

TEHNIKE PRIPRAVE VZORCEV ZA PREISKAVE NA TEM (1. del) – Mehanska predpriprava vzorca

Medeja Gec, Miran Čeh

Institut "Jožef Stefan", Jamova 39, 1000 Ljubljana

POVZETEK

Preiskave s presevnim oziroma transmisijskim elektronskim mikroskopom (TEM) omogočajo določevanje in karakterizacijo strukture in kemijske sestave materialov (kovin, zlitin, keramike, kompozitov itd.) na mikrometrskem, nanometrskem in celo atomskem nivoju. Tovrstne preiskave zahtevajo pripravo kvalitetnega vzorca za TEM, saj je le-ta pogoj za uspešno mikroskopiranje. Danes uporabljamo za pripravo TEM-vzorcev številne tehnike, s katerimi lahko izboljšamo pripravo transparentnega dela vzorca, skrajšamo čas priprave, zmanjšamo artefakte, lokaliziramo področje tanjšanja in drugo. Prispevek opisuje konvencionalne tehnike mehanske predpriprave vzorca do ionskega jedkanja. Ta metoda kot tudi alternativne tehnike priprave vzorcev bodo opisane v naslednjih prispevkih.

TEM Specimen Preparation Techniques

ABSTRACT

Investigations using transmission electron microscopy (TEM) enable the chemical composition and crystal structure of materials (metals, alloys, composites, ceramics, etc.) to be determined in the micro, nano and atomic ranges. Preparing high-quality (TEM) specimens is of paramount importance in TEM studies. Today, various TEM specimen preparation techniques are used to improve large thin areas with thick rims, reduce preparation times and artefacts, locating the region of interest to be thin, etc. In this paper, the conventional TEM specimen preparation techniques are reviewed, up to ion milling. The method of ion milling and the other alternative techniques for specimen preparation will be reported in the next papers.

1 UVOD

Osnovni cilj priprave vzorca za preiskave s presevnim elektronskim mikroskopom (TEM) je priprava materiala v obliki tanke plasti (debelina do nekaj deset nanometrov), ki je prepusten za elektrone z visoko energijo (od 100 keV do 200 keV). Pri tem je željeno, da je preseвна (transparentna) čim večja površina vzorca, da ima vzorec enakomerno debelino ter da s pripravo ne povzročamo artefaktov, kot so spremembe v strukturi, amorfizacija in kristalizacija materiala oziroma spremembe v kemijski sestavi. Pomembno je tudi, da na vzorec med pripravo ne naneseimo nečistoč, ki pozneje v mikroskopu povzročajo njegovo kontaminacijo. Konvencionalna tehnika priprave vzorca za TEM obsega predvsem dva postopka, in sicer mehansko predpripravo ter kasnejše jedkanje s plazmo argonovih ionov do perforacije. Mehanska predpriprava obsega mehansko brušenje, dodatno jamičasto brušenje ter poliranje, s katerim odstranimo poškodbe, ki so posledica brušenja.

Priprava vzorca za TEM je v zadnjem času še posebej pomembna, saj so raziskave vse bolj usmerje-

ne na področje nanostrukturnih materialov, tj. na nanodelce, nanocevice, nanopalčke, tanke plasti, heteroplasti in različne nanoplastne strukture. Za ustrezno pripravo vzorca za TEM je torej pomembno, kakšen način oziroma tehniko priprave bomo izbrali ter seveda tudi naše izkušnje in spretnosti. Samo kvalitetno pripravljene vzorce za TEM nam namreč omogoča korektno karakterizacijo strukture in kemijskih značilnosti preiskovanega materiala.

2 KONVENCIONALNE TEHNIKE PRIPRAVE VZORCA ZA TEM

Osnovna konvencionalna tehnika priprave vzorca za TEM obsega mehansko predpripravo in kasnejše ionsko jedkanje. Po tej tehniki pripravljamo vzorce v poljubnem, prečnem ali vzdolžnem prerezu. Možne težave pri takšnem načinu priprave vzorcev so, da se pri obstreljevanju z visokoenergijskimi ioni na njegovi površini pojavi amorfna plast oziroma da se vzorci v mikroskopu kontaminirajo. V prispevku je opisan tipičen postopek mehanske priprave vzorca, saj je le-ta osnova za nadaljnjo pripravo, tj. ionsko jedkanje⁽¹⁾.

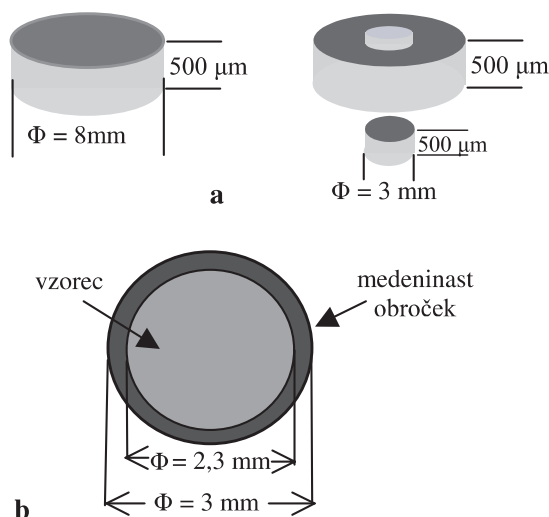
Med konvencionalne postopke priprave vzorcev lahko uvrstimo tudi tiste s kemijskim tanjšanjem in elektropoliranjem. Pri obeh postopkih pa je transparentnost površine težko nadzorovana, obe metodi pa se prvenstveno uporabljata za kovinske materiale.

