

**Факултет инжењерских наука Универзитета у Крагујевцу
Војна академија Универзитета одбране у Београду**



**Назив студијског програма: Војноиндустријско инжењерство
Ниво студија: Основне академске студије
Модул: Пројектили и упаљачи
Предмет: Мерење, контрола и квалитет
Број индекса: 537/2012**

Стефан Р. Лекић
AFM и SEM микроскопи, држач/холдер
узорка за редукцију пуњења
дипломски рад

Комисија за преглед и одбрану:

- 1. проф. др Фатима Живић, дипл. инж., ментор**
- 2. проф. др _____**
- 3. проф. др _____**

Датум одбране: _____

Оцена: _____

У оквиру овог дипломског рада кандидат треба да објасни шта су то АФМ а шта СЕМ микроскопи и на ком принципу они раде. Такође кандидат треба да објасни коју улогу има холдер узорка за редукцију пуњења као и да представи функционални 3Д модел. Овај рад би требало да се бави детаљним описом ових микроскопа, њихових саставних делова, као и где су ти микроскопи нашли примену. Посебан акценат треба ставити на холдер узорка за редукцију пуњења, каква је његова функција и приказати функционални модел истог.

Препоручена литература:

- [1] <http://www.cam.msu.edu/facilities/scanning-electron-microscopy-sem/>
- [2] <https://www.phenom-world.com/accessories/phenom-series/charge-reduction-sample-holder>
- [3] Скрипта The Fabolous Phenom

Крагујевац, септембар 2017.

Ментор:

Име, презиме и звање ментора

проф. др Фатима Живић, дипл. инж.

Садржај

1. Увод	6
2. Микроском атомских сила (engl. Atomic Force Microscope, AFM)	7
2.1. Принцип рада AFM	9
2.2. Начини мерења	11
2.2.1 Додатни начини мерења	13
2.3. Примена AFM	14
3. Скенирајући електронски микроскоп (SEM).....	15
3.1. Саставни делови SEM-а.....	16
3.2 Примена SEM-а	17
3.2.1 Примена SEM-а у медицини	17
3.2.2 Примена SEM-а у форензици.....	18
3.2.3 Примена SEM-а у металуршкој индустрији	18
3.2.4 Примена SEM-а у научним истраживањима	18
3.3 Припрема узорка	18
3.4 Држач/холдер узорка за редукују пуњења	19
3.5 Предности SEM-а	25
4. 3D модел држача/холдера узорка за редуковање пуњења	26
5. Закључак.....	30
Литература	31
Прилог – 1. Техничка документација холдера за редуковање пуњења	32

SUMMARY

This paper deals with the explanation and usage AFM and SEM microscopes, as well as their basic elements. In the first half of this paper I showed detail explanation of history about AFM and how their progress in time, then their basic components and usage. In the second half of this paper I showed what is SEM and named his basic components and short version functions each of them. Especially explaind and showed influence od charge reduction sample holder on SEM and 3D model of holder with techical data.

Key words:

AFM, SEM, charge reduction sample holder, microscope...

РЕЗИМЕ

Овај рад се бави објашњењем и применом AFM и SEM микроскопа, као и њихове основне елементе. У првој половини рада је детаљно објашњено како су настали први AFM-ови и како је текао њихов развој, затим њихове главне компоненте као и примена тих микроскопа. У другој половини рада је објашњено шта су то скенирајући електронски микроскопи, који су њихови саставни делови, на ком принципу раде и где се примењују. Такође је описан и објашњен утицај холдера узорка за редуковање пуњења на рад SEM-а и приказан 3D модел са техничком документацијом.

Кључне речи:

AFM, SEM, холдер узорка за редуковање пуњења, микроскоп...

1. Увод

Инструменталне методе баве се детекцијом и мерењем карактеристичног сигнала који ће послужити за квалитативну и квантитативну анализу узорка. Карактеристични сигнал зависи од:

- интеракције молекула/атома са електромагнетним зрачењем;
- физичко-хемијских особина;
- односа масе и наелектрисања и
- термичких карактеристика.

Инструменталне методе се дела на: оптичке, електрохемијске и сепарационе. Оптичке методе су засноване на интеракцији електромагнетног зрачења и молекула или атома узорка.

Микроскоп (грчки: *micro* = мали и *scopos* = циљање) је инструмент за посматрање предмета који су исувише мали да би се могли видети голим оком. Наука која се бави истраживањем малих предмета применом оваквих инструмената назива се микроскопија. Дијаметар већине анималних ћелија се креће између 10 и 30 μm што је неколико пута мање од најмање честице видљиве голим оком. Зато су за испитивања ћелија првенствено неопходни микроскопи.

Постоје различите врсте микроскопа који се могу поделити у две основне групе: светлосне и електронске микроскопе.

Нанотехнологија је интердисциплинарна наука која укључује физику, хемију, биологију, науку о материјалама као и широк спектар инжењерских дисциплина. Реч нанотехнологија се користи као синоним за науку и технологију. Као наука, она прочава физичке, хемијске и биолошке особине молекула и атомских честица. Као технологија примењује истраживања из наведених наука и различите инжењерске дисциплине за производњу материјала и функционалних система са посебним и јединственим особинама.

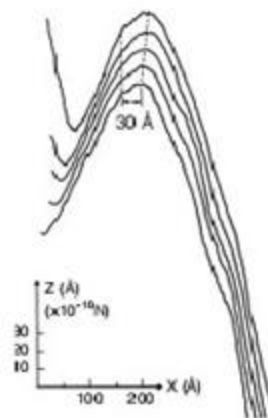
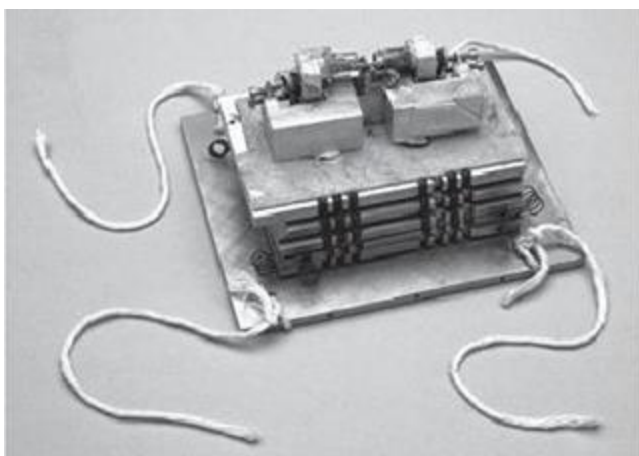
Префикс „нано” потиче од грчке речи „*nannos*” што означава нешто сићушно, а под „нанотехнологијом” се подразумева истраживање и манипулација материјом у сфери испод 100 нанометра (nm), што значи да је реч о реду величине молекула и вируса. Десет спојених атома водоника имају дужину једног нанометра, а један милион нанометра чини један милиметар. У поређењу с људском длаком, то је педесетохиљадити делић.

Један од проблема који је непознат на макроскали, а уочава се на нанометарском нивоу проистиче из пораста броја површинских атома у укупном броју атома наноструктура, што с једне стране доводи до великих промена физичких и хемијских

својстава материјала које се могу повољно искористити, али на другој страни повећање површинске енергије услед смањивања димензија доводи до тога да је веома нано-структурираних материјала термодинамички нестабилна и метастабилна. Превазилажење проблема велике површинске енергије и спречавање раста градивних честица наноматеријала услед сталне тенденције да смање велику површинску енергију један је од главних изазова у производњи, карактеризацији и обради наноматеријала [5].

2. Микроскоп атомских сила (engl. Atomic Force Microscope, AFM)

Први AFM су конструисали 1986.год. Binning, Quate и Gerber. Исте године Gerd Binnig је заједно са својим сарадником Heinrich Rohrerом добио Нобелову награду за конструисање првог скенирајућег тунелног микроскопа-STM, којег су развили раних 80-тих у истраживачком центру IBM-а у Цириху, а који је уједно претходио развоју микроскопа атомске силе. Први комерцијално доступан микроскоп атомске силе представљен је 1989.год (slika 1).

