
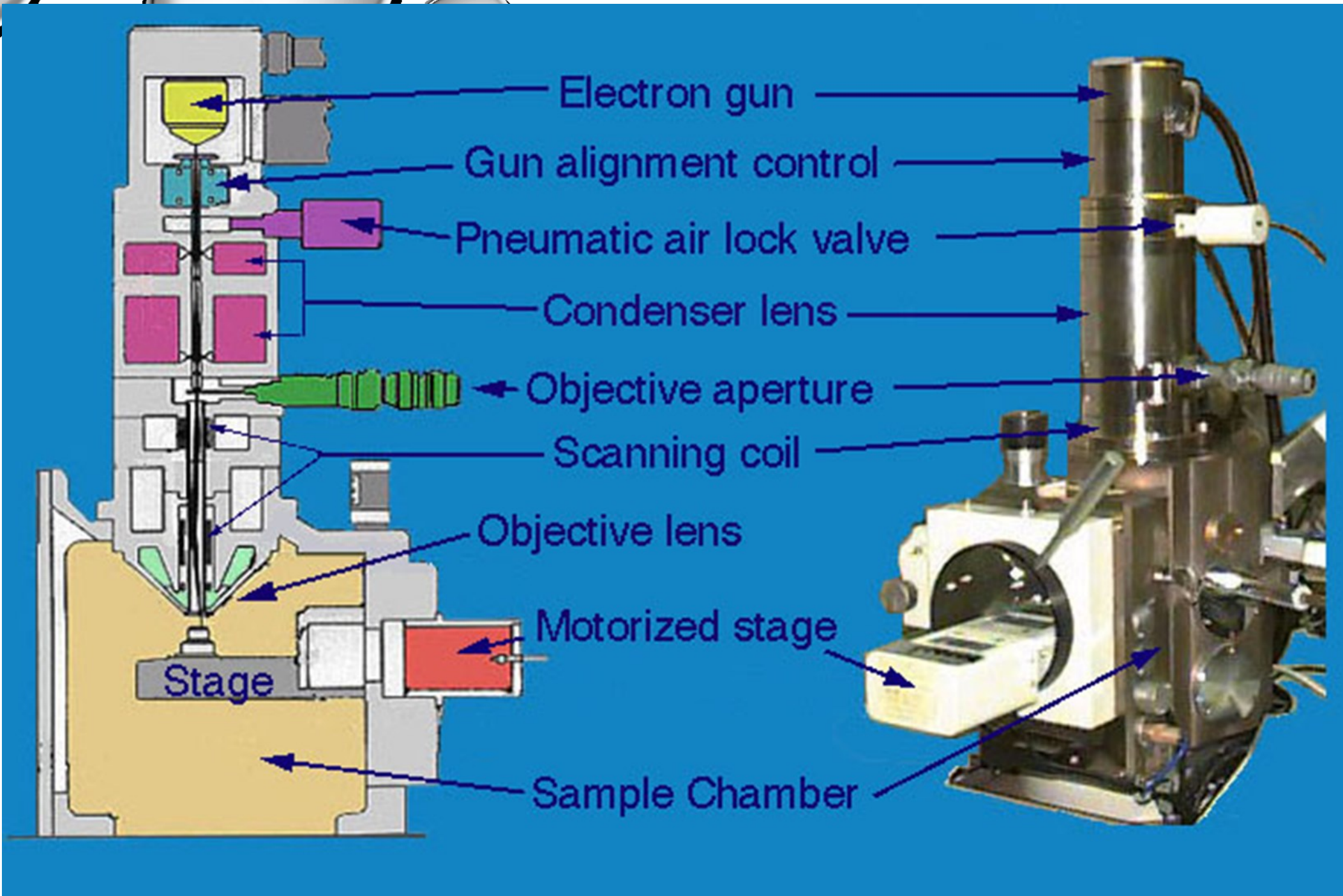




روش هایی نوین آنالیز مواد
میکروسکوپ الکترونی روبشی
SEM

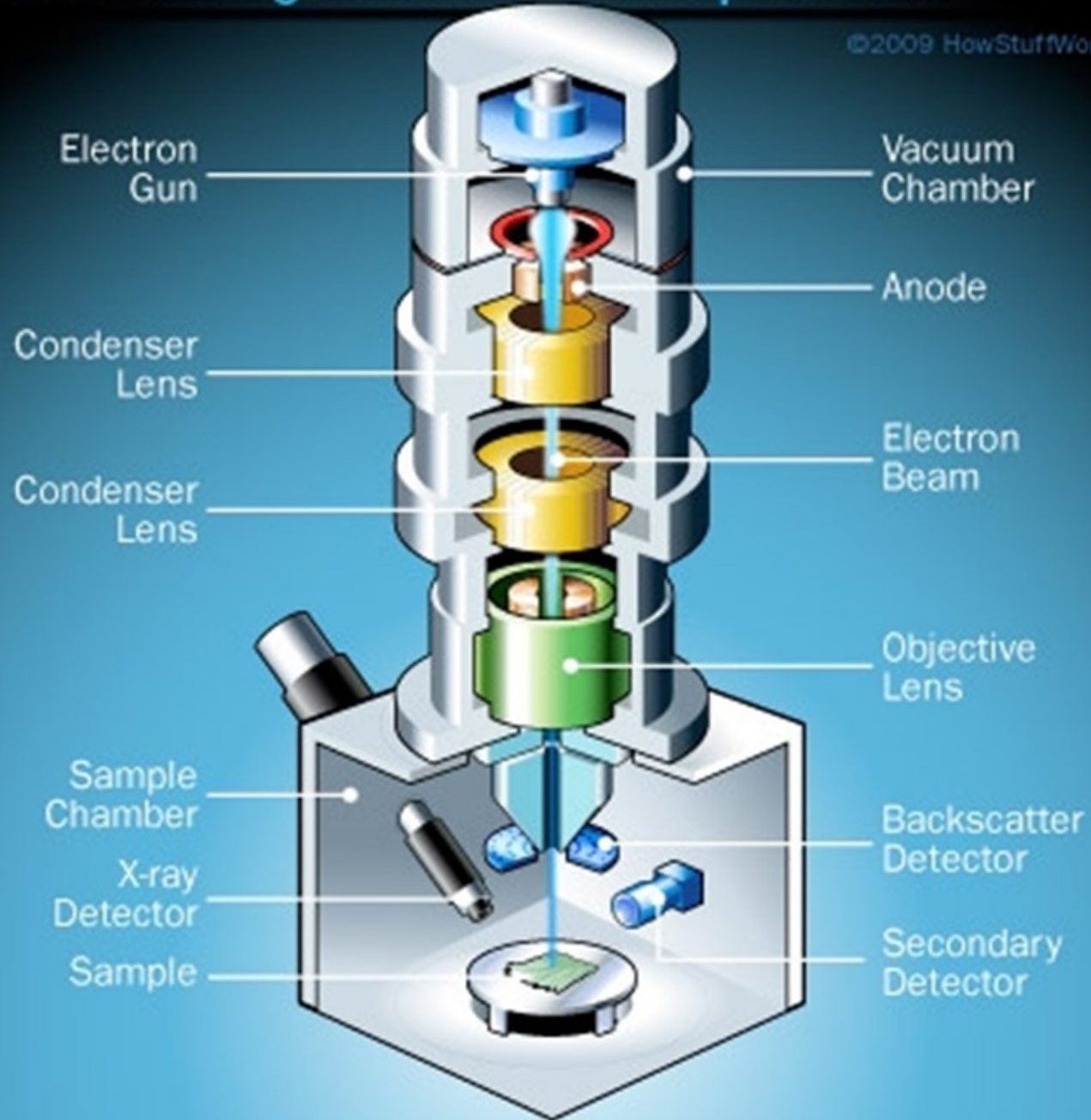
برای مشاهده سایر مطالب مربوط به آنالیز به آدرس زیر مراجعه نمایید
<https://msobhani.profile.semnan.ac.ir/#downloads>

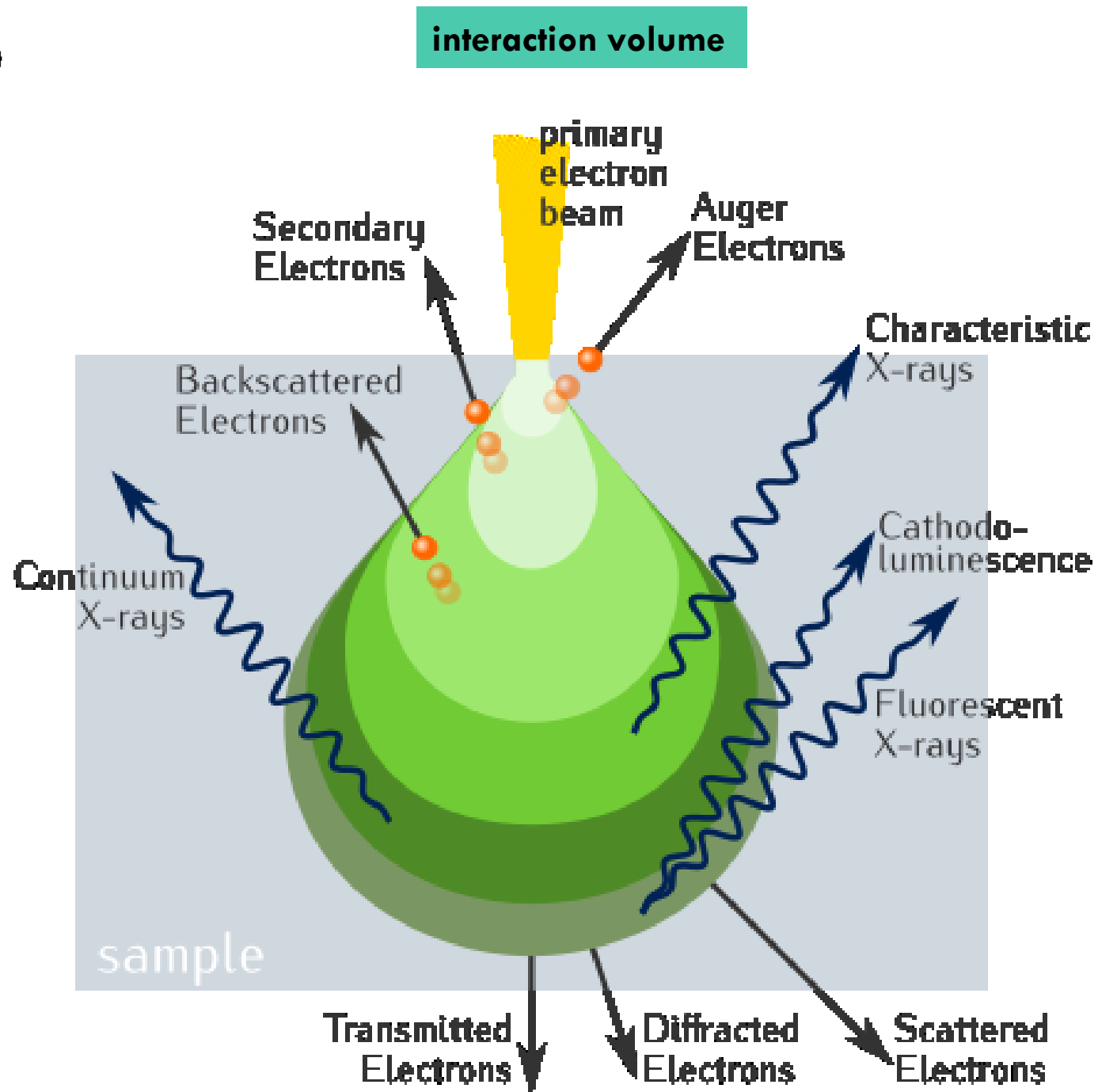


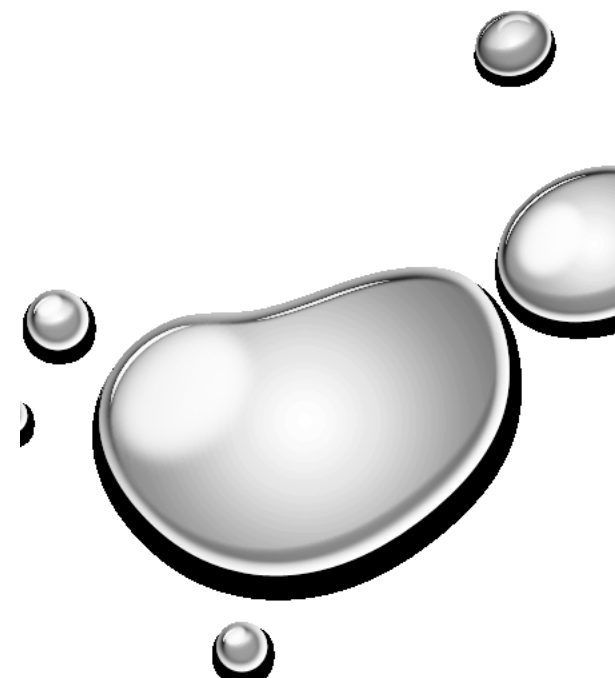
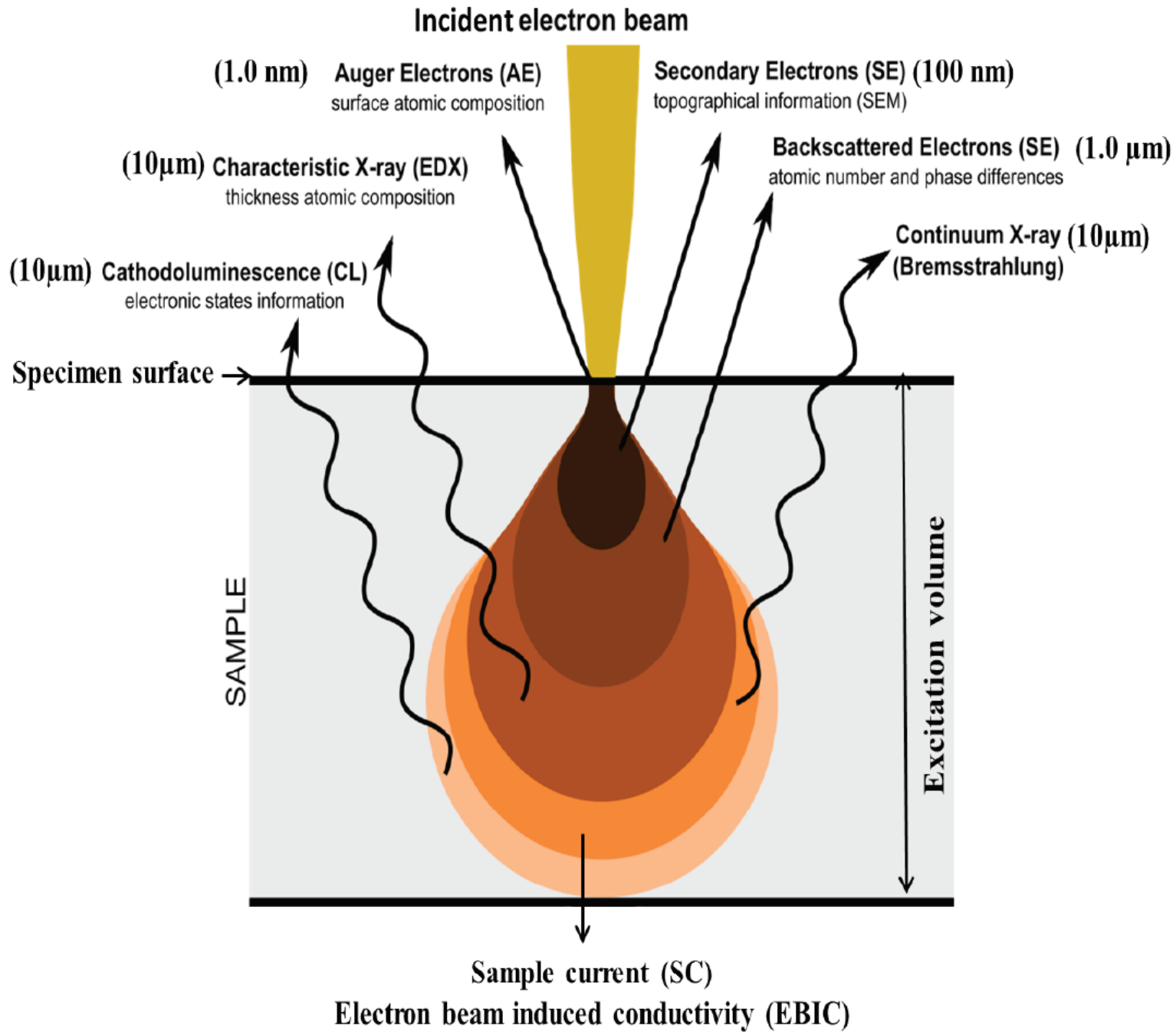