2.1 Priprava vzorcev v poljubnem prerezu

Vzorce večjih koscev keramičnih materialov pripravljamo kot vzorce v poljubnem prerezu. Prednost tako pripravljenih vzorcev je, da imamo na voljo večjo preiskovano transparentno površino kot pri drugih postopkih priprave. Tako pripravljene vzorci se uporabljajo za preiskave velikosti in morfologije delcev, določevanje kristalografskih relacij med posameznimi zrni oziroma fazami, za preiskave strukture in kemijske sestave mej med zrni ter notranjih mej v materialih, planarnih napak in drugo.

2.1.1 Izvrtavanje vzorca

Za izvrtavanje vzorcev uporabljamo ultrazvočni vrtalnik. Začetni material za pripravo vzorca v poljubnem prerezu mora imeti debelino do 500 μm , da lahko iz njega izvrtamo valjček premera 2,3 mm ali 3 mm. Vzorce, kot so monokristali ali lomljivi mate-



Slika 1: a) Vzorec pred izvrtavanjem in po njem; b) lomljiv vzorec premera 2,3 mm ojačen z medeninastim obročkom

riali⁽²⁾, dodatno vstavimo v medeninasti obroček premera 3 mm z dodanim epoksi-lepilom, kot prikazuje slika 1. S tem vzorec ojačimo, da nam pri obdelovanju v kasnejših korakih priprave ne razpade.

2.1.2 Mehansko brušenje vzorca

Pri mehanskem brušenju vzorcev uporabljamo brusilnik (ročni ali strojni) za planparalelno brušenje. Z njim pripravljamo vzorce tako v poljubnem kot tudi tiste v prečnem in vzdolžnem prerezu. S kovinskim nosilcem vzorca določimo ničlo. Nosilec vzorca in velika polirna površina (podnožje) morata biti v isti ravnini. Če črna črtica na prozornem plastičnem obroču ni poravnana z ničlo, umerimo brusilnik tako, da zavrtimo spodnji črni umeritveni obroč in skalo nad obročem ($0\text{--}250 \mu\text{m}$) poravnamo s črtico. Nato iz ležišča odstranimo nosilec vzorca.

Izvrtan vzorec premera 3 mm z začetno debelino, npr. $500 \mu\text{m}$, prilepimo z voskom na kovinski nosilec pri $130 \text{ }^\circ\text{C}$. Nosilec z vzorcem postavimo v ležišče brusilnika. Na začetku odbrusimo na SiC-papirju gradacije 800 približno $200 \mu\text{m}$ materiala. Na papirjih gradacije 1000, 1200 in 2400 odbrusimo še nadaljnjih $50 \mu\text{m}$. Brusno površino omakamo z vodo, če pa je vzorec občutljiv nanjo, uporabimo drug primeren medij. Nosilec z vzorcem odstranimo iz ležišča, ga segrejemo na grelni plošči in previdno potisnemo z nosilca. Očistimo vosek na njem in nanesimo novega. Ker mora biti vzorec po mehanskem brušenju planparalelen, ga po istem postopku odbrusimo še na drugi strani do zelene debeline, tj. $70\text{--}120 \mu\text{m}$.

Vzorec mora biti po mehanskem brušenju na eni strani poliran. Tako odstranimo vse poškodbe, ki smo jih naredili pri brušenju. Poliramo na tkanini, ki ji dodamo 3-mikrometrsko diamantno pasto in polirno tekočino. Vzorec nato previdno odstranimo z nosilca, tako da ga segrejemo na $130 \text{ }^\circ\text{C}$ in očistimo v acetonu.

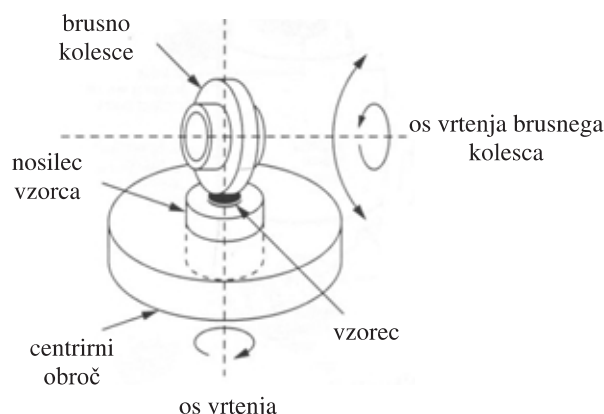
2.1.3 Jamičasto tanjšanje vzorca

Preden začnemo jamičasto tanjšati vzorec, ki smo ga pripravili z mehanskim brušenjem, z mikrometrskim vijakom izmerimo njegovo debelino. Za jamičasto tanjšanje uporabljamo poseben brusilnik, ki omogoča jamičasto brušenje vzorca z uporabo kolesca določenega premera (slika 2). Pred začetkom jamičaste tanjšanja določimo:

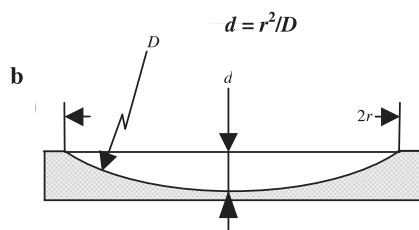
- velikost abrazivnega sredstva in medij
- velikost kolesca
- pritisk kolesca na vzorec
- hitrost vrtenja kolesca

Na sredino nosilca iz umetne snovi prilepimo z voskom vzorec pri $130 \text{ }^\circ\text{C}$. Rahlo ga pritisnemo, da je plast voska med nosilcem in vzorcem čim tanjša. Izpodrinjeni vosek okoli vzorca odstranimo z vatirano palčko z acetonom. Vzorec postavimo v centrini obroč na mizico, ki je magnetna. Le-ta prepreči premikanje centrirnega obroča z vstavljenim vzorcem med tanjšanjem. S križem v okularju stereomikroskopa določimo center na vzorcju. Ko spustimo kontrolno ploščo, se s kolescem dotaknemo vzorca in na analognem številčnem kazalcu odčitamo njegovo debelino v mikrometrih. Z mikrometrom nastavimo želeno končno debelino v središču vzorca, ki naj bi bila okoli $20 \mu\text{m}$. Nastavimo hitrost vrtenja in obtežitev kolesca na površino vzorca, ki je 250 mN . Pri občutljivih materialih delamo z manjšo obremenitvijo kolesca na vzorec, npr. 100 mN .

Vzorec brusimo z medeninastim kolescem z dodajanjem 6-mikrometrsko diamantne paste, razredčene z vodo ali drugim medijem. Paziti moramo, da je kolesce vedno omočeno. Med brušenjem vzorec večkrat pogledamo tako v odbiti kot v presevalni svetlobi. Ko zmanjšamo debelino vzorca na želeno debelino, tj. $20 \mu\text{m}$, zamenjamo brusno kolesce z drugim iz filca, s katerim vzorec poliramo, njegova obremenitev pa je enaka. Pri poliranju dodajamo 1-mikrometrsko diamantno pasto, razredčeno z vodo. S poliranjem dodatno odstranimo napake na vzorcju.



Slika 2: Prikaz delovanja jamičastega brušenja vzorca



Slika 3: Shematični prikaz delovanja brusnega kolesca pri jamičastem brušenju vzorca. D -premer brusnega kolesca, d -premer jamice in d -odbrušena globina

Postopek poliranja izboljša končno kvaliteto vzorca, ki pa jo še dodatno izboljšamo pri ionskem jedkanju.

Slika 3 prikazuje geometrijo globine vzorca po jamičastem brušenju in poliranju. Po končanem poliranju vzorec previdno odstranimo z nosilca, da ga na tanjšani – polirani strani ne poškodujemo. Vzorec z nosilca odtopimo v acetonu, saj je to najenostavnejši način in pri tem vzorec ostane nepoškodovan. Po opisanem postopku je vzorec pripravljen za ionsko jedkanje.

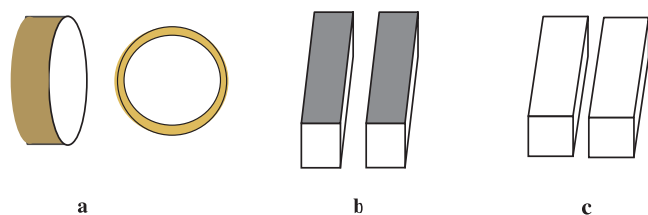
2.2 Priprava vzorcev v prečnem prerezu

Vzorci za TEM, pripravljeni v prečnem prerezu, se predvsem uporabljajo za preiskave strukture in kemijske sestave tankih plasti na podlagah oziroma plastnih heterostruktur. Po tem postopku lahko pripravljamo tudi vlakna, kadar nas zanima prečni prerez. Postopek priprave vzorca v prečnem prerezu poteka ločeno v petih stopnjah⁽³⁾.

2.3.1 Priprava tankih ploščic izreza vzorca

Ko začnemo prvo stopnjo priprave vzorca, moramo paziti, da je material raven (planparalelen), da nimamo težav pri kasnejših stopnjah priprave. Vzorec prilepimo s specialnim voskom na stekleno ploščico, tako da je stran vzorca s tankimi plastmi obrnjena navzdol. S tem plasti zaščitimo, da jih pri rezanju ne poškodujemo. Za rezanje ploščic uporabljamo žago z diamanto žico. Zelo lomljive vzorce, folijo ali vlakna lahko razrežemo s skalpelom.

