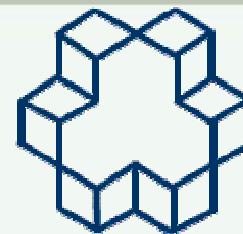




Company Logo

دانشگاه صنعتی خواجه نصیرالدین طوسی
دانشکده مهندسی و علم مواد



روش های پیشرفته مطالعه مواد و آزمایشگاه

جلسه هشتم

(میکروسکوپ های الکترونی روبشی)

دکتر رضا اسلامی فارسانی





میکروسکوپ الکترونی روبشی

Scanning Electron Microscopy (SEM)

استفاده از میکروسکوپ SEM برای مطالعه نمونه‌های ضخیم اولین بار توسط زورکین و همکارانش در سال 1942 در ایالات متحده گزارش شد. قدرت تفکیک میکروسکوپ‌های اولیه در حدود 50 نانومتر بود.

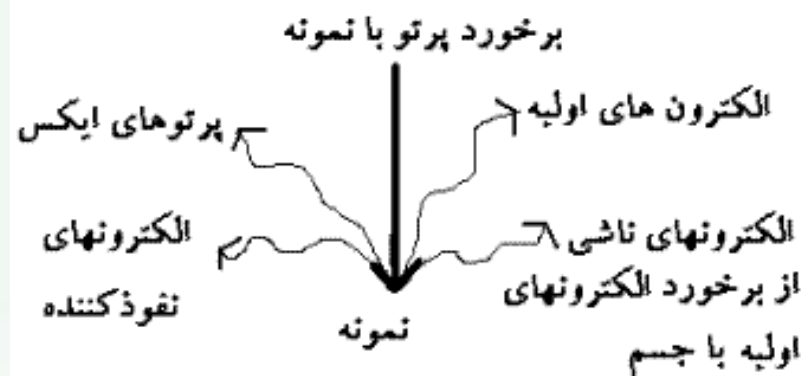
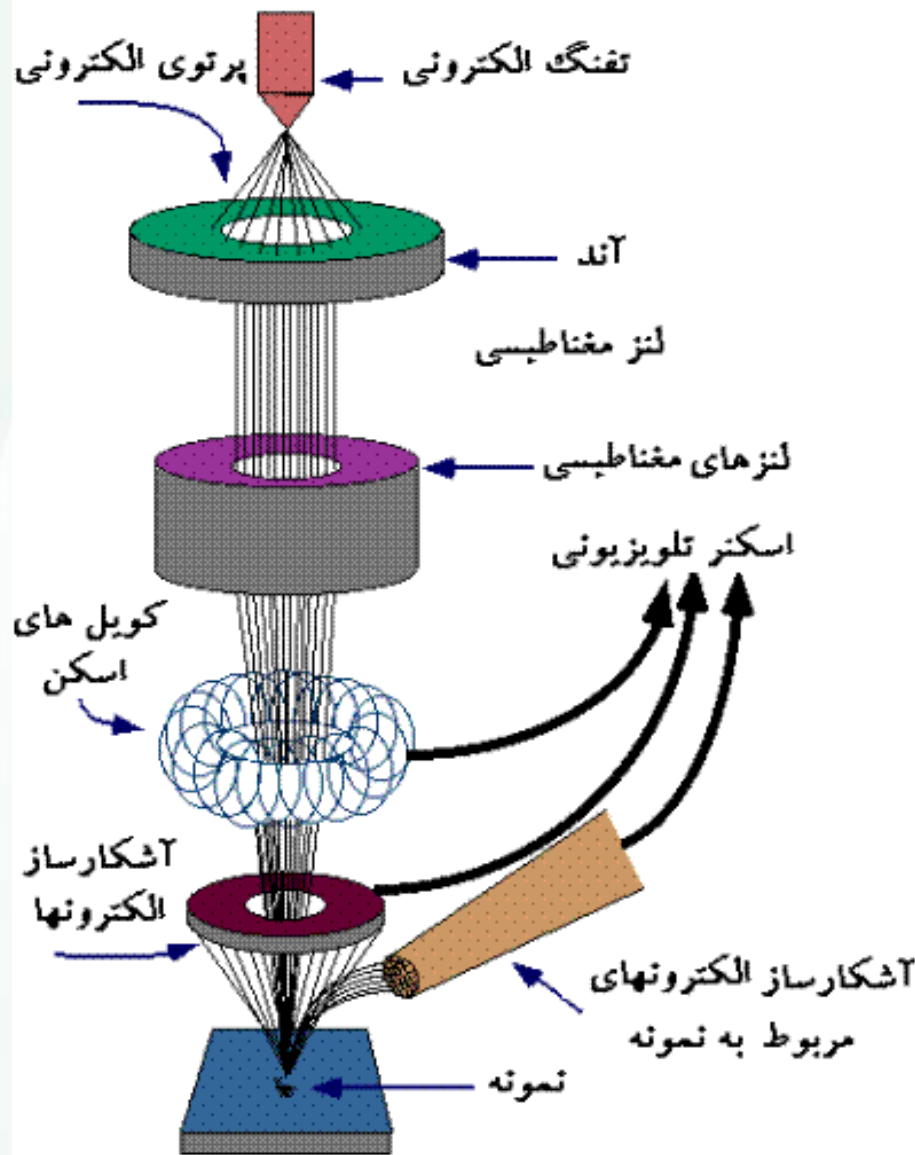
میکروسکوپ الکترونی روبشی قابلیت عکس‌برداری از سطوح با بزرگنمایی 10 تا 100000 برابر با قدرت تفکیکی در حد 3 تا 100 نانومتر (بسته به نوع نمونه) را دارد.



