

# SKENOVACÍ (RASTROVACÍ) ELEKTRONOVÁ MIKROSKOPIE

Klára Šafářová

Centrum pro výzkum nanomateriálů, Olomouc

4.12. Workshop: Mikroskopické techniky SEM a TEM

INVESTICE DO ROZVOJE VZDĚLÁVÁNÍ



# Obsah

historie mikroskopie

proč právě elektrony

typy elektronových mikroskopů

rozdíly mezi světelnou a elektronovou mikroskopií

interakce elektronů s preparátem

konstrukce a základní princip činnosti skenovacího elektronového mikroskopu

režimy měření

přídavná zařízení SEM

možné výstupy ze SEM

příprava vzorků pro SEM

INVESTICE DO ROZVOJE VZDĚLÁVÁNÍ



# Historie mikroskopie

-první použitelný mikroskop – 1590 – Z. Jansen

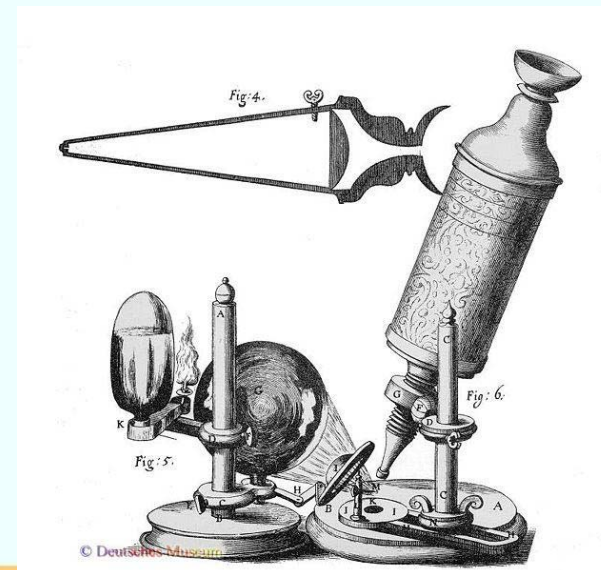
→ vylepšil ho Galileo Galilei – mravenčí oko

-v polovině 17. století - Anthony van Leeuwenhoek - primitivní mikroskop (přesně vybrousil čočky a získal silný zvětšovací efekt)

jako první viděl a popsal lidské buňky

nevýhoda: pouze jednočočkový (270x)

-1665 - R. Hooke – složený mikroskop s více čočkami



## Historie mikroskopie

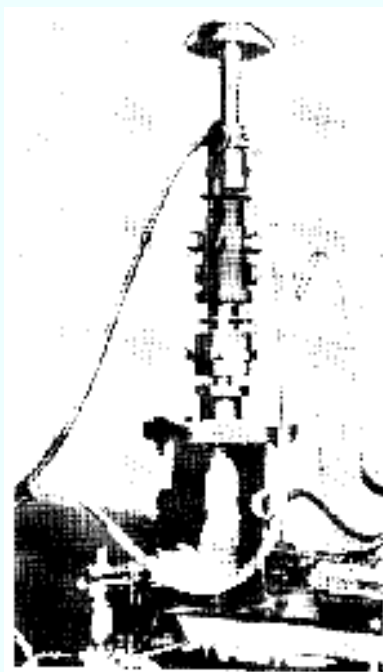
- v 19.století – obrovský vývoj (Karl Zeiss – výroba mikroskopů, O.Schott -optické sklo, E. Abbe – optické principy)
- ve 30 letech – mikroskop dosáhl své maximální hranice (zvětšení 2000x, rozlišení 0,2 $\mu$ m)

pro biology – nedostačující (pro zobrazení detailů buněk) →

mikroskop na jiném princip → elektronové mikroskopy – místo světla elektrony

## Historie mikroskopie

1931 – E.Ruska a M.Knoll- první prozařovací elektronový mikroskop



1939 – výroba elektronového mikroskopu-Siemens(rozliš.sch.: 10nm)

1965-první komerční verze skenovacího mikroskopu

INVESTICE DO ROZVOJE VZDĚLÁVÁNÍ

## Proč právě elektrony?

díky unikátním vlastnostem:

záporný náboj → lze urychlit elektrickým napětím

splňují korpuskulárně-vlnový dualismus

de Broglieho vztah  $\lambda = \frac{\hbar}{mv}$

vlnová délka  $10^5$ x kratší než u světla

## Proč právě elektrony?

kinetická energie urychleného  
elektronu

$$eU = \frac{1}{2}mv^2$$

dosazením z de Broglieho vztahu

$$\lambda = \frac{\hbar}{\sqrt{2meU}} = \frac{1,226}{\sqrt{U}} [nm]$$

## Proč právě elektrony?

$U[V]$	$\lambda[nm]$	$\lambda[nm]_{rel}$	$v[ms]$
$10^2$	0,123	-	$5,95 \times 10^6$
$10^3$	0,040	-	$1,87 \times 10^7$
$10^4$	0,0123	-	$5,85 \times 10^7$
$10^5$	0,00386	0,00370	$1,65 \times 10^8$
$10^6$	0,00122	0,00087	$2,83 \times 10^8$

