

Kalle Yli-Hukkala

**Pyyhkäisyelektronimikroskoopin käyttö
materiaaliympäristössä**

Opinnäytetyö

Kevät 2014

Tekniikan yksikkö

Automaatiotekniikan koulutusohjelma



SEINÄJOEN AMMATTIKORKEAKOULU

Opinnäytetyön tiivistelmä

Koulutusyksikkö: Tekniikan yksikkö

Koulutusohjelma: Automaatiotekniikan koulutusohjelma

Suuntautumisvaihtoehto: Koneautomaatio

Tekijä: Kalle Yli-Hukkala

Työn nimi: Pyyhkäisyelektronimikroskoopin käyttö materiaaliympäristössä

Ohjaaja: Markku Kärkkäinen

Vuosi: 2014

Sivumäärä: 33

Liitteiden lukumäärä: 1

Tämän opinnäytetyön tavoitteena oli tuottaa yksinkertainen työohje, jonka avulla ZEISS EVO MA10 -pyyhkäisyelektronimikroskooppia voidaan käyttää omatoimisesti ja turvallisesti materiaaliympäristössä. Työohjeen lisäksi opinnäytetyössä perehdyttiin tarkasti elektronimikroskopian teoriaan. Tässä työssä käsiteltyä teoriaa voidaan käyttää apuna käyttäjän perehdyttämisessä sekä laitteen käytössä ilmenevien ongelmien selvittämisessä.

Opinnäytetyön teoriaosuudessa käsitellään lyhyesti elektronimikroskopian kehitystä, jonka jälkeen syvennytään pyyhkäisyelektronimikroskoopin rakenteeseen. Jokaisen käyttäjän olisi hyvä perehtyä pyyhkäisyelektronimikroskoopin rakenteeseen ja toimintaan ennen laitteen käyttöä.

Työohje tehtiin Seinäjoen ammattikorkeakoulun Tekniikan yksikön materiaalitekniikan laboratoriossa sijaitsevaan elektronimikroskooppiin. Työohjeen tarkoitus on estää väärinkäytöstä aiheutuvia ongelmatilanteita ja laiterikkoja. Työohje on tarpeellinen Seinäjoen ammattikorkeakoululle, koska pyyhkäisy-mikroskoopin osaavia käyttäjiä on tällä hetkellä vain muutama.

Avainsanat: SEM, EDS, elektronimikroskopia

SEINÄJOKI UNIVERSITY OF APPLIED SCIENCES

Thesis abstract

Faculty: School of Technology

Degree programme: Automation Engineering

Specialisation: Machine Automation

Author: Kalle Yli-Hukkala

Title of thesis: Scanning electron microscope in material environment

Supervisor: Markku Kärkkäinen

Year: 2014

Number of pages: 33

Number of appendices: 1

The purpose of this thesis was to produce simple work instructions for ZEISS EVO MA10 -scanning electron microscope. With the work instructions students can use the electron microscope independently and safely. In this thesis the theory of the electron microscopy was studied carefully. The theory can help when initiating the users into the use of the scanning electron microscope and clarify the apparent problems in the use of the device.

The theory part of the thesis deals with the development and structure of the electron microscope. It would be good for every user to study the structure and functions of the electron microscope before the use of the device.

The work instructions for the scanning electron microscope were made at Seinäjoki University of Applied Sciences. The purpose of the work instructions is to prevent problem situations and device failures caused by the abuse of the device. The work instructions are necessary to Seinäjoki University of Applied Sciences because there are only a few people who can use the electron microscope at the moment.

Keywords: SEM, EDS, electron microscopy

SISÄLTÖ

| | |
|---------------------------------------------|----|
| Opinnäytetyön tiivistelmä..... | 2 |
| Thesis abstract..... | 3 |
| SISÄLTÖ..... | 3 |
| Kuvio- ja taulukkoluetelo..... | 6 |
| Käytetyt termit ja lyhenteet | 7 |
| 1 JOHDANTO | 8 |
| 2 HISTORIA..... | 9 |
| 2.1 Mikroskooppien kehitys..... | 9 |
| 2.2 Optiset mikroskoopit..... | 9 |
| 2.3 Elektronimikroskoopit..... | 10 |
| 3 PYYHKÄISYELEKTRONIMIKROSKOOPPI (SEM)..... | 11 |
| 3.1 Rakenne..... | 11 |
| 3.2 Elektronitykki | 12 |
| 3.2.1 Lämpöemissiotykki..... | 13 |
| 3.2.2 Kenttäemissiotykit | 14 |
| 3.2.3 Filamentin saturaatio..... | 15 |
| 3.3 Elektronisuihku..... | 15 |
| 3.4 Elektronioptiikka | 16 |
| 3.5 Tyhjiöjärjestelmä | 17 |
| 4 ALKUAINEN ANALYYSI..... | 19 |
| 4.1 EDS..... | 19 |
| 4.2 WDS..... | 19 |
| 5 NÄYTTEEN VALMISTELU..... | 20 |
| 6 VUOROVAIKUTUKSET | 21 |
| 7 KUVANTAMINEN | 23 |
| 7.1 SE-detektori | 23 |
| 7.2 BSE-detektori..... | 23 |
| 7.3 Resoluutio | 24 |
| 7.3.1 Kiihdytysjännite | 25 |

| | |
|-----------------------------------------------------|----|
| 7.3.2 Working distance (WD) | 26 |
| 7.3.3 Astigmaattisuus..... | 26 |
| 8 ZEISS EVO MA10 -PYYHKÄISYELEKTRONIMIKROSKOOPPI... | 27 |
| 8.1 Rakenne ja suorituskyky | 27 |
| 8.2 Käyttökohteet | 28 |
| 9 ZEISS EVO MA10 -TYÖOHJE | 30 |
| 10 YHTEENVETO..... | 31 |
| LÄHTEET | 32 |
| LIITTEET | 34 |

Kuvio- ja taulukkoluetelo

| | |
|---------------------------------------------------------------------------------------------------------------|----|
| Kuvio 1. Pyyhkäisyelektronimikroskoopin rakenne | 12 |
| Kuvio 2. Filamenttivirran ja elektronien säteilyn suhde | 15 |
| Kuvio 3. Sähkömagneettisten linssien toiminta | 17 |
| Kuvio 4. Elektronisuihkun ja näytteen välisiä vuorovaikutuksia..... | 21 |
| Kuvio 5. BSE-detektorilla titaani (Ti) näkyy kirkkaampana kuin Pii (Si). SE- detektorilla eroa ei näe..... | 24 |
| Kuvio 6. Kiihdytysjännitteen vaikutus | 25 |
| Kuvio 7. ZEISS EVO MA10..... | 27 |
| Kuvio 8. Käytetyn kuulalaakerin pinta | 28 |
| Kuvio 9. Tulostuspaperi kuvattuna BSE-detektorilla | 29 |
| Kuvio 10. BSE-detektorilla kuvattu bryotsoa (tai "sammaleläin") | 29 |
| | |
| Taulukko 1. Elektronilähteiden vertailu | 13 |

Käytetyt termit ja lyhenteet

| | |
|-------------------|---------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| SEM | Scanning electron microscope. Pyyhkäisyelektronimikroskooppi. |
| TEM | Transmission electron microscope. Lämpäisyelektronimikroskooppi. |
| SE | Secondary electron. Näytteen pinnasta irtoava elektroni. |
| BSE | Backscattered electron. Näytteestä takaisin sironnut elektroni. |
| WD | Working distance. Näytteen pinnan ja viimeisen linssin tai aperttuurin välimatka. |
| EDS | Energy Dispersive Spectrometer. Energiadisersiivinen alkuaineanalyysointilaite. |
| WDS | Wavelength Dispersive Spectrometer. Aallonpituusdisersiivinen alkuaineanalyysointilaite. |
| EBSD | Electron Backscatter Diffraction Detector. Kiderakennanalyysointilaite. |
| VPSE | Variable Pressure Secondary Electron Detector. SE-detektori, jota käytetään vaihtelevissa paineissa. |
| EPSE | Extended Pressure Secondary Electron Detector. SE-detektori, jota käytetään veden höyrystymispaineessa. |
| Resoluutio | Pienin mitta, jolloin pystytään erottamaan kaksi pistettä toisistaan |
| Filamentti | Elektronilähde, josta elektroneja vapautetaan. |
| Emissio | Tarkoittaa säteilyä. |

1 JOHDANTO

Elektronimikroskooppeja käytetään tuotantolaitoksissa ja tutkimuslaboratorioissa maailmanlaajuisesti. Sitä on käytetty hyödyksi jo pitkään lääke- ja biotieteissä tutkittaessa esimerkiksi eläviä mikrobeja tai solumuutoksia. Nykyään erilaiset elektronimikroskoopin muunnelmat ja kokonaisuudet ovat yksi tieteen tärkeimpiä tutkimusmenetelmiä. Mikro- ja nanoteknologian vaikutuksesta elektroniset laitteet ovat pienentyneet, mikä on osaltaan lisännyt elektronimikroskoopin osajien kysyntää myös tekniikan alalla. (An Introduction to Electron Microscopy 2010, 32.)

Työn tavoitteena on lisätä Seinäjoen ammattikorkeakoulun tekniikan yksikössä olevan pyyhkäisyelektronimikroskoopin käyttöastetta luomalla yksinkertainen suomenkielinen työhöje metallisten materiaalien kuvantamiselle. Työhöje mahdollistaa opiskelijoiden itsenäisen ja turvallisen elektronimikroskoopilla työskentelyn materiaaliympäristössä. Opinnäytetyö käsittelee teoriaa elektronimikroskopiasta sekä opastaa näytteen valmisteluun ja kuvantamiseen. Suomenkielisen käyttöohjeen ja opetusmateriaalin puuttuminen on ongelma, joten tämä työ on tärkeä Seinäjoen ammattikorkeakoululle. Teoriaosuutta voidaan käyttää opetusmateriaalina sekä apuna käyttäjän perehdyttämisessä.

Opinnäytetyön toisessa luvussa käsitellään mikroskopian historiaa mikroskooppien ensimmäisistä versioista aina elektronimikroskoopin keksimiseen saakka. Elektronimikroskoopin historian jälkeen perehdytään yleisimpään elektronimikroskooppiin eli pyyhkäisyelektronimikroskooppiin. Luvuissa 3–7 edetään järjestelmällisesti mikroskoopin rakenteesta aina kuvan muodostamiseen saakka. Teoriaosuuden jälkeen esitellään Seinäjoen ammattikorkeakoululla oleva SEM-ympäristö ja SEM-mikroskooppiin tehdyn työhöjeen valmistuksen eteneminen. Viimeisenä lukuna on lyhyt yhteenveto, jossa pohditaan muun muassa työn tavoitteiden täyttymistä.

2 HISTORIA

2.1 Mikroskooppien kehitys

Tieteen alkuajoista lähtien eri alojen ammattilaiset ovat halunneet tutkia ympäröivän maailman pieniä yksityiskohtia; biologeja kiinnostaa solujen koostumus, bakteerit ja virukset, kun taas materiaalitutkijoita puolestaan kiinnostaa esimerkiksi metallien korrosio. Ensimmäisen mikroskoopin keksijästä ei ole varmuutta, mutta yhden ensimmäisistä pienten asioiden tutkimiseen tarkoitettua välineistä teki hollantilainen Antony van Leeuwenhoek (1632–1723). Keksintö koostui kuperasta linssistä ja säädettävästä näytteenpitimestä, jolla on mahdollisesti päästy jopa 400-kertaiseen suurennokseen. Van Leeuwenhoek löysi alkueläimen, siittiön, bakteerin ja kykeni luokittelemaan punasoluja muodon perusteella. Ainoastaan yhden linssin käyttäminen kuitenkin rajoitti Van Leeuwenhoekia. Myöhemmin keksittiin, että vieläkin parempiin tuloksiin päästään lisäämällä toinen linssi suurentamaan ensimmäisen linssin muodostamaa suurennosta. Objektiivisen linssin, okulaarin, näytepöydän ja peilin tai valonlähteen yhdistelmästä koostuva mikroskooppi toimii lähtökohtana nykyisille valomikroskoopeille. (An Introduction to Electron Microscopy 2010, 3.)

2.2 Optiset mikroskoopit

Tunnetuin mikroskooppityyppi on näkyvää valoa ja läpinäkyvää linssiä käyttävä optinen mikroskooppi. Niiden erotuskyky on yhden mikrometrin luokkaa. Moderneilla valomikroskoopeilla päästään 2000-kertaiseen suurennokseen ja 200 nanometrin erotuskykyyn. Tiedemiesten pyrkiessä parempiin tuloksiin he huomasivat, ettei mikroskoopin resoluutiota rajoita ainoastaan linssien määrä ja laatu, vaan myös näkyvän valon aallonpituus. Johtuen valon aallonpituudesta, joka on 400–700 nm, valoa käytävillä mikroskoopeilla päästään vain muutaman sadan nanometrin erotuskykyyn. (An Introduction to Electron Microscopy 2010, 4.)

2.3 Elektronimikroskoopit

Elektronimikroskoopilla tutkitaan pienen pieniä yksityiskohtia erilaisten näytteiden pinnalta. Ranskalainen fyysikko Louis de Broglie teki vuonna 1924 oletuksen, että hiukkasillakin on aalto-ominaisuus ja havaitsi niiden käyttäytyvän tyhjiössä kuin näkyvä valo. (Peltonen, Perkkiö & Vierinen 2004, 364–365.) Elektronien huomattiin liikkuvan suoraviivaisesti ja niillä todettiin olevan 100 000 kertaa lyhyempi aallonpituus kuin valolla. Samalla tavalla kuin linsseillä ohjataan näkyvää valoa, pystytään elektronisuihkua kohdistamaan magneettikentän avulla. Saksalainen fyysikko Ernst Ruska käytti hyväkseen näitä ominaisuuksia rakentaessaan ensimmäisen läpäisyelektronimikroskoopin (transmission electron microscope, TEM) vuonna 1931. Ensimmäisessä elektronimikroskoopissa käytettiin kahta sähkömagneettista linssiä. Muutaman vuoden päästä Ruska lisäsi kolmannen linssin ja kykeni erottamaan kaksi pistettä, jotka olivat 100 nanometrin päässä toisistaan. Nykyään erotuskyvyssä päästään jopa 0,05 nanometrin luokkaan, joka on 4000 kertaa tavallista optista mikroskooppia ja 4 miljoonaa kertaa ihmissilmää parempi. Ruskan keksinnön merkitys ymmärrettiin vasta myöhemmin ja hänet palkittiin fysiikan Nobelin palkinnolla 1986. (An Introduction to Electron Microscopy 2010, 4.)

