



# فرزایانه مواد



انجمن علمی دانشکده مهندسی مواد و متالورژی دانشگاه تهران

روش‌های آنالیز مواد نانو ساختار



ویراستاری علمی:

دکتر محمد اسدی

ویراستاری ادبی:

ساجده مقدس

صاحب امتیاز:

انجمن علمی دانشکده مهندسی مواد  
و متالورژی دانشگاه تهران

مدیر مسئول:

ابوالفضل انوری

سردیبر و صفحه آرا:

مسعود خلیلی

ترجمه تصاویر:

فاطمه دهنوی



۲ مقدمه روش‌های آنالیز نانومواد

⋮

۴ میکروسکوپ الکترونی روبشی و اجزای آن

⋮

۱۰ میکروسکوپ نیروی اتمی و مکانیسم تشکیل تصویر در آن

⋮

۱۴ میکروسکوپ الکترونی عبوری

⋮

۱۸ آماده‌سازی نمونه میکروسکوپ الکترونی عبوری

⋮

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

⋮

۲۶ کاربرد میکروسکوپ AFM در لیتوگرافی و صنعت الکترونیک

⋮

۳۱ شناسایی شیمیایی اتم‌های سطحی توسط میکروسکوپ نیروی اتمی

⋮



باید توجه شود که برای عملکرد بهتر دستگاه SEM باید در خلاً کار کند؛ بنابراین، سرانجام نمونه را در دستگاه قرار داده، سیستم خلاً 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 رساناً بودن یا نبودن نمونه توجه شود. در آماده‌سازی نمونه‌های رساناً، تتهاج و پولیش کافی است اما برای مواد نارساناً باید نمونه را با یک لایه نازک از گرافیت، طلا یا آلیاژ‌های طلا پوشش داد تا سطح نمونه رساناً شود.

از دیگر مزیت‌های SEM می‌توان به عدم نیاز به نمونه شفاف، بررسی تمام نمونه‌های رساناً و نارساناً، 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 خلاً بالا، سیاه و سفید بودن تصاویر ووضوح پایین (بیشتر از چندde نانومتر).

از کاربردهای میکروسکوپ الکترونی روبشی می‌توان به بررسی مقاطع شکست، بررسی‌های کریستالوگرافی نظیر بررسی فازهای رسوبی و دندربیت‌ها، بررسی قطعات نیمه‌رساناً، 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 ۱/۰ تا ۱ نانومتر و بزرگنمایی آن به ۱۵۰۰۰۰ برابر می‌رسد، به گونه‌ای که ذرهای با ابعاد چند آنگستروم را قبل مشاهده می‌سازد. TEM از ابزارهای ویژه در مشخص نمودن ساختار و مورفولوژی مواد محسوب می‌شود. علاوه براین از آن جهت مطالعه ساختار، تقارن، جهت‌گیری و نقائص بلوری می‌توان استفاده نمود. در این میکروسکوپ مانند SEM شامل تفنگ الکترونی، عدسی‌ها، محفظه نمونه، سیستم تصویر، صفحه نمایش و پمپ خلاً می‌باشد.

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

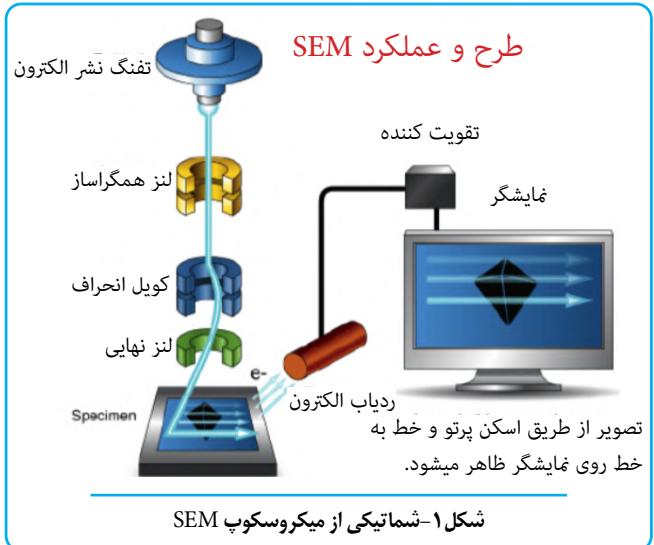
در گستره علم و پژوهش، میکروسکوپ‌های فراوانی به منظور مشاهده سطح مواد به کار می‌روند. از مهم‌ترین میکروسکوپ‌های جدید می‌توان به میکروسکوپ الکترونی روبشی<sup>۱</sup>، میکروسکوپ الکترونی عبوری<sup>۲</sup> و میکروسکوپ نیروی اتمی<sup>۳</sup> اشاره کرد. قبل از پرداختن به جزئیات این میکروسکوپ‌ها، لازم است تا 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 مکس نول<sup>۴</sup> 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 به وجود آورنده تصویر است. به همین علت بزرگنمایی و قدرت تفکیک آن نسبت به میکروسکوپ نوری به شدت افزایش یافته است؛ به طوری که این میکروسکوپ دلایی بزرگنمایی ۱۰۰۰۰۰ تا ۱۰۰۰۰ برابر با قدرت تفکیک در حد ۳ تا ۱۰ 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 الکترومغناطیسی کاهش می‌دهند. این پرتوهای الکترونی که با نمونه برخورد می‌کنند، دارای انرژی حدود ۱ تا ۵۰ 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 نارسانا را با استفاده از یک لایه نازک طلا یا گرافیت رسانا کرد.

### تفاوت‌های میکروسکوپ TEM و SEM

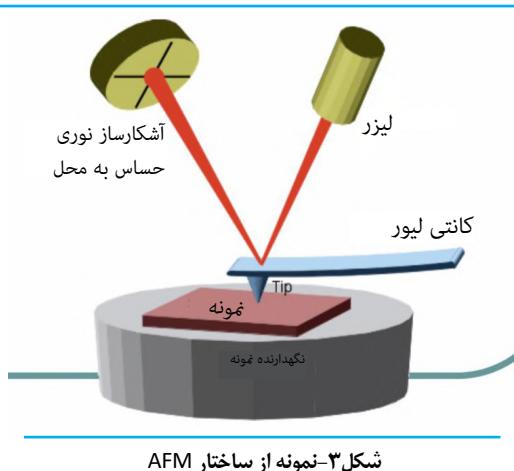
در SEM پرتو به سطح ماده می‌خورد و سطح نمونه را مورد آنالیز قرار می‌دهد، اما در TEM پرتو از نمونه عبور می‌کند و داخل نمونه را بررسی می‌کند. به همین دلیل شتاب الکترون‌ها در TEM از SEM بیشتر است و نمونه باید بسیار نازک‌تر باید باشد. پس در نتیجه آماده‌سازی نمونه در میکروسکوپ TEM سخت‌تر از SEM است.

دیگر تفاوت مهم این دو میکروسکوپ در قدرت تفکیک و بزرگ‌نمایی است، به طوری که در TEM بزرگ‌نمایی و قدرت تفکیک به ترتیب تا  $1/10$  نانومتر و  $50$  تا  $150,000$  برابر می‌تواند باشد. اما در SEM این مقادیر  $5/10$  نانومتر و  $10$  تا  $100,000$  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 گردبینیگ<sup>1</sup> و کوات<sup>2</sup> برای مطالعه خواص مکانیکی سطوح ساخته شد. در این میکروسکوپ‌ها یک سوزن به طول تقریبی ۲ میکرومتر و قطر کمتر از  $10$  نانومتر به یک تیرک که دارای طول و قطر  $100$  تا  $400$  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 سیلیکون یا سیلیسیم نیترید بوده و دارای مقاومت بالایی در برابر فرسایش می‌باشد.



شکل ۳- نمونه از ساختار AFM

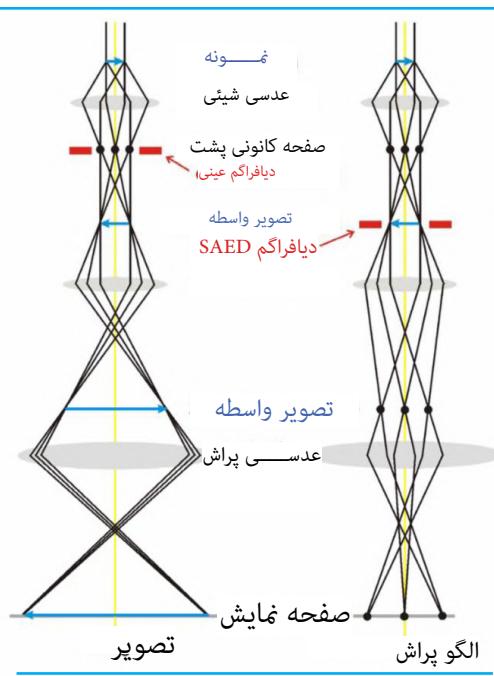
روش عملکرد میکروسکوپ‌های الکترونی عبوری به طور خلاصه به این شرح است: یک پرتوی الکترونی از سطح نمونه عبور داده می‌شود و پس از عبور از عدسی‌ها به صفحه نمایش فلئورسنت بخورد کرده و تشکیل تصویر می‌دهد. رنگ این تصاویر بستگی به میزان الکترون عبوری از نمونه دارد؛ نواحی روشن‌تر، الکترون‌های بیشتر و نواحی تاریک‌تر،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

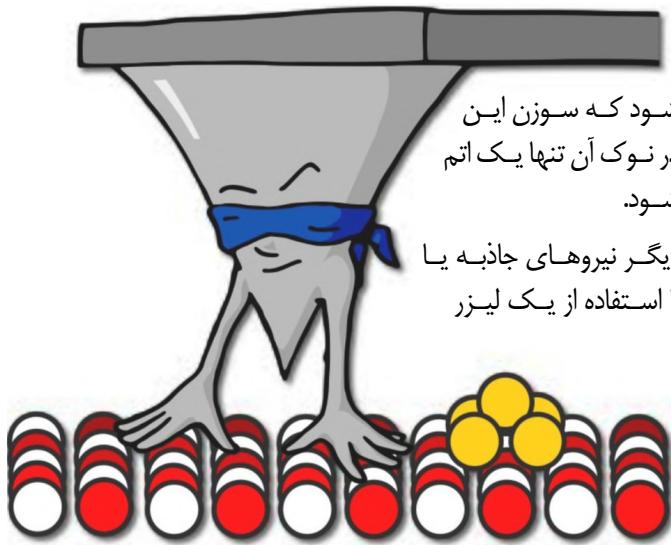
تصاویر زمینه تاریک بر عکس تصاویر زمینه روشن هستند. در این تصاویر زمینه به صورت تاریک و در نواحی وجود نمونه، تصویر به صورت روشن است. این تصاویر در مشخص کردن نقصانات بلوری و کنتراس است پراش کاربرد دارند اما دارای حد تفکیک پایینی هستند.



شکل ۲- شماتیکی از میکروسکوپ‌های الکترونی عبوری

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

از محدودیت‌های این میکروسکوپ می‌توان به فرآیند سخت و زمان برآن، قدرت تفکیک پایین (حدود  $1/20$  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 رویش می‌شود.

در این حالت اتم‌های سوزن و اتم‌های سطح ماده به یکدیگر نیروهای جاذبه یا دافعه وارد می‌کنند که باعث ایجاد اینجا در 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 رویش 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 وان دروالسی، 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:

| معایب  | مزایا   | حالات عملیاتی |
|--|---|---------------|
| <span style="color: red;">×</span> نیروهای جانبی اثر منفی بر تصویر می‌گذارند<br><span style="color: red;">×</span> صدمه زدن به نمونه و کاهش قدرت تفکیک | <span style="color: green;">✓</span> سرعت رویش بالا<br><span style="color: green;">✓</span> نمونه‌های سفت به راحتی رویش می‌شوند   | تماسی         |
| <span style="color: red;">×</span> سرعت رویش پایین‌تر  | <span style="color: green;">✓</span> حذف نیروهای جانبی<br><span style="color: green;">✓</span> قدرت تفکیک بالاتر<br><span style="color: green;">✓</span> صدمه کمتر به نمونه | ضربه‌ای       |
| <span style="color: red;">×</span> سرعت رویش پایین‌تر  | <span style="color: green;">✓</span> مناسب نمونه‌های نرم<br><span style="color: green;">✓</span> در خلا بسیار بالا قدرت تفکیک اتمی می‌دهند                                  | غیرتماسی      |

جدول ۱- مقایسه حالت‌های AFM

همچنین از AFM می‌توان برای نمونه‌های رسانا، عایق و نیمه‌رسانا استفاده کرد، پس درنتیجه 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 خلا 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، فضانوردی، انرژی، نانوفناوری، علم مواد، داروسازی، دیسک‌های حافظه و ... استفاده می‌کنند.

محدودیت‌های این روش نیز بازه بزرگ‌نمایی محدود و امكان 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 Diffractometry 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.





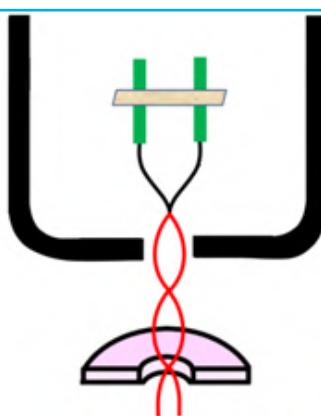
## SAXATAR میکروسکوپ الکترونی روبشی

با شرح ساختار میکروسکوپ الکترونی روبشی، مکانیسم تشکیل تصویر نیز روش 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 به وجود آورنده تصویر، یک باریکه از الکترون است؛ بنابراین، در ابتدا به یک منبع تولید الکtronون یعنی تفگ الکترونی<sup>۷</sup> نیاز است. پس از تولید الکترون، آن‌ها را به سمت نمونه مورد مطالعه ستاپ می‌دهند تا برخورد صورت گیرد. بنابراین، یک سیستم برای شتابدهی الکترون‌ها، و سیستمی دیگر برای تشکیل وجهت‌دهی 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.

