

Charakterystyka cienkich warstw za pomocą mikroskopii elektronowej

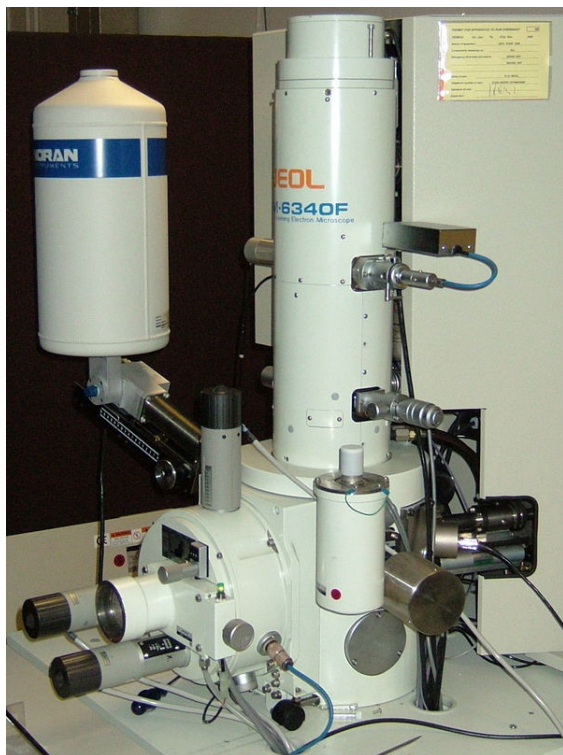
Spis treści

| | |
|--|----------|
| 1 Skaningowy mikroskop elektronowy | 1 |
| 1.1 Historia | 1 |
| 1.2 Ogólne informacje | 1 |
| 1.3 Podstawy fizyczne | 1 |
| 1.3.1 Oddziaływanie elektron-próbka | 2 |
| 1.3.2 Rozdzielczość | 4 |
| 1.3.3 Głębia ostrości | 4 |
| 1.3.4 Powiększenie | 4 |
| 1.4 Budowa urządzenia | 4 |
| 1.4.1 Działo elektronowe | 5 |
| 1.4.2 Układ optyczny | 5 |
| 1.4.3 Detektory | 5 |
| 1.5 Preparatyka | 6 |
| 1.5.1 Materiały nieorganiczne | 6 |
| 1.5.2 Materiały organiczne | 7 |
| 1.6 Obrazowanie | 8 |
| 1.6.1 Obserwacja w elektronach wtórnych SE | 8 |
| 1.6.2 Obserwacje w elektronach wstecznie rozproszonych BSE | 8 |
| 1.6.3 Obserwacje dyfrakcji elektronów wstecznie rozproszonych EBSD | 9 |
| 1.6.4 Kontrast napięciowy | 9 |
| 1.6.5 Kontrast prądu indukowanego wiązką elektronów EBIC | 9 |
| 1.6.6 Kontrast magnetyczny | 9 |
| 1.7 Efekt matrycy | 9 |
| 1.7.1 Poprawka na efekt różnicy liczb atomowych | 10 |
| 1.7.2 Poprawka na absorpcję | 10 |
| 1.7.3 Poprawka na fluorescencję | 10 |
| 1.8 Modyfikacje | 10 |
| 1.8.1 ESEM | 10 |
| 1.8.2 FIB | 11 |
| 1.9 Obrazowanie 3D | 11 |
| 1.10 Zastosowanie | 11 |
| 1.11 Zobacz też | 11 |

| | | |
|----------|---|-----------|
| 1.12 | Uwagi | 12 |
| 1.13 | Przypisy | 12 |
| 2 | Fizyczne osadzanie z fazy gazowej | 14 |
| 2.1 | Zobacz też | 14 |
| 2.2 | Literatura | 14 |
| 3 | Napyłanie w polu magnetycznym | 15 |
| 3.1 | Mechanizm | 15 |
| 3.2 | Zastosowanie | 15 |
| 3.3 | Odmiany metod napyłania w polu magnetycznym | 15 |
| 3.4 | Zobacz też | 15 |
| 3.5 | Źródła, autorzy i licencje treści i zdjęć | 17 |
| 3.5.1 | Tekst | 17 |
| 3.5.2 | Zdjęcia | 17 |
| 3.5.3 | Licencja zawartości | 18 |

Rozdział 1

Skaningowy mikroskop elektronowy



Skaningowy mikroskop elektronowy JEOL JSM-6340F



Skaningowy mikroskop elektronowy JEOL JSM-5500

Skaningowy mikroskop elektronowy (SEM, z ang. *scanning electron microscope*) – rodzaj mikroskopu elektronowego umożliwiający obserwację topografii badanego materiału^[1]. Służy do obserwacji i charakteryzacji materiałów organicznych i nieorganicznych w skali od na-

nometrycznej do mikrometrycznej. Wiązką pierwotną w tej metodzie badawczej jest wiązka elektronów^[2].

1.1 Historia

Pierwszy obraz SEM uzyskał niemiecki elektrotechnik **Max Knoll** (1897–1969) w roku 1935. Topografia powierzchni próbki wykonanej ze stali transformatorowej została uzyskana poprzez wykorzystanie kontrastu kanałowania^[3]. W roku 1965 firma Cambridge Scientific Instrument Company uruchomiła sprzedaż mikroskopów “stereoscan” zaprojektowanych przez profesora **Sir Charlesa Oatleya** (1904–1996) i jego doktoranta **Garry’ego Stewarta**^[4].

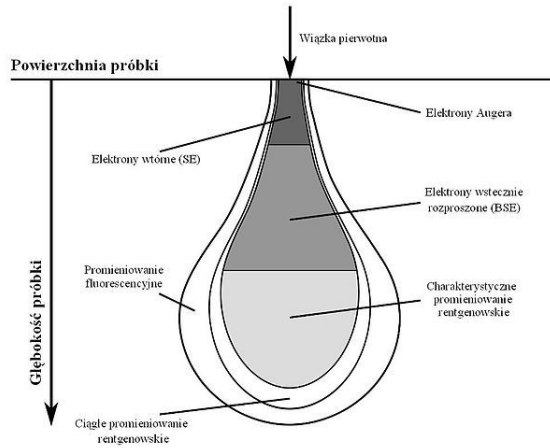
1.2 Ogólne informacje

Długość fali przyspieszanych elektronów jest w przypadku SEM dużo mniejsza niż długość fali światła widzialnego, co zapewnia dużo lepszą rozdzielczość niż w mikroskopii świetlnej. Dla światła długość fali wynosi 350–750 nm, natomiast długość fali wiązki elektronów dochodzi do 0,05 nm^[5]. W przypadku mikroskopu świetlnego można uzyskać maksymalne powiększenie rzędu 2000×, w przypadku SEM może ono wynieść nawet 3 000 000×. Wymogiem każdej techniki mikroskopii elektronowej jest próżnia wynosząca co najmniej 10^{-4} Pa^[6].

1.3 Podstawy fizyczne

W uproszczonym rozumowaniu promieniowanie elektromagnetyczne może być opisane jako strumień fotonów, a poruszające się cząstki jako fale. Wszystkie te mechanizmy opisuje tzw. dualizm korpuskularno-falowy. Dla każdego zakresu promieniowania występuje wiele możliwości różnych procesów rozpraszania wiązki. Ogólnie, rozproszenie fal można podzielić na dwa procesy:

- rozpraszanie sprężyste, czyli zderzenia, podczas których nie dochodzi do zmian energii, a jedynie do



Rys. 1. Uproszczony schemat obrazujący oddziaływanie elektron-próbka

zmiany kierunku padającej fali

- rozpraszanie niesprężyste, czyli zderzenia, podczas których dochodzi zarówno do zmiany kierunku fali, jak i zmiany energii^[7].

Wraz z obniżeniem ciśnienia w komorze pomiarowej, wzrasta wielkość średniej drogi swobodnej Λ . Spowodowane to jest mniejszym prawdopodobieństwem przypadkowych zderzeń w silnie rozrzedzonym ośrodku. Z punktu widzenia badawczego pożądane jest uzyskanie wysokiej próżni. Zależność średniej drogi swobodnej od temperatury, ciśnienia i średnicy cząstek wyraża wzór^[8]:

$$\Lambda = \frac{k_B T}{\pi \cdot d_m^2 \sqrt{2} p}$$

gdzie:

k_B – stała Boltzmanna [eV/K]

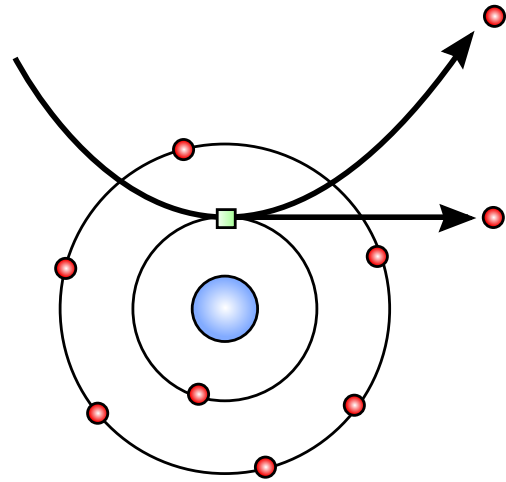
T – temperatura bezwzględna [K]

d_m – średnica cząstki [m]

p – ciśnienie [N/m²]

1.3.1 Oddziaływanie elektron-próbka

Strefa oddziaływanie pomiędzy elektronami a próbką ma kształt gruszki (rys. 1.) i rozumiana jest jako miara objętości, w której 95% elektronów pierwotnych uległo rozproszeniu. Próbkę wykonaną z materiału o dużej liczbie atomowej będzie wykazywała mniejszą głębokość wnikania elektronów w porównaniu do próbki wykonanej z materiału o małej liczbie atomowej. W wyniku oddziaływania wiązką pierwotną na próbkę można uzyskać kilka sygnałów^[5].



