

Sveučilište u Zagrebu  
PMF - Matematički odjel

*Daliborka Pavić*

# **RASTERSKI ELEKTRONSKI MIKROSKOP**

*Diplomski rad*

Voditelj rada:  
prof. dr. sc. Anđelka Tonejc

Zagreb, studeni 2001.

**SADRŽAJ**

<b>UVOD</b>	3
<b>1. POVIJESNI PREGLED</b>	4
<b>2. KONSTRUKCIJA I NAČIN RADA RASTERSKOG ELEKTRONSKOG MIKROSKOPA (SEM)</b>	6
2.1 Vakumski sistem	7
2.2 Elektronski top	7
2.3 Elektromagnetske leće	8
2.3.1 Optički sistem SEM-a	10
2.4 Nastanak i povećanje slike u SEM-u	11
<b>3. MEĐUDJELOVANJE ELEKTRONSKOG SNOPA I UZORKA</b>	14
3.1 Raspršenje	14
3.2 Elastično raspršenje	15
3.3 Neelastično raspršenje	16
3.4 Volumen interakcije	18
3.5 Volumen informacije	20
<b>4. UNAZAD RASPRŠENI I SEKUNDARNI ELEKTRONI</b>	22
<b>4.1 Emisija unazad raspršenih elektrona</b>	22
4.2 Emisija sekundarnih elektrona	23
4.3 Detektiranje sekundarnih elektrona	25
4.4 Detektiranje unazad raspršenih elektrona	26
4.4.1 Robinsonov detektor	26
4.4.2 Poluvodički detektor (Solid State Detector)	27
<b>5. KVALITETA SEM-a</b>	28
5.1 Element slike – pixel	28
5.2 Dubina polja	29
5.3 Konačno razlučivanje SEM-a	31
5.3.1 Najmanji dijametar probe	31
5.3.2 Najmanja jakost struje probe	34
5.3.3 Visoko razlučivanje	36
<b>6. INTERPRETACIJA SLIKE U SEM-u DOBIVENE SEKUNDARNIM I UNAZAD RASPRŠENIM ELEKTRONIMA</b>	37
6.1 Topografski kontrast	37
6.2 Kompozicijski kontrast	38
<b>7. ELEKTRONSKI MIKROSKOP ZA ISPITIVANJE OKOLIŠA (ESEM)</b>	41
<b>ZAKLJUČAK</b>	43
<b>LITERATURA</b>	44

## UVOD

Ljudskoj prirodi svojstveno je istraživanje i spoznavanje pojava i stvari. Međutim, problem nastaje kada su objekti istraživanja sitni predmeti. Naime, moć razlučivanja tj. najmanja udaljenost dvaju točaka koje ljudsko oko razlikuje kao dvije odvojene cjeline je svega 0.2 mm.

Stoga se u jednom trenutku pojavila potreba za uređajem koji će omogućiti promatranje objekata sitnijih od onih vidljivih golim okom.

Instrument koji služi za promatranje takvih, vrlo sitnih objekata je mikroskop.

## 1. POVIJESNI PREGLED

Prvi optički mikroskop koji se sastoji od konveksne leće velike jakosti i odgovarajućeg držača za objekat tj. uzorak, konstruirao je Nizozemac *Antony van Leeuwenhoek* (1632 -1723). Povećanje ovog krajnje jednostavnog mikroskopa iznosilo je 500 puta, a njegov glavni nedostatak bila je slaba kvaliteta leća. Dodavanjem dodatne leće koja je povećavala sliku dobivenu prvom lećom, dobili smo temelje današnjeg optičkog mikroskopa.

Moderni optički mikroskop (*Light Microscope – LP*) ima povećanje 1000 puta i moć razlučivanja od 0.2  $\mu\text{m}$  (PHILIPS Prospekt, 1997). Nastojanjem da se dobije što veće razlučivanje otkrilo se da moć razlučivanja optičkog mikroskopa ne ovisi samo o kvaliteti leća, već i o valnoj duljini svjetlosti.

Dvadesetih godina prošlog stoljeća započeo je razvoj elektronske mikroskopije. Izvor svjetlosti zamijenit će izvor elektrona, obično užarena volframova nit. Putanje elektrona približno su ravne crte. Valna duljina elektrona pri energiji 100 keV je oko  $10^5$  puta manja od valne duljine svjetlosti. Električno i magnetsko polje imaju isti utjecaj na elektrone, kao leće optičkog mikroskopa na vidljivu svjetlost (PHILIPS Prospekt, 1997).

Prvi transmisijski elektronski mikroskop konstruirao je Ernest Ruska 1931. (*Transmission Electron Microscope – TEM*), za što je, 1936. dobio Nobelovu nagradu za fiziku. Kod transmisijskog mikroskopa snop elektrona prolazi kroz uzorak. Obzirom da materija lako otklanja i zaustavlja elektrone, osim zahtjeva da uzorak mora biti tanak, TEM mora imati i visoki vakuum u komori uzorka. Danas, TEM dostiže razlučivanje 0.1 nm i povećanje od  $10^6$  puta (PHILIPS Prospekt, 1997).

Tema ovog rada je opis konstrukcije i načina rada rasterskog elektronskog mikroskopa (*Scanning Electron Microscope – SEM*). Kod rasterskog elektronskog mikroskopa snop elektrona se skenira preko uzorka. SEM služi za proučavanje površine tankih uzoraka ili dijelova blizu površine masivnih uzoraka. Iako SEM-om možemo dobiti različite podatke o uzorku npr. sastavu, kristalnoj strukturi, unutrašnjem električnom i magnetskom polju, nas će prije svega zanimati osobine površine uzorka tj. topografija uzorka.

Najveća vrijednost razlučivanja SEM-a je 0.6 nm, a povećanje 950 000 puta. Dakle, razlučivanje SEM-a leži između optičkog mikroskopa i TEM-a (JEOL Prospekt, 2001). Razvoj SEM-a je započeo nešto kasnije od razvoja TEM-a. Prvi rad vezan uz ovo područje objavio je Max Knoll 1935. godine, a 1942, Zworykin, Hiller i Snyder konstruiraju prvi SEM. Razlučivanje ovog SEM-a iznosilo je 50 nm uz povećanje od svega  $8 \times 10^3$  puta (PHILIPS Prospekt, 1997).

Početak šesdesetih godina konstruirani su prvi komercijalni instrumenti. Japan Electron Optics Laboratory Co. (JEOL) i Philips Electron Optics su jedne od vodećih

kompanija u proizvodnji elektronskih mikroskopa. Usavršavanje instrumenata odvijalo se sličnim tokom, s tim da je zanimanje Philipsa za elektronsku mikroskopiju započelo ranije, još sredinom tridesetih godina suradnjom na istraživačkim programima u Velikoj Britaniji i Nizozemskoj.

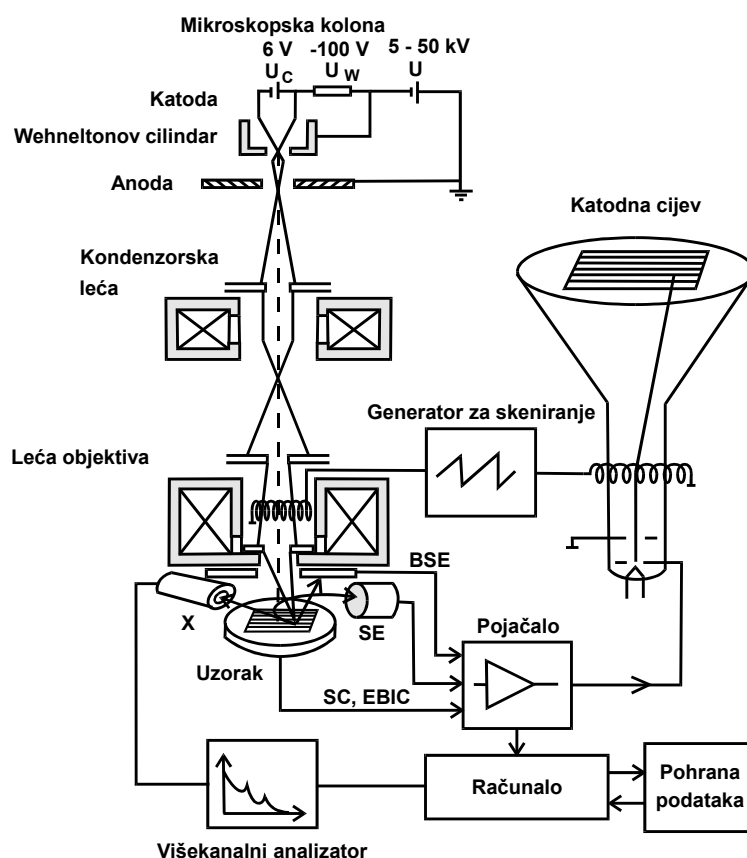
Prvi iz serije transmisijskih mikroskopa JEOL proizvodi 1949. godine. Razlučivanje je iznosilo 3 nm. Izvedba će se neprekidno usavršavati i 1973. JEOL proizvodi elektronski mikroskop visokog razlučivanja (*Ultra High Resolution Microscope - HAREM*). Razlučivanje je iznosilo 0.14 nm pri energiji 500 kV. Budući da je veličina atoma 1 Å ( $10^{-10}$  m), omogućeno je promatranje strukture molekula. Današnji instrumenti dostižu razlučivanje 0.1 nm, optika se kontrolira pomoću računala, te se sve više koriste topovi s katodom koja radi na principu emisije poljem (JEOL News, 1999).

1966. godine JEOL proizvodi prvi SEM. Razlučivanje je iznosilo 50 nm. Kao i TEM, SEM se dalje usavršava i pojavljuje se prvi rasterski elektronski mikroskop (SEM) s katodom koja radi na principu emisije poljem. Uređaj se naziva FESEM (*Field Emission Scanning Microscope*). Razlučivanje prvog FESEM-a iznosilo je 3 nm, a danas iznosi 0.6 nm. Usavršen je sistem elektromagnetskih leća i povećana kontrola operacija pomoću računala. Operativni sistem Windows 95 se koristi u modernom SEM-u (JEOL Prospekt, 2001).

## 2. KONSTRUKCIJA I NAČIN RADA RASTERSKOG ELEKTRONSKOG MIKROSKOPA

Zamislamo da se nalazimo u nepoznatoj, potpuno zamračenoj prostoriji, a da na raspolaganju imamo samo džepnu svjetiljku. Da bi dobili sliku o prostoru u kojem se nalazimo, džepnom svjetiljkom prelazimo sistematski crtu po crtu prostora, s jedne strane na drugu. Na taj način, korak po korak, u našoj memoriji nastaje slika objekata tj. slika same prostorije.

Zamjenimo li snop svjetlosti džepne svjetiljke snopom elektrona, oči detektorom elektrona, a memoriju fluorescentnim ekranom i kamerom, dobit ćemo opis osnovnog načina rada rasterskog elektronskog mikroskopa (SEM). Shematski prikaz osnovnih komponenti SEM-a dan je na Slici 2.1 (L. Reimer, 1997).



Slika 2.1

Osnovni način rada rasterskog elektronskog mikroskopa (BSE - unazad raspršeni elektroni, SE - sekundarni elektroni, SC - struja uzorka, EBIC - struja inducirana primarnim snopom, X - rendgensko zračenje).

## 2.1 Vakuumski sistem

Funkcija elektronsko-optičke kolone koja prethodi uzorku je stvaranje snopa elektrona, te kontrola njegovih osnovnih parametara – dijametra, struje i divergencije. Elektronsko-optička kolona se nalazi unutar vakuuma. Vakuumski sistem je izrazito važan. Glavna uloga mu je osigurati slobodan put snopa elektrona do uzorka. Međudjelovanje snopa elektrona i molekula plina može ograničiti broj elektrona koji stiže do uzorka i dovesti do oksidacije niti.

Elektronsko optička kolona i uzorak, sami po sebi sadrže određenu razinu onečišćenja. Vakuumski sistem će ovisiti o vrsti elektronskog topa i razini onečišćenja koja se može tolerirati. Elektronski top s katodom koja radi na principu termičke emisije zahtijeva vakuum između  $10^{-4}$  Pa (lantanij heksaborid  $\text{LaB}_6$ ) i  $10^{-3}$  Pa (volfram). Elektronski top s katodom od volframa koja radi na principu emisije poljem zahtijeva vakuum između  $10^{-7}$  i  $10^{-8}$  Pa (H.Bethe, J.Heydenreich, 1987).

## 2.2 Elektronski top

Elektronski top radi na principu termičke emisije ili emisije poljem.

Slika 2.1 prikazuje elektronski top koji radi na principu termičke emisije. Elektronski top sastoji se od katode (niti), Wheneltonovog cilindra i anode. Prolaskom struje kroz katodu, katoda se zagrijava. Pri dovoljno visokoj temperaturi elektroni dobivaju potrebnu energiju (izlazni rad) i dolazi do emisije elektrona. Porastom jakosti električne struje raste temperatura katode i broj emitiranih elektrona. Pri određenoj temperaturi dolazi do "zasićenja" i daljnji porast temperature ne povećava broj emitiranih elektrona.

Katoda je bolja ako ima manji izlazni rad (niža temperatura, manja jakost struje kroz katodu). Najčešće se koristi katoda od volframa. Nedostatak katode od volframa je velika vrijednost izlaznog rada (potrebna je temperatura od 2700 K), a prednost je visoka točka taljenja koja osigurava dugi vijek trajanja katode (A. R. Sampson, 1996). Katoda i Wheneltonov cilindar se nalaze na negativnom potencijalu dok je anoda uzemljena. Ova razlika potencijala naziva se ubrzavajući potencijal i iznosi 5-50 kV (L. Reimer, 1997). Ubrzavajući potencijal očito je manji nego kod TEM-a za koji iznosi 80-400 kV. Razlog ove velike razlike ubrzavajućeg potencijala je činjenica da kod SEM-a nema potrebe za isuviše "dubokim prodiranjem" u uzorak, jer kao što smo to već naglasili, SEM služi za proučavanje površine uzorka.

Kada ne bi bilo Wheneltonovog cilindra i anode, elektroni bi ostali u području oko katode i tvorili prostorni naboj. Anoda (viši potencijal) privlači elektrone i daje im akceleraciju. Svrha Wehneltonovog cilindra je formiranje snopa elektrona te povećanje jakosti struje snopa elektrona (A. R. Sampson, 1996).

Dodavanjem otpornika između katode i Wehneltonovog cilindra, katoda će biti na neznatno višem potencijalu od Wehneltonovog cilindra (oko 200 V). Novonastalo elektri-

čno polje između različitih dijelova elektronskog topa djeluje kao konvergentna leća (pre-fokusirajuća leća). Snop je fokusiran ispred anode i prolazi kroz otvor na anodi. Putanje elektrona približno su paralelne crte s kutom divergencije  $10^{-2}$  rad ili još manje (I. Goldstein, 1992).

Sistem elektromagnetskih leća umanjuje snop i konačni dijametar snopa (probe) na uzorku je svega 2-10 nm (J. Goodhew, F. J. Humphreys, 1988). Mali dijametar probe jedan je od osnovnih zahtjeva za dobivanje slike u SEM-u. Kako se postignuti dijametar probe smanjuje sa povećanjem svjetline snopa  $B$  svjetlina snopa jedan je od važnijih parametara.

Svjetlina snopa  $B$  ( $\text{Acm}^{-2}\text{sr}^{-1}$ ) dana je izrazom:

$$B = \frac{I}{\Pi^2(r)^2 \alpha^2} \quad (2.1)$$

gdje je  $I$  jakost struje,  $r$  radijus katode, a  $\alpha$  polukut konvergencije snopa (A. R. Sampson, 1996).

Elektronski top s katodom od volframa (termička emisija) postiže svjetlinu snopa  $B = 10^5 \text{ Acm}^{-2} \text{ sr}^{-1}$  pod slijedećim uvjetima: temperatura katode 2700 K, ubrzavajući potencijal 25 kV, disperzija energije emitiranih elektrona od 2 do 3 eV (H. Bethe, J. Heydenreich, 1987).

Elektronski top sa katodom od lantanij heksaborida ( $\text{LaB}_6$ ) postiže svjetlinu snopa nekoliko puta  $10^6 \text{ Acm}^{-2} \text{ sr}^{-1}$  pri ubrzavajućem potencijalu od 20 kV.

