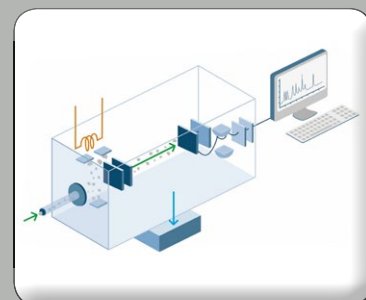


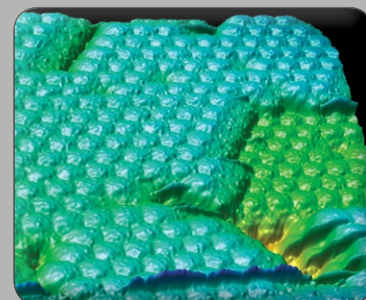
اصول و مفاهیم طیف سنج فوتوالکترون پرتو ایکس



معرفی آشکارساز الکترون‌های برگشتی در میکروسکوپ‌های الکترونی روبشی



مروری بر روش‌های یونیزاسیون مستقیم در طیف‌سنج جرمی



کاربردهای میکروسکوپ نیروی اتمی

همکاری حرفه‌ای بیش از ۵۴۰ کارشناس و متخصص در کارگروه‌های تخصصی شبکه آزمایشگاهی



نویسندگان

مینا محبی‌مراد^{۱*}
 مریم خسروی^{۲*}
 غلامرضا دهقانی^{۳*}

* M_mohebi32@yahoo.com

معرفی آشکارساز الکترون‌های برگشتی در میکروسکوپ‌های الکترونی روبشی

مقدمه

عملکرد سیستم اپتیکی - الکترونی لنز تمام میکروسکوپ‌های الکترونی روبشی، کانونی کردن پرتوی الکترونی نشر شده از تفنگ الکترونی به صورت باریکه‌ای ظریف روی سطح نمونه‌ی هدف، جایی که برهم‌کنش‌های الکترون - نمونه باعث تولید سیگنال‌های نشر مشخصی می‌شوند، است. جریان باریکه‌ی الکترونی و قدرت سیگنال نشرهای مختلف، با منبع تولید الکترون و سیستم لنزهای متمرکز کننده^۱ تعیین می‌شوند. این در حالی است که قطر باریکه و توانایی قدرت تفکیک^{۱۱}، به‌طور کلی با شکل هندسی تفنگ الکترونی و لنزهای نهایی^{۱۲} تعیین می‌شوند. در عمل، بهبود قدرت تفکیک تنها زمانی ممکن است که جریان باریکه افزایش یابد که در نتیجه‌ی آن، حداکثر جریان باریکه برای اندازه‌ی داده شده محدود می‌شود. سیگنال نشرهای متفاوت از برهم‌کنش‌های الکترواستاتیک بین باریکه یا الکترون‌های ورودی یا اولیه و نمونه‌ی هدف ناشی می‌شود. بعضی از این برهم‌کنش‌ها از نوع غیرالاستیک (مانند نشر الکترون‌های ثانویه) و بعضی دیگر الاستیک (مانند نشر الکترون‌های برگشتی) هستند. هر سیگنال از یک حجم نشر مشخصی از داخل نمونه‌ی هدف تولید می‌شود که اندازه‌ی هر کدام به عمق نفوذ الکترون‌های باریکه‌ی الکترونی، انرژی باریکه (ولتاژ شتاب دهنده)، قطر و مورفولوژی باریکه، ترکیب و ساختار بلوری نمونه بستگی دارد. در صورتی که باریکه‌ی الکترونی به داخل نمونه نفوذ کند، دافعه‌ی الکترونی بیشتری ایجاد می‌شود که این امر باعث کاهش قدرت تفکیک و کاهش قدرت سیگنال الکترون‌های نشر شده می‌شود. بنابراین، طیف انرژی الکترون‌های نشر شده شامل سه ناحیه مجزا است:

۱. الکترون‌های متفرق شده به صورت الاستیک با انرژی‌های مشابه انرژی باریکه الکترونی (E_0).
 ۲. الکترون‌های متفرق شده با انرژی بین E_0 تا 50 eV .
 ۳. الکترون‌های کم انرژی ($v \leq 50 \text{ e}$).
- الکترون‌های ثانویه در گروه (۳) جای می‌گیرند در حالی که الکترون‌های برگشتی، طبق قاعده باید در گروه (۱) قرار

