

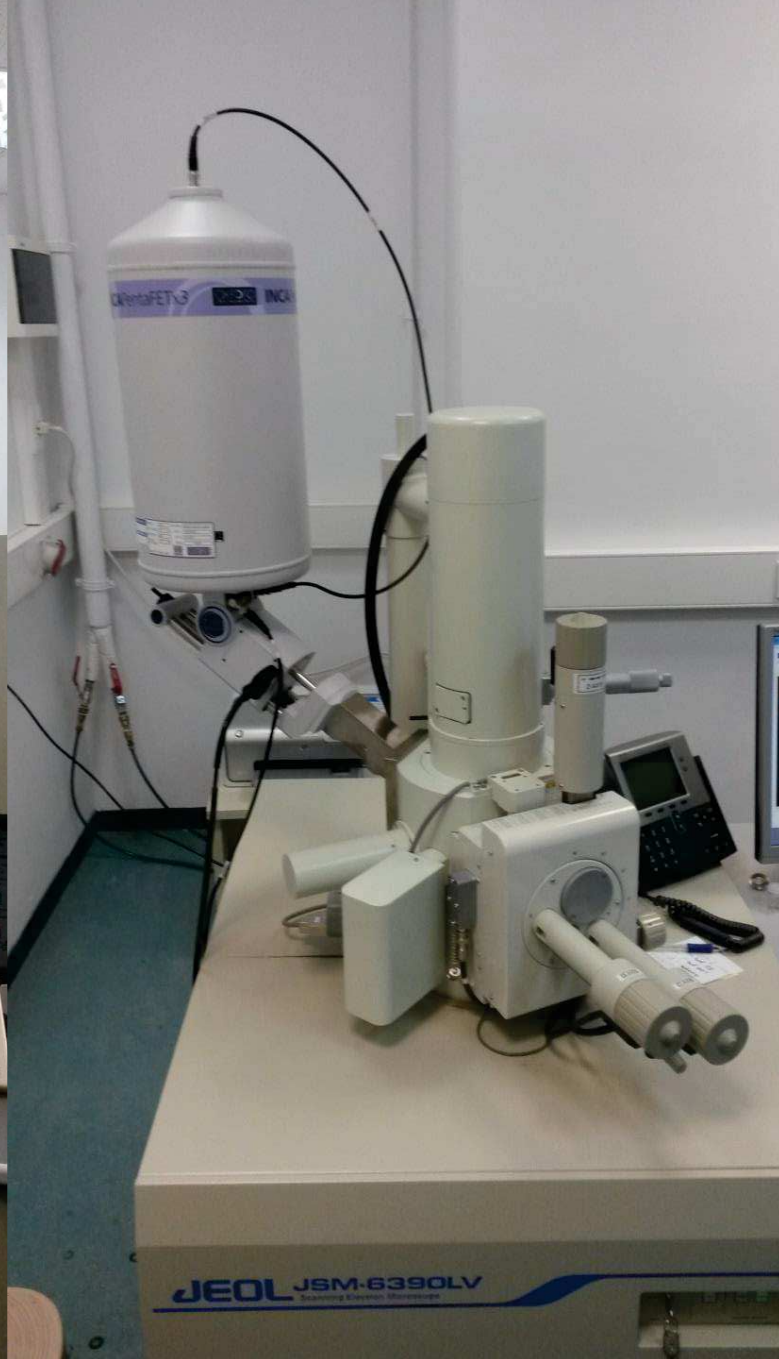
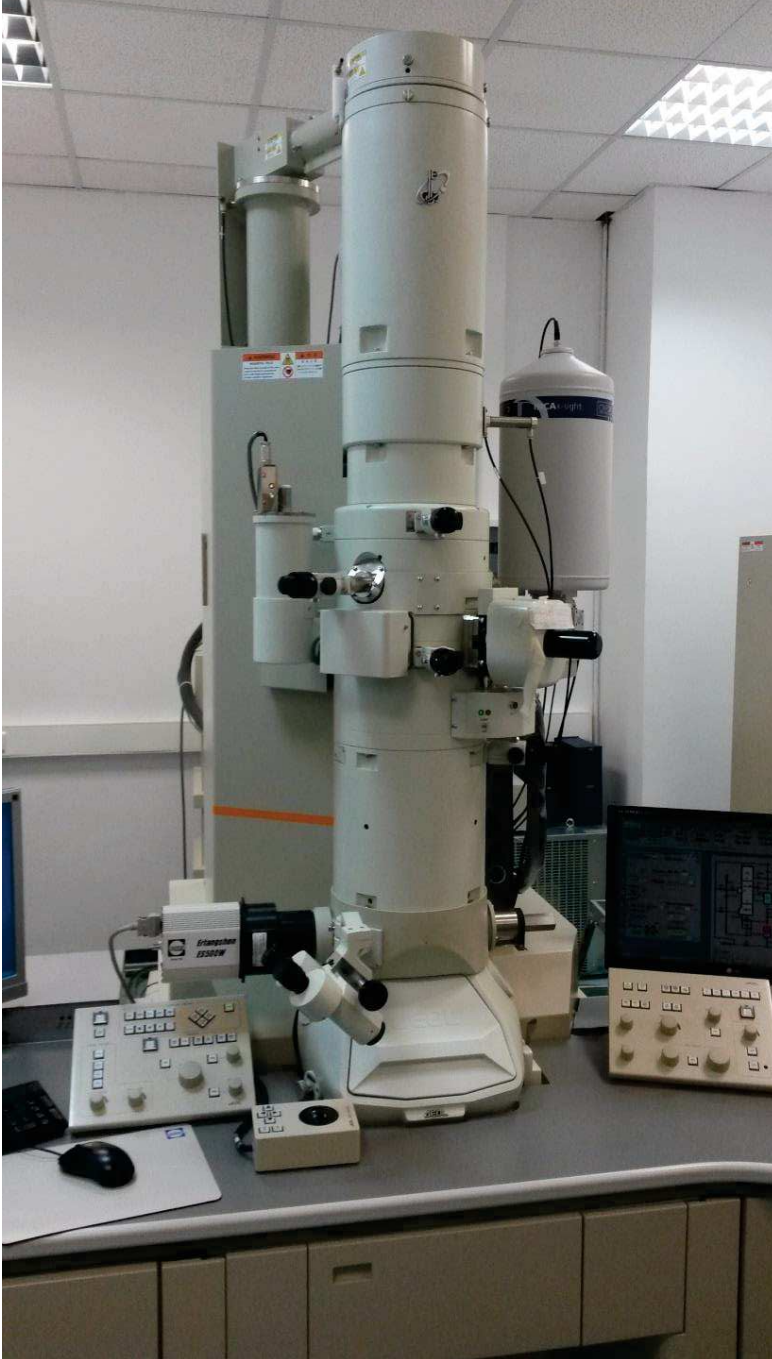


ΕΛΛΗΝΙΚΗ ΔΗΜΟΚΡΑΤΙΑ
ΠΑΝΕΠΙΣΤΗΜΙΟ ΚΡΗΤΗΣ

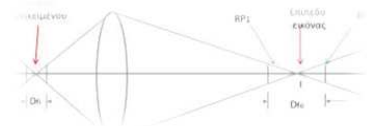
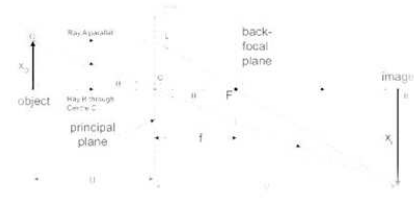
Ηλεκτρονική Μικροσκοπία

Γ. Κυριακίδης, Β. Μπίνας

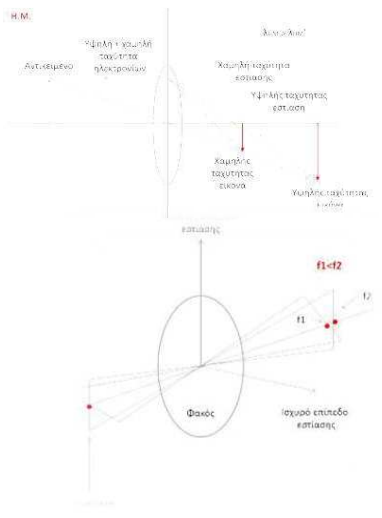
Τμήμα Φυσικής



**Σχολή Θετικών και Τεχνολογικών Επιστημών
Τμήμα Φυσικής, Πανεπιστήμιο Κρήτης**



Εισαγωγή στην Ηλεκτρονική Μικροσκοπία



**Καθ. Γεώργιος Κυριακίδης
Δρ. Βασίλειος Μπίνας**

Μέρος Α**Κεφάλαιο 1ο.** Γενικές Αρχές

| | | |
|------|-------------------------------------------------|----|
| 1.1 | Εισαγωγή | 1 |
| 1.2 | Μεγέθυνση, Διακριτική Ικανότητα, Αντίθεση | 3 |
| 1.3 | Μονάδες μήκους στην μικροσκοπία | 4 |
| 1.4 | Γεωμετρική Οπτική | 4 |
| 1.5 | Γυάλινοι και Ηλεκτρονικοί φακοί | 4 |
| 1.6 | Διαδρομή ακτίνων | 5 |
| 1.7 | Πραγματικά είδωλα | 6 |
| 1.8 | Φανταστικά είδωλα | 7 |
| 1.9 | Γωνιακό Άνοιγμα Φακού | 8 |
| 1.10 | Λειτουργία του Μικροσκοπίου | 8 |
| 1.11 | Το απλό οπτικό μικροσκόπιο | 10 |
| 1.12 | Το σύνθετο οπτικό μικροσκόπιο | 11 |
| 1.13 | Φυσική οπτική | 14 |
| 1.14 | Συμβολή | 14 |
| 1.15 | Περίθλαση | 15 |
| 1.16 | Κροσσοί - Δακτύλιοι Fresnel | 17 |
| 1.17 | Δίσκος AIRY | 18 |
| 1.18 | Περιοριστικά διαφράγματα – Διακριτική ικανότητα | 19 |

Κεφάλαιο 2^ο Η εξέλιξη του Ηλεκτρονικού Μικροσκοπίου

| | | |
|-----|----------------------------------------------------|----|
| 2.1 | Ηλεκτρομαγνητική ακτινοβολία | 21 |
| 2.2 | Μικροσκόπιο ακτίνων X | 22 |
| 2.3 | Κύματα ηλεκτρονίων | 24 |
| 2.4 | Η ιδέα για την κατασκευή ηλεκτρονικού μικροσκοπίου | 25 |
| 2.5 | Ανάπτυξη των μαγνητικών φακών | 25 |
| 2.6 | Εξέλιξη του ηλεκτρονικού μικροσκοπίου | 26 |

Κεφάλαιο 3. Είδη των ηλεκτρονικών μικροσκοπίων

| | | |
|-------|-------------------------------------------------------|----|
| 3.1 | Εισαγωγικά | 31 |
| 3.2 | Είδη Ηλεκτρονικών Μικροσκοπίων | 36 |
| 3.2.1 | Σταθερής Δέσμης Η.Μ. Διαπερατότητας ή Διέλευσης (TEM) | 36 |
| 3.2.2 | Σταθερής δέσμης Η.Μ. Ανάκλασης (TEM/R) | 38 |
| 3.2.3 | Σαρωτικό Η.Μ. Σταθερής δέσμης Διέλευσης (STEM) | 39 |
| 3.2.4 | Η.Μ. Σάρωσης (SEM) | 39 |

| | |
|---------------------------------------------------------------------------|----|
| 3.2.5 Ηλεκτρονικής δέσμης μικροαναλυτής ακτίνων – X (EXMA) | 41 |
| 3.3 Φωταύγεια καθόδου – εφαρμογές | 42 |
| 3.4 Άλλα είδη Μικροσκοπίας | 42 |
| 3.4.1 Μικροσκοπία εκπομπής ηλεκτρονίων | 42 |
| 3.4.2 Η.Μ. εκπομπής πεδίου ηλεκτρονίων | 43 |
| 3.4.3 Μικροσκόπιο εκπομπής πεδίου ιόντων | 44 |
| 3.4.4 Μικροσκοπία Σάρωσης με Ακίδα SPM / Μικροσκοπία Ατομικής Δύναμης AFM | 44 |
| | |
| Κεφάλαιο 4^ο Ιδιότητες Μαγνητικών Φακών | |
| 4.1 Εισαγωγικά | 46 |
| 4.2 Βασική Δομή των Μαγνητικών Φακών | 46 |
| 4.3 Υστέρηση | 47 |
| 4.4 Λεπτοί Μαγνητικοί Φακοί | 48 |
| 4.5 Εκτροπές Φακών | 49 |
| 4.5.1. Σφαιρική Εκτροπή | 49 |
| 4.5.2 Χρωματική Εκτροπή | 52 |
| 4.6 Βάθος Πεδίου και εστίασης | 54 |
| | |
| Κεφάλαιο 5^ο Αντίθεση και σχηματισμός ειδώλου | |
| 5.1 Εισαγωγικά | 57 |
| 5.2 Δείγμα | 57 |
| 5.3 Διαδικασία σχηματισμού ειδώλου | 58 |
| 5.4 Σκέδαση | 58 |
| 5.5 Πυκνότητα μάζας | 60 |
| 5.6 Απορρόφηση | 60 |
| 5.7 Σχηματισμός ειδώλου | 61 |
| 5.8 Αντικειμενικό διάφραγμα | 61 |
| 5.9 Αντίθεση υπό συνθήκες μη εστίασης | 62 |
| 5.10 Αντίθεση φάσης | 63 |
| 5.11 Ηλεκτρονικός θόρυβος | 63 |
| 5.12 Αντίθεση σε βιολογικά παρασκευάσματα | 63 |
| 5.13 Πάχος δείγματος και επιταχυντικό δυναμικό | 63 |
| | |
| Κεφάλαιο 6^ο Σύστημα Κενού | |
| 6.1 Εισαγωγικά | 65 |
| 6.2 Μονάδες και Ονοματολογία | 65 |

| | |
|---------------------------------------------------------------------------------------------|-----|
| 6.3 Δημιουργία Κενού | 66 |
| 6.4 Όργανα Μέτρησης Κενού | 70 |
| 6.5 Σχεδιασμός ενός συστήματος Κενού | 72 |
| Κεφάλαιο 7^ο Θεωρία Κενού | |
| 7.1 Εισαγωγικά | 73 |
| 7.2 Βασικές παραδοχές της κινητικής θεωρίας αερίων | 73 |
| 7.3 Εφαρμογή της κινητικής θεωρίας σε απλά συστήματα κενού για την επεξήγηση μεγεθών | 76 |
| 7.4 Αρχή Λειτουργίας Αντλιών | 77 |
| 7.5 Τεχνολογία Κενού | 79 |
| Μέρος Β | |
| Κεφάλαιο 8^ο Σύγχρονο Ηλεκτρονικό Μικροσκόπιο Διέλευσης | |
| 8.1 Εισαγωγικά | 85 |
| 8.2 Κατασκευή Φακών | 85 |
| 8.3 Φυσικά Διαφράγματα των Φακών | 86 |
| 8.4 Διπλοί Φακοί | 86 |
| 8.5 Κολώνα | 87 |
| 8.6 Σύστημα φωτισμού | 88 |
| 8.7 Αντικειμενικός Φακός | 92 |
| 8.8 Σύστημα Απεικόνισης Ειδώλου | 93 |
| Κεφάλαιο 9^ο Σύγχρονο Ηλεκτρονικό Μικροσκόπιο Σάρωσης | |
| 9.1 Εισαγωγή | 95 |
| 9.2 Αλληλεπίδραση Δέσμης Ηλεκτρονίων – Δείγματος | 96 |
| 9.3 Δημιουργία εικόνας στο SEM | 98 |
| 9.4 Ανατομία Η.Μ. Σάρωσης | 101 |
| Κεφάλαιο 10^ο Μικροσκοπία Σάρωσης με Ακίδα / Μικροσκοπία Ατομικής Δυνάμεως | |
| 10.1 Εισαγωγή | 105 |
| 10.2 Αρχή Λειτουργίας / Ανατομία AFM | 106 |
| 10.3 Αλληλεπιδράσεις με την επιφάνεια | 110 |
| 10.4 Τρόποι λειτουργίας του AFM | 112 |
| 10.5 Γεωμετρία ακίδας και μορφολογία επιφάνειας | 113 |

Μέρος Γ**Κεφάλαιο 11^ο Εισαγωγή στην Μικροανάλυση Ακτίνων – X**

| | |
|-------------------------------------------------------------|-----|
| 11.1 Μικροανάλυση Ακτίνων – X | 115 |
| 11.1.1 Τι είναι η μικροανάλυση | 115 |
| 11.1.2 Σημαντικές αρχές για την μικροανάλυση ακτίνων – X | 119 |
| 11.2 Παραγωγή Ακτίνων X | 119 |
| 11.2.1 Συνεχές φάσμα ακτίνων X | 119 |
| 11.2.2 Χαρακτηριστικές ακτίνες X | 120 |
| 11.2.3 Παραγωγή Ακτίνων X | 122 |
| 11.2.3.1 Ενεργός διατομή ιονισμού (Q) | 123 |
| 11.2.3.2 Πιθανότητα εκπομπής ακτίνων – X | 124 |
| 11.2.4 Πάχος Δειγμάτων | 124 |
| 11.2.4.1 Διόρθωση ατομικού αριθμού (Z) | 125 |
| 11.2.4.2 Απορρόφηση αρχικών ακτίνων – X (A) | 125 |
| 11.2.4.3 Δευτερογενώς παραγόμενες ακτίνες – X (φθορισμός F) | 126 |
| 11.2.4.4 Χωρική Διακριτική Ικανότητα | 126 |
| 11.2.5 Τοπογραφία του δείγματος και ανίχνευση ακτίνων – X | 127 |

Κεφάλαιο 12^ο Ανίχνευση Ακτίνων – X

| | |
|---------------------------------------------|-----|
| 12.1 Wavelength – dispersive analysis (WDS) | 129 |
| 12.2 Energy – dispersive analysis (EDS) | 131 |
| 11.2.1 Ανιχνευτής και Ανίχνευση | 133 |
| 11.2.2 Χαρακτηριστικά του EDS ανιχνευτή | 135 |

Κεφάλαιο 13^ο Ποιοτική Ανάλυση Ακτίνων – X (EDS)

| | |
|-------------------------|-----|
| 13.1 Ενεργειακά Φάσματα | 140 |
|-------------------------|-----|

Κεφάλαιο 14^ο Ποσοτική ΜικροΑνάλυση – Μέθοδος ZAF

| | |
|---------------|-----|
| 14.1 Εισαγωγή | 147 |
|---------------|-----|

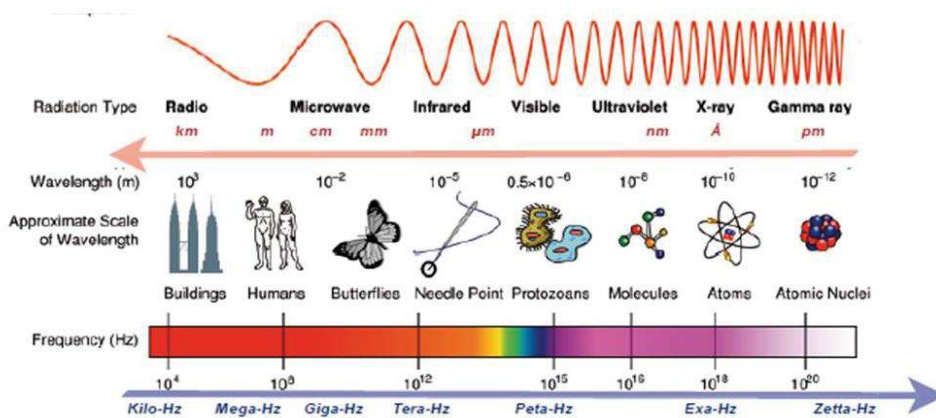
1.1 Εισαγωγή

- Πόσο είναι το μικρότερο αντικείμενο που μπορεί να δει κανείς?
- Αν μπορούμε να το δούμε, τότε πόσο καθαρά και τι πληροφορίες μπορούμε να αποκομίσουμε?
- Πως δημιουργήθηκε η ανάγκη για το συνθετότερο, πολύπλοκο και ακριβό Ηλεκτρονικό Μικροσκόπιο?

Μικροσκοπία είναι η επιστήμη του να βλέπει κανείς μικρά αντικείμενα, και η δουλειά του μικροσκοπιστή είναι να διαμορφώνει τις συνθήκες κάτω από τις οποίες, να ξεχωρίζει μικρά αντικείμενα. **Μικροσκόπιο** είναι μία διάταξη που μετατρέπει ένα αντικείμενο σε ένα είδωλο. Ενδιαφέρον παρουσιάζει η περίπτωση που το είδωλο είναι μεγαλύτερο του αντικειμένου. Υπάρχουν διάφορες διατάξεις με τις οποίες είναι δυνατό να επιτευχθεί αυτή η μεγέθυνση.

Ο άνθρωπος ανακάλυψε πρώτα το απλό και αργότερα το σύνθετο οπτικό μικροσκόπιο το οποίο γρήγορα τελειοποιήθηκε. Εξέλιξη του Οπτικού Μικροσκοπίου (Ο.Μ) ήταν το Ηλεκτρονικό Μικροσκόπιο (Η.Μ). Το ηλεκτρονικό μικροσκόπιο έχει ένα **βασικό πλεονέκτημα** απέναντι ακόμη και στο τελειότερο οπτικό μικροσκόπιο. Μπορεί να δώσει καθαρές και ακριβείς εικόνες αντικειμένων μέχρι και **1000 φορές μικρότερων** από αυτά που μπορεί να δώσει το οπτικό (δηλαδή διακρίνει μέχρι και μεγάλα μόρια). *Έτσι το Η.Μ. έγινε το κύριο όργανο για παρατηρήσεις «Υπέρμικρης» δομής της ύλης.*

Στην ερώτηση «σε τι υπερέχει το Η.Μ. έναντι του Ο.Μ.» οι περισσότεροι απαντούν: **Μεγέθυνση**. Η απάντηση αν και σωστή είναι δευτερεύουσας σημασίας. Ο κύριος λόγος είναι η: **Διακριτική Ικανότητα**. Το Ο.Μ. διακρίνει μέχρι ενός ορίου, το οποίο δεν έχει να κάνει με το πόσο τέλειο ή όχι είναι το όργανο, αλλά με την **φύση του φωτός**. Το φως ανήκει σε μια οικογένεια κυμάτων των Ηλεκτρομαγνητικών η οποία εκτείνεται στην περιοχή από τα ραδιοκύματα έως της ακτίνες γ όπως φαίνεται στο σχήμα 1.



Σχήμα 1. Φάσμα Ηλεκτρομαγνητικής (Η/Μ) Ακτινοβολίας.

Επειδή το ανθρώπινο μάτι είναι ευαίσθητο μόνο στο ορατό μέρος της Η/Μ ακτινοβολίας, είμαστε αναγκασμένοι να το χρησιμοποιούμε για να σχηματίσουμε το κατάλληλο είδωλο μέσα στον εγκέφαλο. Αλλά έτσι οι πληροφορίες που μπορούμε να συλλέξουμε περιορίζονται από το μήκος κύματος του φωτός.



Π.χ. κύματα θάλασσας: μπορούμε να διακρίνουμε μόνο αντικείμενα με μέγεθος **μεγαλύτερο από το μισό μήκος κύματος του κύματος**.

Κατ' αναλογία, οι πληροφορίες με το οπτικό μικροσκόπιο περιορίζονται από το μήκος κύματος.

Δεν μπορούμε να δούμε αντικείμενα σε μέγεθος μικρότερο από το $\frac{1}{2}$ του λ του φωτός δηλ.

$$\frac{1}{2} \sim 500nm = 250nm \text{ όσο τέλειο και αν είναι το Ο.Μ..}$$

Επιπλέον

Παρ' όλο ότι αυτές οι μικρές πληροφορίες μεταφέρονται πάντοτε στο μάτι, όλοι ξέρουμε ότι το γυμνό μάτι δεν μπορεί να εκμεταλλευτεί αυτές τις πληροφορίες. Αυτό γιατί, ο ευαίσθητος αμφιβληστροειδής του ματιού που δέχεται αυτές τις οπτικές εικόνες, έχει περιορισμένη **διακριτική ικανότητα**, η οποία είναι $\approx \frac{1}{4}mm$ φάρδος αντικειμένου, τοποθετημένου στην πλησιέστερα άνετη θέση με κατάλληλες συνθήκες φωτισμού.

Επομένως το Ο.Μ. είναι δυνατό να δώσει μεγεθύνσεις της τάξεως:

$$\frac{\text{Διακριτική Ικανότητα ματιού}}{\text{Διακριτική Ικανότητα φωτός}} = \frac{0.25 \times 10^{-3}}{0.25 \times 10^{-6}} m = 1000 \text{ φορές}$$

Η κατασκευή οργάνων για την επίτευξη της μεγέθυνσης αυτής αποτελεί την ιστορία ανάπτυξης του Ο.Μ. τα τελευταία 400 χρόνια.

Φυσικά κανείς μπορεί να μεγεθύνει εικόνες ακόμη περισσότερο π.χ. προβάλλοντας τες σε μία οθόνη. Αλλά η διακριτική ικανότητα δεν αυξάνει πλησιάζοντας για να δούμε καλύτερα, το μόνο που βλέπουμε είναι μία «θολούρα». Έτσι **μεγεθύνσεις πέραν του 1000 χαρακτηρίζονται άχρηστες ή κενές μεγεθύνσεις**.

- Πως λοιπόν μπορούμε να αυξήσουμε την διακριτική ικανότητα έτσι ώστε να συλλέξουμε περισσότερες πληροφορίες για το χώρο γύρω μας?

Λύση: Χρήση Ακτινοβολίας με μικρότερο μήκος κύματος

Εντούτοις δημιουργούνται τα παρακάτω προβλήματα:

1. Το μάτι δεν είναι ευαίσθητο σε αυτές τις ακτινοβολίες π.χ. UV με $\lambda < 400\text{nm}$
2. Αντιβολίες με $\lambda < U.V.$ δεν ανακλώνται ούτε κάμπτονται για τον σχηματισμό ειδώλων
3. Έχουν μεγάλη ενέργεια $E = h\nu$, $\nu = \frac{c}{\lambda}$, $E = \frac{hc}{\lambda}$, $E_{(erg)} = \frac{1420}{\lambda(nm)}$, (E σε eV & λ σε nm)

επομένως ακατάλληλες για π.χ. βιολογικά παρασκευάσματα.

Περίπου 90 χρόνια πριν, το πρόβλημα φαινόταν χωρίς λύση. Το 1924 (Θεωρητική Δουλειά), και αργότερα το 1927 και 1937 βρέθηκε η λύση του προβλήματος με την χρήση **ΗΛΕΚΤΡΟΝΙΩΝ**, η δέσμη των οποίων διαθλάται και κάμπτεται για τον σχηματισμό ειδώλων. Η φύση αυτής της μη Η/Μ ακτινοβολίας που με την υλική της υπόσταση ορισμένες φορές ονομάζεται **υλικό κύμα** ή **κύμα πιθανότητας** ΔΕΝ είναι πλήρως γνωστή έως σήμερα, αλλά μήπως, το ίδιο δεν συμβαίνει και με την δύναμη της βαρύτητας?? Δεν την καταλαβαίνουμε αλλά την χρησιμοποιούμε.

Το λ δέσμης ηλεκτρονίων (σε ΗΤ 30–100 KV αποκτούν ταχύτητα $u = \frac{1}{3}c$) είναι 100000 φορές μικρότερο του αντίστοιχο της ορατής ακτινοβολίας ($\lambda_{vis} = 10^5 \times \lambda_e$). Εντούτοις πρακτικά πετυχαίνουμε **αύξηση στην μεγέθυνση ~1.000 φορές** μόνο λόγω περιορισμών και τεχνικών προβλημάτων.

Το βασικό πλεονέκτημα από την χρήση ηλεκτρονίων είναι ότι οι οπτικές αρχές είναι ίδιες με το Ο.Μ. δηλαδή υπακούουν στις αρχές του φωτός. Έτσι η κατανόηση του Η.Μ. προϋποθέτει γνώση και κατανόηση της αρχής λειτουργίας του Ο.Μ..

1.2 Μεγέθυνση, Διακριτική Ικανότητα, Αντίθεση (Contrast)

Τα μεγέθη: **μεγέθυνση**, **διακριτική ικανότητα** και **αντίθεση** αλληλοσυνδέονται. Για να δούμε καλύτερα ένα αντικείμενο πρέπει να το μεγεθύνουμε. Η ικανότητα του να διακρίνουμε μικρές λεπτομέρειες μιας δομής λέγεται Διακριτική Ικανότητα (Δ.Ι.).

Η **μεγέθυνση (M)** εξαρτάται από την απόσταση ειδόλου από την εστία, η οποία με την σειρά της επηρεάζει την Δ.Ι..

Αντίθεση σε σχέση με τον γύρω χώρο (background).

Για να δημιουργηθεί ένα είδωλο στην οθόνη κατά την διάρκεια της σάρωσης, είναι απαραίτητο να παρουσιάζει κάποιες διαφορές στην επιφάνειά του, οι οποίες θα δημιουργήσουν μία αντίθεση στο είδωλο. Μία επιφάνεια που είναι παντού ομοιογενής δεν θα παρουσιάσει ένα χαρακτηριστικό είδωλο,

παρά ένα γκρίζο φόντο με τίποτε άλλο ορατό. Απαραίτητη λοιπόν προϋπόθεση είναι το αντικείμενο να έχει κάποια αντίθεση για την δούμε.

Όσο πιο κοντά φέρνουμε ένα αντικείμενο τόσο καλύτερα το βλέπουμε γιατί σχηματίζεται μεγαλύτερο είδωλο στον αμφιβληστροειδή του ματιού. Υπάρχει όμως ένα όριο $\sim 10\text{cm}$. Το καλύτερο κοντινό σημείο είναι $\sim 25\text{cm}$. Η Δ.Ι. του ματιού είναι $\sim 0.25\text{mm}$ στα 25cm . Για παρατηρήσεις πιο κάτω από αυτό το όριο χρειάζεται μικροσκόπιο. Το Ο.Μ. τελειοποιήθηκε γύρω στο 1890. Το Η.Μ. μπορεί να βελτιωθεί άλλες 100 φορές πριν τελειοποιηθεί. Ενδεικτικά, σήμερα υπάρχουν Ηλεκτρονικά Μικροσκόπια Σάρωσης με διακριτική ικανότητα γύρω στο 1 nm ($=10\text{ Angstrom}$).

1.3 Μονάδες Μήκους στην Μικροσκοπία

| | | |
|----------------------------------------------|---------------------|---------------------|
| μm ή “micron” | 10^{-6} m | 10^{-3} mm |
| nm ή “nanometer” | 10^{-9} m | |
| \AA ή dm ή “decinanometer” | 10^{-10} m | 10^{-9} nm |

Επομένως, η Διακριτική Ικανότητα του

- Οπτικού Μικροσκοπίου είναι $0,25\ \mu\text{m} = 250\ \text{nm} = 2.500\ \text{\AA}$
- Ηλεκτρονικού Μικροσκοπίου είναι $2.500 / 1000 = 2,5\ \text{\AA}$

1.4 Γεωμετρική Οπτική

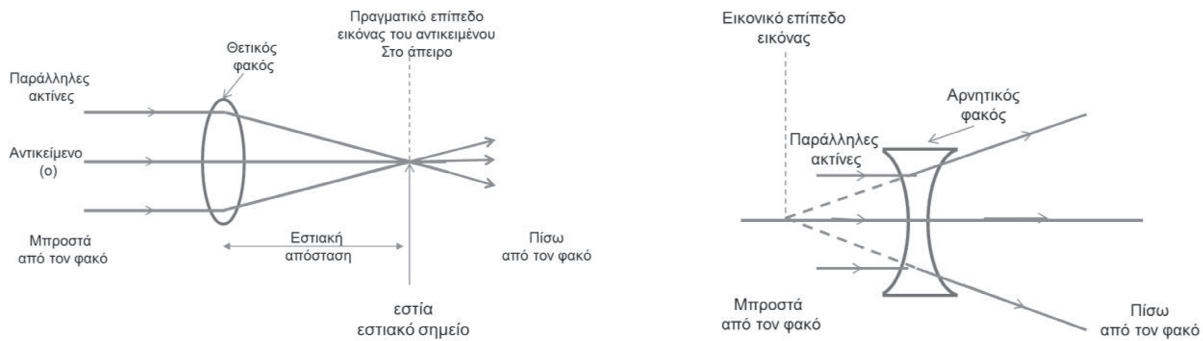
Ένας μικροσκοπιστής θεωρείται καλός όταν γνωρίζει σε βάθος την αρχή λειτουργίας του οργάνου που χρησιμοποιεί. Επειδή το Η.Μ. ακολουθεί τις ίδιες αρχές λειτουργίας με το Ο.Μ., με την μόνη διαφορά ότι οι φακοί είναι ηλεκτρομαγνητικοί, γνώση του οπτικού μικροσκοπίου συνεπάγεται και εύκολη κατανόηση του Η.Μ..

Για την γνώση του Ο.Μ. απαιτείται κατανόηση των **βασικών αρχών της θεωρίας του φωτός**. Αυτή χωρίζεται στην Γεωμετρική Οπτική που βασίζεται και εξετάζει την πορεία του φωτός σαν ακτίνα μέσα από τους φακούς και υπολογίζει την **θέση**, το **είδος** και το **μέγεθος** του ειδώλου και του αντικειμένου, και την Φυσική Οπτική που εξετάζει και ερμηνεύει φαινόμενα όπως η **συμβολή** και η **περίθλαση** που η γεωμετρική οπτική δεν μπορεί να ερμηνεύσει.

1.5 Γυάλινοι και Ηλεκτρονικοί φακοί

Οι φακοί χρησιμοποιούνται για να εκτρέψουν μία οπτική ή ηλεκτρονική δέσμη κατά προκαθορισμένο τρόπο. Αυτό επιτυγχάνεται με την ελάττωση της ταχύτητας της δέσμης που τους διαπερνά. Μια παράλληλη δέσμη οπτικών ακτίνων που πέφτει πάνω σε ένα “αμφίκυρτο” ή “συγκλίνοντα”, “θετικό”, “συμπύκνωσης”, “μεγεθυντικό” φακό κατά διεύθυνση κάθετη προς το

κυρίως επίπεδο του φακού, θα εξέλθει συγκλίνουσα περνώντας από την «εστία» ή «εστιακό σημείο» του φακού και μετά θα συνεχίσει να αποκλίνει.



Σχήμα 2. Πορεία ακτίνων μέσα από συγκλίνοντα (θετικό) και αποκλίνοντα (αρνητικό) φακό

Και τα δύο είδη φακών, χρησιμοποιούνται στα Ο.Μ. αλλά μόνο οι συγκλίνοντες χρησιμοποιούνται στα μαγνητικά Η.Μ. γιατί είναι αδύνατο να κατασκευασθεί ένας αρνητικός ή αποκλίνων μαγνητικός φακός, και έτσι επειδή τα Η.Μ. χρησιμοποιούν μαγνητικούς φακούς, δεν θα ασχοληθούμε με τους αποκλίνοντες. Σημειώνεται ότι, οι μαγνητικοί φακοί δεν αλλάζουν την ταχύτητα της δέσμης ηλεκτρονίων, αλλά η αλλαγή στην πορεία της δέσμης επιτυγχάνεται με μία δύναμη η οποία επιδρά επί κάθε ηλεκτρονίου της δέσμης αλλάζοντας την πορεία της κίνησής τους. Επίσης, ενώ στους οπτικούς φακούς η αλλαγή πορείας της οπτικής δέσμης γίνεται στην διαχωριστική επιφάνεια των δύο μέσων διάδοσης (ήτοι αέρα – φακού ή φακού αέρα), στους μαγνητικούς η δύναμη αυτή επιδρά καθ' όλη την διάρκεια που το ηλεκτρόνιο βρίσκεται μέσα στο μαγνητικό πεδίο. Η εκτροπή επομένως είναι συνεχής με σπειροειδή διαδρομή και όχι απότομη.

1.6 Διαδρομή Ακτίνων

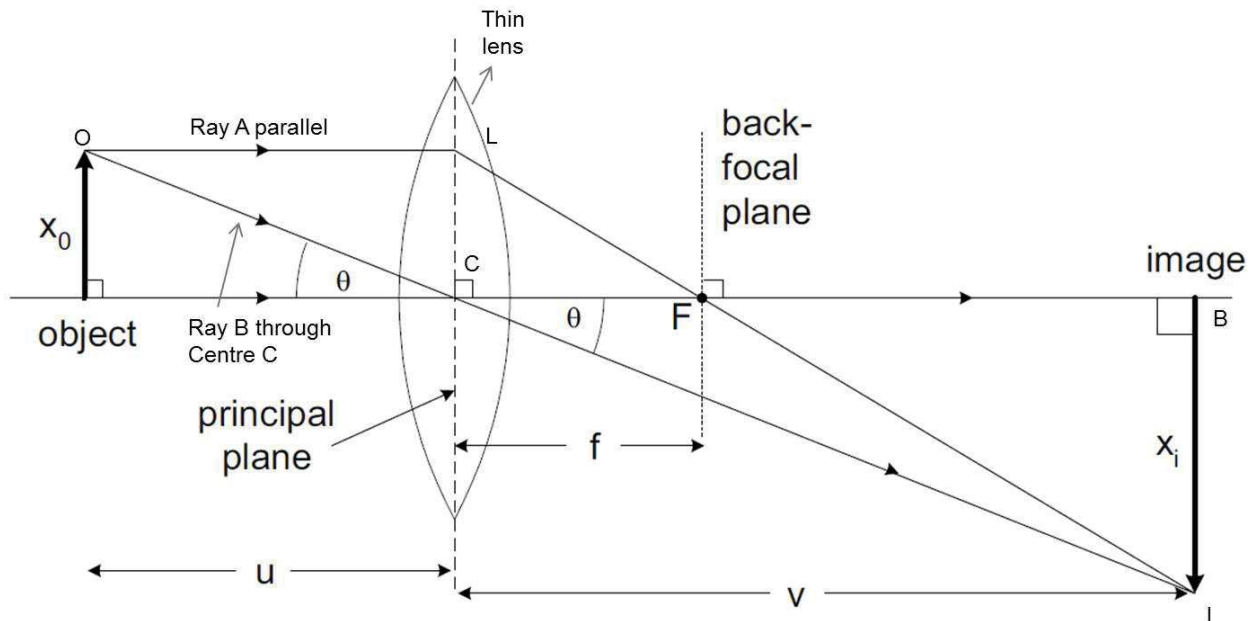
Η γεωμετρική οπτική βασίζεται στη μελέτη της διαδρομής των ακτίνων. Η μέθοδος της κατασκευής της διαδρομής ακτίνων υπακούει στις εξής δύο αρχές:

1. Όλες οι ακτίνες που εισέρχονται μέσα στον φακό παράλληλα εξέρχονται διερχόμενες από ένα σημείο του άξονα που λέγεται εστία.
2. Όλες οι ακτίνες που περνούν από το γεωμετρικό κέντρο του φακού, εξέρχονται στην ίδια διεύθυνση (δηλ. δεν κάμπτονται) ανεξάρτητα από την γωνία με την οποία προσπίπτουν στον φακό.

Η δεύτερη αρχή, προϋποθέτει ότι ο φακός είναι λεπτός γεγονός το οποίο στην πραγματικότητα δεν ισχύει. Παρά ταύτα τα αποτελέσματα με την προσέγγιση αυτή είναι αρκετά ικανοποιητικά ώστε να μπορεί να ισχύει χωρίς σοβαρά λάθη.

Σε όλες τις παρακάτω παραστάσεις διαγραμμάτων οι ακτίνες θα θεωρούνται ότι ταξιδεύουν από αριστερά προς τα δεξιά ή από πάνω προς τα κάτω. Το αντικείμενο θα είναι στον αριστερό χώρο του φακού ή επάνω απ' αυτόν. Το είδωλο στον δεξιό ή κάτω. Έτσι το αντικείμενο θα λέγεται πως είναι πριν ή μπροστά από τον φακό και το είδωλο μετά ή πίσω απ' αυτόν.

1.7 Πραγματικά Είδωλα



Σχήμα 4. Σχηματισμός Πραγματικού Ειδώλου.

$$\triangle AOC + \triangle CBI \Rightarrow \frac{O}{-u} = \frac{I}{v} \Rightarrow O = -\frac{u}{v}I$$

$$\triangle CDF + \triangle FBI \Rightarrow \frac{O}{f} = \frac{I}{v-f}$$

u , v και f συνδέονται με την απλή σχέση

$$-\frac{uI}{fv} = \frac{I}{v-f} \Rightarrow -\frac{u}{f} = \frac{v}{v-f} \Rightarrow -\frac{f}{u} = 1 - \frac{f}{v} \Rightarrow f \left(\frac{1}{v} - \frac{1}{u} \right) = 1 \Rightarrow \frac{1}{v} - \frac{1}{u} = \frac{1}{f}$$

Και επειδή το u είναι αρνητικό, αυτή γίνεται:

$$\frac{1}{v} + \frac{1}{u} = \frac{1}{f}, \quad u < 0$$

Αυτός είναι ο βασικός τύπος για τους συγκλίνοντες φακούς και ισχύει και για μαγνητικούς φακούς ηλεκτρονίων.

Η μεγέθυνση του φακού M είναι :

$$M = \frac{v}{u}$$

1. αν $u = v = 2f$ τότε $M = 1$

και το είδωλο είναι του αυτού μεγέθους με τον αντικειμενικό

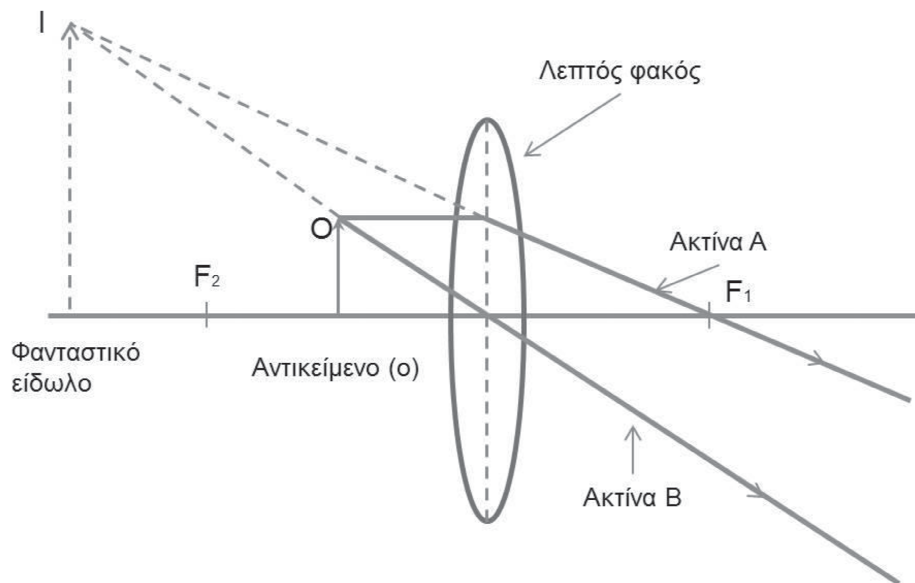
2. αν $u > 2f$ $M < 1$ είδωλο μικρότερο αντικειμένου

3. αν $f < u < 2f$ $M > 1$ είδωλο μεγαλύτερο αντικειμένου και ο φακός μεγεθύνει.

Στην περίπτωση 3 όσο μεγαλώνει η απόσταση του πετάσματος (θέσης απεικόνισης του ειδώλου) από την εστία η μεγέθυνση γίνεται όλο και μεγαλύτερη. Επομένως θεωρητικά, πολύ μεγάλες μεγεθύνσεις επιτυγχάνονται με ένα μόνο απλό συγκλίνοντα φακό σε τεράστιες αποστάσεις απεικόνισης ειδώλου.

1.8 Φανταστικά Είδωλα

Σχηματίζονται όταν το αντικείμενο (ο) τοποθετείται σε απόσταση μικρότερη από f από τον φακό. Τότε οι ακτίνες πίσω από τον φακό αποκλίνουν και δεν μπορεί να σχηματισθεί πραγματικό είδωλο. Αν όμως βάλουμε π.χ. το μάτι πίσω από τον φακό αυτό θα βλέπει το αντικείμενο σαν να προέρχεται από το φανταστικό του είδωλο που σχηματίζεται μπροστά από τον φακό με την προέκταση των ακτίνων που αποκλίνουν. Το μάτι θα βλέπει το αντικείμενο (στην πραγματικότητα το φανταστικό του είδωλο) μεγεθυμένο και ορθό. (βλ. σχήμα 5). Είναι σημαντική η κατανόηση του σχηματισμού του φανταστικού ειδώλου καθ' όσον ο ενδιάμεσος φακός αρκετών Η.Μ. που χρησιμοποιείται για τον έλεγχο (control) της μεγέθυνσης χρησιμοποιείται κατ' αυτό τον τρόπο, σε συνδυασμό με τον αντικειμενικό φακό για την ελάττωση του μεγέθους του τελικού ειδώλου.

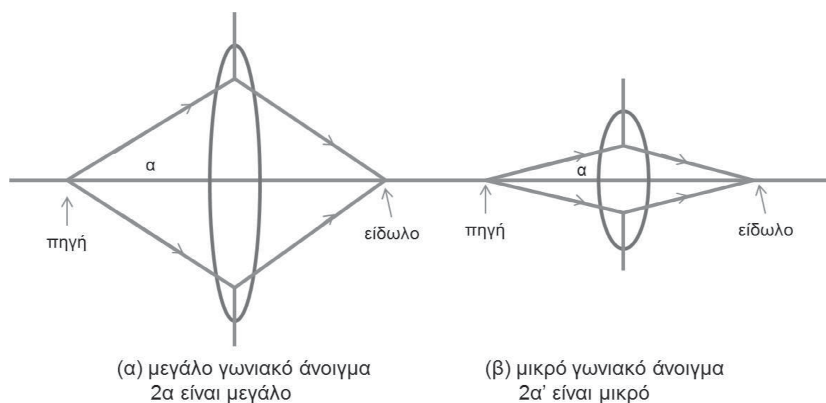


Σχήμα 5. Σχηματισμός φανταστικού ειδώλου

1.9 Γωνιακό άνοιγμα

Οι φακοί έχουν δύο κύριες και χαρακτηριστικές ιδιότητες: το **εστιακό μήκος** και το **γωνιακό άνοιγμα (α)**. Το γωνιακό άνοιγμα βοηθάει στο να συλλεχθούν περισσότερες πληροφορίες για ένα αντικείμενο.

Στην περίπτωση που δύο φακοί έχουν το ίδιο εστιακό μήκος αλλά διαφορετικό γωνιακό άνοιγμα (α), ο φακός που είναι αριστερά έχει μεγαλύτερο διάφραγμα, γωνιακό άνοιγμα απ' αυτόν που είναι δεξιά (σχήμα 6α, β). Για τον πρώτο το διάφραγμα είναι 2α και για τον δεύτερο $2\alpha'$.

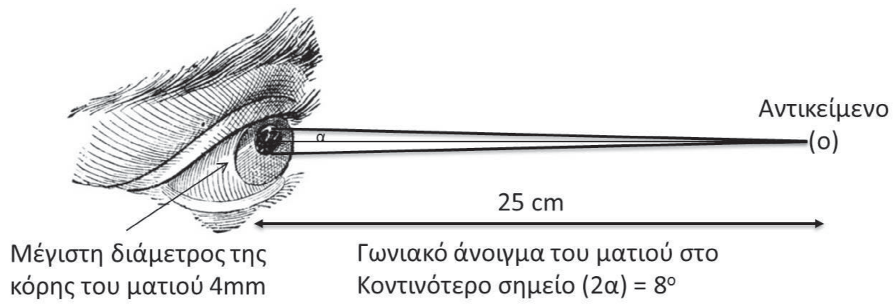


Σχήμα 6. Επίδραση διαφράγματος στο γωνιακό άνοιγμα.

Οι φακοί μεγάλου διαφράγματος μπορούν να συλλέξουν περισσότερες πληροφορίες για το αντικείμενο.

1.10 Λειτουργία του Μικροσκοπίου

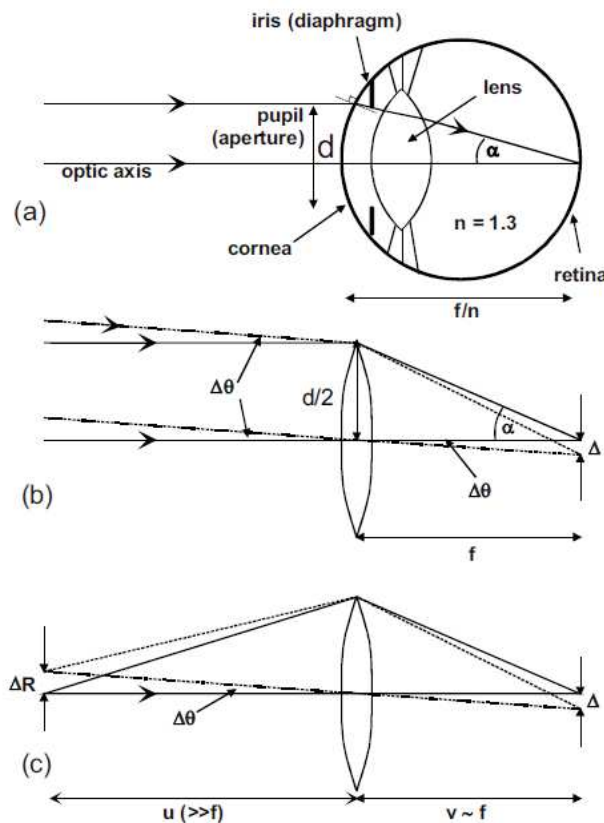
Το μάτι είναι ένα οπτικό όργανο με σοβαρές ατέλειες λειτουργίας. Στη θέση των 25cm απόσταση, όταν δηλαδή συντρέχουν οι καλύτερες συνθήκες λειτουργίας του, το άνοιγμα της γωνίας εισόδου οπτικών πληροφοριών από ένα αντικείμενο είναι μόνο 8° . Για σύγκριση, ένα απλό μικροσκόπιο με αντικειμενικό φακό έχει γωνία εισόδου $\sim 175^\circ$. Αυτός είναι ένας τρόπος που το μικροσκόπιο βελτιώνει την διακριτική ικανότητα του ματιού. Ο άλλος τρόπος είναι η μεγέθυνση. Λόγω της δομής του αμφιβληστροειδούς του ματιού, ο οποίος είναι κατασκευασμένος από κωνικά κύτταρα διαστάσεως $\sim 2.5\mu\text{m}$, όπως έχει ήδη αναφερθεί, το μικρότερο μέγεθος της πληροφορίας που μπορεί να ερεθίσει τα οπτικά νεύρα είναι $\sim 0.25\mu\text{m}$. αν και ο ακριβής τρόπος μεταφοράς της πληροφορίας από τον αμφιβληστροειδή στα οπτικά νεύρα δεν είναι γνωστός, γενικά, είναι παραδεκτό ότι όσο μεγαλώνει το είδωλο του αντικειμένου που σχηματίζεται στον αμφιβληστροειδή τόσο περισσότερες πληροφορίες για το αντικείμενο μεταφέρονται στον εγκέφαλο.



Σχήμα 7. Γωνιακό άνοιγμα του ματιού.

Τα όρια του Ανθρώπινου ματιού

Το ανθρώπινο μάτι είναι ευαίσθητο στην ορατή ακτινοβολία του ηλεκτρομαγνητικού φάσματος (300–700nm). Ο βολβός του ματιού περιέχει ένα ρευστό του οποίου ο δείκτης διάθλασης ($n = 1,34$) είναι διαφορετικός από εκείνον του αέρα ($n = 1$). Ως αποτέλεσμα, η διάθλαση και η εστίαση του εισερχόμενου φωτός λαμβάνει χώρα στην μπροστινή κυρτή επιφάνεια του ματιού, τον κερατοειδή. (σχήμα 8).

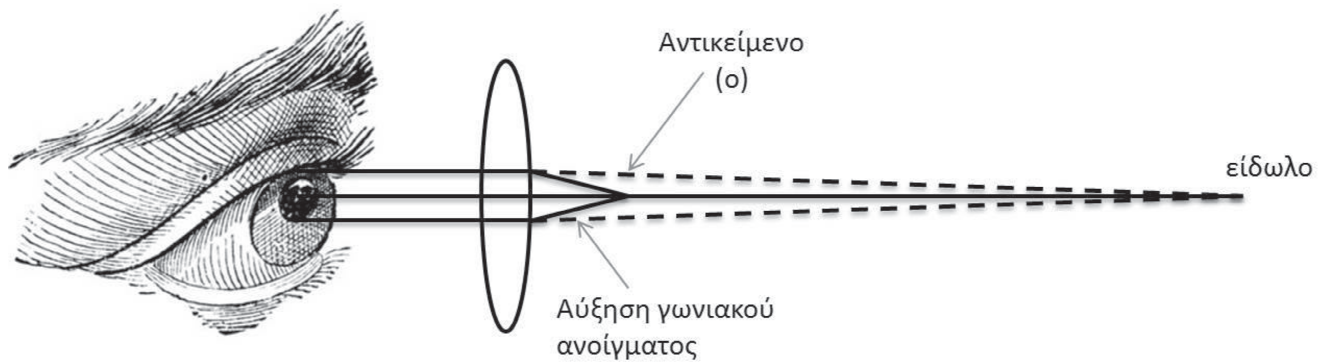


Σχήμα 8. (α) δύο φωτεινές ακτίνες εστιάζουν σε ένα σημείο πάνω στον αμφιβληστροειδή, (β) ισοδύναμο διάγραμμα ακτίνων ενός λεπτού φακού για ένα μακρινό αντικείμενο, παράλληλες ακτίνες που έρχονται και σχηματίζουν μια εικόνα (στον αέρα) σε μια απόσταση f (εστιακό μήκος) από το λεπτό φακό, και (γ) διάγραμμα ακτίνων για ένα κοντινό αντικείμενο (απόσταση αντικειμένου 25 cm, απόσταση ειδώλου ελαφρώς μικρότερη από το f).

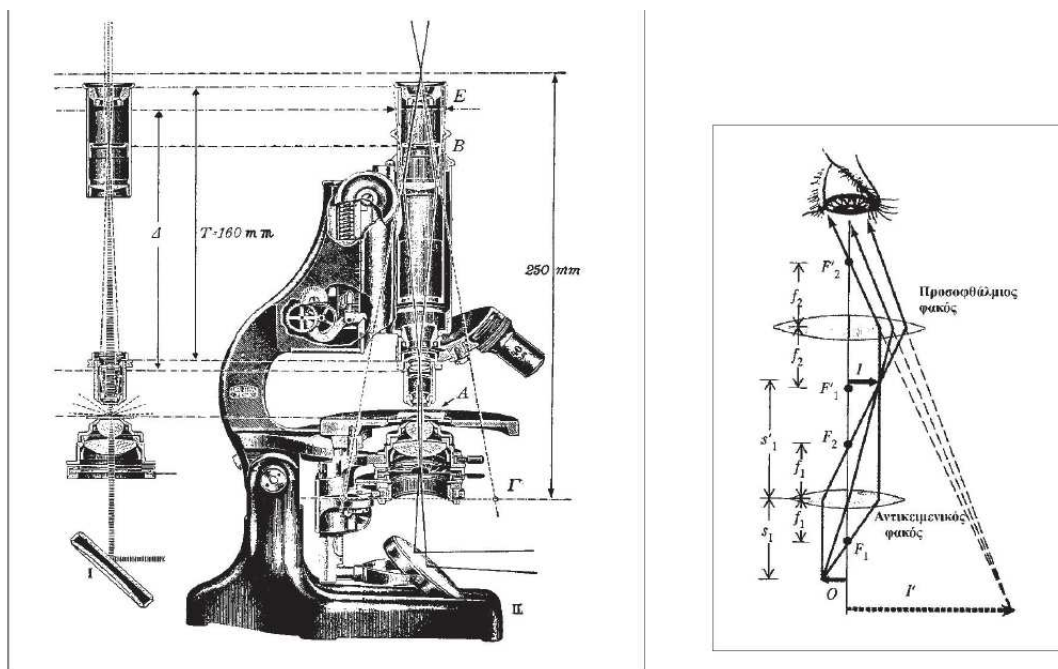
1.11 Το απλό Μικροσκόπιο

Επειδή δεν μπορούμε να φέρουμε ένα αντικείμενο σε απόσταση μικρότερη των 25cm από το μάτι χωρίς να χάνουμε σε Δ.Ι. μπορούμε να ξεγελάσουμε το μάτι με έναν φακό, ώστε να θεωρεί ότι το αντικείμενο είναι στην απόσταση των 25cm ενώ στην πραγματικότητα αυτό είναι κοντότερα. Με τον τρόπο αυτό το αντικείμενο είναι μεγεθυμένο και με μεγαλύτερο γωνιακό άνοιγμα οπτικών ακτίνων δηλαδή καλύτερη Δ.Ι.. Ένας τέτοιος φακός, στη διάταξη αυτή αποτελεί το απλό Μικροσκόπιο, και πολλές φορές χρησιμοποιείται π.χ. για να παρατηρήσουμε λεπτομέρειες φωτογραφιών από Η.Μ. που βλέπει το γυμνό μάτι. Οι μεγεθύνσεις που μπορούν να επιτευχθούν με αυτό τον τρόπο δεν είναι πολύ μεγάλες.

Ο Antony van Leeuwenhoek, που θεωρείται ο πατέρας του μικροσκοπίου τον 18^ο αιώνα πέτυχε μένα απλό φακό μεγεθύνσεις έως 250 φορές. Με Δ.Ι. ματιού 0.25mm μπορούσε να παρατηρήσει αντικείμενα με διαστάσεις της τάξεως του 1μm. Έτσι μπόρεσε να παρατηρήσει και στην συνέχεια να ανακαλύψει Βακτήρια και Πρωτόζωα.



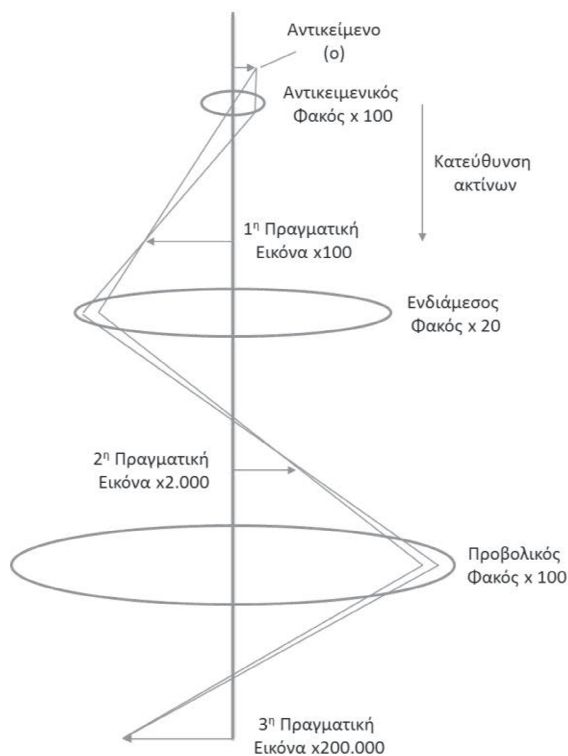
Σχήμα 8. Χρήση απλού φακού για την αύξηση της Δ.Ι. ενός ειδώλου.



