

Katedra Fizyki Ciała Stałego Uniwersytetu Łódzkiego

Ćwiczenie 9

Elektronowy mikroskop skaningowy-cyfrowy w badaniach morfologii powierzchni ciała stałego.

Cel ćwiczenia: Celem ćwiczenia jest zapoznanie się z budową, działaniem, obsługą oraz podstawowymi zastosowaniami skaningowego mikroskopu elektronowego-cyfrowego **Vega 5135 MM** Tescan.

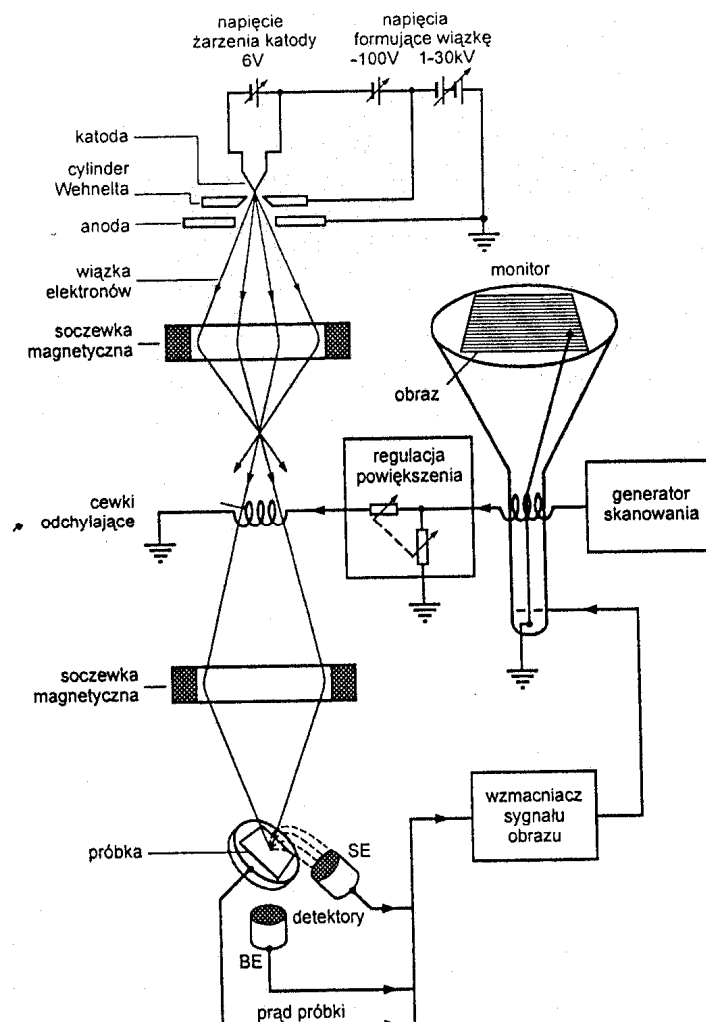
Plan prac badawczych

1. Nauka podstaw technicznej obsługi mikroskopu **Vega 5135 MM** oraz obsługi softwarowej.
2. Uruchamianie mikroskopu, centrowanie wiązki (*Auto Gun*), (*PC Fine*) i (*WD*).
3. Kalibracja stolika, przesuw i pozycjonowanie próbek. Praca w dwóch elektrooptycznych modach *RESOLUTION* i *FISH EYE*.
4. Praca w modzie detekcji *SE* (elektrony wtórne) dla różnych napięć przyspieszających i powiększeń.
5. Praca w modzie detekcji *BSE* (elektronów wstecznie, elastycznie rozproszonych) dla różnych napięć przyspieszających i powiększeń.
6. Miksowanie obrazów (*SE+BSE*, *SE-BSE*).
7. Praca w pozostałych modach elektrooptycznych *DEPTH* i *FIELD*.
8. Działanie mikroskopu w modzie *LV* (niskiej próżni).
9. Wykorzystanie modu *ROCKING*, obserwacje kanałowania elektronów w monokryształach.
10. Operacje softwerowe na obrazach, opracowywanie zdjęć mikroskopowych.