چکیده

برهم‌کنش پرتوی الکترونی شتاب داده شده^۵ به نمونه‌ی هدف^۶، انواع مختلفی از برخورد‌های الاستیک^۷ و غیر الاستیک^۸ بین الکترون‌ها و اتم‌های نمونه را ایجاد می‌کند. پراکندگی الاستیک، مسیر پرتو الکترونی اولیه را هنگام برهم‌کنش با نمونه‌ی هدف بدون تغییر قابل توجهی در انرژی جنبشی آنها، تغییر می‌دهد [۱]. الکترون‌های برگشتی^۹، الکترون‌های اولیه‌ای هستند که از سطح نمونه با پراکندگی الاستیک بازگشت داده شده‌اند. آشکارسازهای BSE، الکترون‌هایی را که به صورت الاستیک پراکنده شده‌اند، جمع‌آوری می‌کند. این آشکارسازها در بیشتر موارد در بالای نمونه قرار داده می‌شوند و برای جمع‌آوری الکترون‌های برگشتی در جهات مختلف که به صورت تابعی از ترکیب شیمیایی نمونه منتشر می‌شوند، به کار می‌رود.

واژه‌های کلیدی

الکترون‌های برگشتی، پراکندگی الاستیک، کنتراست تصویر، میکروسکوپ الکترونی روبشی.

می‌کنند و توزیع الکترونی را به صورت یک ناحیه‌ی گلابی شکل درمی‌آورند. افزایش انرژی فقط طول مسیر الکترونی را افزایش می‌دهد مانند پوششی که پهن می‌شود اما به همان شکل باقی می‌ماند. اخیراً، امکان پیش‌بینی شکل این حجم با صحت بیشتر، با مشاهدات مستقیم مواد پلاستیکی که مورد بمباران الکترونی قرار گرفته و متحمل تغییرات شیمیایی زیادی می‌شوند، فراهم شده‌است که در آن به طور غیرمستقیم از روش شبیه‌سازی شده‌ی مونت کارلو^{۱۵} استفاده شده‌است. این رویکردها نشانگر این هستند که در موادی با عدد اتمی کمتر، حجم اندرکنش، ابعادی در حد چند میکرومتر و عمق بیشتری نسبت به پهنای دارد که نتیجه‌ی آن شکل گلابی مشخص حجم اندرکنش است. این شکل توضیح می‌دهد که پراکندگی غیرالاستیک در عدد اتمی کمتر با اهمیت‌تر است بنابراین، الکترون‌ها قادر خواهند بود بدون پراکندگی قابل توجهی نفوذ کنند. اما در صورتی که الکترون‌ها انرژی از دست بدهند، پراکندگی الاستیک مهم‌تر می‌شود و انحرافات افزایش یافته تا این که یک ناحیه‌ی پیاپی شکل ایجاد شود. هر چه عدد اتمی افزایش یابد، طول مسیر الکترونی کاهش می‌یابد، زیرا پراکندگی الاستیک بیشتر شده و زوایای پراکندگی افزایش می‌یابند. از این رو، انحرافات مسیر الکترونی از پرتوی موازی شده به سرعت افزایش یافته و یک حجم اندرکنش با ناحیه‌ی

