

Primjena elektronske mikroskopije u karakterizaciji prirodnih materijala

Šimeg, Lana

Undergraduate thesis / Završni rad

2014

Degree Grantor / Ustanova koja je dodijelila akademski / stručni stupanj: **University of Zagreb, Faculty of Mechanical Engineering and Naval Architecture / Sveučilište u Zagrebu, Fakultet strojarstva i brodogradnje**

Permanent link / Trajna poveznica: <https://urn.nsk.hr/urn:nbn:hr:235:746386>

Rights / Prava: [In copyright](#)/[Zaštićeno autorskim pravom.](#)

Download date / Datum preuzimanja: **2024-10-17**

Repository / Repozitorij:

[Repository of Faculty of Mechanical Engineering and Naval Architecture University of Zagreb](#)



Sveučilište u Zagrebu
Fakultet strojarstva i brodogradnje

ZAVRŠNI RAD

Voditelj rada:
Doc.dr.sc. Suzana Jakovljević

Student:
Lana Šimeg

Zagreb, 2014.

Sveučilište u Zagrebu
Fakultet strojarstva i brodogradnje

ZAVRŠNI RAD

Lana Šimeg

Zagreb, 2014.

Izjava

Izjavljujem da sam ovaj rad izradila samostalno služeći se vlastitim znanjem stečenim na Fakultetu strojarstva i brodogradnje, uz pomoć navedene literature.

Zahvaljujem docentici dr.sc. Suzani Jakovljević na stručnoj pomoći u izradi ovog rada.

Na kraju se zahvaljujem svim profesorima i kolegama, koje sam upoznala tijekom studiranja, na stručnoj pomoći, te svojoj obitelji i prijateljima na potpori i razumijevanju.

Lana Šimeg

U Zagrebu, 1. rujna 2014.

Sadržaj

Popis slika	I
Sažetak	III
1. UVOD	1
2. VRSTE ELEKTRONSKIH MIKROSKOPA	2
2.1. Skenirajući elektronski mikroskop s emisijom polja - FE-SEM	2
2.1.1. Primjena FE-SEM-a	3
2.2. Mikroskop atomskih sila - AFM.....	3
2.2.1. Primjena AFM-a.....	4
2.3. Pretražni tunelirajući mikroskop - STM	5
2.3.1. Primjena STM-a	6
2.4. Transmisijski elektronski mikroskop (TEM).....	7
2.4.1. Prednosti i nedostaci TEM-a	9
2.4.2. Primjena TEM-a.....	10
2.5. Skenirajući elektronski mikroskop (SEM).....	11
2.5.1. Osnovni tipovi detektora	12
2.5.2. Komora za uzorke	13
2.5.3. Prednosti i nedostaci SEM-a	14
2.5.4. Primjena SEM-a	15
3. PRIPREMA UZORAKA	17
4. EKSPERIMENTALNI DIO	19
4.1. Vrste uzoraka	20
4.2. Priprema uzoraka	21
4.3. Promatranje strukture uzoraka	22
5. ZAKLJUČAK	29
6. POPIS LITERATURE	30

Popis slika

Slika 1. FE-SEM mikroskop [4].....	2
Slika 2. Prikaz dijelova AFM-a [5]	3
Slika 3. AFM mikroskop [7]	4
Slika 4. Princip rada STM-a [5]	5
Slika 5. Pretražni tunelirajući mikroskop (STM) [8]	6
Slika 6. Transmisijski elektronski mikroskop [10]	7
Slika 7. Transmisijski elektronski mikroskop [11]	9
Slika 8. Shema osnovnih elemenata SEM-a [12].....	11
Slika 9. Prikaz tri osnovna tipa detektora [12].....	12
Slika 10. Unutrašnjost komore SEM-a za uzorke [13].....	13
Slika 11. Skenirajući elektronski mikroskop [14].....	15
Slika 12. Područja različitih znanosti [13]	16
Slika 13. Pribor za pripremu i montiranje uzoraka [13].....	17
Slika 14. Uređaj za napanje uzoraka [13]	18
Slika 15. Skenirajući elektronski mikroskop Tescan Vega [18]	19
Slika 16. Lijevo: nojevo (1), gušćje (2) i kokošje (3) jaje; desno: pero od guske.....	20
Slika 17. Ljuska od oraha (1), saće od pčela (2), češer (3) [19].....	20
Slika 18. Pripremljeni uzorci na nosaču u komori SEM-a.....	21
Slika 19. Ljuska kokošnjeg jajeta uz povećanje 500 x.....	22
Slika 20. Ljuska kokošnjeg jajeta uz povećanje 1000 x.....	22
Slika 21. Ljuska guščjeg jajeta uz povećanje 1000 x	23
Slika 22. Ljuska guščjeg jajeta uz povećanje 2000 x	23
Slika 23. Ljuska nojevog jajeta uz povećanje 80 x	24
Slika 24. Ljuska nojevog jajeta uz povećanje 500 x (lijevo), unutarnja opna uz povećanje 1000 x (desno).....	24
Slika 25. Pero od guske uz povećanje 500 x	25
Slika 26. Pero od guske uz povećanje 998 x	25
Slika 27. Ljuska oraha uz povećanje 500 x.....	26
Slika 28. Rub ljuske oraha s unutarnje strane uz povećanje 500 x	26
Slika 29. Presjek saća od pčela uz povećanje 500 x.....	27

Slika 30. Saće od pčela uz povećanje 2370 x.....	27
Slika 31. Ljuska češera uz povećanje 500 x.....	28

Sažetak

Elektronski mikroskop je uređaj kojim se, pomoću uskog snopa elektrona, dobiva uvid u mikrostrukturu promatranog uzorka, uz vrlo veliko povećanje.

Kod svih metoda elektronske mikroskopije za promatranje uzoraka koristi se snop elektrona. Glavna prednost svih elektronskih mikroskopa je njihova velika rezolucija, koja nam omogućava korištenje izuzetno velikih povećanja bez značajnijeg gubitka oštine slike. Neki elektronski mikroskopi postižu povećanja i više od 1.000.000 puta.

Postoje dvije osnovne vrste elektronskih mikroskopa, transmisijski i skenirajući elektronski mikroskop.

Transmisijski elektronski mikroskop (TEM) koristi snop elektrona koji prolazi kroz vrlo tanki uzorak, i sklop elektromagnetskih leća. Slika se promatra na fluorescentnom ekranu ili pomoću digitalne kamere. Koristi se za proučavanje strukture materijala.

Kod skenirajućeg elektronskog mikroskopa (SEM) slika se dobiva pravilnim pomicanjem snopa elektrona po površini uzorka. Koristi se za proučavanje strukture i uz dodatni uređaj za određivanje kemijskog sastava materijala.

U ovom radu opisana je primjena elektronske mikroskopije u karakterizaciji prirodnih materijala.

1. UVOD

Dvadesetih godina XX. stoljeća otkriveno je da se elektroni u vakuumu kreću ubrzano i da se ponašaju poput zraka svjetlosti, odnosno da imaju svojstva vala. Oni se kreću pravolinijski i njihova je dužina vala oko 100.000 puta manja od dužine vala svjetlosti.

Elektronski mikroskop umjesto snopa svjetlosti koristi snop elektrona – mala dužina vala elektrona omogućava da postigne mnogo bolju moć razlikovanja.

1924. godine H.Bosch je pokazao da električno i magnetsko polje djeluju na elektrone na isti način kao što staklena leća djeluje na svjetlost.

1931. godine dr.Ernest Ruska konstruirao je prvi elektronski mikroskop (tzv. Transmisijski elektronski mikroskop). Prvi mikroskop je imao 17 puta veću mogućnost povećanja, dok današnji elektronski mikroskop posjeduje moć razlučivanja od 0,1 nm i povećava čak i do 1.000.000 puta. [1]

Razvoj SEM-a je počeo kasnije od TEM-a. 1942. godine Zworykin, Hiller i Snyder konstruirali su prvi skenirajući elektronski mikroskop. [2]

Elektronska mikroskopija je relativno mlada metoda, a njen razvoj doveo je do otkrića novih istraživačkih područja u raznim granama znanosti omogućujući promatranje raznolikih uzoraka.

