

به نام خدا



مرکز دانلود رایگان  
مهندسی متالورژی و مواد

[www.Iran-mavad.com](http://www.Iran-mavad.com)



## میکروسکوپ الکترونی محیطی<sup>1</sup> (ESEM)

محدودیت‌های روش مطالعه با میکروسکوپ‌های الکترونی روبشی (SEM) به خوبی شناخته شده‌اند. به عنوان مثال حتی در نمونه‌هایی که دارای پوشش با هدایت الکتریکی بالا هستند بر روی سطوح شکست یا در مواد متخلخل و فوم‌ها تجمع بار مشاهده می‌شود. این تجمع بار می‌تواند باعث کاهش کیفیت تصویربرداری شود. علاوه بر این، پسماندهای آلی انواع چسب‌ها و بایندها مثل روغن، مواد روانساز و دیگر مواد افزودنی ممکن است در خلأ بالا تبخیر شده و تصویرسازی نمونه را با مشکل مواجه نماید. در این موارد می‌توان از میکروسکوپ الکترونی روبشی محیطی استفاده نمود [1].

### اساس کار [2]:

میکروسکوپ الکترونی محیطی نیز مانند تمامی انواع میکروسکوپ‌های الکترونی دارای یک منطقه خلأ برای تولید و متمرکز کردن پرتو الکترونی می‌باشد که همیشه در فشار کمتر از  $10^{-9}$  پاسکال قرار دارد. به علاوه یک منطقه با فشار بالا (بیش از 60kpa) مورد نیاز است که البته این دو ناحیه باید به نحو مطلوب و توسط یک تکنیک ویژه از یکدیگر مجزا گردند. این کار یا توسط فیلم‌های پنجره عبور الکترون<sup>2</sup> و یا توسط دریچه‌های کوچک محدودکننده گاز<sup>3</sup> فشار انجام می‌پذیرد. در ESEM به دلیل بهره‌گیری از ولتاژهای شتاب‌دهنده بسیار پایین‌تر، فقط دریچه‌های محدودکننده به کار گرفته می‌شود. شکل (1) به ساده‌ترین بیان، این سیستم کاری را نشان می‌دهد. حداقل دو دریچه برای محدود کردن مؤثر فشار ایجاد شده در ستون الکترون نوری مورد نیاز می‌باشد. جریان گاز از میان اولین دریچه محدودکننده فشار ESEM از طریق سیستمی از لوله‌ها و پمپ‌ها به

