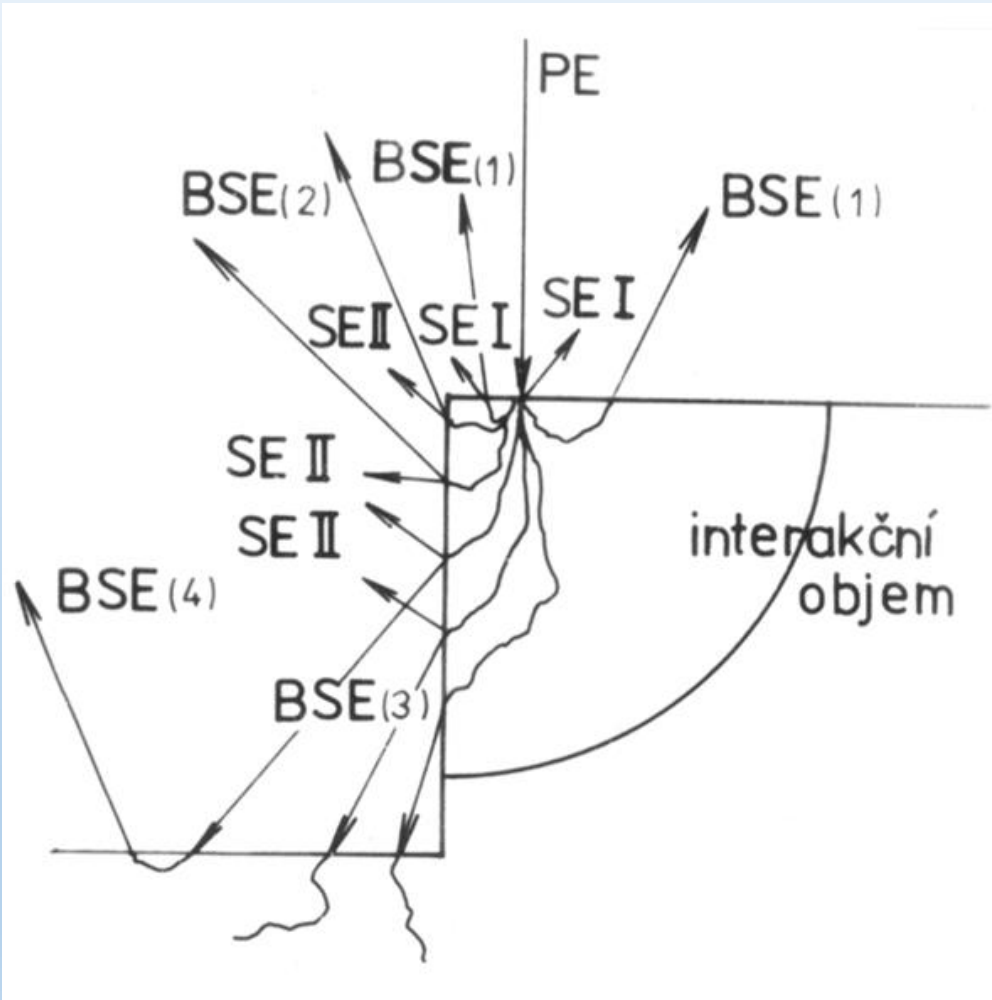


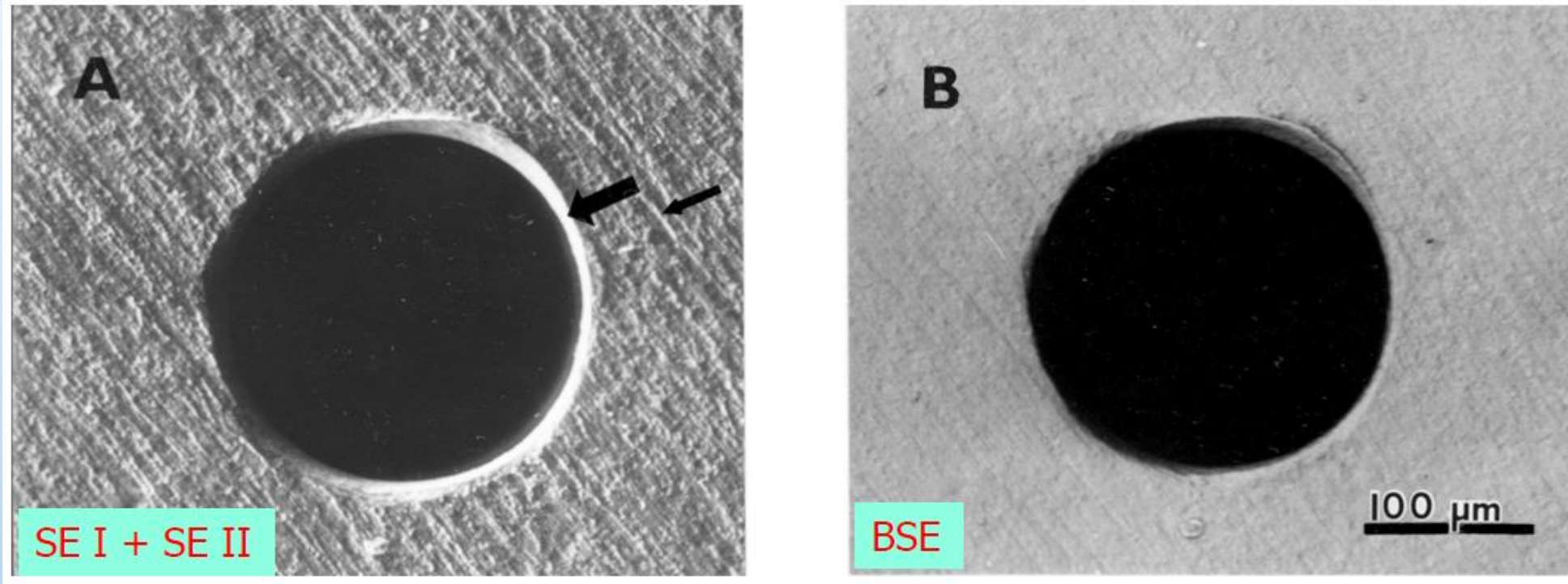


- **Signální e. v SEM:**
 - **SE** ($E \leq 50 \text{ eV}$), koef. emise SE δE_{PE} (300-800 eV) a pak se snižuje se zvyšující E_{PE}
 - **BSE** ($E 50 \text{ eV} - E_{PE}$), η zůstává pro $E_{PE} > 10 \text{ keV}$ téměř neměnný., roste se \bar{Z} vzorku
 - Klasifikace signálních e. : SE I, II, III, IV; BSE I, II, III
- **detektory**
 - **E-T detektor SE:** scintilační: kolektor \rightarrow scintilátor \rightarrow fotony na fotonásobič-vzniklý proud detekován
 - vliv: WD, konstrukční optimalizace, napětí na scintilátoru, napětí na kolektoru, umístění (v komoře, in-lens), r-filtr
 - **BSE detektory:** polovodičové, Robinson, kanálkový, scintilační YAG, YAP
 - **scintilační materiály:** plastické, skleněné, práškové, monokrystalické

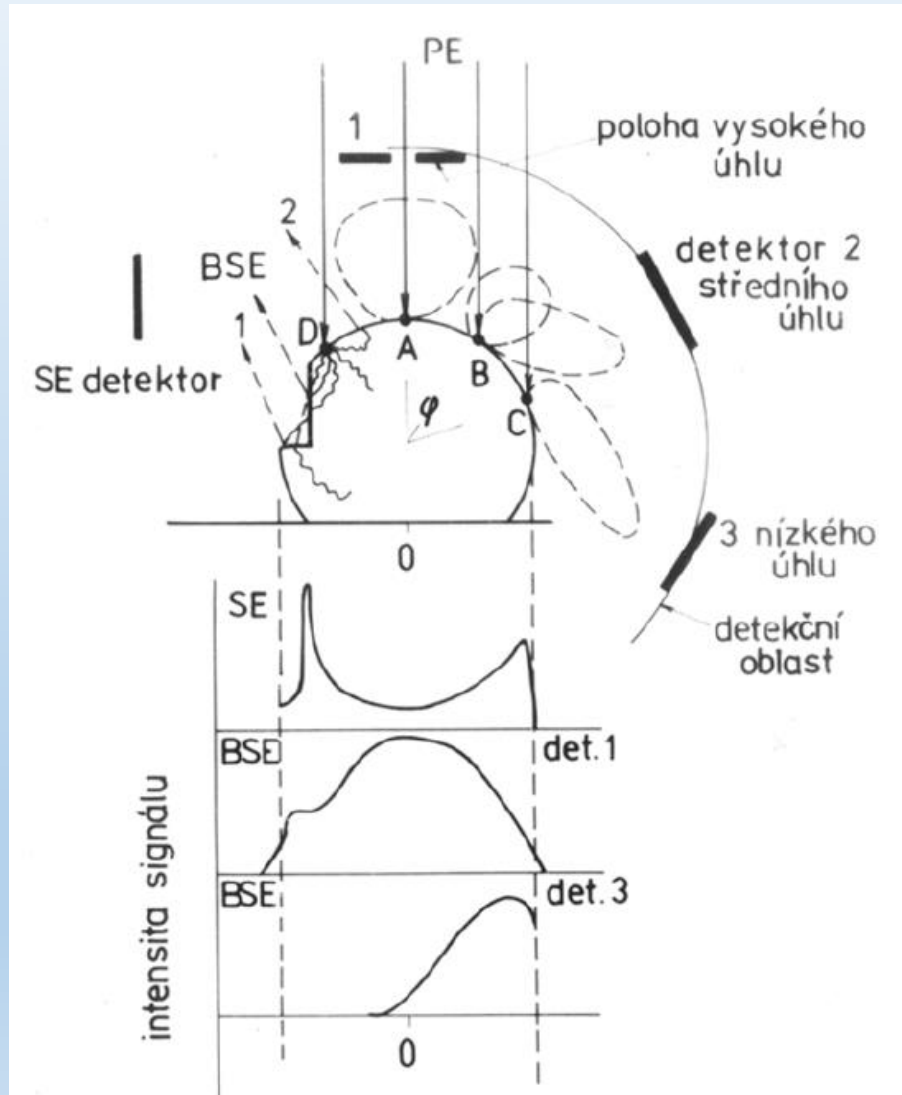


- hrana je příčinou zvýšeného počtu vystupujících elektronů-hlavně BSE II
- BSE II jsou zdrojem SE II
- SE II jsou detekovány, ale BSE II směřují dolů do vzorku
- počet detekovaných SE II je mnohem vyšší než počet detekovaných BSE (k přesvětlení hran dochází v obraze SE)

Model elektronových trajektorií na hraně vzorku



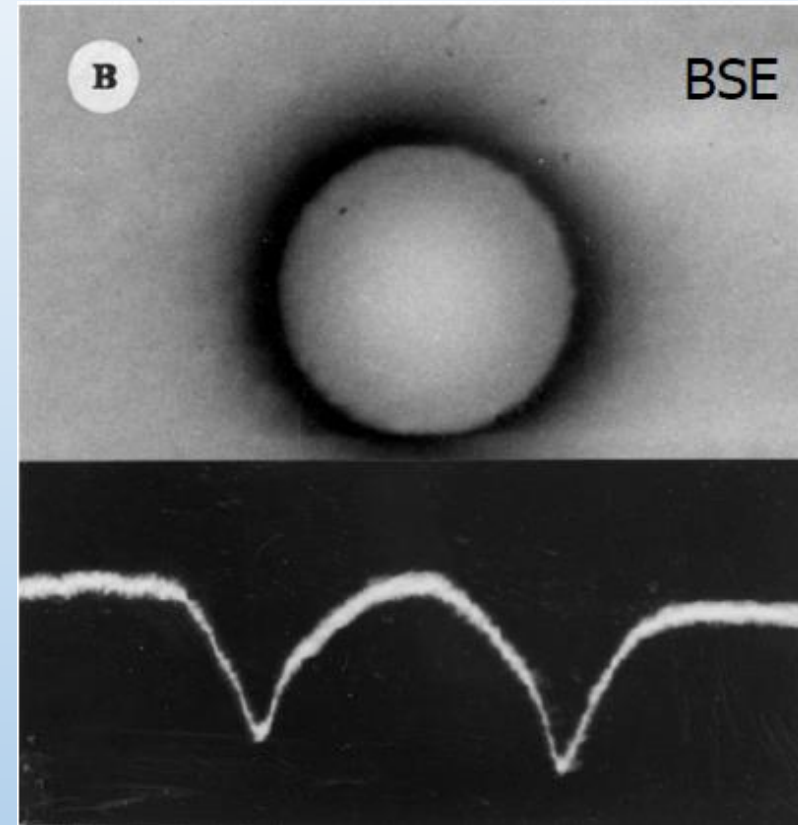
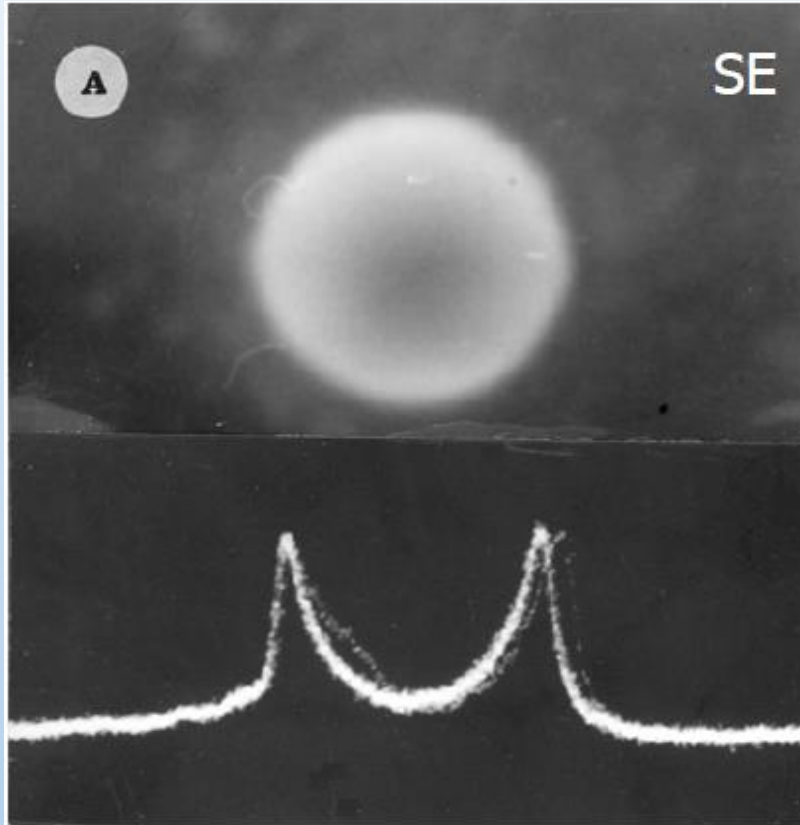
- Díra v molybdenovém plechu a její zobrazení v SE II+II (A) módu a BSE módu
- BSE detektor v poloze vysokého úhlu snímání
- přesvětlení hrany v SE módu na straně přivrácené k SE detektoru
- přesvětlení hran má negativní vliv na správné měření rozlišovacích schopností na vzorku tvořeného trhlinami v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



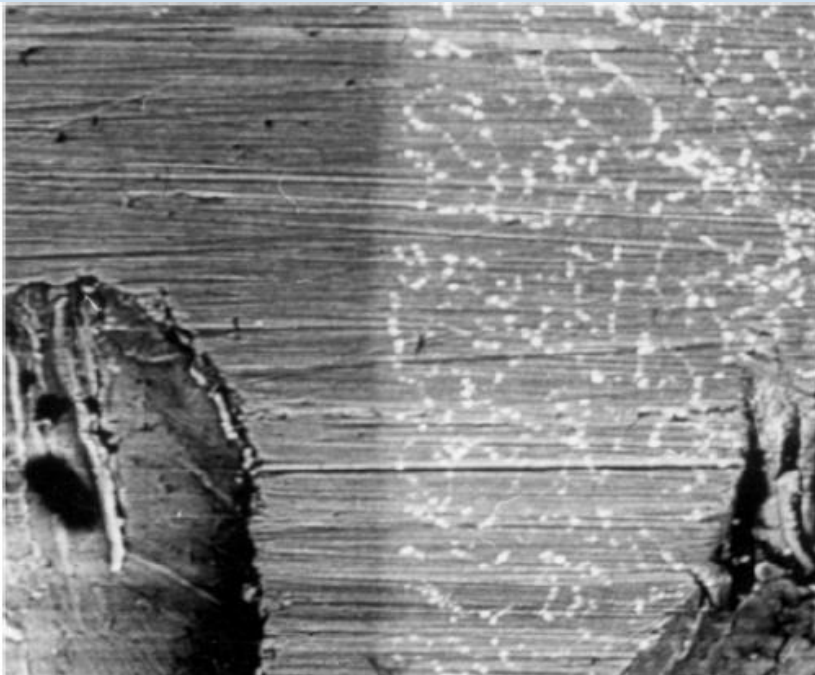
Byly zavedeny dva pojmy BSE kontrastu dle podmínek snímání

- 1. Emisní kontrast:** Je vytvářen celkovým počtem BSE emitovaných ze vzorku v prostorovém úhlu 2π 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 η na středním protonovém čísle vzorku Z . přitom platí, že η se téměř s energií PE nemění v rozsahu 10-40 keV.

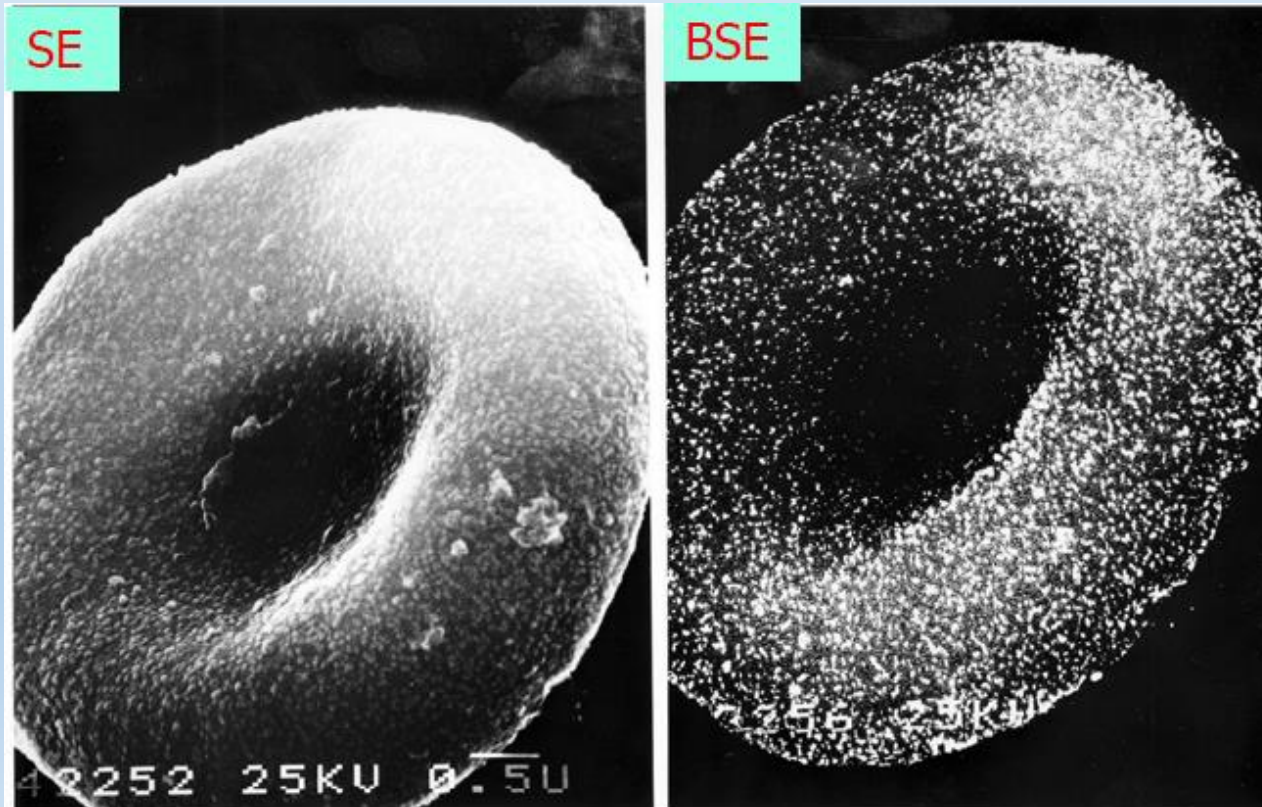
Materiálový kontrast mezi dvěma oblastmi vzorku je vyjádřen jako:

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



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 $10 \mu\text{m}^2$)



