

آشنایی با میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM)

گردآورنده: مرضیه شیرازی

۱- مقدمه

امروزه روش های مختلفی جهت شناسایی و آنالیز مواد وجود دارد که یکی از معروف ترین آنها، روش های میکروسکوپی می باشد. در این روش ها می توان تصاویر بزرگنمایی شده از نمونه به دست آورد. میکروسکوپ الکترونی روبشی SEM که از گروه میکروسکوپ های الکترونی است، از معروف ترین روش های میکروسکوپی به شمار می رود که علاوه بر تهیه تصاویر بزرگنمایی شده، در صورتی که به تجهیزات اضافی مجهز شود می تواند برای آنالیز شیمیایی و دیگر بررسی ها نیز به کار گرفته شود. در این مقاله به معرفی میکروسکوپ الکترونی پرداخته و اساس کار و کاربردهای آن را در مشخصه یابی نانو ساختارها بیان خواهیم نمود.

میکروسکوپ الکترونی روبشی که به اختصار به آن SEM^۱ گویند، یکی از انواع بسیار معروف میکروسکوپ های الکترونی است که امروزه کاربردهای بسیاری در فناوری نانو پیدا کرده است. نخستین تلاش ها در زمینه توسعه میکروسکوپ های روبشی به سال ۱۹۳۵ باز می گردد، که ماکس نول^۲ آلمان پژوهش هایی در زمینه پدیده های الکترونیک نوری انجام داد و تصویری را از فولاد سیلیسیمی به دست آورد. توسعه بیشتر SEM توسط پروفیسور چارلز اُتلی^۳ و همکارش گری استوارت^۴ در دانشگاه کمبریج بریتانیا انجام شد و در سال ۱۹۶۵ برای اولین بار میکروسکوپ الکترونی SEM به صورت تجاری روانه بازار شد [۱].

میکروسکوپ های الکترونی به خاطر محدودیت میکروسکوپ های نوری توسعه پیدا کرده اند. با استفاده از روش های میکروسکوپی، تصاویر با بزرگنمایی بالا از ماده به دست می آید تا بتوان جزئیات آن را با دقت مطالعه نمود. قدرت تفکیک تصاویر میکروسکوپی با توجه به نوع پرتو مورد استفاده مشخص می شود. به عنوان مثال، با استفاده از میکروسکوپ های نوری، قدرت تفکیکی در حدود ۱ میکرومتر یا حتی ۲۰۰ نانومتر و با استفاده از میکروسکوپ های الکترونی، STM، AFM و یونی با وضوح بالا در حدود یک نانومتر تا چند انگستروم قابل دسترسی است. در همین رابطه، دقت عمودی و افقی برخی از مهم ترین روش های میکروسکوپی در شکل (۱) نشان داده شده است [۴]. همانگونه که در شکل (۱) ملاحظه می شود، بسیاری از روش ها خصوصاً در محدوده ۱۰۰-۱۰ نانومتر هم پوشانی دارند. با این حال این روش ها لزوماً از قسمت یکسانی از نمونه تصویر تهیه نمی کنند. به عنوان مثال، SEM و TEM هر دو هم پوشانی زیادی دارند، ولی اولی از سطح و دومی از داخل ماده تصویر تهیه می کند [۱].

در میکروسکوپ نوری شاید بتوان با تغییر انحنای سطح عدسی ها (میزان تقعر و تحدب) و تعداد آنها بزرگنمایی

تصاویر را به هر مقدار زیاد کرد، اما به علت بلند بودن طول موج نور، عملاً تصاویر در بزرگنمایی های بالای ۲۰۰۰

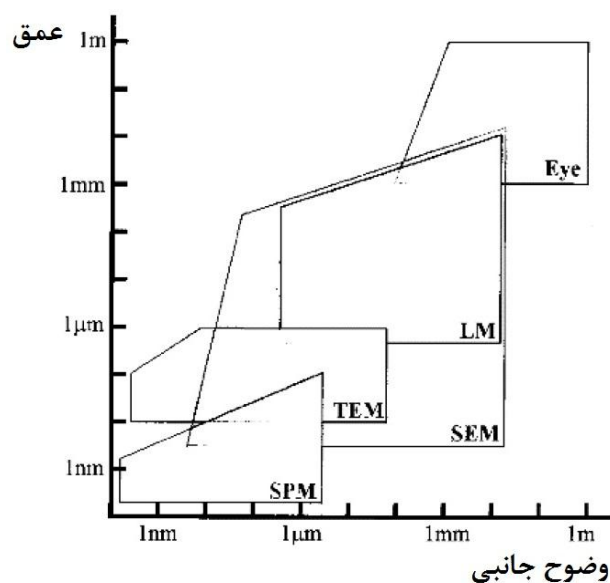
1 Scanning Electron Microscope

2 Max Knoll

3 Charles Oatley

4 Gary Stewart

وضوح خود را از دست می‌دهند. به‌عنوان مثال، برای دیدن ساختار سلول‌های آلی به بزرگنمایی ۱۰۰۰۰ برابر نیاز است که به وسیله‌ی میکروسکوپ نوری با طول موج امواج مرئی قابل دستیابی نیست.



شکل (۱) وضوح عمودی و افقی روش‌های مختلف تصویربرداری

مبنای عملکرد این میکروسکوپ، برهم‌کنش پرتوی الکترونی با ماده است. پرتوهای ساطع شده از این برهم‌کنش می‌توانند جهت بررسی‌ها مورد استفاده قرار گیرند. ساخت SEM سبب شد تا محققان بتوانند نمونه‌ها را به سادگی و با وضوح بیشتر مطالعه کنند. بمباران نمونه با پرتوی الکترونی سبب می‌شود تا از نمونه الکترون‌ها و فوتون‌هایی خارج و به سمت آشکارسازها رها شوند که در آن قسمت تبدیل به سیگنال می‌شوند. حرکت پرتو بر روی نمونه مجموعه‌ای از سیگنال‌ها را فراهم می‌کند که بر این اساس میکروسکوپ می‌تواند تصویر متقابل از سطح نمونه را به صورت لحظه به لحظه بر صفحه نمایش دهد.

نابراین مکانیزم عملکرد SEM با میکروسکوپ‌های نوری کاملاً متفاوت است. در ابتدا مزیت اصلی دستگاه SEM، تهیه‌ی تصاویر میکروسکوپی به‌طور مستقیم از نمونه‌های جامد با وضوح و قدرت تفکیک و تمرکز بهتر در مقایسه با میکروسکوپ‌های نوری بود. اما بعدها قدرت اجرایی و عملیاتی دستگاه توسعه یافته و به روش‌های تجزیه و تحلیل، نظیر اشعه ایکس برای تعیین ترکیب شیمیایی مجهز گردید. شکل (۲) نمونه‌ای از یک SEM مرسوم را نشان می‌دهد.



