



- **SEM/TEM:**
  - SEM: po řádcích skenujeme povrch vzorku pomocí elektronového svazku
  - TEM: prochází e. svazek skrz vzorek
- **Zdroje elektronů (e. tryska, e. dělo)**
  - sekundární emise, termoemise (W elektroda,  $\text{LaB}_6$ ,  $\text{CeB}_6$ ), autoemise (Schottkyho katoda)
- **Elektromagnetické čočky**
  - v mag. poli se dráha urychleného e. zakřivuje působením Lorentzovy síly -> elmag. čočky (solenoid)
  - vady: otvorová, chromatická, osový astigmatismus
- **Interakce e. s látkou**
  - pružný/nepružný rozptyl, excitační objem
  - PE, SE, AE, BSE, katodoluminiscence, charakteristické RTG záření, brzdné záření
- **Poškození vzorku**
  - vyražení atomu vzorku, odprášení, zahřívání vzorku, nabíjení (kritická energie), kontaminace
  - čištění vzorku

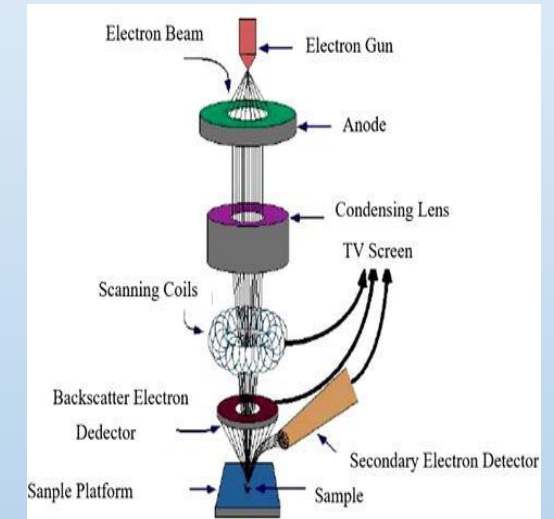
# Skenovací elektronový mikroskop (SEM, REM)

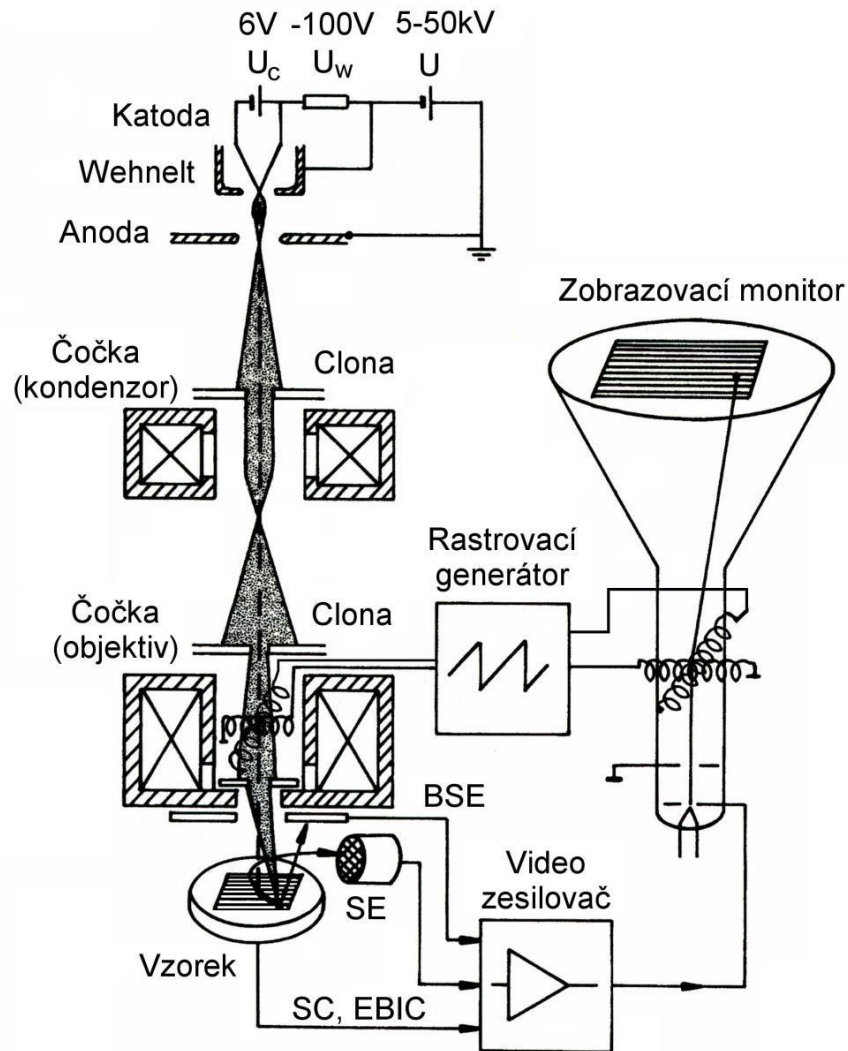


- SEM (REM)
  - Elektrony dopadají na pozorovaný preparát a interakcí s hmotou vyráží ze vzorku elektrony. Tyto elektrony jsou pomocí vhodného potenciálu přitahovány na detektory, které vytváří signál upravený pro zpracování v zobrazovacím systému. Výsledným obrazem je snímek, který zachycuje povrchovou strukturu preparátu.

<https://www.youtube.com/watch?v=uQ1gClkCbIQ&t=10s>

pozn. v animaci je chyba-skenování je provedeno vychylováním svazku PE, nikoliv posunem vzorku





### Hlavní parametry:

- zvětšení až  $1 \times 10^6$
- rozsah energií 200 eV - 30 keV
- rozlišení 1,5 nm-0,5 nm

### Hlavní typy informací o vzorku:

- topografie
- materiálové složení
- krystalografie
- elektronová struktura
- luminiscenční vlastnosti
- mikro-magnetismus
- elektrické vlastnosti

*BSE -backscattered electrons*

*SE -secondary electrons*

*SC -specimen current*

*EBIC-electron beam induced current*

*TE -transmitted electrons*



Cílem je vytvoření vychylovaného zaostřeného elektronového svazku v rovině vzorku s

- co možná nejmenším průřezem a homogenním rozložením elektronů
- minimálním energiovým rozptylem
- vysokou proudovou hustotou
- malým (žádným) zkreslením vychylovacího systému

## Hlavní části

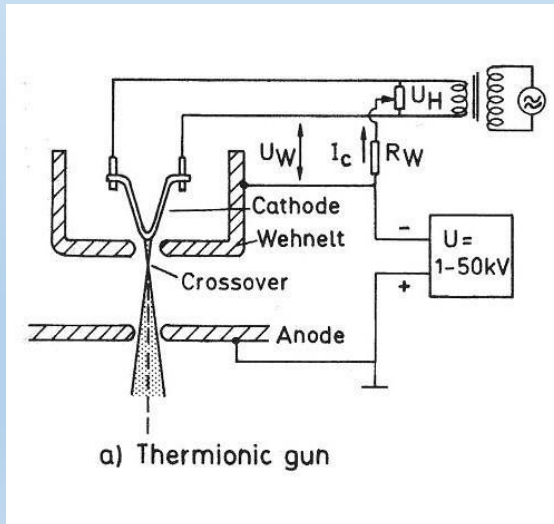
- zdroj elektronů
- elektromagnetické a elektrostatické čočky
- korektor astigmatismu
- rastrovací systém

## Základní parametry

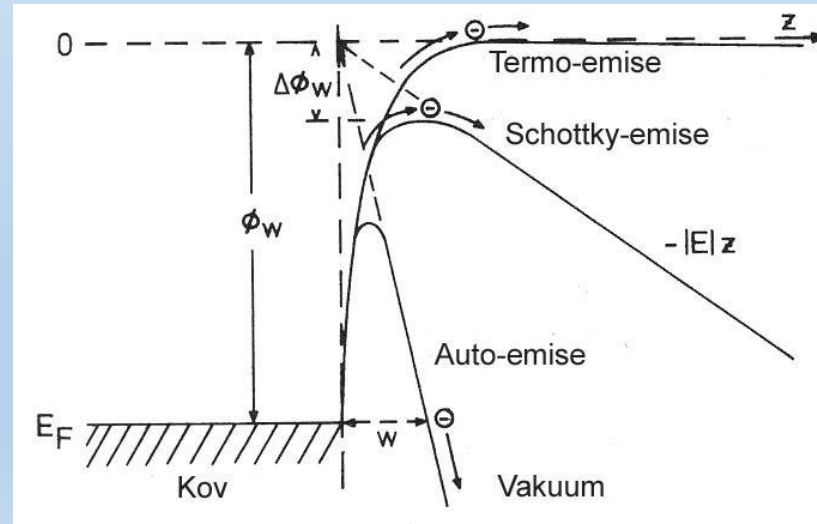
- vady zobrazení
- velikost stopy v rovině vzorku
- přístrojové rozlišení
- proud ve stopě
- hloubka ostrosti
- zvětšení

# SEM-zdroje elektronů

	Tlak [Pa]	Jas [ $A/cm^2sr$ ]	Velikost stopy $r$ [ $\mu m$ ]	Energiový rozptyl $\Delta E$ [eV]
Termoemise(W)	$10^{-3}$	$2 \cdot 10^4$	10-50	1-3
LaB <sub>6</sub>	$10^{-4}$	$10^5$	10-50	0,5-2
Schottkyho emise	$10^{-4}$	$10^8$	1	0,4-0,6
Autoemise	$10^{-4}$	$10^9$	0,003	0,2-0,4



Termo-emisní katoda.



*Potenciálová bariéra na přechodu kov-vakuum a pokles potenciální energie  $V(z)$  v závislosti na růstu elektrostatického pole  $E$  pro Termo-emisní, Schottkyho (při vyšších  $T$ ) a Autoemisní (RT) katodu.*



Elektronový svazek je potřeba během průchodu optickou soustavou fokusovat. Využívá se elektrické nebo magnetické pole. Nejčastěji se využívají elektromagnetické čočky, ale někdy se používají i pevné magnety. Elektrostatické čočky se používají v elektronových tryskách.

## a) Elektrostatická čočka

Pro fokusaci tenkou elektrostatickou čočkou platí vztahy, které jsou výsledkem řešení Newtonových rovnic sestavených na základě Gaussovy věty, jež se používá pro výpočet elektrostatických polí a rozložení elektrické intenzity v okolí vodiče.

## b) Elektromagnetická čočka

Pro fokusaci elmag. čočkou platí vztahy, které jsou výsledkem řešení Newtonovských rovnic sestavených na základě Biot-Savartova zákona použitého pro výpočet magnetického pole a rozložení mg. indukce v okolí vodiče.

Na obrázku jsou patrné tři fáze pohybu elektronu v elektrostatickém poli čočky.

- 1) Elektron vstupuje do el. statického pole čočky a hodnota intenzity elektrického pole  $E=0$  se prudce změní na  $E = \frac{(\varphi_0 - \varphi_i)}{l}$  působící radiálně směrem k ose čočky, aniž se změní potenciál  $\varphi = \varphi_0$ . Elektron získá přírůstek radiální složky rychlosti  $\Delta v_{1r}$  popsany rovnicí:

$$\Delta v_{1r} = \left( \frac{e}{2mv_0} \right) \cdot r \cdot \frac{(\varphi_0 - \varphi_i)}{l}$$

, kde  $v_0$  je paraxiální rychlost (blízko ose) e.,  $\varphi_0$  je potenciál bez vlivu el. stat. pole čočky,  $\varphi_i$  je max. potenciál el. stat. pole čočky,  $l$  je aktivní délka čočky,  $r$  je vzdálenost od osy čočky.

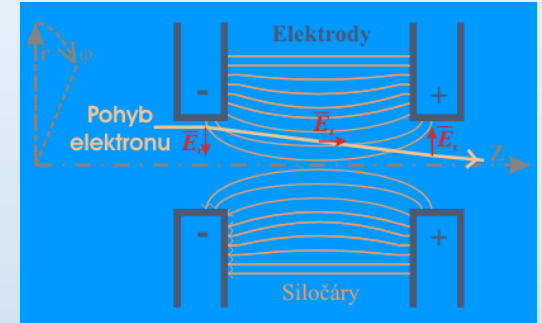
- 2) Elektron je uprostřed čočky a intenzita el. pole zůstává konst.  $E = \frac{(\varphi_0 - \varphi_i)}{l}$ , ale potenciál se mění  $\varphi = \varphi_i$ . Elektron získá přírůstek rychlosti

$$\Delta v^2 = v_i^2 - v_0^2 = - \left( \frac{2e}{m} \right) \cdot (\varphi_0 - \varphi_i),$$

kde  $v_i$  je maximální rychlost e. ve směru osy Z

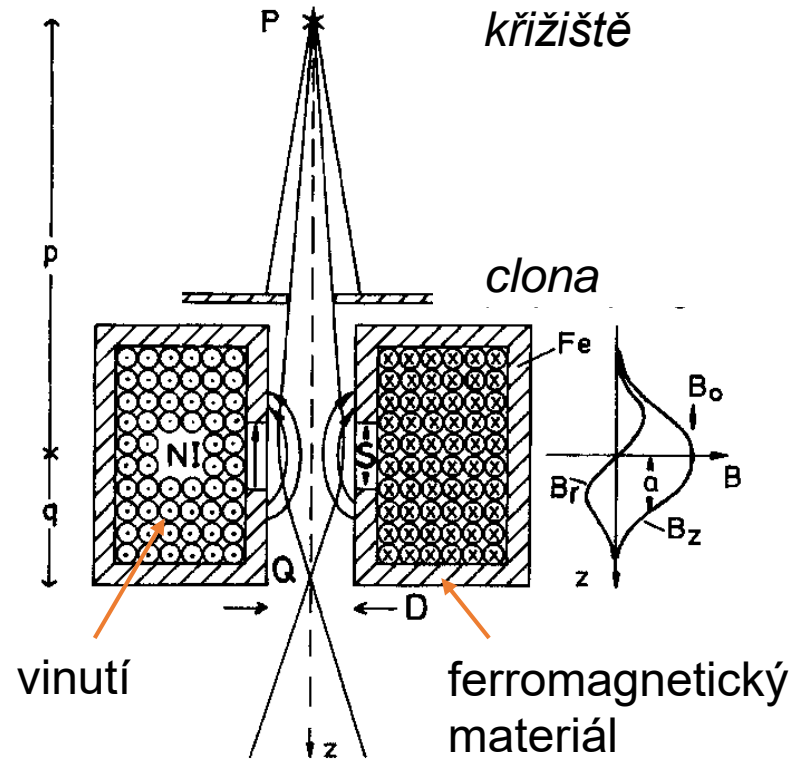
- 3) Elektron opouští čočku a intenzita el. pole zůstává konst.  $E = \frac{(\varphi_0 - \varphi_i)}{l}$ , se skokově mění na  $E=0$ , aniž se mění potenciál  $\varphi = \varphi_i$ . Elektron získá záporný přírůstek radiální rychlosti  $v_{2r}$

$$\Delta v_{2r} = - \left( \frac{e}{2mv_i} \right) \cdot r \cdot \frac{(\varphi_0 - \varphi_i)}{l}$$



Celkový přírůstek radiální rychlosti je dán součtem přírůstků v bodě 1 a 3. Ohniskovou délku čočky lze spočítat na základě rychlosti elektronu a rozměru čočky. Podstatnou vlastností elektrostatické čočky je, že elektrony získají nejen radiální přírůstek rychlosti, ale také axiální. Průchodem čočkou elektrony nerotují kolem axiální osy  $v_\varphi = 0$





Řez symetrickou magnetickou čočkou, která zmenšuje křížiště **P** do křížiště **Q** faktorem

$$M = q / p$$

$B_r$ -radiální složka magnetického pole  
 $B_z$ -axiální složka magnetického pole



# Elektromagnetická čočka

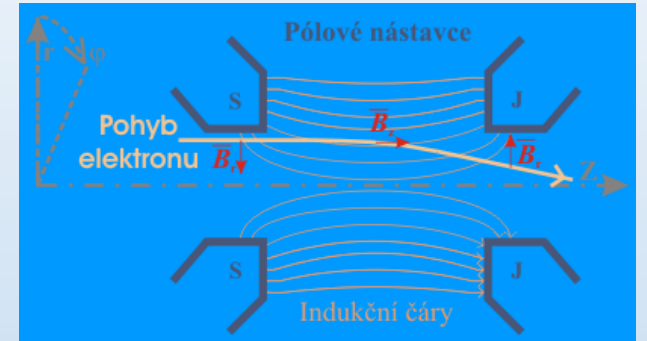


Na obrázku jsou patrné tři fáze pohybu elektronu v elektromagnetickém poli čočky.

1) Elektron vstupuje do magnetického pole čočky a hodnota magnetické indukce  $B=0$  se prudce změní na  $B = \frac{\mu_0 NI}{l}$ . Azimutální složka rychlosti elektronu  $v_\varphi = 0$  se změní dle rovnice:

$$v_\varphi = -\frac{e\mu_0}{2m} \cdot \frac{rNI}{l}$$

, kde  $\mu_0$  je permeabilita vakua,  $N$  je počet závitů cívky,  $I$  je proud protékající cívkou.