Za pripravo vzorca sta dovolj dve ploščici velikosti (2×1) mm s tanko plastjo ali površinsko plastjo na poljubnem vzorcu. Pripravimo še manjše kosce materiala (npr. silicij), da zapolnimo prazen prostor



Slika 4: a) Izrezan medeninasti obroček dolžine ≈ 5 mm in premera 3 mm; b) izrezani ploščici, na katerih je na eni strani tanka plast; c) kosci materiala, npr. Si, za zapolnitev praznega prostora

med vzorcem in medeninastim obročkom. Medeninasto cevko – zunanji premer je 3 mm, notranji pa 2,3 mm – narežemo na obročke debeline ≈ 2 mm. Shematsko je postopek prikazan na sliki 4. Vzorec, material za zapolnjevanje in medeninasti obroček po možnosti očistimo v ultrazvočni banjici v acetonu ali alkoholu. Površina tanke plasti ali površinske plasti na poljubnem vzorcu mora biti čista, da je po lepljenju zagotovljena sprjemnost ploščic.

2.3.2 Lepljenje ploščic pod pritiskom

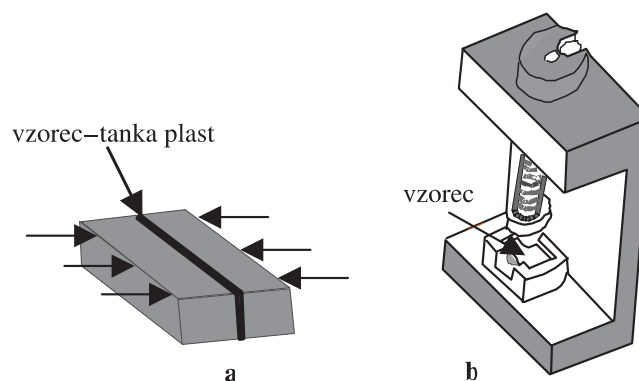
Na teflonski podstavek položimo očiščeni ploščici vzorca s tanko plastjo in eno ploščico premažemo z epoksi-smolo. Epoksi uporabljamo v tem primeru za vezavo ploščic. Med seboj zlepljeni ploščici postavimo v primež, vendar pazimo, da ne pride do deformacije – premaknitve ploščic, ko jih z vzmetnim "batkom" stisnemo skupaj. S tem obremenimo vzorec in dosežemo enakomerno porazdelitev smole med ploščicama pri strjevanju, kot prikazuje slika 5.

Po obremenitvi vzorca primež postavimo na ploščo, segreto na $130\text{ }^{\circ}\text{C}$, za 30 min, da se epoksi strdi. Med segrevanjem se pod pritiskom iztisne presežek smole. Ploščice med strjevanjem dosežejo zelo dober stik. Ko je strjevanje končano, dvignemo vzmetni "batek", sprijeti ploščici pa vzamemo iz teflona. Če imamo materiale, kot so folije, ki so občutljivi za segrevanje pri višji temperaturi, je v tem primeru temperatura segrevanja nižja (npr. $70\text{ }^{\circ}\text{C}$), čas segrevanja pa je daljši (npr. 6 h).

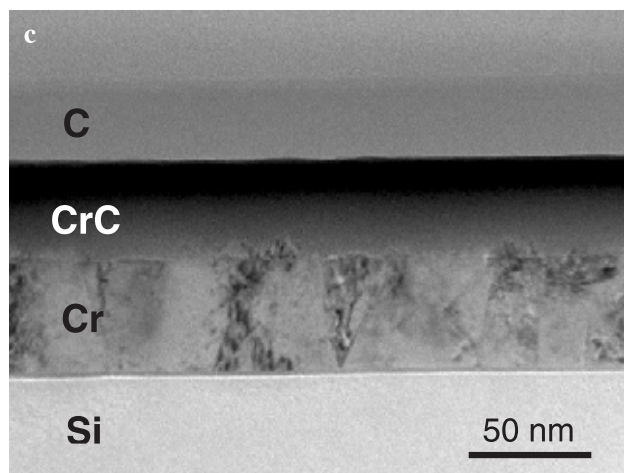
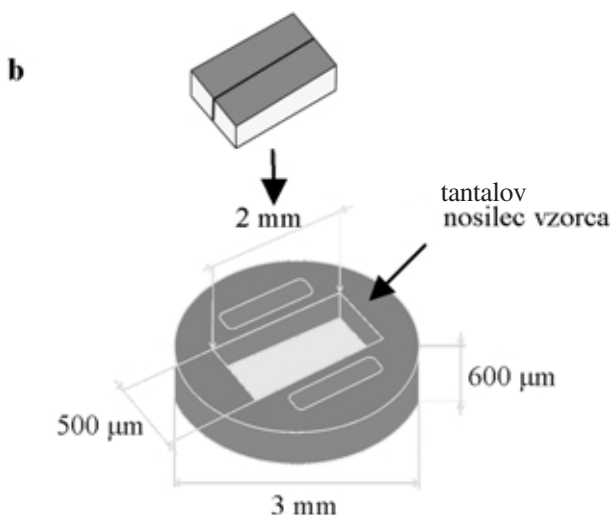
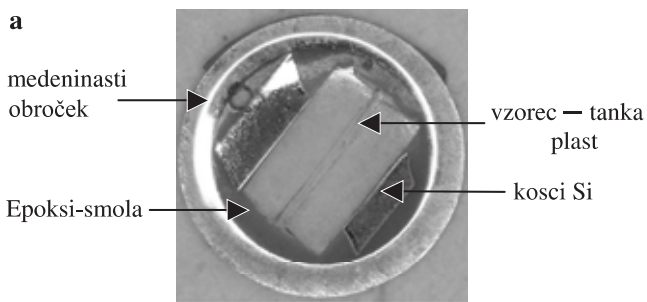
2.3.3 Ojačitev zlepljenih ploščic

