

# Prawdziwy tytan wśród mikroskopów już w AGH

W Akademii Górniczo-Hutniczej od niedawna działa jeden z najnowocześniejszych na świecie transmisyjnych analitycznych mikroskopów elektronowych FEI Titan Cubed G2 60-300. Urządzenie znajduje się w laboratorium Międzynarodowego Centrum Mikroskopii Elektronowej dla Inżynierii Materiałowej w AGH na Wydziale Inżynierii Metali i Informatyki Przemysłowej. – Nasz Titan jest jednym z najistotniejszych osiągnięć techniki w dziedzinie mikroanalizy w skali atomowej – mówi kierownik Centrum prof. Aleksandra Czyrska-Filemonowicz z Katedry Metaloznawstwa i Metalurgii Proszków AGH.

jąca zewnętrzne pole magnetycznie. Specjalna obudowa mikroskopu dodatkowo izoluje go od czynników zewnętrznych takich jak zmiany temperatury, wibracje i pole magnetyczne.

Miejsce pracy operatora, a zarazem centrum sterowania mikroskopem, znajduje się na antresoli umieszczonej mniej więcej w połowie wysokości Titana, od którego jest oddzielone szklanymi taflami. Tam na monitorach komputerów operator obserwuje efekty pracy mikroskopu. Do wnętrza pomieszczenia Titana wchodzi tylko po to, by umieścić w nim próbkę, zamontowaną w specjalnym uchwycie. Musi przy

elektronowa dostarcza informacji o tym, w jaki sposób można zmienić mikrostrukturę materiału na poziomie atomowym, aby poprawić jego właściwości.

– Dzięki takiej wiedzy możemy także przewidzieć, po jakim czasie dany element konstrukcji należy wymienić. Czyli będziemy badać materiały po wyprodukowaniu i po pewnym czasie pracy. Możemy także pomagać w projektowaniu nowych materiałów, badając ich mikrostrukturę i skład chemiczny – wyjaśnia dr inż. Grzegorz Michta.

– Od kilku lat obserwuje się na świecie gwałtowny rozwój nanotechnologii i nanomaterialów. Rozwój ten jest możliwy jedynie wtedy, gdy mamy możliwość kontrolowania procesów zachodzących na poziomie atomowym. Bo każda technologia wymaga stosowania adekwatnych metod badawczych. W przypadku nanotechnologii transmisyjna mikroskopia elektronowa jest jedyną metodą bezpośredniej obserwacji struktur na poziomie atomowym. Możemy analizować wpływy, nawet pojedynczych atomów, na strukturę i właściwości badanych materiałów – tłumaczy dr hab. inż. Władysław Osuch.

Mikroskop elektronowy Titan Cubed G2 60-300 umożliwia badanie mikrostruktury i składu chemicznego materiałów metalicznych, ceramicznych, kompozytów, minerałów, czy tkanek biologicznych przy niskim (60kV) i wysokim (300 kV) napięciu przyspieszającym. Pozwala oglądać próbki w powiększeniu do trzech milionów razy przy rozdzielczości punktowej 70 pikometrów, nieosiągalnej w innych tego typu urządzeniach. W praktyce oznacza to, że w badanej próbce możemy zobaczyć pojedyncze atomy i zbadać skład chemiczny na poziomie atomowym. – To poziom, do którego musimy zejść, aby kontrolować właściwości materiałów – tłumaczy dr inż. Beata Dubiel. To właśnie mikroanaliza składu chemicznego metodą spektroskopii charakterystycznego promieniowania rentgenowskiego w skali atomowej stanowi o wyjątkowości mikroskopu Titan w AGH. Tylko trzy analityczne transmisyjne mikroskopy elektronowe na świecie mają nowoczesny system mikroanalizy ChemiSTEM, który pozwala na rejestrację map składu chemicznego w skali atomowej za ledwie w kilka minut. O wyjątkowości Titana w AGH decyduje również nowoczesne działo elektronowe, monochromator oraz korektor aberracji sferycznej soczewek formujących wiązkę elektronów. Po-



foto: Stanisław Malik

– Jeśli makrokosmos badamy teleskopem Hubble'a, to tym mikroskopem badamy mikrokosmos. Badamy nanostrukturę w skali atomowej. Ponieważ struktura rzutuje na właściwości, znając ją, możemy sterować jak chcemy właściwościami materiałów – wyjaśnia prof. Aleksandra Czyrska-Filemonowicz.

