

Pásztázó elektronmikroszkóp (SEM – scanning electronmicroscope)

Laborgyakorlat

Thiele Ádám

Az EM és az OM összehasonlítása

Az elektronmikroszkóp (EM) működési elve azonos az optikai mikroszkópéval (OM).

Az OM-nál a képképzésre a látható fény hullámhossztartományába (400-800 nm) eső fénysugarakat használjuk, amelyeket lencsékkel fókuszálunk.

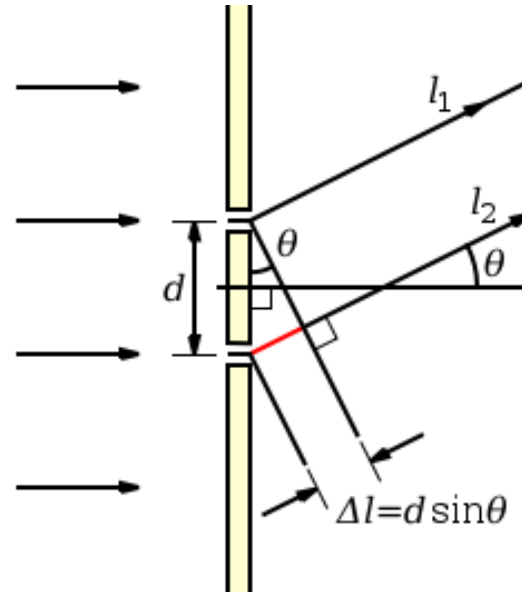
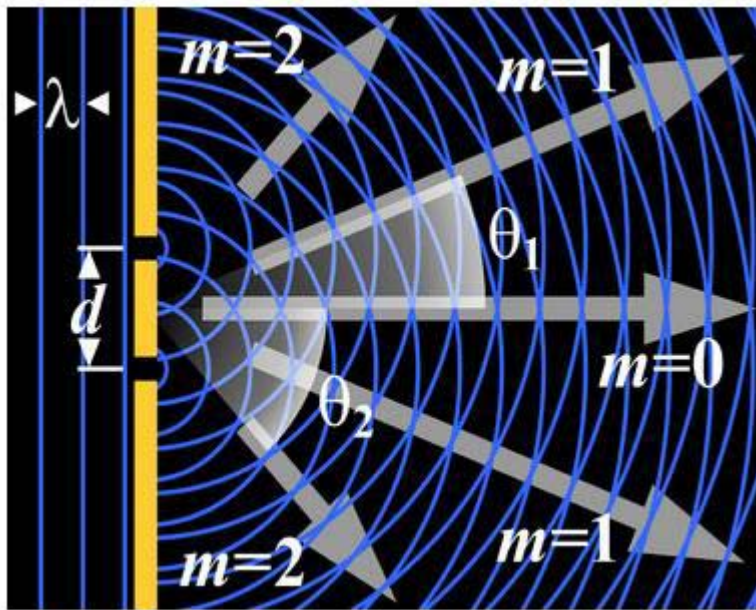
Az EM-nál a képképzés mintegy öt nagyságrenddel kisebb hullámhosszú elektronsugarat használ fel a képképzésre, amelyeket elektromos vagy mágneses lencsék segítségével fókuszálhatunk. Ezzel lényegesen **nagyobb felbontóképességet** érhetünk el.

Nagy nagyítás és jó mélységélesség!

A pásztázó elektronmikroszkóp népszerűsége elsősorban az elérhető nagy nagyításnak és a jó mélységélességnek köszönhető.

Az optikai mikroszkóppal szemben, mellyel maximum 2000-szeres nagyítás és 1-10 μm mélységélesség érhető el, a SEM nagyítása elérheti a 200 000-szerest, mélységélessége pedig akár a 3-4 mm-t is, melynek segítségével rendkívül plasztikus, már-már térhatásúnak tűnő képek készíthetők.

A felbontóképesség



$$d = \frac{\Delta l}{\sin \theta} = \frac{\lambda}{\sin \theta}$$

A hullámhossz csökkentésével csökken az a „d” méret, amit még két külön pontnak látunk.

$$d_{\text{szem}} = \text{kb. } 0,1\text{mm}$$

$$d_{\text{OM}} = \text{kb. } 1\mu\text{m}$$

$$d_{\text{EM}} = \text{kb. } 1\text{nm}$$

Az elektronmikroszkópok két legfontosabb típusa

- Transzmissziós elektronmikroszkóp (TEM – transmission electron microscope)
- Pásztázó elektronmikroszkóp (SEM – scanning electron microscope)

A TEM és a SEM működési elve

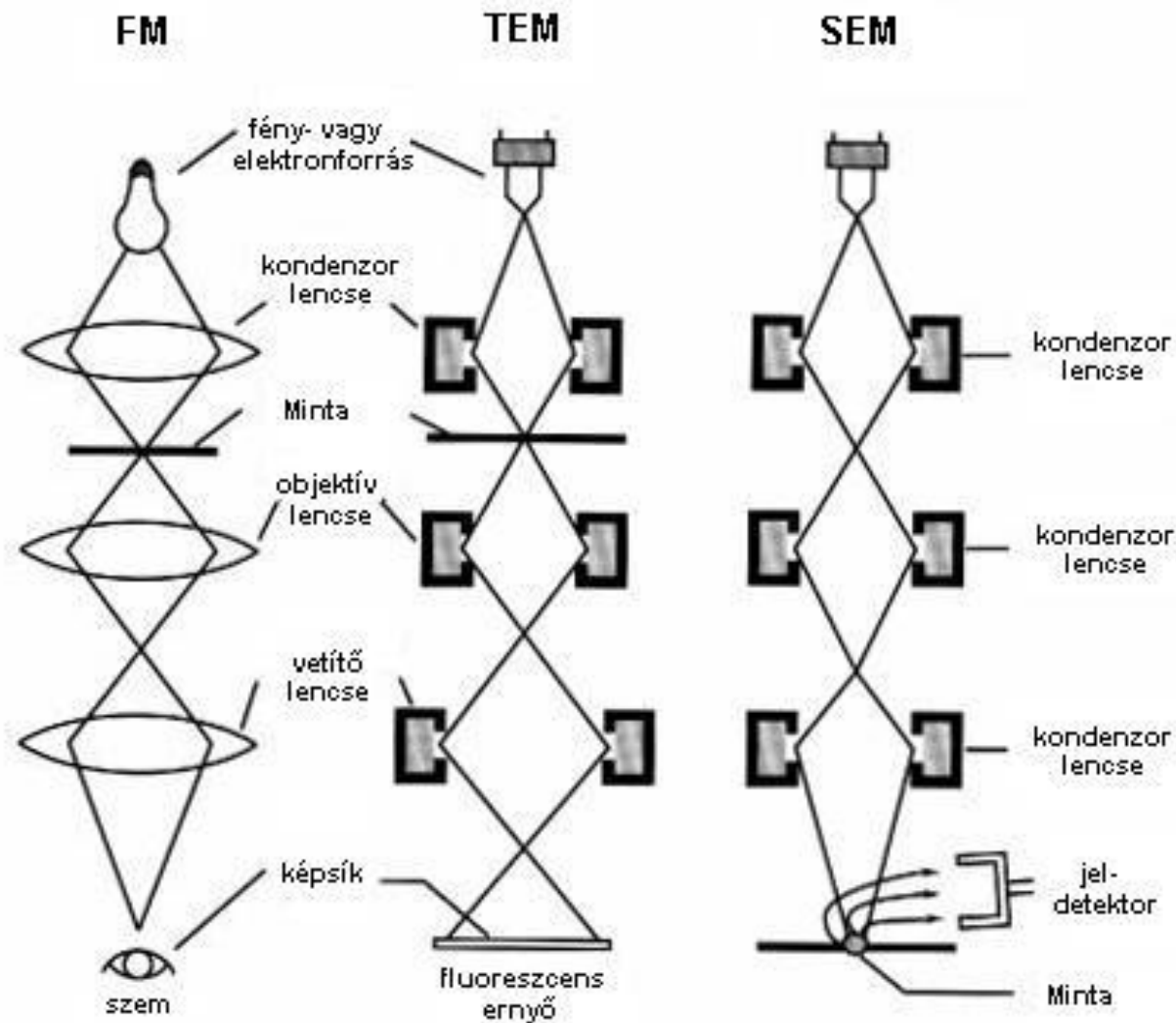
- Transzmissziós elektronmikroszkóp:

Vékonycsiszolatok átvilágítása hasonlóan az OM-hoz. A képalkotás a geometriai optika törvényein alapul, az elektronok hullámtermészetét használjuk ki.

- Pásztázó elektronmikroszkóp:

Egy elektronágyúval vékony elektronnyalábot állítunk elő. Ezzel pásztázzuk (eltérítő tekercsek segítségével) a minta felszínét. A válaszként kilépő jeleket detektáljuk. A képalkotás során a detektált jelek intenzitásával moduláljuk egy szinkronban pásztázó katódsugárcső képét.

OM, TEM és SEM összehasonlító felépítése



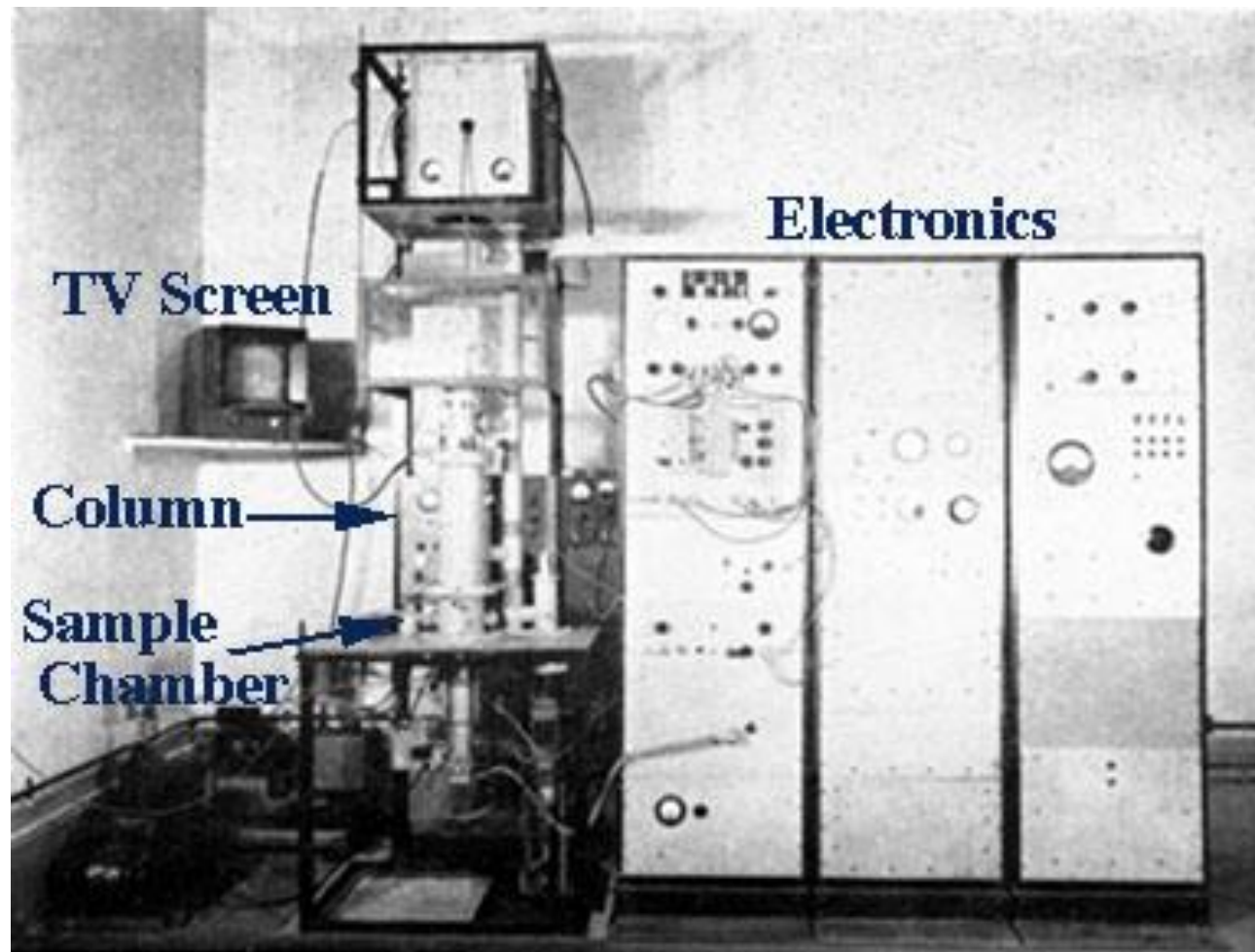
SEM vs. TEM

- Egyszerűbb mintaelőkészítés
 - 3D minták
 - Kisebb felbontóképesség
 - Elektronsugaras mikroanalízis
 - Kiegészíthető EBSD berendezéssel
- Körülményesebb mintaelőkészítés
 - 2D minták
 - Nagyobb felbontóképesség
 - Elektrondiffrakciós felvétel

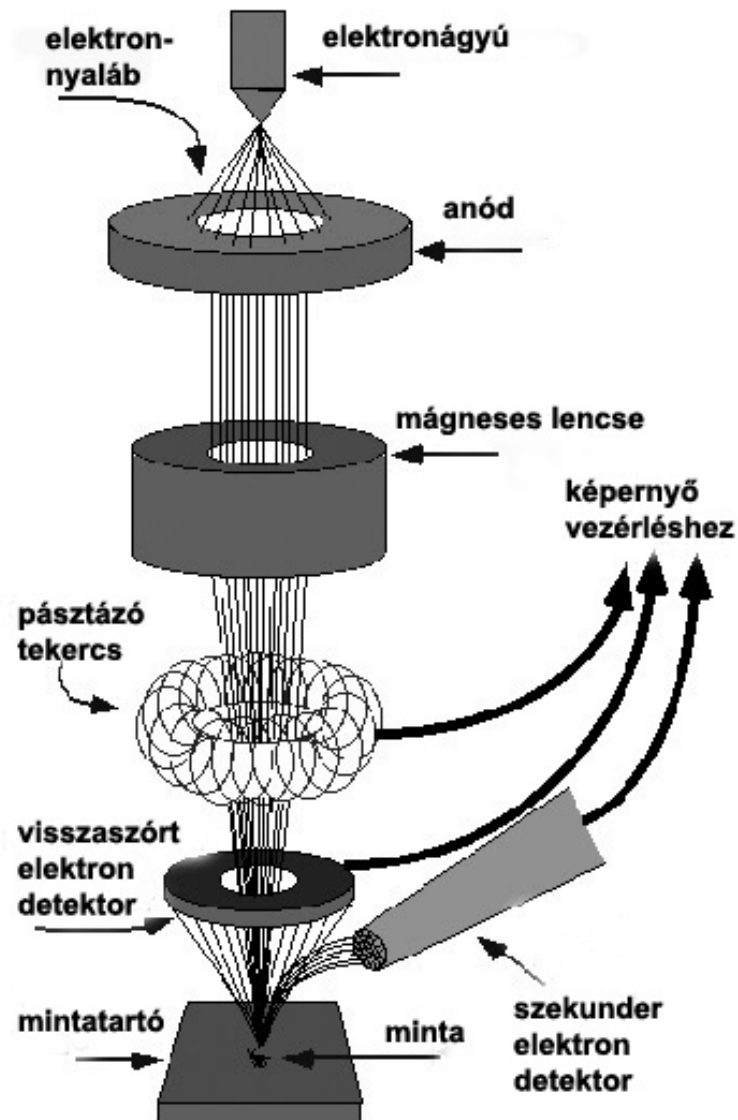
A kezdetek

- 1897, J. J. Thomson, elektronok felfedezése,
- 1924, L. de Broglie, a részecskék hullámtermészetéről,
- 1926, H. Busch mágneses és villamos teret használ „lencseként” elektronok irányítására,
- 1929, E. Ruska PhD tézisei a mágneses lencséről,
- 1931, Knoll és Ruska, az első TEM,
- 1940, az első TEM-ek kereskedelmi forgalomban,
- 1942, Zworykin és mtsi, az első SEM
- 1965, az első SEM-ek kereskedelmi forgalomban.

