

ВЕЖБА Бр. 8

Определување на средна големина на гранула со Скенирачки Електронски Микроскоп (SEM)

Потребни материјали и инструменти

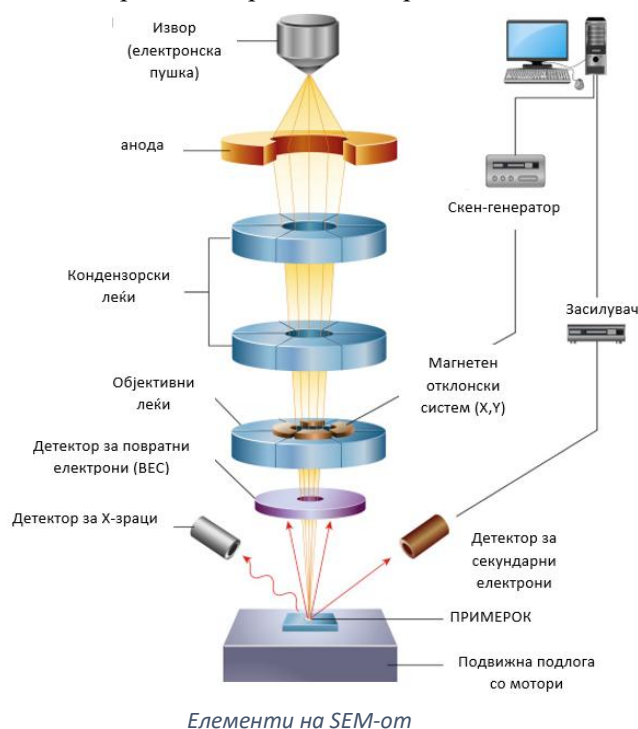
- Скенирачки електронски микроскоп (SEM)
 - Држач на примерок
 - Леплива лента за примерок
 - Примерок од метален прав со позната гранулација
 - Инсталирана бесплатна апликација на ImageJ
 - Проучен начин на работа со Image J
- https://www.youtube.com/watch?v=5UObaiiHplI&ab_channel=NicoPerdrial



SEM JEOL JSM 5200

ТЕОРИСКИ ОСНОВИ

Наместо светлински зраци, електронскиот микроскоп користи забрзани електрони кои се пуштаат да паднат на примерокот. Електроните од примарниот зрак кои што ќе се одбијат откако ќе се судрат со јадрата на атомите на примерокот (метата), се нарекуваат рефлексирани или повратни електрони (BE). Овие имаат повеќе енергија отколку секундарните (SE), поради што успеваат да проникнат од поголема длабочина од примерокот, па оттаму тие даваат слики со послаба просторна резолуција. Контактот при кој се создаваат BE посилно зависи од напонот на вклучените атоми. Поради зависноста на сигналот на BE од бројот на електроните во составот на атомот, следува дека сликата ќе биде посветла во оние области од примерокот во кои има елементи со повисоки атомски броеви, во однос на областите каде има елементи со пониски атомски броеви. Бидејќи сите атоми кои имаат ист атомски број се всушност атоми на ист елемент, сликата од BE дава прилично квалитетни податоци за елементарниот состав на примерокот.



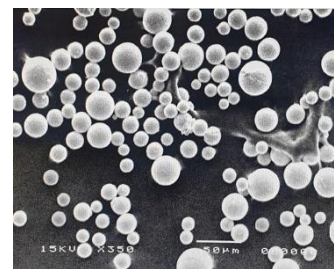
ПОСТАПКА ПРИ МЕРЕЊЕТО

- Се вклучува водата за ладење на SEM-апаратурата.
- Се вклучива струјата на SEM-от со клучот, се вклучува VENT за да се воспостави атмосферски притисок во комората.
- Се отвора фиоката за примерокот.

- На столчето во комората се сместува примерокот (металниот прав залепен на лентата двојната леплива лента залепена на цилиндричниот држач.
- Се затвора фиоката и се стиска копче EVAC (вакумирање на комората).
- Се чека да се воспостави вакуумот во секоја комора (PREEVAC и EVAC) и светнуваат светлата за тоа дека се постигнати пропишаните вакууми.
- Се пушта високиот аноден напон (HT) со кој електроните од електронската пушка се забрзуваат, се фокусираат и се насочуваат да паднат на метата.
- Се вклучува соодветен висок напон (10, 15 до 30 kV.
- Се пушта струјата на греење која треба да се следи на амперметарот со стрелка (ламбата индикатор не работи за ова намена).

Снимање на микрограмите со SEM

- Се вклучува модот за слика (Image).
- Се фокусира сликата да биде остра со копчињата за грубо и за фино штелување.
- Се бара погоден објект со винтовите за XY-поместување на примерокот.
- Откако ќе се добие остра и фокусирана слика се мести најпогодното зголемување.
- Се штелуваат Focus, Contrast и Brightness за да се добие најостра слика. Може да се употреби и опцијата (стискање на копчињата) за автоматско штелвање на фукусот, контрастот и осветленоста.
- Се коригира и астигматизмот, ако се забележи досторзија на ликовите (сферна аберација).
- Се активира софтверот на РС-то за скенирање на сликата преку AD -конверторот кој е дополнително вграден.
- На SEM-от се притиска копчето SHUTTER за да пренасочи сигналот за сликата кон РС-то. Се брои 3 секунди за да се кликне камерата. Пред тоа се избираат опциите NORM (нормална брзина на скенирање) или QUICK (брзо скенирање), и на SEM-от и на софтверот. Се памтат сликите со соодветни имиња.
- Се менуваат различни напони (струјата на греење се гасне пред секоја нова промена на напонот, и повторно се пали).



SEM од метален прав од микрогранули.

Обработка на сликите

- Се симнува и инсталира бесплатниот софтвер ImageJ.
- Се отвара една од сликите со гранулитите од металниот прав.
- Се калибрира единицата од пиксели во мирометри (или нанометри) со помош на отсечката на самата слика (Analyse->Set Scale)
- Се мерат дијаметрите со линијарот што го има софтверот со кликување на крајните точки од мерените растојанија.(Ctrl-M) и се прави табела од вредностите на дијаметрите на различните честиси од сликата
- Се црта хистограм на статистиката на дијаметрите во соодветни чекори.