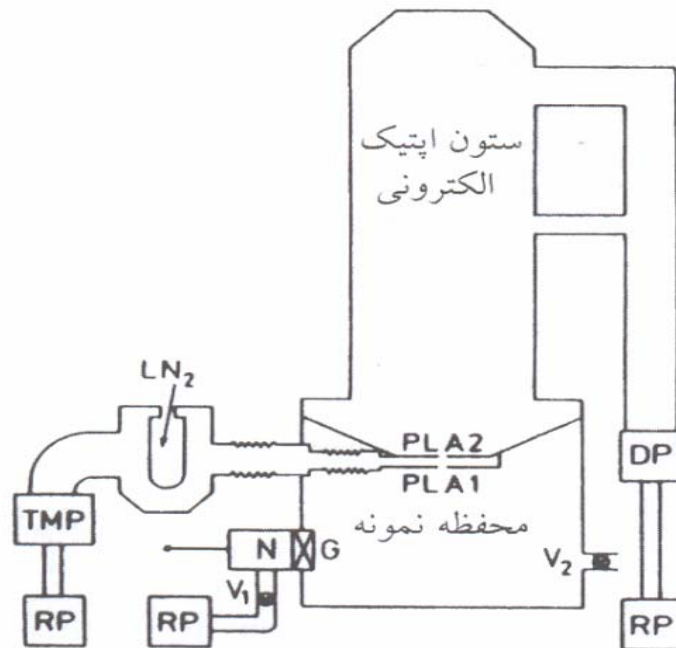
---

<sup>1</sup> -Environmental Scanning Electron Microscopy

<sup>2</sup> -electron ion window film

<sup>3</sup> - pressure-limiting aperture, PLA

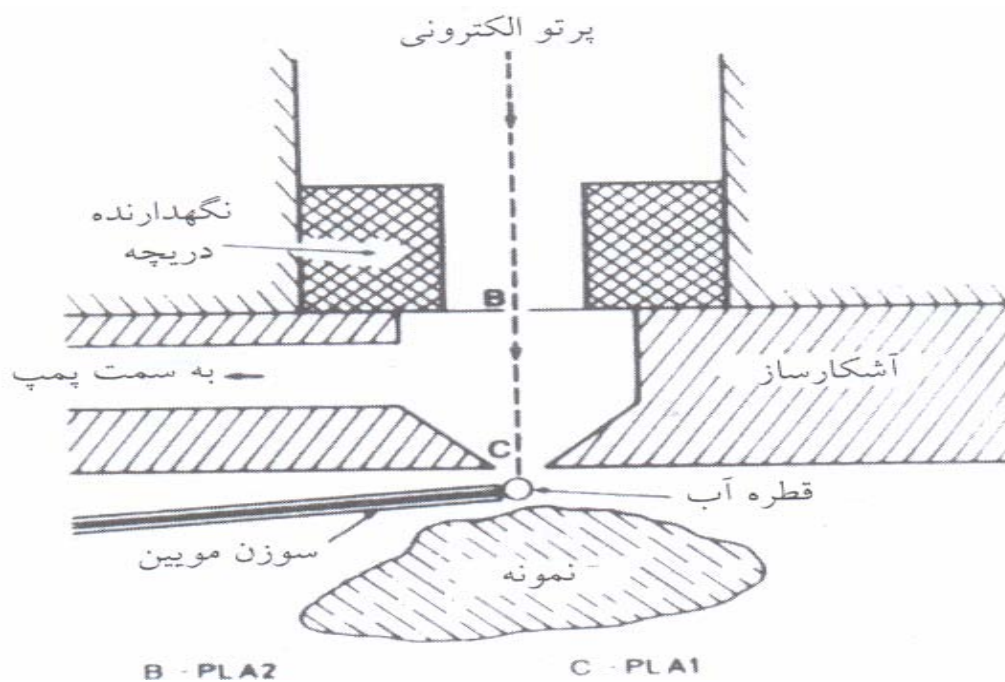
بیرون پمپ می‌شود و فقط بخش کوچکی از گاز از طریق دومین دریچه محدودکننده فشار ( $PLA_1$ ) نشت می‌کند. بقیه پمپ‌ها و سوپاپ‌های نشان‌داده شده برای نگه‌داشتن فشار مورد نیاز در محفظه نمونه و همچنین برای تسهیل انتقال نمونه به داخل و خارج از سیستم به کار گرفته می‌شوند.



شکل 1 - شکل شماتیک ساده یک سیستم با دو پمپ.  $PLA_1$  = اولین دریچه محدودکننده،  $PLA_2$  = دومین دریچه محدودکننده،  $LN_2$  = تله نیتروژن (rotary pump) = RP، پمپ روتاری، DP (diffusion pump) = پمپ دیفوزیونی، TMP = پمپ توربو مولکولار،  $LN_2$  = تله نیتروژن مایع، N (nitrogen trap) = محفظه تعویض نمونه، G (airlock)،  $V_1, V_2$  = سوپاپ‌ها

اگر پارامترهای نشان‌داده شده در سیستم بالا به درستی انتخاب شوند، پرتو الکترونی می‌تواند از دو ستون و از میان هر دو دریچه با حداقل افت عبور کند اما پس از وارد شدن به محفظه نمونه، پرتو الکترونی با مولکول‌های گاز برخورد کرده و پخش می‌شوند.