2) Elektron je uprostřed čočky a magnetická indukce magnetického pole zůstává konst.  $B = \frac{\mu_0 NI}{l}$ . Azimutální složka rychlosti zůstává konstantní podle rovnice výše. Elektron získá přírůstek radiální rychlosti

$$\Delta v_r = -\left(\frac{e\mu_0 NI}{2ml}\right) \cdot \frac{rI}{v}$$

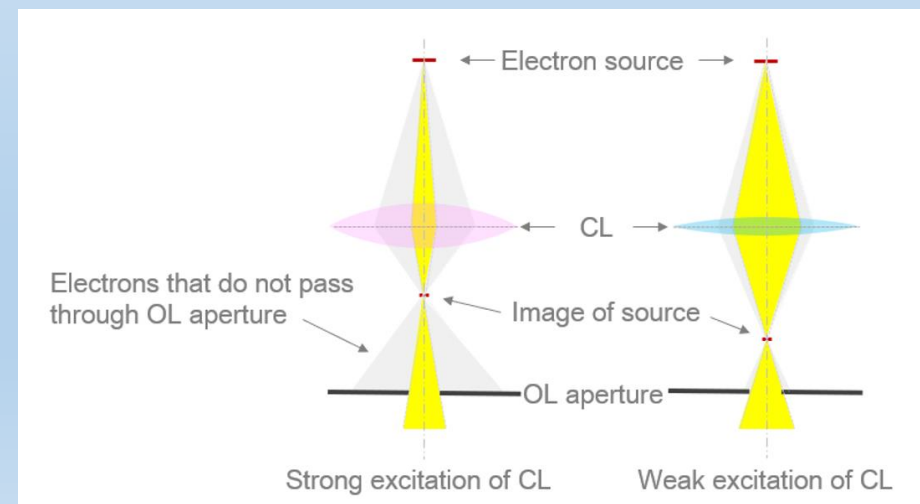
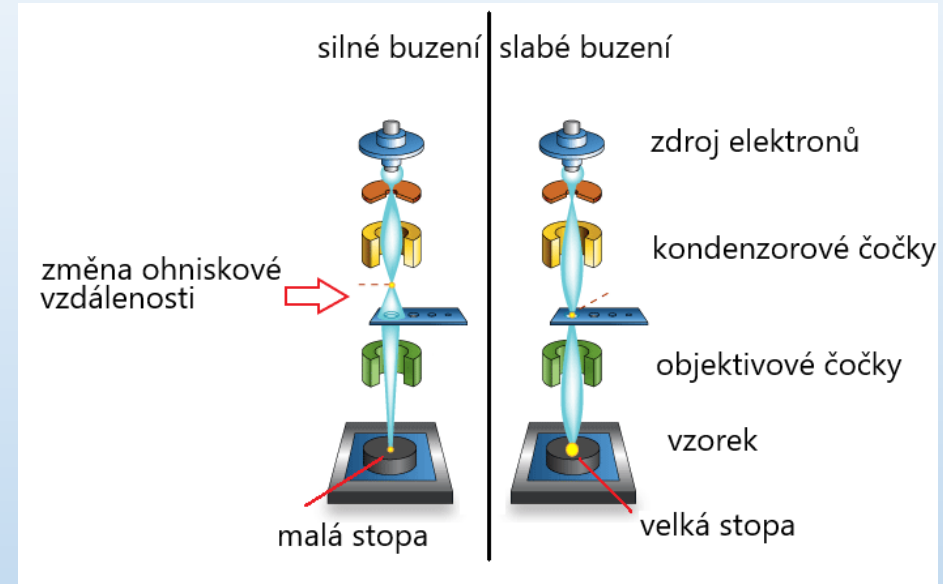
3) Elektron opouští čočku a magnetická indukce magnetického pole  $B = \frac{\mu_0 NI}{l}$  se prudce mění na  $B=0$ . Azimutální složka rychlosti e. nabude původní nulovou hodnotu  $v_\varphi = 0$ . Radiální složka rychlosti zůstane nezměněna podle rovnice z druhého kroku.

$$\Delta v_{2r} = -\left(\frac{e}{2mv_i}\right) \cdot r \cdot \frac{(\varphi_0 - \varphi_i)}{l}$$

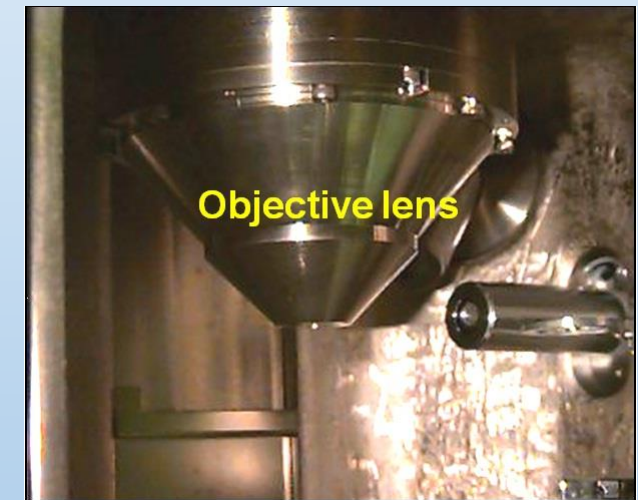
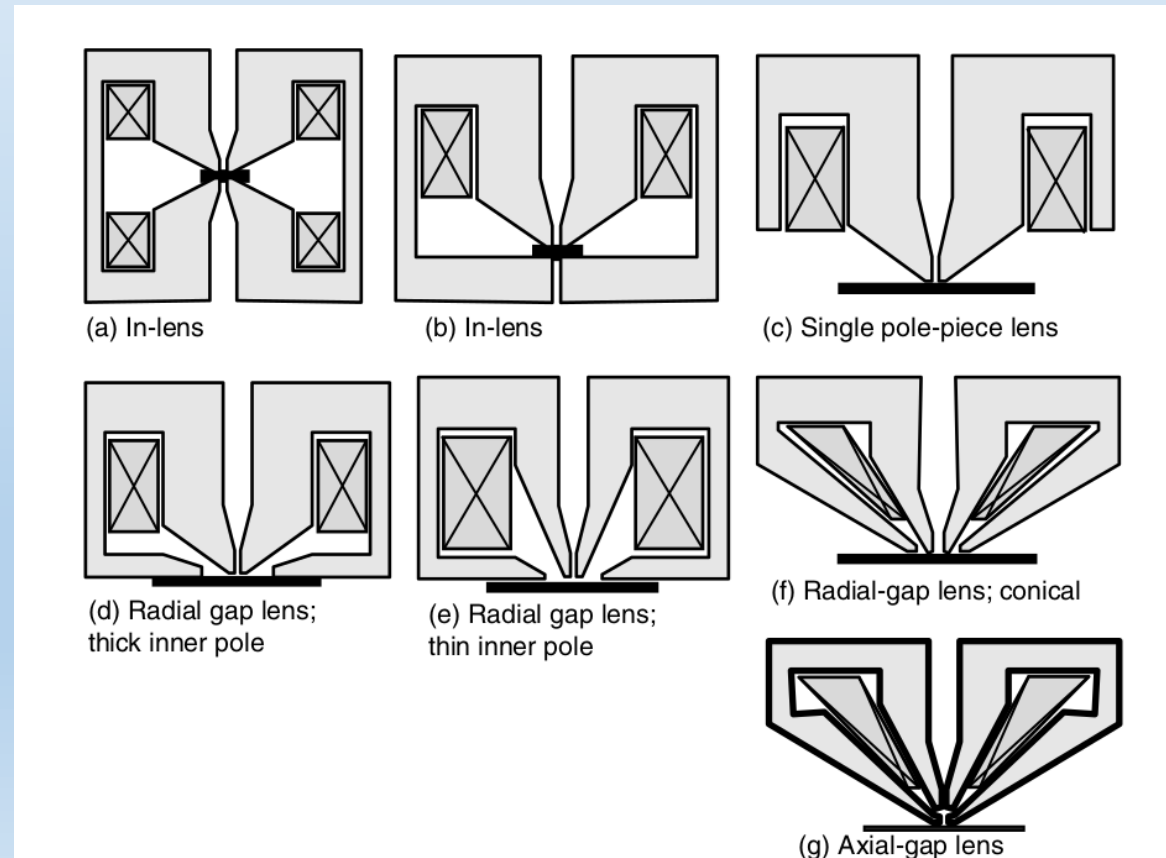
Ohniskovou vzdálenost čočky lze spočítat na základě rychlostí elektronu a parametrů čočky. Podstatná vlastnost elmag. čočky však je, že elektrony průchodem čočkou získají pouze radiální přírůstek rychlosti. Elektrony průchodem čočkou rotují kolem axiální osy, výsledná dráha pohybu elektronu čočkou má tvar spirály, kde při opuštění čočky azimutální složka rychlosti opět nabývá nulovou hodnotu.

## Kondenzorové čočky-optimalizace aperturního úhlu

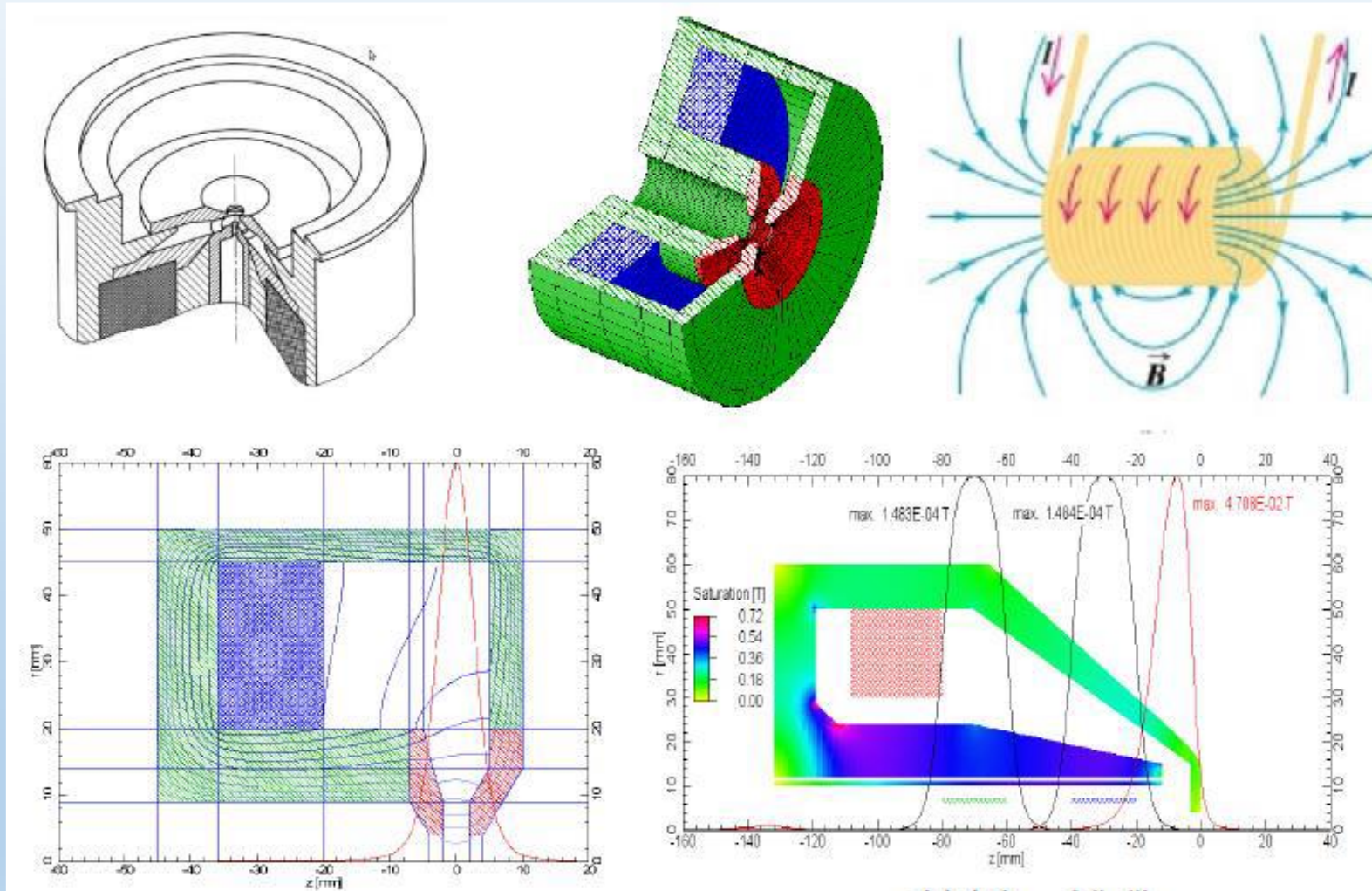
- první čočky za elektronovým zdrojem
- v SEM se používají na zmenšení zdroje a především na kontrolu proudu v systému - nezávislá volba proudu a aperturního úhlu
- v TEM navíc definují režim ozáření vzorku
- pokud je excitace čočky silná, počet e. procházející aperturou objektivu je malý, ohnisková vzdálenost čočky se zkrátí a tím se zmenší velikost elektronového svazku
- normálně je kondenzorová čočka silně buzena pro pozorování obrazu s vysokým rozlišením, aby se získala malá velikost svazku, a slabě buzena pro analýzu, jako je EDS, aby se získal velký tok proudu
- SEM vybavený termoemisním zdrojem využívá vícestupňový systém kondenzorových čoček k řízení průměru svazku v širokém rozsahu. Protože stopa svazku je velká až 20  $\mu\text{m}$ , musí být zmenšena na asi 1/1000 s vysokou mírou redukce
- SEM vybavený Schottkyho emisním dělem má zdroj elektronů o velikosti 15 až 20 nm, a proto je povolena čočka s nízkou mírou redukce



- nejkritičtější místo v mikroskopu, mají největší efekt na rozlišení, zvětšení a vady systému
- v SEMu se zpravidla používají magnetické objektivové čočky různého designu i vlastností
- elektrostatické čočky se používají v případě, pokud chceme vyloučit vliv magnetického pole na vzorek



# Příklady magnetických čoček pro SEM



Simulace kondenzorové magnetické čočky.

Simulace objektivové magnetické čočky



# Velikost stopy v rovině vzorku



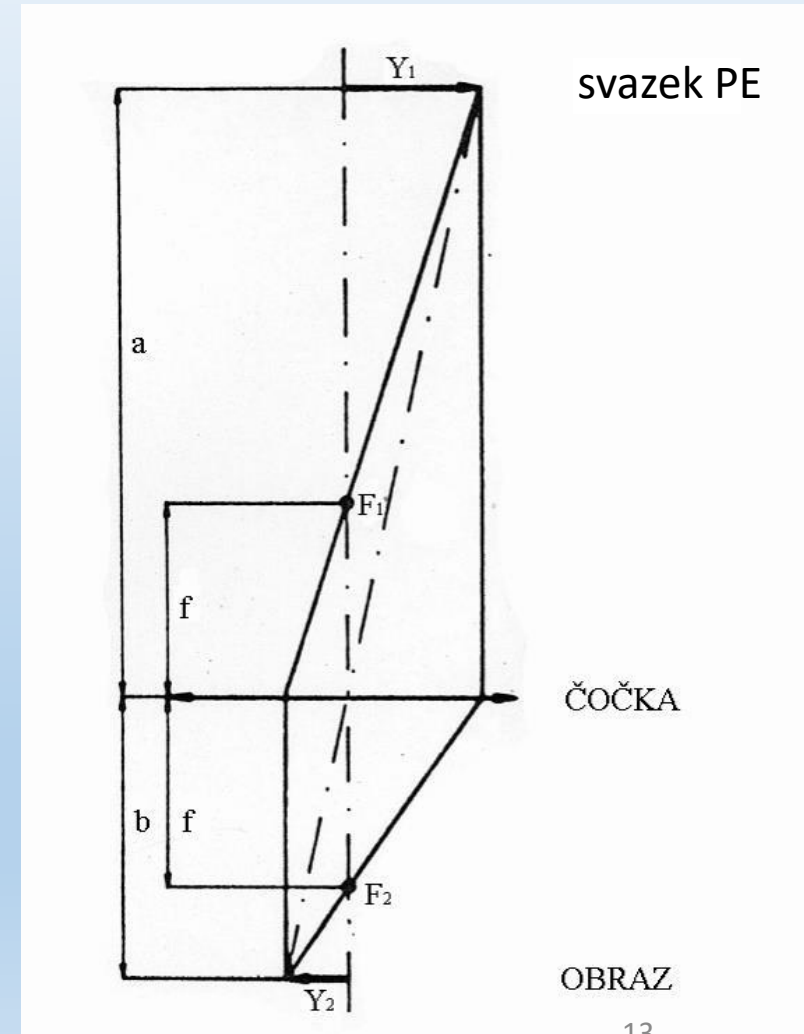
Lineární zmenšení čočky ( $M$ ) můžeme odvodit z paprskového diagramu s využitím geometrické optiky

$$M = \frac{Y_2}{Y_1} = \frac{b-f}{f} = \frac{f}{a-f} = \frac{b}{a}$$

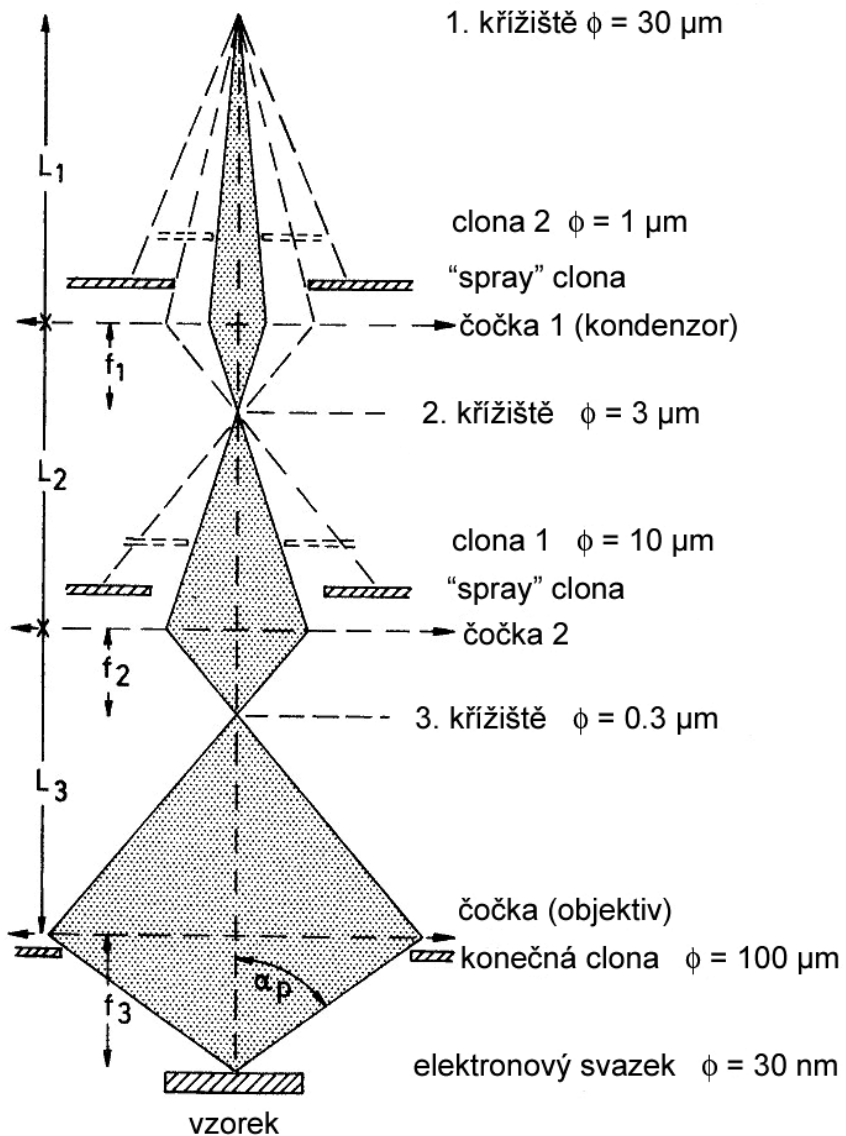
$$\frac{1}{f} = \frac{1}{a} + \frac{1}{b}$$

$$a \gg b, \quad f \cong b$$

$$f \ll a, \quad M = \frac{f}{a}$$



# Velikost stopy v rovině vzorku



1) Zmenšení jednou čočkou

$$M = f / a$$

2) Zmenšení soustavou čoček

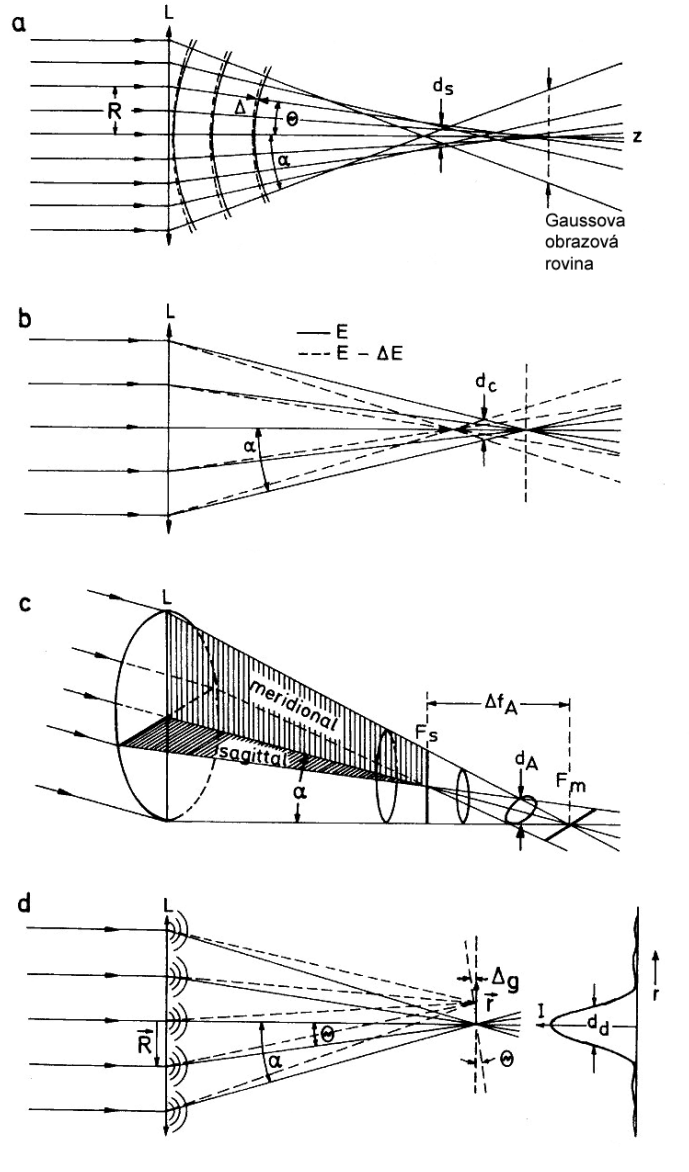
$$d_o = \frac{f_1 f_2 f_3}{L_1 L_2 L_3} d_c = M_c d_c$$