Najveće vrijednosti svjetline snopa između  $10^7$  i  $10^9 \text{ Acm}^{-2} \text{ sr}^{-1}$  možemo postići elektronskim topovima s katodom koja radi na principu emisije poljem. Ubrzavajući potencijal iznosi 30 kV, a disperzija energije emitiranih elektrona 0.2 do 0.5 eV (H. Bethe, J. Heydenreich, 1987). Elektronski top s katodom koja radi na principu emisije poljem koristi se za visoko razlučivanje. Osnovni mehanizam emisije poljem ("hladne emisije") otkrio je Wood 1897. Visoki napon između točkaste katode (npr. volfram) i ravne anode uzrokuje emisiju elektrona. Kod katode su izuzetno važni veličina, oblik i površinski uvjeti. Anoda je vrlo osjetljiva na onečišćenje. Zbog toga elektronski topovi s katodom koja radi na principu emisije poljem zahtjevaju vrlo visoki vakuum, a specijalni vakuumski sistem povećava troškove instrumenata. Grijanjem točkaste katode dobijemo elektronski top Shottky-evog tipa. On radi na principu termičke emisije i emisije poljem (A. R. Sampson, 1996).

### 2.3 Elektromagnetske leće

Bilo koje električno i magnetsko polje koje može utjecati na putanju snopa elektrona je elektromagnetska leća (A. R. Sampson, 1996). U skladu s tim i elektronski top i zavojnice za skeniranje su elektromagnetske leće. Elektronski top smo već opisali i dalje ćemo opisivati kondenzorsku leću i leću objektiva. Iako pri opisu elektro-

magnetskih leća koristimo analogiju sa svjetlosnom optikom, postoje i određene razlike:

- putanje elektrona su ravne crte, ali zbog međusobnog električnog odbijanja snop će divergirati
- unutar elektromagnetske leće indeks loma će se kontinuirano mijenjati
- pod utjecajem magnetskog polja elektroni će rotirati oko osi (kod svjetlosti nema ovog efekta).

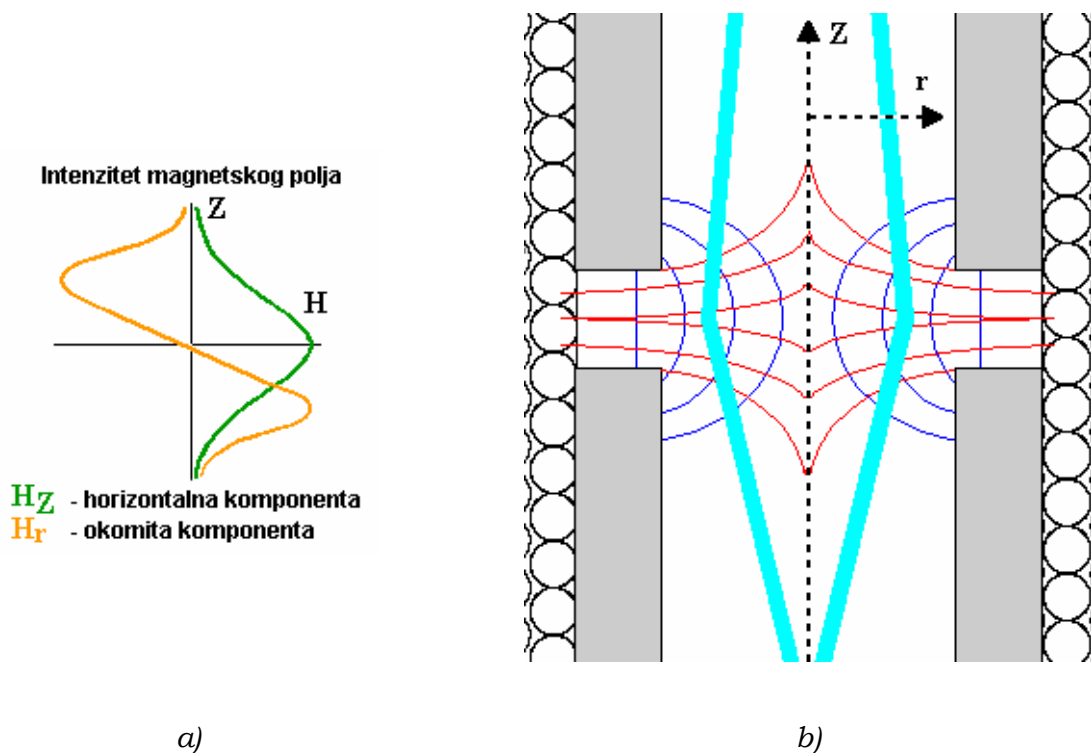
Elektromagnetske leće se dijele na elektrostatske i magnetske.

Elektrostatska leća djeluje na snop elektrona jednolike brzine kao leća optičkog mikroskopa na snop monokromatske svjetlosti. Za svaku elektrostatsku leću mogu se definirati žarišta, glavne ravnine i žarišne udaljenosti i pomoću tih parametara odrediti povećanje slike.

Osno-simetrične leće nastaju uz kružne otvore na elektrodama ili između dvaju cilindara na odgovarajućim potencijalima. Prednost elektrostatskih leća je mala dimenzija i mali vremenski interval skretanja snopa elektrona. Nedostaci su vezani uz vodljivu (konduktivnu) površinu. Vodljiva površina mora biti blizu snopa elektrona da bi proizvela električno polje visokog intenziteta, mora biti dobro definirana (*accurately formed*) i izrazito glatka. Uz to površina je osjetljiva na onečišćenje. U današnjim izvedbama SEM-a elektrostatske leće se koriste samo kod elektronskog topa. Kondenzorska leća i leća objektiva su magnetske leće.

Magnetsko polje proizvode cilindrične zavojnice (solenoidi). U SEM-u magnetska leća se smješta unutar debelog feromagnetičnog cilindra (željezo). Jakost magnetskog polja proporcionalna je broju zavoja  $N$  i struji  $I$  kroz zavojnicu. Mijenjanjem jakosti struje  $I$  kroz zavojnicu mijenja se i jakost leće.

Sila na elektron koji ulazi u magnetsko polje je  $\mathbf{F} = e \mathbf{v} \times \mathbf{B}$ , gdje je  $\mathbf{F}$  sila,  $e$  elementarni naboj elektrona,  $\mathbf{v}$  brzina elektrona i  $\mathbf{B}$  magnetska indukcija (Slika 2.2 a) i b)). Na elektron pri ulasku u magnetsko polje djeluje horizontalna komponenta magnetskog polja  $\mathbf{H}_r$  koja uzrokuje rotaciju elektrona oko okomite osi  $z$ . Porast okomite komponente magnetskog polja  $\mathbf{H}_z$  daje elektronu impuls prema osi. Na kraju, djelovanjem u suprotnom smjeru horizontalna komponenta magnetskog polja  $\mathbf{H}_r$  zaustavlja rotaciju elektrona. Kod magnetskih leća mijenja se samo smjer brzine elektrona, ali ne i iznos (A. R. Sampson, 1996).



Slika 2.2 - Elektromagnetska leća

### 2.3.1 Optički sistem SEM-a

Sistem elektromagnetskih leća SEM-a sastavljen je od dvije ili tri leće. Radi jednostavnije analize, proučit ćemo sistem koji se sastoji samo od dvije leće - kondenzorske leće i leće objektivna (Slika 2.3).

Pri opisu koristimo analogiju sa svjetlosnom optikom, te stoga putanje elektrona promatramo kao zrake svjetlosti, a kondenzorsku leću i leću objektivna kao tanke konveksne leće. Pojavu aberacija privremeno ćemo zanemariti i promatrat ćemo sistem u idealnim uvjetima (J. Goodhew, F. J. Humphreys, 1988).

Elektronski top proizvodi monokromatski snop elektrona (disperzija energije elektrona je zanemarena). Dijametar katode elektronskog topa je  $d_o$ , a jakost struje snopa elektrona  $I_o$ . Udaljenost između elektronskog topa i kondenzorske leće žarišne udaljenosti  $f_c$  je  $u_1$ . Prolaskom snopa elektrona kroz kondenzorsku leću, snop će konvergirati. Na udaljenosti  $v_1$  od kondenzorske leće nastaje umanjena slika katode dijametara  $d_1$ . Umanjeni dijametar katode  $d_1$  dan je izrazom:

$$d_1 = d_o \times \frac{v_1}{u_1}. \quad (2.2)$$

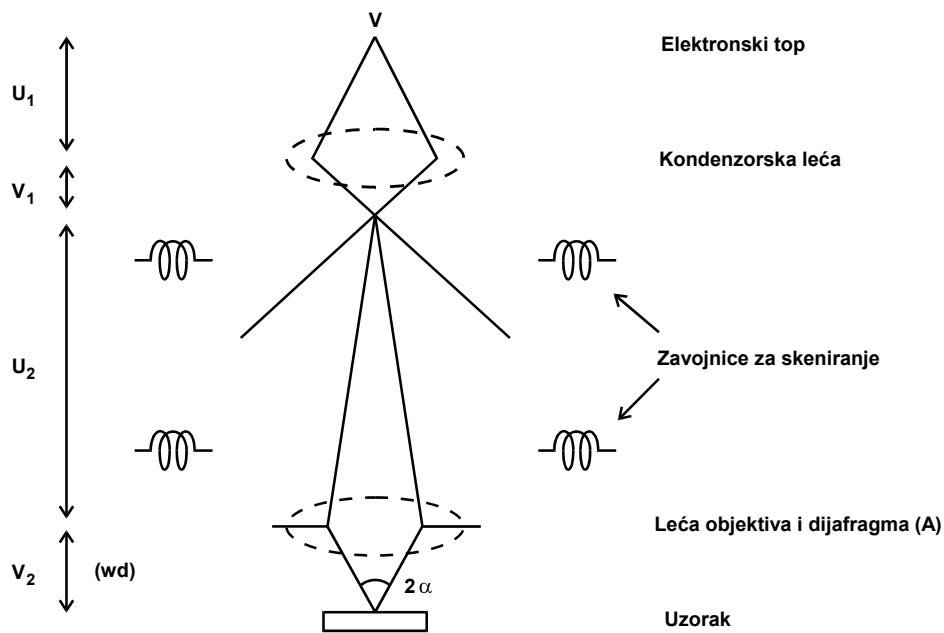
Leća veće jakosti stvarat će sliku na manjoj udaljenosti  $v_1$  te će dijametar katode biti manji.

Udaljenost slike nastale kondezorskom lećom od leće objektiva žarišne udaljenosti  $f_0$  je  $u_2$ . Leća objektiva umanjiti će sliku katode i veličina dijametra na uzorku će biti  $d$ . Radna udaljenost (*working distance* -  $wd$ ) je udaljenost između leće objektiva i uzorka. Veličina dijametra snopa (probe) na uzorku dana je izrazom:

$$d = d_1 \times \frac{wd}{u_2} . \quad (2.3)$$

Iz izraza (2.3) vidimo da će se smanjenjem radne udaljenosti smanjiti dijametar probe.

Veličina dijametra probe može se kontrolirati i promjenom jakosti kondezorske leće. Udaljenost između kondezorske leće i leće objektiva je konstanta i jednaka zbroju udaljenosti  $v_1 + u_2$ . Povećanjem jakosti kondezorske leće smanjiti će se slika dijametra katode  $d_1$ , a povećati udaljenost slike od leće objektiva  $u_2$  i prema tome smanjiti veličina dijametra probe  $d$ .



Slika 2.3 - Shematski prikaz putanja zraka (elektrona) za sistem dvije leće SEM-a

Pojava aberacija nastoji se spriječiti dijafragmom (dijametra  $A$ ) ispred leće objektiva. Dijafragma dijelu zraka spriječava ulaz u leću objektiva, pa će jakost struje  $I_1$  biti manja od početne jakosti struje  $I_0$ .

Konačna jakost struje probe  $I_1$  dana je izrazom:

$$I_1 = I_0 \times \left( \frac{\alpha_1}{\alpha_0} \right)^2 \quad (2.4)$$

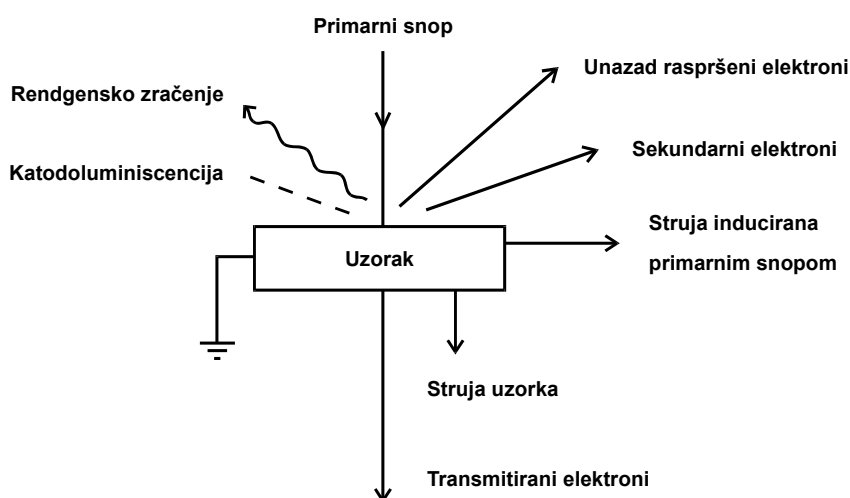
Polukut pod kojim zrake napuštaju kondezorsku leću označili smo  $\alpha_0$ , dok je  $\alpha_1$  polukut pod kojim zrake ulaze u leću objektiva. Konačna jakost struje smanjuje se povećanjem jakosti kondezorske leće i smanjenjem dijametra  $A$  dijafragme leće objektiva (J. Goodhew, F. J. Humphreys, 1988).

## 2.4 Nastanak i povećanje slike u SEM-u

Sjetimo se sada naše džepne svjetiljke koju smo pomicali crtu po crtu.

Snop elektrona nije statički. Skenira se preko uzorka pomoću zavojnica za skeniranje, zapravo elektromagnetskim poljem kojeg proizvodi struja u zavojnicama. Mijenjanjem jakosti struje u zavojnicama za skeniranje mijenja se i veličina područja uzorka koje se skenira. Za manje područje potrebna je manja jakost struje.

Za razliku od drugih mikroskopa gdje sve točke slike nastaju istovremeno, u SEM-u se slika izgrađuje postepeno tokom vremena. Zbog međudjelovanja između snopa elektrona i uzorka, iz svake točke površine dobivamo različite signale (Slika 2.4).



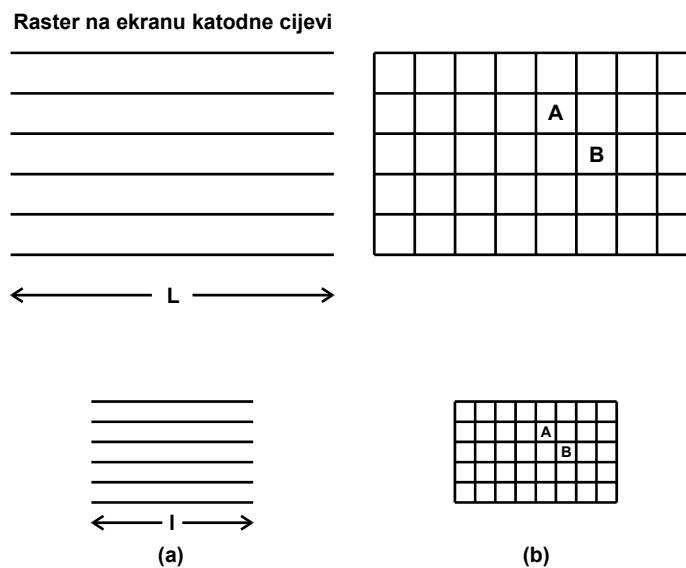
Slika 2.4 - Neki od signala koji se koriste za dobivanje slike u SEM-u

Jedna od glavnih osobina SEM-a je upravo ta da se, u principu, bilo koje zračenje (emisija) ili bilo koja promjena signala može koristiti za dobivanje slike. Signale skupljaju odgovarajući detektori npr., Everhart-Thornley-ev detektor skuplja (broji) sekundarne elektrone (*secondary electrons - SE*), a za struju induciranu snopom elektrona (*electron beam induced current - EBIC*) detektor je sam uzorak.

Razlika između vremena potrebnog za skeniranje snopa elektrona i vremena potrebnog za emisiju i detekciju signala je zanemariva. Istovremeno sa skeniranjem

elektronskog snopa na uzorku, spot katodne cijevi se skenira preko ekrana. To se postiže tako da struja koja prolazi zavojnicama za skeniranje snopa prolazi i kroz odgovarajuće zavojnice katodne cijevi. Nakon pojačanja jakosti, struja iz detektora modulira svjetlinu spota katodne cijevi. Tako nastaje slika uzorka na ekranu katodne cijevi. Oba procesa kontrolira generator za skeniranje. Ovisnost signala o položaju snopa na uzorku promatramo na odvojenom monitoru.

