

Ikerkuntzaren emaitzek zuzeneko ondorioak izan dituzte zientzia ulertzeko eta praktika industrialerako. Horrela, material tradizionalak zehatzago eta sakonago ulertzea eta berauek seguruago, hobeto eta merkeago erabiltzea bideratu du industriak. Garai batean pentsatu ere egiten ez ziren propietate mekaniko zein elektrikoak eskaintzen dituzten material-mota berriak garatu dira eta

desberdinen artean mugak zehazki konturatu ziren.

Halaxe da. Materia ez da jarraia eta fasez zein ale desberdinez osaturik dago. Akastun bihurtzen da, eta neurri berean zientziarako aztergai erakargarria ere bai. Zientzia honen muina ongien azaltzen duen esaera bada, eta honelaxe dio: "Materialak pertsonen antzekoak dira: beren akatsek bihurtzen dituzte interesgarri".

Lehen behaketa haien ondoren 60 urte igaro ziren Sorby-k (Sheffield-en) ordurako aski ezaguna

MIKROSKOPIOEN GARAPENA

A. Iza Mendia*

Materialen Zientziak, materialen egitura eta propietateen arteko erlazioa ikertzen du. Maila atomikotik dimentsio makroskopikoraino, konposizio eta egituraren menpeko diren materialen propietateak aurrean ahal izateko, material-ikerlariak teknika desberdinez baliatu behar izaten dute, konposizioari zein egiturari buruzko informazioa materialaren barnealdetik zein gainazaletik lortzeko.

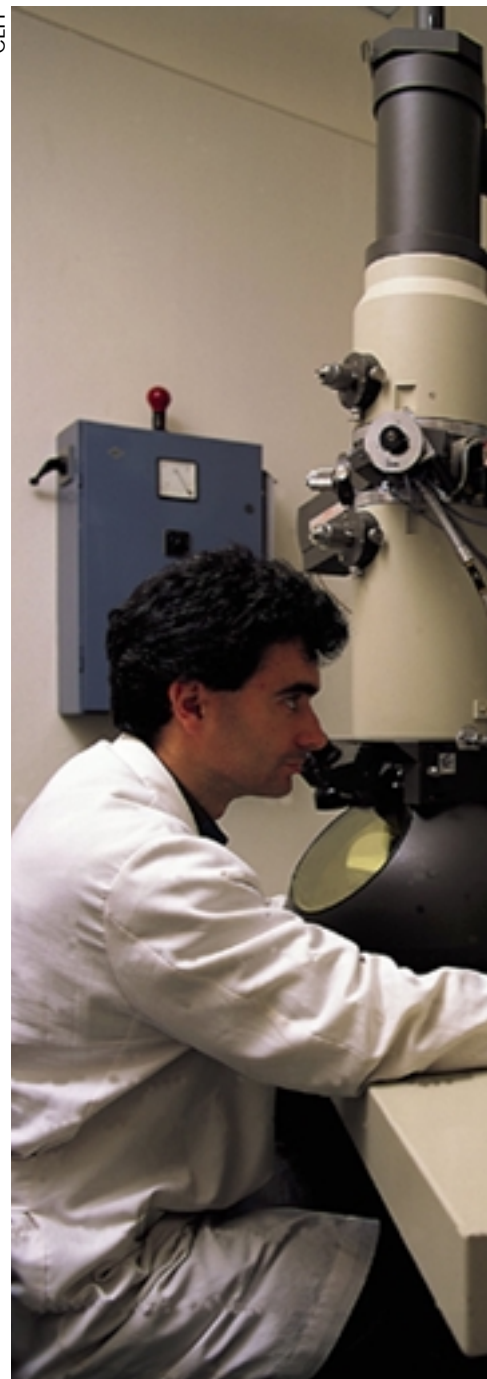
produkzio-kontrola hobetzea ere lortu ahal izan da.

Gainera Energia eta Material Gordina ugari eta merke ez dagoeneko garai honetan, iturri hauek eraginkortasunez erabiltzea ezinbestekoa da.

Ikerlariak gaur egun, mikroskopi teknika ugari du eskura. Horieta Argizko Mikroskopia Optikoa, Eskanerrezko Mikroskopia Elektronikoa, (S.E.M.), eta Transmisiozko Mikroskopia Elektronikoa, (T.E.M.) aukeratu dira hemen, beren printzipio, eraikuntza eta erabilpen edo aplikazioak laburbilduz.

