

Alkalmazott Fizikai Módszerek Laboratórium

Pásztázó elektronmikroszkópia

CSÖRNYEI GÉZA

Eötvös Loránd Tudományegyetem
Fizikus MSc I



'E' mérőcsoport

Mérés dátuma: 2019.11.08.

Mérés vezetője: Kolonits Tamás

1. Bevezető

Mérésünk során megismerkedtünk a pásztázó elektronmikroszkópia elméletének, valamint használatának alapjaival. A méréseink kiértékelése során egy ismert méretű kalibrációs rácstról készült felvétel segítségével meghatároztuk egy ismeretlen rács, illetve egy légy szemének méreteit.

2. Méréshez használt eszközök

- Jeol JSM-25S típusú elektronmikroszkóp
- Számítógép a mikroszkóppal történő mérés elvégzésére

3. Rövid elméleti összefoglaló

Mérésünk során pásztázó elektronmikroszkópot használtunk, mely a nevéből látszó módon elektronokat használ a képalkotáshoz. A mikroszkóp katódjából kilépő elektronokat egy szabályozható erősségű elektromos tér gyorsítja a szükséges energiára. Az így felgyorsított elektronokat ezt követően ráfókuszáljuk a minta egy adott pontjára, ahol ennek következtében különböző termékek keletkeznek. Ezen termékek közül számunkra a szekunder és a visszaszóródott elektronok a legfontosabbak, a pásztázó elektronmikroszkópiában ezeket használjuk. A szekunder elektronok a minta nyaláb felőli oldalán megjelenő elektronok, melyek elsősorban a gyengén kötött, külső elektrónhélyon elhelyezkedő elektronok, melyeket a nyaláb kiüt a helyükről és topologikus, azaz felületi információt tartalmaznak a mintáról. A visszaszórt elektronok a nyalábból rugalmasan és rugalmatlanul, nagy szögű szórást szenvedett részecskék. Ezen elektronok képalkotásra használhatók. Ezen elektronokat egy a mikroszkópban található Everhard–Thornley-detektor alakította mérhető jellé. Mérésünk során csak a szekunder elektronokat vizsgáltuk, melyek a lehetséges legjobb felbontást szolgáltatják. A jó felbontás mellett a szekunder elektronok az anyagi minőségben vett eltérések megjelenítésére is használhatók, ugyanis ezen képeken a kontraszt jelentősen függ a letapogatott anyag atomjainak rendszámától.

A mérés során a behelyezett mintát a mikroszkóp pontról pontra letapogatta, majd a létrejövő termékeket mérve modulálta a képernyő egyes pixeleinek intenzitását. Az így kapott kép rendkívül jó mélységélességgel rendelkezett, a SEM képeken a különböző mélységben elhelyezkedő mintarészletek egyazon képek élesek voltak.

4. Mérés menete

A mérés megkezdéséhez a legelső elvégzendő feladatunk a minta mikroszkópba történő behelyezése volt. A minták a méréshez előre el lettek készítve, így megfelelően meg lettek tisztítva, valamint a biológiai minták kellőképpen ki lettek szárítva (mely a minta vákuumba történő behelyezése miatt volt fontos), valamint a nem vezető minták be lettek vonva egy vékony vezető (például arany) réteggel. Kiválasztott mintát egy csipesz segítségével kivettük a tárolóedényből, majd behelyeztük a mintatartóba. A lehetséges szennyeződések elkerülése végett ezen lépéshez kesztyű viselése volt szükséges. A mintatartóba történő behelyezést követően beállítottuk a minta magasságát úgy, hogy a mintatartó tetejével egy szintben legyen a minta. A mintatartó ezt követően visszakerült a mikroszkópba, majd a tartószerkezetet ütközésig visszatoltuk.

