

Elektronová mikroskopie v materiálovém výzkumu

Kristina Hakenová
Gymnázium Turnov
kikihak@seznam.cz

Karel Vlachovský
Masarykovo gymnázium, Plzeň
maoap1@gmail.com

Abstrakt:

Práce seznamuje čtenáře s elektronovým mikroskopem, jeho stavbou a následným využitím nejen v materiálovém výzkumu. Podrobněji se zabývá energiově disperzní analýzou pozůstatku antického hřebu, čímž lze určit složení hřebu i po tisíciletích.

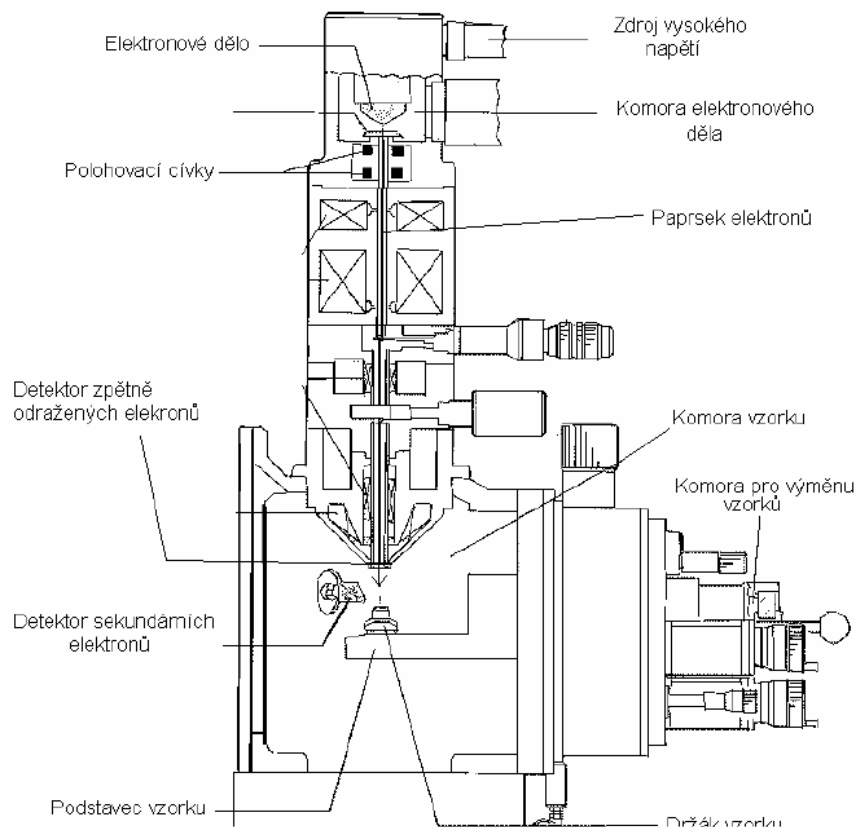
1. Úvod

Elektronové mikroskopy jsou přístroje pracující na podobném principu jako mikroskopy světelné. Optické čočky jsou zde nahrazeny čočkami elektromagnetickými a místo fotonů jsou ke zkoumání objektu využívány elektrony. Hlavní výhodou elektronové mikroskopie je mnohem vyšší rozlišovací schopnost daná o mnoho řádů menší vlnovou délkou elektronů, a z toho vyplývající mnohonásobně vyšší možnost zvětšení. Viditelné světelné záření má vlnovou délku od 380 do 750 nm, naproti tomu vlnová délka elektronů se při urychlovacím napětí 10 až 20 kV pohybuje od 0,0123 do 0,0087 nm.

Nejvíce rozšířenými typy jsou transmisní elektronový mikroskop (TEM) a rastrovací elektronový mikroskop (SEM). TEM využívá zobrazování struktury vzorku pomocí prošlých elektronů, což způsobuje nutnost využívat vysoké urychlovací napětí a velmi tenké vzorky. Prošlé elektrony zde zajišťují zobrazení vnitřní struktury, kdežto SEM zobrazuje především povrch vzorku, neboť využívá nejčastěji sekundární elektrony, které jsou uvolněné ze vzorku po dopadu primárního svazku, nebo zpětně odražené elektrony. Díky tomu má nižší urychlovací napětí, tím pádem i zvětšení, ale vzorek může být podstatně větší.