SEM 1951-bồi



Az SEM felépítése



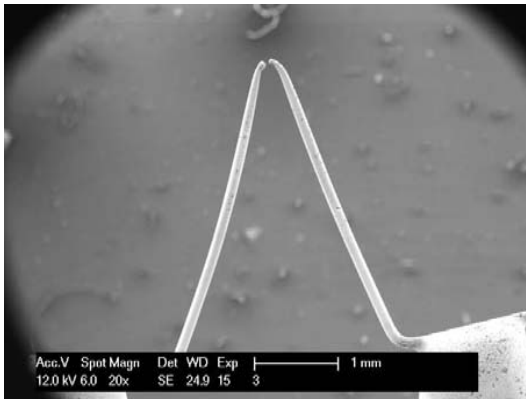
Az elektronágyú

1. Izzókatódos, amelynek anyaga volfrám (W) vagy lantán-hexaborid (LaB₆).
2. Téremissziós forrás (field emission gun = FEG), általában W hegygel. Ezt a forrást hidegkatódos forrásnak is szokták nevezni, mivel az elektronokat nem a katód hevítésével, hanem elektrosztatikus térrel nyerjük ki a fém felületéből.

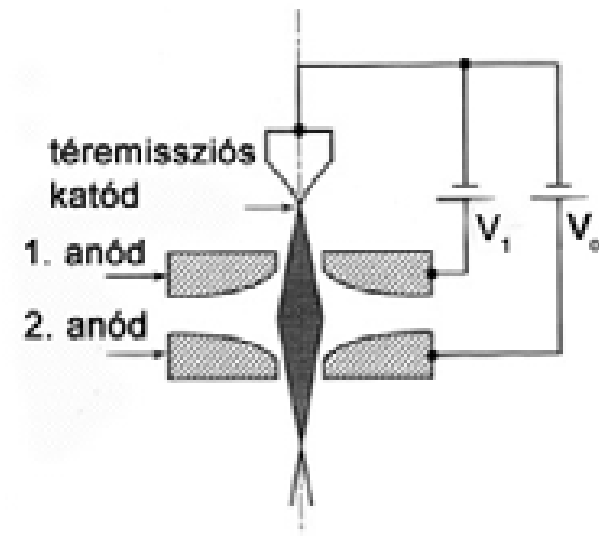
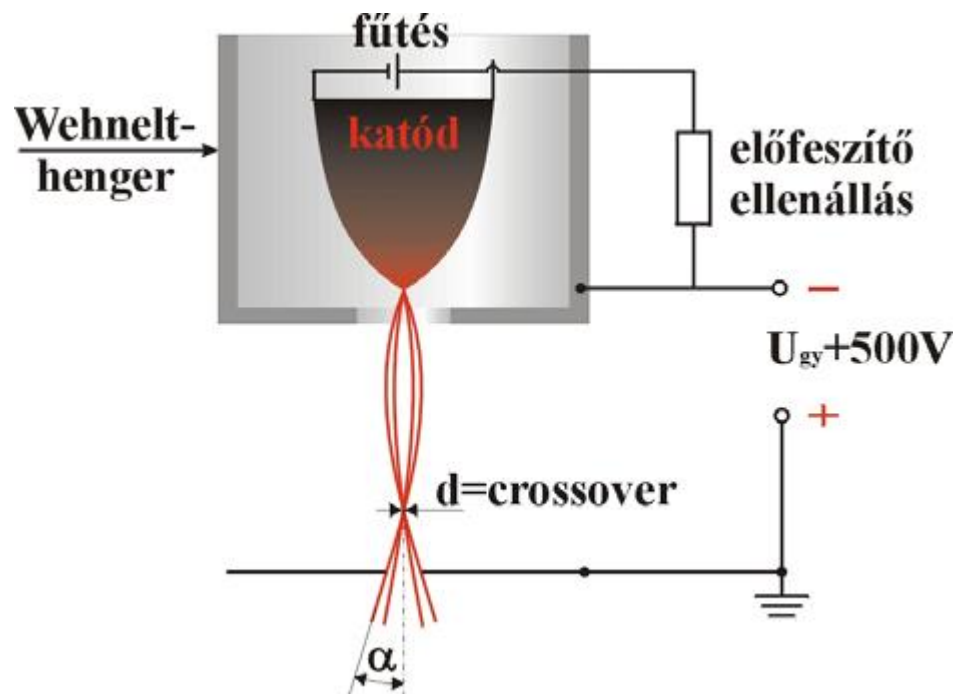
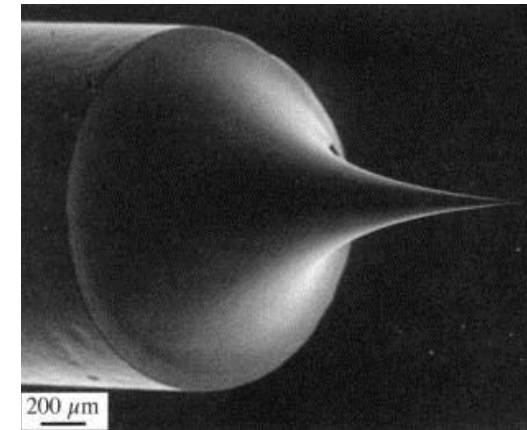
	Termikus wolfram	LaB ₆	Téremissziós	
			Termikus (ZrO)	Hideg (W)
Élettartam [óra]	40	1000	1000-2000	2000 felett
Vákuum [Pa]	10 ⁻³	10 ⁻⁵	10 ⁻⁶	10 ⁻⁷
Működési hőmérséklet [°C]	2500...2600	1500...1600	700...1500	környezeti
Az elektronsugár árama [μA]	10...100	50	50...100	5...20

Elektronágyúk

Termikus katód

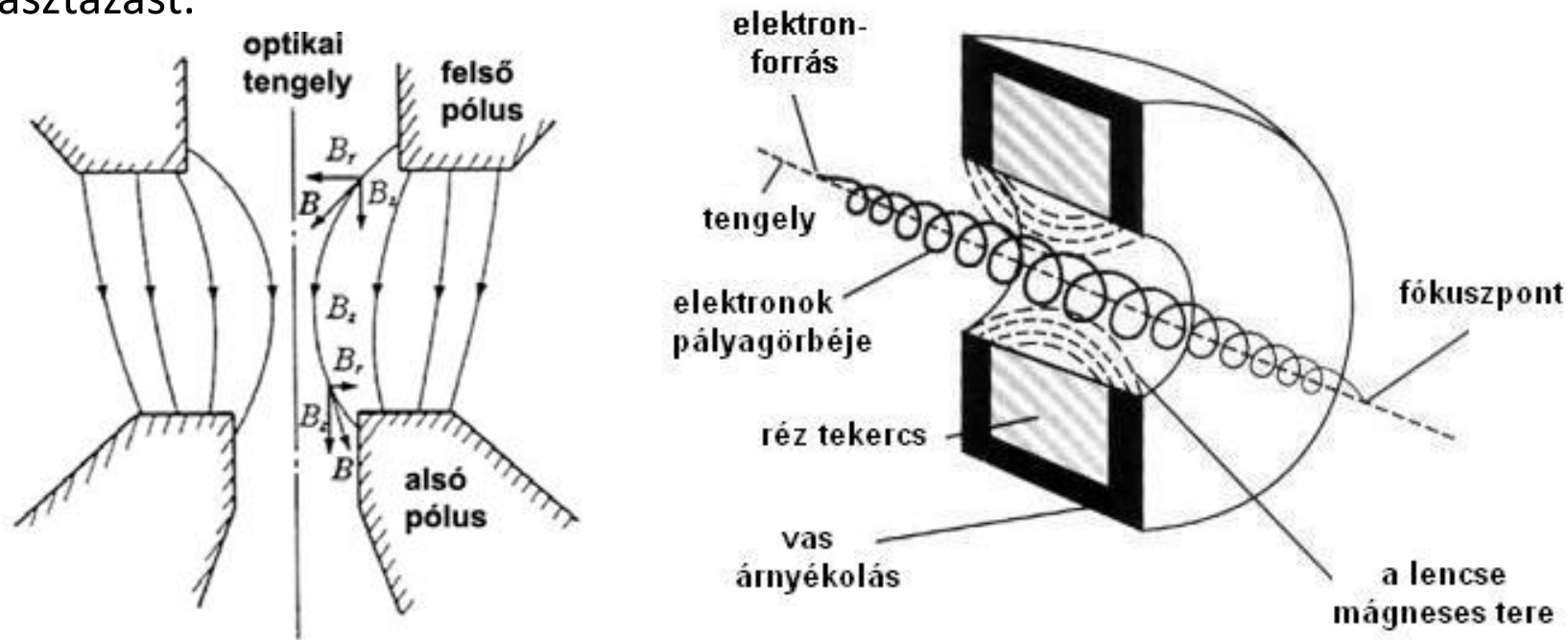


Téremissziós katód



Elektromágneses lencsék

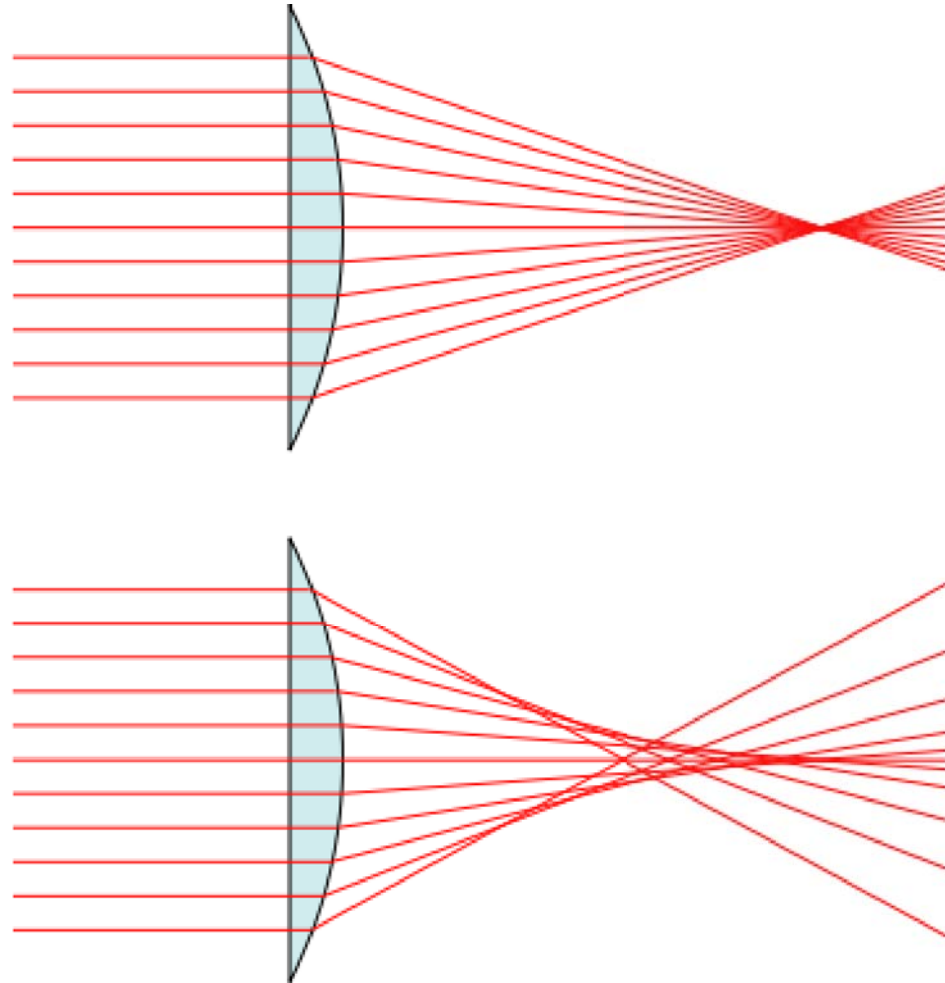
Az elektronnyalábot elektromágneses lencsék segítségével párhuzamosítjuk és fókuszáljuk a minta felületére. Külön eltérítő lencsék végzik az x és y irányú pásztázást.



Az elektronok a lencsében spirális pályán mozognak. A lencse fókusztávolsága az elektromágnes áramával szabályozható.