Aperturní úhel je dán vztahem:

$$\alpha_p = r / f_3$$

Paprskový diagram elektronově-optické soustavy SEM

# Vady zobrazení



a) Otvorová vada (čočka nefokusuje e. do jednoho bodu)

$$d_s = 0.5 C_s \alpha^3$$

b) Chromatická vada (e. ve svazku mají různou energii=>různé vychylování čočkou)

$$d_c = C_c \frac{\Delta E}{E} \alpha$$

c) Osový astigmatismus (e. svazek a mg. pole je nesymetrické - nutno kompenzovat)

d) Difrakční vada

$$d_d = 0.6 \lambda / \alpha$$



Proud ve stopě  $I$ , velikost stopy  $d_G$  a aperturní úhel  $\alpha$  svazku spolu souvisejí vztahem:

$$d_G = \left( \frac{4I}{\pi^2 \beta} \right)^{1/2} \frac{1}{\alpha}$$

Celková velikost stopy:

$$d_P^2 = d_G^2 + d_S^2 + d_C^2 + d_D^2$$

$d_P$  velikost stopu primárního svazku elektronů

$d_G$  zmenšený obraz

$d_S, d_C, d_D$  rozptylové kroužky dané otvorovou,  
chromatickou a difrakční vadou

$\beta$  jas elektronové trysky

$E$  energie elektronu ( $\Delta E$  je jeho energiová šířka,  $\lambda$  je vlnová délka)

$C_S, C_C$  koeficient otvorové a chromatické vady

$K_S, K_C, K_D$  numerické konstanty, obvykle  $K_S = 0.5$ ,  $K_C = 1$ ,  $K_D = 0.6$

$$d_S = K_S C_S \alpha^3, d_C = K_C C_C \left( \frac{\Delta E}{E} \right) \alpha, d_D = K_D \lambda \alpha^{-1}$$

Alternativní aproximace [J.E. Barth, P. Kruit: Optik 101 (1996), 101]

$K_S = 0.18$ ,  $K_C = 0.34$ ,  $K_D = 0.54$

$$d_P^2 = \left[ \left( d_S^4 + d_D^4 \right)^{1.3/4} + d_G^{1.3} \right]^{2/1.3} + d_C^2$$

# Přístrojové rozlišení, velikost stopy

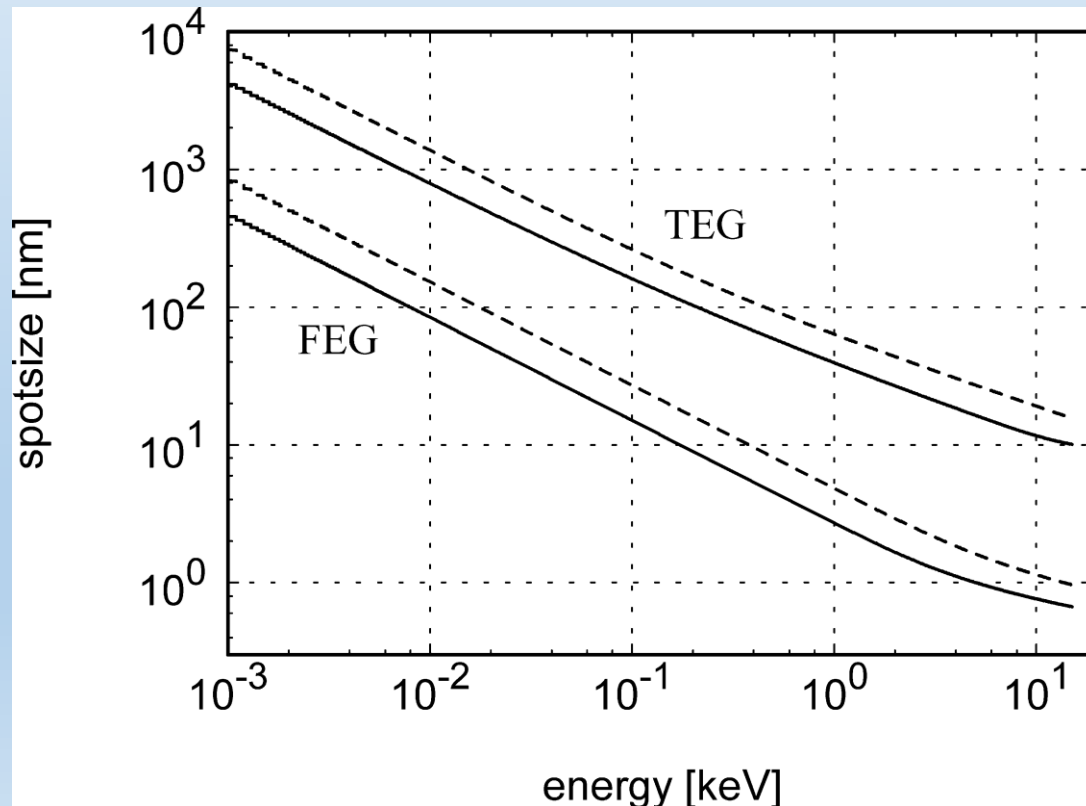


TEG SEM (SEM s termoemisním zdrojem e.-levnější alternativa)

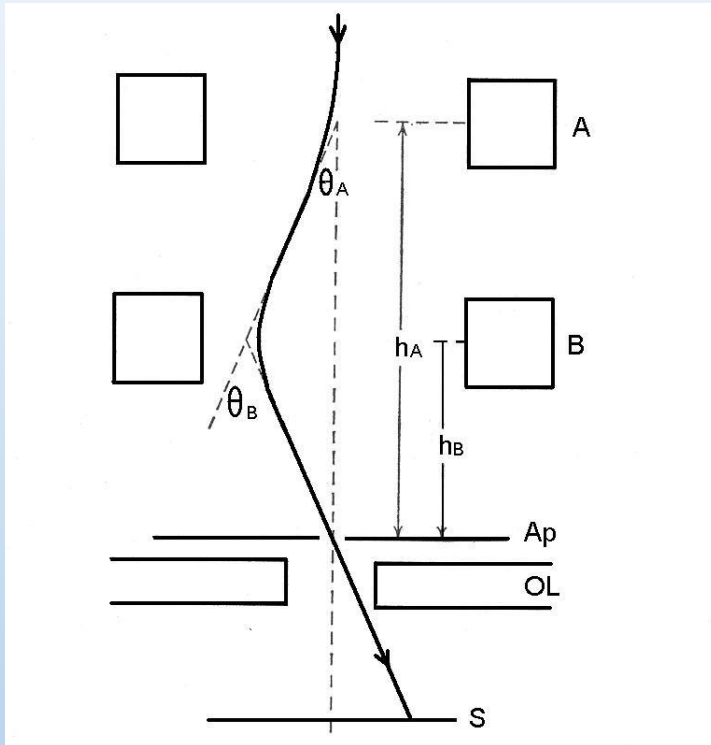
$$\beta=10^5 \text{ A cm}^{-2} \text{ sr}^{-1}, I= 5 \text{ pA}, \Delta E=2 \text{ eV}, C_s=50 \text{ mm}, C_c=-20 \text{ mm}$$

FEG SEM (SEM s autoemisním zdrojem e.-pokročilejší alternativa)

$$\beta=10^9 \text{ A cm}^{-2} \text{ sr}^{-1}, I= 100 \text{ pA}, \Delta E=0.2 \text{ eV}, C_s=1.9 \text{ mm}, C_c=-2.5 \text{ mm}$$



Průměr stopy v rovině vzorku, grafy jsou vypočteny dle rovnice [1]- - - resp. [2] — z předchozího snímku



A, B – dva páry vychylovacích cívek (tzv. **deflektory**) pro vychýlení ve směru  $x$  a  $y$ .

$A_p$  – aperturní clona

OL – pólový nástavec objektivové čočky

S – vzorek (rastrovaná plocha)

Dvě patra vychylování umožňují vychylovat e. svazek po povrchu vzorku, je-li splněna podmínka

$$(h_A - h_B) \tan \theta_A = h_B \tan(\theta_B - \theta_A) \quad [1]$$

Elektronový svazek při každém úhlu výchytky vychází ze stejného bodu na optické ose (tzv. pivot point) a protíná optickou osu ve středu clony  $A_p$  v blízkosti objektivové čočky OL; tehdy jsou vady zobrazení minimální.

Pokud je splněna podmínka

$$h_A = 2h_B, \quad \theta_B = 2\theta_A, \quad n_B = 2n_A$$

Platí rovnice [1] pro všechny úhly  $\theta$

Zvětšení M:

$$M = \frac{\text{šířka pozorovacího monitoru}}{\text{šířka rastrované plochy}} \quad 18$$

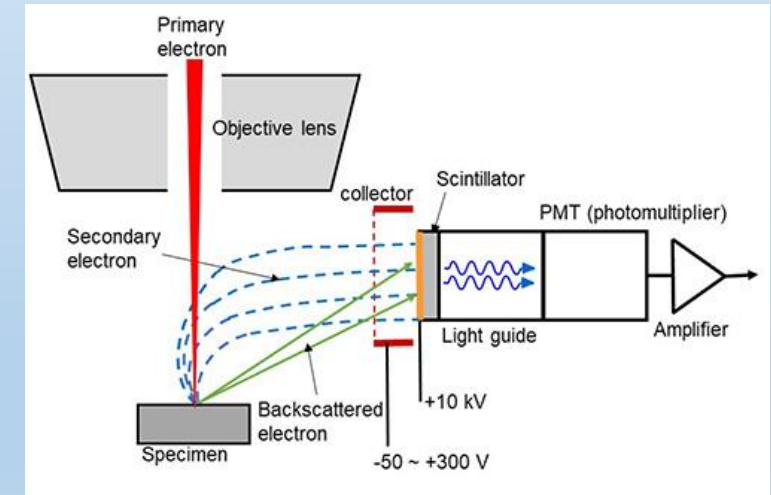
## Everhart-Thornley (E-T) detektor

- 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:

$$I_C = I_P \sigma C$$

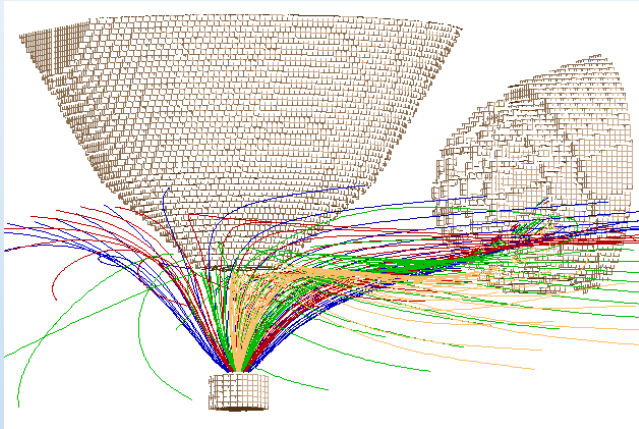
$\sigma$  – koeficient sekundární emise  
C – sběrová účinnost detektoru



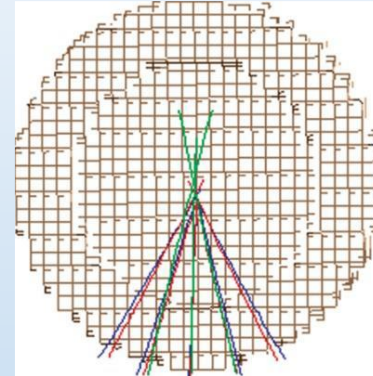
Původní návrh: Everhart T.E. a Thornley R.F.M., J. Sci. Instruments 37 (1960) 246.

# Simulace sběrové účinnosti detektoru SE

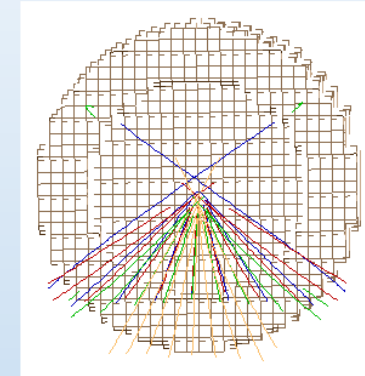
pólový nástavec objektivu



ET detektor



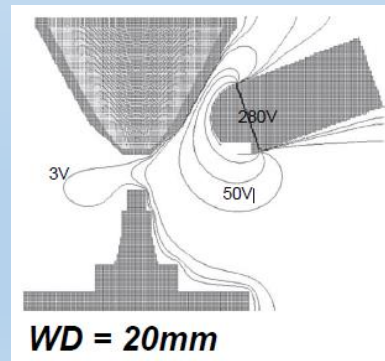
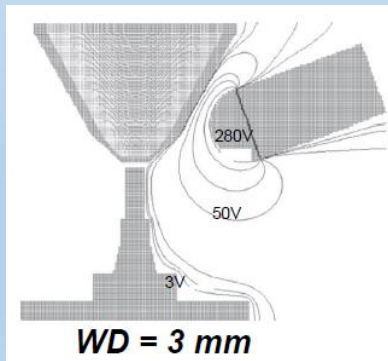
WD=10 mm



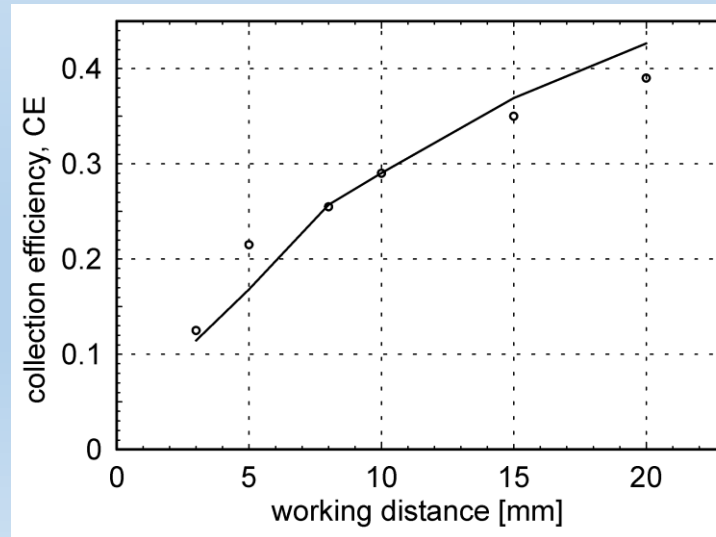
WD=20 mm

Trajektorie SE emitovaných pod  
různým polárním a azimutálním  
úhlem

Trajektorie SE dopadajících na scintilátor



Rozložení ekvipotenciál při různých WD



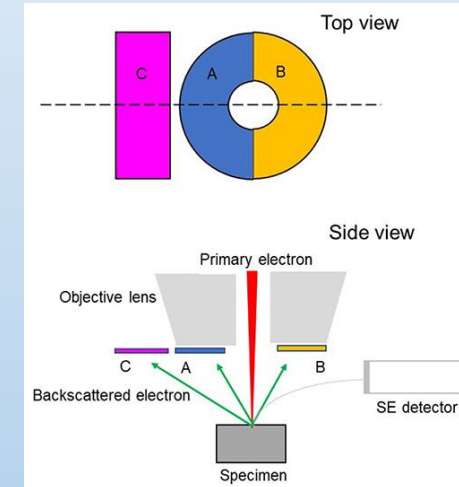
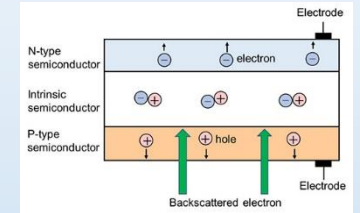
Sběrová účinnost detektoru  
SE v závislosti na pracovní  
vzdálenosti



