

# Vizsgálatok Scanning elektronmikroszkóppal

## Nagyné Halász Erzsébet

Óbudai Egyetem,  
Bánki Donát Gépész és Biztonságtechnikai Mérnöki Kar  
nagyne.halasz@bgk.uni-obuda.hu

***Abstract:** The paper describes some test by Scanning electronmicroscope. It's advice again the used microscopes is principally the depth sharpness. This is a very useful technic for the surface qualification in case of coated samples. The surface technology is developping very rapidly and needs tests.*

***Keywords:** SEM, surface coating, thin film*

## 1. Bevezetés

A felületi rétegek minősítésében a gyakorlatban igen széles körben alkalmazott vizsgáló berendezés a pásztázó vagy scanning elektronmikroszkóp (SEM). Jól fókuszált elektronnyalábbal végigpásztázzuk a vákuumban lévő minta felületét és a mintából kilépő szekunder elektronokkal vagy a mintából származó egyéb jelekkel (pl. visszaszórt elektronok, röntgensugárzás) leképezzük a minta felületét úgy, hogy a felületről kapott jelekkel moduláljuk egy katódsugárcső fényintenzitását. [1]

A modern felületmódosító technológiák igen vékony nagykeménységű felületek létrehozását teszik lehetővé. Ezek vizsgálata hagyományos fémmikroszkóppal nem lehetséges, mivel a rétegek vastagsága mikronos nagyságrendű. A bevonatok vizsgálata során azok szerkezete rétegvastagsága meghatározható, valamint a forgácsoló szerszámok kopási folyamatai is nyomon követhetők elektronmikroszkópos vizsgálatokkal. Munkám célja bemutatni a SEM jellemzőit a gyakorlatban valamint alkalmazhatóságát a vékony felületi rétegek vizsgálati során az. [1, 2, 3]

A felületi rétegek minősítése során a keménységmérés, kopási vizsgálatok is igen fontosak, amelyek a SEM vizsgálatokkal kiegészítve adnak közelebbi információt a kopásállóságot és élettartamot illetően. [6, 7, 8, 9, 10]

## 2. Felületi technológiák

A hagyományos felületi technológiák a nitridálás, cementálás felületedzés a mai követelményeknek nem tud megfelelő felületi keménységet létrehozni ezért ezeket az technológiákat fejlesztették, illetve újabbakat dolgoztak ki. Ilyen felületkeménysítő eljárás a felület lézeres átolvasztása illetve ötvözése.

A felületkezelések másik nagy csoportja a gőzfázisú bevonatolások, melyek lehetnek kémiai (CVD) vagy fizikai (PVD) elvű technológiák. Ezekben az esetekben a felületre kerülő vékony, nagykeménységű réteg néhány mikrométer vastagságú. Ezeket a technológiákat az ipari gyakorlatban természetesen a felület kopásállóságának a növelésére fejlesztették ki. [11, 12, 13]

Ezekkel a technológiákkal a felületen egy új réteget hozunk létre, „növesztünk”, amely a munkadarab működése során a súrlódási, kopási igénybevételeket viseli majd. Igen fontos vizsgálnunk ezeknek a rétegnek a keménységét, vastagságát, szerkezetét, porozitását. Vastagságuk meghatározására számos módszer ismert, szerkezetüket, porozitásukat azonban csak a SEM felvételek segítségével ismerhetjük meg. [2]

## 3. Vizsgáló berendezés SEM

### 3.1. Vákuumrendszer

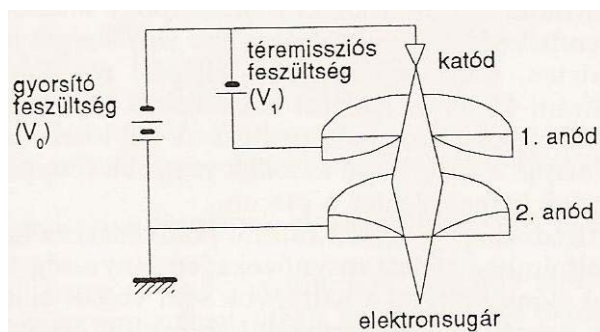
A SEM működéséhez vákuumra van szükség. A vákuum nagysága is lényeges, mert ettől függően különböző számú pozitív ion keletkezik és ezek az elektronokkal ellenkező irányba gyorsulva szétbombázzák a katódot és környezetét. [1, 2, 3]

