



انجمن فزاینده مواد

انجمن علمی دانشکده مهندسی مواد و متالورژی دانشگاه تهران

روش‌های آنالیز مواد نانو ساختار

صاحب امتیاز:

انجمن علمی دانشکده مهندسی مواد

و متالورژی دانشگاه تهران

مدیر مسئول:

ابوالفضل انوری

سر دبیر و صفحه آرا:

مسعود خلیلی

طراح:

فاطمه دهنوی

ویراستاری علمی:

دکتر محمد اسدی

ویراستاری ادبی:

ساجده مقدس



●
●
●
مقدمه روش‌های آنالیز نانومواد ۲

●
●
●
میکروسکوپ الکترونی روبشی و اجزای آن ۶

●
●
●
میکروسکوپ نیروی اتمی و مکانیسم تشکیل تصویر در آن ۱۰

●
●
●
میکروسکوپ الکترونی عبوری ۱۴

●
●
●
آماده‌سازی نمونه میکروسکوپ الکترونی عبوری ۱۸

●
●
●
تفنگ الکترونی میکروسکوپ الکترونی روبشی و بررسی تصاویر حاصله از آن ۲۱

●
●
●
کاربرد میکروسکوپ AFM در لیتوگرافی و صنعت الکترونیک ۲۶

●
●
●
شناسایی شیمیایی اتم‌های سطحی توسط میکروسکوپ نیروی اتمی ۳۱
●



باید توجه شود که برای عملکرد بهتر دستگاه، SEM باید در خلأ کار کند؛ بنابراین، سرانجام نمونه را در دستگاه قرار داده، سیستم خلأ فعال می‌شود و پس از رسیدن به فشار موردنظر تصویربرداری آغاز می‌شود.

شرط تشکیل تصویر در میکروسکوپ‌های الکترونی روبشی، برخورد الکترون‌ها به نمونه است. به همین دلیل باید به رسانا بودن یا نبودن نمونه توجه شود. در آماده‌سازی نمونه‌های رسانا، تنها اچ و پولیش کافی است اما برای مواد نارسانا باید نمونه را با یک لایه نازک از گرافیت، طلا یا آلیاژهای طلا پوشش داد تا سطح نمونه رسانا شود.

از دیگر مزیت‌های SEM می‌توان به عدم نیاز به نمونه شفاف، بررسی تمام نمونه‌های رسانا و نارسانا، امکان تصویربرداری در سه بعد، آماده‌سازی اولیه آسان نمونه‌ها، راحت بودن کار با دستگاه و سرعت بالای آن اشاره کرد.

این میکروسکوپ‌ها با وجود مزیت‌های متعدد، محدودیت‌هایی دارند؛ از جمله نیاز به خلأ بالا، سیاه و سفید بودن تصاویر و وضوح پایین (بیشتر از چند نانومتر).

از کاربردهای میکروسکوپ الکترونی روبشی می‌توان به بررسی مقاطع شکست، بررسی‌های کریستالوگرافی نظیر بررسی فازهای رسوبی و ندریت‌ها، بررسی قطعات نیمه‌رسانا، ابررساناها، سرامیک‌ها، مواد مغناطیسی، لاستیک‌ها و پلاستیک‌ها اشاره کرد. هم چنین این دستگاه امکان بررسی ساختارهای نانو کامپوزیت‌ها، پوشش‌های نانوساختار، نانوالیاف نمونه‌های بیولوژیک و نانوساختارهای دارویی را می‌دهد.

میکروسکوپ الکترونی عبوری

میکروسکوپ الکترونی عبوری یکی از قدرتمندترین ابزارهای موجود در دنیا برای مطالعه مواد و ساختار آن‌ها در مقیاس نانو و حتی کوچک‌تر از آن است. قدرت تفکیک این میکروسکوپ به کوچکی 0.1 تا 1 نانومتر و بزرگنمایی آن به 150000 برابر می‌رسد، به گونه‌ای که ذره‌ای با ابعاد چند آنگستروم را قابل مشاهده می‌سازد. TEM از ابزارهای ویژه در مشخص نمودن ساختار و مورفولوژی مواد محسوب می‌شود. علاوه بر این از آن جهت مطالعه ساختار، تقارن، جهت‌گیری و نقائص بلوری می‌توان استفاده نمود. در این میکروسکوپ مانند SEM به جای نور از الکترون استفاده می‌شود. اجزای TEM شامل تفنگ الکترونی، عدسی‌ها، محفظه نمونه، سیستم تصویر، صفحه نمایش و پمپ خلأ می‌باشد.

در این میکروسکوپ، از عدسی‌های الکترومغناطیسی استفاده شده است تا الکترون‌ها را روی نمونه متمرکز کرده و به صورت یک پرتوی باریک گسیل کنند.

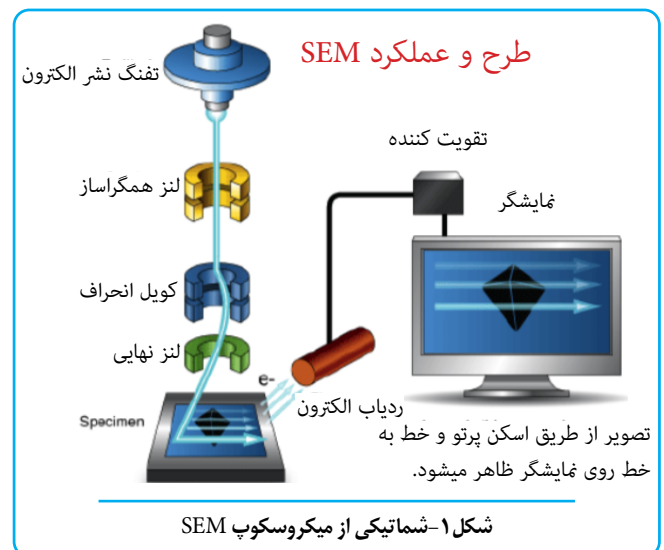
در گستره علم و پژوهش، میکروسکوپ‌های فراوانی به منظور مشاهده سطح مواد به کار می‌روند. از مهم‌ترین میکروسکوپ‌های جدید می‌توان به میکروسکوپ الکترونی روبشی^۱، میکروسکوپ الکترونی عبوری^۲ و میکروسکوپ نیروی اتمی^۳ اشاره کرد. قبل از پرداختن به جزئیات این میکروسکوپ‌ها، لازم است تا نحوه کارکرد آن‌ها به صورت ساده شرح داده شود.

میکروسکوپ الکترونی روبشی

SEM، از پرکاربردترین ابزار الکترونی در جهان است. این میکروسکوپ در سال ۱۹۳۵ توسط آزمایش ماکس نول^۴ در آلمان اختراع و سپس در سال ۱۹۶۵ به صورت تجاری روانه بازار شد. برخلاف میکروسکوپ‌های نوری که در آن‌ها از نور مرئی به عنوان پدیدآورنده تصویر استفاده می‌شود، در میکروسکوپ الکترونی روبشی باریکه الکترونی عامل به‌وجودآورنده تصویر است. به همین علت بزرگنمایی و قدرت تفکیک آن نسبت به میکروسکوپ نوری به شدت افزایش یافته است؛ به طوری که این میکروسکوپ دارای بزرگنمایی ۱۰ تا 100000 برابر با قدرت تفکیک در حد 3 تا 10 نانومتر است. در نتیجه با این میکروسکوپ ذرات به کوچکی چند نانومتر را می‌توان مشاهده کرد.

مزیت مهم این میکروسکوپ، تهیه تصاویر مستقیم و نقطه به نقطه از سطح نمونه با وضوح و قدرت تفکیک بالا است.

SEM دارای سه بخش اصلی تفنگ الکترونی، ستون الکترونی و محفظه دستگاه است. در تفنگ الکترونی، الکترون‌ها پس از تولید برای برخورد با سطح نمونه شتاب می‌گیرند؛ سپس یک ستون از الکترون‌ها تولید می‌شود که برای تمرکز پرتو بر روی نمونه، شعاع آن را به کمک چند لنز الکترومغناطیس کاهش می‌دهند. این پرتوهای الکترونی که با نمونه برخورد می‌کنند، دارای انرژی حدود 1 تا 50 الکترون‌ولت هستند.



- 1 Scanning Electron Microscope (SEM)
- 2 Transmission Electron Microscopy (TEM)
- 3 Atomic Force Microscopy (AFM)
- 4 Max Knoll

در میکروسکوپ‌های TEM به این دلیل که باید تعداد زیادی الکترون از نمونه عبور کند، ضخامت نمونه باید خیلی کم باشد. پس در آماده‌سازی نمونه ابتدا باید نمونه را بسیار نازک کرد؛ این عملیات با استفاده از روش‌های مکانیکی مانند پولیش مکانیکی و یا روش‌های شیمیایی مانند الکتروپولیش امکان‌پذیر است. همچنین باید نمونه‌های نازک را با استفاده از یک لایه نازک طلا یا گرافیت رسانا کرد.

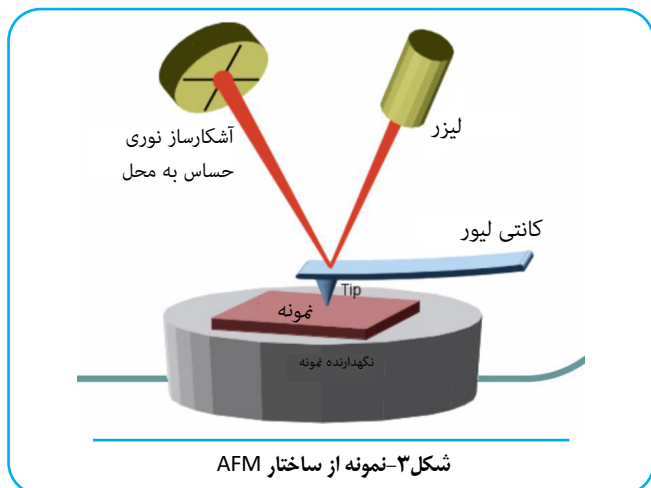
تفاوت‌های میکروسکوپ SEM و TEM

در SEM پرتو به سطح ماده می‌خورد و سطح نمونه را مورد آنالیز قرار می‌دهد، اما در TEM پرتو از نمونه عبور می‌کند و داخل نمونه را بررسی می‌کند. به همین دلیل شتاب الکترون‌ها در TEM از SEM بیشتر است و نمونه باید بسیار نازک‌تر باشد. پس در نتیجه آماده‌سازی نمونه در میکروسکوپ TEM سخت‌تر از SEM است.

دیگر تفاوت مهم این دو میکروسکوپ در قدرت تفکیک و بزرگ‌نمایی است، به طوری که در TEM بزرگ‌نمایی و قدرت تفکیک به ترتیب تا 10^6 و 10^8 نانومتر و ۵۰ تا ۱۵۰۰۰۰۰ برابر می‌تواند باشد. اما در SEM این مقادیر 10^5 نانومتر و ۱۰ تا ۱۰۰۰۰۰۰ برابر است. SEM به صورت خط به خط نمونه را مورد آنالیز قرار می‌دهد اما TEM دارای پرتوی الکترونی عریض است و کل نمونه را در یک مرحله آنالیز می‌کند.

میکروسکوپ نیروی اتمی

این میکروسکوپ در سال ۱۹۸۶ در شرکت NEC و توسط دانشمندان گرد بینینگ^۱ و کوآت^۲ برای مطالعه خواص مکانیکی سطوح ساخته شد. در این میکروسکوپ‌ها یک سوزن به طول تقریبی ۲ میکرومتر و قطر کمتر از ۱۰ نانومتر به یک تیرک که دارای طول و قطر ۱۰۰ تا ۴۰۰ میکرومتر می‌باشد، متصل است. تیرک باید خاصیت ارتجاعی بالایی داشته باشد تا در اثر تحریک الکتریکی از خود حرکت مکانیکی نشان دهد، بنابراین معمولاً جنس آن از سیلیوم یا سیلیسیم نیتريد بوده و دارای مقاومت بالایی در برابر فرسایش می‌باشد.



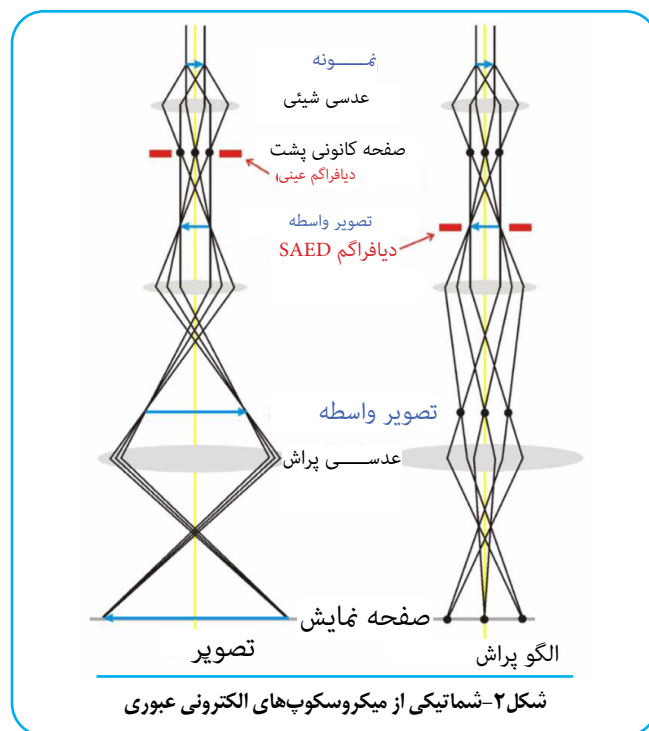
روش عملکرد میکروسکوپ‌های الکترونی عبوری به طور خلاصه به این شرح است: یک پرتوی الکترونی از سطح نمونه عبور داده می‌شود و پس از عبور از عدسی‌ها به صفحه نمایش فلئورسنت برخورد کرده و تشکیل تصویر می‌دهد. رنگ این تصاویر بستگی به میزان الکترون عبوری از نمونه دارد؛ نواحی روشن‌تر، الکترون‌های بیشتر و نواحی تاریک‌تر، الکترون‌های کمتری دریافت کرده‌اند.

تصاویر تشکیل شده به دو صورت است:

- تصاویر زمینه روشن
- تصاویر زمینه تاریک

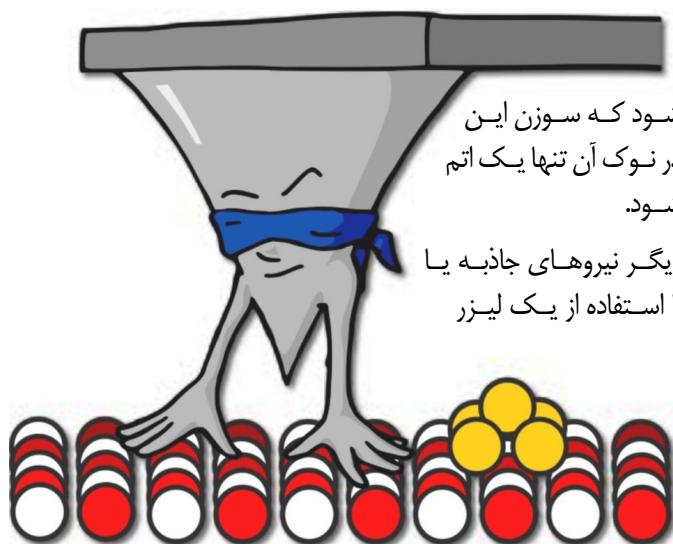
در تصاویر زمینه روشن، در نواحی که نمونه وجود دارد یا ضخامت نمونه بیش‌تر است تصویر به صورت تاریک دیده می‌شود و زمینه به صورت روشن. این نوع تصاویر چون ریزساختار را به خوبی نشان می‌دهند، به منظور بررسی حالت‌های بلوری، وضعیت و نقایص دانه استفاده می‌شوند.

تصاویر زمینه تاریک برعکس تصاویر زمینه روشن هستند. در این تصاویر زمینه به صورت تاریک و در نواحی وجود نمونه، تصویر به صورت روشن است. این تصاویر در مشخص کردن نقائص بلوری و کنتراست پراش کاربرد دارند اما دارای حد تفکیک پایینی هستند.



از میکروسکوپ TEM برای تعیین خستگی، اکسیداسیون، رسوب، جهت رشد مواد بلورین، بردار برگرز، بررسی سطوح شکست و شناسایی ترکیب شیمیایی استفاده می‌شود.

از محدودیت‌های این میکروسکوپ می‌توان به فرآیند سخت و زمان‌بر آن، قدرت تفکیک پایین (حدود 10^2 نانومتر)، میدان دید کوچک و آسیب رساندن اشعه به نمونه اشاره کرد. همچنین این میکروسکوپ‌ها امکان ایجاد تصویر رنگی را ندارند و نمونه‌های گازی، مایع و ضخیم را نمی‌توانند آنالیز کنند.



جنس سر دیگر انبرک متصل به بازویی از ماده‌ای پیزوالکتریک است؛ این پیزوالکتریک با ایجاد تغییرات و ولتاژ بسیار کوچک، در راستای x ، y و z حرکت می‌کند. باید توجه شود که سوزن این میکروسکوپ باید بسیار تیز باشد به طوری که در حالت ایده‌آل در نوک آن تنها یک اتم جای گیرد. سطح نمونه با استفاده از این سوزن روبش می‌شود.

در این حالت اتم‌های سوزن و اتم‌های سطح ماده به یکدیگر نیروهای جاذبه یا دافعه وارد می‌کنند که باعث ایجاد انحنای تیرک می‌شود. با استفاده از یک لیزر که حرکات تیرک را آنالیز می‌کند، یک سیگنال به آشکارساز ارسال و ثبت می‌شود. برای انعکاس بیشتر لیزر، تیرک را با یک لایه‌ای بسیار نازک از فلزاتی مانند طلا، آلومینیوم یا نقره پوشش می‌دهند. با روبش خط به خط تمام سطح نمونه، تصویر و توپوگرافی سطح به دست می‌آید و خواص سطحی مثل پستی و بلندی‌ها، چسبندگی، میزان اصطکاک و خواص مغناطیسی بررسی می‌شود.

نیروهای بین سوزن و سطح نمونه می‌تواند وان‌دروالسی، الکترواستاتیکی، موینگی و مغناطیسی باشد. بسته به وجود این نیروها و فاصله بین سوزن و سطح نمونه، حالت‌های تصویربرداری به سه دسته حالت تماسی، غیرتماسی و ضربه‌ای تقسیم‌بندی می‌شود. از حالت تماسی برای نمونه‌های سخت و از غیرتماسی برای نمونه‌های نرم و زیستی استفاده می‌شود. قدرت تفکیک حالت غیرتماسی نسبت به حالت تماسی کمتر است.

از حالت ضربه‌ای برای بررسی نمونه‌های آسیب‌پذیر در حالی که نیاز به قدرت تفکیک بالا باشد، استفاده می‌شود. مقایسه حالت‌های گوناگون این میکروسکوپ در جدول زیر آورده شده است:

حالت عملیاتی	مزایا	معایب
تماسی	✓ سرعت روبش بالا ✓ نمونه‌های سفت به راحتی روبش می‌شوند	✗ نیروهای جانبی اثر منفی بر تصویر می‌گذارند ✗ صدمه زدن به نمونه و کاهش قدرت تفکیک
ضربه‌ای	✓ حذف نیروهای جانبی ✓ قدرت تفکیک بالاتر ✓ صدمه کمتر به نمونه	✗ سرعت روبش پایین‌تر
غیرتماسی	✓ مناسب نمونه‌های نرم ✓ در خلا بسیار بالا قدرت تفکیک اتمی می‌دهند	✗ سرعت روبش پایین‌تر

جدول ۱- مقایسه حالت‌های AFM

همچنین از AFM می‌توان برای نمونه‌های رسانا، عایق و نیمه‌رسانا استفاده کرد، پس در نتیجه هیچ محدودیتی از لحاظ خواص فیزیکی مواد برای بررسی انواع نمونه‌ها ندارد و این از مهم‌ترین مزیت‌های این دستگاه است. این نوع میکروسکوپ نسبت به سایر روش‌های آنالیز آماده‌سازی و کاربرد آسان‌تری دارد؛ همچنین کار در محیط‌های خلأ و هوا و کاهش هزینه‌ها، منجر به تمایز بین استفاده از این میکروسکوپ با سایر روش‌های آنالیز شده است. از میکروسکوپ نیروی اتمی در علوم مختلف از جمله الکترونیک، فنانوردی، انرژی، نانوفناوری، علم مواد، داروسازی، دیسک‌های حافظه و ... استفاده می‌کنند.

محدودیت‌های این روش نیز بازه بزرگ‌نمایی محدود و امکان آسیب رسیدن به نوک سوزن یا نمونه می‌باشد.

- [1] Zhou, W., Wang, Z. L. (Editors), "Scanning Microscopy for Nanotechnology - Techniques and Applications", New York: Springer, (2006).
- [2] Goldstein, J. I., Newbury, D., Joy, D. C., Lyman, C. E., Echlin, P., Lifshin, E., Sawyer, L., Michael, J. R., "Scanning Electron Microscopy and X-Ray Microanalysis", 3rd Edition. New York: Kluwer Academic/Plenum, (2003).
- [3] Sriamornsak, P., Thirawong, N., "Use of back-scattered electron imaging as a tool for examining matrix structure of calcium pectinate", International Journal of Pharmaceutics, Vol. 267, pp. 151–156, (2003).
- [4] Transmission Electron Microscopy a Textbook for Materials Science, David B. Williams, C. Barry Carter, springer, 2009.
- [5] Jian Min Zuo, John C.H. Spence, "Advanced Transmission Electron Microscopy: Imaging and Diffraction in Nanoscience", 1 ed., Springer-Verlag, New York, 2017.
- [6] Prof. Dr. Brent Fultz, Prof. Dr. James M. Howe (auth.) "Transmission Electron Microscopy and Diffraction of Materials", Springer Berlin Heidelberg, 2008
- [7] Snehajyoti Chatterjee, Shrikanth S Gadad and Tapas K Kundu, "Atomic Force Microscopy: A Tool to Unveil the Mystery of Biological Systems", 2010
- [8] V. Bellitto, "Atomic Force Microscopy - Imaging, Meas., Manip. Surfs. at the Atomic Scale", Intech, 2012
- [9] Greg Haugstad, "Atomic Force Microscopy: Understanding Basic Modes and Advanced Applications", 2012.
- [10] Peter Eaton, Paul West, "Atomic Force Microscopy", Oxford University Press, USA, 2010.