### تفگ الکترونی

نقش تفگ الکترونی، تولید الکترون به صورت پیوسته و پایدار و همچنین تشکیل باریکه الکترونی است. انواع مختلفی از تفگ‌های الکترونی وجود دارد که معمول ترین آن‌ها تفگ‌های الکترونی گرمایونی یا ترمومیونی<sup>۸</sup> است که به آن‌ها سه قطبی نیز گفته می‌شود؛ چرا که دارای سه بخش اصلی (قطب) است. (شکل (۲))

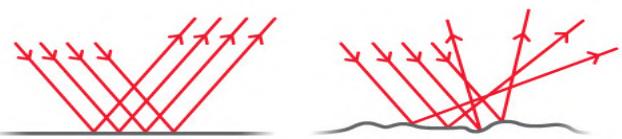


شکل ۲- تفگ الکترونی ترمومیونی [۴]

بخش اول، رشتۀ‌ای<sup>۹</sup> از جنس تنگستن و یا استوانه کوچکی از جنس لانتانیوم هگزابوراید<sup>۱۰</sup> است که در اثر عبور جریان الکتریکی از آن، گرم شده و الکترون ساطع می‌کند. فیلامن و یا نوک استوانه به صورت ۷ شکل ساخته می‌شود. (شکل (۳)) این بخش از تفگ الکترونی مصرفی بوده و پس از مدتی (در حدود ۱۰۰ ساعت کاری) تعویض می‌گردد. [۱، ۳]

میکروسکوپ الکترونی روبشی<sup>۱</sup>، 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<sup>۲</sup> از نور مرئی (موج الکترومغناطیس در ناحیه مرئی) به عنوان عامل به وجود آورنده تصویر استفاده می‌شود. به این ترتیب که نور مرئی<sup>۳</sup> پس از عبور از یک یا چند عدسی، متوجه 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 رویت 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<sup>۴</sup> به عنوان عامل به وجود آورنده تصویر استفاده می‌شود که در اثر آن بزرگنمایی<sup>۵</sup> و قدرت تفکیک<sup>۶</sup> 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

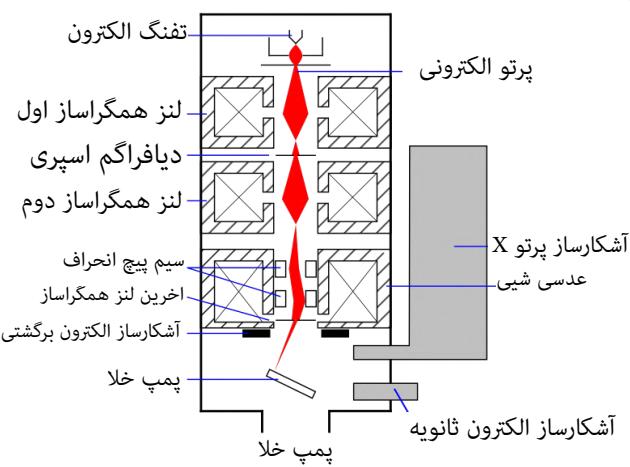
5 magnification

6 resolution

### ستون الکترونی<sup>۳</sup>

پس از آن که باریکه الکترونی تولید و جهتدهی شد، باید قطر باریکه الکترونی کاهش یابد تا تعداد الکترون‌های تعامل کننده با ماده در واحد سطح، افزایش یابد. برای این کار از دو عدسی الکترومغناطیسی<sup>۴</sup> 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<sup>۵</sup> (در حدود ۱۰ نانومتر) می‌رسانند.

در مرحله بعد، باریکه الکترونی از یک عدسی متمنکر کننده<sup>۶</sup> و یک روزنه یا دهانه با قطر متغیر عبور می‌کند و به نمونه می‌رسد. وظیفه عدسی متمنکر کننده، 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<sup>۷</sup> کند که با تعییه کوبیل‌های روبشی<sup>۸</sup> 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)) [۱، ۳]



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



شکل ۳- تصویر شماتیک و واقعی لانتانیوم هگزابوراید (راست) و تنگستن (چپ) به کار رفته در تفنگ الکترونی [۵]

از آن جا که الکترون‌های تولید شده در فیلامان، در همه جهت‌ها منتشر می‌شوند، از یک کلاهک منفذار<sup>۹</sup> 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 آندرا بازی خواهد 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. [۱، ۳]

### سیستم خلا<sup>۱۰</sup>

علی‌رغم شتاب زیاد، از آن جا که الکترون‌ها جرم ناجیزی دارند، در صورت برخورد به ملکول‌های هوا، کند و منحرف می‌شوند. در نتیجه، تعداد برخوردهای مفید الکترون‌ها و تعاملات آن‌ها با ماده مطالعه کم شده و کیفیت تصویر به شدت افت می‌کند همچنین اگر دمای رشته تنگستنی، در معرض هوا 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 خلا<sup>۱۱</sup> در دستگاه‌های مختلف متفاوت بوده و گاهی تا تور<sup>۱۲</sup> کاهش می‌یابد. این خلا، توسط انواع پمپ‌ها ایجاد می‌شود که هزینه‌بر اما ضروری است. [۱، ۳]

<sup>1</sup> wehnelt cylinder, grid cap  
<sup>2</sup> 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 تعییه 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<sup>۱</sup> بر روی نمونه انجام می‌گیرد. همان‌طور که ذکر شد، تشکیل تصویر در میکروسکوپ الکترونی روشی 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. [۳، ۱]

### ویژگی و کاربردهای میکروسکوپ الکترونی روشی

- ✓ تصویر گرفتن از سطوح در بزرگنمایی ۱۰ تا ۱۰۰۰ 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 دندربیت‌ها
- ✓ بررسی قطعات نیمه‌هادی برای آنالیز شکست، کنترل عملکرد و تأیید طراحی نمونه‌ها و...

امروزه میکروسکوپ الکترونی روشی، 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<sup>۲</sup> 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 خلاً فعال شده و پس از رسیدن به فشار مورد نظر، تصویربرداری آغاز می‌شود. آن جا که سیستم باید دائمًا تحت خلاً باقی بماند، امکان تعویض و تغییر وضعیت نمونه حین تصویربرداری وجود ندارد. به همین دلیل عumo لا 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<sup>۳</sup>

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<sup>۴</sup> می‌نامند. در شکل ۵ برخی از سیگنال‌های بازگشتی از ماده در اثر برخورد الکترون و محدوده اثر آن‌ها<sup>۵</sup> در درون ماده آورده شده است. [۳، ۱]

اگر چه دریافت و تحلیل دیگر سیگنال‌ها نیز به طور موفقیت‌آمیزی در برخی میکروسکوپ‌های الکترونی روشی و دیگر دستگاه‌ها مورد استفاده قرار گرفته است، اما دو سیگنال اصلی که در همه میکروسکوپ‌های الکترونی روشی مورد بهره‌برداری قرار دارد، الکترون‌های ثانویه<sup>۶</sup> (SE) و الکترون‌های بازگشتی<sup>۷</sup> (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

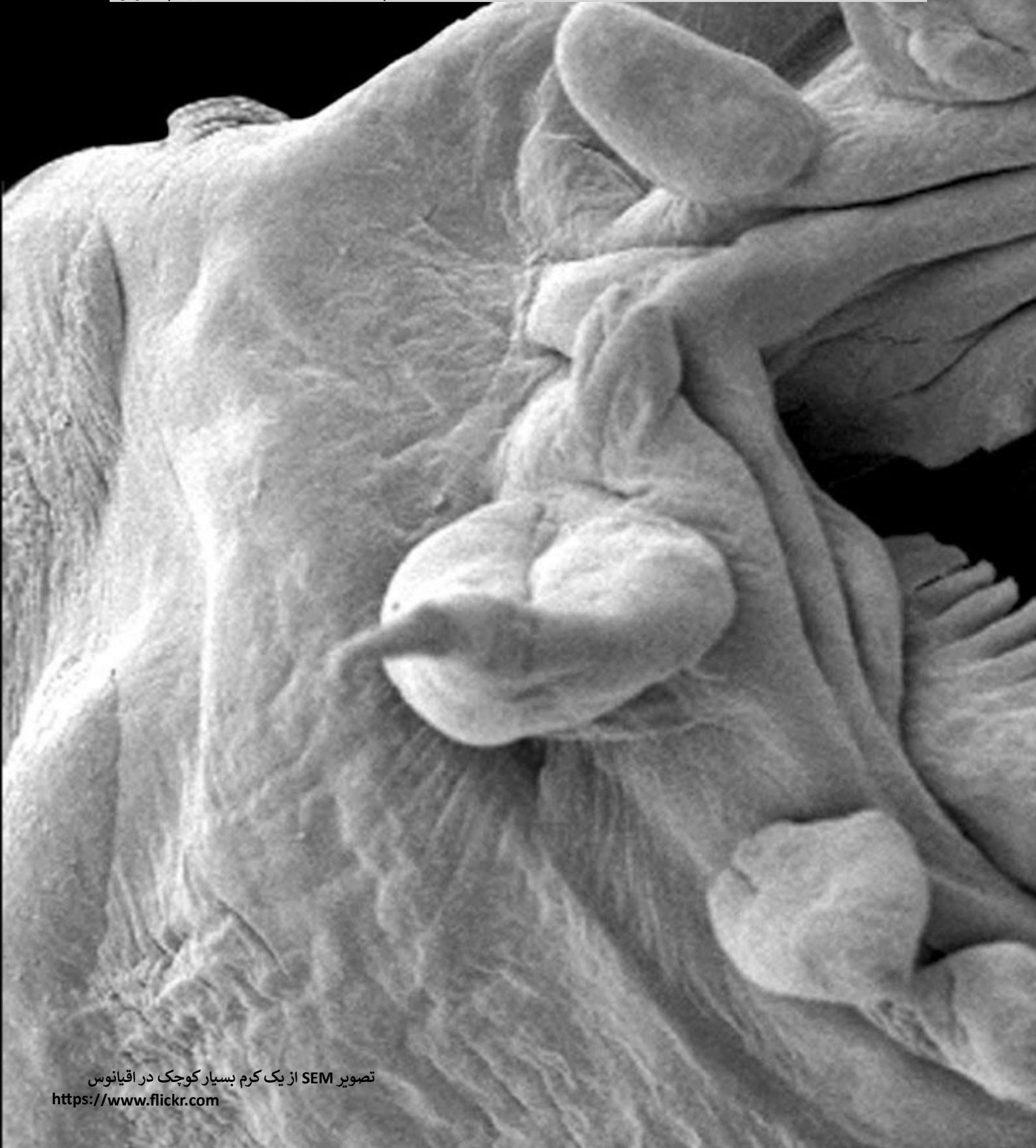
5 interaction volume

6 Secondary Electrons (SE)

7 Backscattered Electrons (BSE)

## منابع و مراجع:

- [۱] مریم کرباسی، "میکروسکوپ الکترونی روشنی و کاربردهای آن در علوم مختلف و فناوری نانو"، جهاد دانشگاهی (دانشگاه صنعتی اصفهان)، ۱۳۹۳
- [۲]<https://www.quora.com/Why-does-light-reflect-only-from-a-shiny-surface>
- [۳] Peter J. Goodhew, John Humphreys, Richard Beanland, "Electron Microscopy and Analysis", Third Edition, CRC Press, 2000.
- [۴] <https://myscope.training/legacy/sem/practice/principles/gun.php>
- [۵] [http://www.snaggledworks.com/em\\_for\\_dummies/gun.html](http://www.snaggledworks.com/em_for_dummies/gun.html)
- [۶] <https://www.hzdr.de/db/Cms?pNid=67>

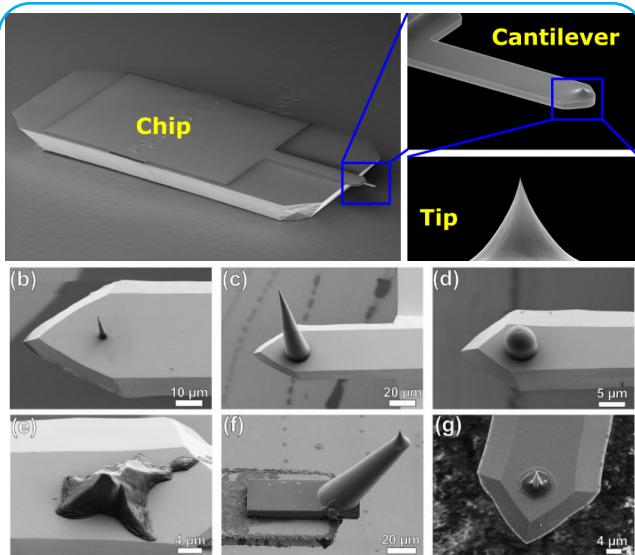


تصویر SEM از یک کرم بسیار کوچک در اقیانوس  
<https://www.flickr.com>

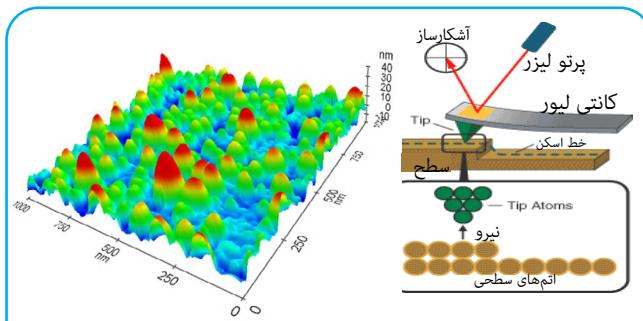


# میکروسکوپ نیروی اتمی و مکانیسم تشکیل تصویر در آن

ابوالفضل انوری / کارشناسی مهندسی مواد دانشگاه تهران



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



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

## نیروهای بین‌اتمی

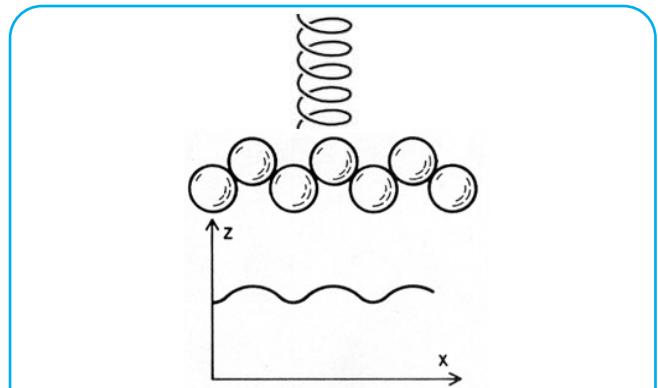
نیروهایی که بین اتم‌های سوزن و اتم‌های سطح نمونه وجود دارد و منجر به انحنای کانتی لیور می‌گردد به دو دسته کلی نیروهای جاذبه<sup>۱</sup> و نیروهای دافعه<sup>۲</sup> تقسیم‌بندی می‌شوند. نیروهای جاذبه به نوبه خود عبارتند از: نیروهای وان در والسی<sup>۳</sup>، نیروهای الکترواستاتیک<sup>۴</sup>، نیروهای مویینگی<sup>۵</sup> و نیروهای مغناطیسی<sup>۶</sup>. [۸، ۲، ۱]

