

Dokładność i precyzja zapewnione dzięki skaningowej mikroskopii elektronowej

Skaningowy mikroskop elektronowy wyposażony w spektroskopię rentgenowską z dyspersją energii (SEM-EDS) stanowi potężne narzędzie i solidną technikę analityczną, która oferuje szeroki wachlarz danych dotyczących mikrostruktury i składu różnego spektrum materiałów. Laboratoria ALS posiadają nowoczesny skaningowy mikroskop elektronowy Tescan VEGA 3 LMU wyposażony w detektor z dyspersją energii (EDS) Oxford X-Max 20. Jest to idealna technika do analizy powierzchni, identyfikacji składu pierwiastkowego analizowanych próbek oraz do zaawansowanych badań związanych z określaniem wielkości oraz rozkładu cząsteczek.



Rysunek 1: Skaningowy mikroskop elektronowy

Skaningowa mikroskopia elektronowa z analizatorem EDS

SEM-EDS charakteryzuje się wszechstronnością, szybkimi możliwościami analitycznymi oraz badaniami nieniszczącymi próbki, co czyni go nieocenionym narzędziem w różnych dziedzinach, takich jak geologia, petrologia, metalurgia, elektrotechnika, farmaceutyka i nauki o środowisku. Wykonanie obrazowania o wysokiej rozdzielczości w połączeniu z analizą pierwiastkową umożliwia dokładne badania właściwości materiałów, co pozwala na szczegółową charakterystykę próbki oraz wspiera odkrycia naukowe.

Tradycyjne mikroskopy optyczne wykorzystują wiązki światła do obrazowania, przy czym długość fali światła ogranicza maksymalne powiększenie do 1500–2000 razy. Natomiast mikroskop elektronowy wykorzystuje skupione elektrony zamiast światła. Elektrony mają znacznie krótszą długość fali, umożliwiając powiększenia do miliona razy w idealnych warunkach.

Zasada działania SEM opiera się na „bombardowaniu” powierzchni próbki skupioną wiązką tak zwanych elektronów pierwotnych. W punkcie uderzenia w powierzchnię próbki zachodzi szereg oddziaływań między elektronami pierwotnymi a elektronami w atomach próbki, co skutkuje emisją wykrywalnych sygnałów. Ten punkt uderzenia jest określany jako objętość wzbudzenia, a jego rozmiar zależy przede wszystkim od energii elektronów pierwotnych i składu pierwiastkowego próbki. Wiązka elektronów zazwyczaj nie wnika głębiej niż 1-2 μm .

Najważniejsze sygnały:

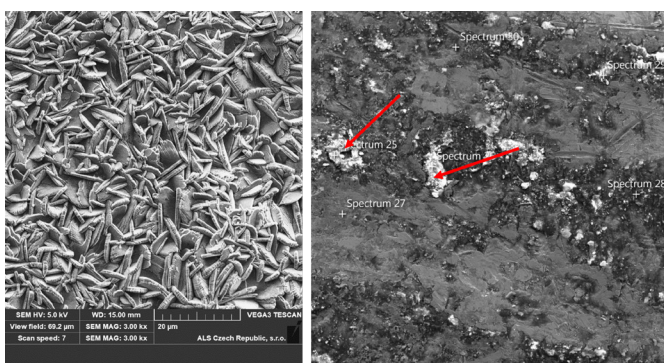
- ❶ Wtórne elektrony posiadają niskie wartości energii i są wybijane z powierzchni próbki. Niosą one informacje o topografii powierzchni próbki i są wykorzystywane do tworzenia bardzo ostrych obrazów, które mogą wydawać się niemal trójwymiarowe.
- ❷ Elektrony rozproszone wstecznie są odbijane od powierzchni próbki i mają wysokie wartości energii. Są wrażliwe na różnice w liczbie atomowej, dostarczając w ten sposób informacji o składzie pierwiastkowym próbki.
- ❸ Promienie rentgenowskie są emitowane, gdy elektrony przechodzą między poziomami energii atomowej i są wykrywane za pomocą detektora spektroskopii dyspersyjnej energii (EDS). Emisja tych promieni rentgenowskich jest unikalna dla każdego pierwiastka, co pozwala na wykrywanie poszczególnych pierwiastków w próbce.

Wymagania dla analizowanych próbek

Próbka do analizy SEM musi być sucha, stabilna w próżni, przewodząca i musi mieścić się w komorze mikroskopu.

