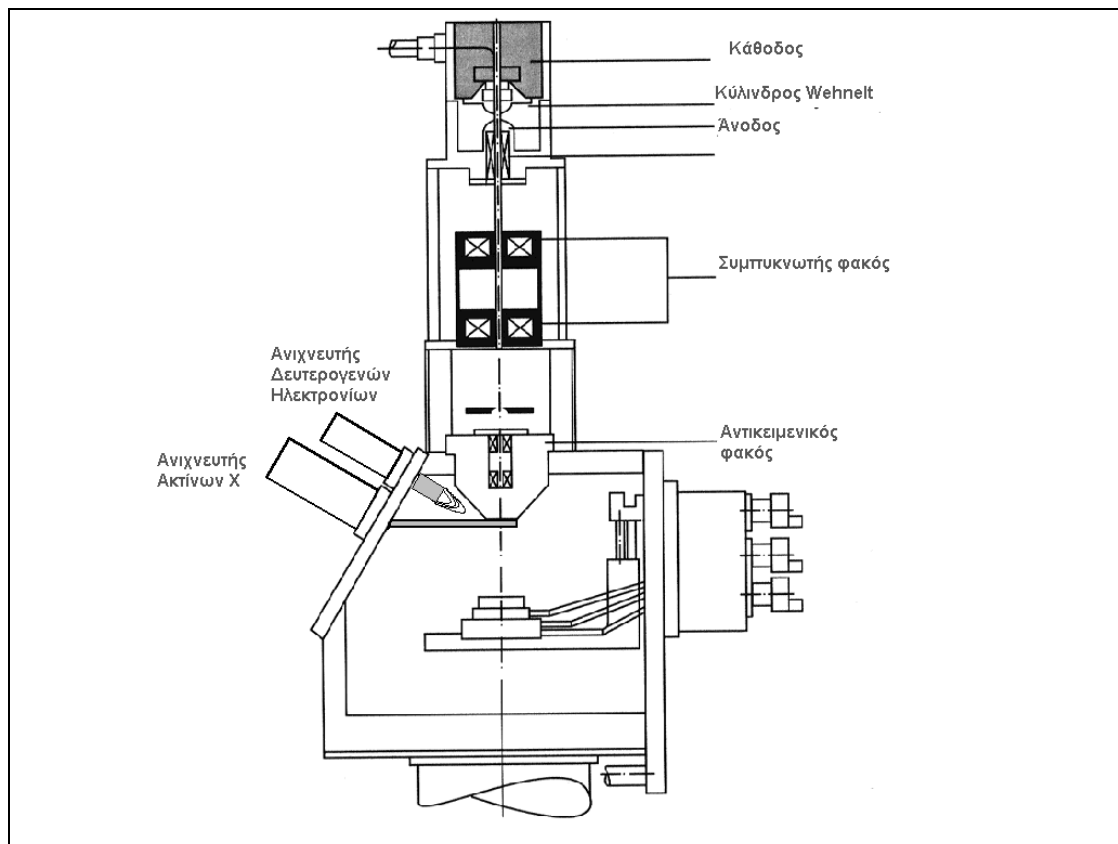


ΜΙΚΡΟΣΚΟΠΙΟ ΣΑΡΩΣΗΣ ΗΛΕΚΤΡΟΝΙΩΝ (SCANNING ELECTRON MICROSCOPE) S.E.M.

ΔΗΜΗΤΡΗΣ ΚΟΥΖΟΥΔΗΣ

ΠΑΝΕΠΙΣΤΗΜΙΟ ΠΑΤΡΩΝ



ΠΕΡΙΕΧΟΜΕΝΑ

1. Ονοματολογία
2. Βασική λειτουργία
3. Σύγκριση SEM – Οπτικού μικροσκοπίου
4. Μηχανική του SEM
5. Διαδρομή της δέσμης από την πηγή στον ανιχνευτή
 - α) Παραγωγή ηλεκτρονίων
 - β) Επιτάχυνση των ηλεκτρονίων
 - γ) Σύστημα φακών
 - δ) Ρύθμιση ρεύματος και διαμέτρου της δέσμης
 - ε) Βάθος πεδίου
 - στ) Αλληλεπίδραση δέσμης – δείγματος
 - ζ) Βάση του δείγματος
 - η) Ανιχνευτές
 - θ) Ενίσχυση σήματος
6. Ρυθμίσεις του χρήστη
7. Βελτιστοποίηση της εικόνας

ΠΑΡΑΡΤΗΜΑ Ι: Σφάλματα φακών

Παράρτημα ΙΙ: Λειτουργία WOBBLER

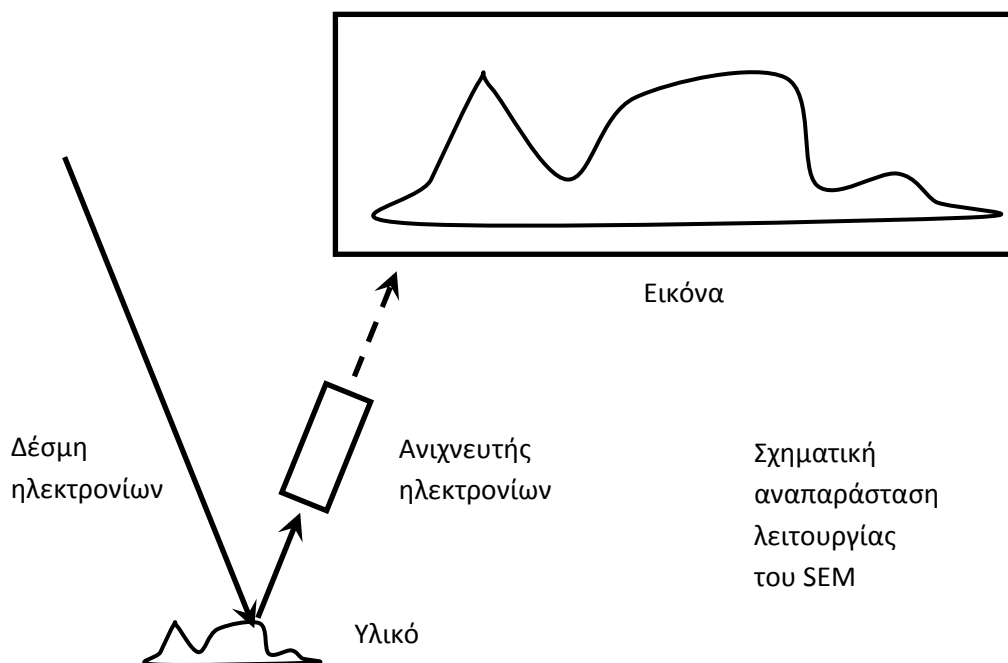
1. Ονοματολογία

Μικροσκόπιο: Απεικόνιση μικροσκοπικών επιφανειών σε φωτογραφία (σε μια οθόνη υπολογιστή)

Ηλεκτρονίων: Χρησιμοποιούνται ηλεκτρόνια για να “φωτίσουν” και να εξάγουν πληροφορία από το δείγμα.

Σάρωσης: Η απεικόνιση της φωτογραφίας γίνεται σημείο-σημείο και όχι με μιας (όπως στα οπτικά μικροσκόπια)

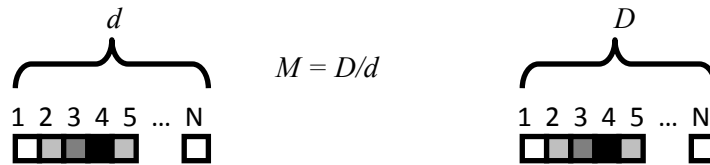
2. Βασική λειτουργία



Η δέσμη των ηλεκτρονίων είναι πολύ λεπτή και έτσι “φωτίζεται” μόνο ένα σημείο στο δείγμα τη φορά. Μετά την πρόσκρουση των ηλεκτρονίων στο συγκεκριμένο σημείο, αναδύονται κάποια άλλα ηλεκτρόνια (δυσο ειδών, δεσ παρακάτω) τα οποία συλλέγονται από συγκεκριμένο ανιχνευτή. Ο ανιχνευτής ανάλογα με το σήμα του, ρυθμίζει την φωτεινότητα ενός συγκεκριμένου pixel επάνω στην οθόνη παρατήρησης.

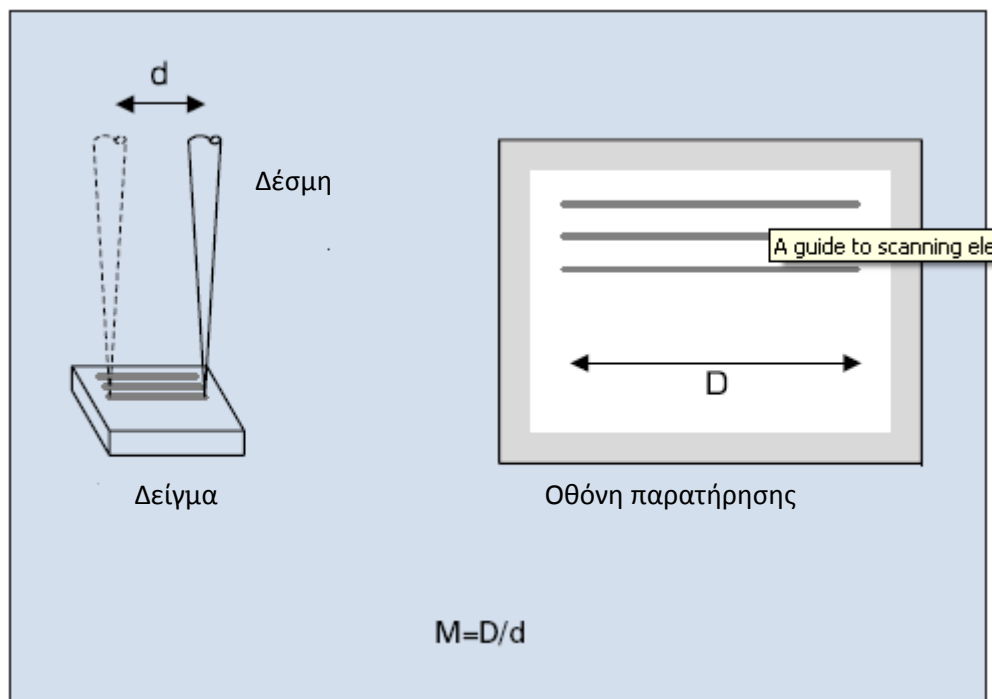
Η σάρωση της ηλεκτρονικής δέσμης επάνω στο υλικό είναι σε πλήρη συγχρονισμό με την σάρωση της οθόνης παρατήρησης. Έτσι υπάρχει 1-1 αντιστοιχία μεταξύ των pixel στην οθόνη και των σημείων επάνω στο υλικό. Βέβαια οι κλίμακες είναι τελείως διαφορετικές στις δυο περιπτώσεις. Π.χ. μπορεί το $d = 10 \mu\text{m}$ επάνω στην μικροσκοπική επιφάνεια να αντιστοιχεί σε $D = 10 \text{ cm}$ επάνω στην οθόνη παρατήρησης. Δηλαδή η δέσμη στην πραγματικότητα σαρώνει μια πολύ μικρή ορθογώνια επιφάνεια επάνω στο δείγμα, π.χ. $20 \times$

$10\ (\mu\text{m})^2$ και αυτή απεικονίζεται σε μια μικρή οθόνη υπολογιστή π.χ. $20 \times 10\ (\text{cm})^2$ (με την ίδια αναλογία ΧΥ). Ο λόγος $M = D/d$ είναι εξ' ορισμού η **μεγέθυνση** του μικροσκοπίου, π.χ. στο παραπάνω παράδειγμα $M = 10\ \text{cm} / 10\ \mu\text{m} = 10.000$

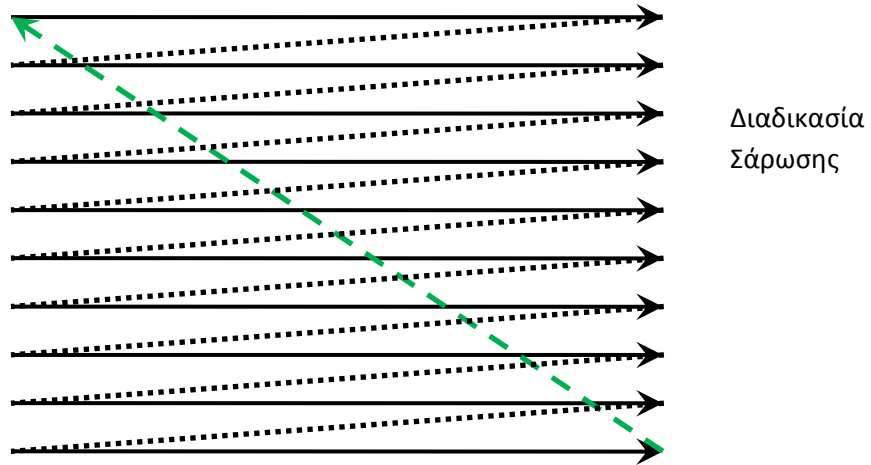


Σημεία επάνω στο δείγμα που
σαρώνονται διαδοχικά από
την δέσμη e^-

Pixel επάνω στην οθόνη που
απεικονίζονται διαδοχικά από
τον υπολογιστή



Η σάρωση γίνεται σειρά – σειρά, με αναπήδηση στην έναρξη της επόμενης σειράς, όπως ακριβώς γίνεται και στην οθόνη της τηλεόρασης. Μετά την ολοκλήρωση της τελευταίας γραμμής, η σάρωση επιστρέφει στη αρχική γραμμή και η διεργασία επαναλαμβάνεται.



3. Σύγκριση SEM – Οπτικού μικροσκοπίου

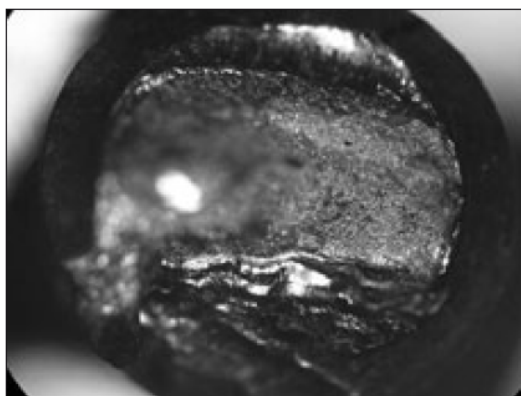
Βασικό μειονέκτημα του SEM είναι η τιμή του που κυμαίνεται στις 200 – 300 χιλιάδες ευρώ. Γιατί λοιπόν να χρησιμοποιήσουμε ένα τόσο ακριβό όργανο όταν μπορούμε να κάνουμε την δουλειά μας με ένα οπτικό μικροσκόπιο (Ο.Μ.) των 5-6 χιλιάδων ευρώ το πολύ; Η απάντηση είναι ότι το SEM υπερτερεί στα παρακάτω:

α) Μέγιστη μεγέθυνση 10.000 – 50.000 στο SEM, 1.000 – 2.000 στο Ο.Μ.