Wstęp teoretyczny

BUDOWA SEM

Badanie próbki przy użyciu mikroskopu elektronowego polega na przemiataniu (skanowaniu) jej powierzchni nanometrową wiązką elektronów uformowaną przez układ elektronooptyczny. Sygnał uzyskany z powierzchni próbki dociera do detektora, którego istotną częścią jest scyntylator i fotopowielacz. Sygnał wychodzący z detektora steruje jasnością obrazu wyświetlanego na monitorze. Powiększenie mikroskopu wynika z relacji wielkości obszarów skanowanych na próbce i na monitorze. Schematyczna budowa elektronowego mikroskopu skaningowego przedstawiona jest poniżej



Głównymi elementami konstrukcyjnymi skaningowego mikroskopu elektronowego są: kolumna, komora ze stolikiem próbek i detektorami, układ próżniowy.

Kolumna

Jest elementem mikroskopu, w którym znajdują się wszystkie układy związane optyką pierwotnej wiązki elektronowej. Zadaniem tych układów jest odpowiednie uformowanie wiązki elektronów oraz zapewnienie jej przemieszczania po badanej próbce, równoległe do jej powierzchni (skanowanie).

W skład kolumny wchodzi:

Działo elektronowe

Jest to element, w którym wyróżnia się katodę, cylinder Wehnelta i anodę. Pomiedzy katodę i cylinder Wehnelta przyłożony jest ujemny potencjał elektryczny, natomiast anoda i inne elementy kolumny połączone są z potencjałem zerowym. Wynikiem nagrzewania się katody (drut wolframowy o średnicy około 100 μm) jest termoemisja elektronów, które są następnie rozpędzane potencjałem przyspieszającym przyłożonym pomiędzy cylindrem Wehnelta i anodą. Ten strumień elektronów określany jest jako prąd emisji. Można go regulować poprzez zmianę ujemnego potencjału między katodą a cylindrem Wehnelta. Po przejściu przez otwór w anodzie, pierwotna wiązka elektronowa nie zmienia już swej nabytej energii kinetycznej

Cewki centrowania wiązki

Znajdują się one pod działem elektronowym, a ich zadaniem jest takie odchylenie pierwotnej wiązki elektronów, aby przebiegała ona centralnie w osi układu optycznego kolumny.

Dwa kondensory

System dwóch sprzężonych kondensatorów stanowi soczewki magnetyczne, których zadaniem jest zmniejszenie średnicy wiązki elektronowej przy jej ustalonym prądzie.

Przesłona aperturowa

Jest to ostatnia przesłona na drodze pierwotnej wiązki elektronowej. Ogranicza średnicę wiązki elektronów do 50 μm W mikroskopie Vega).

Soczewka pośrednia wraz z cewkami centrującymi

Mają za zadanie zmianę kąta zbieżności oraz centralne wyosiowanie wiązki elektronowej biegnącej do obiektywu.

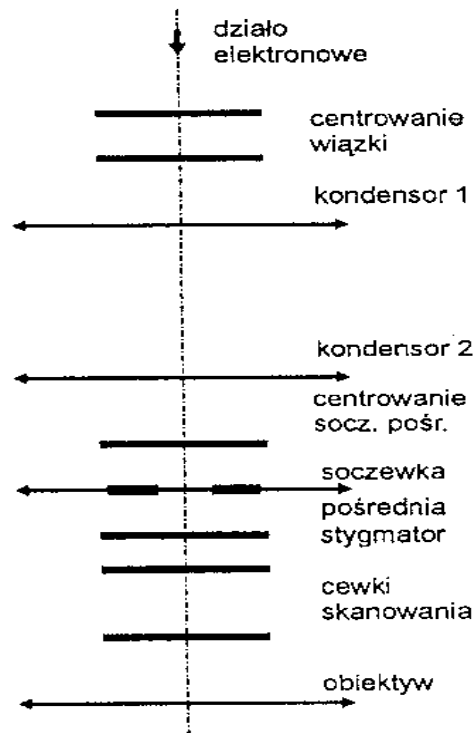
Cewki stygmatora

Stygmator to osiem cewek kompensujących astygmatyzm.

Dwustopniowe cewki skanujące (odchylające)

Regulują wielkość skanowanego obszaru, powiększenie i szybkość skanowania.

