

ЛАБОРАТОРІЯ ЕЛЕКТРОННОЇ ТА ОПТИЧНОЇ МІКРОСКОПІЇ

ПРИЗНАЧЕННЯ

Проведення фундаментальних та прикладних досліджень структури та хімічного складу матеріалів, вирішення технологічних та науково-дослідницьких задач в галузі інженерного матеріалознавства, проведення лабораторних робіт, зокрема, з курсу «Локальні методи дослідження».

ОСНОВНА ДІЯЛЬНІСТЬ

- розробка нових матеріалів;
- розробка технології отримання матеріалів з наперед заданими властивостями;
- вивчення мікроструктури різних за природою матеріалів;
- фрактографічні дослідження структури поверхні зламів;
- встановлення якісного та кількісного елементного (хімічного) складу;
- вивчення структури матеріалів при збільшенні до 10^6 разів (з роздільною здатністю до 1 нм);
- визначення розмірів дисперсних частинок, кристалітів, комірок;
- вивчення дефектів кристалічної будови (дислокацій, дефектів пакування, двійників, границь зерен та потрійних стиків зерен);
- аналіз гетерогенних сплавів, виділень частинок, включень.

МАТЕРІАЛИ

- Полікристалічні (порошки, масивні матеріали);
- Тонкі плівки, фольга з масивних матеріалів (сегнетоелектрики, магніти, и др.);
- Масивні монокристали.

ОБЛАДНАННЯ

СКАНУЮЧА ЕЛЕКТРОННА МІКРОСКОПІЯ З ЕНЕРГОДИСПЕРСІЙНИМ ХІМІЧНИМ АНАЛІЗОМ

Отримує зображення поверхні об'єкту з високою просторовою роздільною здатністю та глибиною різкості у відбитих (BSE) та вторинних (SE) електронах, а також дає інформацію про хімічний склад, будову та ін. характеристики приповерхневих шарів. Основана на принципі взаємодії електронного променя з речовиною, що досліджується.

Пріоритетні напрямки дослідження:

- отримання зображення поверхні об'єкту з високою просторовою роздільною здатністю (декілька нанометрів) великою глибиною різкості (0,6...0,8 мм);

- вивчення мікроструктури матеріалів: метали, сплави, кераміка, композити, напівпровідникові матеріали;
- фрактографічні дослідження структури поверхні зламів;
- встановлення якісного та кількісного елементного (хімічного) складу об'єктів, що досліджуються;
- отримання профілів розподілу хімічного складу в об'єктах, що аналізуються;
- Елементи, що аналізуються - від Mg (магнія) до U (уран).

ТЕХНІЧНІ ХАРАКТЕРИСТИКИ СКАНУЮЧОГО ЕЛЕКТРОННОГО МІКРОСКОПУ РЭМ-106И



Параметри:

- Діапазон концентрацій, що визначуваних 0,1-100 %;
- Роздільна здатність в режимі високого вакууму (BE), 4нм;
- Роздільна здатність в режимі низького вакууму (OE), 6нм;
- Максимальний розмір зображення, pixels 1280×960;
- Діапазон регулювання тиску у камері, 1...270Па;
- Діапазон прискорюючих напруг, 0,5...30кВ;
- Діапазон регулювання збільшення, ×15...100000;
- Максимальний розмір об'єкта, 50мм;
- Діапазон вимірювання лінійних розмірів, 0,2...5000мкм;

Границя припустимої основної похибки вимірювання лінійних розмірів, не більше:

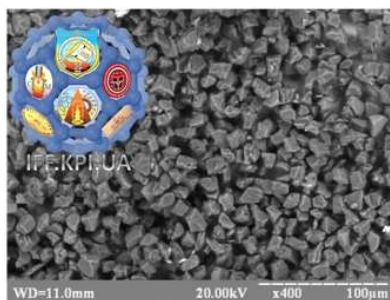
- в діапазоні від 0,2 мкм до 0,8 μm , $\pm 40\text{nm}$;
- в діапазоні більше 0,8 μm до 5000 μm , $\pm 4\%$;

