

Ηλεκτρονική μικροσκοπία με μικροδέσμες ηλεκτρονίων



Ιωάννης Ηλιόπουλος
Τμήμα Γεωλογίας

Πάτρα
2026

Τροποποιημένο από διαφάνειες:
Δρ. Χρήστος Κανελλόπουλος
2017 (Πρόγραμμα ΑΑΔΕ, ΕΣΠΑ)



Ευρωπαϊκή Ένωση
Ευρωπαϊκό Κοινωνικό Ταμείο

Επιχειρησιακό Πρόγραμμα
Ανάπτυξη Ανθρώπινου Δυναμικού,
Εκπαίδευση και Διά Βίου Μάθηση
Με τη συγχρηματοδότηση της Ελλάδας και της Ευρωπαϊκής Ένωσης



Συλλογή δείγματος

In situ

χημική

Ορυκτολογική/Πετρολογική

Μακροσκοπική παρατήρηση

Στην ύπαιθρο (λούπα)

In situ χημική ανάλυση (portable XRF)

Κονιοποίηση

Χημική ανάλυση

Για κύρια στοιχεία (XRF, ICP-OES/-AES κτλ)

Για ιχνοστοιχεία (AAS, ICP-MS, INAA κτλ)

Κονιοποίηση

Περιθλασιομετρία ακτίνων X (XRD)

Δημιουργία Παρασκευασμάτων (Πετρογραφικά και Μεταλλογραφικά)

Οπτική μικροσκοπία, -CL, RAMAN

Ηλεκτρονική μικροσκοπία (SEM, -CL, TEM)

Μικροανάλυση (-EDS, -WDS, QEMSCAN)

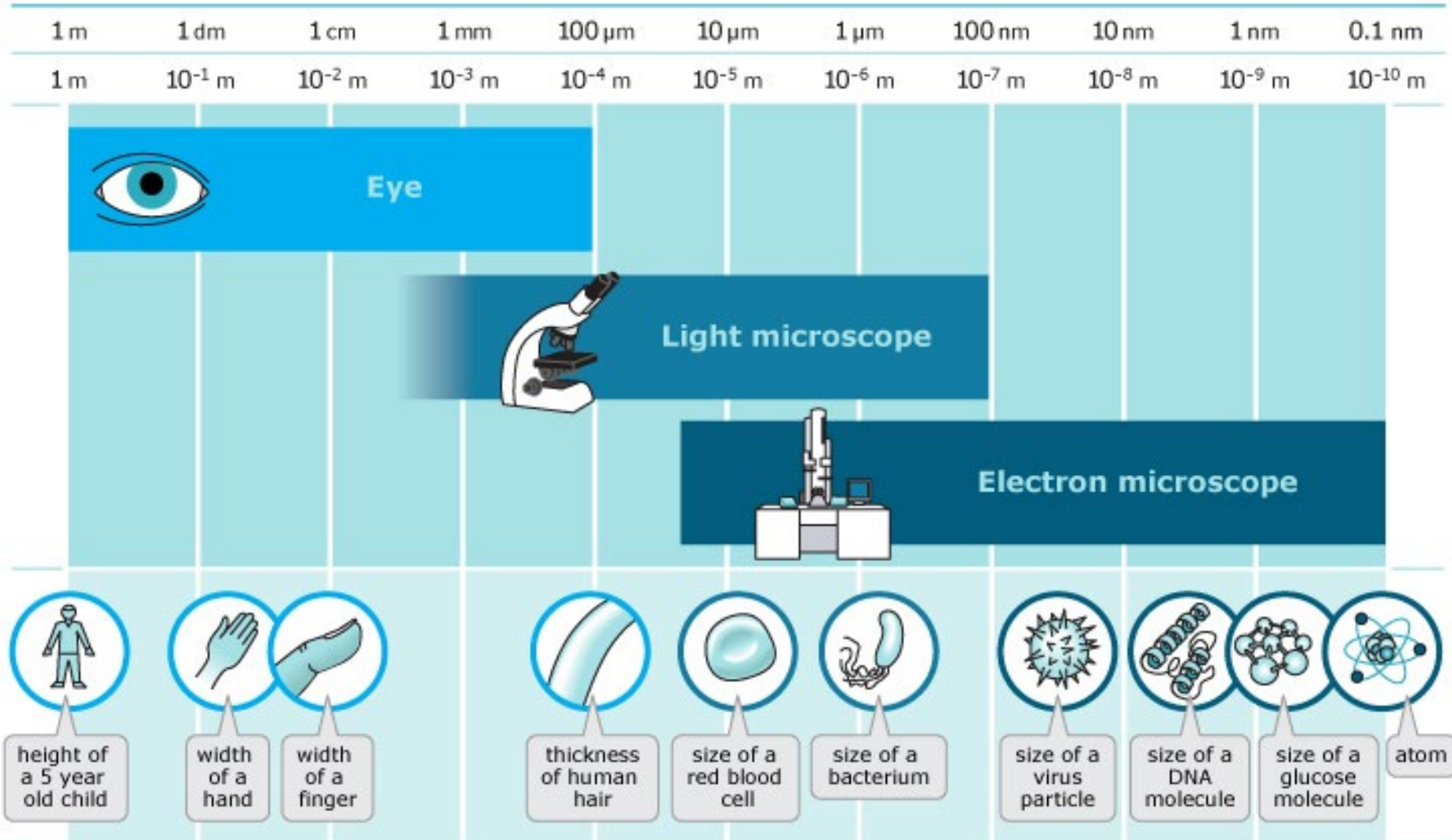
Δημιουργία Παρασκευασμάτων Ρευστών Εγκλεισμάτων

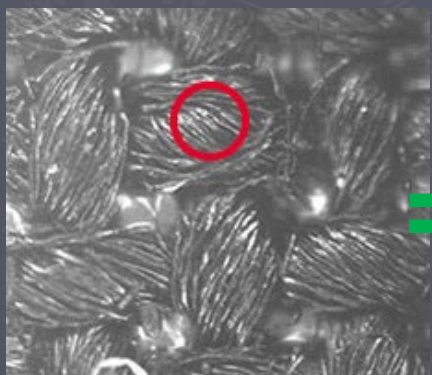
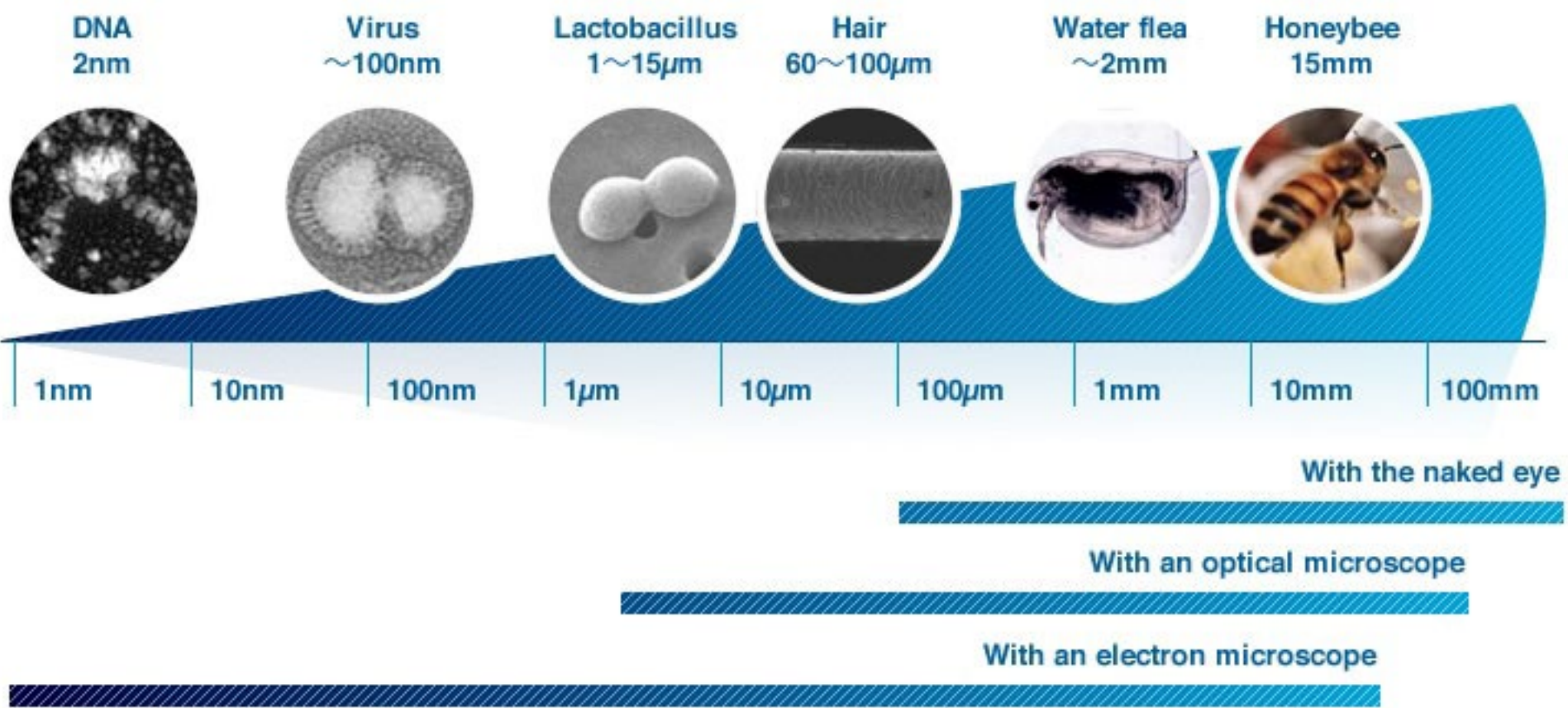
Οπτική μικροσκοπία - Πετρογραφία, -CL

Μετρήσεις σε θερμοτράπεζα

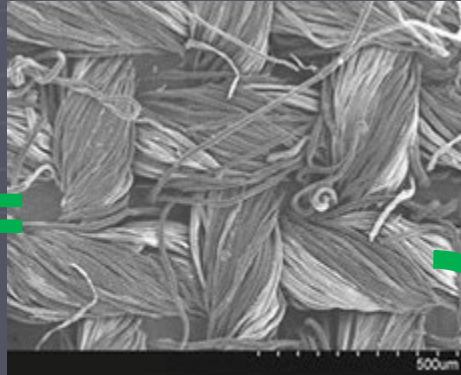
Αναλύσεις PE (RAMAN, LA-ICP-MS)

Resolving power of microscopes

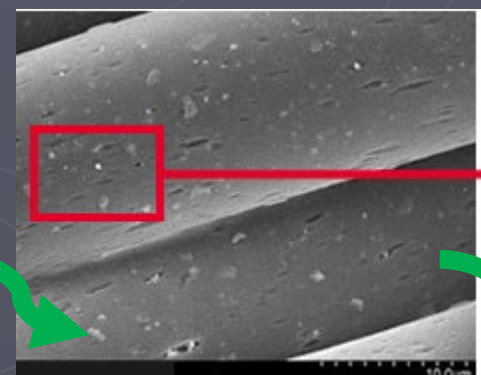




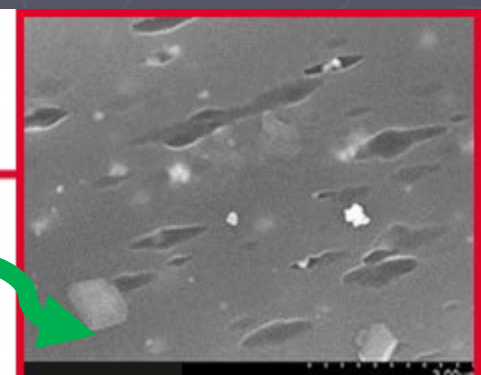
▼ X110 O.M.



▼ X110 SEM
When further enlarged!



×4,000 mag.



×15,000 mag.

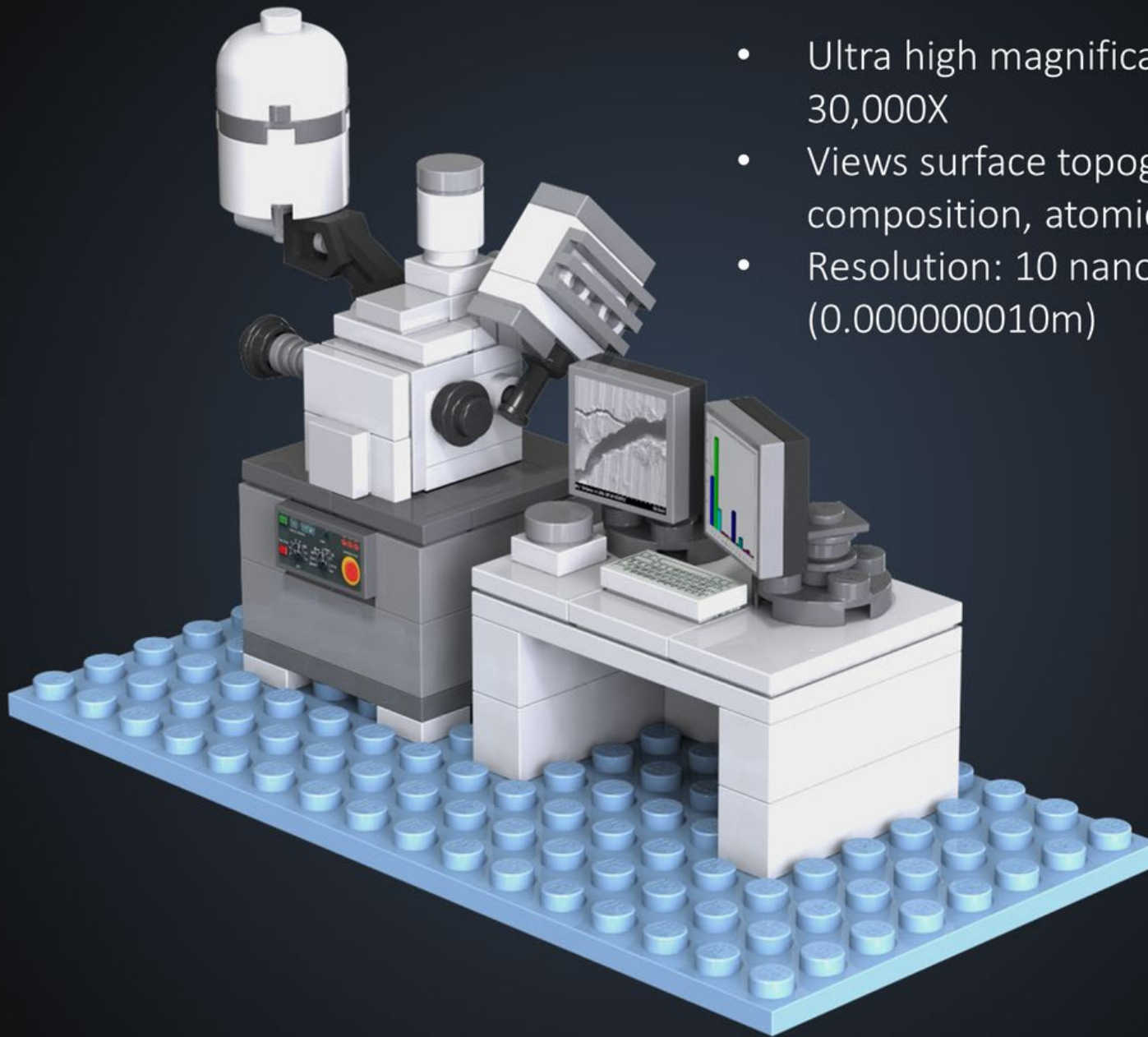
Σύγχρονα όργανα

- ❖ Ηλεκτρονικό μικροσκόπιο σάρωσης (Scanning Electron Microscope, SEM)
- ❖ Ηλεκτρονικό μικροσκόπιο διέλευσης (Transmission Electron Microscope, TEM)
- ❖ Ηλεκτρονικός μικροαναλυτής (Electron Microprobe Analyzer, EMPA)

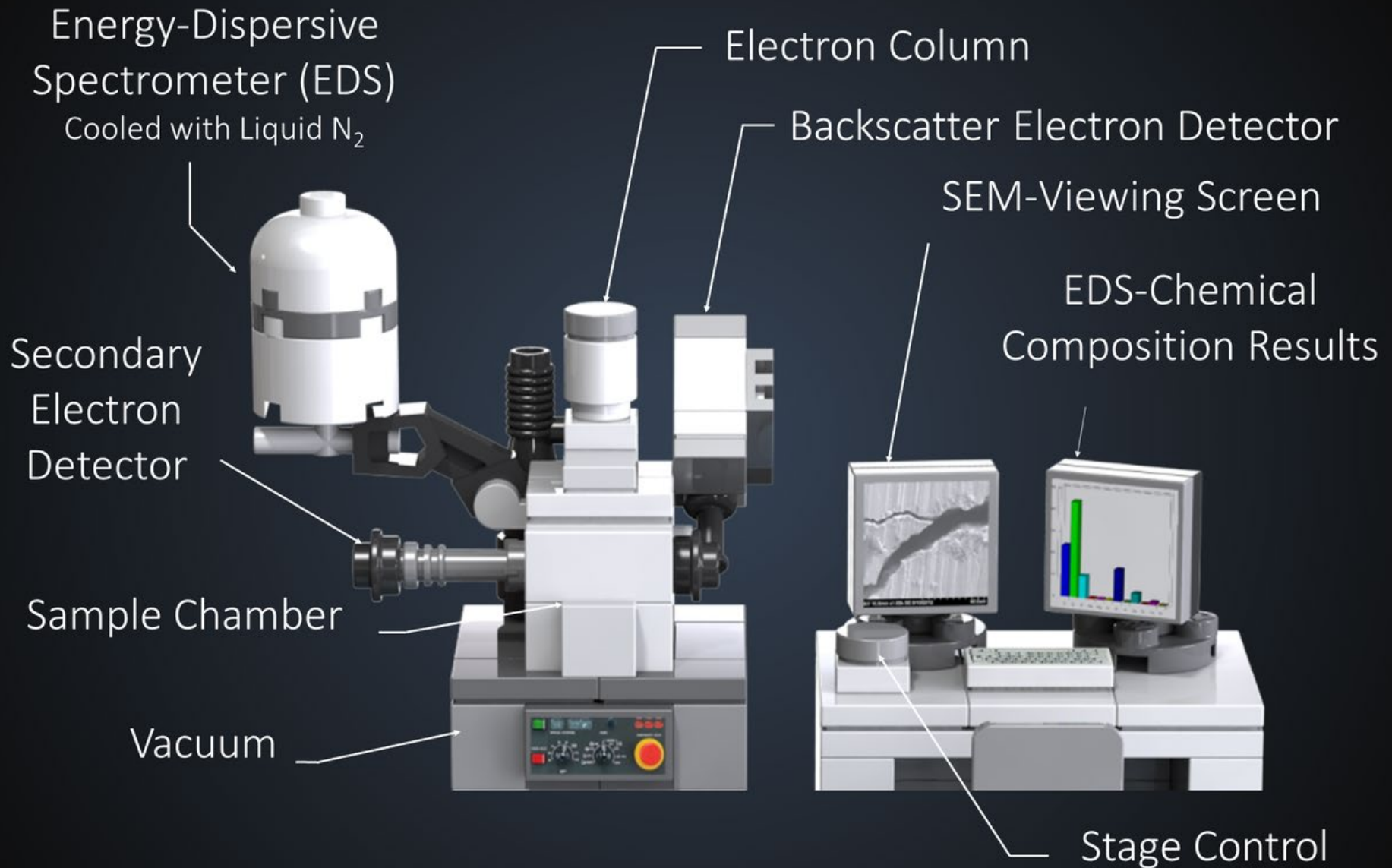
Ηλεκτρονικό μικροσκόπιο σάρωσης (Scanning Electron Microscope, SEM)



SEM (*Scanning Electron Microscope*)



- Ultra high magnification: 20X-30,000X
- Views surface topography, composition, atomic structure
- Resolution: 10 nanometers (0.000000010m)



Scanning Electron Microscope - SEM

- Το πρώτο ηλεκτρονικό μικροσκόπιο κατασκευάστηκε από τον E. Ruska το 1933.
- Στο **οπτικό μικροσκόπιο** χρησιμοποιείται το φως για να εξεταστεί ένα αντικείμενο και το σύστημα μεγέθυνσης αποτελείται από γυάλινους φακούς.
- Στο **ηλεκτρονικό μικροσκόπιο**, αντί για φως, χρησιμοποιείται μια δέσμη ηλεκτρονίων υψηλής ενέργειας και το σύστημα μεγέθυνσης αποτελείται από μαγνητικούς φακούς.



<https://en.wikipedia.org>

Scanning Electron Microscope - SEM



<http://coen.boisestate.edu/corrosionlab/education/lego-mse-lab/sem/>

Το SEM είναι σχεδιασμένο για απευθείας παρατήρηση επιφανειών στερεών αντικειμένων

Κόστος: €0.5-2.0 εκατ.

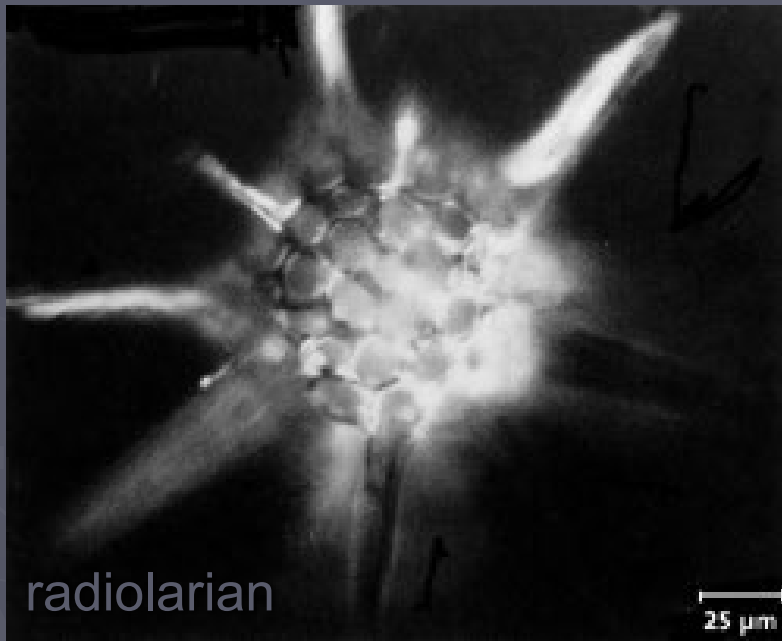
Το ηλεκτρονικό μικροσκόπιο σάρωσης (SEM) είναι ένα μικροσκόπιο που για να απεικονίσει μια εικόνα χρησιμοποιεί **ηλεκτρόνια** αντί για **φως**.

Πλεονεκτήματα χρήσης SEM έναντι OM

- Το SEM έχει μεγάλο βάθος πεδίου, που επιτρέπει την εστίαση σε μια μεγάλη περιοχή του δείγματος την ίδια στιγμή, αναπαράγοντας μια πολύ καλή τρισδιάστατη απεικόνιση του δείγματος.
- Δίνει επίσης εικόνες υψηλής διακριτικότητας, γεγονός που ευνοεί την παρατήρηση σε μεγάλη μεγέθυνση χαρακτηριστικών του δείγματος που βρίσκονται σε πολύ μικρή απόσταση μεταξύ τους.
- Ο συνδυασμός πολύ υψηλής μεγέθυνσης, μεγάλου βάθους πεδίου, υψηλής διακριτικής ικανότητας, καθώς και συστασιακών και κρυσταλλογραφικών πληροφοριών που παρέχει το SEM, το καθιστούν ένα από τα πιο ευρέως χρησιμοποιούμενα όργανα τόσο στην έρευνα όσο και στη βιομηχανία.

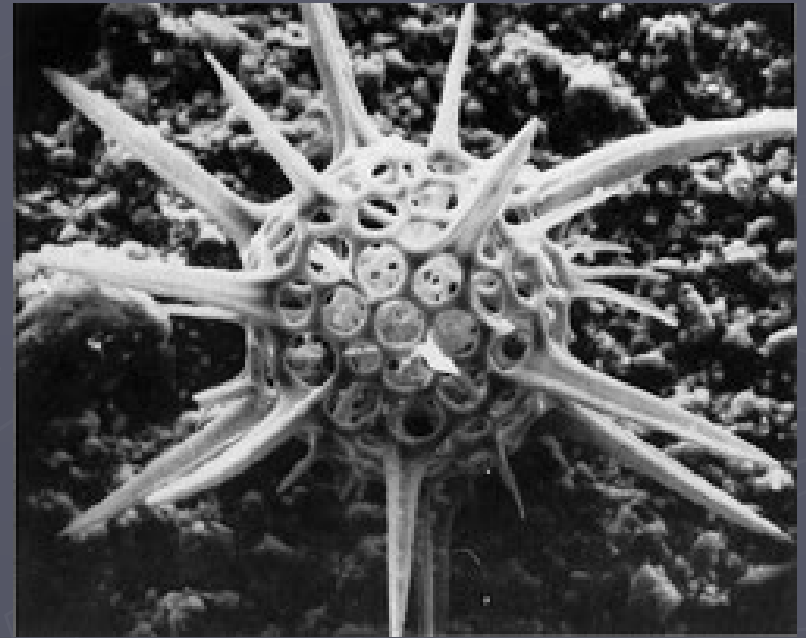
	Magnification	Depth of Field	Resolution
OM	4x – 1000x	15.5μm – 0.19μm	~ 0.2μm
SEM	10x – 3000000x	4mm – 0.4μm	1-10nm

Οπτικό μικροσκόπιο vs SEM



Οπτικό μικροσκόπιο

*Μικρό βάθος πεδίου
Χαμηλή διακριτικότητα*



SEM

*Μεγάλο βάθος πεδίου
Υψηλή διακριτικότητα*



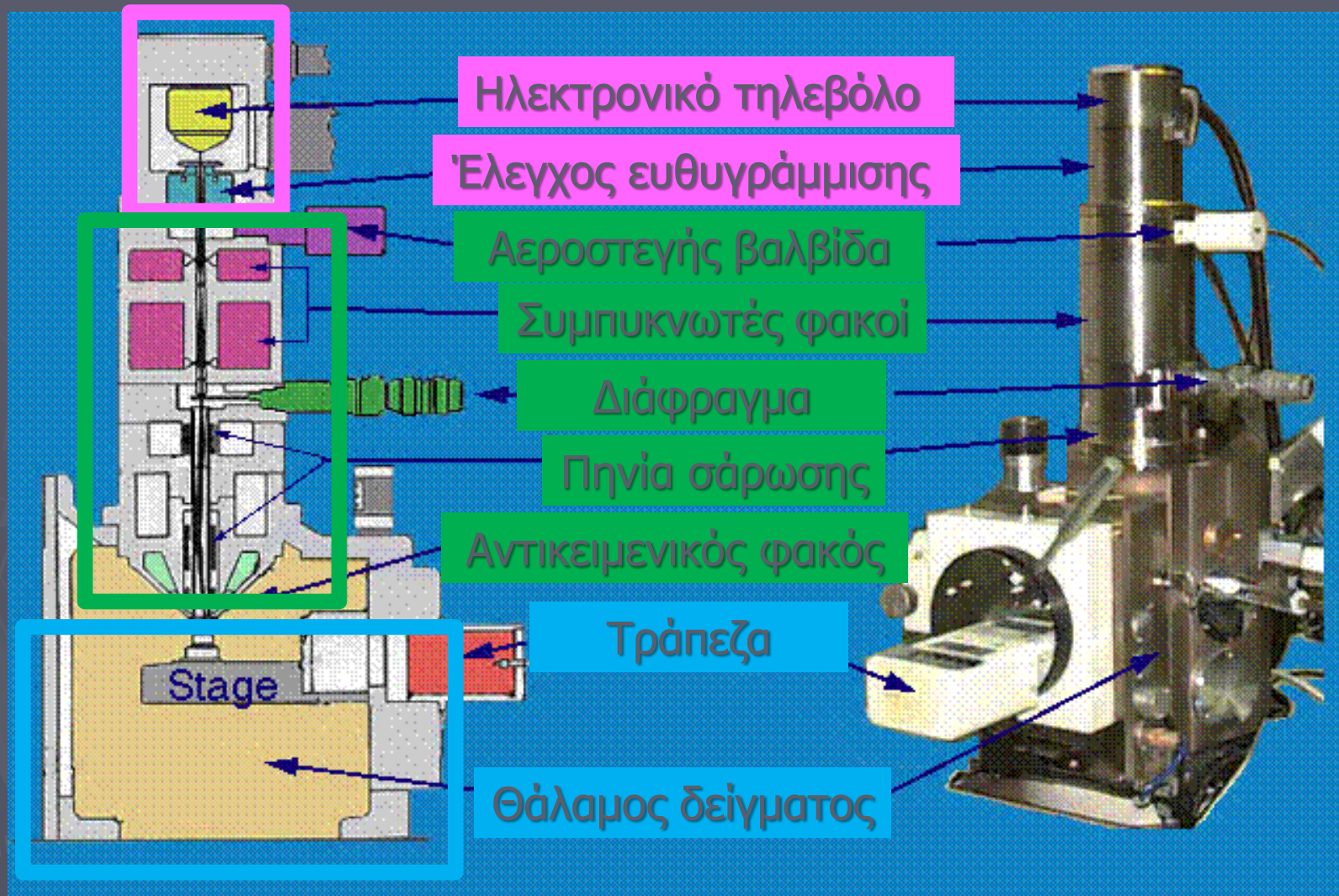
Περιγραφή Ηλεκτρονικού Μικροσκοπίου (SEM)

http://serc.carleton.edu/research_education/geochemsheets/techniques/SEM.html

Κυριότερα μέρη ηλεκτρονικού μικροσκοπίου:

- ❖ **Ηλεκτρονικό τηλεβόλο (Electron Gun)**
- ❖ **Κολώνα (περιέχει τους μαγνητικούς ή ηλεκτροστατικούς φακούς)**
- ❖ **Θάλαμος δείγματος**

Περιγραφή Ηλεκτρονικού Μικροσκοπίου (SEM)





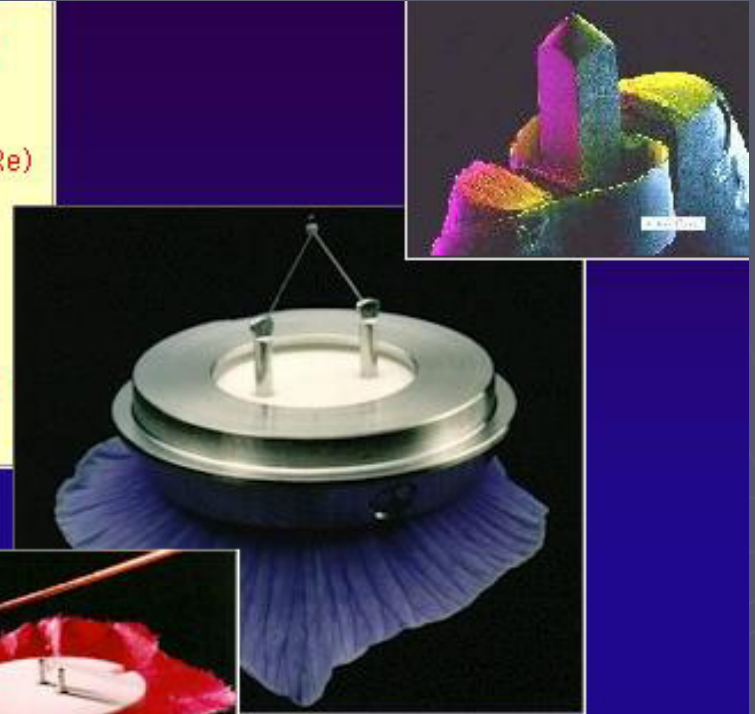
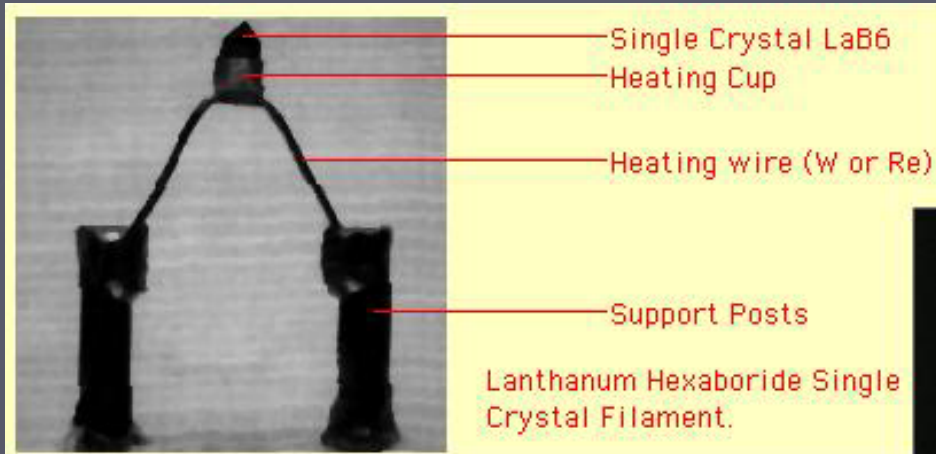
Ηλεκτρονικό τηλεβόλο (Electron Gun)

http://serc.carleton.edu/research_education/geochemsheets/techniques/SEM.html

Το ηλεκτρονικό τηλεβόλο είναι αντίστοιχο με την πηγή του φωτός για το ηλεκτρονικό μικροσκόπιο.

