



right solutions.
right partner.

Elektronimikroskooppi takaa tarkkuuden ja yksityiskohdat

Pyyhkäisyelektronimikroskooppi, joka on varustettu energiadispersiivisellä röntgenspektroskopiolla (SEM-EDS), on tehokas ja monipuolinen analyysimenetelmä. Se tarjoaa laajan valikoiman tietoa erilaisten materiaalien mikrorakenteellisista ja koostumuksellisista ominaisuuksista. ALS:n laboratoriot käyttävät nykyaikaisia pyyhkäisyelektronimikroskooppeja, joihin on yleisimmin yhdistetty Oxford X-Max 20 -energiadispersiivinen (EDS) detektori. Valittu yhdistelmä soveltuu erinomaisesti pintatutkimuksiin, näytteessä olevien tuntemattomien partikkelien alkuainekoostumuksen tunnistamiseen sekä partikkelien koon ja tyyppin edistyneeseen määrittämiseen.



Kuva 1. Pyyhkäisyelektronimikroskooppi

SEM-EDS:n periaate ja sovellukset

SEM-EDS:lle on ominaista sen monipuolisuus, nopea analyysikyky ja näytettä vahingoittamaton tekniikka, mikä tekee siitä hyödyllisen työkalun useilla aloilla, kuten geologiassa, petrologiassa, metallurgiassa, sähkötekniikassa, lääketieteellisyydessä ja ympäristötieteissä. Kyky tuottaa korkearesoluutioisia kuvia yhdistettynä alkuaineanalyysiin mahdollistaa materiaalien ominaisuuksien perusteellisen tutkimisen.

Perinteiset optiset mikroskoopit käyttävät kuvantamiseen valonsäteitä, missä valon aallonpituus rajoittaa suurimman mahdollisen suurennuksen 1500–2000 kertaiseksi. Elektronimikroskooppi puolestaan hyödyntää valon sijasta kohdistettuja elektroneja. Näillä elektroneilla on huomattavasti lyhyempi aallonpituus, mikä mahdollistaa jopa miljoonakertaiset suurennukset ihanteellisissa olosuhteissa.

SEM:n toimintaperiaate perustuu näytteen pinnan "pommittamiseen" tarkasti kohdistetulla ns. primaarielektronisuihkulla. Osumiskohtaan syntyy erilaisia vuorovaikutuksia primaarielektronien ja näytteen atomien elektronien välillä, mistä aiheutuvat emissiosignaalit pystytään mittaamaan. Tätä iskukohtaa kutsutaan virittymistilavuudeksi (eng. excitation volume), ja sen suuruus riippuu ensisijaisesti primaarielektronien energiasta sekä näytteen alkuainekoostumuksesta. Elektronisuihku ei tyypillisesti tunkeudu 1–2 µm syvemmälle.

Tärkeimmät havaittavat signaalit:

- **Sekundaarielektronit** irtoavat näytteen pinnalta ja ovat matalaenergiisiä. Ne välittävät tietoa näytteen pintatopografiasta ja mahdollistavat erittäin tarkkojen, lähes kolmiulotteisilta vaikuttavien kuvien tuottamisen.
- **Takaisinheijastuneet elektronit** kimpoavat näytteen pinnalta ja ovat korkeaenergiisiä. Ne ovat herkkiä alkuaineiden atomiluvun eroille, mikä mahdollistaa näytteen alkuainekoostumuksen analysoinnin.
- **Röntgensäteet** syntyvät, kun elektronit siirtyvät atomien energiatasojen välillä. Ne havaitaan energiadispersiivisen spektroskopian (EDS) detektorilla. Jokaisella alkuaineella on sille ominainen röntgensäteilytaajuus, mikä mahdollistaa yksittäisten alkuaineiden tunnistamisen näytteessä.

Analysoitavien näytteiden vaatimukset

SEM-analyysiin tarkoitettavan näytteen on oltava kuiva, tyhjiössä vakaa, johtava ja sen on sovittava mikroskoopin näytekammioon.

Yksityiskohtainen kuvannus

SEM on ensisijaisesti suunniteltu pintatutkimuksiin, sillä se tuottaa yksityiskohtaisia kuvia materiaalien pinnoista ja partikkeleista, joiden koko vaihtelee muutamasta mikrometristä useisiin senttimetreihin. Se on erityisen tehokas havaitsemaan vikoja, kuten halkeamia, kulumista ja korroosiota, sekä analysoimaan pintatopografiaa, mukaan lukien tasalaatuisuutta, kerrostumia, karheutta ja muotoja, sekä partikkelien kokoa ja muotoa.