کروی شکل را پدید می‌آورند. بخشی از پرتو الکترونی ورودی که دوباره به صورت BSE^{۱۶} ظاهر می‌شود (که به عنوان ضریب BSE شناخته شده و با η نشان داده می‌شود) با عدد اتمی نمونه افزایش می‌یابد و این امر با پراکندگی الاستیک در نزدیکی سطح نمونه ثابت باقی می‌ماند. در صورتی که عدد اتمی افزایش یابد، انرژی BSE نیز به سمت انرژی پرتوی ورودی E_0 افزایش می‌یابد. این امر باعث کاهش وابستگی η به جریان باریکه الکترونی یا ولتاژ شتاب‌دهنده می‌شود؛ یعنی کاهش جزئی مشاهده شده به صورت افزایش ولتاژ دیده می‌شود، ضمن اینکه تمایل η به کاهش جزئی در ولتاژهای پایین برای عناصر سنگین‌تر نیز مشاهده شده‌است. تغییرات در حجم اندرکنش شرح داده شده در بالا، وضوح تصویر هر سیگنال BSE را مشخص می‌کند، زیرا پراکندگی الکترون‌های اولیه حجم قسمتی از سطح را که نشر BSE اتفاق می‌افتد، افزایش می‌دهد. از این رو، در صورتی که حجم اندرکنش با افزایش عدد اتمی کاهش یابد، نمونه‌ها با عدد اتمی بالا باید تصاویر با وضوح بالاتری را ارائه دهند. گرچه وضوح تصویر BSE به مراتب بهتر از X-ray است اما نسبت به وضوح تصویر SE در مرتبه‌ی پایین‌تری قرار دارند زیرا نشر SE از ناحیه‌ی کوچکتر و نزدیک به سطح حجم اندرکنش (شکل (۱)) اتفاق می‌افتد. بنابراین، برای یک تابش نرمال دارای سطح مقطع کروی، سطح مقطع شدت نشر SE به صورت گوسین^{۱۷} است و نسبت سیگنال به نویز^{۱۸} خیلی کوچکتری نسبت به نشر BSE را دارا است.

گیرند. همچنین به علت اثرات ناچیز غیرالاستیک، بخش عمده‌ای از الکترون‌های گروه (۲) نیز به صورت الکترون‌های برگشتی نشر می‌شوند. میکروسکوپ‌های الکترونی رایج، از مشخصه‌های نشر الکترون‌های ثانویه‌ی سطوح ناهموار برای تولید تصاویر مبتنی بر توپوگرافی سطح استفاده می‌کنند. تصاویر الکترون‌های ثانویه^{۱۲} در بزرگنمایی‌های خیلی بالاتر از آنچه که در میکروسکوپ‌های نوری ممکن بود، به دست می‌آیند، این در حالی است که تلفیق مناسب تجهیزات میکروآنالیتیک پرتو ایکس (چه به صورت پراش انرژی یا به صورت پراش طول موج) تشخیص هم‌زمان ترکیب شیمیایی نمونه را نیز امکان‌پذیر می‌کند. سال‌هاست که این ویژگی‌ها، SEM را به دستگاهی محبوب در تحقیقات علوم پایه و مهندسی تبدیل کرده‌است. اما تصاویر مبتنی بر نشر الکترون‌های اولیه برگشتی نیز مورد توجه زیاد دانشمندان و محققان قرار گرفته‌است. BSE از داخل نمونه‌ی هدف تولید می‌شود و قادر به تهیه‌ی تصاویری مبنی بر ترکیب شیمیایی و ساختار بلوری است. ویژگی‌های BSE از SE متفاوت است و این امر باعث شده‌است که برای تهیه‌ی تصاویر مبتنی بر BSE به دستگاه آشکارساز مجزا، آماده‌سازی نمونه و تفسیر متفاوت تصاویر نیاز باشد. این مقاله به معرفی آشکارساز BSE، روش و جنبه‌های مختلف آن اشاره دارد که در ادامه به آن می‌پردازیم.

نشر و تشخیص الکترون‌های برگشتی BSE

■ نشر BSE

الکترون‌های برگشتی BSE، الکترون‌های اولیه‌ای هستند که از سطح نمونه به دو طریق به صورت تفرق الاستیک برگشت داده می‌شوند:

۱. میدان کولمب قوی هسته‌ی اتمی که می‌تواند باعث تولید سیگنال به بزرگی (≤ 90) با انحراف در مسیر پرتوی اولیه شود.
۲. پرتوهای اولیه که می‌توانند متحمل انحراف‌های کم زاویه چندگانه شوند که با هم شامل یک انحراف ≤ 90 می‌شوند.

هر دو نوع تفرق، باعث تولید BSE با انرژی‌های مختلف می‌شود که برخی از آنان انرژی تا حدی کمتر از انرژی پرتوی ورودی اولیه دارند و کمی از پراکندگی غیرالاستیک را به صورت جزئی شامل می‌شوند.