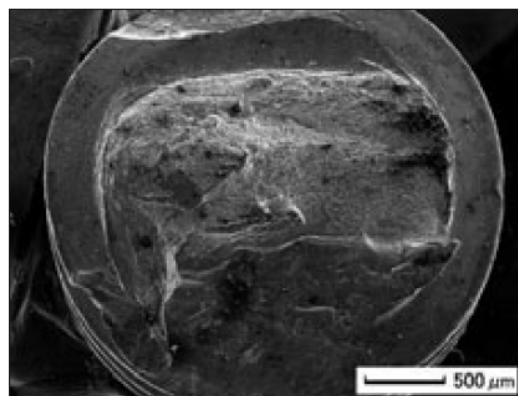
β) Το SEM έχει μεγάλο βάθος πεδίου, δηλαδή μπορεί και εστιάζει σε μεγάλα βάθη. Έτσι εάν η περιοχή παρατήρησης έχει “υψηλά βουνά” και κατακόρυφες “πλαγιές” τότε η εικόνα του SEM είναι καλά εστιασμένη τόσο στις “κορυφές” των βουνών όσο και μέσα στις “κοιλάδες” ενώ στο Ο.Μ. η εστίαση είναι καλή είτε μόνο στις “κορυφές” είτε στις “κοιλάδες” αλλά όχι και στις δυο. Αυτό φαίνεται και στις παρακάτω δυο φωτογραφίες που δείχνουν την τομή μιας σπασμένης βίδας.

γ) Εκτός από οπτική εικόνα, στο SEM μπορούμε να πάρουμε και πληροφορίες για την σύσταση του υλικού

ΟΜ



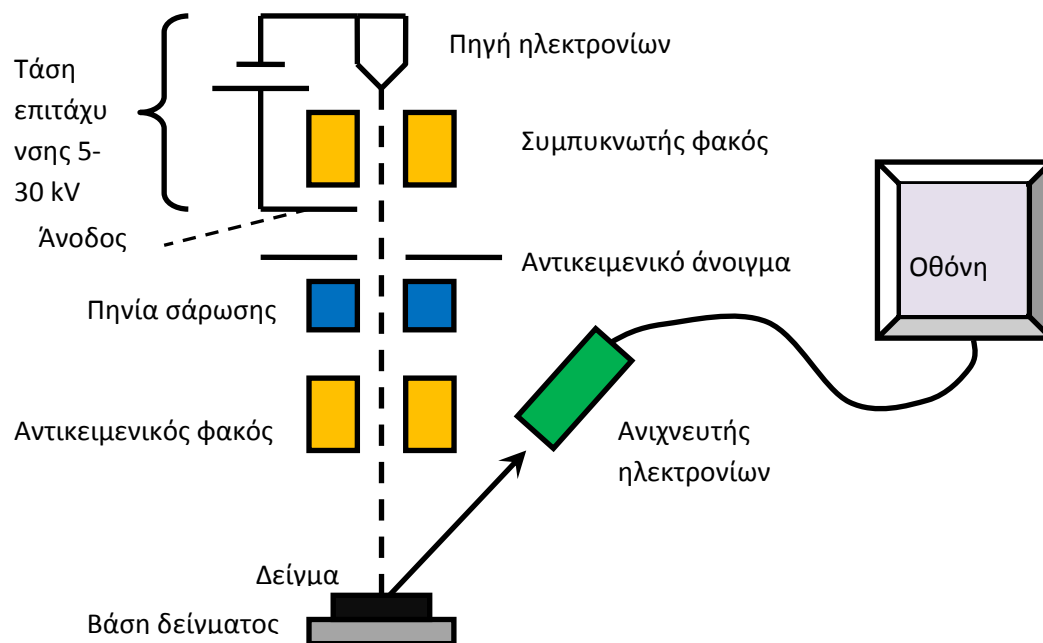
SEM



δ) Επίσης στο SEM τα σφάλματα που σχετίζονται με την εστίαση του αντικειμένου (δες Παράρτημα Ι) είναι μικρότερα λόγω του ότι η ακτινοβολία είναι μονοχρωματική με μικρό μήκος κύματος (δες παρακάτω) και η δέσμη έχει πολύ μικρή γωνιακή εκτροπή.

4. Μηχανική του SEM

Το SEM αποτελείται από τα εξής μέρη

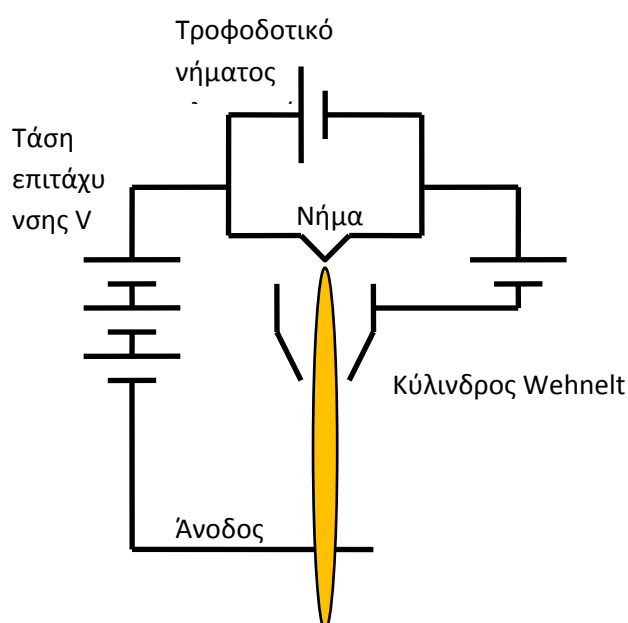


- α) Πηγή ηλεκτρονίων. Είναι εκεί που παράγονται τα ηλεκτρόνια.
- β) Τάση επιτάχυνσης. Είναι υπεύθυνη για την επιτάχυνση των ηλεκτρονίων προς το δείγμα.
- γ) Συμπυκνωτής φακός. Είναι υπεύθυνος για την συμπίκνωση της διαμέτρου της δέσμης
- δ) Αντικειμενικό άνοιγμα. Είναι μια οπή μεταβλητού μεγέθους η οποία περιορίζει την δέσμη.
- ε) Πηνία σάρωσης. Είναι αυτά τα οποία εκτρέπουν περιοδικά την δέσμη ώστε να δημιουργείται η σάρωση που προαναφέρθηκε.
- στ) Αντικειμενικός φακός. Είναι υπεύθυνος για την "οπτική" εστίαση
- ζ) Βάση του δείγματος. Είναι εκεί όπου τοποθετείται το δείγμα και μπορεί να κινηθεί ως προς τρεις κατευθύνσεις x-y-z και δυο γωνίες (δες παρακάτω)
- η) Ανιχνευτής ηλεκτρονίων. Είναι αυτός ο οποίος συλλέγει τα αναδυόμενα ηλεκτρόνια από την επιφάνεια του δείγματος και μετράει το πλήθος τους. Υπάρχουν δυο διαφορετικοί ανιχνευτές όπως θα δούμε παρακάτω.

5. Διαδρομή της δέσμης από την πηγή στον ανιχνευτή

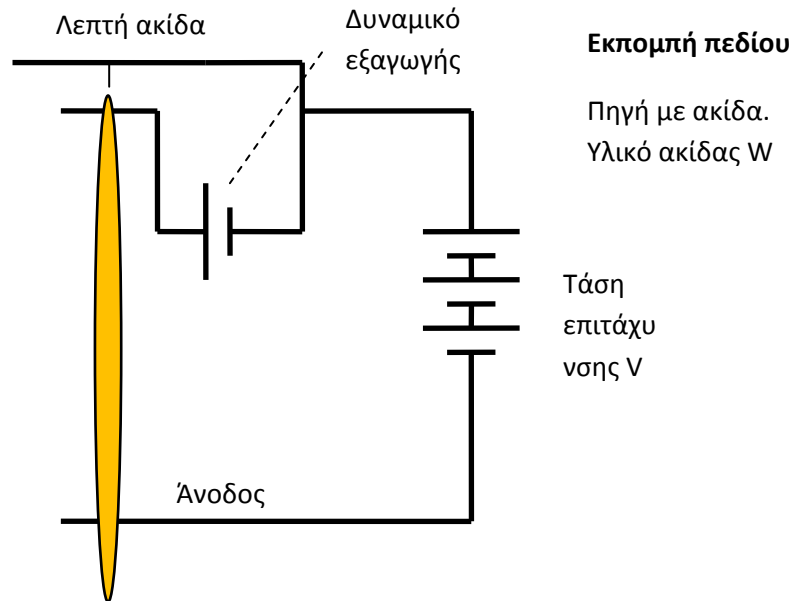
Για την καλύτερη κατανόηση του SEM θα ακολουθήσουμε την διαδρομή της δέσμης για να καταλάβουμε τι γίνεται

α) Παραγωγή ηλεκτρονίων. Όπως φαίνεται και στα παρακάτω σχήματα, τα ηλεκτρόνια παράγονται είτε από **θερμιονική εκπομπή** με την βοήθεια νήματος που διαρρέεται από υψηλό ρεύμα (όπως στις παλαιές ηλεκτρικές λάμπες) ή από **εκπομπή πεδίου**, εξαγωγή δηλαδή από λεπτή ακίδα με την εφαρμογή μεγάλης θετικής τάσης που εφαρμόζεται σε κοντινό σημείο. Και στις δυο περιπτώσεις, τα ηλεκτρόνια επιταχύνονται προς τα κάτω λόγω της υψηλής τάσης V. Ένας αρνητικά φορτισμένος κύλινδρος, γνωστός και ως “κύλινδρος Wehnelt”, αποτρέπει την διασπορά των ηλεκτρονίων σε όλες τις κατευθύνσεις και τα αναγκάζει να σχηματίσουν μια πρώτη δέσμη διαμέτρου 15 μm .



Θερμιονική εκπομπή

Πηγή με νήμα.
Υλικό νήματος
LaB₆ καλύτερο
από W



β) Επιτάχυνση της δέσμης. Αμέσως μόλις εξέλθουν τα ηλεκτρόνια μέχρι και την άνοδο, επιταχύνονται συνεχώς λόγω της V . Αυτή η τάση επιτάχυνσης είναι που καθορίζει το μήκος κύματος των ηλεκτρονίων σύμφωνα με την παρακάτω ανάλυση:

Ηλεκτρόνιο που επιταχύνεται μεταξύ διαφοράς δυναμικού V αποκτάει ενέργεια qV η οποία μετατρέπεται σε κινητική ενέργεια $p^2/2m$ και έτσι αποκτάει ορμή $p = \sqrt{2mqV}$ και μήκος κύματος $\lambda = h/p$. Αντικαθιστώντας τις σταθερές

$$h = 6.6 \cdot 10^{-34} \text{ J.s}$$

$$m = 9.1 \cdot 10^{-31} \text{ kg}$$

$$e = 1.6 \cdot 10^{-19} \text{ C}$$

και μια τυπική τιμή τάσης $V = 10\text{kV}$ στο SEM, έχουμε περίπου

$$\lambda = 0.1 \text{ \AA}$$

Το λ αυτό είναι κατά πολύ μικρότερο από την διακριτική ικανότητα που μπορεί να πετύχει ένα σύνηθες SEM που είναι της τάξης των μερικών δεκάδων nm λόγω τεχνικών δυσκολιών και έτσι η μεταβολή του λ δεν επιφέρει βελτίωση στην ποιότητα της εικόνας. Η **τάση V** όμως είναι μια από τις **βασικές παραμέτρους** που ρυθμίζει ο χρήστης γιατί εκτός από το λ μεταβάλλει και την διείδυση της δέσμης μέσα στο δείγμα (δες παρακάτω).

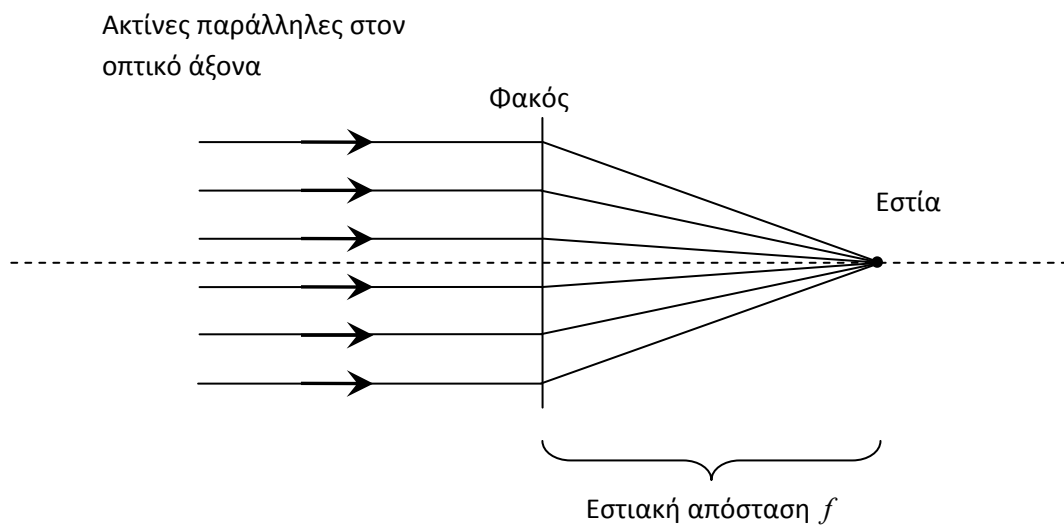
γ) Σύστημα φακών

Για την επίτευξη υψηλής ανάλυσης στην εικόνα του SEM, είναι απαραίτητο να γίνει η δέσμη όσο πιο λεπτή γίνεται. Αυτή είναι η δουλειά του συμπυκνωτή φακού και του αντικειμενικού

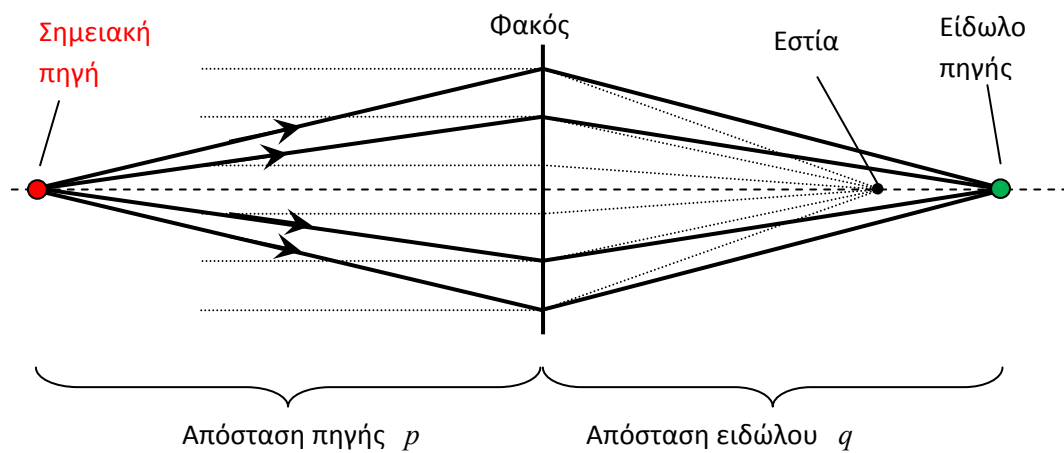
ανοίγματος όπως προαναφέρθηκε. Επίσης το δείγμα πρέπει να είναι καλά εστιασμένο όπως λέγεται στην οπτική μικροσκοπία. Αυτή είναι η δουλειά του αντικειμενικού φακού. Για να γίνουν αυτές οι έννοιες πιο κατανοητές, πρέπει να καταφύγουμε στην γεωμετρική οπτική.