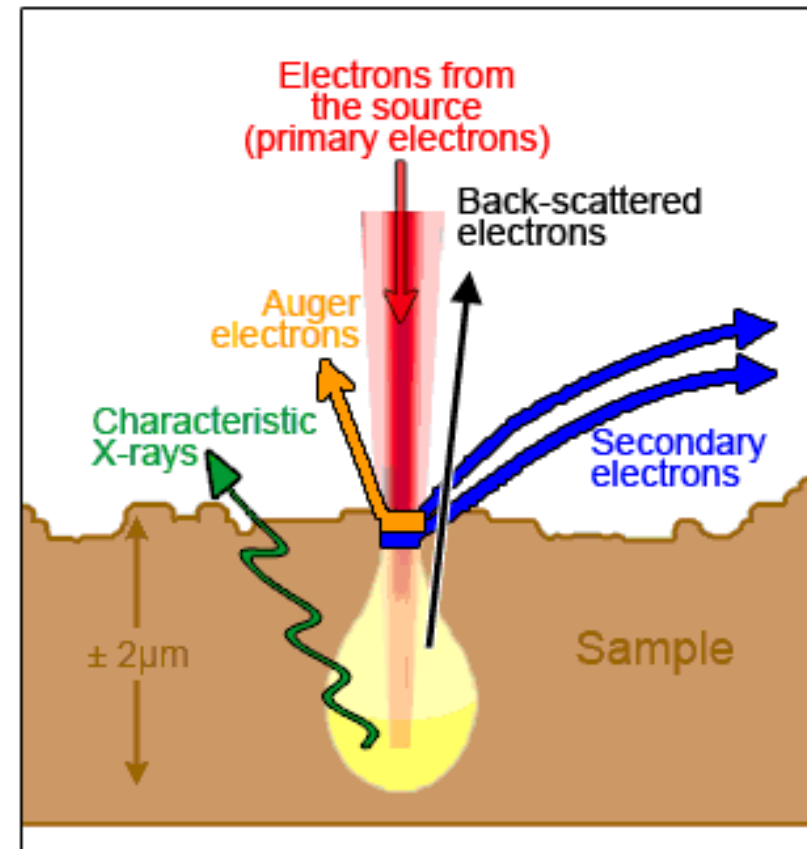
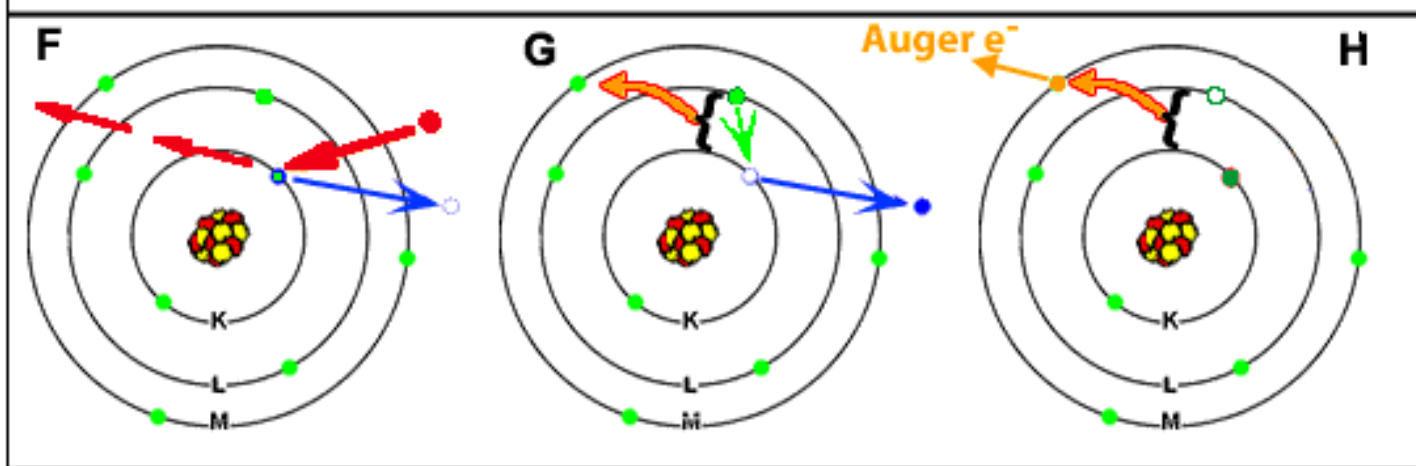
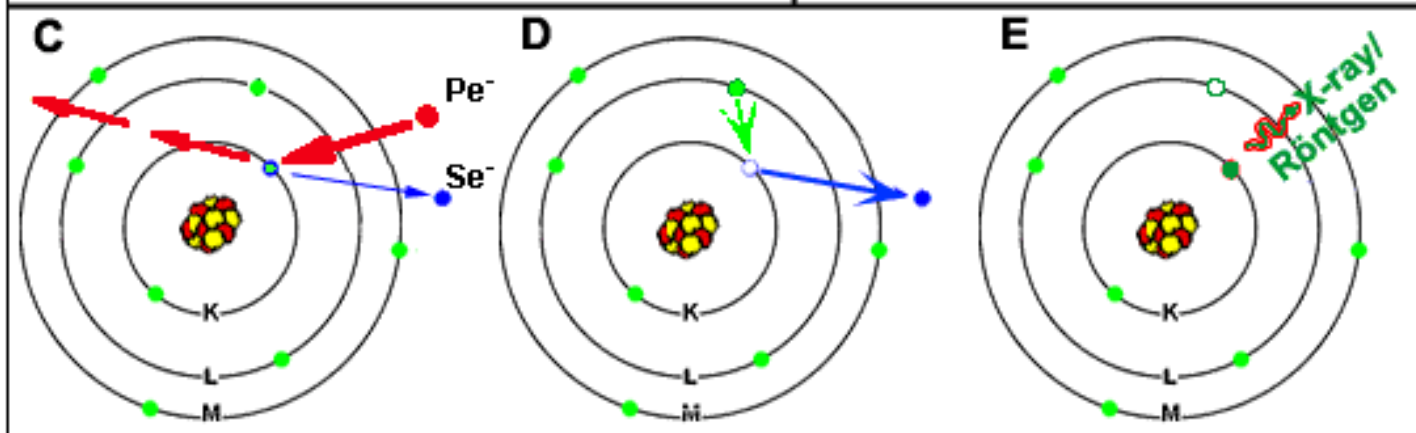
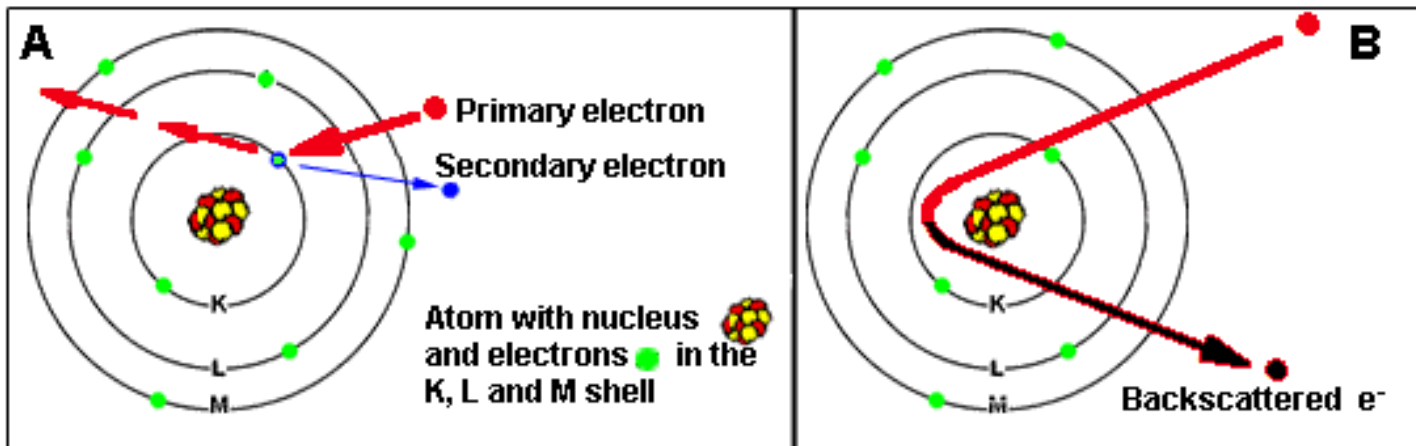
How Scanning Electron Microscopes Work

©2009 HowStuffWorks

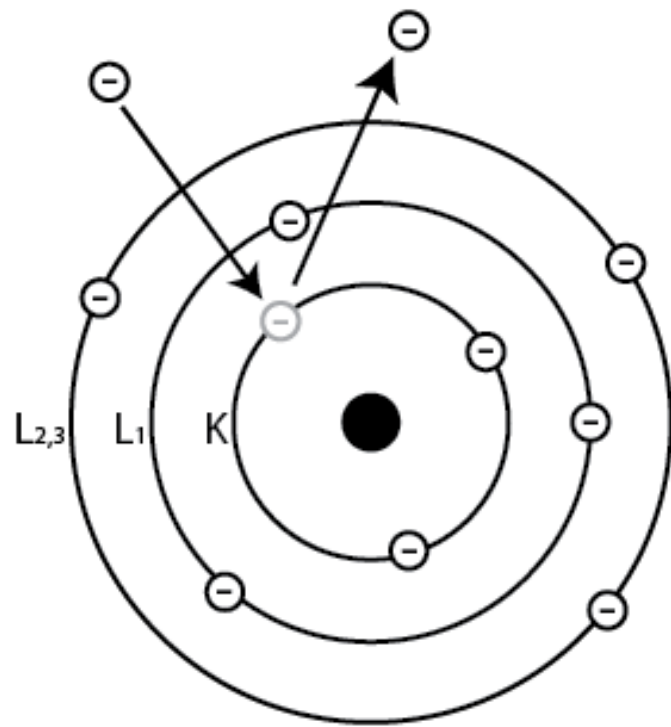




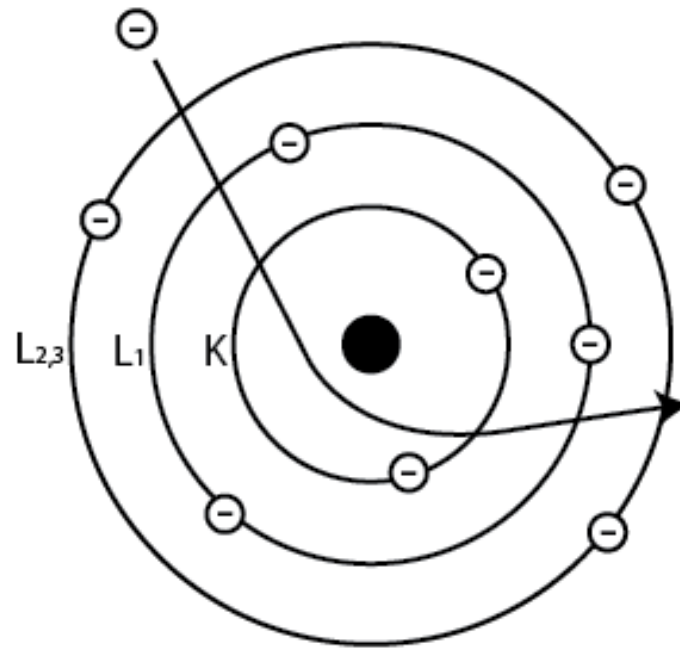




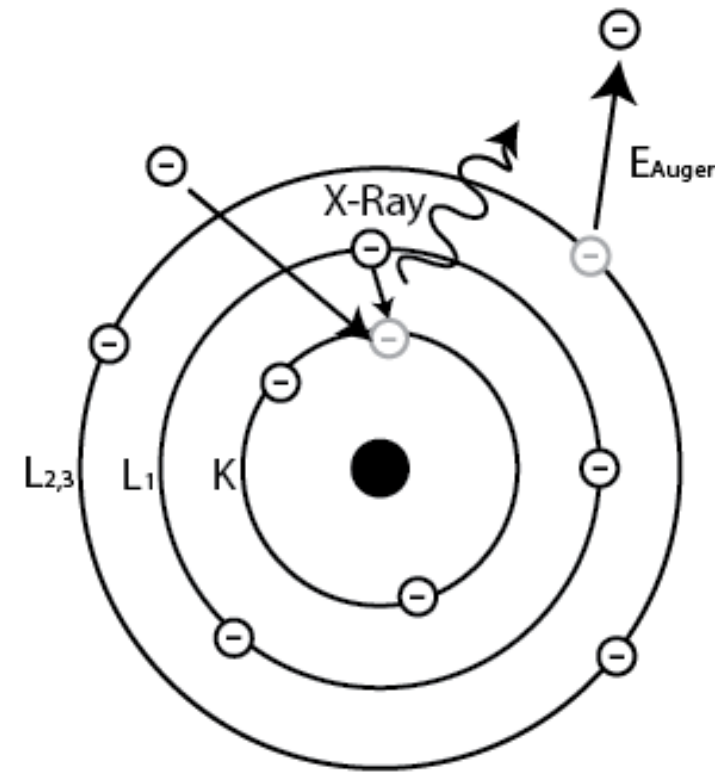
- Primary electrons (Pe^-)
- Secondary electrons (Se^-)
- Back-scattered electrons
- Electron hole in a scale
- Electron from L scale fills hole in K
- Emitted X-ray radiation
- Difference in energy level converted to liberate an Auger electron (e^-)



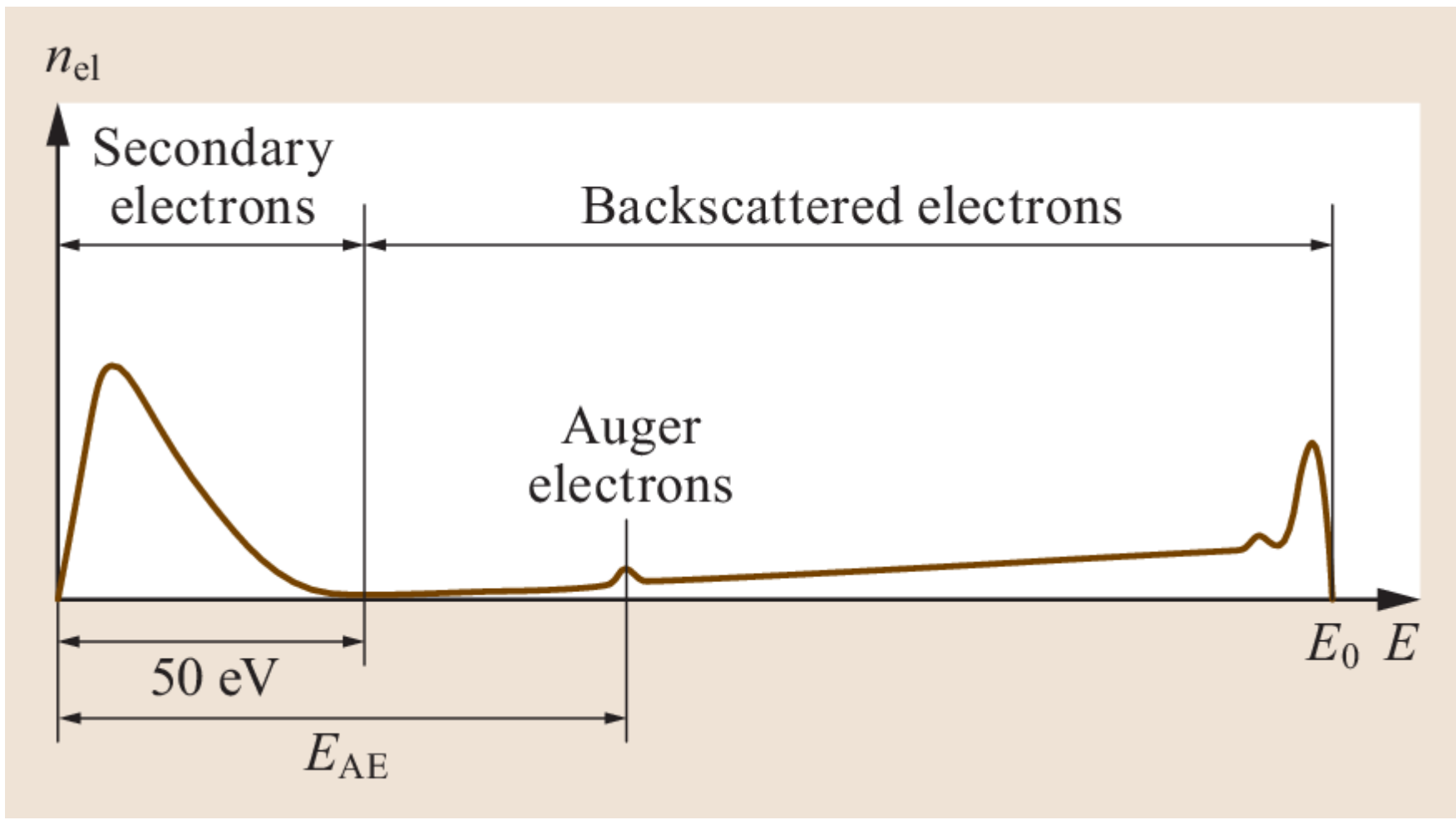
Secondary Electrons



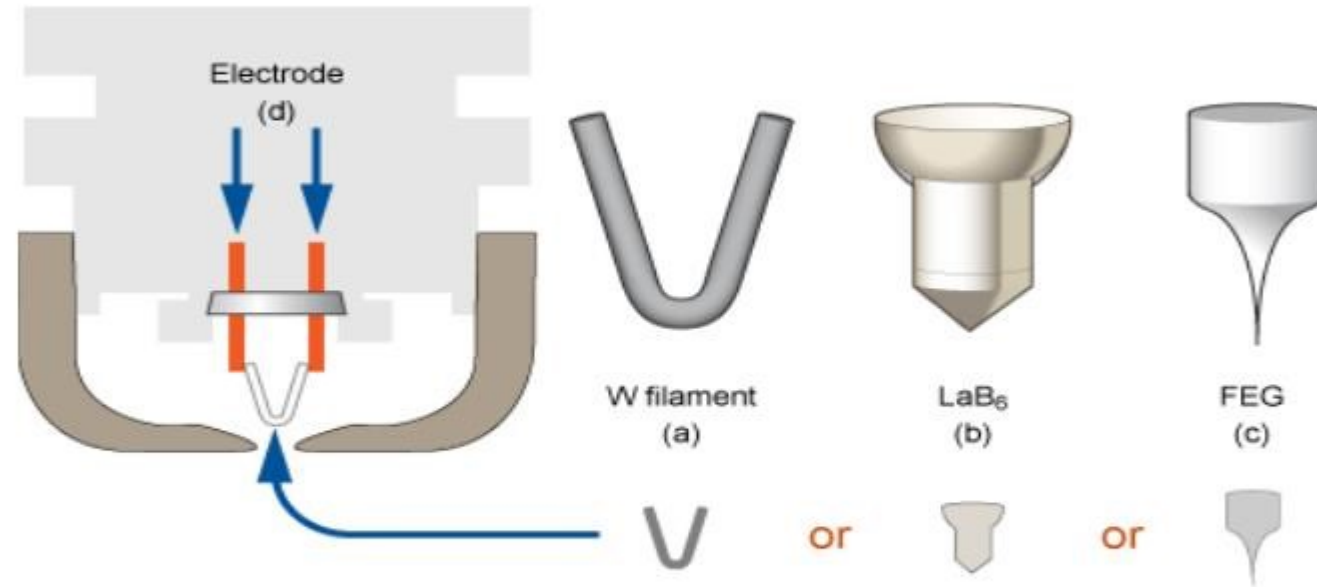
Backscattered Electrons



Auger Electrons or
X-Ray Fluorescence



Electron Gun source



تفنگ ترمویونی تنگستنی

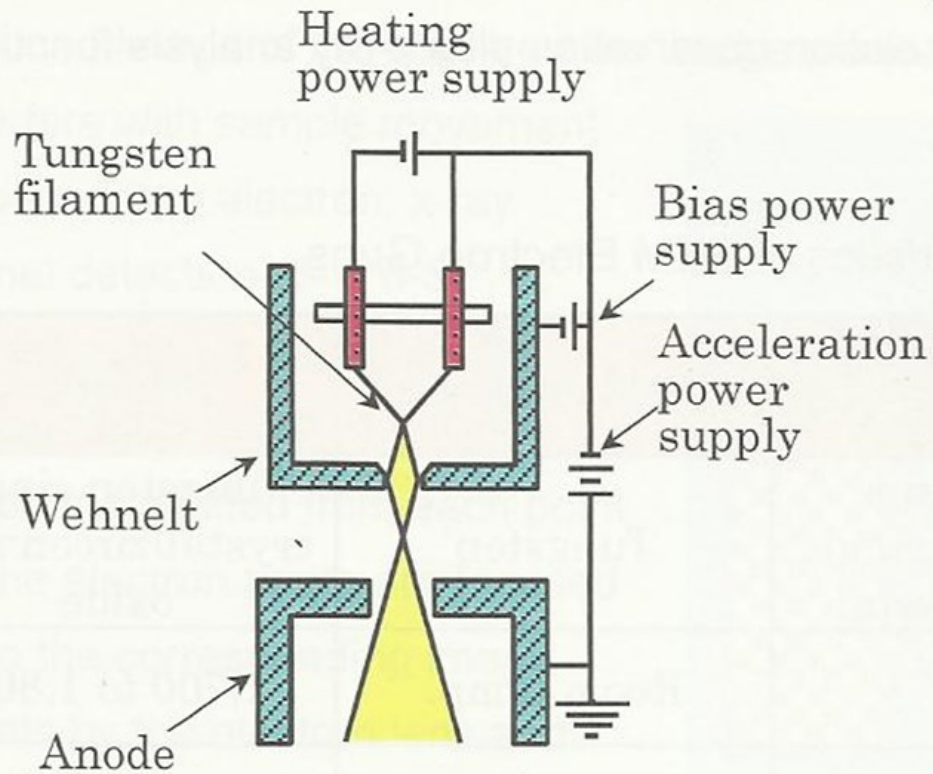
کاتد مورد استفاده از پدیده ترمویونی باید:

- ✓ نقطه ذوب بسیار بالایی داشته باشد تا شکل و مشخصات مکانیکی خود را تا دمای انتشار الکترون حفظ کند.
- ✓ تابع کاری ترمویونی پایینی داشته باشد تا در دمای نسبتاً کمتری شروع به انتشار الکترون کند.