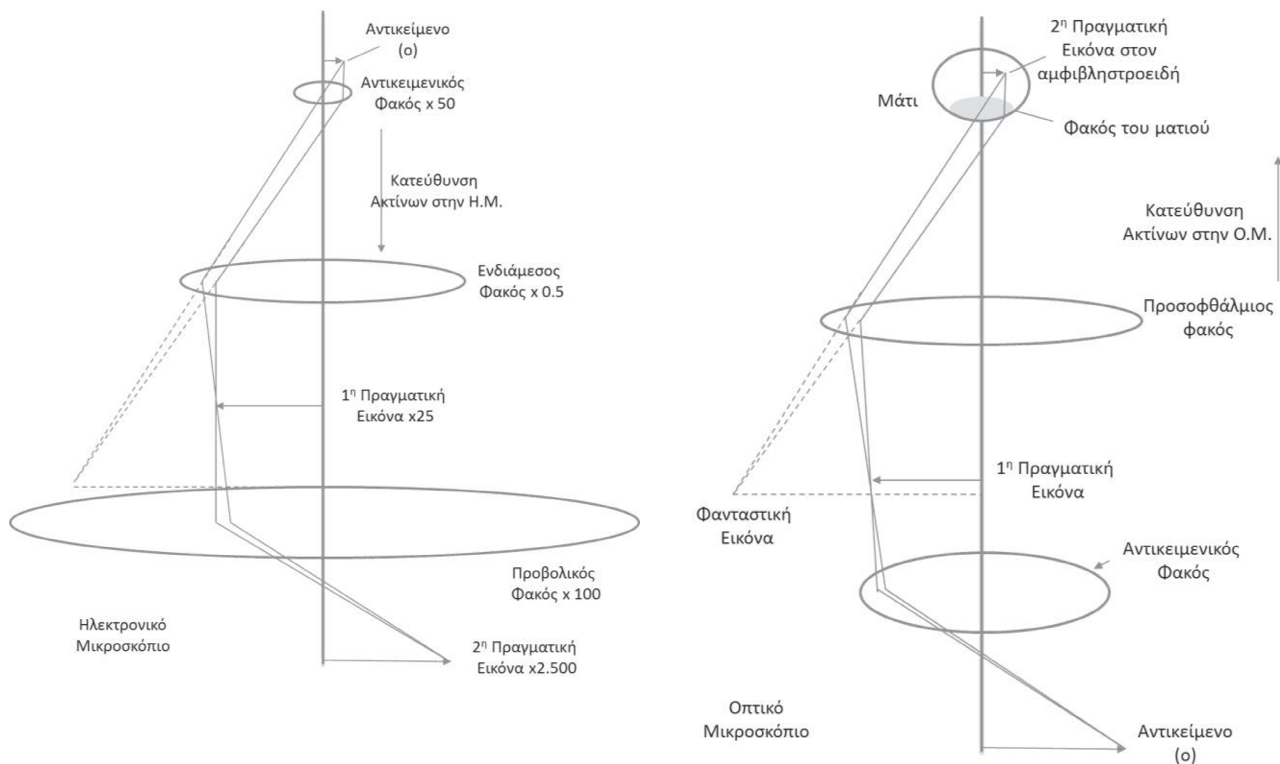
Σχήμα 9. Απλό Μικροσκόπιο

1.12 Το σύνθετο Μικροσκόπιο

Παρόλο που θεωρητικά είναι δυνατό να επιτύχει κανείς οσοδήποτε μεγάλες μεγεθύνσεις με ένα μόνο συγκεντρωτικό φακό, ένα τέτοιο μικροσκόπιο θα ήταν, πρώτον τεράστιο σε διαστάσεις λόγω της μεγάλης απόστασης φακού – ειδώλου, και δεύτερον το άνοιγμα ενός τέτοιου μικροσκοπίου θα ήταν μικρό με συνέπεια την διοχέτευση μικρού πλήθους πληροφοριών. Στην πράξη το εμπόδιο της απόστασης εξαλείφεται με την χρησιμοποίηση ενός δεύτερου φακού πίσω από τον πρώτο.



Σχήμα 9. Διάγραμμα οπτικών διαδρομών στο σύνθετο μικροσκόπιο.



Σχήμα 10. Συγκριτικά διαγράμματα οπτικών διαδρομών Η.Μ. μικρής και μεγάλης μεγέθυνσης Ο.Μ.

Ο δεύτερος φακός επιτυγχάνει μία ακόμη βαθμίδα μεγέθυνσης σχηματίζοντας ένα νέο είδωλο I2 θεωρώντας το πρώτο είδωλο I1 μετά τον πρώτο αντικειμενικό φακό ως αντικείμενο. Η τελική μεγέθυνση είναι το γινόμενο των μεγεθύνσεων των δύο φακών. Θεωρητικά, οι βαθμίδες μεγέθυνσης μπορούν να αυξηθούν με την χρησιμοποίηση και τρίτου και τέταρτου φακού κ.ο.κ. εντούτοις, προβλήματα που σχετίζονται με την φύση του φωτός εξασθενίζουν σε ανώτερες των δυο βαθμίδων ενίσχυσης την Δ.Ι. και έτσι όλα τα οπτικά μικροσκόπια περιορίζονται στον συνδυασμό δύο μόνο φακών, η οποία και επιτυγχάνει την επιθυμητή μέγιστη μεγέθυνση.

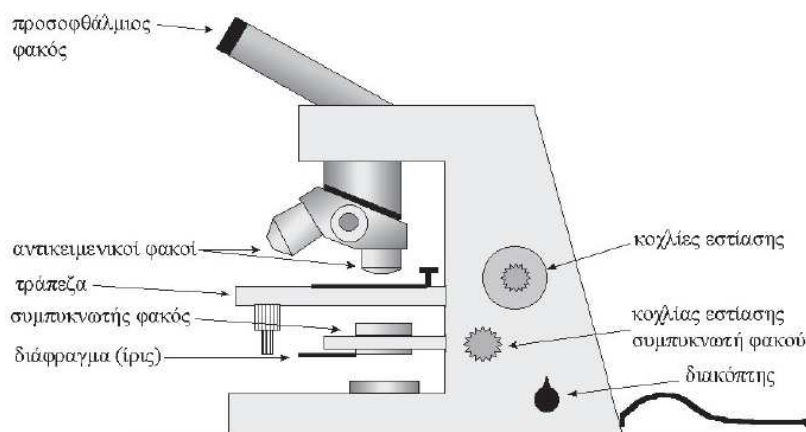
Αντίθετα, στο Η.Μ. όπου η Δ.Ι. δεν έχει να κάνει με την φύση των ηλεκτρονίων αλλά μόνο με την τελειότητα της κατασκευής των φακών, οι απαραίτητες μεγάλες μεγεθύνσεις επιτυγχάνονται με τρεις βαθμίδες μεγέθυνσης δηλαδή με τρεις φακούς. Αυτό συμβάλει και στην ελάττωση των διαστάσεων του οργάνου.

Τα σύγχρονα μικροσκόπια διαθέτουν πλήθος αυτοματισμών και άλλων μηχανισμών που κάνουν τα μικροσκόπια πιο εύκολα στη χρήση ακόμα και από άτομα χωρίς ειδικές γνώσεις. Το σύνθετο μικροσκόπιο είναι ένα οπτικό όργανο που χρησιμοποιείται για την παρατήρηση, υπό μεγέθυνση, αντικειμένων που βρίσκονται κοντά στον παρατηρητή. Το παρατηρούμενο αντικείμενο τοποθετείται πολύ κοντά σε ένα συγκλίνοντα φακό πολύ μικρής εστιακής απόστασης (τον αντικειμενικό φακό), ο οποίος σχηματίζει ένα πραγματικό είδωλό του. Το είδωλο αυτό μεγεθύνεται από έναν άλλο συγκλίνοντα φακό (τον προσοφθάλμιο φακό), ο οποίος σχηματίζει ένα φανταστικό είδωλο σε μια

απόσταση από το μάτι που βρίσκεται ανάμεσα στην ελάχιστη και τη μέγιστη απόσταση ευκρινούς οράσεως. Το μάτι παρατηρεί αυτό το είδωλο.

Μέρη Οπτικού Μικροσκοπίου

Τα μέρη των οπτικών μικροσκοπίων χωρίζονται σε μηχανικά και οπτικά μέρη (σχήμα 11).



Σχήμα 11. Σύγχρονο Οπτικό Μικροσκόπιο

- **Προσοφθάλμιος φακός**, τοποθετημένος στο πάνω μέρος. Υπάρχουν τέσσερις τύποι: Huygens, Ramsden, Kellner και αντισταθμιστικοί. Οι τελευταίοι είναι και οι πιο σύγχρονοι και επιτρέπουν την παρατήρηση χωρίς το μάτι να είναι σε επαφή με φακό. Στο πάνω μέρος μπορεί να τοποθετηθεί φωτογραφική μηχανή.
- **Περιστρεφόμενη κεφαλή** με τους αντικειμενικούς φακούς. Συνήθως έχει θέσεις για 3 - 6 φακούς.
- **Τράπεζα του μικροσκοπίου** μπορεί να είναι τετράγωνη σταθερή ή στρογγυλή περιστρεφόμενη (για πολωτικά μικροσκόπια) και με σύστημα μικρομετρικών κοχλιών για τη μετακίνηση του δείγματος.
- **Μοχλός ρύθμισης** της ίριδας (διαφράγματος). Η ίριδα περιορίζει τον φωτεινό κώνο που φωτίζει το παρασκεύασμα έτσι που αυτό να δέχεται τις ακτίνες που δεν προέρχονται από περίθλαση ή διάθλαση
- **Συγκεντρωτικός** (ή συμπυκνωτής) **φακός**. Σκοπός του εξαρτήματος αυτού είναι η εστίαση της φωτεινής πηγής στο επίπεδο του δείγματος.
- **Κουμπί εστίασης**.
- **Βάση μικροσκοπίου με ενσωματωμένο σύστημα φωτισμού**. Αλλάζοντας τη φωτεινή ένταση με αυτόν τον τρόπο αλλάζουν και τα μήκη κύματος που απαρτίζουν το φως.

1.13 Φυσική Οπτική

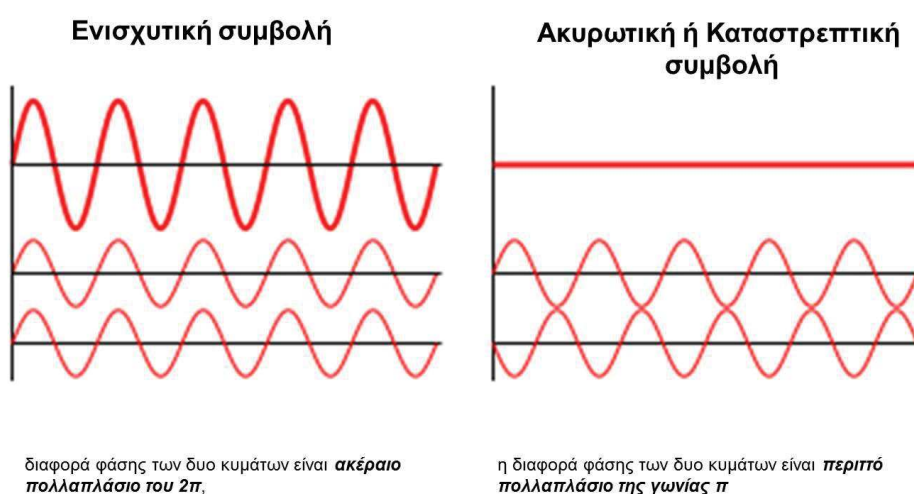
Με την βοήθεια της Γεωμετρικής Φυσικής, μπορεί κανείς να σχηματίσει μια ικανοποιητική εικόνα του πώς δουλεύουν οι φακοί και τα μικροσκόπια, απλώς ακολουθώντας τις γεωμετρικές διαδρομές των οπτικών ακτίνων ή των ακτίνων ηλεκτρονίων. Εντούτοις δεν μπορεί να εξηγήσει:

- Γιατί η $\Delta.I.$ του μικροσκοπίου στην ουσία περιορίζεται στο $\frac{1}{2}$ του μήκους κύματος της χρησιμοποιούμενης ακτινοβολίας
- Γιατί το φως όπως και άλλες ακτινοβολίες δεν διαδίδονται μόνο κατευθείαν γραμμή αλλά υπο ορισμένες συνθήκες στρίβουν πίσω από πέτασμα και
- Γιατί σε ορισμένες περιπτώσεις και κυρίως στο Η.Μ. τα αντικείμενα περιβάλλονται από φωτοστέφανα που είναι ευρύτερα γνωστά ως κροσσοί Fresnel.

Τα φαινόμενα αυτά σχετίζονται με την φύση του φωτός και αποτελούν το αντικείμενο μελέτης της φυσικής οπτικής.

1.14 Συμβολή

Τα κύματα διαδίδονται σφαιρικά στον χώρο, γύρω από την πηγή. Τομή σφαιρικών κυμάτων είναι κύκλοι με όλο ένα αυξανόμενη ακτίνα. Τμήματα αυτών των κύκλων (τομές κύκλου) σε πολύ μεγάλη απόσταση από την πηγή είναι σχεδόν επίπεδα. Κάτοψη αυτών των κυμάτων οδηγεί σε ένα ημιτονοειδές κύμα διάδοσης το οποίο μπορεί να χαρακτηριστεί από το μήκος κύματος λ (απόσταση δύο διαδοχικών κορυφών) και το πλάτος του κύματος (μέγιστη απομάκρυνση από την διεύθυνση διάδοσης). Υπάρχει όμως ακόμη μία παράμετρος που υπεισέρχεται στο χαρακτηρισμό ενός κύματος και αυτός είναι ο χρόνος ή φάση.

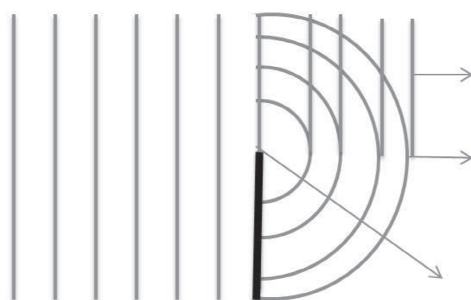


Σχήμα 12. Είδη συμβολής κυμάτων.

Δύο ή περισσότερα κύματα π.χ. της αυτής έντασης που συναντώνται στον χώρο λέμε ότι συμβάλλουν και το αποτέλεσμα της συμβολής εξαρτάται (αν έχουν το ίδιο πλάτος και λ) από την φάση την χρονική στιγμή της συνάντησης. Η φάση είναι η χρονική καθυστέρηση του ενός κύματος σε σχέση με το άλλο και μπορεί να εκφραστεί σε μονάδες χρόνου ή μήκους κύματος ή συνηθέστερα σε μονάδες γωνίας (μοίρες). Δύο κύματα συμβάλλουν ενισχυτικά όταν η φάση (η καλύτερα η διαφορά φάσης) συμβολής είναι $\varphi=0$, η ακυρωτικά (αποσβεστικά) αν η $\varphi=180$. Φυσικά υπάρχουν και όλοι οι ενδιάμεσοι τρόποι για $0<\varphi<180$

1.15 Περίθλαση

Όταν ένα επίπεδο κύμα προσπίπτει σε ένα πέτασμα, τότε μέρος του κύματος συνεχίζει να διαδίδεται ευθύγραμμα όπως πριν, αλλά κοντά στην άκρη του πετάσματος παρατηρείται ότι δεν σχηματίζεται η αναμενόμενη, από την ευθύγραμμη διάδοση του φωτός, σκιά αλλά η άκρη αποτελεί κατά κάποιο τρόπο μία νέα πηγή φωτός και το κύμα διαδίδεται κυκλικά με κέντρο την άκρη πίσω από το πέτασμα (αρχή Huygens).



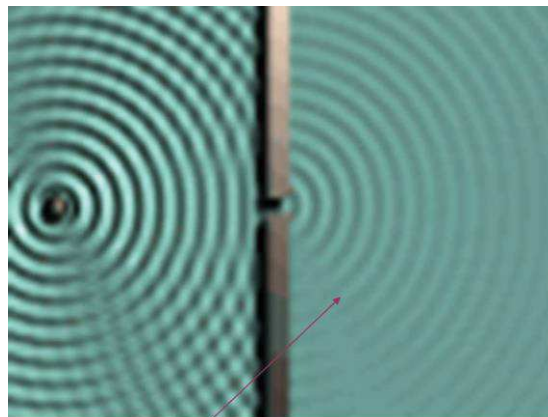
Σχήμα 12. Σχηματική αναπαράσταση αρχής Huygens.

Αρχή του Huygens / Αρχή του Fermat για τη διάδοση του φωτός

Πρώτος ο Huygens, πριν 300 περίπου χρόνια εξήγησε το φαινόμενο αυτό με την παραδοχή ότι κάθε σημείο ενός μετώπου κύματος αποτελεί μια δευτερογενή πηγή κύματος. Το φαινόμενο αυτό είναι γνωστό ως περίθλαση του κύματος και αποδεικνύεται πειραματικά με την χρήση λεπτών σχισμών με άνοιγμα της τάξης μεγέθους του μήκους κύματος της χρησιμοποιούμενης ακτινοβολίας. Πρακτικό επακόλουθο του φαινομένου είναι η φαινομενική αλλοίωση του ειδώλου μετά την σχισμή με την εμφάνιση δευτεροταγών, τριτοταγών κλπ. ειδώλων εκατέρωθεν του κεντρικού λόγω συμβολής. Οι επιπτώσεις του φαινομένου στην μικροσκοπία είναι προφανείς, αλλά τείνουν να εξαληφθούν όταν το διάφραγμα γίνει μεγαλύτερο ή και όταν το μήκος κύματος γίνει μικρότερο.



Σχήμα 13. Επίδραση διαφράγματος στην διάδοση των κυμάτων.

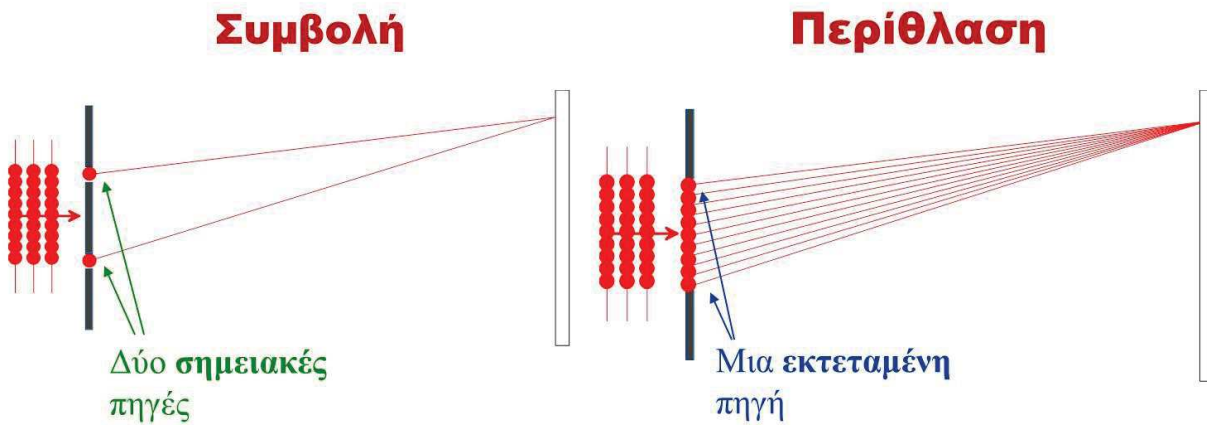


Δευτερεύοντα
Σφαιρικά Κύματα

Σχήμα 14. Περίθλαση κυμάτων στην επιφάνεια νερού, καθώς αυτά περνούν από στενή σχισμή. Στο όριο σχισμής μηδενικού εύρους, έχουμε την πλήρη εικόνα της αρχής του Huygens.

Σύμφωνα με την αρχή του Fermat, η διαδρομή που ακολουθεί το φως ανάμεσα σε δύο σημεία είναι εκείνη για την οποία το μήκος του οπτικού δρόμου έχει ακρότατη τιμή (συνήθως ελάχιστη). Έτσι, ο χρόνος που χρειάζεται το φως για να διαδοθεί από ένα σημείο σε ένα άλλο είναι ο ελάχιστος δυνατός. Κατά συνέπεια, αν το μέσον έχει σταθερό δείκτη διάθλασης, τότε η διαδρομή που ακολουθεί το φως είναι ευθεία. Για μέσον με δείκτη διάθλασης που εξαρτάται από τη θέση, η διαδρομή είναι τέτοια ώστε να ελαχιστοποιείται ο χρόνος που χρειάζεται το φως για να τη διανύσει. Με την αρχή του Fermat είναι δυνατή η ερμηνεία των νόμων της ανάκλασης και της διάθλασης.

Σύγκριση Συμβολής – Περίθλασης



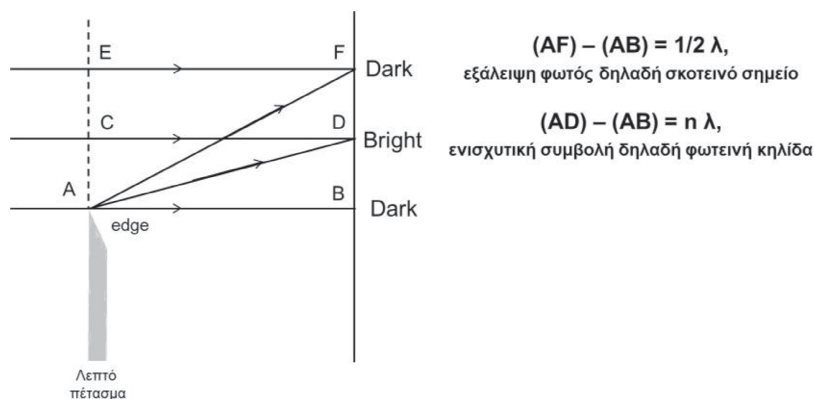
Σε κάθε σημείο παρατήρησης γίνεται **γραμμική άθροιση** ηλεκτρικών πεδίων από τις δύο σημειακές 'πηγές'

Σε κάθε σημείο παρατήρησης γίνεται **γραμμική ολοκλήρωση** ηλεκτρικών πεδίων από όλες τις 'πηγές'

1.16 Κροσσοί Fresnel

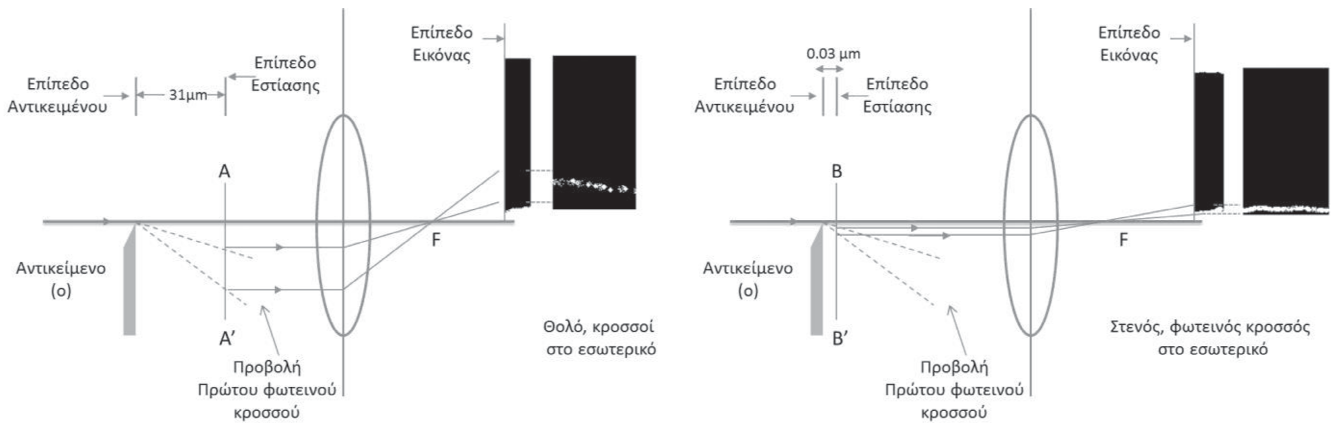
Αν αντί της σχισμής χρησιμοποιήσουμε ένα λεπτό πέτασμα (π.χ. ξυράφι) τότε οι ακτίνες μονοχρωματικού φωτός περιθλώνται στην σχισμή A και συμβάλλουν με τις απ' ευθείας ακτίνες. Αν οι διαφορές δρόμων π.χ. (AΔ)-(AB) είναι ακέραια πολλαπλάσια ενός μήκους κύματος, τότε έχουν ενισχυτική συμβολή δηλαδή φωτεινή κηλίδα. Αν π.χ. (AZ)-(AB) είναι το μισό μήκος κύματος τότε έχουμε εξάλειψη του φωτός (σκοτεινό σημείο) λόγω συμβολής με αντίθετη φάση.

Οι κροσσοί Fresnel παρατηρούνται στο Η.Μ. παρ' όλο που εκεί το μέγεθός τους είναι μικρότερο λόγω του 100.000 μικρότερου μήκους κύματος των ηλεκτρονίων σε σχέση με το φώς, και παρατηρείται κυρίως ο 'πρώτος φωτεινός κροσσός'. Αυτός ο πρώτος κροσσός είναι μεγάλης σημασίας για την ευθυγράμμιση και χρήση του Η.Μ.. ιδιαίτερα όμως σημαντικό είναι η διόρθωση της εμφάνισης του πρώτου κροσσού που επιτυγχάνεται με συνθήκη καλής εστίασης με τον αντικειμενικό φακό ως δείχνουν τα παρακάτω σχήματα.



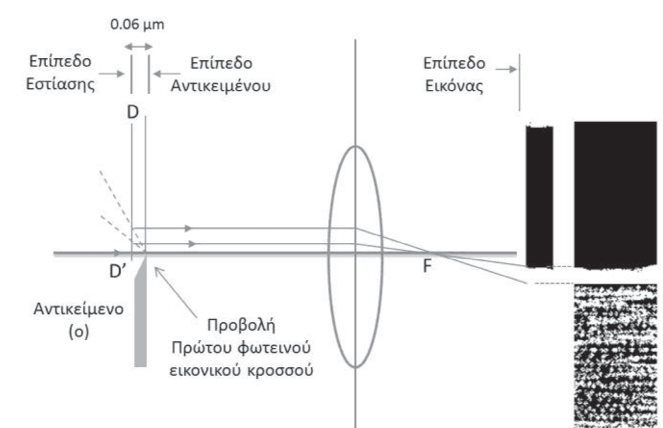
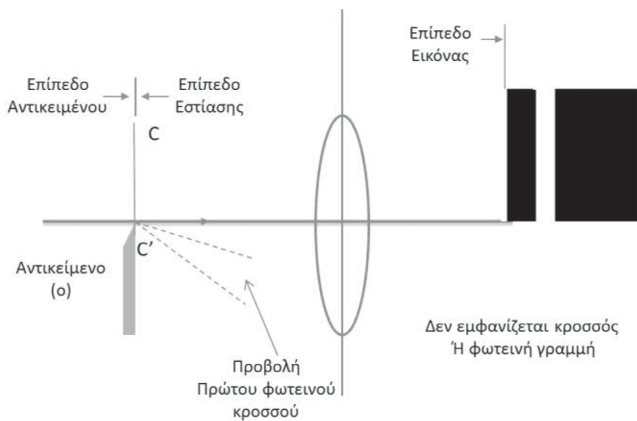
Σχήμα 16. Σχηματισμός Κροσσών.

Η εξάλειψη του κροσσού που εμφανίζεται αποτελεί μέτρο της ‘υπερεστίασης’ και ‘υποεστίασης’ του αντικειμενικού φακού. Ακόμη εκτός από του ότι ο κροσσός αποτελεί μια πολύ ευαίσθητη ένδειξη του ακριβούς σημείου εστίασης του Η.Μ., έχει και άλλες πολύ σημαντικές εφαρμογές. Μπορεί να χρησιμοποιηθεί για την εξακρίβωση αν οι φακοί είναι ακτινικά συμμετρικοί. Γιατί αν δεν είναι τότε ο φακός λέγεται πως παρουσιάζει αστιγματισμό που εξακριβώνεται από το φάρδος του κροσσού. Επίσης, χρησιμοποιείται σαν μέτρο της Δ.Ι.. Στην πραγματικότητα, ο κροσσός, αποτελεί το τέλειο ‘δείγμα έλεγχου’ (test specimen).



α) Objective very over focused – lens far too strong

β) Objective slightly over focused – lens a little too strong



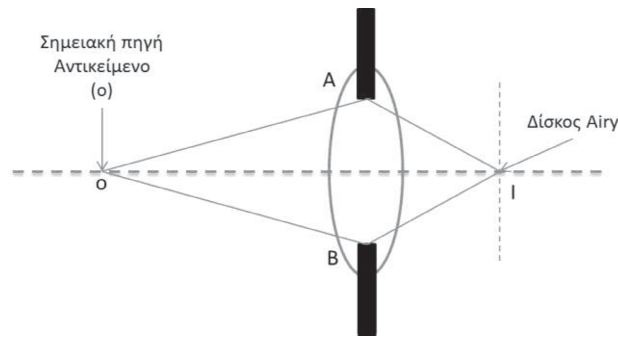
γ) Objective at exact focus– lens a little too strong

δ) Objective under focused – lens too weak

Σχήμα 17. Επίδραση του μέτρου ‘υπερεστίασης’ και ‘υποεστίασης’

1.17 Ο Δίσκος AIRY

Το διάφραγμα ενός φακού AB περιορίζει την οπτική δέσμη του αντικειμένου. Ακόμη και χωρίς διάφραγμα AB ο φακός δέχεται περιορισμένου ανοίγματος οπτική δέσμη που καθορίζεται από την καμπυλότητα του φακού. Το σχηματιζόμενο είδωλο δεν είναι τέλειο λόγω του παραπάνω περιορισμού του φακού, ή απλούστερα λόγω αυτής της ίδιας της ύπαρξης του φακού. Οι ατέλειες δημιουργούνται λόγω περίθλασης στα A και B που οδηγούν στην ύπαρξη κροσσών συμβολής. Έτσι μια σημειακή πηγή απεικονίζεται με ένα φωτεινό δίσκο ο οποίος περικλείεται εναλλακτικά από σκοτεινούς και φωτεινούς δίσκους, που πρωτοπαρηγήθηκαν από τον George Airy τον 19^ο αιώνα.



Σχήμα 18. Σχηματισμός δίσκου Airy

Η διάμετρος των δίσκων Airy καθορίζεται από το διάφραγμα του φακού και από το μήκος κύματος της ακτινοβολίας. Ακόμη εξαρτάται και από τον δείκτη διάθλασης του μέσου (π.χ. αέρα) που υπάρχει μεταξύ φακού και αντικειμένου, επειδή επηρεάζει την ταχύτητα και το μήκος κύματος του φωτός. Έτσι η σχέση που δίνει αριθμητικά το μέγεθος του πρώτου δίσκου Airy έχει βρεθεί ότι είναι

$$r = \frac{0.612\lambda}{n \sin \alpha}$$

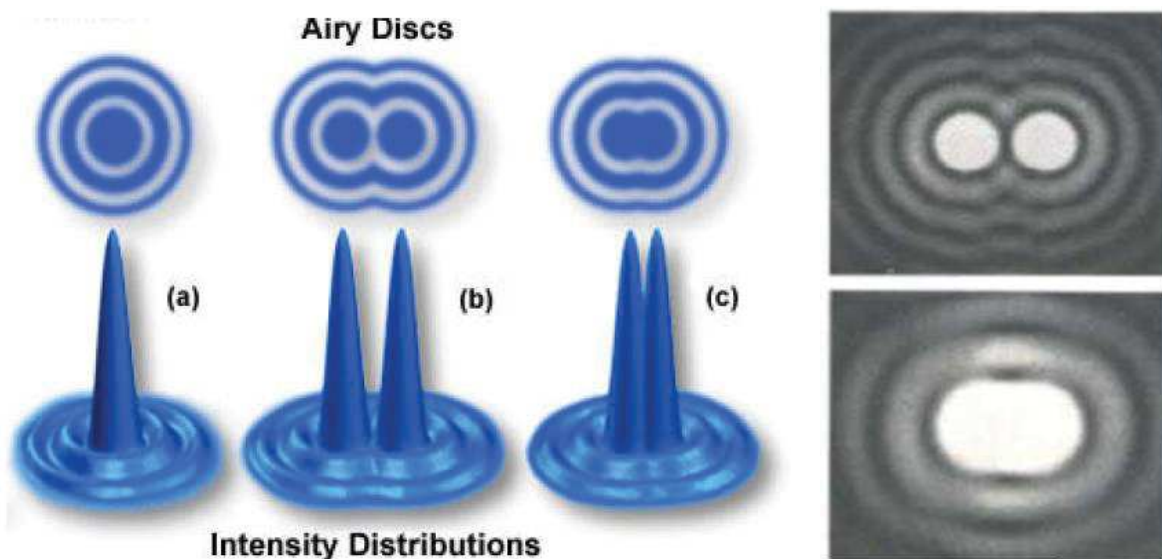
όπου λ : μήκος κύματος του φωτός στο κενό

α : είναι το μισό του γωνιακού ανοίγματος του φακού

και n : ο δείκτης διάθλασης του μέσου

1.18 Περιοριστικά Διαφράγματα και Διαφράγματα Πεδίου / Διακριτική Ικανότητα (Δ.Ι.)

Έχουμε αναφέρει ότι Δ.Ι. είναι η δυνατότητα ενός οπτικού συστήματος να ξεχωρίζει δύο αντικείμενα στο χώρο. Ορίζεται ως η ελάχιστη απόσταση στην οποία είναι εμφανή δύο αντικείμενα σαν ξεχωριστά και όχι συγκεχυμένα σαν ένα. Όσο μικρότερη αυτή η απόσταση τόσο μεγαλύτερη η Δ.Ι..



Σχήμα 19. Εφαρμογή των δίσκων Airy στον ορισμό της Δ.Ι.

Στο σχήμα 19α απεικονίζεται ένας υποθετικός δίσκος Airy που αποτελείται ουσιαστικά από ένα κεντρικό μέγιστο που περιβάλλεται από ομόκεντρους κύκλους ταξινομημένους διαδοχικά από την μεγαλύτερη προς την μικρότερη φωτεινότητα δείχνοντας την κατανομή της έντασης. Δύο δίσκοι Airy και η κατανομή της έντασής τους φαίνονται στο σχήμα 19 b, και μπορούν να διακριθούν. Το όριο στο οποίο δύο δίσκοι Airy μπορούν να διακριθούν σε δύο ξεχωριστές οντότητες ονομάζεται κριτήριο Rayleigh. Το σχήμα 19c, δείχνει δύο δίσκους Airy και τη κατανομή της έντασής τους σε μία κατάσταση όπου η απόσταση μεταξύ των δύο κέντρων των μέγιστων είναι μικρότερη από το πλάτος των μέγιστων και οι δύο δίσκοι δεν μπορούν να διακριθούν σε διαφορετικές οντότητες με βάση το κριτήριο Rayleigh. Το κριτήριο του Rayleigh, χρησιμοποιείται για να αποφασισθεί πότε δύο είδωλα σημειακών πηγών μπορούν να θεωρηθούν ότι διαχωρίζονται.

Η Δ.Ι. ορίζεται ως εξής: (Rayleigh 1896)

Από δύο όμοιες πηγές που δημιουργούν κύκλους Airy, το κριτήριο διαχωρισμού των δύο ειδώλων είναι η απόσταση μεταξύ των δύο κέντρων να συμπίπτει με την ακτίνα του πρώτου σκοτεινού κύκλου. Τότε η ένταση των δύο κορυφών A και B πέφτει κατά 19%. Ο ορισμός αυτός συμπίπτει με τον ορισμό της ακτίνας του Airy έτσι ώστε η Δ.Ι. να είναι

$$\Delta.I. = \frac{0.612\lambda}{n \sin \alpha}$$

Αν π.χ. θελήσουμε να υπολογίσουμε την Δ.Ι. ενός Ο.Μ. χρησιμοποιώντας τα καλύτερα υλικά ($n=1.66$, $\alpha=69$) τότε για το πράσινο φως ($\lambda=500\text{nm}=0.5\mu\text{m}$)

$$\Delta.I. = \frac{0.6 \times 0.5}{1.5} = 0.2 \mu\text{m}$$

Δηλ. η Δ.Ι. περιορίζεται στο μισό του μήκους κύματος λ .

- Πως μπορούμε να “αυξήσουμε” την Δ.Ι.????

Η απάντηση είναι μόνο μία ‘Ελαττώνοντας το λ ’

Το πώς το πετυχαίνουμε είναι η ιστορία ανάπτυξης του Η.Μ. που θα εξεταστεί στα επόμενα.

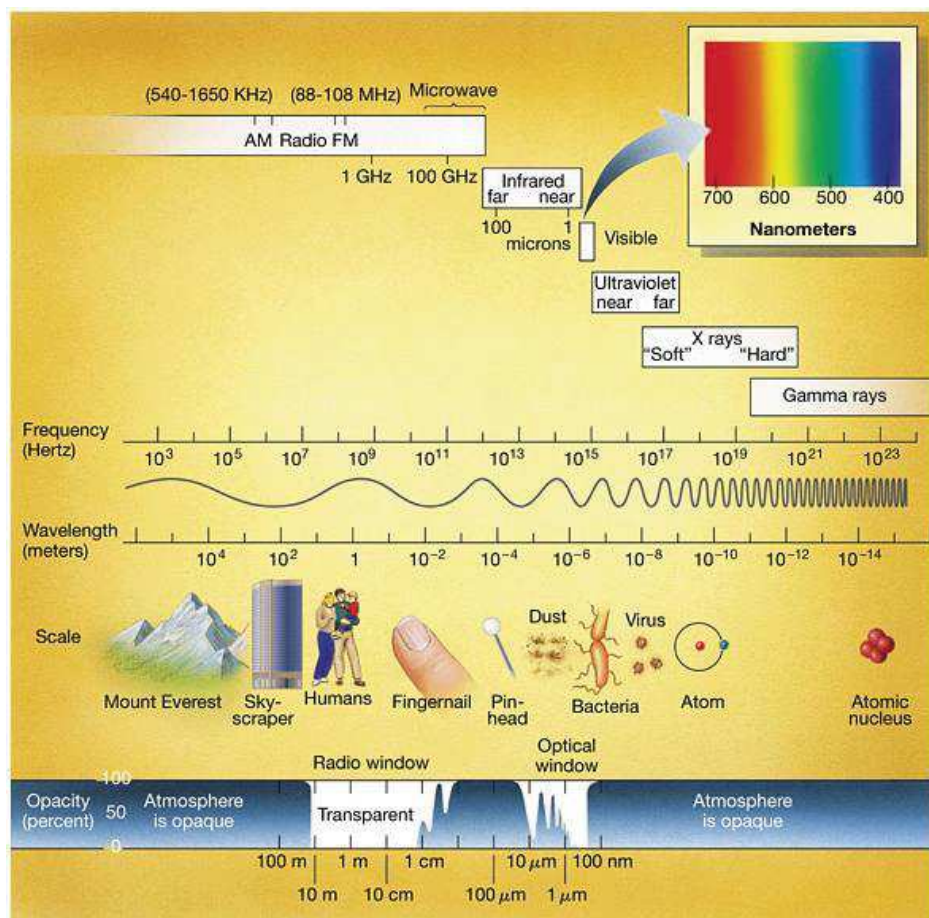
Κεφάλαιο 2^ο Η Εξέλιξη του Ηλεκτρονικού Μικροσκοπίου

2.1 Ηλεκτρομαγνητική Ακτινοβολία

Έχει αναφερθεί στα προηγούμενα, ότι ο μόνος τρόπος με τον οποίο είναι δυνατόν να αυξηθεί η διακριτική ικανότητα ($\Delta.I.$) είναι η ελάττωση του μήκους κύματος του φωτός. Το ορατό φως, που είναι ηλεκτρομαγνητική ακτινοβολία, καλύπτει ένα εύρος μηκών κύματος από 400 – 700nm. Π.χ. το μπλέ είναι στα 470nm, το πράσινο στα 520nm, το κίτρινο στα 580nm και το κόκκινο στα 650nm.

Ακτινοβολίες με μεγαλύτερο μήκος κύματος από 700nm χαρακτηρίζονται ως **υπέρυθρες (IR)**. Μικρότερες δε από 400nm ονομάζονται **υπεριώδεις (UV)**. Μετά στις υπεριώδεις είναι οι *ακτίνες -X*, οι *ακτίνες -γ* και οι *κοσμικές ακτινοβολίες*. Οι ακτίνες - X, όπως τα ραδιοκύματα, διαπερνούν την ύλη με ελάχιστη ή καθόλου απορρόφηση ή διάθλαση σε αντίθεση με τις υπεριώδεις, ορατές και υπέρυθρες οι οποίες είτε απορροφούνται ή διαθλώνται από την ύλη. Ορισμένα υλικά όπως π.χ. το γυαλί, δεν απορροφούν το ορατό φως αλλά όμως ελαττώνουν την ταχύτητά του, δηλ. κάμπτουν το φως και αυτό λέγεται διάθλαση.

Ο πίνακας παρουσιάζει την αντιστοιχία ακτινοβολιών κατάλληλων για την ανίχνευση ορισμένων βιολογικών ουσιών.



Copyright © 2005 Pearson Prentice Hall, Inc.

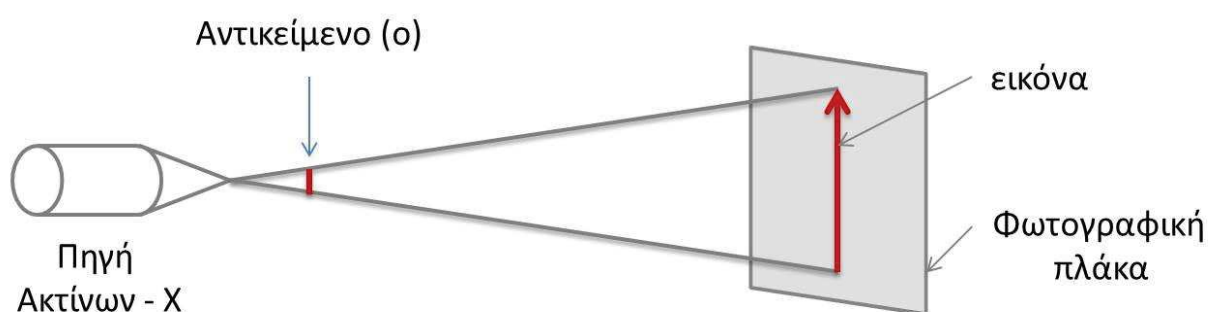
Σχήμα 2.1. Το εύρος του Η/Μ φάσματος.

Έτσι, με το ορατό φώς μπορεί να διακρίνει και να ανιχνεύσει κάποιες αντικείμενα όπως βακτήρια, αλλά δεν μπορεί να δει μικρότερους οργανισμούς. Αν επομένως, ψάξουμε προς το υπεριώδες (U.V.) για ακτινοβολία δηλαδή με μικρότερο μήκος κύματος, προσπαθώντας να επιτύχουμε μεγαλύτερη Δ.Ι. τότε προσπίπτουμε σε άλλα προβλήματα όπως π.χ. το γεγονός ότι για $\lambda < 300\text{nm}$ οι ακτίνες είναι δύσκαμπτες, με μεγάλη σχετικά ενέργεια ενώ η χρήση γυάλινων φακών γίνεται προβληματική επειδή το γυαλί είναι ημιδιαπερατό από την ακτινοβολία αυτή. Ακόμη, το οξυγόνο της ατμόσφαιρας αρχίζει να απορροφάει σε αυτά τα μήκη κύματος. Έτσι ένα μικροσκόπιο με τέτοια ακτινοβολία θα έπρεπε να δουλεύει στο κενό. Επίσης, ένα τέτοιο μικροσκόπιο θα ήταν ακριβότερο και δυσκολότερο να κατασκευασθεί επειδή εκτός από τα προηγούμενα, θα έπρεπε να χρησιμοποιηθούν και κυρτά κάτοπτρα για την εστίαση της υπεριώδους ακτινοβολίας. Όλος αυτός ο κόπος θα γινότανε για μία βελτίωση της Δ.Ι. μόνο κατά ένα παράγοντα 5.

2.2 Μικροσκόπιο Ακτίνων – X

Το μικροσκόπιο ακτίνων – X θα ήταν μια ιδανική λύση, αλλά δυστυχώς δεν είναι γνωστή καμιά ουσία που θα κάμπτεται ή να ανακλά τις ακτίνες – X, σε τέτοιο βαθμό ώστε να μπορεί να σχηματιστεί είδωλο.

Ένας όμως άλλος τύπος ‘μικροσκοπίου’ ακτίνων – X έχει δοκιμασθεί, το λεγόμενο ‘*προβολικό μικροσκόπιο σημείου*’. Βασίζεται στην απλή γεωμετρική αρχή, ότι, ένα αντικείμενο που φωτίζεται από μια σημειακή πηγή φωτός π.χ. πηγή ακτίνων-X, σχηματίζει μια σκιά πάνω σε μια οθόνη. Αν η απόσταση οθόνης αντικειμένου είναι μεγαλύτερη από την απόσταση αντικειμένου – πηγής, τότε η σκιά θα προβάλλεται μεγεθυμένη όπως στο σχήμα.



Σχήμα 2.2. Αρχή λειτουργίας μικροσκοπίου ακτίνων – X.

Δεδομένου ότι οι ακτίνες – X διαπερνούν και αντικείμενα αδιαπέραστα από το φώς, παρουσιάζουν το πλεονέκτημα, του να εμφανίζονται λεπτομέρειες που το φώς δεν θα ανίχνευε. Η Δ.Ι. αυτής της μεθόδου, εντούτοις, περιορίζεται από το μέγεθος και τις διαστάσεις της σημειακής πηγής. Από την άλλη μεριά πάλι, οι πηγές ακτίνων – X είναι κατά πολύ εντονότερες και πιο ισχυρές αυτών

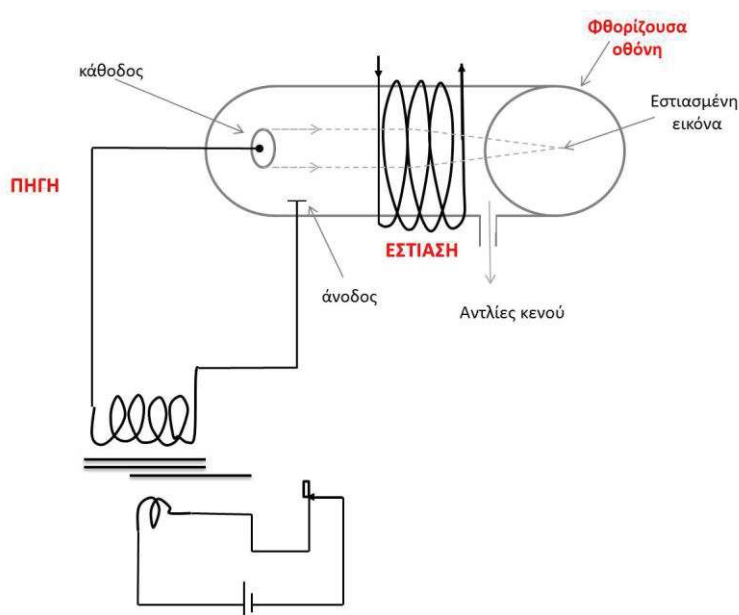
του φωτός. Μια τέτοια διάταξη είναι απλή στην κατασκευή και φυσικά δεν χρησιμοποιεί κανενός είδους φακούς.

Τέτοια όργανα έχουν κατασκευασθεί με Δ.Ι. $\sim 0.1 \mu\text{m}$ χρησιμοποιώντας πηγές ακτίνων $-X$ με διάμετρο $0.1 \mu\text{m}$, επιτυγχάνοντας μεγεθύνσεις περίπου $\times 1000$. Εντούτοις τόσο μικρές πηγές είναι πολύ ασθενείς στην εκπομπή ακτίνων $-X$ και η σκιά μόλις που διακρίνεται πάνω σε φθορίζουσα οθόνη, ύστερα από εμφανίσεις που διαρκούν ώρες ή και ημέρες.

Καθοδικές Ακτίνες

Στις αρχές του αιώνα μας, ο Abbe διακήρυξε ότι η εξέλιξη του μικροσκοπίου σύντομα θα τελματωθεί λόγω της έλλειψης ακτινοβολίας με κατάλληλο (μικρό) μήκος κύματος. Η ειρωνεία της δήλωσης αυτής είναι ότι την εποχή εκείνη που αυτός τελειοποιούσε το οπτικό μικροσκόπιο, άλλοι φυσικοί είχαν ήδη ανακαλύψει τα βασικά χαρακτηριστικά που θα συνέθεταν το τότε άγνωστο Η.Μ..

Στα μέσα του 19^{ου} αιώνα, είχαν παρατηρηθεί ηλεκτρικές εκκενώσεις, μέσα σε σωλήνες χαμηλής πίεσης, μεταξύ καθόδου και ανόδου χρησιμοποιώντας υψηλές ηλεκτροστατικές τάσεις. Οι Geissler, Plucker, Hittorf, Goldstein, Hertz, Crookes, Perrin, J.J. Thomson και άλλοι, κατασκεύασαν τους λεγόμενους ‘καθοδικούς σωλήνες’ και μελέτησαν ένα είδος άγνωστων τότε ακτίνων που ο Goldstein ονόμασε ‘καθοδικές ακτίνες’. Παρατήρησαν ότι κινούνται ευθύγραμμα αλλά μπορούν να εκτραπούν από ηλεκτροστατικά και μαγνητικά πεδία μια και φαίνεται να φέρουν αρνητικό φορτίο. Ειδικότερα το 1899 ο Weichert παρατήρησε ότι μπορούσε να τις συγκεντρώσει και να τις ‘εστιάσει’ τοποθετώντας ένα ομοαξονικό πηνίο γύρω από τον καθοδικό σωλήνα. Έτσι γεννήθηκαν οι γνωστοί ως σήμερα σωλήνες Braun.



Σχήμα 2.2 Καθοδικός σωλήνας: εστίαση δέσμης ηλεκτρονίων.

Όλα τα απαραίτητα εξαρτήματα ενός Η.Μ. ήταν ήδη γνωστά (πηγή, εστίαση, προβολή σε φθορίζουσα οθόνη), αλλά η ανακάλυψη του Η.Μ. καθυστέρησε άλλο μισό περίπου αιώνα, λόγω της άγνωστης φύσης αυτών των καθοδικών ακτίνων, που δεν ήταν παρά ακτίνες ηλεκτρονίων.

2.3 Κύματα Ηλεκτρονίων

Δύο μεγάλες θεωρίες στις αρχές του 1900 κατάφεραν να συνδέσουν τα ταχέως κινούμενα ηλεκτρόνια με την ακτινοβολία μικρού μήκους κύματος. Η Κβαντική θεωρία του Max Planck και η θεωρία Σχετικότητας του Albert Einstein. Τα αποτελέσματα αυτών των δύο θεωριών τα επεξεργάστηκε ο Γάλλος Μαθηματικός και Φυσικός de Broglie το 1924. Υπολογισμοί του τελευταίου απέδειξαν ότι κάθε σωματίδιο που κινείται με ταχύτητα που πλησιάζει την ταχύτητα του φωτός (300.000 km/sec) συνδέεται με μία μορφή ακτινοβολίας μέσω της σχέσης

$$\lambda = \frac{h}{mv}$$

Όπου m και v η μάζα και η ταχύτητα του ταξιδεύοντος σωματιδίου και h ένας παγκόσμιος κβαντικός αριθμός που επικράτησε να λέγεται σταθερά του Planck. Τέτοια σωματίδια δεν μπορούν να ανιχνευτούν παρα μόνο, αν έχουν πολύ μικρή μάζα και ταξιδεύουν με ταχύτητες μεγαλύτερες από το 1/10 της ταχύτητας του φωτός. Για τα ηλεκτρόνια που έχουν μικρή μάζα και ταχύτητα $\sim 1/3$ του φωτός, το μήκος κύματος που υπολογίζεται είναι περίπου 0.05Å. Αυτό είναι 100.000 φορές μικρότερο του αντίστοιχου π.χ. της πράσινης ακτινοβολίας. **Έτσι η Δ.Ι. θα μπορούσε να βελτιωθεί, αν το επιτρέπουν τα όργανα, κατά 10^5 φορές έναντι αυτής του Ο.Μ..**

Η ακριβής φύση των 'κυμάτων ηλεκτρονίων ή υλικών κυμάτων' είναι πολύ δύσκολο να εξηγηθεί και να περιγραφεί με πρακτικά μέσα. Δεν είναι ηλεκτρομαγνητικά κύματα όπως π.χ. το φώς, οι ακτίνες - X, κλπ. Συνίσταται, από μικρά πακέτα ή 'κβάντα' ακτινοβολίας που συνοδεύουν μεμονωμένα κάθε ηλεκτρόνιο το οποίο και ακολουθούν στην πορεία του, και δεν εκπέμπονται από αυτό. Τα χαρακτηριστικά ενός κύματος ηλεκτρονίων εξαρτώνται από την ακριβή θέση του δεδομένου ηλεκτρονίου στο χώρο μια δεδομένη στιγμή, και εκφράζουν την πιθανότητα του να βρίσκεται το ηλεκτρόνιο σε μία δεδομένη θέση μία δεδομένη στιγμή. Για αυτό και τα κύματα ηλεκτρονίων μερικές φορές ονομάζονται και 'κύματα πιθανότητας'. Δεν θα πρέπει να συγχέονται τα κύματα ηλεκτρονίων με την ακτινοβολία που παράγεται όταν ενεργειακά ηλεκτρόνια πέφτουν πάνω σε υλικά σώματα, χάνουν ενέργεια και επιβραδύνονται, γιατί τότε εκπέμπεται ηλεκτρομαγνητική ακτινοβολία κυρίως της περιοχής των ακτίνων - X.

2.4 Η Ιδέα για την Κατασκευή Ηλεκτρονικού Μικροσκοπίου

Μετά την εμπέδωση της θεωρίας του de Broglie (1924), και παρά το γεγονός ότι είχε αποδειχθεί ότι η δέσμη ηλεκτρονίων πολύ μικρού μεγέθους μπορεί να καμφθεί και να εστιασθεί, κανείς δεν σκέφθηκε να χρησιμοποιήσει αυτήν την ακτινοβολία για ένα μεγάλης Δ.Ι. μικροσκόπιο.

Δεν είναι γνωστό από τη βιβλιογραφία ποιος ήταν ο πρώτος που επινόησε την χρήση αυτής της ακτινοβολίας για να πάρει είδωλα αντικειμένων με Δ.Ι. μεγαλύτερη του οπτικού. Η έρευνα στα τέλη της δεκαετίας του '20 και στις αρχές του '30 ενδιέφερε την χρήση της δέσμης ηλεκτρονίων κυρίως για την τελειοποίηση του οσιλοσκοπίου καθοδικών ακτίνων δηλ. του παλμογράφου. Με γνώμονα το αντικείμενο αυτό, διάφορες ομάδες κυρίως στη Γερμανία μελέτησαν σε βάθος τις ιδιότητες αυτής της δέσμης σε σχέση με τις τροχιές που ακολουθεί υπό την επίδραση εξωτερικών (κυρίως μαγνητικών) πεδίων.

Πρώτος ο Ruedenberg το 1931 για λογαριασμό της εταιρίας επιστημονικών οργάνων Siemens, κατέθεσε αίτηση για κατοχύρωση πατέντας ενός οργάνου το οποίο έμελε αργότερα να εξελιχθεί στο σύγχρονο Η.Μ.. Είναι αξιοσημείωτο ότι αυτός εκτός από την κατοχύρωση της πατέντας δεν συνέβαλε καθόλου στην ανάπτυξη του Η.Μ., γεγονός που εκμεταλλεύτηκε αργότερα ο συμπατριώτης του E. Ruska καταθέτοντας τα πρώτα σχέδια ενός Η.Μ. (σχήμα 2.3).

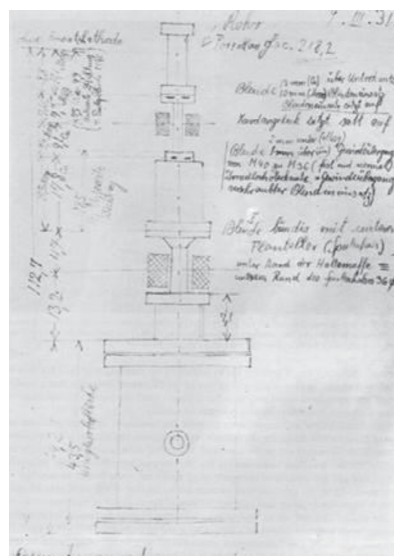


Ernst Ruska

Born: 25 December 1906, Heidelberg, Germany

Died: 27 May 1988, West Berlin, Germany

Affiliation at the time of the award: Fritz-Haber-Institut der Max-Planck-Gesellschaft, Berlin, Federal Republic of Germany

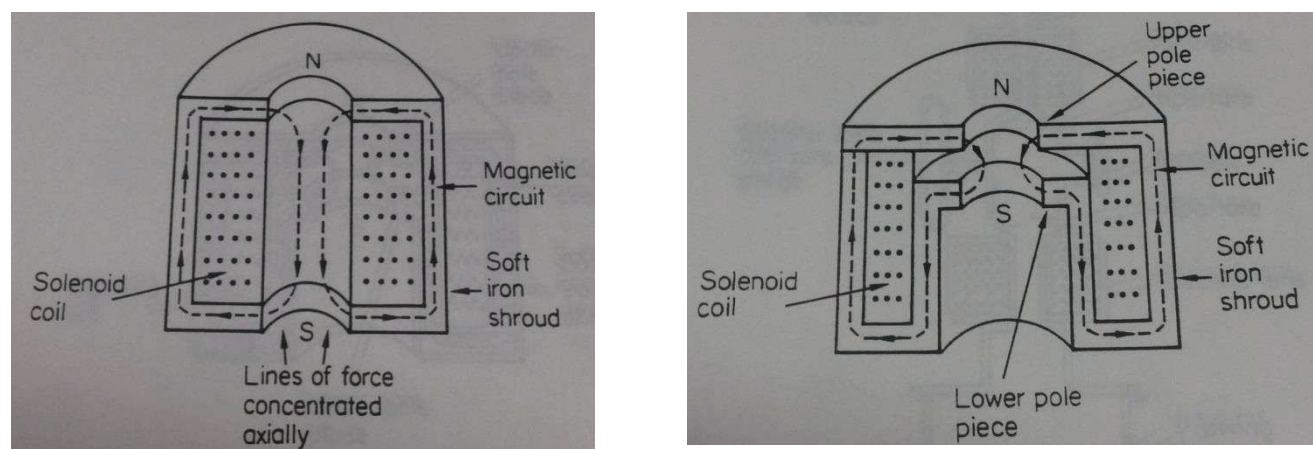


Σχήμα 2.3. Τα πρώτα σχέδια ενός Η.Μ. όπως αυτά διαμορφώθηκαν από τον E. Ruska.

2.5 Ανάπτυξη των Μαγνητικών Φακών

Ήταν ήδη από νωρίς γνωστό ότι στους καθοδικούς σωλήνες η τοποθέτηση ενός πηνίου εξωτερικά του σωλήνα εστιάζει την δέσμη ηλεκτρονίων. Εντούτοις, με τον τρόπο αυτό σπαταλάτε μεγάλη ποσότητα μαγνητικού πεδίου μια και οι δυναμικές γραμμές του πεδίου δεν είναι συγκεντρωμένες και αρκετά πυκνές εκεί που κυρίως χρειάζονται δηλαδή στον άξονα του πηνίου. Επινόηθηκε τότε η

χρησιμοποίηση ενός ‘πυρήνα’ από μαλακό σίδηρο, με την βοήθεια του οποίου παρατηρήθηκε μεγάλη βελτίωση στην ένταση και την ευθυγράμμιση των δυναμικών γραμμών του πεδίου κατά μήκος του άξονα του πηνίου (σχήμα 2.4α)

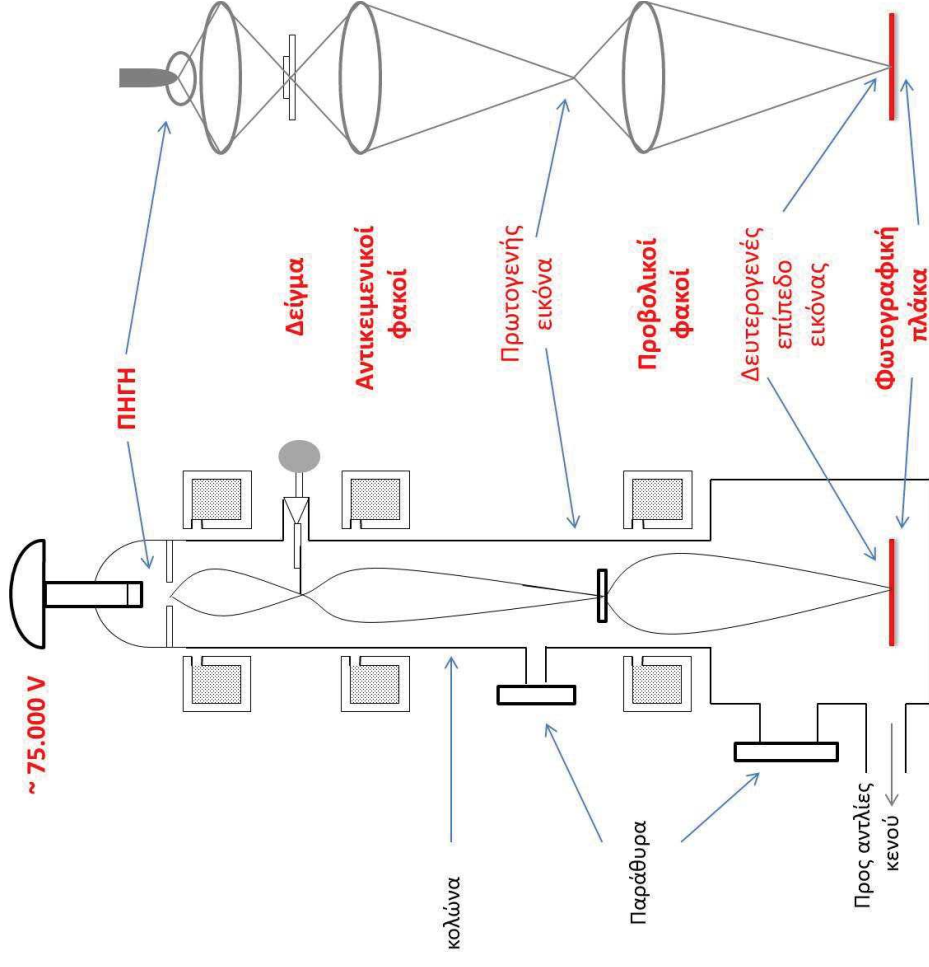
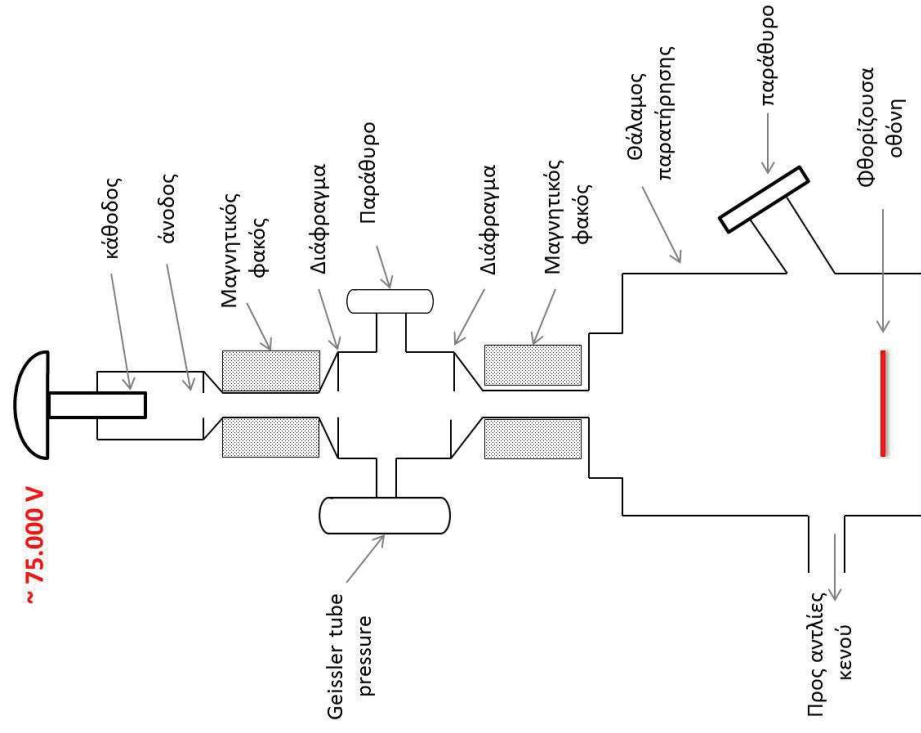


Σχήμα 2.4. Σχηματική παράσταση ενός α) συμβατικού και ενός β) «λεπτού» μαγνητικού φακού

Το επόμενο βήμα ήταν η ελάττωση των διαστάσεων του μαγνητικού φακού που έγινε με την διάταξη του σχήματος 2.4β και αποτελεί την απεικόνιση των «λεπτών» φακών που χρησιμοποιούνται ακόμη και σήμερα στα Η.Μ.

