

# OBSAH

<b>Seznam použitých symbolů . . . . .</b>	<b>10</b>
<b>Předmluva . . . . .</b>	<b>15</b>
<b>1 Úvod . . . . .</b>	<b>17</b>
Vývoj rastrovacího elektronového mikroskopu . . . . .	18
Vývoj elektronového mikroanalyzátoru . . . . .	19
Popis základní funkce přístroje . . . . .	20
<i>Seznam literatury . . . . .</i>	22
<b>2 Fyzikální základy mikroanalýzy . . . . .</b>	<b>23</b>
2.1 Stavba atomu . . . . .	23
2.2.1 Rozptyl elektronů . . . . .	28
2.2.2 Mechanismy rozptylu . . . . .	29
Pružný rozptyl . . . . .	30
Nepružný rozptyl . . . . .	33
2.2.3 Odražené elektrony . . . . .	36
2.2.4 Emise sekundárních elektronů . . . . .	41
Sekundární emise z nekovových povrchů . . . . .	44
2.2.5 Pronikání rychlých elektronů hmotou . . . . .	47
2.2.6 Energetické rozdělení elektronů v hloubce . . . . .	56
2.3 Rentgenové záření . . . . .	65
2.3.1 Spektrum rentgenového záření . . . . .	66
2.3.2 Vznik charakteristického spektra . . . . .	68
2.3.3 Augerův jev . . . . .	70
2.3.4 Fluorescenční zisk . . . . .	71
2.3.5 Satelitní čáry . . . . .	73
2.3.6 Relativní intenzity čar . . . . .	74
2.3.7 Šířka spektrálních čar a závislost na chemické vazbě . . . . .	74
2.3.8 Spojité spektrum . . . . .	80
Prostorové rozdělení intenzity spojitého záření . . . . .	83
2.3.9 Absorpcie rentgenového záření . . . . .	84
2.3.10 Rozptyl rentgenového záření . . . . .	88
Koherentní rozptyl . . . . .	88
Nekoherentní (Comptonův) rozptyl . . . . .	93
2.3.11 Difrakce rentgenových paprsků na krystalové mřížce . . . . .	95
Extinkee . . . . .	100
2.4 Statistiká . . . . .	102
<i>Seznam literatury . . . . .</i>	108
<b>3 Funkce a konstrukce přístroje . . . . .</b>	<b>111</b>
3.1 Elektronová optika . . . . .	111
3.1.1 Elektron v elektrostatickém poli . . . . .	111
Podélné elektrostatické pole . . . . .	112
Příčné homogenní elektrostatické pole . . . . .	113

3.1.2	Elektron v magnetickém poli . . . . .	115
3.1.3	Příčné magnetické pole . . . . .	115
3.1.4	Elektrostatické elektronové čočky . . . . .	117
3.1.5	Elektrostatické čočky se spojitým rozdělením potenciálu . . . . .	120
3.1.6	Typy elektrostatických čoček . . . . .	123
	Clona s kruhovým otvorem . . . . .	123
	Imerzní objektiv . . . . .	125
	Použití elektrostatických čoček . . . . .	126
3.1.7	Elektromagnetické čočky . . . . .	126
3.1.8	Dlouhá cívka . . . . .	126
	Krátká elektromagnetická čočka . . . . .	128
3.1.9	Konstrukce obrazu v elektronových čočkách . . . . .	131
	Elektronové trysky . . . . .	132
	Tryska s přímo žhavenou katodou . . . . .	132
	Tryska s nepřímo žhavenou katodou . . . . .	137
	Autoemisní tryska . . . . .	138
	Vady zobrazení . . . . .	140
	Otvorová (sférická) vada . . . . .	140
	Chromatická vada . . . . .	142
	Vada způsobená difracíí . . . . .	143
	Astigmatismus . . . . .	143
3.1.10	Optická soustava . . . . .	144
3.1.11	Finální čočka . . . . .	148
	Čočka asymetrickými půlovými nástavci . . . . .	149
	Čočka se symetrickými půlovými nástavci . . . . .	149
	Inverzní čočka . . . . .	150
	Miničočka . . . . .	150
3.1.12	Vztah mezi průměrem a proudem svazku . . . . .	150
3.1.13	Hloubka ostrosti . . . . .	153
	<i>Seznam literatury</i> . . . . .	155
3.2	Vakuový systém . . . . .	156
	<i>Seznam literatury</i> . . . . .	158
3.3	Komora vzorku . . . . .	159
3.4	Krystalové spektrometry . . . . .	161
3.4.1	Krystalový monochromátor . . . . .	162
3.4.2	Parametry krystalového monochromátoru . . . . .	166
3.4.3	Ohnute krystaly . . . . .	168
3.4.4	Vertikální divergence . . . . .	171
3.4.5	Rozlišovací schopnost spektrometrů s ohnutými krystaly . . . . .	174
	Intenzita difrakované spektrální čáry (piku) . . . . .	176
3.4.6	Konstrukce lineárního spektrometru . . . . .	177
3.4.7	Defokuzace lineárního spektrometru . . . . .	179
3.4.8	Ryté mřížky . . . . .	181
	<i>Seznam literatury</i> . . . . .	182
3.5	Detekce rentgenového záření . . . . .	183
3.5.1	Princip detekce . . . . .	183
3.5.2	Typy detektorů . . . . .	184
3.5.3	Únikové jevy . . . . .	184
3.5.4	Rozlišovací schopnost detektorů . . . . .	186
3.5.5	Počítáče plně plynem . . . . .	189
3.5.6	Proporcionalní počítáče . . . . .	193
	Plynová náplň proporcionalních počítaců . . . . .	193
	Okénka proporcionalních počítaců . . . . .	194
3.5.7	Mrtvá doba počítáče . . . . .	195
3.5.8	Charakteristika počítáče . . . . .	199