شکل (۲) تصویری از یک دستگاه SEM

۲- برهم کنش نمونه و پرتوی الکترونی

اصول عملکرد SEM بر سه اصل استوار است که به صورت زنجیروار با هم در ارتباط هستند:

۱- برهم کنش پرتوی الکترونی با نمونه؛

۲- امکان تولید و کنترل پرتوی الکترونی روبش شده در میدان های الکتریکی و مغناطیسی؛

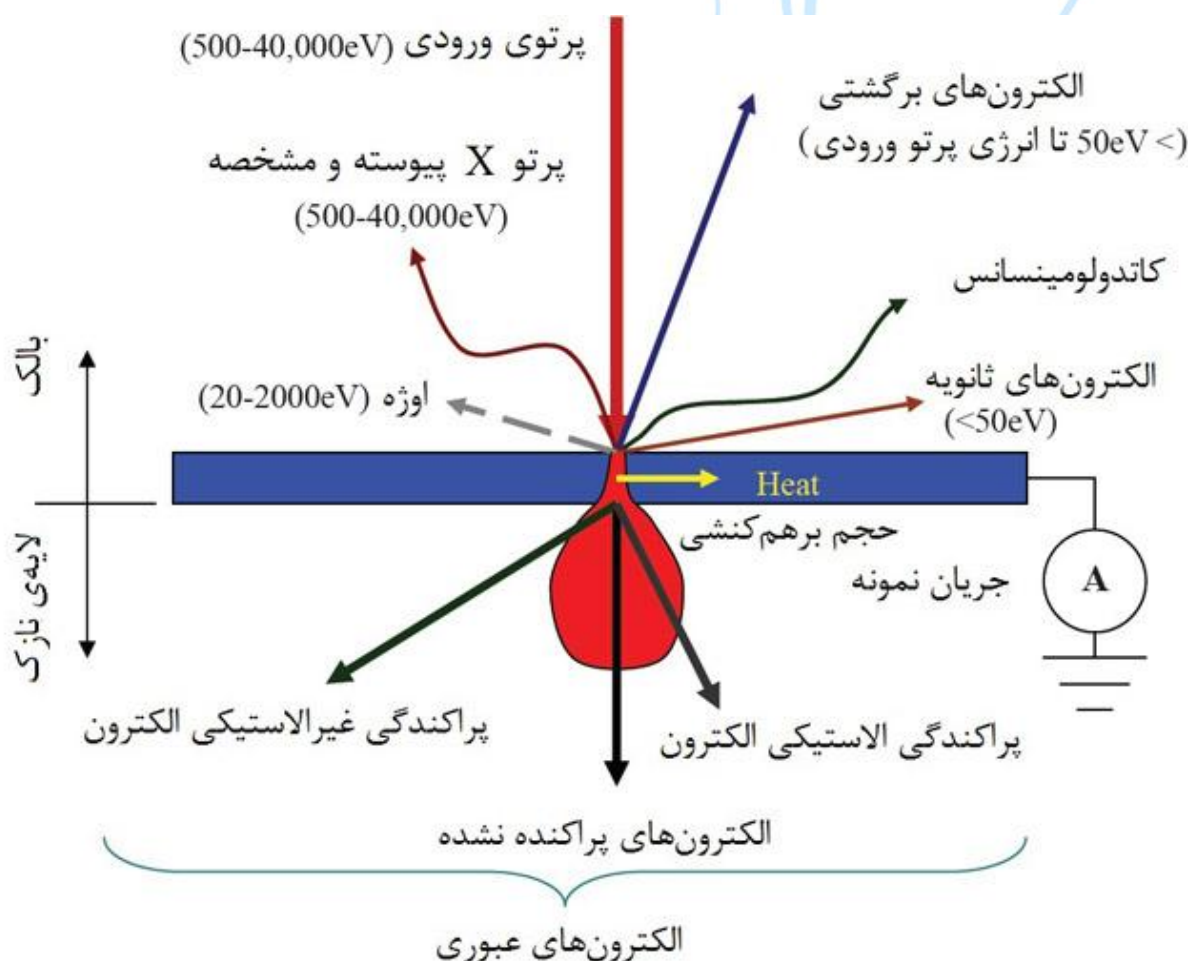
۳- امکان آشکارسازی پرتوهای ساطع شده از سوی نمونه

وقتی پرتوی الکترونی روبشی با نمونه برخورد می کند، بین آنها برهمکنش روی می دهد. نتیجه ی آن، ساطع شدن

پرتوهایی است که با کمک آشکارسازها دریافت و شناسایی می شوند و مشخصات ماده را آشکار می سازند. شکل (۳)

شماتیکی از پرتوهایی که از نمونه ساطع می شود را نشان می دهد [۱]. نوع اطلاعاتی که از این طریق به دست می آید

به برهمکنش پرتو و نمونه بستگی دارد. به همین دلیل لازم است جزئیات این برهمکنش را بررسی کنیم.



شکل (۳) برهمکنش پرتوی الکترونی و نمونه [۱]

در SEM، پرتوهای الکترونی ورودی به نمونه معمولا حاوی الکترون‌هایی با انرژی ۱ تا ۵۰ الکترون ولت هستند که هنگام برخورد با ماده، رفتارهای بسیار متفاوتی از خود نشان می‌دهند. در برهمکنش نمونه و الکترون، الکترون می‌تواند:

۱- تغییری در انرژی و جهت آن رخ ندهد و از نمونه عبور نماید.

۲- تغییری در انرژی آن بوجود نیاید، اما جهت آن تغییر نماید، که به آن پراکندگی الاستیک می‌گویند.

۳- پراش یافته و بازتاب شود و در یک جهت ترجیحی که توسط ساختار بلوری نمونه تعیین می‌شود، پخش گردد.

۴- انرژی و جهت آن تغییر کند، یعنی به طور غیرالاستیکی پراکنده شود.

۵- جذب شود.

در صورت اتفاق افتادن موارد ۴ و ۵، الکترون‌های ثانویه یا پرتوهای الکترومغناطیسی (اشعه ی X یا نور) منتشر می‌شود و یا اینکه حرارت آزاد می‌گردد.

کانتراست^۵ قابل رویت در هر یک از موارد مزبور، به جز در مورد شماره یک، ممکن است ایجاد شود. معمولا در نمونه‌های غیربلوری، کانتراست از تاثیرات ۲، ۴ و ۵ می‌باشد.

حالت ۳ به طور عمده برای مقایسه و بررسی ساختارهای بلوری ورق‌های فلزی نازک یا لایه‌های نازک به کار می‌رود. این شیوه علاوه بر ایجاد کانتراست ساختاری، بین جهت‌های ترجیحی پخش الکترون‌ها نیز تمایز قائل است و اطلاعاتی نیز در مورد ساختار بلوری ارائه می‌دهد. بدین منظور می‌توان پراش الکترونی را ثبت نموده و تصاویر جداگانه‌ای با استفاده از میدان دید تاریک از پرتوهای پراکنده شده به دست آورد. برای حصول اطلاعات بیشتر، استفاده از میدان روشن و یا پرتوهای الکترونی عبور یافته مفید است که در میکروسکوپ الکترونی عبوری (TEM) کاربرد دارد.

اما عمده‌ترین برهمکنش‌ها و خصوصا آن مواردی که در SEM مطرح هستند، موارد ۲ و ۴ می‌باشند که به طور دقیق‌تر عبارتند از:

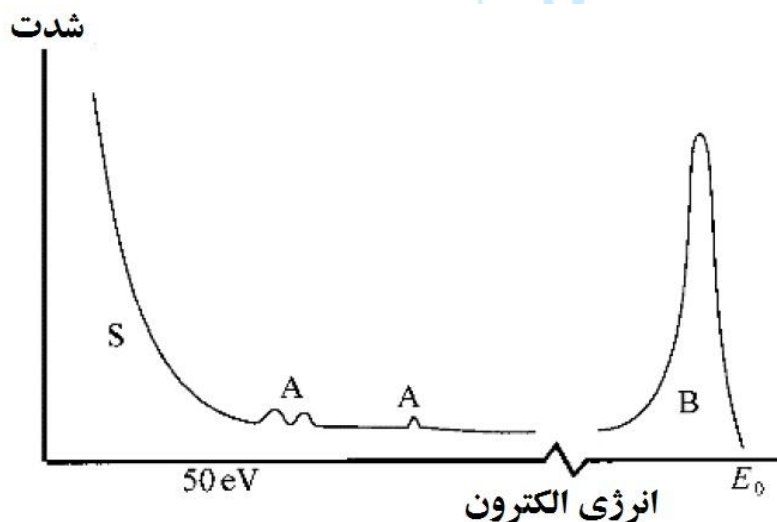
پراکندگی الاستیک: تغییر جهت حرکت پرتوی الکترونی ضمن از دست دادن مقدار قابل اغماضی انرژی. پراکندگی الاستیک عمدتا در برخورد پرتوی الکترونی با هسته ی اتم رخ می‌دهد و باعث انحراف قابل توجهی در مسیر پرتوی الکترونی ورودی به ماده می‌شود.