Historian atzera eginez, ia 200 urte dira ikerlariak metalek egitura bazutela ohartu zirela. 1805ean Howard Ingalaterran eta Widmānstätten Alemanian, burdinazko meteoritoetan fase

CEIT



zen argi-mikroskopiaren teknika metalak ikertzeari aplikatu zionerako.

Sorbyk, altzairuaren propietateen eta egitura-akatsen arteko lotura estuez egindako aurkikuntzak eman zien sorrera Zientzia Metalurgikoari eta Metalografia izeneko teknikari.

Ikerkuntzaren emaitzek zuzeneko ondorioak izan dituzte zientzia ulertzeko eta praktika industrialerako.



Argizko mikroskopia izan zen 70 urtean mikroegitura aztertzeo teknika bakarra, Ruskak eta beste batzuek 1930.ean elektroimikroskopia garatu zuten arte. Argizko mikroskopiaz lor zezaketen handiagotze maximoa milaka gutxi batzuetakoa zen, argiaren uhin-luzera handiegia gehiagorik onartzen ez zuelako.

Materialen egiturako zenbait elementu, txikiak ziren mikroskopio optikoaz aztertu ahal izateko, eta ondorioz, irudien sor-kuntzan, argi-erradiazioaren ordez, elektroizpi edo elektroisortak hasi ziren erabiltzen. Meknika Kuantikoak abiadura handiz doan elektroiar uhin-izaera atxikitzen dienez eta uhin-luzera uhinak daraman abiadurarekiko alderantziz proportzionala dela estimatzen duenez, tentsio handitan azeleratutako elektroiei elkartutako 0,003 nm-rainoko uhin-luzera murriztekin, izugarriko handiagotzea eta bereizmena lor ditzake mikroskopio elektronikoak.

Maila honetan, S.E.M. eta T.E.M. aztertuko dira, bataren eta bestearen abantaila eta mugak adieraziz eta mikroskopio hauek konbinatzen dituen hainbat teknika, hala nola elektroien difrakzioa, energia barreiarriaren bidezko espektrografia eta abar aipatuz.

Mikroelektronikan, ordenadore- eta huts-teknologian izandako aurrerapen izugarriak irudien prozesaketa eta interpretazio-mailan ezberrik gabe eragina izan du.

Garapen ikusgarri horretan ezin utz aipatzeko T.E.M.en ondorengo diren loiz Eremuzko Mikroskopioa, 1980.ean Nobel saria irabazi zuten Suitzako Binning eta Rohre-ren asmakuntza (Tunel Eftuzko Eskanerrezko Mikroskopioa, alegia), Indar Atomikoko Mikroskopioa edo eta Mikroskopio Akustikoa.

Guzti horiek deskribatzeak luze joko lukeenez, lehen aipaturiko

horietara mugatuko da idazlan hau.

Argizko mikroskopio optikoa

Mikroegituraren azterketa guztiak handiagotze-maila baxuetan hasi beharko lirateke lehenik, materiala oro har ikus ahal izateko, eta horretarako giza begiak ikus dezakeena baino zertxobait handiagotze-maila handiagoetara jotzea nahikoa litzateke.

Handiagotze-maila baxu hauetan ikusitakoak jabetu ondoren erabili ahal izango ditugu handiagotze izugarriak onartzen dizkiguten mikroskopio sofistikutuak.

Giza begiak inongo lenterik gabe 0,11 mm-ko (110 mikrako) xehetasuna ikustera iritsi daiteke. Begietako makilatxoaren eta konoitxoaren espaziotuneak eragotzita, begiak ezin du ezer txikiagorik ikusi.

Beraz 0,11 mm baino txikiagoa den edozein objektu ikusi nahi izanez gero, mikroskopioaren laguntza beharko dugu. Adibidez, mikra bateko (0,001 mm-ko) partikula ikusi nahi izango bagenu, objektu hori begiak ikusi ahal izango duen 100 mikrako tamainaraino handiagotu beharko genuke. Mikroskopio optikoa erabili daiteke horretarako.

