



ΤΕΧΝΟΛΟΓΙΚΟ ΕΚΠΑΙΔΕΥΤΙΚΟ ΙΔΡΥΜΑ ΚΡΗΤΗΣ

ΣΧΟΛΗ ΤΕΧΝΟΛΟΓΙΚΩΝ ΕΦΑΡΜΟΓΩΝ

ΤΜΗΜΑ ΗΛΕΚΤΡΟΛΟΓΙΑΣ

ΠΤΥΧΙΑΚΗ ΕΡΓΑΣΙΑ

**ΑΝΑΛΥΣΗ ΜΟΡΦΟΛΟΓΙΑΣ ΕΠΙΦΑΝΕΙΑΣ ΜΕ
ΗΛΕΚΤΡΟΝΙΚΗ ΜΙΚΡΟΣΚΟΠΙΑ ΣΑΡΩΣΗΣ**



ΣΠΟΥΔΑΣΤΗΣ :

Γλέζος Παντελής

ΕΙΣΗΓΗΤΗΣ:

Δρ. Κουδουμάς Εμμανουήλ

ΗΡΑΚΛΕΙΟ 2012

ΕΥΧΑΡΙΣΤΙΕΣ

Η παρούσα πτυχιακή εργασία εκπονήθηκε από τον φοιτητή Γλέζο Παντελή του τμήματος Ηλεκτρολογίας στο Τ.Ε.Ι Κρήτης. Το πειραματικό μέρος πραγματοποιήθηκε στο εργαστήριο Κέντρο Έρευνας Τεχνολογίας Υλικών και Φωτονικής (Κ.Ε.Τ.Υ.Φ) υπό την επίβλεψη του καθηγητή του τμήματος Ηλεκτρολογίας Δρ. Κουδουμά Εμμανουήλ.

Θα ήθελα να ευχαριστήσω θερμά τον επιβλέποντα καθηγητή μου κ. Κουδουμά Εμμανουήλ και την βοηθό του Dr Mirela Suchea για την πρόθυμη και πολύτιμη βοήθειά τους, την καθοδήγησή τους και την επιστημονική τους συμβολή κατά την διάρκεια της εκπόνησης της πτυχιακής μου εργασίας.

Θα ήθελα να ευχαριστήσω επίσης όλους όσους από τους συναδέλφους και συμφοιτητές μου ήταν κοντά μου αυτά τα χρόνια των σπουδών. Τέλος ένα μεγάλο ευχαριστώ στην οικογένειά μου διότι χωρίς την πολύτιμη οικονομική, ηθική και ψυχική συμπαράσταση θα ήταν δύσκολο να διεκπεραιώσω τις σπουδές μου.

ΠΕΡΙΕΧΟΜΕΝΑ

<u>1. Εισαγωγή</u>	4
Σκοπός της εργασίας	4
Ιστορική αναδρομή.....	4
Το μικροσκόπιο SEM και σύγκριση με άλλες τεχνικές	5
Χρησιμότητες	6
<u>2. Θεωρητικές αρχές</u>	7
<u>3. Πειραματικά</u>	17
Εξοπλισμός.....	17
Υλικά και διαδικασία.....	19
Επικαλυπτής και η διαδικασία επίστρωσης υλικών με άνθρακα	23
Κόλλα άνθρακα	27
Χαρακτηρισμός οργανικών και μη οργανικών δειγμάτων	29
Ζημιά που μπορεί να προκληθεί στο δείγμα από την ακτίνα ηλεκτρονίων	39
Το φαινόμενο μεγέθους της κηλίδας	44
Επιρροή της διαμέτρου του αντικειμενικού φακού στις εικόνες	47
Αντίθεση και φωτεινότητα	49
Εστίαση.....	52
<u>4. Λάθη ανάλυσης</u>	54
Βιολογικά δείγματα μη επικαλυμμένα και επικαλυμμένα	54
Φυσικά υλικά.....	64
Μονωτές	69
Ημιαγωγοί	71
Αγώγιμα υλικά.....	75
<u>5. EDX</u>	79
<u>6. Συμπεράσματα</u>	93
<u>7. Αναφορές</u>	94

1. ΕΙΣΑΓΩΓΗ

ΣΚΟΠΟΣ ΤΗΣ ΕΡΓΑΣΙΑΣ

Ο σκοπός αυτής της εργασίας είναι αφενός η παρουσίαση των δυνατοτήτων ενός ηλεκτρονικού μικροσκοπίου σάρωσης (S.E.M scanning electron microscope) και αφετέρου η ανάλυση διάφορων δειγμάτων σε σχέση με την μορφολογία και την σύσταση τους.

ΙΣΤΟΡΙΚΗ ΑΝΑΔΡΟΜΗ

Η ηλεκτρονική μικροσκοπία, κάνει χρήση των βασικών ιδιοτήτων των ηλεκτρονίων. Οι ιδιότητες των ηλεκτρονίων, είναι είτε να οπισθοσκεδάζονται από ένα σώμα, είτε να περνούν μέσα από αυτό. Η ηλεκτρονική μικροσκοπία σάρωσης, είναι μια τεχνική η οποία επιτρέπει την μορφολογική αναπαράσταση ενός δείγματος μετά την έκθεση του σε μία δέσμη ηλεκτρονίων υψηλής ενέργειας. Με αυτήν την ακτίνα, σαρώνουμε το δείγμα μας, τα ηλεκτρόνια αλληλεπιδρούν με τα άτομα του δείγματός μας και μετά ανιχνεύονται, δίνοντάς μας πολύτιμες πληροφορίες για την τοπογραφία και την σύσταση του δείγματος. Το ηλεκτρονικό μικροσκόπιο σάρωσης ή S.E.M έχει διακριτική ικανότητα έως περίπου 1-5 nm, ανάλογα με τις προδιαγραφές του. Επιπλέον, εξαιτίας του μηχανισμού με τον οποίο λειτουργεί, μας παρέχει πληροφορίες και για το βάθος, επιτρέποντας μας να βλέπουμε ένα τρισδιάστατο δείγμα. Το S.E.M μπορεί να παράγει τρία είδη σήματος: το πρώτο είναι με δευτερογενή ηλεκτρόνια, που μας παρέχει τοπογραφικές λεπτομέρειες της επιφάνειας (SEI secondary electron image), το δεύτερο είναι με οπισθοσκεδαζόμενα ηλεκτρόνια, που μας δίνει πληροφορίες για την σύσταση του δείγματος (BES backscattered electron image). Τέλος, έχουμε το τρίτο είδος σήματος που μας δίνει πληροφορίες για την ταυτότητα του δείγματος και είναι με ακτίνες X. Αυτά θα τα δούμε πιο αναλυτικά παρακάτω.

Η θεωρία του ηλεκτρονικού μικροσκοπίου σάρωσης παρουσιάστηκε αρχικά από τον Max Knoll το 1935. Το πρώτο S.E.M παρουσιάστηκε θεωρητικά από τον von Ardenne το 1938. Το 1939 ο Ruska και ο von Borries υπάλληλοι της Siemens , κατασκεύασαν το πρώτο εμπορικά διαθέσιμο S.E.M.

Σήμερα το S.E.M είναι ένας από τους ακρογωνιαίους λίθους για τον χαρακτηρισμό υλικών και ο σχεδιασμός ενός τυπικού S.E.M βελτιώνεται συνεχώς. Για παράδειγμα ένα παλαιό S.E.M. χρησιμοποιεί ένα θερμαινόμενο

νήμα βολφραμίου για να παράγει την δέσμη ηλεκτρονίων. Το νήμα θερμαίνεται έως και τους 2800 Kelvin πάνω από μια πλάκα ανόδου (το ηλεκτρόδιο +), οπότε τα ηλεκτρόνια που έχουν φορτίο (-), τραβιούνται από την άνοδο και έτσι παράγεται η δέσμη. Μια νεώτερη καινοτομία ωστόσο χρησιμοποιεί μια πηγή πεδίου στην οποία τοποθετούμε ένα κρύσταλλο βολφραμίου με δυνατότητα λειτουργίας έως τα 4kV. Αυτό προκαλεί την ροή των ηλεκτρονίων από την άκρη του κρυστάλλου στην άνοδο, χωρίς να εκλύονται μεγάλα ποσά θερμότητας. Εκτός από αυτό, η φωτεινότητα στην εικόνα μας αυξάνεται γύρω στις 10^4 φορές περισσότερο από το παλιό θερμιονικό νήμα βολφραμίου. Επίσης μας επιτρέπει να ξεκινάμε με μικρότερο spotsize (έτσι ονομάζεται η διάμετρος της εκπεμπόμενης δέσμης ηλεκτρονίων) και μικρότερη τάση επιτάχυνσης. Με μικρότερη αρχική τάση επιτάχυνσης και μικρότερο spotsize έχουμε μια μικρότερη ζώνη διέγερσης. Αυτά λοιπόν μας επιτρέπουν μια πολύ καλύτερη ανάλυση από αυτήν που είχαμε σε κλασικά S.E.M με νήμα βολφραμίου.

ΤΟ ΜΙΚΡΟΣΚΟΠΙΟ SEM ΚΑΙ ΣΥΓΚΡΙΣΗ ΜΕ ΑΛΛΕΣ ΤΕΧΝΙΚΕΣ

Η τεχνική του S.E.M είναι παρόμοια με μία άλλη τεχνική της μικροσκοπίας, αυτήν της ηλεκτρονικής μικροσκοπίας μετάδοσης (T.E.M transmission electron microscopy). Είναι όμοια από την άποψη ότι και στα δύο χρησιμοποιείται μια δέσμη ηλεκτρονίων ως κύρια πηγή. Η κυρίως διαφορά τους είναι ότι το T.E.M είναι ένα όργανο καθαρά οπτικό, αφού χρησιμοποιεί φακό για να φαίνεται η απεικόνιση. Η δέσμη ηλεκτρονίων περνάει μέσα από το δείγμα, και μετά ο φακός προβάλλει την απεικόνιση σε μια επίπεδη επιφάνεια. Το S.E.M από την άλλη, δεν είναι ένα τόσο οπτικό εργαλείο. Γιατί το S.E.M χρησιμοποιεί τα ηλεκτρόνια για να φορτίσει το δείγμα, και μετά ανιχνεύει τα σκεδαζόμενα από το δείγμα ηλεκτρόνια χρησιμοποιώντας διάφορους ανιχνευτές ηλεκτρονίων. Ουσιαστικά το S.E.M κοιτάει τα ηλεκτρόνια που οπισθοσκεδάζονται από το δείγμα, ενώ το T.E.M βλέπει τα ηλεκτρόνια που διαπερνάνε το δείγμα, ή διαθλώντα, ανάλογα με την διαμόρφωση. Έτσι λοιπόν το T.E.M χρησιμοποιείται σε λεπτά, στρωτά δείγματα ενώ το S.E.M μπορεί να χρησιμοποιηθεί σε δείγματα ποικίλου πάχους. Επίσης το S.E.M έχει ένα μεγαλύτερο βάθος εστίασης. Αυτό του επιτρέπει να δείχνει το βάθος και να μας δείχνει μια τρισδιάστατη εικόνα ενώ το T.E.M μας δίνει πάντα μια δισδιάστατη εικόνα. Αυτό θα εξηγηθεί σε μεγαλύτερο βάθος στο κομμάτι της θεωρίας.

Συγκρίνοντας το με την οπτική μικροσκοπία, το S.E.M είναι πολύ ανώτερο σε θέμα ανάλυσης. Η οπτική μικροσκοπία χρησιμοποιεί το φως, τ' οποίο όμως μειώνει την ανάλυση. Το S.E.M όμως χρησιμοποιεί ακτίνα ηλεκτρονίων, επομένως είναι λιγότερο επιρρεπές σε φαινόμενα διάθλασης τα οποία μας μειώνουν την ανάλυση. Όπως στο T.E.M , η οπτική μικροσκοπία απαιτεί λεπτά δείγματα και μας δίνει μια σαφή δισδιάστατη εικόνα. Στην πραγματικότητα, η οπτική μικροσκοπία είναι πολύ κοντά στο T.E.M, από την άποψη ότι είναι και τα δυο οπτικές μέθοδοι.

Όπως και να έχει, και οι 3 μέθοδοι είναι παρεμφερείς, από την άποψη ότι και οι τρεις μέθοδοι χρησιμοποιούν φακούς για να εστιάσουν την εισερχόμενη δέσμη. Η οπτική μικροσκοπία και το T.E.M έχουν το δείγμα κάτω από τον φακό τους. Όμως έχουν και άλλους φακούς μαζί. Φακούς αντικειμενικούς και φακούς προβολής. Το S.E.M έχει διαφορετική εγκατάσταση και θα την δείξουμε στο πειραματικό κομμάτι. Το S.E.M και το T.E.M χρησιμοποιούν ηλεκτρομαγνητικούς, ή ηλεκτροστατικούς φακούς, ενώ η οπτική μικροσκοπία χρησιμοποιεί απλά διαθλαστικό υλικό.

ΧΡΗΣΙΜΟΤΗΤΕΣ

Η ηλεκτρονική μικροσκοπία σάρωσης, είναι χρήσιμη για ποίκιλα περιβάλλοντα έρευνας γιατί έχει την δυνατότητα να μας παρέχει μια πραγματική εικόνα ενός δείγματος, έτσι αντιτίθεται σε τεχνικές όπως το XRD ή το Raman. Επιπλέον η εικόνα είναι πολύ περισσότερο τρισδιάστατη από την εικόνα του TEM. Σε βάθος πεδίου, το πεδίο του SEM είναι πιο μεγαλύτερο. Ως εκ τούτου το SEM χρησιμοποιείται για δείγματα των οποίων οι επιφάνειες δεν εξομαλύνονται εύκολα. Στο πεδίο της επιστήμης των υλικών, το SEM μας δείχνει εικόνες από υλικά διαφόρων τύπων, ειδικότερα για εξέταση επιφάνειας με κόκκους, που μπορούμε να τη δούμε καθαρά

Γενικότερα, η ανάλυση της δομής ενός υλικού από την κλίμακα νάνο στην μικροκλίμακα μπορεί να γίνει με το SEM. Επιπλέον μπορεί να προσδιορίσει πληροφορίες για την σύνθεση, όπως εντοπίζουμε βαρύτερα άτομα στην δομή . Αυτό μας δίνει πληροφορίες για την πραγματική χημεία του δείγματος. Στην νανοτεχνολογία το SEM είναι ιδιαίτερα χρήσιμο για νάνο-υλικά, καθώς οι μικροί κόκκοι των νάνο-υλικών μπορούν ν' απεικονιστούν. Επιπλέον, μπορούμε να δούμε και να αναλύσουμε την δομή νανοσωματιδίων και νανοσωλήνων. Τα υλικά αυτά μπορούν να αναλυθούν το ίδιο με υλικά που χρησιμοποιούνται στην επιστημονική έρευνα. Περαιτέρω το SEM είναι χρήσιμο στον τομέα της νάνο-ηλεκτρονικής, από τότε που τρανζίστορ νάνο-κλίμακας (τα οποία τώρα είναι

γύρω στα 65 nm το ελάχιστο χαρακτηριστικό πλάτος τους.) απεικονίζουν για να καθορίσουν την ευρωστία της διαδικασίας. Αυτό γίνεται συχνά σαν μέθοδος χαρακτηρισμού σε εγκαταστάσεις παραγωγής ημιαγωγών.

Το SEM μπορεί να χρησιμοποιηθεί στην ιατρική για τα χονδροκύτταρα που είναι στα κόκκαλα του ανθρώπινου σώματος. Σ' ένα οπτικό μικροσκόπιο τέτοια κύτταρα φαίνονται κάτι σαν ζελέ. Στο SEM φαίνονται σαν το κομμάτι ενός σκληρού δομημένου δικτύου. Άλλες χρήσεις του SEM είναι στην βιολογία, και στους ιατροδικαστές καθώς οι βιολόγοι το χρησιμοποιούν εκτεταμένα για κύτταρα και έρευνες πάνω σε αυτά, ενώ οι ιατροδικαστές το χρησιμοποιούν για να διαπιστώσουν τα αίτια κάποιου θανάτου ή και να αποδείξουν την αθωότητα ή την ενοχή κάποιου. Η ικανότητα του SEM να δημιουργεί κενό στον θάλαμό του βοηθάει στο να συντηρηθούν για καιρό τα υπό εξέταση δείγματα.

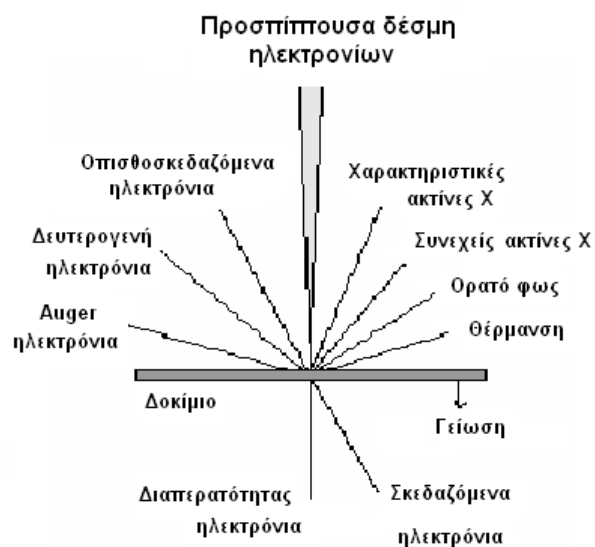
2. ΘΕΩΡΗΤΙΚΕΣ ΑΡΧΕΣ

Η βασική αρχή του S.E.M είναι ότι όταν μια δέσμη ηλεκτρονίων προσπίπτει σε ένα δείγμα, οι αλληλεπιδράσεις οδηγούν στο να εκπέμπονται και στην συνέχεια ν' ανιχνεύονται διάφοροι τύποι ηλεκτρονίων και φωτονίων από το δείγμα μας. Ο πρώτος τύπος ηλεκτρονίων είναι τα δευτερογενή ηλεκτρόνια. Τα δευτερογενή ηλεκτρόνια δημιουργούνται, όταν ένα ηλεκτρόνιο της ακτίνας περνάει κοντά από ένα άτομο του δείγματός μας και το ιονίζει. Αυτό σημαίνει ότι ένα ηλεκτρόνιο από μια ενεργειακή στοιβάδα του δείγματος χρησιμοποιεί κάποια από την ενέργεια του ηλεκτρονίου της δέσμης μας για να φύγει από την θέση του στο. Η ενέργεια είναι συνήθως μικρή εξαιτίας του μικρού έργου εξαγωγής, δηλαδή της ποσότητας ενέργειας που ένα ηλεκτρόνιο χρειάζεται για να φύγει από την κατάσταση που βρίσκεται προς το κενό. Η ενέργεια των δευτερογενών ηλεκτρονίων είναι περίπου 50 eV, αρκετά χαμηλή, οπότε αυτά πρέπει να δημιουργηθούν κοντά στην επιφάνεια για να μπορέσουν να αποδράσουν. Έτσι λοιπόν, δευτερογενή ηλεκτρόνια παράγονται κοντά στην επιφάνεια, μέσα σε ένα πάχος περίπου 10nm. Επομένως, τα δευτερογενή ηλεκτρόνια μας δίνουν πληροφορίες για την επιφανειακή τοπογραφία του δείγματός μας. Με αυτόν τον τρόπο, μας δίνει μια εικόνα, η οποία μας δείχνει καθαρά τις πτυχώσεις και τις

κυρτώσεις του δείγματός μας. Επίσης μας δίνει, μια αντίληψη του βάθους καθώς τα δευτερογενή ηλεκτρόνια μπορούν να φύγουν από το δείγμα σε διάφορες κατευθύνσεις αλλά και επειδή η φωτεινότητα της εικόνας είναι συνάρτηση του βάθους (όσο πιο βαθιά βρίσκεται ένα σημείο, τόσο λιγότερα δευτερογενή ηλεκτρόνια μπορούν να δραπέτεύσουν από αυτό. Χάρη σε αυτά λοιπόν, μας βγαίνει κάτι σαν τρισδιάστατη εικόνα.

Ο άλλος βασικός τύπος ηλεκτρονίων που παράγονται, είναι τα οπισθοσκεδαζόμενα ηλεκτρόνια.

Δημιουργούνται από την πρόσπτωση ηλεκτρονίου της δέσμης μας σε κάποιο πυρήνα ατόμου στο δείγμα, που έτσι σκεδάζεται προς τα πίσω. Καθώς δεν υπάρχει μεταφορά ενέργειας, τα σκεδαζόμενα ηλεκτρόνια έχουν ίση ενέργεια με τα ηλεκτρόνια της δέσμης μας. Έτσι λοιπόν, μπορούν να αποδράσουν από το δείγμα μας σε μεγαλύτερη απόσταση. Άτομα με υψηλότερο



Σχήμα 1: Φαινόμενα αλληλεπίδρασης δέσμης δείγματος

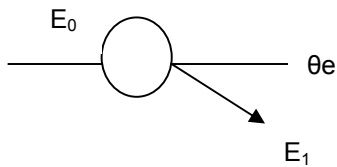
ατομικό αριθμό έχουν μεγαλύτερους πυρήνες και έτσι μπορούν να οπισθοσκεδάσουν ηλεκτρόνια πιο αποτελεσματικά. Ως αποτέλεσμα, τα οπισθοσκεδαζόμενα ηλεκτρόνια παράγονται περισσότερο από άτομα με μεγαλύτερο πυρήνα. Αυτό μας επιτρέπει να πάρουμε μια πιο συγκροτημένη εικόνα από τα σκεδαζόμενα ηλεκτρόνια. Όσο πιο φωτεινό είναι ένα σημείο του δείγματός μας, τόσο πιο βαριά άτομα υπάρχουν σε αυτό. Καταλαβαίνουμε ότι αυτή η τεχνική είναι αρκετά χρήσιμη στο να εντοπίζουμε τα βαριά άτομα.

Οι αλληλεπιδράσεις που συμβαίνουν ανάμεσα στο δείγμα και τα ηλεκτρόνια της δέσμης παρουσιάζονται στο σχήμα 1 και περιλαμβάνουν:

1) *Φόρτιση (Charging)*, δηλαδή συσσώρευση φορτίου ηλεκτρονίων στο δείγμα. Για να μην συμβαίνει αυτό, το δείγμα θα πρέπει να είναι αγώγιμο και συνδεδεμένο με γείωση ή να χρησιμοποιείται χαμηλό δυναμικό επιτάχυνσης.

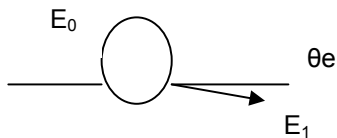
2) *Ελαστική σκέδαση ηλεκτρονίων*

(Μεγαλύτερη γωνία, μικρότερη απώλεια ενέργειας)



3) *Μη ελαστική σκέδαση ηλεκτρονίων*

(Μικρότερη γωνία, μεγαλύτερη απώλεια ενέργειας)



4) *Θέρμανση του δείγματος*

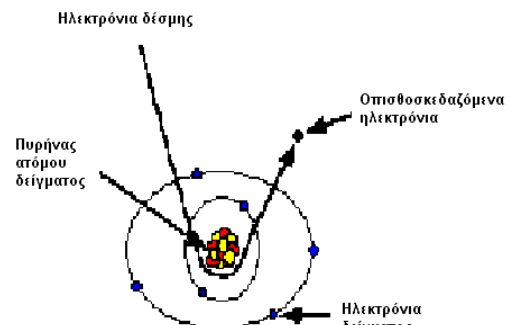
2.1 Ελαστική σκέδαση

Η ελαστική σκέδαση περιλαμβάνει:

- ▶ Ελαστικά σκεδαζόμενα ηλεκτρόνια δέσμης (Elastically scattered primary electrons) τα οποία δεν ανιχνεύονται από το σύστημα.
- ▶ Οπισθοσκεδαζόμενα ηλεκτρόνια (Backscattered Electrons)

Όταν τα ηλεκτρόνια της δέσμης με ενέργεια πχ 30 KeV φθάσουν στην επιφάνεια του δείγματος, διεισδύουν σε βάθος που εξαρτάται από τον ατομικό αριθμό. Τα ηλεκτρόνια ταξιδεύουν προς τυχαίες κατευθύνσεις μέσα στο δείγμα και συγκρούονται με τα άτομα του δείγματος.

Τα ηλεκτρόνια συγκρούονται ελαστικά με τον πυρήνα του ατόμου (ειδικά σε μεγάλα άτομα) και σκεδάζονται προς οποιαδήποτε κατεύθυνση χωρίς σημαντική απώλεια της ενέργειάς τους (κρατούν το 50 με 80% της αρχικής ενέργειας). Τα ηλεκτρόνια που



Σχήμα 2: Οπισθοσκεδαζόμενα ηλεκτρόνια

σκεδάζονται προς τα πίσω (με γωνία 180°) λέγονται οπισθοσκεδαζόμενα (Backscattered electrons, BSE), έχουν μεγαλύτερη ενέργεια και εκπέμπονται από μεγαλύτερο βάθος από το δείγμα.

Το ποσοστό των ηλεκτρονίων που εκπέμπονται οπισθοσκεδαζόμενα, εξαρτάται από τον ατομικό αριθμό του ατόμου του δείγματος. Για τα ελαφρά στοιχεία είναι ~6% ενώ για τα βαρύτερα ~50%. Επομένως η αλλαγή του ποσοστού των BSE δίνει διαφοροποίηση στην εικόνα ανάλογα με τον ατομικό αριθμό. Οι βαρύτερες φάσεις φαίνονται λαμπρότερες από τις ελαφρύτερες. Έτσι έχουμε πληροφορίες για την σύσταση του δείγματος.

Ανίχνευση οπισθοσκεδαζόμενων

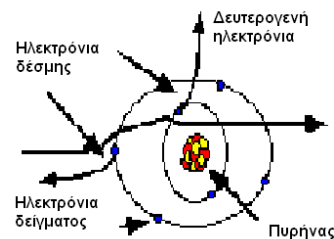
Η ανίχνευση γίνεται χρησιμοποιώντας ως ανιχνευτή ένα ημιαγωγό στερεάς κατάστασης (solid state semiconductor) σχήματος donut, ο οποίος είναι προσαρμοσμένος στην έξοδο της κολώνας. Μετρώνται τα κτυπήματα ηλεκτρονίων στον ανιχνευτή, τα οποία μετατρέπονται σε ρεύμα και δημιουργούν μια εικόνα.

2.2 Μη ελαστική σκέδαση

- ▶ Η ελαστική σκέδαση περιλαμβάνει: Μη ελαστικά σκεδαζόμενα ηλεκτρόνια (Inelastically scattered electrons), τα οποία δεν ανιχνεύονται από το σύστημα
- ▶ Δευτερογενή ηλεκτρόνια (Secondary electrons, SE)

Δευτερογενή ηλεκτρόνια

Όταν τα ηλεκτρόνια της δέσμης συγκρούονται με τα ηλεκτρόνια του ατόμου, μερικά από τα χαλαρά συγκρατούμενα ηλεκτρόνια μπορεί να φύγουν από το άτομο και ονομάζονται δευτερογενή ηλεκτρόνια. Κάθε προσπίπτον ηλεκτρόνιο μπορεί να παράγει αρκετά δευτερογενή.



Σχήμα 3: Δευτερογενή ηλεκτρόνια

Κάθε ηλεκτρόνιο που εγκαταλείπει το άτομο μετά από σύγκρουση με άλλο υψηλής ενέργειας είναι θεωρητικά ένα δευτερογενές ηλεκτρόνιο.

Τα δευτερογενή ηλεκτρόνια είναι χαμηλής ενέργειας (50eV) και εκπέμπονται κοντά στην επιφάνεια του δείγματος, αφού αυτά που εκπέμπονται από μεγαλύτερο βάθος, απορροφούνται εύκολα από την μάζα του δείγματος. Γι' αυτό τα δευτερογενή ηλεκτρόνια είναι χρήσιμα για την απεικόνιση της επιφάνειας του δείγματος.

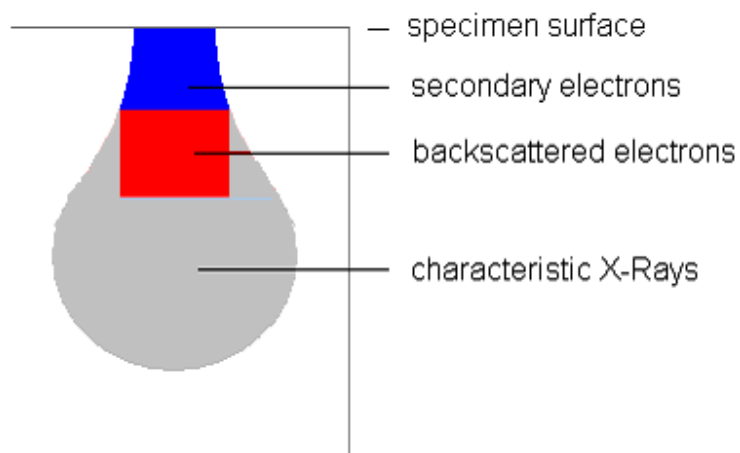
Τα δευτερογενή ηλεκτρόνια παράγονται σε δύο περιπτώσεις:

- Καθώς η δέσμη εισέρχεται στην επιφάνεια
- Καθώς η οπισθοσκεδαζόμενη δέσμη εξέρχεται από την επιφάνεια

Ο δεύτερος μηχανισμός είναι δέκα φορές πιο πιθανός από τον πρώτο. Επομένως είναι αναμενόμενο να υπάρχει μεγαλύτερη εκπομπή δευτερογενών ηλεκτρονίων εκεί που είναι μεγάλη και η εκπομπή οπισθοσκεδαζόμενων. Γι' αυτό οι εικόνες των δευτερογενών και των οπισθοσκεδαζόμενων δεν διαφέρουν πολύ.

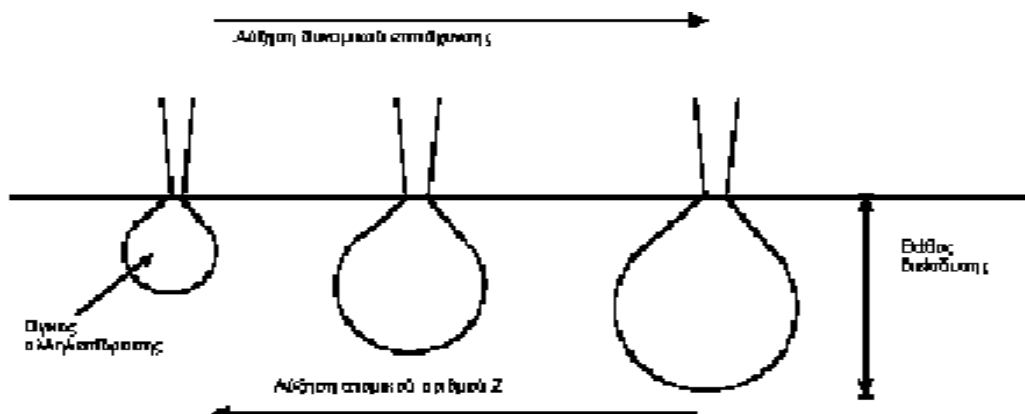
Τελικά παράγονται ακτίνες X από την πρόσκρουση δέσμης ηλεκτρονίων στο δείγμα. Οι ακτίνες X παράγονται όταν ένα ηλεκτρόνιο στοιβάδας απορροφάει ενέργεια από ηλεκτρόνιο που προσκρούει πάνω του, αλλάζει στοιβάδα και πάει σε στοιβάδα μεγαλύτερης ενέργειας. Έτσι αφήνει μια “τρύπα” στην αρχική στοιβάδα. Ένα άλλο ηλεκτρόνιο έρχεται τότε να καλύψει το κενό της στοιβάδας και έτσι εκπέμπεται ένα φωτόνιο σε μήκος κύματος των ακτίνων X. Το φωτόνιο έχει ενέργεια τέτοια που είναι ίση με την διαφορά μεταξύ του μεγαλύτερου και του μικρότερου επίπεδου ενέργειας. Αυτό μπορεί να συμβεί και βαθιά μέσα στο δείγμα μας γιατί οι ακτίνες X δεν είναι φορτισμένες και έτσι μπορούν να ξεφύγουν πιο εύκολα από το δείγμα απ’ ότι τα ηλεκτρόνια. Οι ακτίνες X παράγονται και εισχωρούν πιο βαθιά μέσα στο δείγμα απ’ ότι τα δευτερογενή και τα οπισθοσκεδαζόμενα ηλεκτρόνια μαζί. Το μήκος κύματος της ακτίνας X, προφανώς είναι χαρακτηριστικό του ατόμου, καθώς η διαφορά ενέργειας μεταξύ των 2 επιπέδων ενέργειας είναι πάντα χαρακτηριστικό ενός ατόμου. Γι’ αυτόν τον λόγο, το ηλεκτρομαγνητικό φάσμα και το μήκος κύματος μίας ακτίνας X, που εκπέμπονται από το δείγμα, μας δίνουν μια ένδειξη της χημικής σύστασης του δείγματος, μια διαδικασία πιο γνωστή ως EDX. Αυτή η τεχνική δουλεύει αρκετά καλά με όλα τα στοιχεία. Ωστόσο το ηλεκτρόνιο που προσπίπτει πρέπει να έχει αρκετή ενέργεια ώστε να προκαλέσει μετάβαση από την μια στοιβα στην άλλη. Οπότε για ν’ ανιχνεύσουμε κάποια άτομα με υψηλές μεταβάσεις, θα χρειαστεί μεγάλη τάση επιτάχυνσης. Τυπικά μας χρειάζεται μια τάση επιτάχυνσης της τάξης των 15kV.

Η παρακάτω εικόνα (εικόνα 1) μας δείχνει τα 3 είδη πιθανών σημάτων και το βάθος του δείγματος από το οποίο μπορούν να προέλθουν. Ως συνέπεια από τα προηγούμενα, τα δευτερογενή ηλεκτρόνια έρχονται κυρίως από κοντά στην επιφάνεια. Τα οπισθοσκεδαζόμενα ηλεκτρόνια, πάνε βαθύτερα και οι χαρακτηριστικές ακτίνες X πάνε σε βαθύτερο σημείο. Το συνολικό σχήμα-δάκρυ, είναι το επίπεδο της αλληλεπίδρασης.



