

HƯỚNG DẪN MẪU CHUẨN BỊ CHO KÍNH HIỂN VI ĐIỆN TỬ

NHỮNG CHÚ Ý CƠ BẢN

Khi sử dụng kính hiển vi SEM cần phải tuyệt đối tuân thủ theo đúng yêu cầu về mẫu và chân không dựa theo các nguyên lý sau:

1. Mẫu phải đảm bảo sạch đến mức tối đa có thể. Mọi nhiễm bẩn từ mẫu đều có thể làm hư hại hệ thống chân không của kính dẫn đến giảm hiệu quả sử dụng sau này.
2. Các mẫu không dẫn điện phải được quan sát ở chế độ chân không thấp hoặc ESEM. Chỉ được quan sát ở chân không cao khi đã phủ mẫu. Việc dùng sai có thể làm bẩn buồng chân không.
3. Các mẫu ướt, mẫu rắn, mẫu hữu cơ (dầu/chất béo), các mẫu có khả năng sinh khí, bay hơi chỉ được sử dụng ở chế độ ESEM và phải tuân thủ yêu cầu chuẩn bị mẫu nghiêm ngặt như bên dưới
4. Các mẫu bột phải đảm bảo gắn chắc chắn với keo dính, loại bỏ hoàn toàn các hạt tự do trước khi đưa vào buồng mẫu.
5. Luôn sử dụng gang tay sạch, các dụng cụ sạch khi tiếp xúc với mẫu và các phụ kiện trong buồng mẫu của SEM
6. Không chạm tay trần, thổi mẫu bằng miệng hoặc thổi/thở vào trong buồng mẫu vì các chất hữu cơ sẽ làm bẩn mẫu và buồng mẫu.
7. Không đưa giá mẫu trong buồng kính hiển vi ra ngoài để chuẩn bị mẫu. Cần chuẩn bị trên một giá mẫu riêng bên ngoài.
8. Các dụng cụ tiếp xúc nên thường xuyên được rửa sạch bằng siêu âm rồi làm khô khi bảo quản.
9. Mẫu khi gắn phải đảm bảo chặt, không để chân không buồng mẫu hút bay gây nguy hại cho kính.
10. Ngoài chân không, lựa chọn chất nền, keo gắn mẫu, phương pháp chuẩn bị mẫu và thể gia tốc là rất quan trọng.

CHUẨN BỊ MẪU

Mẫu cho SEM bao gồm tất cả các loại, hình dạng và kích cỡ khác nhau. Kỹ thuật chuẩn bị do đó phải được đặt ra để thực hiện được với tất cả sự khác nhau từ các mẫu hoàn hảo đến các mẫu phức tạp. Các vấn đề chúng ta phải thường xuyên phải đối mặt là các yếu tố sau:

Tạo mẫu

Các mẫu hầu hết yêu cầu phải cắt/phá hủy mẫu. Do đó cần phải tìm một kỹ thuật tương thích với tính chất của vật liệu mẫu. Đầu tiên chúng ta có thể chia thành hai nhóm vật liệu kim loại và các phi kim loại.

Thông tin chi tiết xin liên hệ: Công ty TNHH Thiết bị Khoa học Kỹ thuật An Dương

Tel: 04 62782595 / Fax: 04 62782597 HCM office: 08 6296 8119

Email: info@adgroup.vn

www.adgroup.vn

Kim loại

Kim loại thường được cắt nhỏ bằng máy cắt cơ học chính xác. Mỗi một loại vật liệu cần được cắt ở các chế độ khác nhau. (Xem thêm phần lựa chọn máy cắt, lưỡi cắt trong file trình bày riêng chuẩn bị mẫu kim tương).

Các mặt cắt phản ánh bản chất của mẫu do đó nó cần được chuẩn bị một cách rất cẩn thận để tạo ra một mặt cắt chi tiết, đặc trưng cho mẫu nghiên cứu.

Trong phòng thí nghiệm một mẫu nhỏ có thể được cắt từ thép bằng nhát cắt chính xác, đôi khi có thể sử dụng bằng bẻ gãy sau khi làm đông cứng với ni tơ lỏng. Các hợp kim có tính đàn hồi lớn thì có thể cần làm mát trong ni tơ lỏng trước xử lý gây sốc để tạo mẫu.

Phi kim loại

Nhóm này bao gồm nhựa, gốm sứ, và các vật liệu hữu cơ. Có rất nhiều các kỹ thuật khác nhau cho dòng vật liệu phức tạp này, nhưng một nguyên tắc chung là tạo mẫu tốt nhất nên được thực hiện ở nhiệt độ thấp.

Nhựa, thường có thể dễ dàng bẻ gãy bằng cách ngâm trong ni tơ lỏng và bẻ gãy khi ở ở nhiệt độ thấp.

Một số mẫu gốm/sứ không phải là dễ dàng bị bẻ gãy ở nhiệt độ thấp. Chúng có tính chất đàn hồi cao, do đó sau ngâm ni tơ lỏng vẫn phải tác động một lực va chạm để bẻ gãy. Số còn lại có thể bẻ gãy với các tác động nhỏ hơn và có thể không cần nhiệt độ thấp như là tấm silicon chẳng hạn.