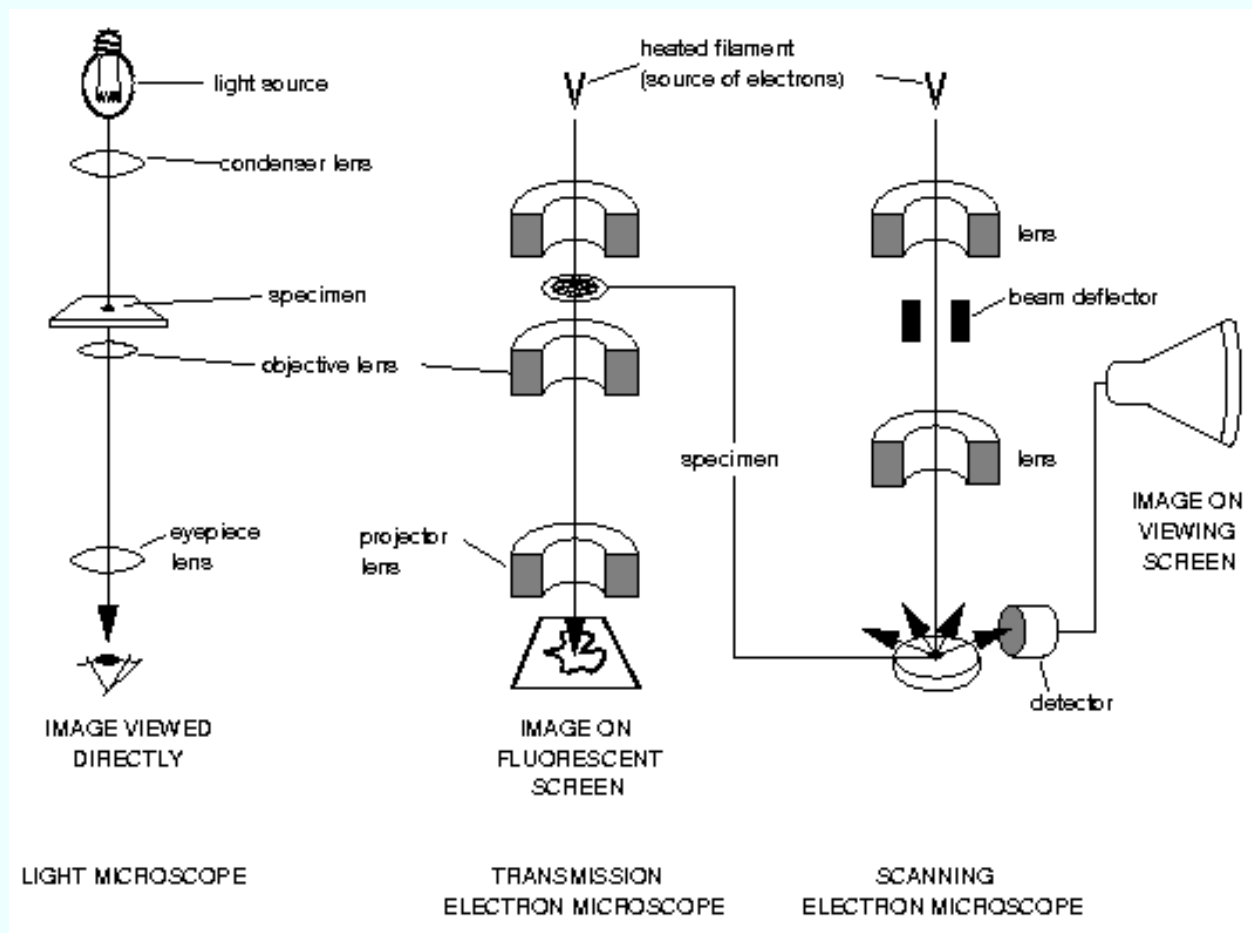
pro urychlovací napětí větší než  $U=100kV$  je třeba do výpočtů zavést relativistické korekce



## Typy elektronových mikroskopů

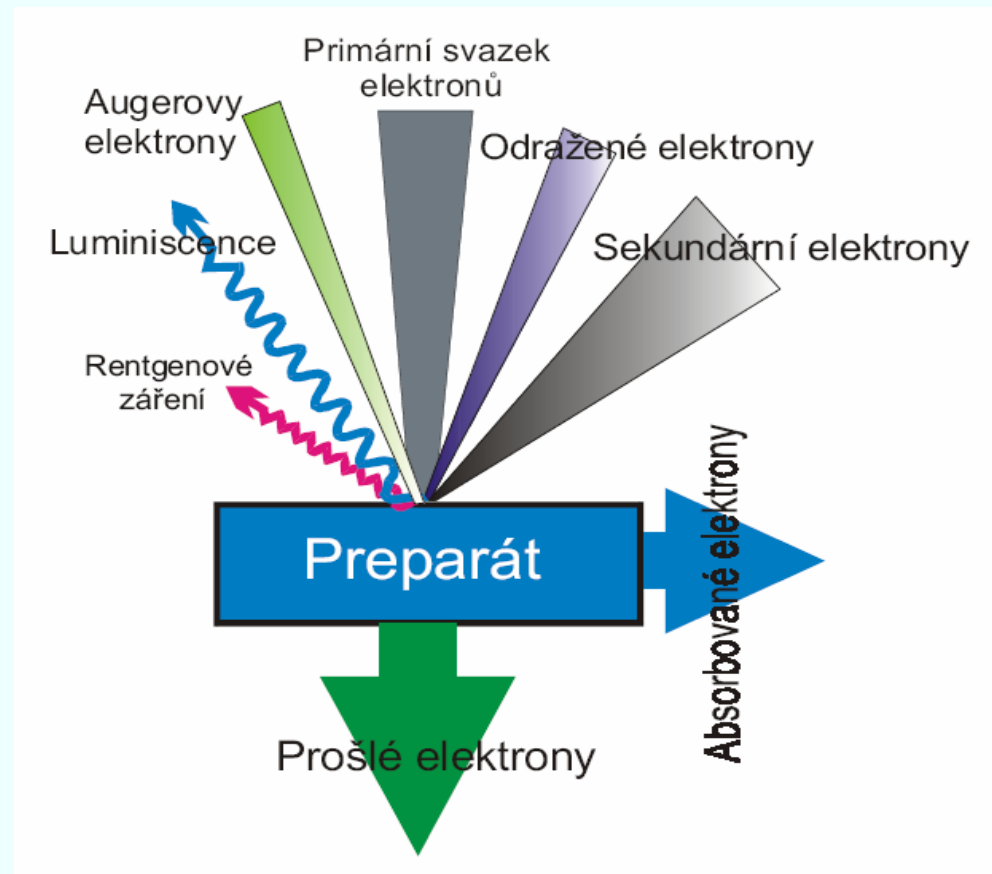
- transmisní (prozařovací) elektronový mikroskop (TEM)
  - v prošlém „světle“
- skenovací (rastrovací, řádkovací) elektronový mikroskop (SEM)
  - v odraženém „světle“

# Rozdíl mezi světelnou a elektronovou mikroskopií



INVESTICE DO ROZVOJE VZDĚLÁVÁNÍ

# Interakce elektronů s preparátem



INVESTICE DO ROZVOJE VZDĚLÁVÁNÍ

## Interakce elektronů s preparátem

sekundární elektrony -jsou vyraženy z vnější elektronové slupky atomů preparátu (pouze jsou-li generovány v určité hloubce -desítky nm a mají poloviční energii než primární svazek)