Rys. 2. Emisja SE

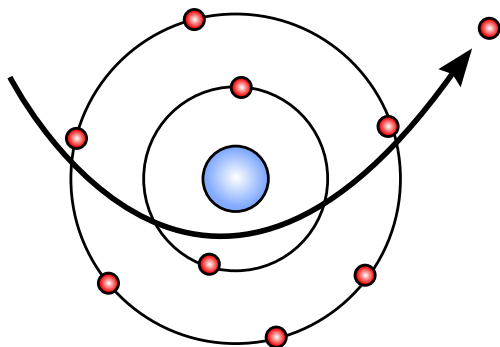
Elektron wtórny

Elektron wtórny (SE, z ang. *secondary electron*) – niskoenergetyczny elektron (umownie o energii kinetycznej mniejszej niż 50 eV), najczęściej wybity z atomów położonych najbliżej powierzchni materiału (rys. 2) w zjawisku zwanym emisją wtórną. Elektronami wtórnymi nie muszą być tylko elektrony wybite na skutek zderzenia niesprężystego, ale również mogą to być elektrony pochodzące z wiązki pierwotnej, które utraciły większość swojej energii w wyniku rozproszenia i jednocześnie wydostały się z powierzchni, trafiając do detektora. Ilość elektronów SE jest bardzo duża w stosunku do ilości elektronów wstecznie rozproszonych. Wydajność emisji SE silnie zależy od wielkości napięcia przyspieszającego. Wy różnia się dwa podtypy elektronów wtórnych^[5]:

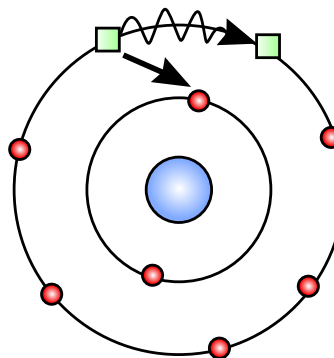
- SE I – wyemitowane w wyniku oddziaływania wiązki pierwotnej na elektrony próbki,
- SE II – wyemitowane w wyniku oddziaływania elektronów próbki z elektronami wstecznie rozproszonymi.

Elektron wstecznie rozproszony

Elektron wstecznie rozproszony (BSE, z ang. *backscattered electron*) – wysokoenergetyczny elektron, który uległ sprężystemu odbiciu i opuścił jednocześnie powierzchnię materiału praktycznie bez utraty energii kinetycznej (rys. 3). Ilość elektronów BSE jest bardzo mała w stosunku do ilości elektronów wtórnych. Wydajność emisji



Rys. 3. Emisja BSE



Rys. 4. Emisja elektronu Augera

BSE silnie zależy od liczby atomowej. Wraz ze wzrostem liczby atomowej rośnie ilość wyemitowanych elektronów wstecznie rozproszonych^[5]. Istnieje możliwość oszacowania obszaru półkulistego, z którego są emitowane elektrony wstecznie rozproszone^[9]:

$$R_{BSE} \approx \frac{0,007 A \cdot E_0^{1,67}}{Z^{0,9} \cdot \rho}$$

gdzie:

A - masa atomowa [u]

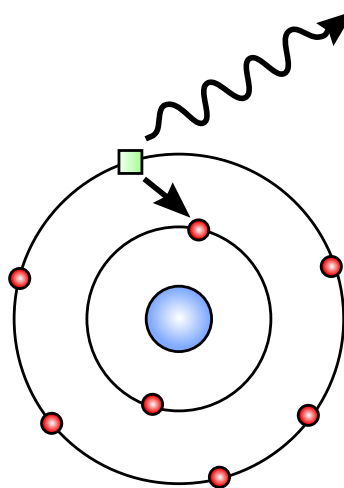
Z - liczba atomowa

E_0 - energia wiązki pierwotnej [eV]

ρ - gęstość [g/m³]

Elektron Augera

Elektron Augera – niskoenergetyczny elektron (umownie 100–1000 eV) emitowany w wyniku **bezpromienistego przesko**ku innego elektronu na niższą podpowłokę (rys. 4). Wzbudzony atom emituje nadmiar energii, który może spowodować emisję elektronu Augera lub **promieniowania rentgenowskiego**. Z tego powodu wyemitowanie elektronu Augera jest konkurencyjne do emisji **charakterystycznego promieniowania rentgenowskiego** i częściej zachodzi w lekkich materiałach. Elektrony Augera nie są zbierane w standardowym wyposażeniu



Rys. 5. Emisja promieniowania X

skaningowego mikroskopu elektronowego. **Spektrometr Augera** może być osobnym urządzeniem lub działać jako dodatkowy moduł w SEM^[5].

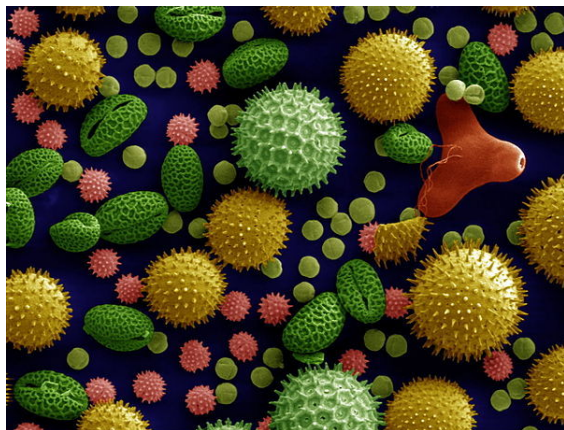
Charakterystyczne promieniowanie rentgenowskie

Charakterystyczne promieniowanie rentgenowskie – wzbudzony atom oddaje nadmiar energii poprzez emisję promieniowania rentgenowskiego o danej energii (rys. 5). Energia promieniowania wynika z różnicy energii pomiędzy poziomami energetycznymi elektronów (wybitego i przeskakującego). Promieniowanie charakterystyczne jest zjawiskiem konkurencyjnym dla emisji elektronów Augera i częściej zachodzi w przypadku ciężkich materiałów^[5].

Katodoluminescencja

Katodoluminescencja – rekombinacja pary elektron-dziura, która została wytworzona przez wybitego elektronu walencyjnego przez wiązkę pierwotną^[10].

1.3.2 Rozdzielczość



Rys. 6. Pyłki kwiatowe obserwowane za pomocą SEM, ukazujące charakterystyczną głębię ostrości

W mikroskopii elektronowej długość wykorzystywanej fali elektronów jest około 10^5 razy mniejsza od długości fali świetlnej. Charakteryzuje się dużo lepszą rozdzielczością. Bez uwzględniania efektów relatywistycznych elektrony przyspieszone w polu elektrycznym oraz odpowiadająca im długość fali de Broglie'a wyraża się relacją:

$$\lambda = \frac{h}{(2m_e \cdot e \cdot V)^{1/2}}$$

gdzie:

- h – stała Plancka [eV·s]
- m_e – masa spoczynkowa elektronu [kg]
- e – ładunek elektryczny elementarny [C]
- V – napięcie pola elektrycznego [V].

W skaningowej mikroskopii elektronowej rozdzielczość zależy głównie od rozmiaru wiązki skanującej. Im mniejszy jest rozmiar wiązki, tym większą rozdzielczość można uzyskać^[11].

1.3.3 Głębia ostrości

Największy wpływ na wielkość głębi ostrości ma połowa kąta apertury obiektywu oraz długość wykorzystywanej fali. Głębia ostrości zwiększa się, gdy połowa kąta apertury obiektywu maleje, a długość fali wzrasta. Jest to szczególnie ważny parametr w przypadku obrazowania trójwymiarowego. Wyraża się równaniem^[11]:

$$z = \frac{0,61\lambda}{n_r \cdot \sin\alpha \cdot \tan\alpha}$$

gdzie:

- λ – długość fali [m]
- α – połowa kąta apertury obiektywu [°]
- n_r – współczynnik załamania wiązki elektronowej w danym ośrodku (dla próżni wynosi 1)

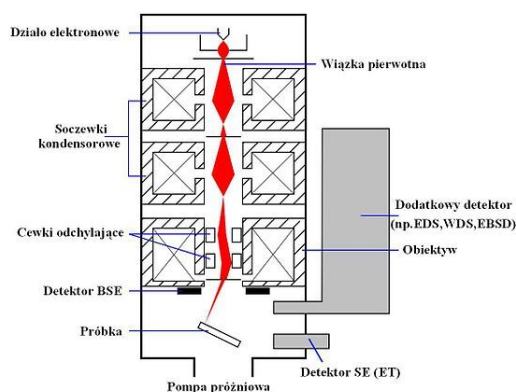
1.3.4 Powiększenie

Powiększenie w skaningowej mikroskopii elektronowej może być zmieniane w szerokim zakresie wielkości od 10× do nawet 200 000×. Wyjątkowość technik SEM polega na tym, że uzyskane powiększenie nie zależy od mocy soczewek elektromagnetycznych. SEM nie ma w ogóle soczewki obiektywowej. Układ optyczny pozwala zogniskować wiązkę, która skupiona w jednym miejscu, pozwala uzyskać sygnały tworzące obraz (poprawa rozdzielczości). Powiększenie definiuje się jako stosunek wymiaru rastra na lampie oscyloskopowej/monitorze do wymiaru plamki (obrazu skanowanego) wiązki pierwotnej na próbce. Dla stałych wymiarów monitora powiększenie będzie rosło, gdy rozmiar plamki będzie się zmniejszał. Do tworzenia obrazu może zostać wykorzystany dowolny sygnał powstający w wyniku oddziaływania elektronów z próbką. Powiększenie można kontrolować poprzez zmianę parametrów prądu w cewkach odchylających (rys. 7)^[12].