Vật liệu hữu cơ cần được chuẩn bị kỹ hơn và chú ý đến chi tiết các tác động có thể gây hư hại lên định dạng và các cấu trúc của mẫu. Vì thế mà có thể phải cần đến các thiết bị chuẩn bị mẫu đặc biệt trong nhiệt độ thấp gọi là Cryo-SEM. Đây là một phương pháp làm đông mẫu trong một buồng ni tơ lỏng sau đó được chuyển đến một giá mẫu gắn trên cổng của buồng kính SEM. Tại đây, mẫu có thể được bẻ gãy, và, hoặc thậm chí được phủ mẫu trước khi đưa vào buồng mẫu quan sát. Các mẫu điển hình bao gồm: thực phẩm, mô thực vật và động vật, chất bán rắn (chất béo / dầu).

Cắt mẫu

Theo phương pháp này, cần chia thành các vật liệu cứng và mềm để phân biệt sự khác biệt giữa các phương pháp đánh bóng hoặc cắt để tạo ra một bề mặt thể hiện chi tiết cấu trúc bên trong của mẫu.

Mẫu cứng:

Thông tin chi tiết xin liên hệ: Công ty TNHH Thiết bị Khoa học Kỹ thuật An Dương

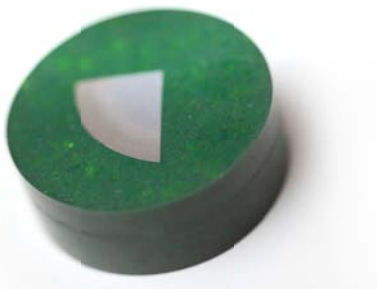
Tel: 04 62782595 / Fax: 04 62782597 HCM office: 08 6296 8119

Email: info@adgroup.vn

www.adgroup.vn

Mặt cắt ngang

Các vật liệu cứng thường là vật liệu tổng hợp, tức là các sản phẩm thương mại hoặc các vật liệu chuyên dụng, chẳng hạn như kim loại, đá, gốm sứ và thủy tinh. Một số có thể được đúc trong nhựa (resin, epoxy,.. hoặc Bakelite), ví dụ như kim loại để xử lý dễ dàng khi cắt và đánh bóng. Đúc mẫu trong resin là phương pháp phổ biến cho các mẫu đá để đảm bảo loại bỏ hết khí, nước hoặc dầu trong mẫu trước khi cắt và đánh bóng.



Chuẩn bị bề mặt

Phương pháp cắt có thể được sử dụng bằng đĩa cắt hoặc lưới cắt kim cương. Các mẫu kim loại là thường chỉ cần đánh bóng bề mặt từ thô ghè thành một mặt phẳng mịn bằng cách sử dụng các dạ đánh bóng các hạt kim cương kích thước xuống đến 1/4 micron.

Các mẫu đá cần một quá trình mài sau cắt và trước khi đánh bóng bởi các vải thủy tinh với carborundum. Sau đó đánh bóng một lần nữa với bột kim cương 1 hoặc 1/4 micron. Mặc dù tất cả điều này có thể được hiện bằng tay, nhưng máy tự động giúp giảm bớt nhân công thường cho mặt phẳng chính xác hơn mài đánh bóng bằng

Đánh bóng điện hóa kim loại có lợi thế khác, bởi vì đây là kỹ thuật ăn mòn một số kim loại để tạo ra một bề mặt với các phân bố nguyên tử, sạch và hiển thị rõ các phân bố pha trên đó.

Đánh bóng bằng ion cũng có thể cung cấp các bề mặt chi tiết cấp nguyên tử, sạch nhưng quan trọng là thiết bị phải chụp được các chi tiết nhỏ trên đó.

Sự cần thiết cần có một bề mặt phẳng thường là để cho phân tích WDS hơn là EDX, sau đó là cần thiết cho các phân tích các thành phần pha khác nhau trên bề mặt bởi tín hiệu BSE. Một số mẫu cần thiết cho phân tích huỳnh quang cathode (CL) với các nguyên tố phát sáng trắng.

Các vật liệu tổng hợp có thành phần rất phức tạp và chính xác. Phương pháp tốt nhất được phát hiện cho đến nay mà đảm bảo thành phần không bị xáo trộn là sử dụng sợi cắt kim cương. Đây là một dây vonfram với kim cương được phủ ngoài. Sợi kim cương được quay đều bởi hai ống suốt ở hai đầu. Dây kim cương sẽ được vắt ngang qua mẫu tại vị trí cắt. Nước làm mát dùng để bôi trơn và cũng làm sạch dây. Phương pháp này có thể được dùng rất tốt cho một số vật liệu mà không cần phải mài hoặc đánh bóng tiếp sau đó.

Mẫu mềm:

Cắt ngang hoặc tạo lát mỏng

Mẫu trước khi cắt đòi hỏi phải được cung cấp thông tin đầy đủ hai yêu cầu sau để đảm bảo thành công. Đó là độ cứng và độ rắn để lựa chọn lưới cắt kim loại hoặc lưới cắt kim cương. Nếu không



ống

trình
bột

thực
và
tay.

thuật
cấp

Thông tin chi tiết xin liên hệ: Công ty TNHH Thiết bị Khoa học Kỹ thuật An Dương

Tel: 04 62782595 / Fax: 04 62782597 HCM office: 08 6296 8119

Email: info@adgroup.vn

www.adgroup.vn

bề mặt cắt có thể bị dính các hạt từ vật liệu đúc hoặc vật liệu làm lưỡi cắt.

Do đó, biết trước được độ cứng của mẫu là cần thiết để đảm bảo mẫu không bị biến đổi bề mặt hay nhiễm các thành phần khác trên bề mặt đặc biệt là khi đi phân tích tia X.