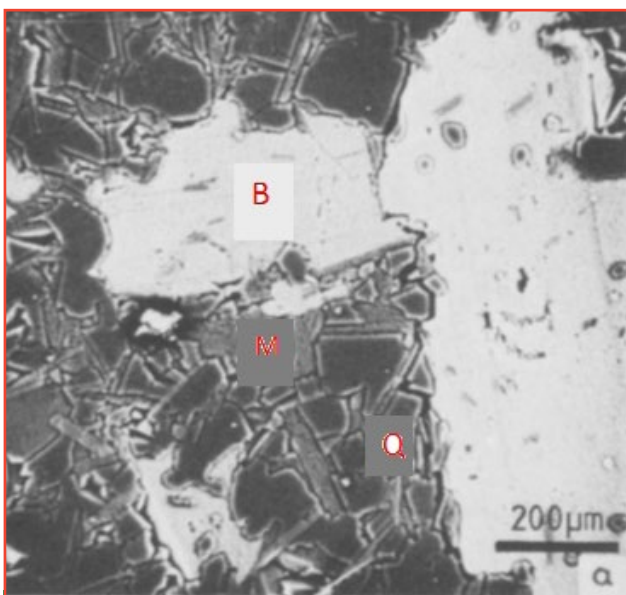
شکل حجم اندرکنش^{۱۴} بین پرتوهای ورودی اولیه و نمونه‌ی هدف توسط وانکوب و شیلدر در سال ۱۹۶۳ پیش‌بینی شده بود. الکترون‌های پرتو با انرژی مشابه با عمق بیشتری به داخل موادی با عدد اتمی کمتر، نفوذ

(پیکسل) از صفحه‌ی نمایش به وجود می‌آید. شدت تصویر در هر پیکسل با تعداد الکترون‌های نشر شده از نقطه متناظر در نمونه‌ی هدف و همچنین کنتراست تصویر به سادگی از تفاوت شدت پیکسل به پیکسل به دست می‌آید. کیفیت تصاویر حقیقی به تعداد نویزهای حاضر بستگی دارد. نویز اساساً ضمن تولید سیگنال، یا در میان تقویت سیگنال تولید می‌شود و سطح آن معمولاً با افزایش شدت سیگنال و کاهش سرعت روبش پروب الکترونی کاهش می‌یابد. با این حال، نویز تصویر بیشترین کنتراست ممکن BSE را نشان می‌دهد.

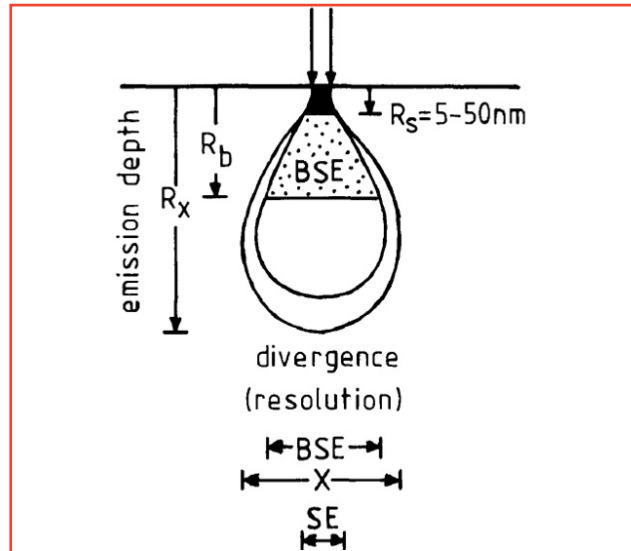
سیگنال الکترون‌های برگشتی BSE

■ عدد اتمی یا کنتراست Z

عدد اتمی یا کنتراست Z (شکل (۲)) راحت‌ترین تصویر قابل دستیابی BSE است که از وابستگی ضریب نشر BSE، η عدد اتمی نمونه‌ی هدف ناشی می‌شود. نمونه‌هایی که فقط شامل یک فاز هستند، Z و η ثابت است بنابراین، تصویر BSE بدون هیچ کنتراستی دارای شدت یکنواختی است، در حالی که در نمونه‌های چند فاز، Z و η از یک فاز به فاز دیگر متفاوت هستند، بنابراین تصویر BSE شامل شدت‌ها و کنتراست‌های متفاوتی است، طوری که فازها با Z بالاتر، روشن‌تر ظاهر می‌شوند (شکل (۳-الف)). تصاویر SE همان محدوده (شکل (۳-ب)) حاوی جزئیات کمتر (به خصوص وقتی سطح نمونه پولیش شده باشد) هستند زیرا نشر SE به طور قابل ملاحظه‌ای مستقل از Z است.



