



Nagy László

Pásztázó elektron mikroszkópia

Jelen tananyag a Szegedi Tudományegyetemen
készült az Európai Unió támogatásával.

Projekt azonosító: EFOP-3.4.3-16-2016-00014



Javasolt feldolgozási idő: 60 perc

Képkeltés a pásztázó elektronmikroszkópban.

Képet valamilyen tárgyról alapvetően kétféle módon készíthetünk: valamilyen leképezés által, vagy a képet pontonként kirajzolva „pásztázással”. Például a szemünkbe jutó fény leképezésével a szemlencse egy kicsinyített képet hoz létre az ideghártyán, vagy a moziban a vetítógép lencséje a vetítövászonon egy nagyított képet alkot a filmkockákról. A pásztázásos képkeltésre a leghétköznapibb példa a televízió, ahol egy elektronsugár pontról pontra, sorról sorra rajzolja ki a képet a lumineszkáló képernyő felületén, de pásztázó képkeltést hajt végre a festő is, amikor az ecsetjével képet fest. A pásztázó mikroszkópiai technikáknak több előnye van a leképezéssel szemben: jobban korrigálhatók a leképezési hibák, illetve egy adott pont mérésére fordított idő megfelelő megválasztásával a jel-zaj viszony optimalizálható, azaz a kép minősége javítható.

A pásztázó elektronmikroszkópokban a kép létrehozásához fókuszált elektronsugarat alkalmaznak. Az elektronok a minta atomjaival kölcsönhatnak. Ennek során az atomok elektromos terén szóródhatnak, és másodlagos elektronokat üthetnek ki különböző elektronhéjakról. Az így megüresedett alacsonyabb energiaszintű belső héjra egy külső héjról elektron lép át, és a héjak közti energiakülönbség karakterisztikus röntgensugárzás formájában távozik, vagy az energiakülönbséget elektronok viszik el (Auger elektronok). Emellett az elektron-anyag kölcsönhatás során még keletkezik a röntgentartományba eső folytonos spektrumú fékezési sugárzás, látható fény (katódlumineszcencia), és hő. Vékony minták esetén az el nem nyelődött elektronok kilépnek a minta túoldalán, ezek a transzmittált elektronok. A készülékek az elektronnaláb-minta kölcsönhatás során a mintából kilépő elektronokat és sugárzást detektálják.

A szekunder-elektron detektálási üzemmódban főleg a minta felszínéről kapunk információt. Visszaszórt-elektron üzemmódban a minta néhány száz nm mélységébe nyerhetünk betekintést. Képkeltésre használható azonban minden olyan fizikai folyamat, ami az elektronok és az anyag kölcsönhatása során lejátszódik. A visszaszórt és másodlagos elektronokon túl detektálni lehet vékony minta esetén a mintán áthaladó elektronokat (transzmissziós üzemmód) a keletkező lumineszcencia fényt és a karakterisztikus, illetve folytonos röntgensugárzást. Ha a detektált jelek intenzitásával arányosan választjuk meg a megfelelő képpontok intenzitását, akkor előállíthatók az elektron-, röntgen vagy katódlumineszcencia képek. A pásztázó elektronmikroszkópban főleg a visszaszórt és szekunder elektronok detektálásán alapuló képkeltést használják. Az elektronkép feloldóképességét az elektron hullámhoz rendelt hullámhossz limitálja, ami pl. 15 keV energiájú nyaláb esetén $\lambda \sim 0,01$ nm. A pásztázó mikroszkópok feloldóképessége az elektron hullámhosszához képest rosszabb. Ez annak a következménye, hogy a felszínre érő elektronnaláb méretéhez képest az elektronszórás következtében nagyobb térfogat gerjesztődik.

II. Az elektronmikroszkóp felépítése

A pásztázó elektronmikroszkóp két fő részből áll. A torony az elektronmikroszkóp "lelke", ahol létrehozzák az elektronsugarat és kis pásztázó ponttá fókuszálják a minta felületén, és itt gyűjtik be a szekunder és

viasszóró elektronokat is. A másik fő rész az elektronikai vezérlő egység és a villamos tápegység. Az elektronágyú stabilizált nagyfeszültségét, a katód előfeszültségét, a lencsetekercsek és sugáreltérítő tekercsek stabilizált áramát, úgyszintén a különböző szelepek, szivattyúk, ellenőrző rendszerek áramellátását, a villamos tápegység végzi. A mikroszkóp elektronikai egységét vezérlő számítógépes programmal lehet beállítani az elektronnyaláb paramétereit, a fókuszálást, a nagyítást és a kép intenzitását, kontrasztját.

