

نویسندگان

سید مصطفی میرحسینی سرجمع^۱روشنک ساده^۲نقیسه هاشمیان کاخکی^۳سولماز امیرشکاری^۴

m.m.sarejam@gmail.com

اصول تصویربرداری در ولتاژهای بسیار پایین با میکروسکوپ الکترونی روبشی



چکیده

پیشرفت‌های فنی در زمینه میکروسکوپ الکترونی با قدرت تفکیک بالا در ولتاژ پایین، مانند استفاده از آشکارسازهای جدید و کاهش خطای کروماتیک، این امکان را فراهم نموده است تا اطلاعات ارزشمندی در رابطه با مواد نارسانا که پیش از این تصویربرداری از آنها در میکروسکوپ‌های الکترونی با مشکلاتی همراه بوده است، به دست آید. همچنین از مزایای میکروسکوپ الکترونی روبشی با ولتاژ پایین می‌توان به کاهش تخریب نمونه‌های شکننده، کاهش حجم برهم‌کنش بین الکترون و ماده، کاهش شارژ الکترونی نمونه‌های نارسانا و محدوده انرژی الکترون‌ها اشاره نمود. بنابراین، انتخاب شرایط بهینه عملی در میکروسکوپ الکترونی روبشی، به منظور دستیابی به جزئیات واقعی از سطح نمونه‌ها، از اهمیت بسیار زیادی برخوردار است.

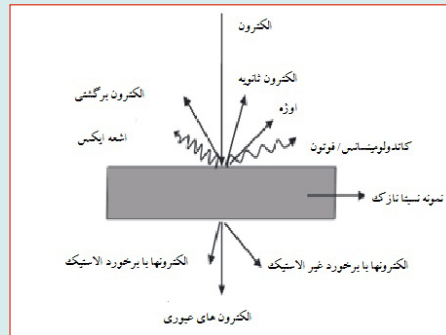
واژه‌های کلیدی

میکروسکوپ الکترونی روبشی با ولتاژ پایین، قدرت تفکیک بالا، آشکارسازهای جدید، خطای کروماتیک، شارژ الکترونی، حجم برهم‌کنش.

مقدمه

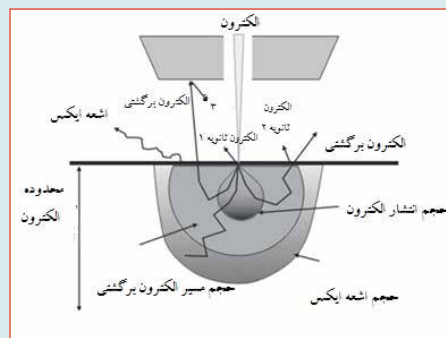
تصویربرداری با میکروسکوپ الکترونی، نقشی مهم و اساسی در شناسایی ساختار نانومواد ایفا می‌کند و دریچه‌ای به درک رابطه بین خواص مواد و ساختارشان می‌گشاید. مطالعات بسیاری درخصوص برهم‌کنش‌های بین الکترون و ماده از زمان کشف الکترون توسط تامسون در سال ۱۸۹۷ انجام شده است. الکترون‌های پر انرژی پس از برخورد به ماده، باعث یونیزاسیون و خارج شدن الکترون از مدارهای داخلی اتم‌های ماده می‌شوند؛ به این پدیده یونیزاسیون تابشی گفته می‌شود. این پدیده به عنوان مزیت در میکروسکوپ‌های الکترونی محسوب می‌شود، زیرا باعث تولید دامنه گسترده‌ای از سیگنال‌های ثانوی نظیر الکترون‌های ثانویه، الکترون‌های برگشتی و پرتو ایکس می‌شود. ساختار نمونه‌ای که در معرض تابش باریکه الکترونی قرار می‌گیرد، بسته به ولتاژ شتاب‌دهنده پرتو ممکن است آسیب ببیند. استفاده از باریکه الکترونی با ولتاژ شتاب‌دهنده پایین موجب کاهش میزان انرژی و نیز کاهش شتاب الکترون برخوردی به نمونه می‌شود. این امر ممکن است باعث کاهش سیگنال‌های ساطع شده از نمونه و کاهش کیفیت تصویربرداری شود؛

اما پیشرفت‌های اخیر آشکارسازها، دوربین‌ها، بکارگیری ضرایب تصحیح و غیره تا حدودی سبب بهبود این مشکل شده‌اند. در شکل (۱) سیگنال‌های متفاوت تولید شده از برهم‌کنش باریکه الکترونی اولیه با نمونه، الکترون‌های ثانویه و برگشتی، الکترون‌های عبور کرده (در صورتی که نمونه به اندازه کافی نازک باشد)، الکترون‌های اوژه، پرتوایکس و فوتون‌ها نشان داده شده است [۱].



شکل ۱: سیگنال‌های تولید شده در هنگام برخورد باریکه الکترونی اولیه با نمونه نسبتاً نازک

هنگامی که باریکه الکترونی روبشی به سطح نمونه برخورد می‌کند، هر یک از سیگنال‌های ثانویه ایجاد شده (شکل ۱)، دارای محدوده و توزیع فضایی در داخل نمونه هستند که به آن حجم برهم‌کنش گفته می‌شود. این حجم برهم‌کنش به ولتاژ شتاب‌دهنده و نوع ماده بستگی دارد [۲-۵]. شکل (۲) نمایی از حجم برهم‌کنش باریکه الکترونی، نمونه و نیز محدوده سیگنال‌ها را در میکروسکوپ الکترونی روبشی نشان می‌دهد.