2. VRSTE ELEKTRONSKIH MIKROSKOPA

Osnovne vrste elektronskih mikroskopa:

- FE-SEM (engl. *Field Emission Scanning Electron Microscope*)
- AFM (engl. *Atomic-force Microscope*)
- STM (engl. *Scanning-tunneling Microscope*)
- Transmisijski elektronski mikroskop (TEM)
- Skenirajući elektronski mikroskop (SEM)

2.1. Skenirajući elektronski mikroskop s emisijom polja - FE-SEM

Skenirajući elektronski mikroskop s emisijom polja ili FE-SEM (engl. *Field Emission Scanning Electron Microscope*) je iznimno sofisticirani uređaj namijenjen uvidu u strukturu površine materijala sve do nanometarske razine, uz povećanje od milijun puta. FE-SEM je SEM ali umjesto klasične katode, emisija elektrona se postiže pomoću jakih polja.

FE-SEM mikroskop opremljen je sljedećim detektorima:

- Detektor sekundarnih elektrona za topografsku analizu površine uzoraka;
- Detektor povratno raspršenih elektrona za prikaz kontrasta između područja s različitim kemijskim sastavom;
- Detektor X-zraka za kvalitativnu i kvantitativnu kemijsku analizu uzoraka. [3]



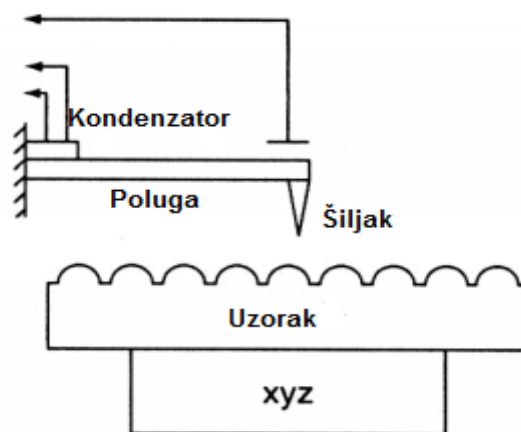
Slika 1. FE-SEM mikroskop [4]

2.1.1. Primjena FE-SEM-a

- Istraživanje površine nanostrukturnih i drugih materijala;
- Analiza veličine i rasporeda čestica i homogenosti materijala;
- Mjerenje hrapavosti površine materijala;
- Analiza mehaničkog oštećenja i zamora materijala;
- Analiza kontaminacije materijala;
- Istraživanja u biomedicini;
- Istraživanja na organskim materijalima;
- Istraživanja geoloških, mineralnih, kristaličnih, arheoloških i drugih uzoraka. [3]

2.2. Mikroskop atomskih sila - AFM

Mikroskop atomskih sila ili AFM (engl. *Atomic-force Microscope*) osjeća interakcije atomskih sila na maloj udaljenosti (0.1 do 10 nm) između šiljaka senzora mikroskopa i površine uzorka. Senzor se sastoji od poluge sa šiljkom (SiN_3 , SiO_2 , C-nanotubice) i opruge. Otklon opruge mjeri se optičkom detekcijom (laser i dioda). U kontaktnom režimu mjere se sile 10^{-6} - 10^{-10} N, u nekontaktnom režimu mjere se Van der Waalsove sile i interakcije.



Slika 2. Prikaz dijelova AFM-a [5]

Uzorak se nalazi na nosaču kojemu je omogućeno gibanje u sva tri smjera. Vodljiva poluga sa šiljkom se dovede u nepotrebnu blizinu uzorka i rasterski se giba preko uzorka. Iznad poluge sa šiljkom nalazi se pločica koja zajedno s nosačem uzorka i uzorkom čini kondenzator. Ovisno o promijeni razmaka između šiljka i uzorka mijenja se razmak između "ploča" kondenzatora što omogućava proučavanje topografije površine uzorka. [5]

Također može raditi na dva načina:

a) šiljak prati neravnine i mjeri se promjena kapaciteta koji ovisi o razmaku između šiljka i pojedinih neravnina na uzorku;

b) pomoću piezoelektričnog kristala održava se šiljak na konstantnoj udaljenosti od površine. Potreban napon koji treba biti na piezoelektričnom kristalu daje kao rezultat topografiju površine. Važno je da se AFM dobro izolira od utjecaja vanjskih vibracija. [5]

AFM metodom mogu se mjeriti inter- i intra molekularne sile, sile adhezije, elasticitet uzorka te tvrdoća površine. Pogodna je za ispitivanje makromolekula, polimera, tekućih kristala, koloida, stanica i staničnih organela te abiotskih čestica u prirodnim uvjetima.

AFM metoda je privlačna kako za fundamentalna tako i rutinska ispitivanja materijala, budući da je lokalna, nerazarajuća i primjenjiva kod krajnje različitih uvjeta. Važno je naglasiti da nikakva prethodna priprema uzorka nije potrebna i moguća su ispitivanja u ambijentalnom ili čak u tekućem okruženju, što je važno za proučavanje bioloških makromolekula. [6]



Slika 3. AFM mikroskop [7]

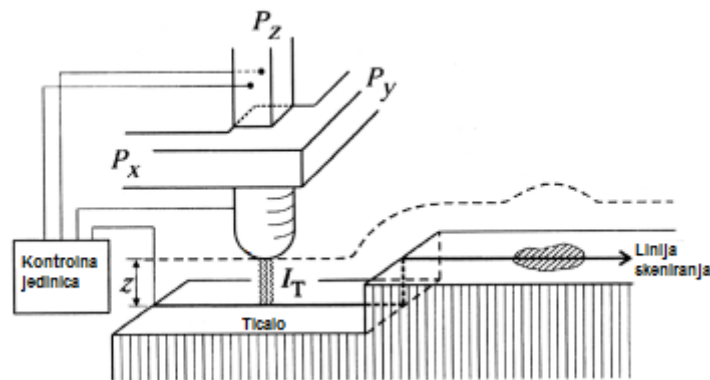
2.2.1. Primjena AFM-a

- Analiza i karakterizacija materijala u kemijskoj, prehrambenoj i farmaceutskoj industriji, industriji plastike te poluvodiča;
- Koristi se u proizvodnji boja i lakova za određivanje topografije i hrapavosti površine premaza;

- Ispitivanje termičkih i mehaničkih svojstava te morfologije i sastava modernih polimernih materijala;
- Stomatologija - ispitivanje kvalitete površine (morfologija i hrapavost) bilo koje legure;
- Elektrotehnika, kristalografija te prirodne i medicinske znanosti. [6]

2.3. Pretražni tunelirajući mikroskop - STM

Pretražni tunelirajući mikroskop ili STM (engl. *Scanning-tunneling Microscope*) radi na principu tuneliranja elektrona iz površine uzorka prema šiljku. Mjeri se struja, koja naravno ovisi o iznosu tuneliranja, dakle o "reljefu" površine, odnosno o udaljenosti šiljka od površine.



Slika 4. Princip rada STM-a [5]

Pokretno ticalo prolazi preko površine u pretražnom/skenirajućem modu (slika 4.) i vremenski ovisni naponski signal se šalje u računalo gdje se rekonstruira slika površine. Signal je proporcionalan elektronskoj struji koja tunelira između ticala i vodljive površine.

U praksi se koriste dva moda:

a) konstantna udaljenost - preko povratnog signala na piezoelektrični kristal održava se šiljak na konstantnoj udaljenosti iznad površine (šiljak slijedi topografiju), čime se sprječava udaranje šiljka o površinu i njegovo oštećenje;

b) konstantna struja.

