

# Preciznost i detalji osigurani skeniranjem elektronskim mikroskopom

Skenirajući elektronski mikroskop opremljen energetske disperzivnom rendgenskom spektroskopijom (SEM-EDS) predstavlja moćan alat koji je značajno utjecao na brojne znanstvene discipline i specijalizirana područja. Ova robusna analitička tehnika nudi širok niz podataka o mikrostrukturnim i sastavnim svojstvima raznolikog spektra materijala. SEM-EDS karakterizira njegova svestranost, brze analitičke sposobnosti i nedestruktivna priroda, što ga čini neprocjenjivim alatom u raznim područjima kao što su geologija, petrologija, metalurgija, elektrotehnika, farmacija i znanosti o okolišu. Mogućnost izvođenja snimanja visoke rezolucije u kombinaciji s elementarnom analizom omogućuje temeljita istraživanja svojstava materijala, omogućujući detaljnu karakterizaciju i potičući znanstvena otkrića. ALS laboratoriji opremljeni su modernim skenirajućim elektronskim mikroskopom Tescan VEGA 3 LMU s energetske disperzivnim detektorom (EDS) Oxford X-Max 20. To je idealna tehnika za površinski pregled, identifikaciju elementarnog sastava nepoznatih čestica u uzorku ili napredno određivanje veličine čestica ili tipa distribucije.



Slika 1: Skenirajući elektronski mikroskop

## Princip i primjena SEM-EDS-a za istraživanje mikroskopskog područja

Tradicionalni optički mikroskopi koriste svjetlosne zrake za snimanje, a valna duljina svjetlosti ograničava maksimalno povećanje na 1500–2000 puta. Nasuprot tome, elektronski mikroskop koristi fokusirane elektrone umjesto svjetlosti.

Ovi elektroni imaju mnogo kraću valnu duljinu, što omogućuje povećanje do milijun puta u idealnim uvjetima. Princip SEM-a temelji se na "bombardiranju" površine uzorka fokusiranim snopom takozvanih primarnih elektrona. Na mjestu udara na površinu uzorka događa se niz interakcija između primarnih elektrona i elektrona u atomima uzorka, što rezultira emisijom signala koji se mogu detektirati.

Ova točka udara naziva se volumen pobude, a njegova veličina prvenstveno ovisi o energiji primarnih elektrona i elementarnom sastavu uzorka. Snop elektrona obično ne prodire dublje od 1-2 µm.

## Najznačajniji signali su:

- **Sekundarni elektroni** se izbacuju s površine uzorka i imaju niske energetske vrijednosti. Oni nose informacije o površinskoj topografiji uzorka i koriste se za stvaranje vrlo oštih slika koje mogu izgledati gotovo trodimenzionalno.
- **Povratno raspršeni elektroni** odbijaju se od površine uzorka i imaju visoke energetske vrijednosti. Osjetljivi su na razlike u atomskom broju, pružajući tako informacije o elementarnom sastavu uzorka.
- **X-zrake** se emitiraju kada elektroni prelaze između razina atomske energije i otkrivaju se pomoću detektora energetske disperzijske spektroskopije (EDS). Emisija ovih rendgenskih zraka jedinstvena je za svaki element, što omogućuje otkrivanje pojedinačnih elemenata unutar uzorka.

## Zahtjevi za analizirani uzorak:

Uzorak za analizu mora biti suh, stabilan u vakuumu, vodljiv i mora stati u komoru mikroskopa.

## Detaljne slike

Skenirajući elektronski mikroskop (SEM) prvenstveno je dizajniran za promatranje površine jer može pružiti detaljne slike površina materijala i čestica u rasponu od nekoliko mikrometara do nekoliko centimetara u veličini. Ističe se u identifikaciji nedostataka kao što su pukotine, trošenje i korozija, kao i u površinskoj topografiji, uključujući homogenost, naslage, hrapavost i oblik, te mjerenja veličine i oblika čestica.

Na primjer, SEM može proizvesti slike metalnih dijelova kako bi procijenio homogenost antikorozivnog fosfatnog sloja na njihovoj površini (vidi sliku 2A) ili otkrio ranu fazu korozije na cilindru (vidi sliku 2B, strelice označavaju koroziju).



