

Elektronová mikroskopie v materiálovém výzkumu

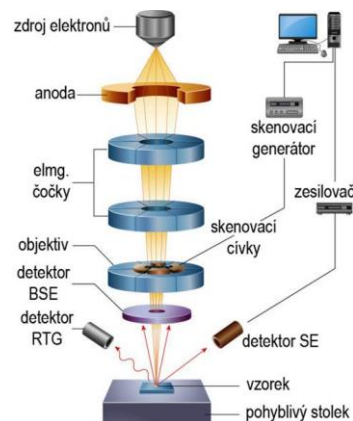
Kateřina Kuthanová
Fakulta jaderná a fyzikálně inženýrská ČVUT
katerina.kuthanova@post.cz

Abstrakt

V této práci jsou shrnuty mé poznatky z miniprojektu týkajícího se využití řádkovacích elektronových mikroskopů na katedře materiálů na FJFI, ČVUT.

Úvod

Elektronové mikroskopy umožňují pozorovat mikrostrukturu materiálů a její vady ve velmi velkém zvětšení až 10 000 000x (transmisní mikroskopy), což je umožněno díky krátké vlnové délce elektronů. Elektronové mikroskopy dělíme na rastrovací (SEM) a transmisní (TEM). Zatímco rastrovací mikroskopy fungují na základě snímání produktů reakce dopadajícího svazku elektronů na pozorovaný povrch, transmisní mikroskopy tvoří obraz pomocí elektronů procházejících vzorkem. Jsou schopny dosáhnout většího zvětšení, ale příprava vzorků je výrazně náročnější. Na katedře materiálů FJFI ČVUT se používají rastrovací elektronové mikroskopy (viz. Obr.1), zejména na studium lomových ploch. Cílem této práce bylo dozvědět se něco o elektronové mikroskopii, stavbě, funkci a použití rastrovacího elektronového mikroskopu a pozorování lomové plochy slitinových trubiček.



Obrázek 1: Schema rastrovacího elektronového mikroskopu [1]

Vlastní práce

1) Rastrovací elektronový mikroskop

Rastrovací (též řádkovací) elektronový mikroskop (SEM (scanning electron microscope)) využívá ke zobrazení vzorku nejčastěji snímání sekundárních elektronů (SE (secondary electrons)) a zpětně odražených elektronů (BSE (back-scattered electrons)). Umožňuje mimo jiné pozorovat mikrostrukturu a vady v ní, jejich původ a důsledky. Je používán např. v materiálovém výzkumu.

Během našeho miniprojektu jsme měli k dispozici mikroskop JEOL JSM-IT500HR (viz. Obr. 2), který jako zdroj elektronů využívá wolframovou elektrodu (FEG). Má vysokou rozlišovací schopnost a umožňuje okamžitou analýzu vzorku díky vestavenému energiově disperznímu analyzátoru chemického složení. V ideálních podmínkách by elektrony měly procházet vakuem, kterého však nejsme schopni absolutně dosáhnout. Nevodivé vzorky (např. keramické) je potřeba pokrýt (napařit) jinou vodivou látkou (např. zlato).

2) Pozorování vrstev oxidů na dvou vzorcích trubiček ze slitin Zr

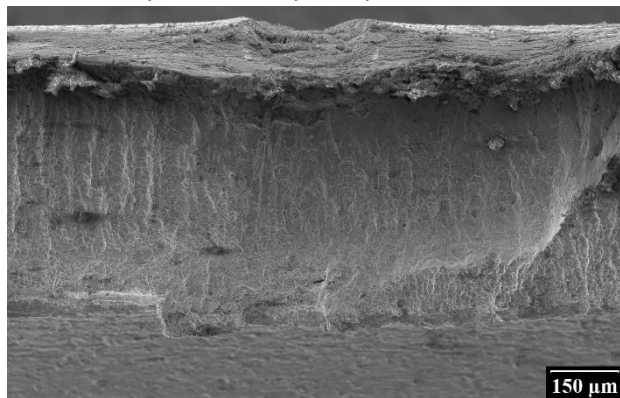
Pozorovaným předmětem našeho miniprojektu byla lomová hrana trubičky ze Zr slitiny, na jejímž povrchu se nacházela vrstva oxidu. Vzorky jsme pozorovali ve zvětšení 100 až 20 000x a byly provedeny analýzy jejich chemického složení.