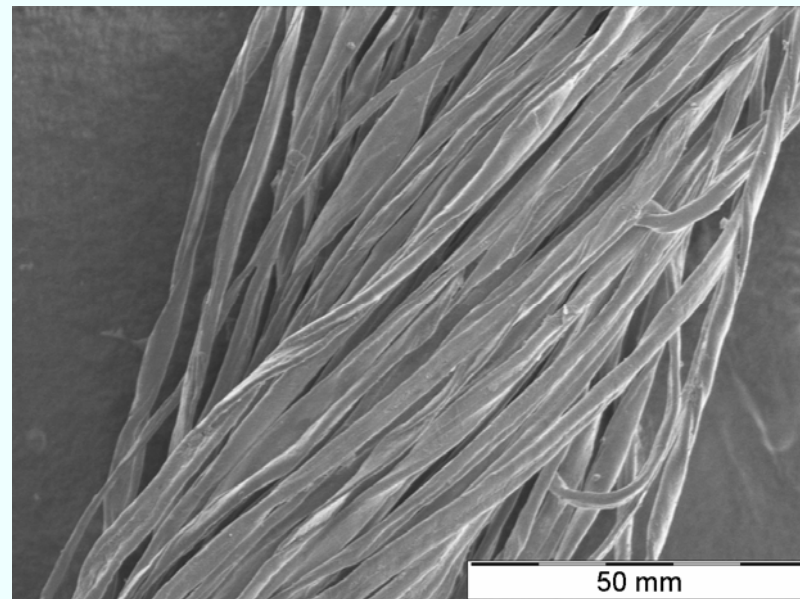
při dopadu elektronů na preparát se může uvolit elektron → přechod některého z elektronů z vyšší energetické hladiny do vakance → uvolní se kvantum energie a dojde k emisi

- Augerova elektronu
- charakteristického rentgenovského záření

některé elektrony vyvolají emisi fotonů = katodoluminiscence

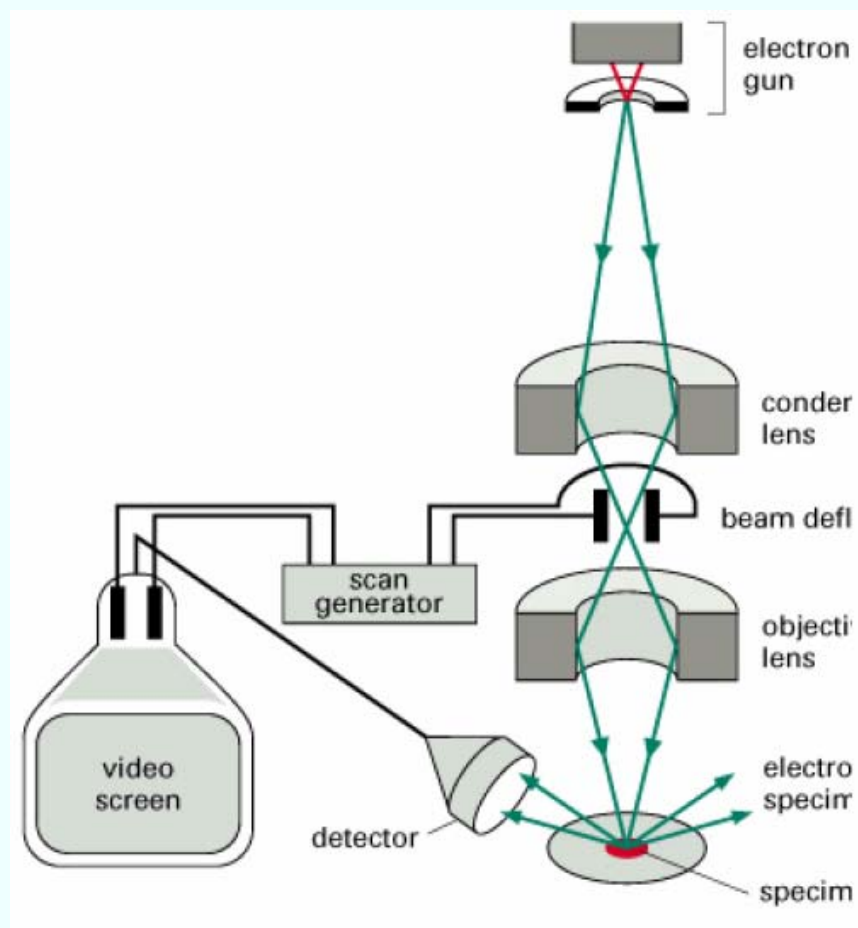
# Skenovací elektronový mikroskop

- určen k pozorování povrchů vzorků
- zobrazení SEM = nepřímá metoda (výsledný obraz tvořen sekundárním signálem –SE, BSE)
- velká hloubka ostrosti → trojrozměrný aspekt



INVESTICE DO ROZVOJE VZDĚLÁVÁNÍ

# Konstrukce SEM



INVESTICE DO ROZVOJE VZDĚLÁVÁNÍ

# Konstrukce SEM

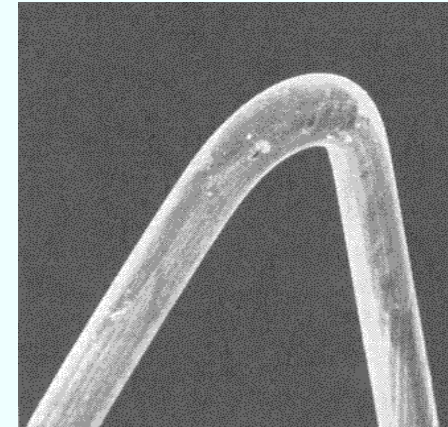
## Zdroje elektronů

- termoemisní zdroj (wolframové vlákno, krystal LaB6)  
na základě průchodu elektrického proudu dojde k zahřátí vlákna a úniku elektronů
- autoemisní zdroj (FEG)  
elektrony emituje studené wolframové vlákno vyleptané do hrotu

## Termoemisní zdroje

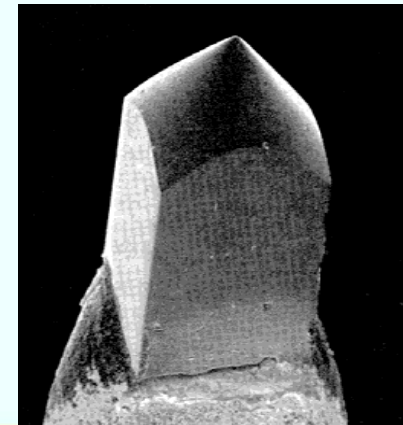
### Wolframové vlákno

- nízká výstupní energie, vysoký bod tání
- nízká hodnota vakua pro provoz
- žhavené na 2800°C
- životnost měsíc



