

## Ćwiczenie 5: Metody mikroskopowe w inżynierii materiałowej. Mikroskopia elektronowa

PRZEDMIOT: NOWOCZESNE TECHNIKI BADAWCZE W INŻYNIERII MATERIAŁOWEJ

Opracowały: cz. teoretyczna: dr hab. Beata Grabowska

cz. doświadczalna: dr inż. Katarzyna Berent

SPIS TREŚCI

CZĘŚĆ TEORETYCZNA

1. WPROWADZENIE .....	3
2. MIKROSKOPIA ELEKTRONOWA .....	3
2.1. Podział mikroskopów elektronowych .....	4
2.2. Podstawy skaningowej mikroskopii elektronowej.....	5
2.3. Budowa i zasada działania skaningowego mikroskopu elektronowego.....	8
3. ZASTOSOWANIE SKANINGOWEJ MIKROSKOPII ELEKTRONOWEJ .....	10

CZĘŚĆ DOŚWIADCZALNA

4. PREPARATYKA W MIKROSKOPII ELEKTRONOWEJ.....	11
5. INSTRUKCJA DO ĆWICZENIA.....	11
5.1. Temat ćwiczenia: Metody mikroskopowe w inżynierii materiałowej.....	11
5.2. Cel ćwiczenia: zapoznanie się z budową, działaniem, obsługą oraz podstawowymi zastosowaniami skaningowego mikroskopu elektronowego. ....	11
5.3. Aparatura i sprzęt laboratoryjny .....	11
5.4. Odczynniki i materiały .....	11
5.5. Przebieg ćwiczenia: .....	13
5.6. Opracowanie sprawozdania .....	13

LITERATURA

## CZĘŚĆ TEORETYCZNA

### 1. WPROWADZENIE

Teoria zdolności rozdzielczej przyrządów optycznych rozwinięta przez E. Abbego (1878), następnie wysunięta przez L. De Broglie'a hipoteza dotycząca dwoistej natury promieniowania (1924), a dalej podjęte rozważania E. Schrödingera nad mechaniką kwantową umożliwiły praktycznie wykorzystać wiązkę elektronową jako źródło oświetlające materiał w celu charakteryzowania jego powierzchni. Pierwszy transmisyjny mikroskop elektronowy (TEM) został zbudowany przez niemieckiego fizyka E. Ruska (1931), który w 1986 roku za swoje prace otrzymał Nagrodę Nobla. Nieco młodszym urządzeniem badawczym od TEM jest skaningowy mikroskop elektronowy (SEM), którego podstawową zaletą jest możliwość obserwacji powierzchni obiektów bez ich wcześniejszego preparowania, jednak kosztem niższej rozdzielczości (ok. 1 nm). Koncepcję mikroskopu SEM zaproponował inny niemiecki fizyk M. Knoll (1935). Wykonał on pionierski eksperyment, w którym osiągnął zdolność rozdzielczą sięgającą 100  $\mu\text{m}$  uzyskując pierwszy skaningowy obraz topografii powierzchni próbki. Kiedy w 1940 roku skonstruowano detektor elektronów wtórnych, zbudowano pierwszy mikroskop SEM w USA, o zdolności rozdzielczej około 1  $\mu\text{m}$  (V. K. Zworykin, J. Hillier, R. L. Snyder). Jednak dopiero po wynalezieniu przez T.E. Everharta i R.F. Thornleya detektora scyntylacyjnego zbudowano pierwsze komercyjne urządzenie tego typu (1965). Od tego czasu mikroskop elektronowy stał się powszechnie stosowanym urządzeniem zarówno w sferze naukowej, jak i technicznej.

### 2. MIKROSKOPIA ELEKTRONOWA

Mikroskopia jest to metoda badawcza wykorzystywana w wielu dziedzinach nauki, przemysłu i techniki. Zajmuje się badaniem obiektu poprzez obserwacje z zastosowaniem światła widzialnego, fluorescencji, podczerwieni, elektronów lub też promieni X. Metoda ta opiera się na tworzeniu powiększonego obrazu przedmiotu najczęściej w transmisyjnej mikroskopii optycznej i elektronowej i oparta jest na podobnych zasadach optyki. W typowym mikroskopie optycznym światło żarówki zostaje skupione przez soczewkę kondensora (lub lustro wklęsłe) i przechodzi przez częściowo przezroczysty preparat. Obraz preparatu jest następnie powiększany przez soczewki obiektywu, okularu i odtwarzany bezpośrednio na siatkówce ludzkiego oka. Podobnie tworzony jest obraz w transmisyjnym mikroskopie elektronowym. Przy czym użyty rodzaj promieniowania (elektrony), rodzaj soczewek, jak też warunki odtworzenia obrazu widocznego okiem obserwatora, różnią się dość istotnie.

