

*Jan Dutkiewicz**Piotr Malczewski***Możliwości i wykorzystanie skaningowego
mikroskopu elektronowego Philips 525M**

Od lat do obserwacji mikrostruktury w metalografii, biologii itp. służy klasyczna mikroskopia świetlna, która posiada zarówno liczne zalety, jak też wady i ograniczenia ze względu na zastosowanie światła widzialnego. Jednym z parametrów określających mikroskop jest zdolność rozdzielcza, określająca najmniejszą odległość pomiędzy dwoma punktami, które są rozróżniane podczas obserwacji pod mikroskopem. Maksymalna zdolność rozdzielcza mikroskopu świetlnego wynosi ok. $0,2 \mu\text{m}$ przy zastosowaniu oświetlacza monochromatycznego o barwie światła zbliżonej do niebieskiej ($\lambda = 0,4 \mu\text{m}$) oraz obiektywu imersyjnego (pomiędzy soczewką a preparatem znajduje się ciecz o większym współczynniku załamania światła niż powietrze, np. olejek cedrowy $n=1,515$) [1]. W mikroskopie świetlnym wraz ze wzrostem powiększenia następuje spadek głębi ostrości i w przypadku powiększenia 1000x wynosi ona zaledwie kilkadziesiąt nanometrów, co powoduje trudności w uzyskaniu ostrego zdjęcia przy dużych powiększeniach. Dopiero w 1938 roku pojawia się pierwszy seryjny mikroskop elektronowy wyprodukowany przez firmę Siemens na podstawie prototypu zbudowanego przez B. Borriesa i E. Ruska pozwalającego zajrzeć głębiej w strukturę materii [2]. Rozwój mikroskopii elektronowej z biegiem czasu pozwolił na wykształcenie się specjalistycznych mikroskopów elektronowych przeznaczonych do badań topografii powierzchni preparatu. W odróżnieniu od mikroskopu optycznego skaningowy mikroskop elektronowy posiada znacznie większą zdolność rozdzielczą, która wynosi obecnie około 2 \AA . W elektronowym mikroskopie skaningowym do oświetlenia preparatu wykorzystuje się skupioną wiązkę elektronów o długości fali $\lambda = 0,04 \text{ \AA}$ [1, 2, 3]. Na zdolność rozdzielczą skaningowego mikroskopu elektronowego silnie wpływa zarówno możliwość skupienia wiązki, jak i warunki zewnętrzne w postaci pól elektrycznych. Do wad skaningowej mikroskopii elektronowej starszej generacji należy zaliczyć to, że preparaty muszą przewodzić prąd elektryczny. Obserwacja odbywa się w wysokiej próżni i z tego powodu preparaty powinny być suche (odwodnione), co ogranicza zastosowanie mikroskopu skaningowego tylko do części preparatów biologicznych. Ostatnio pojawiły się elektronowe mikroskopy skaningowe, które mogą pracować w trybie niskiej próżni, co umożliwia obserwowanie np. uwodnionych preparatów biologicznych.

Ogólna budowa mikroskopu skaningowego Philips 525M

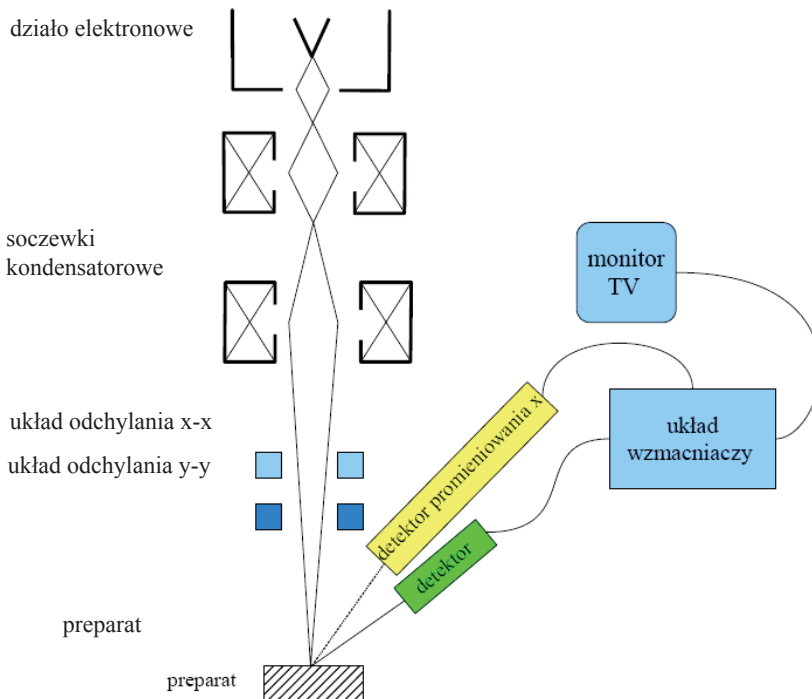
W Instytucie Techniki Uniwersytetu Pedagogicznego od kilku lat znajduje się skaningowy mikroskop elektronowy Philips 525M przedstawiony na rys. 1. Jest to klasyczny skaningowy mikroskop z działem z włóknem wolframowym. Ponadto mikroskop wyposażony jest w analizator składu chemicznego typu EDS (*Energy Dispersive Spectroscopy*), czyli analizator energii widma promieniowania rentgenowskiego.



