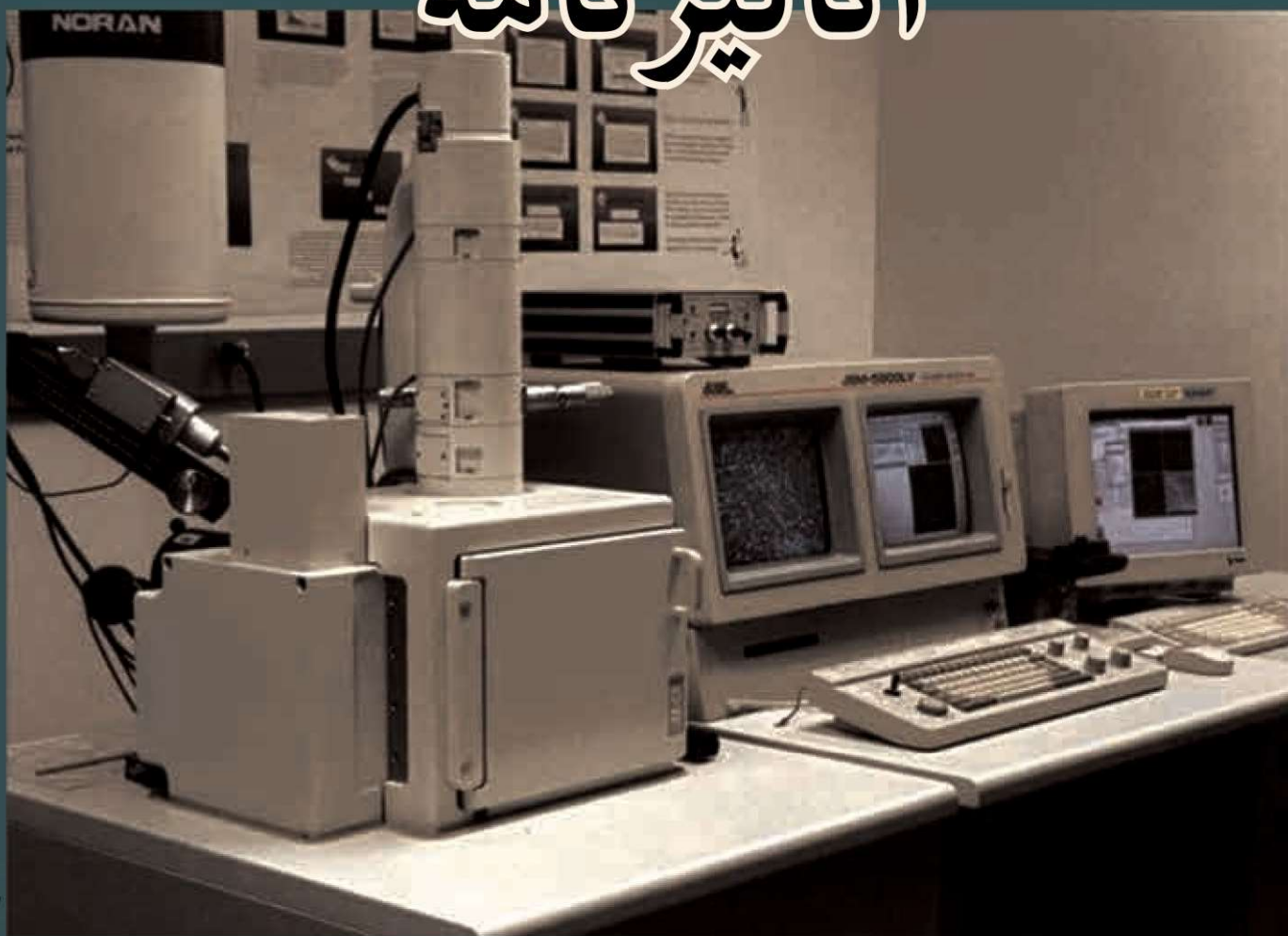




بخش چهارم

آنالیز نامه



ثریا برنای زنوزی

دانشجوی کارشناسی ارشد مهندسی مواد و متالورژی پژوهشکده مواد و انرژی



فرزانه زمانی

دانشجوی کارشناسی ارشد مهندسی مواد و متالورژی پژوهشکده مواد و انرژی



نشریه فراسوی مواد در یکی از ویژه‌نامه‌های خود، به طور خاصی به موضوع روش‌های آنالیز مواد پرداخت؛ اما اهمیت آنالیز مواد و بررسی ساختار مواد بر هیچ مهندس موادی پوشیده نیست و بررسی ساختار مواد یکی از مهم‌ترین مواردی است که در همه موضوعات و مباحث مهندسی و علم مواد وجود دارد. شما را به مطالعه مقاله‌ای در مورد میکروسکوپ الکترونی روبشی، از پرکاربردترین و مهم‌ترین ابزار آنالیز مواد دعوت می‌کنیم.

میکروسکوپ الکترونی روبشی^۱ یا به اختصار SEM از روش‌های پرکاربرد میکروسکوپی برای مطالعه ساختار نمونه‌های حجیم در سطح یا نزدیکی سطح و تصویربرداری، برای نمونه‌های نازک و فرا نازک محسوب می‌شود که به دلیل استفاده از پرتوی الکترونی در آن، توان تفکیک بسیار خوبی قابل دستیابی است [۱]. اساس عملکرد آن، برهمکنش پرتو الکترونی با ماده است که نشر الکترون‌ها و فوتون‌ها از ماده را به همراه دارد. از جمله مهم‌ترین این پرتوها که برای بررسی ماده استفاده می‌شوند، الکترون‌های ثانویه^۲ (برای بررسی ریخت‌شناسی^۳ و فراز و نشیب^۴ سطح)، الکترون‌های برگشتی^۵ (با هدف بررسی توزیع فازی) و اثر تابش کاتدی^۶ می‌باشند. این میکروسکوپ علاوه بر تهیه تصاویر بزرگنمایی شده، در صورتی که به تجهیزات اضافی مجهز شود می‌تواند برای آنالیز شیمیایی و دیگر بررسی‌ها نیز به کار گرفته شود. در این میکروسکوپ، نمونه آزمون، خیلی کم از باریکه الکترونی تأثیر می‌پذیرد و محدودیت توان تفکیک در حدود صد نانومتر است. این ویژگی در بررسی مدارهای یکپارچه و در زمینه‌های دیگر، همچون زیست‌شناسی مهم است [۲].