3 PYYHKÄISYELEKTRONIMIKROSKOOPPI (SEM)

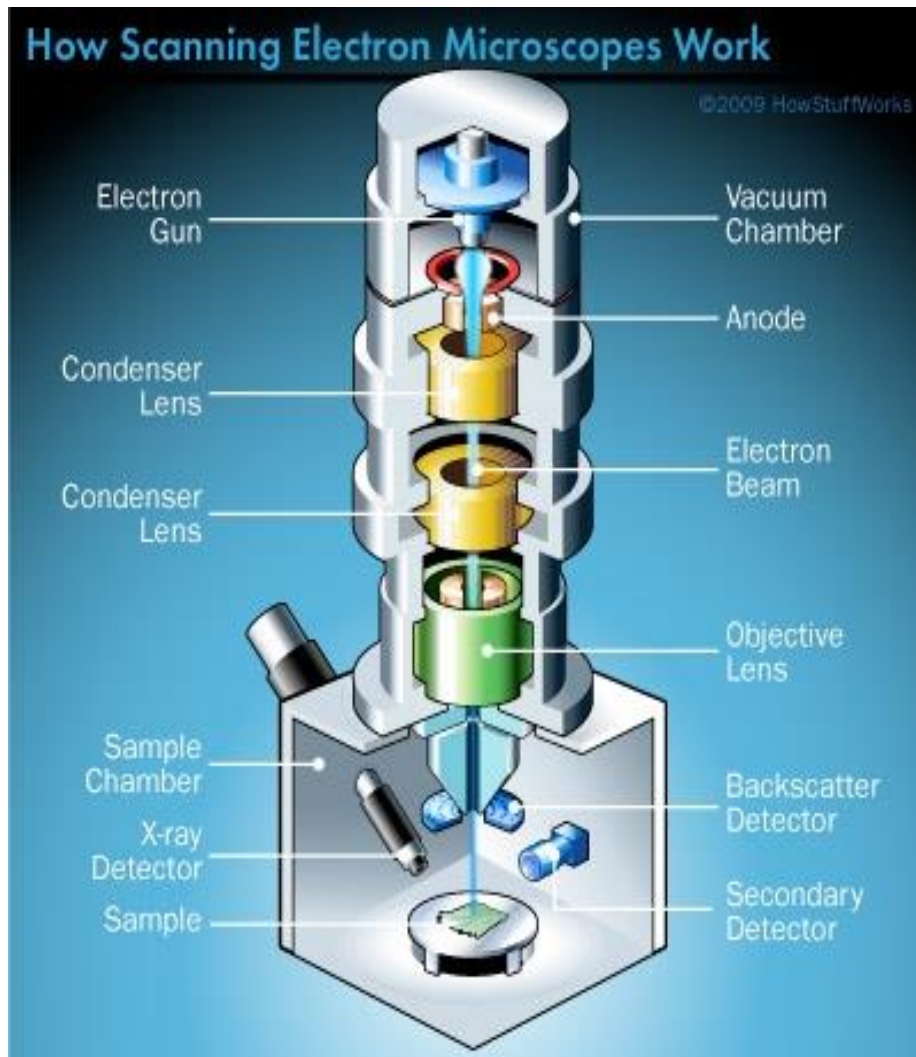
Pyyhkäisyelektronimikroskoopilla tutkitaan erilaisten näytteiden pintoja ja pinnanrakenteita. SEM-mikroskoopissa käytetään elektronisuihkua, joka tuotetaan elektronitykillä. Valomikroskoopin lasisten linssien sijaan elektronisuihku ohjataan ja kohdistetaan näytteen pinnalle sähkömagneettisilla linsseillä. Elektronisuihkulla pyyhkäistään rasterimaisesti näytteen pintaa. Toisin kuin valomikroskooppi, SEM ei muodosta oikeaa kuvaa, vaan elektronisen kuvan tietokoneen näytölle. (An Introduction to Electron Microscopy 2010, 20.)

3.1 Rakenne

Pyyhkäisyelektronimikroskooppi koostuu elektronipylvästä, joka muistuttaa sisälöltään optista mikroskooppia. Optisen mikroskoopin valonlähde on korvattu elektronitykillä. Lasisten linssien sijaan elektronimikroskoopeissa käytetään sähkömagneettisia linssejä eli käämejä (An Introduction to Electron Microscopy 2010, 20.)

Pyyhkäisyelektronimikroskoopin elektronipylväs koostuu (kuvio 1)

- elektronitykistä
- kokoojakäämeistä
- kokooja-aukoista eli apertuureista
- pyyhkäisykäämeistä
- objektiivikäämistä
- näytekammioista
- analysaattoreista, joilla tutkitaan elektronisuihkun ja näytteen välisiä vuorovaikutuksia
- käyttöliittymästä (PC), jonka näyttöön myös haluttu informaatio muodostetaan
- tyhjiöjärjestelmästä, jolla tyhjiö luodaan elektronitykistä näytekammioon asti. (An Introduction to Electron Microscopy 2010, 20.)



Kuvio 1. Pyyhkäiselektronimikroskoopin rakenne (Atteberry 2009, 3).

3.2 Elektronitykki

SEM-mikroskoopin suorituskyky riippuu paljolti käytetystä elektronitykistä. SEM-mikroskoopilla saatavaa resoluutiota rajoittaa elektronitykistä emittoituneiden elektronien leviäminen käytettäessä alhaista kiihdytysjännitettä. Lopullisen kuvan laatu riippuu siitä, kuinka suuren virran elektronitykki pystyy tuottamaan. (Khursheed 2010, 19.)

Elektronilähteen valintaan voidaan käyttää apuna esimerkiksi taulukkoa 1, jossa on vertailtu lämpöemissiotykyissä käytettävien volframi- ja LaB_6 -elektronilähteiden, sekä kenttäemissiotykkien (FE) tärkeimpiä ominaisuuksia.

Taulukko 1. Elektronilähteiden vertailu (Hafner 2007, 4)

| | Lämpöemissio | Lämpöemissio | Schottky FE | Kylmä FE |
|-------------------------------------|------------------|------------------|-------------------|-------------------|
| Materiaali | Volframi | LaB ₆ | Volframi | Volframi |
| Kirkkaus (A/cm ² str) | 10 ⁵ | 10 ⁶ | 10 ⁸ | 10 ⁸ |
| Kestoikä (t) | 40–100 | 200–1000 | >1000 | >1000 |
| Suihkun koko | 30–100 μm | 5–50 μm | <5 nm | <5 nm |
| Energiajakautuma (eV) | 1–3 | 1–2 | 1 | 0,3 |
| Tyhjiö (Torr) | 10 ⁻⁵ | 10 ⁻⁷ | 10 ⁻¹¹ | 10 ⁻¹¹ |

3.2.1 Lämpöemissiotykki

Lämpöemissiotykki (thermionic emission gun) koostuu filamentista, Wehnelt-sylinteristä ja anodista. Lämpöemissiotykissä yksinkertaisin ja halvin tapa elektronisuihkun luomiseen on käyttää filamenttina volframilankaa, jota lämmittämällä vapautetaan elektroneja filamentista. Filamenttia lämmitettäessä elektroneja vapautuu joka suuntaan, minkä vuoksi filamentin päällä on negatiivisesti varattu Wehnelt-sylinteri. Sylinterin päässä on pieni reikä, josta näkyy vain filamentin kärki. Sylinterin avulla elektroneja vapautuu vain filamentin kärjestä, josta ne kiihdytetään kohti anodia ja edelleen anodin läpi elektronipylvääseen. (Goodhew, Humphreys & Beanland 2000, 24.) Lämpöemissio nimitys tulee siitä, että elektronilähdettä lämmitetään kunnes elektroneilla on riittävästi energiaa irrotakseen materiaalista. Muita tapoja elektronisuihkun tuottamiseen on käyttää elektronilähteenä kidera-kenteista volframia tai lantaaniheksaboridia (LaB₆). Volframin irrotustyö on 4,5 eV ja LaB₆:lla 2,5 eV. (My Scope 2013.)

Irrotustyö W_0 voidaan laskea kaavasta

$$W_0 = hf_0 \quad (1)$$

jossa f_0 on kynnystaajuus eli minimitaajuus, jolla elektroneja irtoaa.

h on Planckin vakio. (Stokes 2009, 20–22.)

LaB₆-elektronilähde tuottaa paljon koherenttimman elektronisuihkun ja sen kirkkaus on 10-kertainen verrattuna volframiin. LaB₆-elektronilähteellä elektronisuihku pysytään kohdistamaan pienemmälle alueelle, mikä mahdollistaa paremman kuvanlaadun. Lisäksi LaB₆-elektronilähteen kestoikä on karkeasti sanottuna 10-kertainen. LaB₆ vaatii kuitenkin paremman tyhjiön ja on kalliimpi kuin volframilähde. (Stokes 2009, 20–22.)

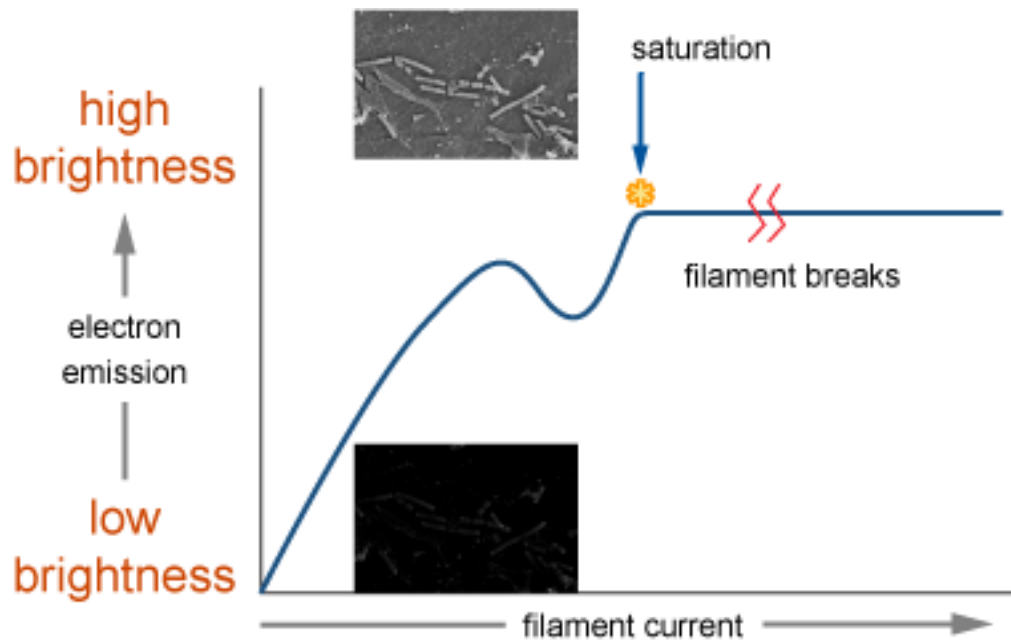
3.2.2 Kenttäemissiotykit

Kenttäemissiotykissä elektronilähteenä käytetään kiderakenteista volframia. Elektronilähdettä ei lämmitetä, vaan anodin ja katodin välille luodaan niin suuri jännite, että irrotustyön suuruinen potentiaalienergian muutos saavutetaan ja elektroni irtoaa kylmästä elektronilähteestä. (Termioninen ja kenttäemissio 2009, 1–5.) Kenttäemissiotykillä saavutetaan 100-kertainen kirkkaus, pienempi energiajakauma ja pitkäikäisempi elektronilähde verrattuna lämpöemissiotykkiin. Kenttäemissiotykki tarjoaa koherenteimman elektronilähteen korkearesoluutioiselle kuvantamiselle, mutta se on kaikkein epäsopiivin EDS-alkuaineanalysointin kanssa. (MyScope 2013.)

Schottky-kenttäemissiotykissä puolestaan lämmitetään kiderakenteista volframia tai zirkoniumoksidia. Sen etuna verrattuna kylmään kenttäemissiotykkiin on tasaisempi säteilyvirta, tyhjiön paineen ei tarvitse olla niin tarkka ja Schottkyn filamentivirta voidaan nostaa jopa yli 100 nA. (MyScope 2013.)

3.2.3 Filamentin saturaatio

Filamenttivirtaa nostamalla vapautuu enemmän elektroneja, mikä mahdollistaa suuremman kirkkauden. Filamenttivirran nostaminen lisää säteilyä kuitenkin vain tiettyyn pisteeseen asti, tätä kutsutaan saturaatioksi. Saturaation saavutettua filamenttivirran nostaminen ei enää lisää elektronien säteilyä, vaan ainoastaan lyhentää elektronilähteen ikää ja voi jopa rikkoa sen (kuvio 2). (MyScope 2013.)



Thermionic filament saturation is set at a position just above the second peak i.e. at beginning of platform

Kuvio 2. Filamenttivirran ja elektronien säteilyn suhde (MyScope 2013).

3.3 Elektronisuihku

Kuten aiemmin on mainittu, elektroneja vapautetaan erilaisista lähteistä ja kiihdytetään usean kymmenen kilovoltin jännitteellä pitkin elektronipylvästä. Tällä tavoin tuotettuja elektroneita kutsutaan primaarielektroneiksi. Primaarielektronit keskitetään pieneksi suoraviivaiseksi elektronisuihkuksi ja suunnataan mahdollisimman pienelle alueelle tutkitun näytteen pinnalle. Kun primaarielektronit iskeytyvät näytteen pintaan, syntyy seurauksena laajalti erilaisia vuorovaikutuksia. (Stokes 2009, 17.) Näytteen pintaa pyyhkäistään pyyhkäisykäämeillä piste pisteeltä ja vuorovai-

kutukset rekisteröidään tietokoneelle. Vuorovaikutusten seurauksena syntyy taikaisinsironeita elektroneja, sekundaarisia elektroneja ja mahdollisesti röntgensäteilyä. Vuorovaikutusten määrän perusteella kullekin pisteelle lasketaan kirkkaus, joka nykyisissä SEM-mikroskoopeissa näytetään tietokoneen näytöllä. (Peltonen, Perkkiö & Vierinen 2004, 366.)