Είναι ο χώρος που παράγονται, επιταχύνονται και εστιάζονται τα ηλεκτρόνια της ηλεκτρονικής δέσμης.

Πηγές ακτινοβολίας ηλεκτρονίων εντός του Ηλεκτρονικού τηλεβόλου (Electron Gun)

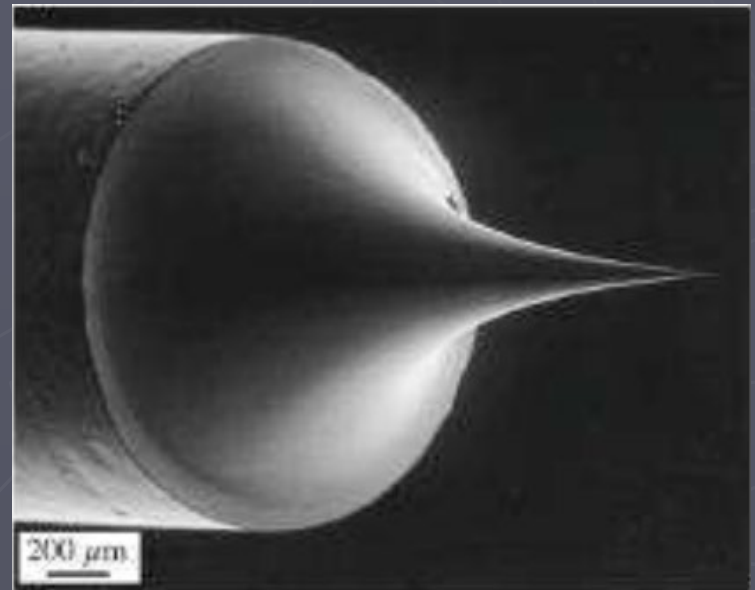
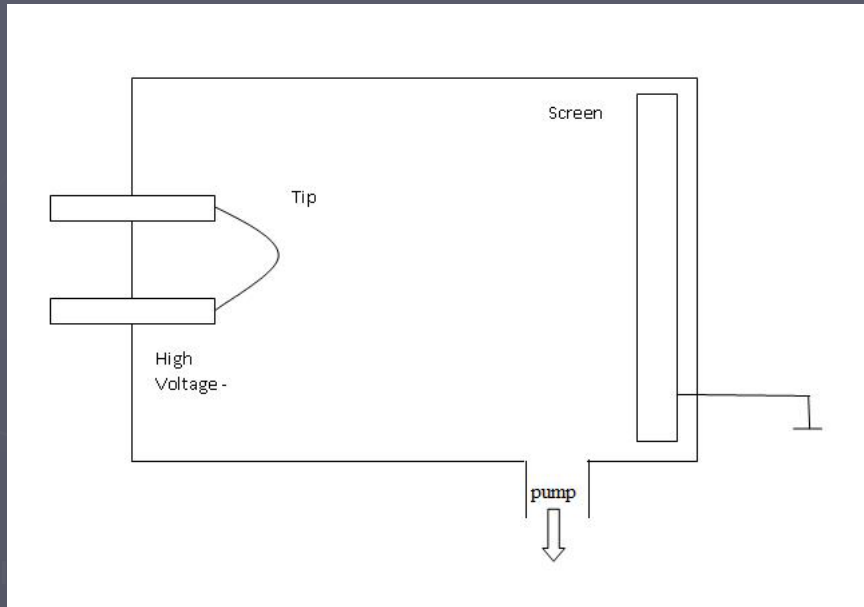


Electron Beam Source



W or LaB₆ Filament
Thermionic or Field Emission Gun

Field Emission Gun



Διαφορές μεταξύ thermionic and field πηγών ακτινοβολίας

Thermionic Emitters:

- Χρησιμοποιούν ηλεκτρικό ρεύμα για τη θέρμανση του νήματος (κυρίως Tungsten (W) και Lanthanum Hexaboride (LaB6)).
- Όταν η θέρμανση φτάσει σε ένα υψηλό σημείο τα ηλεκτρόνια αρχίζουν να διαφεύγουν από το ίδιο το υλικό του νήματος.
- Χαρακτηρίζονται από χαμηλή φωτεινότητα, εξάτμιση του υλικού της καθόδου και θερμική μετατόπιση κατά την λειτουργία του οργάνου.

Field Emitters:

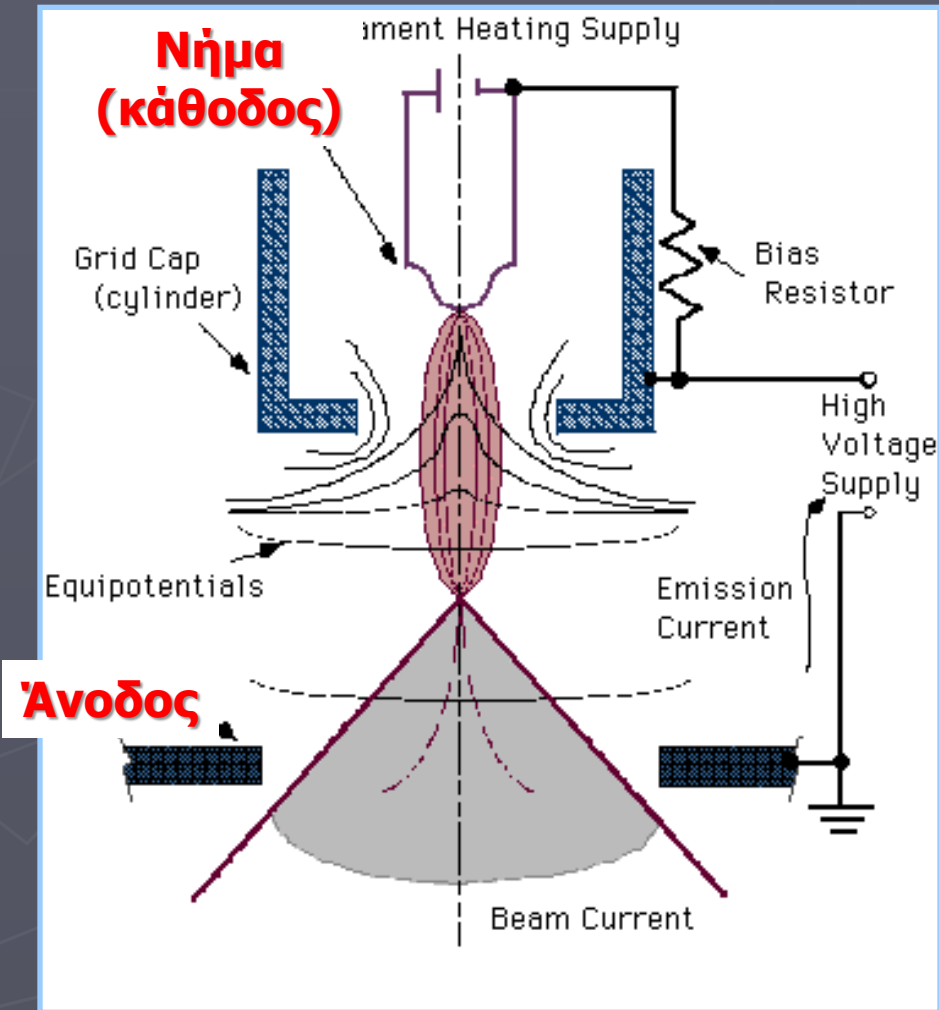
- Αποτελούν έναν τρόπο δημιουργίας ηλεκτρονίων που αποφεύγει τέτοιους είδους προβλήματα.
- Ένα πυροβόλο field emission (FEG, also called a cold cathode field emitter), δεν θερμαίνει το νήμα.
- Η εκπομπή επιτυγχάνεται με την τοποθέτηση του νήματος σε ένα τεράστια βαθμίδα ηλεκτρικού δυναμικού. Το FEG είναι συνήθως ένα σύρμα βολφραμίου (W) διαμορφωμένο ως μια αιχμηρή ακίδα.

Διαφορές μεταξύ thermionic and field πηγών ακτινοβολίας

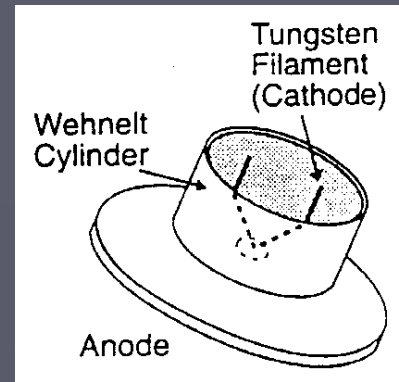
Emission	Thermionic		Field Emission
	W	LaB6	FE
Size (nm)	1×10^5	2×10^4	0.2
Brightness (A/cm ² .steradian)	$10^4 - 10^5$	$10^5 - 10^6$	$10^7 - 10^9$
Energy Spread (eV)	1 - 5	0.5 - 3.0	0.2 - 0.3
Operating Lifetime (hrs)	>20	>100	>300
Vacuum (torr)	$10^{-4} - 10^{-5}$	$10^{-6} - 10^{-7}$	$10^{-9} - 10^{-10}$

Ηλεκτρονικό τηλεβόλο (Electron Gun)

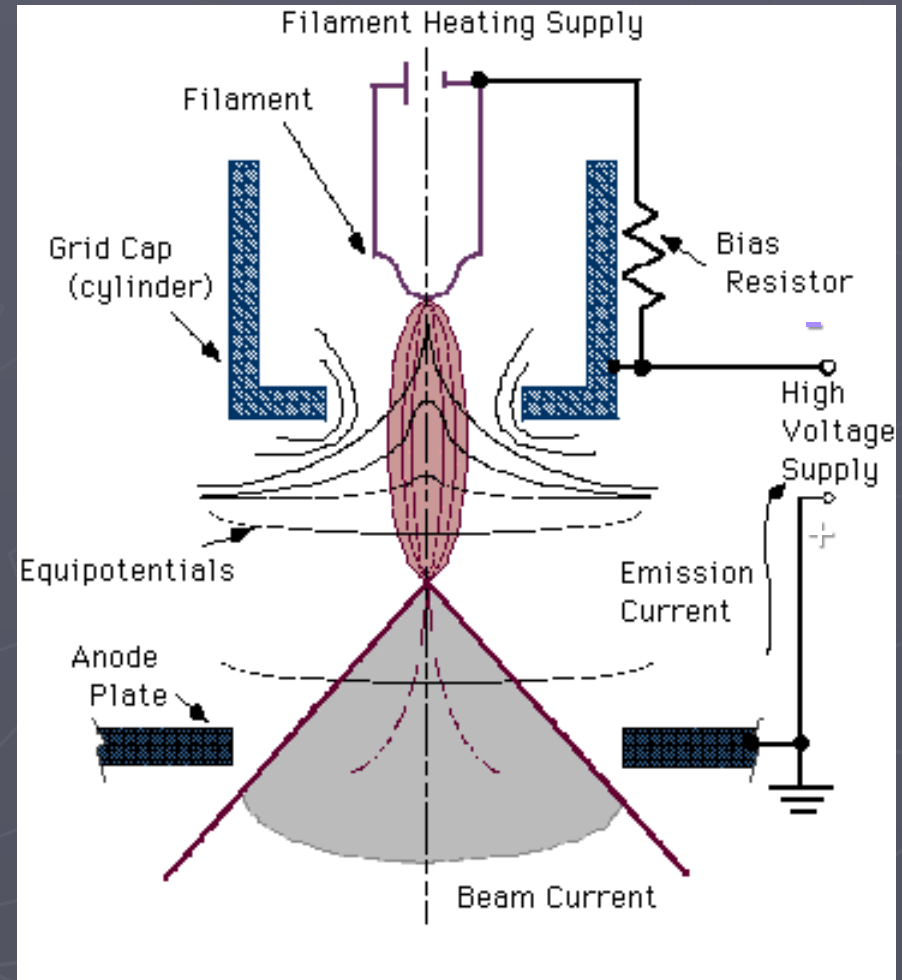
Η ηλεκτρονική δέσμη παράγεται από ένα νήμα βολφραμίου που έχει σχήμα "V" και αποτελεί την κάθοδο (αρνητικό δυναμικό). Στο νήμα εφαρμόζεται ρεύμα μ' αποτέλεσμα αυτό να πυρακτώνεται και να εκπέμπει τη δέσμη ηλεκτρονίων. Η άνοδος (θετικό δυναμικό) έλκει τα ηλεκτρόνια ώστε αυτά να επιταχύνονται.



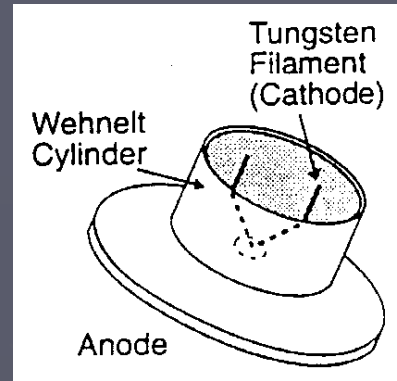
Θερμοηλεκτρονική πηγής (Thermionic Emission Gun)



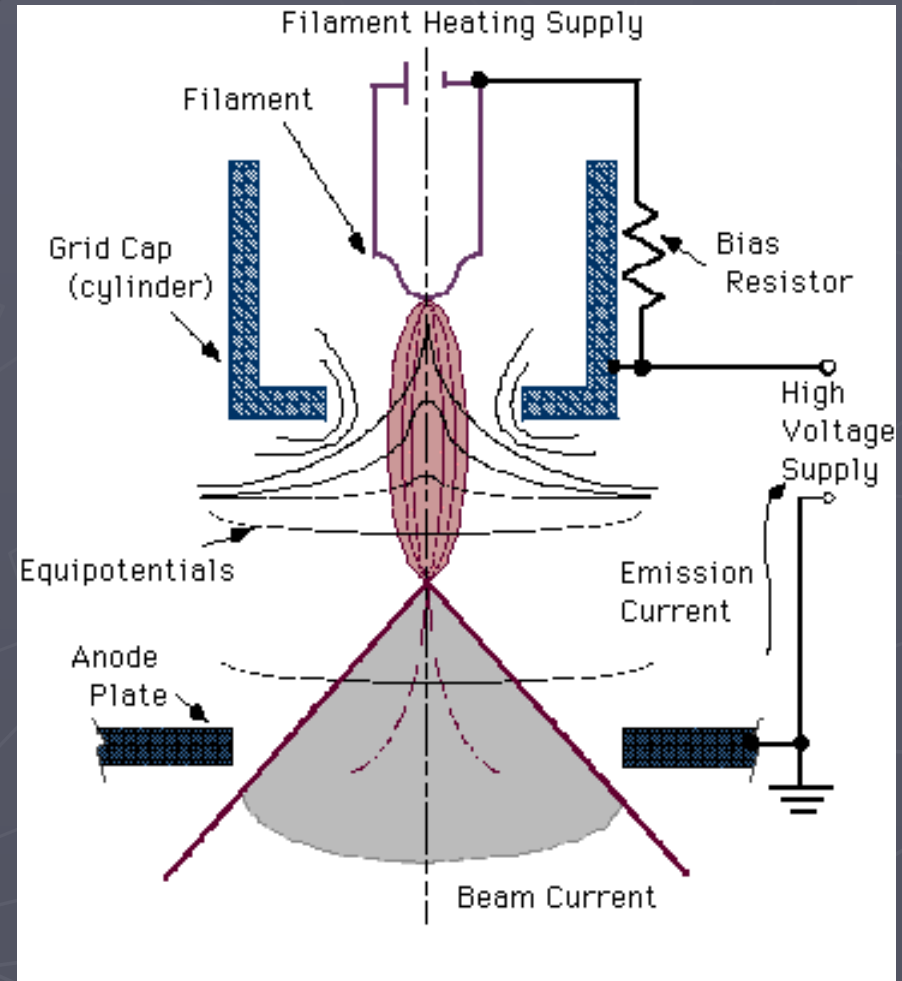
- Το νήμα βολφραμίου (κάθοδος, filament) διαρρέεται από ρεύμα οπότε και πυρακτώνεται.
- Τα ηλεκτρόνια εκπέμπονται με θερμιονική εκπομπή μόνο από μια μικρή περιοχή γύρω από την κορυφή του νήματος.
- Το ρεύμα I_0 της δέσμης είναι συνάρτηση της απόλυτης θερμοκρασίας του νήματος που βρίσκεται περίπου στους 2400°K (σ.τ. βολφραμίου 3370°C).



Θερμοηλεκτρονική πηγής (Thermionic Emission Gun)

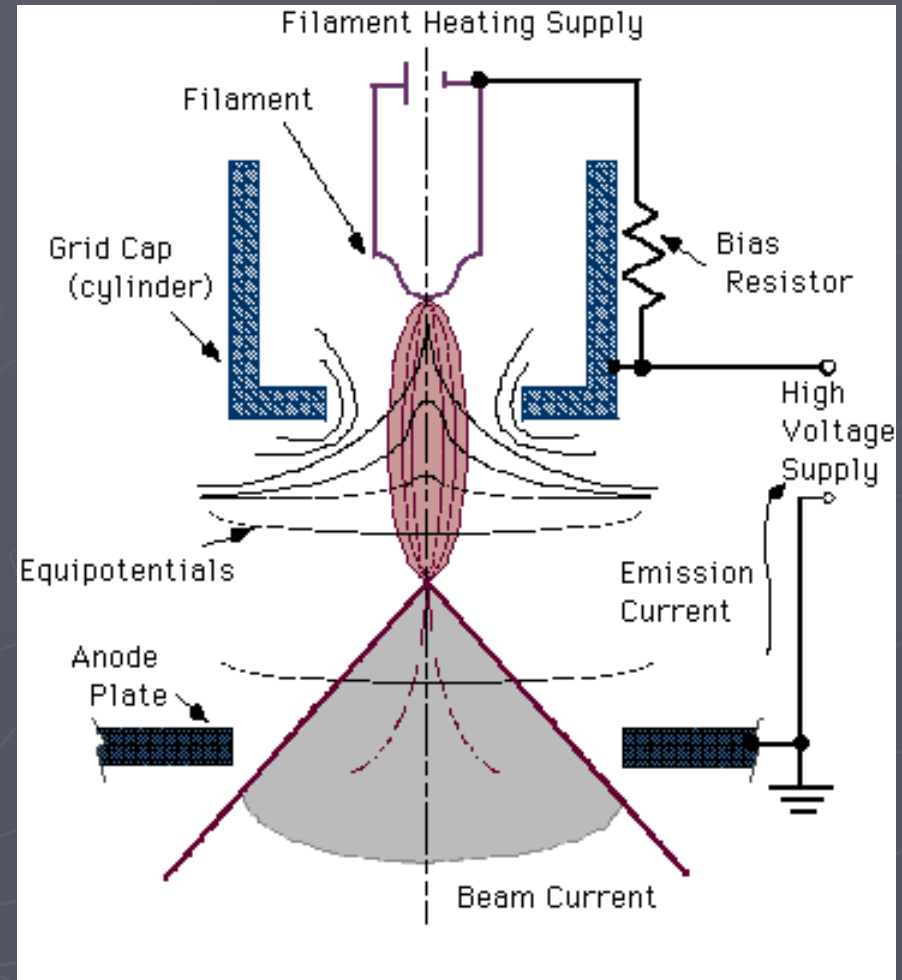
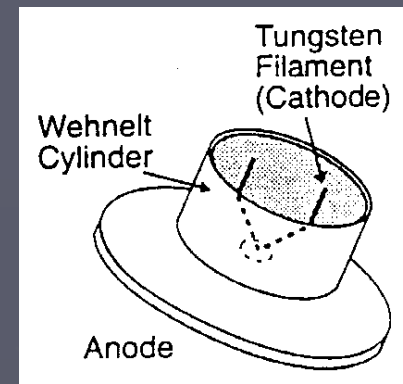


- Μεταξύ καθόδου και ανόδου υπάρχει ένα ηλεκτρόδιο (ηλεκτρόδιο Wehnelt), που είναι ένα κυκλικό διάφραγμα στο τέλος ενός κυλινδρικού σωλήνα και περιβάλλει ουσιαστικά την κάθοδο **ώστε να την προστατεύει από εξωτερικές ηλεκτροστατικές διαταραχές.**

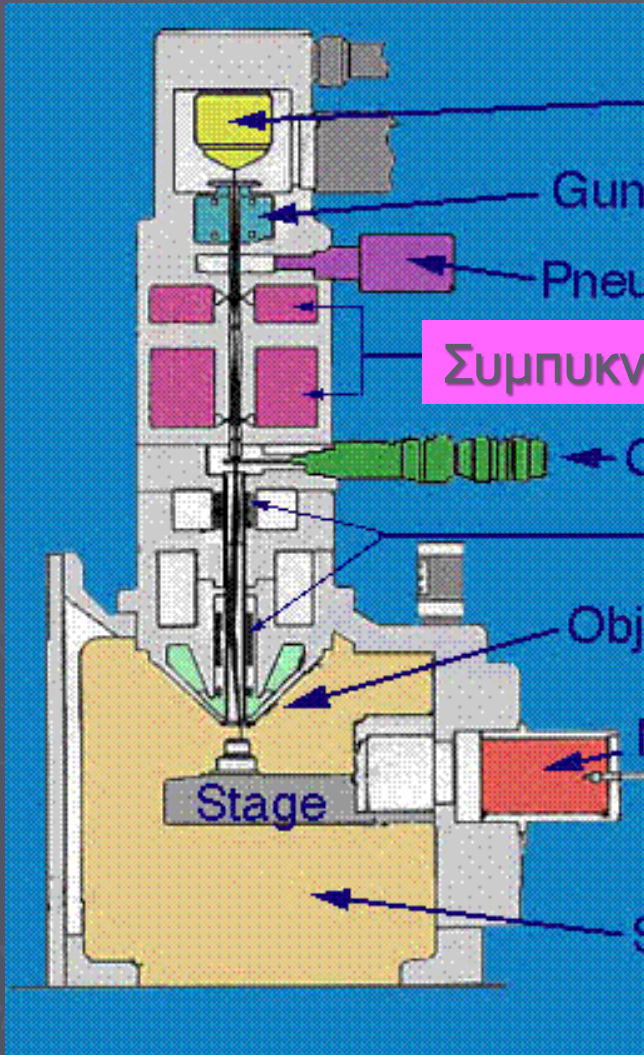


Θερμοηλεκτρονική πηγής (Thermionic Emission Gun)

- ▶ Ανάμεσα στο νήμα και το ηλεκτρόδιο Wehnelt εφαρμόζεται μια τάση (400-500 Volts), έτσι ώστε αυτό να δρα ως **ηλεκτροστατικός φακός** που συγκεντρώνει τα ηλεκτρόνια ώστε να διέρχονται από την κυκλική οπή και να κατευθύνονται προς την άνοδο. Με τον τρόπο αυτό το ηλεκτρονικό τηλεβόλο είναι ένας τρίοδος ηλεκτροστατικός φακός.

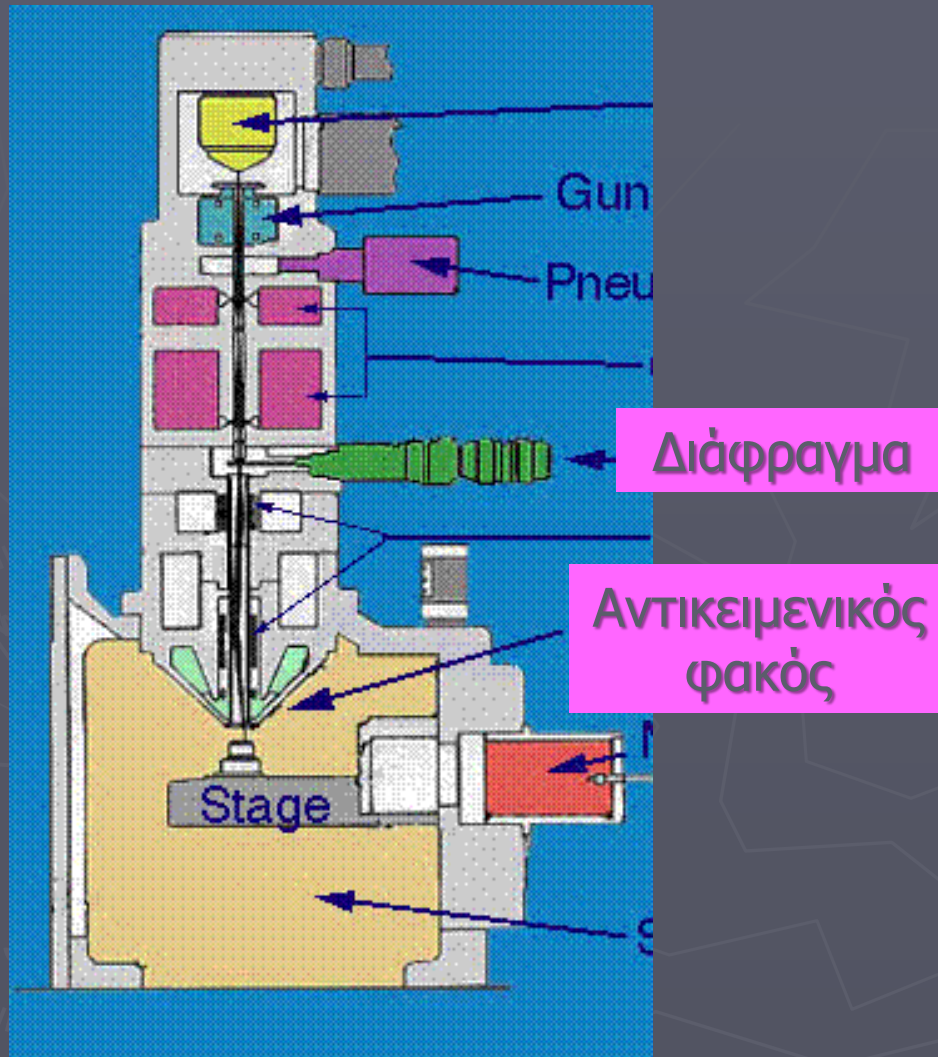


Κολώνα



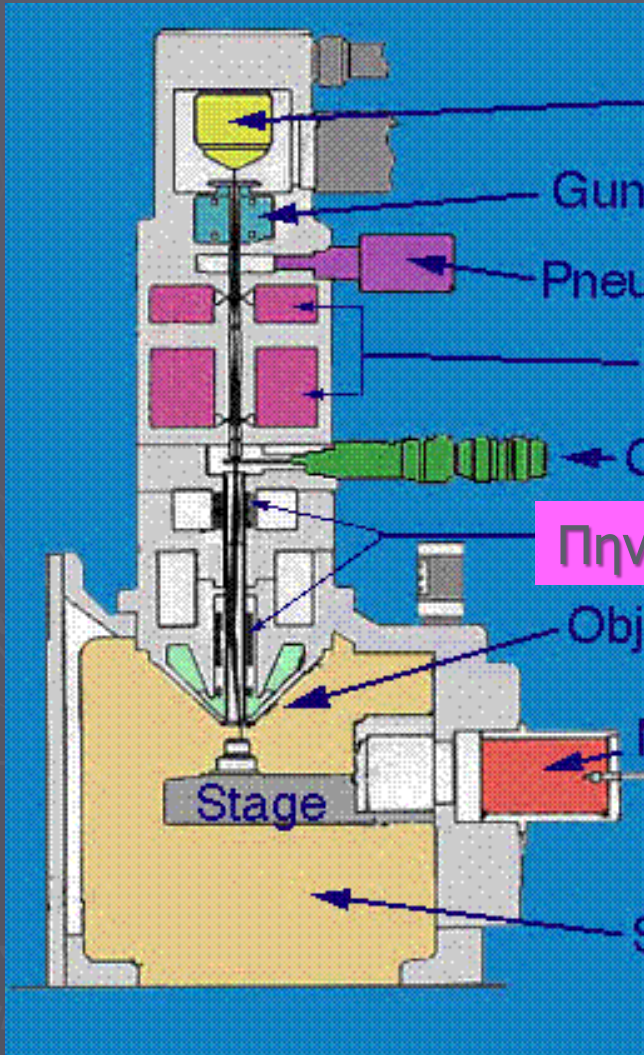
Καθώς η δέσμη ηλεκτρονίων διέρχεται από τη στήλη του μικροσκοπίου περνάει από το σύστημα των συμπυκνωτών φακών. Αυτοί οι φακοί μειώνουν τη διάμετρο της δέσμης κι ελέγχουν τη φωτεινότητα της ηλεκτρονικής δέσμης που πέφτει πάνω στο δείγμα.