مقدمه

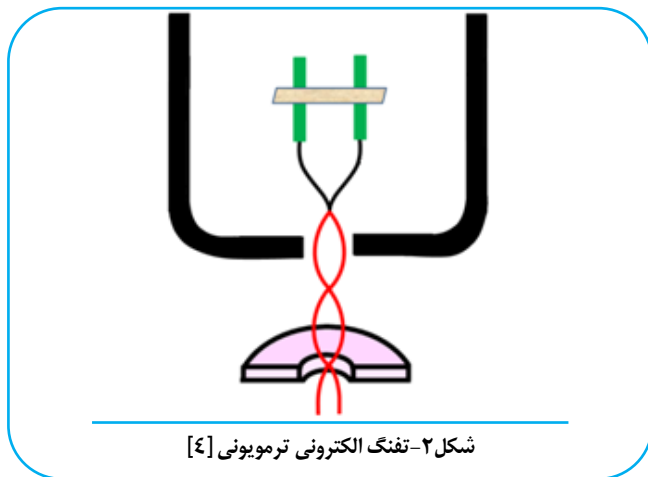
ساختار میکروسکوپ الکترونی روبشی

با شرح ساختار میکروسکوپ الکترونی روبشی، مکانیسم تشکیل تصویر نیز روشن خواهد شد. در این متن، با گذر از تاریخچه ساخت و سیر تکامل، به توضیح بخش‌های معمول در یک میکروسکوپ الکترونی روبشی، کارکرد و وظیفه هر یک از اجزا در تشکیل تصویر پرداخته می‌شود. [۱، ۳]

همان طور که ذکر شد، عامل به‌وجودآورنده تصویر، یک باریکه از الکترون است؛ بنابراین، در ابتدا به یک منبع تولید الکترون یعنی تفنگ الکترونی^۷ نیاز است. پس از تولید الکترون، آن‌ها را به سمت نمونه مورد مطالعه شتاب می‌دهند تا برخورد صورت گیرد. بنابراین، یک سیستم برای شتاب‌دهی الکترون‌ها، و سیستمی دیگر برای تشکیل و جهت‌دهی و کنترل باریکه الکترونی لازم است. در مرحله بعد، الکترون‌های در تعامل با ماده، توسط یک یا چند آشکارساز مورد تجزیه و تحلیل قرار می‌گیرند که منجر به تشکیل تصویر می‌گردد. در ادامه بخش‌های مختلف میکروسکوپ به صورت مختصر توضیح داده می‌شوند.

تفنگ الکترونی

نقش تفنگ الکترونی، تولید الکترون به صورت پیوسته و پایدار و همچنین تشکیل باریکه الکترونی است. انواع مختلفی از تفنگ‌های الکترونی وجود دارد که معمول‌ترین آن‌ها تفنگ‌های الکترونی گرمایونی یا ترمیونی^۸ است که به آن‌ها سه قطبی نیز گفته می‌شود؛ چرا که دارای سه بخش اصلی (قطب) است. (شکل (۲))

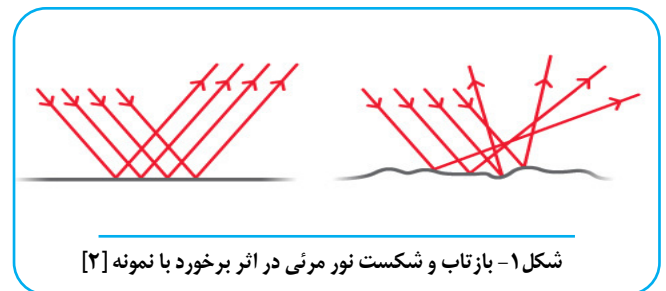


شکل ۲- تفنگ الکترونی ترمیونی [۴]

بخش اول، رشته‌ای^۹ از جنس تنگستن و یا استوانه کوچکی از جنس لانتانوم هگزaborاید^{۱۰} است که در اثر عبور جریان الکتریکی از آن، گرم شده و الکترون ساطع می‌کند. فیلامان و یا نوک استوانه به صورت V شکل ساخته می‌شود. (شکل (۳)) این بخش از تفنگ الکترونی مصرفی بوده و پس از مدتی (در حدود ۱۰۰ ساعت کاری) تعویض می‌گردد. [۱، ۳]

میکروسکوپ الکترونی روبشی^۱، پُرکاربردترین ابزار پرتو الکترونی در جهان است. قبل از پرداختن به میکروسکوپ الکترونی روبشی، به عنوان مقدمه و مقایسه، مطلب کوتاهی در مورد میکروسکوپ نوری ارائه می‌شود که در درک کارکرد میکروسکوپ الکترونی کمک شایانی خواهد نمود.

در میکروسکوپ نوری^۲ از نور مرئی (موج الکترومغناطیس در ناحیه مرئی) به عنوان عامل به‌وجودآورنده تصویر استفاده می‌شود. به این ترتیب که نور مرئی^۳ پس از عبور از یک یا چند عدسی، متمرکز شده، به نمونه برخورد کرده و بازتاب می‌یابد. در اثر شکست نور در برخورد با نمونه و بازتاب یافتن پرتوهای نور در جهات مختلف، تصویر بر روی عدسی چشمی میکروسکوپ یا بر روی یک نمایشگر تشکیل می‌گردد. به عبارت دیگر، مکانیسم تشکیل تصویر، شکست نور است. اگر پرتوهای نور، دچار شکست نشوند، یک تصویر کاملاً یکدست (یک صفحه سفید) و بی‌معنا حاصل خواهد شد. طول موج نور مرئی ۴۰۰ تا ۷۰۰ نانومتر است، بنابراین ذراتی با ابعاد کوچک‌تر از این محدوده طول موج، حتی در بزرگ‌نمایی‌های بسیار زیاد، با نور مرئی قابل رؤیت نیستند. [۱]



شکل ۱- بازتاب و شکست نور مرئی در اثر برخورد با نمونه [۲]

در میکروسکوپ الکترونی روبشی به جای نور مرئی از پرتویی از جنس الکترون با عنوان باریکه الکترونی^۴ به عنوان عامل به‌وجودآورنده تصویر استفاده می‌شود که در اثر آن بزرگ‌نمایی^۵ و قدرت تفکیک^۶ میکروسکوپ، به شدت افزایش می‌یابد؛ به گونه‌ای که ذراتی به کوچکی چند نانومتر قابل مشاهده خواهد بود. در اثر برخورد باریکه الکترون با نمونه مورد مطالعه، پدیده‌های مختلفی رخ می‌دهد. آگاهی از این پدیده‌ها برای فهم دقیق مکانیسم تشکیل تصویر در میکروسکوپ الکترونی روبشی لازم است. در ادامه با شرح ساختار میکروسکوپ الکترونی، به مکانیسم تشکیل تصویر اشاره خواهد شد.

- 1 Scanning Electron Microscope (SEM)
- 2 Light Microscope, Optical Microscope (OM)
- 3 visible light
- 4 electron beam
- 5 magnification
- 6 resolution

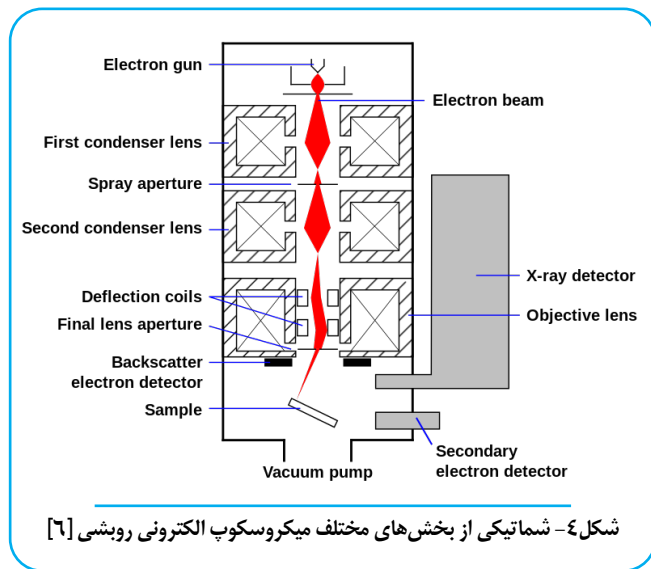
- 7 electron gun
- 8 thermionic electron gun
- 9 filament
- 10 LaB6

ستون الکترونی^۳

پس از آن که باریکه الکترونی تولید و جهت‌دهی شد، باید قطر باریکه الکترونی کاهش یابد تا تعداد الکترون‌های تعامل‌کننده با ماده در واحد سطح، افزایش یابد. برای این کار از دو عدسی الکترومغناطیسی^۴ استفاده میشود که وظیفه آن‌ها مانند عدسی‌های نوری در میکروسکوپ نوری، کانونی کردن باریکه الکترونی است؛ با این تفاوت که فاصله کانونی این عدسی‌ها ثابت نیست. به عبارت دیگر با تغییر جریان عبوری از این عدسی‌های الکترومغناطیسی، می‌توان فاصله کانونی آن‌ها را تغییر داد. این دو عدسی الکترومغناطیسی به صورت مشترک و همزمان بر روی باریکه الکترونی عمل می‌کنند و قطر باریکه الکترونی را به کمترین میزان خود^۵ (در حدود ۱۰ نانومتر) می‌رسانند.

در مرحله بعد، باریکه الکترونی از یک عدسی متمرکزکننده^۶ و یک روزنه یا دهانه با قطر متغیر عبور می‌کند و به نمونه می‌رسد. وظیفه عدسی متمرکزکننده، تنظیم دقیق باریکه الکترونی بر روی نمونه است. روزنه انتهایی نیز به این عملکرد کمک می‌کند.

پُر واضح است که باریکه الکترونی فقط بر روی یک نقطه از نمونه (نقطه برخورد) عمل می‌کند؛ بنابراین برای دریافت تصویر از یک سطح، نیاز است که این باریکه بر روی نمونه جابجا شود یا اصطلاحاً نمونه را جاروب یا روبش^۷ کند که با تعبیه کوئل‌های روبشی^۸ در ستون الکترونی، این امکان فراهم شده است. به عبارت دیگر نمونه در محل خود ثابت است و باریکه الکترونی نمونه را روبش می‌کند. به همین دلیل است که نام میکروسکوپ روبشی را به این تجهیز اختصاص داده‌اند. (شکل (۴) [۳، ۱])



شکل ۴- شماتیک از بخش‌های مختلف میکروسکوپ الکترونی روبشی [۶]



از آن جا که الکترون‌های تولید شده در فیلامان، در همه جهت‌ها منتشر می‌شوند، از یک کلاهک منفذدار^۱ برای تشکیل باریکه الکترونی که دقیقاً بر روی رشته تنگستنی واقع شده است، استفاده می‌گردد. (شکل (۲))

تا اینجا الکترون‌های مورد نیاز، تولید و باریکه الکترونی تشکیل شده است. آخرین وظیفه تفنگ الکترونی، شتاب‌دهی به الکترون‌ها به سمت نمونه است. بدین منظور بین فیلامان تنگستنی و یک صفحه که در زیر کلاهک است، اختلاف پتانسیلی برقرار می‌گردد که در این حالت فیلامان نقش کاتد و صفحه نقش آنود را بازی خواهند کرد. بدین ترتیب، باریکه الکترونی شتاب گرفته و از تفنگ خارج می‌گردد. این اختلاف پتانسیل که به ولتاژ میکروسکوپ نیز معروف است، نقش بسیار مهمی را ایفا می‌کند هر چه این ولتاژ بیشتر باشد، الکترون‌ها شتاب بیشتری به خود گرفته و با انرژی بیشتری به نمونه برخورد می‌کنند که تأثیری مستقیم بر کیفیت تصویر حاصله دارد. معمول‌ترین بازه اعمال ولتاژ ۲۰ تا ۲۵ کیلوولت است. [۳، ۱]

سیستم خلأ^۲

علی‌رغم شتاب زیاد، از آن جا که الکترون‌ها جرم ناچیزی دارند، در صورت برخورد به ملکول‌های هوا، گُند و منحرف می‌شوند. در نتیجه، تعداد برخوردهای مفید الکترون‌ها و تعاملات آن‌ها با ماده مورد مطالعه کم شده و کیفیت تصویر به شدت افت می‌کند. همچنین اگر دمای رشته تنگستنی، در معرض هوای حاوی اکسیژن افزایش یابد، تنگستن به سرعت اکسید می‌شود. به همین دلیل، نیاز است که دستگاه میکروسکوپ الکترونی روبشی که شامل نمونه نیز می‌شود، از هوا تخلیه گردد؛ بنابراین، فقط نمونه‌های جامد و مایع با فشار بخار پایین قابلیت آن را دارند که توسط میکروسکوپ الکترونی روبشی تصویربرداری شوند. فشار خلأ در دستگاه‌های مختلف متفاوت بوده و گاهی تا تور^۲ کاهش می‌یابد. این خلأ، توسط انواع پمپ‌ها ایجاد می‌شود که هزینه‌بر اما ضروری است. [۳، ۱]

1 wehnelt cylinder, grid cap
2 torr

3 Electron Column

4 Electron Lens, Electromagnetic Lens, Condenser Lens

5 Spot Size

6 Objective Lens

7 scan

8 Scanning Coils

به دو آشکارگر جداگانه برای هر یک از سیگنال‌های فوق نیاز است. این آشکارسازها درون محفظه دستگاه و نزدیک به نمونه تعبیه شده‌اند. انواع مختلفی از آشکارسازها وجود دارد که طی فرایندهای پیچیده‌ای، سیگنال بازگشتی از ماده را به تصویر تبدیل می‌کنند.

آماده‌سازی نمونه

آماده‌سازی هر نمونه با در نظر گرفتن هدف تصویربرداری و قبل از آن انجام می‌گیرد. گاهی به یک سنباده‌زنی ساده اکتفا شده و گاهی انواع فرایندهای حکاکی^۲ بر روی نمونه انجام می‌گیرد. همان طور که ذکر شد، تشکیل تصویر در میکروسکوپ الکترونی روبشی منوط به برخورد الکترون به نمونه است؛ بنابراین، نمونه‌های غیررسانا را توسط لایه نازکی از یک ماده رسانا مانند طلا یا گرافیت پوشش می‌دهند تا نمونه در سطح خود رسانا گردد. [۱، ۳]

ویژگی و کاربردهای میکروسکوپ الکترونی روبشی

- ✓ تصویر گرفتن از سطوح در بزرگنمایی ۱۰ تا ۱۰۰/۰۰۰ برابر با قدرت تفکیک در حد ۳ تا ۱۰۰ نانومتر
- ✓ متالوگرافی در بزرگنمایی‌هایی بسیار بیشتر از میکروسکوپ نوری
- ✓ بررسی مقاطع شکست و سطوحی که حکاکی عمیق شده‌اند
- ✓ بررسی‌های کریستالوگرافی نظیر ارزیابی دانه‌ها، فازهای رسوبی و دندریتها
- ✓ بررسی قطعات نیمه‌هادی برای آنالیز شکست، کنترل عملکرد و تأیید طراحی نمونه‌ها و...

امروزه میکروسکوپ الکترونی روبشی، کارکردهای بسیار وسیعی در میکروآنالیز پیدا کرده است که در این رابطه می‌توان به کلیدواژه‌های زیر اشاره نمود:

Energy-Dispersive X-ray Spectroscopy (EDS, EDX, EDXS or XEDS)

Energy Dispersive X-Ray Analysis (EDXA)

Energy Dispersive X-Ray Microanalysis (EDXMA)

نمونه مورد مطالعه توسط اپراتور، درون محفظه دستگاه و بر روی یک پایه^۲ قرار داده می‌شود. محدودیت ابعاد نمونه در دستگاه‌های مختلف متفاوت است. محفظه‌های بزرگی وجود دارند که نمونه‌هایی به بزرگی ۲۰ سانتی‌متر را نیز در خود جای می‌دهند. پس از آن که نمونه در محفظه قرار داده شد، سیستم خلأ فعال شده و پس از رسیدن به فشار مورد نظر، تصویربرداری آغاز می‌شود. از آن جا که سیستم باید دائماً تحت خلأ باقی بماند، امکان تعویض و تغییر وضعیت نمونه حین تصویربرداری وجود ندارد. به همین دلیل معمولاً پایه‌ها به گونه‌ای طراحی و ساخته می‌شوند که همزمان چند نمونه را در خود جای داده و تا حدی قابلیت تغییر زاویه و چرخش نیز داشته باشند.

آشکارسازهای الکترونی^۳

در اثر برخورد الکترون و تعامل آن با ماده، پدیده‌های مختلفی رخ می‌دهد و بازتاب‌هایی از ماده صورت می‌گیرد که به اختصار آن‌ها را سیگنال^۴ می‌نامند. در شکل ۵ برخی از سیگنال‌های بازگشتی از ماده در اثر برخورد الکترون و محدوده اثر آن‌ها^۵ در درون ماده آورده شده است. [۱، ۳]

اگر چه دریافت و تحلیل دیگر سیگنال‌ها نیز به طور موفقیت‌آمیزی در برخی میکروسکوپ‌های الکترونی روبشی و دیگر دستگاه‌ها مورد استفاده قرار گرفته است، اما دو سیگنال اصلی که در همه میکروسکوپ‌های الکترونی روبشی مورد بهره‌برداری قرار دارد، الکترون‌های ثانویه^۶ (SE) و الکترون‌های بازگشتی^۷ (BSE) هستند. هر یک از الکترون‌های ثانویه و بازگشتی از بخش مشخصی از ماده بازتاب یافته‌اند و حاوی اطلاعاتی راجع به همان بخش از ماده‌اند؛ بنابراین، باید هر دو سیگنال آشکار گردد تا بتوان به اطلاعات ماده در سطح و عمق دست یافت. در نتیجه

- 1 sample chamber
- 2 stage
- 3 electron detectors
- 4 signal
- 5 interaction volume
- 6 Secondary Electrons (SE)
- 7 Backscattered Electrons (BSE)

[۱] مریم کرباسی، "میکروسکوپ الکترونی روبشی و کاربردهای آن در علوم مختلف و فناوری نانو"، جهاد دانشگاهی (دانشگاه صنعتی اصفهان)، ۱۳۹۳

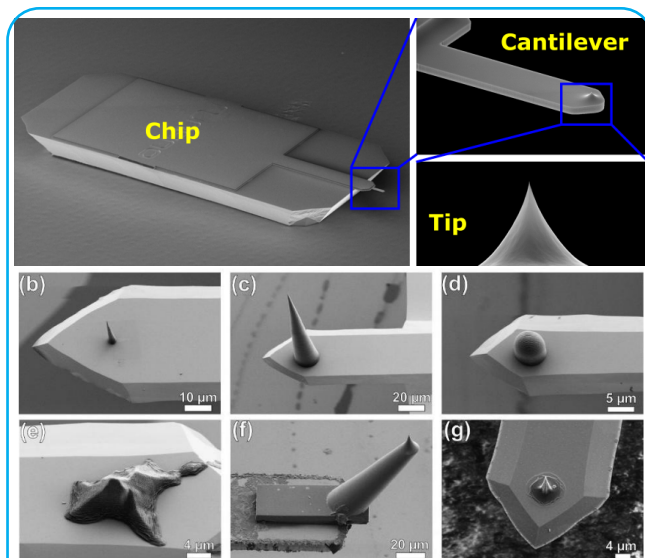
[2] <https://www.quora.com/Why-does-light-reflect-only-from-a-shiny-surface>

[3] Peter J. Goodhew, John Humphreys, Richard Beanland, "Electron Microscopy and Analysis", Third Edition, CRC Press, 2000.