3.5.9	Elektronické zpracování impulsů z proporcionalního počítače . . . . .	198
	Předzesilovač a lineární zesilovač . . . . .	198
	Jednokanálový amplitudový analyzátor . . . . .	199
	Čítač impulsů . . . . .	199
	Analogový měřič četnosti impulsů (integrátor, ratemeter) . . . . .	200
3.5.10	Scintilační počítadlo . . . . .	203
3.5.11	Polovodičové detektory . . . . .	204
3.5.12	Polovodičový spektrometr . . . . .	207
3.5.13	Účinnost detektorů . . . . .	211
	<i>Seznam literatury</i> . . . . .	212
3.6	Detecte elektronů . . . . .	213
	Scintilační detektor s fotonásobičem . . . . .	214
	Hradlový detektor . . . . .	215
	Detecte absorbovaných elektronů . . . . .	217
	<i>Seznam literatury</i> . . . . .	217
3.7	Tvorba obrazu v EMA a REM . . . . .	218
	Tvorba kontrastu . . . . .	222
	Elektronické zpracování signálu . . . . .	224
	Potlačení stejnosměrné složky signálu . . . . .	224
	Derivace videosignálu . . . . .	224
	Nelineární zesílení obrazového signálu . . . . .	225
	Lineární analýza a Y-modulace . . . . .	226
	<i>Seznam literatury</i> . . . . .	226
4	<b>Elementární a strukturní analýza</b> . . . . .	227
4.1	Příprava preparátů . . . . .	227
	Příprava povrchu . . . . .	227
	Pokrytí vzorku vodivou vrstvou . . . . .	229
	Odolnost vzorků proti působení primárních elektronů . . . . .	231
	Výběr a příprava standardů . . . . .	232
	<i>Seznam literatury</i> . . . . .	233
4.2	Kvalitativní analýza . . . . .	233
4.2.1	Měření rentgenového spektra krystalovým spektrometrem . . . . .	234
	Analogový zápis spektra . . . . .	235
	Digitální zápis spektra . . . . .	236
4.2.2	Měření rentgenového spektra polovodičovým spektrometrem . . . . .	236
4.2.3	Vyhodnocení spektra získaného krystalovým spektrometrem . . . . .	237
	Odečítání pozadí . . . . .	238
4.2.4	Vyhodnocení spektra získaného polovodičovým spektrometrem . . . . .	239
	Odečítání pozadí . . . . .	240
	Separace (dekonvoluce, stripping) píků . . . . .	243
4.2.5	Mez citlivosti (detekce) . . . . .	246
4.2.6	Studium plošného rozložení prvků . . . . .	249
	Prostorové rozlišení obrazu . . . . .	251
	<i>Seznam literatury</i> . . . . .	254
4.3	Kvantitativní bodová rentgenová mikroanalýza . . . . .	255
4.3.1	Vztah mezi intenzitou rentgenového záření a koncentrací prvků . . . . .	260
	Empirický korekční postup . . . . .	260
4.3.2	Teoretický korekční postup ( <i>ZAF</i> ) . . . . .	264
	Korekce na atomové číslo . . . . .	265
	Určení koeficientu <i>R</i> . . . . .	267
	Korekce na absorpci . . . . .	270
	Sekundární fluorescence . . . . .	276
	Fluorescence charakteristickým zářením . . . . .	276

