

Havancsák Károly, Dankházi Zoltán
ELTE Anyagfizikai Tanszék

PÁSZTÁZÓ ELEKTRONMIKROSKÓPIA

1. BEVEZETÉS

A hagyományos optikai mikroszkóp felbontóképessége a diffrakciós korlát miatt optimális esetben sem jobb (200 – 300) nm-nél. A 20. század elején a tudomány fejlődése azonban ennél jobb felbontást igényelt, és ekkorra már a technikai feltételek is adottak voltak az elektronmikroszkópok kifejlesztéséhez. A fejlesztések két irányban indultak el. Ennek eredményeként 1933-ban működni kezdett az első transzmissziós elektronmikroszkóp (TEM), amely az optikai mikroszkóphoz hasonló, párhuzamos képképzés elvét használja. A másik irány a pásztázó technika elvét alkalmazza, amely a soros, pontról-pontra létrehozott képképzést használja.

Az első pásztázó elektronmikroszkópot (scanning electron microscope = SEM) Max Knoll hozta létre 1935-ben. Az első kereskedelmi pásztázó elektronmikroszkóp azonban csak az 1960-as években jelent meg. A nehézségeket elsősorban a pontos pásztázó elektronika létrehozása jelentette. Azóta a SEM rendkívül elterjedt eszközzé vált, több tízezer példány működik szerte a világon. A népszerűség oka egyrészt az, hogy a vizsgálható minta előkészítése viszonylag egyszerű, vékonyítást nem igényel. Másrészt, bár jobbára csak a minta felületének közeléből kapható információ, a legjobb mikroszkópokkal szerkezeti, topografikus és összetelbeli adatokat is nyerhetünk.

Mielőtt rátérnénk a pásztázó elektronmikroszkóp működési elvének ismertetésére, nézzük meg, hogy az elektronnyaláb és az anyagminta találkozásakor milyen hatások várhatók.

Az elektron-anyag kölcsönhatás során keletkező „termékeket” az 1. ábra mutatja.

Előre szórt elektronok. Nincs energiaveszteség, nincs irányváltozás. Az elektronok többsége ilyen. A transzmissziós elektronmikroszkópiában a világos látóterű (bright-field) képhez felhasználható.

Rugalmatlanul szóródó elektronok. Kis energiaveszteség, kis szögben szóródás. Felhasználható: elektron energiaveszteség spektroszkópiában és speciális képalkotásra.

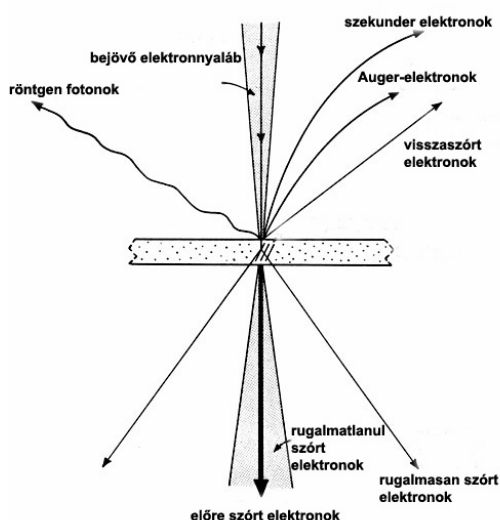
Rugalmasan szóródó elektronok. Nincs energiaveszteség, az irányváltozás *fok* nagyságrendű. Kristályos anyag esetén az irányt a Bragg-törvény szabja meg. TEM diffrakció, TEM sötét látóterű kép (dark field), és a nagyfelbontású elektronmikroszkópia (high resolution electron microscopy = HREM) használja.

Szekunder elektronok. A minta nyaláb felőli oldalán keletkeznek. Elsősorban gyengén kötött, külső héjon lévő elektronoktól erednek, amelyeket a nyaláb kiüt a helyükről. Összegyűjtve topografikus (felületi) információt adnak a pásztázó elektronmikroszkópiában.

Visszaszórt (backscattered) elektronok. Az eredeti nyalábból rugalmas és rugalmatlanul szórás szenvedett elektronok. Képzőképzésre felhasználható a pásztázó elektronmikroszkópban.

Röntgen-fotonok. Az elsődleges elektronnyaláb hatására belső héjon elektron vakancia keletkezik. A betöltődés során röntgen foton távozik. Kémiai összetétel meghatározásra használható. Az analitikus elektronmikroszkópiában a legáltalánosabban használt jel. Sok pásztázó elektronmikroszkópba is beépítenek röntgen detektort.

Auger-elektronok. Az elektron nyaláb a minta atomjának belső héjáról elektront lök ki, majd az elektronhiány magasabb héjról betöltődik. A betöltődés során energia szabadul fel, amely átadódik általában egy magasabb nívón elhelyezkedő elektronnak, amely távozik az atomból. Ez az Auger-elektron, amelyet az Auger-elektron spektroszkópia használ, és a minta kémiai összetételéről ad információt. Elsősorban felületvizsgálatra használható. A pásztázó elektronmikroszkópok általában nem tartalmazzanak Auger-elektron detektort.



