

**Εισαγωγή στην Ηλεκτρονική Μικροσκοπία Σάρωσης και
Στοιχειακή Ανάλυση με Φασματοσκοπία Διασποράς
Ενέργειας**

**Scanning Electron Microscopy coupled with Energy Dispersive
Spectroscopy (EDS)**

**Για τους φοιτητές του Εργαστηρίου «Ανόργανη Χημεία II» του
Τμήματος Χημείας, Πανεπιστημίου Κρήτης**

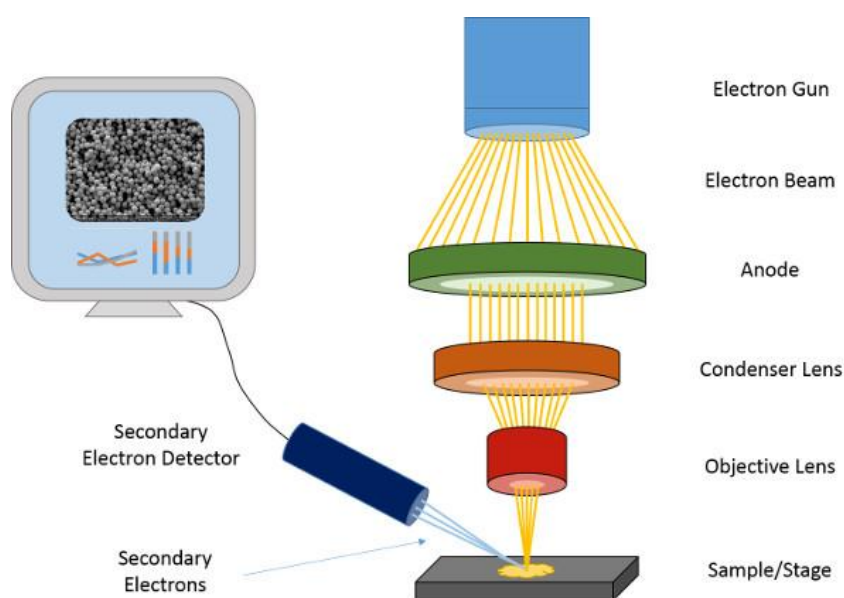
Έκδοση 1, Απρίλιος 2020

Συγγραφείς: Στέλιος Τερζάκης και Παντελής Ν. Τρικαλίτης

A. Θεωρητικό μέρος

Εισαγωγή

Ένα ηλεκτρονικό μικροσκόπιο σάρωσης, ή **SEM** (Scanning Electron Microscope), είναι ένα ισχυρό μικροσκόπιο που χρησιμοποιεί δέσμη ηλεκτρονίων για να σχηματίσει μια μεγεθυμένη εικόνα ενός στερεού. Επιτρέπει την απεικόνιση δειγμάτων σε μεγεθύνσεις που δεν μπορούν να επιτευχθούν χρησιμοποιώντας παραδοσιακά οπτικά μικροσκόπια (**OM**). Τα σύγχρονα οπτικά μικροσκόπια μπορούν να επιτύχουν μεγέθυνση $\sim 1,000x$, ενώ ένα SEM μπορεί να φτάσει σε μεγεθύνσεις άνω των 30,000x. Επειδή το SEM δεν χρησιμοποιεί φως για τη δημιουργία εικόνων, οι προκύπτουσες εικόνες που σχηματίζονται είναι ασπρόμαυρες (εικόνα 1).



Εικόνα 1. Αναπαράσταση της ανατομίας ενός SEM.

Η πρώτη σημαντική εξέλιξη στην ανάπτυξη του ηλεκτρονικού μικροσκοπίου ήρθε όταν ο Louis de Broglie πρότεινε τη θεωρία ότι το ηλεκτρόνιο είχε χαρακτηριστικά εκτός από σωματιδίου και κύματος. Ο De Broglie συνένωσε μερικές από τις αρχές της κλασικής φυσικής με την κβαντική θεωρία για να υπολογίσει τα πολύ μικρά μήκη κύματος αυτών των σωματιδίων (ηλεκτρόνια).

Ο Πίνακας 1 δείχνει το μέγεθος της διακριτικής ικανότητας για ένα οπτικό μικροσκόπιο. Παρατηρείται ότι αυτό αυξάνεται καθώς μειώνεται το μήκος κύματος του φωτός. Έδειξε, χρησιμοποιώντας την εξίσωση Abbe (βλέπε παρακάτω), ότι η μικρότερη διαχωρίσιμη απόσταση (διακριτικό όριο) είναι περίπου το ήμισυ του μήκους κύματος της ακτινοβολίας που χρησιμοποιείται και είναι το τελικό όριο της διακριτικής ικανότητας οποιουδήποτε οργάνου.

Πίνακας 1. Το διακριτικό όριο που επιτυγχάνεται με ορατό φως.

Πηγή φωτός	Κόκκινο	Πράσινο	Μπλε
Μήκος κύματος (nm)	700	546	436
Διακριτικό όριο (nm)	250	190	160

Αναλυτικότερα, η διακριτική ισχύς (resolving power) του οπτικού συστήματος μπορεί να εκφραστεί ως εξίσωση του Abbe,

$$R = 0,61 \lambda / NA$$

όπου **R** είναι η μικρότερη απόσταση μεταξύ δυο διακριτών σημείων (σε nm), **λ** είναι το μήκος κύματος της πηγής φωτισμού (σε nm), και **NA** είναι το ονομαστικό άνοιγμα του διαφράγματος του αντικειμενικού φακού. Η βέλτιστη ισχύς ανάλυσης για ένα οπτικό μικροσκόπιο επιτυγχάνεται με υπεριώδη ακτινοβολία ($\lambda = 365$) και ως εφαρμογή της εξίσωσης: $R = 0,61 \times 365 / 1,4$, $R = 159$ nm

Το μήκος κύματος μιας δέσμης ηλεκτρονίων σε ηλεκτρονικό μικροσκόπιο είναι κατά πολύ μικρότερο από το μήκος κύματος της ορατής ή της υπεριώδους ακτινοβολίας (βλέπε Πίνακα 2) και μειώνεται όσο αυξάνεται το δυναμικό επιτάχυνσης της δέσμης (αύξηση της ενέργειας των ηλεκτρονίων). Το δυναμικό επιτάχυνσης σε ένα τυπικό SEM είναι της τάξεως των 20 kV, ενώ πολύ μεγαλύτερα δυναμικά χρησιμοποιούνται σε ηλεκτρονικά μικροσκόπια διέλευσης (Transmission Electron Microscopes, TEM) τα οποία χρησιμοποιούνται για παρατήρηση σε ατομικό επίπεδο (κλίμακα Angstrom).

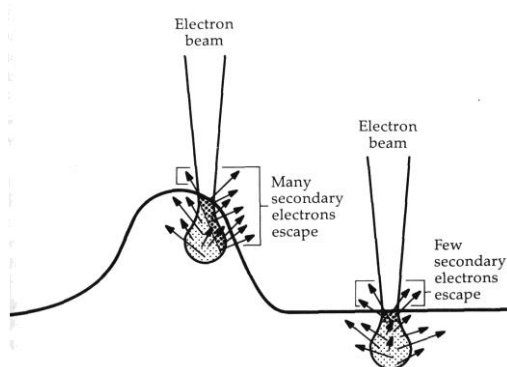
Πίνακας 2. Μήκος κύματος δέσμης ηλεκτρονίων που παράγεται σε διαφορετικά δυναμικά επιτάχυνσης (συγκρίνετε με τον Πίνακα 1) $\lambda = h / (2m_e eV)^{1/2}$

Επιταχυνόμενο Δυναμικό (kV)	Μήκος κύματος, λ (nm)
50	0.0055
100	0.0039
200	0.0025
1000	0.0012

Περιγραφή λειτουργίας του ηλεκτρονικού μικροσκοπίου SEM

Η αρχή λειτουργίας του SEM είναι συνοπτικά η ακόλουθη: ηλεκτρόνια παράγονται από την θέρμανση ενός μεταλλικού νήματος (συνήθως από βολφράμιο, W) τα οποία επιταχύνονται υπό την επίδραση μιας διαφοράς δυναμικού. Η παραγόμενη με αυτόν τον τρόπο επιταχυνόμενη δέσμη ηλεκτρονίων, διέρχεται πρώτα από διαφράγματα τα οποία της προσδίδουν ομοιομορφία και στην συνέχεια από διάφορους ηλεκτρομαγνητικούς φακούς οι οποίοι είναι σε θέση να εστιάσουν την δέσμη στο δείγμα (εικόνα 1). Η διάμετρος της δέσμης μπορεί να ρυθμιστεί μέσω των ηλεκτρομαγνητικών φακών, σε μέγεθος μερικών νανομέτρων (5-20 nm). Το όλο σύστημα βρίσκεται σε θάλαμο υπερ-υψηλού κενού, προς αποφυγή αλληλεπίδρασης της δέσμης με μόρια αέρα και επιτυγχάνεται με τον συνδυασμό περιστροφικής αντλίας και αντλίας διαχύσεως ή τουρμπο-μοριακής.

