

ELEKTRONSKA MIKROSKOPIJA I DIFRAKCIJA
POSLIJEDIPLOMSKI STUDIJ
FIZIČKI ODSJEK, PMF Zagreb
2004/2005



Prof. dr. sc. Anđelka Tonejc



Razvoj elektronskog mikroskopa

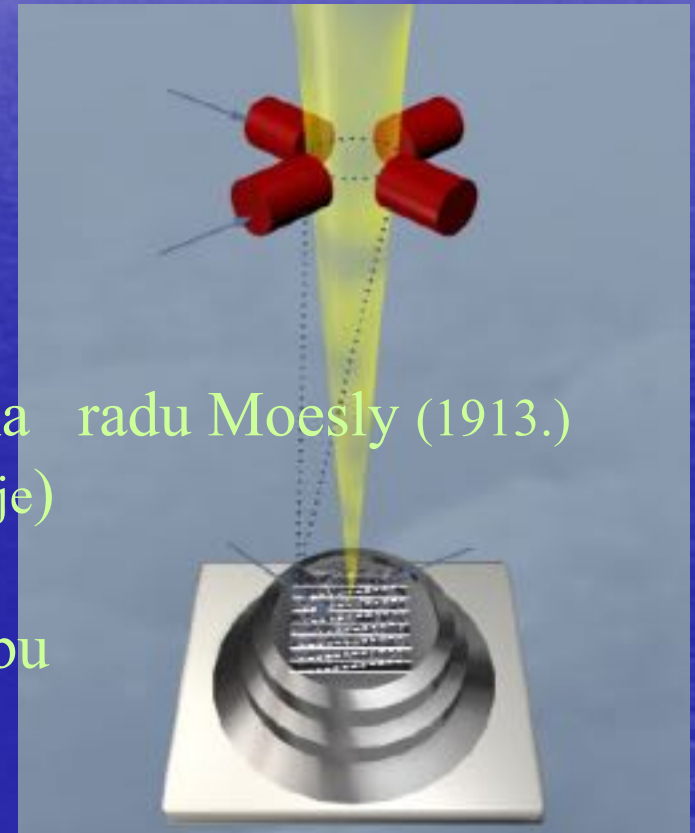
1932. Prvi transmisijski elektronski mikroskop

1938. *Scanning transmission electron microscope, STEM*
(von Ardenne)

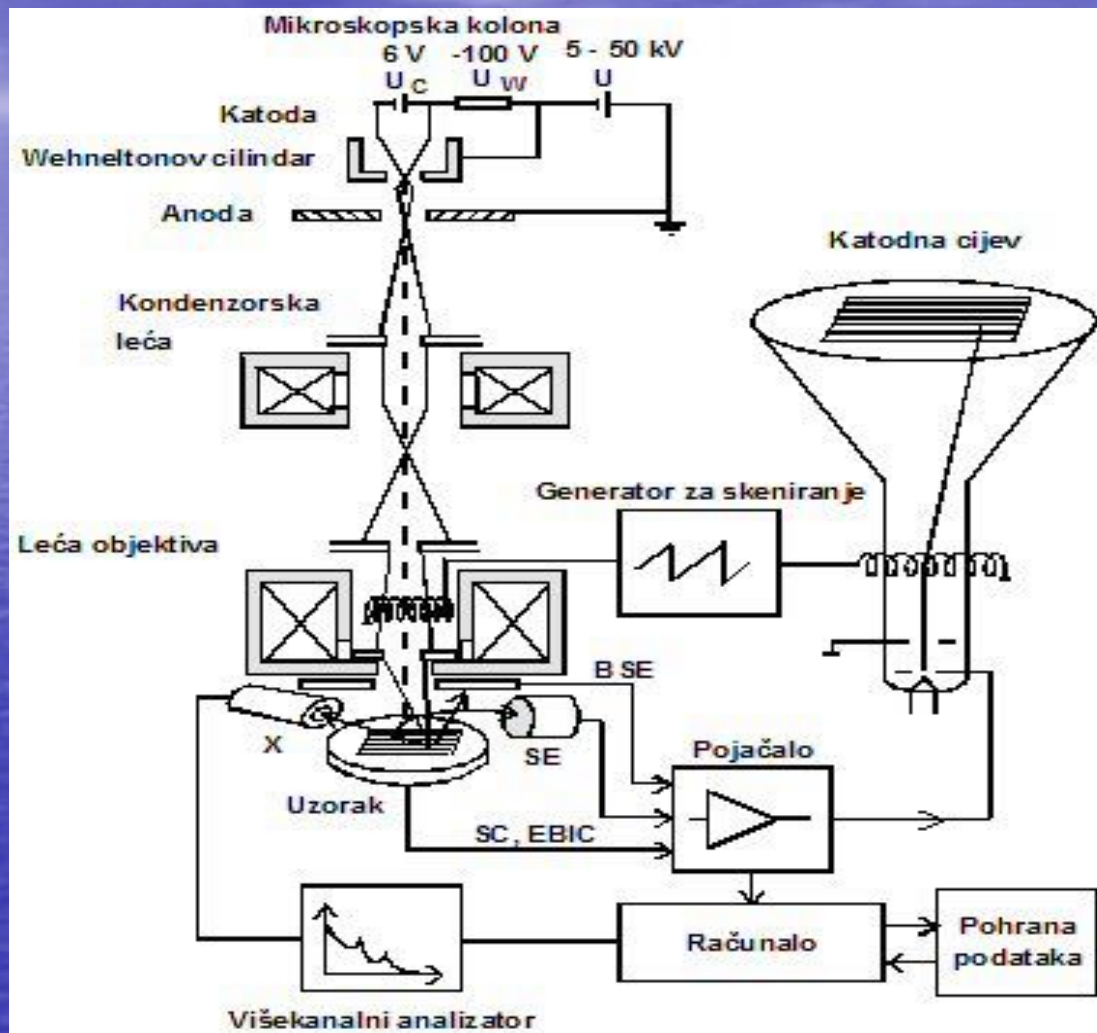
1942. Konstruiran prvi SEM
(Zworkin, Hiller, Snyder)

1940. početak razvoj mikroprobe temeljen na radu Moesly (1913.)
(uključuje svjetlosni mikroskop za fokusiranje)

1956. prvi komercijalni aparat za mikroprobu
- razvitak spektrofotometara

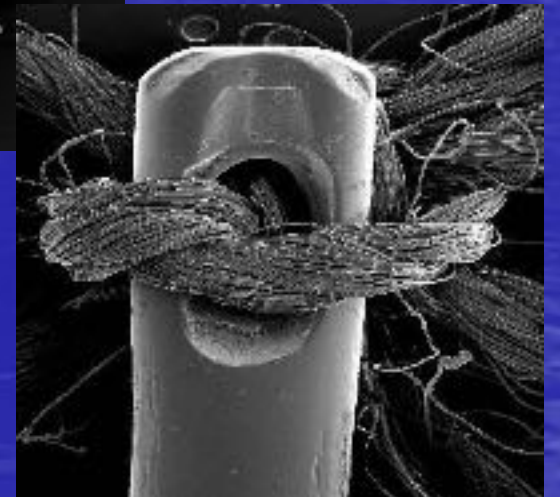
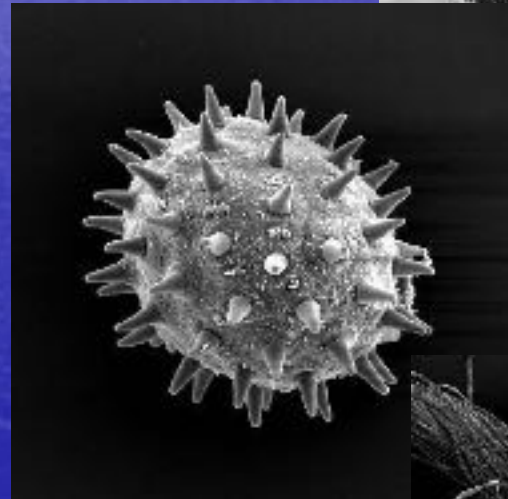


KONSTRUKCIJA I NAČIN RADA RASTERSKOG ELEKTRONSKOG MIKROSKOPA... Služi za proučavanje površine uzorka



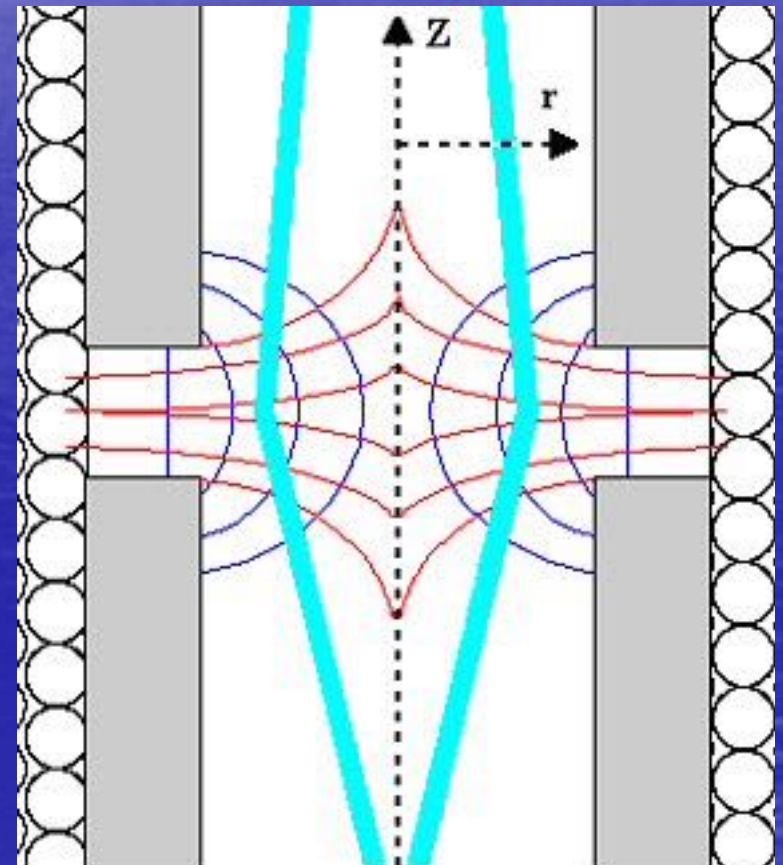
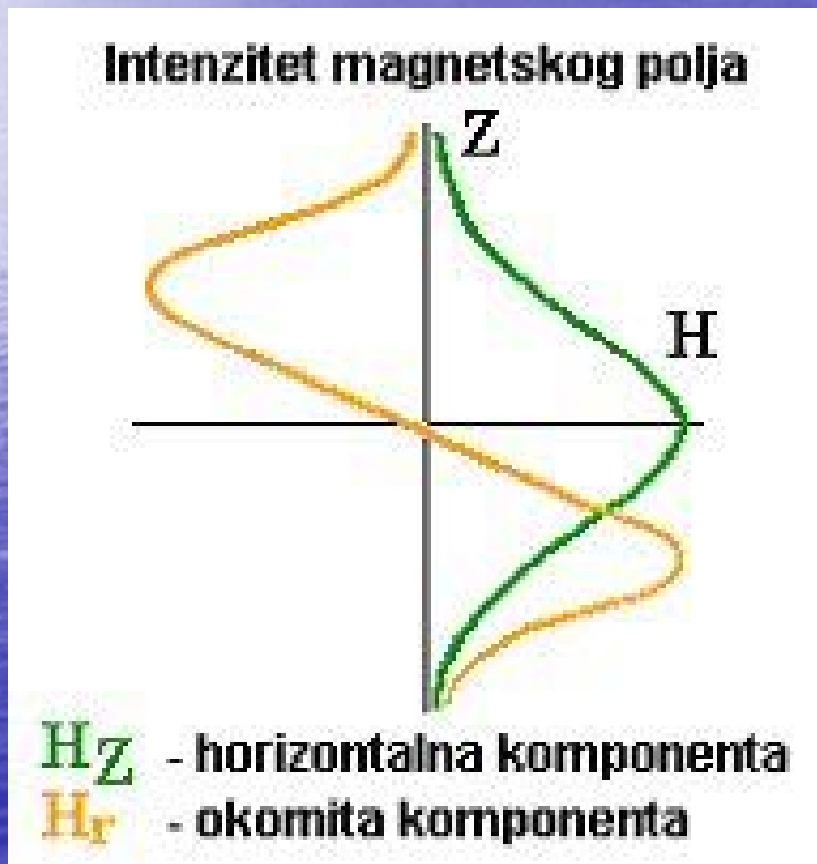
Karakteristike SEM-a :

- visoka rezolucija
- trodimenzionalni prikaz
- velika dubina polja
- priprema uzorka

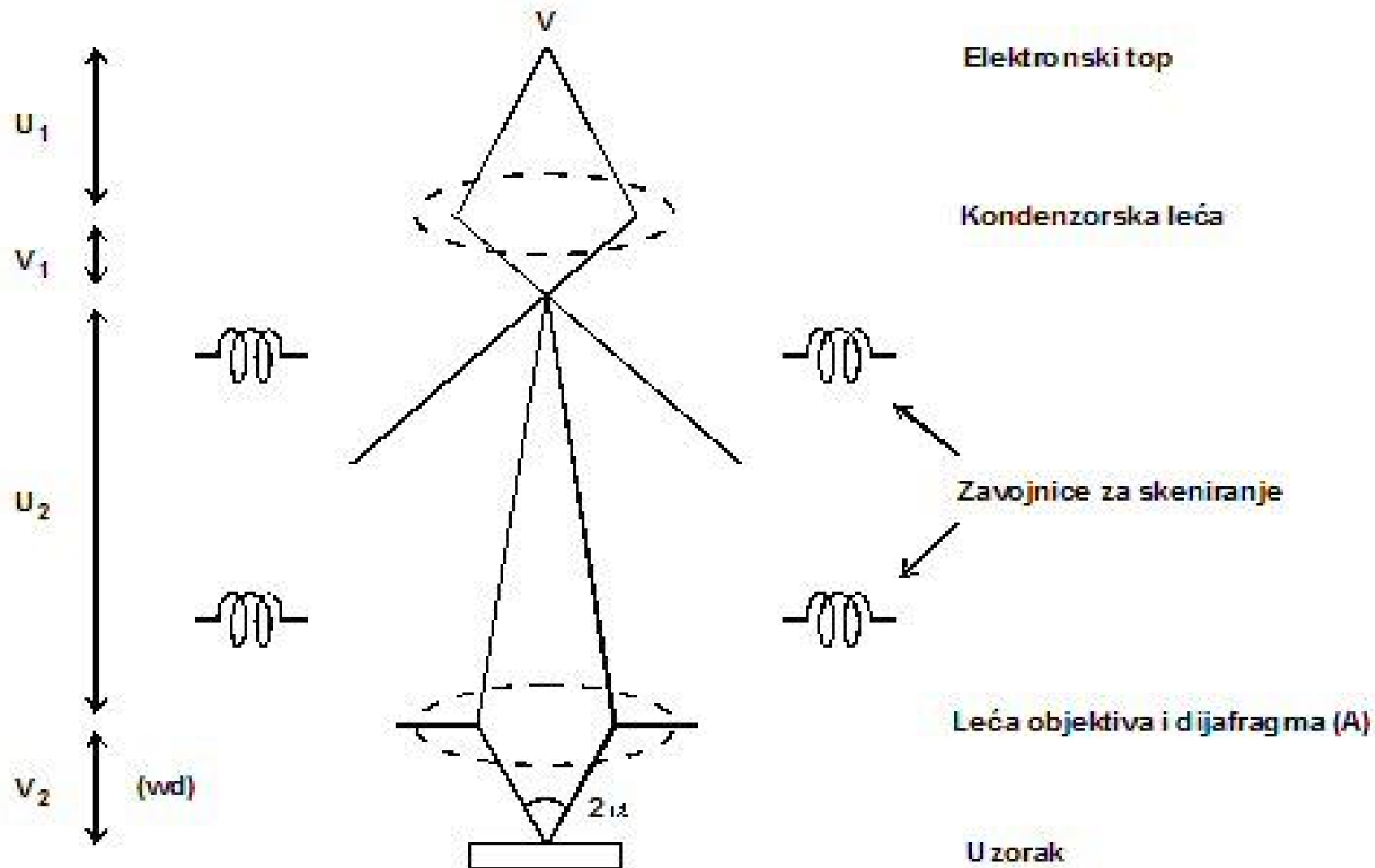


Elektromagnetska leća - na elektron koji ulazi u magnetsko polje djeluje $F = e \mathbf{v} \times \mathbf{B}$, gdje je F sila, e elementarni naboj elektrona, \mathbf{v} brzina elektrona i B magnetska indukcija

