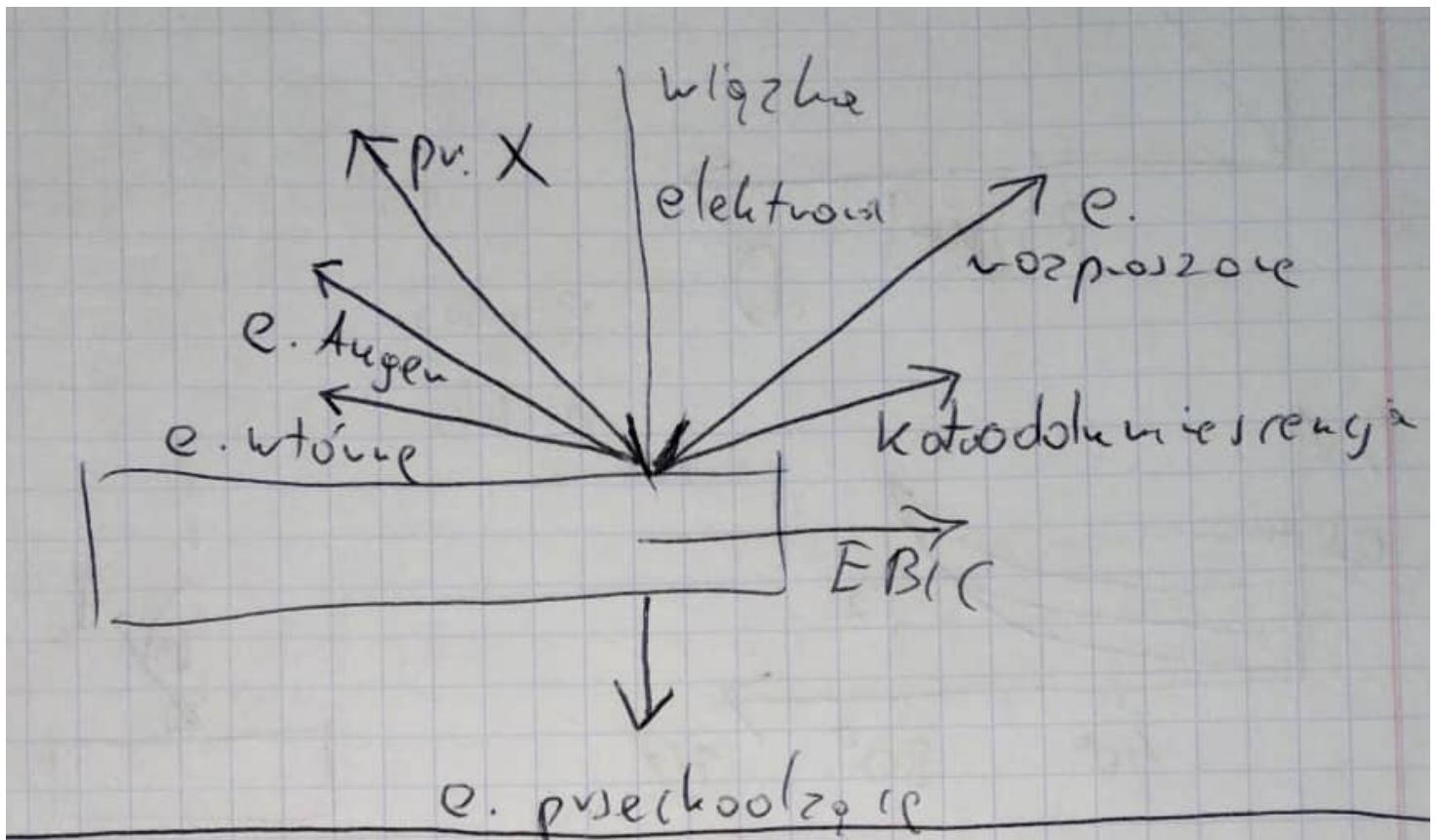


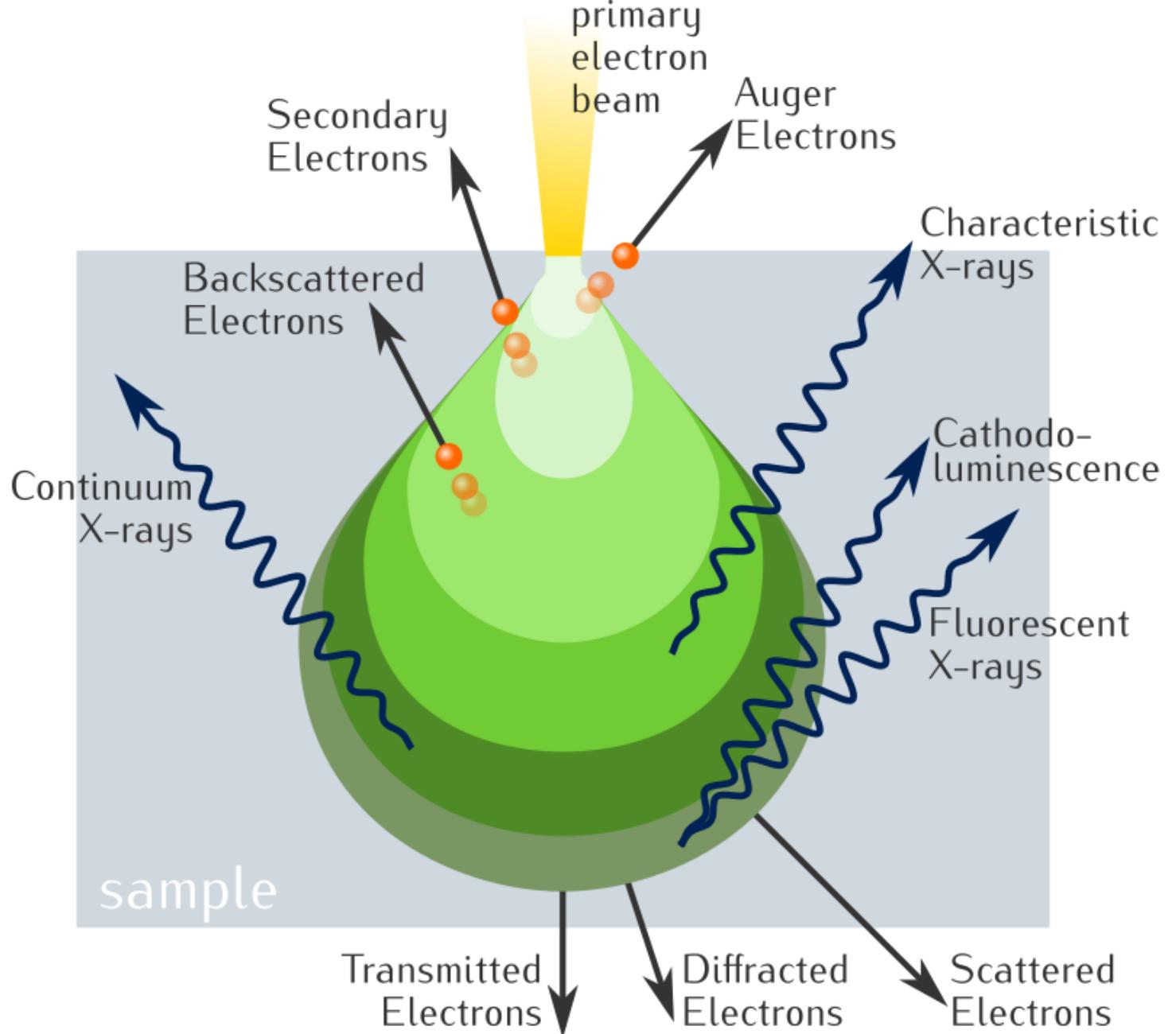
# Mikroskopie

- wiązki elektronowej
  - SEM
  - TEM
- siły atomowe oraz zjawiska tunelowania
  - AFM
  - STM