Mikroskopia elektronowa od momentu wynalezienia transmisyjnego mikroskopu elektronowego stała się kluczową techniką pozwalającą obserwować struktury i materiały na poziomie atomowym. W tym zakresie zastosowanie znalazły różne techniki mikroskopowe, w tym:

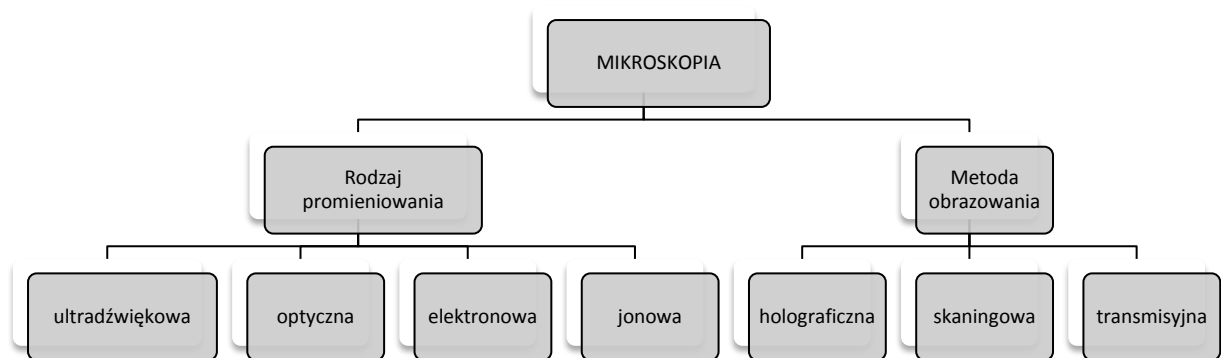
- Transmisyjna mikroskopia elektronowa - TEM (*Transmission Electron Microscopy*),
- Skaningowa mikroskopia elektronowa - SEM (*Scanning Electron Microscopy*),
- Skaningowa transmisyjna mikroskopia elektronowa - STEM (*Scanning Transmission Electron Microscopy*),
- Spektroskopia dyspersji energii promieniowania rentgenowskiego - EDS (*Energy Dispersive X-ray Spectroscopy*)
- Spektroskopia strat energii elektronów - EELS (*Electron Energy-Loss Spectroscopy*).

## 2.1. Podział mikroskopów elektronowych

Słowo *mikroskop* wywodzi się z języka greckiego (μικρός - mikros – "mały" i σκοπέω - skopeo – "patrzę, obserwuję") i w ogólnym tłumaczeniu oznacza urządzenie do obserwacji małych przedmiotów. Mikroskop elektronowy jest to urządzenie elektrooptyczne, w którym powiększony obraz przedmiotu otrzymuje się za pomocą wiązki elektronowej, odchylonej i skupionej przez soczewki elektromagnetyczne; pozwala uzyskać znacznie lepszą zdolność rozdzielczą niż mikroskop optyczny (do 0,2 nm), dzięki długości fal de Broglie'a odpowiadających elektronom, krótszej o kilka rzędów wielkości od długości fal świetlnych (zdolność rozdzielcza mikroskopu elektronowego jest ograniczona przez efekty dyfrakcyjne).

Jednym z najbardziej rozpowszechnionych jest mikroskop elektronowy transmisyjny, w którym bardzo cienką (rzędu kilkunastu nm) folię badanego preparatu przenika skupiona wiązka elektronowa.

Na rysunku 1 przedstawiono podział mikroskopii według dwóch podstawowych kryteriów: stosowanego rodzaju promieniowania oraz metody obrazowania.



**Rys. 1.** Podstawowe typy mikroskopii – klasyfikacja pod względem metody obrazowania i rodzaju użytego promieniowania

Z punktu widzenia otrzymywanego obrazu wyróżnia się mikroskopy elektronowe:

- (1) transmisyjne - najczęściej stosowane;
- (2) odbiciowe;
- (3) zwierciadlane;
- (4) emisyjne;
- (5) cieniowe.

Natomiast z punktu widzenia sposobu tworzenia obrazu rozróżnia się mikroskopy elektronowe:

- (1) oświetlające jednocześnie cały obraz;
- (2) rastrowe analizujące preparat punkt po punkcie ;
- (3) polowe.

## 2.2. Podstawy skaningowej mikroskopii elektronowej

Parametrem charakteryzującym właściwości skaningowego mikroskopu elektronowego SEM jest zdolność rozdzielcza. Zależy ona od konstrukcji mikroskopu oraz od rodzaju sygnału wykorzystywanego do wytworzenia obrazu. Zdolność rozdzielcza dla układów optycznych zależy od długości fali światła ( $\lambda$ ), a także od sprawności  $n \cdot \sin \theta$  układu optycznego warunkowanego aperturą i jest określona równaniem Abbego (wzór 1):

$$d = \frac{1,22 \cdot \lambda}{n \cdot \sin \theta}$$

Teoretyczna zdolność rozdzielcza mikroskopu elektronowego zależy od napięcia przyspieszającego elektrony. Wiązka elektronów podlega prawom optyki wykazując nie tylko cechy korpuskularne, lecz również naturę falową. Długość fali związanej z poruszającą się cząstką materii zgodnie równaniem de Broglie'a wynosi (wzór 2):

$$\lambda = \frac{h}{m \cdot v} = \frac{h}{p}$$

gdzie:

$\lambda$  – długość fali elektronu,

$m$  – masa elektronu,

$v$  – prędkość elektronu,

$p = m \cdot v$  – pęd elektronu,

$h$  – stała Plancka,  $h = 6,626 \cdot 10^{-34}$  Js .

Energia kinetyczna elektronów zależy od różnicy potencjałów między katodą a anodą, zwanej napięciem przyspieszającym. Po uwzględnieniu we wzorze (2) zależności pędu od napięcia przyspieszającego ( $p$ ):

$$p = \sqrt{2m \cdot e \cdot U}$$

otrzymujemy (wzór 3):

$$\lambda = \frac{h}{\sqrt{2m \cdot e \cdot U}}$$

gdzie:

$U$  – napięcie przyspieszające.