První trubička (viz. Obr. 3a,b, 4a,b) ze slitiny Zr1%Nb byla exponována v páře 500°C po dobu čtrnácti dní. Vrstva oxidu zde byla výrazně menší a tvořila kratší sloupec. Druhá trubička (viz. Obr. 5a,b, 6a,b) byla ze slitiny Zr1%Sn exponována v páře 1200°C po

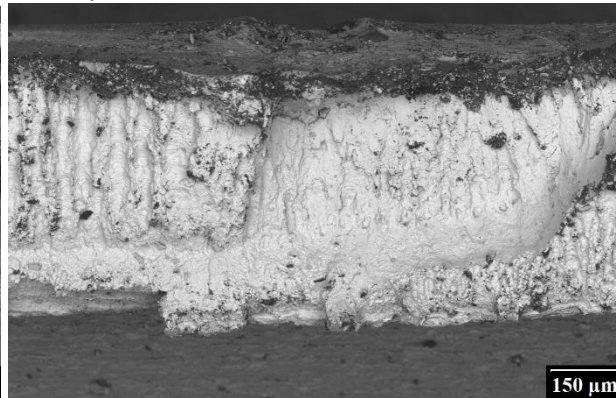


Obrázek 2: Mikroskop JEOL JSM-IT500HR [2]

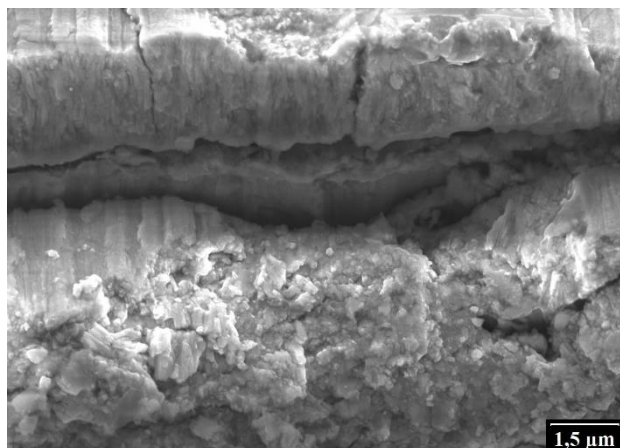
dobu pěti minut. Oxidová vrstva byla na tomto vzorku větší a tvořila protáhlé sloupce, na jejichž povrchu se nacházely částice s vyšším podílem kovu než v okolním prostředí.



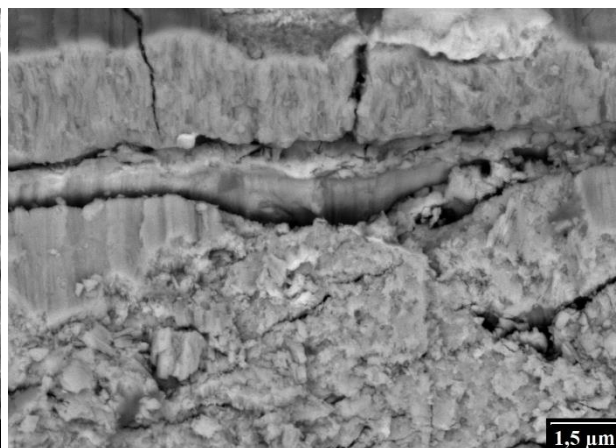
Obr. 3a: pohled na vzorek 1, zvětšení 100x, snímek SE