تنگستن با نقطه ذوب بالا ۳۴۲۰ درجه سانتی گراد تابع کاری مشابه اغلب فلزات (E_w برابر با ۴.۵ الکترون ولت) دارد و رایج ترین ماده برای استفاده در تولید الکترون است.

فیلامان تنگستن سنجاق سری به شکل V شکل است و شعاع نوک آن حدود ۱۰۰ میکرومتر است که به عنوان کاتد تولیدکننده الکترون در بالای ستون میکروسکوپ نصب می شود.



a) Thermionic gun (tungsten hairpin type)

Tungsten is heated and energy is applied to conduction electrons in order to overcome the energy barrier at metal/vacuum boundary.

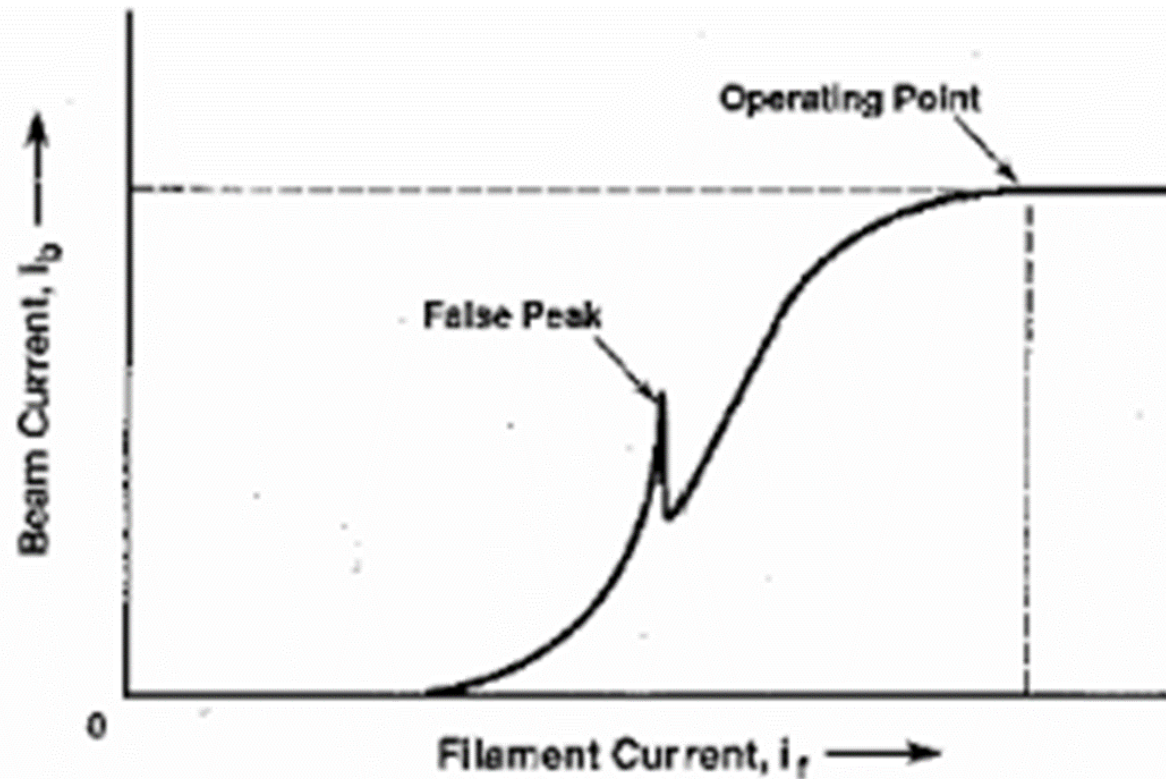
دمای کاری فیلامان در هنگام انتشار الکترون حدود 2700 K است. الکترون‌های به دست آمده از فیلامان (کاتد)، با استفاده از اختلاف پتانسیلی معادل 1000 تا 50000 ولت، به سمت آند شتاب داده می‌شوند.

بخش نگهدارنده فیلامان به صورت یک کلاهک شبکه‌ای **Grid Cap** یا به صورت استوانه فلزی است که به آن اصطلاحاً وهنت **Wehnelt cylinder** گفته می‌شود. این نگهدارنده دارای یک روزنه مرکزی است که مقابل نوک فیلامان قرار می‌گیرد.

وهنت نسبت به کاتد یا فیلامنت در یک ولتاژ منفی نگه داشته می‌شود تا الکترون‌های ایجاد شده در فیلامان را به خارج از محفظه دفع کند. ولتاژ منفی به صورت بایاس اعمال می‌شود و پرتو به صورت همگرا تولید می‌شود.

$$J_0 = AT^2 \exp(-W/kT)$$

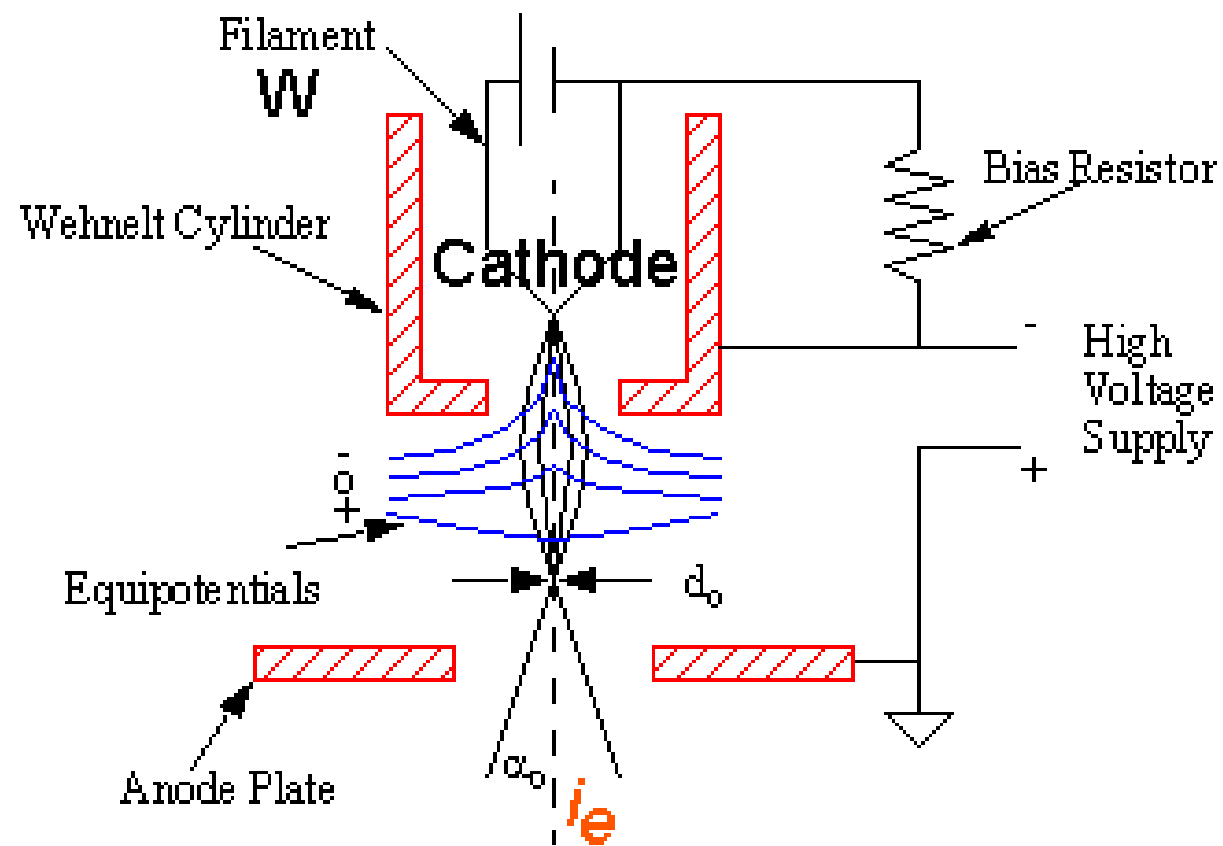
$$A = \frac{4\pi emk^2}{h^3} = 1.23 \times 10^6 \text{ A/(m}^2 \text{ K}^2)$$



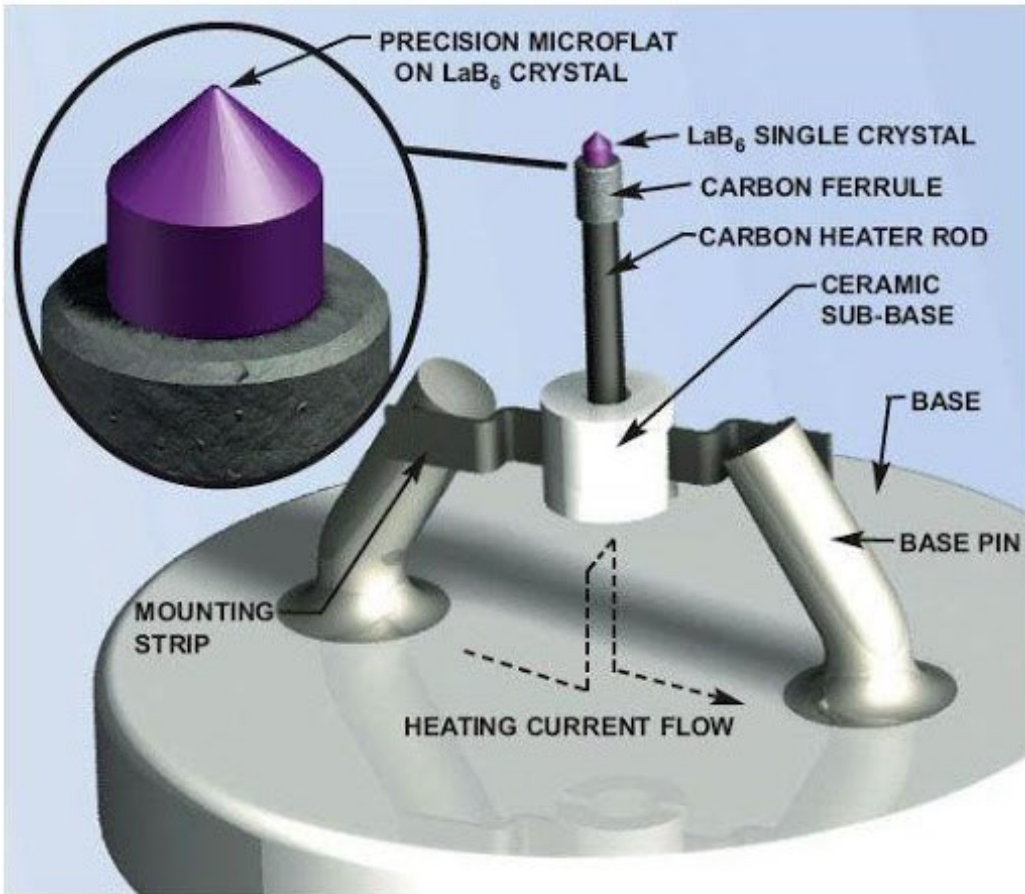
با افزایش جریان فیلامان، جریان پرتو الکترون افزایش می‌یابد و به یک حد اشباع می‌رسد.

دلیل این پدیده این است که با افزایش جریان فیلامان از مقدار مورد نیاز برای انتشار الکترون، ولتاژ بی‌یاس نیز افزایش می‌یابد و گرادیان میدان منفی در اطراف فیلامان شدت گرفته و با بازگشت الکترون‌ها به سمت فیلامان، انتشار الکترون از آن را محدود می‌سازد. جریان فیلامان اشباع، بهترین شرایط کاری برای فیلامان است.

$$\beta = \frac{i_e}{\pi \left(\frac{d_0}{2}\right)^2 \pi (\alpha_0)^2} = \frac{4i_e}{(\pi d_0 \alpha_0)^2}$$



تفنگ ترمویونی La_6B

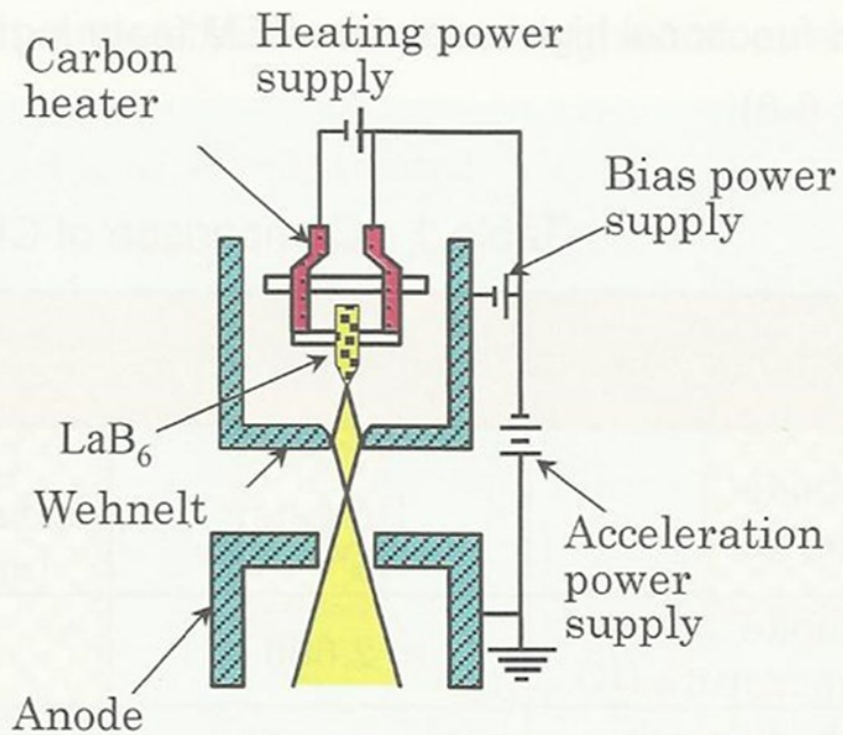


تک کریستالی از جنس لانتانم هگزا برای نقش کاتد را دارد.

این تک کریستال به شکل مفتولی به قطر یک میلیمتر مربع و طول ۱.۶ سانتی‌متر و نوک آن تا قطر ۱۰ میکرون تیز می‌شود.

در این نوع کاتد، نسبت چگالی جریان انتشار الکترون به نرخ تبخیر فیلامان بسیار بالاتر از فیلامان‌های تنگستنی است.

هگزا برای لانتانم با تابع کاری برابر با ۰.۳ الکترون ولت قدرت تولید الکترون ۱۰ برابر بیشتر از تنگستن است.



b) LaB₆ gun

Lanthanum hexaboride (LaB₆) having a small work function (electrons are readily emitted) is used instead of tungsten.

نیاز به خلأ بالاتر که به حدود ۱۰ برابر خلأ کاری فیلامان‌های تنگستنی دارد.

عدم امکان گرم کردن مستقیم ترکیب LaB₆ این در حالی است که در فیلامان‌های تنگستنی، رشته سیم تنگستنی مستقیماً با عبور جریان الکتریکی گرم می‌شود.