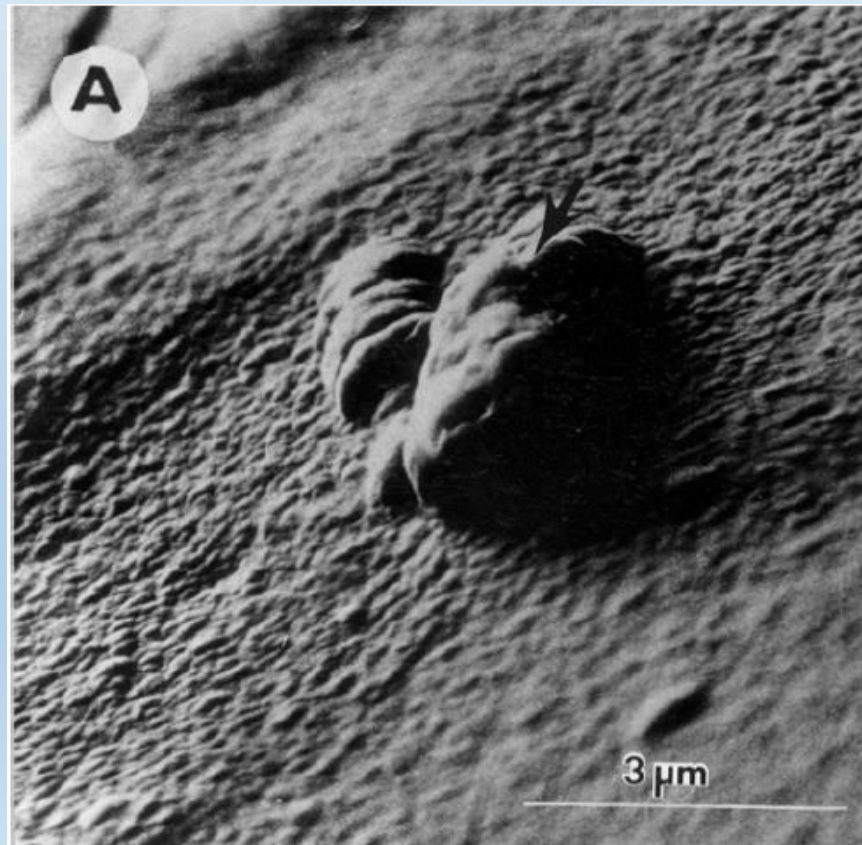
- je komplikován souhrnem několika faktorů
 - zásadně je ovlivněn dvěma složkami (podobně jako u materiálového kontrastu)
- 1. emisní složka:** vyjadřuje rozdíl v počtu elektronů emitovaných ze vzorku. Protože η je rostoucí funkcí náklonu vzorku φ , počet BSE vystupujících z různě nakloněných vzorků 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 φ)
 - 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 Ω , u topografického kontrastu jako závislost počtu BSE jako funkce úhlu snímání ξ
 - čím nižší bude úhel snímání detektoru ξ , tím vyšší bude topografický kontrast a naopak
 - topografický kontrast se zvyšuje s náklonem vzorku φ 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

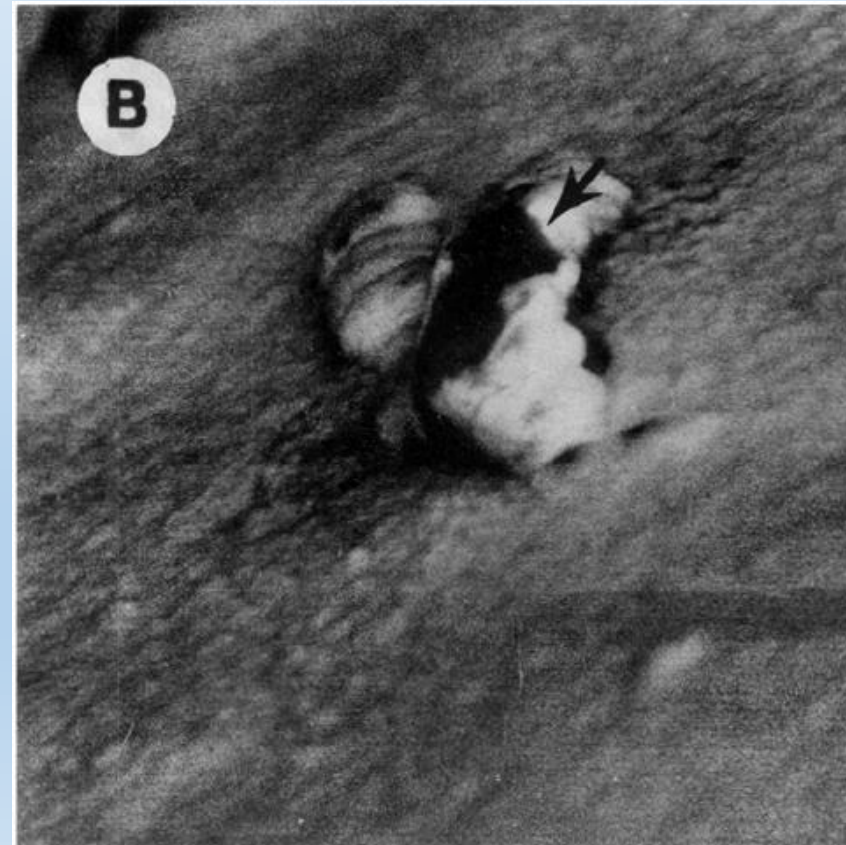


- náklon vzorku $\varphi = 70^\circ$
- úhel sběru $\Omega = 1/3\pi$ sr
- úhel snímání $\xi = 15^\circ$
- vzorek s příměsí mědi

a) topografický kontrast



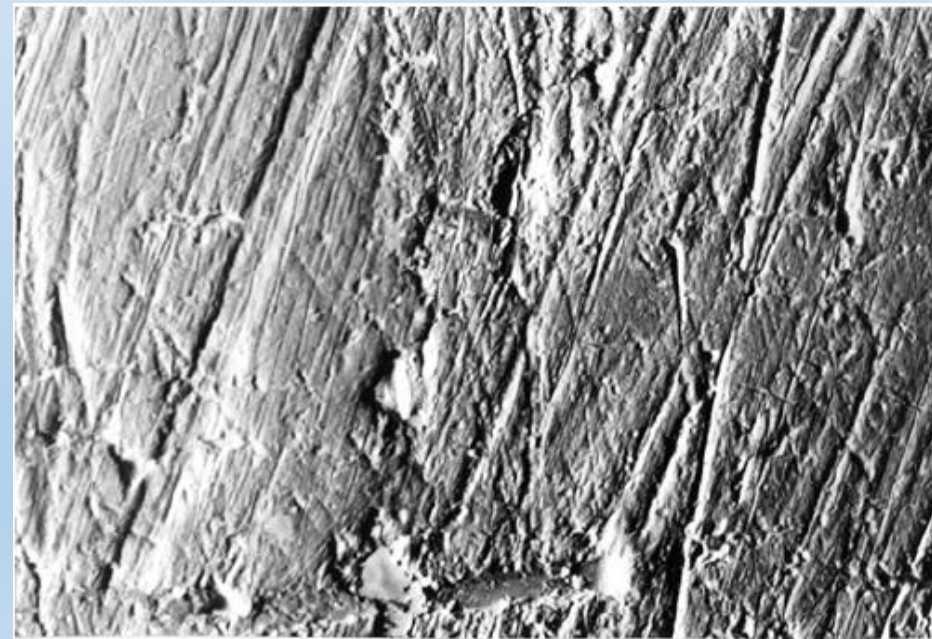
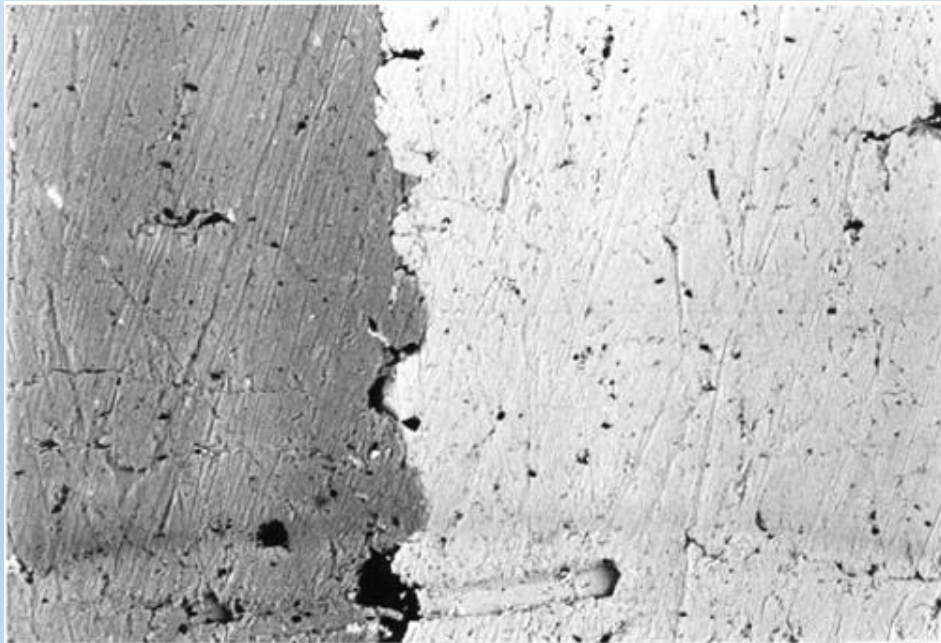
b) materiálový kontrast



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°
- Topografický kontrast je dán odečítáním signálu detektoru A od detektoru B



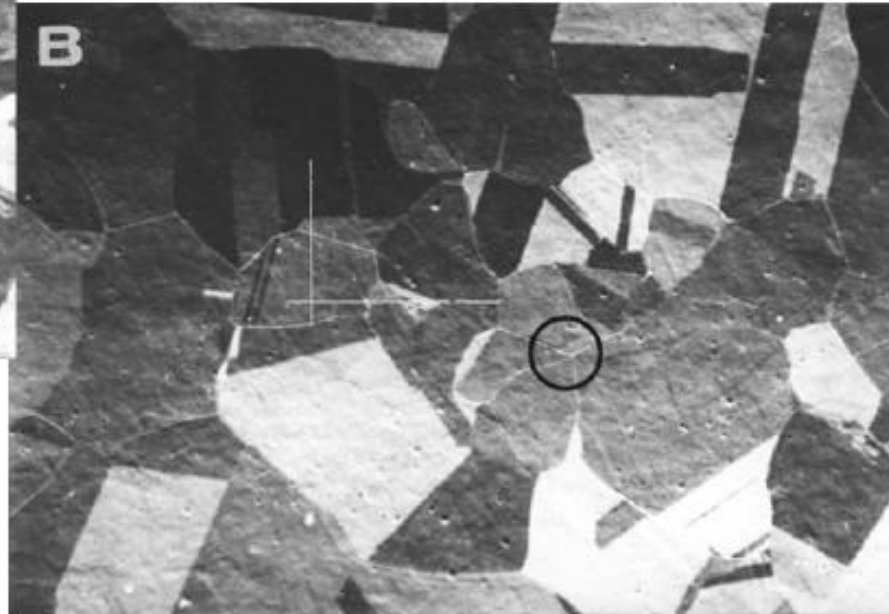


- Je-li vzorek složen z oblastí, kde jsou atomy pravidelně uspořádány v krystalové mříži, dochází ke změnám v počtu BSE a SE emitovaných z těchto oblastí. Výsledkem těchto změn je kanálový kontrast (též zvaný orientační)
- **příčina změny počtu emitovaných BSE a SE spočívá v tom, že PE dopadající na 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° způsobuje změnu kanálového kontrastu
 - co nejmenší odchylky svazku PE

Kanálový kontrast-polykrystalická Cu



SE mód

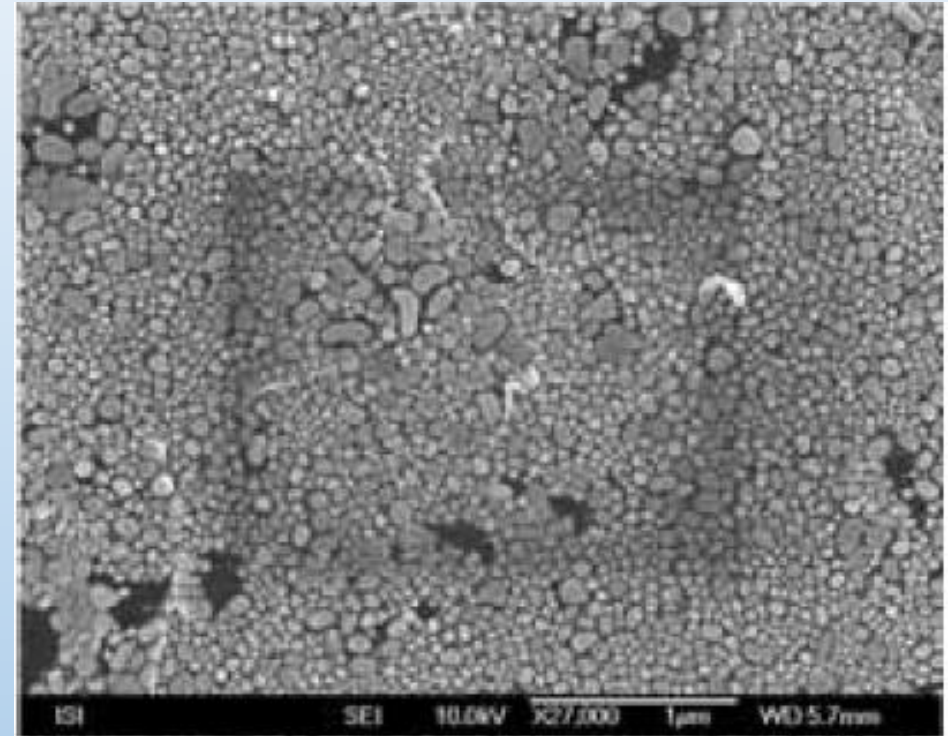
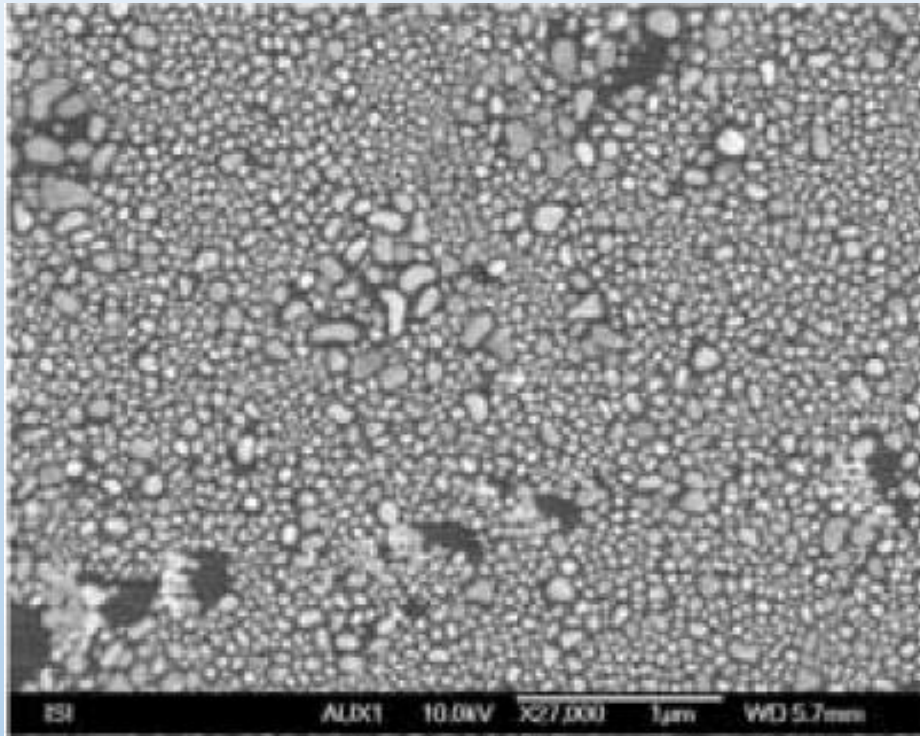


BSE mód



- 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

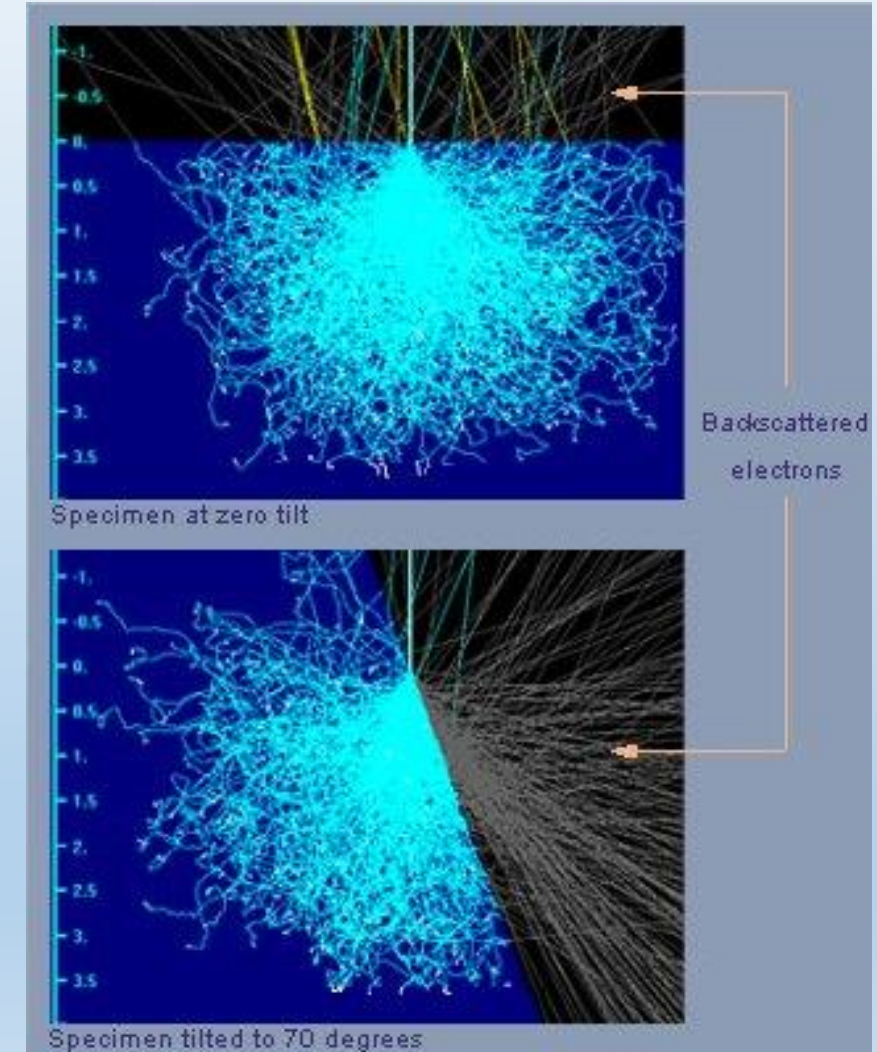


Zlaté kuličky na uhlíku. AUX 1 = YAG-BSE detektor (vlevo), SEI = „in lens“ SE detektor (vpravo)

Metoda pro vyhodnocení, analýzu a vizualizaci mikrostruktury vzorku
V EBSD interaguje PE s nakloněným krystalickým vzorkem a difraktované elektrony tvoří vzor, který lze detekovat. Difrakční obrazec je charakteristický pro krystalovou strukturu a orientaci v bodě (nebo objemu), kde elektronový paprsek interaguje se vzorkem. Difrakční obrazec lze tedy použít k určení orientace krystalu, rozlišení mezi krystalograficky odlišnými fázemi, charakterizaci hranic zrn a poskytnutí informací o lokální krystalické dokonalosti.

Když je elektronový paprsek skenován v mřížce přes polykrystalický vzorek a orientace krystalu je měřena v každém bodě, výsledná mapa odhaluje morfologii zrn, orientace a hranice. Tato data mohou být také použita k zobrazení preferované krystalové orientace (tj. textury) ve vzorku. Tak může být pomocí EBSD snadno stanovena úplná a kvantitativní reprezentace mikrostruktury.

