

FEI Quanta 3D

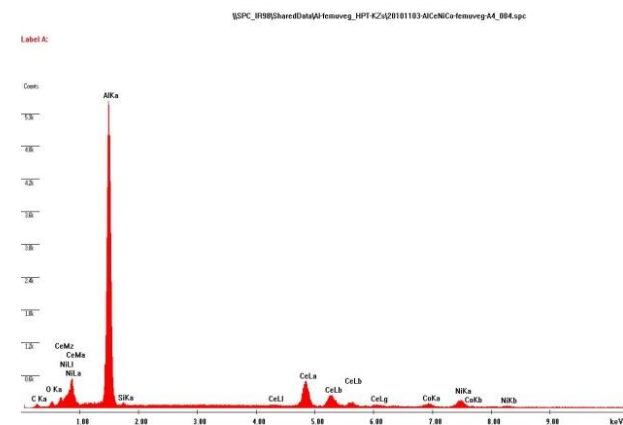
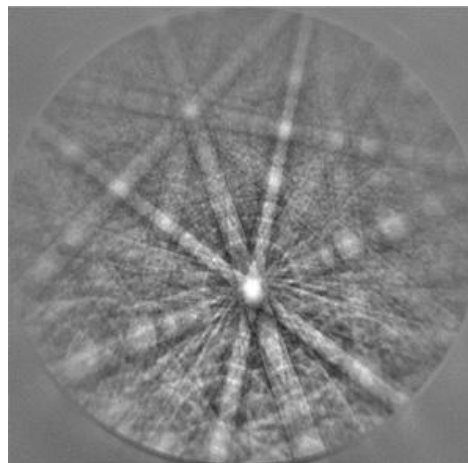
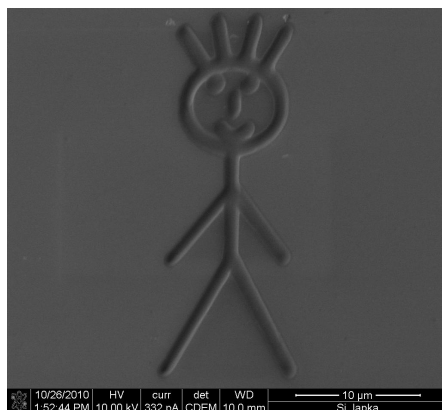
Nanoszerkezetek vizsgálatára alkalmas kétsugaras pásztázó elektronmikroszkóp az ELTE TTK-n

*Havancsák Károly, Dankházi Zoltán,
Varga Gábor, Ratter Kitti*

ELTE TTK Anyagfizikai Tanszék

*ELFT Anyagtudományi és Diffrakciós Szakcsoportok Őszi Iskolája
Visehrad 2011. október 5.-7.*

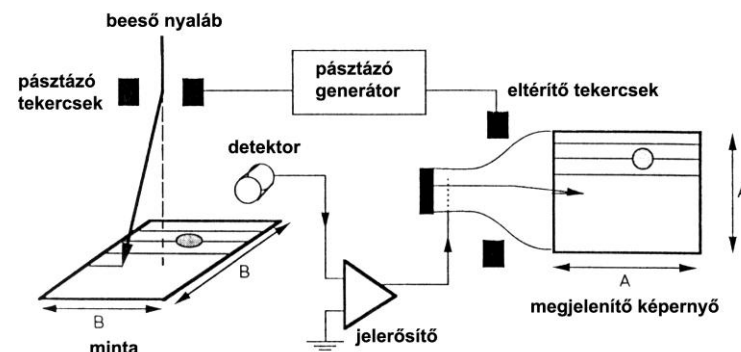
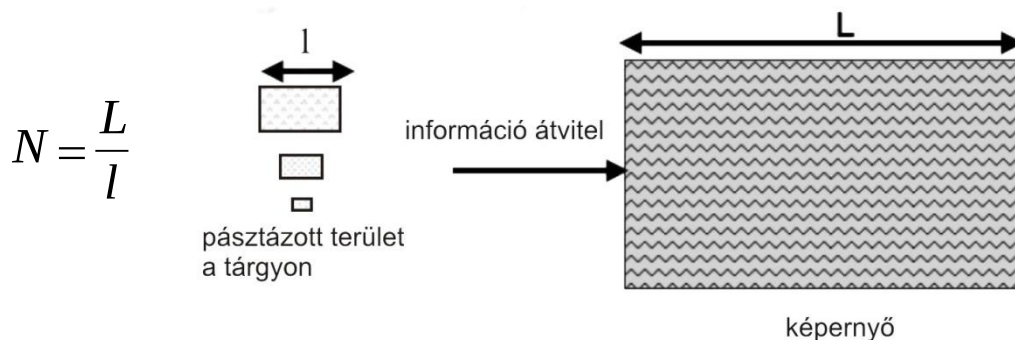
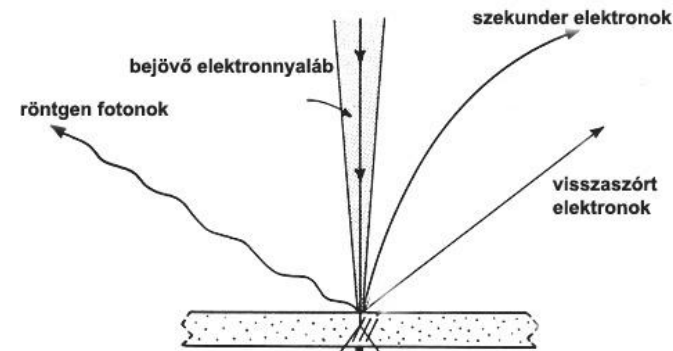
- Pásztázó elektronmikroszkóp működése
- Elektronnal indukált röntgen spektroszkópia
- Visszaszórt elektron diffrakció
- Fókuszált ionsugaras megmunkálás



Pásztázó elektronmikroszkóp



- Pásztázás elve (Max Knoll, 1935); **soros képalkotás**
→ nem érvényes a felbontás Abbe-feltétele
- Minta vastag, nem hatol át rajta az elektronnyaláb
→ a **minta nyaláb felőli oldalán** kiváltott termékeket detektáljuk (általában)
- Fókuszált nyaláb pásztázza a mintát, a kiváltott termékek **intenzitását detektáljuk**, ez a jel modulálja a képernyő pixelének fényességét
- **Nagyítást** egyszerű geometriai viszonyok határozzák meg



Pásztázó elektronmikroszkóp

Schottky-forrás

Mágneses lencsék

Pásztázó tekercsek

Detektorok (SED, BSED, EDX)

Vezető minták esetén

Szigetelő minták esetén

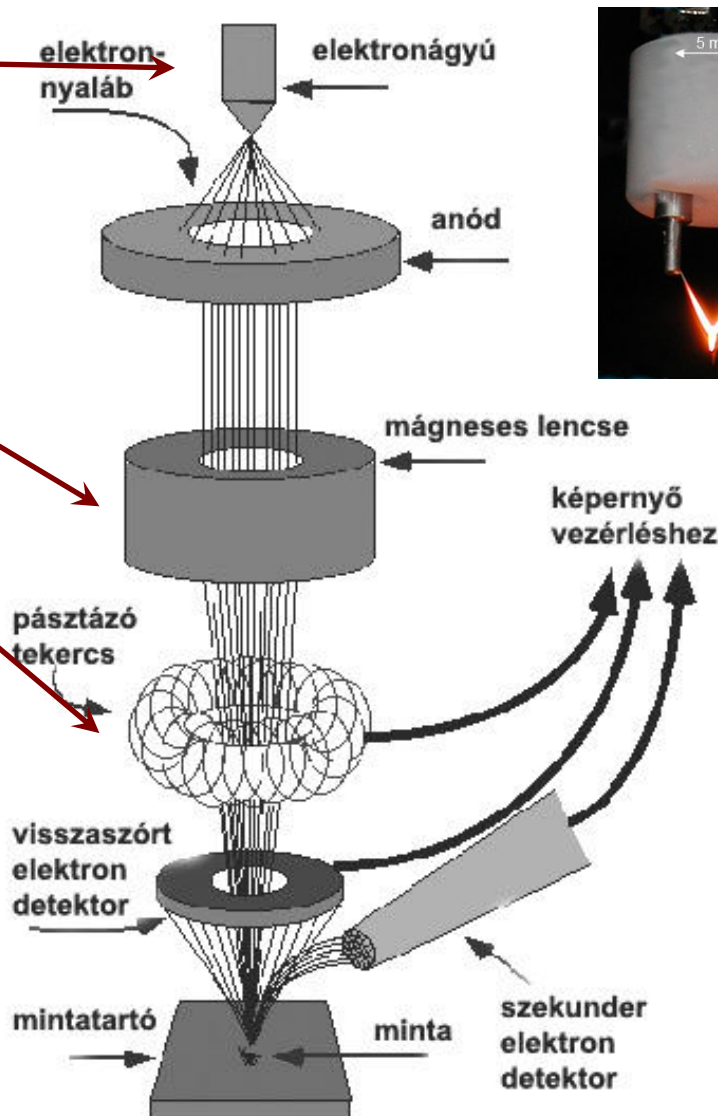
Biológiai minták esetén

10^{-7} Pa

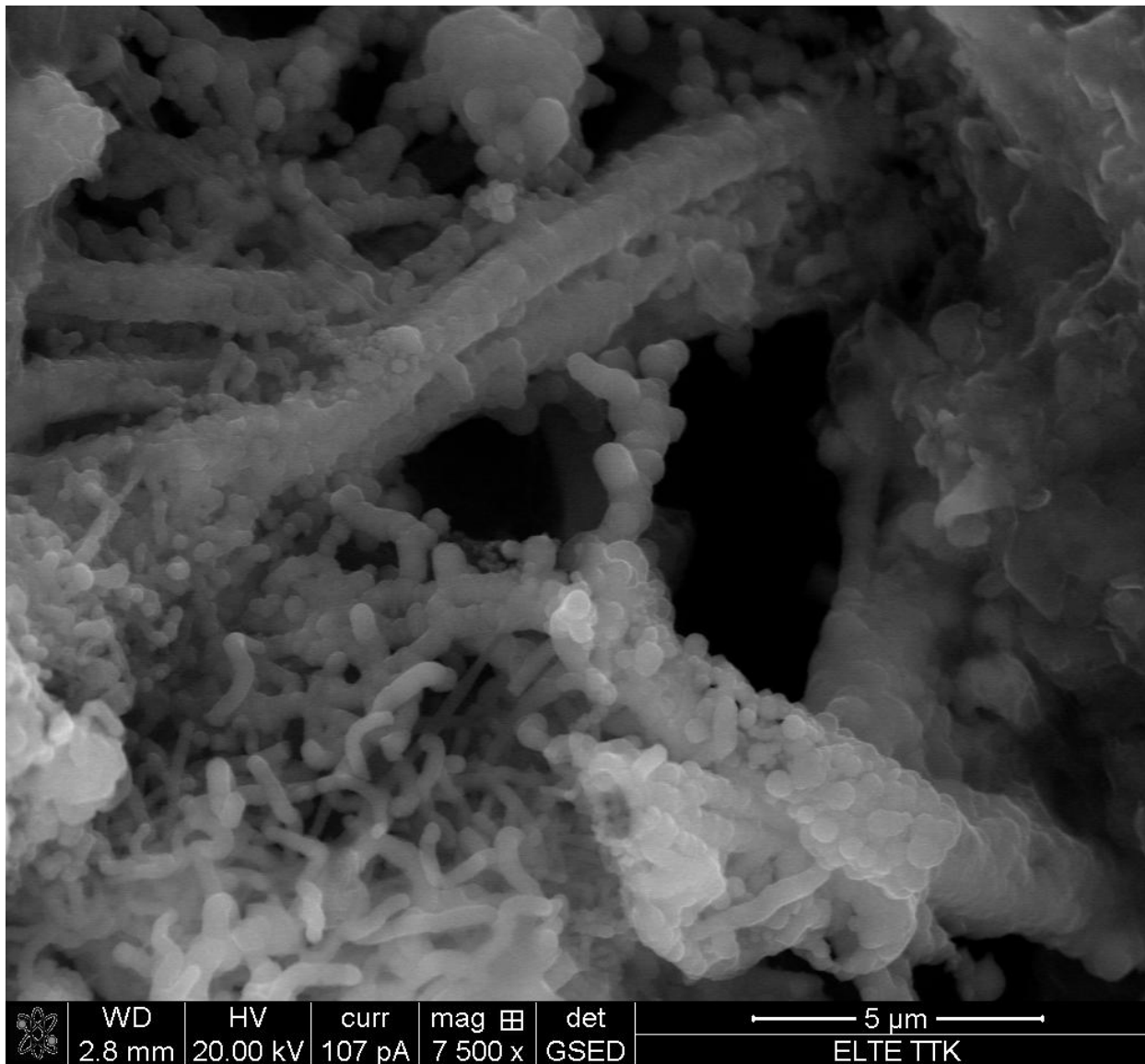
10^{-3} Pa

(10^{-13} - 10^{-10}) Pa

(10^{-10} - 10^{-4}) Pa



Pásztázó elektronmikroszkóp



Páztázó elektronmikroszkóp

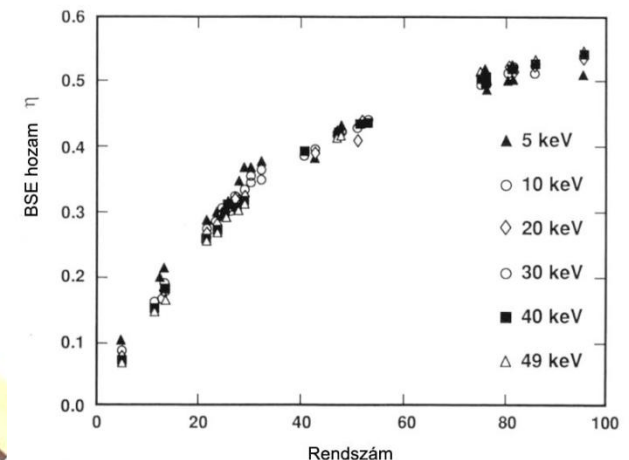
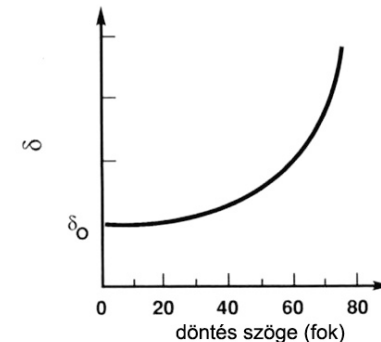
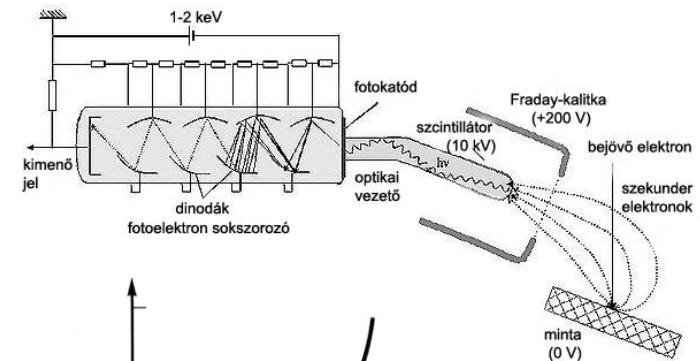
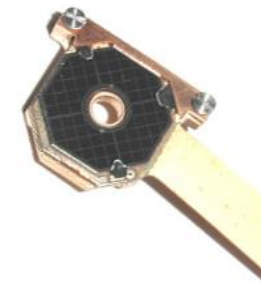


Szekunder elektronok

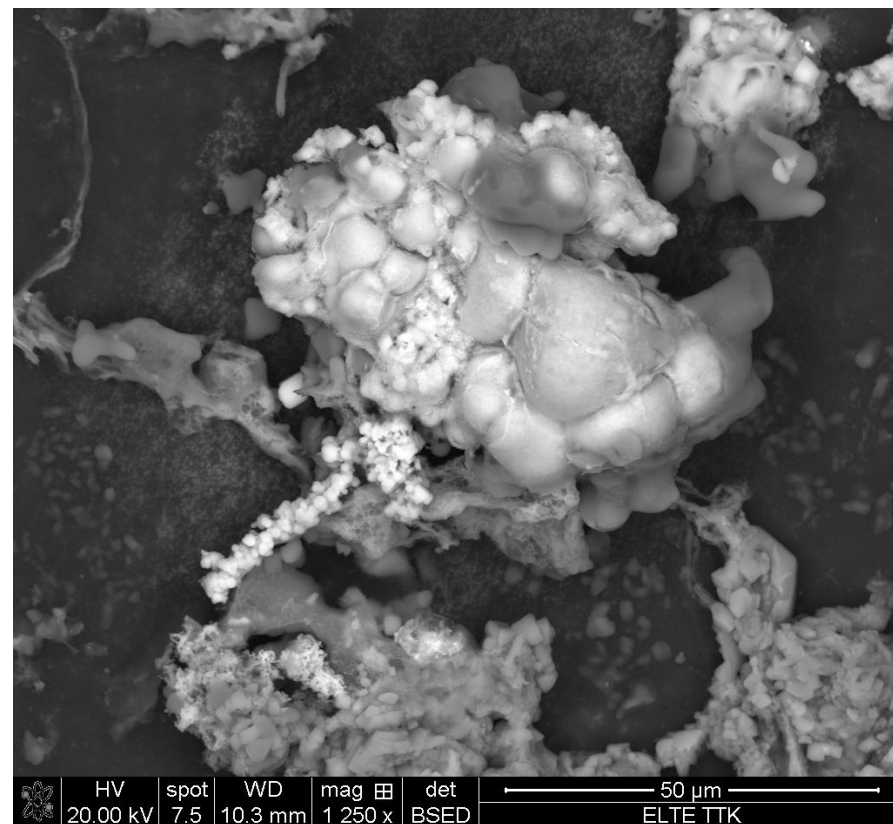
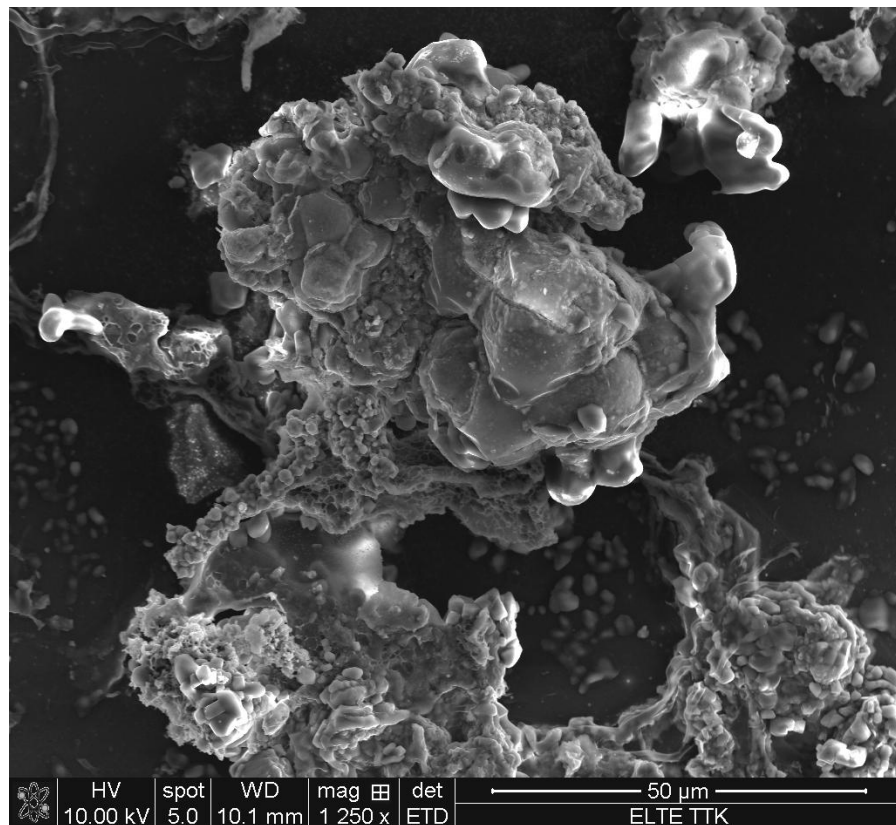
- **Mintában** gyengén kötött elektronok - felület közeléből
→ legnagyobb felbontás $\sim 1 \text{ nm}$
- Kicsi energia (5 eV-10 eV)
- Everhard-Thornley detektor
- Felület **domborzatáról** hordoz információt (hozam $\sim \sec\theta$)

Visszaszórt elektronok

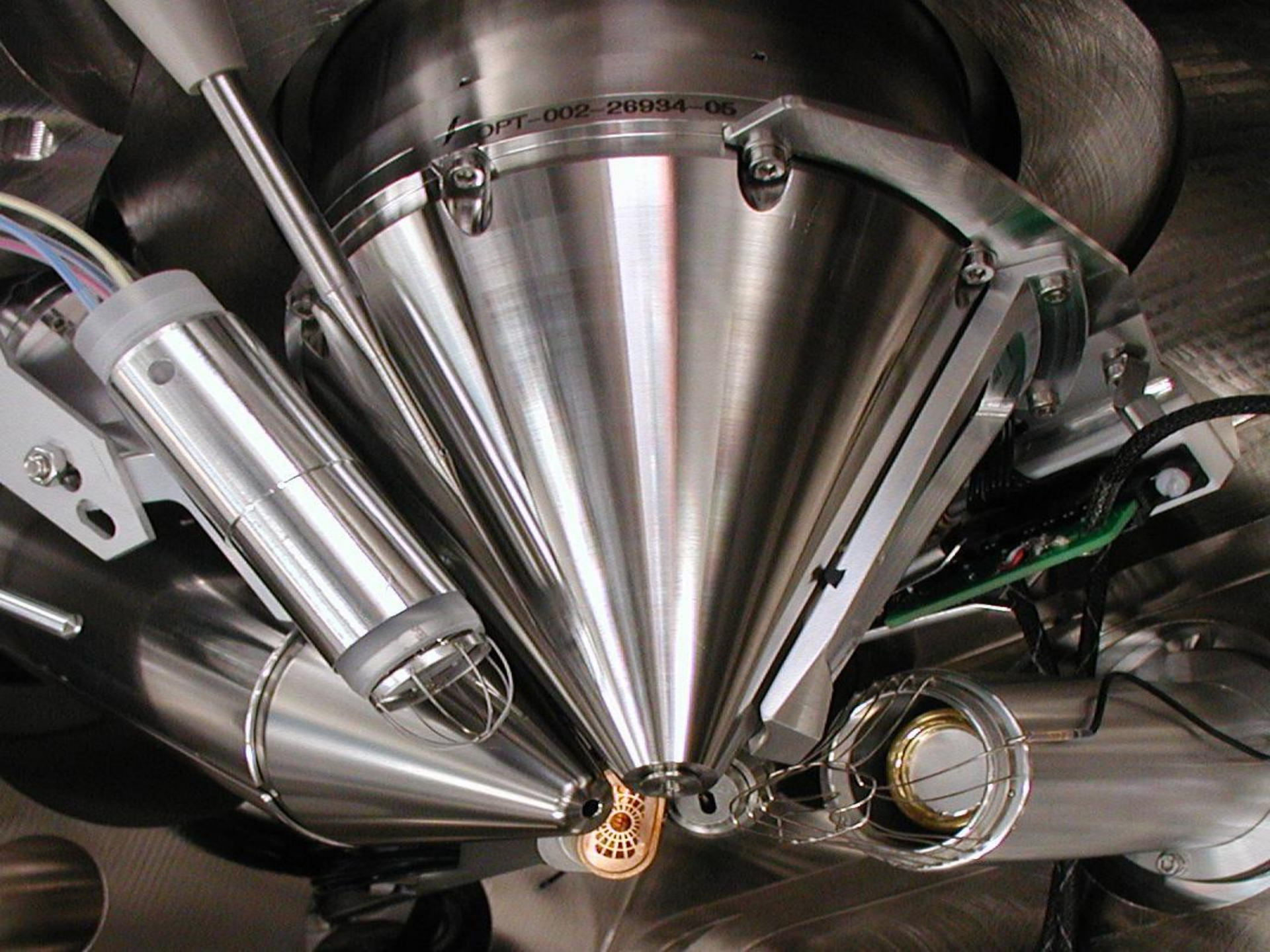
- **Nyalábból** visszaszórt elektronok, nagy energia
→ mélyebbről is hoz információt
→ kicsit rosszabb felbontás $\sim 1,5 \text{ nm}$
- 4 szegmensű félvezető detektor a nyaláb körül
- **Rendszám** kontrasztos kép