1.4 Budowa urządzenia

W skład standardowego oprzyrządowania SEM wchodzi:

- działo elektronowe
- układ soczewek elektromagnetycznych (kondensor, cewki skanujące/odchylające)
- obiektyw



Rys. 8. Schemat budowy skaningowego mikroskopu elektronowego

- detektory
- układ przetwarzający zebraną informację
- **układ pomp** wytwarzających próżnię^[13] (rys. 8.).

1.4.1 Działo elektronowe

Wiązka elektronów może być generowana w wyniku dwóch zjawisk:

- **termoemisji** – w wyniku dostarczenia odpowiedniej energii cieplnej elektron opuszcza **pasmo przewodnictwa** emitera
- **emisji polowej** – działo z emisją polową FEG (z ang. *field emission gun*) znajduje się w bardzo dużym **polu elektrycznym**, które powoduje znaczne obniżenie energii wyjścia elektronu z emitera. Można stosować działa pracujące w temperaturze pokojowej (emisja polowa na zimno) i w podwyższonej temperaturze (emisja polowa Schottky'ego)

W skaningowej mikroskopii elektronowej stosuje się najczęściej napięcie przyspieszające z zakresu 5–20 kV. Stosowanie większych napięć przyspieszających pozwala otrzymywać informację z większych głębokości próbki i uzyskać widma charakterystycznego promieniowania rentgenowskiego cięższych pierwiastków. Niskie napięcie przyspieszające ułatwia detekcję lekkich pierwiastków o niskiej zawartości w próbce. Duże wartości napięcia przyspieszającego powodują skrócenie żywotności **katody**^[14]. W tabeli poniżej przedstawiono parametry różnych typów katod przy wykorzystaniu stałego napięcia przyspieszającego rzędu 20 kV:

1.4.2 Układ optyczny

Wykorzystuje się dwie lub więcej soczewek **kondensora**, które pozwalają ogniskować wiązkę pierwotną. Za układem kondensora znajduje się obiektyw z **cewkami odchyłającymi**. Cewki odchyłają i ogniskują elektrony na próbce tak, że średnica padającej wiązki może wynosić od 2 do 10 nm. Apertura obiektywu ogranicza rozkład kątowy elektronów^[17].

1.4.3 Detektory

W zależności od charakteru obserwowanych elektronów, w SEM stosowane są różne **detektory**.

SE

Urządzeniem pozwalającym zbierać elektrony wtórne jest **scyntylacyjny powielacz fotoelektronów**, nazywany detektorem Everharta-Thornleya (ET). W 1960 roku został zaprojektowany przez **Thomasa Eugene'a Everharta** (ur. 1932) i **Richarda F. M. Thornleya**. Składa się głównie z:

- scyntylatora
- **klatki Faradaya**.

Scyntylator znajduje się wewnątrz klatki Faradaya w komorze pomiarowej mikroskopu. Do klatki Faradaya przyłożone jest niskie dodatnie napięcie, powodujące przyciąganie elektronów wtórnych. Napięcie jest zbyt niskie, aby możliwe było zebranie informacji od innych elektronów. Wyjątkiem są tylko elektrony, które bezpośrednio dotarły do detektora (np. elektrony wstecznie rozproszone). Do scyntylatora przyłożone jest wysokie napięcie dodatnie (ok. 10 000 kV), które powoduje przyspieszenie elektronów. Elektrony uderzają w scyntylator, indukując emisję **fotonów**. Sygnał świetlny jest wzmacniany przez **fotopowielacz**. Istnieje możliwość użycia detektora ET do zbierania elektronów wstecznie rozproszonych (wyłączenie lub przyłożenie niskiego, ujemnego napięcia do klatki Faradaya celem eliminacji sygnału SE). Problem technologiczny dotyczy wielkości takiego detektora i potrzeby jego specjalnego rozmieszczenia. Z tego powodu do zbierania elektronów wstecznie rozproszonych zaprojektowano inny typ detektora^[18].

BSE

Urządzeniem pozwalającym skutecznie zbierać elektrony wstecznie rozproszone jest **półprzewodnikowy pierścień (złącze p-n)**. Jest to detektor stały o bardzo dużym polu powierzchni. Jego rozmiary muszą być duże celem "wyłapania" jak największej liczby elektronów BSE, których

ilość i tak jest bardzo niska. Urządzenie umieszcza się tuż poniżej obiektywu. Elektrony wstecznie rozproszone uderzając w detektor, powodują powstanie par elektron-dziura. Bezpośrednią konsekwencją jest pojawienie się prądu elektrycznego, który można wzmocnić^[19].

Mikroanaliza rentgenowska

EDS Detektory EDS (z ang. *energy dispersive spectroscopy*), podobnie jak detektory BSE, są półprzewodnikami. Odczyt intensywności charakterystycznego promieniowania rentgenowskiego jest możliwy dzięki tworzeniu się par elektron-dziura. Promieniowanie każdego z pierwiastków jest zbierane równolegle, dlatego analiza EDS należy do metod szybkich. Detektor najczęściej wyposażony jest w okienko (berylowe), co uniemożliwia znaczącą detekcję pierwiastków lżejszych niż sód^[20]. Pierwsze detektory składały się z krzemu domieszkowanego litem. Ze względu na wysoką reaktywność litu oraz silne drgania sieci krystalicznej detektor musi znajdować się cały czas w kriostacie. Nową generacją detektorów rozwiązujących wiele problemów technologicznych stały się dryftowe detektory krzemowe SDD (z ang. *silicon drift detector*). Pozwalają one wykrywać lżejsze pierwiastki, mogą pracować przy niższych napięciach przyspieszających, charakteryzują się dużo lepszą rozdzielczością i są dużo mniejsze od poprzedników^[21].

WDS Działanie detektorów WDS (z ang. *wavelength dispersive spectroscopy*) opiera się na pomiarze długości fali przy zastosowaniu specjalnych monokrystalicznych monochromatorów. Detektor porusza się po łuku (okrąg Rowlanda), w którego środku znajduje się badana próbka. W całej metodzie badawczej wykorzystuje się zjawisko dyfrakcji promieniowania rentgenowskiego. Intensywność promieniowania zgodnego z prawem Bragga jest zliczana przez licznik proporcjonalny. Analiza WDS jest metodą wolniejszą, ale o dużo lepszej rozdzielczości, niż analiza EDS. Najlżejszym pierwiastkiem możliwym do wykrycia jest beryl^[20].

EBSD

Detektor EBSD (z ang. *electron backscatter diffraction*) wykorzystywany jest do analizy orientacji ziarn i tekstury. Próbka musi być nachylona pod bardzo małym kątem względem wiązki pierwotnej i detektora (stolik z próbką najczęściej jest ustawiony pod kątem 70° względem dna komory pomiarowej). Wiązka pierwotna jest chaotycznie rozpraszana na badanej próbce, jednakże część elektronów wstecznie rozproszonych jest sprężyszczone odbita zgodnie z prawem Bragga. Silnie wzmocniona wiązka jest obrazowana na fosforowym ekranie detektora EBSD. Otrzymany wynik analizy (linie Kikuchiego) pochodzi z obszarów pomiędzy płaszczyznami sieci krystalicznej, gdzie przecinają się stożki Kossela ze sferą

Ewalda. Dyfraktogram linii Kikuchiego na ekranie składa się z par równoległych linii. Każda para linii odpowiada konkretnej płaszczyźnie krystalograficznej^[22]. Przy wykorzystaniu skanowania powierzchni wiązką elektronów można uzyskać mapę orientacji krystalograficznej w mikrostrukturze z rozdzielczością nie większą niż 100 nm^[19].