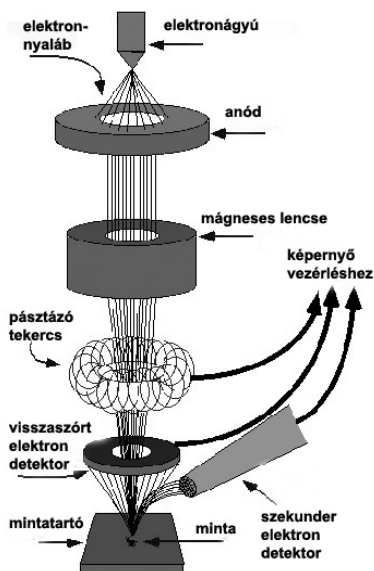
1. ábra. Az elektron-anyag kölcsönhatás termékei

A legtöbb pásztázó elektronmikroszkópban vastag mintát használunk, ezért ilyen esetben a minta mögött megjelenő „termékekkel” nem kell számolnunk. Ma már van a pásztázás elvét alkalmazó transzmissziós

elektronmikroszkóp (scanning transmission electronmicroscope = STEM) is, ezzel azonban itt nem foglalkozunk.

2. A PÁSZTÁZÓ ELEKTRONMIKROSKÓP FELÉPÍTÉSE

A mikroszkóp fontosabb egységei: elektronforrás, objektív lencse, pásztázó tekercesek, detektor(ok), mintatartó. A pásztázó elektronmikroszkóp felépítése az alábbi képen látszik.



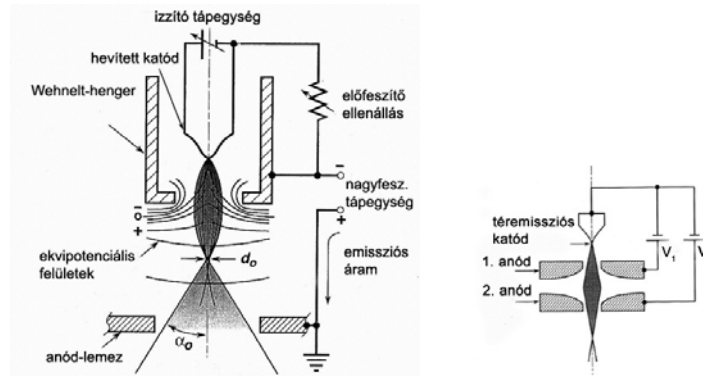
2. ábra. A pásztázó elektronmikroszkóp felépítése

Az elektronmikroszkópokban az elektronok forrása az elektronágyú. Az elektronágyúban az elektronokat szolgáltató katód kétféle lehet:

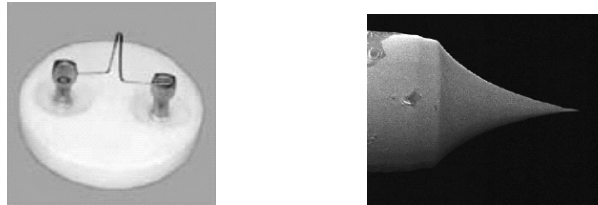
1. Izzókatódos, amelynek anyaga volfrám (W) vagy lantán-hexaborid (LaB_6). Az izzókatódos forrás vákuumigénye ($10^{-3} - 10^{-5}$) Pa.
2. Téremissziós forrás (field emission gun = FEG), általában W hegygel. Ezt a forrást hidegkatódos forrásnak is szokták nevezni, mivel az elektronokat nem a katód hevítésével, hanem elektrosztatikus térrel nyerjük ki a fém felületéből. A téremissziós forrás vákuumigénye jóval nagyobb $\sim 10^{-8}$ Pa.

Az izzókatódos forrás egyszerűbb, és igénytelenebb, de kisebb intenzitású és rövidebb élettartamú, mint a nagyvákuumot igénylő téremissziós forrás. A korszerű SEM-ekben gyakran termikusan is segített téremissziót alkalmaznak (Schottky-forrás). Ilyenkor a forrás anyaga általában a kis elektron-kilépési energiával rendelkező zirkónium-oxid (ZrO).

A katódból kilépő elektronokat elektromos tér gyorsítja a szükséges energiára. A pásztázó elektronmikroszkópban elektronok maximális energiája általában $E_{\max} = (30 - 40)$ keV. A legtöbb mikroszkópban az elektronok energiája szabályozható.

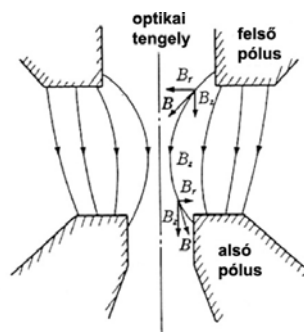


3. ábra. Az izzókatódos és a téremissziós forrás szerkezete



5. ábra. Az izzókatódos (balra) és a téremissziós (jobbra) forrás katódja

A forrásból kilépő nyalábot elektromágneses elven működő lencse fókuszálja. Az elektronmikroszkópokban alkalmazott elektron lencsék a Lorentz-erőhatás alapján működő mágneses lencsék.



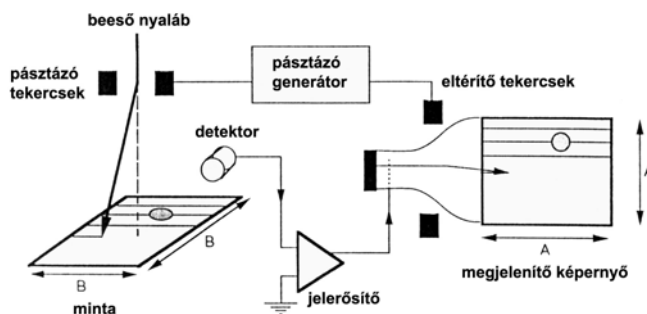
6. ábra. A mágneses tér alakja az elektron-lencsében

A mágneses lencsék képalkotása analógiát mutat a vékony optikai lencsék képalkotásával. Ez az analógia azonban általában csak kis nyalábnyílásszög esetén teljesül ($u \sim 1^\circ$). Az elektronok a lencsében spirális pályán mozognak. A lencse fókusz távolsága az elektromágneses áramával szabályozható. A nagyítástól függően a nyaláb átmérője a mintán az objektív lencse segítségével változtatható. A legjobb mikroszkópok esetén a nyaláb minimális átmérője a mintán ~ 1 nm. A korrekciós mágnesek (stigmator) az objektív lencse asztigmatikus hibáját korrigálják.