### 3.2. Elektronágyú

A felbontóképesség az elektronnyaláb méretének függvénye. Minél kisebb nyalábmérettel dolgozunk, annál nagyobb felbontóképességet tudunk elérni. Az elektronnyaláb átmérőjének csökkenésével együtt csökken a nyaláb árama, mely egy határon túl „zajos” képhez vezethet.

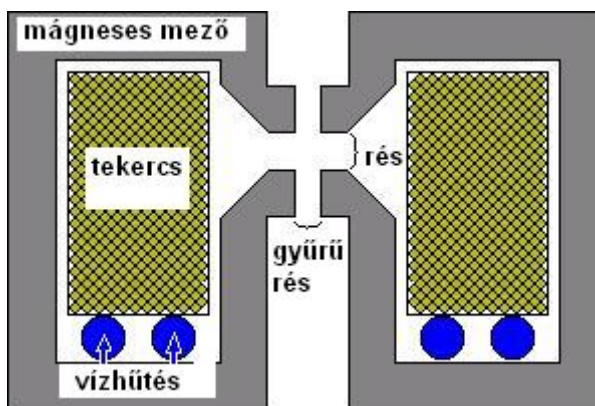
Az elektronágyúhoz használt katód lehet: Termikus volfrám, LaB<sub>6</sub>, Termikus téremissziós, Hideg téremissziós

A téremissziós katódagyú esetében a katód és az első anód között alkalmazott feszültséggel érik el azt a térerőt, mellyel az elektronemissziót kiváltják, míg a második anód potenciálja adja a tényleges gyorsítófeszültséget.



1. ábra

Téremissziós katódú elektronágyú [1]



2. ábra

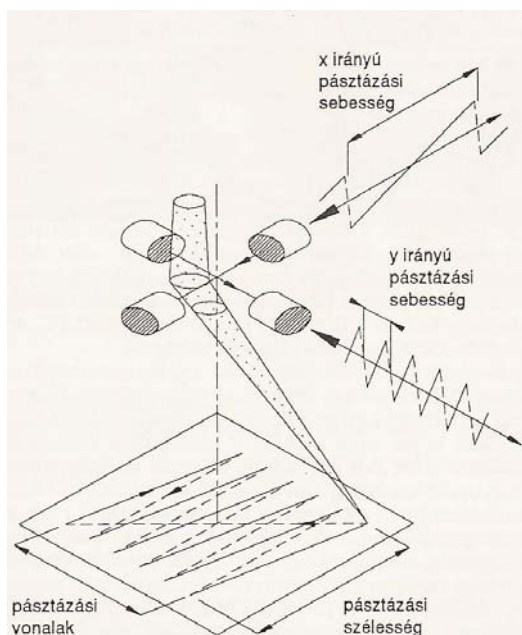
Mágneses lencse sematikus ábrája [1]

### 3.3. Mágneses lencsék

Az elektronok fókuszálására a mágneses és az elektromos lencsék egyaránt alkalmasak, a pásztázó elektronmikroszkópok esetében azonban általában mágneses lencsét alkalmaznak. A 2. ábrán egy mágneses lencse sematikus képe látható. Az árammal átfolyt tekercset vasburkolat veszi körül, és a tekercs által gerjesztett mágneses tér a vasban lévő, körgyűrű alakú résre koncentrálódik. Ezt a részt általában nem mágneses anyaggal töltik ki, hogy az optikai oszlopban könnyebben lehessen vákuumot előállítani.

### 3.4. Pásztázó tekercesek

A pásztázást két mágneses tekerccspár segítségével valósítják meg, amit a 3. ábra mutat be. A vízszintes és függőleges eltérítést szolgáló tekerceseken egyaránt fűrészfregést alkalmaznak a nyaláb vezérlésére. A képenkénti pásztázó vonalak számát az x és y irányú pásztázási sebességek hányadosa adja meg.