Na Katedře materiálů FJFI ČVUT jsme pracovali s řádkovacím elektronovým mikroskopem JEOL JSM 5510LV, který je opatřen detektorem sekundárních elektronů, třemi detektory zpětně odražených elektronů a detektorem EDS; ten detekuje RTG záření a umožňuje analýzu procentuálního zastoupení prvků ve zkoumané oblasti vzorku. Jeho rozlišovací schopnost nám umožňuje pozorovat vzorky se zvětšením až 30 000x.

Pozorovali jsme antický hřeb, o němž se budeme zmiňovat později, mince, stříbrný šperk, u kterého viděli punc, wolframový drátek, kamínek a svár aj.



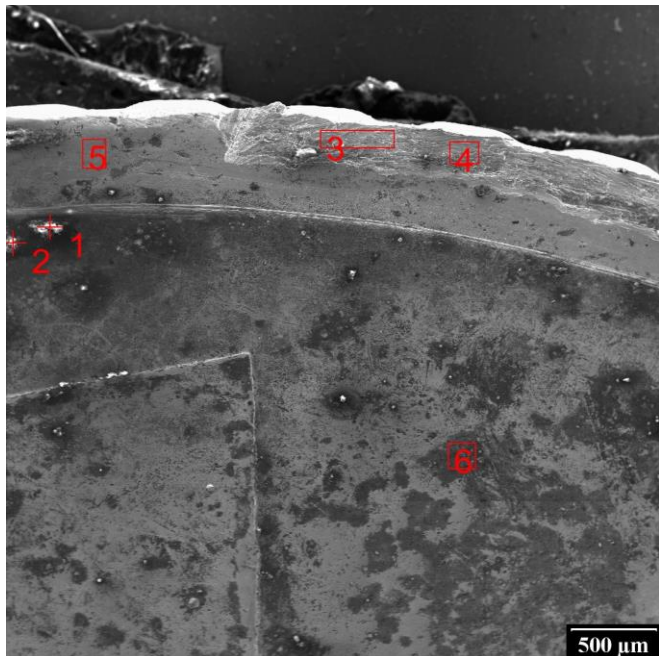
Obrázek 1: schéma rastrovacího elektronového mikroskopu

2. Vlastní práce

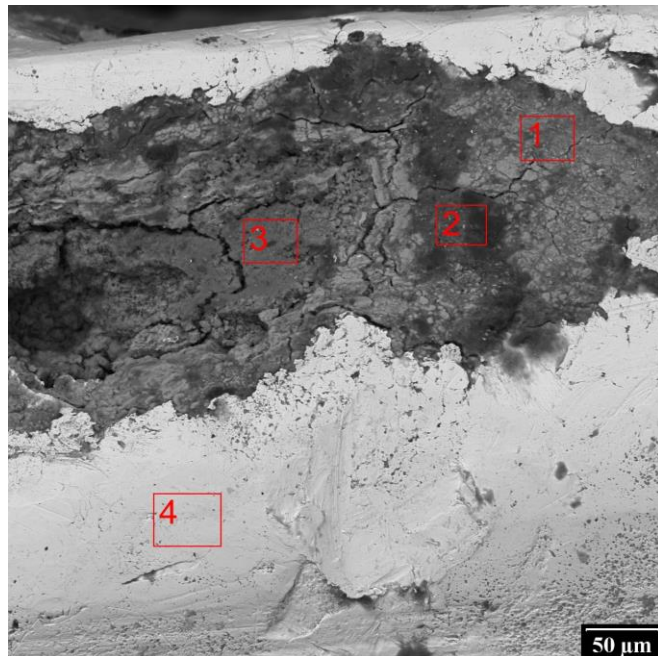
Před započítím samotného experimentu je důležité správné zpracování vzorku, což obnáší prvotní vyčištění, v případě velkého objektu nařezání, broušení, leštění a finálního dočištění, nejlépe pomocí ultrazvukové čističky, omytí v acetonu a ofoukání stlačeným vzduchem. Takto připravený vzorek se umístí na držák a následně vloží do komory mikroskopu. Komora se vyčerpá na tlaku 10^{-6} Pa. Pokud není vzorek dostatečně vodivý, do komory se připustí vzduch až do tlaku 50 Pa a využívá se jen zobrazení pomocí zpětně odražených elektronů. Nedají se v tomto případě stanovovat prvky, jež jsou obsaženy ve vzduchu, a celková analýza je méně kvalitní, včetně snížené rozlišovací schopnosti.

