

Přesnost a detail díky skenovací elektronové mikroskopii

Skenovací elektronový mikroskop s energeticky disperzní rentgenovou spektroskopií (SEM-EDS) představuje efektivní nástroj a spolehlivou analytickou techniku, která poskytuje široké spektrum informací o mikrostrukturách a složkových vlastnostech různorodých materiálů. Laboratoře ALS disponují moderním skenovacím elektronovým mikroskopem Tescan VEGA 3 LMU s energeticky disperzním detektorem (EDS) Oxford X-Max 20. Tato metoda je ideální pro kontrolu povrchů, identifikaci prvkového složení neznámých částic ve vzorku nebo pro pokročilé stanovení velikosti či typové distribuce částic.



Obrázek 1: Skenovací elektronový mikroskop

Princip a aplikace SEM-EDS

SEM-EDS technika se vyznačuje svou univerzálností, nedestruktivním charakterem, ale také schopností rychle provedených analýz. Tyto kombinace z ní činí nepostradatelný nástroj v různých průmyslových a vědeckých oblastech, jako je geologie, petrologie, metalurgie, elektrotechnika, farmacie a environmentální vědy. Schopnost provádět vysokorozlišovací zobrazení vzorků v kombinaci s prvkovou analýzou umožňuje důkladné zkoumání materiálových vlastností, což vede k detailní charakterizaci vzorků a podpoře vědeckých objevů. Tradiční optické mikroskopy využívají k zobrazování světelné paprsky, přičemž vlnová délka světla omezuje maximální zvětšení na 1500–2000×. Naproti tomu elektronový mikroskop využívá místo světla proud fokusovaných elektronů. Tyto elektrony mají mnohem kratší vlnovou délku, což, za ideálních podmínek, umožňuje dosahovat až milionnásobné zvětšení.

Princip SEM je založen na "bombardování" povrchu vzorku fokusovaným svazkem tzv. primárních elektronů. V místě dopadu na povrch vzorku dochází k řadě interakcí mezi primárními elektrony a elektrony v atomech vzorku, což vede k emisi detekovatelných signálů. Tento bod dopadu se označuje jako excitační objem a jeho velikost závisí především na energii primárních elektronů a na prvkovém složení vzorku. Elektronový svazek obvykle neproniká hlouběji než 1 až 2 µm.

Nejvýznamnější signály

- ❶ **Sekundární elektrony** jsou vyraženy z povrchu vzorku a mají nízkou hodnotu energie. Nesou informace o topografii povrchu vzorku a používají se k vytváření obrazu, který je velmi ostrý a působí až trojrozměrným dojmem.
- ❷ **Zpětně odražené elektrony** jsou odraženy od povrchu vzorku a mají vysokou hodnotu energie. Jsou citlivé na rozdíly v atomovém čísle a poskytují tak informace o elementárním složení vzorku.
- ❸ **RTG záření** se uvolňuje při přechodu elektronů mezi vrstvami atomu a je detekováno pomocí energeticky disperzního detektoru (EDS). Emise tohoto záření je pro každý prvek jedinečná a umožňuje tak detekovat jednotlivé prvky ve vzorku.

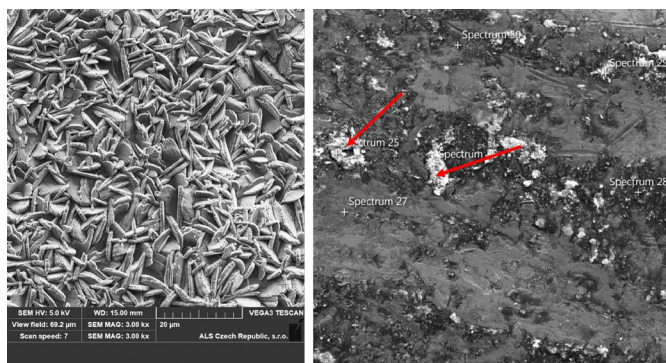
Požadavky na analyzované vzorky:

Vzorek pro analýzu SEM musí být suchý, stabilní ve vakuu, vodivý a musí se vejít do komory mikroskopu.

Detailní snímky povrchů

Skenovací elektronový mikroskop (SEM) byl primárně navržen pro pozorování povrchů, protože dokáže poskytnout detailní snímky povrchů materiálů a částic o velikosti od několika mikrometrů až po několik centimetrů. Díky tomu představuje vynikající nástroj při **identifikaci defektů materiálu**, jako jsou trhliny, opotřebení a koroze, dale také v **topografii povrchu**, včetně homogenity, usazenin, drsnosti a tvaru, a v měření **velikosti a tvaru částic**.