پراکندگی غیر الاستیک: از دست دادن انرژی و تغییر قابل اغماض جهت حرکت پرتوی الکترونی. پراکندگی غیر الاستیکی از طریق دو مکانیزم اتفاق می‌افتد: (۱) پراکندگی غیر الاستیکی در برخورد با الکترون‌های باندهای الکترونی ماده و (۲) پراکندگی غیر الاستیکی در برخورد با هسته ی اتم.

در واقع، هدف برخورد الکترون‌های پرتو الکترونی ورودی، اتم‌های ماده است که خود شامل هسته و الکترون‌های اطراف آن می‌باشند. در اثر برخورد الاستیک پرتوی الکترونی ورودی با الکترون‌های اتم ماده، جهت حرکت آنها تغییر نموده و امکان برخوردهای بعدی فراهم می‌گردد.

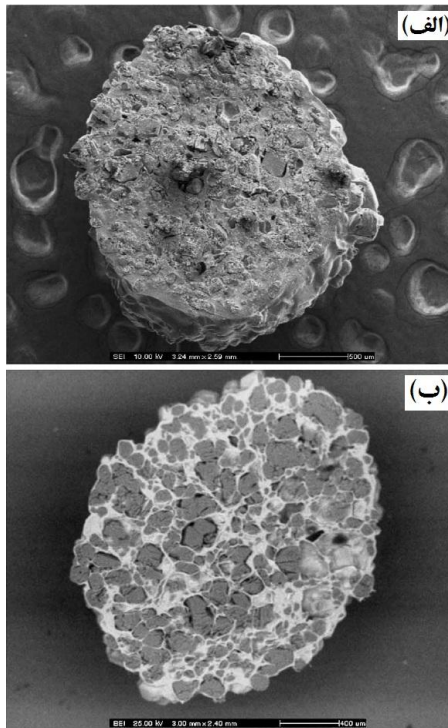
⁵ contrast

اگر پرتوی الکترونی ورودی با الکترون های اتم برخورد کند و به صورت غیرالاستیکی پراکنده شود، دو حالت وجود دارد. ممکن است پرتوی الکترونی با الکترون های لایه ی خارجی برخورد کند و انرژی پرتو به آن منتقل شود که باعث می شود الکترون آن اتم برانگیخته شود و از لایه ی الکترونی خارج گردد. طبق تعریف، انرژی الکترون خارج شده از اتم که به آن «الکترون ثانویه» گویند، معمولا حدود ۵۰ الکترون ولت است. با این حال ۹۰ درصد این الکترون ها انرژی کمتر از ۱۵ الکترون ولت دارند (شکل ۴). اگر عمق ایجاد الکترون های ثانویه کمتر از ۱۰ نانومتر از سطح نمونه باشد، با توجه به اینکه انرژی سطحی جامدات حدود ۲ تا ۶ الکترون ولت است، عملا خروج آنها به عنوان پرتو الکترون های ثانویه (SE) از سطح امکان پذیر خواهد بود. اما اگر الکترون های ثانویه در عمقی بیش از ۱۰ نانومتر از سطح ماده ایجاد شده باشند، با توجه به برخوردهای بی نهایتی که ممکن است در راه رسیدن به سطح، با الکترون ها و هسته های اتم ها داشته باشند، شانس بسیار ناچیزی برای خروج از سطح خواهند داشت. کانتراست موجود در تصاویر حاصل از الکترون های ثانویه ناشی از اختلاف در انرژی، تعداد و مسیر آنها می باشد [۵] در شکل (۵) الف) یک تصویر SE از سطح مقطع یک نمونه ی پودر نشان داده شده است [۶].



شکل (۴) طیف الکترونی که نشان دهنده ی فراوانی نسبی الکترون های ثانویه (S)، اوژه (A) و برگشتی (B) بر حسب انرژی الکترون است. توجه شود که مقیاس انرژی، پیوسته نیست؛ E_0 به طور نمونه بسیار بیشتر از ۵۰ الکترون ولت است [۱]

⁶ Secondary Electrons



شکل (۵) تصویر (الف) SE و (ب) BSE از سطح مقطع یک ذره SE. برای تصویربرداری در حالت توپوگرافی و مورفولوژی و BSE برای کنتراست توزیع فازی مناسب است [۴]

در حالت دوم پراکندگی غیرالاستیکی الکترون های پرتوی الکترونی ورودی، خطوط پرتوی X مشخصه^۷ تولید می شوند. این وضعیت وقتی رخ می دهد که جای خالی الکترون جدا شده از اتم با شرایط خاص به وسیله الکترون دیگر از لایه های بالا جایگزین شود. میزان انرژی از دست داده پرتوی الکترونی ورودی در برخورد غیرالاستیک با الکترون های اتم می تواند برابر با انرژی پیوند الکترون های لایه های K، L و M باشد و منجر به خروج الکترون لایه های مذکور و تابش اشعه ی X مشخصه شود. همچنین ممکن است به دنبال خروج یک الکترون و جایگزینی جای خالی اتم با اتمی از یک تراز انرژی بالاتر، به جای خروج تفاوت انرژی ترازها به صورت فوتون، انرژی به یک الکترون دیگر انتقال پیدا کند و آن را از اتم خارج کند. این الکترون خروجی به الکترون اوژه (AE)^۸ معروف است.

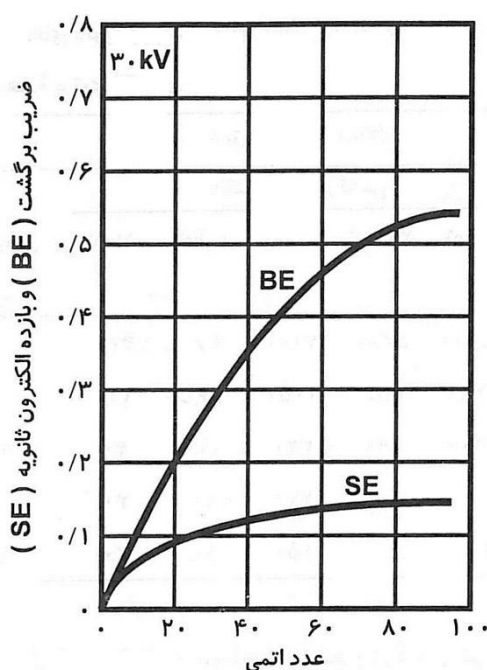
در کنار پراکندگی غیرالاستیکی، پراکندگی های الاستیکی هم می توانند اتفاق بیفتند. با پراکندگی الاستیک شدید یک پرتوی الکترونی در واکنش با هسته ی اتم، به خوبی می توان امکان تغییر جهت بیش از ۹۰ درجه در مسیر الکترون پرتوی الکترونی را متصور شد. چنین تغییر جهتی می تواند امکان بازگشت پرتو به سمت سطح را فراهم سازد. این الکترون های بازگشته از داخل نمونه را الکترون های بازگشتی (BSE)^۹ می نامند. بیشتر الکترون های بازگشتی حداقل ۵۰ درصد انرژی الکترون های ورودی را دارند (شکل ۴). جالب است که تغییر زاویه در پراکندگی الاستیکی پرتوی الکترونی در برخورد با هسته ی اتم های سنگین، بیشتر از اتم های سبک است (شکل ۶). با توجه به