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

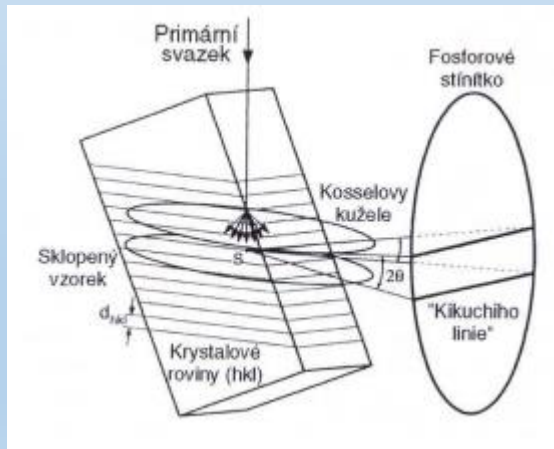


Vznik EBSD obrazců je rozdělen do dvou kroků, u kterých se předpokládá, že se vzájemně neovlivňují

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:

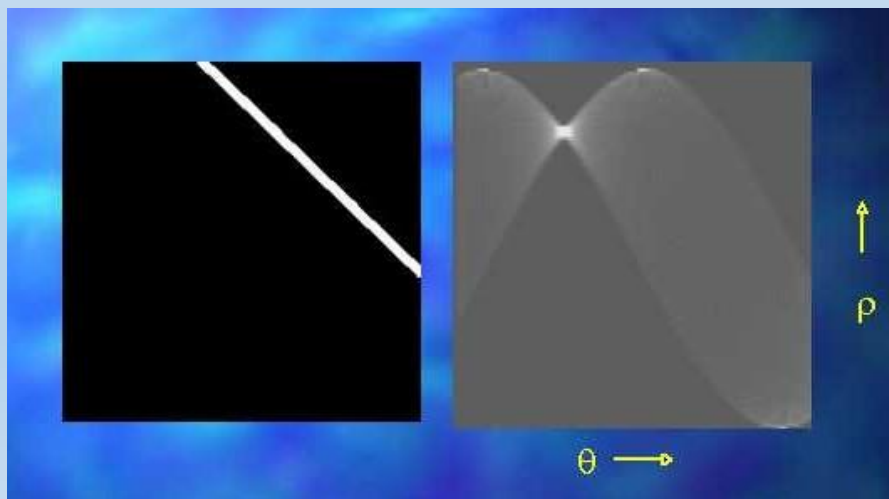
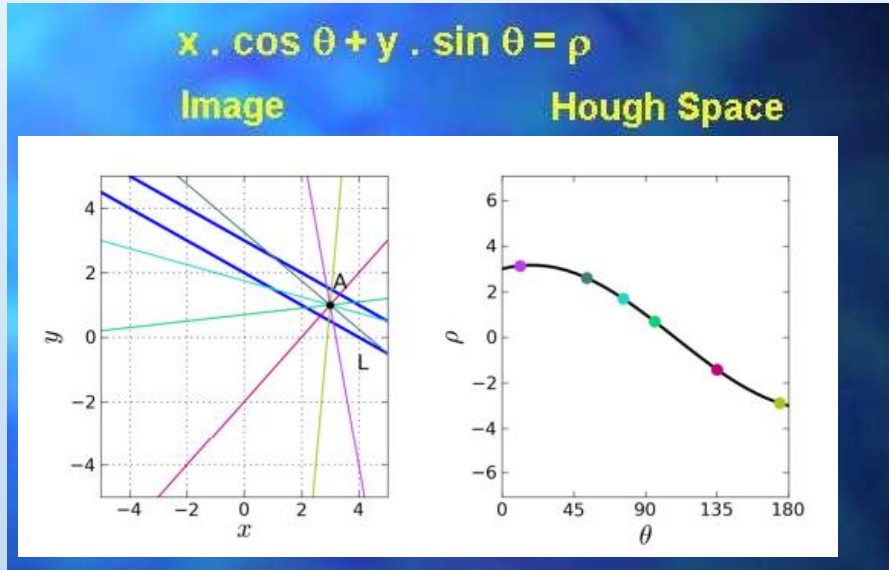
$$n\lambda = 2d_{hkl}\sin\theta$$

, kde n je řád difrakce, λ vlnová délka e., d_{hkl} mezivrstevná vzdálenost difraktujících rovin a θ je úhel dopadu e. na danou osnovu rovin

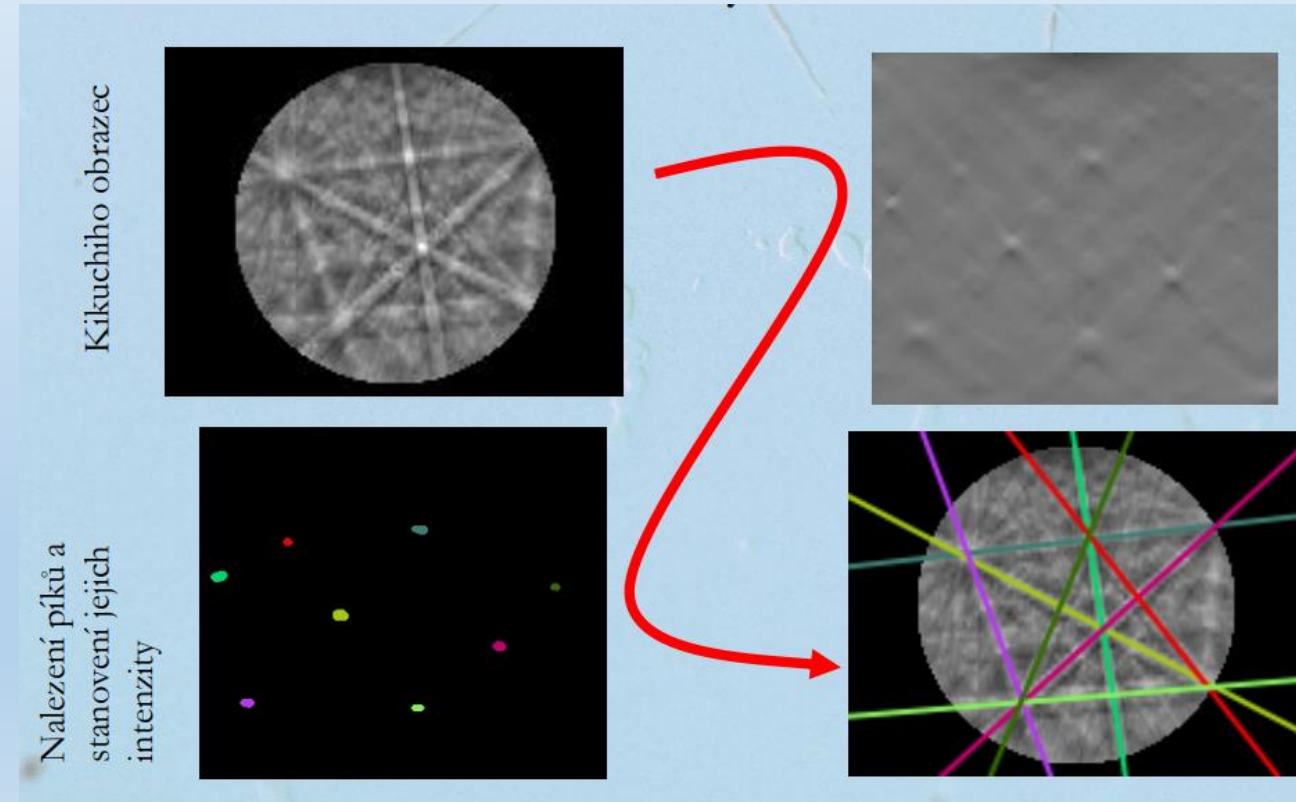


Difraktované paprsky vystupují z nakloněného vzorku, které tvoří povrchy kuželů s vrcholovým úhlem 4θ . Každé osnově rovin přísluší dvojice difrakčních kuželů (difrakce z obou stran dané osnovy rovin). Při protnutí rovinného stínítka vznikají dvě hyperboly se zanedbatelnou křivostí, které můžeme aproximovat 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

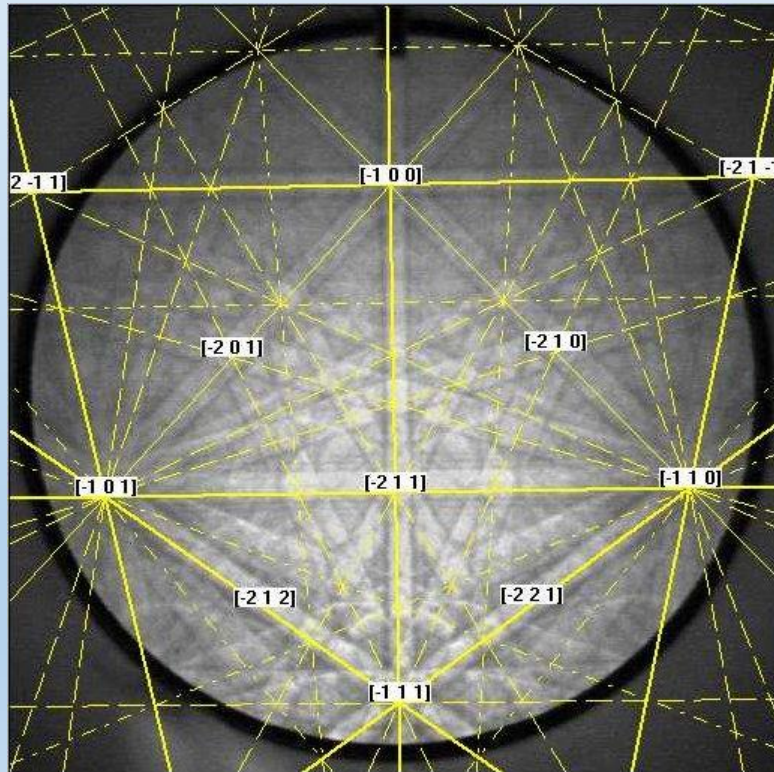
Vyhodnocení Kikuchiho obrazců



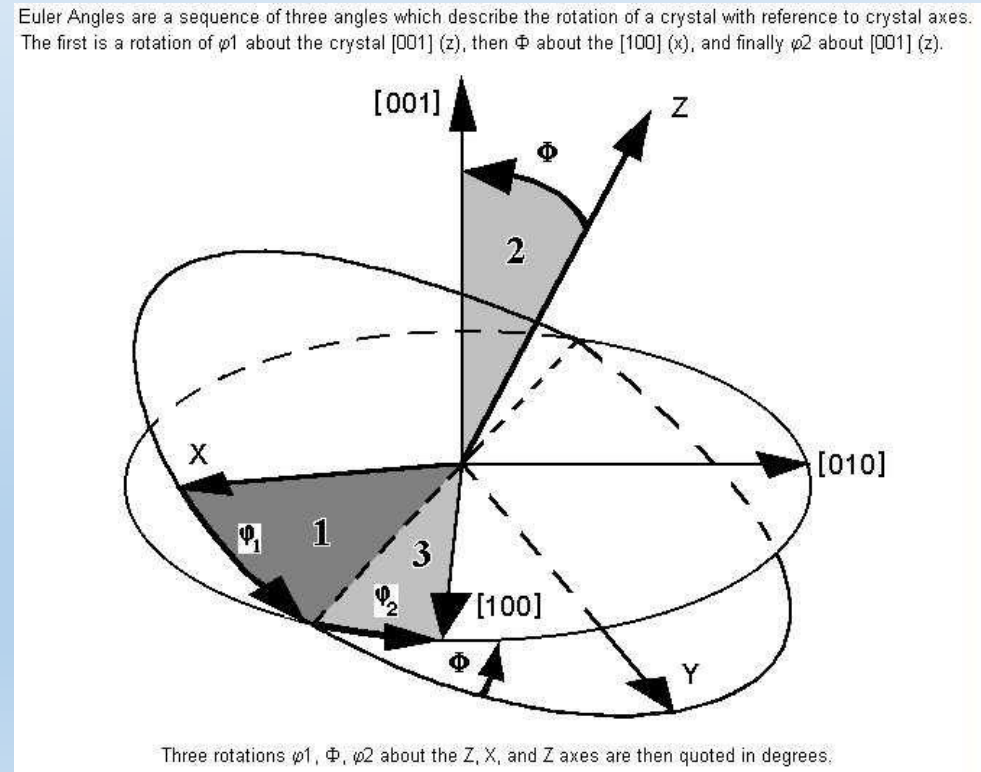
Houghova transformace: Slouží k transformaci Kikuchiho pásů na píky. Pás – přímku si parametrizuje v polárních souřadnicích (r, σ) načej sečteme intenzitu „po přímce“



vyhodnocený obrazec



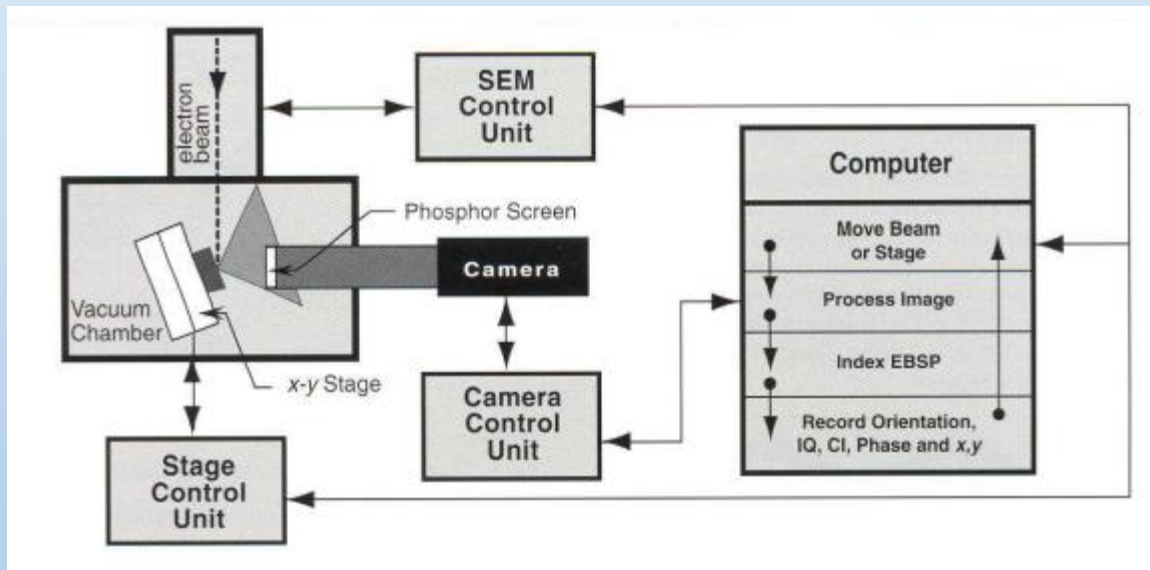
definice Eulerových úhlů



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

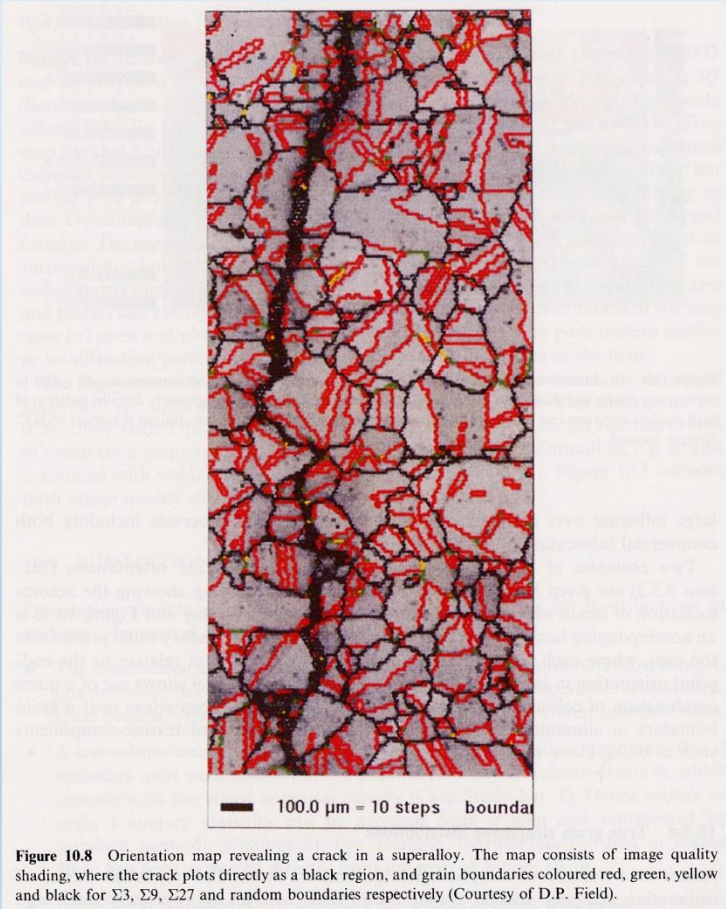
Z vyhodnocení plyne:

- lokální orientace
- identifikace struktury

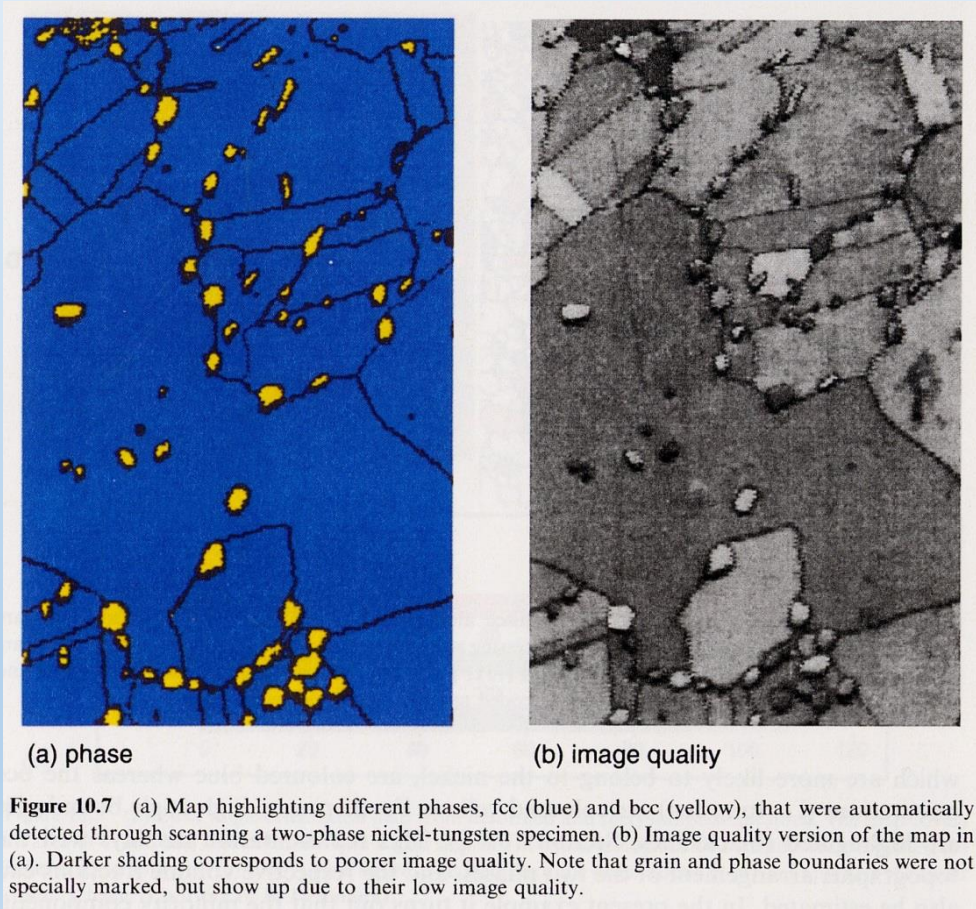


Objemový vzorek je v držáku mikroskopu nakloněn na úhel cca 70°, aby bylo možné pozorovat Kikuchiho linie vystupující z povrchu vzorku na fluorescenčním fosforovém stínítku. Toto stínítko je obvykle umístěno ve vzdálenosti cca 25-40mm od studovaného vzorku. Difraktogramy jsou ze stínítka snímány CCD 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

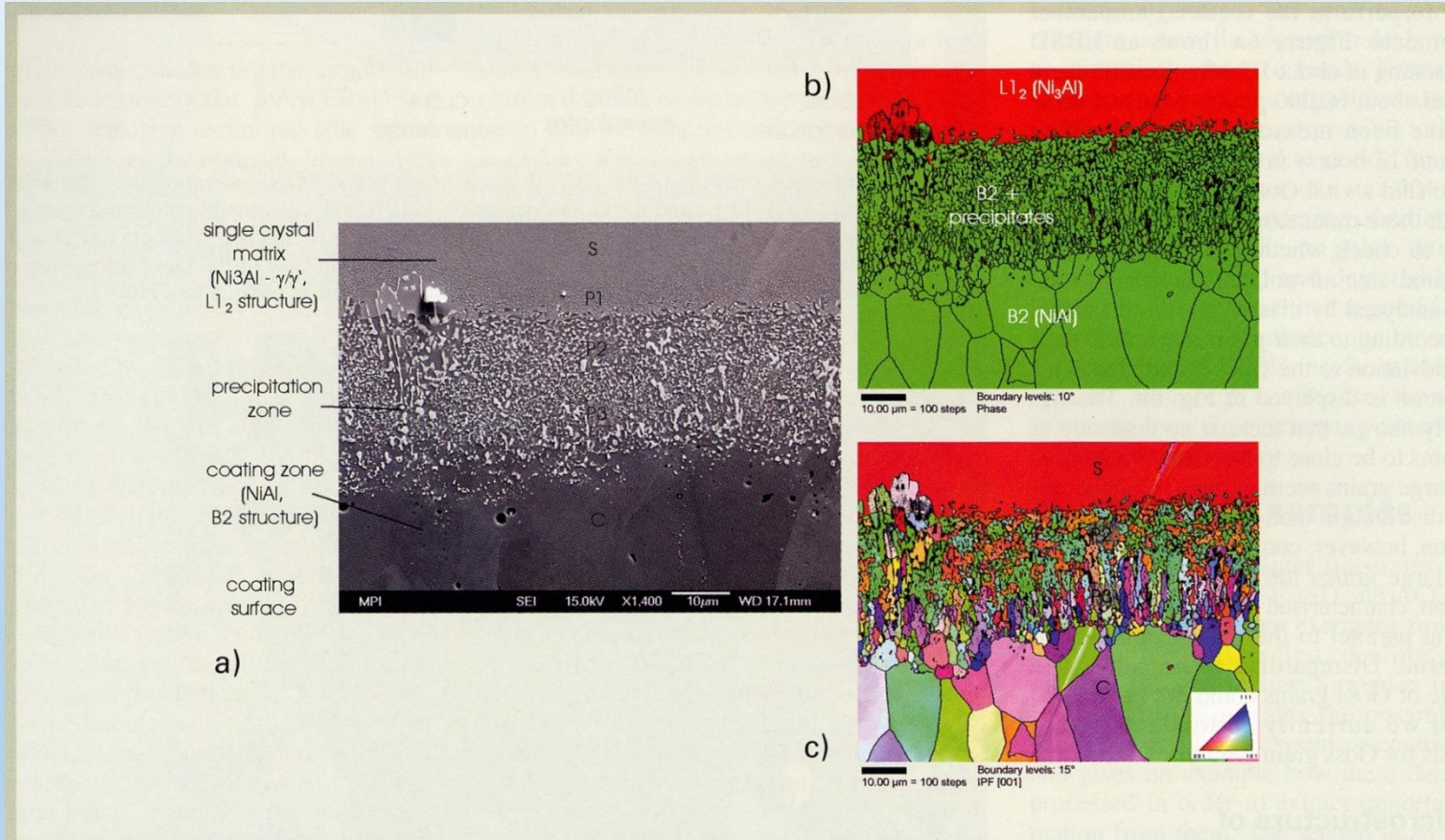


Fig. 7 Microstructure of the interface between a Ni-based superalloy single crystal (top) and an Al-rich coating formed by pack-cementation (bottom). a) BSE image showing mainly compositional contrast. The ACOM of the area marked in a) are shown in b) and c). b) is the phase distribution (showing fcc=Ni₃Al, 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