3.4 Elektronioptiikka

Optisessa mikroskoopissa ohjataan valonsädettä usean linssin avulla. Elektronisuihkua pystytään ohjaamaan ja kohdistamaan samalla tavalla käyttäen sähkömagneettisia linsskejä ja apertuureja. Sähkömagneettiset linssit koostuvat rautakuoresta, jonka sisälle on kiedottu kuparilankaa käämiksi. Käämin läpi kulkeva sähkövirta synnyttää sähkö- ja magneettikentän. (Stokes 2009, 23.)

Lorentzin voimayhtälöstä voidaan laskea, kuinka suuren voiman nämä kentät aiheuttavat varatulle hiukkaselle.

$$F = q(E + v \times B) \quad (2)$$

jossa q on hiukkasen sähkövaraus

E on sähkökentän voimakkuus

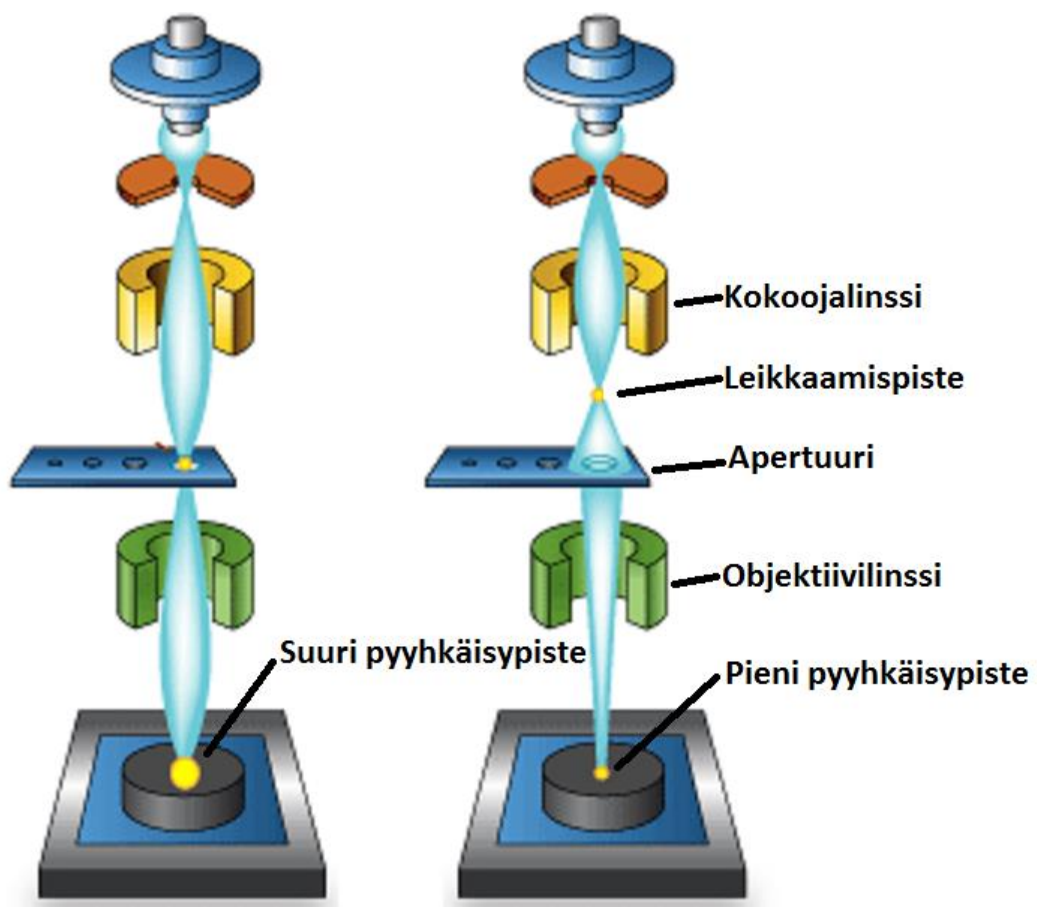
v on hiukkasen nopeus

B on magneettikentän voimakkuus. (Frisch 2005, 27.)

Käämissä kulkevan virran avulla syntyy magneettikenttä oikeassa kulmassa, jotta elektronit ohjautuvat sisäänpäin käämin keskellä olevasta reiästä. Sähkömagneettisia linsskejä on kahta tyyppiä, joilla kummallakin on oma tehtävänsä. Ylempänä oleva kokoojalinssi supistaa elektronisuihkun leikkauspisteeksi linssin alle, minkä jälkeen elektronisuihku taas leviää ennen kuin se kohdistetaan objektiivilinssin avulla näytteen pinnalle (kuvio 3). Leikkauspistettä muuttamalla voidaan vaikuttaa näytteeseen kohdistetun pyyhkäisyalueen kokoon, joka vaikuttaa saatuun resoluutioon ja näytteestä kimmonneiden elektronien määrään. (MyScope 2013.) Suurin ero valomikroskoopin ja elektronimikroskoopin linssissä on se, että polttoväliä

voidaan muuttaa käämin läpi kulkevaa virtaa muuttamalla (An Introduction to Electron Microscopy 2010, 12).

Elektronisuihku voi kulkea matkallaan kohti näytteen pintaa läpi useasta erikokoisesta apertuurista. Apertuureilla voidaan supistaa elektronisuihkua ja pysäyttää elektronit, jotka ovat poissa radaltaan. Suurempia apertuureja käytetään, jos näytteestä riittää pienempi suurennos, mutta halutaan enemmän BSE-elektroneja. Jos halutaan parempi resoluutio ja tarkempi fokus, käytetään pienempiä apertuureja. Huonona puolena pienelle alalle kohdistetulla elektronisuihkuilla on BSE-elektronien vähäisyys ja siitä johtuva kuvan pienempi kirkkaus. (MyScope 2013.)



Kuvio 3. Sähkömagneettisten linssien toiminta (MyScope 2013).

3.5 Tyhjiöjärjestelmä

Elektronit käyttäytyvät halutulla tavalla vain tyhjiössä, ja lisäksi tyhjiö suojaa elektronilähdettä vioittumiselta. Tyhjiö luodaan poistamalla ilma kammiosta yleensä kahden pumpun avulla, koska yksikään pumpputyyppe ei pysty saavuttamaan

suurtyhjiötä suoraan normaalista ilmanpaineesta. (Stokes 2009, 20.) Yleisimmin SEM-mikroskoopissa käytettyjä pumpputyyppejä ovat diffuusiopumppu ja turbomolekyylipumppu, jotka molemmat tarvitsevat esipumpuksi mekaanisen pumpun (esim. kiertosiipipumpun). Diffuusio- ja turbomolekyylipumppu mahdollistavat koh-
tuullisen näytteen, filamentin ja apertuurien vaihtoajan (muutaman minuutin). Ny-
kyiset tyhjiöjärjestelmät ovat täysin automatisoituja. (An Introduction to Electron
Microscopy 2010, 24.) Yleensä SEM-mikroskoopin elektronitykissä paine on 10^{-3} –
 10^{-5} Pa (10^{-5} – 10^{-7} torr) riippuen käytettävästä elektronilähteestä ja pumppausme-
netelmästä (Stokes 2009, 19).

4 ALKUAINESANALYYSI

Näytteen peruskoostumus voidaan määrittellä emittoituneen röntgensäteilyn spektristä, jotka syntyvät näytteen ja primaarielektronien vuorovaikutuksena (kuvio 4). Jokaisella alkuaineella on ainutlaatuinen spektri, joka pystytään tunnistamaan kahdella tavalla (EVO MA and LS Series 2008, 26.)

4.1 EDS

Suosituimpi tapa alkuaineanalyysille on energiadiispersiivinen röntgenspektroskopia. Yleisesti käytetään lyhennettä EDS tai EDX, jotka tulevat englanninkielisestä termistä Energy Dispersive X-ray Spectroscopy. EDS-analysointia käytetään määrittämään näytteen peruskoostumus. EDS-analyysin aikana näytettä pommitetaan elektronimikroskoopin elektronisuihkulla, eikä EDS-laitteistoa voida täten käyttää ilman SEM-mikroskooppia. EDS tunnistaa nopeasti kaikki näytteessä esiintyvät alkuaineet yhden prosentin kokonaistarkkuudella ja sen tunnistamisherkkyys on 0,1 % näytteen painosta. (EVO MA and LS Series 2008, 26.)

4.2 WDS

Resoluutio ja tunnistamisherkkyys ovat äärimmäisen tärkeitä yksittäisen alkuaineen tunnistamisessa, jolloin EDS-analysointia parempi vaihtoehto on Wavelength Dispersive X-ray Spectrometer (WDS tai WDX). Koska WDS tunnistaa vain yhden alkuaineen kerralla, on se huomattavasti EDS-analysointia hitaampi. WDS-analysointin tunnistamisherkkyys on 0,01 % näytteen painosta ja tarkkuus on keskimäärin 10 kertaa parempi EDS-analyysiin verrattuna. Korkean resoluution ansiosta WDS-analysointilla pystytään selvästi erottamaan aineet, jotka menevät EDS-spektrissä päällekkäin, kuten rikki ja molybdeeni. (EVO MA and LS Series 2008, 27.)

5 NÄYTTEEN VALMISTELU

SEM-mikroskoopilla pystytään tutkimaan näytteitä kaikilta tieteen aloilta aina kun tarvitaan tietoa näytteen pinnasta tai pinnan läheisyydestä. Ainoat kriteerit näytteelle ovat, että sen täytyy kestää tyhjiökammion olosuhteita ja elektronien pommitusta. Koska SEM-mikroskoopissa näytettä ei tarvitse läpäistä, on näytteen valmistelu huomattavasti helpompaa kuin TEM-mikroskoopissa. Tässä luvussa käsitellään vain tyhjiötä sietävien näytteiden valmistelua. (An Introduction to Electron Microscopy 2010, 24.)

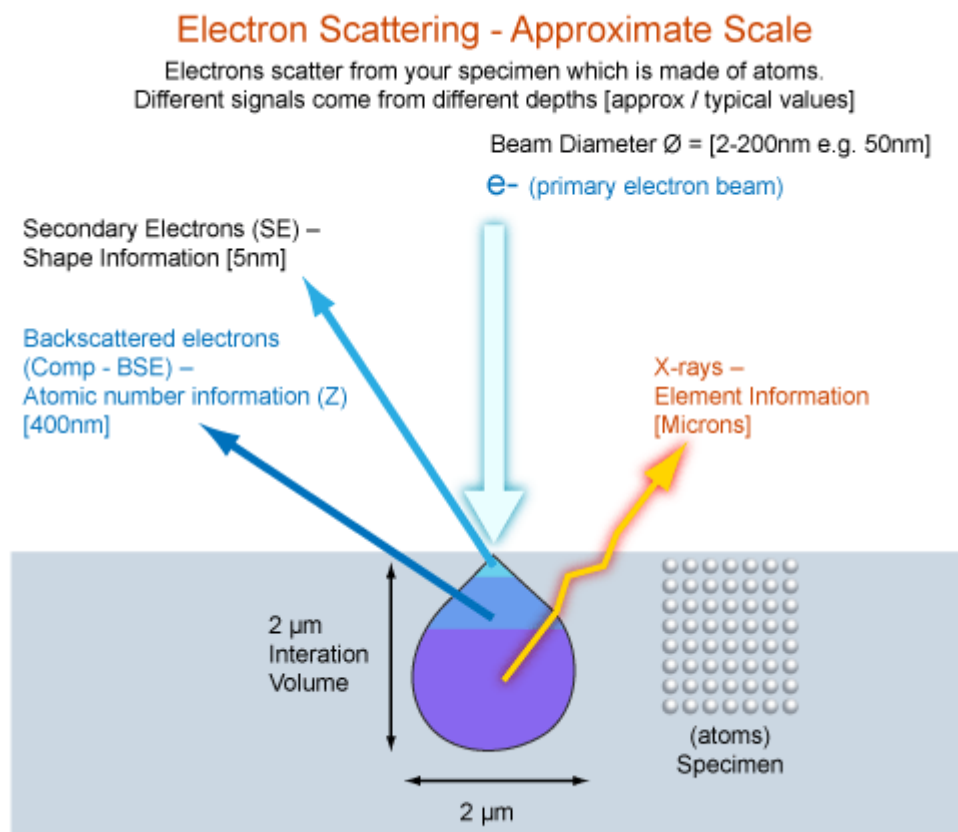
Tavoitteena SEM-mikroskoopilla tutkittavan näytteen valmistelussa on saada näytteestä tarpeeksi pieni, tehdä siitä tyhjiöolosuhteita kestävä sekä sähköä johtava. Useimmat metallit omaavat nämä piirteet, joten ne voidaan usein asettaa näytekammioon ilman erillistä näytteen valmistelua. Kammion likaantumisen estämiseksi ja filamentin kestoian lisäämiseksi näyte kuitenkin puhdistetaan ja kuivataan aina ennen tutkimista. (Dunlap & Adaskaveg 1997, 27.)

Sähköä johtamattomat näytteet saadaan johtavaksi yksinkertaisimmin käyttämällä sähköä johtavaa maalia tai -teippiä. Epämetalliset, kuten keraamiset, muoviset ja epäorgaaniset näytteet, joudutaan usein vain päällystämään johtavalla metallikerroksella. (Dunlap & Adaskaveg 1997, 28–29.)

Näytteiden valmistelu on yksinkertaista tutkittaessa esimerkiksi pienten metallisten kappaleiden pinnan rakennetta. Valmistelu on kuitenkin haastavampaa esimerkiksi EBSD-analyysiä tehtäessä, koska tällöin näytteen pinnan täytyy olla huomattavasti sileämpi. Näytteen valmistelu on siis yksilöllistä riippuen materiaalista ja halutusta informaatiosta. (Mukhopadhyay 2003, 384–410.)