Κολώνα



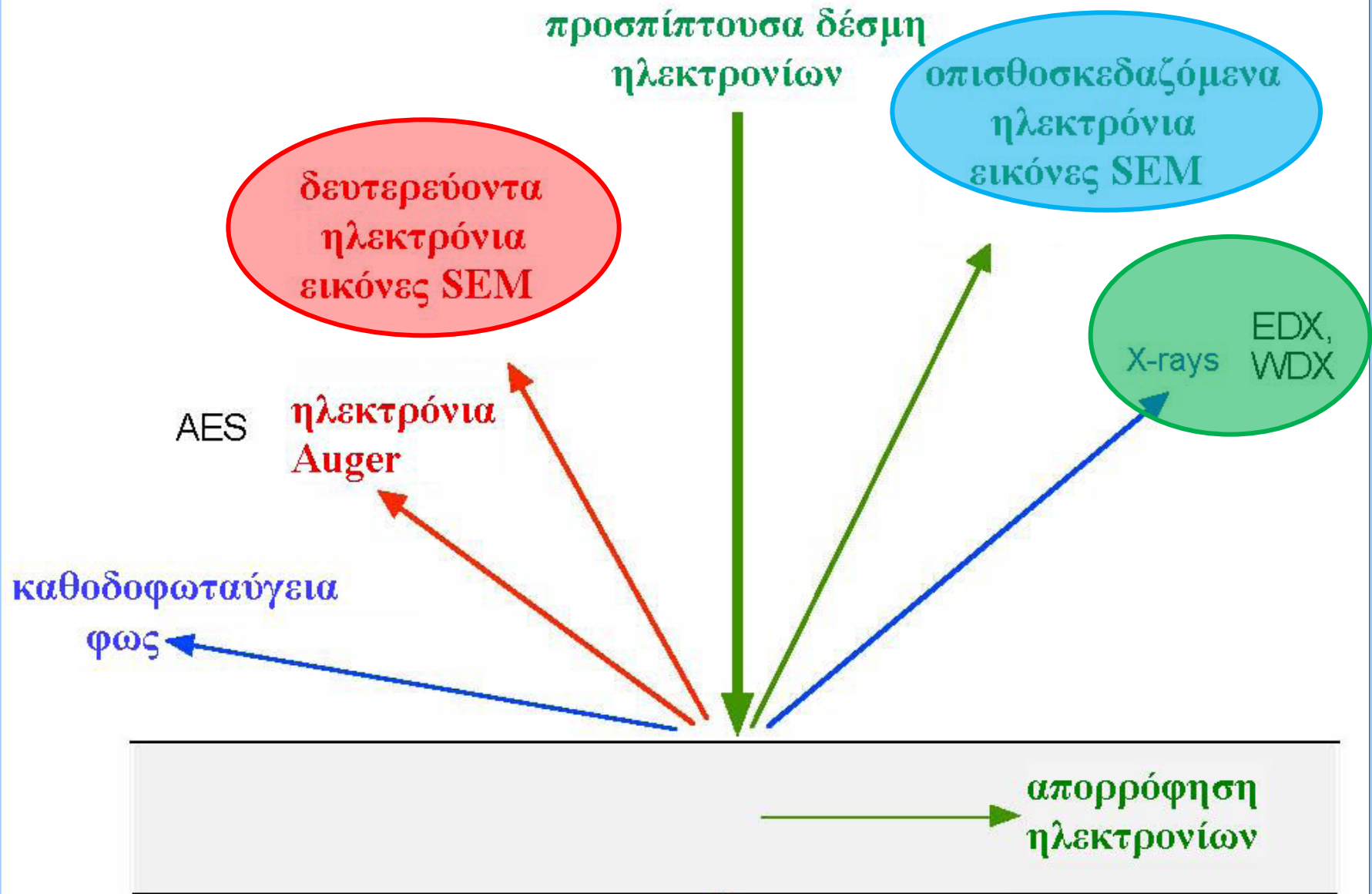
Ο αντικειμενικός φακός είναι ο βασικός φακός του μικροσκοπίου που σχηματίζει το είδωλο του δείγματος και συνδυάζεται με το διάφραγμα. Η διάμετρος του διαφράγματος καθορίζει το ποσοστό των ηλεκτρονίων που θα διέλθουν απ' αυτό και θα συνεισφέρουν στο σχηματισμό της εικόνας του δείγματος.

Κολώνα



Τα πηνία σάρωσης δημιουργούν ένα μαγνητικό πεδίο που αναγκάζει τη δέσμη να κινείται μπρος-πίσω σαρώνοντας έτσι την επιφάνεια του δείγματος.

Αλληλεπίδραση ηλεκτρονίων και δείγματος



Αλληλεπίδραση ηλεκτρονίων και δείγματος - Δευτερεύοντα ηλεκτρόνια (SE)

- Ένα μέρος των ηλεκτρονίων της προσπίπτουσας δέσμης, αλληλοεπιδρά με τα ηλεκτρόνια των ατόμων του δείγματος και υφίσταται ανελαστική σκέδαση.
- Αυτό σημαίνει ότι τα ηλεκτρόνια της δέσμης χάνουν ένα μέρος της αρχικής τους ενέργειας και ταυτόχρονα διεγείρουν τα άτομα του δείγματος απελευθερώνοντας κάποια ηλεκτρόνια.
- Τα ηλεκτρόνια αυτά αποτελούν τα **δευτερεύοντα ηλεκτρόνια**.
- Χάρis σε αυτά έχουμε το κύριο απεικονιστικό σήμα στο SEM.
Παράγουν καλή χωρική διακριτικότητα και υψηλή τοπογραφική ευαισθησία.

Δευτερεύοντα ηλεκτρόνια (SE)

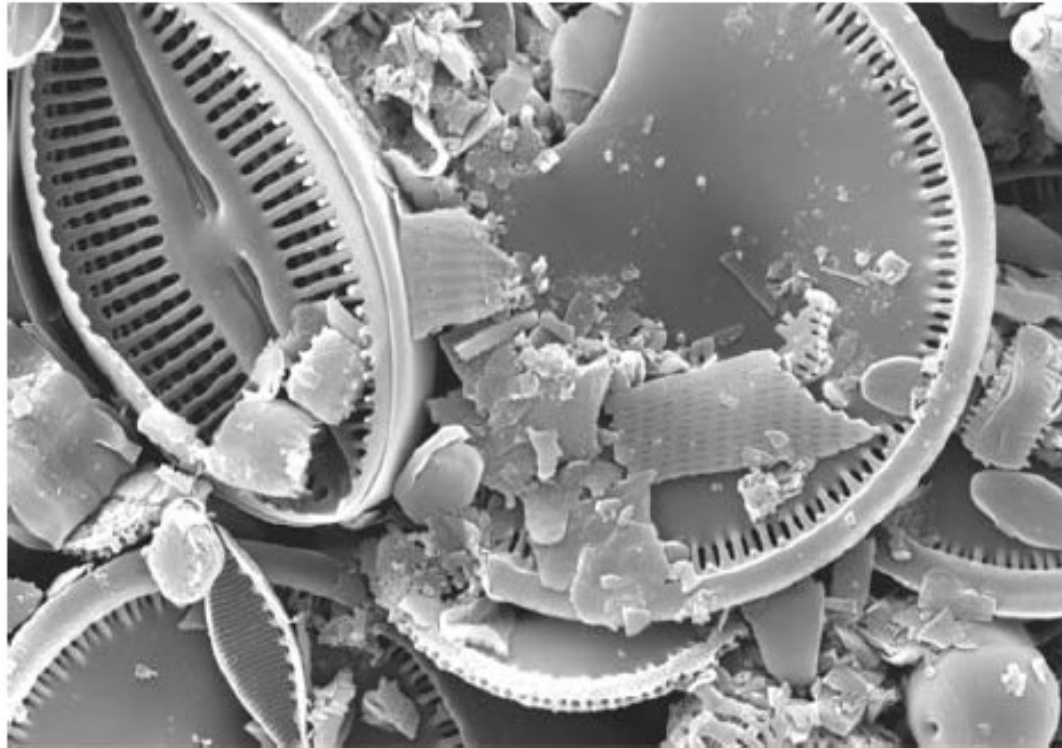


Fig. 4.8. A secondary-electron image of diatoms from modern lake sediment ($60\mu\text{m} \times 45\mu\text{m}$). (By courtesy of N. Cayzer and R. Thompson.)

Αλληλεπίδραση ηλεκτρονίων και δείγματος – Οπισθοσκεδαζόμενα ηλεκτρόνια (BSE)

- Τα ηλεκτρόνια της προσπίπτουσας δέσμης σκεδάζονται ελαστικά και επειδή η ενέργεια της δέσμης είναι μεγάλη, διαφεύγουν από την επιφάνεια του δείγματος.
- Τα ηλεκτρόνια αυτά ονομάζονται οπισθοσκεδαζόμενα και υπάρχουν σε πολύ μικρότερο ποσοστό από ότι τα δευτερεύοντα.
- Το ποσοστό των οπισθοσκεδαζόμενων ηλεκτρονίων που εκπέμπονται, εξαρτάται από τον ατομικό αριθμό του κάθε στοιχείου.
- Επομένως, η αλλαγή του ποσοστού των οπισθοσκεδαζόμενων ηλεκτρονίων διαφοροποιεί την εικόνα ανάλογα με τον ατομικό αριθμό των στοιχείων του υλικού.
- Οι βαρύτερες φάσεις φαίνονται φωτεινότερες από τις ελαφρύτερες. Έτσι παίρνουμε πληροφορία για τη σύσταση του δείγματος.

Οπισθοσκεδαζόμενα ηλεκτρόνια (BSE)

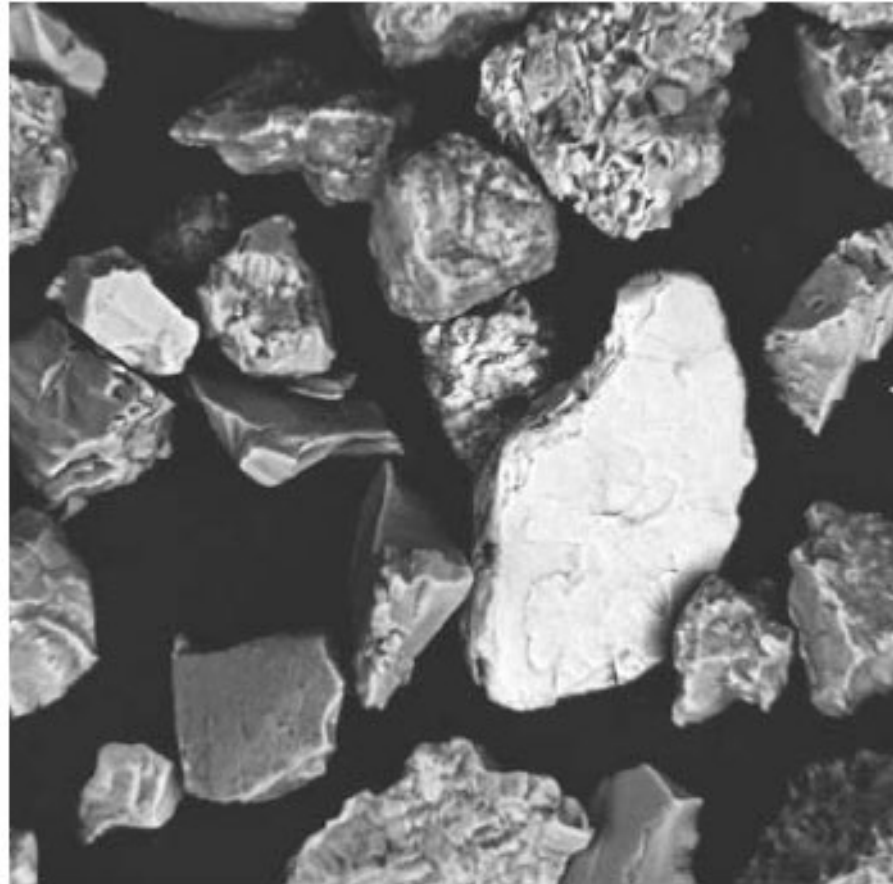
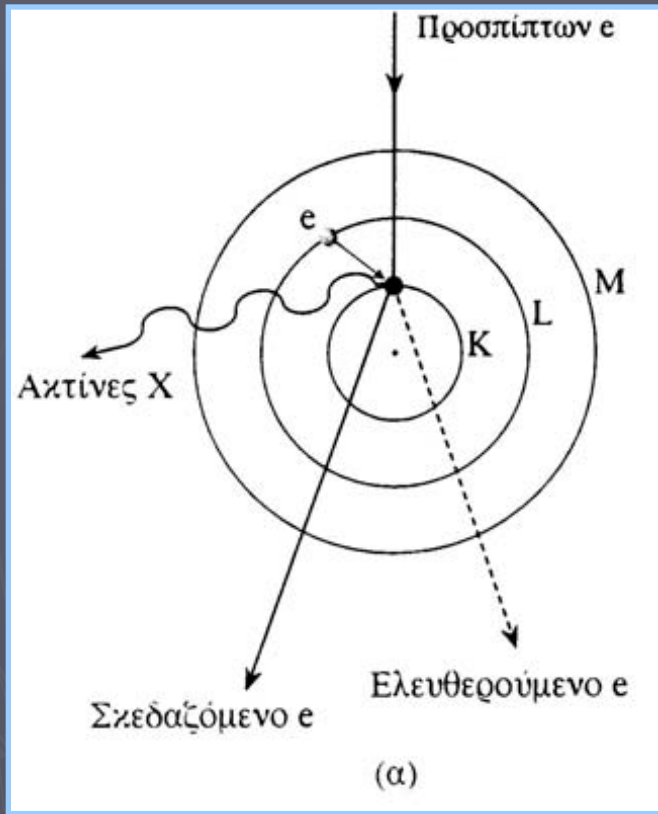


Fig. 4.14. A BSE image of mineral grains, showing combined compositional and topographic contrast (lighter grains – higher atomic number).

Αλληλεπίδραση ηλεκτρονίων και δείγματος – Ακτίνες X



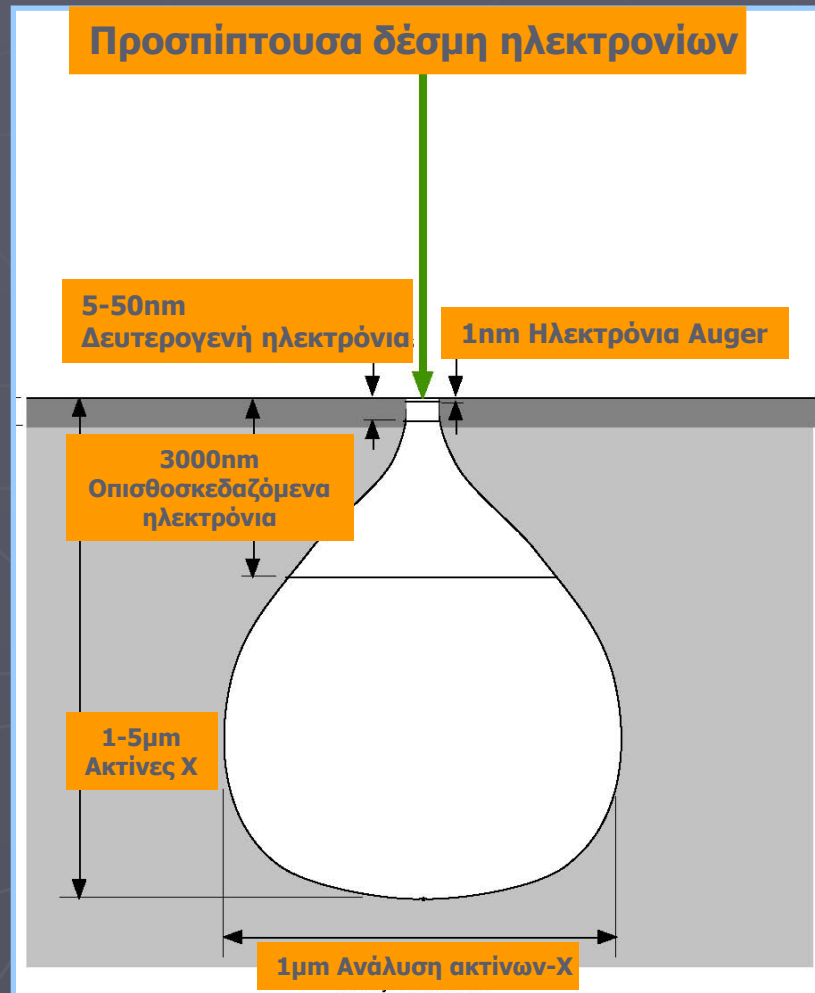
- Η απορροφούμενη ενέργεια από το δείγμα μετά την πρόσπτωση της δέσμης των ηλεκτρονίων έχει σαν αποτέλεσμα τη διέγερση των ατόμων του δείγματος.
 - Αν η ενέργεια των ηλεκτρονίων της προσπίπτουσας δέσμης είναι αρκετά μεγάλη τότε απελευθερώνεται ηλεκτρόνιο από εσωτερική στοιβάδα και το κενό καλύπτεται από ηλεκτρόνιο από υψηλότερη ενεργειακή στοιβάδα.
- Αυτό έχει ως αποτέλεσμα εκπομπή χαρακτηριστικής ακτινοβολίας ακτίνων-X.
- Η ενέργεια των εκπεμπόμενων ακτίνων-X, ίση με την ενεργειακή διαφορά των δύο στοιβάδων, είναι χαρακτηριστική του στοιχείου από το οποίο εκπέμπονται και δίνει πληροφορίες για τη σύσταση του δείγματος.

Αλληλεπίδραση ηλεκτρονίων και δείγματος

- Εξαιτίας της επιβράδυνσης των ηλεκτρονίων της δέσμης καθώς ταξιδεύουν στα πεδία Coulomb γειτονικών ατόμων στο δείγμα παράγονται ακτίνες X Bremsstrahlung (X-ray continuum). Οι οποίες δημιουργούν ένα θόρυβο (υψηλό background) που επηρεάζει το προσδιορισμό επίπεδο της ελάχιστης περιεκτικότητας του στοιχείου (δηλ. το όριο της ανιχνευσιμότητας).
- Η ακτινοβολία που αποτελείται από φάσμα στην ευρεία περιοχή του ορατού φωτός (μήκους κύματος από 0,3 ως 2 μm) και δημιουργείται όταν καλύπτονται τα κενά που επέφερε η ακτινοβολήση στις στοιβάδες σθένους των ατόμων του δείγματος από νέα ηλεκτρόνια ονομάζεται **καθοδοφωταύγεια (CL)**.
- Τέλος, παράγεται **θερμότητα** κατά την αλληλεπίδραση της δέσμης με το δείγμα.

Σαρωτικό Ηλεκτρονικό Μικροσκόπιο

- ❖ Όγκος αλληλεπίδρασης των ηλεκτρονίων της δέσμης με τα άτομα του δείγματος

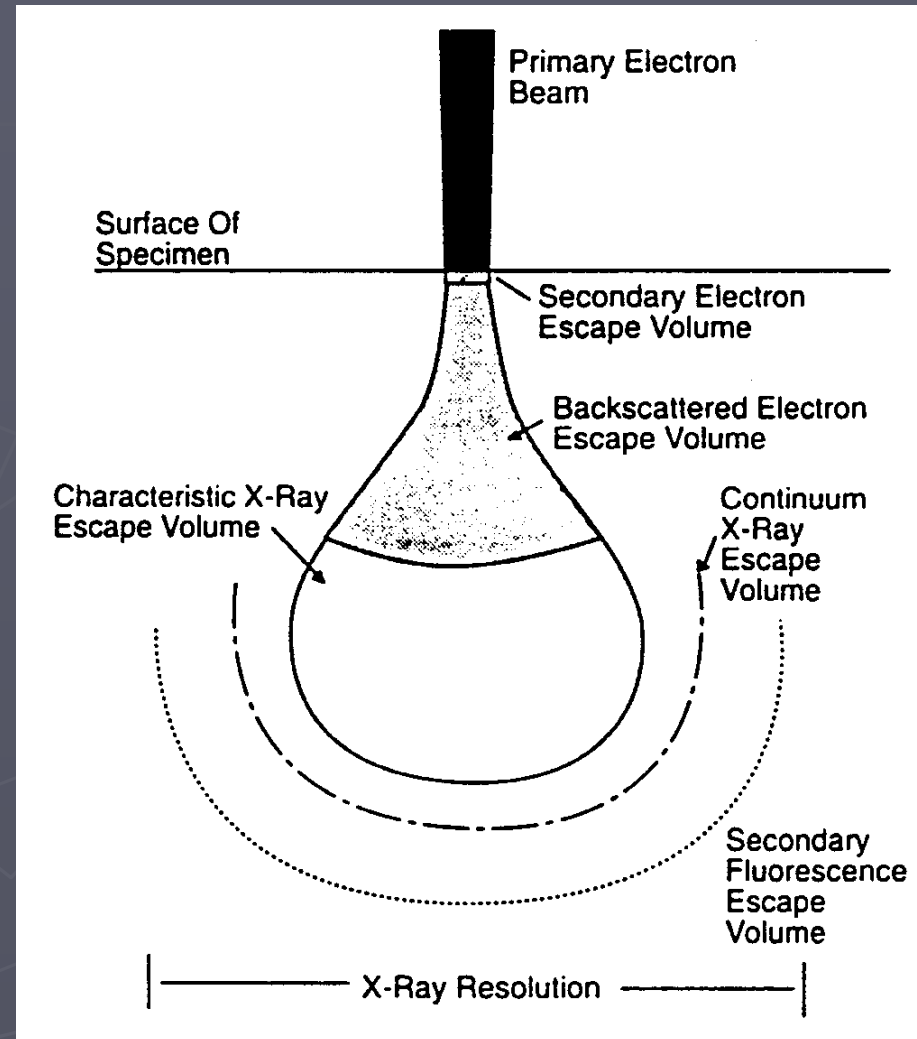


Όγκοι διαφυγής των διαφόρων σημάτων

Αν η διάμετρος της πρωτογενούς δέσμης είναι $\sim 5\text{nm}$

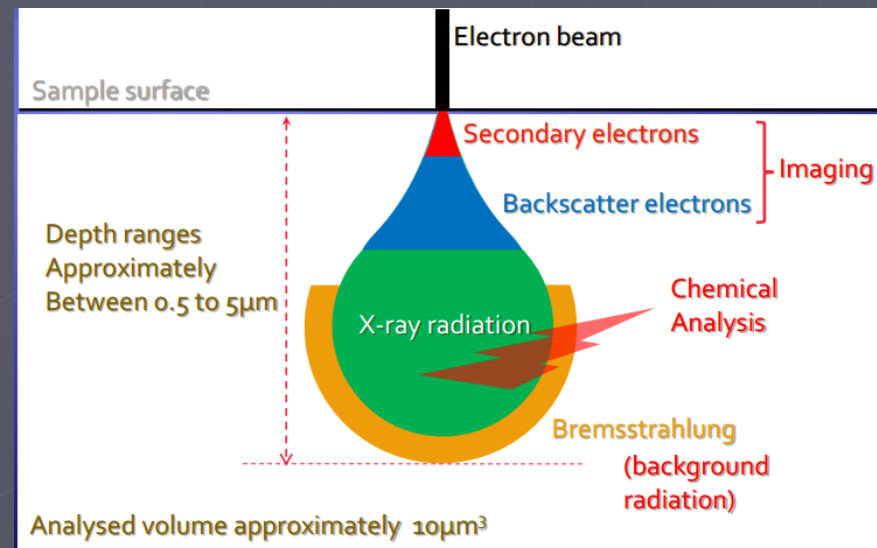
Οι διαμέτροι των όγκων διαφυγής θα είναι

- **Secondary electron:**
διάμετρος $\sim 10\text{nm}$; βάθος $\sim 10\text{nm}$
- **Backscattered electron:**
διάμετρος $\sim 1\mu\text{m}$; βάθος $\sim 1\mu\text{m}$
- **X-ray:** από όλο τον διεγερμένο όγκο, δηλαδή $\sim 5\mu\text{m}$ διάμετρος και βάθος



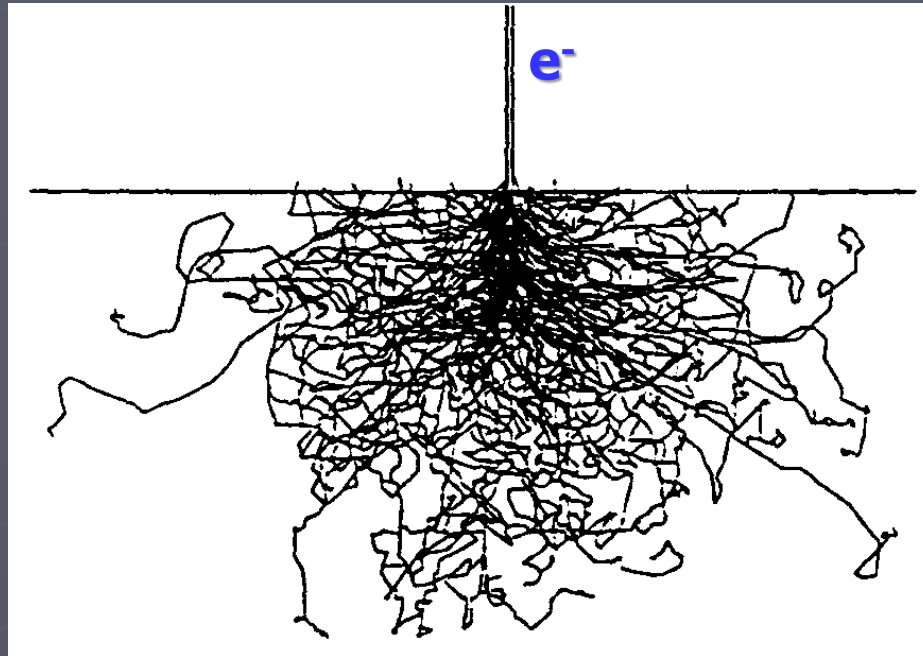
Διεγερμένος όγκος

- Όταν μια εστιασμένη δέσμη ηλεκτρονίων κτυπήσει το δείγμα στην επιφάνεια, εισέρχεται στο δείγμα οπότε τα ηλεκτρόνια χάνουν την ενέργειά τους λόγω της αλληλοεπίδρασης με τα ηλεκτρόνια των στοιβάδων των διαφόρων ατόμων του δείγματος.
- Με τη διεργασία αυτή γίνεται διάχυση της δέσμης ηλεκτρονίων και σχηματίζεται ένας «διεγερμένος όγκος» στο δείγμα.
- Το μέγεθός του αυξάνεται με την αύξηση του δυναμικού επιτάχυνσης στο πυροβόλο ηλεκτρονίων και με την ελάττωση του μέσου ατομικού αριθμού του δείγματος.
- Για ένα πυριτικό ορυκτό διεγερμένο στα 15 kV → αχλαδοειδές σχήμα διαμέτρου 2 μm και βάθους 3 μm .



http://www.eliasch.metal.ntua.gr/DPMS/SEM-EBSD_Chatzitheodoridis.pdf

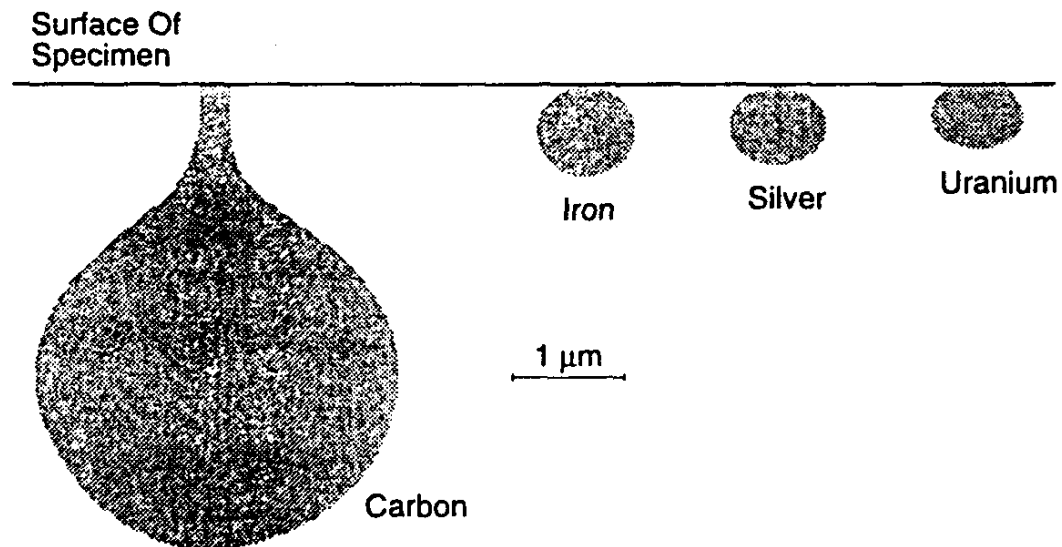
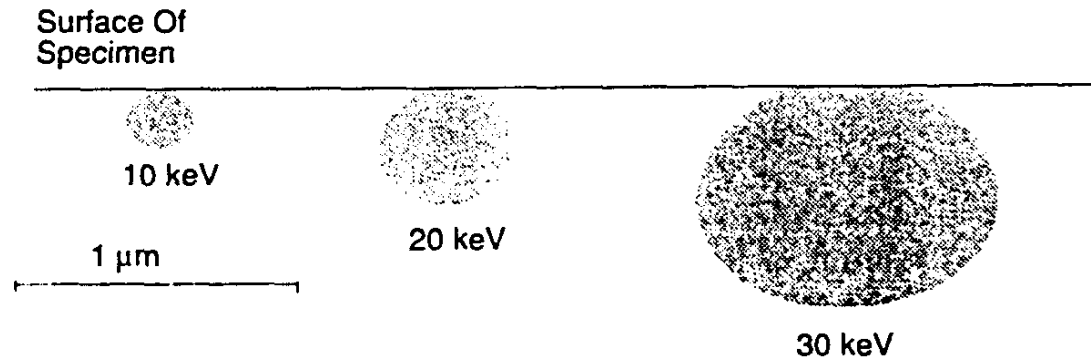
Διεγερμένος όγκος



Προσομοιώσεις Monte Carlo 100 διαδρομών ηλεκτρονίων

Τα ηλεκτρόνια που εισχωρούν στο δείγμα δεν ακολουθούν μια ευθεία γραμμή, αλλά μια zig-zag διαδρομή

Διεγερμένος όγκος



Scanning Electron Microscope - SEM

Η στήλη του μικροσκοπίου πρέπει πάντα να βρίσκεται σε συνθήκες κενού.

Στην αντίθετη περίπτωση:

- Αντίδραση των μορίων του αέρα με το νήμα
-> γρήγορη φθορά.
- Αντίδραση των μορίων του αέρα με τα ηλεκτρόνια της δέσμης
-> αποσταθεροποίηση της δέσμης.
- Σύγκρουση των μορίων του αέρα με τα ηλεκτρόνια της δέσμης
-> η δέσμη δεν φτάνει στο δείγμα.
- Αντίδραση των μορίων του αέρα με το δείγμα
-> δημιουργία ενώσεων στην επιφάνεια του δείγματος, κακή ποιότητα εικόνας.

Scanning Electron Microscope (SEM) – Διαδικασία απόκτησης εικόνας

- Αντί για τη χρήση μιας συνολικής εικόνας πεδίου, ακολουθείται μια στρατηγική μέτρησης σημείο προς σημείο.
- Μια υψηλής ενέργειας δέσμη ηλεκτρονίων χρησιμοποιείται για να ενεργοποιήσει το δείγμα και τα εκπεμπόμενα σήματα συλλέγονται και αναλύονται έτσι ώστε να **συνθέτεται** μία εικόνα.
- Τα εκπεμπόμενα σήματα φέρουν **τοπογραφική, συστασιακή, και κρυσταλλογραφική** πληροφορία για την επιφάνεια του δείγματος.