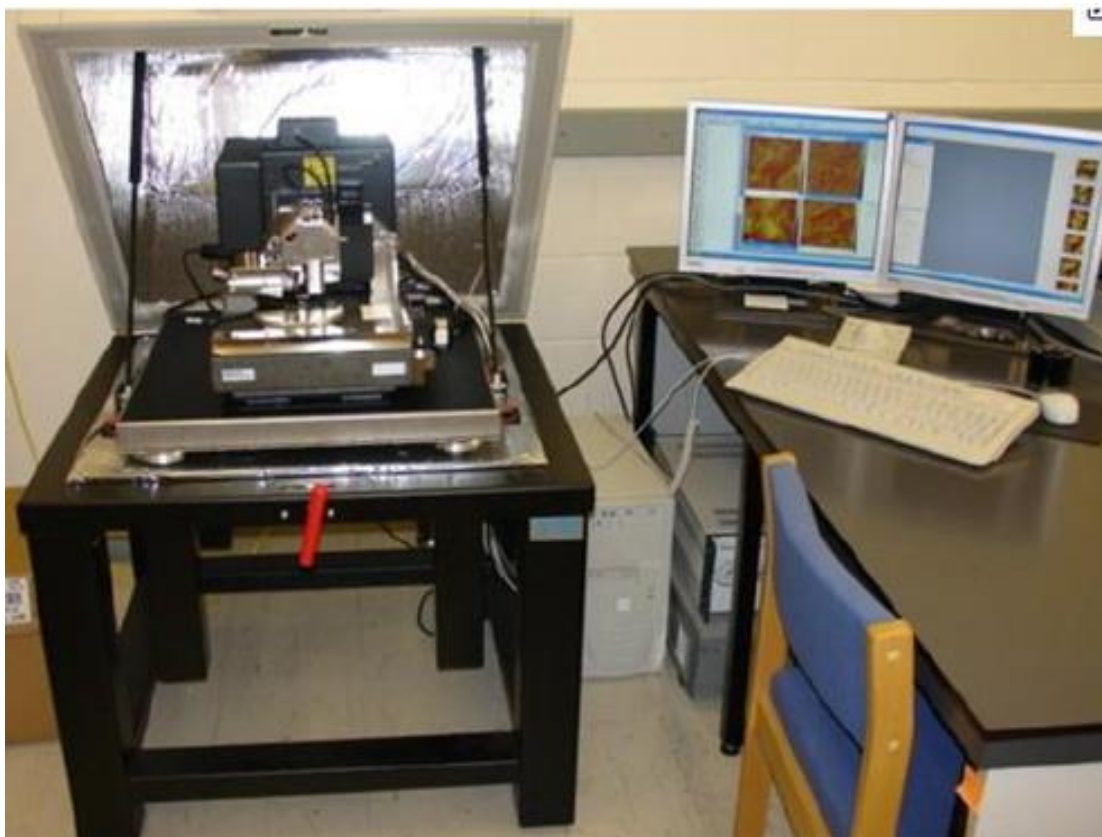


Слика 1. Први AFM који су конструисали Binning, Quate и Gerber и прва AFM слика

Микроскоп атомских сила (AFM) или скенирајући микроскоп сила (SFM) је метода карактеризације материјала у хемијској, прехранбеној и фармацеутској индустрији, индустрији пластике и полупроводника, а који припада породици микроскопа са скенирајућом сондом (SPM) чији се рад заснива на мерењу међумолекуларних сила које делују између атома мерне сонде и атома испитиваног узорка. Локално (сондирајуће) мерење се остварује спроводи од тачке до тачке помоћу наноконзолног сензора израђеног

из конзолног дела дужине око 50-500 nm и конусног или пирамидалног дела који се налази на крају конзолног дела и који је усмерен у вертикалном правцу ка узорку, након чега се подаци свих испитаних тачака прикупљају у снимак испитиване површине. Радијус врха конусног (пирамидалног) завршетка се креће од 7-90 nm и зависи од намене сензора. Резолуција скенирајућих сондирајућих микроскопа се данас креће око 1.0 nm, што тренутно задовољава најстрожије захтеве науке о материјалима, а тиме и нано-науке. Резолуција снимања је у већој мери ограничена условима квалитета припреме узорка (површине узорка) који у научној литератури не добија адекватну пажњу иако би се могло рећи да је, посматрајући појединачни допринос сваке од фаза, припрема узорка најзначајнија компонента у процесу добијања снимка материјала у атомској резолуцији.

Бројни су разлози великог успеха и опште прихваћености методе AFM у науци од којих је већина повезана са техничким решењима примењеним у методи. Оно што AFM издваја у односу на друге методе јесте неинвазивност методе која омогућава карактеризацију узорака и у атомској резолуцији без уношења поремећаја у структури. Из ове особине проистиче и друга предност AFM која је могућност карактеризације у условима контролисане атмосфере и карактеризација у течностима, што су услови који могу блиско одговарати природном окружењу [1].



Слика 2. AFM инструмент

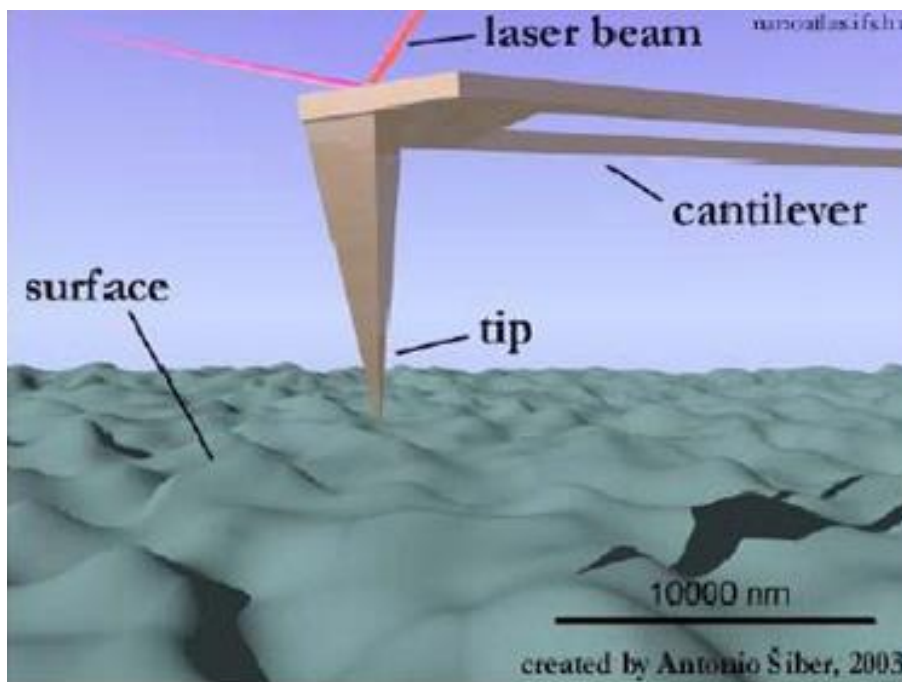
Имајући у виду поменуто малу инвазивност добијамо могућности примене ове методе не само у техници него и у биолошким и биомедицинским истраживањима која показују велику осетљивост према промени услова под којима се експеримент одвија. Управо се од примене AFM у биомедицини очекује велики помак у разумевању везе између структуре и функције система на молекуларном нивоу. Метода AFM омогућава и снимање у широком опсегу услова средине. Тако је могуће подешавати температуру у широком опсегу: од услова хлађења течним хелијумом све до неколико стотина степени на целзијусовој скали.

Могуће је извршити и прилагођење атмосфере увођењем одговарајућих гасова али и снимање у условима веома високог вакуума (Ultra High Vacuum – UHV). Тренутно најнапреднија примена AFM (али и технички најзахтевнија) се односи на могућности снимања у течној средини у којој је могуће у великој мери опонашати услове реалних процеса, поготово у биолошким и биомедицинским истраживањима.