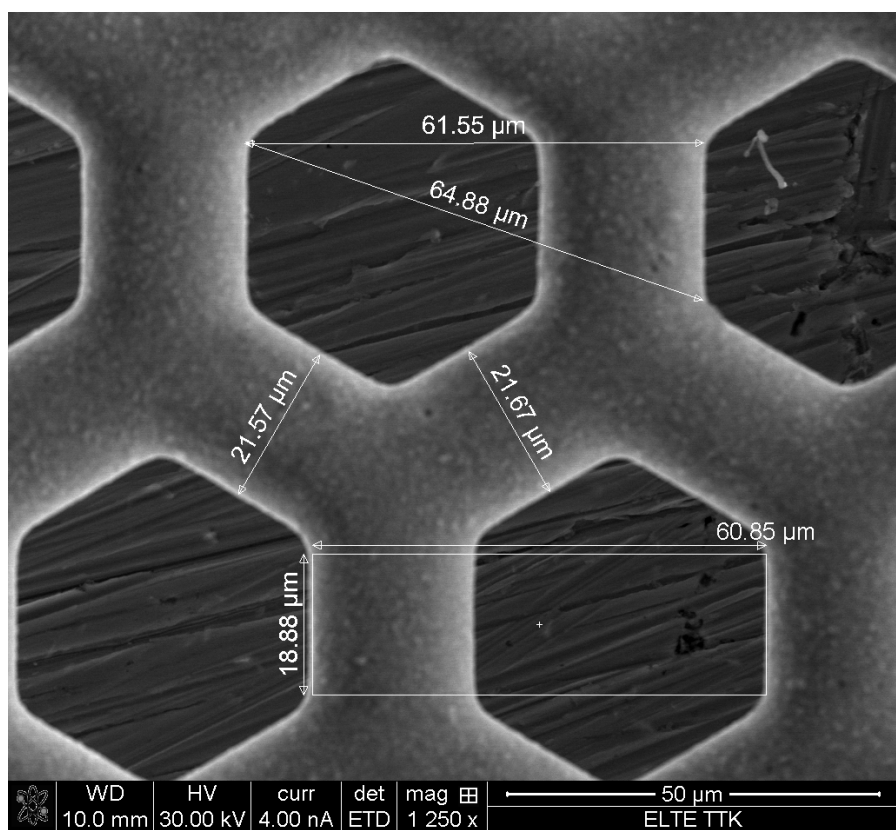
A vezérlőpanelen megnyomva az *EVAC* gombot a mintát vákuum alá helyeztük, mely folyamathoz több percre is szükség volt. A vákuum létrejötte után be kellett állítanunk a mikroszkóp optimális intenzitását. Optimális intenzitás esetén nem csak a rendszer munkapontját állítjuk be, de a katód élethosszát is megnöveljük. Ezen beállítást követően a kontrasztot (*Contrast*) és a fényerőt (*Brightness*) változtatva megkerestük a vizsgálni kívánt tartományt. A tartományon egy kicsi pontszerű objektumot keresve beállítottuk a rendszer fókuszát (*Focus Coarse* és *Focus Fine*), majd korrigáltuk a lencse asztigmatikus hibáját (*Stigmator*). Ezt követően kisebbre állítottuk a nagyítást, majd felvettünk a kívánt tartományról egy képet, melyet a számítógépre továbbítottunk. A gépen látott fényerő és kontraszt nem egyezik meg a vezérlőpulton látottal, ezért a számítógép által számolt intenzitás hisztogramok segítségével a megfelelőre állítottuk ezen értékeket.

A képek elkészítése és a mérés elvégzése után levettük a katódról a feszültséget, majd lekapcsoltuk a gyorsítófeszültséget. A mikroszkóp alaphelyzetbe állításához megnyomtuk a *VENT* gombot, mely hatására a mintatérbe levegőt engedtünk, majd kicserélhettük a mintát, a fentebb már ismertetett módon.

5. Mérések kiértékelése

5.1. Kalibráció

A kiértékelések elvégzéséhez meg kellett határoznunk az egyes ábrákon látható alakzatok valódi fizikai méreteit. Ehhez egy hatszögrácsokat tartalmazó réz mintát használtunk. A kalibrációhoz adott volt egy a mintáról készült kép, amelyen be voltak jelölve az egyes távolságok. A kép a 1. ábrán látható.