6 VUOROVAIKUTUKSET

Elektronisuihkun osuessa näytteen pintaan aiheutuu erilaisia vuorovaikutuksia. Vuorovaikutuksista saadaan selville tutkitun näytteen erilaisia ominaisuuksia. Elektronisuihkun primaarielektronien osuessa näytteeseen ne todennäköisesti jatkavat matkaansa hieman pinnan läpi ennen kuin törmäävät toiseen hiukkaseen. Sironta tarkoittaa primaarielektronin osumista kappaleessa esimerkiksi elektroniin, jolloin se saa uuden lentoradan. Primaarielektronien osuessa näytteeseen muodostuu pisaran muotoinen vaikutusalue (kuvio 4), josta vuorovaikutuksia syntyy. Pienemmällä vaikutusalueella saadaan parempi resoluutio, mutta suuremmalla vaikutusalueella saadaan aikaan enemmän tutkittavia signaaleja. Vaikutusalueen koko määräytyy atomien tiheydestä, näytteen pinnan rakenteesta ja elektronisuihkun kiihdytysjännitteestä. Esimerkiksi käytettäessä korkeaa kiihdytysjännitettä matalatiheyksisen materiaalin tutkimisessa saadaan aikaan suuri vaikutusalue. Tämä johtuu siitä, että primaarielektronit tunkeutuvat syvemmälle näytteeseen. (Croft 2006, 63.)



Kuvio 4. Elektronisuihkun ja näytteen välisiä vuorovaikutuksia (MyScope 2013).

Yleisin tutkittu vuorovaikutus on sekundaarielektronit (secondary electrons, SE). Sekundaarielektroneja syntyy, kun elektronisuihkun primaarielektronit irrottavat elektroneja näytteen pinnan läheisyydestä. SE-elektronit omaavat alle 50 eV:n energian, minkä vuoksi niiden kerääminen detektoriin on helppoa. (Dunlap & Adaskaveg 1997, 14–15.)

Takaisinsironneet elektronit (englanniksi backscattered electrons, BSE) ovat elektroneja, jotka tunkeutuvat näytteen pinnan läpi, mutta kimpoavat takaisin pinnan läheisyydestä. BSE-elektronit ovat alkuperäisen elektronisuihkun primäärisiä elektroneja ja omaavat siksi korkean energiatason. (Dunlap & Adaskaveg 1997, 14.)

7 KUVANTAMINEN

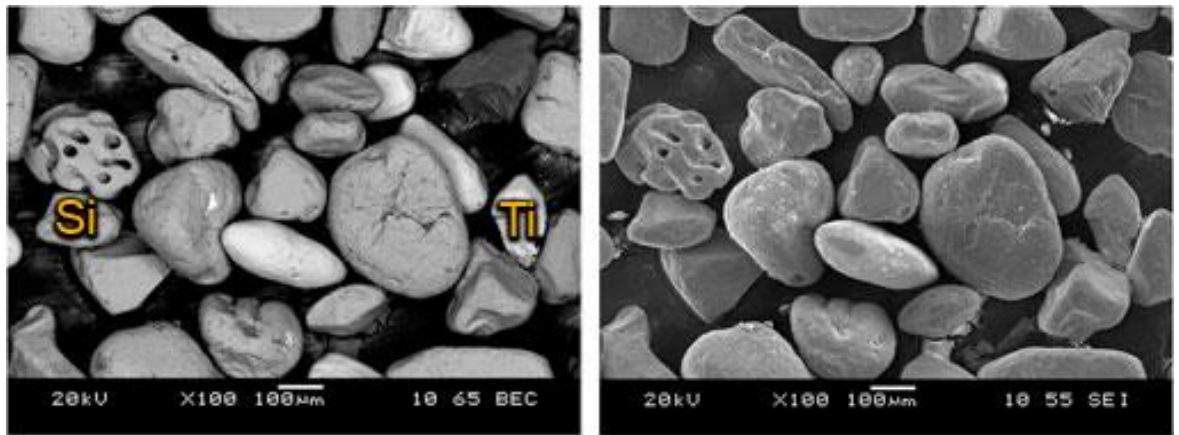
Kuvan muodostaminen SEM-mikroskoopilla tapahtuu erilaisilla detektoreilla, jotka prosessoivat edellisessä luvussa käsiteltyjä vuorovaikutuksia. SEM-kokonaisuudet voivat sisältää eri detektoreja, mutta yleisesti kaikissa on ainakin SE- ja BSE-detektorit.

7.1 SE-detektori

Yleisimmän SE-detektorin Everhart-Thornleyn toiminta perustuu detektorin päähän sijoitettuun positiivisesti biasoituun ritilään, jolla ohjataan negatiiviset sekundaari-elektronit ritilän läpi detektoriin. SE-detektorilla saadaan tarkalla resoluutiolla kuva näytteen pinnanmuodosta. Reunat ja kohoumat näkyvät kirkkaina, koska niistä säteilee enemmän elektroneja. SE-detektorilla kuvantamisessa erinomainen piirre on, että kontrasti ja kuvan pehmeät varjot ovat samankaltaiset valomikroskoopilla kuvattuun näytteeseen verrattuna. Samankaltaisuudesta johtuen kuvien vertailu on helpompaa ja kuvan tulkinta saattaa olla tutumpaa. (MyScope 2013.)

7.2 BSE-detektori

Tyypillisesti BSE-detektorit ovat elektronisia ja koostuvat piikiekosta. Elektronisuihku kulkee BSE-detektorin keskellä olevan reiän läpi ennen kuin osuu näytteeseen. Piikiekko koostuu neljästä segmentistä, joiden varausta pystytään muuttamaan tietokoneella. (MyScope 2013.) BSE-detektorilla pystytään erottamaan esimerkiksi näytteen sisältämät kaksi eri alkuainetta. Alkuaineen keskimääräinen järjestysluku voidaan päätellä BSE-elektroneista. Mitä suurempi järjestysluku on, sitä enemmän elektroneja kimpoaa näytteestä takaisin saaden aikaan kirkkaamman kuvan. Kuvioista 5 nähdään, kuinka BSE-detektorilla kuvattaessa titaaninen jyvä, jonka järjestysluku on 22, näkyy piitä kirkkaampana. Piin järjestysluku on 14. (Sarkar, Aimin & Jana 2001, 236.)



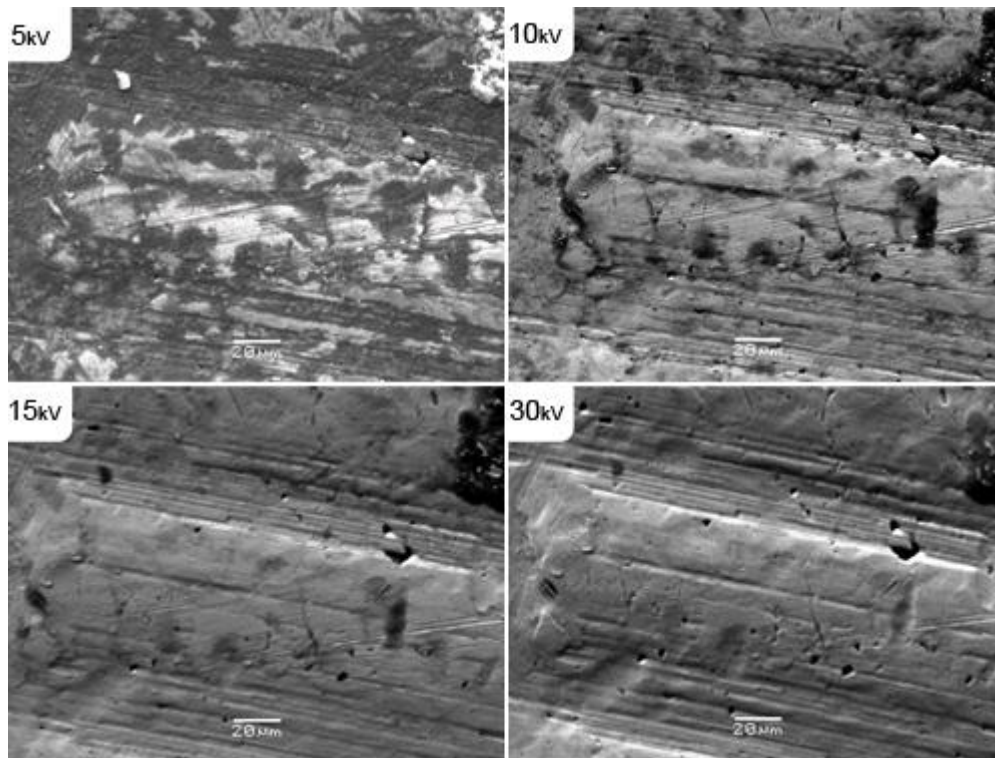
Backscattered electron image (BSE)

Secondary electron image (SE)

Kuvio 5. BSE-detektorilla titaani (Ti) näkyy kirkkaampana kuin Pii (Si). SE-detektorilla eroa ei näe. (MyScope 2013).

7.3 Resoluutio

Resoluutiolla eli erotuskyvyllä tarkoitetaan kahden pisteen välistä minimietäisyyttä, jolloin pisteet pystytään erottamaan toisistaan. SEM-mikroskoopin resoluutioon vaikuttaa muun muassa kiihdytysjännite, elektronisuihkun koko näytteen pinnalla, käytettävä detektori, näytteen pinnanlaatu ja työskentely etäisyys (WD) (An Introduction to Electron Microscopy 2010, 22). Kuviossa 6 on kuvattu SE-detektorilla metallin pinta samalla suurennoksella, mutta eri kiihdytysjännitteillä.



Kuvio 6. Kiihdytysjännitteen vaikutus (MyScope 2013).

7.3.1 Kiihdytysjännite

Kiihdytysjännitteellä (kV) tarkoitetaan katodin (filamentin) ja anodin välistä jännitettä, jolla elektronisuihku kiihdytetään kohti anodia. Tavallisessa SEM-mikroskoopissa käytettävä kiihdytysjännite on välillä 0–30 kV. Teoriassa kiihdytysjännitettä nostamalla saadaan aikaan enemmän vuorovaikutuksia ja vahvempi signaali näytteestä, mutta se ei aina ole tavoitteellista. Pienemmällä kiihdytysjännitteellä nähdään enemmän yksityiskohtia näytteen pinnasta. Koska SE-detektori kerää myös BSE-elektroneita, kuviosta 6 nähdään, että 15 kV:n ja 30 kV:n jännitteillä näkyy selvästi pinnanalaista koostumusta. (MyScope 2013.)

Johtamattomat materiaalit voivat varautua korkealla jännitteellä kiihdytetystä elektronisuihkusta. Näytteen varautuessa elektronien liikerata muuttuu, eikä saatu signaali ole enää luotettava. Elektronien korkea energia nostattaa näytteen lämpötilaa ja voi vahingoittaa näytettä. (MyScope 2013.)

7.3.2 Working distance (WD)

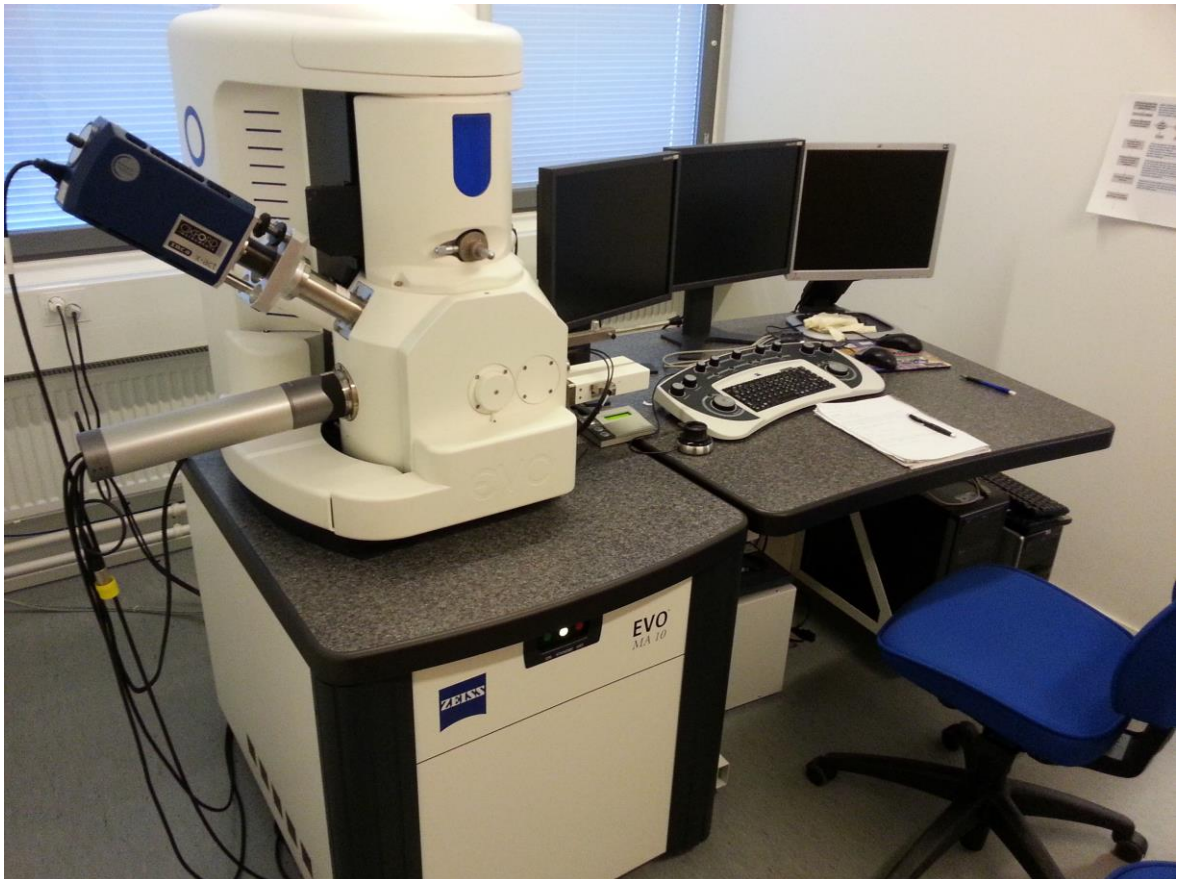
Working distance eli näytteen pinnan ja objektiivilinssin tai -apertuurin välinen etäisyys on säädettävissä näytteenpitimen avulla. WD-etäisyyden pituus vaikuttaa näytteen pinnalle kohdistetun elektronisuihkun kokoon. Tästä johtuen pyrittäessä korkeaan resoluutioon WD pidetään alle 10 mm:n mittaisena. Haittapuolena lyhyttä WD-etäisyyttä käytettäessä on syvyystarkkuuden kärsiminen. (Stokes 2009, 59–60.)