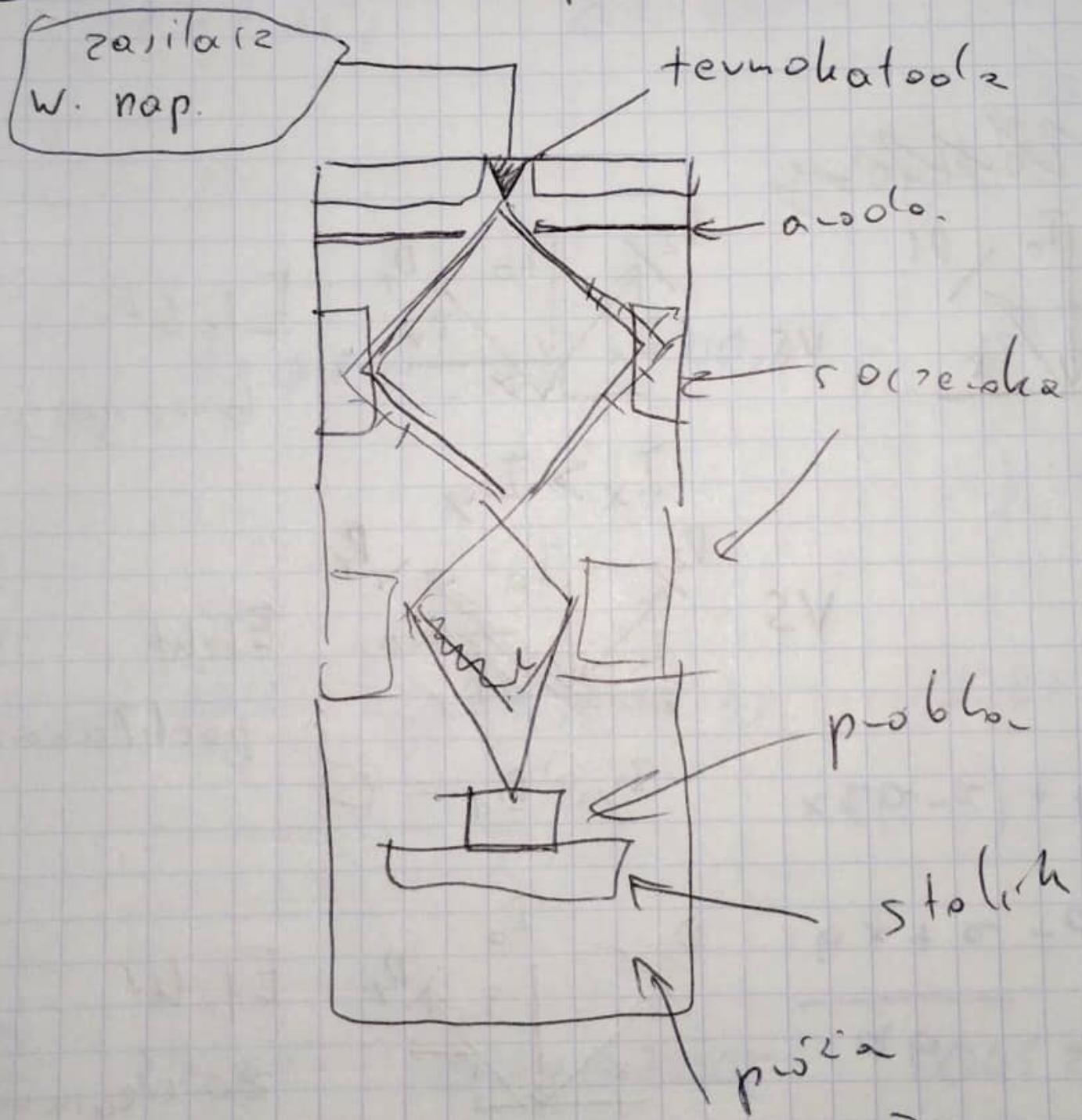
## SEM

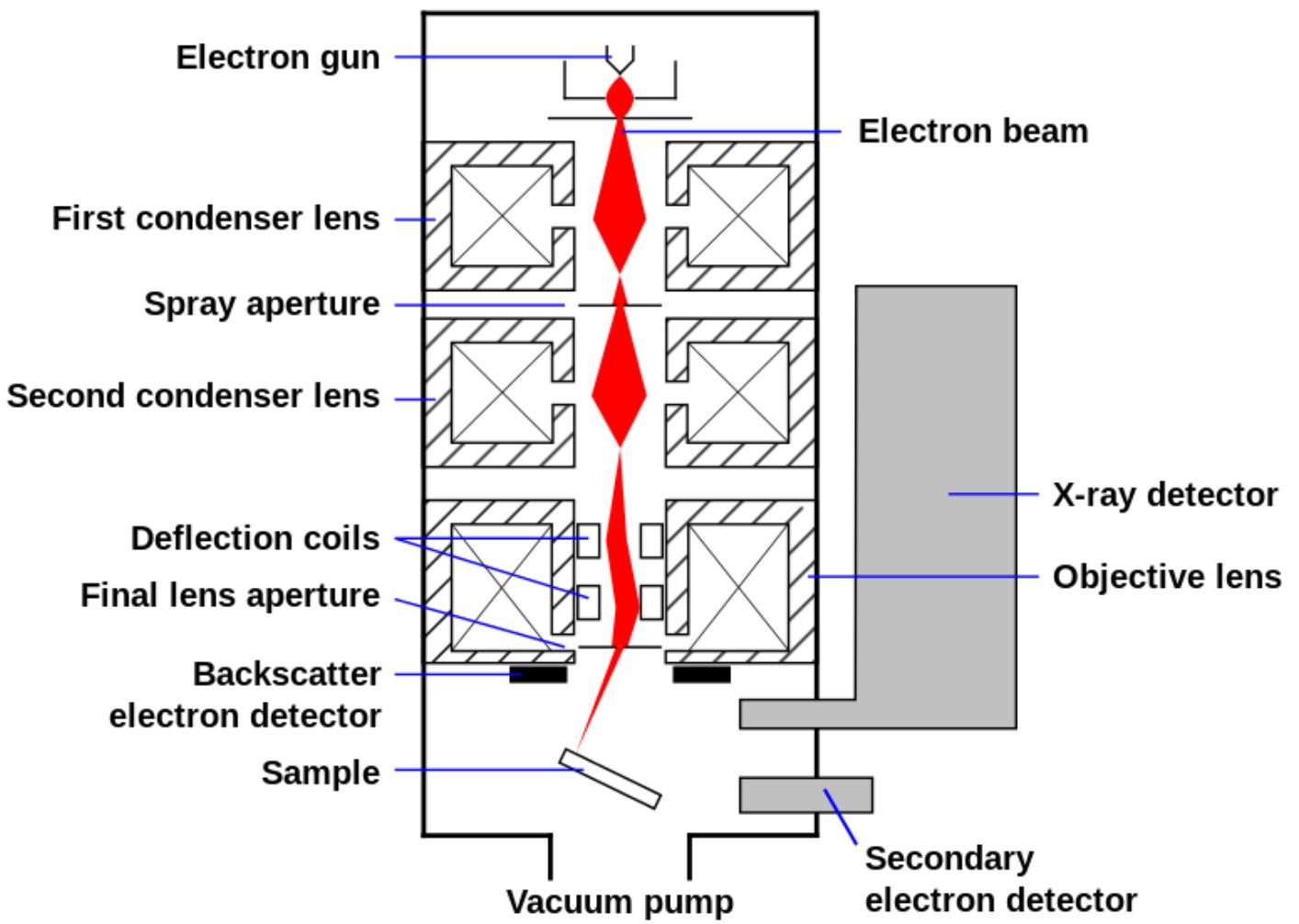
Schemat przejścia wiązki elektronów przez próbkę w SEM