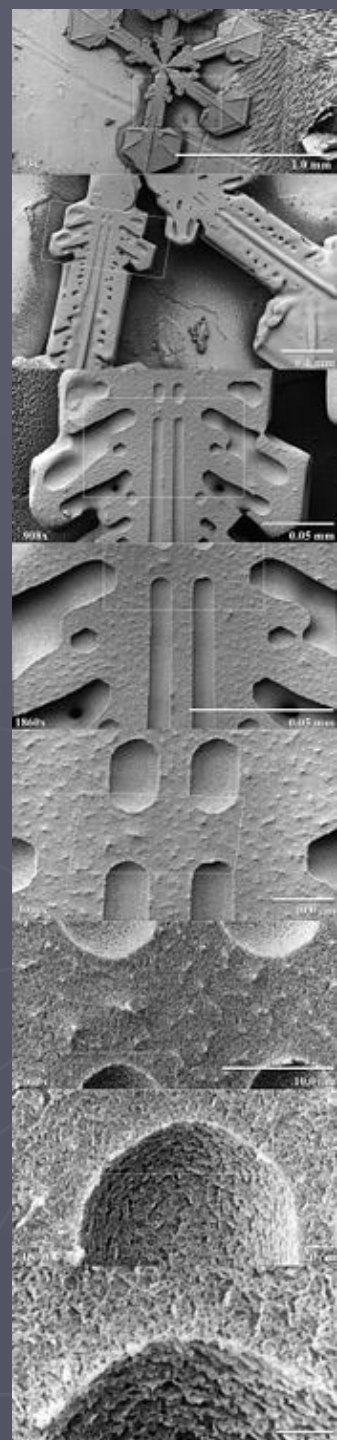
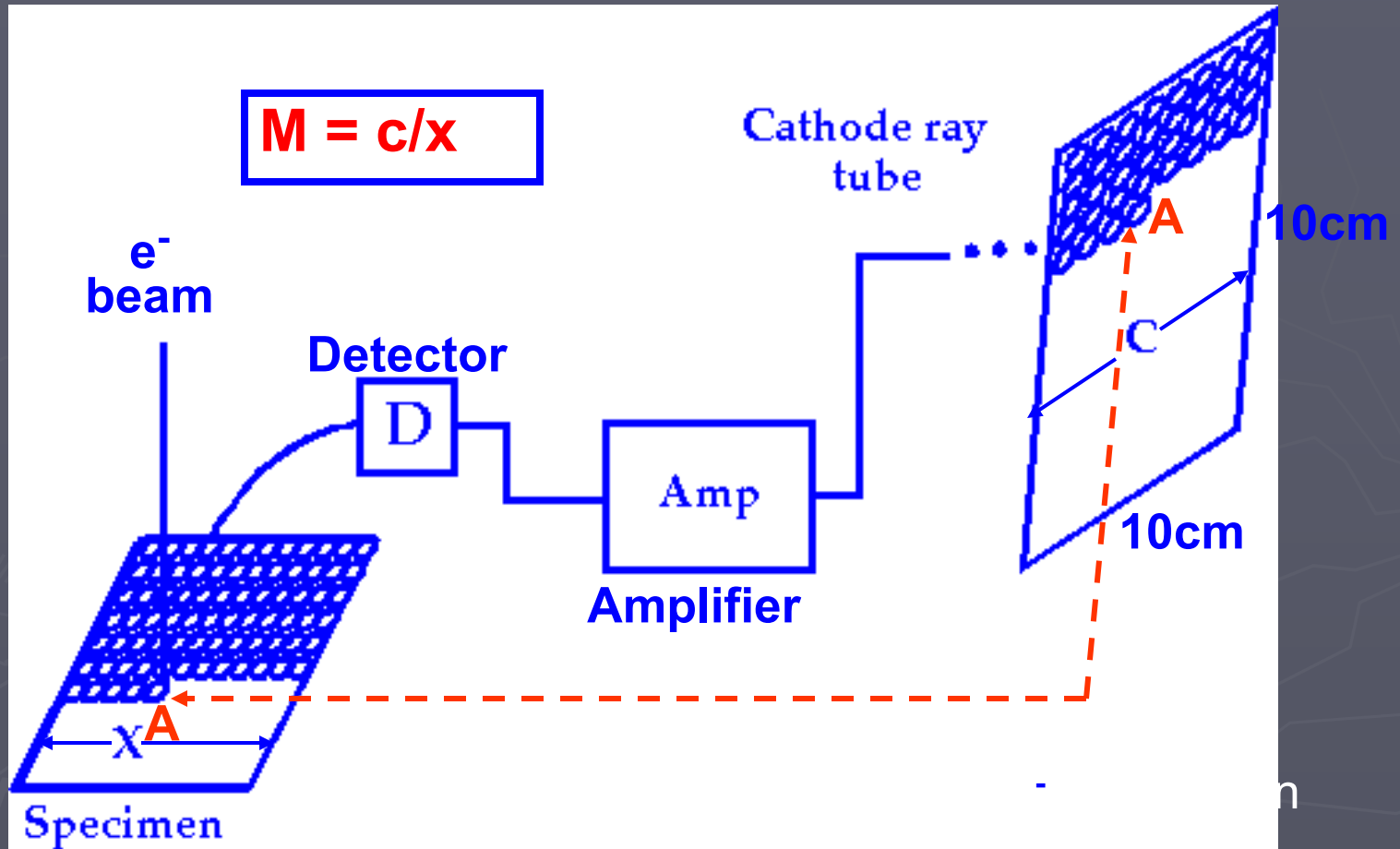


Image Formation in SEM



Beam is scanned over specimen in a raster pattern in **synchronization** with beam in CRT. Intensity at **A** on CRT is proportional to **signal** detected from **A** on specimen and signal is modulated by amplifier.

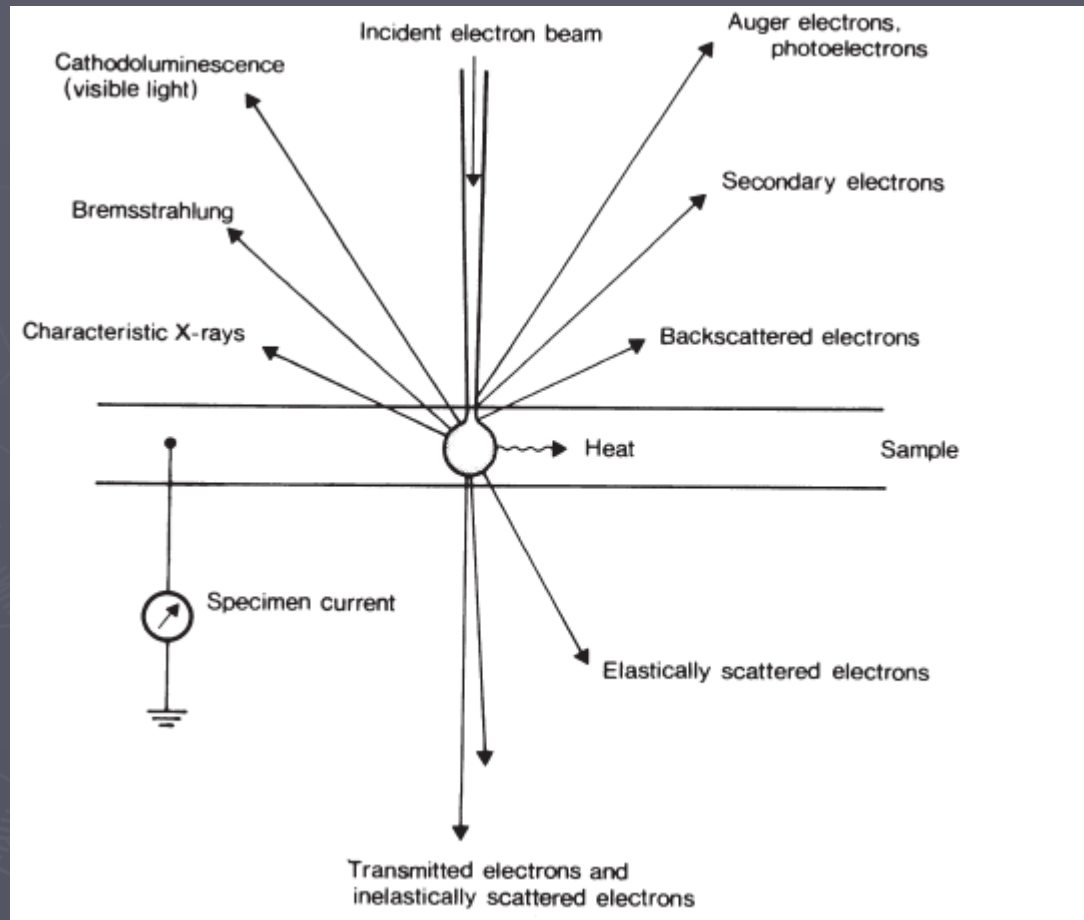
Διαφορετικοί τύποι SEM

- ▶ **Conventional (high vacuum):** ο πιο συνηθισμένος τύπος. Χρειάζεται στεγνό, αγωγίμο δείγμα (=> επιγραφίτωση) το οποίο να μπορεί να αντέξει σε συνθήκες υψηλού κενού. Λειτουργεί σε SE και BSE.
- ▶ **Low Vacuum (LVSEM):** λειτουργεί σε συνθήκες χαμηλού κενού. Το δείγμα δεν χρειάζεται να είναι αγωγίμο. Είναι χρήσιμο για μελέτη πολυμερών, βιολογικών δειγμάτων, δειγμάτων που δεν πρέπει να αλλοιωθούν κτλ. Λειτουργεί σε BSE.

Διαφορετικοί τύποι SEM

- ▶ **Cryo-SEM:** διαθέτει εξοπλισμό χάρις τον οποίο μπορεί να παρατηρηθεί δείγμα σε παγωμένη κατάσταση. Είναι χρήσιμο για την μελέτη ενυδατωμένων δειγμάτων, βιολογικών δειγμάτων, biofilms, τροφών, αφρών, λιπών, εναιωρημάτων, φαρμακευτικών προϊόντων και νανοσωματιδίων. Λειτουργεί σε SE και BSE.
- ▶ **Environmental (ESEM):** χρησιμεύει για την μελέτη δειγμάτων σε φυσικές συνθήκες (όχι ξήρανση). Η συνθήκες θερμοκρασίας και πίεσης (και υγρασίας) στον θάλαμο του δείγματος προσαρμόζονται. Μας επιτρέπει να παρατηρήσουμε φυσικές και βιολογικές διαδικασίες π.χ. τήξη και πήξη.

Αλληλεπιδράσεις ακτίνων-X και ύλης



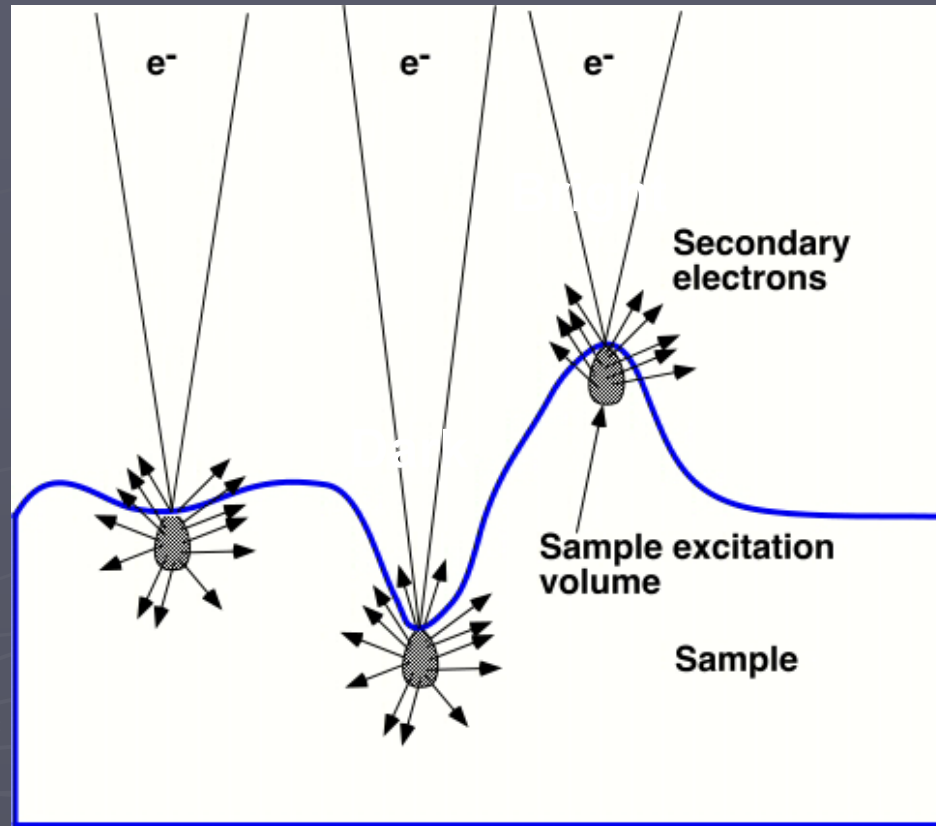
Αλληλεπιδράσεις ακτίνων-Χ και ύλης

- **Δευτερογενή ηλεκτρόνια (SE):** ηλεκτρόνια από τα άτομα του δείγματος που σκεδάζονται από την πρωτογενή δέσμη (ιονισμός). Το κυριο απεικονιστικό σήμα στο SEM όπου παράγουν καλή χωρική διακριτικότητα και υψηλή τοπογραφική ευαισθησία. Έχουν τυπικά χαμηλή ενέργεια (0-50 eV) και απορροφώνται εύκολα στο δείγμα. Αυτά που ανιχνεύονται προέρχονται από τις επιφανειακές στοιβάδες του «διεγερμένου όγκου».
- **Οπισθοσκεδαζόμενα ηλεκτρόνια (BSE):** ηλεκτρόνια της πρωτογενούς δέσμης που σκεδάζονται ελαστικά από τους πυρήνες των ατόμων του δείγματος και εξοστρακίζονται από το δείγμα. Μπορεί να συμβεί από οπουδήποτε μέσα στον «διεγερμένο όγκο». Η ένταση του σήματός τους μεταβάλλεται κυρίως ανάλογα με το μέσο ατομικό αριθμό του δείγματος → διαφοροποίηση στη χρωματική αντίθεση της εικόνας.
- **Χαρακτηριστική ακτινοβολία:** τα ηλεκτρόνια που βομβαρδίζουν το δείγμα το αναγκάζουν να εκπέμψει ακτίνες-Χ των οποίων η ενέργεια είναι χαρακτηριστική της στοιχειακής σύστασης του δείγματος.

Αλληλεπιδράσεις ακτίνων-Χ και ύλης

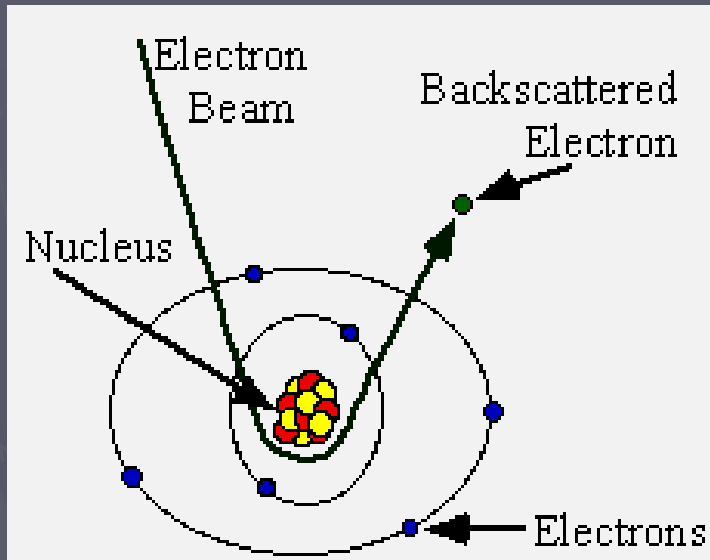
- **Bremsstrahlung (X-ray continuum):** λόγω της επιβράδυνσης των ηλεκτρονίων της δέσμης καθώς ταξιδεύουν στα πεδία Coulomb γειτονικών ατόμων στο δείγμα. Δημιουργούν ένα θόρυβο (υψηλό background) που επηρεάζει το προσδιορίσιμο επίπεδο της ελάχιστης περιεκτικότητας του στοιχείου (δηλ. το όριο της ανιχνευσιμότητας).
- **Καθοδοφωταύγεια (CL):** ακτινοβολία που αποτελείται από φάσμα στην ευρεία περιοχή του ορατού φωτός (μήκους κύματος από 0,3 ως 2 μm) και δημιουργείται όταν καλύπτονται τα κενά που επέφερε η ακτινοβόληση στις στοιβάδες σθένους των ατόμων του δείγματος από νέα ηλεκτρόνια
- **Χαρακτηριστική ακτινοβολία:** τα ηλεκτρόνια που βομβαρδίζουν το δείγμα το αναγκάζουν να εκπέμψει ακτίνες-Χ των οποίων η ενέργεια είναι χαρακτηριστική της στοιχειακής σύστασης του δείγματος.
- **Θερμότητα:** παράγεται κατά την αλληλεπίδραση της δέσμης με το δείγμα

Δευτερεύοντα ηλεκτρόνια (SE)



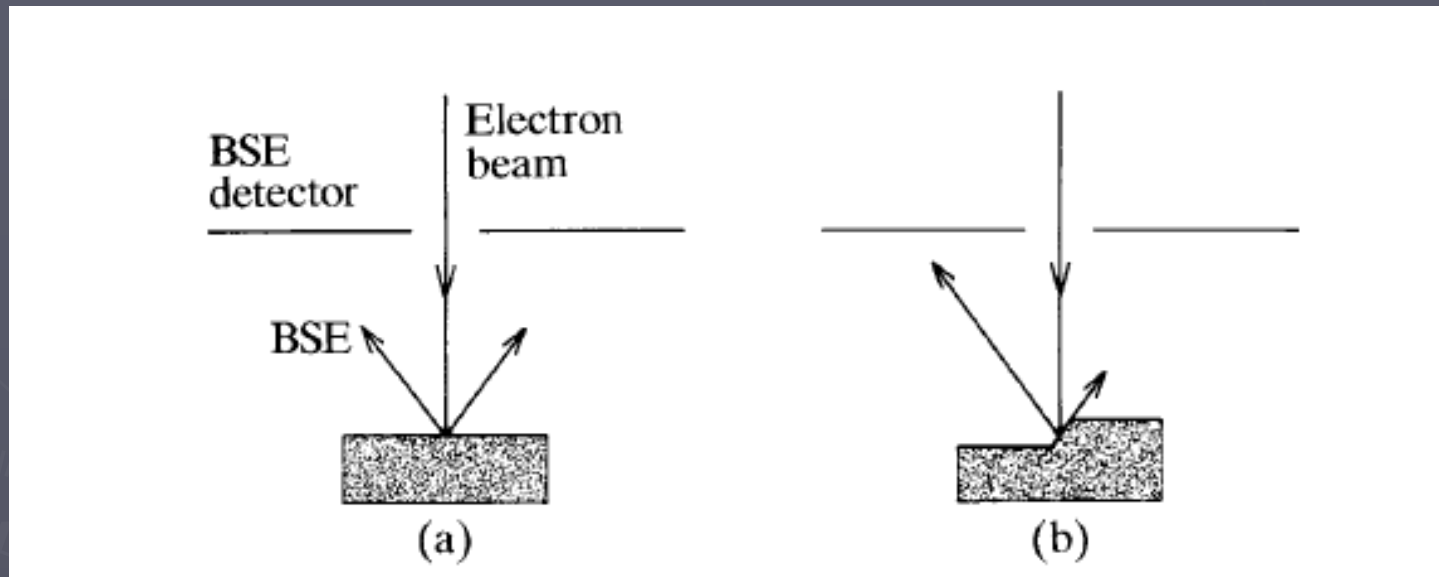
Η τοπογραφική αντίθεση προκύπτει λόγω της εξάρτησης δημιουργίας των από την γωνία πρόσπτωσης της δέσμης και της επιφάνειας του δείγματος.

Οπισθοσκεδαζόμενα ηλεκτρόνια (BSE)



BSE image from flat surface of an Al ($Z=13$) and Cu ($Z=29$) alloy

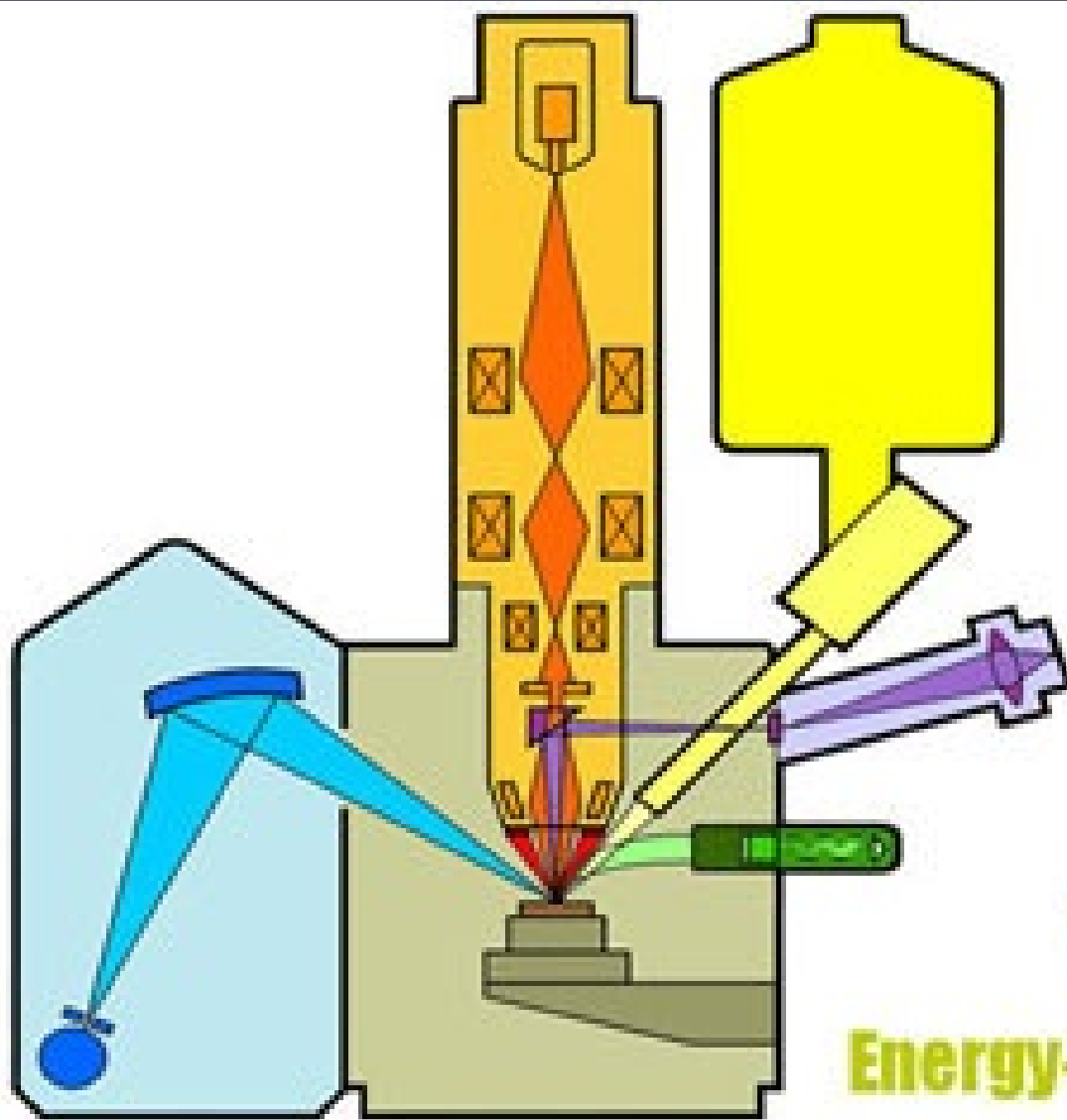
Οπισθοσκεδαζόμενα ηλεκτρόνια (BSE)



Τα σήματα από οπισθοσκεδαζόμενα ηλεκτρόνια που καταγράφονται από τα εκατέρωθεν του ανιχνευτή τμήματα είναι ίσα για ένα επίπεδο δείγμα αλλά διαφέρουν όταν υπάρχουν τοπογραφικές αλλαγές. Η διαφορά αυτή δίνει τοπογραφική απεικόνιση όπου η επίδραση της σύστασης ελαχιστοποιείται, ενώ η άθροιση δίνει έμφαση στη συστασιακές διαφορές παρά στην τοπογραφία.

Ηλεκτρονικός μικροαναλυτής (Electron Microprobe Analyzer, EMPA)

- ▶ **Electron probe micro-analyzer (EPMA)** ή **electron microprobe** ή **probe**: είναι μια αναλυτική συσκευή που μας επιτρέπει να εκτελέσουμε in situ χημική ανάλυση σε μια μικρή επιφάνεια στερεού σώματος (μη καταστροφική μέθοδος).
- ▶ Ουσιαστικά είναι ένα SEM με κατάλληλο εξοπλισμό ώστε να εκτελούνται και σημειακές χημικές αναλύσεις.
- ▶ Οι χημικές αναλύσεις του EMPA είναι στοιχειακές και ακριβείας (βλ. WDS).
- ▶ Το σημείο ανάλυσης είναι μικρού εμβαδού (spot size - 1-2 microns).



Electron Column

Sample Chamber

**Secondary
Electron Detector**

**Backscattered
Electron Detector**

**Wavelength-Dispersive
Spectrometers**

Visible-Light Microscope

Energy-Dispersive Spectrometer

Ανιχνευτές χημικής ανάλυσης:

WDS vs EDS

- ▶ Είναι ανιχνευτές (Wavelength-Dispersive X-Ray Spectroscopy- WDS και Energy-Dispersive X-Ray Spectroscopy- EDS) που χρησιμοποιούνται για σημειακή χημική ανάλυση.
- ▶ Η ακτίνα ηλεκτρονίων αλληλοεπιδρά με τα άτομα του δείγματος παράγοντας ακτίνες X.
- ▶ Από αυτή την διαδικασία **παράγονται φάσματα**, όπου κάθε ένα είναι χαρακτηριστικό για κάθε στοιχείο.
- ▶ Οι ακτίνες X που εκπέμπονται από το δείγμα δίνουν πληροφορίες για τη χημική σύσταση του δείγματος. Επομένως μπορεί να γίνει στοιχειομετρική ανάλυση του δείγματος που ονομάζεται **μικροανάλυση**.

Ανιχνευτές χημικής ανάλυσης:

WDS vs EDS

► **Energy-Dispersive X-Ray Spectroscopy (EDS):**

ανιχνευτές διασποράς ενέργειας που επιτρέπουν την ανίχνευση και μέτρηση πολλών χαρακτηριστικών ακτινοβολιών ταυτόχρονα- αναλύει όλο το εκπεμπόμενο φάσμα σε μια σάρωση και χρησιμοποιείται διάγραμμα έντασης-ενέργειας γίνεται ανάλυση ενεργειακής διασποράς.



http://serc.carleton.edu/research_education/geochemsheets/eds.html

► **Wavelength-Dispersive X-Ray Spectroscopy (WDS):**

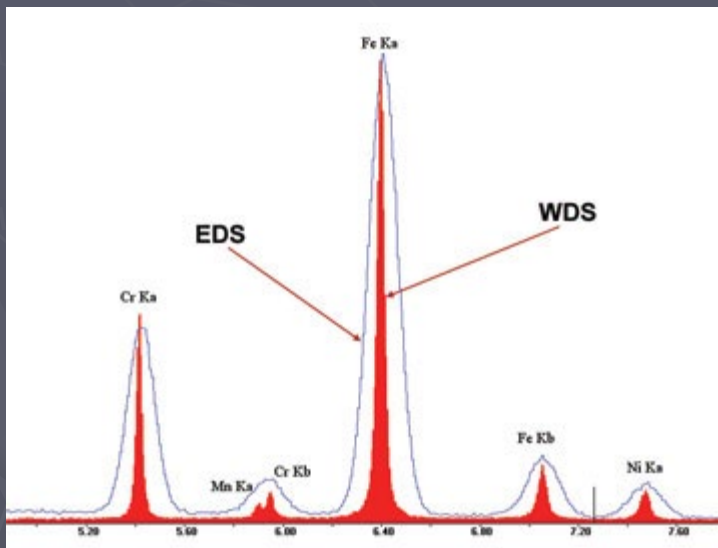
περίπτωση χρησιμοποιούνται ένα ή περισσότερα φασματομέτρα Bragg με κρυστάλλους ανόργανους ή συνθετικούς που ανιχνεύουν τις χαρακτηριστικές ακτινοβολίες X και μετρούν την έντασή τους με τη μέθοδο φθορισμού ακτίνων X- αναλύει το φάσμα ενός μόνο στοιχείου σε κάθε σάρωση και χρησιμοποιείται διάγραμμα έντασης-μήκους κύματος γίνεται ανάλυση της διασποράς του μήκους κύματος των ακτίνων X. Πολλά στοιχεία μπορούν να αναλυθούν ταυτόχρονα μόνο αν υπάρχουν πολλοί ανιχνευτές.



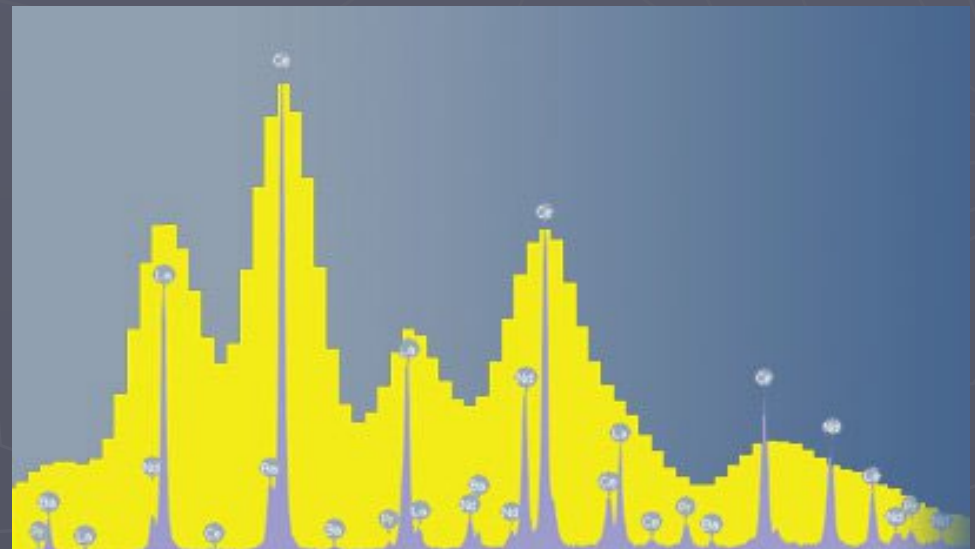
<http://www.directindustry.com/prod/oxford-instruments-nanoanalysis/product-37682-1416761.html>

Ανιχνευτές χημικής ανάλυσης: **WDS** vs **EDS**

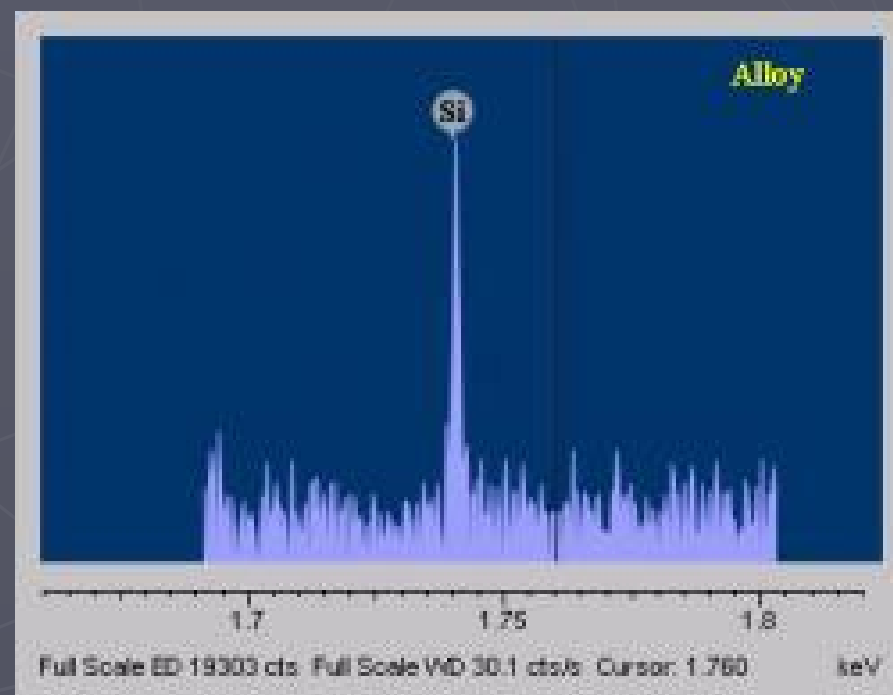
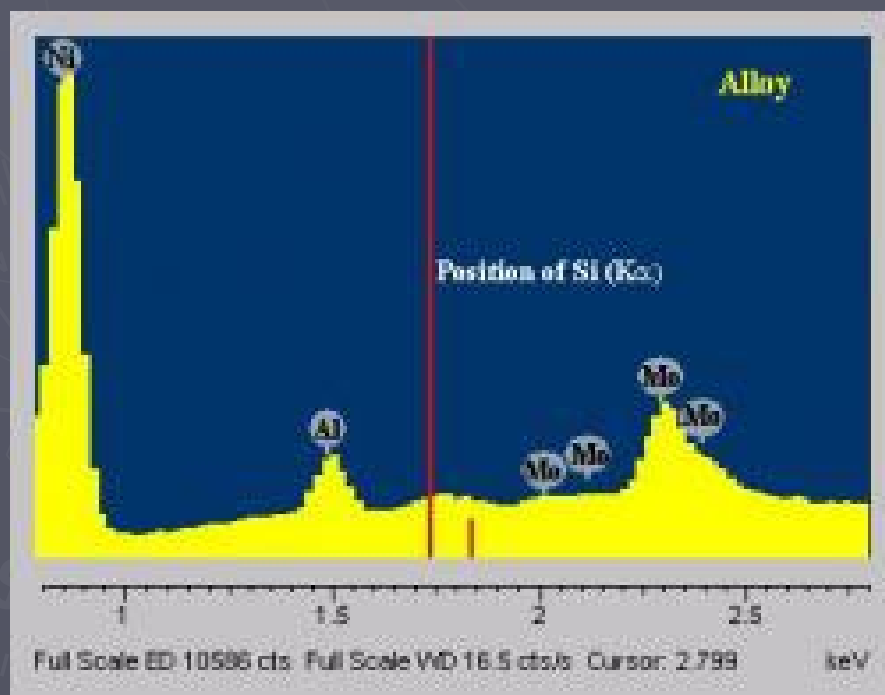
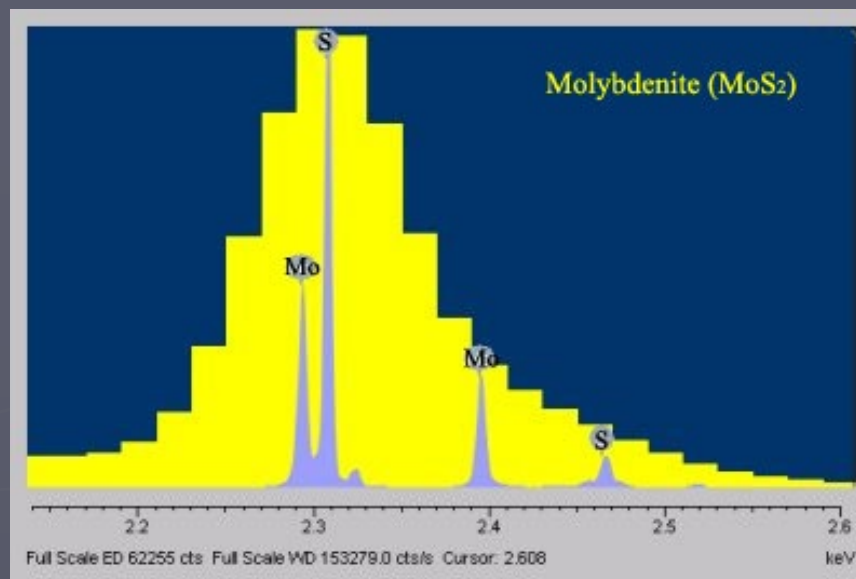
- Οι **EDS** είναι ταχύτεροι, φτηνότεροι και εκτελούν ημι-ποσοτική ανάλυση, ενώ οι **WDS** είναι πιο αργοί, πιο ακριβής στις μετρήσεις και πιο ακριβοί σε κόστος.



