



ΕΛΛΗΝΙΚΗ ΔΗΜΟΚΡΑΤΙΑ
ΠΑΝΕΠΙΣΤΗΜΙΟ ΚΡΗΤΗΣ

Ηλεκτρονική Μικροσκοπία

Β. Μπίνας, Γ. Κυριακίδης
Τμήμα Φυσικής



Ευρωπαϊκή Ένωση
Ευρωπαϊκό Κοινωνικό Ταμείο



ΥΠΟΥΡΓΕΙΟ ΠΑΙΔΕΙΑΣ & ΘΡΗΣΚΕΥΜΑΤΩΝ, ΠΟΛΙΤΙΣΜΟΥ & ΑΘΛΗΤΙΣΜΟΥ
ΕΙΔΙΚΗ ΥΠΗΡΕΣΙΑ ΔΙΑΧΕΙΡΙΣΗΣ

Με τη συγχρηματοδότηση της Ελλάδας και της Ευρωπαϊκής Ένωσης



Άδειες Χρήσης

- Το παρόν εκπαιδευτικό υλικό υπόκειται στην άδεια χρήσης Creative Commons και ειδικότερα

Αναφορά – Μη εμπορική Χρήση – Όχι Παράγωγο Έργο 4.0 Ελλάδα
(Attribution – Non Commercial – Non-derivatives 4.0 Greece)



CC BY-NC-ND 4.0 GR

[ή επιλογή ενός άλλου από τους έξι συνδυασμούς]

[και αντικατάσταση λογότυπου άδειας όπου αυτό έχει μπει (σελ. 1, σελ. 2 και τελευταία)]

- Εξαιρείται από την ως άνω άδεια υλικό που περιλαμβάνεται στις διαφάνειες του μαθήματος, και υπόκειται σε άλλου τύπου άδεια χρήσης. Η άδεια χρήσης στην οποία υπόκειται το υλικό αυτό αναφέρεται ρητώς.

Χρηματοδότηση

- Το παρόν εκπαιδευτικό υλικό έχει αναπτυχθεί στα πλαίσια του εκπαιδευτικού έργου του διδάσκοντα.
- Το έργο «**Ανοικτά Ακαδημαϊκά Μαθήματα στο Πανεπιστήμιο Κρήτης**» έχει χρηματοδοτήσει μόνο τη αναδιαμόρφωση του εκπαιδευτικού υλικού.
- Το έργο υλοποιείται στο πλαίσιο του Επιχειρησιακού Προγράμματος «Εκπαίδευση και Δια Βίου Μάθηση» και συγχρηματοδοτείται από την Ευρωπαϊκή Ένωση (Ευρωπαϊκό Κοινωνικό Ταμείο) και από εθνικούς πόρους.



Ευρωπαϊκή Ένωση
Ευρωπαϊκό Κοινωνικό Ταμείο



ΥΠΟΥΡΓΕΙΟ ΠΑΙΔΕΙΑΣ & ΘΡΗΣΚΕΥΜΑΤΩΝ, ΠΟΛΙΤΙΣΜΟΥ & ΑΘΛΗΤΙΣΜΟΥ
ΕΙΔΙΚΗ ΥΠΗΡΕΣΙΑ ΔΙΑΧΕΙΡΙΣΗΣ

Με τη συγχρηματοδότηση της Ελλάδας και της Ευρωπαϊκής Ένωσης





ΗΛΕΚΤΡΟΝΙΚΗ ΜΙΚΡΟΣΚΟΠΙΑ

ΔΡ. ΒΑΣΙΛΕΙΟΣ ΜΠΙΝΑΣ

*Post Doc Researcher, Chemist
Τμήμα Φυσικής, Πανεπιστήμιο Κρήτης
Email: binasbill@iesl.forth.gr
Thl. 1269*

Crete Center for Quantum Complexity and
Nanotechnology
Department of Physics, University of Crete

Transparent Conductive Materials (Head prof. G. Kiriakidis)
Institute of Electronic Structure & Laser – IESL
Foundation for Research and Technology - FORTH



Ηλεκτρονικό Μικροσκόπιο Σάρωσης *Scanning Electron Microscopy SEM*

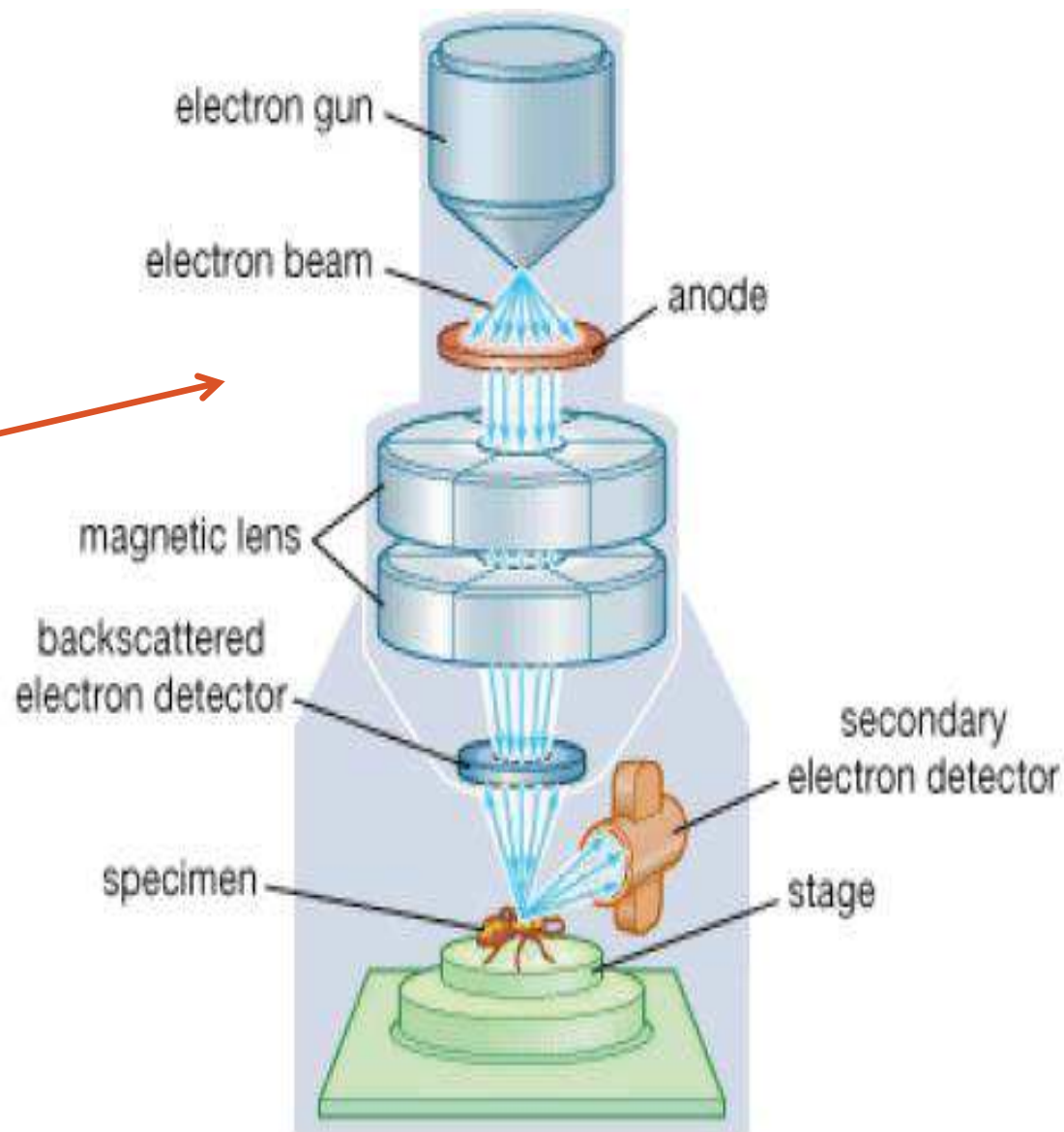
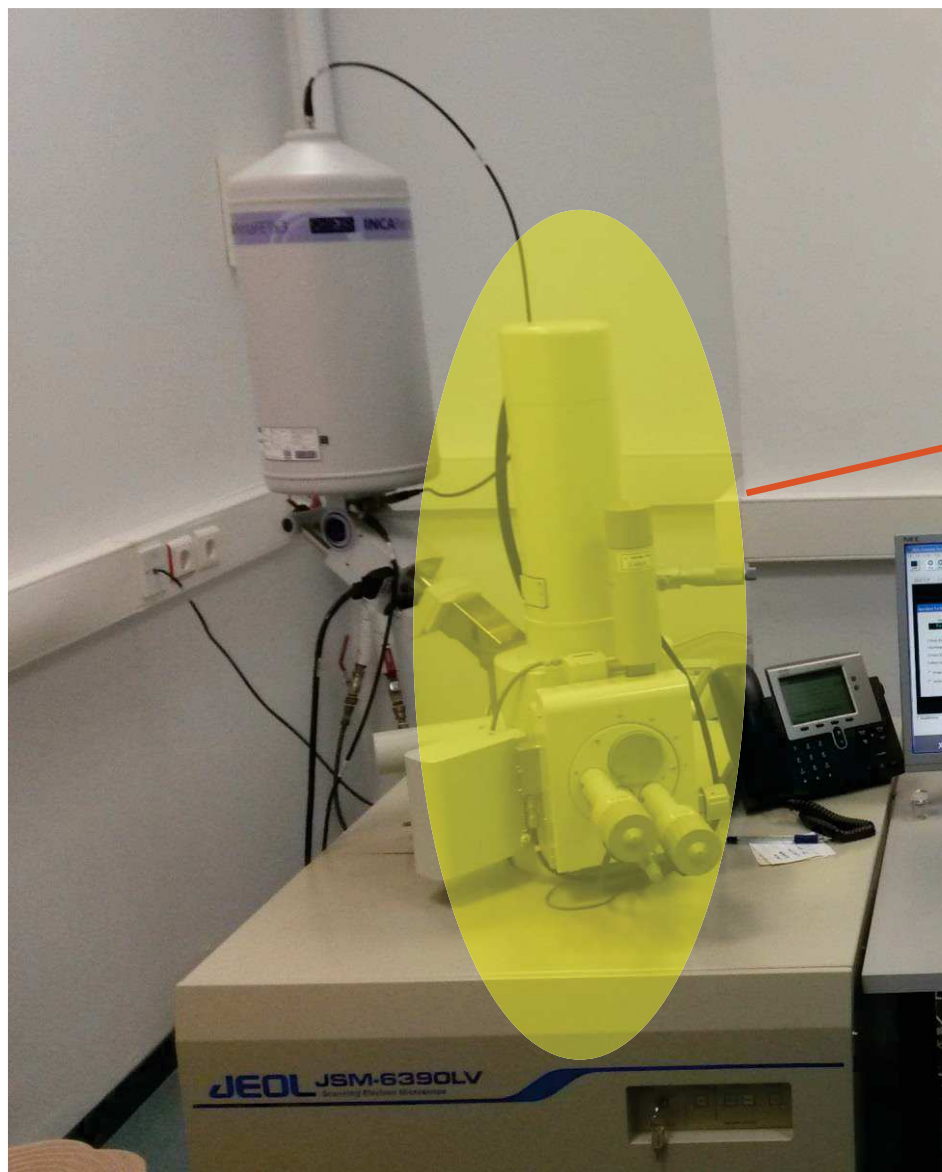


Ηλεκτρονικό Μικροσκόπιο Σάρωσης Scanning Electron Microscopy SEM



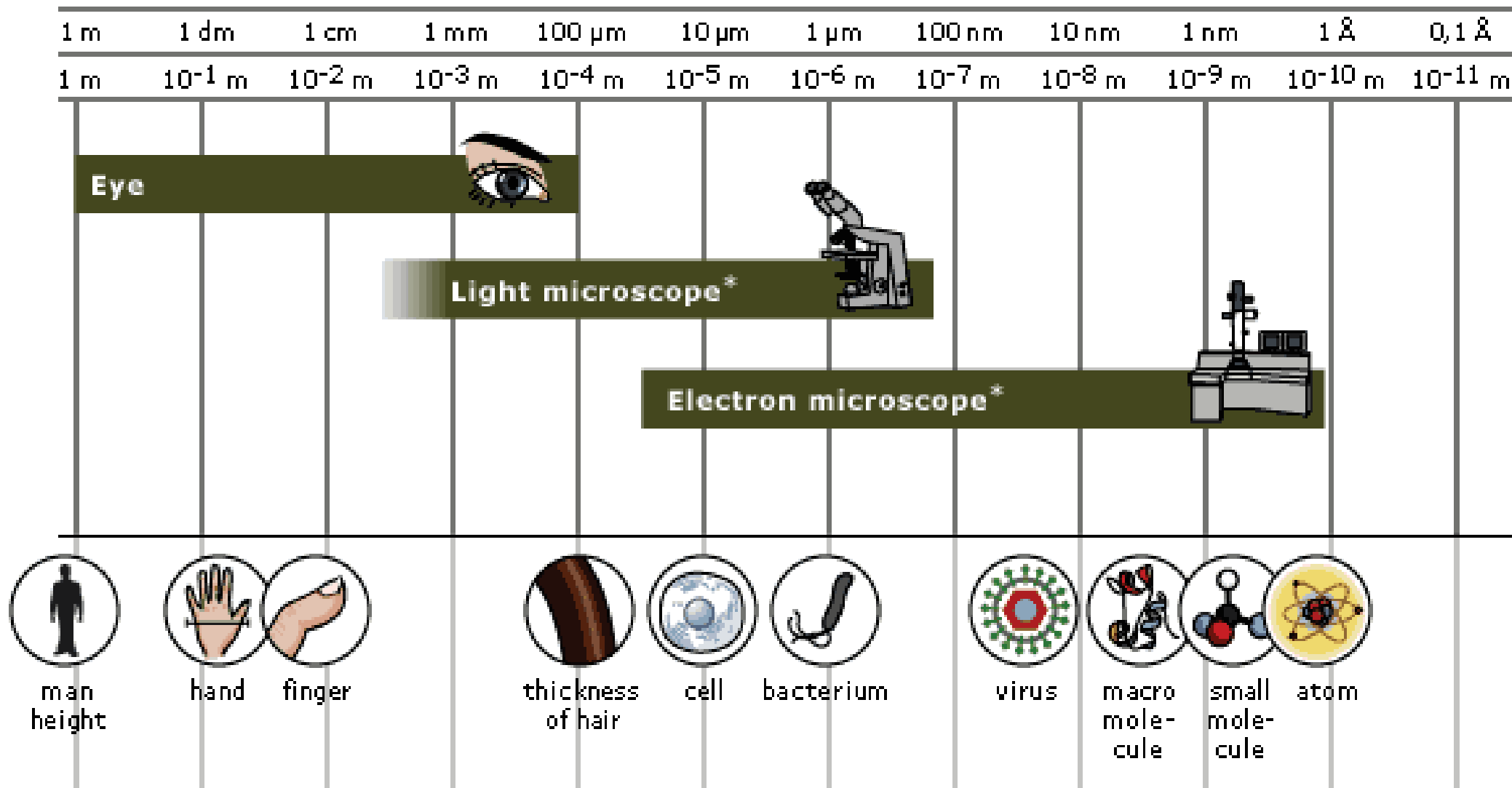


Ηλεκτρονικό Μικροσκόπιο Σάρωσης Scanning Electron Microscopy SEM





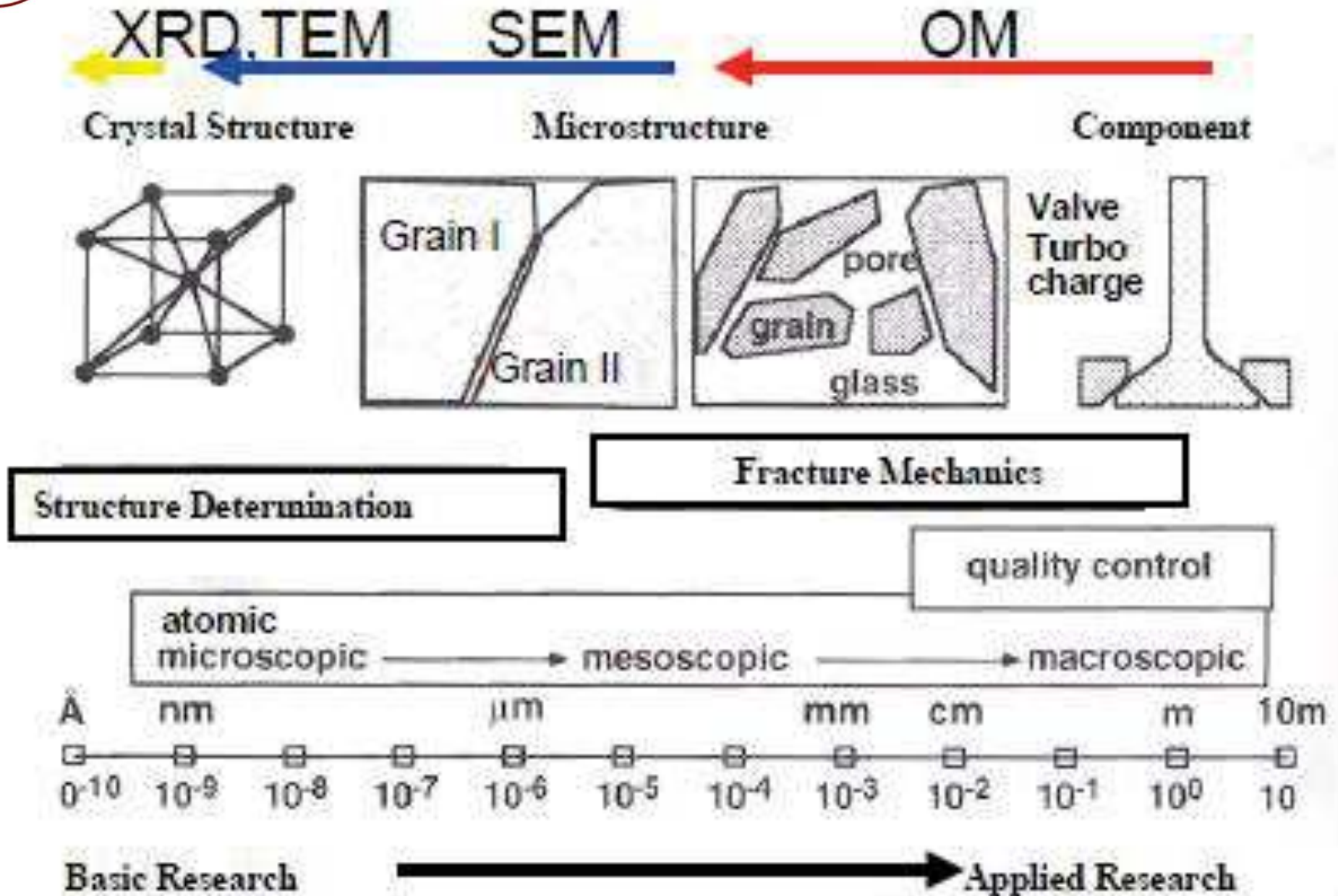
Τι μπορούμε να δούμε



http://nobelprize.org/educational_games/physics/microscopes/powerline/index.html



Τι μπορούμε να δούμε





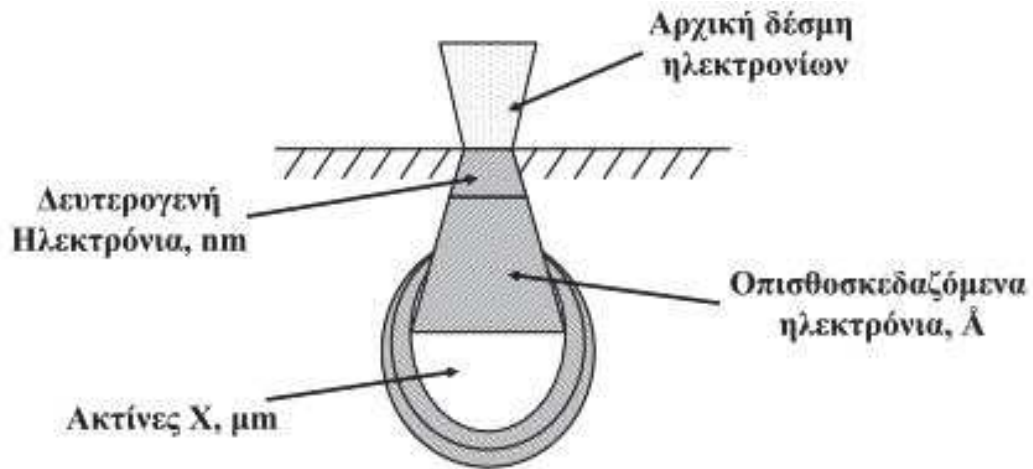
Χαρακτηριστικές πληροφορίες SEM

- *Μελέτη της υφής των υλικών (μέγεθος, σχήμα, επιφανειακά χαρακτηριστικά, ασυνέχειες της επιφάνειας)*
- *Χημική σύσταση της επιφάνειας με την φασματοσκοπική μέθοδο της ενεργειακής διασποράς*

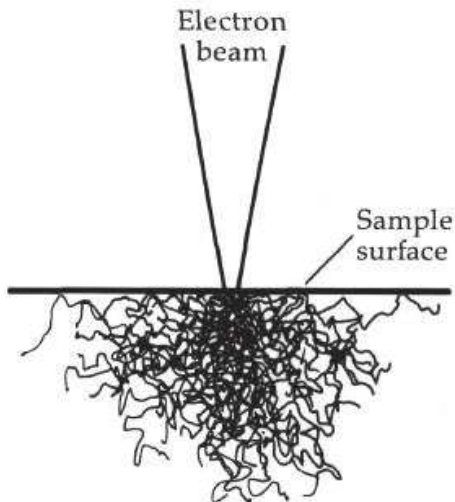
	μεγέθυνση	Βάθος Πεδίου	Resolution
O.M.	4x – 1400x	0,5mm	0,2mm
SEM	10x – 500Kx	30mm	1,5nm



Αλληλεπίδραση Δέσμης Ηλεκτρονίων Δείγματος



Όγκος αλληλεπίδρασης και περιοχές από τις οποίες ανιχνεύονται δευτερογενή, οπισθοσκεδαζόμενα και ακτίνες X

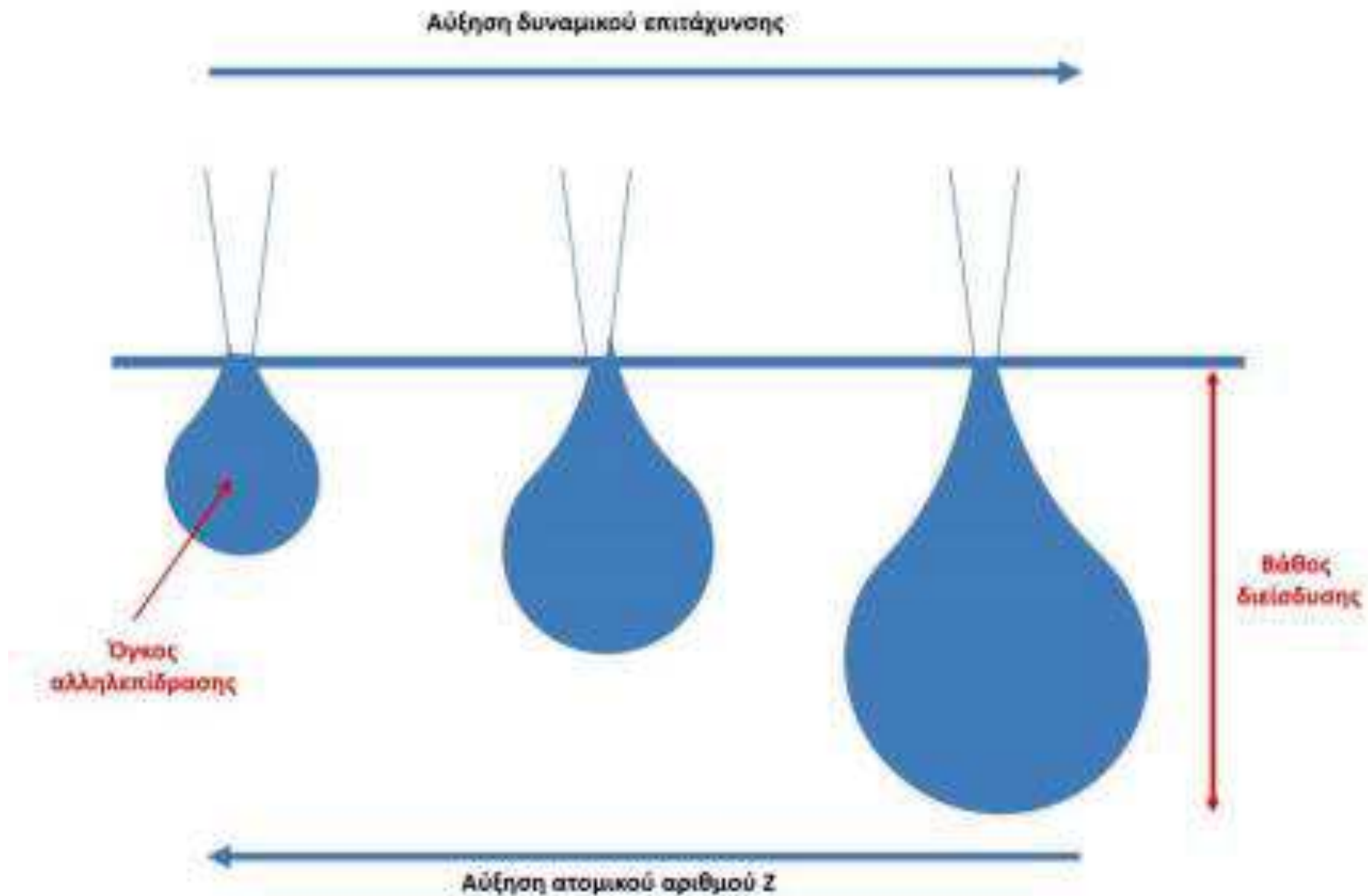


η διεύθυνση της δέσμης στο δείγμα καθορίζεται από

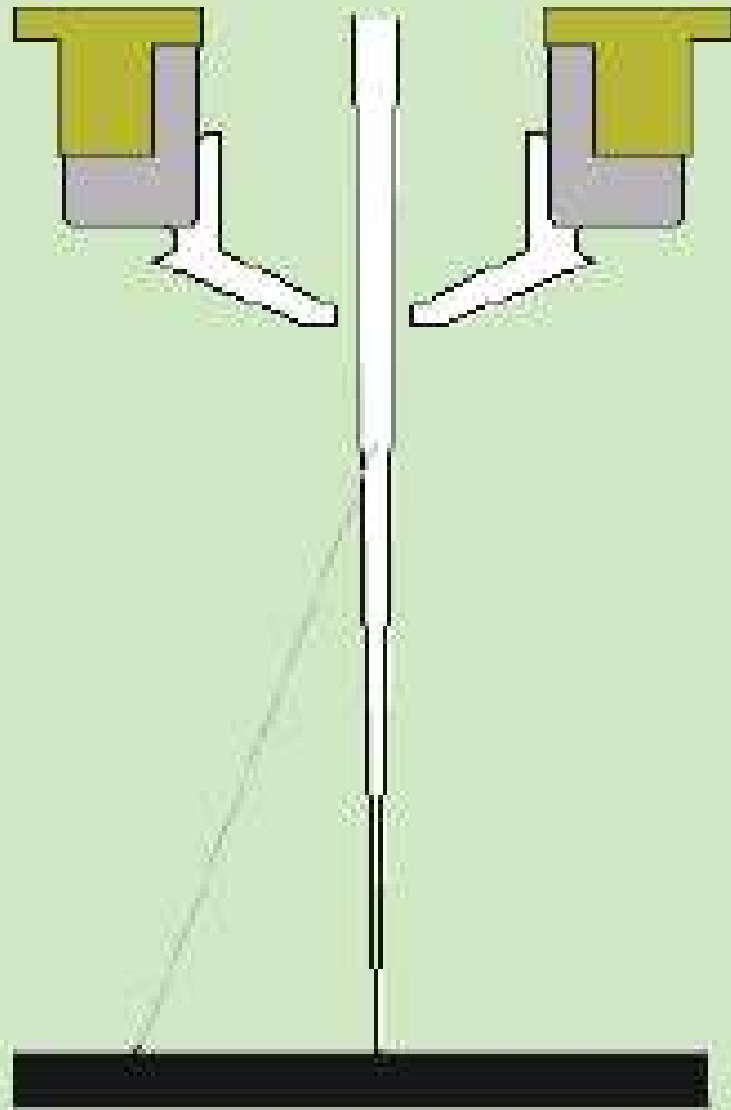
- Ποσότητα ηλεκτρονίων που υπάρχουν στην δέσμη (*emission current*)
- Διάμετρος της δέσμης (*spot size*)
- Ταχύτητα / Ενέργεια των ηλεκτρονίων (*accelerating voltage*)
- Είδος του δείγματος (μέσος ατομικός αριθμός του δείγματος)



Αλληλεπίδραση Δέσμης Ηλεκτρονίων Δείγματος

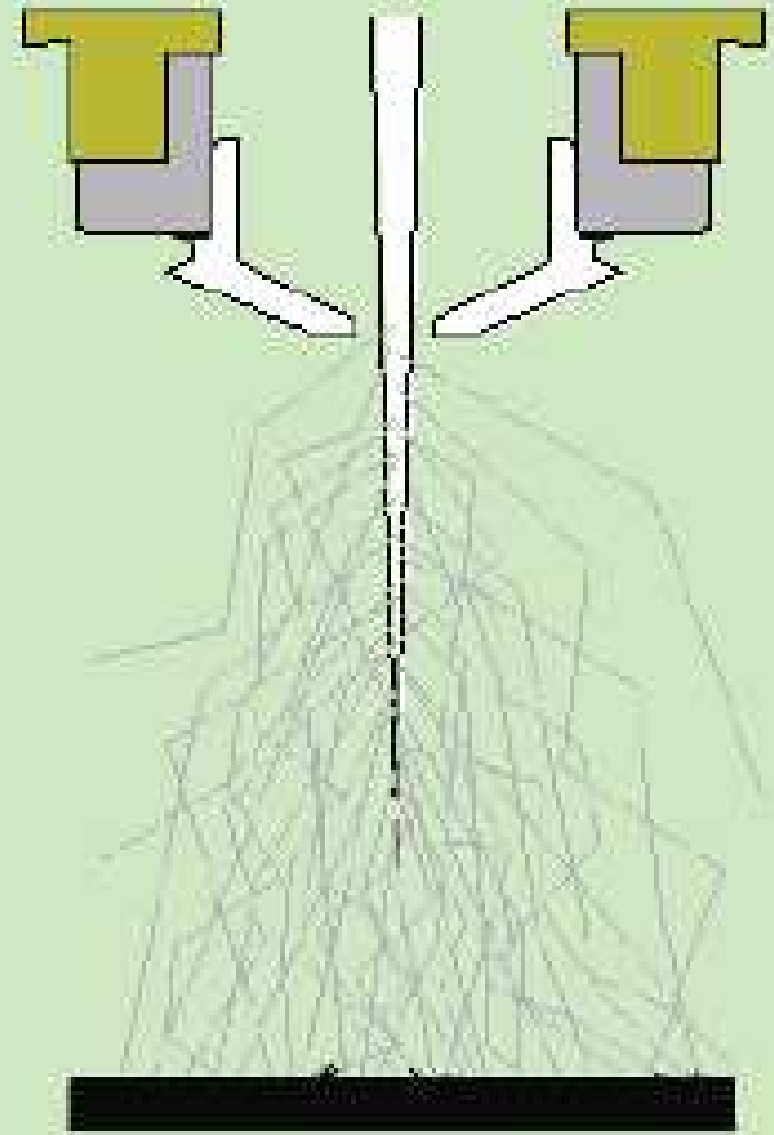


Vacuum



No scattering

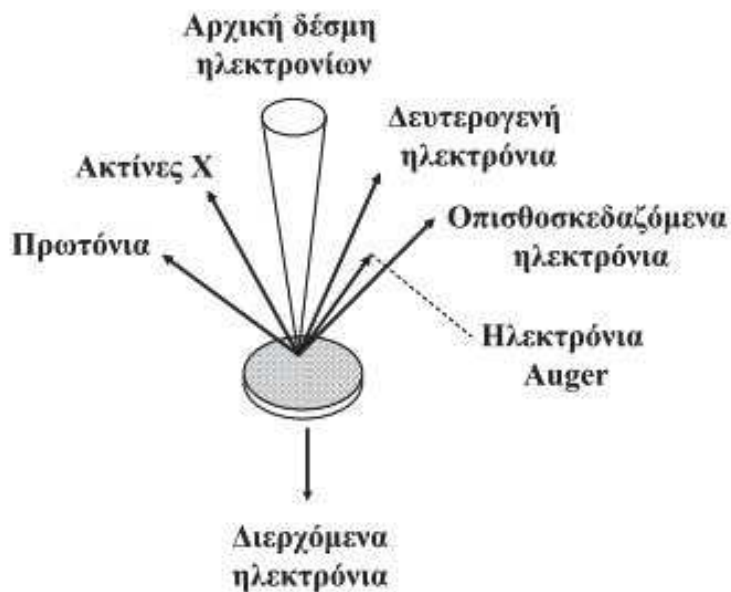
Air



Complete scattering



Αλληλεπίδραση Δέσμης Ηλεκτρονίων Δείγματος



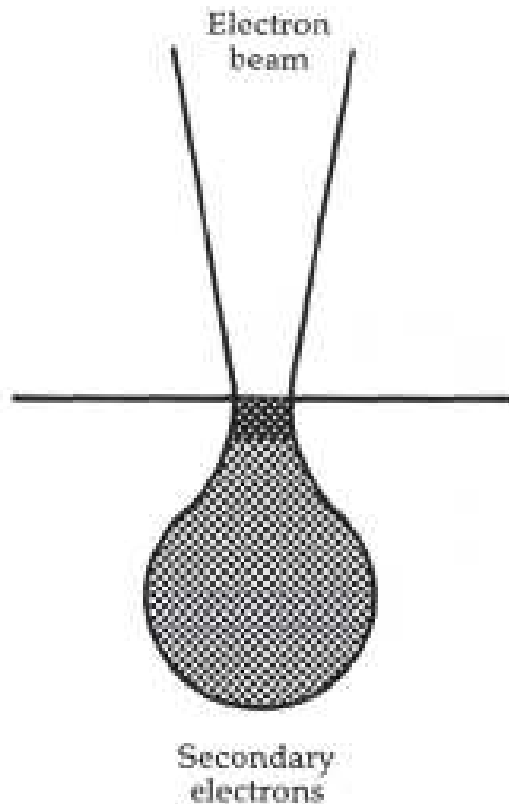
Οι αλληλεπιδράσεις της δέσμης των e^- με την επιφάνεια δείγματος οι οποίες εκτός από τα δευτερογενή φαινόμενα περιλαμβάνουν:

- **Φόρτιση (charging)** συσσώρευση φορτίου e^- στο δείγμα
- **Ελαστική σκέδαση e^-** , όσο μεγαλύτερη γωνία πρόσπτωσης τόσο μικρότερη η απώλεια ενέργειας
- **Μη ελαστική σκέδαση e^-** , όσο μικρότερη η γωνία πρόσπτωσης τόσο μεγαλύτερη η απώλεια ενέργειας
- **Θέρμανση** του δείγματος



Δημιουργία Εικόνας στο SEM

Μία από τις πιο σπουδαίες μη-ελαστικές αλληλεπιδράσεις στο SEM είναι αυτή κατά την οποία παράγονται δευτερεύοντα ηλεκτρόνια (secondary electrons). Παράγονται από την αλληλεπίδραση των ηλεκτρονίων της στοιβάδας αγωγιμότητας των ατόμων του δείγματος.



