

VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V BRNĚ  
Fakulta elektrotechniky a komunikačních technologií

**Ing. Martin Zadražil**

**ZOBRAZOVÁNÍ NEVODIVÝCH PREPARÁTŮ METODOU  
NENABÍJEJÍCÍ ELEKTRONOVÉ MIKROSKOPIE**

**NON-CHARGING ELECTRON MICROSCOPY**

ZKRÁCENÁ VERZE PHD THESIS

Obor: Mikroelektronika a technologie

Školitel: RNDr. Luděk Frank, DrSc.

Oponenti: RNDr. Oldřich Benada, CSc.  
Prof. RNDr. Pavel Tománek, CSc.

Datum obhajoby: 25.1.2002

## **KLÍČOVÁ SLOVA**

nenabíjející elektronová mikroskopie, rastrovací elektronový mikroskop, nevodivý preparát, REM, katodová čočka, kritická energie

## **KEY WORDS**

noncharging electron microscopy, scanning electron microscope, nonconductive specimen, SEM, cathode lens, critical energy

## **MÍSTO ULOŽENÍ PRÁCE**

Oddělení pro vědu a výzkum FEKT VUT v Brně

© Martin Zadražil, 2002

ISBN 80-214-2139-8

ISSN 1213-4198

## OBSAH

OBSAH.....	3
1 ÚVOD.....	5
1.1 Současný stav řešené problematiky .....	5
2 CÍLE PRÁCE .....	7
2.1 Vlastní realizace práce .....	7
2.2 Výsledky práce.....	14
3 ZÁVĚR.....	18
4 SEZNAM POUŽITÉ LITERATURY.....	20
5 O AUTOROVI .....	21
6 ABSTRACT .....	22



# 1 ÚVOD

Při pozorování preparátu v elektronovém mikroskopu nemusí být množství elektronů, emitovaných z pozorovaného místa preparátu totožné s množstvím elektronů, které ve formě elektronového svazku na preparát dopadly. Pro určitý rozsah energií primárního svazku je množství elektronů emitovaných z povrchu dokonce vyšší než počet elektronů dopadajících. Náboj vzniklý tímto rozdílem je pak odváděn vodivostí vzorku a také případně kompenzován dopadem iontů z okolí vzorku. V klasickém elektronovém mikroskopu, kde se tlak v komoře vzorku pohybuje v řádu  $10^{-2}$  Pa až  $10^{-3}$  Pa, zbývá pouze možnost odvodu náboje skrze vlastní vodivost vzorku na uzemněný manipulátor. Pro vodivé preparáty je tento způsob zcela dostačující, takže náboj injektovaný do vzorku nemá vliv na zobrazování preparátu. Problém nastává v případě vzorků nevodivých. Takovými jsou například vzorky biologických materiálů (mikroorganismy, buňky a tkáně živočišného či rostlinného původu), vzorky izolantů, ale například i materiály používané v polovodičové technice.

## 1.1 SOUČASNÝ STAV ŘEŠENÉ PROBLEMATIKY

Obvykle používaným východiskem při pozorování nabíjejících se preparátů je jejich pokovení tenkou vrstvou Au, Ag, C, Al. Tloušťka vrstvy se pohybuje v řádu desítek nm, což postačuje k odvádění náboje z povrchu. Metoda má však své stinné stránky. K pokovování je nutno použít naprašovací zařízení, jehož cena se pohybuje ve stovkách tisíc Kč. Vlastní procedura naprašování zdržuje jinak velmi rychlé pozorování rutinním elektronovým mikroskopem. U preparátu s velmi členitým povrchem je problémem vytvořit vrstvu, která není nikde přerušena, kryje všechny plochy povrchu preparátu a zajišťuje z nich odvod náboje. V neposlední řadě je nutno mít na paměti, že vodivá vrstva vytvořená na povrchu vzorku mění charakter pozorování. Elektronový svazek již nerastruje po vlastním preparátu, ale po této vrstvě. Budeme – li předpokládat, že vrstva zcela dokonale kopíruje povrch vzorku (což ovšem platí jen přibližně), neměla by vadit jen v případě, že nás preparát zajímá výhradně z hlediska své topografie. Pokud však chceme pozorovat rozdíly v materiálovém složení, bude tato informace skryta pod vodivou vrstvou. Záleží pak na energii dopadajících elektronů a tloušťce vodivé vrstvy, zda vůbec tuto informaci dostaneme [7][6].

Další možností, jak pozorovat nevodivé preparáty v elektronovém mikroskopu, je metoda, při které se tlak v komoře preparátu udržuje v řádu 10 – 2000 Pa, přičemž optická soustava mikroskopu je od komory vakuově oddělena clonou o malém průměru. Lze dosáhnout velkého rozdílu tlaků a zaručit tak podmínky pro správnou funkci optické soustavy a elektronové trysky. Atmosféra v okolí preparátu má při uvedeném tlaku díky ionizaci energetickými elektrony vysokou vodivost. Tímto způsobem je náboj vzniklý na povrchu vzorku kompenzován ionty okolní atmosféry [1], [9], [10]. Používání mikroskopu se zvýšeným tlakem v komoře má ještě jednu nespornou výhodu. S jistými omezeními je v tomto uspořádání možno pozorovat

i preparáty obsahující vodu, což je v klasickém elektronovém mikroskopu nemožné. Mikroskopy se zvýšeným tlakem v komoře preparátu však mají i své problematické stránky. Zásahu na tom má právě přítomnost plynu v prostoru vzorku. Po dopadu energetického elektronu na povrch preparátu dochází k rozpadu adsorbovaných molekul uhlovodíků, které tvoří významnou část atmosféry v komoře preparátu. Je to důsledek obvyklého čerpání rotační a difusní vývěvou, které obě pracují s olejovou náplní. Po rozpadu se uhlík usazuje na povrchu preparátu a pevně na něm ulpívá. V obraze se pak takto kontaminované místo jeví tmavší. Dalším neméně významným problémem je kontaminace vlastní optické soustavy. Jak již bylo řečeno, komora je od optické soustavy oddělena clonou o malém průměru. Díky rozdílu tlaků touto clonou proudí z komory značné množství plynů, které jsou pak nad clonou odčerpávány. Dochází tedy ke kontaminaci clony, k jejímu nabíjení a tím k ovlivnění kvality elektronového svazku. V neposlední řadě vyvstává i problém detekce emitovaných elektronů. Detektory sekundárních elektronů, založené na principu Everhart – Thornley, používají ke své činnosti elektrody na potenciálech stovek a tisíců voltů. Při použití tohoto detektoru v prostoru s vodivou atmosférou dojde k výboji, který v lepším případě znemožní funkci detektoru, v horším případě jej poškodí. Je tedy nutno vyvíjet nové způsoby detekce založené na detekci iontů, detekci světelné emise v plynu a podobně.

Mimo tyto dnes hojně užívané metody existují ještě další způsoby pozorování nevodivých preparátů, jako například vybíjení povrchu iontovým svazkem [2], elektronovým svazkem o energii odlišné od energie zobrazovacího svazku, překrytí vzorku kovovou folií s malým otvorem pro zorné pole, ozařování rentgenovým zářením a další. Jednou z metod vhodných pro pozorování nevodivých preparátů je též použití nízkých energií dopadajících elektronů. Pro nevodivý materiál totiž standardně existuje energie zvaná kritická, při které je počet elektronů na vzorek dopadajících roven počtu elektronů ze vzorku emitovaných. Problémem ovšem je zejména jednoduché a přesné stanovení kritické energie.