Η παραγόμενη δέσμη δεν είναι σταθερή ως προς το δείγμα, αλλά συνεχώς σαρώνει την επιφάνεια του, με την βοήθεια κατάλληλων πηνίων. Η σάρωση της επιφάνειας του δείγματος είναι υπεύθυνη για τον σχηματισμό της εικόνας, μέσω του φαινομένου της παραγωγής δευτερογενών ηλεκτρονίων (βλέπε παρακάτω). Τα δευτερογενή ηλεκτρόνια, τα οποία βρίσκονται πολύ κοντά στην επιφάνεια του δείγματος, συλλέγονται από κατάλληλο ανιχνευτή και μετατρέπονται σε φωτόνια τα οποία μετά από ενίσχυση προβάλλονται στην οθόνη. Η ασπρόμαυρη εικόνα που βλέπουμε είναι η αντίθεση που παράγεται από περιοχές με λιγότερα ή περισσότερα δευτερογενή ηλεκτρόνια. Μια περιοχή στην επιφάνεια του δείγματος η οποία παράγει περισσότερα δευτερογενή ηλεκτρόνια θα φαίνεται πιο φωτεινή σε σχέση με μια άλλη η οποία παράγει λιγότερα (εικόνα 2). Με τον τρόπο αυτό χαρτογραφείται η μορφολογία της επιφάνειας του στερεού και δημιουργείται η τρισδιάστατη εικόνα του. Οι παράγοντες που καθορίζουν το πόσα δευτερογενή ηλεκτρόνια παράγονται σε κάποιο σημείο εξαρτάται κυρίως από την μορφολογία και την χημική σύσταση στο συγκεκριμένο σημείο. Για τα σωματίδια μιας ένωσης (ομοιομορφία στην χημική σύσταση), τα σημεία που είναι κάθετα ως προς την προσπίπτουσα δέσμη (επίπεδο μέρος της επιφάνειας) παράγουν λιγότερα δευτερογενή ηλεκτρόνια και φαίνονται λιγότερο φωτεινά. Αντίθετα, τα σημεία της επιφάνειας που διαθέτουν κλίση, φαίνονται πιο φωτεινά.

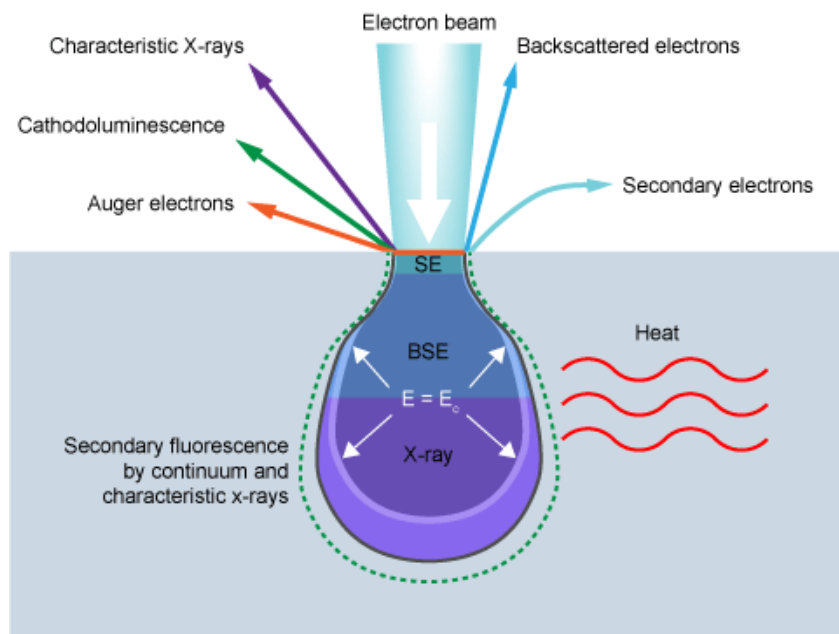


Εικόνα 2. Βασική αρχή απεικόνισης στο SEM. Οι ακμές παράγουν περισσότερα SE σε αντίθεση με τις πιο επίπεδες περιοχές του δείγματος. Η διαφορά αυτή στον αριθμό των SE «μεταφράζεται» σε ασπρόμαυρη αντίθεση στην εικόνα SEM.

Αλληλεπίδραση ηλεκτρονίων ύλης

Όταν μια δέσμη ηλεκτρονίων προσπίπτει στην επιφάνεια ενός δείγματος, η αλληλεπίδραση με τα άτομα έχει ως αποτέλεσμα την εμφάνιση διαφόρων και σημαντικών φαινομένων κυρίως λόγω σκέδασης (εικόνα 3). Εμφανίζονται τόσο φαινόμενα ελαστικής σκέδασης, όπου ηλεκτρόνια της δέσμης παρεκτρέπονται με μεγάλες γωνίες, όσο και μη-ελαστικής σκέδασης, όπου ηλεκτρόνια έχουν μεγάλη απώλεια ενέργειας και μικρές γωνίες εκτροπής. Υπάρχουν επίσης ηλεκτρόνια τα οποία εξέρχονται προς τα πίσω από το δείγμα (οπισθοσκεδαζόμενα ηλεκτρόνια, back scattering electrons, BSE), καθώς και δευτερογενή ηλεκτρόνια, το χαρακτηριστικό των οποίων είναι η πολύ μικρή ενέργεια (3-5 eV) και μόλις μετά βίας απομακρύνονται από την επιφάνεια του δείγματος. Επίσης, ηλεκτρόνια της δέσμης είναι ικανά να εκτοπίσουν ηλεκτρόνια εσωτερικής στοιβάδας των ατόμων με αποτέλεσμα αυτά να γίνονται ασταθή, προκαλώντας την μετάπτωση σε αυτήν την στοιβάδα ηλεκτρονίων της εξωτερικής στοιβάδας, με ταυτόχρονη εκπομπή χαρακτηριστικών για το κάθε άτομο ακτίνων-X (οι ενεργειακές στάθμες των ατόμων είναι κβαντισμένες). Επιπλέον, μέρος της μείωσης της κινητικής ενέργειας των ηλεκτρονίων της δέσμης, λόγω κρούσης, μετατρέπεται σε θερμότητα.

Ειδικότερα, τα δευτερογενή ηλεκτρόνια που είναι υπεύθυνα για την παραγόμενη εικόνα (secondary electrons τύπου I, SE-I), είναι εκείνα που διαφεύγουν από την επιφάνεια του δείγματος επειδή συγκρατούνται ασθενώς στα επιφανειακά άτομα και έχουν ενέργεια μικρότερη μεταξύ 3-5 eV (αποτέλεσμα μη-ελαστικών αλληλεπιδράσεων). Ηλεκτρόνια με αντίστοιχη χαμηλή ενέργεια παράγονται και με άλλες πιο περίπλοκες διεργασίες (π.χ. κρούσεις ηλεκτρονίων σε διαφράγματα, συμπεριλαμβανομένων της δέσμης και BSE), τα οποία όμως συνεισφέρουν στον θόρυβο.

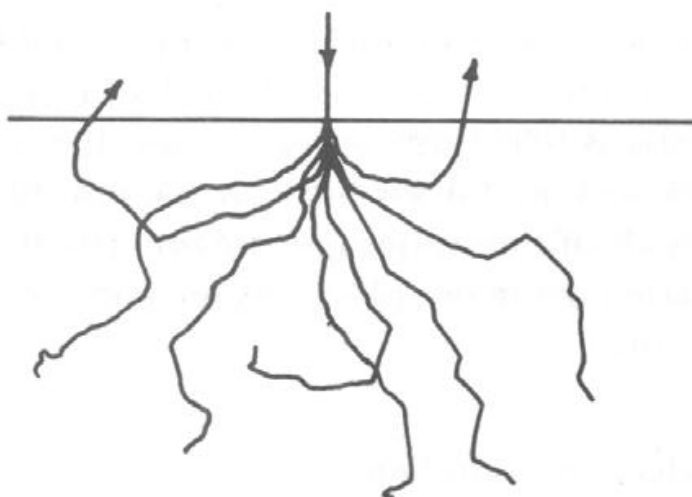


Εικόνα 3. Φαινόμενα που λαμβάνουν χώρα κατά την αλληλεπίδραση της δέσμης με το δείγμα.

Τα SE-I έχουν μικρή ενέργεια και μπορούν να διαφύγουν από το δείγμα μόνο εάν βρίσκονται πολύ κοντά στην επιφάνεια. Τα ηλεκτρόνια αυτά ανιχνεύονται από ειδικό ανιχνευτή που έχει ένα πλέγμα φορτισμένο με 100 έως 200 V θετικό

δυναμικό. Σε αντίθεση με τα SE-I, τα BSE έχουν μεγαλύτερη ενέργεια και μπορούν να προέρχονται από μεγαλύτερο βάθος μέσα στο δείγμα.

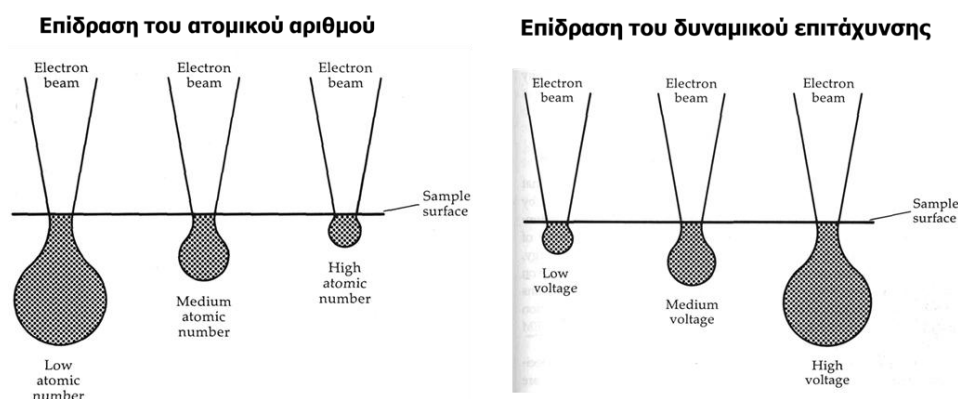
Όπως αναφέρθηκε, η δέσμη ηλεκτρονίων μπορεί να εκτοπίσει ένα ηλεκτρόνιο ενός ατόμου με αποτέλεσμα τον ιονισμό του οδηγώντας το σε διεγερμένη κατάσταση. Η κάλυψη της κενής αυτής θέσης από ένα ηλεκτρόνιο εξωτερικής στοιβάδας οδηγεί σε αποδιέγερση (δευτερογενές φαινόμενο). Το φαινόμενο της αποδιέγερσης και η ενέργεια που θα εκλυθεί εξαρτάται από το που βρίσκεται η σπή που δημιουργείται από την αρχική απομάκρυνση του ηλεκτρονίου του ατόμου. Συγκεκριμένα, εάν η σπή είναι σε εξωτερική στοιβάδα, απελευθερώνεται ηλεκτρομαγνητική ακτινοβολία χαμηλής ενέργειας που αντιστοιχεί στο ορατό φάσμα (cathodo-luminescence - καθοδοφωταύγια), ενώ αν ανήκει σε εσωτερική στοιβάδα τότε η ενέργεια αντιστοιχεί στην περιοχή των ακτίνων-Χ ή εκπέμπεται ένα ηλεκτρόνιο Auger. Η ενέργεια των ακτίνων-Χ είναι χαρακτηριστική του είδους του ατόμου και της στοιβάδας, οπότε εάν διαθέτουμε τον κατάλληλο ανιχνευτή είναι δυνατό να ταυτοποιήσουμε το στοιχείο από το οποίο προήλθε. Εάν το υλικό αποτελείται από πολλά στοιχεία, είναι δυνατός ο ποσοτικός προσδιορισμός των στοιχείων, δηλαδή η εύρεση της χημικής σύστασης του υλικού (φασματοσκοπία διασποράς ενέργειας ακτίνων-Χ, - Energy Dispersive Spectroscopy, EDS). Σε γενικές γραμμές, η περισσότερη ενέργεια της δέσμης, αποβάλλεται μέσω εκπεμπόμενης θερμότητας.