I elektronski snop, i spot katodne cijevi skenirani su u obliku rastera (Slika 2.5). Raster je pravokutni skup ravnih linija. Za dobivanje rastera koriste se dva ortogonalna para zavojnica za skeniranje.



Slika 2.5 - Shematski prikaz rastera na ekranu katodne cijevi i rastera uzorka

Duljina rastera na ekranu katodne cijevi je veća od duljine rastera uzorka.

Linearno povećanje dano je izrazom:

$$M = L/l \quad (2.5)$$

gdje je  $L$  duljina rastera na ekranu katodne cijevi, a  $l$  duljina rastera uzorka (J. Goodhew, F. J. Humphreys, 1988).

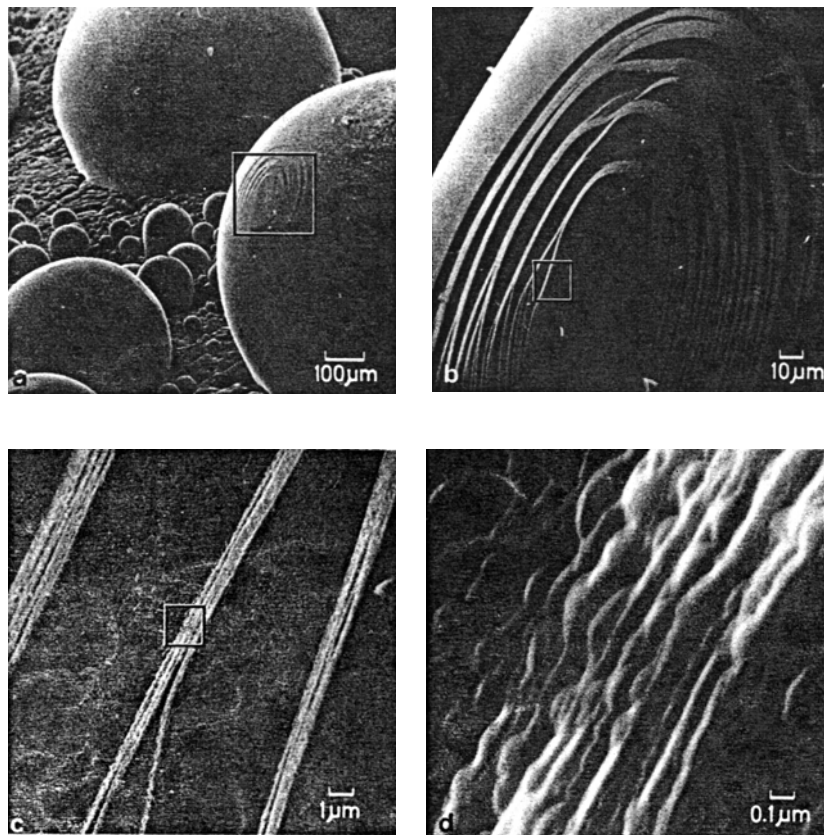
Mehanizam povećanja slike u SEM-u krajnje je jednostavan.

Ostavimo li duljinu rastera na ekranu katodne cijevi konstantnom (oko 10 cm i više), a smanjujemo duljinu rastera uzorka, linearno povećanje će rasti. Duljina rastera uzorka može se smanjiti padom jakosti struje u zavojnicama za skeniranje.

Uz duljinu rastera na ekranu katodne cijevi od  $L = 10$  cm, povećanje je:

- 100 puta, uz  $l = 1$  mm ( $l$  - duljina rastera uzorka)
- 1000 puta, uz  $l = 0.1$  mm
- 10000 puta, uz  $l = 0.01$  mm.

Na Slici 2.6 prikazana je serija povećanja čestica olova (L. Reimer, 1997).



*Slika 2.6. - Serija povećanja čestica olova*

### 3. MEĐUDJELOVANJE ELEKTRONSKOG SNOPI I UZORKA

#### 3.1 Raspršenje

Nakon što smo dobili sliku u SEM-u, sliku moramo pravilno interpretirati. To može samo osoba koja je upoznata s međudjelovanjem elektronskog snopa i uzorka. Prije svega tražimo kvalitativnu, a gdje je moguće i kvantitativnu analizu.

Pogledajmo prvo, što se događa s elektronima iz primarnog (upadnog) snopa, kada on međudjeluje s uzorkom. Dio primarnih elektrona biti će raspršen unazad (*backscattered electrons* – *BSE*), dio absorbiran (*absorbed electrons* – *AE*) a dio transmitiran.

Vjerojatnosti ova tri događaja povezane su jednačinom:

$$n_A(t) + n_B(t) + n_t(t) = 1 \quad (3.1)$$

gdje je  $n_A$  vjerojatnost da će elektron biti absorbiran,  $n_B$  vjerojatnost da će elektron biti raspršen unazad, a  $n_t$  transmitiran.

Osim transmitiranih i unazad raspršenih elektrona, iz uzorka (Slika 2.4.) možemo detektirati sekundarne elektrone, Augerove elektrone (*Auger Electrons* – *AE*), rendgensko zračenje, katodoluminiscenciju (*Cathodoluminescence* – *CL*), struju induciranu elektronskim snopom (*Electron-beam-induced current* – *EBIC*), itd. Spomenuti procesi posljedica su fenomena koji zovemo raspršenje elektrona.

*Raspršenje* je međudjelovanje između snopa elektrona i atoma i elektrona uzorka, a koje rezultira promjenom putanje elektrona i/ili energije.

Osnovni pojam vezan uz raspršenje je poprečni presjek ili vjerojatnost događaja. Poprečni presjek  $Q$  (cm<sup>2</sup>), dan je izrazom:

$$Q = \frac{N}{n_t \cdot n_i} \quad (3.2)$$

gdje je  $N$  broj raspršenja u jediničnom volumenu,  $n_t$  broj atoma u jediničnom volumenu uzorka, a  $n_i$  broj upadnih elektrona na jediničnu površinu (J. I. Goldstein, 1992).

Dimenzija poprečnog presjeka je cm<sup>2</sup> i može se interpretirati kao efektivna veličina atoma za dano međudjelovanje. Prosječnu duljinu putanje elektrona između dva raspršenja nazivamo srednji slobodni put.

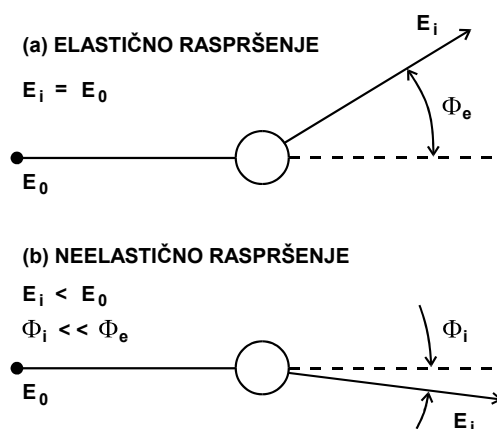
Srednji slobodni put  $\lambda$  (cm) dan je izrazom:

$$\lambda = \frac{A}{N_o \cdot \rho \cdot Q} \quad (3.3)$$

gdje je  $A$  atomska težina (g/mol),  $N_o$  Avogadrov broj ( $6.02 \times 10^{23}$  atom/mol),  $\rho$  gustoća (g/cm<sup>3</sup>), a  $Q$  poprečni presjek (cm<sup>2</sup>). Iz izraza (3.3) vidljivo je da su srednji slobodni put i poprečni presjek obrnuto proporcionalni.

### 3.2 Elastično raspršenje

Proces raspršenja može biti dvojak, te govorimo o elastičnom i neelastičnom raspršenju. Elastično (Rutherfordovo) raspršenje rezultat je Coulombovog međudjelovanja između primarnog snopa elektrona te elektrona i jezgre u atomu uzorka. Slika 3.1 a) prikazuje proces elastičnog raspršenja.



Slika 3.1 - Elastično i neelastično raspršenje ( $E_0$  je energija elektrona prije međudjelovanja,  $E_i$  je energija elektrona poslije međudjelovanja,  $\Phi_e$  je kut kod elastičnog raspršenja elektrona, a  $\Phi_i$  kod neelastičnog)

Radi jednostavnosti promatramo raspršenje samo jednog elektrona iz primarnog snopa. Kod elastičnog raspršenja mijenja se samo smjer putanje elektrona, dok energija ostaje nepromijenjena. Uzorku je predano manje od 1eV energije elektrona, što je zanemarivo u usporedbi sa početnom energijom od 10 keV i više. Kut otklona  $\Phi_e$  elektrona od početnog smjera može poprimiti sve vrijednosti od  $0^\circ$  do  $180^\circ$ . Prosječna vrijednost kuta otklona je oko  $5^\circ$ . Poprečni presjek elastičnog raspršenja opisan je Rutherfordovim modelom (J. I. Goldstein, 1992):

$$Q (> \Phi_0) = 1.62 \times 10^{-20} \frac{Z^2}{E^2} \cot^2 (\Phi_0/2) \frac{\text{događaja}}{e^- (\text{atom} / \text{cm}^2)} \quad (3.4)$$

gdje je  $Q (> \Phi_0)$  vjerojatnost raspršenja za kuteve veće od specifičnog kuta  $\Phi_0$ ,  $Z$  je atomski broj atoma uzorka, a  $E$  energija elektrona (keV).

Izraz (3.4) pokazuje da će elastično raspršenje biti vjerojatnije u uzorcima većeg atomskog broja i za manju energiju primarnog snopa.

### 3.3 Neelastično raspršenje

Neelastičnim raspršenjem energija primarnog snopa se smanjuje jer se dio energije predaje atomima i elektronima uzorka. Kut otklona  $\Phi_i$  od početnog smjera putanje kod neelastičnog raspršenja puno je manji od kuta otklona  $\Phi_e$  od početnog smjera kod elastičnog raspršenja. Slika 3.1 b).

Od velikog broja mogućih neelastičnih procesa dat ćemo pregled onih koji su važni za rastersku elektronsku mikroskopiju:

#### a) Pobuđenje plasmona

Elektronski snop može pobuditi valove u "slobodnom elektronskom plinu" koji postoji između iona u metalu. Ovo je najvjerojatniji proces raspršenja. U aluminiju se ovim procesom prenosi oko 15 eV u metal (J. I. Goldstein, 1992).

#### b) Emisija sekundarnih elektrona

Energija primarnog snopa elektrona može se predati elektronima u vanjskoj ljusci. Kad je predana energija dovoljna za savladavanje izlaznog rada, dolazi do emisije sekundarnih elektrona.

Početna kinetička energija sekundarnih elektrona je mala i ima vrijednost do 50 eV.

#### c) Ionizacija unutarnjih ljusaka

Ukoliko elektron primarnog snopa ionizira unutarnju ljusku, atom će ostati u ioniziranom visoko energetski pobuđenom stanju. Kako bi se ponovo uspostavila ravnoteža, elektron iz vanjske ljuske "popunjava prazninu" u unutarnjoj ljusci. Elektron pri tome gubi energiju. Oslobođena energija jednaka je razlici energija elektrona vanjske i unutarnje ljuske  $E_2 - E_1$  i može rezultirati emisijom karakterističnog rendgenskog X-zračenja ili emisijom Augerovih elektrona.

Kvant energije karakterističnog rendgenskog zračenja dan je izrazom (L. Reimer, 1997):

$$h\nu = E_2 - E_1 . \quad (3.5)$$

Budući da rendgensko zračenje ovisi o kemijskom elementu, koristi se za određivanje sastava uzorka. Rendgensko zračenje danog elementa se detektira, a njegova pozicija bilježi.

Ove "rendgenske mape" tvore sliku uzorka i pokazuju gdje je dani element uočen. Emisija rendgenskog zračenja je izraženija kod elemenata većeg atomskog broja  $Z$ . Detektori za rendgensko zračenje bilježe disperziju valne duljine rendgenskog zračenja (*wave length - dispersive spectrometer - WDS*) ili disperziju energije rendgenskog zračenja (*energy-dispersive spectrometer - EDS*).

Do emisije Augerovih elektrona dolazi ukoliko se oslobođena energija  $E_2 - E_1$  preda drugom elektronu u atomu. Kinetička energija Augerovih elektrona biti će određena energijom  $E_2 - E_1$  umanjenom za energiju ionizacije Augerovog elektrona i izlazni rad. Kao i rendgensko zračenje, emisija Augerovih elektrona koristi se za kemijsku anali-

zu. Mjerenjem disperzije energije Augerovih elektrona (*Auger electron Spectroscopy – AES*) može se odrediti sastav elemenata površine uzorka.

Augerovi elektroni imaju malu energiju i bit će emitirani samo iz uskog područja (0.5-2 nm), uz površinu uzorka (University of Georgia, 1995). Augerovi elektroni se lako absorbiraju, pa zahtijevaju ultra-visoki vakuum. Uzorci ne smiju biti onečišćeni.

**Suprotno rendgenskom zračenju, emisija Augerovih elektrona je izraženija kod elemenata malog atomskog broja Z. Elektroni elemenata malog atomskog Z broja su slabije vezani uz jezgru od elektrona elemenata većeg atomskog broja.**

d) *Kontinuirano (bremsstrahlung) rendgensko zračenje*

Columbovo polje u atomu uzorka usporavati će elektrone primarnog snopa i elektroni će gubiti energiju. Energija se može pretvoriti u rendgensko zračenje koje nazivamo kontinuirano (*bremsstrahlung – zakočno*) rendgensko zračenje.

Gubitak energije elektrona može poprimiti bilo koju vrijednost od nula pa do energije snopa, pa će spektar zakočnog rendgenskog zračenja biti kontinuiran. Emisija kontinuiranog rendgenskog zračenja, za razliku od karakterističnog zračenja, ne ovisi o elementu uzorka.

Emisija kontinuiranog rendgenskog zračenja ovisi o smjeru putanje snopa elektrona (J. I. Goldstein, 1992).

e) *Pobuđenje fonona*

Veliki dio energije koju gube primarni elektroni pretvara se u toplinu. U većini slučajeva termička vodljivost materijala je visoka, pa grijanje uzorka ne predstavlja ozbiljan problem. U masivnim uzorcima pri strujama snopa elektrona od 1 nA, temperatura poraste za 10 K ili manje. Značajnije grijanje može se pojaviti u tankim uzorcima ili pri visokim strujama snopa elektrona od 1  $\mu$ A (J. I. Goldstein, 1992).

f) *Stuja inducirana primarnim snopom*

U poluvodičima, elektron primarnog snopa stvorit će nekoliko tisuća parova elektron-šupljina.

U području osiromašenja p-n spoja, snažno električno polje razdvojiti će nositelje naboja. Manjinski nositelji difundiraju će kroz spoj i tako nastaje struja inducirana primarnim snopom (*electron-beam-induced current – EBIC*). Jakost struje se može pojačati i koristiti za kvantitativna mjerenja širine spoja, dužine difuzije, vremena površinske rekombinacije manjinskih nositelja. Isto tako, struja inducirana primarnim snopom može se koristiti za lokalizaciju lavinskog proboja i promatranje aktivnih defekata rešetke koji utječu na vrijeme rekombinacije manjinskih nositelja (L. Reimer, 1997).

g) *Emisija svjetlosti – katodoluminiscencija*

U poluvodičima rekombinacijom parova elektron-šupljina može doći do emisije svjetlosti – katodoluminiscencije (*Cathodoluminescence – CL*). Katodoluminiscencija se

može javiti i kod minerala, te nekih organskih molekula. Nedostatak je niski intenzitet kotodoluminiscencije pojedinih organskih molekula. Visoka transparenentnost i veliki prostorni kut su osnovni zahtjevi pri konstrukciji detektora. U pojedinim uzorcima mehanizam nastanka katodoluminiscencije je nepoznat, pa su dobivene informacije samo kvalitativne (L. Reimer, 1987).