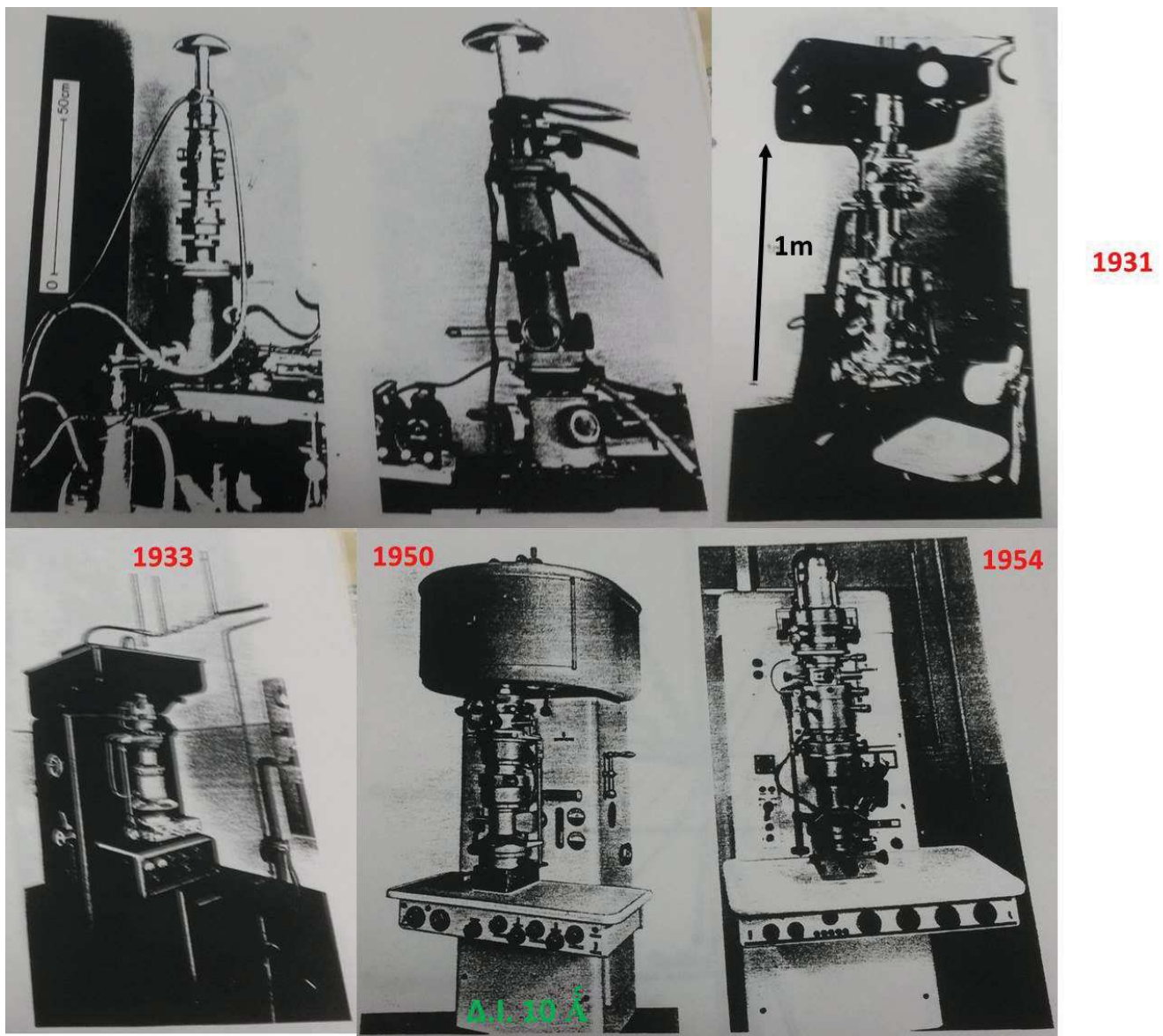
2.6 Εξέλιξη του Ηλεκτρονικού Μικροσκοπίου (Η.Μ.)

Το πρώτο Η.Μ. εμφανίστηκε στην αγορά το 1939 και βασιζόταν σε ένα πρότυπο που είχε κατασκευασθεί το 1938. Ήταν το αποτέλεσμα των συσσωρευμένων γνώσεων των πηγών ηλεκτρονίων και των μαγνητικών φακών. Ήταν κατακόρυφο όπως τα σημερινά, η δέσμη ηλεκτρονίων ήταν μέσα σε ένα σωλήνα κενού και το είδωλο σχηματιζόταν πάνω σε μία φθορίζουσα οθόνη. Παρατήρηση του ειδώλου γινόταν διαμέσου ενός γυάλινου παραθύρου από τα πλάγια. Η ομοιότητά του με το σύνθετο Ο.Μ. ήταν χαρακτηριστική. Ο κατακόρυφος σωλήνας κενού ή η κολώνα είχε μήκος περίπου 1 m, η πηγή ηλεκτρονίων ήταν ψυχρής καθόδου και η εφαρμοζόμενη τάση ανόδου, καθόδου ήταν 75kV. Η φθορίζουσα οθόνη μπορούσε να αντικατασταθεί από μία φωτογραφική πλάκα για φωτογραφίες. Σχηματικά ήταν ως εξής



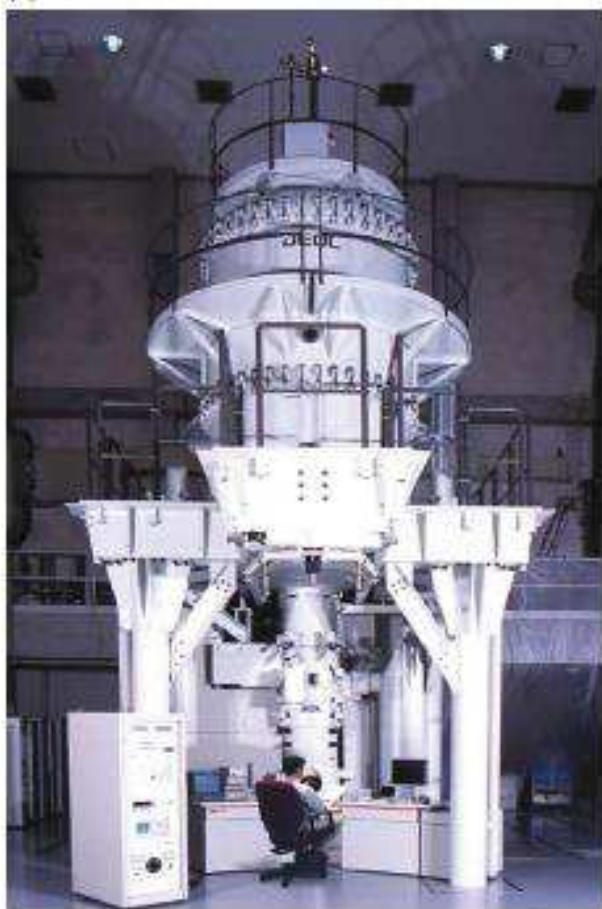
Σχήμα 2.5. Δομή πρώτων Η.Μ.

Ένα από τα σημαντικότερα προβλήματα που εμφανίστηκαν μετά την κατασκευή του πρώτου Η.Μ. ήταν η σχετική αλλοίωση ή και καταστροφή του παρατηρούμενου δείγματος, από την ενεργειακή δέσμη ηλεκτρονίων, γεγονός που αποθάρρυνε πολλούς για την εξέλιξη του Η.Μ.. Παρά τα προβλήματα είχε ήδη επιτευχθεί $\Delta.Ι.$ περίπου 500\AA , αλλά το όργανο φαινόταν να έχει μόνο ακαδημαϊκό ενδιαφέρον. Σύντομα όμως, εταιρίες όπως η Siemens, η AEG και η Zeiss χρηματοδότησαν έρευνα για την βελτίωση του Η.Μ. που στις αρχές του 1940 χρησιμοποιούσε ένα θερμαντικό νήμα για κάθοδο, είχε ένα συγκεντρωτικό και δύο προβολικούς φακούς και είχε $\Delta.Ι.$ περίπου 100\AA . Το 1950 η Siemens κατασκεύασε το UM-100 και το 1954 το περίφημο Elmiskop-I με δύο συγκεντρωτικούς και τρεις προβολικούς φακούς, ικανό να δώσει $\Delta.Ι.$ 10\AA βελτιωμένος τύπος αυτού ήταν το Elmiskop-IA με διακριτική ικανότητα 4\AA , το 1961.



Σχήμα 2.6. Μοντέλα Η.Μ. στα μέσα του 20^{ου} αιώνα.

Από εκεί και πέρα η εξέλιξη του Η.Μ. ήταν θεαματικά ραγδαία και με χώρες όπως η Ελβετία, οι ΗΠΑ, η Αγγλία, η Ολλανδία, η Σοβιετική Ένωση, η Ανατολική Γερμανία, η Τσεχοσλοβακία, η Γιουγκοσλαβία και η Ιαπωνία να κατασκευάζουν τα δικά τους βιομηχανικά Η.Μ.



Σχήμα 2.7 (α-δ). Σύγχρονα εμπορικά ηλεκτρονικά μικροσκόπια διέλευσης: (α) JEM 1.25 MeV HVEM. (β) Zeiss HRTEM. (γ) Hitachi 200 keV STEM. (δ) JEOL 200 keV TEM/STEM.

Στην εξελιγμένη μορφή τους τα σύγχρονα Η.Μ. με μεγάλη Δ.Ι. απαιτούν υψηλές τάσεις (HT) λειτουργίας από 100 έως και 1000 KV γεγονός που δημιουργεί τη ανάγκη για ειδικές διατάξεις / συσκευές όπως οι van de Graaf. Σε τέτοια Η.Μ. το φυσικό μέγεθος του οργάνου είναι πολύ μεγάλο τέτοιο που συχνά η πηγή υψηλής τάσης, πρέπει να βρίσκεται σε άλλο χώρο / δωμάτιο πάνω από την κολώνα.



Σχήμα 2.7 (ε-ζ). (ε) Nion 200 keV UHV Super STEM; το μοναδικό κατασκευασμένο στις ΗΠΑ με την μέχρι πρόσφατα μεγαλύτερη Δ.Ι., (ζ) Το Titan της εταιρίας FEI.

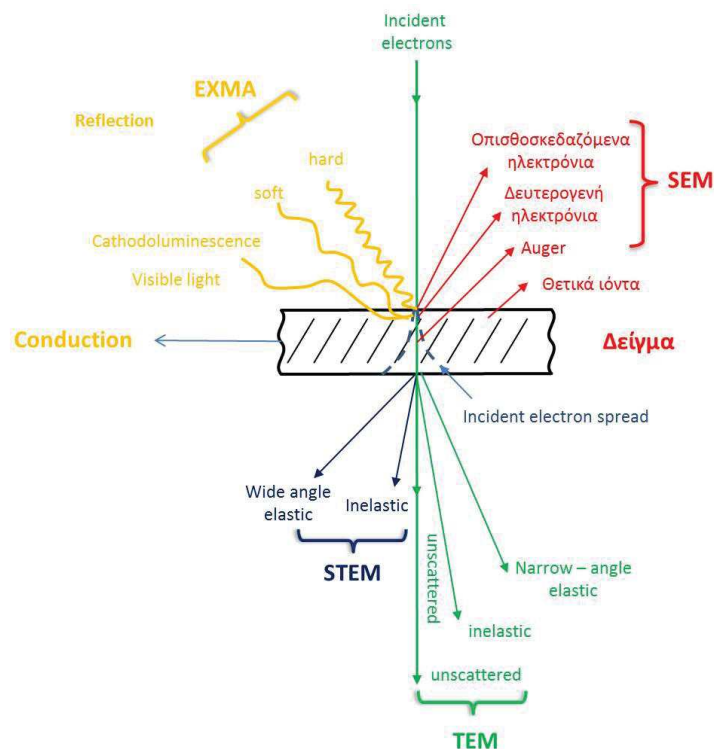
Κεφάλαιο 3^ο Είδη των Ηλεκτρονικών Μικροσκοπίων

3.1 Εισαγωγικά

Ο όρος ‘ηλεκτρονικό μικροσκόπιο’ έχει επικρατήσει γενικά να χαρακτηρίζει το χρονολογικά πρώτο είδος μικροσκοπίου που κατασκευάστηκε, αυτό δηλαδή που σήμερα είναι γνωστό σαν Η.Μ. διαπερατότητας ή διέλευσης (Transmission Electron Microscope / TEM). Σήμερα όμως υπάρχουν πολλά ‘ηλεκτρονικά μικροσκόπια’ τα οποία δίνουν διαφορετικές πληροφορίες για τα υπο ανάλυση δείγματα στην Φυσική, την Βιολογία και την Ιατρική.

Για την καλύτερη κατανόηση της λειτουργίας και της δυνατότητας που προσφέρουν τα διάφορα Η.Μ. είναι απαραίτητο να εξετάσει κανείς πρώτα με κάποια λεπτομέρεια τους τρόπους με τους οποίους μια ενεργειακή δέσμη ηλεκτρονίων αντιδρά με το δείγμα. Όταν επομένως τα ηλεκτρόνια προσπίπτουν επί της ύλης παρατηρούνται τα εξής φαινόμενα:

- Το δείγμα αφήνει να περάσουν ηλεκτρόνια (TEM) ή Scanning TEM (STEM)
- Η δέσμη σαρώνει την επιφάνεια και συλλέγονται δευτερογενή ηλεκτρόνια (Scanning ή Secondary Electron Microscope / SEM)
- Το δείγμα απορροφά ηλεκτρόνια
- Το δείγμα εκπέμπει ηλεκτρόνια Auger
- Το δείγμα εκπέμπει ηλεκτρομαγνητική ακτινοβολία [αντίνες-X (x-ray Micro-analysis / EXMA), φώς, ορατό κλπ]
- Το δείγμα εκπέμπει θετικά ή αρνητικά ιόντα (Secondary Ion Mass spectroscopy / SIMS)



Σχήμα 3.1. Αποτελέσματα αλληλεπίδρασης δέσμης ηλεκτρονίων και υλικού/ Μέθοδοι ανάλυσης

Αλληλεπίδραση ηλεκτρονίων – ύλης

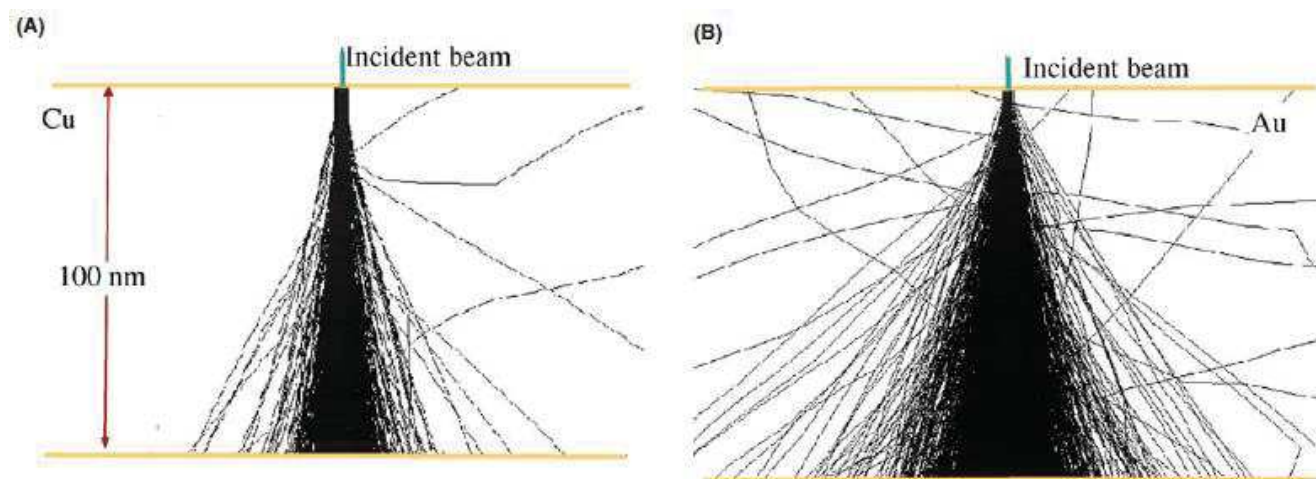
Όπως φαίνεται στο σχήμα 3.1, μία δέσμη ταχέως κινούμενων ηλεκτρονίων (**πρωτογενή**), εισέρχεται στο δείγμα και αλληλεπιδρά με αυτό. Η πιθανότητα ένα ηλεκτρόνιο της δέσμης να σκεδαστεί με έναν συγκεκριμένο τρόπο χαρακτηρίζεται από την ενεργό διατομή σ ή από την μέση ελεύθερη διαδρομή λ : $\lambda = \frac{1}{N\sigma}$ όπου N ο αριθμός των σκεδάσεων ανά μονάδα όγκου και λ η μέση απόσταση μεταξύ 2 διαδοχικών σκεδάσεων.

Στην περίπτωση που το δείγμα είναι λεπτό (Ηλεκτρονικό Μικροσκόπιο Διέλευσης, TEM) τα ηλεκτρόνια σκεδάζονται ελάχιστα, σε αντίθεση με την περίπτωση στην οποία το δείγμα είναι παχύ (Ηλεκτρονικό Μικροσκόπιο Σάρωσης) όπου τα ηλεκτρόνια σκεδάζονται σε μεγάλο ποσοστό μέχρι να μηδενιστεί η ταχύτητά τους. Στην περίπτωση απλών ή λίγων σκεδάσεων η πιθανότητα ένα ηλεκτρόνιο να σκεδαστεί n φορές σε μία απόσταση x δίνεται από την εξίσωση Poisson: $p(n) = \frac{1}{n!} \left(\frac{x}{\lambda}\right)^n \exp\left(-\frac{x}{\lambda}\right)$

Η εξίσωση Poisson δεν ισχύει στην περίπτωση πολλαπλών σκεδάσεων γιατί το ηλεκτρόνιο είναι πολύ πιθανό να σκεδαστεί μέσω διαφορετικών μηχανισμών σκέδασης, και περιγράφεται με προσομοίωση Monte Carlo. (σχήμα 3.2)

Η εξίσωση Poisson δεν ισχύει στην περίπτωση πολλαπλών σκεδάσεων γιατί το ηλεκτρόνιο είναι πολύ πιθανό να σκεδαστεί μέσω διαφορετικών μηχανισμών σκέδασης, και περιγράφεται με προσομοίωση Monte Carlo. (σχήμα 3.2)

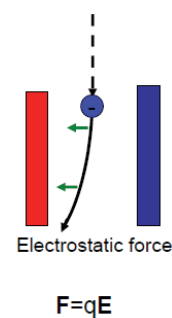
Η εξίσωση Poisson δεν ισχύει στην περίπτωση πολλαπλών σκεδάσεων γιατί το ηλεκτρόνιο είναι πολύ πιθανό να σκεδαστεί μέσω διαφορετικών μηχανισμών σκέδασης, και περιγράφεται με προσομοίωση Monte Carlo. (σχήμα 3.2)



Σχήμα 3.2. Τροχιές μερικών τυπικών ηλεκτρονίων όπως υπολογίστηκαν με την μέθοδο Monte Carlo, λαμβάνοντας υπόψη την πιθανότητα και την γωνία σκέδασης.

Οι σκεδάσεις των ηλεκτρονίων διακρίνονται σε **ελαστικές** και **ανελαστικές**. Κατά την ελαστική σκέδαση το ηλεκτρόνιο αλληλεπιδρά με ηλεκτροστατικές δυνάμεις Coulomb με τον πυρήνα (συνεχές φάσμα ακτίνων-X / ενέργεια πέδησης) και ηλεκτρόνια που τον περιβάλλουν (φάσμα με χαρακτηριστικές ακτίνες-X) με αποτέλεσμα την αλλαγή της κατεύθυνσης του χωρίς να χάνει την ενέργειά του.

Η σκέδαση ενός ηλεκτρονίου από τα δεσμευμένα ηλεκτρόνια χαρακτηρίζεται από



μικρή γωνία ενώ η σκέδαση από τον πυρήνα από μεγάλες γωνίες σκέδασης.

$$\sigma_{electron} = \pi \left(\frac{e}{V\theta} \right)^2$$

$$\sigma_{nucleus} = \pi \left(\frac{Ze}{V\theta} \right)^2$$

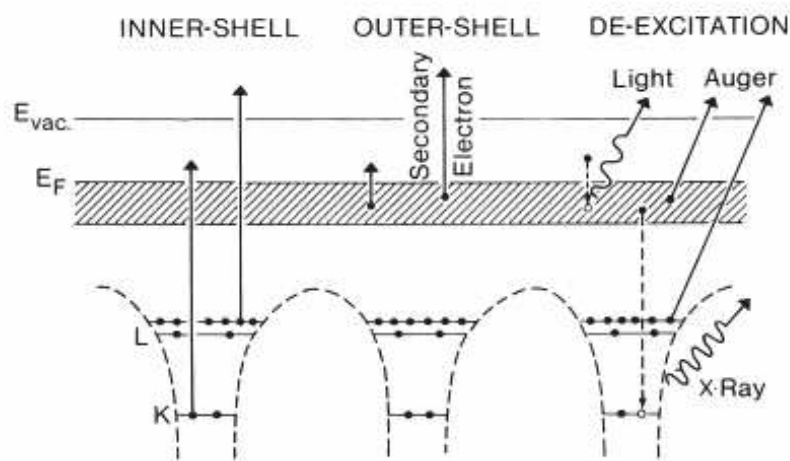
Η σκέδαση σε μεγάλες γωνίες είναι πιθανότερη για βαριά άτομα. Αν το υπό μελέτη υλικό είναι αρκετά λεπτό ώστε τα ηλεκτρόνια να υφίστανται απλή σκέδαση (TEM) η περίθλαση αυτή μας δίνει πολύτιμες πληροφορίες για την περιοδική διάταξη των ατόμων στο εσωτερικό του υλικού.

Στις ανελαστικές σκεδάσεις, το ηλεκτρόνιο της δέσμης αλληλεπιδρά με το δείγμα και χάνει ενέργεια ($> 0.1 \text{ eV}$). Ένα πρωτογενές ηλεκτρόνιο χάνει ενέργεια διεγείροντας

- ένα φωνόνιο με αποτέλεσμα την θέρμανση του δείγματος, προκαλώντας μία απώλεια ενέργειας της τάξης 1 eV και μία μέση ελεύθερη διαδρομή της τάξης των μm
- ένα πλασμόνιο προκαλώντας μία απώλεια της τάξης $5 - 30 \text{ eV}$ και μία μέση ελεύθερη διαδρομή της τάξης των εκατοντάδων nm .
- ένα ηλεκτρόνιο των εσωτερικών στοιβάδων των ατόμων, με απώλεια ενέργειας να είναι μεγάλη και να εξαρτάται από το διεγερμένο άτομο και την στοιβάδα (π.χ. 283 eV για την διέγερση ενός ηλεκτρονίου της K στοιβάδας του C, 69508 eV για την διέγερση ενός ηλεκτρονίου της K στοιβάδας του W, 1100 eV για την διέγερση ενός ηλεκτρονίου της L στοιβάδας του Cu με μέση διαδρομή της τάξεως των μm . (Χαρακτηριστικές ακτίνες-X / στοιχειακή ανάλυση)

Εκτός από τα πρωτογενή φαινόμενα που προκαλούνται από τα πρωτογενή ηλεκτρόνια, έχουμε τα δευτερογενή φαινόμενα που οφείλονται στα ηλεκτρόνια της δέσμης και μπορούν να ανιχνευτούν εκτός δείγματος. **Δευτερογενή (secondary)** ονομάζονται τα ηλεκτρόνια που διαφεύγουν από την πλευρά εισόδου της δέσμης και έχουν ενέργεια μικρότερη από 50 eV . Είναι ηλεκτρόνια τα οποία στο τέλος της τροχιάς τους φθάνουν στην επιφάνεια με ενέργεια μερικά eV όμως είναι πιθανότερο να είναι ηλεκτρόνια του δείγματος στα οποία έχει μεταφερθεί μία μικρή ενέργεια μέσω ενός μηχανισμού ανελαστικής σκέδασης που πραγματοποιείται κοντά στην επιφάνεια. Λόγω μικρής ενέργειας είναι δυνατό να διαφύγουν από το δείγμα μόνο εάν βρίσκονται πολύ κοντά στην επιφάνεια. Τα ηλεκτρόνια αυτά χρησιμοποιούνται για τον σχηματισμό ειδώλου της επιφάνειας του δείγματος στο SEM.

Τα ηλεκτρόνια τα οποία διαφεύγουν από την πλευρά εισόδου της δέσμης και έχουν μεγάλη ενέργεια ονομάζονται **Οπισθοσκεδαζόμενα (backscattered)**. Τα ηλεκτρόνια αυτά μπορεί να προέρχονται από μεγαλύτερο βάθος μέσα στο δείγμα και να έχουν υποστεί σκέδαση στον πυρήνα των ατόμων.



Σχήμα 3.3. Ενεργειακό διάγραμμα μηχανισμών ανελαστικών σκεδάσεων.

Στην περίπτωση που η δέσμη των πρωτογενών ηλεκτρονίων μεταφερθεί σε ηλεκτρόνιο του ατόμου τότε το άτομο θα βρεθεί σε διεγερμένη κατάσταση με τ ηλεκτρόνιο να καταλαμβάνει μια θέση σε ενεργειακά ανώτερη στοιβάδα. Μετά από κάποιο χρόνο η άδεια θέση του ηλεκτρονίου θα καλυφτεί από ένα ίδιο ή άλλο ηλεκτρόνιο ενεργειακά ανώτερης στοιβάδας και η επιπλέον ενέργεια θα αποδοθεί σαν δευτερογενές φαινόμενο. Υπάρχουν τρεις τρόποι αποδιέγερσης:

- Εάν η αρχική άδεια ηλεκτρονική κατάσταση είναι σε εξωτερική στοιβάδα απελευθερώνεται ηλεκτρομαγνητική ακτινοβολία χαμηλής ενέργειας που αντιστοιχεί στο ορατό φάσμα (**καθοδοφωταύγεια**)
- Εάν ανήκει σε εσωτερική στοιβάδα τότε η ηλεκτρομαγνητική ενέργεια αντιστοιχεί στο **φάσμα ακτίνων X** (ή εκπέμπεται ένα **ηλεκτρόνιο Auger**). Η ενέργεια των ακτίνων X είναι χαρακτηριστική του είδους του ατόμου και τις στοιβάδας, οπότε εάν διαθέτουμε τον κατάλληλο ανιχνευτή είναι δυνατό να ταυτοποιήσουμε το στοιχείο από το οποίο προήλθε.

Όλοι οι παραπάνω τρόποι αλληλεπίδρασης της δέσμης ηλεκτρονίων με το δείγμα παρουσιάζονται σχηματικά στο σχήμα 3.1. Η μορφή και το σχήμα της δέσμης ηλεκτρονίων είναι καθοριστικά για το είδος του ειδώλου του δείγματος και γενικά χωρίζονται σε δύο κατηγορίες.

Πρώτον, όταν μία δέσμη είναι ομογενής και σχετικά μεγάλου ανοίγματος (από 1 μm έως 1mm διάμετρος) μπορεί να χρησιμοποιηθεί για να φωτίσει μια σχετικά μεγάλη περιοχή του δείγματος. Τότε σχηματίζεται ένα είδωλο αφού η δέσμη περάσει από τους κατάλληλους φακούς. Το είδωλο όμως αυτό έχει σχετικά περιορισμένη Δ.Ι. λόγω της ευρείας δέσμης που χρησιμοποιήθηκε. Η μέθοδος αυτή σχηματισμού ειδώλου ονομάζεται **σταθερής δέσμης ή κλασική**.

Δεύτερον, όταν η δέσμη είναι πολύ λεπτή, πολύ ισχυρή και μπορεί να εστιαστεί σχεδόν σε ένα σημείο (διαμέτρου από 2 έως 200 \AA) επί του δείγματος. Η σημειακή αυτή δέσμη, με την βοήθεια

κατάλληλου μηχανισμού εκτρέπεται πλαγίως και καθέτως, πάρα πολύ γρήγορα και έτσι σαρώνει όλη την περιοχή του δείγματος, όπως γίνεται και με την εικόνα της οθόνης της τηλεόρασης. *Η μεγέθυνση τότε είναι ο λόγος του μεγέθους της γραμμής σάρωσης πάνω στο δείγμα, προς το μέγεθος της γραμμής σάρωσης πάνω στην οθόνη προβολής.* Με την μέθοδο αυτή δεν χρησιμοποιούνται καθόλου φακοί για τον σχηματισμό του ειδώλου, και η Δ.Ι. καθορίζεται από το μέγεθος της σημειακής δέσμης. Η μέθοδος αυτή ονομάζεται **μέθοδος σάρωσης**.

Θεωρητικά, θα μπορούσαν να χρησιμοποιηθούν και οι δύο μέθοδοι σταθερής και σαρωτικής δέσμης σε συνδυασμό με τους έξι τρόπους αλληλεπίδρασης της δέσμης ηλεκτρονίων με το δείγμα κι να έχουμε δώδεκα διαφορετικούς τύπους Η.Μ.. εντούτοις, στην πράξη, μόνο ορισμένοι συνδυασμοί έχουν πρακτικό ενδιαφέρον. Υπάρχουν διαφόρων ειδών ηλεκτρονικά μικροσκόπια, μερικά εκ των οποίων είναι

1. Το κλασσικό, σταθερής δέσμης Η.Μ. διαπερατότητα ή διέλευσης Transmission Electron Microscope (TEM)
2. Το Σαρωτικό, σταθερής δέσμης Η.Μ. διαπερατότητας ή διέλευσης Scanning Transmission Electron Microscope (STEM)
3. Το Ηλεκτρονικό Μικροσκόπιο Σάρωσης (Scanning Electron Microscope (SEM)), και
4. Ηλεκτρονικό Μικροσκόπιο Ανάκλασης
5. Ηλεκτρονικό Μικροσκόπιο εκπομπής
6. Ηλεκτρονικό Μικροσκόπιο Υψηλής Τάσης
7. Τον Ηλεκτρονικής δέσμης Μικροαναλυτή ακτίνων – X Electron Probe X-ray Microanalyser (EXMA)

Μερικές φορές, οι συνοπτικές ονομασίες διαφέρουν από τον ένα κατασκευαστή στον άλλο και αυτό μπορεί να δημιουργήσει προβλήματα. Π.χ. η Phillips χρησιμοποιεί τον όρο TEAM (Transmission Electron Analytical Microscope) για να περιγράψει το προαναφερθέν EXMA. Άλλοτε πάλι, τύποι μικροσκοπίων για ειδικές ανάγκες, που όμως διαφέρουν ελάχιστα από τους προαναφερθέντες κατασκευάζονται σαν ξεχωριστές μονάδες. Τέτοιο παράδειγμα είναι το TEM/R που εξηγείται λίγο παρακάτω.

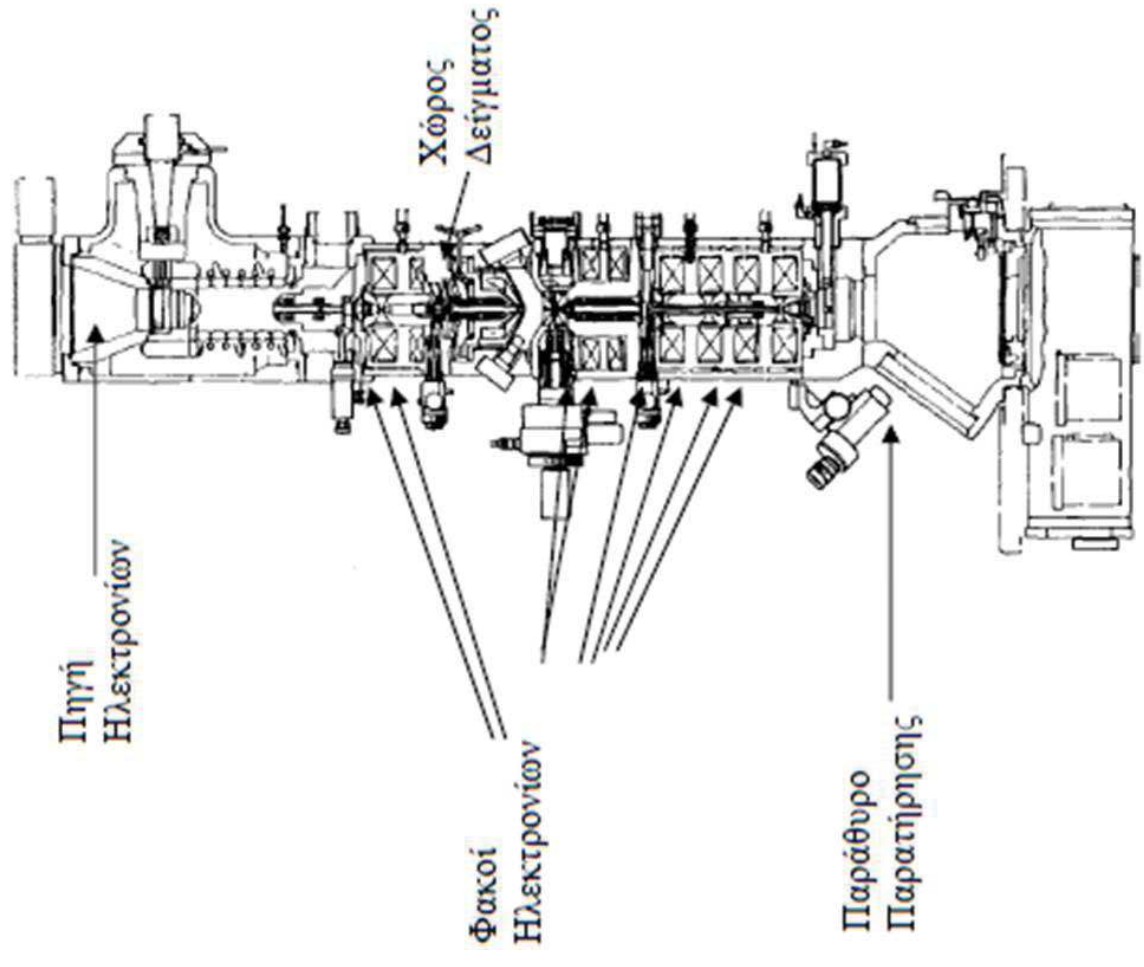
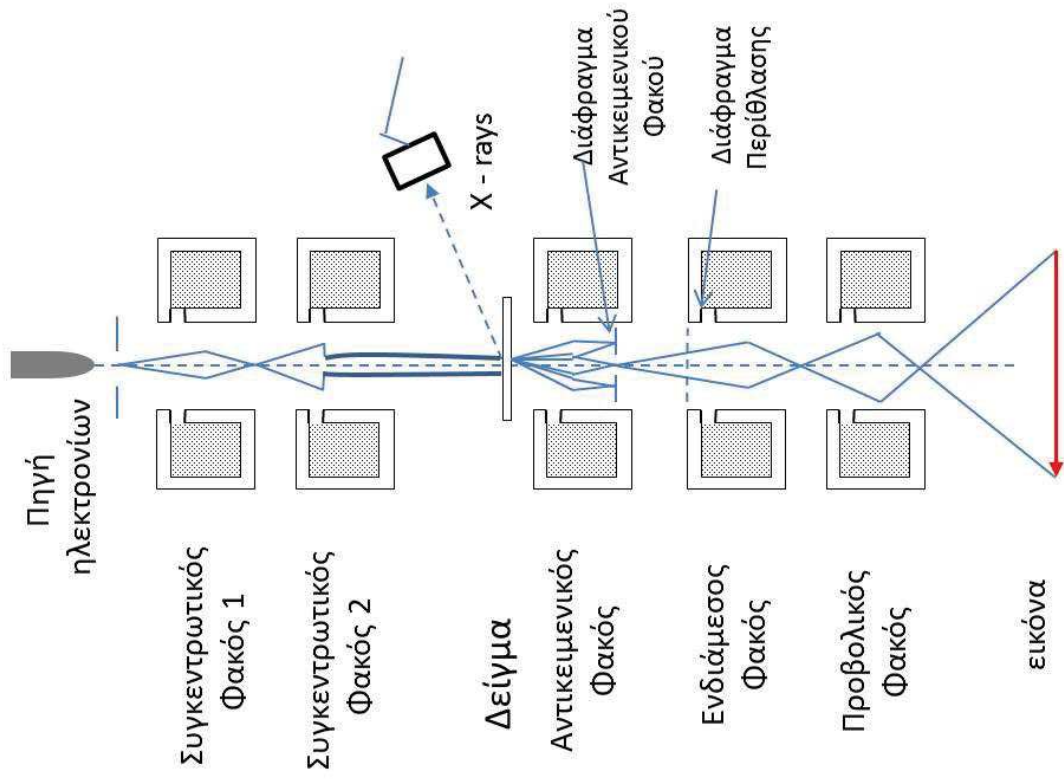
3.2 Είδη Ηλεκτρονικών Μικροσκοπίων

3.2.1 Σταθερής Δέσμης Η.Μ. Διαπερατότητας ή Διέλευσης (TEM)

Το TEM μπορεί να σχηματίσει είδωλα δειγμάτων MONON όταν αυτά είναι αρκετά λεπτά ($\sim 500\text{\AA}$) ώστε ένα σημαντικό ποσοστό (50-90%) της προσπίπτουσας δέσμης ηλεκτρονίων να διαπερνά το δείγμα. Το TEM ήταν το πρώτο Η.Μ. που αναπτύχθηκε και η αρχή λειτουργίας του εξηγήθηκε στα προηγούμενα κεφάλαια και τα οπτικά του είναι βασικά ανάλογα του Ο.Μ.. μπορεί να έχει μέχρι και τέσσερις μαγνητικούς φακούς και η Δ.Ι. του περιορίζεται από την τελειότητα αυτών των φακών. Η καλύτερη Δ.Ι. που έχει επιτευχθεί είναι της τάξεως των 1.2\AA κάτω από ιδανικές συνθήκες δείγματος και περιβάλλοντος και σημαντική βελτίωση της Δ.Ι. θα είναι πάρα πολύ δύσκολη στο εγγύς μέλλον. Έχει ένα τεράστιο πλεονέκτημα έναντι άλλων λόγω του ότι μπορεί να έχει κανείς μια ολοκληρωμένη εικόνα του δείγματος πάνω στην φθορίζουσα οθόνη ή στην φωτογραφική πλάκα και έτσι οι πληροφορίες είναι άμεσες. Είναι ένα από τα βασικότερα όργανα μελέτης στην Φυσική των Υλικών και στην Βιολογία.

Σε ένα συμβατικό Ηλεκτρονικό Μικροσκόπιο Διέλευσης (Transmission Electron Microscope – TEM), ένα λεπτό δείγμα ακτινοβολείται από μία δέσμη ηλεκτρονίων ομοιόμορφης πυκνότητας ρεύματος. Το δυναμικό επιτάχυνσης σε ένα τυπικό TEM είναι 80-200 kV. Μικροσκόπια υψηλότερης διακριτικής ικανότητας λειτουργούν με δυναμικά 200 – 500 kV ενώ τα μικροσκόπια υψηλής τάσης φτάνουν μέχρι τα 5MeV.

Τα ηλεκτρόνια εκπέμπονται από μία κάθοδο, είτε με θερμιονική εκπομπή είτε με εκπομπή τύπου Schottky, είτε με εκπομπή πεδίου όπως φαίνεται αναλυτικά και στο κεφάλαιο 6. Στην συνέχεια, με την βοήθεια συγκεντρωτικών μαγνητικών φακών, ελέγχεται η περιοχή που φωτίζεται καθώς και η εστίαση της δέσμης. Μετά το δείγμα τα ηλεκτρόνια οδηγούνται με την βοήθεια συγκεντρωτικών φακών (μαγνητικού τύπου), σε μία φθορίζουσα οθόνη. Λόγω της ελαστικής και μη ελαστικής σκέδασης που υφίστανται τα ηλεκτρόνια κατά την αλληλεπίδρασή τους με το δείγμα, θα πρέπει να έχουμε πολύ λεπτό δείγμα (50-100nm για δέσμη ηλεκτρονίων έως 100kV). Στο σχήμα 3.4 φαίνεται η μορφή ενός τυπικού ηλεκτρονικού μικροσκοπίου, στο οποίο διακρίνονται τα βασικά του μέρη, η πορεία των ηλεκτρονίων και η λειτουργία των διαδοχικών μαγνητικών φακών.



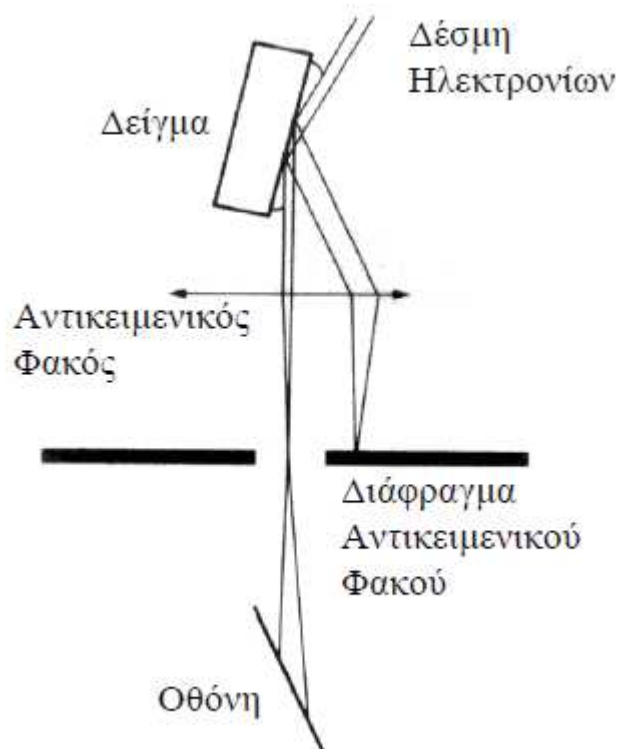
Σχήμα 3.4. Ηλεκτρονικό Μικροσκόπιο Διέλευσης και πορεία ηλεκτρονίων.

Όπως φαίνεται στο σχήμα, στο πάνω μέρος της στήλης κενού, υπάρχει η πηγή ηλεκτρονίων, (ηλεκτρονικό πυροβόλο / electron gun) το οποίο είναι είτε ένα θερμαινόμενο νήμα βολφραμίου (θερμιονική εκπομπή), είτε μία λεπτή μεταλλική ακίδα παρουσία ισχυρού ηλεκτρικού πεδίου (εκπομπή πεδίου). Για την αποφυγή ασταθειών στην εκπομπή ηλεκτρονίων, η πρώτη βαθμίδα βρίσκεται σε υπερυψηλό κενό (10⁻¹⁰ mbar). Η εκπεμπόμενη δέσμη ηλεκτρονίων επιτυγχάνεται με την βοήθεια ηλεκτροδίων που βρίσκονται σε υψηλή τάση (kV-MV). Στην συνέχεια ακολουθούν, δύο συγκεντρωτικοί φακοί μαγνητικού τύπου, με την βοήθεια των οποίων εστιάζεται η δέσμη ηλεκτρονίων. Οι μαγνητικοί φακοί είναι ηλεκτρομαγνητικά πηνία τοποθετημένα έτσι ώστε η δέσμη των ηλεκτρονίων να περνά κατά μήκος του άξονά τους. (αναλυτικά κεφάλαιο 4^ο). Στην περιοχή των μαγνητικών φακών το κενό είναι της τάξεως του 10⁻⁷ έως 10⁻⁴ mbar, με αυτόν τον τρόπο ελαχιστοποιούνται οι συγκρούσεις των ηλεκτρονίων με μόρια του αέρα. Οι συγκεντρωτικοί φακοί προκαλούν εστίαση της δέσμης ηλεκτρονίων, σε μία περιοχή ελάχιστων τετραγωνικών μικρομέτρων (μm²) στο επίπεδο του αντικειμένου. Ο αντικειμενικός φακός, ο οποίος βρίσκεται ακριβώς μετά το δείγμα, σχηματίζει στο εστιακό του επίπεδο την περίθλαση μακρινού πεδίου του δείγματος η οποία αποτελεί τον μετασχηματισμό Fourier (σε αντίστροφο χώρο) των κρυσταλλικών χαρακτηριστικών του δείγματος. Αυτό επιτρέπει την μελέτη της κρυσταλλικής δομής του αντικειμένου. Στην συνέχεια τα ηλεκτρόνια διέρχονται από έναν ενδιάμεσο φακό, με την βοήθεια του οποίου σχηματίζεται ένα ενδιάμεσο είδωλο, το οποίο αποτελεί μεγεθυμένη απεικόνιση του αντικειμένου. Το ενδιάμεσο αυτό είδωλο, μέσω ενός τελευταίου φακού (προβολικός φακός), προβάλλεται, μετά από μία τελευταία μεγέθυνση, σε φθορίζουσα οθόνη, για παρατήρηση ή φωτογράφιση.

3.2.2 Σταθερής Δέσμης Η.Μ. Ανάκλασης (TEM/R)

Είναι παραλλαγή του TEM στο ότι η προσπίπτουσα δέσμη ηλεκτρονίων αντί να διαπερνά το δείγμα, ανακλάται σχηματίζοντας πολύ μικρές γωνίες πρόσπτωσης και ανάκλασης με την επιφάνεια του δείγματος. Παρουσιάζει μεγαλύτερο βάθος πεδίου όρος που θα εξηγηθεί αργότερα, σε σύγκριση με το Ο.Μ. αλλά το είδωλο έχει μικρή Δ.Ι. τα μικροσκοπία αυτά έχουν σήμερα σχεδόν τελείως επισκιασθεί από τα SEM.

Ο τρόπος λειτουργίας του ηλεκτρονικού Μικροσκοπίου ανάκλασης (Reflection Electron Microscope – REM) βασίζεται στα οπισθοσκεδαζόμενα ηλεκτρόνια που παράγονται από το δείγμα. (σχήμα 3.5). Το στοιχείο παρατήρησης (ανιχνευτής ή φθορίζουσα οθόνη) βρίσκεται σχεδόν πάνω στον άξονα της αρχικής δέσμης των ηλεκτρονίων. Το δείγμα τοποθετείται με τέτοιον τρόπο ώστε η πρόσπτωση και η ανάκλαση των ηλεκτρονίων να γίνονται σε μικρές γωνίες ως προς την επιφάνεια του δείγματος. Με τον τρόπο αυτό, το εύρος της ενεργειακής διασποράς των ανακλώμενων ηλεκτρονίων είναι της τάξης των 100 έως kV, οπότε τα αντίστοιχα ‘χρωματικά’ σφάλματα κατά την απεικόνιση να ελαχιστοποιούνται. Η Δ.Ι. ενός Η.Μ. ανάκλασης μπορεί να πλησιάσει τα 10-20 nm.



Σχήμα 3.5. Ηλεκτρονικό Μικροσκόπιο Ανάκλασης

Είναι φανερό ότι ένα Η.Μ. διέλευσης μπορεί να λειτουργήσει ως Μικροσκόπιο Ανάκλασης με την χρήση ενός κατάλληλου δειγματοφορέα, ώστε να εξασφαλίζεται η υπό κλίση πρόσπτωση των ηλεκτρονίων στο δείγμα και η πορεία των ανακλώμενων ηλεκτρονίων παράλληλα στον άξονα του αντικειμενικού φακού.

3.2.3 Σαρωτικό Σταθερής Δέσμης Η.Μ. Διαπερατότητας (STEM)

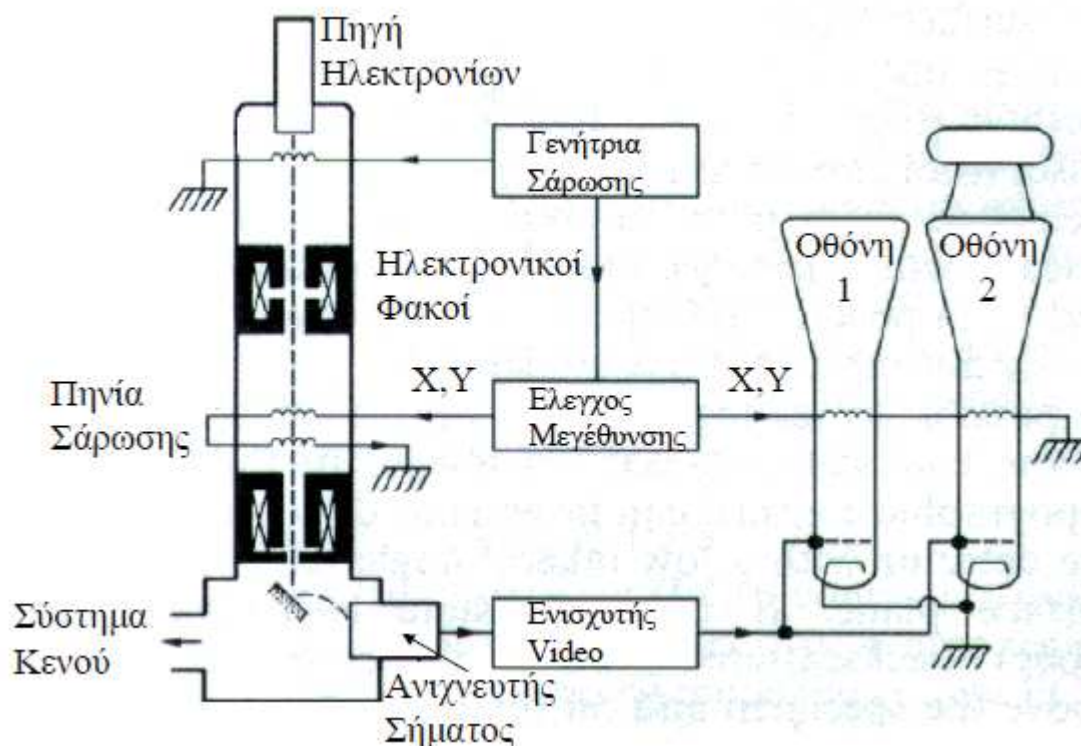
Στο STEM, μια σημειακή πρωτογενής δέσμη ηλεκτρονίων σαρώνεται πάνω σε ένα λεπτό (διαπερατό) δείγμα πανομοιότυπο με αυτά στο TEM. Τα ηλεκτρόνια που διαπερνούν το δείγμα αντί να εστιάζονται μέσω φακών, ανιχνεύονται με την βοήθεια κατάλληλης συσκευής (detector) σαν ηλεκτρικό σήμα το οποίο ενισχύεται και καταγράφεται. Το ηλεκτρικό αυτό σήμα είναι ένα μέτρο της μάζας και του πάχους της περιοχής που αναλύεται. Η Δ.Ι. καθορίζεται κυρίως από το φυσικό μέγεθος της σημειακής δέσμης ηλεκτρονίων που χρησιμοποιείται για την ανάλυση. Η μεγέθυνση, είναι ο λόγος της γραμμής σάρωσης πάνω στο δείγμα προς αυτήν πάνω στην οθόνη προβολής.

3.2.4 Ηλεκτρονικό Μικροσκόπιο Σάρωσης (SEM)

Είδαμε προηγούμενα (σχήμα 3.1), ότι όταν τα ηλεκτρόνια μεγάλης ταχύτητας προσπίπτουν στην επιφάνεια στερεών σωμάτων στο κενό, τότε από την επιφάνεια του σώματος 'ανακλώνται' πρωτογενή

ή 'εκπέμπονται' δευτερογενή ηλεκτρόνια. Τα ανακλώμενα ηλεκτρόνια είναι τα οπισθοσκεδαζόμενα πρωτογενή ηλεκτρόνια τα οποία υποβλήθηκαν σε ελαστική κρούση μικρής ενεργού διατομής ή και μετωπικής φύσης με τους πυρήνες των ατόμων. Τα εκπεμπόμενα ή όπως καλύτερα λέγονται δευτερογενή ηλεκτρόνια είναι πολύ μικρότερης ενέργειας σε σχέση με τα ανακλώμενα και προέρχονται από το εσωτερικό του δείγματος μετά την διείσδυση των πρωτογενών ηλεκτρονίων, και είναι αποτέλεσμα ιονισμού των ατόμων του δείγματος. Αυτά τα ανακλώμενα ή δευτερογενή μπορούμε να ανιχνεύσουμε κατάλληλα, να ενισχύσουμε το σήμα τους και να πάρουμε μία εικόνα της επιφάνειας του δείγματος. Παρόλο που η Δ.Ι. και οι μεγεθύνσεις που επιτυγχάνονται είναι κατώτερες αυτών του TEM η συμβολή του SEM για την μελέτη της επιφάνειας ανόργανων και οργανικών σωμάτων είναι μοναδική.

Το Ηλεκτρονικό Μικροσκόπιο Σάρωσης (Scanning Electron Microscopy – SEM) είναι ένα μία από τις πιο χρήσιμες τεχνικές όσον αφορά την χρήση ηλεκτρονίων για την μελέτη δειγμάτων. Το Η.Μ. Σάρωσης χρησιμοποιεί μία λεπτή δέσμη ηλεκτρονίων ενέργειας 1 – 50 keV, η οποία, αφού περάσει από μία ακολουθία δύο ή τριών φακών εστίασης (συνδυασμένοι με κατάλληλα διαφράγματα) καταλήγει να έχει μία διάμετρο 2-10nm. Η λεπτή αυτή δέσμη κατευθύνεται με την βοήθεια ενός πηνίου οδήγησης, έτσι ώστε να σαρώνει με περιοδικό τρόπο την υπο μελέτη επιφάνεια του δείγματος.



Σχήμα 3.6. Ηλεκτρονικό Μικροσκόπιο Σάρωσης.

Η προσπίπτουσα δέσμη προκαλεί την εκπομπή δευτερογενών ηλεκτρονίων. Εκπέμπονται επίσης ηλεκτρόνια που έχουν υποστεί ελαστική σκέδαση ή χαμηλή απώλεια ενέργειας, καθώς και ακτίνες X

αλλά προκαλείται και φωταύγεια. Όλα τα σήματα αλλά κυρίως των δευτεροταγών και των οπισθοσκεδαζόμενων ηλεκτρονίων ενισχύονται και στην συνέχεια διαμορφώνουν την ένταση της δέσμης η οποία προσπίπτει στην φθορίζουσα οθόνη ακολουθώντας την ίδια σάρωση η οποία οδηγεί την δέσμη του μικροσκοπίου. Αποτέλεσμα αυτού είναι να εμφανίζεται μεγεθυμένη εικόνα στην φθορίζουσα οθόνη της επιφάνειας που σαρώνει η δέσμη του μικροσκοπίου.

3.2.5 Ηλεκτρονικής Δέσμης Μικροαναλυτής Ακτίνων-X (EXMA)

Ο μικροαναλυτής ακτίνων – X δεν είναι Η.Μ., είναι μία μέθοδος με την οποία μπορούμε να επιτύχουμε στοιχειακή (χημική) ανάλυση των ατομικών στοιχείων που απαρτίζουν το δείγμα. Η ανάλυση με ακτίνες – X γίνεται παράλληλα με την παρακολούθηση του δείγματος με TEM, STEM ή SEM, και η συσκευή του μικροαναλυτή αποτελεί ένα κομμάτι αυτών των μικροσκοπίων.

Αρχή λειτουργίας

Από την αλληλεπίδραση ηλεκτρονίων μεγάλης ταχύτητας με το δείγμα, εκπέμπεται ηλεκτρομαγνητική ακτινοβολία (Ακτίνες – X και ορατή ακτινοβολία). Είδαμε ότι το μήκος κύματος (λ) της ηλεκτρομαγνητικής ακτινοβολίας συνδέεται με την ενέργεια (E) με την σχέση $\lambda=hc/E$. Οι ακτίνες – X μπορεί να είναι πολύ μικρού μήκους κύματος και επομένως μεγάλης ενέργειας οπότε ονομάζονται **σκληρές** ή λίγο μεγαλύτερου μήκους κύματος (όχι όμως όσο το ορατό) και λίγο μικρότερης ενέργειας οπότε ονομάζονται **μαλακές**. Υπάρχουν δύο *μηχανισμοί παραγωγής ηλεκτρομαγνητικής ακτινοβολίας* από την αλληλεπίδραση ηλεκτρονίων με την ύλη.

- Ο πρώτος, αφορά της ελάττωση της ενέργειας των πρωτογενών ηλεκτρονίων λόγω αλληλεπίδρασης με πυρίνες των ατόμων του δείγματος, καθώς η δέσμη περνά μέσα από το πεδίο του πυρίνα στο δείγμα. Η συνεχής ελάττωση της ενέργειας (αλλαγή στο διάνυσμα της ταχύτητας) των πρωτογενών ηλεκτρονίων προκαλεί την εκπομπή ενός συνεχούς φάσματος μαλακών ακτίνων – X και η ακτινοβολία αυτή μερικές φορές αναφέρεται ως ακτινοβολία πέδησης ή υποβάθρου ή Bremsstrahlung. Το ελάχιστο μήκος κύματος αυτής της συνεχούς ακτινοβολίας καθορίζεται από την ταχύτητα (ή ενέργεια) των πρωτογενών ηλεκτρονίων, και κυμαίνεται από 100 έως 1000Å.
- Ο δεύτερος παρατηρείται όταν η ενέργεια των πρωτογενών ηλεκτρονίων είναι πάνω από 1kV (1000V). Τότε αυτά εισχωρούν και αντιδρούν με τα ηλεκτρόνια των εσωτερικών στιβάδων των ατόμων του δείγματος. Αποτέλεσμα αυτού είναι η μεταπήδηση τροχιακών ηλεκτρονίων από τροχιές μικρής ενέργειας σε τροχιές μεγαλύτερης ενέργειας. Όταν τώρα αυτά τα διεγερμένα ηλεκτρόνια τα οποία λόγω της μεγαλύτερης ενέργειας που απέκτησαν, μεταπηδούν στην αρχική τους στάθμη κατώτερης ενέργειας, το περίσσειμα της ενέργειας εκπέμπεται σαν ένα καθορισμένο κβάντο ενέργειας, δηλαδή εκπέμπονται ακτίνες – X

καθορισμένου μήκους κύματος (ή ενέργειας). Επειδή η ενέργεια μεταπήδησης είναι διαφορετική για κάθε ατομικό στοιχείο του δείγματος, τα εκπεμπόμενα μήκη κύματος είναι χαρακτηριστικά των ατόμων που συνιστούν το δείγμα.