7. ábra. Az objektív lencse a pásztázó tekercsekkel, korrekciós mágnesekkel és az apertúrával

A sokszor az objektív lencsével összeépített pásztázó tekercsek segítségével a nyaláb sorról-sorra végigpásztázza a minta felületét. Az elektronnyaláb a mintából különböző „termékeket” vált ki. A SEM-ben általában a szekunder elektronokat (SE), a visszaszórt elektronokat (backscattered electron = BSE) és a röntgen fotonokat használjuk a kép képzésére. A legegyszerűbb pásztázó elektronmikroszkópokban csak szekunder elektron detektor van.

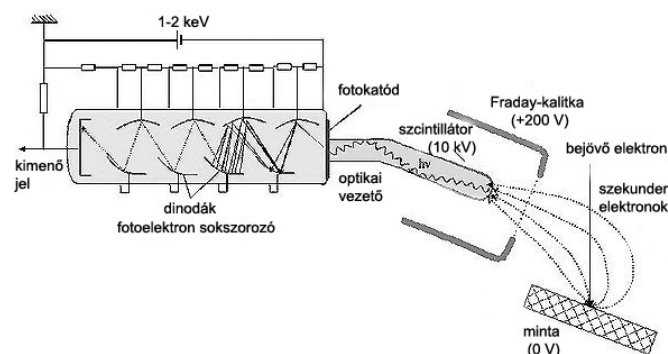


8. ábra. A pásztázó elektronmikroszkóp működésének elve

A minta felületét pásztázó elektronnyalábot a pásztázó generátor vezérli. Ugyanez a generátor vezérli pontról-pontra a képernyő pontjainak aktiválását. A nyaláb által kiváltott elektronok vagy röntgen fotonok intenzitását az adott termékre érzékeny detektor érzékeli. A detektorok jele

modulálja a megjelenítő képernyő pontjainak intenzitását. Ha a minta felületének emissziója megváltozik, akkor ez a változás látszik a képernyőn.

A legegyszerűbb pásztázó elektronmikroszkópokban csak szekunder elektron detektor van. A SEM-ben leggyakrabban használt szekunder elektron detektor az un. Everhard–Thornley-detektor, amelynek vázlatát az alábbi ábra mutatja.



9. ábra. Az Everhard–Thornley-detektor felépítése

Az Everhard–Thornley-detektor működése röviden a következő. A bejövő elektron a mintából kiváltja azokat a „termékeket”, amelyeket a fentiekben már felsoroltunk. Ezek közül a szekunder elektronok viszonylag kis energiájúak (5-10 eV), ezért ezeket könnyű eltéríteni és pozitív feszültséggel (+ 200 V) összegyűjteni. Ezt a gyűjtőfeszültséget rácsszerű Faraday-kalitkára kötjük. A kalitkába a rácson keresztül bejutó elektronokat + 10 kV feszültség felgyorsítja, majd szcintillátor anyagba csapódva optikai fotonokat (kék) váltanak ki. Az így keletkező fényt fényvezetővel fotoelektron sokszorozóra (photomultiplier tube = PMT) vezetjük, amely már általában a mikroszkóp oszlopán kívül helyezkedik el. A PMT-n belül a fotonok hatására a fotokatódból kiváltott elektronok a dinodákon sokszorozódnak. A cső kimenetén megjelenő áramimpulzus feszültségimpulzussá alakítható, amely azután vezérli a képképző nyalábot. Az Everhard–Thornley-detektor legfontosabb jellemzői:

1. nagy érzékenység,
2. széles dinamikus tartomány (7-8 nagyságrend),
3. kis holtidő,
4. nagy sáv szélesség, tehát gyorsan változó jelek feldolgozhatók,
5. a vákuum-atmoszféra változást jól viseli.

A visszaszórt elektronok és a röntgen fotonok detektálására általában speciális félvezető detektorokat használnak. Ezek többnyire opcionális

tartozékai a mikroszkópoknak. Mivel a laborban használt mikroszkóp ilyen detektorokkal nem rendelkezik, ezért ezek ismertetésére itt nem kerül sor.

3. MINTA ELŐKÉSZÍTÉSE

A pásztázó elektronmikroszkópos mintával szemben támasztott követelmények a következők:

1. Elektromos vezető mintára van szükség, máskülönben a rávitt elektronok miatt töltés halmozódik fel a mintában. Az így felhalmozott töltés torzítja a képet, különösen a szekunder elektronokkal létrehozott kép esetében. Ha a minta eleve vezető, akkor elegendő vezető ragasztóval rögzíteni a földelt mintatartó asztalhoz. A rögzítés céljára kaphatók szén vagy ezüst paszták, amelyek elektromosan vezetnek, rögzítik a mintát, ugyanakkor viszonylag egyszerűen megoldható az eltávolításuk is. Rögzítés céljára kapható kétoldalasan ragasztós vezető szalag is.