در میکروسکوپ های SEM پرتو الکترونی (الکترون های پرشتاب) را به سمت نمونه پرتاب می کنند. الکترون ها توسط لنز متمرکز کننده جمع شده و قطر باریکه کاهش می یابد. باریکه با عبور از کویل اسکن بر روی سطح نمونه حرکت کرده و سطح نمونه را جاروب می کند.

نهایتاً باریکه توسط لنز شیئی بر روی نمونه متمرکز شده و پس از برخورد با نمونه، الکترون های ثانویه و برگشتی و همچنین اشعه ایکس ایجاد شده که توسط دتکتورهای مناسب تشخیص داده شده و تصویر را بر روی سطح نمایش ایجاد می کنند.

طرز کار SEM



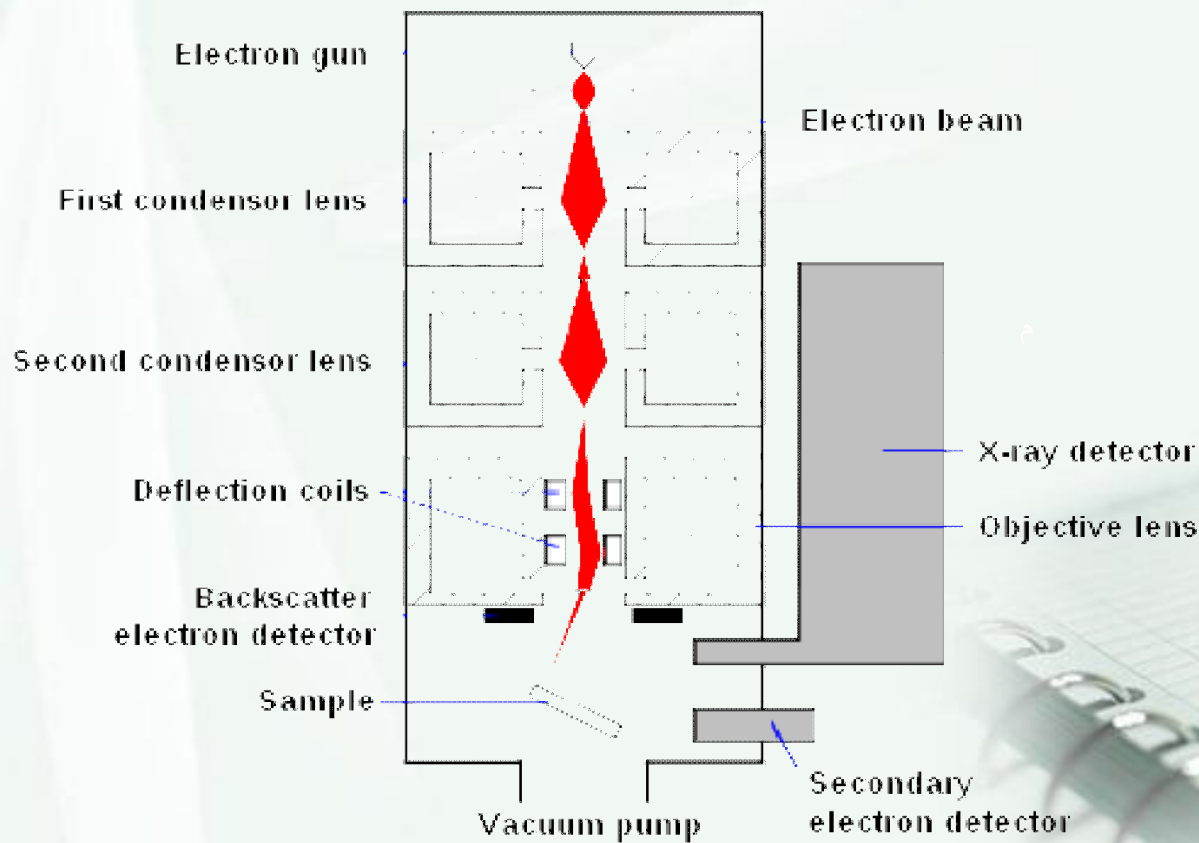
میکروسکوپ های SEM برای مطالعه ساختار نمونه های حجیم در سطح یا نزدیکی سطح به کار می روند.