Γεωμετρική Οπτική – Λεπτοί φακοί.

Ορισμός εστιακής απόστασης f και εστίας.



Όταν έχουμε σημειακή πηγή

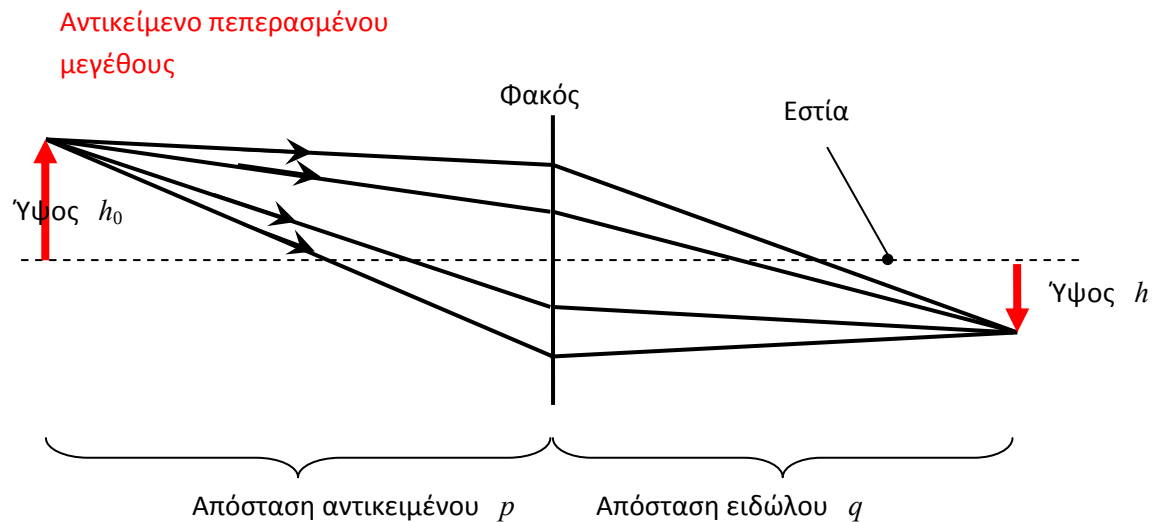


Εξίσωση των λεπτών φακών

$$\frac{1}{p} + \frac{1}{q} = \frac{1}{f}$$

Στο SEM έχουμε δυο φακούς. Στον αντικειμενικό φακό, το δείγμα πρέπει να βρίσκεται εκεί ακριβώς όπου εστιάζει η δέσμη, δηλαδή στο είδωλο της πηγής. Αυτό γίνεται μεταβάλλοντας την κατακόρυφη απόσταση της βάσης του δείγματος ώστε το δείγμα να απέχει απόσταση q από τον φακό. Αυτή η απόσταση είναι μια άλλη σημαντική **παράμετρος** γνωστή ως **WD** (Working Distance) ή Απόσταση Εργασίας στα ελληνικά και ο χρήστης την αλλάζει με την βοήθεια του επιλογέα **FOCUS** (εστίαση) επάνω στο όργανο. Όπως θα δούμε, συνήθως επιθυμούμε μικρό WD γιατί έτσι αυξάνει το βάθος πεδίου που αναφέρθηκε παραπάνω.

Για αντικείμενο πεπερασμένου μεγέθους (όπως η δέσμη που έχει ορισμένο πάχος) :



Ορισμός μεγέθυνσης

$$M = \frac{h}{h_0}$$

Αποδεικνύεται ότι

$$M = \frac{q}{p}$$

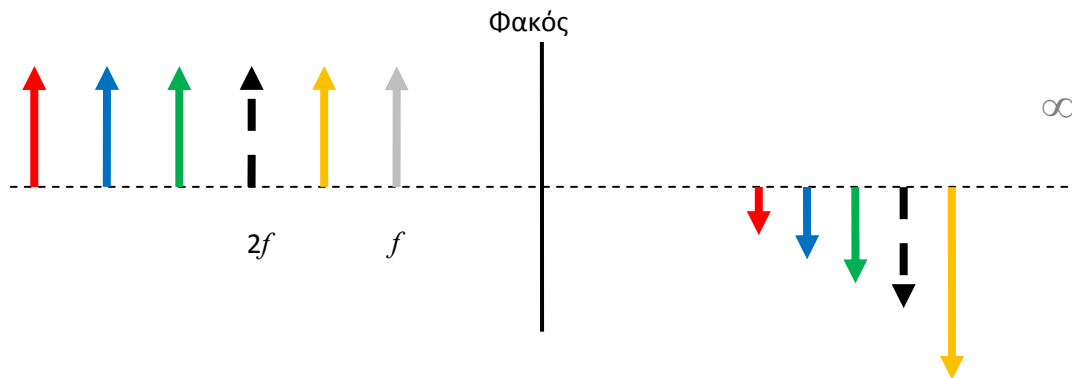
Όταν το αντικείμενο βρίσκεται μακριά $p > 2f$ τότε $M < 1$ δηλαδή έχουμε σμίκρυνση. Στο SEM το αντικείμενο είναι η ηλεκτρονική δέσμη (κύκλος) που θέλουμε να μειώσουμε την διάμετρό της => πάντοτε δουλεύουμε με σμίκρυνση και ικανοποιείται το $p > 2f$. Μάλιστα όσο μεγαλύτερο είναι το p τόσο μικρότερο είναι το q και άρα τόσο μικρότερο το M .

Αυτό φαίνεται και από την εξίσωση των λεπτών φακών

$$\frac{1}{p} + \frac{1}{q} = \frac{1}{f}$$

όπου το $1/p$ μεταβάλλεται αντιστρόφως με το $1/q$ (σταθερό f) και αντιστρέφοντας το p μεταβάλλεται αντιστρόφως με το q (ποιοτικώς δηλαδή $p + q$: σταθερό)

Σχηματικώς

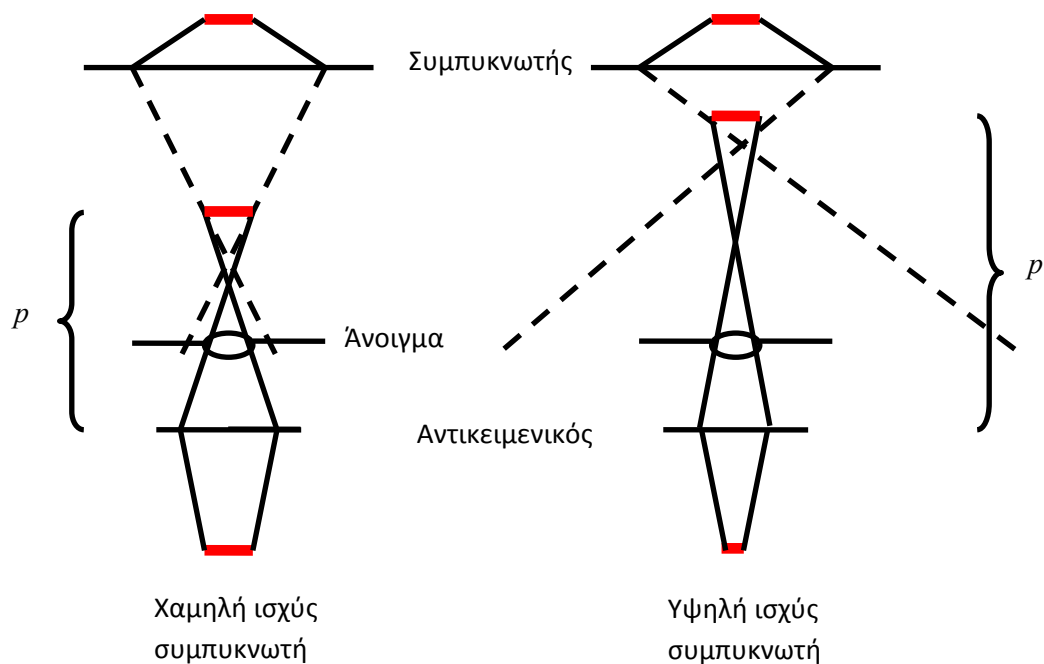


Σχέση μεγέθυνσης (σμίκρυνσης) συναρτήσει απόστασης αντικειμένου

Στους μαγνητικούς φακούς έχουμε την επιπλέον ελευθερία να μπορούμε να μεταβάλλουμε και το f αφού ο φακός είναι στη ουσία ένα πηνίο του οποίου η ισχύς αλλάζει ανάλογα με το ρεύμα που τον διαρρέει. Έτσι αυξάνοντας την ισχύ του φακού, επιτυγχάνεται μικρότερο f με αποτέλεσμα τα παραπάνω φαινόμενα σμίκρυνσης-μεγέθυνσης να γίνονται πιο έντονα για δεδομένο p , αφού τότε από την σχέση των λεπτών φακών το q μικραίνει. Αυτό το κάνει ο χρήστης στον συμπακνωτή φακό όπου και ρυθμίζει τη διάμετρο της δέσμης, **παράμετρος** γνωστή ως **BEAM DIAMETER**, δες παρακάτω. Στον αντικειμενικό φακό αντιθέτως, το f διατηρείται σταθερό.

δ) Ρύθμιση ρεύματος και διαμέτρου της δέσμης

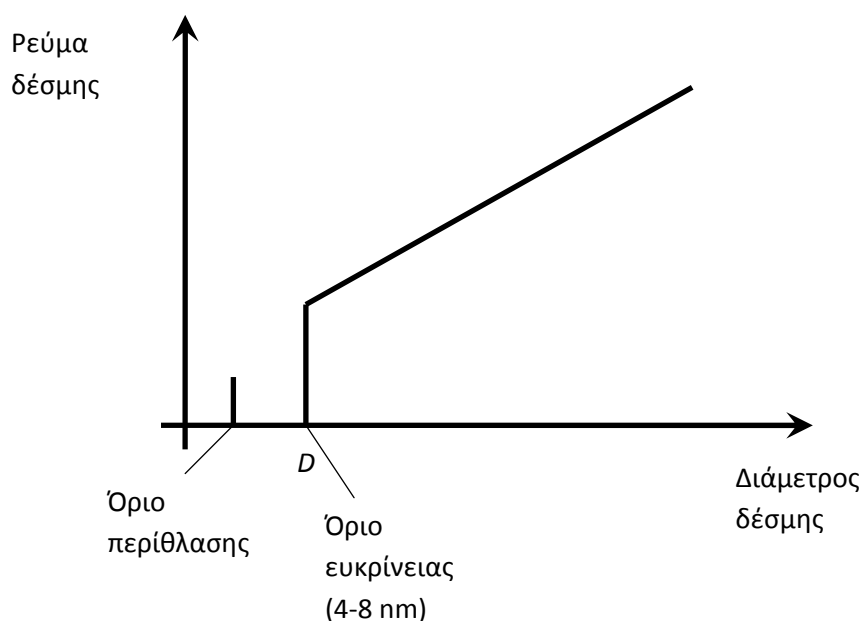
Με τη χρήση του συστήματος των δυο φακών (συμπακνωτή – αντικειμενικού) και του αντικειμενικού ανοίγματος, ο χρήστης ρυθμίζοντας την ισχύ του συμπακνωτή μεταβάλλει ταυτόχρονα τη διάμετρο και το ρεύμα της δέσμης (αυτές οι δυο δεν είναι ανεξάρτητες παράμετροι αλλά είναι ανάλογοι μεταξύ τους). Αυτό σχηματικώς γίνεται ως εξής:



Όσο αυξάνει η ισχύς του συμπακνωτή => αυξάνει το p του αντικειμενικού => μικρότερη δέσμη.

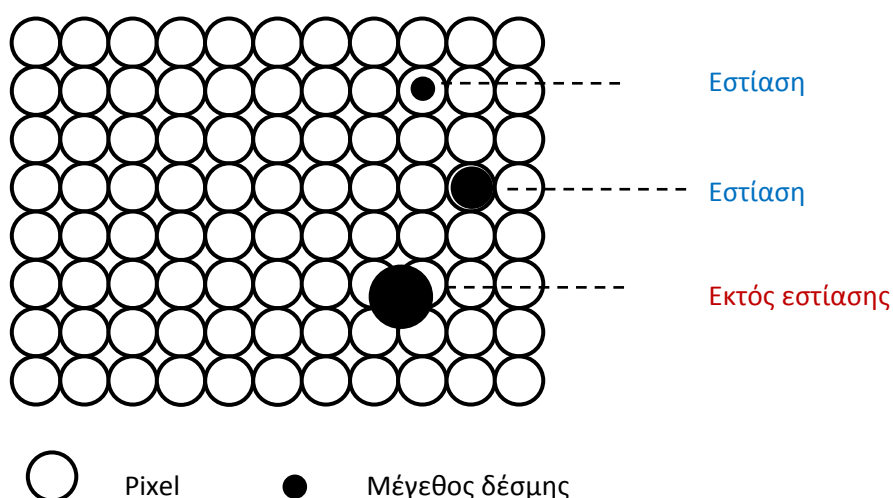
Παράλληλα “πετάμε” περισσότερα ηλεκτρόνια εκτός δέσμης επειδή δεν μπορούν να περάσουν από το άνοιγμα. Άρα ρεύμα και διάμετρος δέσμης είναι ανάλογα.

Δεν μπορούμε όμως να μειώσουμε το ρεύμα κάτω από μια ελάχιστη τιμή γιατί δεν έχει αρκετή φωτεινότητα ο ανιχνευτής. Αυτό σημαίνει μια ελάχιστη διάμετρο δέσμης D τυπικά 4-8 nm.