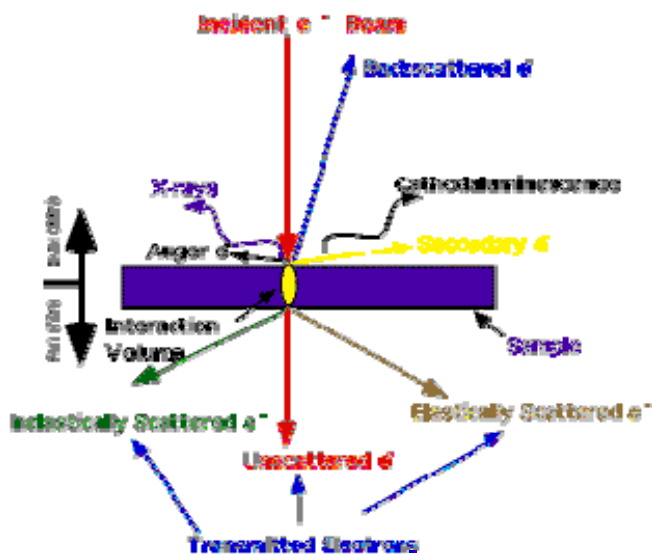
ΕΙΚΟΝΑ1: Κυρίως σήματα του S.E.M

Το μέγεθος του δακρύου εξαρτάται από το ατομικό βάρος των ατόμων στο δείγμα, και την τάση επιτάχυνσης, η οποία είναι ανάλογη της έντασης της δέσμης ηλεκτρονίων . Η σχέση μεταξύ των 2 παραμέτρων παρουσιάζεται στο σχήμα 4. Όπως βλέπουμε καθώς η τάση επιτάχυνσης αυξάνεται, ή το ατομικό βάρος μειώνεται, η ένταση της αλληλεπίδρασης γίνεται πιο μεγάλη. Αυτό οδηγεί σε μικρότερη ανάλυση, καθώς επικαλύπτεται από τα διάφορα σήματα που εκπέμπονται από γειτονικές περιφέρειες του δείγματος.



Σχήμα 4: Η επιρροή του ατομικού βάρους και της τάσης επιτάχυνσης στην ένταση

Η αλληλεπίδραση της δέσμης ηλεκτρονίων με το δείγμα είναι αυτό που κάνει εφικτή την ηλεκτρονική μικροσκοπία. Τα ηλεκτρόνια της δέσμης ηλεκτρονίων χτυπάνε το δείγμα και έτσι συμβαίνουν ποικίλες αντιδράσεις όπως παρουσιάζεται στο παρακάτω σχήμα 5



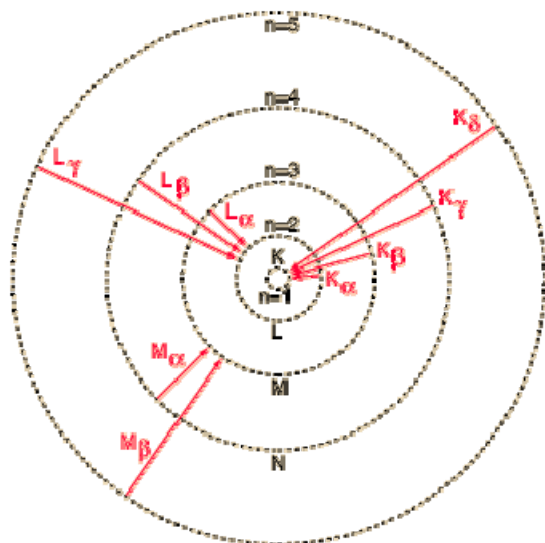
Σχήμα 5: σχηματική επεξήγηση της αλληλεπίδρασης του δείγματος με την δέσμη ηλεκτρονίων.

Για τις ανάγκες της εργασίας αυτής πραγματοποιήθηκε χαρακτηρισμός κάποιων δειγμάτων χρησιμοποιώντας S.E.M τύπου JEOL JSM-6510 LV το οποίο είναι εξοπλισμένο με ανιχνευτή INCA Energy x-rays, για ανάλυση EDX.

EDX ανάλυση

Εδώ είναι μια θεωρητική εισαγωγή για την EDX ανάλυση. Έτσι λοιπόν η ανάλυση EDX βασίζεται στην ανάλυση της ενεργειακής κατανομής των ακτίνων X που εκπέμπονται κατά την αλληλεπίδραση ενός δείγματος με μια δέσμη ηλεκτρονίων. Είναι μια τεχνική που χρησιμοποιείται για τον προσδιορισμό της στοιχειακής σύστασης ενός δείγματος, ή μιας περιοχής που ενδιαφερόμαστε σε ένα δείγμα. Ένα σύστημα ανάλυσης EDX λειτουργεί σε συνδυασμό με ένα ηλεκτρονικό μικροσκόπιο σάρωσης (S.E.M) και αποτελούν μαζί ένα ολοκληρωμένο σύστημα για ανάλυση υλικών. Στο πειραματικό κομμάτι επεξηγούμε καλύτερα το πώς λειτουργεί το EDX.

Στο πλαίσιο της συγκεκριμένης εργασίας χρησιμοποιήθηκε ένας ανιχνευτή INCA Energy X-ray σε ένα ολοκληρωμένο σύστημα μικροανάλυσης μέσα σε ένα JEOL CM630 LV ηλεκτρονικό μικροσκόπιο σάρωσης στο Τ.Ε.Ι Κρήτης. Η εγγραφή εικόνων γινόταν δυνατή μέσω του συστήματος Οι INCA, στον σκληρό δίσκο, φλασάκι ή σε CD.



ΕΙΚΟΝΑ 6: Παραγωγή ακτίνων Χ-φασματική συστοιχία

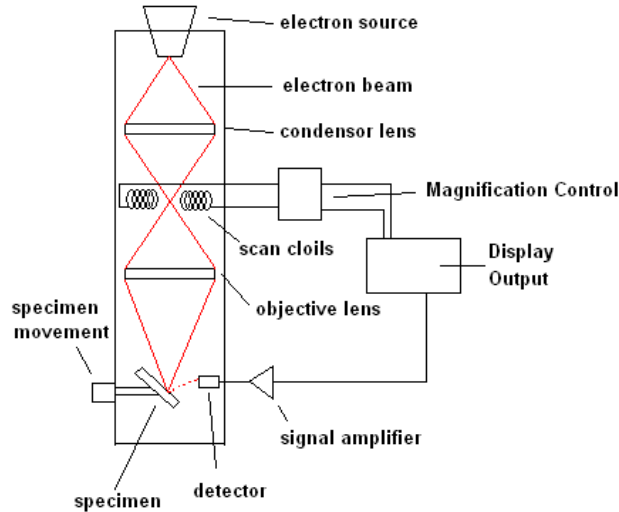
Γενικά, η ενεργειακή κατανομή και η ανάλυση ακτίνων Χ είναι δυνατή για όλα τα ορυκτά και τα κράματα εφόσον βέβαια η επιφάνεια τους είναι καλά γυαλισμένη. Τα όρια της ανίχνευσης μιας ανάλυσης EDX δεν είναι σταθερή αλλά τυπικά βρίσκεται στην περιοχή των 0.02-0.05%. Παράλληλα, υπάρχει λογισμικό που μας επιτρέπει να βλέπουμε στην έξοδο το φάσμα ενέργειας, ενώ επιτρέπεται και σάρωση/χαρτογράφηση περιοχής. Με σύγχρονο λογισμικό, είναι δυνατόν να συλλέξουμε μια σειρά από φάσματα για κάθε σημείο του δείγματος (pixel). Αυτό μπορεί να πραγματοποιηθεί με σάρωση της δέσμης ηλεκτρονίων, καθώς αυτή ψάχνει κατά μήκος την επιφάνεια του δείγματος. Αν αναλυθεί μόνο ένα σημείο, είναι δυνατή η ποσοτική ανάλυση των στοιχείων κάτω από αυτό το σημείο. Έτσι λοιπόν, αυτό το σημείο είναι γνωστό και ως σημείο ανάλυσης. Ωστόσο εάν αναλυθεί μια γραμμή από σημεία, μπορεί να εκτελεστεί μία ανάλυση εγκάρσιας γραμμής που μπορεί να μας δείξει αποκλίσεις στην κατανομή των στοιχείων κατά μήκος της γραμμής. Αυτή η διαδικασία είναι γνωστή ως σάρωση γραμμής. Τελικά, το κάθε pixel θα είναι μια εικόνα η οποία θα μπορεί να αναλυθεί και να μας δια φωτίσει για την κατανομή ενός συγκεκριμένου στοιχείου κατά μήκος της γραμμής. Αυτή η διαδικασία είναι γνωστή ως dot-mapping των στοιχείων και μπορεί να πάρει αρκετό χρόνο, καθώς το ηλεκτρονικό μικροσκόπιο που διερευνά το δείγμα μας πρέπει να παραμένει σε κάθε σημείο για έναν προκαθορισμένο χρόνο, έτσι ώστε να έχει αρκετά στοιχεία για την ανάλυση. Σε πολλές εφαρμογές αυτής της τεχνικής, αυτό γίνεται κανονικά σε συνδυασμό με την εικόνα οπισθοσκεδαζόμενων ηλεκτρονίων, όπου κάθε σημείο της εικόνας έχει ένα

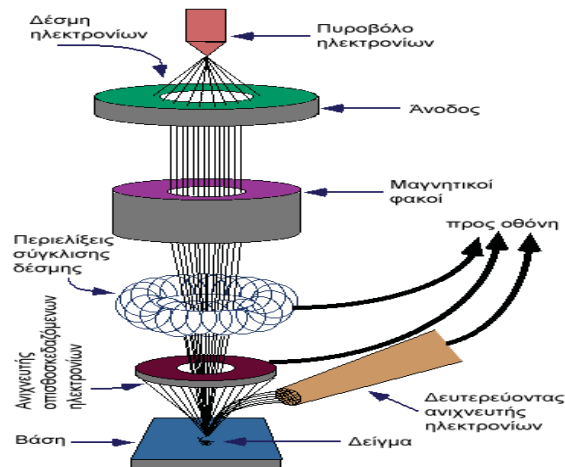
αντίστοιχο σημείο σε καθέναν από τους χάρτες ανάλυσης στοιχείων. Οι χάρτες ανάλυσης των στοιχείων συγκεντρώνονται ταυτόχρονα με την ανάλυση SEM. Ένας ακόμα λόγος που διαλέγουμε αυτόν τον τύπο αποτύπωσης των εικόνων είναι ότι μία αποτελεσματική ανάλυση ακτίνων Χ απαιτεί μια επίπεδη, γυαλισμένη επιφάνεια. Γιατί αν υπάρχουν έστω και λίγα εμπόδια για τις ακτίνες Χ, αυτά μπορούν να προκαλέσουν αλλοίωση του σήματός μας. Το λογισμικό μας χρειάζεται να βαθμονομηθεί με βάση γνωστά στάνταρ, πριν να το χρησιμοποιήσουμε κανονικά. Χρησιμοποιώντας αυτό το ισχυρό εργαλείο, μπορούμε να αποκτήσουμε λεπτομερές πληροφορίες όσον αφορά την στοιχειομετρία των υλικών.

3. ΠΕΙΡΑΜΑΤΙΚΑ

ΕΞΟΠΛΙΣΜΟΣ

Σε αυτήν την έρευνα χρησιμοποιήθηκε ένα ηλεκτρονικό μικροσκόπιο σάρωσης τύπου JSM6390 SEM κατασκευασμένο από την εταιρία JEOL. Το στήσιμο του S.E.M φαίνεται στην εικόνα 3.





Εικόνα 5: Στήσιμο του SEM

Η πηγή ηλεκτρονίων (electron source) είναι αυτή που παράγει την δέσμη ηλεκτρονίων (που πάει προς τα κάτω), με όλα τα ηλεκτρόνια να είναι μονοχρωματικά. Η διάταξη σε αυτήν την έρευνα χρησιμοποιεί νήμα βολφραμίου. Ο φακός συγκέντρωσης (condenser lens) σχηματίζει μια δέσμη (μπορεί να υπάρχουν και περισσότεροι φακοί). Ο αντικειμενικός φακός (objective lens) συγκεντρώνει την δέσμη ηλεκτρονίων πάνω στο δείγμα. Η δέσμη μπορεί να ερευνά κατά μήκος της επιφάνειας του δείγματος καθώς μπορεί να μετακινείται με πηνία σάρωσης (scan coils). Η διαδικασία σάρωσης ελέγχεται από την γεννήτρια σάρωσης που βρίσκεται στον έλεγχο μεγέθυνσης. Τα ηλεκτρόνια που προέρχονται από την δέσμη αλληλεπιδρούν με το δείγμα μας και ο ανιχνευτής μετράει μετά τα ηλεκτρόνια που εκπέμπονται όταν η δέσμη συγκεντρώνεται σε μία δοθείσα θέση. Η ένταση αποδίδεται, ενισχύεται (signal amplifier) και μετά φαίνεται στην οθόνη (display output).

Ένα ακόμα σημαντικό όργανο το οποίο συντροφεύει το S.E.M είναι η διάταξη ανάπτυξης επιστρώσεων (coater). Η διάταξη αυτή, όπως δηλώνει και το όνομά της, επικαλύπτει ένα αγωγίμο υλικό στο υπόστρωμα. Στην περίπτωση μας, η διάταξη ανάπτυξης επιστρώσεων ήταν ένας εξαχνωτής άνθρακα μέσω ηλεκτρικού τόξου, ο οποίος μας επιτρέπει την εναπόθεση του αγωγίμου άνθρακα πάνω σε επιφάνειες. Αυτό βοηθάει ένα δείγμα να διαθλά τα δευτερογενή ηλεκτρόνια, και έτσι να δίνει μια πολύ καλή εικόνα για την τοπογραφία. Επίσης αυτό βοηθάει το δείγμα μας να αποφύγει το φόρτισμα (φαινόμενο charging). Το φαινόμενο αυτό προκαλείται όταν τα ηλεκτρόνια παγιδεύονται σε ένα δείγμα που είναι μονωτής και απελευθερώνονται σιγά –σιγά προκαλώντας πολύ μεγάλη φωτεινότητα στην εικόνα μας. Προσθέτοντας μια αγωγίμη επίστρωση, επιτρέπεται στο δείγμα μας να ξεφορτιστεί γρήγορα από τα ηλεκτρόνια. Με αυτόν τον τρόπο γειώνουμε αποτελεσματικά το δείγμα μας.

Τα υλικά που χρησιμοποιούνται περισσότερο για την επικάλυψη δειγμάτων του S.E.M είναι ο χρυσός και ο άνθρακας. Το κυρίως μειονέκτημα του χρυσού είναι ότι απορροφά τις ακτίνες X. Αυτό έχει ως αποτέλεσμα να επηρεάζει το φάσμα του δείγματος μέσω EDX. Έτσι όταν χρειαζόμαστε EDX ανάλυση, πρέπει να επικαλύπτουμε τα δείγματα με άνθρακα. Κατά την διάρκεια αυτής της έρευνας, η ανάλυση EDX πραγματοποιήθηκε σε αγωγίμα δείγματα.

ΥΛΙΚΑ ΚΑΙ ΔΙΑΔΙΚΑΣΙΑ

Τα ακόλουθα υλικά χρησιμοποιήθηκαν κατά την διάρκεια αυτής της έρευνας:

- Διάφορα οργανικά και ανόργανα δείγματα (εξετασμένα από δευτερογενή ηλεκτρόνια και σε ποίκιλες τάσεις επιτάχυνσης)
- Δείγμα ηφαιστειακού πετρώματος, κέλυφος σαλιγκαριού (εξετάστηκαν από δευτερογενή ηλεκτρόνια και το EDX)
- Δείγματα επικαλυμμένα και μη επικαλυμμένα με άνθρακα.

- Κομμάτια Μπρούτζου, Χαλκού και αλουμινίου (εξετάστηκαν από δευτερογενή ηλεκτρόνια, οπισθοσκεδαζόμενα ηλεκτρόνια και το EDX).

Εικόνα 3.1: Παρακάτω βλέπουμε τον γράφοντα και όλο το σύστημα του S.E.M



Στις παρακάτω εικόνες, βλέπουμε αναλυτικά τα ξεχωριστά εξαρτήματα του S.E.M



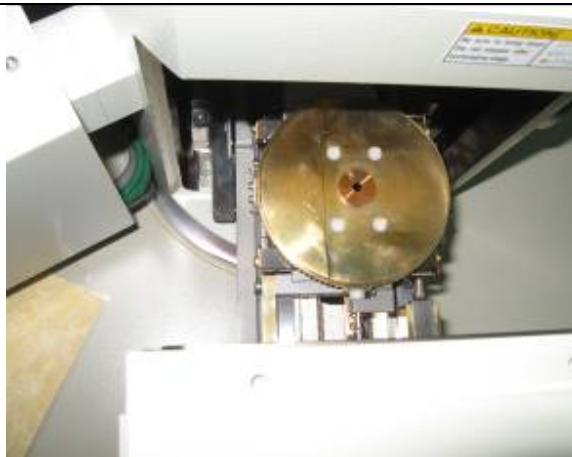
Η θύρα φόρτωσης, και χειριστήρια ελέγχου του SEM.



Ελεγκτής οπών για διορθώσεις στις παρεκκλίσεις



Το σύστημα EDX που σχετίζεται με το SEM.



Η βάση του SEM όπου μπαίνουν τα προς εξέταση δείγματα



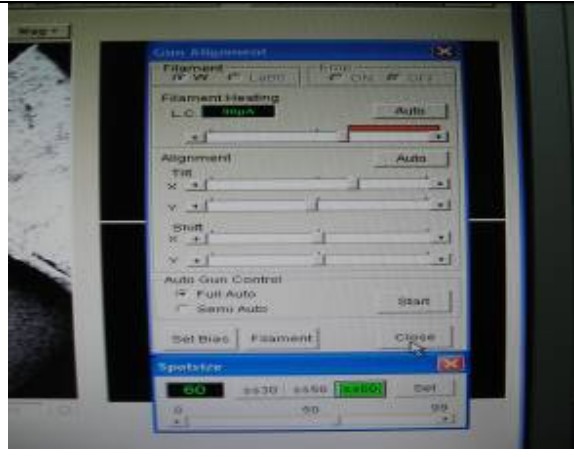
Τα υπό εξέταση δείγματά μας




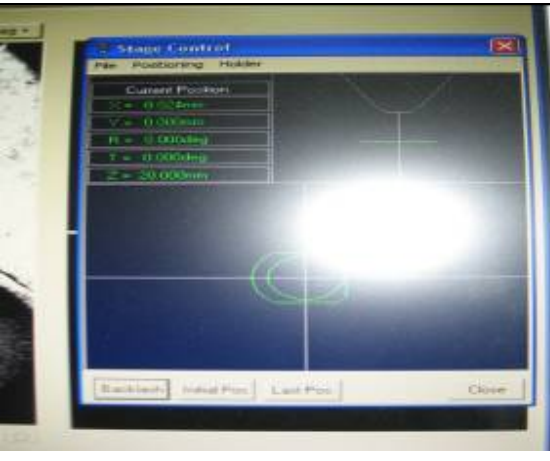
Εικόνα του εσωτερικού διαμερίσματος του μικροσκοπίου.



Οι αντλίες που εκκενώνουν τον αέρα από το εσωτερικό του SEM.



Οθόνη του υπολογιστή απ' όπου ελέγχουμε την έναρξη ή την λήξη του πυροβόλου ηλεκτρονίων. Επίσης ελέγχουμε και άλλες μεταβλητές που ίσως θέλουμε διαφορετικές όπως αν θέλουμε το σύστημα να λειτουργεί αυτόματα ή ημιαυτόματα το μέγεθος της κουκίδας καθώς και τους άξονες X, Y που το κανόνι ηλεκτρονίων μπορεί να μετακινηθεί.

	
<p>Εικόνα που μας δείχνει το που στοχεύει το κανόνι ηλεκτρονίων του SEM. Ο πίνακας γύρω του μας έχει διάφορες επιλογές που μας βοηθάνε να χουμε καλύτερη εικόνα των δειγμάτων μας.</p>	<p>Εικόνα που μας δείχνει στην οθόνη του υπολογιστή, το πώς στοχεύει το κανόνι ηλεκτρονίων.</p>

Η πηγή ηλεκτρονίων (electron source) είναι αυτή που παράγει την ακτίνα ηλεκτρονίων (που πάει προς τα κάτω) με όλα τα ηλεκτρόνια να είναι μονοχρωματικά. Το SEM σε αυτήν την έρευνα χρησιμοποιεί νήμα βολφραμίου. Ο συγκεντρωτικός φακός (condenser lens) σχηματίζει μια δέσμη (μπορεί να είναι περισσότεροι φακοί). Ο αντικειμενικός φακός (objective lens) συγκεντρώνει την δέσμη ηλεκτρονίων πάνω στο δείγμα. Η δέσμη ερευνά κατά μήκος της επιφάνειας του δείγματος χρησιμοποιώντας πηνία σάρωσης (scan coils). Η διαδικασία σάρωσης ελέγχεται από την γεννήτρια σάρωσης που βρίσκεται στον έλεγχο μεγέθυνσης. Τα ηλεκτρόνια που προέρχονται από την δέσμη αλληλεπιδρούν με το δείγμα μας και ο ανιχνευτής μετράει στη συνέχεια τα ηλεκτρόνια που εκπέμπονται όταν η ακτίνα συγκεντρώνεται σε μία δοθείσα θέση. Η ένταση αποδίδεται, ενισχύεται (signal amplifier) και μετά φαίνεται στην οθόνη (display output).

Επικαλυπτής και η διαδικασία επίστρωσης υλικών με άνθρακα

Ένα ακόμα σημαντικό όργανο το οποίο βοηθάει τις αναλύσεις με το SEM είναι ο επικαλυπτής (coater). Ο επικαλυπτής (coater) όπως δηλώνει και το όνομά του, επιστρώνει με ένα αγώγιμο ή μη αγώγιμο υλικό το υπόστρωμα. Στην περίπτωση

μας, ο επικαλυπτής είναι ένας εξατμιστής άνθρακα μέσω ηλεκτρικού τόξου, τ' οποίο μας επιτρέπει την εναπόθεση του αγωγίμου άνθρακα πάνω σε επιφάνειες. Αυτό βοηθάει ένα δείγμα στο να διαθλά τα δευτερογενή ηλεκτρόνια, και έτσι να δίνει μια σωστή εικόνα της τοπογραφίας. Επίσης αυτό βοηθάει το δείγμα μας απ' το να φορτίζεται (φαινόμενο charging). Το φαινόμενο αυτό προκαλείται όταν τα ηλεκτρόνια παγιδεύονται σε ένα δείγμα που είναι μονωτής και απελευθερώνονται σιγά –σιγά προκαλώντας πολύ μεγάλη φωτεινότητα στην εικόνα μας. Προσθέτοντας μια αγωγή επίστρωση (όπως αυτή του άνθρακα), επιτρέπει στο δείγμα μας να ξεφορτιστεί από τα ηλεκτρόνια. Με αυτόν τον τρόπο γειώνουμε αποτελεσματικά το δείγμα μας.

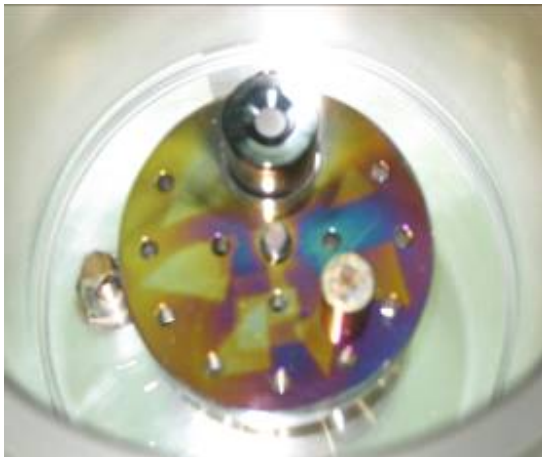
Τα πιο συνηθισμένα υλικά για κάλυψη δειγμάτων που χαρακτηρίζονται στο SEM είναι ο άνθρακας και ο χρυσός. Το κύριο μειονέκτημα στο να χρησιμοποιήσουμε χρυσή επικάλυψη, είναι ότι ο χρυσός απορροφάει τις ακτίνες X και αυτό παρεμποδίζει την ανάλυση EDX του δείγματός μας. Έτσι λοιπόν, όταν χρειαζόμαστε ανάλυση EDX, η επικάλυψη των δειγμάτων πρέπει να γίνεται από άνθρακα. Σε αυτή την έρευνα, η ανάλυση EDX πραγματοποιήθηκε σε αγωγίμα και μη αγωγίμα υλικά, με την χρήση επικάλυψης άνθρακα στην δεύτερη περίπτωση.



Η εικόνα αυτή μας δείχνει το μηχάνημα επικάλυψης με άνθρακα, έτοιμο προς χρήση. Παρατηρούμε μέσω του πάνω μηχανήματος της εικόνας μας (agar thickness monitor) ότι έχουμε ένδειξη απόστασης των δυο ακίδων άνθρακα 20nm, καθώς και την τάση 10 kV που έχουμε θέσει στο κάτω μηχάνημά (agar auto carbon coater) για να ξεκινήσει η διαδικασία της επικάλυψης.



Η εικόνα μας δείχνει, το μηχάνημα με τ' οποίο θα κάνουμε την διαδικασία επικάλυψης. Μέσα στο γυάλινο δοχείο της συσκευής βάζουμε το δείγμα που επιθυμούμε να επικαλύψουμε, μαζί με τον άνθρακα (C) ο οποίος ζεσταίνεται μεταξύ δύο ακίδων και εξαερώνεται. Στην συνέχεια ο εξαερωμένος άνθρακας κολλάει πάνω στο δείγμα που έχουμε τοποθετήσει μαζί του στο γυάλινο δοχείο.



Η εικόνα μας δείχνει το γυάλινο δοχείο που αναφέραμε προηγουμένως. Μέσα εδώ βάζουμε το δείγμα μας και τον άνθρακα για να γίνει η διαδικασία της επικάλυψης.



Η εικόνα μας δείχνει το μηχάνημά μας εν χρήση. Μέσα στο γυάλινο δοχείο έχουμε το δείγμα μας, και τις δυο ακίδες του άνθρακα. Αφού οι δυο ακίδες φορτίστηκαν πραγματοποιείται εκκένωση τάσης μεταξύ τους. Με αυτόν τον τρόπο ο άνθρακας εξαερώνεται. Αυτό το παρατηρούμε στον μετρητή απόστασης μεταξύ των ακίδων που τώρα η απόσταση δείχνει 11,6nm. Με την ηλεκτρική εκκένωση, πέφτει η τάση που το μηχάνημά μας προσφέρει στα 7kv.



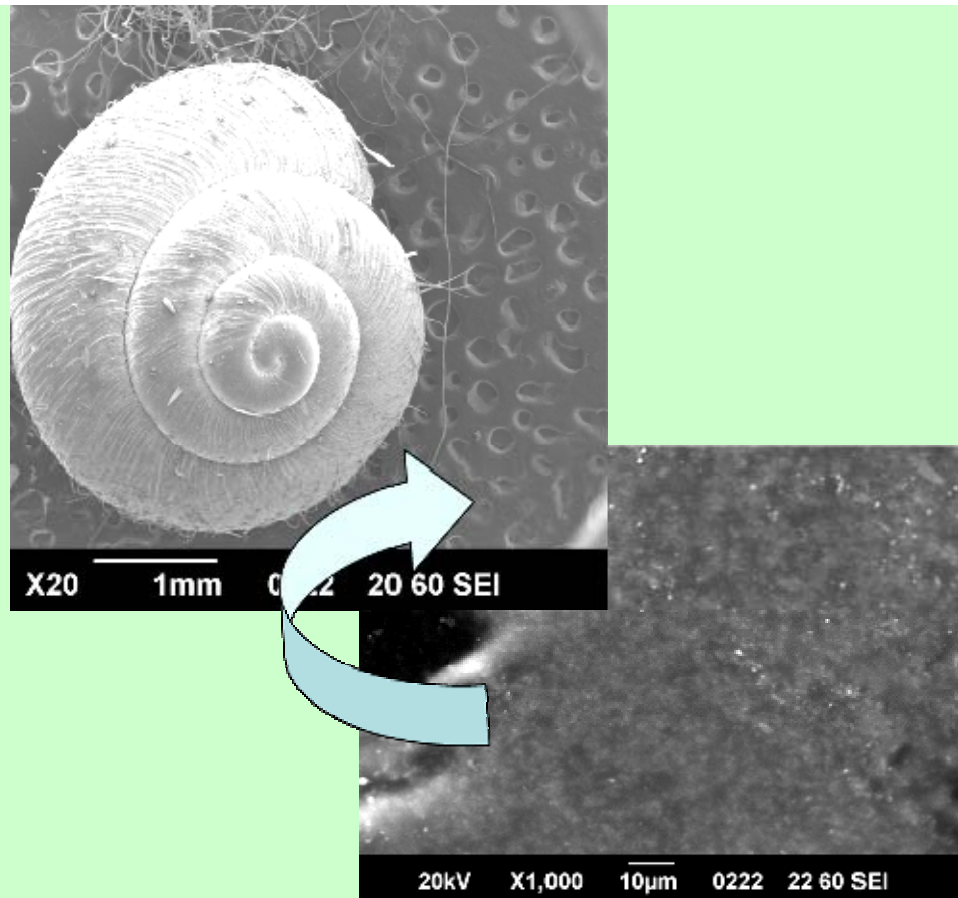
Η εικόνα μας δείχνει ότι η διαδικασία επικάλυψης να έχει σχεδόν ολοκληρωθεί. Οι ακίδες από άνθρακα έχουν σχεδόν εξαερωθεί με την μεταξύ τους εκκένωση της τάσης. Ο εξαερωμένος άνθρακας κάθεται πάνω στα δείγματα που έχουμε τοποθετήσει μαζί του.



Η εικόνα μας δείχνει την διαδικασία της επικάλυψης να έχει ολοκληρωθεί. Περιμένουμε 10 λεπτά ώστε ο εξαερωμένος άνθρακας που υπάρχει πάνω στα δείγματά μας, να κρυώσει πάνω τους και μετά να χρησιμοποιήσουμε τα δείγματα για τη μελέτη μας.

Κόλλα άνθρακα

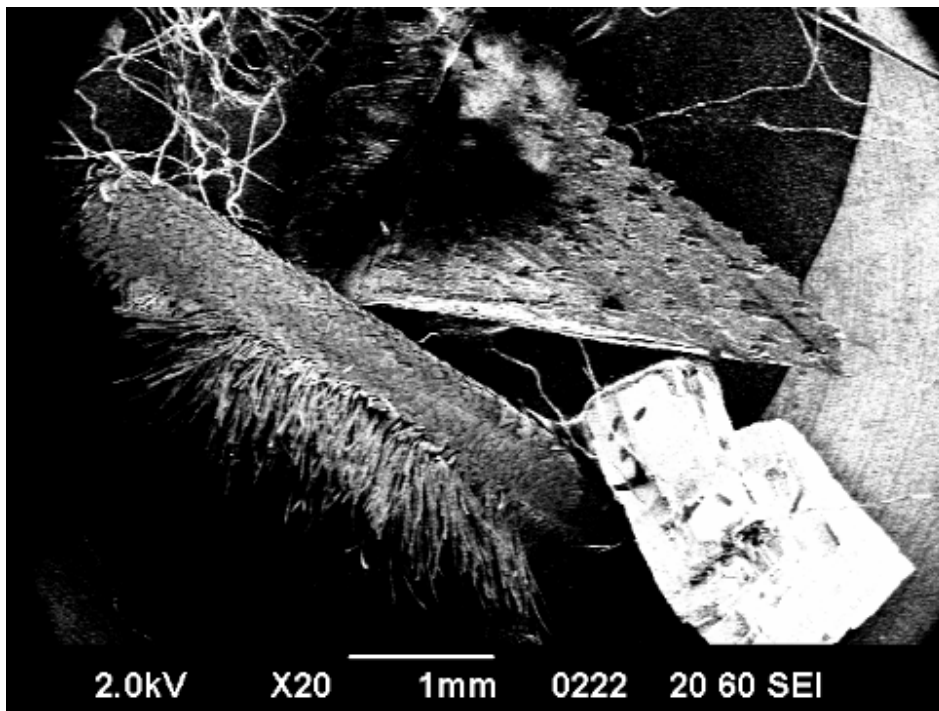
Στην εικόνα που ακολουθεί, βλέπουμε το πώς κολλάμε τα υπό εξέταση δείγματά μας, ώστε αυτά να είναι σταθερά, ενώ τα εξετάζουμε στο SEM.

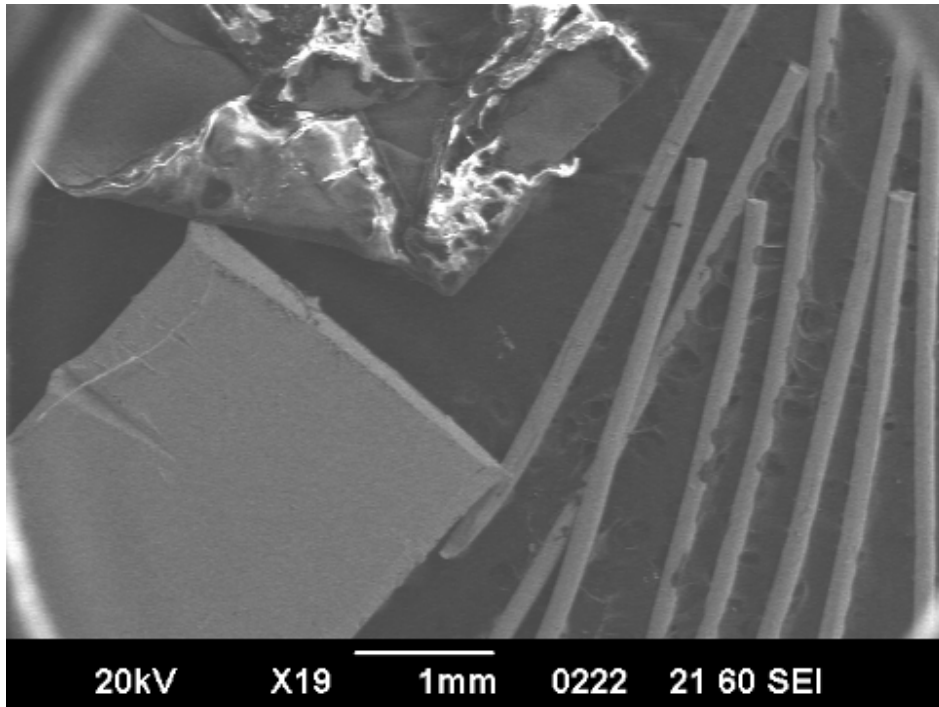


Οι πορώδεις επιφάνειες που καλύπτονται από επίστρωση άνθρακα παρατηρούνται σε μικρή μεγέθυνση. Άμα όμως τις μεγεθύνουμε οι επιφάνειές αυτές μοιάζουν κοκκώδης. Συγκεκριμένα, εξετάζουμε τον άνθρακα πάνω στον οποίο κολλάμε τα υπό εξέταση δείγματά μας καθώς σε αυτό το υλικό μπορούμε να μεγεθύνουμε και όχι στο σαλιγκάρι της εικόνας που δεν έχει επικαλυφθεί με άνθρακα και παρουσιάζει φαινόμενα φόρτισης τα οποία εξετάζουμε στην συνέχεια.