Những kỹ thuật cắt này thường được gọi là máy vi cắt (microtome). Với cấp độ macro là lưỡi cắt kim loại hoặc kim cương còn với cấp micro thì sử dụng dao cắt kim cương. Phương pháp cắt macro có thể được sử dụng trên các vật liệu tổng hợp, vật liệu nhúng, nhựa, sơn, cao su, gỗ và giấy.

Máy siêu cắt Ultra-microtomy là một kỹ thuật sử dụng cho TEM, mà cho SEM cũng có thể được sử dụng trong trường hợp chuẩn bị các mẫu kim loại nặng (Os/Pd/U) mà được gắn trên các mẫu sinh học.

Phương pháp cắt bằng đông sâu thông thường ít được sử dụng trong TEM ngoại trừ các vật liệu polymer mà có các thành phần có độ cứng khác nhau mà cần phải kiểm tra. Với kỹ thuật này, bề mặt cắt khá phẳng, ít gồ gề và không ảnh hưởng đến kết quả.

Một phương pháp cắt khác, mặc dù hơi thô nhưng hiệu quả, là sử dụng dao mổ. Phương pháp này có thể được sử dụng khi kết quả phân tích và hình ảnh là không hoàn toàn phụ thuộc vào bề mặt hoặc thành phần trên tín hiệu BSE.

Mẫu phân tán.

Đây là loại mẫu chuẩn bị khó khăn nhất để đảm bảo một cách chính xác cao trên một chất nền hoặc lớp phủ kim loại. Các quan sát thu được thường cần phải loại trừ khả năng tích điện của nhựa đúc mẫu, phân biệt vùng sáng, tối do tích điện bề mặt cũng như độ trôi của hình ảnh.

Loại mẫu này có thể được chia thành hai loại cho đơn giản bao gồm các chất phân tán ướt (trong huyền phù) và phân tán khô (bột / sợi).

Phân tán ướt: Huyền phù

Polyme, sơn và các thành phần sinh học là các mẫu chính trong nhóm này. Bản chất của kỹ thuật sẽ phụ thuộc vào mật độ huyền phù, kích thước của các vật liệu trong đó, và quan trọng là tách các hạt riêng biệt, tránh để chồng lên nhau. Có những phương pháp riêng để chuẩn bị cho mẫu sinh học, tùy thuộc vào tầm quan trọng của cấu trúc chi tiết cần quan tâm vì các kỹ thuật này liên quan đến việc làm khô mẫu tới hạn, nó không đơn giản như làm khô thông thường vì sẽ làm biến dạng cấu trúc tế bào.

Pha loãng.

Pha loãng chính xác mẫu huyền phù có thể được thử nghiệm ở nhiều cấp khác nhau và chọn ra hàm lượng pha loãng phù hợp nhất. Các dung môi thường được sử dụng pha loãng là:

- Nước cất hoặc nước khử khoáng
- Cồn tuyệt đối, Ethanol
- Acetone
- Isopropanol

Sự lựa chọn phụ thuộc vào tính chất hóa học của vật liệu mẫu, và/hoặc dung môi có sẵn trong

Thông tin chi tiết xin liên hệ: Công ty TNHH Thiết bị Khoa học Kỹ thuật An Dương

Tel: 04 62782595 / Fax: 04 62782597 HCM office: 08 6296 8119

Email: info@adgroup.vn

www.adgroup.vn

huyền phù.

Acetone có thể làm hư hại các thiết bị sử dụng với phương pháp này, do đó cần cẩn thận khi sử dụng với dung môi này.

Sau mỗi bước pha loãng mẫu cần được đặt trong bể siêu âm tối thiểu 10 phút để đảm bảo tách hoàn toàn các hạt.



Thử nghiệm bằng cách sử dụng pipette nhỏ huyền phù trong cón sạch lên các lam kính sạch. Sấy khô dưới đèn hồng ngoại, tủ sấy, bếp điện hoặc chân không để đảm bảo mẫu khô.

Sau đó sử dụng đế mẫu (stub) gắn sẵn băng dính các bon dẫn điện hoặc đồng ấn lên mặt mẫu đảm bảo mẫu dính chắc trên đế mẫu. Sử dụng bình xịt khí sạch thổi sạch các hạt tự do bám trên bề mặt để đảm bảo không làm bắn buồng chân không.

Trường hợp cần thiết có thể phủ một mẫu kim loại (Au, Au / Pd) hoặc bốc bay cacbon dẫn điện. Khi đó có thể gắn cả lam men kính lên trên đế mẫu để phủ mẫu.

Chú ý: không phủ hạt toàn bộ bề mặt của đế mẫu để tránh các hạt xếp chồng lên nhau, khó quan sát. Để quan sát nhất là khoảng tối đa 2-3 hạt tụ lại thành một đám, còn lại là các hạt đứng riêng lẻ. Do đó, các thử nghiệm trước là cần thiết để xác định độ pha loãng phù hợp.

Một cách khác nếu muốn các hạt tách rời nhau là lấy một đầu tăm (tăm sạch lấy mẫu) chấm lên bột đã sấy khô rồi chấm lên một góc của mặt đế gắn băng dính các bon. Sử dụng lưng của tăm gạt đều về một phía (theo một chiều) sang góc bên kia. Các hạt sẽ được phân bố từ đậm đến thưa dần. Khi đó dễ dàng hơn khi chọn mặt độ quan sát phù hợp.

Cách khác nữa là có thể sử dụng bình phun sương để làm các hạt phân tán đều.