شکل ۲: نمایی از حجم برهم‌کنش باریکه الکترونی و نمونه در میکروسکوپ الکترونی روبشی

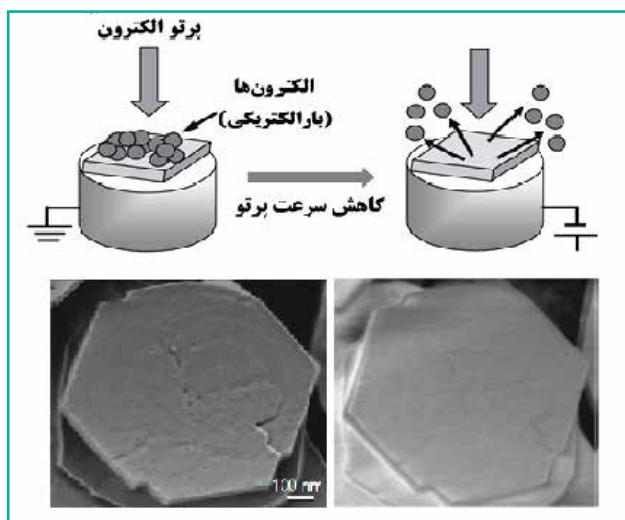
میکروسکوپ الکترونی روبشی ولتاژ پایین

الکترونی به طور اساسی در مقایسه با آن‌هایی که در ولتاژ بالا کار می‌کنند، کاهش می‌یابد. علت این است که الکترون‌های با انرژی کمتر، سریع‌تر انرژی خود را از دست می‌دهند و بنابراین، میانگین طول پویش آزاد، مسیر آزاد میانگین و عمق نفوذ آن‌ها در داخل نمونه کاهش می‌یابد. در این حالت، سیگنال‌های خارج شده از نمونه به دلیل اینکه از حجم کمتری خارج شده‌اند، حاوی جزئیات بیشتری از سطح نمونه هستند و باعث افزایش قدرت تفکیک تصویر می‌شوند. البته حجم برهم‌کنش به عدد اتمی نیز بستگی دارد و مسیر آزاد میانگین الکترون در موادی که عدد اتمی (Z) پایین‌تری دارند، افزایش می‌یابد.

شکل (۳-الف) نشان می‌دهد که میزان الکترون‌های برگشتی با عدد اتمی نمونه رابطه مستقیم دارد، اما در برخی عناصر در ولتاژ پایین (کمتر از ۵ کیلوولت) الکترون‌های برگشتی رفتار متفاوتی دارند. شکل (۳-ب) نشان می‌دهد در موادی با عدد اتمی کمتر از ۳۰ مانند کربن و آلومینیوم با کاهش انرژی پرتو الکترونی فرودی، الکترون‌های برگشتی افزایش می‌یابند و برای موادی با عدد اتمی

در دهه گذشته، پیشرفت‌های بسیار مهمی در زمینه قابلیت‌های میکروسکوپ الکترونی روبشی، مانند مشاهده نانومواد با نشان دادن جزئیات سطحی خاص و قدرت تفکیک بالا، به ویژه با اعمال ولتاژهای پایین، به‌وجود آمده است. میکروسکوپ‌های الکترونی روبشی قدیمی در محدوده ۱۵ تا ۴۰ کیلوولت مورد استفاده قرار می‌گرفتند، اما پیشرفت‌های تجهیزاتی اخیر به‌ویژه در صنعت نیمه‌رساناها امکان تصویربرداری در ولتاژهای خیلی پایین‌تر از ۱۰ کیلوولت را برای این میکروسکوپ‌ها مهیا ساخته است. استفاده از ولتاژهای خیلی پایین امکان تصویربرداری از نمونه‌های نارسا و همچنین تصویربرداری با قدرت تفکیک بسیار بالایی از سطح نمونه را فراهم می‌کند. در میکروسکوپ‌های الکترونی روبشی که در ولتاژ پایین کار می‌کنند، حجم برهم‌کنش بین نمونه و باریکه

سرعت الکترون‌های پرتو) است. با توجه به ولتاژ کاری تفنگ الکترونی برای کاستن اثرات باردار شدگی خطی و منطقه‌ای سطح نمونه به نمونه ولتاژ بایاسی اعمال می‌شود (شکل ۴).



شکل ۴: شکل بالا طرحی از کاربرد روش کاهش سرعت الکترون‌های پرتو با استفاده از ولتاژ بایاس و در پایین، تصویر پلیمری در ولتاژ ۵/۰ کیلوولت قبل از استفاده از ولتاژ بایاس در سمت راست و بعد از استفاده از ولتاژ بایاس در سمت چپ.

همچنین کاهش آلودگی نمونه باعث افزایش نمایش جزئیات موجود در سطح نمونه می‌شود که زمانی بیشترین تأثیر را خواهد داشت که سطح نمونه نسبتاً صاف بوده و یا در صورت پودری بودن، پودرها خوب پراکنده شده باشند زیرا وجود تغییرات بیش از اندازه در پستی و بلندی سطح مشکل ایجاد می‌کند.

بزرگ شدن قطر پرتو الکترونی:

براساس روابط دی‌بروی گلی استفاده از ولتاژ پایین، منجر به افزایش طول موج الکترون‌ها و در نتیجه افزایش قطر پرتوی خروجی می‌شود که برای غلبه بر این مشکل باید از دریچه‌ای با زاویه همگرایی زیاد استفاده شود.

محدودیت دستگاهی:

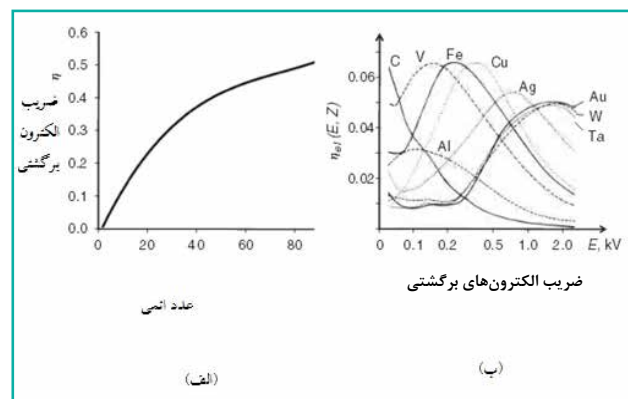
در برخی موارد به‌منظور کار در ولتاژهای پایین نیاز به نزدیک کردن بیش از اندازه لنز به نمونه است، لذا برای بالا بردن قدرت تفکیک نیاز به استفاده از محافظ‌های مغناطیسی مناسب و بهبود پایداری و کاستن آلودگی تجهیزات است. همچنین در مواردی، استفاده از نمونه‌های زیستی در خلأ خیلی پایین باعث بهبود کیفیت تصاویر می‌شود.

اجزای میکروسکوپ الکترونی روبشی ولتاژ پایین

تفنگ الکترونی

در تفنگ الکترونی میکروسکوپ‌های الکترونی روبشی به‌طور معمول از فیلامنت‌های نشر حرارتی تنگستنی (W)، هگزا بوراید

بیشتر از ۳۰ مانند طلا و تنگستن کاهش می‌یابند. بنابراین، براساس این طرح، تصویربرداری با BSE ممکن است در ولتاژهای پایین تا حدودی پیچیده باشد و کاربر باید نسبت به تفسیر نتایج دقت بسیاری داشته باشد [۶-۷].