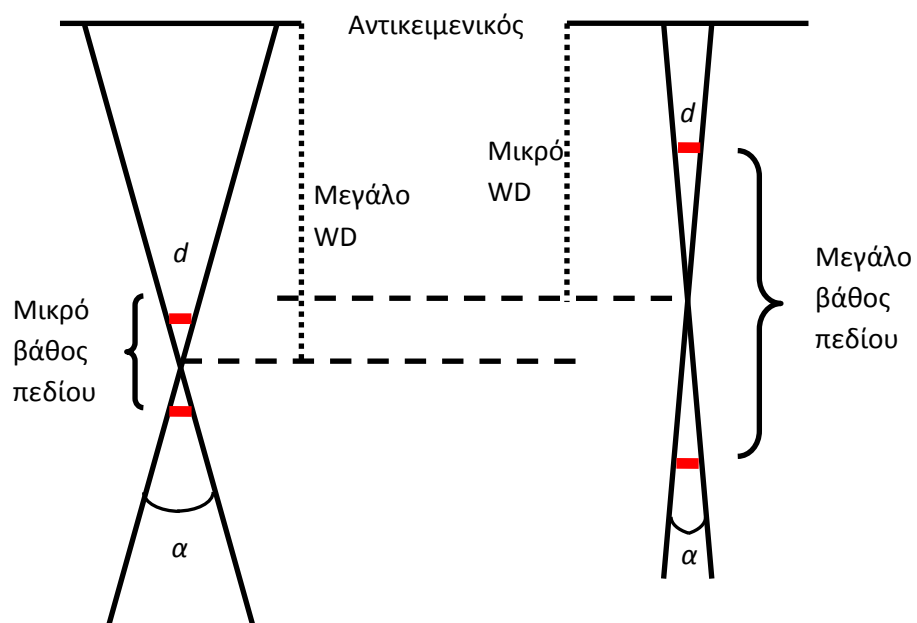
ε) Βάθος πεδίου

Βάθος πεδίου: Έστω ότι απαιτείται μια συγκεκριμένη ανάλυση d όσον αφορά τη διάμετρο της δέσμης. Π.χ. εάν η οθόνη μας είναι 1024×600 pixel και θέλουμε να σαρώσουμε μια περιοχή 10×6 (μm)². Τότε το pixel ως προς την κατακόρυφη κατεύθυνση θα αντιστοιχεί σε $6 \mu\text{m} / 600 = 0.01 \mu\text{m} = 10 \text{ nm}$ και ομοίως ως προς την οριζόντια κατεύθυνση $10/1024 \sim 10 \text{ nm}$. Έτσι μπορούμε να πούμε ότι το pixel αντιστοιχεί σε διάμετρο $d = 10 \text{ nm}$. Όσο η διάμετρος της δέσμης d_0 είναι μικρότερη ή ίση του d τότε έχουμε καθαρή εικόνα στην οθόνη. Αντιθέτως εάν η δέσμη είναι μεγαλύτερη από d , τότε η εικόνα θα είναι θολή γιατί η δέσμη θα αντιστοιχεί σε περισσότερα του ενός pixels.

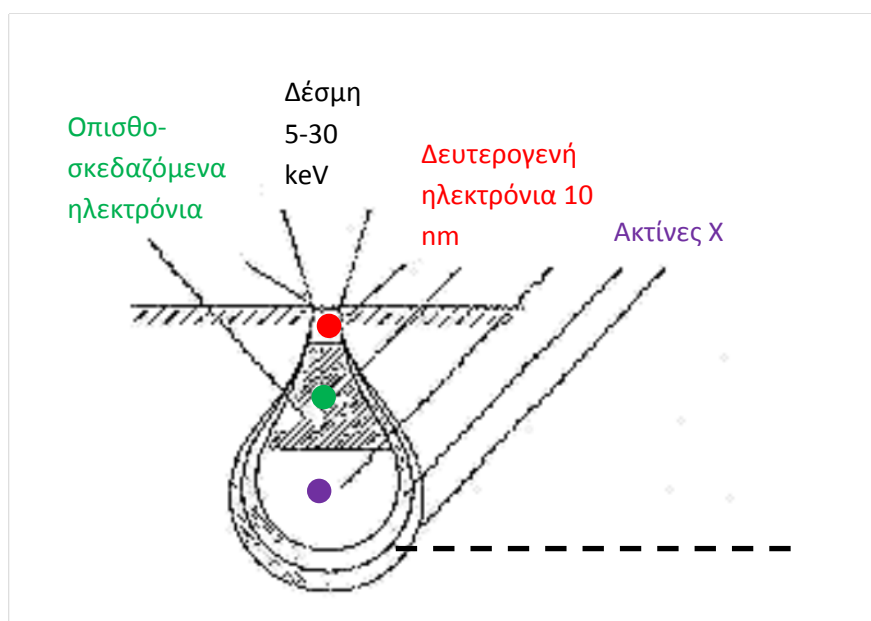


Βέβαια εμείς πάντα προσπαθούμε να εστιάσουμε το δείγμα ώστε να βρίσκεται εκεί όπου συγκλίνει η δέσμη, δηλαδή $d_0 = 0$. Μπορεί όμως το δείγμα να έχει μεγάλη τοπολογία δηλαδή σημεία με μεγάλη υψομετρική διαφορά. Ποια από αυτά θα είναι εστιασμένα; Αυτά για τα οποία η δέσμη είναι μικρότερη από d . Όπως φαίνεται στο παρακάτω σχήμα, μεγάλο βάθος πεδίου επιτυγχάνεται στην περίπτωση δεξιά.

Αυτή η περίπτωση αντιστοιχεί σε ισχυρό συμπυκνωτή φακό (μικρή δέσμη αλλά αναπόφευκτα και μικρό ρεύμα) και μικρή διάμετρο ανοίγματος αντικειμενικού φακού. Το αποτέλεσμα είναι μικρή γωνία εκτροπής α γιατί το άνοιγμα αφήνει μόνο τις παραξόνιες ακτίνες να διέλθουν. Επίσης ισχυρός συμπυκνωτής φακός συνεπάγεται μικρό q συμπυκνωτή και άρα μεγάλο p αντικειμενικού και άρα μικρό q αντικειμενικού δηλαδή μικρότερη απόσταση εργασίας WD.

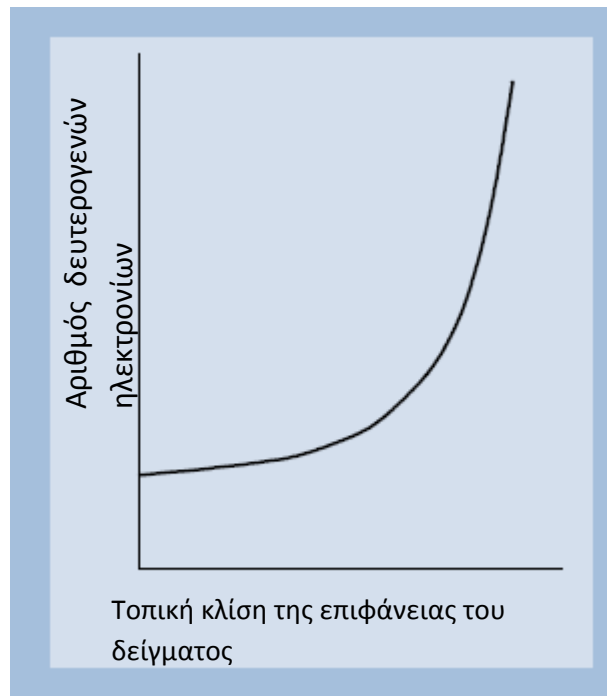


στ) Αλληλεπίδραση δέσμης – δείγματος

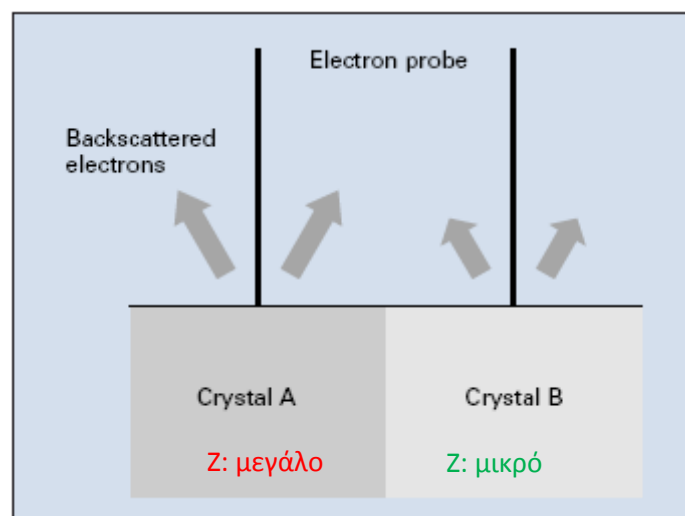


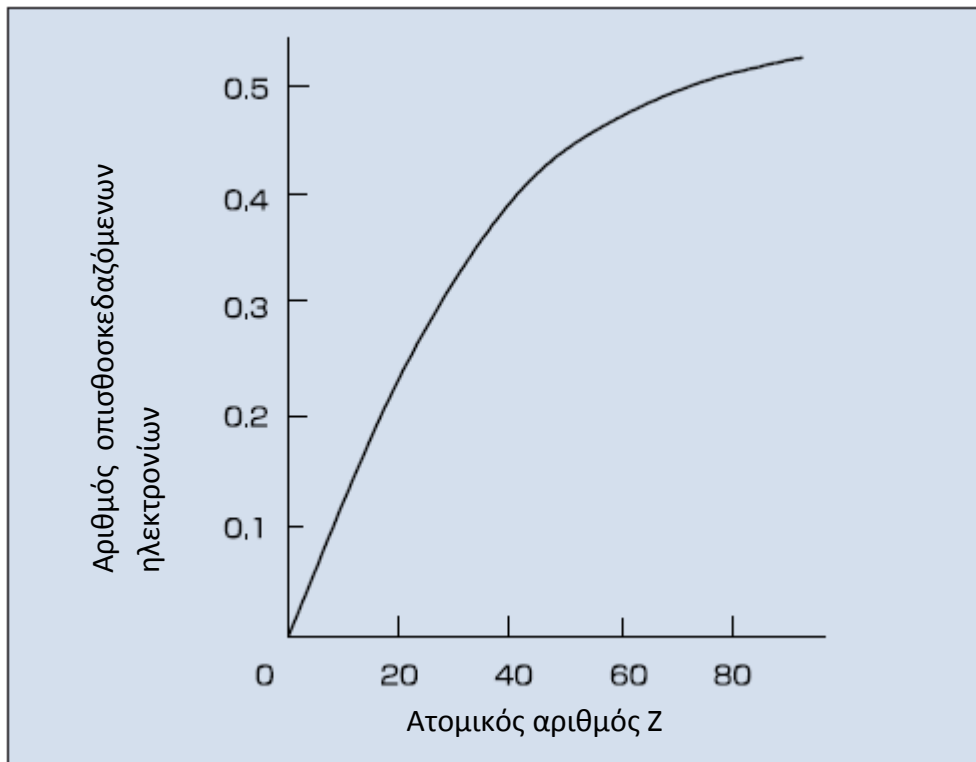
Ι. Δευτερογενή ηλεκτρόνια (Secondary electrons). Προέρχονται από το δείγμα, από τους εξωτερικούς φλοιούς των ατόμων, ως αποτέλεσμα της διέγερσης από την δέσμη. Μικρές ενέργειες < 50 eV. Μπορούν να δραπετεύσουν μόνο από ένα μικρό βάθος R και εκεί όπου ο όγκος αλληλεπίδρασης είναι ακόμα στενός $\Rightarrow$ δίνουν πληροφορία για την επιφάνεια του δείγματος με καλή ανάλυση. Ο αριθμός τους είναι ανάλογος της τοπικής κλίσης της επιφάνειας του δείγματος. Έτσι επιτυγχάνεται τοπογραφική απεικόνιση.



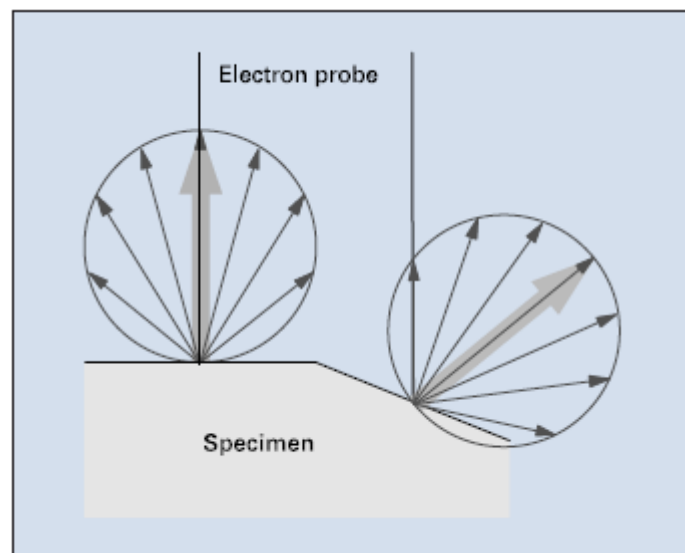


II. Οπισθοσκεδαζόμενα Ηλεκτρόνια (Backscattered electrons) Προέρχονται καθαρά από την δέσμη ως αποτέλεσμα μεγάλης εκτροπής από τους πυρήνες των ατόμων. Μεγάλες ενέργειες 50-100% της ενέργειας της δέσμης (5-30 keV). Μπορούν να δραπετεύσουν από μεγαλύτερο βάθος από ότι τα δευτερογενή ηλεκτρόνια και επειδή εκεί ο όγκος αλληλεπίδρασης είναι σχετικά ευρύς, δεν έχουν τόσο καλή ανάλυση όσο τα δευτερογενή ηλεκτρόνια. Όμως η έντασή τους είναι συνάρτηση του ατομικού αριθμού Z των ατόμων. Έτσι επιτυγχάνεται αναλυτική απεικόνιση (compositional analysis).