### Krystal $\text{LaB}_6$

- emituje 10x více elektronů než W
- žhavené na 2100C
- životnost rok



INVESTICE DO ROZVOJE VZDĚLÁVÁNÍ



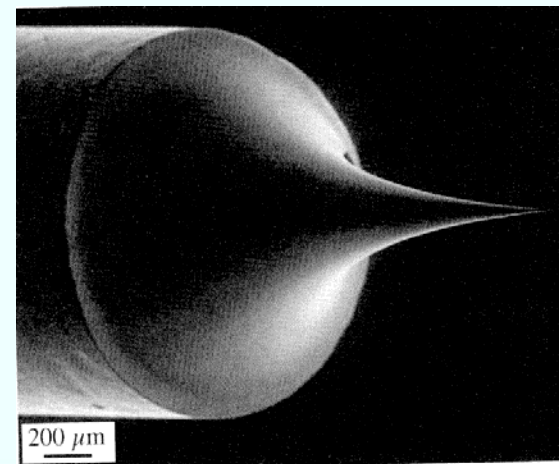
# Autoemisní zdroje

## Autoemise (studená emise)

vyvolaná silným elektrickým polem  
studené wolframové vlákno odleptané do hrotu

proti hrotu – elektroda s kladným napětím → kolem hrotu el. pole  
→ vytrhává elektrony z povrchu hrotu

nevýhoda: vysoká hodnota vakua

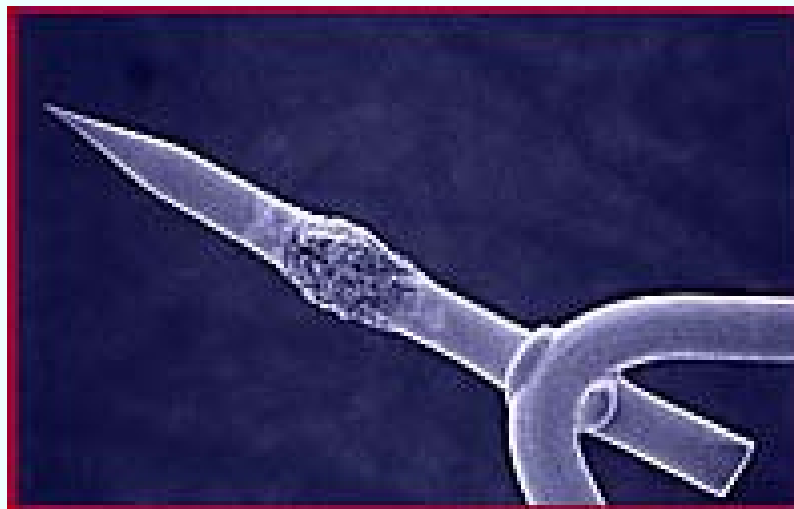


# Autoemisní zdroje

## Schottkyho zdroj

-velikost, jas, životnost

-větší stabilita než chladný emisní zdroj



INVESTICE DO ROZVOJE VZDĚLÁVÁNÍ

## Srovnání jednotlivých zdrojů elektronů

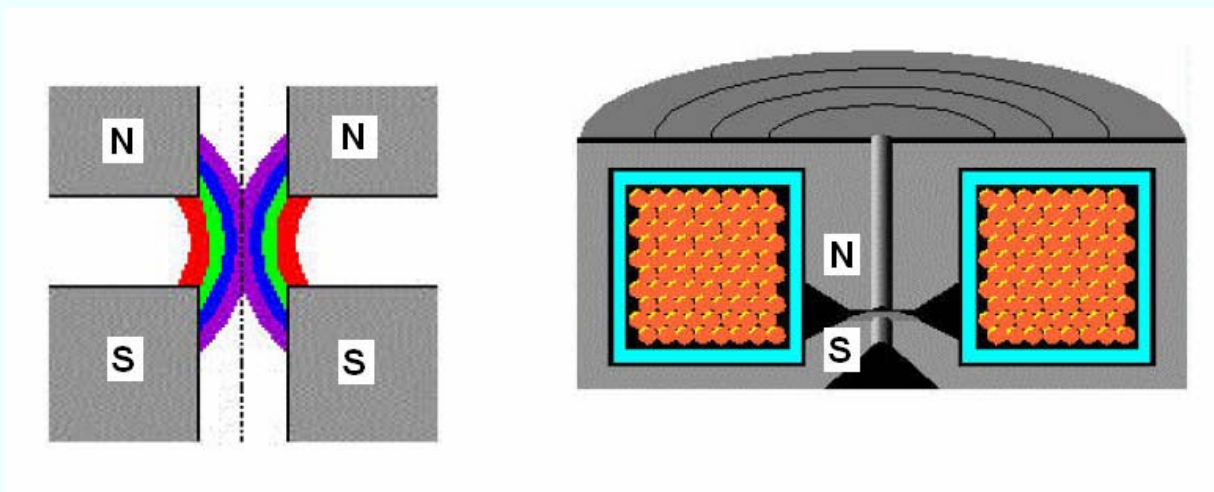
	<b>Schottky</b>	<b>Chladný zdroj</b>	<b>LaB<sub>6</sub></b>	<b>Wolfram</b>
Velikost zdroje (nm)	15	3	10 <sup>4</sup>	>10 <sup>4</sup>
Rozsah energie (eV)	0,3-1,0	0,2-0,3	1,0	1,0
životnost	>1rok	>1rok	1000hod	100hod

INVESTICE DO ROZVOJE VZDĚLÁVÁNÍ



# Elektromagnetické čočky

- = prstence z velmi čistého, měkkého železa zasazené v cívkách
- pracují pouze ve vakuu
- pouze spojky

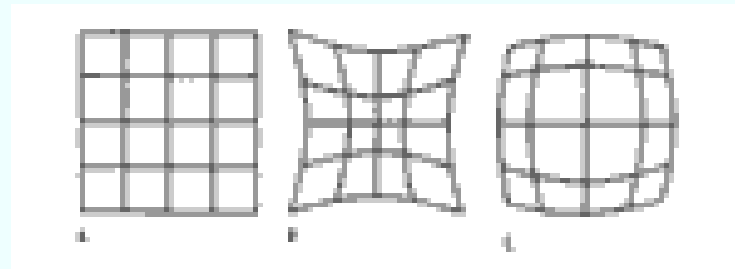


INVESTICE DO ROZVOJE VZDĚLÁVÁNÍ

# Vady elektromagnetických čoček

## Sférická vada

- neschopnost zaostřit paprsky z bodového zdroje do bodu
- důsledek: zvětšení v krajích jiné než ve středu