2.1. Принцип рада AFM

Микроскоп атомских сила (AFM) се користи за топографска мерења површина на атомском нивоу, за мерење адхезије, електростатичких сила, неравнина, утискивања, али и за, нанообработку. За разлику од STM-а, AFM не мери струју између врха микроскопа и узорка, него силу која делује међу њима. Силе које су важне у овом случају су јако одбојна сила која се појављује на малим удаљеностима као резултат преклопа електронских густина врха сонде микроскопа и узорка и Van der Waals-ова сила.

Узорак који се испитује налази се на постољу које покреће пиезоелектрични извршни елемент који остварује кретање узорка у три димензије: две димензије остварују раванско скенирајуће кретање - линију по линију, док је треће, висинско кретање, диктирано информацијом коју генерише наноконзола која се налази у сталној интеракцији са узорком и под утицајем је привлачно-одбојних сила које потичу од њихове интеракције (Слика 3). Познавајући динамичке особине наноконзолног сензора и степени закон промене међумолекуларних сила (Lenard-Johnson-ов потенцијал) из добијене интеракције се добијају карактеристике испитиваног материјала. Интензитет привлачно-одбојних сила зависи од растојања између наноконзоле и узорка које одређује променљива контура површине узорка. Промене растојања генеришу промене интензитета сила које савијају наноконзолу [1].



Слика 3. Принцип рада AFM

Угиб наноконзоле се региструје помоћу угла под којим се ласерски зрак, усмерен на врх наноконзоле, одбија ка фотодетекторском сензору чија је свака тачка опремљена диодом осетљивом на светлост, која ласерску одбијену светлост претвара у електрични сигнал. Положај одбијеног зрака, односно познавање позиције диоде која прима одбијени ласерски зрак, омогућава стално праћење вертикалне позиције (угиба) наноконзоле. Информација о угибу се преноси у корекциони елемент који грешку, насталу променом висине профила у односу на почетну равнотежну вредност (одређену на почетку снимања) поништава тако што помера узорак у вертикалном правцу помоћу пиезоелектричног извршног елемента, како би се угиб наноконзоле стално одржавао на константној вредности (почетна вредност). Почетна вредност угиба јесте равнотежно стање привлачних међумолекуларних сила и сила отпора услед крутости наноконзолног носача сензора. Сва померања пиезоелектричног органа узрокована су променама на контури површине узорка тако да запис вертикалног померања узорка (пиезоелектричног извршног елемента) заправо представља запис изгледа контуре површине узорка. Подаци за сваку линију-пресек узорка се бележе у рачунару, који је носилац функција управљања и обраде података, и на крају се све линије спајају, чиме се добија 3D реконструкција топографског изгледа површине узорка. Како сила интеракције на зависи од електричне проводности узорка то се могу испитивати и непроводни материјали.

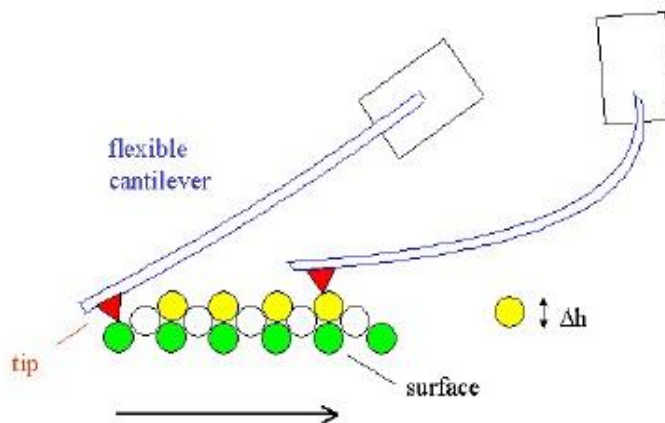
Уграђивањем сензора за мерење попречне силе, добије се FFM (понекад зван и lateral force microscope – LFM). Код FFM-а се вертикалним помаком иглом одређује нормална сила на узорак. Добијена сила приликом мерења се одржава константном и на

неравним површинама стављајући помак игле у „feedback“ (повратну) петљу где функцију сензора помака има ласерски зрак који је у спрези са квадрантним фотодетектором који служи и за мерења торзије конзоле. Алтернатива ласерском зраку су капацитивни сензори, интерферометрија, и пиезоелектрични сензори. Механичке карактеристике конзоле и игла кључни су фактори за добијање тачних резултата мерења, уколико нису добијени очекивани резултати или је топографска слика лоша, онда је то сигуран знак да се игла мора мењати. Оне се одређују електронским микроскопима или мерењем сопствене фреквенције.

2.2. Начини мерења

Постоје три начина мерења:

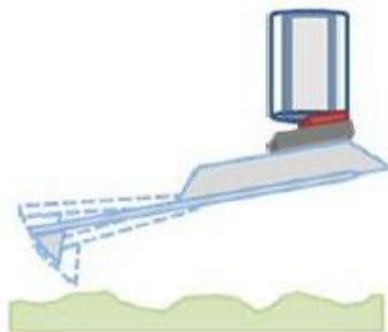
Контактно – AFM врх је у лаганом физичком додиру с узорком. Како се врх приближава површини узорка, међуатомске силе постају све јаче и одбијање је све веће, а с обзиром да конзола има малу константу опруге, силе ће проузроковати савијање конзоле и праћење површине узорка (слика 4). Према томе, детекција положаја конзоле ствара топографију површине узорка.



Слика 4. Контактни начин мерења

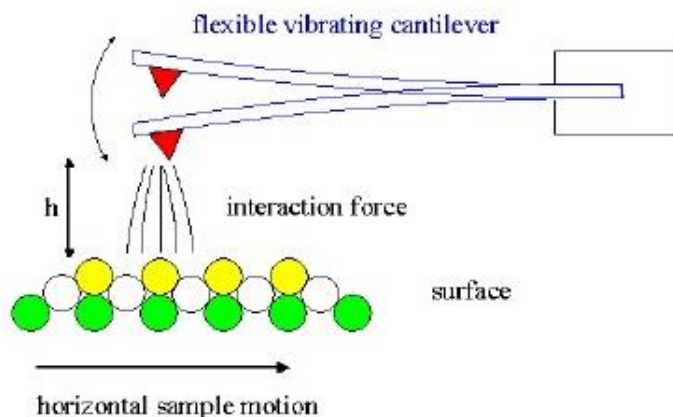
Бесконтактно – Врх конзоле не додирује површину. Уместо тога конзола осцилира на фреквенцији мало изнад резонантне фреквенце где је амплитуда осциловања обично неколико нанометара (до 10 nm). Van der Waals-ове силе, које су најјаче у подручју од 1-10 nm исто као и било које друге силе које постоје у том подручју, делују на смањење резонантне фреквенције конзоле. Смањење резонантне фреквенције у комбинацији са системом повратне спреге одржава константну амплитуду осцилација. Мерење

удаљености од врха до узорка у свакој тачки координатног састава (x,y), омогућава да се помоћу одговарајућег софтвера изради топографска слика површине узорка. У овом начину мерења не постоји опасност од оштећења врха или мереног узорка (слика 5) [4].



Слика 5. Безконтактни начин мерења

Тапкајућа (вибрирајућа) метода - Ова метода подразумева комбинацију споменуте ове две метода мерења, контактне и безконтактне методе. Код овога начина мерења врх или конзола вибрира на врло малој удаљености од мереног узорка. Амплитуда осциловања је већа од 10 nm, између 100 до 200 nm. Усред узајамног деловања сила које се налазе у подручју конзоле и узорка долази до смањења амплитуде осцилација како се врх приближава узорку. Van der Waals-ове, диполне, електростатичке силе узрокују повећање и смањење осцилација амплитуде (удаљености) својим повећањем односно смањењем јачине деловања услед приближавања, односно удаљавања врха конзоле од узорка. Како се силе повећавају и смањују тако се и врх приближава и удаљава од узорка, а и угао додира са узорком се мења. Бежењем тих промена помоћу рефлектујућег ласерског снопа софтвер бележи промене и тако израђује приказ површине узорка. Ова метода омогућава израду топографских приказа узорака у високој резолуцији површина које се иначе врло лако оштете. Овај начин мерења је уједно и једна од највећих предности AFM-а наспрам других метода мерења. Избегавају се проблеми адхезије, трења, као и електростатичких сила које при другим методама мерења стварају потешкоће при мерењу (слика 6) [4].