⁷ characteristic X-ray lines

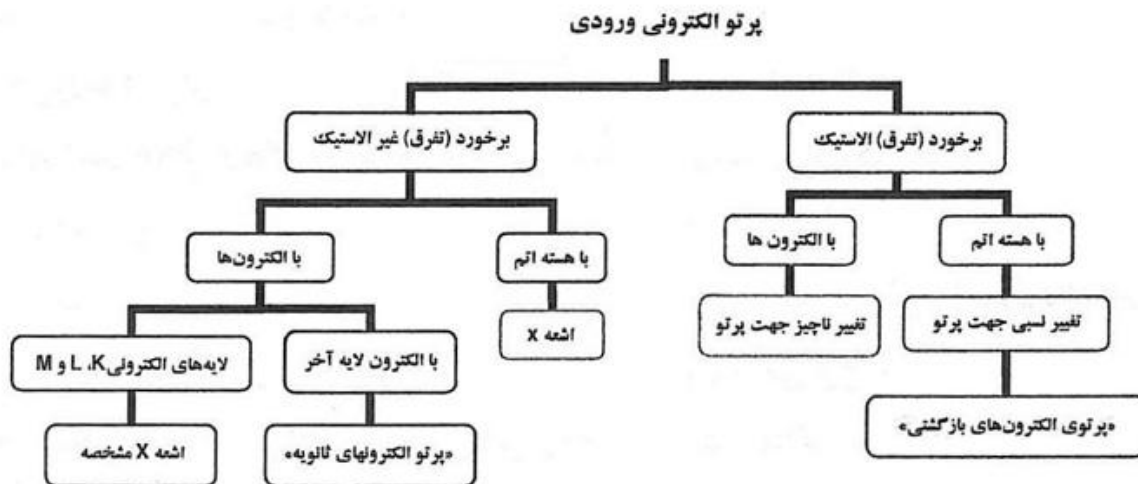
⁸ Auger Electron

⁹ Back Scattered Electrons

تغییر زاویه‌ی کمتر پرتوی الکترونی در پراکندگی الاستیکی از هسته با عدد اتمی کمتر، احتمال (یا فراوانی) خروج الکترون‌های بازگشتی از مواد دارای عدد اتمی کمتر (اتم‌های با هسته‌ی سبک‌تر) کمتر خواهد بود. به بیان دیگر، در اتم‌های با عدد اتمی کمتر، قبل از اینکه پرتوی الکترونی با زوایای بیشتر از ۹۰ درجه پراکنده شود و فرصت بازگشت بیابد، به اعماق ماده نفوذ نموده و بخش عمده‌ای از آن جذب می‌شود. اما در اتم‌های با عدد اتمی بیشتر، امکان تغییر زاویه‌ی بیش از ۹۰ درجه بیشتر است. در این شرایط، مقدار الکترون‌های بازگشتی بسیار بیشتر از زمانی است که پرتوی الکترونی با یک هسته‌ی سبک، به صورت الاستیک برخورد می‌کند. بنابراین مقدار الکترون‌های بازگشتی خارج شده از یک ماده به شدت متأثر از عدد اتمی ماده‌ای است که پرتوی الکترونی به آن وارد شده است. به بیان دقیق‌تر، در تصویر الکترون‌های برگشتی، فازهای حاوی عناصر سنگین، روشن‌تر و فازهای سبک‌تر تیره‌تر دیده می‌شوند [۱۵]. شکل ۵ (ب) نمونه‌ای از تصویر BSE از سطح مقطع یک ذره را نشان می‌دهد [۱۸]. اگر پرتوی ورودی با هسته‌ی اتم ماده برخورد کند و به صورت غیرالاستیکی پراکنده شود، پرتوی X ساطع می‌شود. شکل (۷) خلاصه‌ای از انواع پراکندگی‌های الکترون‌ها در اثر برهمکنش پرتوی الکترونی با نمونه را نشان می‌دهد.



شکل (۶) ارتباط بین ضریب پراکنده شدن الکترون‌ها و بازده‌ی الکترون‌های ثانویه با عدد اتمی مواد [۲]



شکل (۷) خلاصه‌ای از برهم کنش الاستیکی و غیرالاستیکی پرتوی الکترونی ورودی و ماده [۵]

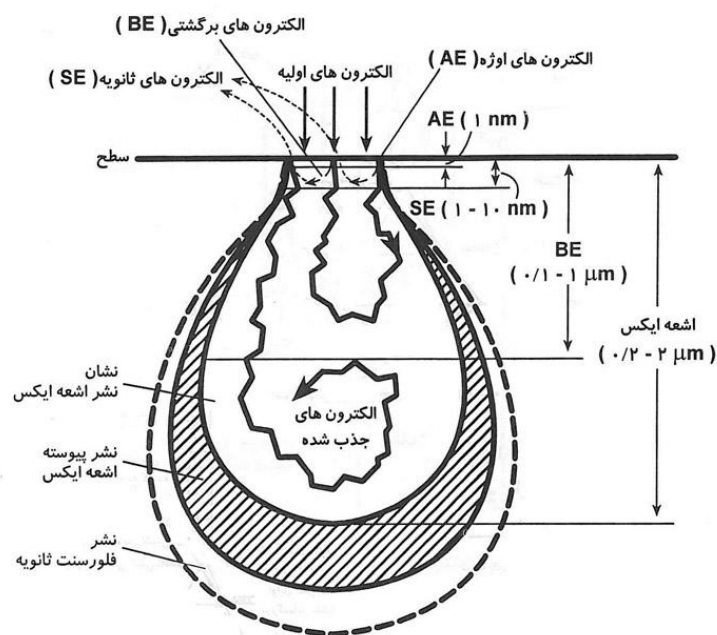
با توجه به از دست رفتن انرژی در پراکندگی غیرالاستیک پرتوی الکترونی ورودی در برخورد با الکترون‌های اتم، احتمال خروج الکترون‌های ثانویه از عمق حداکثر ۱۰ نانومتر وجود دارد. از سوی دیگر، در پراکندگی الاستیک پرتوی الکترونی ورودی با هسته‌ی اتم، مقدار از دست رفتن انرژی بسیار ناچیز و قابل چشم پوشی است. بنابراین عمق خروج الکترون‌های بازگشتی بیشتر و در حدود ۲ میکرومتر می‌باشد. البته باید به خاطر داشت که در هر دو مورد، میزان ساطع شدن الکترون‌های ثانویه و بازگشتی، متأثر از انرژی پرتوی الکترونی ورودی و نوع ماده است [۵].

۲-۱- حجم اندرکنش^۱

با توجه به مکانیزم‌های پراکندگی، می‌توان انتظار داشت که خروج پرتوی الکترون‌های ثانویه از عمق ۱۰ نانومتری و پرتوی الکترون‌های برگشتی از عمق ۲ میکرومتری اتفاق بیفتد. البته این اعداد بسته به شرایط پرتوی الکترونی ورودی و ماده متغیر است. به سادگی می‌توان تصور کرد که پرتوی الکترونی ورودی، به سطح ماده برخورد می‌کند و عمقی را تحت تأثیر قرار می‌دهد. بیان سطح و عمق در جمله‌ی قبل به وضوح حاکی از وجود یک حجم اندرکنشی است.

شناخت حجم اندرکنشی کار پیچیده‌ای است که علت این پیچیدگی، تنوع و کثرت برخوردهایی است که ممکن است به وقوع بپیوندد. بهترین راه بررسی این حجم، استفاده از اصول ریاضی و آمار است. بر اساس محاسباتی که محققین انجام داده‌اند، مشخص شده است که حجم اندرکنشی به صورت گلابی شکل است که در منطقه‌ی ورود پرتو به داخل ماده قابل تصور می‌باشد. این حجم در شکل (۸) به صورت شماتیکی نشان داده شده است. خاطر نشان می‌شود که عمق و گستردگی برهم-کنش به شرایط پرتوی الکترونی و ماده بستگی دارد [۵].

