

Úloha 9. Využití elektronové mikroskopie při charakterizaci materiálů

RNDr. Václav Vávra, Ph.D.

Ústav geologických věd, Přírodovědecká fakulta, MU Brno

Prof. RNDr. Jiří Pinkas, Ph.D.

Ústav chemie, Přírodovědecká fakulta, MU Brno

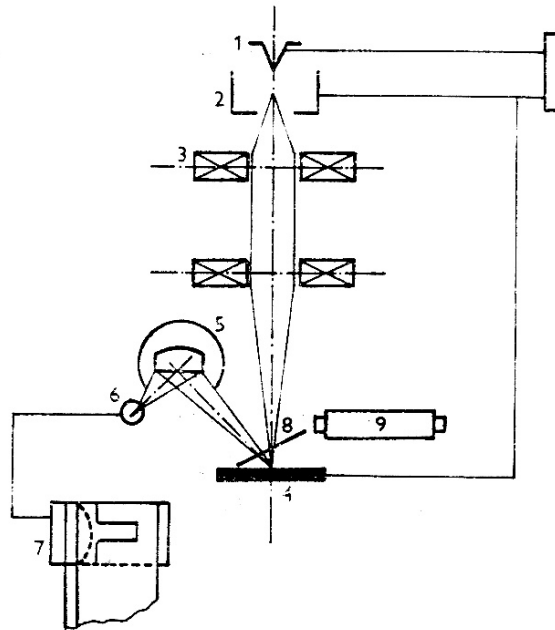
9.1 Úvod

Princip elektronové mikroskopie umožňuje sledování materiálů při velmi velkém zvětšení. Je to dáno vlnovou délkou záření, která je výrazně kratší, než je vlnová délka viditelného světla při klasické optické mikroskopii. Elektronová mikroskopie tak umožňuje např. studium velmi jemných detailů na povrchu materiálů, stanovení velikosti zrn i u velmi jemných prášků nebo stanovení fázového kontrastu s ohledem na složení materiálu.

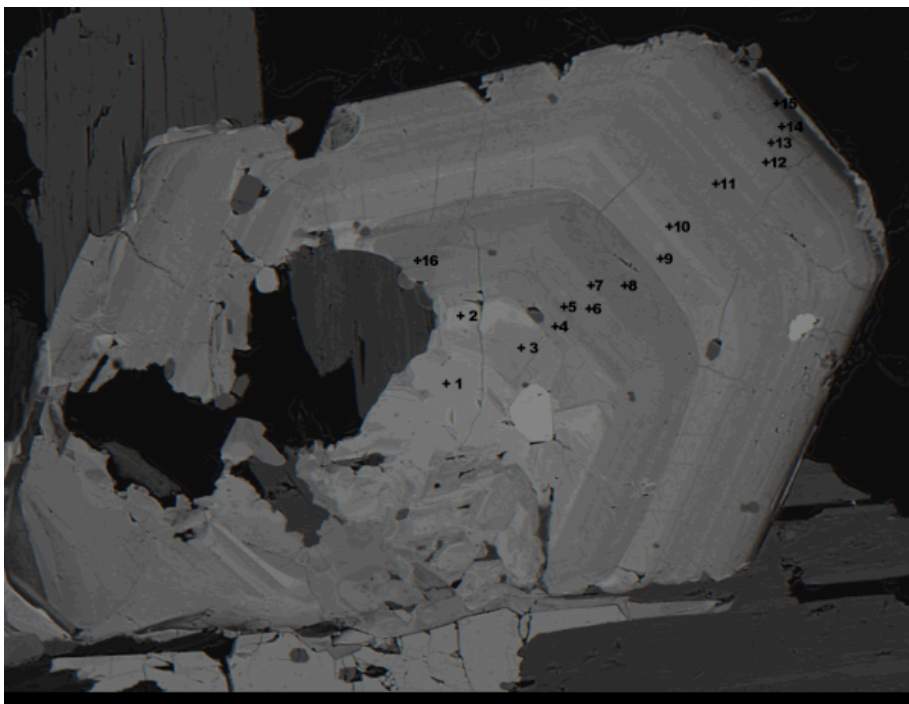
9.2 Princip mikroskopu

Rastrovací elektronový mikroskop je zařízení složené z elektronového děla, vzorkové komory a detekčního systému. Celá soustava musí být udržována ve vakuu. Ze žhaveného zpravidla wolframového vlákna jsou emitovány elektrony, které prolétají elektronovým dělem. Zde jsou elektromagnetickými cívkami upraveny do požadovaného směru a na potřebnou rychlost (obr. 1). Elektronový svazek ($0,1\text{--}0,01\ \mu\text{m}$) pojíždí po povrchu vzorku a při dopadu způsobují elektrony řadu fyzikálních jevů, z nichž nejdůležitější jsou:

- emise zpětně odražených elektronů (BEI), které po detekci umožňují sestavit elektronový obraz objektu s ohledem na protonové číslo atomů v každém bodě (obr. 2)
- vznik sekundárních elektronů (SEI), které po detekci umožňují sestavit elektronový obraz s ohledem na reliéf vzorku
- RTG spektrum, které dává informace o složení materiálu. Analýzou vlnových délek emitovaného RTG spektra jsme schopni stanovit prvky přítomné v materiálu a analýzou intenzit tohoto spektra jsem vzhledem ke standardům schopni určit procentuelní zastoupení přítomných prvků.