Слика 6. Тапкајућа (вибрирајућа) метода

2.2.1 Додатни начини мерења

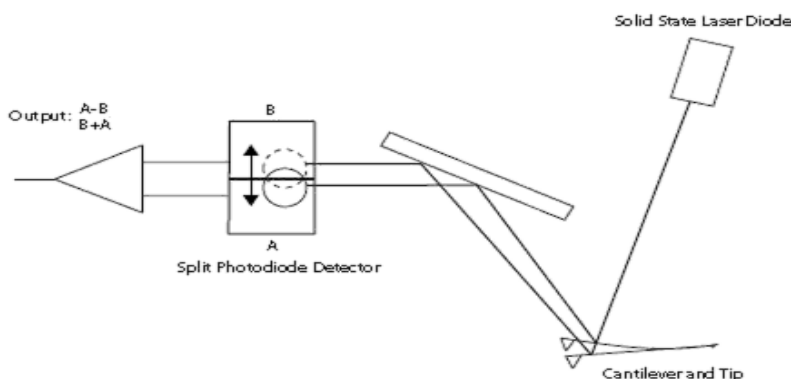
Постоје и додатни начини мерења у којима главну улогу има конзола и који се користе у неким специјалним случајевима само када је то неопходно, и то су:

- Мерење усмеравањем светлосног снопа;
- Мерење пиезоелектричним скенерима;
- Мерење ласер-Доплеровим виброметром;
- Мерење STM-ом (Scanning tunneling microscope);
- Мерење оптичком интерферометриом и
- Мерење променом капацитивности.

Најчешће примењени додатни начини мерења су мерење усмеравањем светлосног снопа и мерење детектовањем пиезоелектричног материјала.

2.2.1.1 Мерење усмеравањем светлосног снопа

Најчешће коришћена метода мерења у којој главну улогу има конзола јесте мерење усмеравањем светлосног снопа (слика 7). Процес мерења се одвија тако што ласерски сноп пуштен из ласерске диоде се рефлектује од конзоле и усмерава ка PSD детектору (position-sensitive detector) који те зраке усмерава у две фотодиоде које су на малом растојању једна од друге и ти излазни зраци се концентришу у диференцијалном појачалу. У зависности од угла конзоле зависи и у којој фотодиоди ће завршити ласерски зраци што директно утиче на излазни сигнал, а разлика између сигнала фотодиода се нормализује њиховом сумом што је директно пропорционално померањем конзоле. Што је конзола дужа повећава се и број снопова који се рефлектују од конзоле и усмеравају даље док ширина конзоле најчешће утиче у којој фотодиоди ће завршити који ласерски зрак. Како би се повећао број ласерских зрака који се читавају у излазном сигналу, потребно је формирати концентрисани сноп који константно пада у исту тачку конзоле са минималним одступањима, што је изводљиво само уколико се смањи дужина конзоле и повећа ширина. Овај начин мерења се показао као изразито прецизан, а његова предност је та што је састављен из једноставних елемената, па спада у јефтиније методе мерења.



Слика 7. Мерење усмеравањем светлосног снопа

2.2.1.2 Мерење пиезоелектричним скенерима

AFM микроскопи направљени од пиезоелектричних материјала, који имају способност скупљања и ширења пропорционално пријемном напону. Да ли ће да се скупљају или шире зависи од поларитета пријемног напона. Првобитно је коришћена игла звана "трипод" састављена од три пиезо кристала где је сваки читавао слику у све три координате (x, y, z). Исте године када је AFM изумео пиезоелектрични скенер, STM је изумео скенер у облику цеви који је могао да читава слику у све три координате користећи једну унутрашњу пиезо цев и четири спољашње. Предност скенера у облику цеви у односу на класични "трипод" је боља апсорбција вибрација. Једна од главних карактеристика пиезо скенера јесте та да они су више осетљиви на крају него на почетку скенирања. Њихова осетљивост експоненцијално расте како време пролази и неопходно је да пиезо скенери раде 48 сати пре него што се користе за скенирање због тачности резултата. Наравно, време укључености варира од произвођача до произвођача.

2.3. Примена AFM

AFM је укључен у многим пољима нанонауке и нанотехнологије. Изузетна карактеристика AFM инструмената је њихова могућност да испита узорке не само у ултравакуму већ и у амбијенталним условима па чак и у течностима. Једна од предности AFM је та што може да снима непроводне површине, што значи да је веома подесан за биолошке системе. AFM је способан да мери слике изолационих површина са или без припреме узорка као и мерење 3D слика површина и испитивање топографије. Представља много јефтиније решење од електронског микроскопа и има веће увећање од оптичког. Ови микроскопи могу да гледају и кроз воду и представљају идеалну нараву за биолошка истраживања, која иначе не би могла да се изведу [5].

Могуће примене:

- Анализа хрпавости подлоге;
- Корак формирања у епитаксијалном таложењу танких филмова;
- Формирање игличастих шупљина или других дефеката при расту оксида;
- Анализа величине зрна;
- Фазни мод је веома осетљив на промене материјала, укључујући крутост материјала, еластичност и адхезију;
- Добијање информација о томе шта се дешава испод испупчења при веома малим оптерећењима;
- AFM анализом са променама у температури могу се испитивати промене структуре.

3. Скенирајући електронски микроскоп (SEM)

Скенирајући електронски микроскоп (SEM) је инструмент за проучавање микрорељефа, морфологије објекта. Скенирање површине се остварује прелажењем уског снопа примарних електрона преко површине узорка. У свакој тачки узорка у интеракцији примарног електрона и атома узорка долази до стварања сигнала који се детектује. Сliku дају секундарни електрони који су дислоцирани – избачени са површине скенираног узорка. Може бити израђен самостално или се у трансмисиони микроскоп могу уградити елементи за брзи прелаз од трансмисионе на морфолошку микроскопију истог објекта. Уколико је уграђен и рендгенски спектрометар, инструмент се може употребити и као микросонда, па се о истом објекту могу добити подаци о саставу, морфологији и структурним особинама.

Примена овог микроскопа је у истраживању микроорганизама, крвних зрнаца, биолошких структура, влакана, легура, полимера. Електронска микроскопија је, остварујући детаљна ултраструктурна истраживања, из темеља променила сазнања о грађи ћелија. Неке се органеле попут језгра и митохондрија добро виде и коришћењем светлосног микроскопа, али се помоћу електронског врше много детаљнија испитивања. Поред тога, електронска микроскопија је открила ћелијске структуре које су премалене да би се могле видети светлосним микроскопом. Оне укључују рибозоме, микротубуле, микрофиламенте и структуре мембрана. Могућности примене електронске микроскопије су неограничене и свакодневно смо сведоци готово експлозивног развоја микроскопије у многим гранама истраживања. На слици 8. је приказан изглед скенирајућег електронског микроскопа (SEM-a).