Elementy kolumny mikroskopu są przedstawione na rysunku poniżej:



Komora pomiarowa

Znajduje się ona pod kolumną. W jej skład wchodzi siedmio pozycyjny zautomatyzowany stolik pomiarowy, którego ruchy w płaszczyźnie XY wykonywane są przez silniki krokowe (panel *Stage Control*), natomiast ruch w kierunku osi Z wykonywany jest ręcznie za pomocą dwóch pokręteł umieszczonych w drzwiach komory.

W komorze znajduje się też system detekcji. Zbudowany z detektora elektronów wtórnych i detektora elektronów wstecznie rozproszonych. Detektor elektronów wtórnych znajduje się w cylindrycznej ścianie z boku komory. Przyspiesza on elektrony o małej energii emitowane przez próbkę oraz zbiera je na powierzchni scyntylatora. Impulsy świetlne generowane w materiale scyntylatora są przekazywane światłowodem do fotopowielacza. Następnie sygnał jest wzmacniany i przekazywany do obwodów elektrycznych sterujących jasnością plamki tworzącej obraz na monitorze. Detektor elektronów odbitych ma kształt pierścienia i jest umieszczony w bocznej ścianie komory mikroskopu lub pod obiektywem. Elektrony odbite mają znaczną energię, przez co nie potrzebują dodatkowego pola przyspieszającego by dotrzeć do scyntylatora.

Układ próżniowy

Tworzy go dwustopniowy system z pompą rotacyjną i turbomolekularną co pozwala osiągnąć próżnię rzędu 5×10^{-3} Pa pozbawioną zanieczyszczeń od par oleju. Jednocześnie pompa rotacyjna wraz z automatycznie sterowanym zaworem dozującym zapewnia pracę w tzw. modzie niskiej próżni (*LV*) w zakresie uzyskiwanych ciśnień od 5 do 50 Pa.

Układ próżniowy jest sterowany i kontrolowany przez niezależny mikroprocesor komunikujący się z głównym komputerem sterującym, a sam proces uzyskiwania próżni (wysokiej- *HV* i niskiej-*LV*) jest ustawiany softwarowo z klawiatury komputera.

Pomiar próżni jest dokonywany przez dwie sondy próżniowe Piraniego umieszczone w komorze pomiarowej oraz kolumnie mikroskopu (po stronie wysokiej próżni). Próżniomierz umieszczony w komorze jest także używany do regulacji poziomu ciśnienia w przypadku pracy w modzie niskopróżniowym *LV*.

Kontrast w SEM

Część elektronów tworzących wiązkę skanującą oddziałuje z powierzchnią próbki w sposób sprężysty, następuje rozproszenie elektronów.. Część elektronów pierwotnych rozproszonych wstecznie blisko powierzchni próbki tworzy sygnał tzw. elektronów wstecznie odbitych (*BSE*). Zdolność atomów do odbijania elektronów zależy w dużym stopniu od liczby atomowej *Z* i rośnie z jej wzrostem, co stanowi źródło informacji o chemicznym zróżnicowaniu próbki.

Pozostała część elektronów pierwotnych absorbowana przez próbkę jest rozpraszana niesprężysto przez przypowierzchniowe warstwy atomów i traci stopniowo energię. W wyniku tego oddziaływania powstaje sygnał niskoenergetycznych elektronów wtórnych (*SE*), który jest najistotniejszy w SEM. W mikroskopii elektronowej wtórnymi nazywa się tylko te elektrony, których energia jest mniejsza od 50 eV. Z uwagi na małą energię emitowanych przez próbkę elektronów wtórnych tylko te, które są emitowane blisko powierzchni mają szansę opuścić próbkę i dotrzeć do detektora. Dzięki temu elektrony tego typu są wrażliwe na topografię powierzchni próbki, gdyż wiele elektronów wtórnych opuści wypukłości próbki, natomiast niewiele zagłębień (pozostaną w próbce). Powstanie dzięki temu wyraźny kontrast topograficzny.

