

## Ćwiczenie BCH1

# Topografia powierzchni materiałów przy pomocy skaningowego mikroskopu elektronowego



## I. Zagadnienia do opracowania.

1. Dualizm korpuskularno – falowy cząstek:
  - a) postulat de Broglie’a;
  - b) doświadczenia potwierdzające falowe własności elektronów.
2. Oddziaływanie wiązki elektronów z materią:
  - a) elastyczne i nieelastyczne rozpraszanie elektronów;
  - b) elektrony Augera;
  - c) elektrony wtórne i odbite;
  - d) charakterystyczne promieniowanie rentgenowskie.
3. Zasada otrzymywania powiększonego obrazu obiektu w mikroskopach optycznych.
4. Zdolność rozdzielcza mikroskopów.
5. Budowa elektronowego mikroskopu skaningowego (SEM):
  - a) działo elektronowe;
  - b) soczewki elektromagnetyczne i ich rola w formowaniu wiązki elektronów;
  - c) komora preparatowa mikroskopu;
  - d) detektory elektronów wtórnych i odbitych;
  - e) układ próżniowy mikroskopu; pompy diafragma i turbomolekularna.
6. Zasada działania elektronowego mikroskopu skaningowego (SEM).
7. Powstawanie obrazu i jego kontrastu w skaningowym mikroskopie elektronowym.
8. Zastosowanie elektronowego mikroskopu skaningowego w (SEM) w metalografii.
9. Parametry techniczne skaningowego mikroskopu elektronowego TM – 1000 firmy Hitachi.

## II. Zadania doświadczalne.

1. Zapoznać się z opisem parametrów technicznych skaningowego mikroskopu elektronowego



Zdjęcie 1. Skaningowy mikroskop elektronowy TM – 1000 (Hitachi) wraz z komputerem

- TM – 1000 (*Zdjęcie 1*) w *Dodatku A* oraz z instrukcją obsługi mikroskopu opisaną w *Dodatku B*.
2. W celu ustabilizowania pracy układu pomp próżniowych mikroskopu należy zastosować wymagane procedury startowe polegające na wytworzeniu próżni w komorze pomiarowej a następnie na jej ponownym zapowietrzeniu. W tym celu należy wykonać czynności opisane szczegółowo w punktach 1 – 3 instrukcji obsługi w *Dodatku B*.
  3. Po zapowietrzeniu komory pomiarowej mikroskopu ubrać rękawice ochronne i umieścić próbkę stopu o powierzchni polerowanej w komorze pomiarowej.  
Wyboru rodzaju kompletu próbek stopów wielofazowych dokonuje prowadzący ćwiczenie.



## UWAGA!

**Studenci I i II stopnia mogą umieścić badany preparat jedynie w asyście prowadzącego ćwiczenie. Studenci III stopnia mogą to uczynić samodzielnie posługując się instrukcją obsługi mikroskopu (*Dodatek B*, punkty 5 – 8).**

4. W celu uzyskania wymaganej próżni w komorze mikroskopu należy odtworzyć procedury z punktów 9 – 12 instrukcji obsługi mikroskopu w *Dodatku B*.
5. Po osiągnięciu żądanej próżni włączyć komputer a następnie uruchomić aplikację TM – 1000. Dalsze kroki wykonać według instrukcji obserwacji i zapisu obrazu za pomocą oprogramowania mikroskopu TM – 1000 zamieszczonej w *Dodatku C*.
6. Uzyskać ostre zdjęcia powierzchni badanej próbki.
7. Dokonać analizy kontrastu materiałowego dla badanej wypolerowanej próbki stopu.
8. Powiązać fazy widoczne na uzyskanych obrazach z wielkościami liczb atomowych składników stopu (z wykorzystaniem funkcji „Image Mode” opisanymi w *Dodatku C*).
9. Wymienić próbkę na stop o powierzchni głęboko trawionej postępując ściśle według czynności opisanych w części II. *Dodatku B*.
10. Powtórzyć kolejne procedury pomiarowe według punktów 5 – 12 części I. *Dodatku B*.
11. Uzyskać ostre zdjęcia wybranych fragmentów próbki z dobrze widocznymi fazami krystalicznymi.
12. Dokonać analizy różnic topograficznych uzyskanych obrazów przestrzennych badanej próbki.
13. Zidentyfikować fragmenty powierzchni stopu z dobrze widocznymi zarodkami krystalizacji.
14. Zidentyfikować i opisać przebieg procesu krystalizacji składników stopu używając modów obróbki obrazu: Normal, Shadow 1, Shadow 2 i TOPO (opisane w *Dodatku C*).
15. Oszacować rozmiary eutektyków widocznych na zarejestrowanych obrazach badanej próbki korzystając z opisu w części III. *Dodatku C*.
16. Dołączyć do opracowania ćwiczenia wybrane zdjęcia badanych próbek wraz z ich opisem według poleceń z punktów II.7. - 8. oraz II.12. – 14.