Ha a minta szigetelő (pl. biológiai minták), akkor vékony vezető réteggel szokás bevonni a felületet. Ez a réteg általában arany vagy szén, amelyet párologtatással lehet a felületre felvinni. A szén előnye, hogy a C atomok kevesebb elektront tartalmaznak, és ez a röntgen analízis esetén előnyös, mert kisebb röntgen háttérrel eredményez. Fontos, hogy a vezető réteg egyenletes vastagságú és minél vékonyabb legyen. A felvitt réteg további előnye, hogy általában megnöveli a felületről távozó szekunder elektronok hozamát, ezzel növeli a kép fényességét, sőt a felbontást is.



10. ábra. Vékony aranyréteggel bevont légy előkészítve SEM mérésre

Van más megoldás is nem vezető minták vizsgálatára. Elsősorban biológiai minták és nano-objektumok vizsgálatára speciális pásztázó elektronmikroszkópot fejlesztettek ki. Ez az ún. környezeti pásztázó elektronmikroszkóp (environmental SEM = ESEM), amelyben a minta nem vákuumban van, hanem néhány száz Pa nyomáson. Az elektronnyaláb által ionizált gáz képes semlegesíteni a felületre jutó töltést, ugyanakkor sokszorozza a detektorba jutó szekunder elektronokat is. Ilyen mikroszkóp-

ban általában téremissziós elektronágyút használnak, amely alacsony gyorsító feszültséggel működik. Megfelelően kiképzett apertúra, és differenciális elszívás biztosítja, hogy a mikroszkóp oszlopban különböző helyeken különböző nyomás legyen, azaz biztosítva legyen a forrás és a lencsék helyén a szükséges vákuum. Az ilyen berendezések a 20. század utolsó évtizedében terjedtek el.

2. A minta a legtöbb elektron-mikroszkópban vákuumban van, tehát el kell viselnie a vákuumot. Folyadékot (legtöbbször vizes oldatot) tartalmazó biológia minták (sejtek, szövetek, rovarok stb.) nem viselik el a vákuumot. Az ilyen mintákat a mikroszkópba helyezés előtt megfelelő eljárással ki kell szárítani, vagy folyékony nitrogénben le kell hűteni. A lehűtött mintát hűtött mintatartó asztalon lehet vizsgálni.

3. A mintának el kell viselnie az elektron besugárzást. A keV energiájú elektronok besugárzása változásokat idézhet elő a mintában. Az erre érzékeny minták esetében ezek a változások roncsolódást jelentenek. Vannak olyan változások, amelyek kevésbé szembetűnőek, de az eredmények értékelése során lehetőségüket nem szabad figyelmen kívül hagyni. Az elektronnaláb energiájának és intenzitásának csökkentésével csökkenthető az ilyen hatás, bár ez általában a kép minőségének romlásával jár.

4. A vizsgálat során a minta felületét képezzük le. A felület kialakítása határozza meg elsősorban azt, hogy mit látunk a mikroszkópi képen. Az olyan minták esetében, amelyek felületi topográfiáját vizsgáljuk legfeljebb a felület tisztítására van szükség. A tisztítást általában ultrahangos fürdőben oldószerezrel (alkohol, aceton) végezzük. A másik lehetőség a plazmás tisztítás. Az ilyen berendezésben nagyenergiájú plazma tisztítja meg a felületet a szennyeződésektől.

Más esetben a minta belső szemcseszerkezetére, textúrájára vagy összetételére vagyunk kíváncsiak. Fémek, félvezetők, geológiai minták esetében ilyenkor a felület megmunkálására van szükség. Első lépésként általában fűrészdarabolással kialakítjuk a megfelelő mintaméretet. Ezt követően a vizsgálandó felületet csiszoljuk (pl. különböző finomságú, SiC részecskékkel borított csiszolóvászonnal). A csiszolást polírozás követi (pl. Al_2O_3 vagy gyémánt port tartalmazó szuszpenzióval). A végső polírozást általában SiO_2 kolloid oldattal végezhetjük.

A mechanikai polírozáson kívül vannak más polírozási eljárások is. Ezek közül a hagyományos eljárás az elektropolírozás, ahol megfelelő oldatban, elektromos áram hatására válik egyre simábbá a vizsgálandó felület.

Korszerűbb eljárás a fókuszált ionsugaras eljárás (focused ion beam = FIB). Az ionsugaras berendezés alkalmas a megfelelő vizsgálandó felület kialakítására, különösen mélyebb rétegek feltárására, keresztmetszeti (cross-section) minták készítésére. A FIB eszközben általában néhány keV energiájú Ga ionok végzik a felület irányítható megmunkálását. A

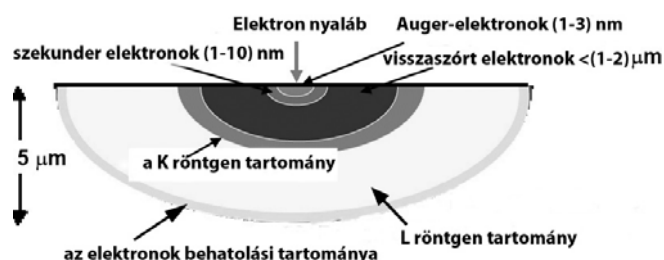
kereskedelemben kaphatók olyan SEM berendezések, amelyek beépítve tartalmazzák az ionsugaras berendezést. Az ilyen eszközökben megmunkálás közben megfigyelhető annak eredménye.

4. A SEM PARAMÉTEREI

A SEM legfontosabb paramétere a hely szerinti felbontás. A felbontást első közelítésben két tényező befolyásolja: a nyaláb mérete a mintán és a nyaláb-minta kölcsönhatási térfogat. A mai legkorszerűbb berendezéseken is mindkét paraméter nagyobb, mint az atomok közötti távolság, ezért a SEM-mel atomi felbontás nem érhető el.

