

Elektronová mikroskopie



SEM, TEM, AFM

1

Historie

- 1931 – E. Ruska a M. Knoll sestrojili první elektronový prozařovací mikroskop



- 1939 – první vyrobený elektronový mikroskop – firma Siemens – rozlišení 10 nm
- 1965 – první komerční mikroskop (Cambridge Instruments)

2

Typy elektronových mikroskopů

- SEM – získává obraz povrchu vzorku postupným skenováním po řádcích.
 - Výhody: jednoduchá příprava vzorku, jednodušší interpretace dat
- TEM – využívá elektronového svazku procházejícího vzorkem.
 - Výhody: vyšší rozlišení a ostrost
 - Je nutné používat velmi tenké vzorky (10-500 nm)



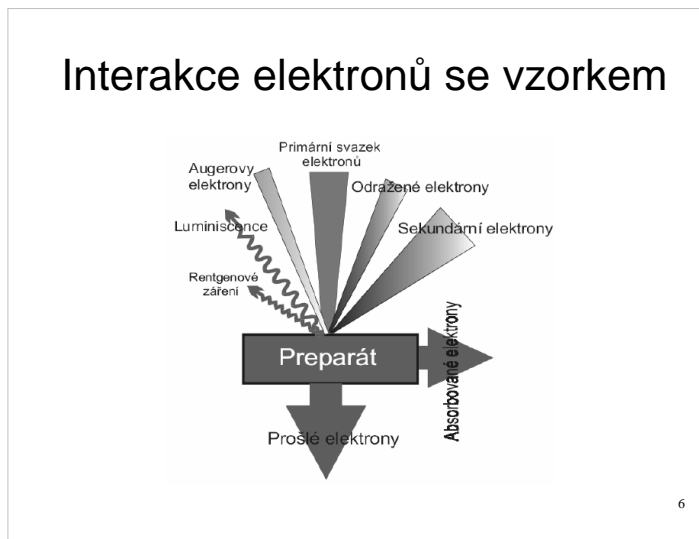
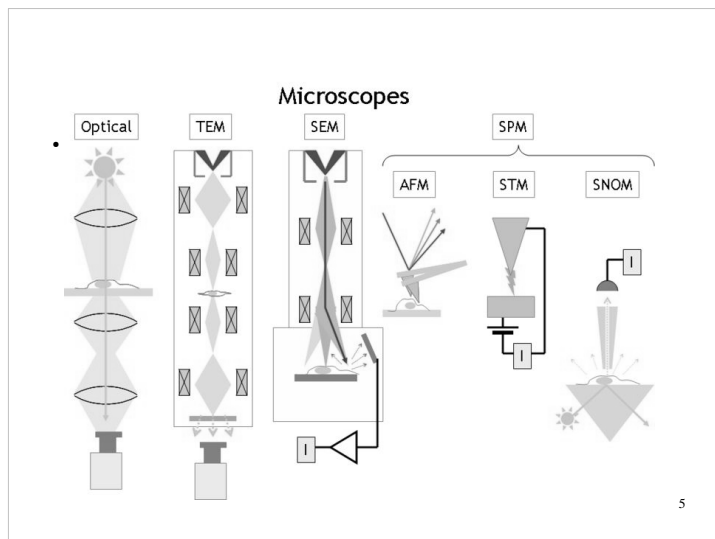
3

Proč elektronový mikroskop?

- Světelný mikroskop – zvětšení 50 – 1000x, limitováno vlnovou délkou použitého světla
- Elektrony mají podstatně kratší vlnovou délku, rozlišení elektronového mikroskopu může dosáhnout až hodnoty 1 000 000x



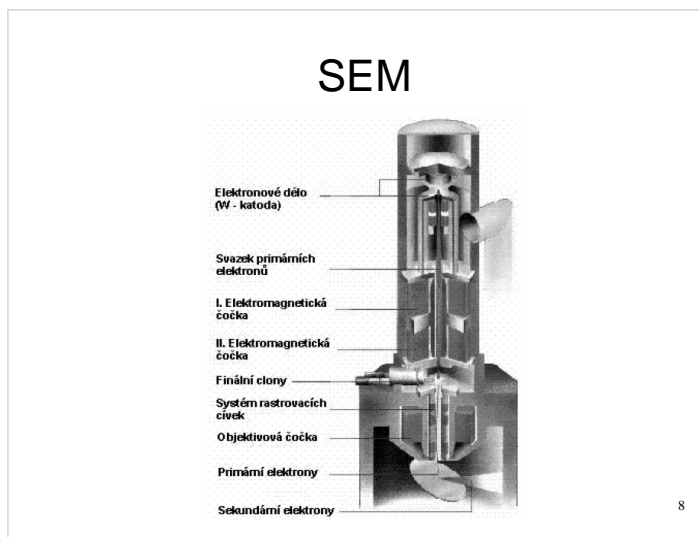
4



SEM

- Pozorujeme povrch vzorku.
- Postupně se skenuje po řádcích. Využívá se úzký elektronový paprsek.
- Jde o nepřímé pozorování – výsledný obraz je tvořen sekundárními nebo zpětně-odraženými elektrony.
- Získaný obraz je monochromatický.
- Problémem je nabíjení nevodivých vzorků, které znemožňuje pozorování.

