

# Precizie și detalii asigurate de microscopia electronică cu scanare sau baleiaj

Microscopul Electronic cu Scanare sau baleiaj echipat cu Spectroscop cu raze X cu dispersie energetică (SEM-EDS) reprezintă un instrument puternic care a influențat semnificativ numeroase discipline științifice și domenii specializate. Această tehnică analitică robustă oferă o gamă largă de date privind atributele microstructurale și compoziționale ale unui spectru divers de materiale. Laboratoarele ALS sunt echipate cu un microscop electronic de scanare modern Tescan VEGA 3 LMU cu un detector dispersiv de energie (EDS) Oxford X-Max 20. Este o tehnică ideală pentru inspectarea suprafețelor, identificarea compoziției elementare a particulelor necunoscute dintr-o probă sau determinarea avansată a distribuției dimensiunii sau a tipului de particule.



Figura 1: Microscop electronic de scanare

## Principiul de funcționare și aplicațiile SEM-EDS pentru investigarea domeniului microscopic

SEM-EDS se caracterizează prin versatilitate, capacități analitice rapide și caracter nedistructiv, ceea ce îl face un instrument neprețuit în diverse domenii, cum ar fi geologia, petrologia, metalurgia, ingineria electrică, farmaceutică și științele mediului. Capacitatea de a realiza imagini de înaltă rezoluție împreună cu analiza elementară permit investigații aprofundate ale proprietăților materialelor, permițând caracterizarea detaliată și încurajând descoperirile științifice. Microscopul optic tradițional utilizează fascicule de lumină pentru imagistică, lungimea de undă a luminii limitează mărirea maximă la 1500-2000 de ori. În schimb, un microscop electronic utilizează electroni focalizați în loc de lumină. Acești electroni au o lungime de undă mult mai mică, permițând mărimi de până la un milion de ori în condiții ideale.

Principiul SEM se bazează pe „bombardarea” suprafeței probei cu un fascicul concentrat de așa-numiți electroni primari. În punctul de impact pe suprafața probei, au loc o serie de interacțiuni între electronii primari și electronii din atomii probei, rezultând emisii cu semnale detectabile. Acest punct de impact este denumit volum de excitație, iar dimensiunea sa depinde în principal de energia electronilor primari și de compoziția elementară a probei. Fasciculul de electroni nu pătrunde de obicei mai adânc de 1-2  $\mu\text{m}$ .

## Semnalele cele mai semnificative sunt:

- **Electronii secundari** sunt ejectați de pe suprafața probei și au valori scăzute de energie. Aceștia transportă informații despre topografia suprafeței probei și sunt utilizați pentru a crea imagini foarte clare care pot părea aproape tridimensionale.
- **Electronii dispersați** sunt reflectați de pe suprafața probei și au valori ridicate de energie. Ei sunt sensibili la diferențele de număr atomic, furnizând astfel informații despre compoziția elementară a probei.
- **Razele X** sunt emise atunci când electronii fac tranziții între nivelurile energetice atomice și sunt detectate cu ajutorul unui detector EDS (Energy-Dispersive Spectroscopy). Emisia acestor raze X este specifică pentru fiecare element, permițând detectarea elementelor individuale din probă.

## Cerințe pentru proba analizată:

Proba pentru analiză trebuie să fie uscată, stabilă în vid, conductivă și trebuie să încapă în camera microscopului.

## Imagini detaliate

Microscopul electronic cu scanaare (SEM) a fost conceput în principal pentru a analiza suprafețele materialelor, oferind imagini detaliate ale acestora, precum și ale dimensiunii particulelor cuprinse între câțiva micrometri și câțiva centimetri. Acesta excellează în identificarea defectelor, cum ar fi fisuri, uzură și coroziune, precum și în topografia suprafețelor, inclusiv omogenitate, depuneri, rugozitate și forma, precum și în măsurarea dimensiunii și formei particulelor.

De exemplu, SEM poate produce imagini ale pieselor metalice pentru a evalua omogenitatea unui strat de fosfat anticoroziv pe suprafața acestora (a se vedea Figura 1) sau pentru a dezvălui stadiul incipient al coroziunii pe un cilindru (a se vedea Figura 2, săgețile indică coroziunea).