A nyaláb mérete a mintán az objektív lencsével állítható be. 2009-ben a legkorszerűbb SEM eszközökben a minimális nyaláb méret (0,5-1) nm közötti érték.

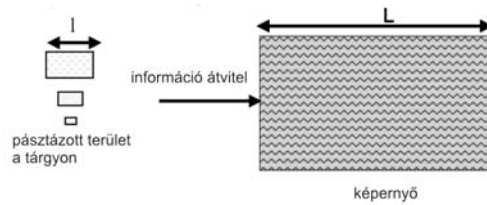
A kölcsönhatás térfogat függ az elektronnyaláb energiájától és a kiváltott „termék” fajtájától. A minta felület közeli rétegeiből kiváltott „termékek” különböző energiájúak, és ezért különböző mélységből és különböző térfogatból származnak. Az elektronnyaláb átmérője mellett ez az, ami a felbontást meghatározza. A 11. ábrán is látszik, hogy a SEM-ben általában képképzésre felhasznált termékek közül a szekunder elektronok 1-10 nm mélységből származnak (a nyaláb energiájától függően). Ezért a legnagyobb felbontás a szekunder elektron képpel érhető el.



11. ábra. A elektron nyaláb által kiváltott termékek különböző mélység tartományokból hoznak információt

A felbontás határa szekunder elektron kép esetén a jobb eszközökben általában 1-10 nm közötti.

A mikroszkópiában használt másik fontos paraméter a nagyítás. A pásztázó elektronmikroszkóp nagyítását lényegében geometriai viszonyok határozzák meg.



12. ábra. A SEM nagyításának elve

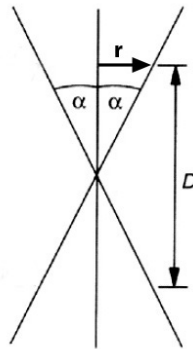
$$N = \frac{L}{l}.$$

A maximális nagyítás:

$$N_{\max} = \frac{\text{képernyő pixelméret}}{\text{nyaláb mérete a mintán}} = \frac{H}{nd},$$

ahol H a képernyő mérete, n a képernyő pixelpontjainak száma, d az elektronnyaláb minimális átmérője. Ez a kifejezés elsősorban a szekunder elektron képre igaz, hiszen visszaszórt elektronok esetén a gerjesztett térfogat jóval nagyobb, mint a nyaláb átmérője. Pl. $L = 40$ cm, $n = 10^3$ és $d = 1$ nm esetén $N_{\max} = 4 \cdot 10^5$. A jobb SEM eszközökben a nagyítás $10 - 5 \cdot 10^5$ között változtatható.

A pásztázó elektronmikroszkóp esetében fontos paraméter még a mélységélesség. D mélységélesség elsősorban a nagyítástól függ.



13. ábra. A mélységélesség számolás elve

$$D = \frac{2r}{\alpha}$$

A 13. ábrán látszik, hogy

A $2r$ átmérőjű nyaláb mindaddig különálló pontnak látszik a képen, ameddig megnagyított képe l képernyő pixelre esik. Ha $2rN > K_p$ (K_p a képernyő pixelméret), akkor a képen a pontok kezdenek átfedni, és a kép kezd elmosódottá válni. Tehát:

$$2rN = K_p$$

$$D = \frac{K_p}{N\alpha}$$

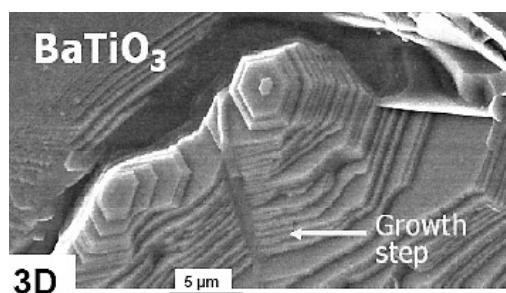
Látszik, hogy mennél kisebb a nagyítás, annál nagyobb a mélységélesség. Például: $K_p = 0,1$ mm, $N = 10^3$, $\alpha = 10^{-2}$ esetén $D = 0,01$ mm = 10 μm . $N = 10^5$ esetén a mélységélesség: $D = 10^{-4}$ mm = $0,1$ μm .

5. A SEM KÉPEK SAJÁTOSÁGAI

A szekunder elektron kép sajátosságai

A pásztázó mikroszkópokban általában a szekunder elektron képet használják. A nyaláb által a külső elektronhéjakról kilökött szekunder elektronok energiája széles eloszlású, de kis energiával rendelkeznek ($E < 50$ eV), így ezek az elektronok csak kis mélységből (1 - 10 nm) érik el a felszínt. Ezért a szekunder elektron kép elsősorban a felület közeli vékony rétegről hordoz információt, és jobbára a felületi morfológia vizsgálatára használatos.

Mínthogy a pásztázó elektronmikroszkóp mélységélessége fordítottan arányos a nagyítással, ezért a szekunder elektron kép sajátossága, hogy kis nagyítás esetén nagy mélységélesség érhető el. Ilyenkor 3D minőségű képek kaphatók.