Zlepljen vzorec vstavimo v medeninasti obroček z manjšimi kosci materiala ali brez njih, čim bližje obročku, da ne bi ostal prostor med vzorcem in obročkom zapolnjen samo s smolo. Če pustimo vmesni prostor zapolnjen samo s smolo, lahko pri ionskem jedkanju vzorec pade iz obročka, saj se smola hitreje jedka kot vzorec.

Na teflonsko ploščico postavimo medeninasti obroček, v katerega vstavimo vzorec, prazen prostor



Slika 5: a) Shematski prikaz lepljenja vzorca; b) strjevanje epoksi-smole pod obremenitvijo pri $130\text{ }^{\circ}\text{C}$ 30 minut



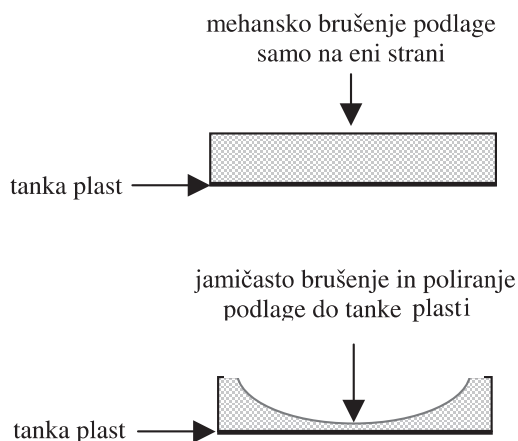
Slika 6: a) Shema vzorca tanke plasti na podlagi, vstavljenega v medeninasti obroček; b) vzorec, vstavljen v poseben Ta-obroček; c) TEM-posnetek vzorca, pripravljenega v prečnem prerezu

pa zapolnimo z majhnimi kosci silicija ali drugega materiala z dodatkom epoksi-smole, kot prikazuje slika 6. Teflonsko ploščico z vzorcem postavimo na grelni ploščo, segreto na 130 °C za 30 min, da se epoksi strdi.

Ko vzorec vstavimo v obroček, se začeta četrta in peta stopnja: to sta mehansko brušenje in jamičasto tanjšanje vzorca, nato je le-ta pripravljen za ionsko jedkanje.

2.3 Priprava vzorcev v vzdolžnem prerezu

Vzorci, pripravljeni po temu postopku, so navadno tanke plasti na različnih podlagah ali vlakna, prerezana vzdolžno. Če želimo dobiti o tanki plasti informacijo o strukturi oziroma o kemijski sestavi v vzdolžnem prerezu, vzorec mehansko brusimo in poliramo samo z ene strani. Z ene strani ga tudi ionsko jedkamo. Tako pripravimo tanko folijo samo iz tanke plasti, saj podlago predhodno odjedkamo, kot je prikazano na sliki 7. Tako pripravljamo tudi vlakna, kadar nas zanima njihov vzdolžni prerez.