Slika 2.: (A) antikorozivni sloj; (B) tragovi korozije

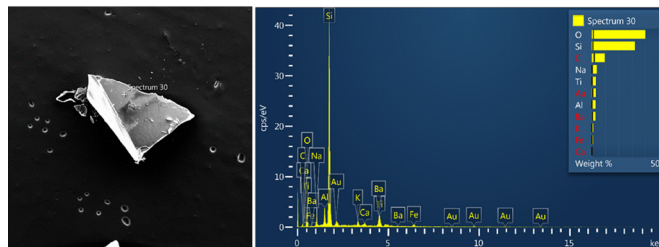
## Elementarna analiza

Učinkovita nadopuna samom mikroskopu je spomenuti EDS detektor, koji može otkriti karakteristične rendgenske zrake i dodijeliti ih određenim elementima. Najnoviji sustavi sposobni su detektirati elemente teže od bora, odnosno elemente s atomskim brojem većim od 5. Oxford AZtec X-Max 20 EDS detektor u našim laboratorijima može vrlo brzo potvrditi ili isključiti prisutnost elemenata težih od berilija (isključujući vodik, helij i litij). Rezultat je spektar iz kojeg se može odrediti sastav ispitivane čestice. Ova se mogućnost može iskoristiti, na primjer, za usporedbu materijala uzorka s isporučenim standardom ili za promatranje promjena koje se događaju u uzorku kada su izloženi različitim procesima i uvjetima.

Slike 3 (A/B) prikazuju detaljnu sliku i elementarni spektar nepoznate čestice u otopini, koji su korišteni za identifikaciju njezina podrijetla.

## References

- [https://myscope.training/SEM\\_SEM\\_Basics](https://myscope.training/SEM_SEM_Basics)
- <https://nano.vscht.cz/wp-content/uploads/navody/charakterizace/EM.pdf>

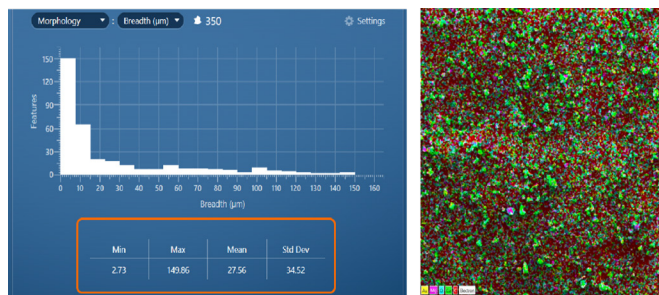


Slika 3.: (A) komad stakla; (B) spektar stakla

## Analiza osobina

Pomoću softverskog modula "Analiza osobina" moguće je automatski analizirati veliki broj čestica u smislu morfologije, kemijskog sastava ili kombinacije oba. Značajna prednost u odnosu na uobičajene tehnike kao što je laserska difrakcija je mogućnost izravnog snimanja analiziranih čestica. Čestice se mogu sortirati potpuno automatski, bilo prema morfologiji, definiranjem parametara kao što su duljina, površina, oblik itd., ili prema kemijskom sastavu, na primjer, sadrže li određeni element ili ne. Izlazi mogu uključivati različite grafikone i tablice (vidi slike 4 (A/B)).

Pomoću modula za analizu osobina, na primjer, iz uzorka se može analizirati učinkovitost sustava filtracije, homogenost materijala ili samo odabrane čestice (npr. vlakna koja se mogu udisati prema WHO-u, duljina >5 µm, širina <3 µm, omjer >3:1).



Slika 4.: (A) dijagram raspodjele čestica; (B) istaknute čestice materijala

Najčešće analize u ALS laboratorijima uključuju: antikorozivni premaz autodijelova, specifikaciju stranih čestica, vrlo česta analiza je identifikacija naslaga na filterima, identifikacija sedimenata, odnosno mrlja, te nedostataka na površini različitih materijala i proizvoda. SEM-EDS analiza također je često sastavni dio proizvodnih procesa, gdje je kontrola kvalitete međuproizvoda i finalnih proizvoda ključna.

Postoji mnogo mogućih primjena tehnike.

Faceți cunoștință cu ceilalți  
ALS EnviroMails:  
<https://www.hidrolab.hr/enviromails/>