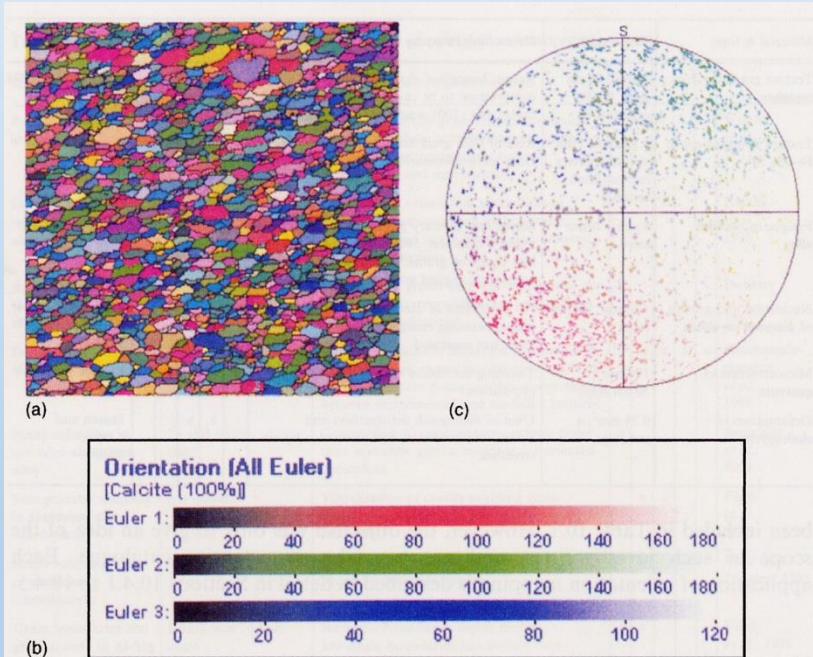


Figure 10.5 (a) Euler angle orientation map from deformed and recrystallised limestone. The map covers an area of 1 mm² and was obtained with a grid step size of 4 μm, giving 62,500 orientations altogether; (b) Euler angle colour key; (c) {0001} pole figure, obtained from the orientations in (a) and applying the Euler colour scheme (Courtesy of B. Neumann).

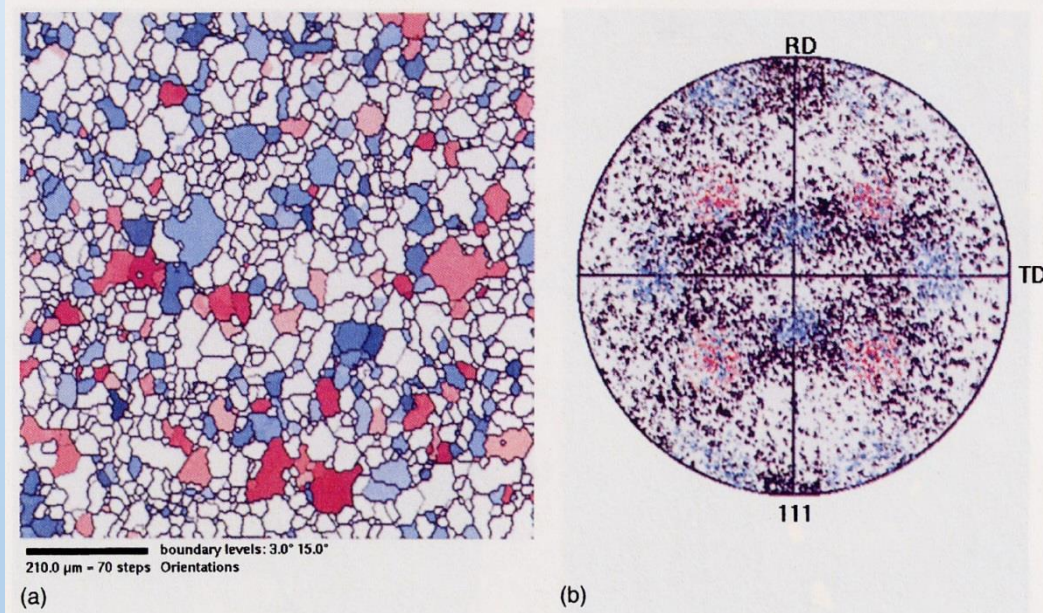


Figure 10.6 (a) Orientation map of recrystallised aluminium sheet. Cube and *R*-oriented grains are coloured red and blue respectively in a post processing step; high-angle and low-angle grain boundaries are depicted by thick and thin lines respectively; (b) {111} pole figure derived from the map in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

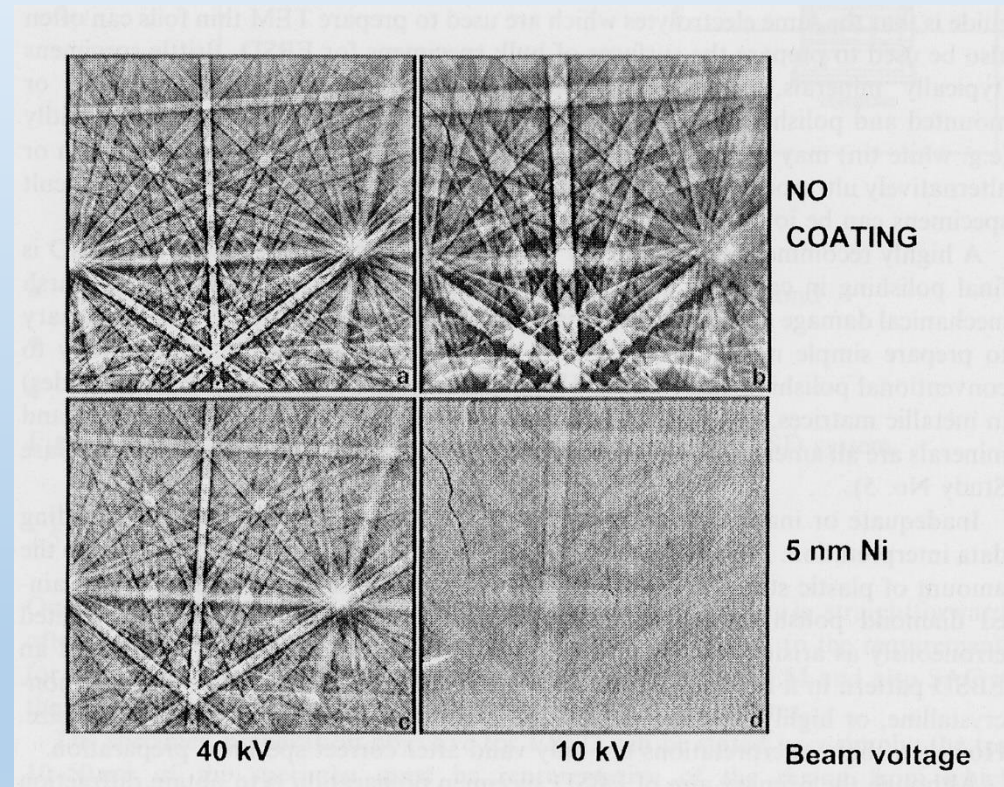


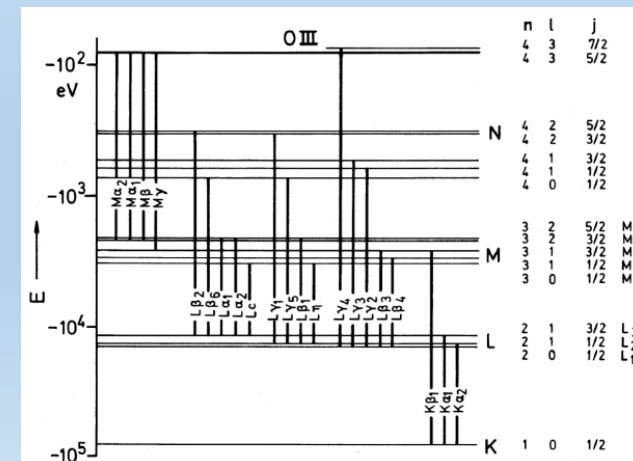
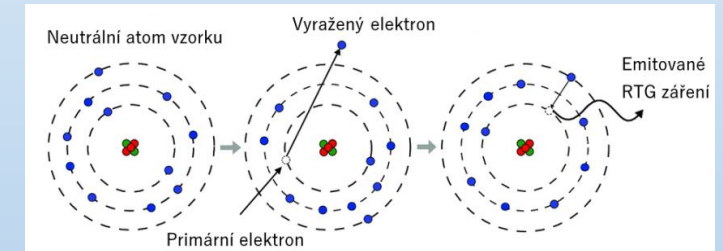
Figure 7.8 Illustration of the penetration depth of the electron beam in a silicon EBSD specimen. (a) No coating, 40 kV accelerating voltage; (b) no coating, 10 kV accelerating voltage; (c) coating with 5 nm of nickel, 40 kV accelerating voltage; (d) coating with 5 nm nickel, 10 kV accelerating voltage. 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 (α , β , γ , atd.) označuje přechod přes slupky
 - Číslo značí intenzitu dané čáry v sestupném pořadí

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



Charakteristické RTG záření

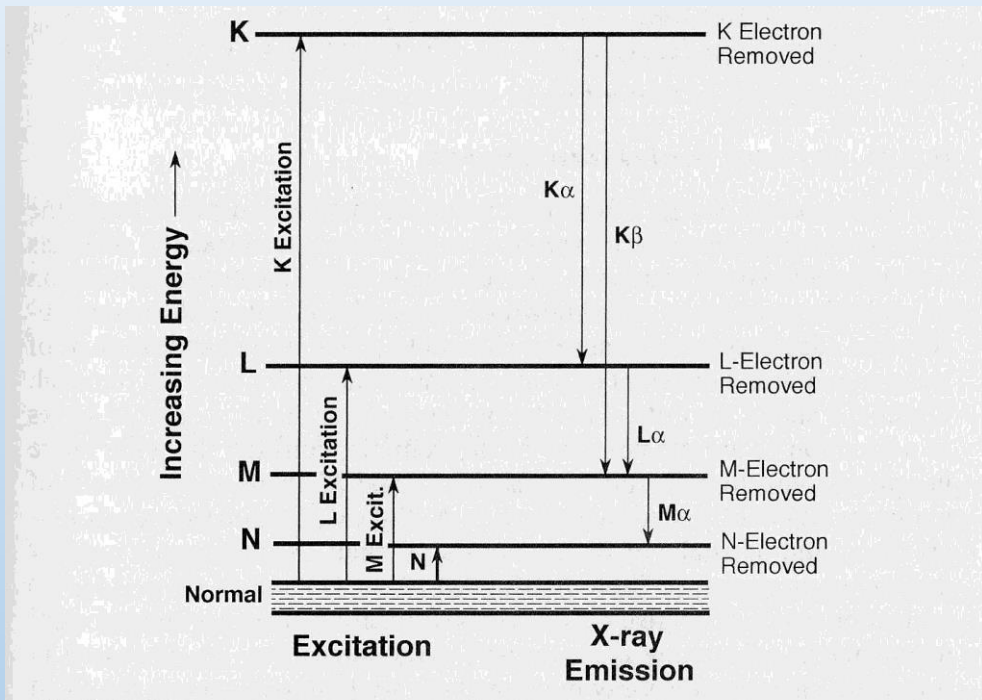


Figure 6.7. Energy level diagram for an atom. The energy of the atom increases upon ionization of the K , L , M , or N shell (excitation). As the atom's energy returns to normal, $K\alpha$, $K\beta$, $L\alpha$, and $M\alpha$ x-rays are emitted from the atom. Each horizontal line represents the energy of an electron state. Zero energy represents an atom at rest with no electrons missing (normal).

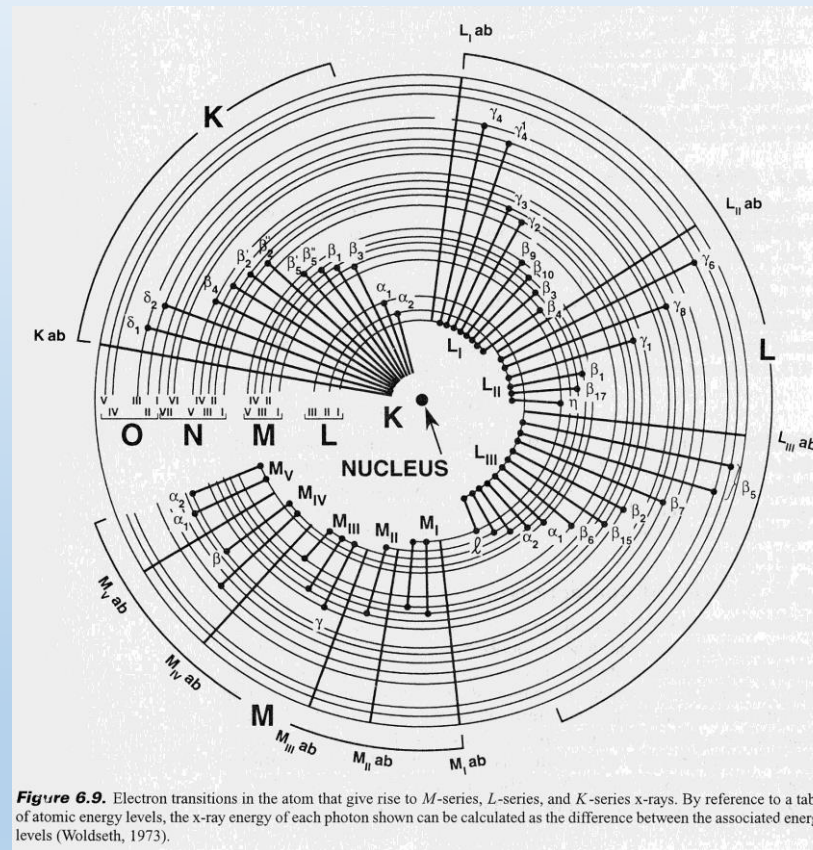


Figure 6.9. Electron transitions in the atom that give rise to M -series, L -series, and K -series x-rays. By reference to a table of atomic energy levels, the x-ray energy of each photon shown can be calculated as the difference between the associated energy levels (Woldseth, 1973).

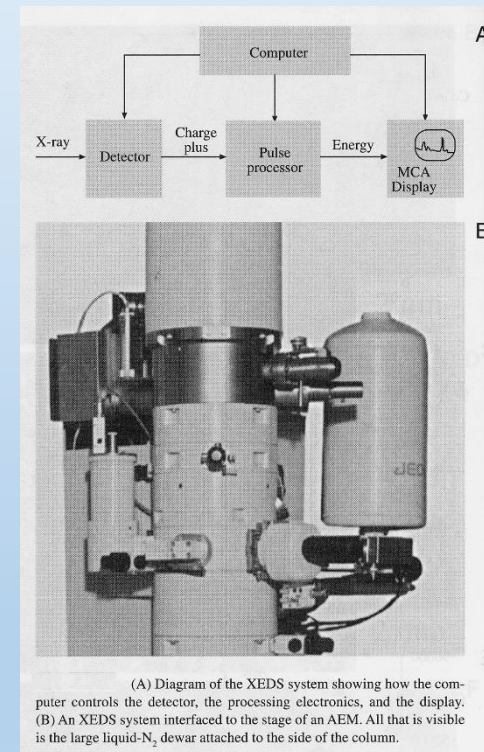
- charakteristické spektrum RTG záření je zásadní pro analýzy chemického složení vzorku
- je nutná rychlá a přesná detekce emitovaného RTG záření
- analyzátoři:
 - Energy Dispersive Spectrometer – EDX, EDS: rozklad záření dle energie
 - Wavelength Dispersive Spectrometer – WDX, WDS: rozklad záření dle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



Energiově disperzní spektrometr EDX



- schopný registrovat více než 10^6 RTG pulzů za sekundu a rozřídít 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 mm²



- 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

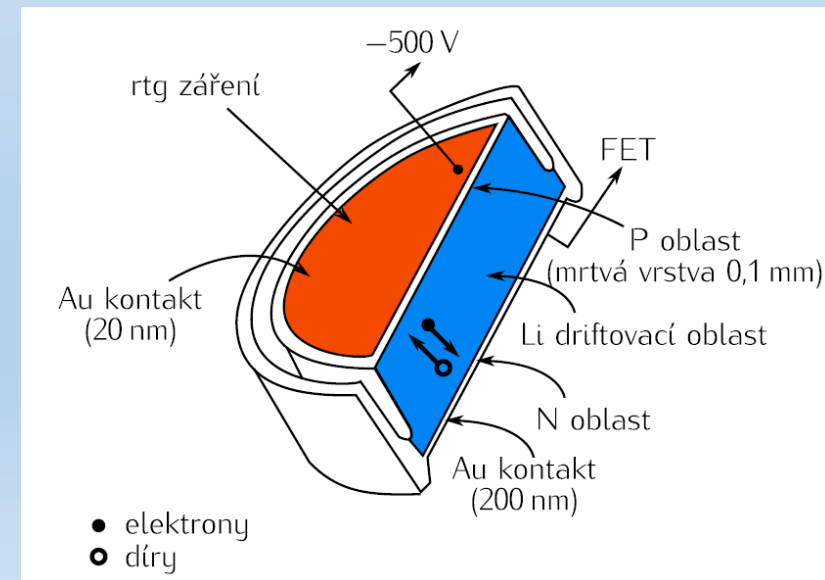
$$n = \frac{E_x}{\omega}$$

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

- amplituda impulsu napětí je vyjádřena vztahem:

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

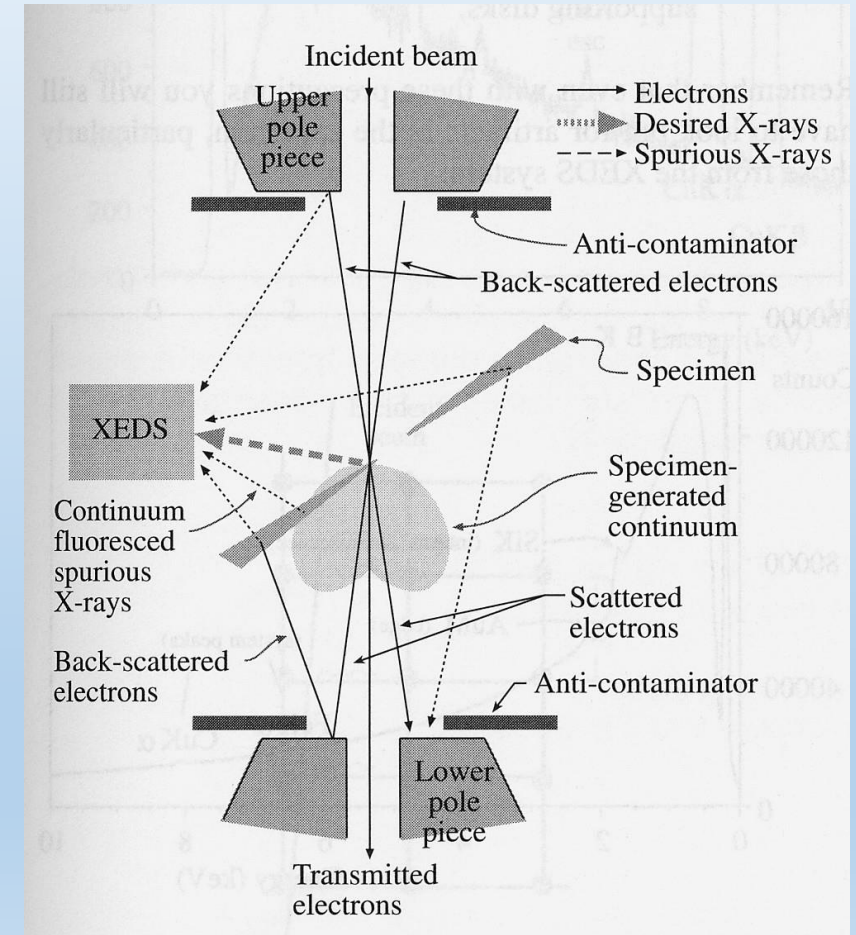
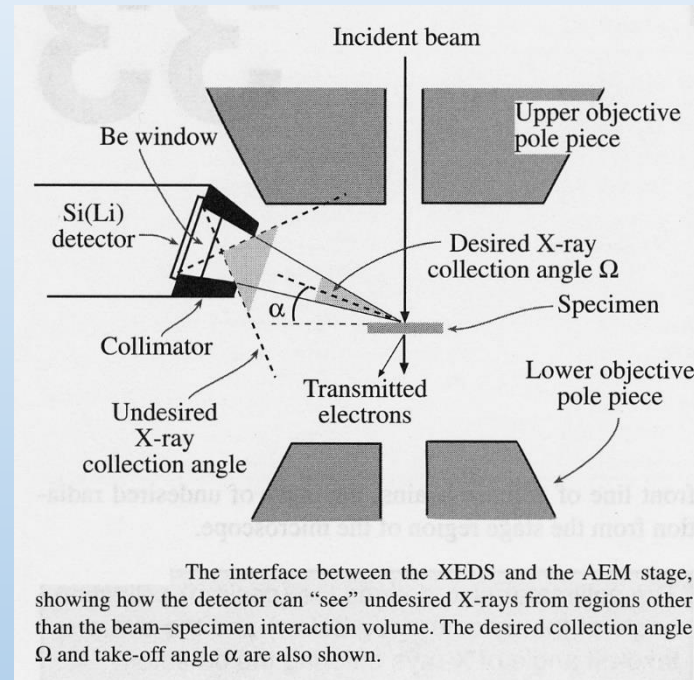
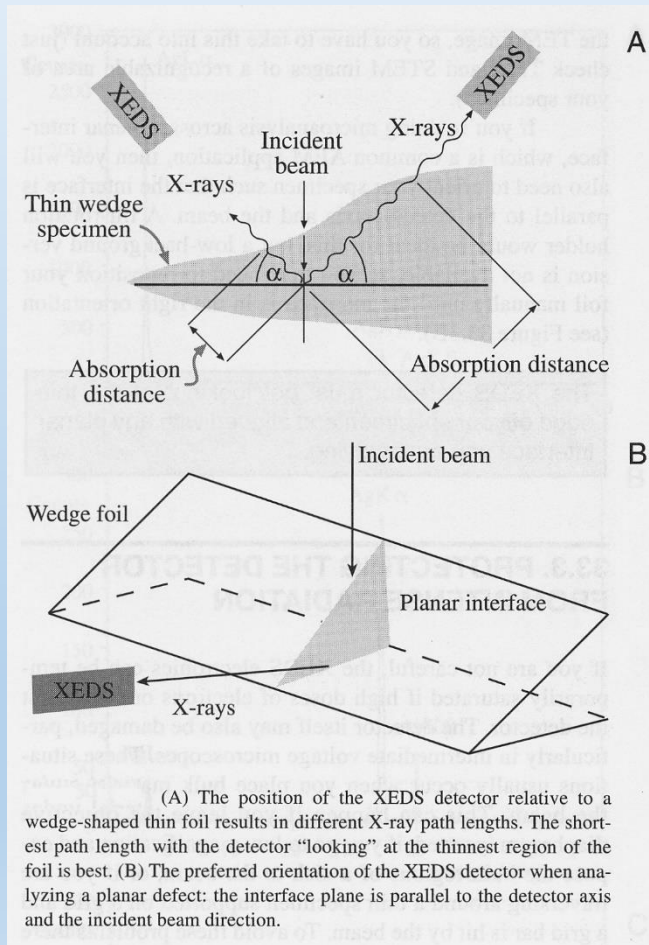
, kde e je elementární náboj a C celková kapacita systému



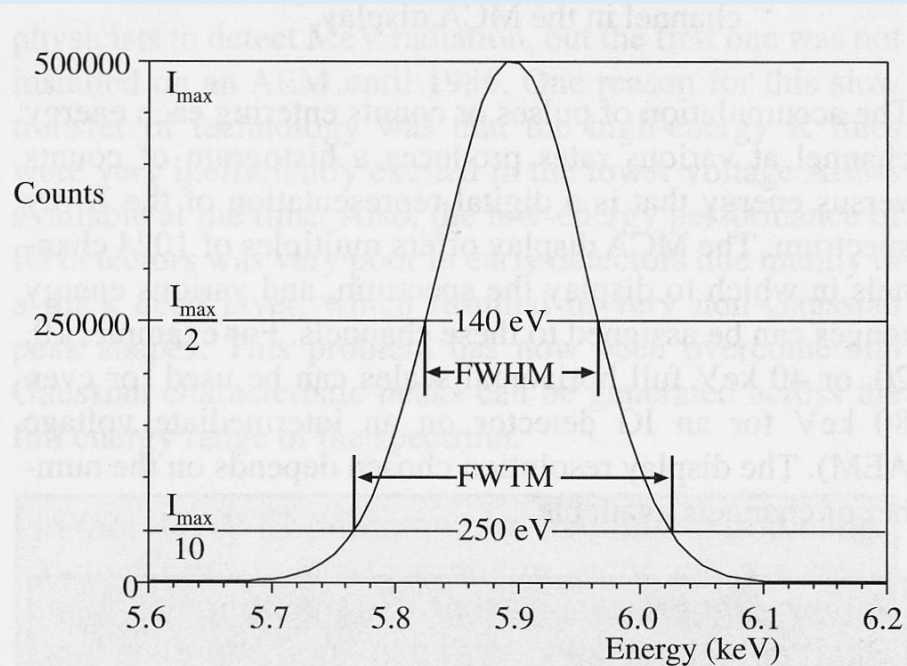


- RTG záření proniká hmotou snadněji než e., potřebujeme pro RTG záření vnitřní oblast mezi P a N polovodičem o tloušťce asi 3 mm k tomu, aby vytvořila páry elektron-díra
- RTG záření interaguje s polovodičem, dochází k přechodu elektronů z valenčního pásu do pásu vodivostního a vytvoření páru elektron-díra
- 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

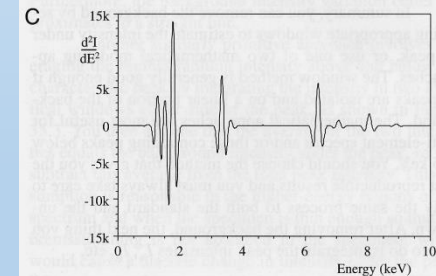
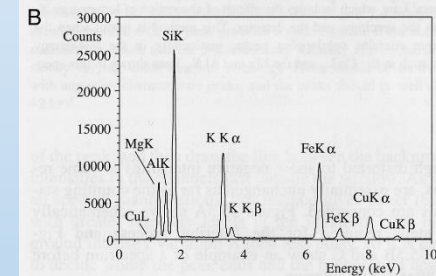
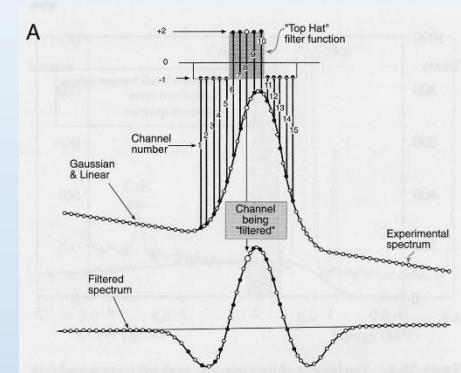
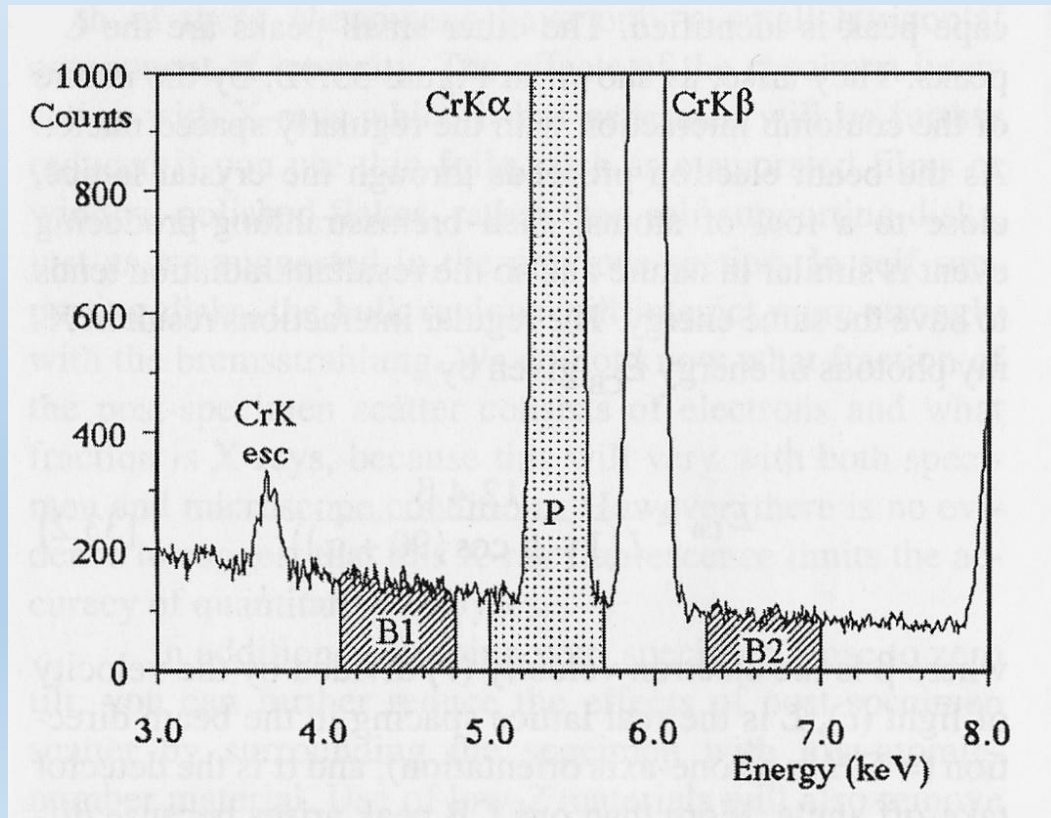


Measurement of the energy resolution of an XEDS detector by determining the number of channels that encompass the FWHM of the Mn K_{α} peak. The number of channels multiplied by the eV per channel gives the resolution, which typically should be about 130–140 eV. We can measure the FWTM also to give an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

Stanoví se smluvně jako tzv. pološířka (FWHM) píku K_{α} Mn.

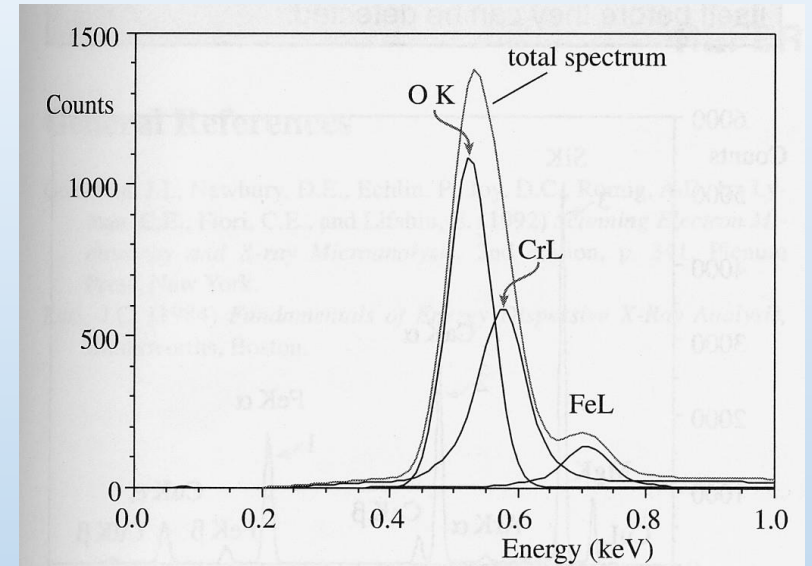
Hodnoty se pohybují kolem 130-140 eV.

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_{α} 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.

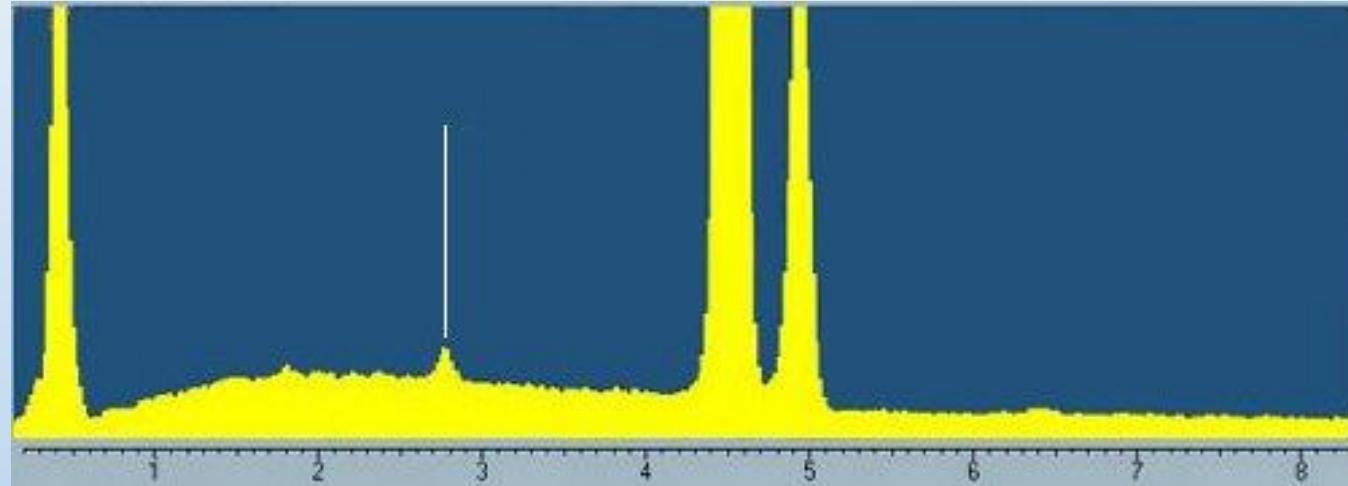
Statistický přístup k určení chyby stanovení složení:

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.

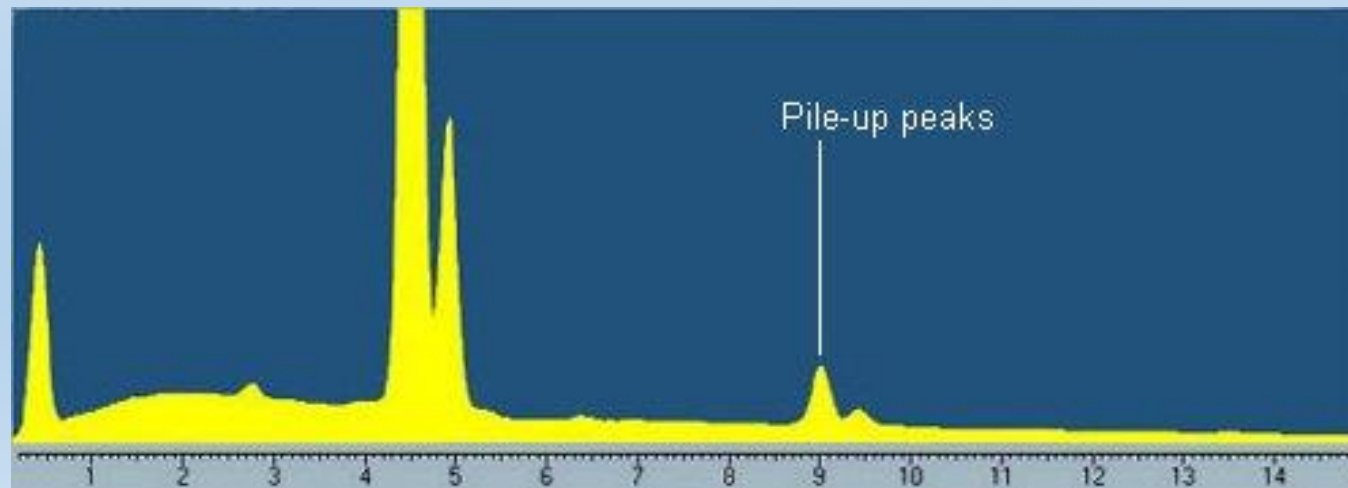
Relativní chyba potom je $\frac{\sqrt{N}}{N}$ (resp. $\frac{2}{\sqrt{N}}$, $\frac{3}{\sqrt{N}}$)

Artefakty ve spektrech EDX

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



„pile-up“ píky
(dvojnásobek)

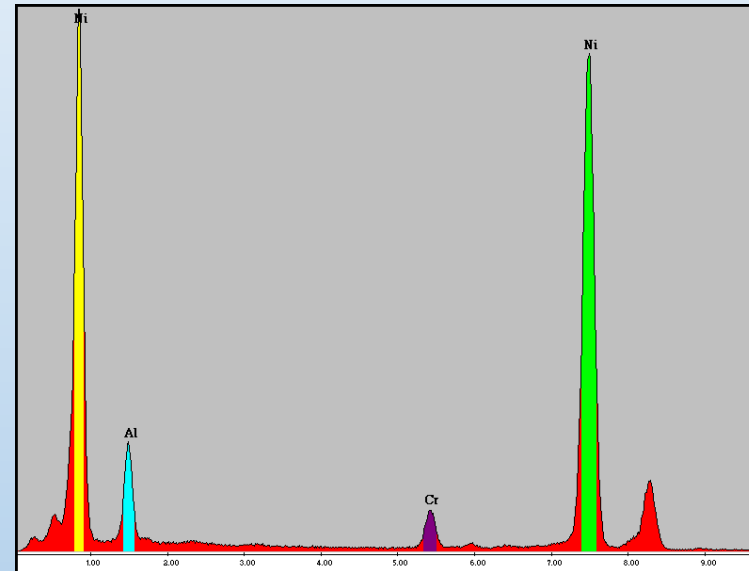


Kvantifikace EDX spektra: Cliff a Lorimer: proporcionalita mezi intenzitami I_i (plochy píků) a váhovými zlomky C_i prvků:

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

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

x ... referenční prvek (Si nebo Fe)



Toto je nejjednodušší přístup, který se dá použít v TEM v případě velmi tenkých fólií. U běžných tlouštěk 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

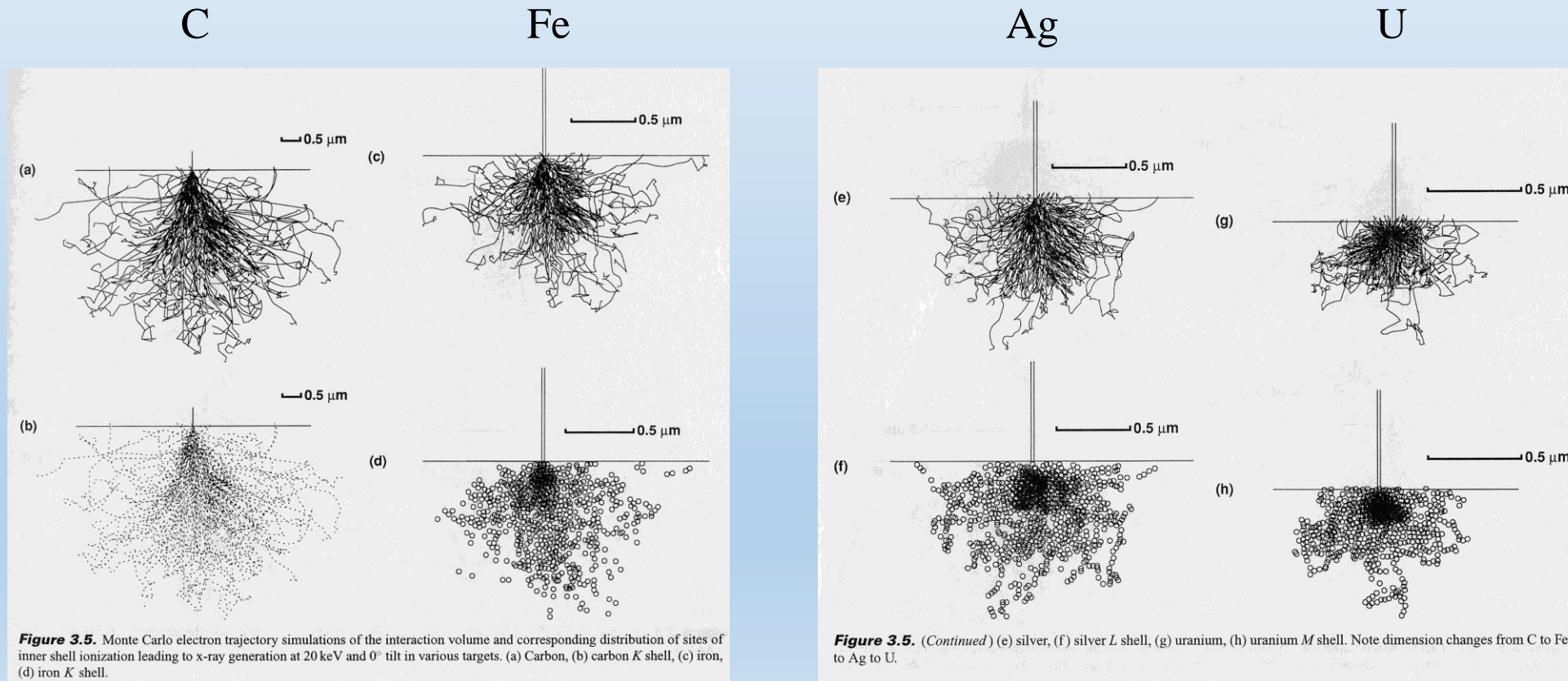
korekce na

- atomové číslo
- absorpci
- fluorescenci

Z
A
F

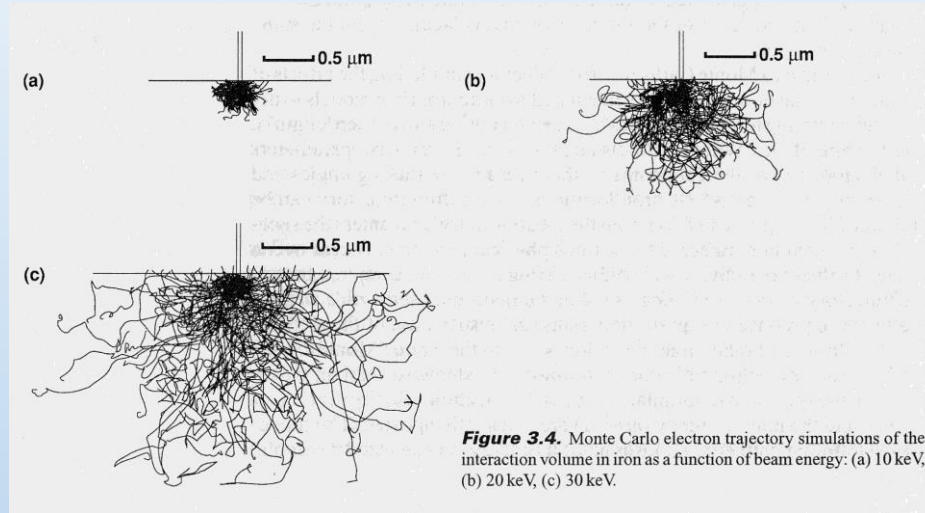
ZAF korekce musí kompenzovat mj. vliv materiálu vzorku na tvar a velikost interakčního objemu, ze kterého pochází signál.