Έτσι καταγράφοντας είτε το μήκος κύματος, είτε την ενέργεια των εκπεμπόμενων ακτίνων – X με ένα φασματομέτρο ακτίνων – X μπορούμε να πάρουμε πληροφορίες για την **ποιοτική** σύσταση των ατόμων που απαρτίζουν το δείγμα. Ακόμη, αν μπορούμε να καταγράψουμε και τις σχετικές πυκνότητες αυτών των ακτίνων – X, τότε παίρνουμε πληροφορίες και για την **ποσοτική** σύσταση του δείγματος

3.3 Φωταύγεια Καθόδου (cathode-luminescence)

Όταν πρωτογενή ηλεκτρόνια αλληλεπιδρούν με ηλεκτρόνια των εξωτερικών στοιβάδων ορισμένων στοιχείων που βρίσκονται στο μέσο του περιοδικού πίνακα, εκπέμπεται ηλεκτρομαγνητική ακτινοβολία στην περιοχή του ορατού. Αυτή η εκπομπή ορατού φωτός λέγεται **Φωταύγεια Καθόδου**. Διαφέρει από τον *φθορισμό*, ο οποίος είναι η αυτόματη εκπομπή ορατού φωτός όταν η ακτινοβολία μικρότερου μήκους κύματος (π.χ. UV) πέσει πάνω στο δείγμα, ή τον *φωσφορισμό* που είναι μια, κατά κάποιο τρόπο, καθυστερημένη εκπομπή φωτός μετά από διέγερση. Βιολογικά παρασκευάσματα, σπάνια εμφανίζουν φωταύγεια, αλλά μόνο με κατάλληλη προπαρασκευή (π.χ. επιφάνειες κυττάρων του κόκκινου αίματος εμφανίζουν φωταύγεια αν έχουν προηγουμένως εκτεθεί σε ατμόσφαιρα ατμών παρα-φορμαλδεύδης). Η τεχνική αυτή έχει αποδειχθεί πολύ χρήσιμη για την ανάλυση π.χ. αντισωμάτων στις επιφάνειες των κυττάρων ή ορισμένων ορυκτολογικών δειγμάτων.

Στην ηλεκτρονική φυσική και στην φυσική ολοκληρωμένων κυκλωμάτων και επιπέδων τρανζίστορ, χρησιμοποιείται μια άλλη τεχνική που βασίζεται στην αγωγιμότητα αυτών των υλικών. Συγκεκριμένα, τα ηλεκτρόνια που απορροφώνται από το δείγμα, του προσθέτουν κάποιο ηλεκτρικό πεδίο και ένα ρεύμα το οποίο διοχετεύεται στην γήωση μέσω μεγάλων αντιστάσεων. Η αναπτυσσόμενη τάση χρησιμοποιείται για την ρύθμιση της φωτεινότητας του δείγματος, και έτσι δημιουργείται καλύτερη εικόνα. Δυστυχώς η μέθοδος αυτή δεν χρησιμοποιείται ή καλύτερα δεν είναι δυνατό να εφαρμοστεί στην Βιολογία επειδή τα ανάλογα παρασκευάσματα είναι γενικώς μη αγωγά.

3.4 Άλλα είδη Μικροσκοπίας

Εκτός από τα παραπάνω άλλοι τύποι ηλεκτρονικών μικροσκοπίων με ευρεία χρήση είναι οι ακόλουθοι:

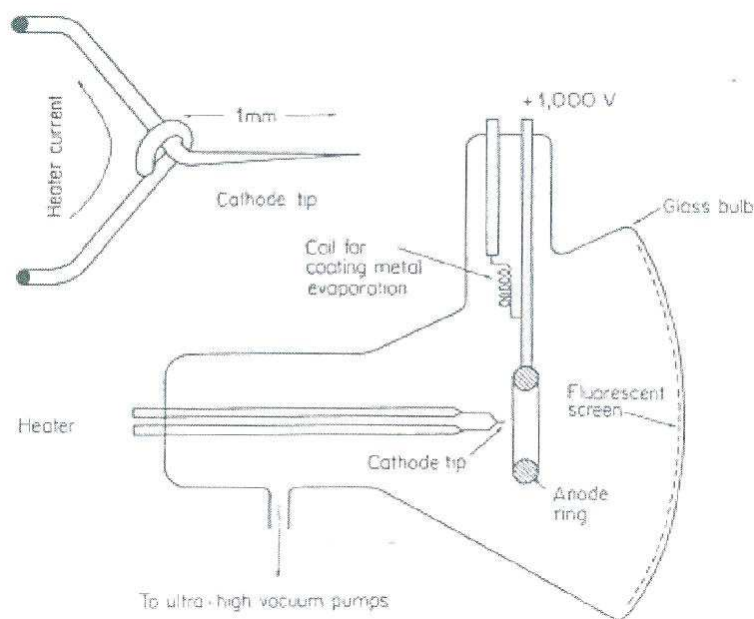
3.4.1 Μικροσκοπία Εκπομπής Ηλεκτρονίων

Στις περιπτώσεις, που το εξεταζόμενο δείγμα είναι μέταλλο ή ημιαγωγός και περιέχει ένα πλήθος ελεύθερων ηλεκτρονίων, μπορεί να σχηματισθεί είδωλο από την εξανάγκασση αυτών των ηλεκτρονίων να φύγουν από την επιφάνεια του δείγματος. Για να γίνει αυτό χρειάζεται κάποιο είδος ενέργειας που

θα προκαλέσει την διέγερση. Αυτή μπορεί να είναι θερμική οπότε έχουμε θέρμανση του δείγματος (θερμιονική εκπομπή), ή να γίνεται με τον βομβαρδισμό του δείγματος με δέσμη ηλεκτρονίων (όπως στο SEM), ή με δέσμη ιόντων, ή με ακτινοβολίας UV ή ακτίνων – X οπότε έχουμε φωτοεκπομπή. Ένας άλλος τρόπος είναι να αναγκάσουμε τα ηλεκτρόνια να αφήσουν την επιφάνεια του δείγματος είναι εφαρμόζοντας ένα πολύ ισχυρό ηλεκτρικό πεδίο, οπότε έχουμε εκπομπή πεδίου. Επίσης, θετικά ιόντα μπορούν να εξαναγκαστούν, να αφήσουν την επιφάνεια με ένα από τους παραπάνω τρόπους, οπότε χρησιμοποιούμε ένα ‘αναλυτή ιόντων’ φθάνοντας έτσι στην ‘ιοντική μικροσκοπία’. Η θερμιονική εκπομπή χρησιμοποιείται σήμερα αποκλειστικά για την ευθυγράμμιση ενός TEM χρησιμοποιώντας σαν δείγμα αυτή καθ αυτή την πηγή των ηλεκτρονίων (δηλ. το νήμα).

3.4.2 Η.Μ. Εκπομπής Πεδίου Ηλεκτρονίων

Είδωλα εκπομπής πεδίου μπορούν να σχηματισθούν οι επιφάνειες μετάλλων χωρίς την χρήση φακών, με ένα απλό τρόπο. Ηλεκτρόνια αναγκάζονται να ελευθερωθούν από μία πολύ μυτερή άκρη ενός μετάλλου με υψηλό σημείο τήξεως, π.χ. βολφράμιο με την διάταξη του σχήματος 3.7.



Σχήμα 3.7. Σχηματική αναπαράσταση ενός Η.Μ. Εκπομπής Πεδίου Ηλεκτρονίων.

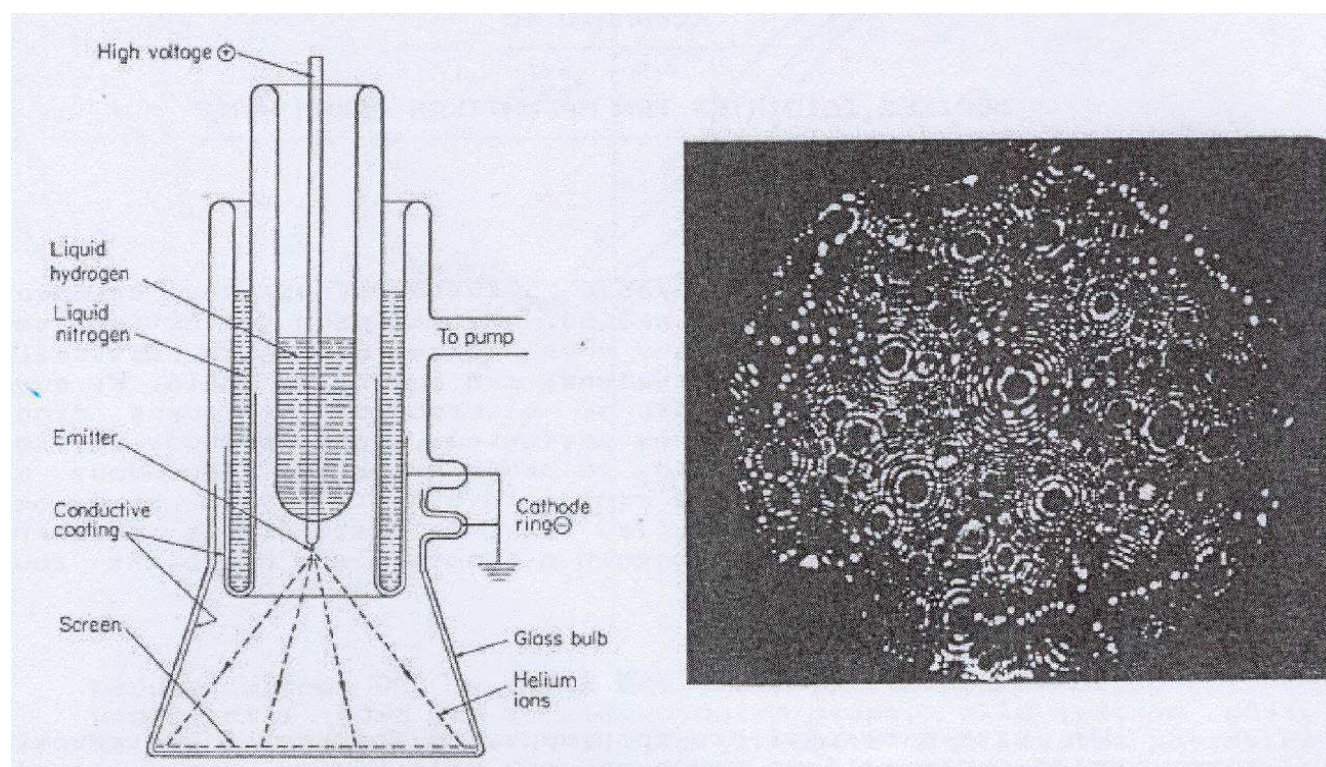
Αυτά τα ηλεκτρόνια ταξιδεύουν διαμέσου του κενού ενός γυάλινου σωλήνα, επιταχυνόμενα από το δυναμικό της ανόδου, και κτυπούν πάνω στην φθορίζουσα οθόνη. Η ύπαρξη μιας κανονικής διάταξης των ατόμων του πλέγματος της μυτερής άκρης δημιουργεί μια μεγεθυμένη εικόνα αυτής της διάταξης στην οθόνη. Η μεγέθυνση είναι τότε ο λόγος της ακτίνας της μύτης προς την απόσταση μύτης – οθόνης. Μεγεθύνσεις της τάξεως του 10^6 επιτυγχάνονται εύκολα και χωρίς την χρήση φακών.

3.4.3 Μικροσκόπιο Εκπομπής Πεδίου Ιόντων

Αυτό είναι το ίδιο περίπου με το προηγούμενο με τις εξής μόνο διαφορές

- Ο θάλαμος κενού έχει αδρανές αέριο (συνήθως ήλιο)
- Η μύτη του μετάλλου (κάθοδος στο προηγούμενο) γίνεται άνοδος και έλκει τα ηλεκτρόνια. Έτσι το ήλιο χάνει ένα ηλεκτρόνιο καθώς μπαίνει στο ισχυρό πεδίο, ιονίζεται θετικά και επιταχύνεται προς την οθόνη.

Το μέγεθος του ιονισμού των ιόντων εξαρτάται από την διάταξη των ατόμων του μετάλλου (μύτης) και έτσι η απεικόνιση στην οθόνη είναι χαρακτηριστική της δομής του μετάλλου.



Σχήμα 3.8. Σχηματική αναπαράσταση ενός Μικροσκοπίου Εκπομπής Πεδίου Ιόντων.

3.4.4 Μικροσκοπία Σάρωσης με Ακίδα (Scanning Probe Microscopy – SPM)

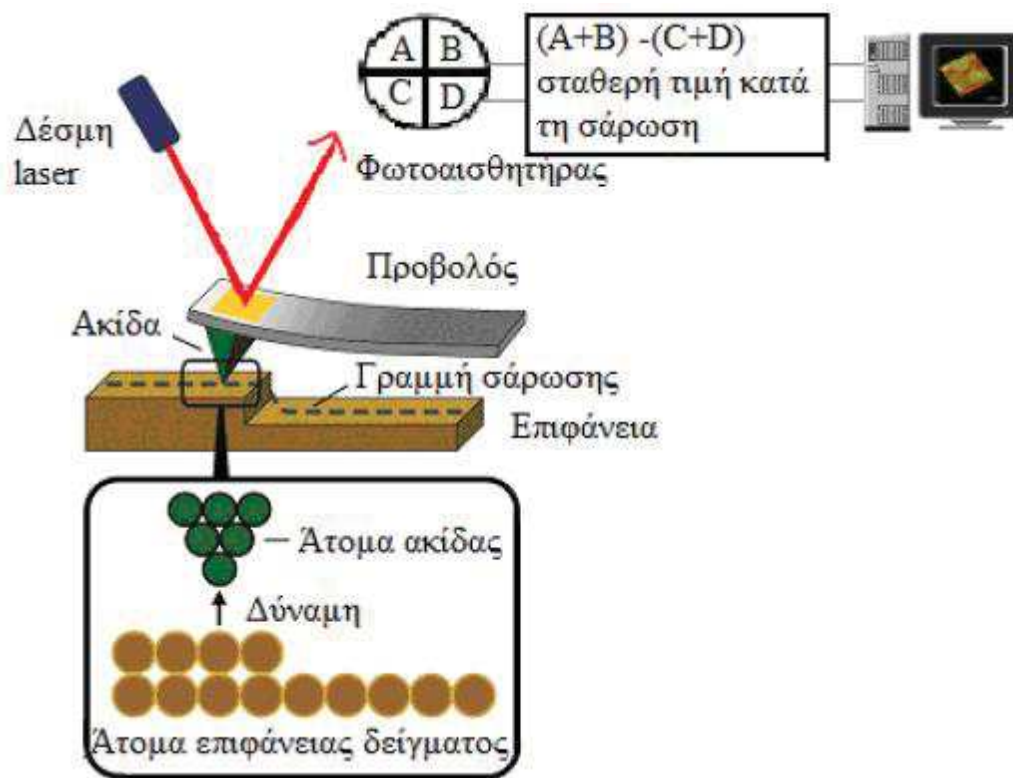
Μικροσκοπία Ατομικής Δύναμης (Atomic Force Microscopy – AFM)

Το Σαρωτικό μικροσκόπιο φαινομένου σήραγγος (Scanning Tunneling Microscopy – STM) ήταν το πρώτο της οικογένειας των σαρωτικών μικροσκοπίων με ακίδα, και κατασκευάστηκε το 1981 από τους Gerd Binnig και Heinrich Rohrer στα εργαστήρια της IBM στην Ζυρίχη. Η βασική ιδέα σε όλα τα σαρωτικά μικροσκόπια με ακίδα (probe) είναι ότι η ακίδα αλληλεπιδρά με την επιφάνεια του δείγματος. Η ισχύς της αλληλεπίδρασης εξαρτάται από τις επιφανειακές ιδιότητες. Ανάλογα με το ποιες ιδιότητες εκμεταλλεύεται ο χρήστης προκύπτουν παραλλαγές της αρχικής δομής του STM. Για την μελέτη της επιφανειακής μορφολογίας αγωγίμων υλικών, μέχρι και ατομική Δ.Ι. υπό κατάλληλες συνθήκες, το φαινόμενο που εκμεταλλευόμαστε είναι το φαινόμενο σήραγγος, (δλδ τα ηλεκτρόνια που

υπερνικούν το φράγμα δυναμικού που υπάρχει μεταξύ της άκρης της ακίδας και της επιφάνειας. Το μέγεθος με το οποίο καταμετράται η ισχύς της αλληλεπίδρασης είναι το ρεύμα σήραγγος.

Τα κύρια δομικά του μέρη είναι η ακίδα, η οποία καθορίζει την ανάλυση της εικόνας που λαμβάνεται, ένας σαρωτής (scanner) που είναι υπεύθυνος για σάρωση του δείγματος από την ακίδα, το κύκλωμα ανάδρασης που διατηρεί την ακίδα στο επιθυμητό ύψος από το δείγμα και ένας ηλεκτρονικός υπολογιστής όπου επικοινωνεί με το μικροσκόπιο. Στο σχήμα 3.9 φαίνεται η τυπική λειτουργία ενός AFM (Atomic Force Microscopy).

Το AFM στηρίζεται στο μικροσκόπιο σήραγγας (STM) με την διαφορά ότι το AFM μπορεί να χρησιμοποιηθεί και σε αγώγιμα, σε ημιαγώγιμα και μονωτικά υλικά.



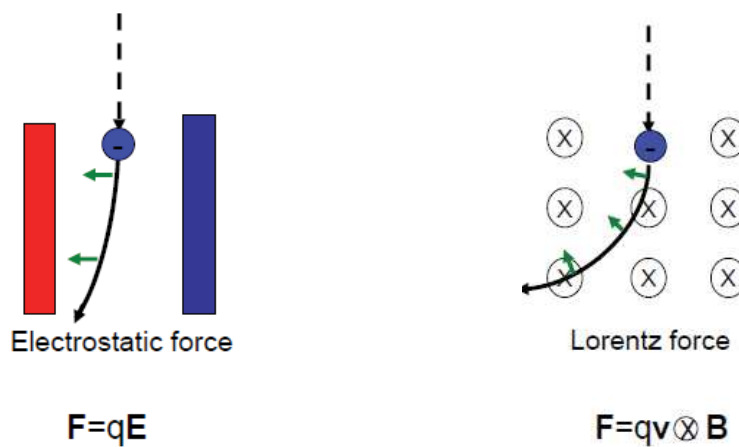
Σχήμα 3.9. Αρχή Λειτουργίας Μικροσκοπίου Ατομικής Δύναμης.

Το AFM – στην ουσία – μετράει τις δυνάμεις που αναπτύσσονται ανάμεσα σε μια πολύ μικρή ακίδα και στο δείγμα. Η ακίδα τοποθετείται στην ελεύθερη άκρη ενός προβόλου. Όταν η ακίδα τοποθετείται κοντά στο δείγμα, τότε η επιφάνεια του δείγματος και η ακίδα αλληλεπιδρούν μέσω ελκτικών ή απωθητικών δυνάμεων προκαλώντας την κάμψη του προβόλου. Μια δέσμη laser που προσπίπτει σε ανακλαστική επιφάνεια που φέρει ο πρόβος, ακολουθεί την κάμψη του μέσω της ανάκλασής της, καθώς η ακίδα σαρώνει την επιφάνεια του δείγματος. Η δέσμη ανιχνεύεται από ένα φωτοαισθητήρα. Κατά τη διάρκεια της σάρωσης – και καθώς η ακίδα ακολουθεί την τοπογραφία του δείγματος – η κάμψη του προβόλου καταγράφεται και μέσα από ένα ηλεκτρονικό σύστημα μετατρέπεται σε εικόνα.

Κεφάλαιο 4^ο Ιδιότητες των Μαγνητικών Φακών Η.Μ.

4.1 Εισαγωγικά

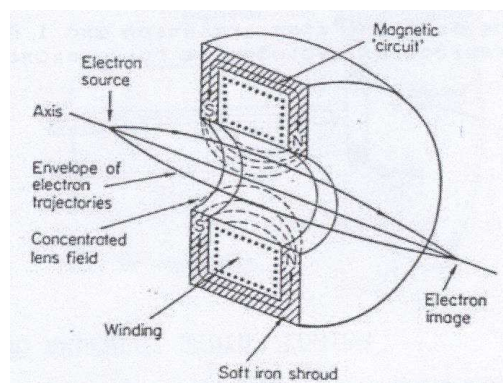
Η δέσμη ηλεκτρονίων μπορεί να εστιασθεί με την επίδραση Μαγνητικού ή Ηλεκτροστατικού πεδίου. Με εξαίρεση την εστίαση της δέσμης που εξέρχεται από την πηγή, όλες οι άλλες εστιάσεις γίνονται σχεδόν κατά αποκλειστικότητα από μαγνητικά πεδία. Και αυτό κυρίως, γιατί παρόλο που οι ηλεκτροστατικοί φακοί έχουν μερικά πλεονεκτήματα έναντι των μαγνητικών, χρησιμοποιούν μεγάλης έντασης ηλεκτροστατικά πεδία τα οποία μπορεί να οδηγήσουν σε ανεπιθύμητες εκκενώσεις μέσα στην κολώνα ειδικά αν το κενό δεν είναι πολύ καλό. Επίσης είναι γενικώς μεγαλύτερης εστιακής απόστασης φακοί και είναι δύσκολη η διόρθωση της σφαιρικής τους εκτροπής.



Σχήμα 4.1. Ηλεκτρόνια σε ηλεκτρικό και μαγνητικό πεδίο.

4.2 Βασική Δομή των Μαγνητικών Φακών

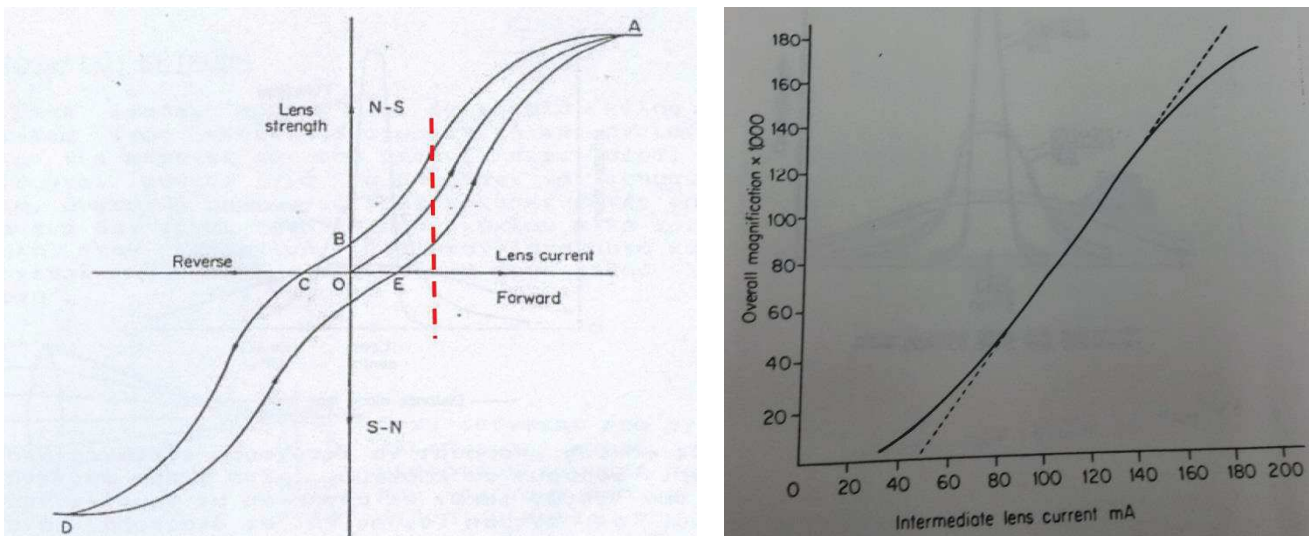
Ήδη έχει αναφερθεί στα προηγούμενα κεφάλαια, η δομή και η λειτουργία του απλού σωληνοειδούς καθώς και του βελτιωμένου (από πλευράς έντασης μαγνητικού πεδίου) με την χρησιμοποίηση ενός πυρήνα από μαλακό σίδηρο. Όσο λοιπόν αυξάνεται το ρεύμα που διαρρέει τις σπειρώσεις ενός πηνίου εγκλωβισμένου σε μαλακό σίδηρο, τόσο μικραίνει η εστιακή απόσταση του μαγνητικού φακού. Δυστυχώς όμως η εξάρτηση των δύο αυτών μεγεθών δεν είναι γραμμική.



Σχήμα 4.2. Εστίαση από μαγνητικό φακό

4.3 Υστέρηση

Στο παρκάτω σχήμα παρουσιάζεται σχηματικά η εξάρτηση του ρεύματος διαμέσου του πηνίου σε σχέση με την ισχύ του φακού. Όταν ο φακός είναι τελείως απομαγνητισμένος, σημείο Ο, τότε αύξηση του ρεύματος αυξάνει την ισχύ του φακού και ακολουθείται η διαδρομή ΟΑ. Στο Α, κάθε παραπάνω αύξηση του ρεύματος έχει σαν αποτέλεσμα να μην αυξάνεται περισσότερο η ισχύς του φακού και τότε λέμε ότι έχουμε φτάσει σε κατάσταση κορεσμού. Από την θέση αυτή, ελάττωση του ρεύματος ακολουθεί μια διαφορετική διαδρομή, ΑΒ, έτσι ώστε όταν το ρεύμα μηδενίζεται, να υπάρχει μια παραμένουσα μαγνήτιση ΟΒ, η οποία μηδενίζεται μόνο με αρνητικό (δηλ. αντίστροφο ρεύμα, μέτρου ΟC, κοκ.

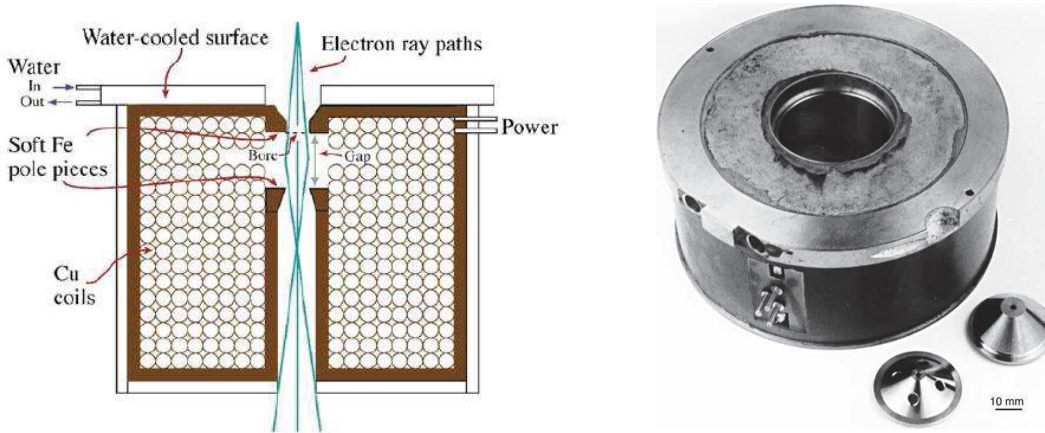


Σχήμα 4.3. Φαινόμενο υστέρησης μαγνητικών φακών.

Έτσι, η ισχύς του φακού δεν μπορεί να υπολογιστεί μόνο από το εφαρμοζόμενο ρεύμα, αλλά έχει να κάνει και με την προϊστορία του. Το φαινόμενο αυτό λέγεται **μαγνητική υστέρηση** και είναι πολύ σημαντικό π.χ. όταν ο εν λόγω φακός είναι ο ενδιάμεσος του Η.Μ., εκείνος δηλ. που καθορίζει και ρυθμίζει τη μεγέθυνση. Επειδή, για δεδομένο ρεύμα, η ισχύς του φακού μπορεί να έχει οποιαδήποτε τιμή μεταξύ των δύο καμπυλών υστέρησης, το λάθος που δημιουργείται στον υπολογισμό της μεγέθυνσης μπορεί να είναι και 10%. Ο τρόπος με τον οποίο μπορεί να απαλειφθεί η υστέρηση είναι να φθάσουμε τον φακό στην τιμή κορεσμού και μετά να ακολουθήσουμε την καμπύλη επιστροφής μέχρι την τιμή που μας ενδιαφέρει, χωρίς παλινδρομήσεις. Παρά ταύτα, η υστέρηση παραμένει πάντοτε ένα πάγιο πρόβλημα για ακριβείς μετρήσεις όταν γίνεται ρύθμιση της μεγέθυνσης του Η.Μ..

4.4 Λεπτοί Μαγνητικοί Φακοί

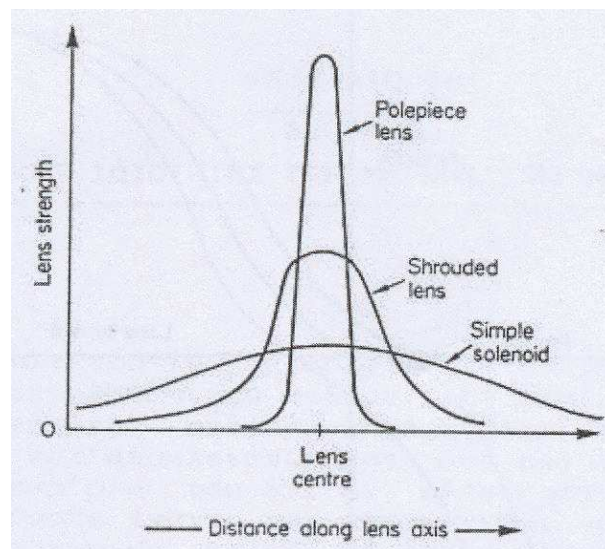
Είχαμε αναφέρει στην παράγραφο 2.5 την κατασκευαστική διάταξη των ισχυρών λεπτών μαγνητικών φακών. Με τους λεπτούς μαγνητικούς φακούς μπορούμε να πετύχουμε εστιακές αποστάσεις έως και 1mm πριν φθάσουν σε κορεσμό.



Σχήμα 4.4. α) Σχηματική λειτουργία ισχυρών λεπτών μαγνητικών φακών β) πραγματικός φακός.

Στο σχήμα 4.4β φαίνεται ένας πραγματικός φακός, το κυλινδρικό σχήμα κρύβει τις σπείρες του χάλκινου σύρματος. Τα δύο κομμάτια κώνου τοποθετούνται μέσα στην κεντρική οπή του φακού. Οι τρεις ηλεκτρικές συνδέσεις παρέχουν ρεύμα στο πηνίο μαγνητίζοντας τους πόλους, και το νερό ψύξης κυκλοφορεί μέσα και έξω στην άνω πλάκα του φακού απορροφώντας την θερμότητα που παράγεται στα πηνία.

Στο σχήμα 4.5 φαίνεται συγκριτικά η υπεροχή των λεπτών φακών σε σύγκριση με τους έχοντες απλό πηνίο και πυρήνα, σε ένταση ισχύος και σε διασπορά, ανάλογα με τις διαστάσεις του φακού, για το ίδιο ρεύμα τροφοδοσίας. Με τους λεπτούς φακούς ελαττώνεται η ασάφεια του ειδώλου και τέτοιοι είναι οι προβολικοί.



Σχήμα 4.5. Εστίαση στους λεπτούς φακούς.

4.5 Εκτροπές Φακών

Κανένας φακός, για φώς 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 λέγονται **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**’.

Η **σφαιρική εκτροπή** οφείλεται στην αδυναμία του φακού να συλλέξει όλες τις ακτίνες που εισέρχονται σε αυτών και να τις εστιάσει σε ένα κοινό σημείο. (χωρική αδυναμία)

Η **Χρωματική εκτροπή** οφείλεται στο ότι, ούτε οι οπτικές ούτε οι δέσμες ηλεκτρονίων αποτελούνται από ακτινοβολία ενός μόνο μήκους κύματος. (μονοχρωματική αδυναμία)

Το πρόβλημα με τις εκτροπές αυτές είναι η δουλειά των κατασκευαστών των φακών. Και για μεν τους γυάλινους οπτικούς φακούς, ο κατασκευαστής μπορεί να παίζει με υλικά διαφορετικού δείκτη διάθλασης και όπου χρειάζεται να χρησιμοποιήσει ίσως και αποκλίνοντες φακούς, για τους μαγνητικούς φακούς όμως κανείς έχει μόνο μία παράμετρο να αλλάξει, το μαγνητικό πεδίο, και φυσικά δεν μπορεί να έχει αποκλίνοντες μαγνητικούς φακούς. Μπορεί όμως να ελαττώσει την εκτροπή χρησιμοποιώντας μικρότερο διάφραγμα μπροστά από τον φακό, αλλά τότε μειώνεται η Δ.Ι. έτσι σήμερα, γίνεται πολύ έρευνα για την βελτίωση των μαγνητικών φακών.

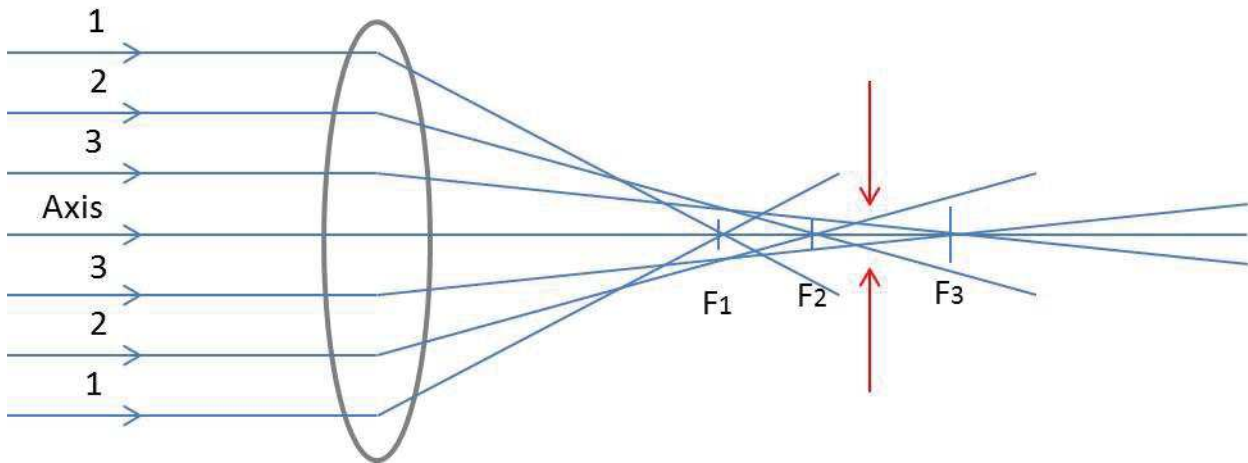
Η καλύτερη Δ.Ι. των Η.Μ. σήμερα είναι $\sim 2\text{\AA}$ δηλαδή 100 φορές χειρότερη από το 0.02\AA που θεωρητικά θα μπορούσαμε να πάρουμε λόγω του μικρού μήκους κύματος της ακτινοβολίας ηλεκτρονίων. Ο περιορισμός αυτός επιβάλλεται λόγω εκτροπών.

4.5.1 Σφαιρική Εκτροπή

Ένας οπτικός φακός, πρέπει να έχει πολύ καλής ακρίβειας κυρτή επιφάνεια (που είναι η διαχωριστική επιφάνεια του υλικού που διαθλά τις ακτίνες και του μέσου, π.χ. αέρα, μέσω του οποίου διαδίδονται αυτές) για να μπορέσει να σχηματίσει ένα τέλειο είδωλο. Δυστυχώς όμως, για τους κατασκευαστές φακών, αυτή η κυρτή επιφάνεια δεν είναι τόξο κάποιου κύκλου αλλά αρκετά πολύπλοκη και δύσκολη στην κατασκευή. Για τον λόγο αυτό και το σφάλμα προέρχεται από την σφαιρικότητα του φακού λέγεται ‘**σφαιρική εκτροπή**’.

Όπως φαίνεται στο σχήμα 4.6, μια σφαιρική 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 συγκεχυμένο. Υπάρχει μια θέση πάνω στον άξονα όπου το είδωλο φαίνεται να έχει την μικρότερη ασάφεια και η θέση αυτή λέγεται “κύκλος ελάχιστης σύγχυσης”, και η θέση αυτή αποτελεί την συμβατική εστιακή απόσταση.



Σχήμα 4.6. Διαφορετικές εστιακές αποστάσεις λόγω σφαιρικής εκτροπής.

Η σφαιρική εκτροπή μπορεί να ελαττωθεί, φυσικά, με τον περιορισμό του ανοίγματος της προσπίπτουσας δέσμης, δηλ. με την χρήση περιοριστικών διαφραγμάτων. Τότε όμως χάνει κανείς σε Δ.Ι. σύμφωνα με τον τύπο του Abbe:

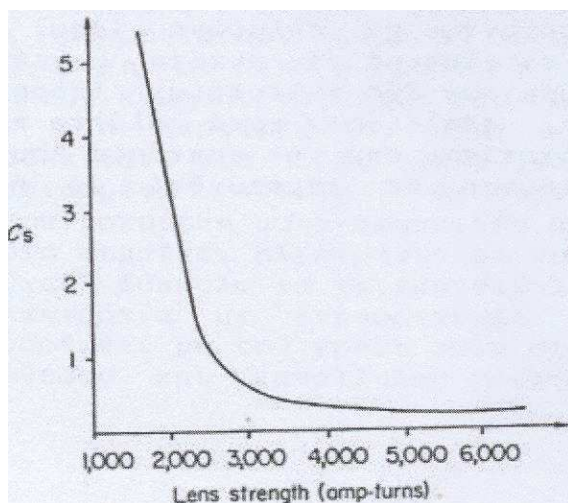
$$\Delta.I. = k \times C_s \times f \times a^3$$

όπου k = είναι μια σταθερά

C_s = είναι ο συντελεστής σφαιρικής εκτροπής και εξαρτάται από το σχήμα του φακού

f = είναι η εστιακή απόσταση, και

a = είναι το γωνιακό άνοιγμα του περιοριστικού διαφράγματος σε rads



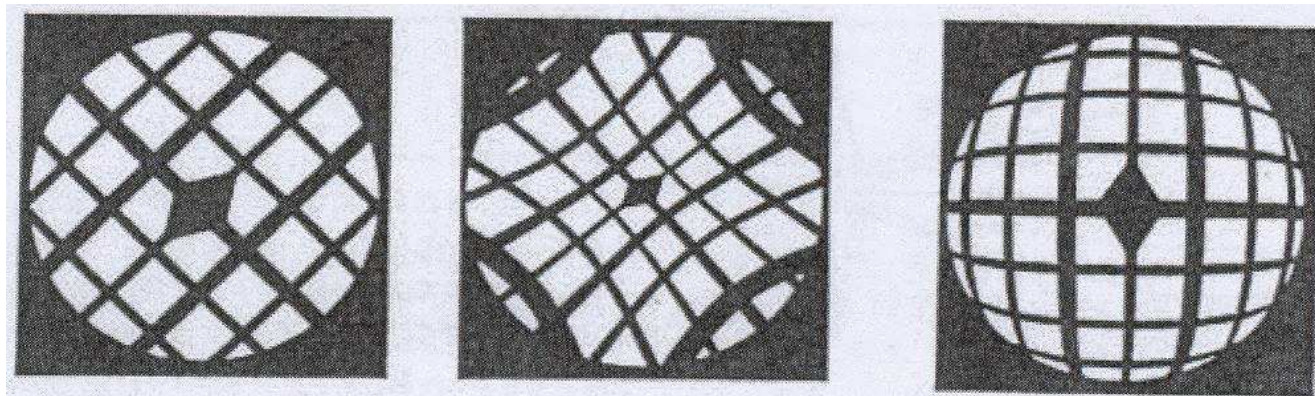
Ακόμη, ο συντελεστής σφαιρικής εκτροπής, C_s είναι συνάρτηση της ισχύς του φακού και ελαττώνεται με την αύξηση της ισχύος (ή με την ελάττωση της εστιακής απόστασης) όπως στο σχήμα

Σχήμα 4.7. Εξάρτηση του συντελεστη σφαιρικής εκτροπής απο την ισχύ του φακού.

Η μικρότερη τιμή του C_s που σήμερα έχουν τα Η.Μ. επιτυγχάνεται με αντικειμενικούς φακούς εστιακής απόστασης $f = 1.5 \text{ mm}$ και χρησιμοποιώντας γωνία $\alpha = 10^{-3} \text{ rads}$, έτσι ώστε η $\Delta.I.$ να είναι στην καλύτερη περίπτωση $\sim 2\text{\AA}$ επομένως ο κατ'εξοχήν λόγος που δεν μπορούν τα σύγχρονα Η.Μ. να πετύχουν την μέγιστη $\Delta.I.$ των 0.02 \AA που θεωρητικά του επιτρέπεται λόγω του μικρού μήκους κύματος της ακτινοβολίας ηλεκτρονίων.

Αλλοίωση Ειδώλου (Distortion)

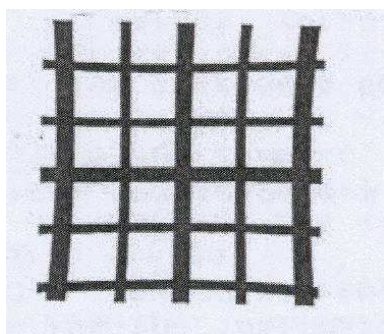
Ένα άλλο φαινόμενο που δημιουργείται λόγω σφαιρικής εκτροπής είναι η **αλλοίωση του ειδώλου**.



Σχήμα 4.8. Αλλοίωση ειδώλου λόγω σφαιρικής εκτροπής.

Στο σχήμα 4.8 φαίνεται πως ένα ορθογώνιο πλέγμα μικροσκοπίου μπορεί να αλλοιωθεί προς τα μέσα ή προς τα έξω γεγονός που συνοδεύεται και από διαφοροποίηση της έντασης φωτισμού κατά μήκος (ή πλάτος) του ειδώλου, καθώς και με μεταβολή της μεγέθυνσής του, μεταξύ κέντρου και περιφέρειας.

Περιστροφή Ειδώλου



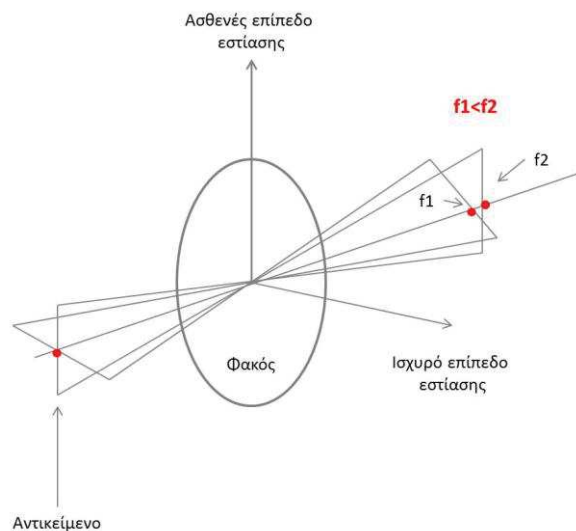
Έχει αναφερθεί ότι όταν μια δέσμη ηλεκτρονίων εισέρχεται σε έναν μαγνητικό φακό, το χρονικό διάστημα της παραμονής της μέσα σε αυτόν ακολουθεί ελικοειδή τροχιά. Όταν λοιπόν ακτίνες με την ίδια γωνία ανοίγματος εξέρχονται από τον φακό αυτές σε κάθετη τομή διαγράφουν μία περιφέρεια κύκλου με επακόλουθο την αλλοίωση να είναι συνδυαζόμενη με την περιφέρεια του κύκλου.

Σχήμα 4.9. Φαινόμενο περιστροφής.

Αλλοίωση συνδυαζόμενη με την περιφέρεια αυτή του κύκλου δίνει είδωλα που αντί να έχουν ευθείες γραμμές αυτές εμφανίζονται σε σχήμα S όπως το πλέγμα του σχήματος 4.9. Τα προβλήματα που σχετίζονται με την αλλοίωση (έσω, έξω ή περιστροφική) είναι κυρίως ενοχλητικά σε μικρές μεγεθύνσεις. Κατάλληλα προσεκτικός σχεδιασμός των δύο τελευταίων (προβολικών φακών και σε μεγάλη μεγέθυνση, εξαλείφουν κατά πολύ το πρόβλημα της αλλοίωσης). Εντούτοις, εξαρτάται από την εμπειρία του χρήστη κατά πόσο η επιθυμητή μεγέθυνση θα επιτευχθεί με ή χωρίς ανεπιθύμητες αλλοιώσεις.

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 σχήμα 4.10



Σχήμα 4.10. Το φαινόμενο του αστιγματισμού.

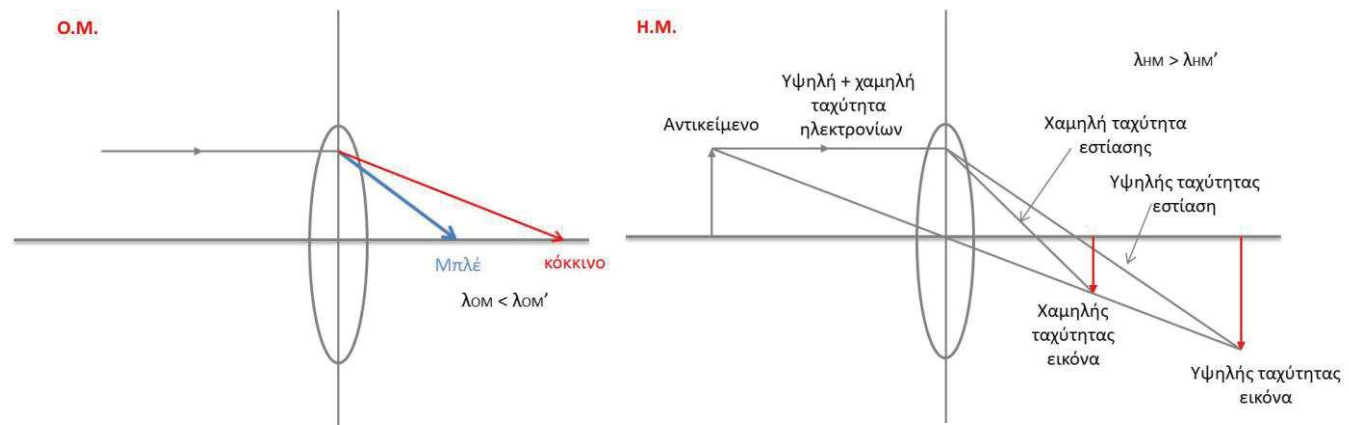
είναι ότι ο φακός έχει ένα ισχυρό επίπεδο εστίασης f_1 και ένα ασθενές f_2 . Ο φακός αυτός λέγεται τότε **αστιγματικός**. Ο αστιγματισμός είναι από τους κυριότερους λόγους του περιορισμού της Δ.Ι. των μαγνητικών φακών. Μπορεί να διορθωθεί με την χρήση μιας κατάλληλης διάταξης που δεν είναι τίποτα άλλο 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.

4.5.2 Χρωματική Εκτροπή (Chromatic Aberration)

Η χρωματική εκτροπή είναι ένα φαινόμενο που παρατηρείται τόσο στο Ο.Μ. όσο και στο Η.Μ.. Για το Ο.Μ., έχει να κάνει με το γεγονός ότι φως μικρού μήκους κύματος, π.χ. μπλε, επιβραδύνεται

(κάμπτεται) περισσότερο όταν περνά από ένα φακό με μεγάλο δείκτη διάθλασης (και επομένως εστιάζεται νωρίτερα) σε αντίθεση π.χ. με το κόκκινο μεγαλύτερου μήκους κύματος που επιβραδύνεται λιγότερο και επομένως εστιάζεται αργότερα σε μεγαλύτερη εστιακή απόσταση. Επομένως, η χρησιμοποίηση μη μονοχρωματικής δέσμης δηλ. φως με το αυτό μήκος κύματος αναπόφευκτα δημιουργεί χρωματική εκτροπή. Επίσης είναι ανεξάρτητη της σφαιρικής εκτροπής και αυξάνει γραμμικά με το άνοιγμα του διαφράγματος αλλά όχι με την δύναμη του (3) όπως στην σφαιρική εκτροπή. Είναι λοιπόν λιγότερο ευαίσθητη στην ελάττωση του ανοίγματος του διαφράγματος (α). Οι μαγνητικοί φακοί, επηρεάζονται κατά ανάλογο τρόπο από το φαινόμενο της χρωματικής εκτροπής, εκεί όμως επειδή το μήκος κύματος των ηλεκτρονίων σχετίζεται με την ταχύτητα των ηλεκτρονίων αντιστρόφως ανάλογα, ηλεκτρόνια με μεγάλη ταχύτητα και επομένως με μικρό μήκος κύματος κάμπτονται λιγότερο από τον φακό σε σύγκριση με αυτά μικρότερης ταχύτητας και επομένως μεγαλύτερου μήκους κύματος τα οποία κάμπτονται περισσότερο.

Τα αποτελέσματα όμως και το πρόβλημα είναι το ίδιο είτε πρόκειται για Ο.Μ. είτε για Η.Μ. και είναι ένα θολό μη καλά εστιασμένο είδωλο. Απαιτείται και στις δύο περιπτώσεις χρησιμοποίηση μονοχρωματικής ακτινοβολίας. Ειδικότερα για το Η.Μ. αυτό σημαίνει ηλεκτρόνια με την ίδια ταχύτητα. Δυστυχώς όμως αυτό είναι δύσκολο να επιτευχθεί λόγω του ότι η ίδια η πηγή εκπέμπει ηλεκτρόνια με διαφορετικές ταχύτητες. Αλλά ακόμη και αν αυτό διορθώνεται με την χρήση πολύ σταθερής επιταχυντικής τάσης ανόδου – καθόδου και κατάλληλου φίλτρου ταχυτήτων, χρωματική εκτροπή δημιουργεί το ίδιο το δείγμα λόγω του ότι διάφορες περιοχές του επιβραδύνουν ηλεκτρόνια κατά διαφορετικό τρόπο, δηλ. περισσότερο ή λιγότερο.



Σχήμα 4.11. Η χρωματική εκτροπή στην Ο.Μ. και Η.Μ.

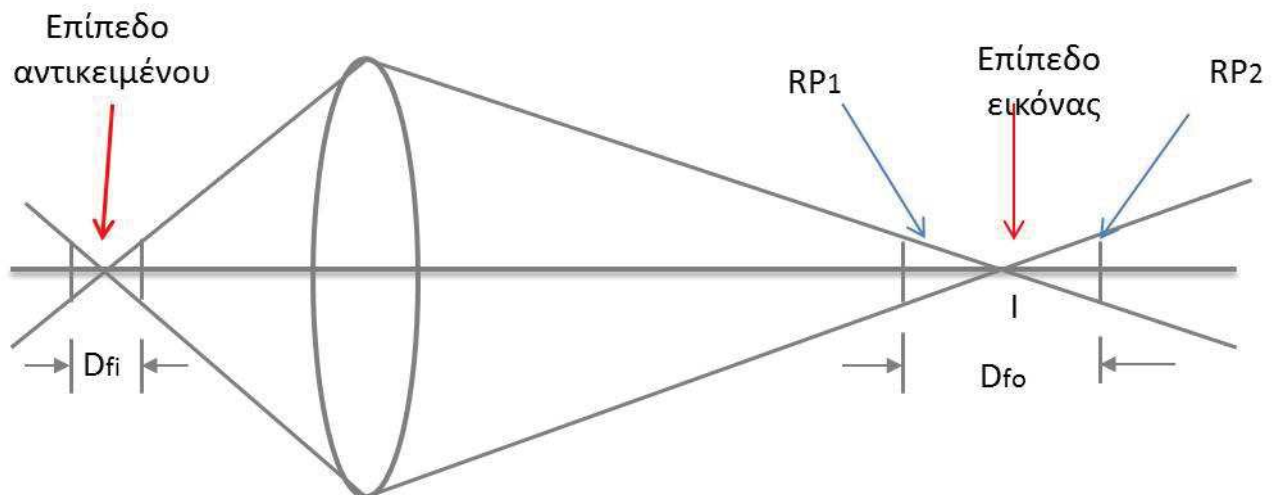
Χρωματική Εκτροπή και Μεγέθυνση

Όλα τα ηλεκτρόνια που επιβραδύνονται καθώς περνούν μέσα από το δείγμα θα προβάλλονται μετά τον αντικειμενικό φακό σε διαφορετικά επίπεδα. Το αποτέλεσμα είναι ανάλογο αυτού που προκαλεί η αλλοίωση, που εξηγήθηκε στην ενότητα 4.5.1, δηλαδή η εικόνα του ειδώλου είναι ασαφής

και θολή, περισσότερο προς την περιφέρεια και λιγότερο προς το κέντρο. Το φαινόμενο είναι εντονότερο όσο το πάχος του δείγματος μεγαλώνει και όσο μικραίνει το επιταχυντικό δυναμικό. Επομένως λεπτά δείγματα και υψηλές τάσεις εξαλείφουν εν μέρει το πρόβλημα αλλά τότε ελαττώνεται η αντίθεση (contrast) του δείγματος, όπως θα εξηγηθεί στο επόμενο κεφάλαιο.

4.6 Βάθος Πεδίου και εστίασης

Έχουμε αναφέρει ότι όλοι οι φακοί, όσο τέλειοι και αν είναι, εστιάζουν μία σημειακή πηγή όχι σε ένα σημείο αλλά σε ένα δίσκο, η διάμετρος του οποίου είναι η $\Delta.I.$ του φακού. Το γεγονός αυτό έχει σαν πρακτική εφαρμογή ότι κάνει την προσπάθεια καλής εστίασης του αντικειμένου πολύ πιο εύκολη. (σχήμα 4.12)

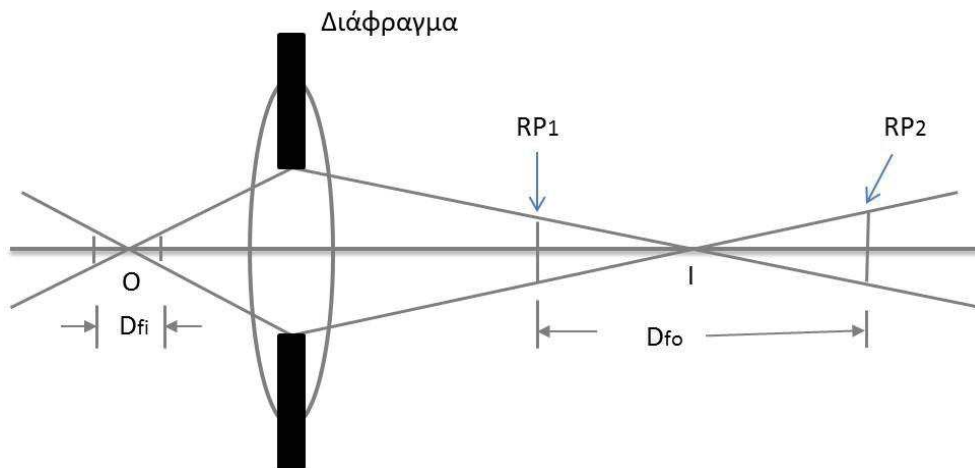


Σχήμα 4.12. Σχηματική αναπαράσταση του φαινομένου Βάθος πεδίου και Βάθος εστίασης.

Όταν οι ακτίνες εστιάσουν το αντικείμενο O συγκλίνοντας προς το I , φθάνουν σε μια διάμετρο κύκλου στο A , ίση με την $\Delta.I.$ του φακού. Θεωρητικά οι ακτίνες συνεχίζουν να συγκλίνουν προς το I αλλά πρακτικά, λόγω της περιορισμένης $\Delta.I.$ του φακού δεν πετυχαίνεται μεγαλύτερη εστίαση από αυτή που παρατηρείται πάνω στον δίσκο ελάχιστης σύγχυσης στο σημείο A . κατ ανάλογο τρόπο, η δέσμη φαίνεται να αποκλίνει παρα μόνο όταν φτάσει στο B όπου έχει την ίδια διάμετρο όπως στο A . Υπάρχει επομένως μία μικρή απόσταση πάνω στον άξονα, εμπρός και πίσω από το I που ο φακός δίνει είδωλο εξίσου καλά εστιασμένο σε οποιοδήποτε σημείο αυτής της απόστασης. Αυτό το διάστημα $D_{fo} = AB$ ονομάζεται **βάθος εστίασης**. Το βάθος εστίασης επομένως απλοποιεί την προσπάθεια εστίασης. Επειδή υπάρχει το βάθος εστίασης στην πλευρά του σχηματισμού του ειδώλου, θα πρέπει να υπάρχει κάτι ανάλογο μπροστά από τον φακό, στην περιοχή του αντικειμένου, έτσι αν η οθόνη προβολής του ειδώλου δεν μετακινείται, μικρή μετακίνηση του αντικειμένου να δίνει το ίδιο καλά εστιασμένο

είδωλο. Αυτή η απόσταση λέγεται **βάθος πεδίου** D_{fi} και συνδέεται με το βάθος εστίασης κατά έναν απλό γεωμετρικό τρόπο.

Το βάθος πεδίου και το βάθος εστίασης είναι αντιστρόφως ανάλογα του αριθμητικού ανοίγματος του φακού (ΑΦ) δηλ. του ανοίγματος του διαφράγματος, όπως δείχνει και το σχήμα 4.13. Φακοί με την ίδια $\Delta.I.$ αλλά με διαφορετικό ΑΦ (μικρότερο) συνεπάγονται μεγαλύτερο βάθος πεδίου και βάθος εστίασης.



Σχήμα 4.13. Επίδραση του περιοριστικού διαφράγματος στο Βάθος πεδίου και Βάθος εστίασης.

Έχει αποδειχθεί ότι το βάθος εστίασης συνδέεται με την μεγέθυνση (M), την $\Delta.I.$ και το άνοιγμα του φακού (ΑΦ) με την εξής σχέση:

$$D_{fo} = \frac{M^2 \times \Delta.I.}{\text{Α.Φ.}}$$

Για ένα χαρακτηριστικό Η.Μ. με $M=10^5$, $\Delta.I.=5\text{\AA}$ και $\text{ΑΦ}=10^{-3}$ ο τύπος δίνει $D_{fo}=5000$ m, δηλαδή πρακτικά άπειρο. Αυτό σημαίνει ότι στην πράξη, η φθορίζουσα οθόνη ή η φωτογραφική πλάκα που αποτυπώνουν το είδωλο, μπορούν να τοποθετηθούν οπουδήποτε και οσοδήποτε κοντά η μακριά μετά τον προβολικό (τελευταίο) φακό του Η.Μ. με το είδωλο να έχει την ίδια σαφήνεια. Π.χ. ένα 35mm film μπορεί να τοποθετηθεί αμέσως μετά τον προβολικό φακό, να παρεβληθεί η φθορίζουσα οθόνη και να ακολουθήσει μια άλλη φωτογραφική πλάκα ακόμη μακρύτερα. Όλα θα δείχνουν είδωλο με διαφορετική όμως μεγέθυνση. Εξίσου μεγάλο θα είναι το βάθος πεδίου για τον αντικειμενικό φακό (συνήθως ανάλογη του μήκους κύματος (λ) και αντιστρόφως ανάλογη του τετραγώνου του (ΑΦ) δηλ.

$$D_{fi} = \frac{\lambda}{(\text{Α.Φ.})^2}$$

Για ηλεκτρόνια των 50KV, το μήκος κύματος είναι 0.04\AA , και το (ΑΦ) του αντικειμενικού φακού 10^{-3} , τότε το $D_{f_i} = 4 \times 10^4 \text{\AA}$ ή $4\mu\text{m}$. Αυτό σημαίνει ότι για τα συνήθη δείγματα μικροσκοπίου που το πάχος τους είναι περίπου $1/100$ της τιμής του D_{f_i} , όλες οι λεπτομέρειες του δείγματος θα εμφανίζονται εξίσου καλά εστιασμένες πάνω στο είδωλο, γιατί όλο το δείγμα θα βρίσκεται μέσα στην τιμή του D_{f_i} . Ένας εμπειρικός κανόνας του Cosslett λέει ότι η αναμενόμενη Δ.Ι. ενός δείγματος είναι περίπου το $1/10$ του πάχους του δείγματος. Π.χ. για δείγμα πάχους 500\AA είναι $\sim 50\text{\AA}$. Όσο λεπτότερο επομένως το δείγμα τόσο μεγαλύτερη Δ.Ι. Επίσης η Δ.Ι. εξαρτάται και από τον σχετικό προσανατολισμό δείγματος προσπίπτουσας δέσμης. Η Δ.Ι. αυξάνει ανάλογα με την αύξηση της γωνίας πρόσπτωσης.

Κεφάλαιο 5^ο Σχηματισμός ειδώλου και Αντίθεση

5.1 Εισαγωγικά

Έχουμε δει ότι όταν μία μορφή ακτινοβολίας (ορατού ή ηλεκτρονίων) προσπίπτει επί ενός δείγματος και το διαπερνά (TEM) τότε, εξερχόμενη από την άλλη πλευρά του δείγματος μεταφέρει πάνω της, πληροφορίες για το εν λόγω δείγμα οι οποίες διαμορφώνονται κατάλληλα ώστε να μπορεί να τις δει το μάτι και να τις καταλάβει ο εγκέφαλος.