1. ábra. A kalibrációs rácsról készült kép az egyes fizikai távolságokkal

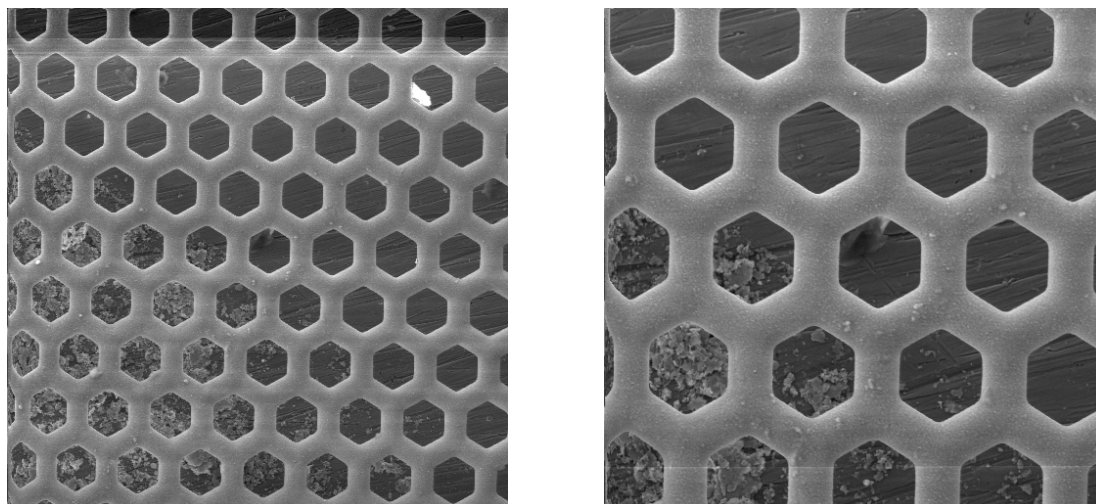
| Nagyítás (x) | Fizikai méret [μm] | Méret a képen [px] | Kalibrációs faktor [$\mu\text{m}/\text{px}$] |
|--------------|---------------------------------|--------------------|--|
| 150 | 61.55 | 63.03 | 0.977 |
| 150 | 64.88 | 66.85 | 0.970 |
| 150 | 21.57 | 23.26 | 0.927 |
| 150 | 18.88 | 21.01 | 0.899 |
| 300 | 61.55 | 130.14 | 0.473 |
| 300 | 64.88 | 139.46 | 0.465 |
| 300 | 21.57 | 47.51 | 0.454 |
| 300 | 18.88 | 44.05 | 0.429 |
| 700 | 61.55 | 296.20 | 0.208 |
| 700 | 64.88 | 314.38 | 0.206 |
| 700 | 21.57 | 109.13 | 0.198 |
| 700 | 18.88 | 104.08 | 0.181 |
| 1000 | 21.57 | 155.19 | 0.139 |
| 1000 | 18.88 | 139.01 | 0.136 |
| 2000 | 21.57 | 315.29 | 0.068 |

1. táblázat. A készített képek vizsgálata során kapott értékek

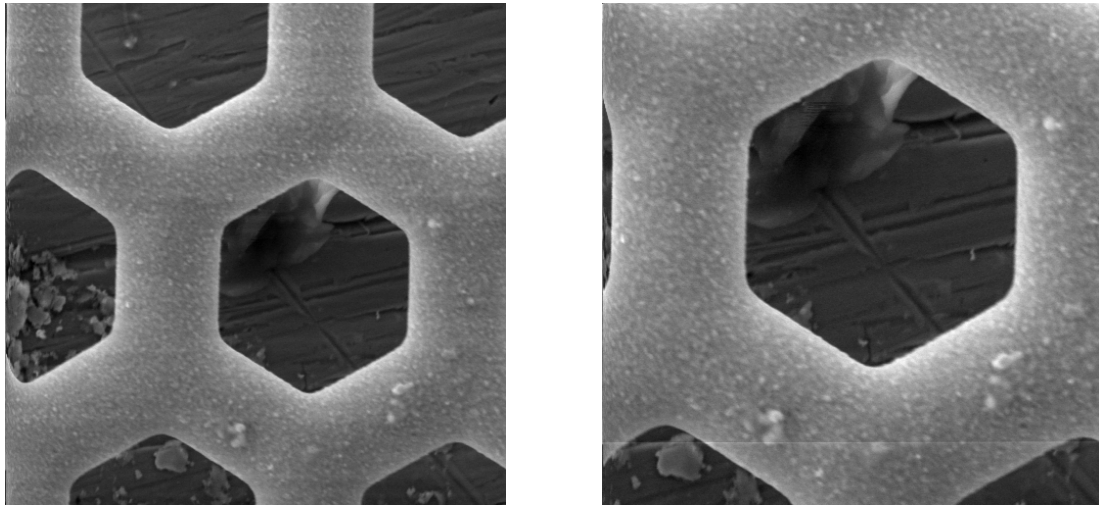
A táblázatban látható adatok segítségével kiszámoltam a kalibrációs faktor értékeit az egyes nagyítások esetére, melyet egyszerűen a kapott értékek átlagának tekintettem. Több mérés esetén lehetőségem volt a statisztikus hiba becslésére is, a kalibrációs faktorok szórásának számításával. Amennyiben ehhez nem volt elegendő mérés, ott a többi nagyítás esetén számolt relatív hibát alkalmaztam. A kalibrációhoz készített képek az oldal alján, valamint a következő oldalon láthatók.