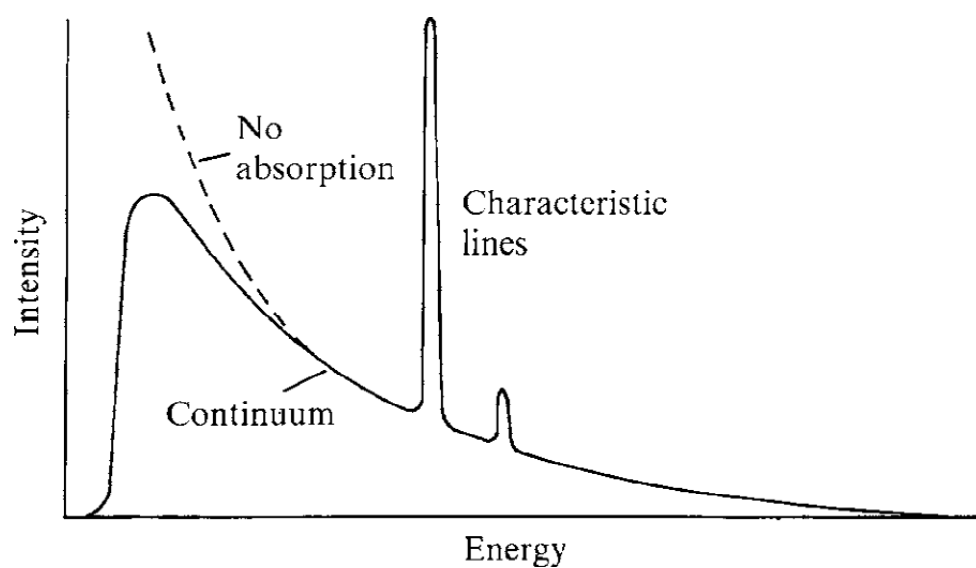
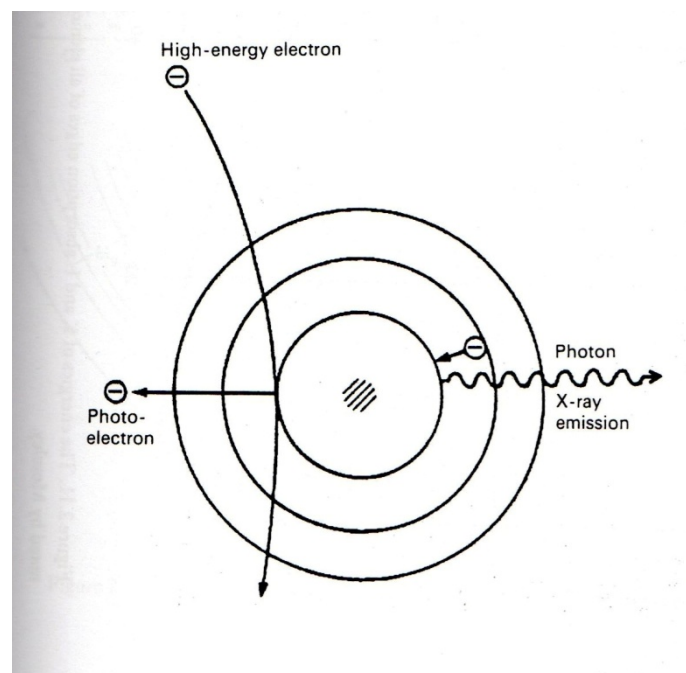


Είναι επίσης πολύ κατευθυντικά λόγω της μεγάλης ενέργειάς τους και εκπέμπονται κάθετα προς την επιφάνεια. Χρησιμοποιώντας αυτή την ιδιότητα, μπορεί να επιτευχθεί και τοπογραφική απεικόνιση (δες παρακάτω)



II. Ακτίνες Χ. Μπορούν να δραπετεύσουν από μεγαλύτερο βάθος από ότι τα ηλεκτρόνια. Προέρχονται από δυο πηγές, πρώτον από την επιβράδυνση των ηλεκτρονίων της δέσμης και άρα έχουν συνεχή κατανομή ενέργειας από 0 έως 100% της ενέργειας της

δέσμης (ακτινοβολία πέδησης *Bremsstrahlung*), και δεύτερον, από μεταπτώσεις των ηλεκτρονίων των ατόμων σε χαμηλότερες στάθμες λόγω των κενών εκεί που δημιουργεί η διέγερση της δέσμης. Αυτή η δεύτερη ακτινοβολία είναι κβαντισμένη ως προς την ενέργεια και πολύ χαρακτηριστική του ατόμου που εκπέμπει. Έτσι επιτυγχάνεται αναλυτική πληροφορία (compositional analysis). Εικόνα σάρωσης δεν μπορούμε να πάρουμε με ακτίνες X γιατί η συλλογή τους είναι αργή (ασθενές σήμα οπότε καταγράφονται πολλά γεγονότα). Όμως μπορούμε να εστιάσουμε την ηλεκτρονική δέσμη σε ένα καθορισμένο σημείο της εικόνας και να δούμε το φάσμα εκεί.

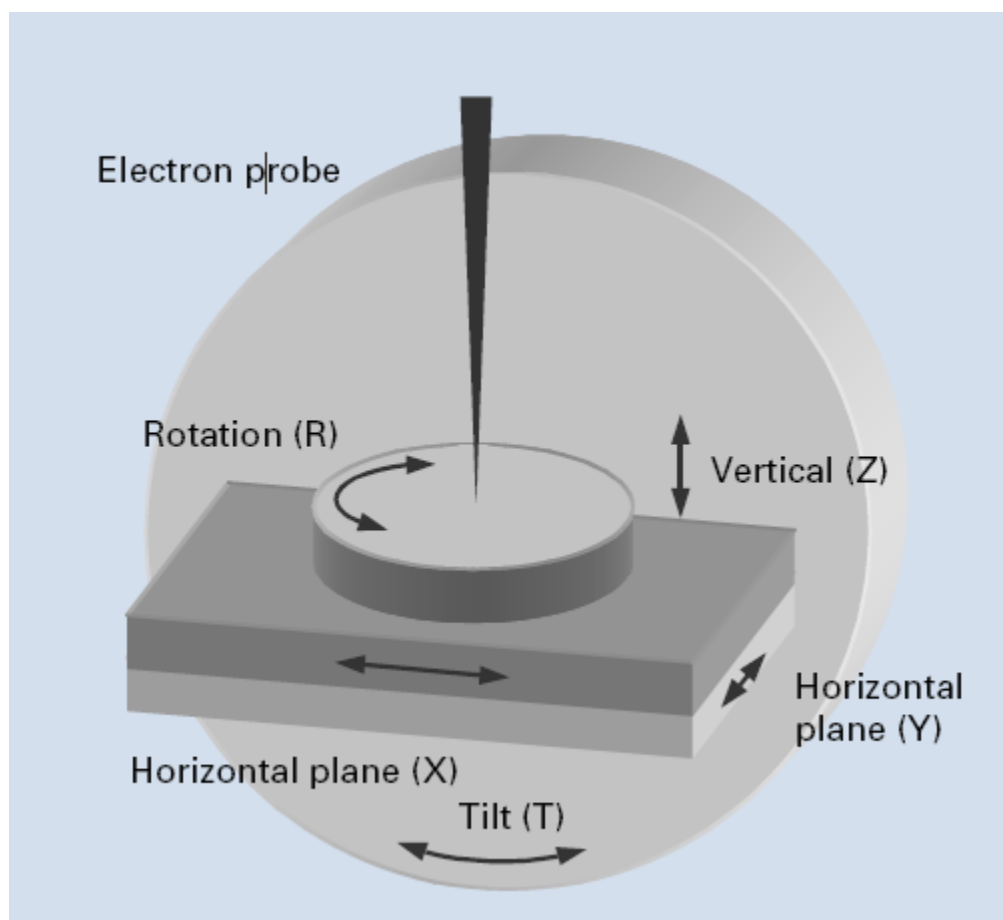


Συνοψίζοντας:

Τύπος Σήματος	Προέλευση	Ενέργεια*	Κατευθυντικότητα	Ανάλυση	Πληροφορία από βάθος	Ωφέλιμη ανάλυση
Δευτερογενή	Δείγμα	< 50 eV	Ανύπαρκτη	Καλή	10 nm	Εικόνα-Τοπογραφία
Οπισθοσκεδ.	Δέσμη	10-20 keV	Ισχυρή	Μέτρια	~ 0.5 μm	Εικόνα – Σύσταση + τοπογραφία
Ακτίνες Χ	Δείγμα	0-20 keV	Ισχυρή	-	~ 2-3 μm	Πληροφορία Σύσταση

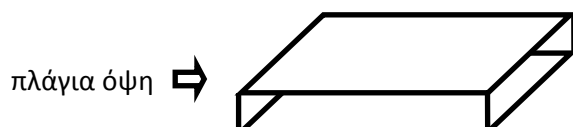
* Για ενέργεια δέσμης 20 keV

ζ) Βάση του δείγματος



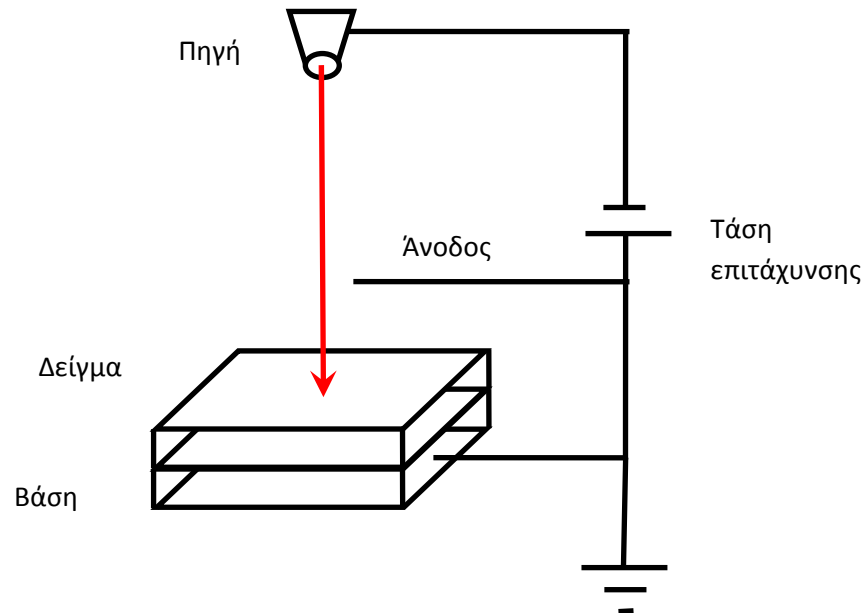
Η βάση είναι χρήσιμη για δυο λόγους

I. Μας επιτρέπει μετακινήσεις του δείγματος ώστε να είναι εύκολη η παρατήρηση σε διαφορετικές περιοχές του δείγματος, αλλά και για είναι δυνατή η εστίαση της δέσμης. Η μετακίνηση ως προς X και Y καθώς και η περιστροφή R γύρω από την δέσμη μας επιτρέπει να μεταβούμε σε διάφορες περιοχές της επιφάνειας. Η κατακόρυφη μετακίνηση Z κατά μήκος της δέσμης επιτρέπει στο χρήστη να εστιάσει την εικόνα του (λειτουργία FOCUS) όπως προαναφέρθηκε. Η άλλη περιστροφή Ta βοηθάει στην βελτίωση του σήματος των δευτερογενών ηλεκτρονίων (όπως αναφέρθηκε η κλίση παράγει περισσότερο σήμα) αλλά και για την παρατήρηση της πλάγιας όψης ενός υμενίου



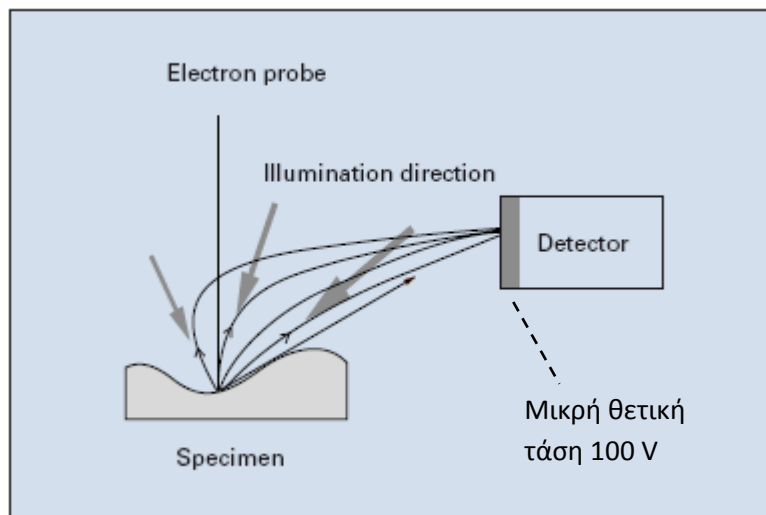
II. Το τροφοδοτικό της υψηλής επιταχυντικής τάσης των ηλεκτρονίων έχει συνδεδεμένο τον αρνητικό πόλο του επάνω στην πηγή των ηλεκτρονίων (π.χ. στο νήμα) όπως είδαμε και τον θετικό του πόλο στην άνοδο. Αυτός ο πόλος είναι επίσης συνδεδεμένος και στη βάση του δείγματος ώστε τα συλλεγόμενα ηλεκτρόνια από το δείγμα να επιστρέφουν και πάλι στην πηγή. Σχηματικώς αυτό φαίνεται στο παρακάτω σχήμα. Επομένως δημιουργείται μεγάλο πρόβλημα όταν το δείγμα είναι μη αγώγιμο γιατί τα ηλεκτρόνια εγκλωβίζονται στην περιοχή της σάρωσης καταστρέφοντας την εικόνα επειδή η

δέσμη αποκλίνει ηλεκτροστατικά. Το φαινόμενο αυτό είναι γνωστό και ως “φόρτιση” (charging) και αντιμετωπίζεται με δυο τρόπους. Πρώτον με την επικάλυψη του δείγματος με λεπτό στρώμα 1-2 nm χρυσού που είναι καλός αγωγός (συνήθως με τεχνική sputtering) ή δεύτερον με την κυκλοφορία πολύ μικρής ποσότητας αερίου (η δέσμη σε όλα τα μικροσκόπια βρίσκεται υπό κενό για την αποφυγή σκέδασης) κοντά στο δείγμα.

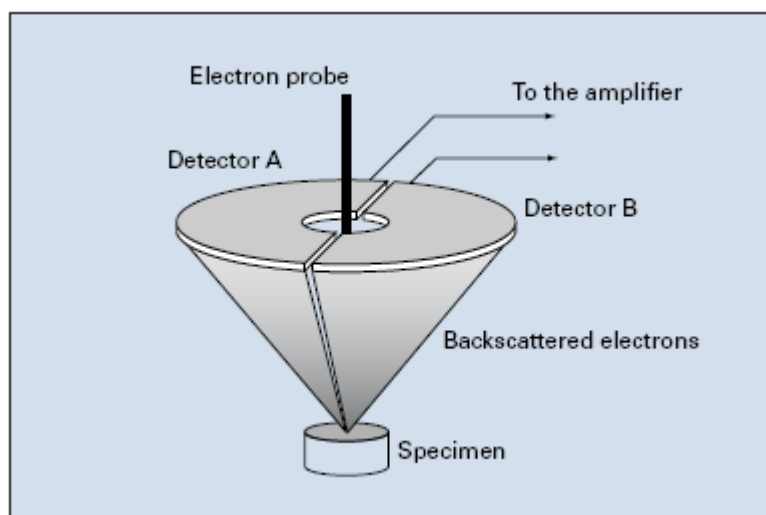


η) Ανιχνευτές

I. Δευτερογενή ηλεκτρόνια. Όπως είδαμε, αυτά τα ηλεκτρόνια έχουν χαμηλές ενέργειες και άρα συλλέγονται εύκολα με μια μικρή θετική τάση. Ο ανιχνευτής παράγει ηλεκτρικό σήμα ανάλογο με τον αριθμό των ηλεκτρονίων ο οποίος όπως είδαμε είναι ανάλογος με την τοπική κλίση της επιφάνειας του δείγματος. Επομένως με αυτό τον ανιχνευτή μπορούμε να ανιχνεύσουμε τοπολογία και μόνο.

