



Laboratorní práce:

SEM analýza materiálů pro pokročilou energetiku

Cíl práce:

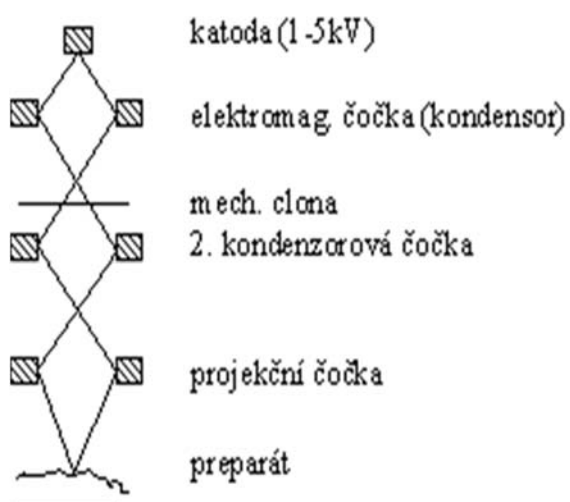
Popis vzorků kovových materiálů pro specifické průmyslové a energetické aplikace pomocí analýzy na metalografickém mikroskopu a stereomikroskopu.

Teoretický úvod

Skenovací elektronový mikroskop (SEM, někdy též řádkovací elektronový mikroskop)

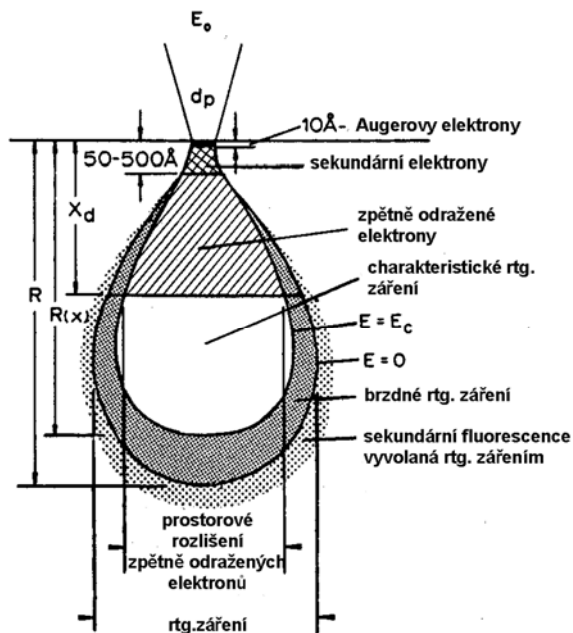
Působením urychleného primárního elektronového svazku na vzorek (ve směru řádek po řádku) dochází k ovlivnění tvaru oblasti pod povrchem vzorku. Zde se začínou náhodně pohybovat primární elektrony (pružný a nepružný rozptyl). Na základě svého chaotického pohybu generují signály, jejichž matematickou úpravou lze získat informace o povrchu vzorku. Zkoumaný vzorek je deponován na substrát, je-li vzorek elektricky nevodivý, je nutné jej pokovit.

Rastrovací elektronový mikroskop pracuje tak, že na vzorek dopadá tenký svazek elektronů, který dopadá postupně na všechna místa vzorku. Odražený (emitovaný) paprsek se převádí na viditelný obraz.



Mech. clona - vybírá pouze část elektronů, které dopadnou na preparát.

Projekční čočka - způsobí, aby zaostřený svazek elektronů dopadl na preparát.



Rozlišujeme čtyři skupiny elektronů opouštějící povrch vzorku:

- **zpětně odražené elektrony** - poskytují informaci o topografii (reliéfu) vzorku a o materiálovém složení. Jejich rozlišovací schopnost je 50-200nm.
- **sekundární elektrony** - poskytují informaci převážně topografickou. Rozlišovací schopnost je 5-15 nm.
- **augerovy elektrony** - jsou vyráženy z materiálu a zjištěním jejich energie lze provádět prvkovou (kvalitativní) analýzu.
- **primární elektrony** - detekují se jako u transmisního elektronového mikroskopu (0,5 nm).

Dále pak můžeme detekovat i RTG záření nebo i viditelné světlo, což nám umožní získat další informace o zkoumaném vzorku.

Pracovní postup

1. Příprava vzorků – základní stavy a předexponované vzorky materiálů určených pro vysokoteplotní průmyslové aplikace změřte a zvažte.
2. Vzorky pokovit – pro zvýšení povrchové vodivosti. Vzorek se pokryje tenkou (10-20nm) vrstvou kovu (Au, Pt, Pt + Pd) → odvede se přebytečný náboj. Pokovit lze vzorek: - vakuovým napařováním - iontovým napařováním – impregnace



NÁVODY PRO LABORATOŘE ENERGETIKY

3. Zapnutí mikroskopu a příprava pro měření dle instrukcí vedoucího práce. Umístění vzorku do měřicí komory, kontrola hodnot vakua, nastavení pozice vzorku, nastavení zvětšení a doostření obrazu, skenovací rychlosti atd.
4. Fotodokumentace povrchu o definovaném zvětšení.

Vyhodnocení výsledků

Proveďte popis vzorků dle pořízené fotodokumentace a změřte základní rozměry pozorovaných struktur.

Literatura

Šebestová H. Základy přípravy vzorků pro optickou metalografii (studijní text k předmětům SLO/ZNM2 a SLO/BTM2); dostupné na:

<https://fyzika.upol.cz/cs/system/files/download/vujtek/texty/znm2-1.pdf>

Novák, P. Korozní inženýrství; Ústav kovových materiálů a korozního inženýrství, VŠCHT v Praze: Praha, 2002. dostupné na:

http://www.vscht.cz/met/stranky/vyuka/labcv/korozni_inzenyrstvi_se/koroze/s_iproje.htm (accessed Sept 17, 2013).

Kopecká J. Elektronová mikroskopie, VŠCHT Praha. dostupné na:

<https://fchi.vscht.cz/files/uzel/0010367/EM.pdf?redirected>

Soubusta J. Elektronová mikroskopie transmisní a rastrovací; dostupné na:

http://jointlab.upol.cz/~soubusta/OSYS/El_mikr/El_mikr.html

Návody zpracovala:

Ing. Jana Petrů

2018