Εικόνα 4. Πιθανές τροχιές ηλεκτρονίων μέσα στο δείγμα.

Το σχήμα που παράγεται από την διαδρομή των ηλεκτρονίων της δέσμης μέσα στο δείγμα προσομοιάζει το σχήμα ενός αχλαδιού ή μιας σταγόνας (εικόνες 3, 4 και 5). Το σχήμα αυτό ονομάζεται όγκος αλληλεπίδρασης, όπου το βάθος και η διάμετρος του εξαρτάται από i) την ενέργεια της δέσμης, η οποία με την σειρά της είναι ανάλογη της διαφοράς δυναμικού στη οποία επιταχύνονται τα ηλεκτρόνια (συνήθως μεταξύ 10-25 kV, ii) την χημική σύσταση του δείγματος, όπου ο μεγαλύτερος ατομικός αριθμός οδηγεί σε μείωση του βάθους αλληλεπίδρασης, iii) την διάμετρο της δέσμης (spot size) και iv) την πυκνότητα της δέσμης (ελέγχεται μέσω του ρεύματος εκπομπής στο σύρμα που παράγει τα ηλεκτρόνια). Περίπου τα ανώτερα 15 nm του όγκου περιλαμβάνουν τη ζώνη από την οποία μπορεί να συλλεχθούν δευτερογενή ηλεκτρόνια, ενώ το 40 % του όγκου είναι η περιοχή από την οποία μπορούν να συλλεχθούν τα BSE. Τέλος, οι ακτίνες-Χ συλλέγονται από

ολόκληρη την περιοχή. Στην εικόνα 5 φαίνεται χαρακτηριστικά η επίδραση του δυναμικού επιτάχυνσης (ενέργειας των ηλεκτρονίων) και ο ατομικός αριθμός, στο βάθος διεύθυνσης των ηλεκτρονίων στο δείγμα.

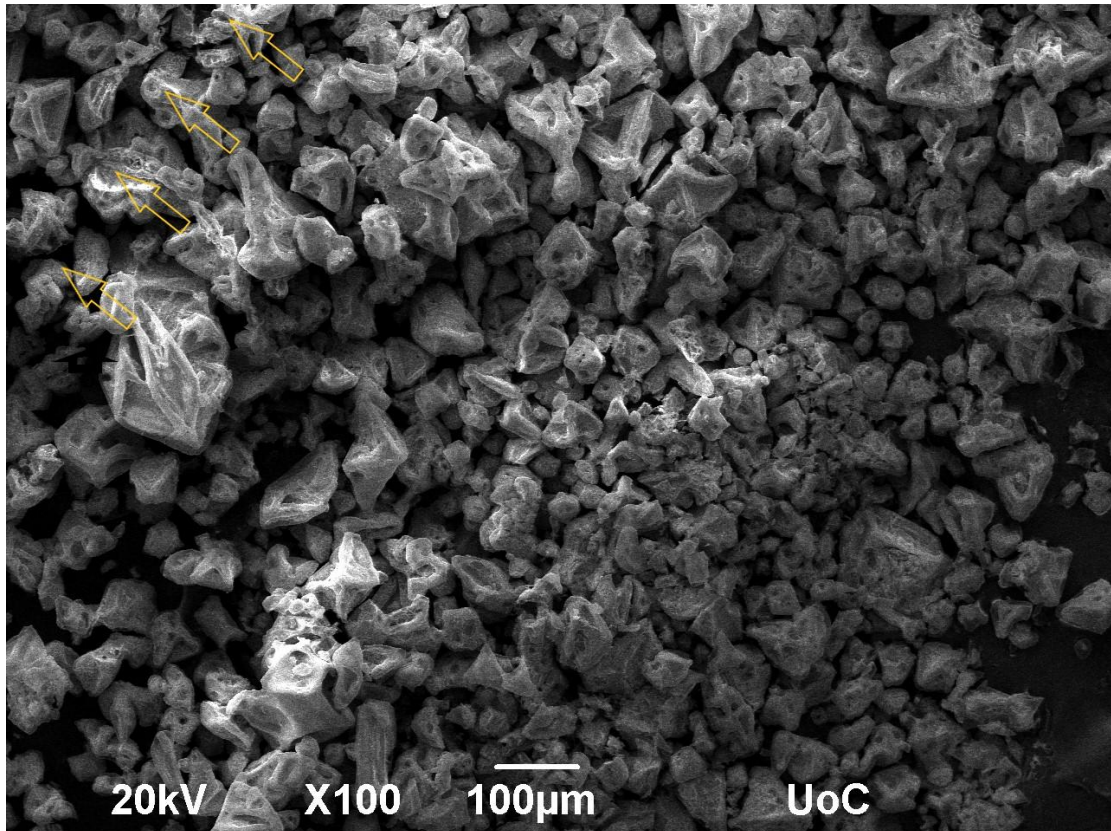


Εικόνα 5. Επίδραση του ατομικού αριθμού (αριστερά) και του δυναμικού (δεξιά) στο βάθος διεύθυνσης των ηλεκτρονίων στο δείγμα. Παρατηρήστε στο σχήμα της αλληλεπίδρασης.

Είναι σημαντικό να σημειωθεί ότι τα προς εξέταση δείγματα θα πρέπει να είναι ηλεκτρικώς αγώγιμα ώστε να μην προκαλείται συσσώρευση φορτίου στην επιφάνεια (charging), φαινόμενο το οποίο οδηγεί σε μη λήψη εικόνας. Ο λόγος είναι ότι τα ηλεκτρόνια της δέσμης δεν απομακρύνονται με αποτέλεσμα να συσσωρεύεται πολύ μεγάλος αριθμός από SE δημιουργώντας μια πολύ έντονα φωτισμένη περιοχή. Στην περίπτωση ηλεκτρικά μη-αγώγιμων δειγμάτων απαιτείται η επικάλυψη τους με ένα πολύ λεπτό στρώμα από ένα αγώγιμο υλικό το οποίο συνήθως είναι χρυσός ή πλατίνα. Με άλλα λόγια, το δείγμα «βάφεται» (sputtering) ώστε να καταστεί επιφανειακά αγώγιμο.

Δημιουργία εικόνας από δευτερογενή (SE) και οπισθοσκεδαζόμενα (BSE) ηλεκτρόνια

Όπως αναφέρθηκε, οι τυπικές εικόνες σε ένα ηλεκτρονικό μικροσκόπιο σάρωσης, δημιουργούνται από τα δευτερογενή ηλεκτρόνια τύπου I (SE-I) για τα οποία σημειώνεται πως μόνο το 1% αυτών διαφεύγει από την επιφάνεια και σχηματίζει την εικόνα. Στην εικόνα 6 φαίνεται η χαρακτηριστική μορφολογία κρυστάλλων SnI_4 . Η παραγωγή των SE-I είναι μεγαλύτερη σε ακμές και γωνίες και για τον λόγο αυτό φαίνονται πιο φωτεινές.



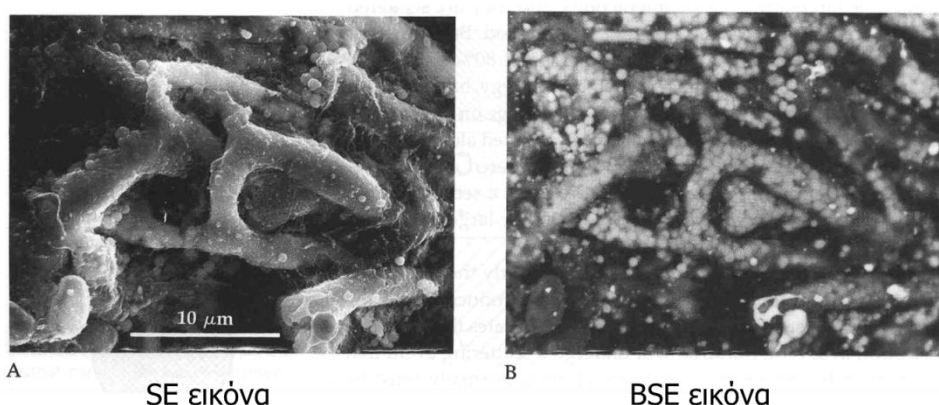
Εικόνα 6. Απεικόνιση SEM κρυστάλλων SnI_4 (SEM image).

Σημειώνεται επίσης ότι στην εικόνα αυτή, ο ανιχνευτής ηλεκτρονίων βρίσκεται στην επάνω αριστερή γωνία και για τον λόγο αυτό η περιοχή φαίνεται λίγο πιο φωτεινή.