| Nagyítás (x) | Kalibrációs faktor [μm] | Hiba [μm] |
|--------------|--------------------------------------|------------------------|
| 150 | 0.943 | 0.032 |
| 300 | 0.455 | 0.017 |
| 700 | 0.198 | 0.011 |
| 1000 | 0.138 | 0.002 |
| 2000 | 0.068 | 0.002 |

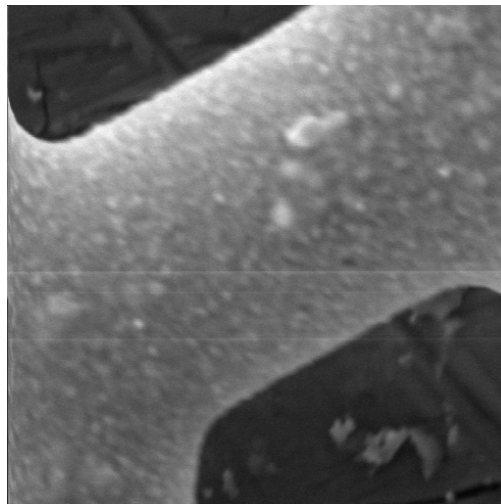
2. táblázat. A számolt kalibrációs faktor értékek



2. ábra. A kalibrációhoz használt képek, melyek a rézrácsról készültek. A bal panelen a 150x-es, a jobb panelen a 300x-os nagyítás mellett készült kalibrációs kép látható.



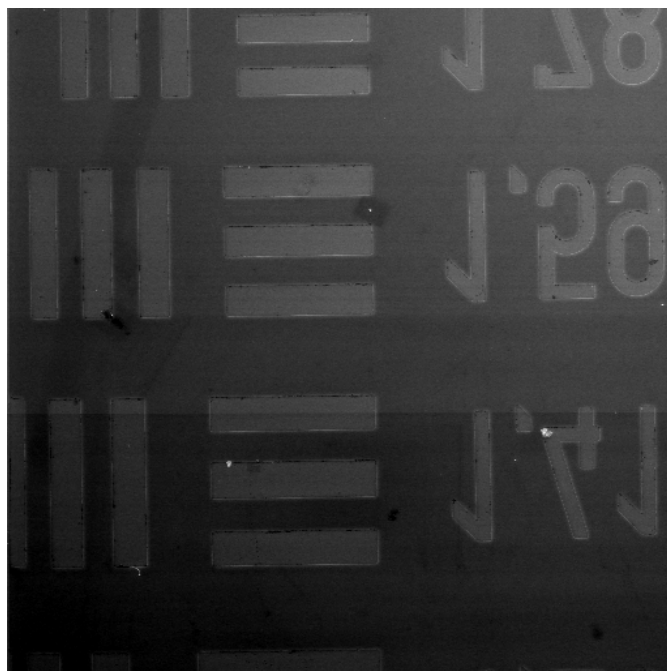
3. ábra. A kalibrációhoz használt képek, melyek a rézrácsról készültek. A bal panelen a 700x-os, a jobb panelen a 1000x-es nagyítás mellett készült kalibrációs kép látható.