Za STM potreban je vakuum ($\sim 10^{-8}$ Pa), a razlučivanja su bolja od 1 nm. [5]



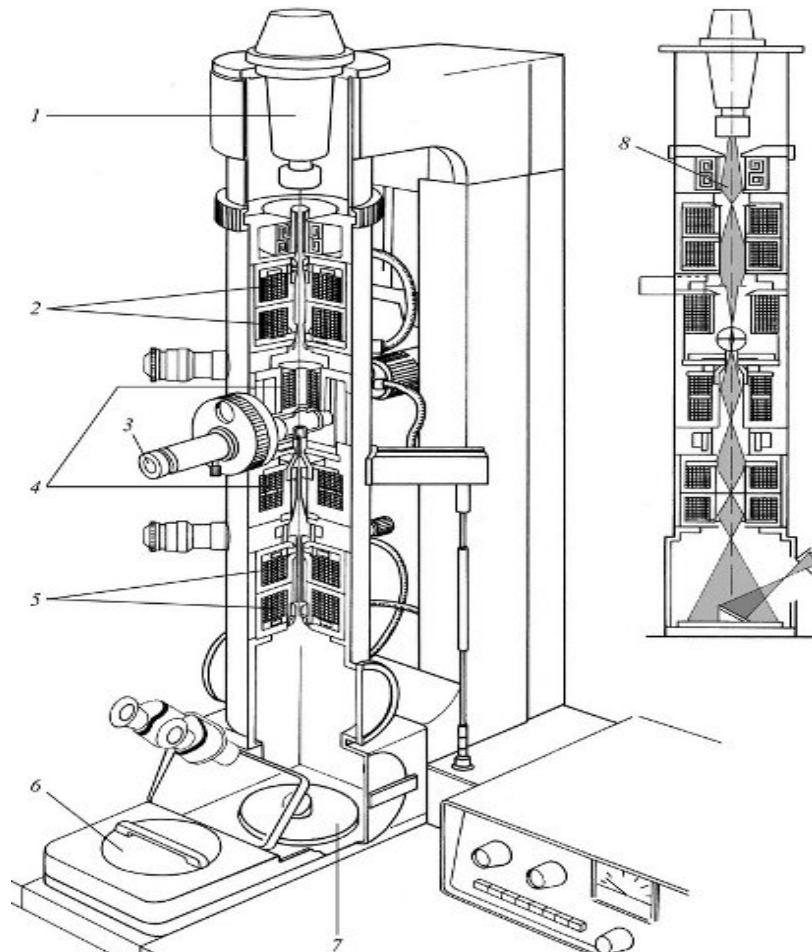
Slika 5. Pretražni tunelirajući mikroskop (STM) [8]

2.3.1. Primjena STM-a

- Koristi se za dobivanje slike čistih površina vodiča i molekula sredstava za podmazivanje. [9]

2.4. Transmisijski elektronski mikroskop (TEM)

Transmisijski elektronski mikroskop se koristi za promatranje uzoraka koji su za elektrone propusni, pa zato debljina uzoraka rijetko može biti veća od 1 μm . Po građi je sličan optičkom mikroskopu, ali radi u uvjetima visokog vakuuma. [10]



Slika 6. Transmisijski elektronski mikroskop, presjek uređaja (lijevo); put elektronskog snopa (desno): 1. Elektronski top, 2. Kondenzorske leće, 3. Zapornica za umetanje uzoraka, 4. Leća objektiva, 5. Projektorska leća, 6. Kamera, 7. Fluorescentni zaslon, 8. Elektronski sklop. [10]

Kao izvor elektronskog snopa služi elektronski top. Njega čini katoda, obično volframska nit, koja zagrijavanjem emitira elektrone, Wehneltov cilindar za fokusiranje elektronskog snopa te anoda s velikom razlikom potencijala prema katodi. Zbog te se razlike elektroni snažno ubrzavaju i njihov se snop prvom elektronskom lećom, koja ima ulogu kondenzora, usmjerava na uzorak. Prolaskom kroz uzorak elektroni se u susretu s atomima raspršuju razmjerno debljini i gustoći područja na koje nailaze. Preostali, neraspršeni elektroni čine elektronsku sliku uzorka, koja se povećava sustavom elektronskih leća (leća objektiva, međuleća,

projektorska leća). Konačna slika nastaje na fluorescentnom zaslonu, a njezini tamni dijelovi odgovaraju debljim i gušćim područjima uzorka.

Kvaliteta slike ovisi o vrsti kontrasta, koji može biti ogibni ili fazni. U ogibnome kontrastu postoje slike svijetlog i tamnog polja, koje imaju inverzan kontrast, a povezane su s ogibnom slikom istog područja promatranog na mikrografiji. Iz ogibne se slike prepoznaje simetrija promatranog uzorka, a smjerovi iz ogibne slike izravno se prenose u elektronsku sliku svijetlog polja, tamnog polja ili u sliku visokog razlučivanja koja se temelji na faznome kontrastu. Na temelju ogibne slike moguće je odrediti kristalnu strukturu. Međutim, kvantitativna informacija o mikrostrukturi materijala može se dobiti detaljnom korelacijom ogibne i elektronske slike. Ogibni kontrast oslikava detalje veće od 1,5 nm, a fazni kontrast daje razlučivanje na razini atoma. Kako elektronski snop putuje u vakuumu, posebni uređaji omogućuju izmjenu uzoraka bez prisutnosti zraka.

Transmisijski elektronski mikroskop svojim velikim korisnim povećanjem i sposobnošću razlučivanja znatno nadmašuje mogućnosti optičkog mikroskopa, jer je valna duljina elektronskog zračenja mnogo manja od valne duljine svjetlosti. Naime, maksimalna razlučivost mikroskopa (najmanja udaljenost dviju točaka na kojoj ih je moguće razlikovati) ograničena je valnom duljinom zračenja koje prolazi kroz uzorak, a odabirom zračenja manjih valnih duljina postiže se bolja razlučivost. Današnja se granica razlučivanja najsnažnijih transmisijskih elektronskih mikroskopa približava iznosu od 0,1 nm uz povećanje slike od 1,5 mil. puta, a to je dovoljno za istraživanje molekularne strukture, pa i za raspoznavanje atoma u kristalima. [10]

2.4.1. Prednosti i nedostaci TEM-a

Prednosti TEM-a su:

- Najjače moguće povećanje;
- Velika širina primjene (znanstvena, edukacijska, industrijska);
- Pružanje informacija o elementima i strukturi istih;
- Jednostavan za korištenje u slučaju ispravne obuke.

Nedostaci TEM-a su:

- Veliki su i poprilično skupi;
- Potrebne su detaljne pripreme uzorka;
- Mogućnost pojave artefakata uslijed pripreme uzorka;
- Uzorci su limitirani na one koji su transparentni za elektrone, mogu tolerirati vakuum i dovoljno su mali da stanu u vakuumsku komoru;
- Zahtijevaju posebno skladištenje i održavanje;
- Slike su crno-bijele. [11]



Slika 7. Transmisijski elektronski mikroskop [11]

2.4.2. Primjena TEM-a

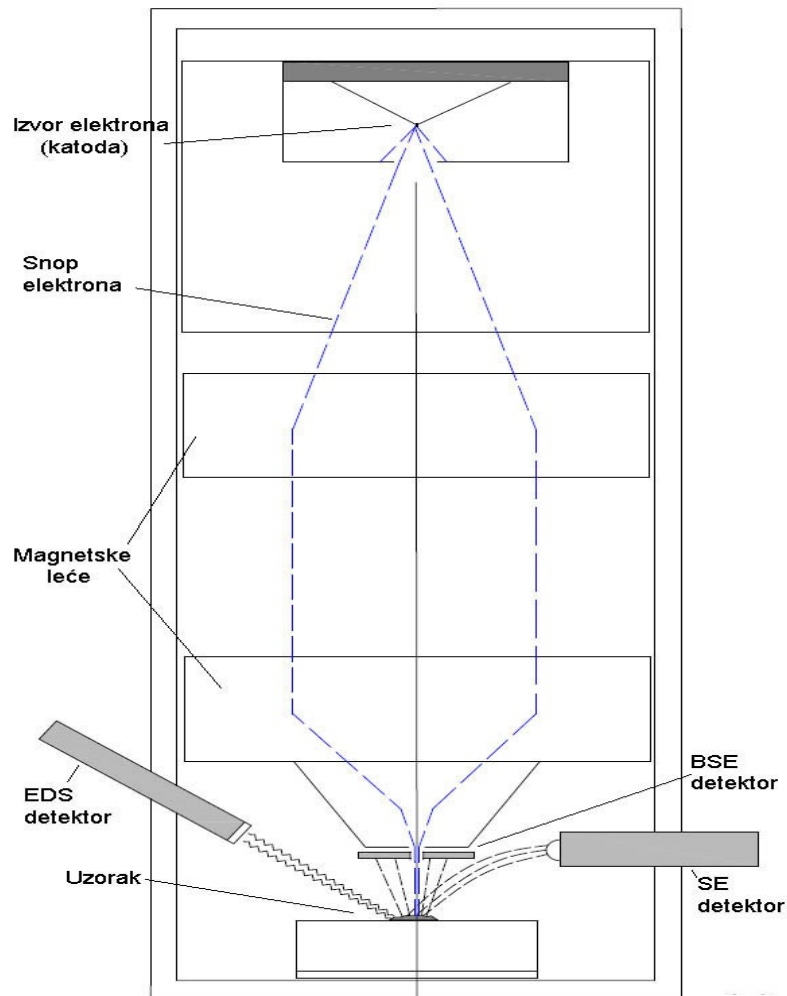
TEM je idealan za niz različitih područja kao što su prirodne znanosti, nanotehnologija, medicinska i biološka istraživanja, istraživanja materijala, forenzičke analize, gemologija i metalurgija, kao i industrija i obrazovanje.