شکل ۲: تصویر عدد اتمی یا Z - کنتراست متاگری ویک هورنفلس. که مواد معدنی حاضر در نمونه به ترتیب روشنایی عبارتند از: کوارتز (Q)، مسکوویت (M) و بیوتیت (B).



شکل ۱: مقایسه‌ی گستره نفوذ (R_s ، R_b ، R_x) و (الکترون ثانویه، الکترون برگشتی، پرتو ایکس) برای سیگنال‌های نشر الکترون‌های ثانویه، الکترون‌های برگشتی و پرتو ایکس عناصر با اعداد اتمی پایین تا متوسط.

■ تشخیص الکترون‌های BSE

دستگاه آشکارساز اورهات-تورنلی^{۱۹} که در بیشتر میکروسکوپ‌های الکترونی روبشی برای جمع‌آوری الکترون‌های ثانویه به کار می‌رود، به دلیل جهت‌دار بودن و انرژی‌های بالاتر BSE، برای تشخیص BSE مناسب نیست. هر آشکارساز BSE باید به لحاظ شکل هندسی در برگرفته‌ی یک زاویه‌ی فضایی شکل باشد تا امکان جمع‌آوری پخش نشر BSE را که شکلی کسینوسی دارد، داشته باشد.

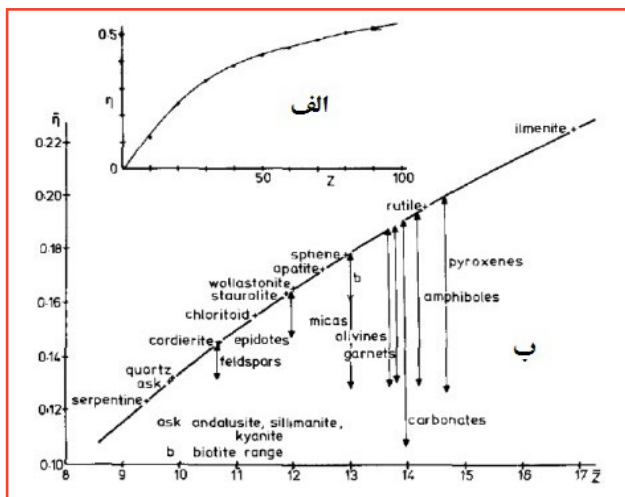
در عمل، استفاده از پرتو معمولی ورودی اولیه که در آن، محل قرارگیری آشکارساز به صورت عمودی بالای نمونه‌ی هدف قرار دارد، خیلی رایج است. پرتو الکترونی با عبور از یک حفره‌ی کوچک آشکارساز به نمونه برخورد می‌کند.

امروزه به طور عمده دو نوع آشکارساز BSE در دسترس است: آشکارساز فوتومولتی پلایر سوسوزن^{۲۰} و آشکارساز حالت جامد دیودی^{۲۱}. مزیت نسبی این دو دستگاه و اساس ساز و کار آنها در مقالات بعدی مورد بررسی قرار خواهد گرفت.

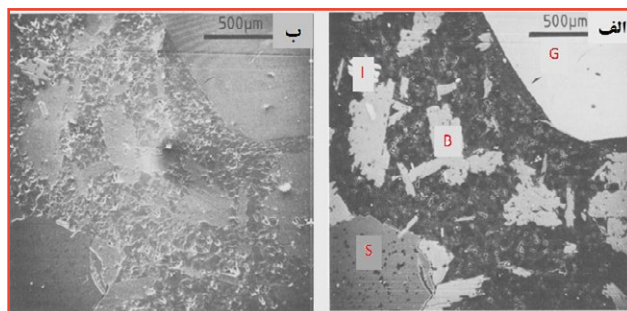
■ تشکیل تصویر BSE

سیستم تصویربرداری در SEM بر استفاده از لوله‌ی پرتوی کاتدی^{۲۲} مبتنی است. تصویرسازی با این روش در تمام دستگاه‌های تصویری مانند انواع تلویزیون‌ها و مانیتورها رایج بوده است و تا قبل از ابداع فناوری نمایش مبتنی بر استفاده از بلور مایع^{۲۳}، از عمومیت گسترده‌ای برخوردار بود [۲].