طرز کار SEM



در میکروسکوپ های SEM، عدسی های متمرکز کننده، پرتو الکترونی را کوچک می کنند تا حدی که در هنگام برخورد با نمونه، قطر آن در محدوده بین 2 تا 10 نانومتر است.



آماده سازی نمونه های SEM



ابتدا باید آب از نمونه جدا شود، چرا که آب در خلاء تبخیر می شود.

تمامی فلزات رسانا هستند، لذا نیازی به آماده سازی آنها برای تهیه تصویر با SEM نیست. موادی که جزء دسته فلزات نیستند، باید بوسیله یک لایه نازک رسانا پوشانده شوند. این کار به کمک ابزاری به نام پوشش دهنده انجام می شود. برای این منظور از میدان الکتریکی و گاز آرگن استفاده می شود، به طوری که نمونه در یک محفظه خلاء قرار داده می شود و گاز آرگن و میدان مغناطیسی سبب جدا شدن الکترون از آرگن و مثبت شدن بار الکتریکی اتم ها می شوند.

یون های آرگن توسط فویل طلا دارای بار منفی جذب می شوند. یون های آرگن، به اتم های سطح فویل طلا برخورد می کنند. این اتم های طلا، روی سطح نمونه قرار می گیرند و سبب ایجاد یک پوشش رسانا از طلا بر سطح نمونه می شوند.



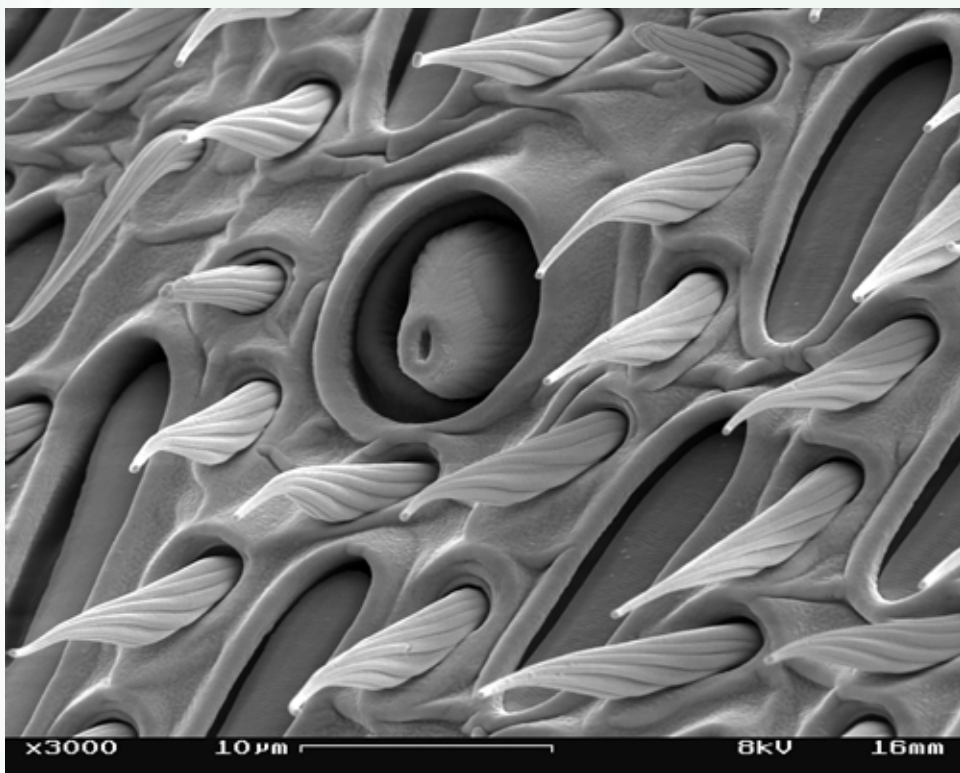
Secondary Electron (SE)

تصویر الکترون ثانویه

تصویر الکترون ثانویه کنتراست توپوگرافی را مشخص می کند. تصویر الکترون ثانویه برای بررسی سطوح شکست مناسب است.