Općenito je teško pronaći **poprečni presjek za svaki pojedinačni neelastični proces, pa stoga sve neelastične procese promatramo zajedno i govorimo o "kontinuiranom gubitku energije". Izraz za kontinuirani gubitak energije koji uključuje sve neelastične procese dan je (H. Bethe, 1987):**

$$\frac{dE}{dx} = -2\pi e^4 N_0 \frac{Z\rho}{A \cdot E_m} \ln \left( 1,166 \frac{E_m}{J} \right) \quad (3.6)$$

**gdje je  $dE/dx$  gubitak energije na jediničnu duljinu putanje (keV),  $e$  je elementarni naboj elektrona,  $N_0$  Avogadrov broj,  $Z$  atomski broj,  $A$  atomska težina (g/mol),  $\rho$  gustoća (g/cm<sup>3</sup>),  $E_m$  srednja energija elektrona duž putanje i  $J$  srednja energija ionizacije (keV).**

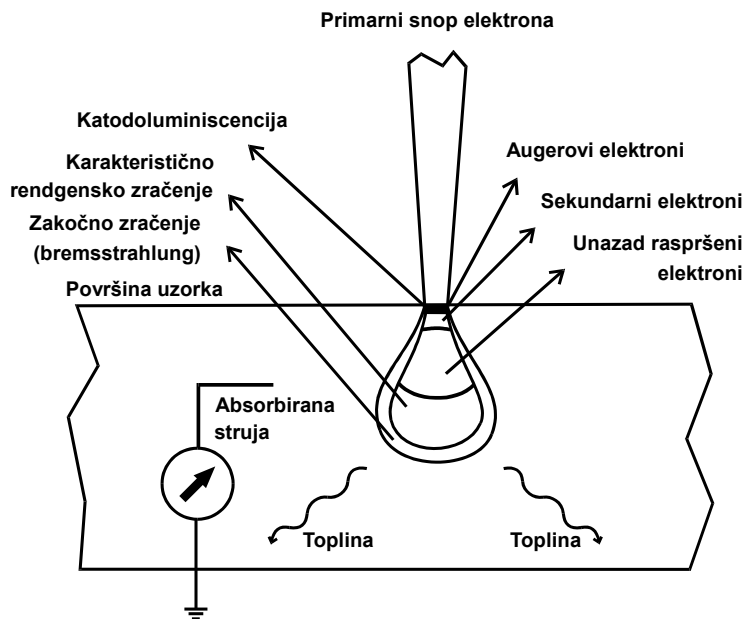
Iz Betheovog izraza (3.6) za kontinuirani gubitak energije može se vidjeti da je za manji atomski broj uzorka veći kontinuirani gubitak energije. Dakle, neelastični procesi će biti vjerojatniji u uzorcima manjeg atomskog broja  $Z$ .

Elastično i neelastično raspršenje su elementarni atomski procesi međudjelovanja između upadnog snopa elektrona i uzorka, koji se odvijaju usporedo jedan s drugim. Dok se elastičnim raspršenjem elektron otklanja od početnog smjera, neelastičnim raspršenjem elektron kontinuirano gubi energiju. Elektron je "uhvaćen" unutar uzorka. Konačni doseg  $R$  elektrona unutar uzorka je 10 nm–10 μm (L. Reimer, 1997).

### 3.4 Volumen interakcije

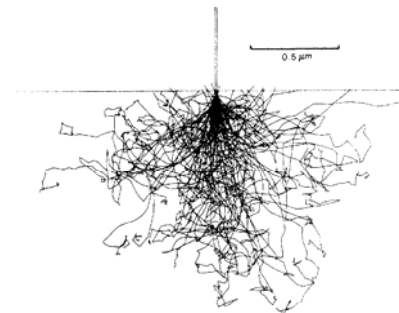
Volumen uzorka u koji prodiru elektroni primarnog snopa i unutar kojeg se događaju svi ranije spomenuti elastični i neelastični procesi, naziva se volumen interakcije. Kao što se može vidjeti na Slici 3.2 volumen interakcije ima karakteristični kruškolik oblik koji jednostavno objašnjavaju elastična i neelastična raspršenja. Elektroni primarnog snopa imaju vrlo visoke energije i zato će na samom početku prodiranja u uzorak neelastični procesi biti vjerojatniji od elastičnih (J. I. Goldstein, 1992).

Elektroni će se relativno malo otkloniti od svog početnog smjera i tako nastaje vrat kruške. Kako neelastičnim procesima elektroni gube energiju, tako elastični procesi postaju sve vjerojatniji. Elektroni se sve više otklanjaju i nastaje obli (bucmasti) dio kruške.



Slika 3.2

*Shematski idealizirani prikaz volumena interakcije i volumena informacije za neke od signala koje koristimo u SEM-u*



Slika 3.3

*Monte Carlo simulacija elektronskih trajektorija koja daje vizualni dojam volumena interakcije. Kut nagiba 0°.*

Eksperimentom možemo dobiti uvid u oblik i veličinu interakcije za uzorke malog atomskog broja. Za uzorke većeg atomskog broja, posebno za metale, koristi se Monte Carlo simulacija elektronskih trajektorija. U Monte Carlo simulaciji trajektorije elektrona se računaju korak po korak. Duljina koraka jednaka je srednjem slobodnom putu između dva raspršenja, a računa se iz izraza za poprečni presjek (3.4) i srednji slobodni put (3.3).

Tako dobivena distribucija odgovara ponašanju stvarnog elektrona. Trajektorije elektrona računamo (crtamo) dok energija ne postigne kritičnu vrijednost (*cutoff energy*). Za kritičnu vrijednost energije uzimamo energiju pri kojoj se više ne mogu aktivirati procesi koje promatramo.

Mali broj trajektorija ne može opisati cjelovito međudjelovanje upadnog snopa elektrona i uzorka. Tek kad prikazemo veliki broj trajektorija (1000 do 10000) dobivamo statistički prosjek i možemo uočiti kruškoliki oblik volumena interakcije (Slika 3.3). Važno je još jednom naglasiti da se tu radi o prosječnoj vrijednosti. Trajektorije elektrona postoje i izvan, ali većina ih je unutar "kruške". Jedna dimenzija koju koristimo za opis veličine volumena interakcije također je aproksimacija.

Oblik i veličina volumena interakcije ovisi o energiji upadnog snopa, atomskom broju uzorka, debljini uzorka i kutu između uzorka i upadnog snopa elektrona. Mijenjanjem ovih parametara mijenja se oblik i veličina volumena interakcije.

#### *a) Utjecaj atomskog broja*

U uzorcima većeg atomskog broja  $Z$  povećat će se poprečni presjek elastičnog raspršenja,  $Q \propto Z^2$ . Elektroni će imati više elastičnih raspršenja na jediničnu duljinu trajektorije i veći srednji kut raspršenja. Zbog većeg otklona od početnog smjera smanjit će se prodiranje u uzorak, to jest volumen interakcije (J. I. Goldstein, 1992).

#### *b) Utjecaj energije upadnog snopa elektrona*

Povećanjem energije primarnog snopa povećat će se veličina volumena interakcije. Objašnjenje daje izraz za poprečni presjek elastičnog raspršenja (3.4) i Bethe-ov izraz za kontinuirani gubitak energije (3.6).

Poprečni presjek elastičnog raspršenja obrnuto je proporcionalan kvadratu energije tj.  $Q \propto 1/E^2$ . To znači da će se povećavanjem energije smanjiti poprečni presjek. Trajektorije elektrona će biti "ravnije" i elektroni će prodirati dublje u uzorak prije nego ih višestruko raspršenje ponovo vrati na površinu.

Kontinuirani gubitak energije obrnuto je proporcionalan s energijom  $dE/dx \propto 1/E$ . Dva elektrona različite energije na istoj duljini putanje imaju različit gubitak energije. Manji gubitak ima elektron veće energije i može prodirati dublje u uzorak.

#### *c) Utjecaj kuta nagiba*

Kut nagiba je kut između pravca okomitog na površinu uzorka i upadnog snopa elektrona.

Povećanjem kuta nagiba dubina volumena interakcije se smanjuje. Prosječni kut elastičnog raspršenja je oko  $5^\circ$ , što znači da elektroni raspršenjem zadrže smjer gibanja prema naprijed. Kada je kut nagiba  $0^\circ$  (normalni kut nagiba) tendencija elektrona da se elastično rasprše prema naprijed rezultira da većina elektrona prodire duboko u uzorak. Kada je kut nagiba veći od  $0^\circ$ , tendencija elektrona da se rasprše prema naprijed usmjerava njihove trajektorije bliže površini, i tako se smanjuje dubina volumena interakcije.

### **3.5 Volumen informacije**

Slika 3.3 prikazuje volumen interakcije, te neke signale koji se koriste u SEM-u. Svaki signal nastaje određenim međudjelovanjem između upadnog snopa elektrona i uzorka unutar volumena interakcije. Međutim, signal će biti detektiran samo ako "pobjegne" iz uzorka. Tako npr., unazad raspršeni elektroni neće biti detektirani ukoliko elektroni iz primarnog snopa prodiru u uzorak više od  $1\mu\text{m}$  (J. Goodhew, F. J. Humphreys, 1988). Volumen iz kojeg se može detektirati odgovarajući signal tj. dobiti

podatak o uzorku, nazivamo volumen informacije (*information volume, sampling volume*). Volumen informacije ovisi o uzorku i tipu zračenja.

Rendgensko zračenje teško se absorbira i većina će "pobjeći" iz uzorka. Volumen informacije rendgenskog zračenja je približno 5  $\mu\text{m}$  u dijametru (J. Goodhew, F. J. Humphreys, 1988).

Augerovi elektroni mogu napustiti uzorak samo iz vrlo uskog područja uz površinu uzorka. Volumen informacije Augerovih elektrona je 0.5-2 nm (University of Georgia, 1995).

Zbog male energije Augerovi elektroni se lako absorbiraju pa je detektiranje dodatno otežano. Za detektiranje i efikasnu upotrebu Augerovih elektrona potreban je ultravisoki vakuum i specijalizirana oprema.

Augerovi elektroni i rendgensko zračenje koriste se za analitičko proučavanje uzorka. Analitičkim proučavanjem uzorka dobiju se kvantitativni podaci o uzorku.

Struja inducirana primarnim snopom EIBC i katodoluminiscencija CL se koriste za analitičko proučavanje poluvodiča. Nas će zanimati vizualno proučavanje osobina površine uzorka tj. topografija uzorka. Za dobivanje topografije uzorka mogu se, u principu, koristiti gotovo svi signali, ali zbog najboljeg razlučivanja prvenstveno koristimo sekundarne elektrone. Razmotrit ćemo i unazad raspršene elektrone.

## 4. UNAZAD RASPRŠENI I SEKUNDARNI ELEKTRONI

### 4.1 Emisija unazad raspršenih elektrona

Zbog višestrukih neelastičnih raspršenja, unazad raspršeni elektroni će imati široki raspon energije od 50 eV do energije primarnog snopa. Elektroni s najnižim energijama neće biti detektirani.

Zbog višestrukih elastičnih raspršenja **volumen informacije unazad raspršenih elektrona će biti velik**. Eksperimenti pokazuju da je **dijametar volumena informacije unazad raspršenih elektrona 0.1 μm za uzorke srednje atomske težine** (J. Goodhew, F. J. Humphreys, 1988).

Unazad raspršene elektrone koji gube svega 10 – 100 eV energije primarnog snopa zovemo elektroni s malim gubitkom energije (*low loss electrons – LLE*). Volumen informacije elektrona s malim gubitkom energije usporediv je s volumenom informacije Augerovih i sekundarnih elektrona i iznosi nekoliko nanometara (usko područje uz površinu uzorka).

Bethe-ov izraz za kontinuirani gubitak energije (3.6) pokazuje da srednja energija elektrona kontinuirano opada s povećanjem duljine putanje u uzorku. Elektroni s većom duljinom putanje i većim gubitkom energije vraćaju se na površinu iz "većih dubina". Elektroni s malim gubitkom energije vraćaju se iz "manjih dubina" (L. Reimer, 1997).

**Koeficijent emisije unazad raspršenih elektrona  $\eta$  je broj unazad raspršenih elektrona emitiranih iz uzorka na svaki elektron primarnog snopa. Koeficijent emisije unazad raspršenih elektrona  $\eta$  neće ovisiti o  $E_0$  energiji primarnog snopa** (H. Bethe, J. Heydenreich, 1987).

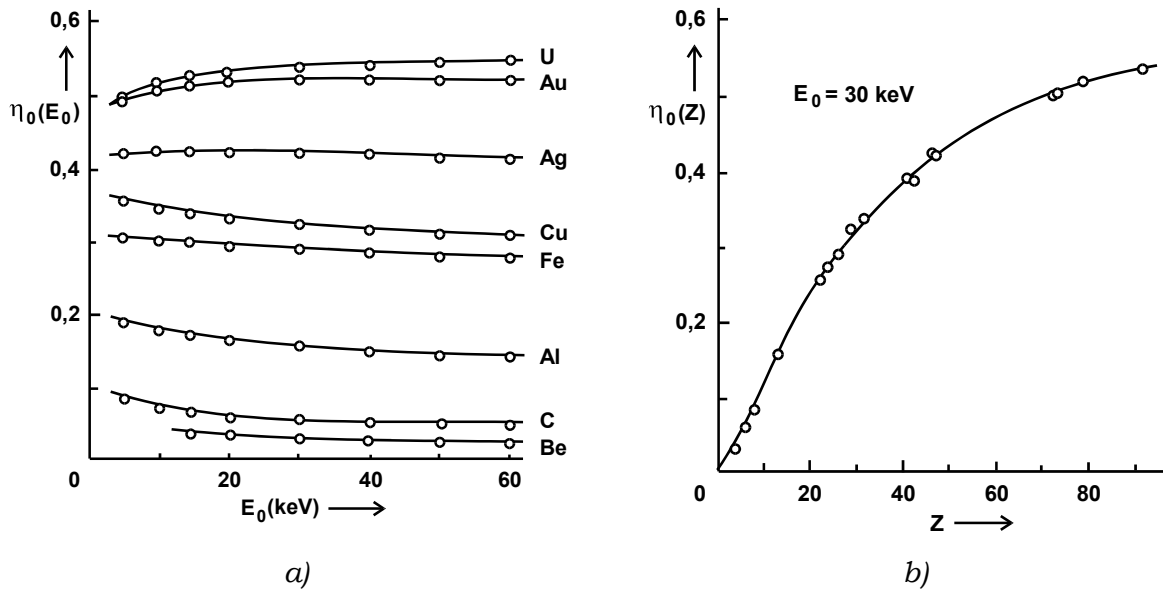
**Izraz za koeficijent emisije unazad raspršenih elektrona  $\eta$  je:**

$$\eta = -0.254 + 0.016 Z - 1.86 \times 10^{-4} Z^2 + 8.3 \times 10^{-7} Z^3 \quad (4.1)$$

**gdje je  $Z$  atomski broj uzorka** (J. Goodhew, F. J. Humphreys, 1988).

Koeficijent emisije unazad raspršenih elektrona monotono će rasti s porastom atomskog broja uzorka. **Slika 4.1 b)** prikazuje ovisnost koeficijenta emisije unazad raspršenih elektrona  $\eta$  o **atomskom broju uzorka**. Energija primarnog snopa  $E_0$  je konstatna i iznosi 30 keV. Za uzorke s atomskim brojem manjim od 30 koeficijent emisije unazad raspršenih elektrona će linearno rasti (B. Williams, 1987).

**Ako se uzorak sastoji od više komponenata (različiti atomski brojevi) ovisnost koeficijenata emisije unazad raspršenih elektrona  $\eta$  o atomskom broju, može se iskoristiti za dobivanje slike (kompozicijski kontrast)**. Više o kompozicijskom kontrastu na str. 39.



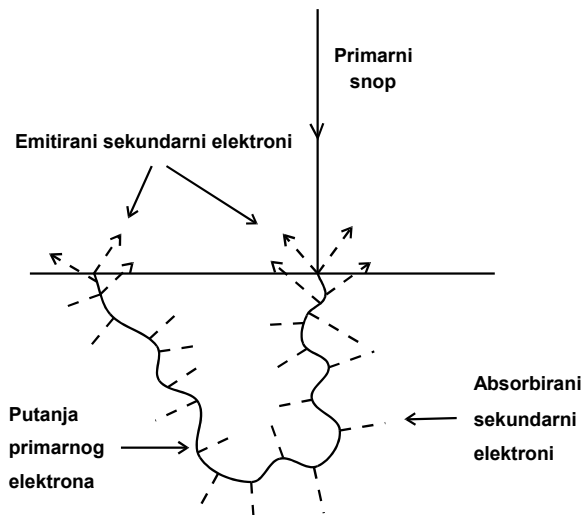
Slika 4.1

Ovisnost koeficijenta emisije unazad raspršenih elektrona  $\eta$  za normalni kut upada elektrona a) o primarnoj energiji  $E_0$  b) o atomskom broju  $Z$  pri primarnoj energiji  $E_0 = 30$  keV

## 4.2 Emisija sekundarnih elektrona

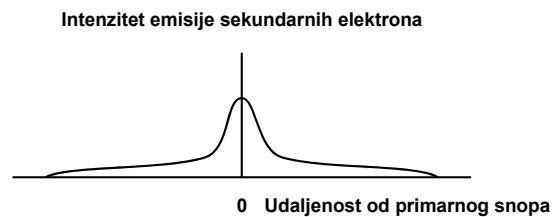
Unazad raspršene elektrone malih energija i sekundarne elektrone nije moguće međusobno razlikovati. Prema dogovoru, granica između unazad raspršenih i sekundarnih elektrona je energija od 50 eV. Dakle, sekundarni elektroni mogu poprimiti sve vrijednosti energija do 50 eV. Kod nižih energija broj sekundarnih elektrona koji ima danu energiju ograničen je isključivo izlaznim radom. Povećavanjem energije, povećava se i broj elektrona koji ima danu energiju. Najvjerojatnije energije tj. najveći broj elektrona ima energiju između 2 i 5 eV (maksimum). Nakon postizanja maksimuma distribucija eksponencijalno pada (L. Reimer, 1997).