Magnetska leća – mijenja se samo smjer brzine elektrona



Optički sistem SEM-a-...WD je radna udaljenost



Kondenzorski sistem se sastoji samo od dvije leće - kondenzorske leće i leće objektivna

- Elektronski top proizvodi monokromatski snop elektrona. Dijametar katode elektronskog topa je d_0
- a jakost struje snopa elektrona I_0 .
- Udaljenost između elektronskog topa i kondenzorske leće žarišne udaljenosti $f_{0...}$ je u_1 .
- Na udaljenosti v_1 od kondenzorske leće nastaje umanjena slika katode dijametra d_1 . Umanjeni dijametar katode d_1 dan je izrazom:
- $$d_1 = d_0 \times v_1 / u_1, \quad d = d_1 \times wd / u_2 \quad wd = v_2$$
- Leća veće jakosti stvarati će sliku na manjoj udaljenosti v_1 te će dijametar katode biti manji. **wd (radna udaljenost)- udaljenost između leće objektivna i uzorka;**
- d- Dijametar probe se smanjuje sa smanjenjem wd i povećanjem jakosti kondenzorske leće, A je apertura objektivne leće koja def. polukut α_1 leće objektivna; α_0 je polukut leće kondenzora, dok je
- **struja u probi I_1 :** $I_1 = I_0 \times \left(\frac{\alpha_1}{\alpha_0} \right)^2$ I_1 pada kad se A smanji,
- **d** i **I_1** igraju važnu ulogu u izvedbi EM

Kondenzorski sistem se sastoji samo od dvije leće - kondenzorske leće i leće objektivna

- Dijametar katode elektronskog topa je d_0
- jakost struje I_0 .
- u_1, \dots udaljenost između elektronskog topa i kondenzorske leće
- žarišne udaljenosti f_0
- $v_1 \dots$ udaljenost od kondenzorske leće nastaje umanjena slika katode dijametra d_1 :
- $$d_1 = d_0 \times v_1 / u_1, \quad d = d_1 \times wd / u_2 \quad wd = v_2$$
- Leća veće jakosti stvarati će sliku na manjoj udaljenosti v_1 te će dijametar katode biti manji.
- **wd (radna udaljenost) - udaljenost između leće objektivna i uzorka;**
- $d \dots$ dijametar probe se smanjuje sa smanjenjem wd i povećanjem jakosti kondenzorske leće,
- A je apertura objektivne leće koja def. polukut α_1 leće objektivna; α_0 je polukut leće kondenzora
- **struja u probi I_1 :** $I_1 = I_0 \times \left(\frac{\alpha_1}{\alpha_0} \right)^2$ I_1 pada kad se A smanji,
- **d i I_1 graju važnu ulogu u izvedbi EM**

Kako se gradi slika na ekranu katodne cijevi (CRT) ?

b) Dva sistema zavojnica se koriste za skeniranje snopa po uzorku. T (prebrisavanja) \gg T (sakupljanja signala)

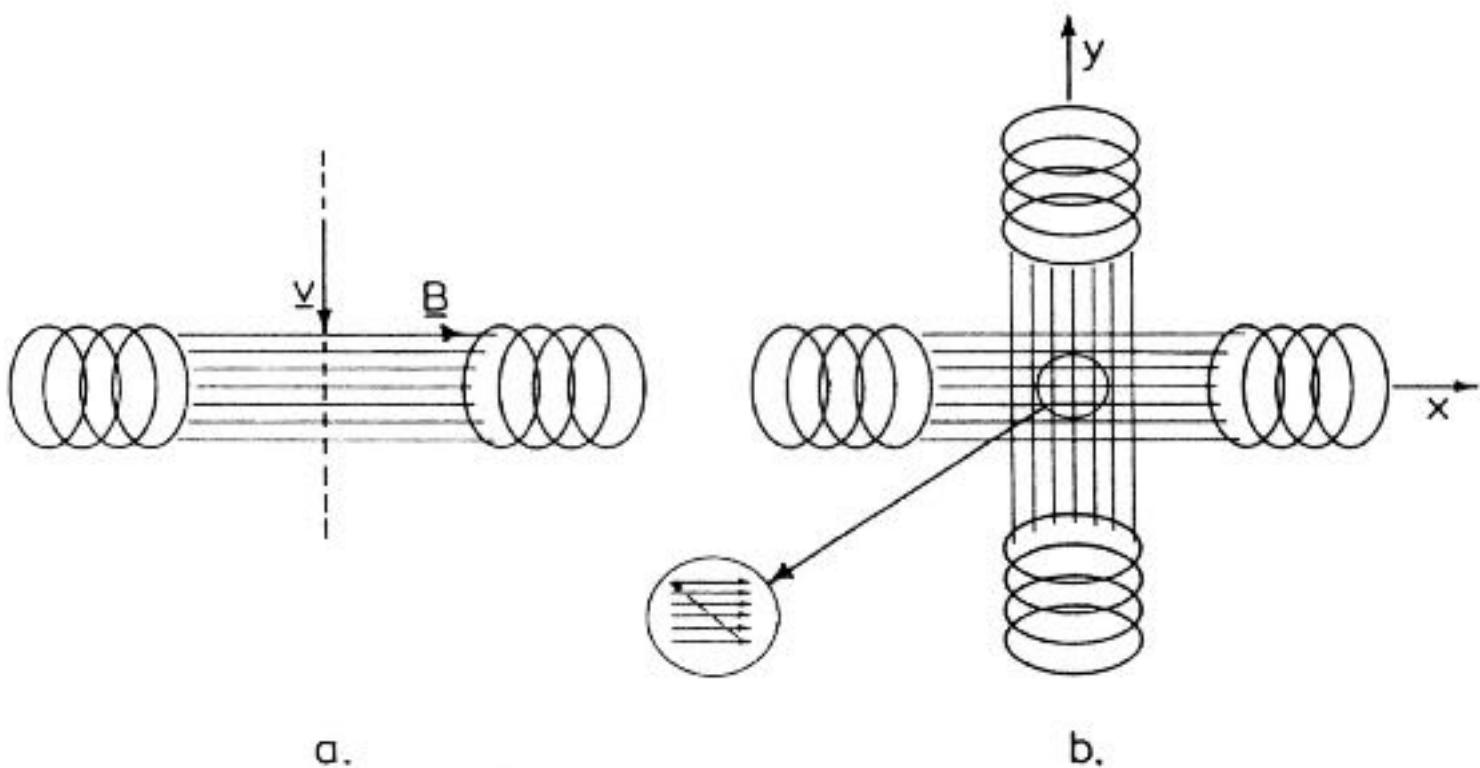
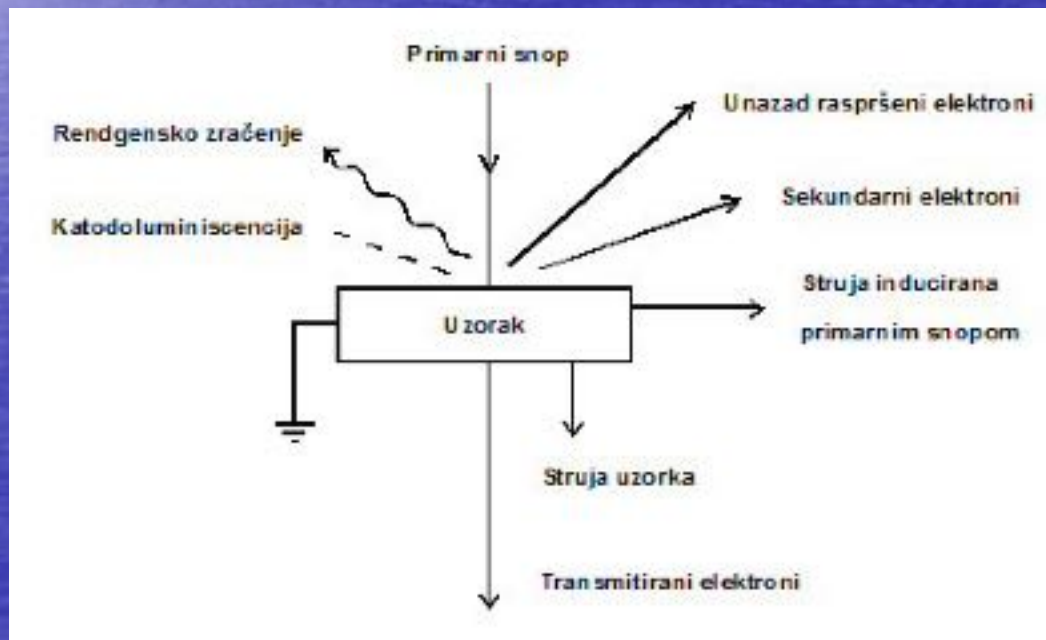


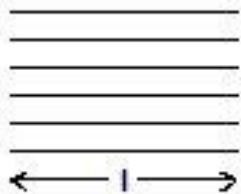
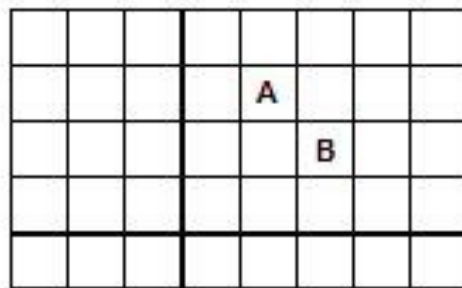
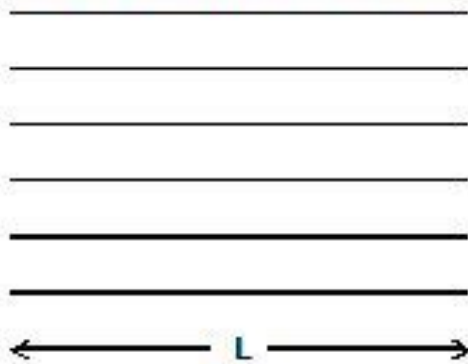
Fig. 15. (a) A single set of deflection coils. An electron travelling downwards (with velocity v shown) will be deflected into the paper. (b) Two sets of coils are used to scan the beam. Here the electron beam is into the paper and the raster usually scanned is shown in the inset.

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

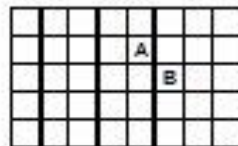


Shematski prikaz rastera na ekranu katodne cijevi i rastera uzorka

Raster na ekranu katodne cijevi



(a)



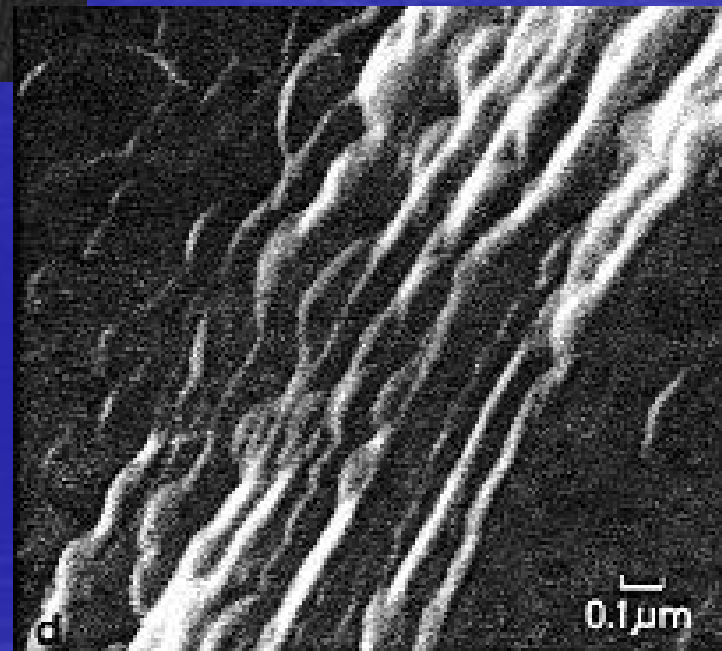
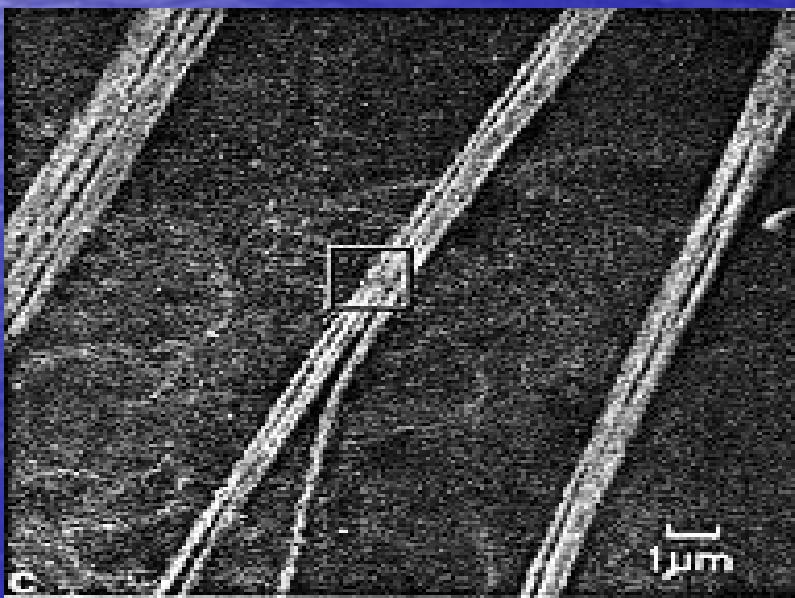
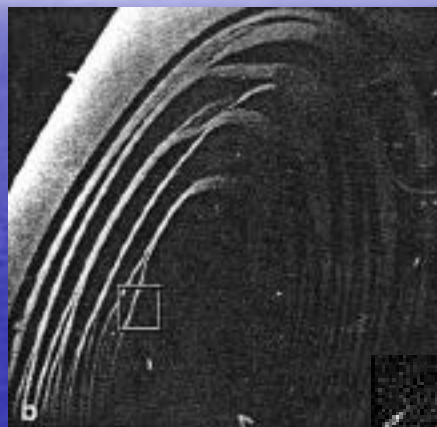
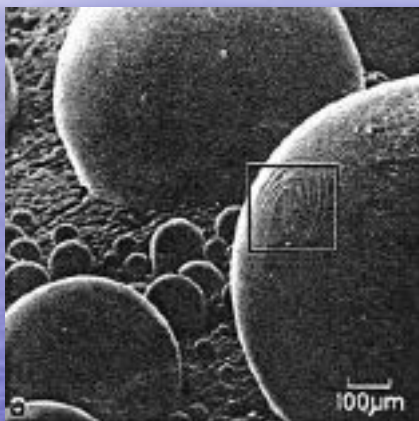
(b)

- Linearno povećanje dano je izrazom:

$$M = L/l$$

- gdje je L duljina rastera na ekranu katodne cijevi,
- a l duljina rastera uzorka
- 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.