Η εικόνα στο SEM σχηματίζεται από αυτά τα ηλεκτρόνια.

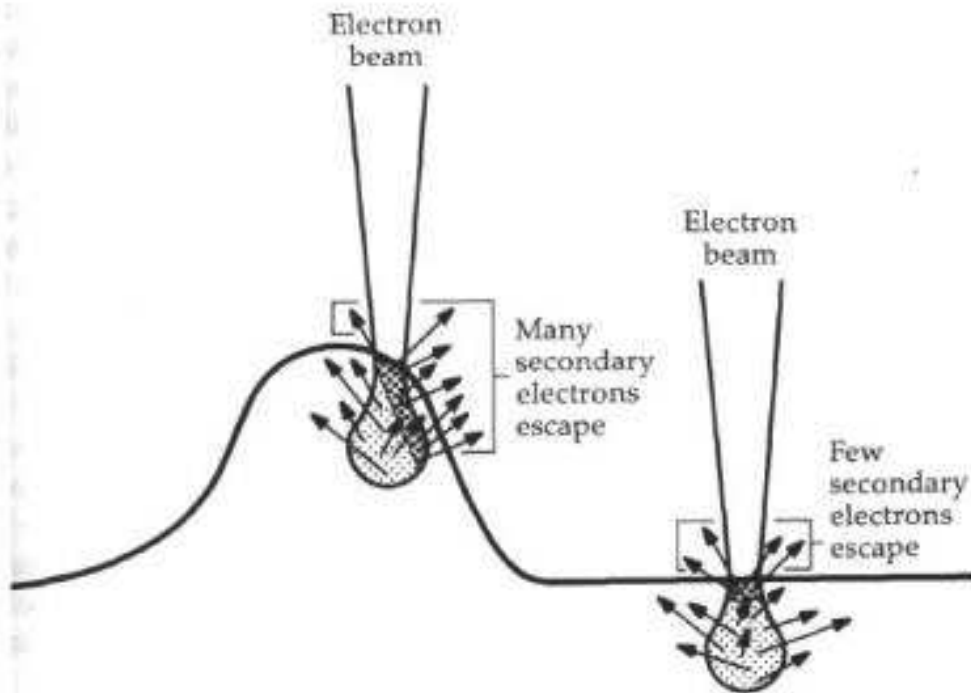
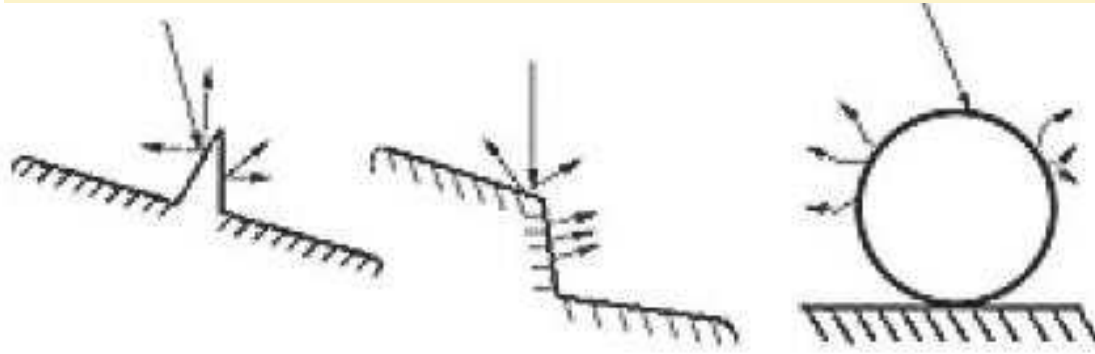
Ενέργεια 3 eV – 5 eV.

Μόνο το ~1% των S.E. διαφεύγει από την επιφάνεια και σχηματίζει την εικόνα.

Βάθος διαφυγής: Μέταλλα, 5nm – Μονωτές 50 nm

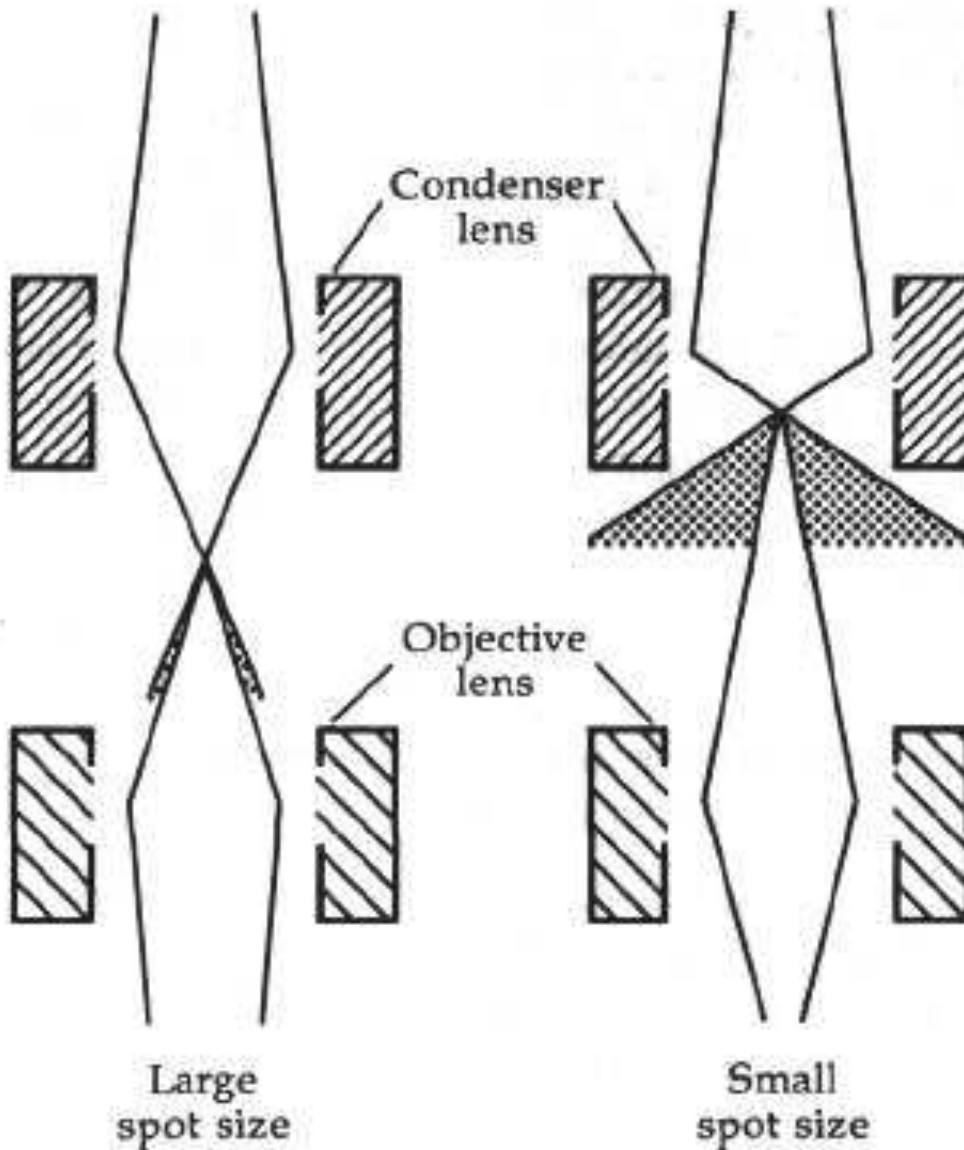


Δημιουργία Εικόνας στο SEM





Μέγεθος Κουκίδας της Δέσμης και ρεύμα των Φακών Συμπυκνωτή (condenser)



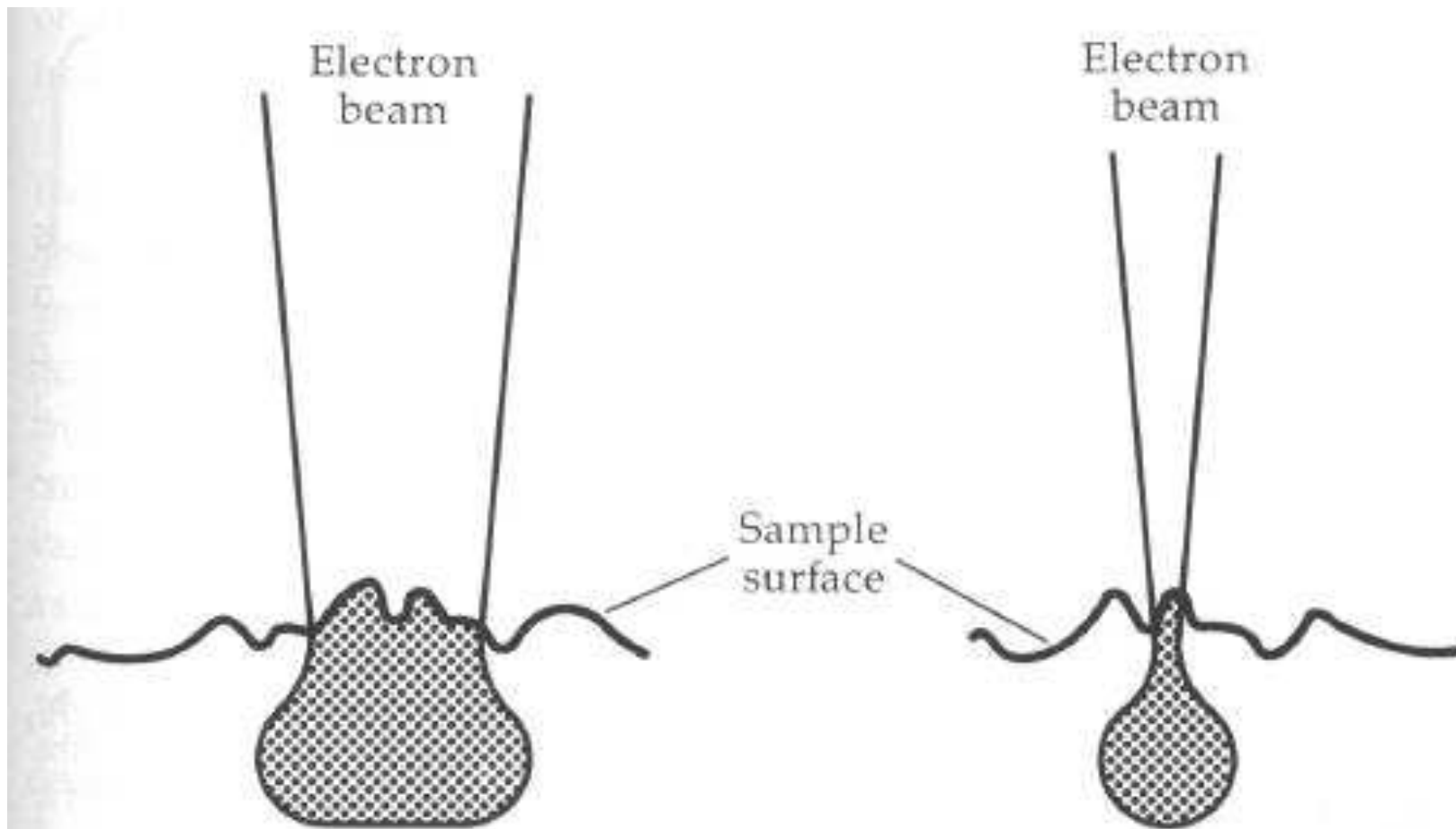
Όταν αυξάνεται το ρεύμα στους συγκεντρωτικούς φακούς δημιουργείται μικρότερη κουκίδα.

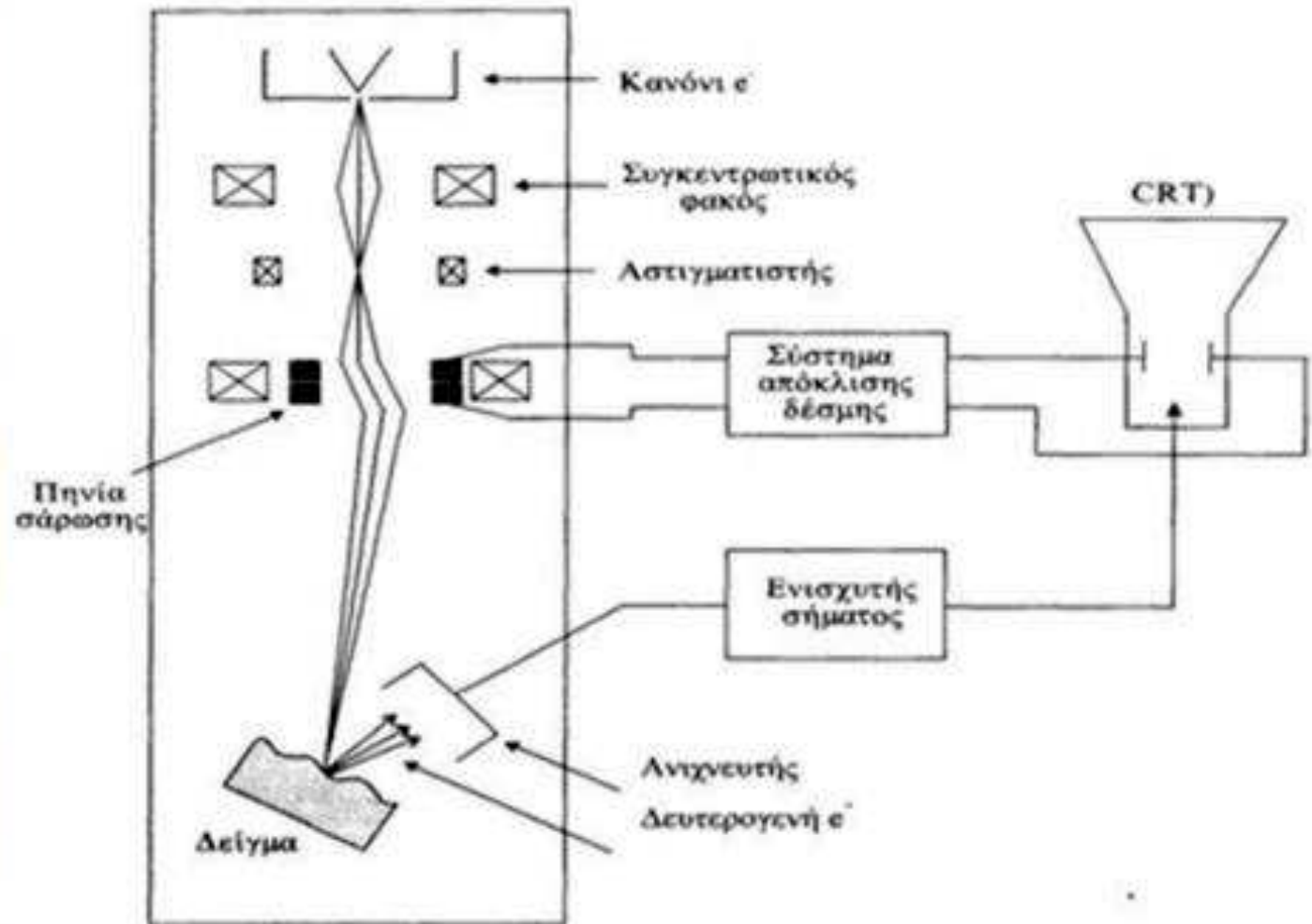
Στην περίπτωση αυτή όμως η δέσμη που φτάνει στην επιφάνεια του δείγματος είναι λιγότερο φωτεινή.

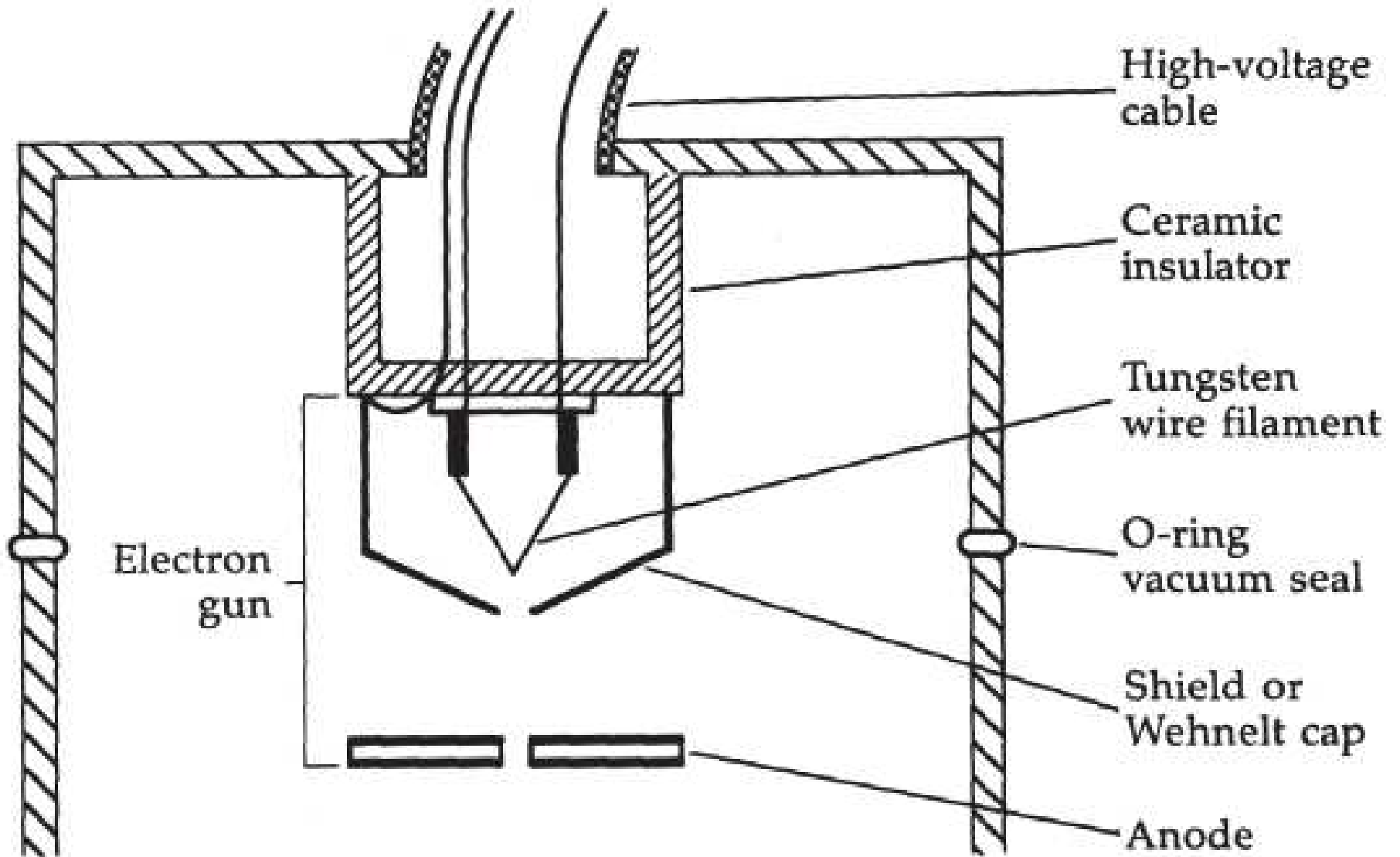


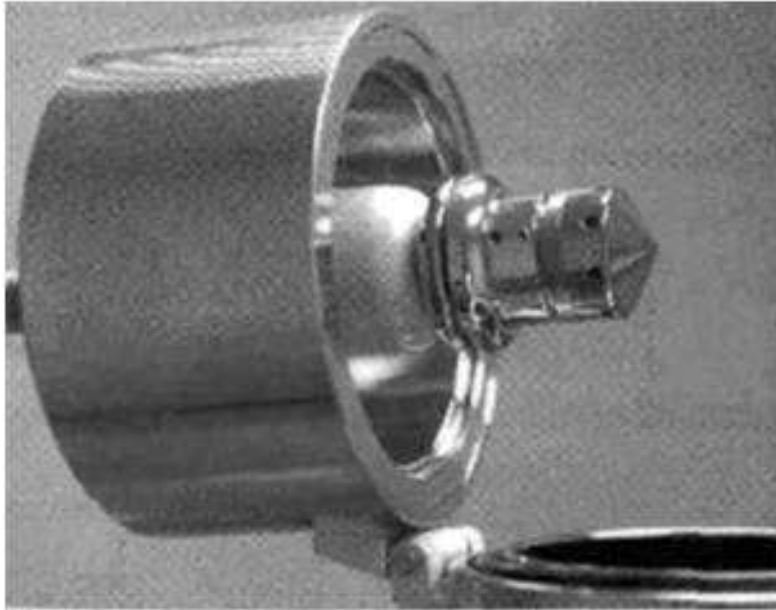
Μέγεθος Κουκίδας της Δέσμης και Διακριτική Ικανότητα

Όσο μειώνεται το μέγεθος της κουκίδας τόσο αυξάνεται η Διακριτική Ικανότητα

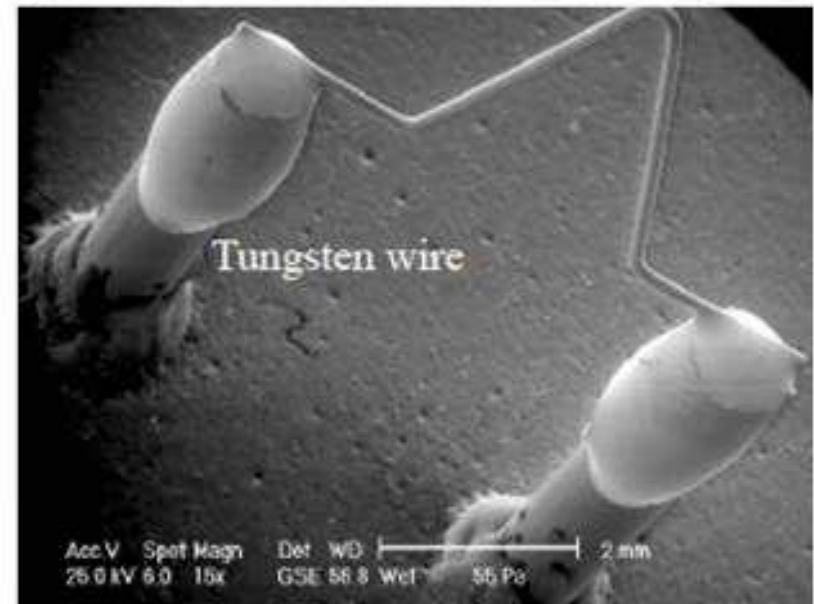
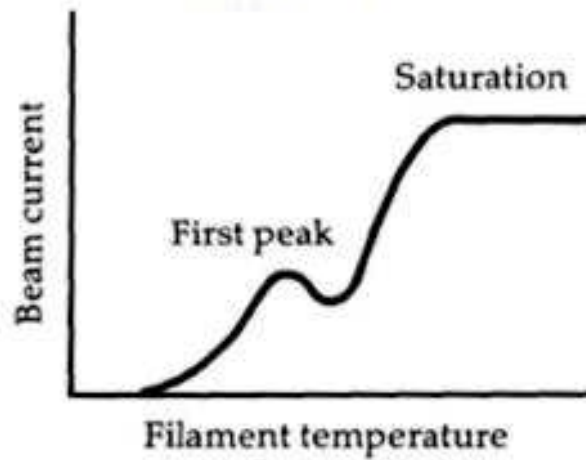
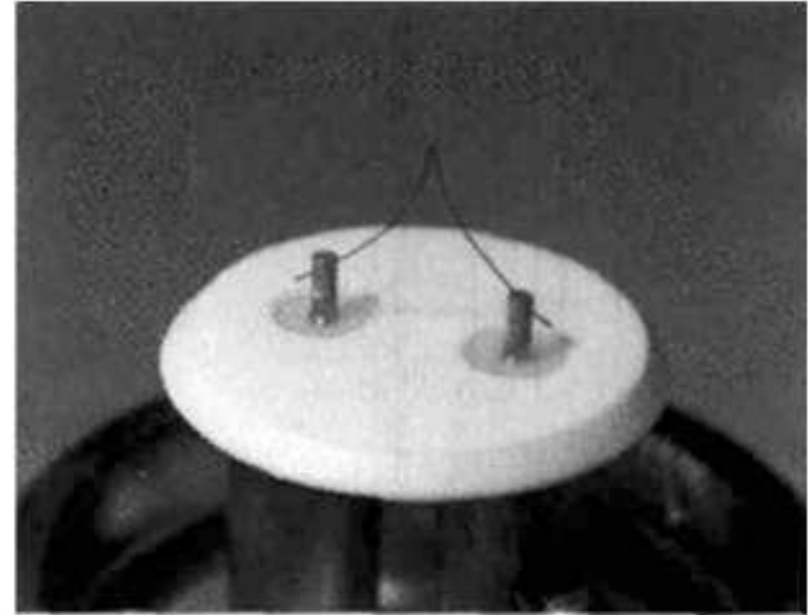








Wehnelt cup

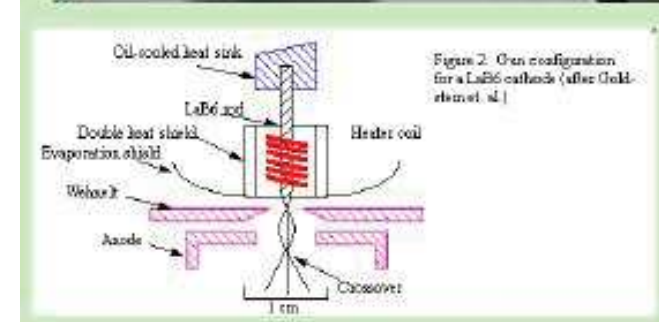
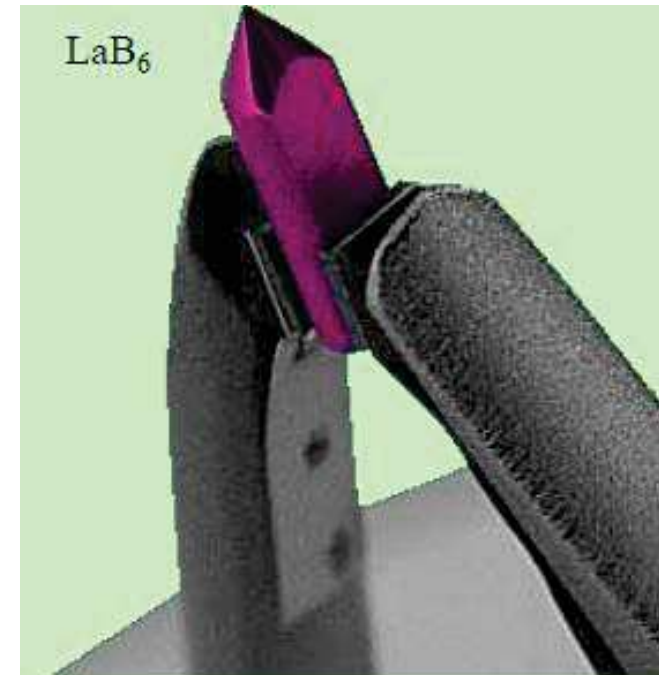
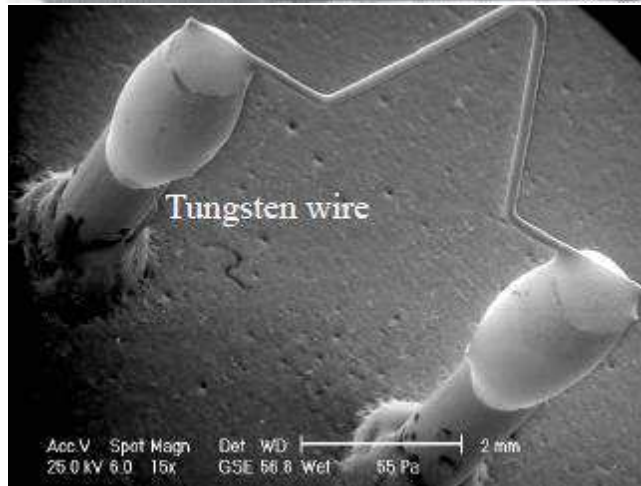
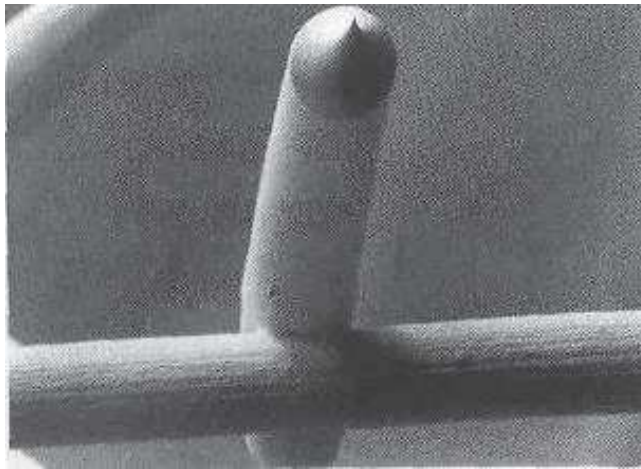