Już sam wygląd urządzenia robi ogromne wrażenie – ma ono 3,7 metra wysokości i waży 3,5 tony. Znajduje się w specjalnie przystosowanym pomieszczeniu zbudowanym w taki sposób, aby maksymalnie odizolować wszelkie bodźce dochodzące z zewnątrz, które mogłyby zakłócić pracę mikroskopu i wpływać na wyniki badań. Przygotowanie pomieszczenia trwało kilka miesięcy, a montaż sprzętu wartego 15 mln zł – siedem tygodni. Mikroskop umieszczony jest na tłumiącym drgania fundamencie. Pomieszczenia laboratorium wyposażono w panele chłodzące, utrzymujące stałą temperaturę oraz w aparaturę kompensu-

jącą zakłócenia i ochraniacze na obuwiu, aby zachować sterylne warunki pracy urządzenia. Ponieważ mikroskop powiększa aż 3 miliony razy, z oczywistych względów badana próbka musi być odpowiednio mała i cienka – montuje się ją w uchwycie przy użyciu mikroskopu świetlnego. Próbkę nie widać bowiem gołym okiem.

Poprzez badania mikrostruktury i składu chemicznego materiałów uczeni mogą przewidzieć, jak będą się one zachowywać w trakcie użytkowania. Takie informacje są niezwykle ważne m.in. dla konstruktorów różnego typu urządzeń czy konstrukcji (elementów samolotów, samochodów, mostów, mikroprocesorów itp.), którzy chcą użyć danego materiału do ich budowy. A ponieważ o właściwościach materiału decyduje jego mikrostruktura, to umiejętna analiza wyników badań pozwoli orzec, czy wskazany materiał nadaje się do określonych zastosowań. Mikroskopia

zwala to tak uformować wiązkę elektronów, aby móc ją skupić na maleńkim punkciku koniecznym do analizy obszarów o rozmiarze rzędu wielkości atomów.

– Analityczny transmisyjny mikroskop elektronowy najnowszej generacji pozwoli także na praktyczne zastosowanie tomografii elektronowej do trójwymiarowej wizualizacji mikrostruktury w nanoskali i w skali atomowej – mówi dr inż. Adam Kruk.

To, że w Akademii Górniczo-Hutniczej działa tej klasy mikroskop (drugi Titan o podobnej konfiguracji jest w University of Technology w austriackim Grazu, a trzeci w Sandia National Laboratories w Stanach Zjednoczonych), to niezwykle ważna informacja dla przedsiębiorców. – Nasze badania to nie jest tylko nauka podstawowa, polegająca na rozwijaniu wiedzy, ale badamy takie materiały, które są praktycznie wykorzystywane. Nasi naukowcy mogą wykonywać różnorodne ekspertyzy i prace badawczo-rozwojowe, jeśli będzie takie zapotrzebowanie z przemysłu. Już obecnie prowadzimy projekty we współpracy z przemysłem i nakierowane na potrzeby przemysłu – mówi dr inż. Beata Dubiel.

Zakup mikroskopu Titan Cubed G2 60-300 „to kolejny krok, którego dokonujemy, aby być jedną z najlepszych uczelni w Europie. Chcemy robić badania na najwyższym światowym poziomie i mamy ku temu doskonałą kadrę” – powiedział pod koniec września przy okazji uroczystej prezentacji nowego urządzenia Rektor AGH prof. Antoni Tajduś. Mikroskop zakupiono w ramach projektu „Zakup analitycznego transmisyjnego mikroskopu elektronowego z unikalnym oprzyrządowaniem do