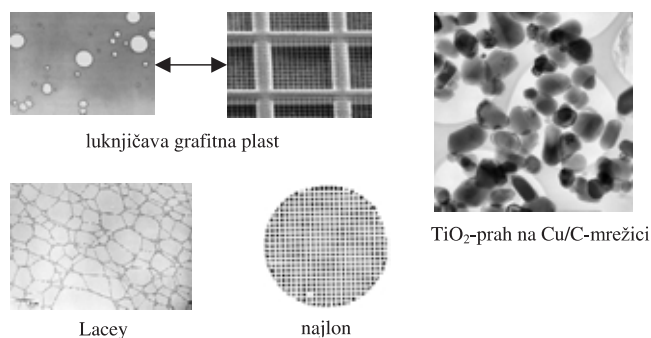


Slika 7. Shematski prikaz priprave vzorca v vzdolžnem prerezu

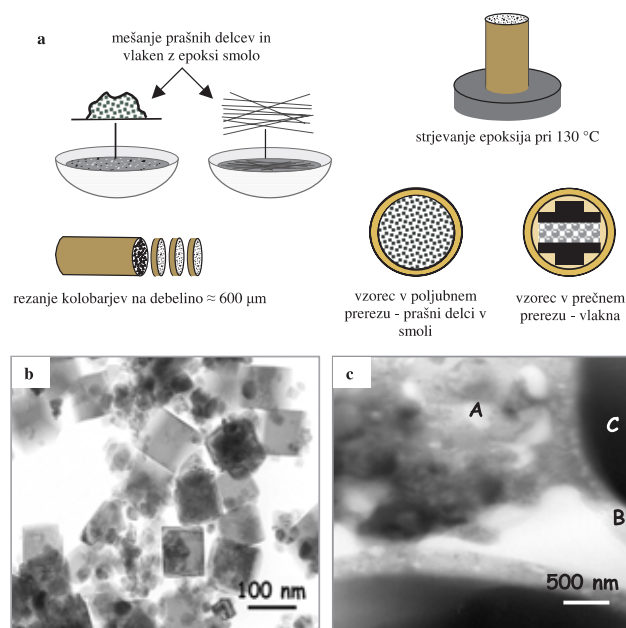
2.4 Vzorec prašnih delcev in vlaken

Z analizo na TEM lahko pri prašnih delcih ugotovimo morfologijo, kristalno strukturo in kemijsko sestavo. Za pripravo vzorca prašnih delcev in vlaken lahko uporabimo naslednje postopke:

- prašne delce ali vlakna naneseemo na kovinsko mrežico, prekrito z ogljikovo folijo neposredno iz suspenzije;
- prašne delce oziroma vlakna vgradimo v ustrezno smolo in vzorec obdelamo mehansko in nato z ionskim jedkanjem;



Slika 8: Različne vrste mrežic in nanos TiO_2 -prahu na Cu/C-mrežici



Slika 9: a) Postopek priprave vzorca prašnih delcev in vlaken do ionskega jedkanja; b) TEM-posnetek vzorca prašnih delcev Mn-Zn-ferita⁽⁴⁾; c) TEM-posnetek SiC-vlaken v keramični matrici (A – keramična matrica, B – reakcijska plast in C – SiC-vlakno)

- prašne delce oziroma vlakna vgradimo v ustrezno smolo in vzorec obdelujemo samo mehansko do transparentnosti (tripod metoda);
- z mikrotomijo.

Od vseh naštetih postopkov je najbolj pogosto in najbolj enostavno direktno nanašanje prašnih delcev oziroma vlaken na kovinsko mrežico, prekrito z ogljikovo folijo oziroma s polimernimi folijami (slika 8). Vgrajevanje prašnih delcev oziroma vlaken v smolo pa po navadi uporabljamo, če so delci večji (slika 9).

3 OPIS NAPRAV ZA PRIPRAVO VZORCEV ZA TEM

Da bi pripravili vzorce za TEM, potrebujemo ustrezno opremo. V nadaljevanju je opisana oprema za pripravo vzorcev, ki je zbrana v Centru za elektronsko mikroskopijo (CEM) IJS in jo uporabniki CEM uporabljajo pri različnih postopkih priprave vzorcev.

3.1 Žična žaga in ultrazvočni vrtalnik

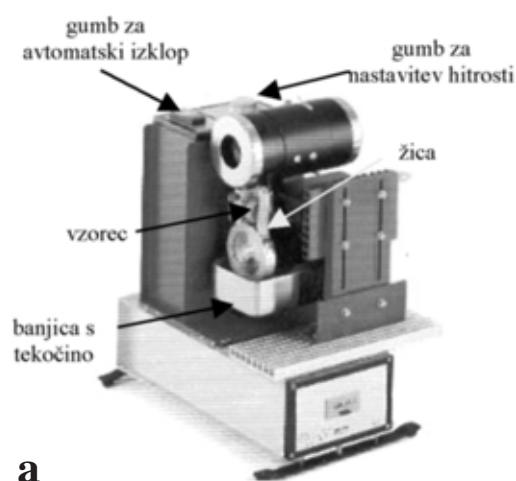
Žična žaga in ultrazvočni vrtalnik sta napravi, ki ju uporabljamo v prvem koraku priprave vzorcev za TEM. Material za preiskave oziroma vzorec začnemo najprej rezati ali izvrtavati na primerno velikost, odvisno od tega, katere vrste vzorec bomo pripravljali. Pri določenih vrstah vzorcev (npr. monokristalih) moramo pred tem določiti kristalno ravnino in šele nato lahko začnemo rezanje. Ploščice z nanosom tanke plasti režemo na kosce primernih dimenzij, ki so

potrebni pri pripravi vzorca v prečnem prerezu, kosce vzorcev poljubnega prereza pa pogosto izvrtavamo s svedri različnih oblik in dimenzij.

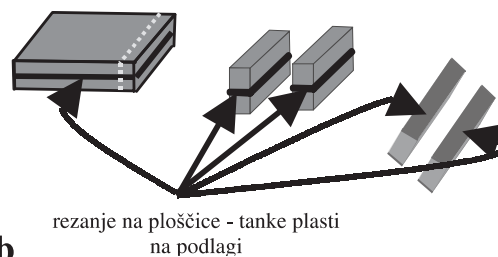
3.1.1 Rezanje vzorca

Za rezanje vzorca uporabimo žično žago (WELL Model 3242), ki je prikazana na sliki 10. Premeri žice so lahko različni, in sicer od 173 μm do 300 μm. Vrtljiva delovna mizica ima držalo z gumbom in nanjo postavimo keramično ploščico s prilepljenim vzorcem. Z dotikom žice s keramično ploščico določimo globino reza tako, da z mikrometrskim vijakom naravnamo avtomatski izklop. To pomeni, da se žaga ob dotiku žice s keramično ploščico avtomatsko izklopi, vendar šele takrat, ko je rez narejen skozi celoten vzorec, saj je žica pri dotiku z njim rahlo ukrivljena. Z mikrometrskim vijakom horizontalno premikamo nosilec z vzorcem do mesta, kjer ga želimo rezati. Vzorec je na takšni višini, da ga med rezanjem lahko opazujemo s stereomikroskopom, ki je na ohišju žage.