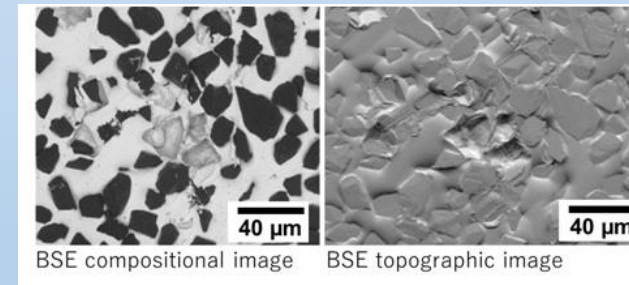


### Křemíkový polovodičový detektor-běžně užívaný

- využívá fotodiodu 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

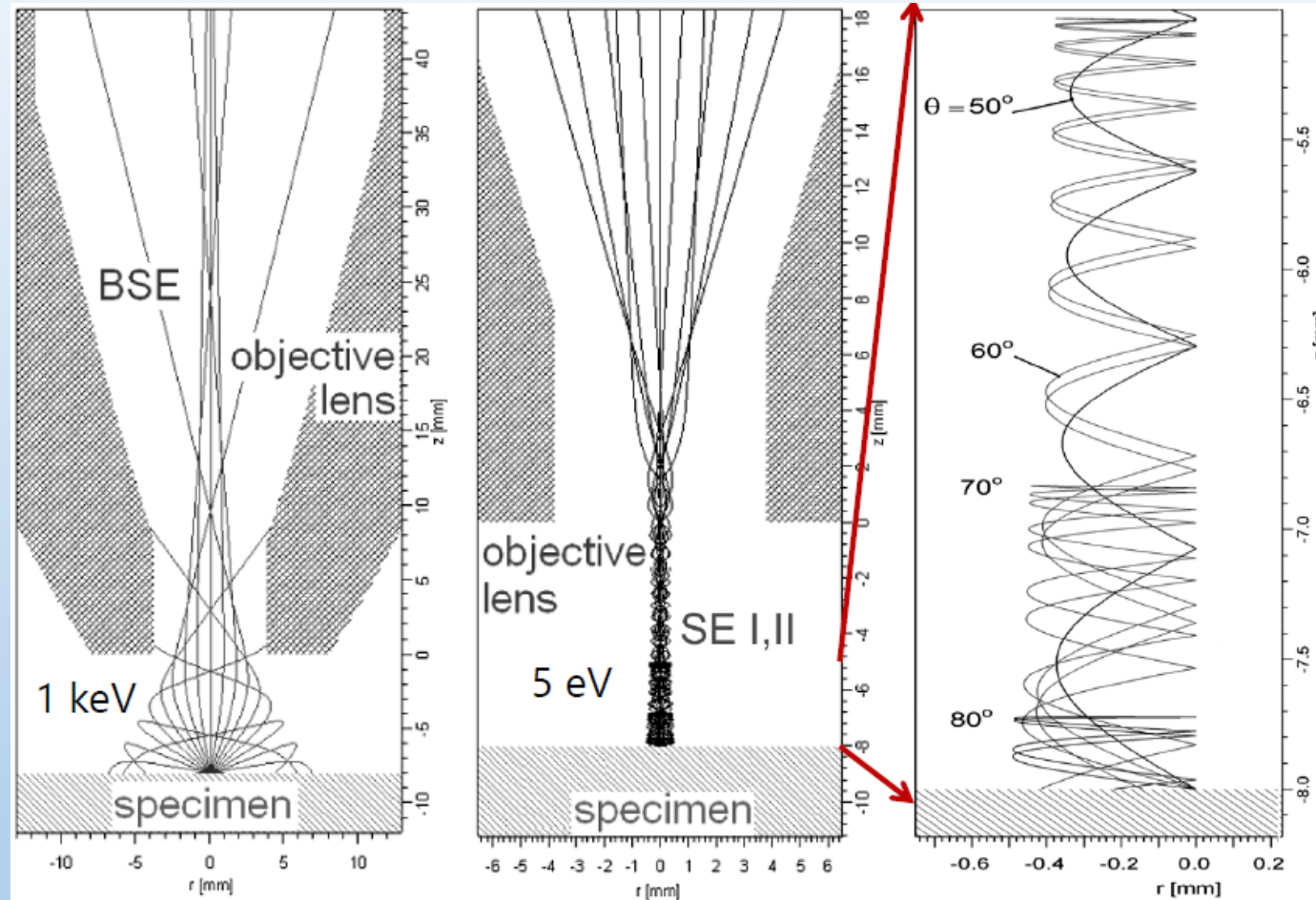


### Scintilační detektor zpětně odražených elektronů (BSE)



BSE +BSE-topo, diamond  
grindstone, 10kV

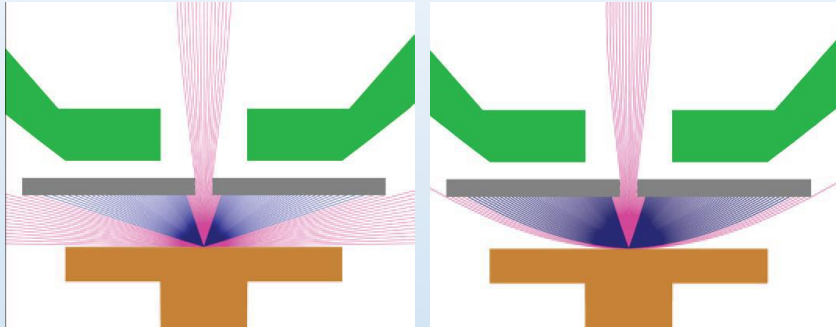
# Detektory-trajektorie e.



Simulované trajektorie BSE (vlevo) a SE (uprostřed) pro imerzní magnetickou čočku, počáteční úhel od  $\theta = 0^\circ$  do  $90^\circ$  s krokem  $10^\circ$ ,  $E_{\text{BSE}}=1\text{keV}$ ,  $E_{\text{SE}}=5\text{eV}$ ,  $E_{\text{PE}}=1\text{keV}$ , pracovní vzdálenost 8mm. Zvětšený detail prostředního obrázku (napravo) ukazuje tzv. „bottle effect“: SE emitované pod velkým polárním úhlem jsou magnetickým polem vráceny ke vzorku a nepodílí se tak na tvorbě obrazu

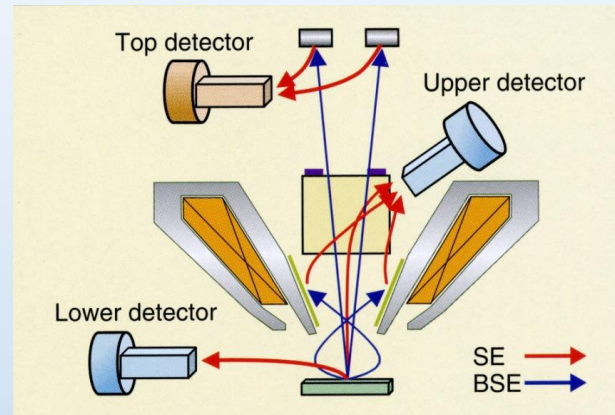
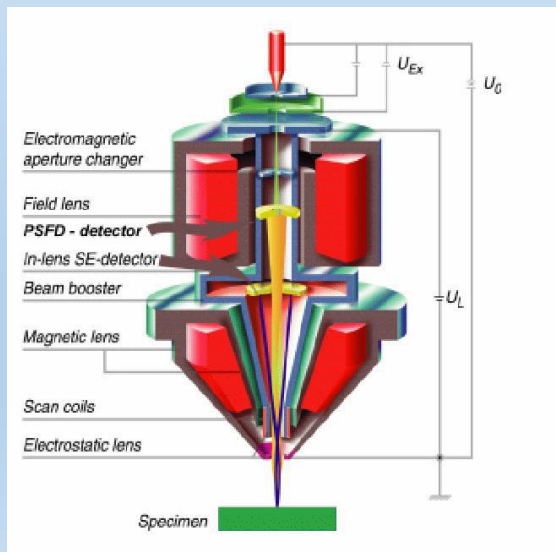


# Detektory-schéma umístění

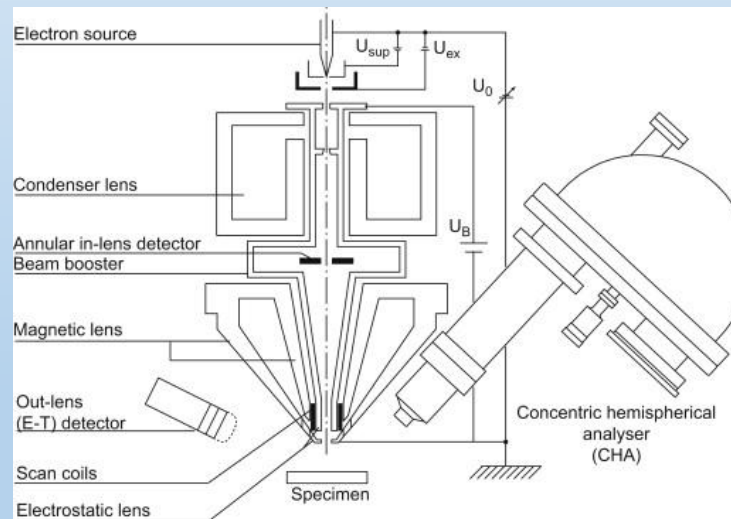


Katodová čočka Magellan TM XHR SEM

- vložením předpětí na vzorek dojde ke zpomalení e.
- vhodné pro citlivé vzorky (např. org.)

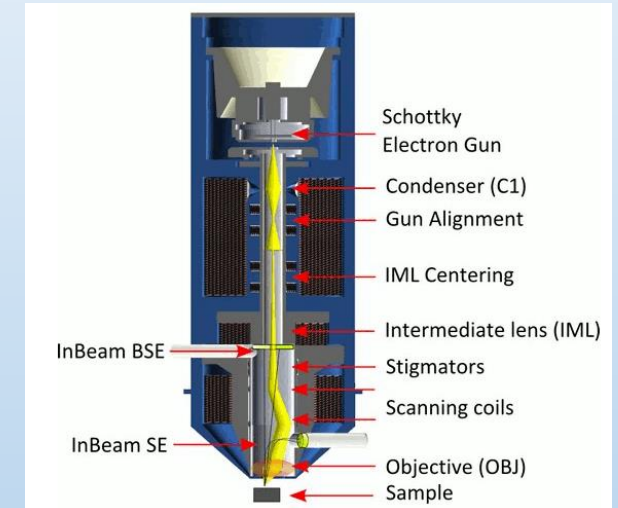
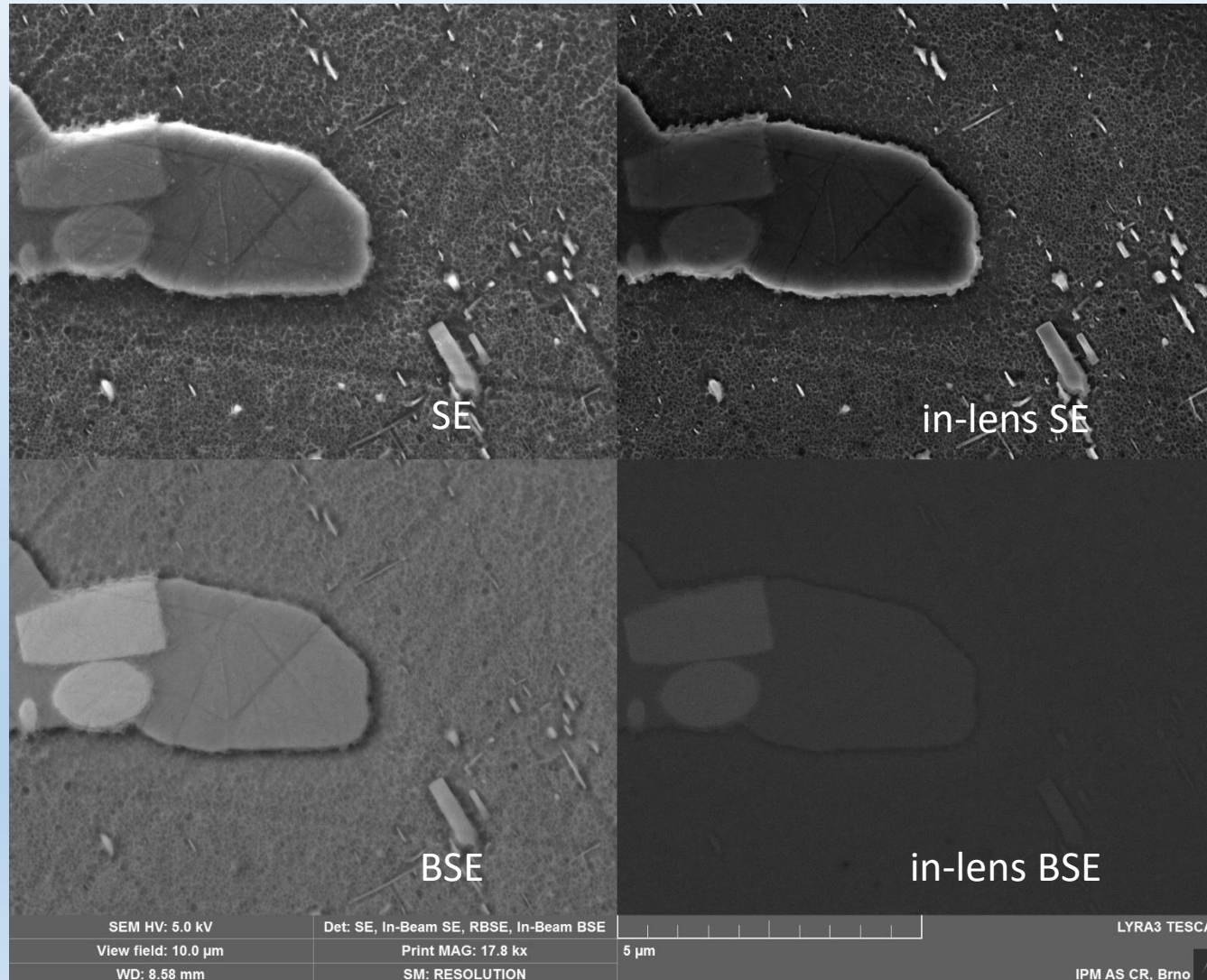


Rozmístění detektorů  
Hitachi SU 8000 SEM



Zobrazení vzorku různými detekčními systémy-vliv působení pole na vzorek

Vzorek AZ91  
(Mg+Al, Zn, Mn)  
U=5,0 kV

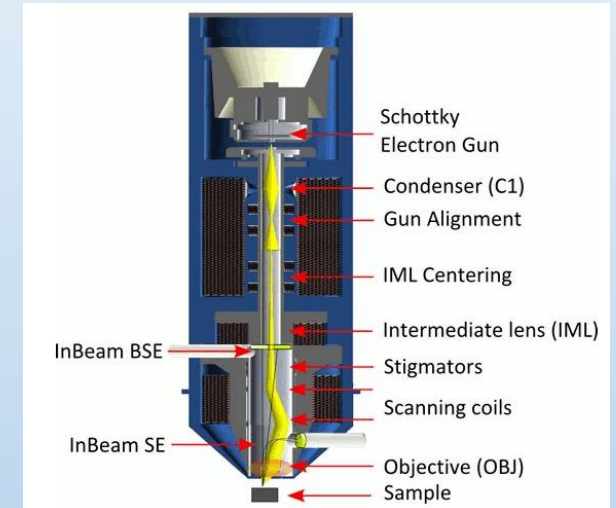
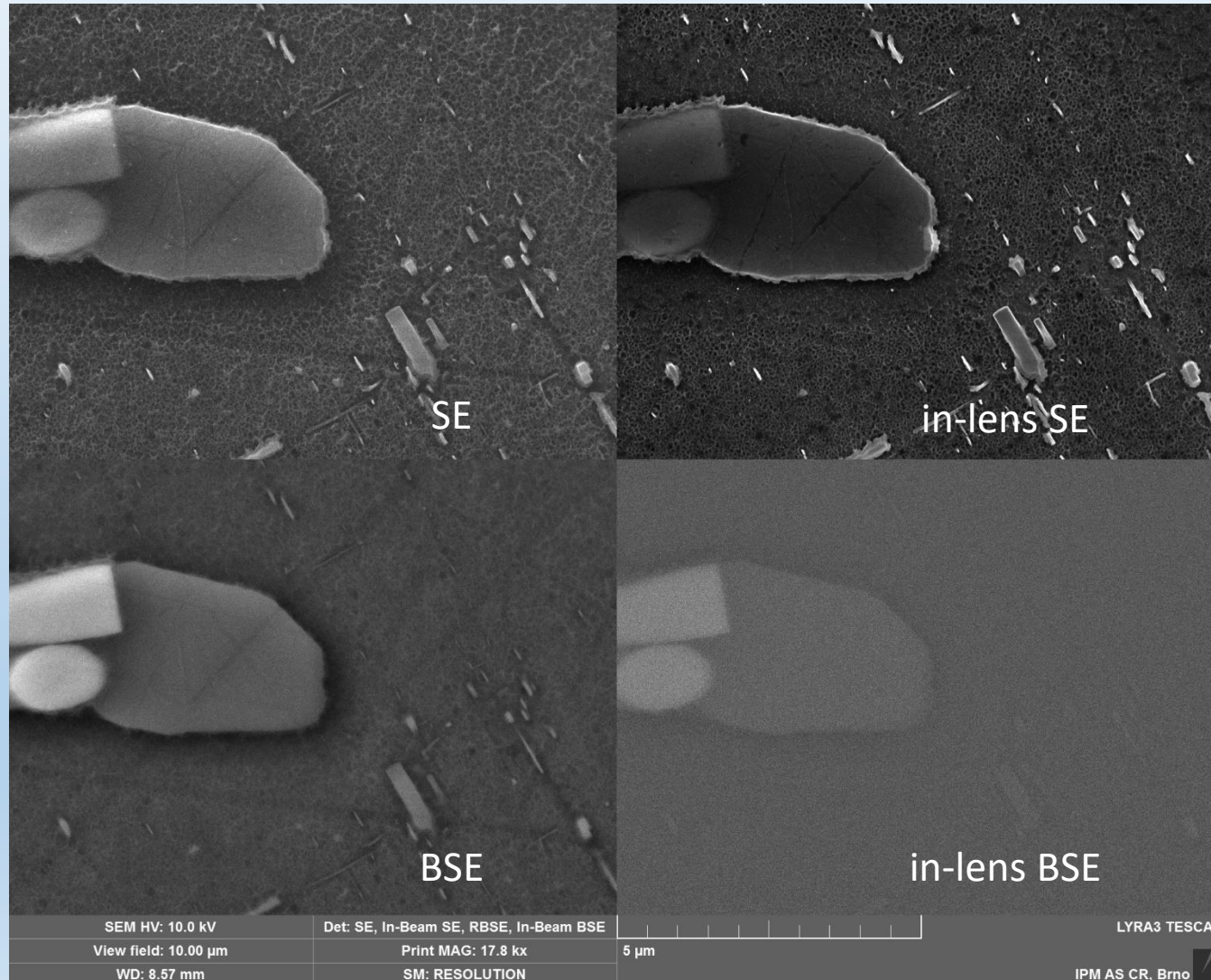