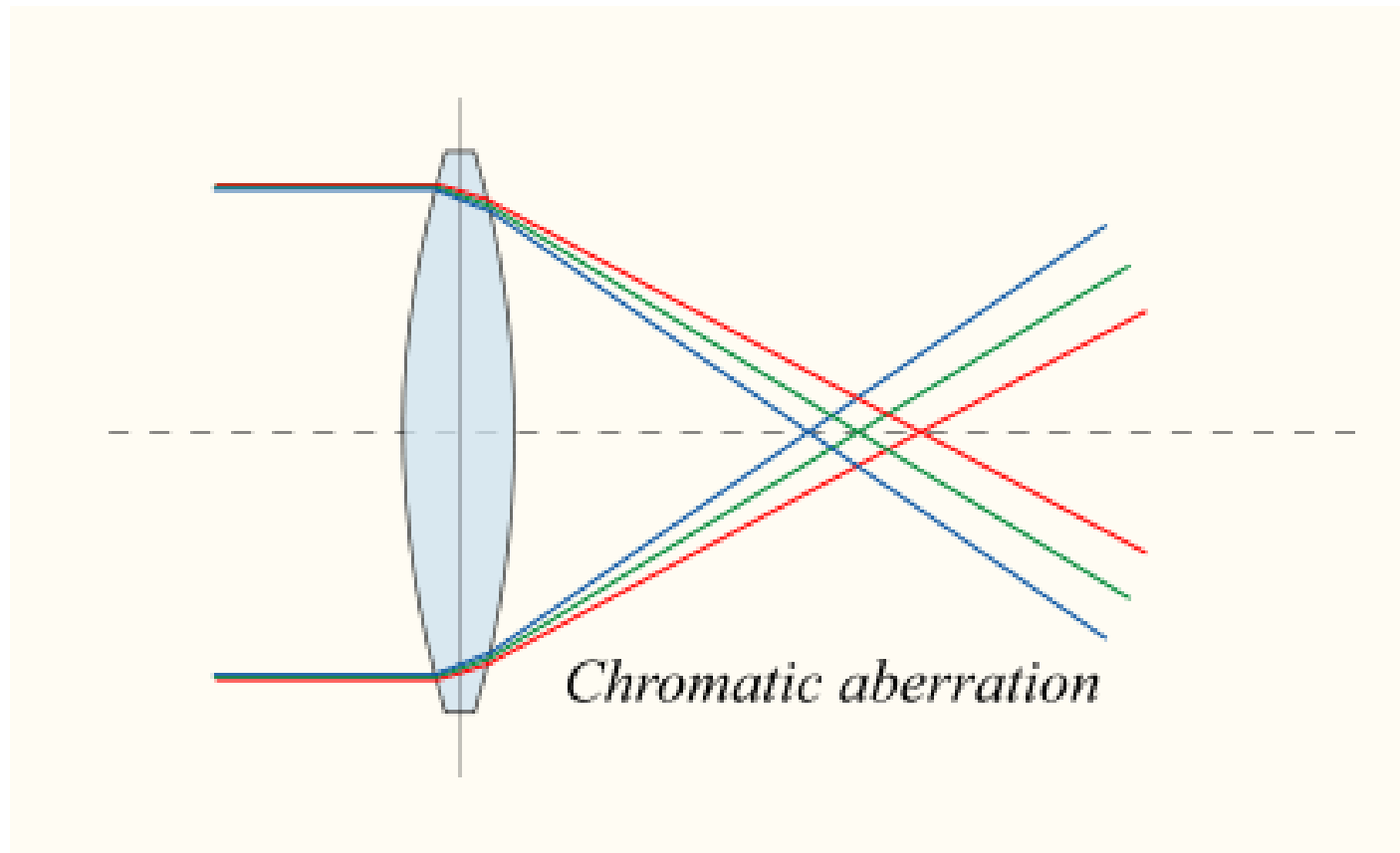
Lencsehibák – szférikus aberráció

Oka: a
fókusz távolság
változása az
optikai
tengelytől
távolodva.



Lencsehibák – kromatikus aberráció

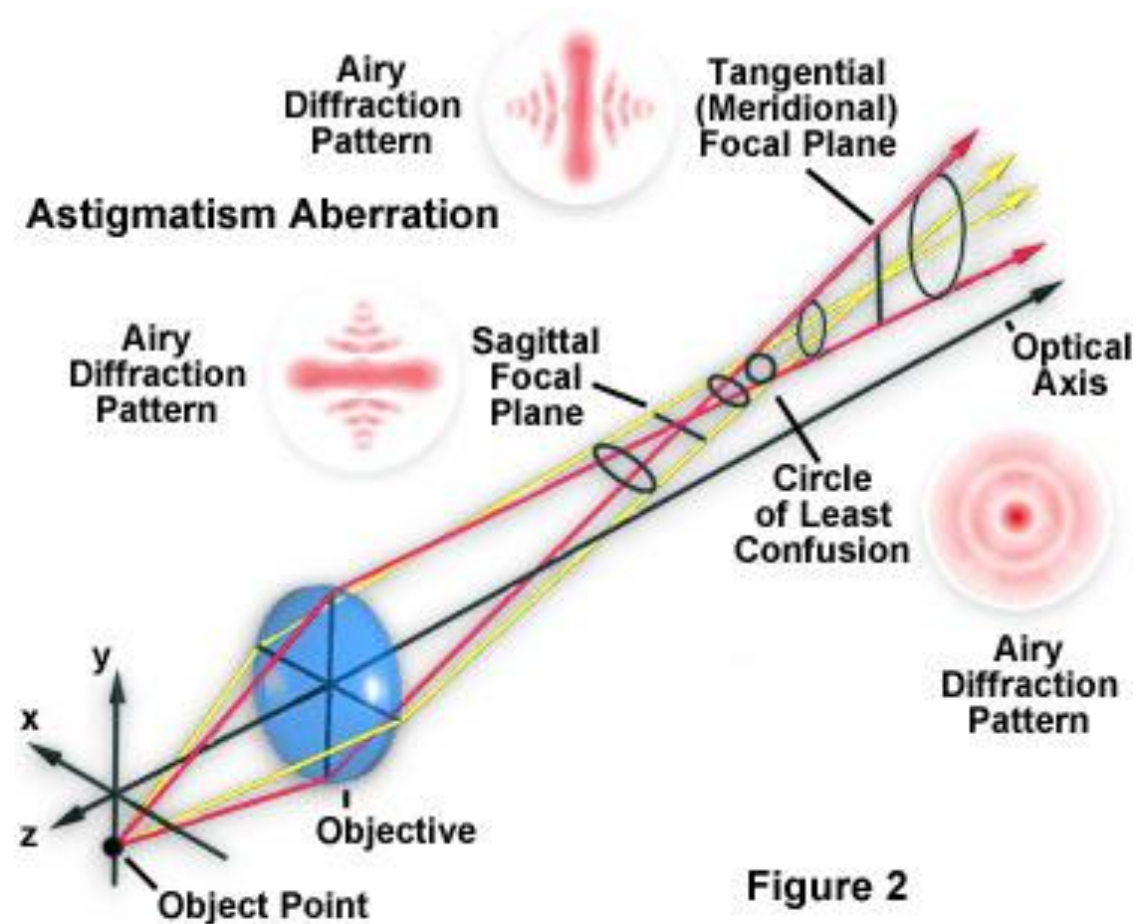
Oka: az elektronáram nem teljesen monokromatikus.



Lencsehibák - asztigmatizmus

Oka: a lencse nem
tökéletesen
forgás-
szimmetrikus.

Így két egymásra
merőleges
fókuszsíkból
mások a
fókusz-
távolságok.



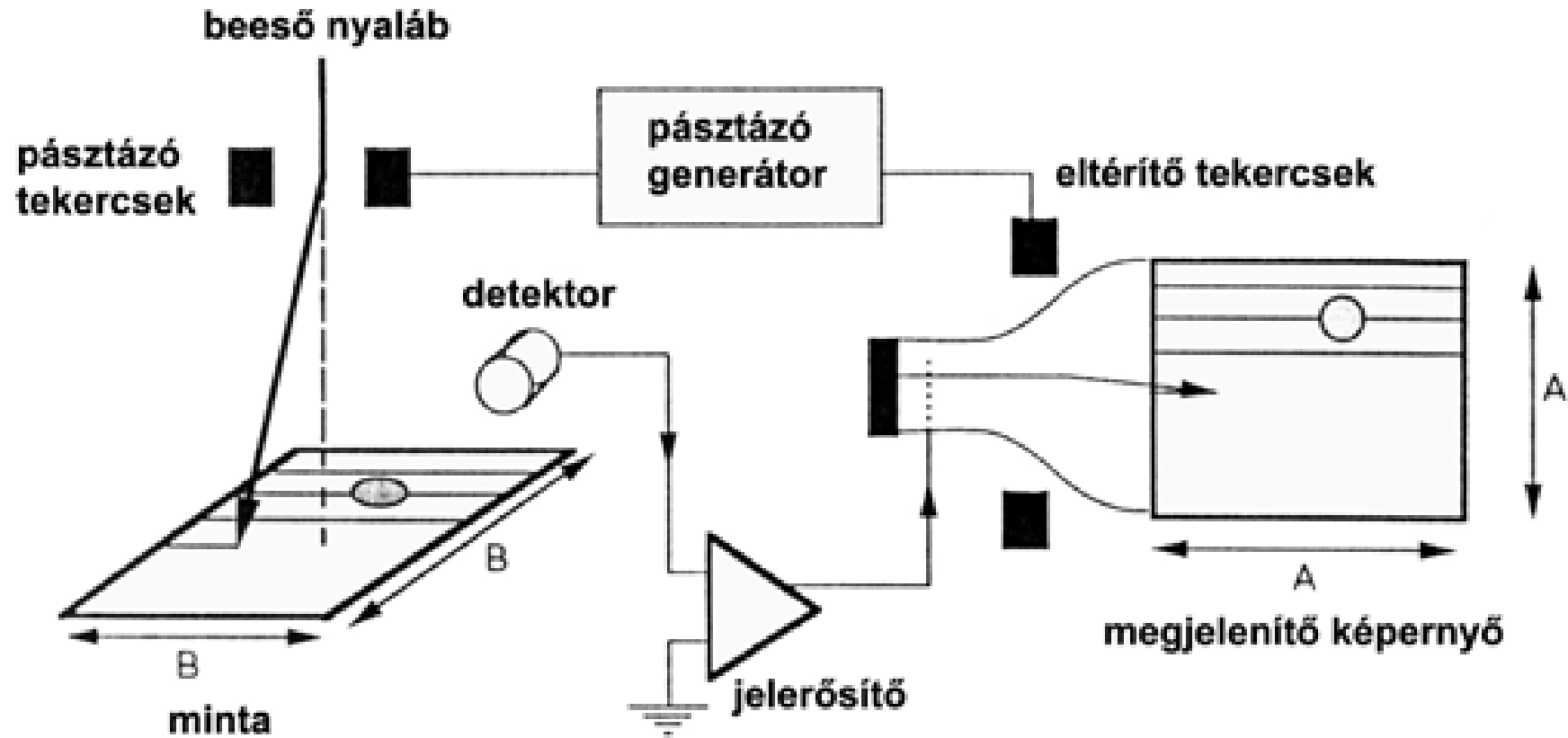
Elektromágneses lencsék

A korrekciós mágnesek (stigmator) az objektív lencse asztigmatikus hibáját korrigálják.



Az objektív lencse a pásztázó tekercsekkel, korrekciós mágnesekkel és az apertúrával

A SEM képképzése



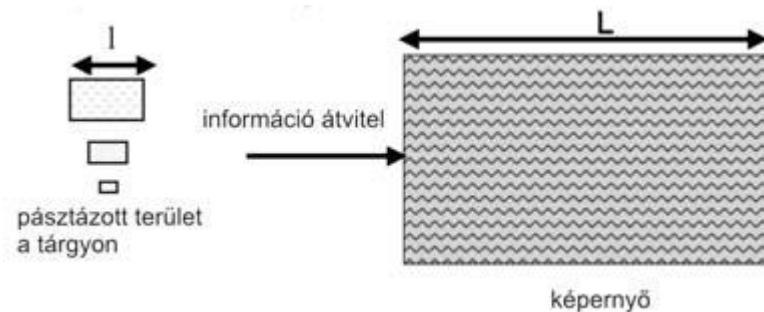
A minta felületét pásztázó elektronnyalábot a pásztázó generátor vezérli. Ugyanez a generátor vezérli pontról-pontra a képernyő pontjainak aktiválását. A nyaláb által kiváltott elektronok vagy röntgen fotonok intenzitását egy detektor érzékeli. A detektor jele modulálja a megjelenítő képernyő pontjainak intenzitását.

A SEM paramétere

Felbontás

Két tényező befolyásolja: a nyaláb mérete a mintán és a nyaláb-minta kölcsönhatási térfogat. A mai legkorszerűbb berendezéseken is mindkét paraméter nagyobb, mint az atomok közötti távolság, ezért a SEM-mel atomi felbontás nem érhető el. A legkisebb kölcsönhatási térfogat miatt a legnagyobb felbontás a szekunder elektron képpel érhető el.

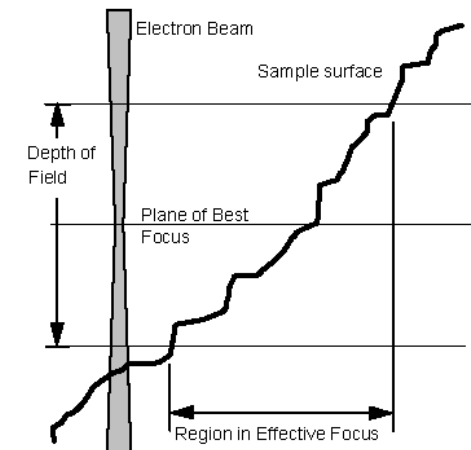
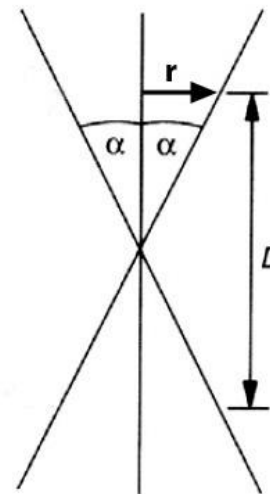
Nagyítás



