

# Úloha 9. Využití elektronové mikroskopie při charakterizaci materiálů

Mgr. Vít Vykoukal, Ph.D.  
Ústav chemie, Přírodovědecká fakulta, MU Brno

Prof. RNDr. Jiří Pinkas, Ph.D.  
Ústav chemie, Přírodovědecká fakulta, MU Brno

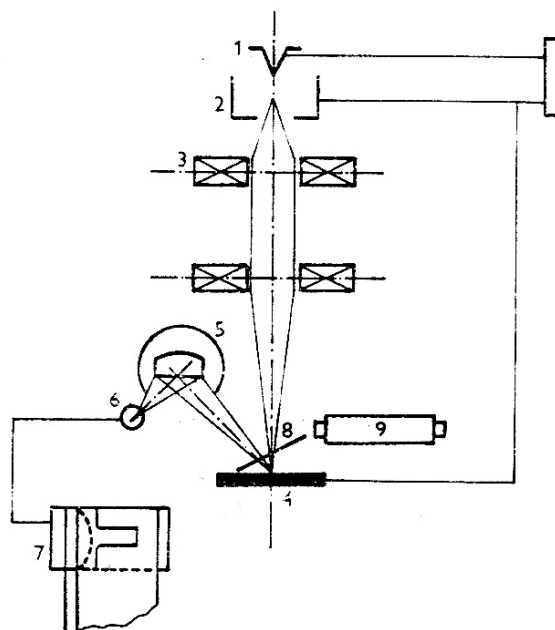
## 9.1 Úvod

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.

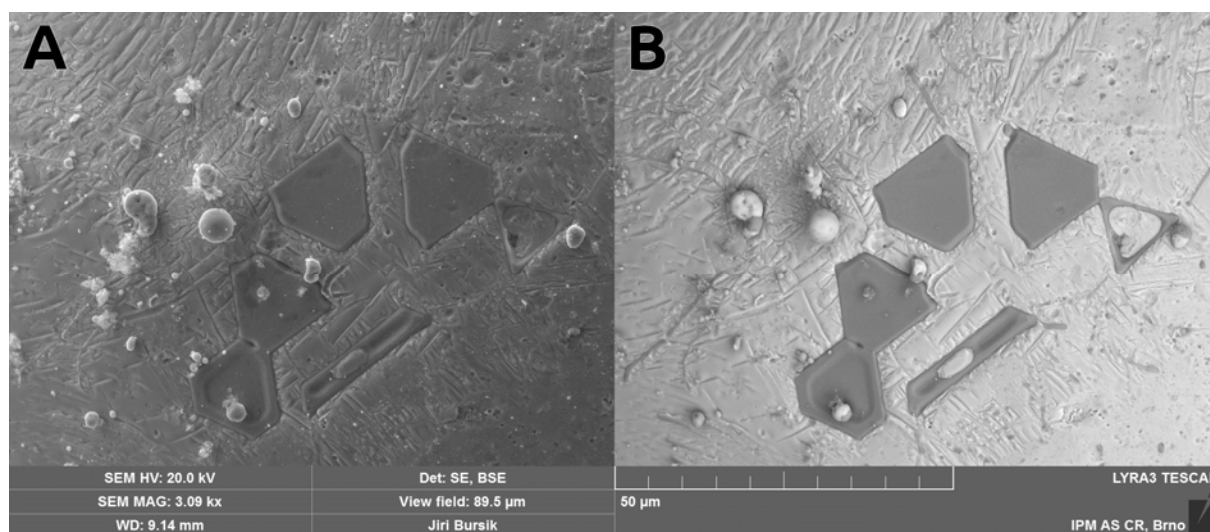
## 9.2 Princip mikroskopu

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

- emise zpětně odražených elektronů (BSE), které po detekci (CBS) umožňují sestavit elektronový obraz objektu s ohledem na protonové číslo atomů v každém bodě (obr. 2B)
- vznik sekundárních elektronů (SE), které po detekci (ETD) umožňují sestavit elektronový obraz s ohledem na reliéf vzorku (obr. 2A)
- 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 jsme vzhledem ke standardům schopni určit procentuální zastoupení přítomných prvků.



**Obr. 1** Základní schéma elektronového mikroskopu s analyzátozem. 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.

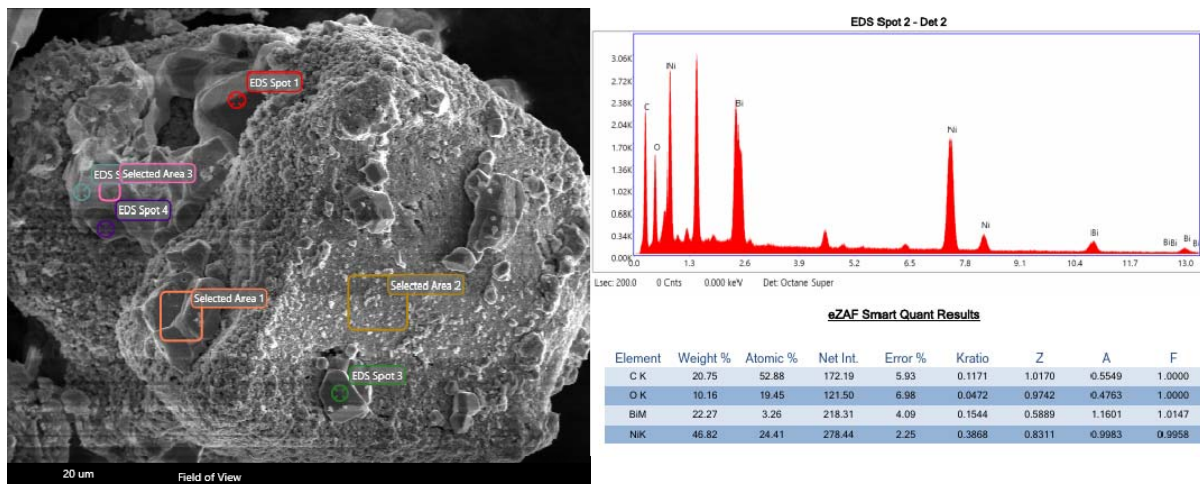


**Obr. 2** Elektronový obraz slitiny AgNi v sekundárních elektronech (A) a ve zpětně odražených elektronech (B). Tmavší část obrázku B je složená především z Ni, světlejší z Ag

### 9.3. Chemická analýza

Chemickou analýzu lze provádět dvěma nejběžnějšími způsoby. Prvním je EDS (energieově disperzní RTG spektroskopie) analýza, při které je načítáno celé energetické RTG spektrum a analýzou jeho energie a intenzity jsou stanoveny přítomné prvky a jejich

hmotnostní procenta. Kalibrace se provádí pro všechny prvky zároveň. Tato analýza umožňuje určování kvality a kvantity na přesně zvoleném místě a pozorovat tak nehomogenitu složení materiálu (Obr. 3).



**Obr. 3** SEM snímek slitiny BiNi s uhlíkovou maticí obsahující kyslík. Snímek byl pořízen v režimu sekundárních elektronů a uvedené spektrum je oblasti označené EDS spot 2 (světle modrá barva). Podle polohy energiových maxim lze stanovit přítomné prvky (zde C, O, Bi a Ni) a podle intenzit stanovit zastoupení daného prvku.

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 může být nezbytně nutné pro odvádění náboje dopadajících elektronů – dosažení vyššího rozlišení

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

#### 9.4. Úkoly

1. Přinesený, libovolný vzorek, vhodně připravte pro SEM analýzu a proved'te ji v obou módech zobrazení.
2. Seznamte se se základním nastavením SEM