Głębina ostrości w SEM

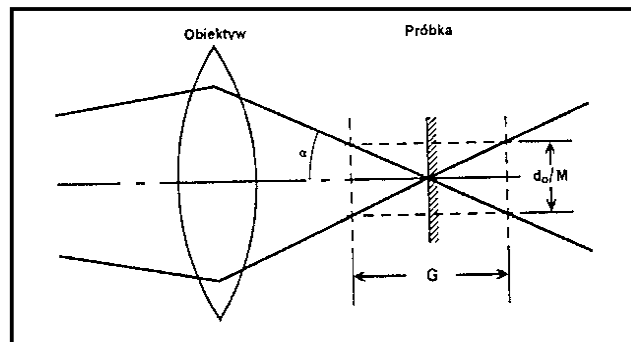
Dzięki głębi ostrości mamy wrażenie trójwymiarowości. Przy założeniu braku aberracji soczewek elektronowych i pomijalnej wielkości średnicy wiązki elektronów głębię ostrości określa uproszczona zależność:

$$G = \frac{d_0}{M\alpha}$$

gdzie $d_0 = 0,2$ jest rozdzielczością oka ludzkiego, M to powiększenie obrazu SEM, a α oznacza wartość apertury soczewki obiektywowej wyrażonej w radianach (typowa wartość 0,003 rad.).

Po uwzględnieniu istnienia aberracji i określonej średnicy wiązki elektronów d_e wartość ostrości G jest mniejsza:

$$G = \frac{d_0}{M - d_e} \alpha$$



Mody pracy optyki elektronowej w SEM Vega

Resolution – Jest to podstawowy mod pracy mikroskopu, pośrednia soczewka IML jest wtedy wyłączona. Kąt aperturowy wiązki pierwotnej jest w tym przypadku optymalny dla krótkiej odległości roboczej WD (rzędu 4-5 mm), napięcia przyspieszającego 30 kV i maksymalnego wzbudzenia soczewki C2 oraz otworu ostatniej przysłony (zwanej aperturową) równego 50 μm .

Depth – W torze elektrooptycznym mikroskopu uruchomiona zostaje soczewka pośrednia. Daje to efekt redukcji apertury stożka sondującej wiązki elektronowej przy jednoczesnym szkodliwym zwiększeniu wymiarów średnicy wiązki

Field – Mod ten wykorzystuje soczewkę pośrednią dla ogniskowania wiązki elektronowej, podczas gdy obiektyw O1 jest wyłączony. Soczewka pośrednia pełni wówczas rolę obiektywu. Taka kombinacja daje wiązkę o małej aperturze oraz głębię obrazu na tyle dużą, że obraz jest zogniskowany praktycznie we wszystkich dopuszczalnych pozycjach stolika, skanowany jest maksymalnie duży obszar powierzchni próbki. Wadą tego modu pracy

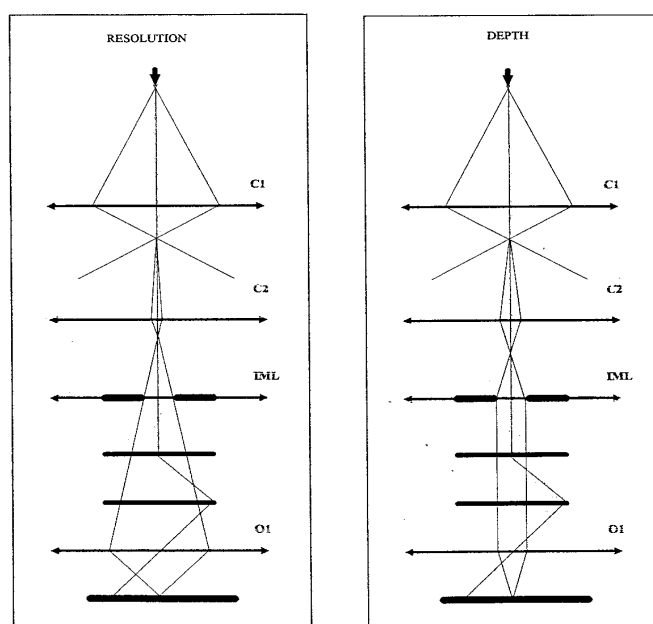
jest duży wymiar średnicy wiązki co powoduje, że maksymalne użytkowe powiększenie nie może być większe niż 500x..