¹ interaction volume

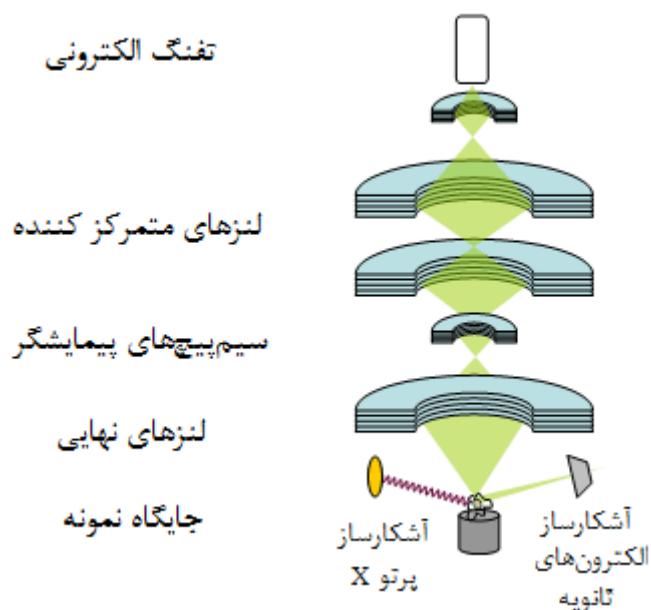


شکل (۸) عمق نفوذ پدیده های مختلف ناشی از برهم کنش پرتوی الکترونی و نمونه [۳]

۳- اجزاء و عملکرد میکروسکوپ الکترونی روبشی

برای کار با میکروسکوپ الکترونی به محیط خلأ نیاز است. به همین دلیل پس از قرار دادن نمونه در محفظه، اتمسفر داخل ستون میکروسکوپ به کمک پمپ های موجود به خلأ مناسب می رسد. وقتی که خلأ مورد نیاز حاصل شد، پرتوی الکترونی تولید و توسط لنزهای الکترومغناطیسی باریک و روی نمونه متمرکز می شود. در حقیقت پرتوی الکترونی بر روی نمونه روبش می شود تا از نقاط مختلف آن اطلاعات به دست آید. در نتیجه ی برخورد پرتوی الکترونی با نمونه، سیگنال های مناسب تولید می شوند که توسط آشکارسازها دریافت و در نهایت به تصویر یا دیگر اطلاعات مورد نظر تبدیل می شوند.

میکروسکوپ SEM دارای شش جزء اصلی است که عبارتند از: تفنگ الکترونی، لنزهای الکترومغناطیسی، سیستم روبش، آشکارسازها، سیستم نمایش تصویر و سیستم خلأ. شکل (۹) اجزای یک SEM را نشان می دهد.



شکل (۹) طرح کلی یک میکروسکوپ الکترونی روبشی SEM [۳].

اولین قسمتی که مشخصات پرتوی الکترونی رقم می خورد، محل تولید آن، یعنی تفنگ الکترونی است. به بیان دیگر، تفنگ الکترونی منبع نسبتاً پایداری از الکترون است که پرتو الکترونی را ساطع می کند. تفنگ های الکترونی از نظر مکانیزم به دو دسته تقسیم می شوند:

۱- تفنگ های الکترونی نشر حرارتی^{۱۱} که بر مبنای پدیده ی ترمیونی عمل می کنند. در این نوع، با گرم شدن تفنگ تا دمایی بسیار بالا، درصد معینی از الکترون های آن به سطح مشخصی از انرژی می رسند و می توانند سطح آن را ترک کنند؛

۲- تفنگ های الکترونی نشر میدانی^{۱۲} که از پدیده ی تونلی جهت تولید الکترون استفاده می کنند. در این نوع تفنگ الکترونی، سطح تحت یک ولتاژ بسیار بالا قرار می گیرد و الکترون ها می توانند سطح آن را ترک کنند، بدون آنکه نیاز به اعمال انرژی تابع کاری ترمیونی باشد. قدرت تولید این فیلامان ها بسیار بیشتر از فیلامان های ترمیونی است.

بر همین مبنای سه نوع فیلامان تجاری به عنوان تفنگ الکترونی استفاده می شوند که عبارتند از:

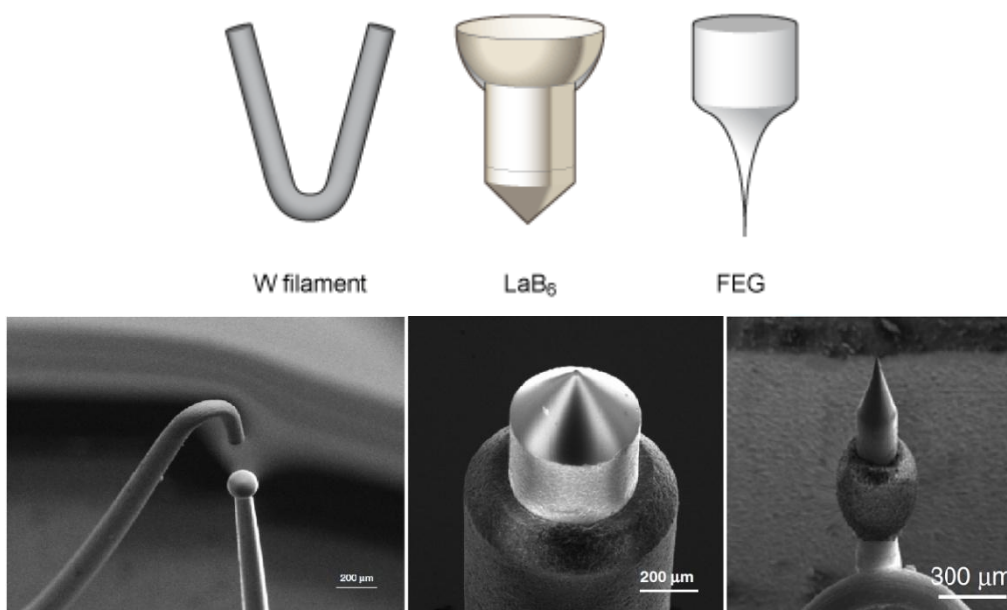
۱- فیلامان تنگستن سنجاق سری؛

۲- فیلامان لانتانم هگزا براید (LaB₆)؛

۳- فیلامان نشر یونی (FEG).

شکل (۱۰) تصویر این سه نوع فیلامان را نشان می دهد.

¹ Thermoionic Guns 1
¹ Field Emission Guns 2



شکل (۱۰) تصویر فیلامان های تجاری رایج. ملاحظه می شود که فیلامان تنگستنی سنجاق سری به علت گرم شدن بیش از حد ذوب شده است که محل ذوب شدگی و قطره ی ذوب و منجمد شده قابل مشاهده هستند [۱]

تولید پرتوی الکترونی در SEM در قسمت تفنگ الکترونی اتفاق می افتد و مکانیزم عملکرد آنها می تواند نشر ترمیونی یا نشر میدانی باشد. تنگستن به دلیل نقطه ی ذوب بالا و تابع کار کم، رایج ترین فیلامان در تفنگ الکترونی است. لانتانم همگرا برای به دلیل تابع کار کمتر، دمای کاری پایین تر و چگالی جریان انتشار بالاتر در تفنگ های الکترونی استفاده می شود. با این وجود، این نوع فیلامان نسبت به فیلامان تنگستنی گران تر بوده و به خلأ کاری بالاتری نیاز دارد. تفنگ های نشر میدانی از روشنایی و کیفیت بالاتری نسبت به تفنگ های نشر ترمیونیک برخوردارند.