ΧΑΡΑΚΤΗΡΙΣΜΟΣ ΟΡΓΑΝΙΚΩΝ ΚΑΙ ΜΗ ΟΡΓΑΝΙΚΩΝ ΔΕΙΓΜΑΤΩΝ
(ΑΓΩΓΙΜΑ, ΗΜΙΑΓΩΓΙΜΑ ΚΑΙ ΜΟΝΩΤΕΣ)

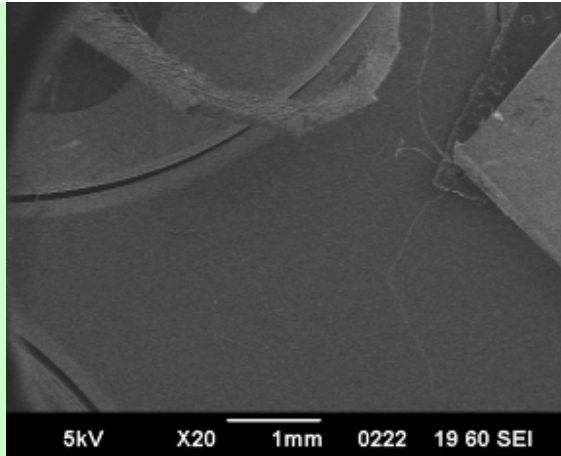
Στις παρακάτω εικόνες βλέπουμε μερικά από τα υπό εξέταση δείγματά μας. Στην συνέχεια παρουσιάζουμε κάποια φαινόμενα που μπορεί να συμβούν σε αυτά.





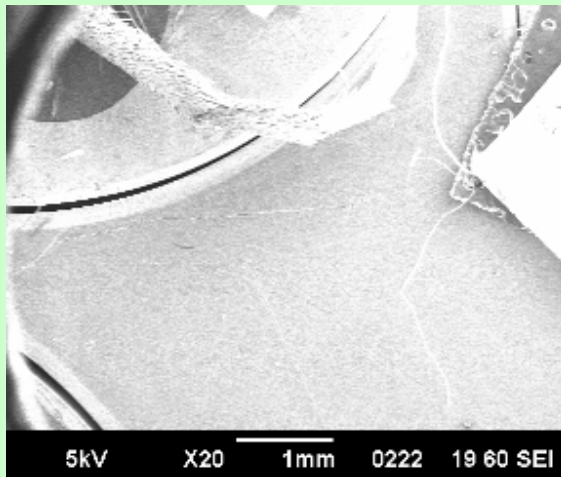
Γενικότερα, η ποιότητα των πειραματικών δεδομένων και οι εικόνες από το SEM, ήταν σχετικά καλές και ήταν σύμφωνα με τις απαιτήσεις που αφορά τις εικόνες που πρέπει να παρουσιάζει το SEM.

Εφαρμόζοντας τάση στο νήμα πυρακτώσεως, οδηγεί σε μια αυξανόμενη και διακυμαινόμενη αύξηση θερμότητας. Καθώς τα εκπεμπόμενα ηλεκτρόνια φτάνουν στην επιφάνεια του δείγματος, αλληλεπιδρούν με αυτό, και εκπέμπονται ή και διασκορπίζονται στους ανιχνευτές του S.E.M. Αυτό καθορίζει την ποιότητα του σήματος:



Το δείγμα μας όταν δεν έχει θερμανθεί επαρκώς το νήμα πυρακτώσεως

Acc Τάση: 5 kV
Μεγέθυνση: 20
Κλίμακα: 1 mm
Μέγεθος κουκίδας: 60
Ανιχνευτής SEI (Για εκπεμπόμενα δευτερογενή ηλεκτρόνια)



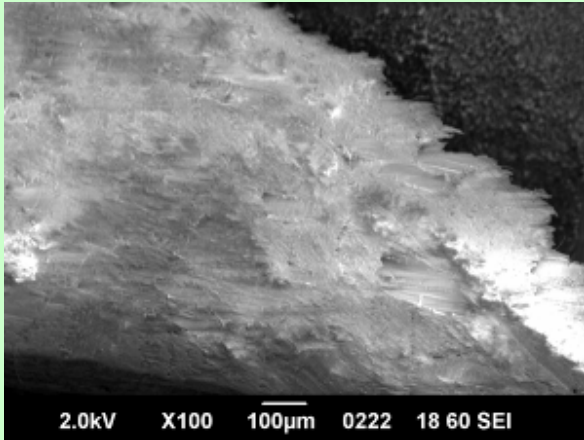
Το δείγμα μας όταν έχει θερμανθεί επαρκώς το νήμα πυρακτώσεως

Acc Τάση: 5 kV
Μεγέθυνση: 20
Κλίμακα: 1 mm
Μέγεθος κηλίδας: 60
Ανιχνευτής SEI (Για εκπεμπόμενα δευτερογενή ηλεκτρόνια)

Γενικότερα, η ποιότητα των πειραματικών δεδομένων και οι εικόνες από το S.E.M, ήταν σχετικά καλά και σύμφωνα με την θεωρία που περιστρέφεται γύρω από τις εικόνες που πρέπει να βγάζει το S.E.M. Οποιαδήποτε ανακρίβεια στις εικόνες (όπως το “λύγισμα”) δημιουργήθηκε από φαινόμενα φόρτισης της επιφάνειας. Τα φαινόμενα αυτά μπορούν να εξαλειφθούν, χρησιμοποιώντας μια διαπλατυσμένη δέσμη χαμηλής ενέργειας.

Φαινόμενα συσσώρευσης τάσης του δείγματος:

Φαινόμενο συσσώρευσης τάσης σε ξύλο



Acc Τάση: 2 kV

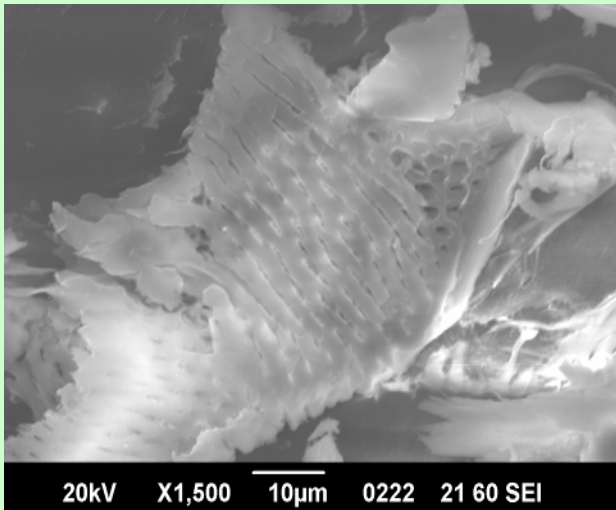
Μεγέθυνση: x100

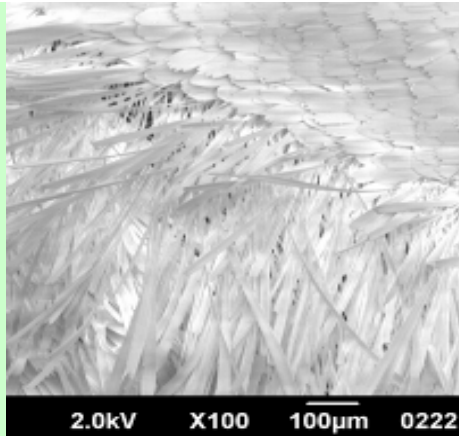
Κλίμακα 100µm

Μέγεθος κηλίδας: 60

Ανιχνευτής SEI (Για εκπεμπόμενα δευτερογενή ηλεκτρόνια)

Επικαλυμμένο ξύλο





Φαινόμενο συσσώρευσης τάσης σε κεραία νυχτοπεταλούδας

Acc Τάση: 2 kV

Μεγέθυνση: x100

Κλίμακα: 100µm

Μέγεθος κηλίδας: 60

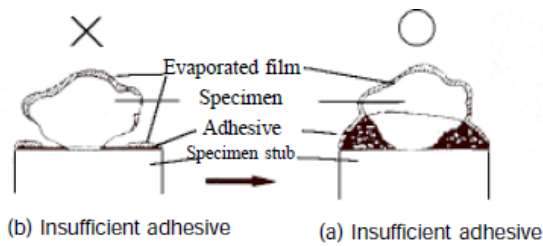
Ανιχνευτής SEI (Για εκπεμπόμενα δευτερογενή ηλεκτρόνια)

Στις εικόνες παραπάνω, παρατηρούμε την συσσώρευση τάσης (φαινόμενο charging) σε βιολογικά, μη αγώγιμα δείγματα, και τις επιρροές αυτού του φαινομένου στις εικόνες μας. Τα δείγματά μας είναι πολύ φωτεινά, και είναι δύσκολο να γίνουν παρατηρήσεις για την επιφάνειά τους. Τα δείγματά μας είναι ξύλο, και κομμάτι από το σώμα νυχτοπεταλούδας. Στην δεύτερη φωτογραφία παρατηρούμε επίσης ένα κομμάτι ξύλου, επικαλυμμένο με άνθρακα. Του ασκούμε μεγαλύτερη τάση επιτάχυνσης και μεγεθύνουμε πολύ περισσότερο παρατηρώντας καλύτερα την επιφάνειά του.

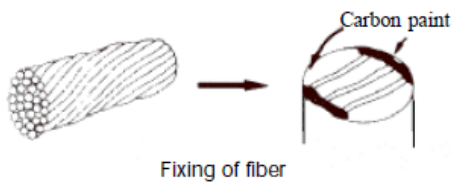
Γενικότερα, ακολουθούμε τις παρακάτω μεθόδους, για να μειώσουμε την συσσώρευση τάσης σ' ένα δείγμα:

- 1) Μειώνουμε το ρεύμα, κ έτσι μειώνουμε τα εισερχόμενα και τα σκεδαζόμενα ηλεκτρόνια στο δείγμα μας
- 2) Μειώνουμε την τάση επιτάχυνσης.
- 3) Μετακινούμε το δείγμα, να βρούμε ένα σημείο ισορροπίας μεταξύ των ηλεκτρονίων που προσπίπτουν, και των ηλεκτρονίων που φεύγουν από το δείγμα μας (Το σημείο ισορροπίας είναι ανάλογο με το δείγμα μας).

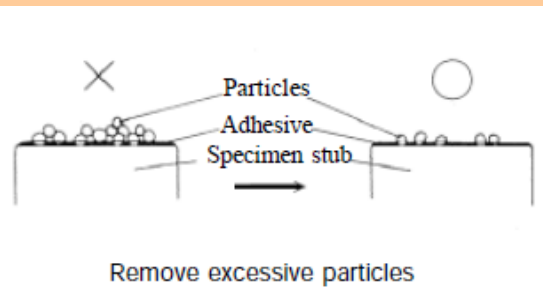
Αποτροπή του φαινομένου συσσώρευσης τάσης μέσω δειγματοληψίας



Fixing of a bulk specimen



Βιολογικά δείγματα, και δείγματα κονιορτοποιημένα, δεν μπορούν συνήθως να φωτογραφηθούν καθαρά, με κάποια κομμάτια τους να μοιάζουν πολύ φωτεινά και κάποια πολύ σκοτεινά. Αυτό συμβαίνει διότι εν μέρει τα δείγματα αυτά συσσωρεύουν τάση. Επίσης κάποια δείγματα καίγονται από την τάση επιτάχυνσης του S.E.M. Για να τ' αποτρέψουμε αυτά, είναι αναγκαίο να κάνουμε τις επιφάνειες των δειγμάτων πιο αγωγίμες και περισσότερο ανθεκτικές στην θερμότητα. Αυτό το κάνουμε ως εξής: όταν ετοιμάζουμε το δείγμα, του βάζουμε αγωγή από άνθρακα ή άλλο υλικό.

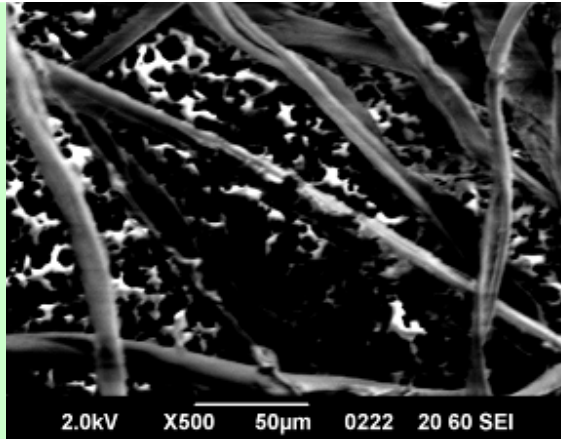


Στην περίπτωση των κονιορτοποιημένων αντικειμένων, αν τα σωματίδια είναι στοιβαγμένα, η τάση συσσωρεύεται εύκολα και τα' αναγκάζει να κουνιούνται καθώς εμείς τα παρατηρούμε. Για να το αποτρέψουμε αυτό, κολλάμε την σκόνη. Ανάλογα με το μέγεθος των σωματιδίων, μπορούμε να βάλουμε και διαφορετική κόλλα. Χρησιμοποιούμε κυρίως επιφάνειες που κολλάνε και οι δύο μεριές τους όπως: ταινίες, υγρό για μανικιούρ και φύλλο αλουμινίου. Όταν χρησιμοποιούμε τέτοιες κόλλες, είναι σημαντικό, να βάζουμε αγωγή επίστρωση άνθρακα στις 4 γωνίες.

. Αποδώσαμε το "λύγισμα" σε κάποιες από τις εικόνες του S.E.M στην επιτόπια ηλεκτροστατική φόρτιση της επιφάνειας του δείγματος. Τα ηλεκτρόνια είναι φορτισμένα σωματίδια τα οποία ταξιδεύουν από την άνοδο στην κάθοδο. Εάν η κάθοδος (σε αυτήν την περίπτωση, η αλουμινένια βάση δείγματος και το ίδιο το δείγμα) δεν είναι αποτελεσματική στο να απορροφάει ηλεκτρόνια, τα ηλεκτρόνια τείνουν να μένουν πάνω στην επιφάνεια του δείγματος. Παρόλο που τα φαινόμενα φόρτισης είναι χαρακτηριστικά όταν δουλεύουμε με μη αγωγή

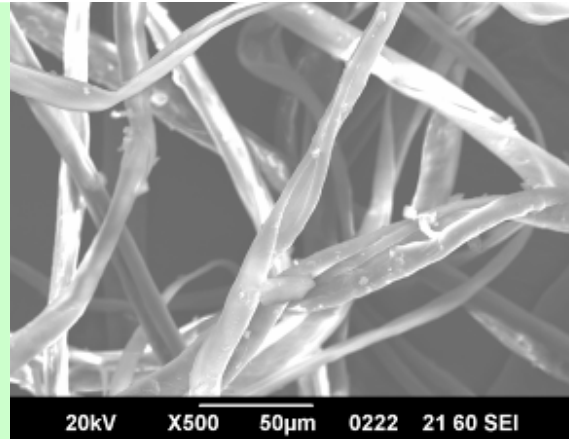
δείγματα, μπορούμε να τα περιορίσουμε με το να επικαλύψουμε το δείγμα μας με ένα αγώγιμο υλικό όπως ο άνθρακας ή ο χρυσός.

Μη επικαλυμμένα, επικαλυμμένα δείγματα



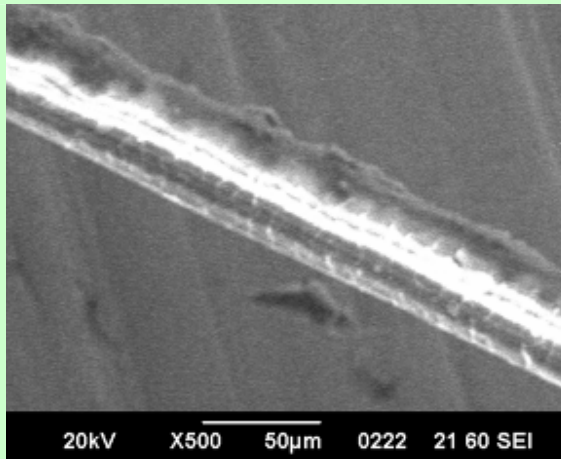
Μη επικαλυμμένο βαμβάκι

Acc τάση 2 kV
Μεγέθυνση: x500
Κλίμακα: 50µm
Μέγεθος κηλίδας: 60
Ανιχνευτής SEI (Για εκπεμπόμενα δευτερογενή ηλεκτρόνια)



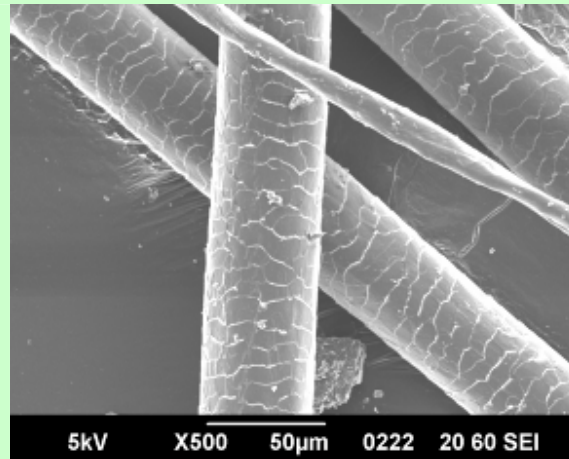
Βαμβάκι επικαλυμμένο με άνθρακα

Acc τάση 20 kV
Μεγέθυνση: x500
Κλίμακα: 50µm
Μέγεθος κηλίδας: 60
Ανιχνευτής SEI (Για εκπεμπόμενα δευτερογενή ηλεκτρόνια)



Μη επικαλυμμένη τρίχα

Acc τάση: 20 kV
Μεγέθυνση: x500



Τρίχα επικαλυμμένη με άνθρακα

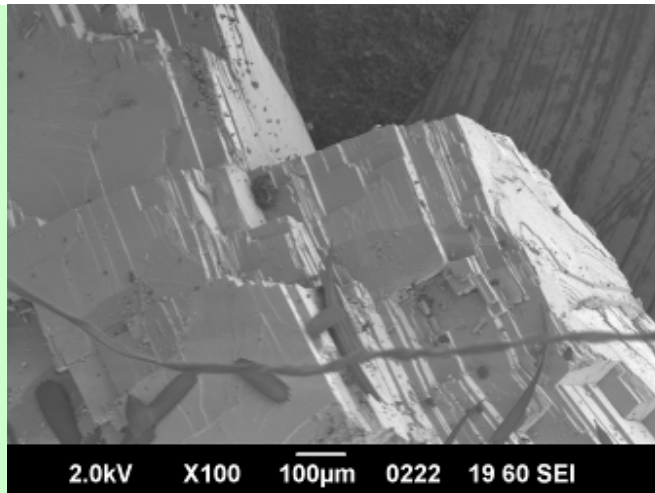
Acc τάση: 5 kV
Μεγέθυνση: x500

Κλίμακα :50um
Μέγεθος κηλίδας: 60
Ανιχνευτής SEI (Για εκπεμπόμενα
δευτερογενή ηλεκτρόνια)

Κλίμακα: 50um
Μέγεθος κηλίδας: 60
Ανιχνευτής SEI (Για εκπεμπόμενα
δευτερογενή ηλεκτρόνια)

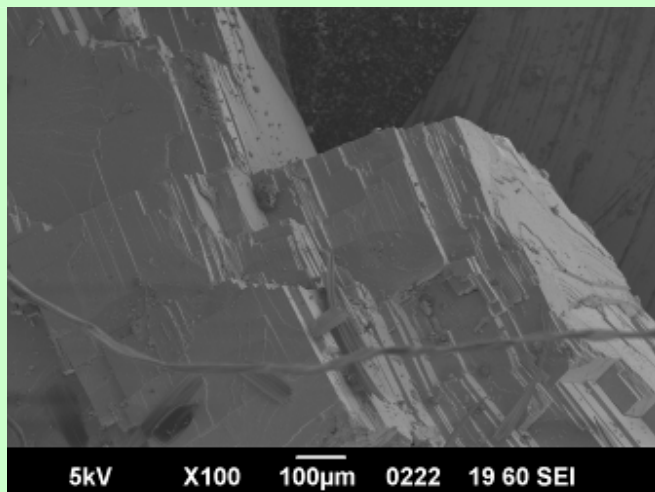
Όπως παρατηρούμε από τις παραπάνω εικόνες, τα δείγματα που έχουν επικαλυφθεί με άνθρακα, γίνονται αγωγιμα ενώ αρχικά δεν ήταν, με αποτέλεσμα να βελτιώνεται η εικόνα. Αυτό μας δίνει την δυνατότητα για μια πιο λεπτομερή έρευνα σε πολύ μεγαλύτερη ανάλυση.

Το φαινόμενο της τάσης επιτάχυνσης (Acc) και η ζημιά που προκαλεί σε μη αγωγιμα δείγματα:

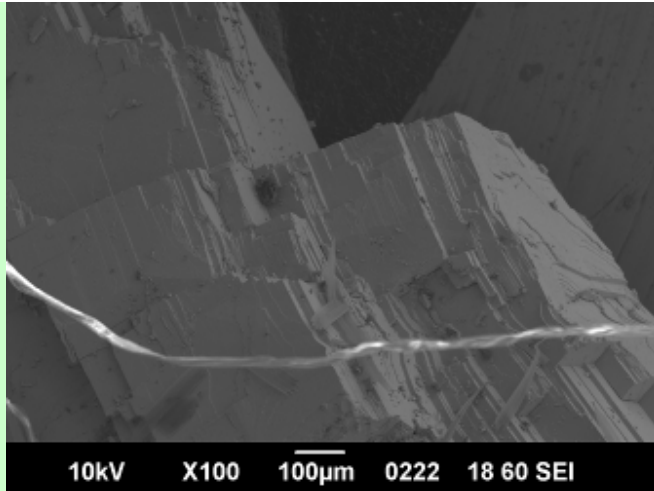


Αυξάνοντας την τάση επιτάχυνσης σ' ένα κομμάτι πέτρας που πάνω του είναι σκόνη από σώμα νυχτοπεταλούδας και μια ίνα βαμβακιού:

Acc τάση: **2 kV**
Μεγέθυνση: x100
Κλίμακα: 100um
Μέγεθος κηλίδας: 60
Ανιχνευτής SEI (Εκπεμπόμενα
δευτερογενή ηλεκτρόνια)



Acc Τάση: **5 kV**
Μεγέθυνση: x100
Κλίμακα: 100um
Μέγεθος κηλίδας: 60
Ανιχνευτής SEI (Εκπεμπόμενα
δευτερογενή ηλεκτρόνια)



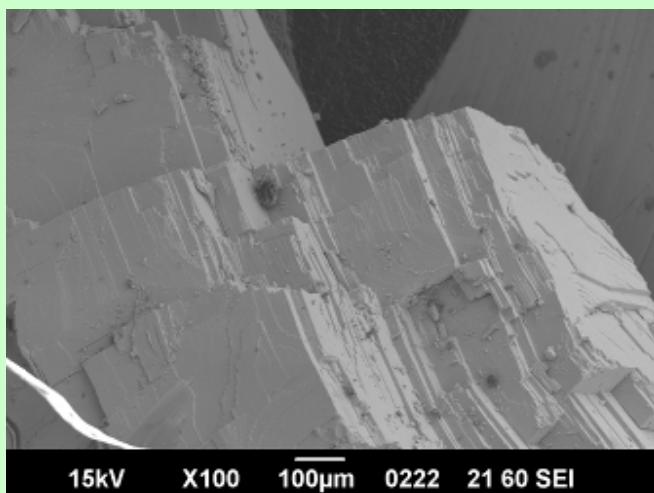
Acc Τάση: **10 kV**

Μεγέθυνση: x100

Κλίμακα: 100um

Μέγεθος κηλίδας: 60

Ανιχνευτής SEI (Εκπεμπόμενα
δευτερογενή ηλεκτρόνια)



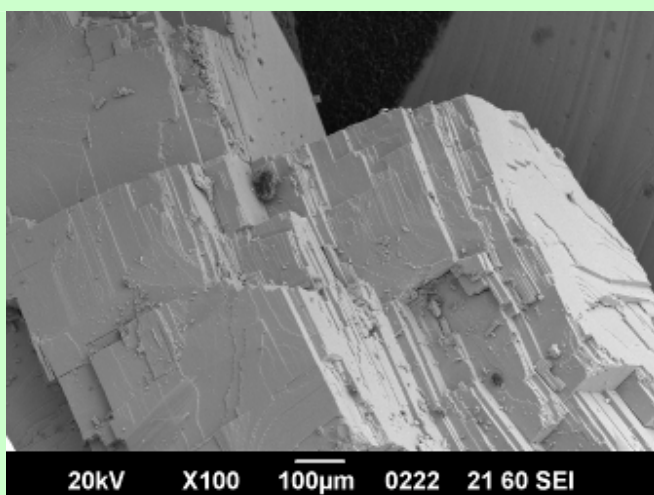
Acc Τάση: **15 kV**

Μεγέθυνση: x100

Κλίμακα: 100um

Μέγεθος κηλίδας: 60

Ανιχνευτής SEI (Εκπεμπόμενα
δευτερογενή ηλεκτρόνια)



Acc Τάση: **20 kV**

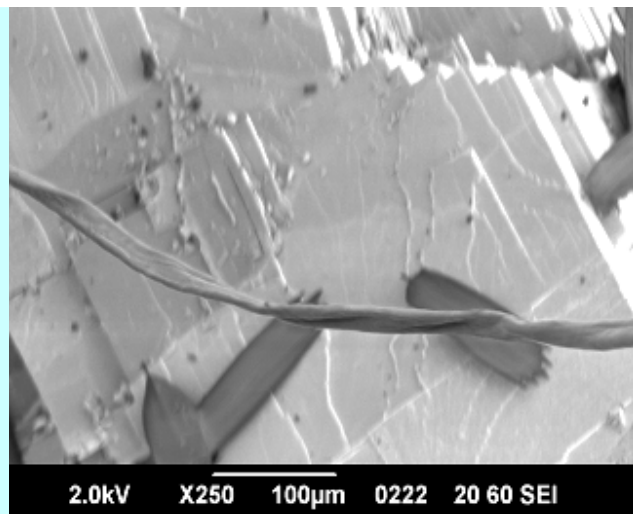
Μεγέθυνση: x100

Κλίμακα: 100um

Μέγεθος κηλίδας: 60

Ανιχνευτής SEI (Εκπεμπόμενα
δευτερογενή ηλεκτρόνια)

Στις παραπάνω εικόνες μπορούμε να παρατηρήσουμε τα εξής: Όταν αλλάξαμε από τα 2kV στα 5kV, βλέπουμε ότι η ίνα βαμβακιού αντέχει την θερμότητα. Καθώς όμως η τάση αυξάνει και πάμε στα 10kV η ίνα βαμβακιού, θερμαίνεται από την ακτίνα ηλεκτρονίων. Στα 15kV η ίνα βαμβακιού δεν αντέχει την θερμότητα της ακτίνας ηλεκτρονίων και καίγεται. Στα 20kV η ακτίνα ηλεκτρονίων, έχει καταστρέψει ολοκληρωτικά την ίνα βαμβακιού. Η σκόνη από το σώμα της νυχτοπεταλούδας, η μη ομαλή επιφάνεια του δείγματος και η μη αγωγιμότητά του, μας δίνουν μια εικόνα όχι και τόσο καλή.



Acc Τάση **2 kV**

Μεγέθυνση: x250

Κλίμακα: 100um

Μέγεθος κηλίδας: 60

Ανιχνευτής SEI (Εκπεμπόμενα
δευτερογενή ηλεκτρόνια)

Η εικόνα πάνω μας δείχνει την εξέταση από το SEM ενός πετρώματος. Το χουμε μεγεθύνει 250 φορές. Το εξετάζουμε με τάση 2.0kV και το μέγεθος του δείγματος που φαίνεται στην εικόνα μας είναι 100μm. Στο κέντρο της εικόνας βλέπουμε μια ίνα βαμβακιού που είναι πάνω στην πέτρα μας. Η ίνα βαμβακιού έχει πέσει πάνω στην πέτρα μας. Συνεπώς απορροφάει ηλεκτρόνια και έτσι είναι μειωμένη η φωτεινότητα της πέτρας μας. Αυτό το φαινόμενο το ονομάζουμε μόλυνση (contamination).

Ζημιά που μπορεί να προκληθεί στο δείγμα από την ακτίνα ηλεκτρονίων

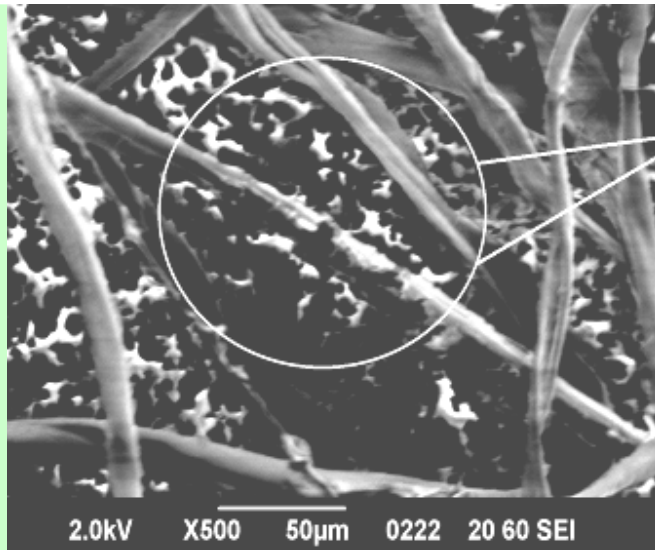
Η επιτάχυνση της ακτίνας ηλεκτρονίων λόγω της υψηλής τάσης μπορεί να οδηγήσει σε μόνιμη ζημιά των αναλυόμενων δειγμάτων όπως είδαμε στις προηγούμενες εικόνες.

Η απώλεια ενέργειας της ακτίνας ηλεκτρονίων στο δείγμα, στην πλειοψηφία γίνεται από την ανάπτυξη θερμότητας στο σημείο που ακτινοβολούμε. Η αύξηση θερμότητας στο ακτινοβολούμενο σημείο εξαρτάται από:

- 1) Την ακτίνα της δέσμης ηλεκτρονίων, την τάση επιτάχυνσης και το μέγεθός
- 2) Την περιοχή του δείγματος που ερευνούμε.
- 3) Τον χρόνο ανίχνευσης.
- 4) Το πόσο θερμικά αγωγίμο είναι το δείγμα μας.

Τα πολυμερή υλικά και τα βιολογικά δείγματα που γενικά δεν είναι ανθεκτικά ή έχουν χαμηλή θερμική αγωγιμότητα, εύκολα παθαίνουν ζημιά από την ακτίνα ηλεκτρονίων. Για ν' αποφύγουμε αυτήν την ζημιά πρέπει να λαμβάνουμε υπόψη μας τ' ακόλουθα:

- 1) Να χρησιμοποιούμε χαμηλή τάση επιτάχυνσης .
- 2) Να μειώσουμε την ένταση της δέσμης ηλεκτρονίων.
- 3) Να μικρύνουμε τον χρόνο έκθεσης του δείγματος, παρόλο που αυτό μειώνει ελάχιστα την ομαλότητα της φωτογραφίας.
- 4) Να φωτογραφίζουμε μεγάλες περιοχές με μικρές μεγεθύνσεις.
- 5) Να ελέγχουμε την λεπτότητα του μετάλλου με το οποίο επικαλύπτουμε την επιφάνεια του δείγματός μας. Επίσης καλό είναι να προσαρμόζουμε με το χέρι τον αστιγματισμό και την φωτεινότητα, χρησιμοποιώντας ένα άλλο πεδίο για το βλέπουμε. Έπειτα τραβάμε φωτογραφία όσο το δυνατόν πιο γρήγορα.

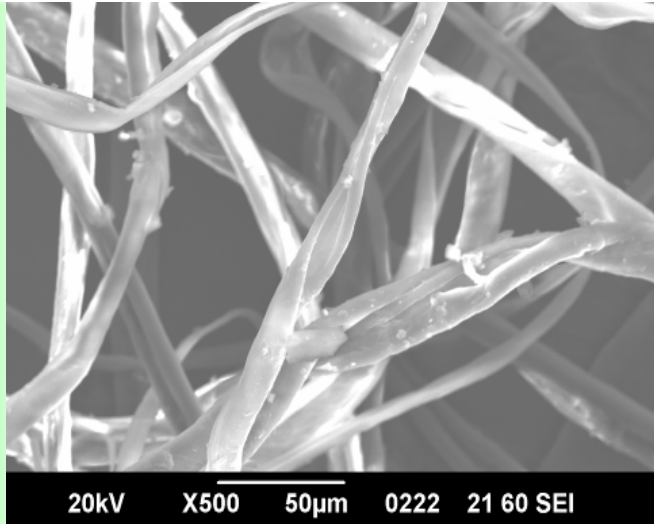


Acc Τάση **2 kV**Μεγέθυνση: x500

Κλίμακα: 50µm

Μέγεθος κηλίδας: 60

Ανιχνευτής SEI (Εκπεμπόμενα δευτερογενή ηλεκτρόνια)



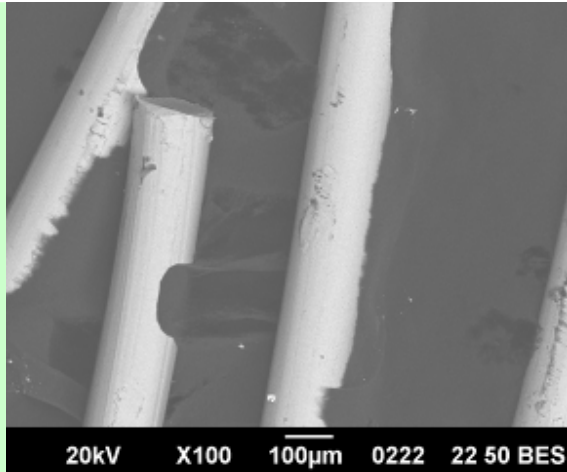
Επικαλυμμένο βαμβάκι. Παρατηρούμε την όμορφη δομή του, καθώς και την εφαρμογή μεγαλύτερης τάσης επιτάχυνσης χωρίς να προκαλείται ζημιά.