Sekundarni elektroni nastaju direktno primarnim snopom ili indirektno unazad raspršenim elektronima (Slika 4.2). Broj direktno i indirektno nastalih sekundarnih elektrona je istog reda veličine, ali su volumeni unutar kojih nastaju različitih dimenzija. **Volumen informacije unazad raspršenih elektrona je 0.1  $\mu\text{m}$** , pa će i volumen unutar kojeg indirektno nastaju sekundarni elektroni biti velik (J. Goodhew, F. J. Humphreys, 1988). Zbog velikog volumena unutar kojeg nastaju, intenzitet emisije indirektno nastalih sekundarnih elektrona je mali (Slika 4.3).



Slika 4.2

Shematski prikaz nastanka sekundarnih elektrona



Slika 4.3

Prostorna distribucija sekundarnih elektrona

Volumen unutar kojeg direktno nastaju sekundarni elektroni malo je veći od dijametra primarnog snopa (nekoliko nanometara). Zbog malog volumena intenzitet emisije direktno nastalih sekundarnih elektrona je velik (Slika 4.3).

Iz prethodnog se može zaključiti: glavni doprinos intenzitetu emisije sekundarnih elektrona dati će sekundarni elektroni nastali primarnim snopom. Volumen informacije sekundarnih elektrona iznosi nekoliko nanometara. Sekundarni elektroni imaju najmanji volumen informacije, te daju najbolje razlučivanje (H. Bethe, J. Heydenreich, 1987).

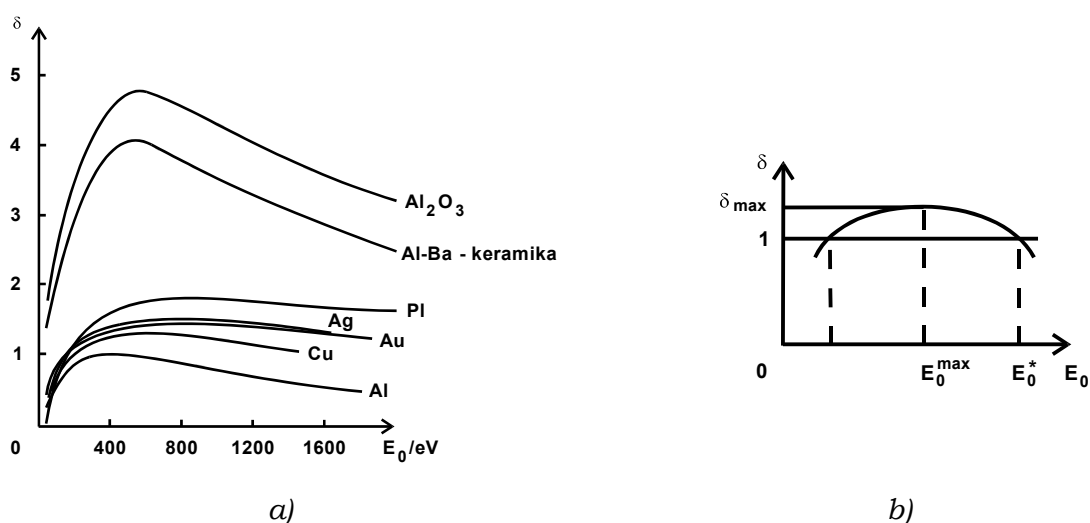
**Koeficijent emisije sekundarnih elektrona  $\delta$  je broj sekundarnih elektrona emitiranih iz uzorka na svaki elektron primarnog snopa. Za razliku od koeficijenta emisije unazad raspršenih elektrona  $\eta$ , koeficijent emisije sekundarnih elektrona  $\delta$  neće ovisiti o atomskom broju uzorka, već o energiji primarnog snopa (Slika 4.4).**

**Za metale je najveća vrijednost koeficijenta emisije sekundarnih elektrona  $\delta$  između 0,5 i 2, a postiže se pri energijama primarnog snopa  $E_o^{max}$  između 100 i 800 eV. Za izolatore koeficijent emisije sekundarnih elektrona postiže vrijednost i do 20, a pri energijama primarnog snopa od 300 do 1800 eV.**

Nakon postizanja najveće vrijednosti dalje povećanje energije dovodi do kontinuiranog pada koeficijenta emisije sekundarnih elektrona.  $E_o^*$  je energija primarnog snopa pri kojoj je koeficijent emisije sekundarnih elektrona  $\delta$  jednak jedinici. Za koeficijent emisije sekundarnih elektrona  $\delta > 1$  nevodljivi uzorak je pozitivno nabijen, a za  $\delta < 1$  negativno (nakupljanje negativnog naboja). Da bi izolator (nevodljivi uzorak) pri

promatranju ostao i dalje električno neutralan, koeficijent emisije sekundarnih elektrona  $\delta$  mora biti jedan, tj. energija primarnog snopa mora biti  $E_0^*$ .

Za najčešće korištene energije primarnog snopa između 20 i 30 keV, koeficijent emisije sekundarnih elektrona postiže vrijednosti 0,1. Dakle, dolazi do nakupljanja negativnog naboja. Nakupljanje naboja nije problem kod vodljivih uzoraka (većina metala). Naboj se provede kroz uzorak i uzemlji preko postolja za uzorak. Problem nastaje kod nevodljivih uzoraka gdje nakupljanje naboja može utjecati na skretanje primarnog snopa i emisiju sekundarnih elektrona. Zato se nevodljivi uzorci oblažu vodljivim materijalom npr. zlatom (H. Bethe, J. Heydenreich, 1987).

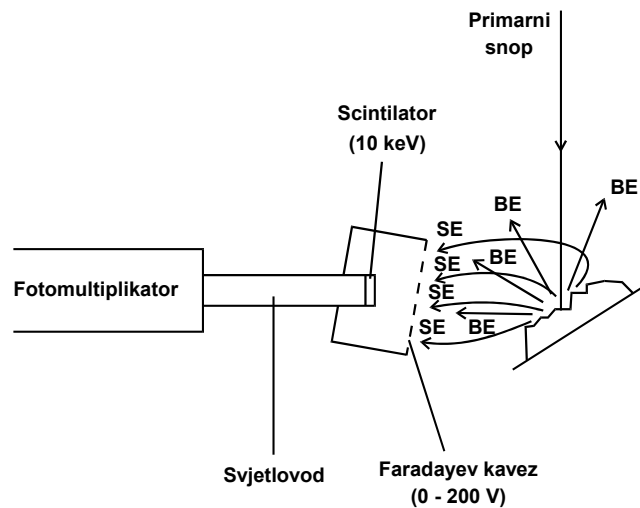


Slika 4.4

Ovisnost koeficijenta emisije sekundarnih elektrona  $\delta$  o energiji primarnog snopa  $E_0$  za normalni kut upada

### 4.3 Detektiranje sekundarnih elektrona

Zworykin, Hiller i Snyder su 1942. konstruirali i opisali prvi SEM. Osnovni dijelovi detektora sekundarnih elektrona bili su fosforni ekran (scintilator) i fotomultiplikator. Everhart i Thornley su dodali svjetlovod između fotomultiplikatora i scintilatora, čime se znatno povećala efikasnost. Slika 4.5 prikazuje Everhart-Thornley detektor (J. Goodhew, F. J. Humphreys, 1988).



Slika 4.5 - Shematski prikaz Everhart-Thornleyevog detektora sa prikazanim putanjama sekundarnih (SE) i unazad raspršenih (BSE) elektrona

Kada sekundarni elektroni "pogode", scintilator (npr. fosfor), dolazi do emisije svjetlosti. Svjetlost se svjetlovodom provodi do fotomultiplikatora. Fotomultiplikator radi na slijedećem principu: ubrzani foton pada na elektrodu malog izlaznog rada iz koje izbija elektrone. Ovi elektroni su opet ubrzani i udaraju, sada već mnogobrojni, na drugu elektrodu iz koje izbijaju još više elektrona koje se opet ubrzava... Jakost nastale struje pojačava se oko  $10^6$  puta i koristi za moduliranje katodne cijevi.

Tanki aluminijski sloj ( $0.1 - 0.15 \mu\text{m}$ ) prekriva scintilator i nalazi se na potencijalu od  $+10 \text{ keV}$ . Potencijalom se ubrzavaju sekundarni elektroni jer su njihove početne energije do  $50 \text{ eV}$  isuviše male za pobuđenje scintilatora. Osim toga aluminijski sloj će i reflektirati fotone nastale u scintilatoru u svjetlovod.

Budući da će visoki potencijal privlačiti i elektrone iz primarnog snopa, scintilator se okružuje metalnom rešetkom (Faraday-ev kavez) koja se nalazi na potencijalu do  $200\text{V}$ . Osim što će spriječiti utjecaj potencijala na elektrone primarnog snopa, rešetka će povećati i efikasnost detektora, i privući sekundarne elektrone koji se prvobitno ne kreću prema detektoru.

Efikasnost Everhart-Thornley-evog detektora je velika. Ako je površina uzorka glatka gotovo svi sekundarni elektroni će biti prikupljeni (detektirani). Osim sekundarnih elektrona biti će istovremeno detektiran i mali dio unazad raspršenih elektrona koji se kreće u smjeru detektora.

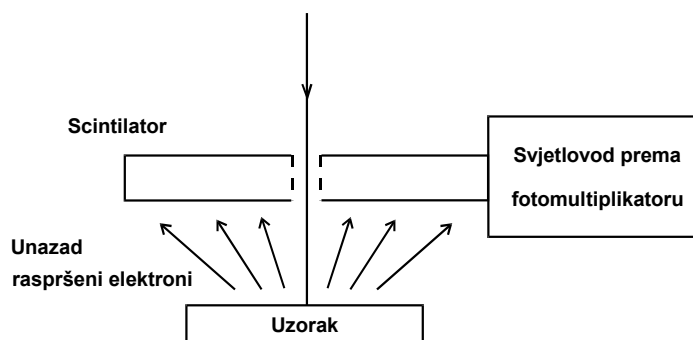
## 4.4 Detektiranje unazad raspršenih elektrona

Everhart-Thornley-ev detektor se može koristiti i za detektiranje unazad raspršenih elektrona. Za razliku od putanje sekundarnih elektrona, putanje unazad raspršenih elektrona su pravci. Elektrostatički potencijal scintilatora Everhart-Thornley-evog detektora privlači sekundarne elektrone, ali na unazad raspršene elektrone nema utjecaja. Samo unazad raspršeni elektroni koji se kreću prema detektoru će biti detektirani (mala efikasnost). Prikupljanje sekundarnih elektrona će se onemogućiti isključenjem potencijala scintilatora ili priključenjem negativnog potencijala (-200 V). Zbog male efikasnosti ova metoda se danas rijetko koristi (J. Goodhew, F. J. Humphreys, 1988).

### 4.4.1 Robinsonov detektor

Osnovni princip rada Everhart – Thornley-evog detektora zadržan je i kod Robinsonovog detektora. Robinsonov detektor sastoji se od scintilatora, svjetlovoda i fotomultiplikatora.

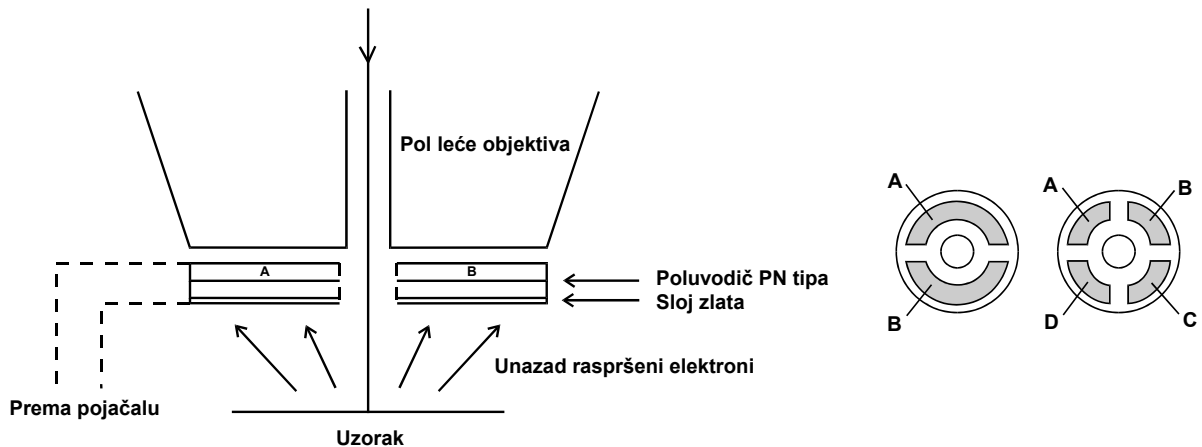
Prstenastog je oblika, i smješten okomito na upadni snop elektrona koji prolazi kroz otvor u središtu. Robinsonov detektor nalazi se neposredno iznad uzorka čime se povećava prostorni kut sakupljanja unazad raspršenih elektrona, a time i efikasnost. Osim efikasnosti, prednost mu je i velika brzina odaziva, pa se može koristiti za skeniranje slike u TV prijemu. Glavni nedostatak je masivnost koja može ograničiti radnu udaljenost mikroskopa (J. Goodhew, F. J. Humphreys, 1988).



*Slika 4.6 - Robinsonov detektor sa velikim prostornim kutom prikupljanja unazad raspršenih elektrona*

#### 4.4.2 Poluvodički detektor (Solid State Detector)

Kada elektroni visoke energije "pogode" poluvodič, u poluvodiču dolazi do stvaranja parova elektron-šupljina. Parovi se brzo ponovo rekombiniraju. Ali, ako se krajevi poluvodiča nalaze na različitom potencijalu, parovi će se odvojiti proizvodeći struju. Jakost struje kasnije se pojačava. Slika 4.7 prikazuje poluvodič p-n tipa.



Slika 4.7- Poluvodički detektor

Poluvodički detektor je najčešće u obliku tanke glatke pločice s otvorom u središtu kroz koji prolazi upadni snop elektrona. Detektor je segmentiran (A i B segment) kako bi se pojačao topografski ili kompozicijski kontrast. Detektor može biti sastavljen od jednog do četiri segmenta (A,B,C,D) koji se mogu koristiti neovisno. Detektor se stavlja na površinu pola objektivna. Glavni nedostatak je mala brzina odaziva (J. Goodhew, F. J. Humphreys, 1988).

## 5. KVALITETA SEM-a

### 5.1 Element slike – pixel

Linearno povećanje, razlučivanje i dubina polja osnovne su veličine koje opisuju kvalitetu SEM-a. One su međusobno zavisne, stoga poboljšanje jedne može ograničiti drugu veličinu.

Prisjetimo se sljedećeg:

- detektori skupljaju odgovarajući signal,
- nakon pojačanja jakosti struja iz detektora modulira svjetlinu spota katodne cijevi.

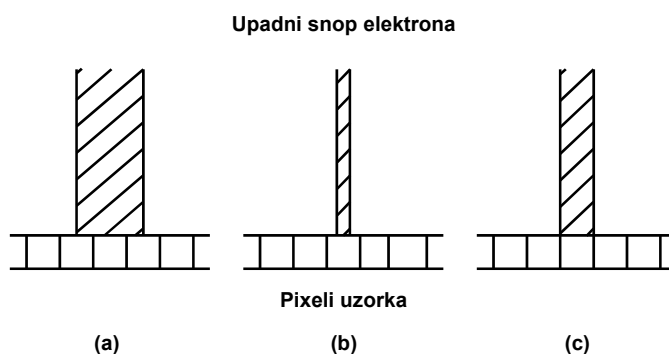
Najmanja veličina spota na ekranu katodne cijevi je 0.1 mm. Kvadrat na ekranu katodne cijevi kojem je duljina stranice 0.1mm zovemo ELEMENT SLIKE ili PIXEL. Pixel je osnovna jedinica slike bez unutrašnje strukture i jednoliko distribuiranog intenziteta.