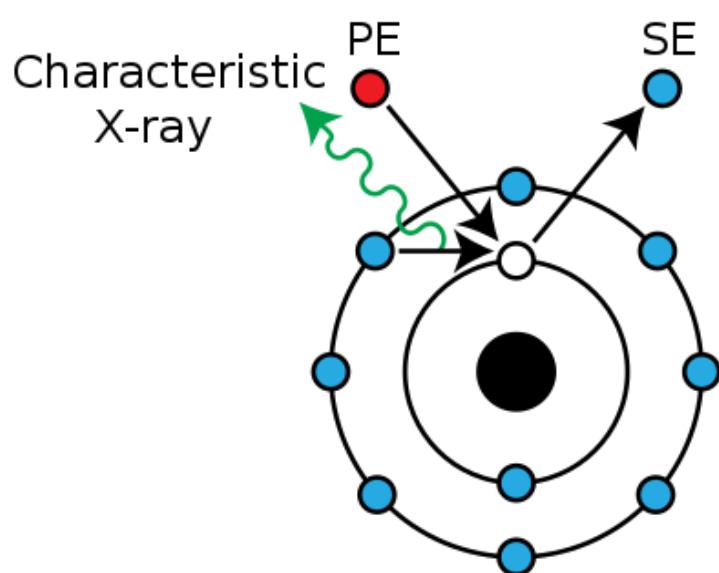
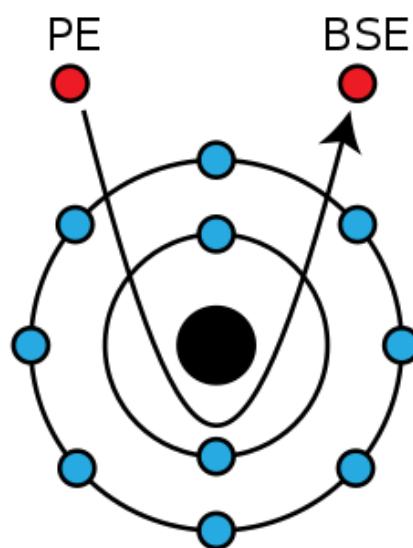
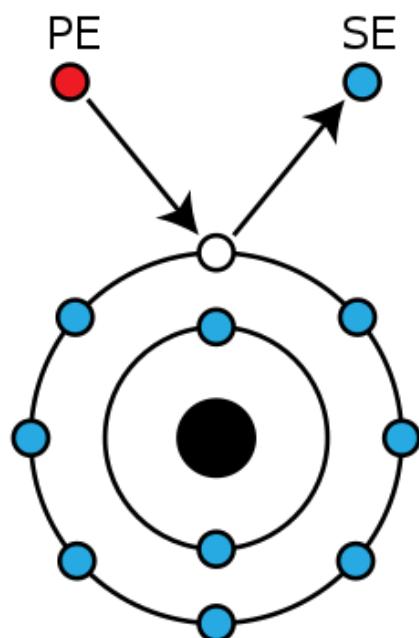
Schemat mikroskopu SEM





Możemy mierzyć:

- elektrony wtórne (secondary electrons, SE)
- elektrony wtórnie rozproszone (back scattered electrons, BSE)
- promienie x, charakterystyczne dla przeskoku elektronów z powłoki walencyjne na niższą, z której wybito elektron



Badana próbka musi spełniać następujące warunki:

- musi mieć odpowiednią konduktywność elektryczną - dielektryki dają dupy
- powinna mieć wysoki współczynnik emisji wtórnej - nie rozpraszać wiązki
- musi dać się dobrze zamocować na stoliku - proszki, preparaty biologiczne (próżnia przeszkadza)

Gdy próbka jest nieprzewodząca, należy ją pokryć cienką warstwą (do 90nm) metalu - Au, Pt lub warstwą węgla, historycznie również Cu.

SEMem można mierzyć topografię oraz skład próbki (TOP0/COMPO)

Rozdzielcość - do 3nm

## TEM vs SEM

TEM - operuje na wiązce elektronów, większa rozdzielcość

Porównanie SEM/TEM

	<b>SEM</b>	<b>TEM</b>
typ elektronów	rozproszone, odbite, "skanujące"	przechodzące
napięcie przyspieszające	1-30kV	60-300kV
grubość próbki	obojętnie	<b>&lt;150nm</b>
informacja	obraz 3D powierzchni	obraz projekcyjny 2D mikrostruktury
max. powiększenie	1-2 miliony	>50 miliony
pole widzenia	duże	ograniczone
rozdzielcość	<b>3nm</b>	<b>0.1nm</b>
formowanie obrazu	elektrony zliczanie przez detektory, komputer wyświetla obraz	bezpośrednie obrazowanie na ekranie fluorescencyjnym lub ekranie komputera z CCD
działanie/obsługa	łatwy w użyciu, względnie mało skomplikowane przygotowanie próbki	pracochłonne przygotowanie próbki, używanie wymaga przeszkolenia
układ optyczny	formowanie wiązki przed próbką, detektory przed próbką (zbierają "odbite")	układ optyczny przed i za próbką, ekran fluorescencyjny za próbką

Budowa TEM:

- Działo elektronowe - na szczycie kolumny, z wolframu
- soczewki elektromagnetyczne
- próbka - cienka
- dalszy układ optyczny - dostrajamy wiązkę
- ekran fluorescencyjny

Przygotowanie próbek TEM:

- mechaniczne
  - ultramikrotomia - cięcie diamentowym ostrzem
  - łamanie, kruszenie, polerowanie mechaniczne
- mechaniczno-chemiczne
  - skoncentrowana wiązka jonów (FIB)
  - trawienie chemiczne
  - polerowanie elektrochemiczne