Sự khác nhau giữa lựa chọn pipetting hay bình phun sương atomising chính là kích thước hạt và sự phân tán đồng đều. Pipet được cho là phù hợp với các hạt nhỏ kích thước dưới micron đến vài chục micron nhưng độ phân tán không đều. Trong khi bình phun sương bị giới hạn vì chỉ phù hợp với các hạt trên 100micron nhưng lại cho phân tán đều.

Chú ý rằng các mẫu khi hoà tan bằng bể siêu âm hoặc siêu âm nếu có tần số cao và thời gian lâu có thể bị làm thay đổi đa cấu trúc. Khi sử dụng bình phun sương thì bắt buộc phải đánh tan mẫu bằng siêu âm trước.

Sử dụng Pipette

Được sử dụng để nhỏ 1-2 giọt mẫu đã pha loãng và đánh tan bằng siêu âm lên bề mặt đế mẫu cacbon/đồng. Sử dụng đầu tip mới mỗi lần sử dụng. Để khô mẫu trước khi quan sát hoặc phủ mẫu. Kết quả là các hạt sẽ phân tán thành những vòng tròn đồng tâm, thông thường các hạt lớn sẽ ở trung tâm, các hạt nhỏ hơn sẽ được phân tán dần ra các vòng ngoài.

Bình Phun sương

Thông tin chi tiết xin liên hệ: Công ty TNHH Thiết bị Khoa học Kỹ thuật An Dương

Tel: 04 62782595 / Fax: 04 62782597 HCM office: 08 6296 8119

Email: info@adgroup.vn

www.adgroup.vn

Kỹ thuật này liên quan đến nhóm thiết bị mang tính thuật hơn là khoa học. Có thể sử dụng các bút phun hoặc bàn chải khí mà thường được sử dụng trong vẽ. Lợi thế là các dụng cụ này cho phép thay đổi kích phân tán ở đầu vòi phun (khẩu độ), sẽ có một phạm kích thước cụ thể của các hạt có thể được phun.

Sau khi huyền phù được đánh tan và đưa vào trong phun sương, sẽ được phun trực tiếp lên trên mặt băng cacbon. Phun ở một góc 45° thông qua một ống đường kính khoảng 10cm, dài khoảng 30cm.

Số lần phun và thời gian phun tùy thuộc vào kinh nghiệm, tuy nhiên thông thường là phun khoảng 2-3 lần. Điều tối quan trọng là triệt để làm sạch các vòi phun bút khi thay đổi mẫu. Ngoài ra, mẫu cũng có thể được nạp vào chai riêng biệt gắn trên bút/bình phun sương. Acetone không nên được sử dụng với kỹ thuật này.

Kỹ thuật kẹp giữa “Sandwich”

Một số mẫu dạng huyền phù rất khó quan sát do bị tích điện bề mặt (charging) dù là ở chế độ ESEM. Khi đó, kỹ thuật kẹp giữa “sandwich” có thể được sử dụng để kẹp mẫu giữa hai lớp dẫn điện.

Trước hết một miếng lam kính/thạch anh (hình 3) được rửa sạch bằng cồn, phơi khô rồi gắn lên đế mẫu. Đưa vào phủ một lớp kim loại dày, nằm dưới, cường độ phủ mẫu cao, thời gian ngắn. Khi đó bề mặt của lớp phủ kim loại sẽ bị tạo ra các vết nứt. Mẫu huyền phù sau đó nhỏ lên trên lớp kim loại mới phủ bằng phương pháp tương ứng, phơi khô. Hiện tượng mao dẫn sẽ làm các hạt lọt xống các khe nứt của lớp phủ kim loại. Lớp phủ thứ hai bằng bất kỳ đích gì sẽ được thực hiện lâu hơn, cường độ thấp hơn đảm bảo mịn và mỏng. Các hạt sẽ được kẹp chặt bởi các lớp dẫn điện nên đảm bảo không bị tích điện bề mặt xung quanh, cho hình ảnh đẹp, dễ quan sát.

Tách kích thước bằng bình tách hạt

Tách các hạt có kích thước khác nhau của huyền phù giản hơn là khi chúng đã được cố định trên đế mẫu.

Khi muốn tách thì một thiết bị đơn giản là sử dụng bình tách. Đó là một thiết bị với nhiều vị trí phun sương cho các đầu từ hạt lớn nhất đến hạt nhỏ nhất nhờ các khẩu độ khác nhau. Có thể phun các kích thước hạt khác nhau lên mẫu khác nhau để quan sát.

Mẫu phân tán khô: Bột / sợi

Với các vật liệu phi kim loại ở dạng bột thì cần một kỹ thuật để đảm bảo rằng ít nhất một số hạt được gắn chắc chắn trên đế mẫu cho SEM. Lựa chọn phương pháp dính tốt ngay từ đầu sẽ hạn chế được sự nhiễm bẩn của các hạt trong buồng chân không. Trong khi đó, lựa chọn keo dính tốt sẽ loại bỏ được sự tích điện bề mặt. Điều này cực kỳ quan trọng khi phân tích EDX.

Thông tin chi tiết xin liên hệ: Công ty TNHH Thiết bị Khoa học Kỹ thuật An Dương

Tel: 04 62782595 / Fax: 04 62782597 HCM office: 08 6296 8119

Email: info@adgroup.vn

www.adgroup.vn



nghệ
sương
tranh.
thước
vi

bình



đơn

hạt.
hạt bất
khác
các để

thuật

Các mẫu bột kim loại thường không có vấn đề gì phức tạp nhưng các keo dính loại băng dính hai mặt thường có chứa một vi lượng kẽm cacbonat mà có thể được thể hiện khi phân tích EDX.