Άλλες πηγές Ηλεκτρονίων

LaB₆: περισσότερο από δέκα φορές μεγαλύτερη απόδοση από αυτή του W

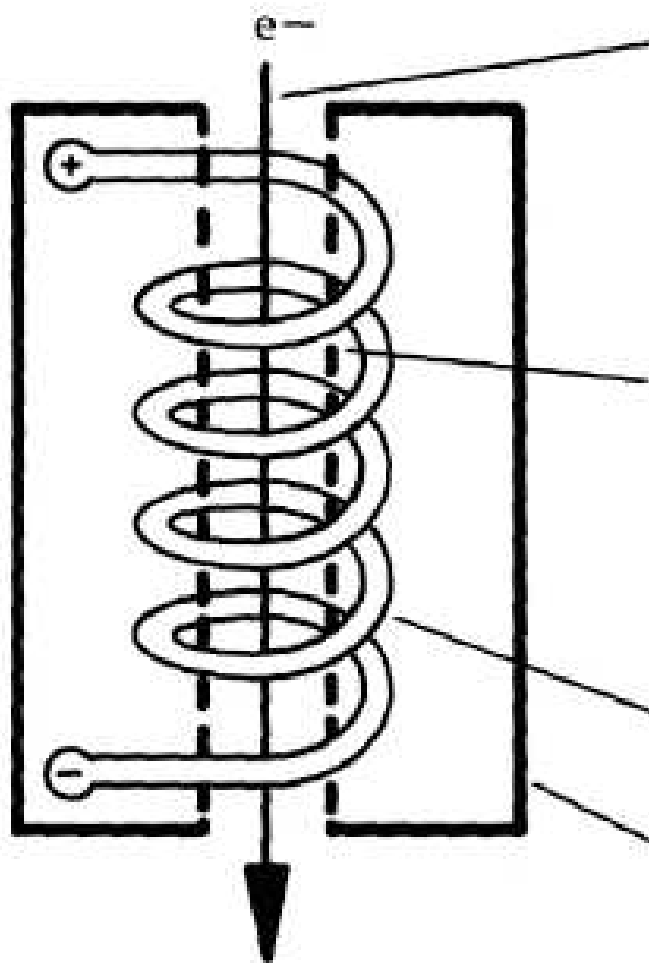
Field Emission Guns: Η τελευταία λέξη της τεχνολογίας



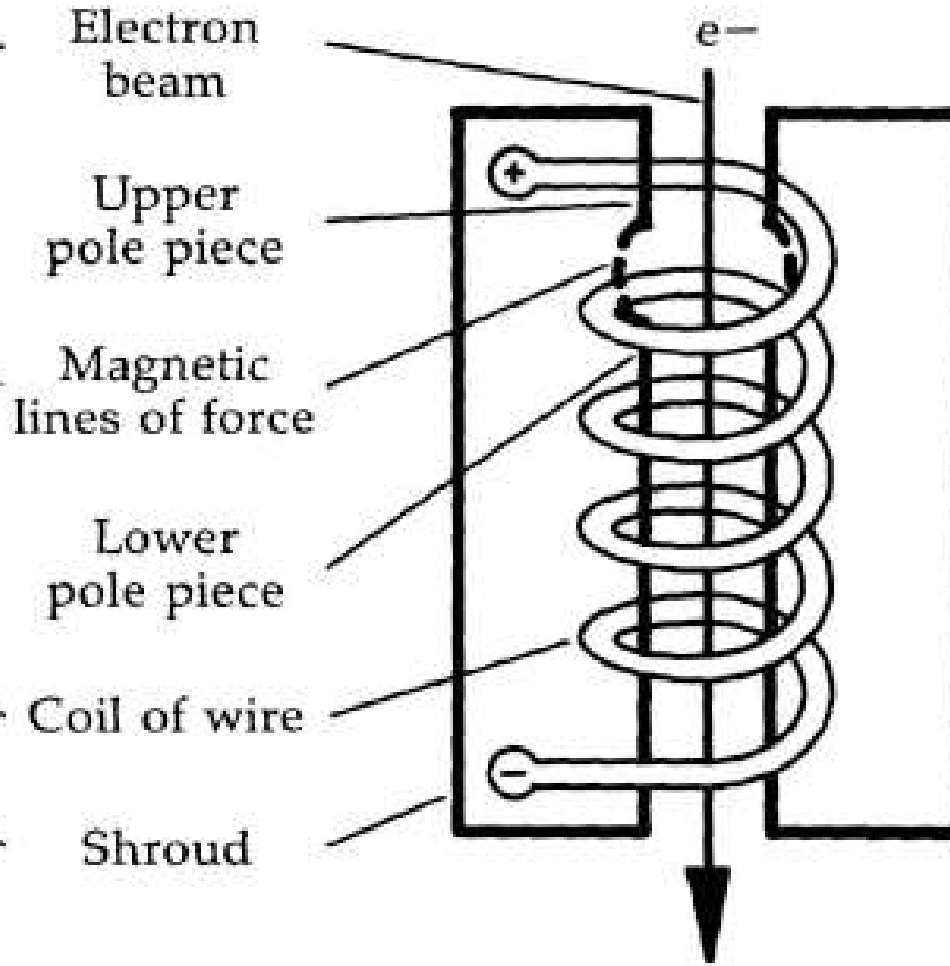


Ηλεκτρομαγνητικοί φακοί. Εστίαση ηλεκτρονίων

Simple
Magnetic Lens

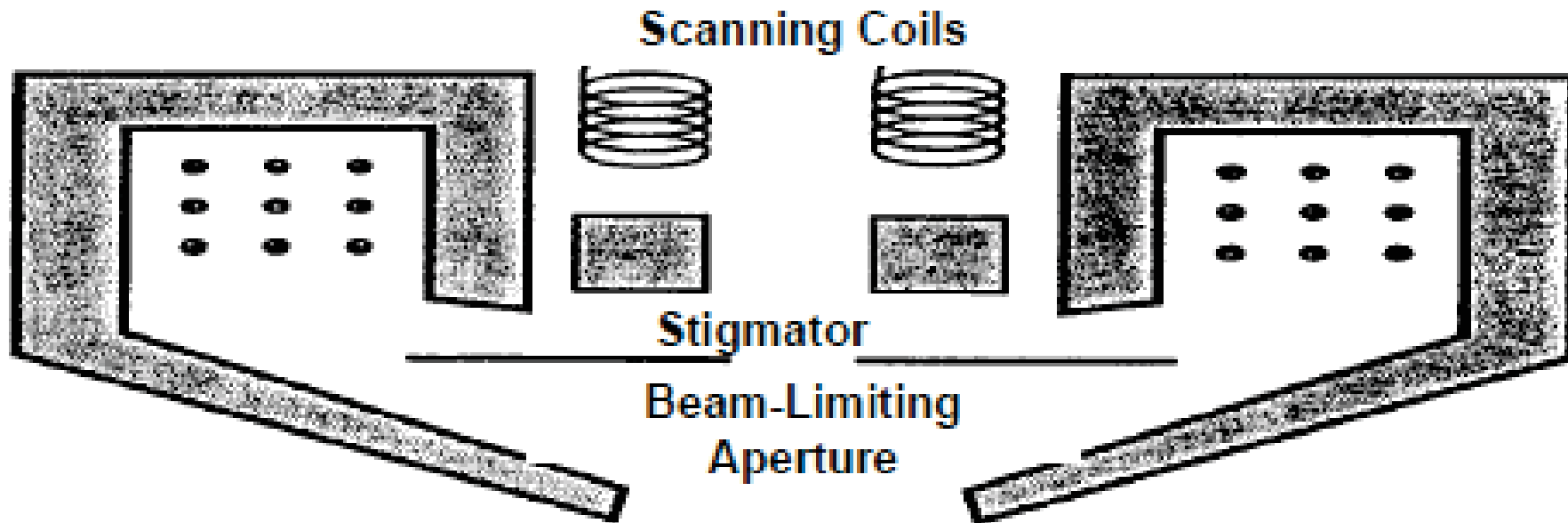


Pole Piece
Magnetic Lens





Ηλεκτρομαγνητικοί φακοί. Εστίαση ηλεκτρονίων

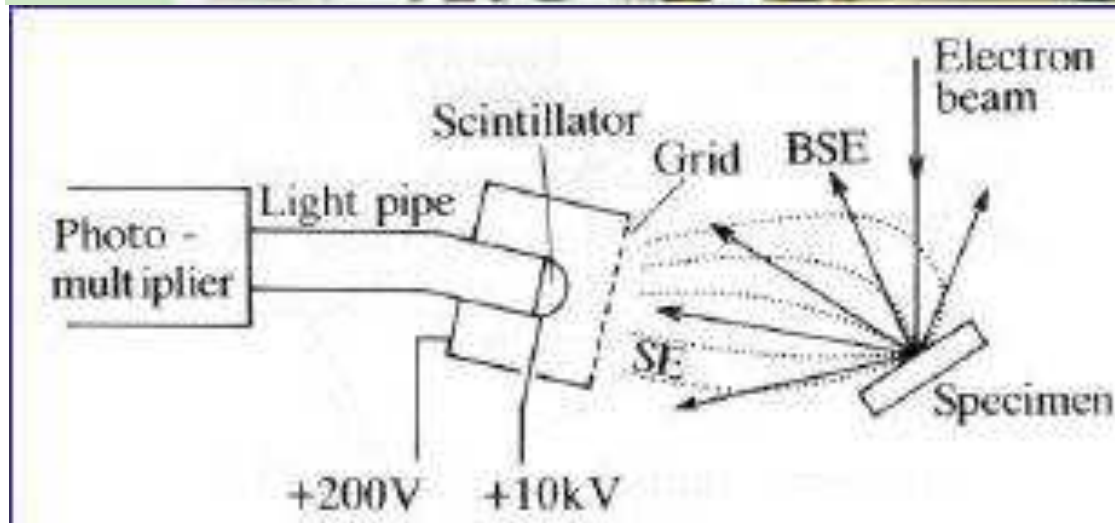
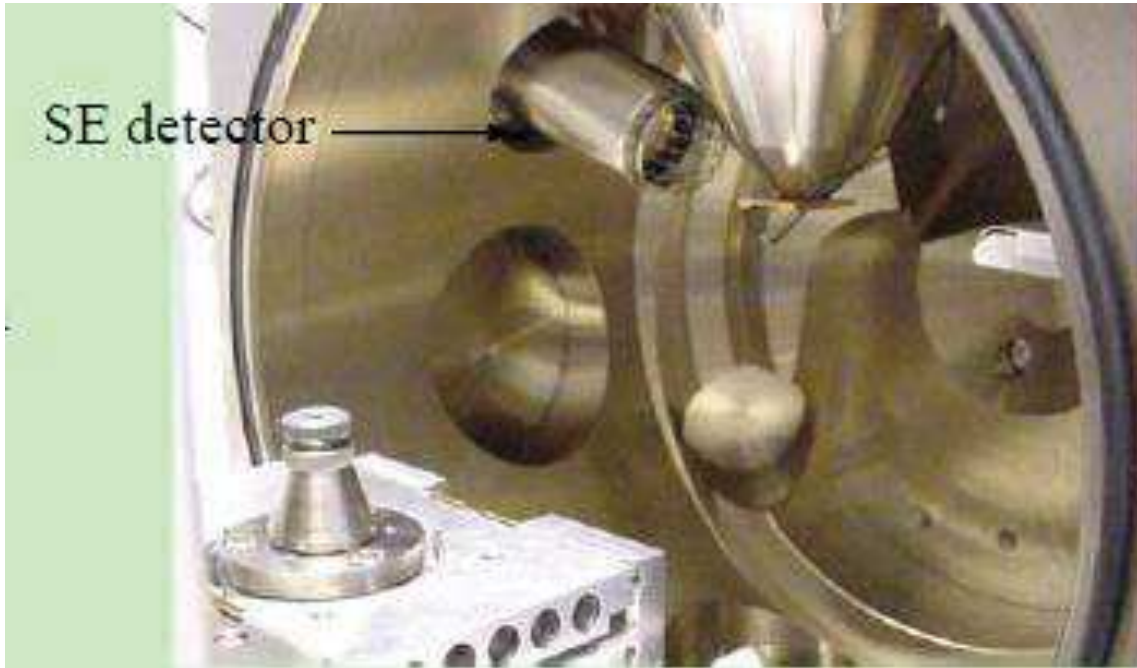


Οι φακοί μπορούν να χρησιμοποιηθούν ως

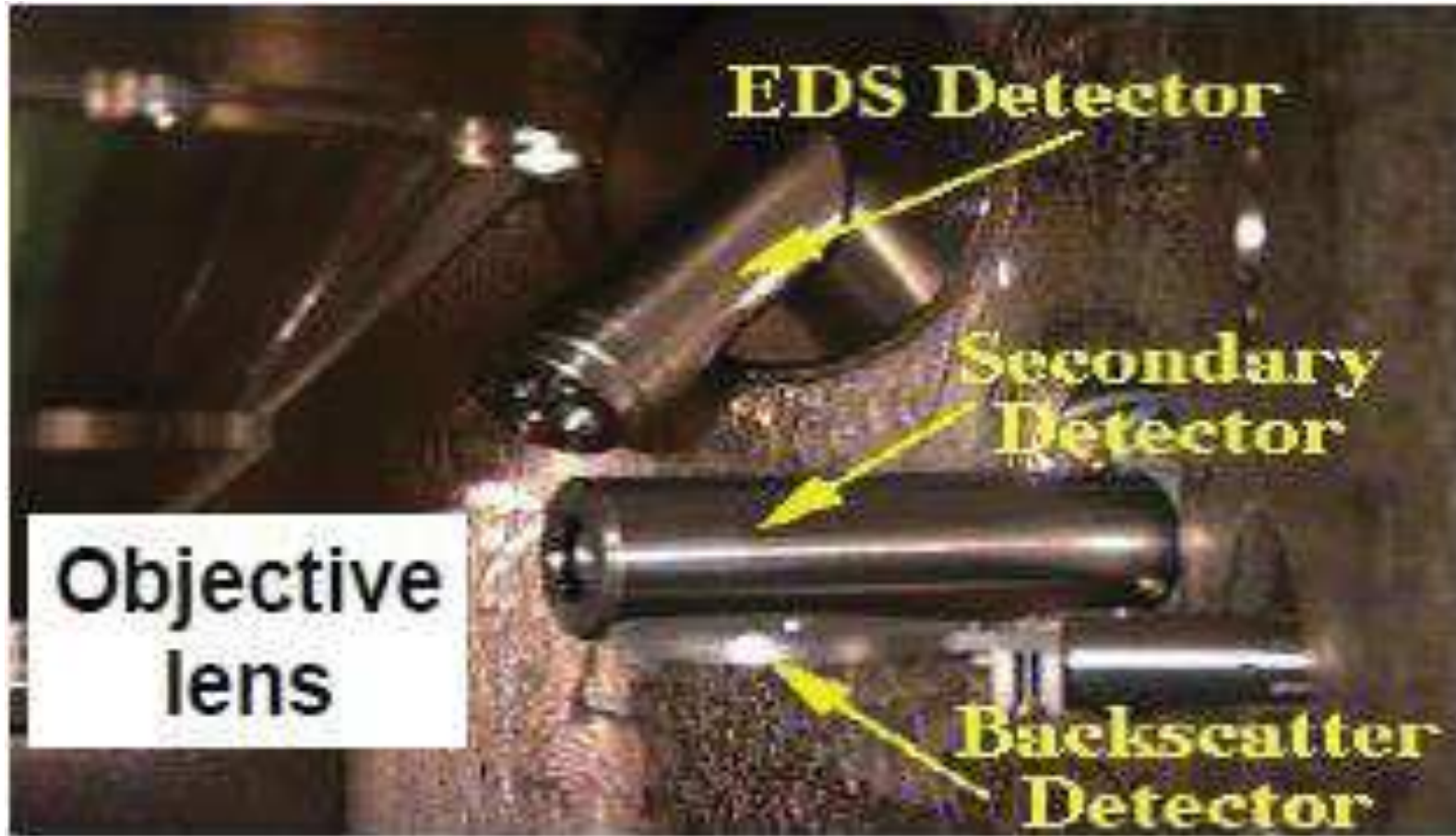
1. Συμπυκνωτές (Condenser)
2. Αντικειμένου (Objective)
3. Προβολής (Projector)



Ανιχνευτής ηλεκτρονίων



Ανιχνευτής ηλεκτρονίων

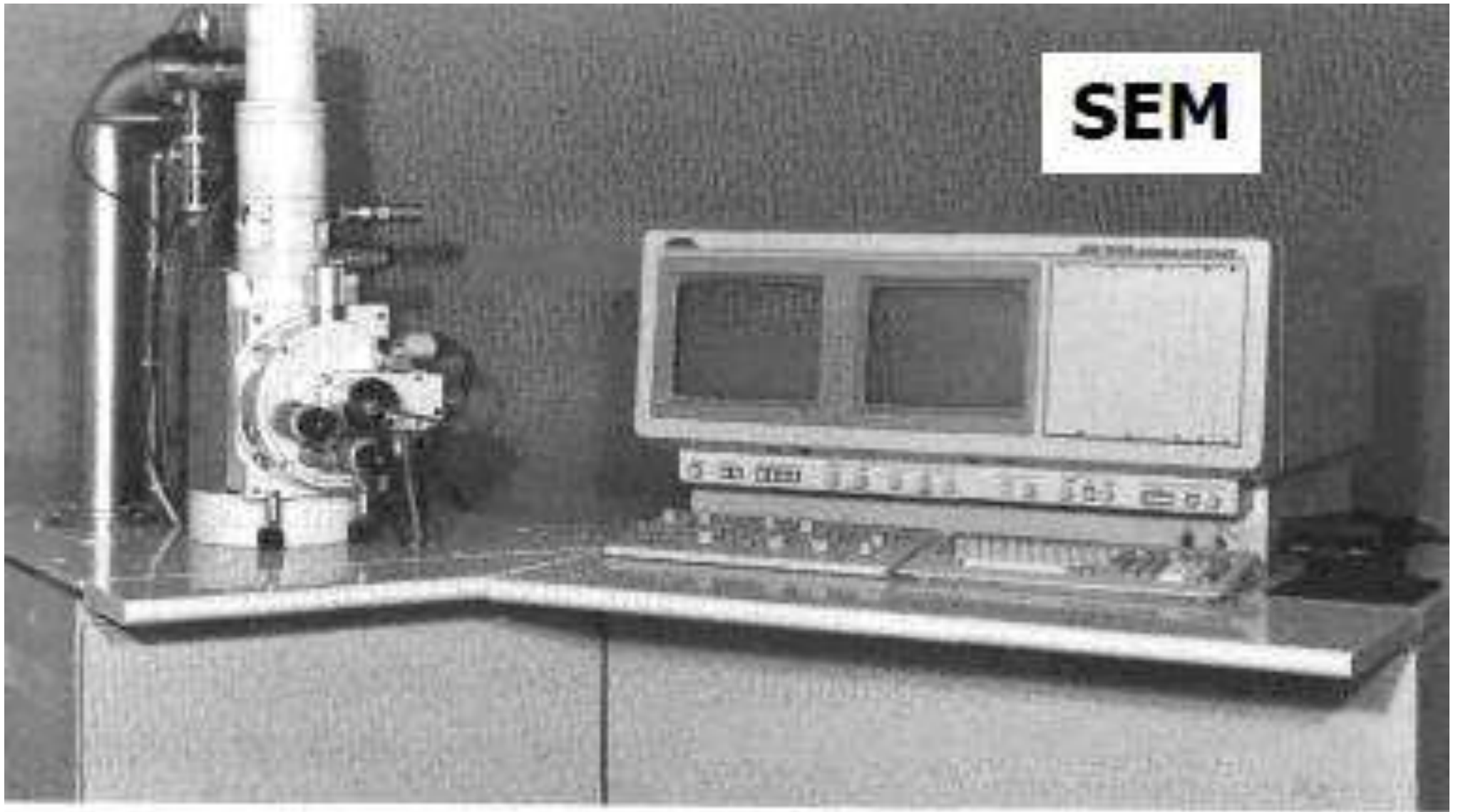


Επίπεδο Δείγματος





ΗΛΕΚΤΡΟΝΙΚΗ ΜΙΚΡΟΣΚΟΠΙΑΣ ΣΑΡΩΣΗΣ (SEM)





Ηλεκτρονική Μικροσκοπία Σάρωσης

ZEISS DSM-960A Scanning Electron Microscope – filament e⁻ source

magnification: X 10 to X 300,000

30 Ångstrom resolution





Ηλεκτρονική Μικροσκοπία Σάρωσης SEM

JEOL JSM-880 high resolution SEM – LaB₆ electron source

magnification: X 10 to X 300,000

15 Ångstrom resolution (LaB₆ source)

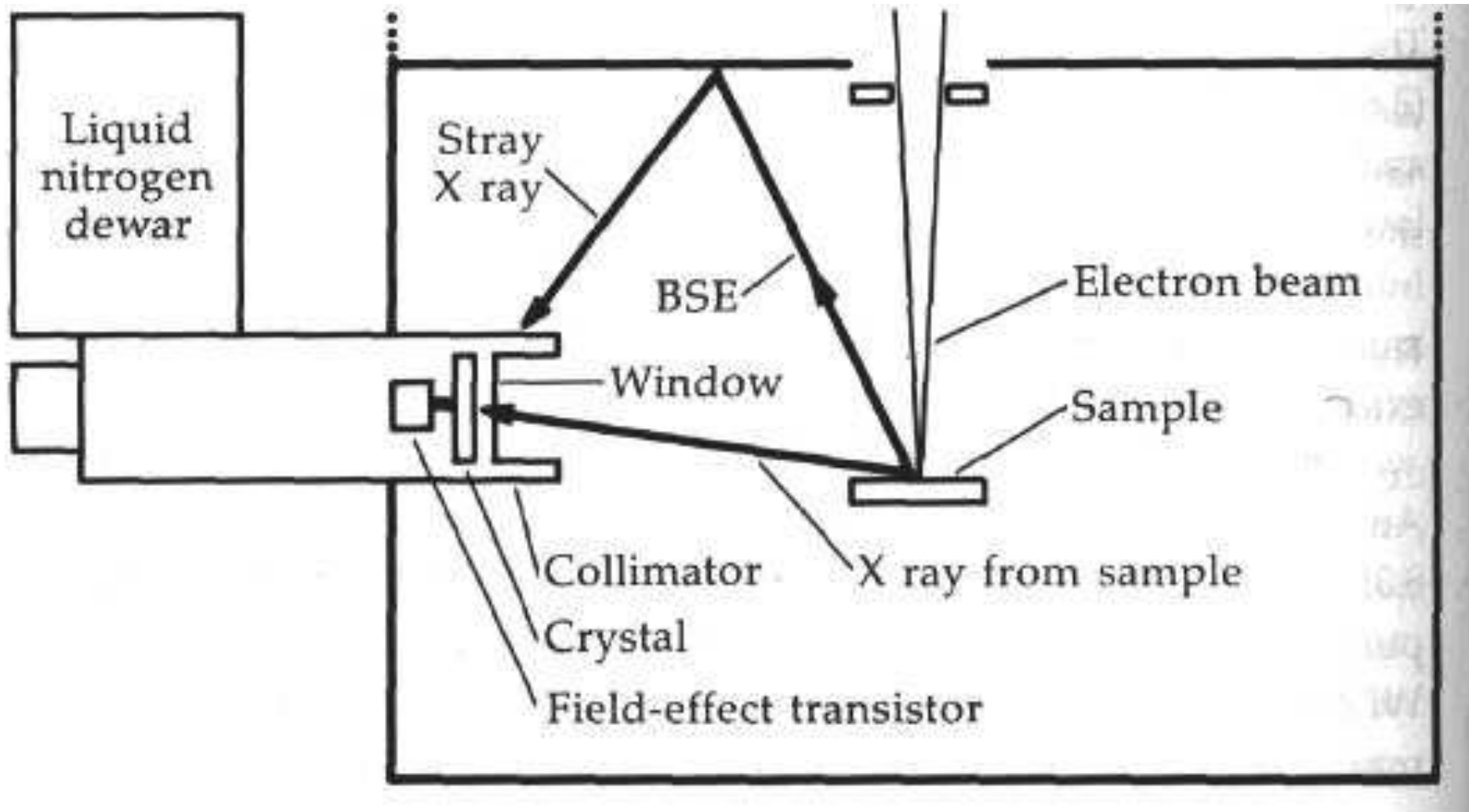
backscattered electron detector,
transmitted electron detector, electron
channelling imaging

\$300,000 current value



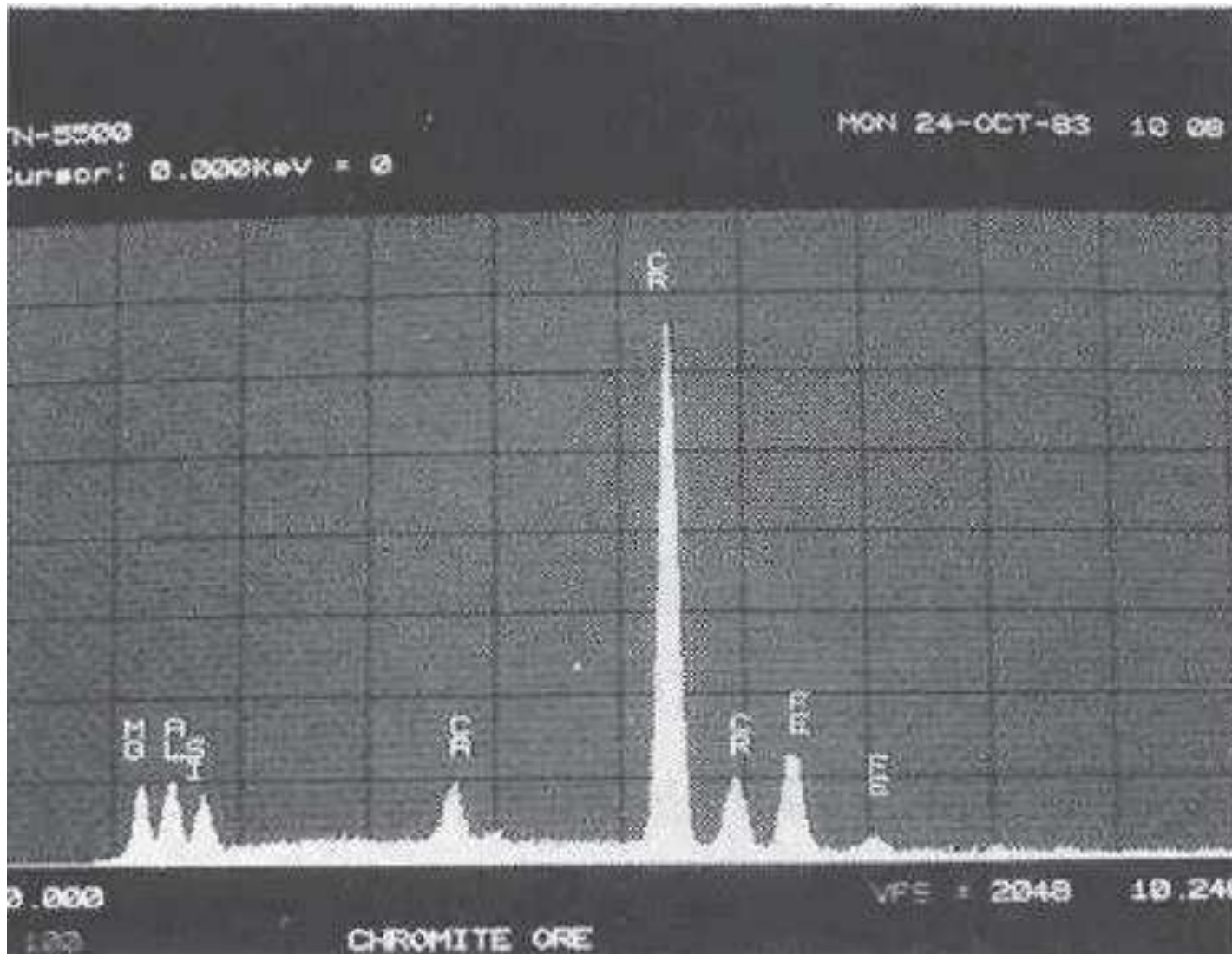


Στοιχειακή Ανάλυση με τη χρήση του SEM. EDS (Energy Dispersive Spectroscopy) Φασματοσκοπία





Στοιχειακή Ανάλυση με τη χρήση του SEM. EDS (Energy Dispersive Spectroscopy) Φασματοσκοπία