Rys. 1. Mikroskop elektronowy Philips 525M znajdujący się w Instytucie Techniki UP

Nowoczesny skaningowy mikroskop elektronowy jest obecnie urządzeniem modułowym, wyposażonym w szereg różnych detektorów pozwalających zebranie różnorodnych danych na temat otaczającego nas świata. Mikroskop taki zbudowany jest z czterech podstawowych elementów: kolumny elektronowej, komory próbek, układu próżniowego oraz panelu sterowania. Podczas pracy, wewnątrz kolumny mikroskopu, jak i w komorze próbek utrzymywana jest próżnia ok. 10^{-4} – 10^{-5} bar. Schemat budowy skaningowego mikroskopu elektronowego przedstawiono na rys. 2. W górnej części kolumny mikroskopu umieszczone jest działo elektronowe składające się z katody, którą stanowi włókno wolframowe uformowane w kształt litery V. Żarzące się włókno wolframowe w temperaturze powyżej 1000°C stanowi źródło emisji elektronów. Wyemitowane elektrony ulegają ukształtowaniu w skolimowaną wiązkę elektronów za pomocą cylindra Wehnelta [2,3]. Obecnie w mikroskopach skaningowych występują także działa, w których źródłem emisji elektronów jest LaB_6 (*lanthanum hexaboride*), a także częściowo działa z emisją polową, które posiadają odmienną budowę, ale mają to samo zadanie, czyli wytworzenie skolimowanej wiązki elektronów o dużej intensywności. Następnie wiązka elektronów ulega

przyspieszeniu poprzez przyłożenie wysokiego napięcia pomiędzy katodą i anodą w zakresie 1–30 kV. Kolumna mikroskopu wyposażona jest ponadto w układ soczewek kondensatorowych, są to soczewki elektromagnetyczne, których zadaniem jest skupienie wiązki elektronów poprzez wykorzystanie pola elektrostatycznego [1, 2, 3]. Możliwość zogniskowania wiązki w większości mikroskopów skaningowych wynosi do ok. 10 nm. W przypadku mikroskopu Philips 525M zakres zogniskowania wiązki wynosi 500–10 nm, z tym że najczęściej wykorzystuje się wiązkę o wielkości 100 μm . Za soczewkami kondensatorowymi umieszczony jest układ odchylający wiązkę w układzie x-x i y-y, który umożliwia skanowanie powierzchni badanej próbki. Wiązka elektronów padając na próbkę, skanuje ją linia po linii w obserwowanym obszarze. Wiązka elektronów pada na powierzchnię badanego materiału, a odbite elektrony trafiają do detektora umieszczonego wewnątrz komory próbek, który przekształca je na sygnał prądowy wzmacniany i przetworzony następnie przez układ elektroniczny mikroskopu na obraz TV obserwowany na monitorze. Częstotliwość wyświetlania plamki na monitorze jest bezpośrednio zsynchronizowana z częstotliwością, z jaką wiązka elektronów skanuje próbkę. W zależności od tego, czy płaszczyzna próbki z danego punktu aktualnie oświetlanego przez wiązkę elektronów jest korzystnie nachylona do detektora, dociera do niego mniejsza lub większa ilość odbitych elektronów. Powiązane jest to z intensywnością świecenia plamki na monitorze, czyli duży sygnał – jasna plamka, brak sygnału – „ciemny ekran”. Powstający na monitorze obraz odzwierciedla topografię powierzchni obserwowanego przedmiotu.