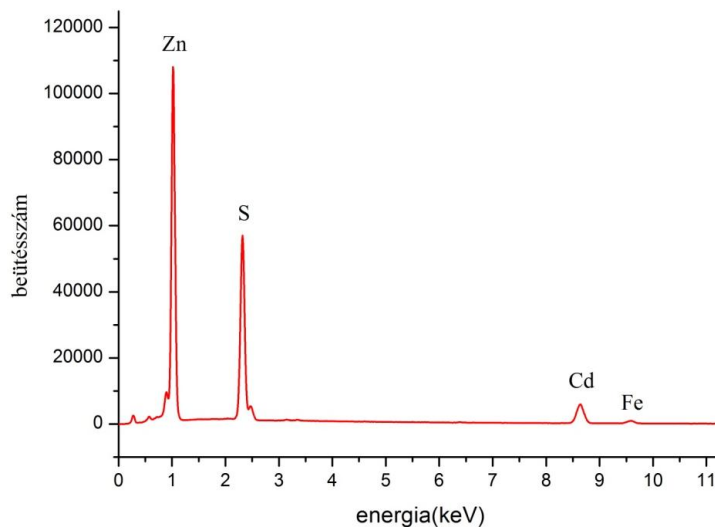
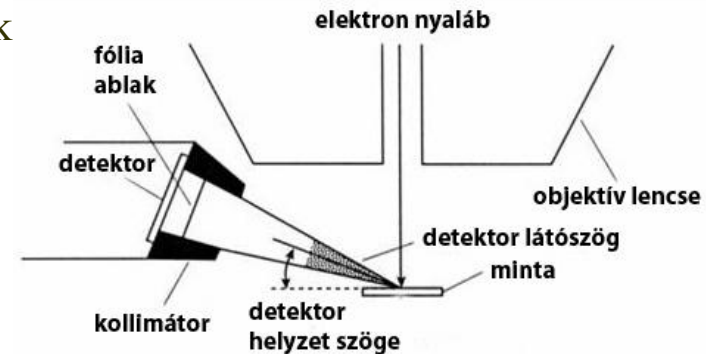
Pásztázó elektronmikroszkóp



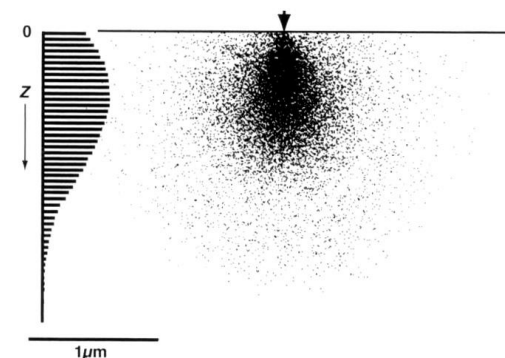
Ugyanannak a tartománynak a **ETD** és a **BSED** képe (barlangi víz üledéke)



- Nyaláb belső héjról elektront lök ki , elektronhiány betöltődik
→ **karakterisztikus röntgensugárzás** keletkezik
- Mérendő átmenetnél ~1.6-szor nagyobb nyaláb energiát kell választani
- Nagy a gerjesztett térfogat (~ μm)
- Röntgenfotonok **energiájának mérése**
→ sokcsatornás analizátor → **spektrum**



Szfalerit ((Zn,Fe)S) ásvány spektruma



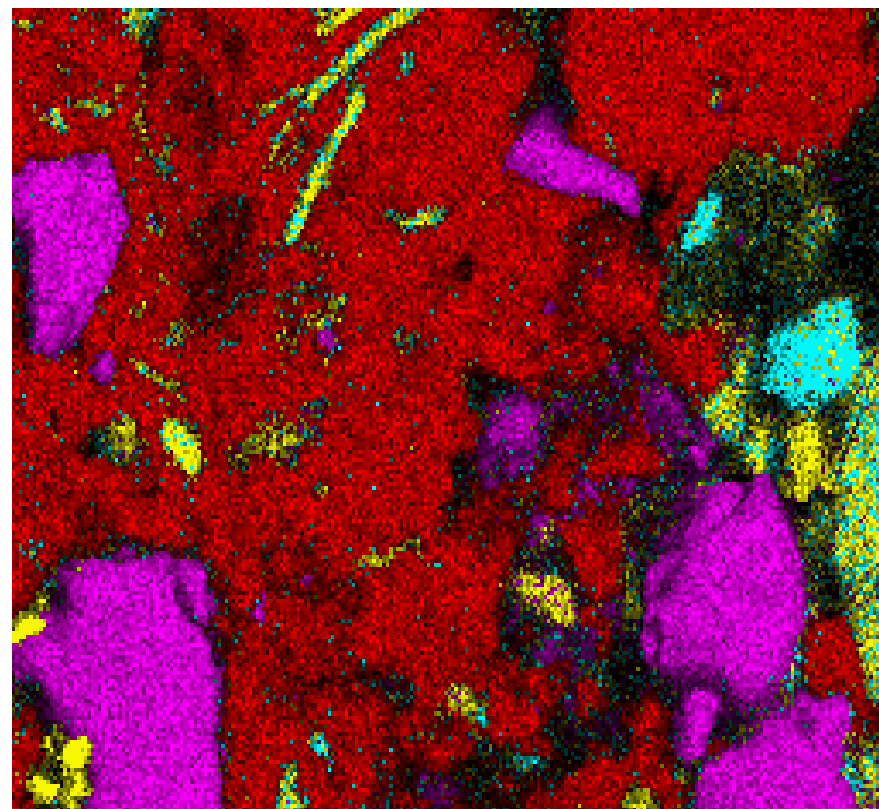
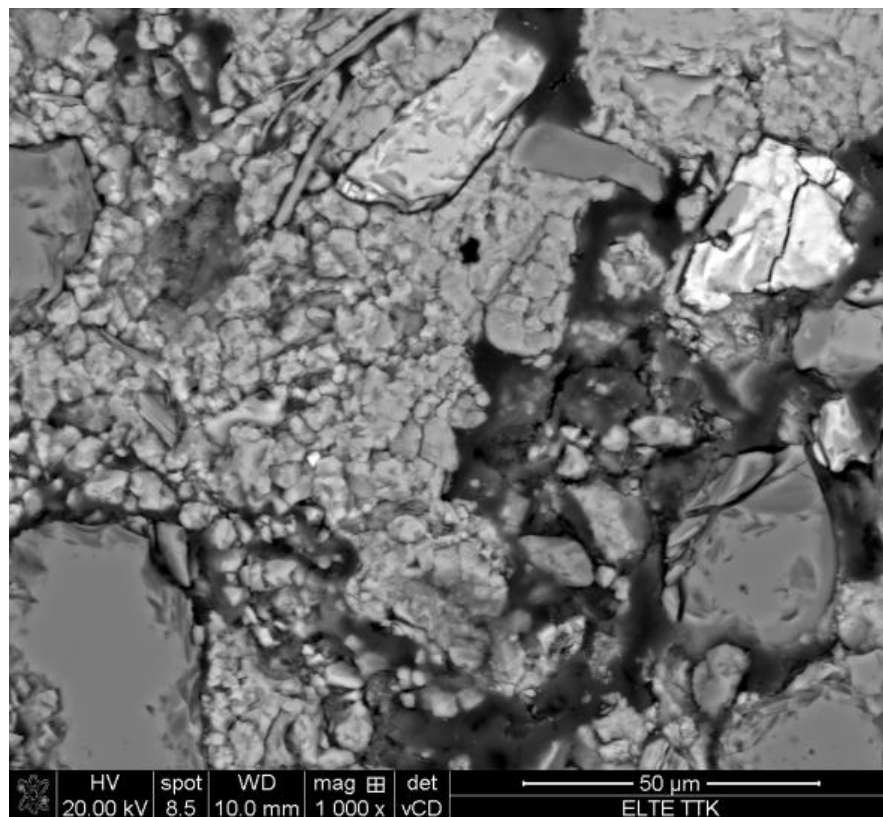
Szilícium Drift Detektor

- Nagytisztaságú Si kristály
- Elektron-lyuk pár keltési energia ~ 3.7 eV
→ 5.899keV Mn $K\alpha$ –ra 1600 töltéspár
- Kis méretű anód → kicsi kapacitás, gyors impulzus lefutás
- Rövid holtidő, szoftveresen állítható
- Magas beütésszám $\sim 800\ 000$ cps
- 4 mm² detektorfelület 40 mm-re a mintától → nagy térszög
→ képkészítésre optimalizált beállításokkal is lehet elemezni
- **Nincs Li benne!**
- **Szobahőmérsékleten** tárolható, üzemeltethető
- Zajcsökkentés céljából -55°C-ra hűtés Peltier elemmel



Elemtérkép készítése

Al, Fe, Ca, Si, K



Ugyanannak a tartománynak a **BSED** képe és **elemtérképe** (gyökérkövület)

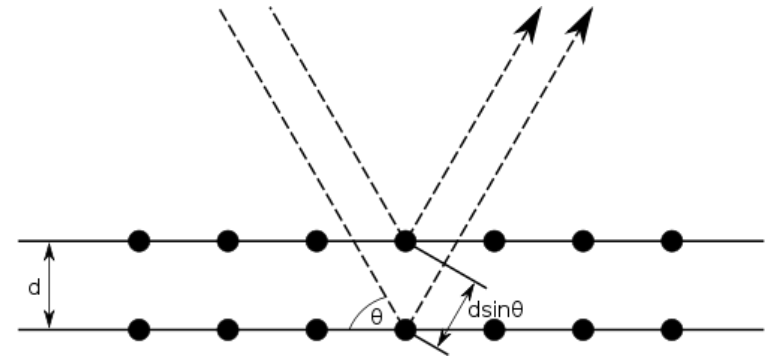
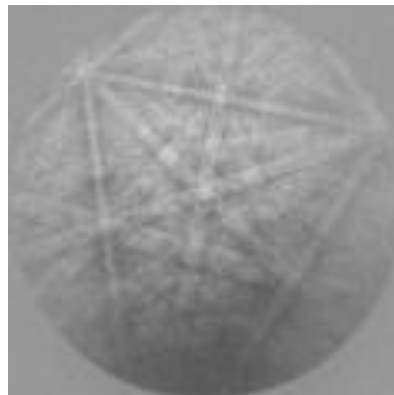
Visszaszórt elektron diffrakció EBSD



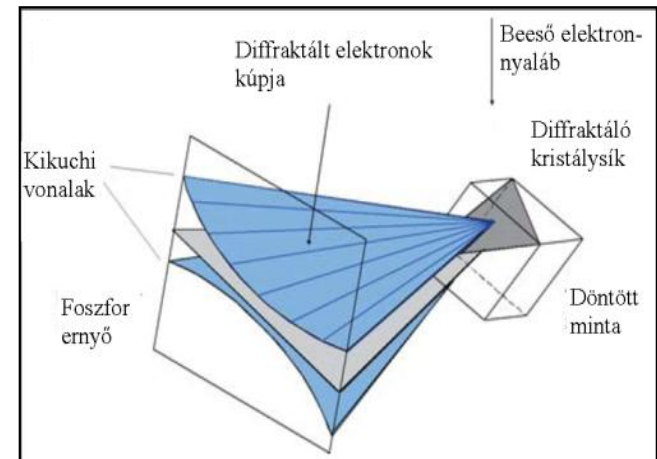
- Visszaszórt elektronok hozzák létre a **diffrakciós mintázatot** (EBSP)
- **többszörös szórás** is figyelembe kell venni az intenzitásviszonyok megértéséhez
DE! geometriai viszonyok magyarázhatóak **Bragg-reflexióval**

Bragg-szórás síksereg elektronjain

- Bragg-törvénynek megfelelő irányban kúppár
- Kúpok sugarához képest kicsi ernyő
→ a metszetük egyenes
- **Kikuchi-sávok**



$$n\lambda = 2d \sin \Theta$$

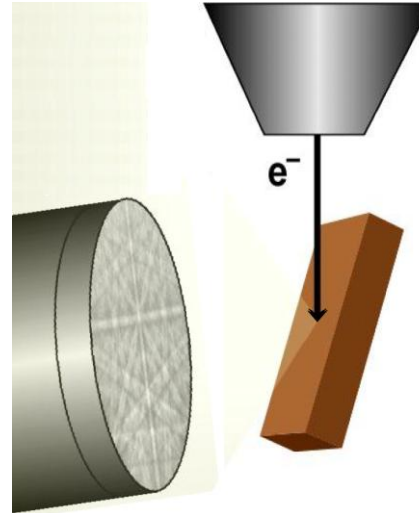


Visszaszórt elektron diffrakció EBSD



Geometriai elrendezés

- Meredeken döntött minta (70°)
- -7° -ban döntött kamera
- Optimális visszaszórt elektron hozam
- Munkatávolság: (5-15) mm
- Kamera távolsága a mintától: (30-150) mm



Kamera

- Hikari-kamera
- Vákuum oldalon foszfor ernyő
- Leképező optika
- CCD kamera

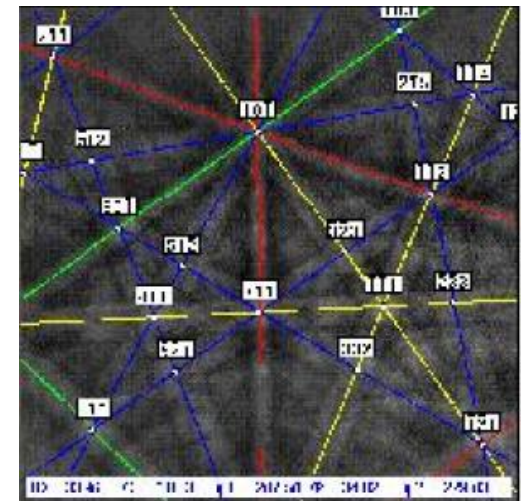
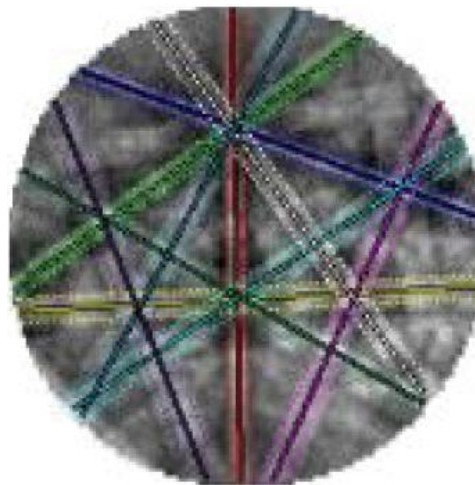
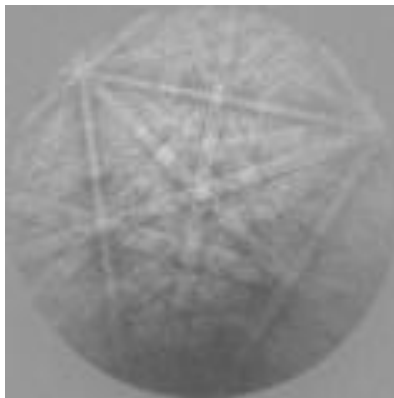


Visszaszórt elektron diffrakció EBSD



Szoftver OIM 5.2

- Mikroszkóp vezérese + EBSP-k begyűjtése + indexelés
- Sávok keresése: (Hough-transzformáció)
- Indexelés: összehasonlítás kristálytani adatokból számolt EBSP-vel
- 450 pps (indexed pattern per second)

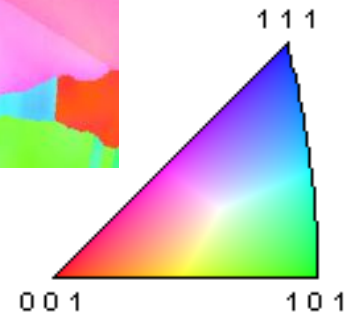
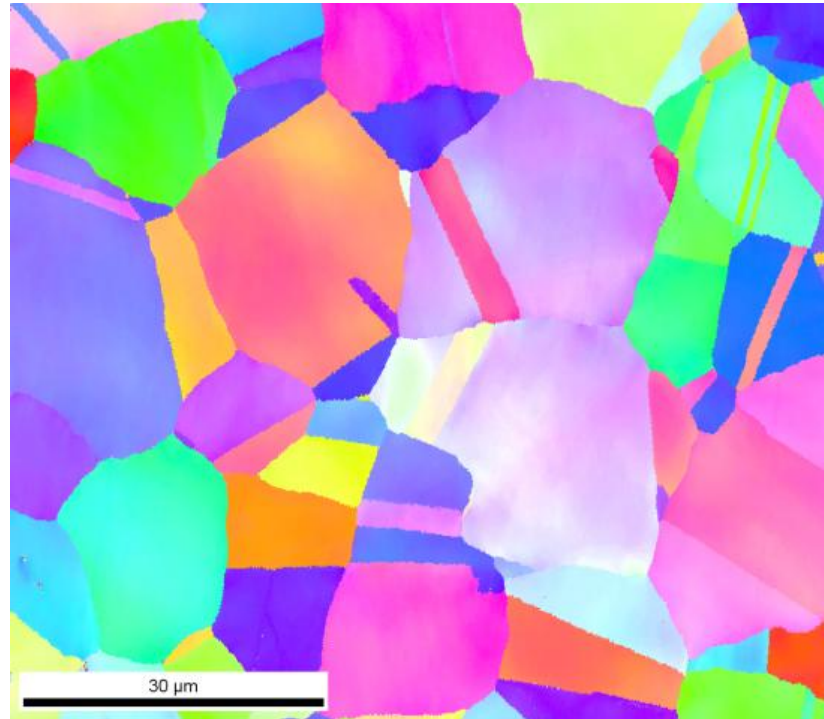
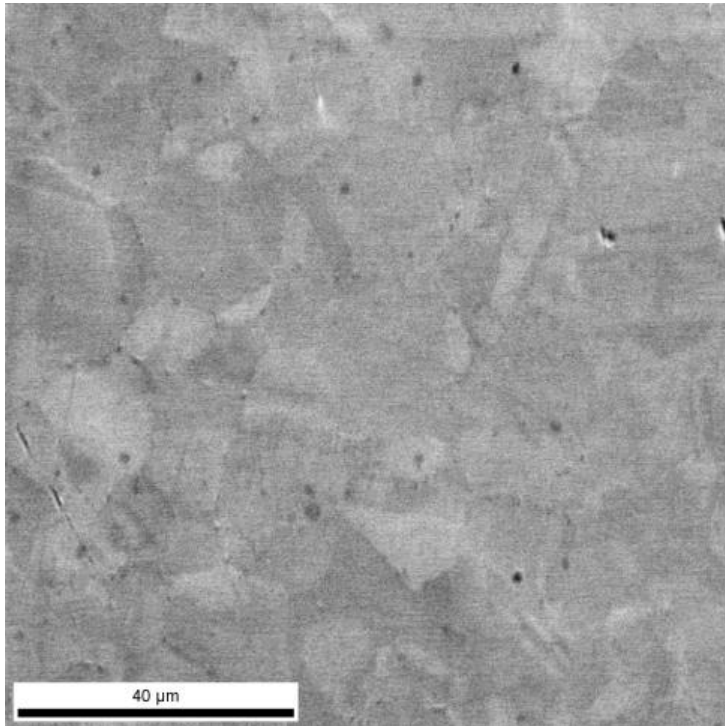


Visszaszórt elektron diffrakció EBSD



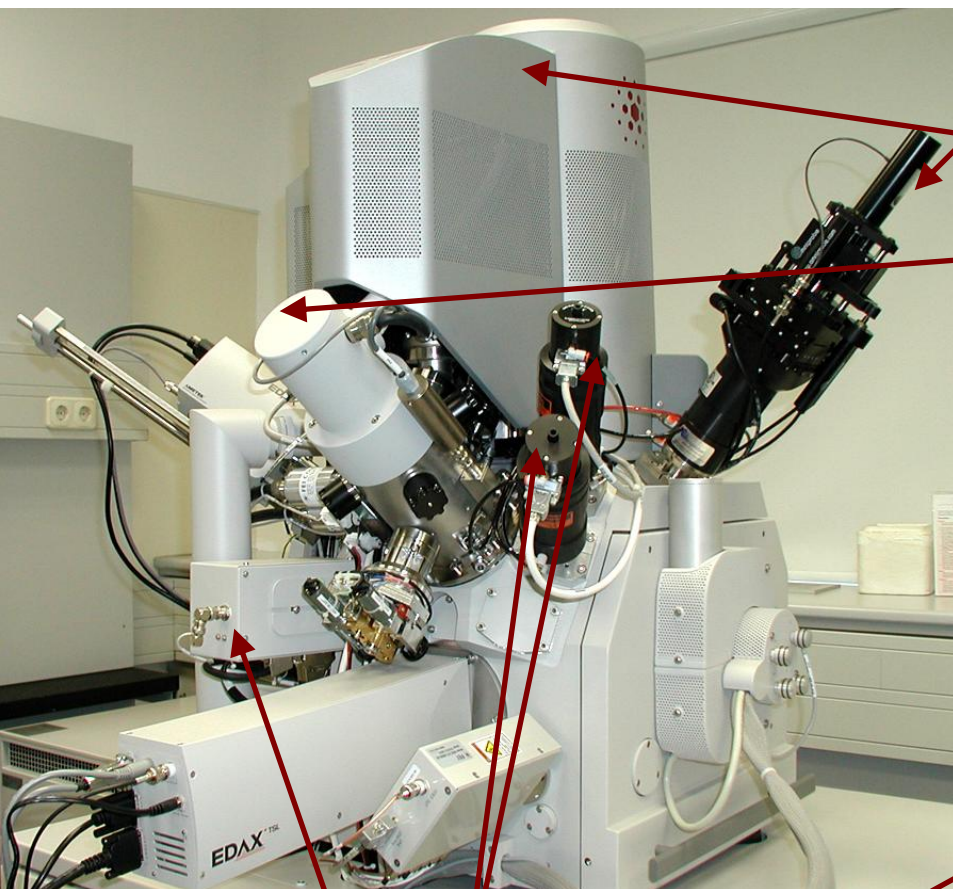
Orientation Map

- Kijelölt területről EBSP-k felvétele, indexelése
- Orientáció ábrázolása – inverz pólus ábra



FIB = Focused Ion Beam (Fókuszált ionnyaláb)

Miből áll egy SEM/FIB berendezés?