به هر حال نشان داده شده است که تا یک فاصله مشخص در داخل گاز، یک پرتو متمرکز شده مناسب وجود دارد و اگر یک نمونه به این محدوده منتقل شود یا در این منطقه وجود داشته باشد، می‌تواند مورد مطالعه قرار گیرد. بنابراین می‌توان آشکارساز مناسبی طراحی نمود و در جای صحیح قرار داد تا بتوان سیگنال‌های پدیدآمده را دریافت کرد. شکل (2) به صورت شماتیک، آرایش سیستم آشکارساز را نشان می‌دهد. فاصله نمونه از  $PLA_1$  تعیین کننده مقدار نسبی سیگنال‌های دریافت شده نظیر الکترون‌های برگشتی و پرتو X می‌باشد.



شکل 2 - نمونه‌ای از یک آشکارساز در ESEM. قطره‌های آب در مقادیر معین می‌تواند یک نمونه آزمایشی را حین مطالعه به صورت درجا تر کند.

## آشکارسازی الکترون در ESEM

آشکارساز گازی (GED) الکترون توسط Danilatos در 1983 ارائه گردیده است و نهایتاً به وسیله

GSED جایگزین شده است.

همان‌طور که به صورت شماتیک در شکل (3) نشان داده شده است، پرتو الکترونی از خلال یک روزنه یا سوراخ در آشکارساز با بار مثبت وارد محفظه نمونه می‌گردد، سپس از میان گاز عبور می‌کند تا به سطح نمونه برسد.

هنگامی که پرتو الکترونی وارد محفظه می‌شود دو حالت ممکن است روی دهد:

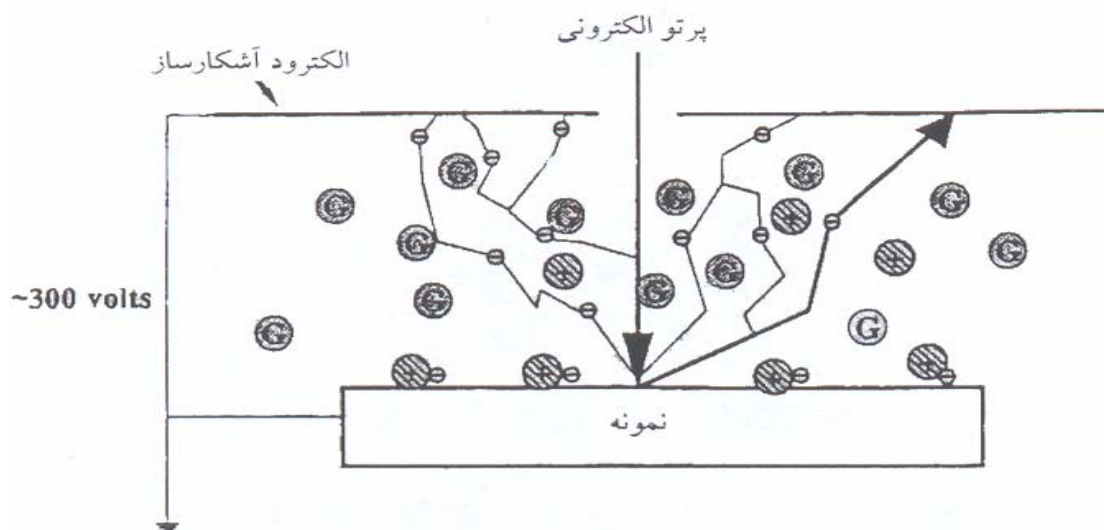
1- الکترون‌های پرتو بدون تفرق از میان گاز عبور می‌کنند.

2- پرتو با گاز تصویرساز و مولکول‌های یونیزه‌شده قبل از رسیدن به نمونه برخورد کرده، متفرق می‌شود.

الکترون‌های برگشتی و ثانویه (SE/BSE) تحت تأثیر میدان چند صد ولتی<sup>4</sup>، توسط آشکارساز جذب می‌شوند. در طول مسیر به آشکارساز الکترون‌های پارانرژی SE/BSE با مولکول‌های گاز تصویرساز برخورد می‌کنند و تشکیل جفت‌های الکترون-یون می‌دهند.