Το ανθρώπινο μάτι είναι ευαίσθητο στις αλλαγές της έντασης του φωτός (αντίθεση πλάτους) και στις αλλαγές του μήκους κύματος (αντίθεση χρώματος). Ενώ λοιπόν οι πληροφορίες που μεταφέρονται με το ορατό φώς γίνονται αμέσως αντιληπτές από το μάτι στο Ο.Μ., δεν ισχύει το ίδιο και για το Η.Μ.. Για το Η.Μ., οι πληροφορίες που μεταφέρουν τα ηλεκτρόνια μετατρέπονται σε *αντιθέσεις πλάτους* και *αντιθέσεις φάσεως* των διαφόρων κυμάτων, από τα οποία το μάτι είναι ευαίσθητο μόνο σε διαφορές ή αντιθέσεις πλάτους. Η *αντίθεση πλάτους ή απλώς αντίθεση (contrast)* εκφράζει την διαφορά στην ένταση του φωτός (περισσότερο ή λιγότερο έντονο φώς) που μπορεί να ευαισθητοποιήσει το μάτι. Για το Η.Μ., η αντίθεση πλάτους, σχηματίζεται είτε πάνω στην φθορίζουσα οθόνη, είτε αποτυπώνεται πάνω σε κατάλληλη φωτογραφική πλάκα και η εικόνα είναι συνδυασμός άσπρου (έντονο φώς) και μαύρου (καθόλου φώς). Πρέπει να σημειωθεί εδώ ότι οι πληροφορίες του αποτυπώνονται πάνω σε μία φωτογραφική πλάκα είναι πολύ περισσότερες από αυτές που βλέπουμε πάνω στην φθορίζουσα οθόνη απλώς και μόνο επειδή η πλάκα είναι πολύ πιο ευαίσθητη στην προσπίπτουσα δέσμη.

5.2 Δείγμα

Για να πάρουμε ένα είδωλο ενός αντικειμένου (δείγμα) σ' ένα Η.Μ. διέλευσης (TEM) η δέσμη πρέπει φυσικά να περάσει μέσα από το δείγμα. Μια δέσμη ηλεκτρονίων μεγάλης ταχύτητας επιβραδύνεται γρήγορα ή ακόμα και σταματά όταν περνάει μέσα από ένα σώμα αν αυτό είναι σχετικά χονδρό. Για παράδειγμα, μπορεί να διαπεράσει ένα στρώμα αέρα πάχους μόνο μερικών χιλιοστών (mm), ή ένα στρώμα νερού πάχους μόνο μερικών μικρών (μm). Επομένως, σ' ένα TEM το δείγμα πρέπει να είναι εξαιρετικά λεπτό, ή αν πρέπει να είναι στερεωμένο σε μια βάση και αυτή πρέπει να είναι εξαιρετικά λεπτή (π.χ. μία βάση από άνθρακα 50-100 Å). Για τα στερεά δείγματα που μελετώνται στην φυσική αν το δείγμα δεν μπορεί να κατασκευασθεί πολύ λεπτό (π.χ. με εξάχνωση) τότε χρησιμοποιείται ένα όργανο (ion milling ή ion etching system) το οποίο εφαρμόζοντας μία δέσμη ιόντων λεπταίνει το δείγμα μέχρι περίπου 500Å που είναι κατάλληλο για παρατήρηση. Στην Βιολογία, τα δείγματα εμβαπτίζονται μέσα σ' ένα σκληρό πλαστικό όπως η εποξική ρητίνη και μετά κόβονται σε

λεπτές τομές των περίπου 500Å μ' ένα υπερμικροτόμο (δηλαδή ένα λεπτό μαχαίρι). Μετά τις προετοιμασίες αυτές τα δείγματα είναι γενικώς έτοιμα για παρατήρηση.

5.3 Διαδικασία σχηματισμού ειδώλου

Στα Ο.Μ. και Η.Μ. τέσσερις βασικές φυσικές διεργασίες λαμβάνουν χώρα για τον σχηματισμό ειδώλου. Αυτές είναι,

- απορρόφηση,
- συμβολή,
- περίθλαση, και
- σκέδαση.

Η **απορρόφηση** είναι υπεύθυνη για την αντίθεση πλάτους, δηλαδή για τις αλλαγές στην φωτεινότητα στην οποία το μάτι είναι ευαίσθητο. Είναι γενικώς ο πιο σημαντικός παράγων για τον σχηματισμό ειδώλου στο Ο.Μ.

Η **συμβολή** οδηγεί σε φαινόμενα αλλαγής φάσης προς τα οποία το μάτι δεν είναι ευαίσθητο εκτός αν μετατραπούν σε αντιθέσεις πλάτους.

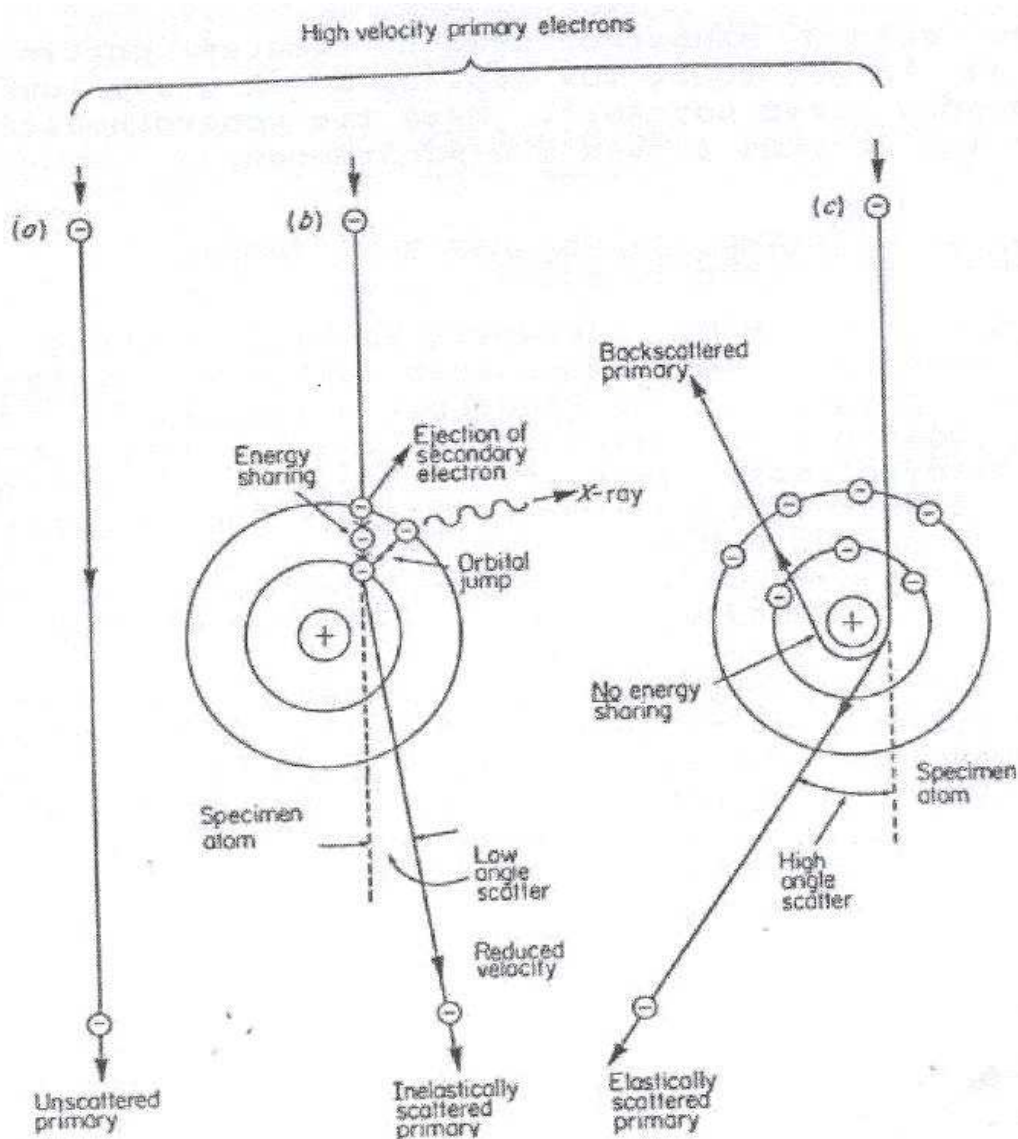
Η **περίθλαση** συνήθως αλλοιώνει το είδωλο σχηματίζοντας τους γνωστούς κροσσούς και τα φωτοστέφανα τα οποία με την σειρά τους ελαττώνουν την Δ.Ι. και δίνουν συγκεχυμένα είδωλα.

Η **σκέδαση** έχει μικρή σημασία στα Ο.Μ. εκτός από ελάχιστες ίσως περιπτώσεις. Το φαινόμενο όμως της σκέδασης είναι εξαιρετικά μεγάλης σημασίας για τον σχηματισμό ειδώλων στα Η.Μ. όπως θα δούμε και παρακάτω.

5.4 Σκέδαση

Όταν μία δέσμη ηλεκτρονίων διαπερνά ένα λεπτό δείγμα, τα άτομα του δείγματος θα αλληλεπιδράσουν με τα γρήγορα ηλεκτρόνια της δέσμης με τους εξής τρόπους:

Αλληλεπίδραση ηλεκτρονίου – πυρήνα δείγματος ή αλληλεπίδραση ηλεκτρονίου – ηλεκτρονίων σε τροχιακά γύρω από τον πυρήνα. Ας σημειωθεί ότι η ύλη είναι ένας σχετικά άδειος χώρος. Σχετικά άδειος γιατί οι αποστάσεις που χωρίζουν το ένα άτομο με το άλλο είναι της τάξεως του 1Å ενώ οι διαστάσεις του κάθε ατόμου (πυρήνα με τα τροχιακά ηλεκτρόνια) είναι της τάξης του 10^{-5} ή 10^{-6}Å , δηλ. ένα εκατομμύριο φορές μικρότερες, και όλος ο ενδιάμεσος χώρος είναι άδειος. Έτσι η πλειοψηφία των πρωτογενών ηλεκτρονίων θα περάσει μέσα από ένα πολύ λεπτό δείγμα χωρίς κρούσεις δηλαδή χωρίς σκέδαση. Αν όμως το δείγμα είναι σχετικά παχύ, τότε ανάλογα με το πόσο κοντά στον πυρήνα θα περάσει το ηλεκτρόνιο θα αλληλεπιδράσει είτε με τον πυρήνα του ατόμου, είτε με τα τροχιακά ηλεκτρόνια του ατόμου όπως φαίνεται στο σχήμα (περίπτωση β και γ).



Σχήμα 5.1. Τρόποι αλληλεπίδρασης δέσμης ηλεκτρονίων με ύλη.

Οι δύο τύποι αλληλεπίδρασης έχουν διαφορετικά αποτελέσματα πάνω στα διερχόμενα ηλεκτρόνια λόγω της τεράστιας διαφοράς μάζας ενός ηλεκτρονίου και ενός πυρήνα. Αν το πρωτογενές ηλεκτρόνιο περάσει κοντά από τον πυρήνα η πορεία της τροχιάς του θα αλλάξει κατά μία μεγάλη γωνία, αλλά συγχρόνως δεν θα χάσει πρακτικά καθόλου ενέργεια λόγω της διαφοράς μάζας ηλεκτρονίου – πυρήνα. Το φαινόμενο είναι παρόμοιο με εκείνο μιας μικρής μπάλας που κτυπά στον τοίχο. Η μικρή μπάλα αναπηδά και επιστρέφει σχεδόν με την ίδια ταχύτητα και τότε έχουμε ελαστική κρούση. Έτσι ένα ηλεκτρόνιο που σκεδάζεται από έναν πυρήνα άνθρακα ο οποίος έχει 20.000 φορές την μάζα του ηλεκτρονίου, θα υποστεί πολύ μεγάλη αλλαγή στην πορεία της τροχιάς του αλλά ουσιαστικά δεν θα χάσει καθόλου ενέργεια.

Αντίθετα, ένα πρωτογενές ηλεκτρόνιο μεγάλης ταχύτητας που συγκρούεται με ένα τροχιακό ηλεκτρόνιο σχετικά μικρής ταχύτητας, θα μοιραστεί την ενέργεια του με το τροχιακό ηλεκτρόνιο μια

και αυτά έχουν τις ίδιες μάζες, σύμφωνα με τον νόμο διατήρησης της ορμής και της ενέργειας. Έτσι το πρωτογενές ηλεκτρόνιο θα υποστεί όχι μόνο αλλαγή στην πορεία του αλλά και στην ταχύτητα του, δηλαδή έχουμε ανελαστική σκέδαση. Δεδομένου ότι ο αριθμός των ηλεκτρονίων σε ένα δείγμα είναι πολύ μεγαλύτερος από αυτόν των πυρήνων, ο τύπος αυτός της σκέδασης είναι πολύ πιο σημαντικός για τον σχηματισμό ειδώλου στο Η.Μ..

Συγχρόνως με τα παραπάνω, δύο ακόμη φαινόμενα συμβαίνουν κατά την ανελαστική σκέδαση που όμως δεν συμμετέχουν στον σχηματισμό ειδώλου με TEM. Πρώτον παράγονται ακτίνες X κυρίως λόγω μεταπήδησης ηλεκτρονίων σε νέες τροχιές και όπως αναφέρθηκε αυτές τις ακτίνες χρησιμοποιεί ο μικροαναλυτής ακτίνων- X (EXMA). Δεύτερον ηλεκτρόνια του δείγματος που βρίσκονται κοντά στην επιφάνεια απελευθερώνονται από το δείγμα και αυτά χρησιμοποιούνται για τον σχηματισμό ειδώλου στο Η.Μ. σάρωσης (SEM)

5.5 Πυκνότητα μάζας

Ο αριθμός των σκεδαζόμενων πρωτογενών ηλεκτρονίων είναι προφανώς ανάλογος του αριθμού και του μεγέθους των ατόμων του δείγματος. Επίσης είναι ανάλογη του πάχους του δείγματος. Επομένως η συνολική σκέδαση είναι ανάλογη του γινομένου αυτών των δύο, δηλαδή της πυκνότητας και του πάχους του δείγματος. Αυτό το γινόμενο είναι χαρακτηριστικό για κάθε δείγμα και ονομάζεται πυκνότητα μάζας, και μετράτε σε μονάδες $\mu\text{g}/\text{cm}^2$ (μικρογραμμάρια ανά τετραγωνικό εκατοστό). Αν π.χ. έχουμε ένα λεπτό δείγμα άνθρακα 100 \AA (10^{-6}cm) και δεδομένου ότι ο άνθρακας έχει πυκνότητα $2\text{g}/\text{cm}^3$ η πυκνότητα μάζας αυτού του δείγματος θα είναι $2 \mu\text{g}/\text{cm}^2$. Οι πυκνότητες μάζας των συνηθισμένων βιολογικών παρασκευασμάτων είναι της τάξεως των $10 \mu\text{g}/\text{cm}^2$.

5.6 Απορρόφηση

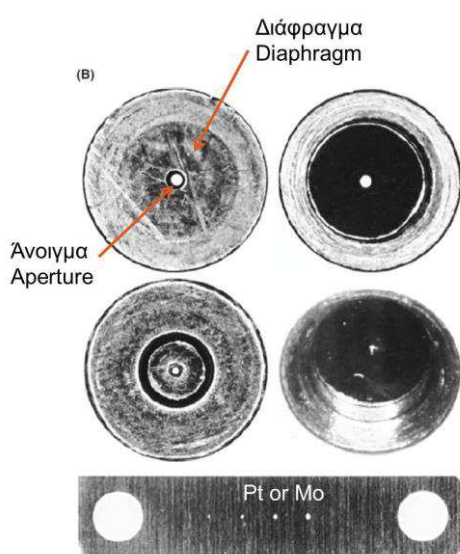
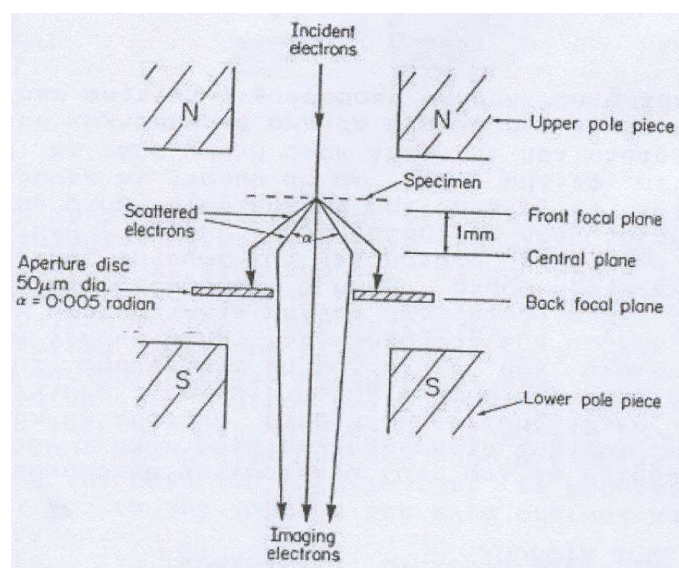
Ένα ηλεκτρόνιο, για να απορροφηθεί τελείως από ένα δείγμα θα πρέπει να υποστεί ένα μεγάλο αριθμό ανελαστικών σκεδάσεων μέχρις ότου η ταχύτητα του να γίνει τόσο μικρή ώστε να μη μπορεί να φύγει από το δείγμα (δηλ. να μην μπορεί να περάσει το φράγμα δυναμικού της επιφάνειας του δείγματος). Αυτό θα συμβεί αν η πυκνότητα μάζας του δείγματος είναι μεγάλη. Αντίθετα σε λεπτά δείγματα η απορρόφηση δημιουργεί την χρήσιμη αντίθεση πλάτους που εξηγήθηκε πιο μπροστά. Όπου η απορρόφηση είναι σημαντική, η ενέργεια που εναποτίθεται στο δείγμα είναι μεγάλη και εκδηλώνεται κυρίως στην αύξηση της θερμοκρασίας. Αυτό μπορεί να οδηγήσει σε θερμική διαστολή του δείγματος με αποτέλεσμα την κίνηση του δείγματος και την δημιουργία θολής εικόνας. Μερικές φορές, ακόμη και σκόνη ή ανεπιθύμητες προσμίξεις μπορούν να καταστρέψουν το δείγμα λόγω τοπικής θέρμανσης εξαιτίας σημαντικής απορρόφησης, φαινόμενο καθόλου σπάνιο στην ηλεκτρονική μικροσκοπία.

5.7 Σχηματισμός Ειδώλου

Ύστερα από τα προηγούμενα είναι ξεκάθαρο ότι σε ένα TEM ο σχηματισμός του ειδώλου του δείγματος γίνεται από τα ηλεκτρόνια τα οποία αφού προηγούμενος έχουν ανελαστικά σκεδαστεί από το δείγμα, μεταφέρουν πληροφορίες για την δομή του δείγματος, που είναι ανάλογες της σκέδασης που έχουν υποστεί από τις διάφορες περιοχές. Περιοχές με μεγάλη πυκνότητα μάζας θα δώσουν λιγότερα ηλεκτρόνια (πιο σκοτεινή περιοχή στην οθόνη), σε αντίθεση με περιοχές περισσότερο διαπερατές (περισσότερο φωτεινή περιοχή), και έτσι σχηματίζεται το είδωλο του δείγματος.

5.8 Αντικειμενικό διάφραγμα

Τα ηλεκτρόνια, μετά την διέλευση τους από το δείγμα υφίστανται ακόμη μια επεξεργασία πριν φθάσουν στην οθόνη. Περνούν από τους διάφορους φακούς για να δώσουν την κατάλληλη μεγέθυνση. Πριν όμως φθάσουν στον αντικειμενικό φακό πρέπει να διαχωριστούν εκείνα που μεταφέρουν χρήσιμες πληροφορίες από εκείνα που δεν θα βοηθήσουν ή και θα επιδεινώσουν την τελική εικόνα. Έτσι χρησιμοποιείται το λεγόμενο αντικειμενικό διάφραγμα το οποίο κόβει τις δέσμες με γωνία μεγαλύτερη από το γωνιακό άνοιγμα του αντικειμενικού. Αυτό είναι μία λεπτή επιφάνεια μετάλλου μη μαγνητικού υλικού όπως πλατίνα ή μολυβδαίνιο έχοντας μια μικρή τρύπα στο κέντρο ανοίγματος 20-50 μm . Η ιδανική θέση του διαφράγματος είναι στο οπτικό κέντρο του φακού. Στα μοντέρνα Η.Μ. με μικρής εστιακής απόστασης αντικειμενικό φακό αυτό είναι αδύνατο γιατί θα εμπόδιζε την κίνηση του συστήματος στήριξης του δείγματος. Έτσι, τοποθετείται όσο το δυνατό πιο κοντά στο πίσω εστιακό επίπεδο όπου για μικρές μεγεθύνσεις ενεργεί σαν περιοριστικό διάφραγμα πεδίου, και όταν δουλεύουμε σε πάρα πολύ μικρές μεγεθύνσεις, οπότε δεν χρησιμοποιείται ο αντικειμενικός, το απομακρύνουμε.



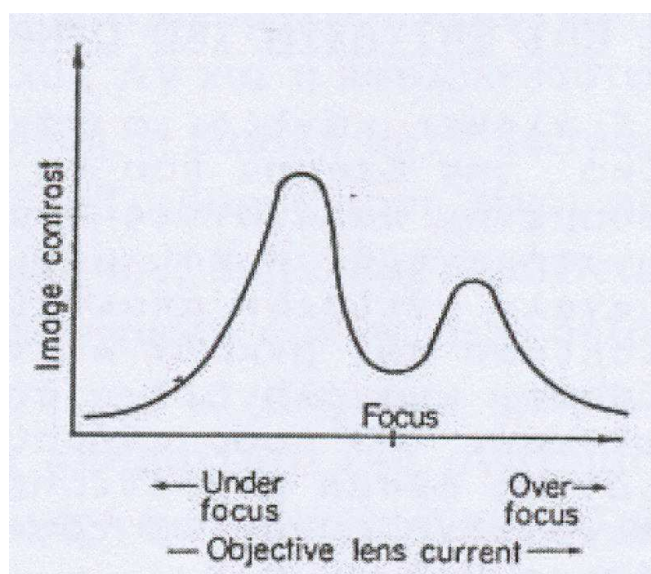
Σχήμα 5.2. Το περιοριστικό διάφραγμα.

Το διάφραγμα πρέπει να είναι κυκλικό και ακριβώς τοποθετημένο στον άξονα του φακού. Υπάρχει μία ελάχιστη τιμή του ανοίγματος του διαφράγματος. Αν π.χ. είναι πολύ μικρό θα περιορίζει το αριθμητικό άνοιγμα του φακού (ΑΦ) και έτσι θα ελαττώνει την Δ.Ι. Φυσικά θα αυξάνει έτσι η αντίθεση (contrast) του ειδώλου αλλά υπάρχουν δύο άλλα ανεπιθύμητα αποτελέσματα.

Πρώτον, θα περιορίζει πολύ την περιοχή ανάλυσης του δείγματος κυρίως σε μικρές μεγεθύνσεις. Δεύτερον και ίσως το σημαντικότερο, οι άκρες του διαφράγματος θα βρωμίσουν. Το φαινόμενο αυτό δημιουργείται γιατί κάθε επιφάνεια που βομβαρδίζεται μέσα σε κενό από ηλεκτρόνια πρέπει να είναι καλυμμένη με μια αγωγίμη ουσία. Αν επομένως λόγω του μικρού μεγέθους το διάφραγμα βομβαρδίζεται από πάρα πολλά ηλεκτρόνια, αυτά επειδή δεν άγονται, συσσωρεύονται στην άκρη του διαφράγματος η οποία φορτίζεται ηλεκτρικά και δημιουργείται κατά κάποιο τρόπο ένας νέος ηλεκτροστατικός φακός ο οποίος επιδρά στην πορεία της δέσμης των ηλεκτρονίων, και έτσι δημιουργείται αστιγματισμός. Ο σημαντικός ρόλος του διαφράγματος του αντικειμενικού μπορεί εύκολα να διαπιστωθεί αν μετά την διαδικασία επίτευξης ενός καλά εστιασμένου ειδώλου, το αφαιρέσουμε. Τότε θα διαπιστώσουμε ότι το είδωλο χάνεται σχεδόν τελείως

5.9 Αντίθεση (Contrast) υπό συνθήκες μη εστίασης

Έως τώρα μελετήσαμε την αντίθεση υπό συνθήκες καλής εστίασης. Τι γίνεται όμως, όπως αναφέρθηκε αμέσως πιο πάνω, αν αφαιρέσουμε το διάφραγμα του αντικειμενικού φακού??? Αν σ' αυτή την περίπτωση παίζουμε με την ρύθμιση της εστίασης θα δούμε ότι μπορούμε να επιτύχουμε μια αρκετά αποδεκτή εστίαση, δηλαδή να βρούμε ένα καινούργιο εστιακό σημείο λίγο πιο μπροστά και λίγο πιο πίσω από το πραγματικό εστιακό σημείο. Το φαινόμενο μπορεί να εξηγηθεί με την συμβολή και οφείλεται στους κροσσούς Fresnel που δημιουργούνται γύρω από σημεία του δείγματος όπου υπάρχει μεταβολή της πυκνότητας μάζας.



Σχήμα 5.3. Υπό- και Υπέρ-εστίαση φακού.

Δουλεύοντας υπό συνθήκες μη εστίασης πολλές φορές μπορούμε να επιτύχουμε καλύτερη αντίθεση του ειδώλου, αρκεί ο μικροσκοπιστής να είναι αρκετά έμπειρος ώστε να μη χάσει αρκετή Δ.Ι. ελάττωση της οποίας είναι αναπόφευκτη.

5.10 Αντίθεση φάσης

Η αντίθεση φάσης σε ένα Η.Μ. προέρχεται επίσης από συμβολή λόγω μικρής γωνίας του ανοίγματος του διαφράγματος και της μη διορθωμένης σφαιρικής εκτροπής του αντικειμενικού φακού. Το φαινόμενο ανιχνεύεται κυρίως όταν δουλεύουμε στο όριο της Δ.Ι. του φακού και για αυτό προσδιορίζει και την μέγιστη Δ.Ι. του φακού σε πολύ μεγάλες μεγεθύνσεις.

5.11 Ηλεκτρονικός θόρυβος

Σε πολύ μεγάλες μεγεθύνσεις, μη ομογενής δέσμη ηλεκτρονίων δημιουργεί επίσης προβλήματα. Μη ομογενής δέσμη ηλεκτρονίων μπορεί να οφείλεται στην σποραδική εκπομπή ηλεκτρονίων από το διάπυρο νήμα, και δεν σχετίζεται με το δείγμα. Μπορεί να διαπιστωθεί με την εμφάνιση κόκκων στην φωτογραφική πλάκα αλλά δεν είναι τόσο εύκολο.

5.12 Αντίθεση σε βιολογικά παρασκευάσματα

Τα βιολογικά παρασκευάσματα, π.χ. κύτταρα και ιστοί, συνίστανται κυρίως από ελαφρά άτομα μικρού ατομικού αριθμού όπως Άνθρακας, Υδρογόνο, Οξυγόνο ή Άζωτο. Ακόμα χειρότερα, είδαμε ότι αυτά τα παρασκευάσματα συνήθως πρέπει να καλυφθούν από οργανικές εποξικές ρητίνες για να μπορούν να κοπούν σε λεπτά δείγματα κατάλληλα για παρατήρηση. Επειδή όμως αυτές οι ρητίνες είναι επίσης οργανικά υλικά, το πρόβλημα γίνεται μεγαλύτερο λόγω αδυναμίας εύκολου διαχωρισμού του πραγματικού σήματος από αυτό του περιβάλλοντός του. Η λύση είναι να εμποτιστούν τα δείγματα με άλατα βαρέων μετάλλων όπως όσμιο, βολφράμιο, ουράνιο ή μόλυβδος. Επειδή διαφορετικά συστατικά του δείγματος απορροφούν με διαφορετικό τρόπο και αναλογία τα άλατα, η σκέδαση της δέσμης είναι και εντονότερη και διαχωρισμένη από συστατικό σε συστατικό.

5.13 Πάχος δείγματος και επιταχυντικό δυναμικό

Όταν πρέπει να διαλέξει κανείς το πάχος δείγματος και το επιταχυντικό δυναμικό της δέσμης που θα δουλέψει τότε υπάρχουν πολλοί αλληλοσυγκρουόμενοι παράγοντες που πρέπει να λάβει υπόψη του, π.χ. μέγιστη δυνατή αντίθεση και μέγιστη Δ.Ι. δεν μπορούν να συνυπάρχουν, γιατί μεγάλη αντίθεση απαιτεί παχύ δείγμα. Παχύ όμως δείγμα σημαίνει επισκίαση των μικρών λεπτομερειών λόγω μεγάλου βάθους πεδίου. Αντίθετα, μεγάλη Δ.Ι. σημαίνει λεπτό δείγμα που σημαίνει μικρή αντίθεση. Αν προσπαθήσουμε να βελτιώσουμε την αντίθεση χρησιμοποιώντας δέσμη μικρότερης ταχύτητας

ηλεκτρονίων δηλ. μικρότερο επιταχυντικό δυναμικό τότε έχουμε μεγαλύτερα μήκη κύματος δηλαδή μικρότερη Δ.Ι. κ.ο.κ.

Αν και η πείρα έχει δείξει ότι για τα περισσότερα παρασκευάσματα ένα δυναμικό 50-60kV για δείγματα 500-600Å είναι σχεδόν πάντα ικανοποιητικό, οι καλύτερες συνθήκες είναι πάντα συναρτήσει του είδους του δείγματος και του τι ενδιαφέρει περισσότερο τον παρατηρητή. Είναι λοιπόν θέμα πείρας που αποκτάται μετά από πολύ χρόνο εξάσκησης στο Η.Μ.

Κεφάλαιο 6^ο Σύστημα Κενού

6.1 Εισαγωγικά

Το σύστημα κενού ενός Η.Μ. σκοπό έχει την *αφαίρεση του αέρα ή άλλων αέριων* από την κολώνα. Αυτό είναι απαραίτητο γιατί:

- *Μόρια αερίου συγκρούονται με την δέσμη ηλεκτρονίων* την οποία σκεδιάζουν και έτσι δημιουργείται ασαφής εικόνα με μειωμένη αντίθεση,
- *Η παρουσία αέριων στο θάλαμο της πηγής δημιουργεί ιονισμό και ηλεκτρικές εκκενώσεις* και επομένως αστάθεια της δέσμης ηλεκτρονίων,
- *Τα αέρια ελαττώνουν τον χρόνο ζωής του νήματος της καθόδου*, και
- *Βρωμίζουν το δείγμα* αφήνοντας χαρακτηριστικά μαύρα σημάδια (κυρίως κύκλους άνθρακα)

6.2 Μονάδες και Ονοματολογία

Η ονοματολογία που χρησιμοποιείται για την περιγραφή του κενού έχει ως εξής:

Κενό είναι το αντίστροφο της πίεσης. Επομένως υψηλό κενό σημαίνει χαμηλή πίεση. Γι' αυτό και η μέτρηση του κενού γίνεται σε μονάδες πίεσης. Η πιο συνηθισμένη μονάδα είναι το χιλιοστό τις κανονικής πίεσης (δηλ. των 760mm στήλης Υδραργύρου στην επιφάνεια της θάλασσας που είναι μία ατμόσφαιρα) και ονομάζεται Torr ($1 \text{ Torr} = 1.32 \times 10^{-3}$ ατμόσφαιρες).

Πίνακας 6.1: Κατηγορίες Συστημάτων Κενού

| | |
|------------------------------|---------------------------------|
| $1 - 10^{-2}$ Torr | χαμηλό κενό |
| 10^{-2} έως 10^{-6} Torr | υψηλό κενό (HV) |
| 10^{-6} έως 10^{-8} Torr | πολύ υψηλό κενό (VHV) |
| 10^{-8} και κάτω | περιοχή υπερ υψηλού κενού (UHV) |

Πίνακας 6.2: Μονάδες Πίεσης

| | |
|--------------------------|-----------------------------------------------------------------------------------|
| Pascal | $1 \text{ Pa} = 1 \text{ N m}^{-2}$ |
| Ατμοσφαιρική πίεση (atm) | $1 \text{ atm} = 760 \text{ Torr} = 1 \times 10^5 \text{ Pa} = 1013 \text{ mbar}$ |
| Bar | $1 \text{ bar} = 760 \text{ Torr} = 0.987 \text{ atm} = 10^5 \text{ Pa}$ |
| Torr | $1 \text{ Torr} = 1 \text{ mmHg} = 133.3 \text{ Pa}$ |

Αξίζει να σημειωθεί ότι το κενό που χρειαζόμαστε για την καλή λειτουργία του Η.Μ. είναι της τάξης 10^{-6} Torr. Στην περίπτωση αυτή ένα κυβικό εκατοστό αέρα περιέχει 3×10^{10} μόρια. Σε αυτή την

πίεση η απόσταση που πρέπει να διανύσει ένα μόριο πριν συγκρουστεί με άλλο μόριο (δηλαδή η μέση ελεύθερη διαδρομή του) είναι μεγαλύτερη από 50 μέτρα. Εφόσον το μήκος της κολώνας του Η.Μ. είναι περίπου 1 μέτρο, τότε αυτό το κενό είναι υπερ αρκετό για να μην έχουμε στατιστικά καμία κρούση μορίου – μορίου ή ηλεκτρονίου – μορίου αέρα κατά την διαδρομή της δέσμης ηλεκτρονίων μέσα στην κολώνα.

Πίνακας 6.3: Χαρακτηριστικές ιδιότητες συστημάτων κενού.

| Ατμόσφαιρα | 760 | 2×10^{25} | 7×10^{-8} | 10^{-9} |
|----------------|------------------------------|--------------------------------------|-----------------------------------|--------------------------|
| Χαμηλό κενό | 1 | 3×10^{22} | 5×10^{-5} | 10^{-6} |
| Ενδιάμεσο κενό | 10^{-3} | 3×10^{19} | 5×10^{-2} | 10^{-3} |
| Υψηλό κενό | 10^{-6} | 3×10^{16} | 50 | 1 |
| UHV | 10^{-10} | 3×10^{12} | 5×10^5 | 10^4 |

6.3 Δημιουργία Κενού

Η δημιουργία του κενού γίνεται με τις λεγόμενες αντλίες κενού οι οποίες είναι διαφόρων αρχών λειτουργίας και προορίζονται για την επίτευξη διαφόρων βαθμίδων κενού.

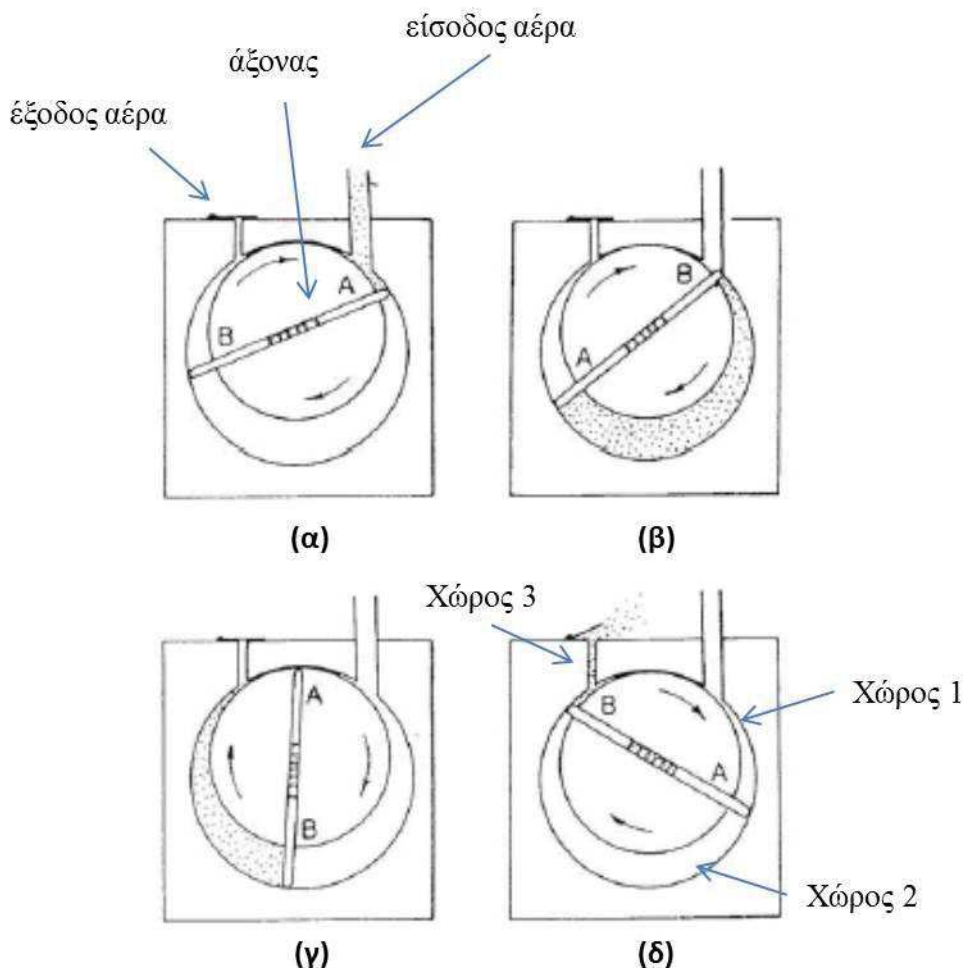
- Για την **Δημιουργία προκαταρκτηκού κενού**, (δηλαδή μέχρι 10^{-3} torr) υπάρχουν οι μηχανικές ή περιστροφικές αντλίες και οι κρυοαντλίες. Πιο διαδεδομένες είναι οι μηχανικές μίας ή δύο βαθμίδων κυρίως γιατί απαιτούν ελάχιστη συντήρηση και σχεδόν καθόλου επίβλεψη. Εντούτοις, είναι θορυβώδεις και δημιουργούν κραδασμούς. Οι κρυοαντλίες είναι αθόρυβες χωρίς κραδασμούς (επειδή δεν έχουν καθόλου κινητά μέρη) αλλά χρειάζονται συχνή επιτήρηση για να διατηρούνται σε χαμηλή θερμοκρασία (77K, περιοχή υγρού αζώτου).

Αρχή λειτουργίας μηχανικής αντλίας

Ένας έκκεντρος περιστροφέας (ρότωρ) που βρίσκεται μέσα σ'ένα κύλινδρο με λάδι, έχει διαμετρικά δύο άξονες με ελατήρια όπως δείχνει το παρακάτω σχήμα. Όπως περιστρέφεται ο περιστροφέας παρασύρει ποσότητα αέρα από την προς εκκένωση περιοχή, την συμπιέζει και την αναγκάζει να διαφύγει από την έξοδο (χώρος 3). Ο κύκλος εισόδου – εξόδου γίνεται πολύ γρήγορα και μπορεί να επαναλαμβάνεται σε μία ακόμη βαθμίδα (ακόμη ένα τέτοιο σύστημα) που χρησιμοποιεί το ίδιο άξονα κίνησης, οπότε η αντλία είναι δύο βαθμίδων. Τέτοιες αντλίες μπορούν να δουλέψουν όχι μόνο για την δημιουργία κενού, αλλά αντίστροφα περιστρεφόμενες, και ως αντλίες

πίεσεως. Το μέγιστο κενό που μπορούν να δημιουργήσουν είναι συνάρτηση της στεγανότητας των αξόνων με τα τοιχώματα της αντλίας καθώς και του περιστροφέα με τα τοιχώματα (σχήμα 7.1). Επίσης στην έξοδο της αντλίας πρέπει να τοποθετείται ένα φίλτρο για την συγκράτηση των σταγονιδίων λαδιού που παρασύρονται προς τα έξω μαζί με τον αέρα.

Οι κρυοαντλίες είναι πολύ πιο απλές. Βασίζονται στην αρχή ότι τα μόρια αέρα έρχονται σε επαφή με πολύ ψυχρές επιφάνειες, συμπυκνώνονται και κατακρατούνται. Για τον λόγο αυτό εκείνο που χρειάζεται είναι απλώς ένας κύλινδρος, στο εξωτερικό του οποίου υπάρχει ένας δεύτερος που πρέπει να γεμίζεται συνεχώς με υγρό άζωτο (77K) για την δημιουργία της ψυχρής επιφάνειας. Είναι πολύ πιο καθαρές σε λειτουργία από τις περιστροφικές αλλά καταναλώνουν πολύ άζωτο και επίσης πρέπει κανείς να τις γεμίζει πολύ συχνά οπότε είναι γενικώς πιο δύσχρηστες.



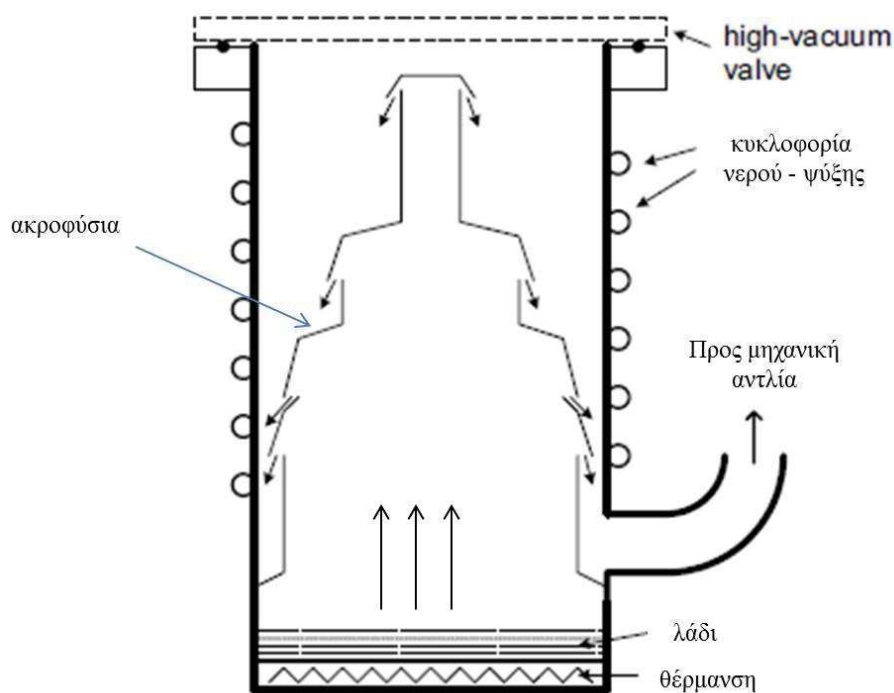
Σχήμα 6.1. Αρχή Λειτουργίας μηχανικής αντλίας.

- Για την **Δημιουργία υψηλού κενού** (μέχρι 10^{-7} torr) οι πιο συνηθισμένες συσκευές είναι οι λεγόμενες αντλίες διαχύσεως. Ανακαλύφθηκαν το 1915 και βελτιώθηκαν την δεκαετία του 20.

Αρχή λειτουργίας αντλίας διαχύσεως (σχήμα 6.2)

Μέσα σε ένα δοχείο, υπάρχει στο κάτω μέρος κατάλληλο λάδι, το οποίο θερμαίνεται και αεριοποιείται, ανερχόμενο προς τα επάνω. Τα μόρια του λαδιού, αναγκάζονται να περάσουν μέσα από λεπτά ακροφύσια και να κατευθυνθούν προς τα κάτω υπό μεγάλη ταχύτητα, παρασέρνοντας μαζί τους τα ελαφρύτερα μόρια αέρα. Όταν το ζεστό λάδι ακουμπήσει τα τοιχώματα του δοχείου τα οποία διατηρούνται ψυχρά με την κυκλοφορία του νερού, συμπυκνώνονται και επιστρέφουν στον πυθμένα του δοχείου ακολουθώντας πάλι τον ίδιο κύκλο. Με αυτόν τον τρόπο, μόρια συνεχώς αναγκάζονται να μαζευτούν στο κάτω μέρος του δοχείου το οποίο είναι συνδεδεμένο με μία μηχανική αντλία, η οποία στην συνέχεια τα αντλεί και τα διοχετεύει στο περιβάλλον. Η αποτελεσματικότητα μιας αντλίας διαχύσεως εξαρτάται από την ποιότητα του λαδιού που χρησιμοποιεί, από τον αριθμό και την αναβάθμιση των ακροφυσίων και από την διαφορά θερμοκρασίας λαδιού ψυχρού εξωτερικού τοιχώματος.

Συχνά τοποθετείται μία παγίδα με υγρό άζωτο στην είσοδο της διαχύσεως για την βελτίωση του κενού στον χώρο εκκένωσης. Ο πιο συνήθης συνδυασμός για την εκκένωση της κολώνας του Η.Μ. είναι αυτός μηχανικής – διαχύσεως που προαναφέρθηκε. Φυσικά υπάρχουν και άλλοι τύποι αντλιών όπως οι τουρμπομοριακές και οι ιοντικές που όμως δεν αναφέρονται εδώ.



Σχήμα 6.2. Αρχή Λειτουργίας αντλίας διαχύσεως.

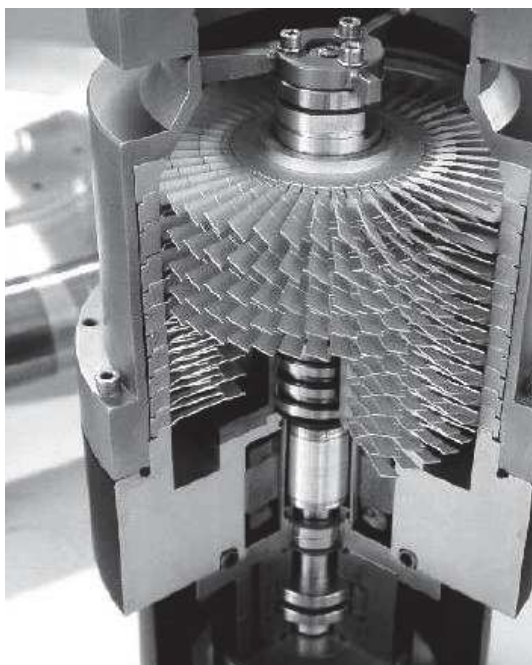
Μια μέση αντλία διαχύσεως, αντλεί αέρα με μία ταχύτητα $\sim 100\text{lt} / \text{sec}$. Αν και η τιμή αυτή φαίνεται πολύ μεγάλη, εντούτοις πρέπει να ληφθεί υπ' όψη ότι σε πίεση 10^{-5} torr τα 100 λίτρα

αέρος ισοδυναμούν με 0.001 ml αέρος υπο ατμοσφαιρική πίεση. Δεδομένου ότι μία μηχανική αντλία διοχετεύει περίπου 0.1 ml /min δηλ. πολύ περισσότερο από όσο διοχετεύεται σε αυτή από την διαχύσεως, ο συνδυασμός διαχύσεως – μηχανικής είναι ικανοποιητικός και χρησιμοποιείται ευρέως για την άντληση της κολώνας του Η.Μ..

Κύριο πρόβλημα της χρησιμοποίησης της μηχανικής αντλίας είναι η δημιουργία κραδασμών δίπλα σε Η.Μ., για την λειτουργία του οποίου απαιτούνται συνθήκες πλήρους σταθερότητας για την σωστή παρατήρηση. Παρακάμπτεται με την εισαγωγή μιας δεξαμενής αέρος μεταξύ μηχανικής και διαχύσεως. Λόγω του μικρού ποσοστού αέρος που διοχετεύεται από την διαχύσεως, όταν η πίεση είναι μικρότερη από 10^{-5} Torr, και του σχετικά μεγαλύτερου ρυθμού άντλησης της περιστροφικής αντλίας, δεν είναι απαραίτητο να λειτουργεί η μηχανική συνεχώς. Αέρια από την διαχύσεως μπορούν να αποθηκεύονται μέσα σε μια δεξαμενή την οποία αντλεί η μηχανική μόνο όταν η πίεση σε αυτή είναι 10^{-2} ή 10^{-1} Torr, γεγονός που ρυθμίζεται είτε αυτόματα είτε από τον ίδιο τον χρήστη. Έτσι υπάρχει ένα μεγάλο χρονικό διάστημα που κανείς μπορεί να δουλέψει στο Η.Μ. χωρίς προβλήματα κραδασμών.

- **Τουρμπομοριακές αντλίες**

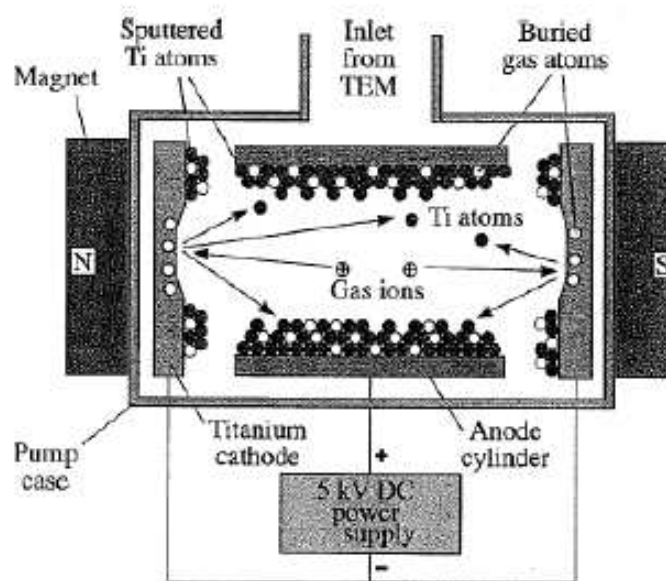
Οι τουρμπομοριακές αντλίες έχουν μεγάλη απόδοση (throughput), με τυπική ταχύτητα άντλησης 10^3 liters/sec και $P < 10^{-10}$ Torr. Δεν μπορούν να αντλήσουν ικανοποιητικώς ελαφριά μόρια με μικρή μάζα (υδρογόνο) ενώ έχουν υψηλό κόστος και υποφέρουν από κραδασμούς.



Σχήμα 6.3. Τουρμπομοριακή αντλία.

- **Ιοντικές Αντλίες**

Οι ιοντικές αντλίες είναι ικανές να διατηρήσουν το κενό σε ένα καθαρό στατικό σύστημα ενώ δεν μπορούν να αντλήσουν ένα βαρύ φορτίο.



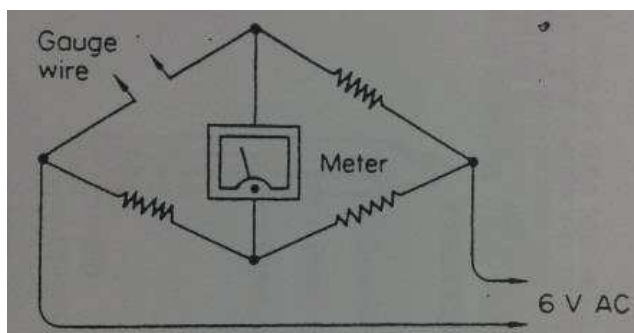
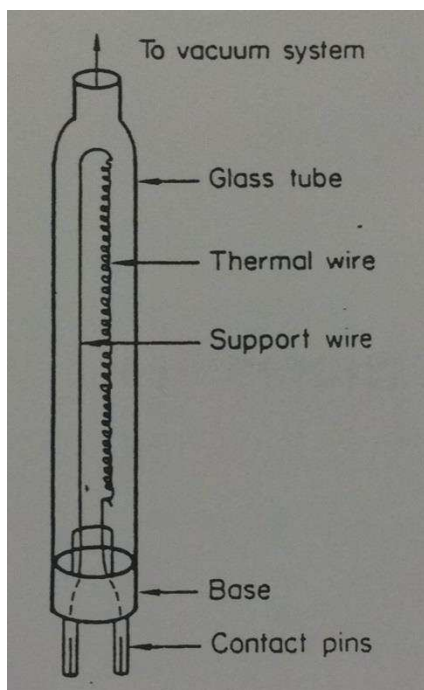
Σχήμα 6.4. Αρχή Λειτουργίας Ιοντικής αντλίας.

6.4 Όργανα Μέτρησης Κενού

Τα όργανα που χρησιμοποιούνται για την μέτρηση του κενού κατατάσσονται ανάλογα με την περιοχή του κενού που θα μετρήσουν. Για μετρήσεις σε χαμηλό κενό (δηλ. από ατμοσφαιρική πίεση μέχρι 10^{-3} torr) δηλαδή στην περιοχή που αντλεί μία μηχανική αντλία χρησιμοποιείται ο μετρητής Pirani.

Αρχή λειτουργίας μετρητή Pirani

Αν ένα θερμαινόμενο σύρμα (νήμα) βρεθεί σε περιοχή που υπάρχει αέριο, τα μόρια του αερίου που θα έρθουν σε επαφή με το σύρμα θα μειώσουν την θερμοκρασία του νήματος, έτσι ώστε η τελική θερμοκρασία του να είναι συνάρτηση του αριθμού των μορίων δηλ. της πίεσης του αερίου. Επειδή ηλεκτρική αντίσταση είναι συνάρτηση της θερμοκρασίας, τότε η μέτρηση της θερμοκρασίας μπορεί να αναχθεί σε μέτρηση της πίεσης ή του κενού. Στο σχήμα 6.5α παριστάνεται σχηματικά ένας τέτοιος μετρητής Pirani. Αποτελείται από έναν γυάλινο κύλινδρο, το ένα άκρο του οποίου είναι ανοικτό και συνδεδεμένο με τον χώρο όπου θα μετρηθεί το κενό. Οι δύο επαφές στο κάτω μέρος αποτελούν τους ακροδέκτες για την μέτρηση της αντίστασης. Η αντίσταση μετράται με αρκετή ακρίβεια με την βοήθεια μιας γέφυρας Wheatstone όπως στο παρακάτω σχήμα 6.5β.



Σχήμα 6.5. α) Αρχή λειτουργίας μετρητή Pirani, β) Γέφυρα Wheatstone.

Οι τρεις σταθερές αντιστάσεις είναι γνωστές ή μπορούν να μετρηθούν με μεγάλη ακρίβεια και έτσι μπορεί να υπολογισθεί επακριβώς και η μεταβολή της τέταρτης αντίστασης του σύρματος του μετρητή Pirani. Τέτοιοι μετρητές pirani χρησιμοποιούνται για την καταγραφή χαμηλού κενού σχεδόν σε όλη την Ευρώπη. Στις ΗΠΑ χρησιμοποιούνται μετρητές θερμοστοιχείων που βασίζονται στην αρχή της δημιουργίας θερμοτάσης ανάμεσα στην επαφή δύο μετάλλων και οι δύο μετρητές δίνουν εξ ίσου καλά αποτελέσματα.

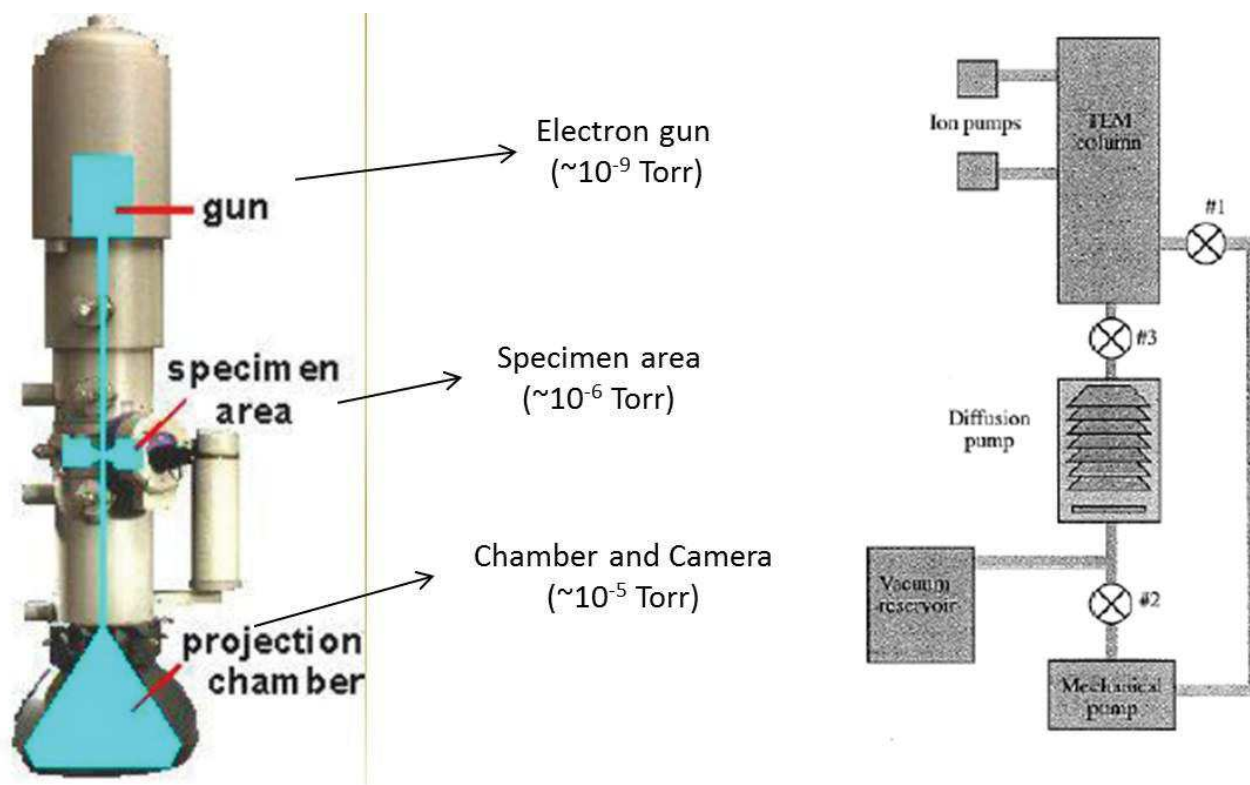
Για την μέτρηση υψηλού κενού (δηλαδή στην περιοχή 10^{-3} torr έως 10^{-6} torr) συνήθως χρησιμοποιείται ο μετρητής penning. Αυτός βασίζεται στην αρχή μέτρησης της ηλεκτρικής αγωγιμότητας αερίου σε χαμηλή πίεση, και μοιάζει με θερμονική λυχνία. Υψηλή τάση (1 έως 2 kV) εφαρμόζεται ανάμεσα σε δύο ηλεκτρόδια τα οποία βρίσκονται μέσα στην περιοχή ενός ισχυρού μόνιμου μαγνήτη. Ηλεκτρόνια εκπέμπονται από μία ψυχρή κάθοδο για να ξεκινήσει ο ιονισμός του αερίου ανάμεσα στα ηλεκτρόδια. Τα θετικά ιόντα που σχηματίζονται έλκονται από την κάθοδο, αλλά επειδή υπάρχει το εξωτερικό μαγνητικό πεδίο, οι τροχιές τους δεν είναι ευθύγραμμες. Ακολουθούν ελικοειδής τροχιές και έτσι αυξάνει ο χρόνος κίνησής τους με αποτέλεσμα να κάνουν πολλές κρούσεις με μόρια του αέρα, να δημιουργούνται καινούργια ιόντα και επομένως ο συνολικός αριθμός αυτών που δημιουργούνται να οδηγεί σε μεγαλύτερα ρεύματα. Επειδή λοιπόν το ρεύμα είναι ανάλογο των κρούσεων, επομένως ανάλογο της πίεσης του αερίου, η μέτρηση του ρεύματος αποτελεί μέτρο του κενού που επικρατεί μέσα στον θάλαμο.

Ένας άλλος τύπος μετρητή υψηλού κενού είναι επίσης ο λεγόμενος **μετρητής ιονισμού** ο οποίος δεν έχει εξωτερικό μαγνήτη, αλλά στηρίζεται στην θερμονική εκπομπή και δουλεύει όπως η τρίοδος

λυχνία. Η περιοχή λειτουργίας του είναι ανάλογα με τον κατασκευαστή από 10^{-1} ή 10^{-2} έως 10^{-10} torr. Είναι λοιπόν κατάλληλος για μέτρηση κενού και σε συστήματα υπερ υψηλού κενού (UHV)

6.5 Σχεδιασμός ενός συστήματος κενού

Ο σχεδιασμός ενός συστήματος κενού, εξαρτάται λοιπόν από τον *χώρο που θα εκκενωθεί, το μέγιστο επιθυμητό κενό που πρέπει να επιτευχθεί, την ταχύτητα εκκένωσης* και το *κόστος δαπάνης* που προτίθεται να γίνει. Επομένως, παρόλο του ότι οι βασικές αρχές που θα καθορίσουν το σύστημα είναι πάντοτε οι ίδιες, οι συνθήκες που διαμορφώνονται κάθε φορά, καθορίζουν το πόσο πολύπλοκο ή απλό θα είναι το σύστημα. *Ειδικότερα για τις ανάγκες των συστημάτων στην Ηλεκτρονική Μικροσκοπία, όπου το ύψος κενού δεν είναι απαραίτητο να είναι πολύ μεγάλο (μέχρι 10^{-6} torr είναι ικανοποιητικό), ο συνδυασμός μηχανικής αντλίας – αντλίας διαχύσεως, αποτελεί την λύση του προβλήματος της εκκένωσης της κολώνας.* Οι διαδρομές που θα ακολουθήσει το κενό πρέπει να είναι δυνατό να απομονώνονται μεταξύ τους έτσι ώστε με τον ελάχιστο αριθμό αντλιών (συνήθως 2 διαχύσεως και μία ή δύο περιστροφικές) να μπορεί κανείς να πραγματοποιήσει καλό κενό στην πηγή, στο δείγμα, στον κυρίως θάλαμο με τους φακούς και στο διαμέρισμα όπου βρίσκεται το φωτογραφικό υλικό.



