

Elektron Mikroskopi Laboratuvarı (EML)

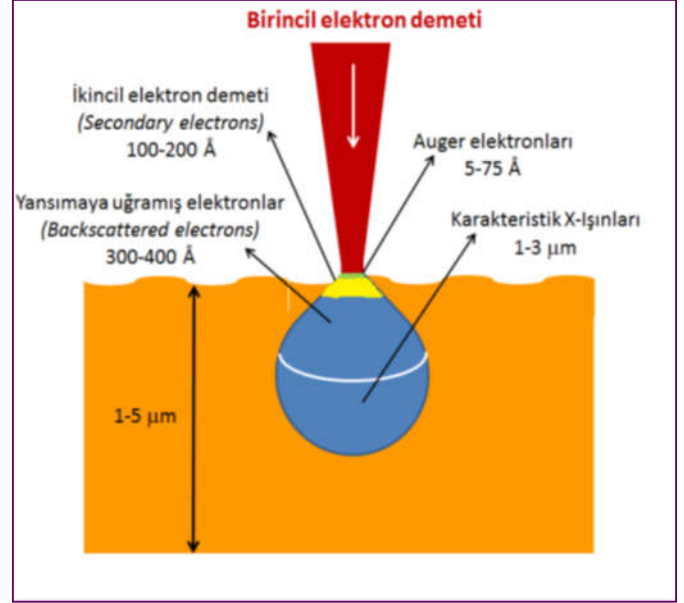
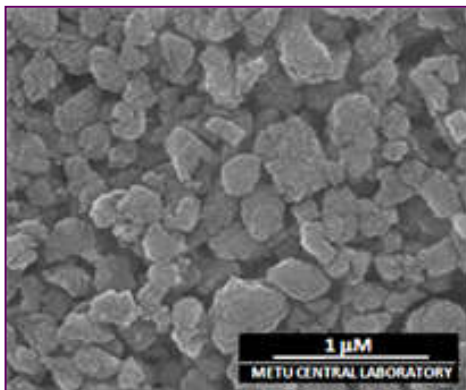


Mikro ve nano yapıların görüntülenmesi, Ar-Ge çalışmalarının vazgeçilmez bir parçasıdır. ARGE Eğitim Merkezi'nde bulunan Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) ile, malzemelerin mikro ve nano boyutta görüntülenmesi, EDS (Energy Dispersive X-ray Spectroscopy) ile elementel kompozisyonlarının belirlenmesi ve EBSD ile kristal bilgilerinin alınması mümkündür.

TEMEL PRENSİPLER

SEM görüntüsü, yüksek voltaj ile hızlandırılmış elektronların, yüksek vakum ortamında, numune üzerine odaklanması, bu elektron demetinin numune yüzeyinde taratılması sırasında elektron ve numune atomları arasında oluşan çeşitli etkileşimler sonucunda oluşan ürünlerin uygun algılayıcılarda toplanması ve sonuç olarak ekrana aktarılmasıyla elde edilir.

Oluşturulan elektron demeti ile **K-haritası** numune arasındaki etkileşim sonucunda oluşan ürünler aşağıdaki şekilde şematik olarak gösterilmektedir. SEM analizlerinde temel olarak algılanan ürünler ikincil elektronlar (secondary electrons, SE) olarak tanımlanır. İkincil elektronlar numune yüzeyinin 10 nm veya daha düşük derinlikten geldiği için numunenin yüksek çözünürlüğe sahip topografik görüntüsünün elde edilmesinde kullanılır.



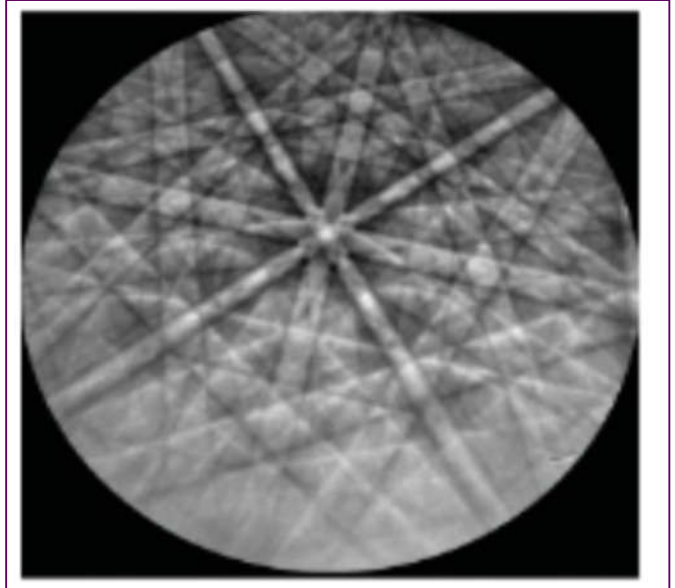
Merkez Laboratuvarındaki SEM' yüksek vakum koşullarında Field Emission elektron tabancası ile 1.2 nm çözünürlüğe sahip görüntü alınabilmektedir. Ayrıca düşük vakum (LV) ve ortamsal SEM (ESEM) modları da kullanılmaktadır.

Farklı Analiz Modları:

Yüksek vakum: iletken örnekler, toz örnekler, ince filmler, kaplanmış yalıtkan örnekler.

Düşük Vakum: Kaplama yapılmamış yalıtkan örnekler, polimerler, cam örnekler.

ESEM: biyolojik örnekler, su ihtiva eden örnekler.