در مطالعه ویژگی های سطحی نمونه یا توپوگرافی می توان هم از الکترون های ثانویه و هم از الکترون های برگشتی استفاده نمود، اما الکترون های ثانویه تصویر واضح تری را ایجاد می نمایند.

مودهای کاری میکروسکوپ SEM



تصویر الکترون ثانویه

نشان دهنده ناهموازی های سطحی



تصویر الکترون برگشتی (BSE) Back-Scattered Electron

کنتراست جرمی را مشخص نموده و تصویر آن به وضوح تصویر الکترون ثانویه نیست.

الکترون‌هایی که به اتم‌های سنگین برخورد می‌کنند، پس از برگشت، انرژی کمتری را از دست می‌دهند و روشن‌تر به نظر می‌رسند.

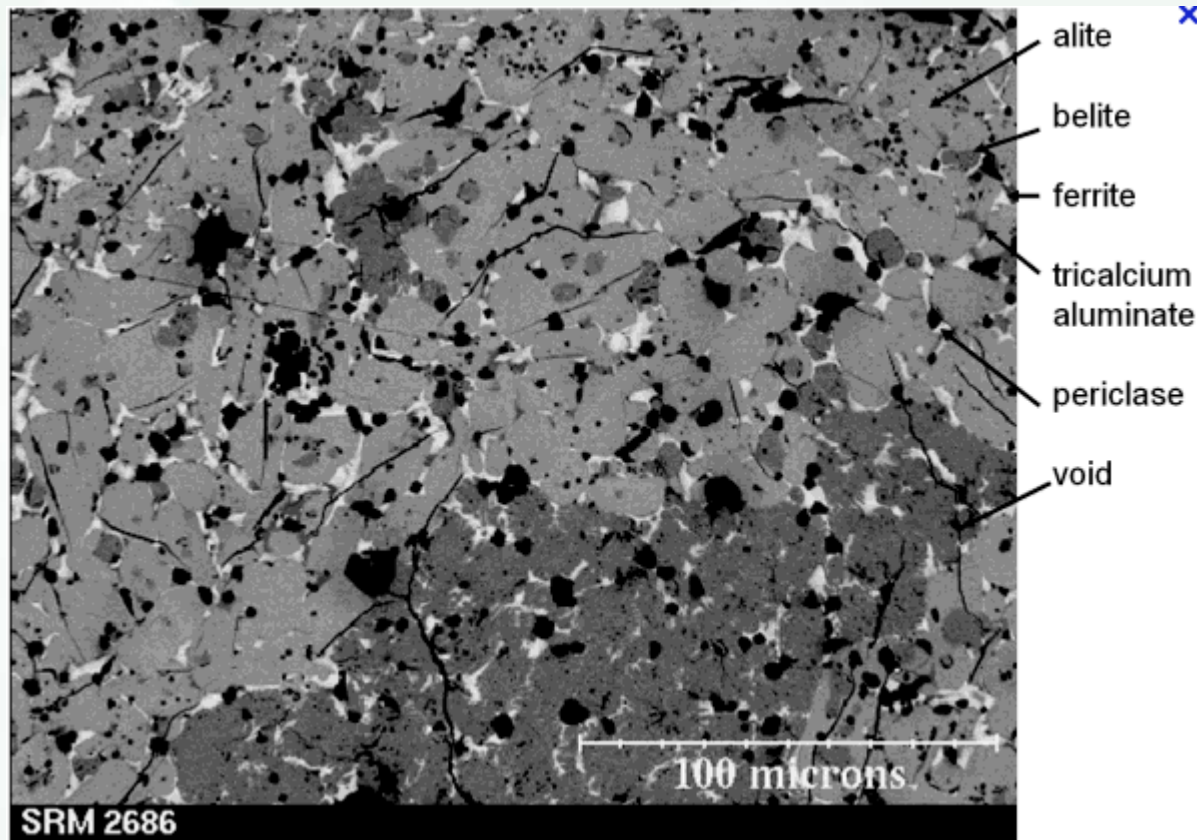
الکترون‌هایی که به اتم‌های سبک برخورد می‌کنند انرژی بیشتری از دست داده و لذا با روشنایی کمتری در مانیتور نمایش داده می‌شوند.