Σχήμα 6.6. Σύστημα δημιουργίας κενού σε Η.Μ.

Κεφάλαιο 7^ο Θεωρία Κενού

Επιλεγμένες εξισώσεις από την κινητική θεωρία των αερίων

7.1 Εισαγωγικά

Εφόσον οι απαιτήσεις για την ποσότητα κενού σε διάφορες εφαρμογές βασίζονται σε μία ποικιλία περιοριστικών παραμέτρων, που έχουν ήδη συζητηθεί είναι σχεδόν αδύνατο να ορίσουμε ένα ουσιαστικό και γενικό μέτρο ποιότητας. Παρόλα αυτά, μία κατάλληλη ποσότητα όπως η πίεση, έχει οριστεί με βάση την κινητική θεωρία των αερίων. Βάση αυτής της θεωρίας, η πίεση αερίου είναι αποτέλεσμα της κίνησης των μορίων και της μεταβολής της ορμής της όταν συγκρούονται με μία επιφάνεια.

Ορισμός πίεσης: καθαρός ρυθμός μεταβολής της ορμής μορίων σε διεύθυνση κάθετη σε μια υποθετική επίπεδη επιφάνεια ορισμένου εμβαδού, που βρίσκεται σε μία συγκεκριμένη θέση στο αέριο, λόγω της διέλευσης (των μορίων) από την επιφάνεια αυτή και στις 2 κατευθύνσεις (αθροίζουμε δηλαδή αλγεβρικά τις ροές των σωματιδίων μέσα από την επιφάνεια ορίζονται αυθαίρετα την θετική και την αρνητική).

7.2 Βασικές παραδοχές της κινητικής θεωρίας αερίων

- Το αέριο αποτελείται από ανεξάρτητα σωματίδια ή μόρια
- Τα μόρια δεν είναι απειροελάχιστα μικρά – συγκρούονται ελαστικά
- Η κίνηση των μορίων είναι τελείως τυχαία
- Οι τροχιές των μορίων ανάμεσα σε 2 συγκρούσεις είναι ευθείες γραμμές. Το μέσο μήκος των ευθύγραμμων τμημάτων είναι η μέση ελεύθερη διαδρομή.

η μέση ελεύθερη διαδρομή \ll μέση απόσταση μεταξύ των μορίων

Βάση αυτών των παραδοχών μπορεί να αποδειχτεί ότι οι ταχύτητες των μορίων θα ακολουθούν μια κατανομή Maxwell που δίνεται από τον τύπο:

$$F_{(v)} = N_t \left(\frac{2}{\pi}\right)^{1/2} \times \left(\frac{m}{kT}\right)^{3/2} \times v^2 \exp\left(-\frac{mv^2}{2kT}\right) dv$$

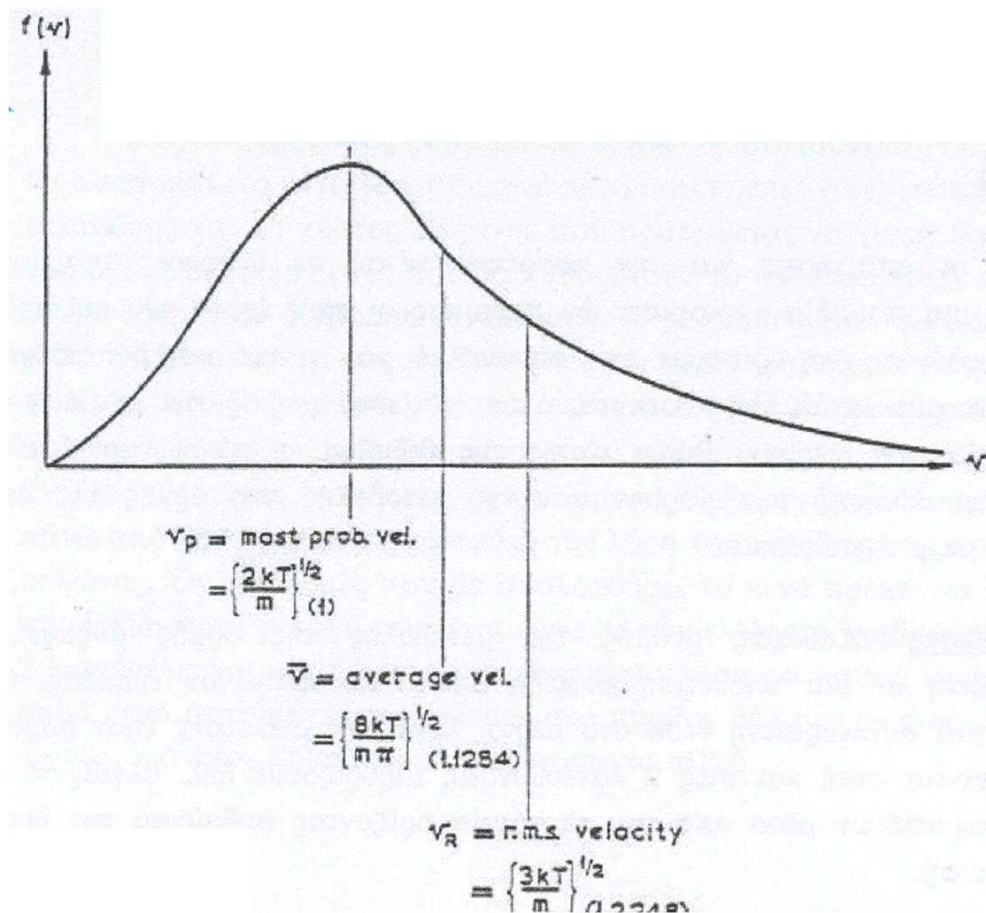
όπου N_t : ο συνολικός αριθμός των μορίων

m : η μάζα κάθε μορίου

k : η σταθερά του Boltzmann = 1.38×10^{-23} joule / K

T : απόλυτη θερμοκρασία

Η κατανομή αυτή έχει την μορφή του σχήματος 7.1



Σχήμα 7.1. Κατανομή ταχυτήτων.

Η ρίζα της μέσης τιμής του τετραγώνου της ταχύτητας:

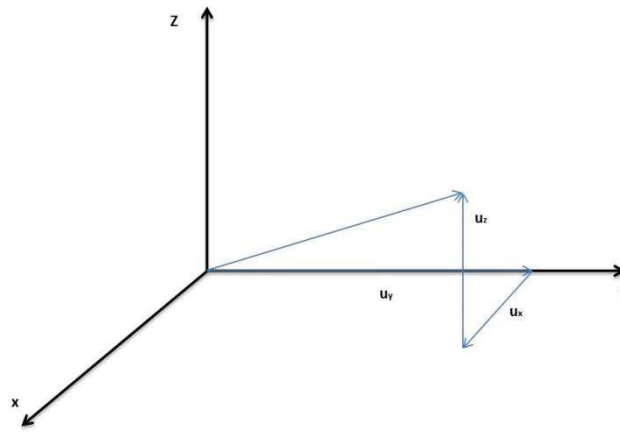
$$V_R = \left(\frac{1}{N_t} \int_0^{\infty} v^2 F(v) dv \right)^{1/2} = \left(\frac{3kT}{m} \right)^{1/2}$$

$$V_R^2 = \frac{3kT}{m}$$

$$\frac{1}{2} m V_R^2 N_t = \frac{3}{2} k T N_t = \text{ολική κινητική ενέργεια}$$

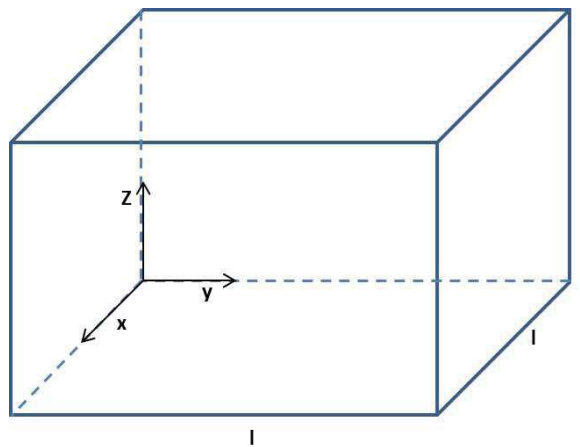
Η V_R είναι αυτή η ταχύτητα, που αν δοθεί σε όλα τα μόρια, αυτά θα αποκτήσουν ολική κινητική ενέργεια ίση με $3/2 kT$ όπως πράγματι είναι. Σύμφωνα με τις παραδοχές που χρησιμοποιήσαμε σε αυτήν την θεωρία, τα μόρια κινούνται με έναν τυχαίο τρόπο και η πραγματική διεύθυνση της κίνησης της δεν είναι γνωστή. Παρόλα αυτά κάθε ταχύτητα μπορεί να αναλυθεί σε τρεις συνιστώσες ταχύτητας κάθετες μεταξύ τους, που συνδέονται με την σχέση:

$$V_R^2 = V_x^2 + V_y^2 + V_z^2$$



Σχήμα 7.2. Ανάλυση Ταχυτήτων.

Αν θεωρήσουμε ένα κύβο με ακμή 1m , που περιέχει N_t μόρια, μάζας m , τότε είναι δυνατό με ορισμένες απλοποιήσεις, να πάρουμε μία έκφραση για την πίεση αερίου σε σχέση με το ρυθμό μεταβολής της ορμής των μορίων στην επιφάνεια του κύβου.



Σχήμα 7.3. Υποθετικός κύβος αερίου.

Θεωρείστε ένα μόριο μάζας m . Στην θετική x διεύθυνση έχει ορμή $+mv_x$. Αν το μόριο θεωρηθεί ότι ανακλάται τελείως ελαστικά με το τοίχωμα, η ορμή στην θετική x διεύθυνση μετά την κρούση ισούται με $-mv_x$. Μεταβολή της ορμής $= +2mv_x$. Και αυτό συμβαίνει v_x/l φορές το δευτερόλεπτο. Τότε ο ρυθμός μεταβολής της ορμής κατά τον άξονα x είναι $\frac{2mv_x}{l}$ χρησιμοποιώντας αντίστοιχα επιχειρήματα για τους y και z άξονες, έχουμε:

Ο ολικός ρυθμός μεταβολής της ορμής $= \frac{2m}{l}(v_x^2 + v_y^2 + v_z^2) = \frac{2m}{l}v_R^2 =$ ολική δύναμη στα τοιχώματα.

$$\frac{\text{δύναμη}}{\text{μονάδα επιφάνειας}} = \frac{2mv_R^2}{6l^3} = p \text{ ανα μόριο}$$

Εφόσον υπάρχουν N_t μόρια

$$p = \frac{2mN_t v_R^2}{6l^3} = \frac{mN_t v_R^2}{3l^3}$$

$$v_R^2 = \frac{3kT}{m}$$

$$l^3 = \text{όγκος του κύβου, } V$$

$$p = \frac{1/3 mN_t v_R^2}{l^3} = \frac{N_t kT}{V} = NkT = \frac{lR_t}{M}$$

όπου N : αριθμός μορίων / m

p : πυκνότητα αερίου

R : παγκόσμια σταθερά αερίων

M : μοριακό βάρος

Στο σύστημα MKS (SI) η μονάδα πίεσης είναι Nm^{-2} ή *Pascal*

$$1.33Nm^{-2} = 1\text{torr} = \frac{1}{760} \text{ κανονικές ατμόσφαιρες} - 1\text{mmHg}$$

Οι κατασκευαστές συσκευών κενού έχουν στην ουσία υιοθετήσει το millibar (100 Pascal's) σαν βασική μονάδα. οι παραπάνω εξισώσεις δίνουν αμέσως $= \frac{pV}{T} NK = \text{σταθερά } K$ που είναι η καταστατική εξίσωση αερίων. Η σταθερά K εξαρτάται από την ποσότητα του θεωρούμενου αερίου.

Αν θεωρήσουμε 1 Kmole αερίου, δηλαδή M kg αερίου, τότε ο λόγος M/m είναι ο αριθμός των μορίων $N_o = 6.02 \times 10^{23}$ αριθμός Avogadro. Σε αυτή την περίπτωση $pV = N_o kT = RT$ όπου R η παγκόσμια σταθερά των αερίων. Πέρα από την έκφραση της πίεσης $p = NkT$, η κινητική θεωρία επιτρέπει ακόμα τον υπολογισμό των παρακάτω ποσοτήτων:

Οι τιμές αναφέρονται σε άζωτο N_2 στους $300^\circ K$

- Αριθμός μορίων / μονάδα όγκου (m^3) = $3.2186 \cdot 10^{22}$ p(torr)
- Αριθμός μορίων που διαπερνούν την μονάδα εμβαδού/sec, δηλ. αριθμός των μορίων που βομβαρδίζουν τη μονάδα εμβαδού σε κατάσταση ισορροπίας $n=1/4Nv=3.88 \cdot 10^{24}$ p μόρια/ $m^2\text{sec}^{-1}$.

7.3 Εφαρμογή της κινητικής θεωρίας σε απλά συστήματα κενού για την επεξήγηση μεγεθών

Θεωρείστε ένα σφαιρικό θάλαμο κενού, όγκου $V=10^{-3}m^3$, εμβαδού $4.84 \cdot 10^{-2} m^2$, διαμέτρου $6.2 \cdot 10^{-2}m$ ο οποίος έχει αντληθεί μέχρι 10^{-10} torr ($1.33 \cdot 10^{-10}$ mbar) και ξαναγεμίσει με άζωτο μέχρι 10^{-7} torr ($1.33 \cdot 10^{-7}$ mbar) πριν απομονωθεί από τις αντλίες.

Θεωρήστε θερμοκρασία 300° K

- Συνολικός αριθμός μορίων $3.2 \cdot 10^{12}$
- Μέση ταχύτητα $4.8 \cdot 10^2 \text{ m sec}^{-1}$
- Χρόνος για να διανύσει απόσταση ίση με την διάμετρο $2.6 \cdot 10^{-4} \text{ sec}$

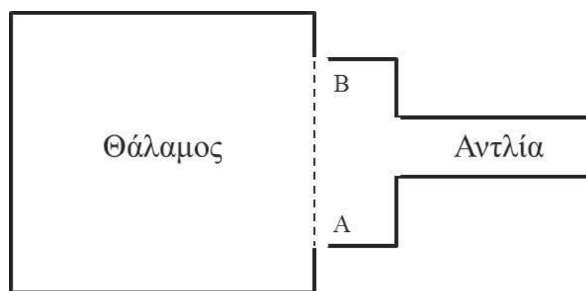
Αριθμός μορίων που συγκρούονται με την μονάδα εμβαδού / sec $3.88 \cdot 10^{17}$

Αυτό είναι ένα τεράστιο νούμερο και ακόμα και σε πίεση της τάξης των $5 \cdot 10^{-14} \text{ torr}$ που αντιστοιχούν σε πληθυσμούς ιονισμένων σωματιών σε περιοχές μεσοαστρικού χώρου (σωματιδιακή πυκνότητα 10^9 m^{-3}) οι ρυθμοί των κρούσεων είναι της τάξεως των $10^{10} / \text{sec} / \text{m}^2$. Αριθμός των μορίων που χτυπούν την εσωτερική επιφάνεια ανά sec $1.88 \cdot 10^{16}$. Εφόσον υπάρχουν $3.2 \cdot 10^{12}$ μόρια στο σύστημα, καθένα από αυτά χτυπά την επιφάνεια 58.000 φορές το δευτερόλεπτο. Αυτή είναι η επιφανειακή συχνότητα συγκρούσεων f_s . Η γνώση αυτής της συχνότητας ή ουσιαστικά του ρυθμού βομβαρδισμού της επιφάνειας επιτρέπει τον υπολογισμό μιας παραμέτρου που ονομάζεται **χρόνος δημιουργίας μονοστρώματος**. Αυτός είναι, με κάποια απλοποίηση, βασισμένος στο γεγονός ότι η μέση διάμετρος ενός μορίου αερίου είναι περίπου 3Å. έτσι ώστε 10^{19} μόρια να μπορούν να χωρέσουν σένα m^2 . Εφόσον ο ρυθμός άφιξης / μονάδα εμβαδού = $3.88 \cdot 10^{17} \text{ sec}^{-1}$ ο χρόνος δημιουργίας μονοστρώματος.

$$\frac{10^{19}}{3.88 \times 10^{17}} = 25 \text{ sec}$$

7.4 Αρχή Λειτουργίας Αντλιών

Θεωρείστε, όπως στο σχήμα, μία αντλία συνδεδεμένη με ένα θάλαμο κενού μέσω της επιφάνειας AB



Σχήμα 7.4. Σχηματική παρουσίαση συστήματος προς εκκένωση.

Η γενική φυσική έννοια για μία αντλία υψηλού κενού είναι ότι περισσότερα μόρια διαπερνούν την επιφάνεια AB κινούμενα προς την αντλία, παρά από αυτήν προς τον θάλαμο. Έτσι ο ρυθμός άφιξης στην επιφάνεια από τον θάλαμο είναι $\frac{1}{4} NvA$ μόρια ανά δευτερόλεπτο, που είναι μία από τις σημαντικές παραμέτρους. Η άλλη (παραμέτρος) είναι η αποτελεσματικότητα με την οποία μπορεί να εξαλειφτεί η επιστροφή των μορίων στον υπό εκκένωση θάλαμο.

Η απόδοση ενός συγκεκριμένου συστήματος άντλησης εξαρτάται από

1. Το μέγεθος και τον τύπο της αντλίας
2. Την αγωγιμότητα των σωληνώσεων προς την αντλία

Η συνολική απόδοση ενός πλήρους συστήματος κενού εξαρτάται από:

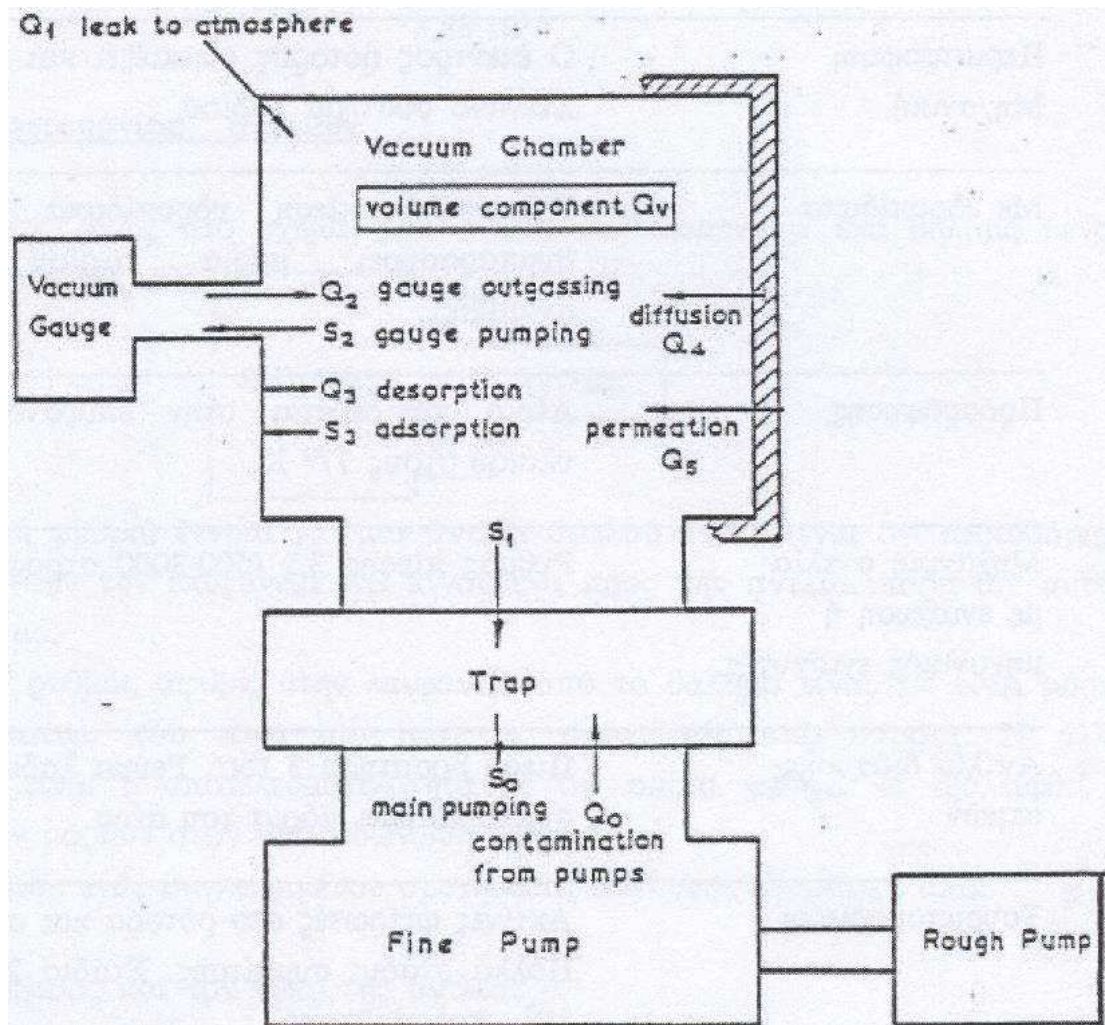
1. Το σύστημα άντλησης (πίνακας I)
2. Τους ρυθμούς απελευθέρωσης αερίου των κατασκευαστικών υλικών που χρησιμοποιήθηκαν, διαρροές κλπ κλπ δηλ. από την επιφόρτιση του συστήματος με αέριο από όλες τις πηγές.

Πίνακας 7.1 Συγκρητικά χαρακτηριστικά αντλιών

| | |
|---------------------------------------------------|-----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| Περιστροφική Μηχανική | Ο έκκεντρος ρότορας συμπιέζει και εξαγάγει το αέριο. Στεγανό σύστημα λαδιού |
| Με υδροπίδακα | Η υψηλή πίεση υδροπίδακα από το στόμιο συμπαρασύρει μόρια αερίου στην περιοχή ανάμιξης |
| Προσρόφησης | Αέριο παγιδεύεται στην επιφάνεια απορροφητικού υλικού στους 77 K |
| Μηχανική αντλία με ενίσχυση ή μηχανικός ενισχυτής | Ρυθμός Πίεσης 3.5 (500 – 3.000 στροφές / λεπτό) |
| Αντλία διάχυσης ατμών | Πίεση βραστήρα 3 torr. Ρεύμα λαδιού ή υδραργύρου συμπαρασύρει μόρια του αέρα |
| Τουρμπομοριακή | Ακτινοτές φτερωτές στον ρότορα και στον στάτορα, πολλά στάδια συμπίεσης στάδια 20 – 40 10 3 στροφές/λεπτό |
| Ιοντική | Ιονισμένα μόρια. Αντλούνται κολλώντας πάνω στην κάθοδο σε μια εκκένωση αίγλης 7kV, 2KGauss |
| Εξάχνωση τιτανίου | Εξάχνώνει φιλμ σε κρύα επιφάνεια ή σε θερμοκρασία δωματίου, με μεγάλη ταχύτητα (3-14lt/sec/cm ² H ₂ O 50 A) |
| Κρυοαντλία | Πολύ ψυχρή επιφάνεια (4 ^ο K, Υγρό ήλιο ή 77K υγρό άζωτο |

Πρακτικά, τα χαρακτηριστικά ενός συστήματος συχνά καθορίζονται σε σχέση με:

- Τον χρόνο που απαιτείται για να φθάσουμε σε συγκεκριμένη τιμή κενού από την ατμόσφαιρα
- Την τελική τιμή της πίεσης που μπορούμε να πετύχουμε συναρτήση των διαρροών (Q) του συστήματος (σχήμα 7.5)



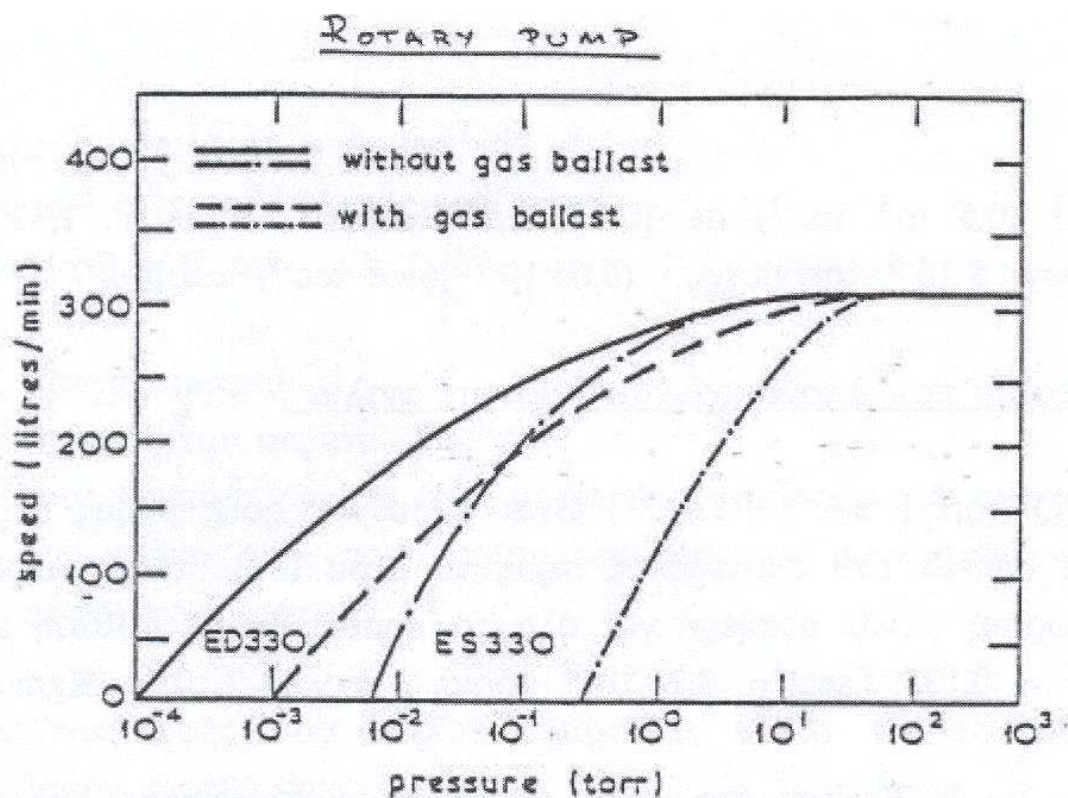
Σχήμα 7.5. Πηγές διαρροών σε υπο άντληση σύστημα.

7.5 Τεχνολογία κενού

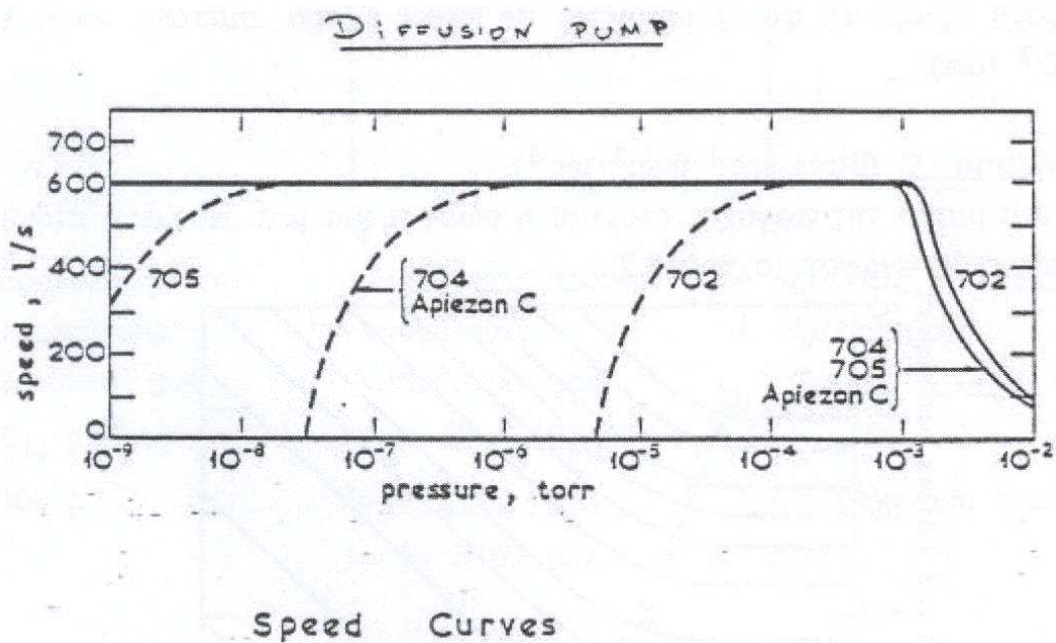
Η τεχνολογία κενού συνήθως ασχολείται με την **ταχύτητα άντλησης**, την **παροχή** και την **αγωγιμότητα**.

- **Ταχύτητα άντλησης S** (lit sec^{-1} ή $\text{m}^3 \text{sec}^{-1}$) είναι ο ογκομετρικός ρυθμός της ροής αερίου στην αντλία. Ο όγκος μετριέται σε συνθήκες πίεσης που ισχύουν στο στόμιο της αντλίας Pt. Έτσι μία ταχύτητα 500 lit/sec ($0.5 \text{ m}^3 \text{sec}^{-1}$) σε 10^{-5} torr ($1.33 \cdot 10^{-3} \text{ Nm}^{-2}$, ή $1.33 \cdot 10^{-5} \text{ mbar}$) απομακρύνει $5 \cdot 10^3 \text{ torr lit / sec}$ ($6.65 \cdot 10^{-4} \text{ joule sec}^{-1}$) αερίου (σχήμα 7.6 και 7.7)

500 lit / sec ($0.5 \text{ m}^3 \text{sec}^{-1}$) σε 10^{-8} torr ($1.33 \cdot 10^{-6} \text{ N m}^{-2}$ ή $1.33 \cdot 10^{-8} \text{ mbar}$) απομακρύνουν $5 \cdot 10^6 \text{ torr lit/sec}$ ($6.65 \cdot 10^{-7} \text{ joule / sec}$) αερίου



Σχήμα 7.6. Διάγραμμα ταχύτητας άντλησης (S) μηχανικής αντλίας με την πίεση (P).



Σχήμα 7.7. Διάγραμμα ταχύτητας άντλησης (S) αντλίας διαχύσεως με την πίεση (P).

Ποσότητα αερίου που απομακρύνεται από την αντλία = SPt

- **Παροχή Q** (torr lt / sec ή j / sec) είναι ο ρυθμός ροής (διαρροής) μάζας αερίου από ένα οποιοδήποτε σημείο του συστήματος προς τα μέσα (δηλ. το εσωτερικό του προς εκκένωση χώρου), είναι σταθερή για όλα τα σημεία σε κατάσταση ισορροπίας $1 \text{ torr lt / sec} = 0.133 \text{ J/sec} = 3.24 \cdot 10^{19} \text{ μόρια / sec} = 1.7 \cdot 10^{-6} \text{ Kgm./sec}$ (N_2 σε 300°K). Εφόσον η $p = NkT$ είναι ένα μέτρο μοριακής συγκέντρωσης, δηλ. η p εκφράζει τον αριθμό των μορίων ανά lt ή m^3 .

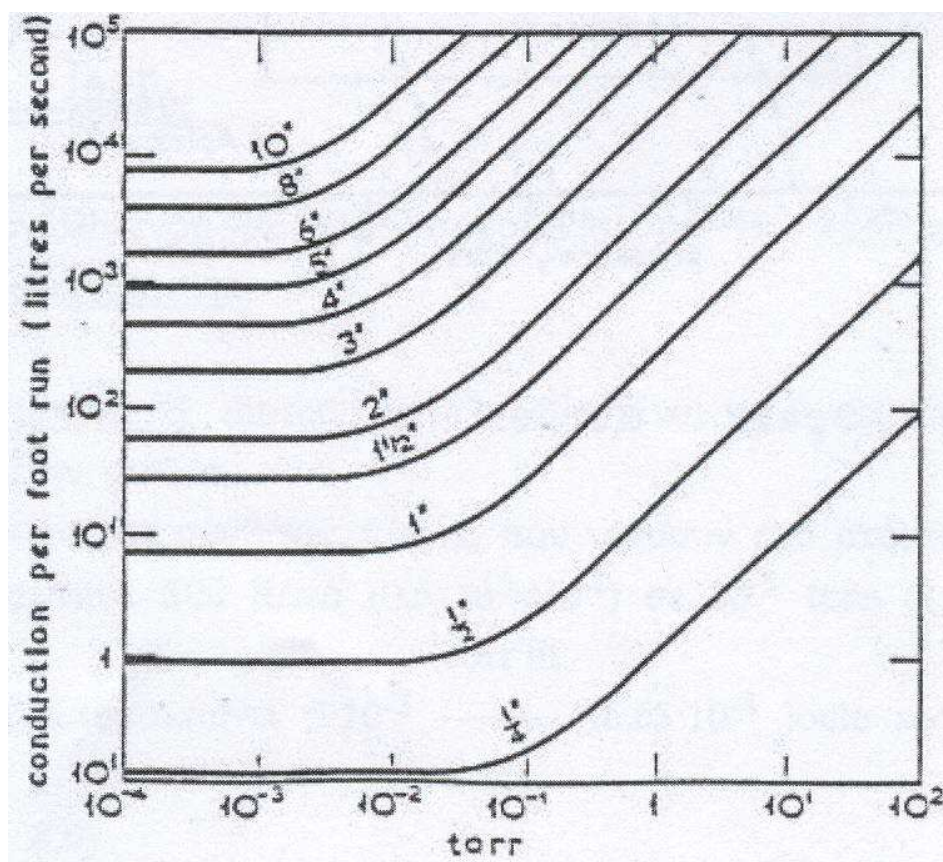
Ογκομετρική ροή, V= αριθμός λίτρων ανά δευτερόλεπτο

$$pV = \frac{\text{αριθμός}}{\text{λίτρα}} \times \frac{\text{λίτρα}}{\text{sec}} = \frac{\text{αριθμός μορίων}}{\text{sec}}$$

Η παροχή ορισμένες φορές μετριέται σε lusecs (λίτρα microns sec^{-1} , 1 micron $1\mu = 10^{-3} \text{ torr}$)

- **Αγωγιμότητα C** (litres / sec ή m^3 / sec)

Είναι ένα μέτρο της παροχής στομίου ή σωλήνα για μία δεδομένη πτώση πίεσης κατά μήκος ενός αγωγού (σχήμα 7.8)



Σχήμα 7.8. Καμπύλες αγωγιμότητας αναλόγως της διατομής των σωληνώσεων.

$$C = \text{torr lt sec}^{-1} / \text{torr} = \text{lt} \times \text{sec}^{-1} \text{ ή}$$

$$C = \text{Nm}^{-2} \text{m}^3 \text{sec}^{-1} / \text{Nm}^2 = \text{m}^3 \text{sec}^{-1}$$

$$Q(\text{παροχή}) = C \Delta p$$

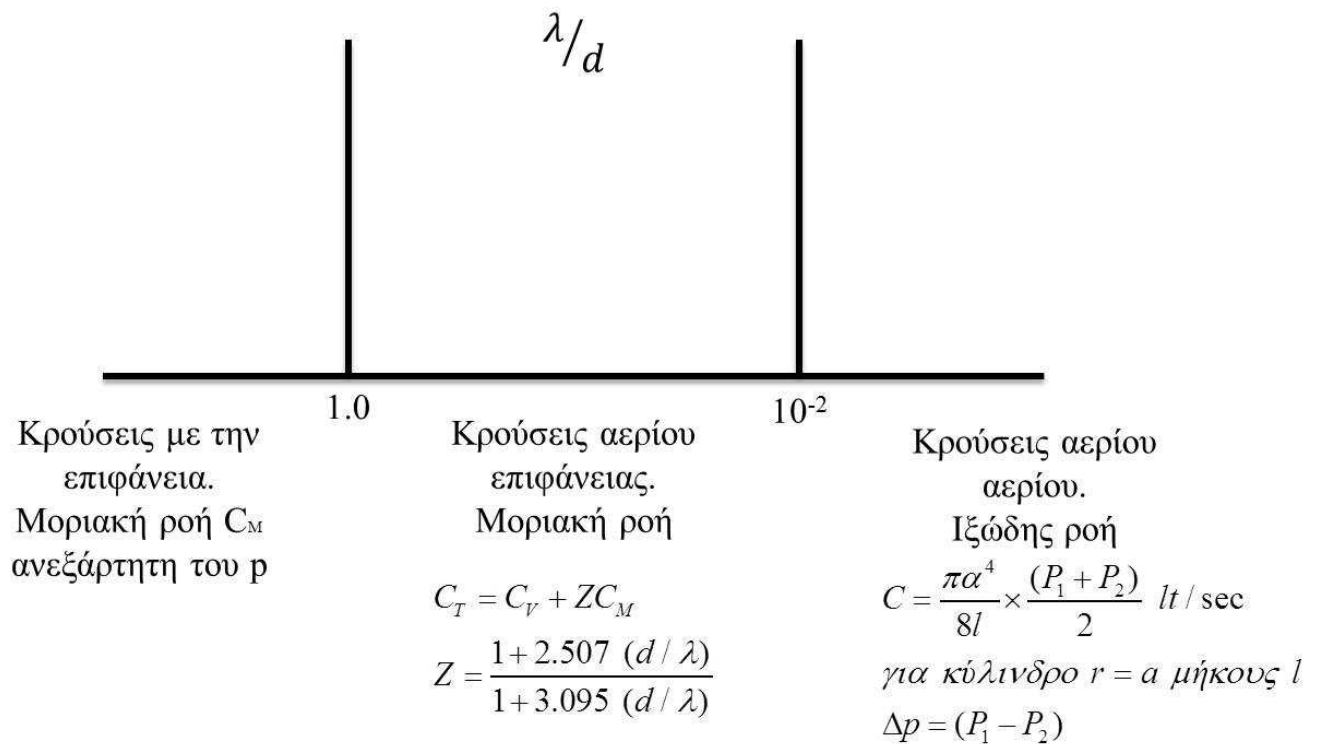
$$C = \frac{Q}{\Delta p}$$

Η C εξαρτάται από:

- Τη φύση του αερίου
- Τους ρυθμούς άφιξης (των μορίων) στην είσοδο του αγωγού
- Τον τρόπο ροής του αερίου (δηλαδή των συγκρούσεων αερίου – αερίου ή αερίου – τοιχωμάτων).

Ο τρόπος ροής του αερίου εξαρτάται από αν τα μόρια του αερίου αλληλεπιδρούν μεταξύ τους. Εάν η μέση ελεύθερη διαδρομή / διάμετρο του σωλήνα $< 10^{-2}$, κυριαρχούν οι συγκρούσεις αερίου – αερίου. Εάν η μέση ελεύθερη διαδρομή / διάμετρο του σωλήνα > 1.0 , κυριαρχούν οι συγκρούσεις μορίων – επιφάνειας.

Έτσι ισχύει το παρακάτω



Σχήμα 7.9. Τύποι ροών αερίων.

Στις περισσότερες σωληνώσεις που χρησιμοποιούνται στο κενό, μετά από άντληση από ατμοσφαιρική πίεση, συμπεριλαμβάνονται όλοι οι τύποι ροής. Σύμφωνα με τα πρώτα στάδια της

εκκένωσης, είναι προφανές ότι η τεχνολογία κενού ασχολείται κυρίως με την αγωγιμότητα μοριακής ροής, στην ουσία η C είναι ανεξάρτητη από την πίεση.

Βάσει της παραδοχής ότι τα μόρια που χτυπούν μια επιφάνεια ανακλώνται έχοντας μια συνημιτονική κατανομή, δηλ. δεν ανακλώνται κατοπτρικά (χρόνος επιφανειακής προσρόφησης αποβολής αερίου), η αγωγιμότητα των αγωγών διαφόρων τομέων μπορεί να υπολογιστεί:

1. Στόμιο διαφράγματος $C=1/4NvA=11.9 \text{ Alt sec}^{-1}$, (N_2 300^ο K)
2. Σωλήνας ενεργού διατομής, ακτίνας a cm, μήκος 1 cm

$$C = \frac{100a^3}{l} \text{ lt} \times \text{sec}^{-1}$$

3. Ορθογώνιος αγωγός $axbxl$ cm

$$C = \frac{63.5a^2b^2}{2(a+b)l} \text{ lt} / \text{sec}$$

Για παράλληλη σύνδεση αγωγιμοτήτων ή αγωγών

$$C_t = C_1 + C_2 + C_3 + \dots$$

Για σύνδεση σε σειρά: $\frac{1}{C_t} = \frac{1}{C_1} + \frac{1}{C_2} + \frac{1}{C_3} + \dots$

Έτσι για μια ταχύτητα αντλίας $S \text{ lt} / \text{sec}$ συνδεδεμένες με ένα θάλαμο μέσω σωλήνων αγωγιμότητας $C \text{ lt} / \text{sec}$, η ενεργός ταχύτητα άντλησης στον θάλαμο είναι

$$\frac{1}{S_e} = \frac{1}{C} + \frac{1}{S}$$

Η εξίσωση συνέχειας και οι ρυθμοί εκκένωσης

Όπως δείξαμε στην αρχή της παραγράφου, η απόδοση ενός συστήματος κενού μετριέται γενικά σε σχέση με τον χρόνο που χρειάζεται για να επιτευχθεί μια συγκεκριμένη ή τελική τιμή πίεσης. Υπολογισμοί για την σχεδίαση βασίζονται στην λύση της εξίσωσης συνέχειας για το σύστημα. Εξαιτίας της συνθετότητας των περισσότερων συστημάτων, αυτή η εξίσωση εκφράζεται σε μια παραστατική μορφή:

Ρυθμός μεταβολής της ποσότητας αερίου στο σύστημα = (ολική εισροή) – (ολική εκροή)

$$\frac{d(pV)}{dt} = Q - Sp$$

όπου $p = p(t)$ = πίεση του συστήματος σε χρόνο t

V = όγκος συστήματος

Q = παροχή στο σύστημα από διαρροές, εξερεύνηση διάχυση κλπ

δ = ταχύτητα άντλησης

Εφόσον ο όγκος V είναι σταθερός, τότε

$$\frac{Vdp_t}{dt} = Q - Sp(t)$$

Είναι η συνηθισμένη μορφή της εξίσωσης συνέχειας. Στο φάσμα πιέσεων από την ατμόσφαιρα μέχρι περίπου 10^{-2} torr, η παροχή Q είναι μικρή και μπορεί γενικά μη ληφθεί υπόψιν. Έτσι, η εξίσωση απλοποιείται στο:

$$V \frac{dp_t}{dt} = -Sp(t)$$

$$\text{εάν } p = p_o \text{ για } t = 0, \quad p(t) = p_o \exp(-St/V)$$

Συχνά ορίζουμε μια σταθερά χρόνου $\tau = V/S$ (sec) του συστήματος και η

$$p(t) = p_o \exp(-t/\tau)$$

Επιτρέπει τον υπολογισμό του χρόνου που χρειάζεται για την απομάκρυνση του αρχικού αερίου. Σε πιέσεις κάτω από 10^{-2} torr, ο ρυθμός μεταβολής της πίεσης στο σύστημα, εξαρτάται από επιφανειακά φαινόμενα και επομένως από παράγοντες, όπως:

- Υλικά που χρησιμοποιήθηκαν στην κατασκευή
- Προκατεργασία
- Χρόνος έκθεσης στην ατμόσφαιρα

Σε αυτήν την περιοχή πιέσεων όμως είναι δύσκολο να υπολογιστούν ρεαλιστικά ο χρόνος άντλησης, αφού μπορεί να διαφέρουν από μέρα σε μέρα. Είναι δυνατόν παρόλα αυτά, να σχηματίσουμε κάποια ιδέα για την δυνατότητα τελικής πίεσης, αφού στην τελική πίεση:

$$\frac{dp(t)}{dt} = 0$$

$$Q = S \times P_u \quad \text{ή} \quad P_u = \frac{Q}{S} \text{ torr (Ntm}^{-2}\text{)}$$

Αυτή η εξίσωση υπεραπλουστεύεται και μπορεί να γράφει

$$P_u = \frac{\sum_i Q_i}{\sum_i S_i} + P_o$$

Όπου P_o παριστάνει τη συνεισφορά από το αντλούμενο σύστημα, δηλ. από επιστροφή των λαδιών και του αερίου.

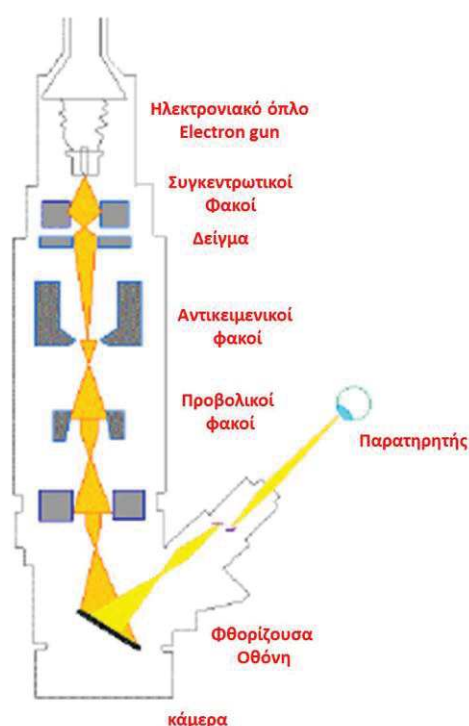
Σε εφαρμογές βιομηχανικών διαδικασιών κενού, όπως επιμετάλλωση, ξήρανση ψύξη ή επίστρωση σε πλαστικό, είναι γενικά ο χρόνος που απαιτείται για την εκκένωση από την ατμόσφαιρα σε 10^{-2} torr, που περιορίζει τον ρυθμό ανακύκλωσης και όχι η τελική πίεση του συστήματος που δεν είναι πολύ μεγάλης σημασίας. Ωστόσο σε ορισμένα συστήματα κατασκευής συσκευών ημιαγωγών απαιτούνται πολύ καλές συνθήκες κενού (10^{-8} torr) και χρήση καθαρών αντλητικών συστημάτων με υλικά χαμηλής προσρόφησης για την διατήρηση ενός καθαρού περιβάλλοντος κατά την διαδικασία παραγωγής.

Κεφάλαιο 8^ο Σύγχρονο Η.Μ. Διέλευσης

8.1 Εισαγωγικά

Το Η.Μ. διέλευσης είναι βασικά ένα όργανο το οποίο αποτελείται, όπως έχουμε δει, από μία πηγή ηλεκτρονίων στο πάνω άκρο, ένα σύστημα παρακολούθησης (οθόνη ή φωτογραφική πλάκα) στο κάτω άκρο, μία βάση για την τοποθέτηση του δείγματος και φυσικά έναν κατάλληλο συνδυασμό φακών. Τα απλούστερα όργανα έχουν δύο συμπυκνωτές και τέσσερεις φακούς.

Για να λειτουργήσει το Η.Μ. χρειάζονται ακόμη δύο εξαρτήματα. Ένα σύστημα για την δημιουργία του κενού της κολώνας και φυσικά οι ηλεκτρικές παροχές και τα ηλεκτρονικά ρύθμισης.



Σχήμα 8.1. Ανατομία Ηλεκτρονικού Μικροσκοπίου Διέλευσης.

8.2 Κατασκευή Φακών

Οι φακοί είναι τα πιο σημαντικά εξαρτήματα της κολώνας και είναι συνήθως ηλεκτρομαγνητικοί. Αν και η κατασκευαστική τους δομή διαφέρει από κατασκευαστεί σε κατασκευή, η βασική αρχή λειτουργίας τους είναι αυτή που αναφέρθηκε στο κεφ.4. το βάρος τους είναι περί τα 12 κιλά ή και περισσότερο και η εξωτερική τους διάμετρος κυμαίνεται από 15-20 cm.

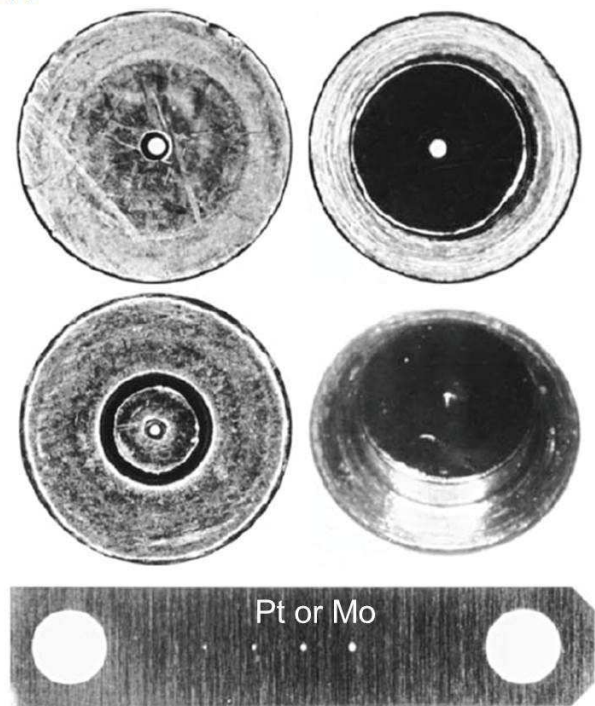
Στην περίπτωση ισχυρών φακών, όταν δηλαδή καταναλώνονται μεγάλα ρεύματα για την αύξηση ισχύος των φακών, αναπτύσσονται υψηλές θερμοκρασίες και είναι απαραίτητο ένα σύστημα ψύξης των φακών με την διοχέτευση συνεχούς παροχής νερού μέσα από κατάλληλες διαδρομές. Πολύ μεγάλη προσοχή πρέπει να δίνεται στην περίπτωση που επιχειρείται service στους φακούς (γεγονός που γενικά γίνεται από τους κατασκευαστές) γιατί τα διάφορα εξαρτήματα που τον αποτελούν είναι

κατασκευασμένα και τοποθετημένα σε θέσεις με ακρίβεια μικρού του μέτρου και με τέτοιο τρόπο ώστε ο αστιγματισμός να είναι ελάχιστος.

8.3 Φυσικά Διαφράγματα Φακών

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.

(B)

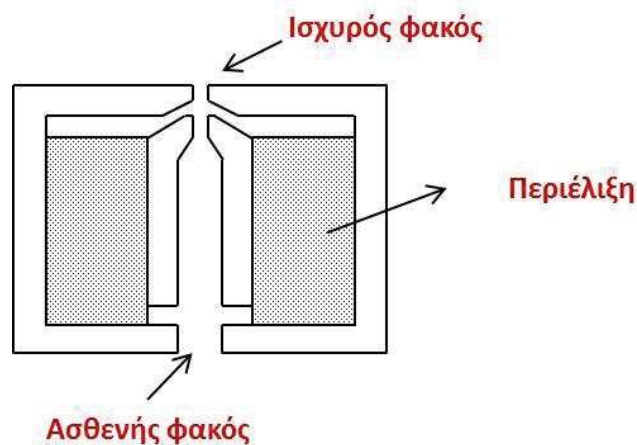


Κατασκευάζονται συνήθως από πλατίνα ή μολυβδαίνιο, έχουν σχήμα δίσκου διαμέτρου περίπου 3mm και πάχους 0.5mm και άνοιγμα οπής από 10μm έως 500μm. Τα δύο πιο σημαντικά είναι του συμπυκνωτή και του αντικειμενικού φακού (100-500 μm και 10-100μm αντίστοιχα). Είναι στερεωμένα στην άκρη ενός μικρομετρικού 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 βρωμιές.

Σχήμα 8.2. Περιοριστικά διαφράγματα Η/Μ.

8.4 Διπλοί Φακοί

Οι φακοί συχνά κατασκευάζονται σε ζευγάρια ενός ισχυρού και ενός ασθενούς για μεγαλύτερη ακρίβεια ευθυγράμμισης στην κατασκευή τους. Σχηματική παράσταση ενός τέτοιου διπλού φακού απεικονίζεται στο σχήμα 8.3. Πλεονέκτημα μιας τέτοιας κατασκευής είναι ότι με το ίδιο συμπαγές υλικό από μαλακό σίδηρο, ρυθμίζοντας μόνο το άνοιγμα του πάνω και του κάτω μέρους μπορούμε να έχουμε έναν ισχυρό φακό και έναν διορθωτικό ασθενή συγχρόνως. Τέτοιο διπλό φακό χρησιμοποιούν για την συμπύκνωση της δέσμης πριν το αντικείμενο και ίσως και για τον συνδυασμό αντικειμενικού προβολικού σε απλές κατασκευές. Μειονέκτημα αποτελεί ο μη ανεξάρτητος έλεγχός τους.

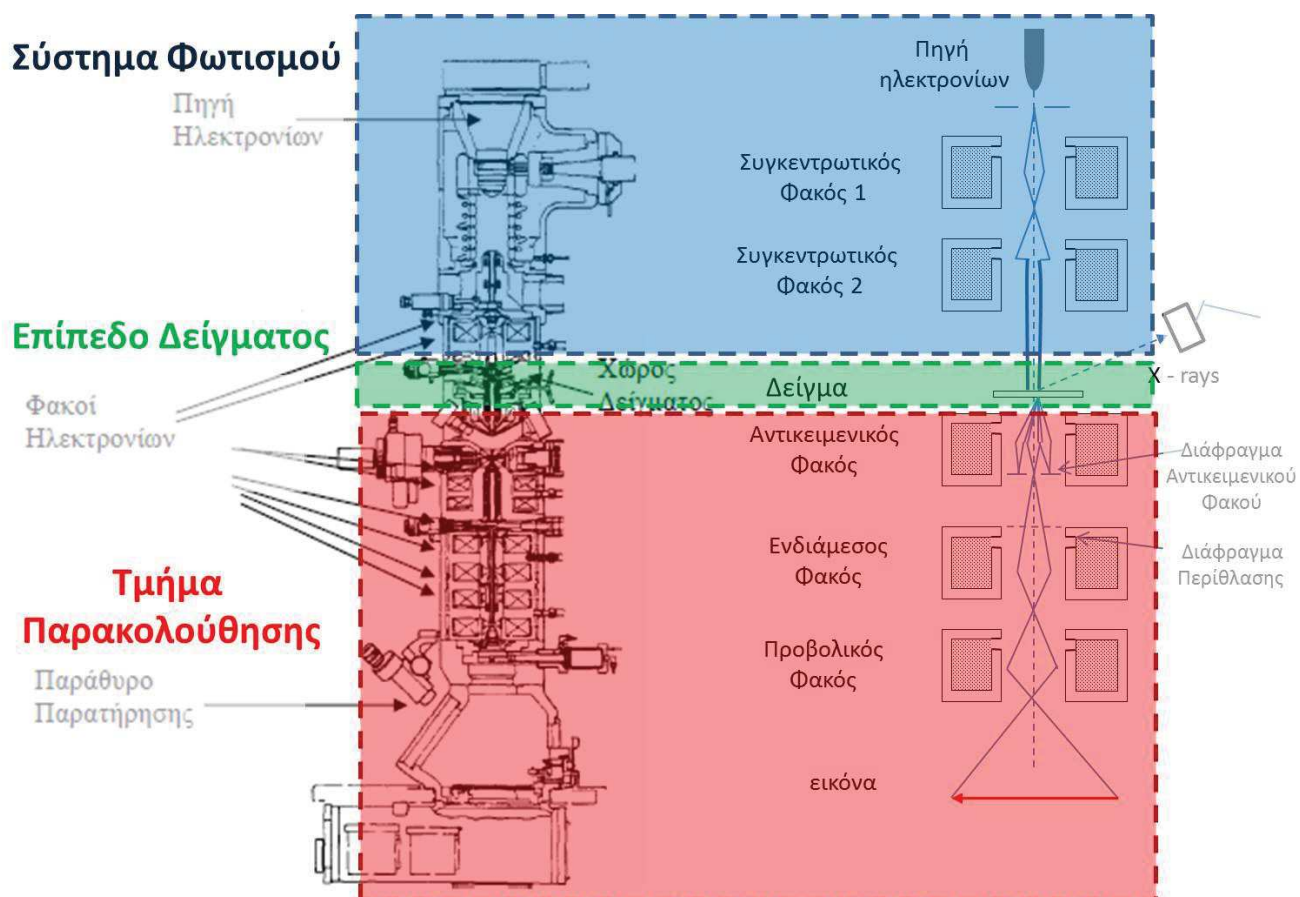


Σχήμα 8.3. Σύστημα διπλού φακού.

8.5 Κολώνα

Η κολώνα χωρίζεται σε τρία επιμέρους τμήματα

1. Το σύστημα φωτισμού, που περικλείει την πηγή ηλεκτρονίων και τον ή τους φακούς συμπύκνωσης της δέσμης,
2. Το τμήμα σχηματισμού εικόνας και το δείγμα, και
3. Το τμήμα παρακολούθησης ή καταγραφής του ειδώλου



Σχήμα 8.4. Βασικά τμήματα κολώνας Η.Μ..

Η κολώνα στα μεγάλης Δ.Ι. Η.Μ. είναι κατακόρυφη για μεγαλύτερη ευστάθεια και αντοχή σε κραδασμούς και επίσης καλύτερη στεγανότητα κενού. Το πόσο σύνθετη είναι εξαρτάται από τον αριθμό των φακών που χρησιμοποιούνται και που μπορεί να μεταβάλλεται από δύο έως έξι.

Ένας μέτριας απόδοσης Η.Μ. είναι με 4 φακούς και ένας μεγάλης απόδοσης με 6 φακούς. Ο πρώτος με τους 4 φακούς αποτελείται από έναν συμπακνωτή και τρεις (αντικειμενικό, ενδιάμεσο και προβολικό) φακούς. Στο κάτω μέρος είναι ο θάλαμος παρακολούθησης με την φθορίζουσα οθόνη, το παράθυρο και τον θάλαμο του φιλμ. Στο δεύτερο όπως π.χ. είναι ο Phillips (EM200), είναι βασικά ίδιο με το προηγούμενο αλλά έχει 2 συμπακνωτές και 4 (αντικειμενικό, περιθλασιακό, ενδιάμεσο και προβολικό) φακούς στην συνέχεια. Από αυτούς τους 4 φακούς μόνο ο συνδυασμός τριών χρησιμοποιούνται κατά περίπτωση (π.χ. για μικρές μεγεθύνσεις οι αντικειμενικός, ενδιάμεσος και προβολικός). Σε εξαιρετικές περιπτώσεις μόνο χρησιμοποιούνται και οι 4 μαζί. Αξίζει να εξετάσουμε τα επιμέρους τρία τμήματα που απαρτίζουν την κολώνα με μεγαλύτερη λεπτομέρεια.

8.6 Σύστημα Φωτισμού

Αποτελείται από την πηγή των ηλεκτρονίων ή όπως συνήθως λέγεται το ηλεκτρονικό πολυβόλο (electron gun) που παράγει και επιταχύνει τα ηλεκτρόνια, και το σύστημα του συμπακνωτή που συλλέγει και κατευθύνει τα ηλεκτρόνια πάνω στο δείγμα. Η φωτεινότητα του τελικού ειδώλου εξαρτάται από τον αριθμό των ηλεκτρονίων (ή την πυκνότητα των ηλεκτρονίων) που μπορεί να ρυθμιστεί είτε από πηγή είτε από εστίαση του ή των φακών του συμπακνωτή, αλλάζοντας έτσι και την περιοχή φωτισμού. Επειδή στα Η.Μ. χρησιμοποιούνται πολύ μικρά περιοριστικά διαφράγματα, πρέπει η ένταση φωτισμού μιας πηγής ηλεκτρονίων να είναι τουλάχιστον 10^5 φορές μεγαλύτερη από την αντίστοιχη ενός Ο.Μ., γεγονός που ευτυχώς επιτυγχάνεται εύκολα. Αλλιώς τα Η.Μ. δεν θα είχαν καμία πρακτική εφαρμογή ή δυνατότητα.