On pruža topografske, morfološke i kompozicijske informacije. Slike nastale TEM-om omogućuju istraživačima da uzorke vide na molekularnoj razini tako da mogu analizirati strukturu i teksturu tvari.

TEM se može koristiti u analizi poluvodiča pa tako i u proizvodnji računalnih čipova. tvrtke koje koriste TEM mogu lakše identificirati nedostatke, lomove i oštećenje na objektima, ti podaci mogu pomoći riješiti probleme, a također su korisni da naprave izdržljiviji i učinkovitiji proizvod. [11]

2.5. Skenirajući elektronski mikroskop (SEM)

Osnove rada skenirajućeg elektronskog mikroskopa sastoje se od skeniranja površine ispitivanog uzorka vrlo precizno fokusiranim snopom elektrona. Uzorak se nalazi na nosaču u komori mikroskopa, a izvor elektrona je katoda smještena u emisionoj komori. Elektroni se ubrzavaju na putu između katode i anode koje se nalaze pod visokim naponom. Elektroni se dalje fokusiraju i usmjeruju pomoću magnetskih leća na površinu uzorka. [12]



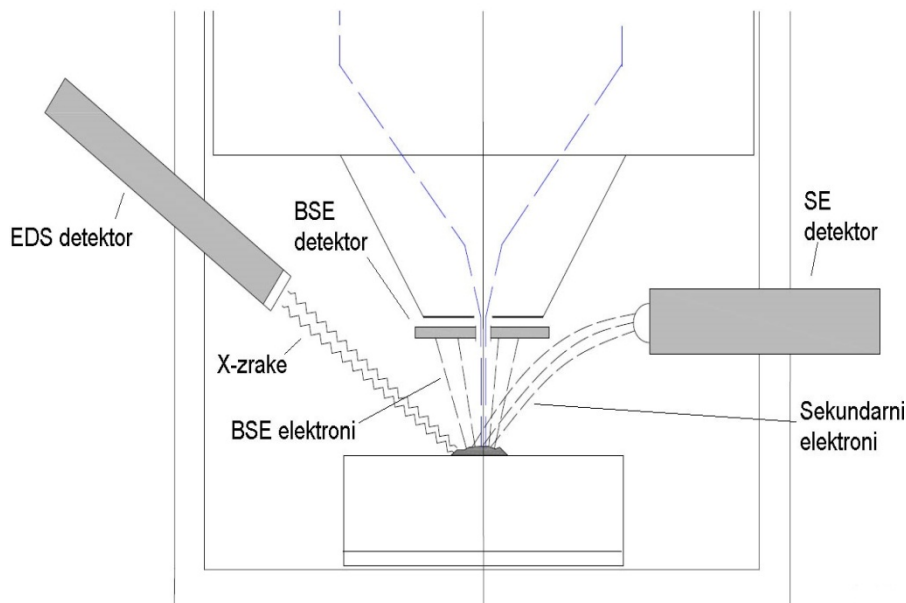
Slika 8. Shema osnovnih elemenata SEM-a [12]

Komora i kolona elektronskog mikroskopa za vrijeme rada nalaze se pod niskom ili visokim vakuumom. Prilikom udara elektrona o površinu uzorka, događaju se razni efekti koje koristimo za dobivanje slike i provođenje analize u SEM-u. [12]

2.5.1. Osnovni tipovi detektora

Skenirajući elektronski mikroskop može koristiti tri osnovna tipa detektora:

- SE (engl. *Scondary Electron*) - detektor sekundarnih elektrona,
 - BSE (engl. *Back Scatter Electron*) - detektor povratnog raspršenja,
 - EDS (engl. *Energy Disperssive Spectrometer*) - energijsko disperzivni spektrometar.
- [12]



Slika 9. Prikaz tri osnovna tipa detektora [12]

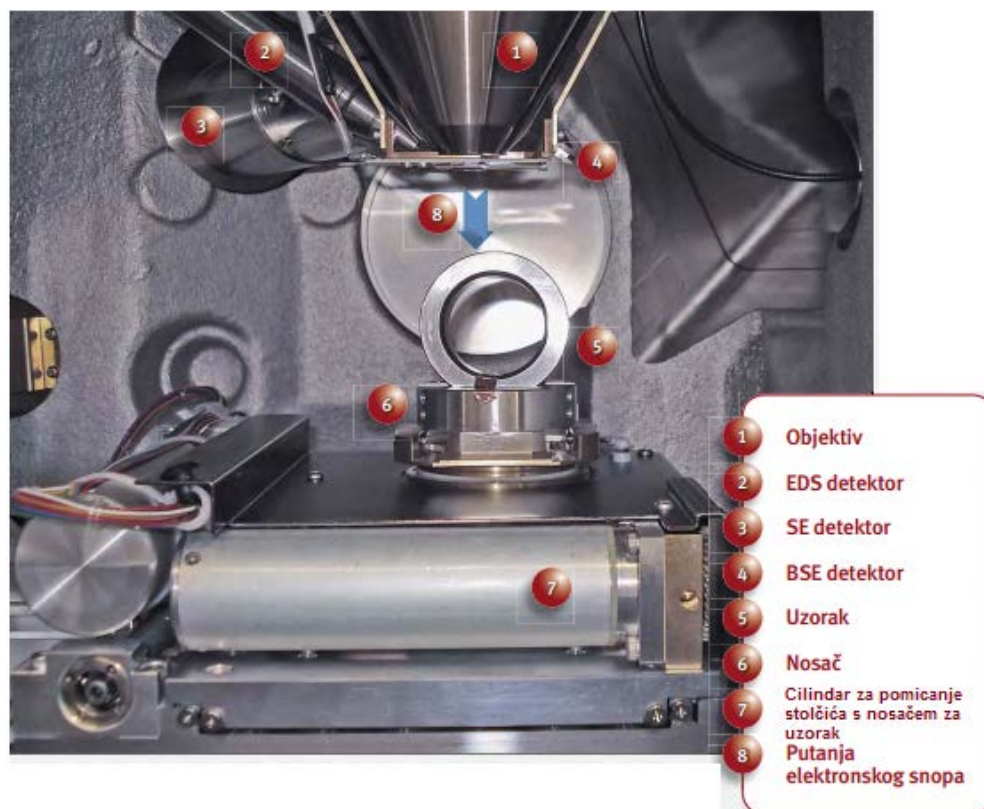
Prilikom sudara s atomskom jezgrom atoma koji grade uzorak, elektron iz elektronskog snopa mikroskopa se može odbiti natrag. Takve odbijene elektrone nazivamo elektroni povratnog raspršenja ili BSE (engl. *Back Scatter Electron*). Njih detektiramo pomoću BSE (engl. *Back Scatter Electron*) detektora povratnog raspršenja. BSE pokazuje uzorak u nijansama sive boje koje odgovaraju atomskim težinama atoma koji izgrađuju uzorak. BSE detektor koristi se za proučavanje razlika u kemijskom sastavu uzorka, a ujedno smanjuje efekte izazvane nakupljanjem elektrona na površini uzorka (nabijanje), pa se uz njegovu upotrebu mogu snimati i uzorci koji nisu električki vodljivi.

Drugi važan efekt koji nam se događa u trenutku sudara elektrona iz snopa i uzorka je izbijanje elektrona iz elektronskog omotača atoma iz uzorka. Te izbijene elektrone nazivamo sekundarni elektroni ili SE (engl. *Secondary Electrons*). SE detektor prikazuje površinu uzorka u velikoj rezoluciji, pa je posebno pogodan za proučavanje morfologije. [12]

Kod izbijanja elektrona iz elektronskog omotača atoma ostaje prazno tzv. vakantno mjesto, koje se popuni elektronom iz druge elektronske ljuske više energije. Prilikom tog skoka elektrona emitira se jedan kvant energije ili X-zraka.