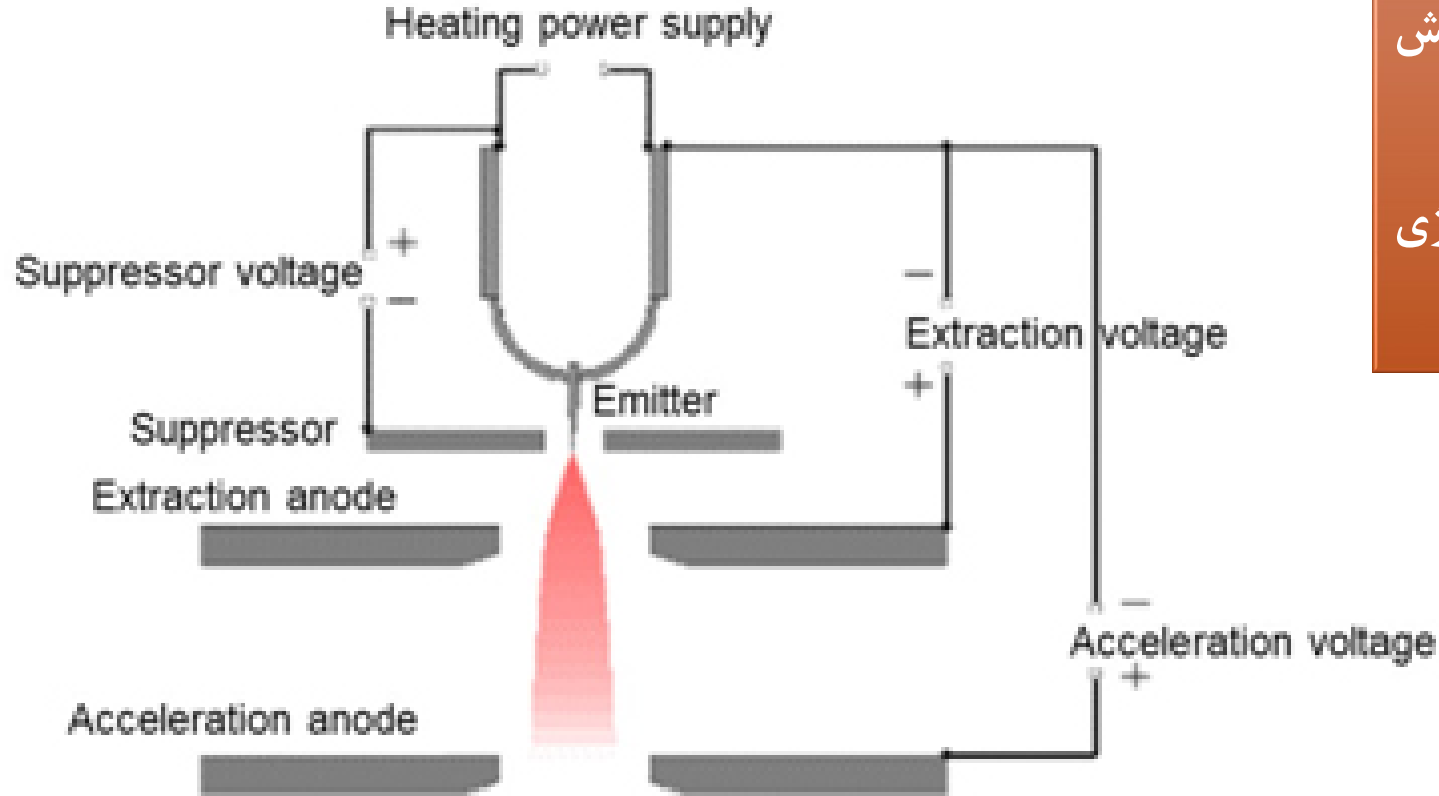
روش گرم کردن کاتد LaB₆ قرار دادن آن در لایه‌ای از جنس گرافیت است که این نوار به عنوان واسط حرارتی فیلامان عمل می‌کند.

عمر کاری ۱۰۰۰ ساعت ولی در فیلامان‌های تنگستنی حدود ۲۰۰ است.

روشنایی با افزایش درجه حرارت فیلامان و کاهش تابع کار ترمویونی آن افزایش می‌یابد.

به دلیل ریزتر بودن شعاع نوک فیلامان LaB₆ و روشنایی و چگالی جریان انتشار بالا امکان کاهش شعاع نقطه همگرایی و در نتیجه کاهش قطر پرتوی الکترونی به ۳۰ تا ۵۰ آنگستروم وجود دارد. بنابراین این نوع تفنگ‌ها، در میکروسکوپ‌هایی که قدرت تفکیک بالایی دارند و میکروآنالیز دقیق انجام می‌دهند، استفاده می‌شوند.

تفنگ‌های نشر میدانی FEG

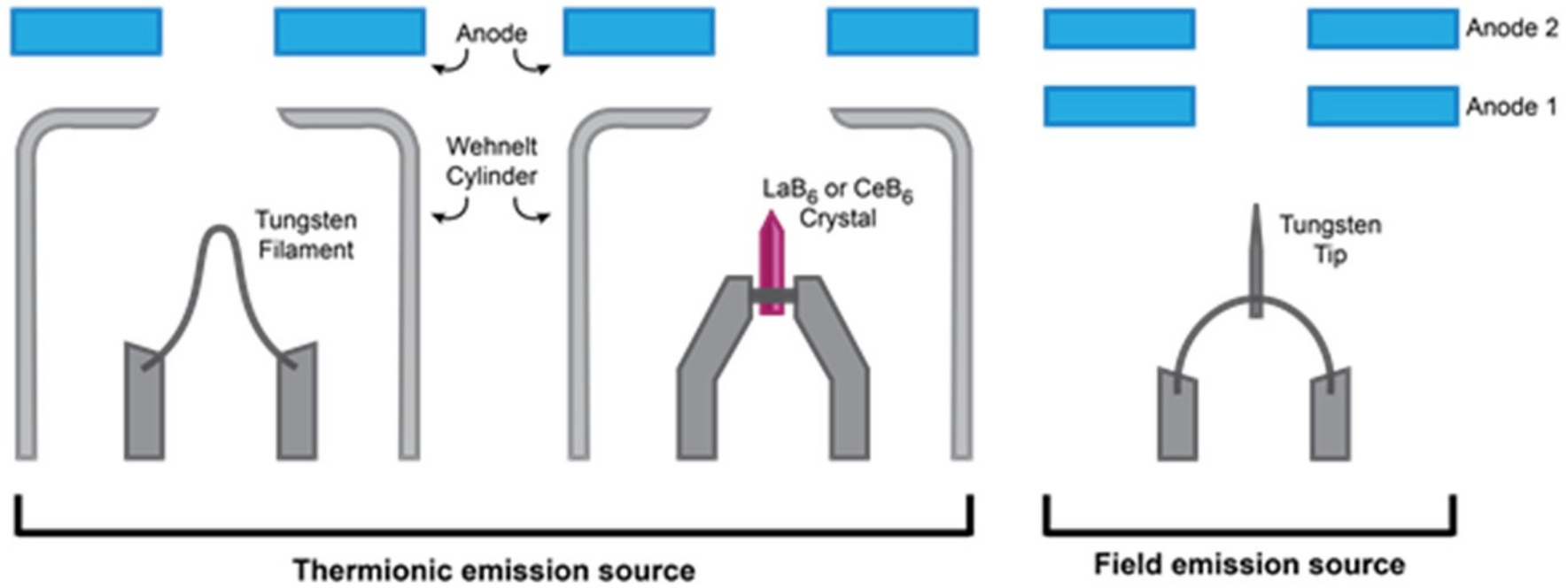


در این تفنگ دو آند داریم

❖ اولین آند (آند استخراج‌کننده) ولتاژ مثبت V_1 و نقش کنترل‌کننده جریان انتشار را دارد.

❖ آند دوم ولتاژ V_0 اعمال می‌شود و تعیین‌کننده انرژی نهایی پرتوی الکترونی است

این تفنگ‌ها به خلأ کاری بالایی نیاز دارند.



لنزهای الکترومغناطیسی Electromagnetic lens

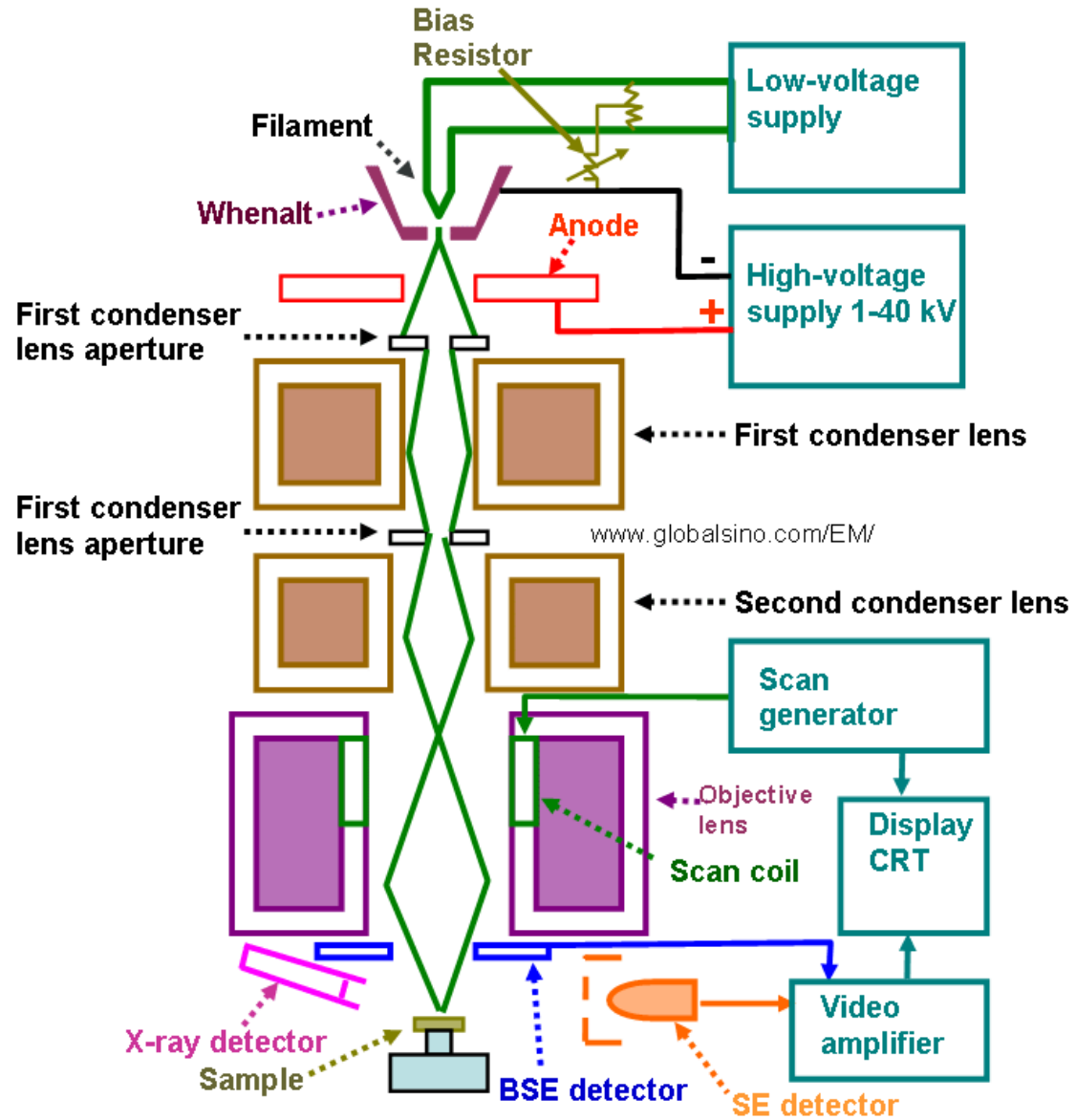
مهم ترین بخش ستون SEM لنزهای مغناطیسی آن هستند.
تحت خلأ کار می کنند.

در این لنزها، بر خلاف لنزهای شیشه‌ای، پرتوی ورودی تحت اثر هیچ محیط مادی قرار نمی گیرد
کلیه تغییراتی که در آن ایجاد می شود ناشی از میدان های الکترومغناطیسی ایجاد شده توسط سیم پیچ هاست.
نام لنز هم تنها برای درک مطلب است.

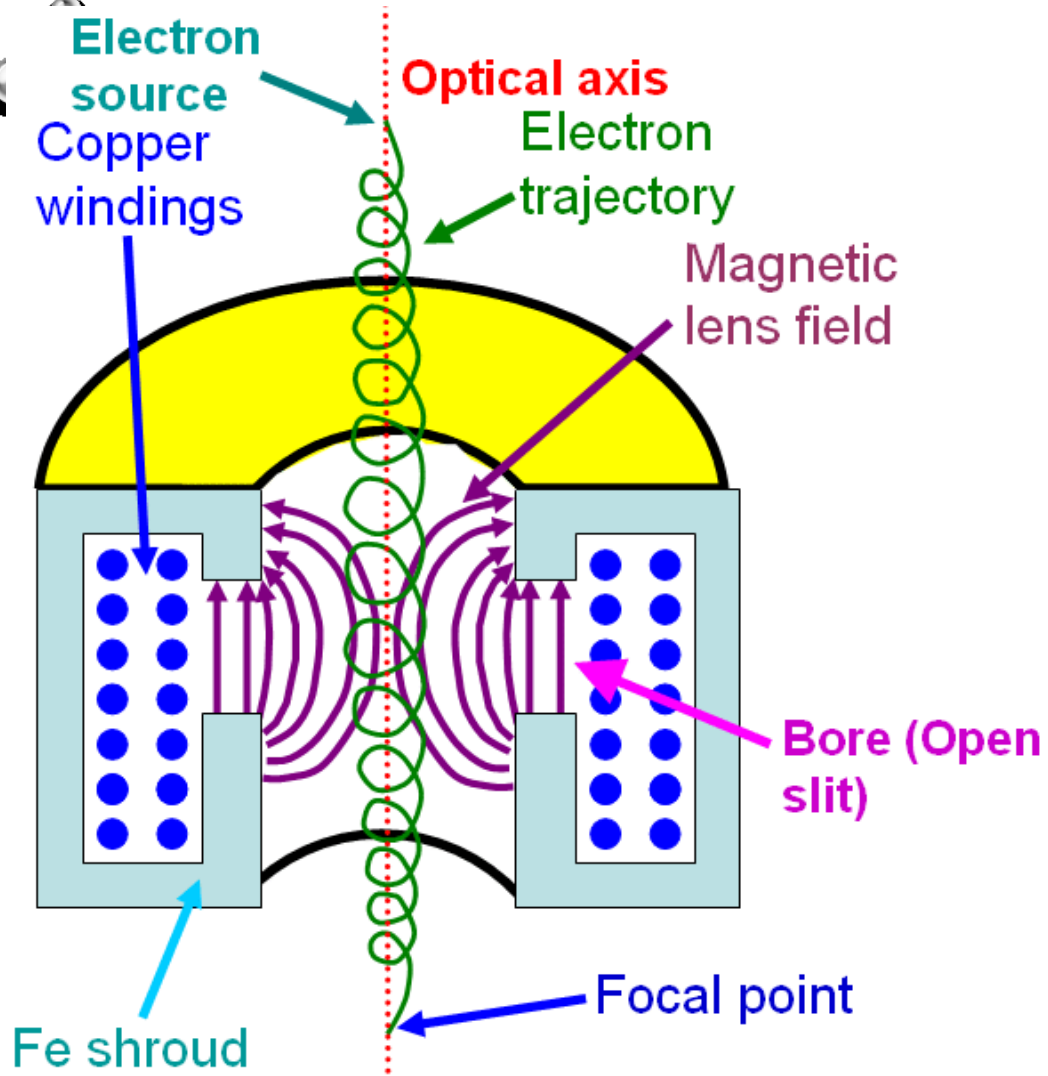
مشابهنی بین لنزهای صلب شیشه‌ای با سیم پیچ ها کاملاً قابل کنترل وجود ندارد.



انواع لنزهای الکترومغناطیسی



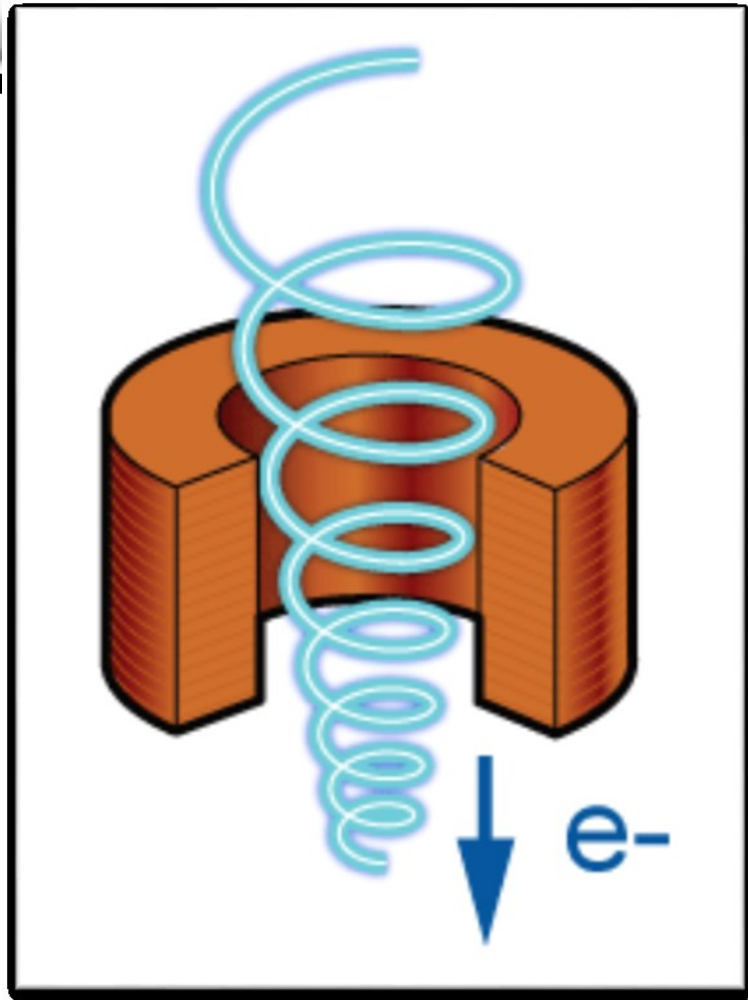
Condenser lens



www.globalsino.com/EM/

$$|F| = evB\sin(\nu, B)$$

$$f = \frac{K.U}{(N.I)^2}$$



هدف از کاربرد لنز در ستون SEM :

کاهش قطر پرتو و افزایش تراکم آن است.

قطر آن از مقدار اولیه ۱۰۰-۲۵ میکرون (در تفنگ الکترونی)

به قطر بسیار کم ۵۰ آنگستروم تا ۱ میکرومتر کاهش پیدا کند.

Objective lens

روش کار لنز نهایی مشابه لنز مغناطیسی متمرکز کننده است. بیشتر کاهش قطر پرتوی الکترونی در لنز نهایی اتفاق می افتد. لنز نهایی، آخرین بخش عملگر امتداد ستون اپتیکی است. لنز نهایی به صورت مخروطی طراحی می شود.