در میکروسکوپ الکترونی روبشی منبع الکترونی (تفنگ الکترونی) در بیشتر موارد از نوع رشته تنگستنی است. به طور معمول، الکترون‌ها بین ۱ تا ۳۰ الکترون‌ولت شتاب داده می‌شوند، سپس دو یا سه عدسی متمرکز کننده پرتو الکترونی را کوچک می‌کنند، تا حدی که در موقع برخورد با نمونه، قطر آن (به طور تقریب) بین ۲ تا ۱۰ نانومتر است. سپس مجموعه‌ای از دستگاه‌های مشاهداتی و الکترونیکی برای پردازش تپ‌های^۷ الکتریکی دریافتی و ارائه آن‌ها به صورت تصویر، عکس و طیف نیز به کار می‌روند [۱].

^۱Scanning Electron Microscope

^۲Secondary Electrons

^۳Morphology

^۴Topography

^۵Back Scattered Electrons

^۶Cathodeluminescence

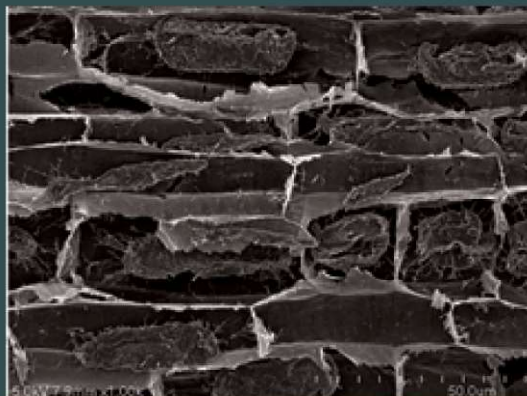
^۷Pulse

کاربردهای دستگاه SEM

- از SEM می‌توان در موارد ذیل استفاده نمود [۳]:
- ا. گرفتن تصویر فراز و نشیب سطح نمونه در بزرگنمایی ۱۰ تا ۱۰۵ برابر، با قدرت تفکیکی در حدود ۳ تا ۱۰۰ نانومتر (بسته به نمونه).
 - ب. مشاهده مرز دانه‌ها در نمونه‌های سونش شده و مشاهده حوزه‌ها^۱ در مواد فرومغناطیس.
 - ج. ارزیابی جهت بلورشناسی اجزایی نظیر دانه‌ها، فازهای رسوبی و دندریت‌ها بر روی سطوح آماده‌شده به منظور مطالعات بلورشناسی.
 - د. تصویر نمودن فاز دوم روی سطوح سونش نشده، البته در صورتی که متوسط عدد اتمی فاز دوم متفاوت از زمینه باشد.
 - ه. بررسی نمونه‌هایی که برای متالوگرافی آماده شده‌اند، در بزرگنمایی بسیار بیشتر از میکروسکوپ نوری.
 - و. شناسایی مشخصات شیمیایی اجزایی به کوچکی چند میکرون روی سطح نمونه‌ها برای مثال آخال‌ها و فازهای رسوبی.
 - ز. همچنین می‌توان از میکروسکوپ‌های الکترونی برای کنترل کیفیت و بررسی عیوب قطعات نیمه‌هادی استفاده نمود [۳].

تصاویر فراز و نشیب سطح به کمک SEM

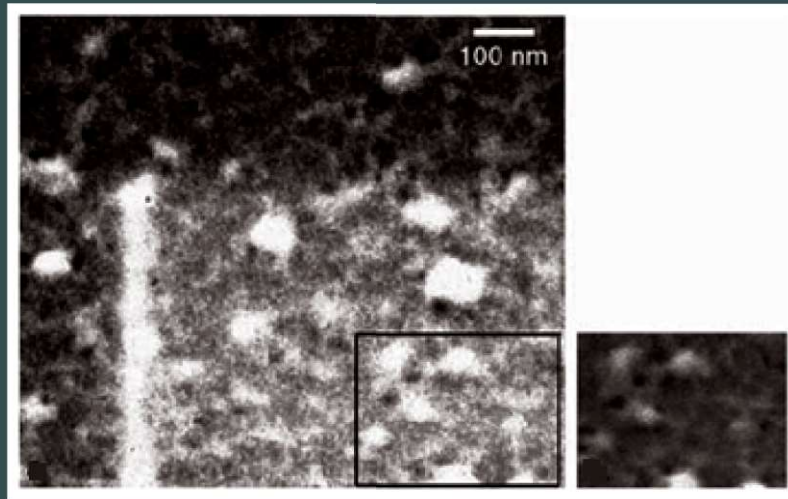
یکی از کاربردهای اصلی SEM، مطالعه ویژگی‌های سطحی نمونه یا فراز و نشیب سطح آن است. برای این منظور، الکترون‌های ثانویه و برگشتی در نظر گرفته شده است. تصاویر فراز و نشیب سطح که با استفاده از الکترون‌های ثانویه به دست می‌آیند، نظیر شکل ۱، شباهت زیادی به تصاویری دارند که در نور مستقیم دیده می‌شوند. الکترون‌های ثانویه، الکترون‌های اتم‌های نمونه می‌باشند که در اثر برهم‌کنش با الکترون‌های اولیه موجود در باریکه الکترونی، به خارج پرتاب می‌شوند. این الکترون‌ها فقط می‌توانند از منطقه‌های کم‌عمق نمونه و نزدیک به سطح آن خارج شوند [۳]. در شکل ۱ تصویر فراز و نشیب سطحی در ریشه نوعی گیاه نشان داده شده است.



شکل ۱- تصویر فراز و نشیب سطح با الکترون ثانویه توسط SEM از ریشه نوعی گیاه [۴].

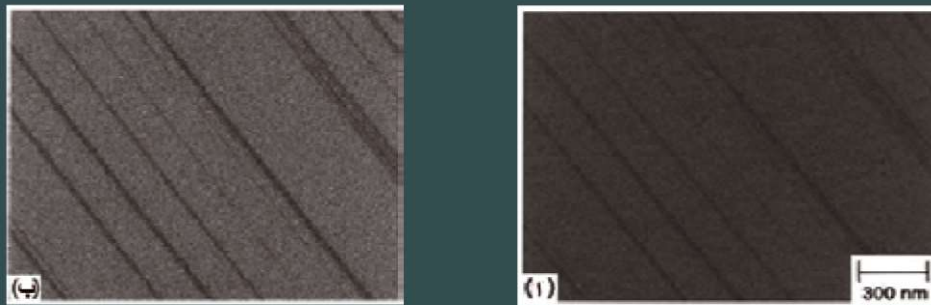
^۱Domains

الکترون‌های برگشتی، آن دسته از الکترون‌هایی هستند که از عمق بیشتری گسیل می‌شوند. این الکترون‌ها به دلیل برخورد کشسان چندباره با اتم‌های هدف، به خارج پراکنده می‌شوند. انرژی این الکترون‌ها زیاد است. در واقع، تباین^۹ موجود در تصاویر به‌دست‌آمده از الکترون‌های برگشتی، ناشی از اختلاف در عدد اتمی است. هسته‌های سنگین الکترون‌های بیشتری را پراکنده می‌کنند و در نتیجه روشن‌تر به نظر می‌رسند [۳]. شکل ۲ تصویر فراز و نشیب سطح با الکترون برگشتی توسط SEM را نشان می‌دهد [۴].