A vákuumrendszer: Az elővákuum (10-1 Pa) elérésére, az elektronmikroszkóppal rugalmas csőrendszerrel összekapcsolt rotációs szivattyúkat alkalmaznak.

Annak érdekében, hogy az elektronágyúból kilépő elektronnyaláb haladás közben minél kevesebb gázmolekulával ütközzék, kívánatos, hogy a legnagyobb nyomású mintatérben is 10⁻³ Pa-nál kisebb legyen a nyomás. Ezt a vákuumot turbomolekuláris szivattyú biztosítja. Az elektronágyúban ultranagy vákuum szükséges. A katódtérben a gáznyomás ~10⁻⁸ Pa. A minta és katódtér közötti szükséges nyomáscsökkentés többfokozatú a turbomolekuláris és iongetter szivattyúrendszerrel valósítható meg. A szivattyúk, a vákuummérő műszerek, a szivattyúkat az oszloptérrel össze- és szétkapcsoló szelepek komplex rendszert képeznek, melyek összehangolt működéséről a mikroszkóp elektronikája gondoskodik. A szelepeket elektromágneses és pneumatikus automatikák vezérlik, így a szelepek megfelelő sorrendben való nyitódása és záródása optimális működési feltételeket teremt.

Az elektronágyú: A Hitachi S4700 elektronmikroszkóp elektronforrása, az elektronágyúban lévő téremissziós katód. Ennek legfontosabb eleme egy hegyes volfrám csúcs, melyre nagyfeszültséget (extracting voltage) kapcsolva az elektronok a csúcs közelében fellépő nagy elektromos térerősség hatására hidegemisszióval lépnek ki. Ezeket az elektronokat egy második anódra kapcsolt gyorsító feszültséggel (accelerating voltage) gyorsítjuk. Az elektronok sebességét az alkalmazott gyorsító feszültség határozza meg. Az elektronok az anódlémez közepén található apertúrán keresztülhaladnak és ezután sebességük, illetve mozgási energiájuk nem változik meg.

Elektronlencsék: A gyorsított elektronok fókuszálására mágneses lencsét használnak. A mágneses elektronlencse bonyolult geometriájú elektromágnes. Térerősségét a tekercsben folyó áram nagysága határozza meg. A mágneses elektronlencsék fókusz távolságát a pólussaruk közötti térerősség, és a keresztülhaladó elektronok sebessége határozza meg. Az elektronforrásból kilépő elektronokat a kondenzor és az objektívlencse összpontosítja a mintára. Az elektronágyúhoz közelebb lévő lencsét kondenzorlencsének nevezik, míg a mintához közeli lencse az objektív lencse. A kondenzorlencse az elektronsugár nyalábot erősen redukált átmérőjű foltta fókuszálja, míg a változtatható fókuszú objektívlencse feladata az, hogy az elektronnyalábot különböző magasságokba fókuszálja, hogy a fókusz a minta felszínére lehessen beállítani. Mivel az objektívlencsén nagy áramok folynak keresztül, azt hűteni kell, ami vízáramoltatással történik.

Apertúrák: A kondenzorlencsét és az objektív lencsét változtatható apertúrával készítik. Az apertúrákra egyrészt azért van szükség, hogy a vizsgálandó mintákat a túlzott hőhatástól védjék, másrészt, hogy csökkentsék a röntgensugárzás keletkezését. Az apertúra átmérőjétől függ, hogy több vagy kevesebb elektronsugarat rekeszt ki, következésképpen a kép kontrasztosságát is befolyásolja. Nagyobb apertúra alkalmazásakor növekszik a kép kontrasztossága. Mivel az így előidézett kontraszt a feloldás rovására növekszik, a megfelelő apertúra megválasztása

kompromisszum. A képen az apertúra állító csavarok láthatók.