Prikazana je serija povećanja čestica olova (L. Reimer, 1997)



KVALITETA SEM-a

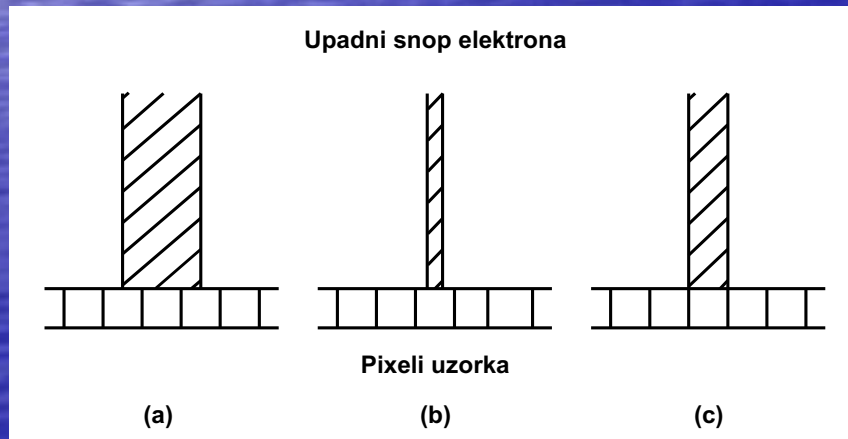
Element slike – pixel

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.

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.

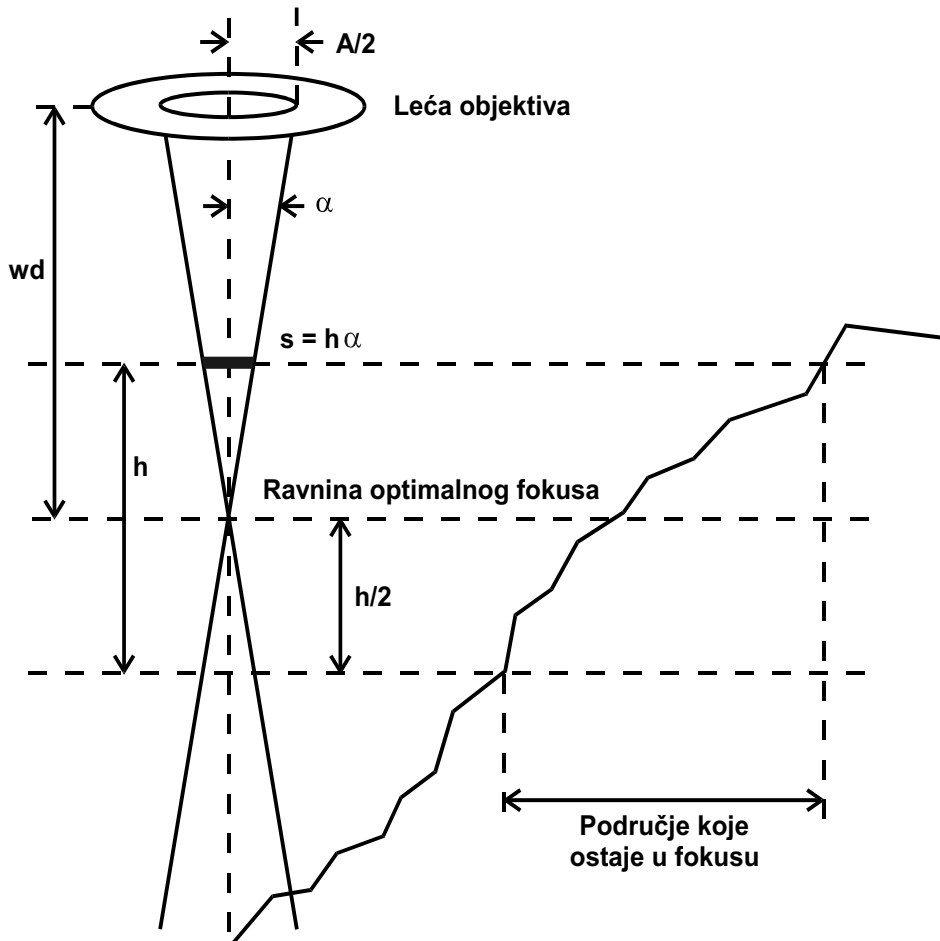
Na CRT 100 mm x 100 mm, sadrži 1000 ×1000 pixela slike. Za svaki pixel slike postoji odgovarajući pixel uzorka. Veličina pixela uzorka, uz linearno pojačanje M dana je

izrazom:
$$p = \frac{100 \mu m}{M} = \frac{0,1 mm}{M}$$



- Najbolje razlučivanje se postiže kada je dijametar probe d (tj. volumen informacije) jednak pixelu uzorka (c) $d=p$
- (a) d veće od p , razlučivanje je degradirano
- (b) d manje od p - signal je slab

DUBINA POLJA . Prednost SEM-a nad optičkim mikroskopom je i velika vrijednost dubine polja **h**. Razlučivanje optičkog mikroskopa je $0.2 \mu\text{m}$, a SEM-a 0.6 nm - visoko razlučivanje (JEOL Prospekt, 2001).



- Dijametar probe se povećava kako snop konvergira iznad ili divergira ispod ravnine optimalnog fokusa.
- Defokus dijametra probe s duž okomite udaljenosti h dan je izrazom:

- $s = h \alpha$ $\alpha = \frac{A}{2wd}$
- A je *dijametar dijafragme leće objektivna*, a wd *radna udaljenost*

mikroskopa. 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.* $h = \frac{0.1 \text{ mm}}{M \alpha} = \frac{0.2 wd \text{ mm}}{MA}$

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

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

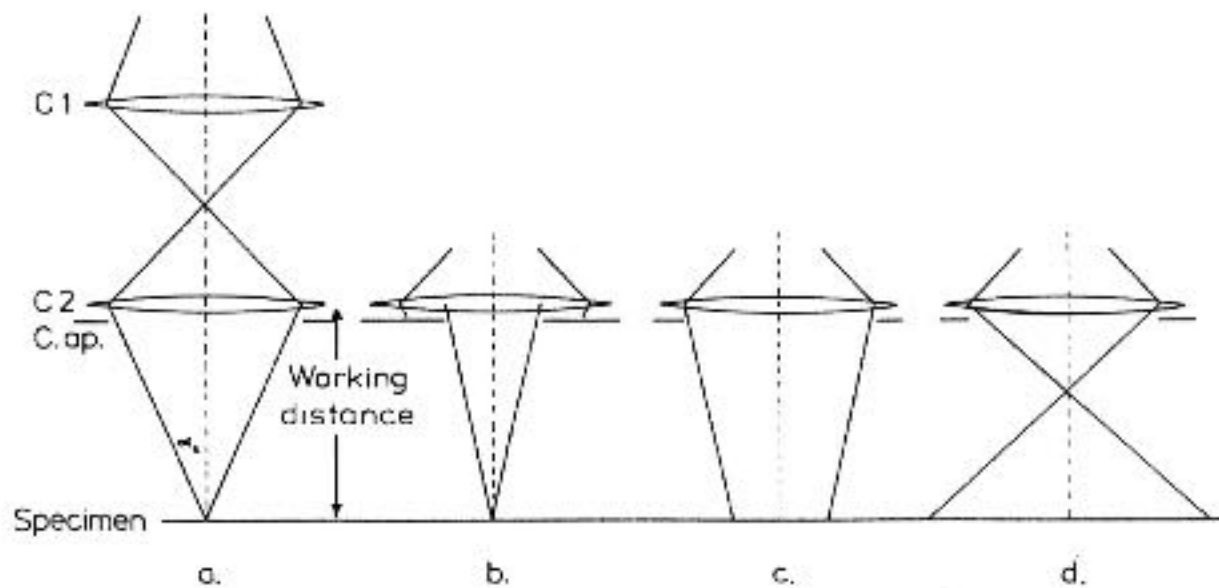


Fig. 16. Double condenser illumination: (a) focused illumination with large condenser aperture; (b) a smaller aperture gives a smaller convergence angle, but fewer electrons; (c) with C2 underfocused the convergence angle is also reduced; (d) with C2 overfocused the electrons all appear to come from the cross-over (see Fig. 21).

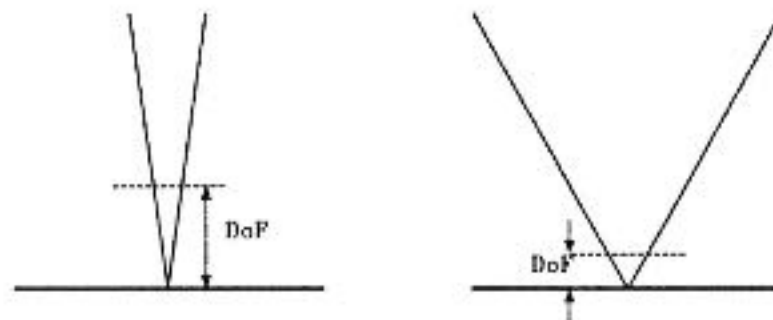


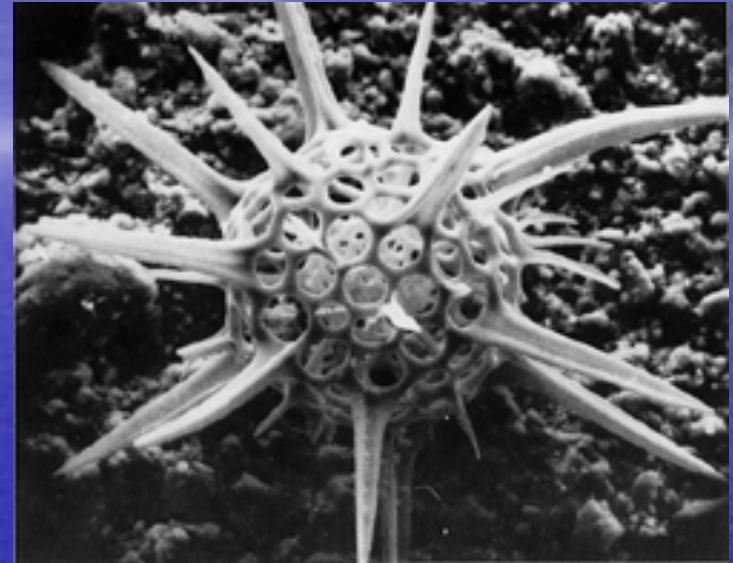
Fig. 17. Illustrating how depth of field (DoF) depends on beam convergence angle. Depth of field is defined as the distance along the optical axis within which an ideal point in the object is not spread by the microscope into a spot larger than the resolution limit. All points in the object within the DoF thus appear equally sharp in the image.

— Snimka radiolariana -jedne vrste protozoe dobivena. b) optičkim mikroskopom, a) SEM-om. Povećanje je isto za obje snimke; SEM ima veliku dubinu polja u usporedbi s optičkim mikroskopom

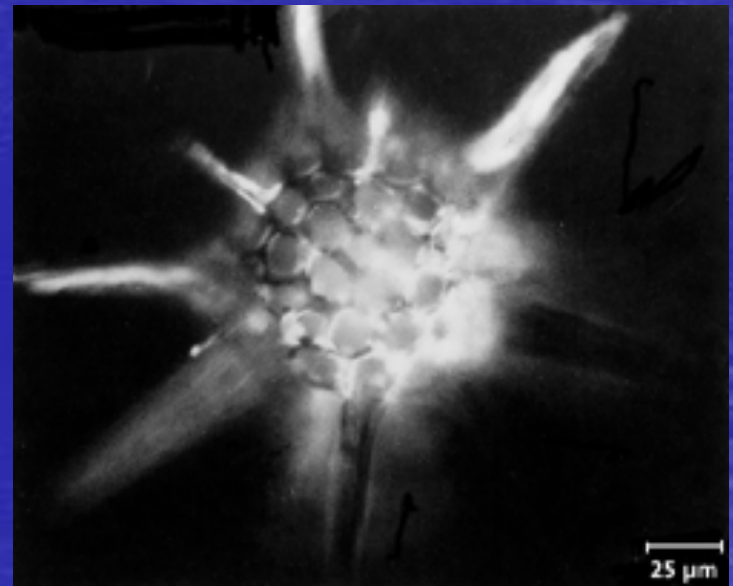
- SEM M= 1000
- A= 100 mikro m
- WD= 20 mm h= 40 mikro m

- Optički mikroskop M=1000
- NA = 0.7
- A= 100 mikro m
- h= 1= mikro m

a)



b)



MEĐUDJELOVANJE ELEKTRONSKOG SNOPA I UZORKA

3.1 Raspršenje

- Dio primarnih elektrona biti će raspršen unazad (*backscattered electrons – BSE*), dio absorbiran (*absorbed electrons - AE*) a dio transmitiran.
- Vjerojatnosti ova tri događaja povezane su jednažbom:
- $n_A(t) + n_B(t) + n_t(t) = 1$
- n_A vjerojatnost da će elektron biti absorbiran,
- n_B vjerojatnost da će elektron biti raspršen unazad,
- n_t transmitiran.

- Osnovni pojam vezan uz raspršenje je poprečni presjek ili vjerojatnost događaja. Poprečni presjek Q (cm²), dan je izrazom:

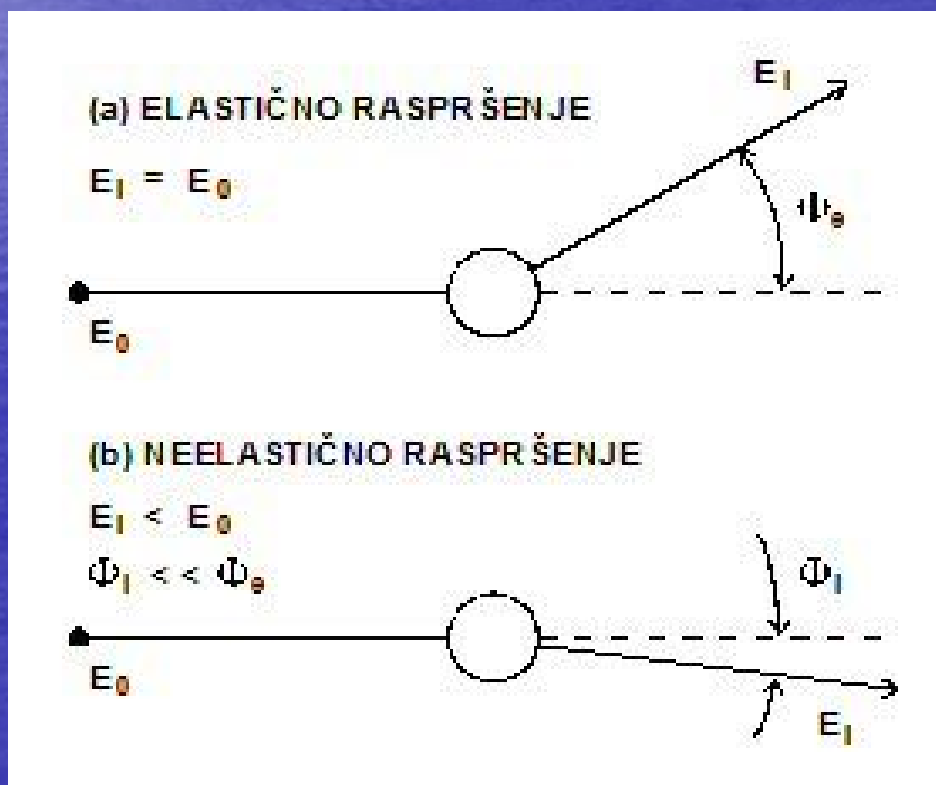
$$Q = N/nt \quad n_i$$

- N broj raspršenja u jediničnom volumenu,
- n_t broj atoma u jediničnom volumenu uzorka,
- n_i upadnih elektrona na jediničnu površinu
- Srednji slobodni put λ (cm) dan je izrazom:
- $$\lambda = \frac{A}{N_o \cdot \rho \cdot Q}$$
- gdje je A atomska težina (g/mol),
- N_o Avogadrov broj (6.02 x 10²³ atom/mol), ρ gustoća (g/cm³), a Q poprečni presjek (cm²).