شکل ۳: (الف) ضریب الکترون‌های برگشتی (η) تابعی از عدد اتمی Z (ب) ضریب الکترون‌های برگشتی مواد مختلف تابعی از انرژی پرتو الکترونی

الکترونی

محدودیت‌های میکروسکوپ الکترونی روبشی ولتاژ پایین

تصویربرداری در ولتاژهای خیلی پایین همیشه با محدودیت‌های بسیاری همراه بوده است و از همان ابتدا این محدودیت‌ها در تجهیزات میکروسکوپ‌های الکترونی روبشی به وضوح مشخص شده‌اند (اوتالی و همکارانش، ۱۹۶۵) [۳] برخی از این محدودیت‌ها عبارت بودند از:

کاهش شدت روشنایی در تفنگ الکترونی:

در تفنگ‌های الکترونی نشر حرارتی که بر مبنای روش ترمیونی عمل می‌کنند با گرم شدن تفنگ الکترونی تا دمای بسیار بالا، درصد معینی از الکترون‌های آن به سطح مشخصی از انرژی می‌رسند و می‌توانند سطح آن را ترک کنند اما بر طبق محاسبات لانگمور^۷ (۱۹۳۷) تصویربرداری در ولتاژهای پایین موجب می‌شود که بخش زیادی از الکترون‌های پرتو الکترونی شتاب نگرفته و در اثر همان شتاب اولیه خارج شود و این موضوع کاهش شدید قدرت تفکیک را در پی داشت [۴].

خطای لنزها:

برای بالا بردن قدرت تفکیک در ولتاژهای پایین باید در مسیر پرتو الکترونی از دریچه‌ای با زاویه همگرایی کم استفاده می‌شد که خود منجر به خطای کروی و رنگی و در نتیجه از دست دادن وضوح تصویر می‌گردید، بنابراین، نیاز به استفاده از تصحیح‌گرهای قوی وجود داشت.

کاهش سرعت الکترون‌های پرتو: یکی از روش‌های کاهش اثرات خطای لنزها و بهبود بازده میکروسکوپ‌های الکترونی روبشی در ولتاژهای پایین، استفاده از میدان تاخیری (کاهش

نتیجه به‌طور نسبی از نفوذ میدان‌های مغناطیسی منحرف کننده جلوگیری شود. به‌طور معمول از فناوری لنز کنترل زاویه، فیلترهای انرژی و تکفام سازها (برای اصلاح اثر خطای رنگی و کروی) نیز استفاده شده که در نهایت موجب افزایش بازده آنالیز عنصری و همچنین افزایش وضوح روشنایی و قدرت تفکیک در تصویر به ویژه در ولتاژهای پایین می‌شود.

امکانات جدید در راستای بهبود آشکارسازها و استفاده از فیلتر انرژی

آشکارساز الکترون ثانویه

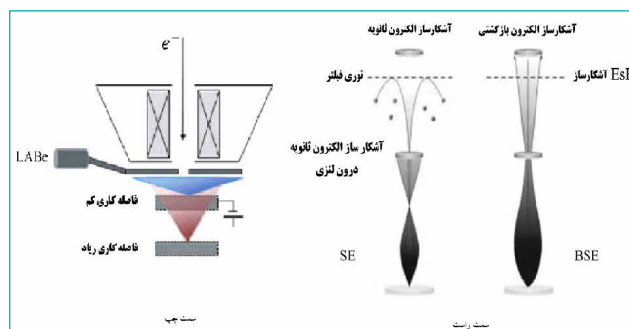
به‌منظور رسیدن به بالاترین حد قدرت تفکیک در میکروسکوپ الکترونی روبشی بدون افزایش ولتاژ باید فاصله کانونی لنز نهایی (فاصله کاری) را کم کرد و نمونه را در شاری از میدان لنز غوطه‌ور قرار داد، اما در این حالت آشکارساز درون لنزی الکترون ثانویه با مشکل اساسی روبه‌رو خواهد شد و اینکه الکترون‌های جمع شده حاوی الکترون‌های بسیار کم انرژی است که به‌طور عمده از بار سطحی نمونه تأثیر می‌پذیرد و موجب کاهش کیفیت تصویر می‌شود؛ در این راستا، در لنزهای غوطه‌ور صنعتی از فیلتر EXB و فیلتر آر^{۱۰} که به دو روش متفاوت عمل می‌کنند، استفاده می‌شود. مجموعه فیلتر EXB را می‌توان همچون لوله‌ای تصور کرد که با آشکارساز درون لنزی الکترون ثانویه ترکیب می‌شود و تنها اجازه عبور الکترون‌ها با انرژی جنبشی معینی را می‌دهد. استفاده از ولتاژ مثبت برای لوله، منجر به عبور الکترون‌های ثانویه و بازگشتی از داخلش می‌شود و به‌واسطه فیلتر EXB، الکترون‌های بازگشتی به الکترون‌های ثانویه تبدیل شده و با آشکارساز درون لنزی الکترون ثانویه جذب می‌شوند. این حالت باعث تولید تصاویری با حساسیت بسیار بالا از سطح نمونه در ولتاژهای پایین می‌شود اما بار سطحی به شدت بر آن تأثیر می‌گذارد. شایان ذکر است که استفاده از ولتاژ منفی برای لوله، منجر به عبور الکترون‌های پراثری‌تر و به موجب آن تصاویر حاوی اطلاعات الکترون‌های بازگشتی می‌شود. فیلتر آر که به‌صورت استوانه‌ای در کنار لنز نهایی تعبیه می‌شود، قابلیت انتخاب و اعمال محدوده ولتاژ گسترده‌ای نسبت به فیلتر EXB را دارد و به واسطه ترکیب با آشکارساز درون لنزی الکترون ثانویه این توانایی را به آن می‌دهد تا در حالت‌های مختلفی کار کند، این حالت‌ها عبارتند از: الف) الکترون ثانویه (SE)، ب) ترکیب الکترون ثانویه و الکترون بازگشتی (Sb و Bs)، ج) الکترون بازگشتی (BE). انتخاب و جذب الکترون‌های بسیار کم انرژی، حالت الکترون ثانویه (SE) را ایجاد می‌کند. در حالت دیگر، الکترون‌های بسیار کم انرژی حذف شده و از الکترون‌های پر انرژی‌تر استفاده می‌شود (Sb). در (Bs) آشکارساز با الکترون‌های انرژی بالاتر، تصاویری مشابه تصاویر الکترون‌های بازگشتی می‌دهد. در (BE) با پر انرژی‌ترین الکترون‌ها به‌طور کامل از ورود الکترون‌های کم انرژی‌تر جلوگیری می‌شود. بنابراین، تصویری که توسط