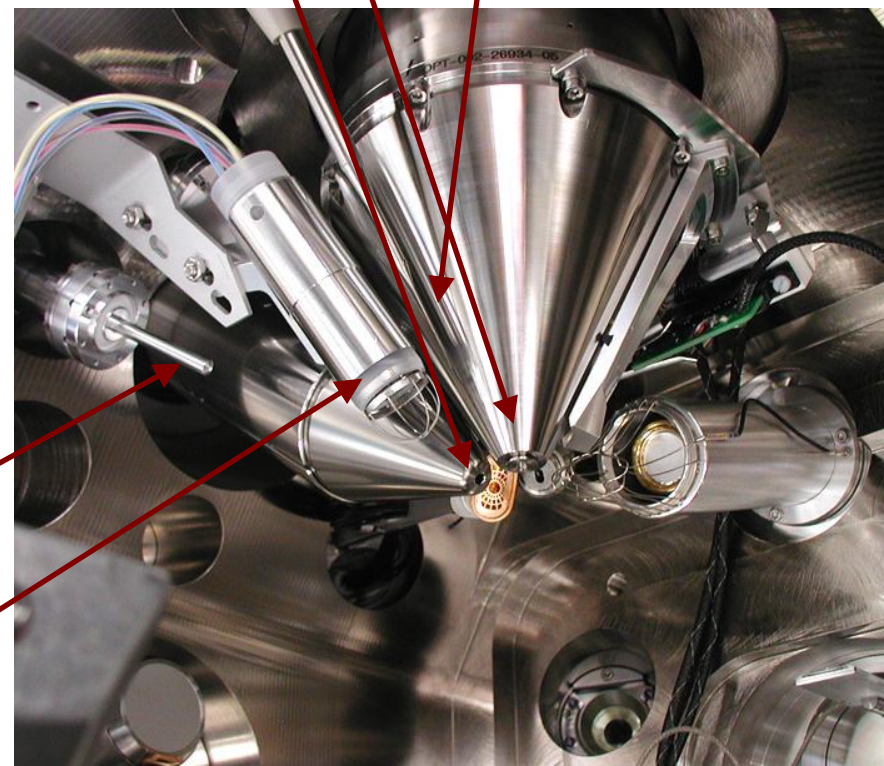
Omniprobe nanomanipulátor

elektron oszlop

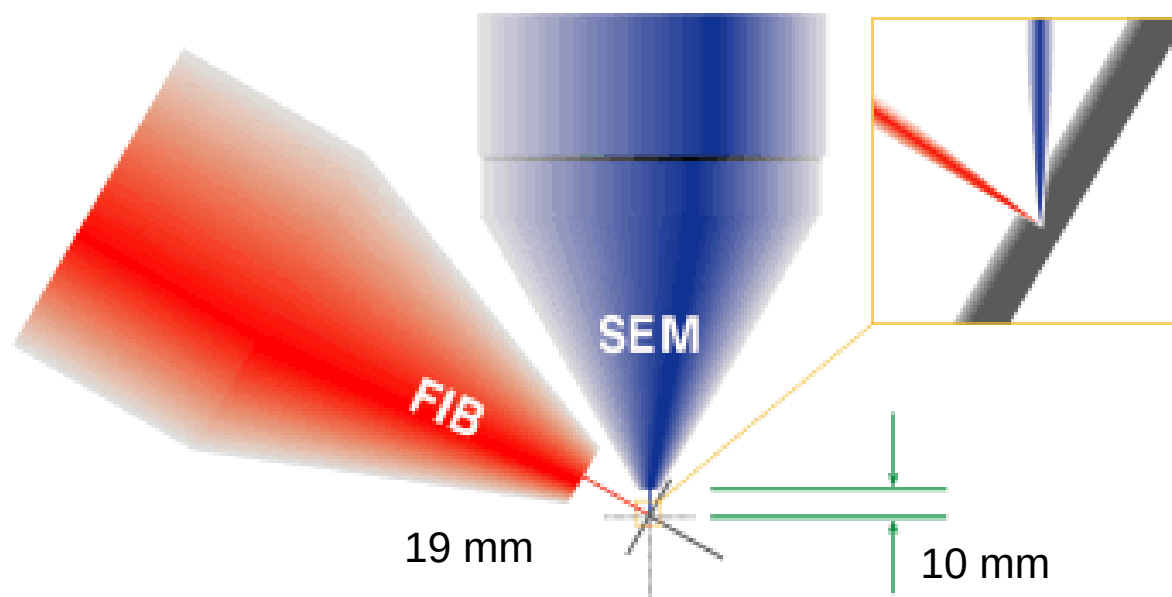
ion oszlop

gáz injektorok

detektor – CDEM (SE, SI)



Dual-Beam System – Kétsugaras mikroszkóp



Elektron nyaláb – függőlegesen
ionnyaláb – 52° -ot zár be a
függőlegessel



Hogy a FIB
merőlegesen lássa a
mintát, **dönteni kell**
azt 52° -kal

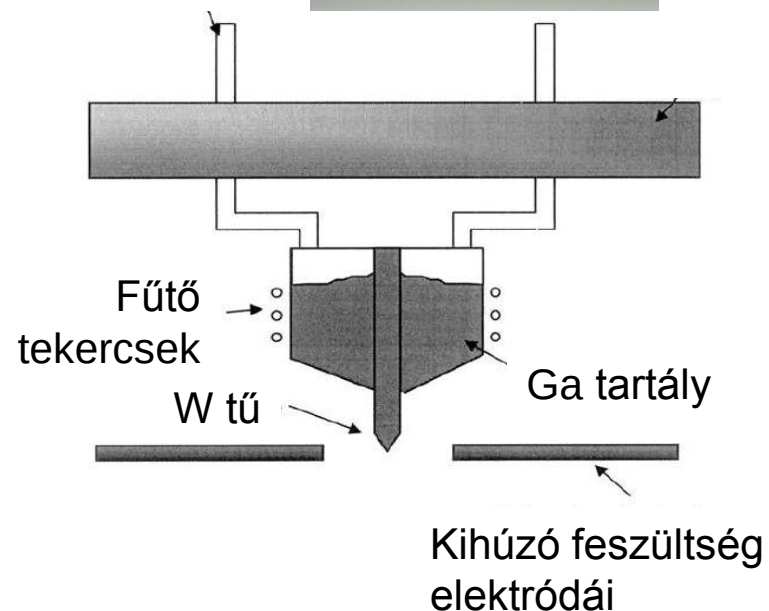


Két nyaláb koincidenciája

LMIS = Liquid Metal Ion Source (Folyékony fémion forrás)

Leggyakrabban használt fém ion FIB készülékekben: Ga^+

- Ga folyadék megnedvesíti a W tűt
- Kihúzófeszültség ionizálja az atomokat és elindítja a Ga áramot
- Toronyban a gyorsító feszültség: **2-30 kV**
- **A Ga fogy!** Ha már nem tartható fenn a nyaláb újra kell melegíteni, később cserélni a Ga tartályt; átlagos élettartam: **1000 óra**

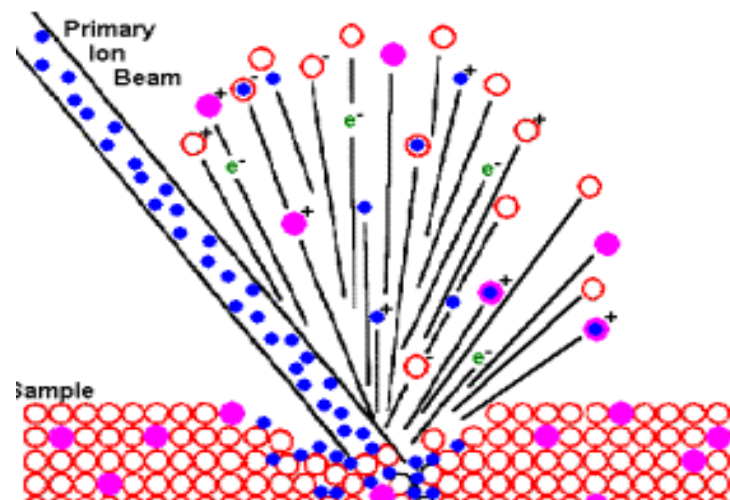


Mit lehet az ionnyalábbal tenni?

Kellően nagy áramú ion nyalábbal a minta anyaga hatékonyan eltávolítható. ($n \cdot 10 \mu\text{m}^3$)

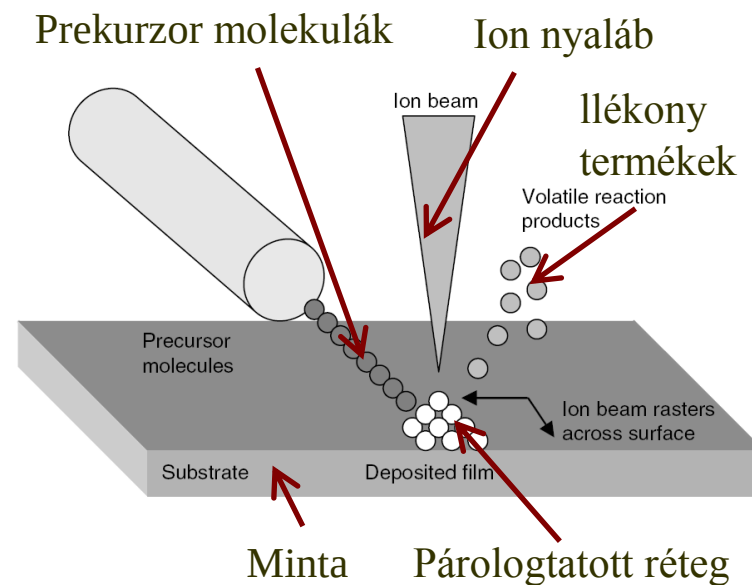
- Képkotás
- Gázkémia
- Keresztmetszeti minták készítése
- TEM minta készítés
- Maratás bitmap maszkkal

Porlasztás ionnyalábbal

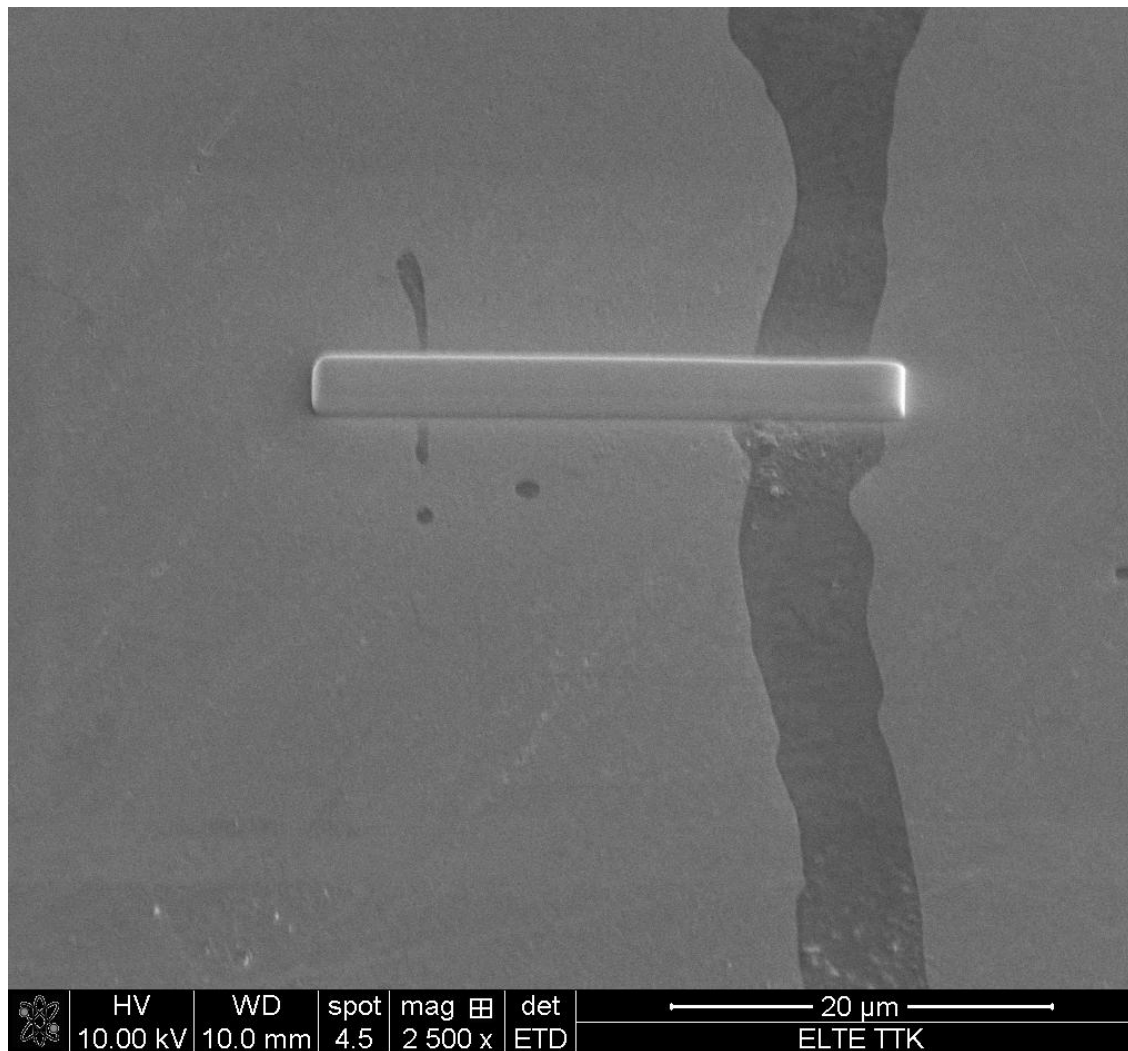


CVD – Chemical Vapour Deposition (Gázkémia)

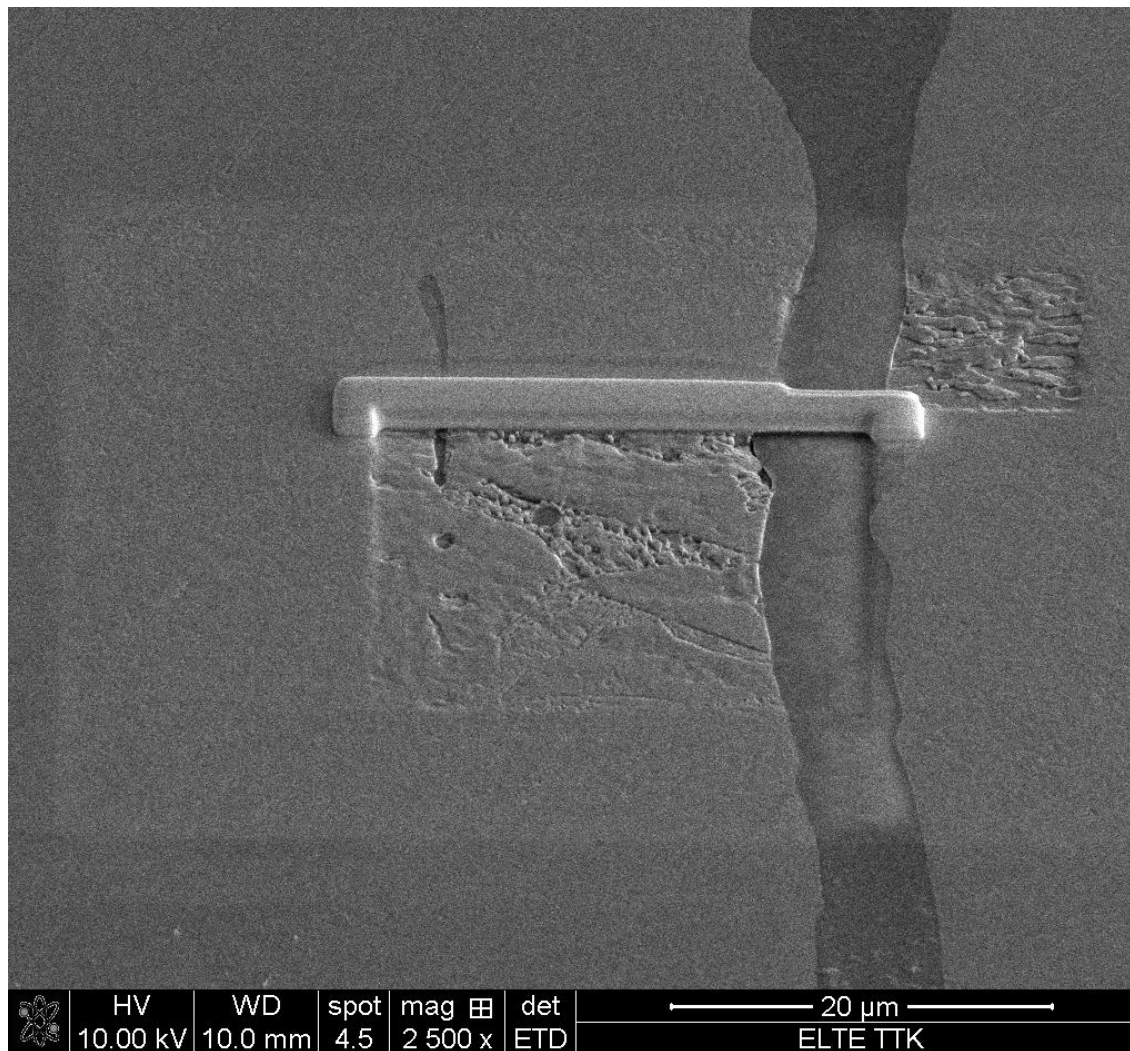
- Különböző anyagokat (szén, szigetelő vegyület, platina) **választhatunk le** a minta felületére mikrométeres mérettartományban.
- Miért jó?
- Nanolitográfia
- **Védi** a mintát az ionnyalábbal történő megmunkálás során (pontosabb vonalak)
- Hogy működik?
- Egy tű megközelíti a mintát (50-200 μm)
- **Prekurzor gázt** juttat a felületre
- Az ion nyaláb pásztázza a felületet, hatására a prekurzor gáz **elbomlik** illékony molekulákra és a minta felületére szánt anyagra
- A leválasztott anyag a felületen marad