-Elastično i neelastično raspršenje (E_0 je energija elektrona prije međudjelovanja, E_1 energija elektrona poslije međudjelovanja, Φ_e je kut kod elastičnog raspršenja elektrona, a Φ_1 kod neelastičnog)

Poprečni presjek elastičnog raspršenja opisan je Rutherfordovim modelom (J. I. Goldstein, 1992):

$$Q (> \Phi_0) = 1.62 \times 10^{-20} \cot^2 (\Phi_0/2) \frac{Z^2}{E^2} \text{ (po atomu / cm}^2 \text{)}$$



Neelastično raspršenje:

- a) Pobuđenje plasmona*-postoji između iona u metalu. Ovo je najvjerojatniji proces raspršenja. U aluminiju se ovim procesom prenosi oko 15 eV u metal,
- b) Emisija sekundarnih elektrona, c) Ionizacija unutarnjih ljusaka*

- UDARNI presjek za svaki pojedinačni neelastični proces, promatramo zajedno i govorimo o "kontinuiranom gubitku energije".

- Kontinuirani gubitak energije koji uključuje sve neelastične procese je :

$$\frac{dE}{dx} = -2\pi e^4 N_0 \frac{Z\rho}{A \cdot E_m} \ln \left(1,166 \frac{E_m}{J} \right) \quad (\text{Bethe, 1987.})$$

- *dE/dx gubitak energije na jediničnu duljinu putanje (keV),*
eelementarni naboj elektrona, N₀ Avogadrov broj, Z atomski broj, A atomska težina (g/mol), ρ gustoća (g/cm³),

- *E_m srednja energija elektrona duž putanje ,*
- *Jsrednja energija ionizacije (keV).*

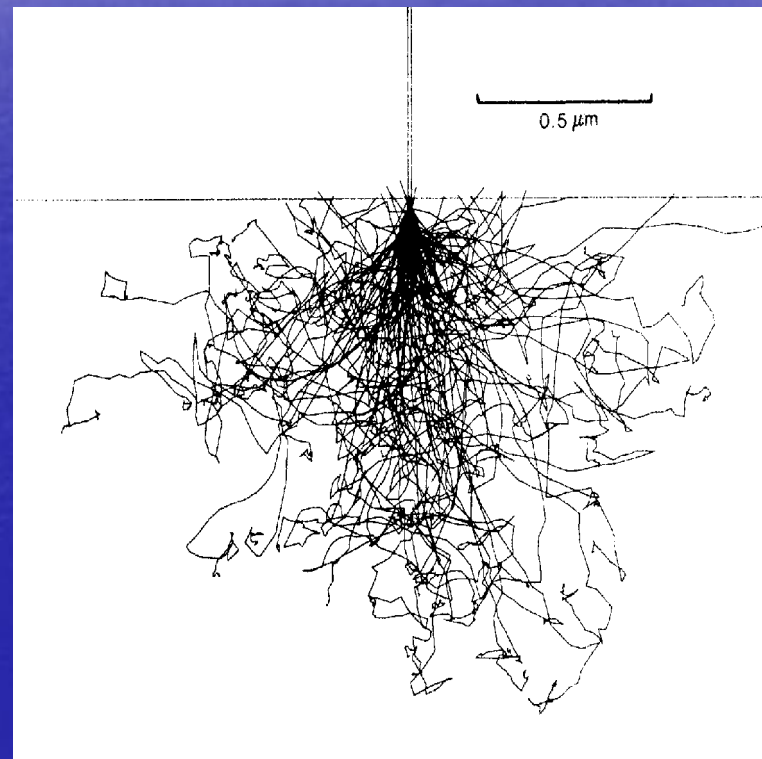
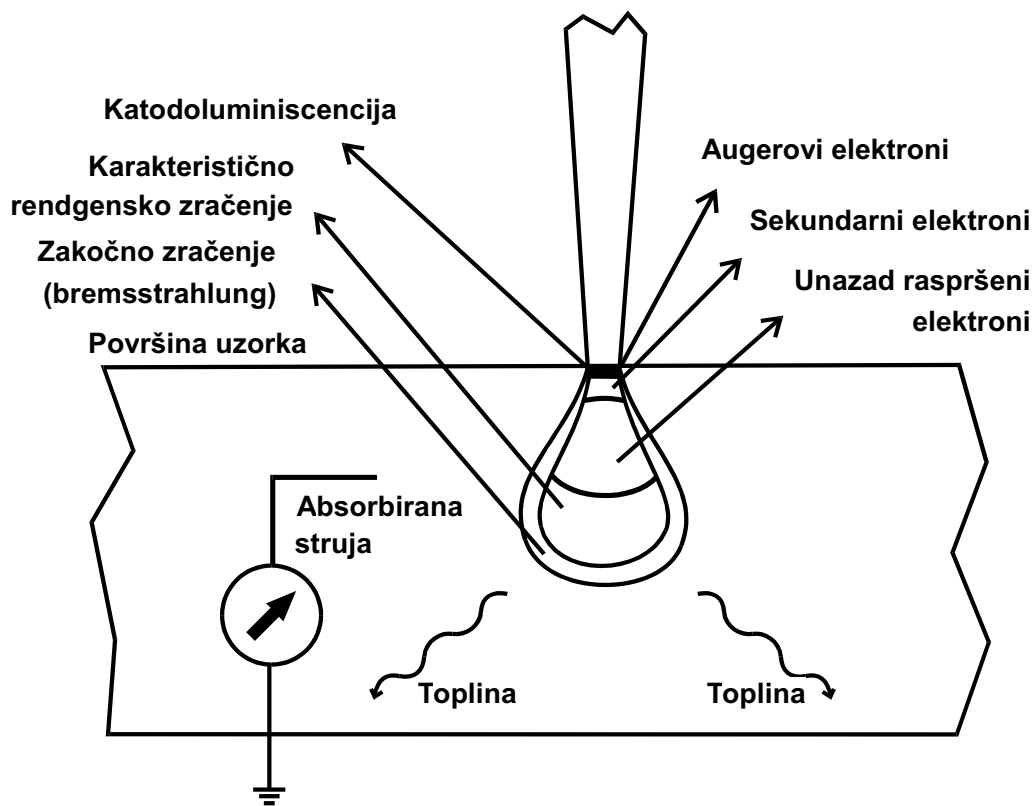
- Za manji atomski broj uzorka - Z, veći je dE/dx - kontinuirani gubitak energije,

- doseg R elektrona unutar uzorka je 10 nm do 10mikro m (L.Reimer 1997.)

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

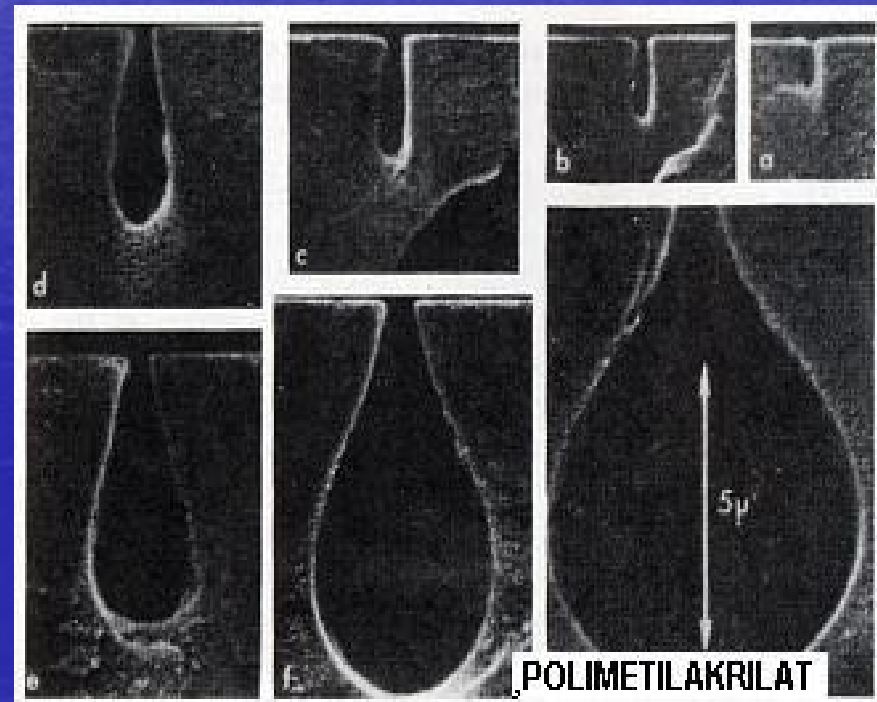
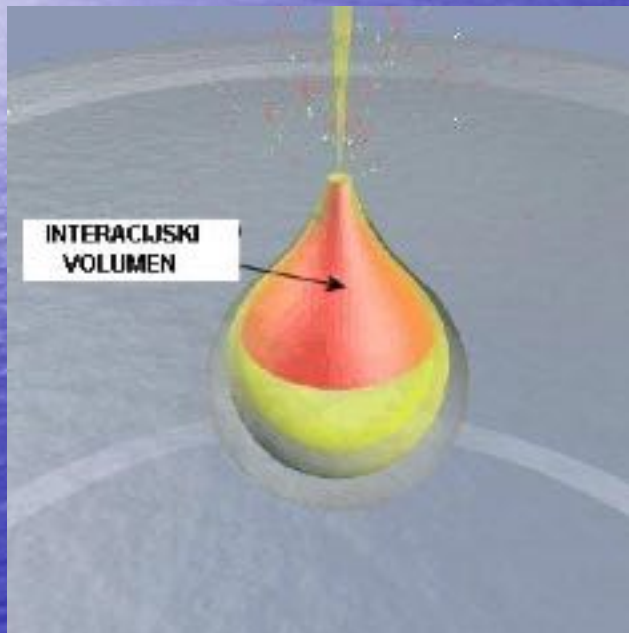
Monte Carlo simulacija elektronskih trajektorija koja daje vizualni dojam volumena interakcije. Kut nagiba 0° . (Doseg el. unutar uzorka od 5 nm do 10 mikro m)

Primarni snop elektrona



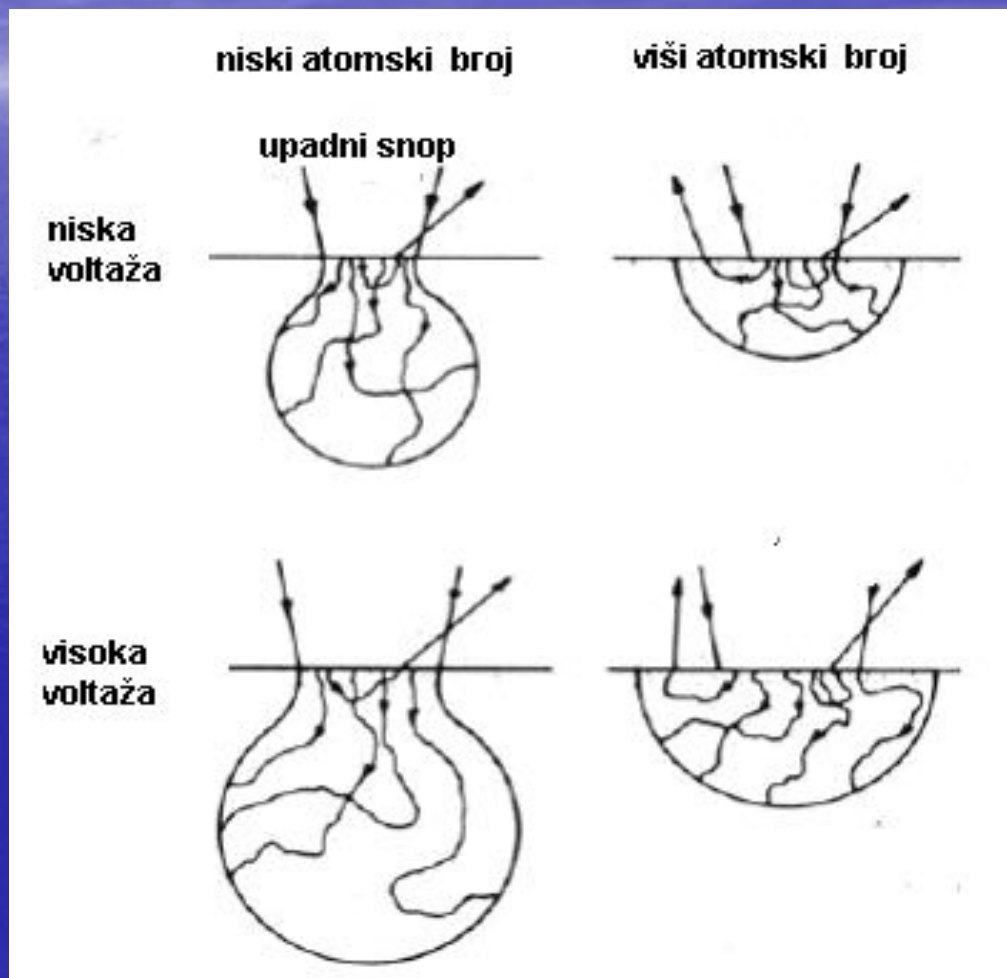
INTERAKCIJA ELEKTRONSKOG SNOPA ELEKTRONA S UZORKOM

- oblike “kruške” zbog elastičnih i neelastičnih sudara
- uskog grla ako se uzorak sastoji od lakih elemenata (nema elastičnih sudara – velikih skretanja)



Utjecaj voltaže i atomskog broja na oblik i veličinu interakcijskog volumena

- intenzivniji snop – veći interak. volumen
- veći interak.vol. za elemente manjeg Z
- s povećanjem energije oblik se značajnije ne mijenja



Emisija unazad raspršenih elektrona

- Zbog višestrukih neelastičnih raspršenja, unazad raspršeni elektroni će imati široki raspon energije od 50 eV do energije primarnog snopa.
- Zbog višestrukih elastičnih raspršenja volumen informacije unazad raspršenih elektrona će biti velik.
- Eksperimenti pokazuju da je **dijametar volumena informacije BS elektrona elektrona 0.1 μm za uzorke srednje atomske težine .**
- Unazad raspršeni elektroni gube svega 10 – 100 eV energije primarnog snopa.
- **Koeficijent emisije unazad raspršenih elektrona η je broj unazad raspršenih elektrona emitiranih iz uzorka na svaki elektron primarnog snopa.**
- η ne ovisiti o E_0 energiji primarnog snopa
- **koeficijent emisije unazad raspršenih elektrona η 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**
- **Ako se uzorak sastoji od više komponenata (različiti atomski brojevi)**

ovisnost koeficijenata emisije unazad raspršenih elektrona η o atomskom broju, može se iskoristiti za dobivanje slike (kompozicijski kontrast).