7.3.3 Astigmaattisuus

Korkean resoluution saamisella ei ole merkitystä, jos lopullisen kuvan kirkkautta ja kohdistusta ei säädetä. Mikäli kuva ei terävöidy fokusoinnista huolimatta, voi syynä olla astigmaattisuus. Elektronisuihku pyritään pitämään pyöreänä osuessaan näytteen pinnalle. Likaantuneista apertuureista tai linssien asymmetriasta johtuva leikkauspisteen vääristyminen voi johtaa elektronisuihkun muuttumisen soikeaksi. Leikkauspiste on tällöin eri kohdassa, kuin sen pitäisi käyttäjän määäämien säätöjen perusteella olla. Sähkömagneettisesta linssistä johtuva astigmaattisuus on korjattavissa stigmaattoreilla. (Stokes 2009, 29–31.)

8 ZEISS EVO MA10 -PYYHKÄISYELEKTRONIMIKROSKOOPPI

Seinäjoen ammattikorkeakoulun Tekniikan yksikön materiaaliteknikan laboratoriossa oleva pyyhkäisyelektronimikroskooppi on Zeiss Evo MA10 (kuvio 7). Tässä luvussa käsitellään kyseisen kokoonpanon rakennetta ja käyttömahdollisuuksia.



Kuvio 7. ZEISS EVO MA10

8.1 Rakenne ja suorituskyky

ZEISS EVO MA10 -mikroskoopissa on EVO-sarjan kolmesta mikroskoopista pienin näytekammi. Pienestä koosta huolimatta EVO MA10 tarjoaa kokoluokkansa parhaan liikkuvuuden X-akselilla (80 mm) ja Y-akselilla (100 mm). Tutkittavan näytteen suurin mahdollinen korkeus on 100 mm ja suurin mahdollinen halkaisija on 200 mm. (Carl Zeiss Microscopy 2013, 19.)

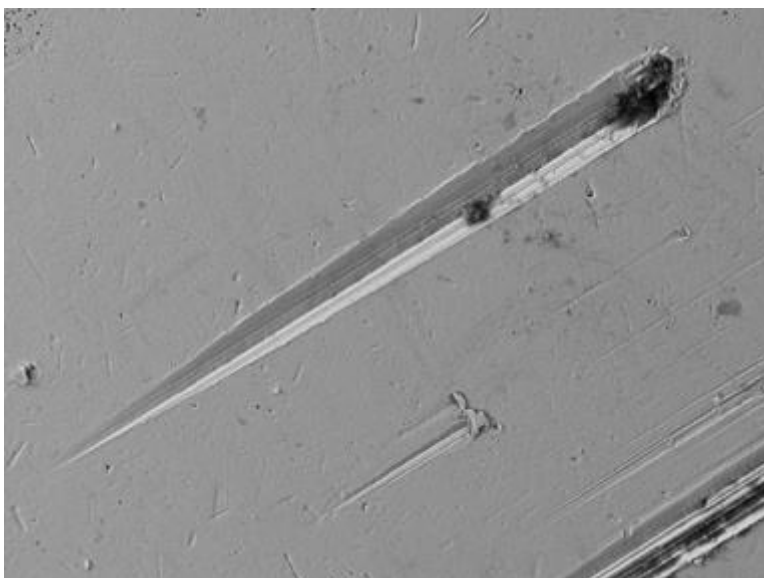
Kiihdytysjännitettä voidaan säätää välillä 0,2–30 kV ja virtaa 0,5 pikoampeerista (pA) 5 mikroampeeriin (μA). Käyttämällä LaB_6 -filamenttia ja kiihdytysjännitteen ollessa 30 kV päästään EVO-sarjan mikroskoopeilla 2 nanomillin resoluutioon ja suurennos voi olla jopa miljoona kertainen. (Carl Zeiss Microscopy 2013, 27.)

Seinäjoen ammattikorkeakoulun EVO MA10 -mikroskoopissa on standardina toimitetun ETSE-detektorin lisäksi BSD-, VPSE- ja EPSE-detektorit. Lisäksi SEM-mikroskoopissa on EDS- ja EBSD-analysaattorit.

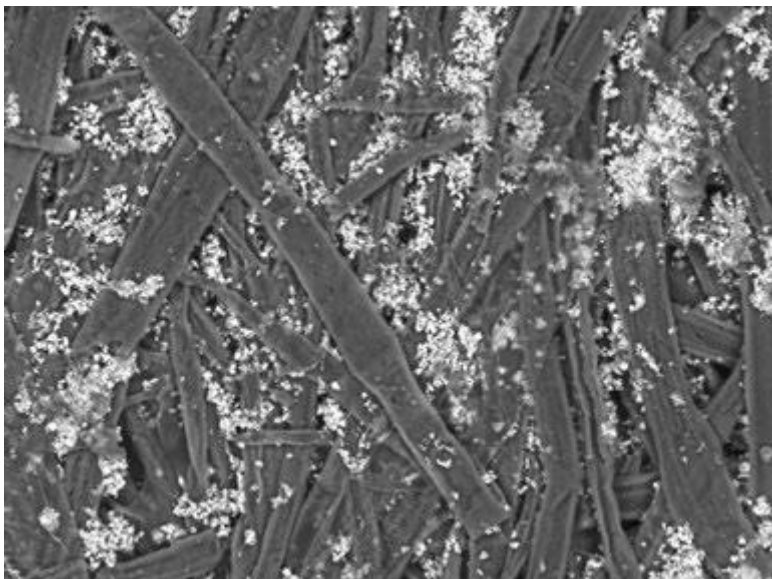
8.2 Käyttökohteet

ZEISS EVO -sarjan mikroskooppeja käytetään muun muassa

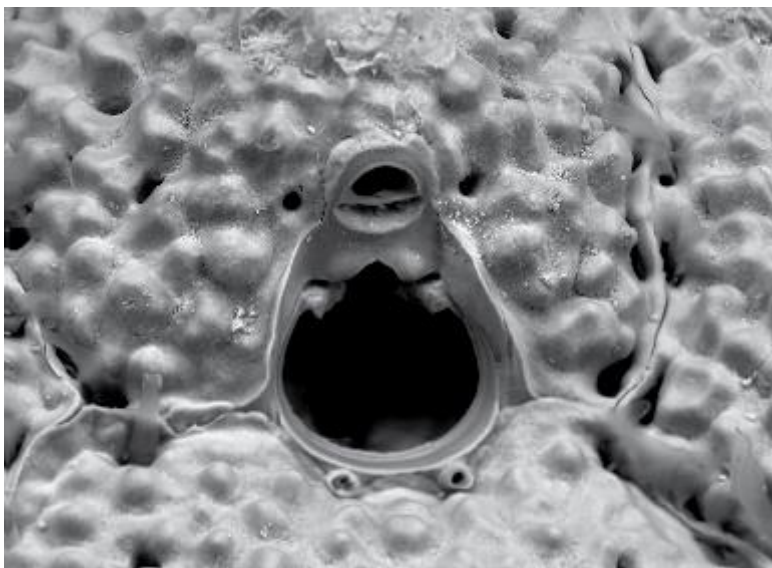
- autoteollisuudessa laadun ja kestävyuden varmistuksessa (kuvio 8).
- elintarviketeollisuudessa vieraiden hiukkasten määrittämiseen.
- luonnontieteissä määrittämään kivien mikrorakenteita.
- paperiteollisuudessa kuitujen ja paperin laadun analysoinnissa (kuvio 9).
- oikeustieteissä ihmisnäytteiden, kuten hiusten analysointiin.
- eläintieteissä uusien lajien ja kovien näytteiden, kuten kilpikonnän kuoren analysointiin (kuvio 10).



Kuvio 8. Käytetyn kuulalaakerin pinta (Carl Zeiss Microscopy 2013, 12).



Kuvio 9. Tulostuspaperi kuvattuna BSE-detektorilla (Carl Zeiss Microscopy 2013, 11).



Kuvio 10. BSE-detektorilla kuvattu bryotsoa (tai "sammaleläin") (Carl Zeiss Microscopy 2013, 15).

9 ZEISS EVO MA10 -TYÖOHJE

Seinäjoen ammattikorkeakoulun Tekniikan yksikön materiaalteknikan laboratoriossa oleva pyyhkäisyelektronimikroskoopi on ollut vähällä käytöllä. Vähäinen käyttö johtuu osittain hankalasta englanninkielisestä käyttöohjeesta ja elektronimikroskoopin käyttöön koulutetun henkilökunnan vähäisyydestä. Aiemmin elektronimikroskooppiin ovat päässeet tutustumaan vain harvat opiskelijat projektitöiden myötä.

Työohjeen tarkoituksena on kasvattaa elektronimikroskoopin käyttöastetta niin henkilökunnan kuin opiskelijoidenkin toimesta. Työohjeesta pyrittiin tekemään järjestelmällisesti etenevä yksinkertainen opas metallisen näytteen tutkimista varten. Opinnäytetyön aihetta ehdotettiin toimeksiantajan puolesta, koska suomenkielistä käyttöohjetta ei ole. Laitteen mukana tullut englanninkielinen käyttöohje voi olla laitetta ensi kertaa käyttävälle vaikealukuinen. Työohjeen suunnittelussa pidettiin alusta asti mielessä, että ohjeen avulla kuka tahansa pääsisi materiaalitutkimuksissa alkuun. Työohje ei ole kokonainen käyttöohje, vaan tarkoituksena on helpottaa laitteen käytön aloittamista.

Opinnäytetyö aloitettiin pitkällä perehtymisjaksolla elektronimikroskopiaan ja materiaalteknikan laboratoriossa sijaitsevan pyyhkäisyelektronimikroskoopin käyttöön. Teorian sisäistämisen jälkeen aloitettiin SEM-mikroskoopilla harjoittelemaan näytteen kuvantamista ja itse laitteen turvallista käyttöä. Usean viikon harjoittelun jälkeen aloitettiin työohjeen suunnittelu ja valmistus. Lopputuloksena saatiin Seinäjoen ammattikorkeakoulun käyttöön työohje ja perehdytysmateriaali, jonka avulla opiskelijat pääsevät tutustumaan elektronimikroskopiaan.

Ennen elektronimikroskoopin käytön aloittamista käyttäjän olisi hyvä perehtyä pyyhkäisyelektronimikroskoopin perusteisiin. Työohjeessa kerrotaan Seinäjoen ammattikorkeakoulun elektronimikroskoopin kokoonpanosta ja käytännöistä mikroskoopin ympäristössä toimimisesta. Opas ohjaa käyttäjää vaihe kerrallaan metallisen näytteen valmistelusta näytteen kuvantamiseen. SEM-mikroskoopin perusteiden oppimisen jälkeen käyttäjä löytää ohjeet edistyneempään materiaalitutkimukseen laitteen alkuperäisestä käyttöohjeesta.

10 YHTEENVETO

Opinnäytetyön tavoitteena oli tuottaa yksinkertainen työohje, jonka avulla ZEISS EVO MA10 -pyyhkäisyelektronimikroskooppia voidaan käyttää omatoimisesti ja turvallisesti materiaaliympäristössä. Tässä työssä käsiteltyä teoria osuutta voidaan käyttää uuden käyttäjän perehdyttämisessä. Työohjeen avulla pyritään lisäämään Seinäjoen ammattikorkeakoulun SEM-mikroskoopin käyttöä.

Työssä käsiteltiin lyhyesti mikroskopian ja mikroskooppien historiaa, jonka jälkeen keskityttiin yleisimpään elektronimikroskooppiin eli pyyhkäisyelektronimikroskooppiin. SEM-mikroskoopin rakenne ja toiminta on pyritty selittämään mahdollisimman yksinkertaisesti. SEM-mikroskoopit voivat koostua erilaisista kokonaisuuksista, joten työssä vertailtiin muutamia erilaisia elektronilähteitä ja analysointilaitteita. Työn lopussa käytiin läpi tehdyn työohjeen valmistusprosessi ja esiteltiin Seinäjoen ammattikorkeakoulun tekniikan yksikössä oleva SEM-ympäristö.

Aiheen laajuus teki työn rajauksesta hankalaa, mutta helpotti lähdemateriaalin löytämistä. Elektronimikroskopia oli aiheena vaikea, mutta mielenkiintoinen. Lisäksi työn tekemistä vaikeutti englanninkielisten aineistojen kääntäminen, koska tietyille sanoille ja termeille täytyi keksiä suomenkielinen vastine. Käytännön harjoittelun aloitus SEM-mikroskoopilla oli myös hankalaa, koska koululla ei ole varsinaista mikroskoopin asiantuntijaa. Tämä vahvisti osakseen käsitystä työohjeen tarpeellisuudesta.

Lopputuloksena saatiin yksinkertainen työohje, jonka avulla opiskelija pystyy suoriutumaan turvallisesti ja itsenäisesti metallisen näytteen kuvantamisesta. Opinnäytetyön teoriaosuuden on todettu olevan hyvä apu laitteeseen perehdyttäessä.

Elektronimikroskopian perusteiden tunteminen olisi hyvä lisä jokaiselle opiskelijalle, koska elektronimikroskoopit ovat osa nykyaikaista tekniikan teollisuutta jo useissa yrityksissä maailmanlaajuisesti. Tulevaisuudessa SEM-mikroskoopilla voitaisiin tehdä yrityksille enemmän materiaalitutkimuksia, joista saaduilla korvauksilla voitaisiin kustantaa osa materiaalilaboratorion käyttökuluista.