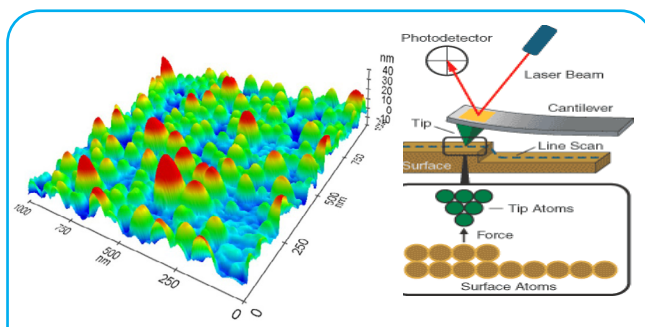
[4] <https://myscope.training/legacy/sem/practice/principles/gun.php>

[5] http://www.snaggledworks.com/em_for_dummies/gun.html

[6] <https://www.hzdr.de/db/Cms?pNid=67>



شکل ۲- برخی از انواع سوزن‌ها و کانتی‌لیورهای مورد استفاده در میکروسکوپ نیروی اتمی [۴، ۵]



شکل ۳- (سمت راست) نحوه حرکت خطی کانتی‌لیور بر روی نمونه (سمت چپ) نمونه‌ای از توپوگرافی سطحی در مقیاس نانومتر [۶، ۷]

نیروهای بین‌اتمی

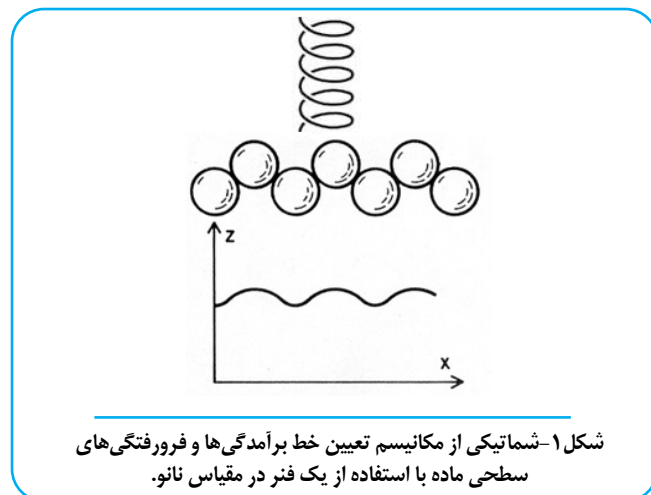
نیروهایی که بین اتم‌های سوزن و اتم‌های سطح نمونه وجود دارد و منجر به انحنای کانتی‌لیور می‌گردد به دو دسته کلی نیروهای جاذبه^۷ و نیروهای دافعه^۸ تقسیم‌بندی می‌شوند. نیروهای جاذبه به نوبه خود عبارتند از: نیروهای وان‌دروالسی^۹، نیروهای الکترواستاتیکی^{۱۰}، نیروهای موینگی^{۱۱} و نیروهای مغناطیسی^{۱۲}. [۸، ۲، ۱]

منحنی شکل (۴) شبیه به منحنی پتانسیل بر حسب فاصله اتم^{۱۳} بوده و نیروی وارده به دو اتم فرضی در فواصل مختلف را نشان می‌دهد که می‌توان آن را بر اتم‌های سوزن و سطح نمونه تطبیق داد. در فواصل زیاد هیچ نیرویی بین اتم‌ها وجود ندارد. با کاهش فاصله، نیروی جاذبه بین سوزن و سطح به وجود می‌آید که کانتی‌لیور را به سمت نمونه می‌کشد. اگر فاصله سوزن و اتم‌های سطح نمونه کم شود، نیروی دافعه شکل گرفته و با کمتر شدن فاصله، دافعه بیشتر می‌شود تا جایی که برآیند نیروها صفر گردد.

میکروسکوپ نیروی اتمی^۱ (AFM) با اندازه‌گیری نیروهای بین‌اتمی در مقیاس نانو، تصویری را از سطح ماده پردازش می‌کند. اندازه‌گیری این نیروها، بر اساس همان فرمول آشنا و پرکاربرد فنرهاست، به این ترتیب که اگر به فنری، نیروی F وارد شود، فنر به اندازه x تغییر طول می‌دهد:

$$F = -kx$$

در این رابطه k ثابت فنر است. ثابت فنر، در واقع همان خاصیتی است که در مقابل تغییر طول فنر مقاومت می‌کند. حال فرض کنید که یک فنر نانومتری، عمود بر سطح یک جامد و در یک خط مستقیم جابجا شود، می‌توان تصور نمود که فنر در برآمدگی‌های سطحی، فشرده شده و در فرورفتگی‌ها، کشیده می‌شود. اگر در حین حرکت فنر بر روی سطح، بتوان میزان تغییر طول فنر را اندازه‌گیری کرد، می‌توان برآمدگی و فرورفتگی‌های سطح ماده را در خط روبش آن رسم کرد. (شکل (۱)) [۲، ۱]



شکل ۱- شماتیکی از مکانیسم تعیین خط برآمدگی‌ها و فرورفتگی‌های سطحی ماده با استفاده از یک فنر در مقیاس نانو.

در میکروسکوپ نیروی اتمی سطح ماده توسط یک سوزن یا نوک^۲ تیز (طول و قطر سوزن در حدود ۲ میکرومتر و کمتر از ۱۰ نانومتر) حس می‌شود. این سوزن بر روی پایه‌ای به نام کانتی‌لیور^۳ به طول حدودی ۱۰۰ تا ۴۰۰ میکرومتر قرار دارد. تصاویری از نحوه قرارگیری سوزن بر روی کانتی‌لیور و برخی از انواع سوزن‌های مورد استفاده در میکروسکوپ نیروی اتمی در شکل ۲ آورده شده است.

سوزن در فاصله چند آنگسترومی از سطح نمونه قرار داده می‌شود. در این حالت، اتم‌های موجود در نوک سوزن و اتم‌های سطح ماده به یکدیگر نیرو وارد می‌کنند که منجر به انحنای کانتی‌لیور می‌گردد. میزان انحنای کانتی‌لیور و نیروی وارده بر آن که در واقع به عنوان یک فنر ایفای نقش می‌کند، با دقت بسیار بالایی ثبت می‌شود. با روبش پروب^۴ (مجموعه کانتی‌لیور و سوزن) به صورت خطی بر روی سطح نمونه، با انحنای مداوم کانتی‌لیور، مجموعه فرورفتگی‌ها و برآمدگی‌های سطحی در همان خط، ثبت می‌گردد. با روبش خط به خط^۵ تمام سطح نمونه، تصویر سه‌بعدی از سطح یا توپوگرافی^۶ سطح به دست می‌آید. (شکل (۳)) [۳، ۲]

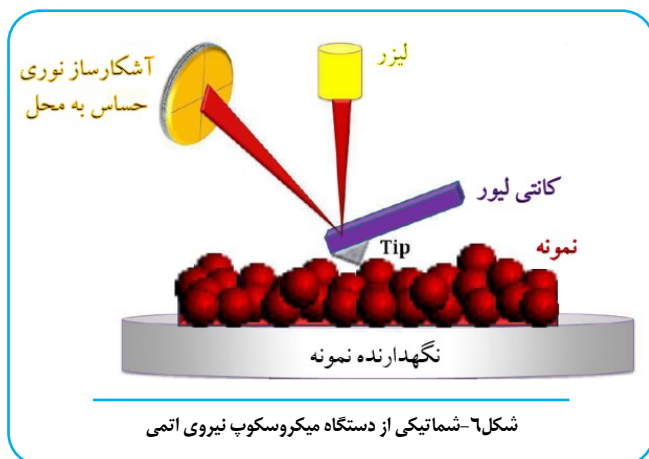
- 1 Atomic Force Microscope (AFM)
- 2 tip
- 3 cantilever
- 4 probe
- 5 line scan
- 6 topography

- 7 attractive force
- 8 repulsive force
- 9 Van der Waals forces
- 10 electrostatic forces
- 11 capillary forces
- 12 magnetic forces
- 13 potential-distance curves

اگر خواص مغناطیسی نمونه نیز مورد مطالعه باشد، سوزن کانتی لیور از یک جنس مغناطیسی مانند نیکل یا آهن ساخته شده و مورد استفاده قرار می‌گیرد. در این حالت نیروی مغناطیسی نیز وجود دارد. این تجهیز خاص را میکروسکوپ نیروی مغناطیسی^۴ به اختصار MFM می‌نامند. [۲، ۸]

کارکرد دستگاه

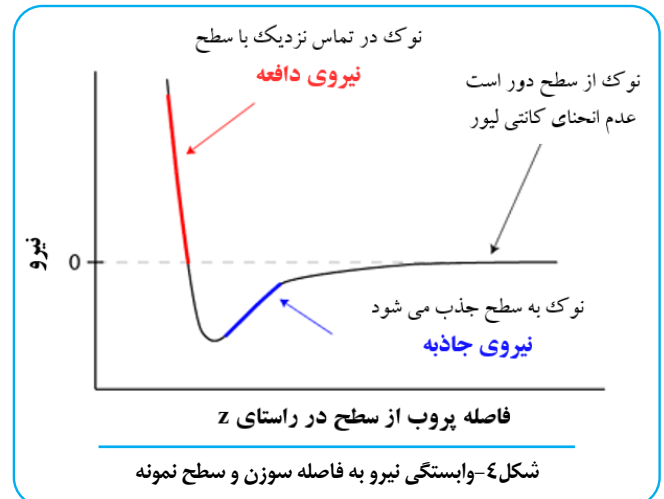
شماتیکی از دستگاه میکروسکوپ نیروی اتمی در شکل (۶) آورده شده است. همانطور که در شکل دیده می‌شود، نمونه بر روی یک جایگاه^۵ قرار دارد. سوزن کانتی لیور در نزدیکی سطح نمونه تنظیم شده و روبش آغاز می‌گردد. در اکثر میکروسکوپ‌ها، موقعیت کانتی لیور توسط روش‌های نوری^۶ تعیین می‌شود. یک لیزر بر سطح کانتی لیور می‌تابد که به واسطه آن، سیگنالی به یک آشکارساز می‌رسد. در اثر انحنای کانتی لیور، محل برخورد لیزر بر صفحه آشکارساز^۷ تغییر کرده و ثبت می‌شود. بدین ترتیب میزان انحنای کانتی لیور و توپوگرافی سطحی آشکار می‌گردد. روش‌های دیگر برای تعیین موقعیت کانتی لیور استفاده از سوزن STM یا استفاده از مواد پیزوالکتریک^۸ است. در برخی از دستگاه‌ها کانتی لیور متحرک بوده و نمونه را روبش می‌کند و در برخی دیگر، نمونه متحرک و کانتی لیور ثابت است. [۲، ۳]



شکل ۶- شماتیکی از دستگاه میکروسکوپ نیروی اتمی

دستگاه، اطلاعات توپوگرافی را در دو نوع ارتفاع ثابت^۹ یا نیرو ثابت^{۱۰} ارائه می‌کند. در حالت ارتفاع ثابت، فاصله سوزن کانتی لیور و سطح ماده مقدار ثابتی است؛ بنابراین در فرورفتگی‌های سطحی، کانتی لیور در جهت نمونه و در برآمدگی‌ها در خلاف جهت نمونه، انحنای می‌یابد. در این حالت، توپوگرافی سطحی مستقیماً از میزان انحراف کانتی لیور حاصل می‌شود. این حالت برای سطوحی که در مقیاس اتمی مسطح هستند، به کار می‌رود. می‌توان گفت که اگر میزان انحنای کانتی لیور ثابت بماند، برآیند نیروهای وارد بر آن نیز ثابت خواهد بود. به این ترتیب، با استفاده از یک مدار بازخورد که خود به عنوان آشکارساز نیز ایفای نقش می‌کند، نیروی وارد بر کانتی لیور ثابت باقی نگه داشته می‌شود. [۲، ۸]

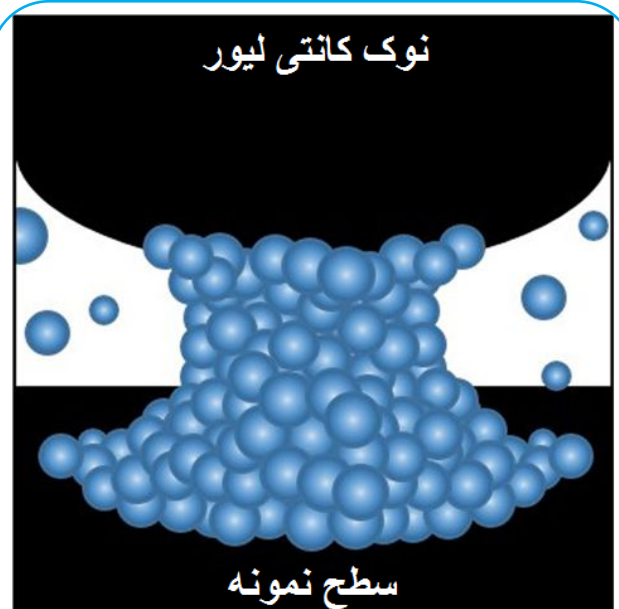
با ادامه کاهش فاصله میان سوزن و سطح، نیروی غالب میان اتم‌های سوزن و اتم‌های سطح ماده، دافعه خواهد بود.



از میان نیروهای جاذبه، نیروی واندروالسی اهمیت ویژه‌ای دارد. این نیرو که به برهمکنش دوقطبی‌ها مربوط می‌شود خود به سه بخش مختلف تقسیم می‌گردد:

- Keesom dipole force
- Debye dipole force
- London dispersion force

اگر سوزن، باردار^۱ باشد، نیروی الکترواستاتیک نیز در جاذبه نقش بازی میکند. در شرایطی که سطح نمونه با آب پوشیده شده باشد، سوزن در حال روبش، توسط آب، تر^۲ میشود. در این حالت با تشکیل یک هلال آب^۳ بین سوزن کانتی لیور و سطح نمونه، نیروی جاذبه موینگی (در حدود ۱۰-۸ نیوتن) به وجود می‌آید. (شکل (۵))



شکل ۵- هلال آبی تشکیل شده میان سوزن و نمونه بر اثر عامل نیروی موینگی [۹]

- 1 charged tip
- 2 wet
- 3 meniscus

4 Magnetic Force Microscopy (MFM)

5 sample holder

6 optical

7 Position Sensitive Photo Detector (PSPD)

8 piezoresistive

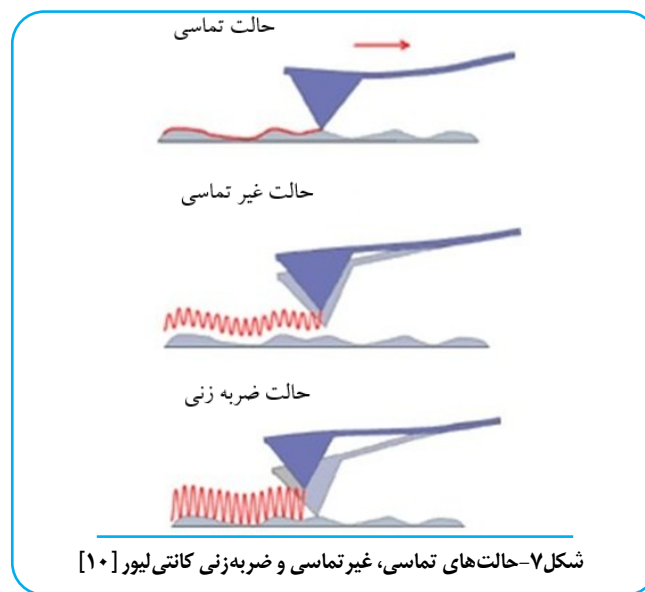
9 constant height

10 constant force

همانطور که ذکر شد، مکانیسم تشکیل تصویر در میکروسکوپ نیروی اتمی، اندازه‌گیری نیروهای برهمکنش کننده بین اتم‌های سوزن و اتم‌های سطح ماده است. بر اساس وضعیت (فاصله) سوزن نسبت به نمونه، دو حالت تصویربرداری در میکروسکوپ نیروی اتمی وجود دارد: حالت تماسی^۱ و حالت غیرتماسی^۲. (شکل (۷))

در حالت تماسی فاصله سوزن و نمونه به قدری کم است (کمتر از ۵ آنگستروم) که نیروی وارد بر کانتی‌لیور از طرف سطح، از نوع دافعه است. (ناحیه قرمز رنگ در شکل (۴))

می‌توان گفت که در این حالت سوزن با سطح نمونه در تماس فیزیکی هستند. این حالت، دارای سرعت روبش بالایی بوده و برای سطوح زبر و بررسی اصطکاک به کار می‌رود؛ اما برای سطوح نرم و انعطاف‌پذیر و بعضاً سامانه‌های زیستی مناسب نیست. حالت تماسی معمولاً در نیروی ثابت^۳ اجرا شده و در صورت وجود آب (یا هر مایعی) بر روی سطح، توپوگرافی واقعی سطحی را آشکار می‌سازد. [۱، ۲]



در حالت غیرتماسی، بین سوزن کانتی‌لیور و نمونه فاصله وجود دارد (در حدود ۳۰ تا ۱۵۰ آنگستروم) و تماس مستقیمی صورت نمی‌گیرد. برآیند نیروهای وارد بر کانتی‌لیور در این حالت، از نوع جاذبه است. (ناحیه آبی در شکل (۴))

در حالت غیرتماسی، کانتی‌لیور در نزدیکی سطح با فرکانس مشخص (نزدیک به فرکانس رزونانس کانتی‌لیور در حدود ۱۰۰-۴۰۰ کیلوهرتز) و دامنه چند دهم آنگستروم نوسان می‌کند. طی روبش، تغییرات فرکانس رزونانس کانتی‌لیور اندازه‌گیری و ثبت می‌شود. این پارامتر با ثابت فنر کانتی‌لیور مرتبط است. بدین ترتیب، نیروی وارد بر کانتی‌لیور به صورت غیرمستقیم اندازه‌گیری و ثبت می‌شود. حالت غیرتماسی برای نمونه‌های نرم، زیستی و حساس به آلودگی (مانند ویفرهای سیلیکونی) مورد استفاده قرار می‌گیرد اما قدرت تفکیک کمتری نسبت به حالت تماسی دارد. [۱، ۲، ۸]

حالت ضربه‌زنی یا تماسی متناوب به عنوان زیر مجموعه‌ای از حالت غیرتماسی در نظر گرفته می‌شود. فاصله سوزن و نمونه در حالت ضربه‌زنی، نه به نزدیکی حالت تماسی و نه به دوری حالت غیرتماسی (در حدود ۵ تا ۳۰ آنگستروم) است. نیروی برآیند وارد بر کانتی‌لیور از نوع جاذبه است. سوزن کانتی‌لیور در پایین‌ترین نقطه نوسان، سطح نمونه را حس می‌کند. این حالت برای نمونه‌های آسیب‌پذیر استفاده می‌شود در حالی که نیاز به قدرت تفکیک بالا باشد.

به طور کلی، از میکروسکوپ نیروی اتمی به منظور تعیین مشخصات و بررسی ساختارهای زیستی و نانو، بررسی پوشش‌های دارویی، تصویربرداری از سطوح و بررسی مورفولوژی و توپوگرافی، آنالیز ترک‌های خستگی و دینامیکی و... استفاده می‌شود.

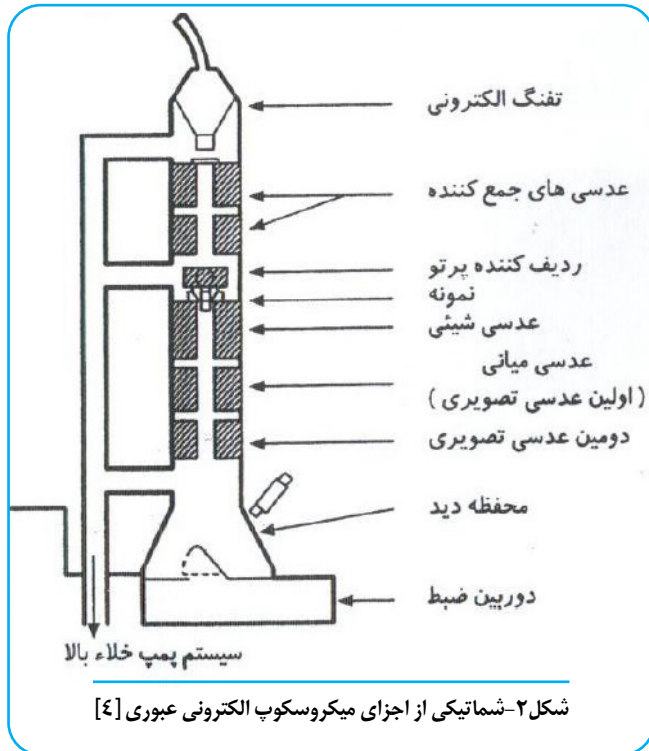
- [1] V. Bellitto, "Atomic Force Microscopy - Imaging, Meas., Manip. Surfs. at the Atomic Scale", Intech, 2012
- [2] Greg Haugstad, "Atomic Force Microscopy: Understanding Basic Modes and Advanced Applications", 2012
- [3] Peter Eaton, Paul West, "Atomic Force Microscopy", Oxford University Press, USA, 2010
- [4] <https://www.nunano.com/blog/2016/12/12/a-pedants-christmas-guide-to-afm-probe-terminology>
- [5] <http://getfab.ru/post/593/>
- [6] <https://www.keysight.com/main/editorial.jsp?ckey=1774141&lc=eng&cc=IR>
- [7] <https://www.umass.edu/ials/afm>
- [8] Eaton P., West P., "Atomic Force Microscopy", OUP, 2010
- [9] <https://doi.org/10.1038/s41598-018-26893-5>
- [10] E.santner and B. Stegemann, Federal Institute for Materials research and Testing (BAM), Germany.



مقدمه

اجزای میکروسکوپ الکترونی عبوری و عملکرد آنها

اگر چه با پیشرفت علم و فناوری، تجهیزات و امکانات بسیار مختلفی به میکروسکوپ الکترونی عبوری اضافه شده است، اما اجزای اصلی آن شامل تفنگ الکترونی، ستون الکترون، عدسی‌های الکترومغناطیس، نگهدارنده نمونه، عدسی‌های شیئی، آشکارسازها و سیستم خلأ است. (شکل (۲) [۱، ۳])



شکل ۲- شماتیکی از اجزای میکروسکوپ الکترونی عبوری [۴]

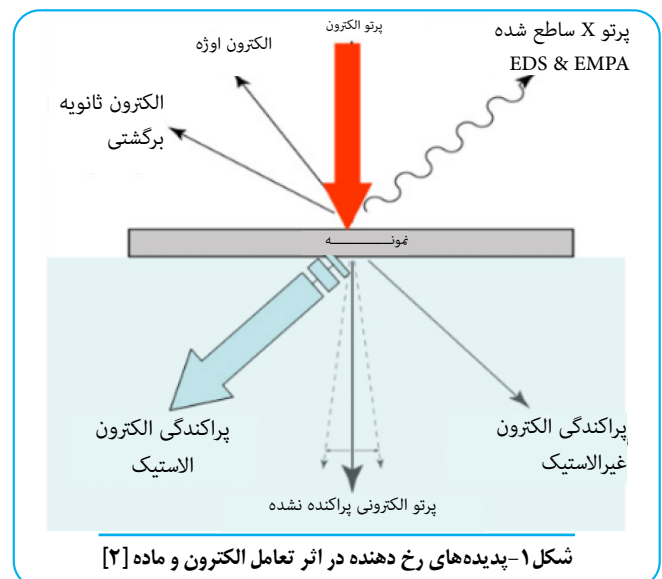
در ادامه، به تشریح کلی این اجزا پرداخته شده است.