Άλλες πηγές Ηλεκτρονίων

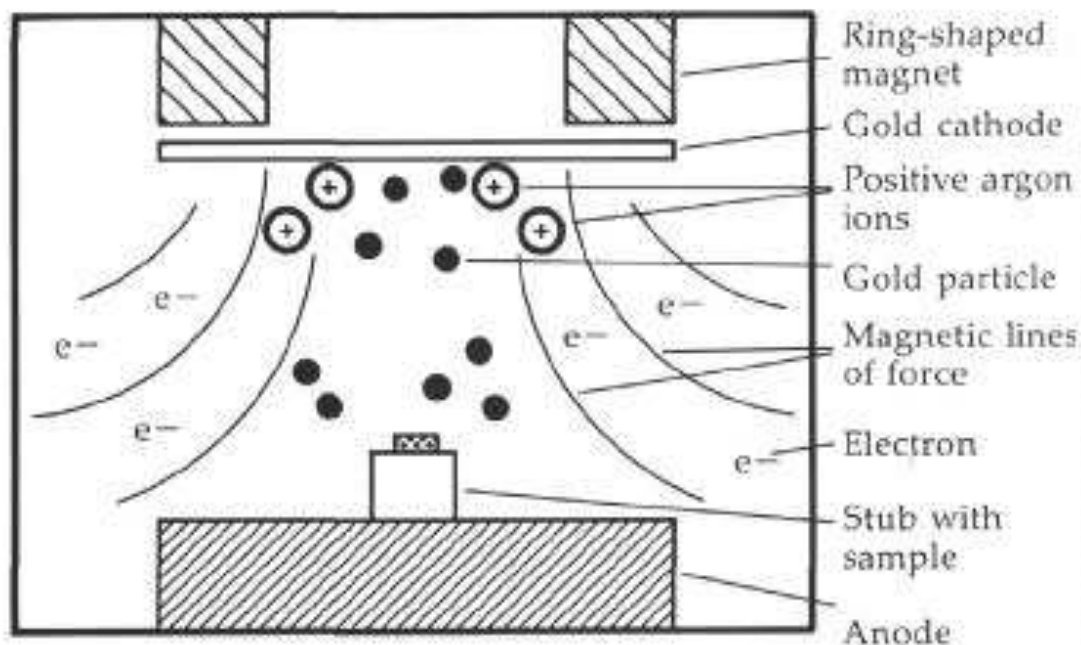


Προετοιμασία δειγμάτων



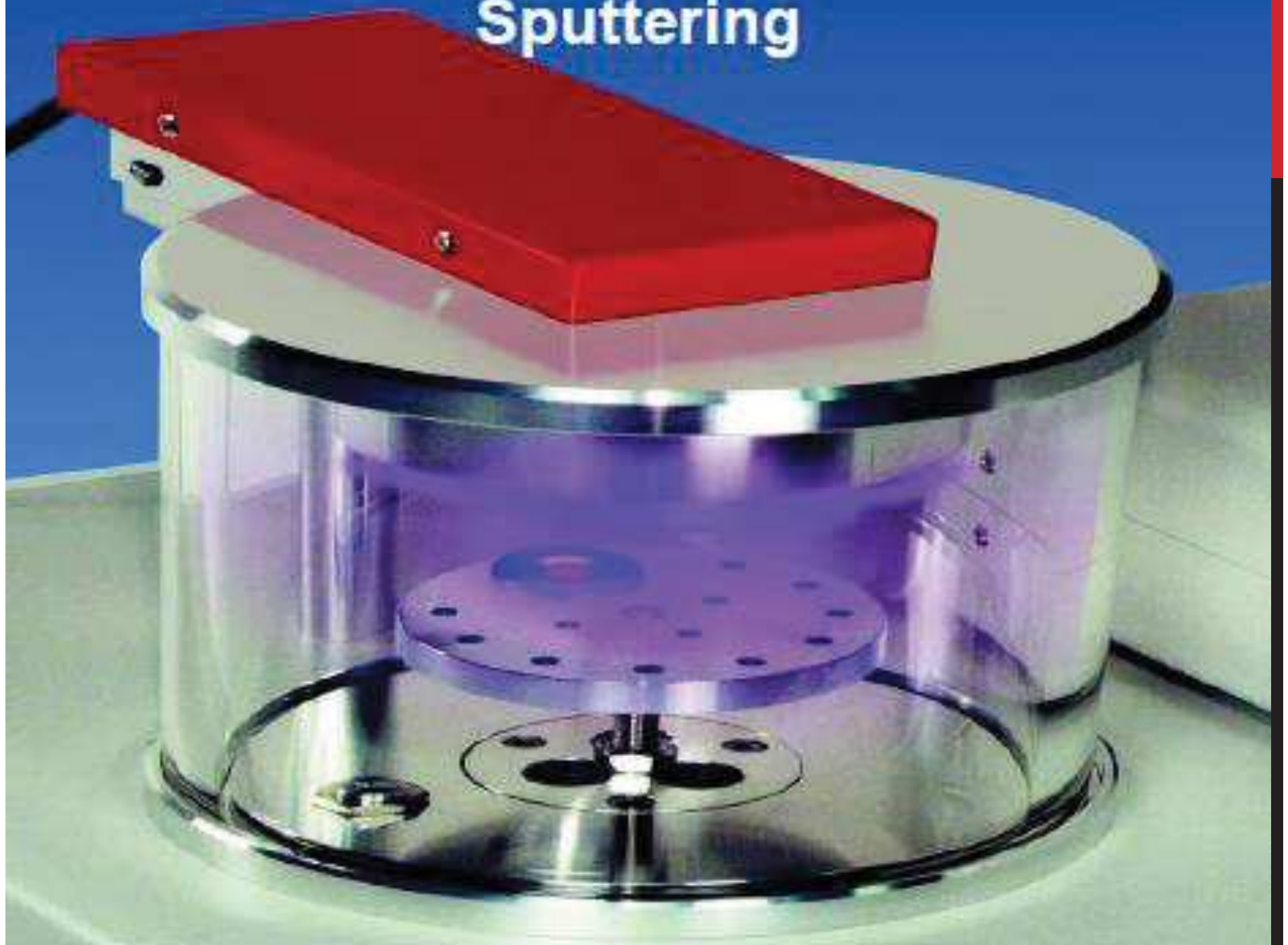
Προετοιμασία Δείγματος για SEM

Το προς μελέτη δείγμα στο SEM γενικά πρέπει να είναι αγώγιμο. Εάν δεν είναι τότε επικαλύπτονται με ένα πολύ λεπτό υμένιο από αγώγιμο μέταλλο, συνήθως χρυσό Au.



Συσκευή επικάλυψης.

Sputtering



BIOLOGICAL SPECIMEN PREPARATION

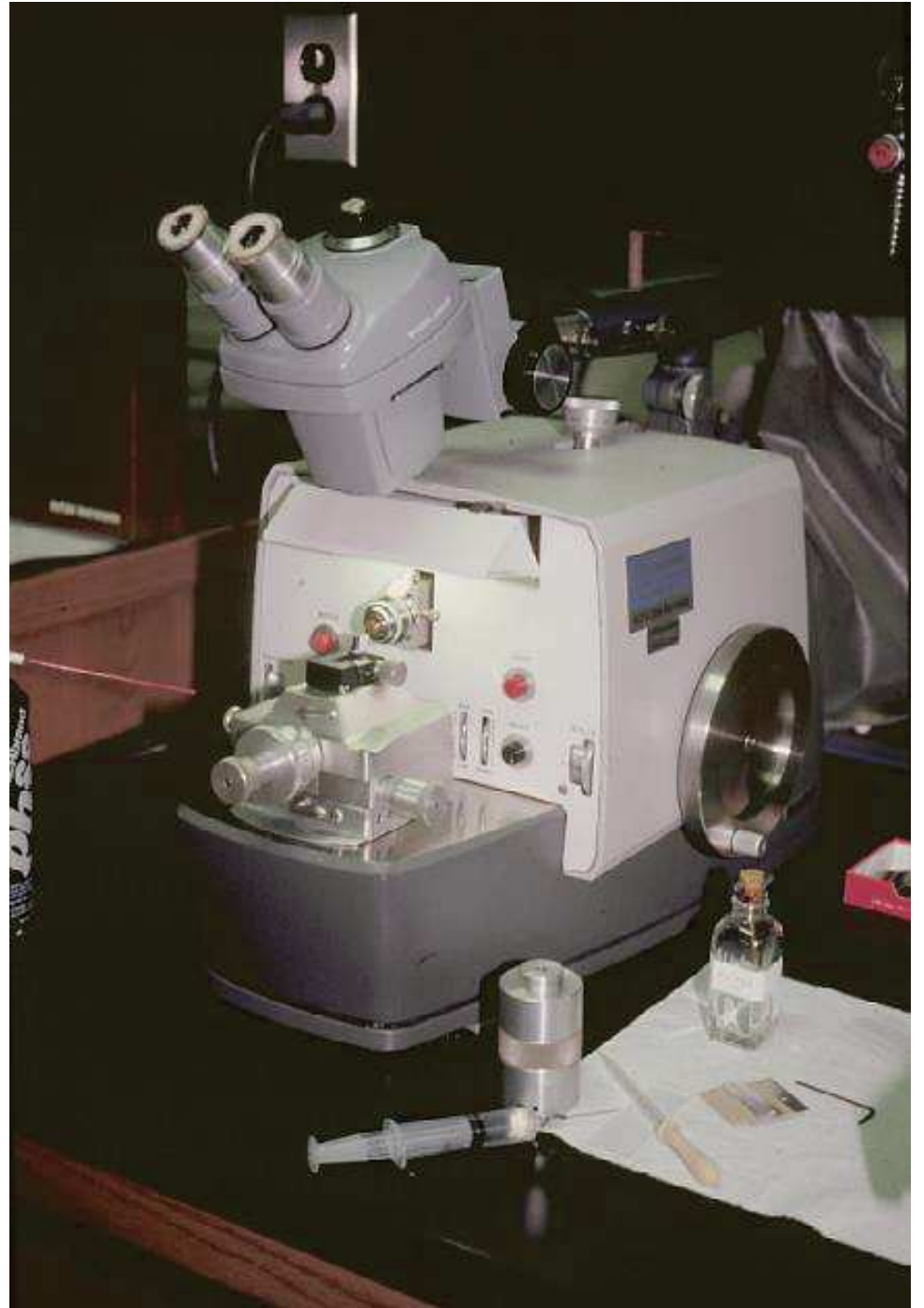


**EMPHASIZING
ULTRAMICROTOMY**



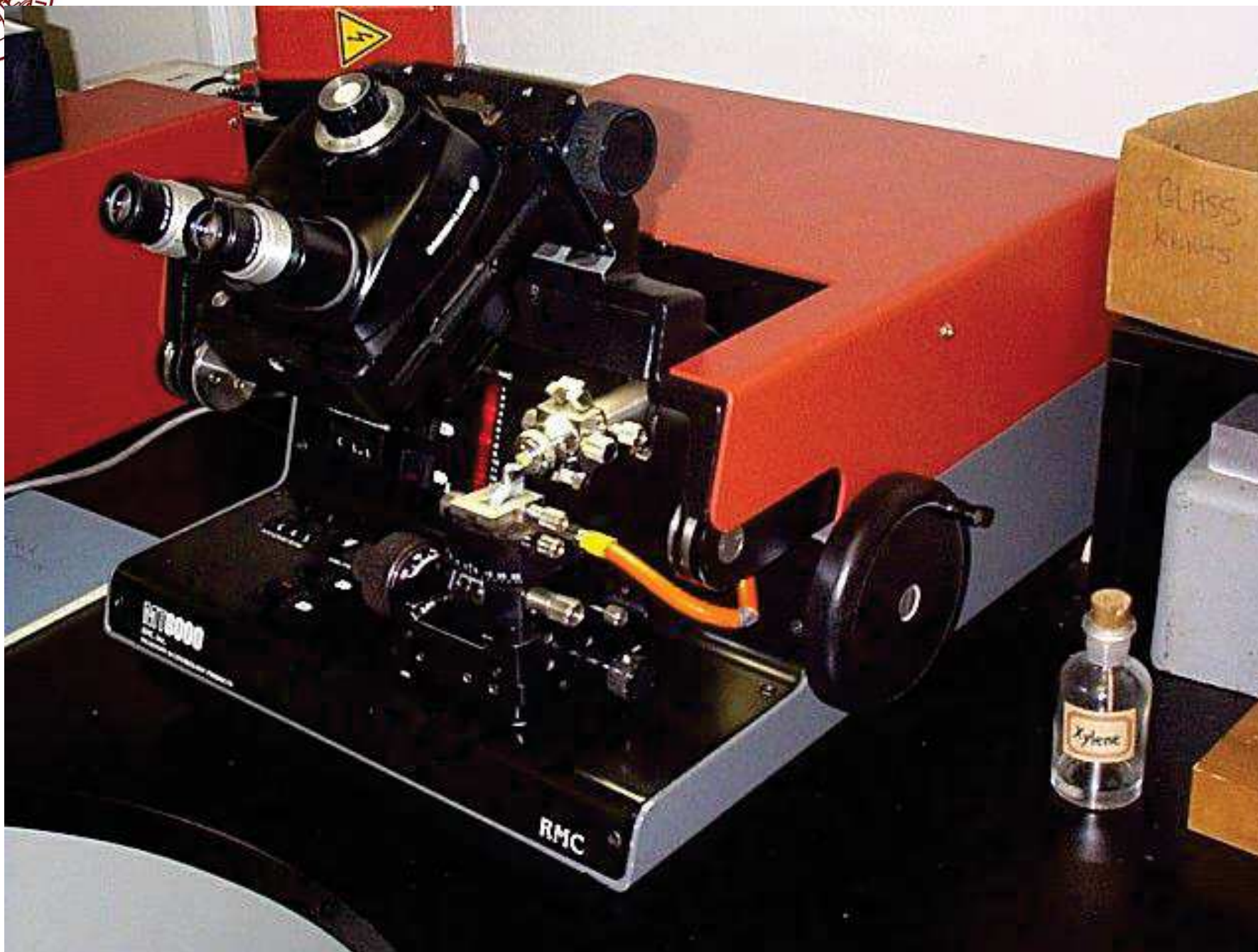
Porter-Blum MT2B ultramicrotome by Sorvall (ca. mid-1960s-1980)

- Simple belt device drives the microtome arm in MT2
- MT2B has adjustable duration and speed in the return stroke (much more complex)
- Limited movement possible in the fluorescent bulb
- Highly adjustable stage and specimen chuck, but all with spring locks rather than verniers making fine adj hard
- Locks on microscope used rather than screws (also awkward)
- Mechanical advance system





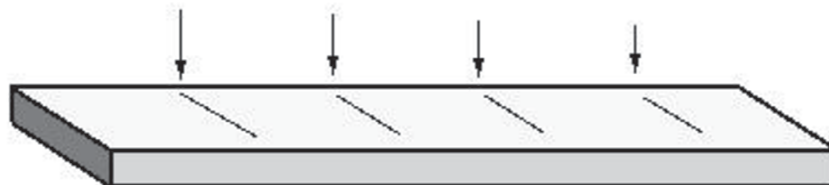
RMC MT-6000 Ultramicrotome



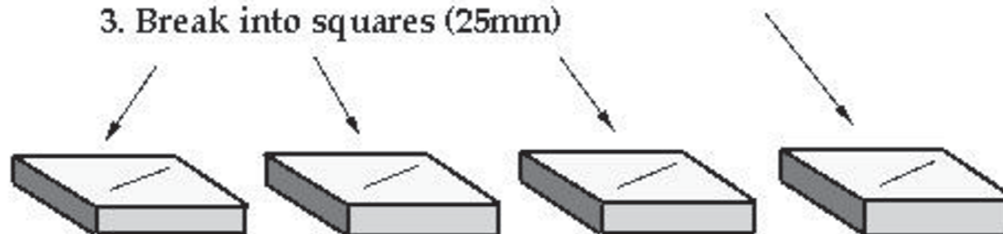


Making Glass Knives

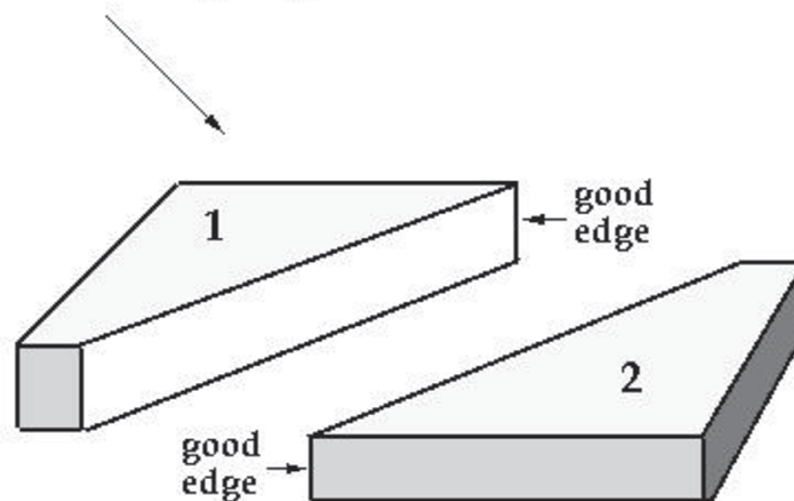
1. Clean prepared glass strips
2. Score at right angles with glass knife maker



3. Break into squares (25mm)



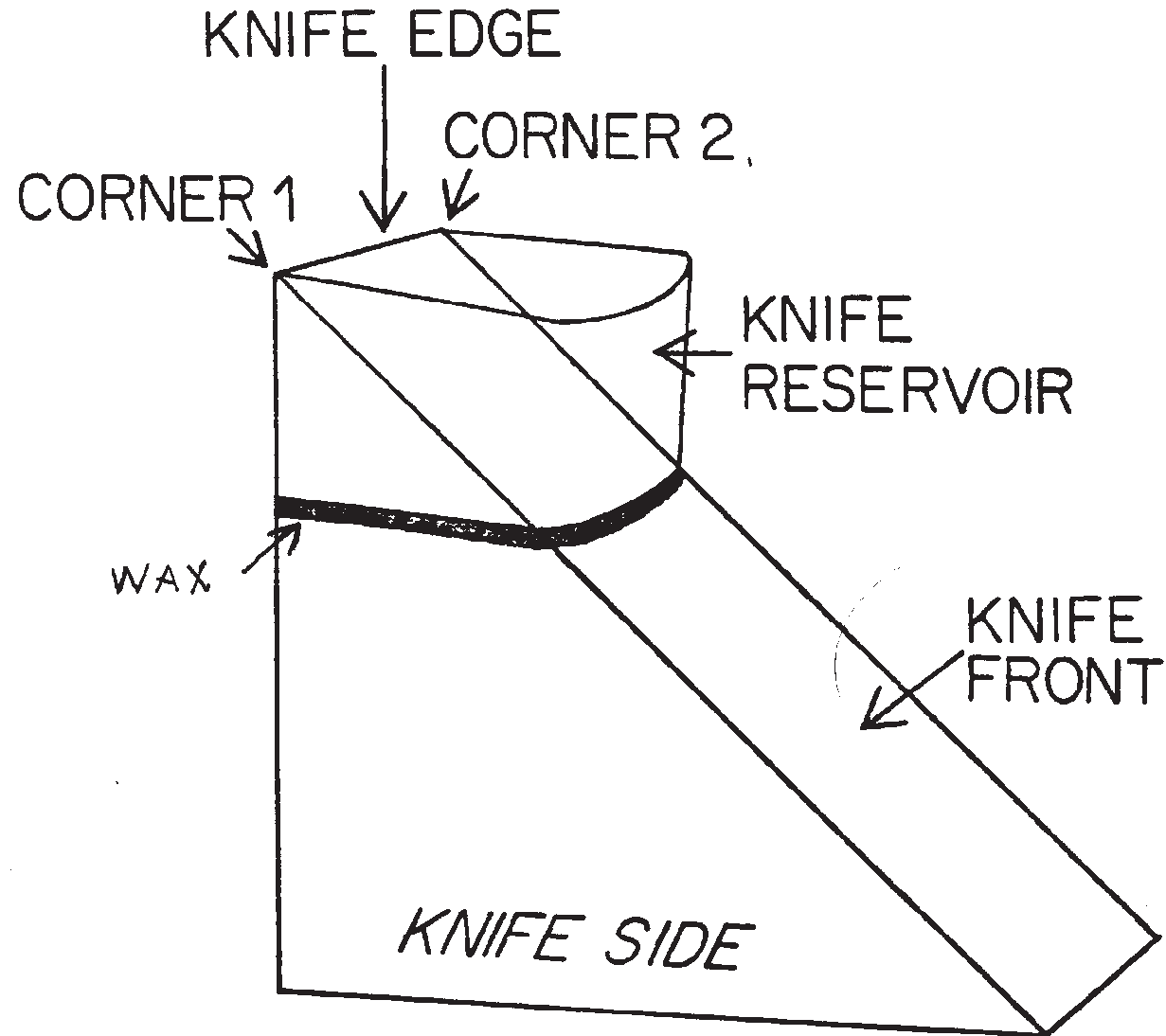
4. Score diagonally and break into two knives



<http://www.udel.edu/Biology/Wags/b617/micro/micro11.gif>



Glass Knife Boat





Caring for diamond knives:

http://www.emsdiasum.com/Diatome/diamond_knives/manual.htm

<http://www.emsdiasum.com/Diatome/knife/images/>

ΗΛΕΚΤΡΟΝΙΚΗ ΜΙΚΡΟΣΚΟΠΙΑ, Φ-277

PHYSICAL SCIENCES SPECIMEN PREPARATION

- GENERAL TECHNIQUES FOR MATERIALS SCIENCES

*Direct lattice resolution in polydiacetylene single crystal showing
(010) lattice planes spaced at 1.2 nm.*

<http://www.ph.qmw.ac.uk/images/molwires.jpg>



PHYSICAL SCIENCES SPECIMEN PREPARATION

- GENERAL TECHNIQUES FOR
MATERIALS SCIENCES

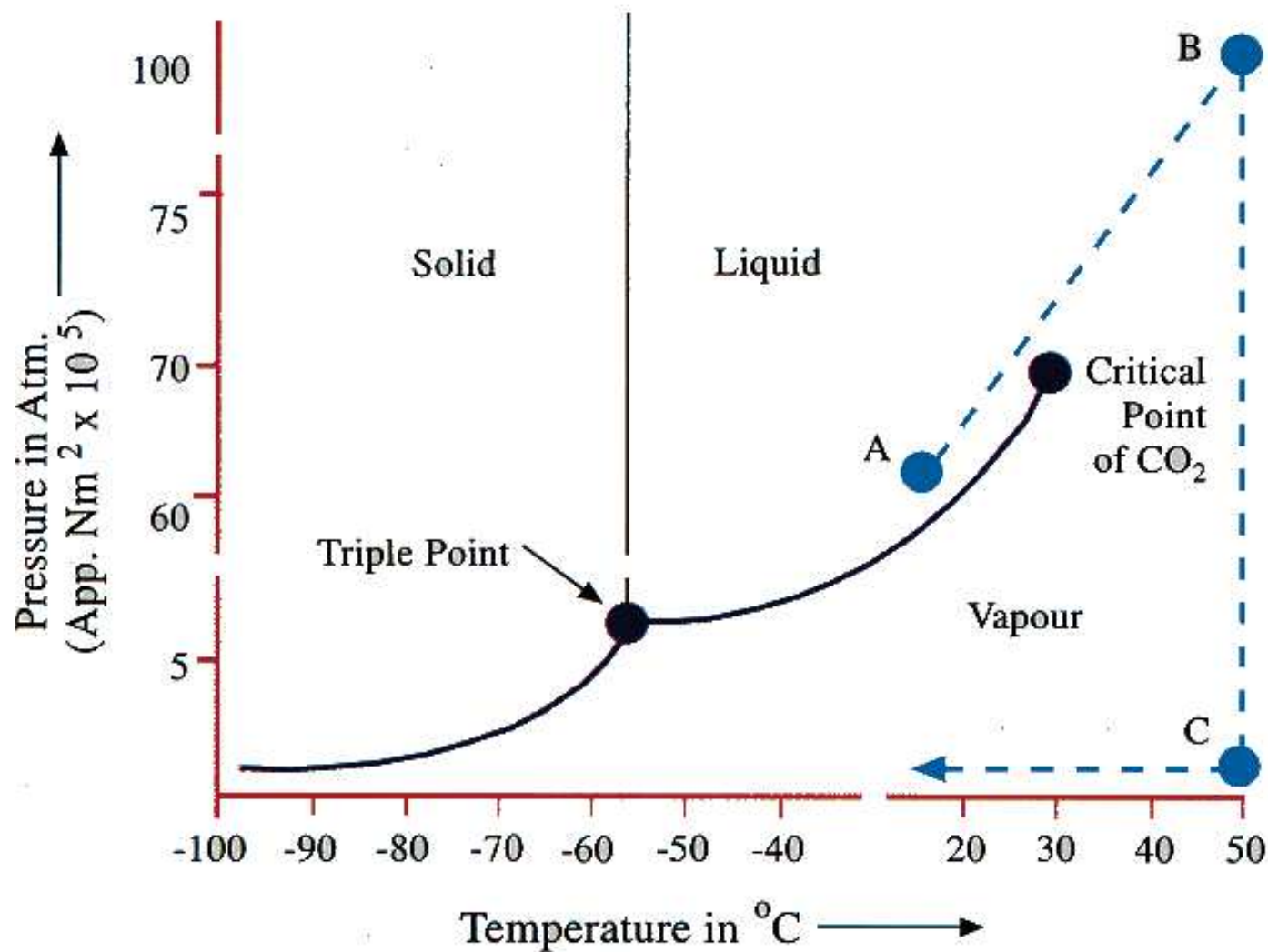
*Direct lattice resolution in polydiacetylene single crystal showing
(010) lattice planes spaced at 1.2 nm.*

<http://www.ph.qmw.ac.uk/images/molwires.jpg>



Critical point drying (CPD)

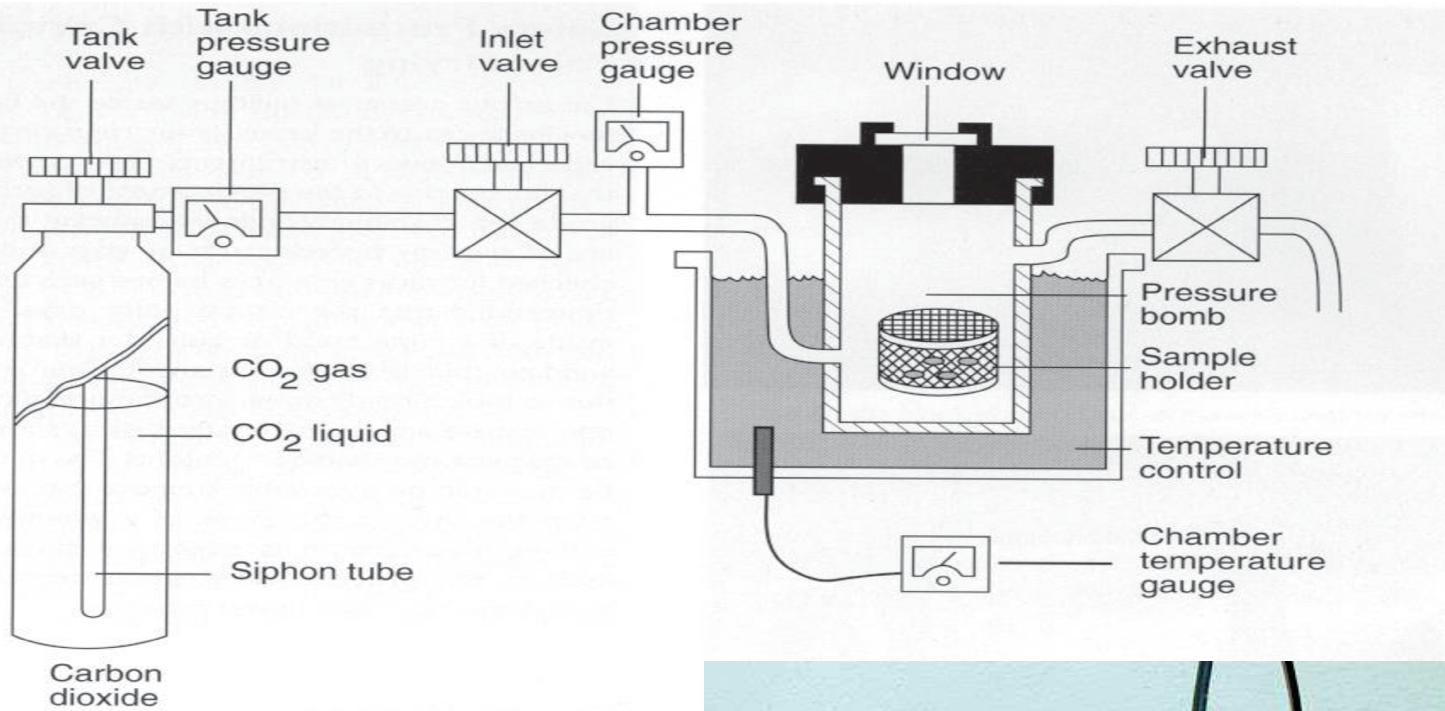
Purpose: To completely dry specimen for mounting while maintaining morphological details.





Method

- 1) Water exchanged for ethanol.
- 2) Ethanol exchanged for liquid CO₂ (transitional fluid).
- 3) CO₂ brought to critical point (31.1 C and 1,073 psi), becomes dense vapor phase.
- 4) Gaseous CO₂ vented slowly to avoid condensation.
- 5) Dry sample ready for mounting.





Sample holders



- Keep samples separated
- Hold delicate or small samples
- Ease of sample retrieval



Freeze Drying

- Sample is quick frozen in liquid nitrogen (LN2).

- Placed in vacuum evaporator on cold block (approx. -190 C).

- Left under vacuum for several days to sublimate water.

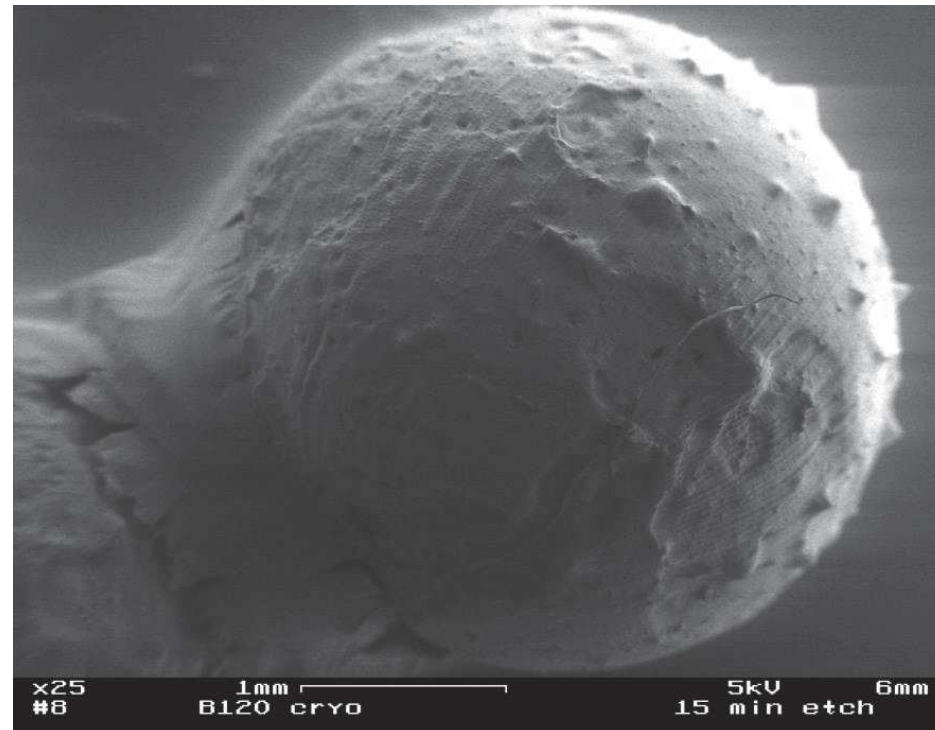
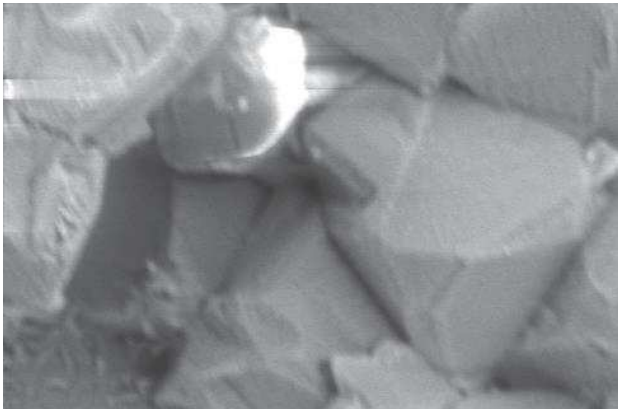
- Mounted and coated.