لانتانیم (LaB₆)، نشر حرارتی میدان شاتکی^۸ و نشر میدانی استفاده می‌شود [۵]. فیلامنت نشر حرارتی تنگستنی نیاز به دمای کاری بین ۲۵۰۰ تا ۳۰۰۰ درجه کلوین دارد و این دمای کاری بالا موجب کم شدن عمر فیلامنت و در نتیجه (به‌طور معمول و با توجه به نوع کاربرد در حدود ۱۰۰ ساعت است) باعث گسترده‌گی محدوده انرژی الکترون‌های تولید شده نیز می‌شود و این یکی از بزرگترین عیوب فیلامنت تنگستنی محسوب می‌شود. در فیلامنت نشر حرارتی هگزا بوراید لانتانیم (LaB₆) دمای کاری پایین‌تر از فیلامنت نشر حرارتی تنگستنی است ولی روشنایی پرتو الکترونی آن بیش از ده مرتبه از فیلامنت نشر حرارتی تنگستنی بیشتر است اما محدوده انرژی الکترون‌های آن گسترده است [۶]. فیلامنت‌های شاتکی و نشر میدانی دارای دو مزیت اساسی هستند: نخست اینکه اختلاف انرژی الکترون‌های تولید شده بسیار کم است و دیگر اینکه پرتویی با روشنایی چند صد برابر نسبت به فیلامنت نشر حرارتی هگزا بوراید لانتانیم تولید می‌کنند. کار در ولتاژهای پایین نیازمند فیلامنتی است که بتواند در دمای کاری پایین روشنایی بسیار خوبی داشته باشد و گستره طول موج الکترون‌های خروجی آن در محدوده بسیار کوچکی باشند. با وجود اینکه دو فیلامنت شاتکی و نشر میدانی این دو شرط را تا حدودی برآورده می‌کردند اما برای تصویربرداری و آنالیز در ولتاژهای پایین نیاز به پیشرفت‌هایی در ابزارهای میکروسکوپ‌ها بود، در این راستا، در دهه اخیر پژوهشگران چندین مرتبه فناوری تولید تفنگ الکترونی نشر میدانی را ارتقاء دادند و در نهایت به همراه افزایش قدرت تفکیک از نواقص موجود در ولتاژهای پایین کاستند. این پژوهشگران در راستای افزایش بازده الکترون‌های جذب شده توسط آشکارسازها به‌ویژه آشکارساز الکترون ثانویه در هر ولتاژ کاری از لنزهایی که در درون تفنگ الکترونی تعبیه شده بود استفاده نمودند، این فناوری باعث افزایش ده برابری الکترون‌های جذب شده و در نتیجه افزایش قدرت تفکیک می‌شود، همچنین افزودن لنز کنترل زاویه^۹ در لنز چشمی منجر به تولید پرتویی با قطر باریک‌تر و مطلوب‌تر می‌شود. در نتیجه، با طراحی‌های اخیر امکان میکرو آنالیز در ولتاژهای پایین بدون نیاز به کاهش اندازه پرتو میسر می‌شود [۷].

ستون میکروسکوپ الکترونی روبشی

در تصویربرداری ولتاژ پایین برای دستیابی به قدرت تفکیک بالا نیاز به پرتویی بسیار باریک با قطر کوچک است و این امر با تعبیه دریچه‌هایی در مسیر پرتو الکترونی حاصل می‌شود. بهترین اطلاعات آنالیز عنصری از پرتو الکترونی با قطر بزرگ و با بازده بالایی از جریان حاصل شده و این امر باعث می‌شود که در حالت آنالیز عنصری قدرت تفکیک تصویر، کاهش اندکی یابد. در سال‌های اخیر برخی از تولیدکنندگان میکروسکوپ‌های الکترونی برای ترکیب کردن این دو مفهوم از روش خاصی برای تولید پرتو با بازده بالا از لنزهای چشمی ترکیبی (هیبریدی) استفاده می‌کنند و این امر باعث تولید تصویری با قدرت تفکیک مناسب به همراه بازده آنالیز عنصری بالا می‌شود. لنزهای ترکیبی حاصل از ترکیب لنزهای الکترواستاتیک و الکترومغناطیسی هستند. ترکیب این لنزها موجب شده‌است تا اثر میدان مغناطیسی روی نمونه کاهش یابد و در

شده^{۱۴} نام دارد که آشکارسازی حلقوی با هشت قسمت یکسان است. این ساختار به آشکارساز اجازه می‌دهد تا الکترون‌های بازگشتی را تحت زوایای مختلف جذب کند. همچنین توانایی ترکیب با لنزهای غوطه‌ور و سامانه استفاده از ولتاژ بایاس را در نمونه دارد. نوع دیگری از آشکارساز نیمه‌رسانا، آشکارساز زاویه کوچک الکترون بازگشتی^{۱۵} است، همان‌طور که در شکل (۶) نشان داده شده‌است این آشکارساز قابلیت کار در دو حالت را دارد: اول اینکه همچون آشکارسازهای قدیمی، الکترون بازگشتی می‌تواند برای ولتاژهای متوسط در فاصله کاری زیاد کار کند و با زاویه زیاد به آشکارسازی بپردازد. دوم اینکه در ولتاژهای پایین در فاصله کاری کم کار کند و با زاویه کم به آشکارسازی الکترون‌های بازگشتی با قدرت تفکیکی در حد نانومتر بپردازد. به‌ویژه اینکه در صورت وجود بار سطحی روی نمونه آشکارساز مناسبی برای تصویربرداری محسوب می‌شود [۱۷].

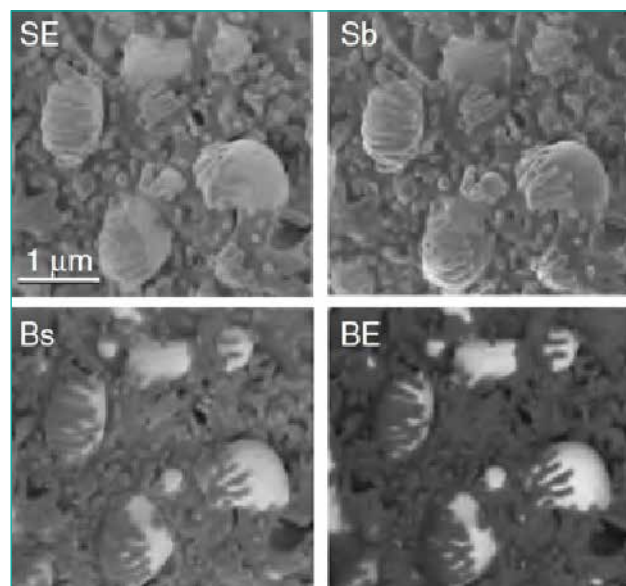


شکل ۶: در سمت راست طرحی از آشکارساز EsB و در سمت چپ طرحی از آشکارساز LArBe.