تفنگ الکترونی^۹ منبع تولیدکننده الکترون است که در قسمت بالای میکروسکوپ قرار دارد. دلیل استفاده از الکترون به عنوان باریکه مورد استفاده در این میکروسکوپ آن است که طول موج پرتو الکترونی برای بررسی ساختار ماده در مقیاس‌های اتمی مناسب است. به عبارت دیگر، تمام مزایای میکروسکوپ الکترونی عبوری از جمله قدرت تفکیک و بزرگنمایی فوق‌العاده آن، به همین رفتار شگفت‌انگیز الکترون وابسته است.

تفنگ‌های الکترونی معمول شامل تفنگ‌های گرمایونی^{۱۰} و تفنگ‌های گسیل میدانی^{۱۱} هستند. در تفنگ‌های گرمایونی، یک المان داغ از جنس تنگستن یا LaB₆ تولید الکترون می‌کند. در تفنگ‌های گسیل میدانی نیز، با اعمال یک میدان بزرگ در سطح فلز، الکترون تولید می‌گردد. تفنگ‌های گسیل میدانی تصاویر باکیفیت‌تری به دست می‌دهند اما نسبت به تفنگ‌های گرمایونی گران‌تر هستند. الکترون‌های تولید شده در تفنگ، تحت یک میدان الکتریکی فوق‌العاده قوی در جهت ستون الکترونی و به سمت نمونه، شتابدار می‌شوند. از آن جا که الکترون‌ها باید از نمونه مورد مطالعه عبور کنند، نیاز به انرژی جنبشی بالایی دارند که این کار با اعمال اختلاف پتانسیل‌های بسیار بالا گاهی به بزرگی ۳۰۰۰ کیلوولت (محدوده ولتاژ متوسط ۳۰۰ تا ۴۰۰ کیلوولت و ولتاژ بالا ۶۰۰ تا ۳۰۰۰ کیلوولت) است) انجام می‌شود.

میکروسکوپ الکترونی عبوری^۱ یکی از قدرتمندترین ابزارهای موجود در دنیا برای مطالعه مواد و ساختار آن‌ها در مقیاس نانو و حتی کوچکتر از آن است. قدرت تفکیک^۲ این میکروسکوپ به کوچکی ۱/۰ تا ۱ نانومتر و بزرگنمایی^۳ آن به ۱۵۰۰۰۰ برابر می‌رسد، به گونه‌ای که ذره‌ای با ابعاد چند آنگستروم (10^{-10} m) قابل مشاهده خواهد بود. قبل از تشریح مکانیسم عملکرد و کارکردهای این میکروسکوپ، یک مثال ساده را بررسی می‌کنیم: دیواری را فرض کنید که درون آن یک سوراخ وجود دارد. اگر منبع نوری در یک طرف دیوار روشن شود، تصویری از روزهی دیوار، در طرف دیگر آن شکل می‌گیرد که تقریباً تمامی جزئیات آن را به تصویر می‌کشد. چنین مکانیسمی در میکروسکوپ الکترونی عبوری به کار گرفته شده است، با این تفاوت که به جای منبع نور از الکترون استفاده می‌شود. در واقع، باریکه‌ای از الکترون، تولید شده و از نمونه‌ای نازک عبور داده می‌شود. مطالعه و بررسی برهم‌کنش الکترون با ماده‌ی مورد نظر، اطلاعات فوق‌العاده‌ای از ساختار ماده را (حتی در مقیاس اتمی) آشکار می‌کند. [۱]

در اثر برخورد الکترون با ماده، پدیده‌های مختلفی رخ می‌دهد که هر یک مکانیسم منحصر به فرد خود را داراست و هر یک نوعی خاص از اطلاعات را به همراه دارد. (شکل (۱)) تولید پرتو ایکس^۴، الکترون‌های بازگشتی^۵، الکترون‌های ثانویه^۶، پراکندگی الاستیک^۷ الکترون، پراکندگی غیرالاستیک^۸ الکترون و ... از جمله این پدیده‌هاست. در میکروسکوپ الکترونی عبوری تقریباً تمامی این سیگنال‌ها آشکارسازی شده و اطلاعات آن استخراج می‌گردد؛ بنابراین، قبل از مطالعه میکروسکوپ الکترونی عبوری لازم است که با این پدیده‌ها آشنا باشیم. [۱]



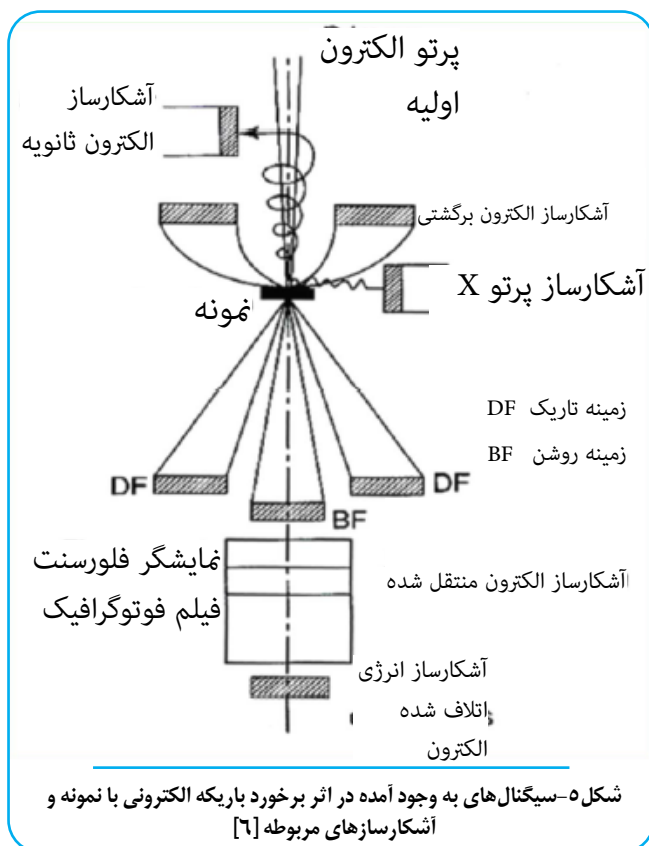
شکل ۱- پدیده‌های رخ دهنده در اثر تعامل الکترون و ماده [۲]

- 1 Transmission Electron Microscope (TEM)
- 2 resolution
- 3 magnification
- 4 X-ray
- 5 backscattered electrons
- 6 secondary electrons
- 7 elastic scattering
- 8 inelastic scattering

9 electron gun
10 thermionic emission
11 field emission

نمونه‌سازی صحیح که قبل از تصویربرداری انجام می‌شود، یکی از مهم‌ترین مراحل در به دست آوردن اطلاعات از ماده است. به دلیل خلأ بالای دستگاه، استفاده از نمونه‌های گاز و مایع امکان‌پذیر نیست. ابعاد نمونه‌های جامد نیز باید به مقادیر بسیار کوچکی تقلیل یابند. روش‌های مختلفی برای نمونه‌سازی به منظور استفاده در میکروسکوپ الکترونی عبوری وجود دارد که می‌توان به پولیش مکانیکی، پولیش الکتروشیمیایی، سایش اتمی، روش FIB⁴ و استفاده از دستگاه میکروتوم⁵ اشاره کرد. البته نمونه‌سازی نیاز به مهارت و تجربه بالایی دارد. برخی از نمونه‌ها توسط ترکیبات خاصی مانند فلزات سنگین رنگ می‌شوند تا پس از تصویربرداری، اجزای ساختار قابلیت بالتری برای شناسایی داشته باشند.

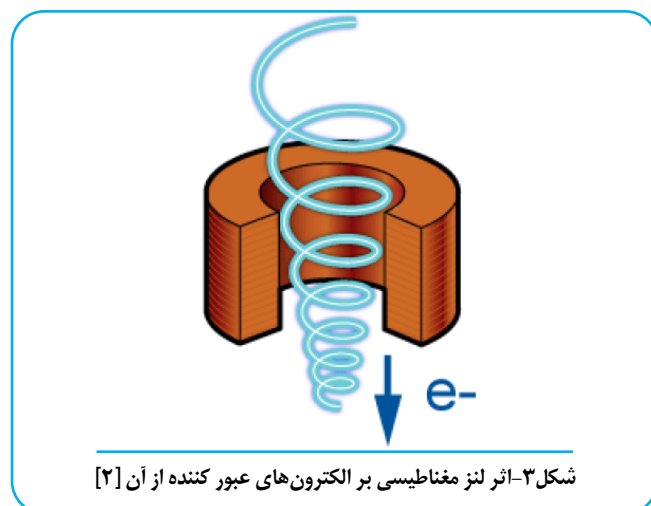
در مرحله بعد باریکه الکترونی به نمونه برخورد می‌کند. در اثر این برخورد سیگنال‌های مختلفی آشکار می‌شود که هر یک حاوی اطلاعات ویژه‌ای از ماده است و آشکارساز ویژه خود را نیاز دارد. (شکل ۵) به عنوان مثال، از پراش الکترون‌ها برای تعیین شبکه کریستالی نمونه (اگر کریستالی باشد) و از پرتو ایکس برای تعیین ترکیب شیمیایی نمونه (EDS) استفاده می‌شود؛ اما مهم‌ترین سیگنال به وجود آمده، الکترون‌های عبورکننده از ماده است. [۵، ۳، ۱]



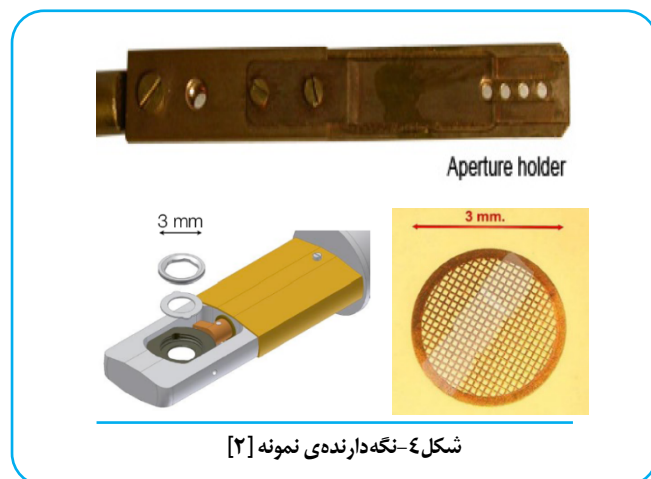
الکترون‌های عبور کرده از نمونه در ادامه ستون الکترونی به چند عدسی وارد می‌شوند. اولین عدسی، یک عدسی شیئی^۶ است که وظیفه تشکیل تصویر یا الگوی پراش را به عهده دارد. در ادامه، عدسی‌های میانی^۷ و عدسی‌های تصویری^۸ قرار دارند که وظیفه آن‌ها بزرگ کردن تصویر تشکیل شده است. لازم به ذکر است که بر اساس هدف تصویربرداری، امکان استفاده انتخابی از عدسی‌ها وجود دارد. به عنوان مثال اپراتور دستگاه می‌تواند عدسی‌های الکترومغناطیس را خاموش نماید.

در نتیجه، خلأسازی محفظه تجهیز ضروری است. میزان این خلأ به ۱۰-۴ mbar نیز می‌رسد. اعمال ولتاژ و خلأ بالا از دلایل اصلی قیمت بالای میکروسکوپ الکترونی عبوری به شمار می‌رود. ایجاد خلأ موجب حفظ نمونه از اکسید شدن در محیط اتمسفر و سلامت تجهیزات حساس میکروسکوپ نیز می‌گردد. [۳، ۱]

در ستون الکترونی چند عدسی الکترومغناطیسی قرار دارد که وظیفه آن‌ها کانونی کردن باریکه الکترونی (کاهش سطح مقطع باریکه) است. میدان مغناطیسی وارد بر الکترون‌ها از طرف این عدسی‌ها، الکترون‌های شتابدار در جهت ستون را به یک حرکت گردابه‌ای یا مارپیچی وادار می‌کند. به مرور، شعاع گردابه کوچک و باریکه الکترونی متمرکز و پرقدرت‌تر می‌گردد، (شکل ۳). عدسی جمع/متمرکز کننده^۱ نام دیگر این عدسی‌های الکترومغناطیس است که در فاصله تفنگ الکترونی و نمونه قرار دارند. [۳، ۱]



باریکه الکترونی پس از عبور از عدسی‌های متمرکز کننده از یک دریچه^۲ عبور کرده و به نمونه می‌رسد. ضخامت نمونه که در یک نگاه‌دارنده^۳ قرار دارد در حدود ۵ میکرومتر است. در ضخامت‌های بیشتر، الکترون قادر به عبور از نمونه نخواهد بود. قطر محل قرارگیری نمونه (یک تور دایره‌ای از جنس مس) در حدود چند میلی‌متر است. (شکل ۴) محل قرارگیری نمونه، بر روی میله‌ای قرار دارد که پس از قرار گرفتن نمونه بر روی آن، از روزنه‌ای در ستون الکترونی به میکروسکوپ وارد شده و نمونه را به محل مناسب پرتو دهی می‌رساند. [۵، ۳]



4 focused ion beam
5 microtome
6 objective lens
7 intermediate lens
8 projector lens

1 condenser lens
2 aperture
3 specimen chamber/holder

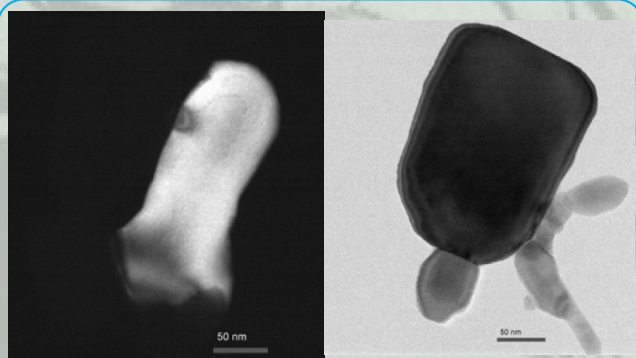
در انتهای ستون، یک صفحه نمایش فلورسنت^۱ قرار دارد که وظیفه آشکارسازی تصویر را بر عهده دارد. بر اساس اینکه چه ترتیبی از عدسی‌ها (و دیگر تجهیزات موجود در ستون الکترونی) برای تصویربرداری استفاده شده باشد، بر روی صفحه نمایشگر یا یک تصویر ساختاری از نمونه و یا الگوی پراش نمونه^۲ نقش می‌بندد. اپراتور دستگاه میتواند این تصویر را به طور مستقیم نظاره کند و یا آنکه توسط دوربین‌هایی (CCD)، تصویر به صفحه نمایشگر رایانه منتقل می‌شود. [۱، ۳، ۵]

خروجی میکروسکوپ الکترونی عبوری و کاربردهای آن

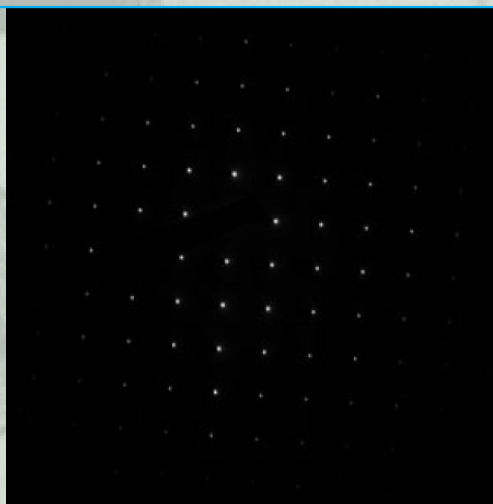
میکروسکوپ الکترونی عبوری قادر به آشکارسازی مورفولوژی^۳، ساخت تصویر سه‌بعدی، آنالیز ترکیب شیمیایی، اندازه‌گیری برخی خواص فیزیکی و مکانیکی، آشکارسازی ساختار کریستالی و... است. به جز مواردی که نمونه در مرحله آماده‌سازی رنگ می‌شود، میکروسکوپ الکترونی عبوری نمی‌تواند تصاویر رنگی تهیه کند. همچنین امکان تصویربرداری از نمونه‌های ضخیم و نمونه‌های گاز و مایع وجود ندارد.

دو نوع تصویر رایج در میکروسکوپ الکترونی عبوری، تصویر زمینه روشن^۴ و تصویر زمینه تاریک^۵ است. الکترون‌هایی که از نمونه عبور می‌کنند، پس از عبور از عدسی‌ها، به صفحه نمایش فلورسنت برخورد کرده و تصویر را تشکیل می‌دهند. این تصویر سایه مانند (تاریک و روشن)، به معنای میزان عبور الکترون از ماده است. به این ترتیب که قسمت‌های تاریک‌تر، الکترون کمتر (این بخش از نمونه، چگالی بیشتری دارد) و نواحی روشن‌تر، الکترون بیشتری دریافت کرده است (بخش‌های کم‌چگال‌تر نمونه). بر اساس شکل ۵، اگر تصویربرداری در محور کانونی پرتو الکترونی عبور کرده از ماده انجام شود، تصویری تشکیل می‌گردد که زمینه آن روشن بوده و بسته به جرم ماده، نقاط تاریکی بر روی آن تشکیل می‌شود (تصویر زمینه روشن). این تصویر حاصل از آشکارسازی الکترون‌های پراکنده شده به صورت الاستیک است. اگر محور کانونی پرتو مسدود شود و از مابقی پرتوهای عبوری از ماده، تصویر تشکیل شود، زمینه تصویر تاریک خواهد بود (پراکندگی غیرالاستیک الکترون‌ها)، (شکل ۶). تعیین پرتو تشکیل‌دهنده تصویر توسط رزنه شیئی انجام می‌شود که اجازه عبور دست‌های خاص از پرتوها را می‌دهد. [۱، ۳، ۵]

الگوی پراش حاصل از میکروسکوپ الکترونی عبوری، به صورت نقاط سفیدرنگ هم‌مرکز ظاهر می‌گردد که نیاز به تحلیل و تفسیر دارد. در شکل ۷ الگوی پراش نمونه‌ای از جنس $\text{Nd}_{13}\text{CaO}_7$ آورده شده است. تکنیک‌های دیگری از جمله HRTEM^6 بر پایه میکروسکوپ الکترونی عبوری گسترش پیدا کرده‌اند که در جایگاه خود مهم و کاربردی هستند.



شکل ۶- تصویر کریستال‌های اکسید زینک (سمت راست) زمینه روشن (سمت چپ) زمینه تاریک [۲]



شکل ۷- الگوی پراش $\text{Nd}_{13}\text{CaO}_7$ [۲]

- 1 fluorescent screen
- 2 diffraction pattern
- 3 morphology
- 4 bright field
- 5 dark field
- 6 high resolution transmission electron microscopy

[1] Jian Min Zuo, John C.H. Spence, "Advanced Transmission Electron Microscopy: Imaging and Diffraction in Nanoscience", 1 ed., Springer-Verlag, New York, 2017

[2] <https://myscope.training/legacy/tem/introduction/>

[3] C. Barry Carter, David B. Williams, "Transmission Electron Microscopy: Diffraction, Imaging, and Spectrometry", 1 ed., Springer International Publishing, 2016

[۴] یوسف خرازی، امیر شیخ غفور، "ابزار شناسایی ساختار مواد"، دانشگاه علم و صنعت ایران، مرکز انتشارات، ۱۳۸۰.

[5] Brent Fultz, James Howe, "Transmission Electron Microscopy and Diffractometry of Materials", 4 ed., Springer-Verlag Berlin Heidelberg, 2013

[6] <http://www.soest.hawaii.edu/HIGP/Faculty/zinin/>



آماده سازی نمونه میکروسکوپ الکترونی عبوری

پولیش مکانیکی

در این روش نازک کردن نمونه با استفاده از سمباده هایی با درجه بندی های مختلف انجام می شود. کاغذهای سمباده بر روی یک سطح تخت و چرخ دوار قرار گرفته اند. از آب به عنوان یک روان ساز استفاده می شود تا سطح را از ذراتی که از نمونه جدا شده است، تمیز کند. پس نمونه را با یک فشار کنترل شده روی سطح این سمباده نگه می دارند تا صاف شود.

در ابتدا نمونه با یک سمباده سخت پولیش می شود و بعد از آن با سمباده های نرم پولیش انجام می شود تا سطح به طور کامل صاف و صیقلی شود.

در پولیش اولیه که با سمباده ضخیم است، یک لایه سطحی برداشته می شود. در این مرحله خراش هایی روی نمونه ایجاد می شود. در پولیش با سمباده نرم این خراش های ایجاد شده از مرحله قبلی از بین می رود. باید به این نکته توجه کرد که جهت پولیش به طور مداوم باید تغییر کند تا خراش ها از بین بروند. در غیر این صورت علاوه بر حذف نشدن خراش ها، خراش های بیشتری ایجاد می شود. در پولیش با سمباده نرم از پودر الماسه استفاده می کنند؛ دلیل استفاده از این ماده، خاصیت برشی شدید پودر الماسه است که در جدا کردن لایه های عمیق بسیار موثر است.

همان طور که قبلا بیان شد، الکتروپولیش به کمک جریان برق سطح را صاف کرده و نمونه را نازک تر می کند. در نتیجه نسبت به پولیش مکانیکی قابلیت تمیز کاری سطح، مقاومت به خوردگی بالاتر و سطح مطلوب تری دارد. [۲]

سایش یونی و اتمی

در این روش از فرآیند کندوپاش استفاده می شود. این روش دارای دو تفنگ الکترونی است که در آن اتم های پرانرژی خنثی به سطح نمونه برخورد کرده و اتم های سطح نمونه را بیرون می اندازد و باعث نازک شدن نمونه می شود. در روش سایش اتمی و یونی از دو نوع تفنگ استفاده می کنند. در برخی از این تفنگ ها به طور معمول از گاز آرگون و در تفنگ های یونی انتشار میدان، از گالیم مایع استفاده می کنند. هر دو نوع این تفنگ ها بر مبنای میدان الکتریکی بالا برای تولید پلازما در فشار گاز کم توسط جدا کردن یک یا چند الکترون از سطح اتم ها کار می کنند.