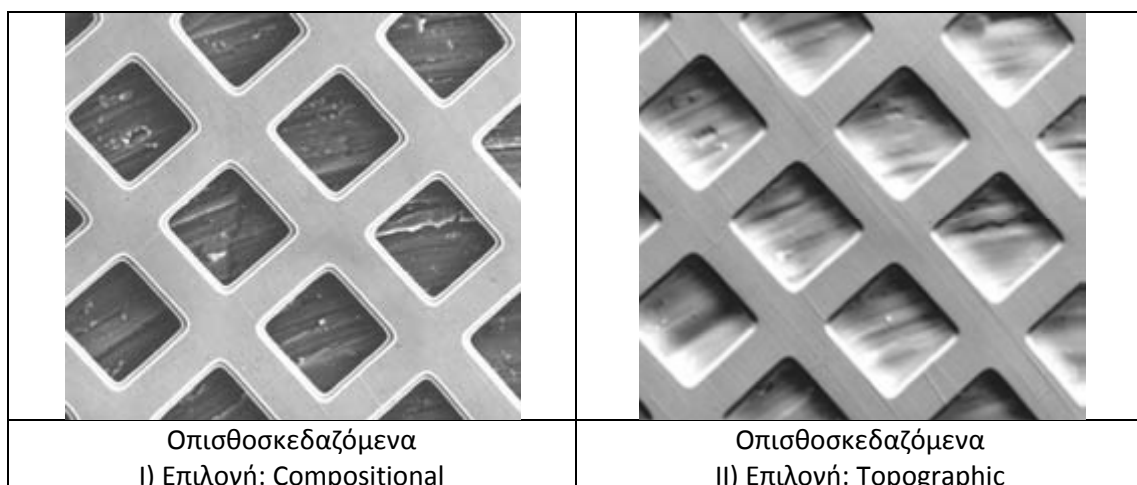
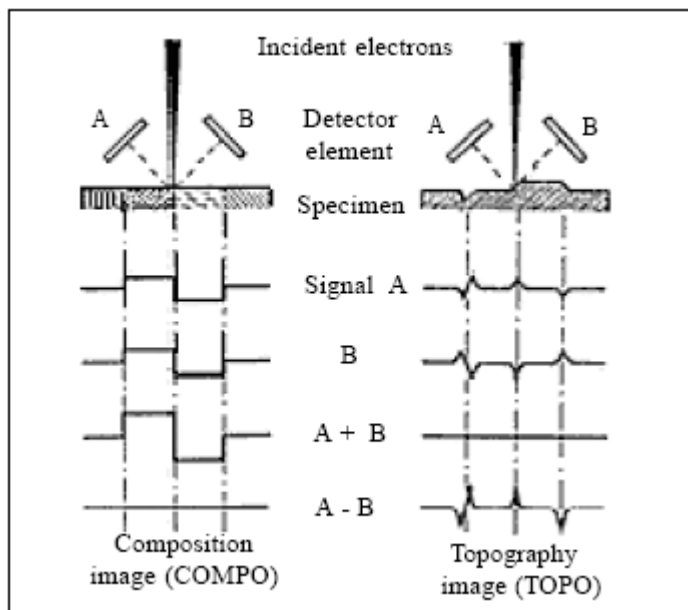


II. Οπισθοσκεδαζόμενα ηλεκτρόνια. Αντίθετα με τα δευτερογενή ηλεκτρόνια, αυτού του είδους τα ηλεκτρόνια έχουν υψηλές ενέργειες και έτσι ταξιδεύουν σχεδόν ευθύγραμμα. Συλλέγονται λοιπόν λόγω κατευθυντικότητας. Ο ανιχνευτής δηλαδή τοποθετείται κοντά στη δέσμη και αποτελείται από δυο ίσα μέρη, τον ανιχνευτή A και τον ανιχνευτή B.



Ο ανιχνευτής αυτός λειτουργεί σε δύο λειτουργίες:

- Ανίχνευση σύστασης (comprotitional). Όπως είδαμε ο αριθμός των οπισθοσκεδαζόμενων ηλεκτρονίων είναι ανάλογος του ατομικού αριθμού Z των ατόμων του δείγματος. Επομένως το ολικό σήμα $A+B$ δίνει πληροφορία για την τοπική σύσταση του δείγματος.
- II. Ανίχνευση τοπολογίας (torographic). Επειδή τα ηλεκτρόνια αυτά είναι πολύ κατευθυντικά και εκπέμπονται κάθετα προς την επιφάνεια, το A συλλέγει περισσότερα ηλεκτρόνια από επιφάνειες που είναι στραμμένες προς αυτόν και αντίστοιχα για τον B. Επομένως η διαφορά σήματος $A-B$ δίνει πληροφορία για την τοπολογία του δείγματος.



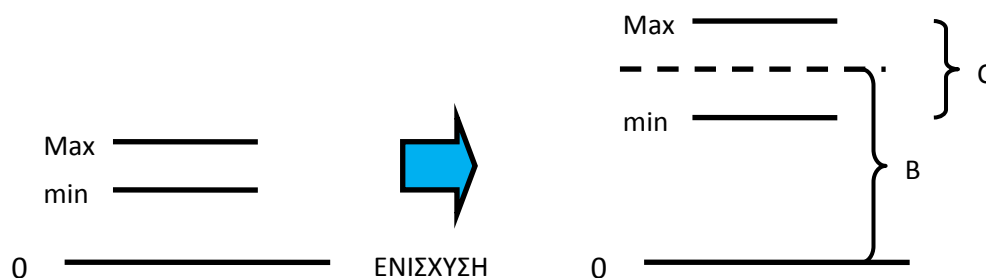
Δείγμα πλέγμα χαλκού επάνω σε υμένιο αλουμινίου. Στην (I) παρατηρήστε διαφορετικά χρώματα λόγω διαφορετικών υλικών (και άρα διαφορετικά Z). Αντιθέτως στην (II)

εμφανίζεται σχεδόν το ίδιο χρώμα και για τα δυο υλικά αλλά είναι πιο εμφανείς οι τοπογραφικές λεπτομέρειες.

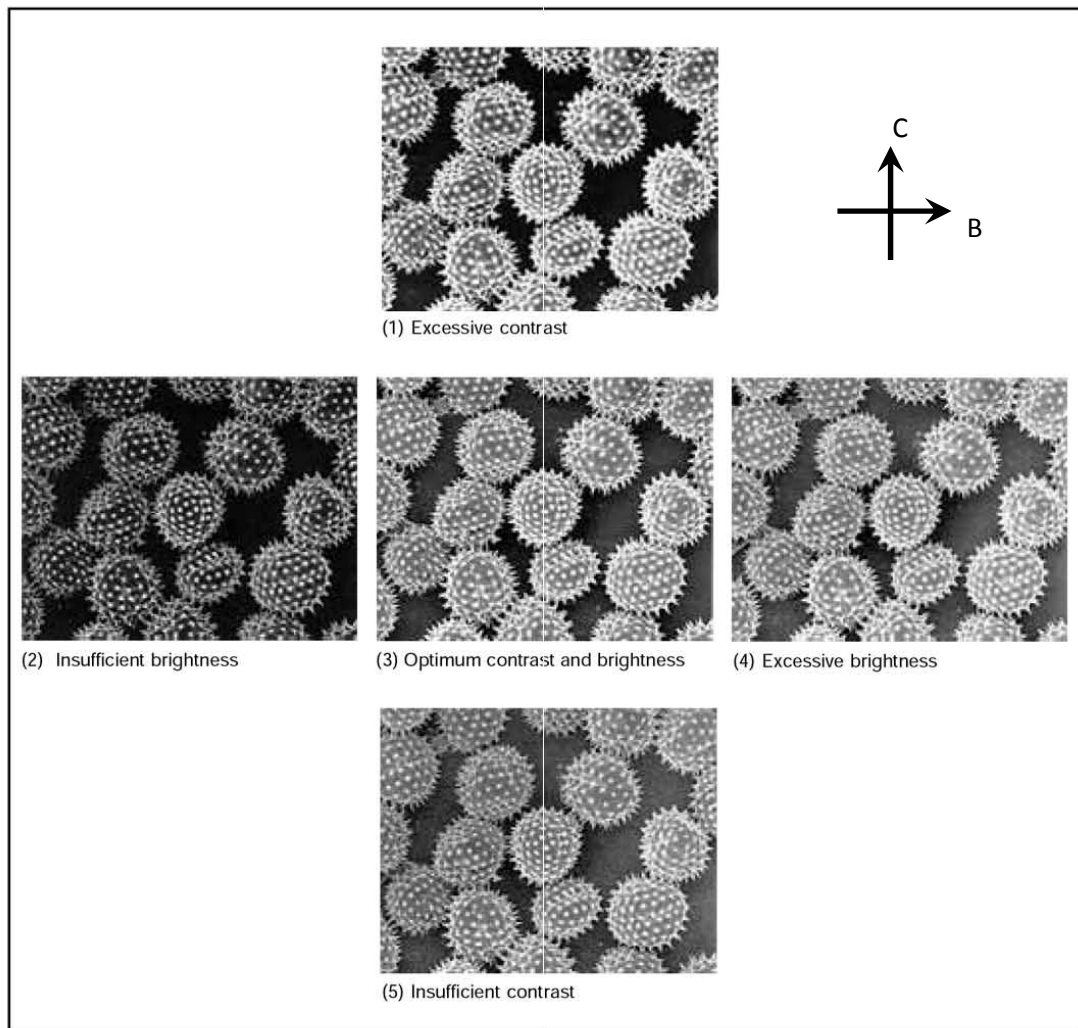
III. Ακτίνες Χ. Επειδή έχουν μεγαλύτερη γωνιακή διασπορά από τα οπισθοσκεδαζόμενα ηλεκτρόνια, ο ανιχνευτής μπορεί να είναι οπουδήποτε πάνω από το δείγμα.

θ) Ενίσχυση σήματος

Η δουλειά των ανιχνευτών των ηλεκτρονίων είναι αφενός να ανιχνεύουν τα ηλεκτρόνια και αφετέρου να ενισχύουν το σήμα γιατί συνήθως είναι αδύναμο. Στο παρακάτω σχήμα στα αριστερά απεικονίζονται δυο στάθμες του σήματος του ανιχνευτή πριν την ενίσχυση. Η στάθμη “min” αντιστοιχεί σε ένα σημείο του δείγματος με την χαμηλότερη εκπομπή ηλεκτρονίων. Αυτή η στάθμη δεν είναι 0 γιατί η δέσμη πάντοτε παράγει κάποια ηλεκτρόνια ακόμα και σε σημεία του δείγματος με μηδενική κλίση και χαμηλό ατομικό αριθμό Z. Αντίστοιχα η στάθμη “Max” αντιστοιχεί σε ένα σημείο του δείγματος με την υψηλότερη εκπομπή ηλεκτρονίων. Το “0” αντιστοιχεί σε μηδενικό σήμα δηλαδή σε απενεργοποιημένο ανιχνευτή. Η ενίσχυση πολλαπλασιάζει και τις δυο στάθμες με τον ίδιο αριθμό. Στο τελικό σήμα η διαφορά $C = \text{Max} - \text{min}$ ονομάζεται **Αντίθεση** ενώ ο μέσος όρος $B = \frac{1}{2} (\text{Max} + \text{min})$ ονομάζεται **Φωτεινότητα**.



Ένα σήμα με πολύ υψηλό B εμφανίζεται με μεγάλη φωτεινότητα στην οθόνη. Επίσης ένα σήμα με μικρό C εμφανίζεται να μην έχει μεγάλη αντίθεση. Όπως φαίνεται και στις παρακάτω εικόνες, ο χρήστης πρέπει να ρυθμίσει αυτές τις δυο παραμέτρους οι οποίες συνήθως ονομάζονται BRIGHTNESS και CONTRAST ώστε να έχει τα καλύτερα δυνατά αποτελέσματα στην απεικόνιση της εικόνας του. Συνήθως στα μοντέρνα SEM αυτές οι δυο ρυθμίσεις μπορούν να γίνουν αυτόματα αλλά ορισμένες φορές χρειάζεται και μια μικρή επέμβαση από τον χρήστη όταν η αυτόματη ρύθμιση δεν δίνει ικανοποιητικά αποτελέσματα.



6. Ρυθμίσεις του χρήστη. Συνοψίζοντας, ο χρήστης έχει στην διάθεσή του τις εξής ρυθμίσεις

- Τάση επιτάχυνσης V (γνωστή και ως HIGH TENSION, HT)
- BEAM SIZE
- FOCUS (και AUTO-FOCUS)
- CONTRAST και BRIGHTNESS (και AUTO- CONTRAST- BRIGHTNESS)
- STIGMATISM (και AUTO- STIGMATISM)
- Μετακινήσεις X, Y, Z, R, T
- Μεγέθυνση MAGNIFICATION
- Μέγεθος ανοίγματος APPERTURE SIZE (συνήθως 3 προκαθορισμένα μεγέθη)

Επίσης ο χρήστης μπορεί να διαλέξει μεταξύ μιας αργής σάρωσης της εικόνας SLOW SCAN κατά την οποία το όργανο παίρνει πολλές εικόνες της ίδιας περιοχής και απεικονίζει τον μέσο όρο, ή γρήγορης σάρωσης FAST SCAN, στην οποία δεν υπάρχει μέσος όρος. Η αργή σάρωση βελτιώνει κατά πολύ την εικόνα καθαρίζοντας τον θόρυβο που μπορεί να είναι παρόντας λόγω χαμηλού ρεύματος δέσμης ή χαμηλής V.

7. Βελτιστοποίηση εικόνας

α) Γενικές ρυθμίσεις

Ο πρωταρχικός σκοπός στο SEM είναι η επίτευξη καθαρής εικόνας στην επιθυμητή μεγέθυνση. Για το σκοπό αυτό, κάνουμε τα εξής βήματα:

Επιλέγουμε μια τάση επιτάχυνσης V μεταξύ 10 και 30 keV, ανάλογα με το δείγμα (δες παρακάτω). Για μη αγώγιμο δείγμα καλά είναι να χρησιμοποιήσουμε χαμηλή V.

Επιλέγουμε μια διάμετρο δέσμης από 20 έως 40 % (του μεγίστου μεγέθους) με τη βοήθεια της επιλογής BEAM SIZE. Αργότερα αυτό μπορεί να αλλάξει ανάλογα με την εφαρμογή (δες παρακάτω).