شکل ۲- تصویر فراز و نشیب سطح با الکترون برگشتی توسط SEM [۴].

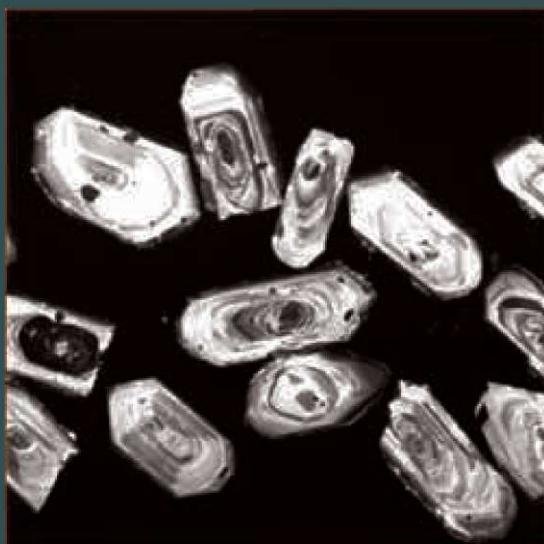
شکل ۳ تصاویر فراز و نشیب سطح از نوارهای دوقلویی مکانیکی با الکترون برگشتی و الکترون ثانویه، که توسط SEM گرفته شده‌اند را باهم مقایسه می‌کند.



شکل ۳- مقایسه تصاویر فراز و نشیب سطح از نوارهای دوقلویی مکانیکی، در دو حالت: تصویرگیری با (ا) الکترون ثانویه و (ب) الکترون برگشتی توسط SEM [۵].

مواد بسیاری در زیر بمباران الکترونی، نور منتشر می‌کنند و اگر این نور آشکار شود، می‌توان تصویر را در حالت CL نمایش داد؛ در مواد پلیمری و زیستی هم مشاهده می‌شود [۶]. در واقع اطلاعاتی که از CL دریافت می‌کنیم، تشخیص فازهای غیرفلزی و نیمه‌هادی است که برای مواد فلزی به‌ندرت به کار می‌رود [۱]. شکل ۴ تابش کاتدی در بلورهای زیرکون را نشان می‌دهد [۷].

^۹Contrast



شکل-۴-تابش کاتدی در بلورهای زیرکون [۷].

آنالیز شیمیایی در SEM

در میکروسکوپ‌های الکترونی روش‌های مختلفی برای ارائه نتایج آنالیز کیفی به دست آمده از نمونه‌های مناسب وجود دارد. روش مناسب بسته به اینکه چه نوع اطلاعاتی مورد نیاز است، انتخاب می‌شود. این روش‌ها عبارت‌اند از [۲]:

ا. آنالیز یک ناحیه خاص با ترکیب شیمیایی همگن نظیر یک فاز.

ب. آنالیز کلی تمام یا قسمتی از نمونه.

ج. آنالیز برای تعیین ترکیب شیمیایی در یک ناحیه از نمونه.

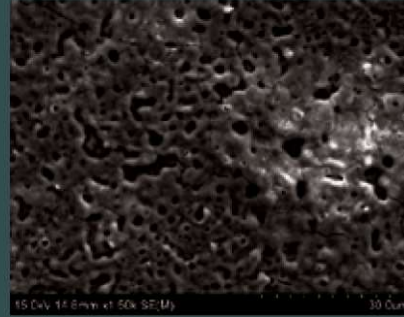
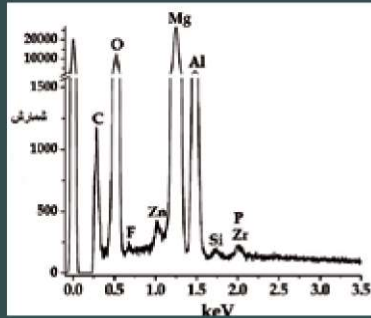
نوع اول آنالیز، با انتخاب نقطه‌ای از تصویر بر روی صفحه نمایش SEM و تمرکز و ثابت کردن پرتو الکترونی بر روی نقطه مربوط بر روی نمونه انجام می‌شود که آنالیز نقطه‌ای^{۱۰} نامیده می‌شود. نوع دوم آنالیز شیمیایی، به دست آوردن داده‌ها از ناحیه بزرگ‌تری از نمونه است. اندازه این ناحیه به میزان همگنی شیمیایی نمونه بستگی دارد. آنالیز شیمیایی عناصر در میکروسکوپ الکترونی به دو صورت^{۱۱} EDX و^{۱۲} WDX انجام می‌گیرد. برای سیستم EDX فقط نیاز به روبش پرتو الکترونی، بر روی سطح مورد نظر، در حین آشکارسازی پرتو x است. در این صورت، آنالیز شیمیایی، نماینده متوسط ترکیب شیمیایی ناحیه روی صفحه نمایش است. اما این کار برای سیستم WDX امکان‌پذیر نیست. EDX عناصر را از عدد اتمی ۱۱ به بالا، با دقت ۰/۱ درصد شناسایی می‌کند. شکل ۵ تصویر SEM از ساختار متخلخل اکسید منیزیم و طیف EDX آن را نمایش می‌دهد. در سیستم WDX، عناصر از طریق پدیده پراش پرتو x و بر اساس رابطه برآگ و شمارش فوتون‌ها توسط شمارنده گازی^{۱۳} شناسایی می‌شوند. WDX با دقتی حداکثر در حدود ۰/۰۱ درصد، عناصر را شناسایی می‌کند [۲].