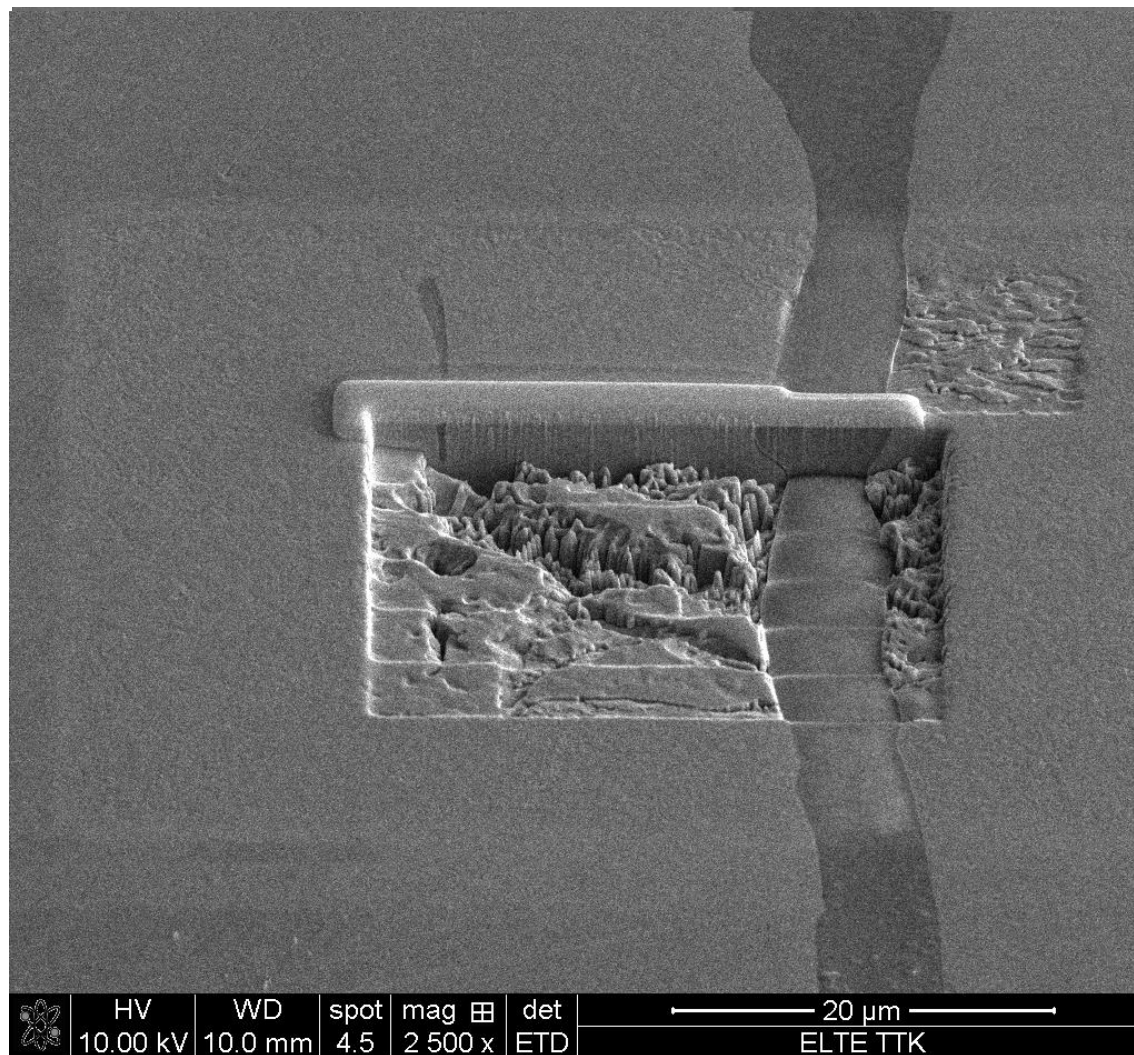
Keresztmetszeti nézet készítése



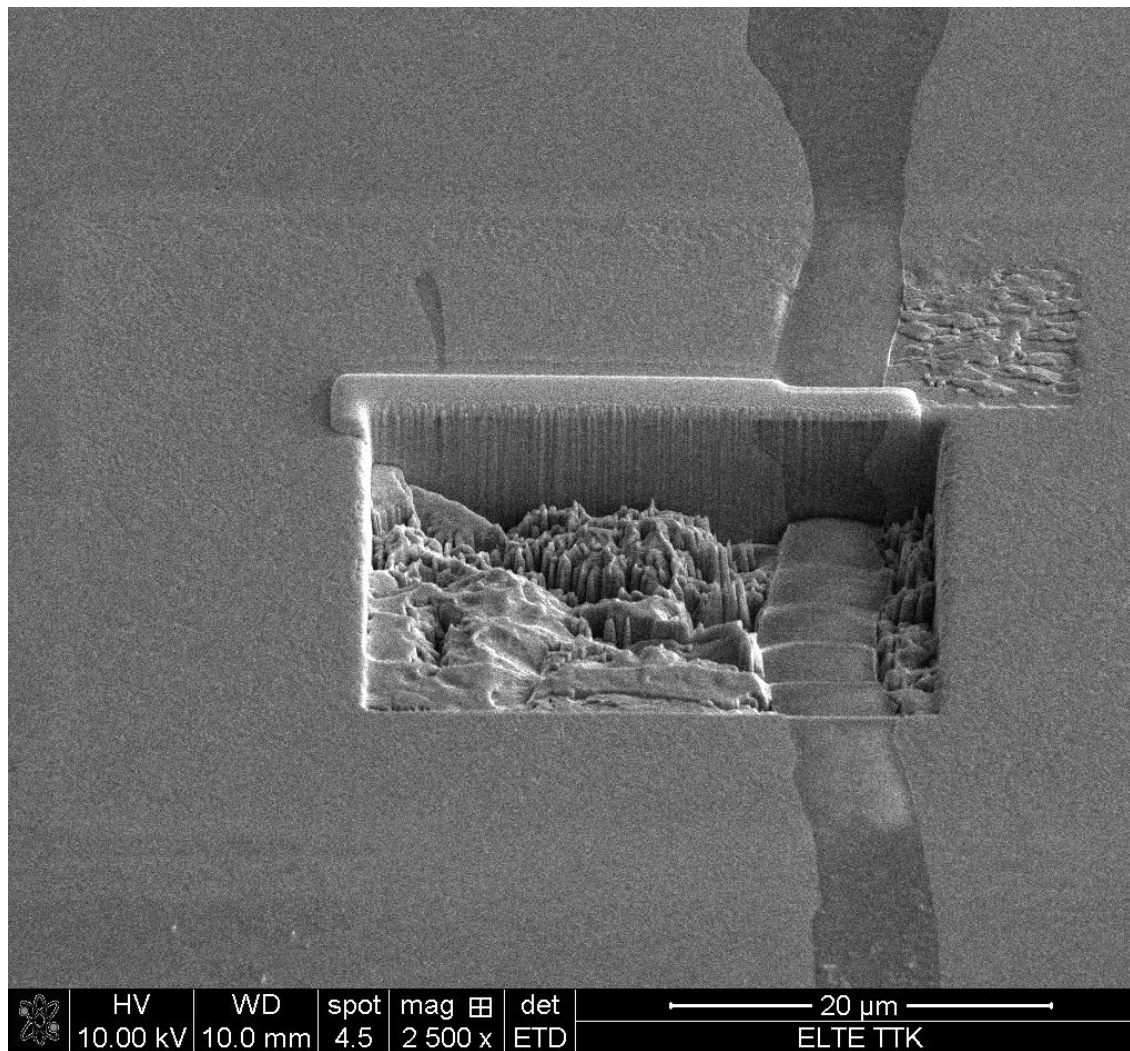
Keresztmetszeti nézet készítése



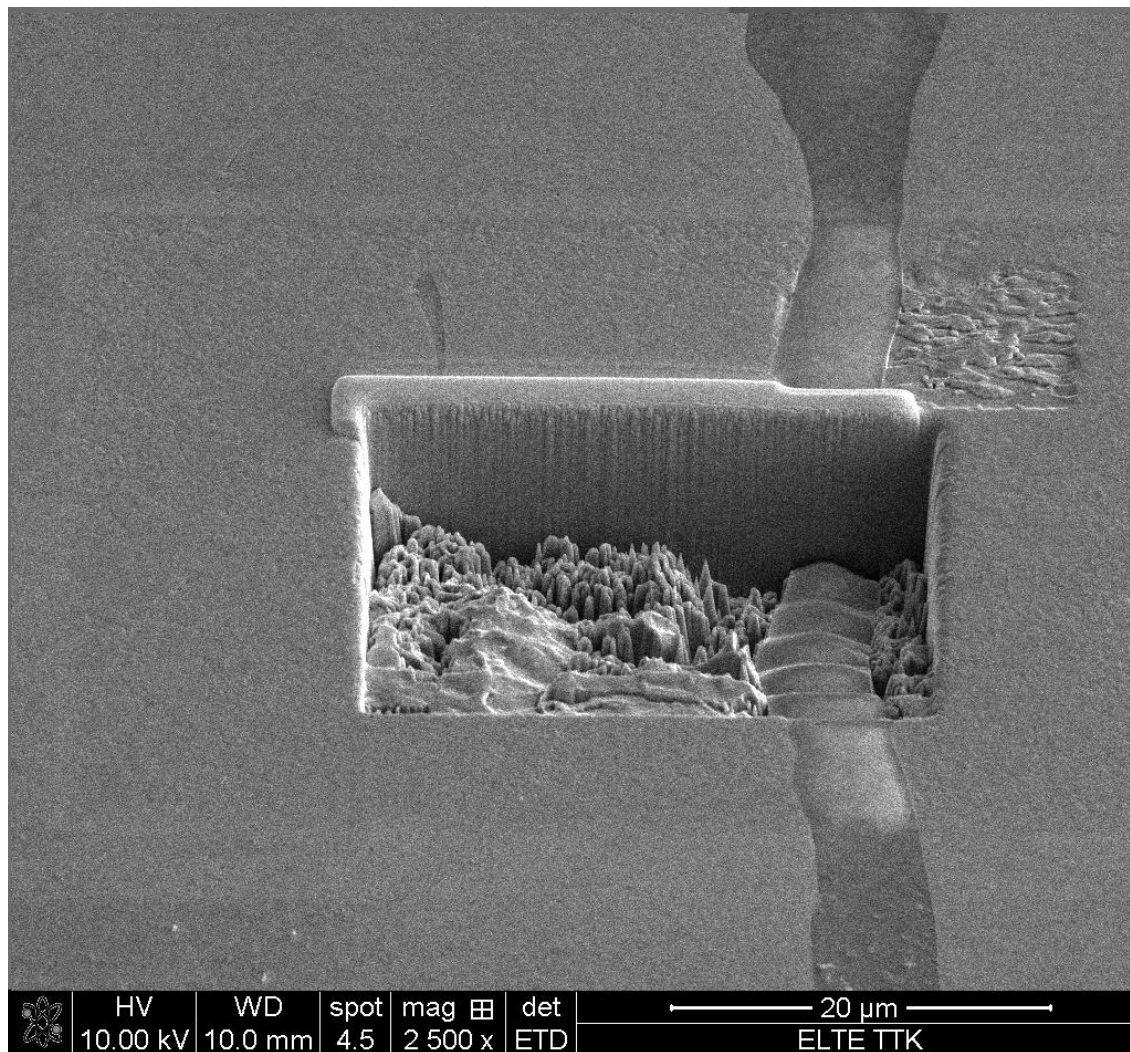
Keresztmetszeti nézet készítése



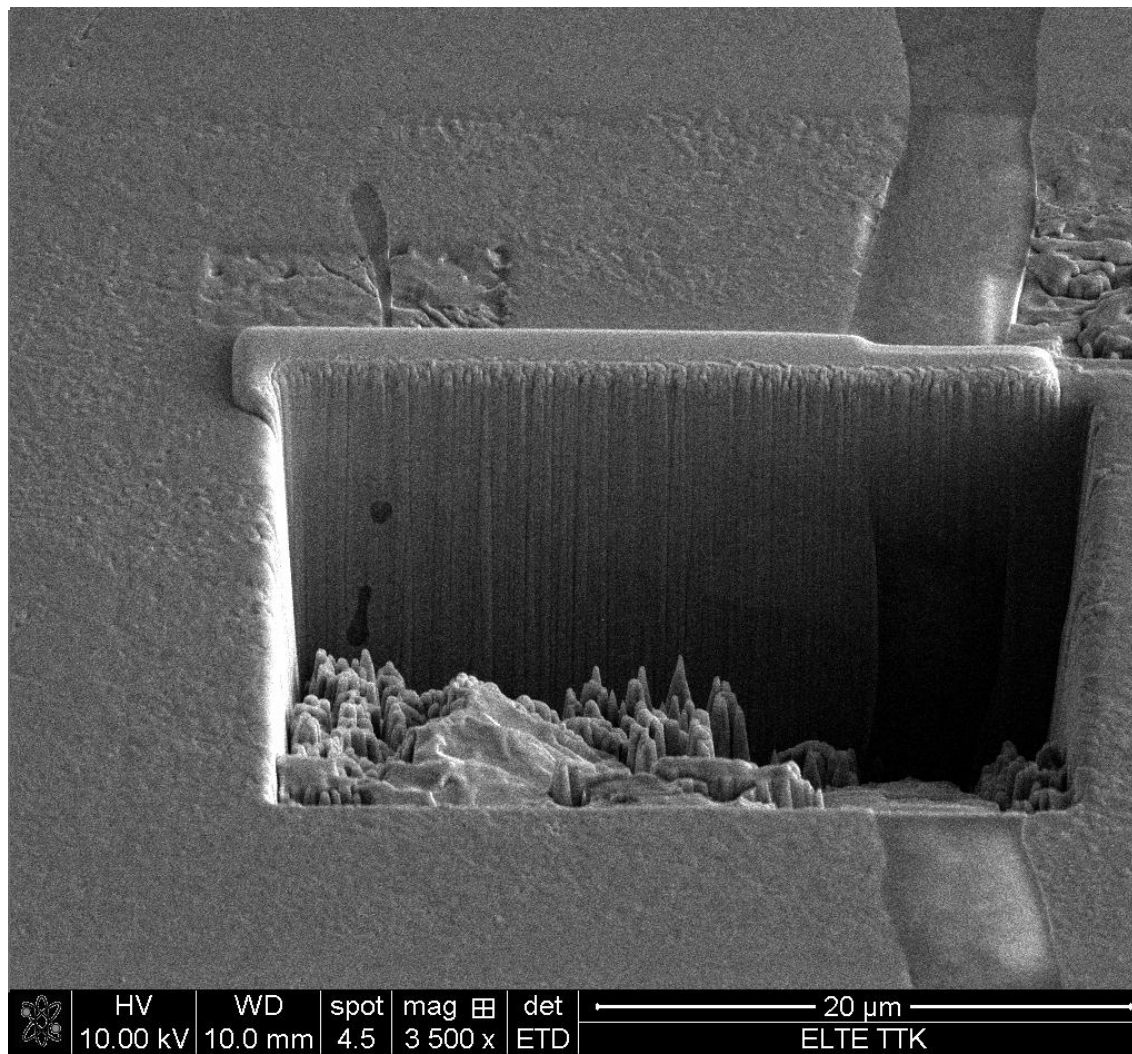
Keresztmetszeti nézet készítése



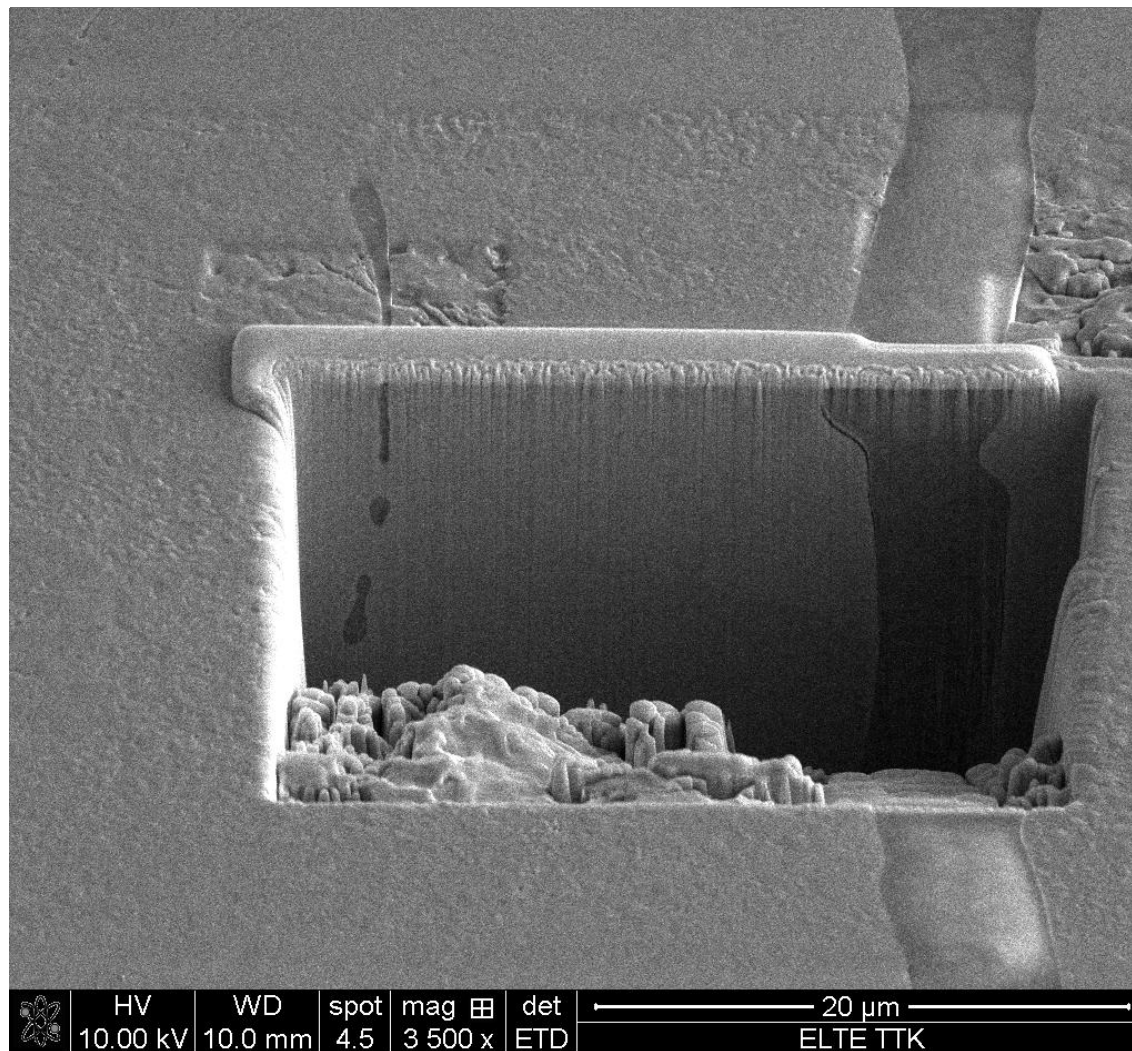
Keresztmetszeti nézet készítése



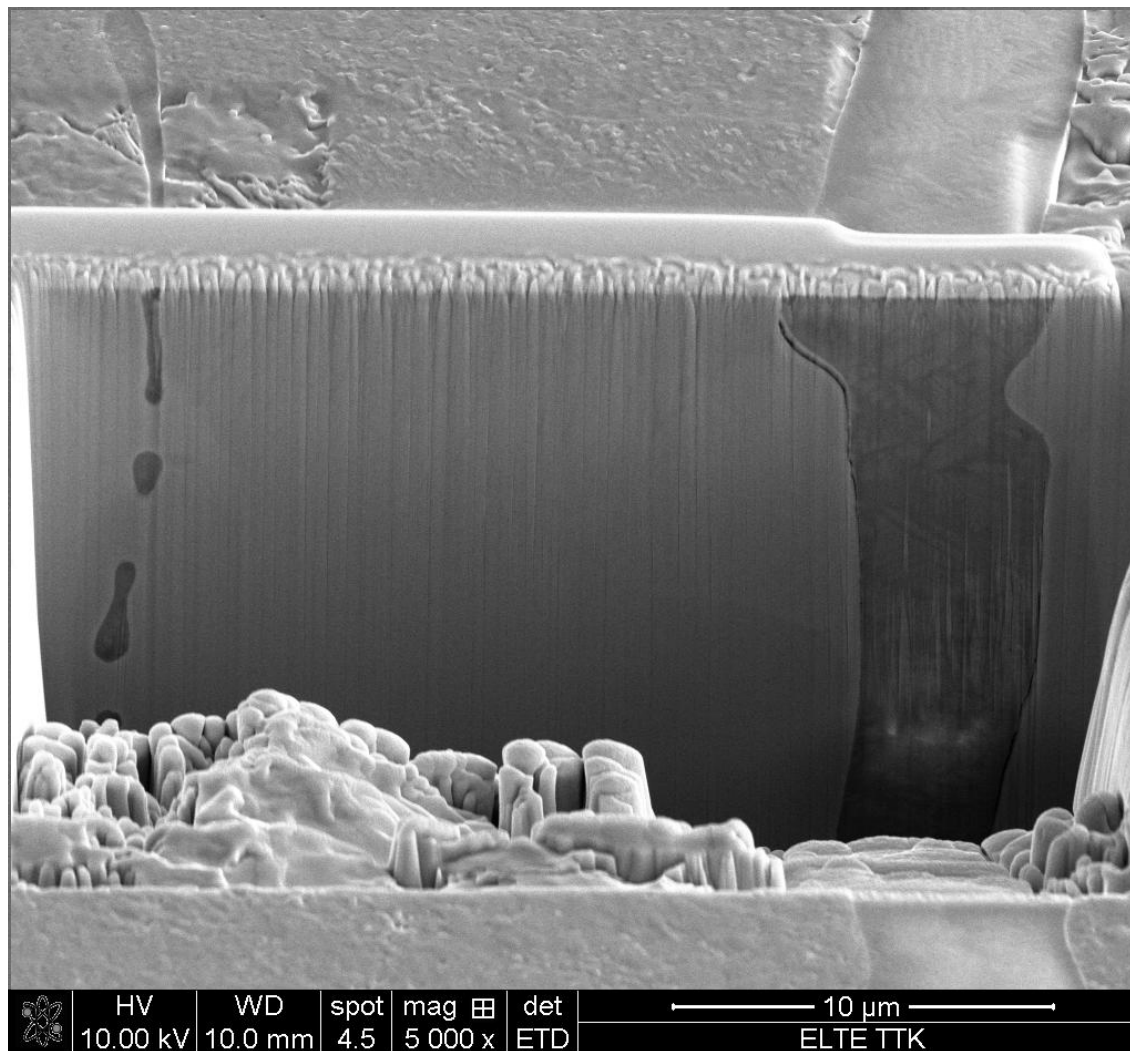
Keresztmetszeti nézet készítése



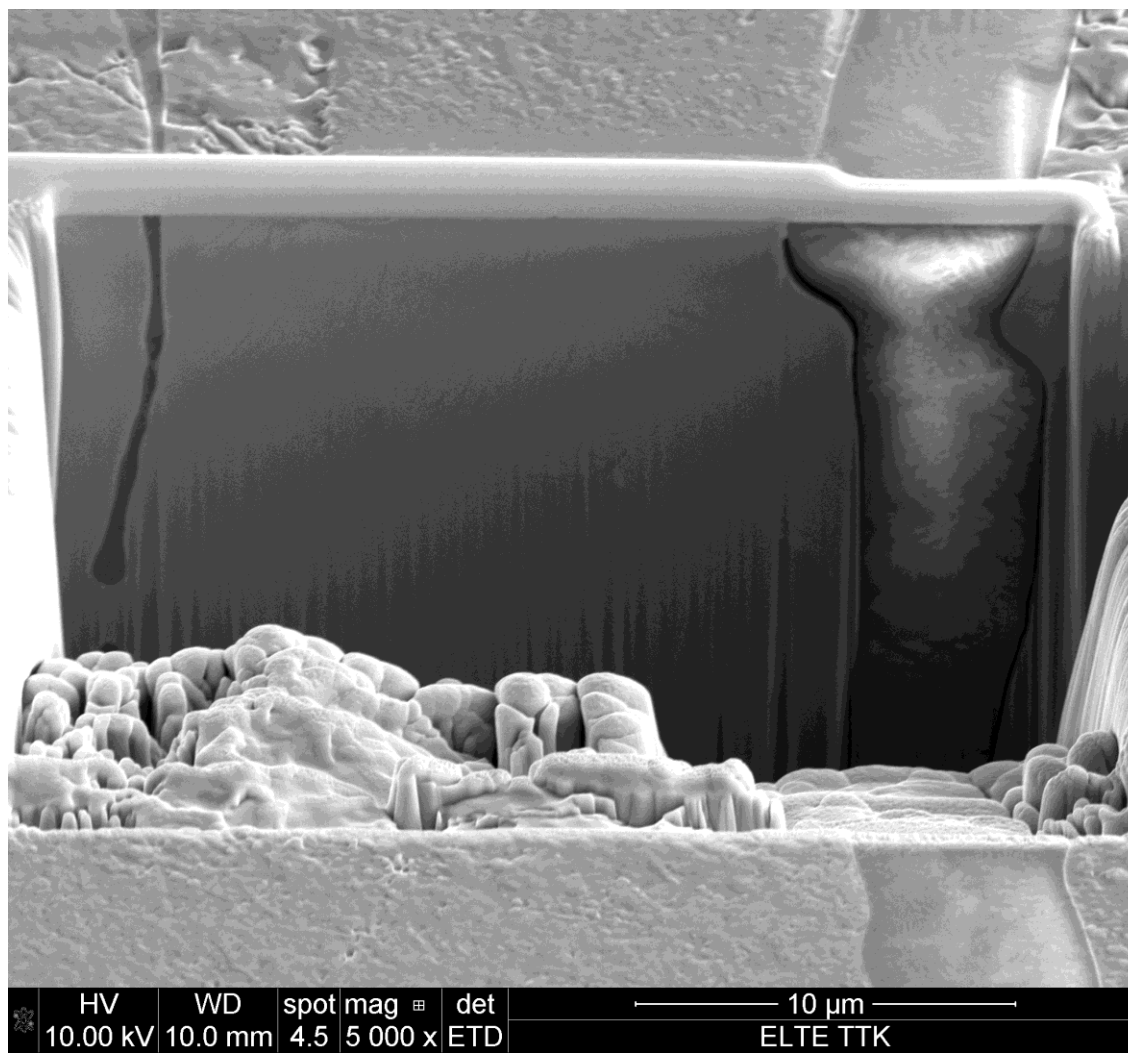