3. ábra

Mágneses lencse sematikus ábrája [1]

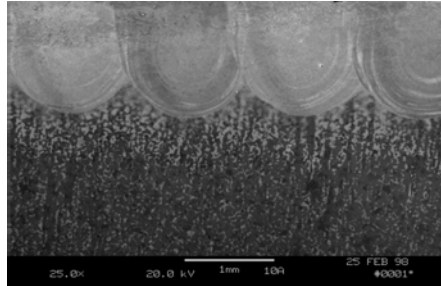
## 4. Vizsgálatok

### 4.1. Próbatetek előkészítése

A vékony rétegek vizsgálataihoz a próbatetek előkészítésénél különös gondot kell fordítani a felület tisztítására, ügyelni kell arra, hogy a felületi réteget ne hogy megsértsük. Ezen kívül ha a felületi réteg szerkezetét kívánjuk megmutatni ügyelnünk kell, hogy a réteget nem célszerű hagyományos módszerekkel elvágni, mert a vágás mentén a réteg szerkezete roncsolódik. Vágás során tehát nem kívánt hőbevitel és képlékeny alakváltozás jöhet létre. [1, 14]

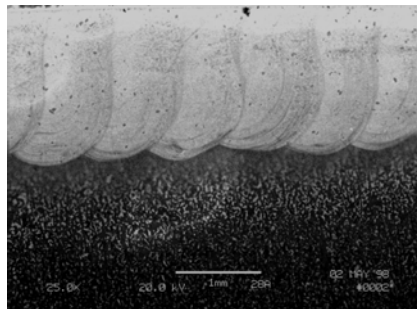
## 4.2. Vizsgálatok

Lézeres felületötvözéssel felületkeményített próbatestek vizsgálati eredményei (4-6. ábra). Az egyes darabok felületeibe különböző ötvözőket (karbidok) injektáltak. A felvételeken jól láthatóak a beolvadási mélységek.



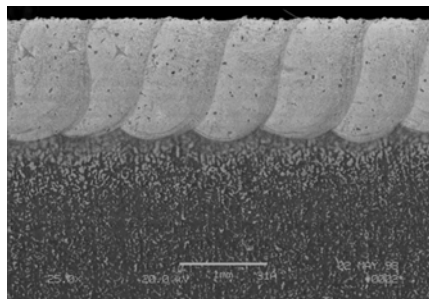
4. ábra

Lézeres felületötvözés WC [5,9,10]



5. ábra

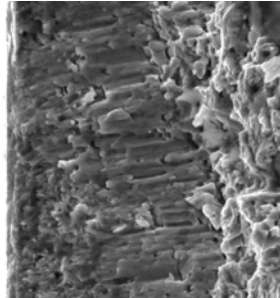
Lézeres felületötvözés TaC [5,9,10]



6. ábra

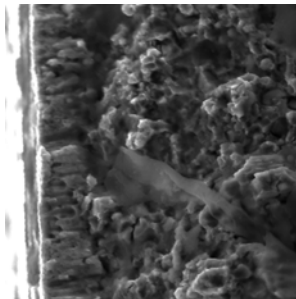
Lézeres felületötvözés NbC [5,9,10]

Felületi bevonati rétegek vizsgálatai, különböző bevonatok esetén. A 7. és 8. ábrák képein jól látható az eltérő szerkezet azonos alapanyagon. Mindkét bevonat TiN, viszont a rétegvastagságuk jelentős eltérést mutat.



7. ábra

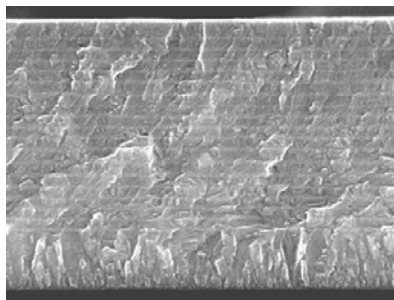
TiN bevonat 2000x nagyításnál [12]



8. ábra

TiN bevonat 2000x nagyításnál [12]

A 9. ábrán egy TiN/CrN bevonat szerkezete látható. A két bevonati réteg jól elkülöníthető, vastagságuk meghatározható. A felvételen az eltérő rétegszerkezet is jól látható.