Κάτω αριστερά της εικόνας, βλέπουμε την τάση επιτάχυνσης.

Στην πρώτη εικόνα μπορεί να παρατηρηθεί ότι: Το εξεταζόμενο υλικό είναι ίνες βαμβακιού, στην ίδια τάση με πριν, σε απόσταση 20mm κ το μέγεθος που κοιτάμε είναι 50µm και σε μεγέθυνση 500 φορές. Όπως βλέπουμε στο κέντρο της εικόνας μας(στο κυκλωμένο κομμάτι), η ίνα του βαμβακιού έχει αρχίσει να φθείρεται από την δέσμη των ηλεκτρονίων μας λόγω της θερμότητας που η έχει τελευταία. Στην δεύτερη εικόνα, για τις ίδιες συνθήκες τάσης, μεγέθυνσης, απόστασης και μέγεθος κηλίδας , βλέπουμε ίνες βαμβακιού επικαλυμμένες με άνθρακα, και το πώς αυτές δεν καίγονται από την ακτίνα ηλεκτρονίων μας.

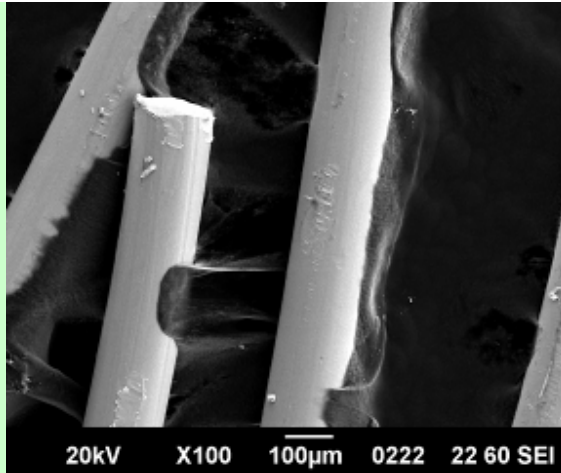
Στην δεύτερη εικόνα μπορεί να παρατηρηθεί ότι: Μερικές φορές το δείγμα μας επικαλύπτεται με ένα αγώγιμο υλικό (άνθρακας ή χρυσό), ειδικά όταν πρόκειται για μη αγώγιμα δείγματα. Ένας από τους κυριότερους λόγους για επικάλυψη μη αγώγιμων δειγμάτων με αγώγιμο υλικό, είναι να αυξήσουμε τον αριθμό των δευτερογενών ηλεκτρονίων που θα εκπέμπονται από το δείγμα. Αυτό μας δίνει μια πολύ πιο καλή εικόνα και υψηλή ανάλυση. Ο άλλος λόγος είναι να παρέχουμε ένα ελεύθερο μονοπάτι για να αποφορτίζονται τα ηλεκτρόνια και έτσι να σταματήσουμε τα φαινόμενα φόρτισης της επιφάνειας και το αποτέλεσμα των φωτεινών κηλίδων πάνω σε αυτές.

Όπως είδαμε στο θεωρητικό κομμάτι, τα δευτερογενή και τα οπισθοσκεδαζόμενα ηλεκτρόνια υπάρχουν σε ένα εξεταζόμενο δείγμα λόγω της ακτίνας ηλεκτρονίων που παράγει το SEM. Στο SEM λοιπόν, έχουμε ανιχνευτές που ένας ανιχνεύει τα οπισθοσκεδαζόμενα ηλεκτρόνια και ο άλλος ανιχνευτής τα δευτερογενή. Τι μπορούμε να δούμε μέσω αυτών των ανιχνευτών φαίνεται στις παρακάτω τρεις εικόνες. Οι εικόνες που ακολουθούν, παρουσιάζουν μία σύγκριση των εικόνων που οι ανιχνευτές ηλεκτρονίων μπορούν να μας δώσουν. Η πρώτη εικόνα, είναι από τον ανιχνευτή οπισθοσκεδαζόμενων ηλεκτρονίων (BES) όπου έχουμε καλύτερες πληροφορίες όσον αφορά την σύνθεση του υλικού. Η δεύτερη εικόνα είναι από τον ανιχνευτή δευτερευόντων ηλεκτρονίων (SEI) που μας δίνει καλύτερες πληροφορίες όσον αφορά την τοπογραφία του υλικού. (Πληροφορίες που αφορούν την τοπογραφία). Τελικώς έχουμε μια τρίτη εικόνα που έχει σήματα και από τους 2 ανιχνευτές BES και SEI (COMPO-TOPO) δηλαδή πληροφορία και της σύνθεσης και της τοπογραφίας).



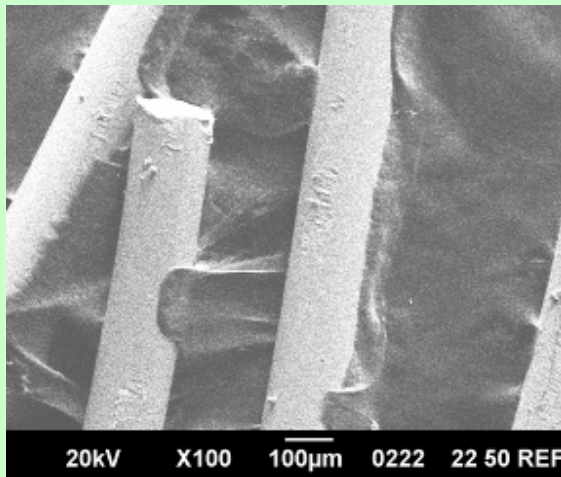
Εικόνα με οπισθοσκεδαζόμενα ηλεκτρόνια BES (Πληροφορίες σύνθεσης)

Acc Τάση: 20 kV
Μεγέθυνση: x100
Κλίμακα: 100µm
Μέγεθος κηλίδας: 50



Εικόνα με τα δευτερογενή ηλεκτρόνια SEI (Πληροφορίες ανεξαρτήτου τοπογραφίας)

Acc Τάση: 20 kV
Μεγέθυνση: x100
Κλίμακα: 100µm
Μέγεθος κηλίδας: 50

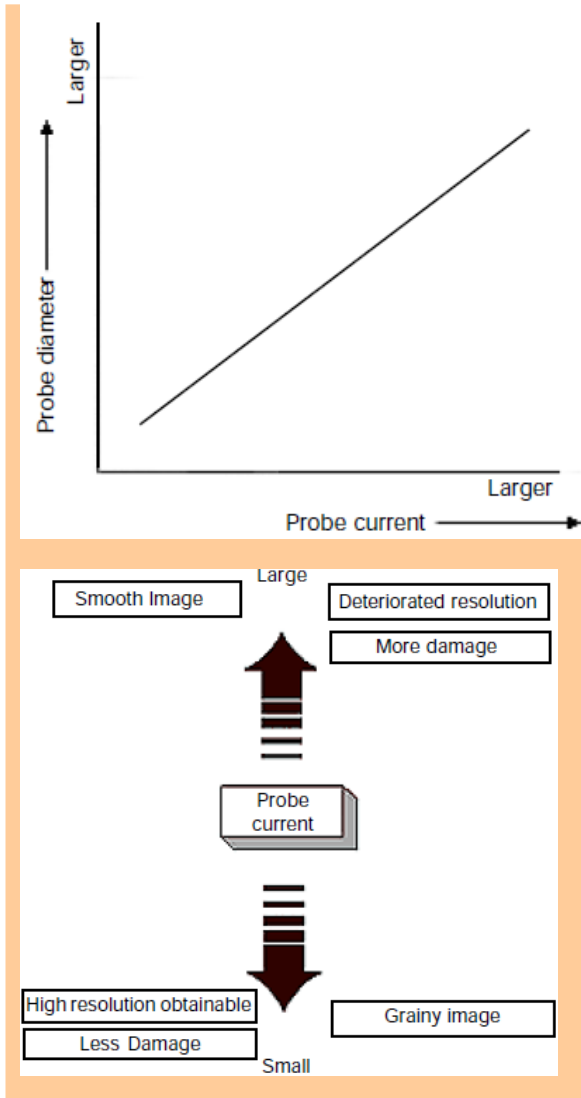


Εικόνα που επιτεύχθηκε συνδυάζοντας σήματα από ανιχνευτές SEI και BES(Σύνθεση-Τοπογραφία)

Acc Τάση: 20 kV
Μεγέθυνση: x100
Κλίμακα: 100µm
Μέγεθος κηλίδας: 50

Παραπάνω φαίνονται εικόνες από τους ανιχνευτές ηλεκτρονίων. Πρώτα είναι η εικόνα, από τον ανιχνευτή οπισθοσκεδαζόμενων ηλεκτρονίων (BES). Η δεύτερη εικόνα είναι από τον γνωστό ανιχνευτή μας SEI που χρησιμοποιούμε σε όλη την εργασία και ανιχνεύει τα δευτερογενή ηλεκτρόνια που απελευθερώνονται από την επίδραση της ακτίνας ηλεκτρονίων με το δείγμα. Τέλος η τρίτη εικόνα είναι από συνδυασμό των δυο ανιχνευτών. Οι εικόνες από τα δευτερογενή ηλεκτρόνια έχουν καλύτερη ανάλυση από αυτές των οπισθοσκεδαζόμενων ηλεκτρονίων. Επισημαίνουμε αυτήν την παρατήρηση καθώς αυτό οφείλεται στο ότι αρχίζει να διευρύνεται η δέσμη των οπισθοσκεδαζόμενων ηλεκτρονίων λόγω ισχυρών ελαστικών φαινομένων. Η δέσμη επίσης υφίσταται ανελαστικές αλληλεπιδράσεις που προκαλούν μια απώλεια ενέργειας από μεριάς ηλεκτρονίων.

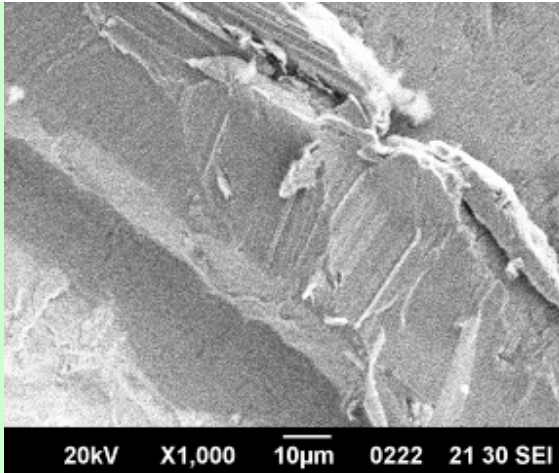
Αισθητήρας σύνθεσης(probe current), αισθητήρας διαμέτρου(probe diameter), και ποιότητα εικόνας



Παρατηρώντας την εικόνα κάτω από το γράφημά μας, μπορούμε να συμπεράνουμε ότι στο SEM, όσο πιο μικρός είναι ο αισθητήρας διαμέτρου ενός ηλεκτρονίου στο δείγμα, τόσο πιο μεγάλη είναι η μεγέθυνση και η ανάλυση. Πάραυτα η ομαλότητα της εικόνας, ονομαστικά, ο ρυθμός S/N εξαρτάται από το ρεύμα αισθητήρα. Το πώς το ρεύμα αισθητήρα και η διάμετρος αισθητήρα σχετίζονται φαίνονται στο διάγραμμα. Όπως βλέπουμε όταν η διάμετρος του αισθητήρα μειώνεται, μειώνεται και το βολιδοσκοπούμενο ρεύμα του αισθητήρα ρεύματος. Είναι λοιπόν απαραίτητο να διαλέξουμε ένα ρεύμα το οποίο ν' αρμόζει στις συνθήκες μεγέθυνσης και παρατήρησης(τάση επιτάχυνσης, αντοχή) του δείγματος.

Το φαινόμενο μεγέθους της κηλίδας

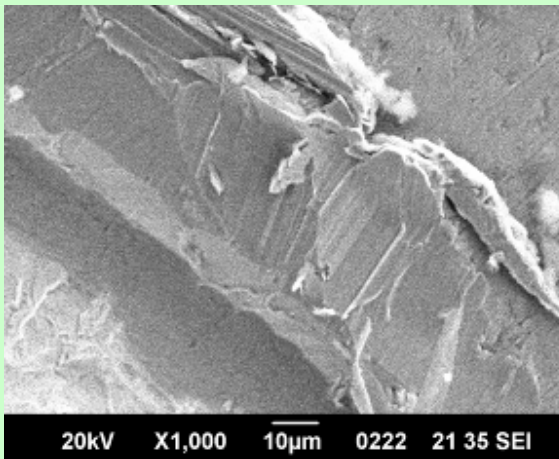
Το μέγεθος της κηλίδας είναι η περιοχή όπου τα ηλεκτρόνια προσκρούουν στην επιφάνεια του δείγματος. Όταν αυξάνουμε ή μειώνουμε το μέγεθος της κηλίδας, μπορούμε να βελτιστοποιήσουμε την ποιότητα της εικόνας μας κατά την διάρκεια της ανάλυσης. Ένα παράδειγμα, παρουσιάζεται παρακάτω:



Τι αποτελέσματα έχουμε, αν αυξήσουμε το μέγεθος της κηλίδας σ' ένα κομμάτι μπρούτζου

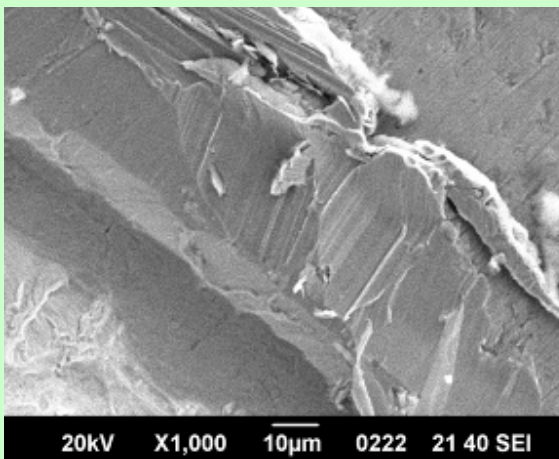
Μέγεθος κηλίδας: 30

Acc Τάση: 20 kV
Μεγέθυνση: x1000
Κλίμακα :10µm
Ανιχνευτής SEI (Εκπεμπόμενα δευτερογενή ηλεκτρόνια)



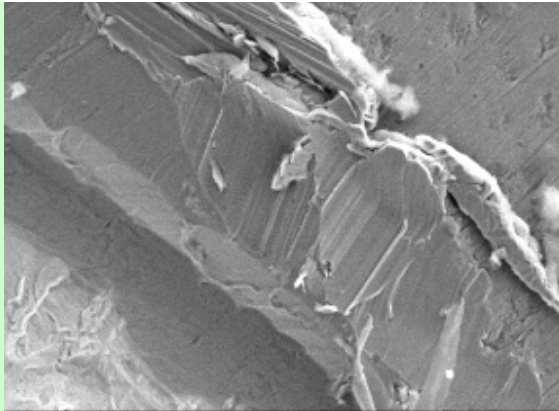
Μέγεθος κηλίδας: 35

Acc Τάση: 20 kV
Μεγέθυνση: x1000
Κλίμακα: 10µm
Ανιχνευτής SEI (Εκπεμπόμενα δευτερογενή ηλεκτρόνια)



Μέγεθος κηλίδας:40

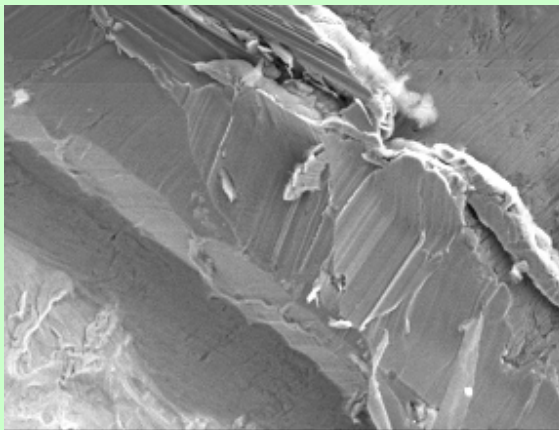
Acc Τάση: 20 kV
Μεγέθυνση: x1000
Κλίμακα: 10µm
Ανιχνευτής SEI (Εκπεμπόμενα δευτερογενή ηλεκτρόνια)



20kV X1,000 10μm 0222 21 45 SEI

Μέγεθος κηλίδας: 45

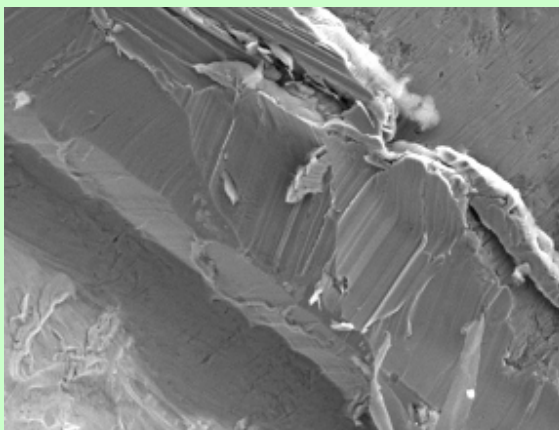
Acc Τάση: 20 kV
Μεγέθυνση: x1000
Κλίμακα: 10μm
Ανιχνευτής SEI (Εκπεμπόμενα δευτερογενή ηλεκτρόνια)



20kV X1,000 10μm 0222 21 50 SEI

Μέγεθος κηλίδας: 50

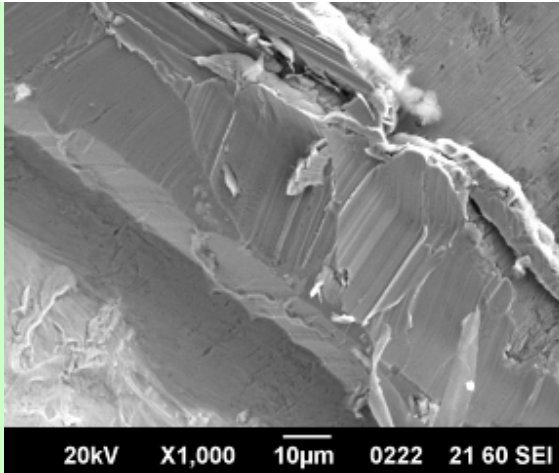
Acc Τάση: 20 kV
Μεγέθυνση: x1000
Κλίμακα: 10μm
Ανιχνευτής SEI (Εκπεμπόμενα δευτερογενή ηλεκτρόνια)



20kV X1,000 10μm 0222 21 55 SEI

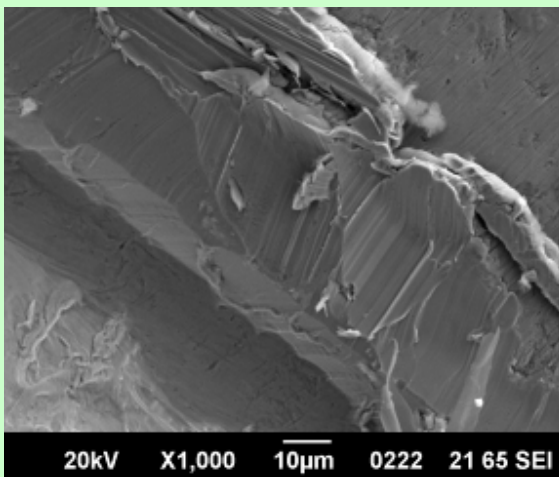
Μέγεθος κηλίδας: 55

Acc Τάση: 20 kV
Μεγέθυνση: x1000
Κλίμακα: 10μm
Ανιχνευτής SEI (Εκπεμπόμενα δευτερογενή ηλεκτρόνια)



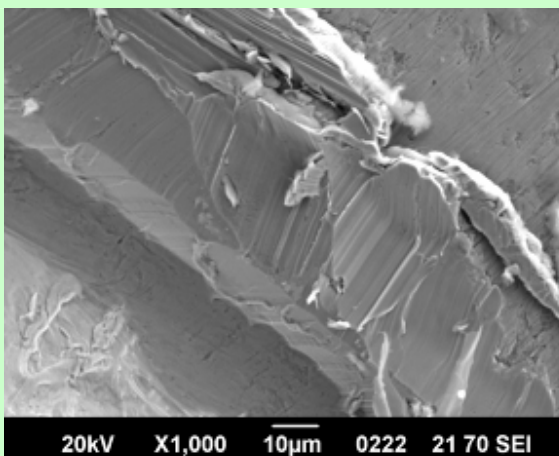
Spot size: 60

Acc Τάση: 20 kV
Μεγέθυνση: x1000
Κλίμακα: 10μm
Ανιχνευτής SEI (Εκπεμπόμενα
δευτερογενή ηλεκτρόνια)



Μέγεθος κηλίδας: 65

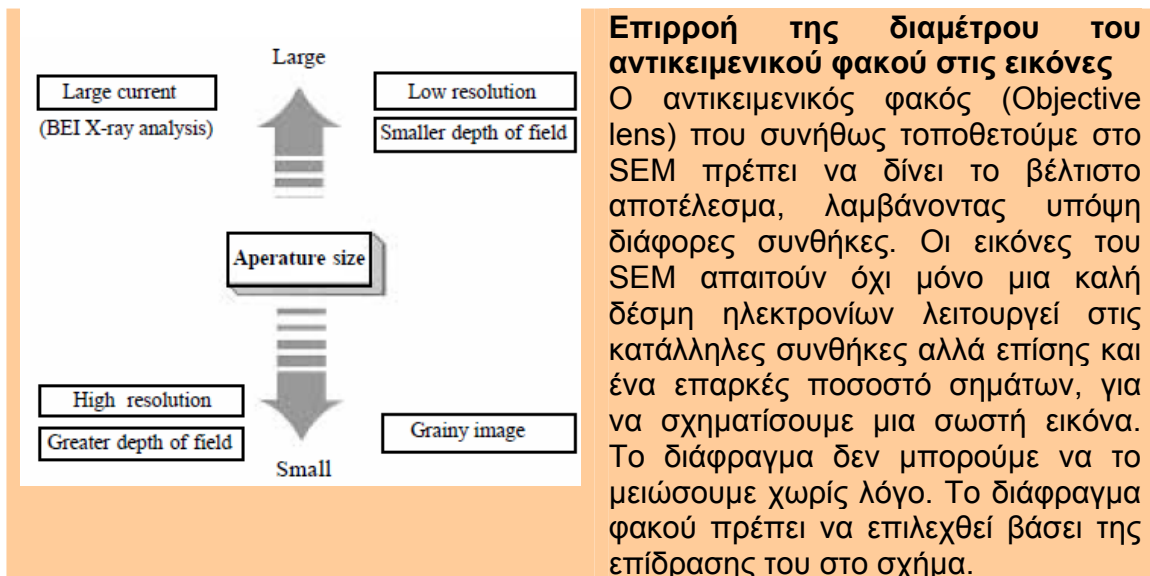
Acc Τάση: 20 kV
Μεγέθυνση: x1000
Κλίμακα: 10μm
Ανιχνευτής SEI (Εκπεμπόμενα
δευτερογενή ηλεκτρόνια)

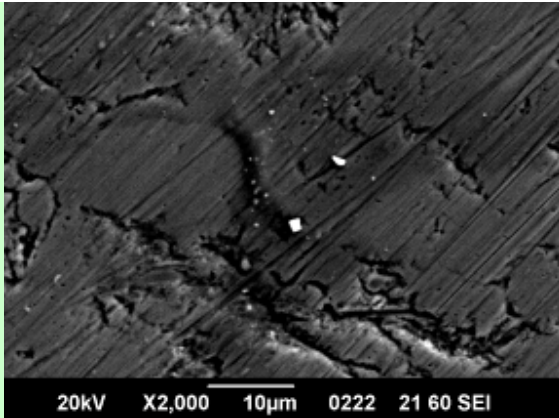


Μέγεθος κηλίδας: 70

Acc Τάση: 20 kV
Μεγέθυνση: x1000
Κλίμακα: 10μm
Ανιχνευτής SEI (Εκπεμπόμενα
δευτερογενή ηλεκτρόνια)

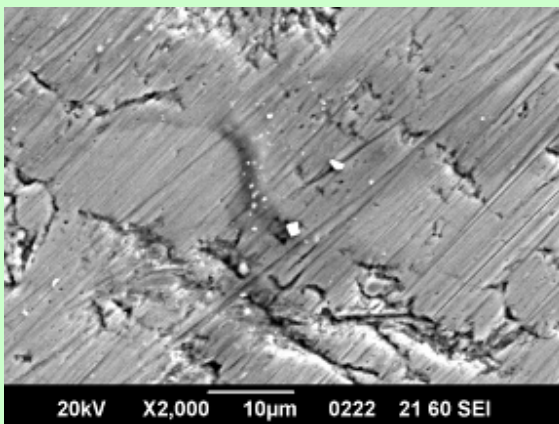
Όπως παρατηρούμε από τις εικόνες που αφορούν το μέγεθος κηλίδας το μικρό μέγεθος κηλίδας μας βγάζει μια κοκκώδης και χιονισμένη εικόνα. Αυξάνοντας το μέγεθος της κηλίδας, η ποιότητα της εικόνας βελτιώνεται, και μικρότερες λεπτομέρειες πάνω στην επιφάνεια του μπρούτζου, που πριν δεν ήταν ορατές, τώρα αρχίζουν και φαίνονται. Στην αύξηση του μεγέθους της κηλίδας πρέπει να λαμβάνουμε υπόψη το υλικό που έχουμε υπό εξέταση. Αν είναι αγώγιμο ή βιολογικό δείγμα, άμα μεγαλώσουμε το μέγεθος της κηλίδας μπορεί να καταστρέψουμε ένα τέτοιο υλικό. Ένας άλλος τρόπος να ελέγξουμε την περιοχή της ακτίνας ηλεκτρονίων που χτυπάει στην αναλυόμενη επιφάνεια, είναι να διαλέξουμε το μέγεθος του διαφράγματος του φακού. Το SEM είναι εξοπλισμένο με τρεις τέτοιους φακούς, που ο καθένας τους μπορεί να μπει μπροστά από την ακτίνα ηλεκτρονίων. Το ακόλουθο παράδειγμα, μας δείχνει το τι γίνεται εάν επιλέξουμε κάποιον από τους 3 φακούς. Θα δούμε λοιπόν το πώς φαίνεται ένα φύλλο αλουμινίου, με καθέναν από αυτούς του φακούς.





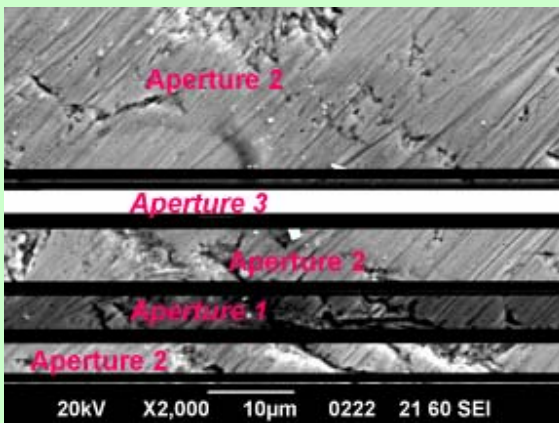
Διάφραγμα φακού 1 (Το μικρότερο)

Acc Τάση: **20 kV**
Μεγέθυνση: x2000
Κλίμακα: 10µm
Μέγεθος κηλίδας: 60
Ανιχνευτής SEI (Εκπεμπόμενα δευτερογενή ηλεκτρόνια)



Διάφραγμα φακού 2 (Μέτριο μέγεθος)

Acc Τάση: **20 kV**
Μεγέθυνση: x2000
Κλίμακα: 10µm
Μέγεθος κηλίδας: 60
Ανιχνευτής SEI (Εκπεμπόμενα δευτερογενή ηλεκτρόνια)



Τι γίνεται όταν αλλάζουμε φακούς κατά την διάρκεια της ανίχνευσης

Acc Τάση **20 kV**
Μεγέθυνση: x2000
Κλίμακα 10µm
Μέγεθος κηλίδας: 60
Ανιχνευτής SEI (Εκπεμπόμενα δευτερογενή ηλεκτρόνια)

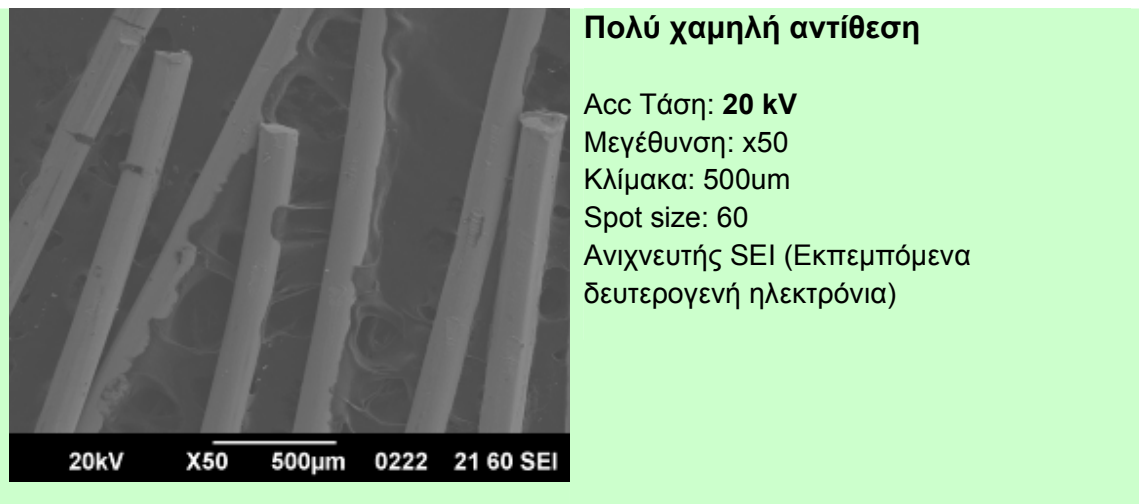
Όπως παρατηρούμε, με το πρώτο διάφραγμα η εικόνα μας είναι σκοτεινή. Αυτό συμβαίνει διότι είναι μικρό και δεν περνάει μέρος της ακτίνας ηλεκτρονίων κ έτσι δεν αλληλεπιδρά η ακτίνα ηλεκτρονίων τόσο όσο θα θέλαμε με το δείγμα. Στη δεύτερη εικόνα που έχουμε το δεύτερο διάφραγμα βλέπουμε μια πιο φωτεινή

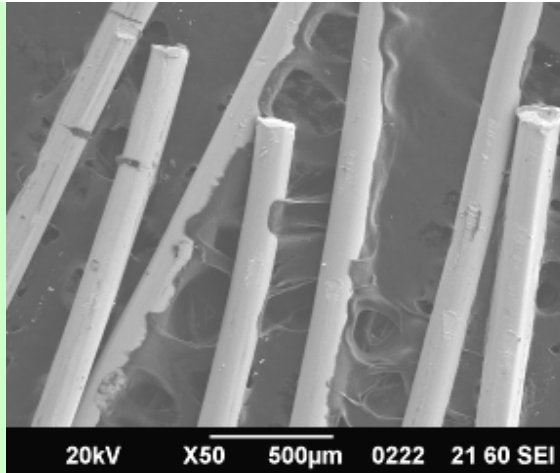
εικόνα. Αυτό συμβαίνει διότι το δεύτερο διάφραγμα είναι μεγαλύτερο από το πρώτο, συνεπώς περνάει μεγαλύτερη ποσότητα ηλεκτρονίων από πριν κ έτσι έχουμε μεγαλύτερη αλληλεπίδραση της ακτίνας ηλεκτρονίων και του δείγματός μας. Στην εικόνα με το τρίτο διάφραγμα δεν μπορέσαμε να την πάρουμε πληροφορίες διότι ήταν πολύ φωτεινή μιας διότι περνάει μεγαλύτερος όγκος ηλεκτρονίων από αυτό που θα θέλαμε για το συγκεκριμένο δείγμα. Άλλες παράμετροι που επηρεάζουν την ποιότητα του σήματος μας: αντίθεση, φωτεινότητα και εστίαση.

Αντίθεση και φωτεινότητα

Ένα καλό μικροσκόπιο SEM, δεν κάνει πολύ θόρυβο και μας παρέχει την καλύτερη αντίθεση και φωτεινότητα. Σε κάποιες περιπτώσεις η αντίθεση και η φωτεινότητα προσαρμόζονται πιο ευνοϊκά μόνο για το τμήμα που μας ενδιαφέρει και όχι για όλη την εικόνα.