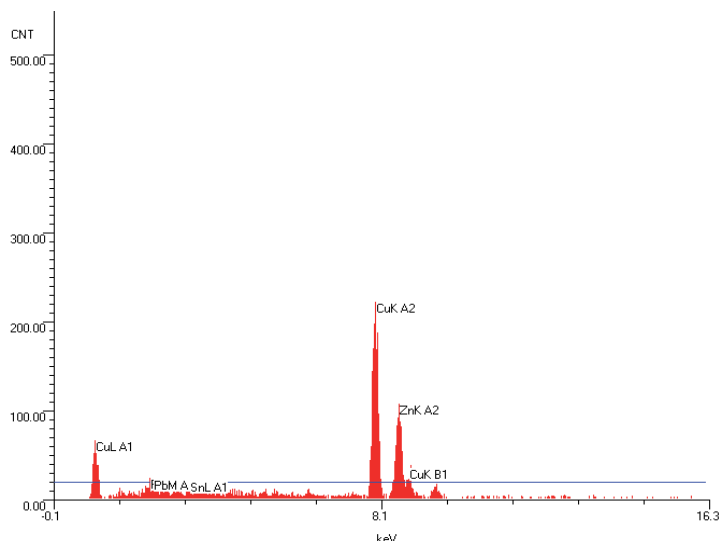
Rys. 2. Schemat blokowy działania skaningowego mikroskopu elektronowego

Warunkiem uzyskania obrazu o dobrej jakości jest odpowiednie dobranie optymalnych warunków prądowych. W posiadanym modelu odbywa się to płynnie w zakresie 1–30 kV. W mikroskopie Philips 525M do niedawna rejestracja obrazu odbywała się za pomocą klisz Polaroid, obecnie mikroskop został zmodernizowany i wyposażony w cyfrowy układ rejestracji obrazu firmy Elbit, który składa się z przystawki i programu komputerowego Vid, umożliwiającego rejestrację obrazu w formacie bmp, tif lub jpg.

Poza obserwacją powierzchni preparatu skaningowy mikroskop elektronowy daje szersze możliwości badawcze niż tylko rejestracja obrazu. W tym celu mikroskopy wyposaża się w szereg dodatkowych detektorów, umożliwiających m.in. identyfikację składu chemicznego badanego materiału. Mikroskop skaningowy Philips 525M wyposażony jest w analizator składu chemicznego typu EDS (*Energy Dispersive Spectrometry*) firmy EDAX. Analizator tego typu działa w ten sposób, że zlicza kwanty promieniowania rentgenowskiego. Natężenie sygnału wyjściowego jest proporcjonalne do energii padających kwantów i program komputerowy oblicza następnie ilość kwantów o danej energii i tworzy histogram rozkładu energii dla analizowanego punktu. Przykładowy wynik analizy dla mosiądzu został przedstawiony na rys. 3. Promieniowanie rentgenowskie powstaje na skutek bombardowania próbki przez wysokoenergetyczną wiązkę elektronów, co powoduje przeskok elektronów z jednej powłoki na drugą i emisja promieniowania rentgenowskiego. Występuje oddziaływanie wiązki elektronów z elektronami na zewnętrznych powłokach atomów (powłoki K i L). Energia wyemitowanego kwantu jest ściśle określona dla każdego rodzaju przejścia pomiędzy powłokami danego pierwiastka [1, 2, 3]. Sterowanie wiązką umożliwia analizę nie tylko punktową, ale również z określonej powierzchni lub liniową. Należy przy tym pamiętać, że na dokładność analizy wpływa to, że oddziaływanie wiązki z materią następuje nie tylko z atomami na powierzchni próbki, ale także w głębi materiału. Zależy to od liczby atomowej pierwiastków w analizowanym obszarze i od wielkości napięcia przyspieszającego zastosowanego do analizy. Z reguły stosuje się napięcie około 30 kV.

Preparatyka materiałów metalicznych przeznaczonych do obserwacji w skaningowym mikroskopie elektronowym nie wymaga skomplikowanych zabiegów. Próbki metaliczne powinny być odtłuszczone, suche i wolne od pyłów. Obserwowane próbki mogą być masywne i o dowolnych kształtach, ogranicza je jedynie wielkość stolika i komory na próbki.

W przypadku gdy próbka przeznaczona do obserwacji w mikroskopie skaningowym nie przewodzi prądu lub jest słabo przewodząca (np. preparaty biologiczne, ceramiczne, polimery, półprzewodniki) stosuje się pokrywanie preparatu cienką warstwą materiału przewodzącego. Najczęściej w tym celu napyła się warstewkę złota lub grafitu. Napyłona warstwa powinna być równomierna i cienka, rzędu kilku nanometrów [1, 2, 3]. Wiąże się to z tym, że wiązka elektronów bombardując próbkę, powoduje powstawanie chmury ładunków elektrycznych na powierzchni próbki, co sprawia, że część odbitych elektronów sprzyja powstawaniu ładunków elektrycznych w próbce, co z kolei zakłóca powstanie obrazu. Z tych względów powierzchnia preparatu nieprzewodzącego prądu elektrycznego powinna zostać napyłona, aby umożliwić odprowadzenie powstających ładunków do podstawy stolika.