Autoři Bauer a Seiler [3] získali v roce 1984 hodnoty kritických energií pro sérii kovových materiálů. Kritická energie byla v jejich případě stanovena jako energie dopadajících elektronů, při které proud absorbovaný preparátem klesl na nulu. Je pochopitelné, že tuto metodu nelze použít v případě nevodivých preparátů. Reimer [13] pak v roce 1992 sumarizoval postupy vhodné jak pro vodivé, tak i pro nevodivé materiály. Do metod vhodných pro nevodivé materiály zahrnul snímání elektrického pole těsně nad vzorkem přídatným elektronovým svazkem pohybujícím se paralelně s povrchem vzorku, dále pak měření úrovně tohoto pole sondou a měření posuvu energiového spektra sekundárních elektronů.

Nejjednodušší a nejrozšířenější je však pozorování ozářeného místa a srovnání jeho jasů s okolím po přerastování a následném rychlém snížení zvětšení. Toto umožňuje operátorovi mikroskopu určit, zda po ozáření určitého místa došlo ke změně emisivity; k takové změně dochází při všech energiích s výjimkou energie kritické.

Rozvinutím tohoto praktického triku vznikl návrh nové metody, publikovaný v roce 1994 Frankem a Müllerovou [5], kteří navrhovali stanovovat úroveň kritické energie na základě snímání vývoje signálu v čase. Metoda byla nazvána “noncharging electron microscopy“, tedy “nenabíjející elektronová mikroskopie“.

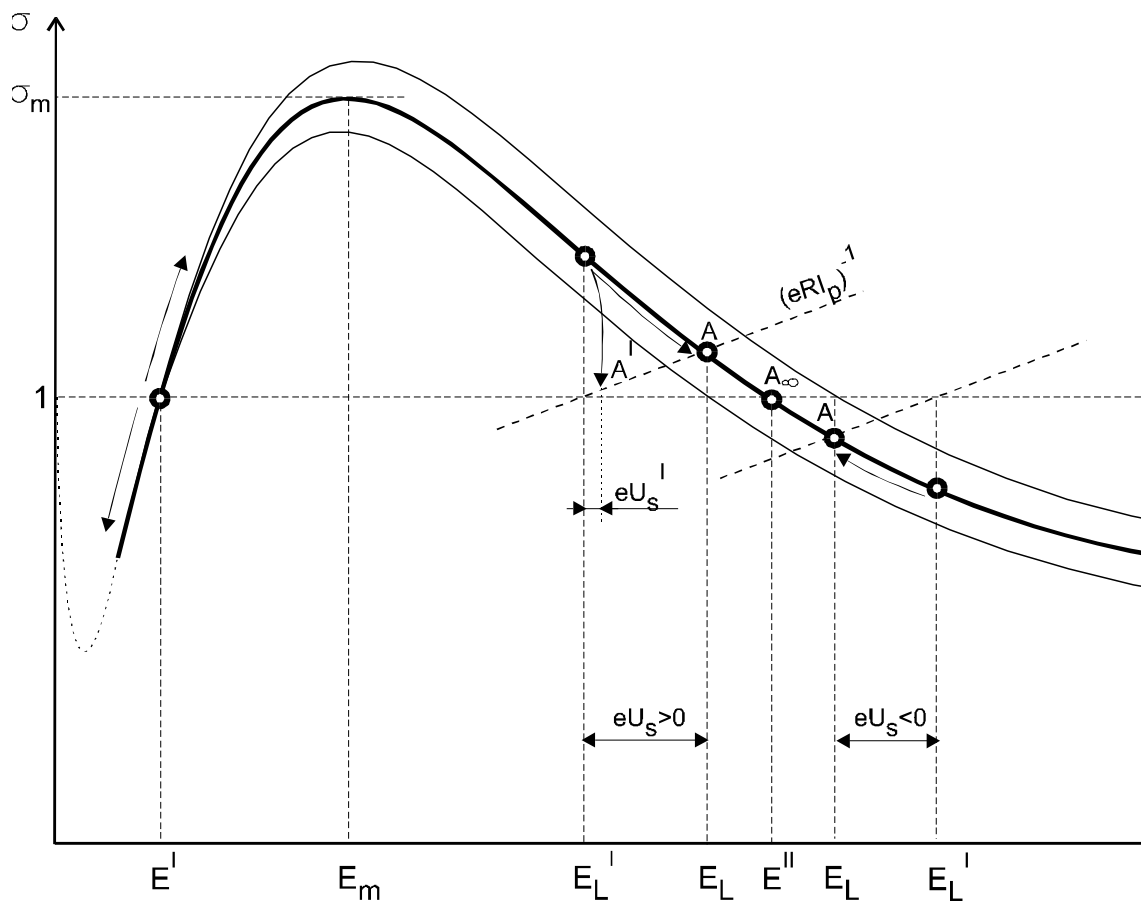
## 2 CÍLE PRÁCE

Cílem disertační práce bylo propracování myšlenky nenabíjející elektronové mikroskopie, teoretické řešení nábojových dějů na nevodivém preparátu, stavba experimentálního zařízení pro tuto metodu, studium rušivých vlivů a testování metody tak, aby nakonec mohla být představena jako rutinní pro pozorování nevodivých preparátů.

### 2.1 VLASTNÍ REALIZACE PRÁCE

V metodě nenabíjející elektronové mikroskopie je zjišťována závislost signálu detektoru mikroskopu na čase pro danou energii dopadajících elektronů. Pokud pomineme kontaminaci a různé druhy radiačního poškození preparátu v místě dopadu elektronového svazku, dojde ke změně signálu v čase tehdy, když se na povrchu preparátu začne hromadit náboj. Z předchozích dvou výroků se dá vyvodit, že kritická energie je taková energie, při které signál zůstává v čase konstantní. Pochopitelnou podmínkou je, že signál musí pocházet z nenabitého a tedy dříve neozářeného místa, jinak by bylo měření a určování závislosti prováděno za stále se měnících počátečních podmínek. Dále je nutné, aby perioda odběru vzorků signálu odpovídala rychlosti vytváření povrchového náboje. Z principu metody plyne nutnost opakování sérií měření pro různé energie dopadajících elektronů. Další podmínkou je tedy dostatečně vysoká rychlost nalezení kritické energie a odtud pocházející požadavek na zautomatizování celého procesu.

Při pokusu o určení velikosti povrchového náboje můžeme vycházet ze závislosti celkového elektronového výtěžku na energii. Elektronový výtěžek je definován jako poměr mezi počtem emitovaných a dopadajících, respektive jako počet emitovaných elektronů na jeden elektron dopadající. Zanedbáme – li méně významné jevy, můžeme celkový elektronový výtěžek vyjádřit rovnicí  $\sigma = \delta + \eta$ , kde  $\delta$  je výtěžek sekundárních elektronů a  $\eta$  je výtěžek zpětně odražených elektronů.