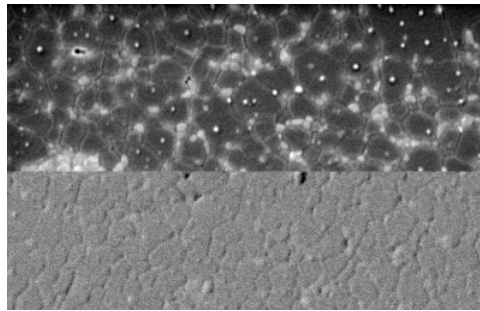


14. ábra. Bárium titanát (BaTiO_3) kristály kicsinyítésű SEM képe

A visszaszórt (backscattered) elektron kép sajátosságai

Nem minden pásztázó elektronmikroszkópban van visszaszórt elektron detektor. A visszaszórt elektronok átlagos energiája a nyaláb energiájának fele. Ezért, mivel a visszaszórt elektronok energiája viszonylag nagy ($E \sim 15 \text{ keV}$), összegyűjtésük nehezebb, mint a kisenergiájú szekunder elektronoké. A szekunder elektron detektor általában a minta mögött körkörös elhelyezkedő félvezető detektor, vagy egyszerű vezető körgyűrű lemez. A visszaszórt elektronok esetén a gerjesztett térfogat nagyobb, mint a nyaláb átmérője a minta felületén, ezért a maximális felbontás általában kisebb, mint a szekunder elektronok esetén. Ugyanakkor, a visszaszórt elektronok hozama függ annak az atomnak a rendszámától (elektronszámától), amelyikről szóródik. Ezért a visszaszórt elektron kép un. Z-kontrasztot mutat.

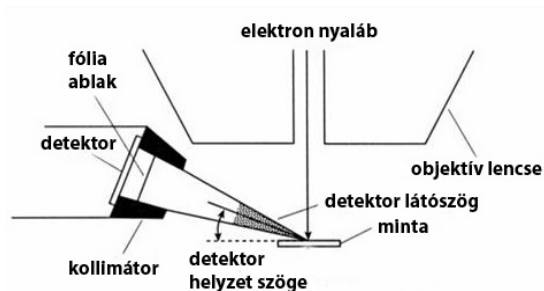
A 15. ábrán Zr kiválásokat tartalmazó Al mintának ugyanarról a területéről készült SEM SE és BSE képe látszik. Alul a SE kép a felület domborzatát mutatja, míg felül a Z-kontrasztos BSE képen jól látszanak a Zr kiválások.



15. ábra. Zr kiválásokat tartalmazó Al minta SE (alul) és BSE (felül) képe

Röntgen spektroszkópia

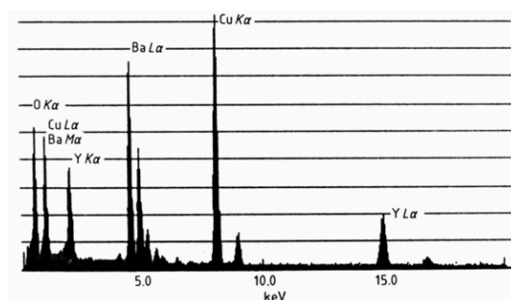
A pásztázó elektronmikroszkópokat gyakran felszerelik röntgen detektorral is.



16. ábra. Röntgen detektor SEM-ben

A röntgen detektorral az elektronnyaláb által kiváltott röntgen fotonokat detektáljuk. A röntgen fotonok energiája jellemző arra az atomra, amelyből kiváltódott. A kapott spektrum tehát tükrözi a minta atomi összetételét. Ez az energia diszperzív röntgen mikroanalízis alapja (energy dispersive X-ray microanalysis = *EDX*).

A 17. ábra az $YBa_2Cu_3O_7$ magashőmérsékletű szupravezető minta *EDX* spektrumát mutatja. Megfelelő kalibráció esetén az *EDX* spektrum nemcsak kvalitatív, hanem kvantitatív analízist is lehetővé tesz.



17. ábra. $YBa_2Cu_3O_7$ magashőmérsékletű szupravezető minta *EDX* spektruma



18. ábra. Hitachi pásztázó elektronmikroszkóp

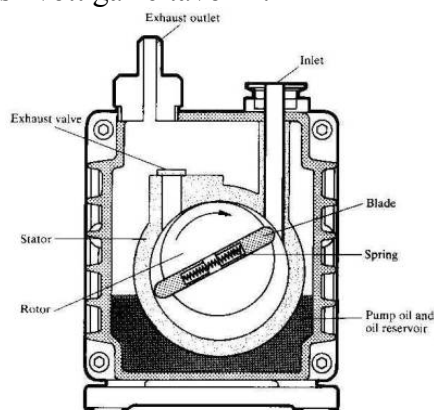
6. A JSM-25S SEM felépítése és működése

A labormérés során a JSM-25S nevű JEOL gyártmányú pásztázó elektronmikroszkópot használjuk. Ez a műszer az egyszerűbb kialakítású izzószálas elektronforrással épült és csak a szekunder elektron detektor

van felszerelve. Az elektronok gyorsítását a 0,5-30 kV-os tartományban választhatjuk meg.

A készülék nemcsak az elektronagyút tartalmazó térfogatban, hanem a mintaterében is nagyvákuumot igényel, amit diffúziós szivattyú hoz létre. A diffúziós szivattyú elővákuumát és a mintatartó térfogat leszívását ugyanaz a rotációs szivattyú biztosítja. A vákuumrendszer egyes elemeit sűrített levegővel működtetett pneumatikus szelepek kapcsolják össze. A szivattyúk és szelepek vezérléséről a beépített vezérlő elektronika gondoskodik, mely a vákuumrendszer megfelelő pontjain elhelyezett vákuummérők jelei alapján teljesen automatikusan gondoskodik a megfelelő vákuumszintekről. A vákuumrendszer a készülék bekapcsolásakor automatikusan elindul, kikapcsoláskor pedig gondoskodik annak megfelelő leállításáról. Mindössze két nyomógomb található a készüléken melyekkel beavatkozhatunk a vákuumrendszer működésébe: a mintatér fellevegőzését illetve leszívását indító nyomógombok.