	Korekce na fluorescenci spojitým zářením . . . . .	281
4.3.3	Použití korekční metody ZAF . . . . .	282
	Semikvantitativní analýza polovodičovým spektrometrem bez použití standardů . . . . .	286
	<i>Seznam literatury</i> . . . . .	287
4.4	Rentgenová a elektronová mikrodifrakce . . . . .	289
4.4.1	Kosselova metoda . . . . .	289
	Úvod . . . . .	289
	Teoretická část . . . . .	290
	Experimentální uspořádání . . . . .	293
	Zpracování měření . . . . .	294
	Aplikace . . . . .	297
4.4.2	Elektronová difrakce v REM (pseudo-Kikuchiho metoda) . . . . .	298
	Úvod . . . . .	298
	Teoretická část . . . . .	300
	Experimentální uspořádání . . . . .	301
	Zpracování měření . . . . .	303
	Aplikace . . . . .	303
	Porovnání difrakčních metod . . . . .	304
	<i>Seznam literatury</i> . . . . .	305
5	<b>Použití elektronového mikroanalyzátoru v některých oborech</b> . . . . .	306
5.1	Mikroanalýza silikátů . . . . .	306
5.1.1	Príprava vzorků k měření . . . . .	307
	Skla . . . . .	307
	Keramika a žárovzdorné materiály . . . . .	308
	Anorganická pojiva . . . . .	308
	Standardy . . . . .	309
	Vodivost vzorků . . . . .	310
5.1.2	Kvantitativní analýza nekovových materiálů . . . . .	311
	Analýza alkalickej skel . . . . .	311
	Analýza skelných nehomogenit ve sklech a glazurách . . . . .	314
	Analýza krystalických a kovových nehomogenit . . . . .	316
	Koroze žárovzdorných materiálů a kovů sklovinami . . . . .	317
	Difúzní jevy . . . . .	320
	Odměšování a krystalizace skel . . . . .	320
	Spojení keramika—kov . . . . .	321
	Závěr . . . . .	323
	<i>Seznam literatury</i> . . . . .	324
5.2	Geologie a mineralogie . . . . .	327
5.2.1	Kvantitativní analýza . . . . .	328
	Silikátové a kysličníkové minerály . . . . .	328
	Sulfidy . . . . .	333
	Průměrná analýza hornin . . . . .	335
5.2.2	Rastrovací mikroskopie . . . . .	336
	<i>Seznam literatury</i> . . . . .	337
5.3	Metalurgické aplikace elektronové mikroanalýzy . . . . .	338
	Analýza fází a inkluze . . . . .	339
	Kvantitativní metalografie . . . . .	341
	Charakterizace materiálů (homogenita, diferenční složení, stopová analýza) . . . . .	343
	Difúze . . . . .	344
	Fázové diagramy . . . . .	349
	Jiné aplikace . . . . .	356
	<i>Seznam literatury</i> . . . . .	357

<b>5.4</b>	<b>Aplikace elektronové mikroanalýzy v mikroelektronice . . . . .</b>	<b>359</b>
	Úvod . . . . .	359
	Příprava polovodičových vzorků k mikroanalýze . . . . .	360
	Napětový kontrast v obraze sekundárních elektronů . . . . .	361
	Proudový polovodivým vzorku vyvolané elektronovým svazkem . . . . .	364
	Katodoluminiscence v polovodičích . . . . .	366
	Aplikace REM pro hodnocení polovodičových materiálů a struktur PN . . . . .	367
	Aplikace REM v technologii přípravy integrovaných obvodů a pro analýzu chybnych mikroelektronických prvků . . . . .	369
	Závěr . . . . .	370
	<i>Seznam literatury</i> . . . . .	371
<b>5.5</b>	<b>Analýza tenkých filmů a malých častic . . . . .</b>	<b>372</b>
	Analýza malých častic . . . . .	374
	<i>Seznam literatury</i> . . . . .	376
<b>5.6</b>	<b>Použití elektronové mikroanalýzy v biologii a medicíně . . . . .</b>	<b>377</b>
<b>5.6.1</b>	<b>Úvod . . . . .</b>	<b>377</b>
<b>5.6.2</b>	<b>Příprava biologických preparátů pro elektronovou mikroanalýzu . . . . .</b>	<b>377</b>
	Měkké tkáně a tvrdé mineralizované tkáně . . . . .	378
	Kapaliny, buňky, organely a částice . . . . .	379
	Fixace a dehydratace biologických preparátů . . . . .	380
	Příprava řezů (tenké řezy, tlusté řezy, zpopelnění) . . . . .	382
<b>5.6.3</b>	<b>Mikroanalýza biologických materiálů . . . . .</b>	<b>383</b>
	Volba pracovních podmínek a vliv parametrů přístroje . . . . .	383
	Některé zvláštnosti kvantitativní analýzy biologických preparátů . . . . .	386
<b>5.6.4</b>	<b>Přehled významnějších prací . . . . .</b>	<b>389</b>
	<i>Seznam literatury</i> . . . . .	390
<b>6</b>	<b>Závěr . . . . .</b>	<b>393</b>
	<b>Cizojazyčná resumé . . . . .</b>	<b>396</b>