Obr. 1

Graf typické závislosti celkového elektronového zisku  $\sigma$  na energii dopadajících elektronů. Jednotlivé průběhy  $\theta_3 > \theta_2 > \theta_1$  demonstrují rozdílnost  $\sigma$  pro různé úhly dopadu elektronů.

$\sigma$  elektronový výtěžek

$\sigma_m$  maximální elektronový výtěžek

$E_p$  energie dopadajících elektronů

$E_I, E_{II}$  kritické energie

$E_m$  energie maximálního výtěžku

$E_L^I$  počáteční energie dopadu na nevodivý vzorek

Typická závislost celkového elektronového výtěžku na energii je vyjádřena v grafu na obr. 1. Předpokládejme nyní, že elektrony dopadají s energií  $E_L^I$ . Celková emise elektronů je nižší než množství elektronů, které na povrch dopadnou a část záporného náboje tedy zůstává v preparátu. V případě materiálu o vysoké rezistivitě se náboj lokalizuje blízko místa dopadu primárního svazku a vznikající záporný lokální náboj svým polem zpomaluje další dopadající elektrony. Tento jev pokračuje tak dlouho, dokud narůstající záporný povrchový náboj nedosáhne takové hodnoty, že svým polem zbrzdí dopadající primární elektrony na hodnotu energie odpovídající bodu A. V tomto bodě je dosaženo nábojové rovnováhy mezi



dopadajícími a emitovanými elektrony spolu s elektrony unikajícími vodivostí ozařovaného materiálu.

Vodivost materiálu  $R$  charakterizuje schopnost materiálu snižovat povrchový potenciál odváděním náboje. V grafu je tento vliv vyjádřen přímkou se sklonem  $(eRI_p)^{-1}$ , kde  $I_p$  je proud primárního svazku. Souřadnice bodu  $A$  je rovnovážnou energií  $E_L$ , která se liší o  $eU_s < 0$  od  $E_L'$ , kde  $U_s$  je povrchový potenciál. Je evidentní, že pro materiál s velmi vysokým vnitřním odporem jde přímkou o směrnici  $(eRI_p)^{-1}$  vodorovně a protíná křivku  $\sigma(E)$  v bodě  $A_\infty$  na souřadnici  $E_{II}$ . Analogické vysvětlení se nabízí pro formování kladného náboje v případě, že energie dopadajících elektronů leží v oblasti, kde je  $\sigma > 1$ . Je však třeba si uvědomit, že pokud se zkoumaný vzorek nachází v prostředí bez vnějšího elektrického pole, je jev tvoření kladného povrchového náboje částečně kompenzován zachycenými sekundárními elektrony. Tyto sekundární elektrony, které původně přispěly ke vzniku kladného povrchového náboje, jsou jeho polem přitahovány zpět a povrchový náboj kompenzují. Výsledkem tohoto zachycení je efektivní snížení koeficientu sekundární emise [4] [13], takže rovnováhy je dosaženo v bodě křivky  $A^1$  s povrchovým potenciálem  $U_s^1$  o velikosti pouhých několika voltů. Poněkud jiná situace nastává v případě, kdy se vzorek nachází v silném vnějším elektrickém poli. V takovém případě mohou být emitované sekundární elektrony tímto polem odsáty z prostoru vznikajícího kladného povrchového náboje a tento pak nabývá mnohonásobně vyšších hodnot. Vnější elektrické pole může pocházet například od kladného potenciálu extrakční elektrody SE detektoru. Jiným příkladem je axiální pole katodové čočky. Pro následující úvahu je třeba předeslat alespoň základní princip: v případě katodové čočky slouží vlastní vzorek včetně obklopujícího stolku jako katoda, na kterou je přiveden potenciál  $U_b < 0$ . Anodou je pak například spodní plocha dolního pólového nástavce objektivu nebo další elektroda vložená nad vzorek. Energie primárních elektronů  $E_p$  je po opuštění roviny objektivu postupně snižována na energii  $E_L' = E_p + eU_b$ , které dosáhne po dopadu na úroveň katody katodové čočky. Předpokládejme nyní  $E_L' < E_{II}$ . V důsledku vzniku povrchového náboje se energie dopadajících elektronů mění na  $E_L = E_L' + eU_s \leq E_{II}$ ,  $U_s > 0$ . Emitované sekundární elektrony nejsou zpětně přitahovány k povrchu vzorku, pokud povrchový potenciál  $U_b + U_s$  zůstává záporný. Toto je pravdou pro  $E_p > E_L$ , což je splněno, pokud je  $E_p > E_{II}$ . Z uvedeného by vyplývalo, že v katodové čočce se může i kladný povrchový potenciál "plně" rozvinout až do pracovního bodu  $A$  křivky na obr. 1.

Podrobnější počítačová simulace tohoto problému nicméně ukázala [8], že mezi nabitým zorným polem na vzorku a jeho nenabitým okolím vzniká další, tentokrát radiální komponenta elektrostatického pole. Její kombinací s axiálním polem katodové čočky vzniká elektrostatické zrcadlo, odrážející i v tomto případě zpět ty sekundární elektrony, jež byly emitovány pod vyšším úhlem vzhledem k normále k povrchu. Kladný povrchový potenciál je tedy přece jen limitován, a to na hodnotu úměrnou velikosti nabitého zorného pole [8]. Při velikosti zorného pole do několika

desítek mikrometrů nepřekročí potenciál 20 – 30 V, tedy hodnotu víceméně shodnou se situací v běžném mikroskopu bez vnějšího pole v okolí preparátu.

Z předchozího popisu zároveň plyne, že pokud je  $E_L' = E_{II}$ , pak zároveň  $E_L' = E_L$ , celkový elektronový zisk  $\sigma=1$  a na povrchu se netvoří náboj. Nabízí se tedy možnost použít energii  $E_{II}$ , zvanou kritická, pro pozorování nevodivých preparátů.

Matematický model vývoje nábojových procesů by musel zahrnovat nábojové vrstvy vzniklé na povrchu a v hloubce materiálu, přesnou hodnotu povrchové vodivosti, objemové vodivosti, musel by zahrnovat jev kompenzace povrchového náboje z okolního prostoru ionty atmosféry a zachycování nábojů v pomalých lokalizovaných stavech. K tomu přistupuje konečná rychlost šíření náboje v materiálu a po jeho povrchu a s tím spojené dynamické změny v ovlivňování elektronů primárního svazku. Do takového matematického modelu vstupuje příliš mnoho neznámých, než aby se s požadovanou přesností podařilo kritickou energii pro daný materiál vypočítat. Nejpřesnější se jeví postup založený na měření úrovně vzniklého povrchového náboje a jeho vývoje v závislosti na čase.

Omezme se zde na konstatování, že teorie metody vychází z přítomnosti elektrostatického pole nad povrchem preparátu. Toto pole si lze představit jako pole způsobené existencí vrstvy náboje na povrchu vzorku, která může mít různou hustotu i znaménko nábojů. V tomto smyslu budeme hovořit o kladném nebo záporném náboji vzorku.