Ξεκινούμε από χαμηλή μεγέθυνση και εστιάζουμε τη δέσμη χρησιμοποιώντας την επιλογή AUTOFOCUS

Ρυθμίζουμε την αντίθεση και τον φωτισμό της εικόνας για μέγιστη καθαρότητα της εικόνας. Για τον σκοπό αυτό χρησιμοποιούμε την αυτόματη ρύθμιση ACB (Auto-Contrast - Brightness). Οι ρυθμίσεις FOCUS και ACB γίνονται σχεδόν σε κάθε στάδιο της επεξεργασίας της εικόνας.

Επιλέγουμε την περιοχή όπου θέλουμε να εξετάσουμε χρησιμοποιώντας την μετακίνηση κατά X και Y.

Αυξάνουμε διαδοχικά τη μεγέθυνση MAGNIFICATION διατηρώντας παράλληλα την εστίαση με το AUTOFOCUS

Κάποια στιγμή και ενώ η μεγέθυνση είναι κοντά στο x1000, ρυθμίζουμε τη θέση του αντικειμενικού ανοίγματος (της οπής) ώστε η δέσμη να διέρχεται άνετα από αυτή με τη λειτουργία WOBBLER (περιγράφεται αναλυτικά στο Παράρτημα II). Αυτή η ρύθμιση γίνεται μόνο μία φορά.

Μειώνουμε σταδιακά την απόσταση εργασίας WD μετακινώντας το δείγμα κατά Z. Ταυτόχρονα πρέπει να εστιάζουμε. Το AUTOFOCUS σε μεγάλες μεγεθύνσεις αποτυγχάνει και πρέπει να χρησιμοποιήσουμε το απλό FOCUS (ρύθμιση με το χέρι).

Επίσης πρέπει να ελαχιστοποιήσουμε και το σφάλμα αστιγματισμού ρυθμίζοντας το STIGMATISM.

Αυξάνουμε διαδοχικά τη μεγέθυνση διατηρώντας παράλληλα την εστίαση με το FOCUS. Πηγαίνουμε στη μέγιστη μεγέθυνση που μπορούμε να διακρίνουμε κάτι με ευκρίνεια (πέρα από ένα όριο η εικόνα θολώνει). Εάν εστιάσουμε επιτυχώς σε αυτή τη μέγιστη μεγέθυνση τότε σε χαμηλότερες μεγεθύνσεις η εικόνα θα παραμείνει εστιασμένη. Επιλέγουμε την επιθυμητή μεγέθυνση ανάλογα με τα χαρακτηριστικά του δείγματος.

Εάν είμαστε ικανοποιημένοι με το αποτέλεσμα που βλέπουμε, τότε αποθηκεύουμε την εικόνα. Αλλιώς κάνουμε ένα από τα παρακάτω:

β) Ειδικές ρυθμίσεις

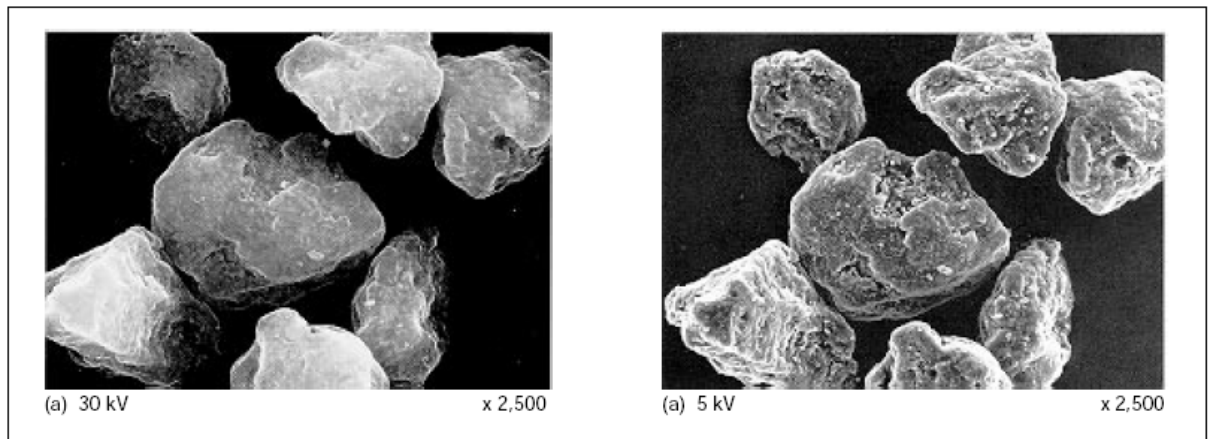
Η επίτευξη διαυγής εικόνας είναι κατά κάποιο τρόπο συνδυασμός τεχνικής και τέχνης. Ο χρήστης πρέπει να δοκιμάζει διάφορες ρυθμίσεις και να καταλαβαίνει ποιά είναι η πιο κατάλληλη για το δείγμα του. Ειδικότερα:

I. Τάση επιτάχυνσης V . Όπως είδαμε, υψηλή V οδηγεί σε στενότερο λαιμό στον όγκο αλληλεπίδρασης και άρα και σε καλύτερη διακριτική ικανότητα. Ταυτόχρονα όμως αυξάνει και η διεύθυνση της δέσμης μέσα στο δείγμα και έτσι η πληροφορία είναι τόσο από την επιφάνεια όσο και από το εσωτερικό του δείγματος και άρα πιο συγκεχυμένη. Επίσης πολύ υψηλή V μπορεί να οδηγήσει σε τοπική ηλεκτρική φόρτιση της επιφάνειας όπως προαναφέρθηκε, ή ακόμα και τη καταστροφή ενός ευαίσθητου δείγματος. Από την άλλη μεριά, πολύ χαμηλή V μπορεί να οδηγήσει σε ασταθή δέσμη ή σε πολύ χαμηλό ρεύμα δέσμης με συνέπεια την απώλεια της φωτεινότητας της εικόνας. Επομένως ο χρήσης από μόνος του πρέπει να βρει τη βέλτιστη V .

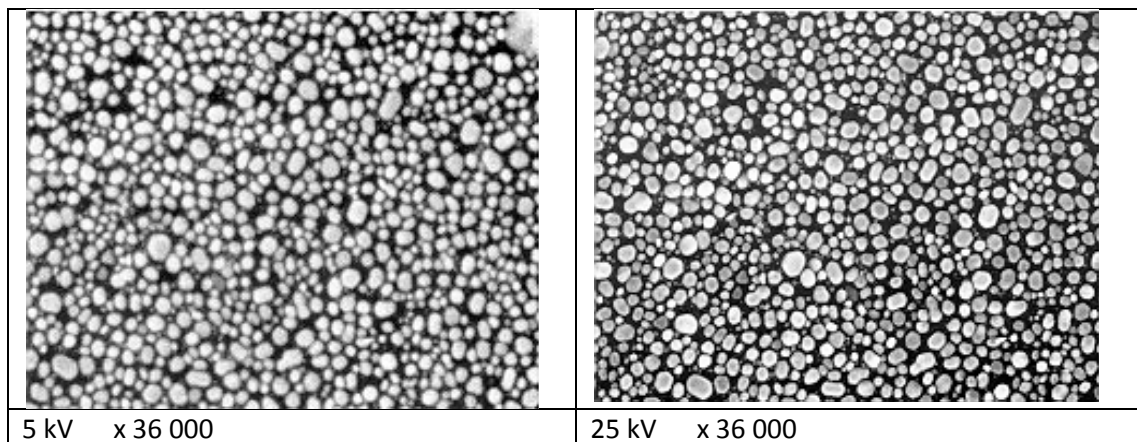
II. Διάμετρος δέσμης d . Όπως προαναφέρθηκε, μικρή διάμετρος δέσμης οδηγεί σε καλύτερη διακριτική ικανότητα. Είδαμε όμως ότι το ρεύμα και η διάμετρος της δέσμης σχετίζονται σχεδόν γραμμικά και έτσι ένα πολύ χαμηλό d μπορεί να οδηγήσει σε απώλεια της φωτεινότητας της εικόνας. Μερικές φορές αυτό μπορεί να διορθωθεί με μια αργή σάρωση οπότε και το SEM παίρνει μέσες τιμές ανά σημείο του δείγματος. Στο άλλο όριο του υψηλού d και άρα υψηλού ρεύματος, μπορεί να φορτιστεί το δείγμα τοπικά.

III. Μετακίνηση κατά Z . Αυτή η μετακίνηση επηρεάζει την απόσταση εργασίας WD . Μικρή απόσταση εργασίας έχει ως αποτέλεσμα καλύτερη διακριτική ικανότητα αλλά μειώνει το βάθος πεδίου. Έτσι μειώνουμε το Z όταν είναι σχετικά επίπεδο το δείγμα ενώ το αυξάνουμε όταν υπάρχουν μεγάλες υψομετρικές διαφορές σε αυτό.

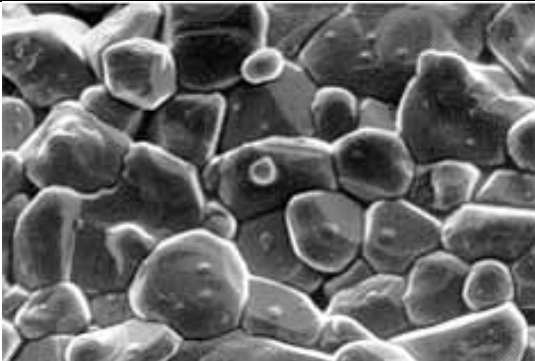
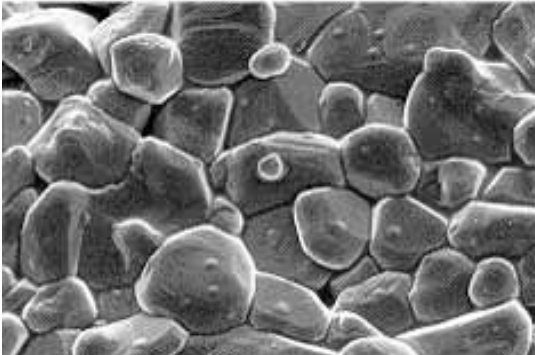
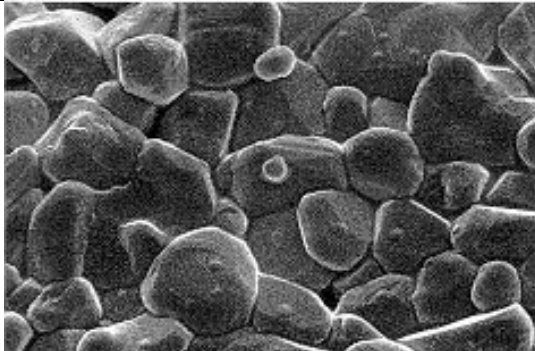
8. Παραδείγματα



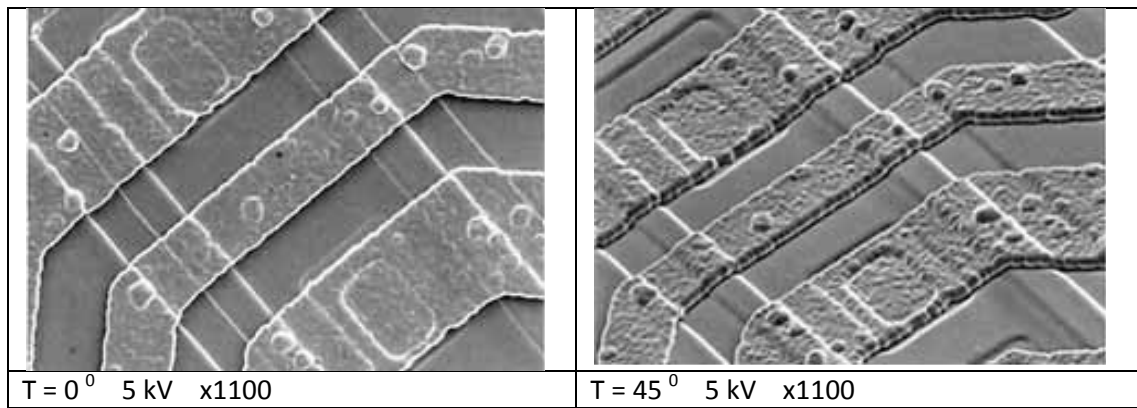
Σωματίδια σκόνης εκτυπωτή laser. Η τάση επιτάχυνσης $V = 30 \text{ kV}$ εξαφανίζει τις λεπτομέρειες της επιφάνειας. Η χαμηλότερη $V = 5 \text{ kV}$ βελτιώνει το σήμα



Νανοσωματίδια χρυσού. Αντιθέτως σε αυτό το δείγμα που η επιφάνεια δεν έχει τόσο μεγάλη λεπτομέρεια και μας ενδιαφέρει πιο πολύ η διακριτική ικανότητα η οποία σαφώς βελτιώνεται αυξάνοντας την V από 5 σε 25 kV

	Υψηλή διάμετρος (υψηλό ρεύμα)
	Μέτρια διάμετρος (μέτριο ρεύμα)
	Χαμηλή διάμετρος (χαμηλό ρεύμα)

Κεραμικό δείγμα. Η ελάττωση της διαμέτρου της δέσμης οδηγεί σε καλύτερη διακριτική ικανότητα αλλά αναπόφευκτα μειώνεται το ρεύμα της δέσμης και επομένως και η φωτεινότητα της εικόνας. Ο θόρυβος στην τρίτη περίπτωση μπορεί να ελαττωθεί με αργή σάρωση SLOW SCAN.



Ολοκληρωμένο κύκλωμα(chip). Με την περιστροφή T της βάσης του δείγματος, ο χρήστης μπορεί να κερδίσει και καλύτερη διακριτική ικανότητα (επειδή αυξάνει η εκπομπή των δευτερογενών ηλεκτρονίων λόγω μεγαλύτερης κλίσης της επιφάνειας) αλλά και πιο στερεοσκοπική απεικόνιση.

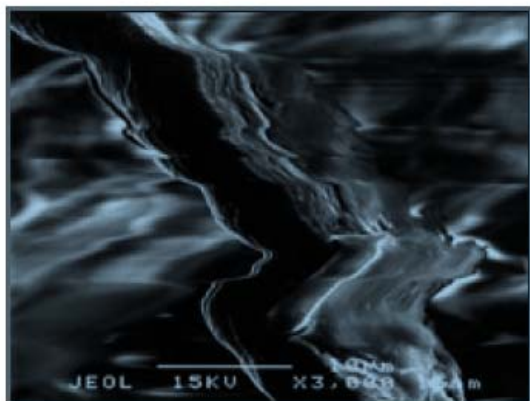


Fig. 40 Distortion of a SEM image caused by the charging.