Různé materiály:

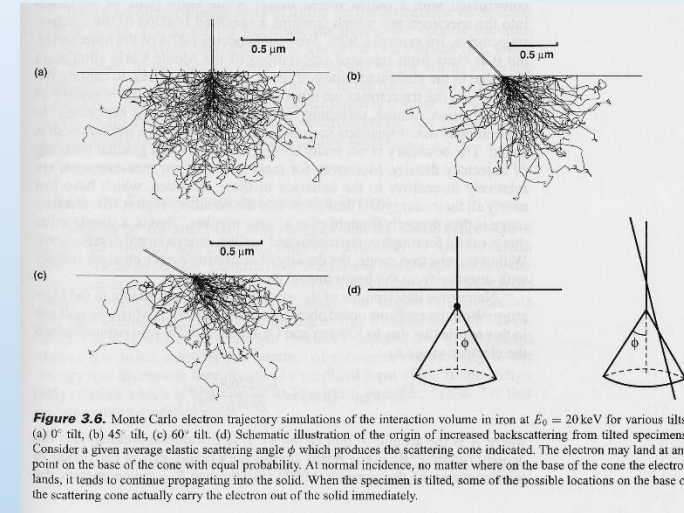


Energiově disperzní spektrometr EDX

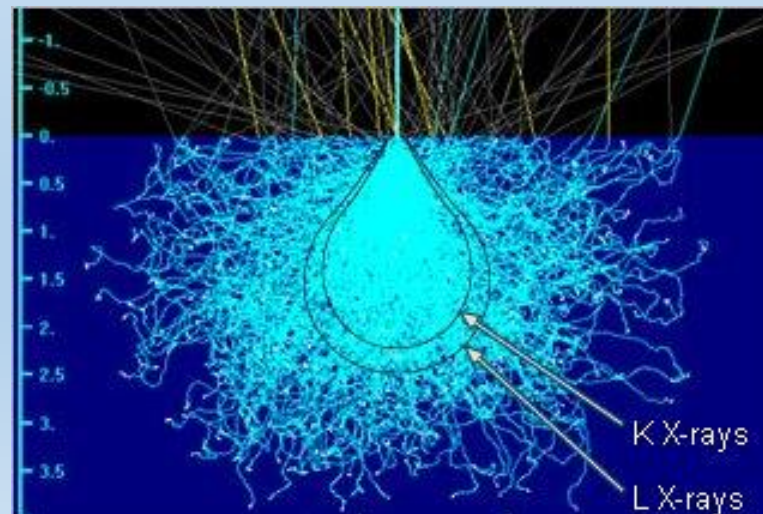
vliv urychlovacího napětí: 10, 20 a 30 kV



vliv směru dopadajícího svazku

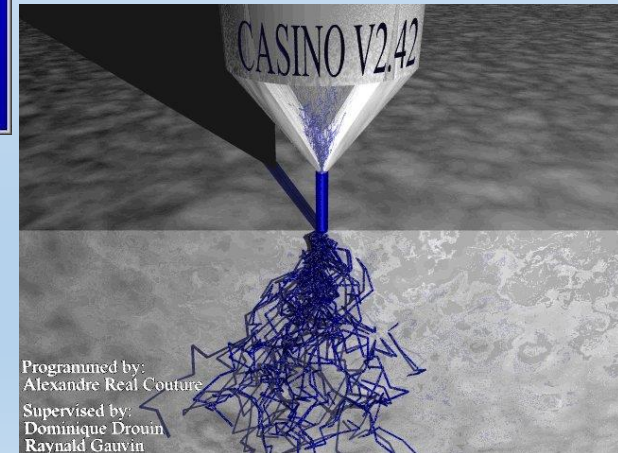
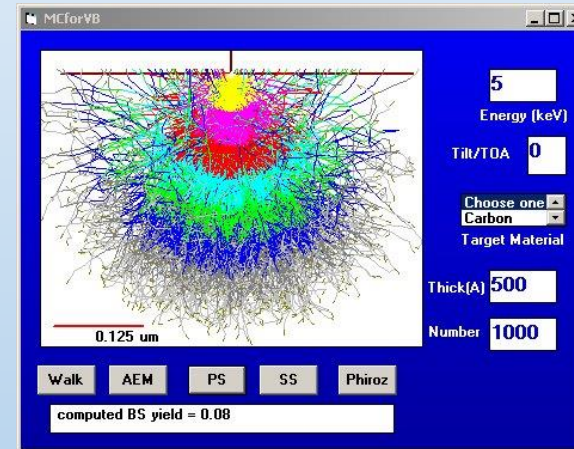
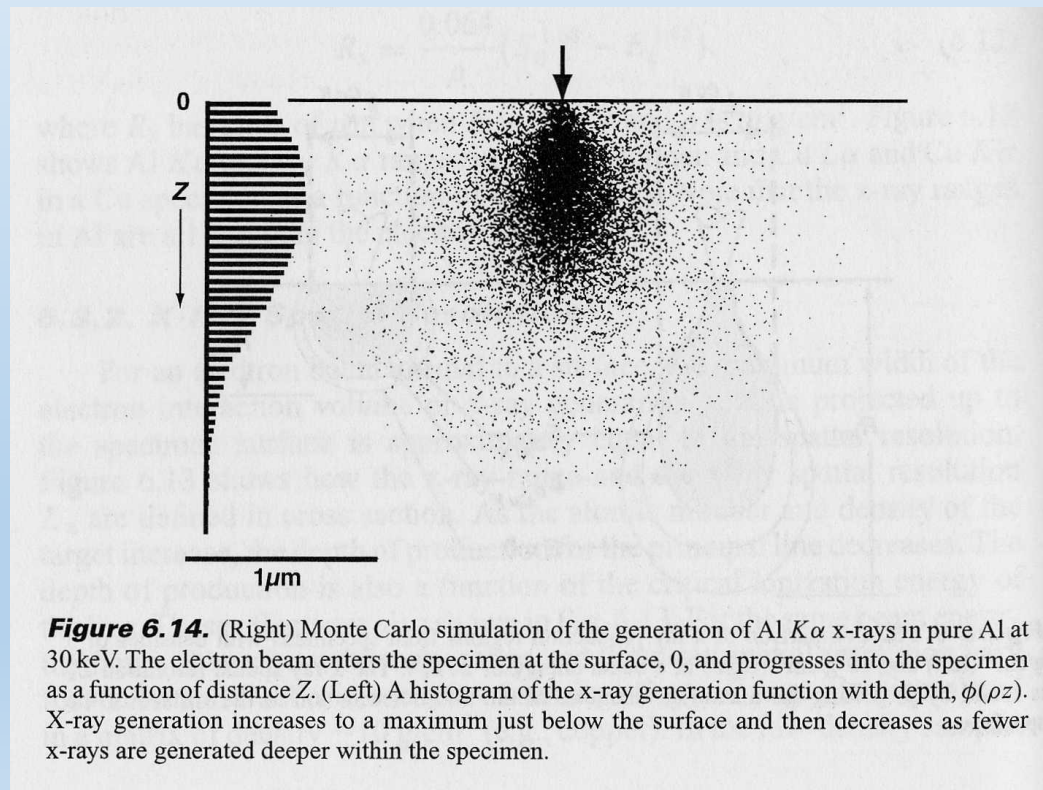


závislost interakčního objemu
na energii generovaného
kvanta



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

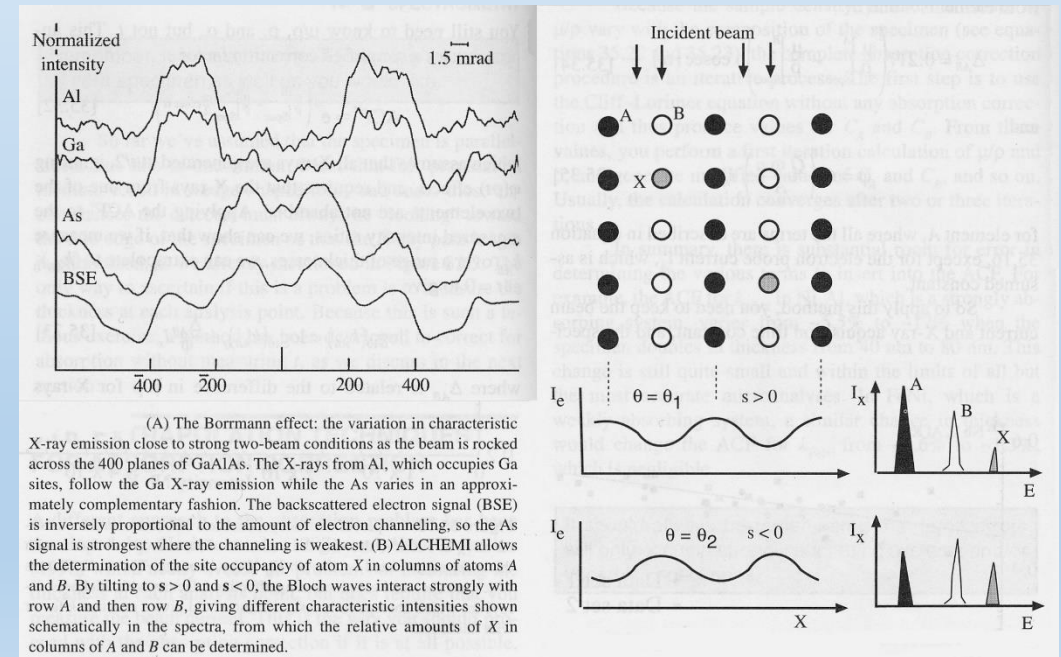
Metoda je užitečná zejména v případě nehomogenních materiálů (např. multivrstev nebo tenkých povlaků).



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.

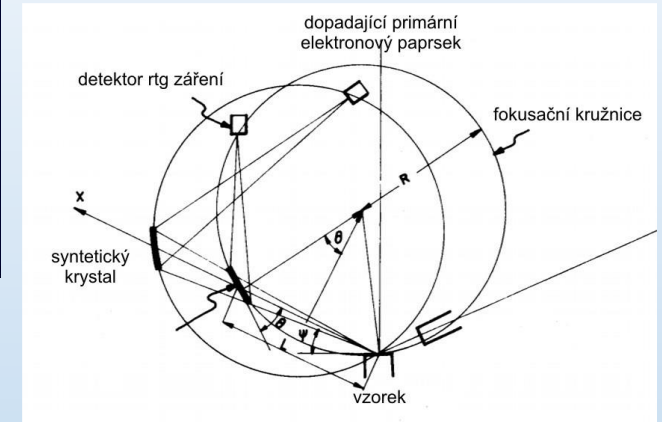
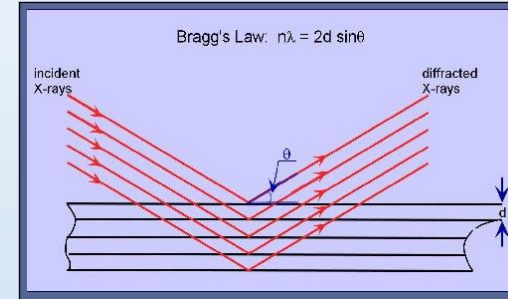
Provádí se analýza v okolí difrakční podmínky (pro $s > 0$ a $s < 0$, tj. pro Blochovu vlnu silně interagující s atomovými rovinami, které díky uspořádání mohou mít různé složení) a z malých rozdílů v naměřeném složení se určují obsazovací koeficienty v různých mřížkových pozicích.



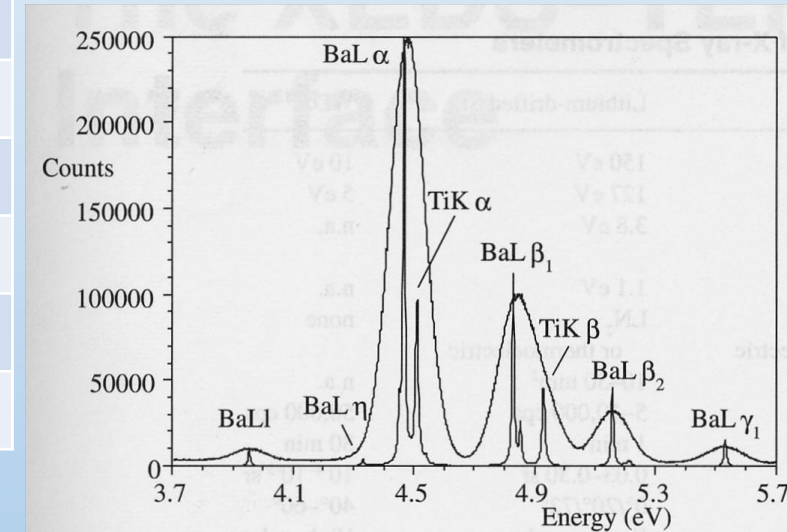
Vlnově disperzní spektrometr WDS



- 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 λ 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 ₂	Vyžaduje LN ₂
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

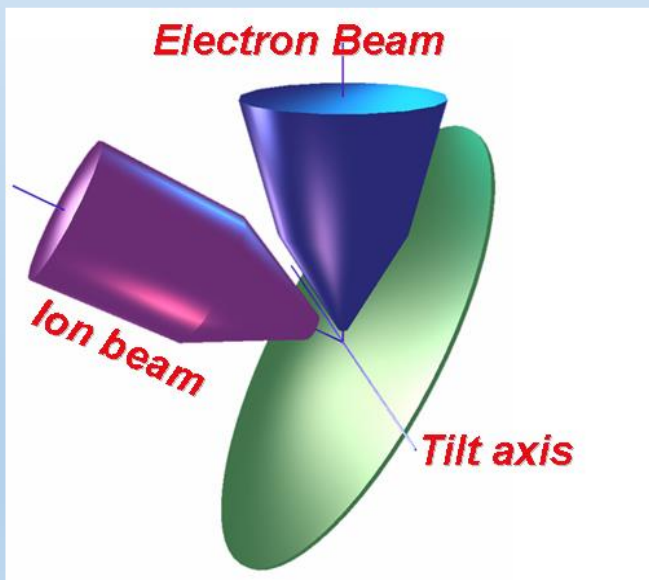


A WDS spectrum from BaTiO₃, but plotted against energy rather than wavelength. WDS easily resolves the Ba L_α/Ti K_α overlap, which is impossible with an EDS as shown in the overlapping spectrum. The improved resolution of WDS (~8 eV) is obvious.

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.

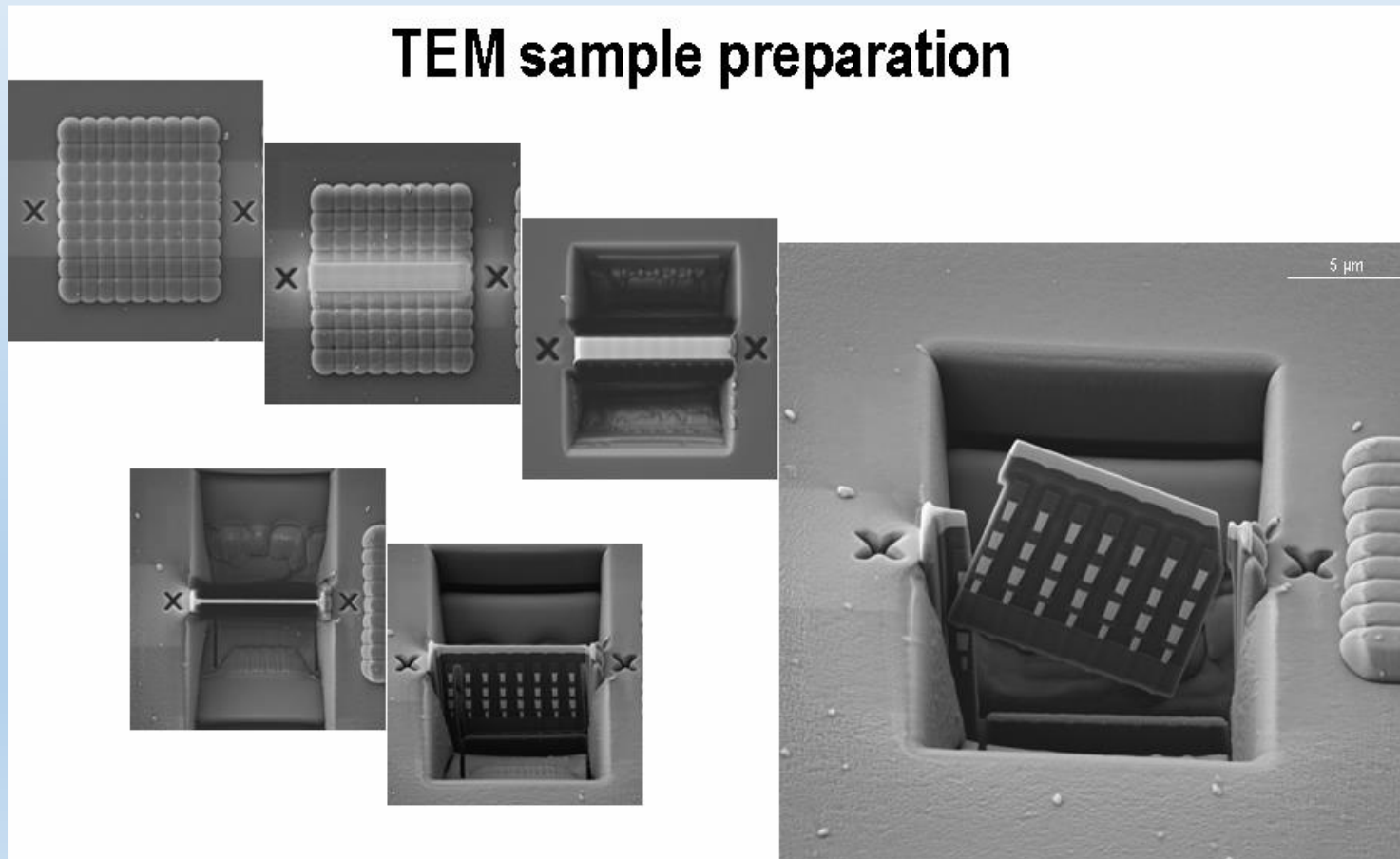


Focused ion beam (FIB)