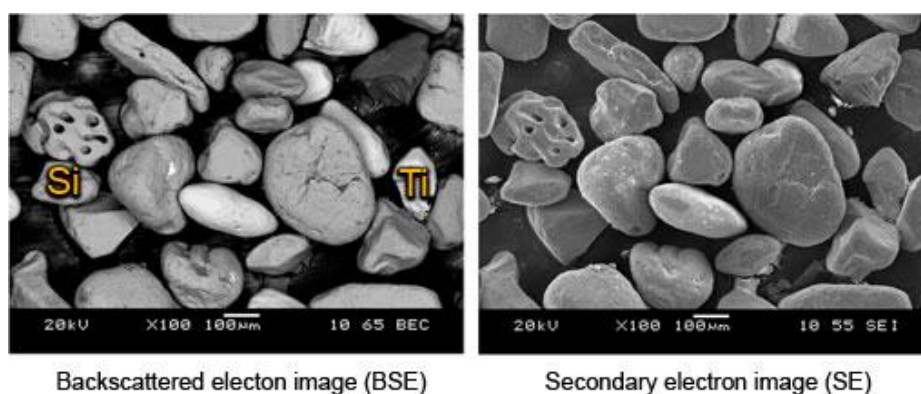
Τα οπισθοσκεδαζόμενα ηλεκτρόνια (BSE) είναι ηλεκτρόνια προσπίπτουσας (πρωτογενούς) δέσμης που έχουν διαφύγει από το δείγμα μέσω ελαστικής σκέδασης από την αλληλεπίδραση τους με τον πυρήνα των ατόμων. Είναι ηλεκτρόνια σχετικά υψηλής ενέργειας (>50 eV) που έχουν υποστεί μονή ή πολλαπλή ελαστική σκέδαση μέσα στο δείγμα (αλληλεπίδραση με τον πυρήνα των ατόμων) και εξέρχονται από το δείγμα με αντίθετη φορά από τη δέσμη. Όσο υψηλότερος είναι ο μέσος όρος του ατομικού αριθμού του δείγματος, τόσο περισσότερα πρωτογενή BS ηλεκτρόνια διαφεύγουν του δείγματος. Αυτό οδηγεί σε μια φωτεινότερη εικόνα για τέτοια υλικά. Ακριβώς για τον λόγο αυτό τα BSE χρησιμοποιούνται για να χαρτογραφήσουμε περιοχές ενός υλικού που είναι τυχόν πλούσιες σε κάποιο βαρύτερο στοιχείο. Εκείνες οι περιοχές θα φαίνονται πιο φωτεινές (βλέπε παρακάτω).

Η μεγαλύτερη ενέργεια των BS ηλεκτρονίων, σε σύγκριση με των δευτερογενών ηλεκτρονίων (SE), σημαίνει ότι αυτά παράγονται βαθύτερα μέσα στον όγκο αλληλεπίδρασης και είναι σε θέση να διαφύγουν από το δείγμα και να συλληθθούν από τον ανιχνευτή BS ηλεκτρονίων, έτσι ώστε οι εικόνες BS να έχουν χαμηλότερη χωρική διακριτικότητα από τις εικόνες SE. Με άλλα λόγια, τα BSE μπορεί να προχωρήσουν περισσότερο μέσα στο δείγμα πριν βγουν από αυτό και έτσι οι πληροφορίες που μεταφέρουν υπολείπονται των SE σχετικά με τις λεπτομέρειες της επιφάνειας. Αυτό έχει ως αποτέλεσμα μειωμένη διακριτική

ικανότητα. Για τον λόγο αυτό τα BSE χρησιμοποιούνται για την παραγωγή διαφορετικού είδους εικόνας. Για παράδειγμα, σε πολλές περιπτώσεις βιολογικών δειγμάτων, με στόχο την εμφάνιση συγκεκριμένων χημικών ειδών σε αυτά (π.χ. πολύ-σακχαρίτες), γίνεται προσρόφηση μετάλλων όπως Άργυρος, ο οποίος λόγω χημικής συγγένειας επιλέγει αυτά τα χημικά είδη (η διεργασία αυτή αναφέρεται και ως «βαφή» δείγματος). Όπως φαίνεται στην εικόνα 7, χρησιμοποιώντας BSE λαμβάνουμε φωτογραφία του δείγματος όπου τα σημεία που έχει προσροφηθεί ο Άργυρος διακρίνονται χαρακτηριστικά, δείχνοντας ταυτόχρονα τα σημεία του δείγματος που υπάρχει το χαρακτηριστικό χημικό είδος (πολύ-σακχαρίτης). Αντίστοιχες πληροφορίες λαμβάνονται και από ανόργανα υλικά, όπως η περίπτωση της άμμου όπου σε έναν κόκκο το τιτάνιο φαίνεται πιο έντονο, σε σχέση με έναν άλλο κόκκο πλούσιο σε πυριτίου (εικόνα 8).



Εικόνα 7. Βιολογικό δείγμα «βαμμένο» με Ag για την εμφάνιση πολύ-σακχαριτών. Οι έντονοι άσπροι κόκκοι στην δεξιά εικόνα είναι σημεία συσσώρευσης Ag ο οποίος προσροφάτε εκλεκτικά λόγω χημείας, σε πολύ-σακχαρίτες.

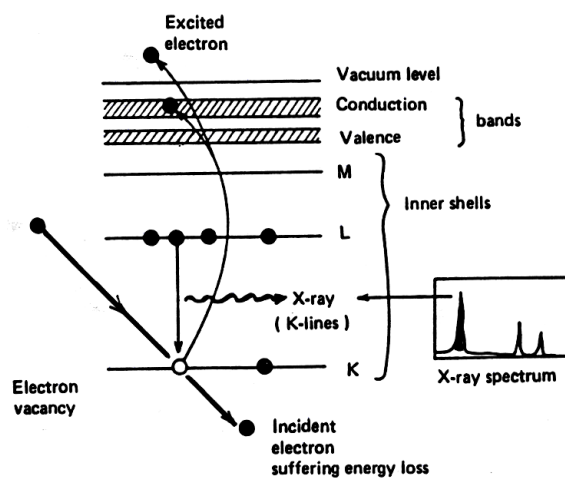


Εικόνα 8. Ορυκτή άμμος όπως εμφανίζεται σε φωτογραφία SEM με ανιχνευτές: α) οπισθοσκεδαζόντων ηλεκτρονίων και β) δευτερογενών ηλεκτρονίων

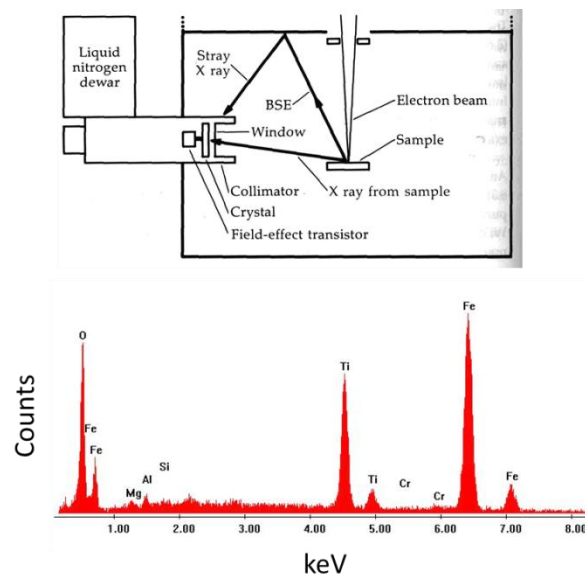
Σημειώνεται πως σε ένα SEM, ο ανιχνευτής BSE είναι διαφορετικός από τον ανιχνευτή SE (διαφορετική ενέργεια ηλεκτρονίων).

Φασματοσκοπία διασποράς ενέργειας ακτίνων-X (Energy Dispersive Spectroscopy – EDS).

Όπως έχει αναφερθεί, η προσπίπτουσα δέσμη έχει ως αποτέλεσμα την παραγωγή ακτίνων-X, χαρακτηριστικών για κάθε άτομο του δείγματος. Συγκεκριμένα, οι χαρακτηριστικές ακτίνες-X εκπέμπονται όταν απομακρύνεται ένα ηλεκτρόνιο από εσωτερική στοιβάδα του ατόμου και η οπή που παράγεται καλύπτεται από ένα ηλεκτρόνιο που βρίσκεται σε υψηλότερη ενεργειακή στοιβάδα (εικόνα 9). Η ενέργεια αυτών των ακτίνων-X είναι χαρακτηριστική της μετάπτωσης και κατά συνέπεια, του ατόμου. Με τον τρόπο αυτό μπορεί να γίνει άμεσα και μη-καταστροφικά, ένας γρήγορος ποιοτικός αλλά και ποσοτικός προσδιορισμός των στοιχείων στο δείγμα. Με τον ίδιο τρόπο είναι δυνατή η στοιχειακή χαρτογράφηση του δείγματος (elemental mapping).



Εικόνα 9. Διεργασία παραγωγής χαρακτηριστικών ακτίνων-X.