<http://www.edax.com/Products/Integrated/Trident-Integrated-EDS-EBSD-and-WDS-System.aspx>



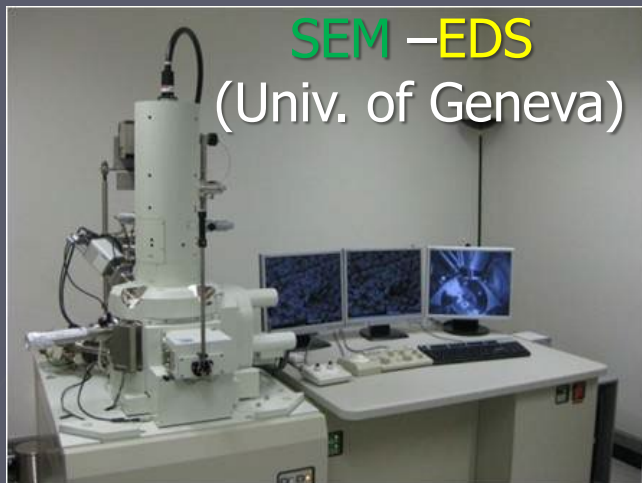
<https://www.oxford-instruments.com/products/microanalysis/wavelength-dispersive-systems-wds/wave-software>



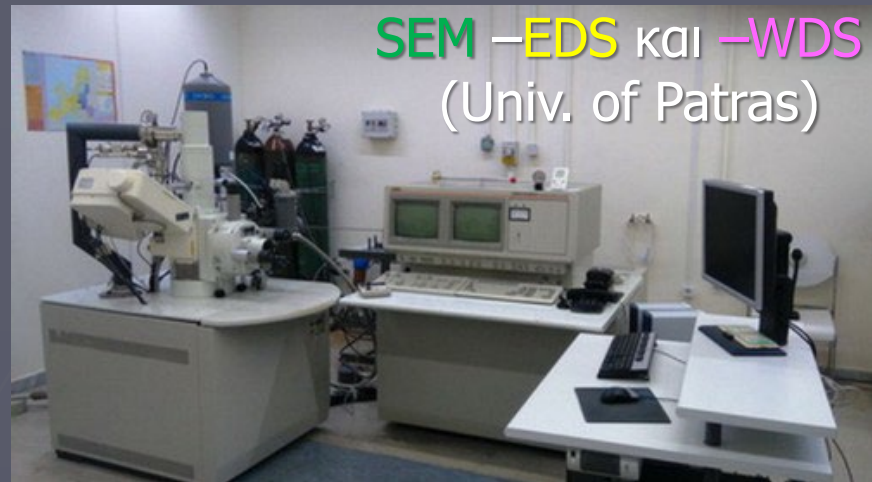
Ανιχνευτές χημικής ανάλυσης:

WDS vs EDS

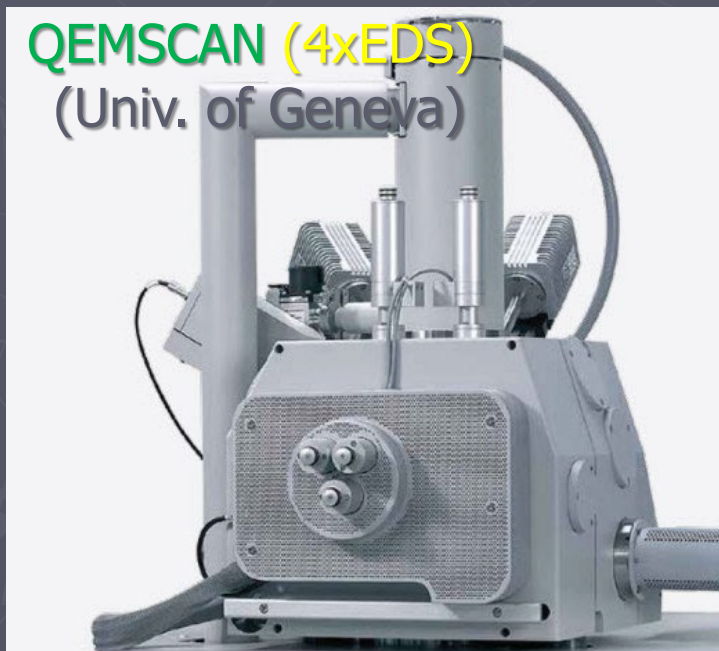
Operating Characteristic	WDS (crystal diffraction)	EDS (silicon, energy dispersive)
Detectable Elements	Variable, <30% Detects $Z \geq 4$	~100% for 2-16 keV Detects $Z \geq 10$ (Be Window); detects $Z \geq 4$ (windowless or thin window)
Resolution	Crystal-dependent (5 eV)	Energy-dependent (130 eV at 5.9 keV)
Maximum count rate (counts/s)	50,000 on an X-ray line	Resolution-dependent, < 4000 over full spectrum for best resolution
Minimum useful probe size (nm)	~200	~5
Typical data-collection time	Tens of minutes	Minutes
Spectral artifacts	Rare	Major ones include escape peaks, pulse pileup, electron-beam scattering, peak overlap, and window absorption effects



<http://cms.unige.ch/sciences/terre/en/facilities/listFacilities.php#&panel1-16>



<http://www.electronmicroscopylab.upatras.gr/index.php/el/2015-12-29-12-04-05/2016-02-07-10-06-51>



<http://cms.unige.ch/sciences/terre/en/facilities/listFacilities.php#&panel1-26>



<http://www.unil.ch/iste/home/menuinst/laboratoires/microsonde-electronique.html>

Ανιχνευτές χημικής ανάλυσης (WDS και EDS)

Πλεονεκτήματα:

- Επιλογή από πριν των καταλληλότερων σημείων για ανάλυση
- Δεν χρειάζεται διαχωρισμός ποσότητας καθαρού ορυκτού
- Μεγάλος αριθμός αναλύσεων σε μικρό χρονικό διάστημα
- Στα ίδια δείγματα μπορούν να γίνουν άλλες μετρήσεις ή παρατηρήσεις.

Ανιχνευτές χημικής ανάλυσης (WDS και EDS)

Μειονεκτήματα:

- Δεν ανιχνεύονται στοιχεία ατομικό αριθμό <5 (B, H, Li, Be)
- Επειδή δεν μπορεί να ανιχνευθεί το H, δεν μπορούν να μετρηθούν H_2O σε ένυδρα ορυκτά.
- Αδυναμία διαχωρισμού Fe^{2+} και Fe^{3+} .
- Εφόσον γίνει επιγραφίτωση, δεν ανιχνεύεται ο C.
- Μεγάλο κόστος αγοράς και συντήρησης των οργάνων.

Αποτελέσματα από ανιχνευτές χημικής ανάλυσης (WDS και EDS) – Χημική ανάλυση και φάσμα

Spectrum processing :
No peaks omitted

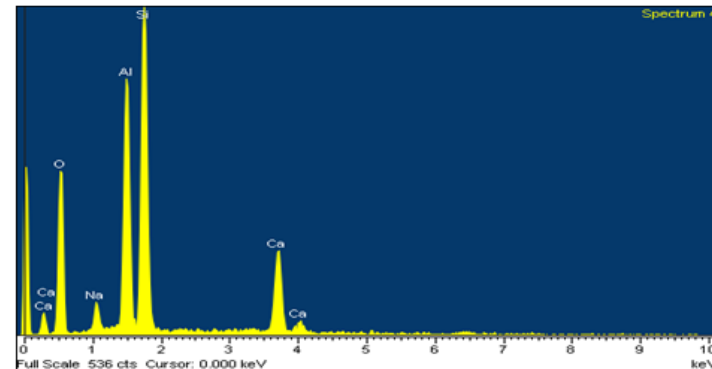
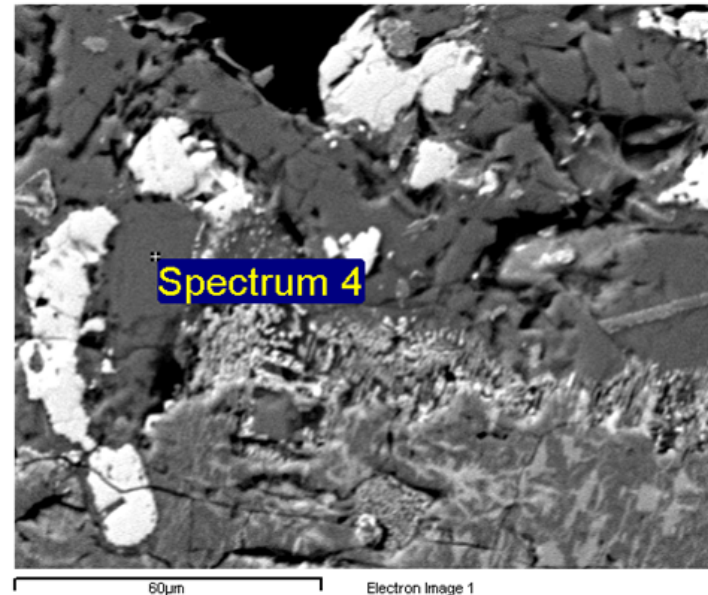
Processing option : Oxygen by stoichiometry
Number of ions calculation based on 23.00 anions per formula

Number of iterations = 3

Standard :

Na K Jadeite-Cls 17-Apr-2015 09:39 AM
Al K CORUNDUM 16-Oct-2012 10:50 AM
Si K ALBITE 25-Feb-2015 08:50 AM
Ca K WOLLASTON 9-Jul-2015 09:13 AM

Element	App	Intensity	Weight %	Weight % Sigma	Atomic %	Compound %	Formula	Number of ions
Na K	2.54	0.8886	2.86	0.23	2.70	3.85	Na ₂ O	1.02
Al K	13.85	0.8860	15.63	0.32	12.58	29.53	Al ₂ O ₃	4.77
Si K	20.39	0.9544	21.36	0.37	16.52	45.70	SiO ₂	6.26
Ca K	13.28	0.9649	13.76	0.45	7.46	19.26	CaO	2.83
O			44.73	0.59	60.73			23.00
Totals			98.34				Cation sum	14.87



Comment:

http://webmineral.com



Chemistry

[Home](#) | [Crystal](#) | [Jmol](#) | [jPOWD](#) | [Chem](#) | [X Ray](#) | [Dana](#) | [Strunz](#) | [Properties](#) | [A to Z](#) | [Images](#) | [Share](#) | [AddThis](#) | [Feedback](#) | [News](#) | [Help](#) | [About](#)

Minerals by Chemical Composition

Mineral Search form:

1. To display the listing of minerals sorted by percent element select the desired element from the periodic chart. Minerals sorted by mineral name can be found linked to the element sort.
2. To Search Webmineral's chemical composition table use Composition Search Form.

Page sizes for the most common elements are as follows:
oxygen (O, 1,130 kb), hydrogen (H, 852 kb), silicon (Si, 442 kb), calcium (Ca, 422kb), iron (Fe, 420 kb), aluminum (Al, 350 kb), sulfur (S, 305 kb), sodium (Na, 304 kb), and magnesium (Mg, 267 kb).

Group	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18
Period																		
1	1 H																	2 He
2	3 Li	4 Be											5 B	6 C	7 N	8 O	9 F	10 Ne
3	11 Na	12 Mg											13 Al	14 Si	15 P	16 S	17 Cl	18 Ar
4	19 K	20 Ca	21 Sc	22 Ti	23 V	24 Cr	25 Mn	26 Fe	27 Co	28 Ni	29 Cu	30 Zn	31 Ga	32 Ge	33 As	34 Se	35 Br	36 Kr
5	37 Rb	38 Sr	39 Y	40 Zr	41 Nb	42 Mo	43 Tc	44 Ru	45 Rh	46 Pd	47 Ag	48 Cd	49 In	50 Sn	51 Sb	52 Te	53 I	54 Xe
6	55 Cs	56 Ba	* Lu	71 Hf	72 Ta	73 W	74 Re	75 Os	76 Ir	77 Pt	78 Au	79 Hg	80 Tl	81 Pb	82 Bi	83 Po	84 At	85 Rn
7	87 Fr	88 Ra	** Lr	103 Rf	104 Db	105 Sg	106 Bh	107 Hs	108 Mt	109 Ds								
-																		
*Lanthanides			* 57 La	58 Ce	59 Pr	60 Nd	61 Pm	62 Sm	63 Eu	64 Gd	65 Tb	66 Dy	67 Ho	68 Er	69 Tm	70 Yb		
**Actinides			** 89 Ac	90 Th	91 Pa	92 U	93 Np	94 Pu	95 Am	96 Cm	97 Bk	98 Cf	99 Es	100 Fm	101 Md	102 No		

Mineral Element Composition Search - To Reset - [Click Here](#)

Element 1	Element 2	Element 3	Tolerance %	Submit
Wt % Element 1	Wt % Element 2	Wt % Element 3		Submit

General Pyrite Information

 **Chemical Formula:**

 **Composition:**

 **Empirical Formula:**

FeS₂

Molecular Weight = 119.98 gm

<u>Iron</u>	46.55 %	Fe
<u>Sulfur</u>	53.45 %	S
100.00 %		

Fe²⁺S₂

An introduction to the

ROCK-FORMING MINERALS

DEER,
HOWIE &
ZUSSMAN

3rd Edition

Copyrighted Material

Deer, Howie and Zussman

ROCK-FORMING MINERALS

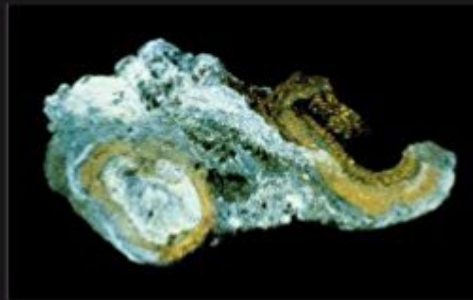
Volume 5A

Non-Silicates

Oxides, Hydroxides and Sulphides

by J. F. W. Bowles, R. A. Howie, D. J. Vaughan and J. Zussman

Second edition



Published by The Geological Society

Copyrighted Material

Deer, Howie and Zussman

ROCK-FORMING MINERALS

Volume 2B

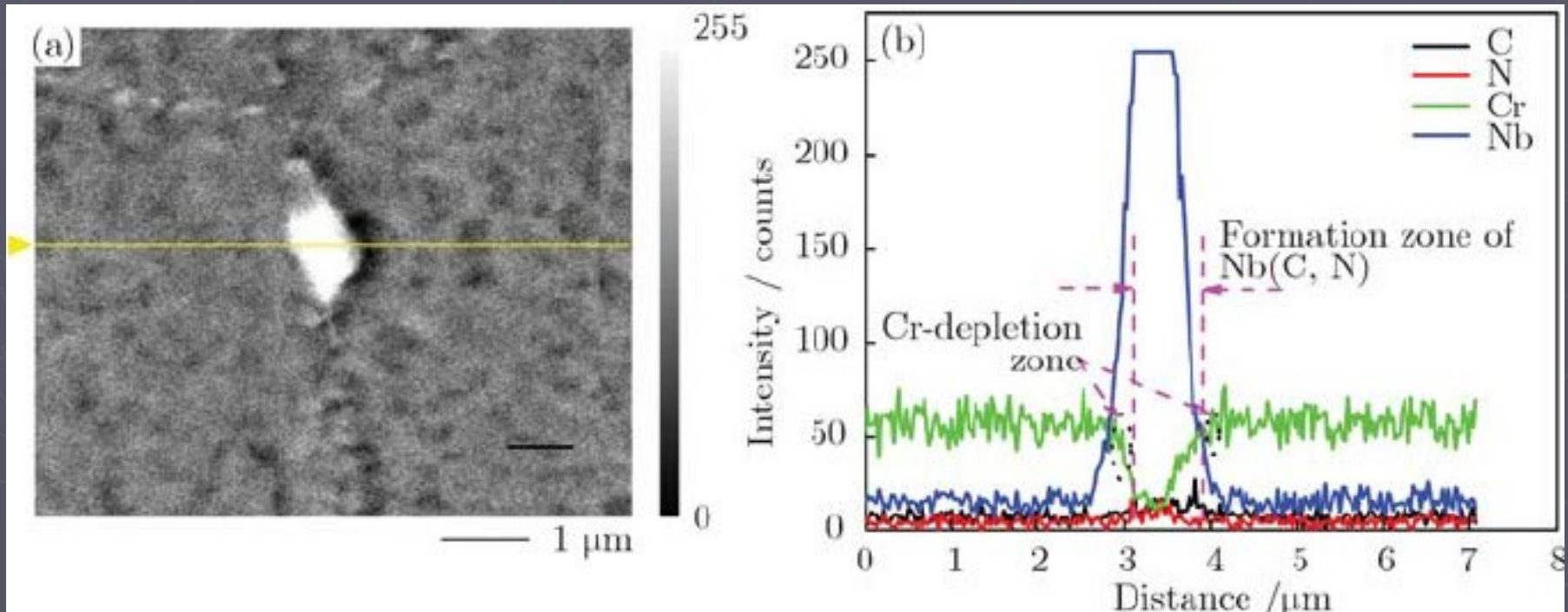
Double-Chain Silicates

Second edition



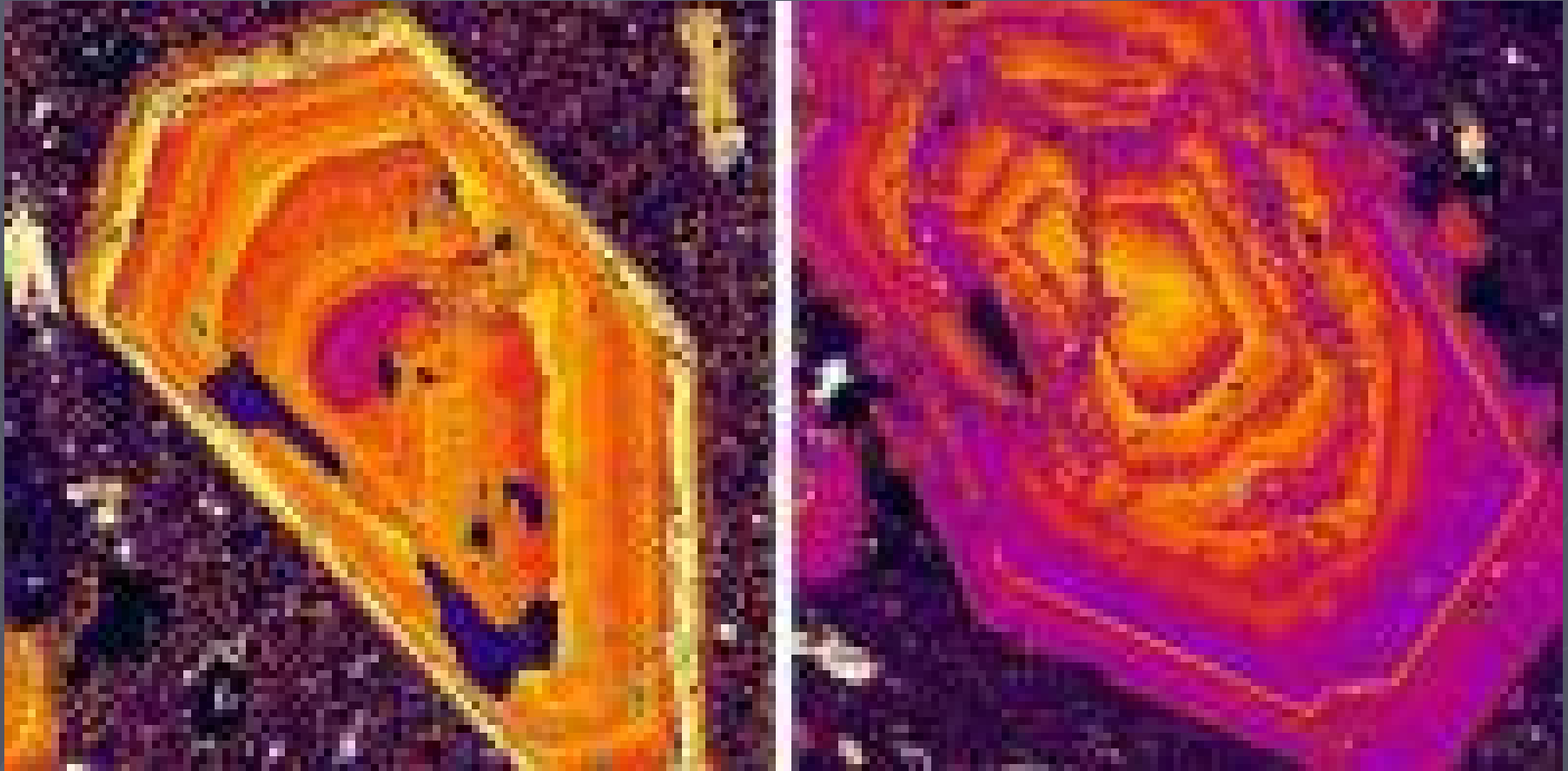
Published by The Geological Society

Αποτελέσματα από ανιχνευτές χημικής ανάλυσης (WDS και EDS) – Line profile



https://www.researchgate.net/publication/260724200_Corrosion_behavior_of_ferritic_stainless_steel_with_15wt_chromium_for_the_automobile_exhaust_system

Αποτελέσματα από ανιχνευτές χημικής ανάλυσης (WDS και EDS) – Mapping



Element maps showing Ca and Na zonation in plagioclase

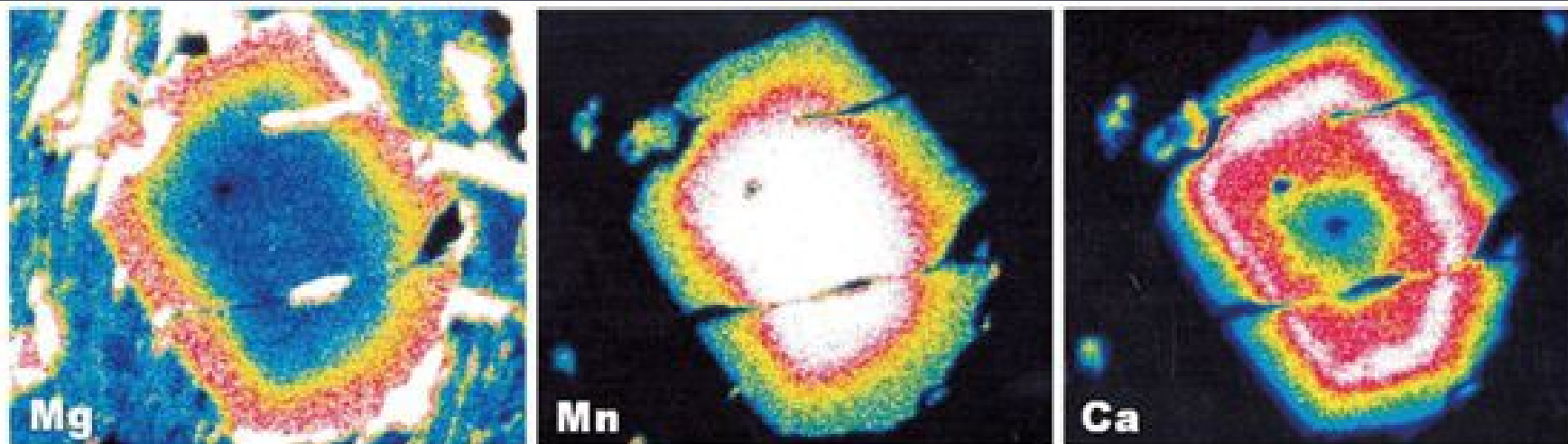


Figure 2. X-ray maps of Mg, Mn, and Ca showing compositional zoning of the smallest garnet porphyroblast in sample PCM-44I, which is a pelitic schist from the garnet zone characterized by a mineral assemblage of muscovite + quartz + plagioclase + garnet + biotite, with minor K-feldspar, tourmaline, apatite, zircon, epidote, calcite and Fe-Ti oxides.

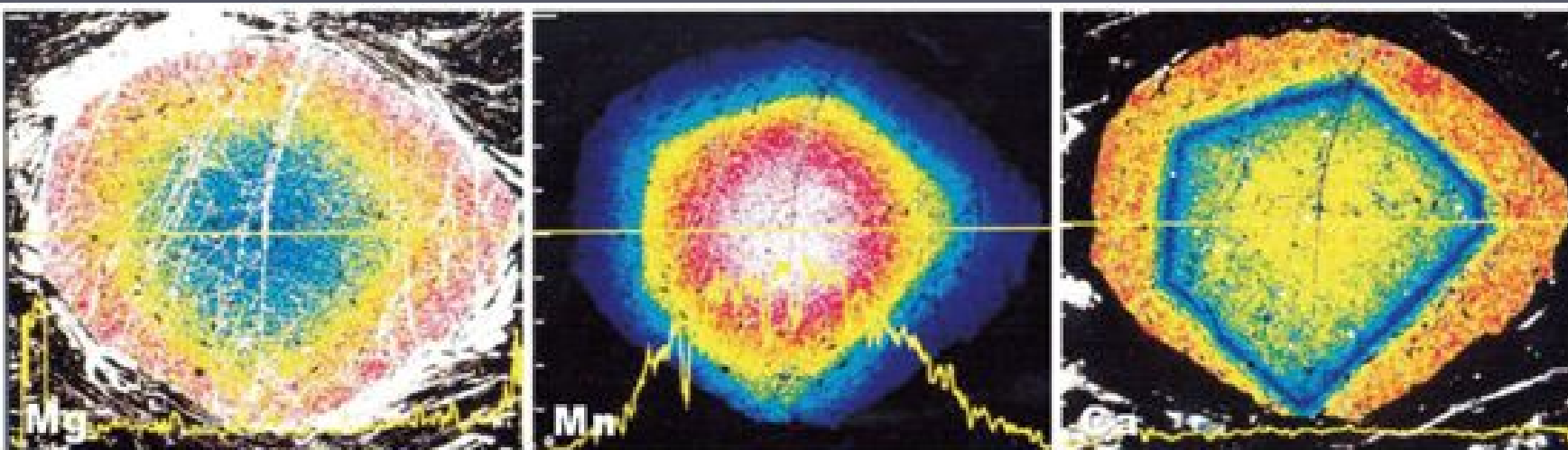


Figure 3. X-ray maps of Mg, Mn, and Ca showing compositional zoning of the garnet porphyroblast in sample PCM-36I, which is a pelitic schist from the garnet-staurolite zone characterized by the peak metamorphic assemblage of quartz + plagioclase + muscovite + biotite + garnet + staurolite, with minor phases such as ilmenite, apatite, monazite, xenotime, zircon and rutile. Numerous inclusions of ilmenite define different patterns of distribution. Garnet diameter = 3.25 mm. Warm colors correspond to higher concentrations.

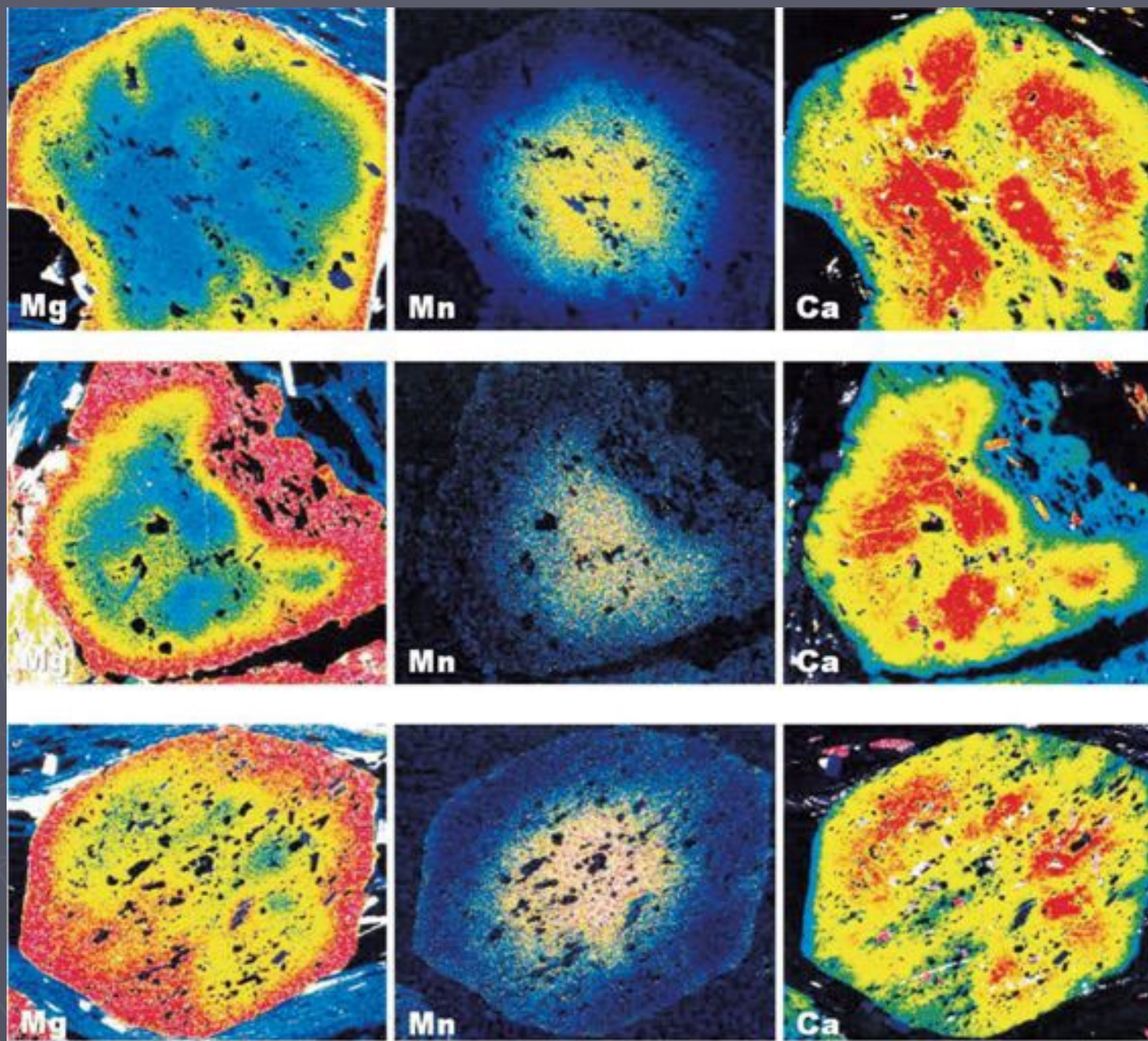


Figure 7. X-ray maps of Mg, Mn, and Ca showing compositional zoning of amoeba-like zoned garnet in sample PCM-618, which is a pelitic schist from the garnet-staurolite zone. Garnet shows patch and amoeba-like shapes of the Ca zoning. Garnet diameter = 2.50 mm. Warm colors correspond to higher concentrations.