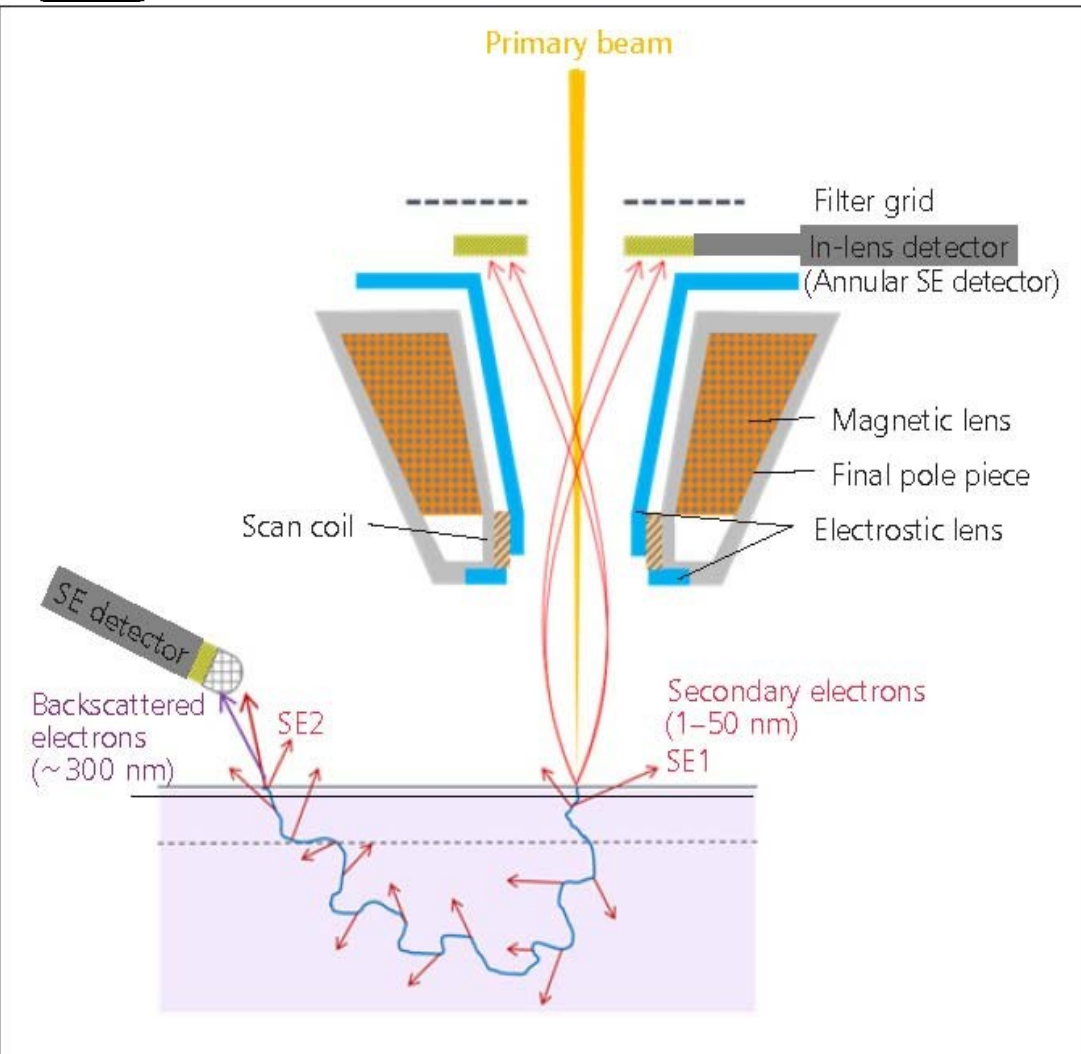
این نوع طراحی مزایای زیر را به همراه دارد:

۱- افزایش بازده نهایی مخروطی، نسبت به سایر شکل های فضایی.

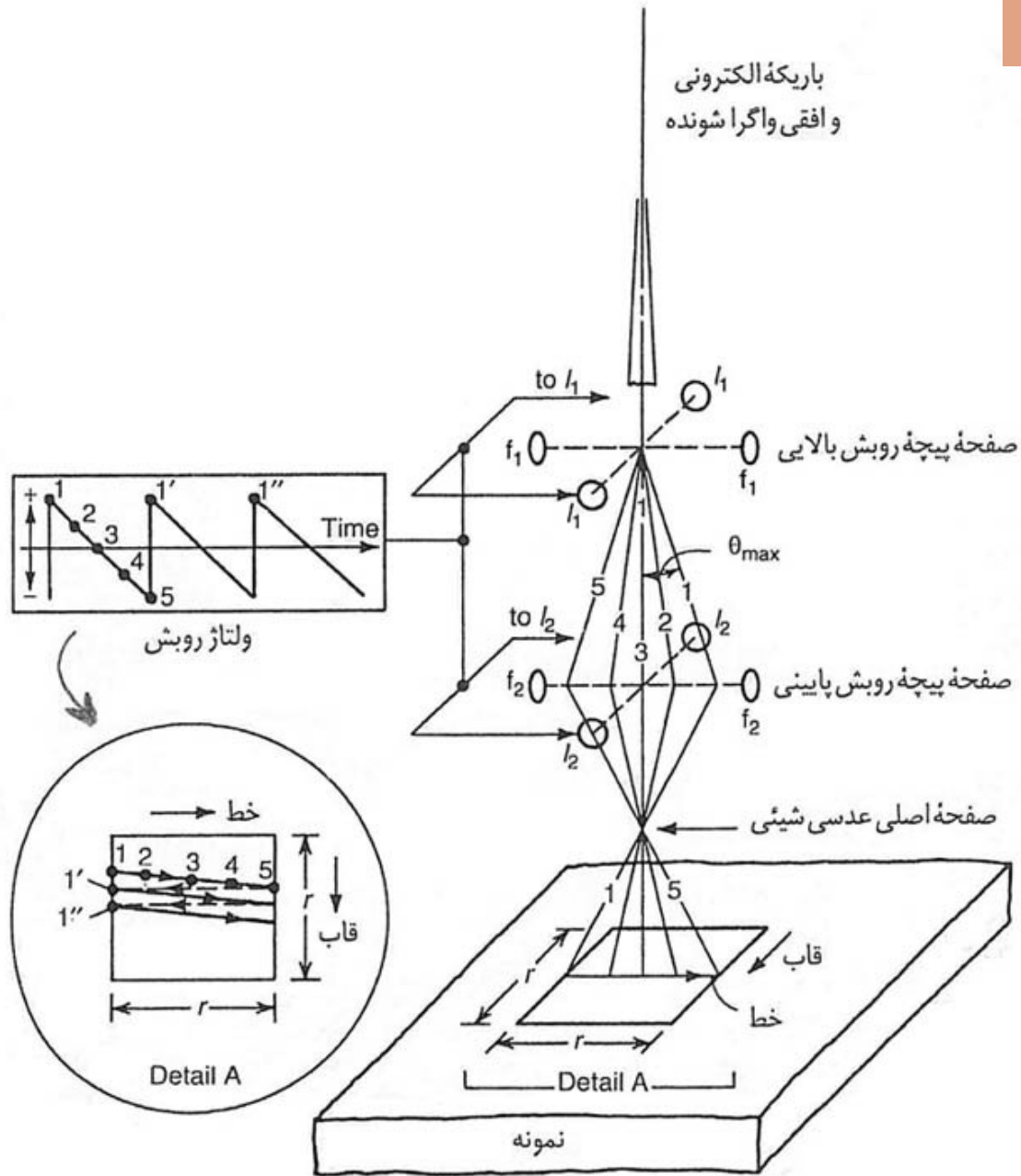
۲- ناحیه ای از لنز که بر پرتوی الکترونی مؤثر است، در انتهای خارجی لنز قرار می گیرد. همین امر موجب می شود که کاهش قطر ناشی از تأثیر لنز نهایی، در پرتوی ارسال شده به سمت نمونه حفظ شود.

۳- مسأله تأثیرگذاری میدان مغناطیسی لنز نهایی بر پرتوهای انتشار یافته از سمت نمونه (پس از برخورد پرتوی الکترونی) به حداقل خود می رسد.

۴- همچنین از قرار گرفتن قسمت هایی از بدنه لنز نهایی در مسیر پرتوی X جلوگیری می کند.



سیستم روبشگر Scan coil



بعد از تولید پرتو موازی نوبت به روبش می‌رسد. در این مرحله زاویه گرفتن یا همان کج کردن پرتو امکان انجام فرایند روبش سطح را ممکن می‌کند. روبش به صورت نقطه به نقطه انجام می‌شود تا یک خط روبش شکل بگیرد و این فرایند خط به خط ادامه پیدا می‌کند تا یک سطح روبش شود.

برای کج کردن پرتوی الکترونی از دو سیم پیچ روبشی استفاده می‌شود که هر دو با اعمال میدان‌های مغناطیسی عمود بر محور پرتوی الکترونی آن را به سمت مناسب کج می‌کنند. اولین سیم پیچ، زاویه مناسب با محور اپتیکی را ایجاد می‌کند و دومی آن را به سمت محور اپتیکی برمی‌گرداند.

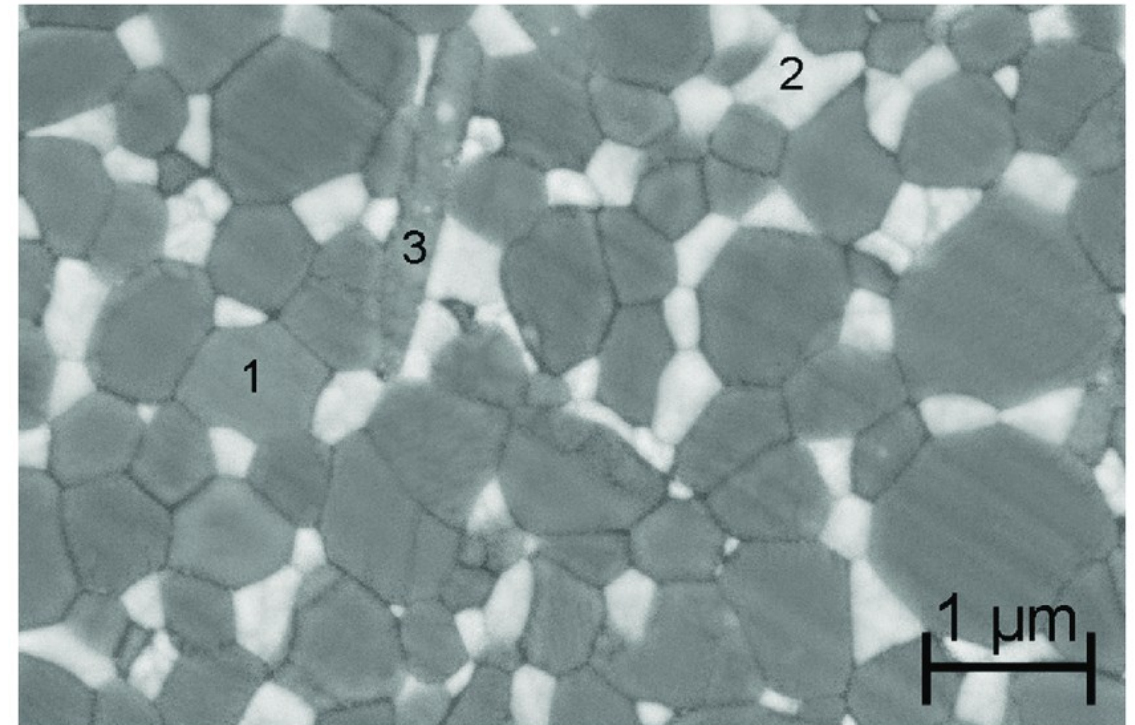
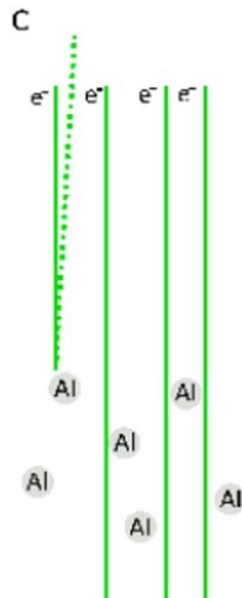
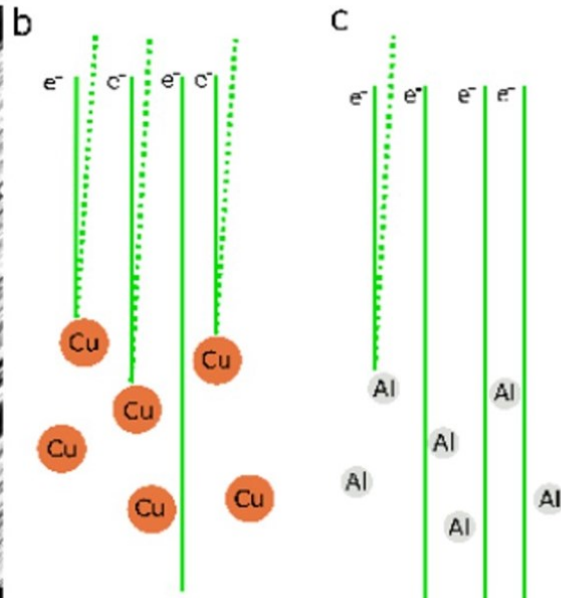
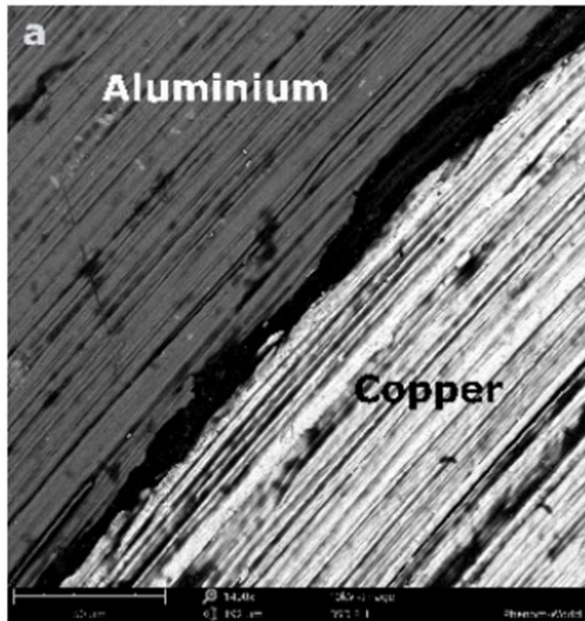
A schematic diagram of a scanning electron microscope (SEM) detector system. At the center is a sample stage with a red probe tip. Above the stage is a grey funnel-shaped detector, and below it is a green funnel-shaped detector. A blue beam of light from a 'Secondary Electrons Detector' on the left is directed at the sample. A purple beam of light from a 'Backscattered electrons (BSEs) Detector' on the right is also directed at the sample. The background features several grey, reflective spheres of varying sizes.

Secondary Electrons
Detector

Backscattered electrons (BSEs)
Detector

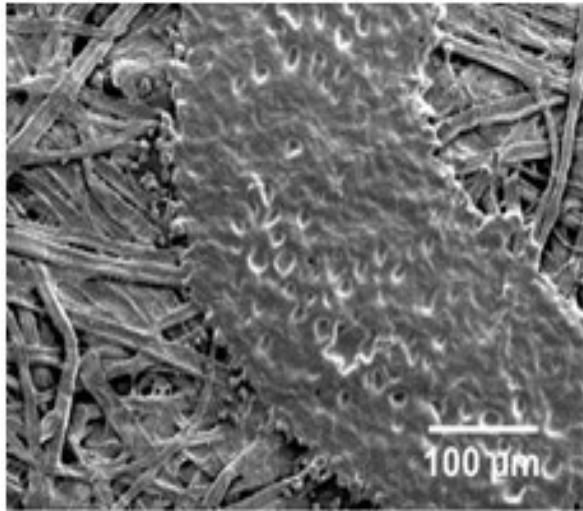
Backscattered electrons (BSEs)

الکترون های برگشتی الکترون های پر انرژی هستند که در نتیجه برهم کنش الاستیک بین پرتو الکترون اولیه و نمونه تولید می شوند. از حجم زیادی از منطقه گلابی شکل تولید شوند. محدوده انرژی آن ها از بیش از ۵۰ الکترون ولت است. نسبت بین الکترون برگشتی تولید شده و تعداد الکترون های پرتو تابشی به میانگین عدد اتمی نمونه بستگی دارد. مناطقی با میانگین عدد اتمی بزرگتر روشن تر از مناطق با میانگین عدد اتمی کمتر هستند. از مناطق با عدد اتمی بیشتر الکترون های بیشتری به آشکارساز می رسند و در نتیجه این مناطق روشن تر دیده می شوند. به همین دلیل از الکترون های برگشتی در تشخیص فازهای مختلف استفاده می شود.

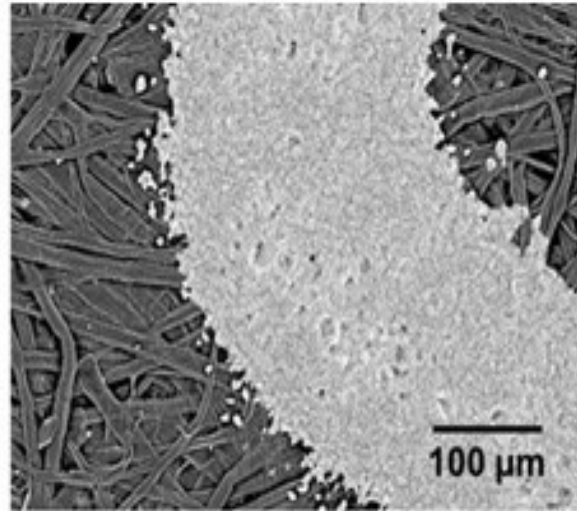


Secondary Electrons

اگر برخورد الکترون ها با سطح نمونه به صورت غیر الاستیک و در اثر برخورد الکترون با نمونه انرژی از دست برود و الکترون های دیگری با انرژی کمتر ساطع شوند الکترون های ثانویه نام دارند. الکترون های ثانویه نسبت به الکترونهاي برگشتی انرژی به مراتب پایین تری دارند. الکترون های ثانویه از مناطق سطحی و یا نزدیک به سطح نمونه ساطع می شوند.