Jelikož se kritická energie pro většinu nevodivých materiálů nachází v oblasti stovek eV až jednotek keV, což je energie v běžném mikroskopu jen obtížně dosažitelná, bylo při praktické realizaci metody nutno použít některé z metod pro dosažení nízkoenergetického energiového elektronového svazku. Tyto metody jsou založeny na použití elektrického brzdícího pole, či jeho kombinace s fokusačním magnetickým polem. Nakonec byl použit princip katodové čočky. Detailní rozbor principu katodové čočky je možno nalézt například v práci Lenc a Müllerová (1992) [11]. Praktickým použitím katodové čočky se pak zabývá práce Frank a Müllerová (1994) [12].

K experimentům byl použit elektronový mikroskop TESLA BS343, který byl vybaven novou elektronikou, která je plně řízená počítačem a digitální je i snímání a zobrazování signálu. Centrálním uzlem celého zařízení je počítač PC kompatibilní, na kterém je spuštěn řídicí program mikroskopu ITIP. Na rozdíl od starších typů mikroskopů s analogovým řízením je ovládán, jak je v prostředí Windows zvykem, pomocí připojené myši a klávesnice. Pro metodu nenabíjející mikroskopie je důležitá funkce Image Shift, která posouvá rastrované zorné pole ve směru X i Y o přibližně  $\pm 4$  mm při pracovní vzdálenosti 30 mm. Tento posuv je realizován změnou stejnosměrného podložení proměnného proudu rastrovacích cívek a při automatickém procesu hledání kritické energie se používá pro změnu polohy měřících bodů (viz. dále).

Mikroskop s digitálním záznamem obrazu přináší velké přednosti v manipulaci s obrazem, tisku kopií (zejména ve srovnání s mokrým fotografickým procesem) i v archivaci snímků. V případě metody nenabíjející mikroskopie lze navíc využít

výhodu spočívající v možnosti rychlého záznamu velkého množství dat, což umožňuje sledovat dynamické procesy nabíjení.

Již zmíněný software pro řízení elektroniky mikroskopu (ITIP) bylo nutno doplnit programem, který by dokázal přímo řídit polohu svazku, rastrovat po vybrané oblasti a snímat vývoj signálu v čase se vzorkovací frekvencí odpovídající časovým konstantám nábojových procesů na povrchu preparátu. Stejně jako ITIP byl i tento program (nazvaný VTIP) napsán pro operační systém Windows 3.11.

Program VTIP po spuštění převezme řízení mikroskopu a nabídne možnost změny počtu rastrovaných řádků. Tím si můžeme zajistit část zorného pole, po které není periodicky rastrováno elektronovým svazkem, ale do které může být svazek vystaven. Tato funkce je základním předpokladem pro realizaci metody nenabíjející elektronové mikroskopie. Počet řádků (a tedy vertikální rozměr rastrované oblasti) je možno měnit v rozsahu 1 – 512. Dále program dovoluje definovat v zorném poli množinu bodů, do kterých se po startu měření postupně přesouvá elektronový svazek. Program pak s přednastavenou frekvencí snímá úroveň signálu z detektoru. Nejvyšší rychlost snímání, jaké je systém schopen, činí 2  $\mu$ s na jeden vzorek signálu. Měnit se dá i počet vzorků snímaných z jednoho bodu, a to v rozsahu 1 – 5000.

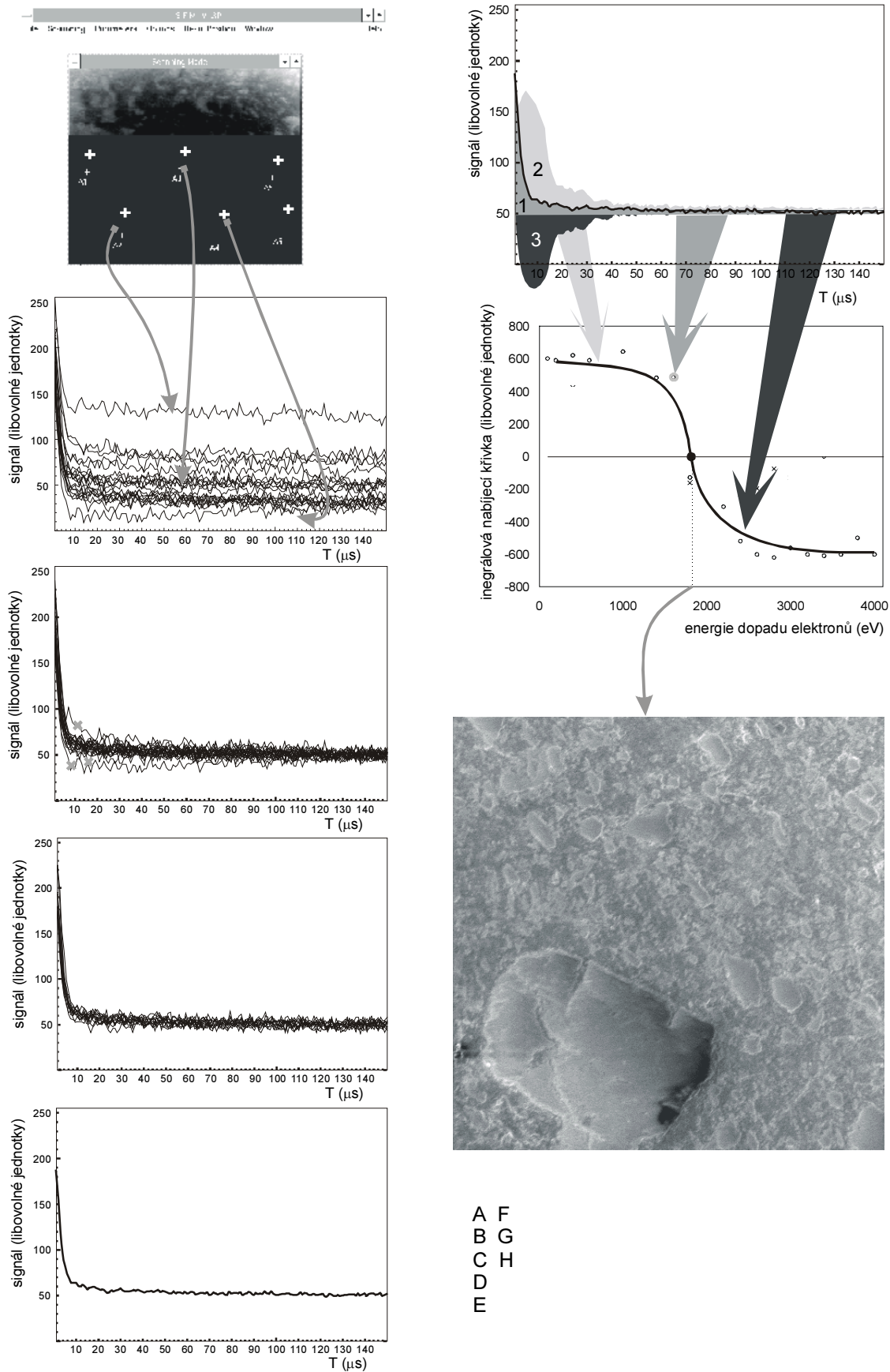
Získaná data jsou po skončení měření spolu s polohou měřících bodů zapsána ve formátu textového souboru na pevný disk počítače, aby mohla být dále vyhodnocena programem SELECT. Tímto způsobem lze krok za krokem získat série naměřených dat pro jednotlivé energie a po jejich vyhodnocení usoudit na polohu kritické energie. Takto prováděné měření s přímou obsluhou jednotlivých kroků trvá neúměrně dlouho. Z tohoto důvodu byl do programu VTIP zabudován interpreter posloupností příkazů – maker. Po spuštění makra probíhá měření automaticky, program uživatele informuje o jeho průběhu a nechává na něm jen některá rozhodnutí. Celkový čas hledání kritické energie se tak zkrátil na několik minut.