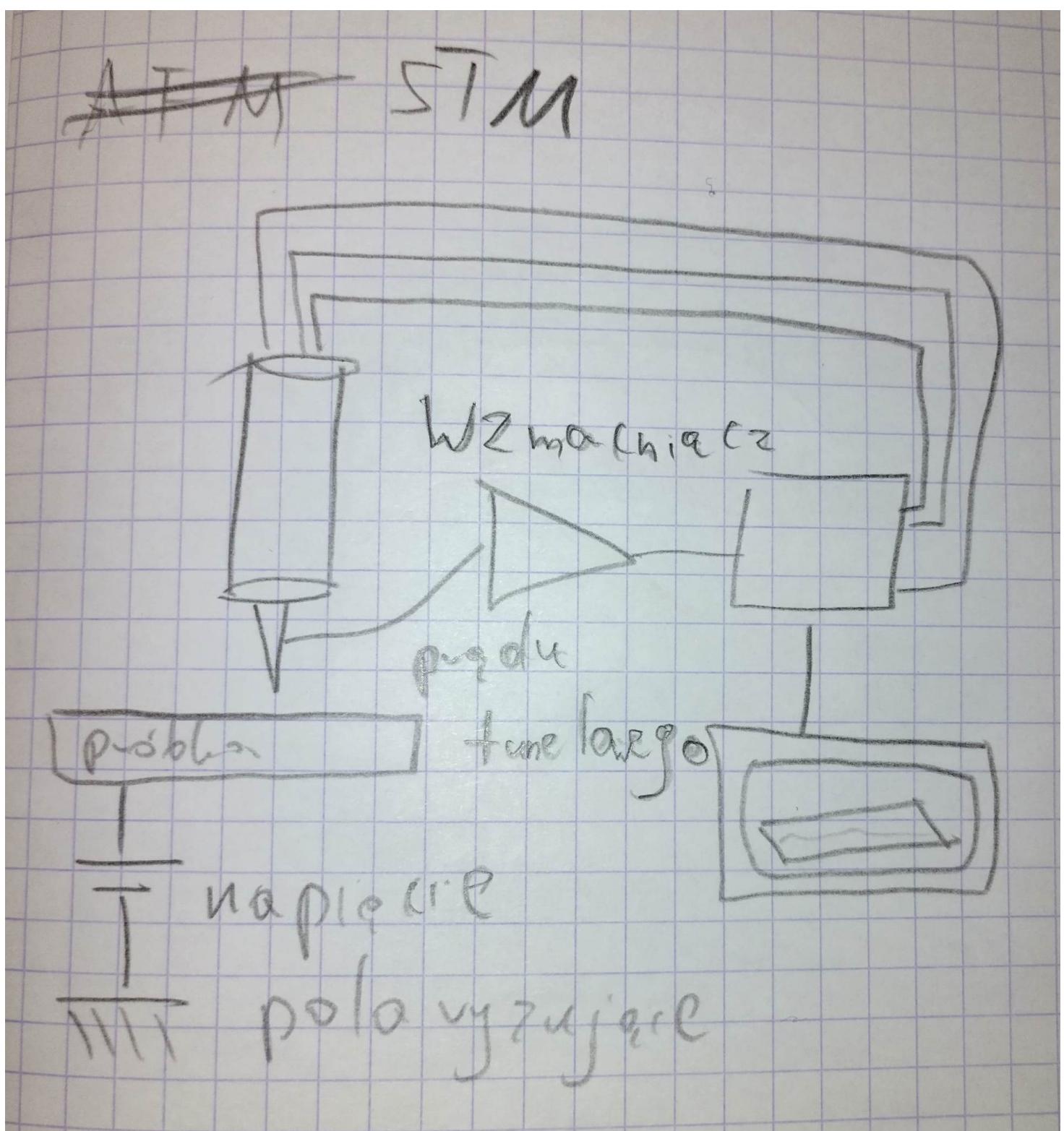
Badanie materiałów a pomocą STM i AFM

STM - skaningowy mikroskop tunelowy. Służy do badania materiałów przewodzących w nanoskali. Wykorzystuje zjawisko tunelowania elektronów między igłą pomiarową a próbką, po przyłożeniu napięcia rzędu kilku woltów. Igła pomiarowa powinna mieć koniec średnicy rzędu nanometrów (idealnie by było jeden atom ale tak nigdy nie jest). Gdy odległość między igłą a próbką jest od 0.4 do 0.7 nm, to elektron przeskakuje przez barierę potencjału w wyniku tunelowania (emisji polowej).

W STM stosowane są dwa mody pomiarowe:

- mod stałej odległości - stała odległość sondy podczas ruchu w płaszczyźnie XY - rejestruje się zmiany prądu tunelowego między sondą a próbką, który pozwala odwzorować kształt powierzchni. Stosowany jest do płaskiej powierzchni. Daje wysoką rozdzielcość obrazu. Pozwala na dużą szybkość skanowania.
- mod stałego prądu - stały prąd między sondą a próbką - odległość między igłą próbką regulowane jest tak, aby zachować stałą wartość prądu - obraz powierzchni próbki powstaje na podstawie zarejestrowanych wychyleń igły skanującej. Pozwala na dobre odwzorowanie topografii powierzchni. Daje małą rozdzielcość poziomą obrazu.

### rysunek STM w zeszycie (ważne: napięcie polaryzacyjne)



Wady metody STM:

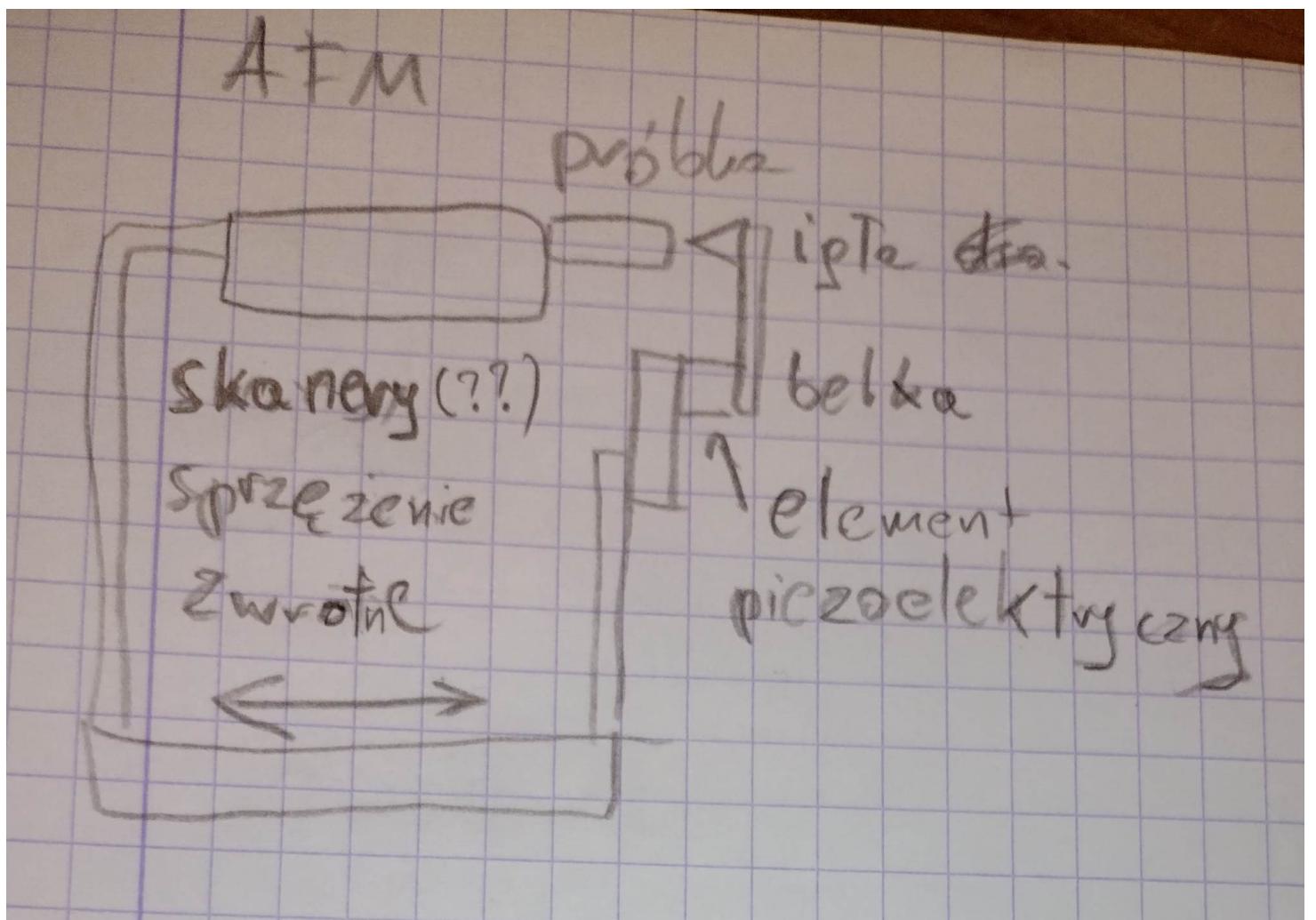
- możliwość wykonywania pomiarów tylko dla materiałów przewodzących
- wpływ kształtu sondy (igły) skanującej na otrzymywane wyniki

- duża czułość na wstrząsy mechaniczne i akustyczne (silna zależność wartości prądu tunelowego od odległości między igłą a próbką)