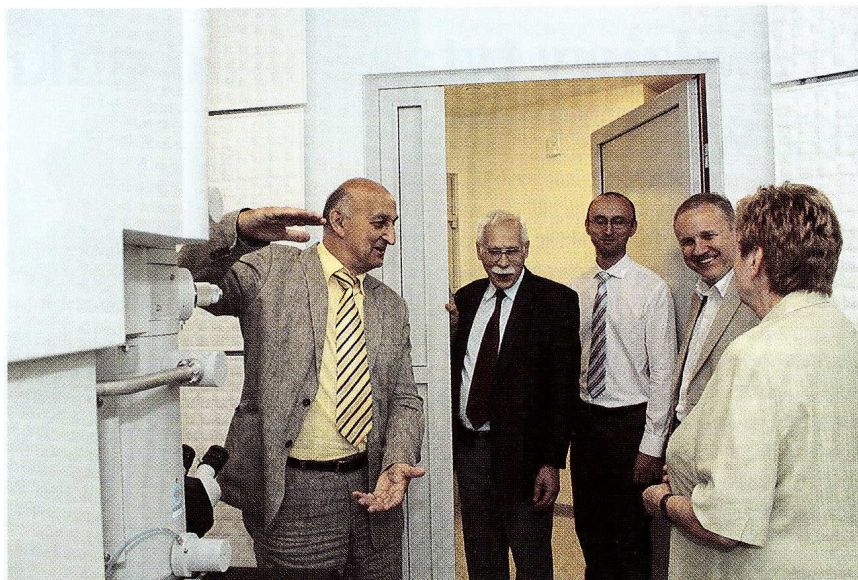
badań mikro- i nanostruktury materiałów” w ramach Działania 2.1 POIG z Europejskiego Funduszu Rozwoju Regionalnego.

Jak wspomniano, Titan Cubed znajduje się w laboratorium Międzynarodowego Centrum Mikroskopii Elektronowej dla Inżynierii Materiałowej w AGH. Działalność pierwszej Pracowni Mikroskopii Elektronowej na naszej uczelni sięga początku lat 60. XX wieku. Powołano ją w 1960 roku z inicjatywy prof. Stanisława Gorczycy, twórcy i propagatora tej dziedziny w Polsce. Wieloletnia współpraca, zwłaszcza z zakresu badań mikro- i nanostruktur metodami zaawansowanej mikroskopii elektronowej, doprowadziła do utworzenia jednostki badawczej w obecnej postaci. W 2010 roku Rektor AGH prof. A. Tajduś powołał Międzynarodowe Centrum Mikroskopii Elektro-

nowej dla Inżynierii Materiałowej (IC-EM). Działalność Centrum obejmuje badania związane z zagadnieniami mikroskopii elektronowej w fizyce, chemii, elektronice itp. Zespół Centrum współpracuje z przemysłem europejskim i amerykańskim.

Najnowocześniejsza aparatura w IC-EM to także szansa dla studentów i doktorantów, chcących zaistnieć na arenie międzynarodowej. „Dziś bez sprzętu nie da się w branżach technicznych nic zrobić. Tylko wysokiej klasy aparatura umożliwi badania na odpowiednim poziomie i tylko dzięki temu można funkcjonować w świecie” – mówi dziekan Wydziału Inżynierii Metali i Informatyki Przemysłowej prof. Mirosław Karbowniczek.

Ilona Trębacz



for. Z. Sulima

## Analityczna mikroskopia elektronowa w IC-EM

Analityczna mikroskopia elektronowa jest interdyscyplinarną dziedziną współczesnej wiedzy, stosowaną w inżynierii materiałowej, fizyce, chemii, biologii i medycynie do badań mikrostruktury oraz określania składu chemicznego w skali mikro-, nano- i w skali atomowej. Rozwój wyższych nauk w dużej mierze związany jest z wykorzystaniem różnych funkcji i technik badawczych analitycznego mikroskopu elektronowego, będącego połączeniem transmisyjnego mikroskopu elektronowego z detektorami i spektrometrami, pozwalającymi na zarejestrowanie różnorodnych sygnałów wzbudzonych wskutek oddziaływania wiązki elektronów z materiałem. Za pomocą jednego przyrządu i jednego preparatu możliwe jest zbadanie nie tylko mikro- i nanostruktury materiału, ale również jego składu chemicznego, trójwymiarowego rozkładu składników strukturalnych, określenie położenia ato-

mów oraz rozkładu pól elektrycznych i magnetycznych.