Po získání nabíjecích křivek pomocí programu VTIP je nutno tyto křivky vyhodnotit a vybrat z nich tu, která byla sejmuta na kritické energii nebo blízko ní. Slouží k tomu program SELECT8, který je z makra programu VTIP volán automaticky. Po spuštění načte poslední sérii měření a provede sestavení, selekci a zprůměrování křivek v souboru. Nejdříve je vypočtena průměrná hodnota koncové části všech křivek v souboru a jednotlivé křivky jsou posunuty tak, aby jejich koncové asymptotické hodnoty souhlasily. Pro každou křivku je pak numericky vypočten její integrál a dále je určena průměrná hodnota integrálu všech křivek v souboru. V následujícím kroku je vyhledána křivka, jejíž integrál je nejvíce vzdálen od průměru. Pokud je hodnota rozdílu integrálu této křivky a průměrného integrálu větší než zadaná mez, je křivka ze souboru vyřazena. Po vyřazení nejvíce odlišné křivky je zopakován výpočet průměrného integrálu, porovnání a vyřazení. Cyklus se opakuje tak dlouho, dokud všechny křivky nesplní podmínku třídění, tj. dokud maximální odchylka integrálu křivky od průměrného integrálu neklesne pod určenou mez. Pokud je měření uznáno za platné, je vypočtena průměrná křivka ze všech křivek zbylých po třídění a její integrál. Oba výsledky se uloží do výstupního souboru a program SELECT8 vrátí řízení programu VTIP.

Kromě zpracování naměřených dat se program SELECT8 stará o řízení měření a to tak, že má ve svém konfiguračním souboru uvedeny energie, na kterých se má měření provádět.

Pro názornost a pro ilustraci postupů popsaných v předchozích kapitolách si uveďme příklad měření vedoucího k získání kritické energie. Jako preparát poslouží keramická destička, která nebyla pokovena a ani žádným jiným způsobem zvodivěna. Celý postup metody je na obr. 2 rozložen do jednotlivých výše popsaných kroků. Po vložení preparátu do komory mikroskopu, dosažení provozního tlaku, spuštění programu ITIP a získání obrazu preparátu je po přechodu do programu VTIP omezeno rastrování elektronového svazku na přibližně třetinu obrazu od horního okraje (obr. 2-A). Velikost omezení rastrované plochy je možno nastavit v menu programu VTIP. Na této části zorného pole obsluha pomocí programu ITIP provede zaostření a nastavení jasu a kontrastu mikroskopu, poté přepne řízení do programu VTIP a spustí makro pro nalezení kritické energie.

Sekvence příkazů začíná nadefinováním parametrů měření a měřících bodů, které jsou rozloženy na ploše dolních dvou třetin obrazu (obr. 2-A). Z praktických experimentů vyplynul navíc následující požadavek na jejich umístění: křivky, které byly získány z bodů ležících poblíž rastrované oblasti, často vykazovaly velké odchylky od křivek, naměřených v bodech umístěných od této oblasti dále. Je to způsobeno ovlivňováním měření nábojem vzniklým na rastrované oblasti. Proto byly body umísťovány ve vzdálenosti nejméně 10% rozměru zorného pole od rastrované oblasti. Dalším krokem postupu je nastavení první hodnoty předpětí katodové čočky a tím hodnoty energie dopadajících elektronů. Poté je sejmuta křivka závislosti signálu na čase postupně z každého měřícího bodu (obr. 2-B). Po sejmutí celého souboru křivek pro nastavenou energii jsou data načtena programem SELECT8. Ten pak provede sérii operací (obr. 2-C, D, E) jejichž výsledkem je průměrná křivka (obr. 2-E) souboru, z něhož byly vyřazeny křivky, které se od průměru příliš lišily. Další řízení je opět předáno zpět programu VTIP, který nastaví následující hodnotu předpětí katodové čočky ze seznamu a opakuje měření pro tuto energii dopadajících elektronů. Po sejmutí křivek pro všechny hodnoty předpětí je získán soubor znázorněný na obr. 2-F. Pro přehlednost jsou do grafu na obr. 2-F vyneseny pouze tři křivky. Plocha vybarvená šedou barvou (1) reprezentuje křivku získanou v krocích A – E. Další dvě (2) (3) křivky pak byly naměřeny stejným postupem, ale za použití jiné energie dopadu elektronů. Křivky vybarvené šedou (1) a světle šedou barvou (2) byly získány při energii, při které se na povrchu tvořil kladný náboj. Naopak křivka vybarvená tmavě šedou barvou (3) odpovídá energii, při níž byl koeficient celkové emise elektronů menší než jedna a na povrchu se tvořil náboj záporný.



Obr. 2

Ukázka postupu získání snímku nenabitého povrchu keramické destičky metodou nenabíjející mikroskopie. Výsledný snímek H byl nasnímán při energii dopadajících elektronů 1600 eV.

Pro každou křivku je vypočten její integrál a v dalším kroku jsou získané hodnoty integrálů jednotlivých křivek vyneseny do grafu v závislosti na energii (obr. 2-G). Výpočet končí zjištěním hodnoty energie, při které tato integrálová křivka protíná nulu na Y-ové ose. Jak již bylo vysvětleno a jak plyne i z předchozího postupu, právě při této energii nedochází ke změně signálu detektoru na čase a lze ji tedy považovat za energii kritickou v našem pojetí.

Na závěr program nastaví předpětí katodové čočky odpovídající právě této energii a makro končí hlášením pro obsluhu, které obsahuje žádost o změnu polohy stolku mikroskopu. Po tomto zásahu je automaticky nasnímán a uložen jeden snímek (obr. 2-H). Z experimentu vyšla pro testovaný keramický preparát kritická energie rovna 1600 eV a jak je vidět na obr 2-H, snímek skutečně vykazuje jen minimální stopy nabíjení, ačkoli keramické preparáty jsou vzhledem ke svému heterogennímu složení s obvykle dosti hrubým zrnem dosti obtížně zobrazitelné.