منحنی شکل (۴) شبیه به منحنی پتانسیل بر حسب فاصله اتم<sup>۷</sup> بوده و نیروی وارد 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 کانتی لیور 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 (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 فنر، 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 روش آن رسم کرد. (شکل (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<sup>۸</sup> تیز (طول و قطر سوزن در حدود ۲ میکرومتر و کمتر از ۱۰ نانومتر) حس می‌شود. این سوزن بر روی پایه‌ای به نام کانتی لیور<sup>۹</sup> به طول حدودی ۱۰۰ تا ۴۰۰ میکرومتر قرار دارد. تصاویری از نحوه قرارگیری سوزن بر روی کانتی لیور 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 کانتی لیور می‌گردد. میزان انحنای کانتی لیور و نیروی وارد بر آن که در واقع به عنوان یک فنر ایفای نقش می‌کند، با دقیقت بسیار بالایی ثبت می‌شود. با روش پروب<sup>۱۰</sup> (مجموعه کانتی لیور و سوزن) به صورت خطی بر روی سطح نمونه، با انحنای مداوم کانتی لیور، مجموعه فرورفتگی‌ها و برآمدگی‌های سطحی در همان خط، ثبت می‌گردد. با روش خط به خط<sup>۱۱</sup> تمام سطح نمونه، تصویر سه‌بعدی از سطح یا توپوگرافی سطح به دست می‌آید. (شکل (۳))

1 Atomic Force Microscope (AFM)

2 tip

3 cantilever

4 probe

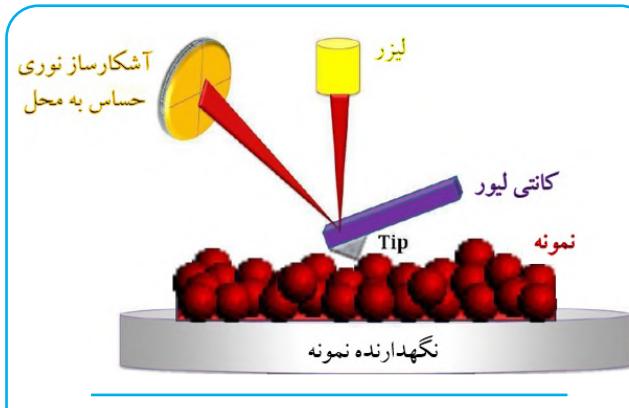
5 line scan

6 topography

اگر خواص مغناطیسی نمونه نیز مورد مطالعه باشد، سوزن کانتی‌لیور 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<sup>۴</sup> یه به اختصار MFM می‌نامند. [۲، ۱]

### کارکرد دستگاه

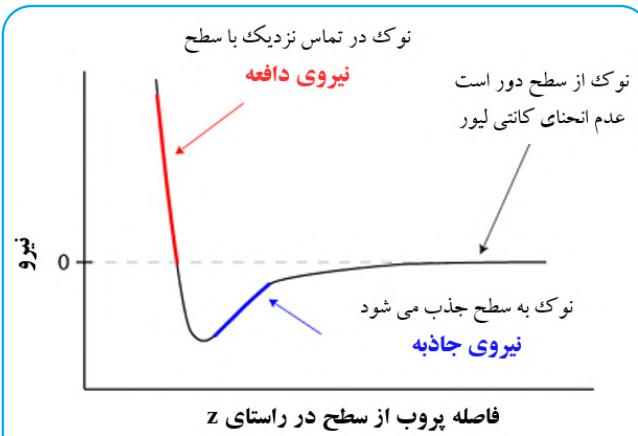
شماتیکی از دستگاه میکروسکوپ نیروی اتمی در شکل (۶) آورده شده است. همانطور که در شکل دیده می‌شود، نمونه بر روی یک جایگاه<sup>۵</sup> قرار دارد. سوزن کانتی‌لیور در نزدیکی سطح نمونه تنظیم شده و روبش آغاز می‌گردد. در اکثر میکروسکوپ‌ها، موقعیت کانتی‌لیور توسط روش‌های نوری<sup>۶</sup> تعیین می‌شود. یک لیزر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



شکل ۶-شماتیکی از دستگاه میکروسکوپ نیروی اتمی

دستگاه، اطلاعات توبوگرافی را در دو نوع ارتفاع ثابت<sup>۹</sup> یا نیروثابت<sup>۱۰</sup> ارائه می‌کند. در حالت ارتفاع ثابت، فاصله سوزن کانتی‌لیور و سطح ماده مقدار ثابتی است؛ بنابراین در فرورفتگی‌های سطحی، کانتی‌لیور در جهت نمونه و در برآمدگی‌ها در خلاف جهت نمونه، انحنا می‌یابد. در این حالت، توبوگرافی سطحی مستقیماً از میزان انحراف کانتی‌لیور حاصل می‌شود. این حالت برای سطوحی که در مقیاس اتمی مسطح هستند، به کار می‌رود. می‌توان گفت که اگر میزان انحنای کانتی‌لیور 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 کانتی‌لیور ثابت باقی نگه داشته می‌شود. [۸، ۲، ۱]

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

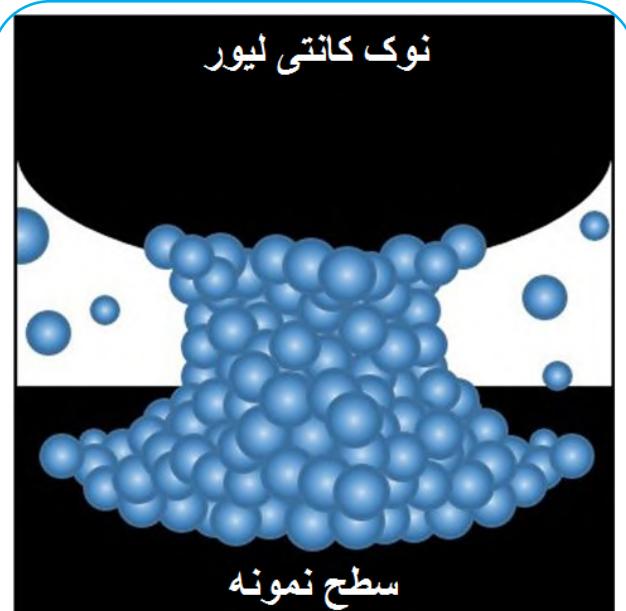


شکل ۴-وابستگی نیرو به فاصله سوزن و سطح نمونه

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<sup>۱</sup> 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<sup>۲</sup> می‌شود. در این حالت با تشکیل یک هلال آب<sup>۳</sup> بین سوزن کانتی‌لیور و سطح نمونه، نیروی جاذبه موبینگی (در حدود ۱۰-۸ نیوتون) به وجود می‌آید. (شکل (۵))



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

4 Magnetic Force Microscopy (MFM)

5 sample holder

6 optical

7 Position Sensitive Photo Detector (PSPD)

8 piezoresistive

9 constant height

10 constant force

1 charged tip

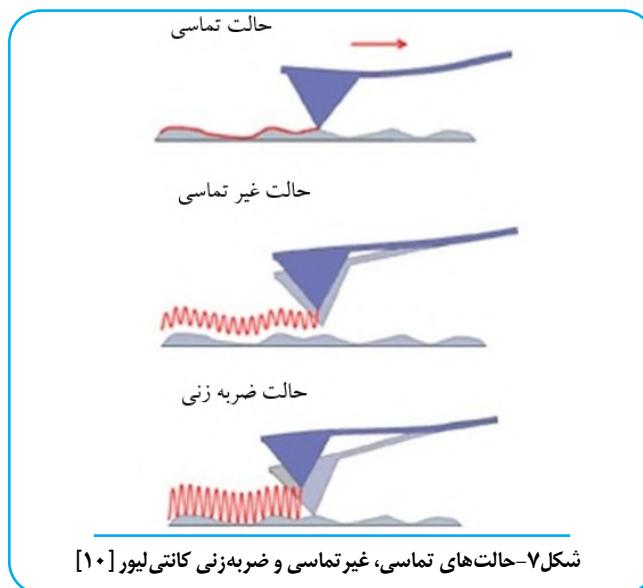
2 wet

3 meniscus

همانطور که ذکر شد، مکانیسم تشکیل تصویر در میکروسکوپ نیروی اتمی، اندازه‌گیری نیروهای برهمنکش 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<sup>۱</sup> و حالت غیرتماسی<sup>۲</sup>. (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 قمز 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 بعضی سامانه‌های زیستی مناسب نیست. حالت تماسی معمولاً در نیروی ثابت آجرا شده و در صورت وجود آب (یا هر مایعی) بر روی سطح، توپوگرافی واقعی سطحی را آشکار می‌سازد. [۱، ۲]



شکل ۷- حالت‌های تماسی، غیرتماسی و ضربه‌زنی کانتیلیور [۱۰]

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 فر 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 الودگی (مانند ویفرهای سیلیکونی) مورد استفاده قرار می‌گیرد اما قدرت تفکیک کمتری نسبت به حالت تماسی دارد. [۸، ۹، ۱۰]

حالت ضربه‌زنی یا تماسی متناظر 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 پایین ترین 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 موروفولوژی و توپوگرافی، آنالیز ترکهای خستگی و دینامیکی و... استفاده می‌شود.

<sup>1</sup> contact mode

<sup>2</sup> non-contact mode

<sup>3</sup> constant force

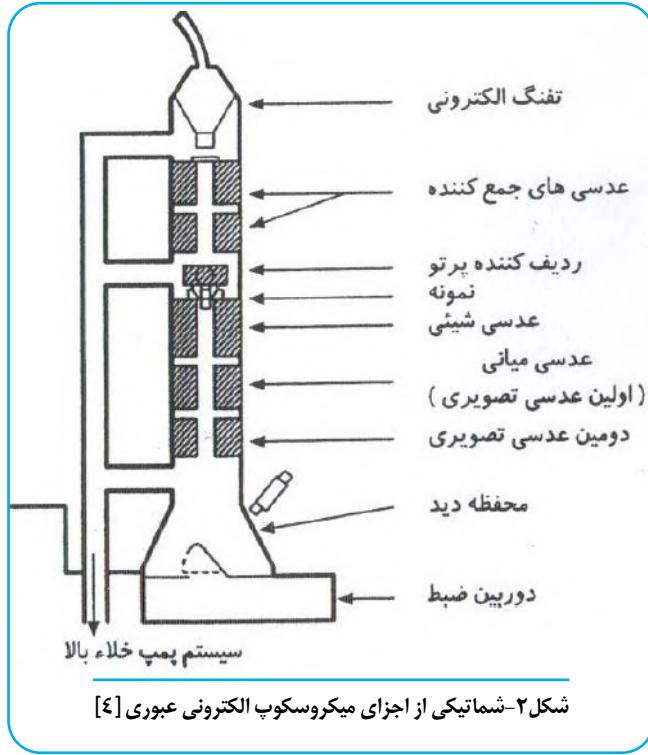
- [1] V. Bellitto, "Atomic Force Microscopy - Imaging, Meas., Manip. Surfs. at the Atomic Scale", Intech, 2012
- [2] Greg Haugstad, "Atomic Force Microscopy: Understanding Basic Modes and Advanced Applications", 2012
- [3] Peter Eaton, Paul West, "Atomic Force Microscopy", Oxford University Press, USA, 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.jspx?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.





## اجزای میکروسکوپ الکترونی عبوری و عملکرد آنها

اگرچه 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 خلاصه است. (شکل (۲)) [۳، ۱]



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

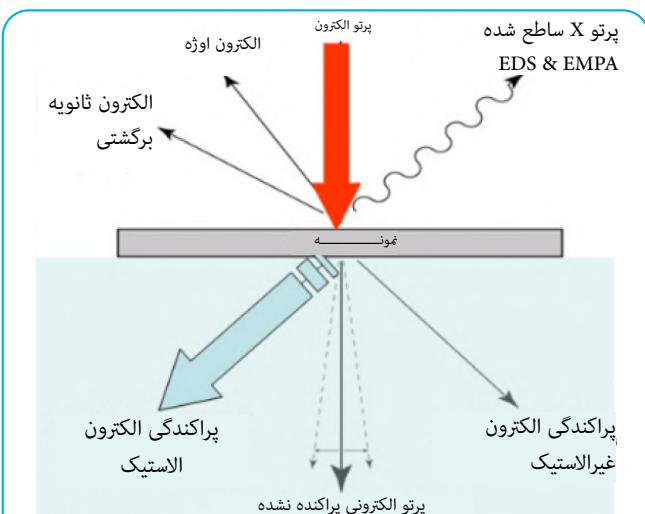
در ادامه، به تشریح کلی این اجزا پرداخته شده است.

تفنگ الکترونی<sup>۹</sup> 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 فوق العاده آن، به همین رفتار شگفت‌انگیز الکtron وابسته است.

تفنگ‌های الکترونی معمول شامل تفنگ‌های گرمایونی<sup>۱۰</sup> و تفنگ‌های گسیل میدانی<sup>۱۱</sup> هستند. در تفنگ‌های گرمایونی، یک المان داغ از جنس تنگستن یا LaB<sub>6</sub> تولید الکترون می‌کند. در تفنگ‌های گسیل میدان نیز، با اعمال یک میدان بزرگ در سطح فلز، الکترون تولید می‌گردد. تفنگ‌های گسیل میدان تصاویر باکیفیت‌تری به دست می‌دهند اما نسبت به تفنگ‌های گرمایونی گران‌تر هستند. الکترون‌های تولید شده در تفنگ، تحت یک میدان الکتریکی فوق العاده 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 ۶۰۰۰ تا ۳۰۰۰ کیلوولت) است) انجام می‌شود.