1.5 Preparatyka

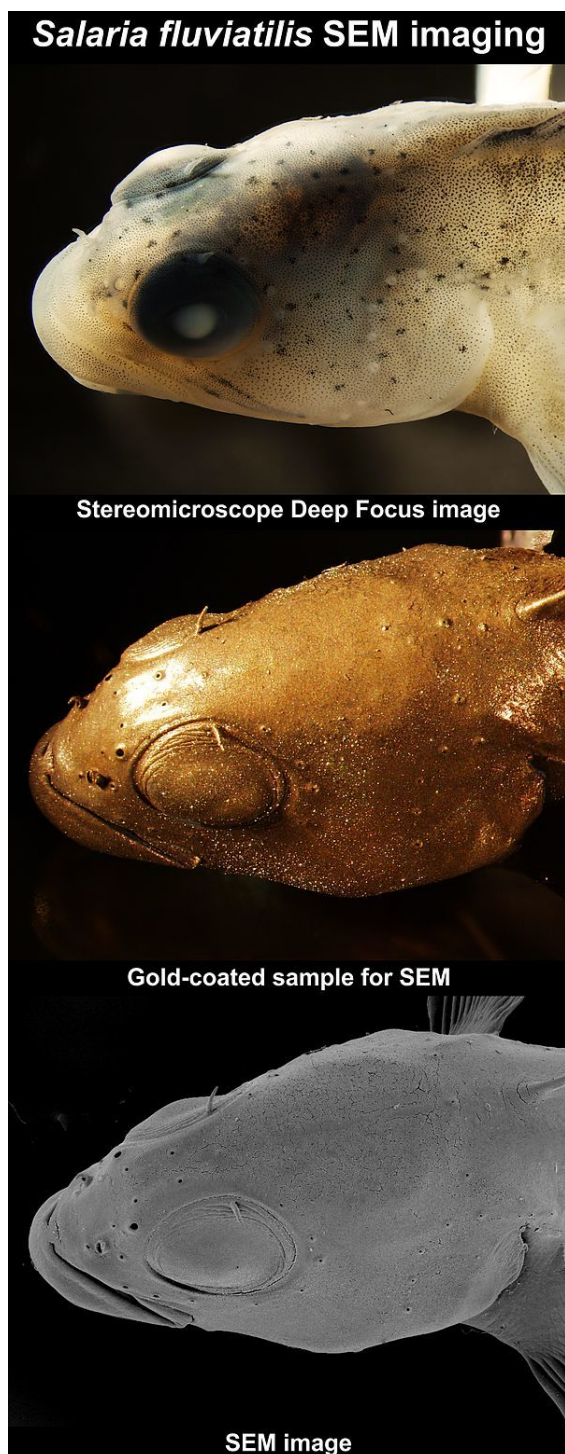
Gabaryty próbki możliwe do zbadania są ograniczone tylko do pojemności wykorzystywanej komory pomiarowej (dostępne są mikroskopy o bardzo różnorodnych rozmiarach komór; rys. 10). Próbkę umieszcza się w specjalnie zaprojektowanym i wykonanym uchwycie (rys. 9).

W przypadku standardowego obrazowania w SEM próbki muszą przewodzić prąd elektryczny, co najmniej na powierzchni, dodatkowo muszą być elektrycznie uziemione, aby zapobiec gromadzeniu się ładunków elektrostatycznych. Materiały metalowe i ich stopy wymagają minimalnego przygotowania w postaci czyszczenia i montażu w uchwycie. Nieprzewodzące materiały ładują się elektrycznie podczas skanowania przez wiązkę elektronów. Powoduje to pojawienie się wielu artefaktów i praktycznie uniemożliwia poprawną obserwację. Istnieje kilka metod eliminacji tego problemu:

- napylenie/nałożenie jak najcieńszej powłoki z materiału przewodzącego elektrycznie (najczęściej wykorzystuje się do tego grafit lub złoto; rzadziej platynę, wolfram, chrom, iryd i osm)^[23]
- wykorzystanie techniki środowiskowej skaningowej mikroskopii elektronowej ESEM (z ang. *environmental scanning electron microscopy*)^[24]
- zatopienie próbki w przewodzącej żywicy

1.5.1 Materiały nieorganiczne

W przypadku materiałów nieorganicznych przewodzących prąd teoretycznie nie jest potrzebne żadne wcześniejsze przygotowanie próbki do badania. Przyjęło się wykonywać uprzednio zgłady metalograficzne, które są polerowane i trawione celem eliminacji wpływu makro- i mikronaprężeń przy badaniu. Poprawne oczyszczenie próbki pozwala uniknąć błędów podczas mikroanalizy rentgenowskiej (EDS i WDS). W przypadku pokrywania materiałów nieorganicznych powłokami przewodzącymi należy liczyć się z faktem, że przy analizach składu chemicznego, materiał powłokotwórczy będzie aktywnie uczestniczył w uzyskanym widmie^[25].



Fotografia przedstawiająca śliza słodkowodnego
 Na górze – zdjęcie ze stereoskopowego mikroskopu optycznego
 Pośrodku – ryba po napyleniu złotem
 Na dole – obrazowanie SE

1.5.2 Materiały organiczne

Wymagane jest, aby materiały badane w SEM były suche. Materiały organiczne naturalnie pozbawione wody (np. suche drewno, kości, pióra) mogą być obrazowane bezpośrednio. Żywe komórki, tkanki, niektóre organizmy



Rys. 9. Jeden z typów uchwytu



Rys. 10. Otwarta komora pomiarowa SEMu

wymagają specjalnych zabiegów celem ich utrwalenia i przede wszystkim ochrony przed niszczącym działaniem wiązki elektronów. Utrwalenie materiału biologicznego można przeprowadzić poprzez moczenie w odpowiednio dobranych rozpuszczalnikach organicznych, np. w aldehydzie glutarowym, niekiedy z dodatkiem aldehydu mrówkowego^{[26][27]}. Materiał w ten sposób utrwalony traci wodę. Utrata wody powoduje gwałtowne i destruktywne kurczenie się. Przestrzeń pozbawioną wody wypełnia się etanolem lub acetonem. Kolejnym krokiem jest wyparcie tych roztworów przez wprowadzenie ciepłego dwutlenku węgla. Dwutlenek węgla jest usuwany z materiału w stanie nadkrytycznym. Tak przygotowany materiał biologiczny jest przyklejany do uchwytu za pomocą przewodzącej żywicy epoksydowej lub jest napyłany złotem i jego stopami (nie napyła się grafitem, gdyż wprowadziłoby to dużo węgla do materiału z definicji bogatego w ten pierwiastek)^[28].



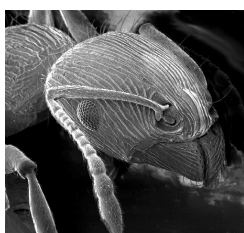
Pająk napyłony złotem



- Mrówka *Aulacopone relict* napyłona złotem



- Mrówka



- Głowa mrówki



- Głowa motyla

1.6.1 Obserwacja w elektronach wtórnych SE

W wyniku oddziaływania wiązki pierwotnej z próbką emitowane jest szerokie spektrum elektronów wtórnych, które dają obraz o dużym **stosunku sygnału do szumu**. Detektor jest w stanie zebrać prawie wszystkie elektrony wtórne, dlatego uzyskane obrazy odwzorowują nierówności powierzchni. Obrazowanie SE charakteryzuje się bardzo dobrą rozdzielczością i głębią ostrości, jednak nie pozwala na określenie składu chemicznego próbki^[29].

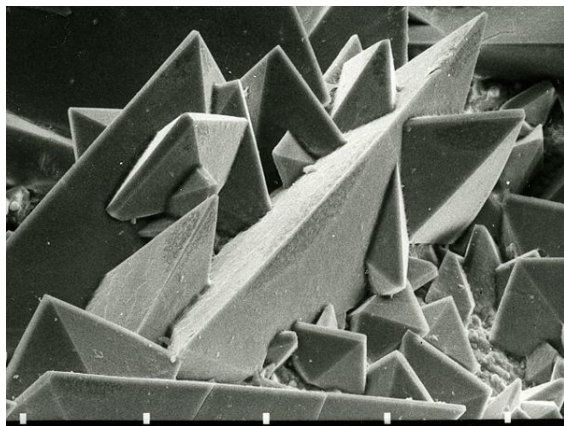
Kontrast cieniowania

Kontrast cieniowania pojawia się w wyniku różnicy intensywności emisji elektronów wtórnych z obszarów próbki leżących w linii widzenia detektora. Tego typu obszary są jaśniejsze od innych (rys. 11)^[29].

Kontrast krawędziowy

Kontrast krawędziowy pojawia się w wyniku różnicy intensywności emisji elektronów wtórnych na krawędziach próbki oraz wszelkich ostrych nierównościach powierzchni. Ogólnie, intensywność emisji elektronów SE rośnie ze wzrostem kąta pomiędzy wiązką pierwotną a **normalną** do powierzchni próbki. Krawędzie stają się jaśniejsze, dzięki czemu można skutecznie rozróżniać topografię powierzchni próbki, operując nachyleniem próbki (rys. 11)^[29].