A stigmátor: A lencserendszer asztigmatizmusa többnyire abban nyilvánul meg, hogy az elektronnyalábnak a tárgysíkba vetítődő, egyébként kerek foltja ellipszis alakúvá válik. Ilyenkor romlik a képminőség, csökken a jelintenzitás. Ez az objektív síkjában elhelyezett stigmátorral (asztigmatizmus korrektorral) kompenzálható.

A pásztázó rendszer: Az objektív lencsében található az az eltérítő tekercek, amelyek az elektronnyalábot mozgatják. A pásztázás módja a felszín soronkénti letapogatása. Ezt egy gyors és egy lassú egymásra merőleges fűrészel alakú rezgés összegeként lehet előállítani. A számítógépes programmal generált két fűrészel egyidejűleg vezérli a toronyban lévő pásztázó rendszert és a képernyőre kirajzolt képpont pozícióját.

Mintakamra: Tágas evakuált tér rész az objektívlencse alatt, amely tartalmazza a mintaasztalt és annak a mozgathatóságához szükséges eszközöket. A mintaasztal mozgatható a tér bármelyik irányába, forgatható és dönthető. A mintakamrában helyezkednek el az elektrondetektorok, a röntgen- és katódlumineszcenciadetektor és ide csatlakozik a turbopumpa leszívó torka is.

Minták: A vezető (nem porózus) mintákat a mintatartóval elektromos kontaktusba kell hozni. A mintát legtöbbször ezüstöt tartalmazó ragasztóval (ezüstpaszta) ragasztjuk a tartóra, ami az elektromos kontaktust is biztosítja. A ragasztás után meg kell várni, amíg a ragasztó megszárad (szobahőmérsékleten ~ 10 óra, 70 °C-on ~ fél óra) A szigetelő tulajdonsággal rendelkező minták (pl. biológiai anyagok) felületét elektromosságot vezető vékony réteggel (pl. arannyal) kell bevonni. Ennek hiányában ugyanis elektromos feltöltődési jelenségek lépnének fel, mely befolyásolja az elektronsugár útját, így a képalkotást zavarja.

Detektorok: Az SZTE TTK mikroszkópjában a következő detektorok találhatóak:

- 2 db másodlagos elektron (SE) detektor (Everhart Thornley detektor)
- Visszaszórt elektron (BE) detektor (AUTRATA YAG detektor)
- Transzmittált elektron (TE) detektor (AUTRATA YAG detektor)
- Karakterisztikus röntgensugárzás detektor (Röntec X-FLASH energiadisziperzív detektor)
- Katódlumineszcencia fény detektor (GATHAN)

Everhart-Thornley (E-T) elektrondetektor. Az E-T detektor a legelterjedtebb elektrondetektor típus. A pár száz voltos pozitívan töltött fémrács segítségével „begyűjti” a detektor a másodlagos elektronokat. A beérkező elektronokat a detektorban tovább gyorsítják, majd egy szcintillátor lemezbe ütköztetik, amely az ütközés hatására fényt bocsát ki. A fényt egy fotoelektron-sokszorozó csővel elektromos jellé alakítják át, és ezt mérik. A digitalizált mért jel nagyságának függvényében szabályozza a program a képpont intenzitását.

AUTRATA-YAG detektor: A detektor anyaga egy cériummal adalékolt ittrium-alumíniumgránát (YAG) egykristály, amit szcintillátorként használnak, azaz ha a kristályba nagy energiájú másodlagos elektronok ütköznek, akkor fényfelvillanást okoznak. A YAG kristályt az objektív alá kell betolni egy mechanikus vákuumátvezetés segítségével, ahol az széles térszögben detektálja a visszaszórt elektronokat. A YAG kristályban az elektronok hatására keltett fényt egy fényvezető rúd juttatja egy fotoelektron sokszorozóba, és innen kezdve a jeldetektálás hasonló módon történik, mint az E-T detektorban.