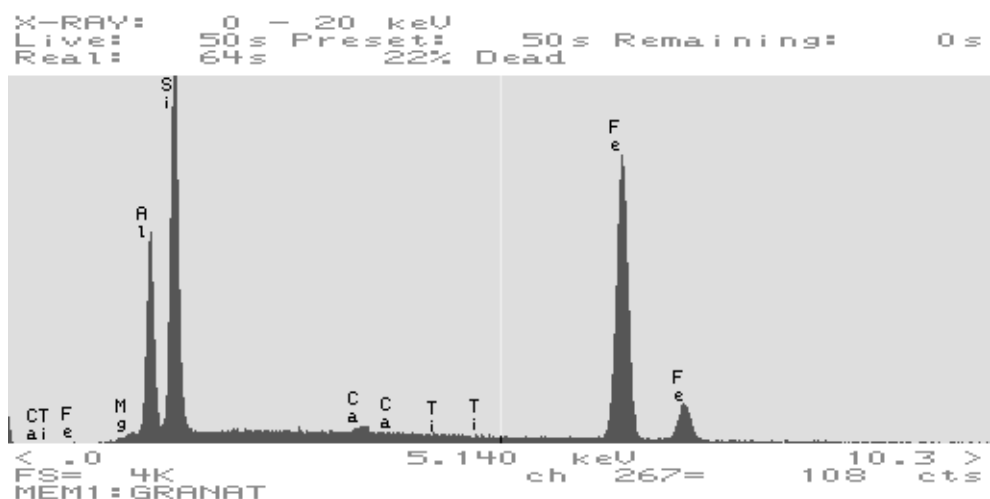
Obr. 1 Základní schéma elektronového mikroskopu s analyzátorem. 1 – katoda, 2 – anoda, 3 – systém elektromagnetických čoček a kondenzorový systém, 4 – vzorek, 5 – analyzující krystal, 6 – detektor RTG záření, 7 – převodník signálu, 8 – nastavitelné zrcátko, 9 – optický systém.



Obr. 2 Elektronový obraz ve zpětně odražených elektronech (BEI) ukazuje chemickou nehomogenitu allanitového zrna.

9.3. Chemická analýza

Chemickou analýzu lze provádět dvěma nejběžnějšími způsoby. Prvním je ED (energie disperzní) analýza, při které je načítáno celé energetické RTG spektrum (obr. 3) a analýzou jeho energie a intenzity jsou stanoveny přítomné prvky a jejich hmotnostní procenta. Kalibrace se provádí pro všechny prvky zároveň.



Obr. 3 Energiové spektrum pro granát – almandin. Podle polohy energiových maxim lze stanovit přítomné prvky (zde $K\alpha$ linie Si, Al, Ca a $FeK\alpha$ i β) a podle intenzit stanovit zastoupení daného prvku.

Druhá metoda je WD (vlnově disperzní) analýza, při které se stanovuje každý prvek separátně vzhledem k vlastnímu standardu. Tato metoda je přesnější a má vyšší citlivost.

Výhodou této metody je možnost provedení chemické analýzy z bodu o velikosti řádově 1 μm s citlivostí srovnatelnou s jinými metodami, jako je RTG fluorescence. Dnešní programové vybavení umožňuje provádět např. mapy distribuce prvků, liniové analýzy, zrnitostní analýzy a samozřejmě fotografickou dokumentaci v nejrůznějších režimech.

Vzorky pro elektronovou mikroskopii mohou mít nejrůznější povahu, musí ale v zásadě splňovat dvě podmínky:

1. jsou stabilní a netěkají,
2. je možné je pokovit, což je nezbytně nutné pro odvádění náboje dopadajících elektronů.

Elektronových mikroskopů s připojenými analyzátory RTG záření je dnes celá řada nejrůznějších typů, které jsou zaměřeny na různé oblasti vědy a průmyslu.

9.4. Úkoly

1. Vysvětlete princip vzniku zpětně odražených elektronů (BEI), jejich energii, druh získané informace a hloubku z jaké pochází.
2. Stejně proveďte pro sekundární elektrony (SEI).
3. Jaké další typy záření nebo informací lze detekovat při měření na SEM mikroskopu.