Kvadrat na ekranu katodne cijevi duljine stranice 100 mm sadrži 1000 ×1000 pixela slike (J. Goodhew, F. J. Humphreys, 1988).

Slika u SEM-u nastaje postepeno tokom vremena pa pomicanje spota na ekranu katodne cijevi odgovara pomicanju snopa na uzorku. Za svaki pixel slike postoji odgovarajući pixel uzorka. Veličina pixela uzorka, uz linearno pojačanje  $M$  dana je izrazom:

$$p = \frac{100\mu m}{M} = \frac{0,1\text{ mm}}{M} \quad (5.1)$$

Očigledno je, da bi mogli razlikovati dvije točke kao odvojene cjeline one moraju zauzimati dva odvojena pixela. Najbolje razlučivanje se postiže kada je dijametar probe (tj. volumen informacije) jednak pixelu uzorka. Ako je dijametar probe veći od pixela uzorka signali iz susjednih pixela se preklapaju pa je razlučivanje degradirano. Ako je dijametar probe manji od pixela uzorka signal je slab (Slika 5.1).

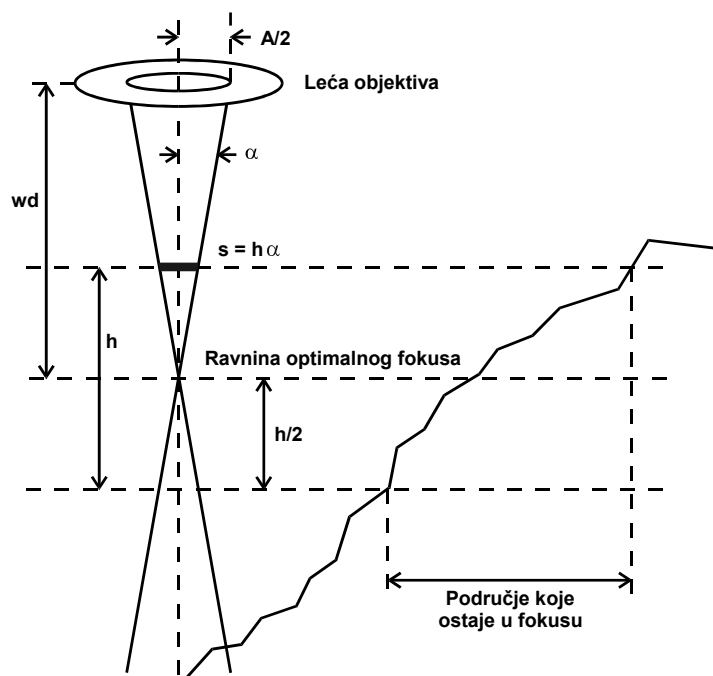


Slika 5.1

Odnos između dijametara probe i pixela uzorka

## 5.2 Dubina polja

Moderni optički mikroskop i rasterski elektronski mikroskop imaju određenih prednosti, ali i nedostataka. Prednost optičkog mikroskopa nad SEM-om je jednostavna upotreba. Uzorci mogu biti i živi organizmi, a mogu se promatrati u svom prirodnom okruženju (zrak i voda). Slike imaju prirodne nijanse boja. S druge strane elektronski mikroskopi imaju bolje razlučivanje. Razlučivanje optičkog mikroskopa je  $0.2 \mu\text{m}$ , a SEM-a  $0.6 \text{ nm}$  - visoko razlučivanje (JEOL Prospekt, 2001). Prednost SEM-a nad optičkim mikroskopom je i velika vrijednost dubine polja. Pri povećanju 1000 puta dubina polja optičkog mikroskopa iznositi će približno  $1 \mu\text{m}$  (numerička apertura  $NA = 0.7$ ). Pri istom povećanju (radna udaljenost  $wd = 2 \text{ cm}$ , dijametar dijafragme  $A = 100 \mu\text{m}$ ) dubina polja SEM-a iznosi  $40 \mu\text{m}$  (J.Goodhew, F.J.Humphreys,1988).



Slika 5.2 - Shematska ilustracija dubine polja SEM-a

Nakon prolaska kroz dijafragmu leće objektivna, snop elektrona će konvergirati. U idealnim uvjetima (aberracije zanemarujemo) sve zrake (putanje elektrona) sjeći će se u jednoj ravnini koju nazivamo ravnina optimalnog fokusa. Dijametar probe se povećava kako snop konvergira iznad ili divergira ispod ravnine optimalnog fokusa. Defokus dijametara probe  $s$  duž okomite udaljenosti  $h$  dan je izrazom:

$$s = h \alpha \quad (5.2)$$

gdje je  $\alpha$  polukut konvergencije.

Polukut konvergencije  $\alpha$  dan je izrazom:

$$\alpha = \frac{A}{2wd} \quad (5.3)$$

$A$  je dijametar dijafragme leće objektiva, a  $wd$  radna udaljenost mikroskopa (J. Goodhew, F. J. Humphreys, 1988).

Ako defokus dijametra probe  $s$  nije veći od veličine pixela uzorka  $p$ , uzorak će i dalje ostati u fokusu. *Dubina polja* je najveća okomita udaljenost  $h$  za koju uzorak ostaje u fokusu. Kombiniranjem izraza za pixel uzorka (5.1) i izraz za defokus dijametra probe (5.2) dobijemo izraz za dubinu polja:

$$h = \frac{0.1 \text{ mm}}{M \alpha} \quad (5.4)$$

Nakon uvrštavanja izraza za polukut konvergencije (5.3) u izraz za dubinu polja (5.4), dubina polja  $h$  dana je izrazom:

$$h = \frac{0.2 wd \text{ mm}}{MA} \quad (5.5)$$

gdje je  $M$  linearno povećanje.

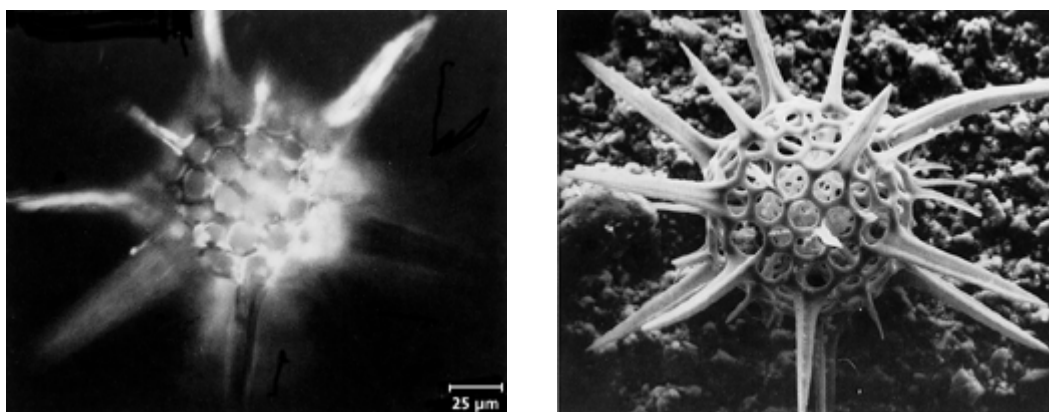
Dubina polja se može povećati:

- smanjenjem linearnog povećanja  $M$ ,
- povećanjem radne udaljenosti  $wd$ ,
- smanjenjem dijametra dijafragme  $A$  leće objektiva.

Međutim, povećanje radne udaljenosti i smanjenje dijametra dijafragme  $A$  dovodi do smanjenja prostornog razlučivanja. Za svaki pojedinačni uzorak treba naći odgovarajući kompromis između dubine polja  $h$ , linearnog povećanja  $M$  i prostornog razlučivanja.

Povećanje $M$	Dijafragma $A = 100 \mu\text{m}$ $\alpha = 5 \times 10^{-3} \text{ rad}$	Dijafragma $A = 200 \mu\text{m}$ $\alpha = 10^{-2} \text{ rad}$	Dijafragma $A = 600 \mu\text{m}$ $\alpha = 3 \times 10^{-2} \text{ rad}$
10 ×	4 mm	2 mm	670 μm
50 ×	800 μm	400 μm	133 μm
100 ×	400 μm	200 μm	67 μm
500 ×	80 μm	40 μm	13 μm
1 000 ×	40 μm	20 μm	6.7 μm
10 000 ×	4 μm	2 μm	0.67 μm
100 000 ×	0.4 μm	0.2 μm	0.067 μm

*Tabela 1. - Dubina polja SEM-a pri radnoj udaljenosti 10 mm (J. I. Goldstein, 1992).*



a)

b)

*Slika 5.3 - Snimka radiolariana (vrsta protozoe) dobivena. a) optičkim mikroskopom, b) SEM-om Povećanje je isto za obje snimke.*

### **5.3 Konačno razlučivanje SEM-a**

Osim kvalitetom leća razlučivanje optičkog mikroskopa ograničeno je i valnom duljinom svjetlosti. Slika se može dalje povećavati, ali razlučivanje se neće povećati.

Razlučivanje SEM-a ograničeno je kvalitetom elektronsko-optičkog sustava, prirodnim kontrastom uzorka i veličinom volumena informacije danog signala.

Veličina pixela uzorka mijenja se povećavanjem linearnog povećanja  $M$ . Najbolje razlučivanje postiže se kada je volumen informacije jednak pixelu uzorka. To znači da će bolje razlučivanje imati signali malog volumena informacije. Sekundarni elektroni imaju najmanji volumen informacije od nekoliko nanometara i prema tome najbolje razlučivanje. Radi usporedbe, volumen informacije rendgenskog zračenja je nekoliko mikrometara (J. Goodhew, F. J. Humphreys, 1988).

Dijametar probe mora biti mali kako bi se postiglo veće razlučivanje. Ali, smanjenjem dijametara probe smanjuje se i jakost struje probe. Premala jakost struje ne može dati odgovarajući signal. Konačno razlučivanje SEM-a definira se kao najmanja proba čija jakost struje osigurava odgovarajući signal iz uzorka.

### 5.3.1 Najmanji dijametar probe

U realnim uvjetima, zbog utjecaja sfernih i kromatskih aberacija, astigmatizma i difrakcije dijametar probe će biti veći od idealnog. Izraz za dijametar probe treba korigirati, pa je izraz za efektivni dijametar probe:

$$d_{eff} = (d_t^2 + d_d^2 + d_s^2 + d_c^2 + d_a^2)^{1/2} \quad (5.6)$$

gdje je  $d_t$  teorijski (idealni) dijametar,  $d_d$  utjecaj difrakcije,  $d_s$  sferne aberacije,  $d_c$  kromatske i  $d_a$  astigmatizma (H. Bethe, J. Heydenreich, 1987).

#### a) Sferne aberacije

Sferna aberacija nastaje zbog različitog fokusiranja zraka (putanja elektrona) koje se nalaze izvan optičke osi. Doprinos sferne aberacije  $d_s$  dan je izrazom:

$$d_s = 0.5c_s \alpha^3 \quad (5.7)$$

gdje je  $\alpha$  polukut konvergencije, a  $C_s$  koeficijent sferne aberacije.

Prosječna vrijednost koeficijenta sferne aberacije  $C_s$  za leću objektiva je 2 cm. Aberacija je veća za veći polukut konvergencije koji se može smanjiti povećanjem radne udaljenosti ili smanjenjem dijametra dijafragme leće objektiva. Budući da smanjenje dijametra dijafragme može dovesti do prevelikog pada jakosti struje probe, u praksi se najčešće povećava radna udaljenost (J.I. Goldstein, 1992).

#### b) Kromatske aberacije

Kromatska aberacija nastaje zbog disperzije energije snopa elektrona.

Elektroni veće energije će se otkloniti manje. Prednost elektronskog topa s emisijom polja je mala disperzija energije elektrona (0.2-0.5 eV). Doprinos kromatske aberacije  $d_c$  dan je izrazom:

$$d_c = \left( \frac{\Delta E}{E_o} \right) \cdot C_s \alpha \quad (5.8)$$

gdje je varijacija primarne energije  $\Delta E/E_o$ , koeficijent kromatske aberacije  $C_c$ , a polukut konvergencije  $\alpha$

Prosječna vrijednost koeficijenta kromatske aberacije  $C_c$  za leću objektiva je 0.8 cm. Utjecaj aberacije se može smanjiti smanjenjem polukuta konvergencije. Kromatske aberacije imaju veliki utjecaj za male jakosti struje snopa ( $\leq 10^{-11}$  A), ili za veliku disperziju energije koja postoji za energiju primarnog snopa  $E_o$  manju od 5 keV. Za uobičajeni rad SEM-a pri energijama  $E_o \geq 20$  keV kromatske aberacije se mogu zanemariti (H. Bethe, J. Heydenreich, 1987).

### c) Astigmatizam

Astigmatizam se javlja zbog mehaničkih i magnetskih odstupanja geometrije leća od idealne osne simetrije, ili onečišćenja leća.

Doprinos astigmatizma  $d_a$  dan je izrazom :

$$d_a = C_s \alpha \quad (5.9)$$

gdje je polukut konvergencije  $\alpha$ , a koeficijent astigmatizma  $C_a$ .

Prosječna vrijednost koeficijenta astigmatizma  $C_a$  za leću objektiva je  $0.2 \mu\text{m}$ . Astigmatizam se može ukloniti pomoću stigmatora. Današnji instrumenti su dobro centrirani te je utjecaj astigmatizma toliko mali da se može zanemariti.

### d) Elektronska difrakcija

Doprinos difrakcije  $d_d$  dan je izrazom :

$$d_d = 1.22 \frac{\lambda}{\alpha} \quad (5.10)$$

gdje je valna duljina elektrona  $\lambda$  (nm).

Utjecaj difrakcije se ne može u potpunosti ukloniti. Može se smanjiti povećanjem polukuta konvergencije  $\alpha$ .

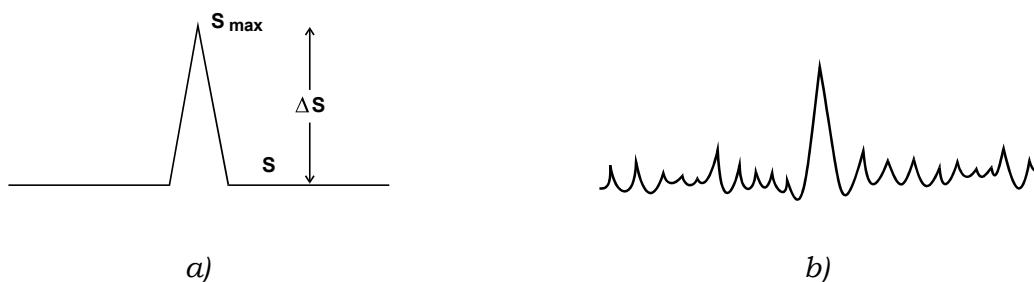
Da bi se uklonile sferne i kromatske aberacije mora se smanjiti polukut konvergencije, ali time se smanjuje jakost struje snopa i povećava utjecaj difrakcije. Dijametar dijafragme se stoga mora pažljivo odabrati kako bi se i minimizirale aberacije i postigao odgovarajući signal za formiranje slike.

Za elektronski top s katodom (volfram) koja radi na principu termičke emisije, pri energiji  $E_0 = 20 \text{ keV}$ , polukutu konvergencije  $\alpha = 5 \cdot 10^{-3} \text{ rad}$  (dijametar dijafragme  $A=100 \mu\text{m}$ , radna udaljenost  $wd = 1 \text{ cm}$ ) pri idealnim uvjetima dijametar probe bi iznosio  $2.3 \text{ nm}$ .

Zbog utjecaja aberacija i difrakcija ( $C_C = 0.8 \text{ cm}$ ,  $C_S = 2 \text{ cm}$ ,  $\Delta E = 2 \text{ eV}$ ) dijametar će iznositi  $5.2 \text{ nm}$  (J. I. Goldstein, 1992).

### 5.3.2 Najmanja jakost struje probe

Za razlikovanje dvaju točaka uzorka mora postojati odgovarajuća varijacija signala emitiranih iz tih dvaju točaka. Slika 5.4 pokazuje varijaciju signala u ovisnosti o položaju probe na uzorku.



Slika 5.4

Signal iz uzorka pri: a) idealiziranim uvjetima b) sa šumom

Ako je signal iz jedne točke površine uzorka  $S_{max}$ , a signal iz susjedne točke  $S$ , prirodni kontrast  $C$  je definiran na slijedeći način (J. Goodhew, F. J. Humphreys, 1988):

$$C = \frac{S_{max} - S}{S_{max}} = \frac{\Delta S}{S_{max}} \quad (5.11)$$

Broj sekundarnih elektrona koji stižu do detektora u stalnom vremenskom intervalu nije konstantan. Prosječan broj elektrona detektiranih iz određene točke uzorka je  $\bar{n}$ . Prema jednostavnoj statističkoj teoriji broj detektiranih elektrona varirat će oko prosječne vrijednosti od nula do vrijednosti  $\sqrt{\bar{n}}$ . Šum  $N$  je definiran kao  $\sqrt{\bar{n}}$ .