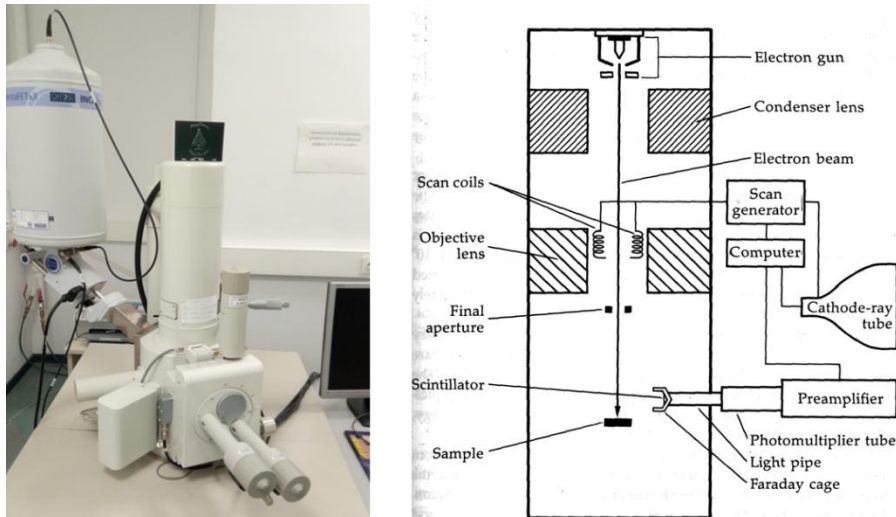


Εικόνα 10. Απεικόνιση πειραματικής διάταξης ανίχνευσης ακτίνων-X στο SEM (πάνω) και χαρακτηριστικό φάσμα EDS (κάτω).

Ο ανιχνευτής ακτίνων-Χ είναι συνήθως ένας κρύσταλλος πυριτίου (με λίθιο) ο οποίος αλλάζει την αντίστασή του ανάλογα με την απορρόφηση της ενέργειας των ακτίνων-Χ το μέγεθος της οποίας μετράται σε keV (εικόνα 10).

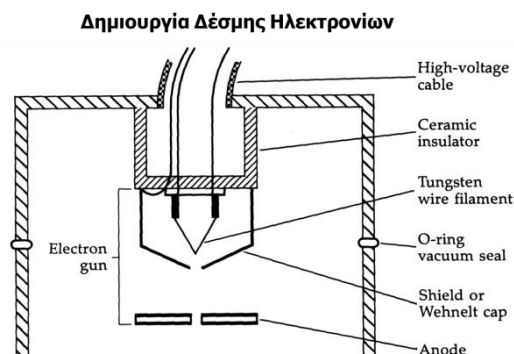
Ανατομία ενός μικροσκοπίου SEM

Η ανατομία ενός τυπικού SEM φαίνεται στην εικόνα 11. Τα βασικά του μέρη, είναι: i) το σύστημα παραγωγής δέσμης ηλεκτρονίων (electron gun), ii) ηλεκτρομαγνητικοί φακοί, iii) ανιχνευτές ηλεκτρονίων (SE και BSE), iv) σύστημα κενού και v) ο ανιχνευτής ακτίνων-X (προαιρετικό σύστημα). Η βασική περιγραφή δίνεται παρακάτω.



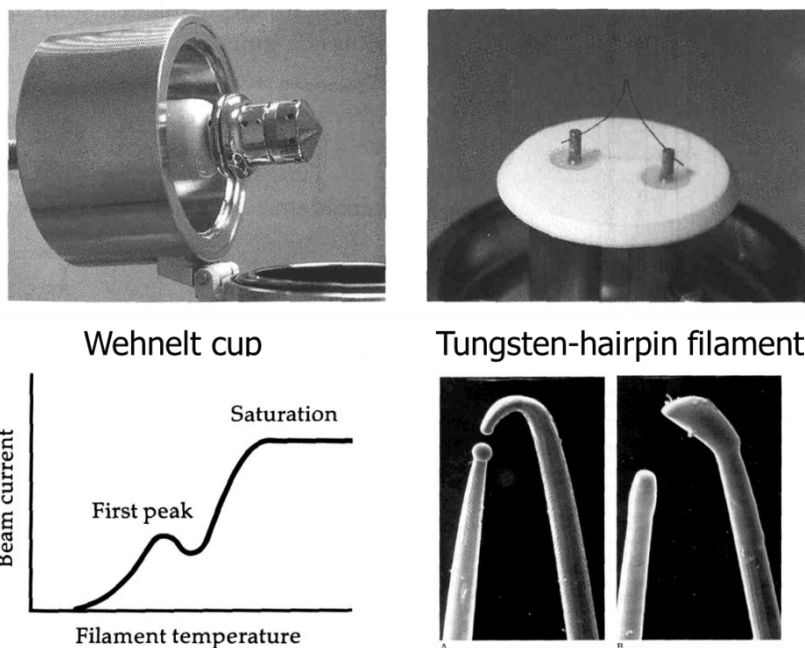
Εικόνα 11. Το ηλεκτρονικό μικροσκόπιο JSM-6390LV της εταιρείας JEOL που είναι εγκατεστημένο στο Πανεπιστήμιο Κρήτης (αριστερά) και η ανατομία ενός τυπικού SEM (δεξιά).

Σύστημα παραγωγής δέσμης ηλεκτρονίων (Electron Gun): Στο επάνω μέρος ενός μικροσκοπίου SEM βρίσκεται στο σύστημα παραγωγής της δέσμης (εικόνα 11 και 12). Συγκεκριμένα, τα ηλεκτρόνια παράγονται από ένα νήμα, συνήθως από βολφράμιο στο οποίο η διέλευση ρεύματος (μερικών δεκάδων μA) προκαλεί σημαντική θέρμανση σε πολύ υψηλή θερμοκρασία ($\sim 2800\text{K}$), με αποτέλεσμα την εκπομπή ηλεκτρονίων μέσω του φαινομένου του θερμο-ιονισμού (thermo-ionic or filament emission gun). Τα παραγόμενα ηλεκτρόνια κινούνται μέσα στην άνοδο εφαρμόζοντας θετικό δυναμικό (1-30 kV). Η παραγόμενη δέσμη που προσπίπτει στο δείγμα, ελέγχεται (μέγεθος της διατομής της – spot size και κίνηση αυτής – σάρωση) μέσω ενός συνδυασμού ηλεκτρομαγνητικών φακών και διαφραγμάτων (οπών).



Εικόνα 12. Ανατομία συστήματος παραγωγής δέσμης ηλεκτρονίων.

Για την δημιουργία της δέσμης, το νήμα θα πρέπει να ζεσταθεί σταδιακά και όχι απότομα προς αποφυγή αποκοπής του (εικόνα 13). Επίσης, υπάρχει ένα μέγιστο ρεύμα (κορεσμός), πέραν του οποίου δεν παράγονται περισσότερα ηλεκτρόνια από το νήμα. Η αύξηση του ρεύματος πέρα από αυτό το σημείο, απλά μειώνει τον χρόνο ζωής του νήματος το κόστος του οποίου ανέρχεται σε μερικές εκατοντάδες ευρώ και έχει χρόνο ζωής ~40 ώρες λειτουργίας.



Εικόνα 13. Βασικά στοιχεία θερμο-ιονικού συστήματος παραγωγής δέσμης ηλεκτρονίων.

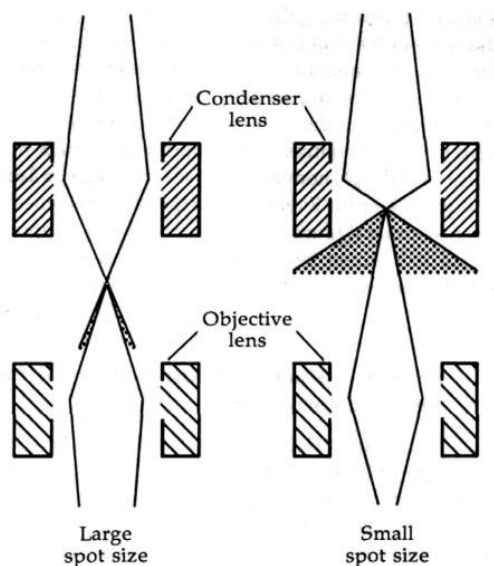
Εκτός της θερμο-ιονικής παραγωγής δέσμης ηλεκτρονίων (filament emission), ένα άλλο σύστημα στηρίζεται στην εκπομπή μέσω πεδίου (Field-Emission Electron Gun - FEG), το οποίο προσφέρει σημαντική αύξηση τόσο της έντασης της δέσμης (σημαντικά πιο φωτεινή) όσο και στη ομοιομορφία της δέσμης (ίδια ενέργεια και παράλληλα ηλεκτρόνια), αυξάνοντας σημαντικά την διακριτική ικανότητα του SEM. Το κόστος ενός FEG-SEM είναι σημαντικά μεγαλύτερο από ένα συμβατικό filament emission SEM.

Ηλεκτρομαγνητικοί Φακοί

Οι ηλεκτρομαγνητικοί φακοί αποτελούν ίσως την καρδιά ενός SEM μιας και η εστίαση των ηλεκτρονίων είναι υπεύθυνη για την δημιουργία μεγεθυμένων εικόνων. Τα βασικά είδη που απαντώνται σε ένα SEM είναι i) συμπυκνωτές (condenser lens) , ii) αντικειμένου (objective lens) και iii) προβολής(projector lens).

Ο συμπυκνωτής είναι ο πρώτος φακός που συναντούν τα ηλεκτρόνια καθώς ταξιδεύουν προς το δείγμα, ο ρόλος του οποίου είναι να εστιάσει την δέσμη στο δείγμα (εικόνα 14). Όσο πιο στενή είναι η δέσμη τόσο μικρότερη είναι η «κηλίδα» (spot size) που θα έχει όταν έρθει σε επαφή με την επιφάνεια του δείγματος. Σημειώνεται πως το μικρότερο spot-size οδηγεί σε μεγαλύτερη ανάλυση, όμως περιορίζει ταυτόχρονα την φωτεινότητα της δέσμης, η οποία είναι εξίσου σημαντική.

Στη συνέχεια στο όργανο βρίσκονται οι αντικειμενικοί φακοί. Ο φακός είναι πιο κοντά στο δείγμα και χρησιμοποιείται για να εστιάσει τη δέσμη ηλεκτρονίων στην επιφάνεια του δείγματος. Συνήθως υπάρχουν περισσότεροι του ενός αντικειμενικοί φακοί σε ένα μικροσκόπιο οι οποίοι συνδυάζονται για τον καθορισμό της τελικής διαμέτρου της δέσμης.