## Chromatická vada

- rozdílné energie elektronů ve svazku
- zlepšení: maximální stabilizace stabilizace urychl. napětí

# Vady elektromagnetických čoček

## Osový astigmatismus

- nesymetrie magnetického pole
- zdroj: nečistoty na vnitřních plochách
- korekce magnetických polem stigmátoru

## Detekce sekundárních elektronů

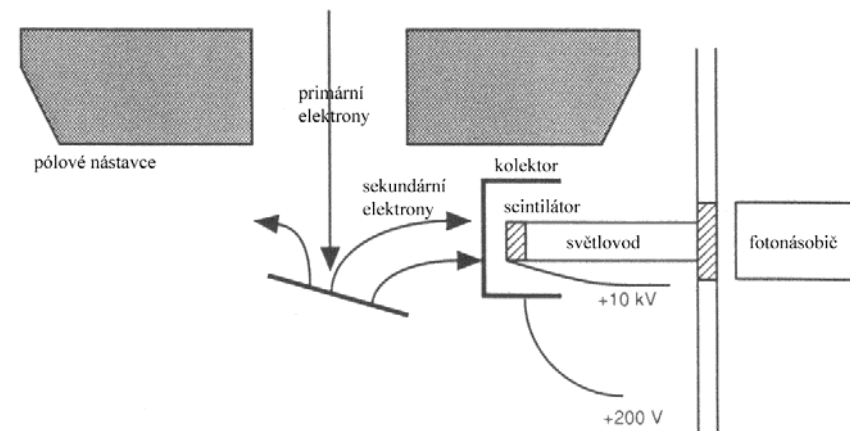
- vysoká citlivost (signál zachycovaný detektorem – 1pA-1nA (tzn. dopad  $10^6$ - $10^9$  elektronů/sek)
- široký dynamický rozsah (signál se může měnit z bodu na bod v rozpětí 1:100 i větším)
- účinnost (limituje kvalitu obrazu)
- velikost (při velkých zvětšeních –malá pracovní vzdálenost-co nejbliže elmag.čočkám)
- odolnost (tlak, světlo, vlhkost)
- cena a životnost

## Everhart-Thornleyův detektor

- nejčastěji využívaný
- scintilátor uvolní záblesk světla → na přední straně scintilátoru-tenký kovový film (potenciál 10kV-urychlí dopadající elektrony) →

světlo jde světlovodem → komoru SEM opustí křemenným okénkem

mimo vakuum-fotonásobič  
(převeďte svět.signál na elektrický a zesílí ho)





## Everhart-Thornleyův detektor

celý detektor ve Faradayově kleci (předpětí 200kV- aby napětí na scintilátoru neovlivnilo dopadající svazek)

60% sekundárních elektronů dopadne na detektor

nevýhoda detektoru: ztráta citlivosti

## Detektor zpětně odražených elektronů

### Everhart-Thornleyův detektor

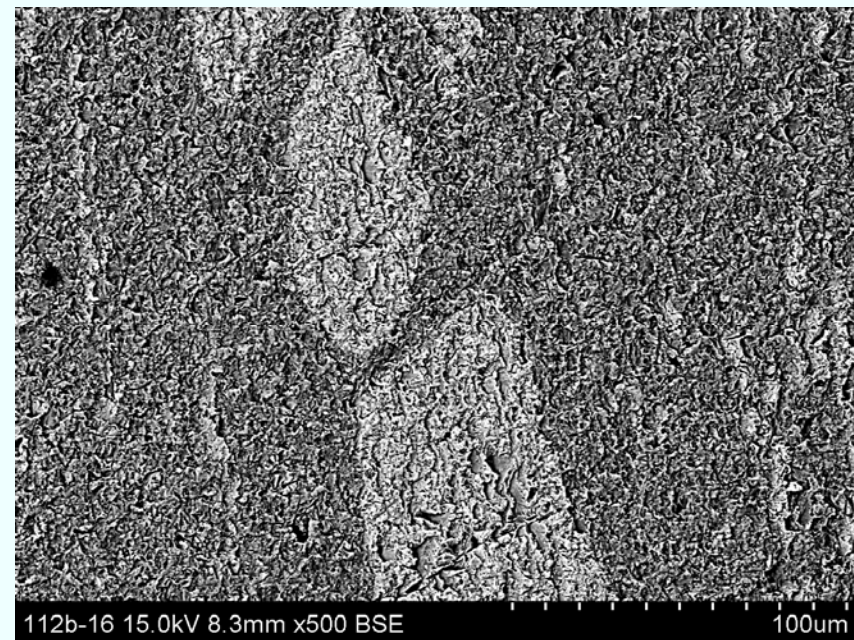
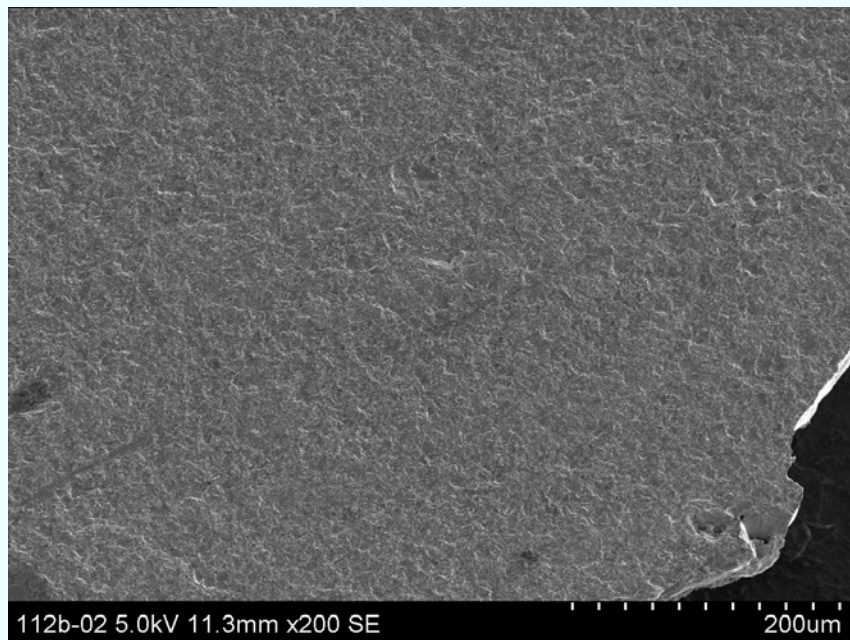
- jiné uspořádání
- scintilátor na okraji pólových nástavců poslední elmag. Čočky
- účinnost záchytu: 50%