Udio unazad raspršenih elektrona može se izraziti koeficijentom η koji je definiran kao:

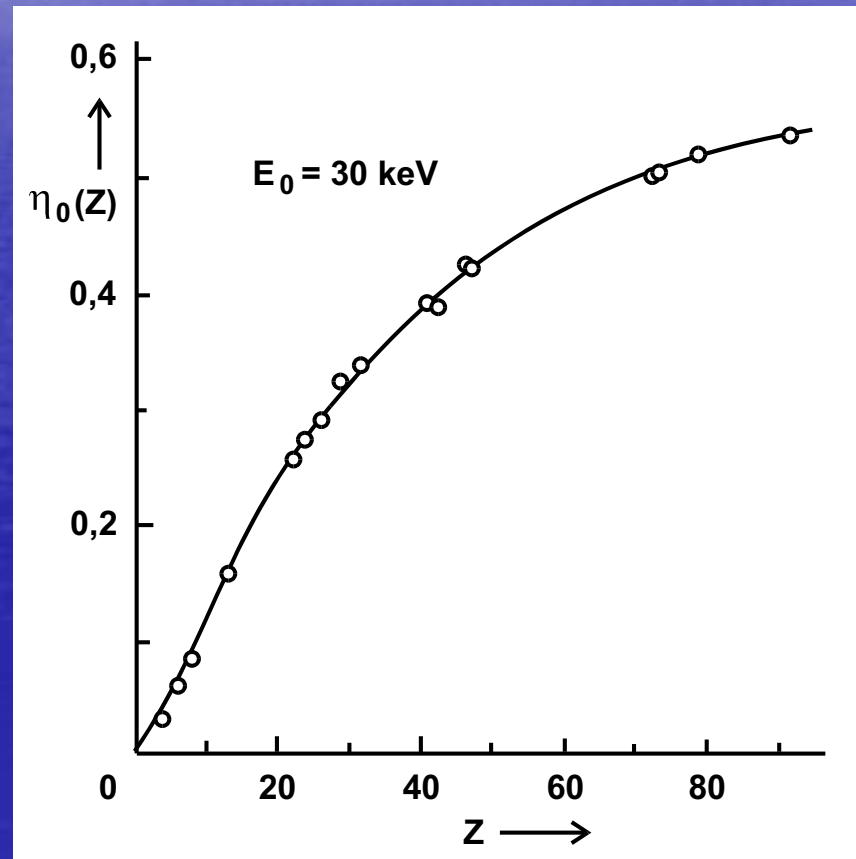
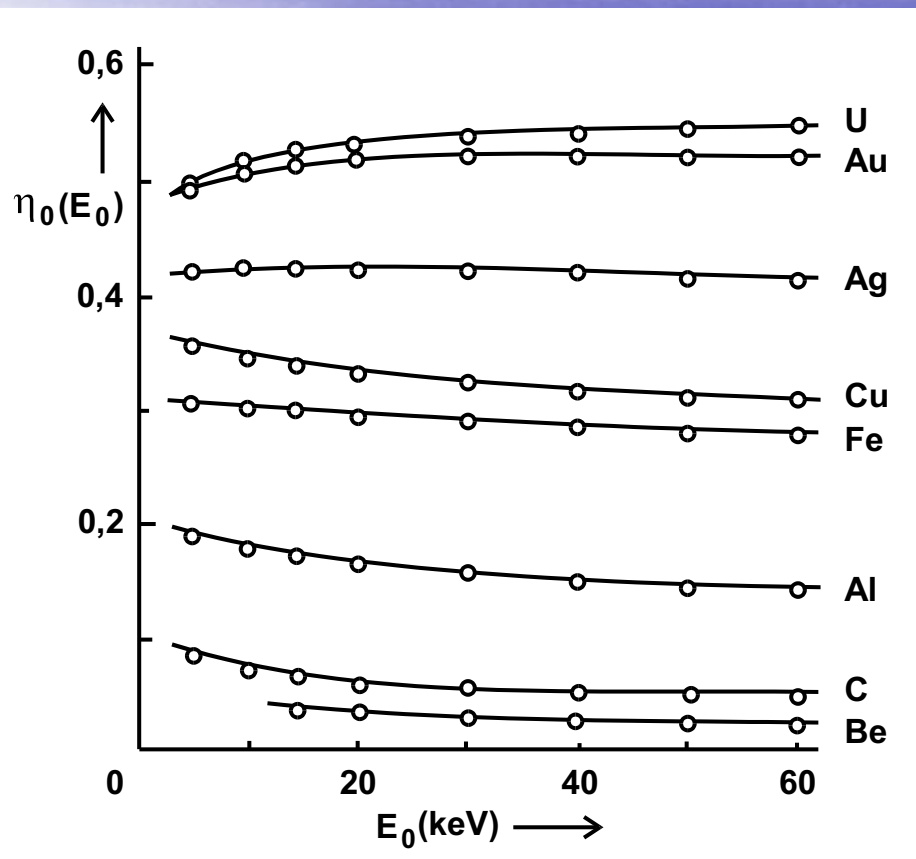
$$\eta = n_{\text{BSE}} / n_{\text{B}}$$

η je broj unazad raspršenih elektrona emitiranih iz uzorka na svaki elektron elektronskog snopa

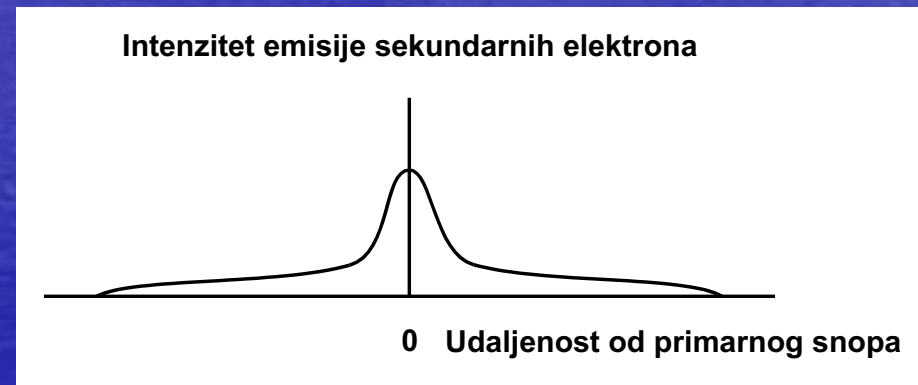
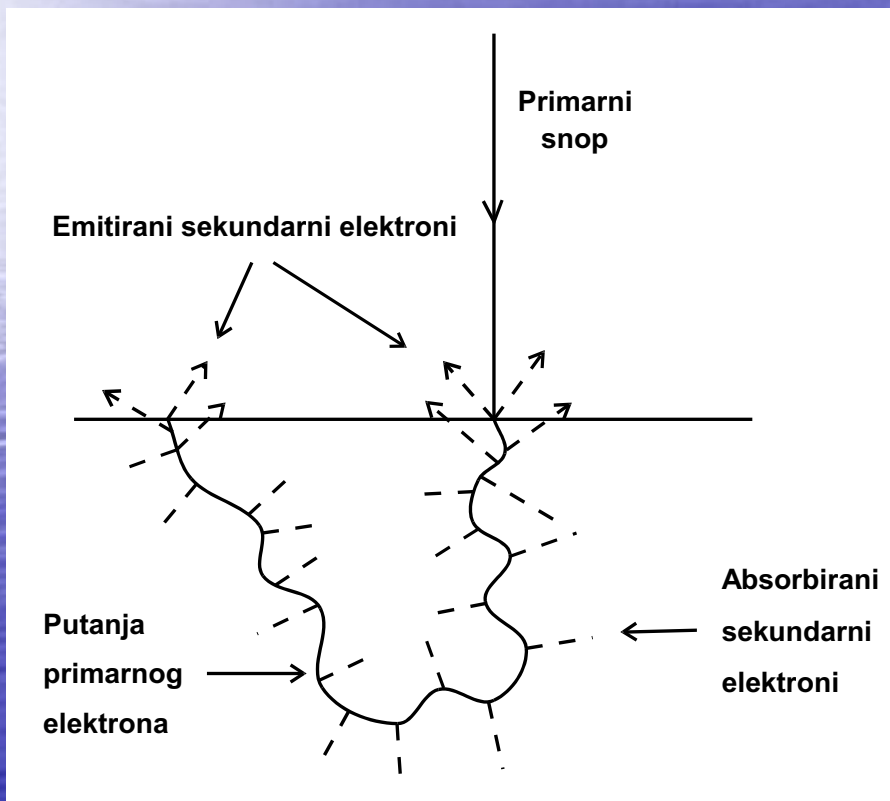
η ovisi o...

- atomskom broju
- energiji upadnog snopa
- nagibu površine

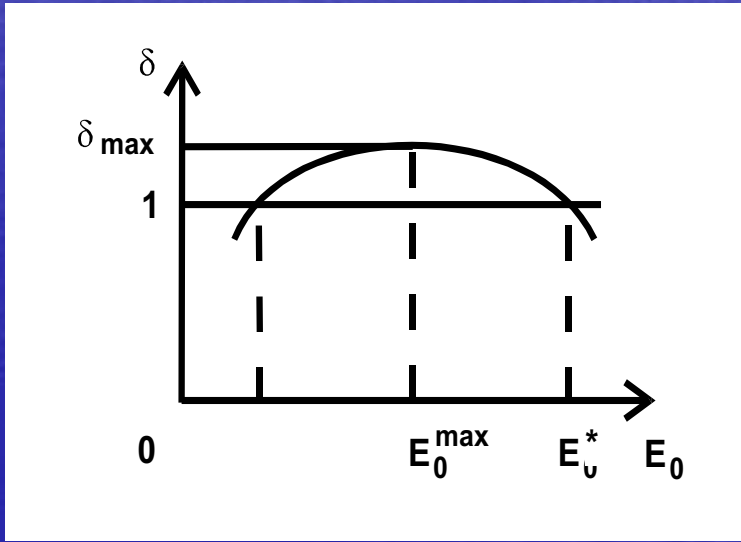
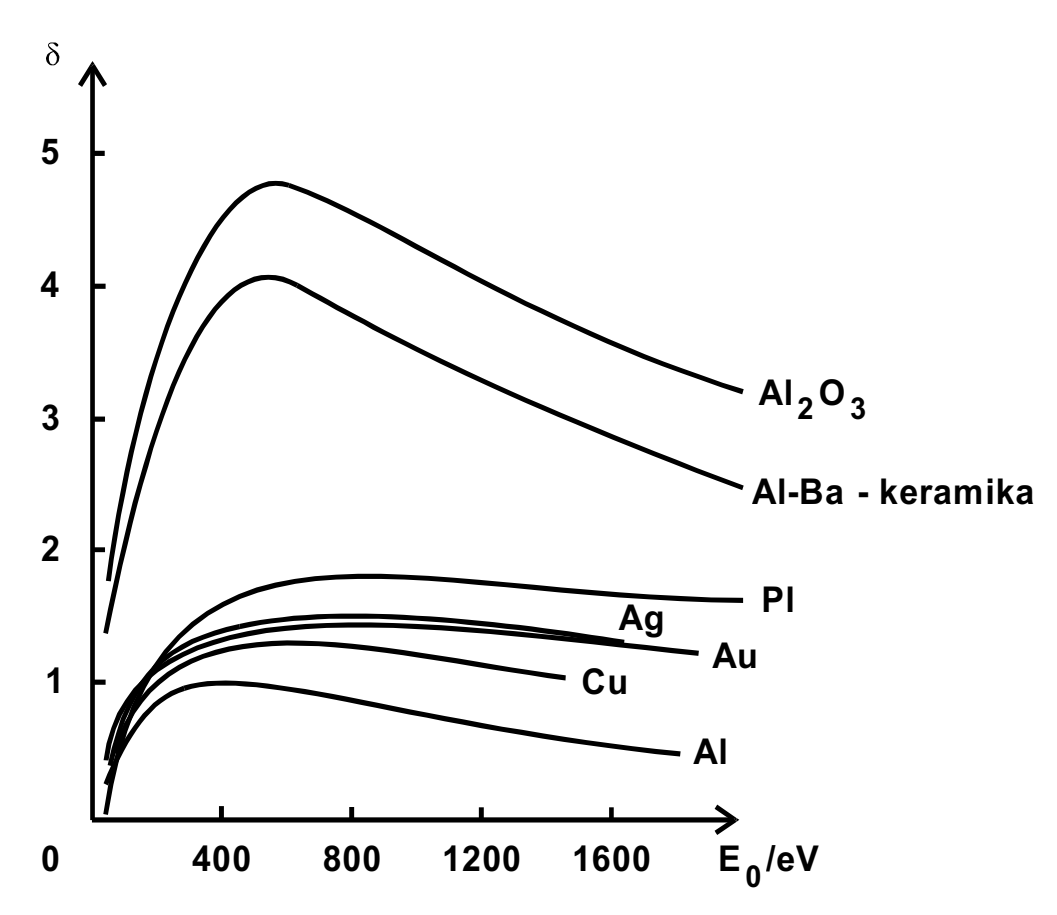
Ovisnost koeficijenta emisije unazad raspršenih elektrona (BS) η za normalni kut upada elektrona : a) o primarnoj energiji E_0
 b) o atomskom broju Z pri primarnoj energiji $E_0 = 30$ keV



Sekundarno emitirani elektroni



Ovisnost koeficijenta emisije sekundarnih elektrona δ o energiji primarnog snopa E_0 za normalni kut upadanja;
Za metale je najveća vrijednost koeficijenta δ između 0,5 i 2, postiže se pri energijama primarnog snopa E_{0max} između 100 i 800 eV.