### III. Zestaw przyrządów.

1. Skaningowy mikroskop elektronowy TM – 1000 wraz z układem pomp próżniowych.
2. Komputer.
3. Kompletu próbek materiałów wielofazowych (stopy Al – Si oraz Fe – C) polerowane i głęboko trawione.

#### IV. Literatura.

1. J. R. Meyer - Arendt – „*Wstęp do optyki*”, PWN, Warszawa 1977.
2. H. A. Enge, M.R. Wehr, J.A. Richards – „*Wstęp do fizyki atomowej*”, PWN, Warszawa 1983.
3. R.P. Feynman, R. Leighton, M. Sands – „*Feynmana wykłady z fizyki*”. T.2., część 2., PWN 2003.
4. A. Barbacki – „*Mikroskopia elektronowa*”, Wydawnictwo Politechniki Poznańskiej, 2007.
5. Z. Bojarski, M. Gigla, K. Stróć , M. Surowiec – „*Krystalografia*”, PWN, Warszawa 2007.
6. M. Głowacka – „*Metaloznawstwo*”, Wydawnictwo Politechniki Gdańskiej, Gdańsk 1996.
7. B. Jaworski, A. Dietlaf, L. Miłkowska, G. Siergiejew – „*Kurs fizyki*”, T.1., PWN, Warszawa 1974.
8. A.N. Matwiejew – „*Fizyka cząsteczkowa*”, PWN, Warszawa, 1989.
9. A. Lipson, S.G. Lipson, H. Lipson – “*Optical Physics*”, Cambridge University Press, 2011.
10. W. J. Croft – “*Under the Microscope. A Brief History of Microscopy*”, Hackensack & London: World Scientific, 2006.
11. J. H. Moore, Ch. C. Davies, M.A. Coplan – “*Building Scientific Apparatus*”, Westview Press, 2003.
12. R.P. Feynman, R. Leighton, M. Sands – “*The Feynman Lectures on Physics*”, Vol. 2., Part 2., Addison - Wesley, 2005.
13. S. Flegler, J. Heckman, K.L. Klomparens – “*Scanning and Transmission Electron*”, Oxford University Press, Oxford 1995.
14. H.A. Enge, M.R. Wehr, J.A. Richards – “*Introduction to Atomic Physics*”, Wesley, 1981.

## Dodatek A

### Parametry techniczne mikroskopu TM-1000 (Hitachi)

	Items	Spec
1	Accelerating voltage	15 kV (Fixed)
2	Magnification	20-10000x (Image display magnification : 32steps (※1)) (digital zoom : 2, 4 x) Range of the maximum observation : 3.5 mm (square)
3	Electron gun Vacuum	Less than $5 \times 10^{-2}$ Pa
4	Specimen chamber Vacuum	About 30~50 Pa/1~15 Pa change (Without vacuum level control)
5	Specimen size	70 mm in diameter
6	Specimen thickness	Less than 20 mm
7	Movable range of Stage	X : 15 mm, Y : 18 mm (X, Y only)
8	Electron gun	Pre-centered tungsten hairpin type
9	Diaphragm diameter	Condenser lens : $1.0 \phi$ , Objective lens : $0.1 \phi$
10	Condenser lens & Objective lens	Permanent magnet type + Electromagnetic type
11	Focus adjustment	Adjustment by Electromagnetic type Objective lens
12	Stigmator coil	Equipped
13	Scan switch	1 s, 10 s, Reduce, 40 s (For preservation)
14	Electron beam axis alignment	Electron gun mechanical alignment
15	Deflection system	High-sensitive Semiconductor type BSE detector
16	Control method	Note PC + Specialized micro computer
17	Display	Note PC LCD 15'
18	Image data memory	HDD of PC and other recording medium
19	Frame memory	1280 × 960 pixels, 640 × 480 pixels (only image)
20	Data display	Micron marker, Micron value, date and time, image number comments
22	Auto image adjustment function	Auto focus, Auto brightness
23	Operation support functions	Raster rotation Magnification presetting (2sets available)
24	Evacuation system	Turbo molecular pump : 30 l/s Diaphragm pump : 1 m <sup>3</sup> /h
25	Vacuum gauge	Pirani gauge
26	Frequency	50/60 Hz
27	Power Requirements	100 V AC, single phase, 50/60 Hz, 500 VA
28	Physical Dimensions	Main body : 338 (W) × 564 (D) × 513 (H) mm (58.5 kg) Control unit : 140(W) × 525 (D) × 513 (H) mm (23 kg) Diaphragm pump : 145 (W) × 256 (D) × 217 (H) mm (4.5 kg)