### Polovodičový detektor

- využívá P-N přechod nebo Schottkyho diodu

# Režimy měření v SEM

Měření v módu sekundárních nebo zpětně odražených elektronů



INVESTICE DO ROZVOJE VZDĚLÁVÁNÍ

# Přídavná zařízení SEM

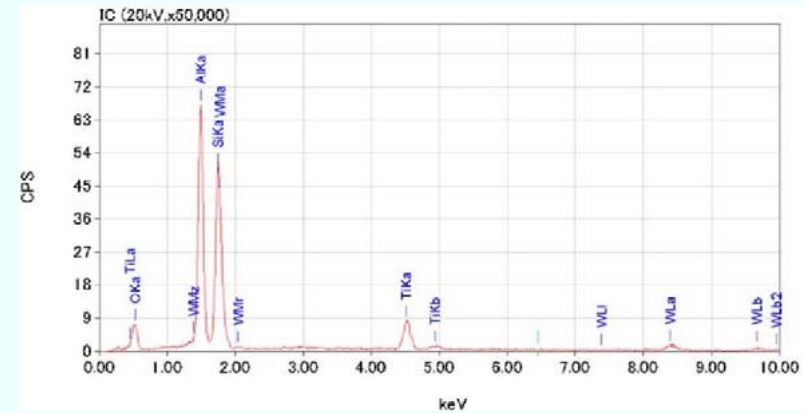
## Energiově disperzní analyzátor (EDS)

princip: detekce rentgenového záření

nositel informace o chem. složení – charakteristické rtg záření

výstupem EDS analýzy: spektrum četnosti rentgenového signálu v jednotlivých energetických oknech, což jsou píky, které odpovídají jednotlivým prvkům a jejichž výška je úměrná koncentraci daného

prvku ve vzorku



## Hitachi Su-6600

urychlovací napětí: 0,5-30kV

zvětšení: 30-600000x

rozlišení: až 1,2nm

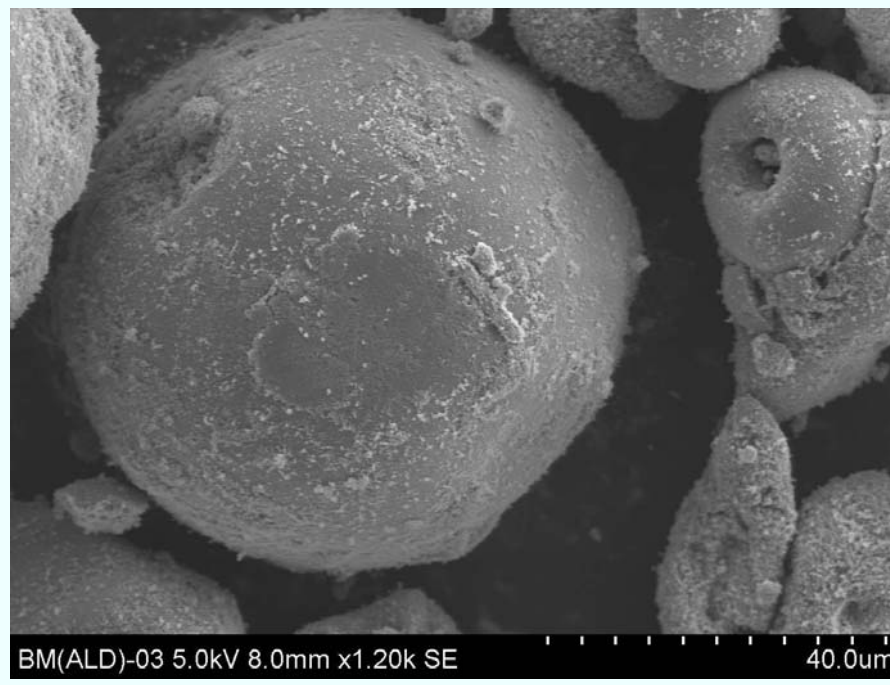
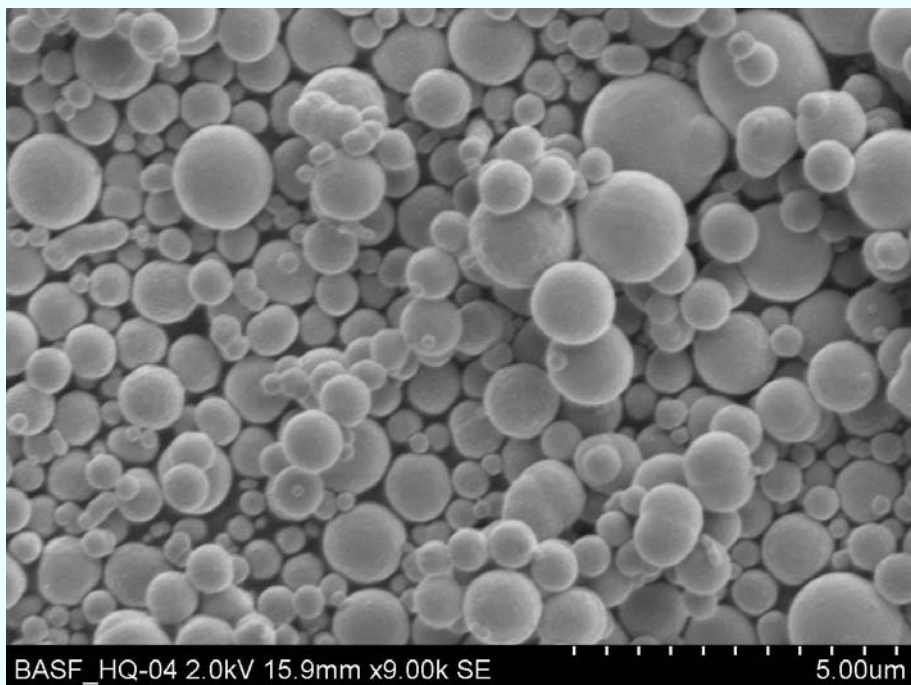