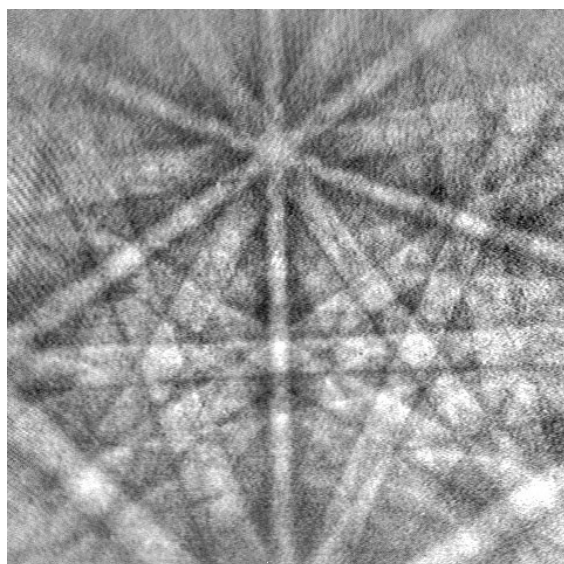
1.6 Obrazowanie



Rys. 11. Kryształy *szcawianu wapnia*. Widoczny jest kontrast cieniowania w postaci bardzo jasnej nierówności na środku fotografii oraz kontrast krawędziowy w postaci jasnych krawędzi poszczególnych kryształów

1.6.2 Obserwacje w elektronach wstecznie rozproszonych BSE

W wyniku oddziaływania wiązki pierwotnej z próbką emitowane jest **spektrum** elektronów wstecznie rozproszonych, które dają obraz o niskim stosunku sygnału do szumu. Stosunek rośnie wraz ze zwiększaniem się **liczby atomowej** pierwiastków zawartych w próbce. W wyniku tego obszary bogatsze w cięższe pierwiastki są jaśniejsze od obszarów z pierwiastkami lżejszymi. W takim przypadku mówi się o kontraście kompozycyjnym^[30]. W przypadku obrazowania BSE **materiałów polikrystalicznych**, dobrze wypolerowanych i niezdeformowanych, ujawnić się może dodatkowo kontrast kanałowania. W takim przypadku ziarna o **orientacji krystalograficznej** zupełnie innej od otoczenia będą dużo jaśniejsze lub dużo ciemniejsze (mimo że skład chemiczny jest taki sam jak otoczenia). Obrazowanie BSE charakteryzuje się dużo gorszą rozdzielczością i głębią ostrości, niż obrazowanie SE. Jest natomiast czułe na skład chemiczny próbki^[19].



Rys. 12. Obraz dyfrakcyjny EBSD

1.6.3 Obserwacje dyfrakcji elektronów wstecznie rozproszonych EBSD

Obserwację techniką EBSD prowadzi się, wykorzystując elektrony wstecznie rozproszone. Stacjonarna wiązka pierwotna pada na próbkę, a ulegające dyfrakcji elektrony tworzą obraz dyfrakcyjny na ekranie fluorescencyjnym, który jest pokryty luminoforem. Elektrony ulegające dyfrakcji tworzą pary mocno rozwartych stożków, które odpowiadają konkretnym płaszczyznom krystalograficznym. Na ekranie stożki te są odwzorowane w postaci tzw. linii Kikuchiego (rys. 12). Ocena ich położenia pozwala wyznaczyć orientację kryształu. Obserwację EBSD można prowadzić w trybie skanującej wiązki pierwotnej lub wykorzystując wiązkę stacjonarną i poruszając próbkę. Istnieje możliwość wykonania map orientacji krystalograficznych. Obraz dyfrakcyjny wykorzystywany jest do określenia orientacji kryształów, dezorientacji ziaren, identyfikacji faz i określenia lokalnej doskonałości kryształu^[31].

1.6.4 Kontrast napięciowy

Kontrast napięciowy służy do obrazowania materiałów półprzewodnikowych. W tego typu materiałach gęstość elektronów wtórnych zależy od zmian pola elektrycznego, które pojawiają się na powierzchni próbki. Dodatni potencjał zmniejsza emisję elektronów SE, a ujemny ją wzmacnia. Na obrazie obszary dodatnio naładowane są ciemne, natomiast ujemnie naładowane są jasne^[19].

1.6.5 Kontrast prądu indukowanego wiązką elektronów EBIC

Kontrast prądu indukowanego wiązką elektronów EBIC (z ang. *electron beam induced current*) jest wywołany w wyniku wybicia elektronów walencyjnych badanej próbki na skutek oddziaływania z wiązką pierwotną. Istnieje prawdopodobieństwo, że wytworzone w ten sposób pary elektron-dziura ulegną rekombinacji i wytworzą foton (katodoluminescencja). Kontrast wykorzystywany jest do badania własności i obserwacji półprzewodników (głównie układów scalonych). Prąd tworzący się w wyniku katodoluminescencji pozwala tworzyć obraz i dostarcza informacji o przewodności, czasie życia i ruchliwości ładunku^[24].

1.6.6 Kontrast magnetyczny

Kontrast magnetyczny jest efektem działania zewnętrznego pola magnetycznego na powierzchni badanej próbki. Pole może odchyłać emitowane elektrony wtórne i wstecznie rozproszone oraz obijać wiązkę pierwotną i zmieniać gęstość emisji. Kontrast wykorzystuje się do obrazowania struktur domen magnetycznych^[24].

1.7 Efekt matrycy

W przypadku dokonywania szacowania zawartości określonych pierwiastków w badanej próbce (np. za pomocą mikroanalizy rentgenowskiej), wykorzystuje się wartości uzyskane z próbki wzorcowej. Najczęściej są nią czyste pierwiastki. W typowych metodach analitycznych rzadko bada się czyste pierwiastki. Z tego powodu rozpoznawanie danych pierwiastków w próbkach na podstawie wartości wzorcowych jest obciążone błędem. W przypadku mikroanalizy rentgenowskiej wprowadzono poprawki uwzględniające istnienie efektów, które nie pojawiają się we wzorcach, a mają miejsce w próbkach. "Efektem matrycy" nazywa się trzy poprawki oznaczane literami Z, A i F. Przedstawiają one wpływ poszczególnych czynników na otrzymany wynik badania. Stężenie pierwiastka w badanej próbce z uwzględnieniem efektu matrycy wyznacza się zgodnie z wzorem^[32]:

$$\frac{c}{c_w} = Z \cdot A \cdot F \cdot \frac{I}{I_w}$$

gdzie:

c – stężenie pierwiastka w próbce

c_w – stężenie pierwiastka we wzorcu

I – intensywność linii spektralnej pierwiastka wyznaczonej dla próbki

I_w – intensywność linii spektralnej pierwiastka wyznaczonej dla wzorca

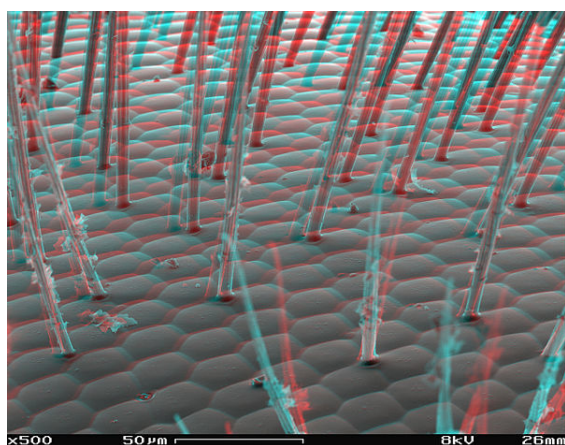
Ideą takiego rozwiązania było wzmocnienie sygnału i wyeliminowanie powierzchniowego ładowania się próbek nieprzewodzących. Częstki gazu (najczęściej wody) ulegają jonizacji, co umożliwia swobodny przepływ prądu^[35]. Pierwszy komercyjny ESEM, wyprodukowany przez ElectroScan Corporation, wszedł do sprzedaży w 1988 roku^[36]. Głównie zastosowanie środowiskowej skaningowej mikroskopii elektronowej polega na umożliwieniu obserwacji próbek nieprzewodzących i materiałów biologicznych, bez potrzeby wykonywania skomplikowanej preparatyki (np. napyłania). Metoda ta umożliwia też obserwacje reakcji *in situ*. Wadą jest pogorszenie rozdzielczości^[24]. Komercyjnie ESEM znane jest pod różnymi nazwami handlowymi^[37]:

- *Natural SEM* – Hitachi^[38]
- *Wet-SEM* – ISI^[39]
- *Bio-SEM* – AMRAY^[40]
- *Variable-pressure SEM* (VP-SEM) – LEO/Zeiss-SMT^[40]
- *Low-vacuum SEM* (LVSEM) – JEOL

1.8.2 FIB

Urządzenie FIB (z ang. *focused ion beam*) jest stosowane głównie w przemyśle półprzewodników, inżynierii materiałowej i biologii. FIB jest instrumentem naukowym, który ma kilka cech wspólnych ze skaningowym mikroskopem elektronowym. SEM wykorzystuje tylko skupioną wiązkę elektronów do obrazowania próbki w komorze. W technice FIB wykorzystuje się przede wszystkim skupioną wiązkę jonów. Obrazowanie podczas wykonywania operacji działem jonowym dokonuje się przez zbieranie elektronów wtórnych (rys. 14)^[41].

1.9 Obrazowanie 3D



Rys. 15. Oko pszczoły obrazowane trójwymiarowo

Uzyskanie obrazu trójwymiarowego skaningową mikroskopią elektronową jest możliwe poprzez zastosowanie:

- fotogrametrii (kilka zdjęć SE nachylonej próbki; rys. 15)
- złudzenie fotometryczne (kilka zdjęć w obrazowaniu BSE)
- odwrotna rekonstrukcja przy użyciu interaktywnych modeli.

Technika pozwala na oszacowanie wielkości chropowatości, wymiarów fraktalnych i korozji^{[42][43]}.