Po wprowadzeniu poprawki relatywistycznej, istotnej przy dużych prędkościach, otrzymamy równanie (wzór 4):

$$\lambda = \frac{h}{\sqrt{2m_0 \cdot e \cdot U \left(1 + \frac{e \cdot U}{2m_0 \cdot c^2}\right)}}$$

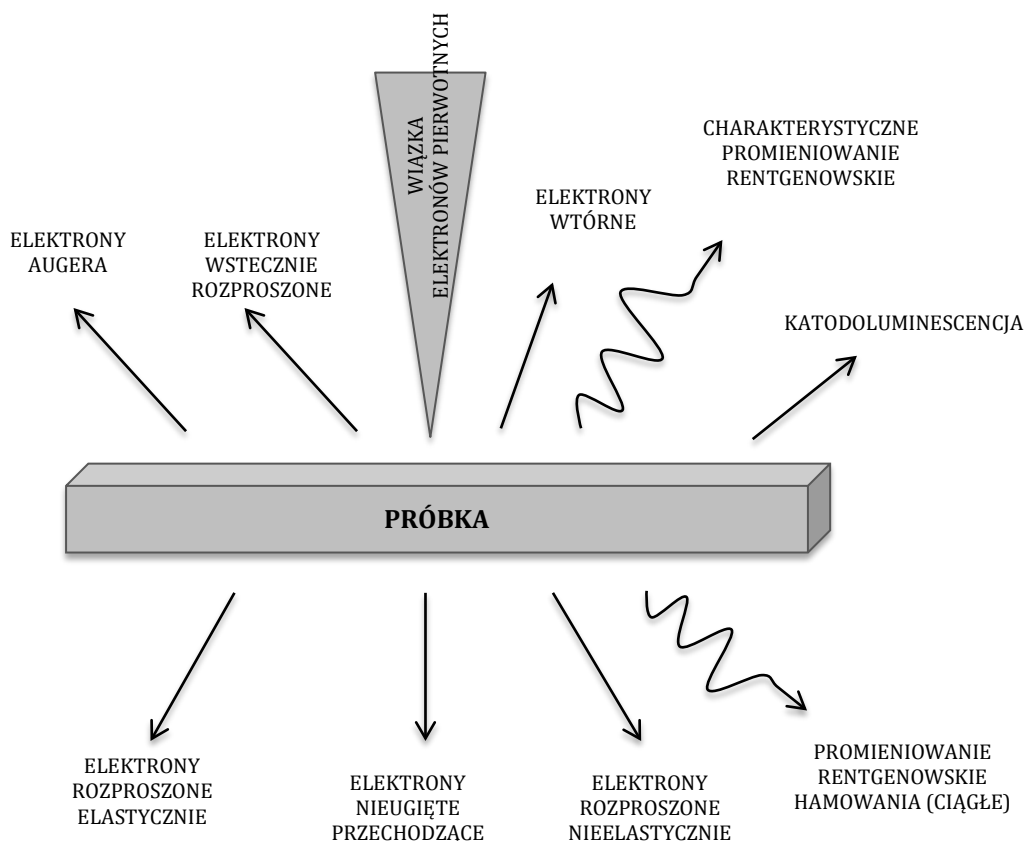
gdzie:

$m_0$  – spoczynkowa masa elektronu,

$c$  – prędkość światła.

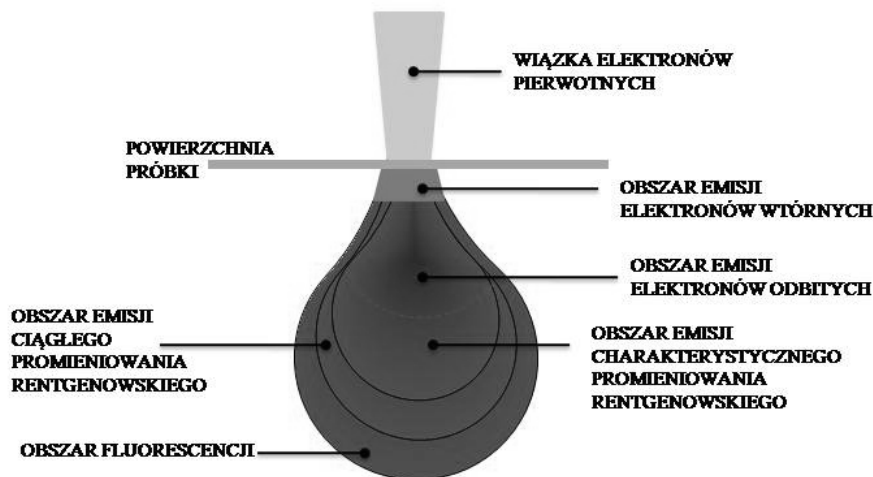
Na przykład dla napięć przyspieszających 100 i 300 kV uzyskamy długość fali odpowiednio: 3,7 i 1,97 pm. Długość fali elektronów jest więc 100 000 razy mniejsza niż długość fali światła i dzięki temu jest możliwe osiągnięcie w mikroskopie elektronowym zdolności rozdzielczej 0,2 nm. Aby możliwe było

uzyskanie obrazu, konieczne jest formowanie wiązki elektronów. Wiązka elektronów, padając na próbkę, wywołuje różne efekty. Elektrony, zderzając się z atomami, tracą energię kinetyczną i mogą być całkowicie zaabsorbowane, mogą spowodować emisję promieniowania lub ulec sprężystemu „odbiciu”, albo przeniknąć przez materiał. Stosunek liczby elektronów „odbitych”, zaabsorbowanych i przechodzących zależy od składu chemicznego i grubości preparatu. Elektrony, padające na próbkę, oddziałują z elektronami atomów próbki i powodują m.in. emisję: elektronów wtórnych, elektronów wstecznie rozproszonych, elektronów Augera, promieniowania rentgenowskiego, promieniowania fluorescencyjnego (rys. 2).