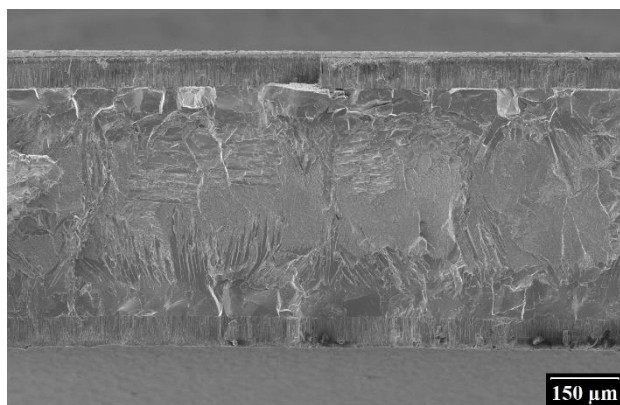
Obr. 3b: pohled na vzorek 1, zvětšení 100x, snímek BSE



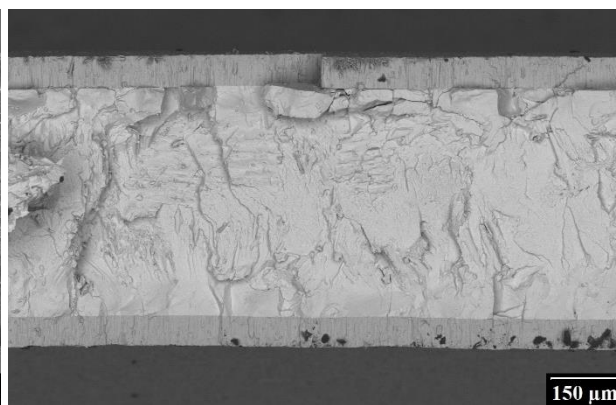
Obr. 4a: pohled na vzorek 1, zvětšení 10 000x, snímek SE



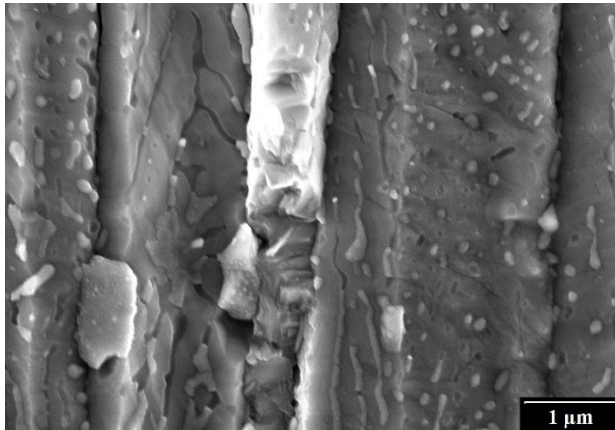
Obr. 4b: pohled na vzorek 1, zvětšení 10 000x, snímek BSE



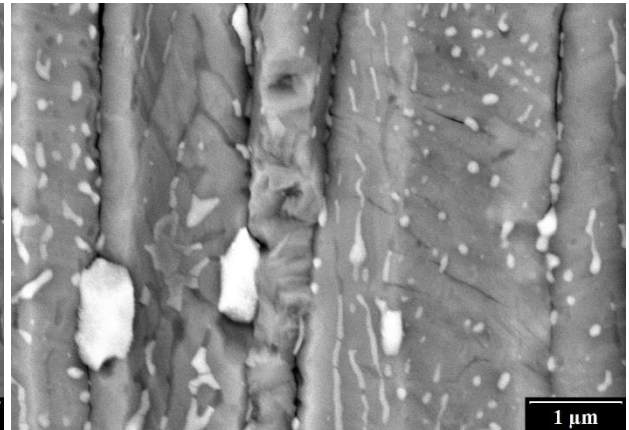
Obr. 5a: pohled na vzorek 2, zvětšení 100x, snímek SE



Obr. 5b: pohled na vzorek 2, zvětšení 100x, snímek BSE



Obr. 6a: pohled na vzorek 1, zvětšení 20 000x, snímek SE



Obr. 6b: pohled na vzorek 1, zvětšení 20 000x, snímek BSE

Závěr

Dozvěděla jsem se o principech fungování, funkci a použití rastrovacího elektronového mikroskopu. Získala jsem částečný přehled o problematice materiálového výzkumu a elektronové mikroskopie, naučila jsem se částečně pracovat s rastrovačným elektronovým mikroskopem, rozlišovat jednotlivé struktury a provést jejich analýzu.