میکروسکوپ الکترونی عبوری<sup>۱</sup> یکی از قدرتمندترین ابزارهای موجود در دنیا برای مطالعه مواد و ساختار آن‌ها در مقیاس نانو و حتی کوچکتر از آن است. قدرت تفکیک<sup>۲</sup> این میکروسکوپ به کوچکی ۱/۰ تا ۱ نانومتر و بزرگنمایی<sup>۳</sup> آن به ۱۵۰۰۰۰ برابر می‌رسد، به گونه‌ای که ذرهای با ابعاد چند آنگستروم (۱۰=۱۰ 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 روزنہ‌ی 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 ماده مورد نظر، اطلاعات فوق العاده‌ای 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<sup>۴</sup>، الکترون‌های بازگشته<sup>۵</sup>، الکترون‌های ثانویه<sup>۶</sup>، پراکندگی الاستیک<sup>۷</sup> الکترون، پراکندگی غیرالاستیک<sup>۸</sup> الکترون و ... از جمله این پدیده‌ها 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

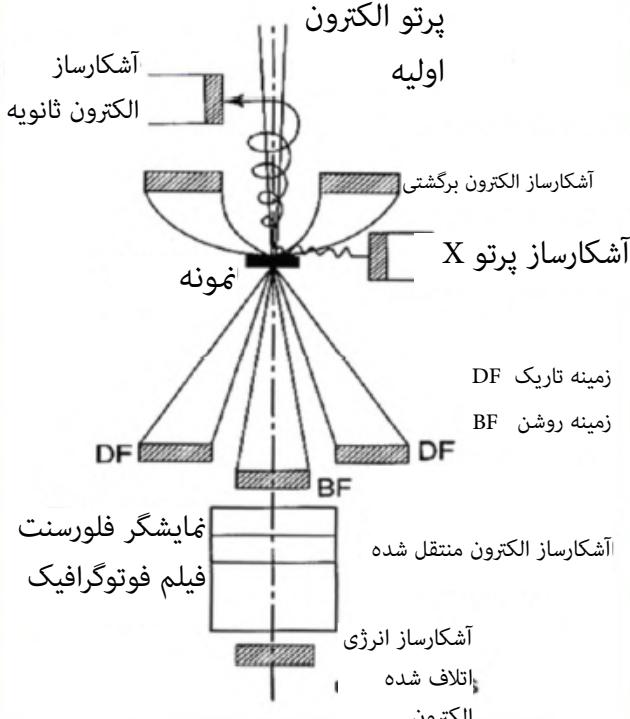
6 secondary electrons

7 elastic scattering

8 inelastic scattering

نمونه‌سازی صحیح که قبل از تصویربرداری انجام می‌شود، یکی از مهم‌ترین مراحل در به دست آوردن اطلاعات از ماده است. به دلیل خلاً 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 FIB<sup>۱</sup> و استفاده از دستگاه میکروتوم<sup>۲</sup> 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 بالاتری 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 عبور کننده از ماده است. [۵، ۳، ۱]

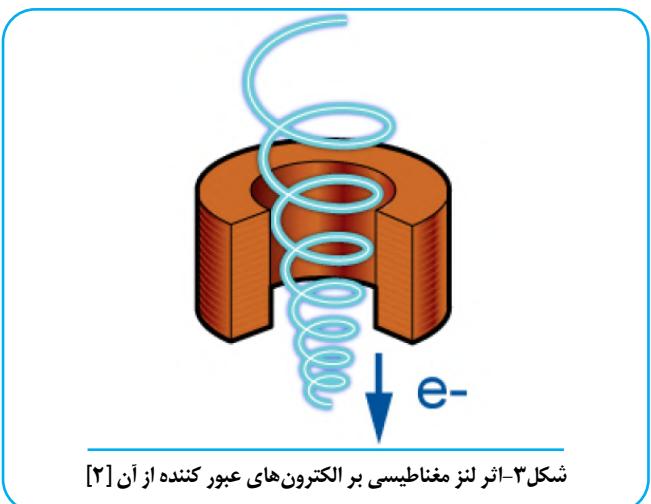


شکل ۵- سیگنال‌هایی به وجود آمده در اثر برخورد باریکه الکترونی با نمونه و آشکارسازهای مربوطه [۶]

الکترون‌های عبور کرده از نمونه در ادامه ستون الکترونی به چند عدسی وارد می‌شوند. اولین عدسی، یک عدسی شیئی<sup>۳</sup> است که وظیفه تشکیل تصویر یا الگوی پراش را به عهده دارد. در ادامه، عدسی‌های میانی<sup>۴</sup> و عدسی‌های تصویری<sup>۵</sup> 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.

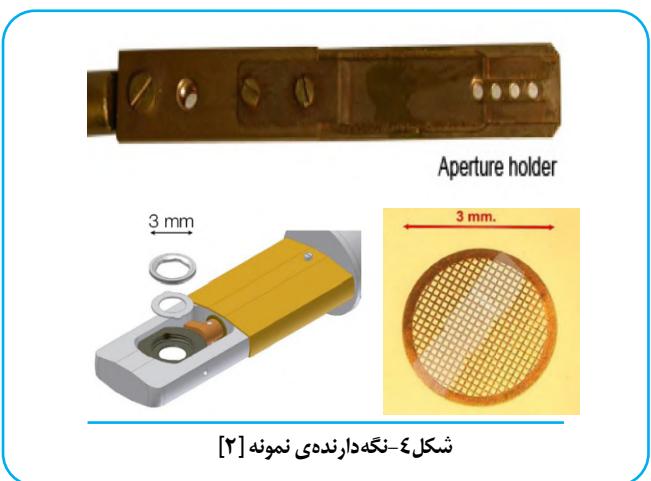
در نتیجه، خلاًسازی محفظه تجهیز ضروری است. میزان این خلاً به ۱۰-۴ mbar نیز می‌رسد. اعمال ولتاژ و خلاً بالا از دلایل اصلی قیمت بالای میکروسکوپ الکترونی عبوری به شمار می‌رود. ایجاد خلاً موجب حفظ نمونه از اکسید شدن در محیط اتمسفر و سلامت تجهیزات حساس میکروسکوپ نیز می‌گردد [۳، ۱].

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 متتمرکز و پرقدرت‌تر می‌گردد، (شکل ۳). عدسی جمع/متتمرکز کننده<sup>۶</sup> نام دیگر این عدسی‌های الکترومغناطیس است که در فاصله تفنگ الکترونی و نمونه قرار دارند. [۳، ۱]



شکل ۳- اثر لنز مغناطیسی بر الکترون‌های عبور کننده از آن [۲]

باریکه الکترونی پس از عبور از عدسی‌های متتمرکز کننده از یک دریچه<sup>۷</sup> عبور کرده و به نمونه می‌رسد. ضخامت نمونه که در یک نگهدارنده<sup>۸</sup> 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 روزنده‌ای در ستون الکترونی به میکروسکوپ وارد شده و نمونه را به محل مناسب پرتو دهی می‌رساند. [۵، ۳]



شکل ۴- نگهدارنده نمونه [۲]

4 focused ion beam

5 microtome

6 objective lens

7 intermediate lens

8 projector lens

1 condenser lens

2 aperture

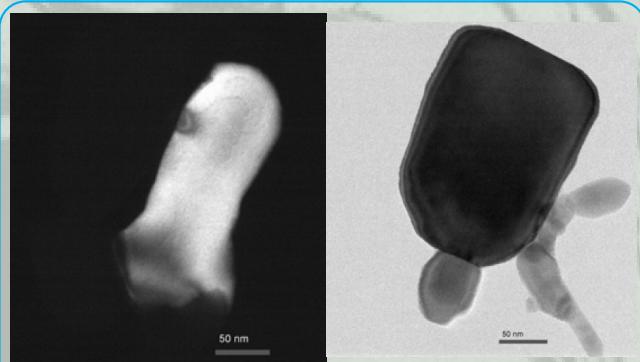
3 specimen chamber/holder

در انتهای ستون، یک صفحه نمایش فلورسنت<sup>۱</sup> قرار دارد که وظیفه آشکارسازی تصویر را بر عهده دارد. بر اساس اینکه چه ترتیبی از عدسی‌ها (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<sup>۲</sup> نقش می‌بندد. اپراتور دستگاه میتواند این تصویر را به طور مستقیم نظاره کند و یا آنکه توسط دوربین هایی (CCD)، تصویر به صفحه نمایشگر رایانه منتقل می‌شود.<sup>[۵، ۳]</sup>

## خروجی میکروسکوپ الکترونی عبوری و کاربردهای آن

میکروسکوپ الکترونی عبوری قادر به آشکارسازی مورفولوژی<sup>۳</sup>، ساخت تصویر سه بعدی، آنالیز ترکیب شیمیابی، اندازه‌گیری برخی خواص فیزیکی و مکانیکی، آشکارسازی ساختار کربستالی و... است. به جز مواردی که نمونه در مرحله آماده سازی رنگ می‌شود، میکروسکوپ الکترونی عبوری نمی‌تواند تصاویر رنگی تهیه کند. همچنین امکان تصویربرداری از نمونه‌های ضخیم و نمونه‌های گاز و مایع وجود ندارد.

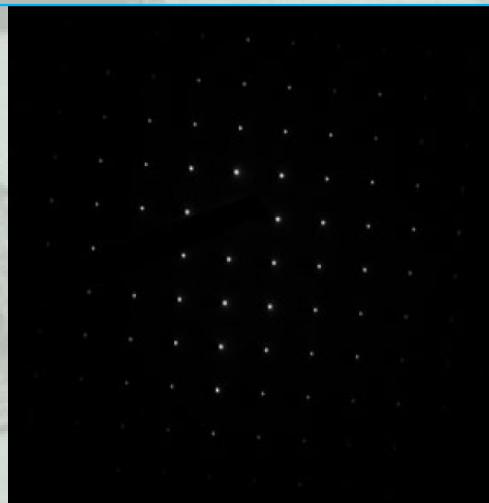
دو نوع تصویر رایج در میکروسکوپ الکترونی عبوری، تصویر زمینه روشن<sup>۴</sup> و تصویر زمینه تاریک<sup>۵</sup> است. الکترون‌هایی که از نمونه عبور می‌کنند، پس از عبور از عدسی‌ها، به صفحه نمایش فلورسنت برخورد کرده و تصویر را تشکیل می‌دهند. این تصویر سایه مانند (تاریک و روشن)، به معنای میزان عبور الکترون از ماده است. به این ترتیب که



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

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 مایقی پرتوهای عبوری از ماده، تصویر تشکیل شود، زمینه تصویر تاریک خواهد بود (پراکندگی غیرالاستیک الکترون‌ها)، (شکل ۶). تعیین پرتو تشکیل‌دهنده تصویر توسط روزنله شیئی انجام می‌شود که اجازه عبور دسته‌های خاص از پرتوها را می‌دهد.<sup>[۵، ۳، ۱]</sup>

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  $Nd_{13}CaO_7$  آورده شده است. تکنیک‌های دیگری از جمله HRTEM<sup>۶</sup> بر پایه میکروسکوپ الکترونی عبوری گسترش پیدا کرده‌اند که در جایگاه خود مهم و کاربردی هستند.



شکل ۷- الگوی پراش  $Nd_{13}CaO_7$  [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، "بازار 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/>





# آماده‌سازی نمونه میکروسکوپ الکترونی عموری

امید رضایی / کارشناسی مهندسی مواد دانشگاه تهران

## پولیش مکانیکی

در این روش نازک کردن نمونه با استفاده از سمباده‌هایی با درجه‌بندی‌های مختلف انجام می‌شود. کاغذهای سمباده بر روی یک سطح تخت و چرخ دوران قرار گرفته‌اند. از آب به عنوان یک روان‌ساز استفاده می‌شود 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 می‌دارند تا صاف شود.

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

در پولیش اولیه که با سمباده ضخیم است، یک لایه سطحی برداشته می‌شود. در این مرحله خراش‌هایی روی نمونه ایجاد می‌شود. در پولیش با سمباده نرم این خراش‌های ایجاد شده از مرحله قبلی از بین می‌رود. باید به این نکته توجه کرد که جهت پولیش به طور مداوم باید تغییر کند تا خراش‌ها از بین بروند. در غیر این صورت علاوه بر حذف نشدن خراش‌ها، خراش‌های بیشتری ایجاد می‌شود. در پولیش با سمباده نرم از پودر الماسه استفاده می‌کنند؛ دلیل استفاده از این ماده، خاصیت برشی شدید پودر الماسه است که در جدا کردن لایه‌های عمیق بسیار موثر است.

همان‌طور که قبلاً بیان شد، الکتروپولیش به کمک جریان برق سطح را صاف کرده و نمونه را نازک‌تر می‌کند. در نتیجه نسبت به پولیش مکانیکی قابلیت تمیز کاری سطح، مقاومت به خوردگی بالاتر و سطح مطلوب‌تری دارد. [۲]

## سایش یونی و اتمی

در این روش از فرآیند کندوپاش استفاده می‌شود. این روش دارای دو تفنگ الکترونی است که در آن اتم‌های پرانرژی خشی به سطح نمونه برخورد کرده و اتم‌های سطح نمونه را بیرون می‌اندازد و باعث نازک شدن نمونه می‌شود. در روش سایش اتمی و یونی از دو نوع تفنگ استفاده می‌کنند. در برخی از این تفنگ‌ها به طور معمول از گاز آرگون و در تفنگ‌های یونی انتشار میدان، از گالیم مایع استفاده می‌کنند. هر دو نوع این تفنگ‌ها بر مبنای میدان الکتریکی بالا برای تولید پلاسمما در فشار گاز کم توسط جدا کردن یک یا چند الکترون از سطح اتم‌ها کار می‌کنند.

مهم‌ترین عوامل برای کنترل میزان نازک شدن نمونه جریان پرتو، ماهیت اتم‌های سطح نمونه و یون‌های برخوردی به سطح، انرژی و زاویه برخورد آن هاست.

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 می‌شود. پس در نتیجه این روش برای نمونه‌های حساس به گرما مناسب نیست. برای کاهش گرمای تولید شده توسط نمونه، در بعضی از دستگاه‌های سایش یونی از نیتروژن مایع استفاده می‌کنند. [۳]

از محدودیت‌های دیگر روش سایش یونی و اتمی این است که حتماً نمونه‌ها باید به صورت دیسک باشند و بر روی نمونه‌های پودری عملیاتی نمی‌توان انجام داد.

برای انجام مطالعات ریزساختاری با میکروسکوپ الکترونی عبوری ابتدا باید بر روی نمونه‌ها آماده‌سازی انجام شود. در میکروسکوپ‌های TEM به این دلیل که الکترون‌ها باید از نمونه بگذرند، نیاز است که نمونه بسیار نازک باشد. همچنین در نمونه‌های نارسانا باید یک عملیات پوشش دهنده انجام دهیم تا نمونه رسانا شود که برای این کار از فرآیند کندوپاش<sup>۱</sup> برای ایجاد لایه‌های نازک طلا یا کربن استفاده می‌شود.

به طور کلی روش‌های آماده‌سازی نمونه برای نازک کردن ضخامت آن به دو دسته تقسیم می‌شوند:

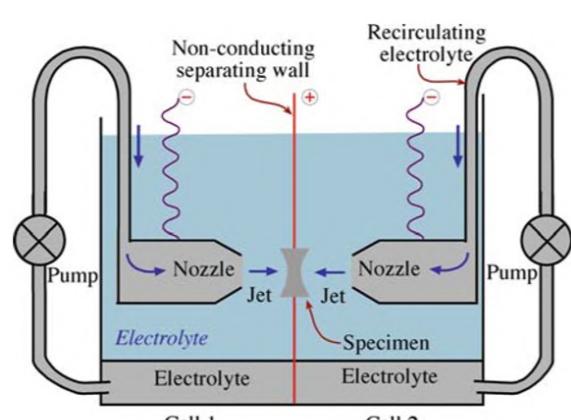
۱. استفاده از روش‌های شیمیایی و مکانیکی
۲. استفاده از برش دادن نمونه در امتداد صفحات کریستالوگرافی

## الکتروپولیش و پولیش شیمیایی

این روش از متداول‌ترین روش‌ها برای نازک کردن نمونه رساناست. در روش الکتروپولیش نمونه را در محلول الکتروولیت قرار می‌دهند که در شکل ۱ شماتیک آن آورده شده است. با عبور دادن جریان، نمونه به صورت آند عمل کرده و ضخامت آن رفته‌رفته کم می‌شود. این کاهش ضخامت تا ایجاد سوراخ بر روی نمونه ادامه می‌یابد. الکتروولیت مورد استفاده در روش الکتروپولیش شامل ترکیبات سولفوریک اسید، فسفریک اسید و ترکیبات پرکلرات (دارای ویکوزیتی بالا) هستند.