elektronový sloupec  
SEM Tescan Lyra



Zobrazení vzorku různými detekčními systémy-vliv působení pole na vzorek

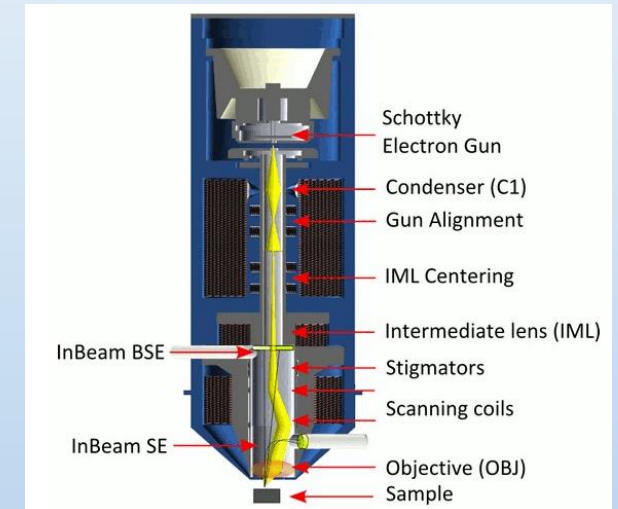
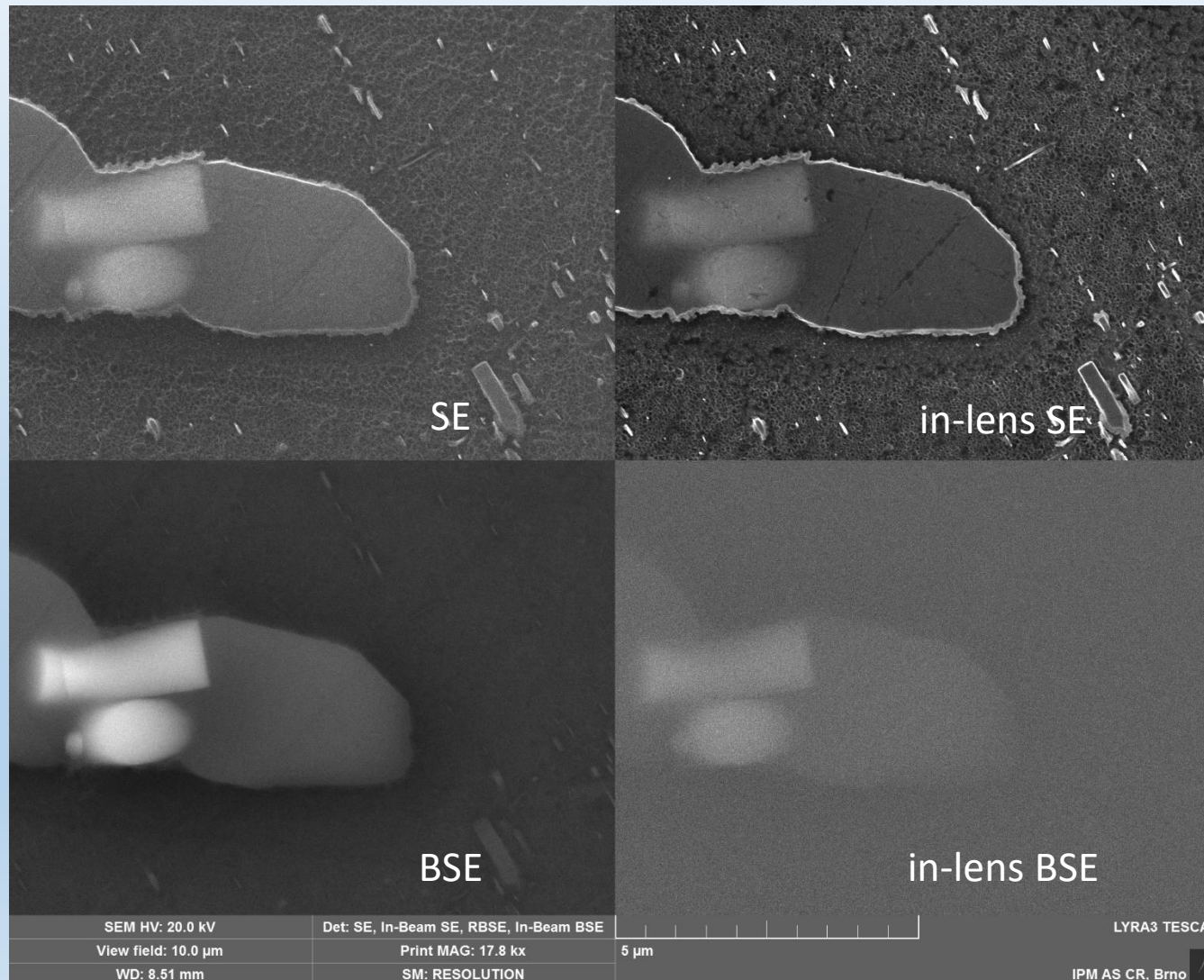
Vzorek AZ91  
(Mg+Al, Zn, Mn)  
U=10,0 kV



elektronový sloupec  
SEM Tescan Lyra

Zobrazení vzorku různými detekčními systémy-vliv působení pole na vzorek

Vzorek AZ91  
(Mg+Al, Zn, Mn)  
U=20,0 kV



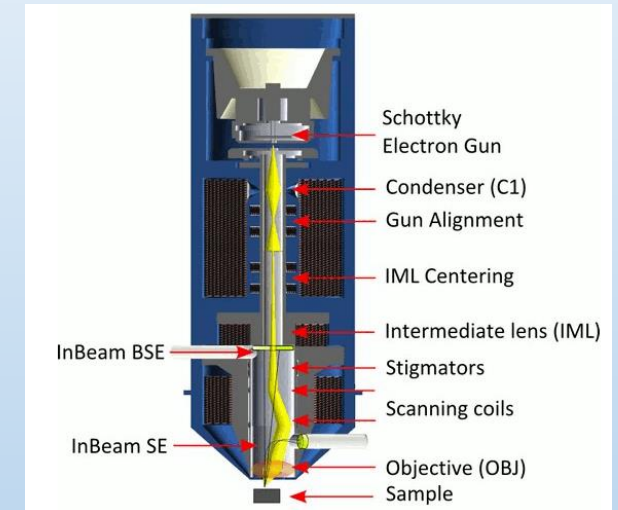
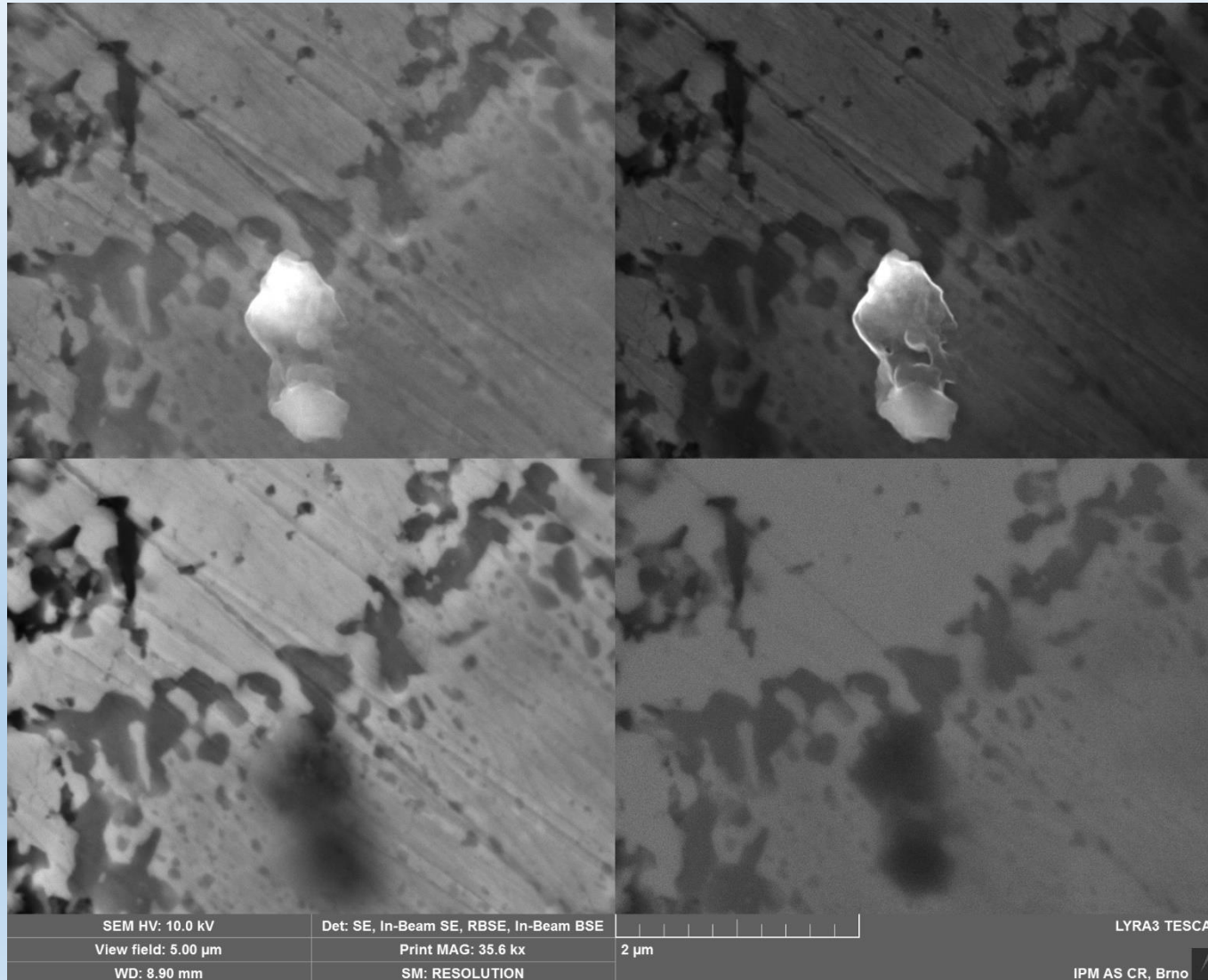
elektronový sloupec  
SEM Tescan Lyra



# Detektory-aplikace

Zobrazení vzorku s nečistotami různými detekčními systémy-vliv působení pole na vzorek

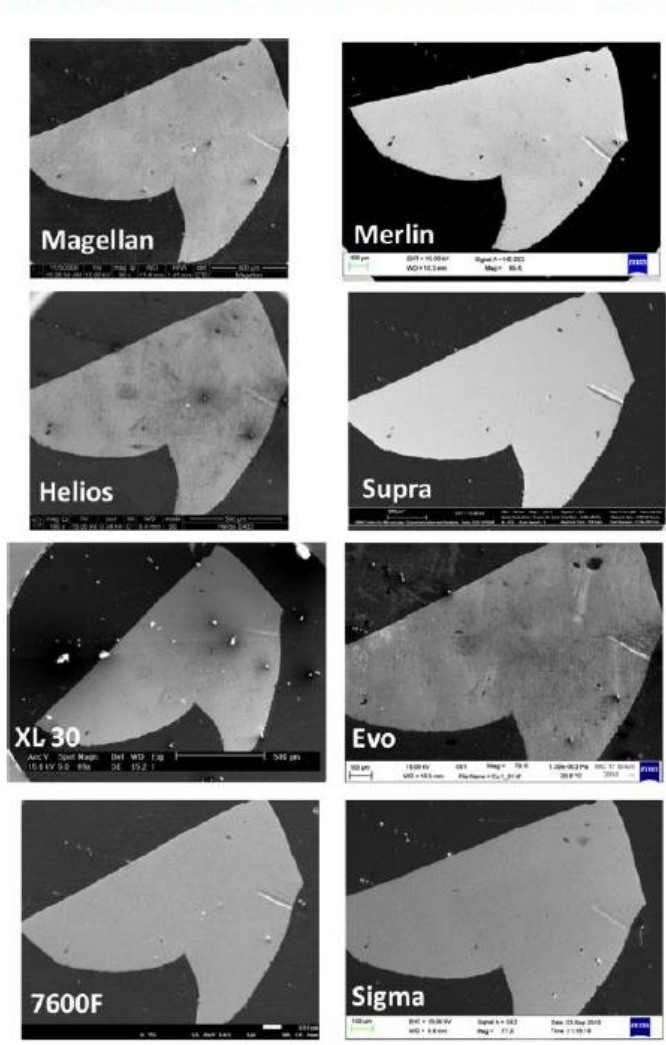
Vzorek Al-CuZn  
U=10,0 kV



elektronový sloupec  
SEM Tescan Lyra

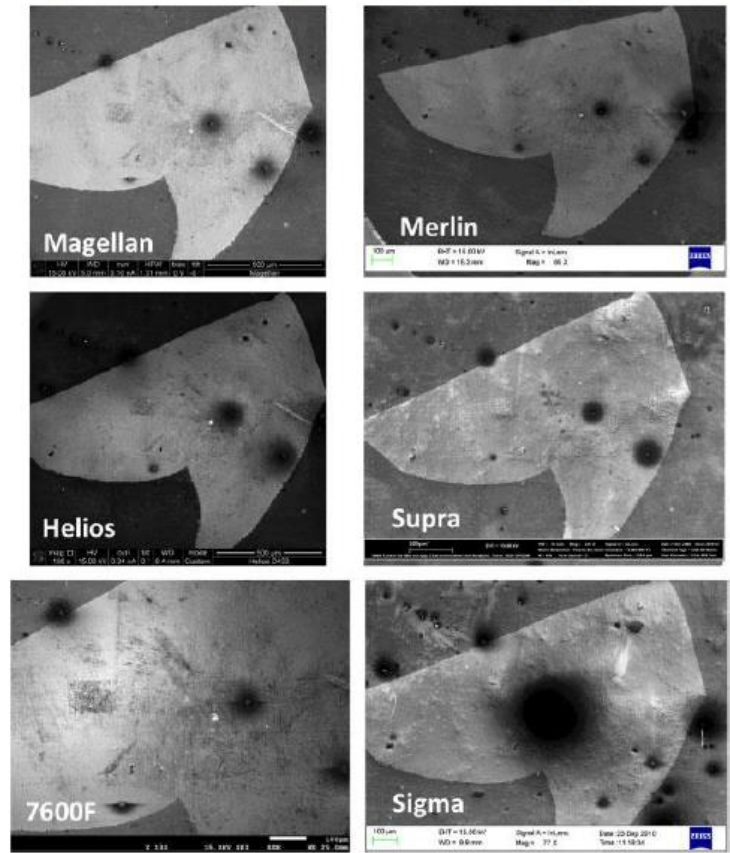
# Detektory-aplikace

## Zobrazení leštěné mědi na 15 keV pomocí SE v různých mikroskopech



Spodní (boční) ET detektor

Magellan FEI 2010	Merlin	Zeiss 2009
Helios FEI 2008	Supra	Zeiss 2002
XL30 FEI 1998	Evo	Zeiss 2010
7600F Jeol 2009	Sigma	Zeiss 2010



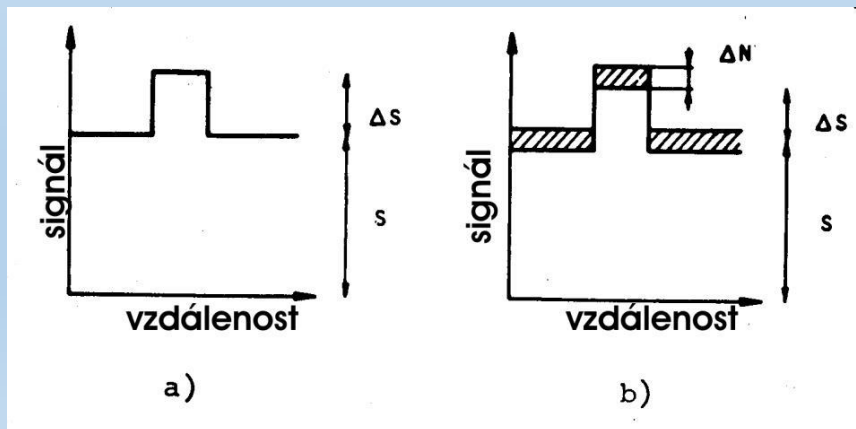
Horní, in-lens detektor

Hlavním faktorem, který určuje parametry přístroje, jsou náhodné fluktuace primárního svazku elektronů.

Lidské oko je schopno rozlišit oblast s jasem  $B$  od sousední oblasti s jasem  $B+\Delta B$ , je-li splněna podmínka:

$$\frac{S}{N} \geq 5 \frac{B}{\Delta B}$$

, kde  $S$  je signál odpovídající jasu  $B$  a  $N$  je šum signálu



kontrast obrazu je  $C = \Delta S/S$



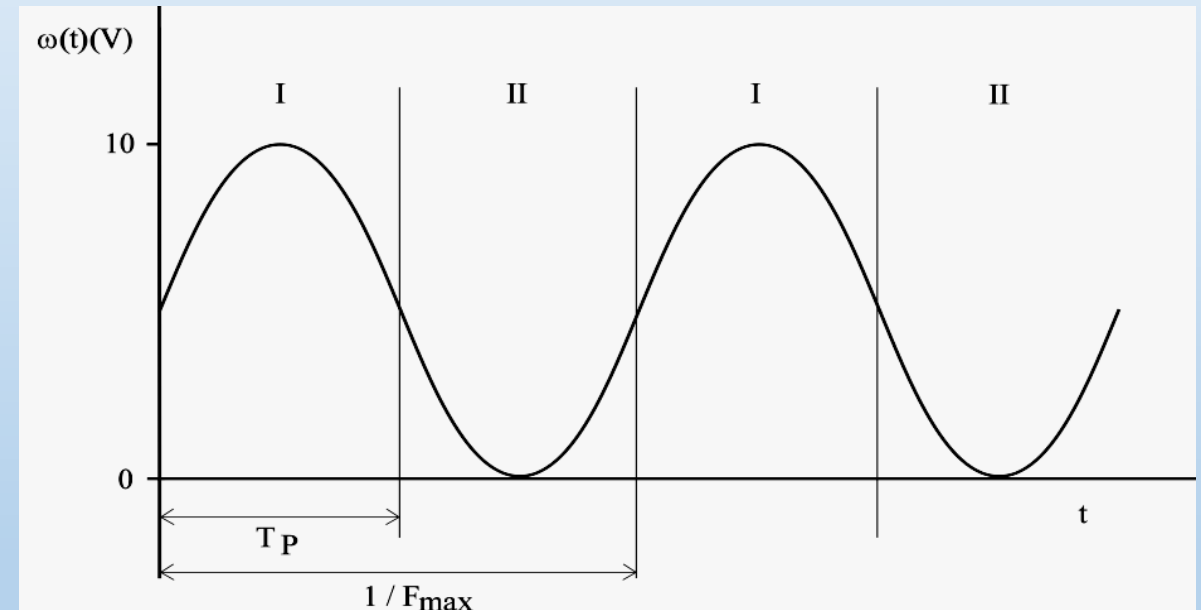
**Doba trvání jednoho obrazového elementu**  
(předpokládáme stejné rozlišení ve směru  $x$  a  $y$ )

$$T_P = \frac{T_L}{N}$$

$$F_{\max} = \frac{1}{2T_P}$$

$N$  – počet sloupců v obraze

$T_L$  – trvání jednoho řádku



Časová závislost videosignálu podél jednoho řádku (je uvažována pouze první harmonická vlna signálu)

