

PRAKTICKÉ CVIČENÍ - číslo III

Jméno organizátora praktického cvičení: Libor Brabec

Název praktického cvičení: Řádkovací elektronový mikroskop – výklad s ukázkami

Princip řádkovací elektronové mikroskopie

Vytvoření elektronového paprsku je podmíněno vakuem. V horní části tubusu elektrony emitují z kovového vlákna, jsou soustředěny do svazku a urychleny silným elektrickým polem. Po dalším zúžení clonkami a elektromagnetickou optikou dopadá paprsek elektronů na vzorek, umístěný ve vakuové komoře. Detegovány jsou obvykle nikoli tyto primární elektrony poté, co se odrazí od povrchu vzorku, ale elektrony sekundární, primárními elektrony ze vzorku vyražené. Povrch vzorku tak lze zobrazit mnohem podrobněji.

Naprašování vzorků

Vzorky elektricky nevodivé je nutno pokrýt tenkou vrstvičkou kovu kvůli odvádění přebytečného náboje z jejich povrchu. Sekundární elektrony pak z velké míry pocházejí z tohoto kovu, jejich počet stoupá s atomovým číslem. Proto se k pokovení často užívá platina nebo zlato. Postačuje vrstva o tloušťce několika nanometrů. Disk Pt nebo Au je ve vakuové komoře naprašovačky zapojen jako katoda. V doutnavém výboji naň dopadají urychlené kladné ionty plynu (Ar), čímž jsou do prostoru komory rozprašovány kovové klastry.



Přístrojové vybavení:

K dispozici je řádkovací elektronový mikroskop JEOL JSM-5500LV z roku 2001. Kinetickou energii elektronů lze nastavit v rozmezí 1-30 keV (urychlovací napětí činí 1-30 kV). Detekci sekundárních elektronů (SEI) lze dosáhnout zvětšení 100.000× s rozlišením cca 10 nm. Pro větší kontrast plošek obsahujících atomy těžší než okolí lze s výhodou užít detektoru zpětně odražených elektronů (BSE), a to do zvětšení cca 10.000×. Písmena LV značí možnost „Low Vacuum“: nízké vakuum je vhodné k prohlížení vzorků obsahujících vodu (vzorky biologické), neboť se zpomaluje její vypařování, zbytkový plyn může též odvádět náboj z nevodivých vzorků. Souřadnice polohy vzorku ve vakuové komoře lze měnit s přesností 0,001 mm pomocí elektromagnetických šroubů (vpředu).

Kovová vrstvička je na nevodivé vzorky nanášena naprašovačkou BAL-TEC SCD 050 za nízkého tlaku argonu (5×10^{-2} mbar). Vrstva Pt o tloušťce asi 12 nm je naprašena za 1 minutu.

Zaměření laboratoře:

Laboratoř se zabývá převážně studiem zeolitických materiálů (hlinitokřemičitanů s definovanou sítí pórů o průměru 0,5-1,5 nm) v podobě krystalických prášků nebo polykrystalických membrán. Sledovány jsou velikosti krystalů, jejich tvary, značně proměnlivé podle způsobu přípravy, a jejich uspořádání ve vrstvách. Vnitřní morfologii vzorků lze studovat spojením mikroskopie s metodou leptání, při němž leptací činidlo (HF) proniká určitým způsobem do vrstev nebo jednotlivých krystalů. Zpětně odražené elektrony jsou využívány při snímkování výbrusů porézního materiálu (Al_2O_3), vyplněného epoxidem. Z většího počtu snímků je možné pomocí stochastické rekonstrukce získat trojrozměrnou repliku porézního materiálu.