---

<sup>4</sup> - high voltage field



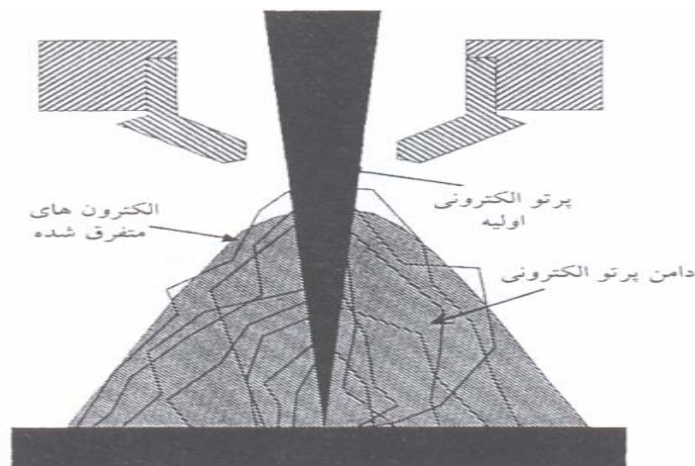
شکل 3- نمایش شماتیک تعامل الکترون- گاز و آشکارساز الکترون ثانویه گازی<sup>5</sup>

تکرار فرآیند "شتاب- برخورد- یونیزاسیون"، یک آبشار تقویت شده سیگنال‌های الکترونی پدید می‌آورد. آشکارساز، سیگنال‌های تقویت شده را جمع‌آوری کرده و تصویر نمونه را بازسازی می‌نماید. همزمان با آبشار یونیزاسیون یون‌های مثبت، یک نیروی دافعه از آشکارساز که بار مثبت دارد، و یک نیروی جاذبه از بارهای اضافی منفی که بر روی سطح نمونه تجمع نموده‌اند، دریافت می‌کند. این یون‌های باردار شده مثبت دوباره با بارهای اضافی ترکیب شده و از باردار شدن سطح جلوگیری می‌کنند (شکل 4).

وضوح تصویر در میکروسکوپ‌های روبشی SEM به قابلیت آن تمرکز اشعه الکترونی در کوچکترین نقطه ممکن بر روی سطح نمونه بستگی دارد. در میکروسکوپ محیطی ESEM بین مولکول‌های گاز تصویر و الکترون‌های پرتو برخوردی روی می‌دهد که منجر به پخش پرتو می‌گردد. گرچه این تعامل‌های گاز-پرتو در تمامی مسیر ستون روی می‌دهد، ولی اکثریت الکترون‌ها هنگامی که پرتو از داخل محفظه نمونه عبور

<sup>5</sup> - gaseous secondary electron detection

می‌کند، متفرق می‌شوند. افزایش فشار محفظه، مقدار فاصله پویش آزاد را کاهش می‌دهد که منجر به ایجاد یک دامنه وسیع الکترونی<sup>6</sup>، شده و بقیه پرتو الکترونی متفرق نشده را محاصره می‌نماید. این دامنه (شکل 4) بر روی میزان تمرکز قابل دسترسی تأثیر می‌گذارد. نرم کردن لبه‌های تیز (Softening)، مقدار جریان مفید پرتو را کاهش می‌دهد و احتمالاً بر روی تحقیق‌های کمی و کیفی با استفاده از میکروآنالیز پرتو X مؤثر می‌باشد.



شکل 4- دامنه پرتو الکترون اولیه که به دلیل تفرق پرتو الکترونی توسط مولکول‌های گاز تصویرساز تشکیل می‌شود.

شایان ذکر است که مقدار پرتو تفرق‌یافته، تابع فاصله آخرین PLA تا نمونه، ترکیب گاز حاضر، فشار

محفظه، ولتاژ شتاب‌دهنده و جریان پرتو می‌باشد.