مثال‌هایی از آماده سازی نمونه‌ها برای کار با میکروسکوپ الکترونی روبشی ولتاژ پایین

مطالعه در مورد کاربرد میکروسکوپ الکترونی روبشی برای انواع مواد، بدون در نظر گرفتن مباحث مربوط به آماده‌سازی نمونه‌ها، کامل نخواهد بود. بیشتر نمونه‌هایی که با میکروسکوپ الکترونی روبشی مورد بررسی قرار گیرند، نمونه‌های ایده‌آلی نیستند. برخی از آن‌ها نارسا و عده‌ای نسبت به بمباران الکترونی حساس هستند. استفاده از میکروسکوپ الکترونی روبشی با ولتاژ پایین، می‌تواند تا حدودی این مشکلات را تسهیل کند هر چند برای برخی نمونه‌ها، ایجاد تعادل بار الکتریکی^{۱۶} توسط ولتاژهای پایین، بنابر دلایلی بسیار مشکل است. برخی از این دلایل عبارتند از: قراردادن نمونه روی پایه^{۱۷} و ایجاد مسیر مناسب برای برقراری جریان الکتریکی، تغییرات وسیع در توپوگرافی نمونه که می‌تواند منجر به توزیع بار غیریکنواخت شود و ابعاد نمونه که در این مورد، هر چه نمونه کوچکتر باشد مشکل تعادل بار کمتر می‌شود. به‌عنوان مثال، در مورد نمونه‌های پودری توصیه می‌شود که پیش از تصویربرداری، به خوبی روی پایه توزیع شوند که این کار بسته به ابعاد ذرات توسط پراکندن پودر در حلال با استفاده از دستگاه التراسونیک و ریختن قطره‌ای از آن بر پایه یا پاشیدن مقدار کمی

آشکارساز درون لنزی الکترون ثانویه و به کمک فیلتر آر تولید می‌شود با دقت بسیار بالایی بیانگر کنتراست^{۱۱} الکترون بازگشتی است. همان‌گونه که در شکل (۵) نشان داده شده‌است قابلیت‌های فیلتر آر موجب می‌شود تا آشکارساز درون لنزی الکترون ثانویه بتواند تصاویری مطلوب‌تر و با وضوح مختلف در ولتاژهای پایین تهیه کند [۱۷].



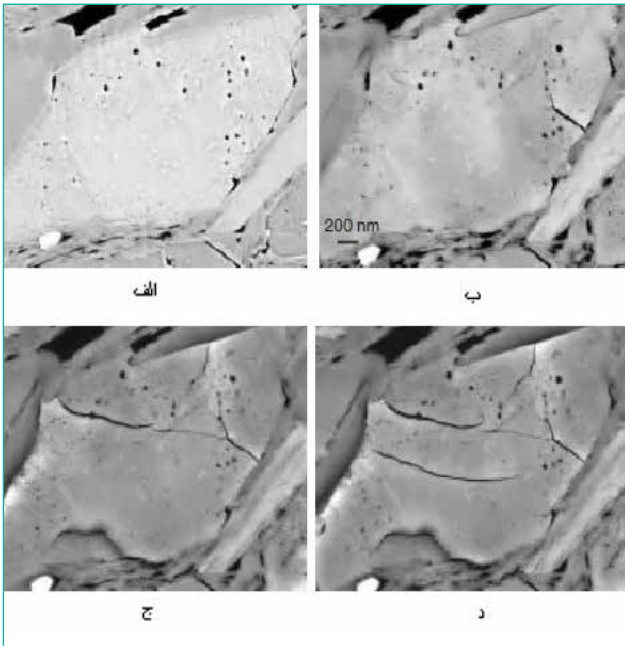
شکل ۵: تصویر با استفاده از آشکارساز درون لنزی الکترون ثانویه به همراه فیلتر آر از نمونه‌ای حاوی گلوله‌های نازک آغشته شده در اکسید آلومینیوم با ولتاژ ۲ کیلوولت تهیه شده‌است.

آشکارساز الکترون بازگشتی

امروزه آشکارسازهای الکترونی بازگشتی را برای کار در ولتاژهای پایین و دستیابی به قدرت تفکیک مناسب به‌طور قابل ملاحظه‌ای بهبود داده‌اند به‌گونه‌ای که آشکارسازهای جدید به قدرت تفکیکی بالا در ولتاژهای پایین رسیده‌اند به‌ویژه اینکه این نوع آشکارسازها نسبت به آشکارسازهای الکترونی ثانویه از باردار شدن سطح نمونه، اثر سوء کمتری می‌برند. در سامانه آشکارسازهای الکترونی بازگشتی با لنزهای ترکیبی (ترکیب لنزهای الکترواستاتیک و لنزهای الکترومغناطیس) برای کار در ولتاژهای پایین از روش فیلتر کردن استفاده می‌شود به‌گونه‌ای که با تعبیه توری^{۱۲} در جلوی آشکارساز الکترون بازگشتی و استفاده از ولتاژ بایاس به‌طور هم‌زمان به انتخاب زاویه و انرژی الکترون‌های بازگشتی^{۱۳} می‌پردازند و مانع از ورود الکترون‌های ثانویه به آشکارساز می‌شود. این نوع از آشکارسازهای الکترون بازگشتی درست در بالای آشکارساز درون لنزی قرار داده می‌شود.