مهم ترین عوامل برای کنترل میزان نازک شدن نمونه جریان پرتو، ماهیت اتم های سطح نمونه و یون های برخوردی به سطح، انرژی و زاویه برخورد آنهاست.

در این روش باید توجه داشت که نمونه گرم نشود؛ زیرا گرمای ایجاد شده باعث تولید انرژی جنبشی شده و تصاویر غیرواقعی در میکروسکوپ الکترونی عبوری تولید می شود. پس در نتیجه این روش برای نمونه های حساس به گرما مناسب نیست. برای کاهش گرمای تولید شده توسط نمونه، در بعضی از دستگاه های سایش یونی از نیتروژن مایع استفاده می کنند. [۳]

از محدودیت های دیگر روش سایش یونی و اتمی این است که حتما نمونه ها باید به صورت دیسک باشند و بر روی نمونه های پودری عملیاتی نمی توان انجام داد.

برای انجام مطالعات ریزساختاری با میکروسکوپ الکترونی عبوری ابتدا باید بر روی نمونه ها آماده سازی انجام شود. در میکروسکوپ های TEM به این دلیل که الکترون ها باید از نمونه بگذرند، نیاز است که نمونه بسیار نازک باشد. همچنین در نمونه های نارسا باید یک عملیات پوشش دهی انجام دهیم تا نمونه رسانا شود که برای این کار از فرآیند کندوپاش^۱ برای ایجاد لایه های نازک طلا یا کربن استفاده می شود.

به طور کلی روش های آماده سازی نمونه برای نازک کردن ضخامت آن به دو دسته تقسیم می شوند:

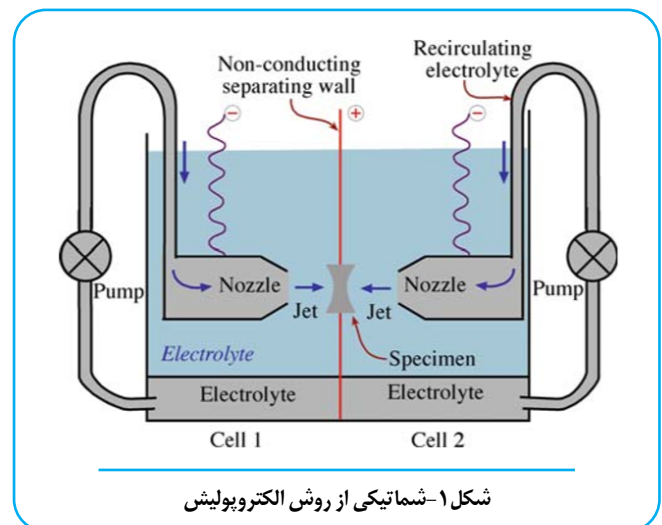
۱. استفاده از روش های شیمیایی و مکانیکی
۲. استفاده از برش دادن نمونه در امتداد صفحات کریستالوگرافی

الکتروپولش و پولیش شیمیایی

این روش از متداول ترین روش ها برای نازک کردن مواد رساناست. در روش الکتروپولیش نمونه را در محلول الکترولیت قرار می دهند که در شکل ۱ شماتیک آن آورده شده است. با عبور دادن جریان، نمونه به صورت آند عمل کرده و ضخامت آن رفته رفته کم می شود. این کاهش ضخامت تا ایجاد سوراخ بر روی نمونه ادامه می یابد. الکترولیت مورد استفاده در روش الکتروپولیش شامل ترکیبات سولفوریک اسید، فسفریک اسید و ترکیبات پرکلرات (دارای وپسکوزیته بالا) هستند.

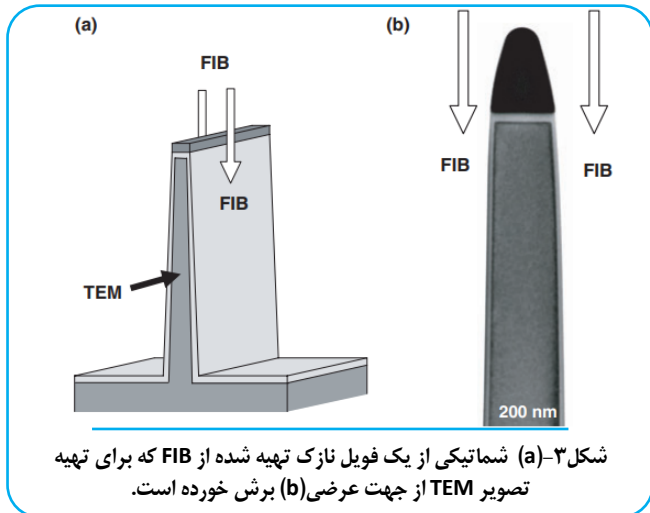
الکتروپولیش برای مواد نیمه هادی، سرامیک ها و شیشه ها با استفاده از ترکیبات اسیدی بدون اعمال پتانسیل به کار می رود. از این روش برای پولیش نمونه های پیچیده بسیار کاربرد دارد.

از محدودیت های این روش، ناکارآمد بودن آن در برابر مواد عایق است. از مزیت های این روش این است که علاوه بر این که نمونه نازک می شود، صاف تر نیز می شود. [۱]



شکل ۱- شماتیک از روش الکتروپولیش

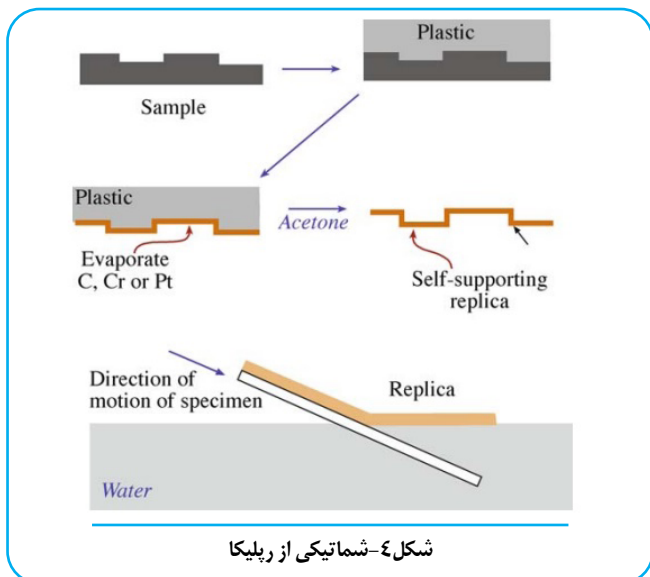
دلیل استفاده‌ی اشعه گالیم در دستگاه باریکه‌ی یونی متمرکز این است که در ابعاد کوچکی می‌تواند متمرکز شود. در نتیجه برای نمونه‌هایی که نیاز به بررسی محل خاصی دارند، استفاده می‌شود. [۱]



رپلیکا

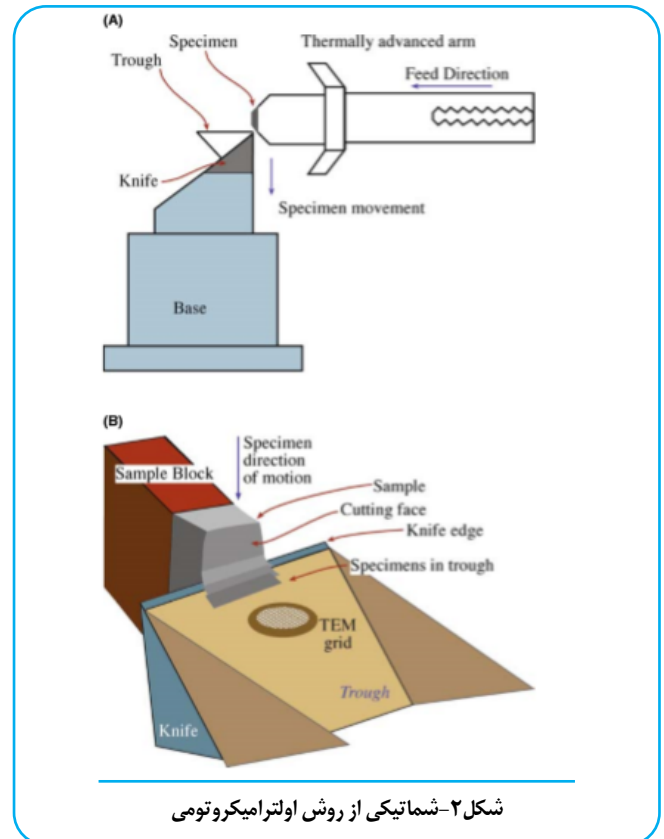
روش دیگر برای نمونه‌های TEM تهیه‌ی رپلیکا از سطح نمونه است. در این روش به جای اینکه کل نمونه را نازک کنیم، می‌توان با استفاده از لایه نشانی یک لایه نازک‌تر از نوار رپلیکا بر روی سطح نمونه با پوشش کربن، اطلاعاتی از قبیل اندازه، شکل و توزیع ذرات نمونه را به دست آورد.

در این روش نوار رپلیکا مانند شکل ۴ روی نمونه نشاند و پس از خشک شدن از نمونه جدا شده و سپس این لایه به وسیله‌ی کندوپاش، کربن اتمی تولید شده در یک محفظه خلا پوشش‌دهی می‌شود. بعد از پوشش‌دهی، نوار رپلیکا توسط یک حلال از بین می‌رود و یک لایه‌ای از نمونه با ذرات کربن باقی می‌ماند و برای بررسی به میکروسکوپ TEM انتقال داده می‌شود. [۱]



نوار رپلیکای مورد استفاده می‌تواند از جنس استات سلولز، رزین اکریک یا رپلی‌ست باشد. این روش، روش بسیار مشکلی است و نیاز به دقت و تجربه‌ی بسیار زیاد دارد که از مشکلات روش رپلیکا می‌باشد. [۵]

این روش همان‌طور که در شکل ۲ نمایش داده شده است، یک دستگاه برش‌زنی ظریف است. که برای مقاطع بافت‌ها و پلیمرها توسعه یافته است و کاربرد آن برای نمونه‌های فلزی رو به افزایش است. در اولترامیکروتومی نمونه با سطح حداکثر ۱ میلی‌متر در ۱ میلی‌متر در جای خودش ثابت و توسط یک چاقو از جنس شیشه یا الماس به برش‌های نازک تقسیم می‌شود. برش‌های ایجاد شده توسط این روش فقط از طریق TEM قابل مشاهده است. ضخامت لایه‌های ایجاد شده توسط روش اولترامیکروتومی ۵۰ تا ۱۰۰ نانومتر است اما برای وضوح بیشتر، بهتر است ضخامت برش‌ها حدود ۳۰ تا ۶۰ نانومتر باشد. لایه‌های برش خورده را روی یک صفحه نگه‌دارنده از جنس مس قرار می‌دهند. [۱]



در مطالب پیشین اشاره کردیم که نمونه باید در جای خودش ثابت باشد؛ به همین منظور نمونه را در رزین قرار می‌دهند که بسیار زمان‌بر است. این یکی از محدودیت‌های روش اولترامیکروتومی است.

باریکه یونی متمرکز

در دستگاه‌های FIB از اشعه یون‌های گالیم استفاده می‌کنند. این دستگاه با برخورد اشعه گالیم به سطح نمونه باعث جدا شدن اتم‌های سطح نمونه به صورت یون‌های مثبت، منفی و یا خنثی می‌شود. دستگاه‌های باریکه‌ی یونی متمرکز پرتوهایی با دانسیته بالا تولید کرده و نمونه‌های میکرومقیاس را نیز می‌تواند برش بزند و نمونه‌های شفاف‌ی تولید کند. شکل ۳ شماتیکی از این روش را نشان داده است. [۴]

سرعت بالای این دستگاه و زمان آماده‌سازی بسیار کم از مزیت‌های FIB است، اما محدودیت‌هایی از قبیل آسیب به نمونه، نیاز به خلا بالا و هزینه‌ی زیاد دارد. از آسیب به نمونه می‌توان به تغییر ترکیب شیمیایی سطح نمونه به وسیله‌ی پرتوهای یونی با دانسیته بالا اشاره کرد.

- [1] Carter, C.B. and D.B. Williams, Transmission electron microscopy: Diffraction, imaging, and spectrometry. 2016: Springer.
- [2] Vander Voort, G.F., Metallography, principles and practice. 1999: ASM international.
- [3] Bean, J.J., et al., Atomic structure and electronic properties of MgO grain boundaries in tunnelling magnetoresistive devices. Scientific Reports, 2017. 7(1).
- [4] Kato, N.I., Reducing focused ion beam damage to transmission electron microscopy samples. Journal of electron microscopy, 2004. 53(5): p. 451-458.
- [5] Vander Voort, G.F., et al., ASM handbook. Metallography and microstructures, 2004. 9: p. 44073-0002.



مکانیزم تفنگ الکترونی

برای ایجاد پرتو الکترونی، تنظیم ولتاژ و مقاومت بایاس مناسب برای داشتن حداقل نقطه‌ی همگرایی و زاویه‌ی واگرایی با بیشینه دانسیته جریان بسیار حائز اهمیت است. لذا تنظیم مقدار مناسب ولتاژ بایاس تأثیری مستقیم بر روی جریان انتشار دارد. برای تفنگ‌های انتشار حرارتی، دانسیته جریان بر اساس رابطه ریچاردسون-داشمن^۲ بدست می‌آید:

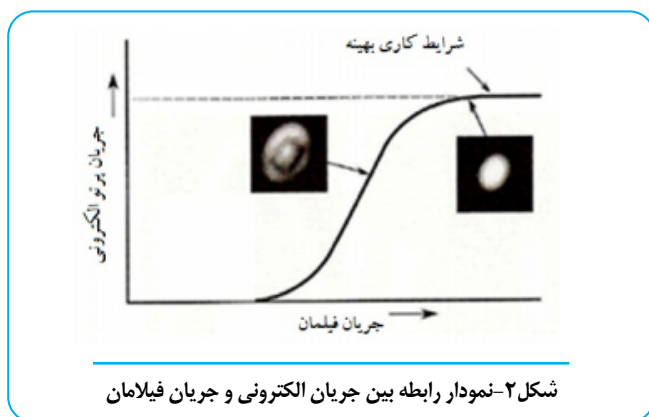
$$I = \frac{CAT^3 e^-}{KT}$$

C عددی ثابت است که بستگی به فلز دارد، A مساحت کل سطح بیرونی سیم، T دمای سیم، Φ تابع کار (مقدار انرژی لازم برای جدا شدن سست‌ترین الکترون از سطح فلز) و K ثابت بولتزمن است که برابر 1.38×10^{-23} می‌باشد.

برای تفنگ‌های الکترونی گسیل میدانی، دانسیته جریان بر اساس فالور نوردییم بدست می‌آید:

$$J_C = \frac{6.2 \times 10^{-6} \left(\frac{E_f}{E_w} \right)^{\frac{1}{2}} F^2}{\left(\frac{E_f}{E_w} \right) e^{-6.8 \times 10^9 E_f / F}}$$

قابل ذکر است که میزان روشنایی حاصله در تفنگ‌های الکترونی گسیل میدانی صدها برابر بیشتر از میزان روشنایی حاصل از تفنگ‌های انتشار حرارتی می‌باشد. برای داشتن فیلامانی در شرایط کاری بهینه لازم است که شرایط اشباع فیلامان تهیه گردد، در این شرایط جریان فیلامان دقیقاً به اندازه‌ی تنظیم می‌گردد که جریان انتشار بیشینه حاصل گردد. با رسیدن جریان انتشار الکترون به یک مقدار بیشینه، مقدار آن ثابت شده و با افزایش جریان فیلامان تغییری در جریان انتشار مشاهده نمی‌گردد، در این شرایط گفته می‌شود فیلامان اشباع شده است.



دلیل پدیده فوق به این شرح است: با افزایش ولتاژ بایاس، شدت میدان الکتریکی در جهت عکس حرکت الکترون‌ها در اطراف فیلامان، افزایش یافته و باعث بازگشت الکترون‌ها به سمت فیلامان، محدود کردن انتشار الکترون‌ها و کاهش شدید جریان گسیل خواهد شد. از طرف دیگر باید توجه کرد که اگر ولتاژ بایاس خیلی کم باشد، عملیات همگرایی پرتو تأثیر چندانی نخواهد داشت و منجر به افزایش قطر نقطه همگرایی و کاهش شدید روشنایی خواهد شد.

تفنگ الکترونی وسیله‌ای الکتریکی است که اشعه‌ای از الکترون با انرژی جنبشی یه وجود می‌آورد و در تکنولوژی لامپ کاتدی و تلویزیون و مانیتور از آن استفاده می‌شود. همچنین در تهیه لایه‌های نازک^۱ استفاده از پرتو الکترونی برای تبخیر مواد، متداول می‌باشد. درواقع وسیله‌ای که الکترون‌ها را شتاب می‌دهد و به سمت ماده تبخیرشونده هدایت می‌کند، با عنوان تفنگ الکترونی شناخته می‌شود.

ساختمان تفنگ الکترونی

تفنگ الکترونی از یک چشمه‌ی تولید الکترون، یک میدان الکتریکی مناسب و بوت‌نهداری ماده تبخیرشونده تشکیل شده است. چشمه تولید الکترون، یک سیم داغ از جنس تنگستن می‌باشد.

با توجه به اینکه اساس کار میکروسکوپ الکترونی روبشی، مبتنی بر روبش سطح نمونه توسط یک پرتو الکترونی می‌باشد و مشخصات اصلی و بنیادین یک پرتو الکترونی در تفنگ الکترونی تعیین می‌گردد، تفنگ‌های الکترونی به عنوان منابع تولید الکترون نقش بسزایی در کارایی میکروسکوپ ایفا می‌کنند. در یک نگاه کلی طبق شکل ۱ یک تفنگ الکترونی شامل سه بخش اصلی می‌باشد:

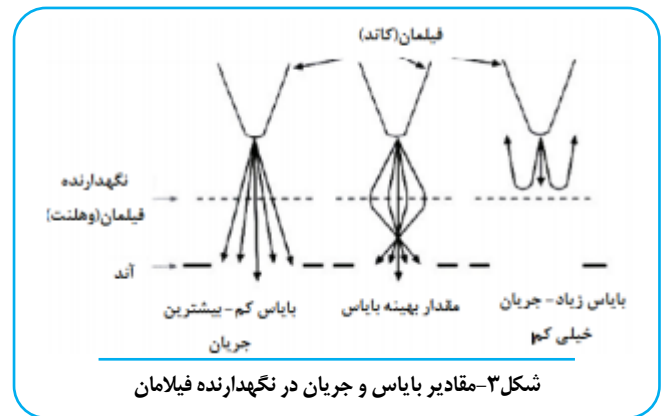
۱. کاتد یا فیلامان که الکترون‌ها در این بخش تولید و منتشر می‌شوند.
۲. کلاهیک نگهدارنده فیلامان که الکترون‌های منتشر شده در این قسمت کنترل و بر روی نقطه‌ی همگرایی متمرکز می‌گردد.
۳. آند که دارای بار مثبت بوده و باعث شتابدهی الکترون‌ها به سمت ستون دستگاه و نمونه می‌گردد.



۲. تفنگ‌های الکترونی گسیل میدان

- ✓ تفنگ گسیل میدان سرد
- ✓ تفنگ گسیل میدان گرم (حرارتی)
- ✓ تفنگ گسیل میدان شاتکی

قابل ذکر است میزان قدرت تفکیک و رزولوشن تصویر در تفنگ‌های الکترونی گسیل میدانی در حدود ۰/۵ تا ۱ نانومتر می‌باشد که بسیار بالاتر از تفنگ‌های انتشار حرارتی است.



۱. تفنگ‌های الکترونی انتشار حرارتی

در این نوع از تفنگ‌ها از پدیده ترمیونی برای تولید الکترون استفاده می‌شود. با عبور جریان از فیلامان و رخداد پدیده ترمیونی، الکترون‌ها شروع به انتشار در داخل کلاهی نگهدارنده فیلامان می‌کنند؛ این کلاهی دارای یک روزنه در مقابل نوک فیلامان است که با اعمال ولتاژ منفی به آن و ایجاد یک اختلاف ولتاژ بسیار بالا بین آن و آند، منجر به دفع الکترون‌ها از نگهدارنده فیلامان و همگرا شدن پرتو الکترونی ضمن خروج از آن و ورود به آند می‌گردد. شرایط الکتریکی فیلامان، نگهدارنده و آند به گونه‌ای است که باعث ایجاد یک میدان الکترواستاتیکی و در نتیجه همگرا شدن پرتو الکترونی و ایجاد نقطه‌ی همگرایی پرتو می‌گردد. همان گونه که پیش‌تر گفته شد، تفنگ الکترونی انتشار حرارتی دارای دو نوع تنگستنی و لاتانیوم هگزaborاید می‌باشد.

۴ تفنگ الکترونی با فیلامان تنگستنی

در این نوع از تفنگ‌ها، کاتد تولیدکننده الکترون یک سیم تنگستنی به شکل سنجاق سر خم شده و V شکل می‌باشد که شعاع نوک آن حدود ۱۰۰ میکرومتر است. دمای کاری تنگستن در حین انتشار الکترون ۲۷۰۰ درجه کلوین می‌باشد و عمر کاری آن وابسته به نرخ تبخیر سیم تنگستنی است. در این نوع از تفنگ‌ها انرژی الکترون‌ها معادل ۰/۲۵ الکترون ولت می‌باشند. با اعمال اختلاف پتانسیلی معادل ۱۰۰۰ تا ۵۰۰۰۰ ولت به نگهدارنده فیلامان، الکترون‌ها به سمت آند شتاب داده می‌شوند. فیلامان‌های تنگستنی نسبت به سایر فلزات، استحکام مکانیکی، فشار بخار پایین و نقطه‌ی ذوب بالایی دارند، اما دمای کاری بسیار بالا منجر به کاهش عمر فیلامان می‌گردد و طول عمر آن‌ها نهایتاً تا ۲۰۰ ساعت کاری است.