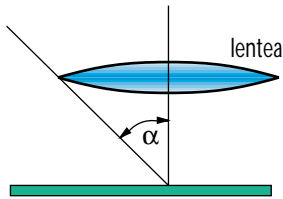
Baina Mikroskopiaren azken helburua ez da objektua nahi adina aldiz handiagotzea bakarrik. Bereizmen maximoa lortzea ere nahi da, hau da, xehetasun txikiena ere bereizteko ahalik eta ahalmen handiena izatea.

Optikaren arloan bada zenbait arau edozein lenter lor daitekeen bereizmen maximoa kalkulatu ahal izateko. Ondokoa hain zuzen ere, horietakoa da:

$$\text{Bereizmena } g = 0,6 \lambda / \sin \alpha$$

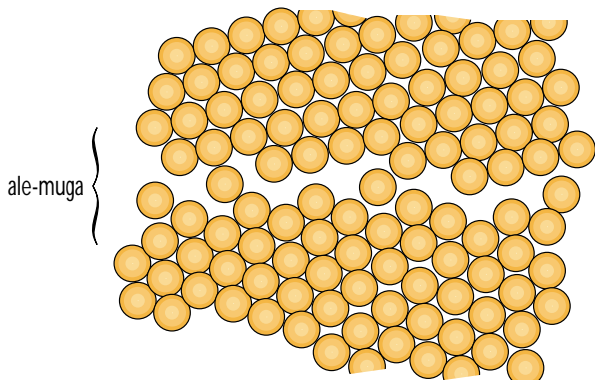
Ekuazioak honakoa esan nahi du: bereizmena argiaren uhin-luzera-

ren menpekkoa dela eta "zenbakizko irekidura" deitzen den angeluarena ere bai (lentera iristen diren desbideratutako izpiek izpi erasotzailearekin osatzen duten angeluaren araberakoa, hain zuzen ere) (ikus 1. irudia).



1. irudia. Berezimena argiaren uhin-luzeraren eta "zenbakizko irekidura" deritzon angeluaren menpekkoa da.

Ekuazio hori erabiliz, argizko mikroskopioak bereiz dezakeen xehetasun txikiena 0,25 mikrakoa dela kalkula daiteke. 0,25 mikrako objektu horren irudia ikusi ahal izateko 400 aldiz handiagotu beharko genuke, gure begiak bereiz dezakeen 110 mikrako objektua sortuko litzateke eta. Lehenago aipatutako beste tresnekin konparatuz nahikoa sinplea den argizko mikroskopioa, sarritan erabiltzen da mikroskopia optikoan mikroegiturak aztertze-ko. Ikerlanen hasierako urratsetan, Mikroskopia Optikoa azkar eta zuzen erabiltzeko mikroegituraren lehen diagnostikoa egiteko

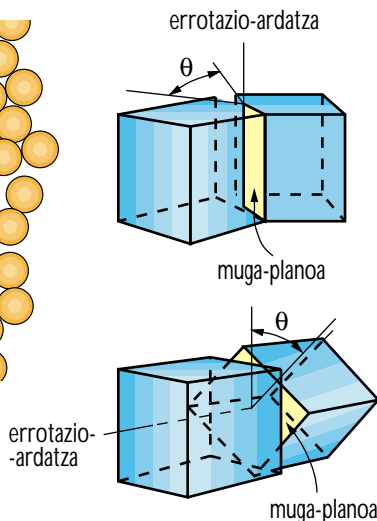


2. irudia. Kristalen arteko orientazio-erlatiboak eta sortzen diren ale-mugak.

aukera eskaintzen du. Adibidez, osagaien tamaina, forma, kantitatea, konposizioaren mikroegiturarekiko adostasuna, prozesaketaren historia, laneko baldintzak eta teknika espezializatuagoko azterketaren beharra adierazteko aukera ematen du.

Optika eta Argiztapen Sistema dira oinarriko elementuak. Argi ikuskorrekiko opako diren materialen azterketa (metal guztiak eta material zeramiko eta polimeriko asko dira horrelakoak), gainazalera mugatuko da, eta argizko mikroskopioa isladapen-moduan erabili beharko da. Irudian lortutako kontrastea, mikroegitura osatzen duten zonaldeen isladapen-diferentziaz sortzen da.