Pod koniec XX wieku nastąpił przełom w konstrukcji transmisyjnych mikro-



for. Stanisław Malik

skopów elektronowych. Osiągnięto zdolność rozdzielczą mikroskopu poniżej 0,1 nanometra, dzięki zastosowaniu w seryjnie produkowanych mikroskopach korektorów aberracji sferycznej soczewek. Dzięki monochromatorom wiązki elektronów polepszo rozdzielczość spektroskopii strat energii elektronów (Electron Energy Loss Spectroscopy, EELS), co umożliwiło badanie struktury elektronowej i wiązań chemicznych pomiędzy atomami.

W rezultacie, w okresie kilku ostatnich lat, czołowe ośrodki mikroskopii elektronowej w Europie i na świecie poszerzyły stan swojej bazy badawczej o mikroskopy z korektorem aberracji sferycznej soczewki obiektywowej, co umożliwi obserwację rzeczywistych położenia atomów na obrazach wysokorozdzielczych (HRTEM) z rozdzielczością poniżej 0,1 nm.

Równocześnie, poprzez zastosowanie korektorów aberracji sferycznej układu soczewek kondensorowych, znacząco udoskonalono możliwości analitycznej mikroskopii elektronowej. Najnowocześniejsze mikroskopy elektronowe z korektorem aberracji sferycznej soczewek kondensorowych umożliwiają zarówno ustalenie rzeczywistych położenia atomów na obrazach w ciemnym polu widzenia, uzyskanych techniką skaningowo-transmisyjną STEM-HAADF, jak i polepszenie zdolności rozdzielczej mikroanalizy, praktycznie pozwalając na badanie składu chemicznego w skali atomowej.

Wraz z unowocześnieniem transmisyjnych mikroskopów elektronowych rozwinęły się także nowe techniki badawcze, jak tomografia i holografia elektronowa. W 2011 r. po raz pierwszy zamontowano w transmisyjnych mikroskopach elektronowych system ChemiSTEM, umożliwiający szybką rejestrację map składu chemiczne-

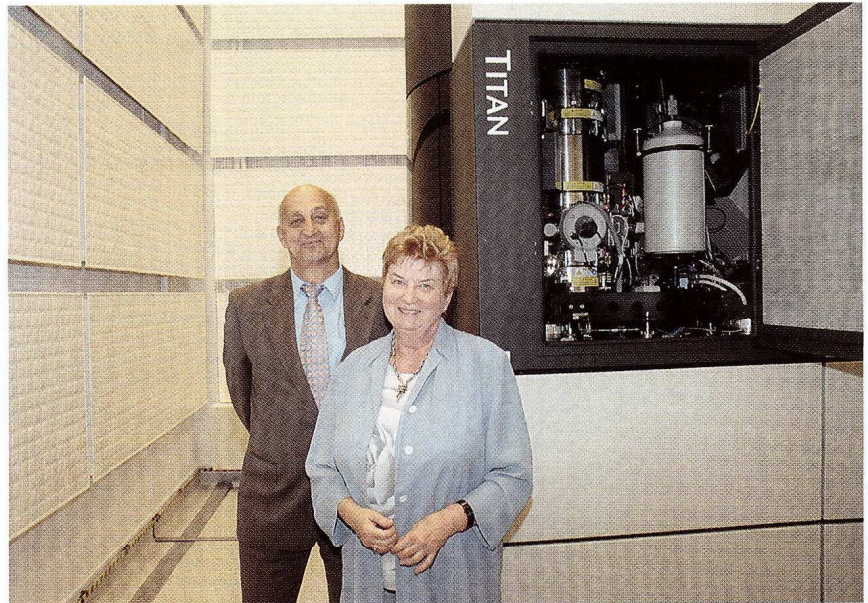


foto: Stanisław Malik



**INNOWACYJNA  
GOSPODARKA**  
NARODOWA STRATEGIA SPÓJNOŚCI

**UNIA EUROPEJSKA  
EUROPEJSKI FUNDUSZ  
ROZWOJU REGIONALNEGO**



go z rozdzielczością atomową za pomocą spektroskopii energii charakterystycznego promieniowania rentgenowskiego (*Energy Dispersive X-ray Spectroscopy*, EDX).