**Rys. 2.** Oddziaływanie wiązki elektronów z powierzchnią próbki

Każdy z rodzajów promieniowania jest emitowany z różnej głębokości i objętości próbki, przy czym ze wzrostem napięcia przyspieszającego rośnie głębokość i objętość obszaru emisji (rys. 3). Z napięciem rośnie również średnica tego obszaru, która jest co najmniej kilkakrotnie większa od średnicy wiązki. Dodatkowo na głębokość wnikania elektronów wpływa liczba atomowa składników próbki. W mikroskopie skaningowym z termoemisyjną katodą wolframową graniczna średnica wiązki elektronowej wynosi ok. 2–5 nm, a graniczna zdolność rozdzielcza 4–10 nm (przy sygnale elektronów wtórnych). Znacznie lepsze wyniki uzyskuje się przy zastosowaniu działa z emisją polową, wtedy bowiem zdolność rozdzielcza mikroskopu skaningowego może osiągnąć wartość rzędu 1 nm. Mikroskopy tego typu są jednak konstrukcjami bardzo kosztownymi, ze względu na wysokie wymagania próżniowe działa z emisją polową ( $p < 10^{-7}$  Pa).



Rys. 3. Zasięg i przestrzenny rozkład emisji różnego rodzaju elektronów w próbce [4]

Istotą mikroskopii skaningowej SEM jest skanowanie powierzchni próbki nanometrową wiązką elektronów uformowaną przez układ elektrooptyczny mikroskopu. Wiązkę taką formuje układ soczewek elektromagnetycznych. Próbki są skanowane wiązką elektronów odchyloną przez cewki skanujące. Odchylenie wiązki tworzącej obraz na monitorze jest zsynchronizowane z odchyleniem wiązki skanującej próbką. Sygnał z powierzchni próbki, najczęściej w postaci elektronów wtórnych lub wstecznie rozproszonych, dociera do detektora. Sygnał wychodzący z detektora steruje jasnością obrazu wyświetlanego na monitorze. Powiększenie mikroskopu skaningowego wynika z relacji wielkości obszarów skanowanych próbki. Część elektronów pierwotnych rozproszonych wstecznie (zmiana kierunku ruchu o ponad  $90^\circ$  w wyniku sprężystego rozpraszania przez atomy próbki) tworzy sygnał tzw. elektronów wstecznie rozproszonych (backscattered electrons – BSE). Ilość wyemitowanych elektronów wstecznie rozproszonych zależy od liczby atomowej  $Z$  i rośnie z jej wzrostem, co stanowi źródło informacji o chemicznym zróżnicowaniu próbki. Pozostała część elektronów pierwotnych, absorbowana przez próbkę, jest rozpraszana niesprężysto przez przypowierzchniowe warstwy atomów i traci stopniowo energię. W wyniku tego oddziaływania powstaje najistotniejszy w elektronowej mikroskopii skaningowej sygnał niskoenergetyczny elektronów wtórnych (secondary electrons – SE). Każdy elektron emitowany przez próbkę nazywa się elektronem wtórnym, jednak w mikroskopii elektronowej przyjęto nazywać wtórnymi tylko te elektrony o energii mniejszej niż 50 eV. Z uwagi na małą energię tylko elektrony wtórne emitowane blisko powierzchni mają szansę opuścić próbkę i dotrzeć do detektora. Ilość emitowanych elektronów wtórnych daje informacje na temat topografii powierzchni próbki. Wiele elektronów wtórnych opuszcza wypukłości próbki, natomiast niewiele z nich zagłębenia, dzięki czemu powstaje kontrast topograficzny. W Tabeli 1 podano wartości zdolności rozdzielczych kilku narzędzi do obserwacji wraz z wyszczególnieniem powodu jej ograniczenia.

Tabela 1 Graniczna zdolność rozdzielcza wybranych narzędzi do obserwacji badanych obiektów

Narzędzie	Rozdzielczość	Ograniczenie
Oko ludzkie	~0.02 mm	Siatkówka
Klasyczny mikroskop optyczny	~200 nm	Dyfrakcja światła
Skaningowy mikroskop elektronowy	~1 nm	Dyfrakcja elektronów
Transmisyjny mikroskop elektronowy	~0.1 nm	Dyfrakcja elektronów

### 2.3. Budowa i zasada działania skaningowego mikroskopu elektronowego

Idea budowy mikroskopu optycznego stała się podstawą mikroskopii elektronowej, w której wiązka świetlna zastąpiona została wiązką elektronową. W wyniku oddziaływania wiązki elektronowej z materiałem próbki generowane są różne sygnały (elektrony, fotony w zakresie od podczerwieni przez światło widzialne, aż do promieniowania rentgenowskiego). Sygnały te mogą być użyte do obrazowania i uzyskiwania różnych typów charakterystyk próbek - takich jak morfologia powierzchni lub rozkład defektów krystalicznych.