## Dodatek B

### Instrukcja Obsługi Mikroskopu TM – 1000 (Hitachi)

#### I. Przygotowanie mikroskopu do pomiarów.

1. Włączyć mikroskop głównym włącznikiem (1 na Zdjęciu 2).
2. Odczekać około 3 minuty aż migocząca czerwona dioda (AIR) (4 na Zdjęciu 2) zgaśnie a zaświeci się w sposób ciągły zielona dioda (READY). W tym czasie w komorze pomiarowej mikroskopu zostaje osiągnięta próżnia.



Zdjęcie 2. Widok frontu mikroskopu TM-1000: 1 – wyłącznik główny; 2 – front komory preparatowej; 3 – przycisk trybu pracy układu próżniowego; 4 – diody sygnalizujące stan próżni w komorze mikroskopu.

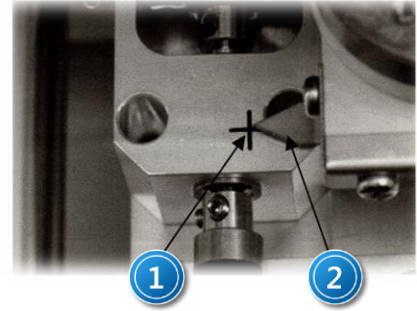
3. Wcisnąć przycisk Exchange (3 na Zdjęciu 2). Ponownie odczekać 3 minuty aż do zapalenia się czerwonej diodki (AIR) – będzie to jednoznaczne z zapowietrzeniem komory pomiarowej i możliwością jej otwarcia.
4. Ubrać rękawice ochronne.
5. Przygotować próbkę pomiarową.
6. Umieścić próbkę na specjalnym stoliku i sprawdzić czy długość śruby mocującej stolik do podłoża jest odpowiednia. W tym celu skorzystać z uchwytu z ruchomym ramieniem (Zdjęcie 3) – odstęp pomiędzy powierzchnią próbki a ramieniem ma wynosić około 1 mm.
7. Wysunąć **powoli** komorę pomiarową wkładając palce w zagłębienie w górnej części frontu komory.



Zdjęcie 3. Próbnik wysokości stolika z preparatem.



Zdjęcie 4. Montaż stolika w komorze mikroskopu.



Zdjęcie 5. Regulacja położenia startowego próbki: 1 – centrum; 2 – znacznik stolika.

8. Stolik z próbką umieścić w komorze pomiarowej zgodnie ze *Zdjęciem 4* (wkładając go **prostopadle** w przewidziany otwór).
9. Za pomocą pokręteł na ścianie frontowej komory pomiarowej (2 na *Zdjęciu 2*) ustawić przesuwany mechanizm stolika z próbką tak, aby jego znacznik znajdował się w środku znaku „+” (zgodnie ze *Zdjęciem 5*).
10. Zamknąć **powoli** komorę pomiarową.
11. Dociskając lekko front komory pomiarowej, wcisnąć drugą ręką przycisk „EXCHANGE” powodując, tym samym, ponowne wytworzenie próżni w komorze pomiarowej. Zwolnić ucisk frontu komory dopiero wtedy, gdy zapali się żółta diodka „LOW”.
12. Odczekać do zapalenia się zielonej diodki (READY) oznaczającej osiągnięcie żądanej próżni. Mikroskop jest gotowy do pomiarów. Dalsze kroki wykonywać zgodnie z opisem pracy z oprogramowaniem mikroskopu zamieszczonym w *Dodatku C*.