Слика 8. Изглед SEM-a

3.1. Саставни делови SEM-а

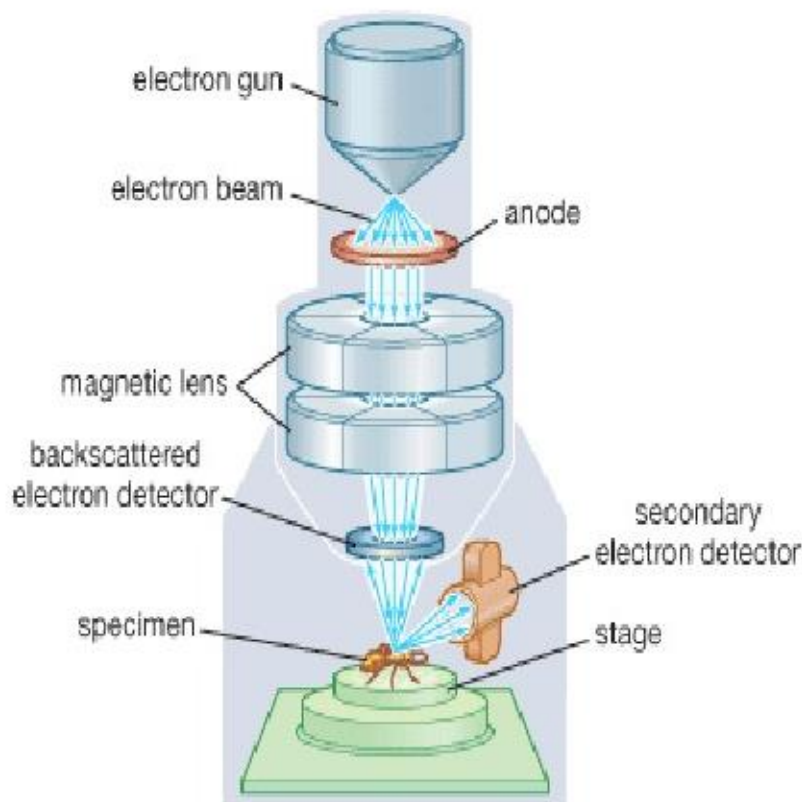
Сви SEM уређаји састоје се од електронске колоне која ствара сноп електрона; коморе за узорке, где сноп електрона "пада" на узорак; детекторе који проматрају варијабилност сигнала који долазе од интеракције узорка и снопа; уређаја за гледање који претвара сигнале у видљиву слику. Комора електронског топа у којој се ствара сноп електрона налази се на врху колоне. У њој електростатско поље усмерава електроне који се емитирају из врло малог дела површине електроде, кроз мали отвор на Wehnelt-овом цилиндру.

Након тога електронски топ убрзава електроне низ колону према узорку с енергијама које се крећу у распону од неколико стотина до неколико десетака хиљада волти. Има неколико врста електронских топова – волфрам, LaB6 (лантан хексаборид) и емисија кроз поље. Обе користе различите материјале за електроде и физичке принципе, али заједничко име је стварање усмереног снопа електрона који је стабилан и довољно снажан при најмањој могућој површини.

Електрони се емитирају из електронског топа као дивергентни сноп. Скуп магнетских лећа и отвора унутар колоне реконвергирају и фокусирају сноп у умањену слику сецишта снопа. Близу самог дна колоне налази се сет скенирајућих електромагнета који на специфичан начин рефлектују сноп према задњој лећи, која фокусира сноп у што мању тачку на површини узорка. Сноп електрона излази из колоне у комору с узорцима. У комори се налази плоча (stage) која омогућује манипулацију с узорком, врата, која је уједно и херметички забрављена, а служи за уметање и уклањање узорка, улазни конектори за уметање разних детектора сигнала и осталих додатних уређаја. Како електрони из снопа продиру на узорак, тако предају енергију, која се емитује из узорка на неколико начина. Свако емитовање значи и потенцијални сигнал за детекторе, који из њих могу креирати одговарајућу слику.

Линеарно повећање, резолуција и дубина поља основне су величине које описују квалитет SEM-а. Оне су међусобно зависне, стога побољшање једне може ограничити другу величину. Најмања величина тачке на екрану катодне цеви је 0,1 mm. Квадрат на екрану катодне цеви чија је дужина странице 0,1 mm зовемо елемент слике или пиксел. Пиксел је основна јединица слике без унутрашње структуре једнолико дистрибуираног интензитета. Квадрат на екрану катодне цеви чија је дужина странице 100 mm садржи 1000x1000 пиксела слике.

Слика у SEM-у настаје постепено током времена па померање тачке на екрану катодне цеви одговара померању тачке на узорку. За сваки пиксел слике постоји одговарајући пиксел узорка. Најбоља резолуција се постиже када је пречник пробе (тј. волумен информација) једнак пикселу узорка. Ако је пречник пробе већи од пиксела узорка сигнали из суседних пиксела се преклапају па је резолуција деградирана. Ако је пречник пробе мањи од пиксела узорка сигнал је слаб [2].



Слика 9. Приказ снимања скенирајућег електронског микроскопа

3.2 Примена SEM-а

SEM налазе примену у многим научним областима као што су:

- Медицина;
- Форензика;
- Металуршка индустрија;
- Научна истраживања итд.

3.2.1 Примена SEM-а у медицини

SEM се у медицини користе када се врше анализе крви, где се упоређује здрава и нездрава крв, скенирање марамица пацијената како би се утврдио узрок болести пацијента. Такође могу проучавати стање организма здравог пацијента када му се намерно

у организам убади бактерија или вирус. На тај начин могу пратити промене и успоставити адекватне терапије лечења.

3.2.2 Примена SEM-а у форензици

SEM се у форензици користе како би се испитали докази нађени на месту злочина, односно убиства. SEM може скенирати металне фрагменте у људском телу и на тај начин донети резултате који је калибар метка коришћен. Такође може скенирати косу или кончић и на тај начин се може сазнати боја косе починиоца или материјал одеће коју је носио приликом злочина. На тај начин SEM повећава продуктивност полиције и олакшава им посао.

3.2.3 Примена SEM-а у металуршкој индустрији

У металуршкој индустрији SEM микроскопи имају задатак да прикажу састав метала и да на основу тих резултата се одреди чврстоћа и отпорност неког метала. На основу узорака метала срушеног авиона може се пронаћи шта је довело до несреће. Такође служе да испитају да ли је метал мање или више подложен корозији. А највећу примену имају приликом испитивања честица метала у различитим амбијенталним условима, тако што се повећава и смањује температура околине и прате те промене на металу, уколико честице метала подносе те промене, та врста метала се може користити за изградњу објеката који су стално изложене тим температурним променама.

3.2.4 Примена SEM-а у научним истраживањима

Постоји више сфера научних истраживања у којима се SEM микроскопи могу користити. На пример у сваком научном истраживању, научнику је потребно да погледа неке мале узорке како би имао увид у детаље. Биолозима SEM микроскоп служи да виде састав животињских и биљних ћелија и ткива, хемичарима да виде састав атома и молекула, инжењерима да виде састав материјала био он од пластике, метала, керамике или неке сложене мешавине. Све су то само од неких примера где SEM микроскопи налазе примену [7].

3.3 Припрема узорка

Узорци за SEM испитивање морају бити припремљени да издрже услове вакума и велику концентрацију електронског снопа и да буду тачно одређене величине како би могли да стану у предео за испитивање. Узорци се у већини случајева постављају на држач или холдер. Уколико је узорак некондуктиван, односно не спроводи струју, онда он има способност упијања електронског млаза, поготово код секундарног електронског млаза, што може довести до грешака приликом скенирања и добијена слика може бити

нетачна. Да би се добила тачна слика узорак мора бити кондуктиван, макар на површи и да има уземљење како не би дошло до електростатичког пуњења. Метални предмети имају посебан метод припреме за испитивање. Материјали који не спроводе струју се премазују танким слојем метала који има способност да спроводи струју како би скенирање могло бити исправно.

Некондуктивни материјали такође се могу скенирати без премазивања тако што се користи посебна опција за скенирање на микроскопу и то опција са ниским напоном скенирања. При овом начину скенирања узорак је постављен на постоље са релативно високим притиском тако да при електронском млазу се одржава адекватно низак вакум радне средине. Предео око узорка где је висок притисак неутралиже електростатичко пуњење и тако омогућава пролаз секундарном електронском млазу. Овај принцип скенирања се најчешће користи код скенирања делова оружја или муниције. Такође постоји и опција да се оригинални узорак замени синтетичком репликом када узорак није доступан или је забрањен за SEM испитивање због законских мера безбедности. То се спроводи у два корака:

1. Калуп оригиналног узорка се прави од силикона базираном на еластомерима и
2. У калуп реплике оригиналног узорка се сипа синтетичка смола и на тај начин добија најприближнија и за испитивање најтачнија реплика [3].

3.4 Држач/холдер узорка за редукцију пуњења

Сви Phenom десктоп микроскопи могу направити слику високе резолуције без обзира на то да ли је висока или ниска проводљивост метала или није проводљив уопште помоћу холдера за узорке који смањује пуњење.