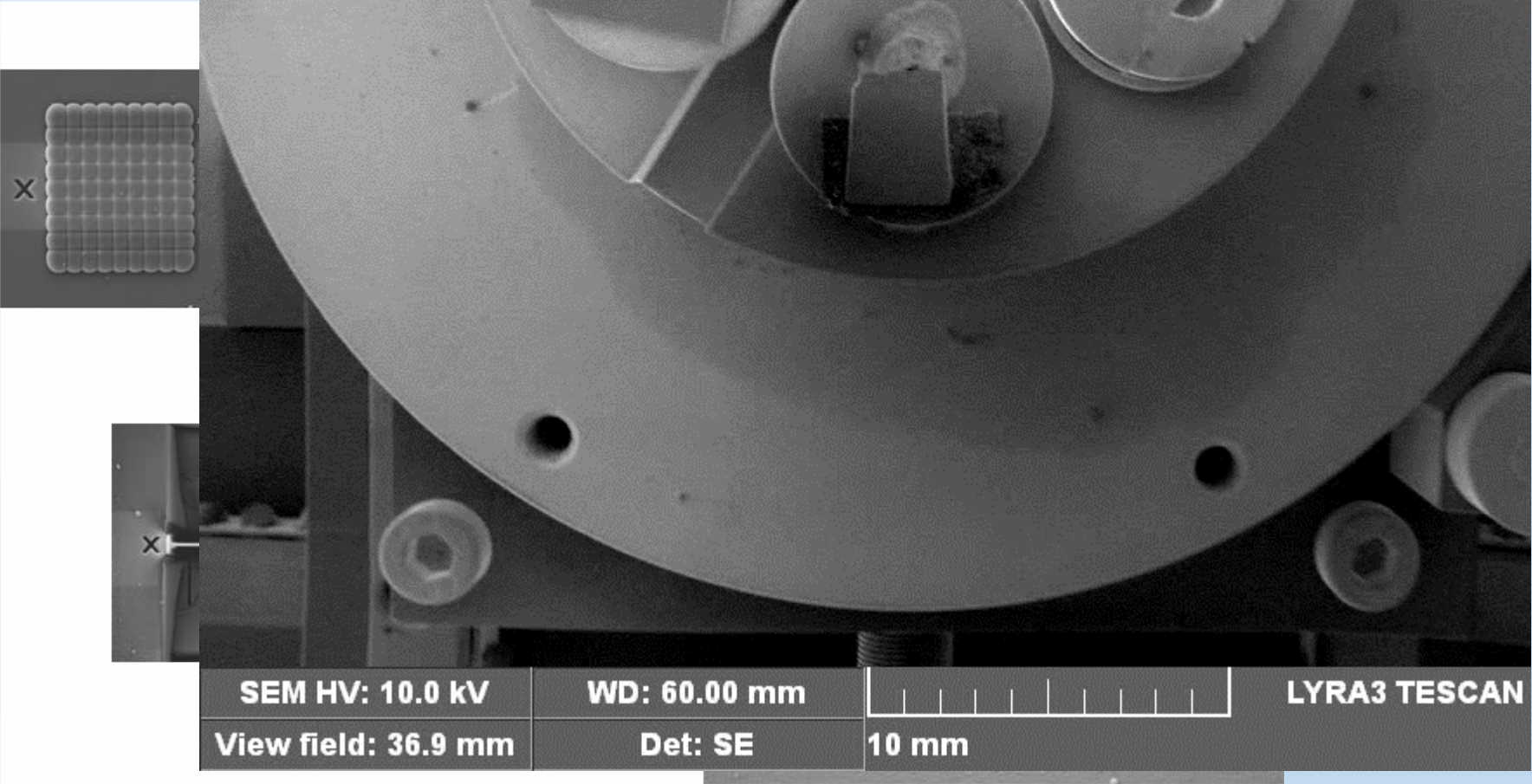
	Iont Ga	Elektron
Průměr částice	0,27 nm	0,000005 nm
Hmotnost částice	$1,2 \times 10^{-25}$ kg	$9,1 \times 10^{-31}$ kg
Rychlost částic při urychlovacím napětí 30 kV	280 km/s	100 000 km/s
Rychlost částic při urychlovacím napětí 2 kV	73 km/s	26 000 km/s
	Svazek Ga iontů ve FIB	Svazek elektronů v SEM
Průměr 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

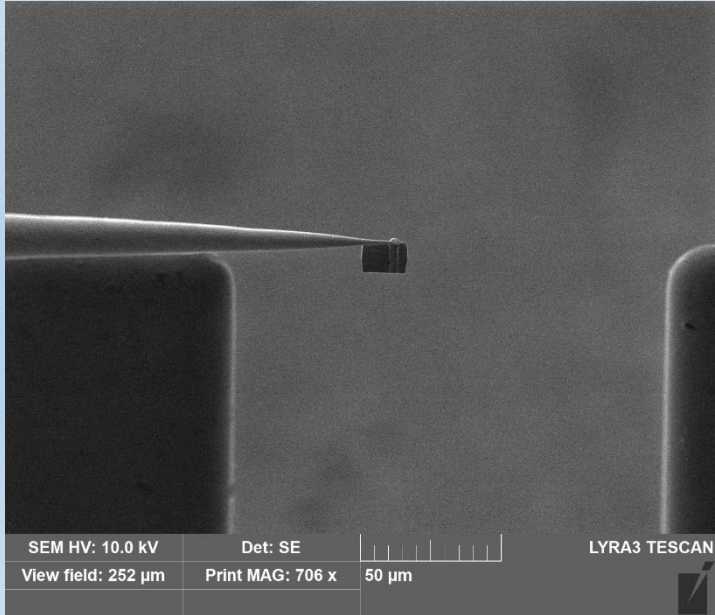
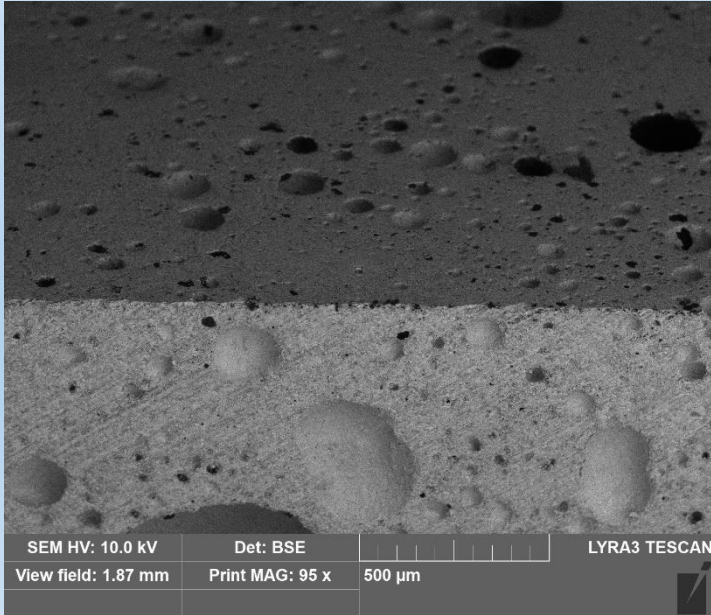
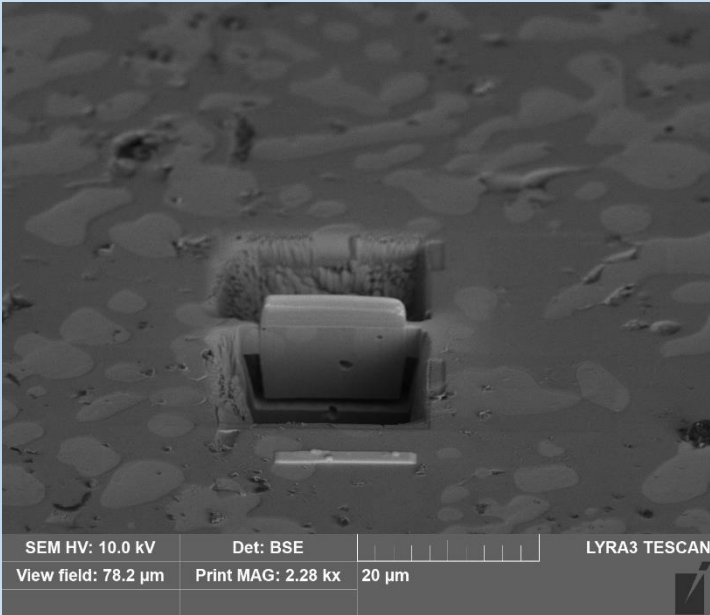
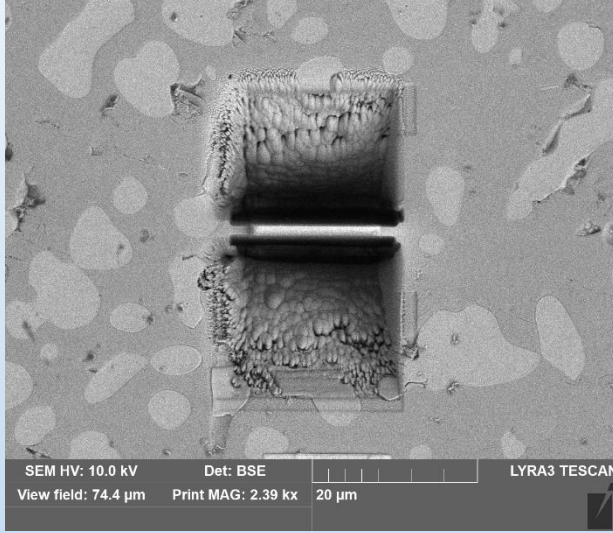
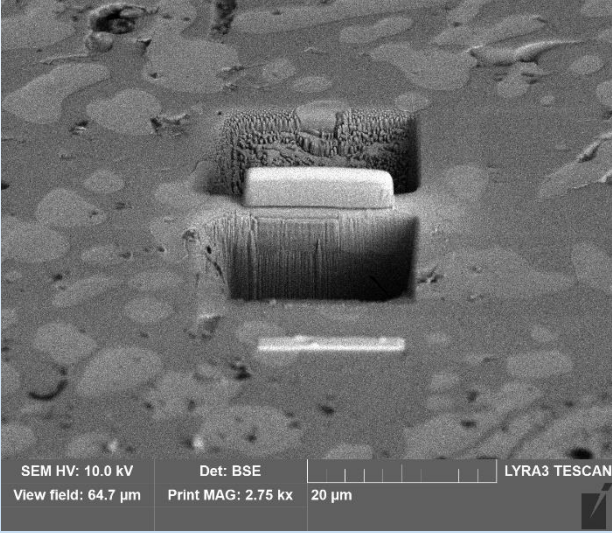
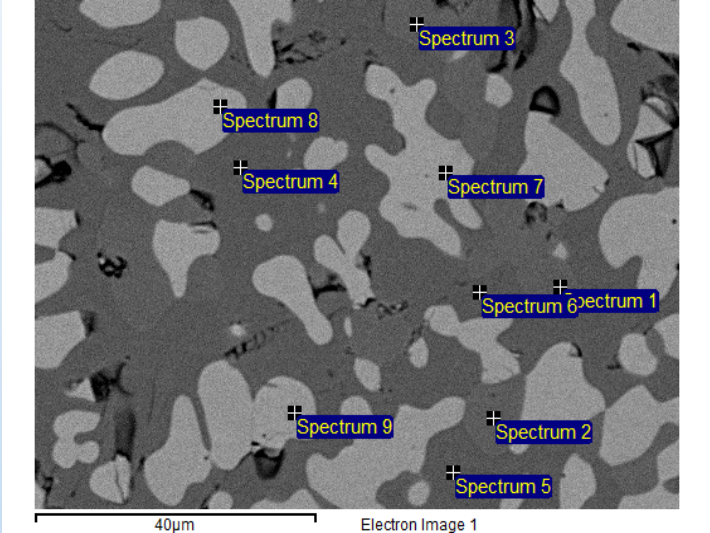


- Příprava v
přípravu la

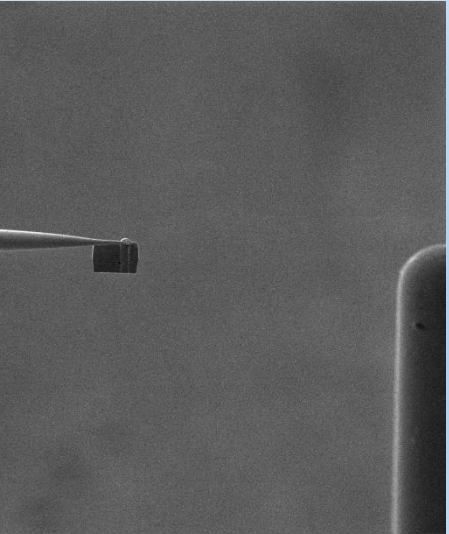
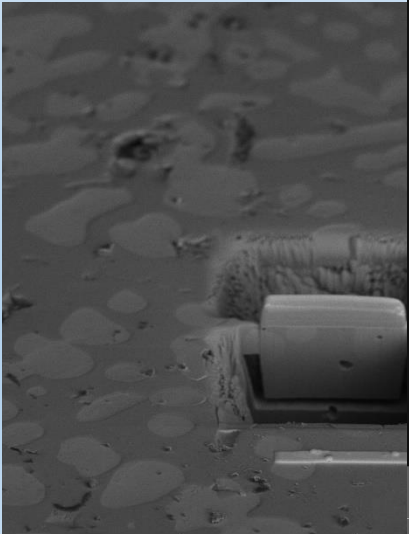
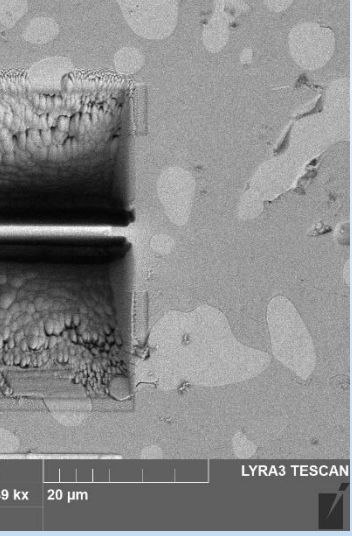
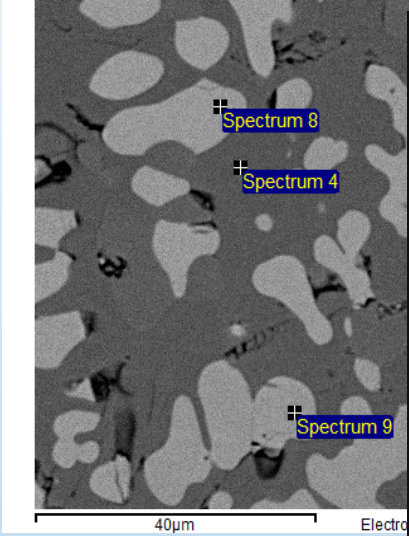
é místo pro



Focused ion beam (FIB)-lamelka NiSeSn



Focused ion beam (FIB)-lamelka NiSeSn



SEM HV: 10.0 kV
View field: 78.2 µm

Det: BSE
Print MAG: 2.28 kx

SEM HV: 10.0 kV
View field: 18.8 µm

Det: BSE
Print MAG: 9.45 kx

5 µm

LYRA3 TESCAN

: SE
.G: 706 x

50 µm

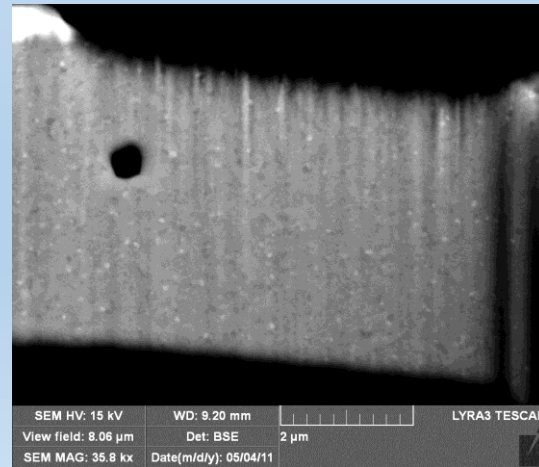
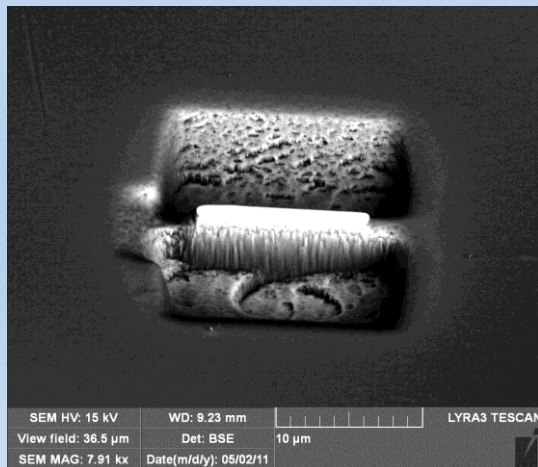
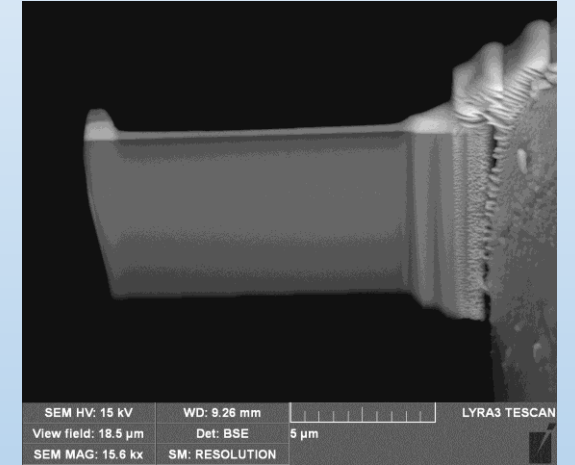
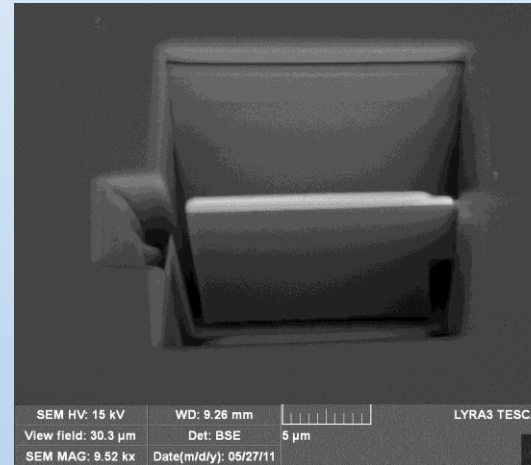
LYRA3 TESCAN

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.



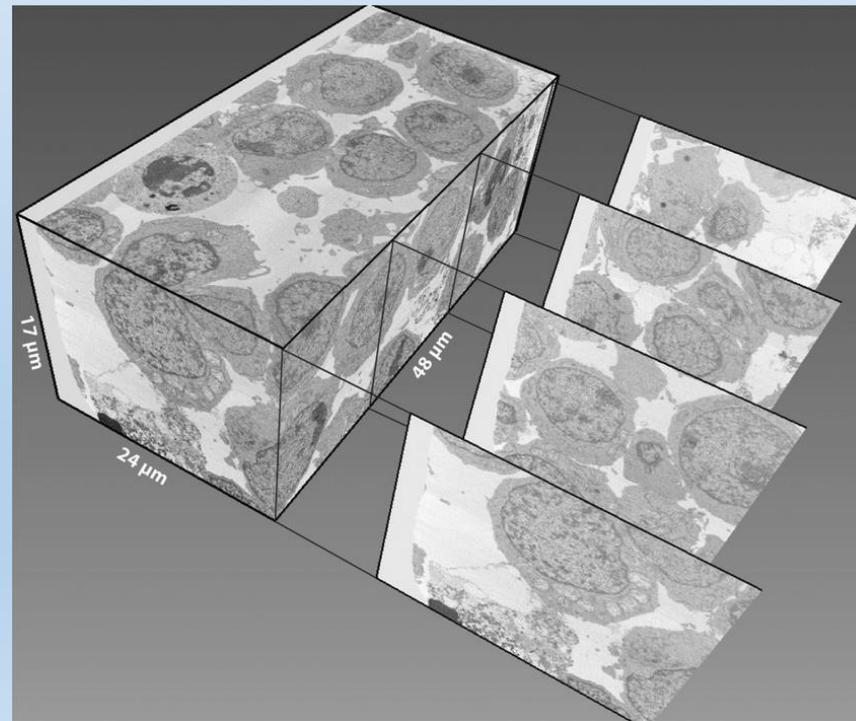
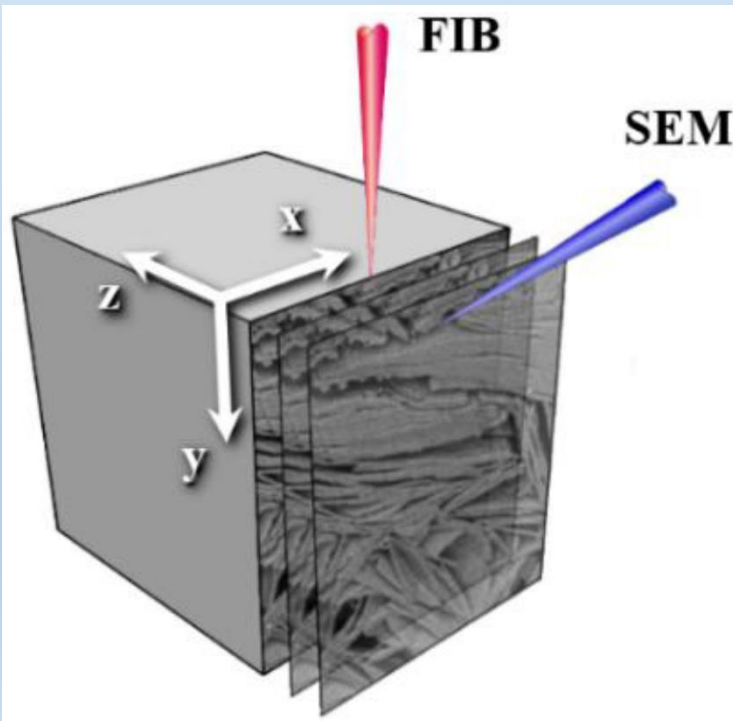
650 °C, vac.