Các mẫu sợi thường gây ra khó khăn hơn bởi sự kết dính lỏng lẻo của chúng với các chất nền. Thao tác bằng cách gắn một đầu của sợi để mẫu chờ cho khô, sau đó kéo sợi đi lại đều trên bề mặt của đế mẫu. Các sợi thừa có thể được cắt đi. Có thể sử dụng những đế mẫu đặc biệt cho mẫu sợi. Khi gắn sợi lên stub có thể sử dụng keo gắn bạc hoặc các bon để đảm bảo chắc chắn. Sự lựa chọn chất nền là rất quan trọng bởi tất cả các sợi đều có các cấu trúc phụ.

Các sợi hữu cơ phù hợp với các cơ chất có nền Z thấp như carbon. Lớp phủ kim loại nên được thực hiện cẩn thận vì sự hư hại có thể xảy ra cho sợi hữu cơ khi bức xạ nhiệt.

Lựa chọn chất kết dính

Sử dụng băng dính cacbon để gắn các hạt khô thực sự dễ dàng hơn nhiều. Trước hết phân bột trên một bề mặt sạch (lam kính) và ấn để có gắn carbon xuống bột, sử dụng bình xịt khí để thổi các hạt tự do đi.

Khi cần thiết có thể phủ mẫu. Sử dụng keo bon thì tốt hơn trong các trường hợp mà các cần được giữ chắc trong chất nền. Sau khi sử dụng khí sạch để thổi thì có thể phủ mẫu nếu cần



là
tán
mẫu
sạch

các
hạt
dùng
thiết.

Giấy lọc

Dùng để thấm mẫu vào giấy lọc, làm khô rồi quan sát ở chế độ chân không thấp hoặc ESEM. Thu nhận bột hoặc mẫu sợi bởi giấy lọc không phải là phương pháp tốt nhất cho SEM bởi tạo ra các lỗ/khe rỗng sẽ có khí mà ở đó không thể dẫn điện được. Sử dụng giấy lọc cellulose acetate tốt hơn loại giấy lọc dạng sợi. Khi cần thiết có thể phủ mẫu để tạo bề mặt đồng nhất hơn. Trong trường hợp bị tích điện bề mặt cao thì một lớp phủ cacbon trước khi phủ một lớp kim loại trên cùng là cần thiết.

Mẫu sinh vật sống.

Côn trùng

Mẫu côn trùng cần loại bỏ chất béo hữu cơ trước khi được đặt vào chân không. Mẫu nên được ngâm trong ethyl-alcohol trong ít nhất 1 - 2 tuần để hòa tan các chất béo. Sau đó mẫu được rửa sạch trong ethyl-alcohol sạch để loại bỏ chất béo bề mặt và để khô trên giấy lọc. Nếu không loại bỏ hoàn toàn chất béo thì hình ảnh quan sát là chất béo trên bề mặt của côn trùng. Trong trường hợp tòi tẹ nhất, côn trùng có thể phát nổ trong buồng SEM.

Côn trùng khi quan sát được gắn lên băng dính hoặc keo cacbon rồi có thể quan sát trực tiếp dưới chế độ ESEM.

Nếu quan sát dưới chân không cao thì cần thiết phải phủ mẫu. Phủ lần thứ nhất bởi lớp cacbon để cố định bề mặt. Lần thứ hai được phủ bằng Au hay Pd.

Thông tin chi tiết xin liên hệ: Công ty TNHH Thiết bị Khoa học Kỹ thuật An Dương

Tel: 04 62782595 / Fax: 04 62782597 HCM office: 08 6296 8119

Email: info@adgroup.vn

www.adgroup.vn

Mẫu thực vật

Mẫu thực vật tươi nên được chuẩn bị bởi phương pháp lạnh đông sâu (cryo-SEM) để đảm bảo quan sát được cấu trúc chi tiết mà không bị phá vỡ. Để quan sát, thời gian tối đa chỉ trong 15 phút và với thế phát dưới 1kV. Ngoài ra cũng có thể quan sát với đế mẫu lạnh trong chế độ ESEM

Tạo bản sao

Khi nào cần thiết?

Bản sao là cần thiết khi mẫu là quá lớn và không được phép phá hủy mẫu hoặc khi các vật liệu có hại cho chân không hoặc không thể tiếp xúc với các tia điện tử.

Ngoài ra, một số mẫu chuẩn địa chất thường không được phép phủ mẫu. Tuy nhiên, điều này cũng có thể được khắc phục với chân không thấp hoặc chân không môi trường (ESEM).

Có hai phương pháp tạo bản sao là sử dụng tấm cellulose acetate và sử dụng tấm silicon rubber.

Tấm cellulose acetate

Tấm này được sử dụng chủ yếu trong đánh bóng và khắc kim loại và bề mặt gốm. Nó có thể được sử dụng để cho phân tích X-ray như là xác định các biên giới hạt. Bề mặt được tạo bản sao phải có khả năng chịu được Acetone khi mà các cellulose chảy vào xung quanh tất cả các cấu trúc. Sau khi tạo bản sao, có thể được cắt theo kích cỡ hoặc khu vực quan tâm rồi phủ một lớp kim loại hoặc carbon. Đây là loại bản sao được đánh giá cao, chi tiết và được sử dụng ở độ phóng đại cao.