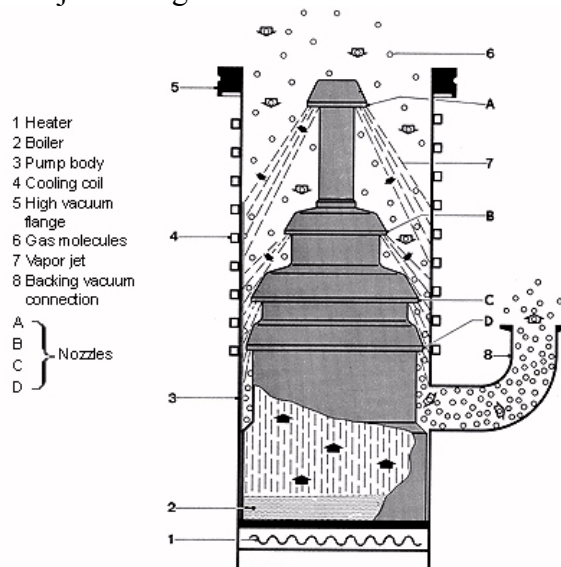
A vákuumrendszer vezérlő elektronika először a rotációs szivattyút hozza üzembe, mely elővákuumra szívja a teljes vákuumrendszert, majd a megfelelő vákuumszint elérésekor a szívást a diffúziós szivattyúra kapcsolja, és beindítja annak fűtését. A rotációs szivattyú (19. ábra) henger alakú üregében excentrikusan helyezkedik el a szintén henger alakú rotor. A rotorba süllyesztett lapátokat rugók feszítik a szivattyú falának. A kenésről és tömítésről a kartellben lévő olaj gondoskodik. A rotor forgása során a beszívó oldalon lévő térfogat állandóan növekszik – így itt szívás történik; míg a kipufogó oldalon a térfogat folyamatosan csökken – így ezen az oldalon a kiszívott gáz eltávozik.



19. ábra. Rotációs pumpa metszete

A diffúziós szivattyú (20. ábra) aljában található a speciális diffúziós olaj, melyet a fűtőtest forral. A távozó olajgőz a fordított tölcésorba jut, ott felfelé haladva felgyorsul, majd a tölcéserek visszahajtott csőrein kilépve nagy sebességgel lefelé áramlik, miközben magával ragadja a közelben

lévő gázmolekulákat. Az olajgőz a szivattyú vízhűtött oldalához érve lecsapódik és visszafolyik a szivattyú aljába, ahol ismét melegedni kezd. A szivattyú alsó részébe terelt gázmolekulákat az elővákuum szivattyú távolítja el. Fontos tudni, hogy ez a folyamat csak bizonyos (a diffúziós olajra jellemző) nyomás alatt áll fenn. Ha ezt az értéket meghaladja a nyomás, az olajmolekulák nem képesek a hűtött falig repülni, a szivattyú „átesik”, és olajgőzzel árasztja el az egész vákuumrendszert.



20. ábra. Diffúziós pumpa metszete

7. A JSM-25S elektronmikroszkóp használata

Mivel a megfelelő vákuum elérése hosszabb folyamat, a készüléket a mérés megkezdés előtt kb. fél órával - az előírt sorrendben - be kell kapcsolni: 1) elektromos főkapcsoló bekapcsolása; 2) hűtővíz visszatérő csapjának kinyitása; 3) hűtővíz előremenő csapjának kinyitása; 4) sűrített levegő csapjának kinyitása; 5) készülék bekapcsolása a főkapcsolóval.

A méréshez szükséges vákuumszint elérését az elektronagyú feszültségváltó nyomógombsorának megvilágítása jelzi.

Először ellenőrizzük, hogy a beállított nagyítás a minimális 45x legyen, majd az elektronagyú gyorsító feszültségét a 10-25 kV közötti értékre választjuk. Ezt követően a monitort WFM módba állítva kezdjük növelni az izzókatód fűtőáramát mindaddig, amíg a detektált jelszint értéke telítésbe nem megy. Ekkor a monitort NORM módba kapcsolva a monitoron megjelennek a mintatartó nagy részének a képe. Ha életlen a kép, vagy egyáltalán semmi sem látható a „CONDENSER” és „FOCUS COARSE” gombok megfelelő pozicionálásával állíthatjuk be a képet. Amikor már nagyjából látható a mintatartó, a finom beállításhoz használ-

juk a „FOCUS FINE” potenciometert. A szép, éles, kontrasztos kép beállításához szükséges a „CONTRAST” (kontraszt) és „BRIGHTNESS” (fényerő) megfelelő beállítása is.

A képernyőn megjelenő fehér vonalak a mintán található élek, ezek a csúcs hatás miatt intenzíven világítanak. A minta felületén élmentes területet kiválasztva kör alakú alakzatot célszerű keresni az asztigmatizmus beállításához. Ha jól van beállítva a készülék, akkor a kerek foltot megfigyelve a fókusz a „FOCUS FINE” gombbal kicsit a tárgysík alá- vagy föléállításával az alakzat képe nem torzulhat. Ha azt látjuk, hogy a fókusz változtatásának hatására a kör alakú kép megnyúlik akkor a két „STIGMATOR” gomb segítségével szüntessük meg az asztigmatizmus hibát.