^{۱۰}Spot Analysis

^{۱۱}Energy Dispersive X-ray Spectroscopy

^{۱۲}Wavelength Dispersive X-ray Spectroscopy

^{۱۳}(Flow Proportional Counter (FPC



شکل ۵- الف) تصویر SEM و ب) طیف EDX از ساختار متخلخل اکسید منیزیم [۲ و ۷]

روش دیگر نمایش اطلاعات در مورد توزیع یک عنصر، نقشه پرتو x نامیده می‌شود. در این روش، شمارنده، همانند سایر روش‌های آشکارسازی SEM کار می‌کند. در ساده‌ترین حالت، هر زمان که یک فوتون پرتو x شمارش می‌شود، تصویر روشن می‌شود. در حقیقت، تصویر متشکل از همین نقاط روشن است. چگالی این نقاط، غلظت عنصر مورد نظر را به صورت کیفی و تصویر نقطه‌ای^{۱۴} نشان می‌دهد [۱].

از دستگاه SEM می‌توان برای مطالعه ساختاری دانه‌ها و مرز دانه‌های توسعه یافته در فلزات و سایر مواد بلوری نیز استفاده نمود [۲].

نحوه رفع عیوب تصویری ایجاد شده در SEM

عیوب موجود در حین تصویرگیری دستگاه میکروسکوپ الکترونی روبشی شامل موارد زیر است [۱۲]:

۱. پایین بودن وضوح و کیفیت تصویر
۲. تصویر متحرک و ناپایدار
۳. تصویر نویزدار^{۱۵}
۴. تصویری با لبه‌های دنداندار
۵. وجود تباين غير معمول در تصویر
۶. تصویر اعوجاج یافته

در حین کار با دستگاه ممکن است انواع مختلفی از عیوب تصویری به وجود آید. به طور کلی عیوب تصویری یا به شکل نقص در ابزار موجود پدیدار می‌شود و یا بخش عمده آن مربوط به تجربه کاربر، عدم آماده‌سازی صحیح و یا عوامل محیطی است [۱۲].

عوامل مؤثر بر کیفیت تصویر SEM عبارت‌اند از [۱۲]:

۱. تأثیر برهم‌کنش الکترون‌ها و نمونه روی کیفیت تصاویر
۲. تأثیر عوامل محیطی
۳. خطاهای ابزاری

به طور کلی هرچقدر ولتاژ شتاب‌دهنده بیشتر شود، قطر باریکه الکترونی کوچک‌تر می‌شود. اما افزایش ولتاژ هم به نوبه خود سبب اختلالاتی چون از بین رفتن جزئیات سطحی

^{۱۴}Dot Maps

^{۱۵}Noisy Image

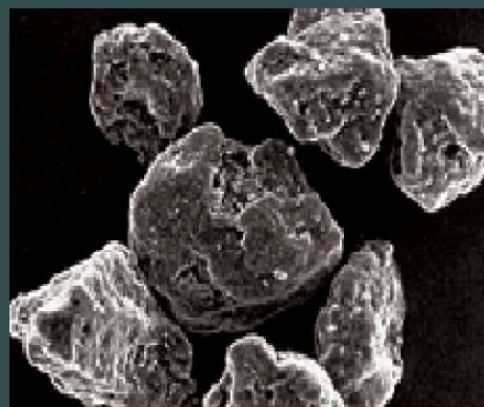
نمونه، وجود اثر لبه، احتمال شارژ بیشتر و در تعاقب، تخریب نمونه می‌شود. بنابراین ولتاژ انتخابی بستگی به نوع و جنس نمونه و تا حدی به بزرگنمایی موردنظر دارد. به‌طور کلی در میکروسکوپ الکترونی روبشی، برای تصویرگیری از ساختارهای سطحی ظریف‌تر، از ولتاژ شتاب‌دهنده پایین‌تر استفاده می‌شود. در ولتاژ شتاب‌دهنده بالاتر، ناحیه نفوذ بزرگ‌تر شده و سیگنال‌های اضافی و غیرضروری از نمونه همچون الکترون‌های برگشتی بیشتر می‌شوند (جدول ۱) (شکل ۶، ۷، ۸، ۹ و ۱۰).

ولتاژ شتاب‌دهنده پایین ← ولتاژ شتاب‌دهنده بالا		مشخصه مربوط به کیفیت تصویر
جزئیات سطح نمونه	جزئیات سطح نمونه	اطلاعات ریخت‌شناسی
زیاد	کم	تفکیک‌پذیری
زیاد	کم	تخریب نمونه
بهراحتی قابل مشاهده نیست	بهراحتی قابل مشاهده است	آلودگی سطحی
زیاد	کم	شارژ الکتریکی
کم	زیاد	تباين

جدول ۱- رابطه بین ولتاژ شتاب‌دهنده و تصاویر SEM [۹]

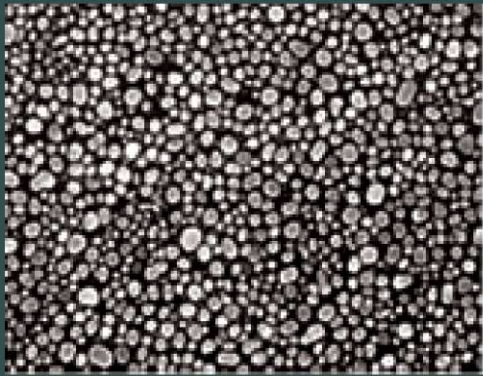


ب

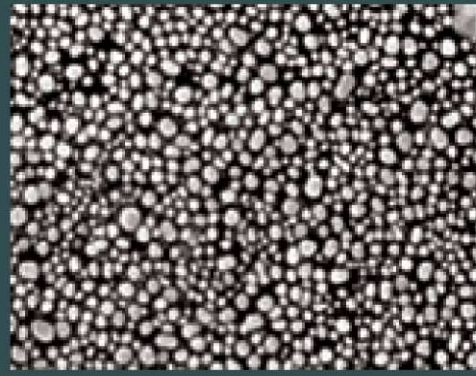


الف

شکل ۶- اثر ولتاژ شتاب‌دهنده بر تصویر در بزرگنمایی یکسان (۲۵۰۰ برابر الف) در ولتاژ پایین (۵ کیلوولت) ریزساختارهای سطحی قابل مشاهده‌اند (ب) در ولتاژ بالا (۳۰ کیلوولت) مشاهده ساختارهای سطحی مقدور نیست و سطح نمونه شارژ دارد [۹].