Mince

Pro seznámení se s prací na elektronovém mikroskopu jsme si podrobně prohlédli a následně analyzovali složení mincí, konkrétně jednorunové mince. Na minci bylo vše názorně vidět, a proto se nám s tímto vzorkem pro začátek dobře pracovalo. Zkoumali jsme povrch mince, škrábanec na minci a místa koroze. Zjistili jsme, že povrch mince je galvanicky pokovený niklem a uvnitř se nalézá ocel. Jak jsme předpokládali, v korozní oblasti jsme našli zvýšený podíl atomů železa, kyslíku a síry a skoro zanedbatelný podíl atomů niklu.



Obrázek 2: Mince



Obrázek 3: Koroze na minci

Tabulka 1: Spektrální analýza z Obrázku 2

Prvek	C	O	Al	Si	S	Cl	K	Ca	Fe	Ni
Area 1	27,588	3,347	1,489	3,615	0,709	1,540	1,529	7,240	2,383	50,560
Area 2	45,986	8,406	0,093	0,880	0,236	0,280	0,172	0,795	12,538	30,614
Area 3	8,312	1,127	0,248	0,033	0,461	0,112	0,167	0,107	1,176	88,258
Area 4	13,595	3,178	0,139	0,141	1,744				2,075	79,128
Area 5			0,104	0,133					0,900	98,864
Area 6	37,973	4,227	0,365	0,628				0,288	0,550	55,969

Tabulka 2: Spektrální analýza z Obrázku 3

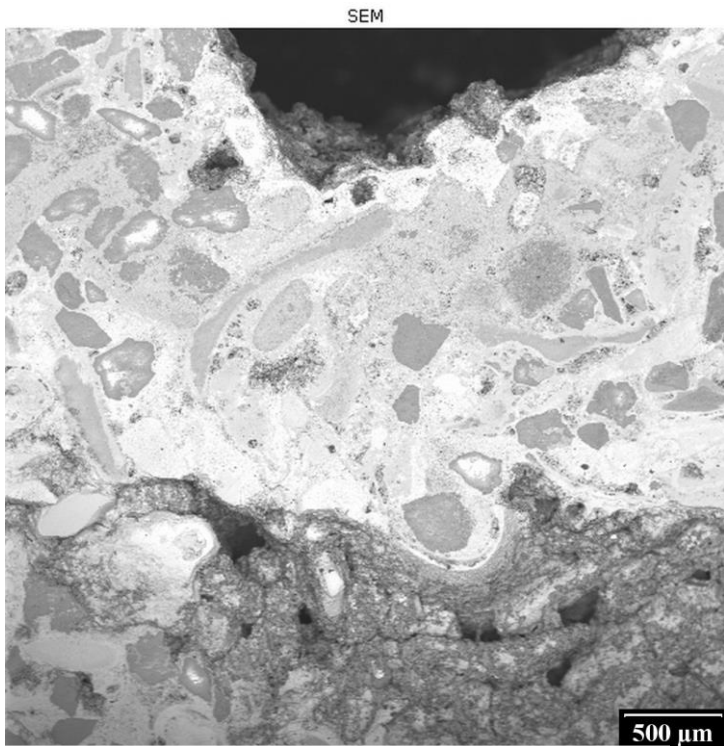
Prvek	C	O	Na	Al	Si	P	S	Cl	K	Ca	Fe	Ni
Area 1	46,859	13,121	0,302	0,120	0,154		4,022	0,446	0,405	0,316	15,237	19,017
Area 2	67,612	9,540	0,368	0,439	0,834	0,489	2,812	0,539	0,939	1,305	7,306	7,816
Area 3	57,489	14,349		0,121	0,125		13,585		0,343	0,267	9,068	4,652
Area 4				0,144	0,071						0,721	99,063