تشکیل هر تصویر BSE در CRT دستگاه SEM، مانند تمامی تصاویر SEM است. CRT همگام با عبور پرتو الکترونی روی نمونه‌ی هدف اسکن می‌شود، به طوری که یک تطابق یک به یک بین هر نقطه از نمونه و هر جزء



شکل ۳: ارتباط بین ضریب BSE (η یا $\bar{\eta}$) و عدد اتمی (Z یا \bar{Z}). (الف) عناصر خالص و (ب) سنگ تشکیل شده از مواد معدنی. مقادیر و از برنامه‌ی کامپیوتری MEATNO محاسبه شده‌است. تنوع در ترکیب شیمیایی باعث ایجاد گستره‌ای از و بنابراین تنوع در می‌شود که کنتراست‌های متفاوتی را ایجاد می‌کنند.



شکل ۴: (الف): تصویر Z-کنتراست یا عدد اتمی BSE متاگری و یک با مواد معدنی موجود در نمونه به ترتیب روشنایی: ماتریکس کوارتز و مسکویت (برای اطلاعات بیشتر به شکل (۲) مراجعه کنید). استارولیت پورفیروبلاستیک (S)، بیوتیت (B)، گارنت (G) و ماتریکس ایلمینیت (I). شکل را با آنچه که در معادله‌ی (۲) پیش شده یا آنچه که از شکل (۴) استنباط شده مقایسه کنید. (ب): تصویر همان ناحیه که با الکترون‌های ثانویه گرفته شده‌است. اثرات ناچیز Z-کنتراست و از بین رفتن توپوگرافی سطح به دلیل استفاده از نمونه‌ی پولیش داده شده کاملاً مشهود است. هر دو تصویر در ولتاژ ۳۰ کیلو ولت گرفته شده و نمونه با کربن پوشش داده شده‌است.

معادلات (۱) و (۲) به صورت نمودار برای عناصر خالص و بعضی از ترکیبات معدنی رایج، در شکل (۴) نشان داده شده‌است. مقادیر $\bar{\eta}$ و \bar{Z} با استفاده از برنامه کامپیوتری MEAT-NO به صورت زیر محاسبه شده‌اند:

$$\bar{Z} = \frac{\sum(N AZ)}{\sum(N A)} \quad \text{معادله‌ی (۴)}$$

که در آن: N تعداد اتم‌های هر عنصر با جرم اتمی A و عدد اتمی Z و $\sum NA$ جرم مولکولی است. توجه به این نکته ضروری است که مواد معدنی متعلق به سری مواد محلول - جامد (آمفی‌بول‌ها، پیروکسن‌ها و غیره) گستره‌ای از ترکیبات را شامل می‌شوند که مقادیر $\bar{\eta}$ و \bar{Z} را به دست می‌دهد، از این رو، تصاویر Z-کنتراست با شدت‌های متفاوت را ناشی می‌شوند [۳].

امروزه به طور عمده دو نوع آشکارساز BSE در دسترس است: آشکارساز فوتومولتی پلایر سوسوزن^{۲۵} و آشکارساز حالت جامد دیودی^{۲۶}. مزیت نسبی این دو دستگاه و اساس ساز و کار آنها در مقالات بعدی مورد بررسی قرار خواهد گرفت.

تصاویر BSE به طیف سیاه و سفید محدود می‌شوند زیرا فقط یک متغیر را که متوسط عدد اتمی است، ثبت می‌کنند. بنابراین آنها اطلاعات زیادی را به اندازه‌ی آنالیز ترکیب شیمیایی با استفاده از روش آشکارساز^{۲۷}EDS و^{۲۸}WDS منتقل نمی‌کنند. با این حال تصاویر BSE را می‌توان بسته به سرعت اسکن و در هر بزرگنمایی در محدوده‌ی دستگاه، تقریباً بلافاصله به دست آورد. از این رو، آشکارساز BSE ابزاری سریع در تشخیص تعداد فازهای موجود در یک نمونه و روابط بین آنها است.