Energija ovako nastalog zračenja karakteristična je za svaki kemijski element. Ovu vrstu zračenja detektira treća vrsta detektora, EDS detektor (engl. *Energy Dispersive Spectrometer*). Ovaj detektor služi za određivanje kemijskog sastava uzorka na temelju X-zraka koje emitira uzorak pod elektronskim snopom mikroskopa. [12]

2.5.2. Komora za uzorke



Slika 10. Unutrašnjost komore SEM-a za uzorke [13]

Na slici je prikazana unutrašnjost komore za uzorke u kojoj je moguće analizirati uzorke veličine do 20x8 cm. Uzorak koji se nalazi u komori je kuglični ležaj presjeka 5-6 cm. Uzorak je fiksiran na nosač ljepljivom bakrenom trakom bez prethodnih priprema i obrada, a s obzirom da je materijal čelik koji je provodan, nije bilo potrebno prethodno napanje zlatom ili ugljikom.

Stoličić se može pomicati u smjeru 5 osi, odnosno moguće je pomicanje uzorka naprijed-nazad, lijevo-desno, gore-dolje, kao i rotiranje i nagnjanje na neku stranu. Kombinacijom rotacije i nagnjanja uzorka, neki objekt je moguće promatrati i analizirati iz različitih projekcija. [13]

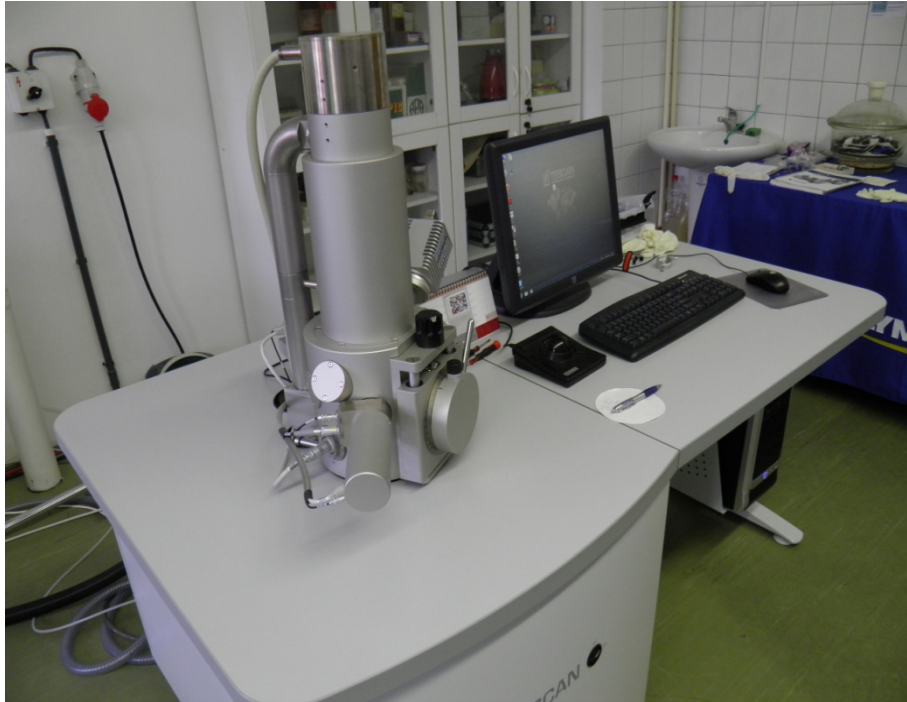
2.5.3. Prednosti i nedostaci SEM-a [2]

Prednosti SEM-a su:

- Rezolucija - sposobnost da se "vide" veoma mali objekti;
- Dubina polja - sposobnost da objekti različite "visine" na uzorkovnoj površini ostanu u fokusu;
- Mikroanaliza - sposobnost da se analizira sastav uzorka;
- Jednostavan je za upotrebu sa "user-friendly" interface-om;
- Većina aplikacija zahtijeva minimalnu pripremu uzorka;
- Generira podatke u digitalnom obliku što je od velike važnosti za prijenos i manipulaciju podataka.

Nedostaci SEM-a su:

- Uzorci moraju biti čvrsti i moraju stati u mikroskopsku komoru;
- Uzorak mora biti stabilan u vakuumu. Tekući uzorci i materijali koji sadrže vodu ne mogu se ispitivati u konvencionalnom SEM-u. Za to se koriste specijalizirani SEM-ovi. Praškasti uzorci moraju se fiksirati na supstrat držača tako da ne zagade SEM komoru;
- Materijali koji nisu vodljivi moraju se montirati na vodljivi uzorak i prevući tankim vodljivim filmom kao npr. Au, Pt, Pd...;
- EDS detektori na SEM-u ne mogu detektirati lake elemente (H, He i Li);
- Potrebna je posebna obuka za upravljanje SEM-om;
- SEM se mora postaviti u prostoriju u kojoj je nema električnog i magnetskog djelovanja, te utjecaja vibracija;
- Mali rizik od izlaganja radijaciji;
- SEM je vrlo skup.



Slika 11. Skenirajući elektronski mikroskop [14]

2.5.4. Primjena SEM-a

Skenirajući elektronski mikroskop je idealan uređaj za snimanje prijelomnih površina svih vrsta materijala (metali, tekstil, prirodni materijali itd.). Njegovom primjenom uspješno ulazimo u svijet bio-, nano- i mikrotehnologije.

Kod SEM-a je moguća i analiza kemijskog sastava prijelomne površine registriranjem rendgenskog zračenja prijelomne površine. [15]

Najčešća primjena SEM-a:

- Područje tekstilne znanosti - istraživanje vlakana i tekstilnih materijala; [15]
- Forenzika - analiza tragova pucanja (GSR čestica - mikroskopske čestice koje nastaju isključivo kod pucanja i sadrže tri kemijska elementa Ba, Sb i Pb) gdje se utvrđuju i morfološki oblik i kemijski sastav svake pojedine analizirane GSR čestice; [16]
- Strojarsvo - fraktografija (analizom prijelomne površine pokušava se utvrditi uzrok loma); [17]
- Biologija, medicina i stomatologija - promatranje svijeta bakterija i virusa, makromolekula, stanica i mnogih pojedinosti strukture organizma.
- Različite geološke discipline (mineralogija, petrologija, kristalografija, paleontologija);
- Fizika;
- Kemija;

- Elektrotehnika;
- Industrija stakla, keramike i porculana;
- Prehrambena industrija;
- Arheologija i zaštita spomenika kulture itd. [13]



Slika 12. Područja različitih znanosti [13]

3. PRIPREMA UZORAKA

Uzorke za SEM analizu treba najprije očistiti od čestica prašine, vlakana papira, nevezanih ili slabo vezanih čestica u uzorku, zamašćenih dijelova, otisaka prstiju i slično. Oni se čiste u laboratoriju, uglavnom se uranjaju u etanol i nekoliko minuta drže u ultrazvučnoj kadi, a zatim se suše pod običnom lampom. Nakon čišćenja uzorci ne smiju biti dodirivani golim rukama, tj. obavezno je korištenje rukavica. Čišćenje uzoraka je neophodno da ne bi došlo do kontaminacije mikroskopa zamašćenim dijelovima ili nevezanim česticama s uzorka, s obzirom da mikroskop radi u visokom vakuumu koji može "usisati" nevezane čestice ili uzrokovati isparavanje masnoće.



Slika 13. Pribor za pripremu i montiranje uzoraka: aluminijски nosači uzoraka, dvostruko ljepljive ugljikove trake, bakrena traka, pincete [13]

S obzirom da se analiza materijala izvodi pod elektronskim snopom, ispitivani uzorak mora biti provodljiv, kako ne bi došlo do zagrijavanja i naelektriziranosti uzorka. Kako većina nevodljivih materijala ne provodi struju, uzorak je potrebno prethodno nepariti, tj. prekriti tankim slojem (15-20 nm) električki vodljivog materijala.

Naparivanje uzoraka zlatom i/ili paladijem se češće koristi kada se analizom želi postići SE snimka na nepoliranim (neobrađenim) uzorcima, s obzirom da zlato ili paladij daju bolji kontrast slike, bolje se ističu nagibi, pore i druge morfološke karakteristike uzorka. Naparivanje uzoraka ugljikom uglavnom se koristi za polirane površine, kada gotovo ne postoji morfologija uzorka, a ispitivanje se izvodi u svrhu kemijske analize. [13]

Praškasti i sitnozrnati materijali se obično nanose na aluminijski nosač presjeka 1 cm, preko kojeg je zalijepljena dvostruka ljepljiva grafitna traka (provodni materijal). Pojedine praškaste materijale ili koloidne čestice moguće je nanijeti iz otopine, tako što se nanese kap otopine direktno na neki nosač (npr. staklo) i ostavi nekoliko minuta da ispari pod lampom.