Zainstalowany w Międzynarodowym Centrum Mikroskopii Elektronowej dla Inżynierii Materiałowej w AGH mikroskop Titan Cubed G2 60-300 to jeden z nielicznych w świecie tak wysokiej klasy analityczny mikroskop elektronowy wyposażony w:

- najnowocześniejsze źródło elektronów z emisją połową X-FEG,
- monochromator,
- korektor aberracji sferycznej soczewek układu formującego wiązkę elektronów,

- filtr energii elektronów Gatan GIF Quantum,
- najnowocześniejszy system EDX ChemiSTEM oparty na czterech detektorach SDD, umożliwiający szybką rejestrację map składu chemicznego z rozdzielczością atomową,
- detektory STEM-BF, STEM-DF i STEM-HAADF,
- oprzyrządowanie i oprogramowanie do wykorzystania precesji dyfrakcji w badaniach dyfrakcyjnych,
- uchwyt z bipryzmatem oraz oprogramowanie do holografii elektronowej,
- soczewkę Lorentza,
- dwupochyłowy uchwyt tomograficzny z oprogramowaniem do trójwymiarowej rekonstrukcji i wizualizacji tomogramów elektronowych.

Analityczny transmisyjny mikroskop elektronowy najnowszej generacji z unikalnym oprzyrządowaniem pozwoli na praktyczne zastosowanie i naukowe rozwijanie trzech niedostępnych dotychczas w Polsce metod badawczych:

- skaningowo-transmisyjnej mikroskopii elektronowej STEM-HAADF z rozdzielczością poniżej 0,1 nm możliwą do uzyskania dzięki zastosowaniu korektora aberracji sferycznej soczewek kondensorowych,
- mikroanalizy składu chemicznego EDX z rozdzielczością atomową z wykorzystaniem systemu ChemiSTEM,
- tomografii elektronowej.