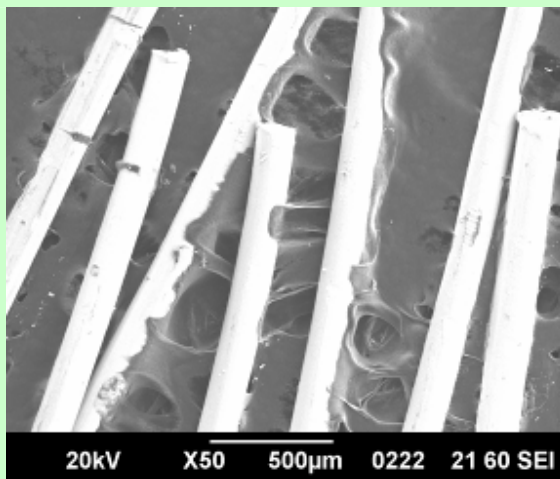
Βελτιστοποίηση αντίθεσης για μια εικόνα από καλώδια χαλκού:





Κανονική αντίθεση

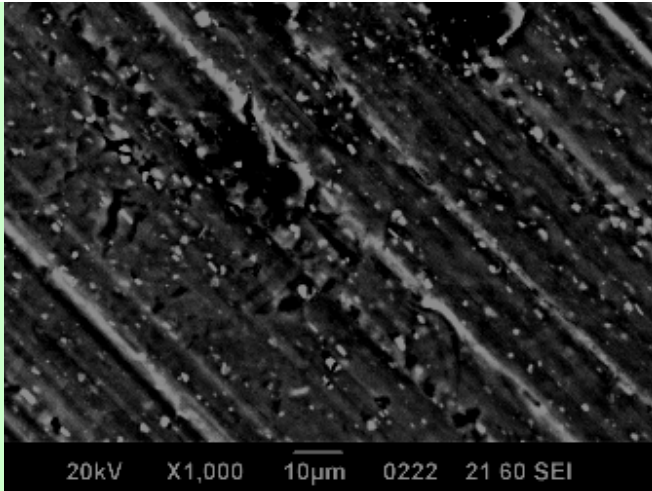
Acc Τάση **20 kV**
Μεγέθυνση: x50
Κλίμακα: 500μm
Μέγεθος κηλίδας: 60
Ανιχνευτής SEI (Εκπεμπόμενα
δευτερογενή ηλεκτρόνια)



Πολύ μεγάλη αντίθεση

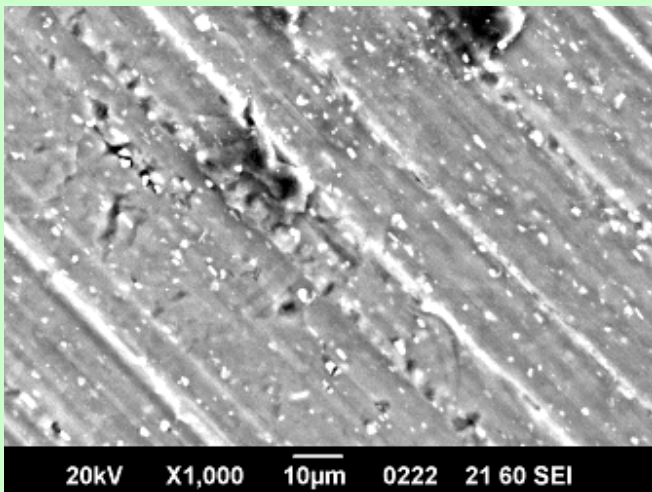
Acc Τάση: **20 kV**
Μεγέθυνση: x50
Κλίμακα: 500μm
Μέγεθος κηλίδας: 60
Ανιχνευτής SEI (Εκπεμπόμενα
δευτερογενή ηλεκτρόνια)

Στην πρώτη εικόνα έχουμε χαμηλή αντίθεση και έτσι είναι σκοτεινή είναι όπως ακριβώς και στην τηλεόραση. Στην δεύτερη εικόνα μας έχουμε κανονική αντίθεση και παρατηρείται καλύτερη ποιότητα εικόνας. Στην τρίτη εικόνα μας έχουμε μεγάλη αντίθεση και έχουμε μεγάλη φωτεινότητα..Βελτιστοποίηση φωτεινότητας για μια εικόνα φύλλου αλουμινίου:



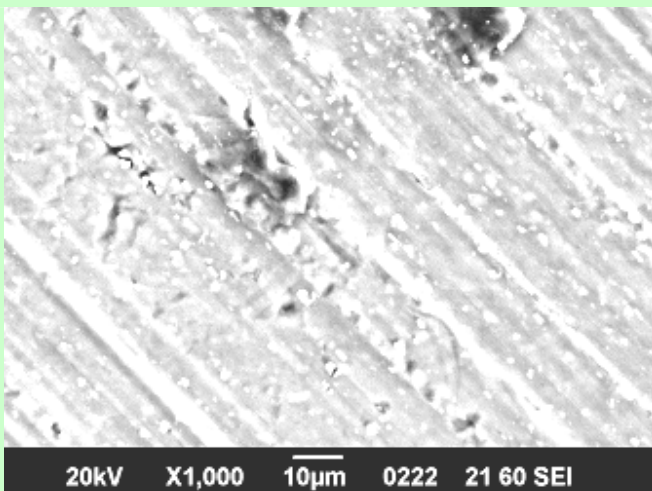
Πολύ χαμηλή φωτεινότητα

Acc Τάση: **20 kV**
Μεγέθυνση: x1000
Κλίμακα: 10µm
Μέγεθος κηλίδας: 60
Ανιχνευτής SEI (Εκπεμπόμενα δευτερογενή ηλεκτρόνια)



Κανονική φωτεινότητα

Acc Τάση: **20 kV**
Μεγέθυνση: x1000
Κλίμακα :10µm
Μέγεθος κηλίδας: 60
Ανιχνευτής SEI (Εκπεμπόμενα δευτερογενή ηλεκτρόνια)

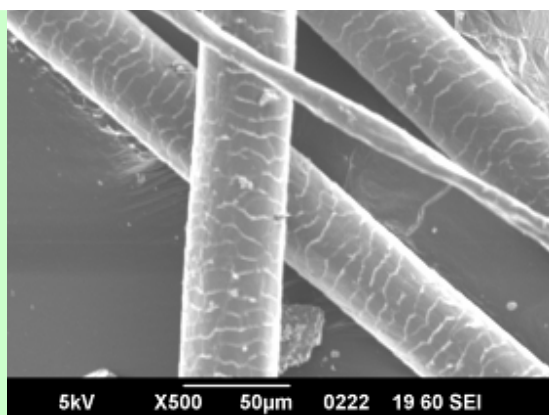


Πολύ μεγάλη φωτεινότητα

Acc Τάση **20 kV**
Μεγέθυνση: x1000
Κλίμακα: 10µm
Μέγεθος κηλίδας: 60
Ανιχνευτής SEI (Εκπεμπόμενα δευτερογενή ηλεκτρόνια)

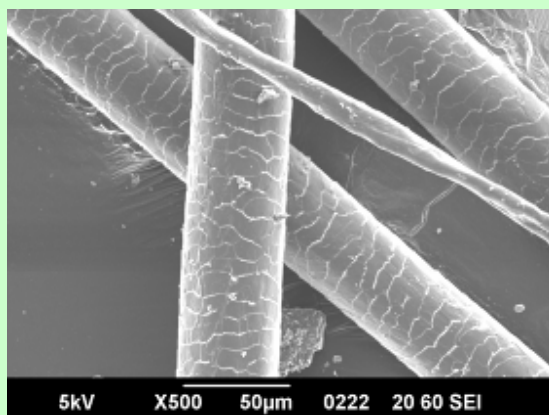
Εστίαση

Όπως παρατηρήθηκε με την αντίθεση, ίδιο θα μπορούσαμε να σχολιάσουμε και για την φωτεινότητα. Η πρώτη εικόνα μας βλέπουμε ότι είναι σκοτεινή και αντιλαμβανόμαστε ότι χρησιμοποιούμε την πολύ χαμηλή φωτεινότητα για δείγματα που έχουν ανωμαλίες στην επιφάνειά τους ή έχουν φαινόμενα φόρτισης. Η δεύτερη εικόνα είναι με κανονική φωτεινότητα και η επιφάνεια του δείγματος φαίνεται πιο καθαρά από την πρώτη εικόνα. Η Τρίτη εικόνα είναι πολύ φωτεινή και μας δυσκολεύει να παρατηρήσουμε την επιφάνεια του δείγματος.
Εστίαση



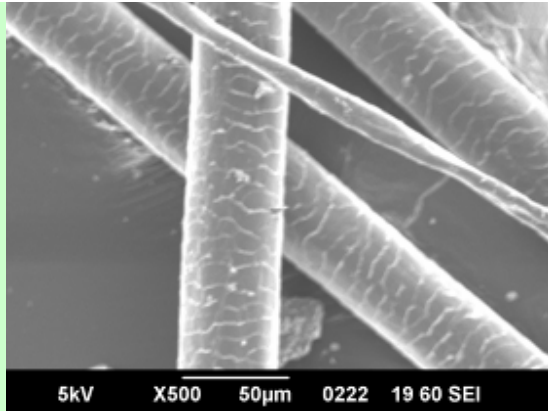
Υποεστίαση

Acc Τάση: **5 kV**
Μεγέθυνση: x500
Κλίμακα: 50µm
Μέγεθος κηλίδας: 60
Ανιχνευτής SEI (Εκπεμπόμενα δευτερογενή ηλεκτρόνια)



Κανονική εστίαση

Acc Τάση: **5 kV**
Μεγέθυνση: x500
Κλίμακα: 50µm
Μέγεθος κηλίδας: 60
Ανιχνευτής SEI (Εκπεμπόμενα δευτερογενή ηλεκτρόνια)



Υπερεστίαση

Acc Τάση: **5 kV**
Μεγέθυνση: x500
Κλίμακα: 50µm
Μέγεθος κηλίδας: 60
Ανιχνευτής SEI (Εκπεμπόμενα
δευτερογενή ηλεκτρόνια)

Όσον αφορά την εστίαση, αρχικά δεν παρατηρούμε κάποια μεγάλη διαφορά όσον αφορά τις τρεις εικόνες που έχουμε. Αν κοιτάξουμε πιο προσεκτικά, παρατηρούμε ότι στην πρώτη εικόνα, που έχει υποεστίαση η ποιότητα της εικόνας μας δεν είναι τόσο καλή μιας και μοιάζει να μην φαίνεται και τόσο καθαρά. Την διαπίστωση αυτή την κάνουμε κοιτώντας και την επόμενη εικόνα που είναι με κανονική εστίαση. Εκεί φαίνεται να έχουμε μια πολύ καλή ποιότητα εικόνας. Στην Τρίτη εικόνα μας βλέπουμε ότι πάλι δεν φαίνεται τόσο καλά όσο η δεύτερη και είναι μάλιστα χειρότερης ποιότητας εικόνα και από την πρώτη. Αυτό οφείλεται στ' ότι στην τρίτη εικόνα έχουμε κάνει υπερεστίαση.

4. ΛΑΘΗ ΑΝΑΛΥΣΗΣ

Μια μεγάλη πηγή λαθών κατά την ανάλυση με SEM είναι η υπερβολική φόρτιση που μπορεί να εμφανιστεί πάνω στην επιφάνεια ενός δείγματος που δεν έχει ομοιόμορφη επιφάνεια κ έχει εξογκώματα. Αυτά οδήγησαν σε φωτεινές κηλίδες που δεν μας επιτρέπουν την ανάλυση ακριβείας του δείγματος κατά την διάρκεια που παίρναμε εικόνες. Το φορτίο μπορεί επίσης να έχει παρεμβληθεί σε μεγάλο βαθμό στην απορρόφηση και την εκπομπή των ακτινών X, και έτσι να επηρεάσει το σήμα μας. Όλες αυτές οι επιρροές συμβάλλουν σε λάθη στις μετρήσεις του EDX που θα δούμε παρακάτω. Το φαινόμενο φόρτισης θα μπορούσε να μειωθεί επιστρώνοντας την επιφάνεια με μια λεπτή επίστρωση από κάποιο αγώγιμο υλικό.

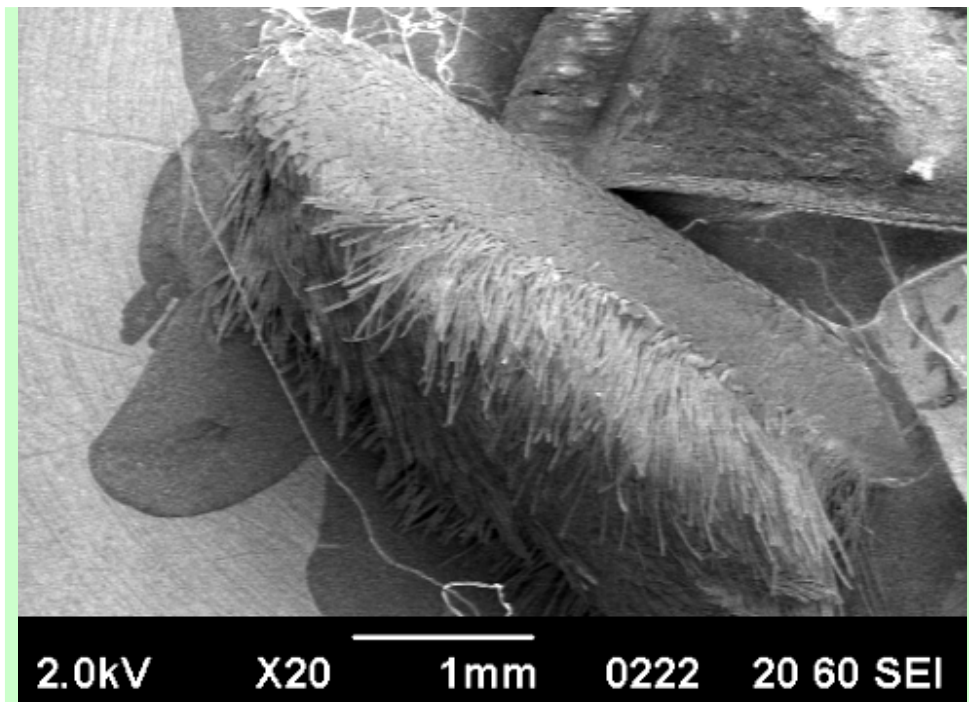
Άλλους λόγους σφαλμάτων θα μπορούσαμε να έχουμε όταν

ελεύθερα αέρια όπως το οξυγόνο και το άζωτο, αλλά και υλικά που μολύνουν το δείγμα (από τον αέρα ή την επαφή με τα χέρια) θα μπορούσαν να μεταβάλλουν την σύνθεση του δείγματός μας. Μη κατάλληλος χειρισμός, όπως για παράδειγμα αν αγγίζουμε το δείγμα με γυμνά χέρια, θα μπορούσε να προκαλέσει υγρασία. Αυτό θα σήμαινε πολύ λάθος δεδομένα από το δείγμα.

Βιολογικά δείγματα, μη επικαλυμμένα και επικαλυμμένα

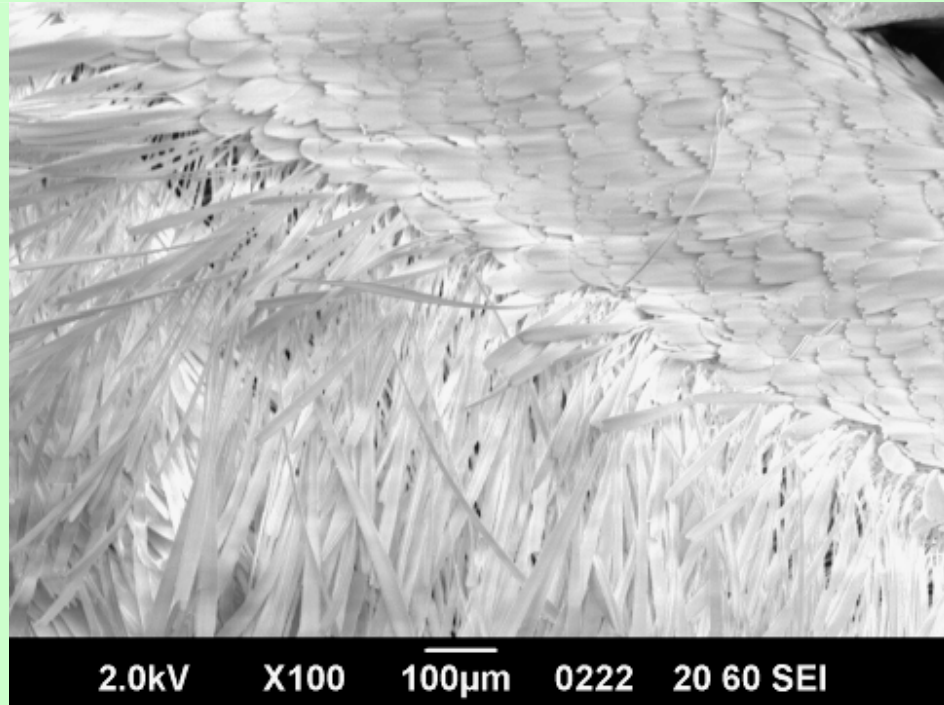
Στην ενότητα αυτή, θα εξετάσουμε βιολογικά δείγματα. Τέτοια δείγματα, που υπάρχουν στην φύση και υπό κανονικές συνθήκες δύσκολα μπορούμε να τα εξετάσουμε με το S.E.M. Τα περισσότερα, τα επικαλύπτουμε με άνθρακα και κατόπιν τα παρατηρούμε στο S.E.M.

Νυχτοπεταλούδα

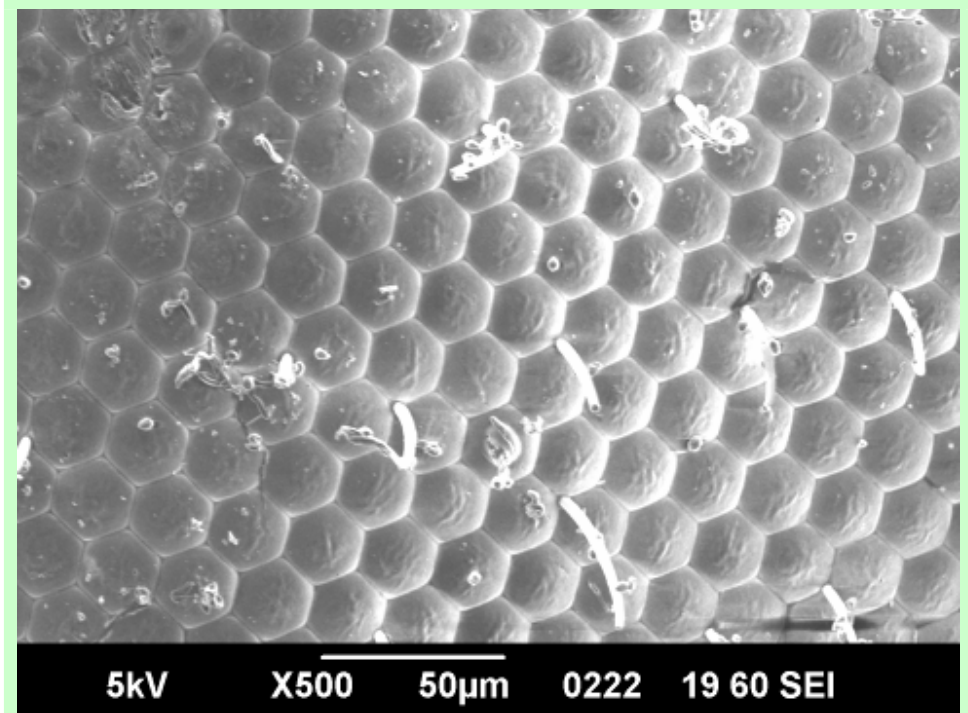
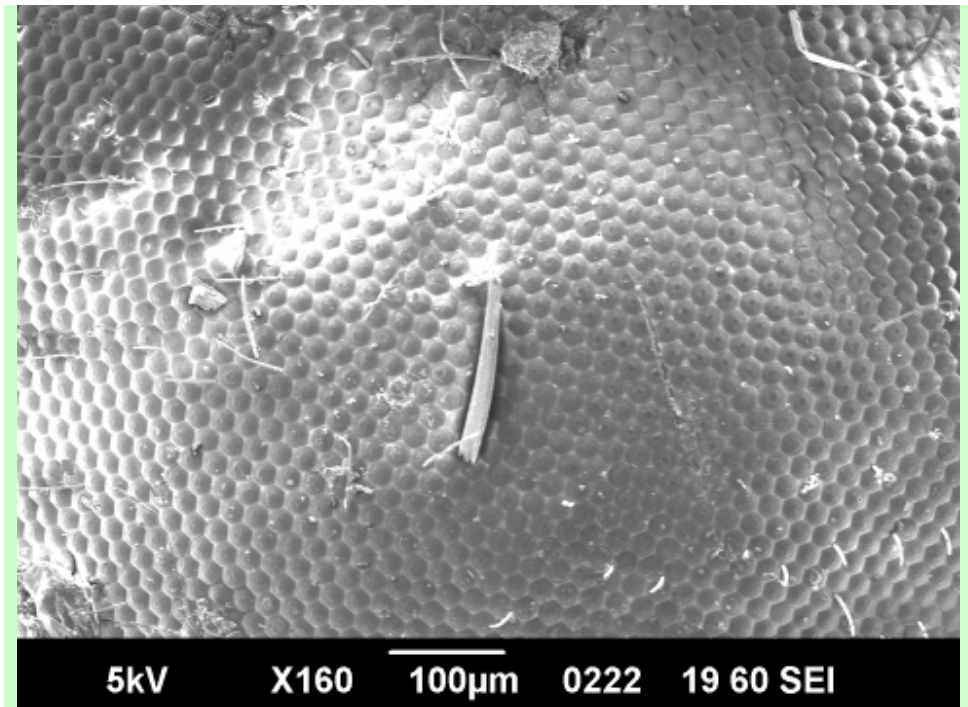


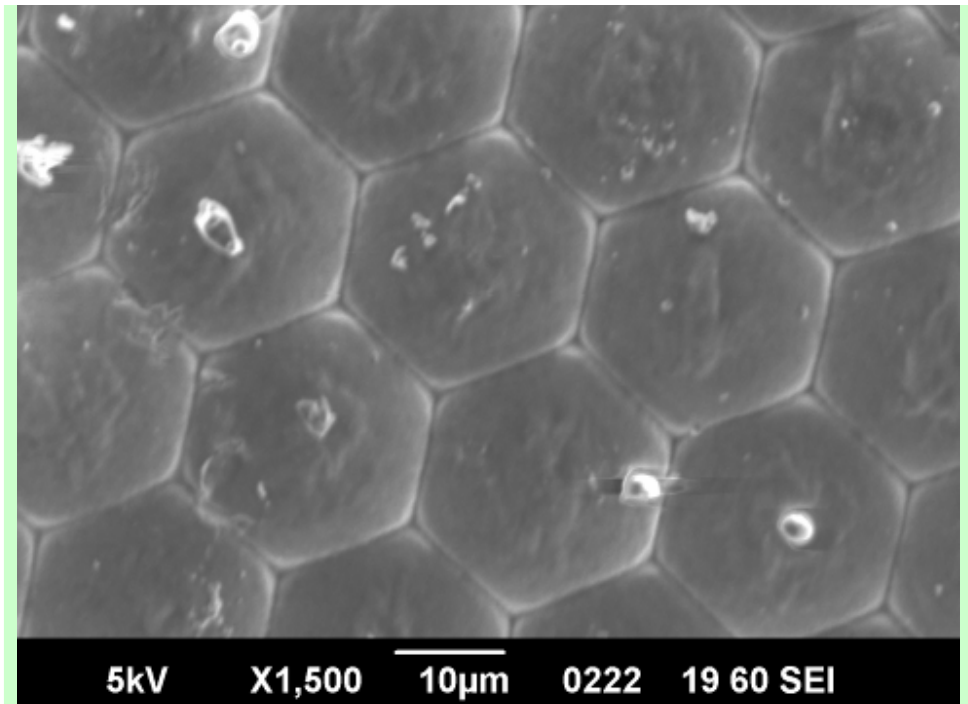
Μικρή μεγέθυνση, μικρή τάση επιτάχυνσης για να μην πάθει ζημιά το δείγμα μας αφού είναι μη αγώγιμο και βιολογικό. Παρουσιάζεται

εικόνα SEM ενός κομματιού σώματος νυχτοπεταλούδας, παρατηρούμε την τριχωτή και φτερωτή επιφάνεια του σώματος.



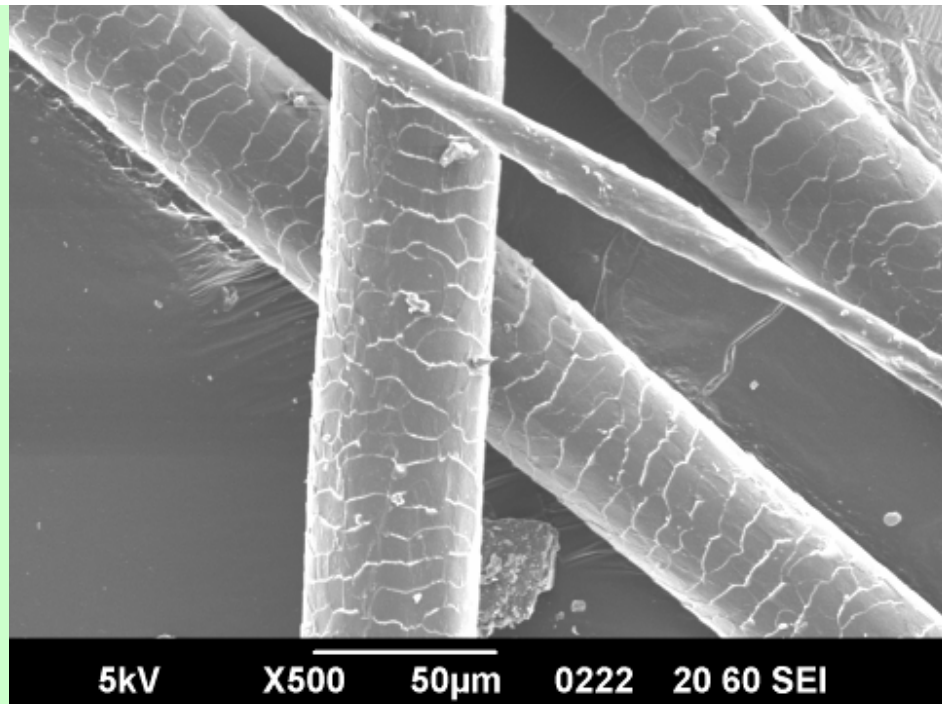
X 100 μεγέθυνση εικόνας του SEM, με χαμηλή τάση επιτάχυνσης (2kV) για να μην καταστραφεί το δείγμα μας αφού είναι βιολογικό δείγμα και μη αγώγιμο. Η εικόνα παρουσιάζει μέρος σώματος νυχτοπεταλούδας. Μπορεί να παρατηρηθεί η έντονη φωτεινότητα στην εικόνα. Αυτό συμβαίνει διότι το δείγμα μας δεν είναι αγώγιμο, συνεπώς συσσωρεύει ηλεκτρόνια.



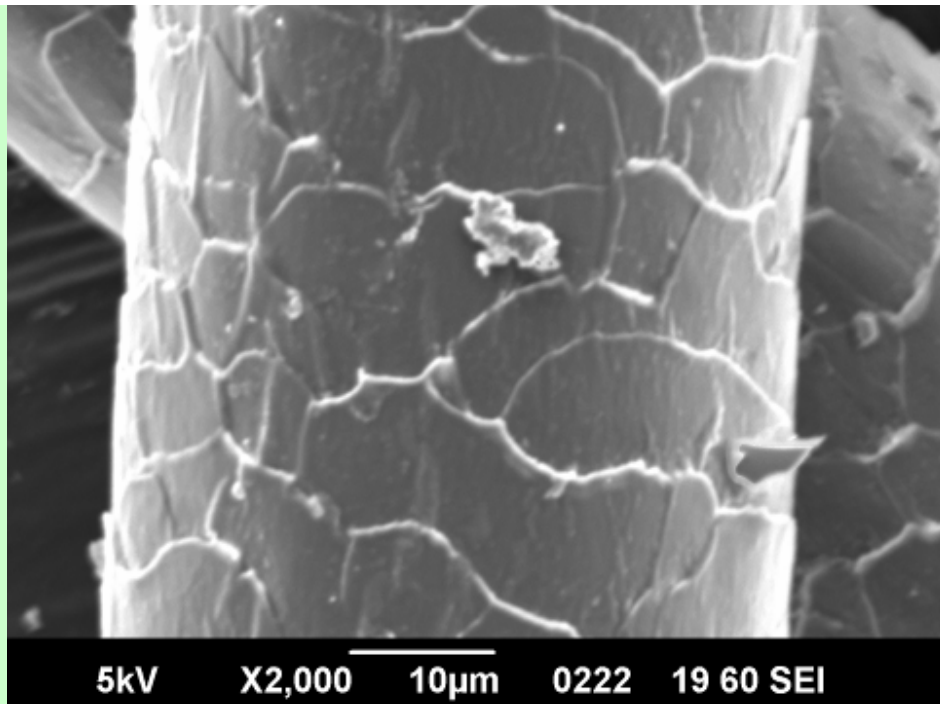


Εικόνες SEM από το μάτι νυχτοπεταλούδας. Παρατηρούμε τα όμορφα εξάγωνα κελιά του ματιού του εντόμου. Η μη ομοιόμορφη φωτεινότητα των δύο προηγούμενων εικόνων, συμβαίνει επειδή η αναλυόμενη επιφάνεια είναι κυρτή και όχι επίπεδη. Συνεπώς τα εκπεμπόμενα δευτερογενή ηλεκτρόνια, δεν έχουν ομοιόμορφη κατανομή.

Ανθρώπινη τρίχα



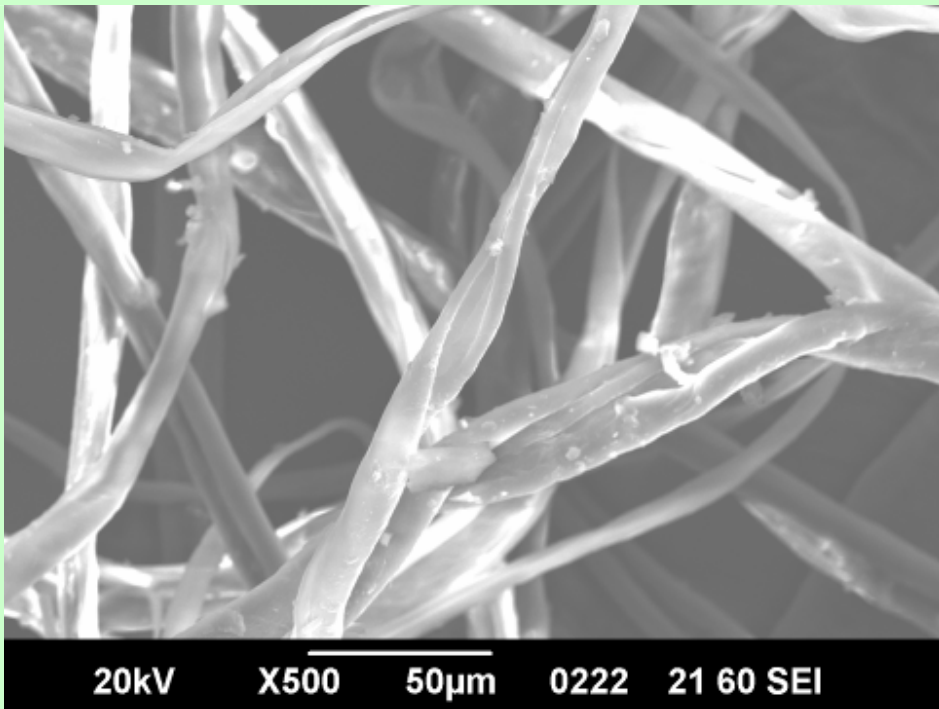
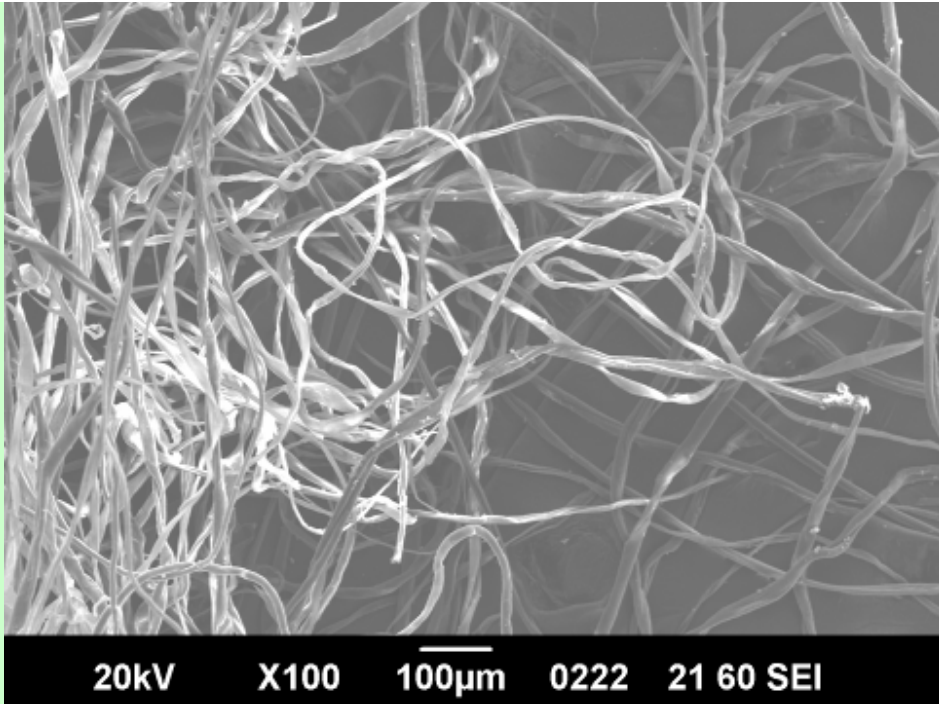
Εικόνα SEM επικαλυμμένης με άνθρακα ανθρώπινης τρίχας. Παρατηρούμε την ωραία δομή της επιφάνειας της τρίχας συγκρινόμενη με την ίνα βαμβακιού (η πιο λεπτή ίνα στην εικόνα).

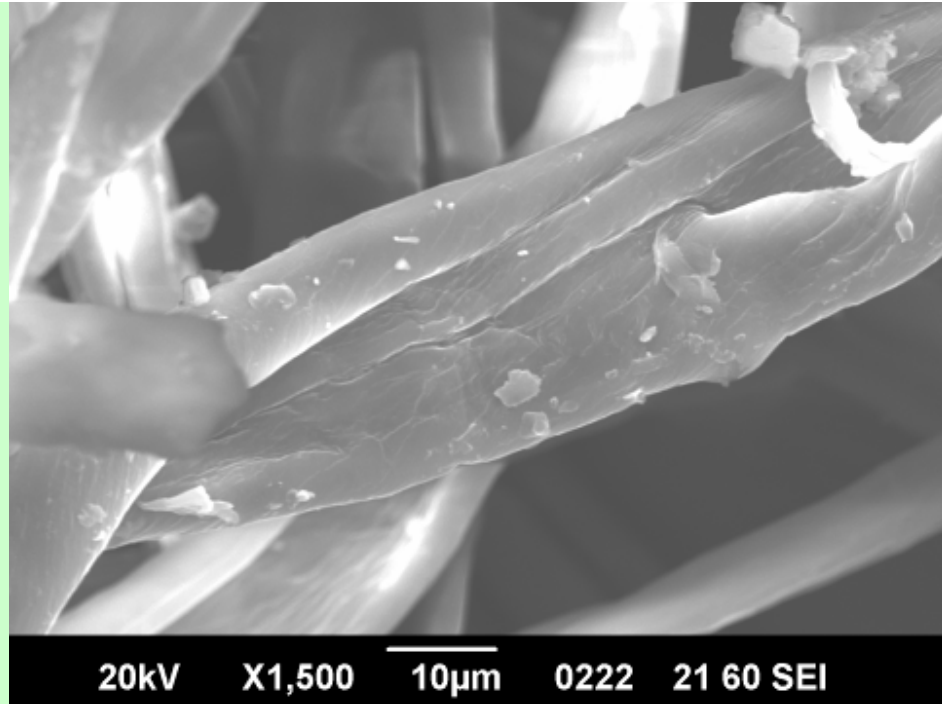


Εικόνα με μεγαλύτερη μεγέθυνση της ίδιας ανθρώπινης τρίχας. Παρατηρούμε ένα σωματίδιο σκόνης, στην επιφάνεια της τρίχας. Η εικόνα μας ξεφεύγει λίγο όσον αφορά την εστίαση. Αυτό συμβαίνει διότι έχουμε κυρτώσεις στην επιφάνειά μας.