LÄHTEET

- An Introduction to Electron Microscopy. 2010. [Verkkajulkaisu]. FEI. [Viitattu 17.3.2014]. Saatavana: <http://www.fei.com/documents/introduction-to-microscopy-document/>
- Atteberry, J. 2009. How Scanning Electron Microscopes Work. [Verkkosivu]. HowStuffWorks.com. [Viitattu 23.3.2014]. Saatavana: <http://science.howstuffworks.com/scanning-electron-microscope.htm>
- Carl Zeiss Microscopy. 2013. ZEISS EVO: Your High Definition SEM with Workflow Automation. [Verkkajulkaisu]. Saksa: Carl Zeiss Microscopy GmbH. [Viitattu 9.4.2014]. Saatavana: [http://applications.zeiss.com/C125792900358A3F/0/A7A32858228B4D46C1257BBB004E6E74/\\$FILE/EN_42_011_092_EVO.pdf](http://applications.zeiss.com/C125792900358A3F/0/A7A32858228B4D46C1257BBB004E6E74/$FILE/EN_42_011_092_EVO.pdf)
- Croft, W. 2006. Under the Microscope : A Brief History of Microscopy. [Verkkokirja]. USA: World Scientific. [Viitattu 31.3.2014]. Saatavana Ebrary-tietokannasta. Vaatii käyttöoikeuden.
- Dunlap, M. & Adaskaveg, J. 1997. Introduction to the Scanning Electron Microscope: Theory, Practice, & Procedures. [Verkkajulkaisu]. Kalifornia: Facility for advanced instrumentation, U. C. Davis. [Viitattu 31.3.2014]. Saatavana: <https://imf.ucmerced.edu/downloads/semmanual.pdf>
- EVO MA and LS Series: Scanning Electron Microscopes Operator User Guide. 2008. Cambridge: Carl Zeiss SMT Ltd.
- Frisch, M. 2005. Inconsistency, Asymmetry, and Non-Locality. [Verkkokirja]. USA: Oxford University Press. [Viitattu 21.3.2014]. Saatavana Ebrary-tietokannasta. Vaatii käyttöoikeuden.
- Goodhew, P. Humphreys, F. & Beanland, R. 2000. Electron Microscopy and Analysis. [Verkkokirja]. Lontoo: Taylor & Francis. [Viitattu 24.3.2014]. Saatavana Ebrary-tietokannasta. Vaatii käyttöoikeuden.
- Hafner, B. 2007. Scanning Electron Microscopy Primer. [Verkkajulkaisu]. Minnesota: University of Minnesota. [Viitattu 3.4.2014]. Saatavana: http://www.charfac.umn.edu/instruments/sem_primer.pdf
- Khursheed, A. 2010. Scanning Electron Microscope Optics and Spectrometers. [Verkkokirja]. USA: World Scientific Publishing Co. [Viitattu 23.3.2014]. Saatavana Ebrary-tietokannasta. Vaatii käyttöoikeuden.
- Mukhopadhyay, S. 2003. Sample preparation for microscopic and spectroscopic characterization of solid surfaces and films. Teoksessa: S. Mitra (ed.) Sample

Preparation Techniques in Analytical Chemistry. [Verkkokirja]. New Jersey: John Wiley & Sons, Inc., 377–411. [Viitattu 7.4.2014]. Saatavana: http://www.spectroscopynow.com/userfiles/sepspec/file/specNOW/Tutorials/sample_prep_mitra_377-412.pdf

MyScope: training for advanced research. 2013. [Verkkosivusto]. Australian Microscopy & Microanalysis Research Facility. [Viitattu 21.3.2014]. Saatavana: <http://www.ammrf.org.au/myscope/sem/practice/principles/gun.php>

Peltonen, H. Perkkiö, J. & Vierinen, K. 2004. Insinöörin (AMK) fysiikka: osa 2. 6. p. Saarijärvi: Lahden Teho-Opetus Oy.

Sarkar, L., Aimin, X. & Jana, D. 2001. Scanning Electron Microscopy, X-Ray Microanalysis of Concretes. Teoksessa: V.S. Ramachandran & J.J. Beaudoin (ed.) Handbook of Analytical Techniques in Concrete Science and Technology: Principles, Techniques, and Applications. [Verkkokirja]. New York: William Andrew Publishing/Noyes, 231–274. [Viitattu 3.4.2014]. Saatavana: Knovel-tietokannasta. Vaatii käyttöoikeuden.

Stokes, D. 2009. Principles and Practice of Variable Pressure: Environmental Scanning Electron Microscopy (VP-ESEM). [Verkkokirja]. Iso-Britannia: Wiley. [Viitattu 20.3.2014]. Saatavana Ebrary-tietokannasta. Vaatii käyttöoikeuden.

Termioninen ja kenttäemissio. 18.3.2009. [Verkojulkaisu]. Helsinki: Helsinki University of Technology. Laboratory of Computational Engineering, Micro- and Nanosciences Laboratory. [Viitattu 20.3.2014]. Saatavana: http://www.lce.hut.fi/teaching/S-114.1427/luennot/Luento3_K09.pdf

LIITTEET

Liite 1. ZEISS EVO MA10 -työohje

LIITE 1

ZEISS EVO MA10 -työohje

Metallisen näytteen kuvantaminen

Työohje

Kevät 2014

Tekniikan yksikkö



SISÄLTÖ

| | |
|-----------------------------|----|
| SISÄLTÖ | 2 |
| Kuvaluettelo | 3 |
| 1 ALOITUS | 5 |
| 2 NÄYTTEEN VALMISTELU..... | 7 |
| 3 APERTUURIEN POISTO..... | 9 |
| 4 NÄYTTEEN ASETTAMINEN..... | 17 |
| 5 KUVANTAMINEN | 18 |
| 6 LOPETUS | 24 |

Kuvaluettelo

| | |
|------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|----|
| Kuva 1. ON-painike elektronimikroskoopin alapuolella | 5 |
| Kuva 2. Käyttöpäiväkirjaan merkattavat paineet | 6 |
| Kuva 3. Erilaisia näytteenpitimiä. | 8 |
| Kuva 4. Apertuuriaukon säädin. | 9 |
| Kuva 5. Apertuuriaukot. | 9 |
| Kuva 6. Apertuurilaatikko. | 10 |
| Kuva 7. Näytekammio. | 10 |
| Kuva 8. Näytteenpitimen vaihtaminen ja liikuttaminen. | 11 |
| Kuva 9. Nappinäyte ja Single Stub -näytteenpidin. | 12 |
| Kuva 10. Tyypipullon pääventtiili aukeaa kiertämällä vastapäivään. | 12 |
| Kuva 11. Vacuum-välilehti. | 13 |
| Kuva 12. Älä koske oikeanpuoleiseen säätöventtiiliin. | 13 |
| Kuva 13. Sekundaaridetektorin poisto. | 14 |
| Kuva 14. Apertuurien poisto. | 14 |
| Kuva 15. Sekundaaridetektorin kiinnitys. | 15 |
| Kuva 16. Apertuurien asettaminen tietokoneelle. | 15 |
| Kuva 17. Apertuureja käytettäessä valitaan yläriviltä VP tai EP aperture ja alariviltä asetetun mukainen ala-apertuuri. | 16 |
| Kuva 18. Näytteenpidin kiinnittyy alustaan pohjassa olevan uran avulla. | 17 |
| Kuva 19. Näytekammion pumppaus ja tyhjiö valmis. | 17 |
| Kuva 20. Aja näyte X- ja Y-suunnissa ristikon keskelle. | 18 |
| Kuva 21. Aja näyte kuvan mukaisesti. | 18 |
| Kuva 22. Aseta arvot I Probe = 200 pA ja EHT Target = 20.00 kV | 19 |
| Kuva 23. Elektronitykin käynnistys. | 20 |
| Kuva 24. Elektronitykki valmis. | 20 |
| Kuva 25. Detectors-välilehti | 21 |
| Kuva 26. Apertures-välilehti ja emissiokuva. | 21 |
| Kuva 27. Suurennoksen ja fokuosoinnin säätimet. | 22 |
| Kuva 28. WD:n arvolla 8.5 mm päästään usein riittävän korkeaan resoluutioon. . | 22 |

| | |
|------------------------------------------------------------|----|
| Kuva 29. Scanning-välilehti..... | 23 |
| Kuva 30. Kuvan tallennus. | 23 |
| Kuva 31. Elektronitykin sammutus. | 24 |
| Kuva 32. Kammion ilmaaminen. | 24 |
| Kuva 33. Avaa tyypipullon vasemmanpuoleinen venttiili..... | 25 |
| Kuva 34. Näytekammion pumppaus ja tyhjiö valmis. | 25 |
| Kuva 35. Sammuta järjestelmä painamalla STANDBY. | 26 |

1 ALOITUS

1. Varmista, että tyhjiöpumput ovat päällä. Pumput sijaitsevat viereisessä huoneessa ikkunan viereisen pöydän alla.
2. Käynnistä laitteisto vihreästä ON-painikkeesta (kuva 1).

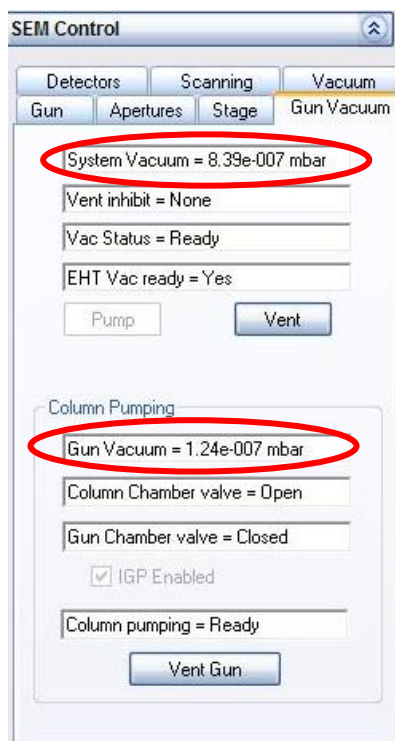


Kuva 1. ON-painike elektronimikroskoopin alapuolella

3. Kirjaudu tietokoneelle käyttäjänä Zeiss. Käyttäjätunnus ei vaadi salasanaa.
4. Käynnistä SEM-ohjelmisto kaksoisklikkaamalla työpöydällä olevaa SmartSEM-kuvaketta.
 - Käyttäjätunnus: *****
 - Salasana: *****

5. Kirjaa käyttöpäiväkirjaan nimesi lisäksi paineet System Vacuum (P_{SYS}) ja Gun Vacuum (P_{GUN}). Löydät ne ohjelman oikeassa alakulmassa olevan SEM Control -ikkunan Gun Vacuum -välilehdeltä (kuva 2). Kirjaa ylös kaikki mitä mikroskoopilla teet. Katso mallia käyttöpäiväkirjan täyttämisestä edelliseltä käyttäjältä.

- Paineiden normaali vaihteluväli on: $x \cdot 10^{-5}$ - $x \cdot 10^{-7}$ mbar.
- Jos jotain on vialla, ÄLÄ TEE MITÄÄN! Pyydä apua.



Kuva 2. Käyttöpäiväkirjaan merkattavat paineet

2 NÄYTTEEN VALMISTELU

Tavoitteena SEM-mikroskoopilla tutkittavan näytteen valmistelussa on saada näytteestä tarpeeksi pieni, tehdä siitä tyhjiöolosuhteita kestävä sekä sähköä johtava. Useimmat metallit omaavat nämä piirteet, joten ne voidaan usein asettaa näytekammioon ilman erillistä näytteen valmistelua. Puhdista ja kuivaa näyte kuitenkin aina ennen kuin olet asettamassa sitä tutkittavaksi. Mitä sileämpi ja puhtaampi näytteen pinta on, sitä parempia kuvia saat aikaan.

Älä tutki pöydällä olevia näytteitä!

Älä tutki näytettä, jos et tiedä mistä se on peräisin!

Likainen näyte likaannuttaa näytekammion ja lyhentää filamentin käyttöikää!

Tässä ohjeessa käsitellään vain metallisen näytteen valmistelu!

1. Kaada tarvikekaapista löytyvää denaturoitua etanolia purkkiin.
2. Ota kaapista kertakäyttöiset kumihanskat ja laita ne käteesi.
3. Puhdista tutkittava näyte huolellisesti etanolilla.
4. Kuivaa näyte kaapista löytyvällä paperilla. HUOM! Ei likaisella rätillä.

5. Valitse kaapista löytyvistä näytteenpitimistä näytteellesi sopivin (kuva 3).



Kuva 3. Erilaisia näytteenpitimiä.

6. Puhdista ja kuivaa tarvittaessa myös näytteenpidin.
7. Älä koske näytteeseen tai näytteenpitimeen paljain käsin puhdistuksen jälkeen. Pidä hanskat kädessäsi koko ajan.
8. Kiinnitä näyte näytteenpitimeen. Näytteenpitimissä on kiinnitystä varten kuusiokoloruuvit. Tarvikekaapista löytyy erikokoisia kuusiokoloavaimia.
9. Varmista vielä kevyesti ravistamalla, että näyte pysyy kiinni.
10. Aseta näytteenpidin puhtaan paperin päälle odottamaan näyttekammioon asettamista.

3 APERTUURIEN POISTO

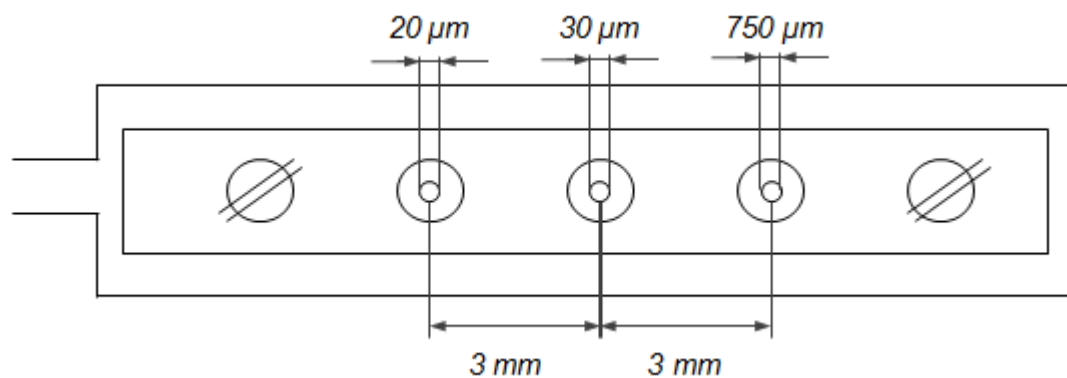
Metallista näytettä tutkittaessa ei tarvita alempia apertuureja, joten ne voidaan poistaa. Jos korkeimman resoluution saavuttaminen ei ole tarpeellista, voidaan alemmat apertuurit jättää paikalleen. SEM-mikroskoopin yläapertuuri säädetään 30 μm aukon kohdalle.