Conductivity of Samples

Charging results in:

- deflection of the beam
- deflection of some secondary electrons
- periodic bursts of secondary electrons
- increased emission of secondary electrons from crevices





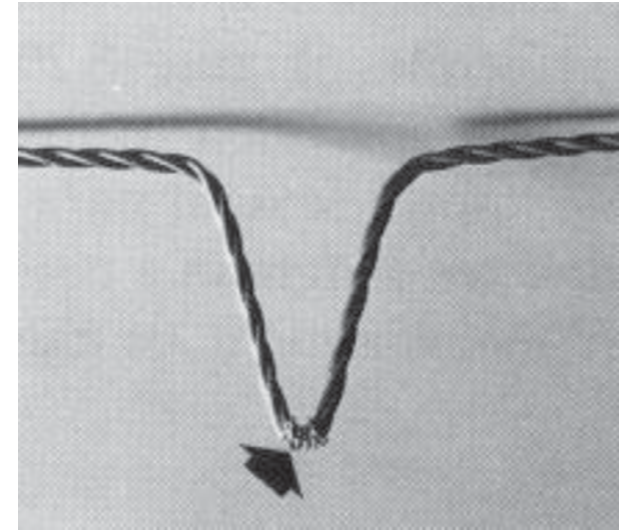
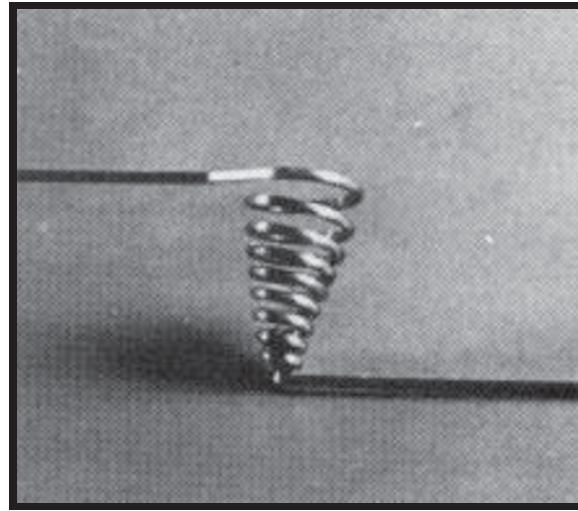
Thermal evaporation

- Typically used for shadowing
- 2×10^{-7} torr
- From coarse to fine:
Carbon, gold, chromium,
platinum, tungsten, tantalum

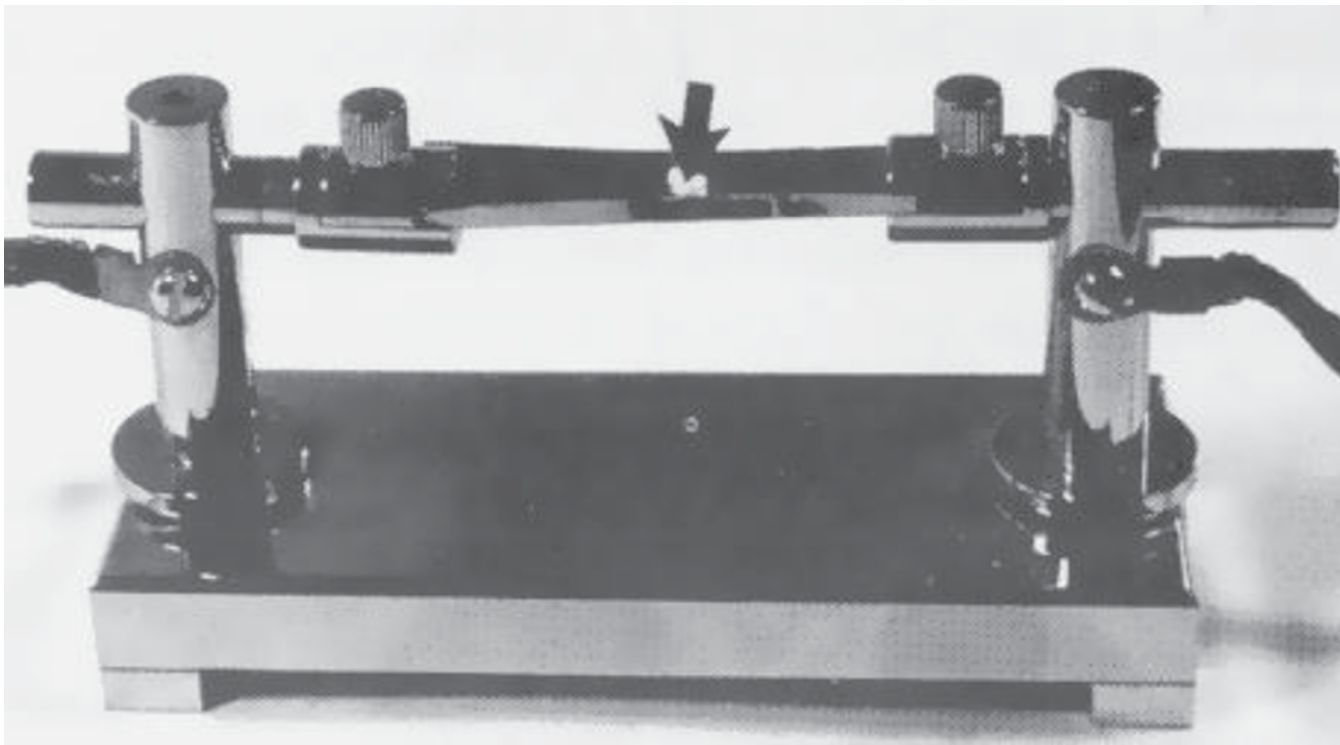




Evaporation

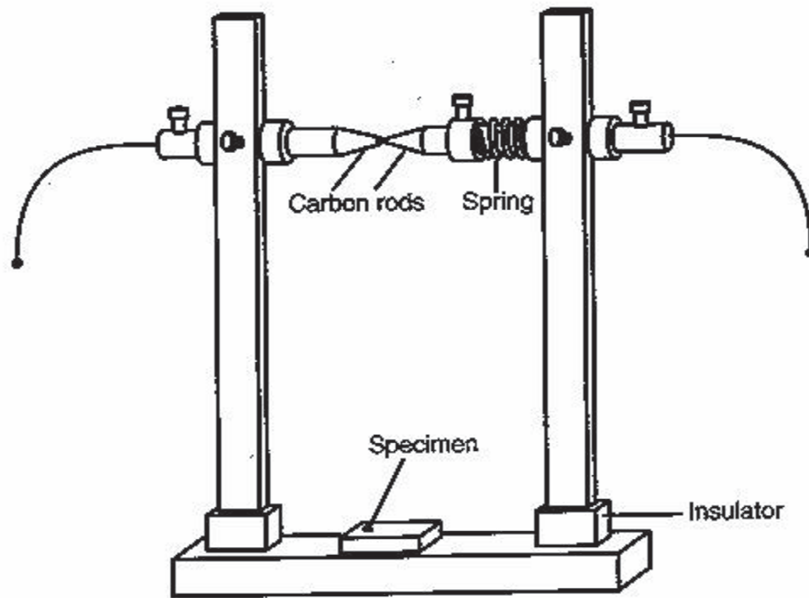


Trough for powders/cleaning





Carbon Coating



For samples in SEM where x-ray information is needed.

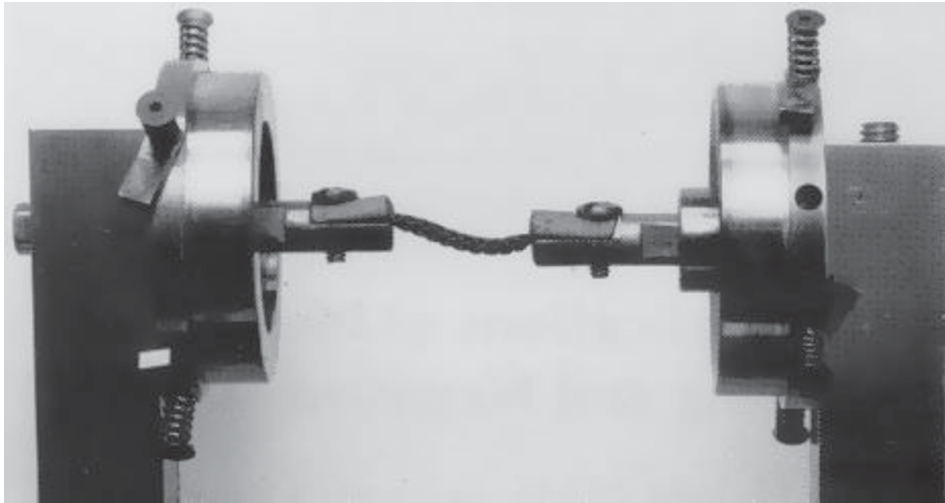
TEM grids needing extra support

Support for replicas

Good vacuum required

Carbon rod may need outgassing

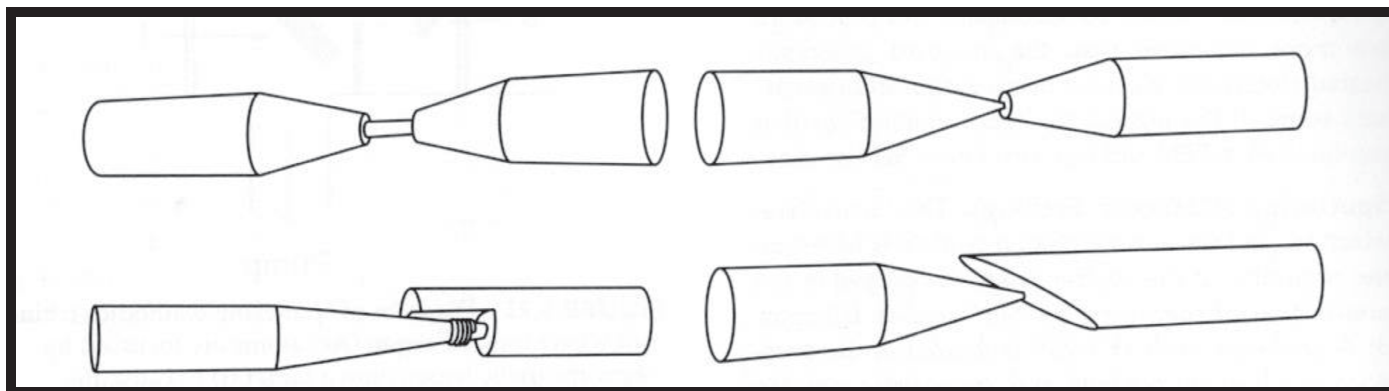
Do not look directly at heated electrodes



Carbon ribbon



Rotary device to ensure uniform coating



Carbon Rods



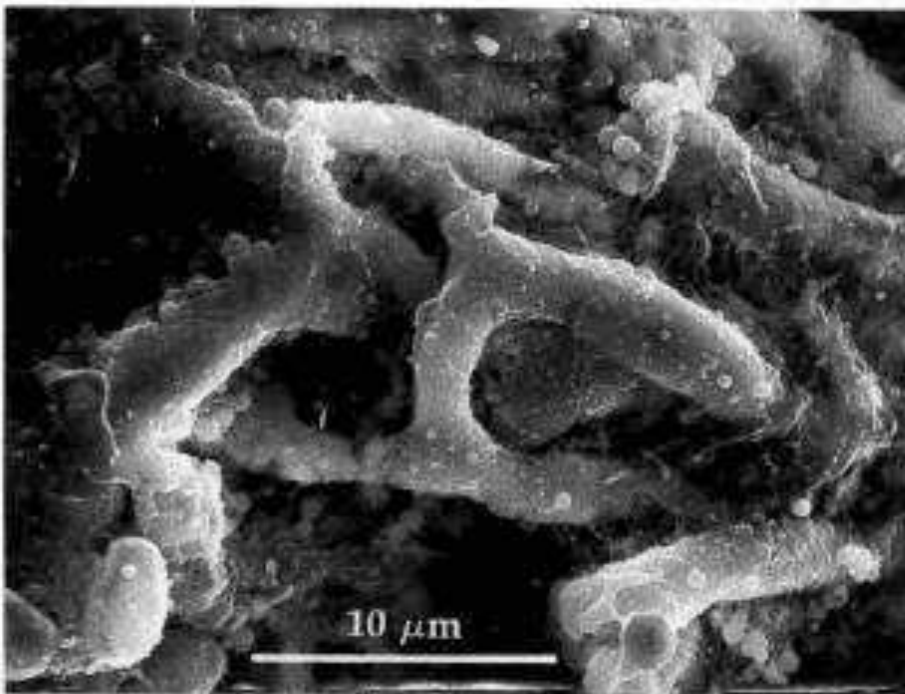


Εφαρμογές



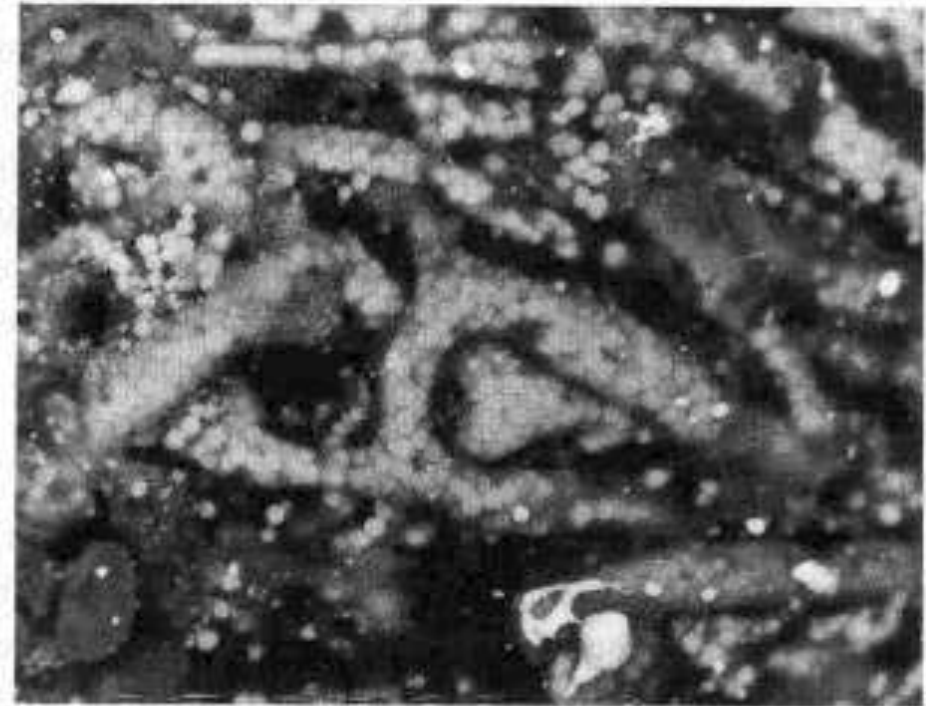
Backscattered Electron Εμφανίζουν διαφορές σε Α.Α.

Βιολογικό δείγμα εμποτισμένο με Ag για την εμφάνιση πολυσακχαριτών



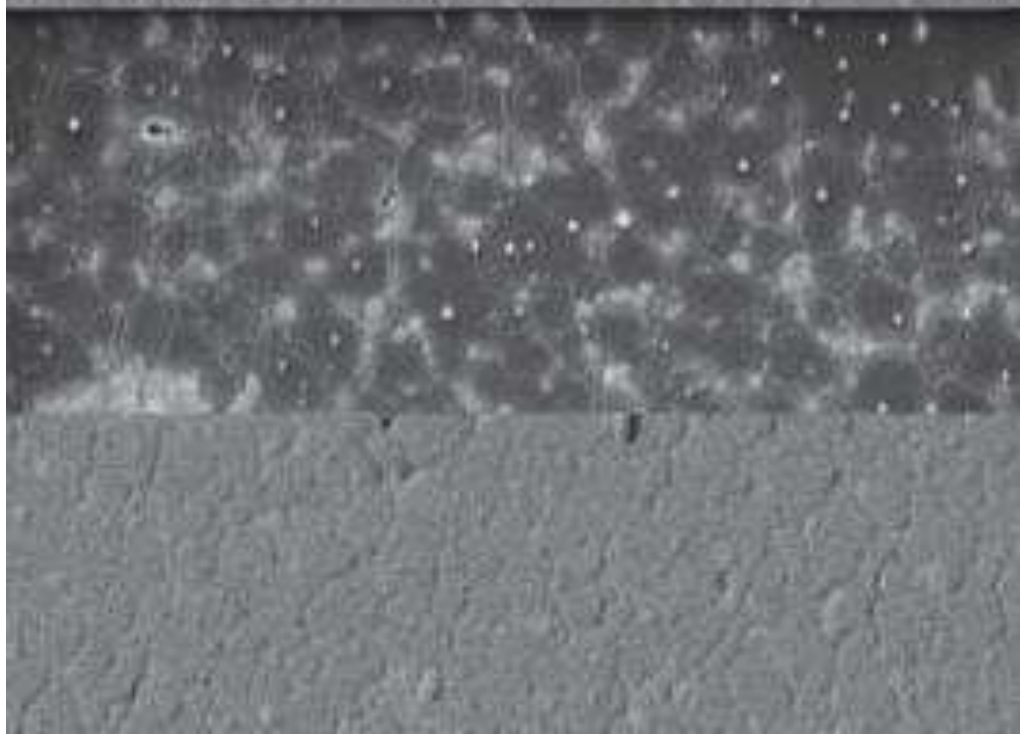
A

S.E. Εικόνα



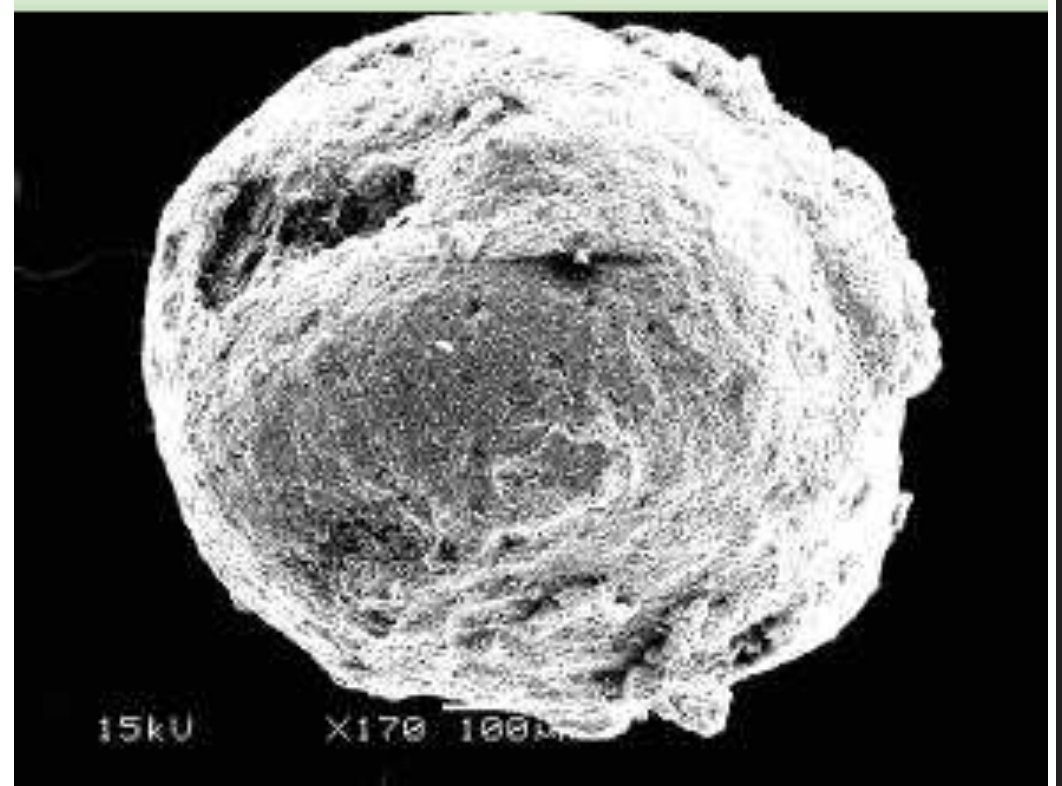
B

Backscattered Electrons Εικόνα



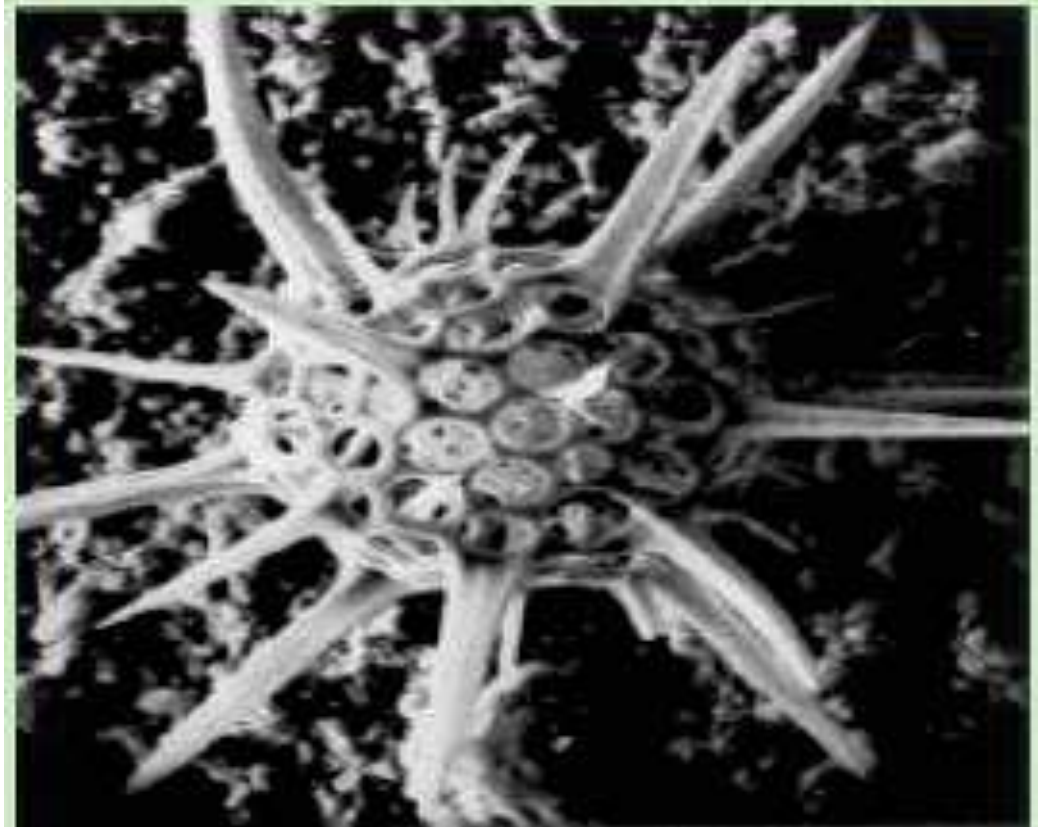
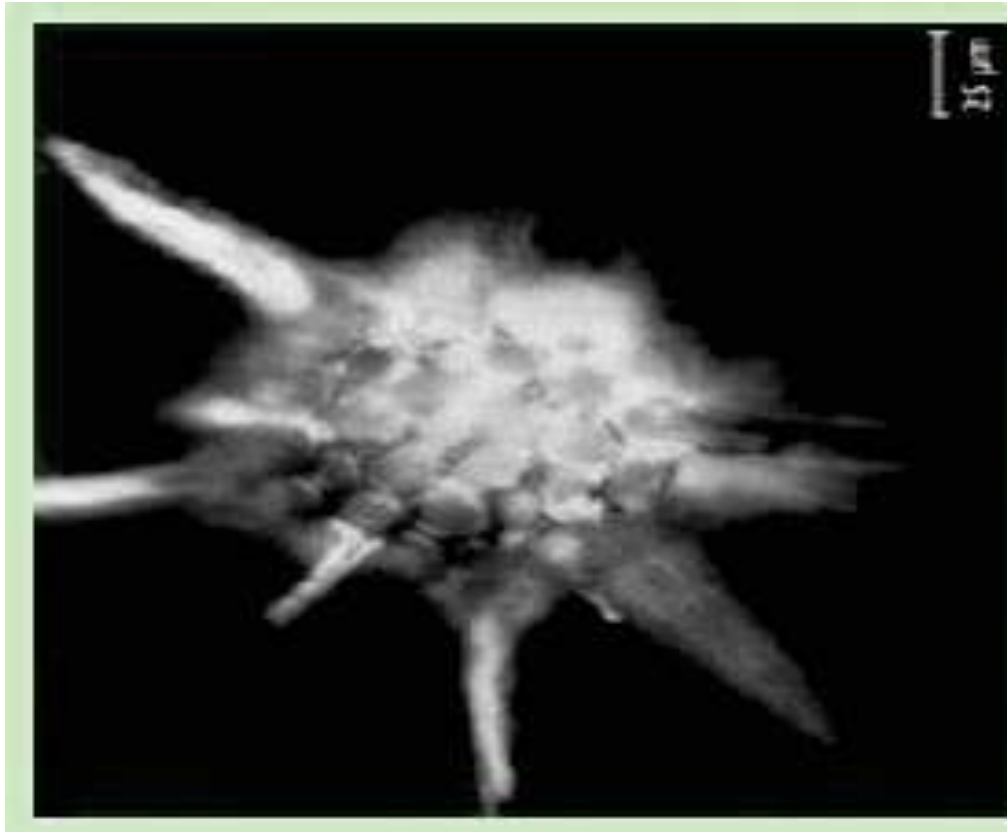
Top: backscattered electron
analysis - composition

Bottom: secondary electron
analysis - topography





O.M. vs SEM

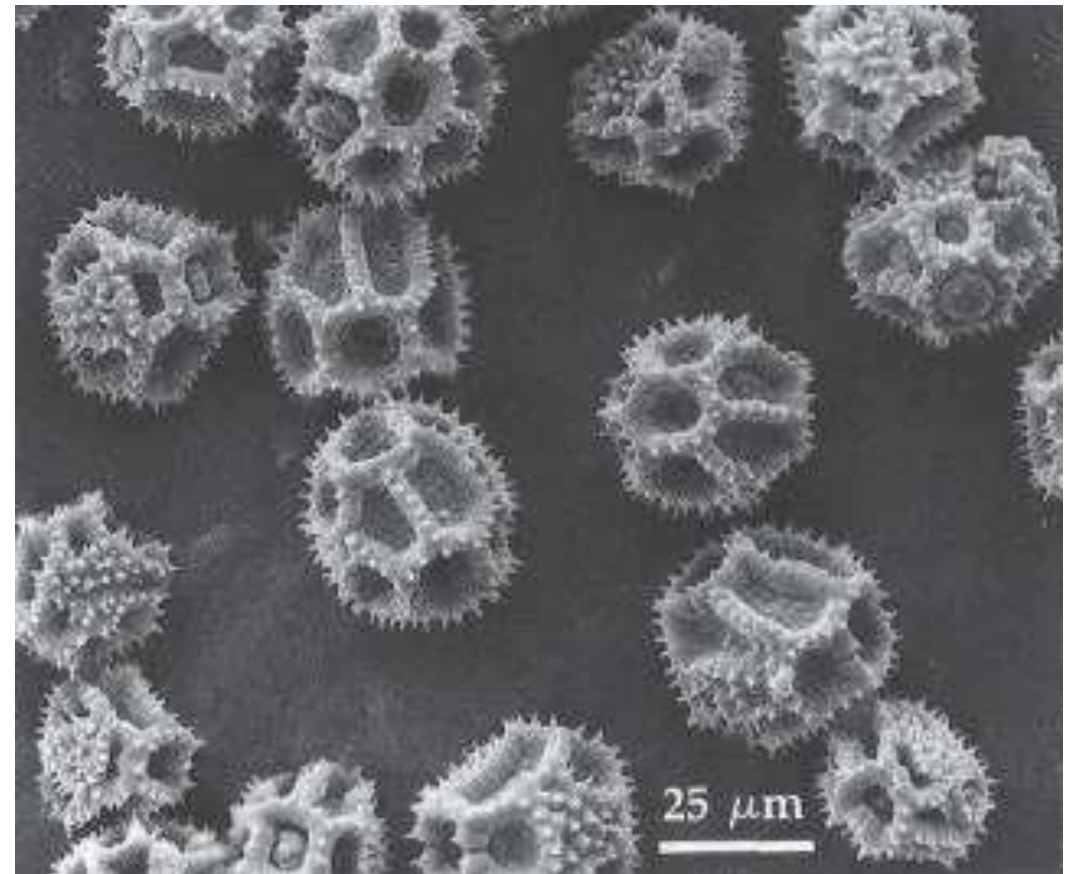




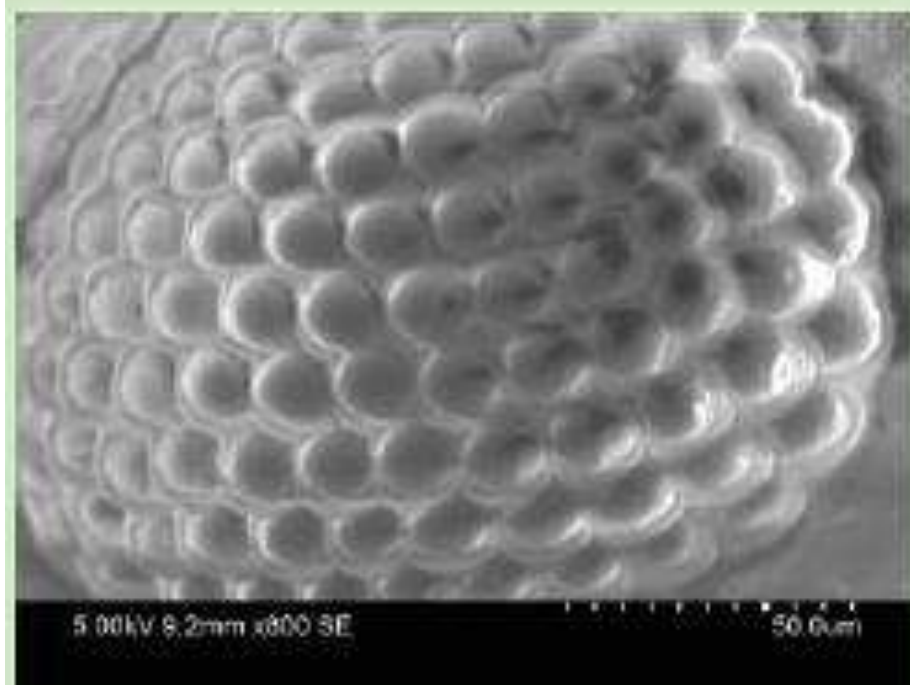
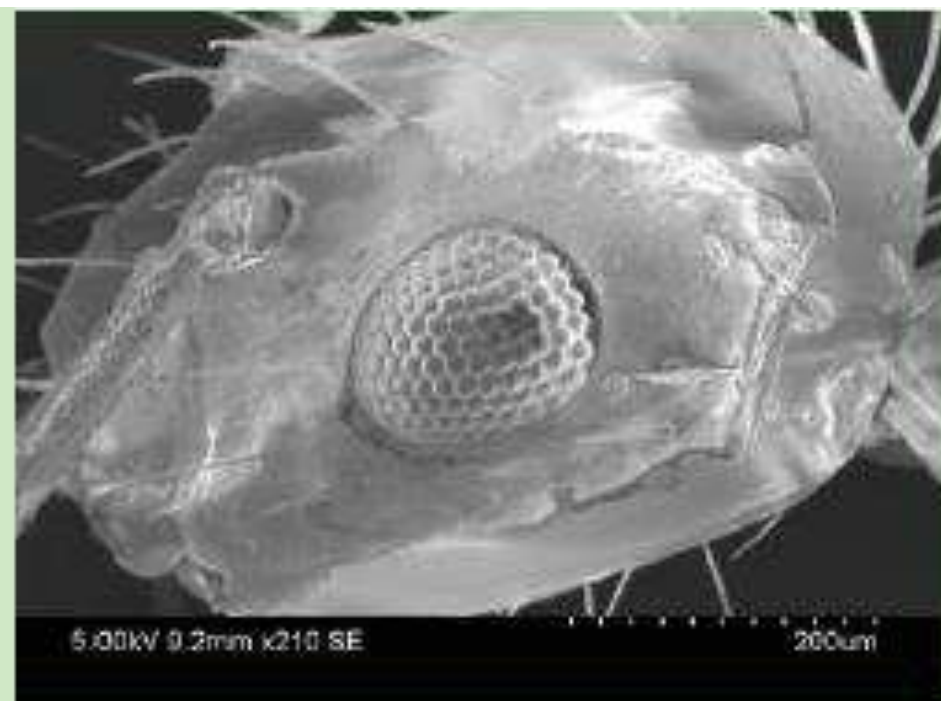
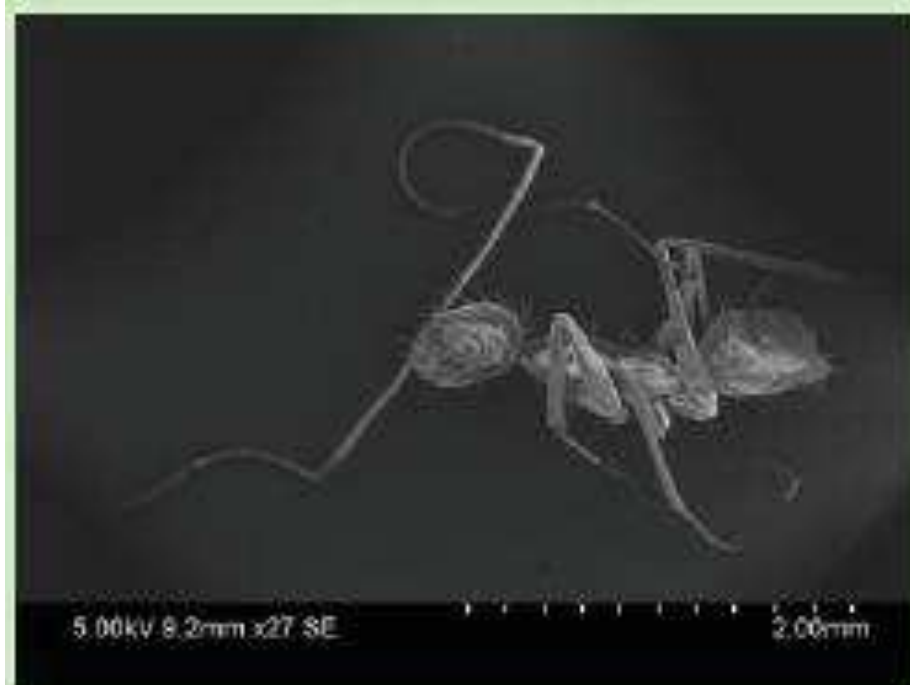
ΗΛΕΚΤΡΟΝΙΚΗ ΜΙΚΡΟΣΚΟΠΙΑΣ ΣΑΡΩΣΗΣ (SEM)