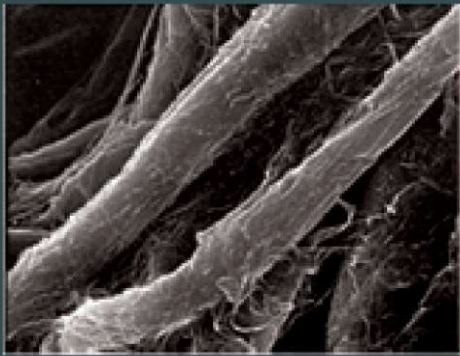


ب

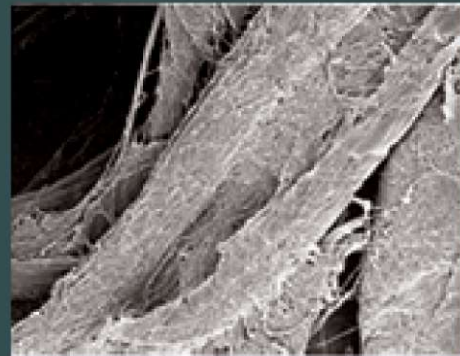


الف

شکل ۷- اثر ولتاژ شتاب‌دهنده بر کیفیت و تفکیک‌پذیری ذرات طلا در بزرگنمایی یکسان (۳۶۰۰۰ برابر الف) در ولتاژ پایین (۵ کیلوولت) (ب) در ولتاژ بالا (۲۵ کیلوولت) در ولتاژ بالا، وضوح و تفکیک‌پذیری تصویر بیشتر است [۹].

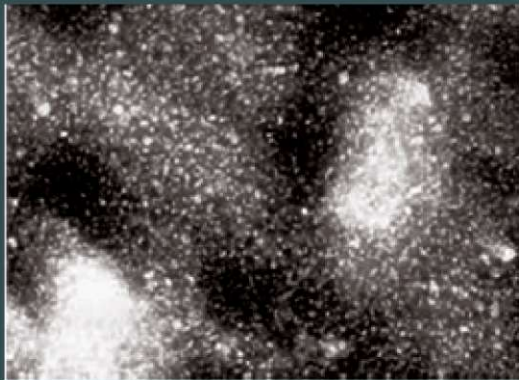


ب



الف

شکل ۸- اثر ولتاژ شتاب‌دهنده بر کیفیت و تفکیک‌پذیری نمونه کاغذ صافی در بزرگنمایی یکسان (۱۴۰۰ برابر الف) در ولتاژ پایین (۵ کیلوولت) (ب) در ولتاژ بالا (۲۵ کیلوولت) در ولتاژ بالا، وضوح و تفکیک‌پذیری تصویر بیشتر است [۷].

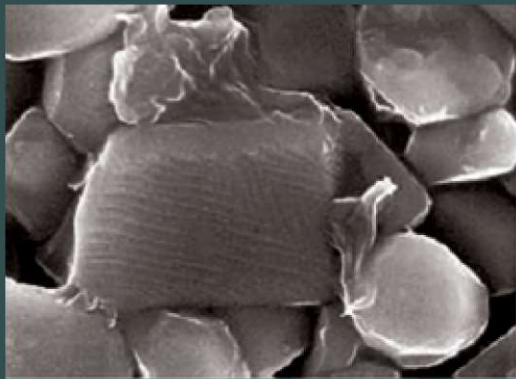


ب

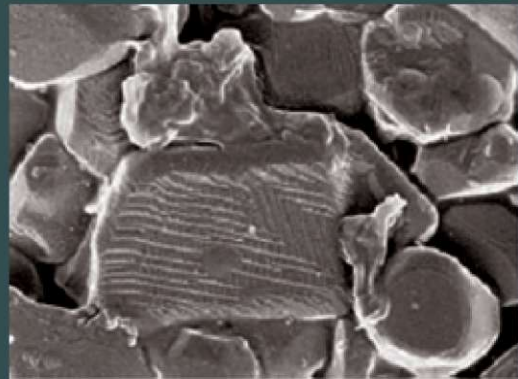


الف

شکل ۹- اثر ولتاژ شتاب‌دهنده بر تباین تصویر از نمونه پوشش رنگ در بزرگنمایی یکسان (۲۲۰۰ الف) در ولتاژ پایین (۵ کیلوولت) (ب) در ولتاژ بالا (۲۵ کیلوولت). وقتی از ولتاژ شتاب‌دهنده بالا استفاده می‌شود، الکترون‌های بیشتری از نمونه پراکنده می‌شوند که این امر نه تنها باعث کاهش تباین ریزساختار سطحی می‌شود، بلکه به دلیل ایجاد الکترون‌های برگشتی، سبب ایجاد نوع متفاوتی از تباین می‌شود [۷].



ب



الف

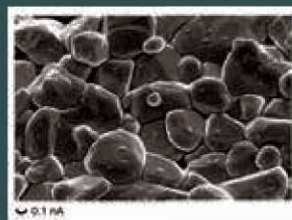
شکل ۱۰- اثر ولتاژ شتاب‌دهنده بر وضوح و کیفیت تصویر از نمونه پودر زینتر شده در بزرگنمایی یکسان (۷۲۰۰ الف) در ولتاژ پایین (۵ کیلوولت) ب) در ولتاژ بالا (۲۵ کیلوولت). در ولتاژ پایین باینکه ریزساختار سطحی قابل مشاهده است اما دستیابی به تصویر واضح و باکیفیت در بزرگنمایی‌های بالا مشکل است. در این موارد می‌توان با استفاده از کاهش فاصله کاری و یا کاهش قطر باریکه الکترونی، تصویر خوبی ایجاد کرد [۷].

تأثیر میزان جریان باریکه الکترونی و قطر آن بر کیفیت تصویر

در میکروسکوپ الکترونی روبشی، هرچه قطر باریکه الکترونی کوچک‌تر باشد، قدرت تفکیک و وضوح تصویر بیشتر است. یکنواختی تصویر به جریان باریکه الکترونی بستگی دارد. ارتباط جریان باریکه الکترونی و قطر آن در شکل ۱۱ نشان داده شده است. مشاهده می‌شود که هرچه جریان باریکه الکترونی کمتر باشد، قطر آن نیز کوچک‌تر می‌شود. بنابراین انتخاب جریان مناسب برای شرایط مختلف از نظر بزرگنمایی و وضوح (شامل ولتاژ شتاب‌دهنده، چرخش نمونه و ...) و نوع نمونه ضروری است [۱۰] (شکل ۱۲).