Antický hřeb

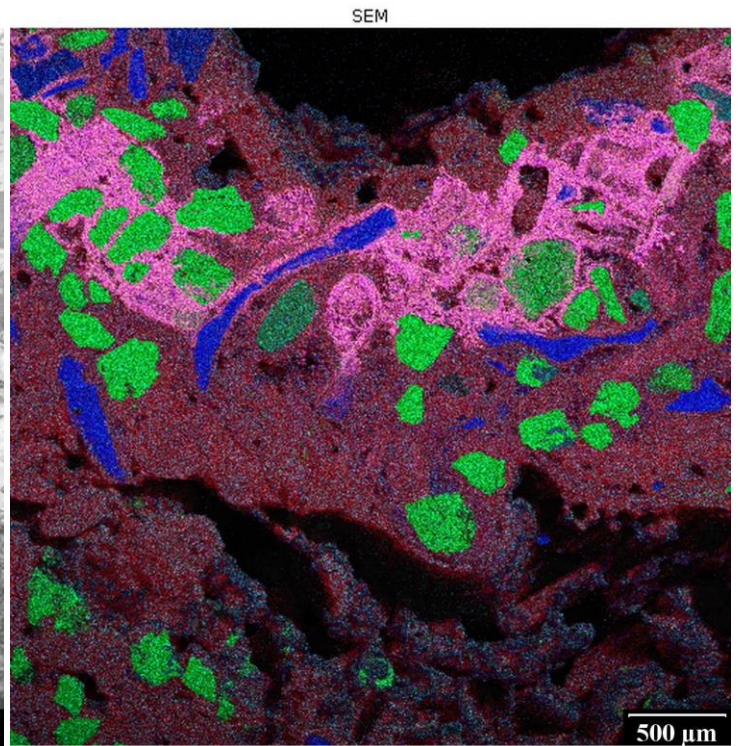
Po seznámení se s elektronovým mikroskopem jsme se rozhodli provést prakticky využitelný výzkum. Známý dobrodruh Boris Gol našel v Jaderském moři antický hřeb, který údajně pochází z římské obchodní lodi, respektive našel jen schránku sedimentů, jež se kolem tohoto antického hřebu udělal. Otázka zněla, z jakého kovu se tento hřeb skládal. Kus byl uříznut, vybroušen a jinak zpracován a byla na něm provedena energiově disperzní analýza. Zjistili jsme, že byl železný. Jelikož byl objekt dlouho pod vodou, byl zde značný podíl sodíku, vápníku a chloru. Když jsme však provedli analýzu metodou Fast map, zjistili jsme, že sodík a chlor se vyskytoval na téměř identických lokacích, takže ve formě chloridu sodného.