## تصویر سازی ESEM

میکروسکوپ‌های الکترونی محیطی با استفاده از دو پیشرفت تکنولوژیکی نیاز به خلاء بالا جهت

تصویرسازی را میسر ساخته است. اول، استفاده از یک سیستم پمپ خلاء که محفظه خلاء پایین (که نمونه در

آن قرار دارد) را از محفظه تفنگ الکترونی که در خلاء بالا کار می‌کند، جدا می‌سازد. همان‌طور که گفته شد،

<sup>6</sup> - electron skirt

این کار با استفاده از دریچه‌های محدودکننده فشار انجام می‌گیرد. دوم اختراع آشکارسازهای گازی الکترون ثانویه<sup>۷</sup> است که می‌تواند در خلاء کمتر از 50 torr کار کند.

## مزایا:

میکروسکوپ الکترونی محیطی، عموماً ویژگی‌های اساسی SEM نظیر قدرت تفکیک، عمق تمرکز، تنوع سیگنال‌ها و پردازش سیگنال‌ها را حفظ کرده است. علاوه بر اینکه در ESEM نیازی به هادی کردن نمونه (صرف نظر از مقدار ولتاژ شتاب‌دهنده) نیست. ESEM امکان ایجاد یک سیستم تزریق مایع را نیز فراهم کرده است. مشاهده دینامیک سیستم گاز-مایع-جامد در میکروسکوپ الکترونی محیطی امکان‌پذیر است.

نکته دیگر در ESEM، کوتاه کردن زمان پمپ کردن (60 تا 90 ثانیه) و محفظه نمونه بزرگتر می‌باشد. به دلیل عدم حساسیت به نور می‌توان روزنه دید در آنها تعبیه نمود. این دریچه‌های دید به طور چشمگیری قراردادن نمونه را در جای خود تسهیل می‌نماید. بنابراین تصویرسازی سریع‌تر و راحت‌تر انجام می‌گیرد.

محدودیت دیگری نیز در کاربرد میکروسکوپ‌های الکترونی روبشی متداول روی می‌دهد. آشکارسازی الکترون ثانویه SE با استفاده از آشکارسازهای E-T<sup>۸</sup> انجام می‌گیرد. این آشکارسازها در پتانسیل‌های مثبت بالای 10,000 تا 12,000 ولت کار می‌کنند. در محفظه‌ای که فشار از  $10^{-2}$  pa تجاوز نماید، شکست الکتریکی رخ داده و آشکارسازها را غیر کارآمد می‌سازد. بنابراین از آشکارسازهای E-T فقط در میکروسکوپ‌های الکترونی متداول که در خلأ بالا کار می‌کنند، می‌توان استفاده نمود.

## محدودیت‌ها:

---

<sup>7</sup> - gaseous secondary electron detectors, GSED

<sup>8</sup> - Evehart-Thornley



یک گاز تصویرساز<sup>9</sup> به داخل محفظه نمونه وارد می‌گردد که محیط پرفشار را فراهم می‌سازد. انتخاب نوع گاز تصویرساز ابتدا توسط ملاحظات و تجربیات عملی از قبیل هزینه، سمی بودن، قابلیت اشتعال و واکنش‌دهندگی شیمیایی محدود می‌گردد. متداول‌ترین گاز مصرفی به دلیل یونیزاسیون آسان و در دسترس بودن، بخار آب است. گازهای دیگر مانند  $\text{CO}_2$ ،  $\text{Ar}$ ،  $\text{N}_2$ ، و گازهای ترکیبی نظیر هوا نیز ممکن است استفاده شود.

## مراجع:

1- L Reimer *Meas. Sci. Technol*; 2000:11 1826

2- مرعشی، کاویانی، سرپولکی و ذوالفقاری. اصول و کاربرد میکروسکوپیهای الکترونی و روشهای نوین آنالیز ابزار شناسایی دنیای نانو. دانشگاه علم صنعت ایران

3- <http://www.utoronto.ca/forest/termite>

---

<sup>9</sup>-imaging gass