Ljudsko oko može razlikovati dvije točke na ekranu katodne cijevi samo ako vrijedi (J. Goodhew, F. J. Humphreys, 1988):

$$\Delta S > 5N. \quad (5.12)$$

Iz izraza (5.11) i (5.12) slijedi da je najmanji kontrast koji se može opaziti:

$$C > \frac{5}{\sqrt{\bar{n}}} \quad (5.13)$$

Najmanja vrijednost signala potrebna da se opazi kontrast  $C$  iz dvije točke uzorka je:

$$\bar{n} > (5/C)^2 \quad (5.14)$$

Struja probe je  $I$ , a vremenski interval potreban da se prebriše površina slike  $F$ .

Pretpostavimo li da se u slici nalazi  $10^6$  pixela, onda je "vrijeme života" svakog pixela  $F \times 10^{-6}$ . Broj elektrona koji "prodiru" u uzorak u tom vremenu je:

$$n_o = \frac{I \cdot t}{e} = \frac{IF \times 10^{-6}}{e} . \quad (5.15)$$

Broj elektrona  $n$  koji će uistinu biti detektirani ovisit će o međudjelovanju uzorka i snopa, te efikasnosti detektora:

$$n = q n_o . \quad (5.16)$$

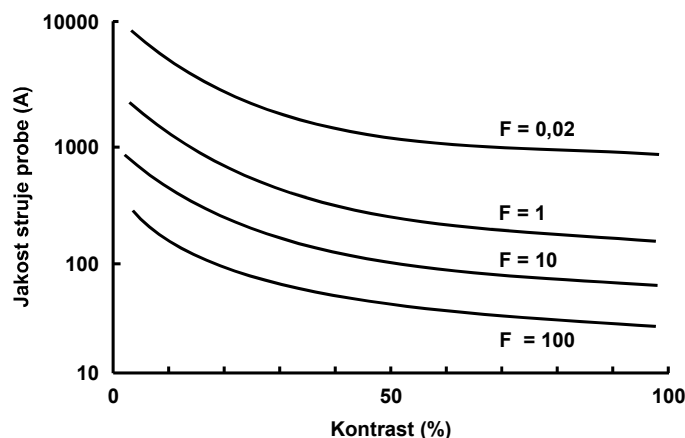
Produkt efikasnosti detektora i emisije elektrona je  $q$ . Za sekundarne elektrone efikasnost detektora je približno 1, a koeficijent emisije sekundarnih elektrona  $\delta$  između 0.1 i 0.2. Iz izraza (5.14), (5.15) i (5.16) slijedi kriterij za najmanju jakost struje potrebne da se opazi kontrast  $C$  :

$$I_c > \frac{4 \times 10^{-12}}{qFC^2} . \quad (5.17)$$

Jakost struje će biti veća za uzorke s niskim prirodnim kontrastom i kraći vremenski interval potreban da se prebriše površina slike.

Za veću jakost struje dijametar probe mora biti veći, a time se smanjuje razlučivanje. Za uzorke s niskim prirodnim kontrastom (0.01-0.10) razlučivanje je malo i iznosi 23 do 230 nm. Slika 5.4 grafički prikazuje ovisnost dijametra probe o prirodnom kontrastu. Za isti prirodni kontrast, dijametar probe će biti veći za kraći vremenski interval potreban da se prebriše površina slike.

Tako je npr. za skeniranje slike u TV prijemniku (0.02 s) potreban veći dijametar nego za skeniranje fotografije (100 s). Pri crtanju grafa uzete su sljedeće vrijednosti parametara:  $q = 0.2$ ,  $j = 4 \text{ A/cm}^2$ ,  $T = 2800 \text{ K}$ ,  $C_s = 20 \text{ mm}$ ,  $E = 20 \text{ keV}$  (J. Goodhew, F. J. Humphreys, 1988).



Slika 5.4 - Ovisnost dijametra probe o prirodnom kontrastu uzorka

### 5.3.3 Visoko razlučivanje

Konačno razlučivanje rasterskog elektronskog mikroskopa je najmanja proba čija jakost struje osigurava odgovarajući signal. Veličina dijametra probe ovisi o aberacijama leće objektiva te jakosti struje probe. Vrijednost razlučivanja SEM-a s katodom koja radi na principu termičke emisije (volfram) je 5 nm uz koeficijent sferne aberacije  $C_s = 20 \text{ mm}$  (J. Goodhew, F. J. Humphreys, 1988).

Zbog najveće vrijednosti svjetline polja ( $10^7$ - $10^9 \text{ Acm}^{-2}\text{sr}^{-1}$ ), za visoko razlučivanje koristi se rasterski elektronski mikroskop s katodom koja radi na principu emisije poljem. Za veću vrijednost svjetline polja dijametar probe će imati veću jakost struje.

Mikroskop JSM 6000 F je rasterski elektronski mikroskop s katodom koja radi na principu emisije poljem, koji proizvodi Japan Electron Optics Laboratory Co. (JEOL). Leće u ovom mikroskopu imaju vrlo kratku žarišnu duljinu, kako bi se postigao što manji dijametar probe. Uzorak je u potpunosti smješten unutar snažnog magnetskog polja leće objektiva. Snažno magnetsko polje usmjerava i putanje sekundarnih elektrona prema detektoru. Najbolje razlučivanje (0.6 nm) postiže se pri visokom ubrzavajućem potencijalu (30 kV), ali je ograničena veličina uzorka na nekoliko milimetara. Povećanje iznosi do 950 000 puta (JEOL Prospekt, 2001).

Nakupljanje naboja na nevodljivim uzorcima ograničava normalnu emisiju sekundarnih elektrona i smanjuje razlučivanje. Zato se uzorci oblažu vodljivim materijalom ili promatraju pri niskim vrijednostima ubrzavajućeg potencijala. Mikroskop JSM 6000 F postiže visoku vrijednost razlučivanja (3 nm) i pri niskom ubrzavajućem potencijalu od 1 kV. Povećanje iznosi do 650 000 puta.

Koeficijent sferne aberacije leće objektiva kvalitetnog TEM-a je 1 mm (JEOL Prospekt, 2001). Stavljanjem zavojnica za skeniranje u TEM dobivamo rasterski transmisivski elektronski mikroskop (*Scanning Transmission Electron Microscope - STEM*). Za dobivanje slike u STEM-u se, kao i u TEM-u, koriste transmitirani elektroni koji prolaze kroz *tanki* uzorak. Korištenjem emitera s emisijom poljem Shottky-evog tipa razlučivanje rasterskog transmisivskog elektronskog mikroskopa dostiže vrijednost 0.23 nm. Povećanje iznosi 2000 – 1 500 000 puta (University of Pensilvania, 1999).

## 6. INTERPRETACIJA SLIKE DOBIVENE SEKUNDARNIM I UNAZAD RASPRŠENIM ELEKTRONIMA

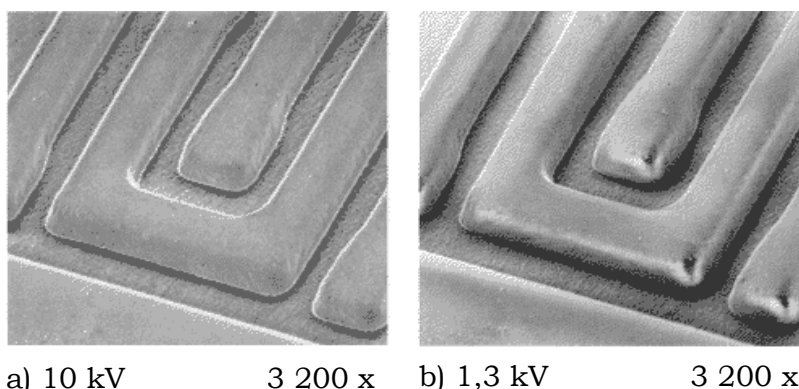
Da bi dobili sliku na ekranu katodne cijevi mora postojati određena razlika signala iz različitih dijelova uzorka. Svjetliji dio slike pripada dijelu uzorka iz kojeg je emitiran veći signal.

### 6.1 Topografski kontrast

Topografija uzorka je vizualno proučavanje osobina površine uzorka.

a) Sekundarnim elektronima promatramo topografiju uzorka čija površina nije glatka. Topografski kontrast nastaje zbog različite emisije sekundarnih elektrona na izbočinama (svjetlo) i udubinama (sjena). Zbog toga, slika dobivena sekundarnim elektronima izgleda kao slika dobivena difuznom svjetlosti (Slika 2.6 i Slika 5.3).

Do pojačane emisije dolazi na rubnim dijelovima te sitnim česticama koje se nalaze na površini uzorka. Smanjenjem ubrzavajućeg potencijala smanjit će se i emisija sekundarnih elektrona na rubnim dijelovima i smanjiti nakupljanje naboja.



Slika 6.1 - Slika dobivena sekundarnim elektronima  
Uzorak: otpornik  
Nakupljanje naboja se može spriječiti pravilnim izborom ubrzavajućeg potencijala

Kut nagiba je kut između pravca okomitog na površinu uzorka i upadnog snopa elektrona. Koeficijent emisije sekundarnih elektrona  $\delta$  ovisit će o kutu nagiba  $\theta$  na slijedeći način (J. Goodhew, F. J. Humphreys, 1988):

$$\delta = \delta_0 \sec\theta \quad (6.1)$$

Najmanja vrijednost dobit će se za normalni kut upada ( $\theta = 0^\circ$ ). Porast vrijednosti koeficijenta emisije sekundarnih elektrona  $\delta$  s povećanjem kuta nagiba  $\theta$  je posljedica smanjenja dubine volumena interakcije. Radi povećanja efikasnosti kut između uzorka i Everhart-Thornley-evog detektora iznosi 20 - 40°.

Ako je struktura uzorka složena, ponekad je teško sliku pravilno interpretirati. U tim slučajevima koristi se stereomikrografija (dojam trodimenzionalnosti). Stereo

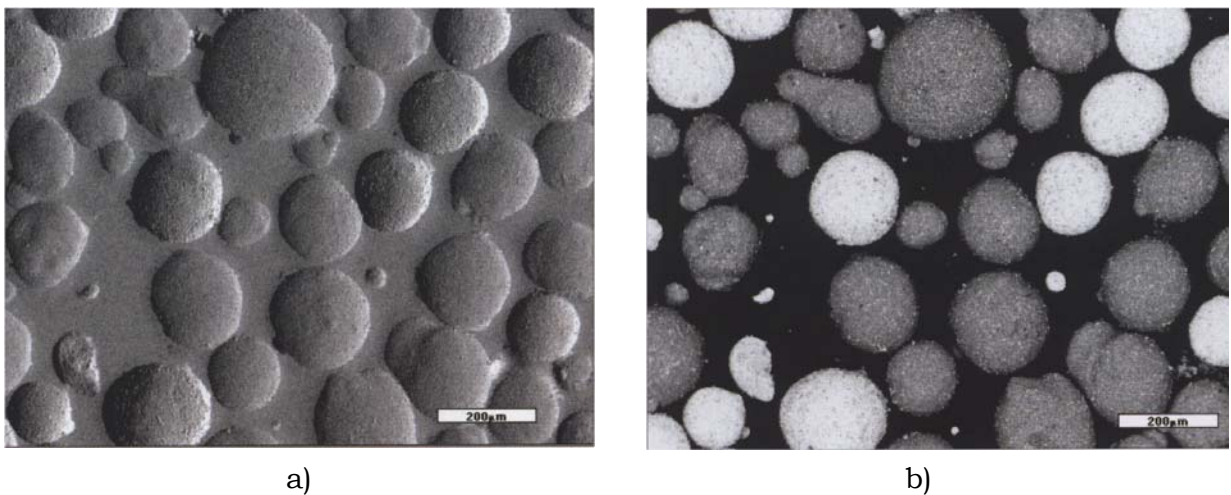
proučavanjem dobit će se zanimljivi podaci i za uzorke jednostavnije strukture. Za dani uzorak snime se dvije slike s različitim kutovima nagiba (ostali uvjeti identični). Najčešće će razlika kutova biti 5-10°, ali će ovisiti o linearnom povećanju te dubini polja. Par stereomikrografija promatra se posebnim stereo uređajem.

Sekundarni elektroni imaju najmanji volumen informacije, koji iznosi nekoliko nanometara (J. Goodhew, F. J. Humphreys, 1988) te najbolje razlučivanje. Rasterski elektronski mikroskop s katodom koja radi na principu emisije poljem danas postiže razlučivanje od 0.6 nm (JEOL Prospekt, 2001).

**b) Topografski kontrast** može se dobiti i unazad raspršenim elektronima. Topografska slika dobivena unazad raspršenim elektronima izgledat će kao slika uzorka promatranog paralelnim snopom svjetlosti i imati će više sjena od slike dobivene sekundarnim elektronima.

Ako je površina uzorka ravna, topografski kontrast se može pojačati korištenjem **segmentiranog poluvodičkog detektora**. **Segmenti A i B nalaze** se s različite strane optičke osi i primit će različite signale. Ako se jakost signala oduzme neće biti kontrasta ravnih dijelova, ali kontrast ostalih dijelova (izbočine, udubine) će se pojačati (Slika 6.2 a)). Istodobno bilo koji drugi kontrast npr. kompozicijski će biti uklonjen. Nedostatak topografije dobivene unazad raspršenim elektronima je mala moć razlučivanja (J. Goodhew, F. J. Humphreys, 1988).

Koeficijent unazad raspršenih elektrona  $\eta$  također raste povećanjem kuta nagiba.



*Slika 6.2 - Slika dobivena unazad raspršenim elektronima.*

*Uzorak: Slitina cinka i bakra ( $\alpha$ -mjed) a) topografski kontrast b) kompozicijski kontrast.*

## 6.2 Kompozicijski kontrast

Promatrat ćemo uzorke koji se sastoje od više različitih komponenata. Kompozicijski kontrast će nastati ukoliko intenzitet signala ovisi o atomskom broju komponente  $Z$ . Sekundarni elektroni se ne mogu koristiti za dobivanje kompozicijskog kontrasta, jer koeficijent emisije sekundarnih elektrona  $\delta$  ne ovisi o atomskom broju elementa  $Z$ . Iz izraza 4.1 i grafa 4.1 b) vidi se da koeficijent emisije unazad raspršenih elektrona  $\eta$  raste s povećanjem atomskog broja  $Z$ . Osobine elementa većeg atomskog broja biti će izraženije (svjetlije). Dobar detektor unazad raspršenih elektrona će razlikovati signale dobivene od različitih komponenata, čak i kad je razlika atomskog broja komponenata  $\Delta Z$  svega 0.1. Razlučivanje će ovisiti o kompozicijskom kontrastu (D. B. Williams, 1987).

Kompozicijski kontrast dan je izrazom:

$$C = \frac{\eta_1 - \eta_2}{\eta_1} \quad (6.2)$$

gdje je  $\eta_1$  koeficijent emisije unazad raspršenih elektrona elementa većeg atomskog broja  $Z$ , a  $\eta_2$  manjeg (J. Goodhew, F. J. Humphreys, 1988).

Komponenta 1	Z1	Komponenta 2	Z2	$\eta_1$	$\eta_2$	Kontrast %	Degradacija razlučivanja (nm)
Al	13	Mg	12	0.153	0.141	7.6	19
Al	13	Cu	29	0.153	0.304	49.4	5
Al	13	Pt	78	0.153	0.485	68.4	4
Cu	29	Zn	30	0.304	0.310	2.3	47
$\alpha$ -mjed	29.4	$\beta$ -mjed	29.5	0.305	0.306	0.2	264

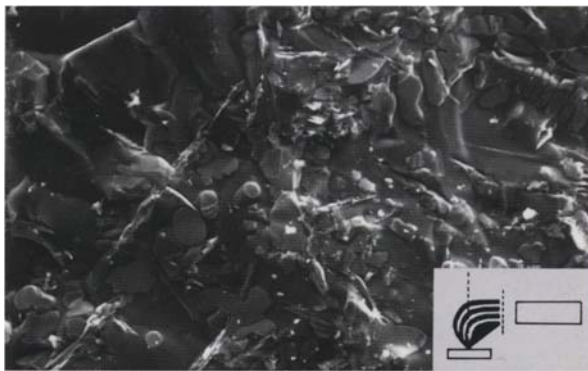
Tabela 2.- Kompozicijski kontrast

Iz tabele 2. vidljivo je da će za susjedne elemente kompozicijski kontrast biti mali, iznositi će 1 do 5%. Za pojedine slitine može biti još i manji. Za mali kompozicijski kontrast razlučivanje je slabo (veća degradacija razlučivanja). Vrijednost razlučivanja je mala i zbog velikog volumena informacije unazad raspršenih elektrona. Kod vrlo tankih uzoraka, kod kojih su moguća najviše dva elastična raspršenja, emiter s većom svjetlinom davati će veće razlučivanje. Pod *idealnim* uvjetima može se postići razlučivanje od 7 nm (D. B. Williams, 1987).