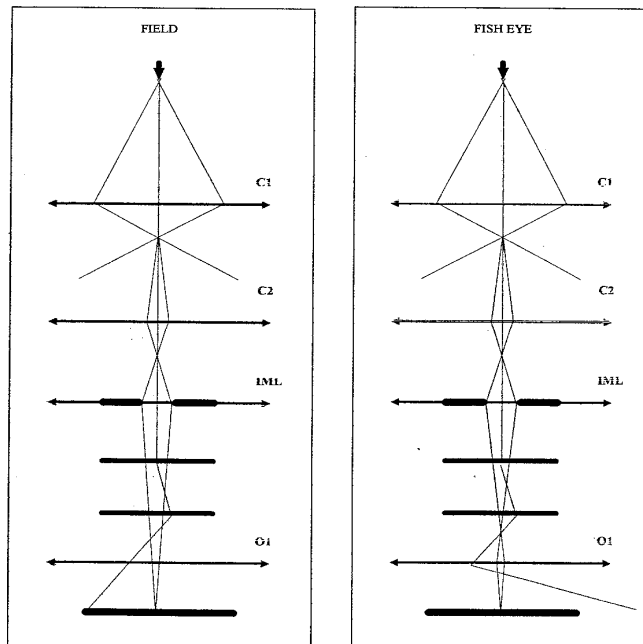
Fish Eye – Mod ten używa pośredniej soczewki IML dla ogniskowania wiązki elektronów równocześnie z obiektywem O1, którego soczewka jest wówczas maksymalnie wzbudzona. Uzyskiwany jest efekt wzrostu zasięgu odchylenia cewek skanujących. Apertura wiązki jest bardzo mała, co daje dużą głębię ostrości. Niekorzystna w tym modzie jest duża średnica wiązki oraz dystorsja.

Cele, do których są wykorzystywane powyższe mody zestawiono w tabeli poniżej:

MOD PRACY	CEL ZASTOSOWANIA
RESOLUTION	Uzyskanie dużej rozdzielczości, obserwacja dużych powiększeń do 500 000 x
DEPTH	Duża głębia ostrości
FIELD	Wybór z całej powierzchni próbki fragmentu, który będzie badany przy dużych powiększeniach
FISH EYE	Podgląd usytuowania próbki i wyszukiwanie interesujących fragmentów do dalszych badań
ROCKING	Wykrycie uporządkowania krystalicznego

Schematy działania poszczególnych modów pracy optyki elektronowej w mikroskopie Vega





Metodyka pomiarowa

Specyfikacja techniczna skaningowego mikroskopu elektrycznego Vega 5135 MM

1. Zdolność rozdzielcza (detektor SE): 3.5 nm przy 30 kV.
2. Powiększenie: 20 do 500 000 x przy 30 kV (Odległość robocza 30mm).

Dodatkowo zakres powiększeń rzędu 2-4 x- dostępny w trybie pracy " Fish Eye". Jest to unikalny tryb pracy układu elektrooptycznego stosowany w mikroskopach typu " Vega", pozwalający na obserwację z bardzo dużym polem widzenia. Tryb ten jest przeznaczony do poszukiwania na preparacie obszarów interesujących makroskopowo. Tryb ten pozwala także na podgląd wnętrza komory.

3. Próżnia robocza: 5×10^{-3} Pa.
4. Napięcie przyspieszające regulowane w zakresie od 500 V do 30 kV
5. Prąd próbki: od 1 pA do 2 nA.
6. Rozdzielczość obrazu: Od 256x192 do 4096 x 4096 pikseli.
7. Detektory:

Detektor elektronów wtórnych (SE) -typu Everharta-Thornleya.

Pierścieniowy detektor elektronów wstecznie rozproszonych (BSE)

Pomiar prądu próbki.

Jasność i kontrast obrazów z detektorów sterowane ręcznie i automatycznie.