INVESTICE DO ROZVOJE VZDĚLÁVÁNÍ



# Výstupy ze SEM

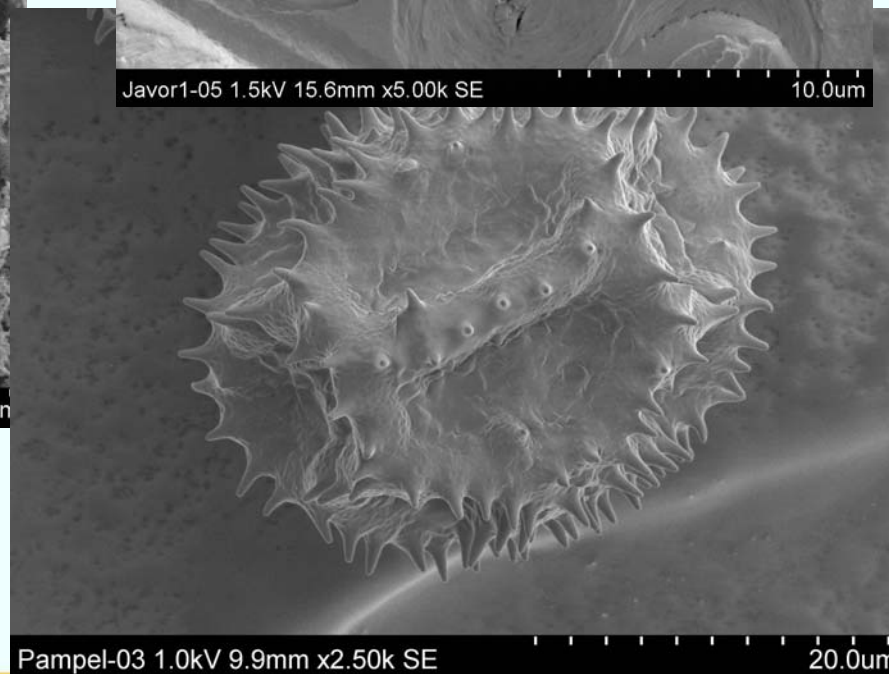
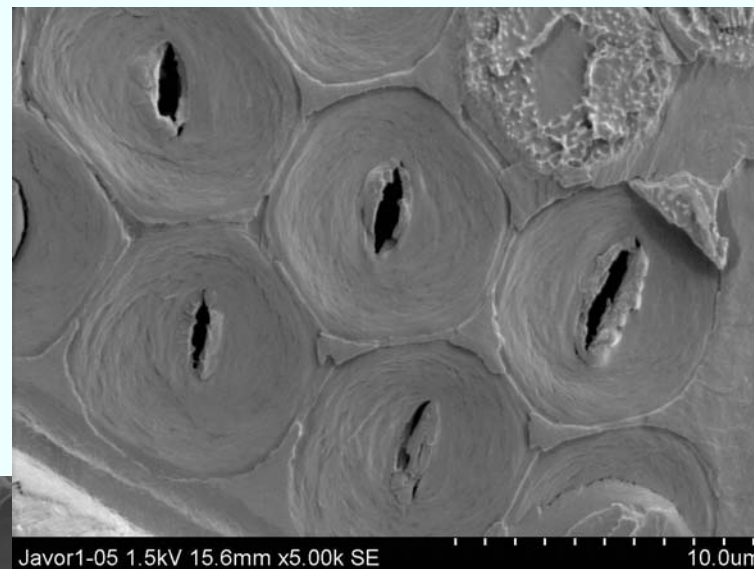
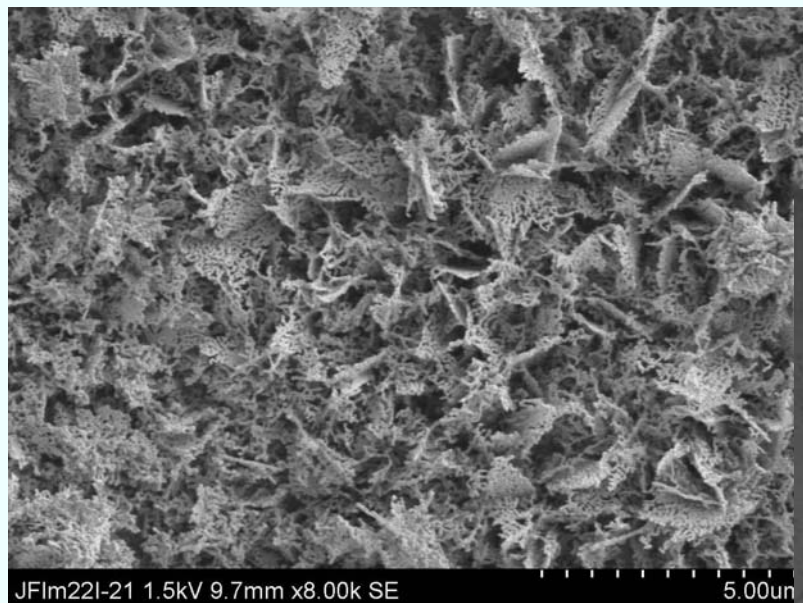
Rozměry (průměr částic, délka nanotrubek,...)