Keresztmetszeti nézet készítése



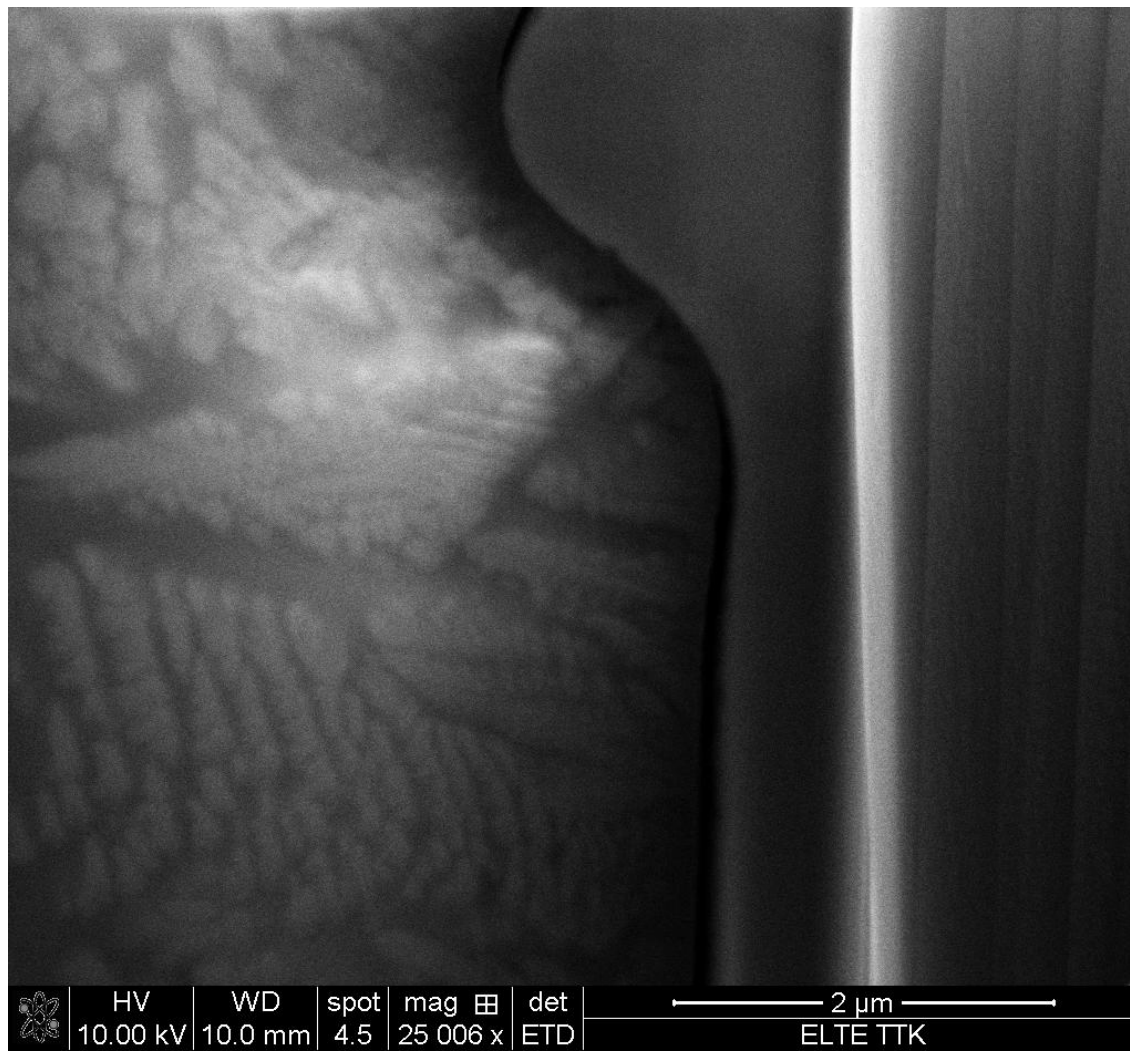
Keresztmetszeti nézet készítése



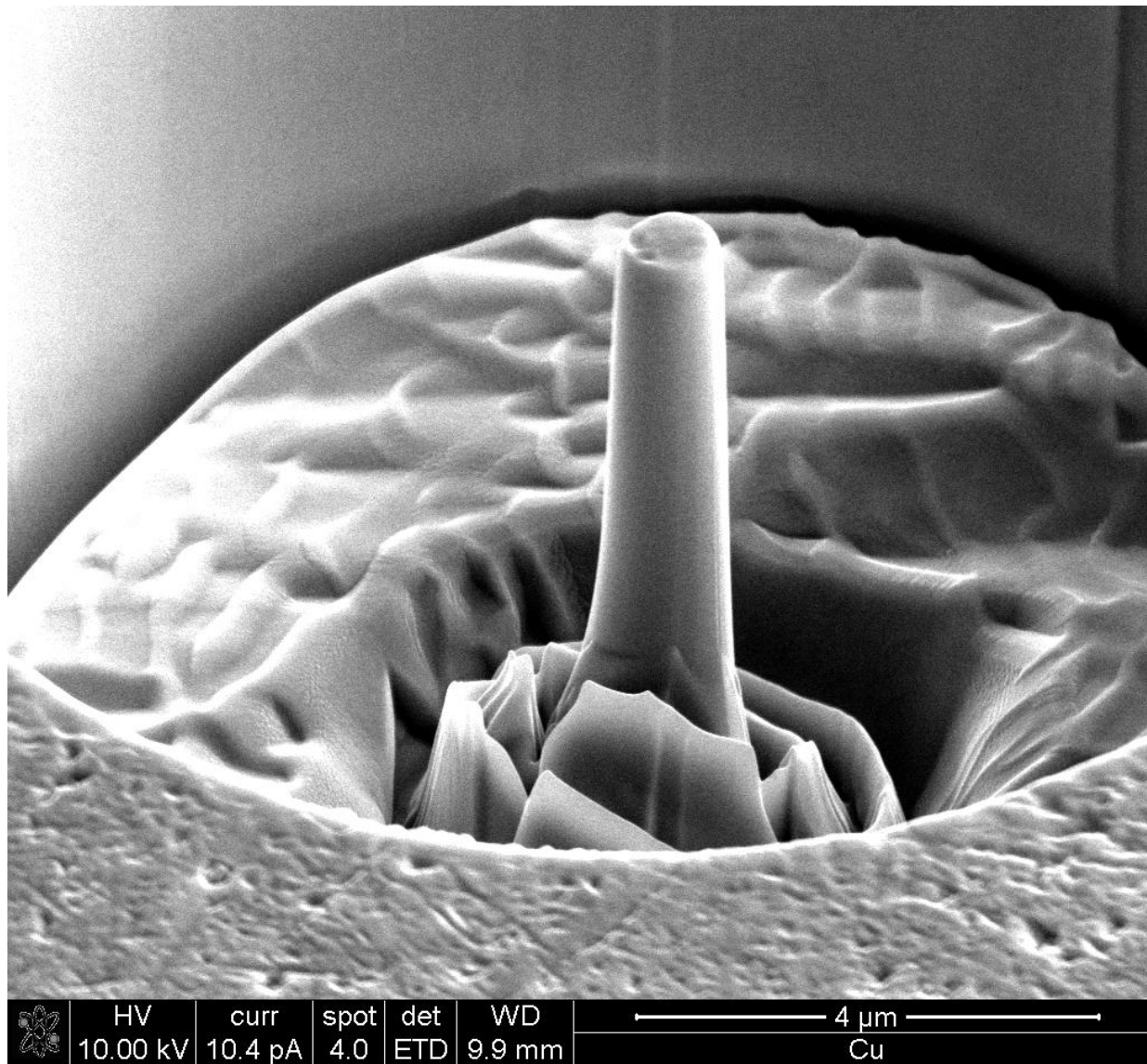
Keresztmetszeti nézet készítése



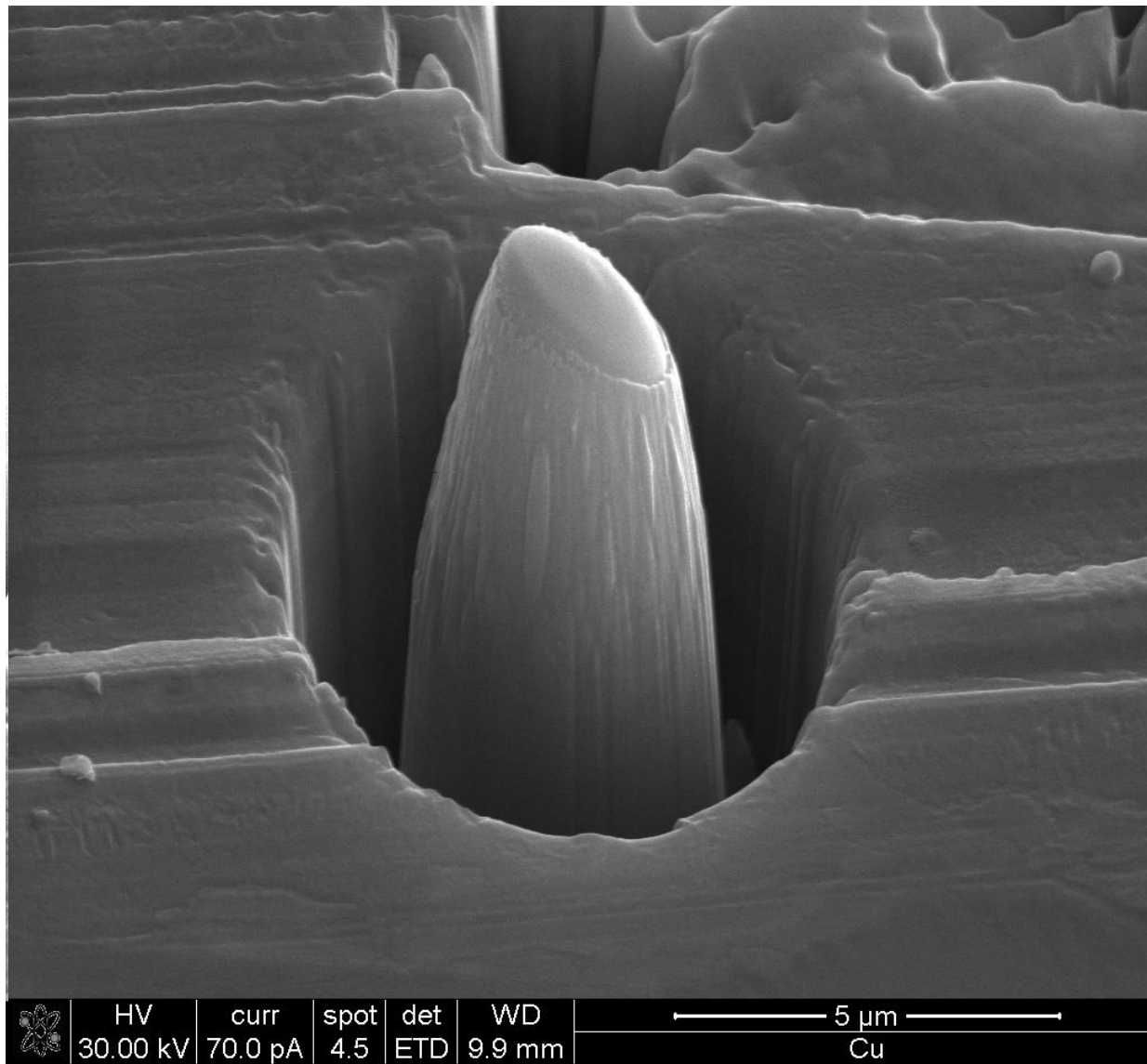
Keresztmetszeti nézet készítése



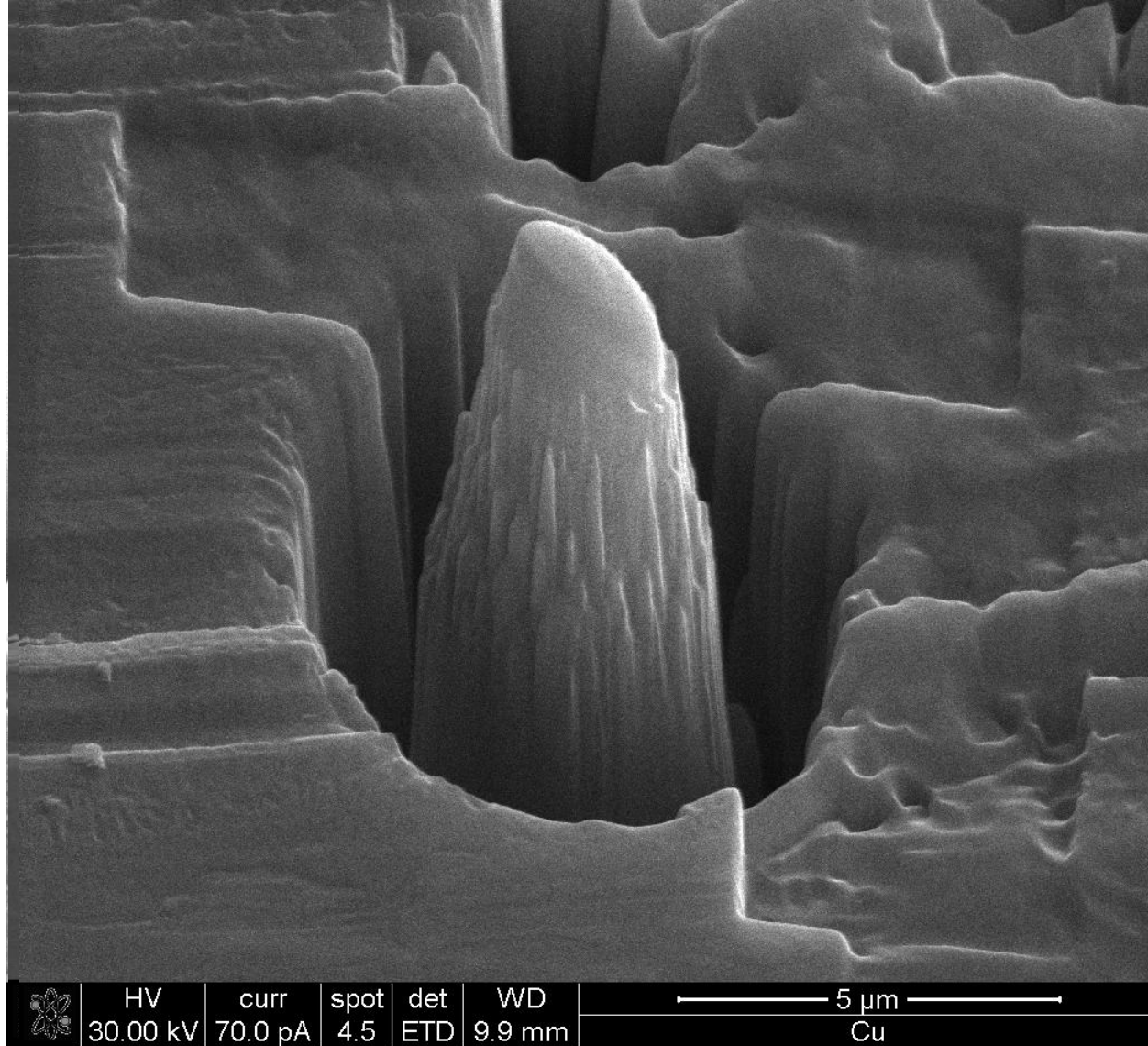
Mikropillar (Cu)



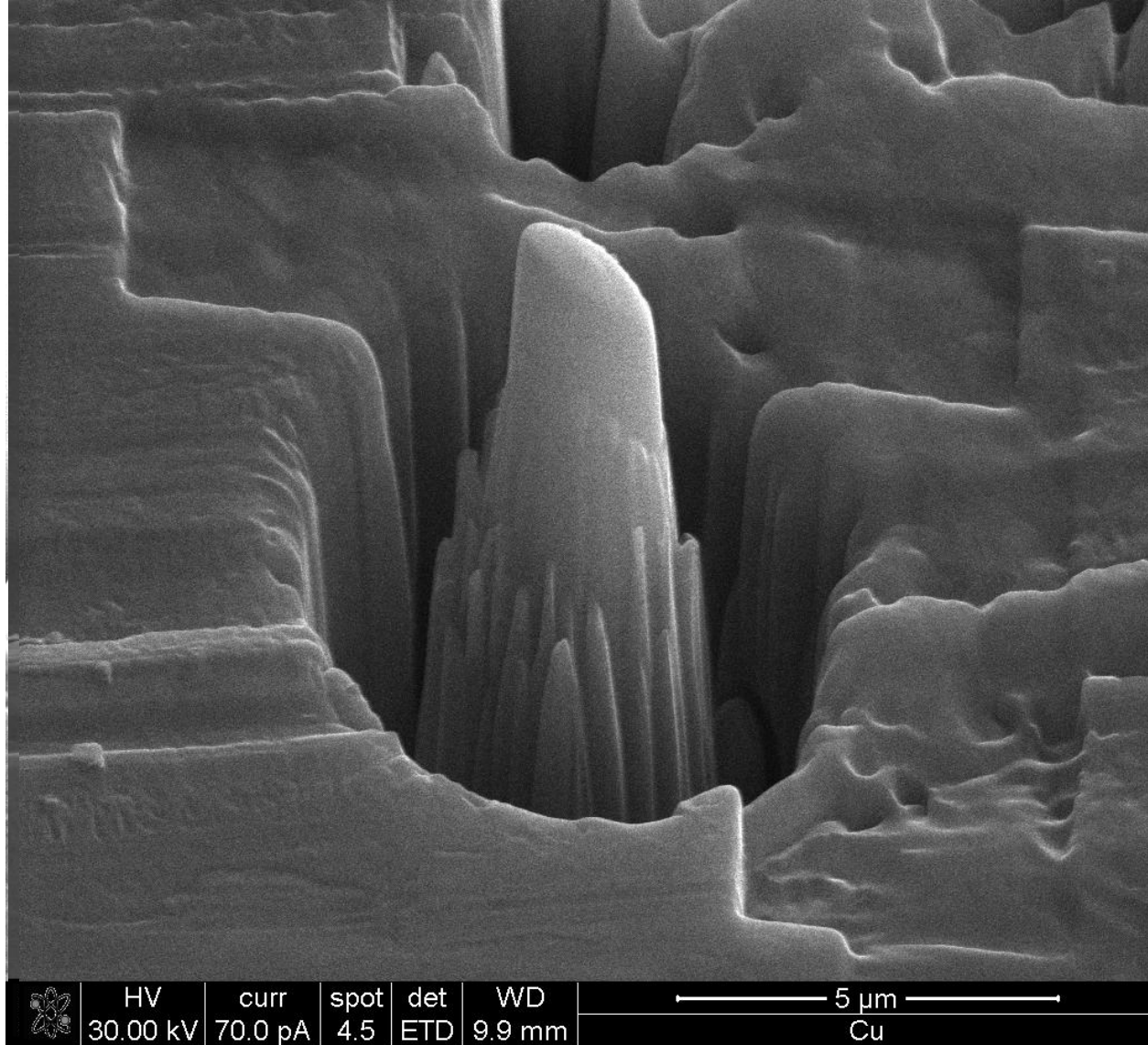
Mikropillar (Cu)



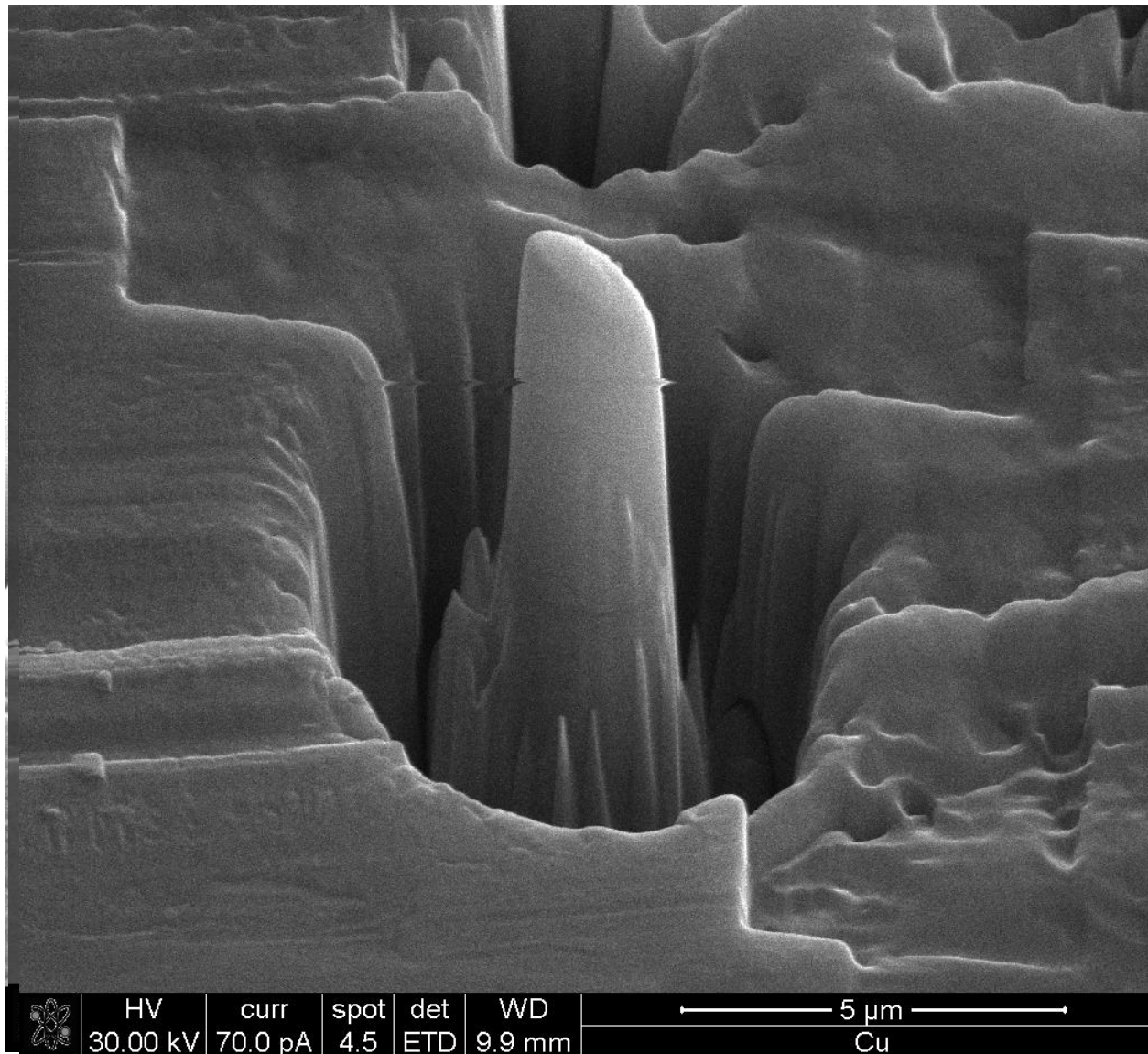
Mikropillar (Cu)



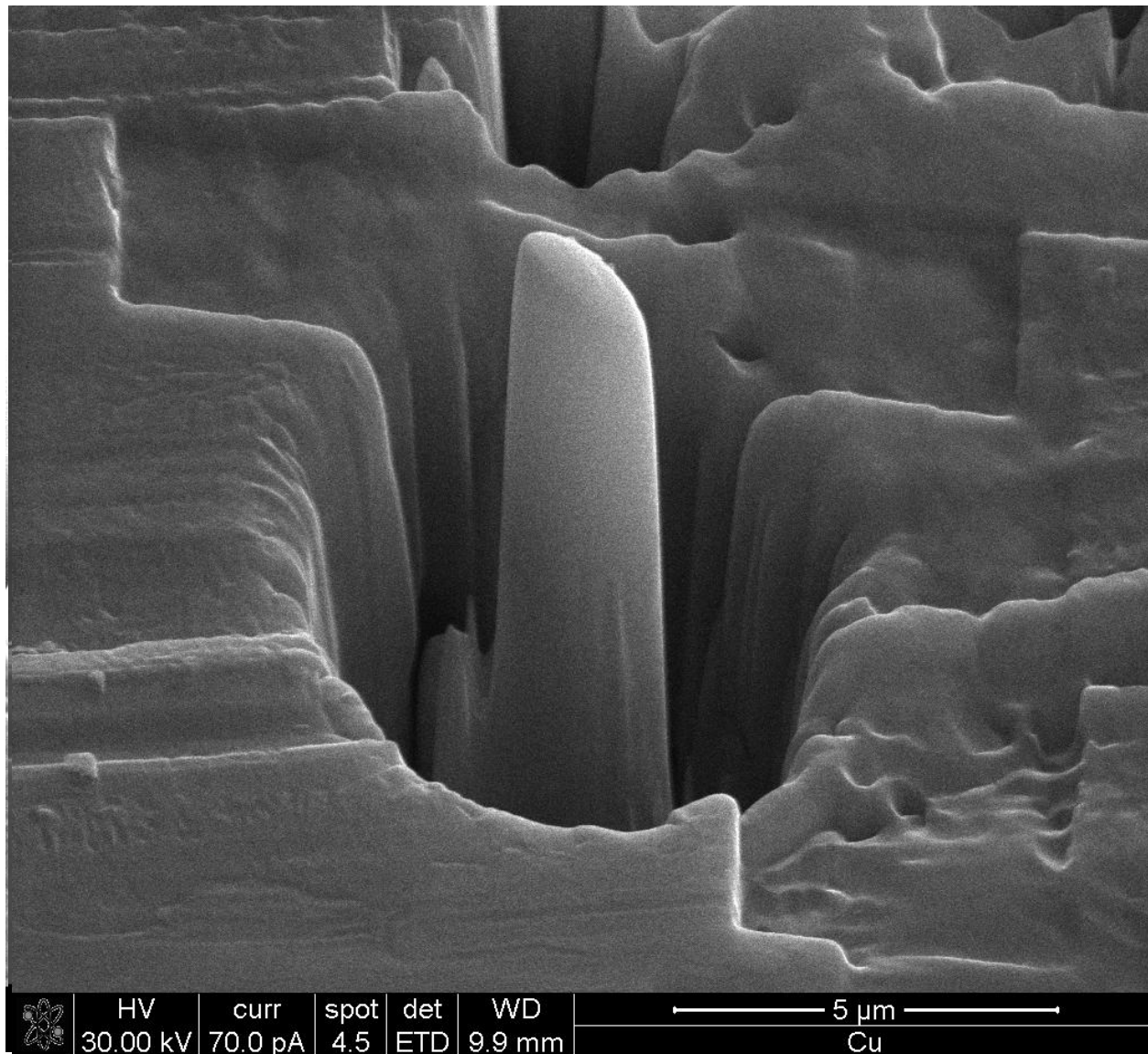
Mikropillar (Cu)