Mikroegituraren xehetasun eta akatsik inportanteenak nabarmentzearen, laginen gainazala prestatzen poliki eta arduratsu ibili behar da, mikroskopioaz aztertzean benetako mikroegitura erakutsi dezan. Honakoa esan nahi du horrek: okerreko informazioak lortu nahi ez bada laginaren prestakuntza-teknika menderatzea agitz inportantea dela. Ale-mugak adibidez, material polikristalinoetan desberdin orientaturik dauden kristalen (edo aleen) artean sortzen diren gainazal akastuneko zonaldeak dira. Atomoen ordenamenduan eten bat gertatzen da desberdin orienta-



3. irudia. Leundutako eta kimikoki erasotutako lagin-gainazal batetik isladatutako argiaren ibilbidea. Ale-mugaren gainazal irregularrak isladaturiko argia ez da begietarantz bideratzen.

tutako bi kristalen artean, eta tarte hori (ale-muga) osatzen duten atomoak egoera energetikoagoan (eta, beraz, ezegonkoragoan) daude (ikus 2. irudia). Ale-mugak marra ilun gisa ikusi daitezke mikroskopioan. Horretarako lehenik laginaren gainazala leundu egin behar da ispiluaren pare uzteraino. Horrela dagoen lagina aztertzea garrantzitsua izaten da askotan kalitatea kontrolatzeko edota akatsak analizatzeko. Inkusio, intermetaliko, pitzadura eta porositatea bezalako mikroegitura-osagaiak azter daitezke leundutako laginean Mikroskopia Optikoaren bidez. Ondoren, ale-mugak ikusi ahal izateko kimikoki eraso egiten zaio gainazalari disoluzio azido zein basikoaz. Lehen aipaturiko ale-mugen egoera ezegonkor eta egitura irekiagoagatik, horiexek izaten dira azkarren erasandako zonak. Lagina mikroskopia optikoaz aztertzen denean, argi erasotzailea ale-mugetan ez da hain indartsu isladatuko eta ondorioz ale-mugak marra ilun bezala ikusiko dira mikroskopioan (ikus 3. eta 4. irudiak).

Mikroskopia Optikoak hala ere, badu arazo bat: plano bat besterik ezin da enfokatu; gorago nahiz beherago geratzen den edozein plano enfokatzetik ez da izango. Ez dugu, beraz, hiru dimentsioko irudirik lortuko.

Eskanerrezko mikroskopia elektronikoa

S.E.M.k honako zatiak ditu:

Alde batetik zutabe optikoa, zeinak elektroiak sortu, elektroizpia itxi eta izpi bera laginaren gainazalean zehar eskaneatzen duen. Bestalde eragiketa-mahaia. Bertan kontrolatzen da tresna: enfokatzera, handiagotze-maila aukeratzea eta fotomikrografiak telebista-pantailatik atera ahal izatea, besteak beste (ikus 5. irudia).