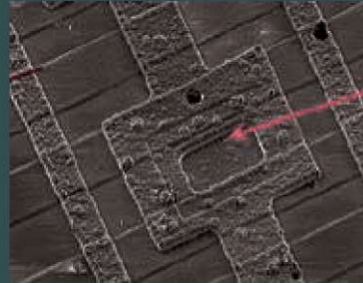
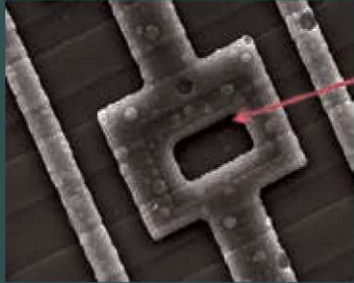
شکل ۱۱- ارتباط بین جریان باریکه الکترونی و قطر آن [۱۰]



شکل ۱۲- در این نمونه سرامیکی، هرچه جریان باریکه الکترونی کمتر باشد، تصویر واضح‌تر است اما صافی و یکنواختی سطح از بین می‌رود [۷].

اثر لبه روی کیفیت تصویر

سطح نمونه‌ها به‌طور معمول ناصاف و دارای پستی و بلندی هست که همین امر سبب ایجاد تابین در تصاویر به‌دست‌آمده توسط الکترون‌های ثانویه می‌شود. میزان اثر لبه، به ولتاژ شتاب‌دهنده بستگی دارد. هرچه ولتاژ کمتر باشد، عمق نفوذ الکترون‌های برخوردی کوچک‌تر است که این امر باعث کاهش روشنایی لبه‌ها خواهد شد (شکل ۱۳).



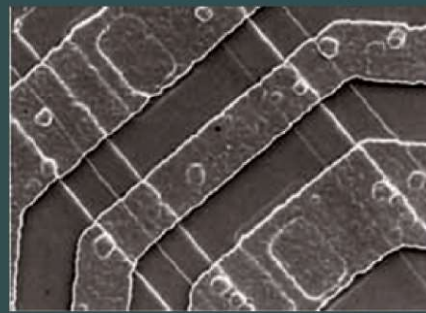
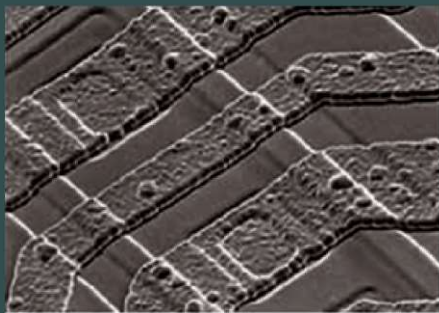
ب

الف

شکل ۱۳- اثر لبه بر کیفیت تصویر از پنجره Sunken در ترانزیستور در بزرگنمایی یکسان (۲۵۰۰ برابر الف) در ولتاژ پایین (۲ کیلوولت) ب) در ولتاژ بالا (۲۰ کیلوولت). در بزرگنمایی یکسان، هرچه ولتاژ شتاب‌دهنده بیشتر باشد، اثر لبه بیشتر بوده و لبه‌ها روشن‌تر دیده می‌شوند، در نتیجه اطلاعات مربوط به کنج‌ها، لبه‌ها و سطوح از بین می‌روند (بیگان‌ها را دنبال کنید) [۷].

چرخش نمونه

چرخش نمونه با اهدافی نظیر بهبود کیفیت تصویر الکترون‌های ثانویه و دستیابی به تصاویری بهتر از نمونه صورت می‌گیرد. شکل ۱۴ تصاویر نمونه بدون چرخش و با زاویه چرخش 45° را نشان می‌دهد. مقایسه دو تصویر نشان می‌دهد که نمونه چرخش یافته، برجستگی‌ها را بهتر نشان می‌دهد. مقدار چرخش نمونه متغیر است و تا زمان پیدا کردن جایی از نمونه که بین مقدار الکترون‌های برخوردی و مقدار الکترون‌های خروجی از نمونه تعادل برقرار شود، ادامه می‌یابد.



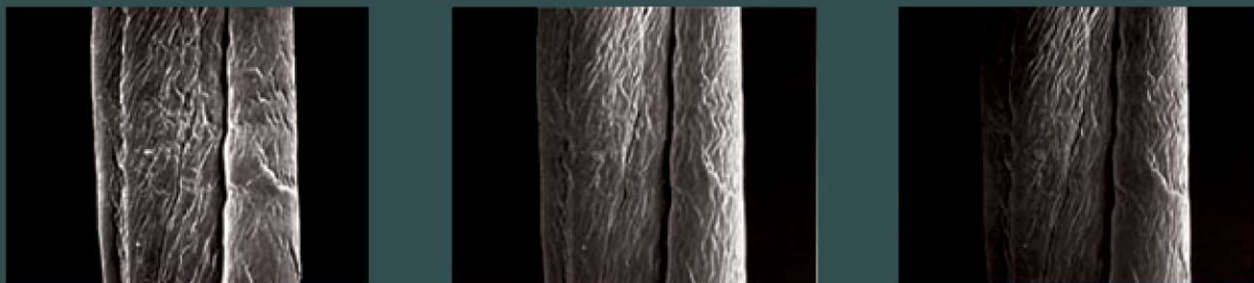
ب

الف

شکل ۱۴- تصویر نمونه IC، الف) زاویه چرخش 0° درجه و ب) 45° درجه [۹].

همچنین بسته به اینکه نمونه چرخانده شده در جهت آشکارساز الکترون‌های ثانویه قرار داشته باشد یا روبروی آن، روشنایی تصویر نهایی متفاوت خواهد بود. در چنین مواردی، اگر محور طولی نمونه در راستای آشکارساز قرار گیرد، روشنایی یکنواخت‌تر خواهد بود.

به‌علاوه، اگر جهت چرخش سطح نمونه و موقعیت آشکارساز الکترون‌های ثانویه بر هم منطبق باشد (شکل ۱۵)، الکترون‌های برگشتی بیشتری از قسمت چرخش یافته، به‌منظور تصویرسازی ترکیب می‌شوند و باعث روشن‌تر شدن تصویر می‌گردد.



شکل ۱۵- در نمونه فایبر، قرار دادن محور طولی نمونه در جهت آشکارساز الکترون‌های ثانویه باعث می‌شود سمت راست و چپ نمونه یکسان روشن شود [۷].