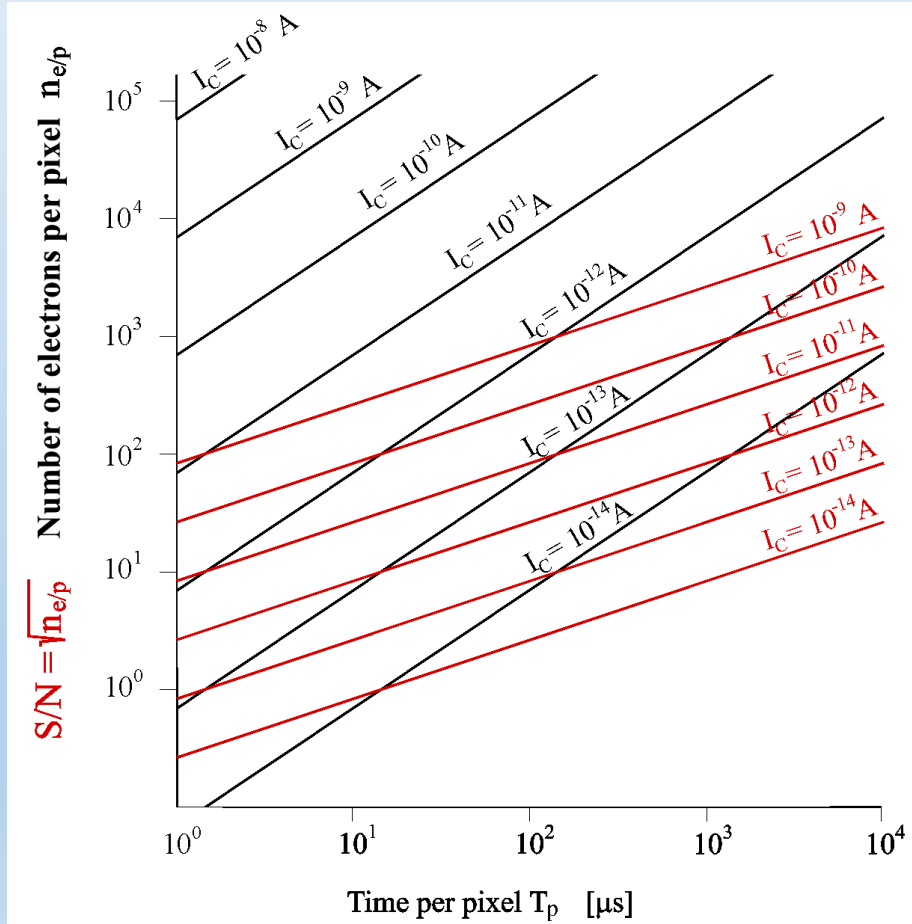
# Zpracování detekovaného signálu

Poměr signálu k šumu (S/N) detekovaného signálu

Velikost detekovaného proudu:

$$I_C = I_P \sigma C = 1 \times 10^{-11} \times 0.5 \times 0.2 = 1 \times 10^{-12} \text{ A}$$

- $\sigma$  – koeficient SE
- $C$  – sběrová účinnost detektoru
- $I_p$  – primární proud elektronů



počet elektronů na obrazový element  $n_{e/p}$  (černé čáry) a poměr signálu k šumu pro statistické fluktuace S/N v obrazovém elementu (červené čáry) v závislosti na době trvání obrazového elementu  $T_p$  pro různé hodnoty detekovaného proudu  $I_c$

# Vakuové techniky-jednotky tlaku



Základní SI jednotkou tlaku je **pascal**, kde  $\text{Pa} = \text{N} \cdot \text{m}^{-2} = \text{kg} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{s}^{-2}$ .

Vybrané další jednotky tlaku:

**torr** je hydrostatický tlak 1 mm Hg sloupce na hladině moře při 0°C

**atm** je fyzikální atmosféra a vychází ze standardního tlaku atmosférického vzduchu

**psi** (z angl. „pound per square inch“) libra na čtvereční palec odpovídá tlaku  $\text{g} \cdot \text{lb} \cdot \text{in}^{-2}$  na hladině moře

**psf** (z angl. „pound per square foot“) libra na čtvereční stopu odpovídá tlaku  $\text{g} \cdot \text{lb} \cdot \text{ft}^{-2}$  na hladině moře

**kp·cm<sup>-2</sup>** je kilopond na centimetr čtvereční, tzv. technická atmosféra (**at**) a odpovídá tlaku  $\text{g} \cdot \text{kg} \cdot \text{cm}^{-2}$  na hladině moře

## Jednotky tlaku a jejich převod

	Pa	bar	mbar	μbar dyn/cm <sup>2</sup>	Torr mm Hg	micron μ, mTorr	atm	at	mm WS	psi lbf/inch <sup>2</sup>	psf lbf/ft <sup>2</sup>
<b>Pa</b>	1	1·10 <sup>-5</sup>	1·10 <sup>-2</sup>	10	7,5·10 <sup>-3</sup>	7,5	9,87·10 <sup>-6</sup>	1,02·10 <sup>-5</sup>	0,102	1,45·10 <sup>-4</sup>	2,09·10 <sup>-2</sup>
<b>bar</b>	1·10 <sup>5</sup>	1	1000	1·10 <sup>6</sup>	750	7,5·10 <sup>5</sup>	0,987	1,02	1,02·10 <sup>4</sup>	14,5	2,09·10 <sup>3</sup>
<b>mbar</b>	100	1·10 <sup>-3</sup>	1	1000	0,75	750	9,87·10 <sup>-4</sup>	1,02·10 <sup>-3</sup>	10,2	1,45·10 <sup>-2</sup>	2,09
<b>μbar</b>	0,1	1·10 <sup>-6</sup>	1·10 <sup>-3</sup>	1	7,5·10 <sup>-4</sup>	0,75	9,87·10 <sup>-7</sup>	1,02·10 <sup>-6</sup>	1,02·10 <sup>-2</sup>	1,45·10 <sup>-5</sup>	1,09·10 <sup>-3</sup>
<b>Toor</b>	133	1,33·10 <sup>-3</sup>	1,33	1330	1	1000	1,32·10 <sup>-3</sup>	1,36·10 <sup>-3</sup>	13,6	1,93·10 <sup>-2</sup>	2,78
<b>micron</b>	0,133	1,33·10 <sup>-6</sup>	1,33·10 <sup>-3</sup>	1,33	1·10 <sup>-3</sup>	1	1,32·10 <sup>-6</sup>	1,36·10 <sup>-6</sup>	1,36·10 <sup>-2</sup>	1,93·10 <sup>-5</sup>	2,78·10 <sup>-3</sup>
<b>atm</b>	1,01·10 <sup>5</sup>	1,013	1013	1,01·10 <sup>6</sup>	760	7,6·10 <sup>5</sup>	1	1,03	1,03·10 <sup>4</sup>	14,7	2,12·10 <sup>3</sup>
<b>at</b>	9,81·10 <sup>4</sup>	0,981	981	9,81·10 <sup>5</sup>	735,6	7,36·10 <sup>5</sup>	0,968	1	1·10 <sup>4</sup>	14,2	2,04·10 <sup>3</sup>
<b>mm WS</b>	9,81	9,81·10 <sup>-5</sup>	9,81·10 <sup>-2</sup>	98,1	7,36·10 <sup>-2</sup>	73,6	9,68·10 <sup>-5</sup>	1·10 <sup>-4</sup>	1	1,42·10 <sup>-3</sup>	0,204
<b>psi</b>	6,89·10 <sup>3</sup>	6,89·10 <sup>-2</sup>	68,9	6,89·10 <sup>4</sup>	51,71	5,17·10 <sup>4</sup>	6,8·10 <sup>-2</sup>	7,02·10 <sup>-2</sup>	702	1	144
<b>psf</b>	47,8	4,78·10 <sup>-4</sup>	0,478	478	0,359	359	4,72·10 <sup>-4</sup>	4,87·10 <sup>-4</sup>	4,87	6,94·10 <sup>-3</sup>	1



Vnitřní prostor mikroskopu, ve kterém se pohybují elektrony musí být vakuovaný:

- **Elektronová tryska** musí být izolována vakuem, protože vzduch není dostatečně dobrým izolantem. Vzniká nebezpečí ionizace vzduchu a následného elektrického výboje mezi anodou a katodou trysky
- **Kontaminace:** vzduch obsahuje molekuly  $O_2$ ,  $N_2$ ,  $CO_2$ ,  $H_2O$ , uhlovodíky..., které způsobují kontaminaci tubusu i pozorovaného objektu (vzorku)
- **Rušivý signál:** snaha zabránit náhodným srážkám urychlených primárních elektronů s molekulami vzduchu, které by vedly ke změnám jejich energie a směru pohybu. Na dosažení pracovního vakua (minimálně  $10^{-3}$  až  $10^{-5}$  Pa) musí být mikroskop vybaven dostatečně výkonnými vývěvami mnoha různých typů.

I přes vysoký stupeň vakua dochází ke kontaminaci vnitřku tubusu zbytky vodních par a molekulami uhlovodíků, které se tam mohou dostat z odparů oleje vývěv nebo těsnících tuků. To vše ovlivňuje kvalitu obrazu. Proto se používá speciální antikontaminační komůrka, která je chlazena kapalným dusíkem z Dewarovy nádoby umístěné vně tubusu (nebo Peltierovým článkem). Tím se snižuje tenze vodních a uhlovodíkových par, které potom kondenzují na komůrce



- **Transportní**

přenášejí molekuly od vstupního hrdla k výstupnímu (výfukovému) hrdlu

- **Mechanické vývěvy**

- pístová vývěva
- rotační olejová vývěva
- membránová vývěva
- Rootsovo čerpadlo
- turbomolekulární vývěva

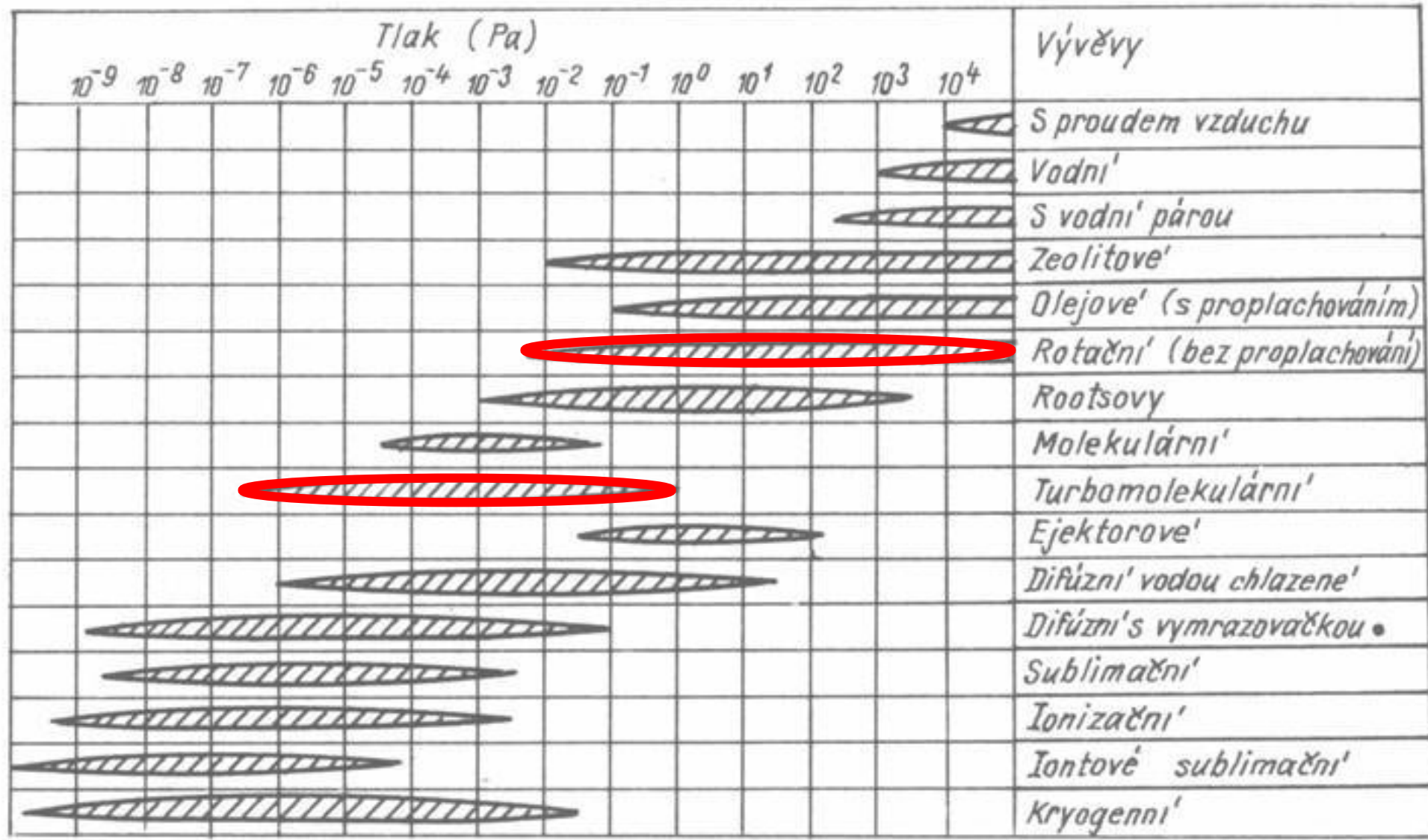
- **Paroproudé (difúzní) vývěvy**

- **Sorpční**

molekuly uschovávají uvnitř (nemají výfukové hrdlo)

- kryosorpční vývěva
- titanová sorpční vývěva
- iontová sorpční vývěva
- kondenzační vývěva

# Zdroj vakua-vývěvy

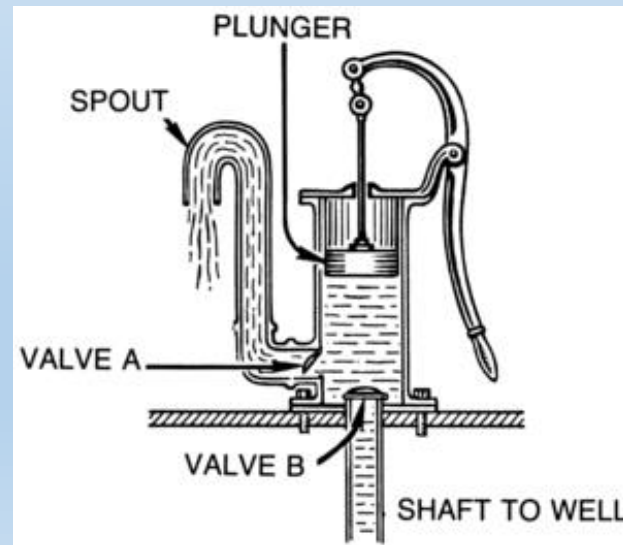
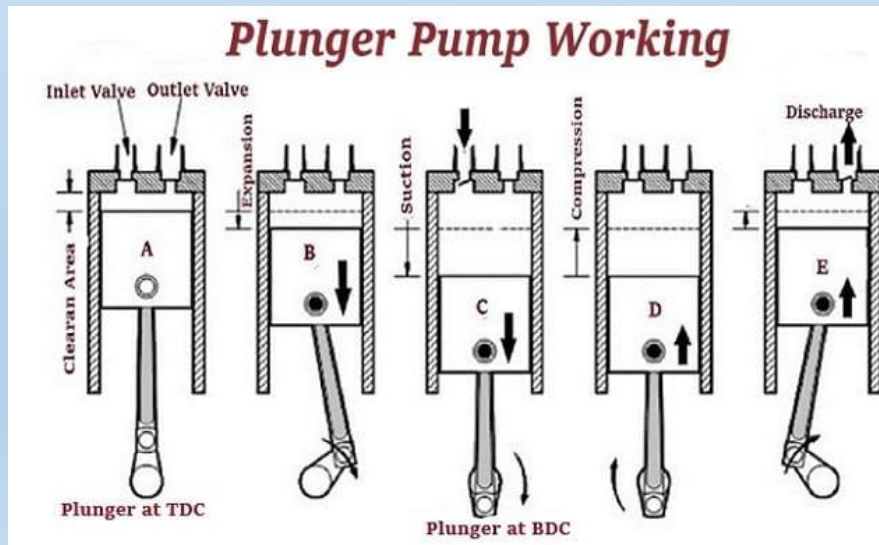




# Mechanické vývěvy

## Pístová vývěva

- nejjednodušší řešení-s pracovní komorou měnícího se objemu pomocí pohyblivého pístu
- historická konstrukce se dnes již nepoužívá, ale funguje i s dřevěným pístem



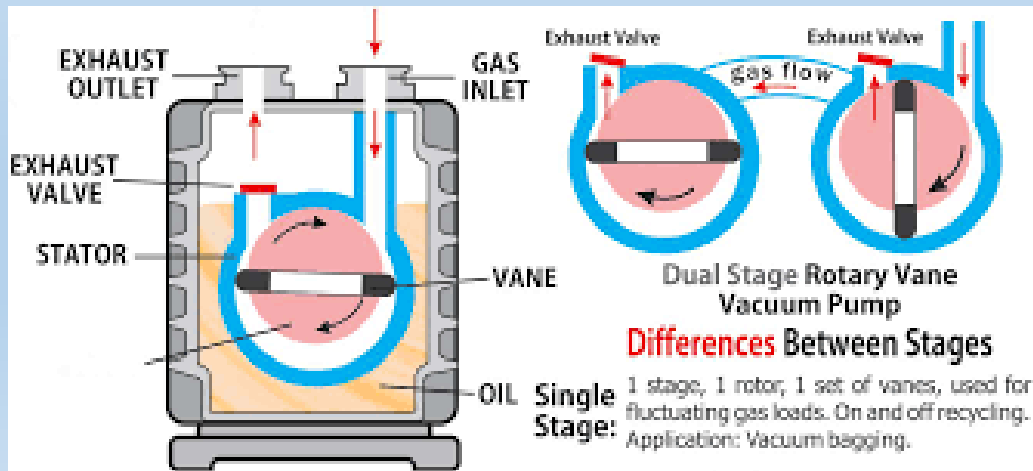


# Mechanické vývěvy



## Rotační olejová vývěva

- kmitavý pohyb pístu nahrazen rotačním pohybem
- nejčastější konstrukce s lopatkami, místo dotyku lopatek se statorem je krizové
- otáčky 300 – 1500 min<sup>-1</sup>
- čerpací rychlost do 100 m<sup>3</sup>/hod
- mezní tlak: jednotky Pa





- **Zpětný tok:** čerpaný plyn prochází netěsnostmi mezi sacím a výfukovým hrdlem, kritické je místo styku rotoru a statoru
- olejové páry-olej se intenzivně odpařuje, teplota pumpy bývá dost vysoká (až 90°C)
- Význam oleje:
  - těsní
  - maže
  - chladí lopatky

olej je velmi důležitý, je nutné kontrolovat průběžně množství a kvalitu a měnit ho  
vývěva olej neustále přečerpává

olejové spaliny jsou karcinogenní, je nutný filtr nebo vývod z laboratoře  
pro čerpání různých par se užívají různé oleje