W mikroskopie elektronowym do badania materii wykorzystywana jest wiązka elektronowa zapewniająca uzyskanie obrazu o parametrach (powiększenie, rozdzielczość) niedostępnych dla klasycznej mikroskopii świetlnej. Techniki transmisyjnej mikroskopii elektronowej umożliwiają uzyskiwanie obrazów z rozdzielczością rzędu 0.1 - 0.05 nm - czyli ponad 4000 razy lepszą niż typowy mikroskop optyczny. Jest to jednocześnie zdolność rozdzielcza około 4 000 000 razy lepsza niż rozdzielczość, z jaką widzi nieuzbrojone oko ludzkie. Główną częścią mikroskopu elektronowego jest komora próżniowa; działo elektronowe emituje wiązkę elektronów, które są przyspieszane polem o napięciu od kilku kV do kilku MV (najczęściej 30 – 300 kV) i osiągają znaczną prędkość; wiązka elektronowa skupiona przez soczewki elektromagnetyczne, średnicy rzędu kilku do 10  $\mu\text{m}$ , przenika przez badany preparat, a następnie zostaje powiększona przez układ soczewek elektromagnetycznych i pada na detektor, tworząc b. duży, powiększony obraz prześwietlanego preparatu.

Generalnie można mówić o dwóch typach mikroskopii elektronowej - tj. o transmisyjnej mikroskopii elektronowej, w której rejestrowane są sygnały pochodzące od elektronów przechodzących przez badaną próbkę i o skaningowej mikroskopii elektronowej, w której wiązka elektronowa skanuje linia po linii wybrany obszar próbki, przy czym rejestrowane są sygnały emitowane przez próbkę.

W tabeli 2 zestawiono podstawowe parametry klasycznego mikroskopu optycznego oraz mikroskopów elektronowych - transmisyjnego i skaningowego.

**Tabela 2** Ogólna charakterystyka klasycznego mikroskopu optycznego oraz transmisyjnego i skaningowego mikroskopu elektronowego

Cecha urządzenia	Klasyczny mikroskop optyczny	Transmisyjny mikroskop elektronowy	Skaningowy mikroskop elektronowy
Oświetlenie	Światło widzialne, $\lambda \approx 400\text{-}800\text{ nm}$	Wiązka elektronów, $\lambda = 0,004\text{ nm}$	Wiązka elektronów
Maksymalne powiększenie	2-2000 x	200-2M x	20-0.1M x
Zdolność rozdzielcza	$\sim 200\text{ nm}$	$\sim 0.1\text{ nm}$	$\sim 1\text{ nm}$
Sposób obserwacji	Bezpośredni	Pośredni	Pośredni
Preparaty	Przeźroczyste optycznie (powierzchnia próbki)	Przeźroczyste dla wiązki elektronów (niekoniecznie przeźroczyste dla światła widzialnego)	Powierzchnia próbki
Stosowane soczewki	Optyczne (szklane, kwarcowe)	Elektromagnetyczne, elektrostatyczne	Elektromagnetyczne

Niezależnie od typu każdy mikroskop elektronowy składa się z trzech głównych części:

- (1) źródła elektronowego zwanego działem elektronowym bądź emiterym;
- (2) układu soczewek elektromagnetycznych i apertur sterujących zogniskowaniem, kontrolą kształtu i