جزء دوم SEM لنزهای الکترومغناطیسی است، لنزهای الکترومغناطیسی جهت باریک کردن و متمرکز کردن آنها به کار می روند. لنزهایی که در SEM استفاده می شوند بر دو نوع متمرکز کننده و نهایی می باشند که هر یک با هدف خاصی در دستگاه تعبیه می شوند.

لنزهای مغناطیسی تحت خلأ کار می کنند. در این لنزها، بر خلاف لنزهای شیشه ای، پرتوی ورودی تحت اثر هیچ محیط مادی قرار نمی گیرد و کلیه ی تغییراتی که در آن ایجاد می شود ناشی از میدان های الکترومغناطیسی ایجاد شده توسط سیم پیچ هاست. تغییر جهت و تمرکز الکترون ها در میکروسکوپ های الکترونی تنها توسط میدان های الکترومغناطیسی سیم پیچ ها انجام می گیرد و اطلاق نام لنز به آنها تنها برای درک بهتر مطلب بوده و هیچ مشابهتی بین لنزهای صلب شیشه ای با مشخصات ثابت و سیم پیچ ها با مشخصات کاملاً قابل کنترل وجود ندارد. معمولاً دو نوع لنز در ستون وجود دارد که هر یک خود می تواند شامل مجموعه ای از لنزها باشد. این لنزها عبارتند

از:

- لنزهای متمرکز کننده

- لنز نهایی

هدف اصلی از کاربرد این دو لنز در ستون اپتیکی SEM، کاهش قطر پرتو و افزایش تراکم آن است به طوری که قطر آن از مقدار اولیه ی ۱۰۰-۲۵ میکرون (در تفنگ الکترونی) به قطر بسیار کم ۵۰ آنگستروم تا ۱ میکرومتر (بر حسب نیاز) کاهش پیدا کند.

پرتوی الکترونی تولید شده در تفنگ های الکترونی با استفاده از لنزهای مغناطیسی متراکم و باریک می شود. با استفاده از مقدار جریان ورودی به این لنزها به راحتی می توان قدرت آنها را تنظیم نمود.

جزء سوم SEM سیستم روبشگر است. پس از اینکه یک پرتوی موازی با قطر مناسب تولید شد، نوبت به مرحله ی روبش می رسد. عملی که در این مرحله صورت می گیرد، زاویه گرفتن یا همان کج کردن پرتوی ساطع شده از لنزها است تا بدین ترتیب امکان انجام فرایند روبش سطح فراهم گردد. این روبش به صورت نقطه به نقطه انجام می شود تا یک خط روبش شکل گیرد و این فرایند خط به خط ادامه پیدا می کند.

علاوه بر امکان کج کردن پرتو در دو جهت، یک سیستم روبش باید از قابلیت های کنترلی مناسبی برخوردار باشد تا امکان پردازش نتایج حاصل از روبش پرتو امکان پذیر باشد. پردازش موفق نتایج روبش الکترونی، تنها در سایه ی نظم در روبش امکان پذیر است که خود نتیجه ی کنترل مناسب سیستم روبش بر زوایای کج شدن پرتو می باشد. به منظور کج کردن پرتوی الکترونی از دو سیم پیچ روبشی^{۱۳} استفاده می شود که هر دو با اعمال میدان های مغناطیسی عمود بر محور اپتیکی، پرتوی الکترونی را به سمت مناسب کج می کنند. اولین سیم پیچ، زاویه ی مناسب با محور اپتیکی را ایجاد می کند و دومی آن را به سمت محور اپتیکی برمی گرداند. این عمل به نحوی انجام می شود که پرتو بتواند از روزنه ی ورودی لنز نهایی وارد منطقه ی داخلی لنز نهایی شود (سیستم پیماشگر قبل از لنز نهایی قرار دارد). در این منطقه، قطر پرتو به طور مؤثر کاهش یافته و با ادامه دادن به مسیر خود، از محور اپتیکی زاویه می گیرد.

جزء چهارم SEM آشکارسازها هستند. پرتوی الکترونی تولید شده در تفنگ الکترونی با طی مسیری بسیار پیچیده از میان لنزهای متمرکز کننده، سیم پیچ های روبشی و لنز نهایی آماده سازی می شود. پرتوی نهایی به گونه ای است که نهایتاً دارای قطر مناسب، توزیع تراکمی خوب و حتی الامکان متقارن و دایره ای باشد. این پرتو روی سطح روبش می شود و با برخورد آن به هر واحد از سطح نمونه، واکنش متقابل پرتوی الکترونی و ماده رخ می دهد که موجب گسیل پرتو های خاصی می گردد. برای تصویر سازی، نیاز به جمع آوری این پرتوها و ترجمه ی آنها به یک تصویر دیجیتال عموماً دو بعدی است.

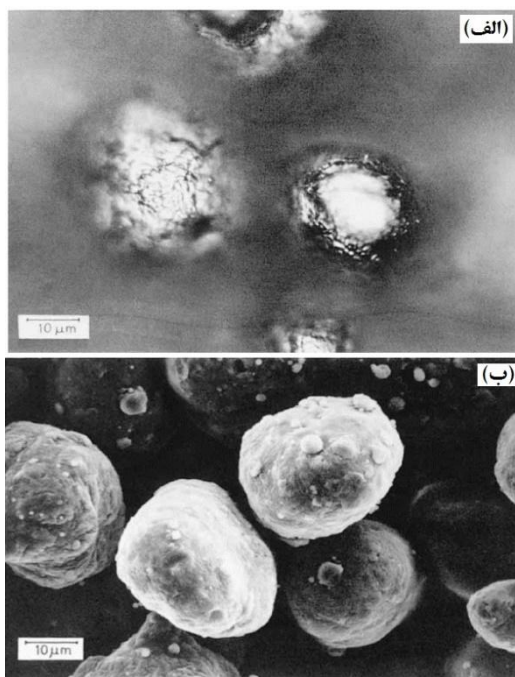
¹ scan coil

وظیفه ی سیستم روبشگر، حرکت دادن پرتوی الکترونی بر روی سطح نمونه است که توسط دو سیم-پیچ انجام می شود. علت استفاده از دو سیم پیچ به جای یک سیم پیچ، دستیابی به کنترل، دقت و بازده ی بالاتر است. برای دریافت و ترجمه ی پرتوهای گسیل شده از نمونه از آشکارسازها استفاده می شود. علاوه بر این، تقویت پرتوهای دریافت شده، جهت دستیابی به تصویری با کیفیت بهتر، به وسیله ی تقویت کننده ها انجام می شود.

پس از جمع آوری پرتوهای نشر شده از نمونه توسط آشکارسازها، نوبت به تشکیل تصویر با استفاده از آنها می رسد. این کار وظیفه ی سیستم تصویرسازی است. علاوه بر این، یک بخش مهم میکروسکوپ، سیستم خلأ آن می باشد. ستون میکروسکوپ به دلایل مختلفی باید به خلأ کافی برسد که این کار توسط پمپ های مربوطه انجام می شود. همچنین یکی از موضوعات مهم در میکروسکوپ ها، خطاهایی است که باعث می شوند تصویر از آنچه که از نظر تئوری انتظار می رود انحراف داشته باشد.