Hitrost žice pri rezanju vzorca poljubno nastavimo. Pri tanjši žici in majhnih vzorcih nastavimo hitrost rezanja na nižjo stopnjo. Pritisk žice na vzorec nastavimo na optimalno stopnjo. S tem omogočimo normalno delovanje žice in zmanjšamo možnost, da se le-ta pretrga. Spodnje kolo z utorom, v katerem je napeljana žica, je med rezanjem potopljeno v banjico z vodo in dodano tekočino proti rjavenju, da se ne



a



b

Slika 10: a) Žaga z diamantno žico WELL Model 3242; b) shema narezanih vzorcev

ogreva in da se žica pri tem sproti čisti. Po končanem rezanju previdno odvijemo z mizice keramično ploščico z vzorcem, jo postavimo na grelno ploščo ter vzorec odstranimo in očistimo v acetonu.

3.1.2 Izvrtavanje vzorca

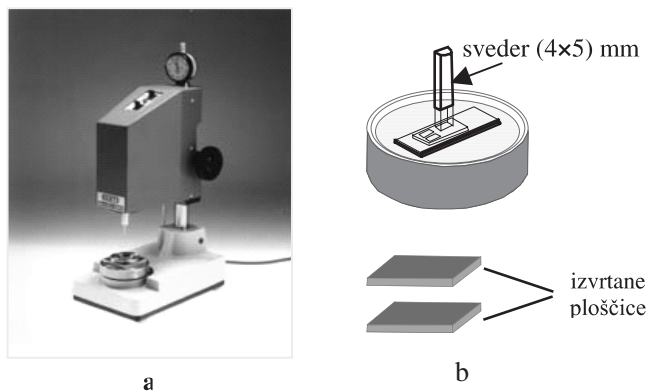
Začetni postopek priprave vzorca je enak kot pri rezanju z žično žago. Če imamo površinsko plast na žgani tableti, mora biti ta obrnjena proti vosku, da je med izvrtavanjem ne poškodujemo. Vzorec izvrtavamo z ultrazvočnim rezalnikom (SBT Sonicut 380), na katerega pritrdimo sveder, ki ima lahko različne oblike in dimenzije. Vrtalnik deluje pri resonančni frekvenci 26 kHz. Na sliki 11 je prikazan ultrazvočni rezalnik in shema izvrtanih vzorcev za TEM. Z njim lahko izvrtamo vzorce premera 2,3 mm in 3 mm ter ploščice velikosti (4 × 5) mm.

Sveder želenega premera in podložko vstavimo v ležišče in privijemo matico (ne premočno). Podlaga na mizici vrtalnika je magnetna, da se vzorec med vrtanjem ne premika. Na vrhno ploščico podlage prilepimo (uporabimo dvostranski samolepilni trak) objektno stekelce z našim vzorcem. Kazalec mikrometra, ki je na vrhu vrtalnika, nastavimo na pozicijo 0, nato spustimo glavo vrtalnika, da se sveder dotakne vzorca. Pripravimo SiC-prah v vodni suspenziji in ga premešamo. Sveder odmaknemo od vzorca, nanj nanese suspenzijo in začnemo vrtati. Vrtanje vzorca se ustavi avtomatsko, ko prevrtamo nastavljeno globino.

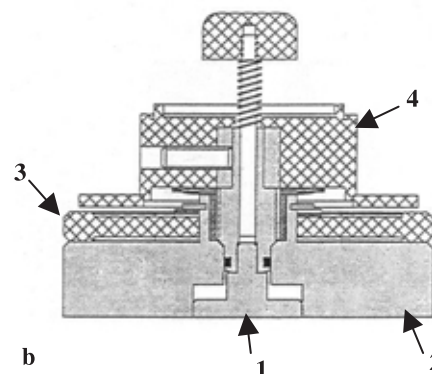
Po končanem vrtanju dvignemo glavo s svedrom in preverimo, ali je vzorec prevrtan v celoti. Objektno stekelce z vzorcem odlepimo z magnetnega nosilca, ga postavimo na grelno ploščo in previdno odstranimo. Vosek z vzorca odtopimo v acetonu. Tako je pripravljen za mehansko tanjšanje.