4. ábra. A kalibrációhoz használt 2000x-es nagyítás mellett készült kép.

5.2. Szilícium minta mérésének kiértékelése

A szilícium mintán mesterségesen kialakított mintázatok voltak láthatók, melyekre példa a 5. ábrán látható. Feladatunk a mintán látható téglalapok területének megmérése, illetve ezen területek és a hozzájuk tartozó téglalapok mellett látható számok közötti kapcsolat elemzése volt. A nagyítás, a látható, valamint a kalibrációs faktorok segítségével számolt terület, valamint a téglalapok mellett látható számok a 3. táblázatban láthatók.



5. ábra. Példa a szilícium mintán látható mintázatra

| Sorszám | Nagyítás (x) | 1.terület (px) | 2. terület (px) | 3. terület (px) | Átlagos terület | Hiba |
|---------|--------------|----------------|-----------------|-----------------|-----------------|--------|
| 1.78 | 300 | 17945.00 | 18141.47 | 17784.72 | 17957.06 | 145.89 |
| 1.59 | 300 | 22450.00 | 22322.55 | 23052.14 | 22608.23 | 318.17 |
| 1.41 | 300 | 28589.53 | 30467.98 | 28730.51 | 29262.67 | 854.22 |
| 1.26 | 300 | 34608.34 | 34682.60 | 35276.25 | 34855.73 | 298.89 |
| 1.12 | 200 | 20610.00 | 20289.62 | 20229.00 | 20376.21 | 167.16 |

3. táblázat. A szilícium minta képeiről leolvasott és számolt értékek

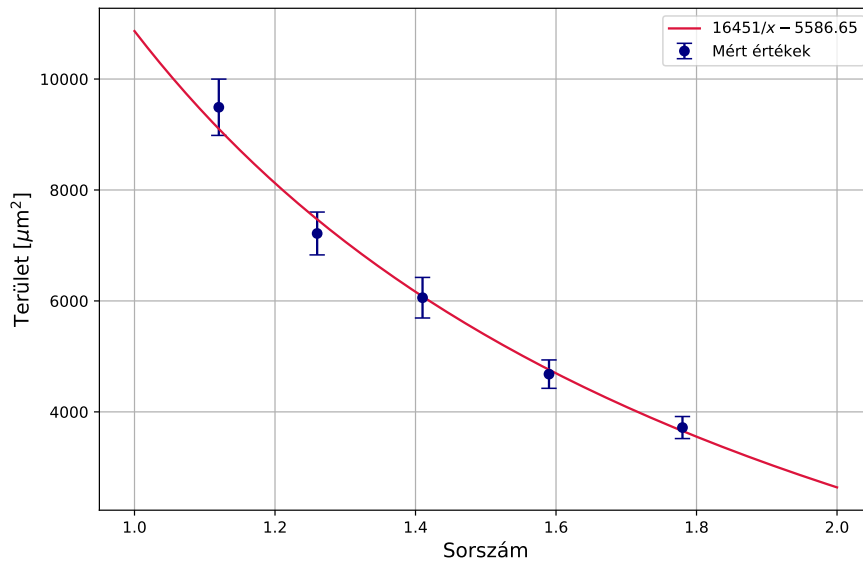
A fent táblázatban összefoglalt értékeket át kellett váltani valós fizikai méreteké, melyet a kalibrációs faktorokkal tehettem meg. Minden átlagos értéket, valamint a hibákat megszoroztam a megfelelő kalibrációs faktorok négyzetével (mivel terület mennyiségekről van szó), majd a kapott értékeket a 4. táblázatban foglaltam össze. A táblázatban látható hibákat a kalibrációs faktor hibájának és a területmérés statisztikus hibájából hibaterjedéssel számoltam.

| Sorszám | Terület [μm^2] | Hiba [μm^2] |
|---------|-----------------------------|--------------------------|
| 1.78 | 3717.56 | 198.74 |
| 1.59 | 4680.47 | 255.93 |
| 1.41 | 6058.10 | 365.70 |
| 1.26 | 7216.01 | 386.27 |
| 1.12 | 9491.37 | 507.52 |