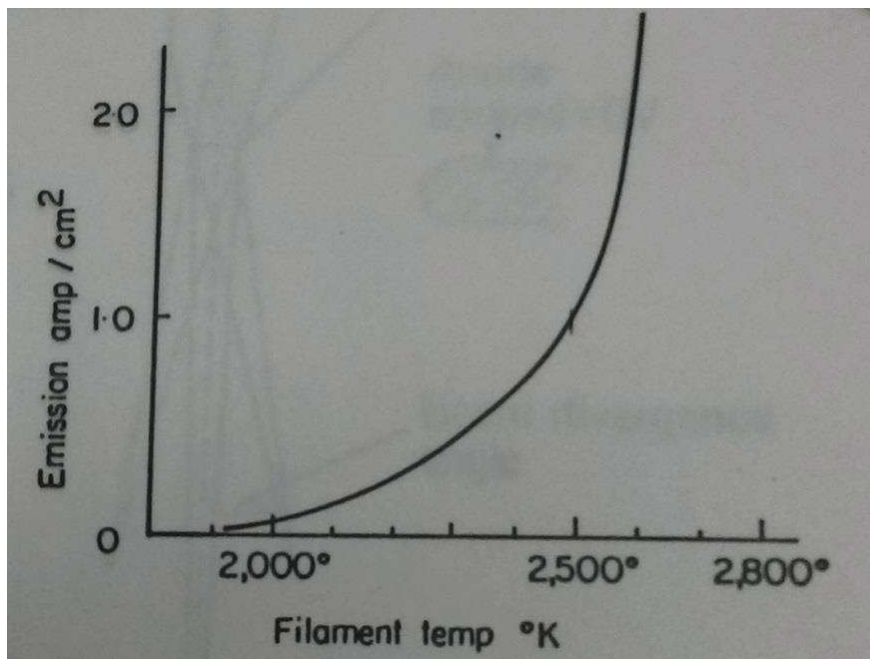
Κάθοδος

Η κάθοδος είναι ένα μεταλλικό ηλεκτρόδιο που παράγει ηλεκτρόνια. Χαρακτηριστικό όλων των μετάλλων είναι το γεγονός ότι περιέχουν ιόντα και ελεύθερα ηλεκτρόνια, τα οποία αν και ελεύθερα να κινηθούν μέσα στο μέταλλο, δεν μπορούν από μόνα τους να περάσουν την επιφάνεια του μετάλλου και να φύγουν επειδή έλκονται πίσω από τα θετικά ιόντα. Αν όμως αυξηθεί η θερμοκρασία μετάλλου, δηλαδή τα ηλεκτρόνια αποκτήσουν κινητική ενέργεια τότε στιγμιαία μπορούν να διαφύγουν σχημαρίζοντας ένα νέφος ηλεκτρονίων λίγο πάνω από την επιφάνεια. Το φαινόμενο λέγεται θερμοϊονική εκπομπή. Στη συνέχεια με κατάλληλο δυναμικό μπορούν να απελευθερωθούν και να σχηματίσουν δέσμη ηλεκτρονίων. Για να απελευθερωθεί ένα ηλεκτρόνιο από την επιφάνεια του μετάλλου πρέπει να καταναλωθεί κάποιο έργο το οποίο ονομάζεται έργο εξόδου και είναι χαρακτηριστικό κάθε μετάλλου.

Ο αριθμός των ηλεκτρονίων που απελευθερώνονται (n) είναι συνάρτηση επομένως, του έργου εξόδου (w) σύμφωνα με την σχέση

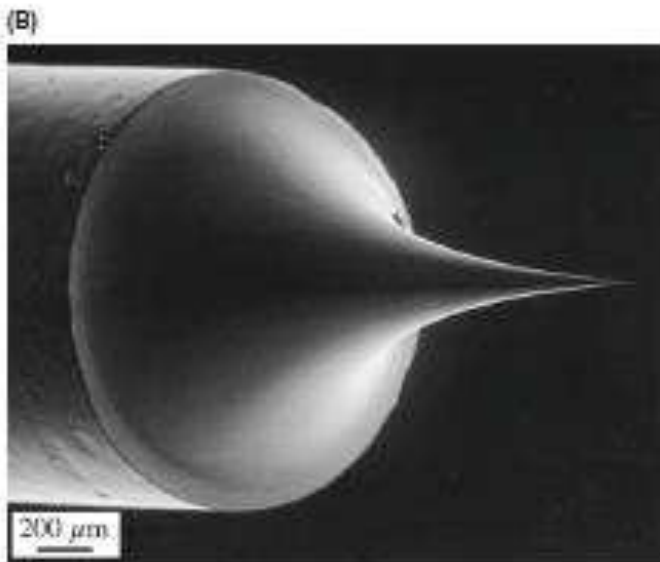
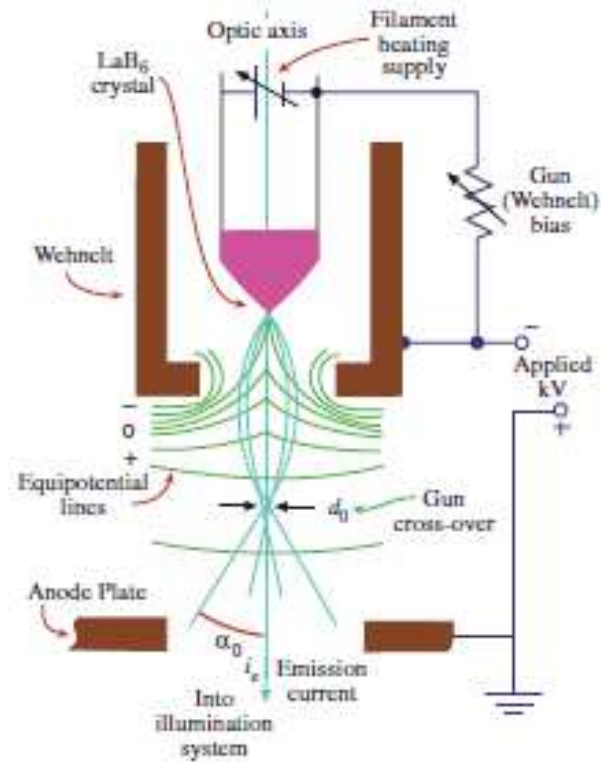
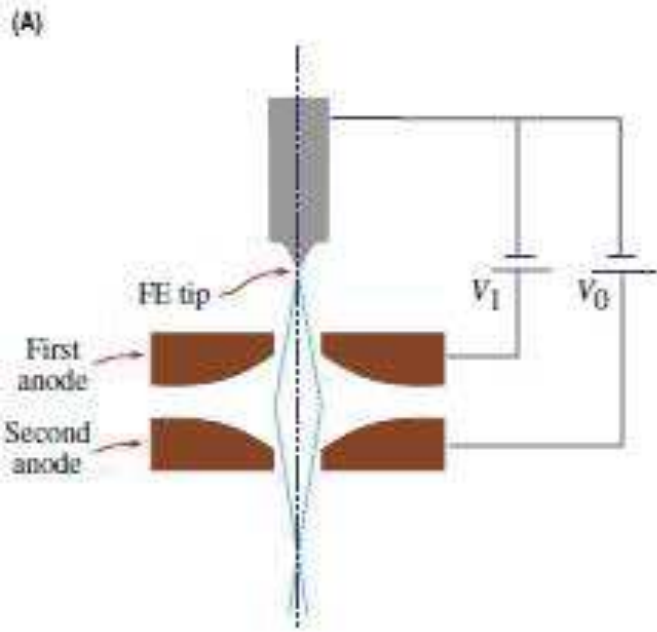
$$n = A \times T^2 \times e^{-w/kT}$$

Όπου, A και K είναι σταθερές και T είναι η απόλυτη θερμοκρασία του μετάλλου. Η τιμή του έργου εξόδου μετράται σε volts και κυμαίνεται από 1.8V (για ένα κράμα οξειδίων του βαρίου και του Στροντίου) έως 4.6 V για το μολυβδαίνιο. Στο επόμενο σχήμα δίνεται γραφική η συνάρτηση ρεύματος/cm² δηλαδή των ηλεκτρονίων, ως προς την θερμοκρασία για ένα νήμα (κάθοδο) βολφραμίου.



Σχήμα 8.5. Συνάρτηση Θεμιονικής εκπομπής.

Για μια κανονική θερμοκρασία λειτουργίας π.χ. 2.600 K μικρή αύξηση της θερμοκρασίας κατά 100 K σχεδόν διπλασιάζει τον αριθμό των εκπεμπόμενων ηλεκτρονίων. Είναι λοιπόν απαραίτητο να μπορεί να σταθεροποιείται η εκπομπή της καθόδου γιατί αλλιώς θα έχουμε συνεχώς μεταβαλλόμενη φωτεινότητα του ειδώλου. Ο συνηθέστερος τύπος καθόδου είναι αυτός που ονομάζεται φουρκέτα και είναι από βολφράμιο. Οι ηλεκτρικές παροχές ή πόδια της καθόδου είναι στερεωμένες πάνω σένα μονωτικό κεραμικό δίσκο. Η διάρκεια ζωής της καθόδου από βολφράμιο κυμαίνεται από 20-50 ώρες, αλλά γενικώς εξαρτάται πάρα πολύ από τον τρόπο χρήσης του χειριστή. Επίσης εξαρτάται από την θερμοκρασία λειτουργίας από τους 2.600 στους 2.800K μειώνει την διάρκεια ζωής της καθόδου κατά δέκα φορές. Ακόμη, η λειτουργία της καθόδου σε σχετικά υψηλές πιέσεις (δηλ. όχι πολύ καλό κενό μέσα στην κολώνα) μειώνει δραστικά την ζωή της καθόδου.



Field emission guns

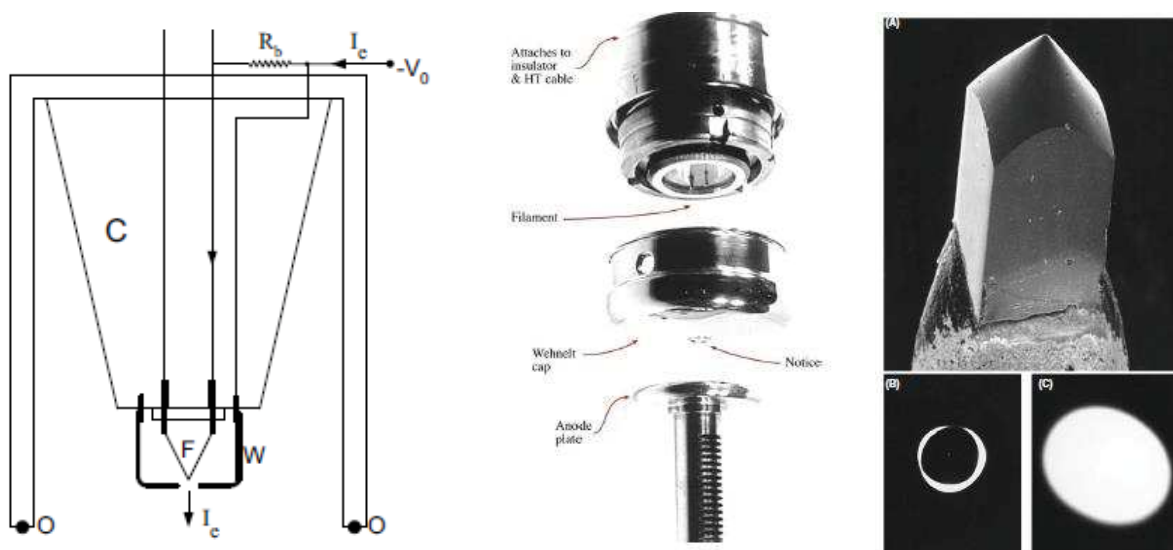
Thermionic guns

Σχήμα 8.6. Είδη νήματος καθόδου.

Η επιτάχυνση των ηλεκτρονίων

Το θερμαινόμενο νήμα (Κάθοδος) εκπέμπει ηλεκτρόνια προς όλες τις κατευθύνσεις. Το νέφος αυτό των ηλεκτρονίων πρέπει στη συνέχεια να διαμορφωθεί σε ευθύγραμμη δέσμη και να επιταχυνθεί από 20 έως 100kV. Τα ηλεκτρόνια διαμορφώνονται κατάλληλα σε δέσμη με ένα δεύτερο ηλεκτρόδιο που λέγεται κύλινδρος Wehnelt ή πλέγμα ή θωράκιση και η επιτάχυνση γίνεται με ένα τρίτο ηλεκτρόδιο την άνοδο. Τα τρία αυτά ηλεκτρόδια, κάθοδος-πλέγμα-άνοδος, λειτουργούν όπως τα αντίστοιχα της τριόδου λυχνίας. Η άκρη του νήματος καθόδου τοποθετείται πολύ κοντά στο πλέγμα και όσο γίνεται πιο καλά στο κέντρο του ανοίγματός του. Το πλέγμα τροφοδοτείται με τάση -100 έως

500 V σε σχέση με το νήμα, δημιουργώντας έτσι ένα αποθητικό δυναμικό που ελέγχει την ολική εκπομπή δηλαδή την φωτεινότητα του ειδώλου.



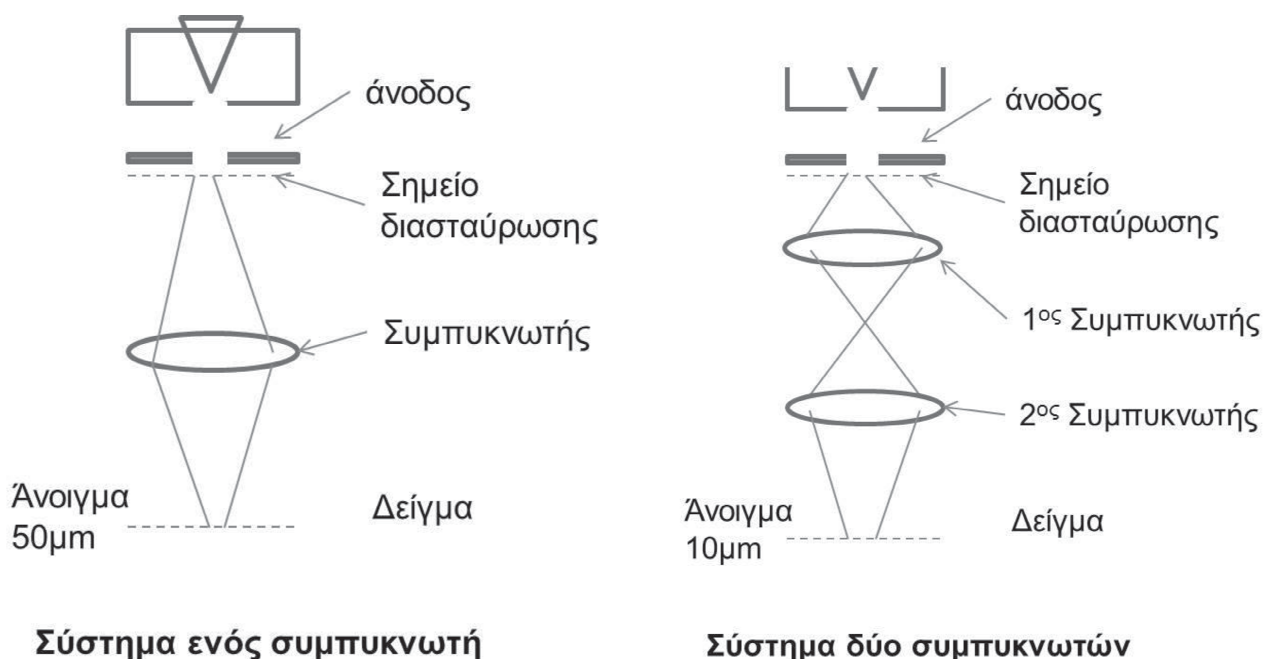
Σχήμα 8.7. Διάταξη νήματος καόδου.

Η υψηλή τάση επιτάχυνσης των ηλεκτρονίων εφαρμόζεται μεταξύ της καθόδου (νήμα και της ανόδου που διατηρείται γειωμένη με 0 volts). Το σύστημα καθόδου-πλέγματος-ανόδου ενεργεί σαν ένα ηλεκτροστατικό φακό που επιτυγχάνει την πρώτη εστίαση της δέσμης όπως φαίνεται στο σχήμα. Ο σχεδιασμός και η κατασκευή αυτού του συστήματος καθώς και η σχετική θέση των διαφόρων εξαρτημάτων είναι πολύ κρίσιμη για την ικανοποιητική λειτουργία ενός Η.Μ..

Φακοί συμπύκνωσης της δέσμης

Μετά την άνοδο, τοποθετείται ένας ή δύο φακοί που σκοπό έχουν να συμπυκνώσουν (εστιάσουν) την δέσμη των ηλεκτρονίων πάνω στο δείγμα. Για τον σκοπό αυτό και ανάλογα με τις ανάγκες χρησιμοποιείται ένας συνδυασμός δύο φακών συμπύκνωσης. Ένας φακός περιορίζει την περιοχή φωτισμού του δείγματος σένα άνοιγμα κύκλου ίσου με τον κύκλο στο σημείο διασταύρωσης της δέσμης μετά την άνοδο (προηγούμενο σχήμα). Αυτός ο κύκλος, λόγω κατασκευαστικών περιορισμών δεν μπορεί να είναι μικρότερος από περίπου 50 μm . Για μεγεθύνσεις πάνω από $\times 1000$ θα σχηματισθεί ένας φωτεινός κύκλος με 5cm διάμετρο πάνω στην φθορίζουσα οθόνη παρατήρησης, δηλ. θα έχουμε περιττό φωτισμό και θέρμανση του δείγματος, γεγονός ανεπιθύμητο.

Συνδυασμός δύο φακών συμπύκνωσης, όπως φαίνεται στο πιο κάτω σχήμα βοηθάει στο να ελαττωθεί η περιοχή φωτισμού του δείγματος χωρίς αντίστοιχη ελάττωση στην φωτεινότητα. Με το σύστημα των δύο συμπυκνωτών έχει κανείς την ευχέρεια να εστιάσει την δέσμη πάνω στο δείγμα σε διαστάσεις ανάλογες με την μεγέθυνση που χρησιμοποιεί. Αυτό είναι ιδιαίτερα χρήσιμο γιατί όσο μεγαλώνει η μεγέθυνση τόσο η περιοχή του δείγματος αναλύεται μικραίνει.

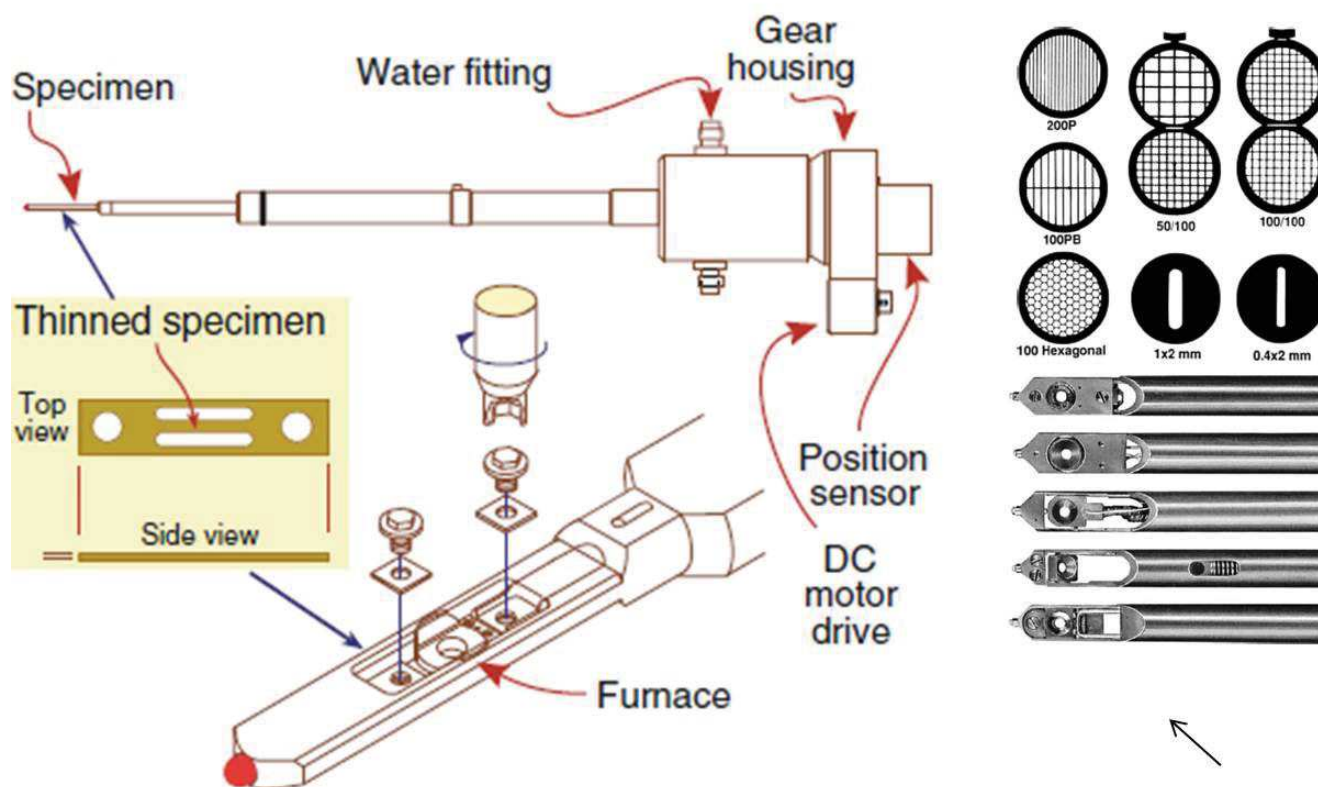


Σχήμα 8.8. Διάταξη συμπυκνωτικού (ων) φακών.

8.7 Αντικειμενικός Φακός

Η θέση και κίνηση του δείγματος

Ο αντικειμενικός φακός είναι το πιο σημαντικό εξάρτημα του Η.Μ.. Η ποιότητα του φακού καθώς και η ακριβής θέση του σε σχέση με το δείγμα πρέπει να είναι πάρα πολύ καλά υπολογισμένη. Οποιαδήποτε σφάλματα του φακού αυτού, στην συνέχεια της πορείας της δέσμης, θα μεγεθυνθούν με αποτέλεσμα την μικρή Δ.Ι. και την κακή εικόνα. Για να επιτευχθεί η μέγιστη δυνατή Δ.Ι., η εστιακή απόσταση του αντικειμενικού φακού πρέπει να είναι το δυνατό μικρότερη. Το δείγμα, τοποθετημένο πάνω σε ειδική βάση (specimen stage) πρέπει να βρίσκεται πάντοτε με ακρίβεια πάνω στο αντικειμενικό επίπεδο του φακού, αλλά συγχρόνως να υπάρχει η δυνατότητα κίνησης μέσα και έξω στην κολώνα ως επίσης να έχει ακόμη δύο βαθμούς ελευθερίας κίνησης κατά πλάτος και περιστροφή γύρω από τον άξονα του δείγματος. Το λεπτό ($\sim 500\text{\AA}$) δείγμα τοποθετείται πάνω σε ένα ειδικό λεπτό (50-100 μm) δίσκο ($\sim 3\text{mm}$ διαμέτρου) από χαλκό, ο οποίος έχει την μορφή πλέγματος με 200-400 τρύπες ανά ίντσα. Η κίνηση της βάσης του δείγματος γίνεται με την βοήθεια μικρομετρικών γωνιομέτρων που χειρίζονται έξω από την κολώνα. Η μορφή και τα αποτελέσματα αυτών των γωνιομέτρων διαφέρει από κατασκευαστή σε κατασκευαστή.



Σχήμα 8.9. Σύστημα τοποθέτησης δείγματος ανάλυσης.

8.8 Σύστημα απεικόνισης του ειδώλου

Ο συνολικός αριθμός των φακών που χρησιμοποιούνται για την απεικόνιση του ειδώλου του δείγματος εξαρτάται από την μέγιστη μεγέθυνση που είναι επιθυμητή. Αν το Η.Μ. πρέπει να έχει Δ.Ι. 5Å η μέγιστη μεγέθυνση που απαιτείται είναι 2×10^6 . Εντούτοις, δεν είναι απαραίτητο τα όργανα του Η.Μ. να δώσουν αυτήν την μεγέθυνση δεδομένου ότι η φωτογραφική πλάκα επιτρέπει μεγέθυνση της εικόνας τουλάχιστον 10 φορές. Επομένως σήμερα, η απαιτούμενη μέγιστη μεγέθυνση σένα Η.Μ. μεγάλης Δ.Ι. είναι $\times 250.000$ ή $\times 500.000$ για Δ.Ι. 2Å . Για 10Å η μέγιστη μεγέθυνση που απαιτείται είναι $\times 100.000$.

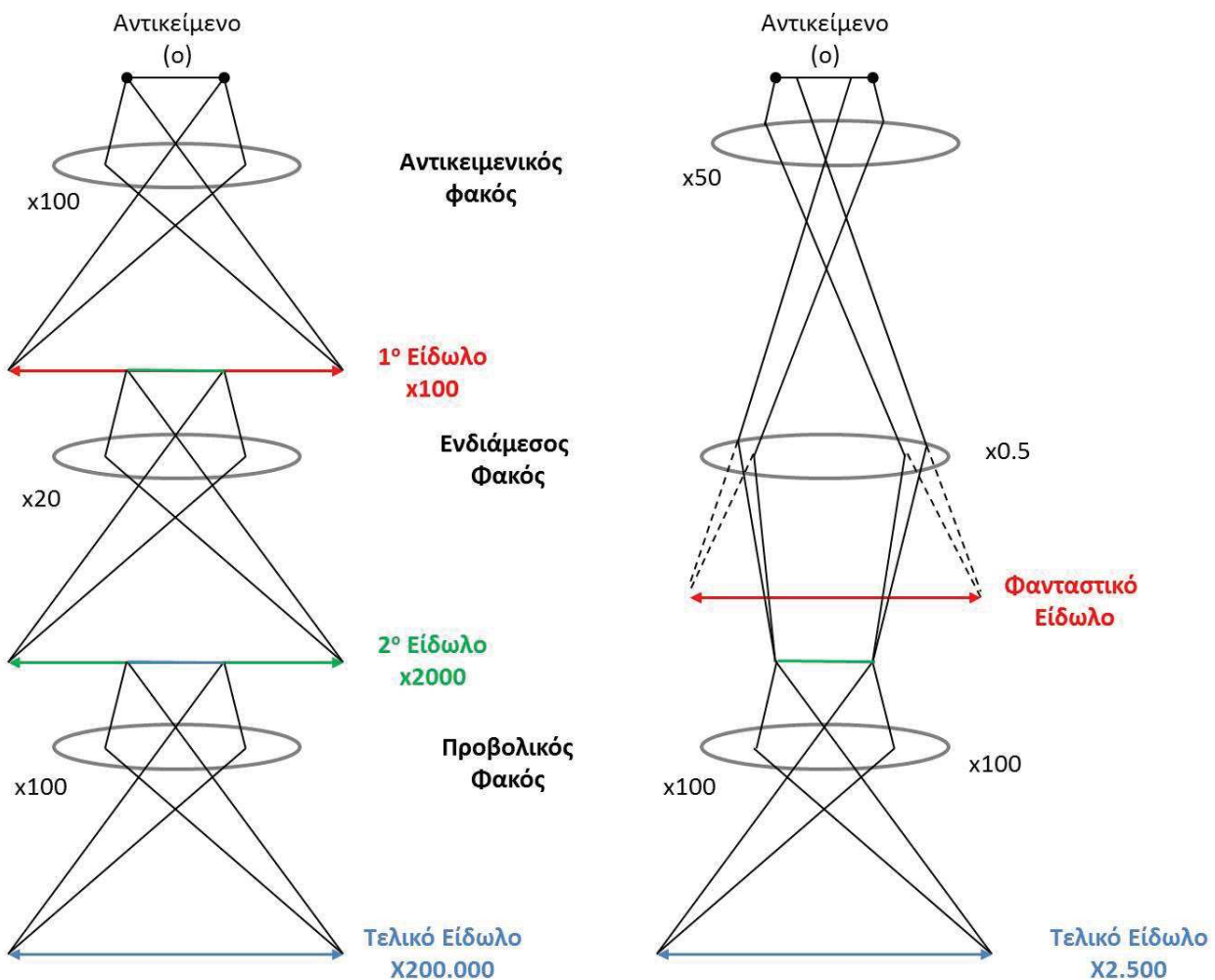
Μεγάλη μεγέθυνση

Για μεγάλες μεγεθύνσεις συνήθως απαιτούνται τρεις φακοί αν και πολλές φορές χρησιμοποιούνται και τέσσερις. Οι δύο απ' αυτούς (ο αντικειμενικός και ο προβολικός) είναι μεγάλης ισχύος (δηλ. μικρής εστιακής απόστασης) ενώ ο ενδιάμεσος είναι μικρής ισχύος και χρησιμοποιείται για την ρύθμιση της τιμής της τελικής μεγέθυνσης. Η μεγέθυνση για μεν τους αντικειμενικό και προβολικό είναι $\sim \times 100$ για δε τον ενδιάμεσο 0-20 φορές. Όταν αλλάζει η ισχύς του ενδιάμεσου φακού, θα πρέπει συγχρόνως να αλλάζει και η ισχύς του αντικειμενικού ώστε το επίπεδο

σχηματισμού του πρώτου πραγματικού ειδώλου από τον αντικειμενικό να συμπίπτει με το επίπεδο (η θέση) του αντικειμένου για τον ενδιάμεσο φακό. Η διεργασία επίτευξης αυτού λέγεται εστίαση και πρέπει να γίνεται από τον μικροσκοπίστα κάθε φορά που αλλάζει η μεγέθυνση. Στο σχήμα 8.10α φαίνεται η πορεία σχηματισμού ειδώλου μεγάλης μεγέθυνσης από ένα σύστημα τριών φακών.

Χαμηλή μεγέθυνση

Υπάρχουν 2 πρακτικοί τρόποι για να επιτευχθεί είδωλο χαμηλής μεγέθυνσης. Ο πρώτος με το να σβήσουμε τελείως τον αντικειμενικό φακό οπότε χρησιμοποιούμε τους επόμενους μόνο, και ο δεύτερος, χρησιμοποιώντας και τους τρεις αλλά ελαττώνοντας της ισχύ τόσο του αντικειμενικού όσο και του ενδιάμεσου, όπως φαίνεται στο πιο πάνω σχήμα 8.10β. χαρακτηριστικό της δεύτερης περίπτωσης είναι ότι το πρώτο είδωλο (του αντικειμενικού) είναι φανταστικό δηλαδή έχουμε μόνο δύο πραγματικά είδωλα. Φυσικά το μέγεθος της τελικής μεγέθυνσης είναι το γινόμενο όλων των φακών, κάθε μια από τις πιο πάνω περιπτώσεις έχει μειονεκτήματα και πλεονεκτήματα που σταθμίζονται από τον χρήστη κατά περίπτωση.



Σχήμα 8.10. Τρόποι μεγέθυνσης.

Κεφάλαιο 9^ο Σύγχρονο Η.Μ. Σάρωσης

9.1 Εισαγωγή

Η Ηλεκτρονική Μικροσκοπία Σάρωσης είναι μία από τις πιο σύγχρονες μεθόδους ανάλυσης για την μελέτη της υφής των υλικών, όπως μέγεθος και σχήμα των σωματιδίων, επιφανειακά χαρακτηριστικά, ασυνέχειες της επιφάνειας καθώς μπορεί ακόμη να συνεισφέρει στον προσδιορισμό της χημικής σύστασης της επιφάνειας με την φασματοσκοπική μέθοδο της ενεργειακής διασποράς των ακτίνων-X (Energy Dispersive Spectroscopy).

Η ικανότητα των οπτικών μικροσκοπιών περιορίζεται λόγω της φύσης του φωτός σε μεγεθύνσεις έως x1000 και σε Δ.Ι. της τάξεως 0.2μm (όριο το οποίο θέτει η κυματική φύση του ορατού φωτός και το ελάχιστο μήκος κύματος). Στις αρχές της δεκαετίας του 30 υπήρχε η ανάγκη για εξέταση του εσωτερικού των κυττάρων (πυρήνας, μιτοχόνδρια κλπ) που απαιτούσε μεγεθύνσεις μεγαλύτερες του x10.000. Η απαίτηση αυτή οδήγησε στην ανακάλυψη και την εφαρμογή των Ηλεκτρονικών Μικροσκοπιών, όπως έχουμε αναφέρει και στο κεφάλαιο 1. Το Η.Μ. Διέλευσης ή Διαπερατότητας (TEM) ήταν το πρώτο είδος ηλεκτρονικού μικροσκοπίου και στην συνέχεια ακολούθησε το Η.Μ. Σάρωσης (SEM). Ένα Η.Μ. εκμεταλλεύεται την κυματική φύση των ηλεκτρονίων σε μήκη κύματος πολύ μικρότερα της ορατής ακτινοβολίας. Για ηλεκτρόνια π.χ. ενέργειας 3.6 KeV, το μήκος κύματος ισούται με 0,02nm. Η τελική μέγιστη ανάλυση είναι μικρότερη καθώς υπεισέρχονται περιορισμοί από την κατασκευή του οργάνου. Το Η.Μ. Σάρωσης είναι ένα όργανο που λειτουργεί όπως περίπου και ένα οπτικό μικροσκόπιο μόνο που χρησιμοποιεί δέσμη ηλεκτρονίων υψηλής ενέργειας αντί για φώς. Η Δ.Ι. ενός SEM εξαρτάται από την διάμετρο της δέσμης που προσπίπτει στο δείγμα, το ρεύμα της δέσμης, τη μεγέθυνση του ειδώλου, τον τύπο των ηλεκτρονίων που χρησιμοποιούνται για την απεικόνιση και τα σφάλματα του φακού. Με την χρήση νήματος βολφραμίου η Δ.Ι. είναι της τάξεως λίγων nm. Τα τελευταία χρόνια με την χρήση πηγών τύπου FEG (Field Emission Gun) η βέλτιστη Δ.Ι. προσεγγίζει τα 0.5nm.

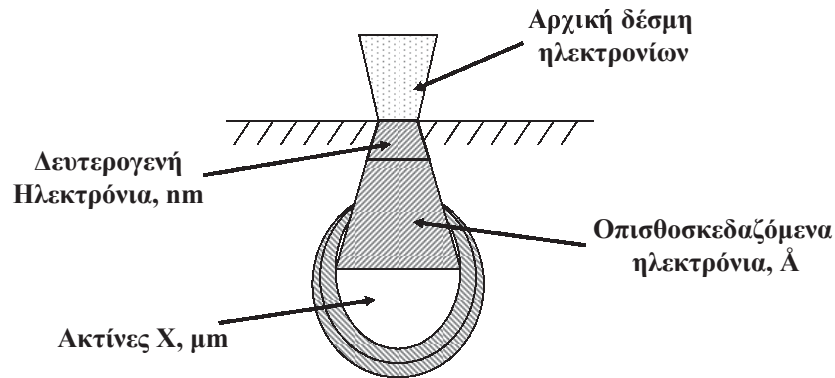
Πίνακας 9.1

| | | | |
|--|--|--|--|
| | | | |
| | | | |
| | | | |

9.2 Αλληλεπίδραση Δέσμης Ηλεκτρονίων - Δείγματος

Αρχή Λειτουργίας

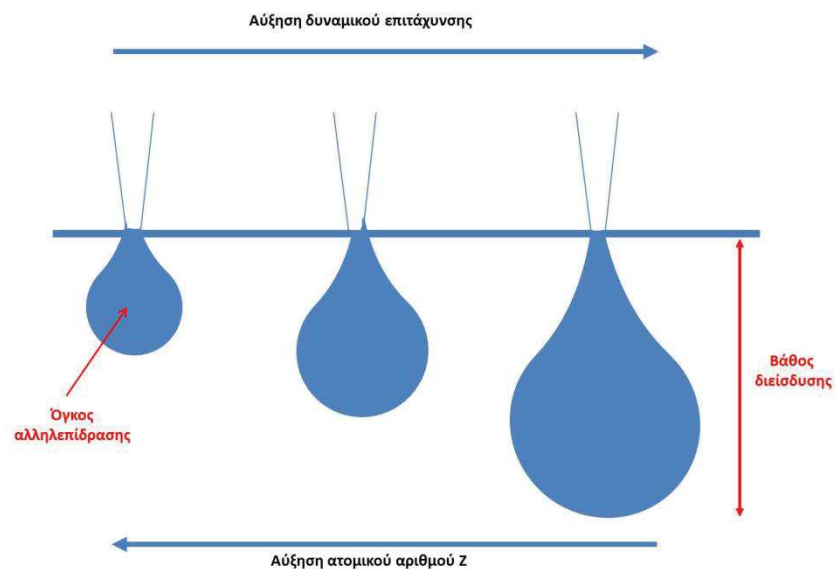
Η βασική αρχή λειτουργίας περιλαμβάνει την ακτινοβολία του δείγματος σε μία καλά εστιασμένη δέσμη ηλεκτρονίων. Η περιοχή όπου η δέσμη ηλεκτρονίων αλληλεπιδρά με το στερεό ονομάζεται όγκος αλληλεπίδρασης (σχήμα 9.1).



Σχήμα 9.1. Όγκος αλληλεπίδρασης και περιοχές από τις οποίες ανιχνεύονται δευτερογενή, οπισθοσκεδαζόμενα ηλεκτρόνια και ακτίνες X.

Η διείσδυση της δέσμης στο δείγμα καθορίζεται από τις παρακάτω 4 παραμέτρους με τις δύο τελευταίες να είναι οι πλέον καθοριστικές:

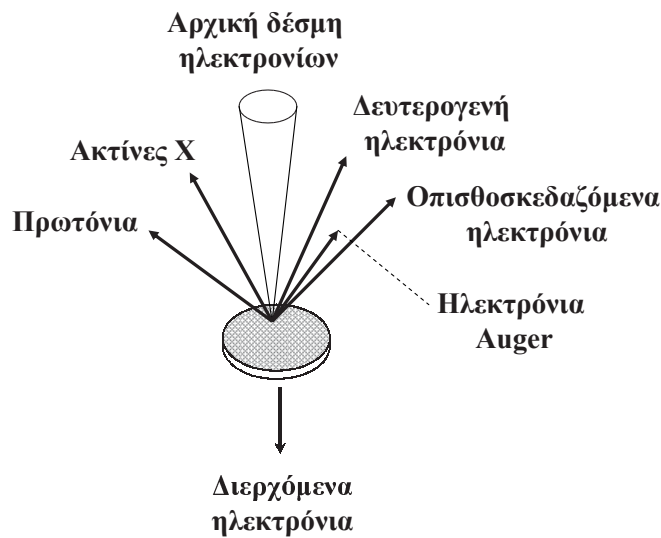
- Ποσότητα των ηλεκτρονίων που υπάρχουν στην δέσμη (emission current)
- Διάμετρος της δέσμης (spot size)
- Ταχύτητα / Ενέργεια των ηλεκτρονίων (accelerating voltage)
- Είδος του δείγματος (μέσος ατομικός αριθμός του δείγματος)



Σχήμα 9.2. Επίδραση ατομικού αριθμού και δυναμικού επιτάχυνσης στον όγκο αλληλεπίδρασης.

Στο σχήμα 9.3 παρουσιάζονται οι αλληλεπιδράσεις της δέσμης των ηλεκτρονίων με την επιφάνεια δείγματος οι οποίες εκτός από τα δευτερογενή φαινόμενα που καταγράφονται περιλαμβάνουν:

- Φόρτιση (Charging) Συσσώρευση φορτίου ηλεκτρονίων στο δείγμα. Για να αποφευχθεί αυτό, το δείγμα θα πρέπει να είναι αγώγιμο.
- Ελαστική Σκέδαση ηλεκτρονίων, όσο μεγαλύτερη η γωνία πρόσπτωσης της δέσμης ηλεκτρονίων τόσο μικρότερη είναι η απώλεια ενέργειας.
- Μη ελαστική σκέδαση ηλεκτρονίων, όσο μικρότερη η γωνία πρόσπτωσης της δέσμης ηλεκτρονίων τόσο μεγαλύτερη είναι η απώλεια ενέργειας.
- Θέρμανση δείγματος.



Σχήμα 9.3 Αλληλεπίδραση της αρχικής δέσμης ηλεκτρονίων με το δείγμα σε ηλεκτρονικό μικροσκόπιο σάρωσης.

Στην Η.Μ. Σάρωσης η εικόνα της μορφολογίας του δείγματος δημιουργείται από δέσμη ηλεκτρονίων, διαμέτρου τουλάχιστον 5nm, τα οποία προκαλούν είτε δευτερογενή (secondary) ηλεκτρόνια (δηλ. ηλεκτρονίων τα οποία εκπέμπονται από το δείγμα λόγω της πρόσπτωσης της ηλεκτρονικής δέσμης), είτε οπισθοσκεδαζόμενα ηλεκτρόνια (backscatter electrons, δηλ. ηλεκτρονίων της αρχικής δέσμης τα οποία σκεδάζονται προς τα πίσω με γωνίες σκέδασης μεταξύ 90° και 180°) και δημιουργούν την εικόνα της επιφάνειας. Τα δευτερογενή ηλεκτρόνια έχουν μικρή κινητική ενέργεια (10–50eV) και προέρχονται από την επιφάνεια του δείγματος. Τα οπισθοσκεδαζόμενα ηλεκτρόνια προέρχονται από το εσωτερικό του στερεού και παρέχουν πληροφορίες για το ανάγλυφο αλλά και σχετική σύσταση του δείγματος καθώς τα βαρύτερα άτομα προκαλούν εντονότερη ανάκλαση της δέσμης των ηλεκτρονίων και εμφανίζονται πιο φωτεινά στην εικόνα που λαμβάνεται.

9.3 Δημιουργία εικόνας στο SEM

Δευτερογενή ηλεκτρόνια (Secondary electrons)

Όταν τα ηλεκτρόνια της δέσμης συγκρούονται με τα ηλεκτρόνια του ατόμου μερικά από τα χαλαρά συγκρατούμενα ηλεκτρόνια μπορεί να φύγουν από το άτομο και αυτά ονομάζονται δευτερογενή ηλεκτρόνια (από κάθε προσπίπτον ηλεκτρόνιο μπορεί να παραχθούν αρκετά 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 δημιουργούνται σε μεγαλύτερο βάθος, απορροφώνται εύκολα από την μάζα του δείγματος. Για αυτόν τον λόγο τα δευτερογενή ηλεκτρόνια είναι χρήσιμα για την απεικόνιση της επιφάνειας του δείγματος. Τα δευτερογενή ηλεκτρόνια παράγονται με δύο κυρίως τρόπους

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

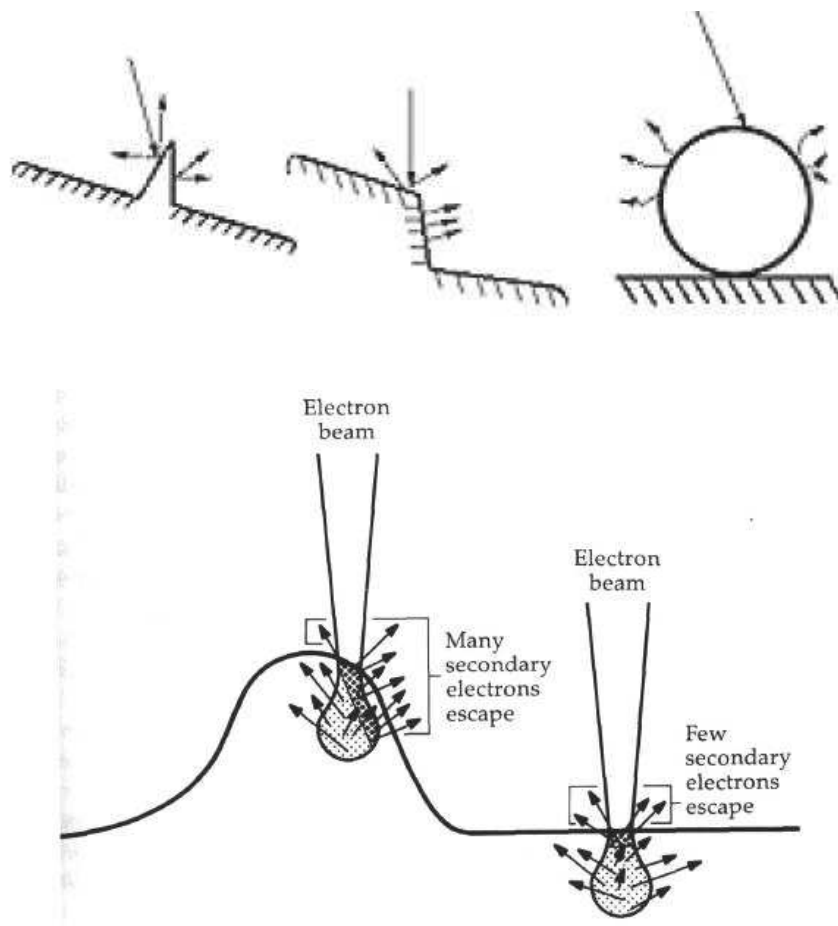
Ο δεύτερος τρόπος είναι δέκα φορές πιο πιθανός από τον πρώτο. Επομένως είναι αναμενόμενο να υπάρχει μεγαλύτερη εκπομπή δευτερογενών ηλεκτρονίων εκεί που είναι μεγάλη και η εκπομπή οπισθοσκεδαζόμενων. Γι' αυτό οι εικόνες των δευτερογενών και των οπισθοσκεδαζόμενων δεν διαφέρουν πολύ. Η συλλογή των δευτερογενών ηλεκτρονίων γίνεται με τη βοήθεια ενός «συλλέκτη» που δεν είναι άλλο από ένα πλέγμα με θετικό δυναμικό (+100V) που βρίσκεται μπροστά από τον ανιχνευτή και έλκει τα αρνητικά ηλεκτρόνια τα οποία μετρώνται από τους κτύπους που παράγουν στον ανιχνευτή. Η ένταση των εκπεμπόμενων ηλεκτρονίων επηρεάζεται από τα χαρακτηριστικά της μορφολογίας της επιφάνειας. Η διακύμανση στην ένταση των ηλεκτρονίων επηρεάζει τη φωτεινότητα ενός καθοδικού σωλήνα (CRT), ο οποίος σαρώνεται συγχρονισμένα με την δέσμη ηλεκτρονίων. Με αυτόν τον τρόπο παράγεται η εικόνα της επιφάνειας στην οθόνη του καθοδικού σωλήνα.

Οπισθοσκεδαζόμενα ηλεκτρόνια (Backscattered electrons / BSE)

Όταν τα ηλεκτρόνια της δέσμης με ενέργεια π.χ., 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 άτομα με μεγάλο ατομικό αριθμό) και σκεδάζονται προς οποιαδήποτε κατεύθυνση χωρίς σημαντική απώλεια της ενέργειάς τους (διατηρούν το 50 με 80% της αρχικής ενέργειας). Εκείνα τα ηλεκτρόνια που σκεδάζονται προς τα πίσω υπό γωνία 180^ο καλούνται οπισθοσκεδαζόμενα (**Backscattered Electrons, BSE**). Διαθέτουν υψηλή ενέργεια και εκπέμπονται σε μεγάλο βάθος από το δείγμα.

Το ποσοστό των ηλεκτρονίων που εκπέμπονται οπισθοσκεδαζόμενα, εξαρτάται από τον ατομικό αριθμό του ατόμου του δείγματος. Για στοιχεία με μικρό ατομικό αριθμό είναι περίπου 6% ενώ για στοιχεία με μεγάλο ατομικό αριθμό περίπου 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. Με αυτό τον τρόπο λαμβάνονται ποιοτικές πληροφορίες για την σύσταση του δείγματος. Η ανίχνευση γίνεται χρησιμοποιώντας ως ανιχνευτή τον ημιαγωγό στερεάς κατάστασης (solid state semiconductor) σχήματος δακτυλίου, ο οποίος είναι προσαρμοσμένος στα τοιχώματα της κολώνας. Μετρώνται οι κτύποι των ηλεκτρονίων στον ανιχνευτή οι οποίοι μετατρέπονται σε ένταση των ψηφίδων και εμφανίζονται στον σωλήνα σχηματίζοντας την εικόνα.

Η διακριτική ικανότητα προκύπτει από την διαφορετική κατεύθυνση των διαφόρων τμημάτων της επιφάνειας. Τα μέρη της επιφάνειας τα οποία είναι κάθετα προς τον ανιχνευτή φαίνονται πιο φωτεινά, ενώ τα μέρη τα οποία είναι παράλληλα ως προς τον ανιχνευτή φαίνονται πιο σκοτεινά. (σχήμα 9.4)

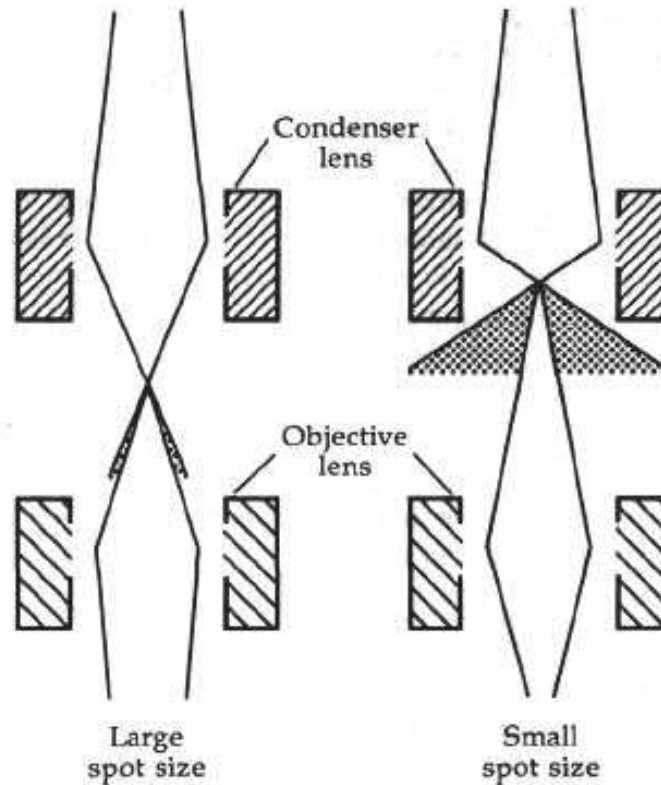


Σχήμα 9.4. Εκπομπή δευτερογενών ηλεκτρονίων αναλόγως της επιφανειακής μορφολογίας του δείγματος.

Το κενό που εφαρμόζεται στην μέθοδο της Η.Μ. Σάρωσης είναι σχετικά υψηλό (10^{-5} Torr). Αν το δείγμα δεν είναι αγώγιμο και δεν διαθέτει αρκετά ηλεκτρόνια για οπισθοσκέδαση τότε η επιφάνεια του υλικού δεν είναι καθαρή (λόγο φαινομένου συσσώρευσης φορτίου). Μεταβάλλοντας, όμως τη διεύθυνση του δείγματος σε σχέση με την θέση του ανιχνευτή, δημιουργούνται φωτεινές και σκοτεινές περιοχές, οι οποίες δίνουν τελικά τις χαρακτηριστικές τρισδιάστατες εικόνες της συγκεκριμένης τεχνικής.

Μέγεθος κουκίδας της δέσμης και ρεύμα Συγκεντρωτικών Φακών

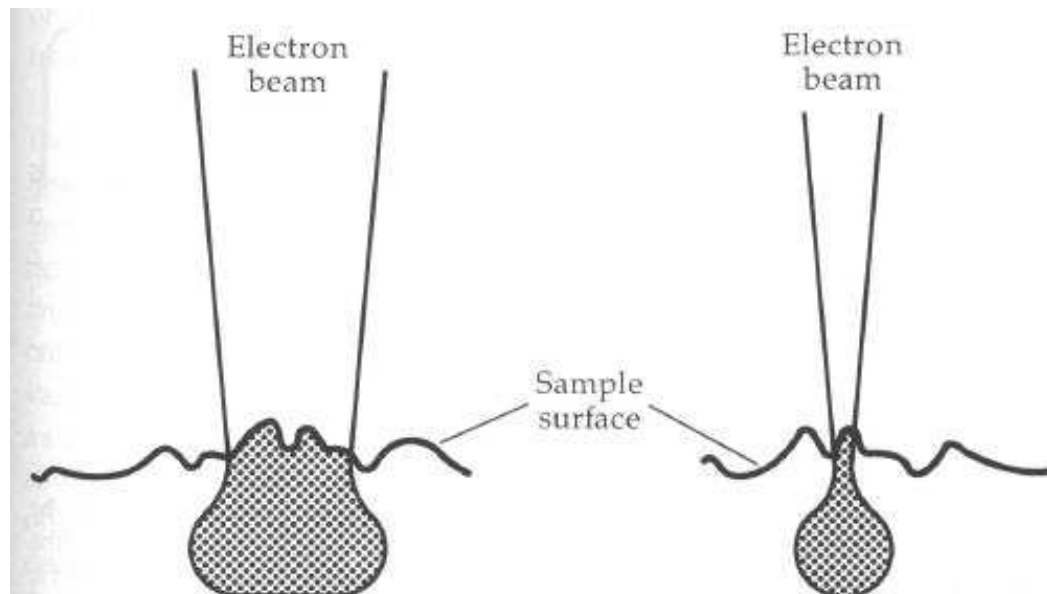
Στο σχήμα 9.5 φαίνεται ότι όταν αυξάνεται το ρεύμα στους συγκεντρωτικούς φακούς δημιουργείται μικρότερη κουκίδα. Στην περίπτωση αυτή όμως η δέσμη που φτάνει στην επιφάνεια του δείγματος είναι λιγότερο φωτεινή.



Σχήμα 9.5. Επίδραση του ρεύματος των συγκεντρωτικών φακών στο μέγεθος κουκίδας της δέσμης.

Μέγεθος κουκίδας της Δέσμης και Διακριτική Ικανότητα

Στο σχήμα 9.6 φαίνεται η εξάρτηση της Δ.Ι. με το μέγεθος κουκίδας της δέσμης. Όσο μειώνεται το μέγεθος κουκίδας (όγκος αλληλεπίδρασης) τόσο αυξάνεται η Δ.Ι..



Σχήμα 9.6. Επίδραση του μεγέθους του όγκου αλληλεπίδρασης στην Δ.Ι..

Η ευκρίνεια της Ηλεκτρονικής Μικροσκοπίας Σάρωσης φθάνει σε ατομικό επίπεδο (~ 5 nm) αλλά σε χαμηλά όρια η ευκρίνεια εξαρτάται από την φύση του υλικού και όχι από την ίδια την τεχνική. Συνήθως η μικρή ευκρίνεια είναι αποτέλεσμα παρατήρησης δείγματος με χαμηλή αγωγιμότητα που παράγει θολή και παραμορφωμένη εικόνα δείγματος.

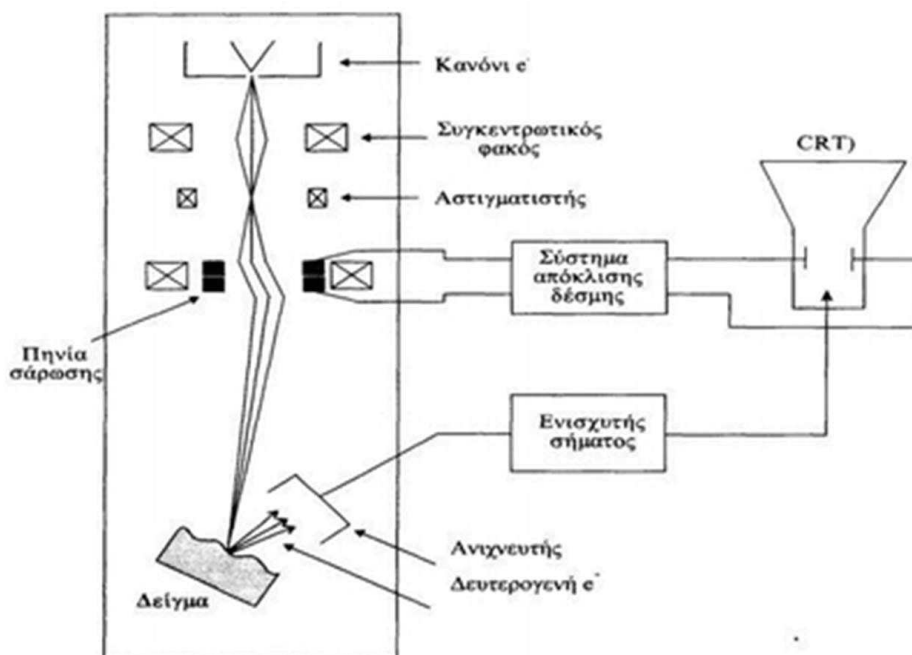
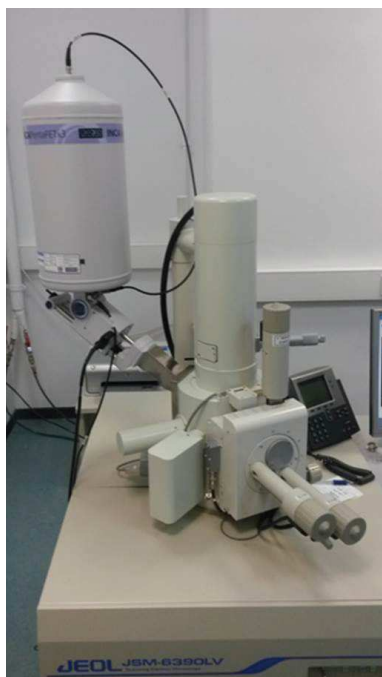
9.4 Ανατομία Η.Μ. Σάρωσης

Τα βασικά τμήματα του μικροσκοπίου αυτού εμφανίζονται στο σχήμα 9.7.

Η αρχή λειτουργίας του Η.Μ. Σάρωσης είναι συνοπτικά η ακόλουθη: αρχικά παράγεται μία **δέσμη ηλεκτρονίων** από ένα ‘πολυβόλο/κανόνι’ (gun) ηλεκτρονίων, η οποία επιταχύνεται από ηλεκτρικό πεδίο και εστιάζεται σε ένα σημείο του δείγματος με βοήθεια δύο συγκεντρωτικών φακών. Ανάμεσα στους 2 φακούς υπάρχει ένας ‘αστιγματιστής’ για τη διόρθωση του αστιγματισμού. Το σημαντικό στοιχείο είναι ότι η δέσμη μπορεί να εστιαστεί σε μια κηλίδα διαμέτρου μόνο 5-20 nm. Το όλο σύστημα βρίσκεται σε θάλαμο υπερ-υψηλού κενού που επιτυγχάνεται με την βοήθεια μιας αντλίας δευτερογενούς κενού (διαχύσεως ή τουρμπο-μοριακή) η οποία υποστηρίζεται συνήθως από μηχανική αντλία.

Στον δεύτερο συγκεντρωτικό φακό βρίσκονται δύο ζευγάρια πηνίων σάρωσης που αποκλίνουν την δέσμη ηλεκτρονίων έτσι ώστε αυτή να σαρώνει μια περιοχή στην επιφάνεια του δείγματος, με τρόπο ανάλογο με την σάρωση του ειδώλου σε μία τηλεοπτική οθόνη. Η δέσμη παράγει δευτερογενή

ηλεκτρόνια στην περιοχή του δείγματος που προσπίπτει και αυτά συλλέγονται από έναν ανιχνευτή ηλεκτρονίων, ο οποίος φέρει κατάλληλο σύστημα που μετατρέπει κάθε ηλεκτρόνιο σε φωτόνιο. Αυτά οδηγούνται σε έναν φωτοπολλαπλασιαστή, όπου και παίρνουν την μορφή ηλεκτρικών παλμών, που ενισχύονται από έναν ενισχυτή σήματος και χρησιμοποιούνται για να διαμορφώσουν την φωτεινότητα μιας λυχνίας καθοδικών ακτίνων (CRT) Το σύστημα ελέγχου της δέσμης ηλεκτρονίων στην λυχνία είναι το ίδιο με αυτό που ελέγχει τα πηνία σάρωσης στο θάλαμο του μικροσκοπίου. Με τον τρόπο αυτό κάθε σημείο του δείγματος στην περιοχή που διερευνάται αντιστοιχεί σε ένα σημείο στην λυχνία, όπως γίνεται και στην τηλεόραση.



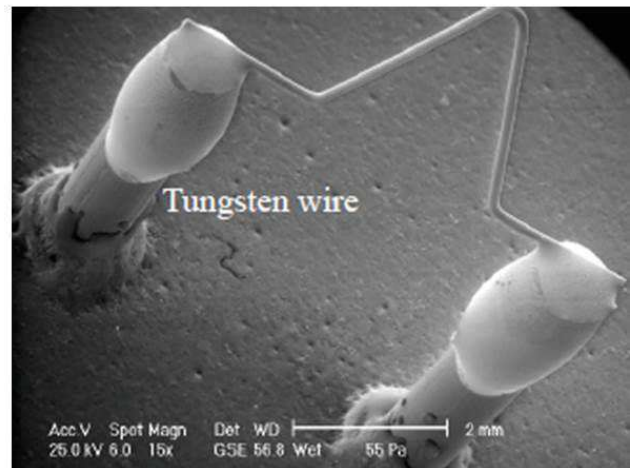
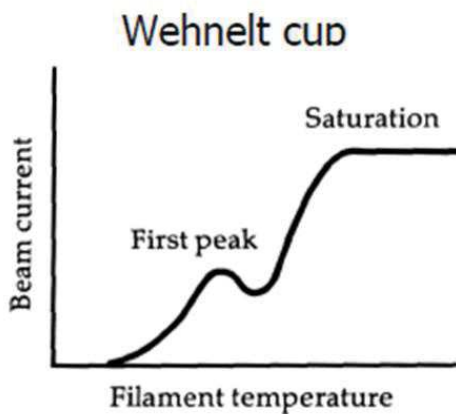
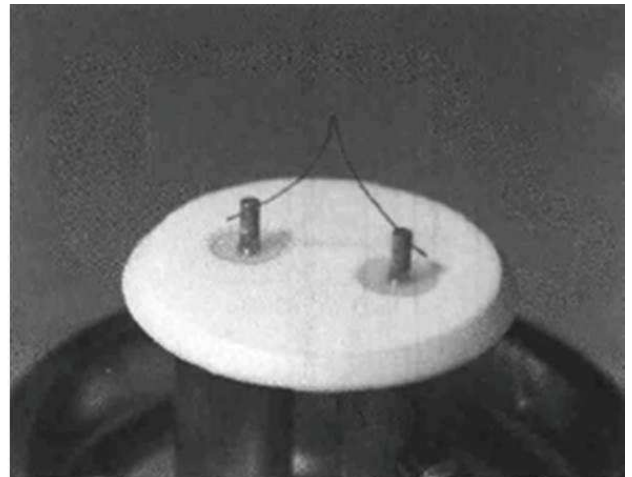
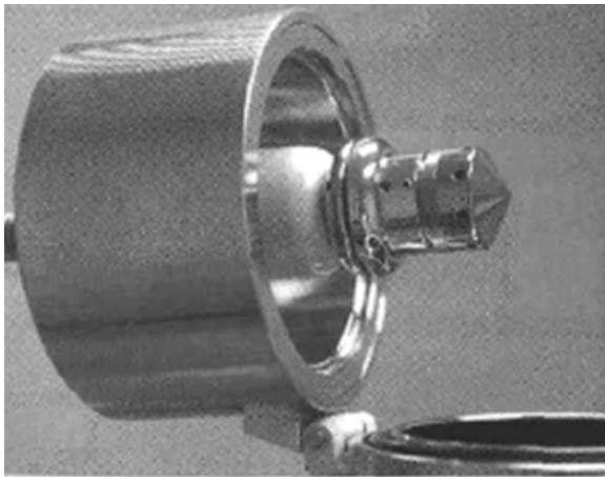
Σχήμα 9.7. Εικόνα και Ανατομία SEM.