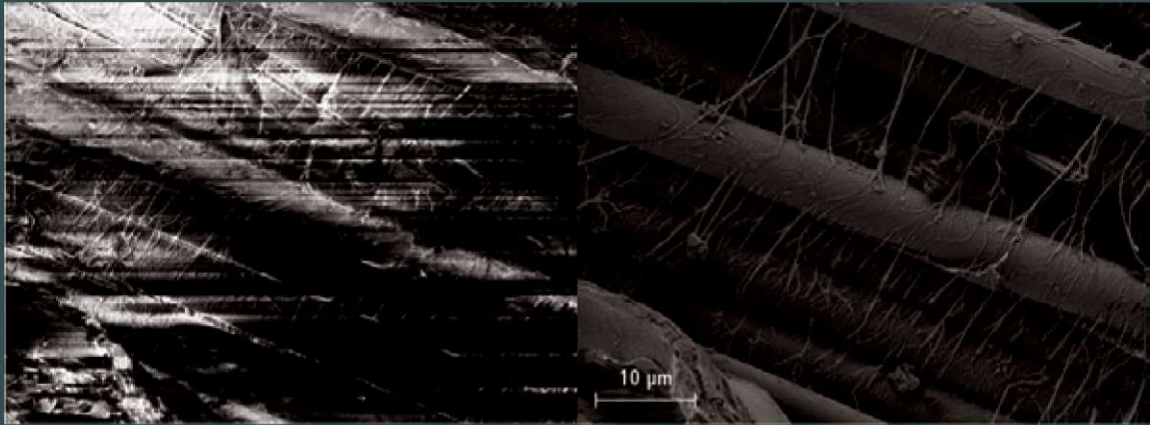
استفاده از سیگنال‌های الکترون برگشتی

اگرچه تصاویر به‌دست‌آمده از الکترون‌های ثانویه بسیار مفید و پرکاربرد هستند اما تصاویر ناشی از الکترون‌های برگشتی نیز اطلاعات مفیدی ارائه می‌دهند. الکترون‌های برگشتی بسته به نوع ترکیب و فراز و نشیب سطحی، در مقدار و جهت، متفاوت‌اند. تباین تصویر حاصل از الکترون‌های برگشتی به موارد زیر بستگی دارد: ۱- سرعت تولید الکترون که به میانگین عدد اتمی نمونه وابسته است، ۲- زاویه الکترون‌های برگشتی روی سطح نمونه، ۳- تغییر در شدت الکترون برگشتی با تغییر زاویه برخورد باریکه الکترونی الکترون به نمونه. تصاویر حاصل از الکترون‌های برگشتی شامل دو نوع اطلاعات است: یکی ترکیب و دیگری فراز و نشیب سطحی نمونه. ناحیه‌ای که الکترون‌های برگشتی تولید می‌شوند بزرگ‌تر از ناحیه‌ای است که الکترون‌های ثانویه به وجود می‌آیند. بنابراین، الکترون‌های برگشتی قدرت تفکیک‌پذیری کمتری دارند؛ اما به دلیل اینکه انرژی بیشتری دارند، کمتر تحت تأثیر شارژ نمونه و آلودگی آن قرار می‌گیرند [۱۲].

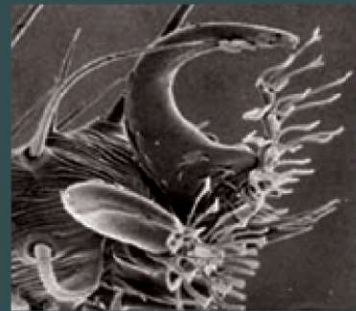
اثر شارژ الکتريکی روی کیفیت تصویر

الف) شارژ الکتريکی و مقابله با آن
وقتی باریکه الکترونی به‌طور مستقیم به نمونه نارسانا برخورد کند، الکترون‌های با بار منفی آن به‌صورت موضعی تجمع کرده و بنابراین انتشار الکترون‌های ثانویه به‌درستی صورت نمی‌گیرد. این شارژ الکتريکی سبب ایجاد برخی عیوب در تصویر نظیر تباین غیرطبیعی، خط‌خطی شدن (شکل ۱۶)، تغییر شکل و یا حرکت تصویر می‌شود (شکل ۱۷). برای اجتناب از پدیده شارژ الکتريکی، به‌طور معمول روی نمونه‌های نارسانا یک پوشش فلزی اعمال می‌شود. اگر با اعمال پوشش، بازهم مشکل شارژ الکتريکی وجود داشته

- باشد، برای بهبود کیفیت تصویر از روش‌های زیر استفاده می‌شود [۹]:
- ۱- کم کردن جریان باریکه الکترونی.
 - ۲- کاهش ولتاژ شتاب‌دهنده.
 - ۳- اعمال مجدد پوشش فلزی روی سطح نمونه.
 - ۴- چرخش نمونه. (میزان چرخش برای نمونه‌های مختلف، متفاوت است).



شکل ۱۶- اثر استفاده از جبران‌کننده شارژ الکتريکی در حذف (سمت راست) خط‌خطی‌ها (سمت چپ) در تصویرگیری از نوعی چسب [۷].



شکل ۱۷- اثر کاهش ولتاژ در کاهش شارژ الکتريکی در تصویرگیری نمونه پای ملخ، الف) نمونه بدون شارژ الکتريکی و ب) نمونه با شارژ الکتريکی [۹].

جلوگیری از شارژ الکتريکی به کمک نمونه‌برداری

تصویرگیری از نمونه‌های زیستی، پارچه‌ای و پودری دشوار است؛ به صورتی که برخی نقاط در تصویر، روشن و بعضی دیگر تیره هستند که این امر به خاطر وجود شارژ الکتريکی در چنین نمونه‌هایی است. برای اجتناب از این امر بایستی سطح نمونه به‌طور یکنواخت، هدایت الکتريکی داشته باشد؛ به شرح زیر [۴]:

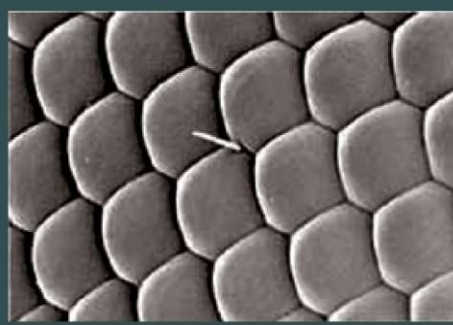
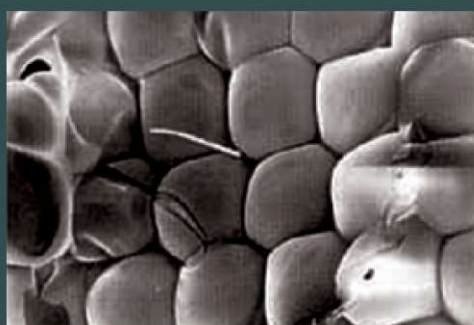
- ۱- بعد از چسباندن و ثابت شدن نمونه روی نگه‌دارنده، از چسب هادی (کربن یا مشابه آن) استفاده شود.
- ۲- در مورد پودرها، اگر ذرات پودر روی هم قرار گرفته باشند پدیده شارژ اتفاق افتاده و

هنگام تصویرگیری، ذرات حرکت خواهند کرد. به منظور جلوگیری از این امر، باید پس از چسباندن پودر، با دمیدن هوا روی آن ذرات اضافی و سست را حذف کرد. همچنین نوع چسب در نگه داشتن پودر بسیار اهمیت دارد.