Slika 14. Uređaj za neparivanje uzoraka [13]

SEM metoda je uglavnom nedestruktivna. Do djelomične promjene na površini uzorka može doći prilikom neparivanja uzorka vodljivim kemijskim elementima, s obzirom da ovaj električno vodljivi sloj nije moguće u potpunosti ukloniti sa neravnih površina nakon analize. Kada nije dozvoljena nikakva promjena na nekom materijalu (npr. arheološki predmeti, nakit, uzorci koji će biti dalje ispitivani drugim metodama i slično), takav uzorak je moguće analizirati u niskom vakuumu bez prethodnog neparivanja. Uzorci koji nisu stabilni u visokom vakuumu (npr. meka biološka tkiva) također mogu biti analizirani zahvaljujući mogućnosti rada mikroskopa u uvjetima niskog vakuuma. Za pouzdanu kvantitativnu kemijsku analizu neophodno je dobivanje visoko poliranih površina uzoraka, što podrazumijeva djelomično razaranje materijala. [13]

4. EKSPERIMENTALNI DIO

Za ispitivanje uzoraka koristio se skenirajući elektronski mikroskop u Labaratoriju za materijalografiju na Fakultetu strojarstva i brodogradnje - Zagreb, model Tescan Vega 5136 mm, zemlja proizvodnje Češka.

Tehničke karakteristike:

- Mogućnost uvećanja do 60 000 puta.



Slika 15. Skenirajući elektronski mikroskop Tescan Vega [18]

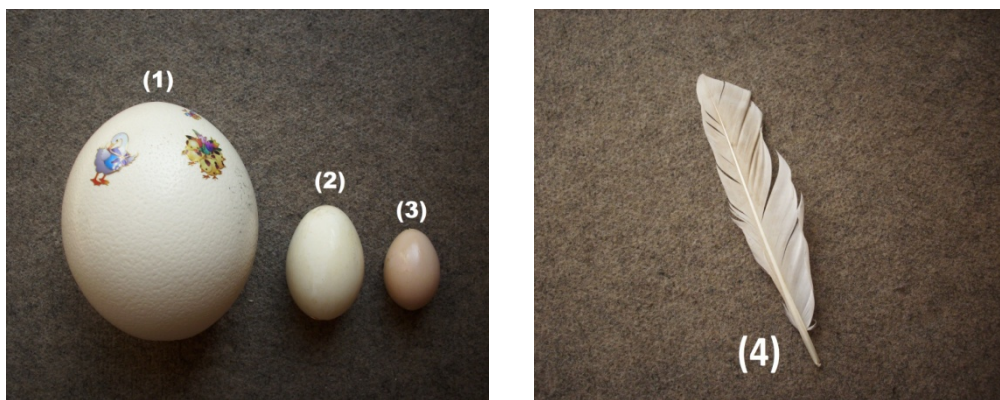
Metoda/način rada:

- Pažljivo pripremljeni uzorak postavlja se u komoru mikroskopa. Usko usmjereni snop elektrona pada na površinu uzorka pri čemu se reflektiraju elektroni visoke energije koji se prikazuje kao varijacija svjetline na katodnoj cijevi. [15]

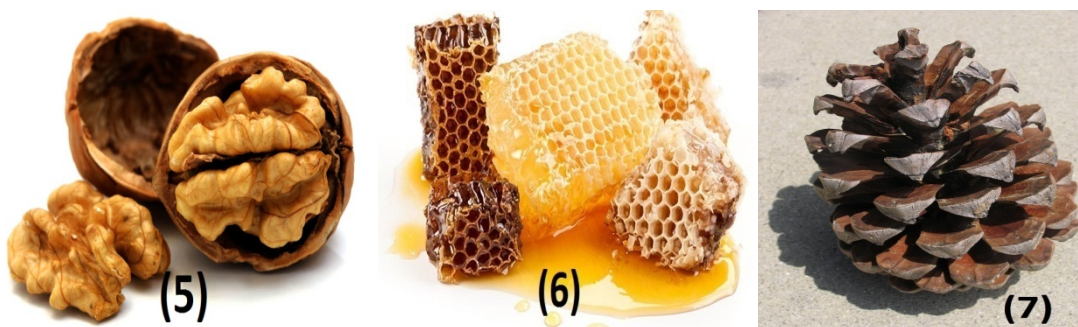
4.1. Vrste uzoraka

Pomoću skenirajućeg elektronskog mikroskopa promatrali smo strukturu prirodnih nevodljivih materijala. Odabrani su uzorci iz vlastitog okruženja:

- Ljuska kokošjeg jajeta
- Ljuska guščjeg jajeta
- Ljuska nojevog jajeta
- Pero od guske
- Ljuska oraha
- Saće od pčela
- Češer



Slika 16. Lijevo: nojevo (1), guščje (2) i kokošje (3) jaje; desno: (4) pero od guske

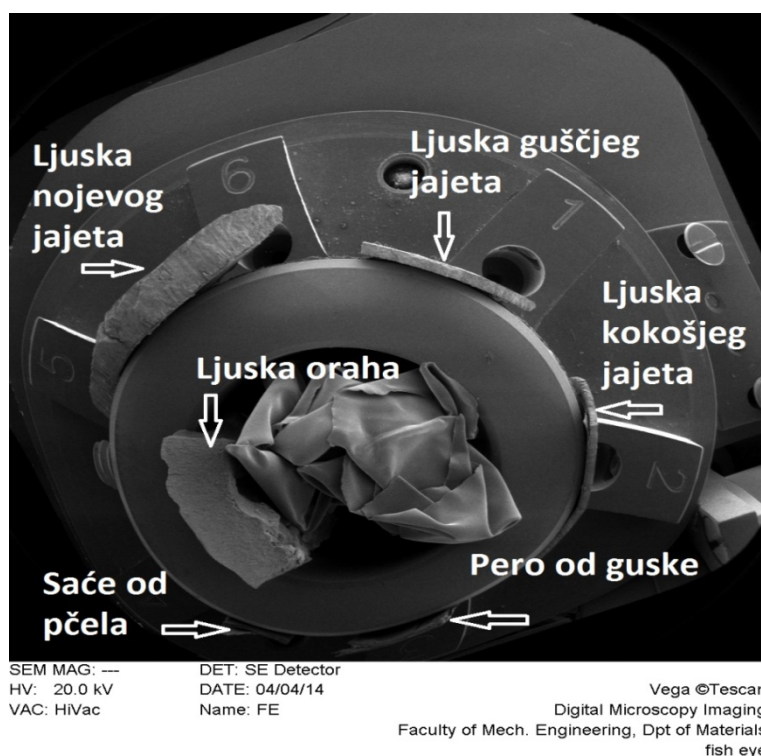


Slika 17. Ljuska od oraha (5), saće od pčela (6), češer (7) [19]

4.2. Priprema uzoraka

Prije snimanja potrebno je pripremiti uzorak. Uzorci se lijepe na ljepljivu električno vodljivu grafitnu traku, te se prema potrebi neparuju ugljikom, zlatom i/ili paladijem na posebno namjenjenom uređaju - neparivalici (Emitec).

Uređaj za neparivanje koristi plinove, 85% Ar i 15% He. Električna vodljivost uzorka je potrebna da bi se izbjeglo nakupljanje naboja na njegovoj površini, a time i značajna degradacija kvalitete slike. Uzorci su napareni tankim slojem Pd i Au, jer omogućavaju vodljivost uzoraka kao i bolji kontrast slike, odnosno vidljiviji su nagibi, pore i druge morfološke karakteristike uzorka.