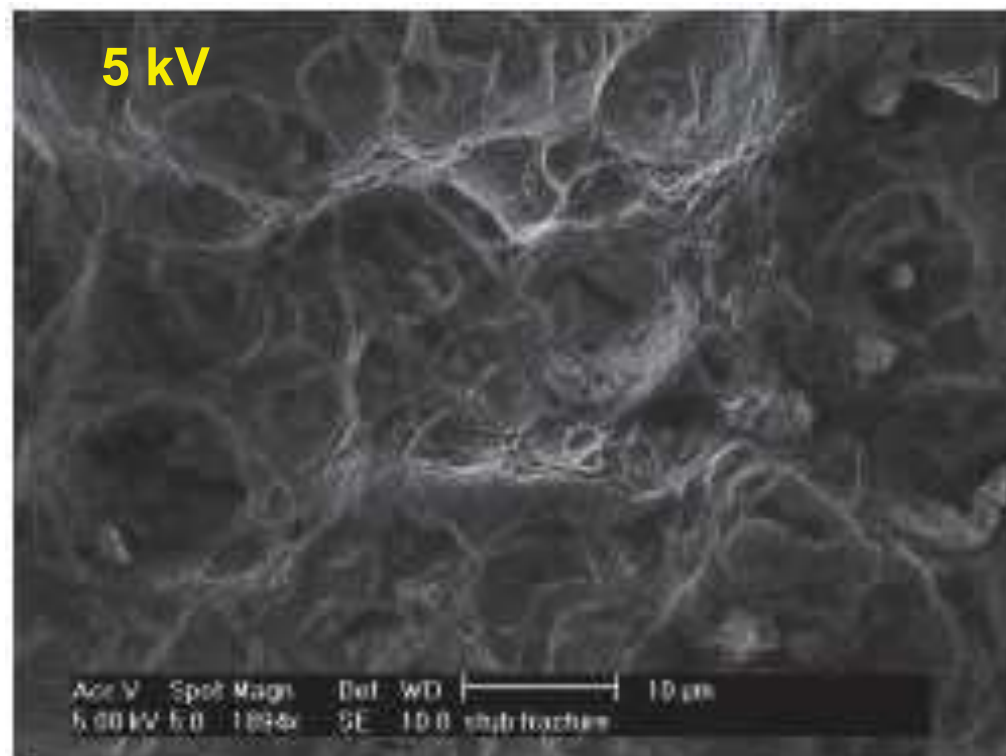
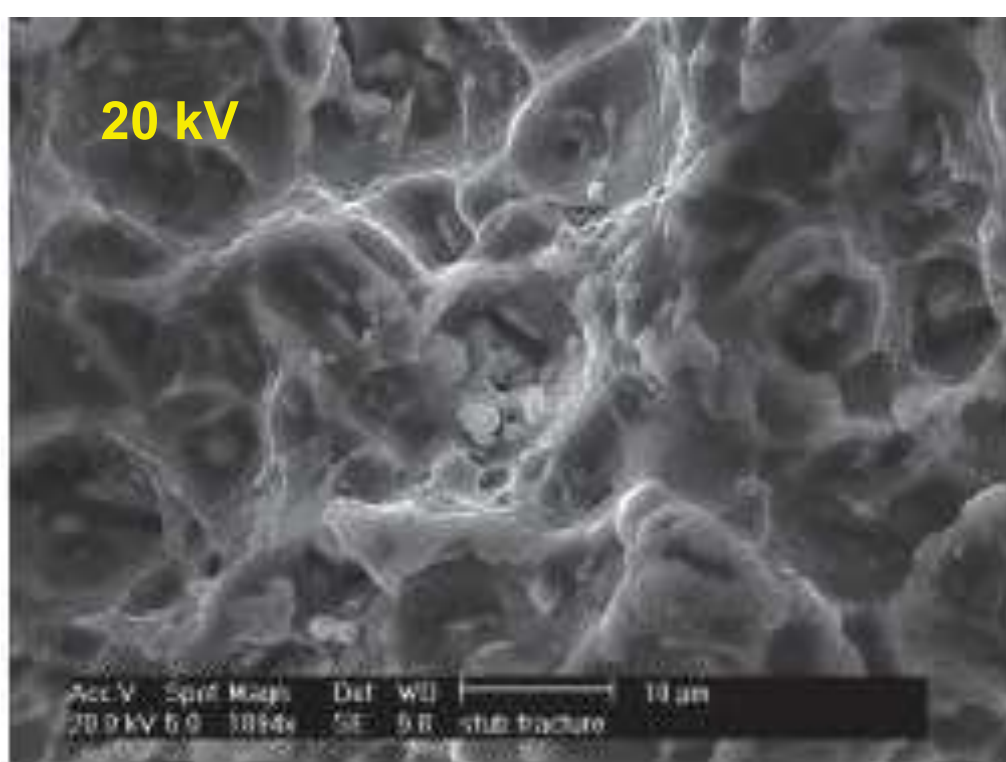


Φωτογραφία TEM: Κύτταρο φυτού
c χλωροπλάστης
m μιτοχόνδρια

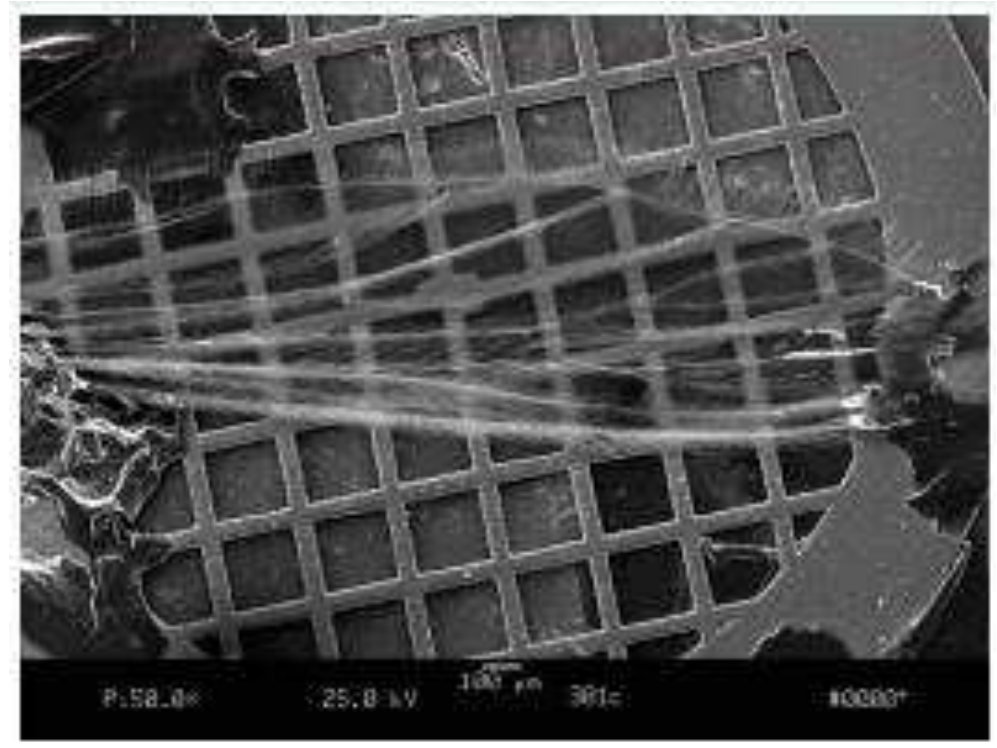
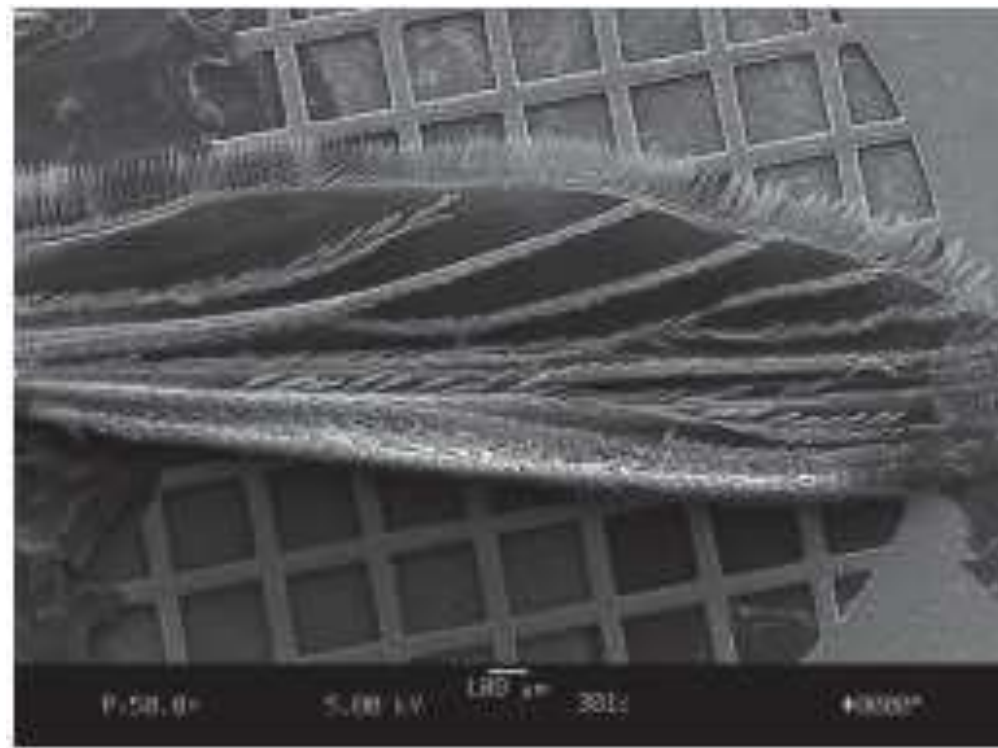
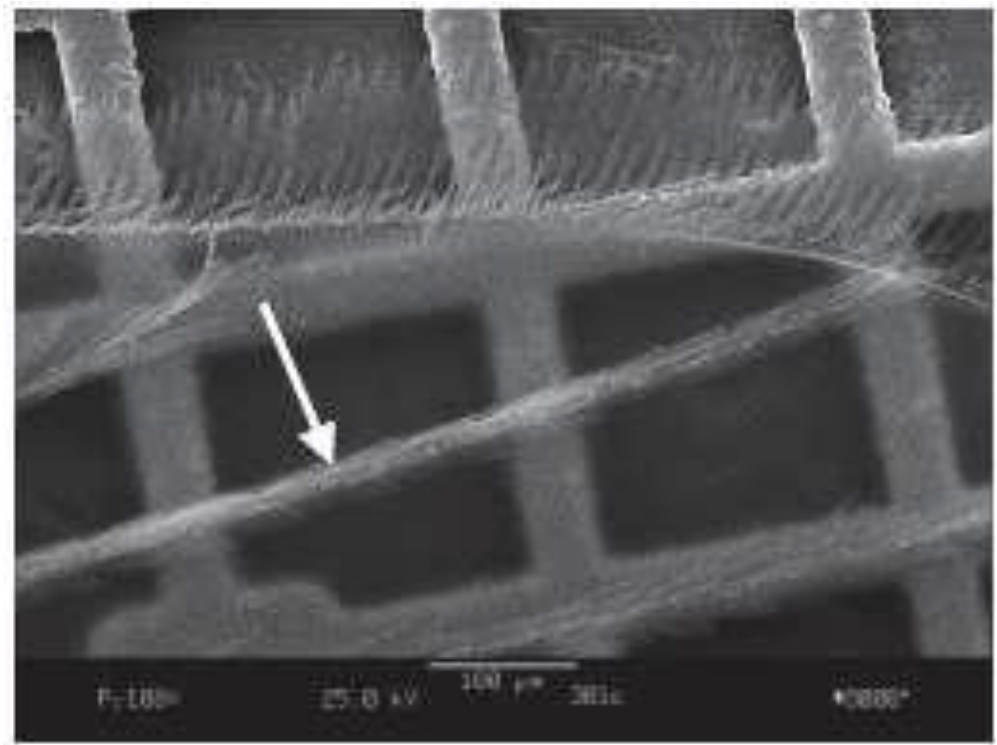
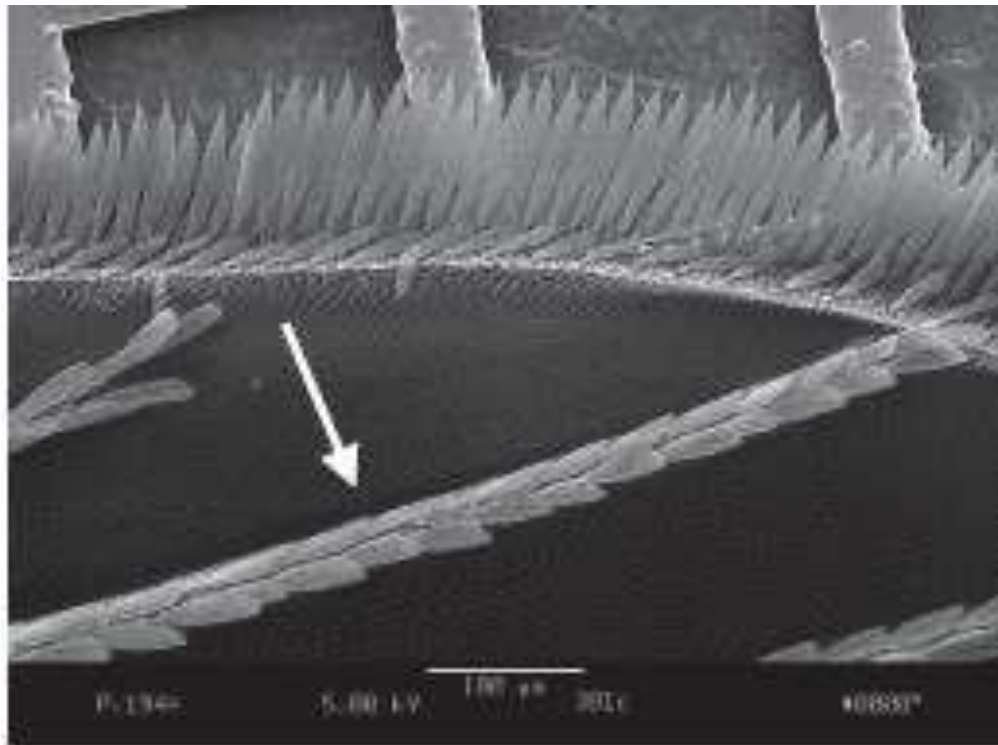


Φωτογραφία SEM: Σπόροι γύρης
λουλουδιών



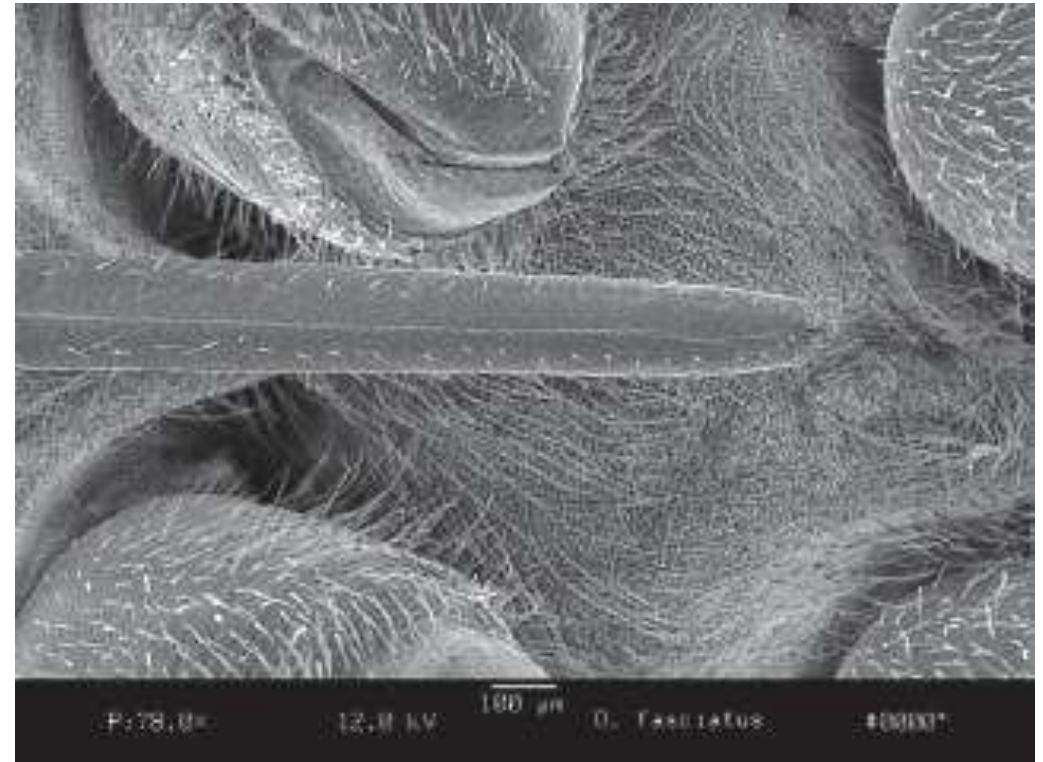
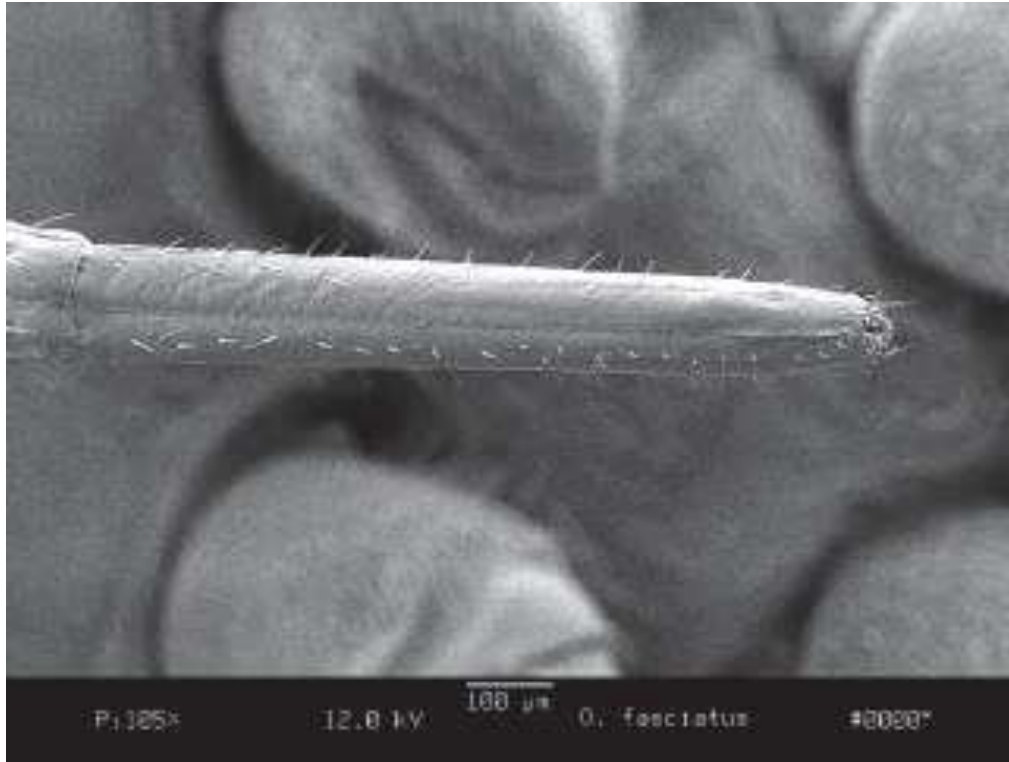


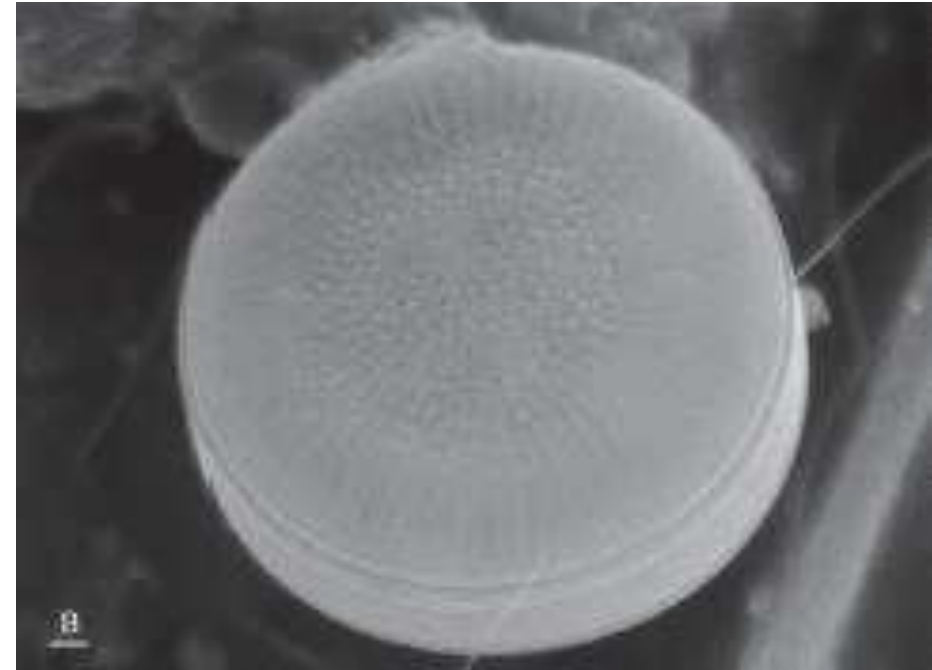
kV and fine Structure



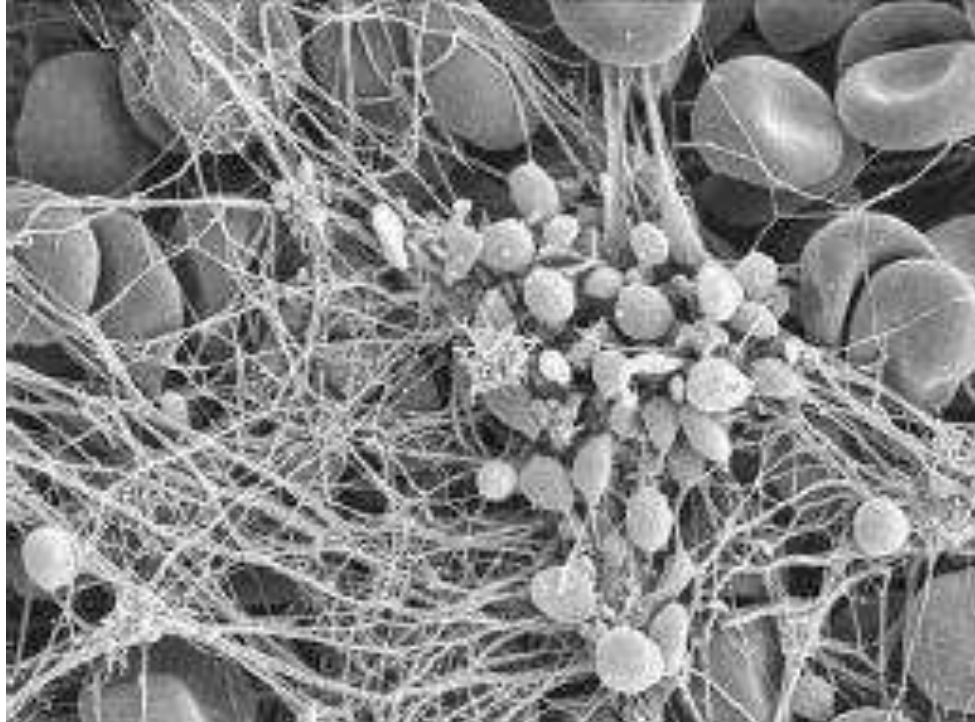


Βάθος Πεδίου





A diatom imaged using different accelerating voltages. Fine detail of a diatom imaged at a low accelerating voltage of 5kV is visible (A). A decrease in resolution and contrast can be observed when a diatom is imaged using a much higher accelerating voltage (20kV) (B). Bar is 1 μ m. Magnification = x 4000, Working Distance = 8mm. Condenser Lens setting = 15 (A and B).