مودهای کاری میکروسکوپ SEM



تصویر الکترون برگشتی

کنتر است عدد اتمی عامل اختلاف رنگ مشاهده شده در تصویر است.



Company Logo



تعیین ترکیب شیمیایی

سیگنال‌های حاصل از نمونه می‌توانند برای بررسی ترکیب شیمیایی نمونه نیز به کار روند.

ضرب الکترون ثانویه وابستگی زیادی به ترکیب شیمیایی نمونه ندارد، اما ضرب الکترون برگشتی با افزایش عدد اتمی به سرعت افزایش می‌یابد.

بنابراین کنتراست عدد اتمی می‌تواند برای تشخیص ترکیب شیمیایی به کار رود. برای مثال با کنتراست فازهای مختلف یک آلیاژ این امکان فراهم می‌شود.



آنالیز با اشعه ایکس در میکروسکوپ های الکترونی

Wavelength Dispersive Spectroscopy (WDS)

طیف اشعه ایکس ایجاد شده را با توجه به طول موج طیف مشخصه آنالیز می کند.

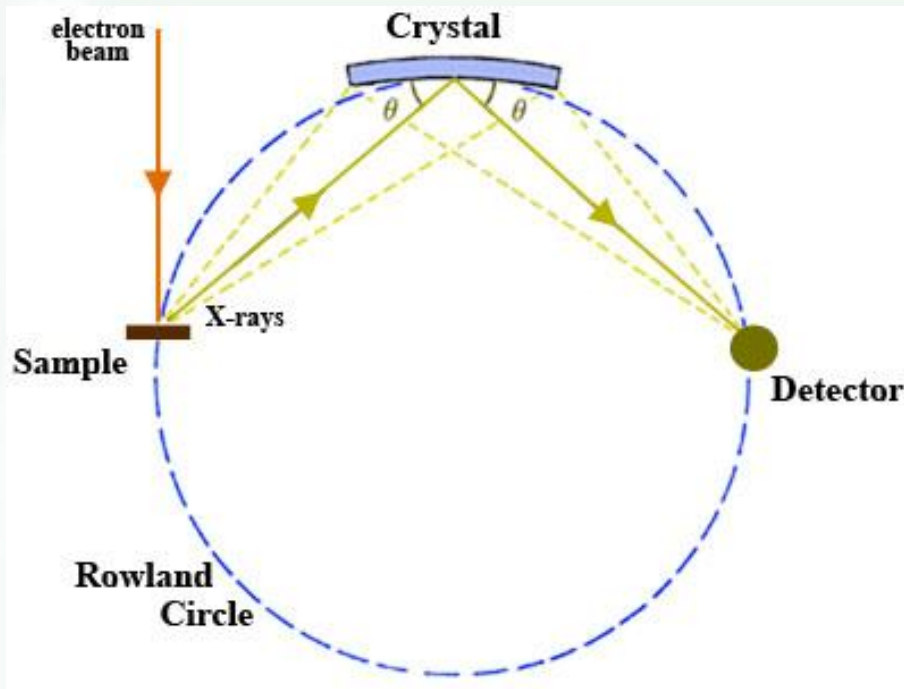
Energy Dispersive Spectroscopy (EDS)

طیف اشعه ایکس حاصل را با توجه به انرژی طیف مشخصه معین می کند.

مودهای کاری میکروسکوپ SEM



Wavelength Dispersive Spectroscopy (WDS)



$$n\lambda = 2d \sin \theta$$

$$\sin \theta = \frac{n\lambda}{2d}$$

ابتدا با قرار دادن مقدار طول موج اشعه عنصر مورد نظر در رابطه براگ میزان زاویه پراش را برای کریستال مربوطه با d مشخص محاسبه می شود. حال اگر دتکتور در این زاویه قرار گیرد، فقط اشعه های ایکس مربوط به آن عنصر به دتکتور خواهد رسید.