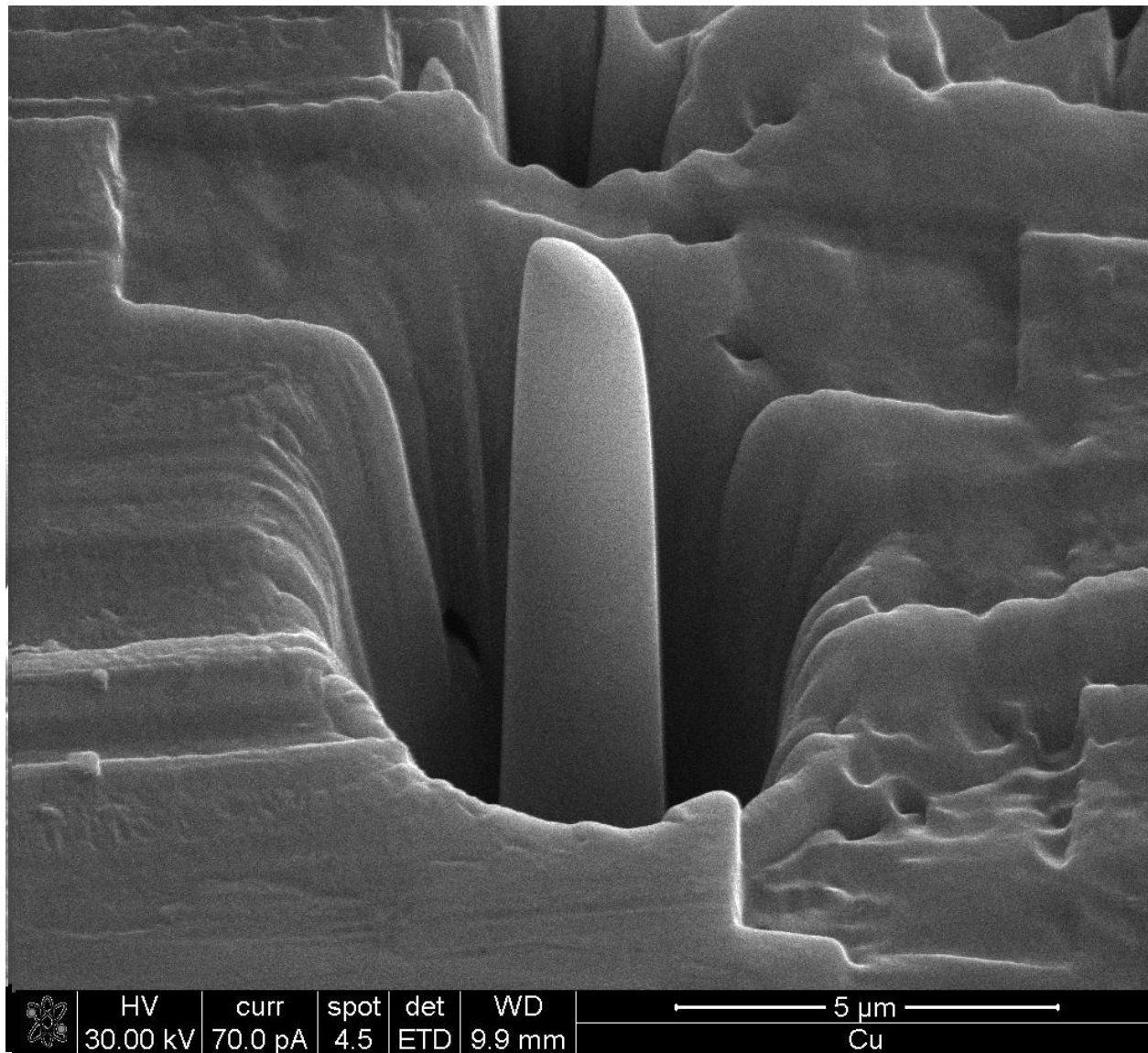
Mikropillar (Cu)



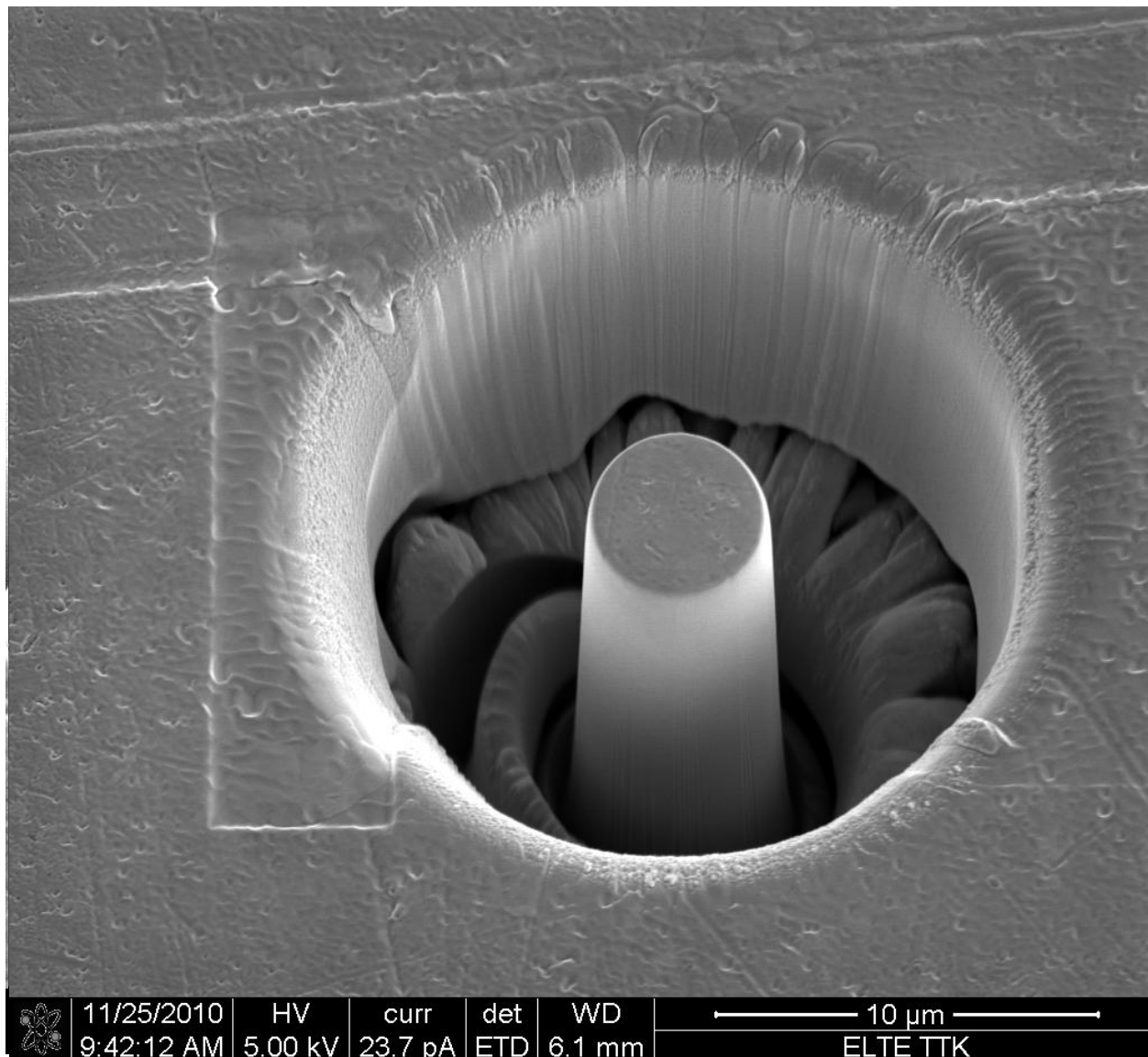
Mikropillar (Cu)



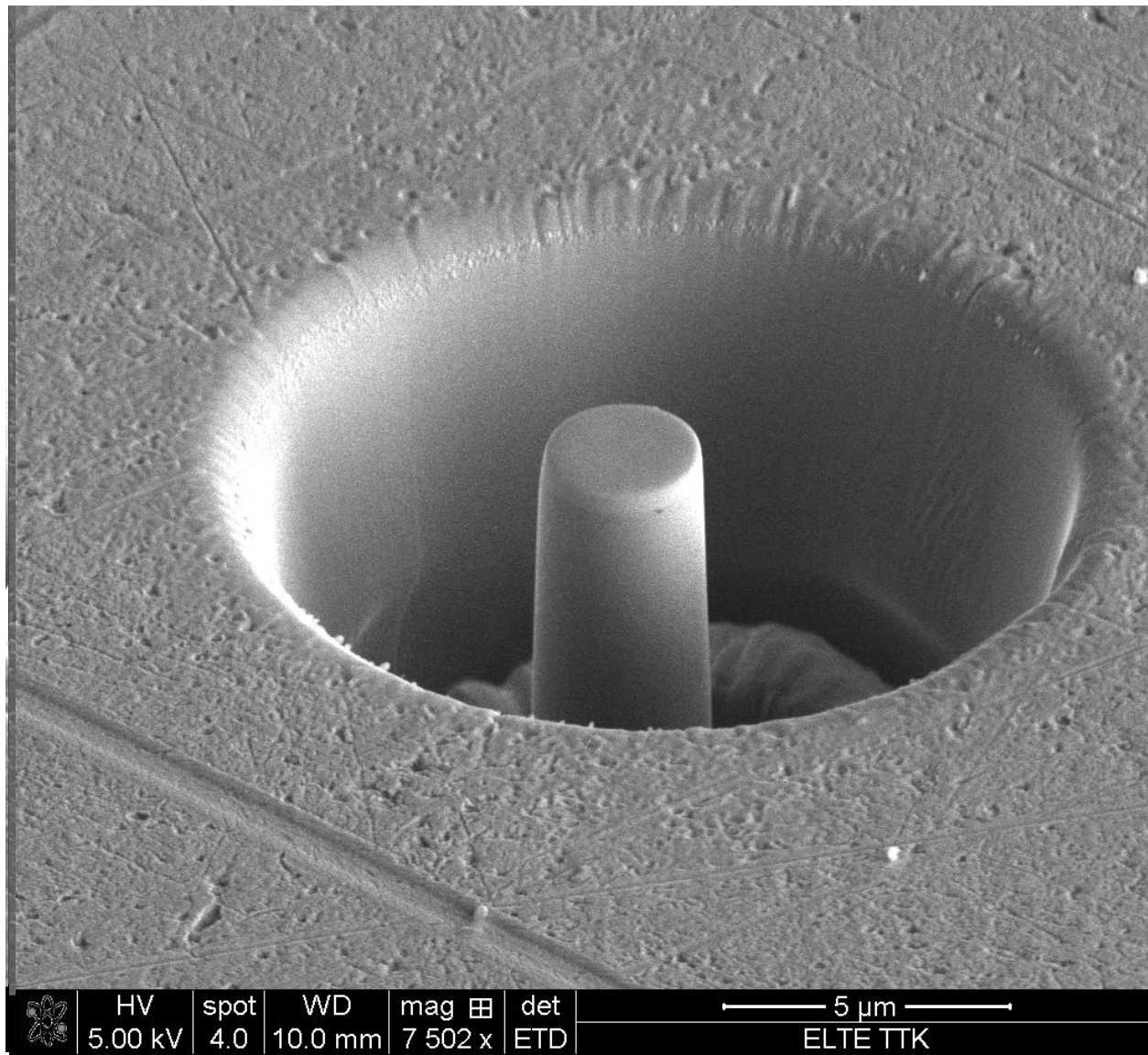
Mikropillar (Cu)

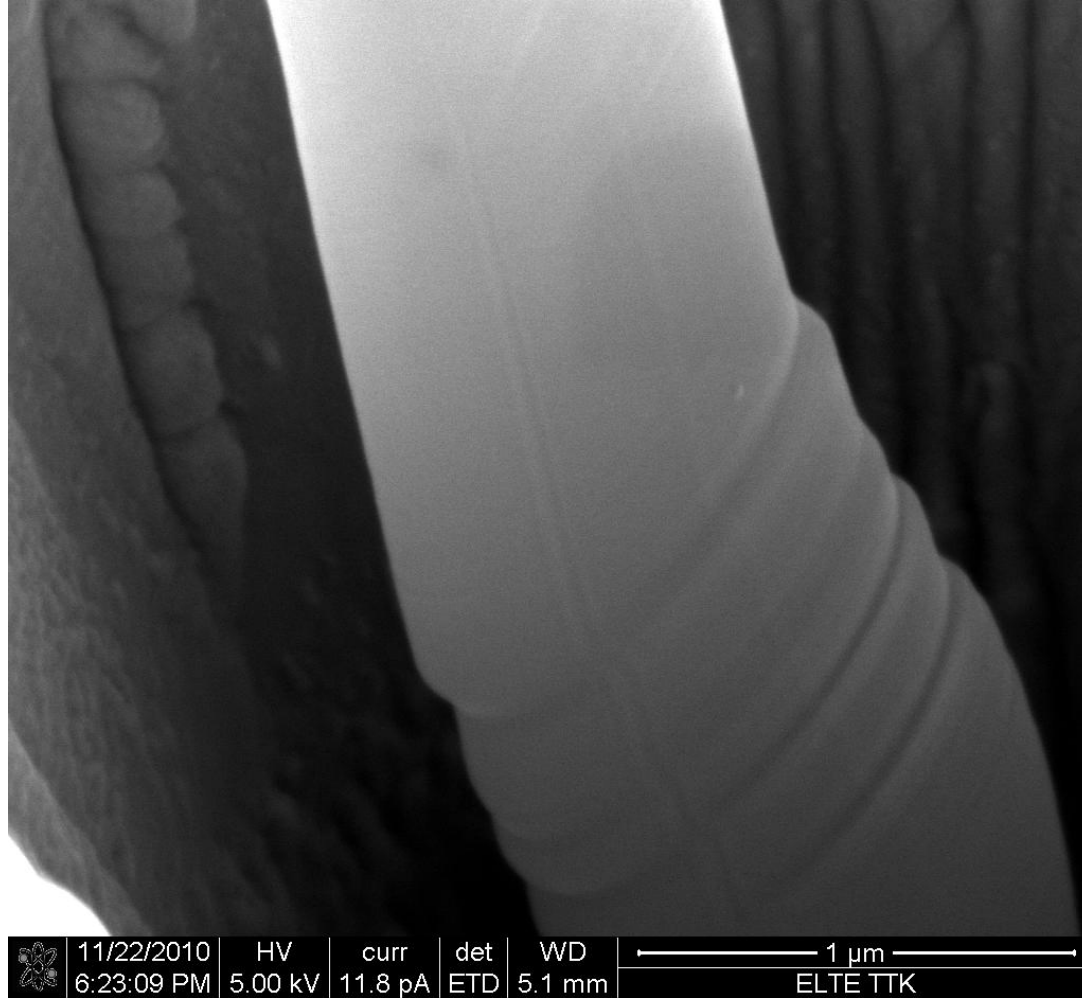


Mikropillar (Cu)



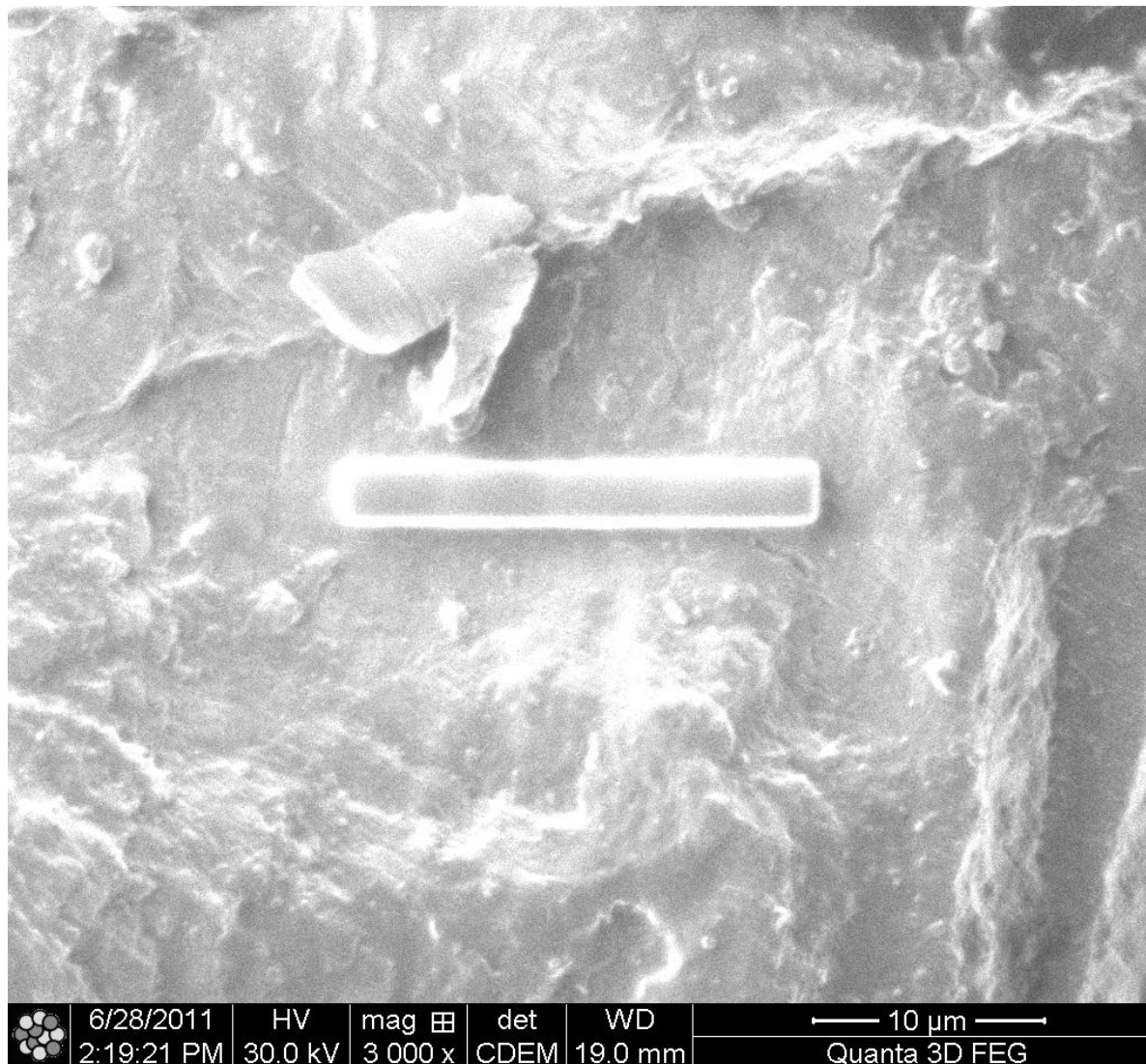
Mikropillar (Cu)