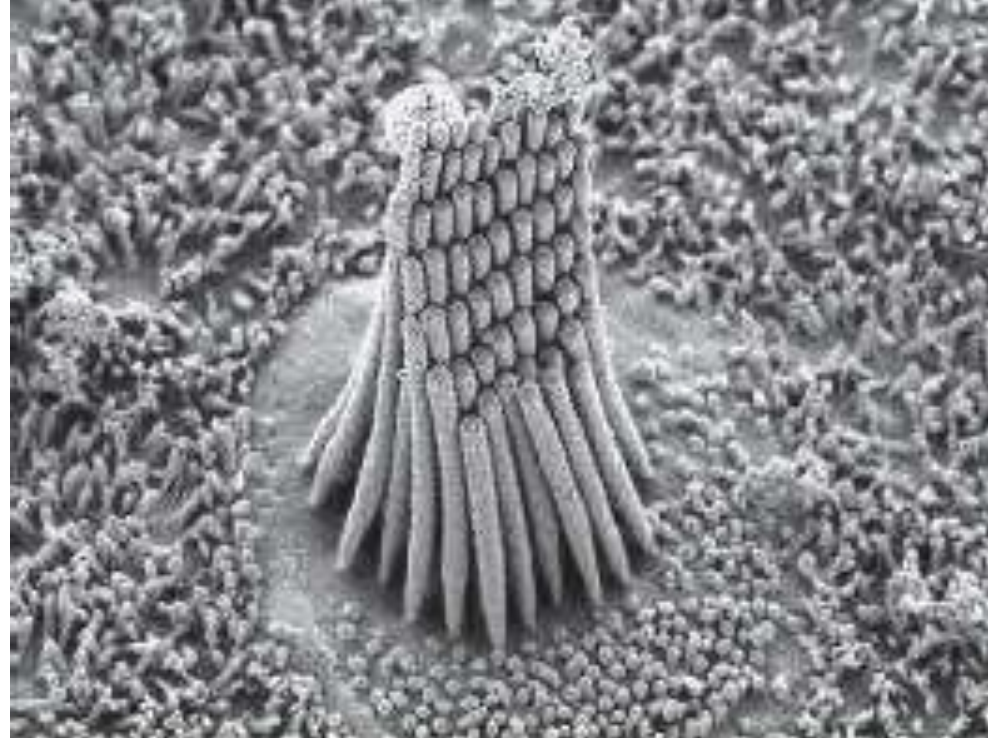
Blood Clot--- 5kV--- 3,700X--- SEI Mode



Diatoms on Filter Paper

Uncatalyzed diatoms on filter paper, SEI image

JEOL JSM-7000F SEI 5.0kV X10,000 1µm WD3.9mm

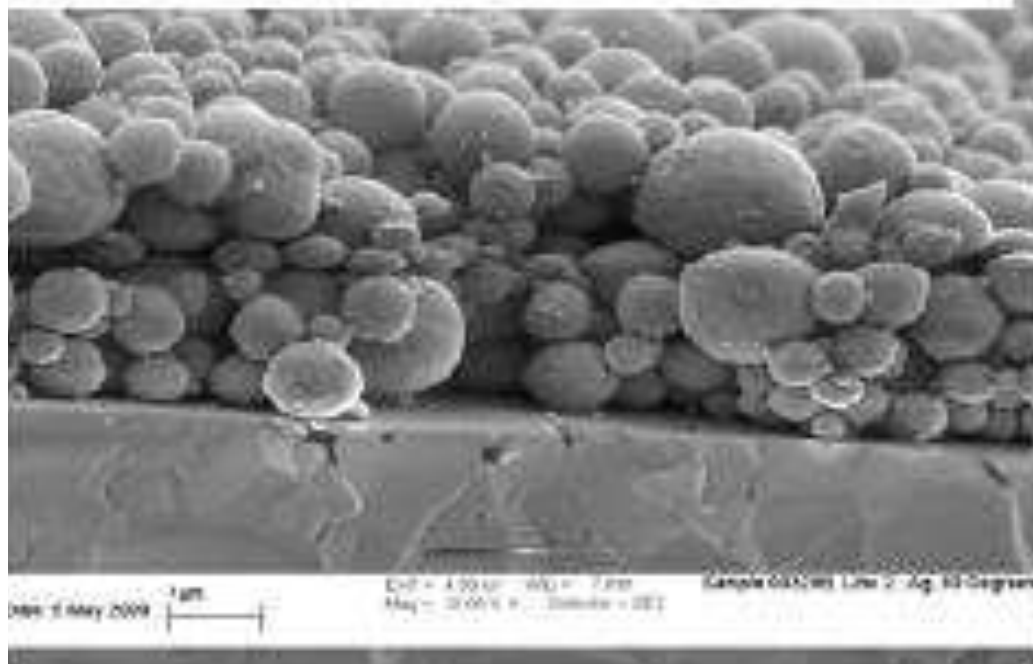


Mouse Inner Ear--- 2kV--- 12,000X--- SEI Mode

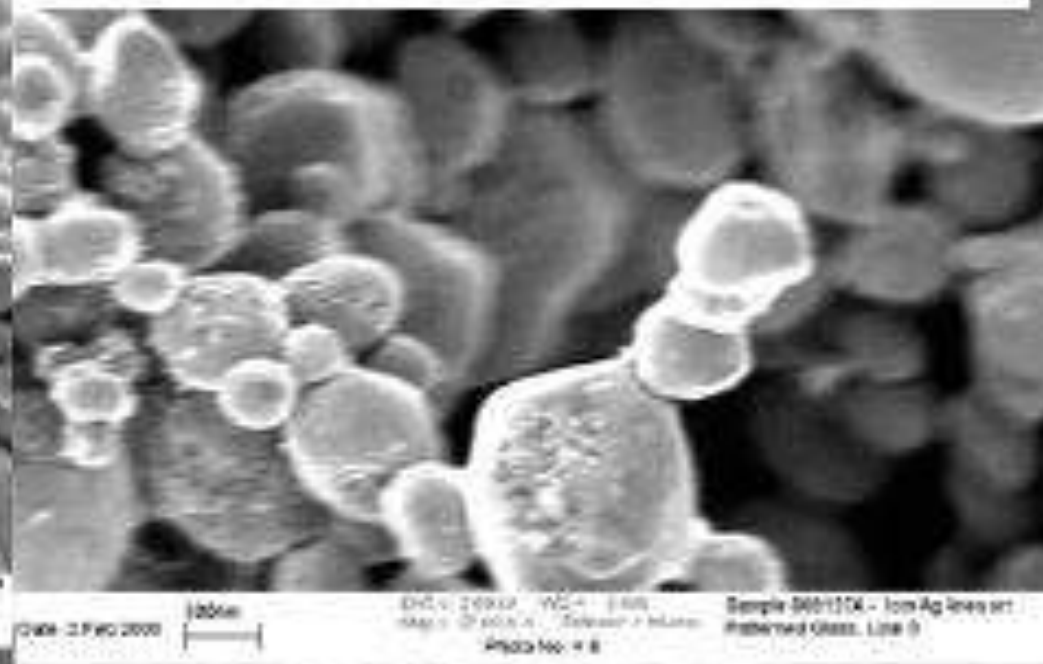


Integrated circuit bond pads ---2.5kV--- 500X ---SEI Mode

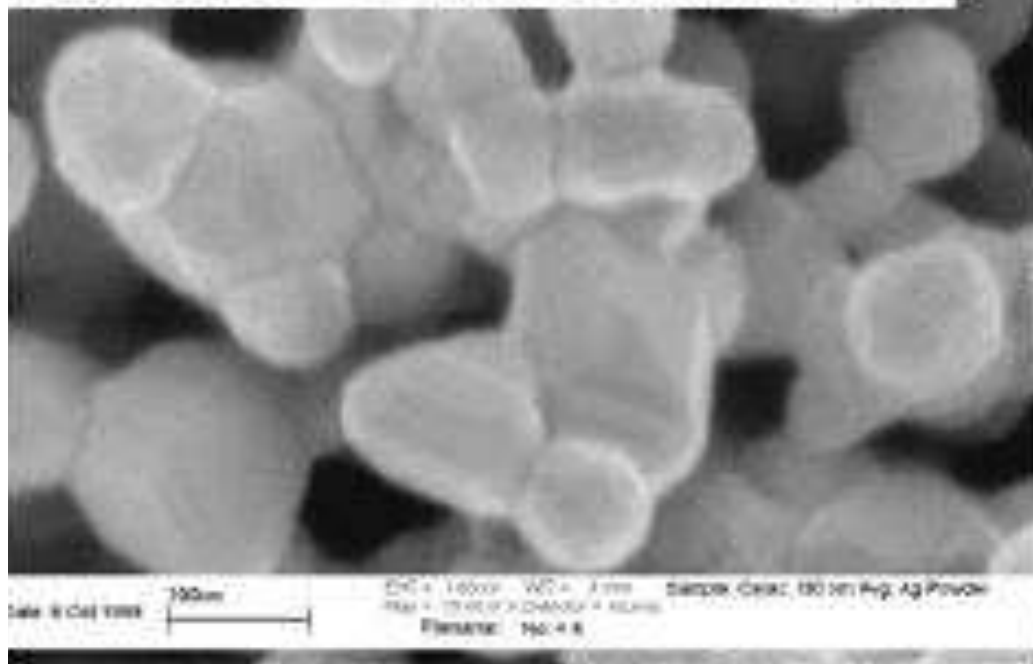
Ag powders written by a laser on glass



Ag powders written by a laser on glass



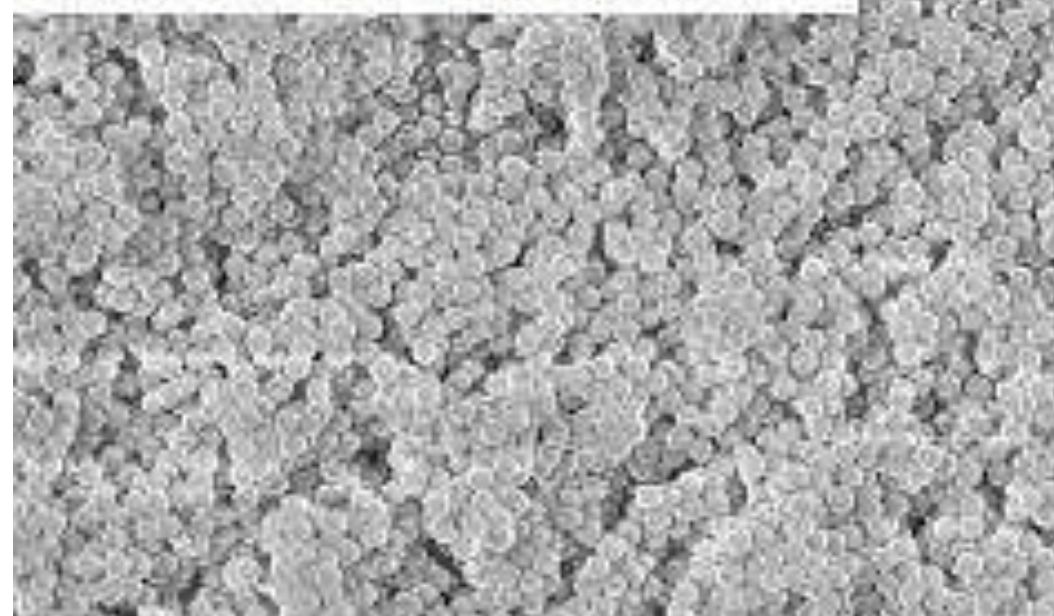
Ag powders - Cerac, 190 nm average



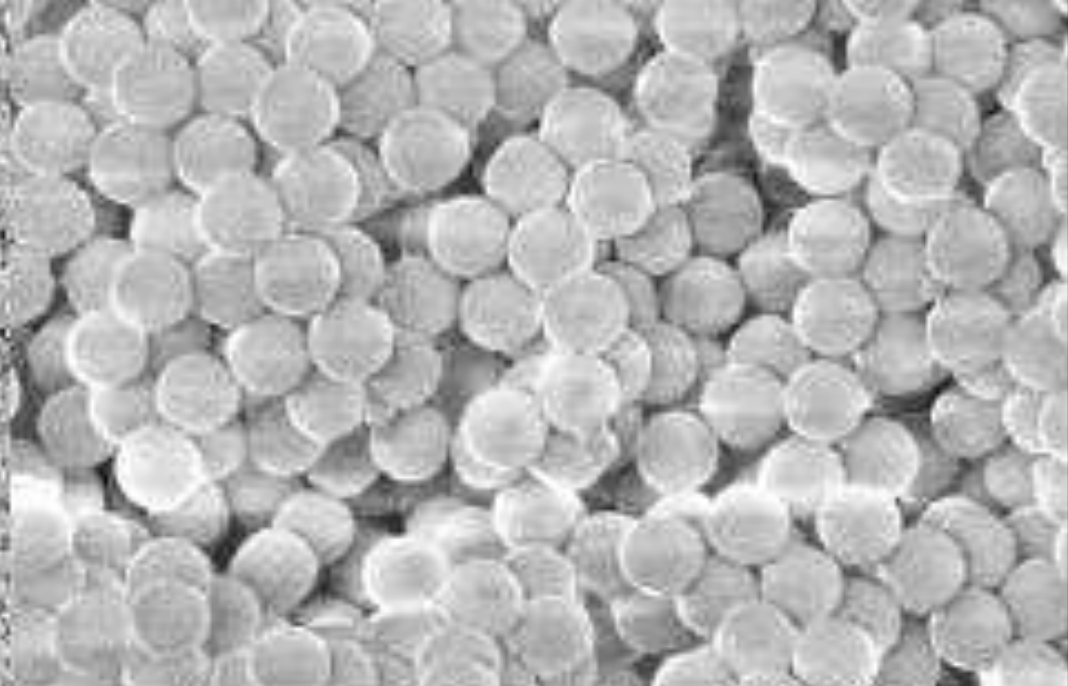
Ag powders - SMP, 400 nm average



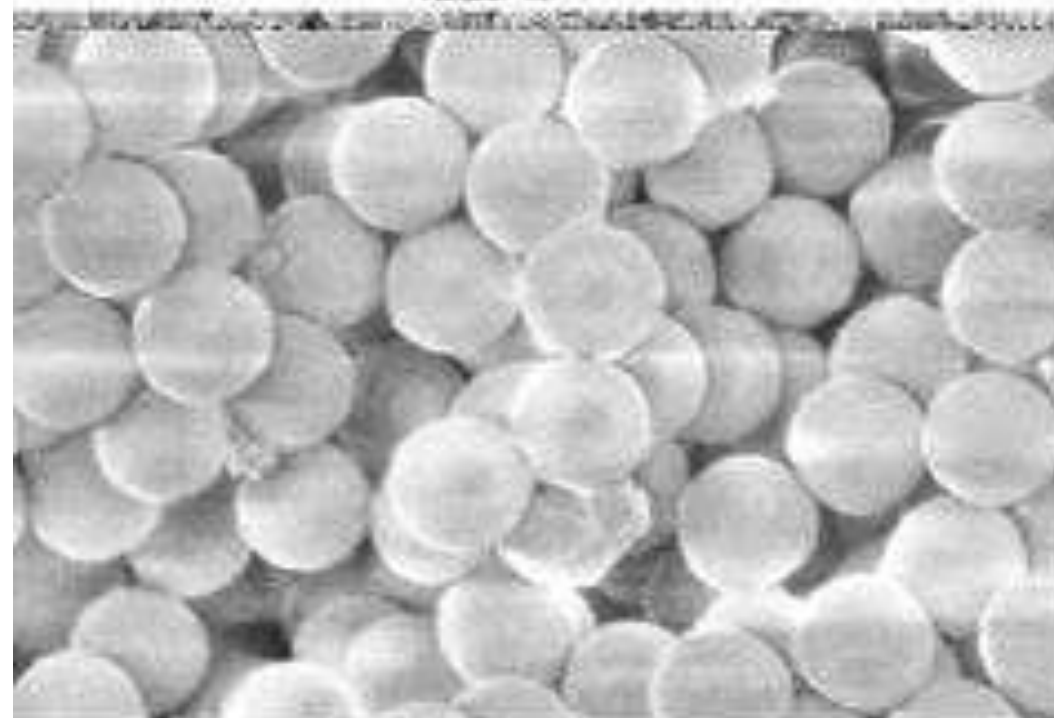
Silica Spheres, 0.5 μm , Hereisus



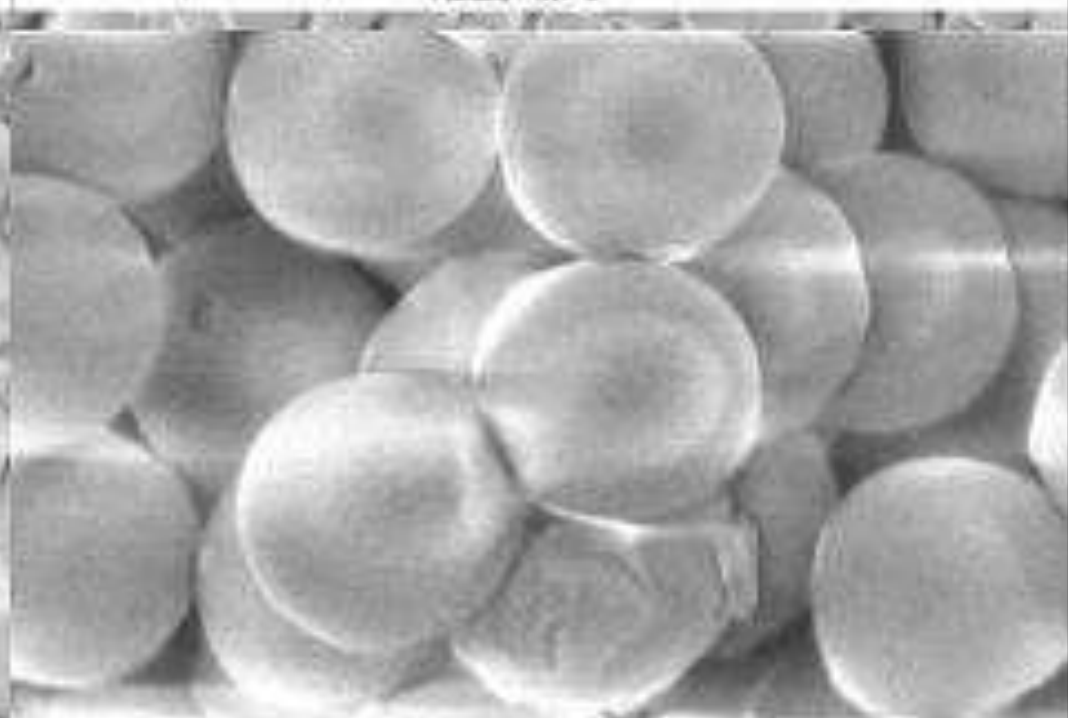
1 μm
Date: 11 Feb 1999
EHT = 10.00 kV WD = 1.07 mm Sample: SilicaHes 0.5/1000x
Mag = 10000.0 X Depth: 0.00 μm
Platform: No. 1



1 μm
Date: 11 Feb 1999
EHT = 10.00 kV WD = 1.07 mm Sample: SilicaHes 0.5/1000x
Mag = 20000.0 X Depth: 0.00 μm
Platform: No. 2



200nm
Date: 11 Feb 1999
EHT = 10.00 kV WD = 1.07 mm Sample: SilicaHes 0.5/1000x
Mag = 50000.0 X Depth: 0.00 μm
Platform: No. 3

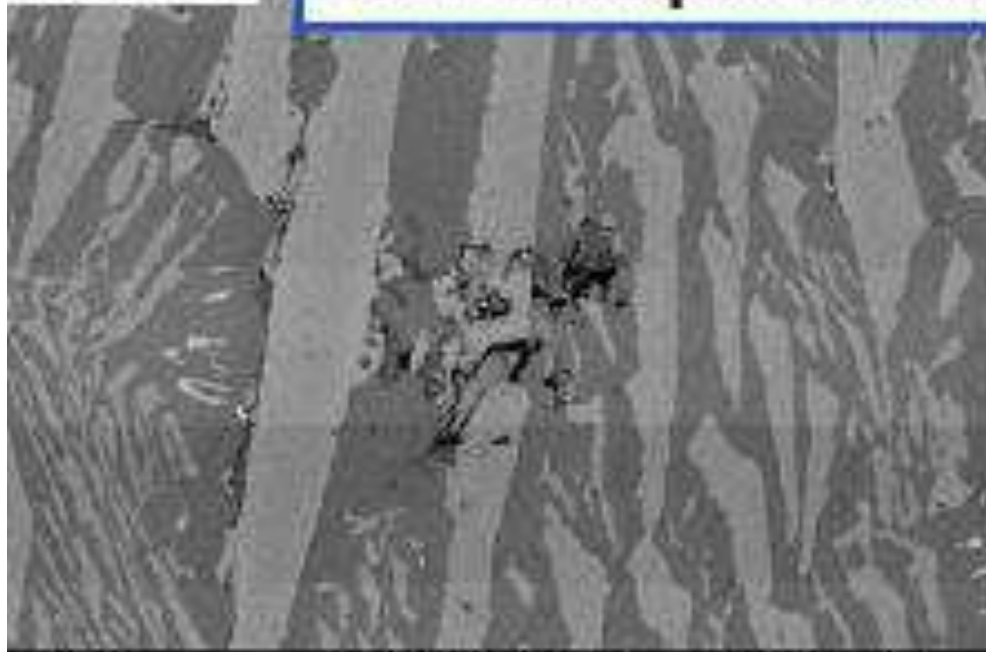


200nm
Date: 11 Feb 1999
EHT = 10.00 kV WD = 1.07 mm Sample: SilicaHes 0.5/1000x
Mag = 100000.0 X Depth: 0.00 μm
Platform: No. 4

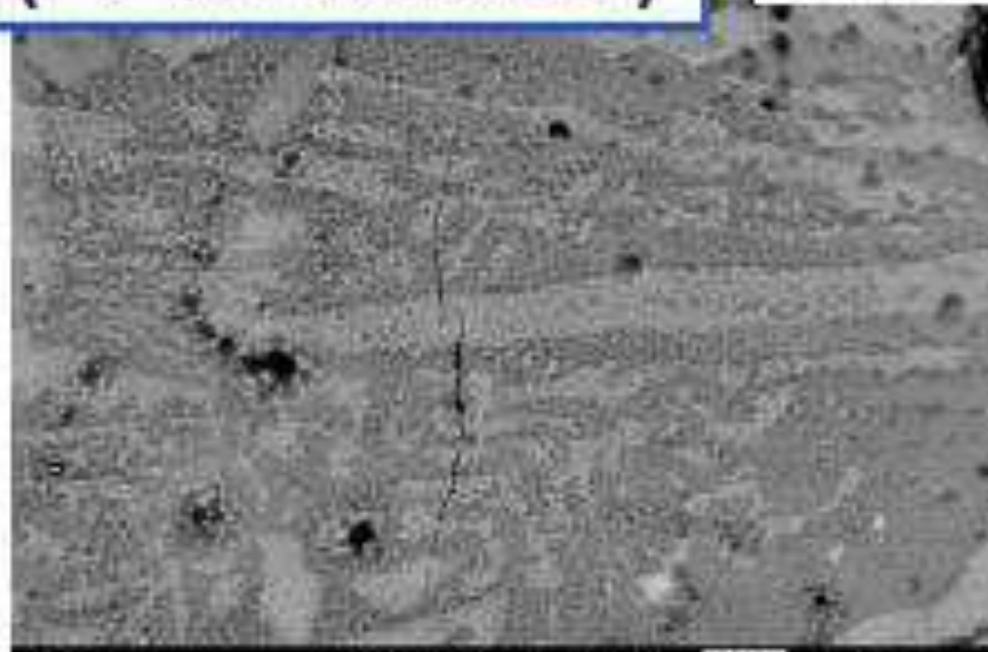
Native

BS Compo Fe Alloy (Fe-Mo-Mn-Cr B)

5 PPA

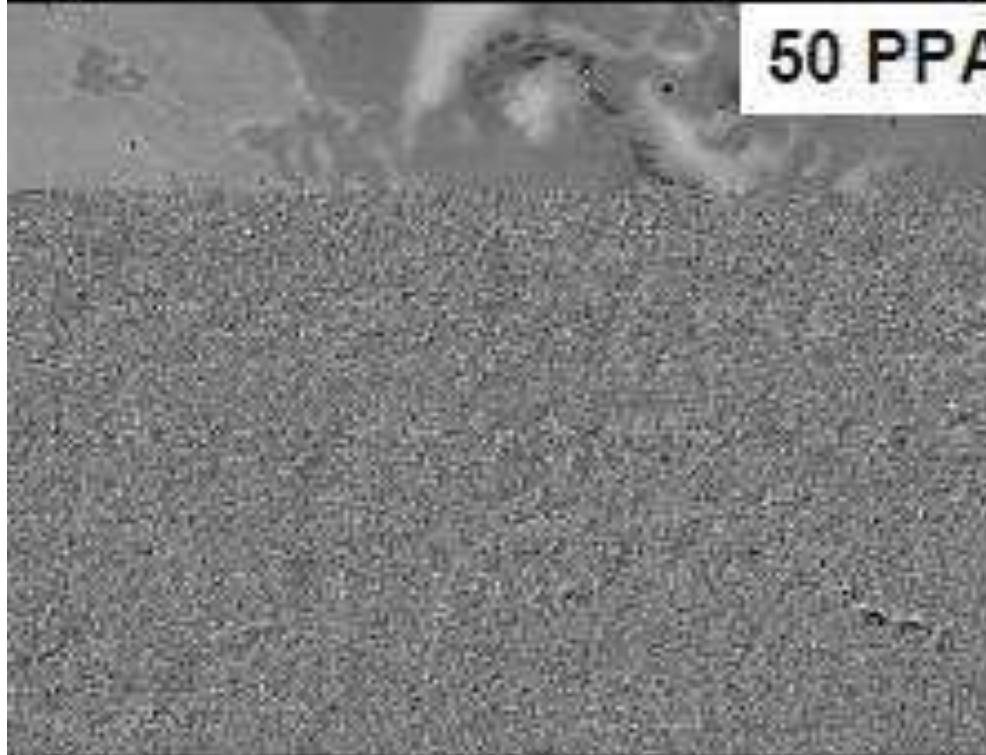


Virginia COMPO 10.0kV X1,000 10µm WD 13.2mm



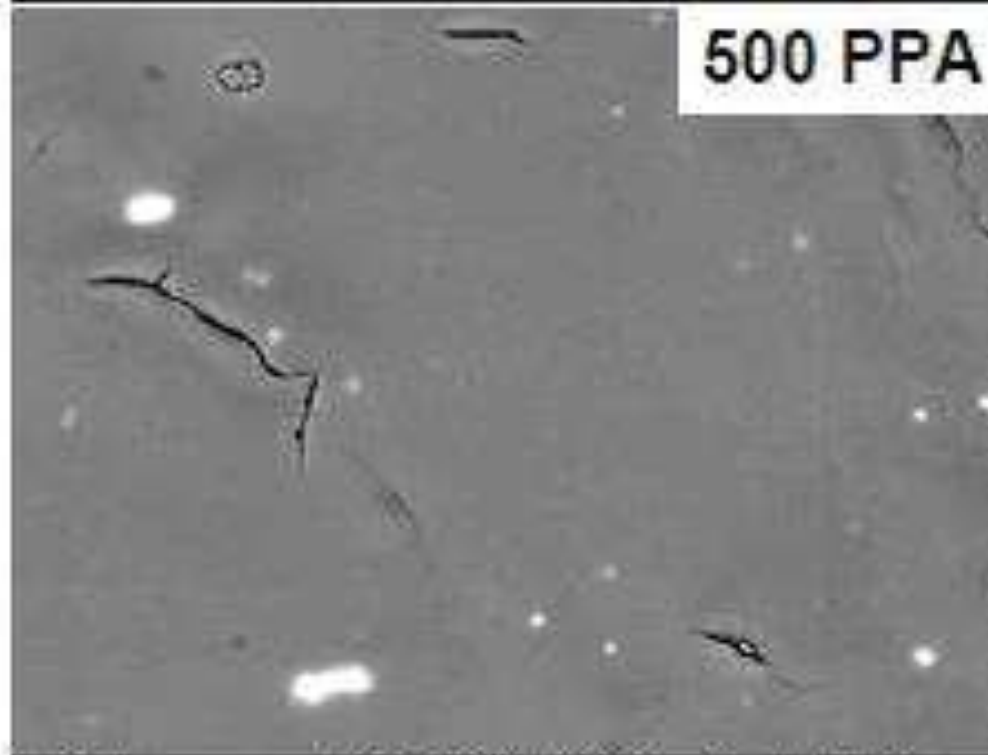
Virginia COMPO 10.0kV X1,000 10µm WD 12.4mm

50 PPA



Virginia COMPO 10.0kV X1,000 10µm WD 11.5mm

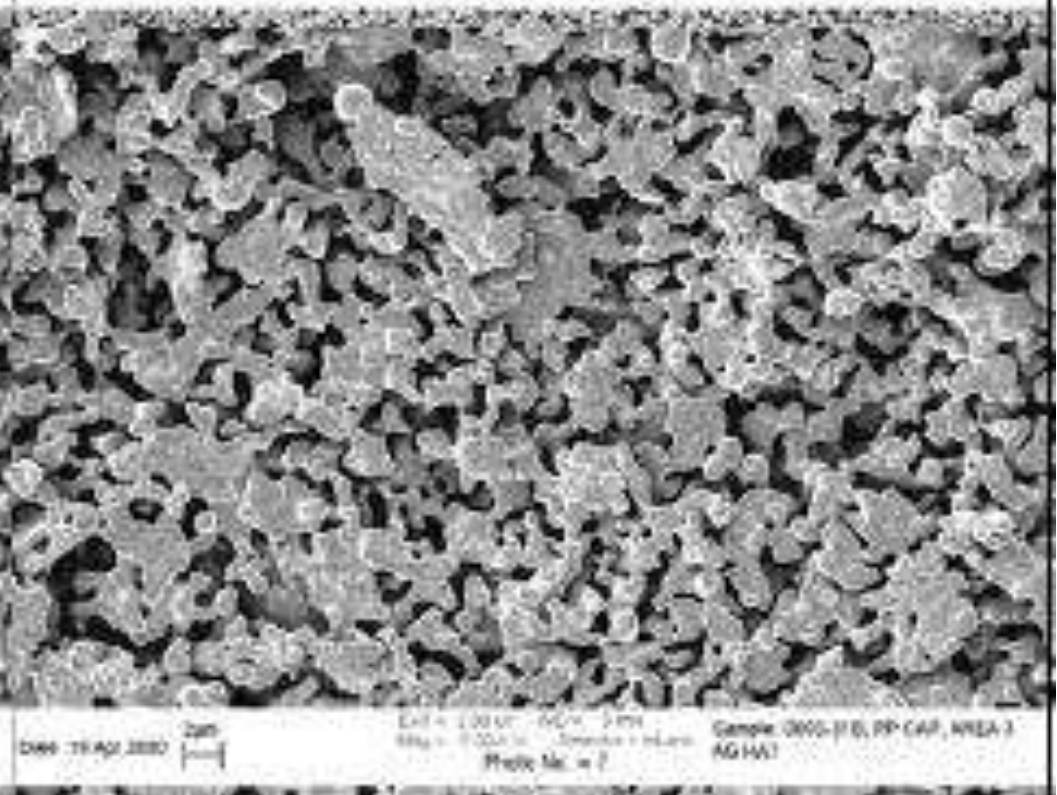
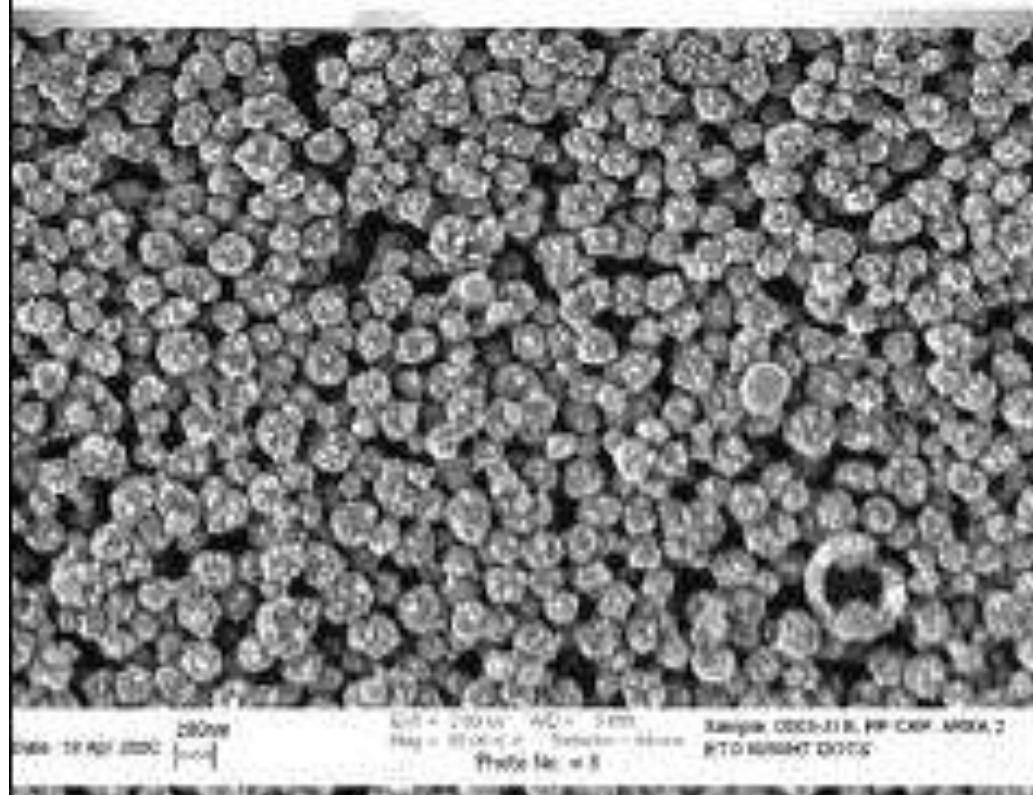
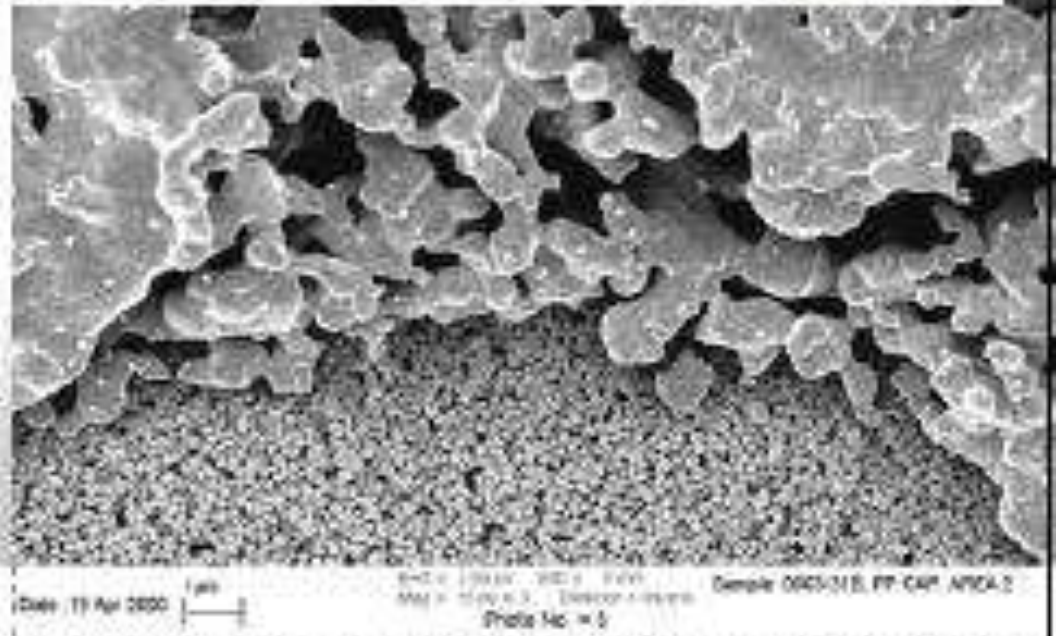
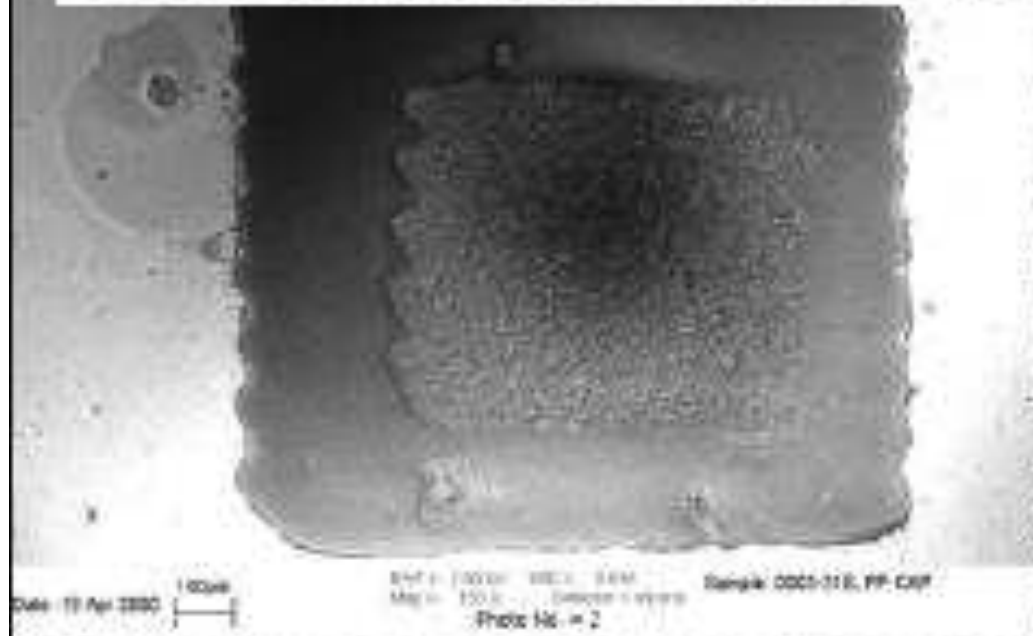
500 PPA