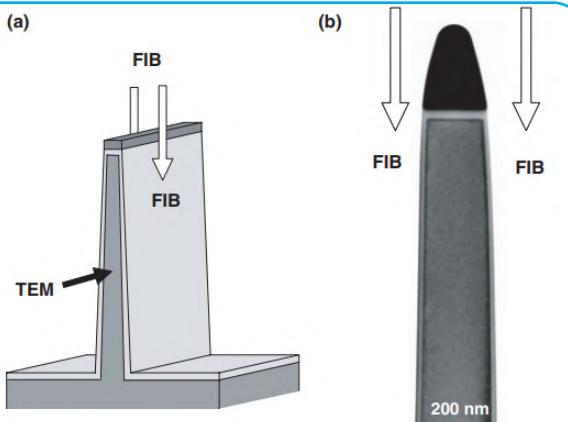
الکتروپولیش برای مواد نیمه‌هادی، سرامیک‌ها و شیشه‌ها با استفاده از ترکیبات اسیدی بدون اعمال پتانسیل به کار می‌رود. از این روش برای پولیش نمونه‌های پیچیده بسیار کاربرد دارد.

از محدودیت‌های این روش، ناکارآمد بودن آن در برایر مواد عایق است. از مزیت‌های این روش این است که علاوه بر این که نمونه نازک می‌شود، صاف‌تر نیز می‌شود. [۱]



شکل ۱- شماتیکی از روش الکتروپولیش

دلیل استفاده ای 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.<sup>[۱]</sup>



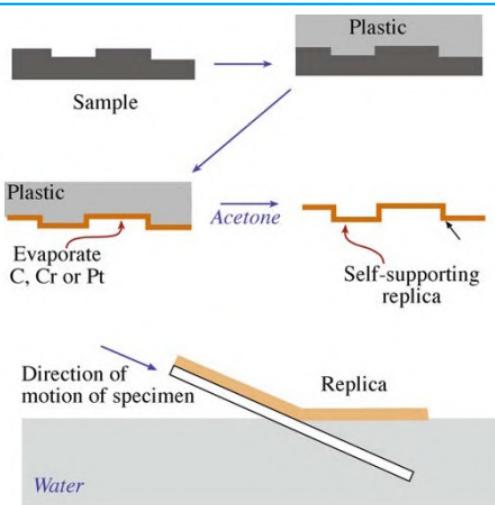
شکل ۳-(a) شماتیکی از یک فویل نازک تهیه شده از FIB که برای تهیه تصویر TEM از جهت عرضی(b) برش خورده است.

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 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.<sup>[۱]</sup>

## رپلیکا

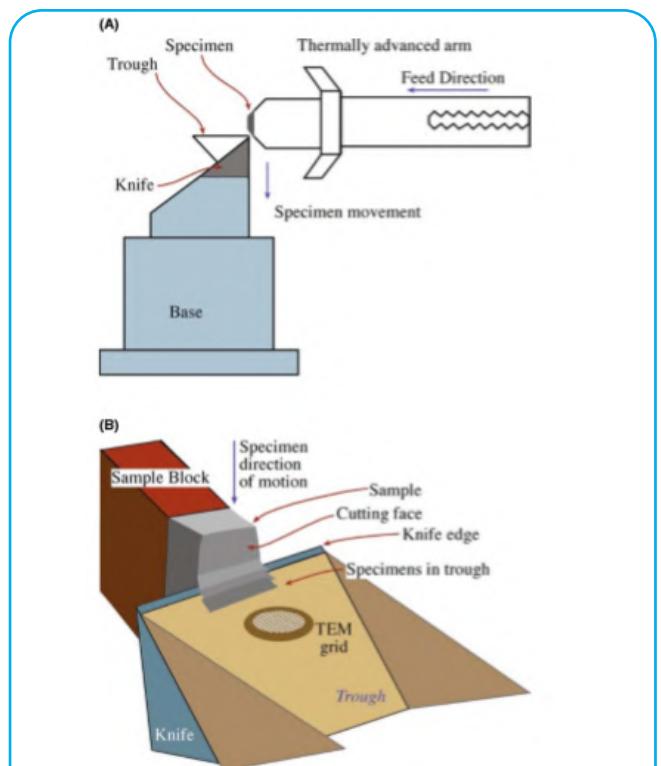
روش دیگر برای نمونه‌های TEM تهیه‌ی رپلیکا از سطح نمونه است. در این روش به جای اینکه کل نمونه را نازک کنیم، می‌توان با استفاده از لایه نشانی یک لایه نازک‌تر از نوار رپلیکا بر روی سطح نمونه با پوشش کربن، اطلاعاتی از قبیل اندازه، شکل و توزیع ذرات نمونه را به دست آورد.

در این روش نوار رپلیکا مانند شکل ۴ روی نمونه نشانده و پس از خشک شدن از نمونه جدا شده و سپس این لایه به وسیله‌ی کندوپاش، کربن اتمی تولید شده در یک محفظه خلا پوشش دهی می‌شود. بعد از پوشش دهی، 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.<sup>[۱]</sup>



شکل ۴-شماتیکی از رپلیکا

نوار رپلیکای مورداد استفاده می‌تواند از جنس استات سلولز، رزین اکلریک یا رپلی است باشد. این روش، روش بسیار مشکلی است و نیاز به دقت و تجربه‌ی بسیار زیاد دارد که از مشکلات روش رپلیکا می‌باشد.<sup>[۵]</sup>



شکل ۲-شماتیکی از روش اولترامیکروتومی

در مطالب پیشین اشاره کردیم که نمونه باید در جای خودش ثابت باشد؛ به همین منظور نمونه را در زین قرار می‌دهند که بسیار زمان بر 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 جذب اتم‌های سطح نمونه به صورت یون‌های مثبت، منفی و یا خنثی می‌شود. دستگاه‌های باریکه‌ی یونی متمرکز پرتوهایی با دانسیته بالا تولید کرده و نمونه‌های میکرومیکراس را نیز می‌تواند برش بزند و نمونه‌های شفافی تولید کند. شکل ۳ شماتیکی از این روش را نشان داده است.<sup>[۴]</sup> 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 تعییر 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 نقطه همگرایی و زاویه های واگرایی با بیشینه دانسته جریان بسیار حائز اهمیت است. لذا تنظیم مقدار مناسب ولتاژ بایاس تأثیری مستقیم بر روی جریان انتشار دارد. برای تفنگ های انتشار حرارتی، دانسته جریان بر اساس رابطه ریچاردسون-داشمن<sup>۲</sup> بدست می آید:

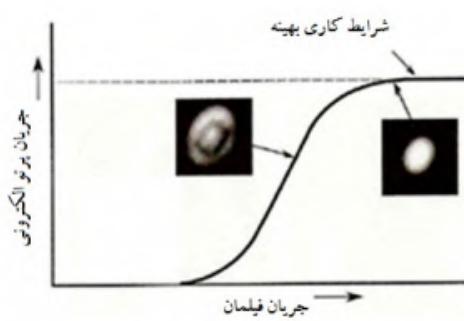
$$I = \frac{C A T^2 e^{-\varphi}}{K T}$$

C عددی ثابت است که بستگی به فلز دارد، A مساحت کل سطح بیرونی سیم، T دمای سیم،  $\Phi$  تابع کار (مقدار انرژی لازم برای جدا شدن سستترین الکترون از سطح فلز) و K ثابت بولتزمن است که برابر  $1/38 \times 10^{-33}$  می باشد.

برای تفنگ های الکترونی گسیل میدانی، دانسته جریان بر اساس فاولر نوردهیم بدست می آید:

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

قابل ذکر است که میزان روشنایی حاصله در تفنگ های الکترونی گسیل میدانی صدها برابر بیشتر از میزان روشنایی حاصل از تفنگ های انتشار حرارتی می باشد. برای داشتن فیلامانی در شرایط کاری بهینه لازم است که شرایط اشباع فیلامان تهیه گردد، در این شرایط جریان فیلامان دقیقاً به اندازه های تنظیم می گردد 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 نمی گردد، در این شرایط گفته می شود فیلامان اشباع شده است.



شکل ۲- نمودار رابطه بین جریان الکترونی و جریان فیلامان

دلیل پدیده فوق به این شرح است: با افزایش ولتاژ بایاس، شدت میدان الکتریکی در جهت عکس حکمت حرکت الکترون ها در اطراف فیلامان، افزایش یافته و باعث بازگشت الکترون ها در سمت فیلامان، محدود کردن انتشار الکترون ها 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 وسیله ای الکتریکی است که اشعه ای از الکترون با انرژی جنبشی یه وجود می آورد و در تکنولوژی لامپ کاتدی و تلویزیون و مانیتور از آن استفاده می شود. همچنین در تهیه لایه های نازک<sup>۱</sup> استفاده از پرتو الکترونی برای تبخر مواد متدالوی می باشد. دراقع وسیله ای که الکترون ها را رشت می دهد و به سمت ماده تبخیر شونده هدایت می کند، با عنوان تفنگ الکترونی شناخته می شود

### ﴿ ساختمان تفنگ الکترونی ﴾

تفنگ الکترونی از یک چشممهی تولید الکترون، یک میدان الکتریکی مناسب و بوته نگهداری ماده تبخیر شونده تشکیل شده است. چشممهی تولید الکترون، یک سیم داغ از جنس تنگستن می باشد. با توجه به اینکه اساس کار میکروسکوپ الکترونی روشنی، مبنی بر روش سطح نمونه توسط یک پرتو الکترونی می باشد و مشخصات اصلی و بنای دینی یک پرتو الکترونی در تفنگ الکترونی تعیین می گردد. تفنگ های الکترونی به عنوان منابع تولید الکترون نقش بسزایی در کارایی میکروسکوپ ایفا می کنند. در یک نگاه کلی طبق شکل ۱ یک تفنگ الکترونی شامل سه بخش اصلی می باشد:

۱. کاتد یا فیلامان که الکترون ها در این بخش تولید و منتشر می شوند.
۲. کلاه هک نگهدارنده فیلامان که الکترون های منتشر شده در این قسمت کنترل و بر روی نقطه های همگرایی متصرف می گردد.
۳. آند که دارای بار مثبت بوده و باعث شتاب دهی الکترون ها به سمت ستون دستگاه و نمونه می گردد.



شکل ۱- اجزای تفنگ الکترونی

## 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  $0.5/0.1$  نانومتر می‌باشد که بسیار بالاتر از تفنگ‌های انتشار حرارتی است.

## ۱. تفنگ‌های الکترونی انتشار حرارتی

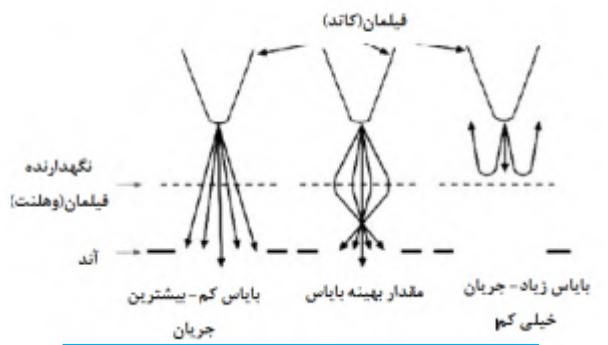
در این نوع از تفنگ‌ها از پدیده ترمیونی برای تولید الکترون استفاده می‌شود. با عبور جریان از فیلامان و رخداد پدیده ترمیونی، الکترون‌ها شروع به انتشار در داخل کلاهک نگهدارنده فیلامان می‌کنند؛ این کلاهک دارای یک روزنه در مقابل نوک فیلامان است که با اعمال ولتاژ منفی به آن و ایجاد یک اختلاف ولتاژ بسیار بالا 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 درنتیجه 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 لانتانیوم هگزابوراید می‌باشد.

### تفنگ الکترونی با فیلامان تنگستنی

در این نوع از تفنگ‌ها، کاتد تولیدکننده الکترون یک سیم تنگستنی به شکل سنجاق سرخ شده و  $\text{V}$  شکل می‌باشد که شعاع نوک آن حدود  $100$  میکرومتر است. دمای کاری تنگستن در حین انتشار الکترون  $2700$  درجه کلوین می‌باشد و عمر کاری آن وابسته به نرخ تبخیر سیم تنگستنی است. در این نوع از تفنگ‌ها انرژی الکترون‌ها معادل  $0.25$  الکtron وولت می‌باشند. با اعمال اختلاف پتانسیلی معادل  $1000$  تا  $5000$  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  $200$  ساعت کاری است.



شکل ۴- تفنگ الکترونی با فیلامان تنگستنی



شکل ۳- مقادیر بایاس و جریان در نگهدارنده فیلامان

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 چندهزار ولتی 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<sup>۱</sup> بدست می‌آید:

$$I = PV^{\frac{1}{2}}$$

$P$  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 چندهزار ولت می‌باشد. تفنگ الکترونی با توان بالا قابلیت تبخیر اجسام دیرگذار را دارد. تنگستن که در حدود  $3400$  درجه سانتی گراد ذوب می‌شود، به وسیله یک تفنگ الکترونی  $2$  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 پرانرژی 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 الکتریستیک ساکن است که از یک توری استوانه‌ای تشکیل شده و بوته را احاطه می‌کند. این محافظ، الکترون‌های اولیه پرتاپ 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.