1.10 Zastosowanie

- inżynieria materiałowa i metalurgia:
 - badania fraktograficzne
 - badania zużycia trybologicznego
 - diagnozowanie zniszczeń korozyjnych^[44]
 - badanie i analizowanie powierzchni i obszarów przypowierzchniowych materiałów
 - analiza składu chemicznego materiałów
 - analizowanie orientacji krystalograficznych
 - określanie własności magnetycznych i elektrycznych materiałów
 - kontrola jakości materiałów^{[19][24]}.
- biologia i medycyna:
 - określanie struktur i procesów wewnątrzkomórkowych
 - odnajdywanie i rozpoznawanie substancji chemicznych
 - badania zoologiczne
 - kontrola jakości procedur medycznych
 - charakterystyka defektów^{[45][46]}.
- technika śledcza^[46]

1.11 Zobacz też

- mikroskop elektronowy
- transmisyjny mikroskop elektronowy
- skaningowy transmisyjny mikroskop elektronowy
- skaningowy mikroskop tunelowy
- mikroskop konfokalny

- mikroskop sił atomowych
- mikroskop metalograficzny
- inżynieria powierzchni
- inżynieria biomateriałów
- inżynieria biomedyczna

1.12 Uwagi

- [1] Działo z emisją polową Schottky'ego.
- [2] Działo z emisją polową na zimno.

1.13 Przypisy

- [1] mikroskop elektronowy skaningowy. Encyklopedia PWN. [dostęp 2012-08-17].
- [2] Goldstein J, Newbury D, Joy D, Lyman C, Echlin P, Lifshin E, Sawyer L, Michael J.: *Scanning Electron Microscopy and X-Ray Microanalysis*. Berlin: Springer-Verlag, 2003, s. 1. ISBN 0-306-47292-9.
- [3] Knoll M.: *Aufladepotential und Sekundäremission elektronenbestrahlter Körper*. . 16, s. 467–475, 1935.
- [4] Kędzierski Z., Stepieński J.: *Elektronowy mikroskop skaningowy (SEM)*. UWN AGH, s. 1.
- [5] Kelsall R. W., Hamley I. W., Geoghegan M.: *Nanotechnology*. Warszawa: Wydawnictwo Naukowe PWN, 2008, s. 72-74. ISBN 978-83-01-15537-7.
- [6] Kelsall R. W., Hamley I. W., Geoghegan M.: *Nanotechnology*. Warszawa: Wydawnictwo Naukowe PWN, 2008, s. 71. ISBN 978-83-01-15537-7.
- [7] Kelsall R. W., Hamley I. W., Geoghegan M.: *Nanotechnology*. Warszawa: Wydawnictwo Naukowe PWN, 2008, s. 59-60. ISBN 978-83-01-15537-7.
- [8] Pfeiffer Vacuum GmbH: *The Vacuum technology book*. Asslar.
- [9] Das M.: *Backscattered Electron Detection* (ang.). [dostęp 2012-08-06]. [zarchiwizowane z tego adresu (2013-01-24)].
- [10] Kelsall R. W., Hamley I. W., Geoghegan M.: *Nanotechnology*. Warszawa: Wydawnictwo Naukowe PWN, 2008, s. 115. ISBN 978-83-01-15537-7.
- [11] Kelsall R. W., Hamley I. W., Geoghegan M.: *Nanotechnology*. Warszawa: Wydawnictwo Naukowe PWN, 2008, s. 68. ISBN 978-83-01-15537-7.
- [12] Kędzierski Z., Stepieński J.: *Elektronowy mikroskop skaningowy (SEM)*. UWN AGH, s. 4.
- [13] Kelsall R. W., Hamley I. W., Geoghegan M.: *Nanotechnology*. Warszawa: Wydawnictwo Naukowe PWN, 2008, s. 75-76. ISBN 978-83-01-15537-7.
- [14] Weisło M.: *Mikroskop elektronowy*. [dostęp 2012-08-08].
- [15] Postek M. T.: *The Scanning Electron Microscope in Handbook of Charged Particle Optics*. Maryland: CRC Press, 1997. ISBN 0-8493-2513-7.
- [16] Goldstein J, Newbury D, Joy D, Lyman C, Echlin P, Lifshin E, Sawyer L, Michael J.: *Scanning Electron Microscopy and X-Ray Microanalysis*. Berlin: Springer-Verlag, 2003, s. 35. ISBN 0-306-47292-9.
- [17] Bozzola J. J., Russell L. D.: *Electron Microscopy: Principles and Techniques for Biologists*. Sudbury: Jones and Bartlett's Publishers, 1999, s. 157-158. ISBN 978-0-7637-0192-5.
- [18] Everhart T. E., Thornley R. F. M.: *Wide-band detector for micro-microampere low-energy electron currents*. . 37 (7), s. 246–248, 1960. DOI: 10.1088/0950-7671/37/7/307.
- [19] Kelsall R. W., Hamley I. W., Geoghegan M.: *Nanotechnology*. Warszawa: Wydawnictwo Naukowe PWN, 2008, s. 77. ISBN 978-83-01-15537-7.
- [20] Kelsall R. W., Hamley I. W., Geoghegan M.: *Nanotechnology*. Warszawa: Wydawnictwo Naukowe PWN, 2008, s. 114. ISBN 978-83-01-15537-7.
- [21] Oxford Instruments: *EDS Detectors* (ang.). [dostęp 2012-08-06].
- [22] Muszka K.: *Wpływ rozdrobnienia struktury na mechanizmy umocnienia stali niskowęglowych odkształcanych plastycznie*. Kraków: 2008, s. 69-70.
- [23] Suzuki E.: *High-resolution scanning electron microscopy of immunogold-labelled cells by the use of thin plasma coating of osmium*. . 208 (3), s. 153–157, 2002. DOI: 10.1046/j.1365-2818.2002.01082.x.
- [24] Kelsall R. W., Hamley I. W., Geoghegan M.: *Nanotechnology*. Warszawa: Wydawnictwo Naukowe PWN, 2008, s. 78. ISBN 978-83-01-15537-7.
- [25] Goldstein J, Newbury D, Joy D, Lyman C, Echlin P, Lifshin E, Sawyer L, Michael J.: *Scanning Electron Microscopy and X-Ray Microanalysis*. Berlin: Springer-Verlag, 2003. ISBN 0-306-47292-9.
- [26] Karnovsky M. J.: *A formaldehyde-glutaraldehyde fixative of high osmolality for use in electron microscopy*. . 27 (137A), 1965.
- [27] Kiernan J. A.: *Formaldehyde, formalin, paraformaldehyde and glutaraldehyde: What they are and what they do*. . 2000 (1), s. 8–12, 2000.
- [28] Russell S. D., Daghljan C. P.: *Scanning electron microscopic observations on deembedded biological tissue sections: Comparison of different fixatives and embedding materials*. . 2 (5), s. 489–495, 1985. DOI: 10.1002/jemt.1060020511.
- [29] Kelsall R. W., Hamley I. W., Geoghegan M.: *Nanotechnology*. Warszawa: Wydawnictwo Naukowe PWN, 2008, s. 76. ISBN 978-83-01-15537-7.

- [30] Goldstein J, Newbury D, Joy D, Lyman C, Echlin P, Lifshin E, Sawyer L, Michael J.: *Scanning Electron Microscopy and X-Ray Microanalysis*. Berlin: Springer-Verlag, 2003, s. 75-87. ISBN 0-306-47292-9.
- [31] Kędzierski Z., Stępiński J.: *Elektronowy mikroskop skaningowy (SEM)*. UWN AGH, s. 17-20.
- [32] Hafner B.: *Energy Dispersive Spectroscopy on the SEM: A Primer* (ang.). [dostęp 2012-08-08].
- [33] Kelsall R. W., Hamley I. W., Geoghegan M.: *Nanotechnology*. Warszawa: Wydawnictwo Naukowe PWN, 2008, s. 297. ISBN 978-83-01-15537-7.
- [34] Danilatos G.D.: *Design and construction of an atmospheric or environmental SEM (part 1)*. . 4, s. 9–20, 1981. Witzstrock Publishing House.
- [35] Collins S. P., Pope R. K., Scheetz R. W., Ray R. I., Wagner P. A., Little B. J.: *Advantages of environmental scanning electron microscopy in studies of microorganisms*. . 25 (5-6), s. 398–405, 1993. DOI: 10.1002/jemt.1070250508.
- [36] Danilatos G.D.: *Design and construction of an atmospheric or environmental SEM (part 3)*. . 7, s. 26–42, 1985. Witzstrock Publishing House.
- [37] Kopar T., Ducman V.: *Low-vacuum SEM analyses of ceramic tiles with emphasis on glaze defects characterisation*. . 58 (11-12), s. 1133–1137, 2007. DOI: 10.1016/j.matchar.2007.04.022.
- [38] Yamada M., Kuboki K.: *Development of natural SEM and some applications* (ang.).
- [39] Chance D. L., Mawhinney T. P.: *Employing “Wet SEM” Imaging to Study Co-Colonizing Mucosal Pathogens*. . 12, s. 308–309, 2006. DOI: 10.1017/S1431927606063367.
- [40] Myers B. D., Pan Z., Dravid V. P.: *Beam skirting effects on energy deposition profile in VP-SEM. Microscopy and Microanalysis*. . 14, s. 1208–1209, 2008. DOI: 10.1017/S1431927608085589.
- [41] Giannuzzi L. A., Stevens F. A.: *Introduction to Focused Ion Beams: Instrumentation, Theory, Techniques and Practice*. Springer Press, 2004. ISBN 978-0-387-23116-7.
- [42] Baghaei Rad L.: *Computational Scanning Electron Microscopy*. , 2007.
- [43] Baghaei Rad L.: *Economic approximate models for back-scattered electrons*. , 2007. Sci. Technol..
- [44] Pacyna J.: *Metalożnawstwo. Wybrane zagadnienia*. Kraków: UWND AGH, 2005, s. 102. ISBN 8389388936.
- [45] *Using SEM for Medical Applications* (ang.). [dostęp 2012-08-06].
- [46] *Uses of a Scanning Electron Microscope* (ang.). [dostęp 2012-08-06].