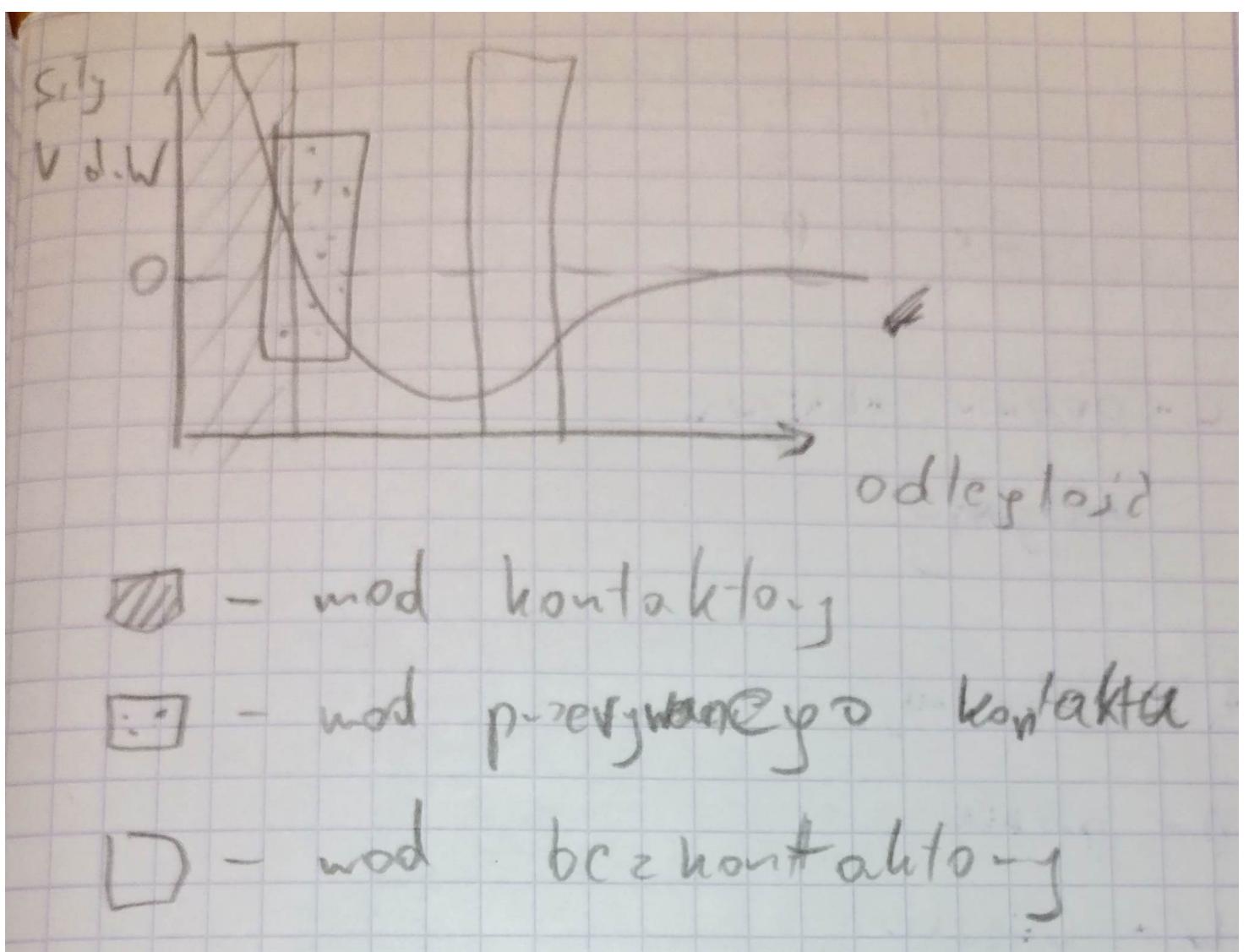
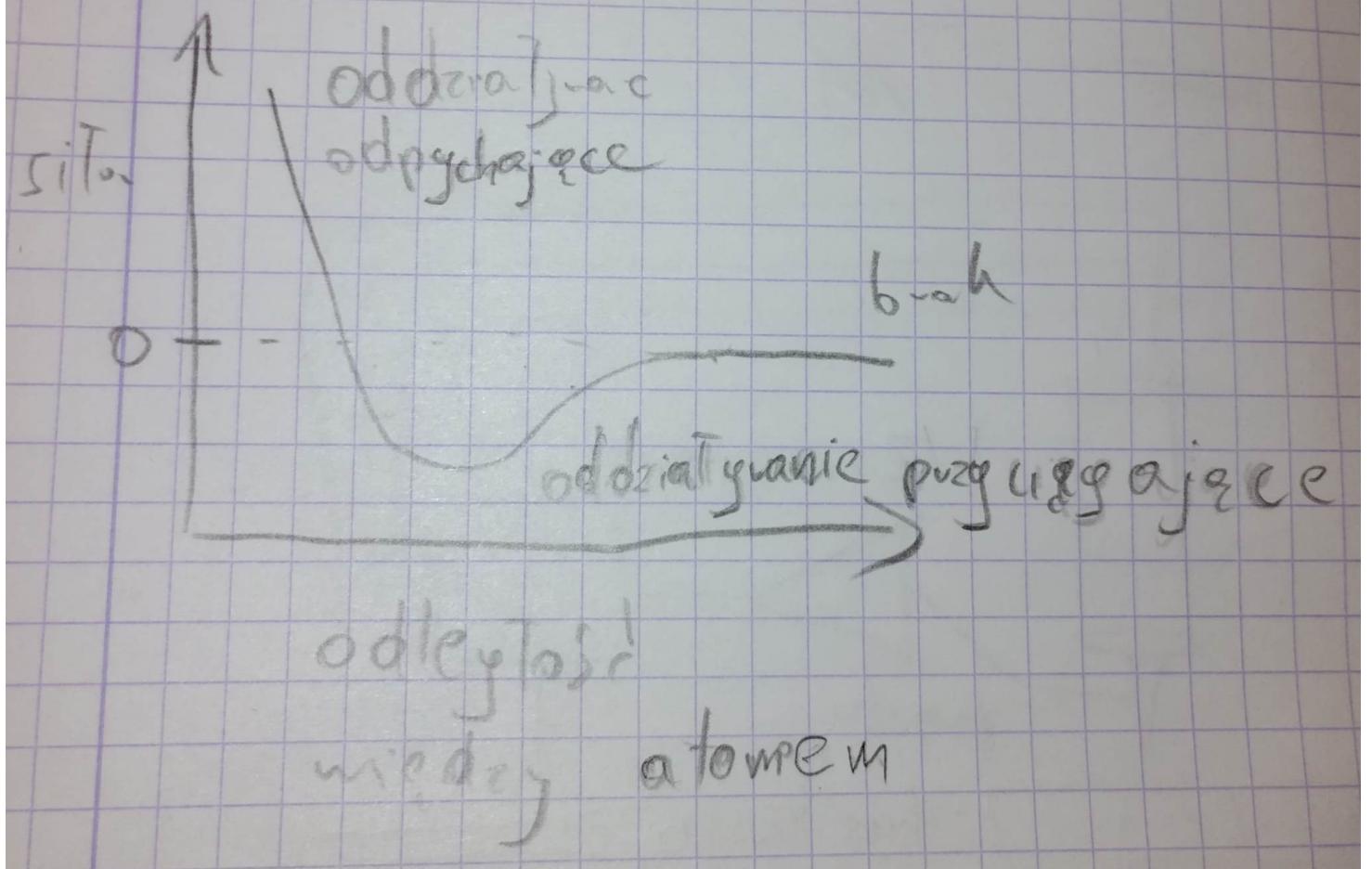
Ostrza są wolframowe. Robi się je metodą wytrawiania.

AFM - mikroskop sił atomowych - pozwala badać powierzchnie materiałów dielektrycznych. Ostrze o wyglądzie piramidy z kwadratem w podstawie.