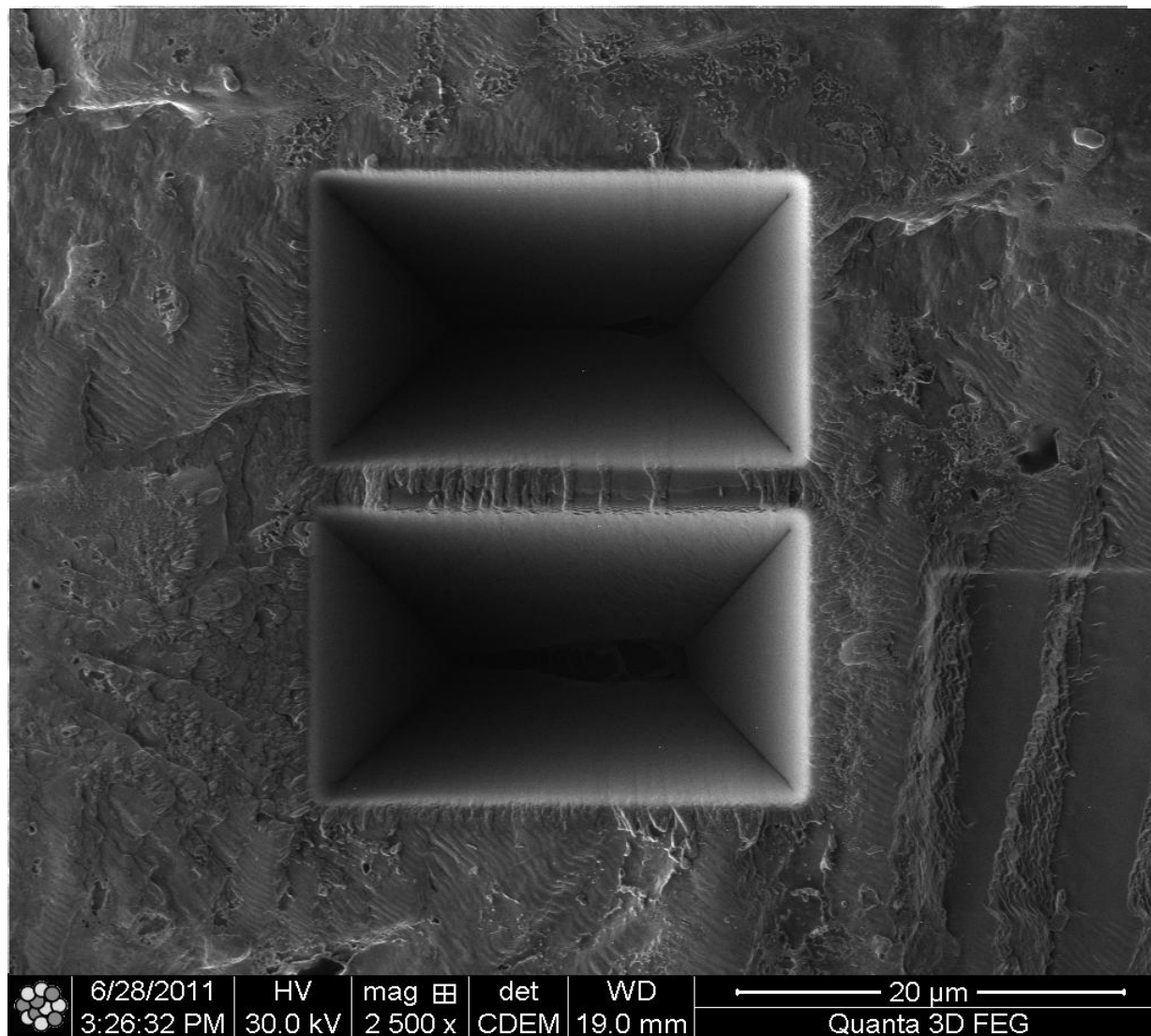


deformáció hatása

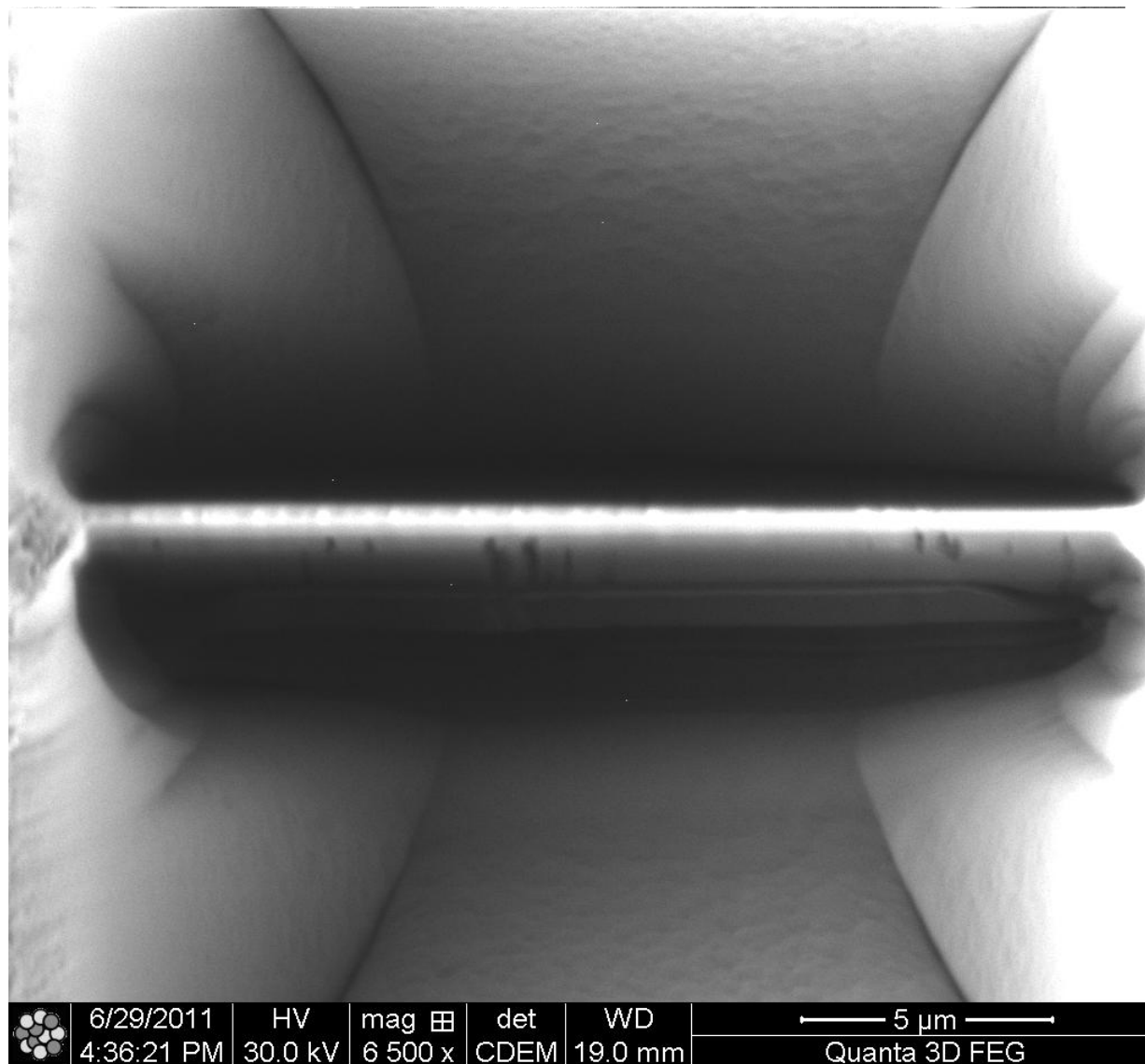
Minta készítése TEM vizsgálatra



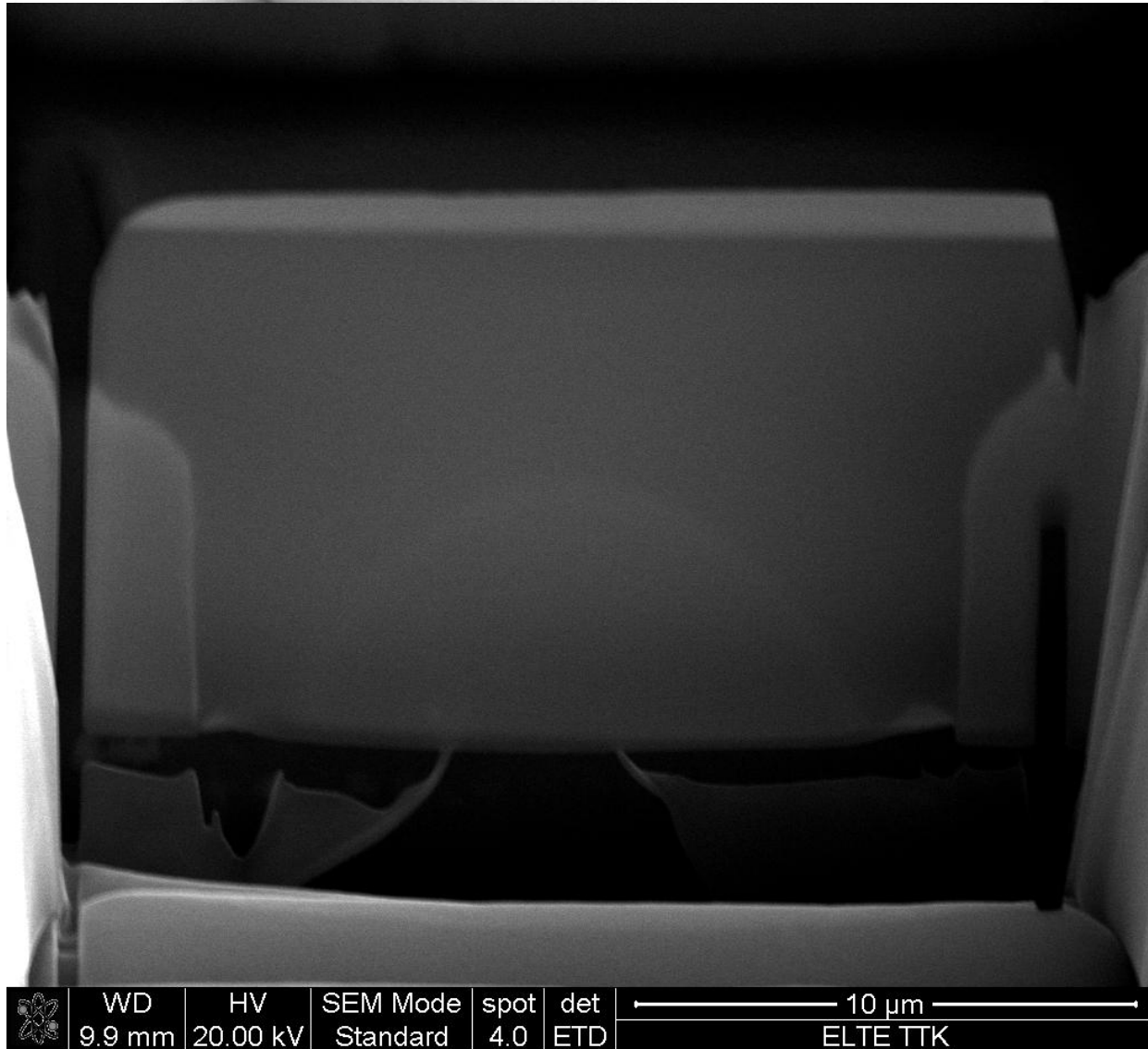
Minta készítése TEM vizsgálatra



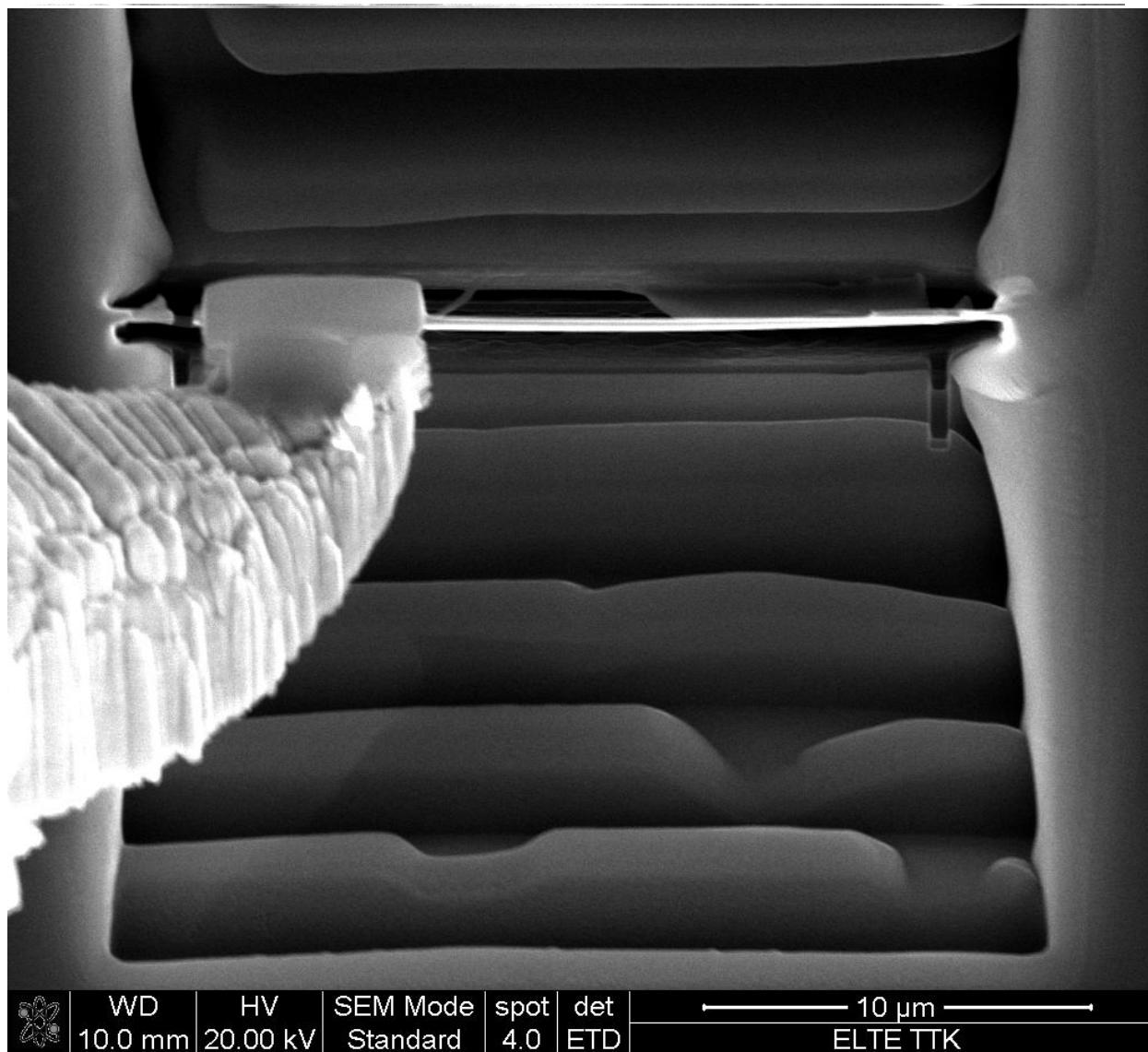
Minta készítése TEM vizsgálatra



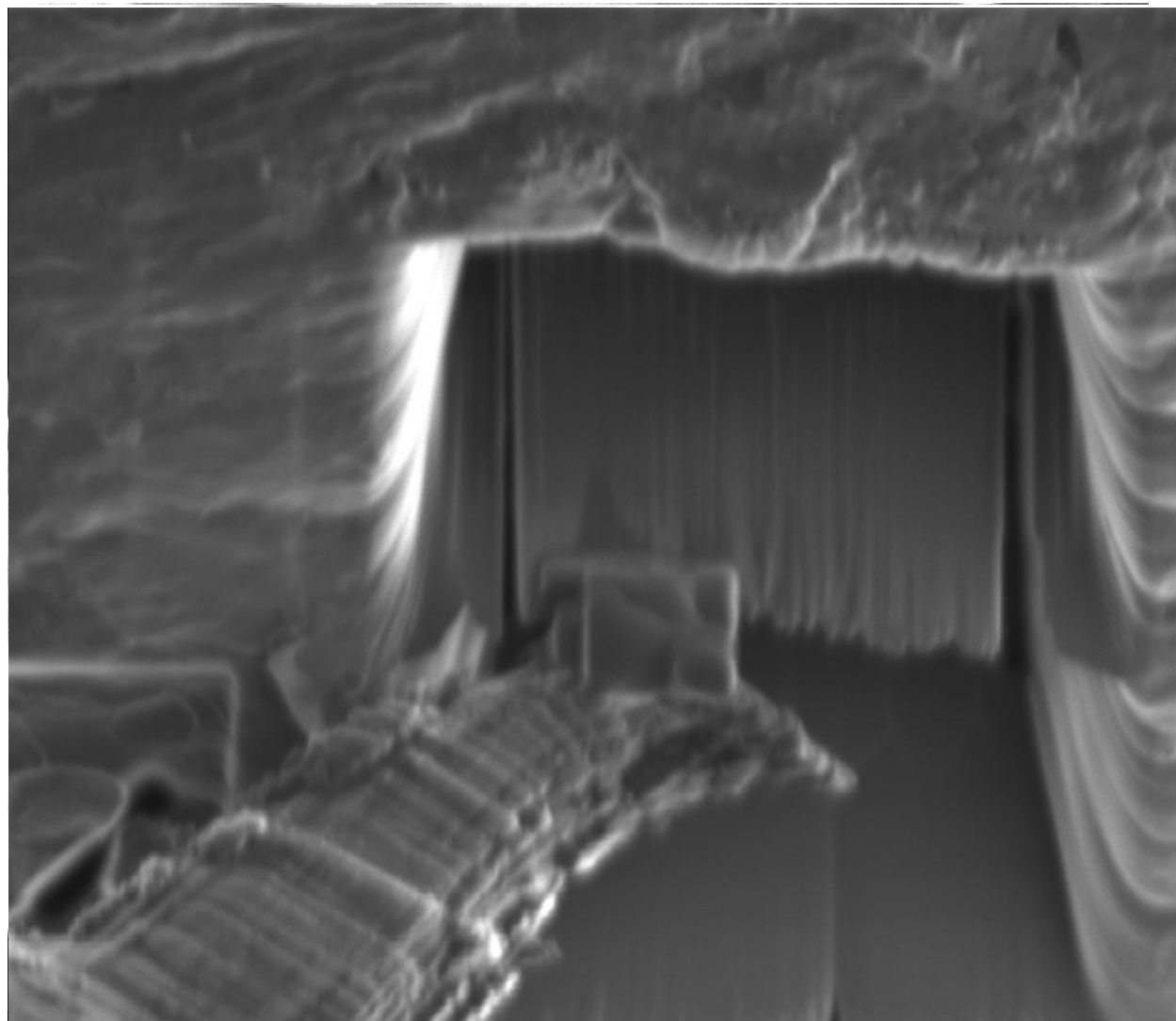
Minta készítése TEM vizsgálatra



Minta készítése TEM vizsgálatra



Minta készítése TEM vizsgálatra



6/3/2011
5:39:13 PM

HV
30.0 kV

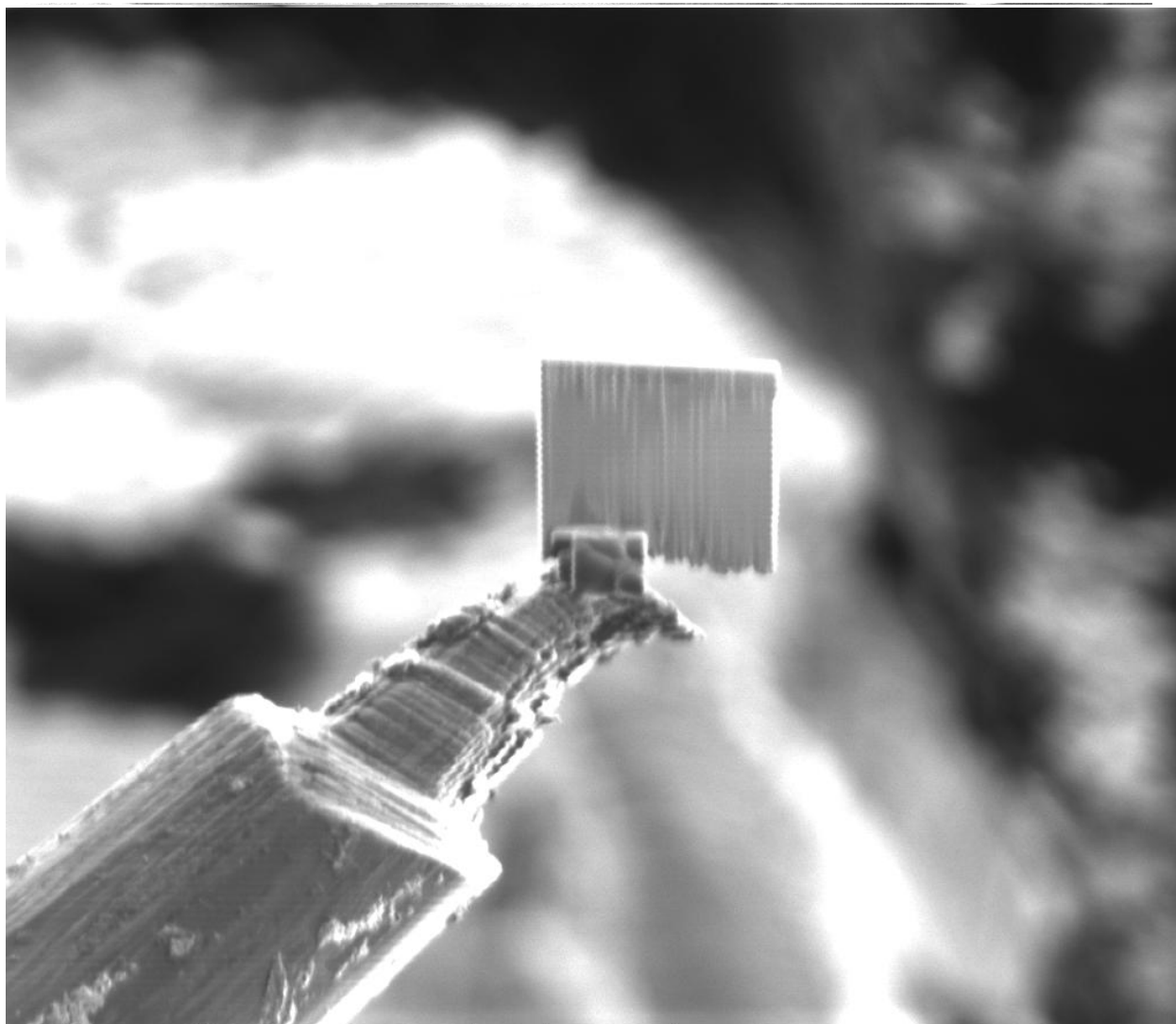
mag  3 500 x

det
ETD

WD
19.3 mm

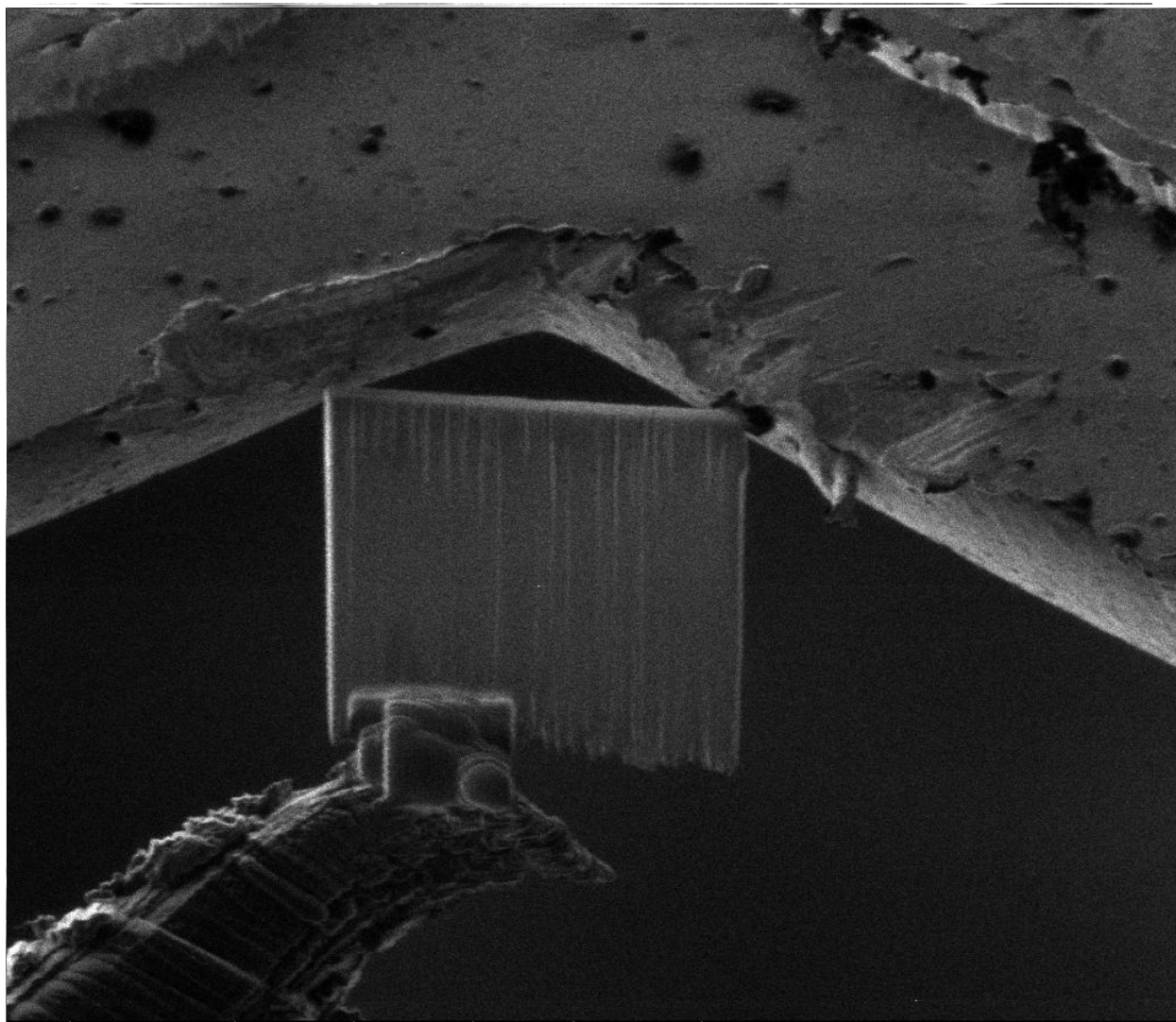
 10 μ m
Quanta 3D FEG

Minta készítése TEM vizsgálatra



	6/3/2011 5:41:47 PM	HV 30.0 kV	mag  1 700 x	det ETD	WD 19.3 mm	 Quanta 3D FEG
---	------------------------	---------------	---	------------	---------------	---