Volumen informacije unazad raspršenih elektrona s malim gubitkom energije je svega nekoliko nanometara, pa se razlučivanje može povećati samo njihovim korištenjem (L. Reimer, 1997).

U kombinaciji s rendgenskim zračenjem, unazad raspršeni elektroni koriste se za određivanje kemijskog sastava uzorka. Unazad raspršenim elektronima se pronađe područje uzorka koje pokazuje kompozicijski kontrast, a onda se kemijski sastav odredi pomoću rendgenskog zračenja.

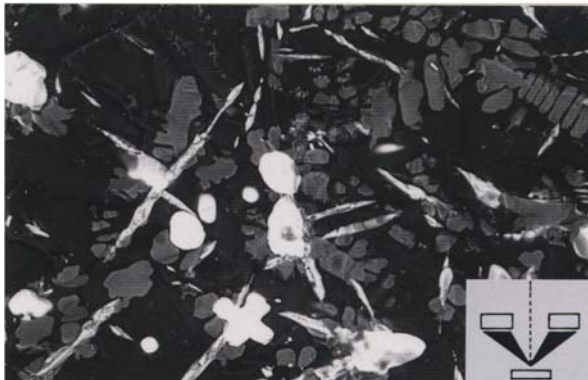
Kako bi se smanjio topografski kontrast koji je za većinu uzoraka znatno veći od kompozicijskog, uzorci moraju biti savršeno glatki (polirani). Ako signale dobivene iz različitih segmenata (A i B) poluvodičkog detektora zbrojimo, topografski kontrast će nestati, a kompozicijski će se pojačati (Slika 6.2 b)).



a1) |-----|  
20 μm



a2) |-----|  
20 μm



b) |-----|  
20 μm

Slika 6.3

*Uzorak: slitina cinka i bakra ( $\beta$ -mjed)*

*Topografski kontrast dobiven*

*a1) sekundarnim elektronima*

*a2) unazad raspršenim elektronima*

*b) Kompozicijski kontrast dobiven unazad raspršenim elektronima*

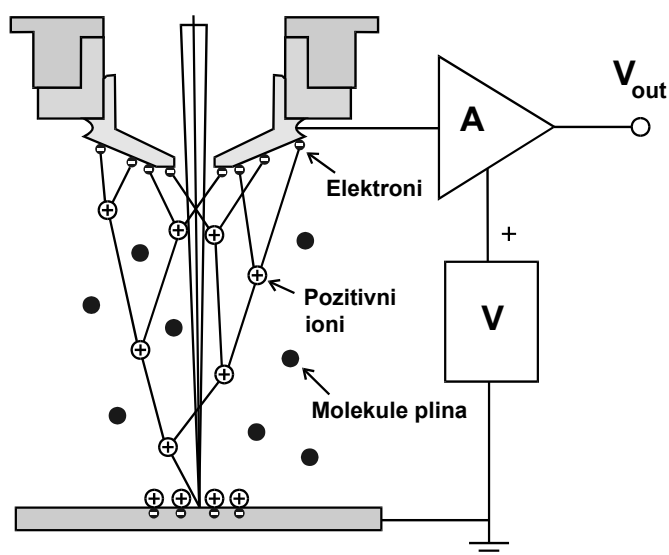
## 7. ELEKTRONSKI MIKROSKOP ZA ISPITIVANJE OKOLIŠA (ESEM)

U klasičnom SEM-u u komori uzorka mora postojati visoki vakuum. Uzorci ne smiju biti onečišćeni. Kod nevodljivih uzoraka dolazi do nakupljanja naboja, što može utjecati na sam instrument. Zato se nevodljivi uzorci oblažu vodljivim materijalom, na primjer zlatom. Uzorci stoga ne mogu biti živi organizmi. Osim toga, uzorci uslijed visokog vakuuma mijenjaju svojstva (vlažni uzorci dehidratiziraju).

Rasterski elektronski mikroskop za ispitivanje okoliša (*Environmental Scanning Electron Microscope - ESEM*) služi za proučavanje uzorka u prirodnom stanju - vlažni, uljasti, prljavi...(Philips Electron Optics, 1996).

Komora uzorka ne mora biti u uvjetima visokog vakuuma. Zapravo, za rad ESEM-a moraju biti prisutne molekule plina u prostoru za uzorak. Višestrukim aperaturema za ograničavanje tlaka odvaja se elektronsko-optička kolona (visoki vakuum) od komore uzorka, koja se nalazi pod tlakom 6 650 Pa.

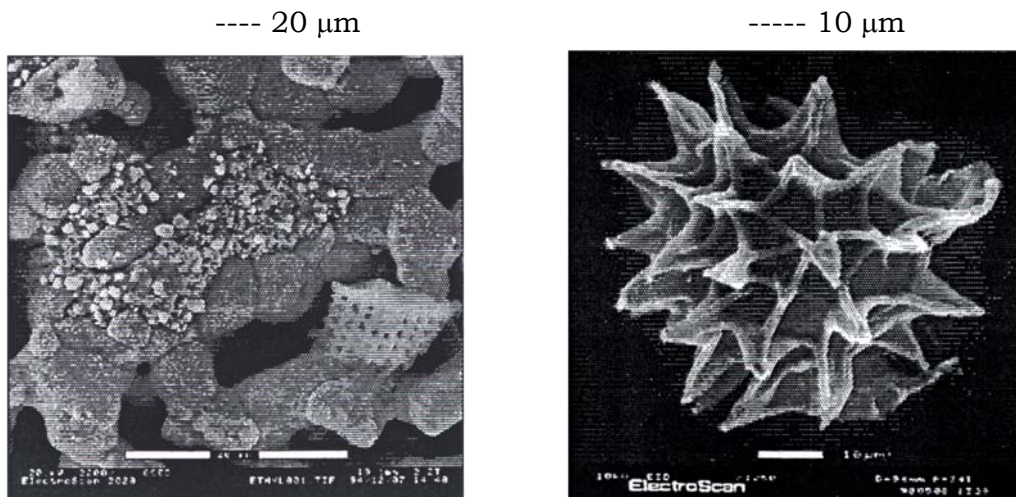
Osnovni princip rada je isti kao i u klasičnom SEM-u. Nakon interakcije primarnog snopa elektrona i uzorka, dolazi do emisije unazad raspršenih i sekundarnih elektrona. Razlika je u tome da sekundarni elektroni potom ioniziraju molekule plina u komori uzorka (raspršenja). Molekule plina ionizacijom stvaraju vlastite sekundarne elektrone (*Environmental Secondary Electrons*) i pozitivne ione. Proces ionizacije se ponavlja. Ako se plin lakše ionizira, pojačanje je veće. Najčešće se koristi vodena para. Raspršenje elektrona na molekulama plina ne utječe na razlučivanje.



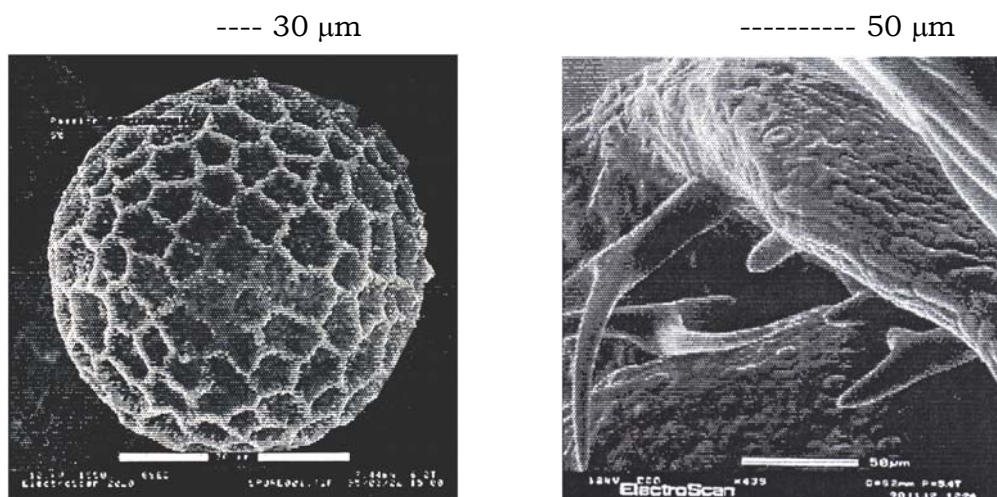
Slika 7.1 - ESD - detektor sekundarnih elektrona urasterskog elektronskog mikroskopa za ispitivanje okoliša

Detektor sekundarnih elektrona (*Environment Secondary Detector - ESD*) skuplja sekundarne elektrone i provodi do električnog pojačala. ESD je konusna elektroda

promjera 1 cm i nalazi se na pozitivnom potencijalu od nekoliko stotina volta kako bi privukao i ubrzao sekundarne elektrone. Za razliku od Everhart-Thornley-evog detektora (koji ne može funkcionirati u plinovitoj atmosferi), ESD ne koristi fotomultiplikator, te nije osjetljiv na svjetlo. Mogu se promatrati fluorescentni i katodoluminiscentni uzorci. Temperatura uzoraka može biti i do 1500 °C. ESD je iznad i vrlo blizu uzorka, pa skuplja veliki dio unazad raspršenih elektrona. Odvajanjem unazad raspršenih elektrona dobije se bolja kvaliteta slike.



Slika 7.2 - Nevodljivi uzorci koji nisu obloženi vodljivim materijalom (Uncoated) snimljeni elektronskim mikroskopom za ispitivanje okoliša (ESEM): a) keramika i b) velika spora vodene paprati (135 milijuna godina stari fosil).



Slika 7.3 - Vlažni uzorci snimljeni rasterskim elektronskim mikroskopom za ispitivanje okoliša (ESEM): a) polen cvijeta i b) dlačica korijena repe.

## ZAKLJUČAK

Osnovna karakteristika rasterskog elektronskog mikroskopa (SEM) je veliki broj signala koji se mogu koristiti za dobivanje slike. Mi smo se bavili samo sekundarnim i unazad raspršenim elektronima.

Opisujući osnovni princip rada SEM-a često smo ga uspoređivali sa optičkim mikroskopom. Putanje elektrona unutar elektromagnetskih leća slično se otklanjaju kao zrake svjetlosti lećama u optičkom mikroskopu. Slika dobivena sekundarnim elektronima pokazuje topografiju uzorka i izgleda kao slika dobivena optičkim mikroskopom. Moderni optički mikroskop ima povećanje 1000 puta i moć razlučivanja od 0.2  $\mu\text{m}$  (PHILIPS Prospekt, 1997). Nastojanjem da se dobije što bolje razlučivanje otkriveno je da moć razlučivanja optičkog mikroskopa ne ovisi samo o kvaliteti leće, već i o valnoj duljini svjetlosti.

Razlučivanje SEM-a ograničeno je kvalitetom elektronsko-optičkog sustava, prirodnim kontrastom uzorka i veličinom volumena informacije danog signala.

Za SEM s katodom od volframa, koja radi na principu termičke emisije pri energiji 20 keV, polukutu konvergencije  $\alpha = 5 \times 10^{-3}$  rad ( $wd = 1$  cm,  $A = 100$   $\mu\text{m}$ ) veličina dijametra probe iznosila bi 2.3 nm za navedene parametre. Ali zbog utjecaja aberacija veličina dijametra probe biti će veća i iznositi će 5.2 nm (vrijednost disperzije energije  $\Delta E = 2$  eV, koeficijent kromatske aberacije  $C_c = 0.8$  cm, koeficijent sferne aberacije  $C_s = 2$  cm).

Za uzorke s niskim kontrastom (0.01-0.10) razlučivanje je malo i iznosi 23-230 nm (J. I. Goldstein, 1992).

Signal koji ima manji volumen informacije, imat će veće razlučivanje. Sekundarni elektroni imaju najmanji volumen informacije (nekoliko nanometara), pa prema tome i najveće razlučivanje (J. Goodhew i F. J. Humphreys, 1988).

Najveću vrijednost razlučivanja (0.6 nm) postiže rasterski elektronski mikroskop s katodom koja radi na principu emisije polja. Povećanje iznosi do 950 000 puta (JEOL Prospekt, 2001).

Bez obzira na neprekidna usavršavanja izvedbe SEM-a, osnovni način rada nije se mijenjao do sredine 80-ih godina prošlog stoljeća. Glavno ograničenje je bio zahtjev za visokim vakuumom, kako u elektronsko-optičkoj koloni, tako i u komori uzorka. Uzroci su morali biti čisti, suhi i električno vodljivi. Nisu se mogli promatrati u svom prirodnom okolišu, kao kod optičkog mikroskopa.

Sredinom 80-ih godina pojavljuje se rasterski elektronski mikroskop za ispitivanje okoliša (ESEM). Komora uzorka nalazi se pod tlakom od 6 650 Pa i odvaja se od ostatka elektronsko-optičke kolone, koja ostaje pod visokim vakuumom. ESEM omogućava odabir tlaka, temperature (do 1500 °K) i plinovite atmosfere u komori

uzorka. Vlažni, prljavi, nevodljivi uzorci mogu se promatrati u prirodnom stanju, bez pripremanja (Philips Electron Optics, 1996).

Rasterska elektronska mikroskopija ima veliku primjenu u znanostima poput:

- geologije (sastav tla, fosili),
- biologije (raspored elemenata u organizmima i organima),
- medicine,
- kemije,
- znanosti o materijalima (difuzija na spojevima različitih materijala),
- forenzičkih ispitivanja, pa čak i
- arheologije (mumije).

## LITERATURA

- 1) J. I. Goldstein, D. E. Newbury, P. Echlin, D. C. Joy, A. D. Roming, C. E. Lyman, C. Fiori, E Lifshin, *Scanning Electron Microscopy and X-ray Microanalysis, 2nd Edition*, (Plenum Press, New York, 1992)
- 2) J. Goodhew, F. J. Humphreys, *Electron Microscopy and Analysis*, (Taylor & Francis, London - New York - Philadelphia, 1988)
- 3) Ludwig Reimer, *Scanning Electron Microscopy, Physics of Image Formation and Microanalysis*, (Springer-Verlag, Berlin Heidelberg, 1997)
- 4) H. Bethe, J. Heydenreich, *Electron Microscopy in Solid State Physics, Mat. Science Monographs 40*, (Elsevier, Amsterdam, 1987)
- 5) Philips Electron Optics, *Environmental Scanning Electron Microscopy*, (Robert Johnson Associates, El Dorado Hills, 1996)
- 6) E. Everhart, R. F. M. Thornley, *J. Sci. Instr.*, (1960)
- 7) W. Wood, *Phys. Rev.*, (1897)
- 8) David B. Williams, *Practical Analytical Electron Microscopy in Materials Science*, (Philips Electronic Instruments Inc. - Electron Optics Publishing Group, Mahwan, New Jersey, 1987)
- 9) Allen R. Sampson, *Scanning Electron Microscopy*, (1996)  
<http://www.mcs.net/~ars/analytic/sem.htm>
- 10) University of Georgia - Center for Ultrastructural Research, *SEM Notes # 1*, (1995), <http://www.uga.edu/caur/semnote1.htm>
- 11) University of Pennsylvania - PENN Regional Materials Characterization Facility, *Prospekt - JEOL 2010 F TEM/STEM*, (1999)  
[http://www.seas.upenn.edu:8080/~mcf/em/jeol2010f\\_specs.htm](http://www.seas.upenn.edu:8080/~mcf/em/jeol2010f_specs.htm)
- 12) JEOL Europe, *Prospekt - Field Emission SEMs (FE-SEM)*, (September 31, 2001)  
<http://www.jeoleuro.com/instr/sem/fesem.htm>
- 13) JEOL, *Prospekt - Super Probe - Electron Probe Microanalyzers JXA.8080 Series & WD/ED Combined Micoranalyzers JXA-8900 Series*
- 14) Oxford, *Prospekt - Tetra Link - Backscattered Electron Detector*
- 15) JEOL News, 34E, 1, *Prospekt - 50 Years of JEOL*, (1999)
- 16) PHILIPS, *Prospekt - What is Electron Microscopy?*, (1997)