Cao su silicone

Cao su silicone có thể được sử dụng để tạo bản sao trên hầu hết các bề mặt, nó chỉ hơi tỏa nhiệt nhưng không ảnh hưởng đến chất dẻo hoặc các bề mặt sơn. Nó có hiệu quả rất lớn trong nghiên cứu địa chất để tái tạo vì các hóa thạch và cổ sinh.

Phương pháp này sử dụng một cao su silicone hai thành phần, cao su silicone với chất làm dẻo và chất lỏng chất xúc tác. Đầu tiên, mẫu hoặc bề mặt được làm sạch hoàn toàn các bụi hoặc các hạt tự do, sau đó phủ một lớp silicon mỏng bằng bàn chải sơn. Sau đó, trộn hai thành phần theo khuyến cáo của sản xuất các sản phẩm đó và tiếp theo trộn lên bề mặt ướt trước đó. Để khô một thời gian theo khuyến cáo của nhà sản xuất. Một lớp mỏng cao su silicone của bản sao sẽ được hình thành. Cắt phần diện tích cần quan tâm làm mẫu. Cần phủ trước một lớp cacbon trước khi phủ mẫu kim loại lên trên bề mặt. Nếu không phủ có thể quan sát dưới chân không thấp hoặc chân không môi trường (ESEM). Mặc dù phương pháp này cho độ chi tiết cao nhưng nó thường chỉ được sử dụng với độ phóng đại thấp.

Các loại keo gắn đế mẫu (gọi chung là đế mẫu)

Thông dụng nhất là các mẫu được gắn trên các đế mẫu hoặc các giá mẫu phù hợp. các đế hoặc giá mẫu thường được làm bằng nhôm mặc dù vật liệu khác như cacbon và đồng cũng được sử dụng cho một số kỹ thuật quan sát và phân tích cụ thể.

Lý do sử dụng rộng rãi đế mẫu bằng nhôm là trên cơ sở dẫn điện tốt, chi phí thấp và dễ dàng tạo

Thông tin chi tiết xin liên hệ: Công ty TNHH Thiết bị Khoa học Kỹ thuật An Dương

Tel: 04 62782595 / Fax: 04 62782597 HCM office: 08 6296 8119

Email: info@adgroup.vn

www.adgroup.vn

hình. Ba chất liệu chính Al, C, và Cu có những đặc trưng với các ứng dụng riêng của chúng.

Đế nhôm

Đế nhôm được sử dụng trong hầu hết các chế độ SEM nói chung cho cả quan sát và phân tích. Loại chuẩn là đế đường kính 15mm, ngoài ra còn có các loại nghiêng 30, 45 và 60 độ, hoặc kẹp vít để giữ mẫu mỏng, sợi mỏng

Các ứng dụng trên đế nhôm: Chụp ảnh điện tử thứ cấp, hình ảnh tán xạ ngược và hình ảnh cathodoluminescence, EDX bán định lượng, phân tích hình ảnh

Tất nhiên cần phải cẩn thận khi chiếu tia điện tử vượt ra ngoài mẫu và chám vào phần nhôm không cần thiết, đặc biệt là trong chế độ phân tích, để tránh các giá trị giả vào kết quả.

Đế carbon

Đế carbon được sử dụng cho các hạt hoặc bột mà cần phân tích tia X, nhưng chỉ chứa các nguyên tố nằm trên carbon trong bảng tuần hoàn. Điều này ngăn cản sự xuất hiện có thể có của các chất nền kim loại.

Đế các bon thường sử dụng trong: phân tích X-ray (EDX)

Một ứng dụng khác của đế carbon là độ tương phản nguyên tử (Z) của nó thấp khi chụp ảnh ở chế độ tán xạ ngược, nơi mà vật liệu gắn kết trên bề mặt có thể được phân lập khá dễ dàng từ bất kỳ hiệu ứng nền nào. Nguyên tử carbon sẽ xuất hiện nền đen trong chế độ tán xạ ngược,. Sử dụng khi: chụp ảnh tán xạ (thành phần), phân tích hình ảnh

Đế mẫu đồng

Đây là loại chất nền thường được dùng để gắn các mẫu nhạy cảm với chùm điện tử hoặc nhiệt độ và giữ mẫu ở nhiệt độ thấp. Đế mẫu đồng sẽ được làm lạnh xuống bằng cách ngâm trong nitơ lỏng và sau đó gắn cùng với mẫu lên trên một khối kim loại riêng biệt được đặt trong buồng mẫu SEM. Phương pháp này có thể được sử dụng thành công trên một số mẫu như polyme hoặc sinh học, nhưng có thể phải chấp nhận sự bay hơi vào trong buồng chân không trong thời gian dài quan sát. Đây không phải là thay thế cho kỹ thuật Cryo-SEM nhưng khá phù hợp với ESEM.