Minta készítése TEM vizsgálatra



6/3/2011

7:23:33 PM

HV

30.0 kV

mag 

3 000 x

det

CDEM

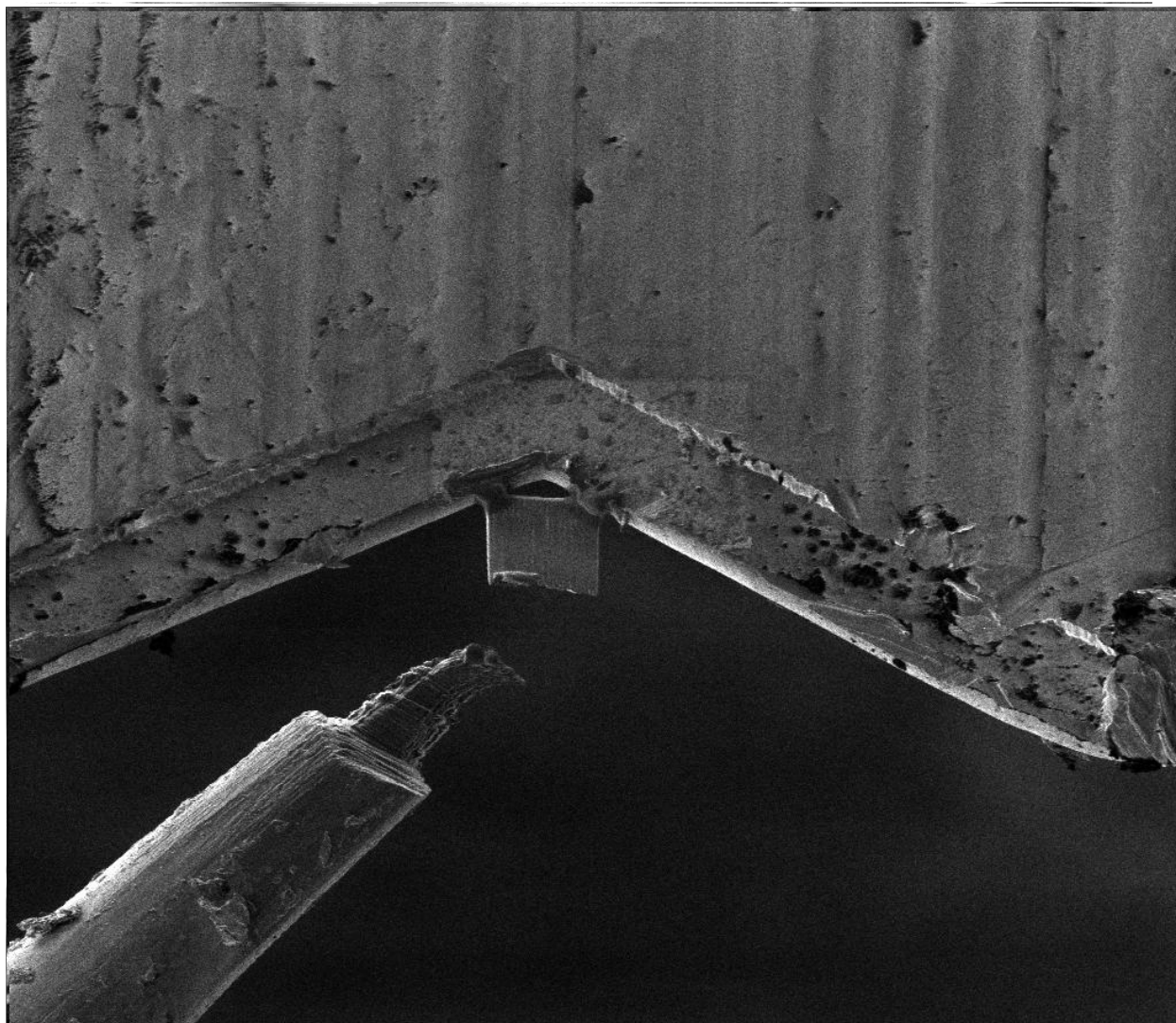
WD

18.9 mm

10 μ m

Quanta 3D FEG

Minta készítése TEM vizsgálatra



6/3/2011
7:41:50 PM

HV
30.0 kV

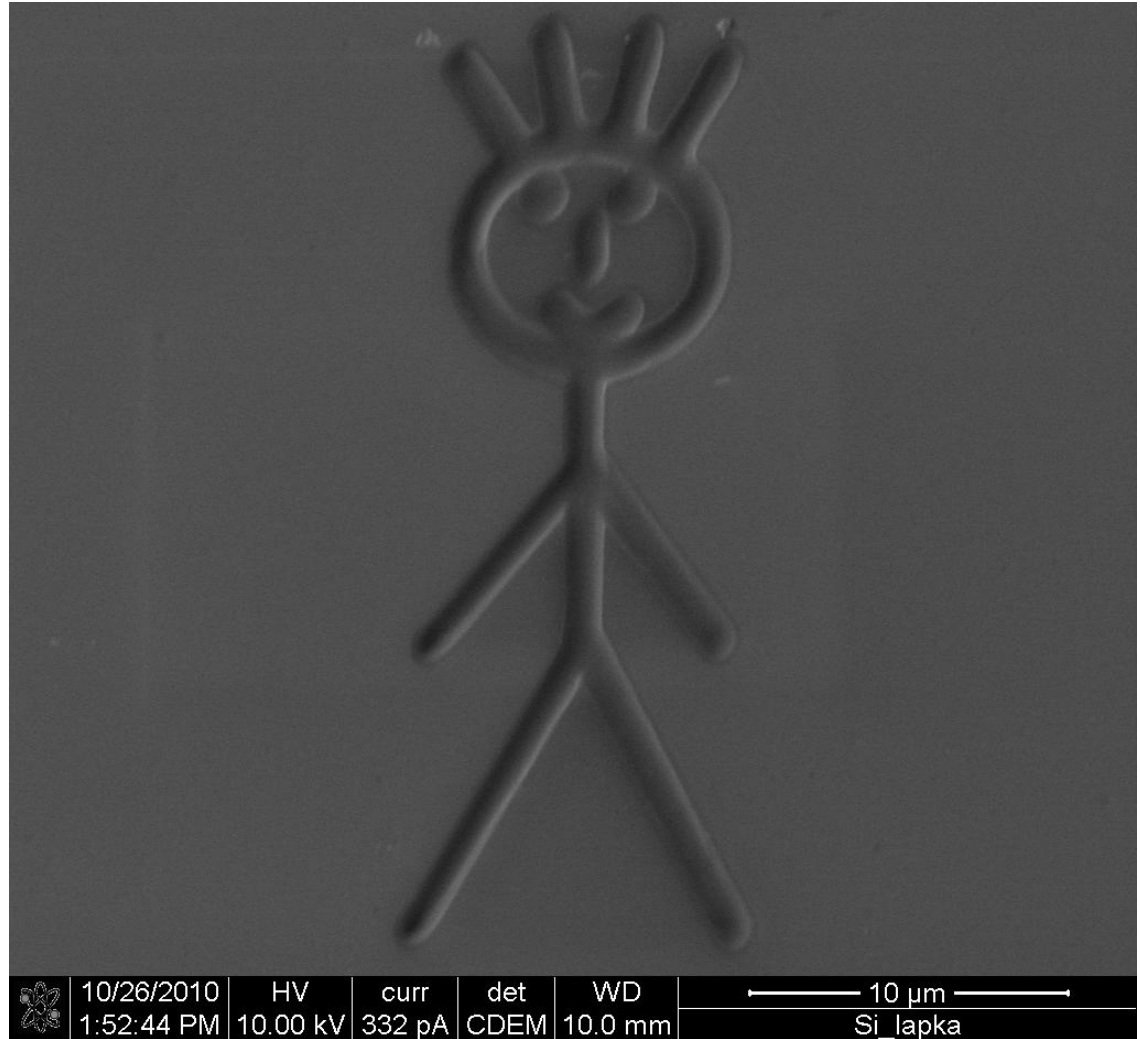
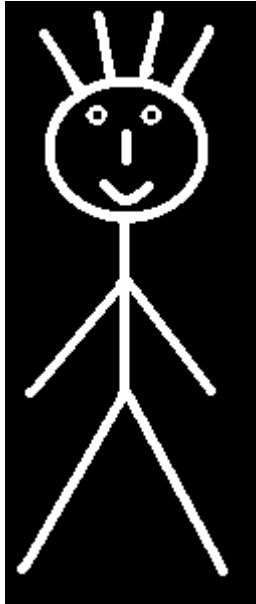
mag 田
800 x

det
CDEM

WD
18.9 mm

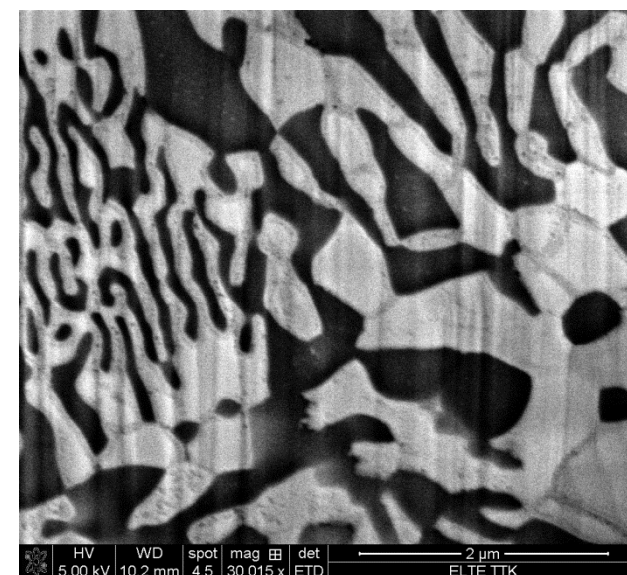
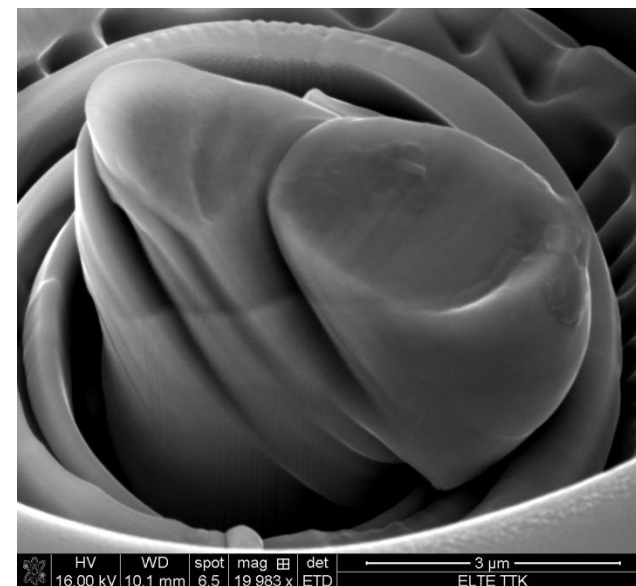
50 μm
Quanta 3D FEG

Maratás szürkeárnyaltos bitmap maszkkal (Si)



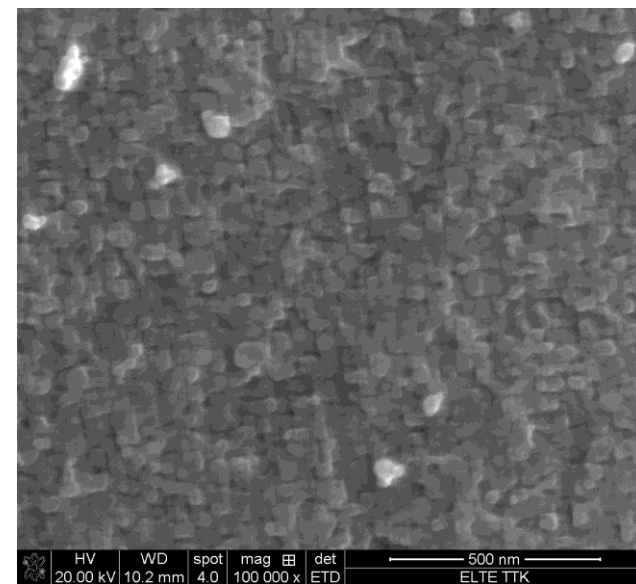
Közel 50 kutató csoport dolgozik a mikroszkóppal
ELTÉ-s és külsős is:

- Fizikusok
Deformációk vizsgálata a nanotartományban
Ötvözetek fázis- és szemcseszerkezetének vizsgálata
- Vegyészek
Ferromágneses nanorészecskék vizsgálata
(gyógyszertranszport)
Fonalféreg vizsgálata
Csontpótló kerámiák vizsgálata
- Régészek
Aranybevonat vastagságának vizsgálata középkori ruházatok
fonalain
Avar kengyelek összetételének vizsgálata
- Geológusok
Meteoritok vizsgálata – nagy nyomáson kristályosodó fázisok
Vulkáni kőzetek zárványainak vizsgálata – földtörténeti
jelentőségű
Budapest termálforrásaiban található baktériumok vizsgálata



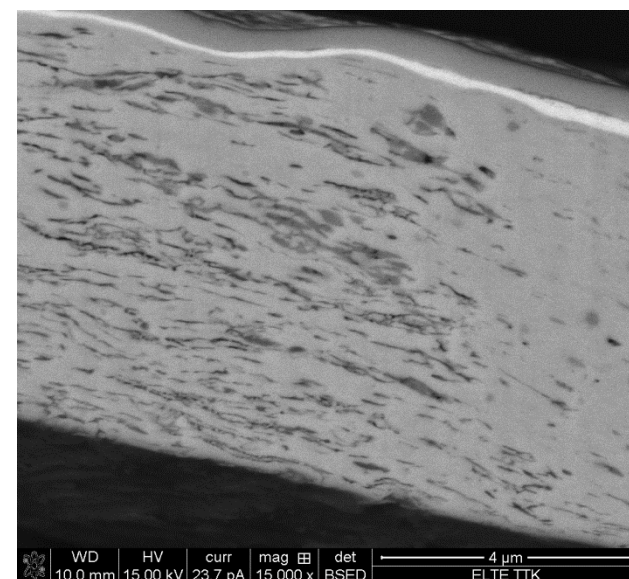
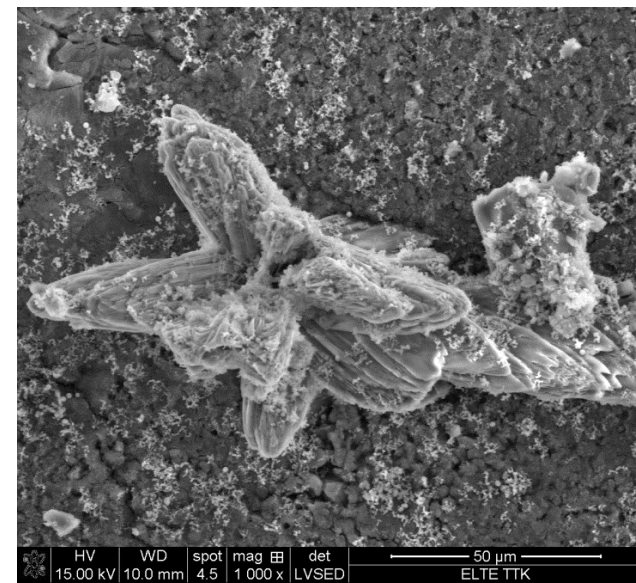
Közel 50 kutató csoport dolgozik a mikroszkóppal
ELTÉ-s és külsős is:

- Fizikusok
Deformációk vizsgálata a nanotartományban
Ötvözetek fázis- és szemcseszerkezetének vizsgálata
- Vegyészek
Ferromágneses nanorészecskék vizsgálata
(gyógyszertranszport)
Fonalféreg vizsgálata
Csontpótló kerámiák vizsgálata
- Régészek
Aranybevonat vastagságának vizsgálata középkori ruházatok
fonalain
Avar kengyelek összetételének vizsgálata
- Geológusok
Meteoritok vizsgálata – nagy nyomáson kristályosodó fázisok
Vulkáni kőzetek zárványainak vizsgálata – földtörténeti
jelentőségű
Budapest termálforrásaiban található baktériumok vizsgálata



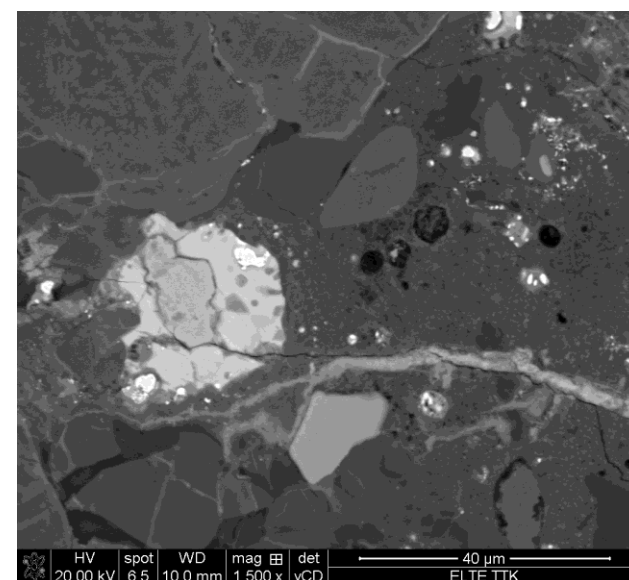
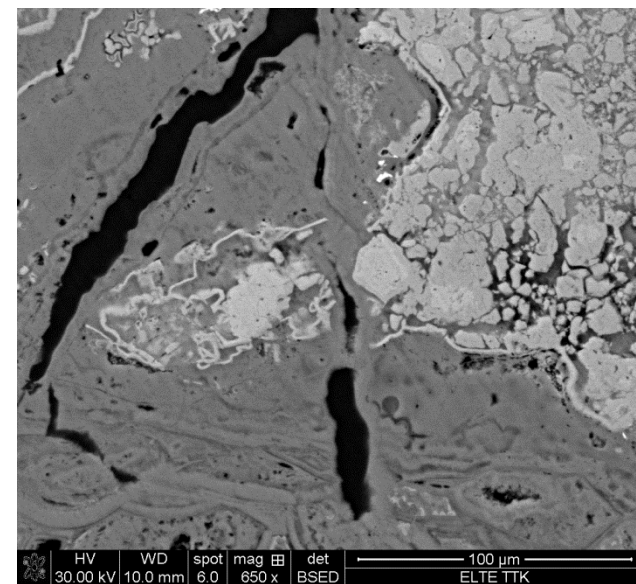
Közel 50 kutató csoport dolgozik a mikroszkóppal
ELTÉ-s és külsős is:

- Fizikusok
Deformációk vizsgálata a nanotartományban
Ötvözetek fázis- és szemcseszerkezetének vizsgálata
- Vegyészek
Ferromágneses nanorészecskék vizsgálata
(gyógyszertranszport)
Fonalféreg vizsgálata
Csontpótló kerámiák vizsgálata
- Régészek
Aranybevonat vastagságának vizsgálata középkori ruházatok
fonalain
Avar kengyelek összetételének vizsgálata
- Geológusok
Meteoritok vizsgálata – nagy nyomáson kristályosodó fázisok
Vulkáni kőzetek zárványainak vizsgálata – földtörténeti
jelentőségű
Budapest termálforrásaiban található baktériumok vizsgálata



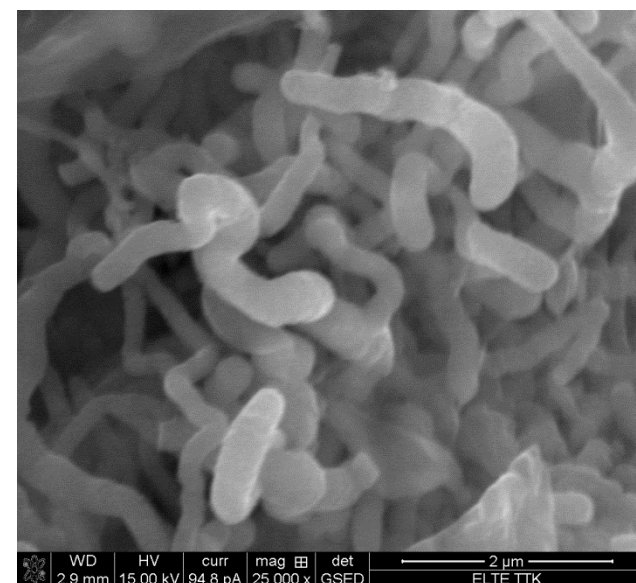
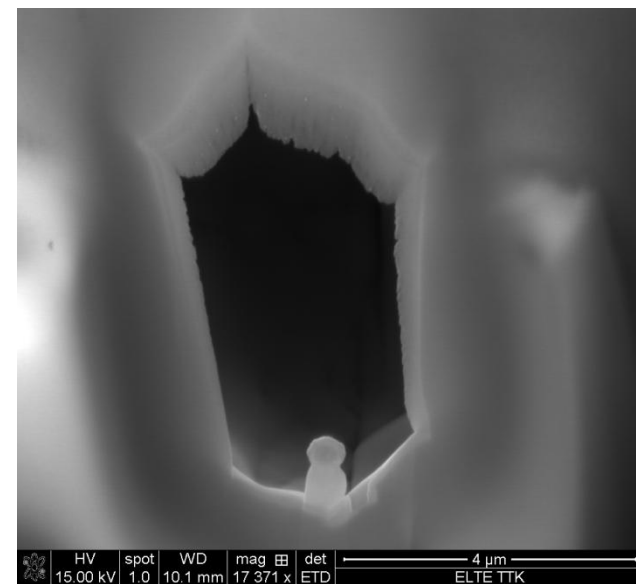
Közel 50 kutató csoport dolgozik a mikroszkóppal
ELTÉ-s és külsős is:

- Fizikusok
Deformációk vizsgálata a nanotartományban
Ötvözetek fázis- és szemcseszerkezetének vizsgálata
- Vegyészek
Ferromágneses nanorészecskék vizsgálata
(gyógyszertranszport)
Fonalféreg vizsgálata
Csontpótló kerámiák vizsgálata
- Régészek
Aranybevonat vastagságának vizsgálata középkori ruházatok
fonalain
Avar kengyelek összetételének vizsgálata
- Geológusok
Meteoritok vizsgálata – nagy nyomáson kristályosodó fázisok
Vulkáni kőzetek zárványainak vizsgálata – földtörténeti
jelentőségű
Budapest termálforrásaiban található baktériumok vizsgálata



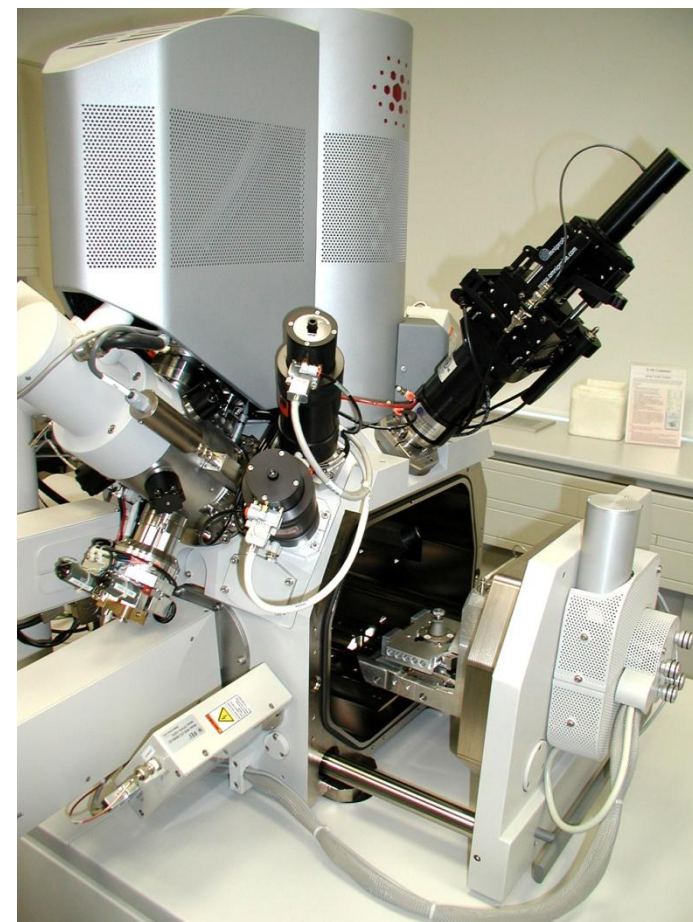
Közel 50 kutató csoport dolgozik a mikroszkóppal
ELTÉ-s és külsős is:

- Fizikusok
Deformációk vizsgálata a nanotartományban
Ötvözetek fázis- és szemcseszerkezetének vizsgálata
- Vegyészek
Ferromágneses nanorészecskék vizsgálata
(gyógyszertranszport)
Fonalféreg vizsgálata
Csontpótló kerámiák vizsgálata
- Régészek
Aranybevonat vastagságának vizsgálata középkori ruházatok
fonalain
Avar kengyelek összetételének vizsgálata
- Geológusok
Meteoritok vizsgálata – nagy nyomáson kristályosodó fázisok
Vulkáni kőzetek zárványainak vizsgálata – földtörténeti
jelentőségű
Budapest termálforrásaiban található baktériumok vizsgálata



Elektronmikroszkóp, ami nem csak egy elektronmikroszkóp

- Biológiai és szigetelő minták vizsgálata
nem szükséges körülményes mintapreparálás
- Elemanalízis röntgen spektroszkópiával
- Textura vizsgálat diffrakcióval
- Mintamegmunkálás fókuszált ionnyalábbal



**Köszönöm
a
figyelmet!**



HV
15.00 kV

spot
6.5

WD
10.0 mm

mag 田
100 x

det
ETD

500 μ m
ELTE TTK