Szczegółowe obrazy

SEM został zaprojektowany przede wszystkim do obserwacji powierzchni, ponieważ może dostarczyć szczegółowych obrazów powierzchni materiałów i cząstek o rozmiarach od kilku mikrometrów do kilku centymetrów. Doskonale sprawdza się w identyfikacji defektów, takich jak pęknięcia, zużycie i korozja, a także w topografii powierzchni, w tym jednorodności, osadów, chropowatości i kształtu, a także w pomiarach wielkości i kształtu cząstek. Przykładowo SEM może wytwarzać obrazy części metalowych w celu oceny jednorodności warstwy antykorozyjnej fosforanu na ich powierzchni (Patrz: rysunek 2A) lub w celu ujawnienia wczesnej korozji na cylindrze (Patrz: rysunek 2B, gdzie strzałki wskazują korozję).



Rysunek 2: (A) warstwa antykorozyjna; (B) ślady korozji

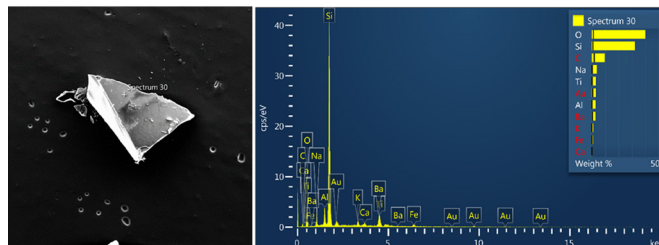
Analiza pierwiastkowa

Skutecznym uzupełnieniem samego mikroskopu jest wspomniany detektor EDS, który może wykrywać charakterystyczne promienie rentgenowskie i przypisywać je do konkretnych pierwiastków. Najnowsze systemy są w stanie wykrywać pierwiastki cięższe od boru, tj. pierwiastki o liczbie atomowej >5. Detektor Oxford AZtec X-Max 20 EDS w naszych laboratoriach może bardzo szybko potwierdzić lub wykluczyć obecność pierwiastków cięższych od berylu (z wyłączeniem wodoru, helu i litu). Rezultatem jest widmo, na podstawie którego można określić skład badanej cząstki. Zdolność ta może być wykorzystana m.in. do porównania materiału próbki z dostarczonym wzorcem lub do obserwacji zmian zachodzących w próbce po poddaniu jej działaniu różnych procesów i warunków.

Rysunki 3 (A/B) przedstawiają szczegółowy obraz i widmo pierwiastkowe nieznannej cząstki w roztworze, które posłużyły do zidentyfikowania jej pochodzenia. Na podstawie ostrych krawędzi i widma pierwiastkowego cząstkę zidentyfikowano jako szkło z oryginalnej ampułki zawierającej roztwór.

Odniesienia:

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

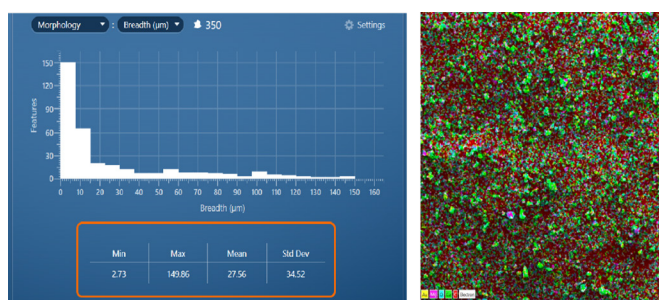


Rysunek 3: (A) kawałek szkła; (B) widmo szkła

Analiza cech

Korzystając z modułu oprogramowania „Feature Analysis” można automatycznie analizować dużą liczbę cząstek pod względem morfologii, składu chemicznego lub obu kombinacji. Istotną zaletą w porównaniu z typowymi technikami, takimi jak dyfrakcja laserowa, jest możliwość bezpośredniego obrazowania analizowanych cząsteczek. Cząsteczki można sortować całkowicie automatycznie, albo według morfologii, definiując parametry, takie jak długość, powierzchnia, kształt lub według składu chemicznego, na przykład czy zawierają określony pierwiastek, czy też nie. Wyniki mogą obejmować różne wykresy i tabele (Patrz: rysunki 4 (A/B)).

Korzystając z modułu Feature Analysis można analizować wydajność systemu filtracji, jednorodność materiału lub tylko konkretne cząstki (np. włókna respirabilne według WHO, długość >5 µm, szerokość <3 µm, stosunek >3:1) z próbek.



Rysunek 4: (A) diagram rozkładu cząstek; (B) wyróżnione cząstki materiału

Do najczęstszych analiz w laboratoriach ALS należą badania powłoki antykorozyjnej części samochodowych oraz specyfikacja cząstek obcych. Bardzo częstą analizą jest również identyfikacja osadów na filtrach, a także identyfikacja osadów lub plam i defektów na powierzchni różnych materiałów i produktów.

Analiza SEM-EDS często jest integralną częścią procesów produkcyjnych, w których kontrola jakości produktów pośrednich i końcowych ma kluczowe znaczenie. Istnieje wiele możliwych zastosowań tej techniki.

Zapoznaj się z pozostałymi
ALS EnviroMails:
<https://www.alsglobal.pl/enviromails>