## II. Wymiana próbek.

1. Po zapisaniu obrazu (według procedur z *Dodatku C*) należy zmniejszyć ustawione powiększenie mikroskopu do x 100 a następnie kliknąć przycisk „Stop” (*Zdjęcie 6* w *Dodatku C*) w górnym lewym rogu okna operacyjnego monitora. Ten przycisk może czasami wyświetlać napis nie „Stop” a „Start” – w zależności od tego, czy wiązka elektronów jest jeszcze włączona czy wyłączona - tak się dzieje, gdy jej czas zogniskowania na próbce był dłuższy niż kilka minut - program czyni to automatycznie, aby uniknąć uszkodzenia próbki.
2. Wcisnąć przycisk EXCHANGE (3 na *Zdjęciu 2*). Po około 3 minutach i po zapaleniu się w sposób ciągły czerwonej diodki (AIR) komora pomiarowa ulegnie zapowietrzeniu.
3. Ubrać rękawice ochronne.
4. Otworzyć **powoli** komorę pomiarową i wyjąć stolik z próbką.
5. Wymienić próbkę po czym odtworzyć procedury z punktów I. 5. – I.12. w *Dodatku B*.

## III. Wyłączanie mikroskopu.

1. Po zapisaniu obrazu (według procedur z *Dodatku BC*) należy zmniejszyć ustawione powiększenie mikroskopu do x 100 a następnie kliknąć przycisk „Stop” (*Zdjęcie 6* w *Dodatku C*) w górnym lewym rogu okna operacyjnego monitora. Ten przycisk może czasami wyświetlać napis nie „Stop” a „Start” – w zależności od tego, czy wiązka elektronów jest jeszcze włączona czy wyłączona - tak się dzieje, gdy jej czas zogniskowania na próbce był dłuższy niż kilka minut - program czyni to automatycznie, aby uniknąć uszkodzenia próbki.

Napis „Start” na przycisku oznacza, że wiązka elektronów została wyłączona i można kontynuować procedury wyłączenia mikroskopu.

2. Wcisnąć przycisk EXCHANGE (3 na *Zdjęciu 2*).

Po około 3 minutach i po zapaleniu się w sposób ciągły czerwonej diodki (AIR) komora pomiarowa ulegnie zapowietrzeniu.

3. Ubrać rękawice ochronne.
4. Otworzyć **powoli** komorę pomiarową i wyjąć stolik z próbką.
5. Zamknąć komorę.

Lekko dociskając front komory ponownie wcisnąć EXCHANGE.

Zwolnić ucisk dopiero wtedy, gdy zapali się żółta diodka (LOW).

Odczekać do zapalenia się w sposób ciągły zielonej diodki (READY) oznaczającej osiągnięcie próżni w mikroskopie – będzie to trwało około 3 minuty.

6. Kliknąć przycisk zamknięcia w prawym górnym rogu okna operacyjnego monitora.

Pojawi się okno dialogowe – potwierdzić zamknięcie aplikacji klikając „OK”.

7. Wyłączyć mikroskop głównym wyłącznikiem (1 na *Zdjęciu 1*).



## Dodatek C

### Obserwacja i zapisywanie obrazu

#### I. Obserwacja obrazu.



- 1 – tryb pracy do podglądu obrazu;
- 2 – tryb pracy do zapisu obrazu;
- 3 – ograniczanie obszaru obserwacji;
- 4 – zatrzymanie obrazu;
- 5 – szybki zapis obrazu;
- 6 – zapis obrazu;
- 7 – regulacja powiększenia;
- 8 – regulacja jasności i kontrastu;
- 9 – regulacja ostrości;
- 10 – obrót stolika z próbką.

Zdjęcie 6. Widok ekranu monitora wraz z opisem przycisków funkcyjnych.

1. Włączyć komputer. Uruchomić aplikację TM – 1000.
2. Kliknąć „Start” w lewym górnym rogu okna operacyjnego. Aktywacja „Auto Start Mode” spowoduje włączenie wiązki elektronowej.
3. Ustawić powiększenie mikroskopu na x 100. Automatyczne funkcje „Auto Brightness and Contrast” i „Auto Focus” zapewniają pojawienie się obrazu próbki na monitorze.  
Wygląd okna operacyjnego pokazany jest na *Zdjęciu 6*.
4. Wybierz interesujący obszar próbki zmieniając jej położenie pokrętkami 2 na *Zdjęciu 2*. Obserwację obrazu ułatwia w tym przypadku dobór małego powiększenia i modu „Fast”.
5. Korzystając z przycisków automatycznych funkcji „Auto Brightness and Contrast” oraz „Auto Focus” (*Zdjęcie 6*) uzyskać wyraźny obraz badanej powierzchni.