Εικόνα 14: Τυπικό σύστημα ηλεκτρομαγνητικών φακών στο SEM.

Διαφράγματα

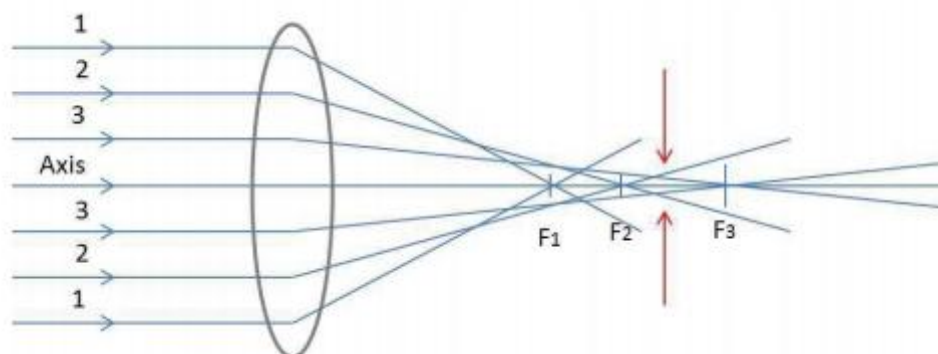
Φυσικά διαφράγματα περιορισμού δέσμης έχουν όλοι οι φακοί. Αυτά τοποθετούνται πολύ κοντά στους πόλους του ηλεκτρομαγνήτη και μπορεί να είναι σταθερά ή κινητά. Η ακριβής θέση αυτών των διαφραγμάτων είναι πολύ κρίσιμη για την σωστή ευθυγράμμιση της δέσμης. Κατασκευάζονται συνήθως από πλατίνα ή μολυβδαίνιο. Είναι στερεωμένα στην άκρη ενός μικρομετρικού μηχανισμού ο οποίος μπορεί να αλλάξει την θέση και το άνοιγμα του διαφράγματος ή και να μεταβάλει την γωνία του ως προς το οριζόντιο επίπεδο. Ιδιαίτερα, τα διαφράγματα του συμπυκνωτή και του αντικειμενικού πρέπει να ελέγχονται συχνά και να καθαρίζονται από τυχόν ακαθαρσίες.

Ατέλειες ηλεκτρομαγνητικών φακών (εκτροπές)

Κανένας φακός, για φως ή για ηλεκτρόνια, δεν μπορεί να σχηματίσει απόλυτα σημειακό είδωλο μιας σημειακής πηγής. Και αυτό γιατί οι φακοί μπορούν να συλλέξουν μόνο τμήμα των κυμάτων που εκπέμπονται από το αντικείμενο ή την πηγή και έτσι είναι αδύνατο, όσο λεπτοί και αν είναι να μην κώβουν ορισμένες πληροφορίες που εκπέμπονται από το αντικείμενο. Γενικά, λοιπόν, οι φακοί πάσχουν από μία σειρά από ατέλειες οι οποίες αναφέρονται ως **εκτροπές**. Αυτές πρέπει να εντοπισθούν και να αναλυθούν μεμονωμένα ώστε να ελαττωθούν αν όχι να εξαλειφθούν. Υπάρχουν δύο κύριες ατέλειες φακών η 'σφαιρική εκτροπή' και η 'χρωματική εκτροπή'.

Σφαιρική εκτροπή

Οφείλεται στην αδυναμία του φακού να συλλέξει όλες τις ακτίνες που εισέρχονται σε αυτόν και να τις εστιάσει σε ένα κοινό σημείο (χωρική εκτροπή). Η ατέλεια αυτή οφείλεται στη σφαιρικότητα του φακού. Ένας οπτικός φακός, πρέπει να έχει πολύ καλής ακρίβειας κυρτή επιφάνεια για να μπορέσει να σχηματίσει ένα τέλειο είδωλο. Όπως φαίνεται από το παρακάτω σχήμα (εικόνα 15), μια σφαιρική

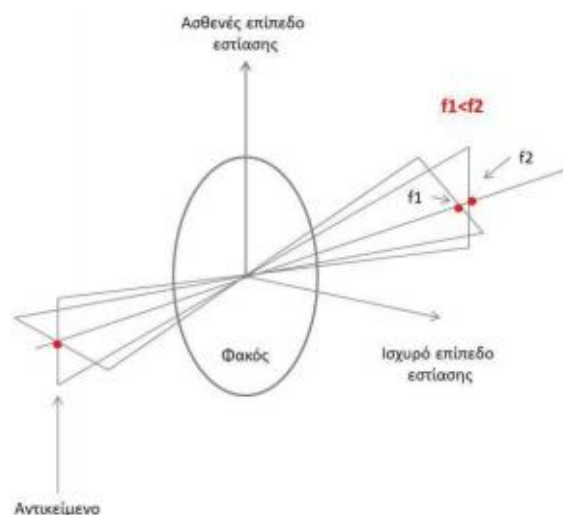


Εικόνα 15. Σχηματική αναπαράσταση σφαιρικής εκτροπής φακού. Τα σημεία F_1 , F_2 και F_3 είναι διαφορετικά σημεία εστίασης και προκαλούν θόλωμα του ειδώλου.

επιφάνεια φακού, θα εστιάζει σε μικρότερη εστιακή απόσταση τις ακτίνες που περνούν από τα άκρα του φακού σε σχέση με αυτές που περνούν κοντά από τον άξονα. Έτσι θα υπάρχουν διαφορετικές εστιακές αποστάσεις και το είδωλο θα είναι θολό. Υπάρχει μια θέση πάνω στον άξονα όπου το είδωλο φαίνεται να έχει την μικρότερη θολότητα και η θέση αυτή λέγεται **circle of confusion** και αποτελεί την συμβατική εστιακή απόσταση.

Αστιγματισμός

Το φαινόμενο του αστιγματισμού συνδέεται με το γεγονός ότι είναι πρακτικά αδύνατο να κατασκευασθεί ένας απόλυτα συμμετρικός φακός. Όλοι οι φακοί έχουν εστιακές αποστάσεις που διαφέρουν μεταξύ τους ανάλογα με την διεύθυνση. Το αποτέλεσμα, όπως φαίνεται και στο παρακάτω σχήμα είναι ότι ο φακός έχει ένα ισχυρό επίπεδο εστίασης f_1 και ένα ασθενές f_2 (εικόνα 16).



Εικόνα 16. Το φαινόμενο του αστιγματισμού

Ο φακός αυτός λέγεται τότε αστιγματικός. Ο αστιγματισμός είναι από τους κυριότερους λόγους του περιορισμού της Δ.Ι. των μαγνητικών φακών. Μπορεί να διορθωθεί με την χρήση μιας κατάλληλης διάταξης που δεν είναι τίποτα άλλο παρά ένας κυλινδρικός φακός που αυξάνει ή ελαττώνει την ισχύ του φακού κατά μία μόνο διεύθυνση και έτσι το είδωλο έρχεται στο σημείο καλής εστίασης. Αυτός ο επιπλέον φακός, ή ένα διορθωτικό πεδίο για τους μαγνητικούς, ακολουθεί ή συνοδεύει συνήθως τον αντικειμενικό φακό.

Χρωματική εκτροπή

Η χρωματική εκτροπή είναι ένα είδος παραμόρφωσης που οφείλεται στην αδυναμία του φακού να εστιάσει όλα τα «χρώματα» (μήκη κύματος) στο ίδιο σημείο. Το φαινόμενο αυτό δημιουργείται επειδή τα οπτικά του φακού παρουσιάζουν διαφορετικό δείκτη διάθλασης σε διαφορετικά μήκη κυμάτων των χρωμάτων. Ο δείκτης διάθλασης μειώνεται όσο αυξάνεται το μήκος κύματος.

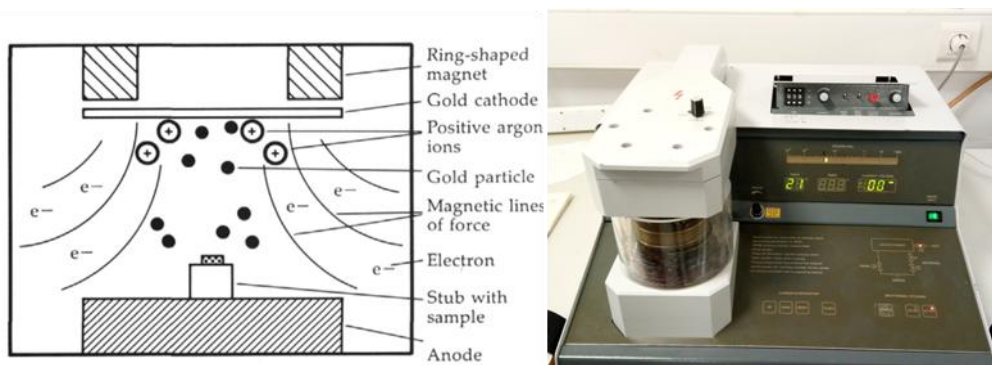
B. Πειραματική Διαδικασία

1. Προετοιμασία του δείγματος

- Τοποθετήστε το δείγμα από τους κρυστάλλους που συνθέσατε στα προηγούμενες ασκήσεις (SnI_2 και SnI_4) στο στήριγμα δοκιμίου (sample stub) πάνω σε γυάλινο πλακίδιο. Χρησιμοποιείτε ταινία άνθρακα για τη συγκόλληση του δείγματος στο πλακίδιο.