8. Można równocześnie otworzyć do 8 okien ze skanowanym obrazem i każdemu z nich przypisać inną wartość parametru np. powiększenia, prędkości skanowania, rodzaju detektora itp.
9. Działo elektronowe i układ elektrooptyczny
Vega 5135 MM wykorzystuje cztero-soczewkowy układ elektrooptyczny kolumny z unikalnym systemem komputerowego sterowania (COSS), które dają użytkownikowi wiele możliwości i wyjątkowych zalet przewyższających większość konwencjonalnych mikroskopów skaningowych. Jest to komputerowa optymalizacja plamki (średnicy wiązki) pozwalająca układowi elektrooptycznemu pracować w różnych trybach, w których zoptymalizowane zostały parametry:
10. Zautomatyzowane funkcje mikroskopu z możliwością kontroli ręcznej -przy pomocy "tracker ball" i myszy komputerowej
 - Automatyczne sterowanie optyką elektronową (w tym centrowanie podzespołów).
 - Automatyczne centrowanie działła elektronowego
 - Automatyczna kompensacja przy zmianie wysokiego napięcia.
 - Automatyczna regulacja kontrastu i jasności dla obrazów *SE* i *BSE*.
 - Automatyczne ogniskowanie.
 - Automatyczna korekcja astygmatyzmu.
 - Tryby pracy mikroskopu pozwalające na automatyczne przywołanie ustalonych parametrów pracy (standardowa procedura operacyjna).
 - Możliwość wprowadzania profili użytkownika.
11. Próżniowa pompa turbomolekularna
Układ próżniowy skonstruowano tak by zapewniał wysoką czystość. W skład systemu wchodzi pompa turbomolekularna (chłodzona powietrzem -bez chłodzenia cieczowego) oraz pompa rotacyjna. Układ zawiera głowicę pomiarową Piraniego. Układ jest kontrolowany przez mikroprocesor za pośrednictwem głównego komputera, oprogramowania i układu monitorującego. Elektroniczna automatyzacja układu próżniowego połączona jest ze zdalnym sterowaniem.
12. Oprogramowanie służące do obróbki obrazu i pomiarów obrazu.
Obróbka obrazu: histogramy, redukcja szumów, ostrość, filtry, korekcja światła, kontrast różnicowy, filtry adaptacyjne itp.
13. System archiwizacji obrazu

Uzyskane obrazy mogą być składowane w postaci plików BMP TIFF , JPG na twardym dysku, dyskach ZIP , które są standardem bądź opcjonalnie na płytach CD bądź dyskach magnetoptycznych.

Spis ustawień oprogramowania osiągniętych z poziomu dostępności „GUEST” (na tym poziomie studenci wykonują niniejsze ćwiczenie). W ramkach kolorem są zaznaczone najważniejsze i najczęściej używane funkcje ustawień przy wykonywaniu ćwiczenia

<u>File</u>	<u>Edit</u>	<u>VEGA</u>	<u>Config.</u>	<u>Panels</u>	<u>Extensions</u>	<u>Options</u>	<u>Window</u>	<u>Help</u>
Open	<i>View</i>	Image	Load	SEM	Measureme	Select	Zoom In	Content
	<i>Header</i>	Size		Toolbar	nt	Font		s
Twain	<i>Edit</i>	Remote	Save	Info Panel	Image	Select	<i>Zoom Out</i>	About
	<i>Header</i>	Contr.			Operat.	Color		Appl.
Albums	Copy to	External	Reload	Control	Image	Setline	Cascade	About
Man.	Clib.	Scan		Pad	Process	Width		Serv.
Save As	<i>Paste</i>	Self Test		User Key	Object	Pres.Def	Title	
	<i>from Cl.</i>				Area	.Heat.	Horizont	
Exp.MS				HV&Fil&	3D	Autona	Title	
Word				Vac	Scanning	me	Vertical	
Change				Detector		Progr.Pa	Close All	
Users				Mix.		ramet		
Excit				Histogra			1#1	
				m			Scann. ...	
				Anal. &				
				Meas.				
				Stage				
				Control				

Wybrane zagadnienia obsługi mikroskopu Vega

Ekran monitora z opisem głównych, używanych w ćwiczeniu narzędzi programowych.