شکل ۴- تفنگ الکترونی با فیلامان تنگستنی

وقتی از یک سیم تنگستن جریان چند آمپری عبور می‌کند، سیم داغ شده و بنا بر آنچه بیان شد الکترون‌ها آزاد می‌شوند و الکترون‌های تولیدشده در اطراف سیم سرگردان می‌مانند. اما می‌توان به وسیله‌ی یک اختلاف پتانسیل چند هزارولتی به آن‌ها انرژی داد تا به سمت یک هدف معین (ماده تبخیرشونده) شتاب بگیرند. اگر این ولتاژ را V بنامیم، انرژی هر الکترون eV خواهد بود که از نوع انرژی پتانسیل است و سبب حرکت آن به سمت آند شده و تبدیل به انرژی جنبشی می‌شود و هنگام برخورد با آند تبدیل به انرژی گرمایی می‌شود. حرکت این الکترون‌ها به سمت آند، باعث ایجاد جریان الکتریکی می‌شود که از معادله چاید لانلمیر^۱ بدست می‌آید:

$$I = PV^{1/2}$$

P مقدار ثابتی است که وابسته است به پارامترهای مختلف، از جمله ابعاد ثابتی که بستگی به پارامترهای مختلف از جمله ابعاد هندسی تفنگ الکترونی دارد. V همان ولتاژ آند است که در حدود چند هزار ولت می‌باشد. تفنگ الکترونی با توان بالا قابلیت تبخیر اجسام دیرگداز را دارد. تنگستن که در حدود ۳۴۰۰ درجه سانتی‌گراد ذوب می‌شود، به وسیله یک تفنگ الکترونی ۲ کیلوولتی قابل تبخیر است.

تقریباً تمام تفنگ‌های الکترونی نیاز به یک سیستم چرخان آب برای سرد کردن بوت‌ه حاوی ماده تبخیرشونده دارند، زیرا در غیر این صورت بوت‌ه نیز بر اثر گرمای زیاد ذوب می‌شود. برای آن که پرتوهای الکترونی پراثری با سطوح جانبی بوت‌ه برخورد نکنند و انرژی آن‌ها هدر نرود، از سیستم‌های مختلف برای متمرکز کردن آن‌ها روی ماده تبخیرشونده استفاده می‌شود؛ یک سیستم ساده، استفاده از محافظ الکتریسیته ساکن است که از یک توری استوانه‌ای تشکیل شده و بوت‌ه را احاطه می‌کند. این محافظ، الکترون‌های اولیه پرتاب شده را جذب کرده و ولتاژ منفی بالایی پیدا می‌کند، به طوری که بقیه الکترون‌ها را از خود دفع کرده و در محل بوت‌ه متمرکز می‌کند و به این ترتیب باعث افزایش کارایی سیستم می‌شود.

انواع تفنگ الکترونی

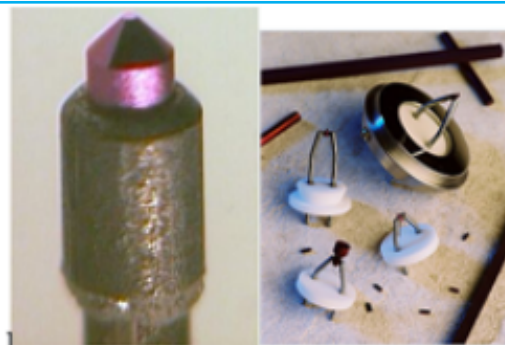
بر اساس مکانیزم تولید الکترون که در ادامه شرح داده خواهد شد، دو نوع تفنگ الکترونی وجود دارد:

۱. تفنگ‌های الکترونی انتشار حرارتی

- ✓ تفنگ تنگستن
- ✓ تفنگ لاتانیوم هگزaborاید

تفنگ الکترونی با فیلامان لاتانیوم هگزابوراید

کاتد مورد استفاده در این نوع از تفنگ‌ها، تک کریستالی از جنس لاتانیوم هگزابوراید می‌باشد. تک کریستال به شکل مفتول به قطر ۱ میلی‌متر مربع و طول ۱/۶ سانتی‌متر و با شعاع نوک حدود ۱۰ میکرون می‌باشد.

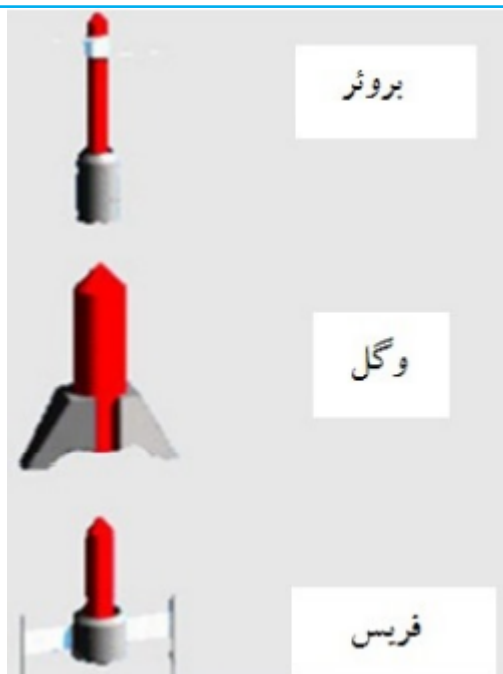


شکل ۵- تفنگ الکترونی با فیلامان لاتانیوم هگزابوراید

در اطراف کاتد دو محافظ وجود دارد: محافظ حرارتی و محافظ تبخیر. این دو محافظ به دلیل واکنش‌پذیری بالای ترکیب لاتانیوم هگزابوراید، در اطراف مفتول فیلامان، تعبیه شده‌اند. با گرم شدن نوک مفتول و ایجاد پدیده‌ی ترمیونی، الکترون‌ها با دانسیته جریان بسیار بیشتر و نقطه‌ی همگرایی بسیار کوچک‌تر نسبت به فیلامان تنگستنی سنجاق سری، انتشار می‌یابند. فیلامان لاتانیوم هگزابوراید دارای ۳ نوع می‌باشد:

۱. فیلامان لاتانیوم هگزابوراید بروئر^۱
۲. فیلامان لاتانیوم هگزابوراید وگل^۲
۳. فیلامان لاتانیوم هگزابوراید فریس^۳

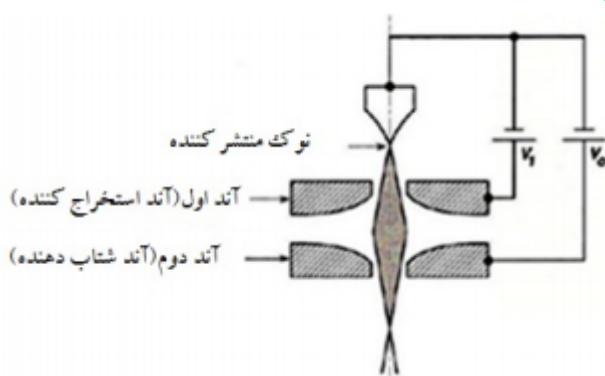
در فیلامان لاتانیوم هگزابوراید بروئر، قسمت بالایی مفتول لاتانیوم هگزابوراید، در داخل محفظه‌ای قرار دارد که در حین کار فیلامان، توسط گردش روغن خنک می‌شود و سر دیگر مفتول به وسیله‌ی یک سیم‌پیچ تنگستنی احاطه شده است. این سیم‌پیچ با عبور جریان گرم و گرمای تولید شده در سیم‌پیچ، باعث بمباران الکترونی نوک تیز فیلامان می‌گردد. در فیلامان لاتانیوم هگزابوراید وگل، به جای سیم‌پیچ، مفتول به طور مستقیم در لایه‌ی گرافیتی قرار داده می‌شود و به صورت مستقیم به پایه‌های الکتریکی وصل می‌گردد. در فیلامان لاتانیوم هگزابوراید فریس، مفتول توسط نواری از جنس لایه گرافیت یا لاتام به پایه‌های الکتریکی وصل می‌گردد. این نوع از فیلامان در مقایسه با تنگستن، نسبت دانسیته جریان انتشار الکترون به نرخ تبخیر بسیار بالاتری دارد؛ از طرف دیگر میزان خلاء مورد نیاز آن ۱۰ برابر خلاء مورد نیاز برای فیلامان تنگستن می‌باشد. هم چنین امکان گرم کردن مستقیم این نوع فیلامان وجود ندارد. دمای کاری این نوع فیلامان ۱۷۰۰ تا ۲۱۰۰ درجه‌ی کلوین می‌باشد و ولتاژ بایاس در این نوع از تفنگ‌ها حدود ۲۵۰۰ ولت است. عمر کاری این نوع فیلامان تا حدود ۱۰۰۰ ساعت می‌باشد.



شکل ۶- انواع فیلامان لاتانیوم هگزابوراید

۲. تفنگ‌های الکترونی گسیل میدانی

در این نوع از تفنگ‌ها از پدیده‌ی تونلی جهت تولید الکترون استفاده می‌گردد. در این روش الکترون‌ها با استفاده از اثر تونل‌زنی و با پشت سر گذاشتن سد انرژی، یک میدان الکتریکی قوی منتشر می‌کنند. در ساختمان این نوع تفنگ‌ها دو آند تعبیه شده است. اولین آند به عنوان آند استخراج‌کننده دارای ولتاژ ۱ ولت است که جریان انتشار را کنترل می‌کند و دومین آند به عنوان آند شتاب‌دهنده دارای ولتاژ ۲ ولت بوده که تعیین کننده انرژی نهایی پرتو الکتریکی می‌باشد. نوک منتشر کننده‌ی الکترون در این فیلامان از یک سیم تنگستن به قطری حدود ۰/۱۲۵ میکرون با شعاع نوک حدود ۱۰۰ نانومتر بر روی یک سیم تنگستنی U شکل جوش داده شده است؛ از آن جایی که نوک فیلامان بسیار نازک می‌باشد، به منظور نگهداری آن حتماً باید محیط یونیزه باشد، لذا این نوع تفنگ‌ها در شرایط خلأ با فشار خیلی بالا کار می‌کنند.

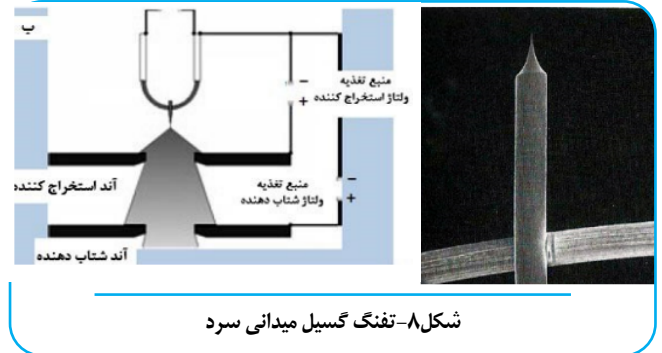


شکل ۷- تفنگ‌های الکترونی گسیل میدانی

قابل ذکر است میزان روشنایی تولید شده در این نوع تفنگ‌ها ۱۰۰ برابر بیشتر از تفنگ‌های انتشار حرارتی می‌باشد. همانگونه که قبلاً گفته شد، این دسته از تفنگ‌های الکترونی، دارای ۳ نوع تفنگ گسیل میدان سرد، تفنگ گسیل میدان گرم و تفنگ گسیل میدان شاتکی هستند.

تفنگ گسیل میدانی سرد^۱

اختلاف ولتاژ بین نوک منتشرکننده و آند شتاب‌دهنده تعیین‌کننده انرژی الکترون‌های پرتو الکترونی می‌باشد. از این نوع از تفنگ‌ها با مقدار بایاس حدود ۳ تا ۵ کیلوولت و ولتاژ بایاس دوم ۱۰۰ تا ۳۰ کیلوولت جریانی حدود ۱۰ میکروآمپر در شرایط خلا کاری استفاده می‌شود. با توجه به نوک فوق‌العاده نازک و نوع خاص کریستالی تنگستن و به منظور حفاظت، میزان فشار خلأ در این نوع از تفنگ‌ها بسیار بالا و دائمی می‌باشد.



شکل ۸- تفنگ گسیل میدانی سرد

تفنگ گسیل میدانی گرم^۲

این نوع از تفنگ‌ها از نظر ساختار کاملاً شبیه تفنگ‌های گسیل میدانی سرد هستند، ولی با توجه به مشکل تأمین خلأ کاری بسیار بالا در تفنگ‌های گسیل میدانی سرد، در این نوع از تفنگ‌ها از هر دوی پدیده تونل‌زنی و پدیده ترمیونی برای تولید الکترون استفاده می‌گردد. همانگونه که در قسمت‌های قبلی توضیح داده شد، در پدیده ترمیونی، تولید الکترون با گرم کردن مستقیم فیلامان صورت می‌گیرد و میزان پهنای انرژی بیشتر از حالت تونلی بوده و لذا در این نوع از تفنگ‌ها پهنای باند انرژی در مقایسه با تفنگ‌های گسیل میدانی سرد از ۰/۳ به ۱ الکترون ولت افزایش می‌یابد و تحت تأثیر آن از میزان روشنایی نیز به مقدار قابل توجهی کاسته می‌گردد. قابل ذکر است خلأ کاری مورد نیاز ۹ تا ۱۰ تور می‌باشد. با این نوع تفنگ‌ها می‌توان در شرایط کاری تفنگ‌های گسیل میدانی سرد هم کار کرد ولی عمر کاری فیلامان کاهش پیدا می‌کند.

تفنگ الکترونی	تفنگ تنگستن	تفنگ لانتانیوم هگزaborاید	تفنگ گسیل میدانی سرد	تفنگ گسیل میدانی گرم	تفنگ گسیل میدانی شاتکی
جنس کاتد	تنگستن	تک کریستال لانتانیوم هگزaborاید	تک کریستال تنگستن	تک کریستال تنگستن	تک کریستال تنگستن با پوشش اکسید زیرکونیوم
خلأ (تور)	۱۰-۶	۱۰-۷	۱۰-۱۱	۱۰-۹	۱۰-۹
روشنایی	۱۰-۵	۱۰-۶	۱۰-۹	۱۰-۸	۱۰-۷
طول عمر (ساعت)	۴۰ - ۱۰۰	۱۰۰۰ - ۲۰۰	۲۰۰۰	۲۰۰۰	بیش از ۲۰۰۰
قطر منبع الکترون	۳۰ - ۱۰۰ میکرون	۵ - ۵۰ میکرون	کمتر از ۵ نانومتر	کمتر از ۵ نانومتر	۱۵ - ۳۰ نانومتر

جدول ۱. مقایسه‌ی انواع میکروسکوپ الکترونی روبشی

1 Cold field-emission (CFE)
2 Thermal field-emission (TFE)

3 Schottky field-emission (SFE)

پنج ویژگی خاص از اطلاعات بدست آمده از میکروسکوپ الکترونی روبشی را می‌توان تجزیه و تحلیل کرد که شامل موارد زیر است:

✓ بررسی سطح مقطع: می‌توان وجود ترک، حفره و گسیختگی در فصل مشترک زیرلایه یا پوشش را با این تصاویر تعیین و با روش‌های گوناگون و اصلاح شرایط پوشش‌دهی، اقدام به اصلاح عیوب کرد. علاوه بر این امکان بررسی کیفیت اتصال پوشش به زیرلایه، امکان بررسی کیفیت چسبندگی لایه‌های بالایی به لایه‌های پایینی در پوشش‌های چندلایه، تعیین ضخامت پوشش، بررسی کیفیت پوشش و وارد شدن ذرات (و یا درموردی نانوذرات) تقویت‌کننده به ریزساختار ماده مرکب با استفاده از تصاویر سطح مقطع میکروسکوپ الکترونی روبشی وجود دارد.

✓ بررسی خوردگی: باتوجه به انواع خوردگی (خوردگی یکنواخت، خوردگی حفره‌ای، خوردگی بین‌دانه‌ای و خوردگی شیاری) با بررسی انواع خوردگی می‌توان دراصلاح آن‌ها و جلوگیری از هزینه‌های سرسام‌آور اقدام کرد. در خوردگی یکنواخت، تمام سطوح به‌صورت یکنواخت خورده می‌شود که مطلوب بوده و قدرت تخریب اندکی دارد. دلیل این نوع خوردگی، تشکیل تعداد زیادی سلول خوردگی در سرتاسر سطح است. خوردگی بین‌دانه‌ای در مرزدانه‌ها رخ می‌دهد؛ مرزدانه‌ها به‌دلیل داشتن مقادیر زیاد ناخالصی، بسیار پراثری بوده و نقش آن‌ها را در سلول خوردگی ایفا می‌کنند و خورده می‌شوند. این درحالی است که سطح دانه کاتد می‌شود. در خوردگی حفره‌ای، معمولاً یک حفره ایجاد شده و عمق آن در اثر حضور و نفوذ بیشتر ماده‌ی خورنده، بیشتر می‌شود. خوردگی حفره‌ای یک نوع خوردگی موضعی است. در خوردگی شیاری که ناشی از حضور مایع ساکن روی یک ماده است، معمولاً شیار یا شیارهایی در سطح ماده دیده می‌شود.

✓ بررسی‌های تریبولوژیکی: دو نوع مکانیزم اصلی دربررسی تریبولوژیکی و انواع سایش وجود دارد. سایش ساینده^۱ و سایش چسبان^۲ دو نوع متداول سایش هستند. سایش ساینده معمولاً در اثر وجود برآمدگی‌ها یا ذرات سخت در راستای مسیر حرکت سطح جامد رخ می‌دهد و مورفولوژی آن به صورت مضرس است. سایش چسبان به دلیل پیوند موضعی بین سطوح جامد در تماس با هم رخ داده و باعث انتقال ماده بین دو سطح، یا کاهش جرم از هر سطح می‌شود. مورفولوژی سایش چسبان به‌صورت صاف و مسطح است که هر چه پهنای خط سایش باریک‌تر باشد، ماده مقاومت بیش‌تر در برابر ساییده شدن از خود نشان می‌دهد.

✓ سطح شکست: نوع شکست رخ داده و ترد و یا نرم بودن شکست را می‌توان با بررسی مورفولوژی سطح شکست و با حضور حفره در تصویر شکست تشخیص داد. شکست ترد معمولاً به صورت ناگهانی رخ می‌دهد و سطح آن به صورت صاف است. اما در شکست نرم، ابتدا ترک‌ها جوانه زده و سپس با پیوستن آن‌ها به یک‌دیگر شکست رخ می‌دهد. سطح شکست پس از وقوع شکست نرم دارای حفره یا حفراتی خواهد بود.

✓ مورفولوژی سطحی: به دلیل بزرگ‌نمایی بالا در میکروسکوپ الکترونی روبشی علاوه بر بررسی کلیت مورفولوژی سطح یک ماده، می‌توان مورفولوژی تک‌تک دانه‌ها را نیز مورد مطالعه قرار داد و بررسی کرد.

منابع و مراجع:

[۱] اصول و کاربرد میکروسکوپ‌های الکترونی و روش‌های نوین آنالیز: ابزارشناسی دنیای نانو، دکتر پیروز مرعشی، دکتر سعید کاویانی، دکتر حسین سرپولکی، دکتر علیرضا ذوالفقاری، چاپ دوم، دانشگاه علم و صنعت ایران ۱۳۸۹

[۲] م. کرباسی، "میکروسکوپ الکترونی روبشی و کاربردهای آن در علوم مختلف و فناوری نانو"، چاپ اول

[3] Yougui Liao, Practical Electron Microscopy and Database



لیتوگرافی مثبت و منفی

در فرآیند لیتوگرافی، اگر تغییر حلالیت ماده مقاوم، منجر به شکسته شدن پیوندها شود به آن لیتوگرافی مثبت و ماده مورد استفاده آن مقاوم مثبت نام دارد. از جمله مواد مقاوم مثبت می‌توان به (پلی متیل متاکریلات) PMMA اشاره نمود. اما چنانچه این تغییر در خاصیت انحلالی، باعث ایجاد اتصالات عرضی در ماده شود، لیتوگرافی منفی با ماده مقاوم منفی مانند SU-8 داریم.

از جمله تفاوت بین این دو روش، حد تفکیک کمتر مواد مقاوم منفی نسبت به مواد مقاوم مثبت می‌باشد.

ویژگی‌هایی که یک ماده مقاوم باید داشته باشد عبارت‌اند از:

- کنتراست بالا بین ناحیه‌های حل شدنی و حل نشدنی
- حساسیت نوری بالا
- مقاومت بالا نسبت به دسته خاصی از فاکتورهای شیمیایی که در خواص نهایی الگو و کیفیت آن بسیار اثر گذار هستند. [۳]

روش‌های مختلف لیتوگرافی

حدود سال‌های ۱۹۷۰، روش‌های مبتنی بر EBL یا لیتوگرافی باریکه الکترونی رواج پیدا کرد و در دهه ۸۰ و ۹۰ میلادی روش‌های لیتوگرافی اشعه ایکس گسترش یافت اما از اواسط ۱۹۹۰ تا اواسط ۲۰۰۰ روش EUV-L یا لیتوگرافی اشعه ماوراء بنفش قوی، بیشتر مورد استفاده قرار گرفت.

اصولاً در فرآیند لیتوگرافی نحوه رسیدن به الگوها توسط دستگاه‌ها و روش‌های مختلف حائز اهمیت می‌باشد، که از این رو می‌توان تکنیک‌های گوناگون لیتوگرافی را به صورت زیر دسته بندی نمود.