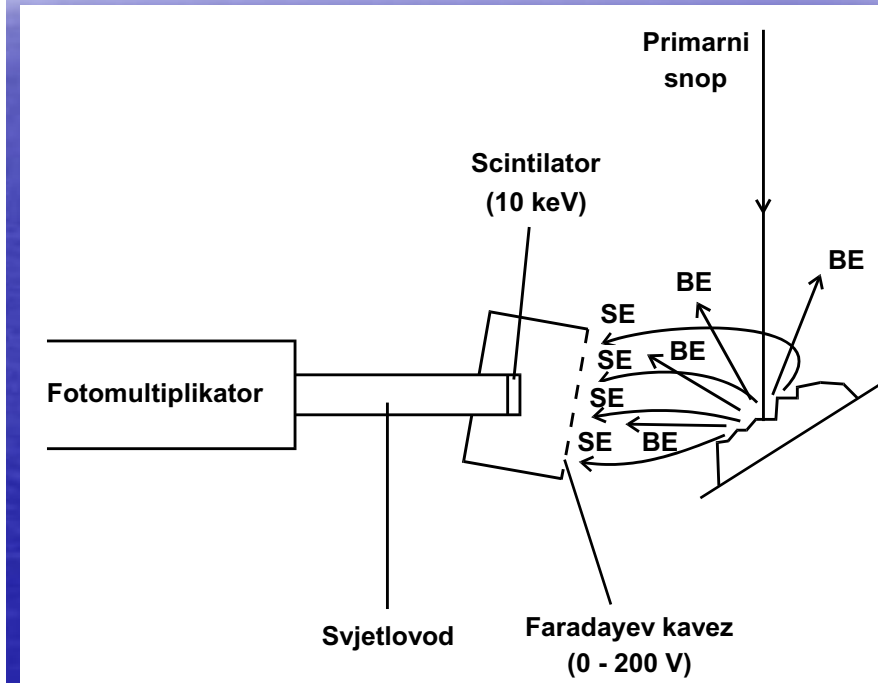
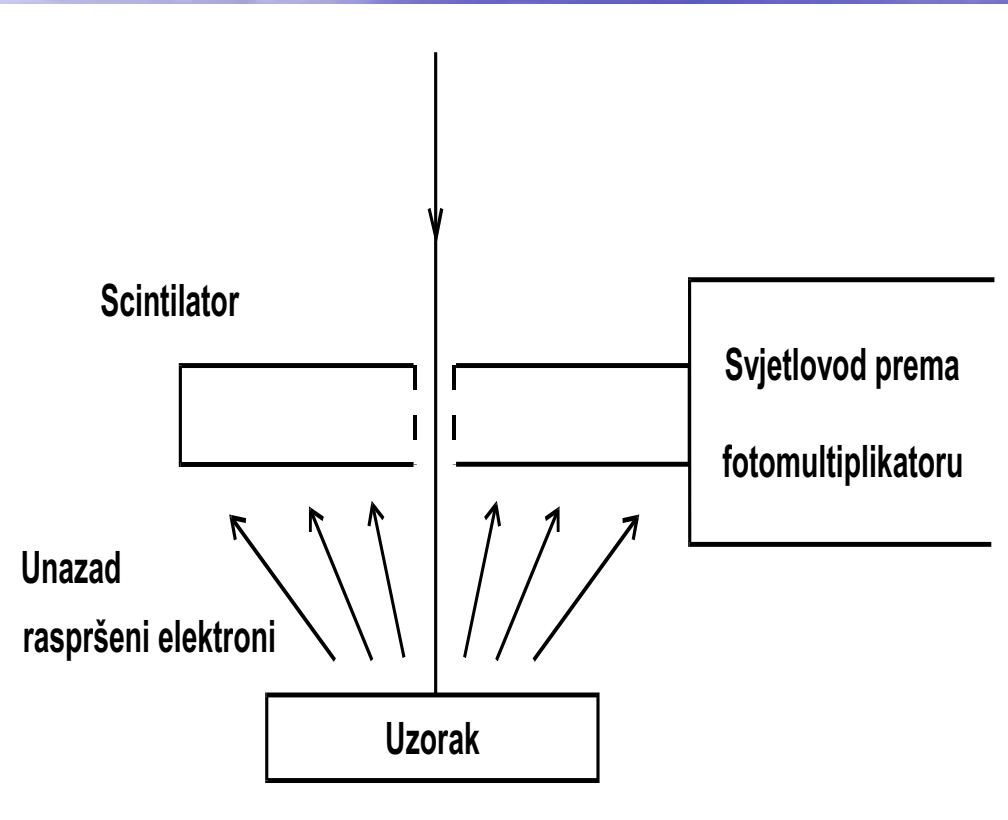


Volumen unutar kojeg direktno nastaju **sekundarni elektroni** malo je veći od dijametra primarnog snopa -nekoliko nanometara). Zbog malog volumena

intenzitet emisije direktno nastalih sekundarnih elektrona je velik

- glavni doprinos intenzitetu emisije sekundarnih elektrona daju 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 δ je broj sekundarnih elektrona emitiranih iz uzorka na svaki elektron primarnog snopa.**
- **δ neće ovisiti o atomskom broju uzorka, već o energiji primarnog snopa**
- **Za metale je najveća vrijednost koeficijenta δ između 0,5 i 2, a postiže se pri energijama primarnog snopa E_{omax} između 100 i 800 eV.**
- **Za izolatore koeficijent emisije s. el. δ postiže vrijednost i do 20, a pri energijama primarnog snopa od 300 do 1800 eV.**

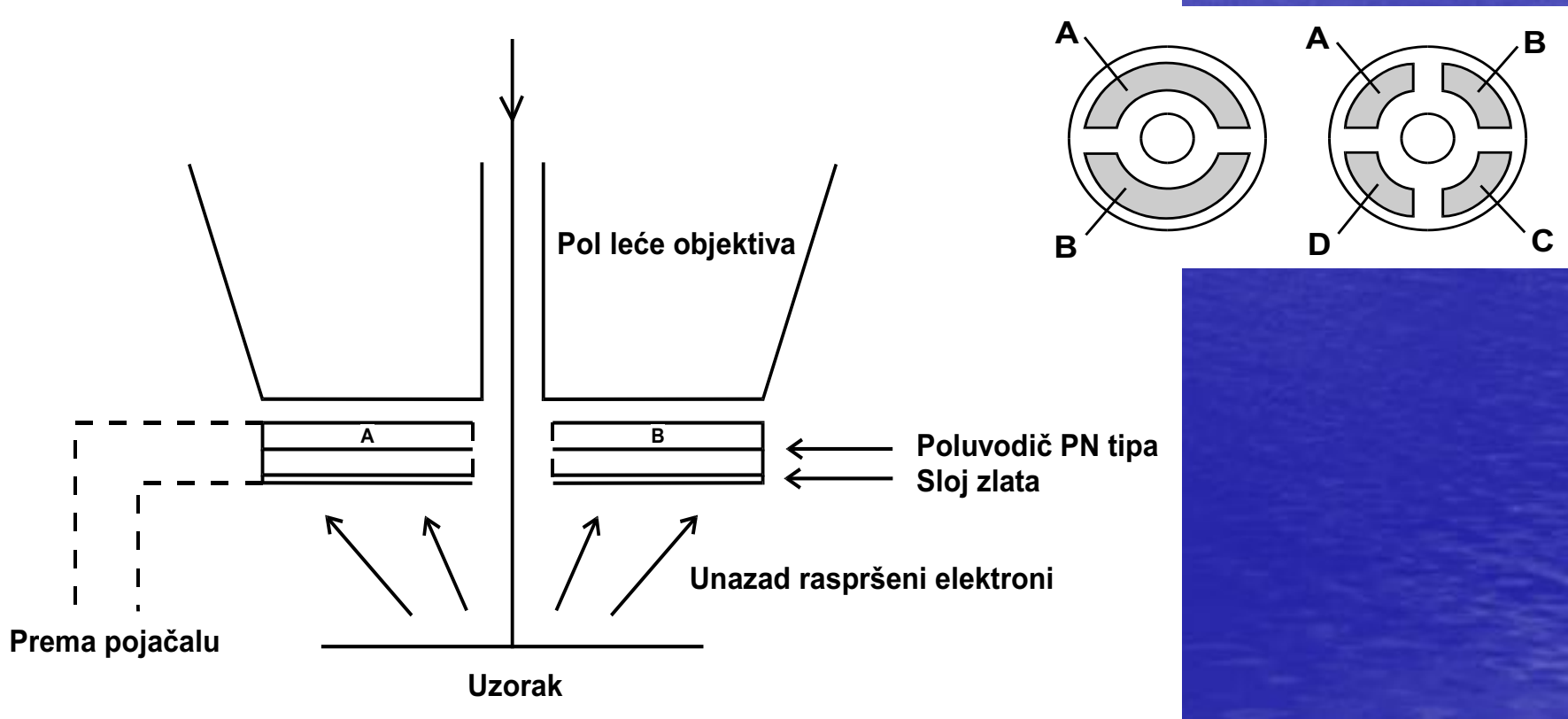
Detektiranje sekundarnih elektrona



- a) Robinsonov detektor sa velikim prostornim kutom prikupljanja unazad raspršenih elektrona** (velika efikasnost i brzina odaziva)
- b) Shematski prikaz Everhart-Thornleyevog detektora sa prikazanim putanjama sekundarnih (SE) i unazad raspršenih (BSE) elektrona**

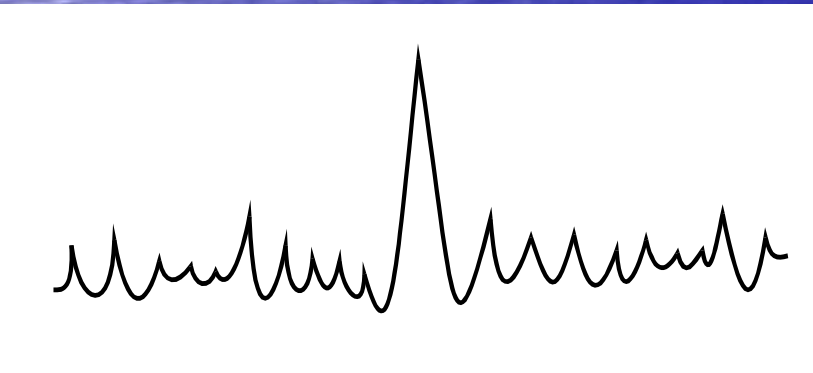
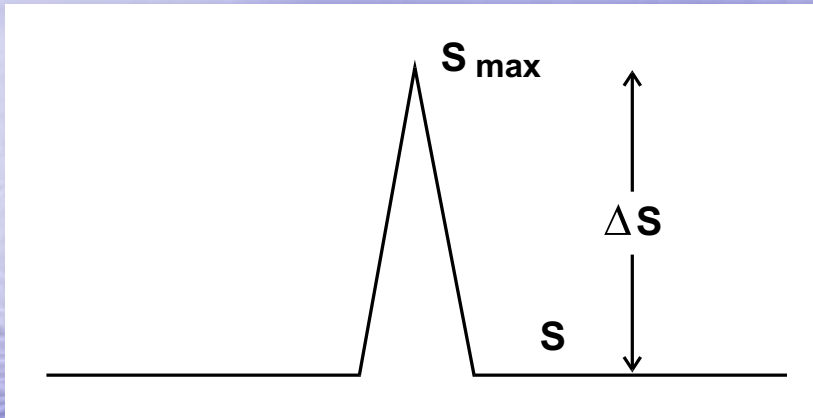
Poluvodički detektor (Solid State Detector) Elektroni visoke

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



PRIRODNI KONTRAST

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



- $C \equiv \frac{S_{max} - S}{S_{max}}$

- $\Delta S > 5N.$

- $C > \frac{5}{\sqrt{\bar{n}}}$

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

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



- 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:

- $$n_0 = \frac{I \cdot t}{e} = \frac{IF \times 10^{-6}}{e}$$

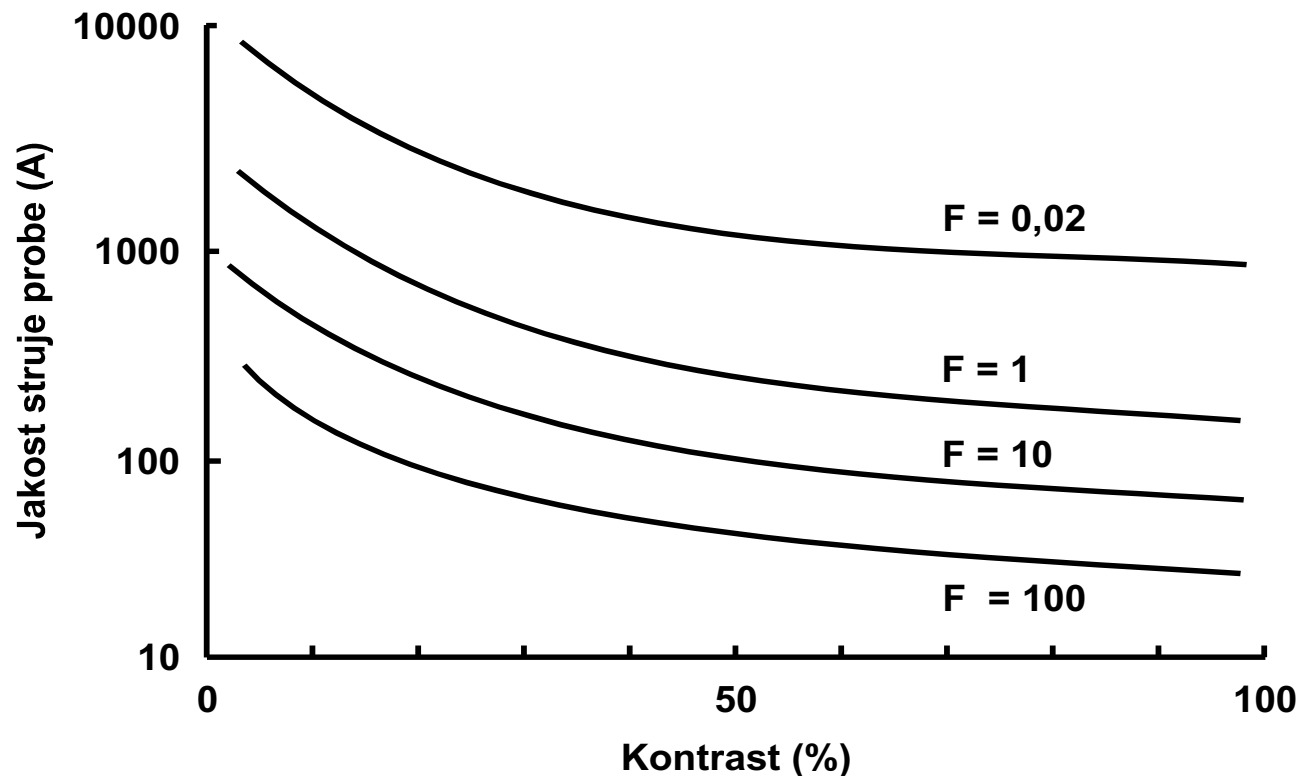
- Broj elektrona n detektiranih ovisit će o međudjelovanju uzorka i snopa, te efikasnosti detektora: $n = q n_0$. Produkt efikasnosti detektora i emisije elektrona je q . (koeficijent emisije sekundarnih elektrona δ od 0.1 do 0.2.)
- kriterij za najmanju jakost struje potrebne da se opazi kontrast C :

- $$I_c > \frac{4 \times 10^{-12}}{qFC^2}$$

- 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.

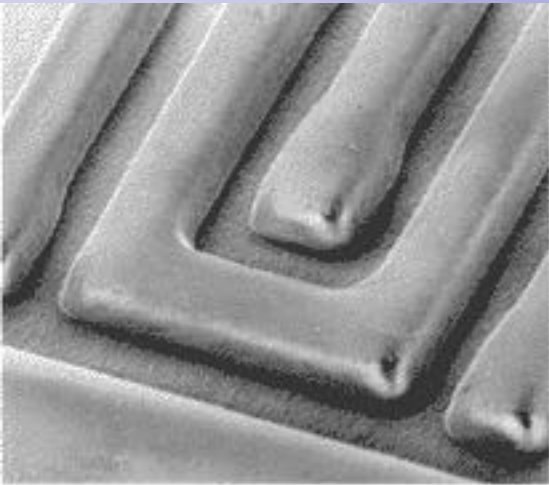
Ovisnost dijametra probe d (A°) o prirodnom kontrastu uzorka C , $F = t$ (s) vrijeme potrebno da se prebriše ekran.

Za skeniranje slike u TV prijemu (0.02 s) potreban veći dijametar nego za skeniranje fotografije (100 s). Pri crtanju grafa uzete su slijedeće 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).