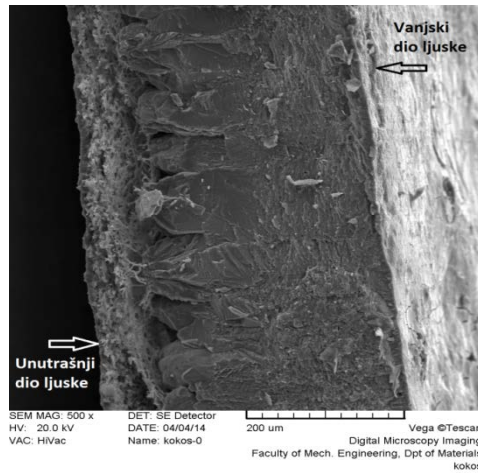


Slika 18. Pripremljeni uzorci na nosaču u komori SEM-a

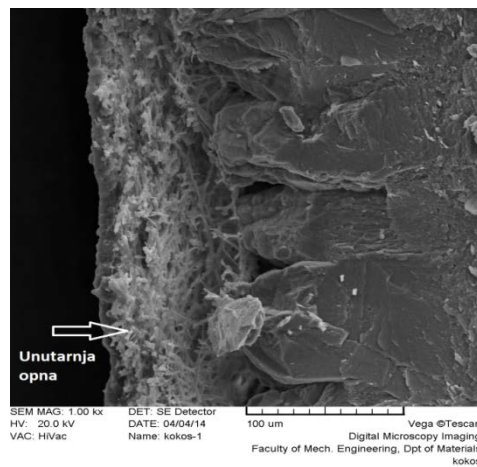
Pripremljeni uzorak na posebnom nosaču stavlja se u komoru mikroskopa na rotirajući stolić koji može istovremeno primiti više uzoraka. Kako se uzorci u mikroskopu nalaze pod vakuumom, postoji opasnost od eksplozije plinskih mjehurića, ako oni postoje u uzorku, te se na taj način može oštetiti mikroskop i uzorak.

4.3. Promatranje strukture uzoraka

Uzorak 1.: Ljuska kokošnjeg jajeta

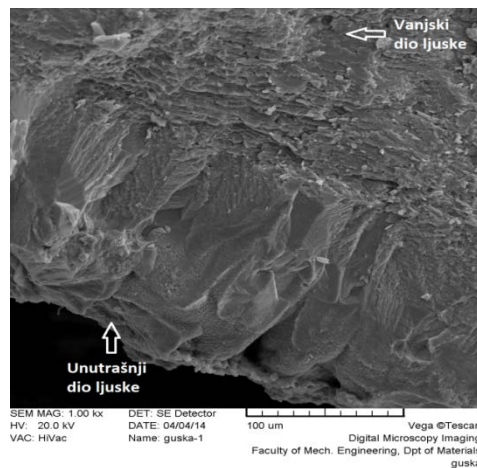


Slika 19. Ljuska kokošnjeg jajeta uz povećanje 500 x

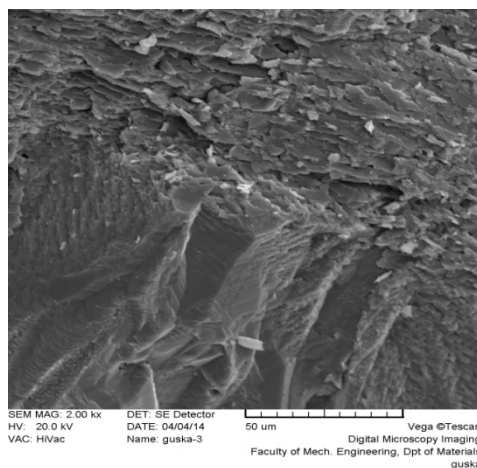


Slika 20. Ljuska kokošnjeg jajeta uz povećanje 1000 x

Na slici 20. se jasno vidi unutarnja opna kokošnjeg jajeta, prekrivena vrlo malim porama. Pore služe kao otvori kanalića kojima je unutrašnjost jajeta vezana za površinu.

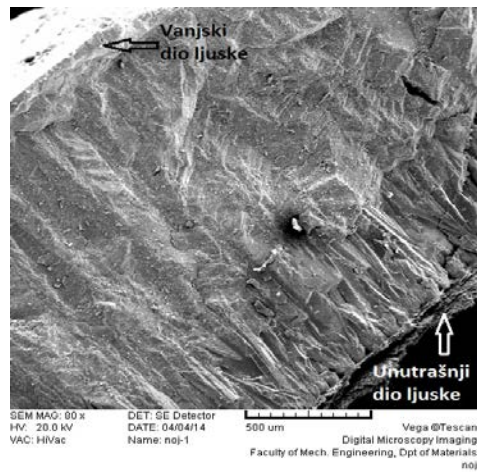
Uzorak 2.: *Ljuska guščjeg jajeta*

Slika 21. Ljuska guščjeg jajeta uz povećanje 1000 x

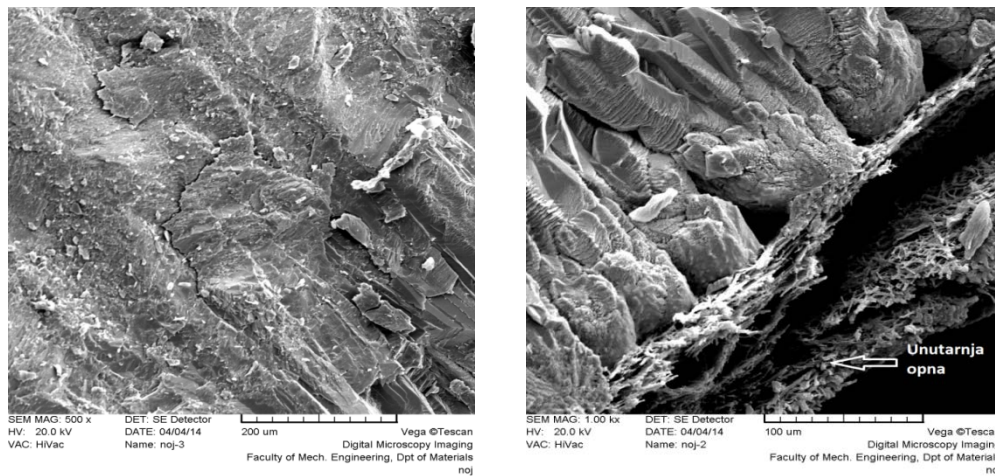


Slika 22. Ljuska guščjeg jajeta uz povećanje 2000 x

Prema unutrašnjosti guščjeg jajeta oblik mikrostrukture je slojevit, dok je prema vanjskom dijelu mikrostruktura sitnija i dugoljasta, te suprotnog smjera.

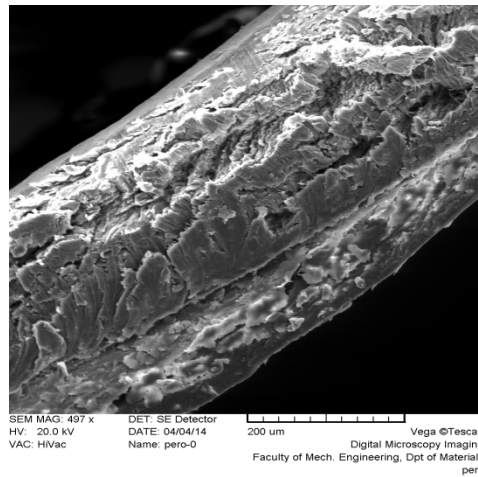
Uzorak 3.: Ljuska nojevog jajeta

Slika 23. Ljuska nojevog jajeta uz povećanje 80 x

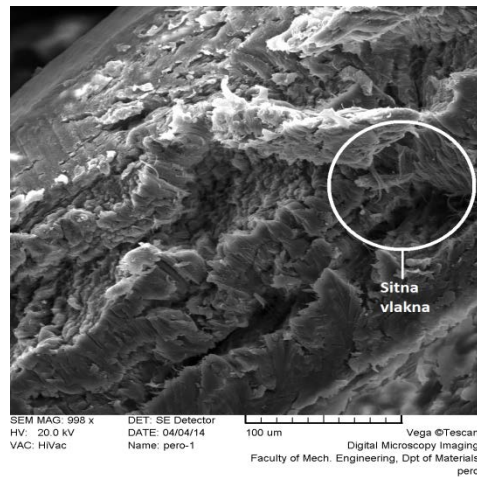


Slika 24. Ljuska nojevog jajeta uz povećanje 500 x (lijevo), unutarnja opna uz povećanje 1000 x (desno)

Kod nojevog jajeta se također jasno vide vrlo male pore na unutrašnjosti ljuske (slika desno), dok je mikrostruktura prema vanjskom dijelu ljuske slojevita (slika lijevo).