У поређењу са кондуктивним узорцима, некондуктивни узорци су тежи за скенирање и добијања идеалне слике код електронских микроскопа. Они углавном захтевају додатну припрему узорка помоћу специјалне опреме, понекад чак и више тих припрема.

Холдер узорка за смањивање пуњења је направљен како би елиминисао те додатне припреме некондуктивних узорка. Овај холдер омогућава материјалима као што су:

- Папир;
- Полимери;
- Органске материје;
- Керамика;
- Стакло итд

да буду скенирани и приказани у оригиналном и природном стању.

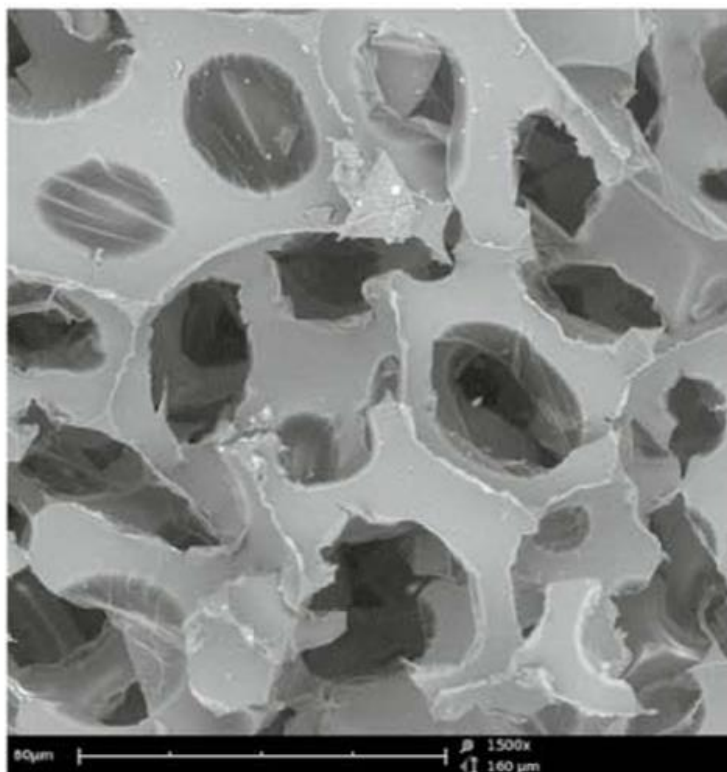
Кључне предности овог холдера су:

- До осам пута чистија слика него без холдера;
- Време скенирања узорка је убрзано тиме што је смањена процедура и избачене су додатне припреме узорка као и уштеда финансија на додатној опреми;

- Сваки узорак може бити скениран у природном и оригиналном стању [6].



Слика 10. Холдер за смањивање пуњења (лево)
Холдер за смањивање пуњења металних узорака (десно)

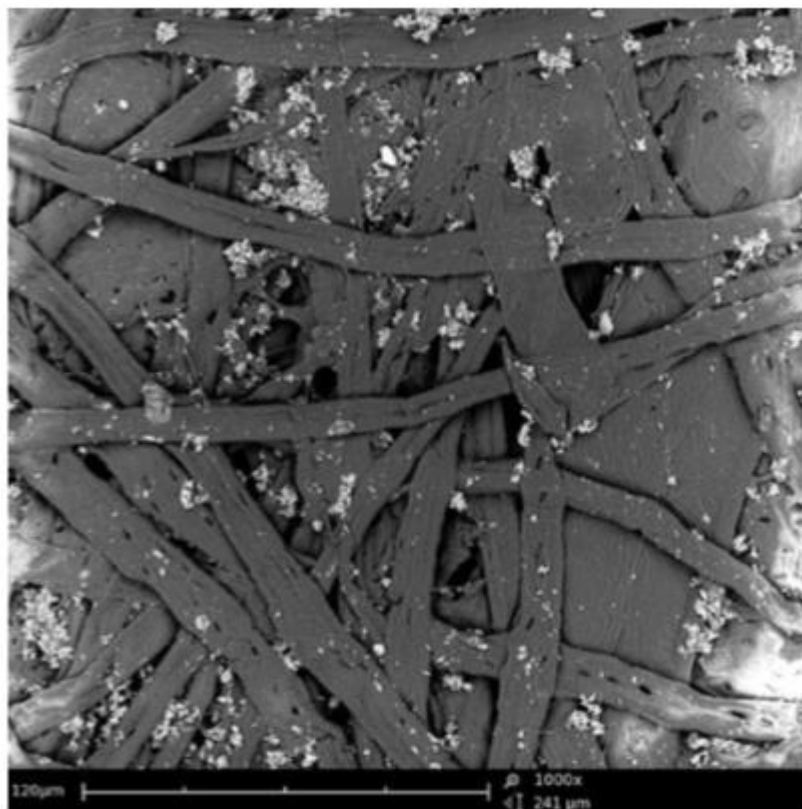


Слика 11. Полимер скениран помоћу холдера

Микроскопи Rhenot су дизајнирани као свестрана комбинација ниског напонског убрзања (5 kV), ниског вакума (0,1 mBar) и високог осветљења. Ова уникатна комбинација омогућава приказ слике високог квалитета за кондуктивне и некондуктивне узорке. Упркос подешеним опцијама, и даље постоји вероватноћа да ће понекад неки некондуктивни узорак испољити ефекат пуњења. Традиционални начин редуковања ових ефеката код скенирајућих електронских микроскопа је повећати стање вакума. Холдер

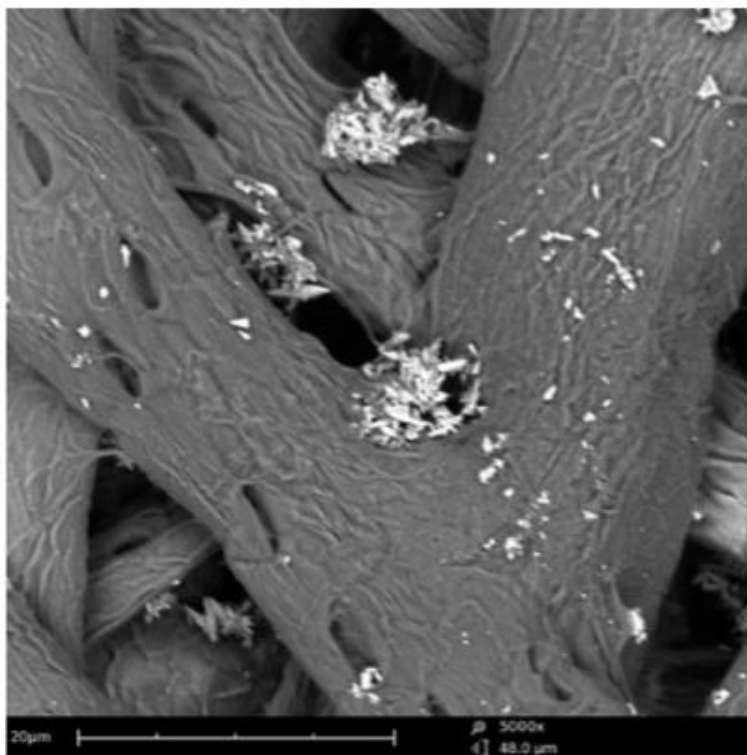
узорка за смањивање пуњења контролник притиска отвора и тако му омогућава дозвољени проток ваздуха у отвор узорка и на тај начин повећава притисак око узорка [6].

Проценат присутности ваздуха одржава оптимално редуковање пуњења и високог вакуума како би све било стабилно. У поређењу са стандардним холдерима, холдер за смањивање пуњења узорака даје далеко боље и чистије слике некондуктивних материјала.