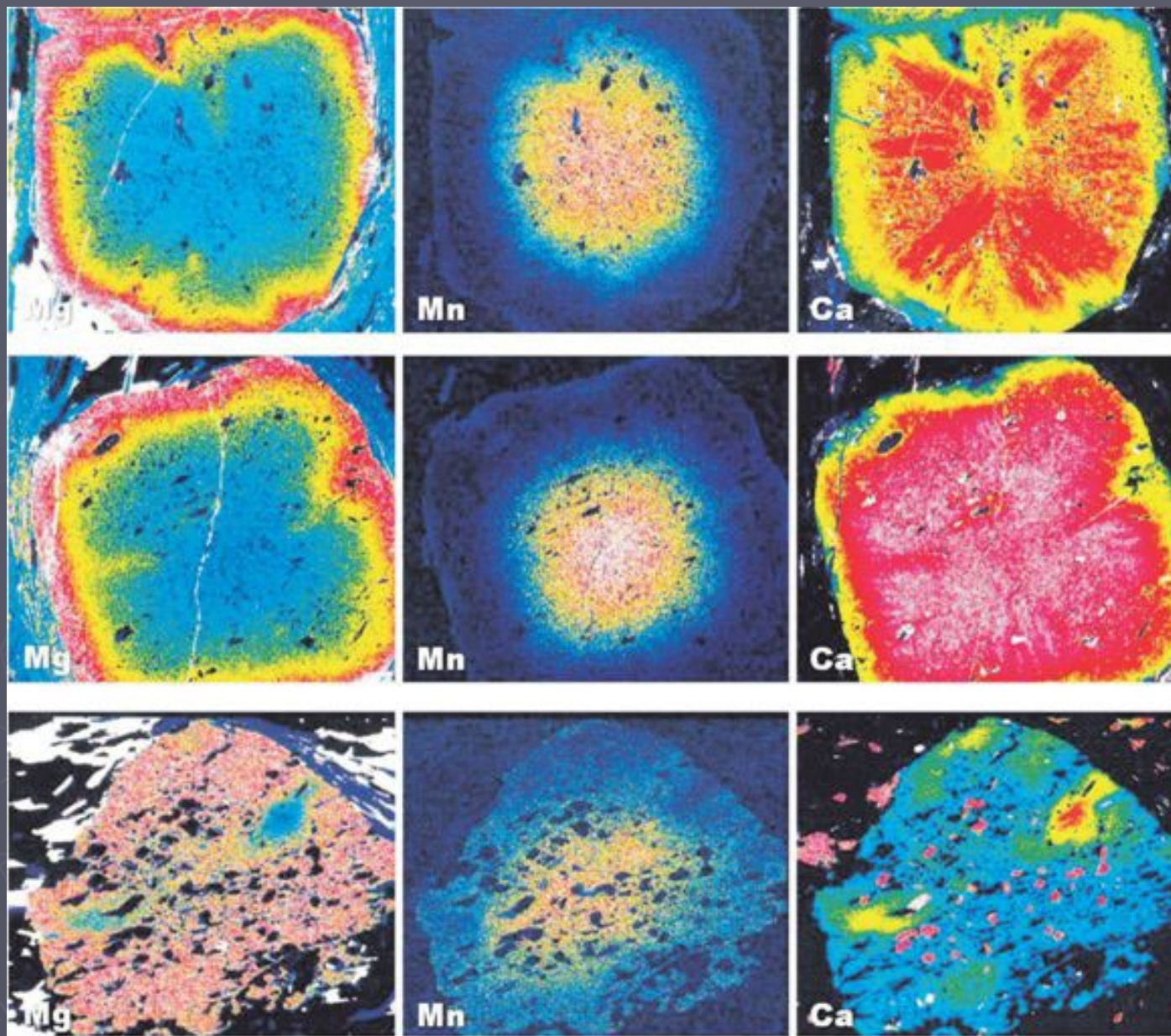


Figure 8. X-ray maps of Mg, Mn, and Ca showing compositional zoning of sector-zoned garnet in sample PCM-618, which is a pelitic schist from the garnet-staurolite zone. Garnet diameter = 2.25 mm. Warm colors correspond to higher concentrations.

Σαρωτικό Ηλεκτρονικό Μικροσκόπιο

❖ Διαδικασία χρήσης μικροαναλυτή

- ✓ Προετοιμασία δειγμάτων για ανάλυση
- ✓ Προετοιμασία οργάνου
- ✓ Ανάλυση και επεξεργασία αποτελεσμάτων

Χρήση ηλεκτρονικού μικροσκοπίου σάρωσης και μικροαναλυτή - Προετοιμασία δειγμάτων για ανάλυση

- Τα δείγματα πρέπει να είναι στιλπνές ή λεπτές-στιλπνές τομές πάνω στις οποίες σημειώνονται τα σημεία προς ανάλυση (συνήθως με ανεξίτηλο μαρκαδόρο)
- Τα δείγματα που αναλύονται πρέπει να είναι αγώγιμα. Γι' αυτό γίνεται στην επιφάνειά τους εξάχνωση ενός αγώγιμου υλικού από μια διάταξη βολταϊκού τόξου. Ως αγώγιμο υλικό χρησιμοποιείται ο άνθρακας γιατί συνήθως δεν χρειάζεται στην ανάλυση και επιπλέον είναι φθηνός (**επιγραφίτωση**). Το πάχος του άνθρακα δεν πρέπει να ξεπερνά τα 200 Å.
- Για τη μικροανάλυση απαιτείται και μία σειρά προτύπων (standards).

Σαρωτικό Ηλεκτρονικό Μικροσκόπιο

❖ Διαδικασία χρήσης μικροαναλυτή

✓ Προετοιμασία δειγμάτων για ανάλυση

Εξαχνωτής κενού



Σαρωτικό Ηλεκτρονικό Μικροσκόπιο

❖ Διαδικασία χρήσης μικροαναλυτή

✓ Προετοιμασία δειγμάτων για ανάλυση



Ράβδοι άνθρακα

Ως αγώγιμο υλικό χρησιμοποιείται ο **άνθρακας** γιατί συνήθως δεν χρειάζεται στην ανάλυση και επιπλέον είναι φθηνός. Το πάχος του άνθρακα δεν πρέπει να ξεπερνά τα 200 Å.

Σαρωτικό Ηλεκτρονικό Μικροσκόπιο

❖ Διαδικασία χρήσης μικροαναλυτή

✓ Προετοιμασία οργάνου

Ένας μικροαναλυτής είναι ένα ηλεκτρονικό μικροσκόπιο σάρωσης που λειτουργεί σε κενό αέρα (θεωρητικά 10^{-6} atm).

Γι' αυτό το λόγο το σύστημα κενού πρέπει να βρίσκεται σε άριστη κατάσταση.

Η προετοιμασία του οργάνου περιλαμβάνει:

- ✓ την προετοιμασία που κάνει το ειδικό προσωπικό
- ✓ την προετοιμασία του χειριστή

Σαρωτικό Ηλεκτρονικό Μικροσκόπιο

❖ Διαδικασία χρήσης μικροαναλυτή

✓ Ανάλυση και επεξεργασία αποτελεσμάτων

Επιλογή σημείων, στοιχείων και προτύπων

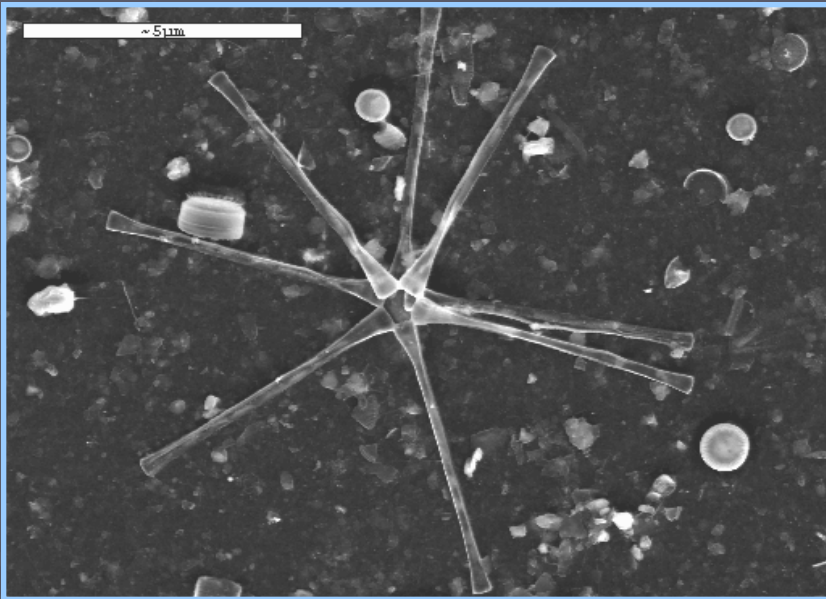
Συνθήκες λειτουργίας οργάνου και κυρίως το ρεύμα στην επιφάνεια του δείγματος (specimen current) να είναι σταθερές.

Σήμερα, η επεξεργασία των αποτελεσμάτων γίνεται αμέσως μετά το τέλος των μετρήσεων από υπολογιστή και λαμβάνονται τα τελικά αποτελέσματα.

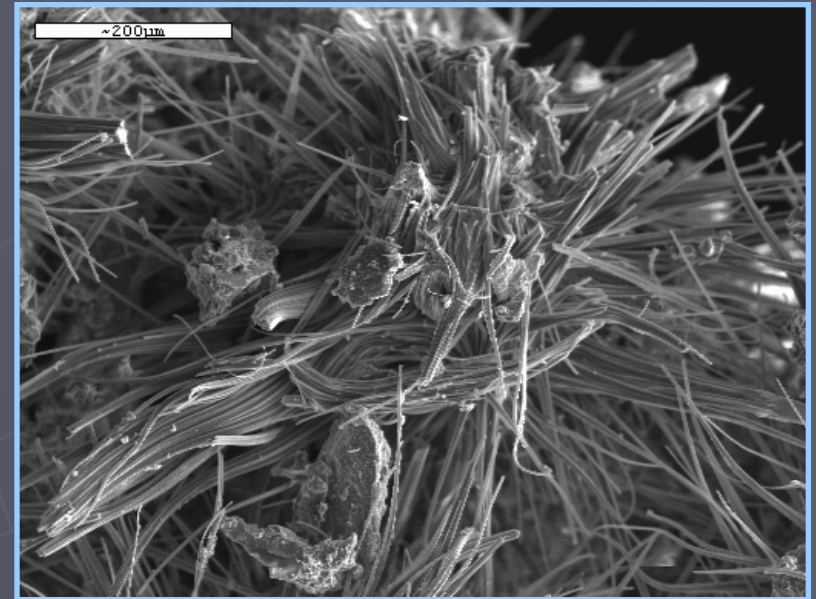
Σαρωτικό Ηλεκτρονικό Μικροσκόπιο

❖ Εικόνες δευτερευόντων ηλεκτρονίων

✓ Μορφολογική πληροφορία



Ίνες αμιάντου

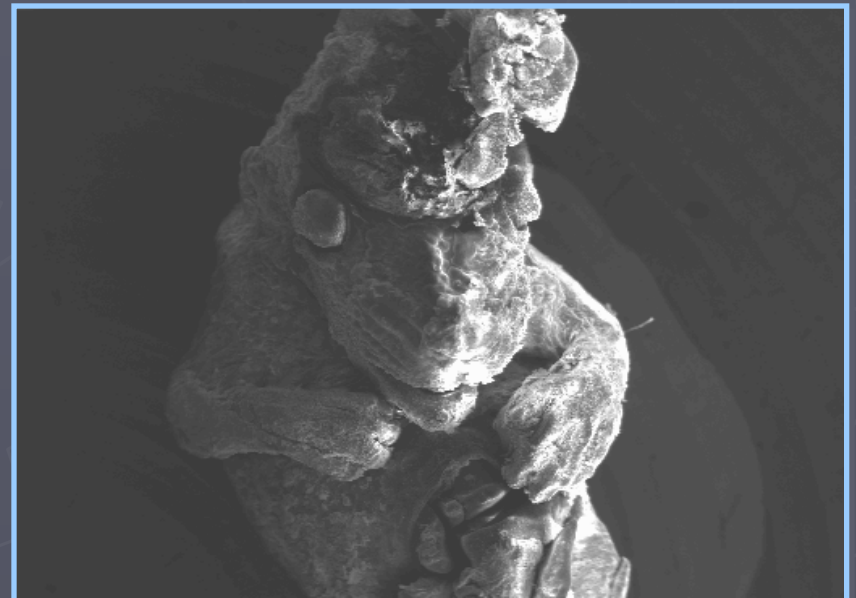
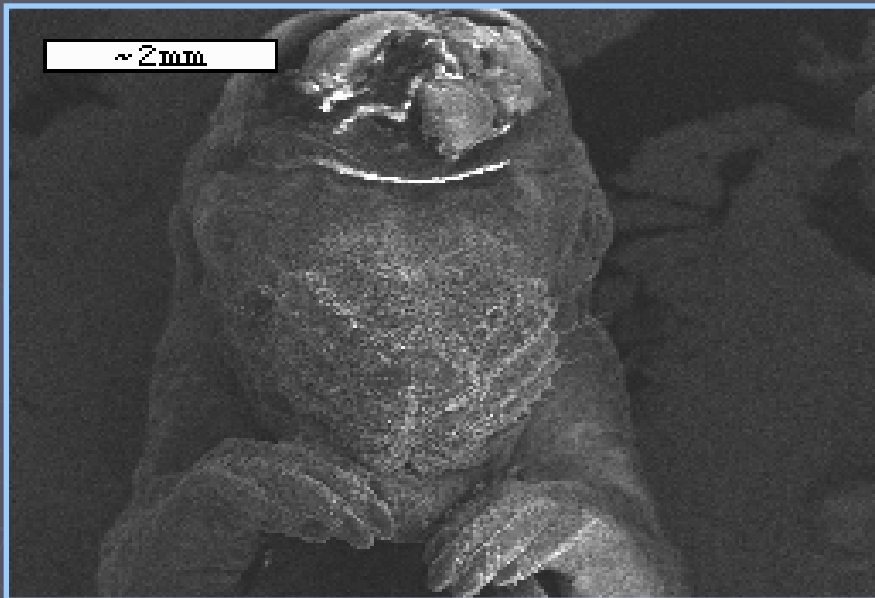


Πικερινγκίτης

Σαρωτικό Ηλεκτρονικό Μικροσκόπιο

❖ Εικόνες δευτερευόντων ηλεκτρονίων

✓ Μορφολογική πληροφορία

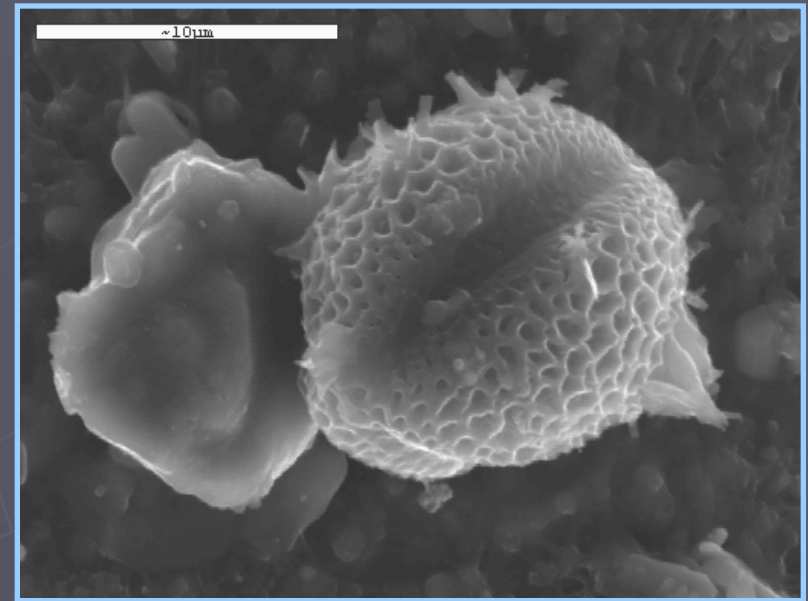
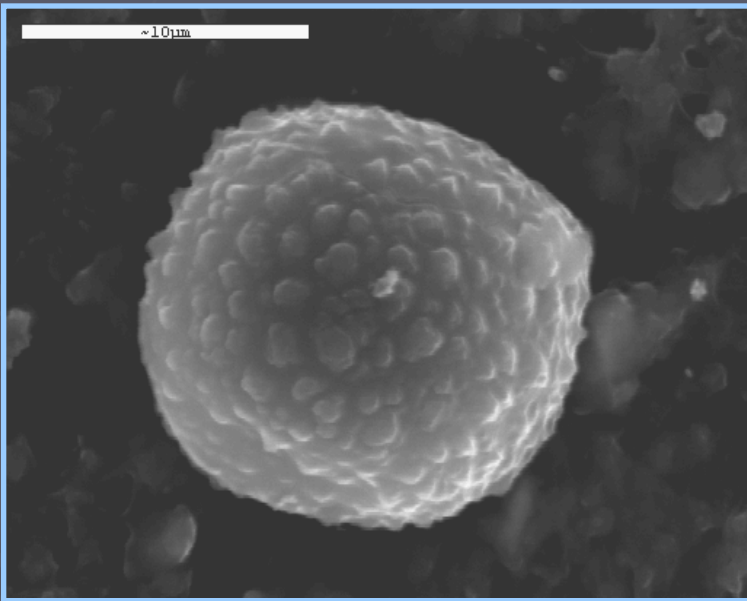


Βιολογικά είδη (έμβρυο ποντικού)

Σαρωτικό Ηλεκτρονικό Μικροσκόπιο

❖ Εικόνες δευτερευόντων ηλεκτρονίων

✓ Μορφολογική πληροφορία

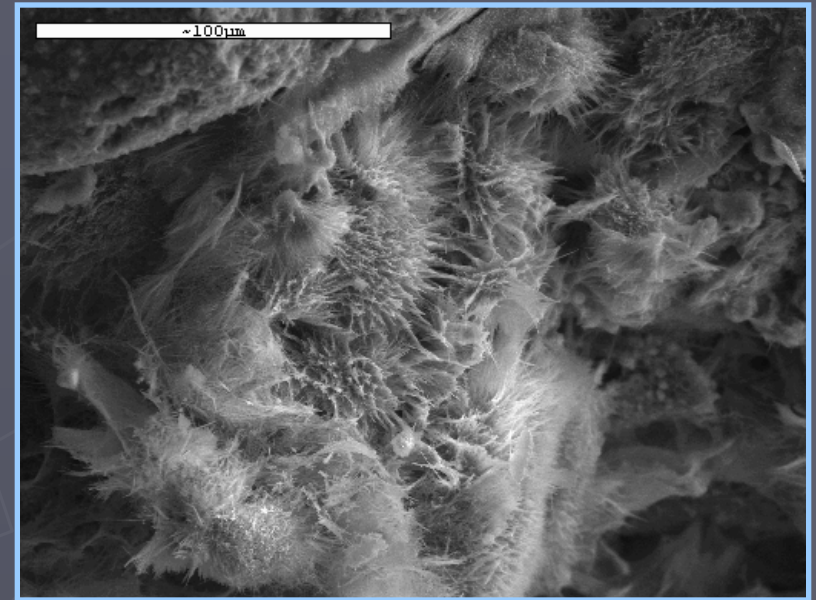
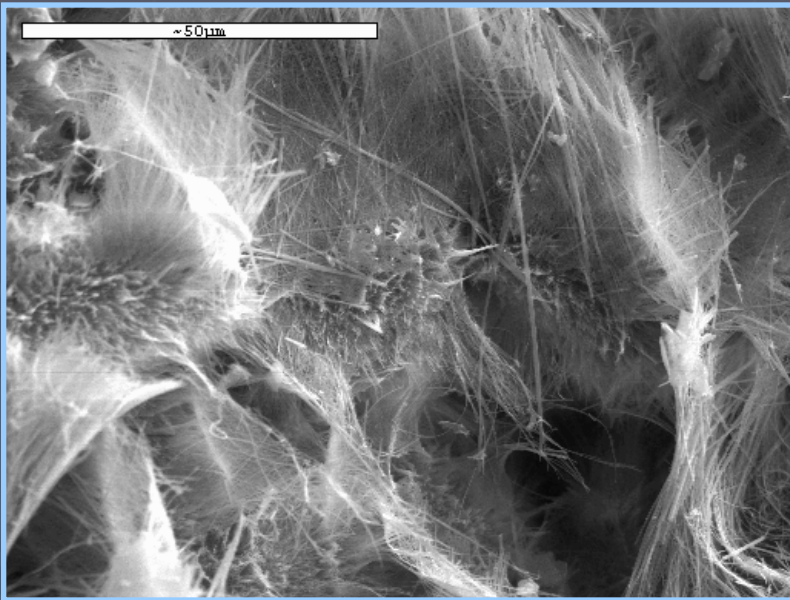


Βιολογικά είδη (κόκκοι γύρης)

Σαρωτικό Ηλεκτρονικό Μικροσκόπιο

❖ Εικόνες δευτερευόντων ηλεκτρονίων

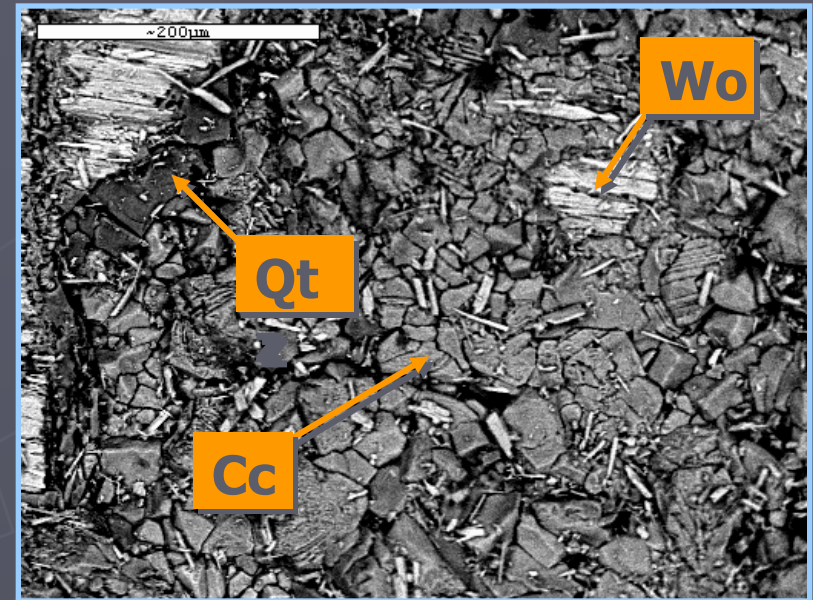
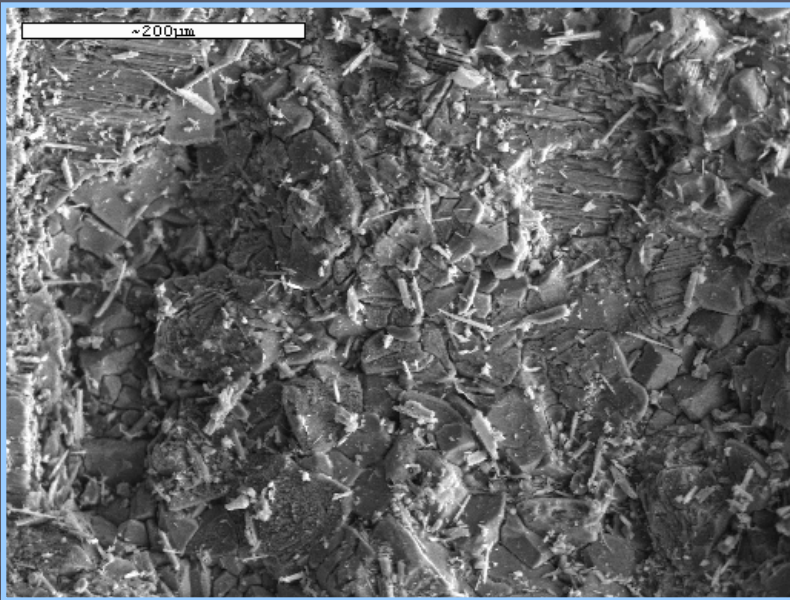
✓ Μορφολογική πληροφορία



Ζεόλιθος (μορντενίτης)

Σαρωτικό Ηλεκτρονικό Μικροσκόπιο

❖ Εικόνες ηλεκτρονικού μικροσκοπίου

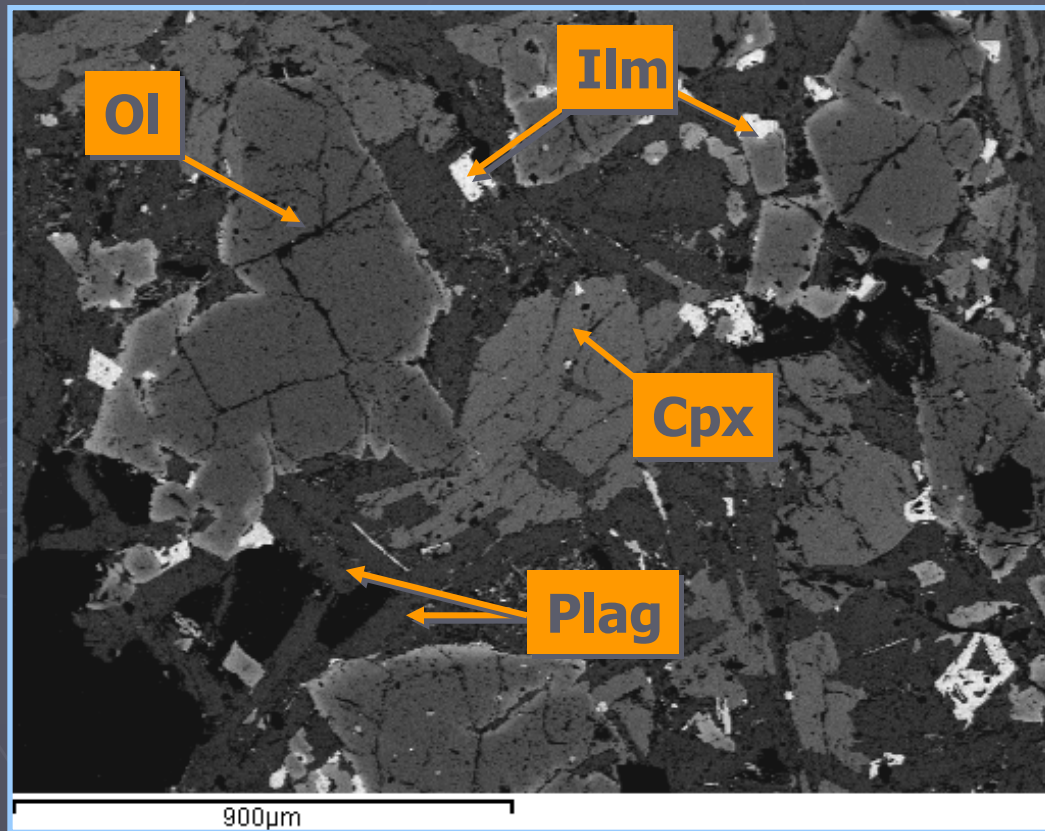


Εικόνα δευτερευόντων ηλεκτρονίων

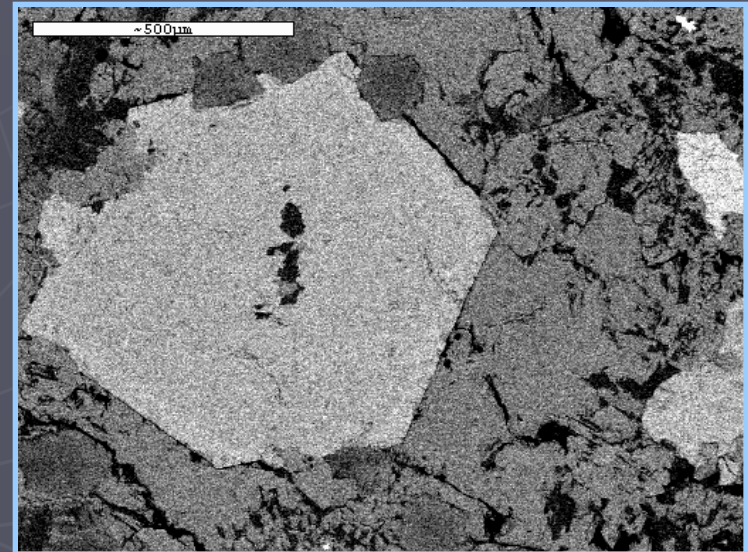
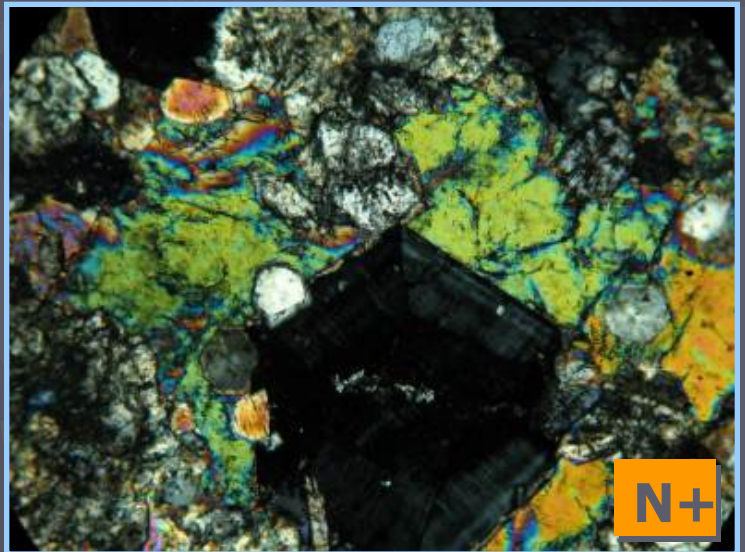
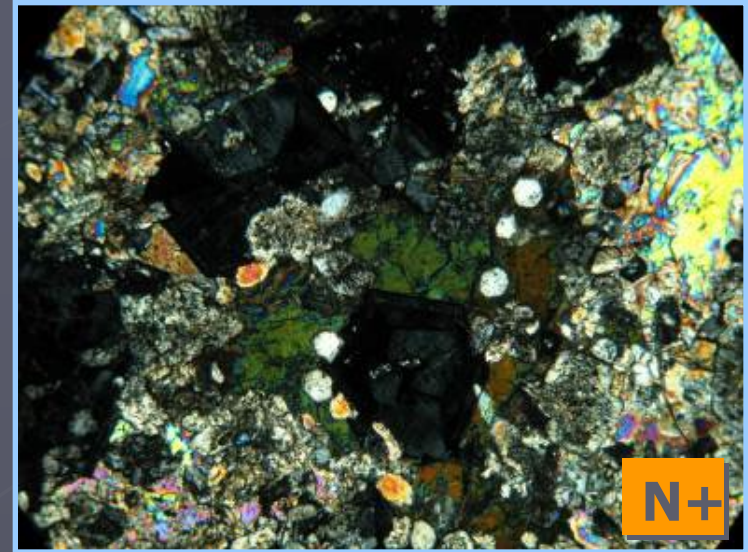
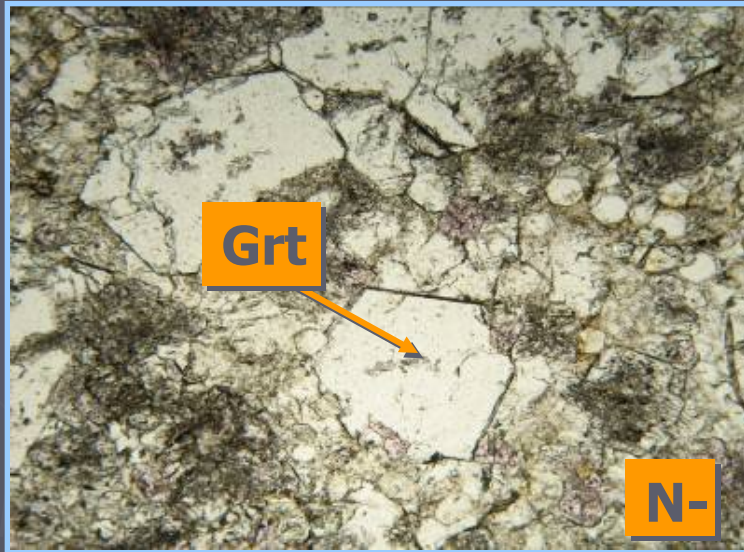
Εικόνα οπισθοσκεδαζόμενων ηλεκτρονίων