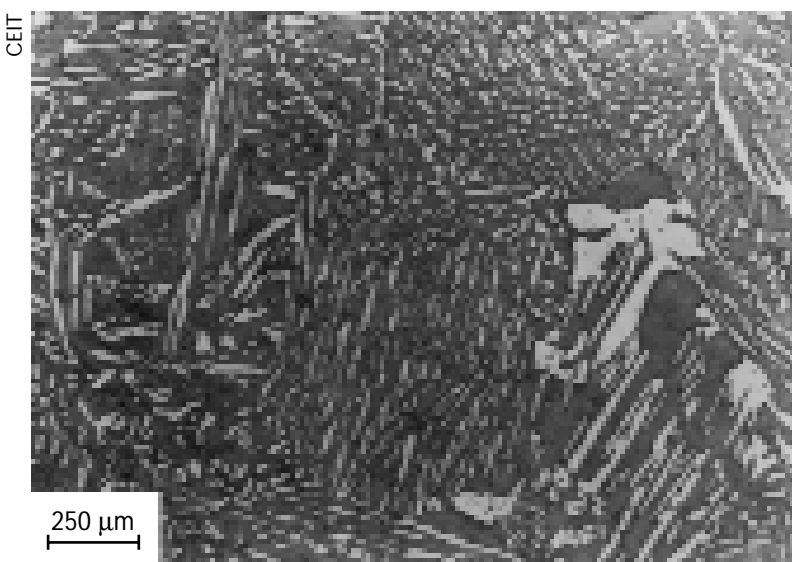
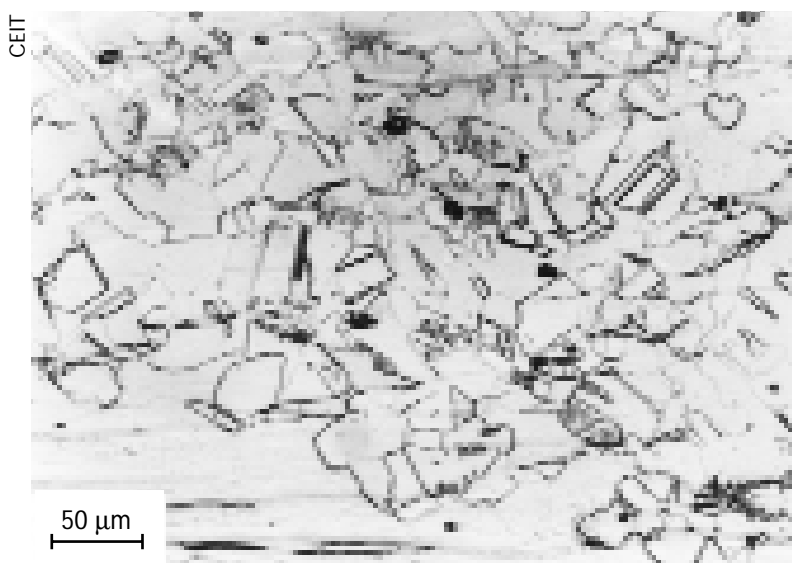
Elektroi-zutabea hutsean mantendu behar da, argia ez bezala elektroiak aireak zurgatu egiten ditu eta. Elektroi-kanoia edo harizpia da elektroisortzailea eta berau wolframiozkoa zein lantano hexaborurozkoa izaten da.

Elektroi-izpiak, transmisiozko mikroskopia elektronikoa adibidez, interesgarri zaigun laginaren zonaldea erabat argizatzen du. Eskanerrezko mikroskopia elektronikoa aldiz, elektroizpia oso puntu txiki batean metatzen da eta ondoren lagina puntuz puntu eskaneatzen da irudia lortzeko.

Lente metatzaileak eta estigmatzaileak erabiltzen dira horretarako, lortzen den argi-puntuaren tamaina 10^{-5} cm (1.000 Å, 100 nm) baino txikiagoa delarik.

Praktikan W zein LAB_6 -ko harizpiekin 7 nm-ko (70 Å-eko) elektroipuntutxoak lor daitezke. Kontuan izan behar da azken batez bereizmenik onena laginera bidera daitekeen elektroipunturik txikiak emango duela.

Elektroi-kanoiarene tentsioa ere ahalik eta gehien handiagotzen da, bereizmena ahalik eta handiena izan dadin.



4. irudia. Goiko argazkian ale-mugak lerro ilunez ikusten dira. Beheko argazkian fase desberdinak bereiz daitezke erasotzaile kimikoari esker.

Elektroi-izpiak edo puntuak, laginaren zehar higidura horizontala du lerro paralelotan, argi-puntu batek hodi katodiko edo telebista-pantailan bezala higidura berdina aldi berean egiten duelarik. Sinkronizazio osoz egiten dute elektroizpiak eta argi-puntuak eskaner hori laginean zehar.

Irudia sortu ahal izateko materialak bidaltzen duen seinalea jaso egiten da, horretarako, elektroizpiak arakutzen duen puntu bakoitzetik, elektroierasotzaile eta materiaren arteko elkarrekintza

igortzen den elektroikopurua zenbatekoa den neurtuz.

Informazio hori hodi katodikora pasatzen da eta pantailan spot edo argi-puntu distiratsua edo iluna azaltzen da, seinalea aldatzearen arabera.

Materialeko puntu batetik elektroierasotzaile asko ateratzen bada, pantailan irudi argia ikusiko dugu. Beste zona batetik datorren elektroikopurua hain handia ez denean, distira txikiagoko zonaldea ikusiko dugu pantailan, eta azkenik, ia batere elektroierasotzaile igortzen ez

duen zonaldeak sortzen duen irudia guztiz iluna izaten da.