۴- شاخص های کلیدی در SEM

۴-۱- عمق میدان^{۱۴}



عمق میدان بزرگ یکی از مزایای SEM می باشد. عمق میدان فاصله ای است که می توان جسم را درون آن جابجا کرد، بدون آنکه چشم، تغییری در کیفیت تصویر آن تشخیص دهد و بتوان به طور همزمان تصویر واضحی از آن تهیه نمود. عمق میدان در SEMها، در بزرگنمایی های کمتر، بسیار بیشتر است. به طور مثال، عمق میدان در بزرگنمایی های زیر ۲۰، حدود ۲ میلیمتر است. بعلاوه، در یک بزرگنمایی ثابت، عمق میدان یک SEM بیش از ۱۰۰ برابر عمق میدان میکروسکوپ نوری است. شکل (۱۱) به خوبی اثر عمق میدان بالای یک SEM را در تهیه ی تصویر نشان می دهد.

شکل (۱۱) اثر عمق میدان در تهیه ی تصاویر از ذرات

از جنس آلیاژ آلومینیوم در (الف) میکروسکوپ نوری و (ب) SEM

¹ Depth of Field

۴-۲- قدرت تفکیک^{۱۵}

طبق تعریف، قدرت تفکیک عبارت است از حداقل فاصله ی دو نقطه ی غیر مشابه (با خصوصیت تصویری متفاوت) از نمونه که به صورت دو نقطه ی متفاوت (قابل تشخیص) بر روی تصویر دیده می شود. قدرت تفکیک در میکروسکوپ ها با رابطه ی زیر بیان می شود:

$$r = \frac{0.61\lambda}{\mu \sin\alpha}$$

(۱)

که در آن λ طول موج پرتوی تصویرساز، μ ضریب شکست محیط تصویر و α زاویه ی تصویرسازی می باشد. به کمک این رابطه به خوبی می توان قدرت تفکیک میکروسکوپ های نوری و الکترونی را مقایسه نمود. زاویه ی تصویرگیری در میکروسکوپ های الکترونی بسیار کمتر از میکروسکوپ های نوری است و از همه مهم تر طول موج پرتوهای الکترونی بسیار کمتر از پرتوهای نور مرئی می باشد (طول موج فوتون های نور مرئی ۳۹۰ تا ۷۵۰ نانومتر و طول موج رایج در میکروسکوپ های الکترونی رایج کمتر از ۰,۰۶ نانومتر است. این مقدار با افزایش ولتاژ شتاب دهنده ی میکروسکوپ الکترونی کاهش پیدا می کند). با توجه به اثر بسیار بزرگ تفاوت طول موج پرتوهای نوری و الکترونی، اثر تغییرات ضریب شکست ناچیز خواهد بود. بنابراین قدرت تفکیک میکروسکوپ الکترونی بسیار بهتر از میکروسکوپ نوری است. لازم به ذکر است که قدرت تفکیک همواره از قطر پرتوی الکترونی ورودی بزرگتر می باشد [۵]. الکترون های ثانویه دارای حد تفکیک بسیار بالایی هستند که علت این ویژگی این است که فضایی که الکترون های ثانویه از آن خارج می شوند، تقریباً برابر قطر پرتوی الکترونی اولیه است. به علت حد تفکیک کوچکتر الکترون های ثانویه، در بزرگنمایی های بسیار بالاترها از تصاویر الکترون های ثانویه استفاده می شود [۶].

۴-۳- بزرگنمایی^{۱۶}

در میکروسکوپ های نوری، لنزها در مسیر پرتوهای عبور یافته یا منعکس شده از سطح نمونه قرار گرفته و با تغییر زاویه ی حرکت پرتو و به دنبال آن تغییر محل تقاطع پرتوها، منجر به بزرگنمایی می شوند. این موضوع در مورد لنز شیئی در میکروسکوپ الکترونی عبوری (TEM) نیز صادق است. اما در SEM اینطور نیست. نکته ی بسیار مهم و جالب در رابطه با مکانیزم بزرگنمایی در SEM، این است که لنزها تنها مشخصات پرتوی الکترونی اولیه را تنظیم می کنند و بر مشخصات پرتوهای ساطع شده از نمونه تأثیری ندارند. از اینرو می توان گفت که لنزها در بزرگنمایی تصاویر SEM تأثیر مستقیمی ندارند. با این وجود باید به خاطر داشت که قطر و سایر مشخصات پرتوهای ساطع شده از نمونه متأثر از پرتوی الکترونی اولیه است که توسط لنزهای تعبیه شده در ستون اپتیکی آماده سازی شده است.

¹ Resolution 5
¹ Magnification 6

مکانیزم بزرگنمایی در میکروسکوپ الکترونی، در واقع نتیجه‌ی یک نسبت هندسی بوده و بر اساس رابطه‌ی زیر قابل محاسبه است:

$$M = \frac{L_{\text{CRT-Raster}}}{L_{\text{Sample-Raster}}} \quad (2)$$

که در آن، بزرگنمایی عبارت است از نسبت طول خط تصویری CRT به طول خط تصویری روی نمونه (یا نسبت ضلع مربع تحت اثر پرتو (روی نمونه) به ضلع مربع CRT). با توجه به ثابت بودن مشخصات CRT به عنوان یک عامل سخت افزاری، با کاهش اندازه‌ی مربع تحت اثر پرتو (که به آن قاب تصویر می‌گویند)، می‌توان بزرگنمایی را افزایش داد. بنابراین بزرگنمایی در SEM به وسیله‌ی جریان سیم پیچ‌های روبش X و Y مشخص می‌شود.

به عنوان مثال اگر پرتوی الکترونی، سطحی به اندازه‌ی ۱۰ در ۱۰ میکرومتر مربع را روی نمونه روبش کند و تصویر روی CRT، ۱۰۰ در ۱۰۰ میلیمتر مربع باشد، بزرگنمایی خطی ۱۰ هزار برابر خواهد بود. حال اگر بخواهیم بزرگنمایی خطی را به ۱۰۰ هزار برابر برسانیم، با توجه به ثابت بودن سخت افزاری ابعاد CRT، باید سطح روبش شده توسط پرتوی الکترونی را به مربعی با اضلاعی به اندازه‌ی ۰٫۱ میکرومتر کاهش دهیم. ممکن است به جای بزرگنمایی خطی از بزرگنمایی سطح و به جای استفاده از نسبت طول‌ها از نسبت مساحت‌ها استفاده شود [۷].

۵- خصوصیات نمونه‌های SEM

در اکثر SEM ها، نمونه‌ها بر روی یک نمونه‌گیر متصل به یک پایه نصب می‌شوند و به طور مستقیم یا پس از عبور از یک محفظه‌ی میانی، وارد محفظه‌ی اصلی می‌شوند. ابعاد نمونه با توجه به ابعاد هندسی محفظه و تجهیزات سخت افزاری عملیات روبش و آشکارسازی محدود می‌شود. این محدودیت ابعادی از جهت X، Y و Z وجود دارد که البته میزان این محدودیت به مدل دستگاه بستگی دارد. به دلیل محدودیت ابعادی نمونه‌ها معمولاً نیاز به کوچک کردن نمونه‌های اصلی وجود دارد.

صلب بودن نمونه‌ی مورد مطالعه از دیگر خواص لازم است. جامد بودن شرط لازم برای صلب بودن است، اما شرط کافی نیست. با توجه به مکش بسیار شدیدی که در حین برقراری خلأ در محفظه وجود دارد، علاوه بر جامد بودن نمونه، خشک بودن و عدم خروج مواد فرار، رطوبت و انواع چربی از نمونه بسیار حائز اهمیت است. خروج این مواد از نمونه می‌تواند باعث آلوده شدن محفظه، منافذ و مجاری سیستم خلأ و تداخل در مسیر و پراکندگی پرتوهای الکترونی گردد [۳].