INVESTICE DO ROZVOJE VZDĚLÁVÁNÍ

# Výstupy ze SEM

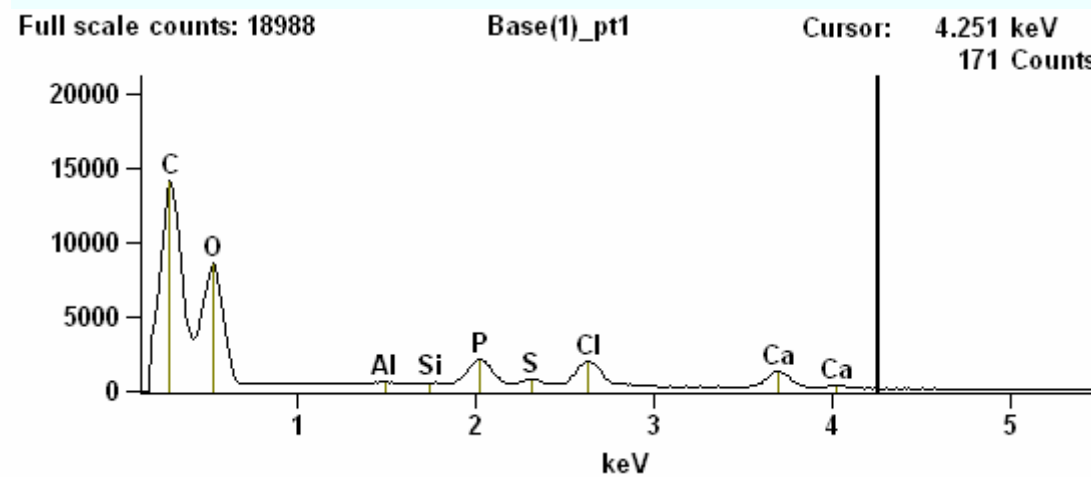
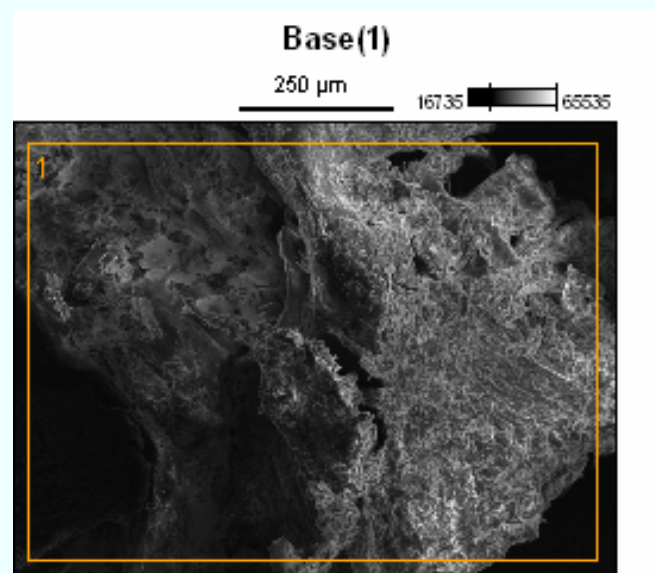
## Studium povrchů a struktur



INVESTICE DO ROZVOJE VZDĚLÁVÁNÍ

# Výstupy ze SEM

## Prvková spektra



INVESTICE DO ROZVOJE VZDĚLÁVÁNÍ



# Příprava vzorků pro SEM

Požadavky na vzorek:

- bez cizorodých částic (prach apod.)
- stabilní ve vakuu a při ozáření svazkem elektronů
- nemělo by docházet k nabíjení
- musí být suchý

Vzorky

- nanomateriálové (oxidy železa, povrchy tenkých filmů,..)
- biologické (chrupavky, tkáně, pyl,..)

## Nanomateriálové vzorky

### Ve formě suchého nanoprášku

hliníková podložka → oboustranná uhlíková lepicí páska (uhlíková nebo stříbrná pasta) → nanoprášek

### Ve formě suspenze

suspenze nakápnuta na – oboustr. lepicí pásku  
- přímo na hliníkový terčík



## Biologické vzorky

požadavky na vzorek splňují pouze některé biologické materiály (zuby, kosti, dřevo, pyl, apod.)

ostatní – obsahují vodu → je třeba odstranit

Metody odstranění vody: - chemické – častěji využívané

- fyzikální

## Chemické metody

- odebrání a očištění vzorku
- fixace (stabilizace a zamezení degradačním účinkům)
  - fixační činidla: aldehydy,  $\text{OsO}_4$  (nejlepší-formaldehyd)
- promytí preparátu (vypírací roztoky-pufr a přídavek sacharózy nebo glukózy)
- dehydratace (nahrazení vody organ. rozpouštědlem-aceton, ethanol)
  - vzorek projde řadou roztoků se zvyšující se koncentrací organického rozpouštědla
- sušení a lepení

## Zvýšení povrchové vodivosti

vysušené objekty - elektricky i tepelně nevodivé → nabíjení (deformace preparátu)

preparát se pokryje tenkou (10-20nm) vrstvou kovu (Au,Pt,Pt+Pd) →

odvede se přebytečný náboj

pokovit lze vzorek: - vakuovým napařováním

- iontovým naprašováním

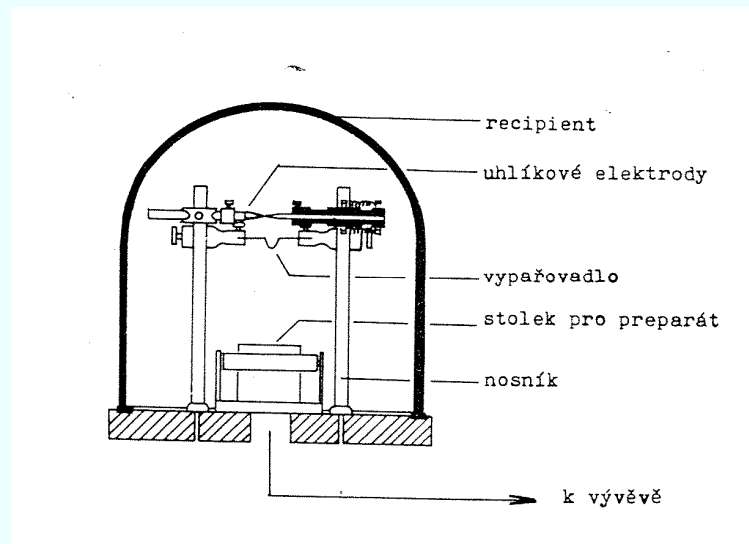
- impregnace

## Vakuové napařování

kov je elektricky zahřátý na danou teplotu (za vysokého vakua) →

začnou se odpařovat molekuly → šíří se všemi směry a po dopadu na

preparát a na něm kondenzují



INVESTICE DO ROZVOJE VZDĚLÁVÁNÍ

## Iontové naprašování

založeno na usměrněném výboji v argonové atmosféře účinkem elektrického napětí

při výboji - ionizace plynu → vzniklé ionty přitahovány ke katodě, obkroužené prstencem z naprašovaného kovu

urychlené ionty vyrážejí částice kovu, které se rozptylují srážkami s

dalšími molekulami a ionty plynu → vznikne mrak, který obalí povrch preparátu tenkou vrstvičkou kovu.

**Impregnace** – chemická cesta (reakce osmia s kyselinou tanovou)



Děkuji za pozornost

TSA<sub>d</sub>\_10-30 5.0kV 8.3mm x4.50k SE 4/2/2009 10.0um

INVESTICE DO ROZVOJE VZDĚLÁVÁNÍ