1. Säättö tehdään kuvan 4 säätimestä.

- 30 μm aukko saadaan säätimen arvolla n. 6,18
- 20 μm aukko saadaan säätimen arvolla n. 3,18
- 750 μm aukko saadaan säätimen arvolla n. 9,18

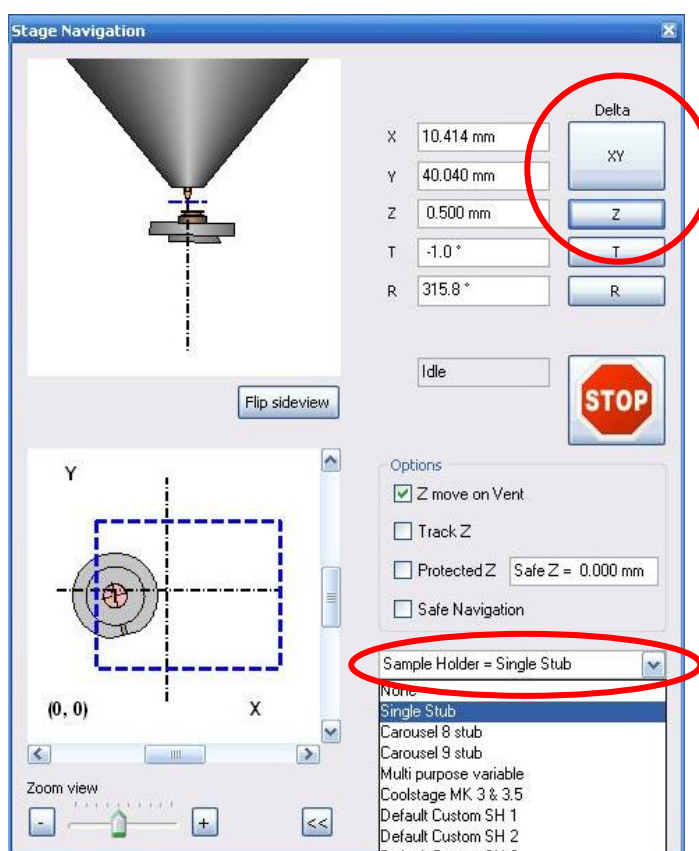


Kuva 4. Apertuuriaukon säädin.



Kuva 5. Apertuuriaukot.

3.2. Valitse ohjelman yläreunasta Stage -> Navigation. Siirrä Stage Navigation -ikkuna toiseen näyttöön (kuva 8). Näytealusta ajetaan vaakatasossa painikkeesta XY ja pystytasossa painikkeesta Z. Klikkaa painiketta XY, kirjoita X:n arvoksi -1 ja paina OK. Alusta liikkuu X-suunnassa etuseinää kohti 1 mm. Aja näytealustaa aluksi maksimissaan 2 millimetriä kerralla. Avataksesi kammion aseta X:n ja Z:n arvot lähelle nollaa.



Kuva 8. Näytteenpitimen vaihtaminen ja liikuttaminen.

3.3. Syötä tässä vaiheessa ohjelmalle tieto valitsemastasi näytteenpitimestä. Tämä tapahtuu edellisessä kohdassa käsitellystä Stage Navigation -ikkunasta. Valitse Sample Holder -alasetovalikosta valitsemasi näytteenpidin (kuva 8). Esimerkiksi seuraavalla sivulla kuvassa 9 esitetty Single Stub, joka soveltuu tarvikkeasta löytyville nappinäytteille.



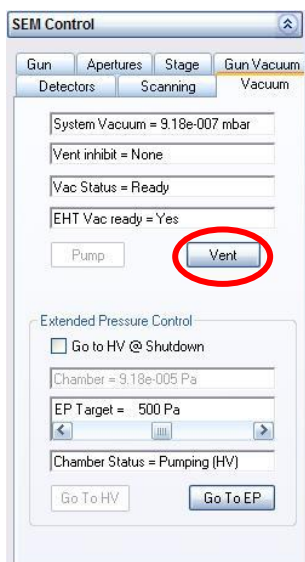
Kuva 9. Nappinäyte ja Single Stub -näytteenpidin.

4. Kun näytteenpidin on ajettu lähelle etuseinää, ilmataan ja avataan näytekammio. Varmista ensin, että oven vieressä olevan tyypipullon pääventtiili on auki (kuva 10).



Kuva 10. Tyypipullon pääventtiili aukeaa kiertämällä vastapäivään.

- 4.1. Mene SEM Control -ikkunan Vacuum-välilehdelle ja klikkaa Vent (kuva 11).
Ohjelma kysyy oletko varma? Valitse YES.



Kuva 11. Vacuum-välilehti.

- 4.2. Avaa typpipullon vasemmanpuoleinen venttiili (kuva 12). HUOM! Älä koske oikeanpuoleiseen säätöventtiiliin. Odota, että kammio on ilmattu ja avaa luukku VAROVASTI vetämällä. Kun luukku aukeaa, sulje typpipullon venttiili. HUOM! Avaa näytekammion luukku varovasti katsomalla tietokoneen ruudulta, ettei näyteenpidin osu mihinkään



Kuva 12. Älä koske oikeanpuoleiseen säätöventtiiliin.

5. Kun työskentelet kammion sisällä:

- **Käytä aina kumihanskoja.**
- **Laita kätesi näyttekammioon aina luukun vasemmalta puolelta.**
- **Varo osumasta mihinkään.**

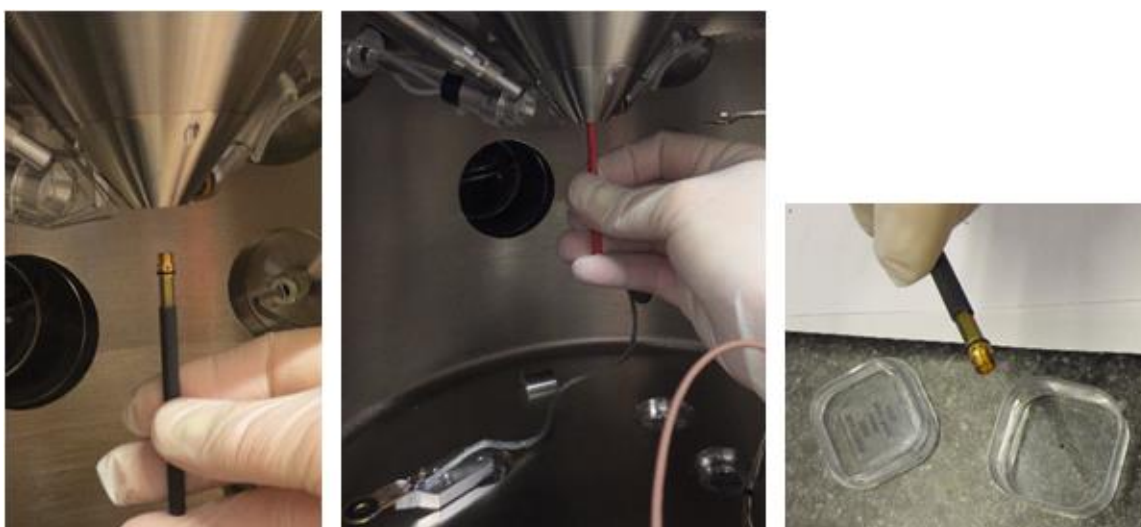
JOS APERTUUREJA EI OLE TARPEELLISTA POISTAA, SIIRRY SIVULLE 17.

6. Poista sekundaaridetektorin vapauttamalla ensin sen johto ja sen jälkeen vetämällä detektorin takaosasta suoraan alaspäin. Aseta detektori kammion pohjalle alapuoli ylöspäin (kuva 13).



Kuva 13. Sekundaaridetektorin poisto.

7. Apertuureja voi olla kaksi ja ne ovat päällekkäin. Alempi aperttuuri poistetaan aperttuurirasiasta löytyvällä mustalla avaimella ja ylempi punaisella avaimella (kuva 14). Aperttuureissa on normaalit kiertet. Poista aperttuurit varovasti ja laita ne välittömästi niille varattuihin rasioihin.



Kuva 14. Aperttuurien poisto.

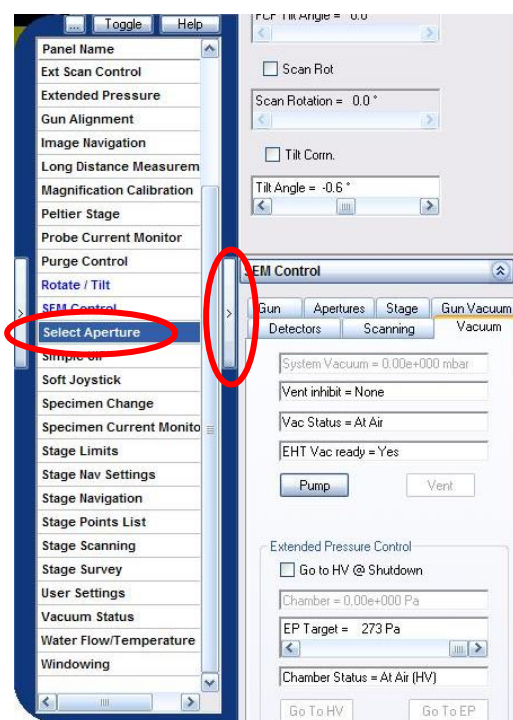
8. Kiinnitä sekundaaridetektorit takaisin paikalleen painamalla varovasti detektorin takaosasta. Kiinnitä detektorin johto takaisin takana olevaan koukkuun (kuva 15).



Kuva 15. Sekundaaridetektorin kiinnitys.

9. Ohjelmalle täytyy kertoa apertuurien vaihdosta tai poistamisesta.

- 9.1. Avaa Select Aperture -valikko klikkaamalla SEM Control -ikkunan vasemmalla puolella olevaa nuolta ja aukeavasta valikosta Select Aperture (kuva 16).



Kuva 16. Apertuurien asettaminen tietokoneelle.

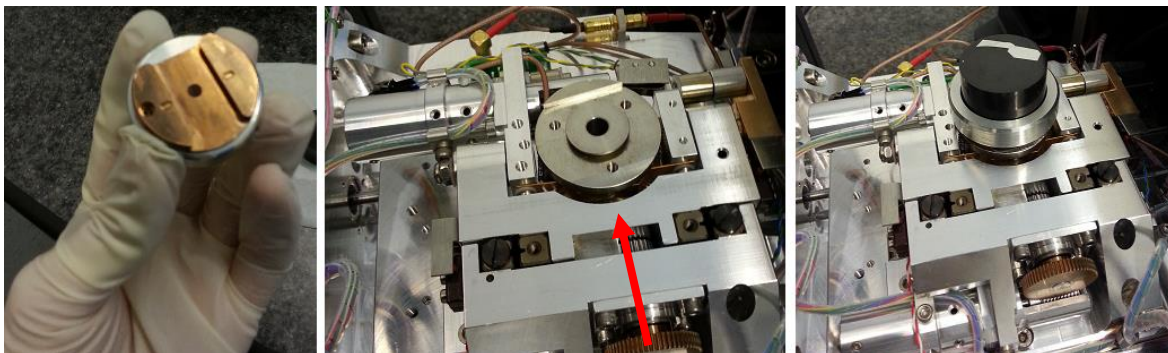
9.2. Poistettuasi apertuurit, klikkaa valintapallo kohtaan High Vacuum.



Kuva 17. Apertuureja käytettäessä valitaan yläriviltä VP tai EP aperture ja alariviltä asetetun mukainen ala-apertuuri.

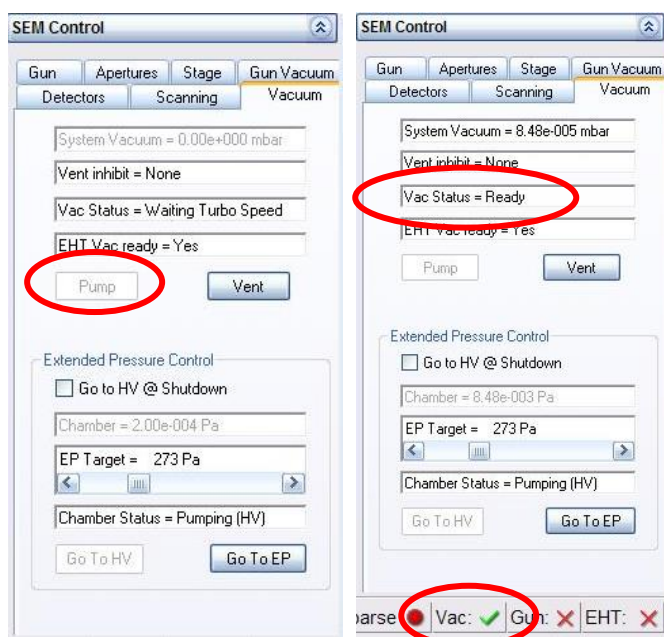
4 NÄYTTEEN ASETTAMINEN

1. Kiinnitä näytteenpidin työntämällä se alustaan kuvan 18 mukaisesti.



Kuva 18. Näytteenpidin kiinnitty alustaan pohjassa olevan uran avulla.

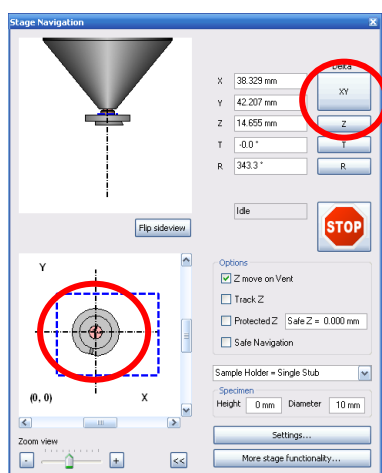
2. Sulje kammion luukku varovasti, että mitään ei jää väliin. HUOM! katso myös vasenta puolta. Katso tietokoneen ruudulta ettei näyte osu detektoreihin.
3. Käynnistä kammion pumppaus SEM Control -ikkunan Vacuum-välilehdeltä Pump-painikkeesta (kuva 19). Pidä kädellä kammion luukku kiinni 10–15 sekuntia, kunnes luukku pysyy kiinni tyhjiön vaikutuksesta. Odota, että pumppaus on valmis eli Vac Status = Ready (kuva 19).