- **Snížení zpětného toku olejových par**

- dnes jsou jen dvoustupňové rot. vývěvy na společné hřídeli-co 1. vyfukuje, to 2. nasává
- druhý stupeň již pracuje se stlačeným plynem
- čerpací rychlost se nemění, ale klesne zpětný tok čerpaného plynu (vzduchu)
- mezní tlak klesne podle druhu oleje na 0,5 Pa (minerální olej) až 0.05 Pa (silikonový olej)

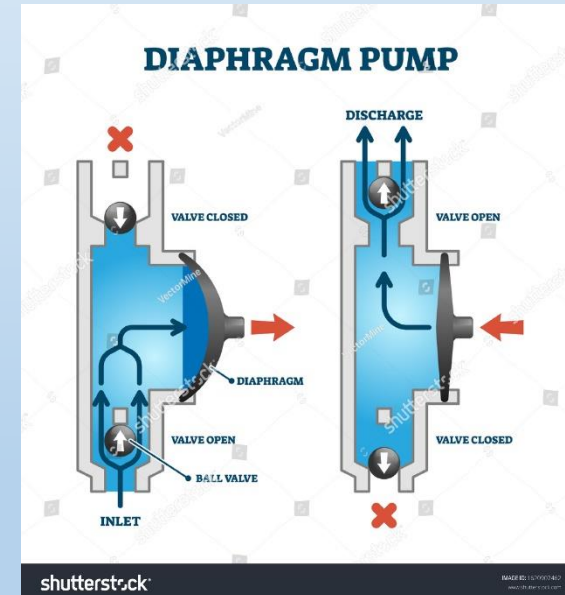
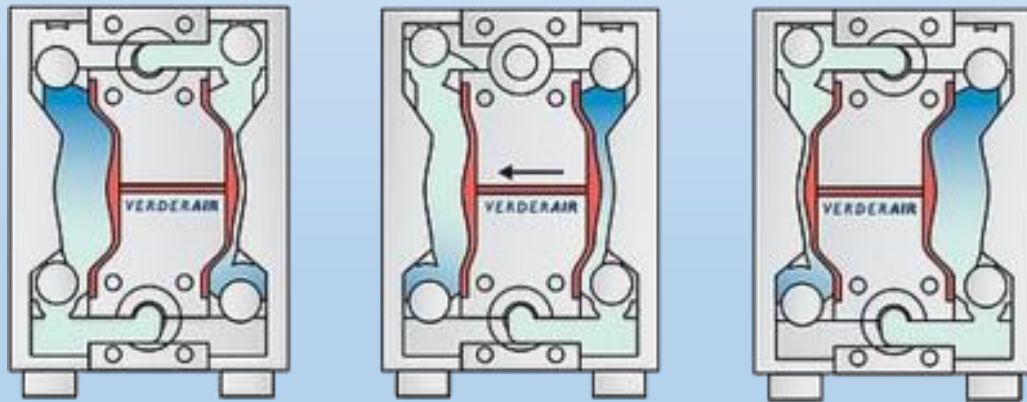
- **Gazbalast**

- ventil k připouštění malého množství vzduchu
- tím stoupne tlak ve výfukové komoře vývěvy a ventil se otevře dříve než dojde ke kondenzaci vodních par – zamezí vzniku emulze voda-olej
- lehké zhoršení mezního tlaku a čerpací rychlosti



# Membránová vývěva

- píst nahrazen pohyblivou kmitající membránou (nebo sadou membrán)
- tichý chod, bez olejových par
- menší čerpací výkon



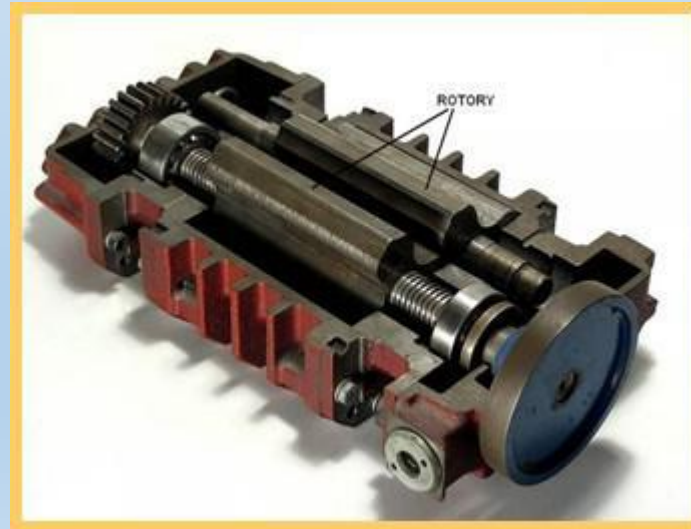
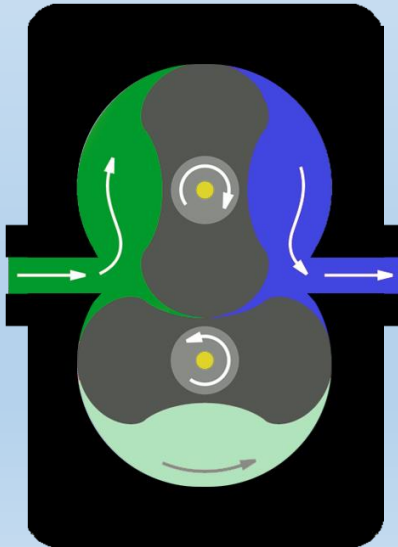
[https://www.youtube.com/watch?v=2E1km-qDkqc&ab\\_channel=SriramBalasubramanian](https://www.youtube.com/watch?v=2E1km-qDkqc&ab_channel=SriramBalasubramanian)



# Rootsovo čerpadlo

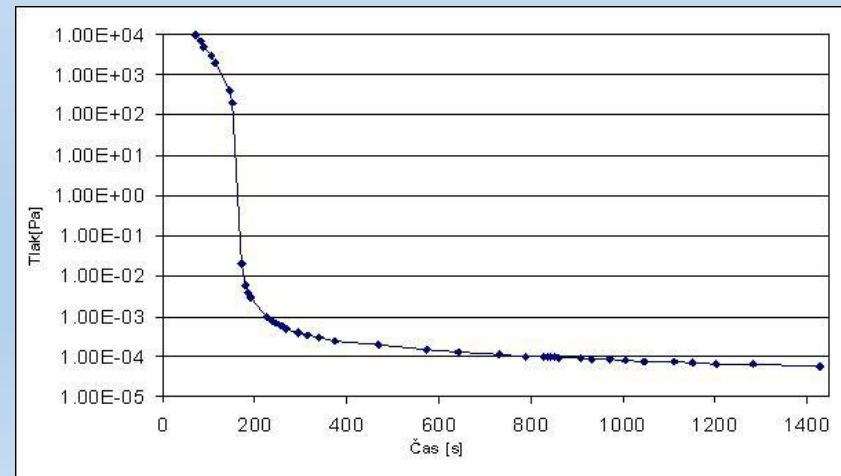


- bezkontaktní otáčení dvou rootsových hřídelů s průřezem do tvaru 8
- vysoký čerpací výkon (až 25 000 m<sup>3</sup>/hod)
- vyšší dosažitelné vakuum (oproti ROV), bez olejových par
- musí být předčerpaný (obvykle rotační olejovou v.)



# Turbomolekulární vývěva

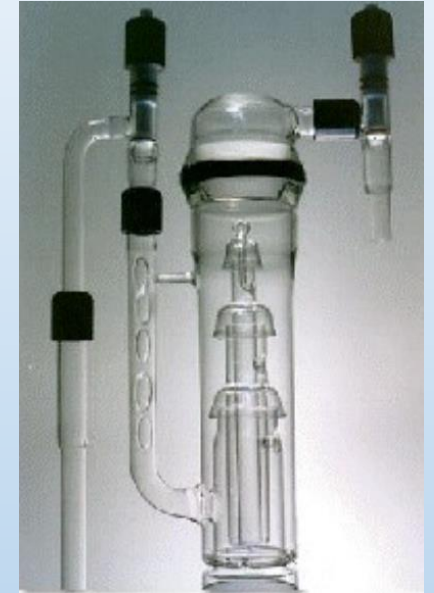
- pracuje na základě udělení hybnosti částicím plynu směrem k výstupu (ot. 25- 90 tis/min)
- potřebuje molekulární proudění plynu
- nejlépe čerpá těžké sloučeniny
- je nutné předčerpání (obvykle ROV)
- pracovní tlak 1-  $10^{-8}$  Pa
- čerpací rychlost: až stovku  $\text{dm}^3\text{s}^{-1}$



# Difúzní vývěva



- olejové páry (dříve rtuť) získají průchodem tryskou nadzvukovou rychlost
- molekuly čerpaného plynu se difuzí dostanou do proudu olejových par a jsou strhávány ve směru čerpání
- pro zvýšení efektivity se obvykle zařazuje několik trysek za sebou (3-4)
- olejové páry dopadlé na stěnu vývěvy zkapalní a ztečou zpět do varníku
- nutné předčerpání ROV
- před rozšířením turbomolekulárních pump to byla nejrozšířenější vysokotlaká vývěva



# Sorpční vývěvy

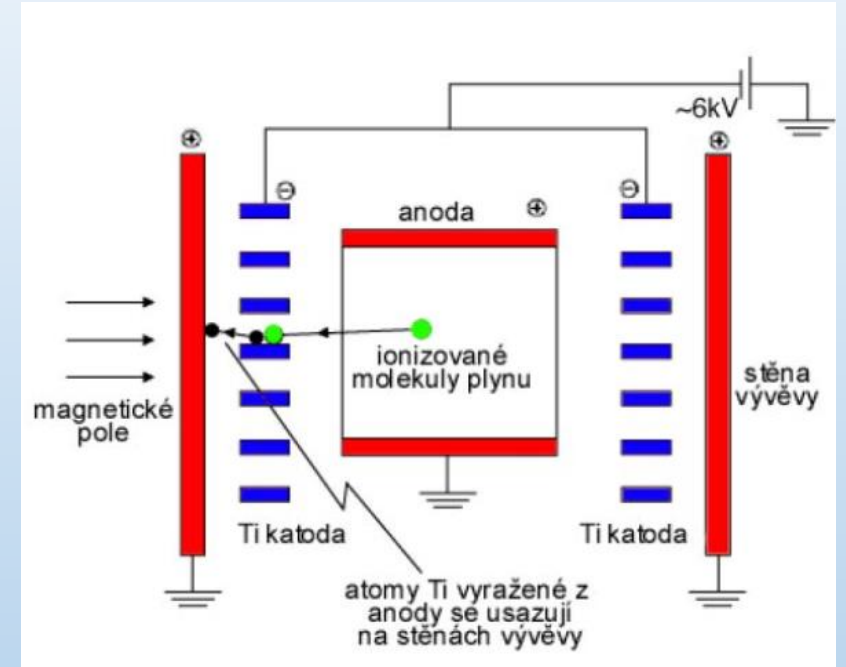


- molekuly uschovávají uvnitř (nemají výfukové hrdlo)
  - kryosorpční vývěva
    - plyny pohlcovány přes aktivní uhlí nebo zeolit při nízkých teplotách (liq. N<sub>2</sub>)
  - titanová sorpční vývěva
    - čerstvě napařená vrstvička Ti pomocí nahřívaného drátku
  - kondenzační vývěva
    - plyny z čerpaného prostoru jsou odstraňovány jejich kondenzací na chladném povrchu (kapalné H<sub>2</sub> nebo N<sub>2</sub>)
  - iontová sorpční vývěva (viz následující slide)

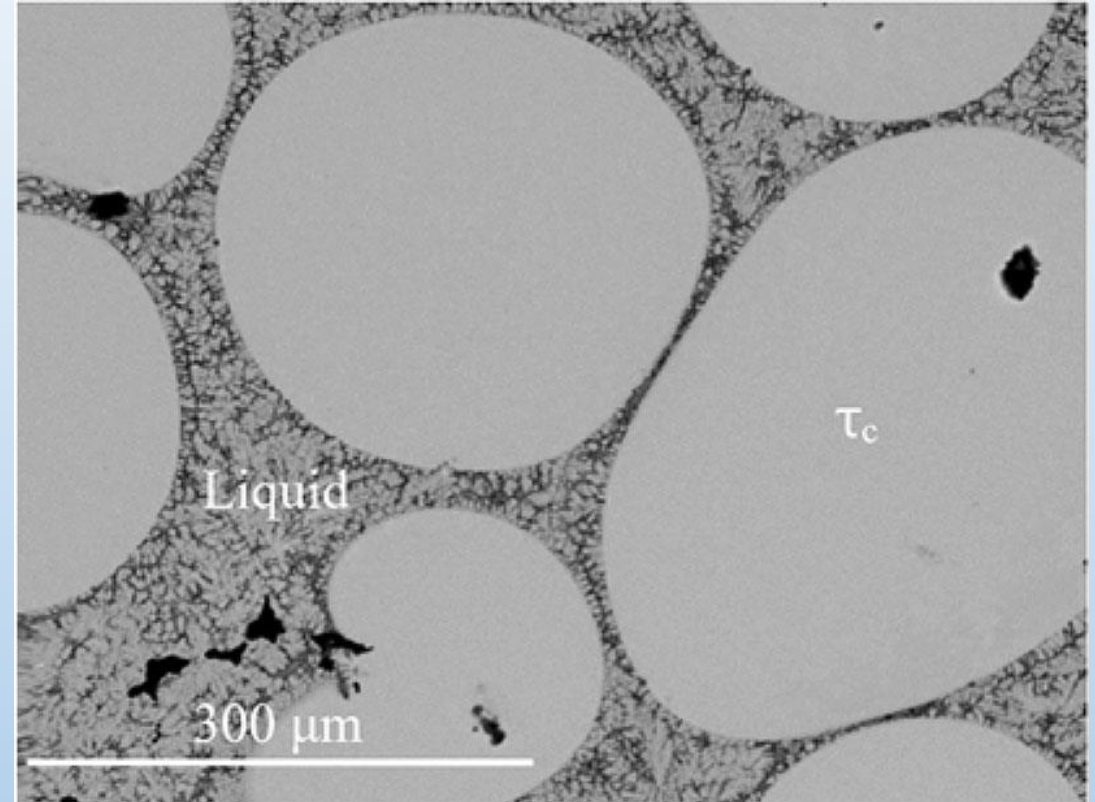
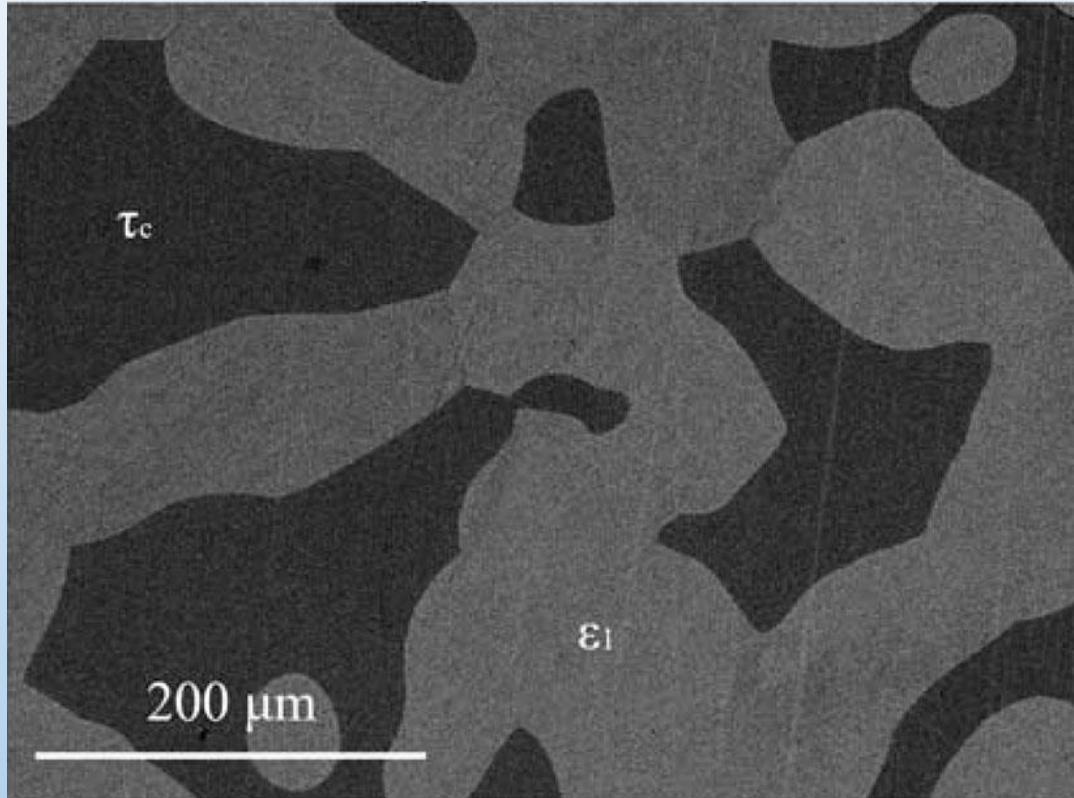
# Iontová sorpční vývěva