پیشرفت‌های جدید، سازندگان را قادر ساخته است تا همچون روش‌های سنتی به‌منظور تصویربرداری در ولتاژهای پایین از آشکارساز الکترون بازگشتی در زیر لنز نهایی استفاده کنند. در این روش از آشکارسازهای بسیار نازک نیمه‌رسانا استفاده می‌شود، یک نمونه از آن‌ها، آشکارساز الکترون بازگشتی تقسیم

فلزات، این افزایش دما، محسوس نیست اما برای موادی با هدایت حرارتی پایین، تغییرات دمایی بیشتر خواهد بود. در ولتاژهای پایین، حجمی از نمونه که دچار افزایش دما می‌شود بسیار کوچکتر است؛ در نتیجه، تخریب کمتری مورد انتظار است یا حداقل، سرعت تخریب کمتر است و مدت زمان کافی برای تصویربرداری از نمونه در اختیار خواهد بود [۱]. شکل (۷)، دانه کلسیت را نشان می‌دهد که در دو ولتاژ ۲ و ۵ کیلوولت تصویربرداری شده‌است. با توجه به تصویر، در ولتاژ بالاتر، سطح نمونه دچار تخریب بیشتری (انتشار ترک و انقباض دانه) شده‌است.



شکل ۷: دانه کلسیت تصویربرداری شده در دو ولتاژ (الف) ۲ کیلوولت و (ب)، (ج)، (د) ۵ کیلوولت

از پودر بر پایه و حذف کردن پودر اضافی با استفاده از هوای فشرده صورت می‌گیرد.

نانومواد متخلخل

در سال‌های اخیر نانومواد متخلخل مانند: زئولیت‌ها و بلورهای نیمه متخلخل^{۱۸}، توجه زیادی را به خود جلب کرده‌اند [۱]. این دسته از مواد به‌طور گسترده به‌عنوان کاتالیست‌ها مورد استفاده قرار گرفته‌اند [۸-۱۰]. اهمیت این گروه به دلیل قابلیت وارد کردن نانوذرات فلزی متفاوت و مولکول‌های آلی به درون شبکه‌ای متخلخل آن‌ها، رو به افزایش است [۱]. پیش از این، نانومواد متخلخل به‌منظور بررسی و تشخیص ساختار، از طریق پراش با میکروسکوپ الکترونی عبوری با قدرت تفکیک بالا و یا به‌منظور بررسی مورفولوژی کلی ذره با میکروسکوپ الکترونی روبشی در بزرگنمایی‌های نسبتاً پایین، مورد مطالعه قرار می‌گرفتند [۱۱-۱۴]. پیشرفت‌های اخیر در زمینه میکروسکوپ الکترونی روبشی با ولتاژ پایین، می‌تواند به‌عنوان ابزاری برای مشاهده ساختارهای ریز سطحی این مواد متخلخل به کار گرفته شود [۱۵-۲۰]. یکی از مشکلات اصلی در هنگام مشاهده نانومواد متخلخل، شارژ الکترونی است که منجر به از دست رفتن بخشی از اطلاعات سطحی می‌شود. به دلیل آن که این مساله ناشی از ایجاد میدان الکتریکی غیریکنواخت در زمان برخورد الکترون‌ها به سطح نمونه است، می‌توان از طریق کنترل دقیق نسبت الکترون‌های ساطع شده به الکترون‌های برخوردی از طریق اعمال بایاس به سطح نمونه، به تعادل بار در سطح نمونه کمک کرد. در چنین حالتی، الکترون‌ها با ولتاژی کمتر از ولتاژ اولیه تفنگ الکترونی به سطح نمونه برخورد می‌کنند [۱].

گرافن

گرافن، آرایش شش وجهی اتم‌های کربن است که منجر به تشکیل لایه‌ای با ضخامت در اندازه یک اتم می‌شود [۱]. در گذشته، مطالعه این ماده با استفاده از میکروسکوپ الکترونی عبوری و یا میکروسکوپ نیروی اتمی^{۱۹} امکان‌پذیر بود [۲۱-۲۲]. لایه‌های گرافن به‌ویژه زمانی که روی زیر لایه‌های جامد، لایه‌نشانی شده باشند، می‌توانند با استفاده از میکروسکوپ الکترونی روبشی گسیل میدانی با ولتاژ پایین، تصویربرداری و آنالیز شوند [۱].

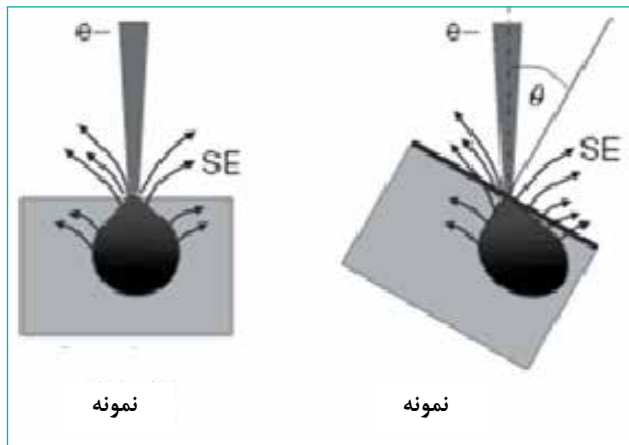
نمونه‌های حساس به پرتو

برخورد الکترون‌های اولیه با سطح نمونه و پراش غیرالاستیک از سطح آن می‌تواند موجب افزایش دمای سطح نمونه، تخریب و آلودگی شود. برای نمونه‌هایی که هدایت حرارتی خوبی دارند مانند

نمونه‌های زیستی

بسیاری از ساختارهای سلولی در مقیاس نانو و نیاز به بررسی آنها در حالت سه‌بعدی، باعث شد که محققان از میکروسکوپ الکترونی عبوری برای مطالعه آن‌ها استفاده کنند. اما در این نوع میکروسکوپ، محدودیت برای نمونه‌برداری بخش کوچکی از نمونه، موجب شد تا از قسمت‌های مختلف نمونه چندین بار نمونه‌برداری شود. امتیاز میکروسکوپ الکترونی روبشی در توانایی ذاتی آن برای مشاهده نمونه‌های زیستی در مقیاس میکرو و نانو با استفاده از تصاویر الکترون‌های ثانویه و برگشتی است. همچنین در ولتاژهای پایین، می‌توان از نمونه‌های زیستی بدون اعمال پوشش رسانا و بدون نیاز به روش‌هایی مانند خلاء کم یا میکروسکوپ الکترونی محیطی^{۲۰} تصویربرداری نمود. با استفاده از ولتاژ پایین، می‌توان تصاویری با جزئیات سطحی و قدرت تفکیک بالا، با حداقل میزان شارژ الکترونی تهیه کرد. شکل (۸)، دانه بذرا نشان می‌دهد که در ولتاژ ۱۰۰ ولت، بدون اعمال پوشش رسانا تصویربرداری شده‌است.