مقایسه EDS و WDS

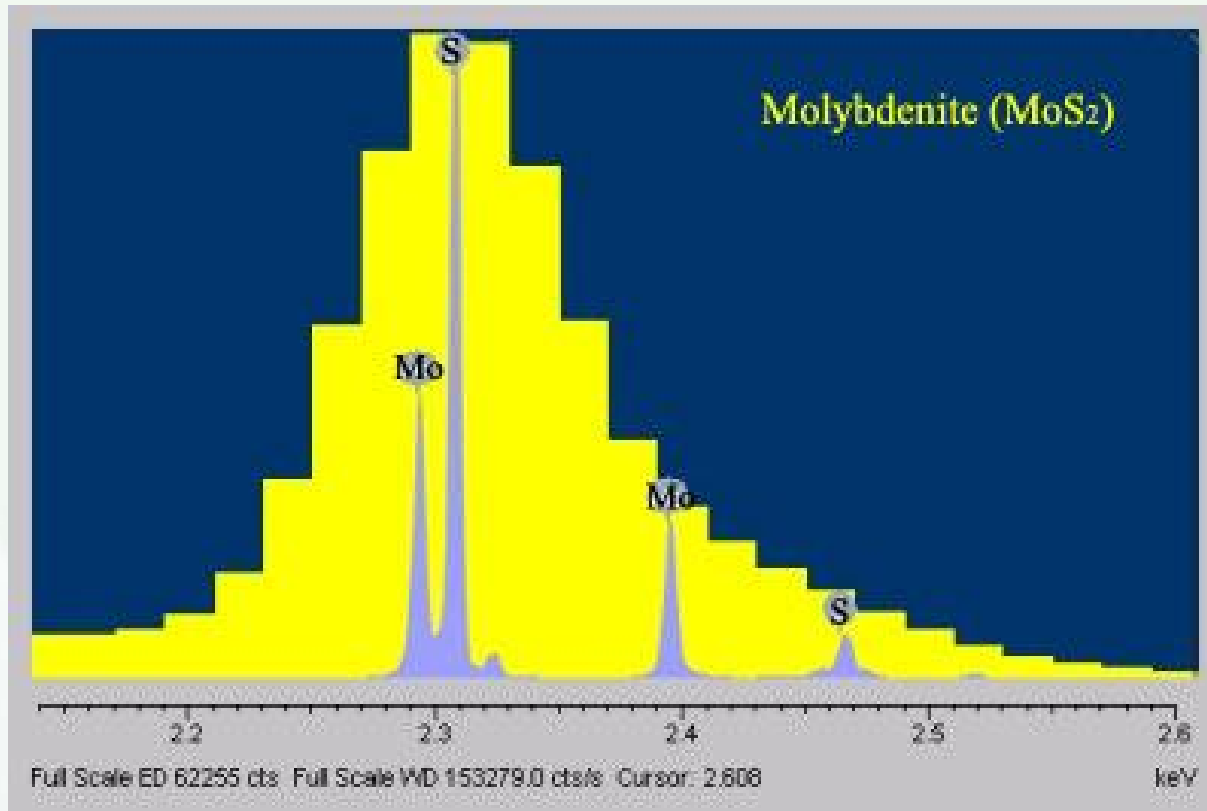
EDS عناصر با عدد اتمی بزرگتر از سدیم (عدد اتمی 11 به بالا) را آنالیز می کند و می تواند به طور همزمان تمامی عناصر را مشخص کند.

WDS با توجه به چرخش منشورها، عناصر را جداگانه تفکیک و مشخص می کند.

دقت WDS بالاتر از EDS و هزینه آن حدود سه برابر است.

در EDS اشعه پیوسته مزاحم است.

مودهای کاری میکروسکوپ SEM



Comparison of resolution of Mo and S spectral lines in EDS (yellow) vs. WDS (blue). In the EDS spectrum the molybdenum and sulfur lines are overlapped, but can be resolved in the WDS spectrum.



آنالیز به کمک اشعه ایکس

به طور کلی چهار روش برای آنالیز به کمک اشعه ایکس وجود دارد:

Point Analysis

آنالیز نقطه ای

Line Scan

آنالیز خطی

Bulk Analysis

آنالیز حجمی

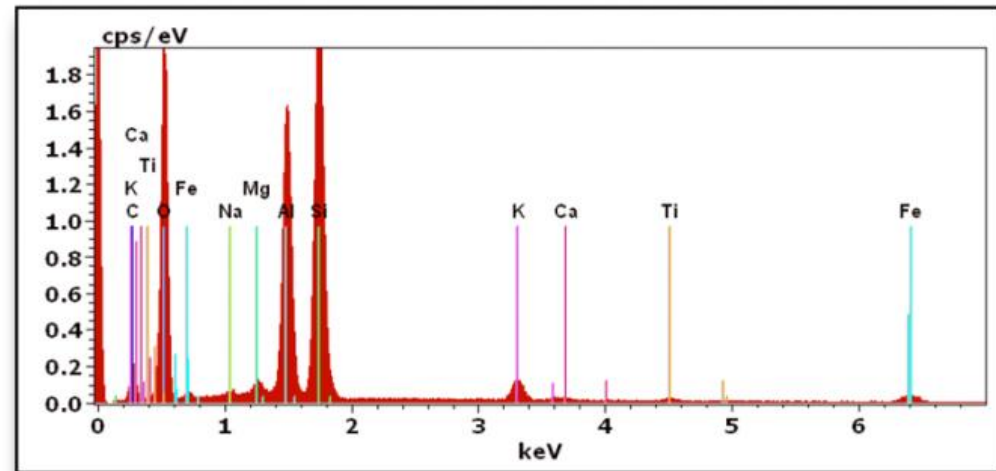
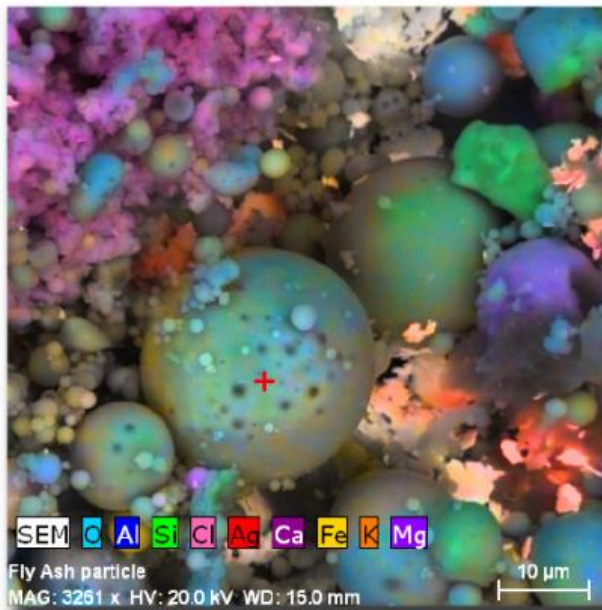
Map Analysis

آنالیز نقشه پرتو ایکس

مودهای کاری میکروسکوپ SEM



آنالیز نقطه ای، تنها آنالیز یک موضع خاص را نشان می دهد. پرتو الکترونی بر روی نقطه ای خاص ثابت و متمرکز می شود.

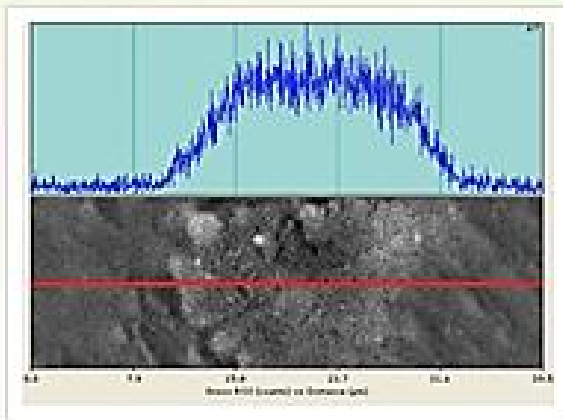


آنالیز حجمی: مشخص کردن آنالیز کلی ماده

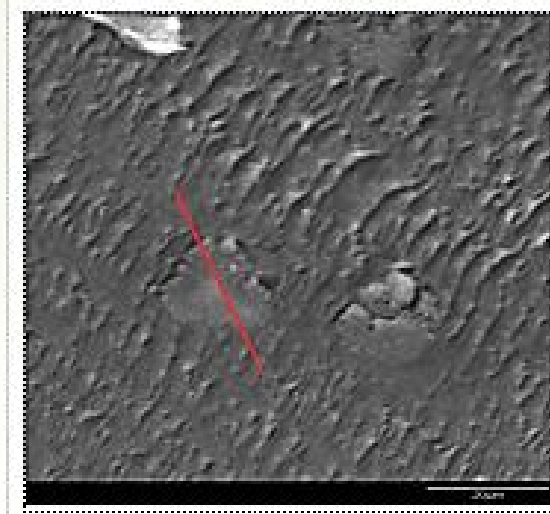
مودهای کاری میکروسکوپ SEM



آنالیز خطی، توزیع عناصر را بر روی یک خط نشان می دهد.
برای مثال الگوی زیر نشان می دهد که میزان فسفر در طول مقطع عرضی الیاف
افزایش می یابد.



EDS (Energy Dispersive X-ray Spectroscopy) Line Scan Shows penetration of Flame retardant (Phosphorus based FR) through the cross-section of single fiber. Intensity of phosphorus increases along with cross-section of fiber.