Figura 2: (A) strat anticoroziv; (B) urme de coroziune

## Analize elementare

O completare eficientă a microscopului în sine este detectorul EDS menționat anterior, care poate detecta razele X caracteristice și le poate atribui unor elemente specifice. Cele mai recente sisteme sunt capabile să detecteze elemente mai grele decât borul, adică elemente cu un număr atomic mai mare de 5. Detectorul EDS Oxford AZtec X-Max 20 utilizat în laboratoarele noastre poate confirma sau exclude foarte rapid prezența elementelor mai grele decât beriliul (cu excepția hidrogenului, heliului și litiului). Rezultatul este un spectru din care se poate determina compoziția particulei examinate. Această capacitate poate fi utilizată, de exemplu, pentru a compara materialul probei cu un standard furnizat sau pentru a observa modificările care apar în probă atunci când este expus la diverse procese și condiții.

Figurile 3 și 4 prezintă o imagine detaliată și spectrul elementar al unei particule necunoscute într-o soluție, care a fost utilizată pentru a identifica originea acesteia. Pe baza marginilor ascuțite și a spectrului elemental, particula a fost identificată ca fiind sticlă provenind din fiola originală care conținea soluția.

## Referințe:

- [https://myscope.training/SEM\\_SEM\\_Basics](https://myscope.training/SEM_SEM_Basics)
- <https://nano.vscht.cz/wp-content/uploads/navody/charakterizace/EM.pdf>

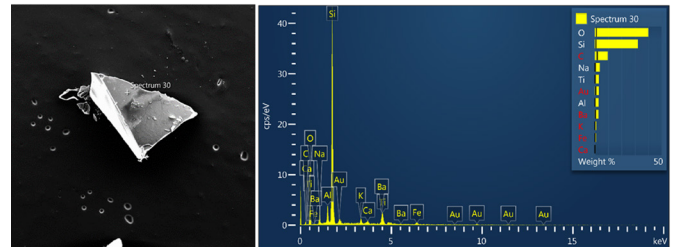


Figura 3: (A) bucată de sticlă; (B) spectru de sticlă

## Analiza caracteristicilor

Folosind modulul software „Feature Analysis”, este posibil să se analizeze automat un număr mare de particule din punct de vedere al morfologiei, compoziției chimice sau o combinație a ambelor. Un avantaj semnificativ față de tehnicile obișnuite, cum ar fi difracția cu laser, este capacitatea de a crea imagini directe ale particulelor analizate. Particulele pot fi sortate în mod complet automat, fie după morfologie, prin definirea unor parametri precum lungimea, suprafața, forma etc., fie după compoziția chimică, de exemplu, dacă conțin sau nu un anumit element. Rezultatele pot include diverse grafice și tabele (a se vedea Figurile 5, 6).

Folosind modulul Feature Analysis, de ex., eficiența sistemului de filtrare, omogenitatea materialului sau numai particulele selectate (de ex. fibre respirabile în conformitate cu OMS, lungime >5 um, lățime <3 um, raport >3:1) pot fi analizate din probă.

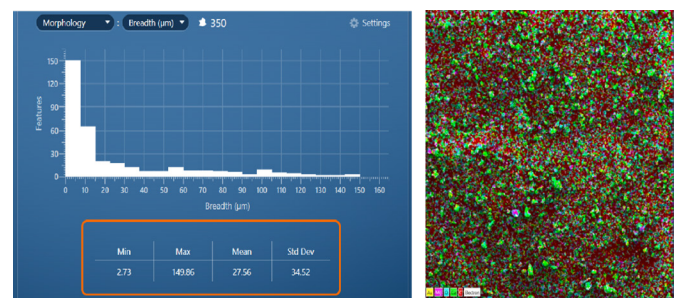


Figura 4: (A) a distribution diagram of particles; (B) highlighted particles of material

Cele mai frecvente analize în laboratoarele ALS includ: acoperirea anticorozivă a pieselor auto, specificarea particulelor străine, o analiză frecventă este identificarea depunerilor pe filtre, identificarea sedimentelor sau a petelor și a defectelor de pe suprafața diferitelor materiale și produse. Analiza SEM-EDS este, de asemenea, adesea o parte integrantă a proceselor de producție, unde controlul calității produselor intermediare și finale este esențial.

Consultați și alte e-mailuri ALS Enviromails:  
<https://alsenvironmental.ro/als-enviromail-europa/>