3.2 Brusilnik za izravnavo vzorca

Vzorci za TEM lahko zelo izboljšamo, če je a) na začetku vzorec vnaprej mehansko predhodno tanjšan



Slika 11: a) Ultrazvočni rezalnik (SBT Sonicut 380); b) shema izvrtanega vzorca pravokotne oblike



Slika 12: a) Brusilnik – GATAN Disc Grinder Model 623, b) shematski prikaz brusilnika: (1) nosilec z vzorcem v ležišču, (2) polirna površina (podnožje), (3) umeritveni obroč in (4) kontrolni gumb

in poliran, b) začetna debelina vzorca tanjša, c) končna transparentna površina za elektrone večja in č) skupen čas priprave vzorca krajši. Pri poskusih, da bi dosegli čim tanjšo začetno debelino vzorca, največkrat naletimo na težave, kot so:

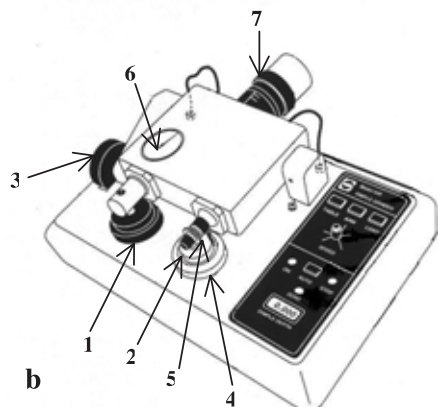
- klinast vzorec prečnega prereza
- podpovršinske poškodbe vzorca
- nezadostna kontrola končne debeline vzorca

Vse našteje težave lahko premagamo z uporabo brusilnika za planparalelno brušenje (GATAN Disc Grinder Model 623). Brusilnik je prikazan na sliki 12. Velik premer polirne površine (podnožje) in natančna namestitve nosilca vzorca v ležišče zagotavljata, da je vzorec med brušenjem in poliranjem paralelen s polirno površino. Tako obdržimo enakomerno debelino vzorca. Operator lahko poškodbe na vzorcu zmanjša tako, da ob upoštevanju mase brusilnika pri brušenju in poliranju zmanjša pritisk na vzorec. Z brusilnikom pripravimo planparalelni vzorec hitro in brez težav.

3.3 Jamičasto tanjšanje

Naprava za jamičasto brušenje in poliranje (GATAN Dimple Grinder Model 656) je prikazana na sliki 13. Naprava omogoča:

- radialno tanjšanje centralnega dela vzorca do ≈ 20 μm debeline;



Slika 13: a) Naprava za jamičasto brušenje in poliranje vzorca (GATAN Dimple Grinder Model 656); b) pogled od zgoraj: (1) mikrometer za nastavev globine jamice, (2) magnetna vrtljiva plošča, (3) gumb za dvigovanje in spuščanje pokrova, (4) nastavek za stereomikroskop, (5) kolesce, (6) analogni številčni kazalec, (7) gumb za obtežitev vzorca

- natančno postavitve vzorca;
- možnost jamičastega tanjšanja z obeh strani vzorca;
- kontrolo odzemanja materiala z analognim številčnim kazalcem;
- opazovanje vzorca v odbiti in presewni svetlobi;
- povečanje transparentnega dela vzorca;
- minimaliziranje gostote napak na vzorcu;
- krajši čas jedkanja v napravi za ionsko jedkanje.

Osnovni del naprave je kontrolna plošča, na kateri so mikrometer za nastavev globine jamice, magnetna

vrtljiva plošča, gumb za dvigovanje in spuščanje pokrova in stereomikroskop za opazovanje vzorca. Na desni strani kontrolne plošče so tipke za vrtenje mizice z vzorcem, vrtenje kolesca in lučka, s katero vzorec lahko osvetlamo tudi od spodaj, gumb za nastavev hitrosti vrtenja kolesca in tipka za avtomatski izklop vzorca po končanem tanjšanju. Na vrhu pokrova je na osi kolesce, analogni številčni kazalec in gumb za obtežitev vzorca. Ko ploščo dvignemo, lahko postavimo na magnetni obroč stereomikroskop.

4 SKLEP

V tem prispevku so opisane konvencionalne tehnike mehanske predpriprave vzorcev za TEM. Opisane tehnike so primerne za pripravo različnih anorganskih materialov v poljubnih prerezi. Posebno zahtevna je priprava vzorcev prečnega prereza, saj imajo po navadi tanke plasti mehansko drugačne lastnosti od podlage. Mehansko stabilnost vzorcev v tem primeru zagotovimo z uporabo medeninastega obročka ali Ti-nosilca. Po mehanski predpripravi vzorcev so le-ti pripravljene za ionsko jedkanje, pri čemer dosežemo transparentnost vzorca za elektrone. Postopki ionskega jedkanja pri visokih in nizkih energijah bodo opisani v drugem delu prispevka. Zadnji del prispevka bo obravnaval druge tehnike priprave vzorcev, in sicer Focused Ion Beam (FIB), tripod in mikrotomijo.

LITERATURA

- ¹R. M. Anderson, S. D. Walck, Mat. Res. Soc. Symp. Proc. 480 (1997)
- ²V. Šrot, M. Rogers, M. Gec, Multinational Congress on Microscopy, Proceedings (2006), 381–382
- ³H. J. Klaar, F. Y. Hsu, Materials Characterization 36 (1996), 365–369
- ⁴M. Gec, G. Dražić, Multinational Congress on Electron Microscopy, Proceedings (1999), 319–320