Kontrola autorytatywna (Mikroskop elektronowy):

- NDL: 01133881

Rozdział 2

Fizyczne osadzanie z fazy gazowej

Fizyczne osadzanie z fazy gazowej (PVD), z ang. *Physical Vapour Deposition*) – osadzanie powłoki z fazy gazowej przy wykorzystaniu zjawisk fizycznych. Mechanizm tworzenia powłoki opiera się na krystalizacji. Proces PVD prowadzony jest w warunkach wysokiej próżni, ze względu na zapewnienie odpowiednio długiej drogi swobodnej cząsteczce gazu. Gaz materiału osadzanego krystalizuje na podłożu, wiążąc się siłami adhezji. Z tego względu połączenie powłoka-podłoże ma charakter adhezyjny i zależy od czystości podłoża. Przed obróbką właściwą stosuje się chemiczne (zgrubne) i jonowe (dokładne) metody oczyszczania powierzchni. Technika PVD ma bardzo duży potencjał aplikacyjny głównie ze względu na niską temperaturę obróbki oraz zachowanie składu chemicznego materiału źródła. W procesie PVD osadzaniu powłoki nie towarzyszą żadne przemiany chemiczne, obserwuje się wyłącznie zmianę stanu skupienia wprowadzonej substancji. Mechanizm osadzania kontrolowany jest przede wszystkim poprzez dobór temperatury podłoża oraz ciśnienie i skład atmosfery reakcyjnej. Celem procesu jest wytworzenie cienkich warstw o ściśle kontrolowanym składzie modyfikujących fizyczne i chemiczne właściwości powierzchni.

Przebieg procesu PVD:

- Etapy podstawowe
 - uzyskanie par materiału
 - transport par na powierzchnię docelową
 - kondensacja par na podłożu i wzrost powłoki
- Etapy wspomagające
 - jonizacja elektryczna par i dostarczonych gazów
 - krystalizacja z otrzymanej plazmy metalu lub fazy w stanie gazowym

Odmiany PVD:

- naparowywanie
- napyłanie
- *Plasma Assisted PVD*

- wzbudzenie par wiązką elektronową - *Electron Beam PVD*
- osadzanie rozpylonych atomów/ionów w polu magnetycznym - *Magnetron Sputtering PVD*
- niskociśnieniowe wyładowanie łukowe, PA PVD-Arc
- technologie hybrydowe w tym wieloźródłowe i wieloetapowe (najbardziej perspektywiczne^[potrzebny przypis])
- łukowo-magnetronowa ABS

2.1 Zobacz też

- chemiczne osadzanie z fazy gazowej (CVD)

2.2 Literatura

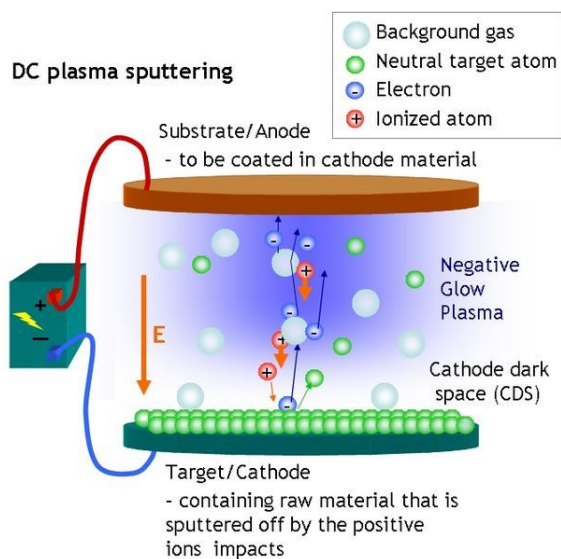
- L. A. Dobrzański, "Podstawy nauki o materiałach i metaloznawstwo: materiały inżynierskie z podstawami projektowania materiałowego", WNT, ISBN 83-204-3249-9

Rozdział 3

Napylanie w polu magnetycznym

Napylanie w polu magnetycznym – metoda fizycznego osadzania warstw z fazy gazowej (PVD, z ang. *physical vapour deposition*). Proces polega na nanoszeniu na modyfikowanej powierzchni nośnika filmu zbudowanego z rozpylonych w polu magnetycznym jonów pochodzących z powierzchni materiału źródła.

3.1 Mechanizm



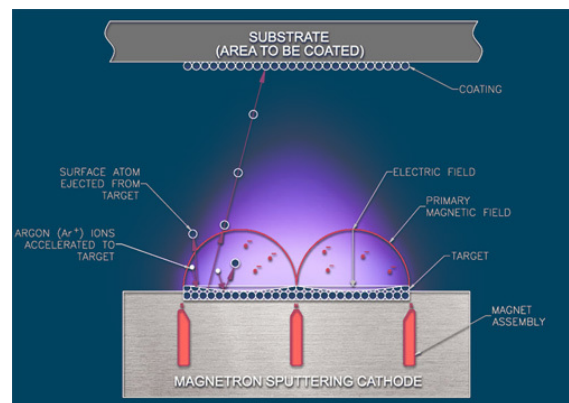
Napylanie w polu magnetycznym

W procesie wykorzystuje się oddziaływanie naładowanych cząstek (jonów oraz elektronów) z polem magnetycznym. Strumień jonów generowany jest w wyniku bombardowania powierzchni źródła cząstkami zjonizowanego gazu (najczęściej argonu) powstałego w wyniku przyłożenia napięcia pomiędzy powierzchnie nośnika i źródła.

3.2 Zastosowanie

Metoda osadzania warstw w polu magnetycznym stosowana jest głównie w przemyśle materiałów

półprzewodnikowych, gdzie wykorzystuje się ją do produkcji cienkich filmów o ściśle kontrolowanym poziomie domieszkowania. Przemysł optyczny wykorzystuje osadzone cienkie filmy jako powłoki antyrefleksyjne charakteryzujące się znaczną twardością.



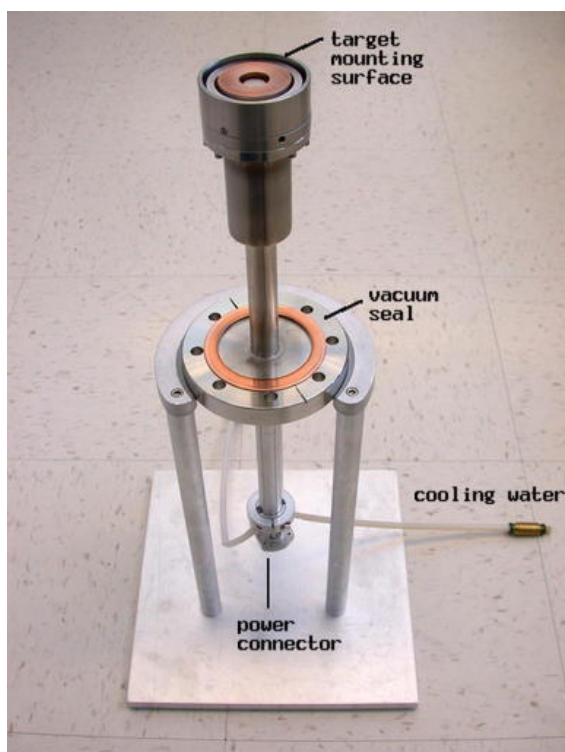
Wpływ pola magnetycznego na ruch cząstek naładowanych w próżni

3.3 Odmiany metod napylania w polu magnetycznym

- Napylanie za pomocą wiązki jonów (ang. *ion-beam sputtering*)
- Napylanie reaktywne (ang. *reactive sputtering*)
- Osadzanie jonowe (ang. *ion-assisted deposition*)
- Wysoko wydajne napylanie plazmowe (ang. *high-target-utilization sputtering*)
- Napylanie w strumieniu gazu (ang. *gas flow sputtering*)