شدن حجم برهم‌کنش، میزان الکترون‌های ثانویه کاهش می‌یابد و چون میزان الکترون‌های ثانویه به میزان انحراف نمونه نسبت به باریکه الکترونی اولیه بستگی دارد، می‌توان هنگام تصویربرداری در ولتاژهای پایین با زاویه دادن به نمونه، میزان الکترون‌های ثانویه خارج شده را افزایش داد (شکل ۱۰).

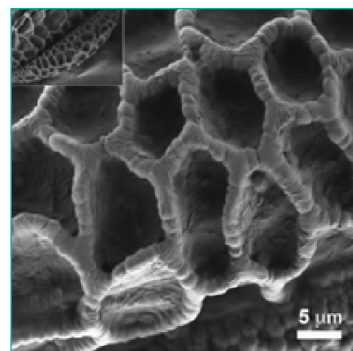


شکل ۱۰: وابستگی میزان الکترون‌های ثانویه به زاویه انحراف نمونه و پرتو اولیه

همان‌طور که قبلاً اشاره شد، از دیگر مزایای کار با میکروسکوپ الکترونی روبشی ولتاژ پایین، می‌توان به کاهش شارژ الکترون روی سطح نمونه اشاره کرد به گونه‌ای که در ولتاژهای پایین، تصویربرداری از نمونه‌های نارسانا بدون پوشش‌دهی که گاهی موجب مشکلات بسیاری می‌شود، امکان‌پذیر است. البته کاربر باید توجه کافی به کاهش جریان پروب و تغییر سرعت روبش داشته باشد [۵-۶].

میکرو آنالیز در میکروسکوپ الکترونی روبشی با ولتاژ پایین

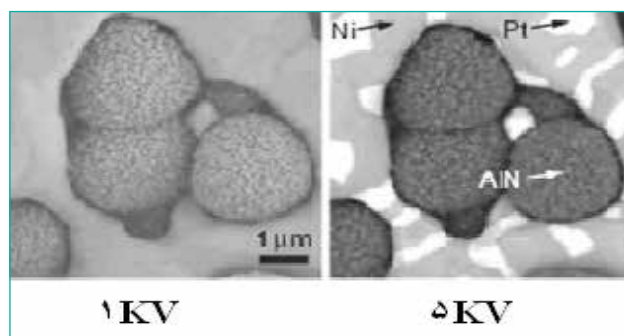
از مزیت‌های اصلی میکرو آنالیز در ولتاژ پایین، افزایش قدرت تفکیک است، زیرا سیگنال‌های خروجی از حجم برهم‌کنش کوچکتری ارسال شده‌اند. البته در نمونه‌های حساس ممکن است زمان آنالیز در ولتاژهای پایین، افزایش یابد. شکل (۱۱) یک مقطع نازک از کانی به همراه نقشه رنگی عناصر موجود در آن که در ولتاژهای متفاوت تصویربرداری شده‌است را نشان می‌دهد. در ولتاژ ۵ کیلوولت اجزای ماده و ریز ساختار با جزئیات دقیق‌تری نسبت به ۱۵ کیلوولت دیده می‌شود. میکرو آنالیز در ولتاژهای پایین می‌تواند ترکیب شیمیایی لایه‌های نازک، نانوذرات، لایه‌های سطحی و عناصر سبک را نیز تعیین کند. البته شناسایی برخی عناصر در ولتاژهای پایین مشکل است و نیاز به دقت کافی کاربر دارد. برای مثال، در ماده‌ای حاوی سیلیسیم، حداقل ولتاژ ۳/۵ کیلوولت مورد نیاز است تا به شمارش مناسبی از پرتو ایکس مشخصه سیلیسیم برسد. هم‌پوشانی پیک‌ها، زمانی که عناصری با خطوط انرژی مختلف K، L، M و غیره وجود دارد، مشکلات را افزون‌تر می‌کند. کاربر باید به آلودگی‌ها و وجود هیدروکربن‌ها در سطح نمونه توجه کافی داشته باشد؛ زیرا اثرات زیان‌آوری (نسبت به ولتاژ بالا) در شمارش‌های آماری و در نهایت آنالیز کمی به‌وجود می‌آورند [۱۱ و ۲۳].



شکل ۸: تصویر الکترون‌های ثانویه از بذر بدون پوشش رسانا در ولتاژ ۱۰۰ ولت و همچنین تصویر داخلی همان بذر را در بزرگنمایی پایین نشان می‌دهد.

نمونه‌های سرامیکی

در شکل (۹) تصویر یک نمونه یونکتیکی Ni/Pt با AlN کروی در ولتاژهای ۱ و ۵ کیلوولت نشان داده شده‌است. در ولتاژ ۵ کیلوولت، اختلاف کنتراست نیکل و پلاتین به وضوح دیده می‌شود و AlN که عدد اتمی پایین‌تری دارد به صورت تیره مشاهده می‌شود، اما در ولتاژ ۱ کیلوولت اختلاف کنتراست بین نیکل و پلاتین از بین رفته و وضوح AlN افزایش یافته‌است.



شکل ۹: تصویر BSE نمونه یونکتیکی سرامیکی در ۱ کیلوولت و ۵ کیلوولت

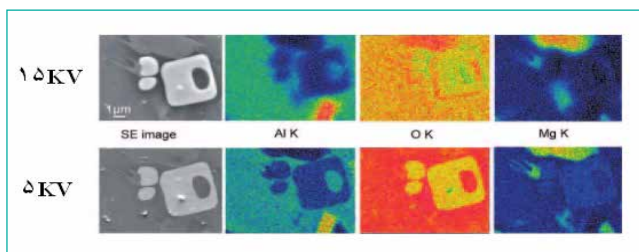
کاربرد میکروسکوپ الکترونی روبشی ولتاژ پایین

در دهه گذشته، پیشرفت‌های بسیار مهمی در زمینه قابلیت‌های میکروسکوپ الکترونی روبشی برای مشاهده نانو مواد با قدرت تفکیک بالا و ویژگی‌های سطحی خاص، به‌ویژه با اعمال ولتاژهای پایین، به‌وجود آمده‌است. پیشرفت‌های به‌وجود آمده در زمینه فناوری میکروسکوپ الکترونی این امکان را فراهم نموده‌است که برخی از تحقیقات و مطالعات در زمینه مواد زیستی که پیش از این با میکروسکوپ الکترونی عبوری انجام‌پذیر بود، با میکروسکوپ الکترونی روبشی صورت بگیرد که این موضوع سبب به‌وجود آمدن روش‌های جدیدی برای تحقیقات در زمینه مواد زیستی شده‌است.