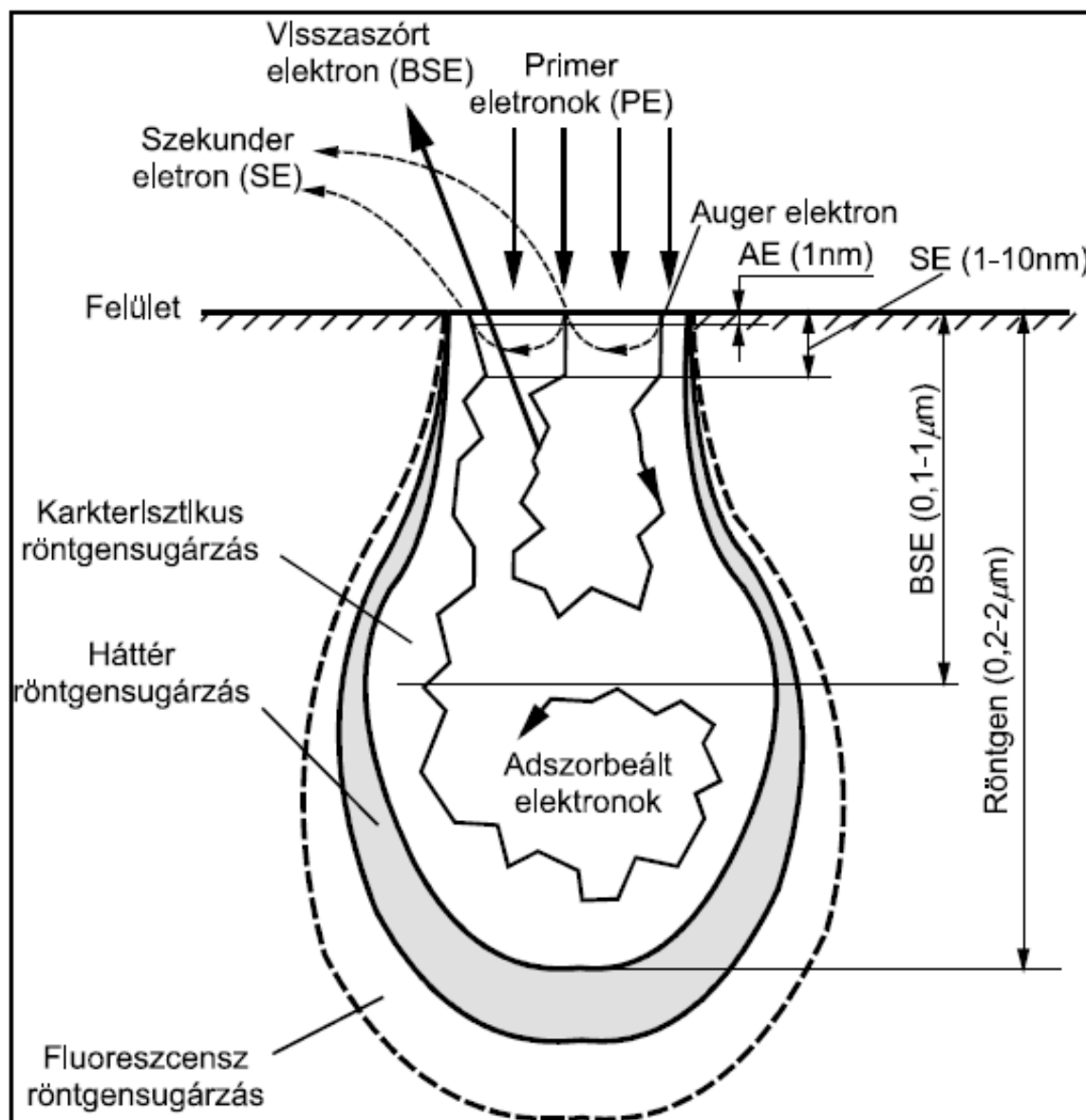
$$N_{max} = \frac{\text{képernyő pixelméret}}{\text{nyaláb mérete a mintán}} = \frac{H}{nd}$$

Mélységélesség

Jóval nagyobb mint az OM-nál (mert α kicsi), de ha nő a nagyítás, akkor csökken.



Elektron-anyag kölcsönhatás



Szekunder elektronok (SE)

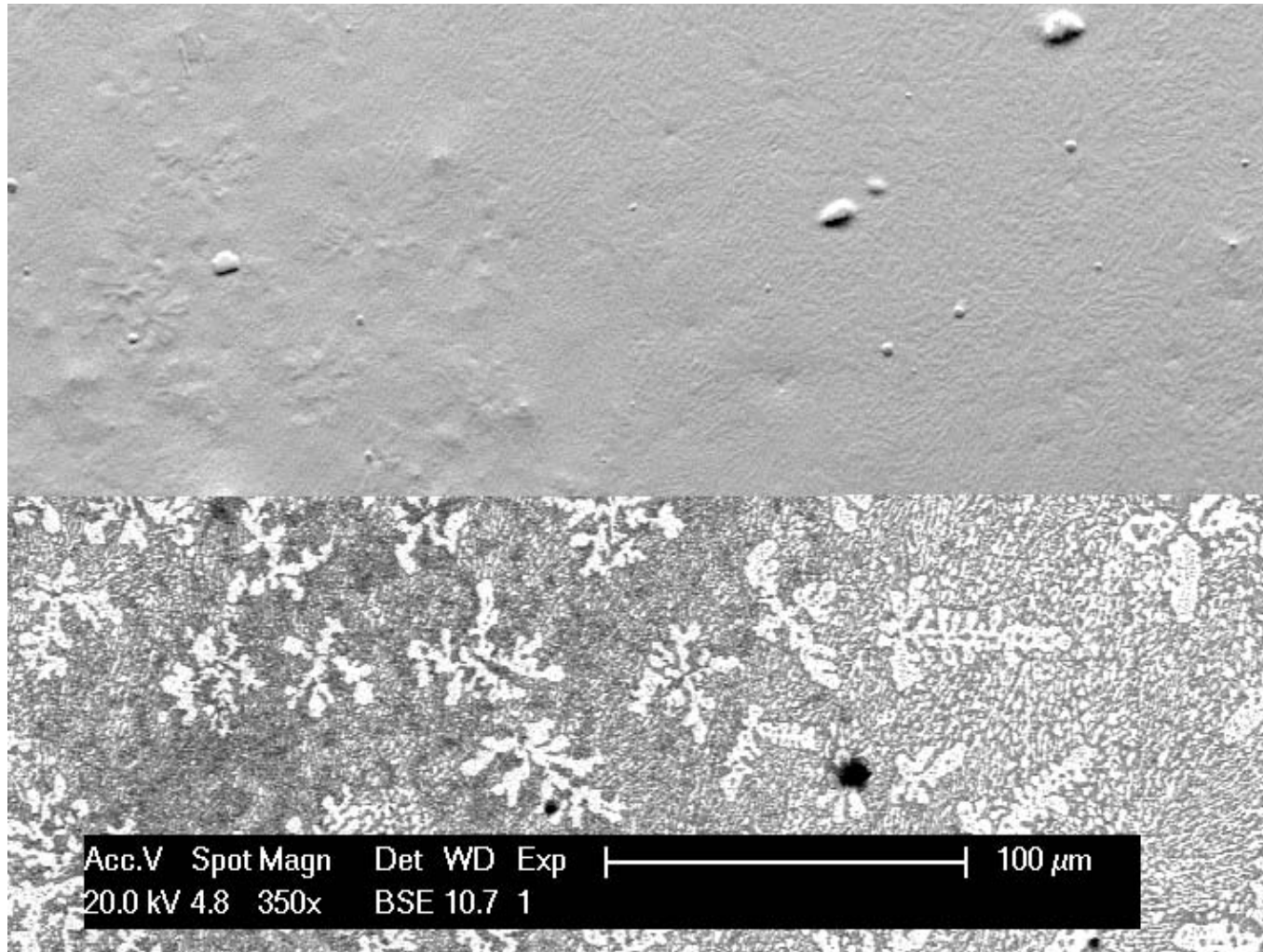
Az alapanyag atomjainak külső héjairól leszakított kis energiájú elektronok. $E < 50$ eV.

Csak a minta legfelső 5-10 nm vastagságú rétegeiből képesek kijutni, rendkívül érzékenyek a felszín egyenetlenségeire, ezért segítségükkel nagy felbontású képek készíthetők.

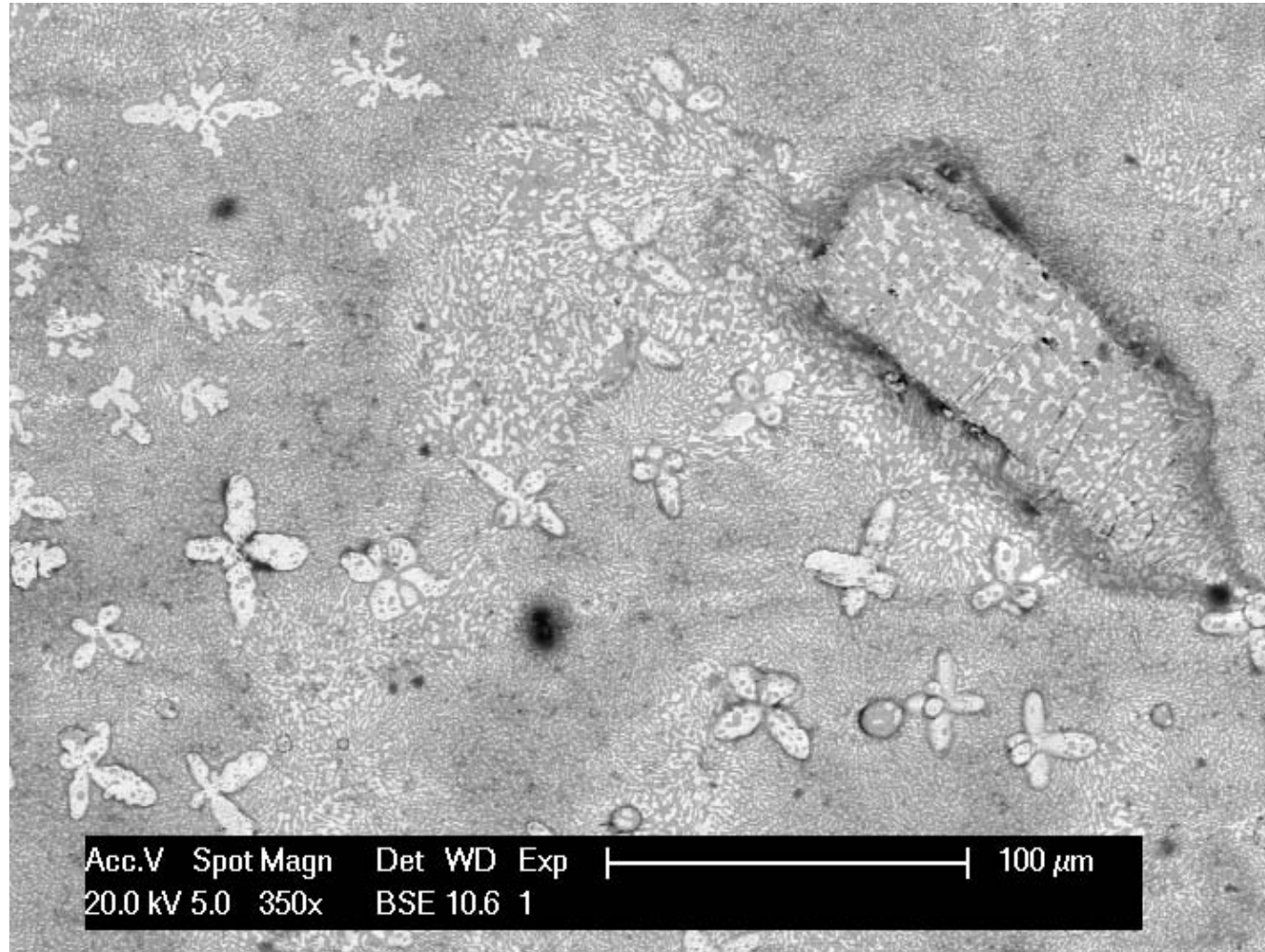
Visszaszórt elektronok (BSE)

A primer nyalábbból visszavert nagy energiájú elektronok. $E > 50$ eV. A nagyobb rendszámú atomok nagyobb visszaszórási hányadot eredményeznek. Emiatt a visszaszórt elektronokból előállított képen a magasabb átlagos rendszámú területek világosabbnak látszanak.

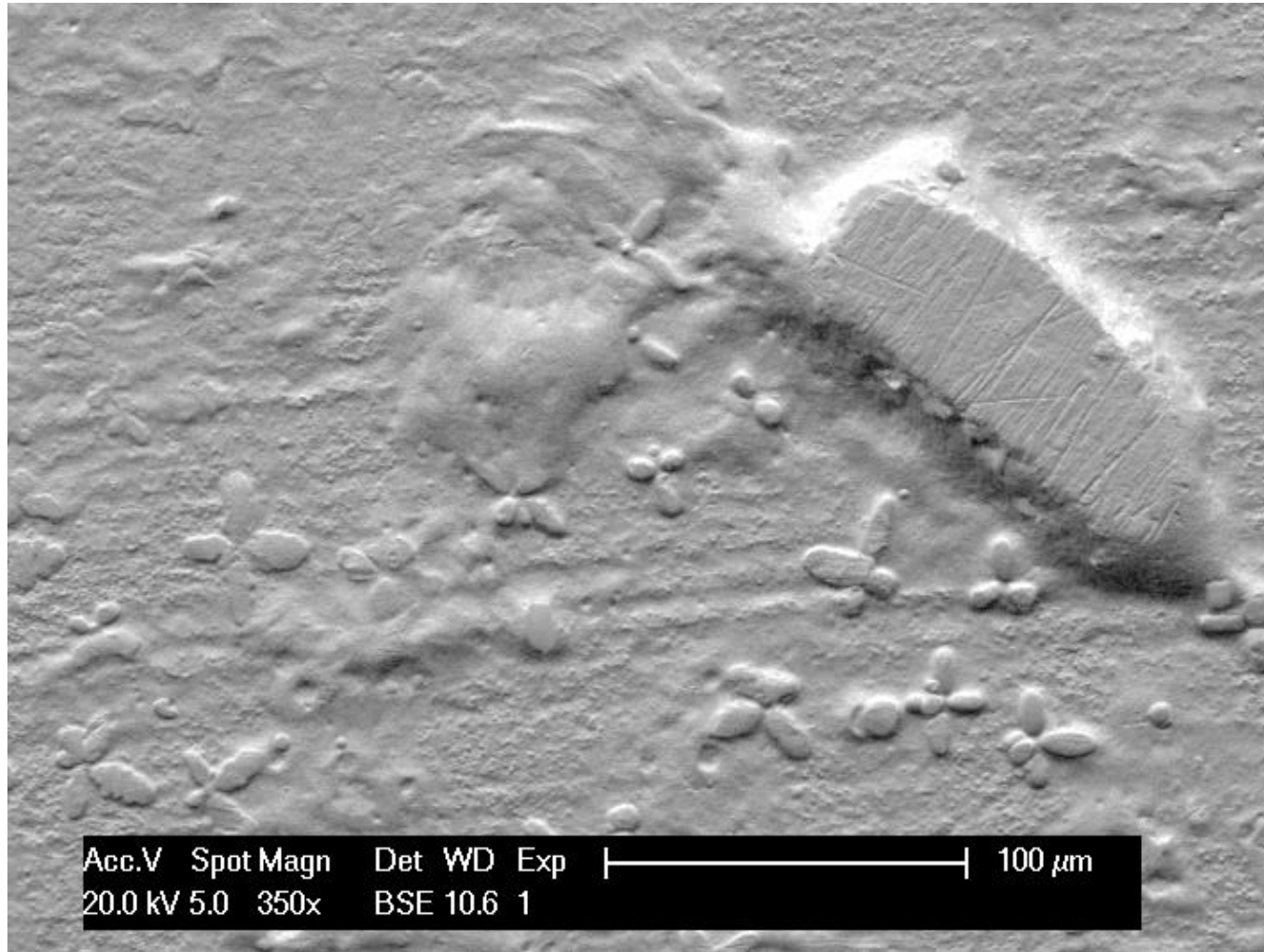
BSE vs. SE



DETEKTOR TÍPUSOK – BSE A+B



DETEKTOR TÍPUSOK – BSE A-B



Mintaelőkészítés - SEM

A minták nagy része előkészítés nélkül vizsgálható, a másik részük pedig kis idő- és energiaráfordítással vizsgálatra alkalmassá tehető.