### rysunek AFM (ważne: element piezoelektryczny)

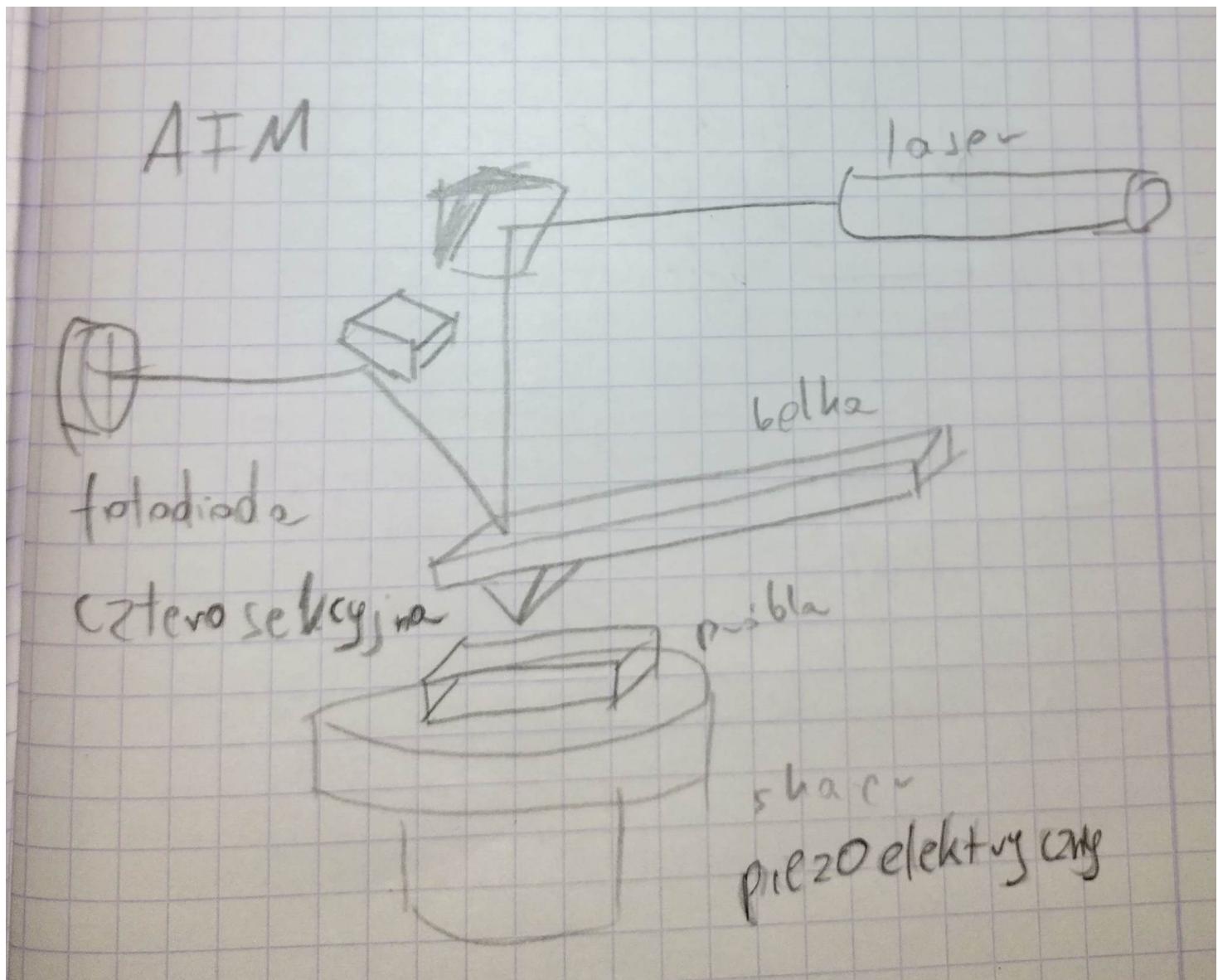


### wykresy siła-odległość



mod kontaktowy, przerywanego kontaktu, bezkontaktowy

## innny schamte AFM (laser)



Pomiarystwo o wysokiej rozdzielcości wykonywane są najczęściej w ultra wysokiej próżni (UHV)

Zalety AFM:

- atomowa zdolność rozdzielcza
- można badać przewodniki, półprzewodniki i izolatory

Mody pracy:

- stałoprądowy - belka nie jest wprowadzona w wibracje
  - mod kontaktowy - stosowany jest do powierzchni atomowo gładkich oraz chropowatych a jego wadą jest możliwość uszkodzenia powierzchni próbki.
- zmiennoprądowe - belka wibruje z określoną częstotliwością
  - mod przerywanego kontaktu (chwilowokontaktowy) - małe jest ryzyko uszkodzenia powierzchni próbki i może być stosowany do tak delikatnych próbek, jak np. białka
  - mod bezkontaktowy - korzystamy kiedy próbka jest silnie reaktywna i może reagować z krzemem w igle

Zastosowania AFM:

- do badania żywych preparatów biologicznych w środowisku zbliżonym do naturalnego (np. w wodzie)
- do pomiarów topograficznych
- do badania właściwości mechanicznych próbki takich jak: elastyczność, siła adhezji, tarcie

## Artefakty w AFM:

- zmiany geometrii ostrza
  - urwanie ostrza
  - pochwycenie - przyklejenie materiału do ostrza
  - stępione ostrze
- odwzorowanie kształtu ostrza
  - Zbyt duże ostrze - np. jak jest wąski pik to się robi szeroka piramida
- jakiś tam dryf. Nie powiedział o nim za wiele
- kierunek skanowania - jak zmieniamy kierunek skanowania to możemy zobaczyć czy mamy np. artefakt związany ze zbyt dużym ostrzem
- zakrzywienie ruchu ostrza
- adsorpja wody na powierzchni próbki