تخریب نمونه توسط باریکه الکترونی

گاهی انرژی باریکه الکترونی به صورت گرما در سطح نمونه و در نقطه برخورد با نمونه آزاد می‌شود. افزایش دما در نقطه برخورد به موارد زیر بستگی دارد [۵]:

- ۱- مقدار باریکه الکترونی و ولتاژ شتاب‌دهنده.
 - ۲- ناحیه روبش شده.
 - ۳- مدت زمان روبش.
 - ۴- هدایت حرارتی نمونه. مواد پلیمری و زیستی به دلیل هدایت حرارتی پایین به آسانی تحت تأثیر باریکه الکترونی تخریب می‌شوند.
- برای ممانعت از تخریب نمونه موارد زیر را می‌توان لحاظ کرد (شکل ۱۸):
- ۱- استفاده از ولتاژ شتاب‌دهنده پایین.
 - ۲- کاهش شدت باریکه الکترونی.
 - ۳- کوتاه کردن زمان پرتودهی، حتی اگر کیفیت تصویر کاهش یابد.
 - ۴- استفاده از بزرگنمایی‌های پایین.
 - ۵- کنترل ضخامت پوشش فلزی اعمال شده روی نمونه.



شکل ۱۸- تصویر چشم حشره در بزرگنمایی بالا، الف) بدون تأثیر باریکه الکترونی و ب) تخریب شده توسط باریکه الکترونی پس از گذشت زمان زیاد از بررسی همان منطقه [۷].

آلودگی ناشی از برخورد باریکه الکترونی با نمونه

در اثر برخورد باریکه الکترونی به نمونه برای مدت زمان طولانی، ممکن است تصویر وضوح اولیه خود را از دست داده و تیره شود. این امر به سبب مولکول‌های گاز موجود در اطراف نمونه مورد بررسی است (شکل ۱۹). عواملی که باعث ایجاد گاز در محفظه نمونه و منجر به آلودگی می‌شوند، شامل موارد زیر است [۵]:

۱- گاز ایجادشده از خود دستگاه.

۲- گاز ایجادشده از نمونه.

برای جلوگیری از آلودگی نمونه می‌توان اقدامات زیر را به کار برد [۵]:

۱- استفاده از حداقل مقدار چسب کربن دوطرفه یا هر نوع چسب دیگر و خشک کردن کامل آن قبل از قرار دادن نمونه داخل دستگاه.

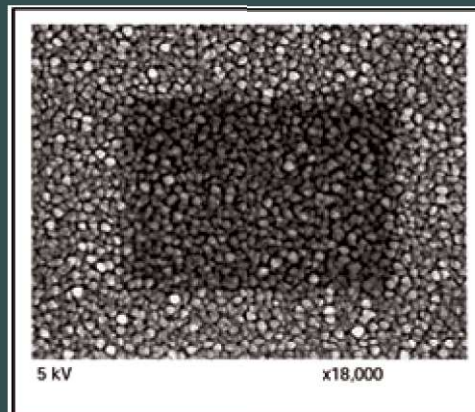
۲- گرم کردن و خارج کردن گاز نمونه به کمک پیش خلأ، قبل از قرار دادن نمونه داخل دستگاه.

۳- کوچک نمودن سایز نمونه‌ها تا حد ممکن.

۴- اعمال پوشش رسانای مناسب به لحاظ ضخامت.

۵- انجام تصویرگیری و روبش تصویر در حداقل زمان ممکن.

از طرفی عوامل خارجی همچون شخص کاربر، روش آماده‌سازی نمونه، روش پوشش‌دهی، وجود لرزش و یا امواج مغناطیسی در محیط کاری دستگاه SEM نیز در گرفتن تصاویر بدون نویز تأثیر زیادی دارد. شایان‌ذکر است که موارد دستگاهی و ابزاری همچون فاصله کاری، اندازه قطر روزنه شیئی، آستیگماتیسم و فیلمان و شرایط آن در کیفیت تصاویر نقش بسیار مهمی دارند.



شکل ۱۹- اثر آلودگی ناشی از برخورد باریکه الکترونی به نمونه در ولتاژ ۵ کیلوولت و بزرگنمایی ۱۸۰۰۰ برابر [۷].

[۱] تلافی نوغانی. محمد، ابویی مهریزی. وحید، ۱۳۹۳، «آشنایی با روش‌های نوین شناخت و آنالیز مواد»، انتشارات فدک ایساتیس.

[۲] کرباسی، م.، ۱۳۸۸، «میکروسکوپ الکترونی روبشی و کاربردهای آن در علوم مختلف و فناوری نانو»، انتشارات جهاد دانشگاهی واحد صنعتی اصفهان.

[۳] گلستانی فرد. فرهاد، بهره‌ور. محمدعلی، صلاحی. اسماعیل، ۱۳۹۰، «روش‌های شناسایی و آنالیز مواد»، انتشارات دانشگاه علم و صنعت ایران.

[۴] Schatten Heide, Pawley James B., 2007, "Biological Low-Voltage Scanning Electron Microscopy", Springer.

[۵] Shimizu, Kenichi, Mitani, Tomoaki, 2010, "New Horizons of Applied Scanning Electron Microscopy", Springer.

[۶] Oatley C.W., 1972, "The Scanning Electron Microscopy, Part 1, The Instrument", Cambridge.

[۷] کاتالوگ دستگاه‌ها در پژوهشگاه مواد و انرژی.

[۸] Lamaka S.V., Knörnschild G., Snihirova D.V., Taryba M.G., Zheludkevich M.L., Ferreira M.G.S., 2009, "Complex anti corrosion coating for ZK30 magnesium alloy", Electrochimica Acta Vol.55, pp.131-141.

[۹] علیزاده. مریم، غفرانی. سمانه، ۱۳۹۵، «مبانی کاربردی آماده‌سازی نمونه‌های میکروسکوپ الکترونی روبشی»، انتشارات نخبگان شریف.

[۱۰] W.Zhou, 2006, "Scanning Electron Microscopy for Nanotechnology Techniques & Applications", University of New Orleans.