### أنواع تفنگ الکترونی

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

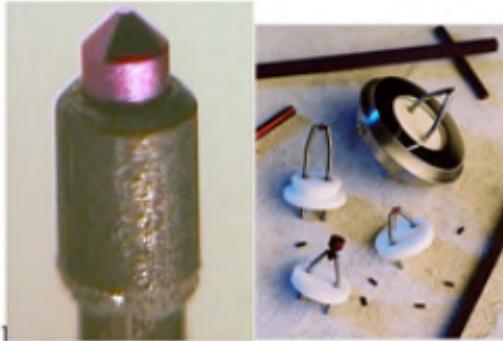
#### ۱. تفنگ‌های الکترونی انتشار حرارتی

تفنگ تنگستن

تفنگ لانتانیوم هگزابوراید

## تفنگ الکترونی با فیلامان لانتانیوم هگزابوراید

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

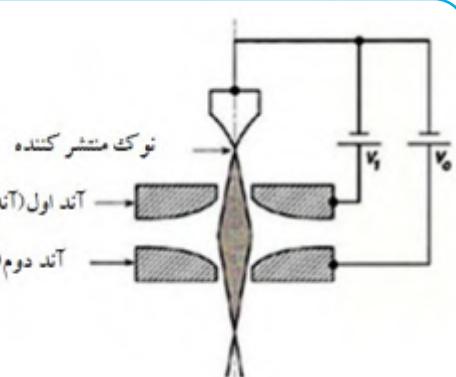


شکل ۵- تفنگ الکترونی با فیلامان لانتانیوم هگزابوراید

در اطراف کاتد دو محافظه وجود دارد؛ محافظه حرارتی و محافظه تبخیر. این دو محافظه به دلیل واکنش پذیری بالای ترکیب لانتانیوم هگزابوراید، در اطراف مفتول فیلامان، تعییه شده‌اند. با گرم شدن نوک مفتول و ایجاد پدیده‌ی ترمومیونی، الکترون‌ها با دانسیته جریان بسیار بیشتر و نقطه‌ی همگرایی بسیار کوچک‌تر نسبت به فیلامان تنگستنی سنجاق سری، انتشار می‌یابند. فیلامان لانتانیوم هگزابوراید دارای ۳ نوع می‌باشد:

۱. فیلامان لانتانیوم هگزابوراید بروئر<sup>۱</sup>
۲. فیلامان لانتانیوم هگزابوراید وگل<sup>۲</sup>
۳. فیلامان لانتانیوم هگزابوراید فریس<sup>۳</sup>

در فیلامان لانتانیوم هگزابوراید بروئر، قسمت بالایی مفتول لانتانیوم هگزابوراید، در داخل محافظه‌ای قرار دارد که در حین کار فیلامان، توسط گردش روغن خنک می‌شود و سر دیگر مفتول به وسیله‌ی یک سیم پیچ تنگستنی احاطه شده است. این سیم پیچ با عبور جریان گرم و گرمای تولید شده در سیم پیچ، باعث بمباران الکترونی نوک تیز فیلامان می‌گردد. در فیلامان لانتانیوم هگزابوراید وگل، به جای سیم پیچ، مفتول به طور مستقیم در لایه‌ی گرافیتی قرار داده می‌شود و به صورت مستقیم به پایه‌های الکتریکی وصل می‌گردد. در فیلامان لانتانیوم هگزابوراید فریس، مفتول توسط نواری از جنس لایه گرافیت یا لاتنام به پایه‌های الکتریکی وصل می‌گردد. این نوع از فیلامان در مقایسه با تنگستن، نسبت دانیسته 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.



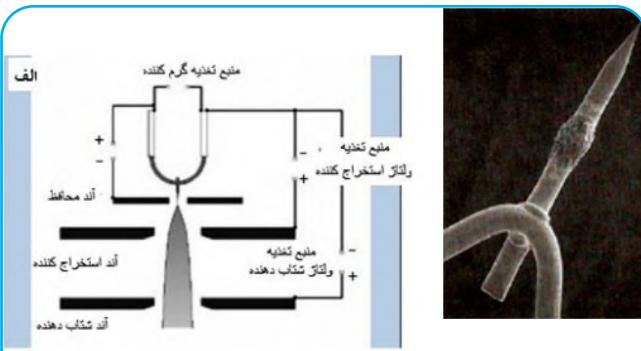
شکل ۶- تفنگ‌های الکترونی گسیل میدانی

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

1 Broer  
2 Vegel  
3 Ferris

## تفنگ گسیل میدانی سرد<sup>۱</sup>

اختلاف ولتاژ بین نوک منتشر کننده و آند شتاب دهنده تعیین کننده انرژی الکترون های پرتو الکترونی می باشد. از این نوع از تفنگ ها 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 می شود. با توجه به نوک فوق العاده نازک و نوع خاص کریستالی تنگستن و به منظور حفاظت، میزان فشار خلا<sup>۲</sup> در این نوع از تفنگ ها بسیار بالا و دائمی می باشد.

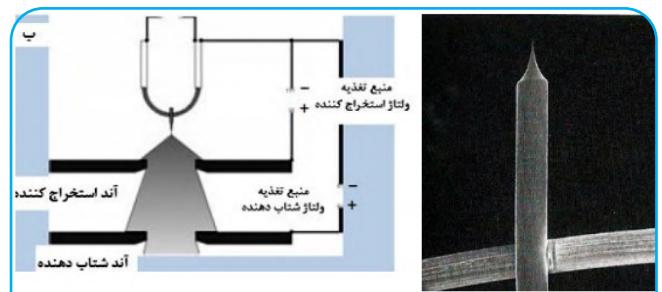


شکل ۹- تفنگ گسیل میدانی شاتکی

## تفنگ گسیل میدانی گرم<sup>۳</sup>

این نوع از تفنگ ها از لحاظ مکانیزم کاملاً شبیه تفنگ های گسیل میدان گرم می باشند، ولی به خاطر وجود دمای کاری بالای فیلامان گسیل میدان گرم و انتشار حرارتی ناخواسته از مناطق خارج از نوک فیلامان و به منظور رفع ایراد فوق در تفنگ های گسیل میدان شاتکی، پوششی با لایه بسیار نازک اکسید زیرکونیوم بر روی فیلامان داده می شود. تحت تأثیر پوشش فوق میزان دمای کاری به ۱۸۰۰ درجه کلوبن کاهش می یابد و میدان الکتریکی قوی تر و سد انرژی عبور الکترون کمتر می گردد و الکترون ها آسان تر از نوک منتشر می گردند. همچنین قطر منبع الکترونی در مقایسه با تفنگ گسیل میدانی سرد از ۵ نانومتر به ۱۵ تا ۳۰ نانومتر افزایش پیدا می کند، در نتیجه میزان زاویه و اگرایی افزایش و قدرت تفکیک کاهش پیدا می کند. با توجه به افزایش قطر پرتو الکترونی و افزایش گستره ای انرژی، میزان روشنایی به مقدار قابل توجهی کاهش پیدا می کند.

در جدول ۱ مقایسه ای انواع میکروسکوپ الکترونی روبشی آورده شده است.



شکل ۸- تفنگ گسیل میدانی سرد

## تفنگ گسیل میدانی گرم<sup>۴</sup>

این نوع از تفنگ ها از نظر ساختار کاملاً شبیه تفنگ های گسیل میدانی سرد هستند، ولی با توجه به مشکل تأمین خلا کاری بسیار بالا در تفنگ های گسیل میدان سرد، در این نوع از تفنگ ها از هر دوی پدیده تونل زنی و پدیده ترمومیونی برای تولید الکترون استفاده می گردد. همانگونه که در قسمت های قبلی توضیح داده شد، در پدیده ترمومیونی، تولید الکترون با گرم کردن مستقیم فیلامان صورت می گیرد و میزان پهنه ای انرژی بیشتر از حالت تونلی بوده و لذا در این نوع از تفنگ ها پهنه ای باند انرژی در مقایسه با تفنگ های گسیل میدانی سرد از  $\frac{1}{3}$  به ۱ الکترون ولت افزایش می یابد و تحت تأثیر آن از میزان روشنایی نیز به مقدار قابل توجهی کاسته می گردد. قابل ذکر است خلا کاری مورد نیاز ۹ تا ۱۰ تور می باشد. با این نوع تفنگ ها می توان در شرایط کاری تفنگ های گسیل میدانی سرد هم کار کرد ولی عمر کاری فیلامان کاهش پیدا می کند.

| تفنگ گسیل<br>میدانی شاتکی                          | تفنگ گسیل<br>میدانی گرم | تفنگ گسیل<br>میدانی سرد | تفنگ<br>لانتانیوم<br>هگزابوراید       | تفنگ<br>تنگستن     | تفنگ<br>الکترونی    |
|--|-------------------------|-------------------------|---------------------------------------|--------------------|---------------------|
| تک کریستال<br>تنگستن با<br>پوشش اکسید<br>زیرکونیوم | تک کریستال<br>تنگستن    | تک کریستال<br>تنگستن    | تک کریستال<br>لانتانیوم<br>هگزابوراید | تنگستن             | جنس کاتد            |
| $10^{-9}$  | $10^{-9}$               | $10^{-11}$              | $10^{-7}$                             | $10^{-6}$          | خلا (تور)           |
| $10^7$   | $10^8$                  | $10^9$                  | $10^6$                                | $10^5$             | روشنایی             |
| بیش از ۲۰۰۰  | ۲۰۰۰                    | ۲۰۰۰                    | ۲۰۰۰-۱۰۰۰                             | ۱۰۰ - ۴۰           | طول عمر<br>(ساعت)   |
| ۱۵ - ۳۰ نانومتر                                    | کمتر از ۵ نانومتر       | کمتر از ۵ نانومتر       | ۵ - ۵۰ میکرون                         | ۱۰۰ - ۳۰<br>میکرون | قطر منبع<br>الکترون |

جدول ۱. مقایسه ای انواع میکروسکوپ الکترونی روبشی

1 Cold field-emission (CFE)

2 Thermal field-emission (TFE)

پنج ویژگی خاص از اطلاعات بدست امده 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 زیراییه یا پوشش را با این تصاویر تعیین و با روش‌های گوناگون و اصلاح شرایط پوشش دهی، اقدام به اصلاح عیوب کرد. علاوه بر این امکان بررسی کیفیت اتصال پوشش به زیراییه، امکان بررسی کیفیت چسبندگی لایه‌های بالایی به لایه‌های پایینی در پوشش‌های چندلایه، تعیین ضخامت پوشش، بررسی کیفیت پوشش و وارد شدن ذرات (و یا در مواد نانوذرات) تقویت‌کننده به ریزساختار ماده مرکب با استفاده از تصاویر سطح مقطع میکروسکوپ الکترونی روبشی وجود دارد.

**بررسی خوردگی:** با توجه به انواع خوردگی (خوردگی یکنواخت، خوردگی حفره‌ای، خوردگی بین‌دانه‌ای و خوردگی شیاری) با بررسی انواع خوردگی می‌توان در اصلاح آن‌ها و جلوگیری از هزینه‌های سرسام‌آور اقدام کرد. در خوردگی یکنواخت، تمام سطوح به صورت یکنواخت خوردگی شود 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 به دلیل داشتن مقادیر زیاد ناخالصی، بسیار پرانرژی بوده و نقش آند را در سلول خوردگی ایفا می‌کنند و خوردگی می‌شوند. این در حالی است که سطح دانه کاتد می‌شود. در خوردگی حفره‌ای، معمولاً یک حفره ایجاد شده و عمق آن در اثر حضور و نفوذ بیشتر ماده 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 تربیولوژیکی:** دو نوع مکانیزم اصلی در بررسی تربیولوژیکی و انواع سایش وجود دارد. سایش ساینده<sup>۱</sup> و سایش چسبان<sup>۲</sup> دو نوع متداول سایش هستند. سایش ساینده معمولاً در اثر وجود برآمدگی‌ها یا ذرات سخت در راستای مسیر حرکت سطح جامد رخ می‌هد و مورفلوژی 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. مورفلوژی سایش چسبان به صورت صاف و مستطح است که هر چه پهنه‌ای خط سایش باریک‌تر باشد، ماده مقاومت بیشتر در برایر ساینده شدن از خود نشان می‌دهد.

**سطح شکست:** نوع شکست رخ داده و ترد و یا نرم بودن شکست را می‌توان با بررسی مورفلوژی 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 پیوستان آن‌ها به یکدیگر شکست رخ می‌دهد. سطح شکست پس از وقوع شکست نرم دارای حفره یا حفراتی خواهد بود.

**مورفلوژی سطحی:** به دلیل بزرگ‌نمایی بالا در میکروسکوپ الکترونی روبشی علاوه بر بررسی کلیت مورفلوژی سطح یک ماده، می‌توان مورفلوژی 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 سریولکی، دکتر علیرضا ذوالقدری، 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 عبارت اند از:

- کنترast 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 استند. [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 L-EUV یا لیتوگرافی اشعه ماوراء بنفسق 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<sup>۳</sup>
- لیتوگرافی باریکه الکترونی<sup>۴</sup>
- لیتوگرافی چاپی<sup>۵</sup>
- لیتوگرافی پروب روبشی<sup>۶</sup>

در لیتوگرافی نوری از نورهای با طول موج کوتاه برای انجام فرآیند استفاده می‌کنند و لیتوگرافی اشعه ایکس و اشعه ماوراء بنفسق قوی از زیر مجموعه این روش به حساب می‌آیند. برای تولید اشعه ماوراء بنفسق، 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 گرمایونی لانتانیوم هگزابورید 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 مرکز کننده برای لیتوگرافی آماده می‌شوند.

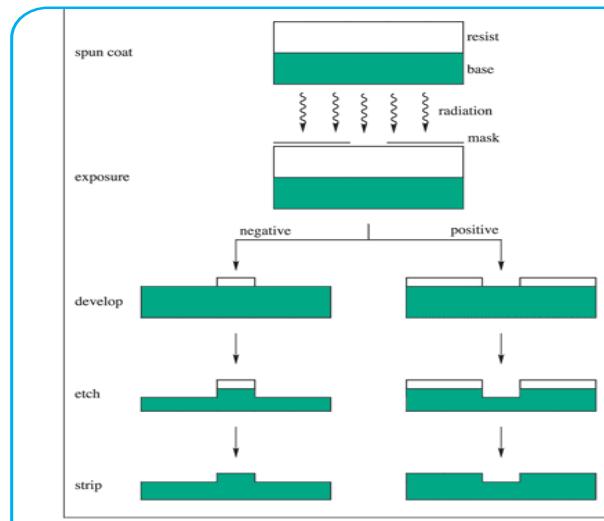
روش لیتوگرافی چاپی، یک روش غیر تابشی مبتنی بر قالب‌گیری است که با ایجاد کردن طرحی بر روی قطعه ای از جنس کوارتز یا سیلیکون انجام می‌شود. سپس الگوی درست شده بر روی ماده

امروزه بکار گیری دستگاه AFM در ساخت مدارات الکترونیکی با ساختارهای نانومتری و میکرومتری کابرد 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 نانو مقیاس زیادی را ایجاد کند که ساختارهای پیچیده و نوین به شدت قدرتمندی را به همراه داشته باشد.

## لیتوگرافی چیست؟

لیتوگرافی یا سانگنگاری، 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.