Fő követelmény: hogy a minta elektromosan vezető legyen.

Vezetőréteg (pl. C, Au, Pt, Al, Ag, Cu) felvitele történhet:

- vákuumpárologtatással,
- katódporlasztással.

Biológiai minták előkészítése - SEM

1. Fixálás

Célja: megakadályozni, hogy a mintában bomlási folyamatok indulhassanak meg

- a) Kémiai fixálás (kicsapatással vagy denaturálással, pl. glutaraldehid)
- b) Fagyasztva szárítás

2. Víztelenítés

- a) Kritikus ponton való szárítás

A folyékony CO₂ kritikus hőmérsékletén, 31°C-on.

- b) Fagyasztva szárítás

Pl. folyékony N-be merítéssel, -70...-60°C között.

- c) Fagyasztásos helyettesítés

A minta szövetei közötti részeket más anyaggal helyettesítik, majd beágyazzák.

- d) Egyéb folyamatok

3. Vezető anyaggal való bevonás

Mintaelőkészítés – TEM#1

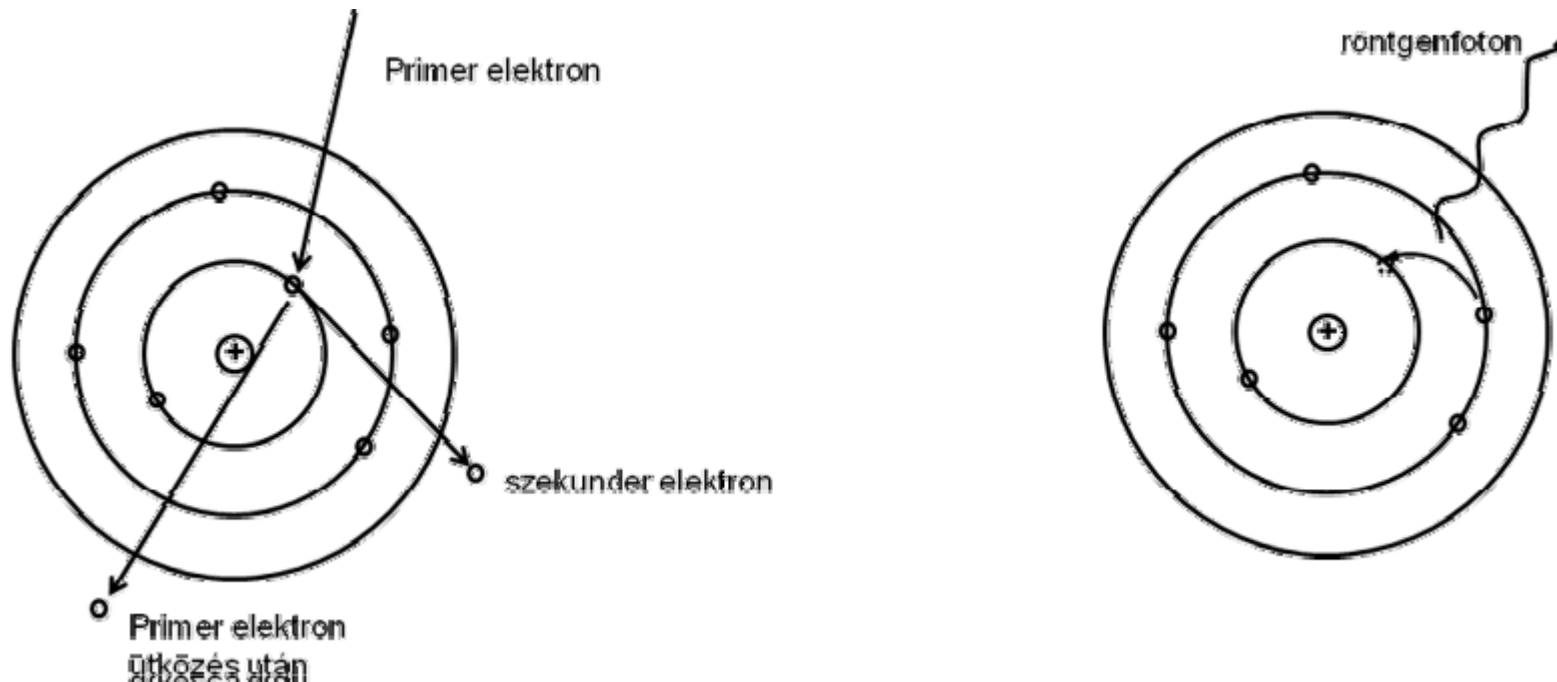
- A transzmissziós elektronmikroszkópi vizsgálatok legkritikusabb mozzanata a minta megfelelő előkészítése, aminek az oka, hogy a mintát úgy kell előkészíteni, hogy az alkalmas legyen a kívánt vizsgálatok elvégzéséhez, továbbá megőrizze a megfigyelni kívánt sajátosságokat. Az alkalmasság azt jelenti, hogy olyan vékonyra kell munkálni, hogy az elektronok áthatolhassanak rajta.
- A minta maximális vastagsága így nagyrészt az elektronok energiájától, valamint a vizsgálat módjától és a minta anyagának rendszámától is függ, pl. 100...200 keV-os elektronok esetén a minta vastagsága 10...200 nm között kell legyen. A minta átmérője 2...3 mm között szokott lenni.

Mintaelőkészítés – TEM#2

- A minta anyagával szembeni fizikai követelmények, hogy a villamos áramot vezesse, a 100 keV-nál sokszor jóval nagyobb energiájú elektronok ne károsítsák és az elektronsugárzás hatására bekövetkező néhányszor 10...100 C°-os hőmérsékletemelkedés ne okozzon elváltozásokat.
- A minták készülhetnek vékonyréteg-technikával, valamint vastag minták vékonyításával. A minták vékonyréteg-technikával való készítéséhez szükséges egy önhordó, villamos áramot vezető, az elektronok számára átlátszó, 10...20 nm vastag hordozó (szubsztrát). A hordozók anyaga általában amorf szén, SiO_x , MoSi_2 .
- Ha vastag mintát vékonyítunk, akkor az anyagot először mechanikai úton (csiszolással, köszörüléssel, szikraforgácsolással) elővékonyítjuk; majd kémiai, elektrokémiai vagy ionsugaras eljárásokkal vékonyítjuk véglegesre.

Elektronsugaras mikroanalízis

A primer elektronnyaláb képes a minta atomjainak valamelyik belső elektronpályájáról egy elektront kiütni. Az így megüresedő elektronpályára egy külső héjon lévő elektron "visszaugorhat". Az így felszabaduló energia (azaz a külső és a belső elektronpálya energiáinak különbsége) röntgenfoton formájában kisugárzódik.



Mivel egy adott atomfajtánál az elektronpályák energiái meghatározott értéűek, a kisugárzott röntgenfoton energiája (illetve az $E = h\lambda = hc/\lambda$ egyenlet alapján a hullámhossza) jellemző lesz az adott atomfajtára.

Módszerek és alkalmazások

1. WDS (wavelength dispersive spectroscopy)

- Hullámhossz szerinti szétválasztás
- Érzékeny (30-100 ppm), de lassú

2. EDS (energy dispersive spectroscopy)

- Energia szerinti szétválasztás
- Kevésbé érzékeny (kb. 1000 ppm), de gyors

- Kvalitatív és kvantitatív elemösszetétel-meghatározás
- Kémiai kötésre nem érzékeny
- Pontszerű, vonalmenti és területi elemzés
- Kis felületi objektumok (kiválások, zárványok) összetételének vizsgálata

Pontszerű elemeloszlás

F:\091126\wsk1_02.spc

Label:

kV:20.0 Tilt:0.0 Take-off:35.7 Det Type:

FS : 1404 Lsec : 53

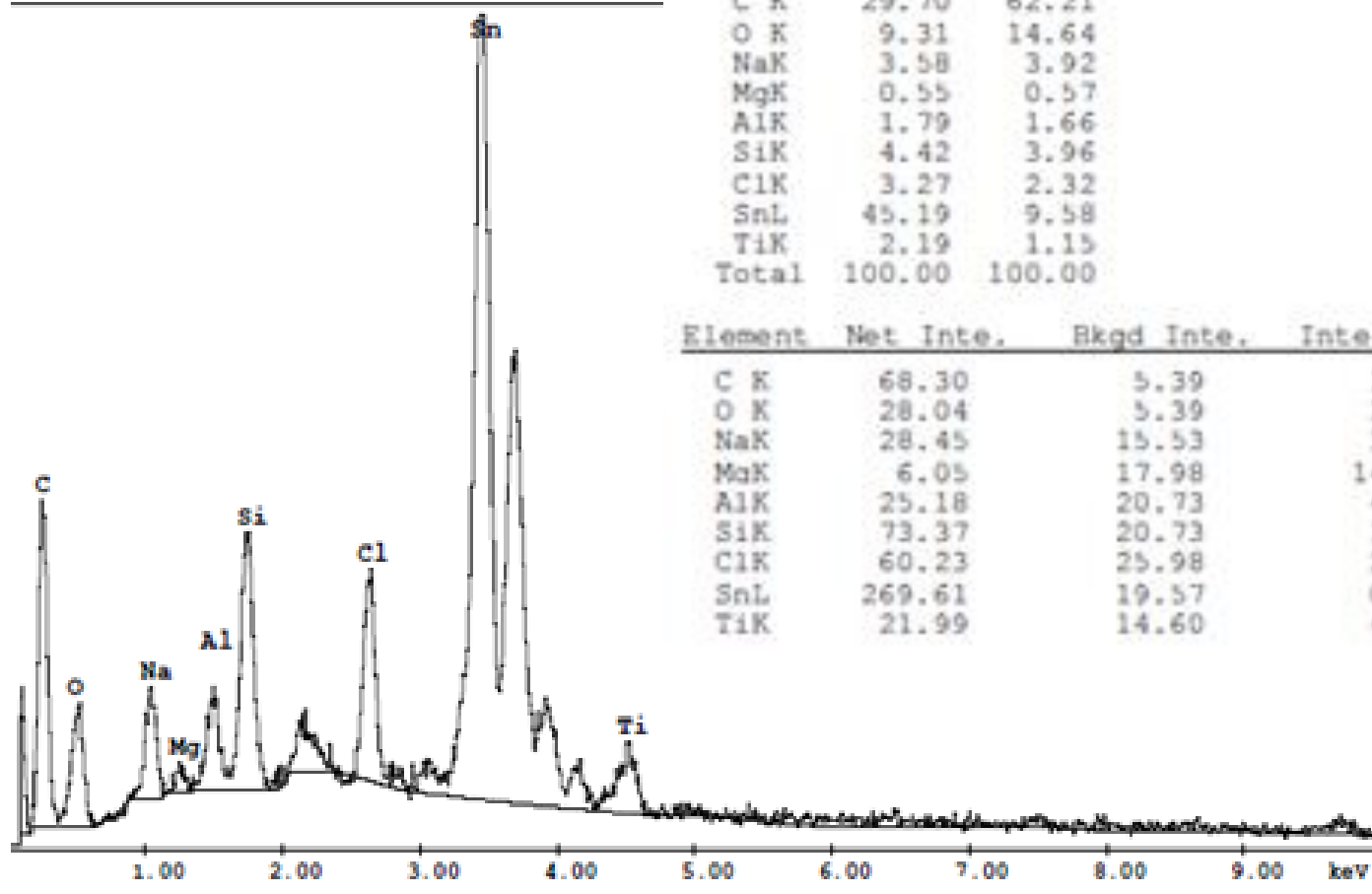
EDAX ZAF Quantification (Standardless)

Element Normalized

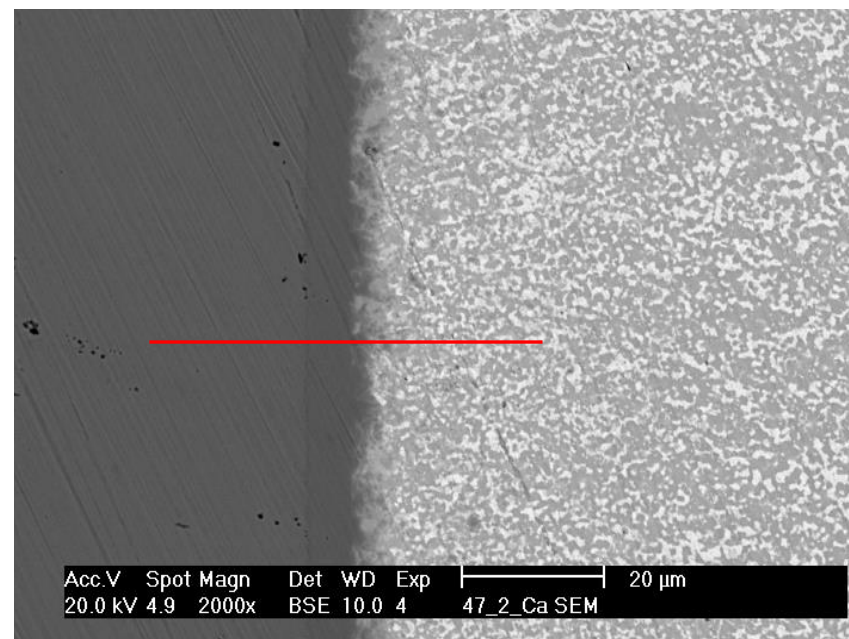
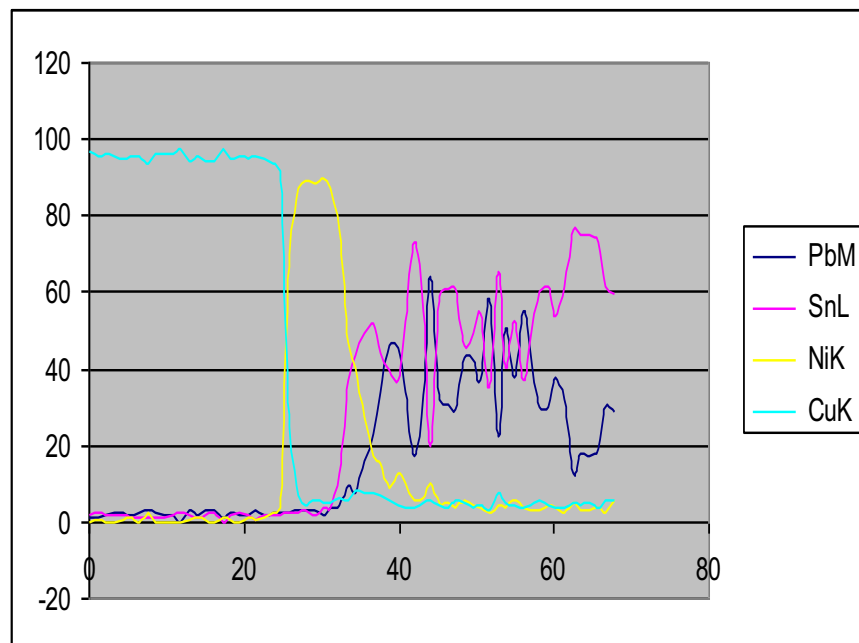
SEC Table : Default