Діапазон елементів, що аналізуються:

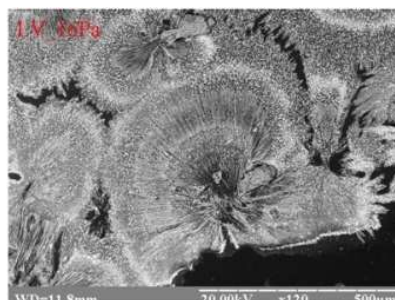
- в режимі високого вакууму 12 Mg - 92U;
- в режимі низького вакууму 12Mg -92U;
- Роздільна здатність ЕДС, 139eV;

Границі допустимої відносної похибки вимірювання масової частки елементу в діапазоні від 12Mg до 92U у складі масивних зразків, не більше:

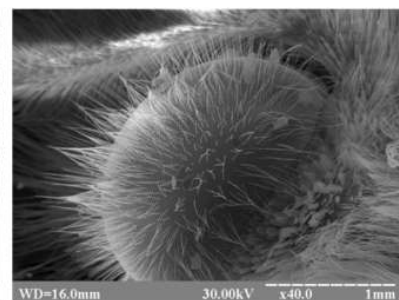
- для елементів з діапазоном масової частки більше 10%, $\pm 4\%$;
- для елементів з діапазоном масової частки більше 1% до 10%, $\pm 20\%$;
- для елементів з діапазоном масової частки від 0,1% до 1%, $\pm 50\%$