Kuva 19. Näytekammion pumppaus ja tyhjiö valmis.

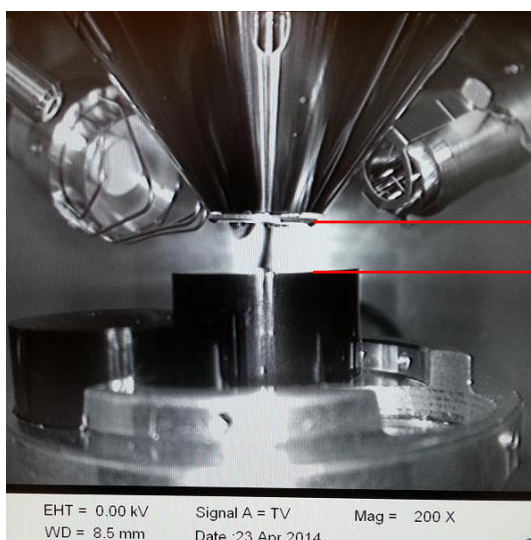
5 KUVANTAMINEN

1. Näyte ajetaan elektronisuihkun alle Stage Navigation -ikkunasta, jonka pitäisi olla edelleen auki toisessa näytössä. Jos olet sulkenut ikkunan, saat sen uudelleen auki ohjelman yläreunasta Stage -> Navigation.
2. Aja näyte ristikon keskelle kuvan 20 mukaisesti muuttamalla X- ja Y-arvoja tai käyttämällä joystickiä.



Kuva 20. Aja näyte X- ja Y-suunnissa ristikon keskelle.

3. Aja näyte Z-suunnassa lähemmäs elektronitykkiä VAIN 2 mm kerralla (kuva 21). HUOM! Katso näytekammion kamerasta ettei näyte osu mihinkään.



Älä aja näytettä tässä
vaiheessa ylemmäs!

Kuva 21. Aja näyte kuvan mukaisesti.

4. Ennen elektronitykin käynnistämistä asetetaan elektronitykin parametrit.

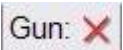
4.1. Mene SEM Control -ikkunan Gun-välilehdelle.

4.2. Parametrit määräytyvät tutkittavan näytteen ja näytteestä halutun tiedon perusteella. Ohjeelliset parametrit löytyvät EVO User Manualista sivuilta 17–19.

4.3. Johtavan materiaalin tutkimisessa voidaan lähtöarvoiksi asettaa kuvan 22 mukaiset arvot. Aseta arvot siirtämällä palkkeja tai tuplaklikkaamalla arvoa. HUOM! Älä kasvata Fil I Target -arvoa yli 2,7 A.



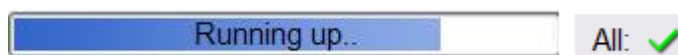
Kuva 22. Aseta arvot I Probe = 200 pA ja EHT Target = 20.00 kV

5. Käynnistä elektronitykki klikkaamalla hiiren vasemmalla painikkeella oikeasta alareunasta . Avautuvasta valikosta klikkaa Beam On (kuva 23).



Kuva 23. Elektronitykin käynnistys.

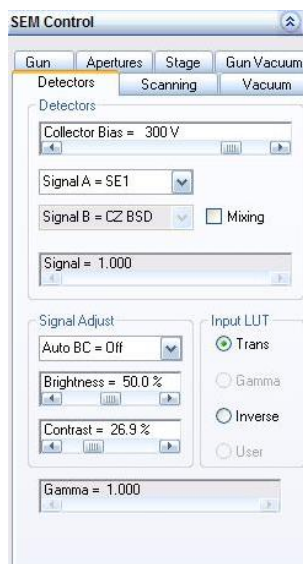
6. Odota, että alareunassa oleva Running up -palkki liikkuu loppuun asti ja oikeaan alakulmaan ilmestyy kuvan 24 mukainen All-kuvake.



Kuva 24. Elektronitykki valmis.

7. Mene SEM Control -ikkunan detectors-välilehdelle ja vaihda Signal A -alasetoalistokosta SE1 (kuva 25).

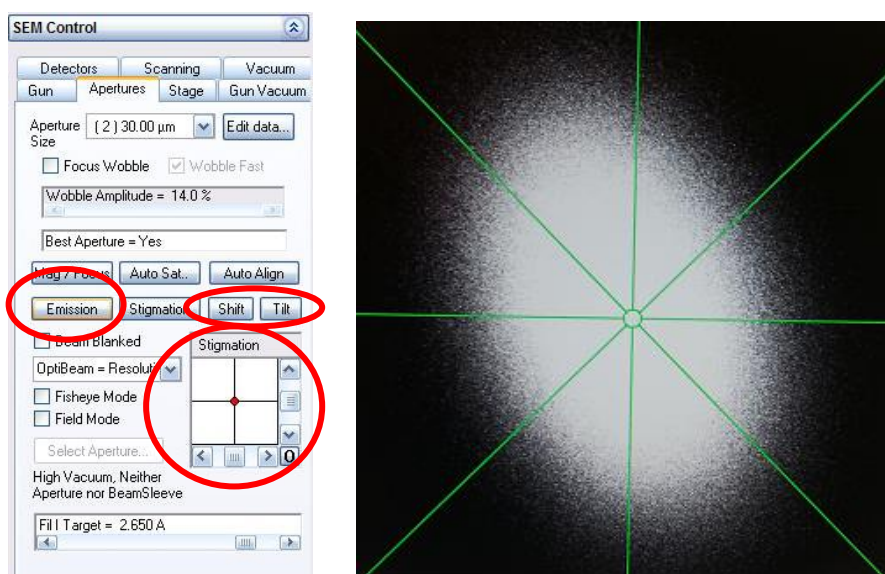
8. Aseta Collector Bias = 300 V ja Brightness = 50 % (kuva 25).



Kuva 25. Detectors-välilehti

9. Mene Apertures-välilehdelle ja klikkaa painiketta Emission (kuva 26). Säädä kontrastia, jos kuva on liian tumma tai vaalea.

10. Säädä emissiokuva keskelle vihreää ympyrää valitsemalla ensin Shift tai Tilt ja sen jälkeen muuttamalla punaisen pallon paikkaa (kuva 26). Emissiokuva voi olla soikea. Voit joutua hieman säätämään sivulla 9 käsiteltyä yläapertuuria.



Kuva 26. Apertures-välilehti ja emissiokuva.

11. Kun olet säätänyt emissiokuvan, klikkaa Apertures-välilehdeltä takaisin Normal-tilaan. Pystyt liikkumaan näytteen pinnalla haluttuun pisteeseen painamalla Ctrl + Tab ja klikkaamalla hiiren vasemmalla kuvan haluttuun kohtaan.
12. Kuvan suurentaminen ja fokuointi tehdään näppäimistöä kuvan 27 säätimistä. Fokusoi ensin pienellä suurennoksella, jonka jälkeen kasvata suurennosta. Fokusoi uudelleen ja kasvata taas suurennosta. Jatka näin haluttuun pisteeseen saakka.



Kuva 27. Suurennoksen ja fokuoinnin säätimet.

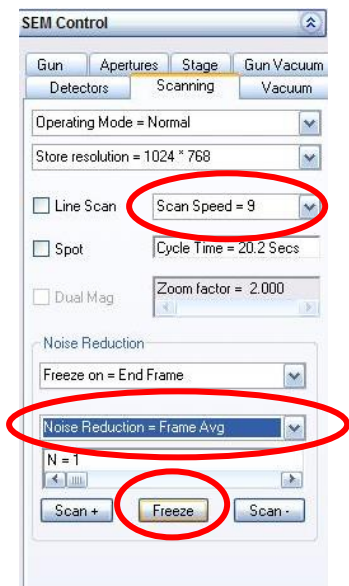
13. Jos kuva ei ole mielestäsi tarkka, voit muuttaa WD-etäisyyttä liikuttamalla näyttöä Z-suunnassa lähemmäs tai kauemmas. WD-etäisyyden näet kuvan alapuolelta (kuva 28). HUOM! Vaihda TV-näkymään, kun liikutat näyttöä.

EHT = 20.00 kV Signal A = TV Mag = 200 X
 WD = 8.5 mm Date :2 Apr 2014

Kuva 28. WD:n arvolla 8.5 mm päästään usein riittävän korkeaan resoluutioon.

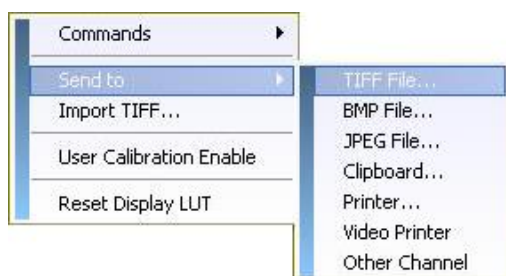
14. Kuvan säätämiseen on vaikea tehdä ohjeita ja sen oppiikin vain kokemuksen kautta. Kirkkautta ja kontrastia voit säätää näppäimistöä Brightness- ja Contrast-säätimistä.
15. Kun kuva on mielestäsi säädetty, mene SEM Control -ikkunan Scanning-välilehdelle.

16. Vaihda Scan Speed -alasuvalikosta arvoksi esim. 9, jolloin Cycle Time muuttuu arvoon 20,2 s (kuva 29). Halutessasi voit kokeilla vaihtaa myös Noise Reductionia. Lopuksi klikkaa Freeze.



Kuva 29. Scanning-välilehti.

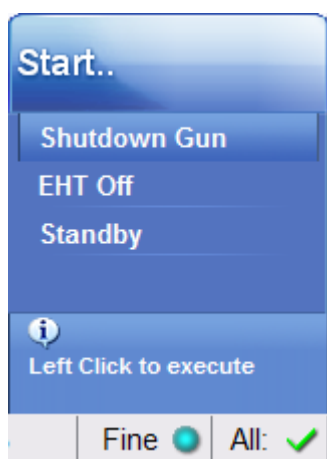
17. Tallenna kuva klikkaamalla hiiren oikealla kuvan päällä ->Send To -> TIFF File (kuva 30).



Kuva 30. Kuvan tallennus.

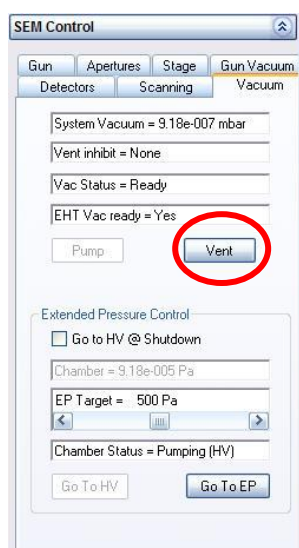
6 LOPETUS

1. Vaihda yläreunasta TV-näkymään ja aja näyte alas.
2. Ota elektronitykki pois päältä klikkaamalla SEM Control -ikkunan alapuolelta All -> Shutdown Gun (kuva 31).



Kuva 31. Elektronitykin sammutus.

3. Jos jatkat näytteen tutkimista, voit jättää näytteen sisälle ja siirtyä kohtaan 8.
4. Aja näyte lähelle etuseinää.
5. Mene SEM Control -ikkunan Vacuum-välilehdelle ja klikkaa Vent (kuva 32).



Kuva 32. Kammion ilmaaminen.

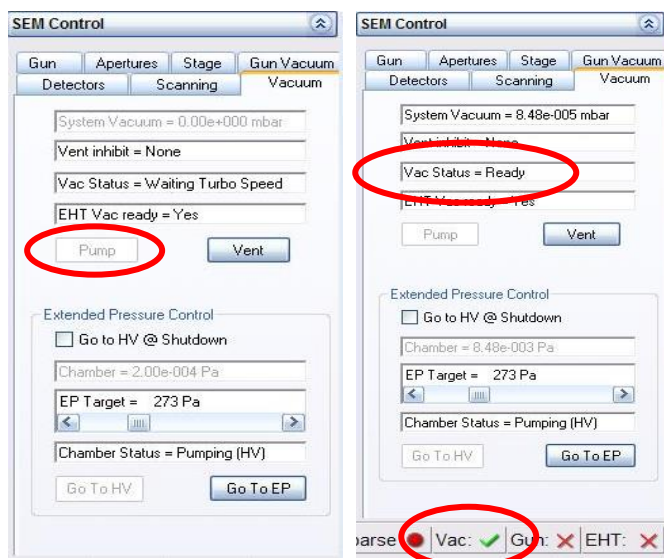
- 5.1. Avaa typpipullon vasemmanpuoleinen venttiili (kuva 33). HUOM! Älä koske oikeanpuoleiseen säätöventtiiliin. Odota, että kammio on ilmattu ja avaa luukku VAROVASTI vetämällä. Kun luukku aukeaa, sulje typpipullon venttiili.



Kuva 33. Avaa typpipullon vasemmanpuoleinen venttiili.

- 5.2. HUOM! Avaa näytekammion luukku varovasti katsomalla tietokoneen ruudulta, ettei näytteenpidin osu mihinkään.

6. Ota näyte pois, sulje luukku ja pumpkaa kammio uudestaan.
7. Käynnistä kammion pumppaus SEM Control -ikkunan Vacuum-välilehdeltä Pump-painikkeesta (kuva 34). Pidä kädellä kammion luukku kiinni 10–15 sekuntia, kunnes luukku pysyy kiinni tyhjiön vaikutuksesta. Odota, että pumppaus on valmis eli Vac Status = Ready (kuva 34).



Kuva 34. Näytekammion pumppaus ja tyhjiö valmis.

8. Sulje SmartSEM ja EM Server -ikkunat. Sammuta Windows ja paina laitteen alapuolelta keltaista STANDBY-painiketta.



Kuva 35. Sammuta järjestelmä painamalla STANDBY.

9. Sulje tyypipullon pääventtiili.
10. Kirjaa käyttöpäiväkirjaan kaikki tekemisesi mikroskoopilla ja lopetus kellonaika.
- 11. Siivoa jälkesi ja laita tavarat omille paikoilleen!**