prof. Aleksandra  
Czyrska-Filemonowicz

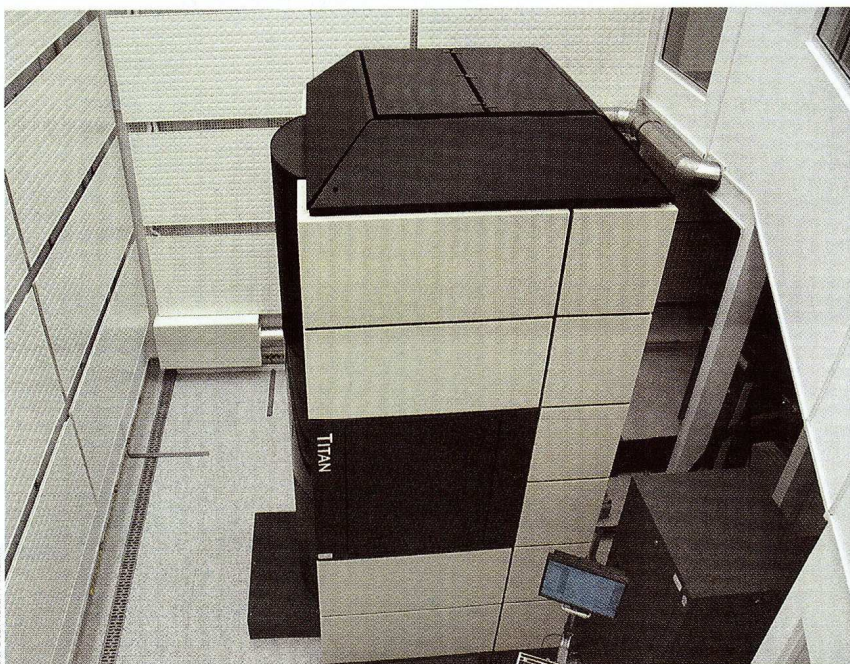
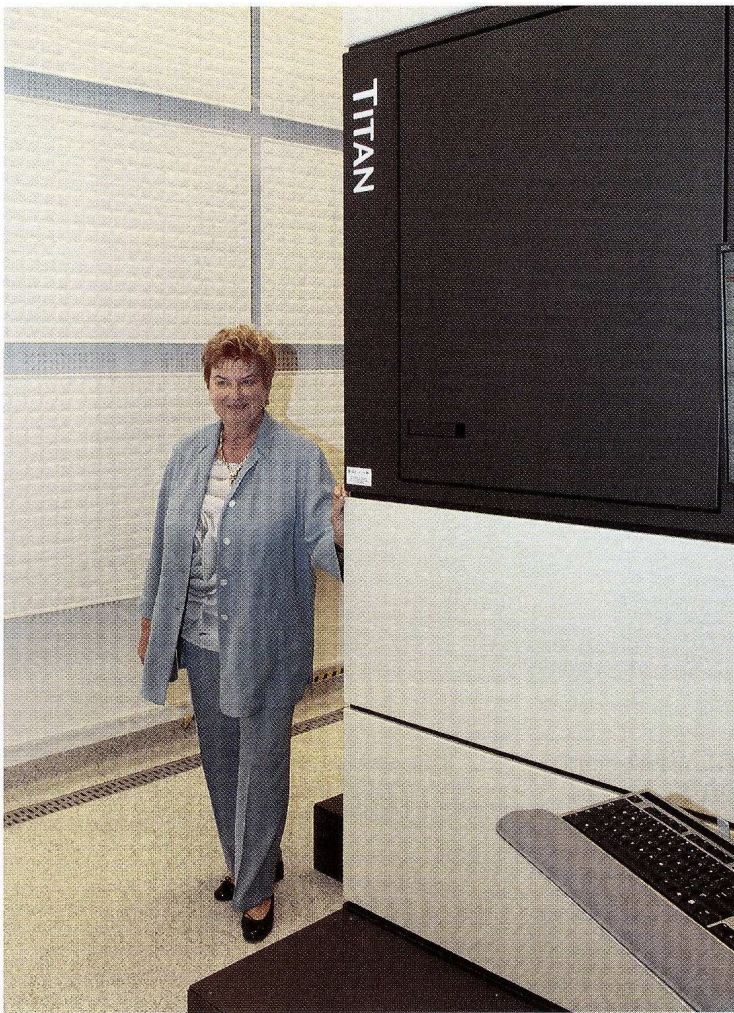
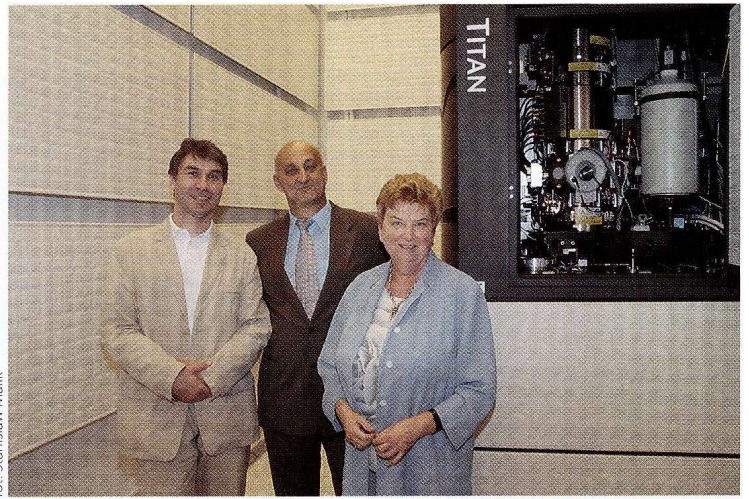