Pomocí SEM lze například získat snímky kovových součástek, které následně umožňují posoudit homogenitu antikorozií fosfátové vrstvy na jejich povrchu (**Obrázek 2A**) nebo odhalit počáteční stadium koroze na válci (**Obrázek 2B**; šipky označují korozi).



Obrázek 2: (A) antikorozní vrstva; (B) stopy koroze

Chemická analýza

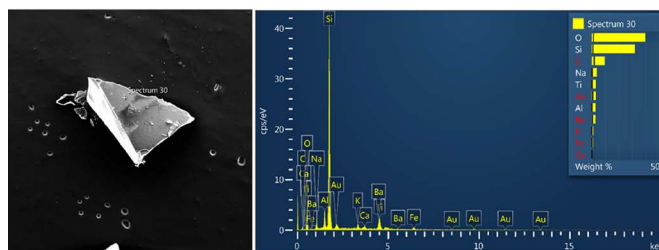
Efektivním doplňkem samotného mikroskopu je výše zmíněný detektor EDS, který dokáže detekovat charakteristické RTG záření a přiřadit ho ke konkrétnímu prvku. Nejnovější systémy jsou schopny detekovat prvky těžší než bor (B), tj. prvky s atomovým číslem vyšším než 5. Detektor EDS Oxford AZtec X-Max 20 v našich laboratořích dokáže velmi rychle potvrdit nebo vyloučit přítomnost prvků těžších než berylium (s výjimkou vodíku, helia a lithia). Výsledkem je spektrum, z něhož lze určit složení zkoumané částice nebo materiálu. Tuto schopnost lze využít například k porovnání materiálu vzorku s dodaným standardem nebo k pozorování změn, ke kterým dochází ve vzorku při vystavení různým procesům a podmínkám.

Obrázky 3 A/B ukazují detailní snímky a prvkové spektrum neznámé částice v roztoku, které byly použity k identifikaci jejího původu. Na základě ostrých hran a prvkového spektra byla částice identifikována jako sklo z původní ampule, která roztok obsahovala.

Reference

https://myscope.training/SEM_SEM_Basics

<https://nano.vscht.cz/wp-content/uploads/navody/charakterizace/EM.pdf>

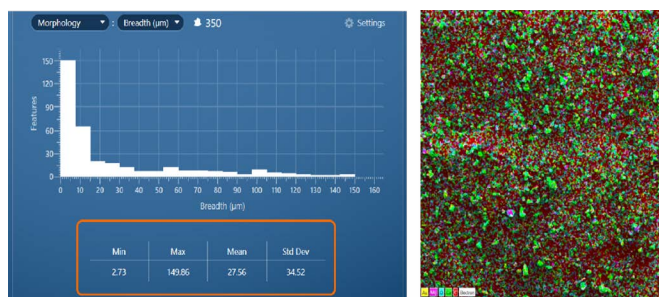


Obrázek 3: (A) kus skla; (B) spektrum skla

Modul "Feature Analysis"

Pomocí softwarového modulu "Feature Analysis" je možné automaticky analyzovat velké množství částic z hlediska morfologie, chemického složení nebo kombinace obojího. Významnou výhodou oproti běžným technikám, jako je laserová difrakce, je možnost přímého zobrazení analyzovaných částic. Částice lze třídit zcela automaticky, a to buď podle morfologie definováním parametrů, jako je délka, plocha, tvar atd., nebo podle chemického složení, například zda obsahují určitý prvek, či nikoli. Výstupy mohou obsahovat různé grafy a tabulky (**Obrázek 4 A/B**).

Pomocí modulu "Feature Analysis" lze ze vzorku analyzovat například účinnost filtračního systému, homogenitu materiálu nebo pouze vybrané částice (např. respirabilní vlákna dle WHO, délka >5 μm, šířka <3 μm, poměr >3:1).



Obrázek 4: (A) distribuční diagram částic; (B) zvýrazněné částice materiálu

Mezi nejčastější analýzy prováděné v laboratořích ALS patří: kontrola antikorozního povlaku automobilových součástek, specifikace cizorodých částic, velmi častou analýzou je identifikace usazenin na filtrech, identifikace sedimentů nebo skvrn a defektů na povrchu různých materiálů a výrobků. Analýza SEM-EDS je také často nedílnou součástí výrobních procesů, kde je kontrola kvality meziproductů a finálních výrobků klíčová. **Technika má mnoho jiných možných aplikací.**

SKENUJ NEBO KLIKNI

Kontaktujte naše
ODBORNÍKY