzorku EREM pro různé hodnoty  $m$  ( $E_p=20$  keV,  $WD=2$ mm)

$$m = \frac{\sigma_T p d}{kT}$$

$m$  – průměrný počet srážek na jeden elektron (-) [9]

$\sigma_T$  – celkový účinný průřez molekul plynu ( $m^2$ )

$p$  - tlak plynu (Pa)

$d$  - délka dráhy elektronu v plynu (m)

$k$  - Boltzmannova konstanta

$T$  - teplota (K)

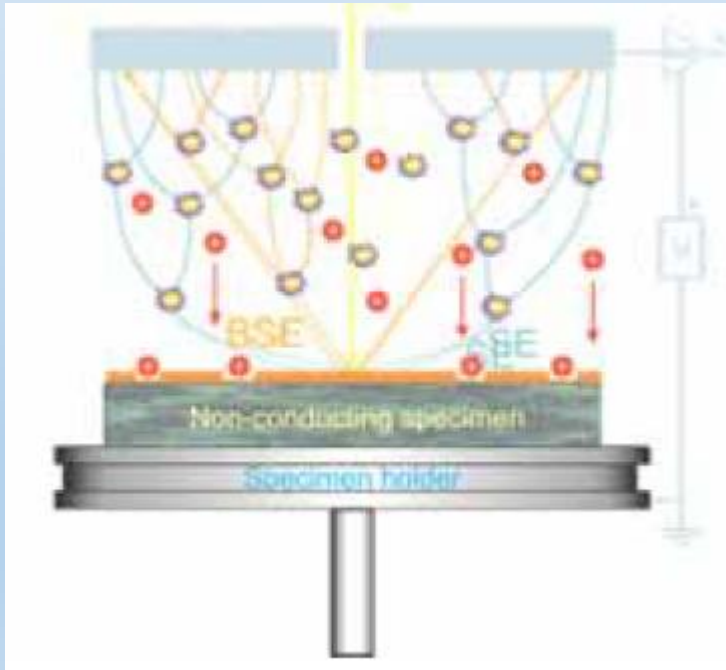


Rozptyl elektronů primárního svazku procházejícího prostředím vysokého tlaku plynů v EREM má za následek snížení poměru signál/šum v detekovaném signálu, což může vést až ke snížení rozlišovací schopnosti mikroskopu.

Tento problém může být řešen:

- zkrácením dráhy elektronů procházejícím prostředím vysokého tlaku plynů
- zvýšením urychlovacího napětí elektronů primárního svazku
- vhodnou volbou druhu plynu a minimalizace jeho tlaku
- snížením rychlosti rastrování

**Environmental secondary detector ESD:** zjednodušeně lze připodobnit k deskovému kondenzátoru se vzduchovým dielektrikem, mezi jehož deskami je elektrostatické pole



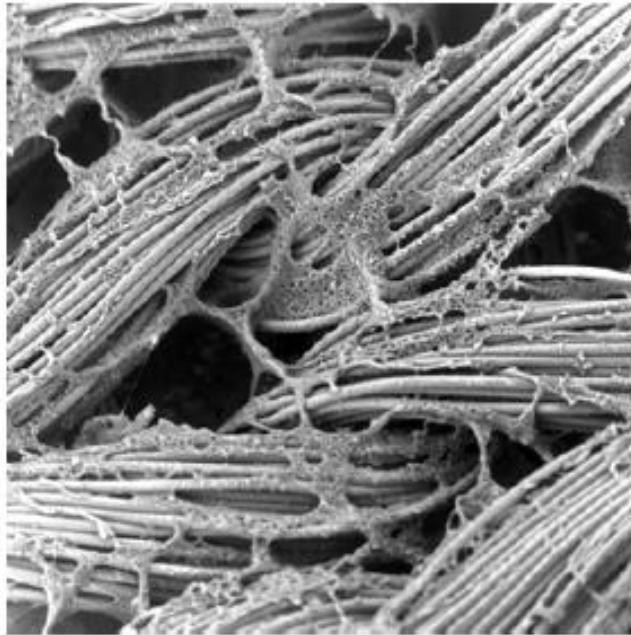
Je-li kinetická energie elektronů dostatečná k ionizaci molekul plynu, dochází k lavinovému násobení signálních elektronů, jež jsou přitahovány k honí elektrodě detektoru

### Výhody:

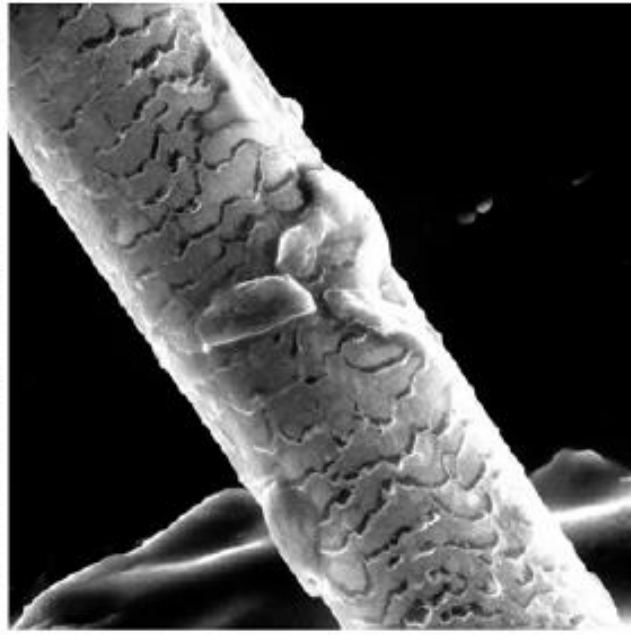
- signál ze vzorku může být zesílen v řádu stonásobků původního signálu
- kladné ionty vznikající jako důsledek srážek elektronů s molekulami plynu neutralizují záporný náboj na izolačních vzorcích a odstraňují povrchovou kontaminaci vzorku

### Nevýhody:

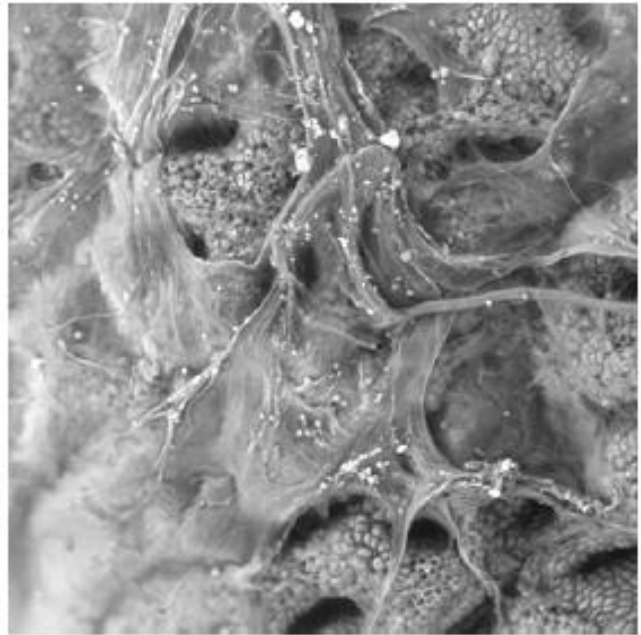
- ESD zaznamenává smíšený signál SE, BSE a PE, což způsobuje výskyt SE topografického a BSE materiálového kontrastu v obraze



Lidská cévní náhrada –  
bezprostředně po vyndání z  
lidského těla (mag.800x).



Lidský vlas – mag (900x)



Lidská žaludeční stěna s  
metastázami rakoviny.  
(450x)