۶- آماده سازی نمونه‌های SEM

۶-۱- تمیز کردن

هرگونه آلودگی و ماده ی اضافی موجود روی نمونه بر پردازش با اشعه ی ایکس و الکترون و تشکیل تصویر مناسب تأثیر می گذارد. این لایه ها و ذرات مزاحم، علائم ناخواسته تولید نموده و نتایج را تغییر می دهند. برای تمیز کردن نمونه از حلال های آلی چون استون، اتانول و متانول یا مخلوطی از آنها استفاده می شود.

۶-۲- ثابت کردن نمونه

برخی از نمونه ها به صورت پودری یا به صورت ترد (مانند دوده) هستند. اگر این نمونه ها در هنگام کار با SEM در محل نمونه گیر محکم نشوند، صدمات جدی به دستگاه و سیستم خلأ وارد می آورند. نمونه گیری از نمونه های پودری باید با دقت زیادی انجام شود. نمونه سازی با پودر معمولاً با استفاده از چسب های دوطرفه انجام می گیرد. این چسب ها از یک طرف به سطح نمونه گیر واسطه و از طرف با پودر تماس داده می شوند. برای پراکنده سازی خوب پودرها می توان از روش آلتراسونیک استفاده نمود.

نمونه ها در هنگام کار با میکروسکوپ باید کاملاً ثابت باشند که برای این منظور نمونه گیرهایی اختصاص داده شده است. اگر نتوان نمونه را در نمونه گیر جای داد، از انواع چسب های هادی مقاوم در برابر خلأ استفاده می شود.

۶-۳- برقراری اتصال الکتریکی

به دو علت نمونه یا حداقل سطح نمونه باید رسانای الکتریسیته باشد: (۱) عملیات روبش الکترونی انجام گیرد و امکان حرکت الکترون های پرتوی الکترونی روی سطح فراهم شود و (۲) پرتوهای الکترونی بازگشتی از نمونه در یک ناحیه تجمع نکنند. بدین ترتیب، باید سطح نمونه های SEM با نمونه گیر، پایه و ... یک مدار الکتریکی تشکیل دهند. پس اولاً سطح نمونه ها باید رسانا باشد و دوماً اتصال الکتریکی آن با نمونه گیر برقرار باشد. اگر رسانایی سطح نمونه به طور کامل برقرار نشود، الکترون ها تجمع نموده و این باعث شکسته شدن پرتو الکترونی و تغییر مسیر الکترون ها می شود. پیامد نامطلوب این پدیده، سفید شدن قسمت هایی از تصویر است که در این صورت امکان تشخیص جزئیات تصویر در منطقه ی سفید شده وجود نخواهد داشت. این پدیده شارژ سطحی الکترون^۷ نام دارد. برای رسانا کردن سطح نمونه های نارسانا معمولاً از بخار فلزاتی چون طلا، نقره، پالادیم، پلاتین و یا پوشش های کربنی استفاده می شود که به روش رسوب فیزیکی بخار^۸ یا کاندوپاش^۹ بر سطح اعمال می شود. نمونه ی این دستگاه در شکل (۱۲- الف) مشاهده می شود. ضخامت پوشش ایجاد شده بسیار کم است و تأثیری بر موفولوژی سطحی نمونه ندارد. حداقل ضخامت پوشش به ناهمواری سطح بستگی داشته و از ۵ آنگستروم برای سطوح میکروسکوپی تا ۱۰۰ آنگستروم برای سطوح صاف و ۱۰۰۰ آنگستروم برای سطوح زبر و خشن متغیر است [۷،۹]. شکل (۱۲- ب) یک عنکبوت را نشان می دهد که با طلا پوشش داده شده تا برای بررسی با SEM آماده شود [۷].

¹ Electron Surface Charging

¹ Physical Vapor Deposition

¹ Sputtering



(ب)



(الف)

شکل (۱۲) الف) شمایی از دستگاه کندوپاش جهت پوشش دهی نمونه ی SEM ب) عنكبوت پوشش داده شده با طلا جهت بررسی با SEM

۷- کاربردهای میکروسکوپ الکترونی SEM

SEM در مطالعات بسیاری از مواد نظیر فلزات، آلیاژها، مواد مغناطیسی، ابررساناها، نیمه رساناها، سرامیک ها، کامپوزیت ها، دوفلزی ها، پودرها، بلورهای یونی، پلیمرها، عایق ها، لاستیک ها و پلاستیک ها به کار برده می شود. SEM کاربردهای بسیاری نیز در فناوری نانو دارد که از این جمله می توان اندازه گیری محدوده ی اندازه ی نانوذرات و بررسی مورفولوژی آنها، بررسی ساختار نانوکامپوزیت ها، ساختار نانولوله ها، تغییرات نانوساختارها در عملیات مختلف، نانوالیاف، پوشش های نانوساختار، نانوساختارهای دارویی و نمونه های بیولوژیک در مقیاس نانو را نام برد [۱].

۸- مزایا و محدودیت های میکروسکوپ الکترونی SEM

از مزایای میکروسکوپ الکترونی SEM می توان به موارد زیر اشاره نمود [۸ و ۹]:

- ✓ امکان بررسی تقریبا تمامی انواع نمونه های هادی و چه غیرهادی؛
- ✓ عدم نیاز به نمونه های شفاف
- ✓ امکان تصویربرداری در سه بعد X، Y و Z؛
- ✓ راحت بودن کار با دستگاه
- ✓ سریع بودن کار با دستگاه؛
- ✓ نیاز به آماده سازی اولیه ی کم برای اغلب نمونه ها.

✓ میکروسکوپ الکترونی SEM دارای محدودیت‌هایی به شرح زیر است [۱۸]:

✓ گران، بزرگ و نیاز به محیطی عاری از تداخل‌های الکتریکی، مغناطیسی و ارتعاشی؛

✓ نیاز به خلأ بالا در سیستم؛

✓ وضوح پایین، معمولاً در بیشتر از چند ده نانومتر؛

✓ سیاه-سفید بودن تصاویر به دلیل استفاده از پرتوی الکترونی (با اینحال در سیستم‌های مدرن که مجهز به نرم

افزار آنالیز تصویر هستند می‌توان با ایجاد رنگ‌های مصنوعی (Pseudo-color) تصاویر نسبتاً رنگی به دست

آورد)؛

۹- مراجع

¹ http://en.wikipedia.org/wiki/Scanning_electron_microscope

² Goodhew, P. J., Humphreys, J., Beanland, R., "Electron Microscopy and Analysis", 3rd Edition. London: Taylor & Francis, (2001)

^۳ م. کرباسی، "میکروسکوپ الکترونی روبشی و کاربردهای آن در علوم مختلف و فناوری نانو"، چاپ اول، اصفهان: جهاد دانشگاهی واحد صنعتی اصفهان، (۱۳۸۸)

⁴ . <http://academic.uprm.edu/pcaceres/Courses/CHAMINA/HO5.pdf>

^۵ ی. خرازی و ا. ش. غفور، "ابزار شناسایی ساختار مواد"، چاپ اول، تهران: دانشگاه علم و صنعت ایران، (۱۳۸۰)

⁶ Sriamornsak, P., Thirawong, N., "Use of back-scattered electron imaging as a tool for examining matrix structure of calcium pectinate", International Journal of Pharmaceutics, Vol. 267, pp. 151–156, (2003).

⁷ . Zhou, W., Wang, Z. L. (Editors), "Scanning Microscopy for Nanotechnology - Techniques and Applications", New York: Springer, (2006).

⁸ . <http://www.microscopemaster.com/scanning-electron-microscope.html>

⁹ Goldstein, J. I., Newbury, D., Joy, D. C., Lyman, C. E., Echlin, P., Lifshin, E., Sawyer, L., Michael, J. R., "Scanning Electron Microscopy and X-Ray Microanalysis", 3rd Edition. New York: Kluwer Academic/Plenum, (2003).