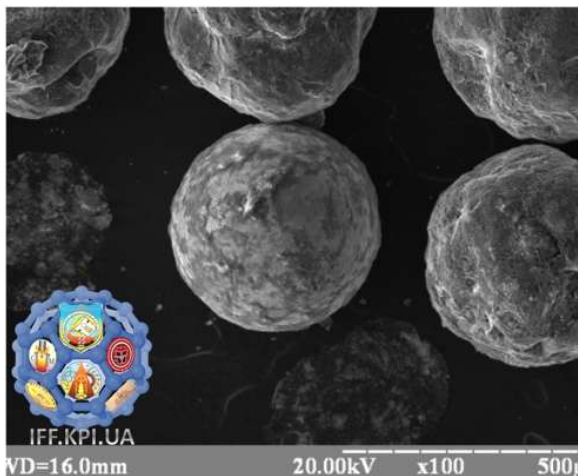
частинки порошку Al



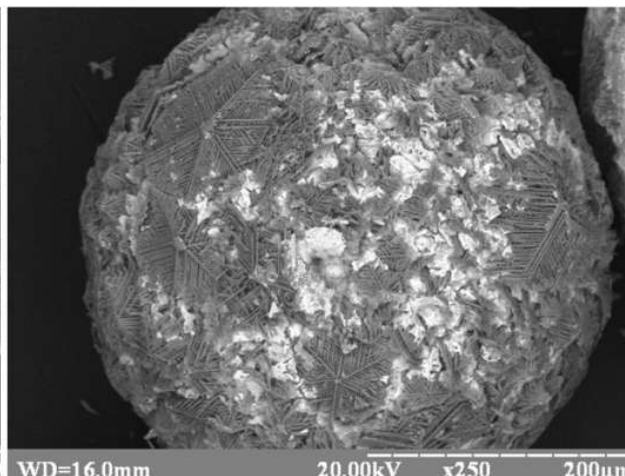
зерно полімеру



око метелика



Порошок керамічного композиту

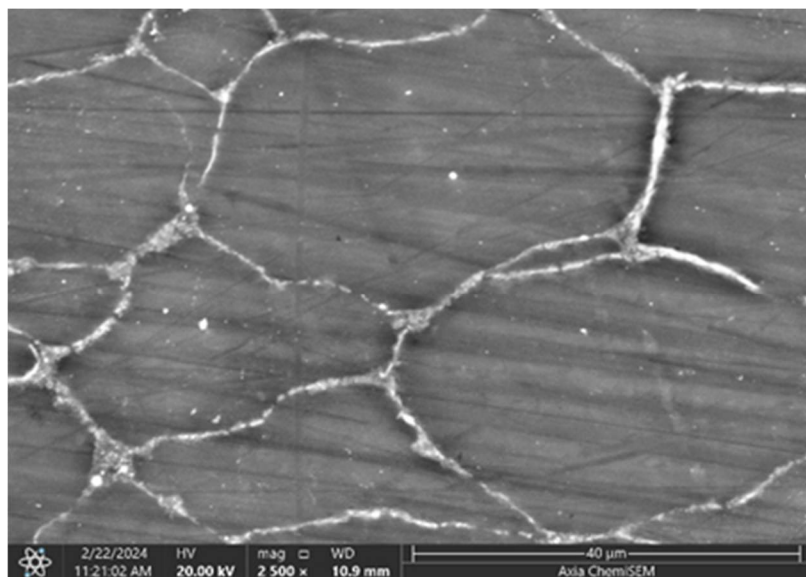


Травлений порошок керамічного композиту

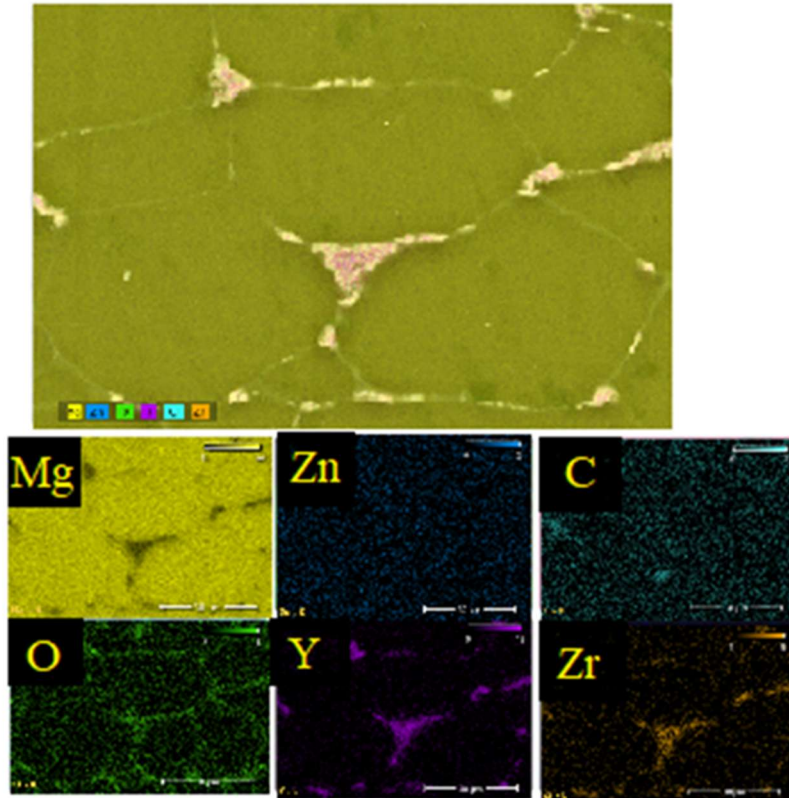
Растровий електронний мікроскоп Axia ChemiSEM від компанії Thermo Scientific



Цей мікроскоп застосовує метод тривимірної візуалізації зображень з високою роздільною здатністю шляхом сканування зразка фокусованим променем електронів. Після цього зображення автоматично або вручну забарвлюється в залежності від елементного складу досліджуваного зразка.