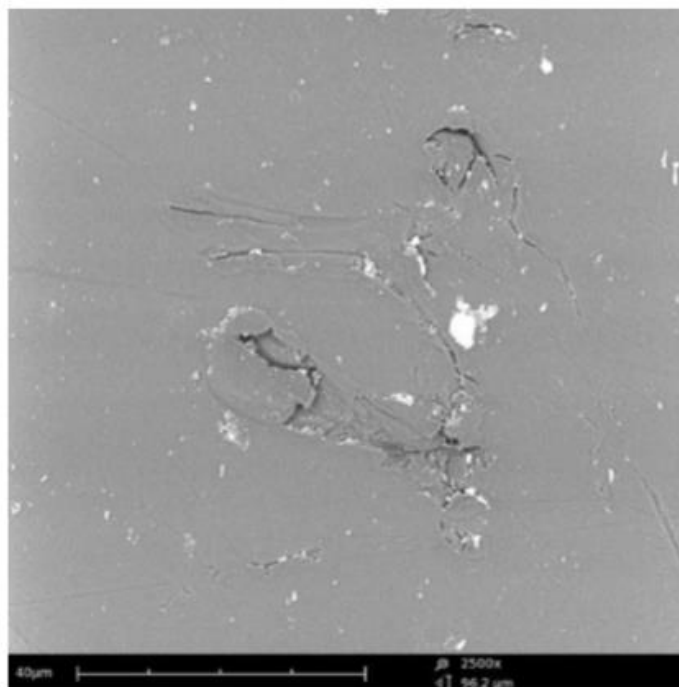
Слика 12. Приказ некондуктивног папира

Ова слика (слика 12.) је скенирана стандардним холдером са увећањем од 1000x. Бели предео са обе стране је део где се види пуњење. Приликом оволиког увећања слике пуњење постаје све више локализовано и деформисано, и што се више увећава, слика постаје све мутнија и мутнија док не дође до потпуног белила.

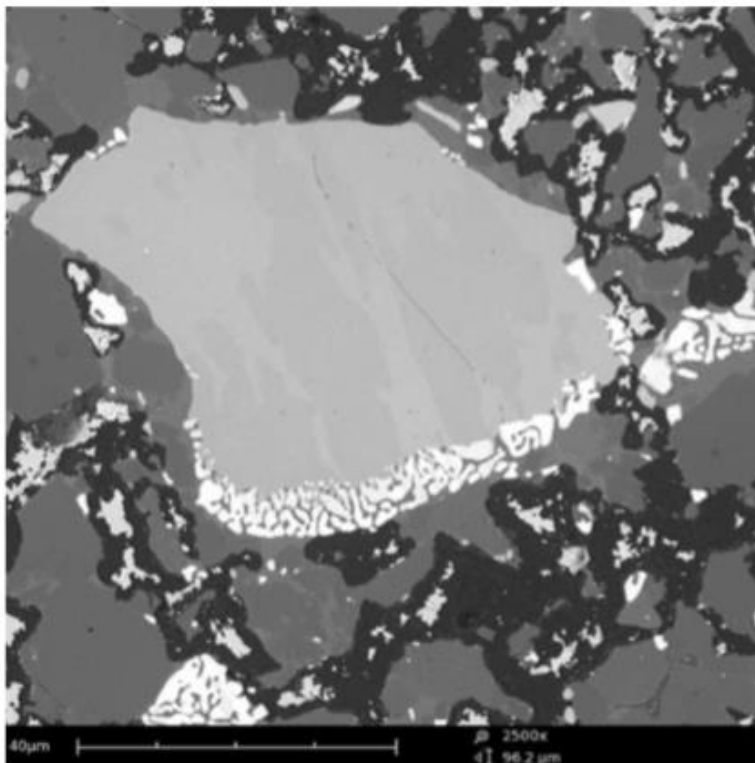


Слика 13. Приказ некондуктивног папира при увећању од 5000х

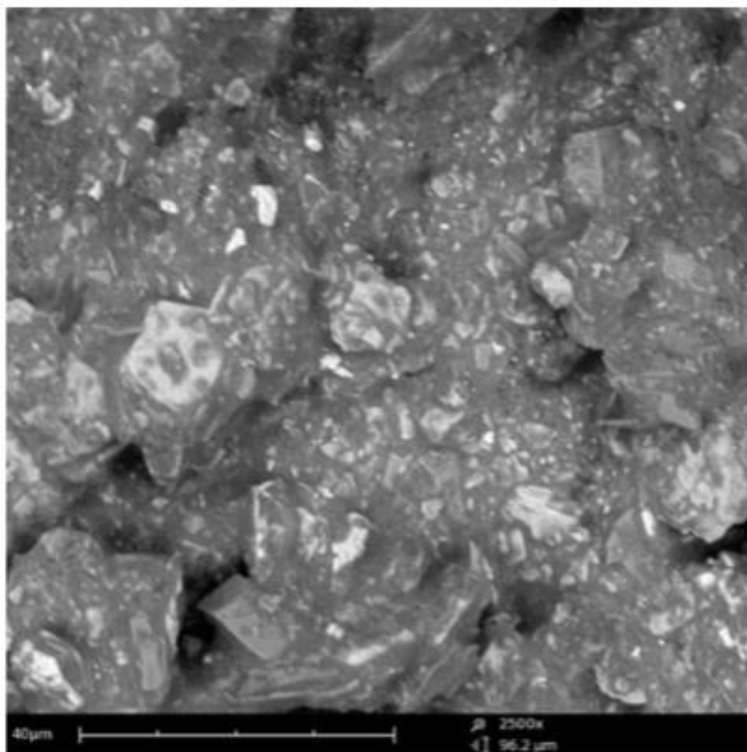
На слици изнад је приказан исти папир као и на слици 12. само што је овог пута слика увеличана 5000х, али слика је и даље чиста и пуна детаља.



Слика 14. Приказ оштећеног стакла увећаног 2500х



Слика 15. Приказ керамичког дела увећаног 2500x



Слика 16. Приказ гумице увећане 2500x

Холдер узорка за смањивање пуњења постоји у два модела који се могу прилагодити различитим узорцима:

1. Холдер за 3D објекте и неравне узорке на игланом стубу: мах 25 mm пречника и висине 30 mm (слика 17.);
2. Холдер за узорке на металном постољу: мах 32 mm пречника и висине 30 mm (слика 18.).



Слика 17. Убацивање игланог стуба у холдер



Слика 18. Убацивање металног постоља у холдер

3.5 Предности SEM-а

Избор инструмента за микроскопску анализу зависи, пре свега, од карактеристика честица металних прахова и синтерованих производа, али се сматра да је најефикасније коришћење скенирајућег електронског микроскопа из два битна разлога: због величине поља које може да се обухвати за анализу и због комбинације са квалитативном рендгенском анализом материјала, ради одређивања састава фаза у њему. Скенирајући електронски микроскоп (SEM) даје слику површине узорка. SEM скенира површину узорка, слику обликује детекцијом електрона који се одбијају од спољашње површине узорка и даје утисак дубине (3D).

Добијање слике узорка скенирајућим електронским микроскопом (SEM) омогућавају апсорбовани, повратно распрштени и секундарни електрони. Због тога узорак не мора да буде танак, што олакшава његову примену, а енергија електрона примарног снопа не мора да буде висока, јер електрони не морају да пролазе кроз узорак. Поред тога, додатним електромагнетним пољем (калема за скенирање) омогућено је контролисано и програмирано скретање снопа електрона. На тај начин се и изузетно мале површине узорка могу, линију по линију прегледати- скенирати.

Као што смо напред истакли, код SEM-а извор електрона је електронски топ, а упадни зрак се електромагнетним сочивима фокусира на узорак, при чему је омогућено и његово скретање ради скенирања узорка. Слика се добија испред узорка, а производе је одбијени и секундарни емитовани електрони.

Слику је могуће добити на флуоресцентној завеси, фотоосетљивом филму или забележити видео камером. Код новијих микроскопа узорак није директно уземљен, већ преко отпорника, кроз који нерелефни електрони стварају потенцијалну разлику. Она се може погодним инструментом појачати и уз компјутерску опрему искористити за формирање дигиталне слике треће генерације. Захваљујући таквим сликама могуће је праћење динамичних феномена у електронским уређајима, на пример у магнетним колима.

SEM је нашао велику примену у: геологији (састав тла, фосили), биологији (распоред елемената у организмима и органима), медицини, хемији, код испитивања материјала, форензичких испитивања, па чак и у археологији (мумије) [3].