Sử dụng khi: Chụp ảnh thứ cấp, tán xạ ngược(thành phần), hình ảnh Cathodoluminescence, phân tích X-ray

Các chất đúc mẫu cho phân tích

Các khuôn đúc thường có đường kính 1,0 và 1,25 inch. Chúng có thể được đúc với cả nhựa epoxy không dẫn điện (đúc mẫu lạnh), hoặc nhựa Bakelite dẫn hoặc không dẫn điện (đúc mẫu nóng hoặc lạnh). Khi sử dụng, mẫu được nhúng vào trong nhựa resin hoặc Bakelite và đúc với một đường kính cần thiết. Bề mặt được đánh bóng cỡ 0.2s micron. Độ dày của khối đúc phụ thuộc kích thước mẫu. Kỹ thuật này đã được sử dụng trong nhiều năm trong lĩnh vực luyện kim nhưng cũng đã được tìm thấy hữu ích với việc phân tích các đồ gốm, vật liệu composite, kính, sơn, bột và toàn bộ các nhóm thiết bị điện tử (IC)

Bởi vì khả năng không dẫn điện của các chất nền là cao nên lớp phủ là cần thiết. Lợi thế của việc

Thông tin chi tiết xin liên hệ: Công ty TNHH Thiết bị Khoa học Kỹ thuật An Dương

Tel: 04 62782595 / Fax: 04 62782597 HCM office: 08 6296 8119

Email: info@adgroup.vn

www.adgroup.vn

đúc mẫu là tạo bề mặt phẳng bóng cho phân tích EDX, đặc biệt là WDX, giúp cho kết quả phân tích phân tích định lượng chính xác hơn. Cũng có thể sử dụng các nhựa đúc mẫu dẫn điện, hoặc trên các chế độ chân không thấp, ESEM để có kết quả tốt hơn.

Sử dụng khi: Hình ảnh tán xạ ngược(thành phần), EDX, WDX, phân tích hình ảnh

Lưu ý: Các loại đế mẫu đồng thau nên tránh sử dụng kỹ thuật này vì chúng có khuynh hướng bị oxi hóa và sẽ tạo ra khí nhiễm buồng chân không khi sử dụng sau này.

Lựa chọn keo gắn mẫu

Keo gắn (loại lỏng / loại sệt)

Một lượng lớn chất kết dính /keo gắn để gắn mẫu được sử dụng trong việc chuẩn bị cho các mẫu SEM. Nó cho phép kết nối dẫn điện giữa bề mặt chất nền và bề mặt mẫu. Các chất kết dính cũng phải đảm bảo các mẫu không dịch chuyển khi nghiêng hoặc trôi khi chiếu xạ bằng chùm tia điện tử. Cuối cùng là chất kết dính phải có khả năng chịu được chân không và không sinh khí ra buồng mẫu.

Rất nhiều loại keo dính dùng trong gia đình là không phù hợp, nó có thể là chất gây hại cho thiết bị cũng như gây nguy hiểm cho sức khỏe khi sử dụng. Kể cả việc sử dụng các keo dính thông dụng kéo dài cũng có thể gây hại cho sức khỏe.

Các dung môi phổ biến hơn thường được sử dụng trong chất kết dính được biết đến có rất nhiều loại bao gồm: Toluene, Xylene, Benzen, Dichloro-ethylene, Amyl acetate-, Acetone. Acohol, Pentane, xeton, và nước cộng với một chút các chất này thường được công bố.

Băng dính hai mặt

Sự tiện lợi của băng dính hai mặt là để giữ mẫu. Nó được sử dụng rộng rãi trong kính hiển vi SEM. Tiếc là nó bị hạn chế bởi một số điểm như: không dẫn điện, hơn nữa nó không giữ mẫu một cách an toàn khi nghiêng mẫu. Nó liên tục sinh ra các khí có thể nhiễm bẩn buồng mẫu, một số khí có thể gây ung thư.

Băng dính kim loại

Băng dính kim loại thường có chất kết dính giống như hai mặt băng dính không dẫn điện, nhưng tiếp xúc với chùm tia thường là tối thiểu. Nó cần thiết được sử dụng khi giữ các mẫu có hình thù phức tạp.

Băng dính kim loại dẫn điện

Cần phân biệt với băng dính kim loại. Khi đó nó có cấu tạo với một chất kết dính dẫn điện thường được sử dụng như đồng hoặc nhôm. Băng dính này sau này thường xuyên được sử dụng và nó có thể được sử dụng lặp lại cho các mẫu kế tiếp.

Sáp hoặc dầu dính

Sáp parafin, sáp Sailor và nhựa Canada được sử dụng rộng rãi để gắn mẫu trên kính hiển vi quang học nhưng chùm điện tử chúng không được đánh giá cao, không ổn định và có khả năng gây ô nhiễm các bộ phận của kính hiển vi.

Thông tin chi tiết xin liên hệ: Công ty TNHH Thiết bị Khoa học Kỹ thuật An Dương

Tel: 04 62782595 / Fax: 04 62782597 HCM office: 08 6296 8119

Email: info@adgroup.vn

www.adgroup.vn

BẢNG LỰA CHỌN CÁC LOẠI KEO DÍNH ĐỂ GẮN MẪU

Chất keo dính	Dung môi sử dụng	Thời gian cất giữ	Độ dẫn điện	Ứng dụng chính	
Gold paint	ketone/pantane	lâu dài	dẫn điện	Mẫu nhỏ/phân giải cao	
Silver paint	ketone/pantane/ amyl-acetate	lâu dài	dẫn điện	Mẫu thông dụng/chụp ảnh	
Copper paint	ketone/pantane	lâu dài	dẫn điện	Mẫu lớn/chụp ảnh	
Carbon paint	ketone/pantane	lâu dài	dẫn điện	Phân tích Xray/nền thấp	
Colloidal carbon	Water	tạm thời	dẫn điện	Dung môi có nước	
Carbon plast	??/semi-solid	tạm thời	dẫn điện	EDX/các mẫu có hình thù không bình thường, sắc cạnh	
Carbon tabs/disc	??/semi-solid	Tạm thời với mẫu khối	dẫn điện	EDX/mẫu khối/mẫu bột	
Microstick	dichloro-	tạm thời	không dẫn điện	Hạt mico/bột/ chụp ảnh	
Tempfix	??/solid<40 ⁰ C	Lâu dài<40 ⁰ C	không dẫn điện	Mẫu bột trong môi trường ổn định/ các mẫu chuyên dụng	