Bi motakoak dira elektroierasotzaileekin talka egin ondoren laginetik kanpora datozen eta seinale gisa jasotzen diren elektroierak:

- 1.- Laginaren gainazal aldeko geruzetatik ($\approx 50 \text{ \AA}$) datozen energia baxuko elektroier sekundarioak (10 eV-eko energia baino baxuagokoak). Jasotako elektroier kopuruak gainazalaren topografiarekiko menpekotasuna du eta irudian erliebea sortzen dute. Kontraste topografikoa esaten zaio honi.
- 2.- Laginaren barnealdetik ($0,5 \mu\text{m}$) atzera barreiatuak diren energia handiko elektroier primarioak. Hauen tentsioa, elektroier erasotzaileen parekoa da, eta kopurua berriz, elementu kimikoen zenbaki atomikoekiko proportzionala. Zenbaki atomikozko kontrastea lortzen da.

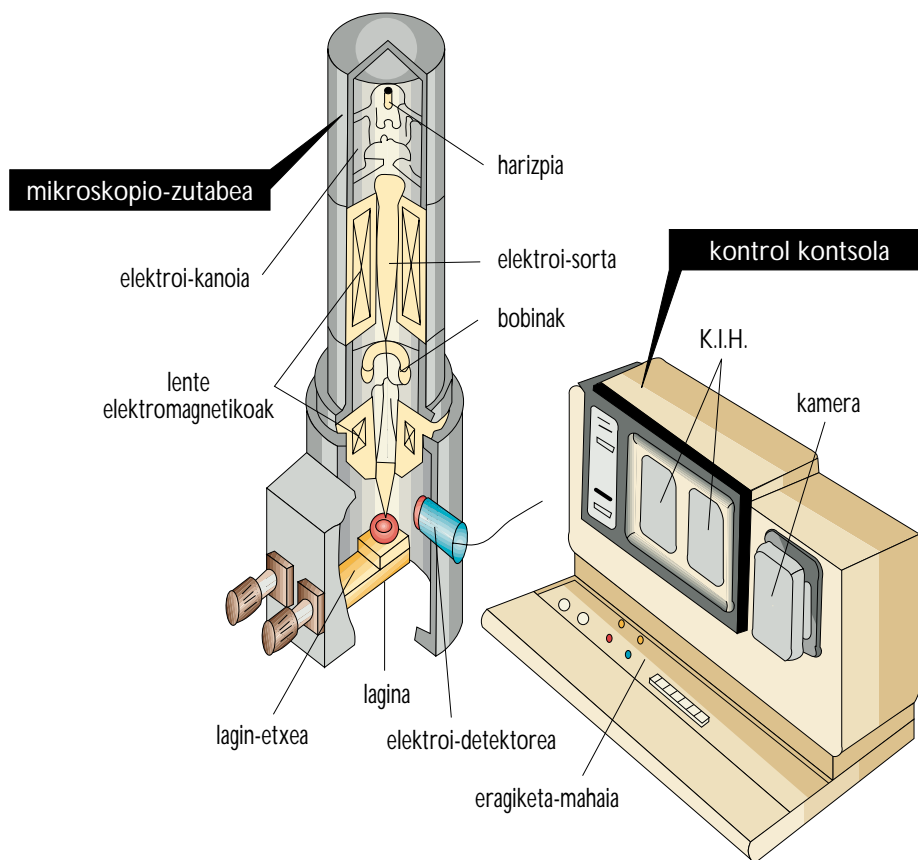
Bi elektroier-mota desberdinak elektroier-detektoreek neurtzen dituzte lagin-kameran.

Esan bezala, beraz, puntuz puntuko intentsitatearen aldaketak emango du eskaneatutako lagin-gainazalaren azken irudia. Gainera, norabide guztietatik datozen elektroierak detektatzen direnez, laginaren irudia hiru dimentsiotan lor daiteke Eskanerrezko Mikroskopiaoren bidez.

6. irudiak, irudia edo imajina nola sortzen den eta handiagotzea nola kontrolatzen den adierazten du.

Eskaneatutako lagin-gainazalak l luzera badu eta pantailaren luzera L bada, lortzen den irudiaren handiagotzea $M = L/l$ da. Beraz, erabilzailak eskaneatutako gainazal-tamainaren kontrola badu, 25 - 300000 X bitarteko handiagotzeak lor daitezke.