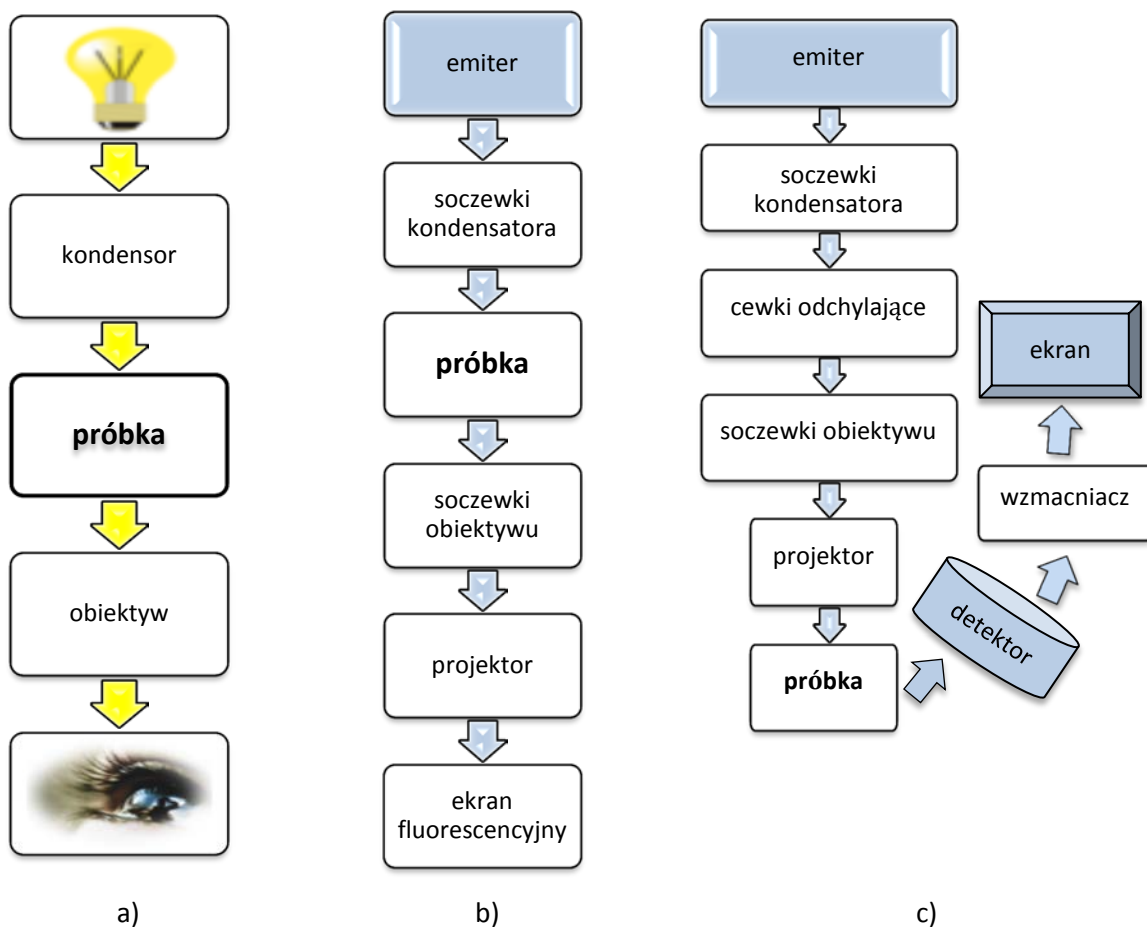


wielkości wiązki elektronowej;

(3) układu detektorów do zbierania sygnałów pochodzących z próbki i urządzeń do wizualizacji.

Źródło elektronowe emituje elektrony, które są przyspieszane. Wiązka monoenergetycznych elektronów pierwotnych jest kształtowana przez soczewki kondensora i obiektywu. Odpowiedni układ soczewek umożliwia zmianę prądu wiązki elektronowej, która bombarduje badaną próbkę, a także kontrolę zbieżności wiązki (od równoległej szerokiej wiązki stosowanej w transmisyjnej mikroskopii elektronowej, do bardzo skupionej zbieżnej wiązki w skaningowej mikroskopii elektronowej).

Na rysunku 4 przedstawiono schemat klasycznego mikroskopu optycznego (a), transmisyjnego mikroskopu elektronowego (b) oraz skaningowego mikroskopu elektronowego (c).



**Rys. 4.** Schemat: a) klasycznego mikroskopu optycznego, b) transmisyjnego mikroskopu elektronowego, c) skaningowego mikroskopu elektronowego

Skaningowa mikroskopia elektronowa stanowi bardzo użyteczną technikę obrazowania mikrostruktur powierzchniowych. Jej idea polega na skanowaniu powierzchni próbki nanometrową wiązką elektronów uformowaną przez elektrooptyczny układ mikroskopu. Wiązka ta formowana jest przez układ soczewek elektromagnetycznych. Odchylenie wiązki odbywa się przy użyciu cewek. Sygnał z powierzchni próbki, w postaci elektronów wtórnych albo wstecznie rozproszonych, dociera do detektora, którego najważniejszymi częściami są scyntylator i fotonowielacz. Scyntylator przekształca

energie elektronów wtórnych w impulsy świetlne, które w dalszej kolejności są wzmacniane przez fotopowielacz. Pochodzący z detektora sygnał steruje jasnością obrazu powstającego na monitorze.

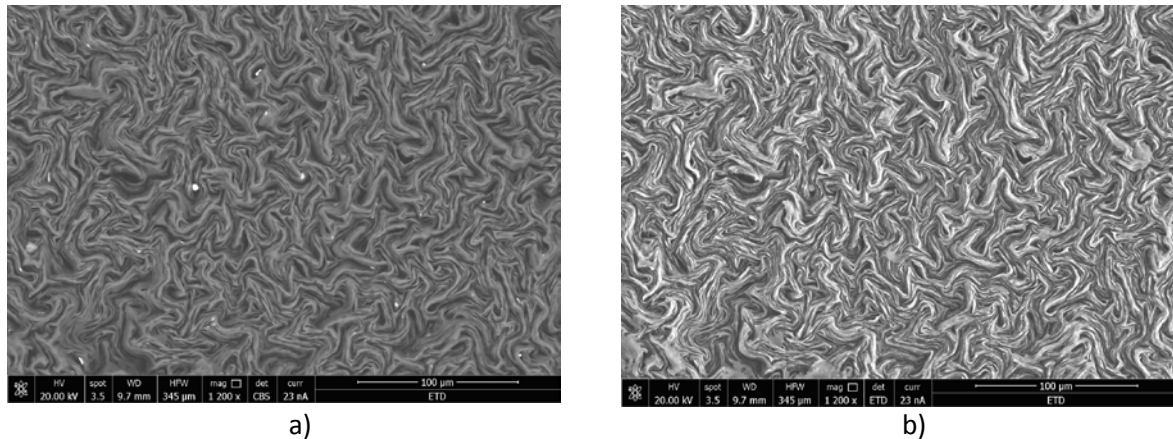
### 3. ZASTOSOWANIE SKANINGOWEJ MIKROSKOPII ELEKTRONOWEJ

Duża głębia ostrości mikroskopu skaningowego czyni go szczególnie przydatnym do badań fraktograficznych, czyli do badań topografii przełomów. Polegają one na obserwacji powierzchni obiektów utworzonych w wyniku działania naprężeń prowadzących do rozdzielania materiału. Pozwala to poznać mechanizmy procesu pęknięcia. Ponieważ pęknięcie rozwija się najczęściej w najbardziej osłabionych obszarach próbki, na przełomie mogą być ujawnione różne szczegóły strukturalne, np. wydzielenia obcych faz, wady materiałowe w postaci porów, pustek i mikropęknięć. Próbki do badań nie wymagają specjalnego przygotowania, stawiane są tylko ograniczenia co do ich wielkości.