SEM-зображення матеріалу



EDS-картування позначеної області з визначенням хімічного складу

ПРОСВІЧУВАЛЬНА ЕЛЕКТРОННА МІКРОСКОПІЯ І ЕЛЕКТРОННА ДИФРАКЦІЯ

Дозволяє спостерігати на екрані та фотографувати (цифровий запис) зображення об'єктів в широкому діапазоні збільшення, отримувати дифракційні картини, досліджувати об'єкти при їх нахилі та обертанні за допомогою гоніометричного пристрою

Пріоритетні напрямки дослідження:

- вивчення мікроструктури тонких фольг та тонкоплівкових матеріалів "на просвіт" в режимах світлопольного та темнопольного зображення при збільшенні до 10^6 разів та високій роздільній здатності (до 1 нм) з високою локальністю (до 1 мкм та менше);
- визначення розмірів дисперсних частинок, кристалітів, комірок;
- вивчення дефектів кристалічної будови (дислокацій, дефектів пакування, двійників, границь зерен та потрійних стиків зерен);
- вивчення структури та фазового складу матеріалів методом електронної дифракції з отриманням електроннограм;
- дослідження структури матеріалів з використанням реплік, що зняті з поверхні об'ємних матеріалів;
- морфологічний аналіз елементів отриманих зображень;
- аналіз гетерогенних сплавів, виділень частинок, включень.

ТЕХНІЧНІ ХАРАКТЕРИСТИКИ ПРОСВІЧУВАЛЬНОГО ЕЛЕКТРОННОГО МІКРОСКОПУ ПЕМ-У (МОДЕРНІЗОВАНОГО), ОСНАЩЕНОГО ЦИФРОВОЮ СИСТЕМОЮ ВИВОДА ЗОБРАЖЕННЯ САИ-01А:



Роздільна здатність:

- режим високої роздільної здатності по точках 0,35 нм;
- режим високої роздільної здатності по кристалічній решітці 0,14 нм;
- при роботі з гоніометром 0,7 нм;
- діапазон збільшень від $\times 50$ до $\times 1\,300\,000$

На обладнанні лабораторії виконуються наступні лабораторні роботи в рамках курсу «Локальні методи досліджень».

№ з/п	Назва теми лабораторної роботи та перелік основних питань
1	Устаткування для створення і вимірювання вакууму. Знайомство з конструкцією і принципом дії вакуумних насосів і приладів, що вимірюють вакуум в електронній мікроскопії. Форвакуумні насоси. Дифузійний насос. Термопарні манометри. Іонізаційні манометри
2	Будова і робота вакуумної системи растрового електронного мікроскопа РЕМ-106И. Знайомство з послідовністю роботи вакуумних систем просвічуючого і растрового електронних мікроскопів. Вакуумна система. Схема вакуумної комутації. Робота в ручному режимі

3	Просвічуючий електронний мікроскоп. Знайомство з будовою і принципом роботи ПЕМ-100. Опис. Колона з вакуумною системою. Електронна гармата. Блок конденсорний. Об'єктивна лінза. Пристрій захисту від забруднень. Проекційний блок. Тубус
4	Робота на ПЕМ-100. Оволодіння принципами роботи на просвічуючому електронному мікроскопі. Управління мікроскопом. Юстування відхиляючої системи гармати. Налаштування відхиляючої системи конденсора. Виставляння нахилу освітлення. Юстування відхиляючої системи проектора. Встановлення змінної діафрагми об'єктивної лінзи.
5	Розшифровка електроннограм. Ідентифікація невідомої фази по її електроннограмі. Ідентифікація електроннограми від невідомого зразка.
6	Растровий електронний мікроскоп. Знайомство з пристроєм і принципом роботи РЕМ-106И. Технічні характеристики. Пристрій і робота складових частин мікроскопу. Колона. Джерело електронів. Блок діафрагм з анодом. Апертурна діафрагма. Камера об'єктів. Механізм переміщення об'єктів. Відеоконтрольний пристрій.
7	Робота на РЕМ-106И. Оволодіння принципами роботи на растровому електронному мікроскопі. Порядок роботи. Включення. Юстирування мікроскопа, отримання зображення у вторинних електронах в режимі високого вакууму. Порядок роботи на спектрометрі рентгенівському енерго-дисперсійному. Якісний та кількісний аналіз.