S.E.M. izan zen, hain zuzen, lenterik gabeko handiagotze-sistema erabili zuen lehen tresna.

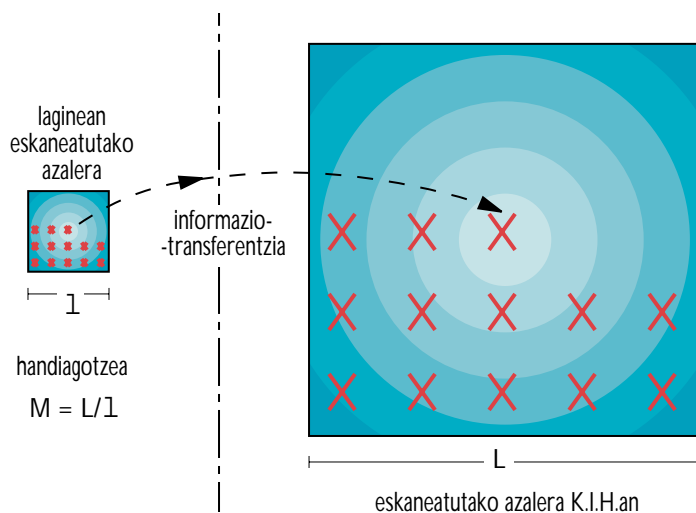


5. irudia. S.E.M.aren zutabea eta eragiketa-mahaia.

Ondorengo lerroetan Materialen Ikerkuntzan S.E.M.ren erabilpenaz arituko gara. Aplikazioak asko dira.

Narrazio historikoan esaten den bezala, lehenik Material Geologi-

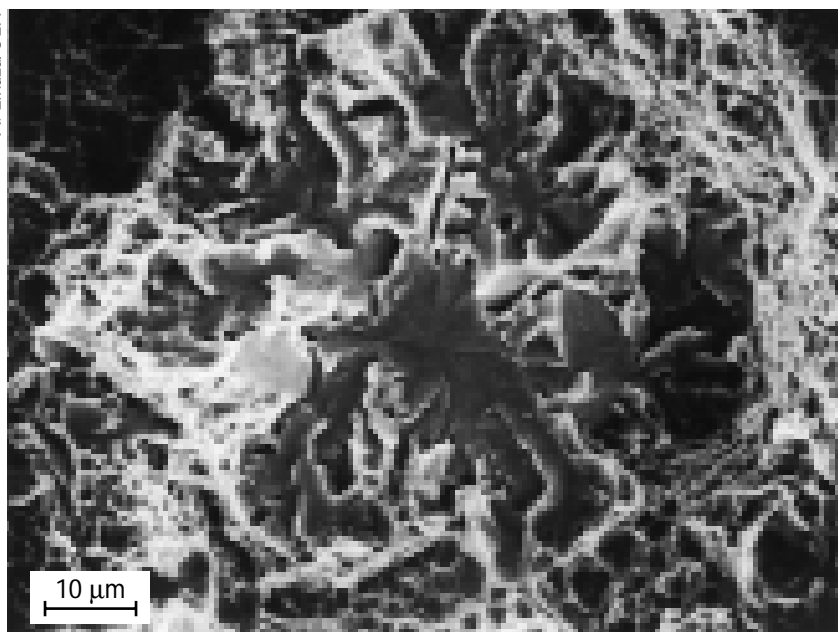
koak aztertzen erabilia da S.E.M. Baita Polimeroak ikertzen ere. Emultsio-polimero izenez ere ezagutzen diren polimero late-xak, inguru jarraian dauden polimero-partikulen dispersio koloi-