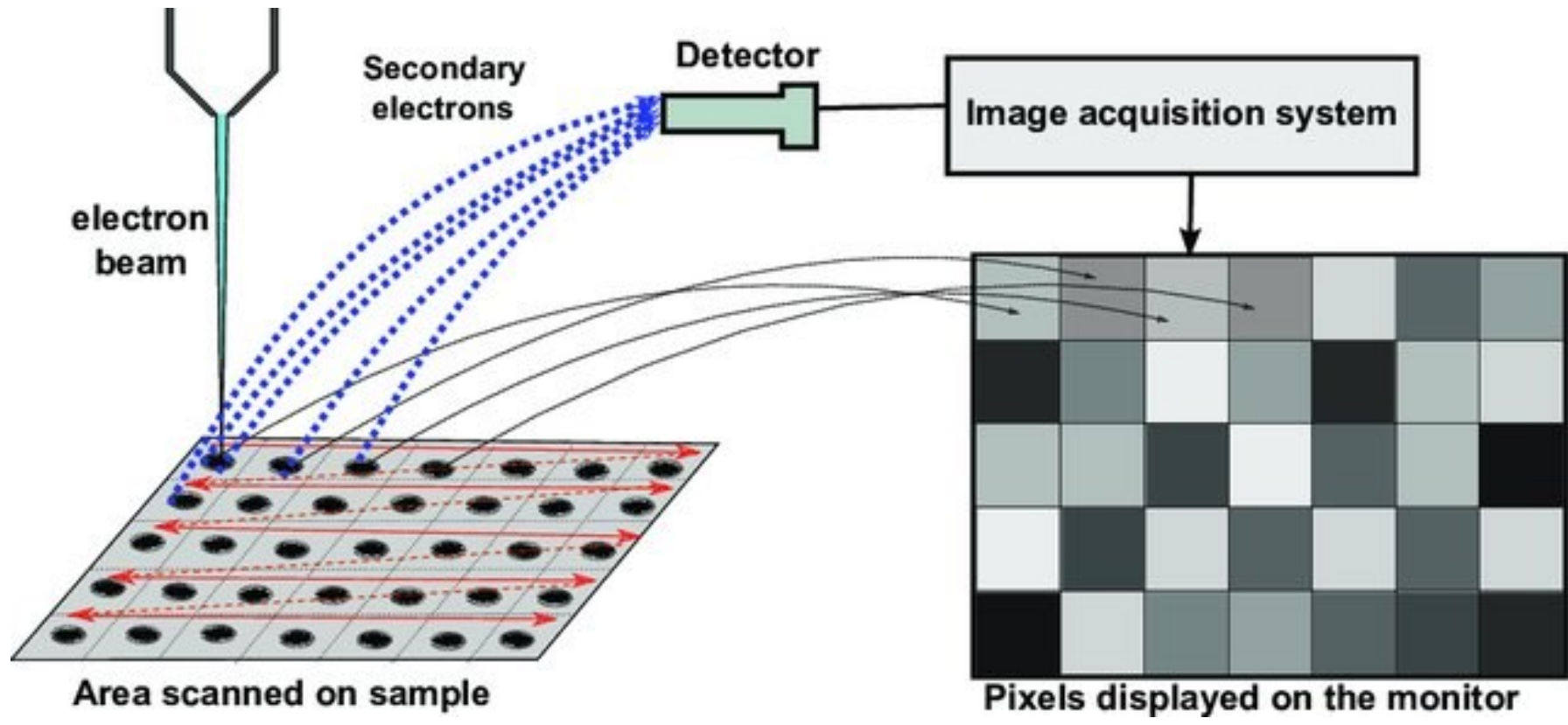


Secondary electron image



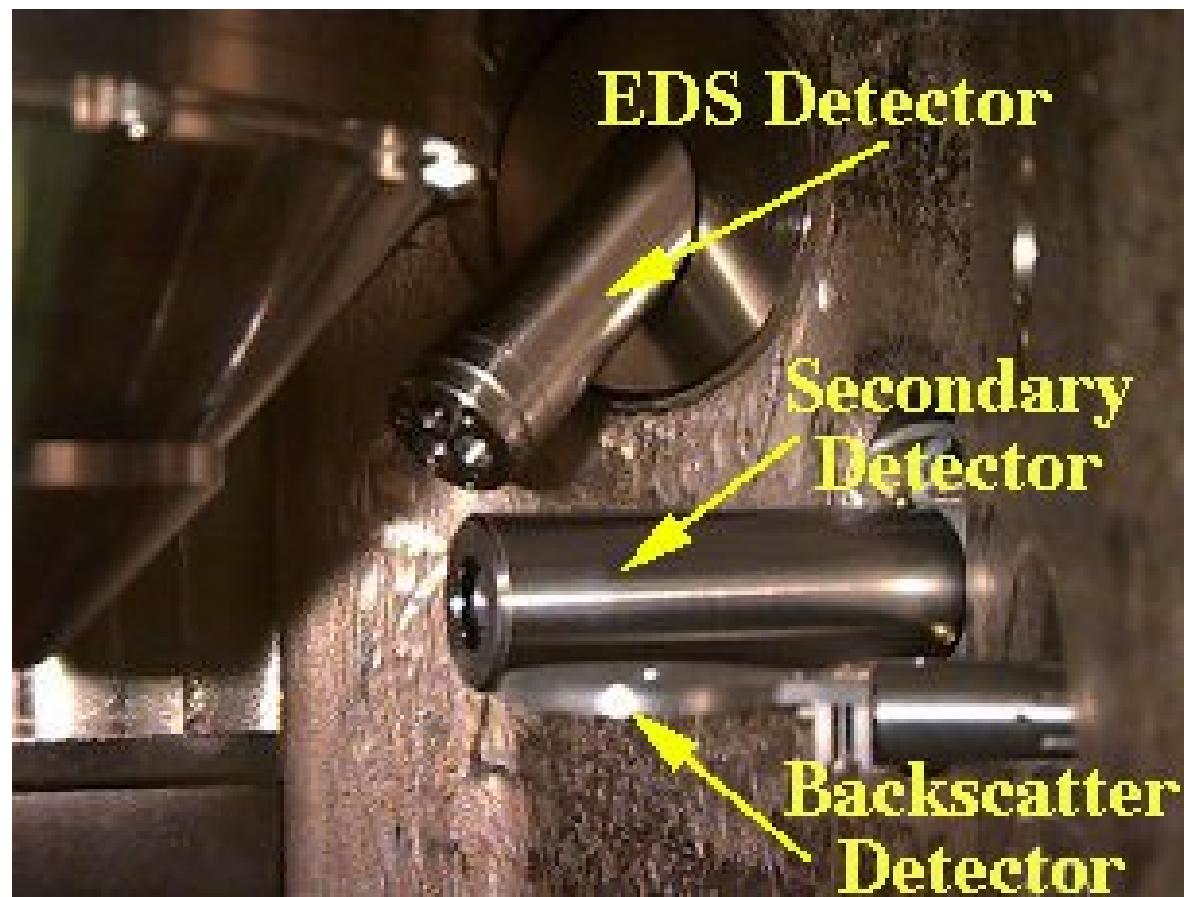
Backscattered electron image



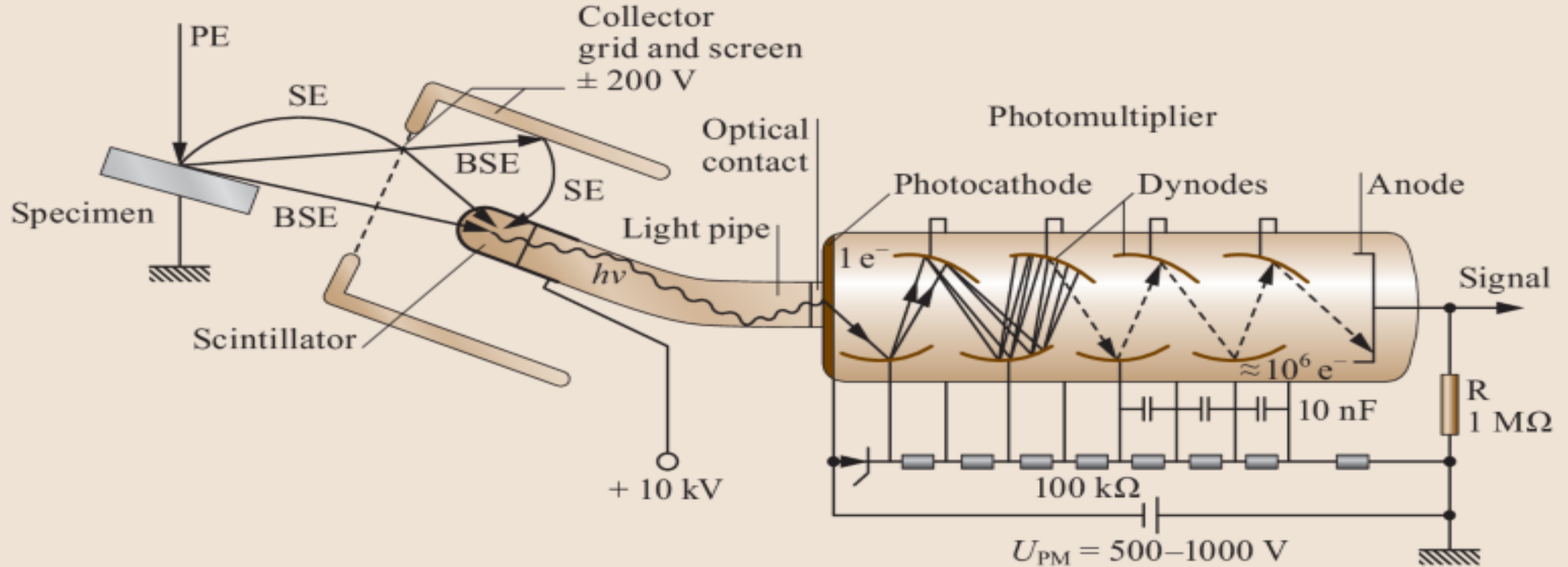


آشکار سازها

در فضای به صورت یک نیم کره در بالای نمونه پرتوهای خروجی از نمونه انتشار می یابند. بنابراین جهت استفاده از این فضا از انواع آشکار سازها استفاده می شود و جا گیری همه از نظر طراحی فیزیکی دستگاه امکان پذیر نیست.



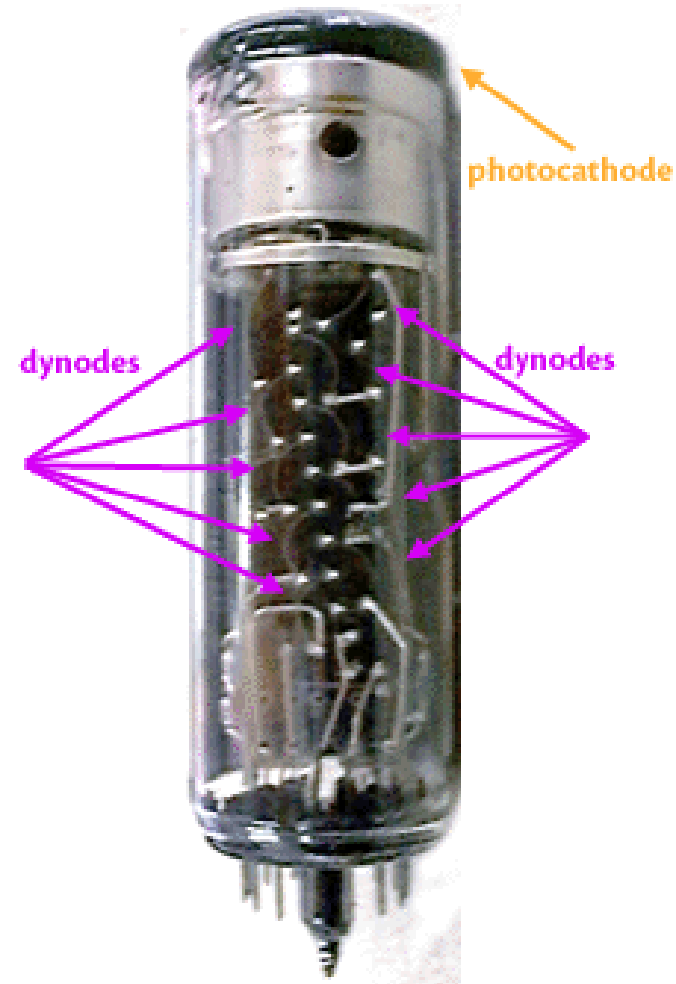
Everhart-Thornley detector



SE: a positive collector voltage (ca. +200 to +400V) attracts SE toward the detector, where a 10kV post acceleration gives them enough energy to create a bunch of photons for each SE.

BSE: a negative collector polarisation (ca. -100V) repels SE and the only (fast) BSE emitted in the narrow cone to the scintillator are detected

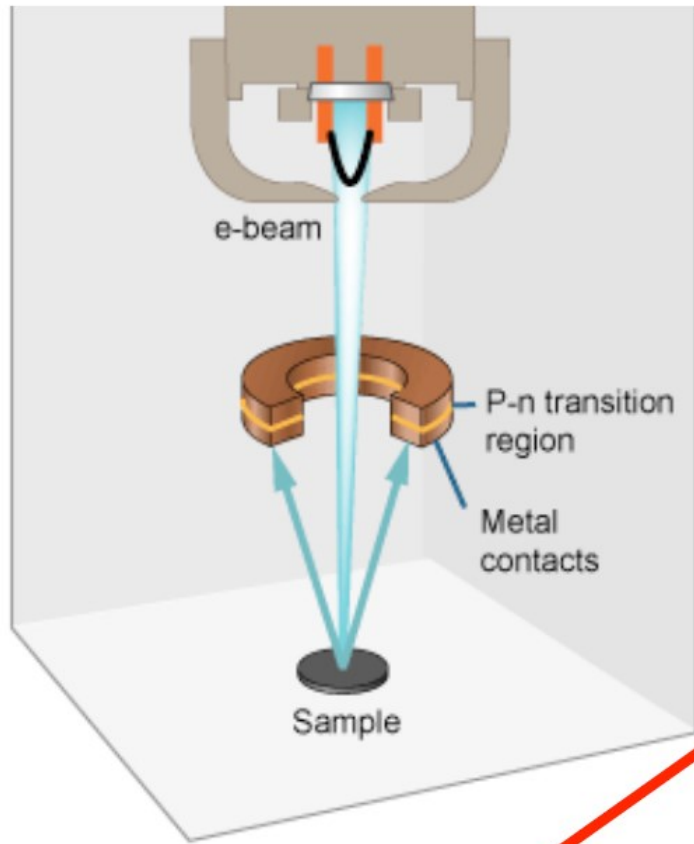
A photoelectron is an **electron emitted from a substance due to the photoelectric effect**. The photoelectric effect occurs when a material that is usually metallic in nature absorbs enough light radiation so that this results in the emission of electrons from its surface.



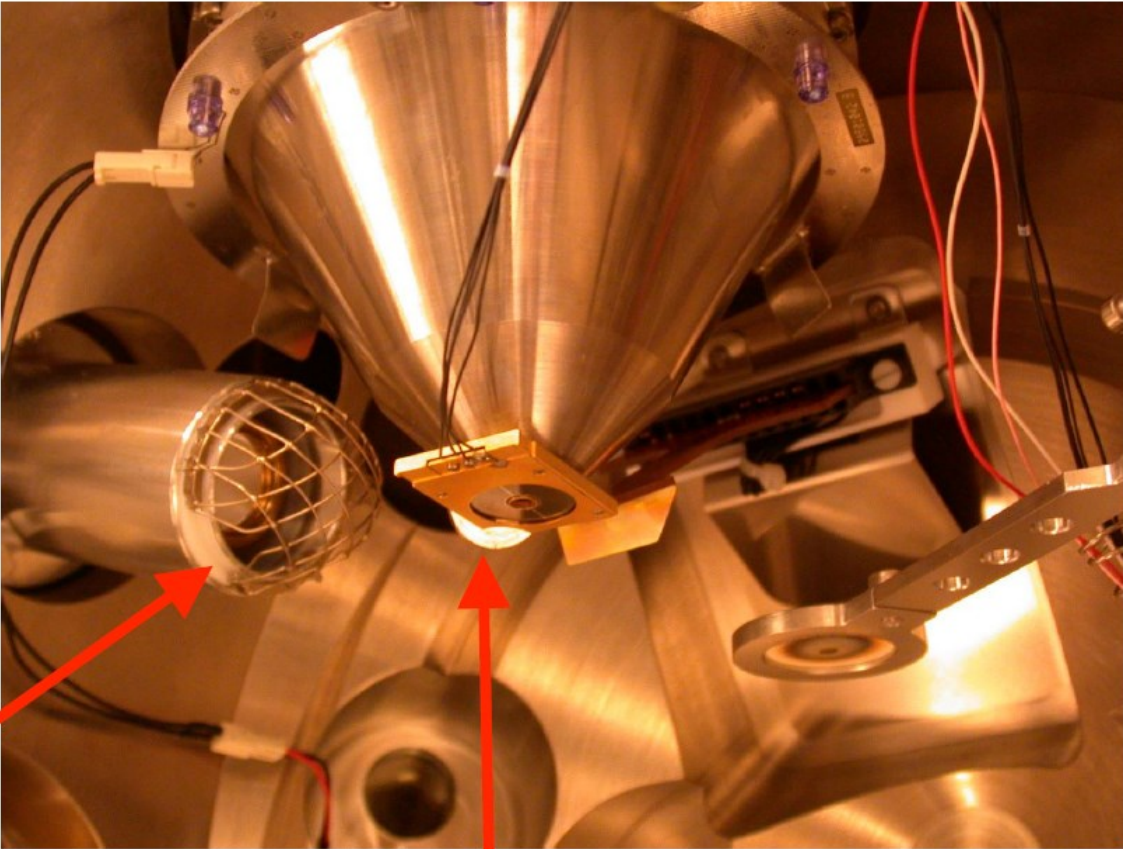
To have a measurable effect, the initial electron needs to be converted to between 10^4 and 10^5 electrons.

Photomultiplier tubes contain a chain of dynodes.