Βαμβάκι

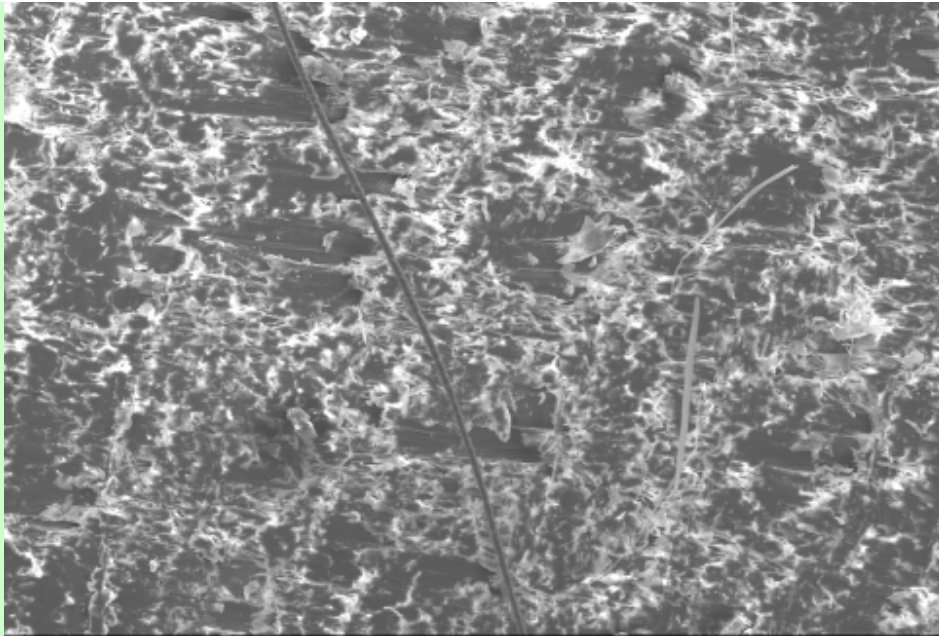
Στην συνέχεια ακολουθούν εικόνες, που εξετάζονται ίνες βαμβακιού, επικαλυμμένες με άνθρακα.



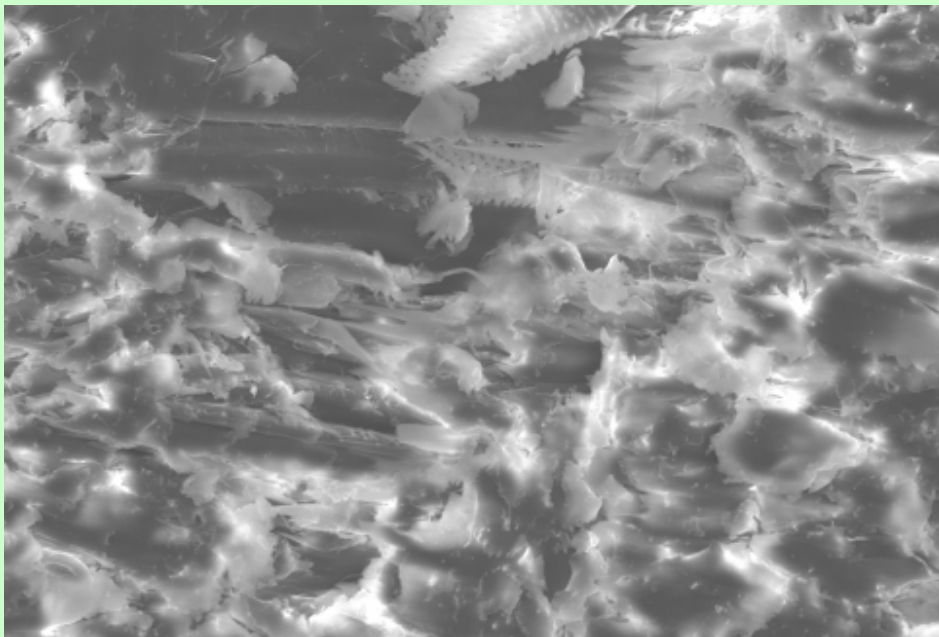


Εικόνες SEM σε σταθερή τάση (20kV) και σε διάφορες μεγεθύνσεις από ίνες βαμβακιού που χουν επικαλυφθεί με άνθρακα. Παρατηρούμε την ωραία βασική δομή των ινών βαμβακιού, όπως επίσης και την παρουσία μικρών σωματιδίων σκόνης, πάνω στις ίνες. Όπως έχουμε προαναφέρει, η παρουσία ξένων σωμάτων στα εξεταζόμενα δείγματά μας, ονομάζεται μόλυνση (contamination).

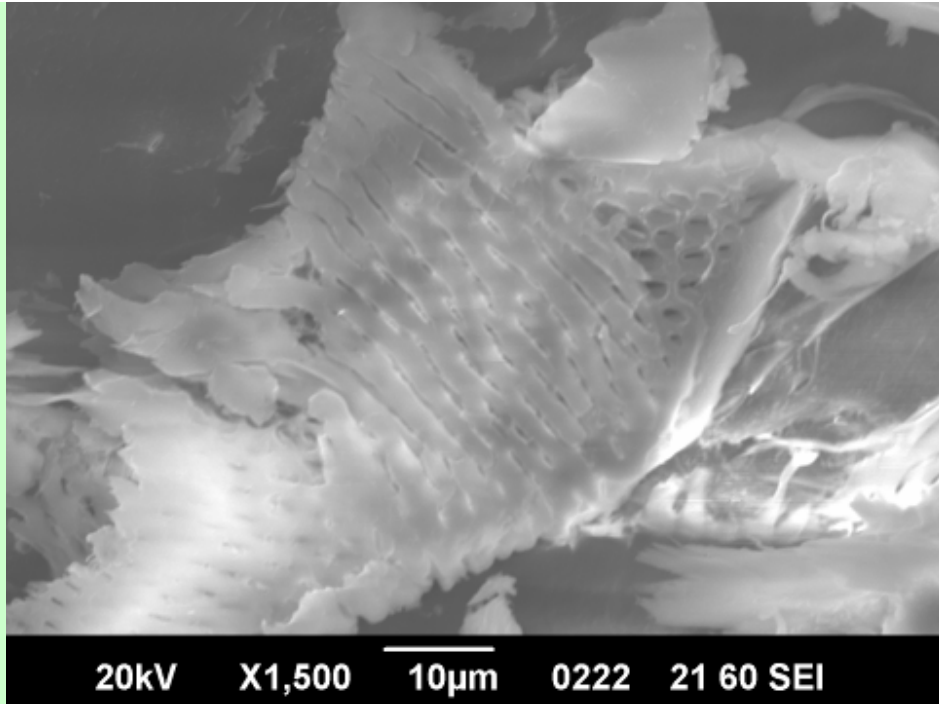
Ξύλο



20kV X100 100µm 0222 21 60 SEI



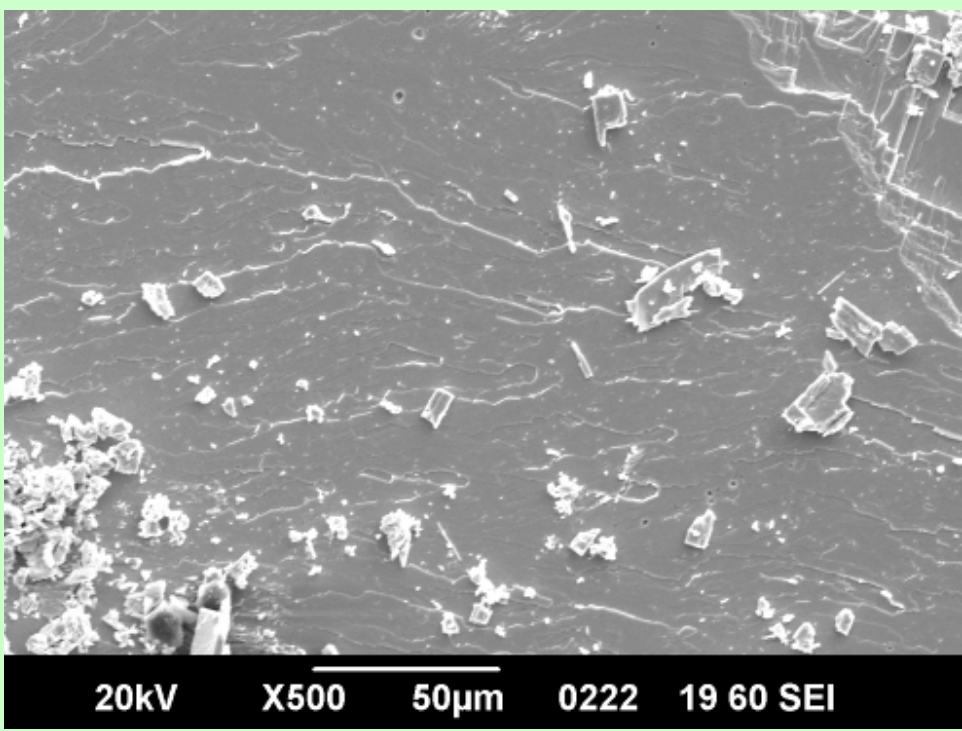
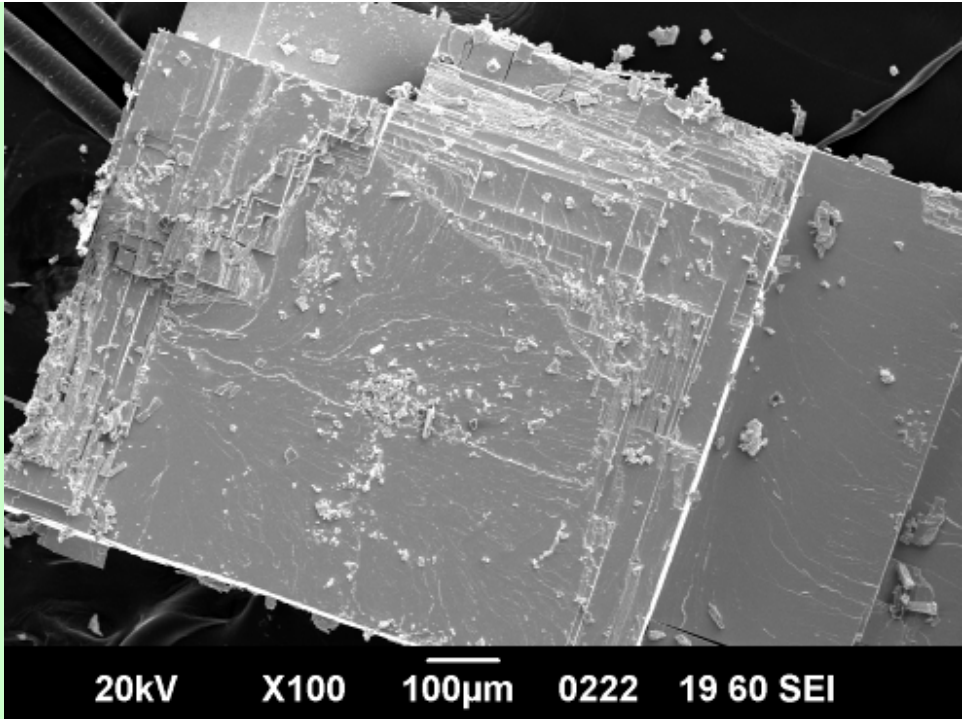
20kV X500 50µm 0222 21 60 SEI

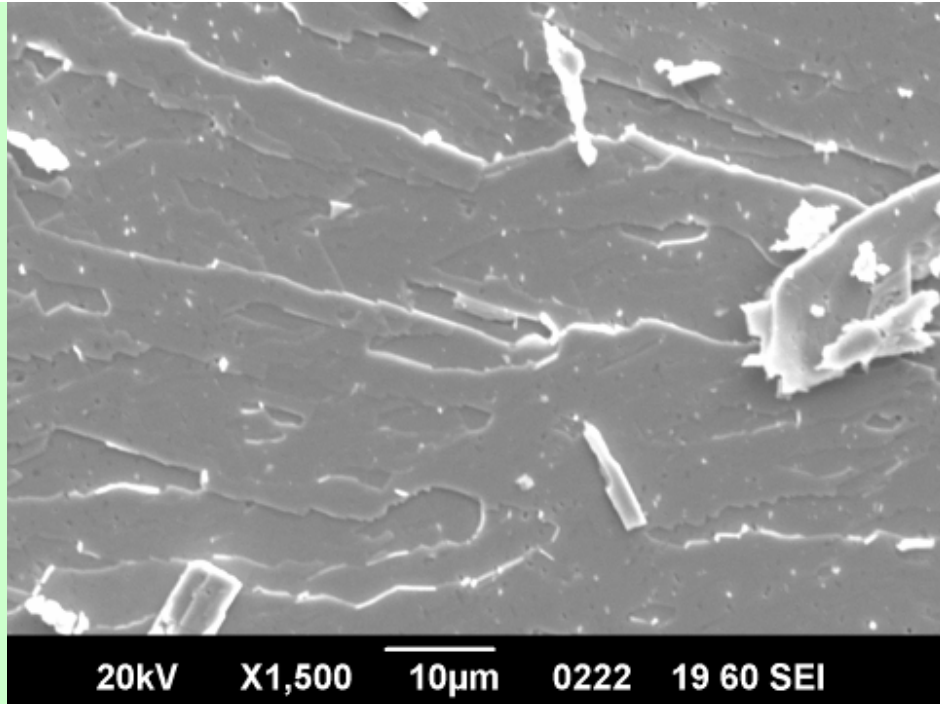


Όπως και πριν έχουμε ένα ακόμα βιολογικό δείγμα που χωρίς την επικάλυψη με άνθρακα η εξέταση του και με τόσες λεπτομέρειες, θα ήταν αδύνατο. Οι εικόνες SEM είναι λοιπόν από επιφάνεια ξύλου που έχει επικαλυφθεί με άνθρακα, σε διάφορες μεγεθύνσεις. Παρατηρούμε την βασική δομή του ξύλου με λεπτομέρειες.

Φυσικά υλικά

Πέτρα



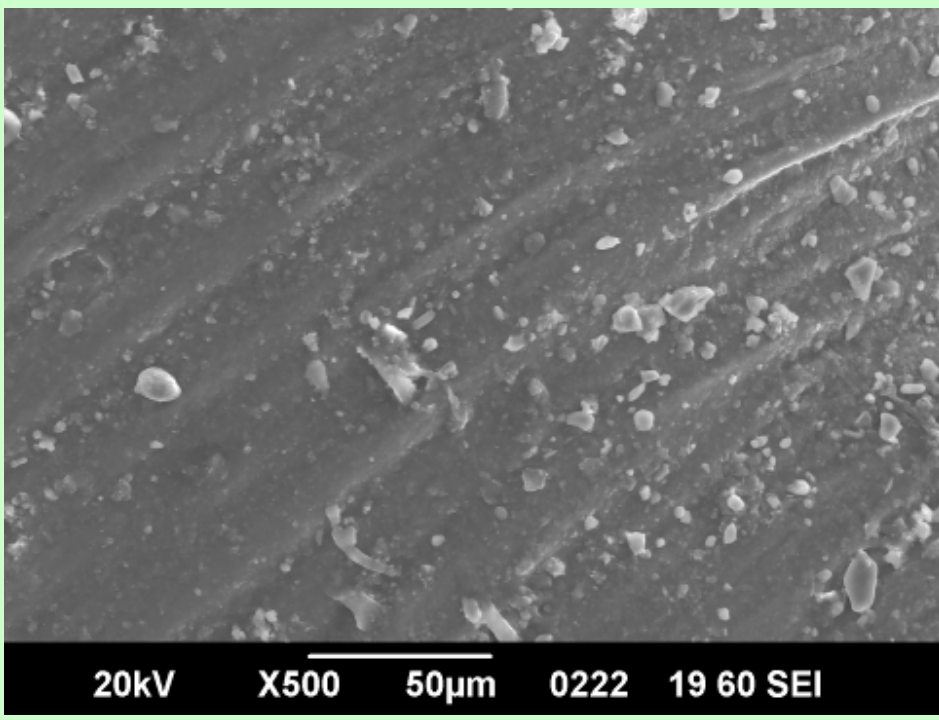
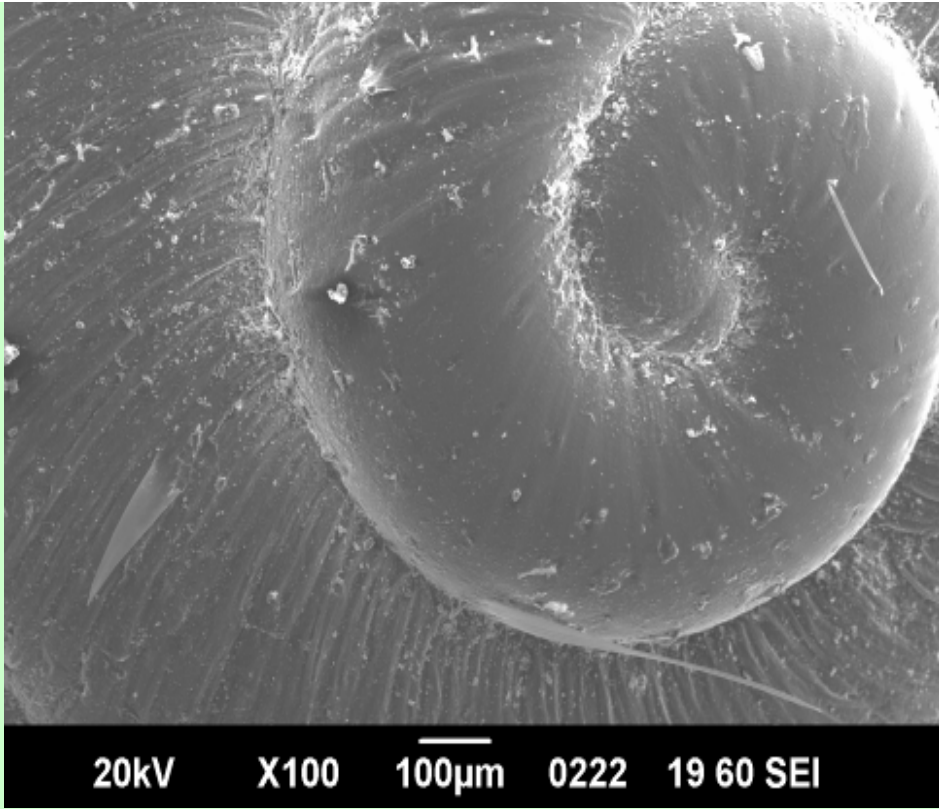


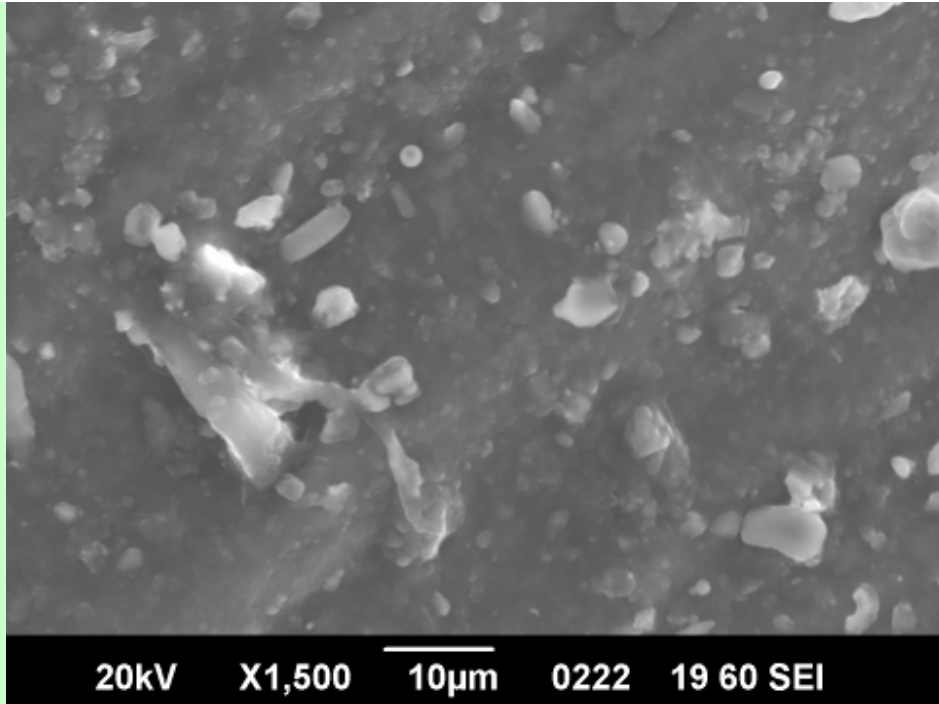
Εικόνα SEM από την επιφάνεια μιας συνηθισμένης πέτρας. Παρατηρούμε την λεπίδωτη δομή της πέτρας. Επίσης παρατηρούμε πάνω στην επιφάνεια, σωματίδια σκόνης και φαινόμενα συσσώρευσης τάσης πάνω σε αυτά.

Κέλυφος σαλιγκαριού



Κέλυφος σαλιγκαριού μη επικαλυμμένο. Το κέλυφος σαλιγκαριού είναι μη αγώγιμο δείγμα, βιολογικό και έχει πολλές κυρτώσεις στην επιφάνεια του. Λόγω αυτών κάνουμε μικρή μεγέθυνση και έχουμε χαμηλή επιταχυνόμενη τάση μόλις 5kV για να μην πάθει ζημιά. Παρακάτω θα δούμε τι συμβαίνει όταν το κέλυφος επικαλυφθεί με άνθρακα.

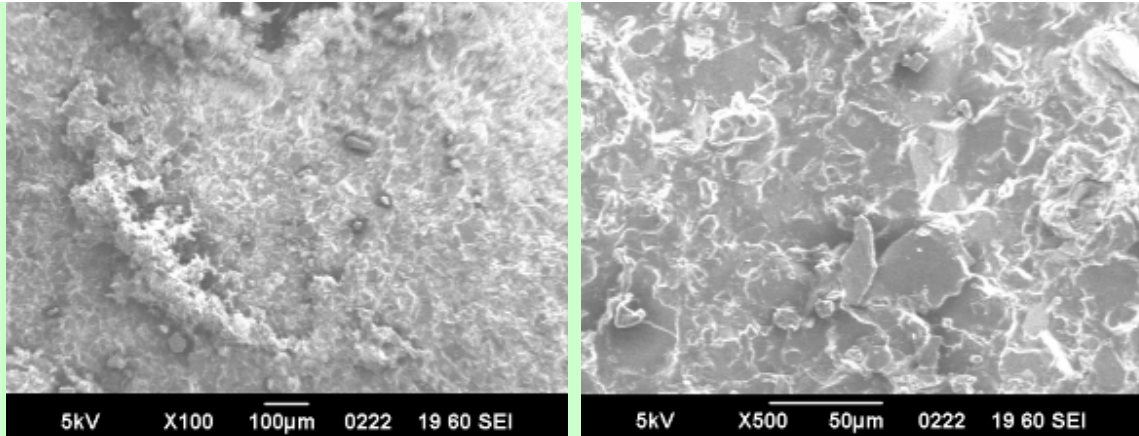




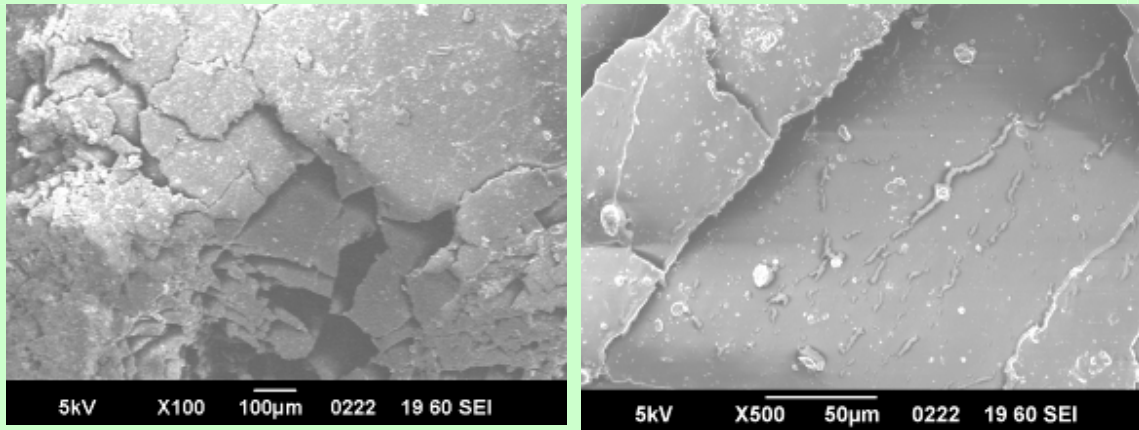
Χαρακτηρισμός SEM, το κέλυφος επικαλύφθηκε με άνθρακα, συνεπώς έγινε πιο αγώγιμο και δεν κινδυνεύει να πάθει ζημιά από την επιταχυνόμενη τάση που είναι τετραπλάσια (20kV) από την πρώτη εικόνα του κελύφους που δεν ήταν επικαλυμμένο . Αυξάνοντας λοιπόν την μεγέθυνση, και την επιταχυνόμενη τάση παρατηρούμε εικόνες με περισσότερες λεπτομέρειες, όσον αφορά την ωραία κοκκώδη δομή του κελύφους, καθώς και πολλές ακαθαρσίες στην επιφάνεια.

Μονωτές

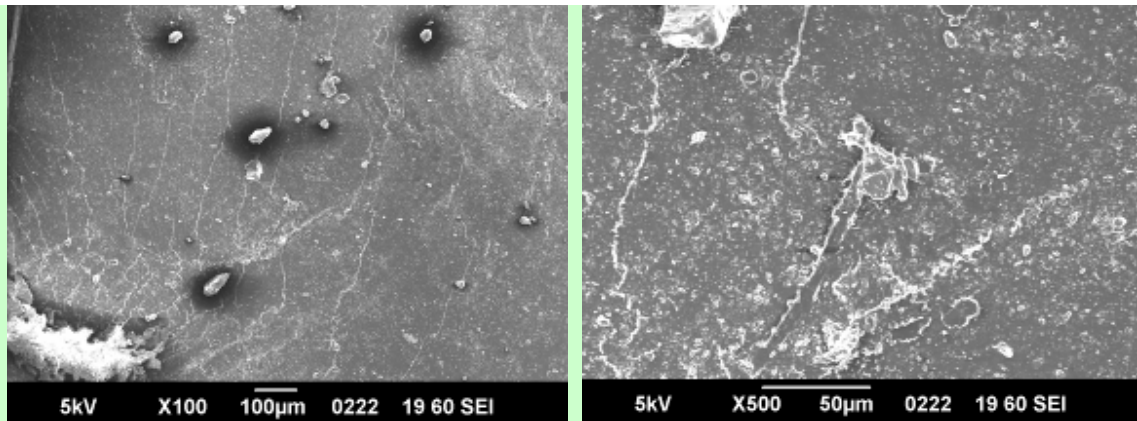
Σύνθετα υλικά πυρίτιο-καουτσούκ επικαλυμμένα με άνθρακα. Χρησιμοποιούνται για συνδέσεις υψηλής τάσης.



Υλικό 1: Εμφανίζει μια άγρια επιφάνεια με πολλά κοφτερά χαρακτηριστικά που ευνοούν φαινόμενα συσσώρευσης φορτίου (Λευκοί τομείς).



Υλικό 2: Εμφανίζει μια εύθραυστη επιφάνεια με βαθιές ρωγμές. Εμφανίζει επίσης λεπίδωτη μορφολογία.



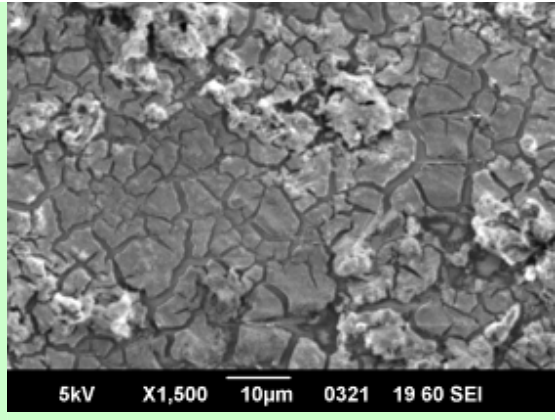
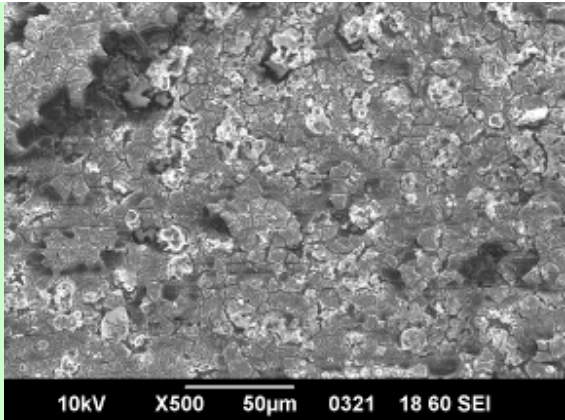
Υλικό 3: Παρουσιάζει την ομαλότερη και την πιο συμπαγή εμφάνιση.

Ο χαρακτηρισμός SEM των τριών διαφορετικών υλικών που χρησιμοποιούνται σαν μονωτές υψηλής τάσης σε ηλεκτρικές γραμμές, μας δείξανε διαφορετική μορφολογία στις επιφάνειές τους. Ανάμεσά τους, το πρώτο εμφάνισε την πιο άγρια επιφάνεια, ενώ το δεύτερο την ομαλότερη. Τα δυο τελευταία, εμφανίζουν ρωγμές και ζημιά στις επιφάνειές τους. Πάντως και στις τρεις περιπτώσεις, μπορούμε να παρατηρήσουμε την παρουσία σκουπιδιών στις επιφάνειες τους (μικροί λευκοί κόκκοι) το φαινόμενο αυτό τ' ονομάζουμε μόλυνση (contamination).

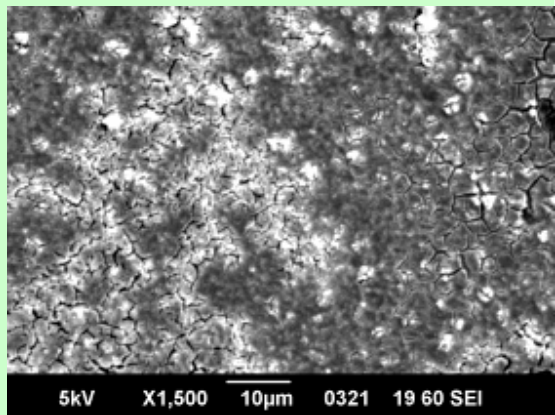
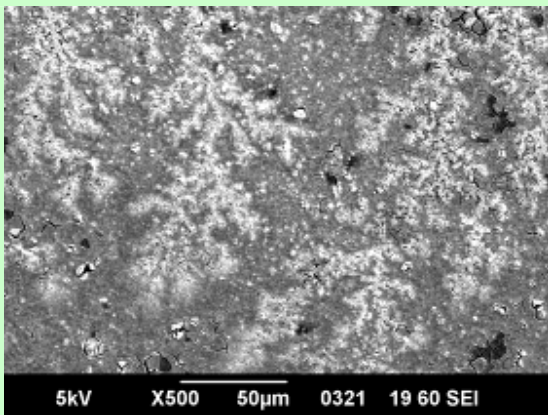
Ημιαγωγοί

Επιστρώσεις οξειδίου του κασσιτέρου με προσμείξεις αντιμονίου κατασκευασμένες με χημική εναπόθεση

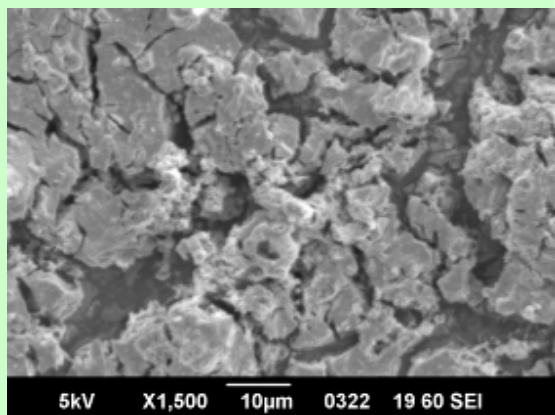
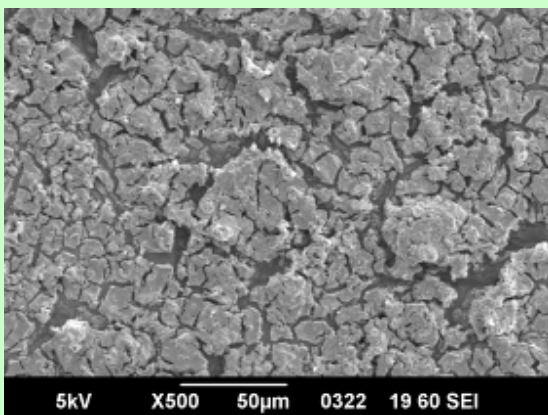
Κατά την διάρκεια της βελτιστοποίησης της διαδικασίας ανάπτυξης επιστρώσεων ATO χρησιμοποιήθηκε απεικόνιση χαμηλής μεγέθυνσης, η οποία επέτρεπε τον έλεγχο της ομοιογένειας και της ομοιομορφίας της επικάλυψης του υποστρώματος. Ορισμένες εικόνες από διάφορες επικαλύψεις ATO που λήφθηκαν κατά την διάρκεια της βελτιστοποίησης της εναπόθεσης με πυρόλυση ψευκασμού είναι οι ακόλουθες:



Υμένιο με ρωγμές και κακή προσκόλληση στο υπόστρωμα.