4. táblázat. A számolt területértékek

Mivel a területek a sorszámok növekedésével csökkentek, valamint mivel látszólag nem lineáris csökkenésről volt szó, ezért a sorszámokkal fordítottan arányos függést tételeztem fel. Ennek fényben az illesztett függvény $f(x) = \frac{a}{x} + b$ alakú volt. Az illesztés a 6. ábrán látható. A kapott illesztési paraméterek:

$$\begin{aligned} a &= 16451.05 \pm 825.13 \mu\text{m}^2 \\ b &= -5586.64 \pm 539.88 \mu\text{m}^2 \end{aligned} \quad (1)$$

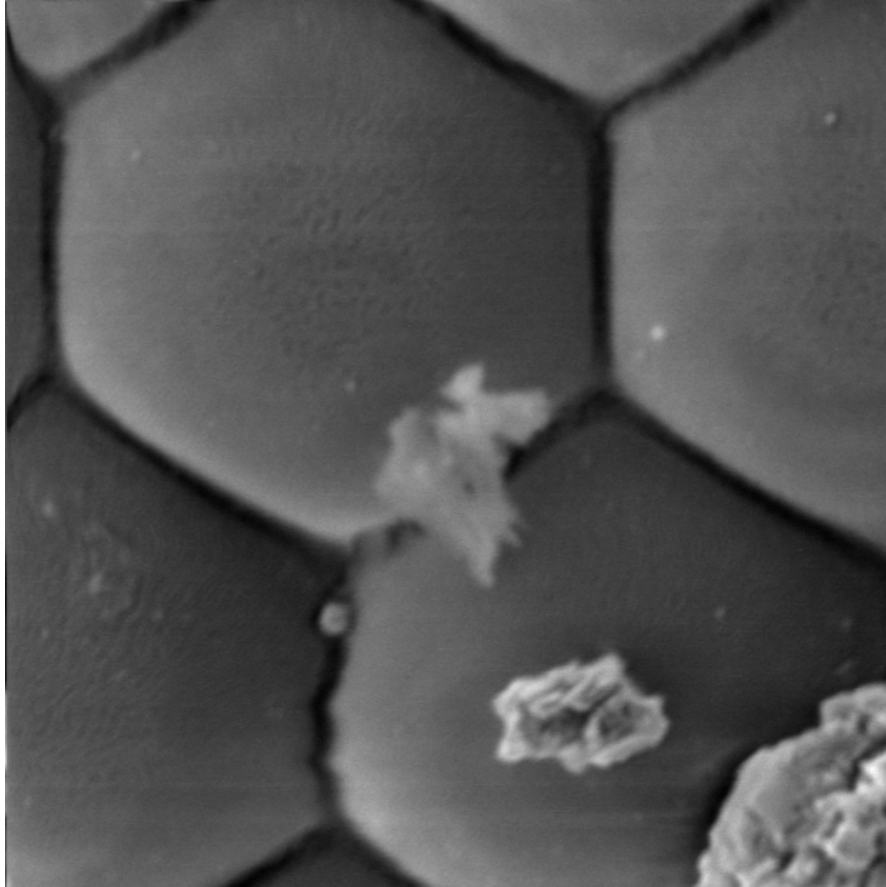


6. ábra. A mért értékek illesztésével kapott ábra

A fenti ábrán látható, hogy az illesztés hibán belül leírta a megfigyelt változást, vagyis a szilícium mintán látott téglalapok területe és a mellettük látható sorszámok közötti összefüggés fordított arányosság volt.