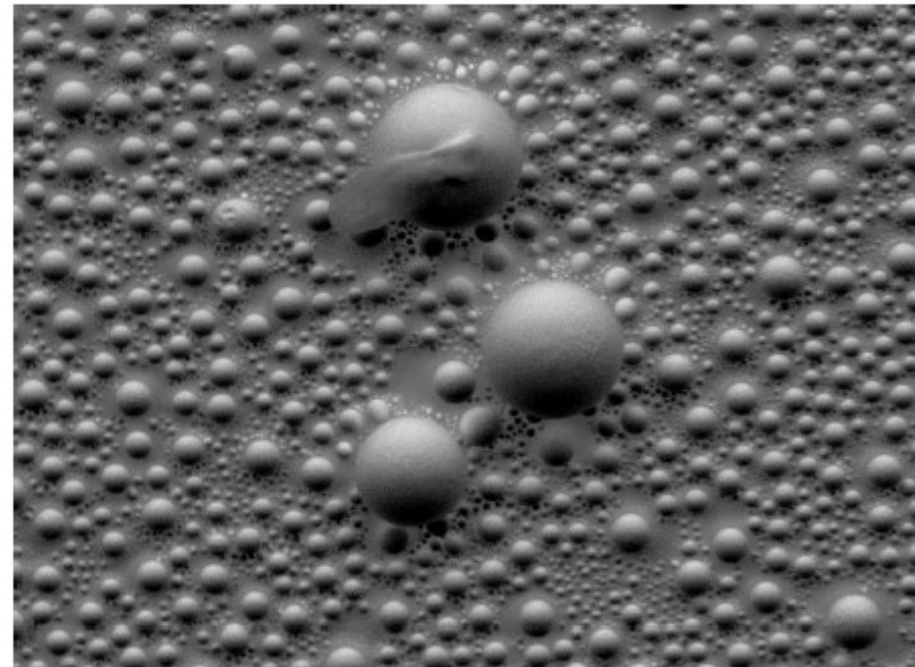
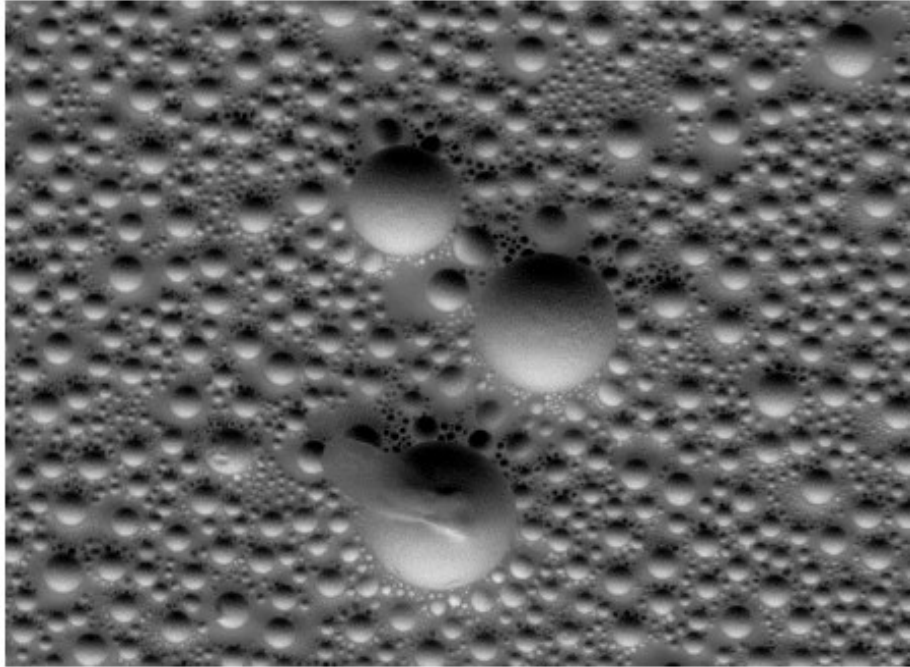
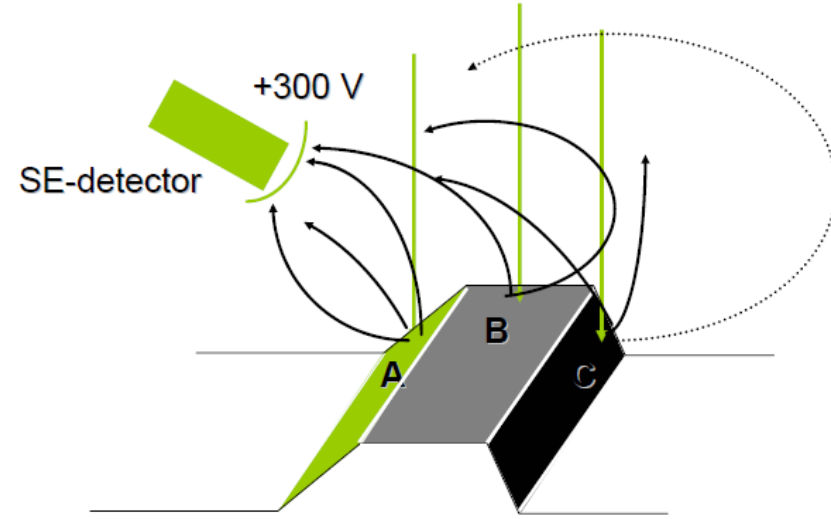
Each dynode in the chain is held at a potential relative to the next, and is coated with secondary emissive material. Secondary emission is the process by which a electron strikes a metal, and ejects other electrons from the metal by transferring some of its kinetic energy to them. These secondary electrons are accelerated from dynode to dynode, and each secondary electron causes the emission of several other electrons.



Secondary electron detector:
(Everhart-Thornley)



Backscattered electron detector:
(Solid-State Detector)



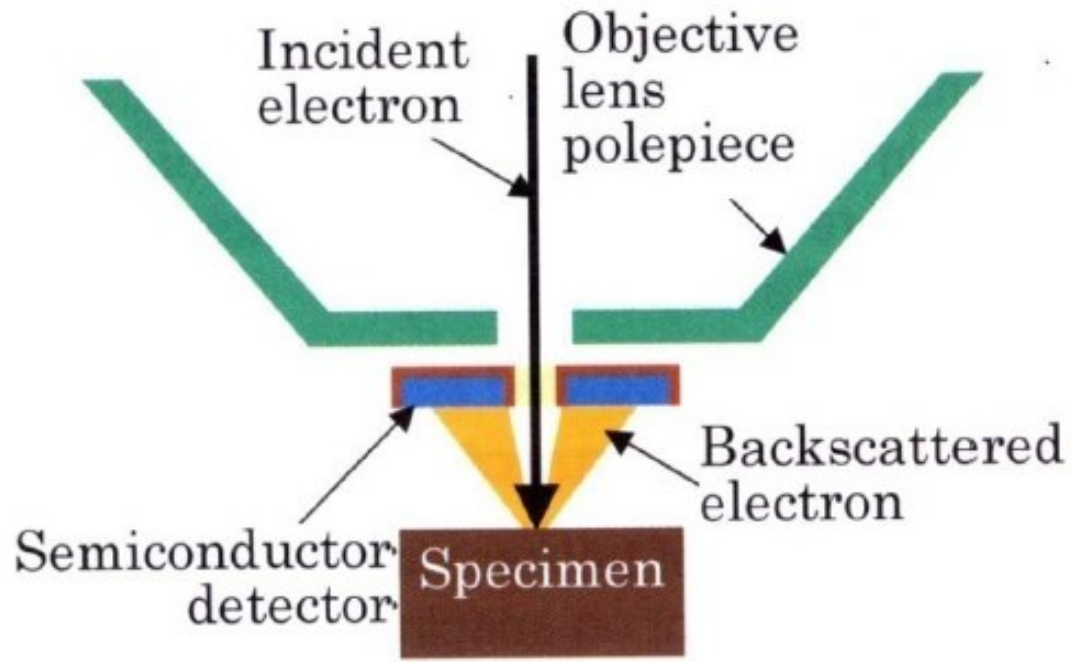


Fig: Geometry of how backscattered detector is mounted in SEM

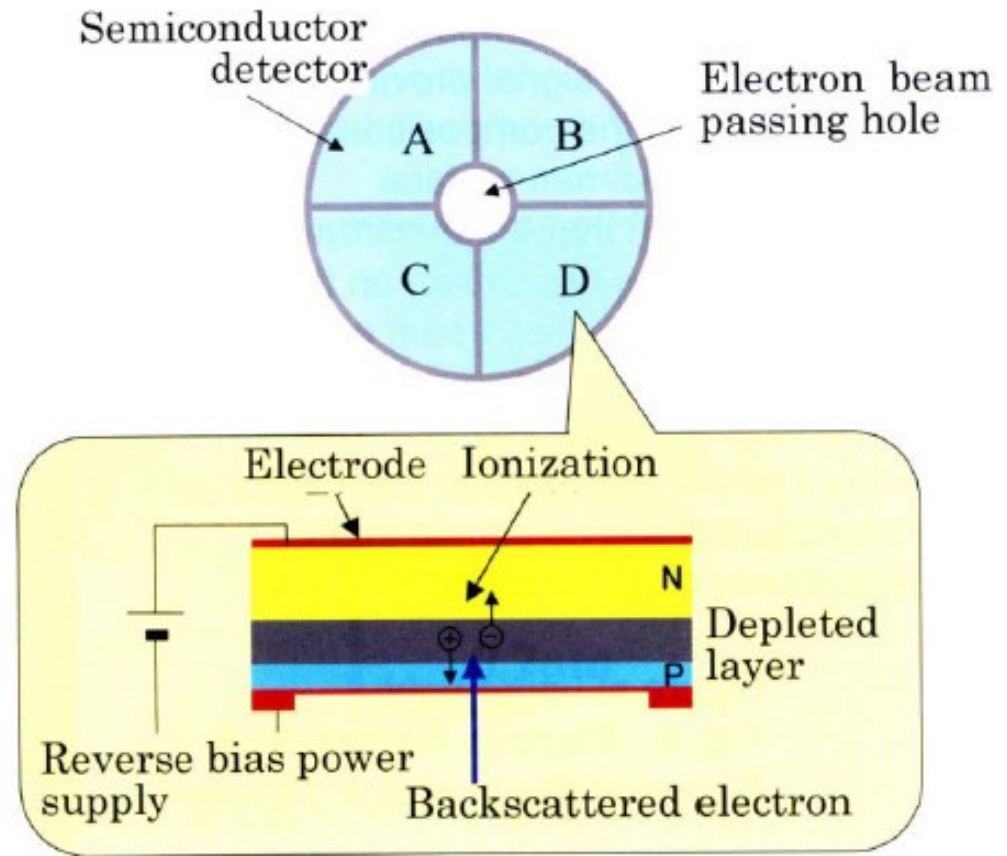


Fig: Principle and composition of semiconductor detector

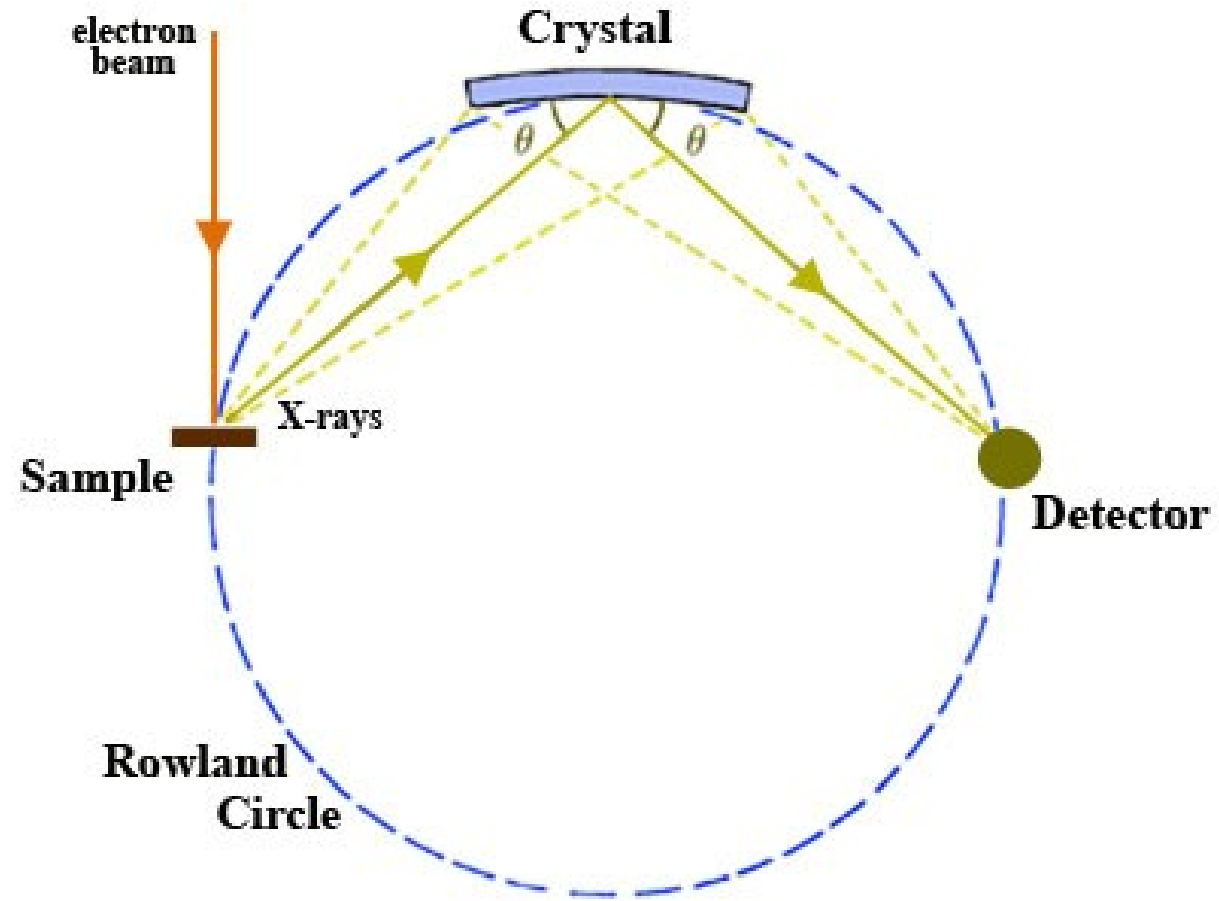
با استفاده از انرژی و یا طول موج پرتو ایکس اطلاعاتی به دست می‌آید. بر این اساس دو نوع دستگاه

آشکارسازی پرتو ایکس ایجاد می‌شود:

✓ دستگاه طیف سنج تفکیک طول موج است **WDS**

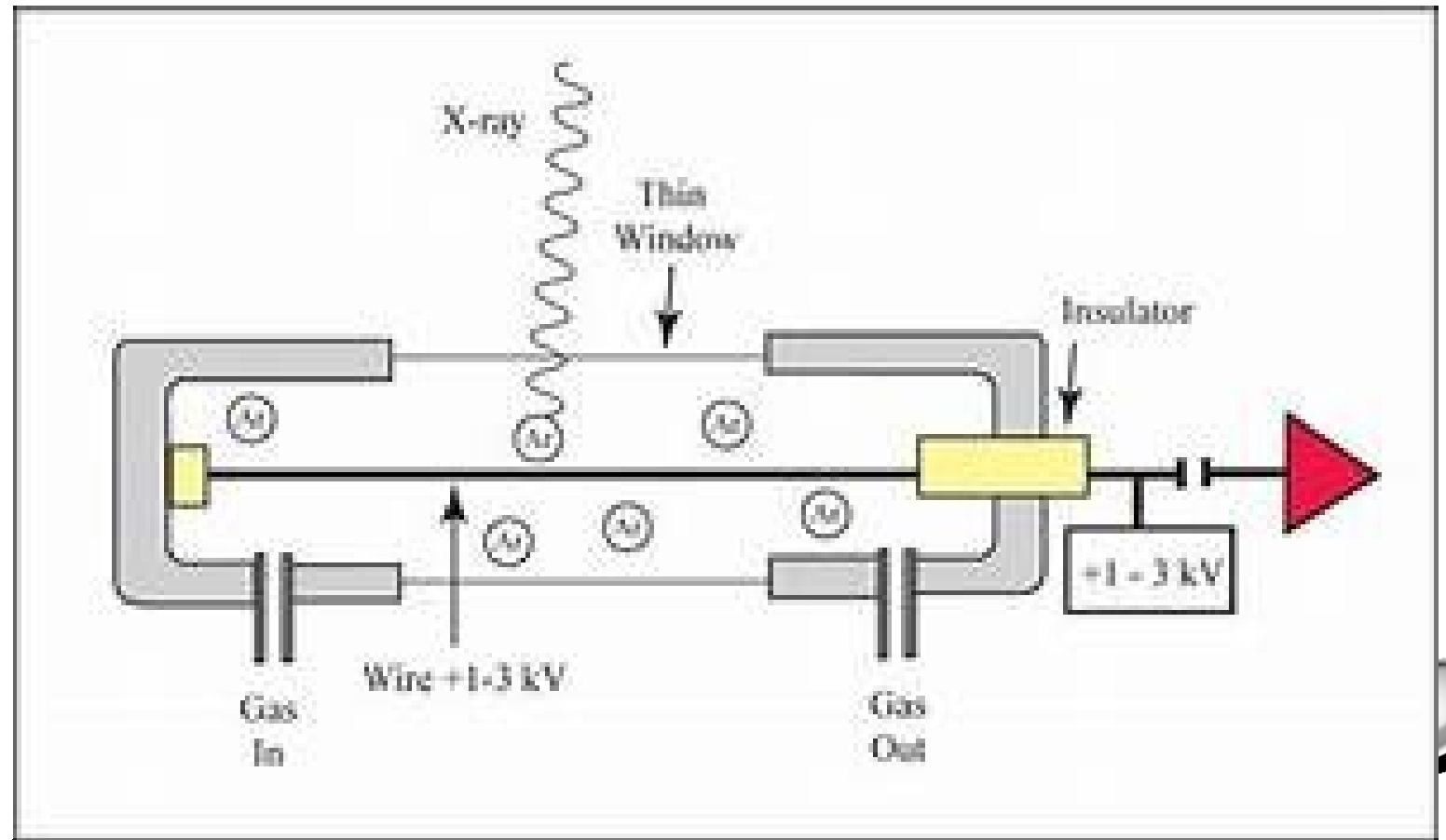
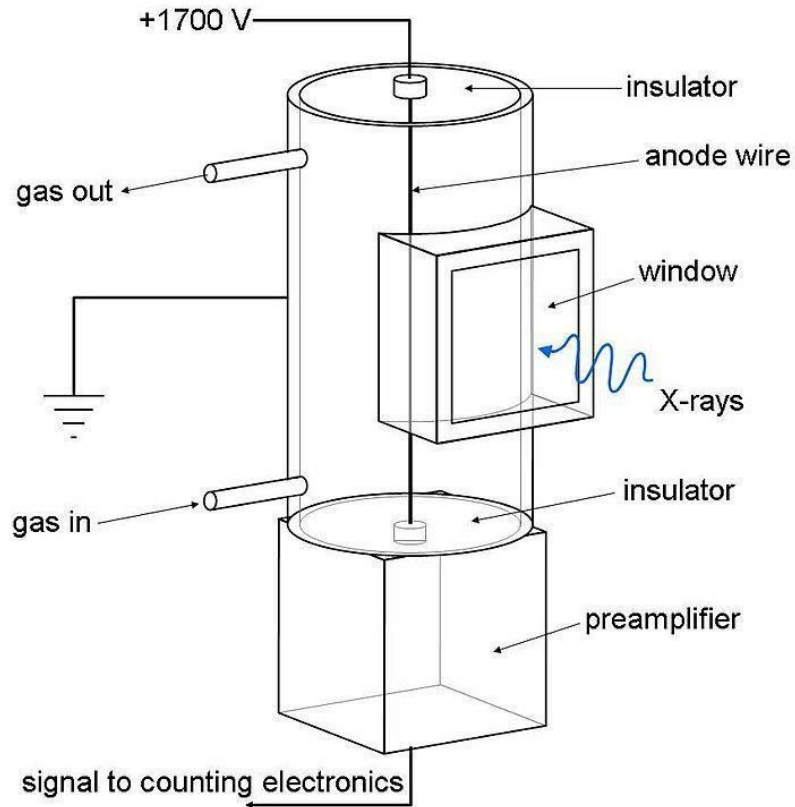
✓ دستگاه طیف سنج تفکیک انرژی **EDS**