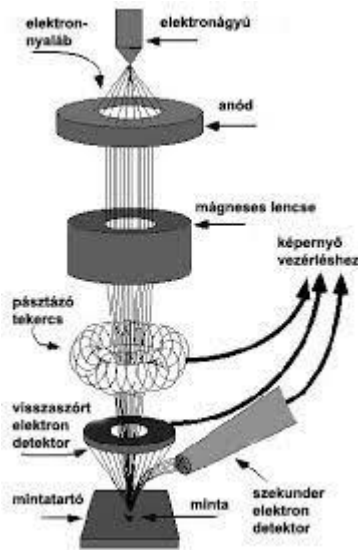
Transzmissziós elektron detektor:

Transzmissziós detektorként szintén AUTRATA-YAG detektort alkalmaznak a 4700S mikroszkópban. A reflexiós üzemmódokhoz képest a pásztázó transzmissziós üzemmódban másfajta

információ nyerhető. Ha a minta elég vékony, a koncentrált pásztázó elektronnyaláb elektronjai keresztülhaladnak rajta, miközben a minta anyagától és szerkezetétől függően változást szenvednek el. Ezt a minta alatt elhelyezett detektor érzékeli. Szemben a klasszikus transzmissziós elektronmikroszkópokkal a minta mögött nem használnak elektronlencsét, itt nem lép fel a kromatikus hatás folytán a feloldás kárára létrejövő energiaveszteség. A képet - ellenben a transzmissziós elektronmikroszkópokkal - nem közvetlenül a fotoanyagra vetítik, a kontraszt elektronikusan szabályozható. A nagyítást természetesen itt is a letapogató sugár eltérítése határozza meg,

Energiadisziperzív röntgenspektrométer (EDS): Egy félvezető detektort érő röntgen foton az energiájával arányos számú elektront gerjeszt a valenciasávból a vezetési sávba, más szóval egy elektron-lyuk párt hoz létre. Az ilyen módon létrehozott töltéshordozók elektromos „leszámlálása” alapján meghatározható a keltő röntgen foton energiája. A különböző energiatarományokba jutó beütésszámokat meghatározva jutunk a röntgenspektrumhoz, amely kiértékelésével kvalitatív és kvantitatív elemösszetétel határozható meg. A mikroszkópra egy RÖNTEC XFLASH detektor van szerelve. Az elemanalízis lépéseiről külön ismertető készült.

Katódlumineszcencia detektor: Ha a minta az elektronbesugárzás hatására fényt bocsát ki, akkor azt a katódlumineszcencia detektorral érzékelhetjük. A fényt az objektív alá betolt speciális tükörrel gyűjtik össze, melyet egy fényvezető rúd juttat el a fotoelektron sokszorozóba, és innen kezdve a jeldetektálás hasonló módon történik, mint az E-T detektorban. A vizsgálatok szemponyjából fontos, hogy mekkora hullámhossztartományú fény detektálására adódik lehetőség. A mikroszkópra felszerelt GATHAN katódlumineszcencia detektor a 185 -850 nm tartományban érzékeny, ezért fontos, hogy ennek a detektornak a használatakor a mintatér megfigyelő kamera infravörös fényforrását kikapcsoljuk, mert az „elvakíthatja” a detektort.



Páztázó elektronmikroszkóp általános felépítése



Tanszékünkön található pástázó elektronmikroszkóp

Elvégzendő feladatok

3D nyomtatott próbatest törési felületének vizsgálata.

Jegyzőkönyv

A jegyzőkönyvben szerepelnie kell:

1. A gyakorlat céljának
2. A gyakorlat során vizsgált minta pontos megnevezése
3. A gyakorlat során a mintáról készült elektron mikroszkópos kép és annak elemzése
4. Gyakorlat összefoglalása, értékelése

Ellenőrző kérdések

1. Hogyan készíthetünk képet egy tárgyról?
2. Hogyan hozunk létre képet pástázó elektronmikroszkóppal?
3. Hogyan épül fel egy elektronmikroszkóp?

Segédanyag a jegyzőkönyvhöz

Mellékelt elektronmikroszkópos képek.



Források

https://hu.wikipedia.org/wiki/P%C3%A1szt%C3%A1z%C3%B3_elektronmikroszk%C3%B3p
<http://www2.sci.u-szeged.hu/inorg/MOMA/ch08s03.html>