نتیجه گیری

در نمونه‌های ناهموار و زبر، مشخصه‌های وابسته به نشر BSE می‌تواند برای تهیه‌ی تصاویر توپوگرافی به کار روند اما این ناهمواری و زبری، Z-کنتراست تصویر را کاهش می‌دهد. عملکرد هر سیستم BSE در بررسی توپوگرافی‌کی نمونه‌ها در نهایت به تفاوت Z بین اجزای فازها بستگی دارد. به طور کلی برای BSE بهتر است تمامی نمونه‌ها پولیش شوند از این رو باید از توپوگرافی سطح با استفاده از BSE اجتناب کرد.

ارتباط بین Z و η به طور تجربی برای عناصر به صورت زیر تعریف شده‌است:

$$\eta = \frac{\ln Z}{6} - \frac{1}{4} \quad (Z \geq 10) \quad \text{معادله‌ی (۱)}$$

با این حال بیشتر مواد معدنی، عناصر خالص نیستند و اغلب ترکیب‌های پلیمری هستند. در اینگونه موارد لازم است معادله‌ی (۱) با ضریب میانگین وزنی BSE تغییر کند.

$$\bar{\eta} = \sum_{i=1}^n C_i \eta_i \quad \text{معادله‌ی (۲)}$$

در این معادله: C_i غلظت وزنی هر عنصر در ترکیب و η_i ضریب عنصری BSE و n تعداد عناصر موجود در نمونه است. برای مشاهده‌ی جزء حقیقی در تصویر کنتراست Z، برخی از تفاوت‌ها در عدد اتمی باید نمایش داده شوند. برای دو ماده‌ی معدنی A و B این کنتراست به صورت زیر مشخص می‌شود:

$$\delta = \frac{\text{signal (max)} - \text{signal (min)}}{\text{signal (max)}} \quad \text{معادله‌ی (۳)}$$

پی نوشت

۱. کارشناس ارشد شیمی آلی، پژوهشگاه شیمی و مهندسی شیمی ایران
۲. مهندسی برق الکترونیک، پژوهشگاه پلیمر و پتروشیمی ایران
۳. مهندسی مواد متالورژی، مرکز پژوهش متالورژی رازی
۴. عضو کارگروه تخصصی میکروسکوپ الکترونی روبشی شبکه آزمایشگاهی

5. accelerated electron beam
6. Sample target
7. Elastic scattering
8. Inelastic scattering
9. Back scattered electron (BSE)
10. Condenser lens
11. resolution
12. Objective lens
13. Secondary electron (SE)
14. Interaction volume
15. Monte carlo simulation technique
16. BSE coefficient
17. Gaussian
18. Signal- to- noise
19. Everhart- Thornley
20. Scintillator- Photomultiplier
21. Solid- state detector
22. Cathode Ray Tube (CRT)
23. Liquid Crystal Display (LCD)
24. Z- contrast
25. Scintillator- Photomultiplier
26. Solid- state detector
27. Energy dispersive x-ray spectroscopy
28. Wavelength dispersive x-ray spectroscopy

مراجع

- [1] <http://serc.carleton.edu>
- [2] <http://edu.nano.ir>
- [3] Lloyd. G. E., 1987, "Atomic number and crystallographic contrast images with the SEM: a review of backscattered electron techniques," Mineralogy Mag., 51. pp. 3-19

Backscattered Electron Detector Introduction in Scanning Electron Microscope

Abstract

Interaction of an accelerated electron beam with a sample target produces a variety of elastic and inelastic collisions between electrons and atoms within the sample. Elastic scattering changes the trajectory of the incoming beam electrons when they interact with a target sample without significant change in their kinetic energy. Backscattered electrons (BSE) are incident electrons reflected back from a target specimen by elastic scattering and imaged with scanning electron microscope (SEM). BSE detectors are typically placed above the sample in the sample chamber based on the scattering geometry relative to the incident beam often with separate components for simultaneous collection of back-scattered electrons in different directions. BSE detectors above the sample collect electrons scattered as a function of sample composition.

Author

Mina Mohebimorad^{1,4*}

Maryam Khosravi^{2,4}

Gholamreza Dehghani^{3,4}

*M_mohebi32@yahoo.com

1. Master of Science in Organic Chemistry, Chemistry and Chemical Research Center of Iran
2. Electronic Engineering, Iran Polymer and Petrochemical Institute
3. Material and Metallurgical Engineering, Razi Metallurgical Research Center
4. Iran laboratory network SEM Experts Workgroup



Keywords

backscattered electron, elastic scattering, contrast images, scanning electron microscope.