Wavelength-Dispersive X-Ray Spectroscopy

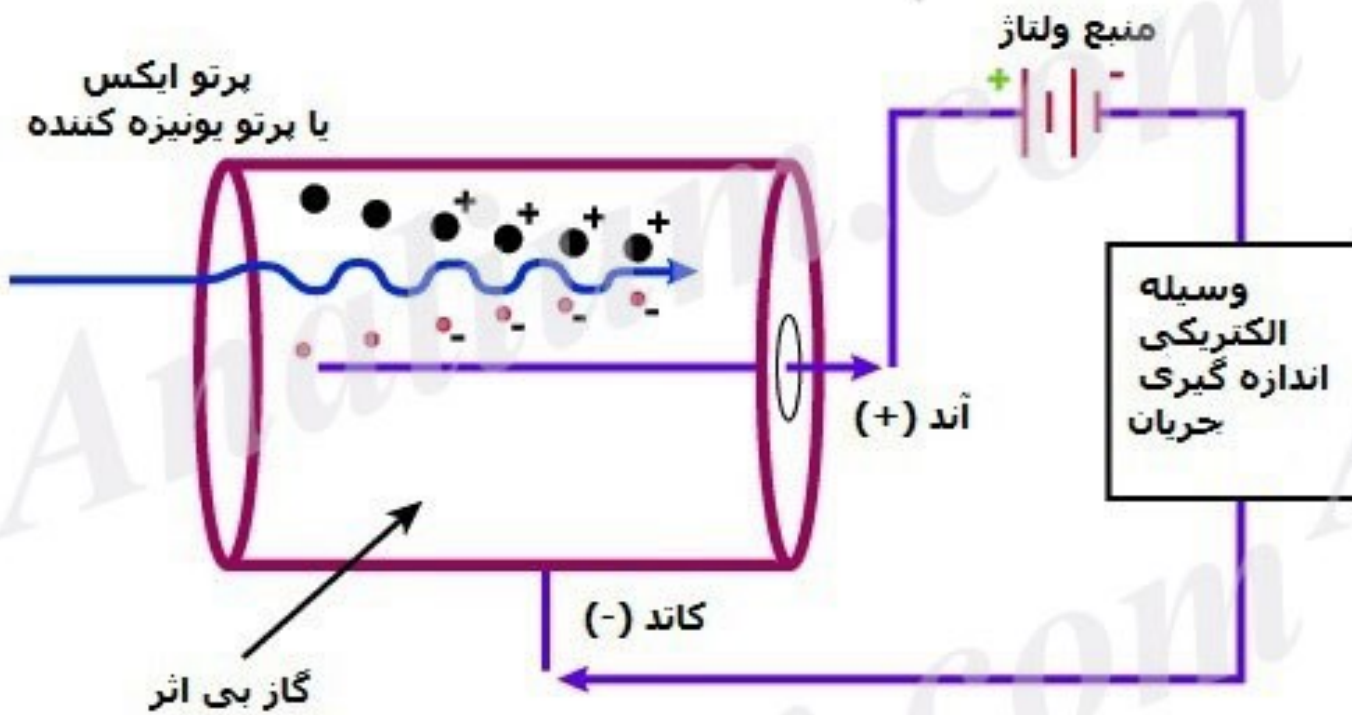


X-Ray Proportional Gas Counter

The proportional counter is a type of gaseous ionization detector device. The key feature is its ability to measure the energy of incident radiation, by producing a detector output pulse that is proportional to the radiation energy absorbed by the detector due to an ionizing event;

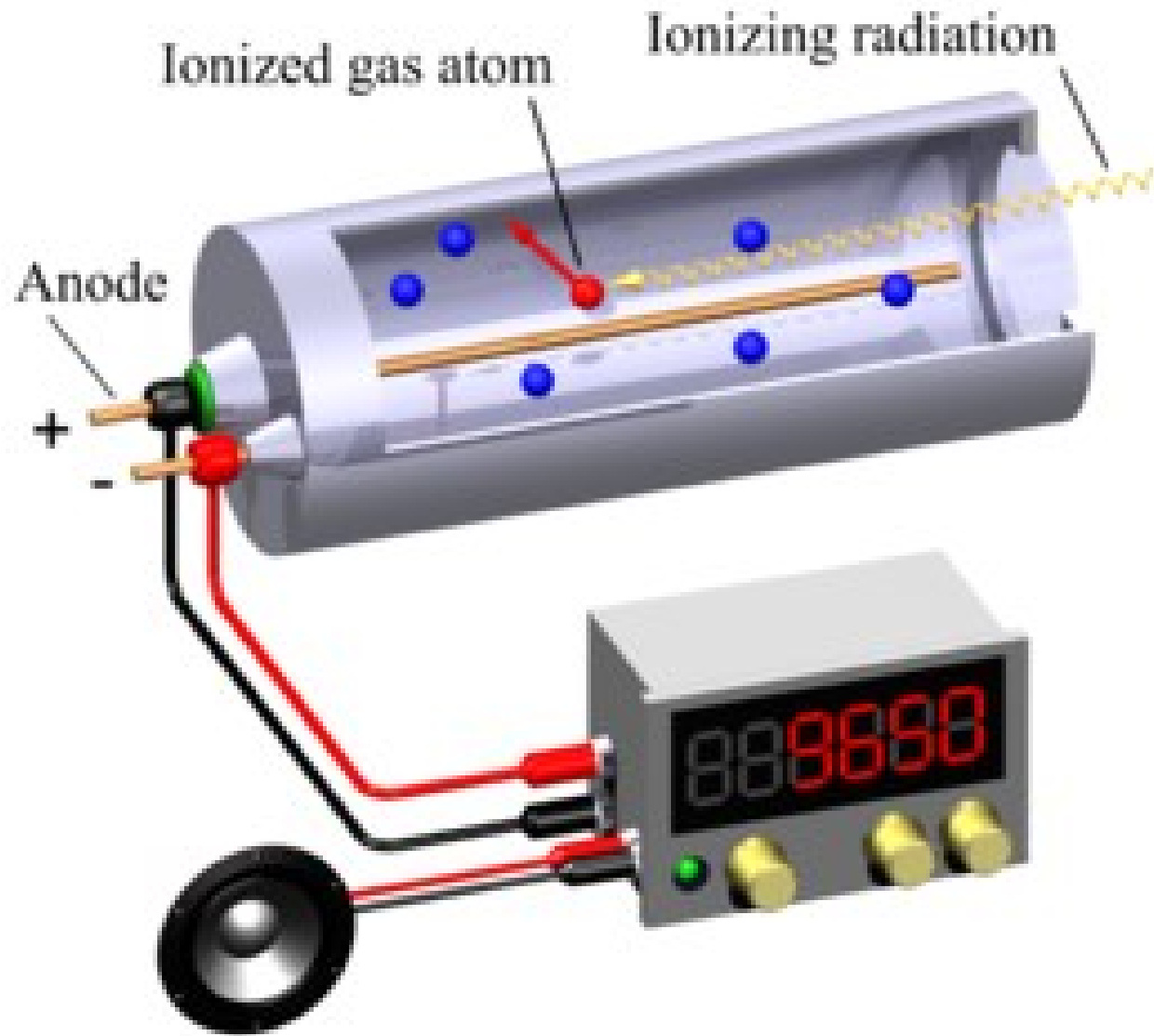


آشکارسازهای پرشده گازی دارای یک محفظه پرشده از یک گاز بی اثر مانند آرگون، زنون و کریپتون هستند که عبور پرتو ایکس از آن سبب تولید تعداد زیادی یون های مثبت گازی و الکترون (زوج یون) تشکیل می شود. اندازه گیری الکترون های تولید شده که متناسب با شدت پرتو ورودی به مبدل است.



با اعمال پتانسیل بین آند و کاتد الکترون های تولید شده از یونیزه شدن گاز، با سرعت به سمت آند حرکت می کنند. کاتیون ها سنگین تر بوده و با سرعت کمتری به سمت کاتد حرکت می کنند. سرعت کمتر کاتیون ها عامل محدود کننده در زمان پاسخ این آشکارسازهاست. پاسخ این آشکارسازها پالسی (تپی) است. برای یک آشکارساز هرچه زمان مرده، مدت زمان بین دو پالس کمتر باشد، کارایی بهتری دارد

آشکارساز گایگر مولر G-M

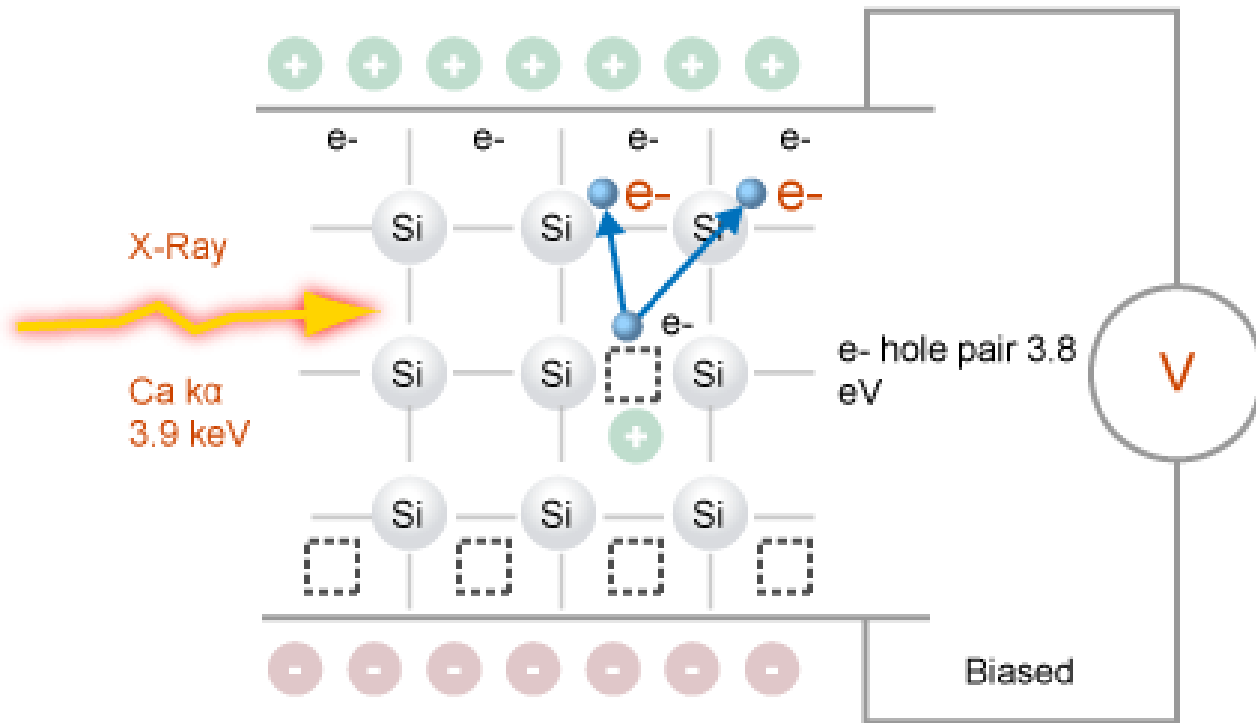


این آشکارساز، شمارنده‌ای برای ذرات بنیادی و ذرات باردار هم چنین برای سنجش اشعه ایکس، گاما، ذرات الفا و ذرات بتا نیز کاربردهای فراوان دارد. آشکارساز گایگر از جمله آشکارسازهایی است که برای سنجش میزان آلودگی رادیواکتیو نیز استفاده می‌شود.

Energy-dispersive X-ray spectroscopy

(EDS, EDX, EDXS or XEDS)

Silicon Crystal



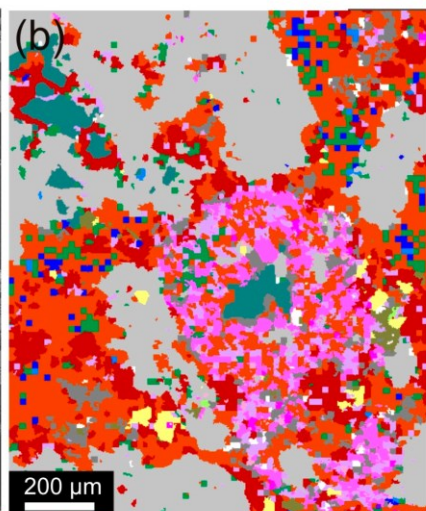
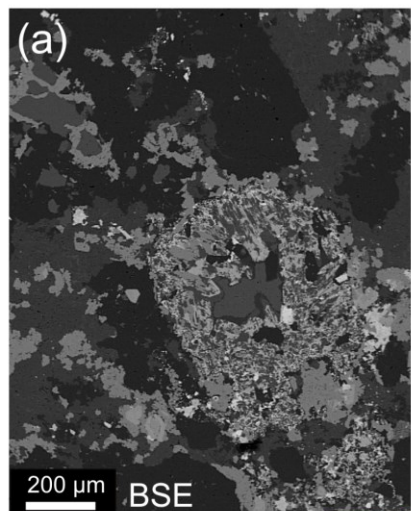
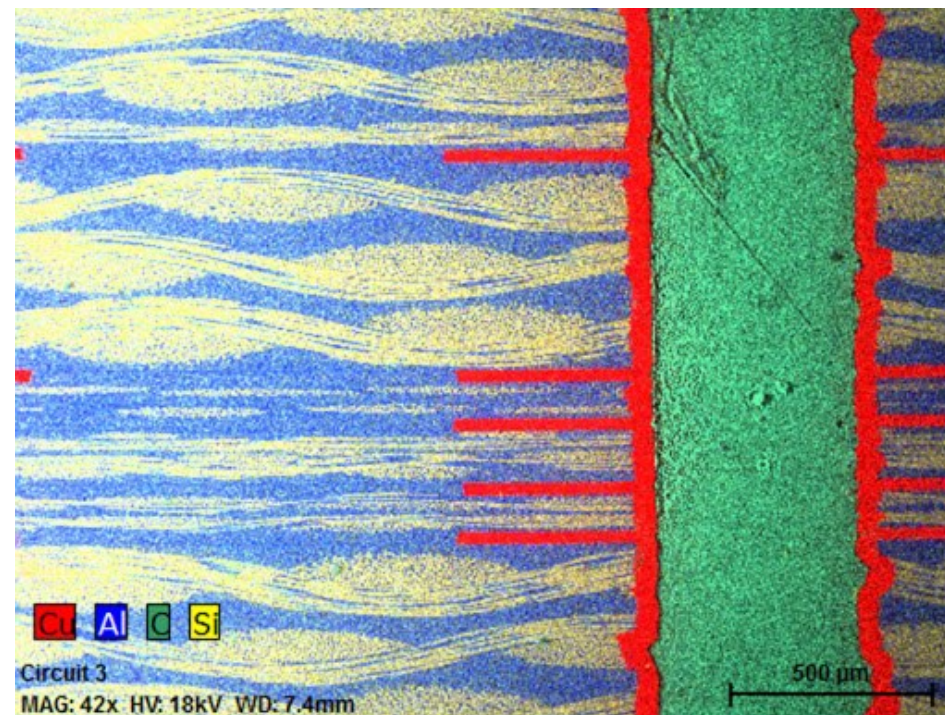
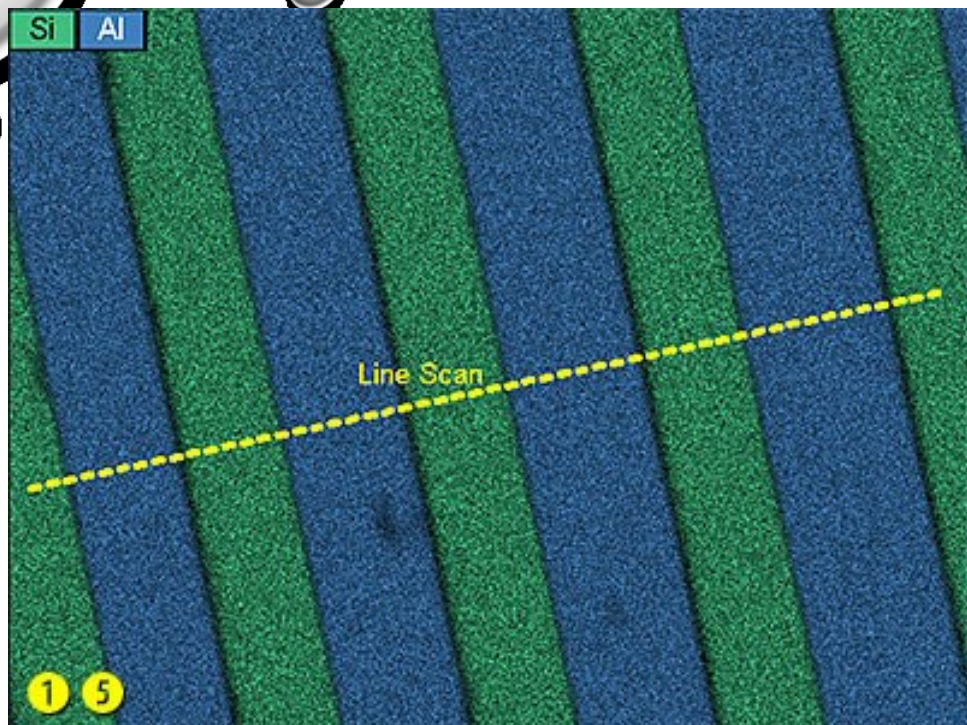
$\sim 1000 \text{ e}^- / \square$

Total charge = 10^{-16} Coulombs

- Si chips will have inherent formation of e-hole pair
- Time is required to take a measurement

در آشکارسازهای نیمه‌رسانا، تابش توسط تعداد حامل‌های بار آزاد شده در ماده آشکارساز اندازه‌گیری می‌شود.

این روش می‌تواند عناصر سبکی همانند اکسیژن و کربن و یا هالوژن‌ها را تشخیص دهد. در نتیجه امتیاز بزرگی برای تخمین این عناصر در نمونه‌های به خصوص آلی دارد.



| | area% |
|--------------------|-------|
| REE-Ca-Si-P group | 0.21 |
| REE-Ca-F group | 3.58 |
| REE-F group | 0.77 |
| REE-Low-Mix group | 4.16 |
| REE-Nb-minerals | 0.72 |
| Nb-minerals | 0.34 |
| Apatite | 0.26 |
| Fluorite | 8.00 |
| Calcite | 0.98 |
| Dolomite | 1.29 |
| Quartz | 36.25 |
| Feldspars | 4.37 |
| Phyllosilicates | 13.22 |
| Pyroxene-Amphibole | 2.62 |
| Cu-Fe-sulfides | 0.05 |
| Fe-Ti-Ca-oxides | 8.74 |
| Zircon | 14.30 |