Σαρωτικό Ηλεκτρονικό Μικροσκόπιο

❖ Εικόνες οπισθοσκεδαζόμενων ηλεκτρονίων

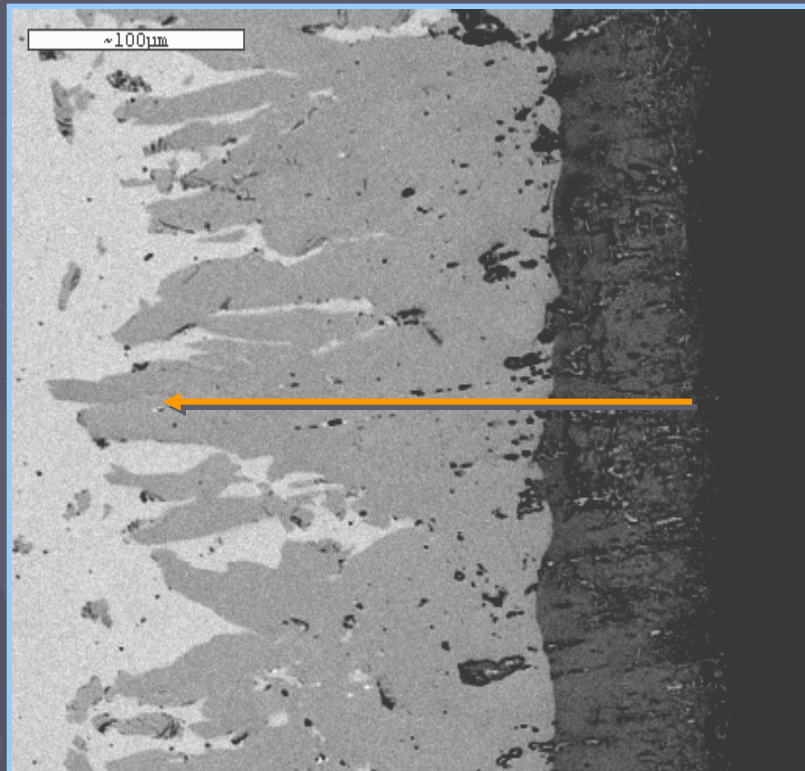


Σαρωτικό Ηλεκτρονικό Μικροσκόπιο

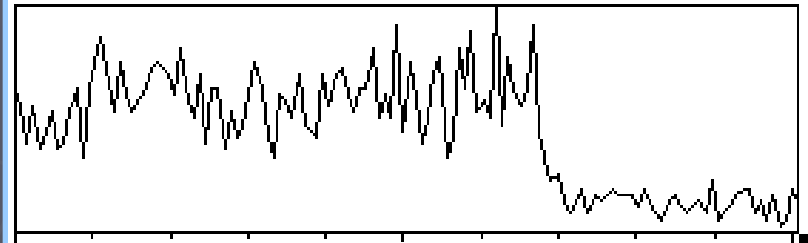


Σαρωτικό Ηλεκτρονικό Μικροσκόπιο

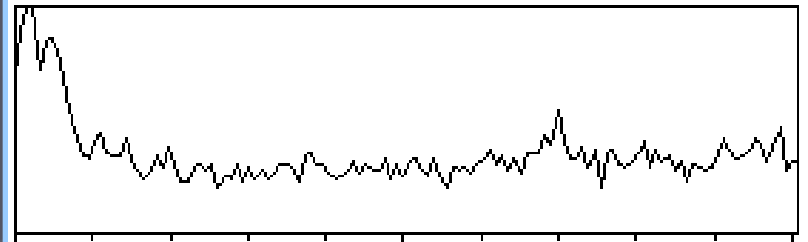
- ❖ Χημική πληροφορία, κατά μήκος μιας γραμμής (online analysis)



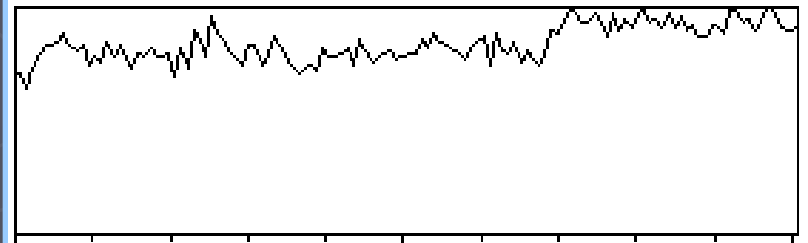
NKα, 36



OKα, 150

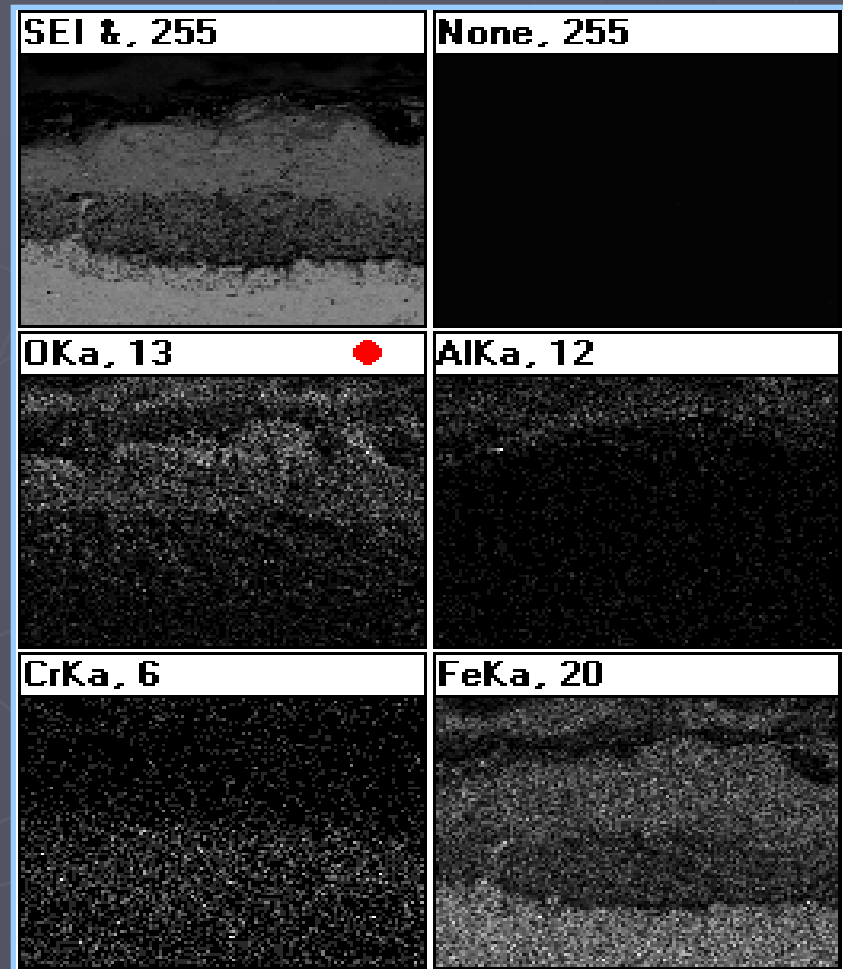
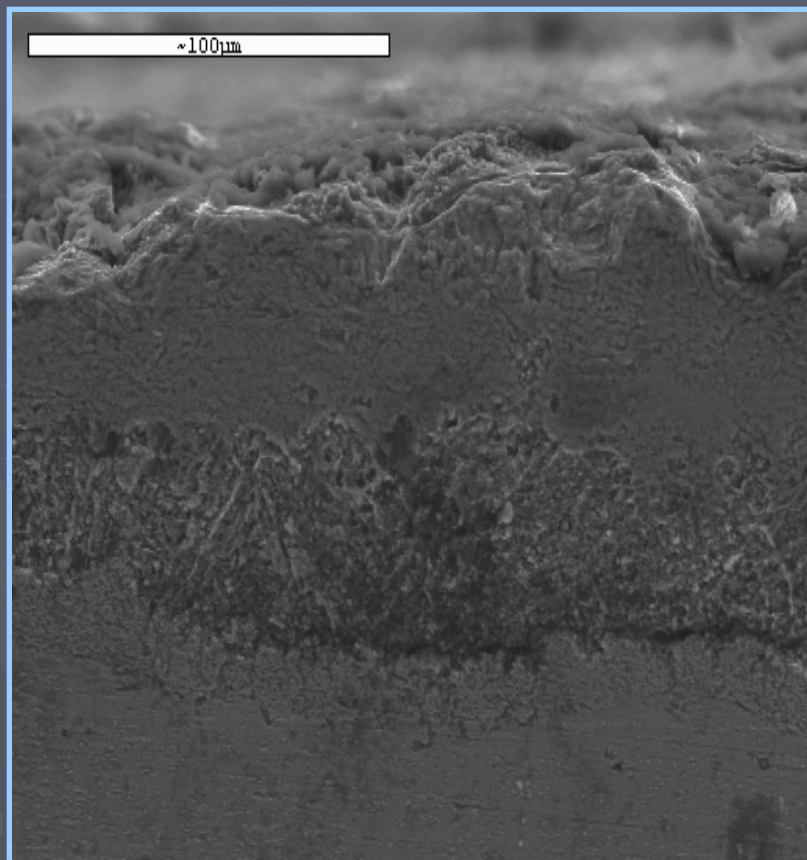


FeKα, 667



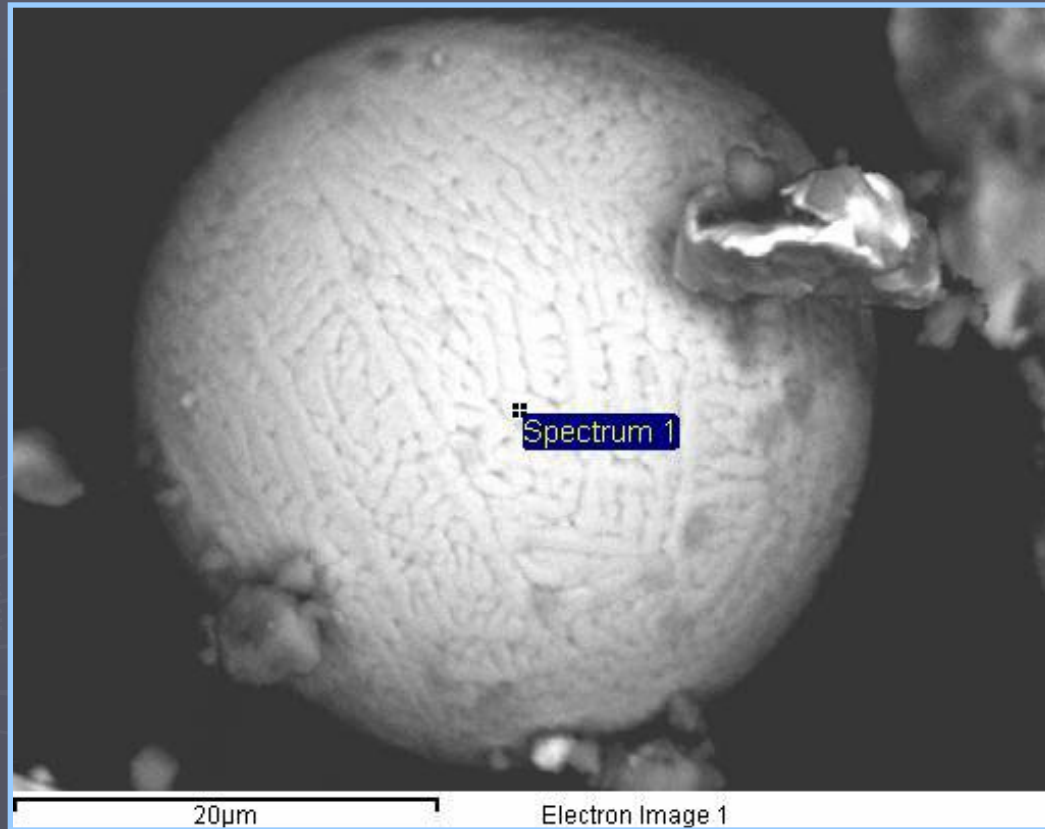
Σαρωτικό Ηλεκτρονικό Μικροσκόπιο

❖ Χημική χαρτογράφηση (mapping)



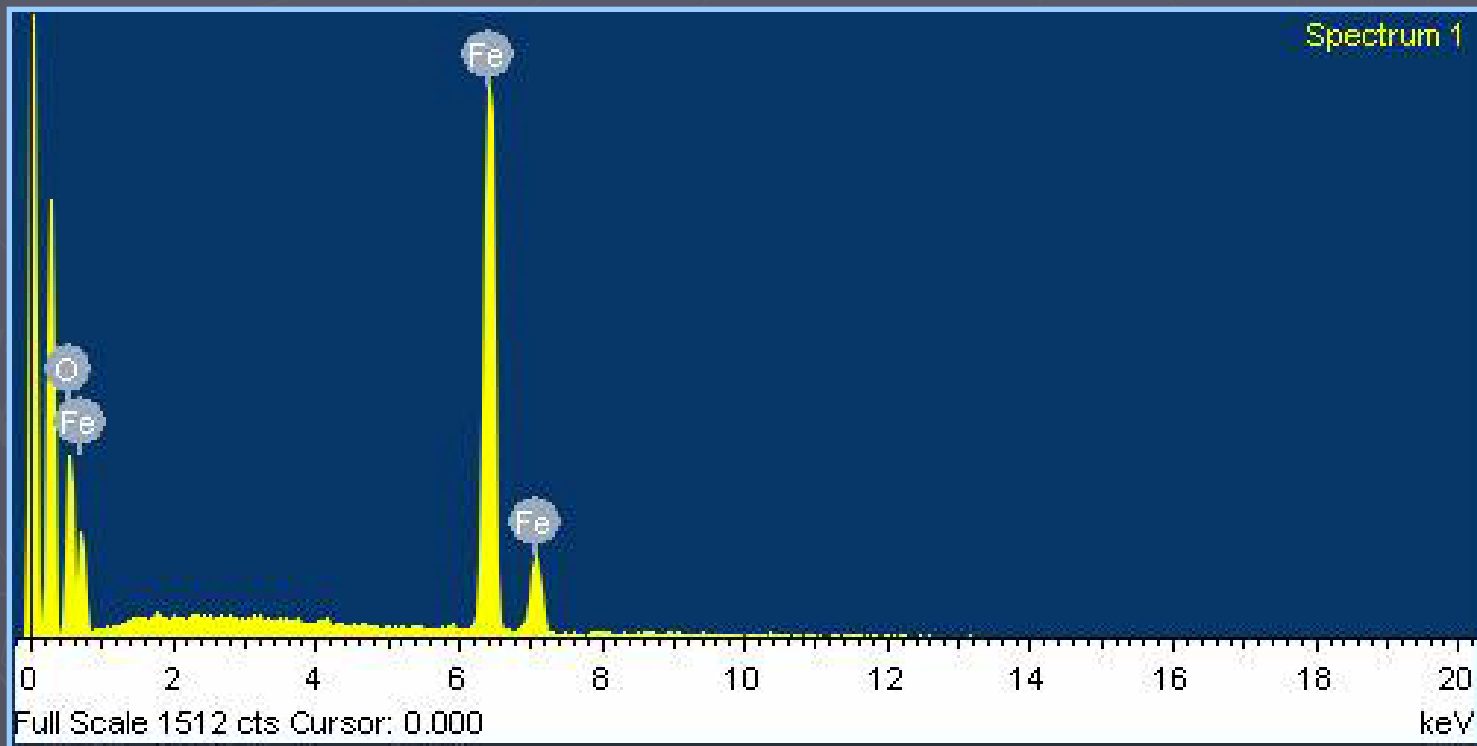
Σαρωτικό Ηλεκτρονικό Μικροσκόπιο

❖ Χημική Ανάλυση

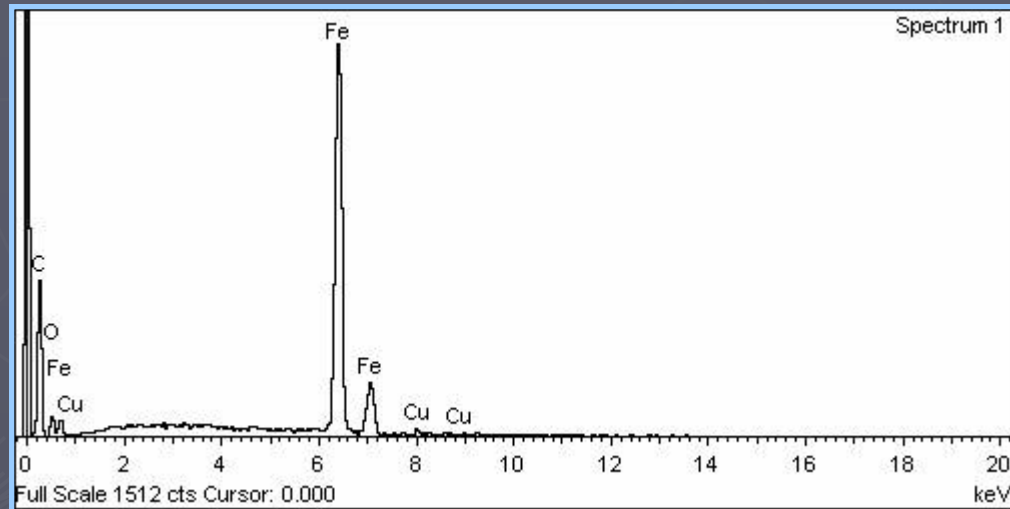


Σαρωτικό Ηλεκτρονικό Μικροσκόπιο

❖ Χημική Ανάλυση

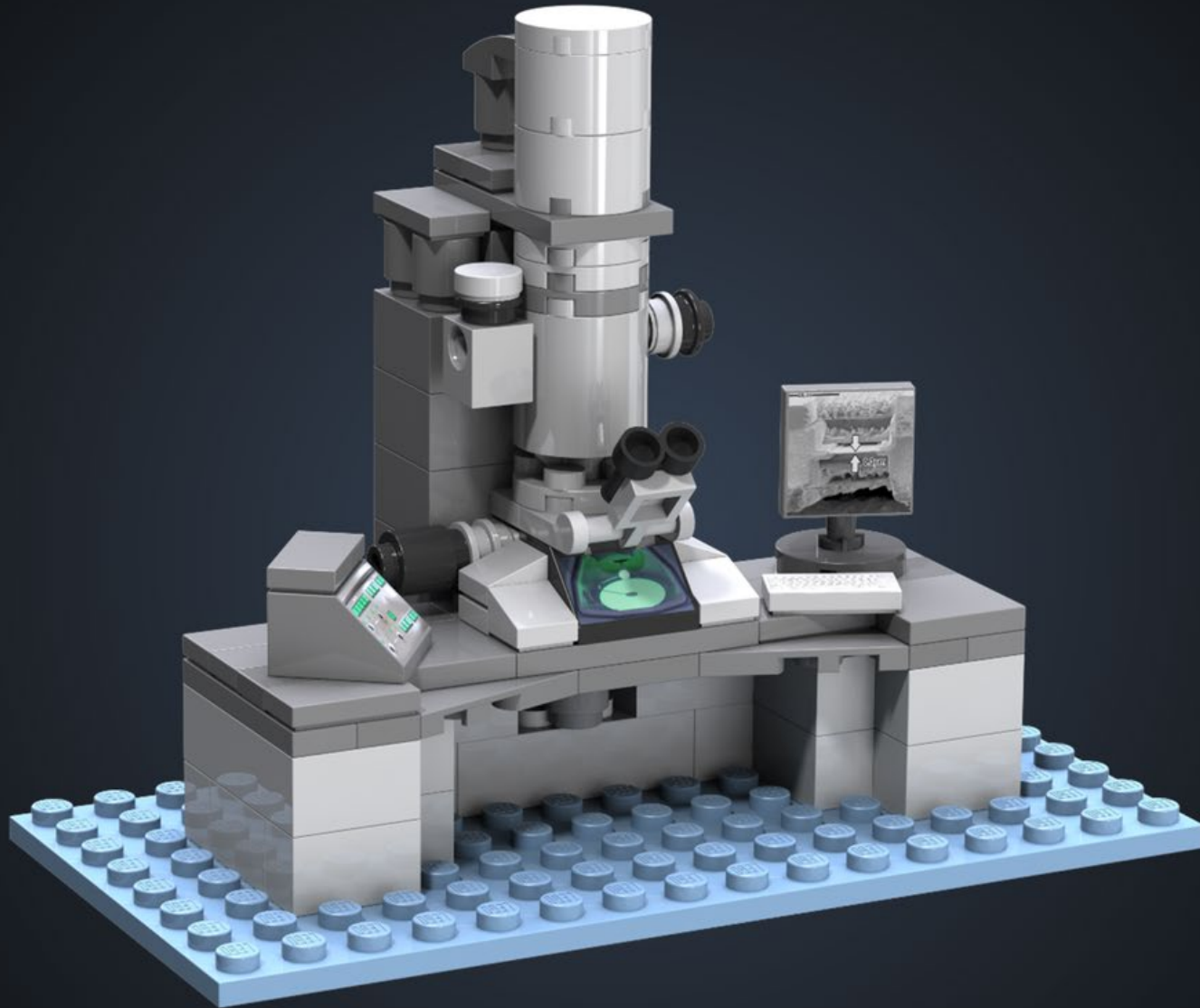


Χημική Ανάλυση



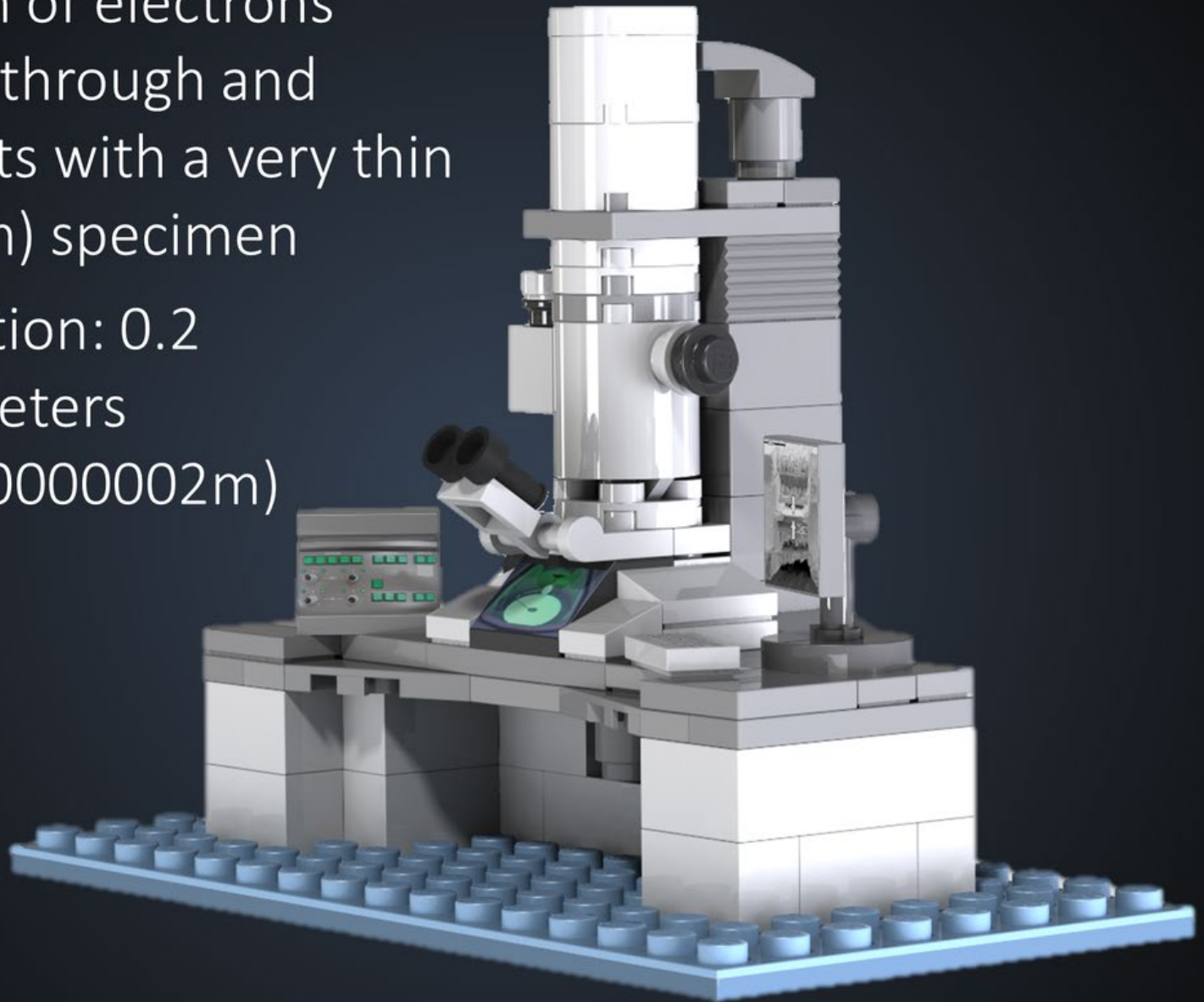
Element	Line	App. Conc	k ratio	Intensity corr.	Weight%	Weight% s	Atomic%	Compound	Formula	Number of	Standard
Fe	K_SERIES	23.93	0.23934	0.8478	33.45	0.46	9.24	35.55	FeO	1.16	Fe 1-Jun-1999 12:00 AM
Cu	K_SERIES	0.43	0.00431	0.7789	0.65	0.15	0.16	0.68	CuO	0.02	Cu 1-Jun-1999 12:00 AM
O					65.89	0.65	63.53			8	
Totals					100						
									Cation sum	4.59	

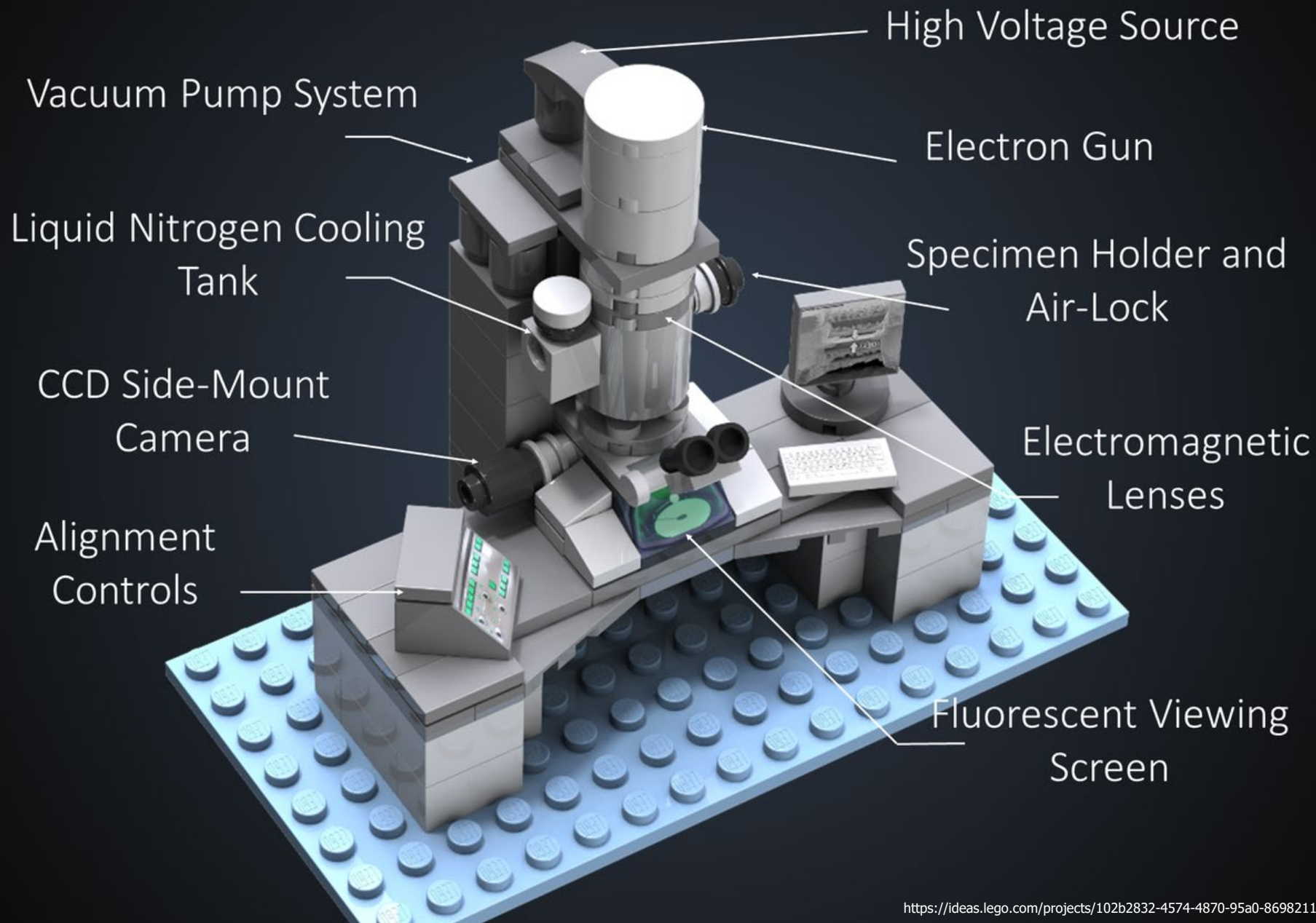
ΗΛΕΚΤΡΟΝΙΚΟ ΜΙΚΡΟΣΚΟΠΙΟ ΔΙΕΛΕΥΣΗΣ (TRANSMISSION ELECTRON MICROSCOPE, TEM)