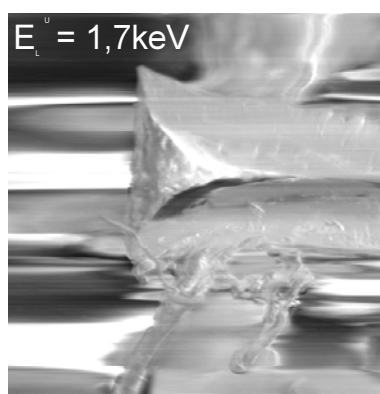
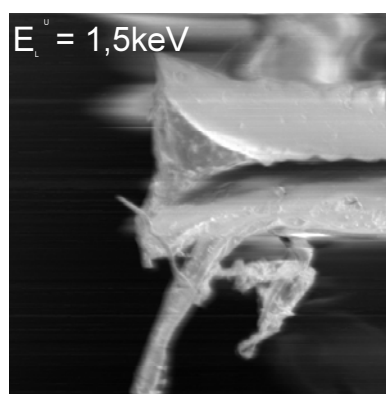
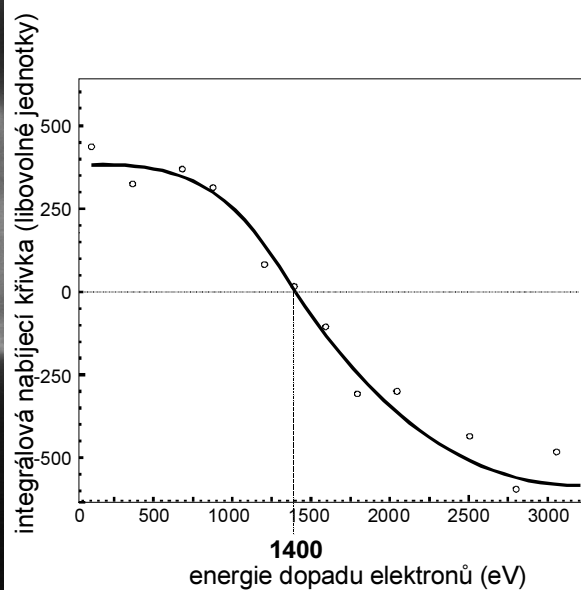
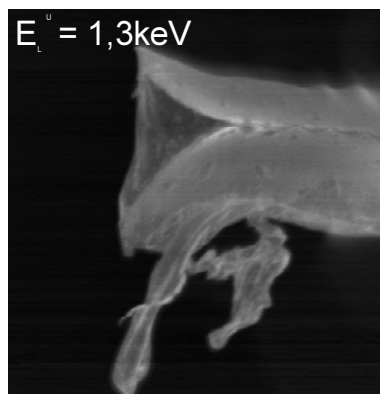
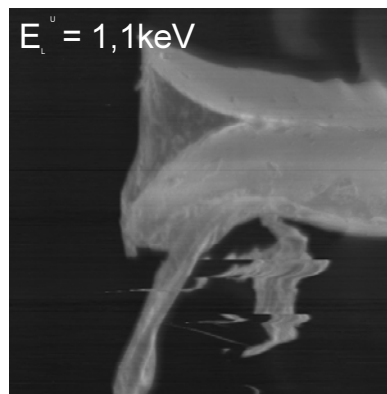
## 2.2 VÝSLEDKY PRÁCE

Pro ověření metody v reálných pracovních podmínkách byla vybrána série zkušebních preparátů. Zvoleny byly preparáty pro pozorování, a tedy i pro metodu nenabíjející mikroskopie spíše obtížnější, aby bylo možno zjistit hranice použitelnosti metody. Žádný z použitých vzorků nebyl před testováním zvodivěn a ke všem pokusům bylo použito zařízení zrealizované v rámci disertační práce.

Jedním z testovacích preparátů byl vzorek molitanové pěny (obr.3). Tento vzorek lze považovat za velice obtížně pozorovatelný v elektronovém mikroskopu. Před vlastním snímáním povrchu byla pomocí postupu popsaného v předchozích kapitolách zjištěna kritická energie. Výsledkem jednotlivých měření je křivka závislosti úrovně a polaroty nabíjení na energii dopadajících elektronů. Elektrony s energií větší než 1400 eV způsobovaly vznik elektrostatického pole nad vzorkem, odpovídajícímu přítomnosti vrstvy záporného náboje na povrchu. Naopak po dopadu elektronů s energií nižší než 1400 eV došlo u molitanové fólie ke stavu, kdy koeficient celkové emisivity překročí jednotku a na povrchu se začne tvořit kladný náboj. energii 1400 eV lze proto považovat za energii kritickou, při níž nedocházelo k časovým změnám v úrovni signálu po dopadu elektronového svazku. Snímek získaný při této energii dokazuje, že na preparátu nejsou viditelné stopy náboje. Na snímcích pořízených při energiích elektronů, které se jen málo liší od energie kritické (1300 eV a 1500 eV), již začíná být deformace obrazu patrná. Při energiích 1100 eV a 1700 eV pak již došlo ke značnému poškození obrazu. Je tedy evidentní, že nalezená hodnota 1400 eV je skutečně energií kritickou a již odchýlení o 100 eV způsobí vznik náboje, který začne ovlivňovat získávaný obraz. Velikost zorného pole všech snímků je 60  $\mu\text{m}$ . Při této velikosti pole již kladný povrchový potenciál neroste nad cca 100 až 200 eV [8], takže nabíjení pod kritickou energií je značně méně významné než nad ní – obrázek to potvrzuje.

Jako další preparát posloužil kousek tkaniny (obr.4), který opět nebyl pokovován a ani jinak zvodivěn. Z měření vyšla kritická energie 1200 eV. Snímek získaný při

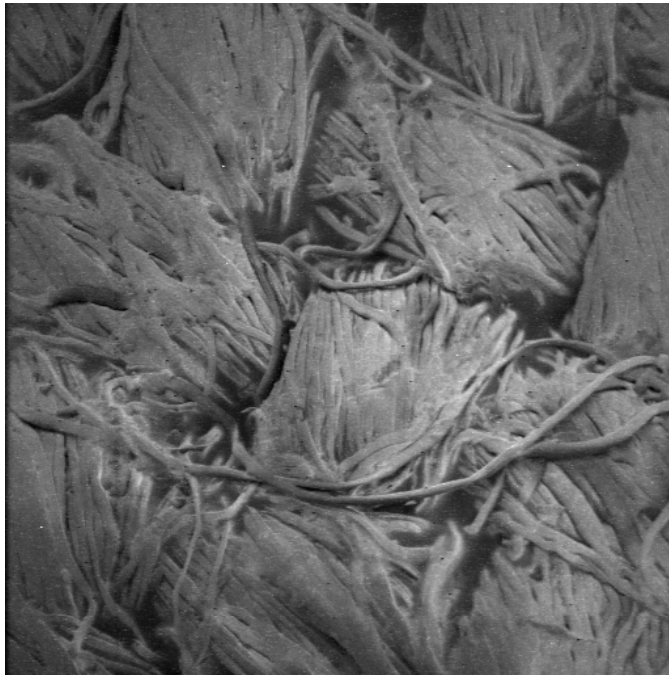
této energii nevykazuje stopy náboje. Pro porovnání slouží snímek s energií elektronů 1700 eV, kde lze již jen nezřetelně rozeznat jednotlivá vlákna tkaniny. Na tomto preparátu byl proveden pokus o získání série snímků na kritické energii s různými zvětšeními. Při růstu zvětšení se zmenšuje oblast, po které rastruje primární svazek a tím se zvyšuje plošná hustota dopadajícího náboje a možnost jeho lokalizace na povrchu preparátu. Porovnání lze provést na třech snímcích získaných ze zorných polí o velikostech 500, 250 a 80  $\mu\text{m}$ . Na posledním snímku je již patrné zjasnění blízko pravého horního rohu, které lze považovat za důsledek povrchového náboje. Pokud však i tento snímek porovnáme s tím, který byl získán na energii 1700 eV, lze prohlásit, že stanovení kritické energie i v tomto případě souhlasí a režim zobrazení je možné použít.