- Για να αυξηθεί η απόδοση των SE που εκπέμπονται από το δείγμα χρησιμοποιούνται μέταλλα με μεγάλους ατομικούς αριθμούς όπως ο χρυσός ή η πλατίνα για την επικάλυψη των δειγμάτων (sputtering). Εφαρμόζεται ένα εξαιρετικά λεπτό στρώμα της τάξης των 10 nm. Αυτή η επίστρωση εφαρμόζεται για δύο κύριους λόγους: πρώτον τα μη αγώγιμα δείγματα συχνά επικαλύπτονται με

σωματίδια χρυσού ή πλατίνας για να μειώσουν την επιφανειακή φόρτιση (charging) που μπορεί να εμποδίσει τη διαδρομή των SE και να προκαλέσει παραμόρφωση του σήματος και της λαμβανόμενης εικόνας και δεύτερον δείγματα χαμηλού ατομικού αριθμού επικαλύπτονται για να παρέχουν ένα επιφανειακό στρώμα που παράγει υψηλότερη απόδοση σε παραγωγή SE από το υλικό του δείγματος χωρίς επικάλυψη.



Εικόνα 17. Συσκευή επικάλυψης SPUTTER COATER SCD050

Η προετοιμασία του δείγματος με την τεχνική του sputtering είναι η εξής:

- Τοποθετείται το δείγμα από τους κρυστάλλους (SnI_2 και SnI_4) στο στήριγμα δοκιμίου (sample stub) πάνω σε γυάλινο πλακίδιο. Χρησιμοποιείται ταινία άνθρακα για τη συγκόλληση του δείγματος στο πλακίδιο.
- Τοποθετείται το δείγμα στο σύστημα επικάλυψης με σωματίδια χρυσού πάνω στην τράπεζα του οργάνου (SPUTTER-COATER SCD 050). Κλείνεται προσεχτικά ο θάλαμος των δειγμάτων. Ελέγχεται το SHUTTER του στόχου να είναι κλειστό. Στον πίνακα ελέγχου επιλέγεται η διαδικασία που θα εφαρμοστεί, δηλαδή επικάλυψη (sputtering). Από τον επιλογέα TIMER ρυθμίζεται ο χρόνος επικάλυψης του δείγματος (μέσω κατάλληλων διαγραμμάτων για εμάς 29s). Ανοίγεται η στρόφιγγα νερού και αργού. Ανάβεται το πράσινο κουμπί εκκίνησης του οργάνου. Το Vent γίνεται πράσινο και η αντλία κενού λειτουργεί. Η οθόνη παρατήρησης του κενού ανάβει. Για να γίνει η επικάλυψη το κενό πρέπει να είναι της τάξεως των 5×10^{-2} mbar. Ξεπλένεται ο θάλαμος του δείγματος με αργό πατώντας rinsing 3-4 φορές. Στην πράσινη περιοχή του κενού πιέζεται το κουμπί –H on- και ελέγχεται το ρεύμα στα 40mA από το current. Επαναφέρει το πλήκτρο –H off.
- Όταν η πίεση φτάσει σε τιμή $\sim 2 \times 10^{-2}$ mbar, πιέζεται το κουμπί –H on, οπότε παρατηρείται ότι η πίεση κενού έχει την ένδειξη $5 \cdot 10^{-2}$ mbar. Περιστρέφεται το SHUTTER στο OPEN και η επίστρωση αρχίζει, και σταματά αυτόματα όταν εξαντληθεί ο χρόνος που ορίσαμε (30s). Ένα διαφορετικό πάχος στρώματος χρυσού μπορεί να είναι απαραίτητο ανάλογα με τη γεωμετρία του δείγματος. Πιο τραχιές ή πορώδης επιφάνειες απαιτούν μεγαλύτερο χρόνο. Κλείνεται το όργανο, το SHUTTER το αέριο και το νερό, μόλις σπάσει το κενό τα δείγματα μπορούν να μεταφερθούν στο χώρο φύλαξης τους.

2. Εισαγωγή δείγματος και εκκίνηση SEM

Το χρησιμοποιούμενο μοντέλο είναι το **JSM-6390VL** της εταιρείας JEOL με τις παρακάτω προδιαγραφές:

Διακριτική ικανότητα: 3.0 nm (30kV)

Μεγέθυνση: x5 to 300,000

Νήμα: Pre-centered W hairpin filament

Low vacuum

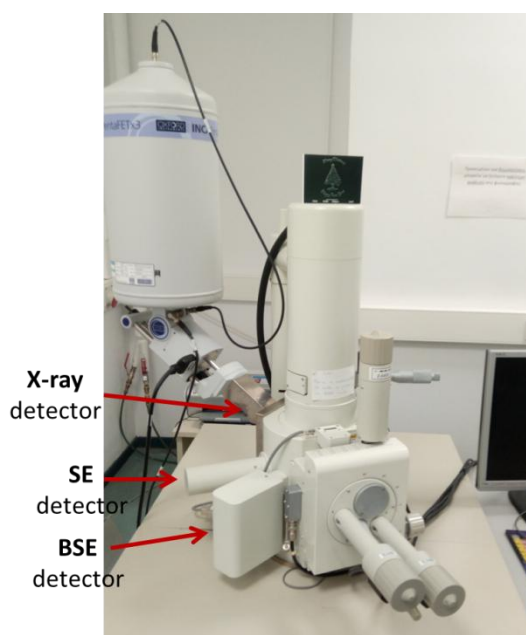
Αντικειμενικοί φακοί: Super conical lens

Διαφράγματα αντικειμενικών φακών: Three position, controllable in X/Y directions

Τράπεζα- LGS Type stage: 5" diameter sample coverage, The stage can be tilted

Τα στάδια για την εισαγωγή του δείγματος είναι τα παρακάτω:

1. Εισάγεται αέρας στον θάλαμο του SEM, επιτρέποντας να φτάσει σε ατμοσφαιρική πίεση.
2. Ανοίγεται το διαμέρισμα δείγματος SEM και αφαιρείται η τράπεζα του δείγματος.
3. Εισάγεται το στήριγμα του δοκιμίου που περιέχει το δείγμα πάνω στην τράπεζα. Σφίγγεται ο σφιγκτήρας στη θέση του.
4. Εάν η z-απόσταση δεν μπορεί να ελεγχθεί από το λογισμικό, βεβαιωνόμαστε ότι η βαθμίδα του δείγματος με το στέλεχος δείγματος έχει το σωστό ύψος για να αποκτήσουμε την καλύτερη εικόνα.
5. Τοποθετήστε την τράπεζα του δείγματος στο θάλαμο δειγματοληψίας. Κλείστε το θάλαμο δειγμάτων (εικόνα 18).



Εικόνα 18. Το ηλεκτρονικό μικροσκόπιο JEOL JSM-6390LV. Αριστερά διακρίνονται οι ανιχνευτές SE και BSE καθώς και ανιχνευτής των ακτίνων-X. Το μεγάλο δοχείο υγρού αζώτου χρησιμοποιείται για την ψύξη του ανιχνευτή των ακτίνων-X.

6. Ενεργοποιήστε τις αντλίες και αφήστε το σύστημα να φτάσει σε κενό. Το σύστημα θα ειδοποιήσει τον χρήστη όταν αυτό ολοκληρωθεί.

7. Ανοίξτε το λογισμικό SEM. Επιλέξτε την επιθυμητή τάση λειτουργίας που κυμαίνεται από 1-30 kV. Η υψηλότερη τάση λειτουργίας δίνει καλύτερη αντίθεση εικόνας, αλλά μπορεί να αποδώσει χαμηλότερη ανάλυση εάν συγκεντρωθούν φορτία στην επιφάνεια του δείγματος.

3. Καταγραφή της εικόνας SEM

1. Ξεκινήστε το 'Auto Focus' στο λογισμικό SEM κάνοντας κλικ στο αντίστοιχο εικονίδιο του πλήκτρου. Αυτό θα αποκτήσει μια εστιασμένη εικόνα του δείγματος που θα χρησιμοποιηθεί ως σημείο εκκίνησης.

2. Βεβαιωθείτε ότι η μεγέθυνση έχει ρυθμιστεί στο ελάχιστο επίπεδο εστίασης 50X.

3. Επιλέξτε τη λειτουργία γρήγορης σάρωσης.

4. Ρυθμίστε την εστίαση σε λειτουργία coarse ώσπου να αποκτήσετε μια τραχιά εστίαση.

5. Ρυθμίστε την τράπεζα χειροκίνητα χρησιμοποιώντας τα εξωτερικά κουμπιά ή το λογισμικό έτσι ώστε η περιοχή ενδιαφέροντος να είναι ορατή στην οθόνη.

6. Αυξήστε το επίπεδο μεγέθυνσης μέχρι να παρατηρηθεί το επιθυμητό χαρακτηριστικό. Ρυθμίστε το κουμπί coarse εστίασης για να εστιάσετε περίπου την εικόνα σε αυτή τη μεγέθυνση. Στη συνέχεια, βελτιώστε την εστίαση χρησιμοποιώντας το κουμπί εστίασης fine για να έχετε μια εστιασμένη εικόνα στο επιθυμητό επίπεδο μεγέθυνσης. Αυτό το βήμα θα επαναληφθεί όποτε αυξάνεται το επίπεδο μεγέθυνσης.

7. Αφού επιτύχετε την επιθυμητή μεγέθυνση, ρυθμίστε το κουμπί εστίασης fine για να βελτιώσετε τη διαύγεια.

8. Για να βελτιστοποιήσετε τη διαύγεια της εικόνας, αυξήστε τη μεγέθυνση κοντά στο μέγιστο επίπεδο και, στη συνέχεια, εστιάστε την εικόνα χρησιμοποιώντας το κουμπί fine focus. Εάν δεν είναι δυνατή η λήψη μιας ευκρινούς εικόνας, ρυθμίστε τον αστιγματισμό και στις δύο κατευθύνσεις x και y. Συνεχίστε να ρυθμίζετε την εστίαση και τον αστιγματισμό μέχρι να επιτευχθεί η πιο καθαρή εικόνα στην ανώτερη κλίμακα μεγέθυνσης.