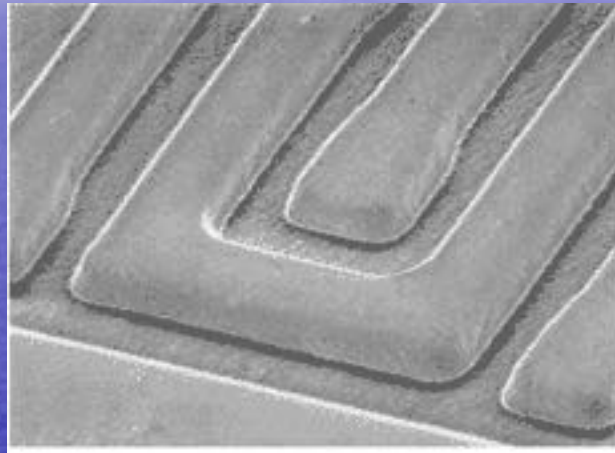


INTERPRETACIJA SLIKE DOBIVENE SEKUNDARNIM I UNAZAD RASPRŠENIM ELEKTRONIMA:

a) 10 kV 3 200 x



b) 1,3 kV 3 200 x



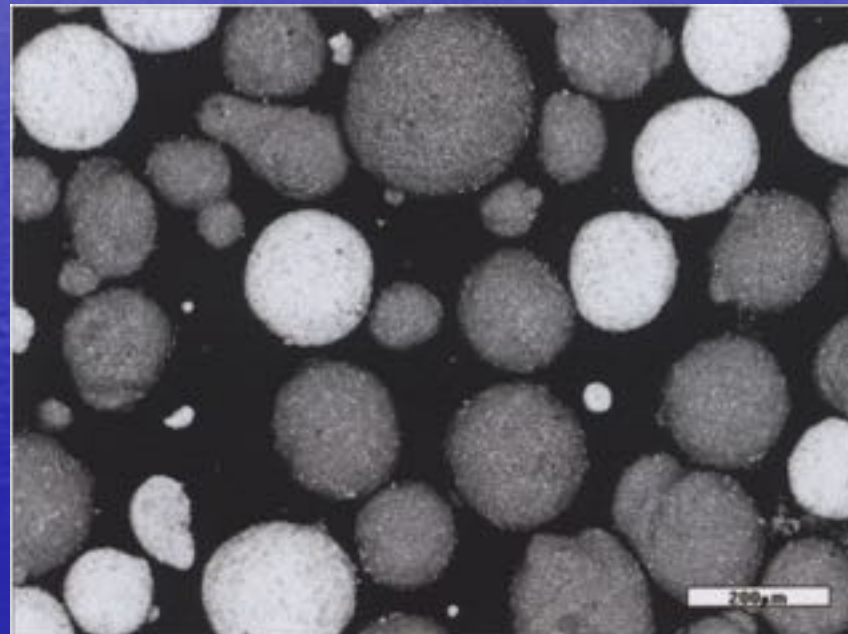
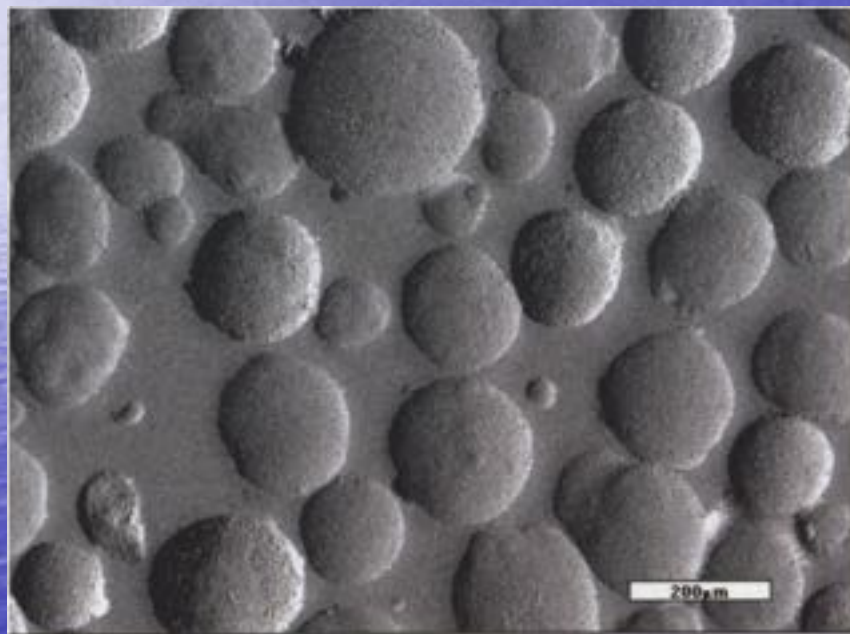
- - Slika dobivena sekundarnim elektronima
 - Uzorak: otpornik
 - Nakupljanje naboja se može spriječiti pravilnim izborom ubrzavajućeg potencijala
-
- Sekundarnim elektronima promatramo topografiju uzorka čija površina nije glatka. Topografski kontrast nastaje zbog različite emisije sekundarnih elektrona na izbočinama (svjetlo) i udubinama (sjena). Zbog toga, slika dobivena sekundarnim elektronima izgleda kao slika dobivena difuznom svjetlosti.

Topografski kontrast dobija se unazad raspršenim elektronima. Topografska slika izgledati će kao slika uzorka promatranog paralelnim snopom

svjetlosti i imati će više sjena od slike dobivene sekundarnim elektronima

Slika dobivena unazad raspršenim elektronima. (BS)

Uzorak: Slitina cinka i bakra (α -mjed) a) topografski kontrast b) kompozicijski kontrast.



- 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 δ ne ovisi o atomskom broju elementa Z .
- Iz grafa 4.1 b)
- vidi se da koeficijent emisije unazad raspršenih elektrona η 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 ΔZ **svega 0.1**. Razlučivanje će ovisiti o kompozicijskom kontrastu (D. B)

Tablica 5.1 pokazuje kontrast zbog razlike u Z – “atomic number contrast” za razne elemente i faze. Za bliske elemente kompozicijski kontrast je vrlo nizak 1-5 % (Cu-Zn, Al-Ag), dok topografski kontrast može biti 100%. Dobri BS detektori razlikuju $Z=0.1$. ali razlučivanje ovisi o kontrastu.

Phase 1	Z1	Phase 2	Z2	η_1	η_2	Contrast %	Resolution degradation (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
α -brass	29.4	β -brass	29.5	0.305	0.306	0.2	264

Kompozicijski kontrast

KONAČNO RAZLUČIVANJE SEM-a

- $d = (d_t^2 + d_d^2 + d_s^2 + d_c^2 + d_a^2)^{1/2}$
- gdje je d_t teorijski (idealni) dijametar, d_d utjecaj difrakcije, d_s sferne aberacije, d_c kromatske i d_a astigmatizma
- $d_s = 0.5c_s \alpha^3$ (5.7)
- gdje je α polukut konvergencije, a C_s koeficijent sferne aberacije.
- $d_c = \left(\frac{\Delta E}{E_0} \right) \cdot c_s \alpha$
- gdje je varijacija primarne energije $\Delta E/E_0$, koeficijent kromatske aberacije C_c , a polukut konvergencije α .
- $d_d = 1.22 \frac{\lambda}{\alpha}$ gdje je valna duljina elektrona λ (nm).

$$d_p^2 = d_s^2 + d_c^2 + d_d^2 + d_0^2 . \quad (2.43)$$

Substituting the diameters of these disks of least confusion from (2.37), (2.38), (2.39) and (2.42):

$$d_p^2 = \frac{C_0^2 + (0.61\lambda)^2}{\alpha_p^2} + 0.25C_s^2\alpha_p^2 + \left(\alpha_p C_c \frac{\Delta E}{E} \right)^2 . \quad (2.44)$$

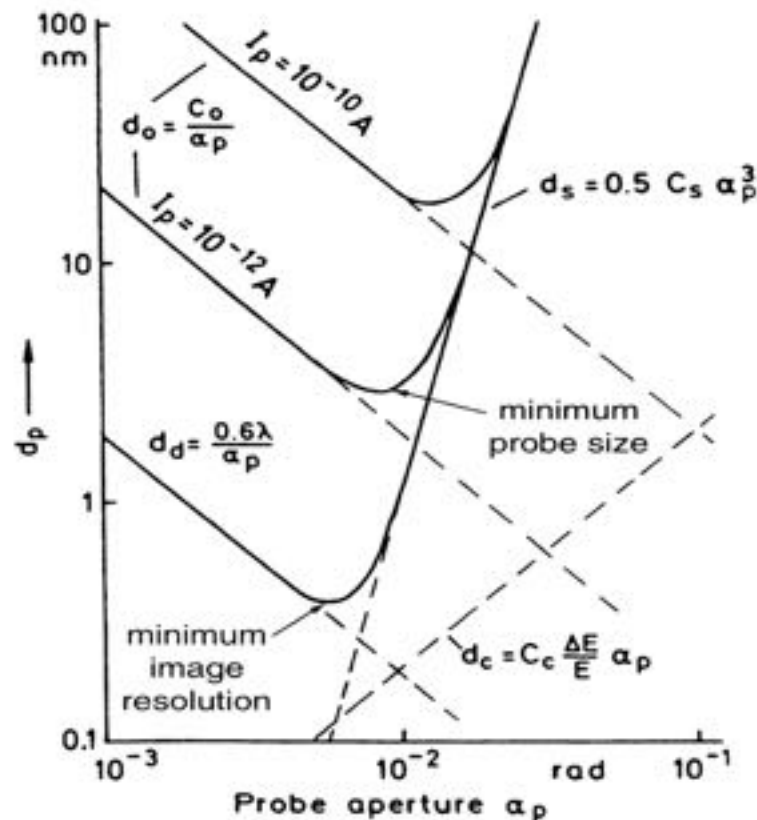


Fig. 2.46. Example of a parametric plot of minimum beam size versus beam aperture. Lower curve can be used for spatial resolution of a TEM. $E_0 = 100$ keV, $C_s = C_c = 2$ mm, $\Delta E = 1$ eV, $\beta = 10^5$ A cm $^{-2}$ sR $^{-1}$. After [2.10].

- 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 vrijednost svjetline polja ($10^7 - 10^9 \text{ Acm}^{-2}\text{s}^{-1}$), za visoko razlučivanje koristi se rasterski elektronski mikroskop s katodom koja radi na principu emisije poljem.
- Za veću vrijednost svjetline dijametra probe d , 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). Najbolje razlučivanje (0.6 nm) postiže se pri visokom ubrzavajućem potencijalu (30 kV), Povećanje iznosi do 950 000 puta (JEOL Prospekt, 2001).
- 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 transmisijskog elektronskog mikroskopa dostiže vrijednost 0.23 nm. Povećanje iznosi 2000 – 1 500 000 puta (University of Pensilvania, 1999).

U SEMu SNR-odnos signal/šum je najkritičniji parametar koji karakterizira kvalitetu slike.

Srednja vrijednost signala S u toku vremena τ (dwell time) koja scanning proba boravi na određenoj točki predmeta može se označiti kao n = srednji broj detektiranih SE sekundarnih elektrona u jedinici vremena. Varijacija tih individualnih događaja oko n može se definirati kao dio šuma N određenog signala:

$$\frac{N \sim n^{1/2}}{S/N = n/n^{1/2} = n^{1/2}} \quad \begin{array}{l} \text{--- ŠUM} \\ \text{--- kvaliteta signala} \end{array}$$

SNR – odnos signal/šum će se poboljšati sa ukupnim brojem sakupljenih elektrona (ili fotona) po pikselu (točki slike). Ovaj odnos se smanjuje s povećanjem brzine skeniranja za fiksnu struju snopa (zbog smanjenja vremena boravka na točki slike uzorka). Zbog osjetljivosti ljudskog oka **Rose** je zaključio na kriterij primjetljivosti promjene signala ΔS za srednji broj prikupljenih elektrona n

$$\Delta S > 5n^{1/2}$$

Promjena korisnog signala na mikrografiju u kontrastu prema onome pozadinskog šuma. Da bi se osigurao minimalni dopušten odnos S/šum pri opažanju kontrasta $K=\Delta S/S$

$$K=\Delta S/S > 5 \quad n/n^{1/2} = 5 \quad n^{1/2}$$

Specifični utjecaj šuma na svakom stadiju konverzije se razmatra, da bi se proizveo stalan kontrast K treba biti ispunjeno

$$n > (5/K)^2$$

$$\sigma = 0,1 - 0,2$$

n = broj primarnih elektrona koji upadaju na uzorak po pikselu. Ovo vrijedi samo za SE mod kad je $yield \approx 1$, to jest da su svi emitirani SE sakupljeni. Svaki primarni elektron generira elektron "koji nosi signal" za vrijeme interakcije elektrona i uzorka.

Konverzija signala SE moda S i S/N su kritični za daljnje stupnjeve. Glavni interes je u minimalnoj struji snopa I_{\min} pri danom kontrastu opažanja K kao funkcija vremena koje el. Proba boravi na elementu slike. U svijetlu Rose-ova kriterija

$n > (100/K)^2$ korekciju koju je izveo Oatley,

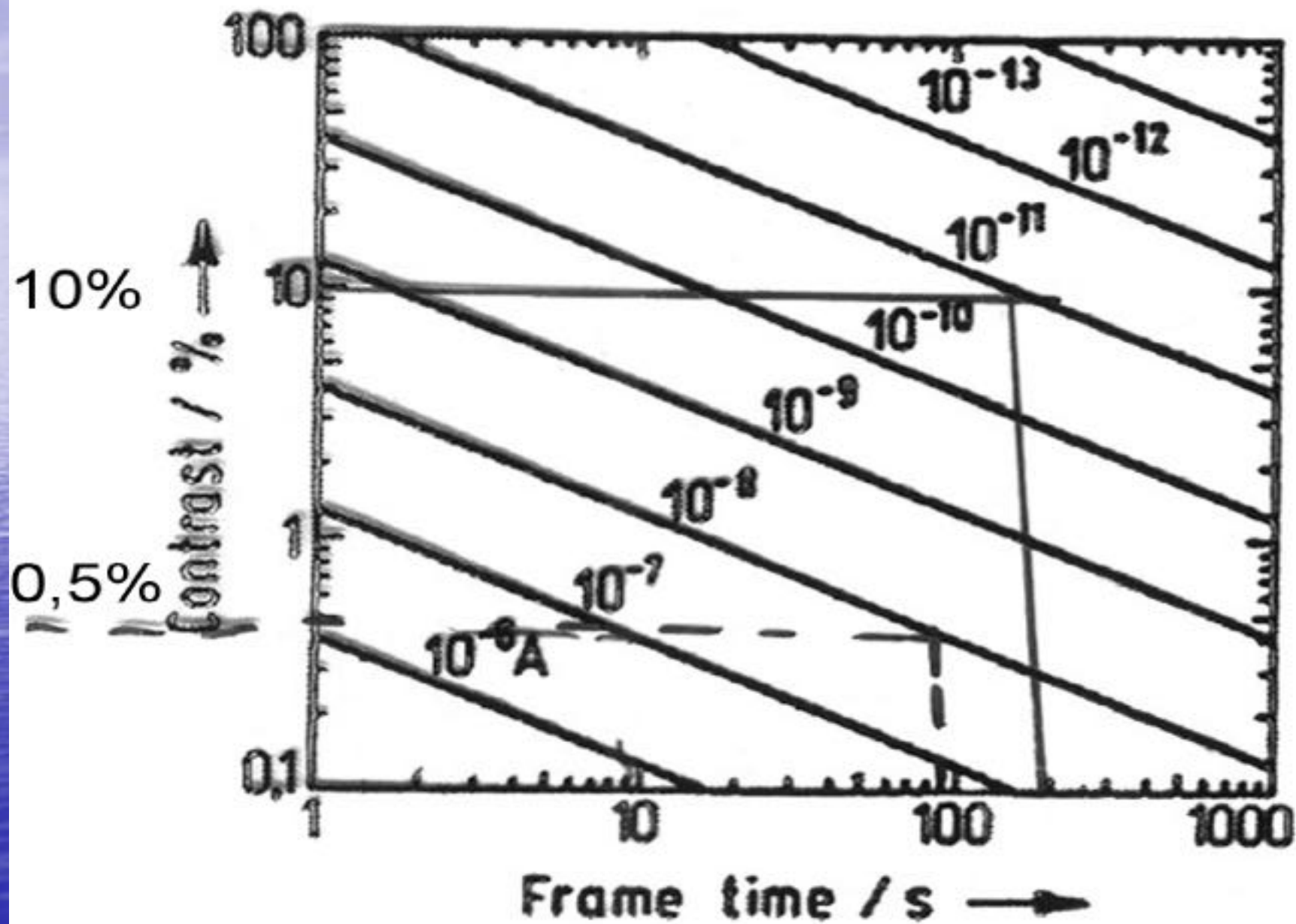
slika visoke kvalitete se dobija koja ima 10^6 piksela za

$$I_{\min} > ne/\tau = 1.6 \cdot 10^{-11} (A)/K^2 t_f$$

τ = vrijeme boravka el. probe (dwell time)

e= elementarni naboj

t_f = je vrijeme prebrisavanja "okvira" (frame)



Slika 6.6. prikazuje kontrast K vs vrijeme skeniranja t_f za fiksne vrijednosti struje snopa između 10^{-6} i 10^{-13} A.