Ponadto mikroskopię SEM wykorzystuje się do:

- badań morfologii powierzchni (badanie jakości powierzchni powłok ochronnych, badanie uszkodzeń warstwy wierzchniej różnych elementów, do diagnozowania zniszczeń korozyjnych, ogniska i produkty korozji);
- badań struktury czyli budowy wewnętrznej tworzyw (określenie mikrostruktury stopów, badanie jakości warstwy nawęglonej czy naazotowanej).

Na rysunku 5 przedstawiono przykładowe mikrofotografie struktury obrazowane za pomocą elektronów wstecznie rozproszonych (a) oraz wtórnych (b) wykonane dla grafitu przy użyciu skaningowego mikroskopu elektronowego FEI Versa 3D FEG.



**Rys. 5.** Obrazy mikrostruktury grafitu: a) elektrony wstecznie rozproszone (BSE), b) elektrony wtórne (SE) (fot. K. Berent)

## CZĘŚĆ DOŚWIADCZALNA

### 4. PREPARATYKA W MIKROSKOPII ELEKTRONOWEJ

W mikroskopii elektronowej istotnym jest, aby analizowany materiał był dobrym przewodnikiem prądu elektrycznego. Próbkę przewodzącą analizuje się bez specjalnego przygotowania, odtłuszczając jedynie badaną powierzchnię w acetonie lub alkoholu izopropylowym w płuczce ultradźwiękowej. Innym sposobem jest usuwanie drobnych zanieczyszczeń strumieniem sprężonego powietrza. Próbkę nieprzewodzącą naparowuje się w napyłarce próżniowej cienką warstwą węgla i/lub metali szlachetnych (Pt, Au, Pd, Ag, Cr). Warstwa ta spełnia rolę nie tylko przewodnika prądu elektrycznego, ale również zabezpiecza badany materiał przed wypalaniem przez wiązkę elektronów. W przypadku, gdy może dojść do uszkodzenia lub zniekształcenia topografii powierzchni próbek nieprzewodzących obserwacje można prowadzić w trybie środowiskowym (ESEM - *Environmental Scanning Electron Microscopy*) lub niskiej próżni (LV-SEM - *Low Vacuum Scanning Electron Microscopy*).

Badania mikroskopowe przeprowadza się także ze specjalnie przygotowanych do tego celu preparatach, którymi mogą być zgłady, szlify lub cienkie folie.

Preparat nazywany zgładem ma specjalnie przygotowaną powierzchnię do badań mikroskopowych. Przygotowanie powierzchni polega na szlifowaniu jej papierami ściernymi, proszkami ściernymi (SiC, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) lub pastami diamentowymi. Podczas polerowania z wykorzystaniem papierów ściernych stosuje się zasadę używania w pierwszej kolejności papierów o mniejszej gradacji (np. od 180 do 1000). Powierzchnię preparatu poleruje się dopóki nie znikną rysy. Następnym krokiem jest polerowanie na płótnie polerskim z zastosowaniem past diamentowych o rozmiarze 1 μm, a potem 0.25 μm. Końcowym etapem przygotowania powierzchni jest trawienie elektrolityczne albo chemiczne.

### 5. INSTRUKCJA DO ĆWICZENIA

5.1. Temat ćwiczenia: Metody mikroskopowe w inżynierii materiałowej.

5.2. Cel ćwiczenia: zapoznanie się z budową, działaniem, obsługą oraz podstawowymi zastosowaniami skaningowego mikroskopu elektronowego.

5.3. Aparatura i sprzęt laboratoryjny.

Badania przeprowadzone zostaną z wykorzystaniem skaningowego mikroskopu elektronowego firmy FEI Versa 3D DualBeam FIB/SEM zainstalowanego w Akademickim Centrum Materiałów i Nanotechnologii AGH (rys. 6). Jest to mikroskop dwuwiazkowy wyposażony zarówno w działo elektronowe (jak i jonowe umożliwiające dwu- i trójwymiarową analizę szeregu materiałów. Dodatkowo system umożliwia analizę materiałów dielektrycznych oraz biologicznych, dzięki zastosowaniu trybu niskiej próżni (LVSEM) lub środowiskowego (ESEM). Obrazowanie morfologii powierzchni oraz mikrostruktury możliwe jest dzięki zastosowaniu detektorów wykorzystujących sygnał elektronów wtórnych (SE) i wstecznie rozproszonych (BSE):

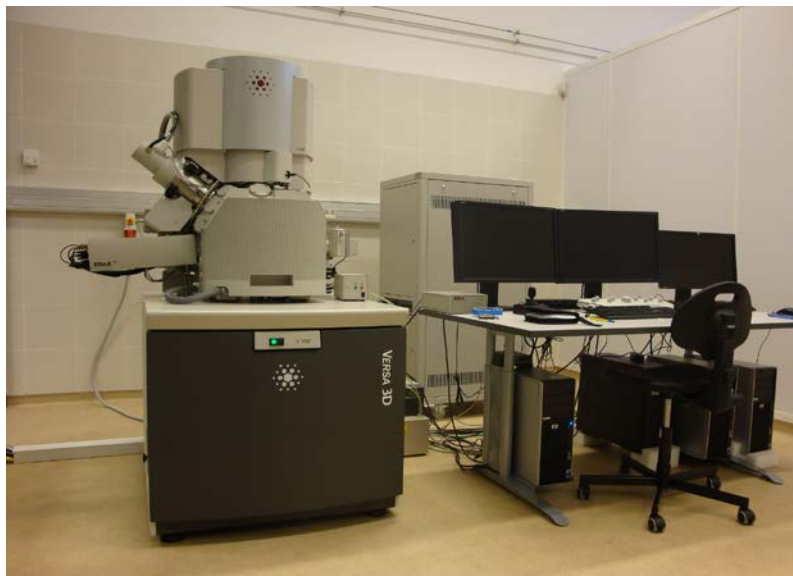
- detektor ETD (*Everhart-Thornley Detector*),
- wysokoczuły detektor CBS (*Circular Backscatter Detector*),
- detektor LVSED (*Low Vacuum Secondary Electron Detector*),