همچنین در میکروسکوپ الکترونی روبشی با ولتاژ پایین با کم

نتیجه گیری

پیشرفت سال‌های اخیر در زمینه میکروسکوپ‌های الکترونی موجب شد تا به واسطه بهینه کردن تفنگ الکترونی و ستون میکروسکوپ الکترونی روبشی، پرتو الکترونی باریکی با قدرت تفکیک در حد نانومتر تهیه شود. تولید فیلترها و آشکارسازهای مختص کار در ولتاژهای پایین محققان را قادر می‌سازد تا با بازده بسیار خوب به آنالیز عنصری و تهیه تصاویر در ولتاژهای بسیار پایین بپردازند [۷].



شکل ۱۱: تصویر SE سطح مقطع یک کانی و نقشه رنگی عناصر Al, O, Mg

پی‌نوشت

۱. کارشناس ارشد نانوفیزیک- آزمایشگاه تولیدی و تحقیقات صنعتی آبسار کویر، یزد
۲. کارشناس ارشد متالورژی - مرکز پژوهش متالورژی رازی، تهران
۳. کارشناس ارشد زمین‌شناسی- دانشگاه فردوسی مشهد، آزمایشگاه مرکزی، مشهد
۴. کارشناس ارشد متالورژی - دانشگاه علم و صنعت ایران، دانشکده مهندسی مواد و متالورژی، تهران
۵. عضو کارگروه تخصصی SEM - شبکه آزمایشگاهی فناوری‌نانو
6. Oatley et al.
7. Langmuir
8. Schottky
9. Angle Control Lens (ACL)
10. r-filter
11. Contrast
12. grid
13. Energy selective Backscatter (EsB)
14. Distributed Backscatter Detector (DBD)
15. Low Angle Backscatter electron (LABe)
16. Charge balance
17. Stub
18. Mesoporous
19. Atomic Force Microscopy (AFM)
20. Environmental Scanning Electron microscopy (ESEM)

مراجع

- [1] D. C. Bell and N. Erdman, Low Voltage Electron Microscopy: Principles and Applications © 2013 John Wiley & Sons, Ltd. Published 2013 by John Wiley & Sons, Ltd.
- [2] A.J. Dekker, Secondary electron emission, in Solid State Physics, F. Seitz and D. Turnbull (eds.), Academic Press, Inc., 251-311 (1958)
- [3] R. Schmid, K.H. Gaukler, and H. Seiler, Measurement of elastically reflected electrons ($E \leq 2.5$ keV) for imaging of surfaces in a simple ultrahigh vacuum SEM, Scanning Electron Microscopy 1983/II, SEM Inc., AMF O'Hare, 501-509 (1983).
- [4] J. Goldstein, D.E. Newbury, D.C. Joy, et al., Scanning Electron Microscopy and X-Ray Microanalysis, 3rd edn, Springer, New York, (2003).
- [5] D.C. Joy and C.S. Joy, Low Voltage Scanning Electron Microscopy, Micron, 27, 247-263 (1996).
- [6] M. Kotera, K. Murata, and K. Nagami, Monte Carlo simulation of 1-10 keV electron scattering in a gold target, J. Appl. Phys., 52, 997-1003 (1981a).
- [7] L. Reimer and C. Tollkamp, Measuring the backscattering coefficient and secondary electron yield inside a SEM, Scanning, 3, 35-39 (1980).
- [8] K. Kishida and N.D. Browning, Atomic resolution Z-contrast imaging of grain boundaries in Ag-

sheathed BSCCO high-Tc superconducting tapes, in Electron Microscopy and Analysis 1999, IOP Publishing Ltd: Bristol (1999).

[9] E.M. James and N.D. Browning, Atomic resolution scanning transmission electron microscopy on the 200 kV FEGTEM, Scanning, 21, 91–92 (1999).

[10] R.F. Klie and N.D. Browning, Atomic scale characterization of oxygen vacancy segregation at Sr-TiO₃ grain boundaries, Appl. Phys. Lett., 77, 3737–3739 (2000). 181–203 (2004).

[11] E.M. James, and N.D. Browning, Practical aspects of atomic resolution imaging and analysis in STEM, Ultramicroscopy, 78, 125–139 (1999).

[12] E.M. James, N.D. Browning, A.W. Nicholls, et al., Demonstration of atomic resolution Z-contrast imaging by a JEOL JEM-2010F scanning transmission electron microscope, J. Electr. Microsc, 47, 561–574 (1998).

[13] M. Haider, S. Uhlemann, and J. Zach, Upper limits for the residual aberrations of a high-resolution aberration-corrected STEM, Ultramicroscopy, 81, 163–175 (2000).

[14] N. Dellby, O.L. Krivanek, P.D. Nellist, P.E. Batson, and A.R. Lupini, Progress in aberration-corrected scanning transmission electron microscopy, J. Electr. Microsc, 50, 177–185 (2001).

[15] P.E. Batson, N. Dellby, and O.L. Krivanek, Sub-angstrom resolution using aberration corrected electron optics, Nature, 419, 94–94 (2002).

[16] L.J. Allen, S.D. Findlay, A.R. Lupini, et al., Atomic-resolution electron energy loss spectroscopy imaging in aberration corrected scanning transmission electron microscopy, Phys. Rev. Lett., 91, 105503–105506 (2003).

[17] O.L. Krivanek, P.D. Nellist, N. Dellby, et al., gyi, towards sub-0.5 angstrom electron beams, Ultramicroscopy, 96, 229–237 (2003).

[18] P.D. Nellist, M.F. Chisholm, N. Dellby, et al., Direct sub-angstrom imaging of a crystal lattice, Science, 305, 1741–1741 (2004).

[19] T. Isabell, J. Brink, M. Kawasaki, et al., Development of a 200kV Atomic REsolution Analytical Electron Microscope, Microsc. Today, 17, 8–11 (2009).

[20] B. Freitag, G. Knippels, S. Kujawa, et al., First performance measurements and application results of a new high brightness Schottky field emitter for HR-S/TEM at 80–300kV acceleration voltage, in European Microscopy Congress (2008).

[21] H. Rose, Phase Contrast in Scanning Transmission ElectronMicroscopy, Optik, 39, 416–436 (1974).

[22] J.M. Cowley, M.S. Hansen and S.-Y. Wang, imaging modes with an annular detector in STEM, Ultramicroscopy, 58, 18–24 (1995).

[23] J.Cazaux, Charging in scanning electron microscopy “from inside and outside”, Scanning, 26, 181–203 (2004).