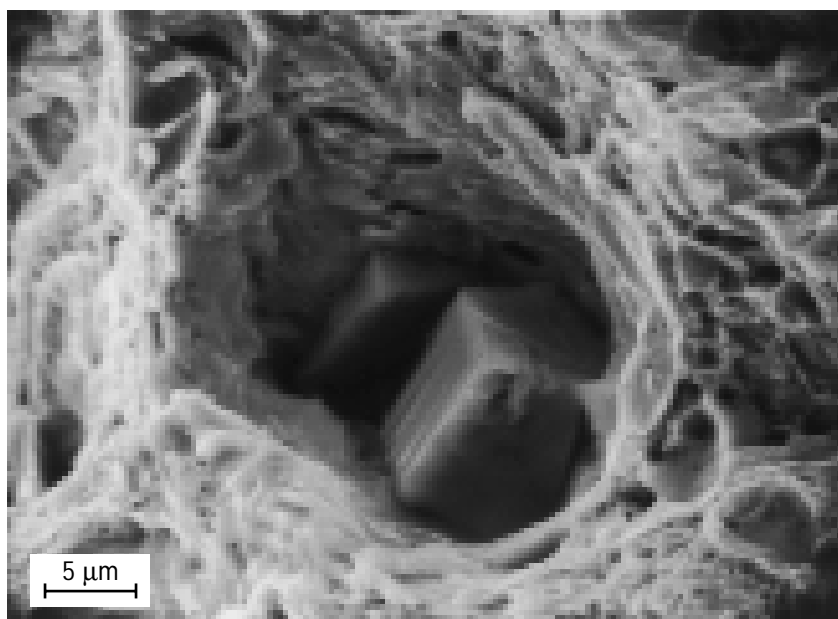
6. irudia. Lenterik gabeko handiagotzea S.E.M. an.



A. Linaza/CEIT



A. Linaza/CEIT



7. irudia. Goiko argazkia. Mekanismo hauskorra eta harikorra altzairu mikroaleatu baten haustura-gainazalean. Beheko argazkia. Haustura-zulogune bateko partikula hautsia.

dalak dira. Asko erabiltzen dira kautxu sintetiko, eransgarri, latexko pintura, tinta eta abarretan. Latexko partikulen batezbesteko tamaina 0,1 mm (100 μm) baino txikiagoa izaten da. Horregatik, partikula horien morfologia aztertzeko S.E.M. erabiltzea beharrezkoa izaten da. Material zeramikoetan ere aurkitu du teknika honek aplikaziorik;

tresnaren eremu-sakonera izugarriak hausturak handiagotze-maila txikietan aztertzeko aukera ematen baitu.

Baina metalen egonkortasun eta sendotasuna medio, material hauek dira S.E.M.z ikertzeko egokienak. Haustura-gainazalak dira aztertuenak, haustura harikorra ala hauskorra izan den determinatu daitekeelarik (ikus 7. irudia).

Konpositeak Metal/Zeramika, Polimero/Zeramika zein beste konbinazio batzuen emaitza dira. Konbinatuz lortutako material bakoitzaren propietate baliotsuenak aprobetxatzeko garatzen dira konpositeak, eta emaitza ezin hobea izan daiteke. Tenperatura handitan erresistentzia eta harikortasun handia duten materialak lor daitezke, adibidez. Hauetan ere S.E.M. erabiltzen da haustura-gainazalak ikertzeko. Eta hauek nolana hiko gainazalak ez dira; konpositeko osagai bakoitzaren propietate mekanikoak hain desberdinak izanik, haustura-gainazalak oso latz eta zakarrak izaten baitira.

Azkenik, aipatu beharra dago, saltzen diren 3 S.E.M.etik 1 erdie-roaleen industriak eramaten duela; S.E.M. baita material erdie-roaleak eta hauen bidez lortutako azken produktuak aztertzeko tresna paregabea.

Laburpen gisara honakoa esan daiteke: S.E.M.ek, T.E.M.ek adina bereizmen eta indar analitiko ez izanik ere mikroskopia optikoaren erabilpen- eta interpretazio-erraztasuna badiutuelarik, S.E.M. dela material-mota desberdin guztientzat azterketa-teknika indartsuenetakoa.

Bestalde, irudi guzti hauek denbora errealean sortzen direnez, eta arakatu nahi den lagin-gainazalaren kontrola eta atzemangarritasuna onak direnez, deformazio, beroketa zein hozketa bezalako *in situ* saiakuntzak egin daitezke.

S.E.M.en eragiketa-modu desberdinak erabiliz, laginaren kristalinitasunari, orientazioari eta sare-kristalinoaren perfekzio-mailari buruzko informazioa lor daiteke. Azkenik, Energia Barreiagarriaren bidezko Espektrografi sistemari esker, mikroanalisi kimikoa ere egin daiteke.

* CEITeko Material Saileko Doktoregaia.