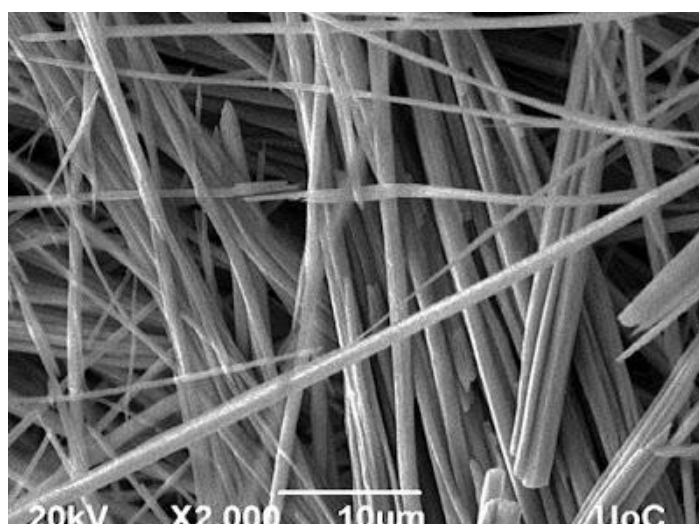
9. Αφού φθάσετε σε μια ποιοτική εικόνα του δείγματος, επιστρέψτε στο επιθυμητό επίπεδο μεγέθυνσης. Μπορείτε να τραβήξετε την εικόνα πιέζοντας το κουμπί φωτογραφίας είτε σε λειτουργία «αργής φωτογραφίας» είτε σε λειτουργία «γρήγορης φωτογραφίας». Η λειτουργία αργής φωτογραφίας δίνει καλύτερη ποιότητα και υψηλή ανάλυση της εικόνας.

4. Κάνοντας μετρήσεις χρησιμοποιώντας το λογισμικό SEM

1. Επιλέγεται το κατάλληλο εργαλείο μέτρησης από την επιλογή 'Tools'.
2. Διάφορες μετρήσεις όπως μήκος, περιοχή και γωνία μπορούν να μετρηθούν απευθείας από το λογισμικό SEM. Για να εκτελέσετε μία από αυτές τις μετρήσεις, κάντε κλικ στο εικονίδιο που θέλετε στο παράθυρο Tools.
3. Μεταβείτε στην τοποθεσία μέτρησης στην εικόνα SEM. Οι μετρήσεις πραγματοποιούνται κάνοντας κλικ στην εικόνα για να δημιουργήσετε σημεία αναφοράς που θα αναλυθούν από το λογισμικό. Τα μετρηθέντα σημεία δεδομένων μπορούν να εισαχθούν απευθείας στην εικόνα, αν το επιθυμεί ο χρήστης.
4. Στη συνέχεια οι εικόνες αποθηκεύονται στον υπολογιστή.

5. Αποτελέσματα

Λαμβάνοντας εικόνες όπως αυτές που εμφανίζονται παρακάτω (εικόνα 19). Προσέξτε κάποιες από τις συνθήκες λήψεις της φωτογραφίας όπως kV, κλίμακα μεγέθυνσης και πραγματική απόσταση που αναφέρεται στη σχηματιζόμενη εικόνα.

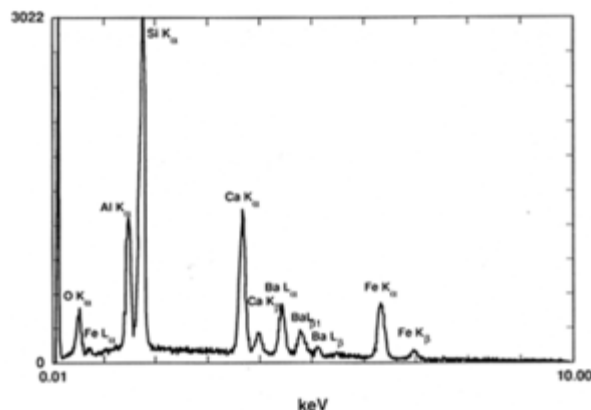


Εικόνα 19 . Απεικόνιση SEM κρυστάλλων SnI₂ (SEM image)

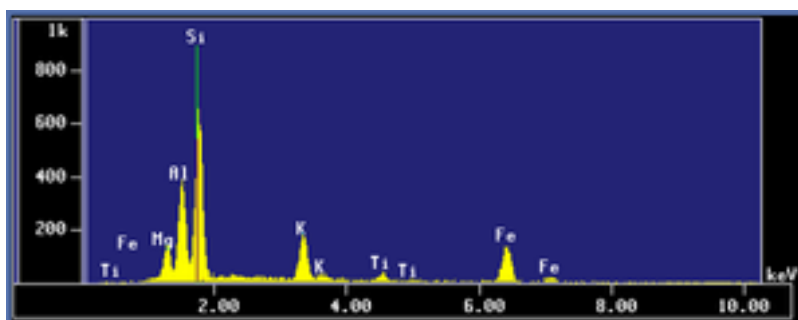
Αποτελέσματα ανάλυσης EDS

Ένα τυπικό φάσμα EDS απεικονίζεται ως γραφική παράσταση των χαρακτηριστικών ακτίνων-X σε σχέση με την ενέργεια (σε keV), εικόνα 20 και 21. Οι κορυφές της ενέργειας αντιστοιχούν στα διάφορα στοιχεία του δείγματος. Γενικά είναι στενές και μπορεί να εμφανίζονται πολλαπλές κορυφές για ένα στοιχείο. Για παράδειγμα, ο σίδηρος εμφανίζει συνήθως ισχυρές τις κορυφές Κα και Κβ. Στοιχεία με χαμηλή συγκέντρωση στο δείγμα θα παράγουν κορυφές ακτίνων-X πολύ χαμηλής έντασης οι οποίες δεν μπορούν να διακριθούν από την ακτινοβολία υποβάθρου (θόρυβος). Χωρίς την παρουσία εσωτερικού προτύπου, από το φάσμα EDS εξάγεται με ακρίβεια η ατομική αναλογία των στοιχείων στο δείγμα. Για

παράδειγμα, στο δείγμα SnI4 αναμένεται η ατομική αναλογία Sn:I να είναι πολύ κοντά στο 1:4 εάν το δείγμα είναι καθαρό.



Εικόνα 20. Φάσμα EDS από ύαλο (NIST K309) που περιέχει O, Al, Si, Ca, Ba and Fe (Goldstein et al., 2003).



Εικόνα 21. Φάσμα EDS από βιοτίτη, που περιέχει ανιχνεύσιμες ποσότητες Mg, Al, Si, K, Ti και Fe (Goodge, 2003).

6. Εφαρμογές και σύνοψη

Το όργανο SEM είναι ένα πολύ ισχυρό εργαλείο που είναι κοινό στα περισσότερα ερευνητικά ιδρύματα λόγω της ικανότητάς του να απεικονίζει οποιοδήποτε αντικείμενο είναι αγώγιμο ή έχει υποστεί επεξεργασία με μια αγώγιμη επικάλυψη. Η μικροσκοπία SEM έχει χρησιμοποιηθεί για την απεικόνιση αντικειμένων όπως α) διατάξεις ημιαγωγών, β) βιολογικές μεμβράνες, γ) έντομα και σωματίδια γύρης ή σκόνης, μεταξύ άλλων. Χρησιμοποιούμε επίσης το SEM για να αναλύσουμε τις νανοϊνες και υλικά με βάση το χαρτί, βιοϋλικά, μικροδομημένες επιφάνειες, κρυστάλλους κλπ. Φυσικά, υπάρχουν υλικά, όπως υγρά, που δεν μπορούν να τοποθετηθούν σε ένα τυπικό όργανο SEM για απεικόνιση, αλλά η συνεχής ανάπτυξη των περιβαλλοντικών μικροσκοπιών ηλεκτρονικής σάρωσης (ESEM) δίνει τη δυνατότητα να εξεταστούν και τέτοια δείγματα.

7. Στοιχεία που ζητούνται στη συγκεκριμένη αναφορά

- Μια πολύ σύντομη περίληψη της τεχνικής και της πειραματικής διαδικασίας
- Περιγραφή της φασματοσκοπίας ακτίνων-Χ διασποράς ενέργειας (EDS).
- Να περιγραφούν μορφολογικά και να σχολιαστούν όλες οι εικόνες που λήφθηκαν με το SEM.
- Να ερμηνευθούν πιθανές αποκλίσεις στην αναμενόμενη ατομική αναλογία Sn/I, εφόσον ανιχνευθούν και άλλα χημικά στοιχεία εκτός των Sn και I

8. Βιβλιογραφία

Προτεινόμενη

- a. Παρουσίαση της μικροσκοπίας SEM (Καθ. Π. Τρικαλίτης) από την ιστοσελίδα του μαθήματος
- b. https://myscope.training/#/SEMlevel3_1 Myscope online learning resources about SEM microscopy

Επιπλέον ενδεικτική βιβλιογραφία

Advanced Scanning electron microscopes X-ray microanalysis; *Newbury Dale E. (1986)*

A Guide to materials characterization and chemical analysis; *John P. Sibilio*
Electron probe microanalysis and scanning electron microscopy; *National Measurement Laboratory (U.S.). Office of Standard Reference Materials (1981)*

Encyclopedia of materials characterization: surfaces, interfaces, thin films; *C. Richard Brundle, Charles A. Evans Jr., Shaun Wilson and Lee E. Fitzpatrick* [electronic resource]

Handbook of Sample Preparation for SEM and XRay Microanalysis; *Patrick Echlin (2009)* [electronic resource]

Scanning electron microscopy and X-ray microanalysis : a text for biologists, materials scientists, and geologists; *Joseph I. Goldstein (1981)*
https://www.jeol.co.jp/en/applications/pdf/sm/sem_atoz_all.pdf [electronic resource]

New horizons of applied scanning electron microscopy; *Kenichi and Tomoaki (2010)* [electronic resource]

Scanning microscopy for nanotechnology: techniques and applications; *Weilie Zhou and Zhong Lin Wang* [electronic resource]