7



SEM

- Zdroje elektronů

- Wolframové vlákno (2 800 °C)
- Krystal LaB_6 (2 100 °C)
- Studené wolframové vlákno, elektrony emitovány působením elektrického pole
- Schottkyho autoemisní katoda – monokrystal wolframu zbrúšený do ostrého hrotu ve velmi silném elektrickém poli

	Schottky	Chladný zdroj	LaB_6	Wolfram
Velikost zdroje (nm)	15	3	10^4	$>10^4$
Rozsah energie (eV)	0,3-1,0	0,2-0,3	1,0	1,0
životnost	>1rok	>1rok	1000hod	100hod

9

SEM

- Elektromagnetické čočky

- pouze spojky
- prstence z měkkého železa, nutná vysoká čistota materiálu
- pracují pouze ve vakuu

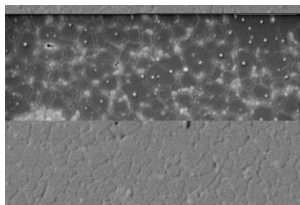


10

SEM

- Detektory

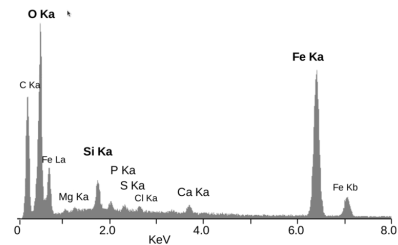
- sekundární elektrony – elektrony o nižší energii (<50 eV).
- zpětně odražené elektrony – elektrony s vyšší energií. U těžších prvků dochází k výraznějšímu zpětnému rozptylu, proto jsou ve výsledném obrázku tmavší než lehké prvky.



11

EDX/EDAX

- Energiově disperzní spektroskopie.
- Metoda elementární analýzy.
- Často součástí SEM nebo elektronové mikrosondy.
- Využívá RTG záření k excitaci vnitřních elektronů.
- Slouží hlavně ke stanovení těžších prvků, H, He a Li nelze detekovat.



12

Příprava vzorku pro SEM

- Vzorek nesmí obsahovat vodu nebo jiné těkavé látky.
- Vzorek musí být stabilní v elektronovém záření.
- Vzorek by měl být vodivý, aby nedocházelo k nabíjení elektrony.

13

Příprava vzorku pro SEM

- Vakuové napařování
 - provádí se v silném vakuu (10^{-7} Pa)
 - tloušťka vrstvy zhruba 20 nm
- Vakuové naprašování
 - stačí nižší vakuum (10^{-4} Pa)
 - tloušťka vrstvy zhruba 2 nm
- Chemická fixace
 - stabilizace vzorku pomocí inertního materiálu
 - nejčastěji se používá glutaraldehyd a oxid osmičelý

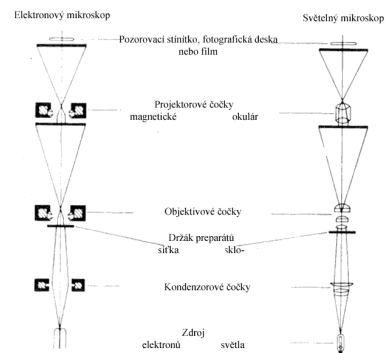
14

TEM

- Transmisní Elektronová Mikroskopie
- Umnožňuje pozorovat preparáty o tloušťce max. 10-500 nm
- Vykazuje vysoké zvětšení a velkou rozlišovací schopnost
- Má velkou hloubku ostrosti
- Vyžaduje vyšší vakuum než SEM
- Urychlovací napětí elektronů je 100-400 kV (10-100x vyšší než u SEM)

15

TEM



16

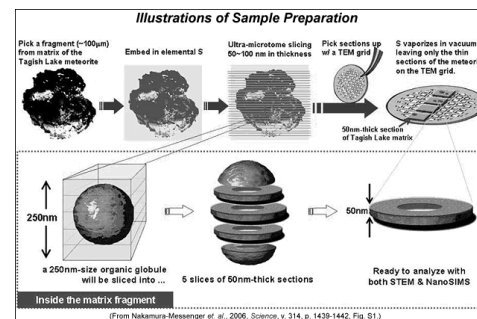
TEM

- Zobrazovací soustava
 - informaci o vzorku nesou elektrony, které vzorkem prošli
 - je nutné převést elektronové záření na viditelné
 - používá se stínítko pokryté vhodným materiálem, často ZnS
 - rozlišení mikroskopu je dáno velikostí zrn na stínítku, pro velké stínítko by se měla pohybovat kolem 50 nm, pro malé okolo 10 nm

17

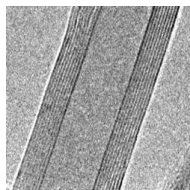
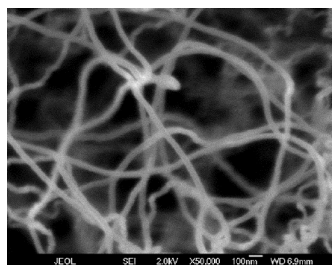
Příprava vzorků

- Vzorek musí být velmi tenký a průhledný
- Nejčastěji se připravuje zaléváním do pryskyřice, a poté se upravuje na požadovanou tloušťku.