Jeśli funkcja „Auto Focus” nie daje zadowalającego efektu można wyostrzyć obraz ręcznie. Należy wtedy skorzystać z modu „Reduced Area”. Poniższe procedury zapewnią polepszenie ostrości obrazu:

- a) posługując się przyciskiem „Focus” należy klikać + bądź -, aby zmienić ostrość obrazu lub trzymać ten przycisk w sposób ciągły w celu szybkiej i płynnej zmiany ostrości;
- b) można zaznaczyć kursorem myszki wybrany fragment obrazu a następnie przeciągając myszką wielokrotnie po tym obrazie w lewo bądź w prawo, przy wciśniętym lewym przycisku myszki, uzyskać polepszenie ostrości obrazu.

6. Uzyskać możliwie dokładną informację o topografii i składzie materiałowym badanych próbek wykorzystując, opisane poniżej, funkcje obróbki obrazu w oprogramowaniu mikroskopu zaczynając od przejścia w tryb pracy „Slow” (2 na *Zdjęciu 6*) powodującego zmniejszenie szybkości skanowania powierzchni próbki przez wiązkę elektronów. Jest to optymalny trybu pracy w przypadku potrzeby analizy obrazu.

W zakładce „View” wybrać opcję „Image Mode”.

Zapisać kolejne obrazy korzystając ze wszystkich czterech funkcji (narzędzi do obróbki obrazów) w opcji „Image Mode” :

- **Normal** – związana z zapisem obrazu przy standardowym (fabrycznym) ustawieniu detektora BSE w mikroskopie TM – 1000 na maksimum zliczeń;
- **Shadow 1 i Shadow 2** - związane z rejestracją obrazu przy innych pozycjach detektora BSE niż w trybie **Normal** (z prawej i lewej strony poprzedniej pozycji);
- **Topo** – funkcja obróbki obrazów uzyskanych za pomocą wszystkich trzech powyższych funkcji dająca w efekcie końcowym obraz topografii powierzchni badanej próbki.

## II. Zapis obrazu.

1. Po uzyskaniu wyraźnego obrazu badanej powierzchni kliknąć „File” → „Image” → „Save” (lub „Quick Save”) w celu jego zapisu. Potrwa to około 40 sekund. Rozmiar zapisanego obrazu to: 1280 x 960 pikseli.



### Wskazówka

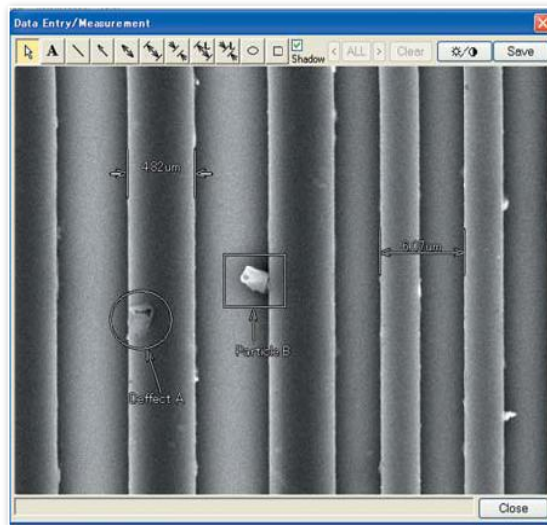
Przy kliknięciu „Quick Save” zostanie zapisany chwilowo obserwowany obraz. Jego rozmiar wyniesie: 640 x 480 pikseli.

2. Po zapisie obrazu pojawi się okno zapisu wyników.  
Zastosować konieczne procedury wpisując nazwę i miejsce zapisu danych na dysku i potwierdzić je ponownym kliknięciem „Save”.
3. W przypadku potrzeby zwymiarowania wybranych elementów zarejestrowanego obrazu należy skorzystać z opisu w poniższej części III *Dodatku C*.
4. Dokonując wymiany próbki wykonać procedury opisane w punktach II.1. – II.4. w *Dodatku B*.
5. Przy konieczności zakończenia pracy z mikroskopem i jego wyłączenia wykonać procedury opisane kolejno w punktach 1. – 7. części III w *Dodatku B*.

## III. Wymiarowanie elementów obrazu.

Przejdź do zakładki „Edit” → „Data/ Entry/Measurment”. Pojawi się okno dialogowe widoczne na *Zdjęciu 7* a wraz z nim ciąg przycisków funkcyjnych nad zarejestrowanym obrazem z lewej strony. Symbole na nich odzwierciedlają ich możliwości w znakowaniu i wymiarowaniu elementów obrazu.

W przypadku potrzeby rezygnacji z użytego oznakowania należy skorzystać z przycisku „Clear”.



Zdjęcie 7. Widok obrazu z naniesionymi motywami narzędzi wymiarowania.