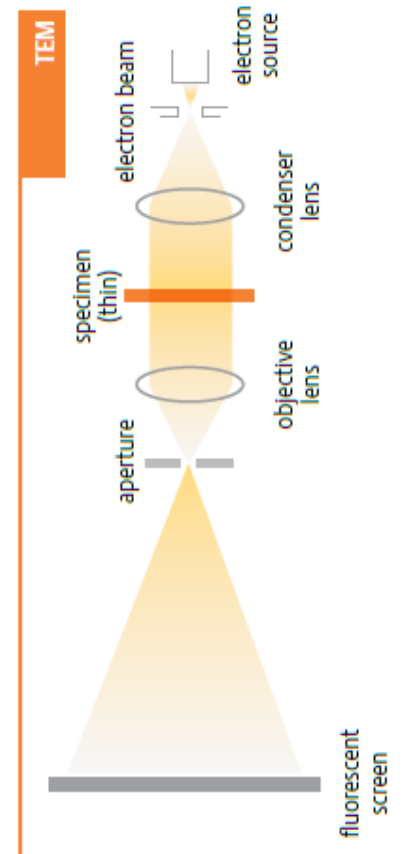
TEM (*Transmission Electron Microscope*)

- A beam of electrons passes through and interacts with a very thin (0.1mm) specimen
- Resolution: 0.2 nanometers (0.0000000002m)





Ηλεκτρονικό μικροσκόπιο διέλευσής (TEM)



TEM
(Univ. of Patras)

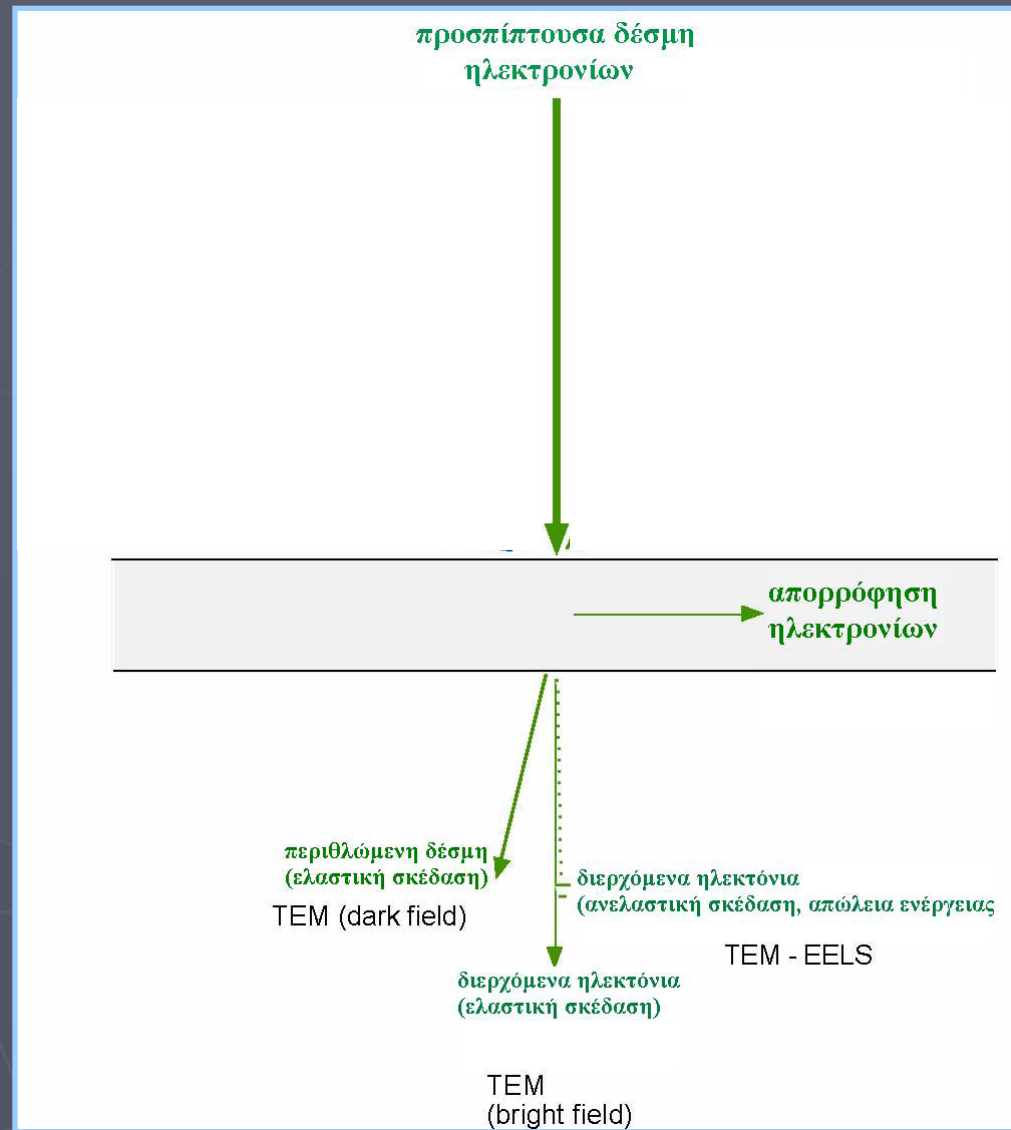


Ηλεκτρονικό μικροσκόπιο διερχόμενης δέσμης (TEM)

- Για την παρατήρηση της εσωτερικής δομής των σωμάτων χρησιμοποιείται το ηλεκτρονικό μικροσκόπιο διερχόμενης δέσμης (TEM - Transmission Electron Microscope).
- Η διακριτική ικανότητα του TEM είναι περίπου $1.5 \text{ \AA}$.
- Είναι επομένως αρκετή για την παρατήρηση στο επίπεδο των διαστάσεων των ατόμων του δείγματος.
- **Χρησιμοποιείται κυρίως στην μελέτη ατελειών δομής ορυκτών και απόστασης δικτυωτών επιπέδων.**
- Για την σωστή ερμηνεία και αξιολόγηση των εικόνων TEM χρειάζονται πολύ καλές γνώσεις κρυσταλλοδομής και κρυσταλλοχημείας.

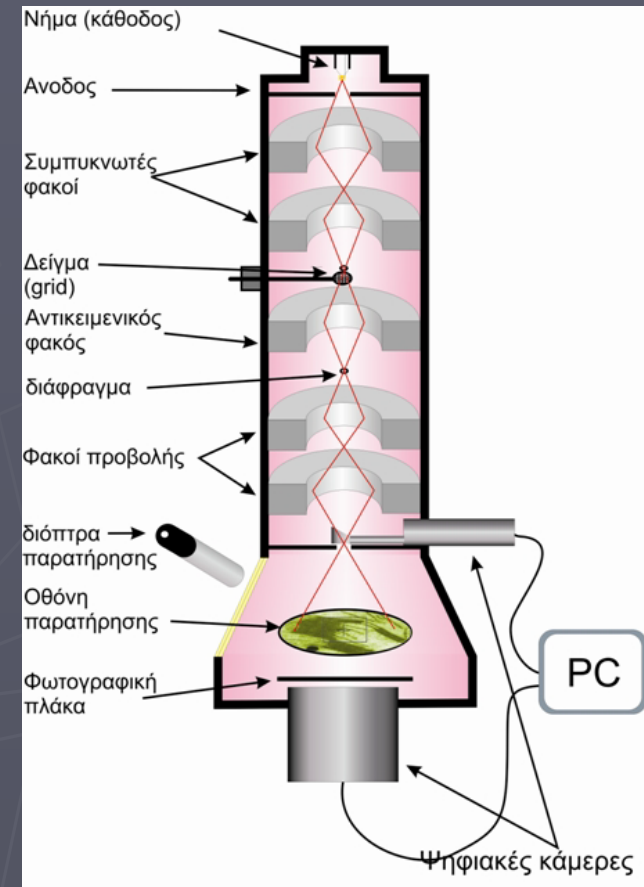
TEM - Αρχή του οργάνου

- Όπως και στο SEM, στο TEM δέσμη ηλεκτρονίων προσπίπτει σε δείγμα, το οποίο όμως αυτή τη φορά είναι πολύ λεπτό - πάχους περίπου 1 μ , διέρχεται από αυτό και δημιουργεί δευτερογενή ηλεκτρόνια εκ περιθλάσεως και συμβολής.
- Αυτά εστιάζονται σε φθορίζουσα οθόνη και μετά σε φωτογραφικό φιλμ ή εκτυπωτή.
- Την εξαιρετική διακριτική ικανότητα το TEM την επιτυγχάνει κυρίως από περιθλώμενες ακτίνες σε ευρεία γωνία.



TEM - Αρχή του οργάνου

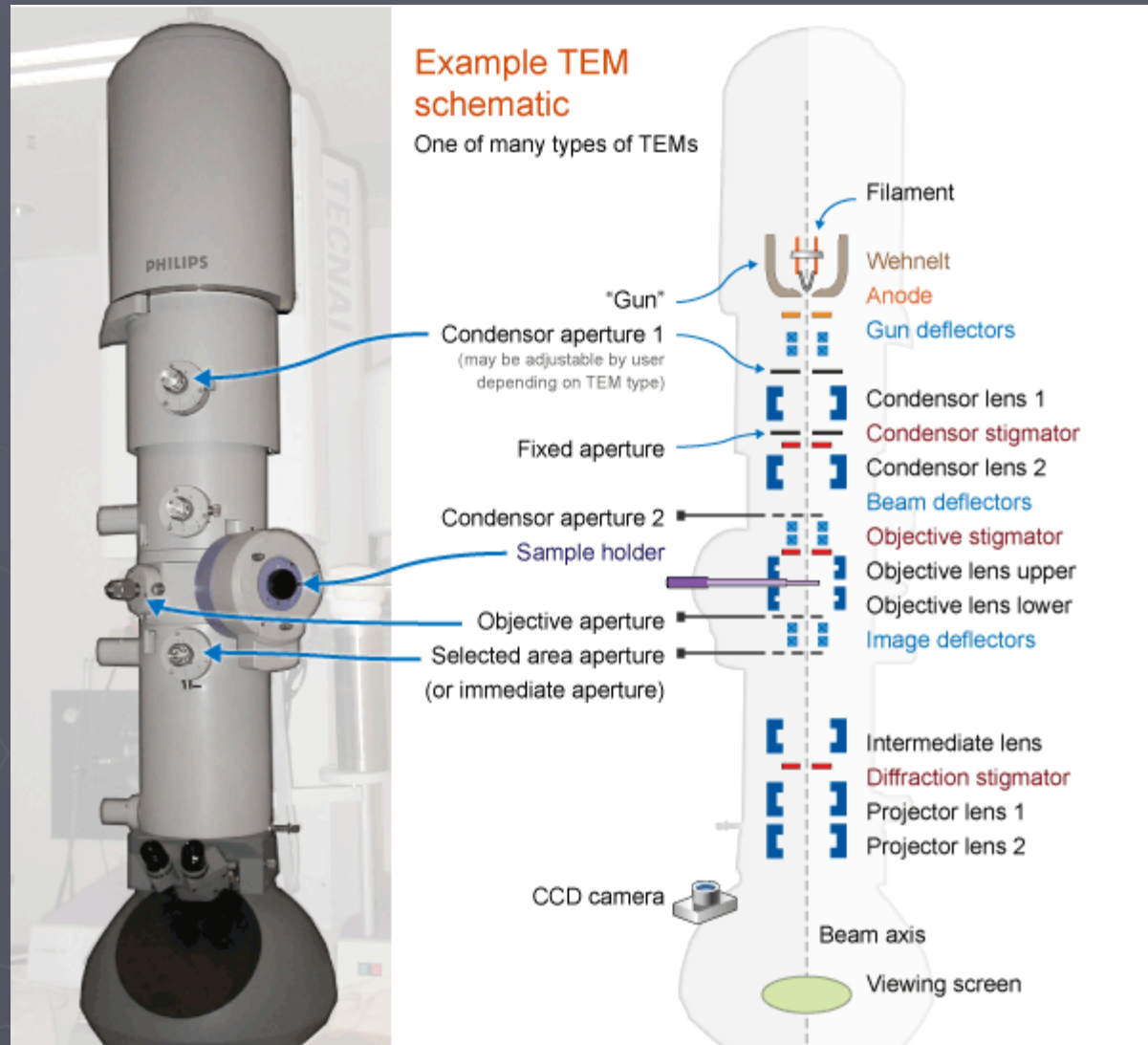
- Η **πηγή ηλεκτρονίων** αποτελείται ένα νήμα βολφραμίου (ή ακίδα LaB_6) που με την πυράκτωσή, όταν περάσει από αυτό ηλεκτρικό ρεύμα, εκπέμπει ηλεκτρόνια.
- Μεταξύ του νήματος, που αποτελεί την κάθοδο, και της ανόδου, εφαρμόζεται μια **διαφορά δυναμικού** (συνήθως της τάξης των 60-100 kV) η οποία **επιταχύνει τα ηλεκτρόνια**.
- Η **πορεία των ηλεκτρονίων**, ρυθμίζεται από τους **ηλεκτρομαγνητικούς φακούς** στους οποίους αλλάζοντας την ένταση του ρεύματος που τους διαπερνάει, μπορούμε να μεταβάλλουμε την ένταση του μαγνητικού πεδίου τους (δηλαδή την εστιακή τους απόσταση) και επομένως να εστιάσουμε τη δέσμη των ηλεκτρονίων πάνω στο παρασκεύασμα.



TEM - Αρχή του οργάνου

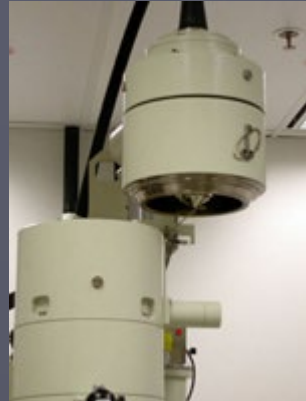
Οι κύριες ρυθμίσεις σ' ένα TEM επιτυγχάνονται με:

1. τον συγκεντρωτή φακό (condenser lens), εστίαση της δέσμης στο παρασκεύασμα.
2. τον αντικειμενικό φακό (objective lens), εστίαση της εικόνας στην οθόνη.
3. ενδιάμεσος ή και φακός προβολής (intermediate, projector lens) για τη ρύθμιση της μεγέθυνσης.



TEM - Αρχή του οργάνου

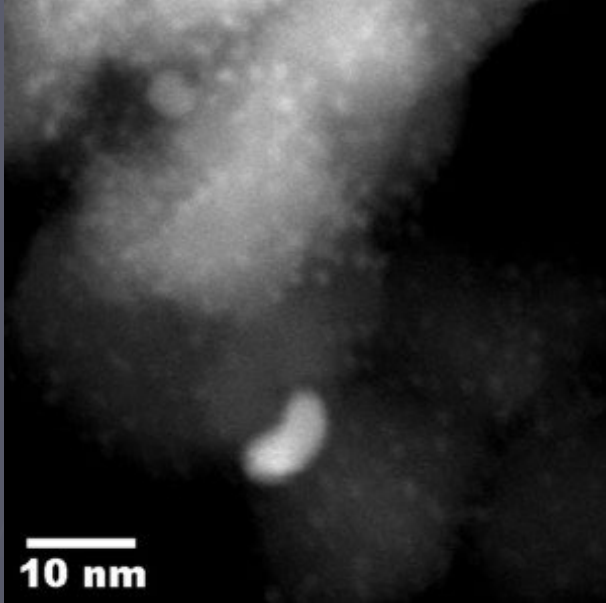
- Ηλεκτρομαγνητικός φακός, βάρους $>12\text{kg}$ με εξωτερική διάμετρο 15-20 cm. Απαιτείται σύστημα ψύξης τους λόγω κατανάλωσης μεγάλων ρευμάτων.
- Η εικόνα σχηματίζεται πάνω σε μια οθόνη επικαλυμμένη με φωσφορίζουσα ουσία η οποία διεγείρεται από τα ηλεκτρόνια που πέφτουν επάνω της, αφού αυτά διαπεράσουν το παρασκεύασμα.
- Τα σημεία του παρασκευάσματος που δεν είναι διαπερατά από τα ηλεκτρόνια, μας δίνουν σκοτεινές περιοχές (ηλεκτρονιόφιλες, ηλεκτρονικά πυκνές, electron dense) ενώ αντίθετα τα διαπερατά σημεία (ηλεκτρονικά διαφανή, electron lucent) μας δίνουν φωτεινές περιοχές.



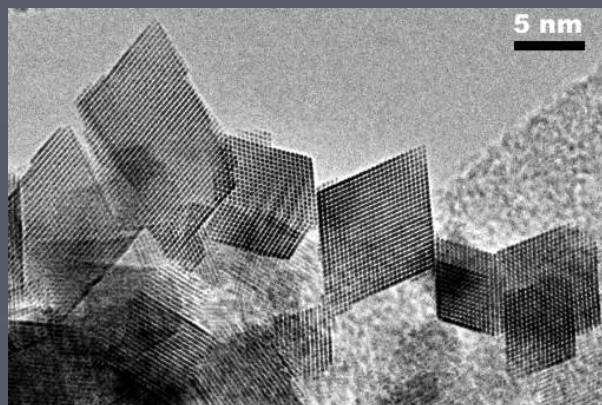
TEM - Αρχή του οργάνου

Περιορισμοί:

- Το δείγμα πρέπει να αντέχει σε υψηλό κενό.
- Το δείγμα πρέπει να είναι σταθερό στο βομβαρδισμό ηλεκτρονίων.
- Το δείγμα πρέπει να είναι αρκετά λεπτό για να μπορούν να το διαπερνούν τα ηλεκτρόνια.
- Το δείγμα πρέπει να επιτρέπει τη διαφορική σκέδαση των ηλεκτρονίων.

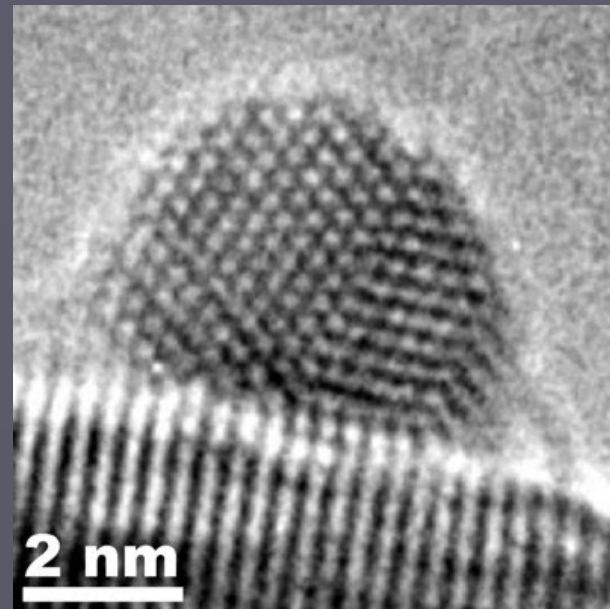


Au nano-partical

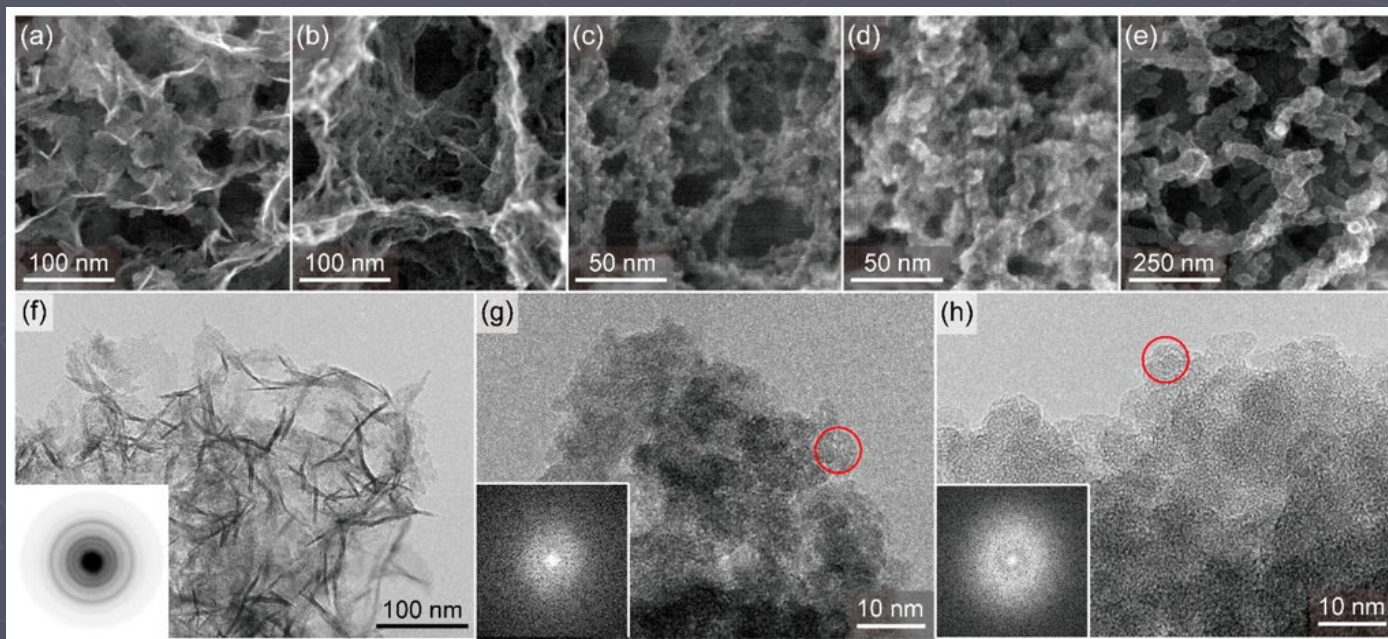


crystals of $(\text{Ce}_{0.5}\text{Zr}_{0.5})\text{O}_2$

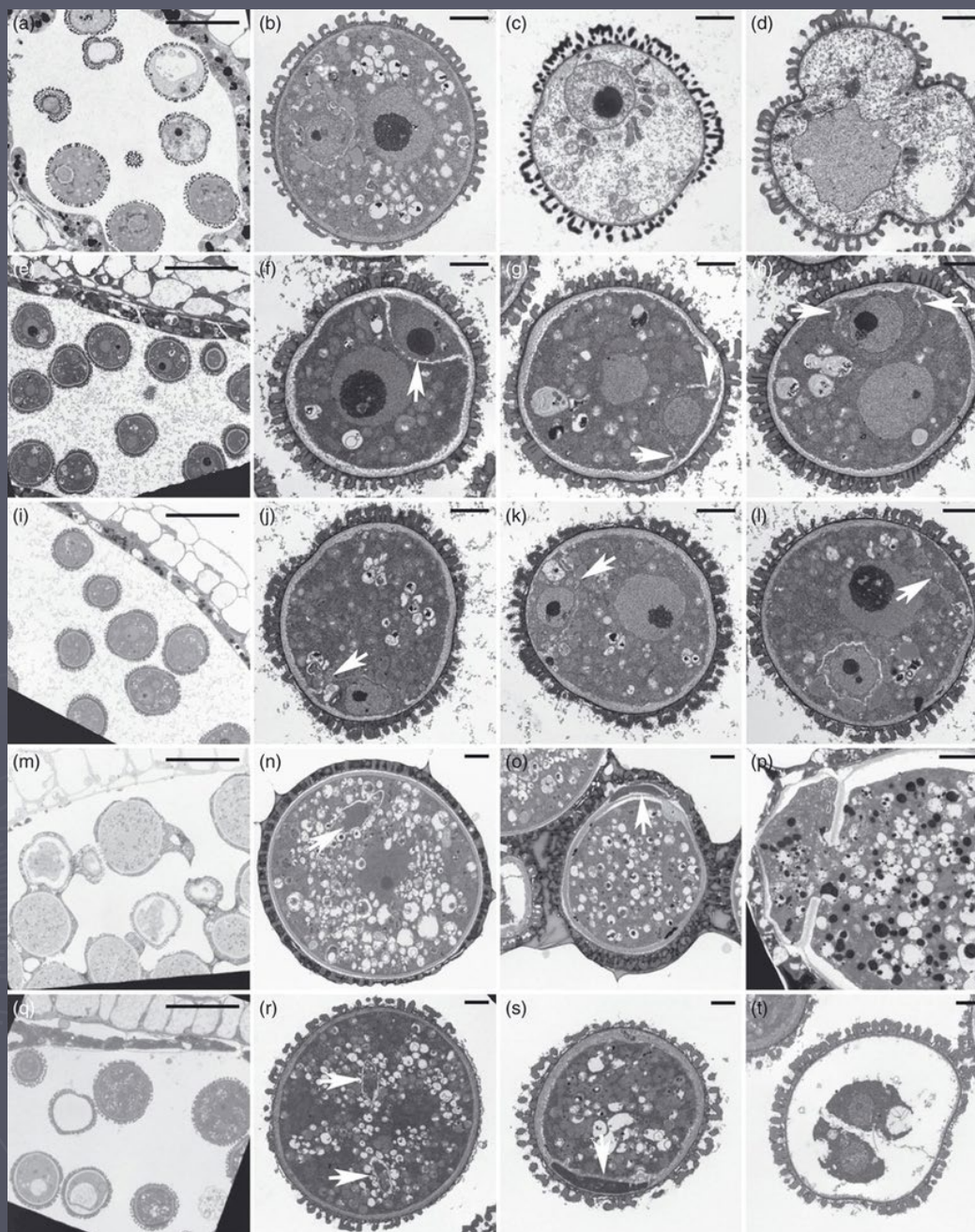
<http://www.microscopy.ethz.ch/catalysis.htm>



crystals of $(\text{Ce}_{0.5}\text{Zr}_{0.5})\text{O}_2$



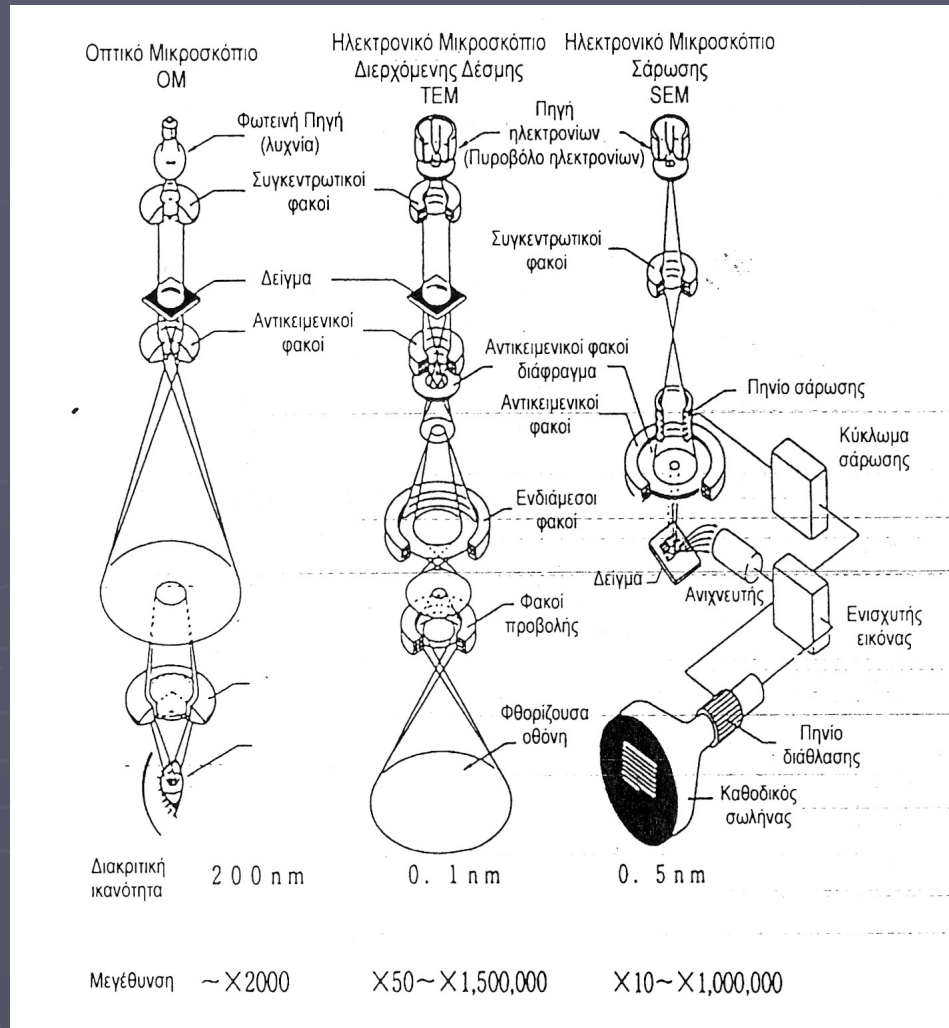
<http://www.mdpi.com/2075-163X/4/3/565/htm>



TEM



Σύγκριση OM – SEM – TEM



Βιβλιογραφία

Chatzitheodoridis, I., 2017. Electron Microprobe Techniques: The SEM / EDS-WDS – EBSD Techniques. Presentation NTUA.

Βερνάρδου, Δ., 2016. SEM-TEM. Παρουσίαση, Πανεπιστήμιο Κρήτης.

Ηλιόπουλος, Ι., 2017. Τεχνικές με μικροδέσμες ηλεκτρονίων. Παρουσίαση, Πανεπιστήμιο Πατρών.

Καντηράνης, Ν., 2016. Σαρωτικό Ηλεκτρονικό Μικροσκόπιο. Παρουσίαση Α.Π.Θ.

Οικονόμου, Μ., 2011. Μέθοδοι Ανάλυσης Μεταλλευμάτων. Ε.Κ.Π.Α., Αθήνα.

Σκλαβούνος, Σ., Καντηράνης, Ν., Παδοπούλου, Λ., 2011. Εργαστηριακές Μέθοδοι έρευνας Ορυκτών. Α.Π.Θ., Θεσσαλονίκη.

<http://cms.unige.ch/sciences/terre/en/facilities/listFacilities.php#&panel1-16>

<http://cms.unige.ch/sciences/terre/en/facilities/listFacilities.php#&panel1-26>

<http://coen.boisestate.edu/corrosionlab/education/lego-mse-lab/sem/>

http://mcff.mtu.edu/acmal/electronmicroscopy/MA_EDS_WDS.htm

http://serc.carleton.edu/research_education/geochemsheets/eds.html

http://serc.carleton.edu/research_education/geochemsheets/elementmapping.html

http://serc.carleton.edu/research_education/geochemsheets/techniques/SEM.html

http://serc.carleton.edu/research_education/geochemsheets/techniques/SEM.html

http://serc.carleton.edu/research_education/geochemsheets/techniques/EPMA.html

http://serc.carleton.edu/research_education/geochemsheets/wds.html

<http://webmineral.com> https://www.researchgate.net/publication/260724200_Corrosion_behavior_of_ferritic_stainless_steel_with_15wt_chromium_for_the_automobile_exhaust_system

<http://www.ammrfg.org.au/myscope/tem/>

<http://www.directindustry.com/prod/oxford-instruments-nanoanalysis/product-37682-1416761.html>

<http://www.edax.com/Products/Integrated/Trident-Integrated-EDS-EBSD-and-WDS-System.aspx>

<http://www.electronmicroscopylab.upatras.gr/index.php/el/2015-12-29-12-04-05/2016-02-07-10-06-51>

http://www.eliasch.metal.ntua.gr/DPMS/SEM-EBSD_Chatzitheodoridis.pdf

<http://www.hitachi-hightech.com/global/tm/what/intro/>

<http://www.mdpi.com/2075-163X/4/3/565/htm>

<http://www.microscopy.ethz.ch/catalysis.htm>

<http://www.mse.iastate.edu/microscopy/>

http://www.scielo.org.co/scielo.php?script=sci_arttext&pid=S1794-61902010000200005

http://www.scielo.org.co/scielo.php?script=sci_arttext&pid=S1794-61902010000200005

<http://www.unil.ch/iste/home/menuinst/laboratoires/microsonde-electronique.html>

<https://en.wikipedia.org>

<https://en.wikipedia.org>

<https://www.oxford-instruments.com/products/microanalysis/wavelength-dispersive-systems-wds/wave-software>

https://www.researchgate.net/publication/5535734_Dual_function_of_Arabidopsis_glucan_synthase-like_genes_GSL8_and_GSL10_in_male_gametophyte_development_and_plant_growth

<https://www.sciencelearn.org.nz/resources/495-magnification-and-resolution>