The screenshot shows the Tescan Vega SEM software interface. The main window displays a scanning window with a dark image and technical parameters. The interface is divided into several functional areas:

- Top Left:** Menu bar (File, Edit, VEGA, Configurations, Panels, Extensions, Updates, Window, Help).
- Top Right:** Navigation and control buttons (WOF, ORI, IMI, GUI, AUTO, RESET, UNDO).
- Right Side:** A vertical toolbar with icons for various functions, accompanied by a legend:
 - OKNO POMIAROWE
 - WYBÓR MODU PRACY
 - SZYBKOŚĆ SKANOWANIA
 - POWIĘKSZENIE
 - OSTROŚĆ
 - KOREKCJA ASTYGM.
 - JASNOŚĆ/KONTRAST
 - PRĄD WIĄZKI, ŚREDNICA
 - PRZESUW XY DOKŁADNY
 - OBRÓT OBRAZU
 - ZAPIS OBRAZU
 - ZEWNĘTRZNE STEROW.
 - RUCHY STOLIKA
- Center:** A panel with labels for current functions and modes:
 - AKTUALNA FUNKCJA
 - AKTUALNY MOD PRACY
 - POWIĘKSZENIE
 - PRĄD, ŚREDNICA WIĄZKI
 - PANEL PRĄDU ŻARZENIA POMPOWANIA PRÓŻNI HV i LV WYSOKIEGO NAPIĘCIA
- Bottom Left:** A "Stage Control" panel with a "CRASH WARNING" indicator and "STAGE NOT CALIBRATED" message. It includes a "PRESS CALIBRATE BUTTON" instruction and numerical input fields for X, Y, and Z coordinates.
- Bottom Center:** A "Stage Control" panel with a "CRASH WARNING" indicator and "STAGE NOT CALIBRATED" message. It includes a "PRESS CALIBRATE BUTTON" instruction and numerical input fields for X, Y, and Z coordinates.
- Bottom Right:** A "Filament - HV - Vacuum" panel with "Emission Current Off" and "High Voltage Off" indicators, along with various status and control buttons.

1. W oknie dialogowym (prawa górna, strona ekranu monitora) jest wyświetlane aktualnie wybrane narzędzie (wybór przez kliknięcie właściwej ikonki z prawej strony ekranu). Wartość wyświetlanej funkcji (narzędzia) możemy zadawać poprzez: wpis z klawiatury, przy pomocy myszki komputerowej lub "tracker ball" i wpisana liczbę potwierdzamy przyciskiem OK lub ENTER
2. Przy ustawianiu ostrości czy maksymalnego prądu pierwotnej wiązki elektronowej wygodnie jest używać małego „okienka” podglądu. W tym celu klikamy dwukrotnie na ekranie lewym klawiszem myszki, powinno się pojawić małe, szybko przemiatane „okienko”. Jeśli chcemy się go pozbyć to klikamy dwukrotnie lewym klawiszem na ekranie poza obszarem „okienka”. Prawym klawiszem myszki możemy natomiast zmieniać jego wymiary.

3. Małe zmiany położenia próbki możemy łatwo realizować przytrzymując przyciśnięte kółeczko (scroll) myszy i ciągnąc kursorem po ekranie wybrany fragment próbki. Natomiast obrotem tym samym kółeczkiem (scrollem) zmieniać można szybkość przemieszczania obrazu przez wiązkę elektronową.

Uwagi końcowe

UWAGA 1: Studentowi wykonującemu ćwiczenie nie wolno samodzielnie zmieniać ustawienia parametrów wewnątrz panelu *HV&Filament&Vacuum*

UWAGA 2: Studentowi wykonującemu ćwiczenie nie wolno samodzielnie przemieszczać stolika pomiarowego wzdłuż osi **Z** tzn. pionowo, w górę i w dół.

UWAGA 3: Należy zwrócić uwagę na poprawne zapisywanie nazw, bez używania znaków, których nie akceptuje system Windows.

Literatura

1. J.Sokołowski, B.Pluta, M.Nosiła „Elektronowy mikroskop skaningowy”, Skrypt uczelniany Nr 834, Politechnika Śląska, Gliwice 1979.
2. L.Dobrzański,E.Hajduczek „Mikroskopia świetlna i elektronowa”,Wyd.N-T,W-wa,1987.
3. Ian M.Watt „The principles and practice of electron microscopy”, Cambridge University Press, Cambridge, 1985.
4. L.Reimer „Scanning Electron Microscopy”, Springer, Berlin 1985
5. „Mikroskopia elektronowa”, pod red. A.Barbackiego, Wyd. Politechn. Poznańskiej, Poznań, 2005.