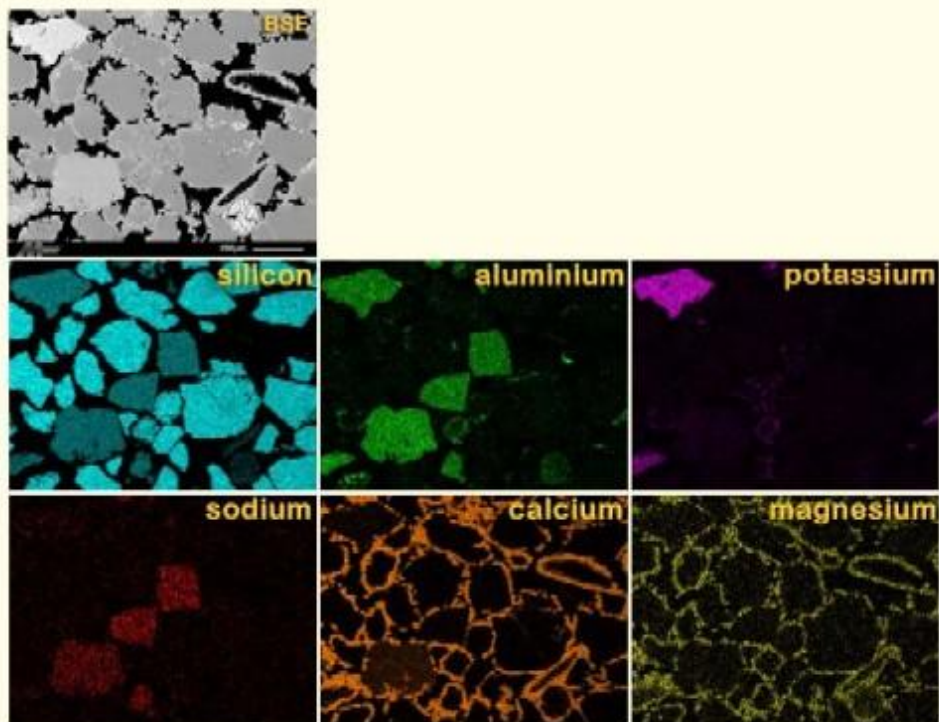


SEM (Scanning Electron Microscopy) Image of cross-section of FR treated rayon fiber

موده‌های کاری میکروسکوپ SEM



آنالیز Map، توزیع کلی عناصر روی سطح نمونه را به صورت یک نقشه نشان می‌دهد، به گونه‌ای که وجود هر عنصری با رنگی مشخص در زمینه نشان داده می‌شود. برای آنالیز خطی و Map می‌توان دتکتور را برای یک عنصر کالیبره نمود (بر اساس طول موج یا انرژی مربوطه) و سپس تغییرات و توزیع عنصر را در سطح بدست آورد.



In this **example** of sandstone the combination of various elemental maps allows to identify and visualise the distribution of minerals such as K-feldspar (silicon, aluminium, potassium), albite (silicon, aluminium, sodium) and dolomite (calcium, magnesium). The bright blue particles in the silicon map highlight quartz grains



آنالیز کمی به کمک اشعه ایکس Quantitative Analysis

به کمک اشعه ایکس (EDS) می‌توان به کمک نمونه‌های استاندارد که مقدار مشخصی از عناصر و فازهای مورد نظر را دارند، آنالیز کمی نیز انجام داد.

Castaing برای اولین بار مشاهده نمود که شدت اشعه ایکس عناصر در یک نمونه تقریباً با نسبت وزنی آنها متناسب است.

$$\frac{C_{spec}}{C_{std}} = \frac{N_{spec}}{N_{std}}$$

مودهای کاری میکروسکوپ SEM



نسبت شدت ها از یک نمونه و استاندارد مشخص، نسبت غلظت ها را با دقت لازم نشان نمی دهد. بنابراین باید فاکتور تصحیح در رابطه وارد شود.

$$\frac{C_{spec}}{C_{std}} = (Z.A.F) \frac{N_{spec}}{N_{std}}$$

زمانی که ترکیب استاندارد به ترکیب نمونه نزدیک باشد در این حالات مقدار ZAF یک بوده و آنالیز به کمک مقایسه شدت پیک ها صورت می پذیرد.

Z: فاکتور تصحیح عدد اتمی
A: فاکتور تصحیح جذب
F: فاکتور فلورسانس