Rys. 3. Rozkład widma Rentgenowskiego dla mosiądzu

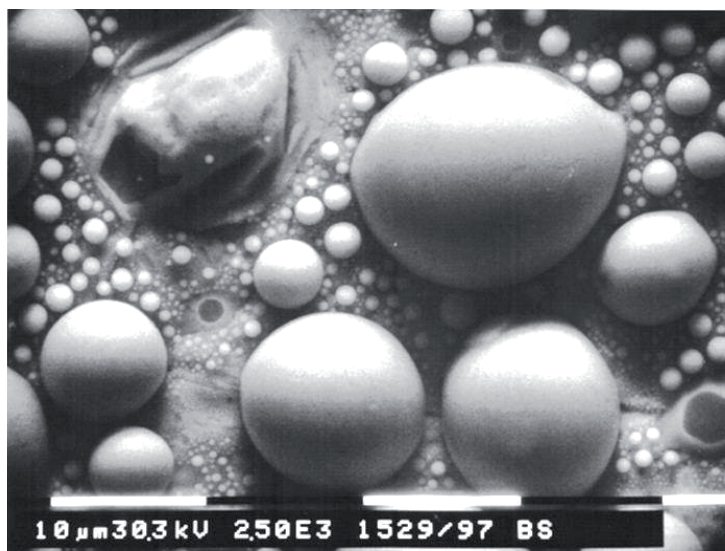
W Instytucie Techniki UP znajduje się także urządzenie do nanoszenia cienkich warstw metalicznych metodą rozpylania katodowego firmy Cressigton. Urządzenie ma niewielkie rozmiary, co zostało zaprezentowane na rys. 4. Istota rozpylania katodowego polega na tym, że przy odpowiednim ciśnieniu gazu (0,05–4 mbar) atomy materiału pokrywającego docierają do próbki z przypadkowych kierunków, co zapewnia pokrycie preparatu równomierną warstwą metalu (napylenie bezcieniowe). Za pomocą napyłarki można nanosić warstwy z takich metali, jak: Au, Au/Pd, Pt/Pd i Pt [4]. Gazem stosowanym w napyłarce jest argon o wysokiej czystości. Proces napylenia trwa przeciętnie 1–60 s, a grubość napyłonej warstwy nie przekracza kilku nanometrów. Dobre rezultaty napylenia złotem uzyskiwano dla cyklu około 30 s i ciśnienia argonu 0,15 mbar.



Rys. 4. Napyłarka Cressigton 108 auto

Przykładowe mikrostruktury zarejestrowane za pomocą skaningowego mikroskopu elektronowego Philips 525M

Poniżej przedstawiono przykładowe mikrostruktury otrzymane za pomocą mikroskopu skaningowego Philips 525M dla preparatów różnych materiałów. Na rys. 5 przedstawiono mikrostrukturę zarejestrowaną w tradycyjny sposób za pomocą kliszy Polaroid dla preparatu testowego składającego się z różnej wielkości cząstek złota.