- لیتوگرافی نوری^۳
- لیتوگرافی باریکه الکترونی^۴
- لیتوگرافی چاپی^۵
- لیتوگرافی پروب روبشی^۶

در لیتوگرافی نوری از نورهای با طول موج کوتاه برای انجام فرآیند استفاده می‌کنند و لیتوگرافی اشعه ایکس و اشعه ماوراء بنفش قوی از زیر مجموعه این روش به حساب می‌آیند. برای تولید اشعه ماوراء بنفش، از یک دستگاه لیزر پلاسمای قلع، استفاده می‌کنند. اشعه تولید شده توسط آینه‌ها و عدسی‌های متعدد تقویت می‌شود. اما در روش لیتوگرافی باریکه الکترونی از منبع گسیل گرما یونی لاتانیوم هگزaborید برای وضوح پایین و از تنگستن و اکسید زیرکونیوم گرم شده برای وضوح بالا استفاده می‌شود و الکترون‌های ساطع شده از این منابع، توسط عدسی‌های متمرکز کننده برای لیتوگرافی آماده می‌شوند.

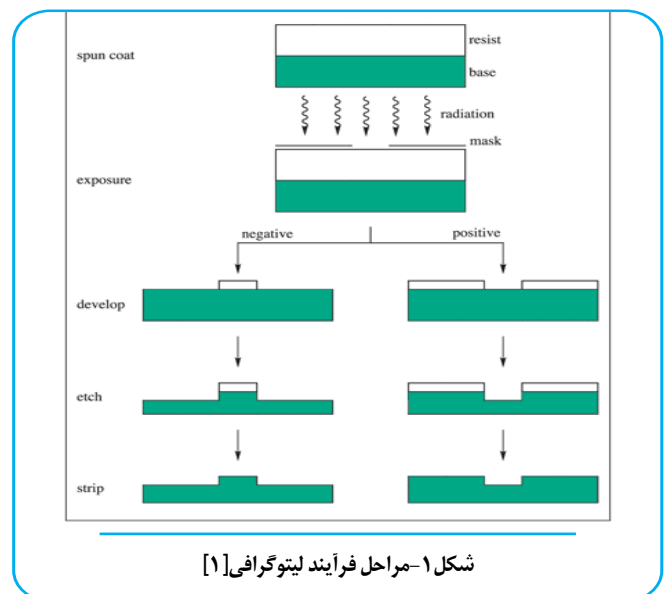
روش لیتوگرافی چاپی، یک روش غیر تابشی مبتنی بر قالب‌گیری است که با ایجاد کردن طرحی بر روی قطعه‌ای از جنس کوارتز یا سیلیکون انجام می‌شود. سپس الگوی درست شده بر روی ماده

امروزه بکارگیری دستگاه AFM در ساخت مدارات الکترونیکی با ساختارهای نانومتری و میکرومتری کاربرد بسیاری پیدا کرده است. همچنین استفاده از آن در روش لیتوگرافی رواج پیدا کرده و گزینه مناسبی نسبت به سایر روش‌های موجود لیتوگرافی در حال حاضر است. لیتوگرافی بر پایه AFM می‌تواند طرح‌های نانومقیاس زیادی را ایجاد کند که ساختارهای پیچیده و نوین به شدت قدرتمندی را به همراه داشته باشد.

لیتوگرافی چیست؟

لیتوگرافی یا سنگ‌نگاری، فرآیند بسیار مهمی در صنعت و ساخت نیمه‌هادی‌ها محسوب می‌شود. این روش برای الگوبرداری اشکال خاص از یک لایه نازک روی بستر سخت، برای ساخت مدارات الکترونیکی استفاده می‌شود. به زبان ساده، این روش به منظور ساخت ابزارهای الکترونیکی و نوری شامل ترسیم طرحی از یک الگوی خاص از ماده‌ای و انتقال و حک کردن آن بر روی ماده دیگر می‌باشد.

مطابق شکل (۱) بر روی ویفر و زیرلایه، لایه نازکی از مواد اغلب پلیمری مقاوم به نور به عنوان مواد محافظ^۱، با روش‌های خاص مثل لایه نشانی چرخشی^۲ اعمال می‌کنیم، سپس بر روی لایه نازک، ماسکی نوری که عمدتاً از جنس کوارتز یا شیشه و دارای الگوی از قبل طراحی شده بوده قرار می‌دهیم. برای ایجاد طرح، نور پر قدرت فرابنفش (طول موج بین ۱۹۳ تا ۴۳۶ نانومتر) را روی ماسک می‌تابانیم که این نور در هنگام برخورد به ماده مقاوم، باعث انجام یک سری واکنش‌ها در ماده مقاوم و تغییر خواص انحلال‌پذیری آن در حلال می‌شود. برای از بین بردن ماسک نوری و ماده مقاومی که نور ندیده و تغییری نکرده، توسط محلول شیمیایی مناسب در مرحله develop شستشو داده می‌شود. سپس در مرحله اچ کردن، طرح نهایی به زیر لایه منتقل می‌شود و در آخر نیز در مرحله strip، باقی مانده مواد مقاوم، در محلول شسته شده و از بین می‌رود. معمولاً از ماده DMSO (دی متیل سولفوکسید) برای مرحله لایه برداری نهایی استفاده می‌شود. [۲]



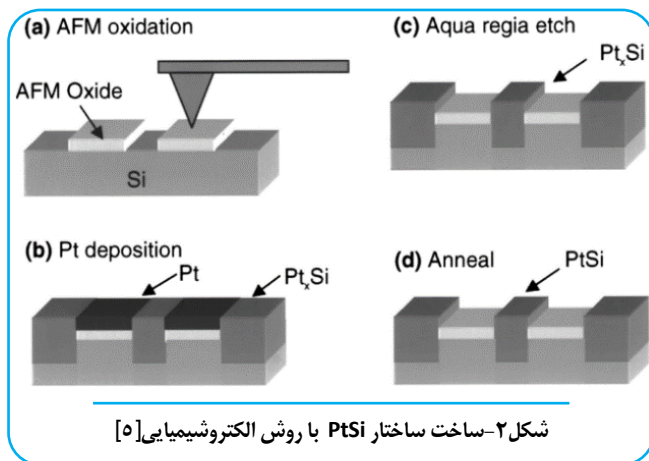
- 1 resist
- 2 spin coating

3 PhotoLithography or optical lithography

4 Electron-Beam Lithography

5 Nano-Imprint Lithography

6 Scanning Probe Lithography



شکل ۲- ساخت ساختار PtSi با روش الکتروشیمیایی [۵]

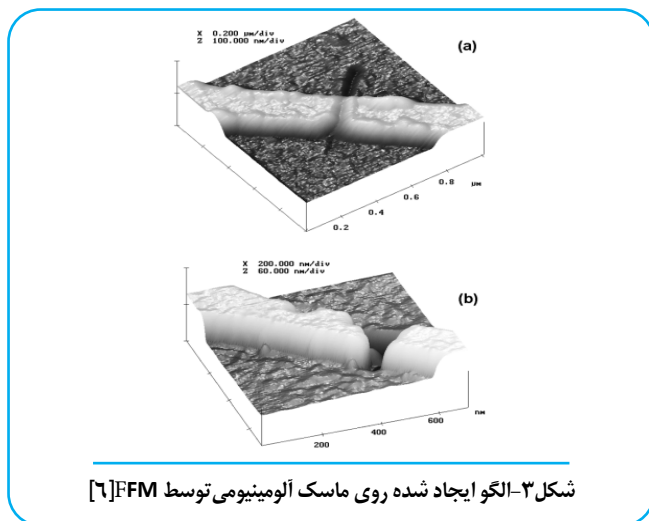
❖ فرآیند انتقال مواد

در روش قبل نیاز به الکتریسیته خارجی برای انجام واکنش اکسیداسیون بود، اما در روش انتقال مواد به منبع الکتریکی نیازی نیست و مواد از نوک دستگاه با استفاده از جذب شیمیایی به سطح نمونه منتقل می‌شوند. فرآیند مانند جاری شدن جوهر بر روی کاغذ در هنگام نوشتن می‌باشد. مواد داخل مخزنی تعبیه شده در نوک پروب دستگاه نگه داشته شده و با حرکت نوک دستگاه بر روی نمونه مواد به مانند جوهر خودکار بر روی نمونه قرار می‌گیرند و واکنش شیمیایی می‌دهند تا طرح مورد نظر ایجاد شود. از کاربردهای این روش می‌توان به تعمیر ماسک‌های نوری و کاربردهای متعدد در زمینه‌های مواد زیستی مانند چیپ‌های پروتئینی نانو مقیاس نام برد.

❖ لیتوگرافی مکانیکی

در اینجا به وسیله نیروی مکانیکی نوک پروب بر روی مواد جامد شیاری به عنوان الگو و طرح بر نمونه ایجاد می‌شود. از چالش‌های جدی این طرح، اصطکاک زیاد نوک پروب با نمونه و امکان آسیب دیدن آن و همچنین تغییر شکل نمونه هنگام لیتوگرافی است که اینها سبب می‌شود این روش و دقت آن تحت تاثیر قرار گیرد.

دستگاه AFM یا میکروسکوپ نیروی اصطکاکی در این زمینه کاربرد زیادی دارد. برای حل مشکل آسیب دیدن نوک پروب، نیروی متوسطی به سطح اعمال می‌شود و هر لحظه از برخورد نوک با سطح نمونه بازخوردهای به دستگاه داده می‌شود تا در صورت لزوم با استفاده از موتورهای پیرو مانع آسیب دیدن نوک پروب بشود.



شکل ۳- الگو ایجاد شده روی ماسک آلومینیومی توسط AFM [۶]

پلیمری قرار گرفته و در اثر اعمال فشار و گرما همزمان با مرحله اچ کردن طرح قطعه به پلیمر انتقال پیدا می‌کند. [۴]

امروزه روش پروب روبشی، به دلیل وجود محدودیت‌های روش‌های قبلی، مورد استقبال بیشتری قرار گرفته است. عمده محدودیت‌های روش‌های بیان شده، در ساخت مدارات ریزتر و پیچیده تر با وضوح‌های بالا می‌باشد، اما با استفاده از روش SPL می‌توان حتی به وضوح زیر ۱۰ نانومتر نیز دست یافت، همچنین قیمت ساخت قطعات با هزینه بیشتر و نیاز به دستگاه‌های پیچیده و گران قیمت برای تولید در روش‌های قبلی از جمله علت‌های محبوبیت روش پروب روبشی می‌باشد. این روش برعکس روش‌های قبل، نیاز به خلأ‌های بالا ندارد و در اتمسفر محیط هم امکان لیتوگرافی وجود دارد، همچنین نیاز به تهیه ماسک برای انتقال الگو بر روی زیرلایه ندارد، اما سرعت کم این روش در تولید قطعات نسبت به سایر روش‌ها یکی از چالش‌های جدی پیش روی روش SPL است.

SPM^۲ها، میکروسکوپ‌های روبشی هستند که با استفاده از تماس بین نوک پروب و ماده جامد، خواص سطحی ماده را بررسی و اندازه گیری می‌کنند. AFM و STM از جمله پرکاربردترین میکروسکوپ‌های روبشی هستند. در STM به خاطر اینکه سطح ماده مورد بررسی، حتما باید رسانا باشد دارای محدودیت در شناسایی و اندازه گیری خواص سطحی ماده بوده، لذا از سال ۱۹۸۶ دستگاه AFM به شدت مورد استقبال قرار گرفت و از آن در زمینه لیتوگرافی نانو مقیاس استفاده شد. تکنیک‌های موجود در این زمینه عبارتند از:

- اکسیداسیون الکتروشیمیایی^۳
- انتقال ماده^۴
- لیتوگرافی مکانیکی^۵
- لیتوگرافی گرمایی^۶

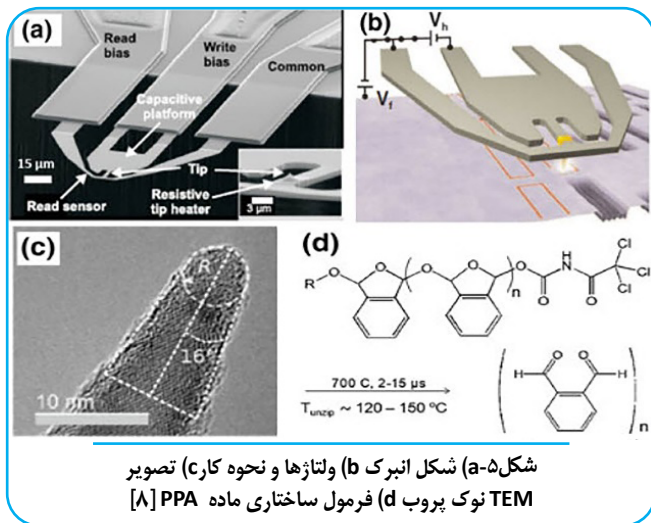
❖ اکسیداسیون الکتروشیمیایی

این روش با اکسیداسیون مستقیم سطح، انجام می‌شود. نوک پروب AFM یا به اصطلاح Tip دستگاه که رسانا هم هست، بین ۳ تا چند ده ولت برق مستقیم بایاس به آن می‌دهیم، این کار باعث می‌شود که اکسیژن موجود هوای محیط اطراف نوک دستگاه با ماده زیر نوک واکنش دهد و سطح ماده را اکسید کند. این مقدار از اکسیداسیون در سایر روش‌ها مضر است و فقط در این روش از این مکانیزم انجام می‌شود. نوک دستگاه می‌تواند با سرعت ۱ میلی متر بر ثانیه این عمل را انجام دهد و هر سری محدوده‌ای به اندازه ۱۰ تا ۱۰۰ نانومتر را بسته به مواد مختلف اکسید کند و طرح مورد نظر را بر روی ماده مورد نظر ایجاد کند. بعد از ایجاد طرح مناطقی که اکسید نشده‌اند توسط محلول شیمیایی، اچ می‌شوند و ناحیه‌های اکسید شده باقی می‌مانند. بعد از آن مواد از جنس متفاوت در قسمت‌های اچ شده نشانده می‌شود تا ساختار و قطعه مورد نظر بدست آید. چالش‌های موجود در اینجا، سینتیک اکسیداسیون و کنترل رطوبت و اکسیژن موجود در هوا است که تاثیر مستقیم بر کیفیت نهایی خواهد گذاشت. این روش برای ساخت نانو سیم‌های سیلیکونی و ساختارهای اکسید فلزی مثل SiO₂ و ساخت سنسورهای آرایه‌ای بایو و قطعات نیمه‌رسانا مناسب است.

- 1 Scanning Probe Lithography (SPL)
- 2 Scanning Probe Microscope (SPM)
- 3 electrochemical oxidation
- 4 material transfer
- 5 mechanical lithography
- 6 thermal lithography

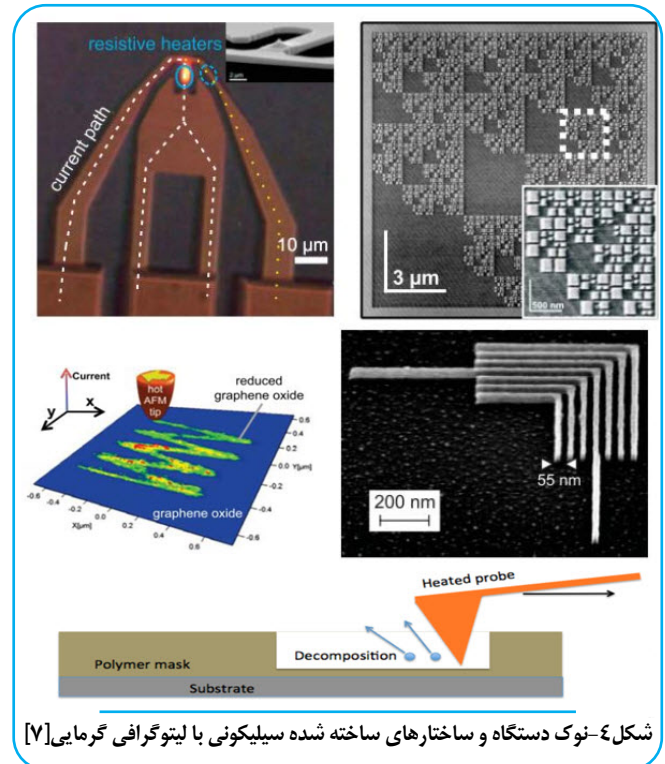
تکنیک به کارگیری از نوکی با قابلیت داغ شدن، برای ایجاد طرح بر روی ماده پلیمری در ساخت قطعات نانومتری بسیار موثر است که در ادامه به تشریح این روش پرداخته خواهد شد. دستگاه از یک cantilever انبرک داغ شونده تشکیل شده است. ایجاد حرارت توسط اعمال ولتاژ به پایه‌های انبرک صورت می‌گیرد یکی از پایه‌ها مسئول کنترل ولتاژ و گرمایی نوک انبرک می‌باشد که به صورت مداوم داده‌هایی از شرایط نوک به دستگاه ارسال می‌کند. پایه وسطی مسئول ایجاد حرارت لازم برای انجام کار است. هنگام ایجاد طرح دو نوع ولتاژ به سیستم اعمال می‌شود که V_h برای گرم کردن نوک است و V_f به زیرلایه اعمال می‌شود تا تماس نوک با سطح نمونه برقرار شود (مطابق شکل ۵). دمای خود انبرک حدود ۱۰۰۰ درجه است اما دمای نوک باید در حدود ۲۰۰ تا ۳۰۰ درجه تنظیم شود تا بتواند به خوبی ماده پلیمری را تبخیر کند و طرح با کیفیتی ایجاد کند.

تنظیم دمای نوک با مباحث انتقال حرارت مرتبط است و از این راه دمای نوک کنترل می‌شود. ماده مقاوم، معمولاً ماده پلیمری polyphthalaldehyde (PPA) پلی فتال آلدئید با نقطه T_g ۱۵۰ درجه‌ای است که برای لیتوگرافی مناسب می‌باشد. در ایجاد الگو، زمانی که نوک پروب به ماده پلیمری برخورد می‌کند ماده فوراً به مونومرهای فرار تبدیل شده و تبخیر می‌شود. سرعت ایجاد الگو در این روش ۲ پیکسل بر میکروثانیه است در حالی که سرعت تصویر برداری آن ۲۰ میلی متر بر ثانیه است. تولید طرح‌های با دقت زیر ۱۰ نانومتر نیز توسط این روش امکان پذیر است.



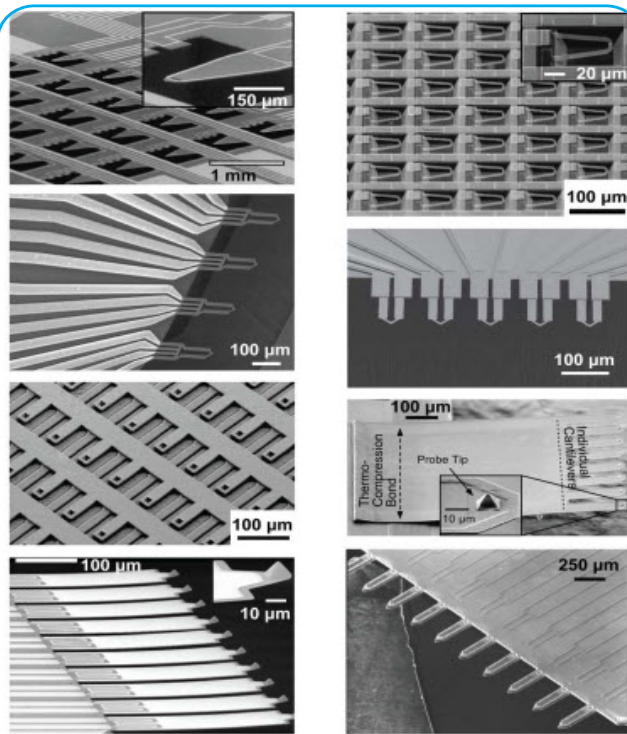
در ادامه، تصویر مربوط به مراحل لیتوگرافی آورده شده که مربوط به ساخت مواد فلزی بر روی زیرلایه سیلیکونی است. برای این منظور ابتدا سه لایه با ضخامت‌های مختلف از موادی مانند $PMMA$ ، SiO_2 و PPA به روش‌های مختلف لایه نشانی بر روی زیرلایه اعمال می‌شود سپس با نوک داغ پروب دستگاه بر روی ماده PPA طرح را ایجاد کرده و گازهای اکسیژن و نیتروژن را برای کم کردن ضخامت ماده PPA و گاز CHF_3 RIE را برای ماسک سخت SiO_2 به کار برده می‌شود تا لیتوگرافی مثبت یا منفی را ایجاد کند. سپس $PMMA$ توسط ماده مخصوص برداشته می‌شود تا به زیر لایه سیلیکونی برسیم. بعد از آن ماده فلزی مورد نظر با روش CVD روی سیلیکون نشاند می‌شود و اضافه مواد فلزی و $PMMA$ توسط محلول، لایه برداری نهایی می‌شود تا ساختار نهایی شکل بگیرد و کامل شود. وجود لایه‌های $PMMA$ و SiO_2 برای دستیابی به وضوح بیشتر در مرحله اچ کردن و نیز به عنوان مانعی بین زیر لایه و نوک داغ دستگاه لازم است.

به طور خلاصه، در لیتوگرافی گرمایی ما با استفاده از اعمال ولتاژ به انبرک دستگاه، دمای انبرک و نوک پروب دستگاه را بالا می‌بریم تا بتوانیم بر روی مواد پلیمری به راحتی طرح مورد نظر خود را پیاده کنیم. مواد پلیمری با رسیدن گرمای نوک پروب که حدود ۲۰۰ تا ۳۰۰ درجه سانتی گراد است سریعاً به حالت بخار در آمده و نواحی گرما ندیده باقی می‌مانند و برای مراحل اچ و اعمال طرح آماده می‌گردند. در این روش توجه به دمای مورد نیاز برای بخار شدن ماده پلیمری حائز اهمیت است و اگر کنترل دقیقی بر روی دمای نهایی اعمال شده روی سطح نداشته باشیم ممکن است که به زیرلایه آسیب زده و دقت روش را پایین بیاورد. تحقیقات در این روش نوید بخش پیشرفت‌های بیشتر در زمینه صنعت نیمه رسانا می‌باشد، که ممکن است در آینده‌ای نزدیک جایگزین روش‌های حال حاضر لیتوگرافی نوری شود.