4. 3D модел држача/холдера узорка за редуковање пуњења

У даљем раду је представљен холдер узорка за редуковање пуњења измоделиран у програму Catia V5 R21 заједно са игланим стубом, где је само холдер представљен као функционални модел, са техничком документацијом приказаном на крају рада као прилог.



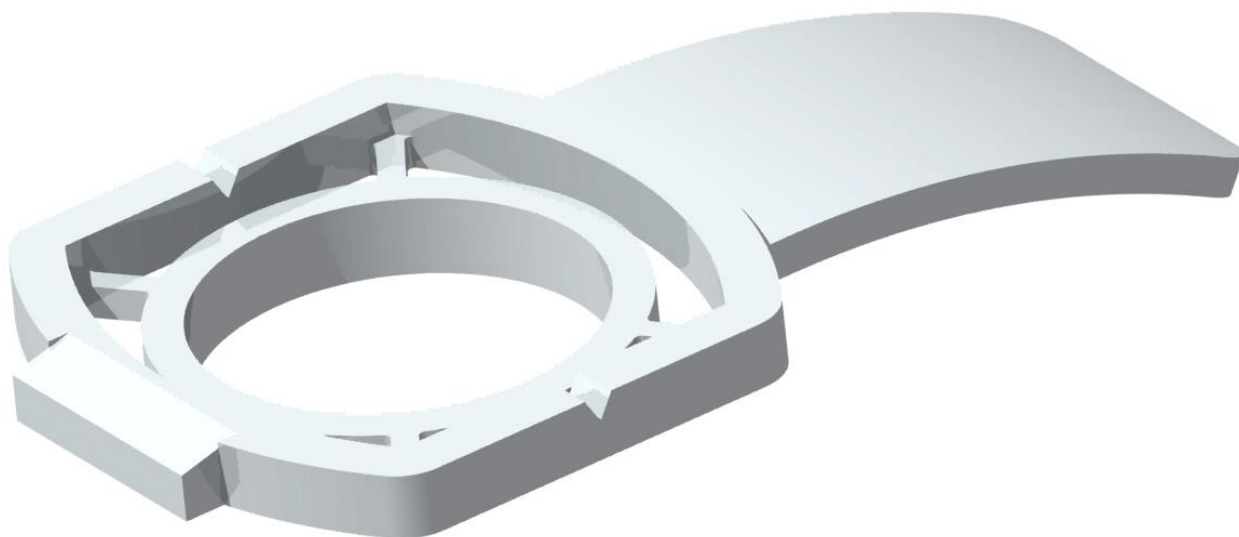
Слика 19. Склоп убаченог холдера за редуковање пуњења у иглани стуб (поглед са леве стране)



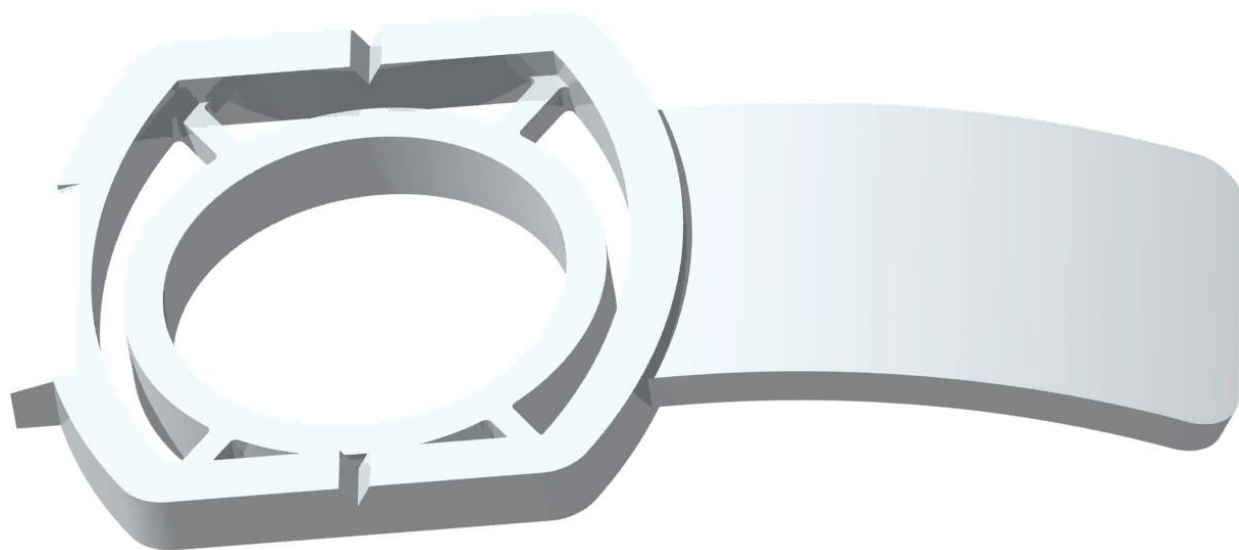
Слика 20. Склоп убаченог холдера за редуковање пуњења у иглани стуб (поглед са десне стране-одоздо)



Слика 21. Склоп убаченог холдера за редуковање пуњења у иглани стуб (поглед од позади)



Слика 22. Приказ функционалног модела холдера за редуковање пуњења (поглед са леве стране)



Слика 23. Приказ функционалног модела холдера за редуковање пуњења (поглед одозго)



Слика 23. Приказ функционалног модела холдера за редуковање пуњења (поглед одоздо)

5. Закључак

Конструисање скенирајућих микроскопа различитих врста заиста је омогућило да се виде ствари које се до тада нису могли. Да би се направили уређаји врло малих димензија потребно је добро видети саставне делове. Скенирајући микроскопи су омогућили и манипулацију врло малим деловима, што је омогућило спајање изузетно ситних уређаја. Због свега овога конструктори првих скенирајућих микроскопа, Binig и Rorer су били награђени Нобеловом наградом за физику 1986. године. Поред тога, скенирајући микроскопи су открили један сасвим нови свет, свет између света елементарних честица и малих атома са једне стране, и микросвета који може да се посматра под микроскопом, са друге. Инструменти за испитивање који се развијају постају све сложенији и бољи. Такође је откривено изобиље нових ефеката као и нових особина познатих материјала [5].

AFM има неколико предности у односу на SEM од којих је једна од најзначајнијих та да AFM може да створи 3D слику без неких специјалних додатних елемената. Код SEM је потребно изузетно скупо вакум стање да би се операције скенирања спровеле без грешака. AFM може да скенира слику у већој и бољој резолуцији него SEM, било то у вакум окружењу или у влажним условима. Такође AFM-и су подложни склапању са оптичким микроскопима и тако обезбеде побољшани оптички нишан, прихватљиве цене, који се махом користи у медицини, хемијским истраживањима, полимерним испитивањима, а највише у биологији.

Предности SEM-а у односу на AFM су те што SEM скенира из првог пута слику високе резолуције, један покушај једна добра слика. Такође SEM много брже скенира него АФМ и то је једна од великих мана АФМ-а, јер узорак скениран SEM-ом је приближан реалном времену скенирања, док АФМ има такозвани "delay" у односу на реално време. Такође код неких поступака скенирања АФМ-ом може доћи до оштећења узорка док код SEM-а нема таквих ситуација [1].

Холдер за редукацију пуњења је један од најважнијих делова модерних SEM-а јер он скраћује поступак припреме узорка и подешава идеалне услове за скенирање. Једна од великих предности холдера јесте што је компактан и лак за употребу.

Литература

- [1] http://en.wikipedia.org/wiki/Atomic_force_microscopy
- [2] <http://www.cam.msu.edu/facilities/scanning-electron-microscopy-sem/>
- [3] http://en.wikipedia.org/wiki/Scanning_electron_microscope
- [4] <http://www.scribd.com/doc/95534034/Ispitivanje-Materijala-Metodom-AFM>
- [5] <http://www.scribd.com/doc/263391753/Transmisijski-TEM-Skeniraju%C4%87i-SEM-Elektronski-Mikroskop>
- [6] <https://www.phenom-world.com/accessories/phenom-series/charge-reduction-sample-holder>
- [7] Скрипта The Fabolous Phenom

Прилог – 1. Техничка документација холдера за редуковање пуњења