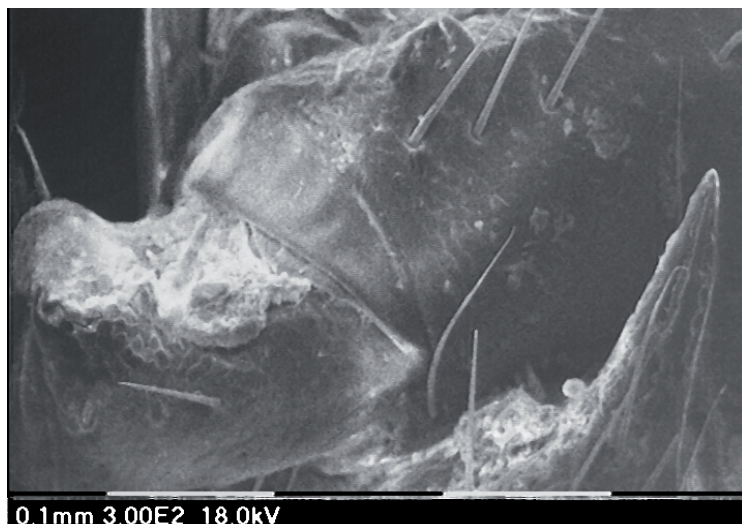


Rys. 5. Mikrostruktura preparatu kalibrującego – powiększenie 2500x

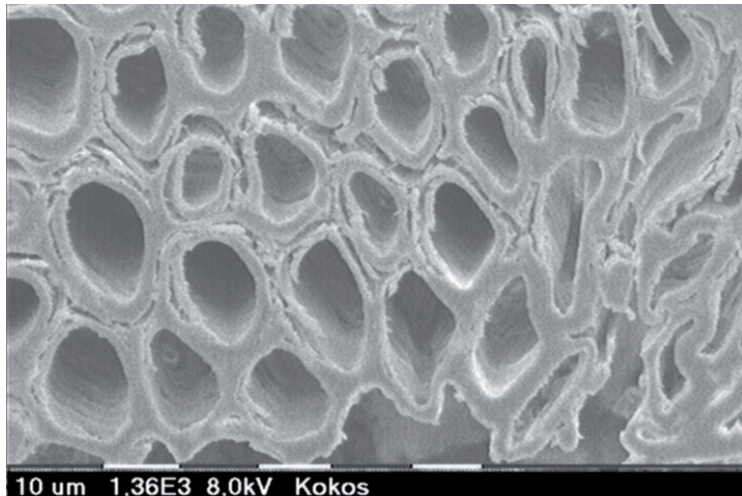


Rys. 6. Mikrostruktura skaningowa proszków metalicznych – powiększenie 440x

Natomiast na rys. 6 przedstawiono mikrostrukturę cząstek proszku metalu zarejestrowaną za pomocą programu komputerowego Vid. Jak widać, mikroskop skaningowy pozwala na uzyskanie zdjęć o znacznej głębi ostrości, ponadto sposób rejestracji nie wpływa istotnie na jakość rejestrowanych obrazów.



Rys. 7. Mikrostruktura skaningowa stawu owada powiększenie 300x



Rys. 8. Mikrostruktura skaningowa włókna kokosowego – powiększenie 1360x

Na kolejnych zdjęciach przedstawiono przykładowe mikrostruktury preparatów biologicznych. Preparaty zostały przyklejone za pomocą kleju przewodzącego do podkładki metalicznej, w tym przypadku aluminiowej, a następnie zostały napyłone cienką warstwą złota. Na zdjęciu (rys. 7) przedstawiono mikrostrukturę stawu jednego z odnóży kleszcza w powiększeniu 300x. Dobrze widoczne są szczegóły budowy anatomicznej odnóży. Natomiast na rys 8. przedstawiono mikrostrukturę

włókna kokosowego o powiększeniu 1360x. Widoczna jest struktura komórkowa włókien.

Skaningowa mikroskopia elektronowa daje obecnie duże możliwości poznawcze otaczającego nas świata. Obserwuje się ciągły rozwój oraz poszerzanie możliwości badawczych tej metody poprzez unowocześnienie i rozwój kolejnych modułów (detektorów). Pozwala to zajrzeć głębiej w strukturę materii, poznać zachodzące procesy w otaczającym nas świecie. Zastosowanie skaningowej mikroskopii elektronowej nie ogranicza się obecnie do nauk materiałowych i fizyki, jest także cennym narzędziem w naukach biologicznych. Wydaje się także wskazanym zapoznanie studentów z możliwościami skaningowej mikroskopii elektronowej oraz wykorzystanie tej techniki w procesie kształcenia przyszłych inżynierów oraz nauczycieli techniki, fizyki i biologii. Zajęcia praktyczne umożliwiają zapoznanie się z podstawowymi zasadami preparatyki próbek oraz możliwościami współczesnych technik badawczych.

Bibliografia

- [1] Przybyłowicz K., *Metaloznawstwo*, WNT, Warszawa 1999
- [2] Błaż L., *Analityczna mikroskopia elektronowa w badaniach struktury materiałów metalicznych*, *Fizyka w szkole*, nr 6, 2006, s. 4–26
- [3] Hałas A., Szymański H., *Mikroskopy elektronowe*, WKŁ, Warszawa 1965
- [4] Operenng Manual Cressington 108 auto EO Elektronen-Optik-Service GmbH
- [5] Dokumentacja techniczna mikroskopu Philips 525M

Parameters and application scanning electron microscope Philips 525M

Abstract

The aim of this article is introduce readers to possibilities of using scanning electron microscope in scientific and sciences specializations of didactic process. The article includes scanning electron microscope's construction and function description based on example of microscope Philips 525M which is set in Institute of Technique Pedagogical University.

Keywords: SEM, scanning electron microscope