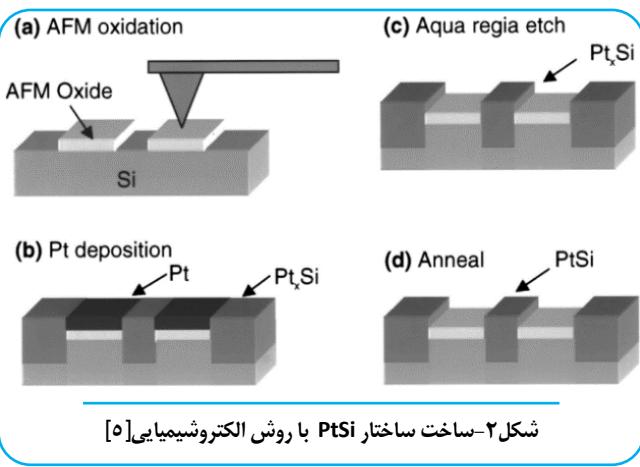
مطابق شکل (۱) بر روی ویفر و زیرلایه، لایه نازکی از مواد غالب پلیمری مقاوم به نور به عنوان مواد محافظ<sup>۱</sup>، با روش‌های خاص مثل لایه نشانی چرخشی<sup>۲</sup> اعمال می‌کنیم، سپس بر روی لایه نازک، ماسکی نوری که عمدتاً از جنس کوارتز یا شیشه و دارای الگوی از قبل طراحی شده بوده قرار می‌دهیم. برای ایجاد طرح، نور پرقدرت فرابنفش (طول موج بین ۴۳۶ تا ۱۹۳ نانومتر) را روی ماسک می‌تابانیم که این نور در هنگام برخورد به ماده مقاوم، باعث انجام یکسری واکنش‌ها در ماده مقاوم و تغییر خواص انحلال پذیری 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 اج 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. عمولاً از ماده DMSO (دی‌متیل سولفوکسید) برای مرحله لایه برداری نهایی استفاده می‌شود. [۲]



شکل ۱-مراحل فرآیند لیتوگرافی [۱]

1 resist

2 spin coating



شکل ۲- ساخت ساختار  $\text{PtSi}$  با روش الکتروشیمیایی [۵]

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

امروزه روش پروروب روشنی، به دلیل وجود محدودیت های روش های قبلی، مورد استقبال بیشتری قرار گرفته است. عمدۀ محدودیت های روش های بیان شده، در ساخت مدارات ریزتر و پیچیده تر با وضعیت های بالا می باشد، اما با استفاده از روش SPL می توان حتی به وضوح زیر ۱۰ نانومتر نیز دست یافت، همچنین قیمت ساخت قطعات با هزینه بیشتر و نیاز به دستگاه های پیچیده و گران قیمت برای تولید روش های قبلی از جمله علت های محبوسیت روش پروروب روشنی می باشد. این روش برعکس روش های قبل، نیاز به خلاهای 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 روش ها یکی از چالش های جدی پیش روی روش SPL است.

SPM ها، میکروسکوپ های روشنی هستند که با استفاده از تماس بین نوک پروروب و ماده جامد، خواص سطحی ماده را بررسی و اندازه گیری می کنند. STM و AFM از جمله پرکاربردترین میکروسکوپ های روشنی 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 سال ۱۹۸۶ دستگاه AFM به شدت مورد استقبال قرار گرفت و از آن در زمینه لیتوگرافی نانو مقیاس استفاده شد. تکنیک های موجود در این زمینه عبارتند از:

- اکسیداسیون الکتروشیمیایی<sup>۳</sup>
- انتقال ماده<sup>۴</sup>
- لیتوگرافی مکانیکی<sup>۵</sup>
- لیتوگرافی گرمایی<sup>۶</sup>

### اکسیداسیون الکتروشیمیایی

این روش با اکسیداسیون مستقیم سطح، انجام می شود. نوک پروروب AFM یا به اصطلاح Tip دستگاه که رسانا هم هست، بین ۳ تا چند ده ولت بر قدر مستقیم بایاس به آن می دهیم، این کار باعث می شود 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 روش ها مضر است و فقط در این روش از این مکانیزم انجام می شود نوک دستگاه می تواند با سرعت ۱ میلی متر بر ثانیه این عمل را ناجام دهد و هر سری محدوده ای به اندازه ۱۰۰ تا ۱۰۰۰ نانومتر را بسته به مواد مختلف اکسید کند و طرح موردنظر را بر روی ماده مورد نظر ایجاد کند. بعد از ایجاد طرح منطقی که اکسید شده باقی می مانند محلول شیمیایی، اج می شوند و ناحیه های اکسید شده نشانه می شود. بعد از آن مواد از جنس متفاوت در قسمت های اج شده نشانه می شود تا ساختار و قطعه موردنظر بدست آید. چالش های موجود در اینجا، سیستمیک اکسیداسیون و کنترل رطوبت و اکسیژن موجود در هواست که تأثیر مستقیم بر کیفیت نهایی خواهد گذاشت. این روش برای ساخت نانو سیمی های سیلیکونی و ساختارهای اکسید فلزی مثل  $\text{SiO}_2$  و ساخت سنسورهای آرایه ای بایو و قطعات نیمه رسانا مناسب است.

1 Scanning Probe Lithography (SPL)

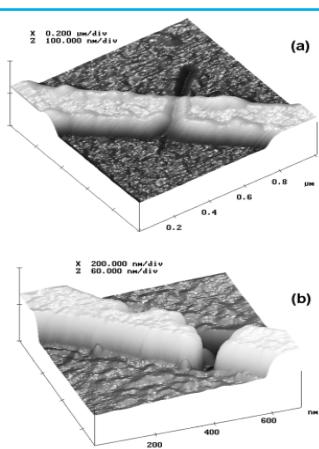
2 Scanning Probe Microscope (SPM)

3 electrochemical oxidation

4 material transfer

5 mechanical lithography

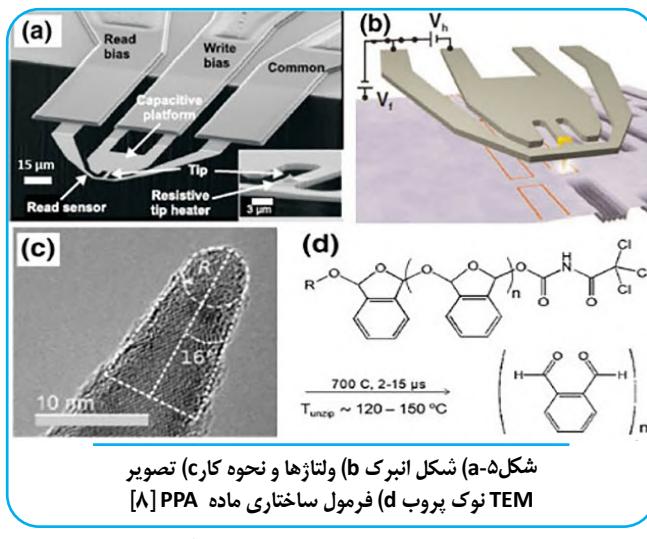
6 thermal lithography



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

تکنیک به کارگیری از نوکی با قابلیت داغ شدن، برای ایجاد طرح روی ماده پلیمری در ساخت قطعات نانومتری بسیار موثر است که در ادامه به تشریح این روش پرداخته خواهد شد. دستگاه از یک انبرک **cantilever** داغ شونده تشکیل شده است. ایجاد حرارت نوسط 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 کفیت، ایجاد کند.

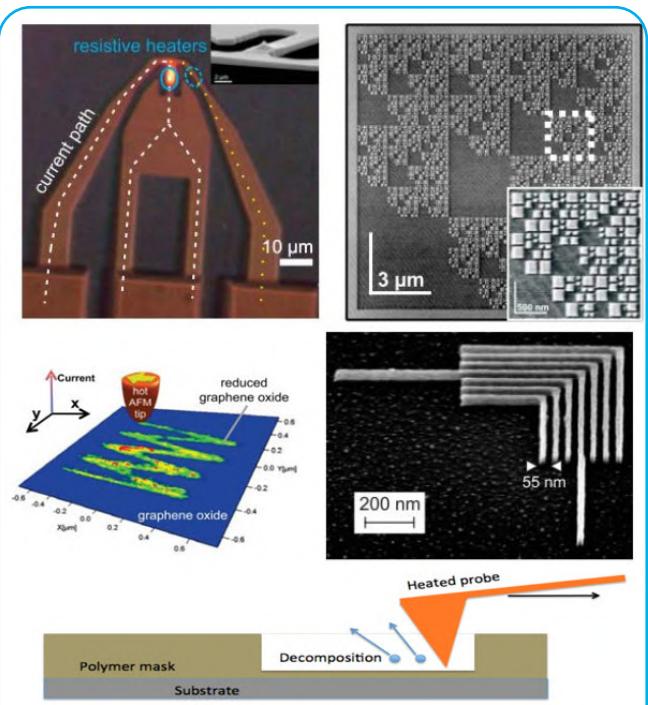
تنظیم دمای نوک با مباحث انتقال حرارت مرتبط است و از این راه دمای نوک کنترل می‌شود. ماده مقاوم، معمولاً ماده پلیمری  $T_g$  (polyphthalaldehyde) پلی فتال الید با نقطه ۱۵۰ درجه‌ای است که برای لیتوگرافی مناسب می‌باشد. در ایجاد الگو، رمانی که نوک پرورب به ماده پلیمری برخورد می‌کند ماده فوراً به مونومرهای فرار تبدیل شده و تبخیر می‌شود. سرعت ایجاد الگو در یین 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 امکان‌پذیر است.



شکل-a) شکل انبرک (b) ولتاژها و نحوه کار(c) تصویر TEM نوک پرور(d) فرمول ساختاری ماده PPA [8]

در ادامه، تصویر مربوط به مراحل لیتوگرافی آورده شده که مربوط به ساخت مواد فلزی بر روی سیلیکونی است. برای این منظور بتداسه لایه با ضخامت‌های مختلف از موادی مانند  $\text{SiO}_2$ ,  $\text{PMMA}$  و  $\text{PPA}$  به روش‌های مختلف لایه نشانی بر روی زیرلایه اعمال می‌شود. سپس با نوک داغ پروب دستگاه بر روی ماده  $\text{PPA}$  طرح رایجاد کرده و گازهای اکسیژن و نیتروژن را برای کم کردن ضخامت ماده  $\text{PPA}$  را برای ماسک سخت  $\text{SiO}_2$  به کار برده می‌شود تا  $\text{CHF}_3$  RIE گاز را برشود. سپس  $\text{PMMA}$  توسط ماده لیتوگرافی مثبت یا منفی را ایجاد کند. سپس  $\text{PMMA}$  مخصوص برداشته می‌شود تا به زیر لایه سیلیکونی برسیم. بعد از آن ماده فلزی مورد نظر با روش  $\text{CVD}$ <sup>2</sup> روی سیلکون نشانده می‌شود و اضافه مواد فلزی و  $\text{PMMA}$  توسط محلول، لایه برداری نهایی می‌شود تا ساختار نهایی شکل بگیرد و کامل شود. وجود لایه‌های  $\text{SiO}_2$  و  $\text{PMMA}$  برای دستیابی به وضوح بیشتر در مرحله اج کردن و نزدیک به عنوان مانع، سبز لایه و نوک داغ دستگاه لازم است.

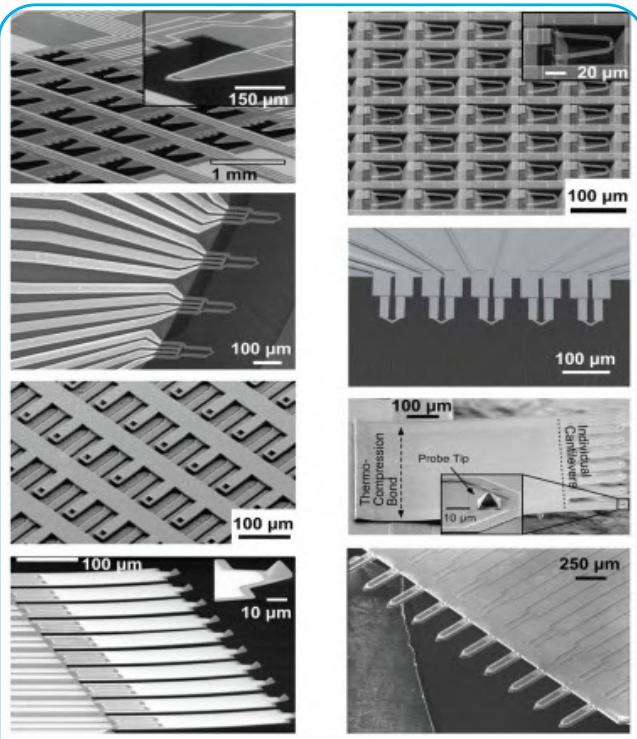
به طور خلاصه، در لیتوگرافی گرمایی مابا استفاده از اعمال ولتاژ به انبرک دستگاه، دمای انبرک و نوک پرrob دستگاه را بالا می بریم تا بتوانیم بر روی مواد پلیمری به راحتی طرح مورد نظر خود را پیاده کنیم. مواد پلیمری با رسیدن گرمای نوک پرrob که حدود ۲۰۰ درجه سانتی گراد است سریعاً به حالت بخار در آمده و نواحی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



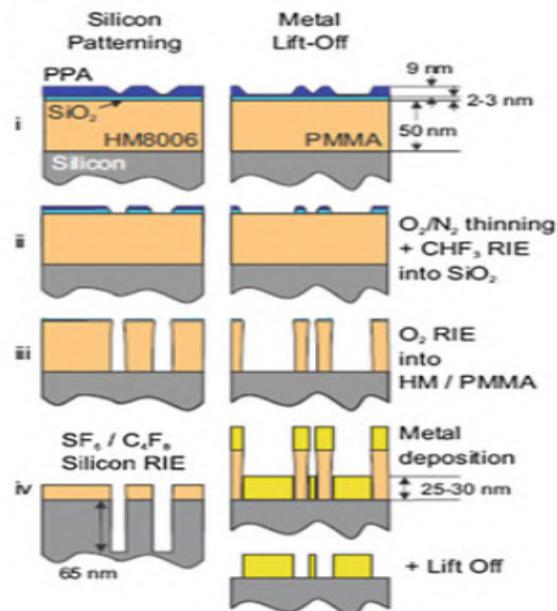
شکل ۴- نوک دستگاه و ساختارهای ساخته شده سیلیکونی با لیتوگرافی گرمایی [۷]

## استفاده از $T-SPL^1$ در الکترونیک

در طول ۷۰ سال گذشته، نیمههادی‌ها به یک عنصر مهم در ساخت الکترونیک تبدیل شدند. از زمان اختراع ترانزیستور، دنیای 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 قلی 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 Millipede توسعه یافته است.