SEM:n avulla voidaan kuvantaa esimerkiksi metalliosia arvioitaessa niiden pinnalla olevan korroosionestoon tarkoitettun fosfaattikerroksen homogeenisuutta (katso kuva 2A) tai paljastaa sylinterin varhaisen vaiheen korroosiota (katso kuva 2B, nuolet osoittavat korroosiokohdat).



Kuva 2. (A) korroosionestokerros; (B) korroosiojälkiä

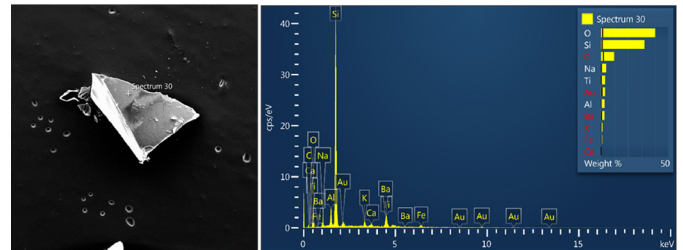
Alkuaineanalyysi

Tehokas lisä itse mikroskoopille on edellä mainittu EDS-detektor, joka pystyy havaitsemaan karakteristisia röntgensäteitä ja yhdistämään ne tiettyihin alkuaineisiin. Uusimmat järjestelmät pystyvät tunnistamaan alkuaineet, jotka ovat raskaampia kuin boori, eli joiden atomiluku on yli 5.

Joissakin laboratorioissamme käytössä oleva Oxford AZtec X-Max 20 EDS -detektor voi erittäin nopeasti vahvistaa tai sulkea pois berylliumia raskaampien alkuaineiden esiintymisen (pois lukien vety, helium ja litium). Analyysin tuloksena syntyy spektri, josta tutkittavan partikkelin koostumus voidaan määrittää.

Tätä ominaisuutta voidaan hyödyntää esimerkiksi näytemateriaalin vertaamisessa tiettyyn standardimateriaaliin tai näytteessä tapahtuvien muutosten tarkkailussa erilaisten prosessien ja olosuhteiden vaikutuksesta.

Kuvissa 3 (A/B) esitetään yksityiskohtainen kuva ja alkuainespektri liuoksessa olevasta tuntemattomasta partikkelista, joita käytettiin sen alkuperän tunnistamiseen. Terävien reunojen ja alkuainespektrin perusteella partikkeli tunnistettiin lasiksi, joka oli peräisin liuosta sisältäneestä alkuperäisestä ampullista.



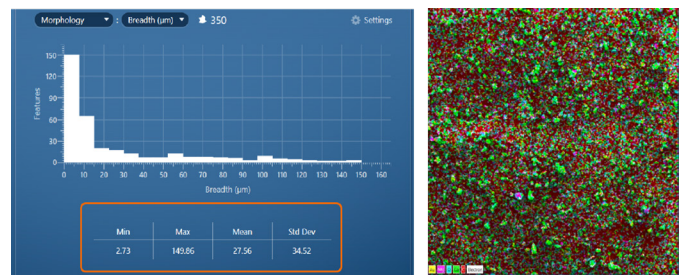
Kuva 3. (A) lasinsiru; (B) lasin spektri

Partikkeleiden analysointi

Feature Analysis -ohjelmamoduulin avulla voidaan automatisoidusti analysoida suuri määrä partikkeleita niiden morfologian, kemiallisen koostumuksen tai näiden yhdistelmän perusteella. Merkittävä etu verrattuna muihin menetelmiin, kuten laserdiffraktioon, on mahdollisuus kuvantaa analysoidut partikkelit suoraan.

Partikkelit voidaan lajitella täysin automaattisesti joko morfologian perusteella määrittelemällä parametreja, kuten pituus, pinta-ala ja muoto, tai kemiallisen koostumuksen perusteella, esimerkiksi sen mukaan, sisältävätkö ne tiettyä alkuainetta vai eivät. Tulokset voidaan esittää erilaisina graafeina ja taulukoina (katso kuvat 4 (A/B)).

Feature Analysis -moduulin avulla voidaan esimerkiksi tutkia suodatusjärjestelmän tehokkuutta, materiaalin homogeenisuutta tai analysoida vain tiettyjä partikkeleita, kuten WHO:n määrittelemiä hengitettäviä kuituja (pituus >5 µm, leveys <3 µm, suhde >3:1).



Kuva 4. (A) partikkeleiden jakautumiskaavio; (B) korostetut materiaalipartikkelit

Tällä menetelmällä on lukuisia sovellusmahdollisuuksia eri aloilla.

Linkit:

https://myscope.training/SEM_SEM_Basics