*molitanová fólie (nepokoveno)*  
*velikost zorného pole: 60mm*

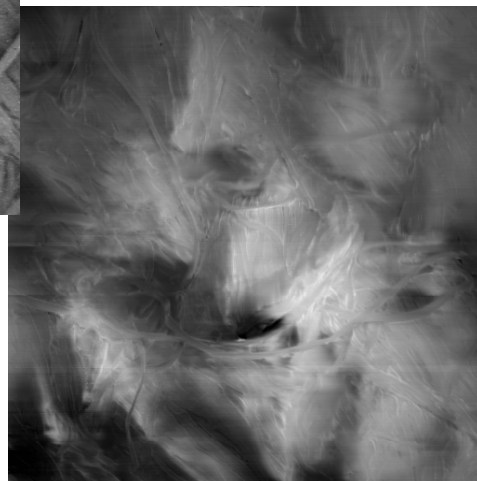
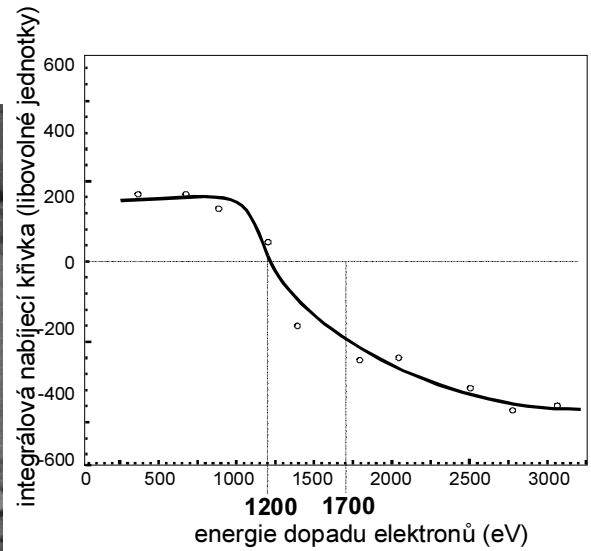
Obr. 3



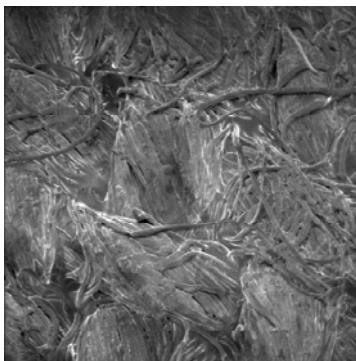


$E_{t}^{ii} = 1,2 keV$

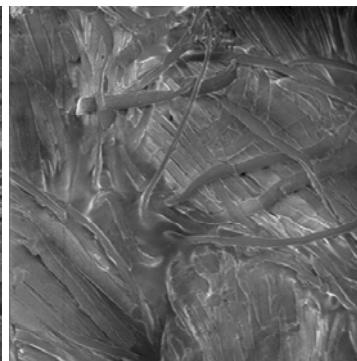
*textilní preparát (nepokoveno)*  
*velikost zorného pole: 450mm*



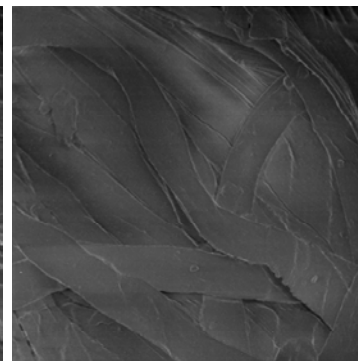
$E_{t}^{v} = 1,7 keV$



*velikost zorného pole:*  
*500mm*



*velikost zorného pole:*  
*250mm*



*velikost zorného pole:*  
*80mm*

*tři rozdílná zvětšení stejného preparátu*  
*nasnímaná na kritické energii  $E_{t}^{ii} = 1,2 keV$*

Obr. 4

### 3 ZÁVĚR

Výsledkem této práce mělo dle zadání být vypracování metody vhodné pro pozorování nevodivých preparátů v rastrovacím elektronovém mikroskopu. Dosažení tohoto cíle dokazují testy na mnoha nevodivých preparátech. Metodu nenabíjející mikroskopie lze tedy prohlásit za vhodnou k pozorování nevodivých preparátů. Z teoretických předpokladů potvrzených praktickými pokusy plyne i vymezení typu preparátů vhodných pro zobrazování touto metodou. Základní podmínkou je heterogenita vzorků výrazně nepřekračující svými typickými rozměry “zrna“ velikost stopy svazku elektronového mikroskopu. V případě, že je preparát tvořen oblastmi o větších rozměrech, je nutnou podmínkou jejich vzájemná podobnost z hlediska hodnoty kritické energie. Dalším omezením je topografie vzorku. Topografie ve svém důsledku způsobuje lokálně se měnící odezvu preparátu na primární svazek a nelze tedy najít jednu kritickou energii, která by byla společná pro celý preparát. Tento jev však paradoxně může způsobit přijatelné zvýraznění topografie preparátu na získávaném snímku.

Stejně jako jiné metody, založené na použití nízkovakuových mikroskopů, pokovování povrchů nebo neutralizaci vzniklých nábojů, i tato metoda vyžaduje vybavení mikroskopu speciálními přístavky. Největším zásahem je doplnění mikroskopu systémem pro dosahování nízkých energií – katodovou čočkou, a dále pak programovým vybavením pro řízení polohy svazku, snímání signálu a vyhodnocování dat. Pokud je mikroskop adaptován popsáním způsobem, je již vlastní nalezení kritické energie zcela automatickou operací, která zpravidla netrvá déle než několik desítek vteřin. Pokud porovnáme tuto dobu s dobou nutnou například jen k pokrytí povrchu vzorku vodivou vrstvou, můžeme ji považovat za zanedbatelnou - nehledě k tomu, že preparát během doby měření neopustí prostor komory mikroskopu a tak se snižuje riziko jeho poškození a znečištění. Na druhé straně však tato metoda není vhodná pro všechny typy vzorků a není tedy možno (a ani to nebylo autorovým záměrem) prohlásit jiné metody za překonané. Cílem bylo především propracování metody, jejíž hlavní předností je fakt, že povrch preparátu není žádným způsobem ovlivněn dodatečným zvodivěním. Toto je zvláště důležité například pro bouřlivě se rozvíjející oblasti polovodičových technologií, kde je pojem kritická energie znám již dlouhou dobu. Dosud však chyběl prostředek, jak hodnoty kritických energií stanovit. Další předností je pak extrémně vysoká úroveň obrazového signálu (související s použitím katodové čočky) kontrastující s úrovní signálu v environmentálním mikroskopu snižovanou rozptylem primárního svazku i signálních elektronů na molekulách plynů a nemožností použít dostatečně silné extrakční pole detektorů.