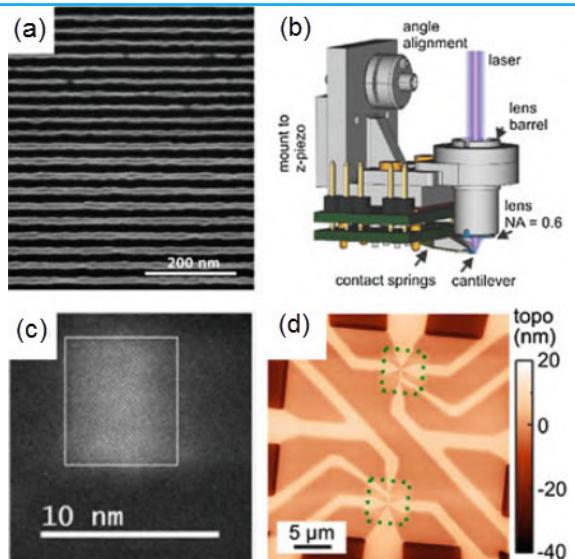


شکل ۸- دستگاه مورد استفاده در پروژه Milipede شرکت IBM با آرایه ای متتشکل از ۱۰۲۴ انبرک داغ شونده [۹]



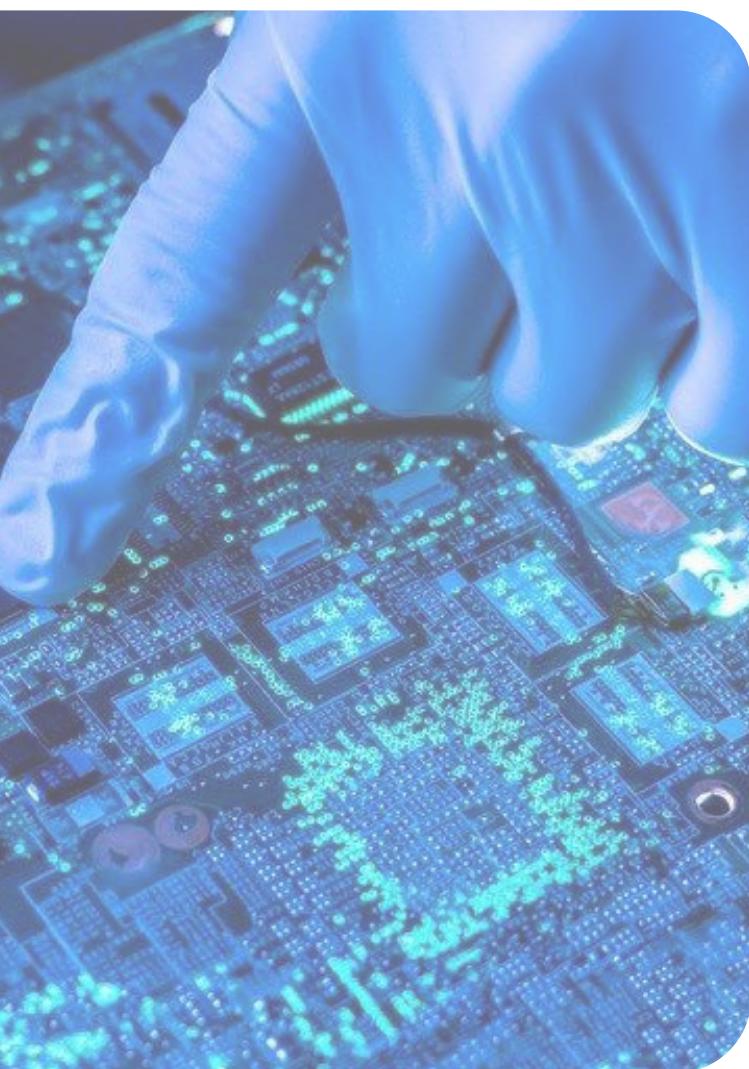
شکل ۶- مراحل لیتوگرافی توسط TSPL [۸]

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

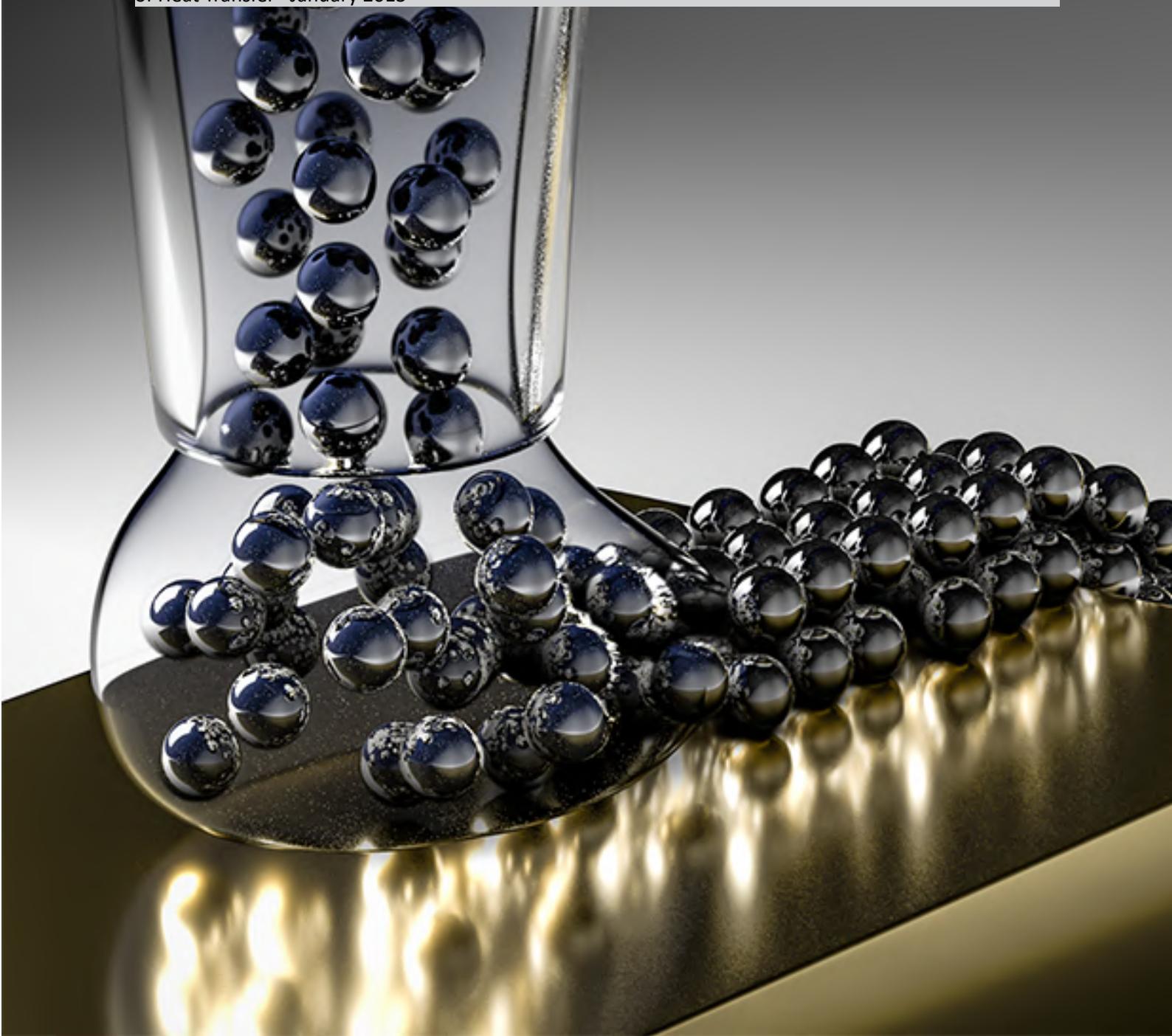


شکل ۷- a) تصویر SEM از آرایه های SiNWs با فاصله ۱۶ nm از یکدیگر b) شمای دستگاه c) تصویر STEM از آرایه های SiNWs با فاصله ۷ nm که بدليل اندازه زیر ۱۰ نانومتری وضوح بالای ندارد d) تصویر AFM از دو ترانزیستور ساخته شده سبز رنگ (مستطیل سبز رنگ) [۸]

روش TSPL علی رغم ویژگی های بسیاری که در تولید ساختار و قطعات نانومتری در وضوح بالا دارد، اما همچنان این روش صنعتی نشده و سرعت کم تولید این دستگاهها مانع بزرگ برای شرکت های 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 مرحله اج کردن دقیق مشکل زاست اما پیشرفته هایی 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 بالا برده و در آینده نزدیک جایگزین روش های متداول کنونی لیتوگرافی می شود. [۸]



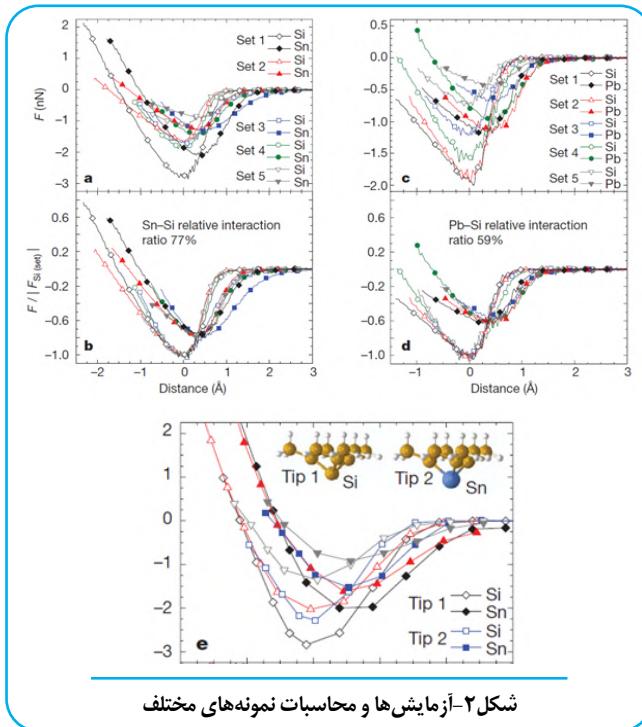
- 1-<https://www.sigmadralich.com/technical-documents/articles/materials-science/lithography-nanopatterning/tutorial.html>
- 2- PHOTORESIST REMOVAL/basic of microstrucring/ MicroChemicals
- 3- <http://edu.nano.ir/paper/957>
- 4- McCord, M. A.; M. J. Rooks (2000). "2". SPIE Handbook of Microlithography, 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 Kyung 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<sup>۲</sup> پنج طیف نیروی دینامیک اندازه‌گیری شده بر روی یک زمینه‌ی 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 موقعیت تمساص بین این نوک و سطح نمونه تعمدآً قبل از به دست آوردن منحنی نیرو انجام شده است. این منحنی‌ها بیانگر یک ویژگی مهم می‌باشند: منحنی بدست آمده توسط اتم‌های Si نیروی اندکنش 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 اندکنش‌ها (نسبت بیشترین نیروی جذب کوتاهبرد دو منحنی در اندازه‌گیری‌های نمونه‌های سیلیسیم و قلع) تقریباً ثابت مانده است. نسبت اندکنش در این زمینه ۷۷/۰ می‌باشد. این قضیه در منحنی b<sup>۲</sup> نشان داده شده است. این روش بر روی دیگر عناصر مانند سرب یا ایندیم نیز جواب داده است. داده‌ها نشان می‌دهند که این نسبت اندکنش برای سرب و سیلیسیم ۵۹/۰ می‌باشد. (منحنی c<sup>۲</sup> و d<sup>۲</sup>) میانگین نسبت اندکنش برای ایندیم و سیلیسیم نیز ۷۷/۰ 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 روش اتم‌های Sn و Si بر روی مدل دارای لایه‌ی سطحی Sn/Si، منحنی‌های نیروی کوتاهبرد مختلفی را به وجود آورده است. (شکل e<sup>۲</sup>) اگر این نوک‌ها دارای ساختار یکسان اما با اتم متفاوتی در قسمت انتهایی باشند، نیروی کوتاهبرد برای نوک قلع در برابر نوک سیلیسیم ضعیفتر بددست می‌آید. در تمامی این محاسبات، همانند آزمایش‌ها، اندکنش نوک-سطح برای سطح Si قوی‌تر از Sn می‌باشد.

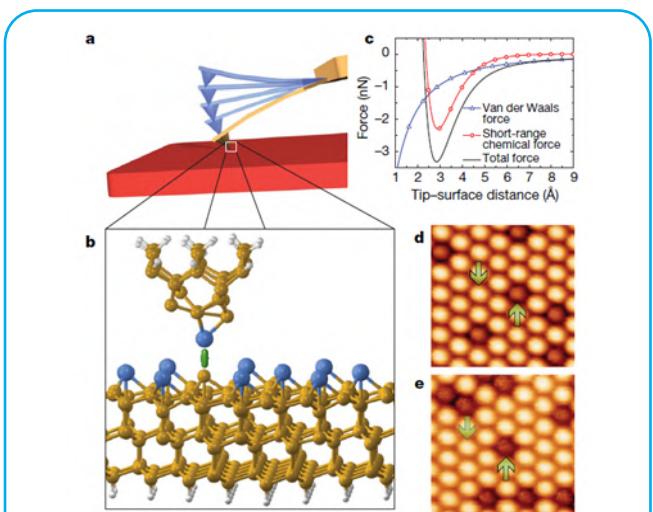


شکل ۲- آزمایش‌ها و محاسبات نمونه‌های مختلف

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 نحوه شناسایی اتم‌های سطح با استفاده از داده‌های توپوگرافی و تحلیل داده‌های آن پرداخته می‌شود.

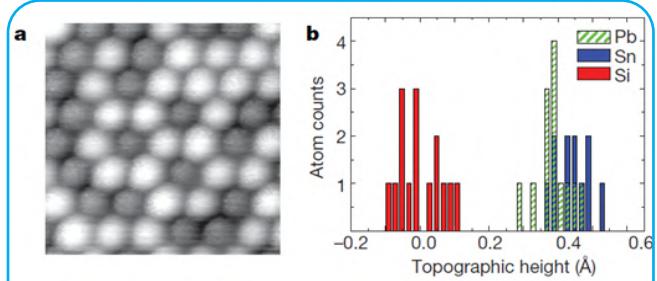
روش میکروسکوپی روبشی یکی از روش‌های قدرتمند برای تصویربرداری و اندازه‌گیری پارامترهای مختلف سطح ماده در ابعاد اتمی می‌باشد. در دماهای پایین، این روش توانایی ایجاد طیف تونلی الکترون<sup>۱</sup> را دارد که می‌توان با استفاده از این طیف، به شناسایی شیمیایی اتم‌ها پرداخت. اما در بسیاری از موارد و به خصوص در ساختارهای نانو یک چالش برای دانشمندان می‌باشد؛ قاعده‌تا با استفاده از روش میکروسکوپی نیروی دینامیک<sup>۲</sup> 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 آلیاژی چالش برانگیز مورد بررسی قرار می‌گیرد. این آلیاژ از اتم‌های عناصر سیلیسیم، قلع و سرب تشکیل شده است که خواص شیمیایی بسیار مشابه و همچنین چینش سطحی یکسانی دارند.

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



شکل ۳- شکل a به صورت شماتیک نحوه 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 اندکنش‌های واندروالسی ایجاد می‌شود، می‌باشد. منحنی c نشان دهنده نیروهای واندروالسی، اندکنش‌های شیمیایی و همچنین مجموع نیروهای اندکنشی است. تصاویر d و e نیز به ترتیب از نمونه‌های قلع و سرب گرفته شده است. ابعاد تصویر ۴/۴×۴/۴ نانومتر مربع می‌باشد.

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.



شکل ۳- شناسایی اتم‌های قلع، سیلیسیم و سرب با استفاده از روش AFM

## منبع

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

