

# Presnosť a detail vďaka skenovacej elektrónovej mikroskopii

Skenovací elektrónový mikroskop s energeticky disperznou röntgenovou spektroskopiou (SEM-EDS) predstavuje efektívny nástroj a spoľahlivú analytickú techniku, ktorá poskytuje široké spektrum informácií o mikroštruktúrach a zložkových vlastnostiach rôznorodých materiálov. Laboratóriá ALS disponujú moderným skenovacím elektrónovým mikroskopom Tescan VEGA 3 LMU s energeticky disperzným detektorom (EDS) Oxford X-Max 20. Táto metóda je ideálna na kontrolu povrchov, identifikáciu prvkového zloženia neznámych častíc vo vzorke alebo na pokročilé stanovenie veľkosti či typovej distribúcie častíc.



Obrázok 1: Skenovací elektrónový mikroskop

## Princíp a aplikácia SEM-EDS

SEM-EDS technika sa vyznačuje svojou univerzálnosťou, nedeštruktívnym charakterom, ale aj schopnosťou rýchlo vykonaných analýz. Tieto kombinácie z nej robia nezastupiteľný nástroj v rôznych priemyselných a vedeckých oblastiach, ako je geológia, petrológia, metalurgia, elektrotechnika, farmácia a environmentálne vedy. Schopnosť vykonávať vysoko rozlišovacie zobrazenie vzoriek v kombinácii s prvkovou analýzou umožňuje dôkladné skúmanie materiálových vlastností, čo vedie k detailnej charakterizácii vzoriek a podpore vedeckých objavov. Tradičné optické mikroskopy využívajú na zobrazovanie svetelné lúče, pričom vlnová dĺžka svetla obmedzuje maximálne zväčšenie na 1500–2000×. Naopak, elektrónový mikroskop namiesto svetla využíva prúd fokusovaných elektrónov. Tieto elektróny majú omnoho kratšiu vlnovú dĺžku, čo za ideálnych podmienok umožňuje dosahovať až miliónnásobné zväčšenie.

Princíp SEM je založený na "bombardovaní" povrchu vzorky fokusovaným zväzkom tzv. primárnych elektrónov. V mieste dopadu na povrch vzorky dochádza k sérii interakcií medzi primárnymi elektrónmi a elektrónmi v atómoch vzorky, čo vedie k emisii detegovateľných signálov. Tento bod dopadu sa označuje ako excitačný objem a jeho veľkosť závisí predovšetkým od energie primárnych elektrónov a od prvkového zloženia vzorky. Elektrónový zväzok zvyčajne nepreniká hlbšie než 1 až 2  $\mu\text{m}$ .

## Najvýznamnejšie signály

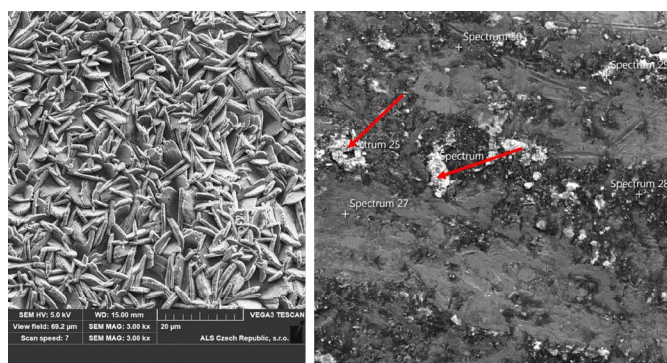
- **Sekundárne elektróny** sú vyrazené z povrchu vzorky a majú nízku hodnotu energie. Nesú informácie o topografii povrchu vzorky a používajú sa na vytváranie obrazu, ktorý je veľmi ostrý a pôsobí až trojrozmerným dojmom.
- **Spätne odrazené elektróny** sú odrazené od povrchu vzorky a majú vysokú hodnotu energie. Sú citlivé na rozdiely v atómovom čísle a poskytujú tak informácie o elementárnom zložení vzorky.
- **RTG žiarenie** sa uvoľňuje pri prechode elektrónov medzi vrstvami atómu a je detegované pomocou energeticky disperzného detektora (EDS). Emisia tohto žiarenia je pre každý prvok jedinečná a umožňuje tak detegovať jednotlivé prvky vo vzorke.

## Požiadavky na analyzované vzorky:

Vzorka na analýzu SEM musí byť suchá, stabilná vo vákuu, vodivá a musí sa zmestiť do komory mikroskopu.

## Detailné snímky povrchov

Skenovací elektrónový mikroskop (SEM) bol primárne navrhnutý na pozorovanie povrchov, pretože dokáže poskytnúť detailné snímky povrchov materiálov a častíc s veľkosťou od niekoľkých mikrometrov až po niekoľko centimetrov. Vďaka tomu predstavuje vynikajúci nástroj na **identifikáciu defektov materiálu**, ako sú trhliny, opotrebenie a korózia, ďalej na **topografiu povrchu**, vrátane homogenity, usadenín, drsnosti a tvaru, ako aj na meranie **veľkosti a tvaru častíc**. Pomocou SEM je napríklad možné získať snímky kovových súčiastok, ktoré následne umožňujú posúdiť homogenitu antikorošnej fosfátovej vrstvy na ich povrchu (**Obrázok 2A**) alebo odhaliť počiatočné štádium korózie na valci (**Obrázok 2B**; šípky označujú koróziu).