Elektron Prob Mikro-Analiz Cihazı (EPMA)

EPMA katı maddelerden seçilen küçük alanların ($\geq 1 \mu\text{m}$) elemental ve kimyasal analizinin yapıldığı bir tekniktir. Bu teknik odaklanmış elektron demetinin X-ışınlarını uyarmasına dayanır. Bu teknik ile numunedeki elementlerden gelen karakteristik X-ışınlarının yoğunluğu/şiddeti standart örneklerinkine kıyaslanarak $\pm 1\%$ kesinlikte nicel konsantrasyonlar belirlenebilir. Ayrıca, karakteristik X-ışını yardımıyla elementlerin foton enerjileri veya dalga boyları nitel olarak elde edilebilir. Belirlenen elementlerin numune içindeki dağılımları çizgi-profilleri ya da iki boyutlu haritalar şeklinde kaydedilebilir. İki boyutlu haritalar ile elemental konsantrasyonlar elde edilebilir.

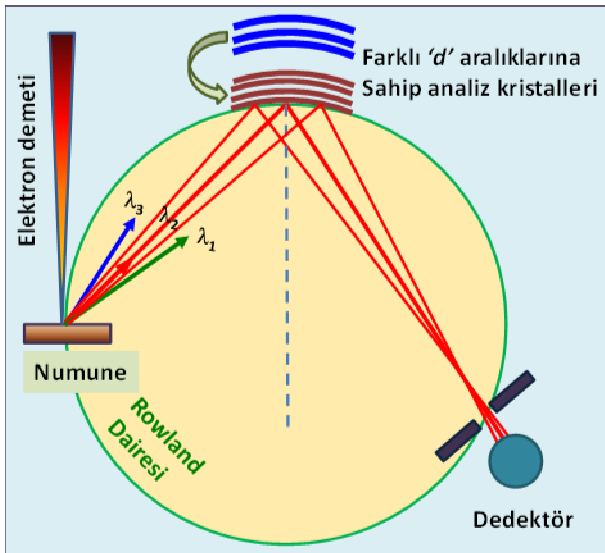
TEMEL PRENSİPLER

EPMA (Elektron prob mikro-analiz) cihazında 1 adet EDS (energy saçılımı spektrometre) dedektörü ve 4 farklı kristale (LDE2-TAP-PET-LIF) sahip 3 adet WDS (dalga boyu saçılımı spektrometre) dedektörü bulunmaktadır.

Elektron prob mikro-analiz cihazı çok kararlı akım ve boyutu kontrol edilebilen prob ile numune üzerine elektron demeti düşürülmesini sağlar. Cihaz her elemente ait karakteristik X-ışınları sayısını WDS dedektörü yardımıyla dalga boylarına göre ayırarak ölçer (Şekil 1).

WDS ile ölçümler nicel ve nitel olarak yapılmaktadır. WDS ile EDS'e (enerji saçılımı spektrometre) göre daha yüksek hassasiyette ölçümler yapılabilmektedir.

Laboratuvarımızda nicel ölçümler için standart numune setlerimizin belirli aralıklarla kalibrasyonu yapılmaktadır.



Şekil 1. Dalga boyu saçılımı spektrometrenin (WDS) şematik çalışma prensibi



Şekil 2. EPMA'da kullanılan numuneler. a) ince kesit, b) epoksilde hazırlanan katı standart bloklar

NUMUNE ÖZELLİKLERİ

EPMA'da düzgün yüzeyli ince kesit ve epoksilde hazırlanmış katı blokların analizi yapılabilir (Şekil 2). Her iki çeşit numunenin de çok iyi parlatılmış olması gerekmektedir. Parlatılmış ince kesitler için genel özellikler şöyledir:

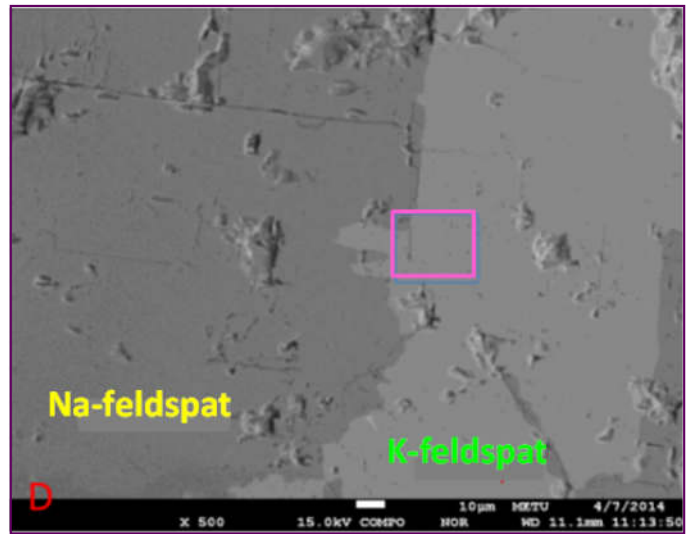
45-47 mm uzunluk

25 mm genişlik

1 mm kalınlık

Analizi yapılacak numuneler karbon kaplandıktan sonra işleme alınır. Karbonun ideal kalınlığı yaklaşık 20 nm olmalıdır. Karbon kaplamadan verimli sonuç alabilmek için yüzeyin pürüzsüz olması gerekmektedir.

ÖRNEK ÇALIŞMALAR



Şekil 3. Na-feldspat ve K-feldspat'ın kompozisyonel görüntüsü. (Renkli görüntüler ise pembe karenin bulunduğu alandan yapılmış elementel haritalamaya ait görüntüler).

Laboratuvar e-posta: mlabeml@metu.edu.tr