Autor si je též vědom faktu, že zařízení, na kterém vývoj metody probíhal, je na dnešní dobu již poněkud zastaralé a svými technickými parametry nesplňuje současné požadavky. Důležité však je, že se metodu podařilo zrealizovat alespoň v tomto jednom kompletním exempláři přístroje a že žádná část metody nebyla ponechána na úrovni pouhých teoretických předpokladů.

Ve své konečné podobě byla metoda autorem představena ústním příspěvkem na 14. Mezinárodním kongresu EM, konaném v mexickém Cancunu v roce 1998. Rozsáhlý článek s podrobným popisem metody byl otištěn v časopise Scanning (USA) v roce 2001 [39].

V současné době probíhají v rámci společného projektu mezi týmem mikroskopie pomalými elektrony na Ústavu přístrojové techniky v Brně vedeným I. Müllerovou a firmou TESCAN s.r.o. práce na postupném implementování metody do komerčně vyráběného mikroskopu VEGA TS5130, který s termoemisní katodou dosahuje rozlišení 3.5 nm a slibuje mnohem kvalitnější zobrazení než zařízení postavené v rámci této práce. První prototyp tohoto mikroskopu, který byl prozatím vybaven jen katodovou čočkou a programovým vybavením pro počítačové řízení, byl vystaven na komerční výstavě 12. Evropského kongresu o elektronové mikroskopii v Brně v červenci 2000.

## 4 SEZNAM POUŽITÉ LITERATURY

(řazeno v abecedním pořádku)

- [1] AUTRATA, R. – JIRÁK, J. – ŠPINKA, J.: Rastrovací elektronová mikroskopie vlhkých vzorků a izolantů. JMO 4 (1996)
- [2] AKAHORI, H. – YOSHIDA, H. – AMAKAWA, Y. – TAKAHASHI, I. – YAMADA, M.: Studies on the SEM examination of un-coated non-conductive specimens prepared by plasma-ion shower method. Journal of Electron Microscopy 46 (1997) 457 - 466
- [3] BAUER, H.E. – SEILER, H.: Determinatin of the non-charging electron beam energies of electrically floating metal samples. Scanning Electron Microscopy 1984/IITRI - Chicago (1984) 1081 - 1088
- [4] BRUNNER, M. – SCHIMD, R.: Charging effect in low – voltage scanning electron microscope metrology. Scanning Electron Microscopy 1986/II, IITRI – Chicago (1986) 377 - 382
- [5] FRANK, L. – MÜLLEROVÁ, I.: Zero-charging electron microscopy in a cathode lens equipped SEM. ICEM 13 – Paris (1994) 139 - 140
- [6] JACKSON, A.R. - EL GOMATI, M.M. – MATHEW, J.A.D. – CUMPSON P.J.: Monte carlo calculation of the depth distribution function in multilayered structures. Surface and Interface analysis vol: 25 (1997) 341 - 351
- [7] JOY, D.C. – JOY, C.S.: Micron 27 (1996) 247 - 263.
- [8] KÁŇOVÁ, J. – FRANK, L.: Signal detection near the critical energy of non-charging illumination in a low-energy SEM equipped with a cathode lens. In: Proc: 12<sup>th</sup> Eur. Congr. El. Microsc., Brno 2000, Vol. III, 203 - 204
- [9] KOVAČIČ, V. – MILITKÝ, J. – RUBNEROVÁ, J.: Rastrovací elektronový mikroskop jako prostředek moderní výuky v oboru textilním. Mezinárodní vědecko - odborná konference „Modernizace výuky v technicky orientovaných oborech a předmětech“ Pedagogická fakulta UP, Olomouc, 25. a 26. 6. 1997, <http://www.ft.vslib.cz/depart/ktm/aquasem/rem.htm>
- [10] KOVAČIČ, V. – RUBNEROVÁ, J. – MILITKÝ, J.: Využití přístroje aquasem pro zkoumání vlákných a nadvlákných struktur. <http://www.ft.vslib.cz/depart/ktm/aquasem/vlakna.htm>
- [11] LENC, M. – MÜLLEROVÁ, I.: Optical properies and axial aberration coefficients of the cathode lens in combination with a focusing lens. Ultramicroscopy 45 (1992) 159 - 162
- [12] MÜLLEROVÁ, I. – FRANK, L.: Use of cathode lens in scanning electron microscope for low voltage applications. Microchimica Acta 114/115 (1994) 389 - 396
- [13] REIMER, L. – GOLLA, U. – BÖNGELER, R. – KÄSSENS, M. – SCHINDLER, B. – SENKEL, R.: Charging of bulk specimens, insulating layers and free – supporting films in scanning electron microscopy. Optik 92/1 (1992) 14 - 22

## 5 O AUTOROVI

**jméno:** Martin Zadražil

**datum a místo narození:** 14. duben 1971, Moravský Krumlov

**vzdělání:**

1989 - 1994 Vysoké učení technické v Brně, fakulta elektrotechniky a informatiky, diplomová práce na téma: Spektrální charakteristika iontového generátoru

1994 - 1997 Ph.D. studium na Ústavu přístrojové techniky v Brně, rigorózní zkouška úspěšně složena v roce 1997

**profesní zkušenosti:**

1994 - 1997 Ph.D. studium na Ústavu přístrojové techniky AVČR Brno, laboratoř elektronové optiky

1997 - 1998 University of York, York, U.K., Electronics Department

od 1998 zaměstnán ve firmě TESCAN, s.r.o. jako vedoucí vývoje rastrovacích elektronových mikroskopů

## 6 ABSTRACT

This thesis deals with problems of imaging of nonconductive specimens in scanning electron microscopes and describes a novel method based on measurement and utilization of a critical energy.

The total emitted electron current in the SEM is normally lower than the primary beam current so that some negative charge is dissipated into the specimen. In the case of a non-conductive specimen, the charge stays localized at the surface. It creates a unipolar electric field that deflects the primary beam and influences the trajectories of the signal electrons before their detection, and can also cause discharges, etc. Thus, non-conductors cannot be observed at normal energies. Between the critical primary energies at, say, 0.5 to 4 keV, the total electron yield exceeds the unity level and the positive surface charge attracts back a part of slow secondaries so that a balance is established with a potential of a few volts only.

The non-charging microscopy method consequentially utilizes the critical energies to avoid any charge dissipation. The difficult task to determine a critical energy at absolute minimum surface charge-up, is solved by quick acquisition of the signal development in time after a pixel is illuminated for the first time. The method was realized in a cathode lens equipped SEM which enables one to adjust easily the electron landing energy and even to roughly align the SEM at a different energy. The drawback is that the cathode lens extracts the secondaries off the surface so that also the positive charging-up fully develops. The final step in the method development consisted in closing an automated loop formed by the following steps:

- measurement of the signal vs. time curve in series of pixels not illuminated before;

- smoothing of the curves by using the polynomial rms fitting method;

- curve integration with respect to its asymptotic level;

- stepwise discarding of the curves most differing from the average;

The loop is preceded by definitions of pixels prescribed for the critical energy measurements and determination of the working distance, it is closed when a total charge measure falls below a pre-selected limit, and finally, a single-shoot picture at the critical energy is taken from the unused part of the view field.

The dissertation also contains description of all factors influencing reliability and applicability of the method and examples of noncharged micrographs of specimens from both life and material science field.