Poděkování

Tímto bych rada podekovala Ing. Janu Adámkovi za skvělé vedení miniprojektu, užitečné rady a důležité připomínky při práci na projektu.

Obrázkové zdroje

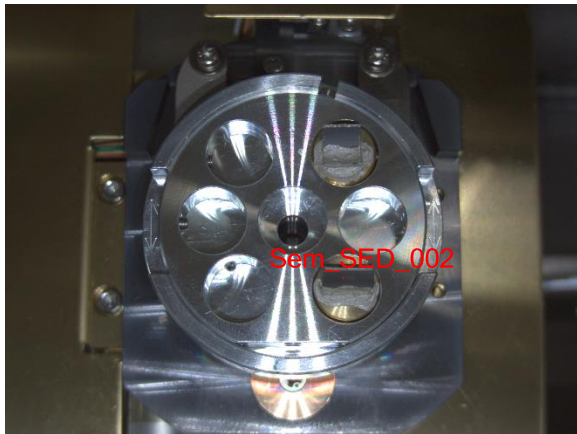
- [1] Obrázek je dostupný z internetového zdroje: <http://fyzika.jreichl.com/main.article/view/1675-skenovaci-elektronovy-mikroskop>
- [2] Obrázek dostupný z internetového zdroje: https://www.jeol.co.jp/en/products/special_edition/2017/special01.html

Reference

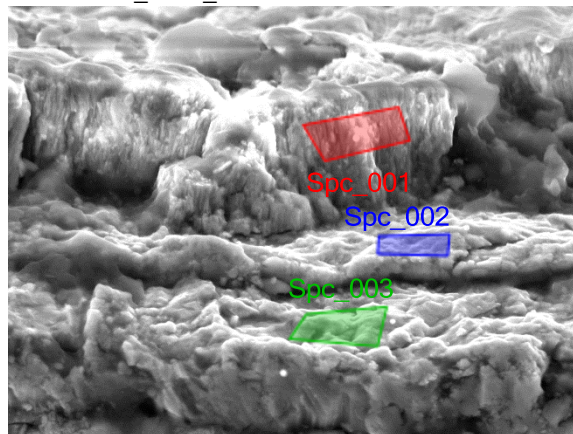
- Elektronová mikroskopie, VSCHT: http://old.vscht.cz/nmr/mol_model_bioinfo/lekce/mikroskopie.pdf
- Elektronový mikroskop. (14.6.2019). Wikipedie, otevřená encyklopedie. https://en.wikipedia.org/wiki/Electron_microscope