Thông tin chi tiết xin liên hệ: Công ty TNHH Thiết bị Khoa học Kỹ thuật An Dương




Tel: 04 62782595 / Fax: 04 62782597 HCM office: 08 6296 8119

Email: info@adgroup.vn

www.adgroup.vn

BẢNG LỰA CHỌN CHẤT NỀN

Bảng chất nền thông dụng ứng dụng cho các mục đích và kỹ thuật sau:

Chất nền	Phương pháp ứng dụng tốt nhất	Cấu trúc: nhẵn/trung bình/ghò ghề	Độ tương phản SE Sáng/xám/tối	Độ phóng đại/phương pháp	
Đế nhôm	Bề mặt đánh bóng đến lưm	Độ phóng đại thấp	Thế cao – sáng Thế thấp - xám	10x - 20 kx SE/ BSE/ CL	
Lam men kính 10-15mm	Rửa với acohol, phủ vàng	Phủ mịn – bề mặt nhẵn	Thế cao – sáng Thế thấp – sáng/xám	10x - 50kx/CE / CL	
Lam men kính 10-15mm	Rửa với acohol, phủ cacbon	Bề mặt rất nhẵn	Thế cao – sáng (màu Si) Thế thấp – tối (màu C)	10x - 100kx SE / BSE / low voltage	
Keo bạc	Trộn với dung môi, quyết lên để mẫu và đợi khô	Ghò ghề/dễ bong tróc	Màu sáng toàn dải	10x - 250 kx SE/CL	
Keo Carbon	Trộn với dung môi, quyết lên để mẫu, gấn mẫu và đợi khô	Trung bình /dễ bong tróc	Màu tối toàn dải	10x - 1000x SE / BSE / CL/ EDX / Ia	
Băng dính Carbon	Gấn mẫu lên bề mặt	Nhẵn	Màu tối toàn dải (có thể tích điện bề mặt khi ở thế cao)	10x – trên 5kx SE / BSE / CL tabs/disc/ EDX / IA / low Voltage	
Microstick	Quệt lên chất nền, bay hơi nhanh	Như là bề mặt cơ chất	Như màu cơ chất hoặc phủ kim loại	10x - 1000x SE / BSE / low voltage	
Tempfix	Hòa tan tại 40 ° C trên chất nền	Rất nhẵn	Phủ vàng – sáng Phủ cacbon- tối	10x – trên 50kx E / BSE / EDX /onto	

Thông tin chi tiết xin liên hệ: Công ty TNHH Thiết bị Khoa học Kỹ thuật An Dương

Tel: 04 62782595 / Fax: 04 62782597 HCM office: 08 6296 8119

Email: info@adgroup.vn

www.adgroup.vn

				substrateIA / low voltage	
Giấy lọc dạng sợi (fiber)	Thăm vật liệu lên trên bề mặt	Ghồ ghề	Không phủ mẫu dưới HV sẽ bị tích điện bề mặt Phủ vàng – xám	10x - 150x SE / CL / low voltage	
Giấy lọc loại nuclear pore	Thăm mẫu lên trên bề mặt	Trung bình/nhẵn	Không phủ mẫu dưới HV sẽ bị tích điện bề mặt Phủ vàng – xám	10x – trên 1000x SE / BSE / CL/ low voltage	

BẢNG LỰA CHỌN THỂ GIA TỐC TƯƠNG ỨNG VỚI MẪU

Sự lựa chọn này được ứng dụng trên kính FEG-SEM. Với các kính có sợi đốt Tungsten cần có điều chỉnh hợp lý theo từng mẫu và theo kinh nghiệm.

STT	Loại mẫu	Thế gia tốc (kV)
1	Mẫu dẫn điện	5-30
2	Không dẫn điện	1-5
3	Mẫu nhạy cảm với chùm tia	0.2-1
4	Mẫu đã phủ kim loại	2-30
5	Metals	0.2-30
6	Wood	1-10
7	Paper	0.2-2
8	Paint	300-5
9	Ceramics	500-20
10	Rocks	1-20
11	Metal Oxides	1-20
12	Silicon	0.2-15
13	Glass	0.2-10
14	Semiconductor	0.2-20
15	Plastics	0.2-10
16	Rubbers	0.2-10
17	Fibers	0.2-10
18	Textiles	0.2-10
19	Resins	0.2-5
20	Bio-Medical	0.2-15
21	Air Dried	0.2-5
22	Fix/Glut	1-15
23	Fix/+Stain	2-20
24	CP Dry	2-15
25	Freeze Dry	0.2-15

Thông tin chi tiết xin liên hệ: Công ty TNHH Thiết bị Khoa học Kỹ thuật An Dương

Tel: 04 62782595 / Fax: 04 62782597 HCM office: 08 6296 8119

Email: info@adgroup.vn

www.adgroup.vn

26	Tissue	0.2-10
27	Plant	0.2-2
28	Insect	0.2-10
29	Powders	0.2-10
30	Chemical	0.2-10
31	Rock	0.2-10
32	Plastic	0.2-10
33	Filtrate	0.2-10