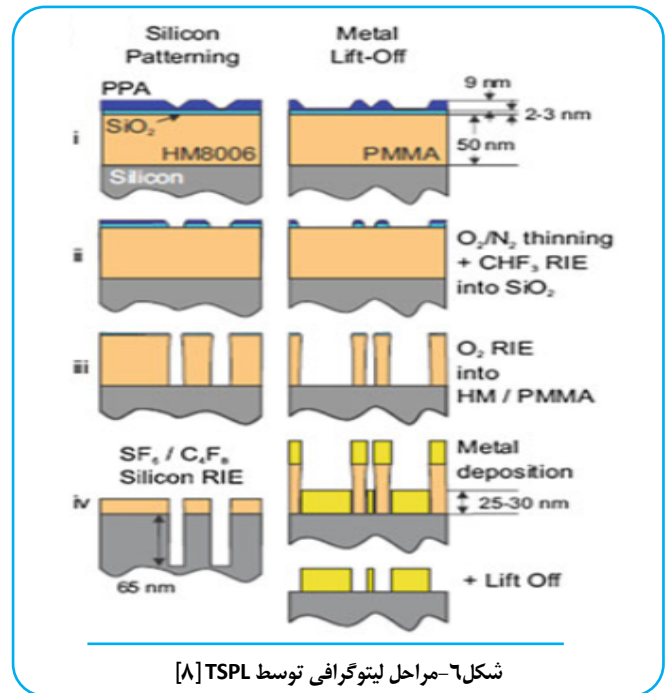


استفاده از T-SPL در الکترونیک

در طول ۷۰ سال گذشته، نیمه‌هادی‌ها به یک عنصر مهم در ساخت الکترونیک تبدیل شدند. از زمان اختراع ترانزیستور، دیای الکترونیک همواره از نظر تحقیق، توسعه، ساخت، تولید دستگاه‌ها و فناوری‌های جدید پیشرفت سریعی داشته است. دستگاه‌های الکترونیکی هم به واسطه این پیشرفت سریع، دستخوش تحولات بسیار بودند و کاربردهای گسترده آن در صنایع و تولید، پزشکی و هنر هر روز افزایش یافته است. به موازات، روش‌های ساخت این دستگاه‌ها، از گذشته تا به امروز در حال تغییر کردن بوده و روش‌های نوین، جایگزین روش‌های قبلی شدند. یکی از این روش‌ها لیتوگرافی گرمایی می‌باشد که امروزه کاربرد بسیاری در حوزه‌های مختلف پیدا کرده است. لیتوگرافی گرمایی بیش از دو دهه است که در شرکت IBM استفاده می‌شود و در ساخت حافظه‌های ذخیره اطلاعات با نام پروژه Millipede توسعه یافته است.

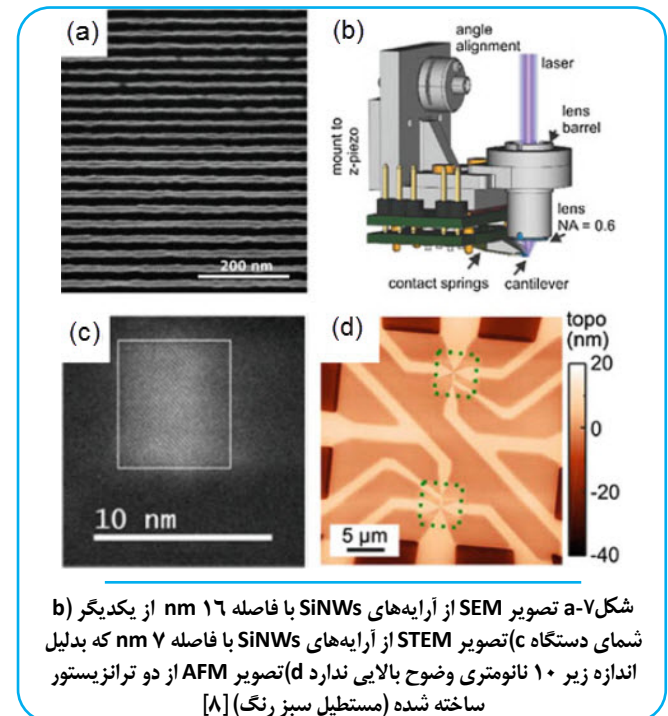


شکل ۸- دستگاه مورد استفاده در پروژه Milipede شرکت IBM با آرایه ای متشکل از ۱۰۲۴ انبرک داغ شونده [۹]



شکل ۶- مراحل لیتوگرافی توسط TSPL [۸]

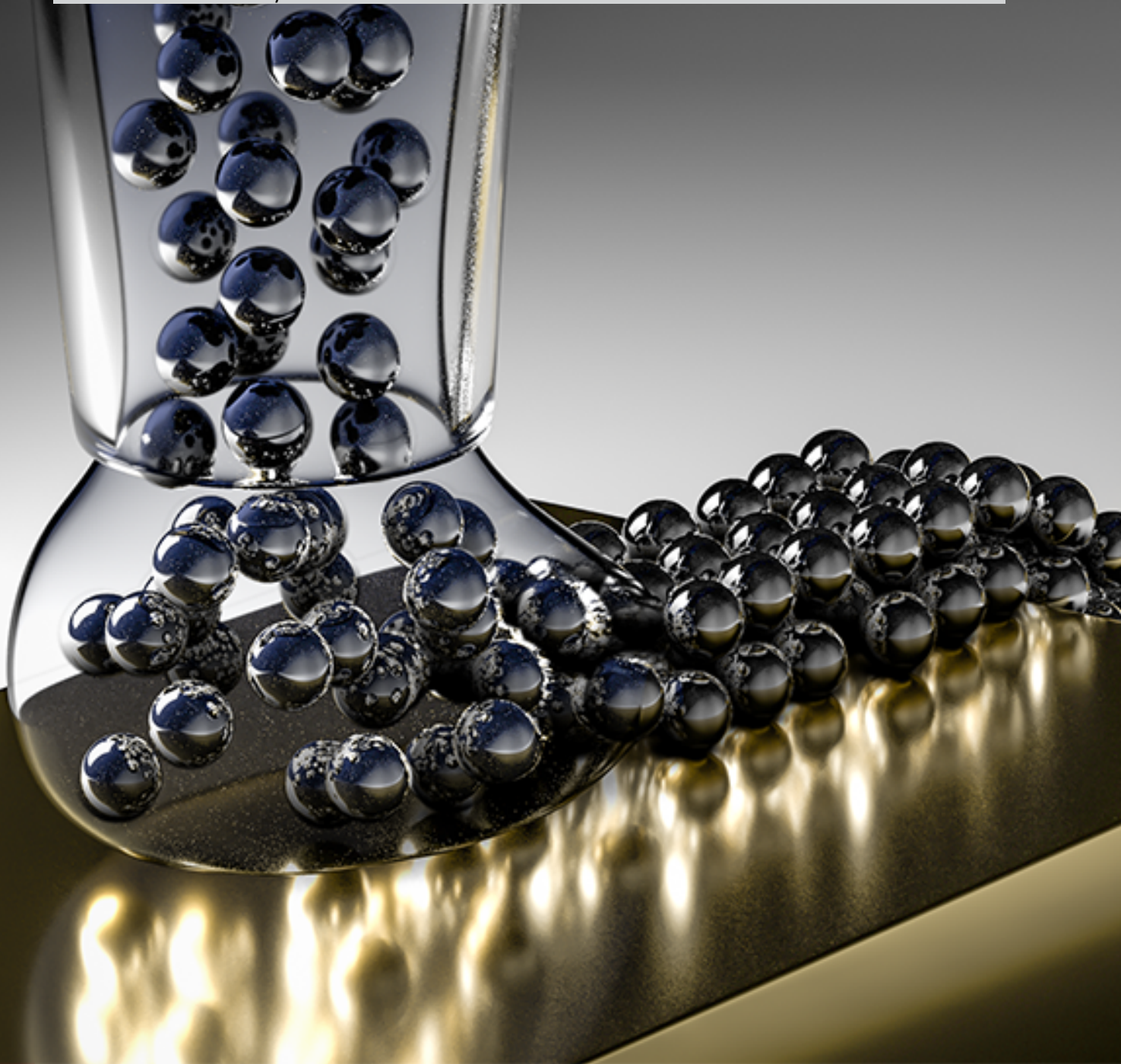
در ادامه تصاویر برخی از ساختارهایی که با استفاده از این روش تولید شده را مشاهده می‌کنیم:



شکل ۷- a) تصویر SEM از آرایه‌های SiNWs با فاصله ۱۶ nm از یکدیگر b) شمای دستگاه c) تصویر STEM از آرایه‌های SiNWs با فاصله ۷ nm که بدلیل اندازه زیر ۱۰ نانومتری وضوح بالایی ندارد d) تصویر AFM از دو ترانزیستور ساخته شده (مستطیل سبز رنگ) [۸]

روش TSPL علی‌رغم ویژگی‌های بسیاری که در تولید ساختار و قطعات نانومتری در وضوح بالا دارد، اما همچنان این روش صنعتی نشده و سرعت کم تولید این دستگاه‌ها مانعی بزرگ برای شرکت‌های فعال در حوزه ساخت قطعات الکترونیکی است. همچنین انتخاب ماده مقاوم مناسب و با خلوص ثابت برای داشتن یک الگو دقیق و نیاز بودن به مرحله‌ای کردن دقیق مشکل‌زا است اما پیشرفت‌هایی برای حل مشکلات صورت گرفته است، مثل استفاده از دستگاه‌هایی با چندین انبرک در یک دریف به جای یک انبرک برای ایجاد طرح که علاوه بر حفظ راندمان کار، سرعت انجام این کار را بالا برده و در آینده نزدیک جایگزین روش‌های متداول کنونی لیتوگرافی می‌شود. [۸]

- 1-<https://www.sigmaaldrich.com/technical-documents/articles/materials-science/lithography-nanopatterning/tutorial.html>
- 2- PHOTORESIST REMOVAL/basic of microstrucring/ MicroChemicals
- 3- <http://edu.nano.ir/paper/957>
- 4- McCord, M. A.; M. J. Rooks (2000). "2". SPIE Handbook of Microlithography, Micromachining and Microfabrication
- 5- ATOMIC FORCE MICROSCOPE LITHOGRAPHY NORITAKA KAWASEGI Central Research Institute, Toyama Industrial Technology Center, 50 Futagami, Takaoka, Toyama 933-0981, Japan
- 6- Atomic force microscopy lithography as a nanodevice development technique/ A Notargiacomo, V Foglietti/ Nanotechnology 10 (1999) 458–463. Printed in the UK
- 7- Advanced scanning probe lithography/ Ricardo Garcia, Armin W. Knoll and Elisa Riedo/ Nature Nanotechnology 9, 577–587 (2014)
- 8- Oxidation and Thermal Scanning Probe lithography for High-Resolution Nanopatterning and Nanodevices/ Yu Kyoung Ryu and Armin Wolfgang Knoll/ Springer Nature Switzerland AG 2019 U. Celano (ed.), Electrical Atomic Force Microscopy for Nanoelectronics, NanoScience and Technology
- 9- Heated Atomic Force Microscope Cantilevers and their Applications/ Jonathan R Felts/ Annual Reviews of Heat Transfer · January 2013





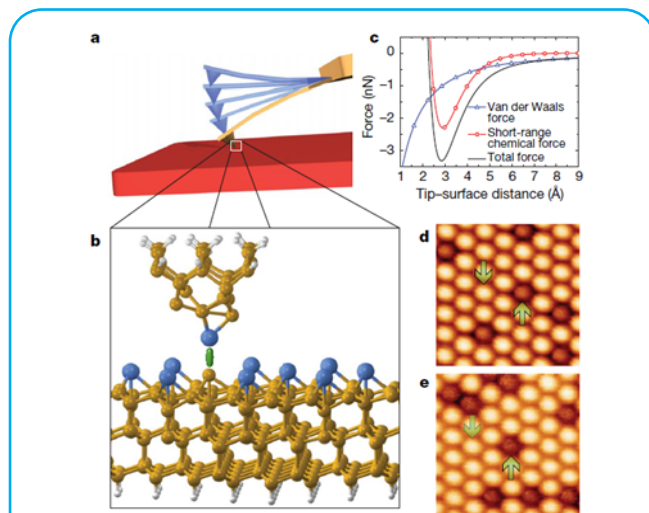
منحنی a_2 پنج طیف نیروی دینامیک اندازه‌گیری شده بر روی یک زمینه Si را نشان می‌دهد که در نوک اهرم یک لایه‌ی اتمی Sn وجود دارد. با این وجود، این آزمایش با استفاده از اتم‌های مختلف بر روی نوک اهرم، چندین بار انجام شده است. این نوک‌ها ساختار و ترکیبات مختلفی دارند (قلع یا سیلیسیم) و بعضی از مواقع تماس بین این نوک و سطح نمونه عمداً قبل از به دست آوردن منحنی نیرو انجام شده است. این منحنی‌ها بیانگر یک ویژگی مهم می‌باشند: منحنی بدست آمده توسط اتم‌های Si نیروی اندرکنش بیشتری دارد. همچنین یک مقایسه‌ی معنادار بین نیروهای کوتاه‌برد اندازه‌گیری شده نیازمند تحلیل داده‌ها می‌باشد تا متغیرهای به وجود آمده توسط نوک‌های مختلف کاهش پیدا کند. نتایج بدست آمده نشان می‌دهند که نسبت اندرکنش‌ها (نسبت بیشترین نیروی جذب کوتاه‌برد دو منحنی در اندازه‌گیری‌های نمونه‌های سیلیسیم و قلع) تقریباً ثابت مانده است. نسبت اندرکنش در این زمینه 0.77 می‌باشد. این قضیه در منحنی b_2 نشان داده شده است. این روش بر روی دیگر عناصر مانند سرب یا ایندیم نیز جواب داده است. داده‌ها نشان می‌دهند که این نسبت اندرکنش برای سرب و سیلیسیم 0.59 می‌باشد. (منحنی c_2 و d_2) میانگین نسبت اندرکنش برای ایندیم و سیلیسیم نیز 0.72 است.

برای تایید مشاهدات تجربی، محاسبات در مقیاس بزرگ اتمی با استفاده از مدل‌های نوک-سطح انجام شده است. در این محاسبات، نوک همگنی که دارای ساختار مختلف برای روبش اتم‌های Sn و Si بر روی مدل دارای لایه‌ی سطحی Sn/Si ، منحنی‌های نیروی کوتاه‌برد مختلفی را به وجود آورده است. (شکل e_2) اگر این نوک‌ها دارای ساختار یکسان اما با اتم متفاوتی در قسمت انتهایی باشد، نیروی کوتاه‌برد برای نوک قلع در برابر نوک سیلیسیم ضعیف‌تر بدست می‌آید. در تمامی این محاسبات، همانند آزمایش‌ها، اندرکنش نوک-سطح برای سطح Si قوی‌تر از Sn می‌باشد.

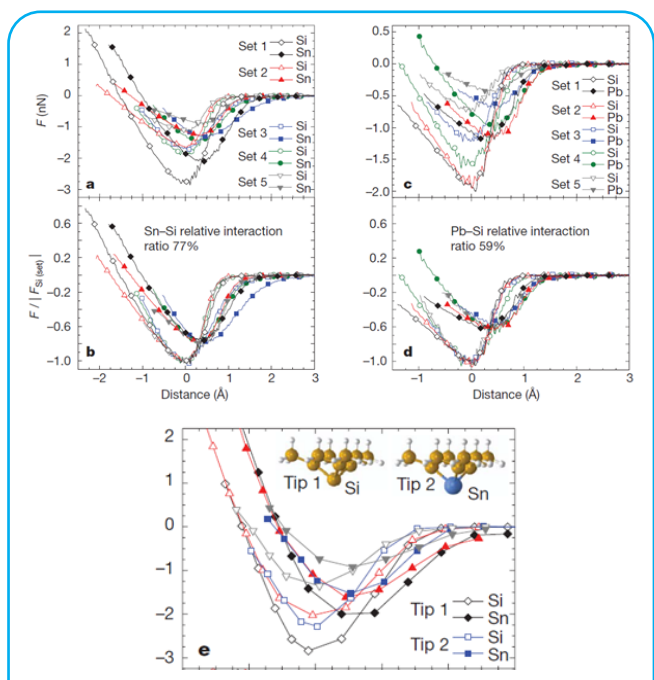
میکروسکوپ نیروی اتمی یکی از روش‌های میکروسکوپی روبشی به حساب می‌آید که در ابعاد نانو می‌تواند اطلاعات توپوگرافی (جلوه‌های سطح مواد) را در اختیار ما قرار دهد. در این مقاله به بررسی نحوه‌ی شناسایی اتم‌های سطحی با استفاده از داده‌های توپوگرافی و تحلیل داده‌های آن پرداخته می‌شود.

روش میکروسکوپی روبشی یکی از روش‌های قدرتمند برای تصویربرداری و اندازه‌گیری پارامترهای مختلف سطح ماده در ابعاد اتمی می‌باشد. در دماهای پایین، این روش توانایی ایجاد طیف تونلی الکترون^۱ را دارد که می‌توان با استفاده از این طیف، به شناسایی شیمیایی اتم‌ها پرداخت. اما در بسیاری از موارد و به خصوص در سیستم‌های عایق، بدست آوردن ترکیب شیمیایی دقیق سطح یا ساختارهای نانو یک چالش برای دانشمندان می‌باشد؛ قاعدتاً با استفاده از روش میکروسکوپی نیروی دینامیک^۲ می‌توان به این مشکل غلبه کرد، زیرا این روش می‌تواند از نمونه‌های عایق، نیمه‌رسانا و فلزی با توجه به شناسایی و اندازه‌گیری نیروهایی که از پیوند شیمیایی بین اتم‌های نوک اهرم و اتم‌های سطح به وجود می‌آیند، تصویربرداری کند. در این مقاله به بررسی دقیق نیروهای شیمیایی و اندازه‌گیری آن‌ها پرداخته می‌شود. این عمل به ما اجازه خواهد داد که این گونه اندازه‌گیری‌های شیمیایی را به عنوان یک پایه و اساس برای شناسایی اتم‌ها حتی در دمای اتاق استفاده کنیم. همچنین در این مقاله عملکرد این روش را با استفاده از تصویربرداری سطحی از یک سیستم آلایژی چالش‌برانگیز مورد بررسی قرار می‌گیرد. این آلایژ از اتم‌های عناصر سیلیسیم، قلع و سرب تشکیل شده است که خواص شیمیایی بسیار مشابه و همچنین چپش سطحی یکسانی دارند.

شناسایی شیمیایی تک‌اتم‌ها و مولکول‌ها از ابتدای اختراع میکروسکوپ نیروی اتمی به عنوان هدفی مهم دنبال شده است. در شکل زیر نحوه‌ی تشکیل پیوند شیمیایی بین اتم‌ها نشان داده شده است:

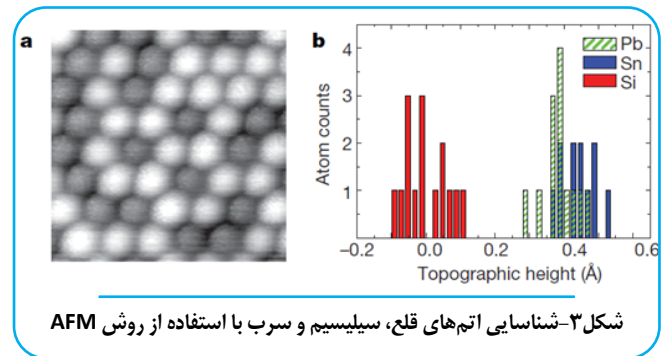


شکل ۱- به صورت شماتیک نحوه‌ی کارکرد این میکروسکوپ را نمایش می‌دهد. در قسمت b خط سبز رنگ بیانگر ایجاد پیوند شیمیایی بین دو اتم می‌باشد که نه تنها نیروهای کوتاه‌برد، بلکه دارای نیروهای دوربرد که از اندرکنش‌های واندروالسی ایجاد می‌شود، می‌باشد. منحنی c نشان دهنده‌ی نیروهای واندروالسی، اندرکنش‌های شیمیایی و همچنین مجموع نیروها است. تصاویر d و e نیز به ترتیب از نمونه‌های قلع و سرب گرفته شده است. ابعاد تصویر $4/3 \times 4/3$ نانومتر مربع می‌باشد.



شکل ۲- آزمایش‌ها و محاسبات نمونه‌های مختلف

طبق آزمایشات صورت گرفته و مدل‌های بدست آمده، می‌توان این طور نتیجه گرفت که اگرچه شکل منحنی‌های نیرو-جابجایی به اندرکنش الاستیک بستگی دارد اما اندازه‌ی حداکثر نیروی جذبی کوتاه‌برد تنها با استفاده از اندرکنش‌های شیمیایی کوتاه‌برد مشخص می‌شود. بنابراین با اندازه‌گیری نسبت نیروهای کوتاه‌برد حداکثری امکان شناسایی اتم‌ها در سیستم‌های چندعنصری وجود دارد. این ظرفیت از AFM در شکل ۳ نشان داده شده است، به طوری که در یک سیستم دارای سیلیسیم، قلع و سرب، تک‌تک اتم‌ها به طور مجزا شناسایی شده‌اند. با اندازه‌گیری نیروی جذبی کوتاه‌برد این آلیاژ، نیروها به سه دسته‌ی مجزا تقسیم می‌شوند که هر دسته مربوط به اتم مرتبط است.



منبع

[1] Y. Sugimoto, P. Pou, 2007, 'Chemical identification of individual surface atoms by atomic force microscopy', Nature, vol 446