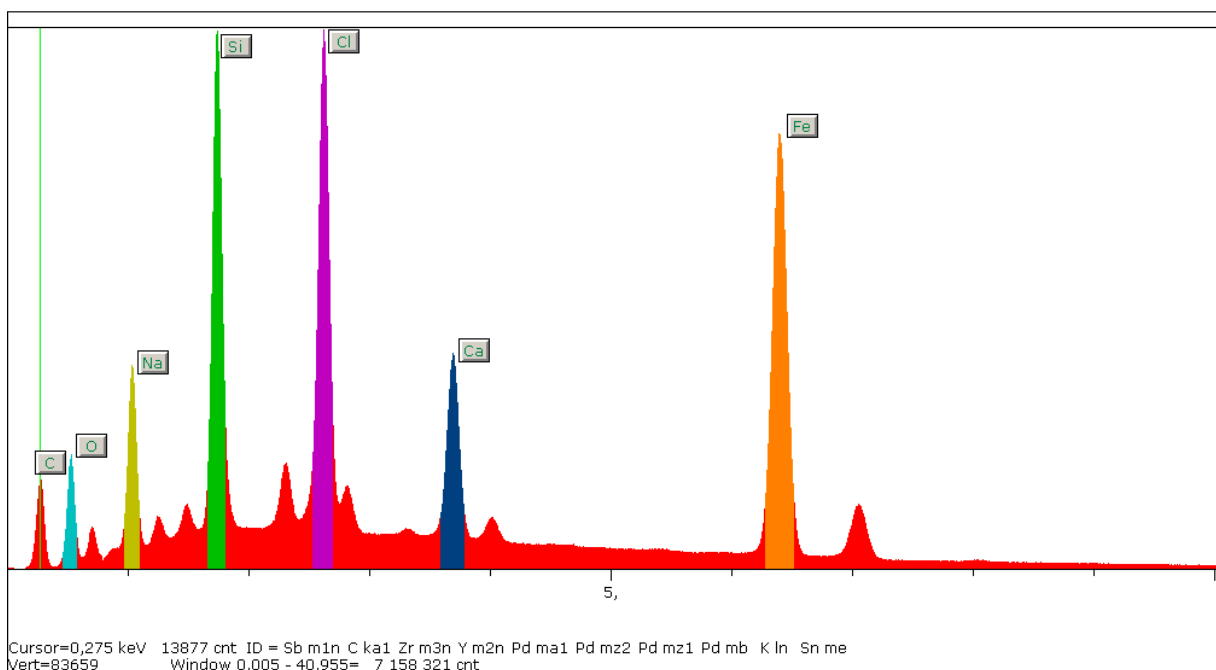
Obrázek 4: Rozřezaný antický hřeb



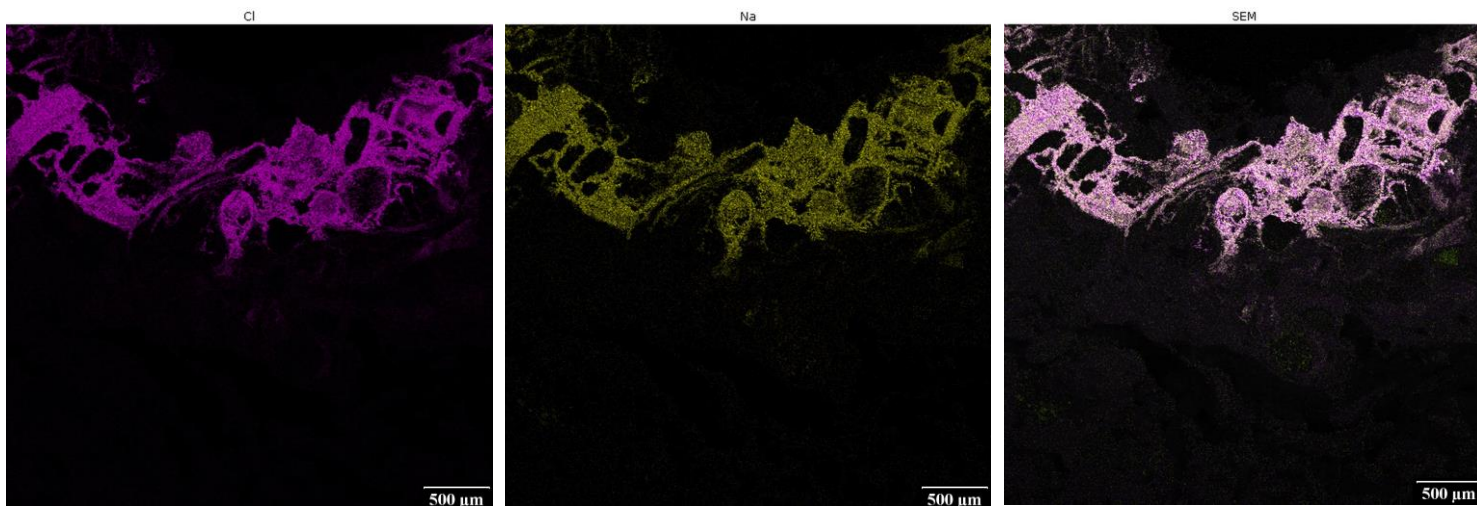
Obrázek 5: Antický hřeb pod mikroskopem



Obrázek 6: Antický hřeb vykolorovaný podle zastoupení prvků



Obrázek 7: Spektrální analýza Obrázků 5 a 6 (Fe je na obrázcích bílé, ne oranžové)



Obrázek 8: Zleva: výskyt chloru; výskyt sodíku; Na + Cl

3. Shrnutí

Seznámili jsme se s elektronovým mikroskopem a získali celkový přehled o dané problematice. Díky této práci jsme již schopni rozeznat jednotlivosti ve struktuře daného materiálu, provést spektrální analýzu a vyhodnotit ji.

Poděkování

Chtěli bychom poděkovat našemu supervizorovi Ing. Janu Adámkovi za cenné rady a zkušenosti, a že jsme mohli pracovat pod jeho odborným dozorem. Dále bychom chtěli poděkovat FJFI, jmenovitě panu Ing. Vojtěchu Svobodovi, CSc. za realizaci Týdne vědy, bez níž by se tomuto projektu nedostalo.

Reference:

[1] BABORÁK J., KRAJNÍK R., MOLNAR O.: Mikroskopie v materiálovém výzkumu; FJFI ČVUT 2012