foto: Stanisław Malik

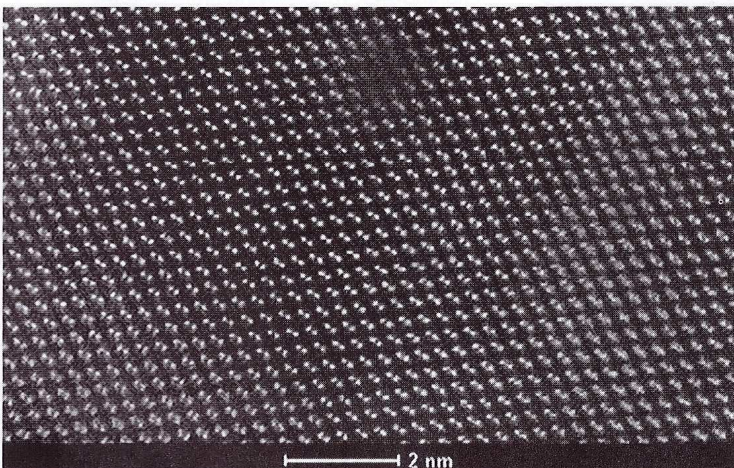
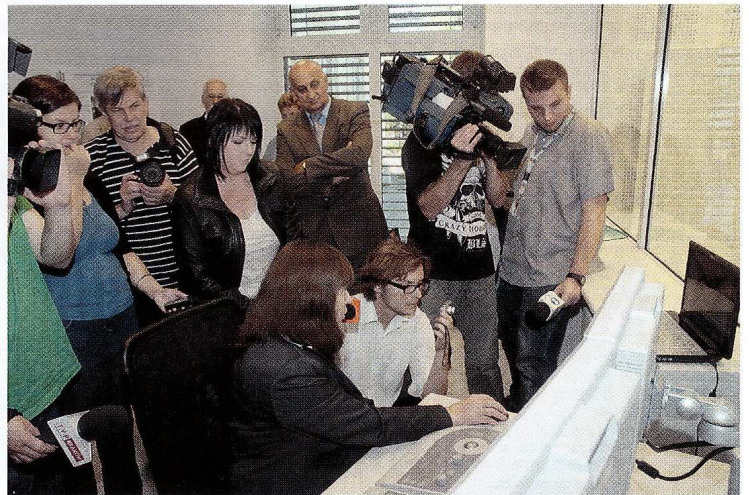
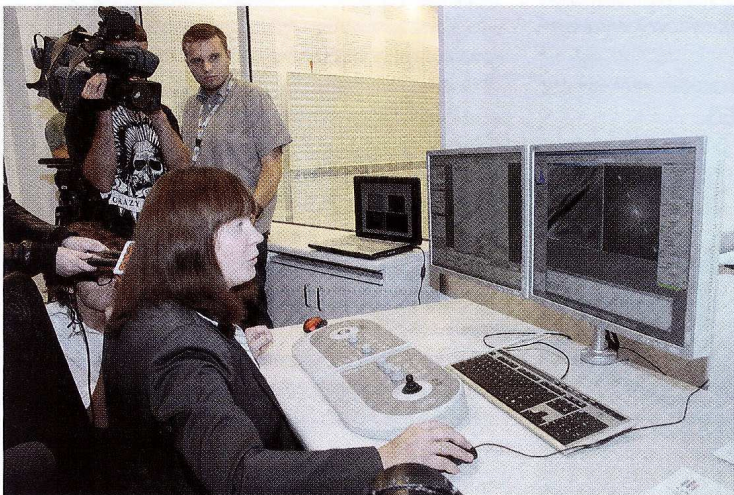


Fot. Stanisław Malik



## Prawdziwy tytan wśród mikroskopów już w AGH

[foto.agh.edu.pl/thumbnails.php?album=234](http://foto.agh.edu.pl/thumbnails.php?album=234)



Kolumny atomów w monokryształe krzemu  $\langle 110 \rangle$ . Obraz wysokorozdzielczy HAADF-STEM.