- gazowy detektor GSED (*Gaseous Secondary Electron Detector*),
- detektor STEM (*Scanning Transmission Electron Detector*) z możliwością obserwacji w jasnym polu (BF - *Bright Field*), ciemnym polu (DF - *Dark Field*) oraz szerokokątowym ciemnym polu (HAADF - *High Angle Annular Dark Field*).

Ponadto spektrometr energii dyspersji promieniowania rentgenowskiego EDS pozwala na identyfikację pierwiastków chemicznych o liczbie atomowej  $Z$  większej od 3 (od boru, dla którego  $Z=4$ ). Badania dyfrakcji elektronów wstecznie rozproszonych (EBSD - *Electron Backscattered Diffraction*) możliwe są dzięki wysokoczułej kamerze CCD - Hikari firmy EDAX. Zintegrowany system EDS/EBSD umożliwia akwizycję danych EDS i EBSD, w tym samym czasie. Mikroskop wyposażony jest także w stolik grzewczy, dający możliwość prowadzenia eksperymentów *in situ*, polegających na grzaniu preparatów do maksymalnej temperatury 1500°C oraz rejestrowaniu wpływu temperatury na mikrostrukturę badanego materiału. Na wyposażeniu znajduje się stolik chłodzący typu Peltiera, który umożliwia badanie próbek biologicznych oraz wykonywanie eksperymentów *in situ*, polegających na zmianie wilgotności w komorze mikroskopu.

Parametry urządzenia:

- źródło elektronów - działło z emisją polową Schottky'ego,
- źródło jonów - ciekłometaliczne źródło galowe,
- zakres napięć przyspieszających: 200 V - 30 kV (elektrony), 2 - 30 kV (jony),
- zakres powiększeń: 30x - 1280 kx,
- zdolność rozdzielcza: 1 nm dla 30 kV (elektrony), 1.5 nm dla 30 kV (jony).



Rys. 6. Skaningowy mikroskop elektronowy FEI Versa 3D

Napylarka (Sputter Coater) Q150T firmy Quorum Technologies, służy do napyłniania cienkich węglowych warstw przewodzących na powierzchni materiałów dielektrycznych, przeznaczonych do obrazowania techniką SEM.

Myjka ultradźwiękowa POLSONIC model Sonic 05 służąca do czyszczenia powierzchni badanego materiału.

Mikroskop optyczny Motic SMZ-168.

Lampa na podczerwień firmy Beuer Therapy do suszenia próbek.

#### 5.4. Odczynniki i materiały

- Holdery pod preparaty (duraluminium),
- Węglowa taśma przewodząca, pasty przewodzące (C, Ag),
- Materiały do naparowywania (grafit),
- Próbki metalograficzne,
- Alkohol izopropylowy.

#### 5.5. Przebieg ćwiczenia:

1. Zapoznanie się z budową, działaniem i obsługą mikroskopu,
2. Przygotowanie próbki do badań mikroskopowych,
3. Przeprowadzenie obrazowania mikrostruktury wykorzystując detektor elektronów wtórnych (SE) oraz wstecznie rozproszonych (BSE) ,
4. Wykonanie jakościowej i ilościowej analizy składu chemicznego z mikroobszarów (analiza punktowa, liniowa) wykorzystując technikę EDS.
5. Analiza danych pomiarowych.

#### 5.6. Opracowanie sprawozdania

Imię i Nazwisko Rok Kierunek	TEMAT ĆWICZENIA	Data wykonania:
		Zaliczenie:

- wstęp teoretyczny;
- cel ćwiczenia;
- wykonanie ćwiczenia;
- stosowana aparatura;
- zestawienie wyników;
- analiza wyników;
- wnioski.

#### LITERATURA

- [1] D.K. Szponder-Kořakowska, K. Trybalski: Nowoczesne metody i urządzenia pomiarowe w badaniu wlaściwości i odpadów mineralnych, Wydawnictwa AGH, Kraków 2014.
- [2] K. Przybyłowicz: Metody badania tworzyw metalicznych, Wydawnictwo Politechniki Śląskiej, Kielce 2011.
- [3] A. Barbacki: Mikroskopia elektronowa, Wydawnictwo Politechniki Poznańskiej, Poznań 2005.
- [4] A. Łasińska: Skaningowa mikroskopia elektronowa w badaniach kryminalistycznych, Materiały szkoleniowe, Prokuratura i Prawo, 2013.
- [5] Praca zbiorowa pod redakcją J. Ryczkowskiego: Adsorbenty i katalizatory: wybrane technologie a środowisko, rozdział G. Słowik: Podstawy mikroskopii elektronowej i jej wybrane zastosowania w charakterystyce katalizatorów nosnikowych, Uniwersytet Rzeszowski, 2012.