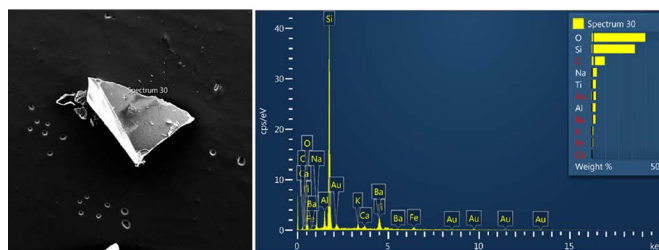


Obrázok 2: (A) antikoročná vrstva; (B) stopy korózie

## Chemická analýza

Efektívnym doplnkom samotného mikroskopu je vyššie spomenutý detektor EDS, ktorý dokáže detegovať charakteristické RTG žiarenie a priradiť ho ku konkrétnemu prvku. Najnovšie systémy sú schopné detegovať prvky ťažšie ako bór (B), teda prvky s atómovým číslom vyšším ako 5. Detektor EDS Oxford AZtec X-Max 20 v našich laboratóriách dokáže veľmi rýchlo potvrdiť alebo vylúčiť prítomnosť prvkov ťažších ako berýlium (s výnimkou vodíka, hélia a lítia). Výsledkom je spektrum, z ktorého možno určiť zloženie skúmanej častice alebo materiálu. Túto schopnosť je možné využiť napríklad na porovnanie vzorky materiálu s dodaným štandardom alebo na sledovanie zmien, ktoré nastávajú vo vzorke pri vystavení rôznym procesom a podmienkam.

**Obrázky 3 A/B** zobrazujú detailné snímky a prvkové spektrum neznámej častice v roztoku, ktoré boli použité na identifikáciu jej pôvodu. Na základe ostrých hrán a prvkového spektra bola častica identifikovaná ako sklo z pôvodnej ampulky, ktorá roztok obsahovala.

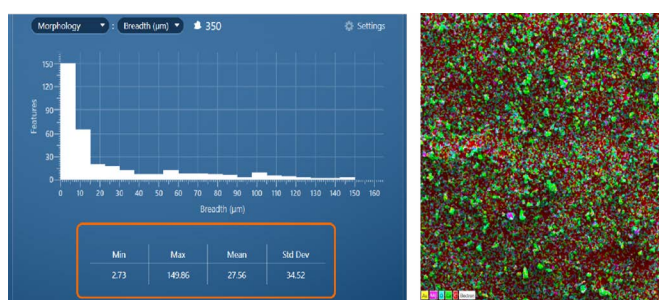


Obrázok 3: (A) kus skla; (B) spektrum skla

## Modul "Feature Analysis"

Pomocou softvérového modulu „Feature Analysis“ je možné automaticky analyzovať veľké množstvo častíc z hľadiska morfológie, chemického zloženia alebo kombinácie oboch. Významnou výhodou oproti bežným technikám, ako je laserová difrakcia, je možnosť priameho zobrazenia analyzovaných častíc. Častice je možné triediť úplne automaticky, a to buď podľa morfológie definovaním parametrov, ako sú dĺžka, plocha, tvar a pod., alebo podľa chemického zloženia, napríklad na základe prítomnosti alebo neprítomnosti určitého prvku. Výstupy môžu obsahovať rôzne grafy a tabuľky (**Obrázok 4 A/B**).

Pomocou modulu „Feature Analysis“ je možné analyzovať vzorku napríklad na účinnosť filtračného systému, homogenitu materiálu alebo len vybrané častice (napr. respirabilné vlákna podľa WHO: dĺžka >5 µm, šírka <3 µm, pomer strán >3:1).



Obrázok 4: (A) distribučný diagram častíc;  
(B) zvýraznené častice materiálu

Medzi najčastejšie analýzy vykonávané v laboratóriách ALS patrí: kontrola antikorózneho povlaku automobilových súčiastok, špecifikácia cudzorodých častíc, veľmi častou analýzou je identifikácia usadenín na filtroch, identifikácia sedimentov alebo škvrín a defektov na povrchu rôznych materiálov a výrobkov. Analýza SEM-EDS je tiež často neoddeliteľnou súčasťou výrobných procesov, kde je kontrola kvality medziproduktov a finálnych výrobkov kľúčová. **Technika má aj mnoho ďalších možných aplikácií.**

## Referencie

[https://myscope.training/SEM\\_SEM\\_Basics](https://myscope.training/SEM_SEM_Basics)

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



KONTAKTUJTE našich  
**EXPERTOV**