9. ábra

TiN/CrN multilayer bevonat 2000x nagyításnál [15]

## Összefoglaló

A scanning elektronmikroszkóp jól alkalmazható a gyakorlatban, mert mélységélességgel rendelkezik ellentétben a fénymikroszkóppal, valamint felbontóképessége (0,2 nm) miatt alkalmazható akár nanoméres mérések esetében is. Meglehető a próbatestek előkészítése igen nagy gondosságot igényel, ellentétben a hagyományos fénymikroszkóphoz szükséges mintákkal. A vizsgálati eredményekből egyértelműen látszik (4-9. ábrák) a széles körű alkalmazhatóság lehetősége.

## Irodalom

- [1] Nagyné Halász E.: SEM a gyakorlatban, Erdélyi Múzeum-Egyesület, FMTÜ XIV. Kolozsvár, Románia, 2009. pp. 139-142
- [2] Nagyné Halász E.: Felületi rétegek SEM vizsgálatai, Erdélyi Múzeum-Egyesület, FMTÜ XV. Kolozsvár, Románia, 2010. pp. 243-246
- [3] Bitay E., Bagyinszki Gy.: Duplex felületkezelés – plazmanitridálás és lézerezés kombinálása, Erdélyi Múzeum-Egyesület, FMTÜ XIV. Kolozsvár, Romania, 2009. pp. 45-52
- [4] Bitay E.: Kerámiaszemcsék diszpergálása lézeres felületötvözésnél, Múzeum-Egyesület, FMTÜ IV. Kolozsvár, Romania, 1999. pp.169-172
- [5] Bitay E.: Karbidporok diszpergálásának vizsgálata acélban, CO<sub>2</sub>-os lézer felületötvözésnél, Múzeum-Egyesület, FMTÜ IV. Kolozsvár, Romania, 1999. pp. 173-176
- [6] Bagyinszki Gy., Bitay E.: Kopásálló felületkezelt rétegek minősítése. Erdélyi Múzeum-Egyesület, FMTÜ XIV. Kolozsvár, Romania, 2009. pp. 13-16
- [7] Bagyinszki Gy., Bitay E.: Felületkezelési eljárások több szempontú rendszerezése, Erdélyi Múzeum-Egyesület, FMTÜ XIII. Kolozsvár, Romania, 2008. pp. 5-12
- [8] Sebestyén A., Nagyné Halász E., Bagyinszki Gy., Bitay E.: Felületmódosítási eljárások hatása acélok kopásállóságára, Múzeum-Egyesület, FMTÜ XII. Kolozsvár, Romania, 2007. pp.161-168
- [9] Bitay E.: Lézeresen kezelt felületek kopásállósága, Múzeum-Egyesület, FMTÜ VI. Kolozsvár, Romania, 2001. pp. 111-118
- [10] Bitay E., Kovács T.: The effect of the laser surface treatments on the wear resistance, Material Science Forum Vols. 649. Trans. Tech. Publications Switzerland, 2010. pp. 107-112

- [11] Kovács, T., – Dévényi, L.: The effect of microstructure on the wear phenomena, Material Science Forum Vols. 537–538. Trans. Tech. Publications Switzerland, 2007. pp. 397–404
- [12] Kovács Coskun T.: Vékony rétegek vizsgálatai, Erdélyi Múzeum-Egyesület, FMTÜ XV. Kolozsvár, Románia, 2010. pp. 189-192
- [13] Kovács-Coskun T.: Nano-mechanical and surface morphological properties of TiN coating produced by PVD on tool steel, Material Science Forum Vols. 659. Trans. Tech. Publications Switzerland, 2010. pp. 191-196
- [14] Nagyné Halász E.: Felületkezelt próbatetek elektromikroszkópos vizsgálatai, Erdélyi Múzeum-Egyesület, FMTÜ XVI. Kolozsvár, Románia, 2011. pp. 221-224
- [15] [http://www.surface-engineering-sudoe.com/en/technologies/sem\\_edx.asp](http://www.surface-engineering-sudoe.com/en/technologies/sem_edx.asp)