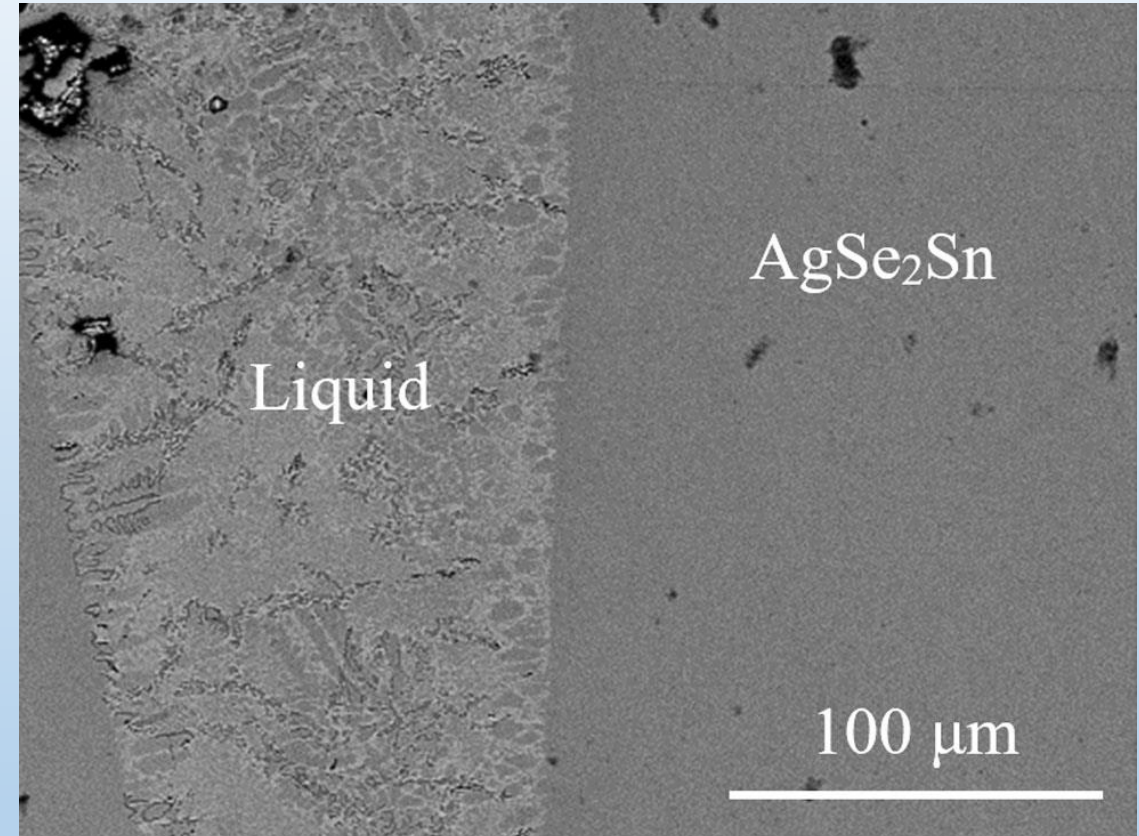
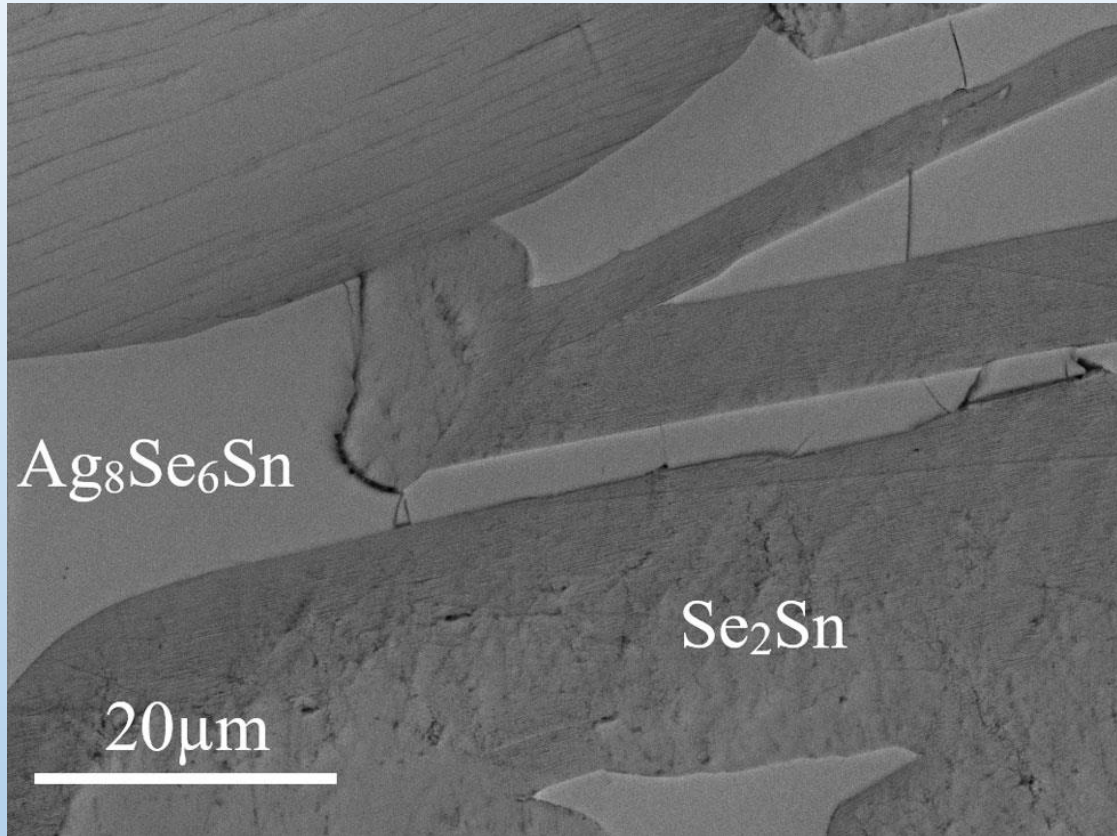
- kombinuje princip transportních a sorpčních vývěv: výboj mezi anodou a katodami ionizuje čerpaný plyn, vnější magnetické pole ovlivňuje pohyb vzniklých iontů
- které z povrchu elektron odprašují Ti. Atomy Ti se usazují na stěnách a vážou plyny (především  $O_2$ ,  $N_2$ ,  $H_2$ )
- Mezní tlak až  $10^{-9}$  Pa







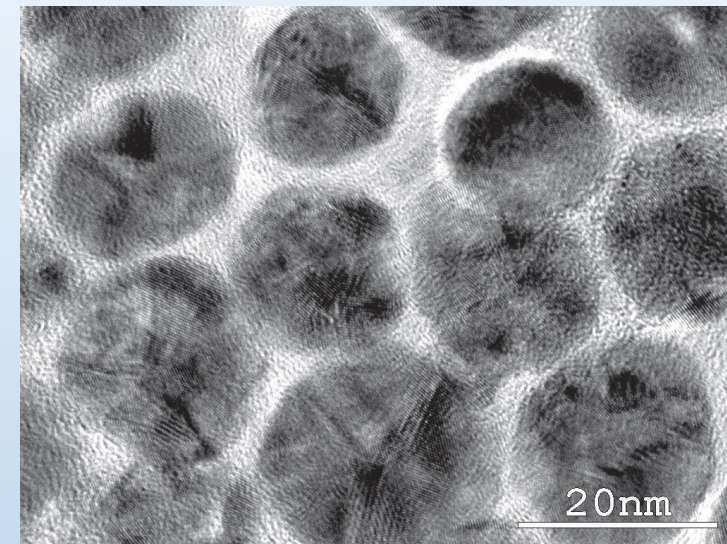
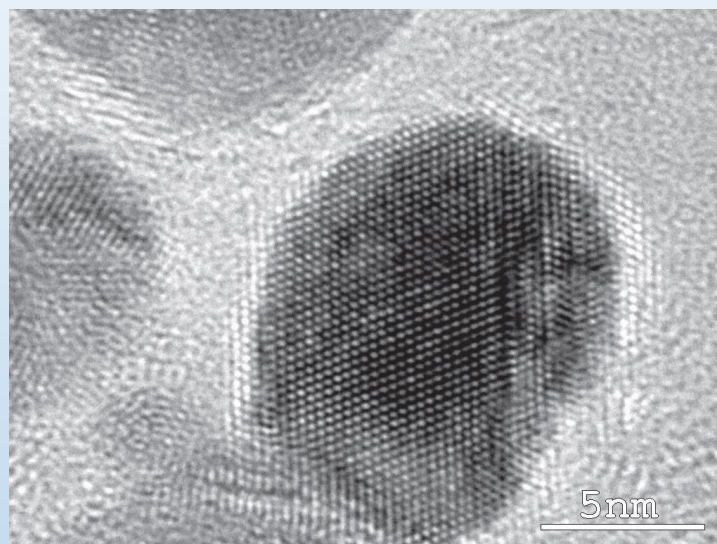
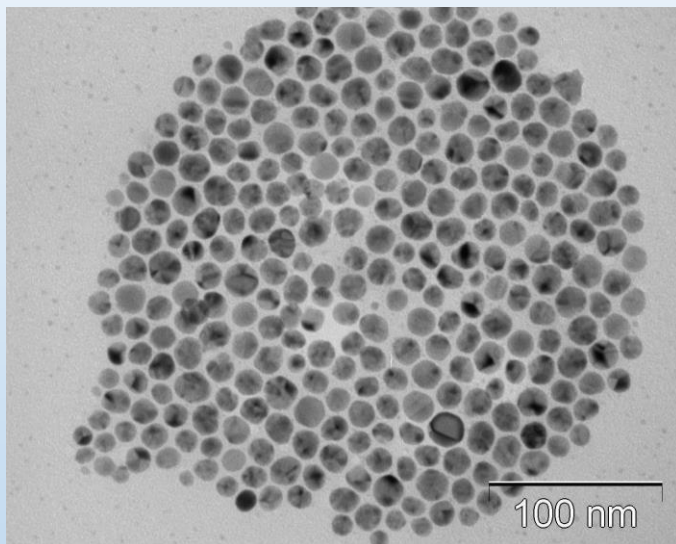
Mikrostruktura dlouhodobě žíhaných vzorků soustavy Al-Cu-Zn



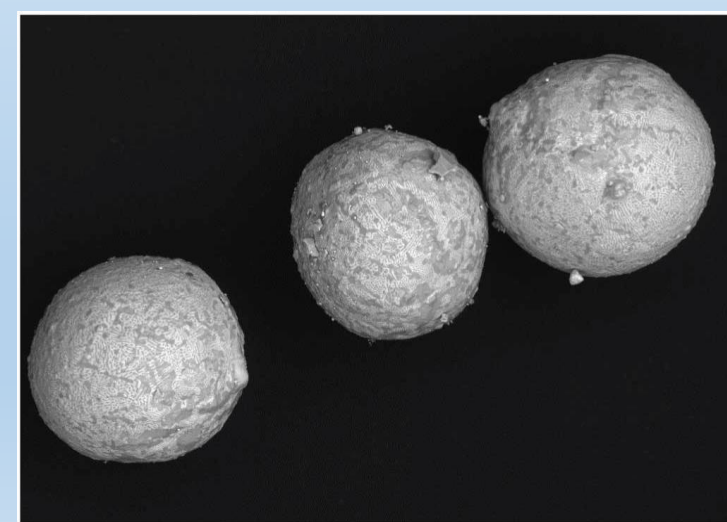
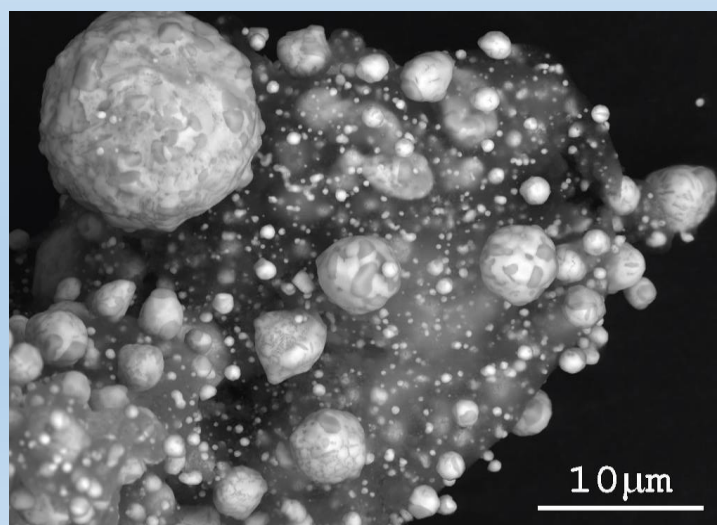
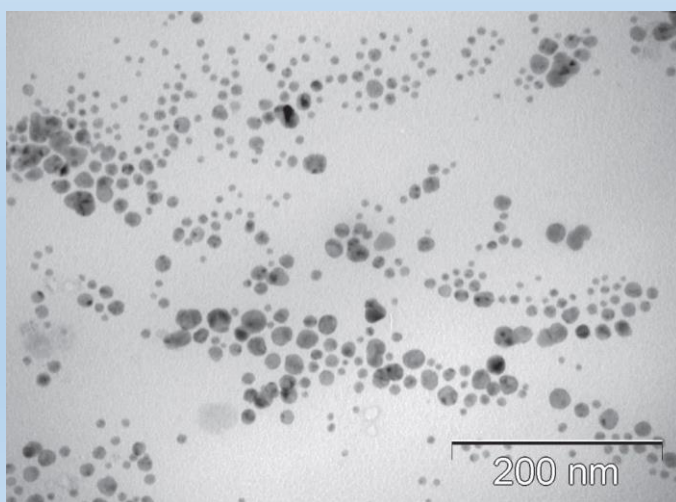
Mikrostruktura dlouhodobě žíhaných vzorků soustavy Ag-Se-Sn



a)



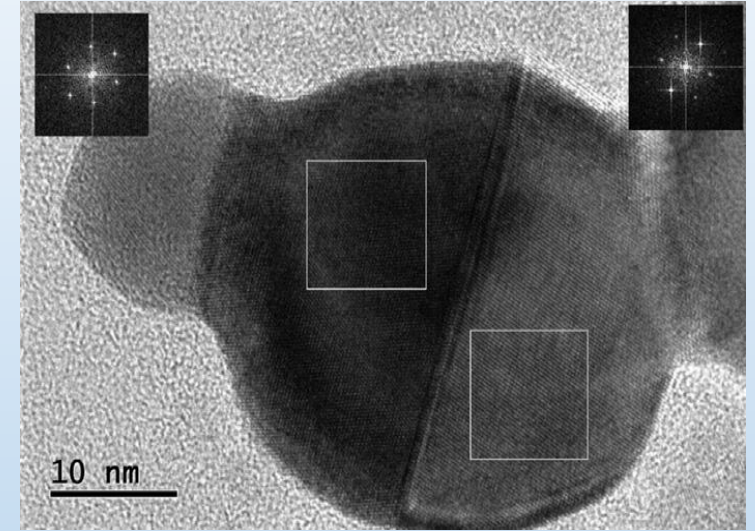
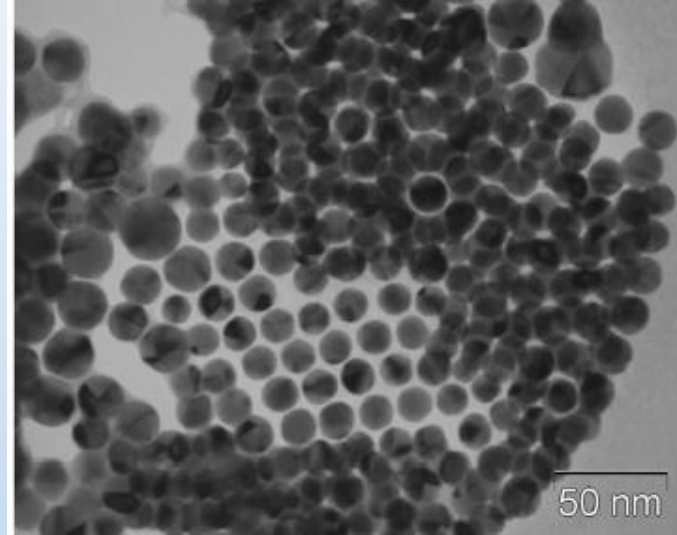
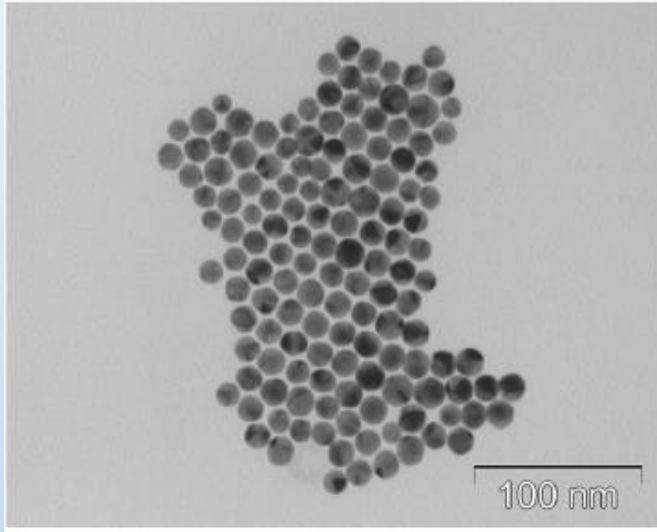
b)



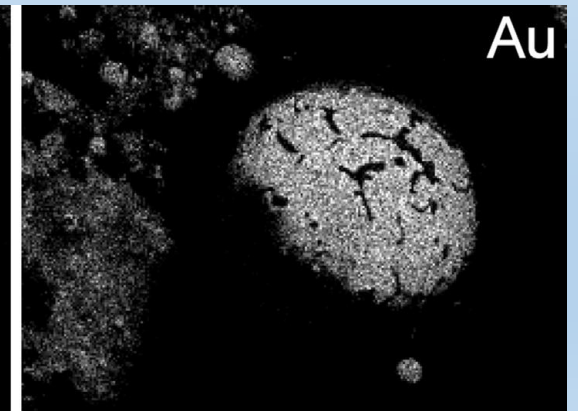
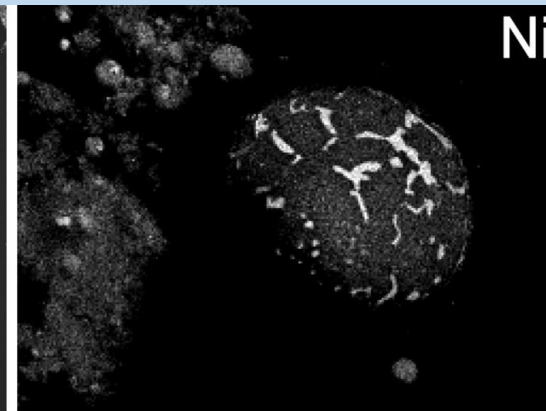
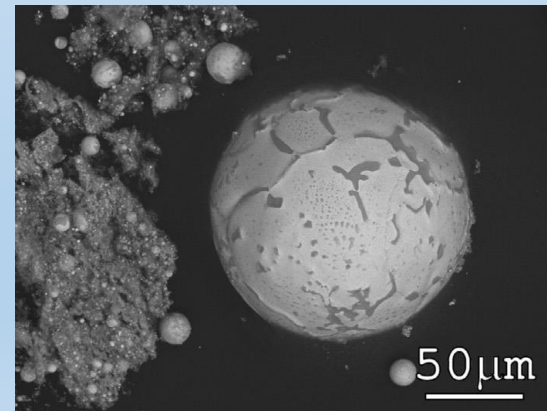
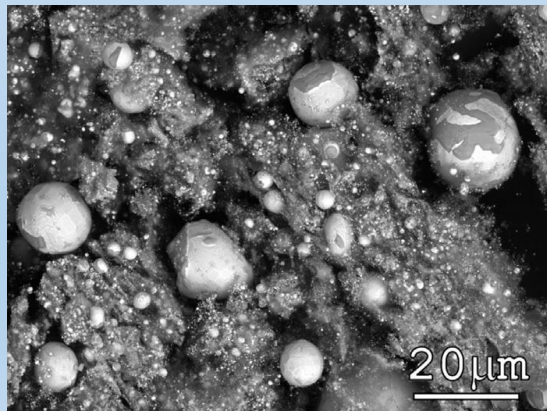
a) (HR)-TEM nanočástic Ag-Cu; b) TEM/SEM NPs AgCu před a po DSC



a)



b)



a) (HR)-TEM nanočástic Au-Ni; b) SEM NPs AuNi po zahřátí na 1200°C