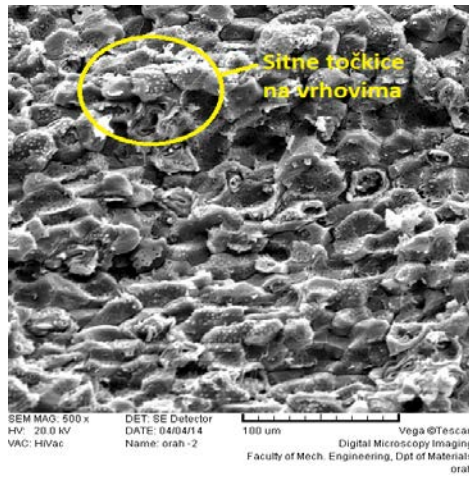
Uzorak 4.: Pero od guske

Slika 25. Pero od guske uz povećanje 500 x



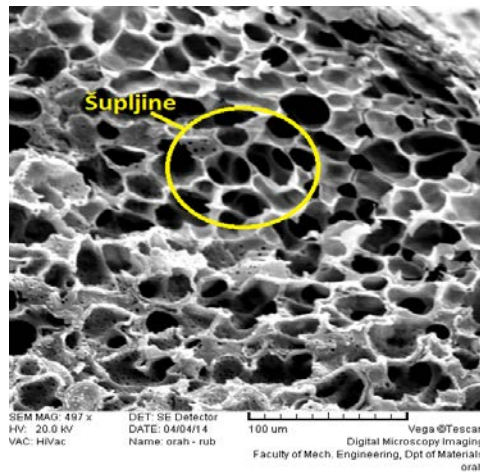
Slika 26. Pero od guske uz povećanje 998 x

Mikrostruktura gušćjeg pera je slojevita, a svaki od slojeva u sebi sadrži sitna vlakna, što se jasno vidi na slici 26.

Uzorak 5.: Ljuska oraha

Slika 27. Ljuska oraha uz povećanje 500 x

Ljuska oraha nam pokazuje kompaktnu mrežastu mikrostrukuturu, a na samim vrhovima nalaze se sitne točkice.

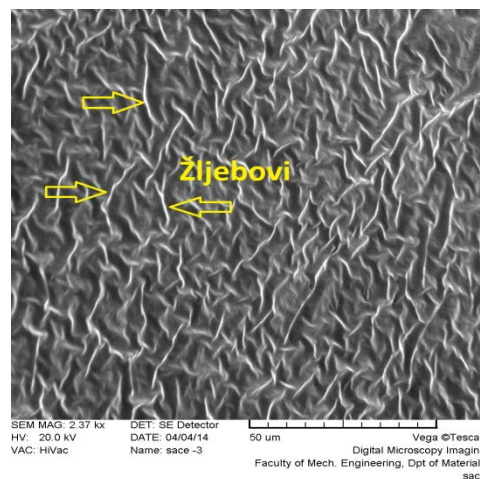


Slika 28. Rub ljuške oraha s unutarnje strane uz povećanje 500 x

Na unutarnjem rubu oraha jasno se vide male šupljine (slika 28).

Uzorak 6.: Saće od pčela

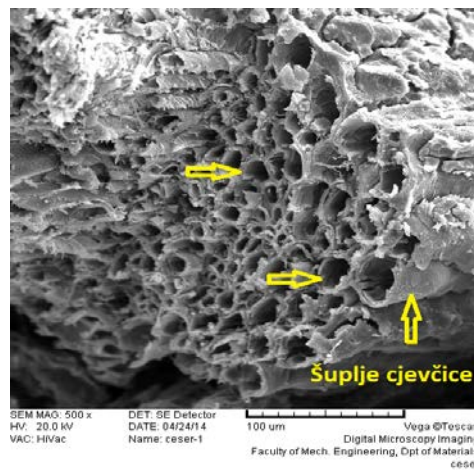
Slika 29. Presjek saća od pčela uz povećanje 500 x



Slika 30. Saće od pčela uz povećanje 2370 x

Kod saća od pčela vidljivi u sitni žljebovi po čitavoj strukturi.

Uzorak 7.: Češer



Slika 31. Ljuska češera uz povećanje 500 x

Kod češera mikrostruktura je u obliku horizontalno naslaganih šupljih cjevčica.

5. ZAKLJUČAK

Slike uzoraka prikazuju raznolik izgled mikrostrukture, od sitnih pora i dugoljastih slojeva kod ljuski kokošjeg, guščjeg i nojevog jajeta, kompaktne mrežaste mikrostrukture kod oraha i horizontalnih šupljih cjevčica kod češera, te žljebova u mikrostrukтури saća od pčela i sitnih vlakana u mikrostrukтури guščjeg pera.

Analizom prijelomnih površina uočeno je da mikrostruktura umjetnih ili sintetskih materijala oponaša mikrostrukturu prirodnih materijala.

U današnje vrijeme sve je veća primjena biomimetike - oponašanja prirode i prirodnih pojava. Priroda je inspirirala znanstvenike da se uključe u istraživanja i rješavanja problema, te proizvodnju materijala koji se koriste u gradnji (arhitekturi) i izradi strojeva, proizvodnji ambalaže, energije i hrane, transportu itd.

Čovjek se dosta udaljio od prirode, ali napretkom tehnologije ponovno shvaća da treba još mnogo toga naučiti iz prirode i da se u njoj kriju rješenja za suvremene probleme. Zadaća koju čovjek treba naučiti iz prirode jest put k održivom razvoju.

SEM je postao važan znanstveni instrument za široko područje primjene. Razumijevanje uloge SEM-a za znanost rezultat je mogućnosti kombiniranja značajnih povećanja s velikom dubinom, rezolucijom i mikroanalizom uzoraka.

6. POPIS LITERATURE

- [1] <http://prezi.com/lwrf-on38odm/elektronski-mikroskop/>
- [2] http://www.pmf.unsa.ba/fizika/images/nastavni_materijali/EMUMF/SEM.pdf
- [3] <http://www.metris-research.com/index.php?id=53>
- [4] <http://www.directindustry.com/prod/carl-zeiss-microscopy/field-emission-microscopes-variable-pressure-scanning-sem-electronic-ultra-field-emission-scanning-fe-20796-961909.html>
- [5] <http://www.phy.pmf.unizg.hr/~atonejc/3-3%20Povrsinske%20metode.pdf>
- [6] <http://www.irb.hr/Gospodarstvo/Usluge-i-ekspertize/Mikroskop-atomskih-sila-nanoskop>
- [7] <https://sjhsr.wikispaces.com/AFM>
- [8] http://www.hk-phy.org/atomic_world/stm/stm01_e.html
- [9] [http://www.riteh.uniri.hr/zav_katd_sluz/zvd_kons_stroj/katedre/konstruiranje/kolegiji/MEMS/m\(n\)ems_materijali/M\(N\)EMS8.pdf](http://www.riteh.uniri.hr/zav_katd_sluz/zvd_kons_stroj/katedre/konstruiranje/kolegiji/MEMS/m(n)ems_materijali/M(N)EMS8.pdf)
- [10] <http://www.enciklopedija.hr/Natuknica.aspx?ID=17657>
- [11] A. Martinović, M. Vuglec „Mikroskopija 1 - TEM i primjeri“, seminarski rad, Zagreb 2013.
- [12] [http://www.geosvijet.com/Skenirajuci%20Elektronski%20Mikroskop%20\(SEM\)%20i%20EDS.htm](http://www.geosvijet.com/Skenirajuci%20Elektronski%20Mikroskop%20(SEM)%20i%20EDS.htm)
- [13] <http://www.rgf.bg.ac.rs/semlab/brosura%20SEM%20LAB.pdf>
- [14] <http://fortech.zcu.cz/index.php?page=labs&lang=en>
- [15] http://tekstil.hist.hr/show_rad.php?radid=1129
- [16] G. Mršić, S. Žugaj „Analiza GSR čestica upotrebom elektronskog mikroskopa (SEM/EDX)” (stručni članak), Zagreb 2007.
- [17] M. Franz „Fraktografija“, predavanja
- [18] <http://www.tescan.com/en/products/vega-sem/vega3-sb>
- [19] <http://biljke-kao-lijek.blogspot.com/2013/08/prirodni-med-i-biljni-pripravci-s-medom.html>