6. Légy szemének vizsgálata

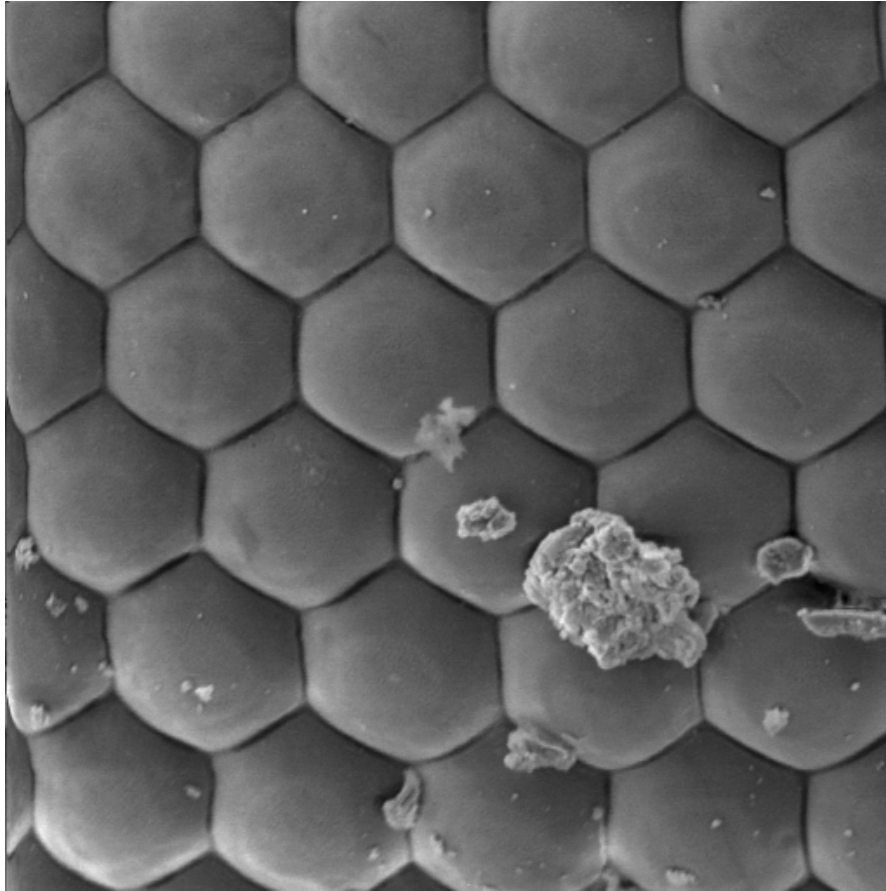
A mérés során az utolsó feladatként az aranyozott légy szemének vizsgálatát végeztük el különböző nagyításokon. Elsőként 2000x-es nagyításon készítettünk egy képet, mely segítségével aztán meghatároztuk a légy szemén látható cellák átmérőjének nagyságát. A méréshez készült kép a 7. ábrán látható.



7. ábra. A légy szeméről készült 2000x-es nagyítású kép

A cella átmérőjének meghatározásához leolvastam két szemközti csúcs pixel koordinátáit, majd kiszámoltam a fizikai méreteket a kalibrációs egyenes segítségével. A kapott cellaátmérő $(23.963 \pm 0.705) \mu\text{m}$. A kapott képről emellett a cellák oldalhosszait is meg tudtuk határozni, ehhez csupán a szomszédos csúcsok képen vett távolságát kellett megmérni. A kalibrációs paraméter segítségével kapott átlagos cella oldalhossz: $(11.673 \pm 0.642) \mu\text{m}$.

Kisebbségi nagyítás alkalmazása esetén az egyes cellák középpontjai közötti távolságot is megbecsülhetjük. Ehhez lecsökkentettük a nagyítást 700x-ra, majd a 8. ábrán látható képet készítettük.



8. ábra. A légy szemének 700x-os nagyításon készült képe

A kapott képen kiválasztottam egy cellát, majd a szomszédos hat másik cella középpontjától vett távolságát meghatározva megkaptam a lény szemének rácsparaméterét. A kapott rácsparaméter: $(21.764 \pm 1.209) \mu\text{m}$. Ez az érték közel azonos a cella átmérőjének hosszával, vagyis várákosainknak megfelel.

7. Diskusszó

Mérésünk során megismerkedtünk a pásztázó elektronmikroszkópia alapjaival, valamint több mintáról készített képet is kiértékelünk.

Hivatkozások

[1] *Kiadott jegyzet:*

<http://metal.elte.hu/oktatas/alkfizlab/meresleirasok/SEM3.pdf>