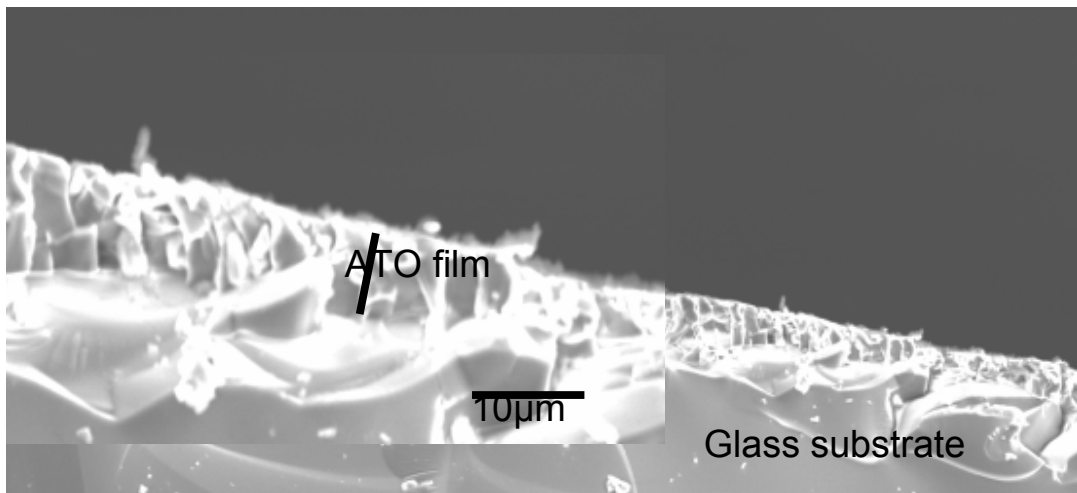


Υμένιο με λιγότερες ρωγμές στην επιφάνεια και καλύτερη προσκόλληση, το οποίο όμως δείχνει περιοχές μη αγώγιμες που είναι φορτισμένες με ηλεκτρόνια (λευκές περιοχές στην εικόνα)



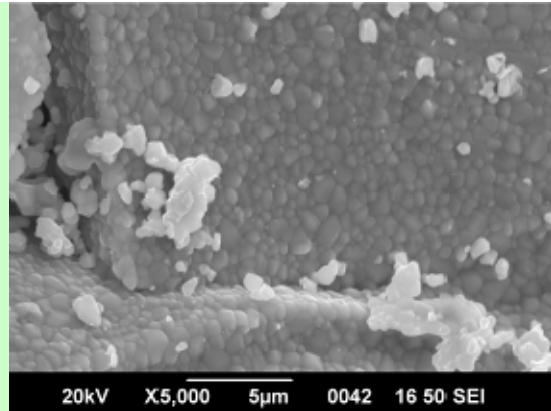
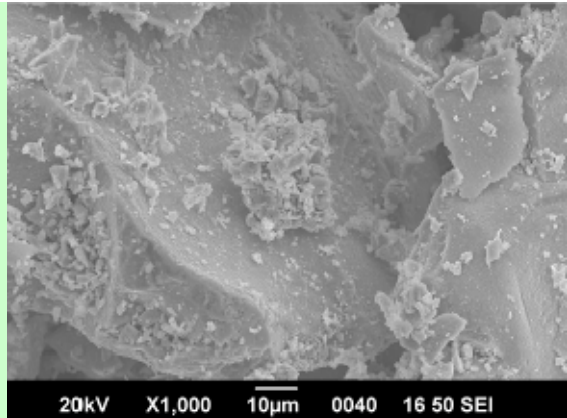
Χαμηλής ποιότητας εναπόθεση. Δεν μπορεί να χαρακτηριστεί ως υμένιο.

Τα πάχη των επιστρώσεων εκτιμήθηκαν πραγματοποιώντας μετρήσεις SEM κατά μήκος ενός τμήματος του υμενίου. Η προετοιμασία για την μέτρηση του πάχους έγινε με κοπή υμενίου-υποστρώματος χρησιμοποιώντας ένα κοπίδι διαμαντιού με τέτοιο τρόπο ώστε να υπάρχει ένα εγκάρσιο τμήμα στο υμένιο ATO. Στην συνέχεια, το δείγμα τοποθετήθηκε σε ένα ειδικό στήριγμα του SEM για να επιτραπεί η ορθή εκτίμηση του πάχους με βάση μια κάθετη απεικόνιση στο υπόστρωμα. Η ομογένεια του πάχους του υμενίου ελέγχθηκε κατά μήκος του δείγματος για να εξασφαλιστεί ότι δεν θα υπάρχουν σημαντικές διαφοροποιήσεις. Ακόμα και έτσι, η εκτίμηση του πάχους του υμενίου δίνεται με ένα σημαντικό σφάλμα.

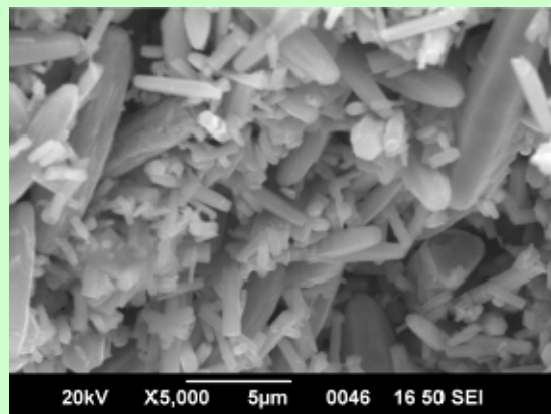
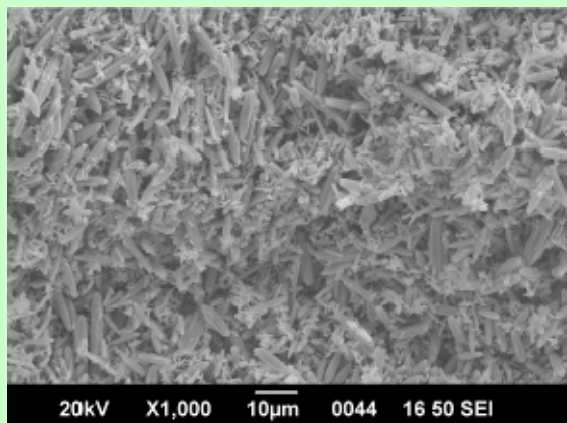


Εικόνα SEM από επίστρωση οξειδίου του κασσιτέρου με προσμίξεις αντιμονίου πάχους 9 µm.

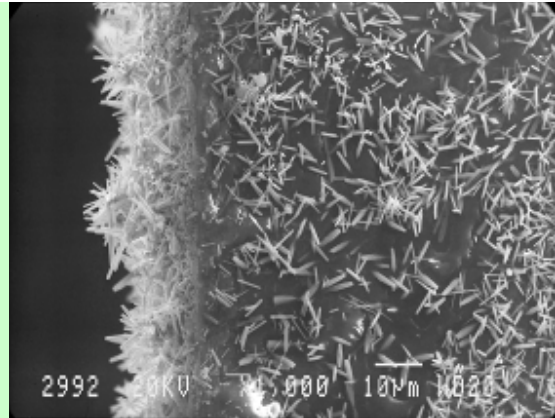
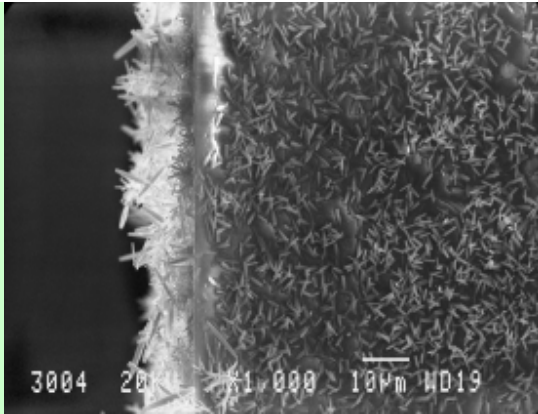
Επιστρώσεις οξειδίων του ψευδαργύρου ZnO χημικά εναποτιθέμενες χρησιμοποιώντας την ίδια μέθοδο αλλά δύο διαφορετικούς χρόνους απόθεσης. Χρησιμοποιώντας το SEM κάποιος μπορεί να παρατηρήσει το πώς η εναπόθεση του ίδιου υλικού, ποικίλει ανάλογα με την απόκλιση των διαφορετικών συνθηκών εναπόθεσης. Ένα παράδειγμα:



Εικόνες SEM οξειδίου του ψευδαργύρου σε υπόστρωμα γυαλιού που έχει εναποτεθεί χρησιμοποιώντας χημική μέθοδο για μικρό χρόνο εναπόθεσης. Η διαδικασία αυτή δημιουργεί μια επίστρωση από μικρούς κρυσταλλίτες με ελάχιστα διαφορετικά μεγέθη.

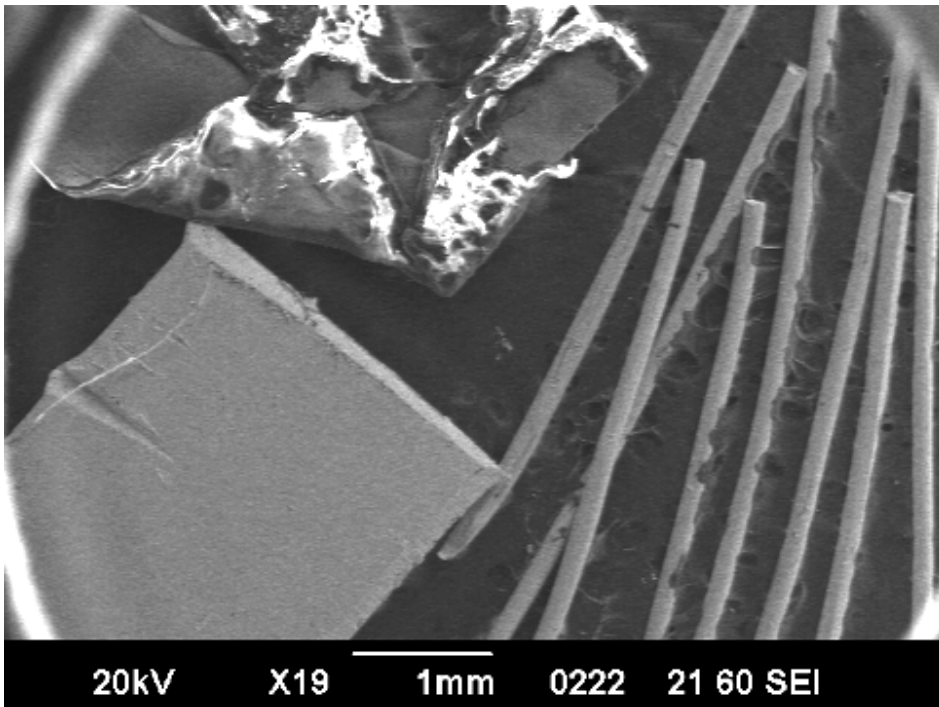


Εικόνες SEM οξειδίου του ψευδαργύρου σε υπόστρωμα γυαλιού που έχει εναποτεθεί χρησιμοποιώντας χημική μέθοδο για μεγάλο χρόνο εναπόθεσης. Η εναπόθεση οδηγεί σ' επίστρωση με μεγάλες κρυσταλλικές δομές με πολύ διαφορετικές διαστάσεις. Οι διαστάσεις αυτές, προκύπτουν χρονικά από την εξέλιξη των αρχικών κόκκων. Η νέα επιφάνεια που παρατηρούμε με το SEM, είναι άγρια και μη ομογενής.

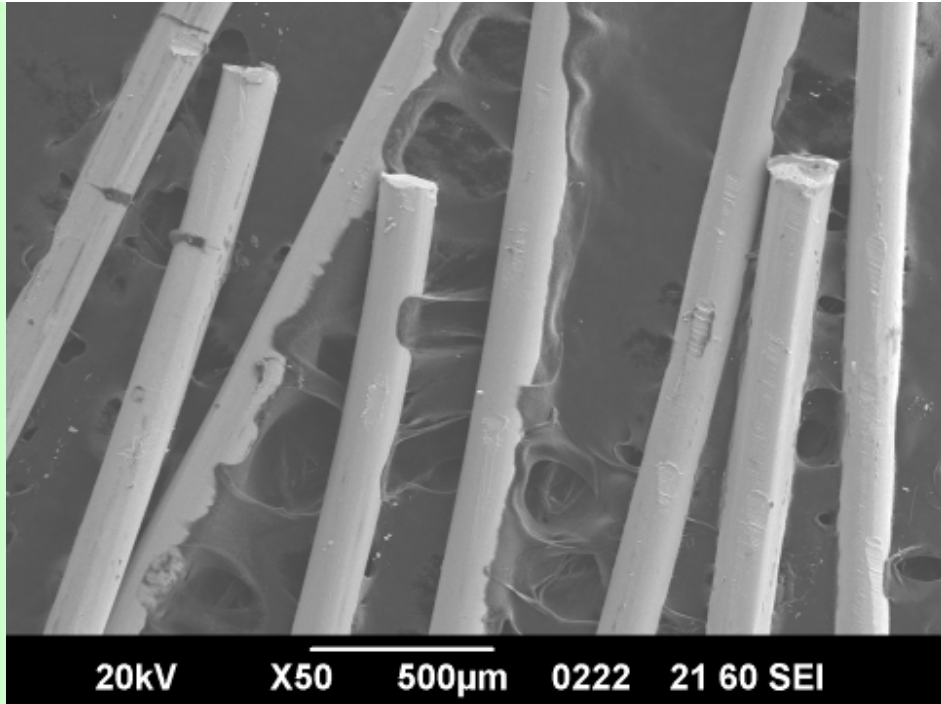


Χρησιμοποιώντας ένα αντιπροσωπευτικό δείγμα στο SEM, κάποιος μπορεί να εκτιμήσει την ομοιομορφία στο πάχος του αναλυόμενου στρώματος.

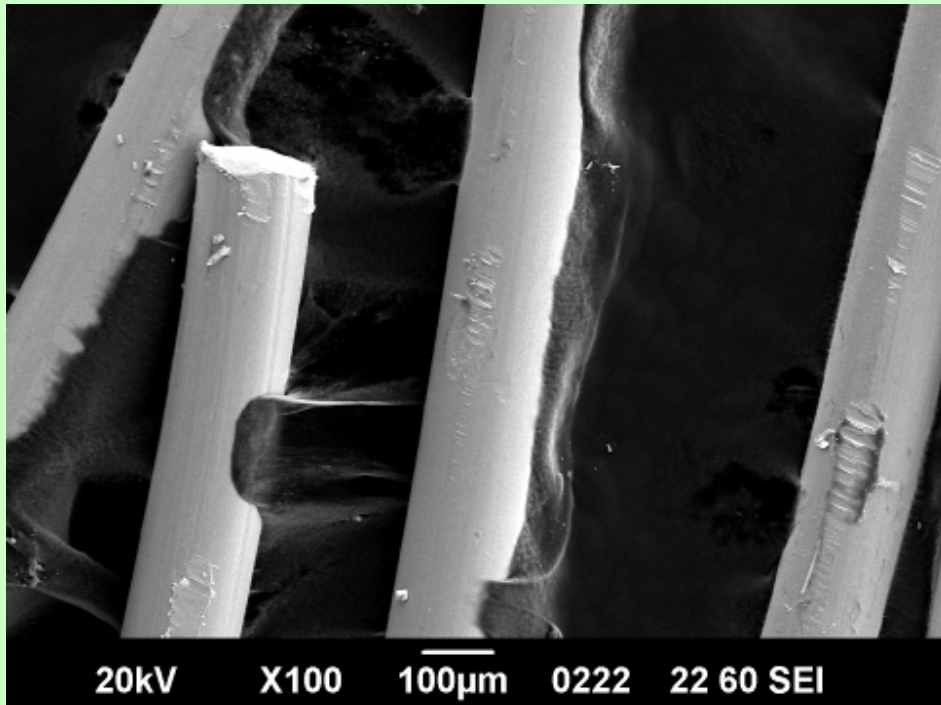
Αγωγή υλικά



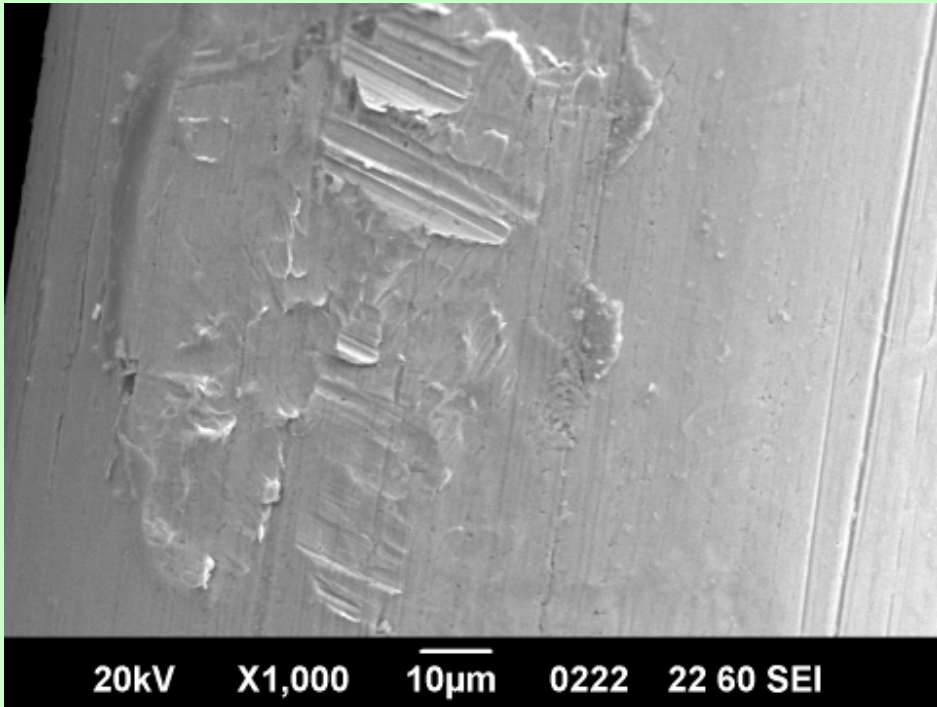
Καλώδια χαλκού.



Παρατηρούμε στο SEM λεπτά χάλκινα καλώδια ηλεκτρικού. Σε μικρή μεγέθυνση φαίνεται να έχουν λεία κ ομοιόμορφη επιφάνεια.



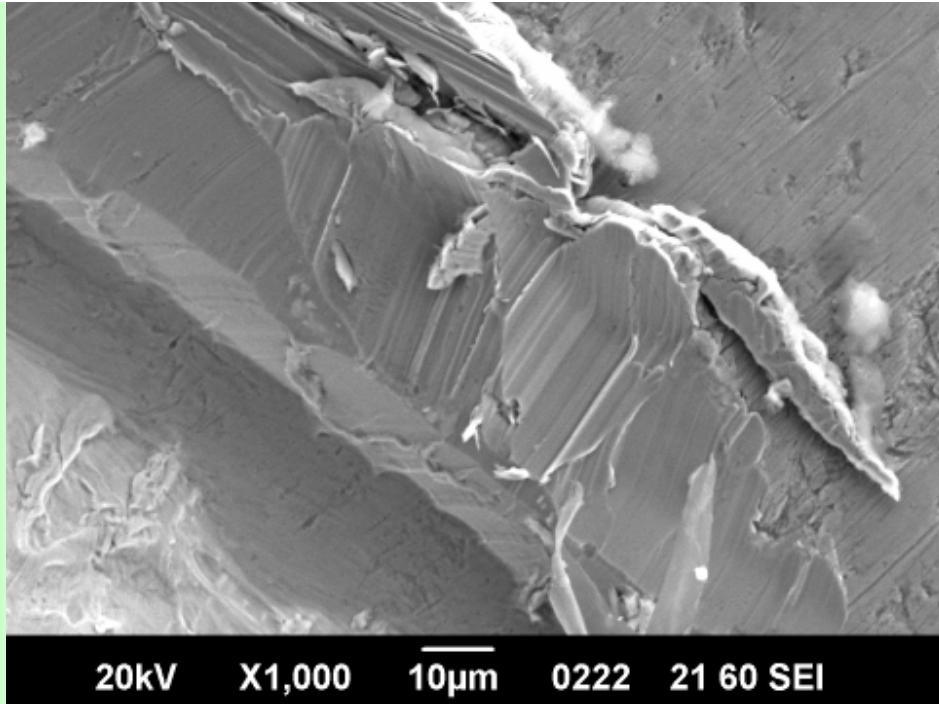
Αυξάνοντας την μεγέθυνση, οι ατέλειες της επιφάνειας γίνονται ορατές. Επίσης γίνεται ορατή η παραμόρφωση στ' άκρα όταν προσπαθούσαμε να τα κόψουμε με ψαλίδι.



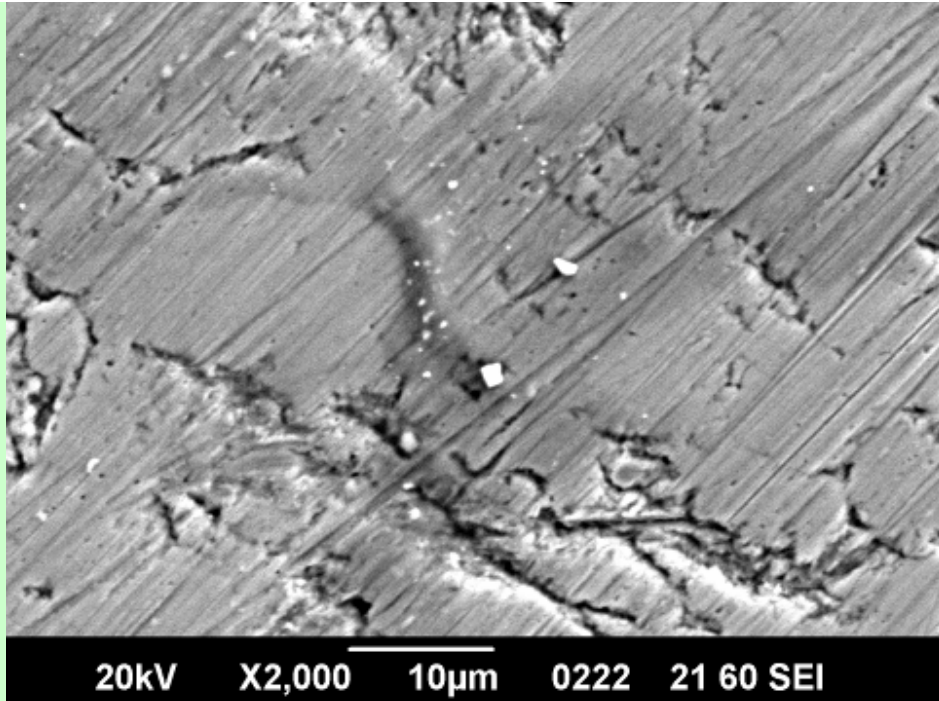
Με μεγαλύτερη μεγέθυνση παρατηρούμε στο SEM την επιφάνεια ενός καλωδίου του χαλκού. Η μεγέθυνση μας δείχνει πως η επιφάνεια του καλωδίου δεν είναι λεία, αλλά γεμάτη ατέλειες από μηχανική παραμόρφωση και γρατζουνιές από το ψαλίδι μας.

Φύλλα μπρούτζου και Αλουμινίου

Όλοι ξέρουν τις ωραίες γυαλιστερές επιφάνειες των καθαρών μπρούτζινων αντικειμένων ή τα φύλλα αλουμινίου που μοιάζουν με καθρέφτες. Η ανάλυση του SEM γι' αυτά τα υλικά μας δείχνει ότι σε μικροκλίμακα οι επιφάνειές τους μόνο τέλειες δεν είναι.



Εικόνα SEM από επιφάνεια φύλλου μπρούτζου. Η φθορά που βλέπουμε δημιουργήθηκε από εμάς στην προσπάθειά μας να κόψουμε με ψαλίδι το φύλλο μπρούτζου καθώς δεν χωρούσε στο SEM για να εξεταστεί.



Εικόνα SEM από επιφάνεια φύλλου αλουμινίου. Μπορεί να παρατηρηθούν οι γραμμές πάνω στην επιφάνειά του.

5.

EDX

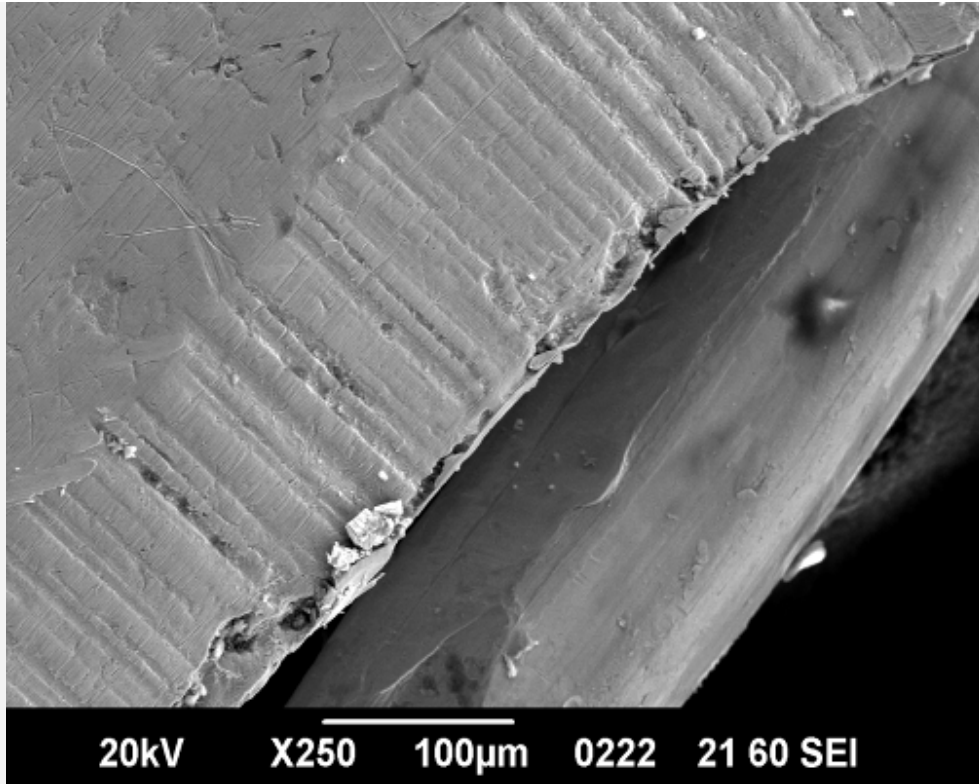
Όπως είδαμε στην θεωρητική εισαγωγή, το EDX είναι σύστημα που μας βοηθάει να δούμε την σύσταση των δειγμάτων μας. Μπορούμε να δούμε από ποια υλικά αποτελούνται, και συνεπώς να ξέρουμε γι' αυτά περισσότερα πράγματα όπως το σε τι ποσοστό υπάρχει κάποιο υλικό μέσα στο δείγμα μας. Παρακάτω εξετάζουμε δείγματα κολλημένα σε κόλλα άνθρακα. Τα δείγματά μας είναι μπρούτζος, χαλκός και άνθρακας. Με την βοήθεια του EDX θα δούμε σε τι ποσοστό περιέχει αυτά τα υλικά το καθένα από τα δείγματά μας, όπως και άλλα υλικά που μπορεί να είναι μέσα σε μικρότερες ποσότητες .

Κατά την διάρκεια μιας ανάλυσης EDX, το δείγμα βομβαρδίζεται με μία δέσμη ηλεκτρονίων μέσα στο ηλεκτρονικό μικροσκόπιο σάρωσης. Τα ηλεκτρόνια της δέσμης, συγκρούονται με τα άτομα του δείγματος, διώχνοντας κάποια ηλεκτρόνια εσωτερικής στοιβάδας από τα άτομα που βρίσκονται στην επιφάνεια του

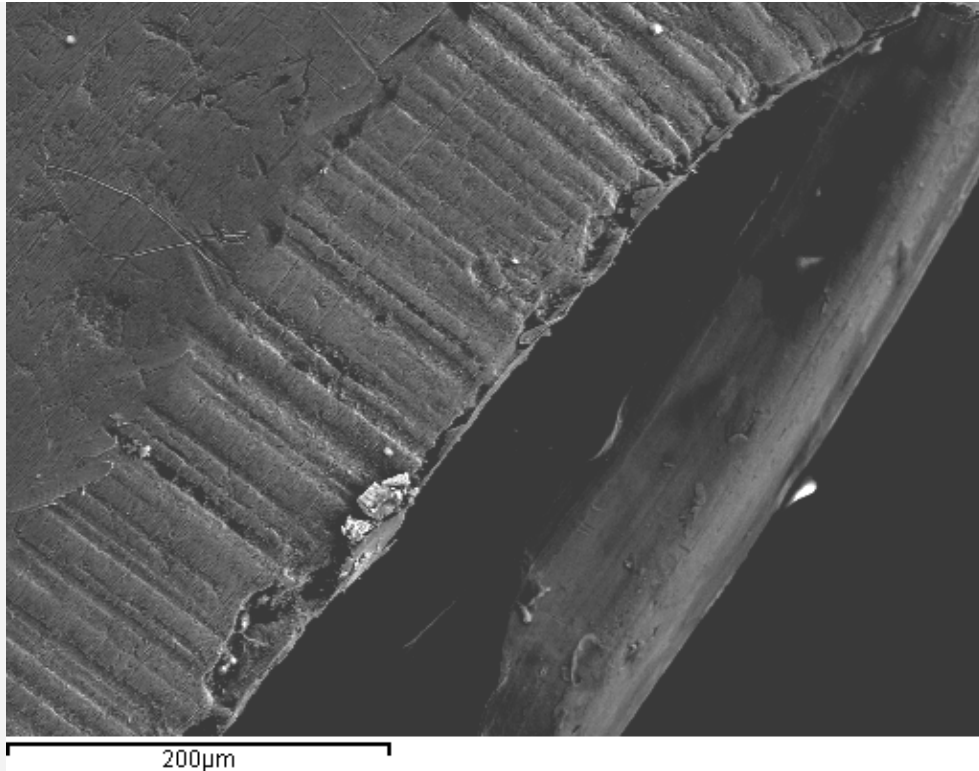
δείγματος. Η θέση του ηλεκτρονίου που φεύγει από ένα άτομο την καταλαμβάνει κάποιο άλλο ηλεκτρόνιο υψηλότερης ενέργειας που προέρχεται από μια πιο εξωτερική στοιβάδα του ατόμου. Κατά αυτήν την διαδικασία, το μεταφερόμενο ηλεκτρόνιο, απελευθερώνει ενέργεια, έχοντας ως αποτέλεσμα την εκπομπή ακτίνων X. Το ποσό της ενέργειας που ελευθερώνεται εξαρτάται από το αρχικό και το τελικό ενεργειακό επίπεδο. Τα άτομα του κάθε στοιχείου απελευθερώνουν ακτίνες X συγκεκριμένης ενέργειας κατά την διαδικασία μιας αποδιέγερσης. Έτσι, μετρώντας την ενέργεια των κορυφών στο φάσμα της ενεργειακής κατανομής των ακτίνων X που απελευθερώθηκαν από το δείγμα, μπορούμε να καταλάβουμε τη σύσταση του.

Το αποτέλεσμα μίας ανάλυσης EDX είναι ένα φάσμα EDX, το οποίο είναι απλά κατανομή του πόσο συχνά εμφανίζεται μια ακτίνα X συγκεκριμένης ενέργειας. Ένα φάσμα EDX φυσιολογικά αναπαριστά κορυφές σχετικές με τα επίπεδα ενέργειας που δέχτηκε σε διαφορετικά μήκη κύματος από ακτινοβολία ακτινών X. Καθεμία από αυτές τις κορυφές, σχετίζεται μοναδικά με ένα άτομο, συνεπώς αντιστοιχεί σε ένα συγκεκριμένο στοιχείο. Όσο πιο έντονη είναι η κορυφή στο φάσμα, τόσο μεγαλύτερη είναι η παρουσία του συγκεκριμένου υλικού μέσα στο δείγμα. Ένα φάσμα EDX όχι μόνο αναγνωρίζει το στοιχείο που αντιστοιχεί σε καθεμία από τις κορυφές, αλλά και το είδος της ακτίνας X που αντιστοιχεί σε αυτά. Για παράδειγμα, μια κορυφή αντιστοιχεί στο ποσό της ενέργειας που κατέχουν οι ακτίνες X που εκπέμπονται από ένα ηλεκτρόνιο στην στοιβάδα L καθώς αυτό μεταφέρεται μια στοιβάδα πιο κάτω, στην K. Η στοιβάδα K αναγνωρίζεται ως η κορυφή K-Αlfa. Η κορυφή που αντιστοιχεί στις ακτίνες X που προέρχονται από ηλεκτρόνια της στοιβάδας M που μεταφέρονται στην στοιβάδα K αναγνωρίζεται ως μια K-Beta κορυφή.

Χαρακτηρισμός EDX ενός κομματιού φύλλου από μπρούτζο.

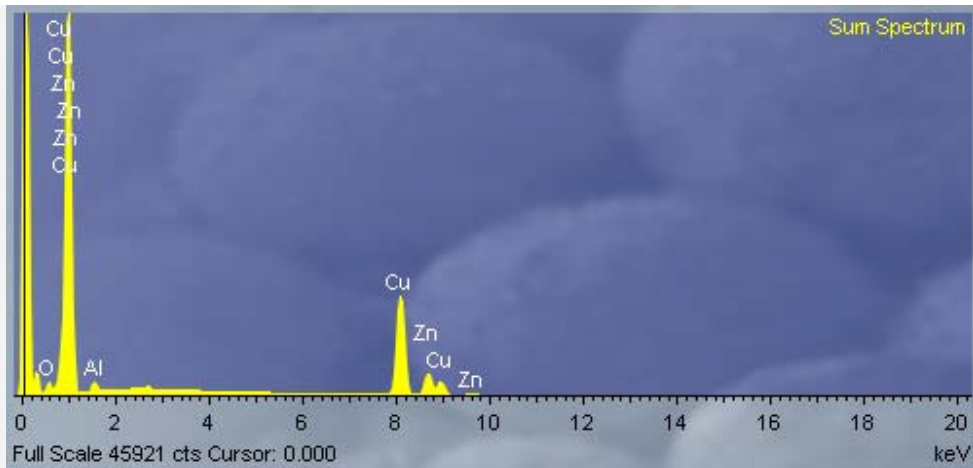


Σε αυτή την εικόνα βλέπουμε τα δείγματα που έχουμε για την EDX ανάλυσή μας. Κυρίως βλέπουμε το μπρούτζο στο αριστερό μέρος της εικόνας μας, τον χαλκό που είναι κάτω από τον μπρούτζο μας και στην κάτω δεξιά γωνία βλέπουμε τον άνθρακα στον οποίο κολλάμε τα υπό εξέταση δείγματά μας.