Dvostruko veća struja od šuma je potrebna da bi se razlikovali razni artefakti.

Au $\epsilon = 0,25$ efikasnost sakupljanja signala
↓ (4 el. snopa → 1 SE ili BS elektron)

ETorly detektor, Iz Sl. 6.6 se vidi.

$C = 0,1 - 10\%$ $F = 100s \Rightarrow$ treba $10^{-11} A = \gamma_b$

$C = 0,005 - 0,5\%$ $F = 100s \Rightarrow$ treba $10^{-8} A = \gamma_b$

Slika 1. Prikazuje shematski principe oslikavanja pri atomskoj rezoluciji pri faznom kontrastu u HRTEM-u i Z- kontrasta u HAADF-STEM-u (high -angle annular dark field scanning transmission electron microscope).

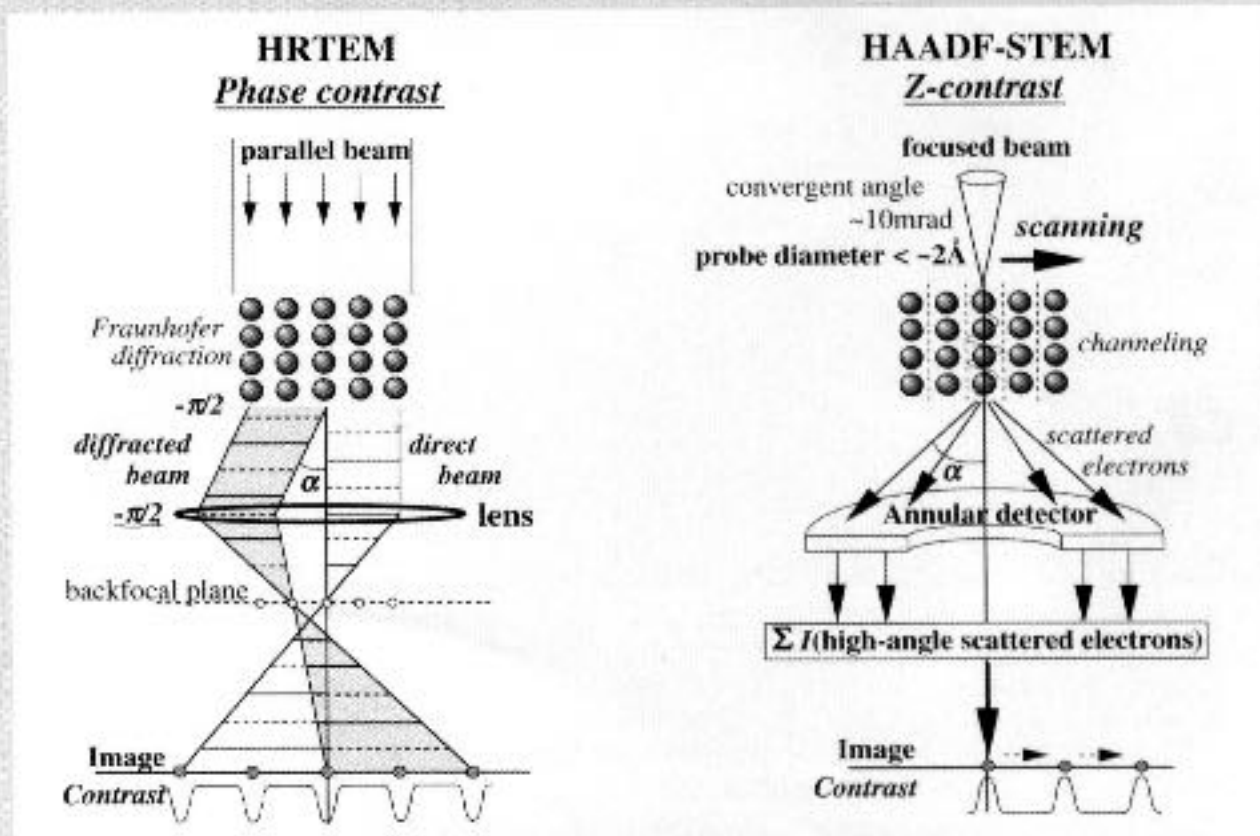


Fig. 1. Imaging principles of atomic-resolution phase-contrast and Z-contrast transmission electron microscopy.

U faznom kontrastu paralelni snop osvjetljava uzorak i slika se formira interferencijom mnogo snopova. U slici 1 to je pojednostavljeno uzimajući potencijal uzorka i difraktirani snopovi u uvjetima Scherzerova defokusa koji su postigli fazni pomak - $\pi/2$ na leći objektiva u širokom području frekvencija, s time da je u ravnini slike fazni pomak π . Ovdje su prijecirani **atomske** položaji oslikani kao tamna mjesta. (ako je uzorak dosta tanak- 5 nm za metalne slitine i pretpostavlja se da vrijedi λ . WPO- aproksimacija objekta slabe faze. Prostorno razlučivanje je ograničeno izvedbom leće objektiva, koja je opisana kontrast transfer funkcijom (CTF). Fokusirani snop , kuta konvergencije ~ 10 mrad se koristi pri oslikavanju **u Z- kontrastu**. Atomske stupci su oslikani jedan po jedan, kako konvergentni snop- proba skenira preko uzorka tvoreći dvodimenzionalnu mapu intenziteta , elektrona raspršenih u kružni detektor, a **atomske pozicije** su uvijek svjetle.

- Ove slike su opisane u prezentaciji 6 EM i DIF

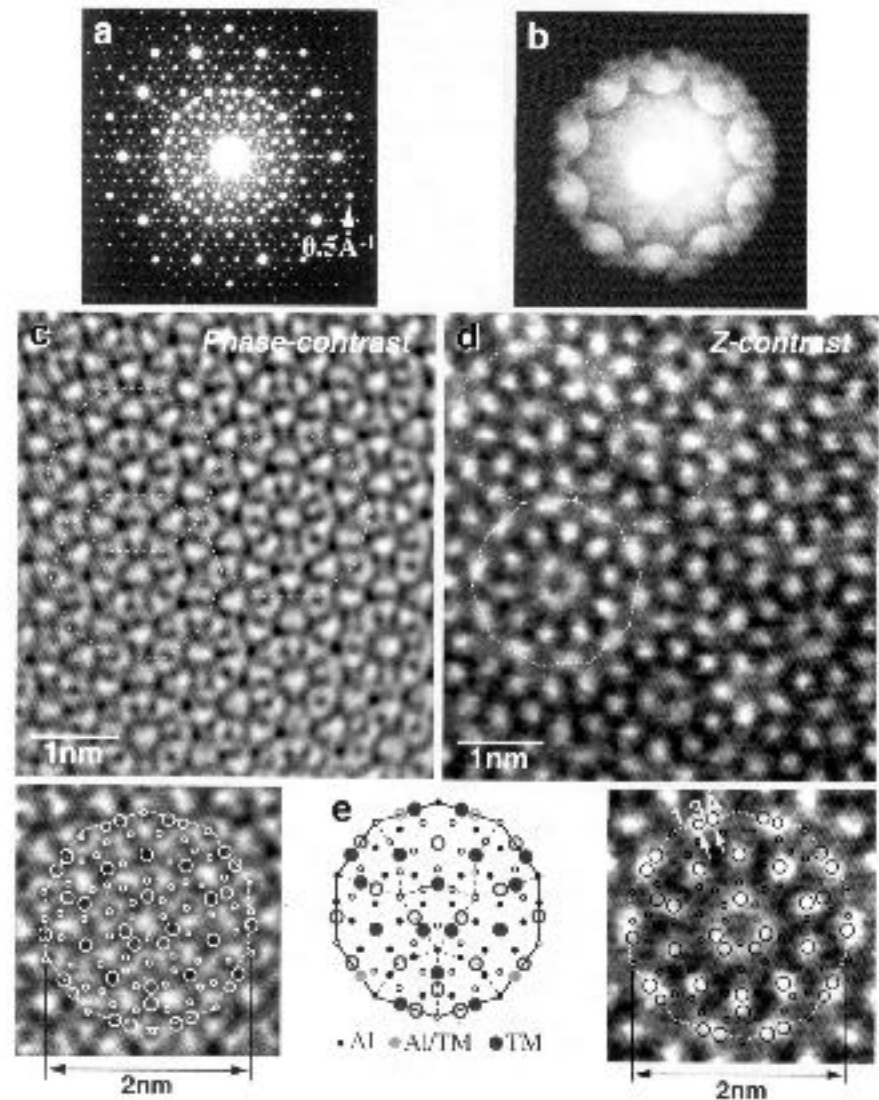


Fig. 2. (a) Selected-area and (b) corresponding zeroth-order electron diffraction patterns taken along the sixfold symmetry axis of the $Al_3Ni_5Co_3$ decussate quasicrystal. The pattern (b) shows zeroth-order Laue zone disks and confirms the projection symmetry C_{6h} (see text). Atomic positions in (c) phase-contrast and (d) Z-contrast images. The image (c) was obtained from the very thin region (≈ 50 Å) near-surface of a cleavage grain and under nearly the Scherzer defocus (≈ 45 nm) for the HRM-9300EX with $C_s=0.1$ mm, where a large number of reflections (see the camera length scan used for imaging). A low-pass Fourier filter mask is applied to remove the background noise contributed from frequencies up to ≈ 0.5 Å $^{-1}$. The image (d) is a raw Z-contrast image and was taken from a slightly thicker region than that of (c), about ≈ 100 Å thick, for Atomic model of the $Al_3Ni_5Co_3$ decussate quasicrystal, where all possible atomic positions derived from the three vertices of the cluster (5) are shown. Filled and open circles represent different levels along the sixfold axis, $n=0$ and $n=1/6$ respectively.

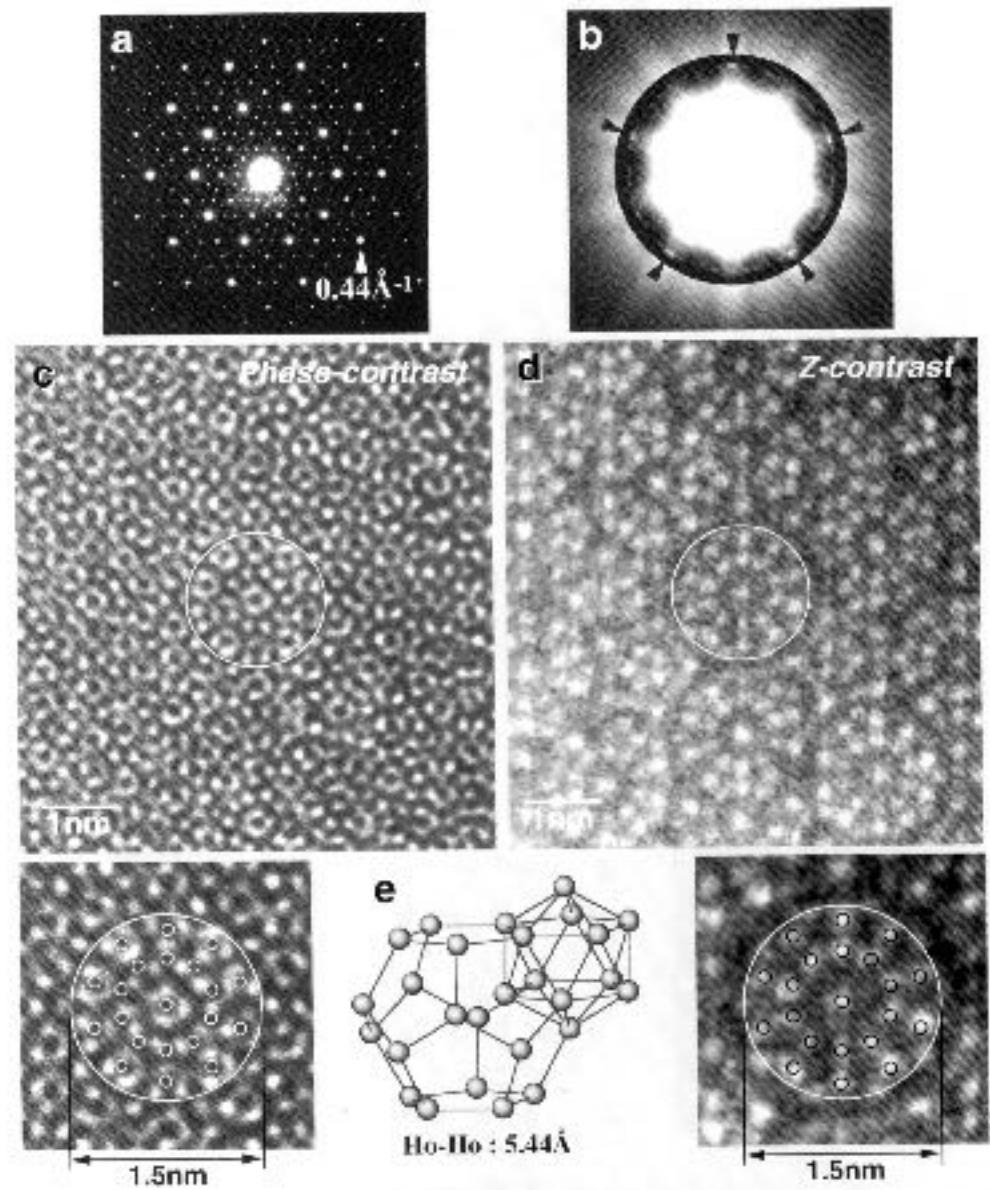


Fig. 5. (a) Selected-area and (b) convergent-beam electron diffraction patterns taken using the fivefold symmetry axis of the Zn/Mg/Ho icosahedral quasicrystal. The pattern (b) shows higher-order Laue zone disks which clearly reveal fivefold rotational symmetry, as indicated by arrows-heads. Atomic resolution (c) phase-contrast and (d) Z-contrast images. The observation conditions for the both images, the defocus value and the sample thickness, are almost the same as those of fig. 7 (c) and (d). (e) A representation of local Ho configuration found in the proposed structural model [11] of the Zn/Mg/Ho icosahedral quasicrystal.