Element	Wt %	At %
C K	29.70	62.21
O K	9.31	14.64
NaK	3.58	3.92
MgK	0.55	0.57
AlK	1.79	1.66
SiK	4.42	3.96
ClK	3.27	2.32
SnL	45.19	9.58
TiK	2.19	1.15
Total	100.00	100.00

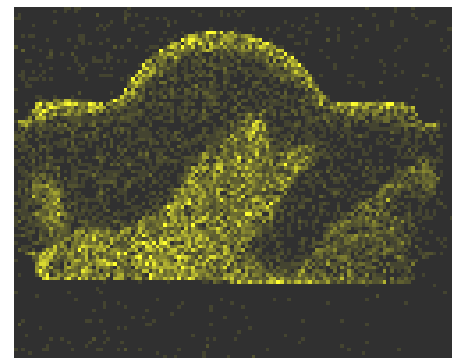
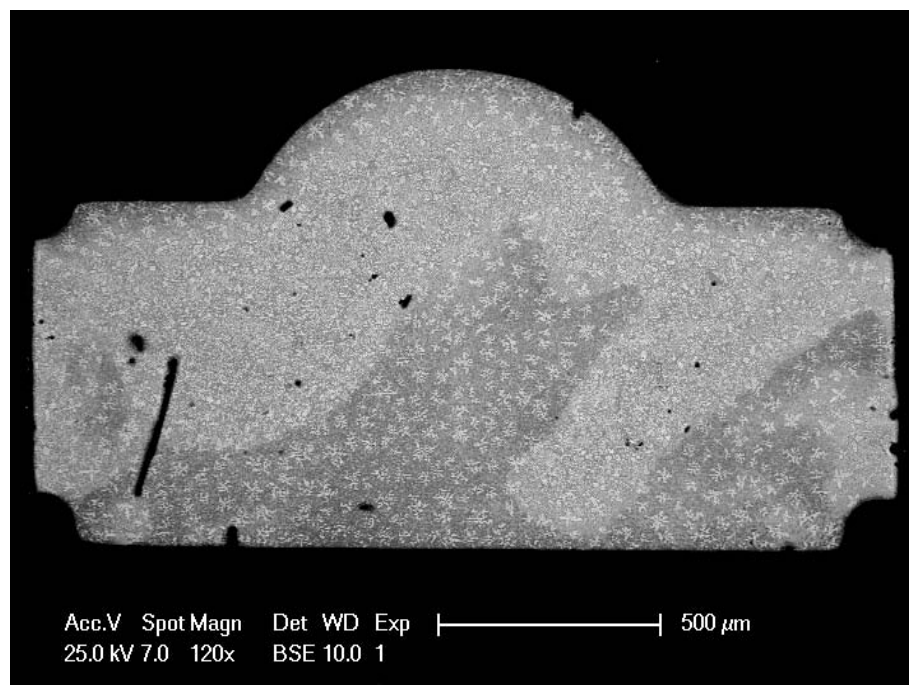
Element	Net Inte.	Bkgd Inte.	Inte. Error	P/B
C K	68.30	5.39	1.77	12.68
O K	28.04	5.39	3.03	5.21
NaK	28.45	15.53	3.69	1.83
MgK	6.05	17.98	14.59	0.34
AlK	25.18	20.73	4.42	1.22
SiK	73.37	20.73	1.99	3.54
ClK	60.23	25.98	2.40	2.32
SnL	269.61	19.57	0.89	13.77
TiK	21.99	14.60	4.43	1.51



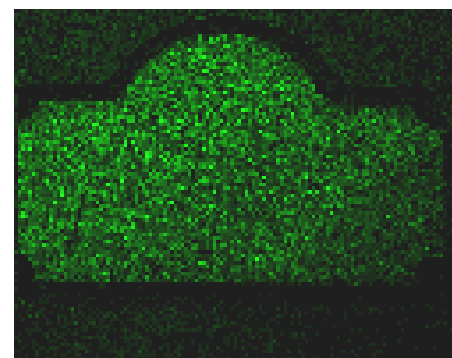
Vonalmenti analízis



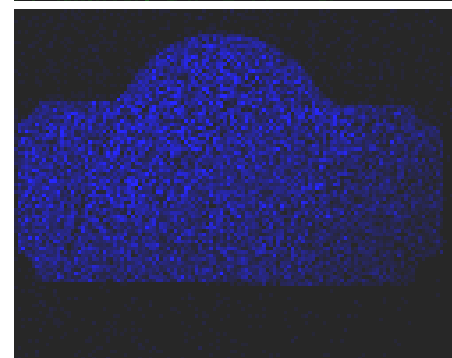
EDS – elemtérkép



Cu



Pb

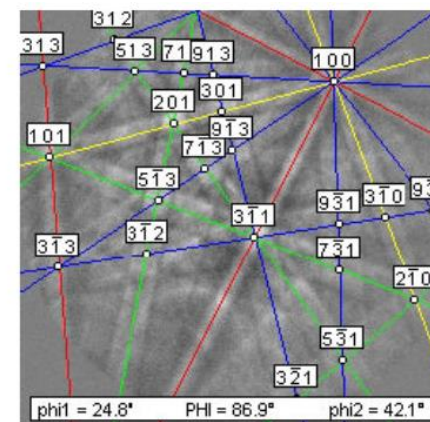
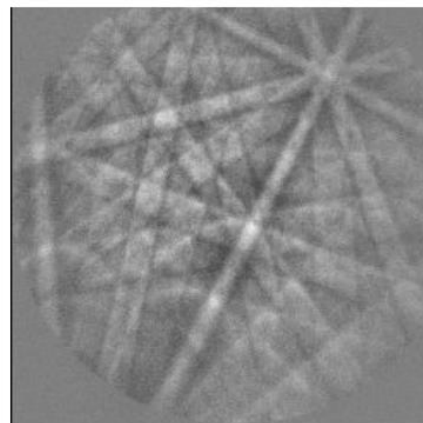
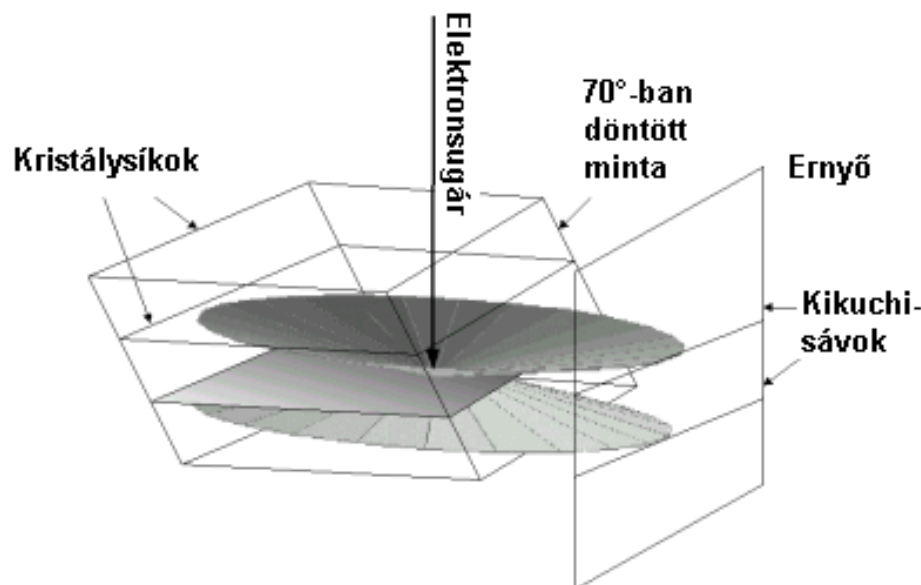


Sn

EBSD – Electron Back Scatter Diffraction (visszaszórt elektron diffrakció)

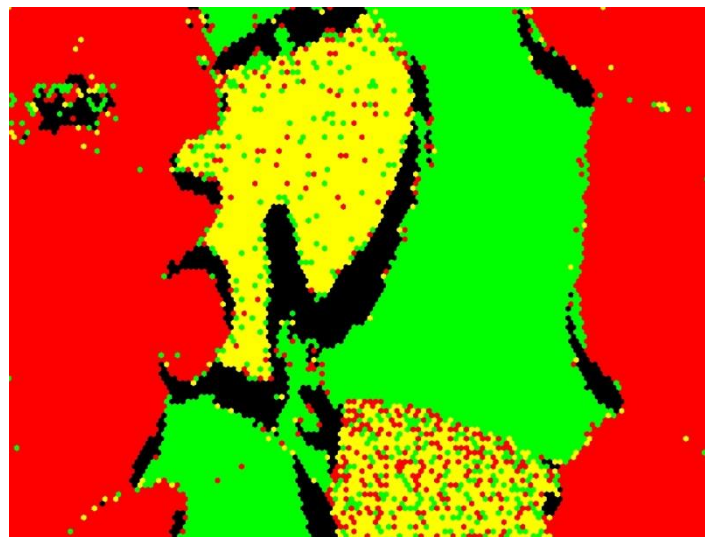
A primer elektronnyaláb útjában elhelyezett mintában a primer elektronok rugalmatlan szóródást szenvednek, majd ezek a rugalmatlanul szórt elektronok az egyes kristálytani síkokon rugalmasan ismét szóródnak. Ez utóbbi diffrakció eredményeképpen az elektronok a kristálytani síkról egy kúppalást mentén szóródnak, és ennek a kúppalástnak, valamint egy alkalmas helyen elhelyezett felfogó ernyőnek a metszéssíkjában egy jellegzetes vonalas rajzolat, az ún. Kikuchi-ábra alakul ki.

A vonalak elhelyezkedéséből a vizsgált pont (illetve annak környezetének) kristálytani szerkezete és orientációja meghatározható.



Az EBSD által nyerhető információk

Az EBSD lehetővé teszi, hogy egy mérési pont (pontosabban annak véges térfogatú környezetének) kristályszerkezetét, rácsállandóját és kristálytani orientációját meghatározzuk. Ezekből a mérési adatokból következtethetünk a minta szemcséinek orientációjára, a szemcsék közti elorientáltságra, a szemcsehatárok tulajdonságaira, a fázisok milyenségére, ill. az egyes szemcséken belüli deformációra.