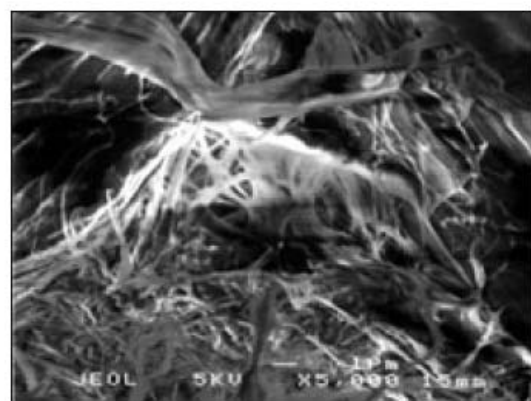
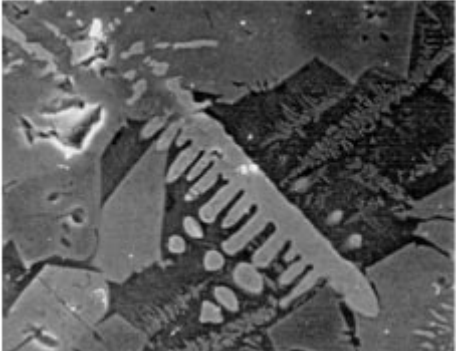
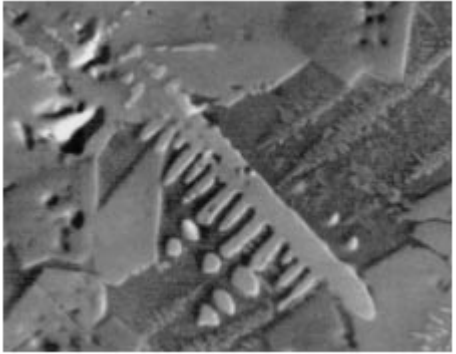
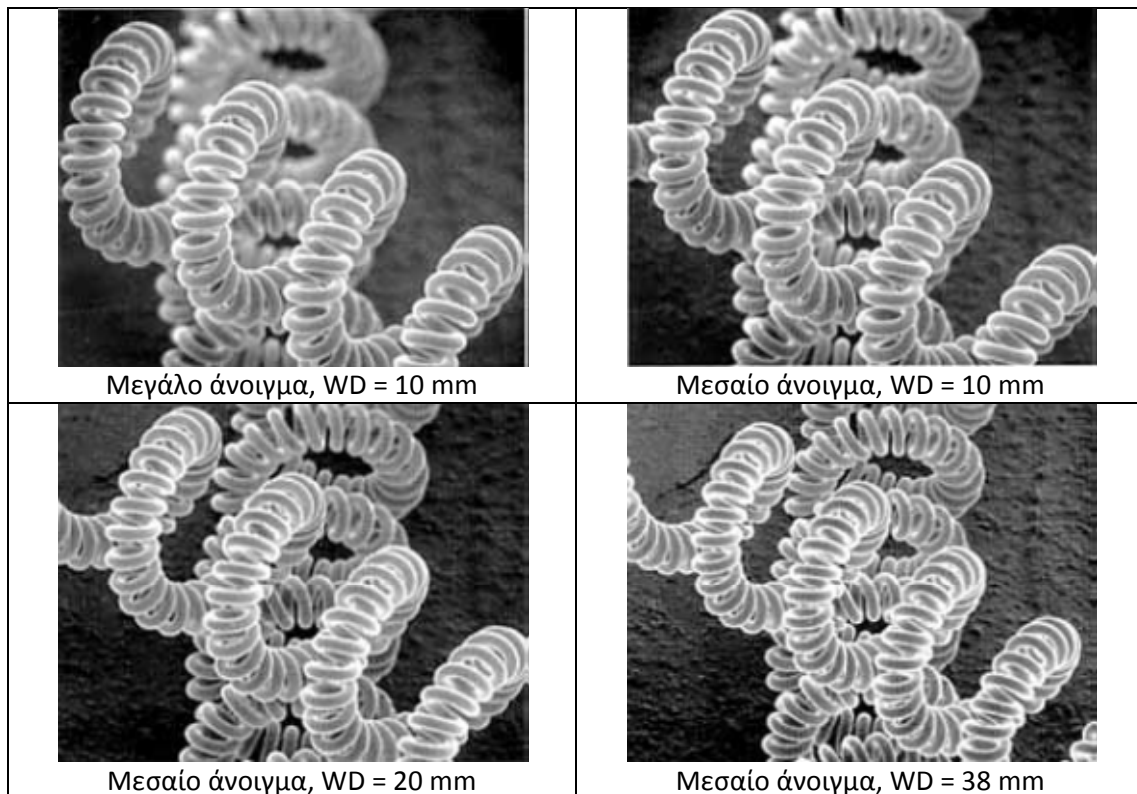


Fig. 41 Anomalous contrast due to the charging.

Περίπτωση ηλεκτροστατικής φόρτισης. Η εικόνα παρουσιάζει παραμορφώσεις γιατί το λιμνάζον φορτίο αναγκάζει την δέσμη να παρεκκλίνει

	Δευτερογενή ηλεκτρόνια
	Οπισθοσκεδαζόμενα ηλεκτρόνια Ανίχνευση σύστασης (comprotitonal)
	Οπισθοσκεδαζόμενα ηλεκτρόνια Ανίχνευση τοπογραφίας (topographic)

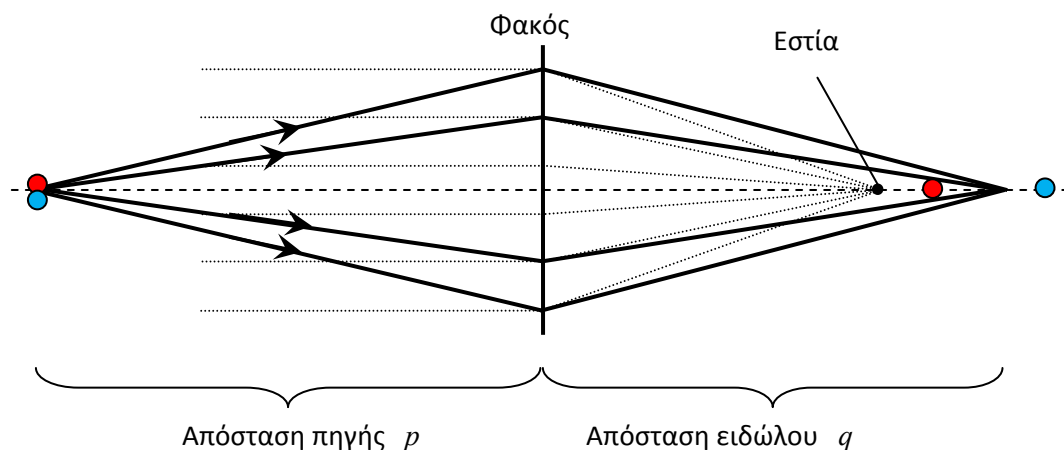
Δείγμα: Γυμνοσάλιαγκας. Χρησιμοποιώντας διαφορετικούς ανιχνευτές παίρνουμε διαφορετική πληροφορία. Στη μεσαία φωτογραφία διακρίνουμε 3 διαφορετικά χρώματα που σημαίνει ότι υπάρχουν 3 διαφορετικά υλικά.



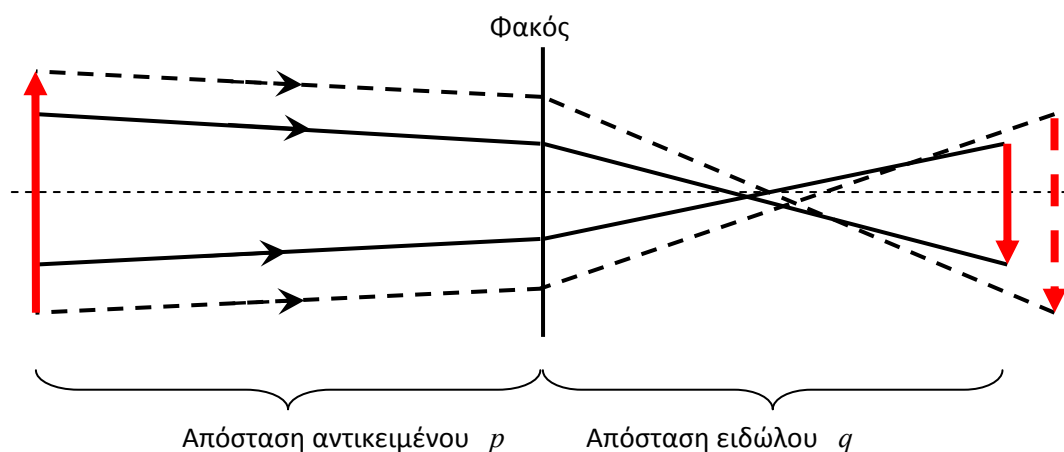
Δείγμα νήμα ηλεκτρικής λάμπας. Το βάθος πεδίου βελτιώνεται είτε περιορίζοντας το αντικειμενικό άνοιγμα (APPERTURE SIZE) ή με την αύξηση της εργασίας απόστασης (WD) μεταβάλλοντας τη μετακίνηση Z.

ΠΑΡΑΡΤΗΜΑ Ι: Σφάλματα φακών

i) Χρωματική εκτροπή: Δεν υπάρχει επειδή η διέγερση είναι μονοχρωματική στο SEM (πολυχρωματική στο ΟΠ π.χ. κόκκινο + πράσινο + μπλε για λευκό φως)

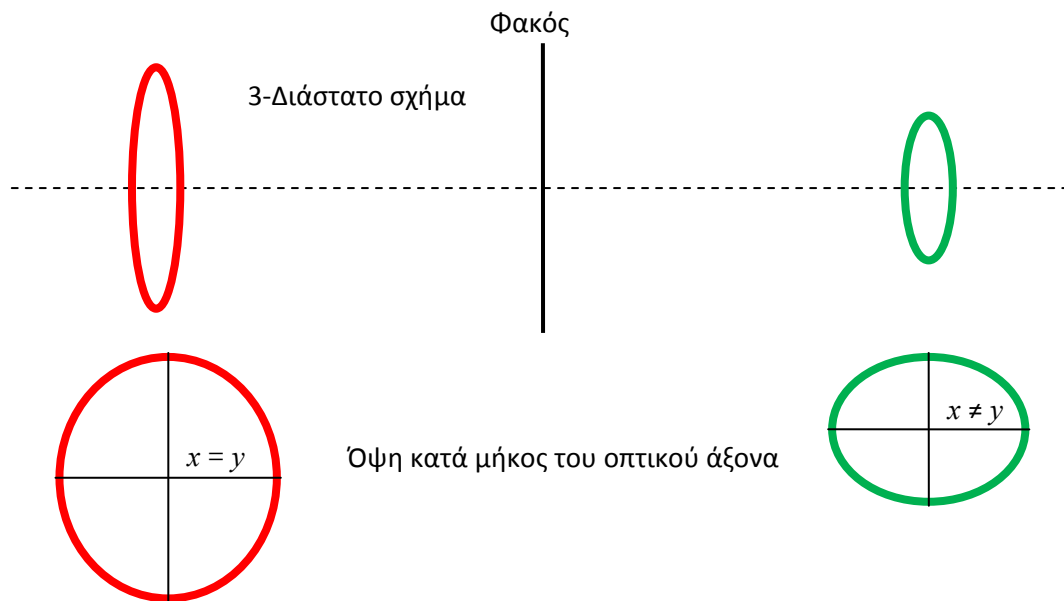


ii) Σφαιρική εκτροπή: Είναι μικρή γιατί επιλέγονται με την βοήθεια ανοίγματος (οπή) οι ακτίνες που είναι κοντά στον “οπτικό” άξονα (οι λεγόμενες παραξόνιες ακτίνες). Η διάμετρος του ανοίγματος είναι μεταβλητή και είναι μια άλλη **παράμετρος** του χρήστη που ονομάζεται **Αντικειμενικό άνοιγμα**



iii) Αστιγματισμός. Είναι η διαφορετική μεγέθυνση κατά δυο διευθύνσεων x και y κάθετων στον οπτικό άξονα. Αυτή διορθώνεται στο SEM με την βοήθεια δυο μικρών πηνίων. Η ένταση αυτών των πηνίων είναι η **παράμετρος** γνωστή ως **ASTIGMATISM** (Αστιγματισμός).

Αστιγματισμός (μπορεί να ελαχιστοποιηθεί στο SEM, δες παρακάτω)



iv) Σφάλμα περίθλασης: Το θεωρητικό όριο της διακριτικής ικανότητας σε οποιαδήποτε τεχνική μικροσκοπίας είναι ανάλογο με το μήκος κύματος της ακτινοβολίας που χρησιμοποιείται για την “διέγερση” του δείγματος. Στο SEM αυτό το σφάλμα είναι ασήμαντο γιατί όπως προαναφέρθηκε το μήκος κύματος είναι πολύ μικρό της τάξεως $0,1 \text{ \AA}$ ενώ στο ΟΠ είναι $0.6 \mu\text{m}$.

Παράρτημα II: Λειτουργία WOBBLER

Ο άξονας της δέσμης ηλεκτρονίων πρέπει να περνάει από το κέντρο του αντικειμενικού ανοίγματος αλλιώς δεν είναι πλήρως κεντραρισμένη και κάποια σφάλματα εμφανίζονται που αλλοιώνουν την ποιότητα της εικόνας. Στα περισσότερα SEM είναι δυνατή η μετατόπιση του ανοίγματος ώστε να περνάει η δέσμη από το κέντρο του. Αυτή η μετακίνηση γίνεται χειροκίνητα με δυο εξωτερικούς ρυθμιστικούς κοχλίες που μετακινούν το άνοιγμα προς τις δυο κατευθύνσεις X και Y κάθετα στην δέσμη. Πως όμως ο χρήστης γνωρίζει που είναι η σωστή ρύθμιση; Σε αυτό τον βοηθάει η λειτουργία WOBBLER. Επιλέγοντας ο χρήστης αυτή την λειτουργία, το SEM τροφοδοτεί με ένα εναλλασσόμενο ρεύμα τον αντικειμενικό φακό ώστε η απεικονισμένη εικόνα του δείγματος να εμφανίζεται περιοδικά εκτός και εντός εστίασης. Όταν η δέσμη δεν είναι καλά κεντραρισμένη μέσα στο άνοιγμα, αυτή η περιοδική λειτουργία έχει ως αποτέλεσμα να μετακινούνται περιοδικά επάνω στην εικόνα δεξιά-αριστερά και πάνω-κάτω οι λεπτομέρειες του δείγματος (η εξήγηση του φαινομένου αυτού είναι πέραν του σκοπού του παρόντος συγγράμματος). Έτσι ο χρήστης ρυθμίζει τους δυο κοχλίες μέχρι να ακινητοποιηθούν οι λεπτομέρειες στην εικόνα. Τότε μόνο ο άξονας της δέσμης διέρχεται από το κέντρο του αντικειμενικού ανοίγματος.