Příloha 1 – ověření rozsahu oxidické vrstvy

Vzorek 1



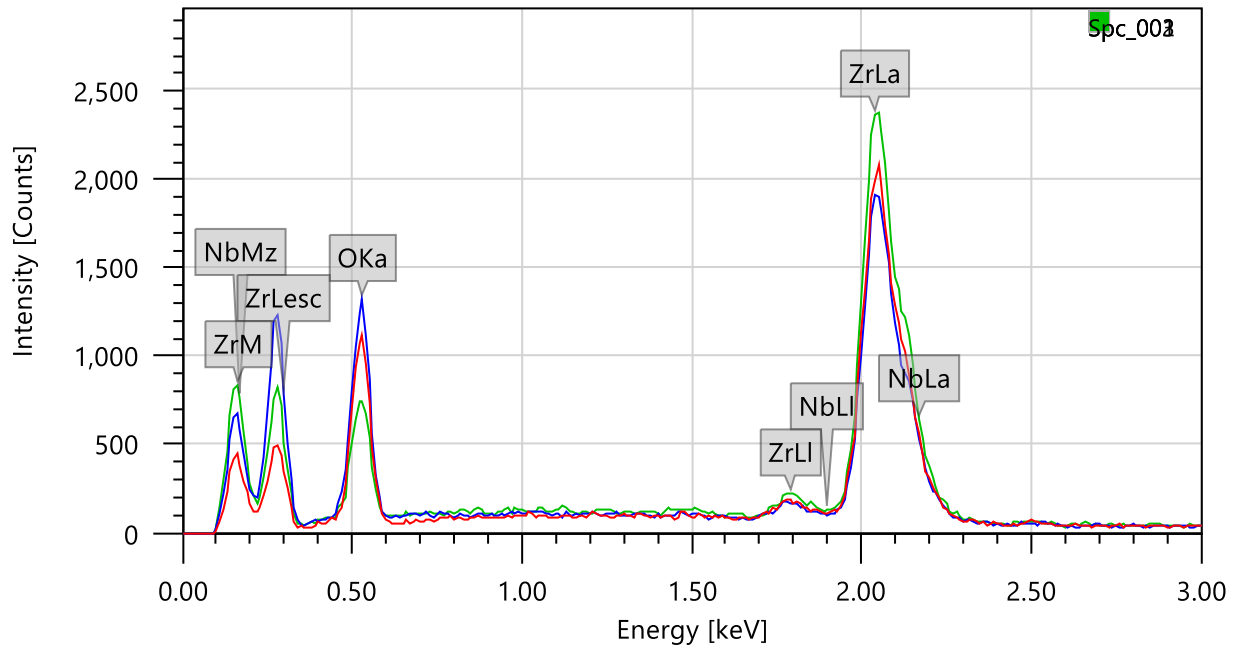
Sem_SED_002



Signal SED
Landing Voltage 10.0 kV
WD 9.6 mm
Magnification x10,000
Vacuum Mode HighVacuum

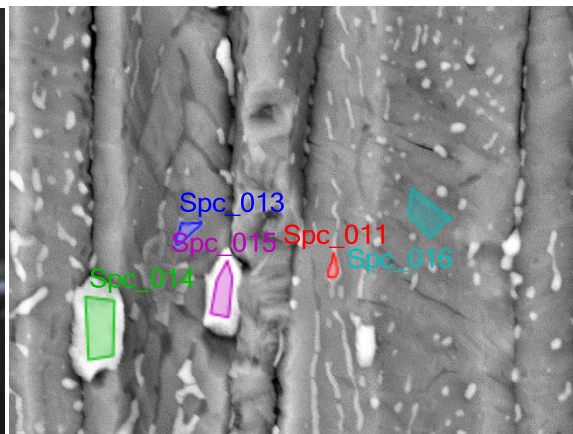
20 mm

1 μm



Spot	Energy [keV]	Intensity [Counts]
Spc_001	0.20	1000
Spc_001	0.30	1200
Spc_001	0.50	1400
Spc_001	1.80	500
Spc_001	1.90	600
Spc_001	2.05	2000
Spc_001	2.20	800
Spc_002	0.20	800
Spc_002	0.30	1000
Spc_002	0.50	1200
Spc_002	1.80	400
Spc_002	1.90	500
Spc_002	2.05	1800
Spc_002	2.20	600
Spc_003	0.20	600
Spc_003	0.30	800
Spc_003	0.50	1000
Spc_003	1.80	300
Spc_003	1.90	400
Spc_003	2.05	2400
Spc_003	2.20	400

Příloha 2 – složení částic na povrchu zrn oxidu u vzorku 2



Signal BED-C
Landing Voltage 10.0 kV
WD 10.8 mm
Magnification x20,000
Vacuum Mode HighVacuum