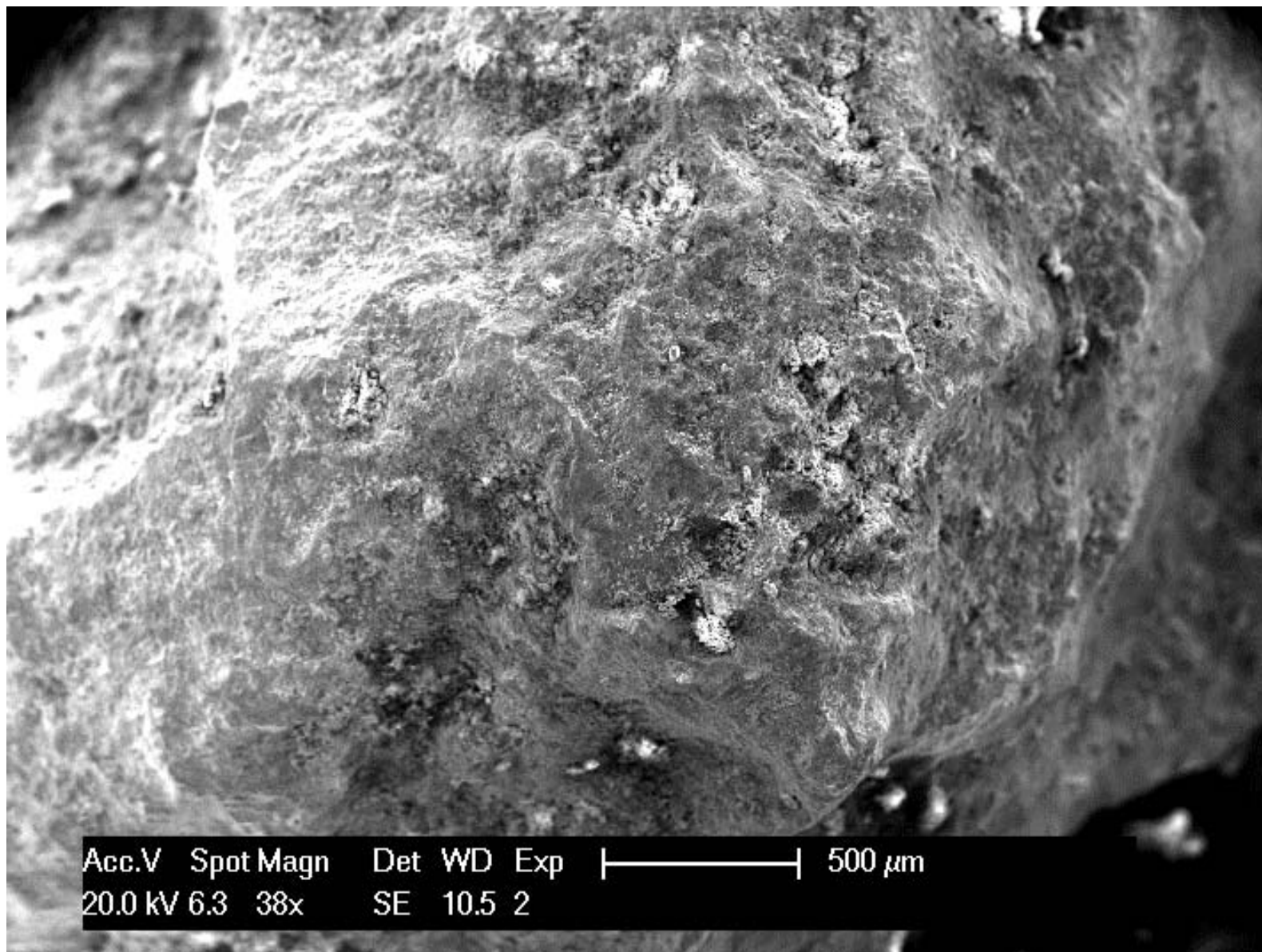


Fázis
térkép

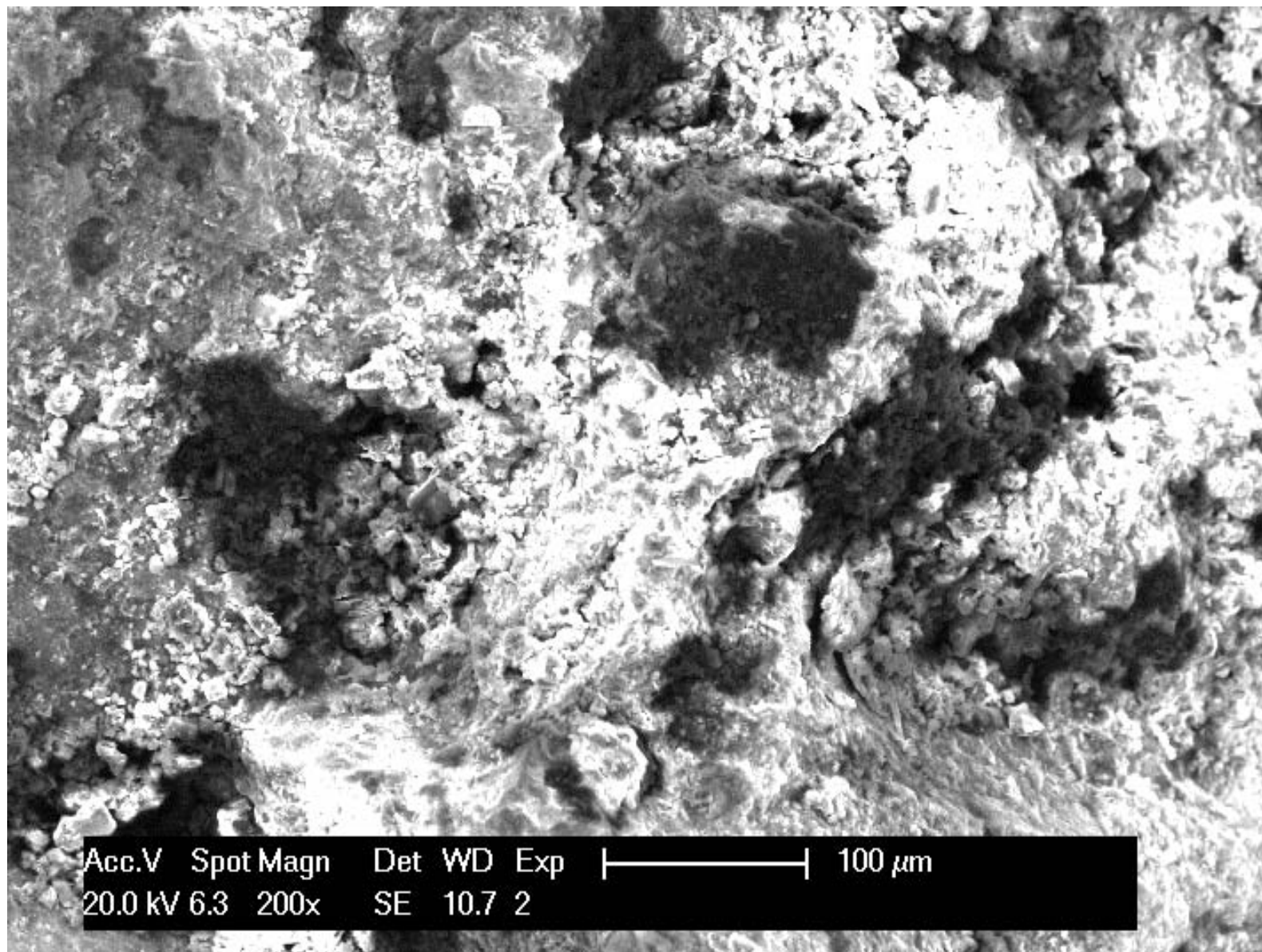


Orientációs
térkép

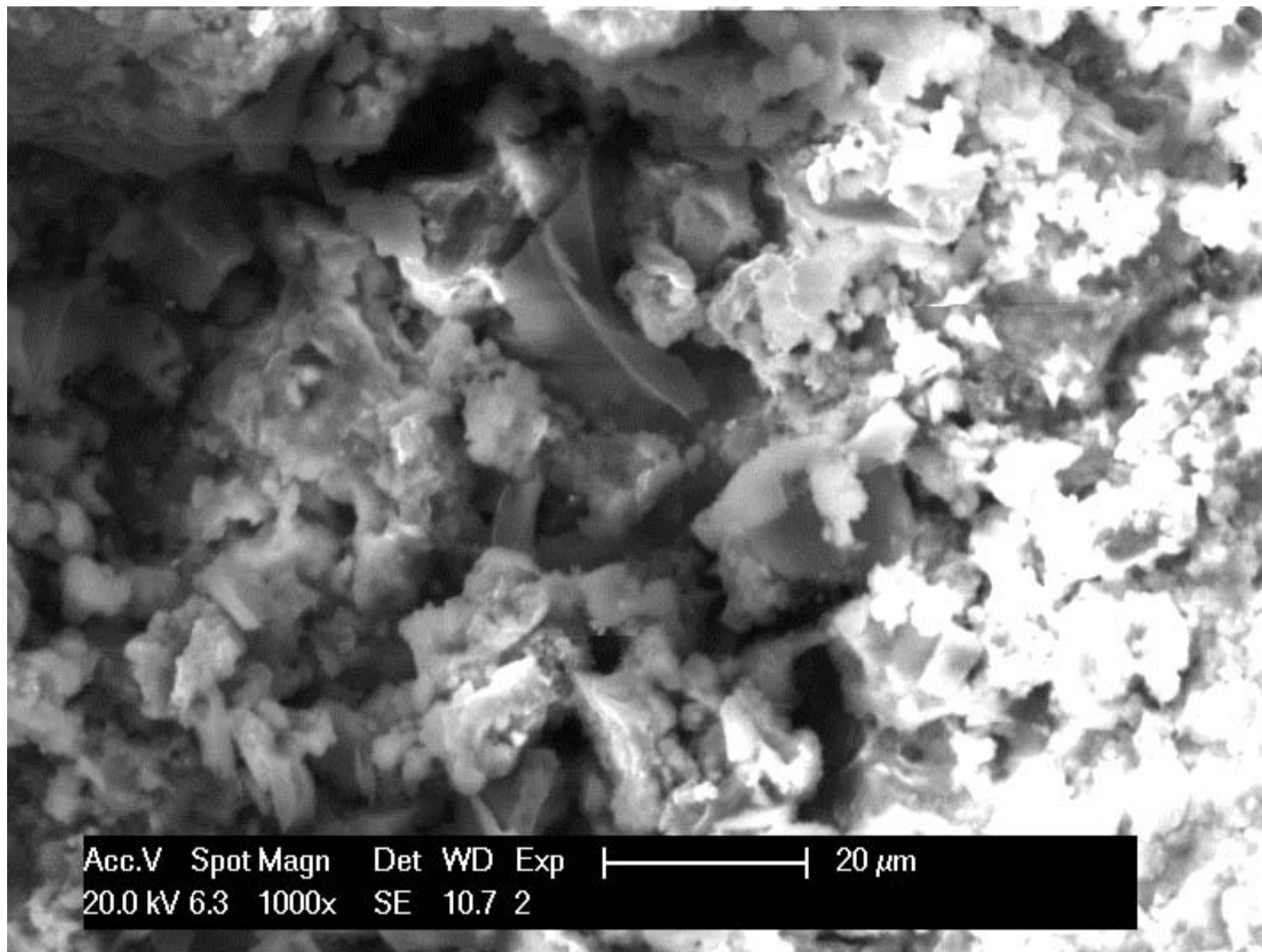
Gyepvasérc#1



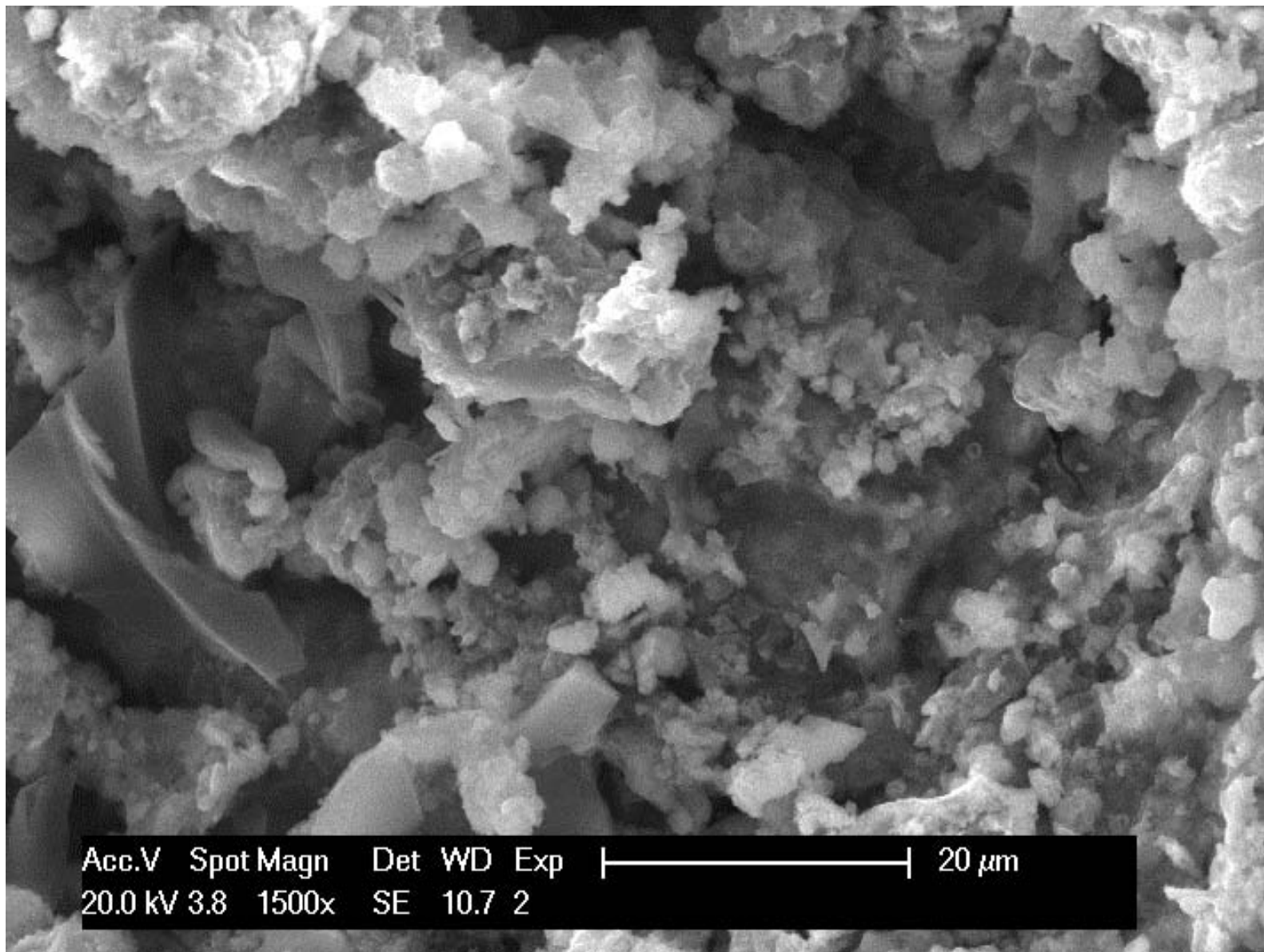
Gyepvasérc#2



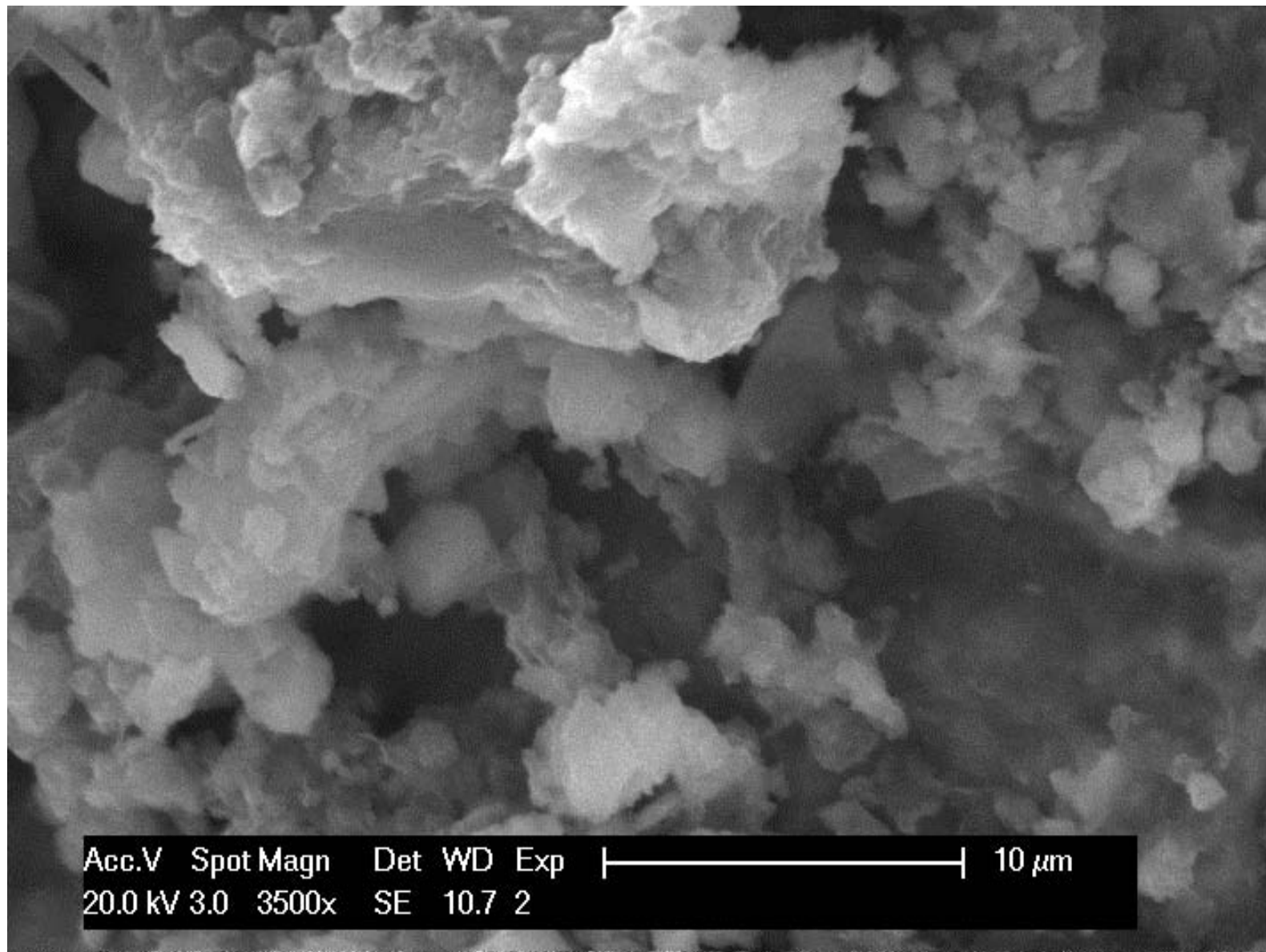
Gyepvasérc#3



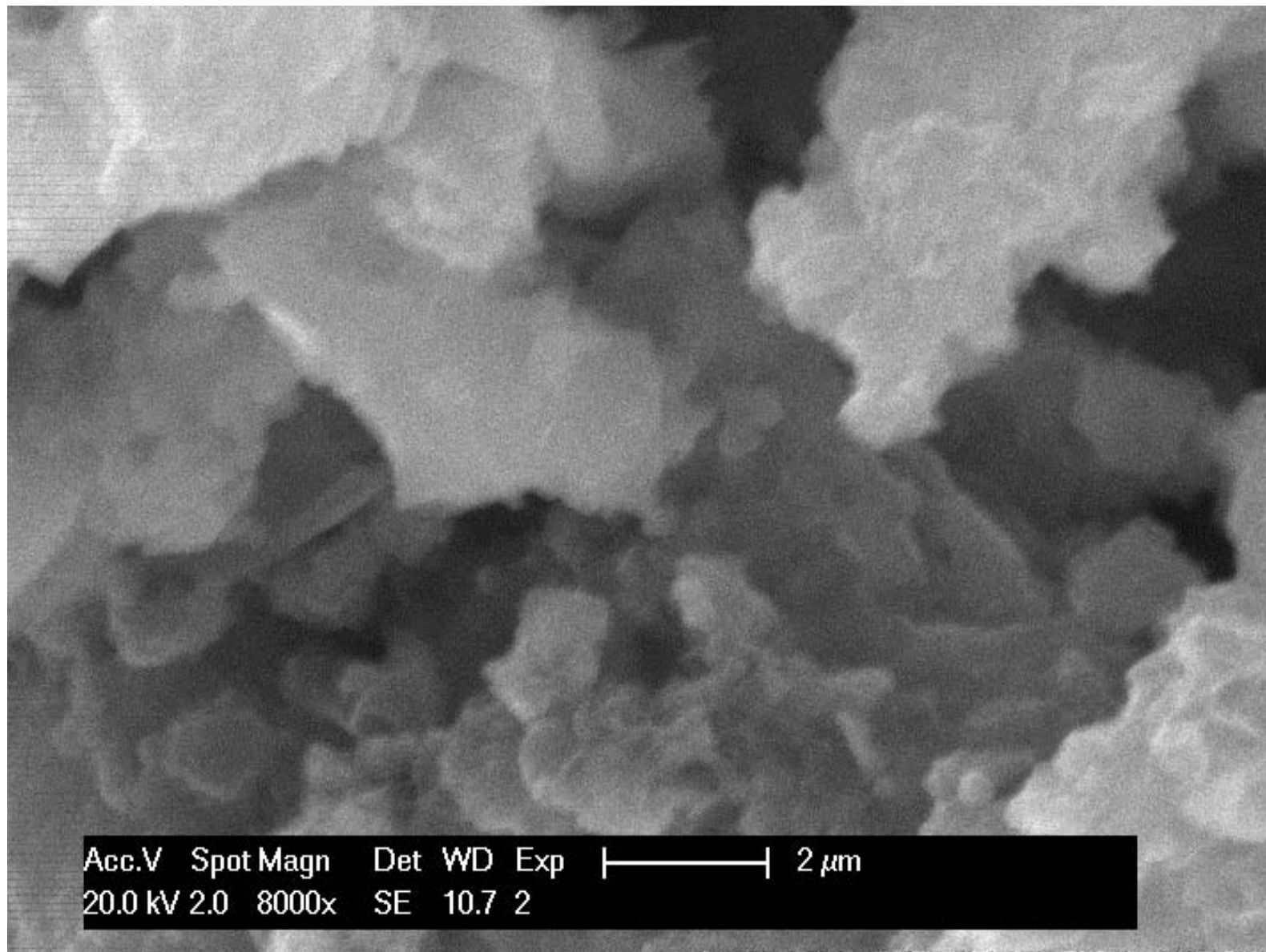
Gyepvasérc#4



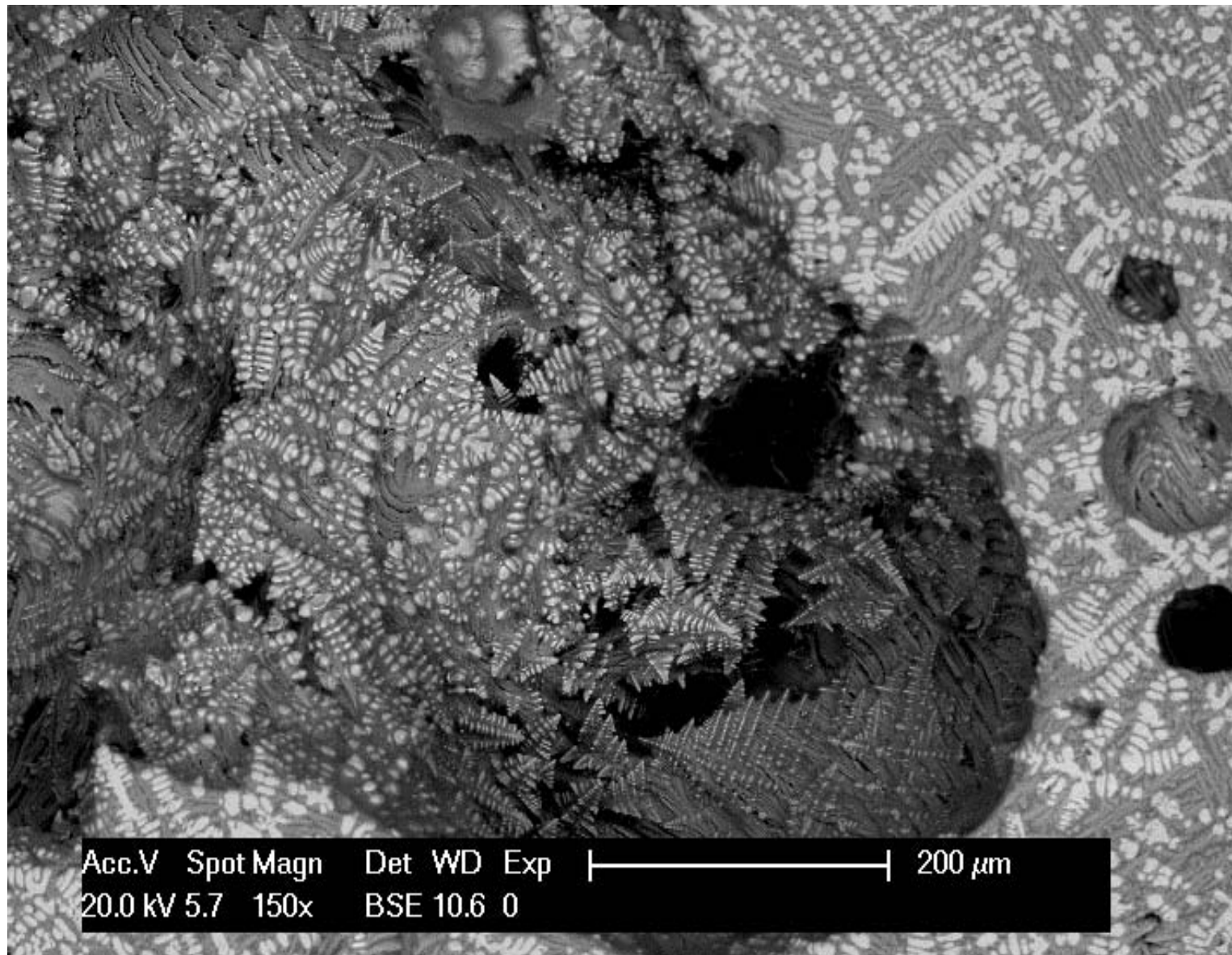
Gyepvasérc#5



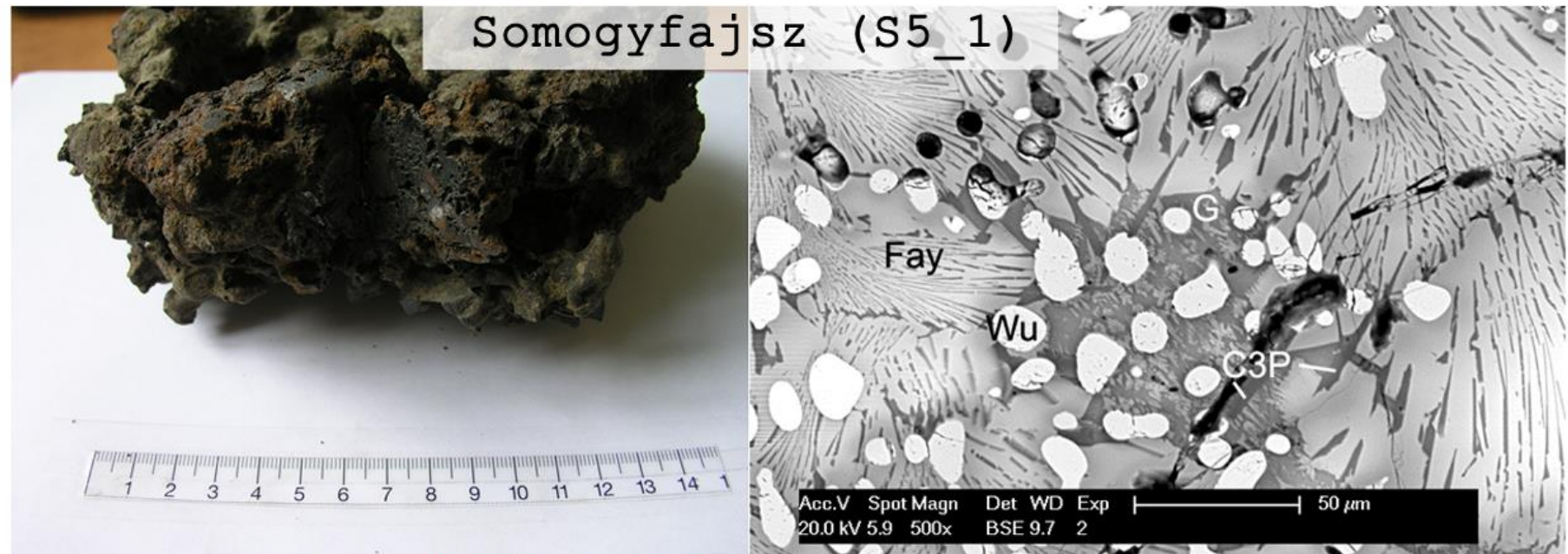
Gyepvasérc#6



Vassalak#1

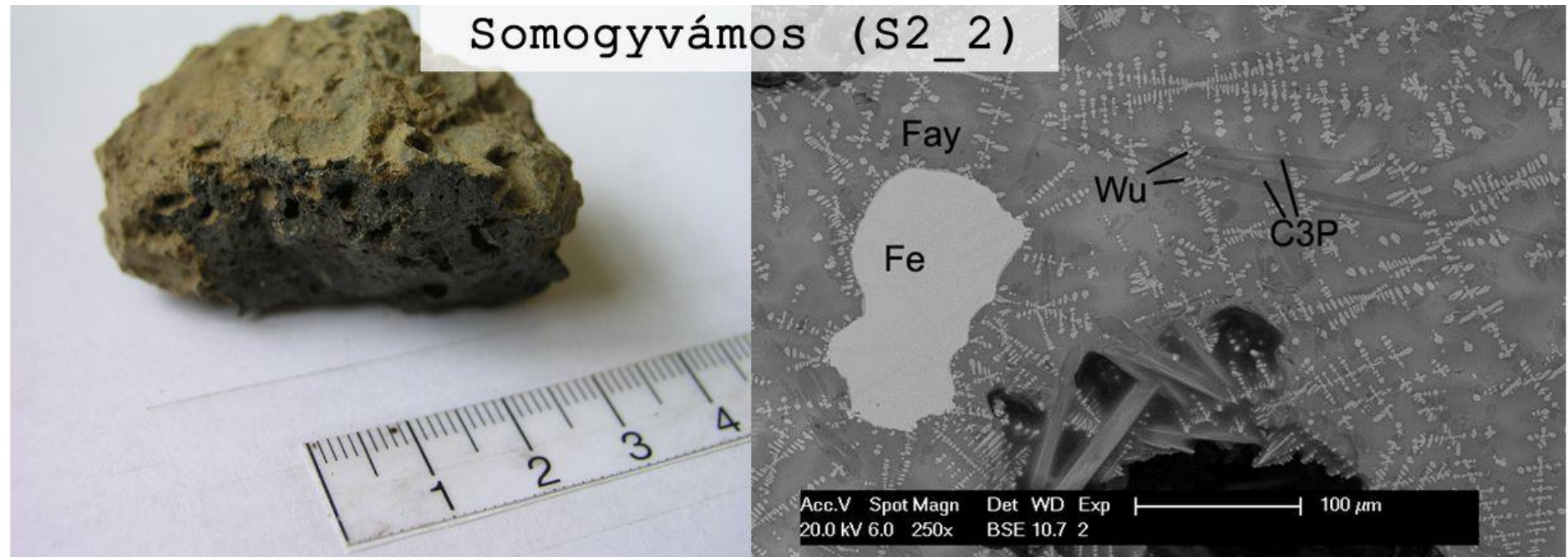


Vassalak#2



	O	Na	Mg	Al	Si	P	K	Ca	Ti	Mn	Fe
Wu	12.57	1.39	0.90	1.21	1.05	0.48	0.16	0.18	0.24	1.47	80.34
Fay	21.23	0.26	0.47	0.00	20.08	0.45	0.19	5.10	0.13	4.11	47.98
C3P	25.23	0.71	0.31	0.00	2.16	23.16	1.23	38.62	0.29	0.82	7.49
G	23.14	0.54	0.00	7.96	21.48	3.03	2.56	14.11	1.00	1.59	24.60
Fe	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	100
Av	16.68	0.30	0.50	1.32	13.38	3.14	0.47	7.03	0.26	3.83	53.10

Vassalak#3



	O	Na	Mg	Al	Si	P	K	Ca	Ti	Mn	Fe
Wu	13.94	2.14	1.84	1.70	2.20	0.91	0.33	1.30	0.23	2.01	73.40
Fay	22.99	0.45	0.98	3.15	20.94	3.33	1.25	17.15	0.41	2.96	26.39
C3P	23.17	0.00	0.12	0.39	8.29	17.82	0.44	44.30	0.35	0.64	4.48
Fe	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	100
Av	20.13	0.17	0.61	2.67	16.29	4.56	1.13	17.56	0.43	2.78	33.68