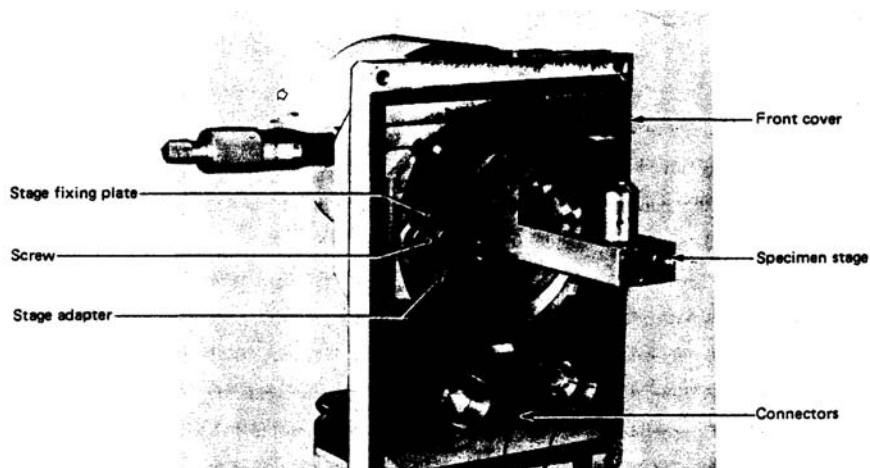
A készülék e durva beállításai után válasszuk ki a vizsgálandó területet az X-Y csavarmikrométerek és a nagyítás változtatásának segítségével. A kép rögzítése előtt célszerű a beállításokat finomítani („FOCUS FINE”, „CONTRAST”, „BRIGHTNESS”). Jobb minőségű képet kapunk, ha a finomítást a kívánt nagyításnál eggyel nagyobb nagyításon végezzük el, majd a beállítás után kapcsolunk vissza a megfelelő nagyításra.

A mikroszkópi kép rögzítését számítógéppel végezzük, ehhez kapcsoljuk át a monitort a PC kimenetre és indítsuk el az adatgyűjtő programot. Vegyünk fel egy képet és vizsgáljuk meg, megfelelően éles, világos és kontrasztos-e. Ha nem megfelelő, indítsunk újabb képrögzítést, és a rögzítés folyamán végezzünk finomállításokat mindaddig, amíg megfelelő képet nem kapunk.

8. MINTACSERE

Mielőtt a mintatérfogatot fellevegőzzük, az elektronágyút ki kell kapcsolni. Először lassan vegyük le nullára az izzókatód fűtőáramát, majd kapcsoljuk ki az elektronágyú gyorsító feszültségét. Ezt követően nyomjuk be a „VACUUM VENT” gombot, és tartsuk benyomva mindaddig, amíg a vákuumrendszer halk kattánását nem halljuk, melyet a megfelelő szelepek zárása illetve nyitása ad. Ezt követően várjuk meg, amíg a mintatérben ki nem alakul a légköri nyomás. A fellevegőzést a mintatartó ajtó megmozdulása jelzi. Húzzuk ki óvatosan a mintatartó ajtót a csúszkán, hogy kényelmesen hozzáférjünk a mintához. Vegyük fel a cérnakesztyűt és kézbe a csipeszt. Mivel a minta is nagyvákuumban van, ügyeljünk arra, hogy semmihez se érjünk csupasz kézzel, mert a bőrünkről a vákuumalkotókra kent izzadság és/vagy zsír rontja a vákuumot. A mintatartót vegyük ki a tartójából, csavarhúzóval lazítsuk meg a mintarögzítő csavart, majd alulról a csavarhúzót a mintatartóban lévő hernyócsavarba illesztve toljuk ki a mintát a hordozó hengerével együtt. Helyezzük be az új mintát a hengerével a mintatartóba, és a hernyócsavar segítségével állítsuk be,

hogy a minta felszíne egy síkban legyen a mintatartó felső élével. Ezek után szorítsuk meg óvatosan a mintarögzítő csavart és tegyük be a mintatartót a rögzítő perselybe. Vegyük le a cérnakesztyűt, és a mintatartó ajtót toljuk vissza a helyére a csúszkán. Ellenőrizzük, hogy pontosan illeszkedik az ajtó, és azt a helyére nyomva nyomjuk meg a „VACUUM EVAC” gombot, tartsuk benyomva mindaddig, amíg ismételtén a vákuumrendszer halk kattánását nem halljuk. Ezt követően kb. húsz perc elteltével, kigyulad az elektronagyú feszültségváltó nyomógombsorának világítása, mely jelzi, hogy a készülék mérésre kész.



20. ábra. A JSM-25S készülék mintatartója

9. A KÉSZÜLÉK KIKAPCSOLÁSA

A mérés befejeztével a készüléket alaphelyzetbe kell hozni. Először az elektronagyút kell kikapcsolni a mintacserénél leírt módon, majd a készüléket a főkapcsolójával kikapcsoljuk. Ezt követően a vákuumrendszer leállítja a vezérlése. Harminc perc hűlés után a vizet, a sűrített levegőt és az áramellátást a bekapcsolással ellentétes sorrendben ki lehet kapcsolni.

10. MÉRÉSI FELADATOK

- 1) A kiadott etalon segítségével kalibrálja a mikroszkópot a 2000x és 4500x nagyításokon!
- 2) Helyezze be a Mg-Al-Zn mintát és határozza meg a kiválások átmérőjét és átlagos hosszát!
- 3) Tanulmányozza az arannyal párologtatott legyet, és adja meg a szemre jellemző méreteket!