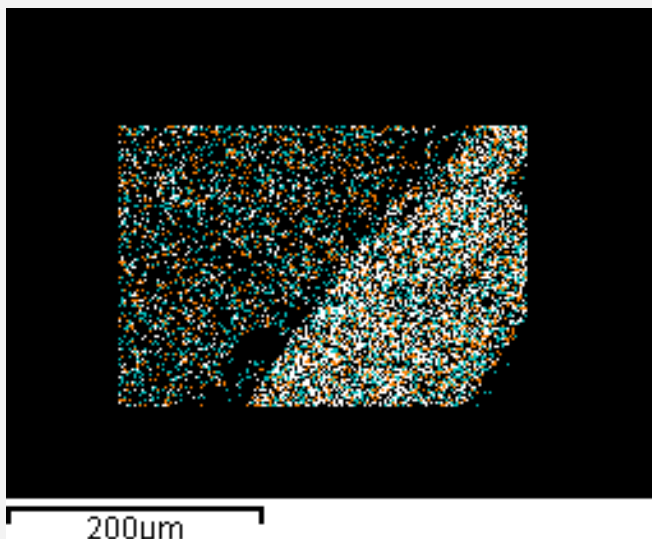
Στην εικόνα φαίνεται η εικόνα που μας δίνει το SEM στην οθόνη του υπολογιστή μας.

Φάσμα EDX

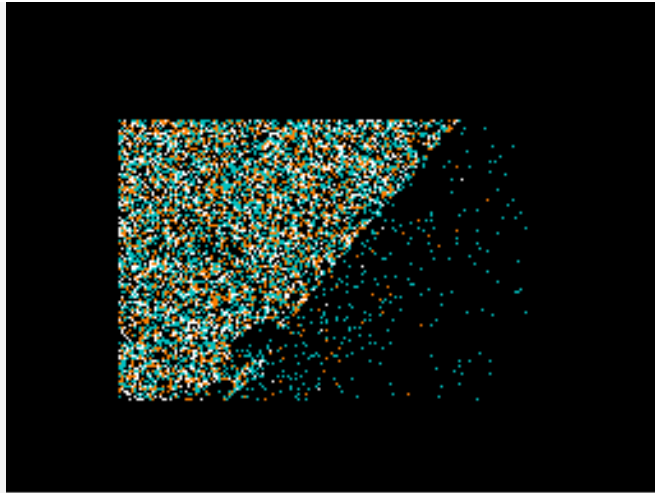


Ανάλυση στοιχείων που προέκυψε από την ανάλυση EDX των παραπάνω εικονιζόμενων υλικών. Τα αποτελέσματα της ανάλυσης του EDX, παρουσιάζονται όπως υπολογίστηκαν από τον υπολογιστή. Το λογισμικό επίσης υπολογίζει το σφάλμα που σχετίζεται με κάθε ατομικό βάρος σε %.

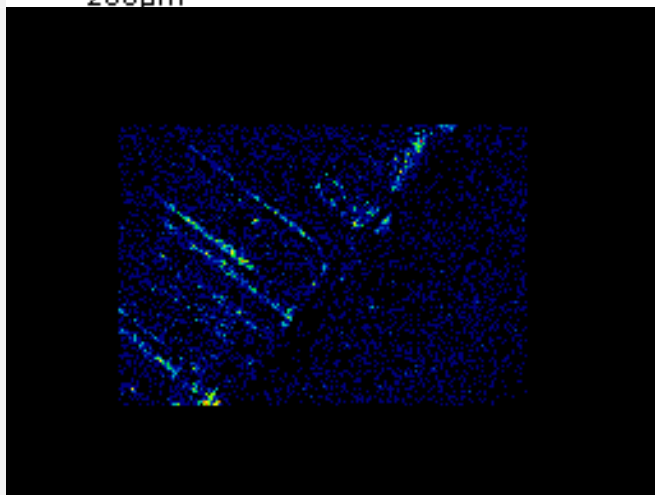
Συγκεντρώνοντας τα σήματα των ακτίνων X από διάφορους τομείς του δείγματος, επιτυγχάνουμε λεπτομερή ανάλυση της σύστασης του δείγματος. Επίσης είναι δυνατή η χαρτογράφηση των στοιχείων στο δείγμα όπως βλέπουμε παρακάτω..



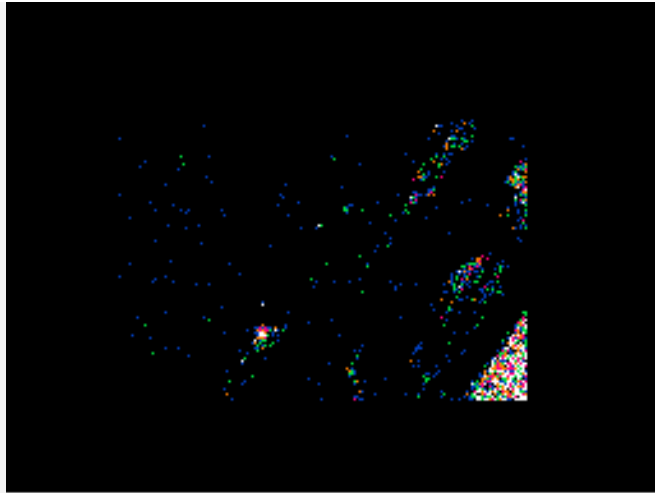
Χαλκός (Cu): κατανομή στοιχείου πάνω στην επιφάνεια του αναλυόμενου δείγματος



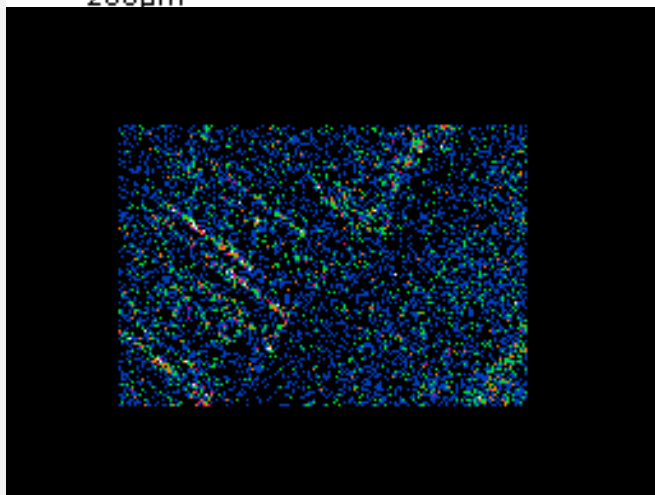
Ψευδάργυρος (Zn): κατανομή στοιχείου πάνω στην επιφάνεια του αναλυόμενου δείγματος



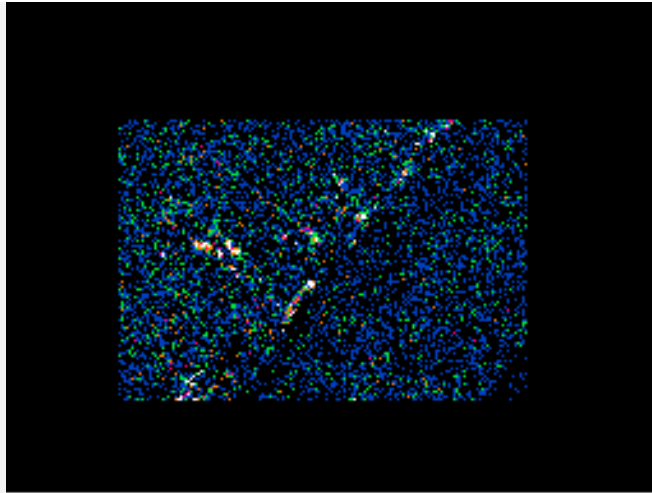
Αλουμίνιο (Al): κατανομή στοιχείου πάνω στην επιφάνεια του αναλυόμενου δείγματος



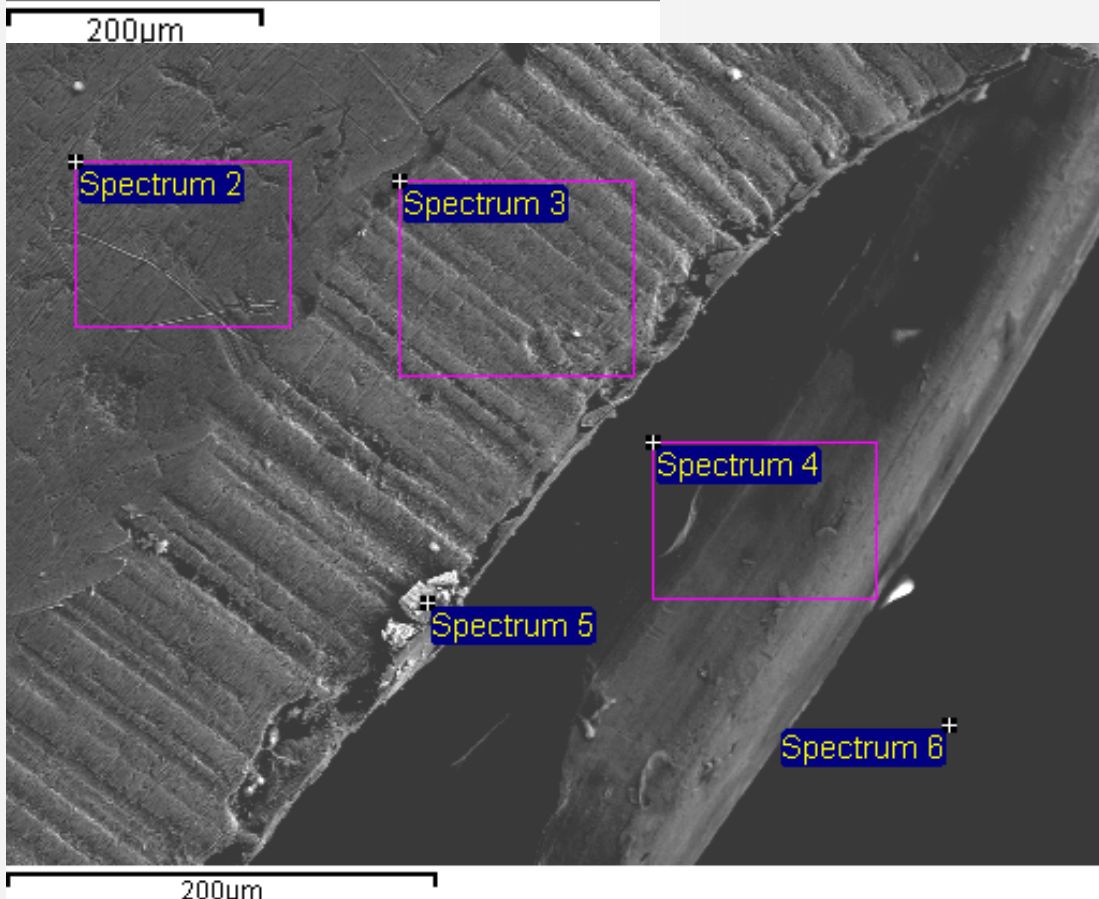
Άνθρακας (C): κατανομή στοιχείου πάνω στην επιφάνεια του αναλυόμενου δείγματος



Οξυγόνο (O): κατανομή στοιχείου πάνω στην επιφάνεια του αναλυόμενου δείγματος

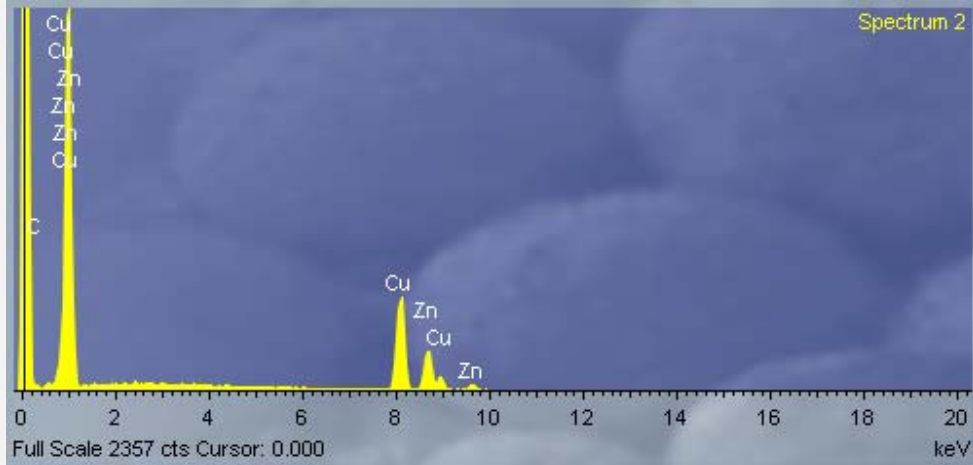


Χλώριο (Cl): Το χλώριο βρίσκεται μέσα στο φύλλο μπρούτζου μας. Η εικόνα μας παρουσιάζει την κατανομή στοιχείου πάνω στην επιφάνεια του αναλυόμενου δείγματος.

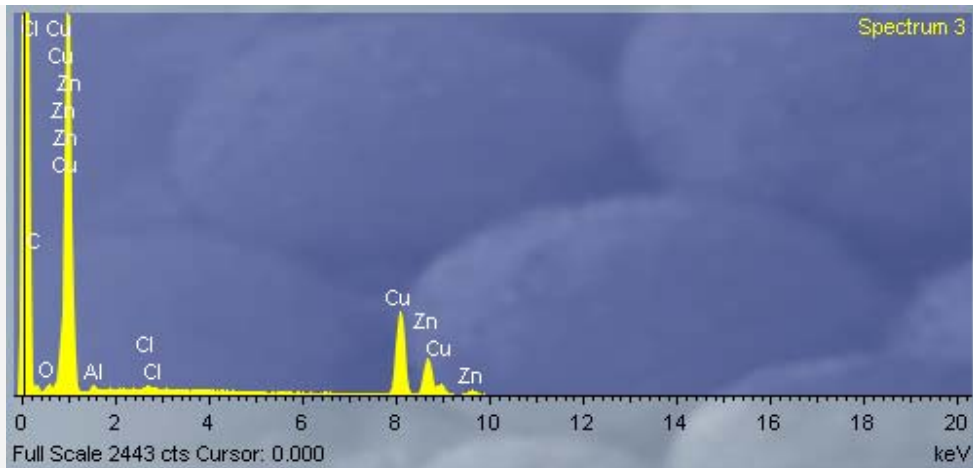


Η εικόνα παρουσιάζει τους υπό εξέταση τομείς ενός υλικού. Στο spectrum 2 επιλέγουμε περιοχή από μπρούτζο, όπως και στο spectrum 3 μόνο που είναι περιοχή του μπρούτζου που έχει κοπεί. Στο spectrum 4, έχουμε επιλέξει να εξετάσουμε περιοχή χαλκού. Στο spectrum 5 τώρα είναι μια περιοχή με

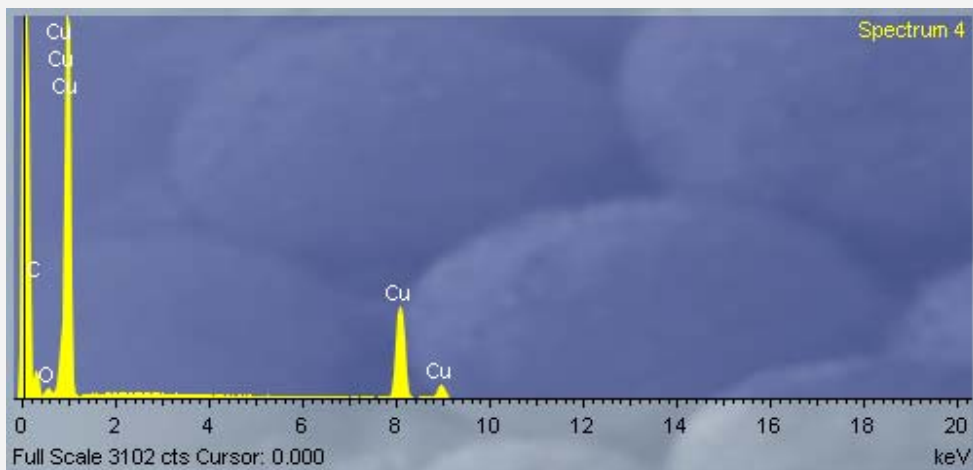
προσμείξεις πάνω στον μπρούτζο μας και επιλέγουμε να εξετάσουμε ένα μόνο σημείο της και όχι όλη την περιοχή όπως πριν. Στο spectrum 6 επιλέγουμε να εξετάσουμε ένα σημείο του άνθρακα που είναι κολλημένος στο υπό εξέταση δείγμα μας. Οι επιλεγμένες περιοχές εξετάζονται και παρατηρούνται ως προς την περιεκτικότητά τους σε στοιχεία. Με αυτόν τον τρόπο, είναι δυνατόν να εξετάσουμε το κατά πόσον ένα υλικό είναι καθαρό και χωρίς προσμίξεις.



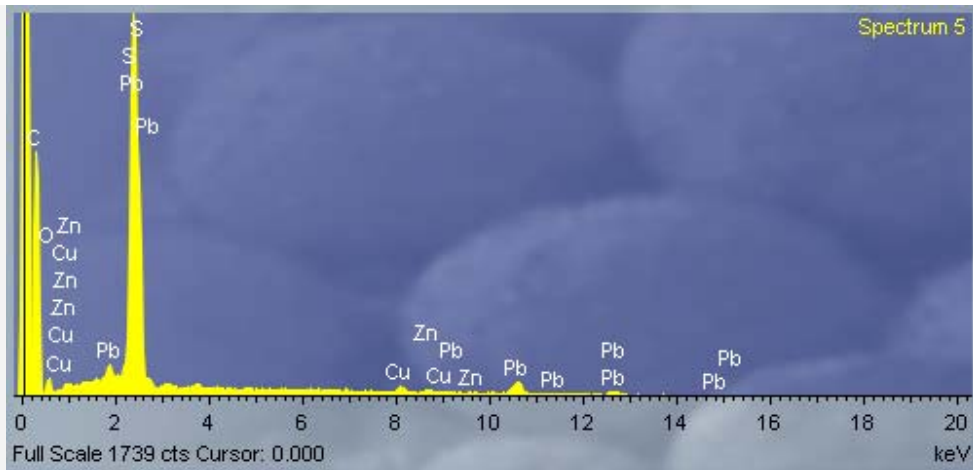
Στο γράφημα παρουσιάζεται η πρώτη προς ανάλυση περιοχή που έχουμε επιλέξει (spectrum 2) παρατηρούμε τα στοιχεία από τα οποία αποτελείται ο μπρούτζος και σε τι ποσότητα έχει το κάθε στοιχείο.



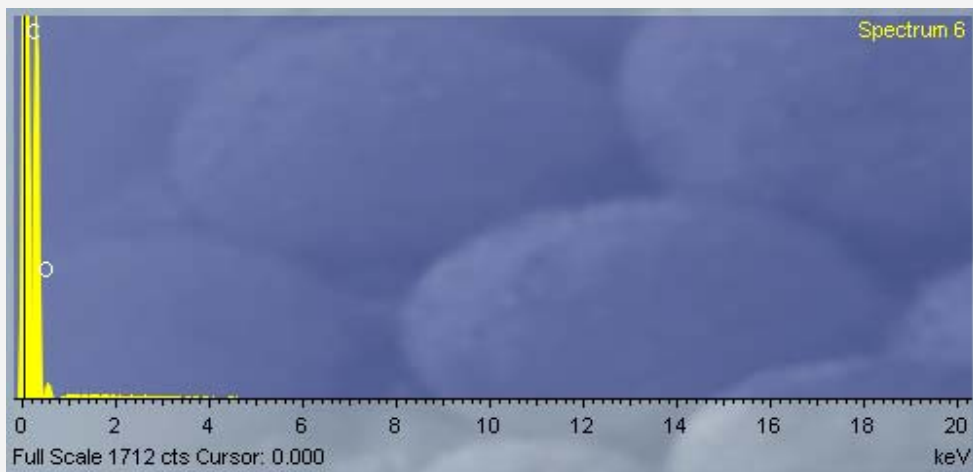
Στο γράφημα παρουσιάζεται η δεύτερη προς ανάλυση περιοχή που έχουμε επιλέξει (spectrum 3) παρατηρούμε τα στοιχεία από τα οποία αποτελείται ο μπρούτζος και σε τι ποσότητα έχει το κάθε στοιχείο. Σε σχέση με την προηγούμενη περιοχή, παρατηρούμε μεγαλύτερη συγκέντρωση χλωρίου (Cl)



Στο γράφημα παρουσιάζεται η τρίτη προς ανάλυση περιοχή που έχουμε επιλέξει (spectrum 4) παρατηρούμε τα στοιχεία από τα οποία αποτελείται ο χαλκός και σε τι ποσότητα έχει το κάθε στοιχείο.



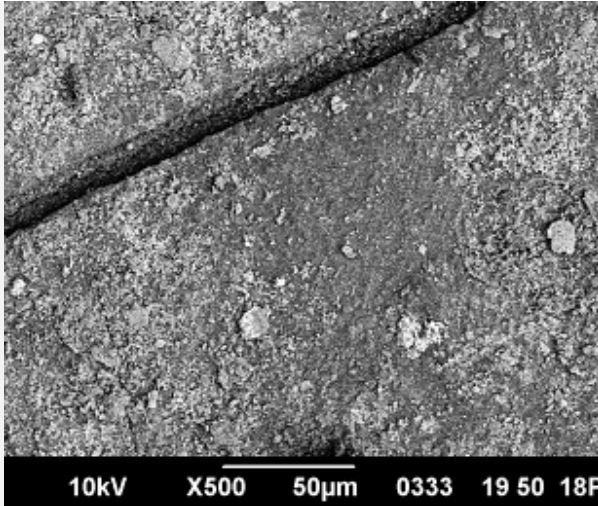
Στο γράφημα παρουσιάζεται η τέταρτη προς ανάλυση περιοχή που έχουμε επιλέξει (spectrum 5) παρατηρούμε ότι τα στοιχεία εδώ ποικίλουν. Αυτό συμβαίνει διότι πρόκειται για προσμείξεις (contaminants) που βρίσκονται σ' εκείνο το κομμάτι του μπρούτζου μας.



Στο γράφημα παρουσιάζεται η πέμπτη προς ανάλυση περιοχή που έχουμε επιλέξει (spectrum 6) παρατηρούμε ότι η περιοχή που έχουμε επιλέξει είναι μικρή και είναι πάνω στον άνθρακα που έχουμε κολλήσει πάνω τα υπό εξέταση δείγματά μας. Η σύστασή του έχει άνθρακα όπως αναμέναμε και οξυγόνο που εκλύεται από την αλληλεπίδραση του στοιχείου με την ακτίνα ηλεκτρονίων μας.

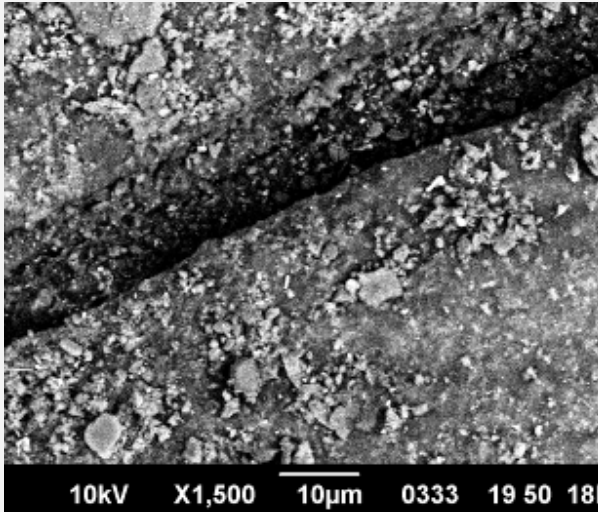
Ολοκληρωμένος χαρακτηρισμός SEM και EDX, ενός κομματιού που είναι από πυρίτιο-καουτσούκ και χρησιμοποιείται ως μονωτής υψηλής τάσης στην Κρήτη.

Παρατηρήσεις SEM



Κοκκώδης επιφάνεια, το δείγμα φαίνεται εύθραυστο

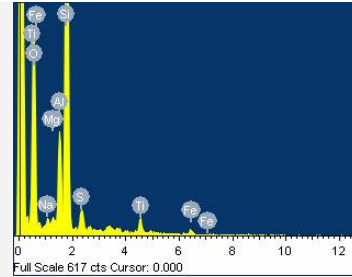
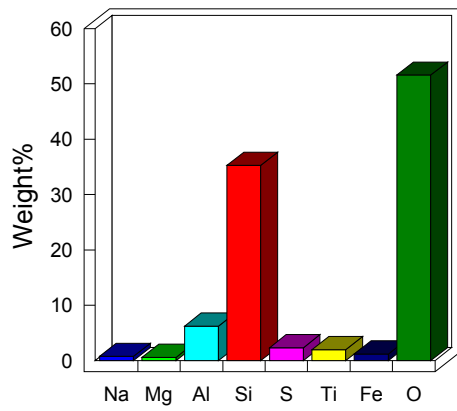
Παρουσιάζεται μεγάλη ρωγμή.



Λεπτομερής παρατήρηση μιας ρωγμής.

Αποτελέσματα ανάλυσης EDX

Quantitative results

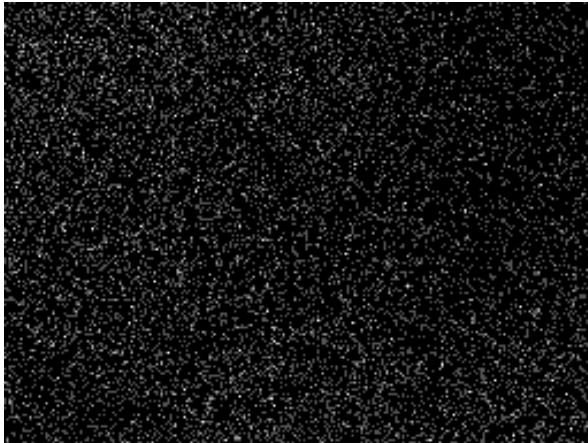


Σύνθεση στοιχείων των αναλυόμενων υλικών του φάσματος EDX για όλη την επιφάνεια

Στοιχείο	App	Ένταση	Βάρος%	Weight %	Άτομα%	Σύνθεση d%	Formula	Number
	Conc.	Corrn.		Sigma				of ions
Na K	1.4	0.8553	0.78	0.23	0.69	1.05	Na ₂ O	0.08
Mg K	0.98	0.7896	0.59	0.18	0.5	0.98	MgO	0.06
Al K	11.65	0.8907	6.25	0.27	4.72	11.8	Al ₂ O ₃	0.57
Si K	65.07	0.8805	35.28	0.48	25.61	75.48	SiO ₂	3.12
S K	3.52	0.7215	2.33	0.21	1.48	5.82	SO ₃	0.18
Ti K	3.38	0.8049	2	0.21	0.85	3.34	TiO ₂	0.1
Fe K	2.05	0.8222	1.19	0.24	0.43	1.53	FeO	0.05
O			51.58	0.54	65.72			8
Totals			100					
							Cation sum	4.17

Η χαρτογράφηση επιφάνειας στοιχείου, επίσης έγινε σε μεγέθυνση: x10000 και χρησιμοποιήσαμε περισσότερες από 8000 μετρήσεις για έναν ακριβή προσδιορισμό των σημείων της επιφάνειας.

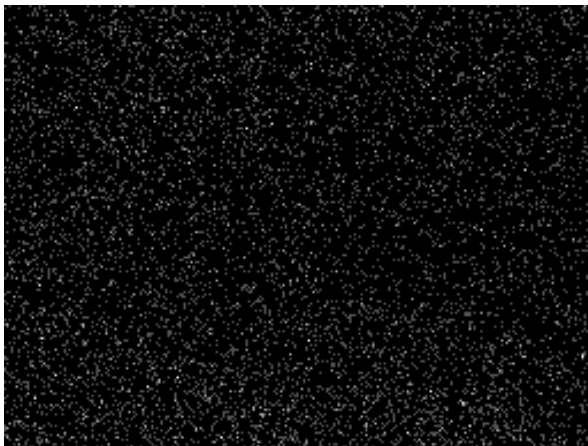
Σαν παράδειγμα, η κατανομή οξυγόνου, αλουμινίου και πυριτίου στην επιφάνεια ενός δείγματος, παρουσιάζονται στις ακόλουθες εικόνες:



6μm

Οι Άσπρο-γκρίζες κουκίδες μας δείχνουν τ' οξυγόνο (O)

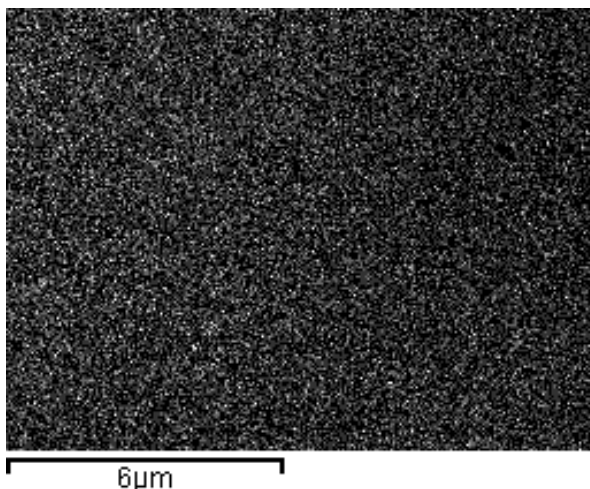
Κατανομή Al



6μm

Οι Άσπρο-γκρίζες κουκίδες μας δείχνουν το αλουμίνιο (Al)

Κατανομή Si



Άσπρο-γκρίζες κουκίδες που μας δείχνουν το πυρίτιο (Si)

6. Συμπεράσματα

Ο κυρίως στόχος αυτής της εργασίας ήταν η διερεύνηση των δυνατοτήτων ενός ηλεκτρονικού μικροσκοπίου σάρωσης S.E.M στον ποιοτικό και ποσοτικό χαρακτηρισμό δειγμάτων διάφορων τύπων και συστάσεων. Το πλαίσιο αυτό, χρησιμοποιήσαμε το S.E.M όχι μόνο για να μελετήσουμε διάφορα υλικά, αλλά και για να βρούμε τις κατάλληλες παραμέτρους για τον επιτυχή χαρακτηρισμό σε κάθε μια περίπτωση. Παράλληλα, παρατηρήσαμε την διαφορά μεταξύ σημάτων προερχόμενων από δευτερογενή ηλεκτρόνια, οπισθοσκεδαζόμενα ηλεκτρόνια και ακτίνες X που παράγονται από την αλληλεπίδραση ενός δείγματος με μια επιταχυνόμενη δέσμη ηλεκτρονίων. Καθένα από αυτά τα σήματα μας παρέχει και μια διαφορετική πληροφορία που βασίζεται στην αλληλεπίδραση των ηλεκτρονίων αλλά και των ακτινών X με το δείγμα και είναι συνάρτηση της ενέργειας της δέσμης ηλεκτρονίων. Αυτό είναι σημαντικό καθώς μας επιτρέπει να γνωρίζουμε το είδος της πληροφορίας που μπορεί να συλλεχτεί από τον κάθε τύπο ανιχνευτή.

Παρατηρήσαμε ότι το S.E.M είναι ικανό να παράγει εικόνες με πολύ καλύτερη ανάλυση απ' ό τι θα μπορούσε ένα οπτικό μικροσκόπιο, γεγονός που συμβαίνει κυρίως από το γεγονός ότι το S.E.M χρησιμοποιεί ηλεκτρόνια τα οποία έχουν πολύ καλύτερη διακριτική ικανότητα από τα φωτόνια.

Μια πολύ σημαντική παρατήρηση ήταν ότι αυξάνοντας την τάση επιτάχυνσης της δέσμης ηλεκτρονίων, αυξάνεται και η ανάλυση των εικόνων που παίρνουμε, αλλά αυτό μπορεί να είναι και λίγο επικίνδυνο. Μια δέσμη ηλεκτρονίων υψηλής ενέργειας αυξάνει τον ρυθμό της επιφανειακής φόρτισης του δείγματος. Αυτό παρεμβαίνει στις μετρήσεις και παράγει φωτεινές λευκές κηλίδες που παραποιεί τις εικόνες του S.E.M. Επικαλύπτοντας την επιφάνεια του δείγματος με μία λεπτό στρώμα ενός αγωγίμου υλικού μας βοηθάει να ελαχιστοποιήσουμε τα φαινόμενα φόρτισης τις επιφάνειας.

7. ΑΝΑΦΟΡΕΣ

1. Shackelford, James; "Introduction to Materials Science for Engineers", Pearson Prentice Hall, Upper Saddle River, NJ, 2004
2. Wischnitzer, Saul; "Introduction to Electron Microscopy", Pergamon Press Inc, Elmsford, NY, 1970
3. Ian Watt; "The Principles of Electron Microscopy", Cambridge University Press, Cambridge, 1985
4. Newbury, Dale. "Advanced Scanning Electron Microscopy and X-Ray Microanalysis", New York: Plenum Press, 1986.
5. EPMA *Specimen Preparation Technique*, (issued by JEOL DATUM)
6. *On the Preparation of Analytical SEM Specimens*, (published by JEOL DATUMN)
7. *Questions and Answers on Scanning Electron Microscopes*, Vol. 1.2. (published by JEOL LTD)
Fundamentals and Applications of Scanning Electron Microscope, (published by Kyoritsu Publishing Co., Ltd. and edited by the Kanto Branch of the Japanese Society of Electron

Microscopy)

Technical terms:

SEM:

Scanning electron microscope

Probe current:

The total amount of current to be irradiated on the specimen. It is controlled between approx. 10-12A to 10-6A. The control is done by varying the excitation of the SEM's condenser lens. The name of this knob with this function varies with the type of the instrument having that function, like CONDENSER LENS, PROBE CURRENT and SPOT SIZE.

SEI: Secondary Electron Image:

Secondary electrons are excited secondarily by electrons incident on the specimen. Since their generation region is as shallow as approx. 10 nm, the diffusion of incident electrons within the specimen has little influence on the image, thus allowing the best resolution to be obtained.

The contrast of secondary electron images depends mainly on the tilt angle and topography of the specimen surface.

BEI: Backscattered Electron Image:

After incident electrons are scattered within the specimen some of them are backscattered while keeping a relatively high energy and emitted again from the specimen surface. These electrons are called backscattered electrons. The contrast of the backscattered electron image depends on the topography of the specimen surface and on the mean atomic number of the substances which constitute the specimen. Use of a paired detector allows separate observation of a topography (TOPO) image and a composition (COMPO) image.

Under-focus and over-focus:

When objective lens excitation is weakened below the just-focus position, the focal point position lowers below the specimen surface. This focus state is called "under-focus." "Over-focus" opposite to "under-focus," is caused when objective lens excitation is intensified.

CL and OL: Condenser lens and objective lens:

CL controls the probe current and OL focuses the electron probe on the specimen surface.

Probe diameter:

Generally, this means the minimum probe diameter that depends on the accelerating voltage, probe current, and working distance.