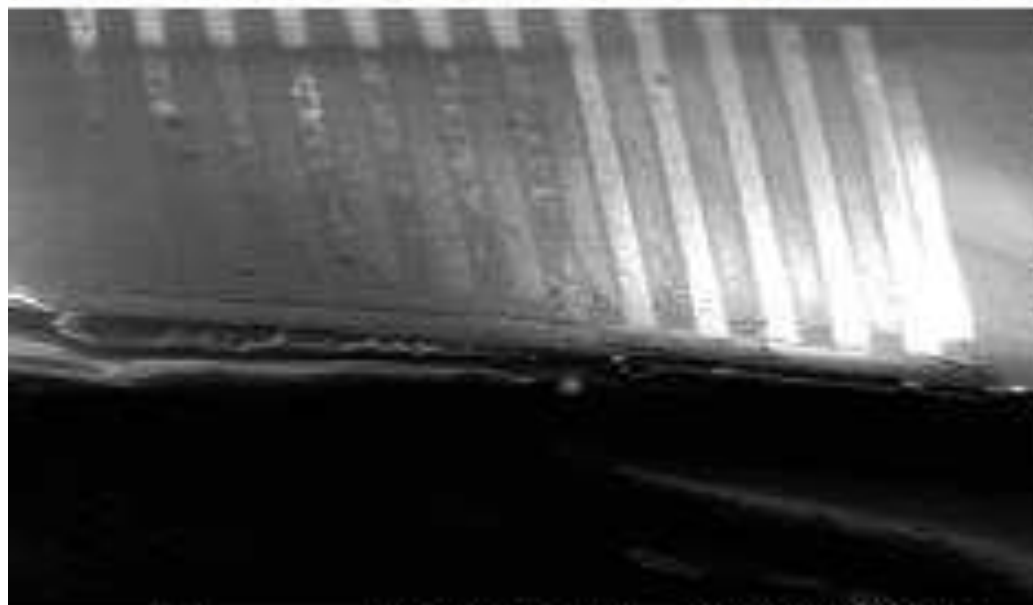
Virginia COMPO 10.0kV X1,000 10µm WD 11.5mm

of Mate

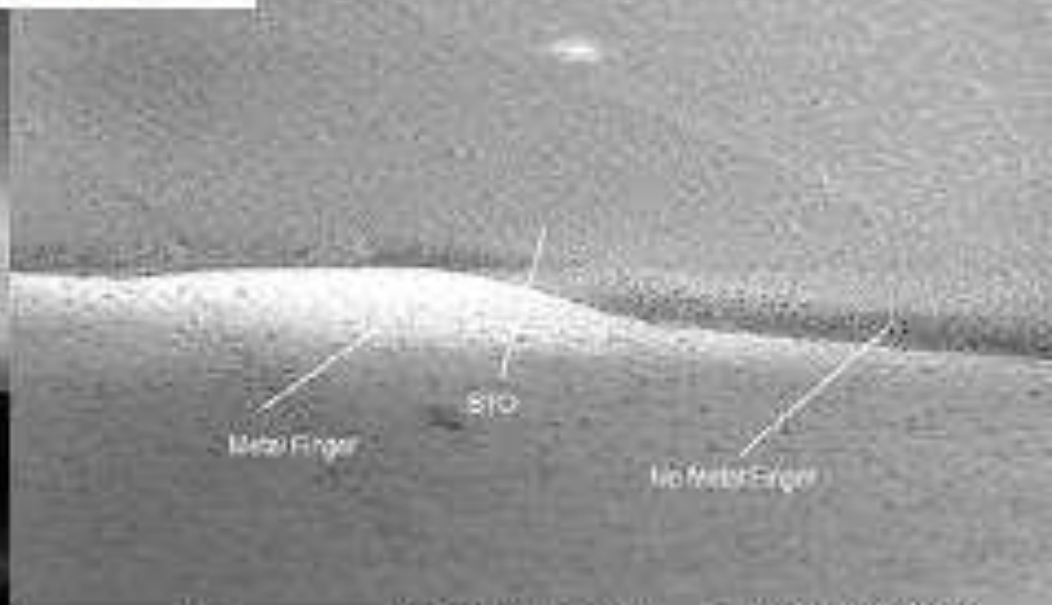
BTO and Ag powders written by a laser on Kapton



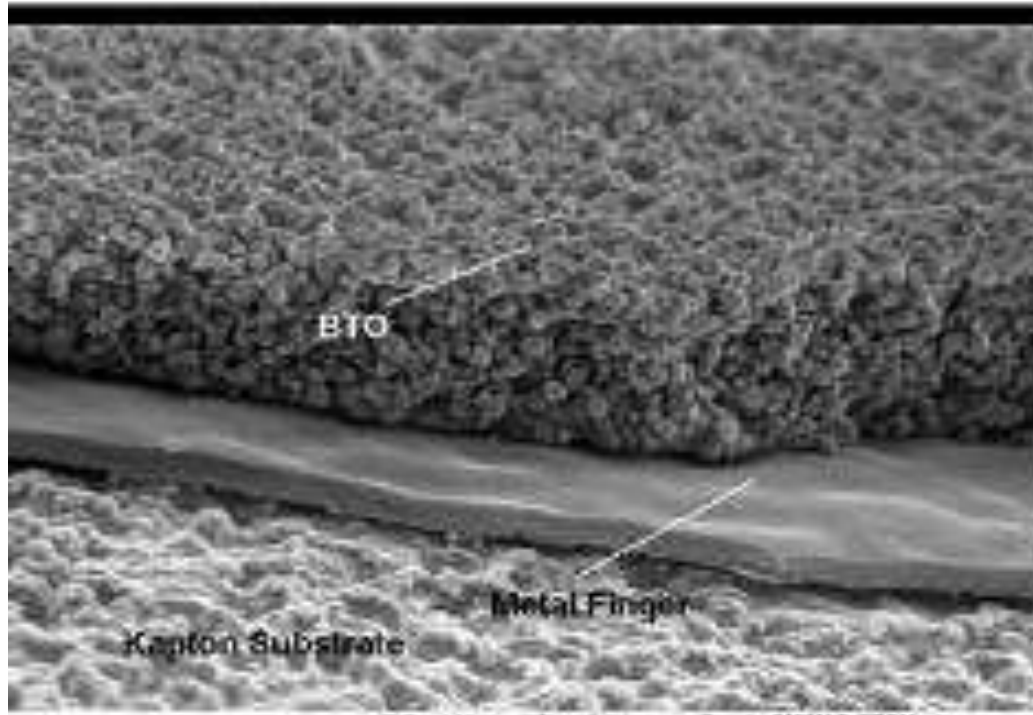
BTO and Ag powders written by a laser on Kapton



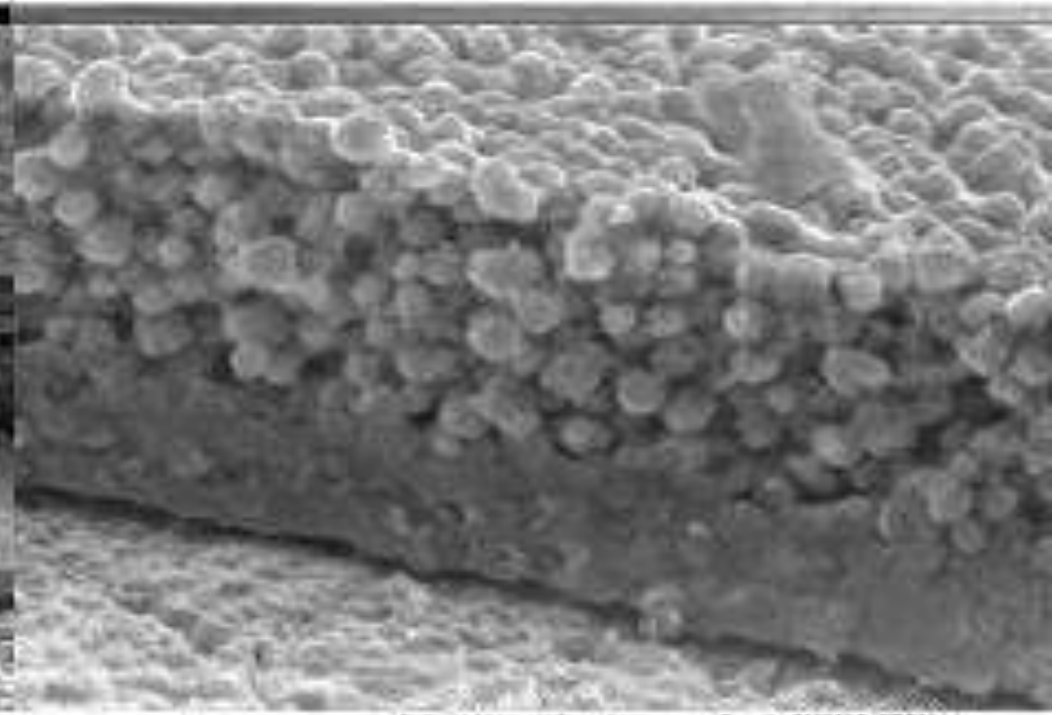
Date: 10 May 2000 100µm EHT = 4.00kV WD = 8.1µm Sample: 600500C, BTO/Kapton ID: Caps, P42 7, SMP QCR0010126 Mag = 1000x Depth = 361



Date: 10 May 2000 1µm EHT = 4.00kV WD = 8.1µm Sample: 600500C, BTO/Kapton ID: Caps, P42 7, SMP QCR0010126 Mag = 10000x Depth = 361



Date: 10 May 2000 1µm EHT = 4.00kV WD = 8.1µm Sample: 600500C, BTO/Kapton ID: Caps, P42 7, SMP QCR0010126 Mag = 10000x Depth = 361



Date: 10 May 2000 100nm EHT = 4.00kV WD = 8.1µm Sample: 600500C, BTO/Kapton ID: Caps, P42 7, SMP QCR0010126 Mag = 200000x Depth = 361

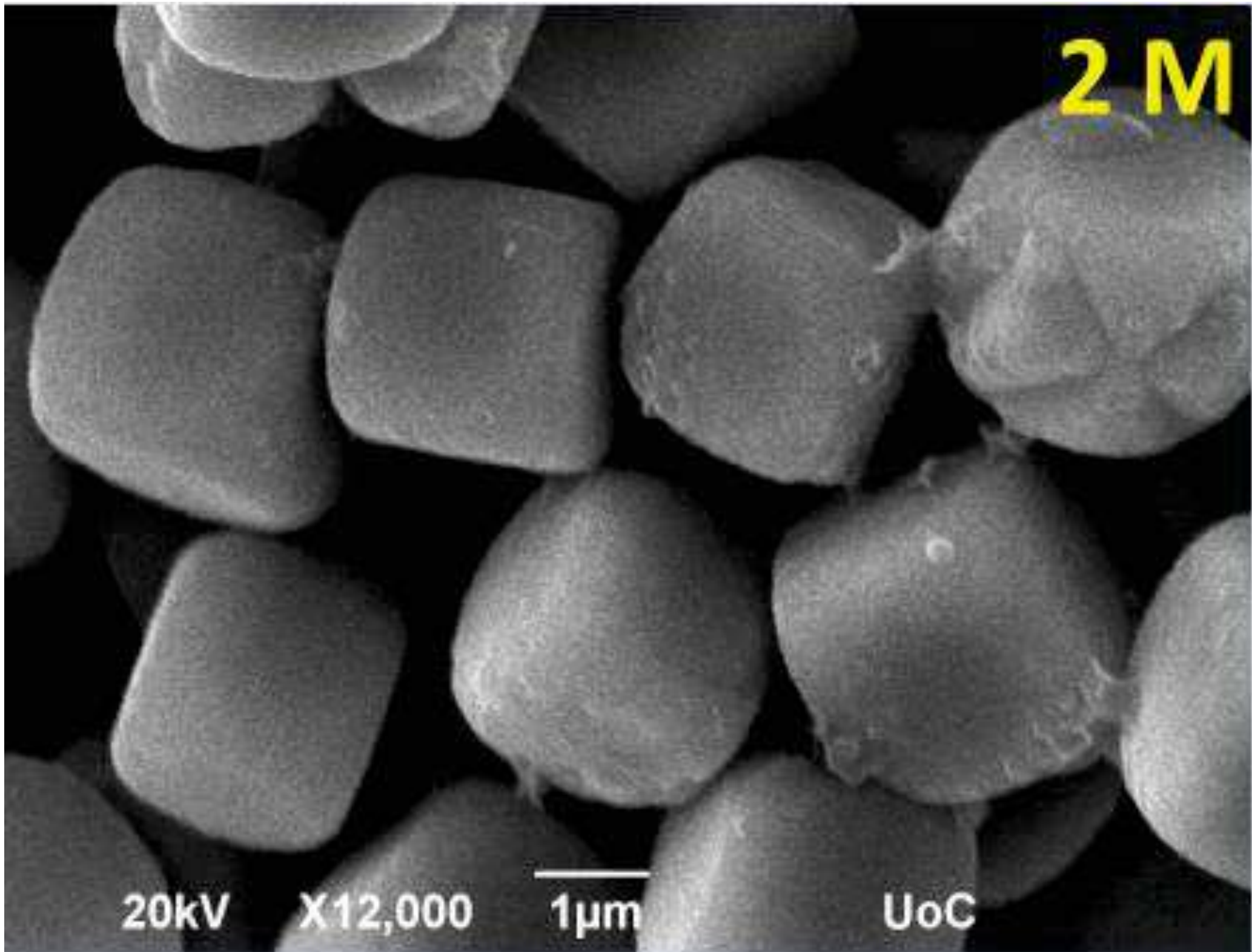
0.7M

20kV

X12,000

1 μ m

UoC



2M

20kV

X12,000

1µm

UoC

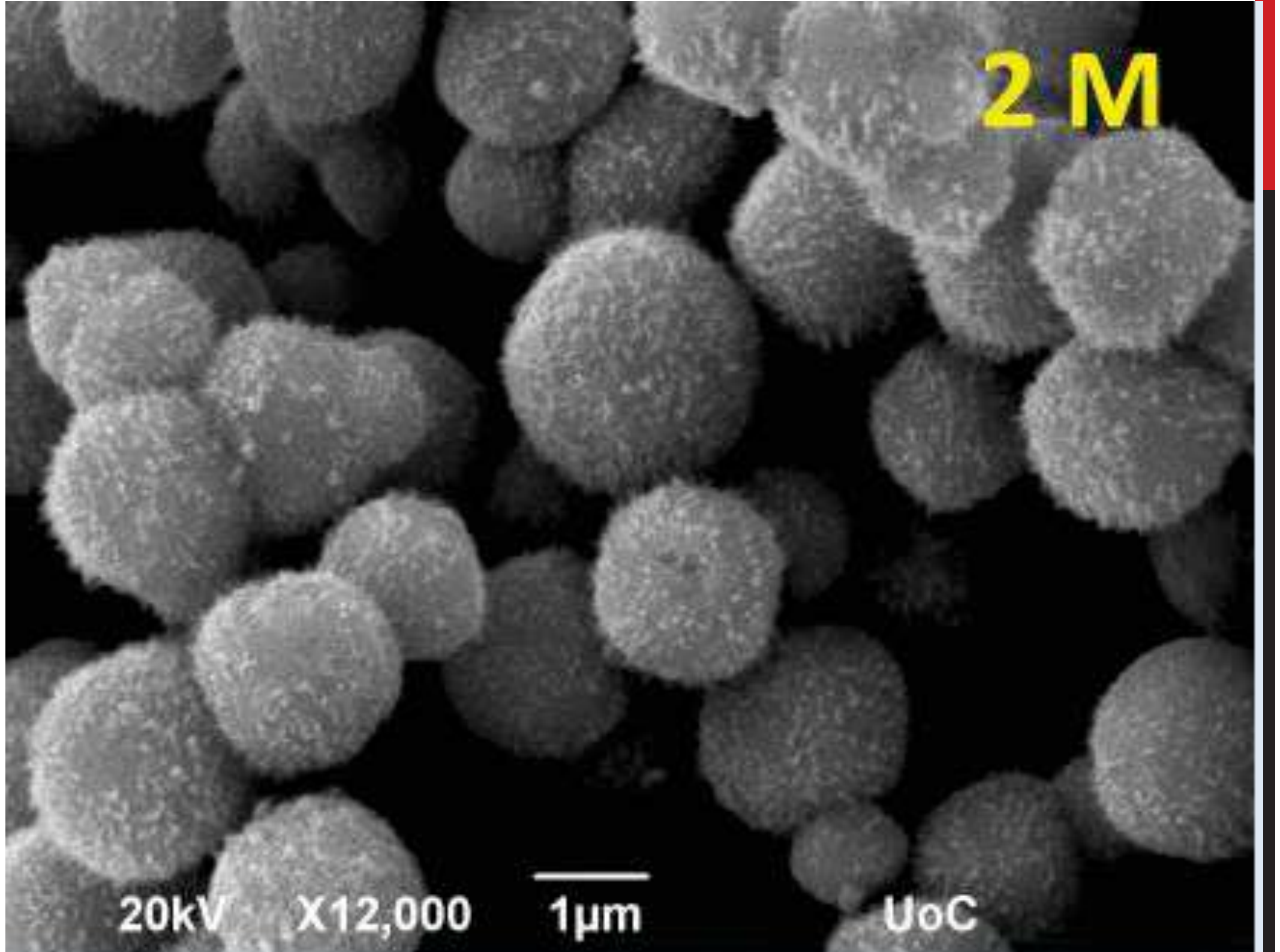
2 M

20kV

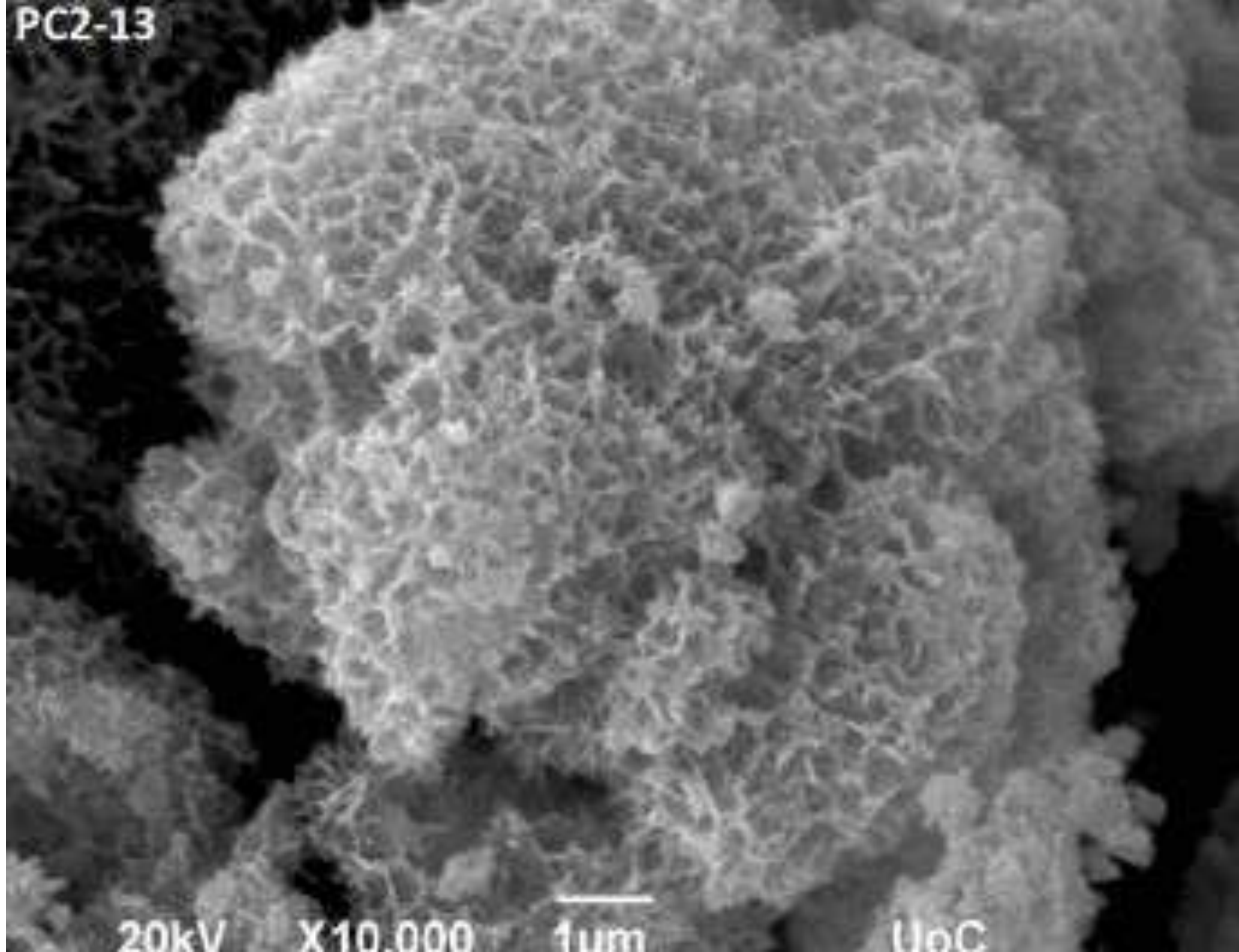
X12,000

1 μ m

UoC



PC2-13



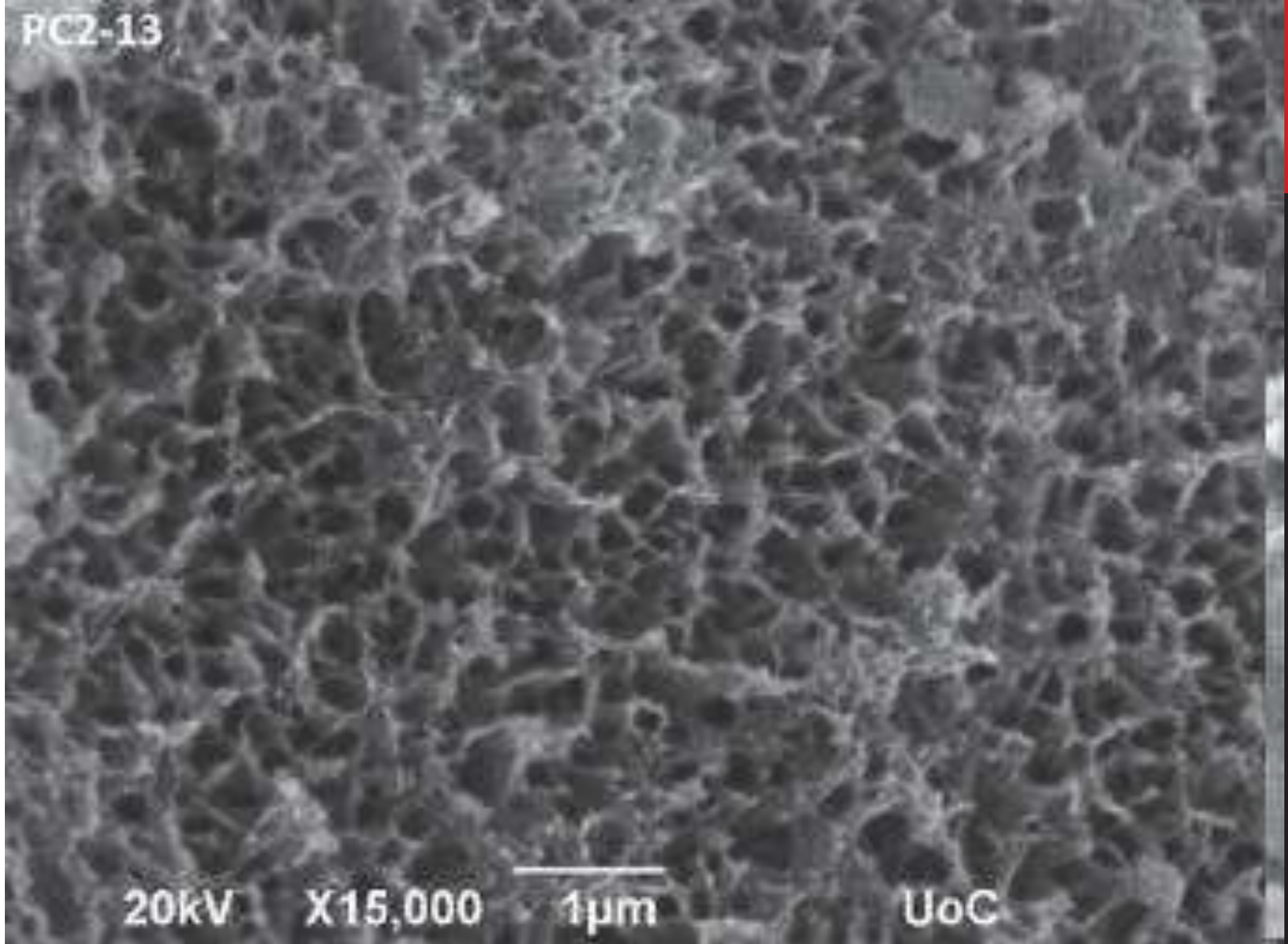
20kV

X10,000

1µm

UoC

PC2-13

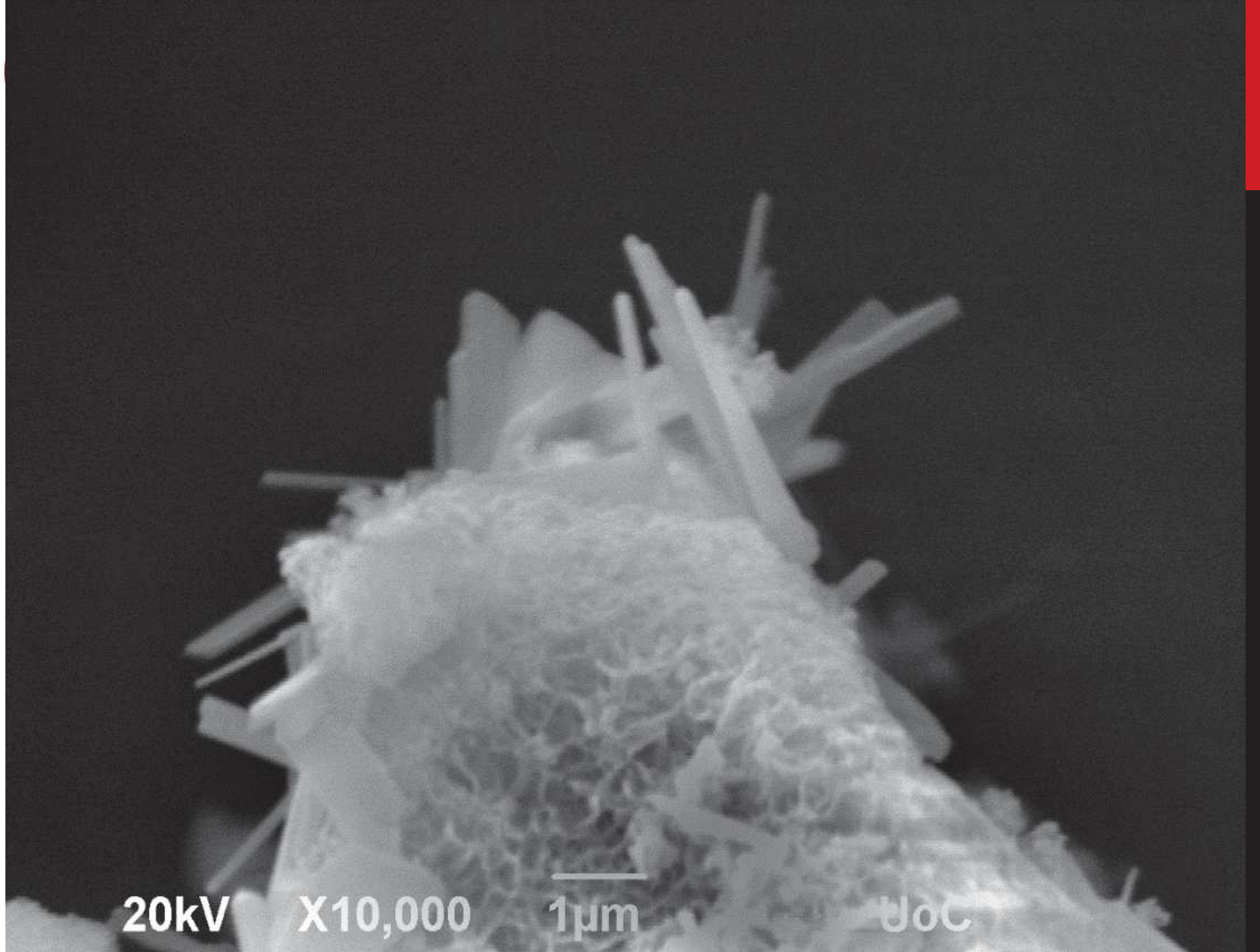


20kV

X15,000

1μm

UoC



20kV

X10,000

1μm

UoC