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=zlqdan8f5QA>

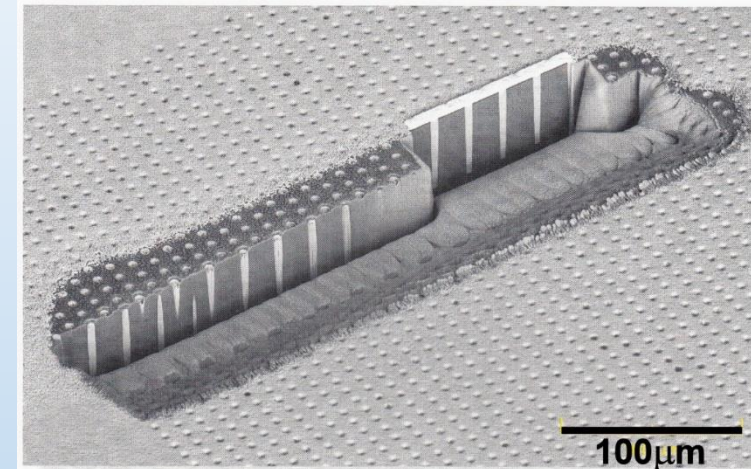


3D-Virological synapses
between infected and
uninfected T cells

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 ~ 5 nm, Xe FIB ~ 25 nm při 30 kV)
 - => nelze obrábět s takovou přesností jako Ga FIB
 - => horší rozlišení v režimu zobrazování
- vhodné především na hrubší obrábění a provádění velkých řezů ($> 100 \mu\text{m}$)

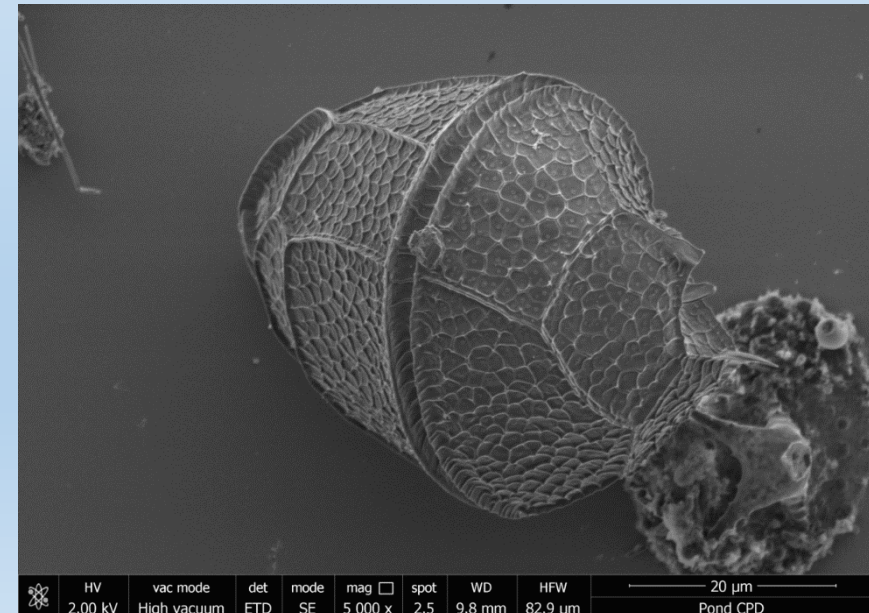
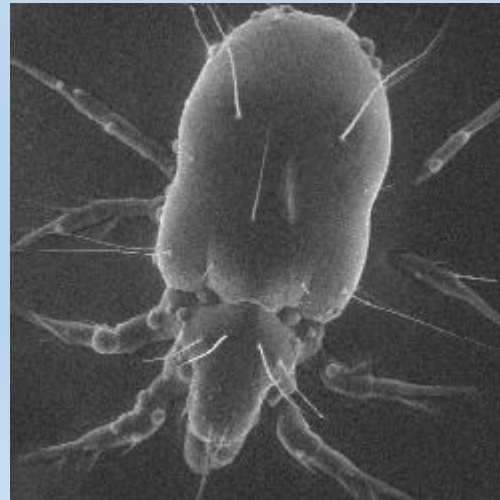


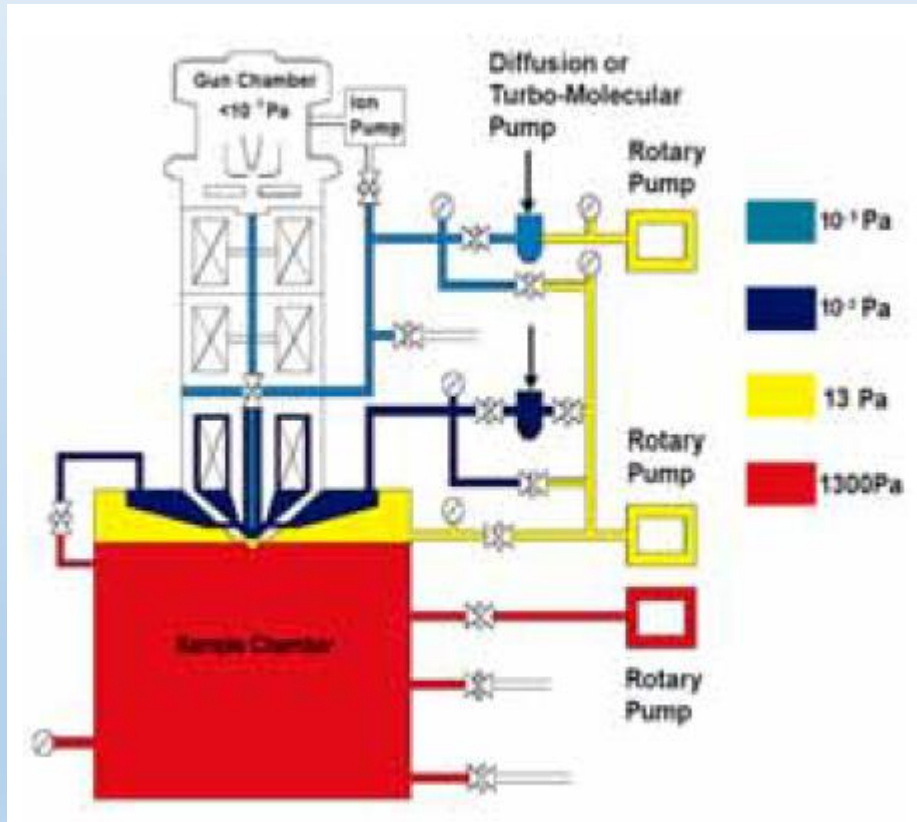
TSV cross section was milled 45 minutes, using Xe beam at 30 kV, 2 μA . Its dimensions are 400 microns long, 100 microns wide and 50 microns deep. Deep fine polishing of 4 vias took 30 minutes. Using ion beam would need approximately 40 hours for rough milling and another at least 10 hours fine polishing.

- 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

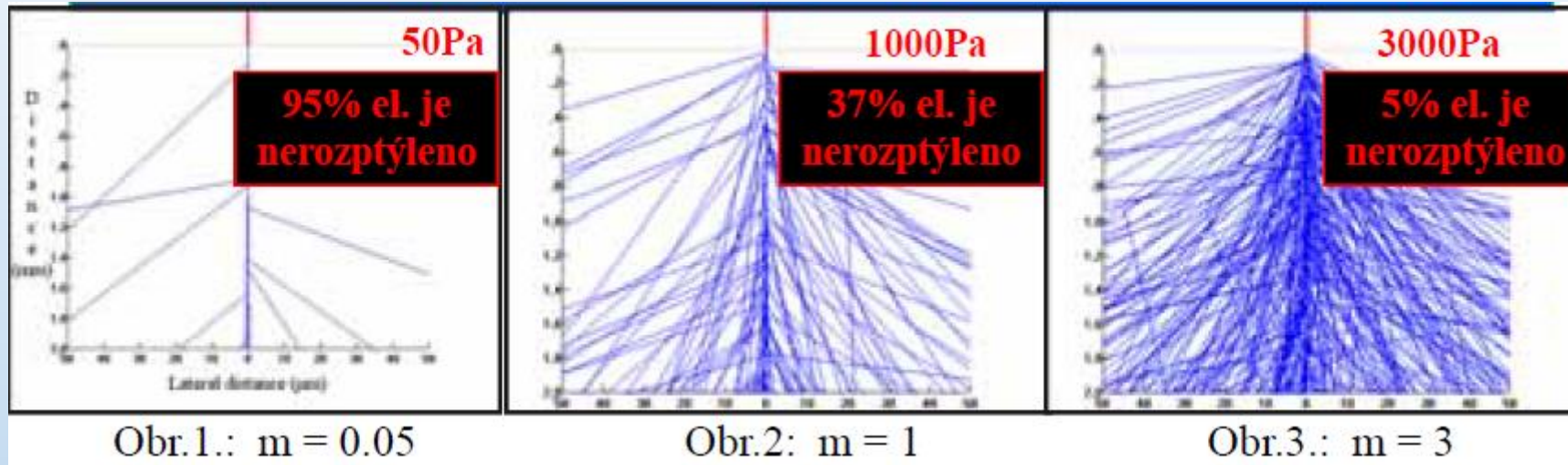


- Environmentální rastrovací elektronová mikroskopie umožňuje zkoumání vzorků živé či neživé přírody v podmínkách vysokého tlaku plynů – až 3000 Pa. V důsledku vysokého tlaku plynů v komoře vzorku EREM dochází ke zvýšenému počtu interakcí e. s molekulami a atomy plynů, což je provázáno s rozptylem primárního 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]

σ_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)

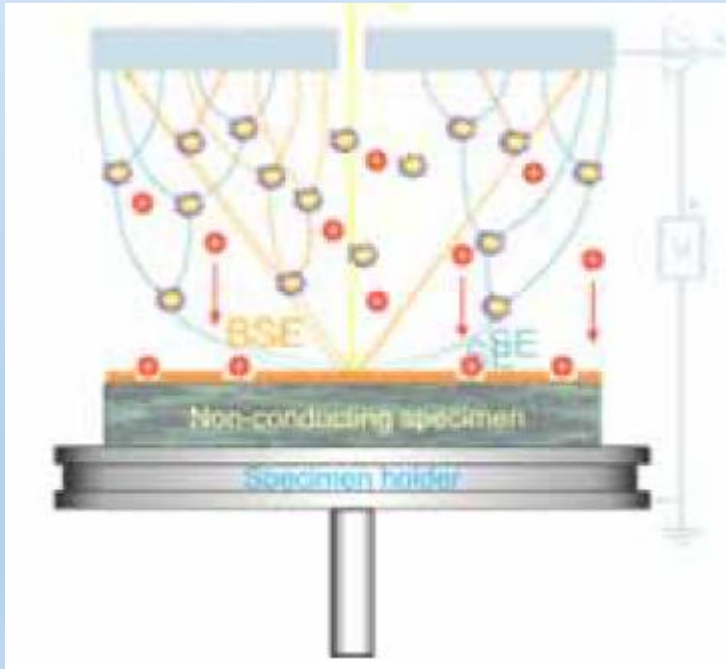


Rozptyl elektronů primárního svazku procházejícího prostředím vysokého tlaku plynů v EREM má za následek snížení poměru signál/šum v detekovaném signálu, což může vést až ke snížení rozlišovací schopnosti mikroskopu.

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



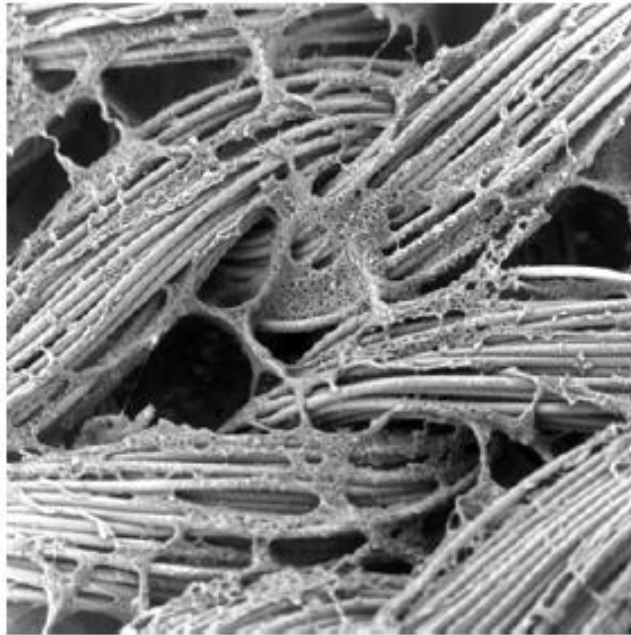
Je-li kinetická energie elektronů dostatečná k ionizaci molekul plynu, dochází k lavinovému násobení signálních elektronů, jež jsou přitahovány k honí elektrodě detektoru

Výhody:

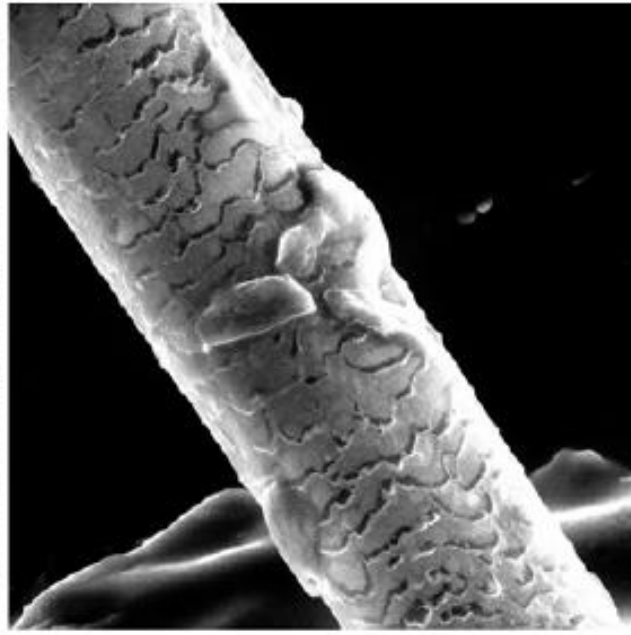
- signál ze vzorku může být zesílen v řádu stonásobků původního signálu
- kladné ionty vznikající jako důsledek srážek elektronů s molekulami plynu neutralizují záporný náboj na izolačních vzorcích a odstraňují povrchovou kontaminaci vzorku

Nevýhody:

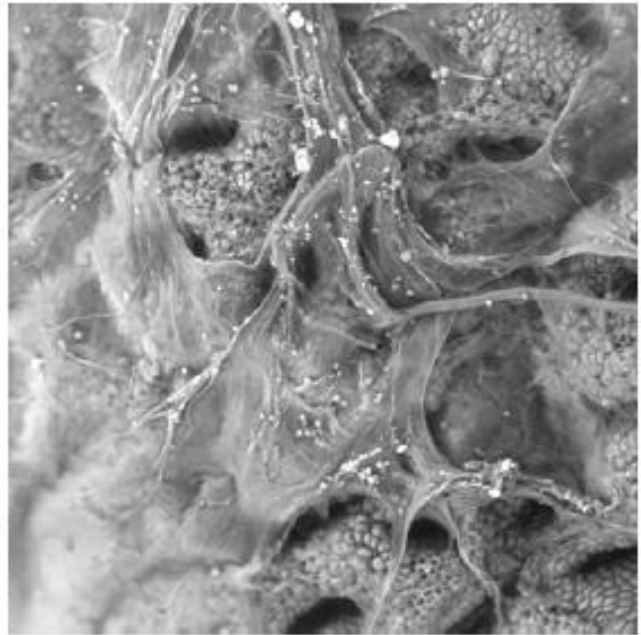
- ESD zaznamenává smíšený signál SE, BSE a PE, což způsobuje výskyt SE topografického a BSE materiálového kontrastu v obraze



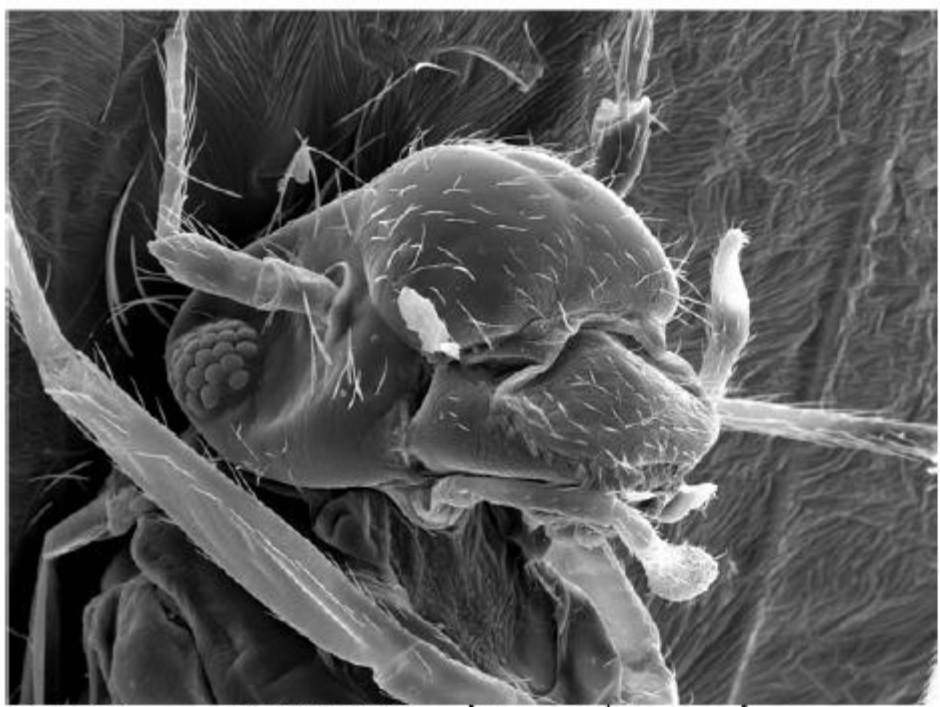
Lidská cévní náhrada –
bezprostředně po vyndání z
lidského těla (mag.800x).



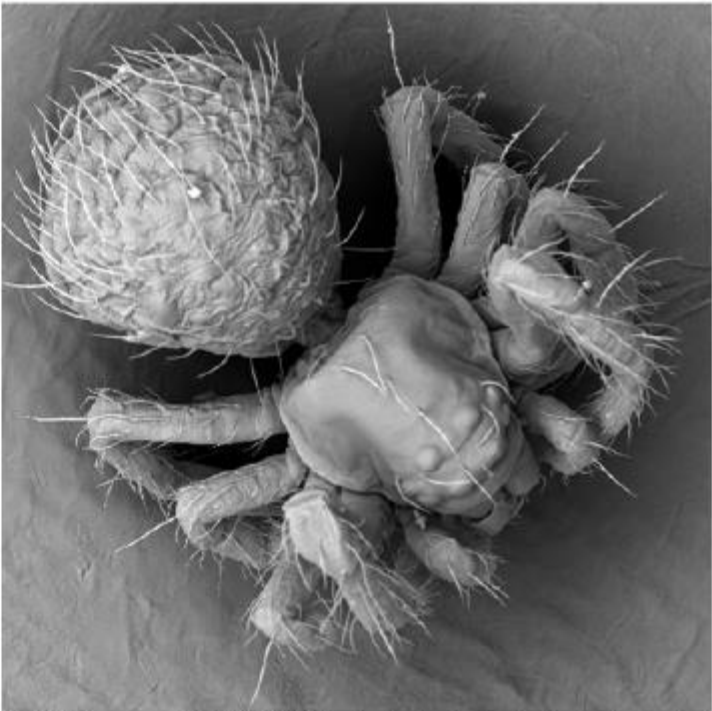
Lidský vlas – mag (900x)



Lidská žaludeční stěna s
metastázami rakoviny.
(450x)



HV: 30.0 kV
Vega ©Tescan
DET: SE Detector
DATE: 12/14/00
200 µm
ÚHE LF MU v Brně



HV: 29.1 kV
Vega ©Tescan
DET: BSE Detector
DATE: 03/22/01
500 µm
ÚHE LF MU v Brně