18

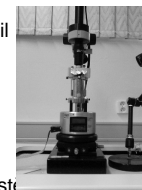
TEM



19

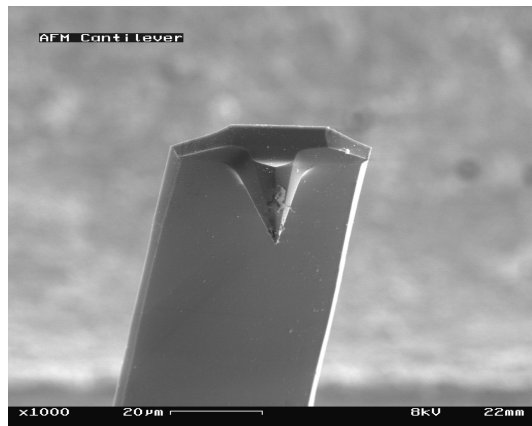
AFM

- **Atomic Force Microscopy** – Mikroskopie atomárních sil
- neoptická mikroskopie
- dokáže zobrazit 3D model povrchu vzorku
- ultravysoké rozlišení – dokáže zobrazit i atomy
- dokáže zobrazovat i nevodivé vzorky
- povrch je snímán velmi tenkým hrotem (Si , Si_3N_4) umístěným na ohebném nosníku (cantileveru)
- pohyb hrotu je řízen velmi přesným piezoelektrickým mechanismem
- je možno snímat pouze velmi malé plochy ($150 \times 150 \mu\text{m}$) s relativně malými nerovnostmi (max. $10\text{-}20 \mu\text{m}$)
-



20

AFM



Zdroj:
[http://commons.wikimedia.org/wiki/File:AFM_\(used\)_cantilever_in_Scanning_Electron_Microscope_magnification_1000x.JPG](http://commons.wikimedia.org/wiki/File:AFM_(used)_cantilever_in_Scanning_Electron_Microscope_magnification_1000x.JPG)

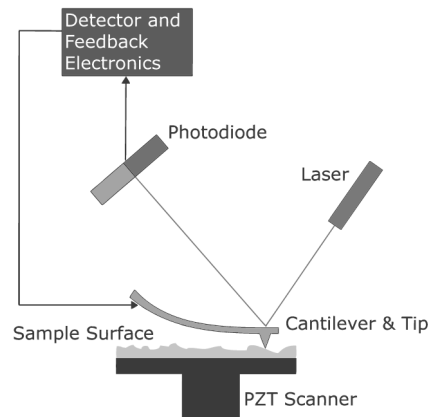
21

AFM

- Dva základní skenovací módy
 - kontaktní – může způsobit poškození hrotu
 - sleduje se výchylka hrotu v závislosti na jeho poloze
 - nebo se hrot udržuje při konstantní výchylce a měří se síla potřebná pro potlačení změny výchylky
 - bezkontaktní – hrot se nedotýká povrchu vzorku a interaguje s ním pouze pomocí van der Waalsových sil
 - hodnota vdW sil je velmi malá, nosník proto kmitá a zaznamenává se hodnota amplitudy kmitu
 - v některých případech může dávat jiný obraz než kontaktní mód (např. pokud je na povrchu naadsorbovaná kapalina)

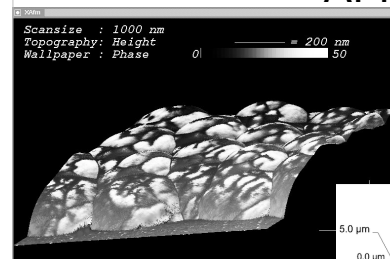
22

AFM



23

AFM

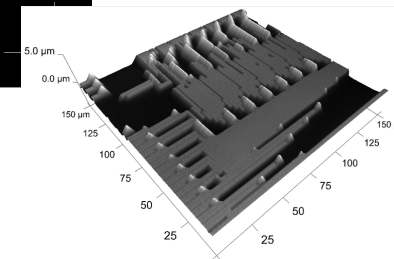


AFM snímek části procesoru pentium

Zdroj:
http://commons.wikimedia.org/wiki/File:Procesor_486_AFM_J_REBIS.png

AFM snímek latexového substrátu

Zdroj:
http://commons.wikimedia.org/wiki/File:Latex_afm1.jpg



Literatura

- <http://en.wikipedia.org/wiki/Category:Microscopy>
- <http://www.microscopy.info/>
- Elektrónovo optické metódy / Jozef Krištín, Milan Bobák. -- 1. vyd.. -- Bratislava : Univerzita Komenského, 2005. -- 206 s. :
ISBN: 80-223-1996-1