3.4 Zobacz też

- natrysk plazmowy



Działo magnetonowe z materiałem źródłowym

3.5 Źródła, autorzy i licencje treści i zdjęć

3.5.1 Tekst

- **Skaningowy mikroskop elektronowy** Źródło: https://pl.wikipedia.org/wiki/Skaningowy_mikroskop_elektronowy?oldid=49863857 Autorzy: Stok, Tawbot, Reytan, Gang65, CiaPan, Tscabot, Jojo, Charm~plwiki, Kaper, NH2501, Maire, YurikBot, Wipur, Gładka, Str13, Michał Sobkowski, Thijs!bot, Gus~plwiki, JAnDbot, MSBOT, Gbyski, CommonsDelinker, Rabidmoon, Ethefor, Stv.bot, VolkovBot, Aibot, Mat86, SieBot, Loveless, MastiBot, Ignasiak, Gabrysia49, Luckas~bot, Ptbotgourou, Xqbot, ToBot, Dinamik~bot, Doomgiver, Sławek Borewicz, Jacek Halicki, MerllwBot, Dexbot, Rotlink, Mateusz.bot, TarBot, Addbot oraz Anonimowy: 13
- **Fizyczne osadzanie z fazy gazowej** Źródło: https://pl.wikipedia.org/wiki/Fizyczne_osadzanie_z_fazy_gazowej?oldid=50501420 Autorzy: Pz, Buldożer, Gregul, Sobol2222, Michał Sobkowski, Fgwrona, Mpfiz, AlleborgoBot, Zielu20, MastiBot, LaaknorBot, Ptbotgourou, ToBot, Jacekbe, ZéroBot, Addbot, Takeo Otori, Paweł Ziemian BOT oraz Anonimowy: 3
- **Napyłanie w polu magnetycznym** Źródło: https://pl.wikipedia.org/wiki/Napyłanie_w_polu_magnetycznym?oldid=48365205 Autorzy: Michał Sobkowski, Sławek Borewicz oraz Takeo Otori

3.5.2 Zdjęcia

- **Plik:Ant_SEM.jpg** Źródło: https://upload.wikimedia.org/wikipedia/commons/c/ca/Ant_SEM.jpg Licencja: Public domain Autorzy: <http://usgsprobe.cr.usgs.gov/picts.html> via en.wikipedia.org Artysta: US Government
- **Plik:Aphaenogaster.tif** Źródło: <https://upload.wikimedia.org/wikipedia/commons/9/90/Aphaenogaster.tif> Licencja: CC0 Autorzy: Praca własna Artysta: Life is suffering
- **Plik:Aulacopone_relicta_casent0172182_profile_1.jpg** Źródło: https://upload.wikimedia.org/wikipedia/commons/2/24/Aulacopone_relicta_casent0172182_profile_1.jpg Licencja: CC BY 4.0 Autorzy: AntWeb.org Artysta: April Nobile
- **Plik:Bee's_eye_SEM_anaglyph.JPG** Źródło: https://upload.wikimedia.org/wikipedia/commons/4/46/Bee%20B4s_eye_SEM_anaglyph.JPG Licencja: CC BY-SA 3.0 Autorzy: Praca własna Artysta: SecretDisc
- **Plik:Butterfly_tongue.jpg** Źródło: https://upload.wikimedia.org/wikipedia/commons/e/ee/Butterfly_tongue.jpg Licencja: Public domain Autorzy: ? Artysta: ?
- **Plik:Commons-logo.svg** Źródło: <https://upload.wikimedia.org/wikipedia/commons/4/4a/Commons-logo.svg> Licencja: Public domain Autorzy: This version created by Pumbaa, using a proper partial circle and SVG geometry features. (Former versions used to be slightly warped.) Artysta: SVG version was created by User:Grunt and cleaned up by 3247, based on the earlier PNG version, created by Reidab.
- **Plik:DCplasmaSputtering.jpg** Źródło: <https://upload.wikimedia.org/wikipedia/commons/2/2a/DCplasmaSputtering.jpg> Licencja: CC BY 2.5 Autorzy: ? Artysta: ?
- **Plik:ESEMsystem(pl).JPG** Źródło: <https://upload.wikimedia.org/wikipedia/commons/3/30/ESEMsystem%28pl%29.JPG> Licencja: CC BY-SA 3.0 Autorzy: <http://commons.wikimedia.org/wiki/File:ESEMsystem.jpg> Artysta: KristianMolhave
- **Plik:Ebsd.jpg** Źródło: <https://upload.wikimedia.org/wikipedia/commons/e/e5/Ebsd.jpg> Licencja: Public domain Autorzy: ? Artysta: ?
- **Plik:Fib_tem_sample.jpg** Źródło: https://upload.wikimedia.org/wikipedia/commons/5/50/Fib_tem_sample.jpg Licencja: CC-BY-SA-3.0 Autorzy: English wikipedia Artysta: english User:Cm the p
- **Plik:Gold_Spider_SEM_sample.jpg** Źródło: https://upload.wikimedia.org/wikipedia/commons/e/ec/Gold_Spider_SEM_sample.jpg Licencja: CC BY-SA 3.0 Autorzy: Praca własna Artysta: Toby Hudson
- **Plik:Information_icon4.svg** Źródło: https://upload.wikimedia.org/wikipedia/commons/1/1d/Information_icon4.svg Licencja: Public domain Autorzy: modified versions from below, which were modifies of <http://www.kde-look.org/> Artysta: penubag (color adjustments)
- **Plik:JEOL_JSM-6340F.jpg** Źródło: https://upload.wikimedia.org/wikipedia/commons/9/95/JEOL_JSM-6340F.jpg Licencja: CC-BY-SA-3.0 Autorzy: Praca własna Artysta: Stéphane
- **Plik:Magnetrongun.jpg** Źródło: <https://upload.wikimedia.org/wikipedia/commons/e/ee/Magnetrongun.jpg> Licencja: CC-BY-SA-3.0 Autorzy: Źródło nie zostało podane w rozpoznawalny automatycznie sposób. Założono, że to praca własna (w oparciu o szablony praw autorskich). Artysta: Autor nie został podany w rozpoznawalny automatycznie sposób. Założono, że to Chaiken (w oparciu o szablony praw autorskich).
- **Plik:Misc_pollen_colorized.jpg** Źródło: https://upload.wikimedia.org/wikipedia/commons/2/2a/Misc_pollen_colorized.jpg Licencja: Public domain Autorzy: Source and public domain notice at Dartmouth Electron Microscope Facility ([1], [2]) Artysta: Dartmouth Electron Microscope Facility, Dartmouth College
- **Plik:Oddziaływanie_elektron-próbka_w_SEM.JPG** Źródło: https://upload.wikimedia.org/wikipedia/commons/3/3f/Oddzia%C5%82ywanie_elektron-pr%C3%B3bka_w_SEM.JPG Licencja: CC BY-SA 3.0 Autorzy: Pear interaction SEM german.svg Artysta: Freundchen
- **Plik:Rasterelektronenmikroskopische_Abbildung_der_Oberfläche_eines_Nierensteins.jpg** Źródło: https://upload.wikimedia.org/wikipedia/commons/5/51/Rasterelektronenmikroskopische_Abbildung_der_Oberfl%C3%A4che_eines_Nierensteins.jpg Licencja: CC BY 3.0 Autorzy: Praca własna Artysta: Kempf EK
- **Plik:SEMStubs.jpg** Źródło: <https://upload.wikimedia.org/wikipedia/commons/c/ca/SEMStubs.jpg> Licencja: CC BY-SA 3.0 Autorzy: Praca własna Artysta: Zephyris
- **Plik:SEM_backscattered_electron.svg** Źródło: https://upload.wikimedia.org/wikipedia/commons/6/61/SEM_backscattered_electron.svg Licencja: CC BY-SA 3.0 Autorzy: modified from Image:Sem retrodiffused electron.svg Artysta: EdC
- **Plik:SEM_chamber1.JPG** Źródło: https://upload.wikimedia.org/wikipedia/commons/3/3b/SEM_chamber1.JPG Licencja: CC BY-SA 2.5 Autorzy: ? Artysta: ?

- **Plik:Salaria_fluviatilis_SEM_imaging.jpg** Źródło: https://upload.wikimedia.org/wikipedia/commons/6/68/Salaria_fluviatilis_SEM_imaging.jpg Licencja: CC BY 3.0 Autorzy: Praca własna Artysta: Toutates
- **Plik:Scanning_electron_microscope2bis.jpg** Źródło: https://upload.wikimedia.org/wikipedia/commons/2/2a/Scanning_electron_microscope2bis.jpg Licencja: CC BY-SA 3.0 Autorzy: Praca własna Artysta: Cjp24
- **Plik:Schema_MEB_(pl).JPG** Źródło: https://upload.wikimedia.org/wikipedia/commons/e/e9/Schema_MEB_%28pl%29.JPG Licencja: CC BY-SA 3.0 Autorzy: Schema MEB (en).svg Artysta: Steff
- **Plik:Sem_X_photon.svg** Źródło: https://upload.wikimedia.org/wikipedia/commons/9/92/Sem_X_photon.svg Licencja: CC-BY-SA-3.0 Autorzy: Inspired from Image:Interaction.jpg Artysta: Dake
- **Plik:Sem_auger_electron.svg** Źródło: https://upload.wikimedia.org/wikipedia/commons/e/e2/Sem_auger_electron.svg Licencja: CC-BY-SA-3.0 Autorzy: Inspired from Image:Interaction.jpg Artysta: Dake
- **Plik:Sem_secondary_electron.svg** Źródło: https://upload.wikimedia.org/wikipedia/commons/3/3e/Sem_secondary_electron.svg Licencja: CC-BY-SA-3.0 Autorzy: Inspired from Image:Interaction.jpg Artysta: Dake
- **Plik:Sputtering.jpg** Źródło: <https://upload.wikimedia.org/wikipedia/commons/2/23/Sputtering.jpg> Licencja: Public domain Autorzy: Praca własna Artysta: Luxasolar

3.5.3 Licencja zawartości

- Creative Commons Attribution-Share Alike 3.0