Η φωτεινότητα καθορίζεται από την ένταση των εκπεμπόμενων δευτερογενών ηλεκτρονίων στην περιοχή του δείγματος που προσπίπτει η δέσμη των ηλεκτρονίων και καταγράφεται από τον ανιχνευτή, και επομένως από την μορφολογία της περιοχής αυτής. Έτσι τρύπες και διάφορες εσοχές της επιφάνειας εμφανίζονται μαύρες στην οθόνη, καθώς λίγα από τα δευτερογενή ηλεκτρόνια που παράγονται φτάνουν στον ανιχνευτή, ενώ αντίθετα οι εξοχές της επιφάνειας εμφανίζονται λευκές.

Πηγή Ηλεκτρονίων

Τα ηλεκτρόνια παράγονται από νήμα (συνήθως βολφραμίου) το οποίο λειτουργεί σαν κάθοδος. Μέσα από το νήμα περνάει ρεύμα (filament current). Καθώς το ρεύμα αυξάνεται, εκπέμπονται ηλεκτρόνια τα οποία κατευθύνονται προς την άνοδο στην οποία εφαρμόζεται ένα δυναμικό 1-30 KV (accelerating voltage). Η άνοδος που είναι θετική όπως και το κύκλωμα δημιουργεί ισχυρές ελκτικές δυνάμεις στα ηλεκτρόνια. Αποτέλεσμα αυτού είναι ότι η άνοδος κατευθύνει και επιταχύνει τα

ηλεκτρόνια, ελέγχει δηλαδή την ενέργειά τους. Καθώς αυξάνεται το ρεύμα του νήματος, φθάνει σε ένα σημείο που δεν εκπέμπονται πλέον άλλα ηλεκτρόνια. Αυτή η κατάσταση ονομάζεται κορεσμός του νήματος (filament saturation). Αν το ρεύμα του νήματος αυξηθεί επιπλέον, έχουμε υπερθέρμανση και εξάχνωση του βολφραμίου, δηλαδή το νήμα καίγεται. Ακόμα όμως και στο σημείο κορεσμού, μέρος του βολφραμίου εξαχνώνεται και γι' αυτό με την πάροδο του χρόνου το νήμα λεπταίνει και σπάει.



Σχήμα 9.8. Εικόνες νήματος Βολφραμίου σε σχήμα «φουρκέτας».

Ο αριθμός ηλεκτρονίων στην δέσμη ορίζεται ως το ρεύμα εκπομπής (emission current – 100 μA). Καθορίζεται από την απόσταση ανάμεσα στην άκρη του νήματος (filament tip) και του ανοίγματος που υπάρχει στο καπάκι (Wehnelt cap aperture). Όσο πιο κοντά είναι το νήμα στη έξοδο τόσο περισσότερα ηλεκτρόνια έλκονται και τόσο μεγαλύτερο γίνεται το ρεύμα εκπομπής. Τα ηλεκτρόνια επιταχύνονται από την άνοδο και περνούν μέσα από ένα ηλεκτρομαγνητικό φακό συμπύκνωσης (condenser lens) που τα μετατρέπει σε δέσμη (Στάδιο απομεγένθυσης). Η ισχύς του φακού καθορίζει την διάμετρο της δέσμης (spot size).

Σύστημα Κενού

Κατά την χρήση του SEM, η στήλη πρέπει να βρίσκεται υπό κενό για να μπορεί να παραχθεί και διατηρηθεί σταθερή η δέσμη των ηλεκτρονίων. Ειδικότερα τα ηλεκτρόνια συγκρούονται με τα μόρια του αέρα και απορροφούνται. Το κενό επιτυγχάνεται με την χρήση τουλάχιστο δύο αντλιών, όπως έχει ήδη αναφερθεί.

Σύστημα πληροφοριών

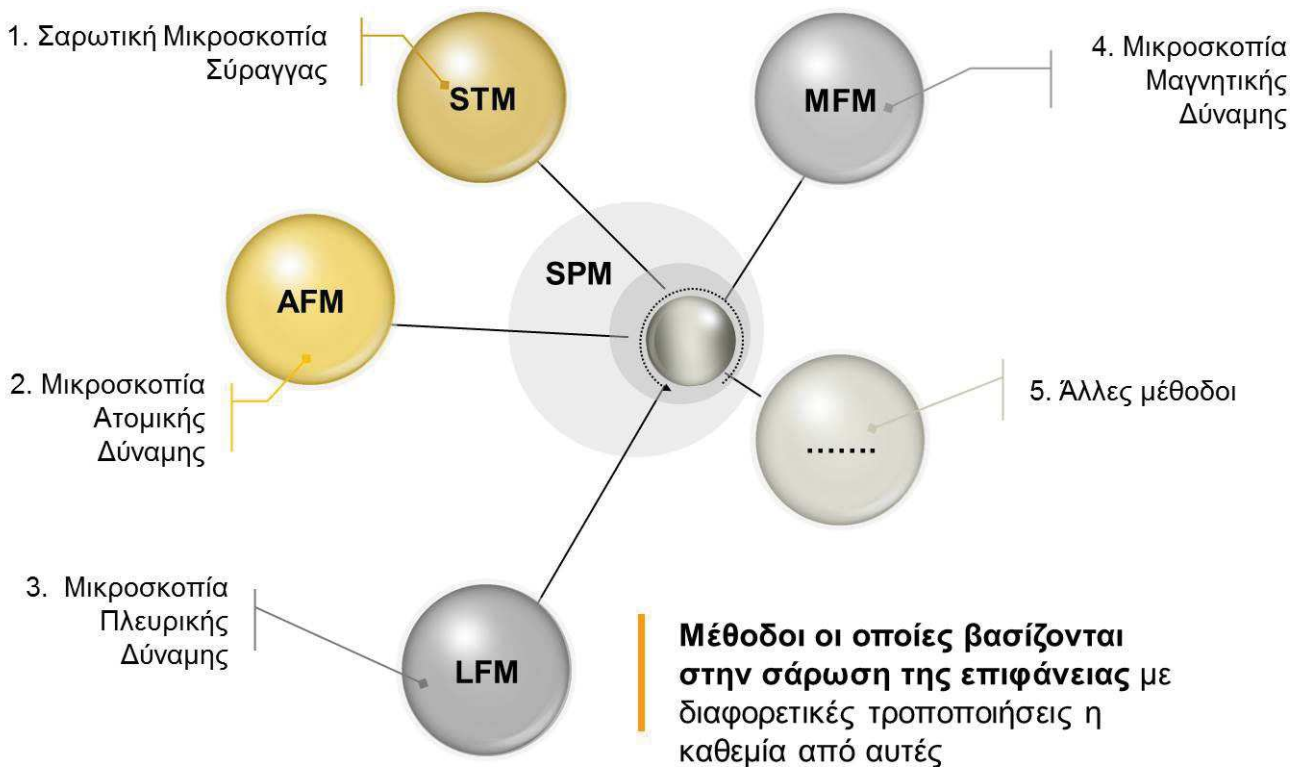
Περιλαμβάνει διαφόρους ανιχνευτές που δέχονται τα σήματα που παράγονται από την αλληλεπίδραση της δέσμης ηλεκτρονίων με το δείγμα και το σύστημα παρουσίασης (μεγέθυνση-παραούσίαση-καταγραφή). Οι ανιχνευτές που χρησιμοποιούνται συνήθως είναι ανιχνευτές δευτερογενών ηλεκτρονίων όπως ο ανιχνευτής Everhart – Thornley (ETD), ο ανιχνευτής ευρέως πεδίου (Large Field Detector, LFD), ο ανιχνευτής σε ατμοσφαιρική πίεση (Gaseous Electron Detector GED), ο ανιχνευτής διόδου στερεάς φάσης (Solid State Electron Detector, SSED) για τα οπισθοσκεδαζόμενα ηλεκτρόνια (BSE), καθώς και ο ανιχνευτής διόδου λιθίου – πυριτίου (SiLi), με τον οποίο ανιχνεύουμε ενεργειακή διασπορά ακτίνων - X (Energy Dispersive Spectrometer, EDS).

Κεφάλαιο 10^ο Σύγχρονο Μικροσκόπιο Ατομικής Δύναμης

10.1 Εισαγωγή

Δεδομένης της ανάγκης για την παροχή τρισδιάστατης εικόνας συμπαγών επιφανειών σε ατομική κλίμακα, ξεκίνησε μία προσπάθεια για την κατασκευή ενός τέτοιου οργάνου από τον Δρ. Gerd Binnig και τους συνεργάτες του στο εργαστήριο ερευνών της IBM στη Ζυρίχη της Ελβετίας. Η προσπάθεια αυτή απέφερε καρπούς το 1981 με την κατασκευή του πρώτου STM (Scanning Tunneling Microscope). Για την ανακάλυψή τους αυτή οι Binnig & Rohrer τιμήθηκαν με το βραβείο νόμπελ φυσικής το 1986 και έχει χαρακτηριστεί βάσει αριθμού αναφορών ως το τέταρτο πιο σημαντικό άρθρο Φυσικής της περιόδου 1958-2002. Ωστόσο, το STM μπορεί να χρησιμοποιηθεί μόνο για τη μελέτη επιφανειών που είναι ηλεκτρικά αγώγιμες σε κάποιο βαθμό. Βασισμένος στο σχεδιασμό του STM, ο Binnig ανέπτυξε το AFM (Atomic Force Microscopy) για να μπορεί μετρήσει όλων των ειδών τις επιφάνειες βάσει της δύναμης αλληλεπίδρασης, είτε αυτές είναι ηλεκτρικά αγώγιμες, είτε όχι. Έτσι, το AFM έχει γίνει ένα δημοφιλές μηχανήμα δημιουργίας προφίλ επιφανειών τόσο για τοπογραφικές μετρήσεις, όσο και για μέτρηση δυνάμεων στην micro – nano κλίμακα.

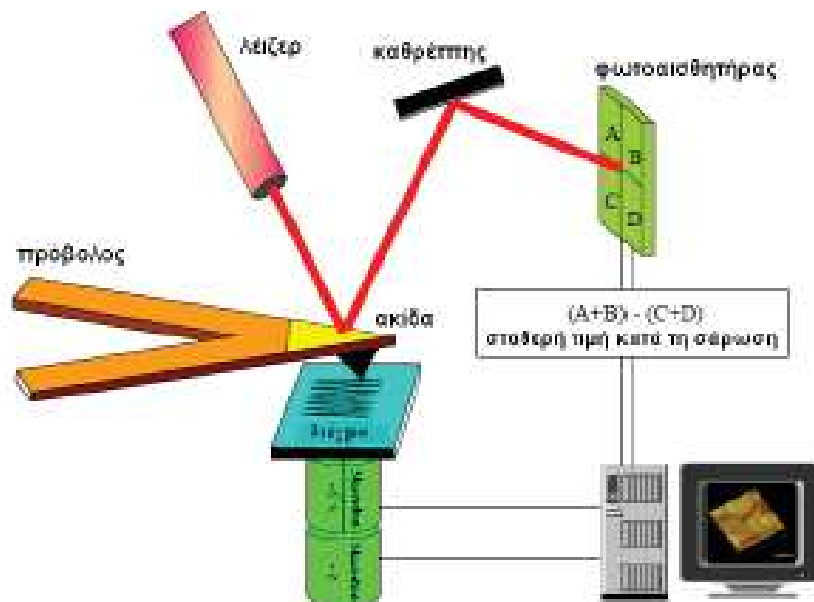
Τα STM και AFM ανήκουν στην ευρύτερη οικογένεια των SPM (Scanning Probe Microscope), ενώ τα AFM που παρέχουν τη δυνατότητα μέτρησης δύναμης ανήκουν και στην οικογένεια των SFM (Scanning Force Microscopy).



10.2 Αρχή Λειτουργίας / Ανατομία AFM

Η αρχή λειτουργίας του μοιάζει με αυτή ενός φωνογράφου. Μια αιχμηρή ακίδα στερεωμένη στην άκρη ενός μικρού προβόλου, τόσο λεπτού και εύκαμπτου ώστε να προσομοιάζει ελατήριο, σαρώνει το δείγμα, το οποίο βρίσκεται από κάτω της. Η σχετική κίνηση του δείγματος ως προς την ακίδα, στο επίπεδο xy αλλά και στον κατακόρυφο άξονα, ελέγχεται μέσω ενός σαρωτή- πιεζοκρυστάλλου (Σχήμα 10.1). Η συγκράτηση της ακίδας στην επιφάνεια κατά τη σάρωση εξασφαλίζεται μέσω των δυνάμεων, οι οποίες αναπτύσσονται όπως ηλεκτροστατικών, μαγνητικών, *van der Waals* ή άλλων, ανάλογα με τις ιδιότητες του υλικού και τον τρόπο σάρωσης, ο οποίος έχει επιλεγεί. Για τον έλεγχο της σάρωσης, μια δέσμη λέιζερ (μέγιστης ισχύος 5mW, μήκος κύματος 670nm), η οποία προσπίπτει κατακόρυφα και ανακλάται από την πίσω πλευρά του προβόλου, οδηγείται μέσω ενός κατόπτρου σε ένα διαιρεμένο σε τεταρτημόρια φωτο-αισθητήρα.

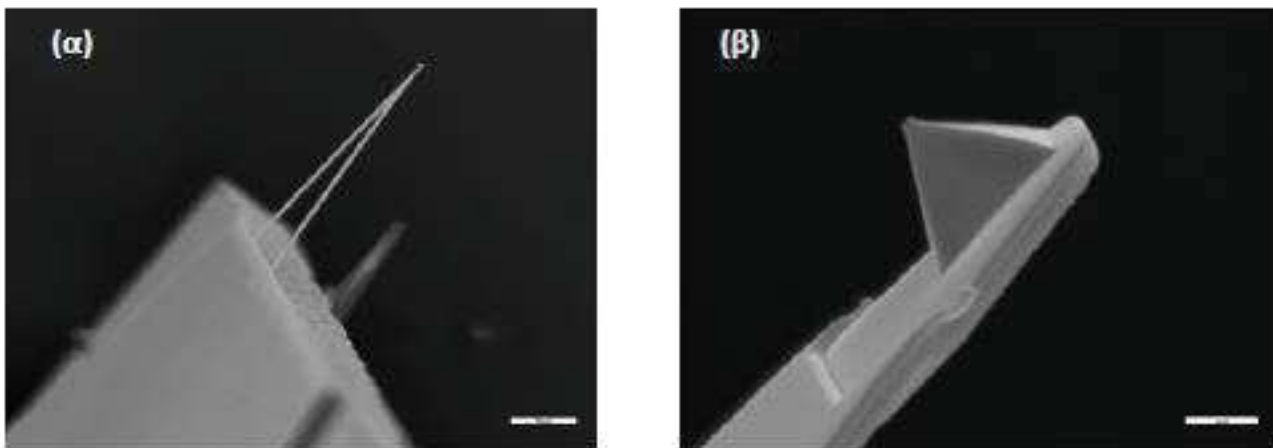
Στη θέση ηρεμίας ο πρόβολος είναι άκαμπτος και η ανακλώμενη δέσμη προσπίπτει στο κέντρο του φωτο-αισθητήρα. Καθώς όμως, η ακίδα σαρώνει την επιφάνεια ακολουθώντας την τοπογραφία της, αναγκάζεται να κάμπτεται. Η κάμψη αυτή παρακολουθείται από ένα ηλεκτρονικό σύστημα, το οποίο υπολογίζει τη διαφορά του σήματος στα αντίθετα τεταρτημόρια του φωτο-αισθητήρα και ενεργοποιεί μια διαδικασία ανάδρασης, ώστε να επαναφέρει το σήμα στην αρχική θέση και κατά συνέπεια τον πρόβολο στην κατάσταση ισορροπίας του. Κατάληξη της ανάδρασης είναι μια ηλεκτρική διέγερση προς τον πιεζοκρυστάλλο, η οποία ρυθμίζει το ύψος του και ανάλογα απομακρύνει ή προσεγγίζει το δείγμα από την ακίδα.



Σχήμα 10.1. Αναπαράσταση διάταξης AFM.

Ακίδα

Οι ακίδες του AFM έχουν μορφή τετράεδρος ή πεντάεδρος πυραμίδας (Σχήμα 9.2). Οι ακίδες όπως και οι πρόβολοι, στους οποίους στηρίζονται, κατασκευάζονται από πυρίτιο (Si) ή νιτρίδιο του πυριτίου (Si_3N_4) ανάλογα με τη χρήση για την οποία προορίζονται. Αυτές, οι οποίες χρησιμοποιούνται με την τεχνική της επαφής στον αέρα ή με οποιαδήποτε τεχνική σε υγρό, στηρίζονται σε τριγωνικό πρόβολο και κατασκευάζονται από Si_3N_4 . Όσες προορίζονται για χρήση με την τεχνική της ταλαντούμενης ακίδας στον αέρα στηρίζονται σε ένα μικρό ορθογώνιο πρόβολο και κατασκευάζονται από Si. Οι γεωμετρικές και μηχανικές ιδιότητες δύο χαρακτηριστικών τύπων ακίδας, των NP-S της Veeco-probes και των OMCL AC240TS της Olympus παρουσιάζονται στον Πίνακα 10.1. Σημειώνεται ότι κάθε τεμάχιο ακίδων NP-S φέρει τέσσερις προβόλους, καθένας από τους οποίους έχει διαφορετικά χαρακτηριστικά αλλά όμοιες ακίδες.



Σχήμα 10.2. Εικόνες Si_3N_4 ακίδων AFM από Ηλεκτρονικό Μικροσκόπιο (SEM). (α) Διακρίνονται οι τριγωνικοί πρόβολοι δυο από τις τέσσερις ακίδες, οι οποίες υπάρχουν σε κάθε φορέα/τεμάχιο. (β) Εστίαση σε μία από τις ακίδες. Διακρίνεται η πυραμοειδής μορφή της.

Πίνακας 10.1. Μηχανικά και γεωμετρικά χαρακτηριστικά δύο τύπων ακίδων AFM

| Τύπος | Υλικό ακίδας | Χρήση | Μήκος προβόλου (μm) | Πλάτος προβόλου (μm) | Σταθερά ελατηρίου (N/m) | Συχνότητα συντονισμού (kHz) | |
|--------------------------------|-------------------------|------------------------------------------------------------------------------------|---------------------|----------------------|-------------------------|-----------------------------|----|
| OMCL AC 240 TS (Olympus) | Si | Τεχνική ταλαντούμενης ακίδας στον αέρα | 240 | 30 | 2 | 70 | |
| | | | 115 | 25 | 0.58 | 57 | |
| NP-S (Veecoprobes) | Si_3N_4 | Τεχνική επαφής στον αέρα ή σε υγρό, ταλαντούμενης ακίδας σε υγρό, μέτρηση δυνάμεων | Τριγωνική πρόβολος | 196 | 41 | 0.12 | 20 |
| | | | | 115 | 17 | 0.32 | 56 |
| | | | | 196 | 23 | 0.06 | 18 |

Οι ακίδες, αν και αποτελούν το μικρότερον διαστάσεων στοιχείο ενός AFM, είναι το σημαντικότερο, αφού καθορίζουν την ανάλυση των εικόνων, οι οποίες λαμβάνονται. Σε αντίθεση με την κλασική οπτική μικροσκοπία, στην οποία η μέγιστη δυνατή ανάλυση περιορίζεται από τα φαινόμενα διάθλασης του φωτός, η ανάλυση στο AFM καθορίζεται από τις δυνατότητες των ηλεκτρονικών κυκλωμάτων και της ακίδας.

Το ενδιαφέρον για την αύξηση της ανάλυσης του AFM εστιάζεται στην κατασκευή όσο το δυνατό πιο αιχμηρών ακίδων. Για το σκοπό αυτό έχουν αναπτυχθεί δύο τεχνικές, οι οποίες σχετίζονται με τον άνθρακα. Στην πρώτη από αυτές, προσκολλούνται στην κορυφή της ακίδας νανο-σωλήνες άνθρακα, οι οποίοι εξασφαλίζουν ατομική ανάλυση χάρη στην τάξης 1nm διάμετρό τους. Με τη δεύτερη τεχνική αναπτύσσεται μια προεξοχή από άνθρακα στην κορυφή ακίδων Si₃N₄ μέσω εστίασης της δέσμης ηλεκτρονίων ενός ηλεκτρονικού μικροσκοπίου. Και οι δύο τεχνικές ωστόσο, παρουσιάζουν προβλήματα, τα οποία εμποδίζουν την εκμετάλλευσή τους για βιομηχανική παραγωγή.

Σαρωτής – Scanner

Ο σαρωτής αποτελεί το κεντρικό στοιχείο του AFM καθώς είναι αυτός, ο οποίος δημιουργεί την ελεγχόμενη επίπεδη κίνηση για τη σάρωση του δείγματος από την ακίδα. Η επίπεδη αυτή κίνηση είναι η σύνθεση μιας παλινδρομικής κίνησης στον άξονα x, ο οποίος χαρακτηρίζεται ως “γρήγορος άξονας” με μια ευθύγραμμη μετατόπιση στον άξονα y, ο οποίος χαρακτηρίζεται ως “αργός άξονας”. Ο σαρωτής παράλληλα διορθώνει τη σχετική απόσταση ακίδας-επιφάνειας στον κατακόρυφο άξονα ανάλογα με το σήμα, το οποίο λαμβάνει από το σύστημα ανάδρασης. Για να είναι εφικτός ο έλεγχος της μετατόπισης και στις τρεις διαστάσεις, ο σαρωτής κατασκευάζεται από τρεις ομάδες πιεζοκρυστάλλων, κάθε μία από τις οποίες ελέγχει τη μετατόπιση σε έναν από τους άξονες x,y,z. Όταν στις άκρες ενός πιεζοκρυστάλλου εφαρμοστεί μια διαφορά ηλεκτρικού δυναμικού, η κρυσταλλική του δομή επιμηκώνεται στη μία διεύθυνση και συστέλλεται στις άλλες. Το σύμπλεγμα των πιεζοκρυστάλλων είναι συναρμολογημένο στον κύλινδρο του σαρωτή, ο οποίος συνήθως αποτελεί τη βάση πάνω στην οποία τοποθετείται το δείγμα. Σε αυτή την περίπτωση είναι το δείγμα, το οποίο μετατοπίζεται, και η ακίδα παραμένει ακίνητη, ενώ αν ο σαρωτής καθοδηγεί την ακίδα, το δείγμα μένει ακίνητο. Από τους δύο αυτούς τρόπους διάρθρωσης του AFM, ο πρώτος προτιμάται όταν το ζητούμενο είναι η άριστη ποιότητα των εικόνων, καθώς η σχετική απόσταση ακίδας-δείγματος μετράται μέσω του προβόλου και η μετακίνησή του θα εισήγαγε θόρυβο λόγω ταλαντώσεων.

Κύκλωμα ανάδρασης

Το κύκλωμα ανάδρασης είναι αυτό, το οποίο διατηρεί την ακίδα κατά τη σάρωση σε τέτοια απόσταση από το δείγμα, ώστε να εξασφαλίζεται η επαφή τους χωρίς όμως να κινδυνεύει να

καταστραφεί η ακίδα, ενώ παράλληλα παράγει το σήμα, το οποίο χρησιμοποιείται για την ψηφιακή αναπαραγωγή της τοπογραφίας της εξεταζόμενης επιφάνειας. Αποτελείται από το φωτοαισθητήρα, στον οποίο προσπίπτει η ανακλώμενη από τον καμπτόμενο πρόβολο της ακίδας δέσμη λέιζερ και ένα σύστημα ελέγχου (controller), του οποίου τις παραμέτρους λειτουργίας ρυθμίζει ο χειριστής του μικροσκοπίου μέσω ενός ηλεκτρονικού υπολογιστή.

Ο φωτοαισθητήρας καταγράφει κατά τη σάρωση την κάμψη της ακίδας και στέλνει το πρωτογενές αυτό σήμα (σε Volts) στο σύστημα ελέγχου. Εκεί το πρωτογενές σήμα συγκρίνεται με μία τιμή αναφοράς, η οποία έχει προκαθοριστεί ως το σήμα του φωτοαισθητήρα για την ελάχιστη επαφή της ακίδας με την επιφάνεια (set point). Από τη σύγκριση αυτή προκύπτει ένα σήμα απόκλισης (error signal), το οποίο μετασχηματίζεται από το σύστημα ελέγχου σε σήμα διόρθωσης, που προσαρμόζει ανάλογα τη σχετική απόσταση δείγματος-ακίδας. Το σήμα διόρθωσης σε σχέση με το σήμα απόκλισης ρυθμίζεται από το χειριστή μέσω δύο παραμέτρων, της αναλογικής ενίσχυσης (proportional gain) και της ενίσχυσης ολοκλήρωσης (integral gain). Οι τιμές των παραμέτρων αυτών ορίζουν το μέγεθος της ενίσχυσης του σήματος απόκλισης και την ταχύτητα, με την οποία αυτό θα μετασχηματιστεί σε σήμα διόρθωσης. Έχουν ιδιαίτερη σημασία, αν αναλογιστεί κανείς ότι το σήμα διόρθωσης είναι αυτό, που ορίζει την κατακόρυφη παραμόρφωση του σαρωτή, προκειμένου να διατηρηθεί η ακίδα σε επαφή με την επιφάνεια, όταν η τελευταία παρουσιάζει βυθίσματα ή να μην προσκρούσει σε αυτή, αν έχει προεξοχές. Επιπλέον το σήμα διόρθωσης, εκφρασμένο ως υψομετρική διαφορά, αποτελεί το μέγεθος εκείνο το οποίο χρησιμοποιείται για την απεικόνιση της τοπογραφίας της επιφάνειας.

Αξίζει να σημειωθεί ότι η ταχύτητα ανάδρασης παύει σιγά-σιγά να αποτελεί περιοριστικό παράγοντα για την ταχύτητα λειτουργίας του AFM χάρη στην εξέλιξη των ηλεκτρονικών συστημάτων δειγματοληψίας και επεξεργασίας αναλογικών και ψηφιακών σημάτων. Με την κατασκευή μάλιστα κατάλληλων ακίδων, μικρή μάζας και υψηλής συχνότητας συντονισμού, οι οποίες παρουσιάζουν μεγαλύτερη σταθερότητα ταλάντωσης, το AFM υψηλών ταχυτήτων αποκτά ολοένα και περισσότερες εφαρμογές (Ando et al. 2007, Hansma et al. 2006).

Χειρισμός- έλεγχος από το χρήστη

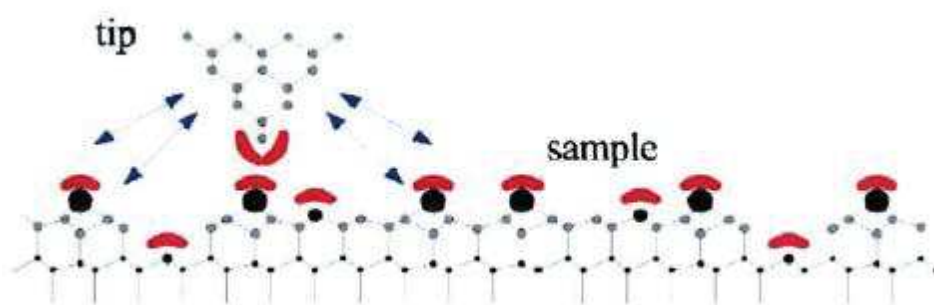
Ο χειρισμός του AFM γίνεται μέσω ενός ηλεκτρονικού υπολογιστή, στον οποίο λειτουργεί ένα λογισμικό επικοινωνίας με το σύστημα ελέγχου του μικροσκοπίου. Το λογισμικό αυτό παρέχεται από την εκάστοτε κατασκευάστρια εταιρεία, καθώς είναι σε μεγάλο βαθμό εξειδικευμένο για κάθε τύπο AFM και επιτρέπει τον ορισμό των παραμέτρων λειτουργίας του μικροσκοπίου. Καταρχάς, ο χειριστής πρέπει να προσδιορίσει στο πρόγραμμα το είδος του σαρωτή, τον οποίο χρησιμοποιεί αφού οι διαστάσεις και η ευαισθησία του τελευταίου καθορίζουν το πραγματικό μέγεθος της σάρωσης και τις διαστάσεις των τοπογραφικών χαρακτηριστικών, τα οποία εμφανίζονται στις εικόνες.

Για να αρχίσει η σάρωση του δείγματος και η λήψη της εικόνας, πρέπει η ακίδα να έρθει σε επαφή με την επιφάνεια. Αν και κάτι τέτοιο ακούγεται απλό για το μακρόκοσμο, στο νανο-επίπεδο η “επαφή” ορίζεται ως κάποια οριακή τιμή αλληλεπίδρασης του δυναμικού της ακίδας με αυτό της επιφάνειας. Συνεπώς, η διαδικασία “εμπλοκής” ακίδας-επιφάνειας στο AFM προϋποθέτει τον ορισμό από το χειριστή μιας τιμής κατωφλίου για την ασκούμενη από την επιφάνεια στην ακίδα δύναμη (set point). Καθώς το σύστημα ελέγχου διεγείρει τον πιεζοκρύσταλλο του σαρωτή, ώστε να αρχίσει να διαστέλλεται στον z άξονα, και ακίδα προσεγγίζει την επιφάνεια, η αλληλεπίδρασή τους ελέγχεται μέσω του φωτο-αισθητήρα και όταν αυτή φτάσει την προκαθορισμένη τιμή, λέγεται ότι επιτεύχθηκε εμπλοκή (engagement), οπότε αρχίζει η σάρωση. Πρέπει να τονιστεί ότι η τιμή κατωφλίου για την εμπλοκή εκφράζεται σε Volts σήματος του φωτο-αισθητήρα και ταυτίζεται με την τιμή αναφοράς για το κύκλωμα ανάδρασης. Το λογισμικό του AFM εκτός από το περιβάλλον διαχείρισης της λειτουργίας του, παρέχει τη δυνατότητα επεξεργασίας των εικόνων, οι οποίες έχουν ληφθεί.

10.3 Αλληλεπιδράσεις με την επιφάνεια

Οι δυνάμεις που υπεισέρχονται στις μετρήσεις στην μικροσκοπία ατομικών δυνάμεων μπορούν να καταταχθούν σε δύο κατηγορίες ανάλογα με την εμβέλεια και την ισχύ τους:

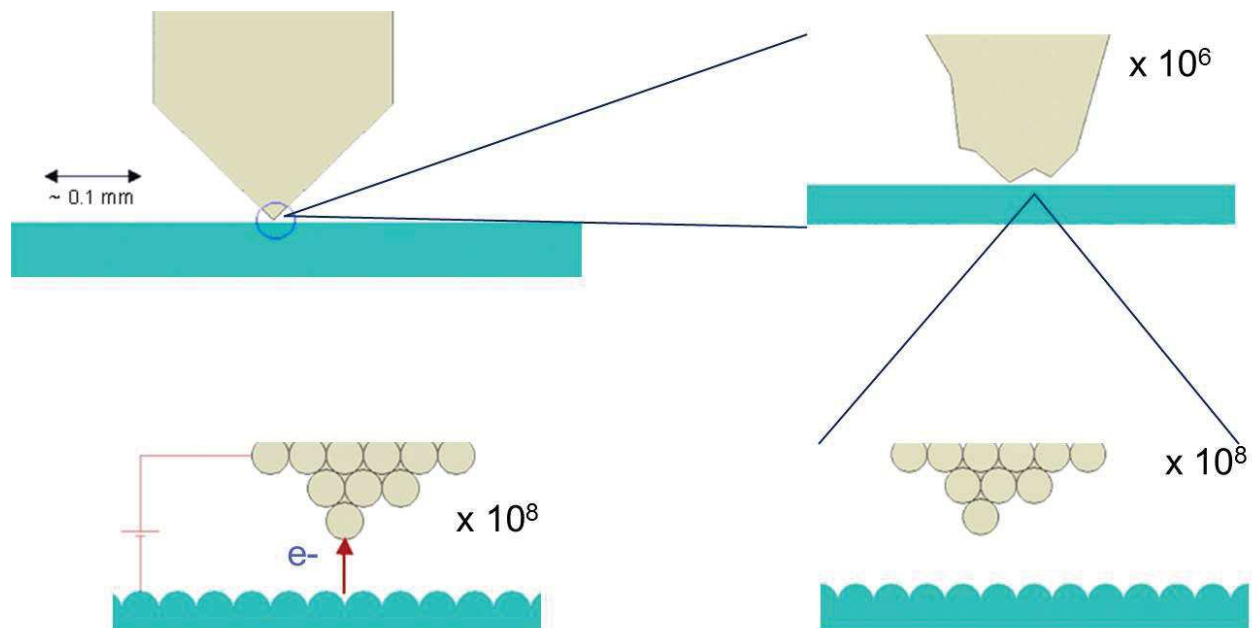
- Μικρής εμβέλειας (short range forces), οι δυνάμεις που υφίστανται όταν τα κέντρα των μορίων βρίσκονται σε απόσταση μικρότερη από 3Å.
- Μεγάλης εμβέλειας (long range forces), οι δυνάμεις που υπερισχύουν σε μεγαλύτερες διαμοριακές αποστάσεις.



Σχήμα 10.3. Ακίδα AFM κοντά στην επιφάνεια ενός δείγματος. Οι δυνάμεις μικρής εμβέλειας απεικονίζονται με κόκκινο σημάδι ως η επικάλυψη των ηλεκτρονικών νεφών και οι δυνάμεις μακράς εμβέλειας απεικονίζονται με βέλη.

Αν τα μόρια δεν έχουν την τάση να αλληλεπιδράσουν μεταξύ τους χημικά τότε οι δυνάμεις μικρής εμβέλειας είναι απωστικές και προέρχονται από τις αλληλεπιδράσεις των ηλεκτρονιακών νεφών. Αντίθετα, για μόρια που σχηματίζουν χημικούς δεσμούς οι δυνάμεις μικρής εμβέλειας είναι ελκτικές.

Στην περίπτωση του AFM, οι δυνάμεις μικρής εμβέλειας αφορούν τα μόρια της ακίδας και τα μόρια της επιφάνειας, οπότε δεν έχει νόημα ο χημικός δεσμός, συνεπώς οι δυνάμεις αυτές είναι πάντα απωστικές.



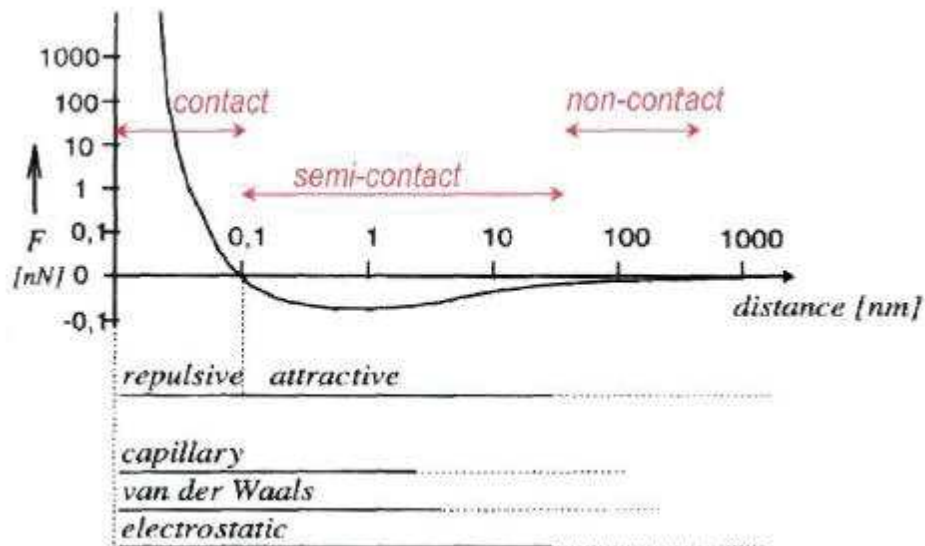
Source: http://www.chem.qmw.ac.uk/surfaces/scc/scat7_6.htm

Σχήμα 10.4. Μέγεθος ακίδας.

Οι δυνάμεις μακράς εμβέλειας, είναι ουσιαστικά οι δυνάμεις van der Waals, οι οποίες είναι πάντα ελκτικές και είναι υπεύθυνες για πολλά μακροσκοπικά φαινόμενα όπως τριβή, η πρόσφυση, η επιφανειακή τάση, το ιξώδες, κλπ.

10.4 Τρόποι Λειτουργίας του AFM

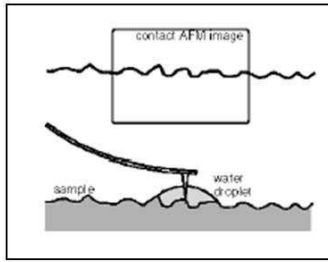
Οι δυνάμεις αλληλεπίδρασης μεταξύ της ακίδας του AFM και της επιφάνειας του υλικού συνοψίζονται στο παρακάτω διάγραμμα, μαζί με τους διαφορετικούς τρόπους σάρωσης που υποστηρίζει η μικροσκοπία ατομικών δυνάμεων. Σε μεγάλες αποστάσεις της τάξεως 10-100nm από την επιφάνεια, υπεισέρχονται οι ελκτικές δυνάμεις, υπό την επίδραση των οποίων η ακίδα έλκεται από την επιφάνεια. Σε αυτή την περιοχή το AFM λειτουργεί σε «non-contact mode» και επομένως η λειτουργία του στηρίζεται στην ανίχνευση και καταγραφή ελκτικών δυνάμεων.



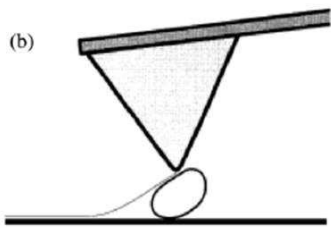
Σχήμα 10.5. Διάγραμμα της δύναμης αλληλεπίδρασης μεταξύ ακίδας –επιφάνειας συναρτήσεως της μεταξύ τους απόστασης και περιοχές λειτουργίας του AFM.

Στις πολύ κοντινές αποστάσεις, τη τάξεως μερικών \AA , υπεισέρχονται οι μικρής εμβέλειας απωστικές δυνάμεις οι οποίες τείνουν να απομακρύνουν την ακίδα από την επιφάνεια. Είναι εμφανές ότι η κλίση της καμπύλης σε αυτήν την περιοχή είναι πολύ μεγάλη, επομένως και η δύναμη πολύ ισχυρή. Αυτή είναι η περιοχή λειτουργίας του «contact mode», η οποία στηρίζεται στην ανίχνευση και καταγραφή των απωστικών δυνάμεων πάνω στην ακίδα. Τέλος, στις ενδιάμεσες αποστάσεις είναι η περιοχή λειτουργίας του «semi contact mode». Η ακίδα ταλαντώνεται μεταξύ της περιοχής που υπερिशύουν οι ελκτικές δυνάμεις (περιοχή non contact, όταν η ακίδα βρίσκεται στα ανώτερα σημεία της ταλάντωσής του) και της περιοχής που υπερिशύουν οι απωστικές δυνάμεις (περιοχή contact mode, όταν η ακίδα βρίσκεται στα κατώτερα σημεία της ταλάντωσής του η ακόμη και σε επαφή με την επιφάνεια).

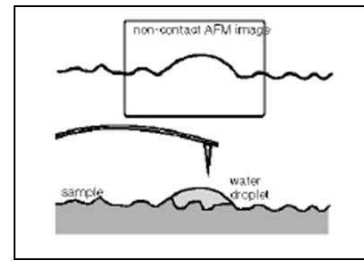
**Τρόπος Λειτουργίας με επαφή
Contact mode**



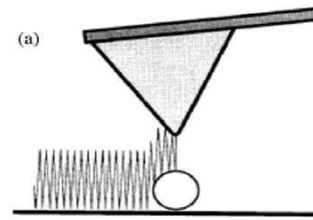
Η ακίδα έρχεται σε επαφή με την επιφάνεια κατά την διάρκεια της σάρωσης



**Τρόπος Λειτουργίας χωρίς επαφή
Non Contact mode**



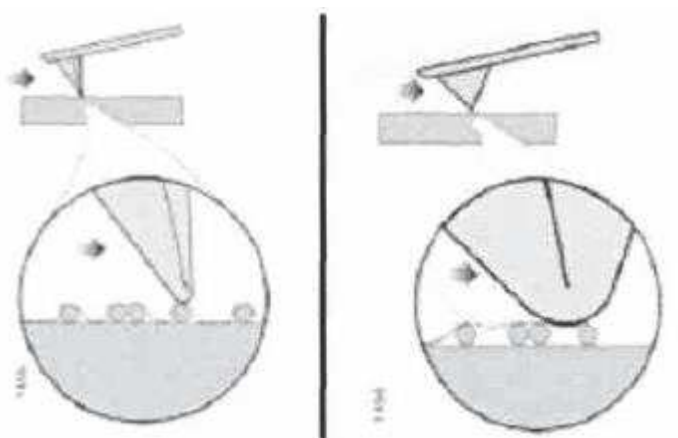
Η ακίδα ταλαντεύεται επάνω στην επιφάνεια χωρίς να την αγγίζει



Σχήμα 10.6. Τρόποι Λειτουργίας AFM.

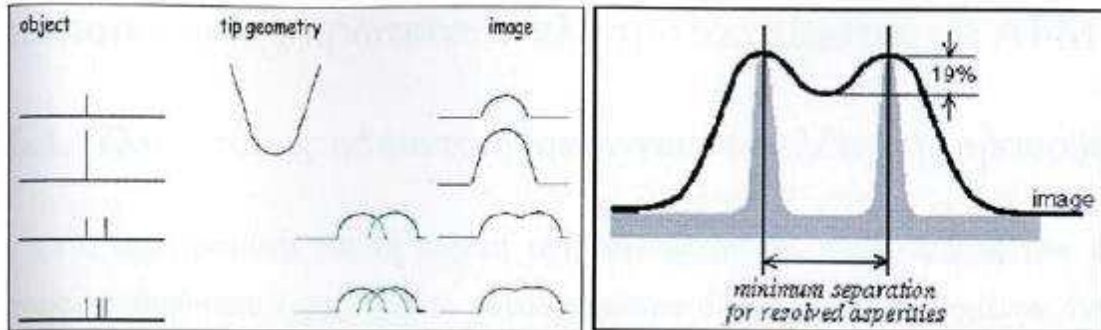
10.5 Γεωμετρία ακίδας και μορφολογία επιφάνειας

Η ακίδα με την οποία σαρώνεται το δείγμα δεν χαρακτηρίζεται από απειροστή οξύτητα, αλλά έχει μια πεπερασμένη ακτίνα καμπυλότητας. Έτσι, η τελική εικόνα της μορφολογίας της επιφάνειας είναι στην πραγματικότητα ένας «συνδυασμός» του σχήματος της ακίδας και των αντικειμένων της επιφάνειας. Όσο μικρότερη είναι η ακτίνα τόσο μικρότερα επιφανειακά χαρακτηριστικά μπορούν να διακριθούν.



Σχήμα 10.7. Διαφορετική απεικόνιση της ίδιας επιφάνειας ανάλογα με την καμπυλότητα της ακίδας.

Επίσης, αν υπάρχουν οξεία επιφανειακά χαρακτηριστικά πιο οξεία από το γωνιακό άνοιγμα της ακίδας, τότε το τελικό αποτέλεσμα είναι στην ουσία η απεικόνιση της ακίδας και όχι των μορφολογικών χαρακτηριστικών.



Σχήμα 10.8. Η Δ.Ι. περιορίζεται από την πεπερασμένη καμπυλότητα της αιχμής της ακίδας.

Τελικώς η Δ.Ι. ενός AFM καθορίζεται από τους ακόλουθους παράγοντες:

- Ευαισθησία των ηλεκτρονικών κυκλωμάτων και κυρίως του συστήματος ανάδρασης
- Ικανότητα του πιεζοκρυστάλλου να συστέλλεται και να διαστέλλεται κατά πολύ μικρά ποσά ώστε να μετακινεί την ακίδα (ή το δείγμα) σε πολύ μικρά βήματα (steps)
- Η ακίδα να μην είναι φθαρμένη, να έχει μικρή ακτίνα καμπυλότητας και μικρή γωνία αιχμής, για να αποφεύγεται το φαινόμενο συσσώρευσης (convolution effect) αλλά και για να διακρίνει απότομες αλλαγές στην κλίση των επιφανειακών χαρακτηριστικών του δείγματος.

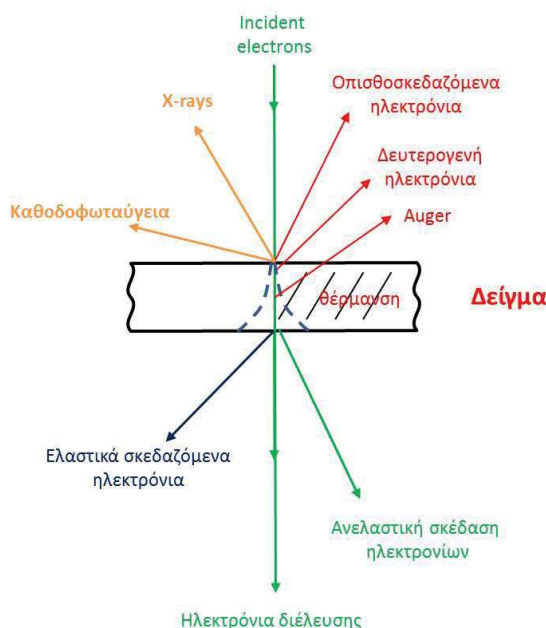
Κεφάλαιο 11^ο Εισαγωγή στην Μικροανάλυση Ακτίνων - X

11.1 Μικροανάλυση Ακτίνων - X

11.1.1 Τι είναι η μικροανάλυση

Το Η.Μ. μας δίνει την δυνατότητα χαρακτηρισμού δειγμάτων με διάφορες τεχνικές ανάλυσης (Πίνακας 11.1). Τα σήματα που παράγονται είτε από τον άμεσο βομβαρδισμό των ηλεκτρονίων, είτε από την αλληλεπίδραση με διάφορες βοηθητικές πηγές διέγερσης (π.χ. δέσμη ιόντων, ακτίνες X και μονοχρωματικές δέσμες laser) μπορούμε να τα συλλέξουμε με κατάλληλους ανιχνευτές ώστε να πάρουμε πληροφορίες για τη δομή διαφόρων δειγμάτων. Επειδή όμως μία και μόνο τεχνική δεν μπορεί να δώσει ένα πλήρη χαρακτηρισμό ενός δείγματος γι' αυτό χρησιμοποιείται ένας συνδυασμός οργάνων που θα δώσει μια ολοκληρωμένη εικόνα μικροανάλυσης.

Είναι γνωστό ότι για όλα τα Η.Μ. το γεγονός ότι μπορούμε να πάρουμε μία εικόνα ενός δείγματος ή και άλλες πληροφορίες οφείλεται στα φαινόμενα που ακολουθούν την αλληλεπίδραση μιας δέσμης ηλεκτρονίων με την ύλη. Η αλληλεπίδραση ηλεκτρονίων – δείγματος παρέχει συχνά άλλους τύπους ηλεκτρονίων ως και ηλεκτρομαγνητικών κυμάτων (όπως ακτίνες X) σαν αποτέλεσμα ελαστικών ή ανελαστικών σκεδάσεων (σχήμα 11.1)



Σχήμα 11.1. Σχηματική αναπαράσταση κύριων αλληλεπιδράσεων της δέσμης ηλεκτρονίων με ένα στερεό δείγμα.

Αξίζει να σημειώσουμε ότι η διάμετρος του όγκου αλληλεπίδρασης είναι συνήθως πολύ μεγαλύτερη απ'ο τή διάμετρο της δέσμης εξαιτίας της διάχυσης των ηλεκτρονίων που προσπίπτουν στο δείγμα. Αυτό το γεγονός είναι εντονότερο φυσικά στα ογκώδη δείγματα σε σχέση με τα λεπτά.

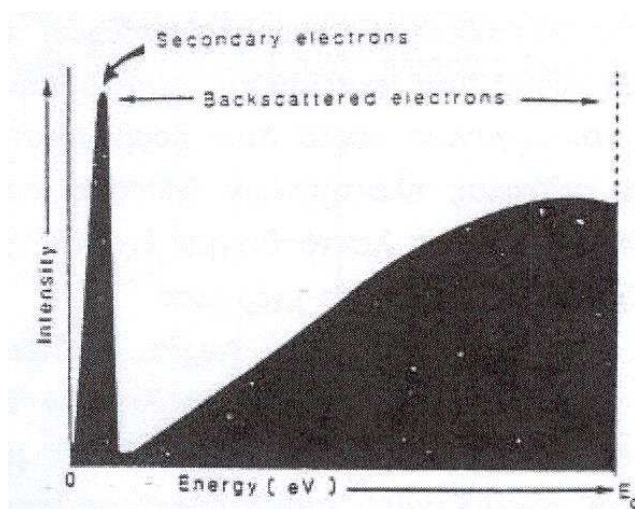
Table 1. Summary of some of the characteristics of electron probe microanalysis techniques (Data derived mainly from Newbury, 1979; Emswiler and Venables, 1979)

| Conditions measured | X-ray analysis | | Auger electron spectroscopy | Cathodoluminescence | Electron energy loss spectroscopy |
|-----------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-------------------------------------------------------------------------|---------------------------------------|---------------------------------------|------------------------------|-------------------------------------|
| | Elements $Z > 4$ (WDS) $Z > 11$ (EDS) $Z > 5$ (windowless EDS) | Elements $Z > 3$ | | | |
| Typical detectability limits (a) Minimum sample vol. (mm^3) (b) Mass (g) (c) Conc. (p.p.m.) | 10^6 10^{-10} 350 (EDS) ^a 100 (WDS) | 4×10^6 10^{-10} 1000 | — — 1–1000 (varies strongly) | 10^3 10^{-10} 1000 | — — — |
| Spatial resolution (nm) | > 10 | ≤ 30 | 1 μm | ≤ 10 | 5 specimen thickness 100 = 20 |
| Depth resolution (nm) | 500 | 0.5–2 | 1 μm | — | — |
| Relative quantitative accuracy (%) | 1–5 ($Z > 11$; LAF) | 10–25 | 10 | — | $< 10^{-1}$ |
| Vacuum requirements (Pa) | $< 10^{-3}$ | $< 10^{-4}$ | $< 10^{-1}$ | — | $< 10^{-1}$ |
| Special sample requirements | — | Usually surface cleaning required | — | — | Thin film |

^aThis quoted value is both pessimistic and misleading, since the detectable limit actually varies with X-ray energy and with certain analytical circumstances. For example, Kirk, Dörge and Thurn (1982) claimed the following detectable limits:
 Sodium: 10–15 $\text{nm}^3 \text{kg}^{-1}$ dry weight (i.e. 230–350 μg) = 7–3 $\text{nm}^3 \text{kg}^{-1}$ wet weight.
 Calcium: 5 $\text{nm}^3 \text{kg}^{-1}$ dry weight (220 μg) = 1 $\text{nm}^3 \text{kg}^{-1}$ wet weight, and in the presence of 600 $\text{nm}^3 \text{kg}^{-1}$ dry weight of potassium. [N.B. the potassium K α peak overlaps the calcium K α peak].
 Potassium: $< 5 \text{ nm}^3 \text{kg}^{-1}$ dry weight.

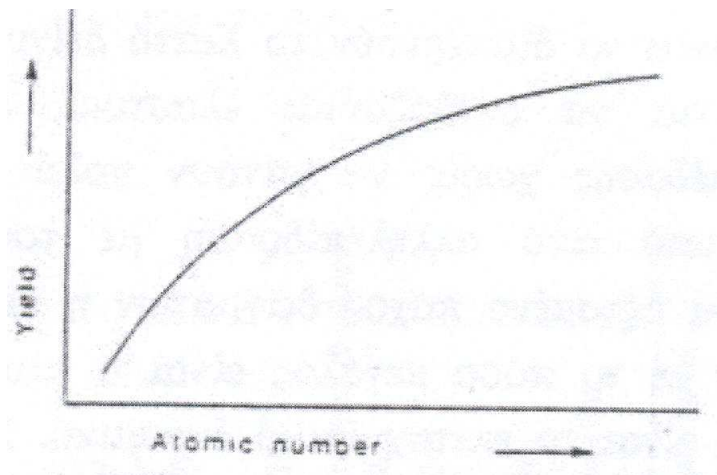
Ως αποτέλεσμα της αλληλεπίδρασης ηλεκτρονίων δείγματος έχουμε:

1. Ηλεκτρόνια να διαπερνούν το λεπτό δείγμα χωρίς να σκεδαστούν
2. Ηλεκτρόνια να σκεδάζονται ελαστικά, δηλ. αλλάζουν κατεύθυνση με μεγάλη γωνία σκέδασης χωρίς να χάνουν πολύ από την κινητική τους ενέργεια (περίπου 1eV) μετά από αλληλεπίδραση με τους πυρήνες των ατόμων του δείγματος. Για ένα ορισμένο πάχος δειγμάτων η πιθανότητα ελαστικών σκεδάσεων έχει άμεση σχέση με το πόσο μεγάλος είναι ο ατομικός αριθμός της ύλης καθώς και πόσο χαμηλό είναι το επιταχυντικό δυναμικό. Συνεπώς οι ελαστικές σκεδάσεις είναι αυτές που κύρια καθορίζουν το σχήμα του όγκου αλληλεπίδρασης.
3. Ηλεκτρόνια να σκεδάζονται ανελαστικά, δηλαδή αλληλεπιδρούν με τα τροχιακά ηλεκτρόνια των ατόμων καθώς και με τους πυρήνες τους χάνοντας σημαντικό ποσό από την κινητική τους ενέργεια, που μεταφέρεται στο δείγμα. Αυτά τα γεγονότα δίνουν σαν αποτέλεσμα (α) τον ιονισμό των ατόμων που παράγουν χαρακτηριστικές ακτίνες X και ηλεκτρόνια Auger και (β) το συνεχές φάσμα ακτινοβολίας-X (bremsstrahlung). Οι ανελαστικές σκεδάσεις προσδιορίζουν κύρια το μέγεθος του όγκου αλληλεπίδρασης.
4. Τα δευτερογενή ηλεκτρόνια που βγαίνουν, από το δείγμα με ενέργειες λιγότερες από 50eV (σχήμα 11.2) παράγονται από την αλληλεπίδραση της αρχικής δέσμης ηλεκτρονίων (και οπισθοσκεδαζόμενων ηλεκτρονίων) με τα ηλεκτρόνια αγωγιμότητας των ατόμων. Δίνουν σημαντικές πληροφορίες για την τοπογραφία του δείγματος επειδή βγαίνουν από ένα βάθος $\sim 100\text{\AA}$ από την επιφάνεια και ο αριθμός τους εξαρτάται έντονα από τη γωνία που σχηματίζει η δέσμη των ηλεκτρονίων (e^-) με την επιφάνεια του δείγματος.



Σχήμα 11.2. Σχηματική αναπαράσταση της κατανομής ενέργειας των εκπεμπόμενων ηλεκτρονίων.

5. Τα οπισθοσκεδαζόμενα ηλεκτρόνια είναι πρωτογενή ηλεκτρόνια που σκεδάστηκαν ελαστικά με μεγάλη γωνία. Ο αριθμός τους έχει έντονη εξάρτηση από τον ατομικό αριθμό (Σχήμα 11.3) για αυτό και δίνει σημαντικές πληροφορίες για την στοιχειακή δομή του δείγματος.



Σχήμα 11.3. Ποσοστό των οπισθοσκεδαζόμενων ηλεκτρονίων σαν συνάρτηση του ατομικού αριθμού των στοιχείων του δείγματος.

6. Ηλεκτρόνια Auger (οζέ) e^- : Οι ηλεκτρονικές μεταβάσεις σε ένα ιονισμένο άτομο μπορούν να οδηγήσουν είτε στην εκπομπή ακτίνων X είτε στην εκτόξευση Auger e^- από το άτομο. Ειδικά στα ελαφρά στοιχεία ένα μέρος των ακτίνων X που δημιουργήθηκαν ξεφεύγουν από το άτομο, ενώ ένα άλλο μέρος απορροφάται από ηλεκτρόνια που βρίσκονται στην εξωτερική στοιβάδα, τα οποία εκπέμπονται σαν Auger e^- αυτά τα ηλεκτρόνια είναι φυσικό να φέρουν χαρακτηριστικές ενέργειες για κάθε άτομο. Ακόμη η πιθανότητα εκπομπής Auger e^- μεγαλώνει όσο μικραίνει ο ατομικός αριθμός Z των στοιχείων. Το βάθος από το οποίο βγαίνουν είναι πολύ μικρό της τάξεως των 10 Å από την επιφάνεια και αυτό γιατί έχουν μεγάλη πιθανότητα ανελαστικών σκεδάσεων δηλ. απώλεια της ενέργειάς τους. Η φασματοσκοπία Auger e^- λοιπόν, είναι πολύ χρήσιμη για ανάλυση ελαφρών στοιχείων στα στρώματα επιφανείας των χονδρών δειγμάτων. Αυτή όμως η τεχνική απαιτεί πολύ καθαρές επιφάνειες και αρκετά καλό κενό (ultra high vacuum, UHV).
7. Φθορισμός καθόδου (cathodoluminescence) είναι η ακτινοβολία από το ορατό έως το υπεριώδες που εκπέμπεται από ορισμένα υλικά όπως μονωτές, ημιαγωγούς ακόμη και οργανικά μόρια όταν βομβαρδιστούν με ηλεκτρόνια.
8. Απώλεια ενέργειας ηλεκτρονίων (electron energy loss) αναφέρεται στα ηλεκτρόνια που διαπερνούν ένα λεπτό δείγμα έχοντας χάσει χαρακτηριστικά ποσά (άμεση σχέση με Z) της αρχικής τους ενέργειας. Αντίθετα με την φασματοσκοπία Auger, η electron energy loss μέθοδος ανιχνεύει στοιχεία σε όλο το βάθος αρκετά λεπτών δειγμάτων. Ο αριθμός των ηλεκτρονίων που έχουν χάσει ενέργεια μεταβάλλεται με το πάχος του δείγματος και αυτή η τεχνική ονομάζεται standardless με την έννοια του ότι μετράει απόλυτα την ποσότητα ελαφρών στοιχείων μέσα στην

ακτινοβολημένη περιοχή. Η electron energy loss φασματοσκοπία είναι αρκετά ενδιαφέρουσα γιατί μπορεί να ανιχνεύει ελαφρά στοιχεία σε αντίθεση με την EDX με παράθυρο Be.

9. Ηλεκτρομαγνητική ακτινοβολία ακτίνων X.

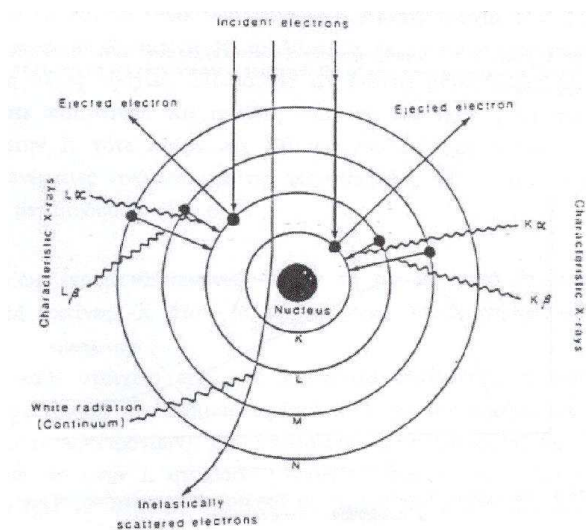
11.1.2 Σημαντικές αρχές για την μικροανάλυση ακτίνων X

1. Η φασματοσκοπία ακτίνων X ανιχνεύει στοιχεία η τεχνική δεν είναι ικανή να κάνει διάκριση μεταξύ ιοντικών και μη ιοντικών ομάδων
2. Επειδή τα ηλεκτρόνια και οι ακτίνες X απορροφούνται σημαντικά από τα μόρια του αέρα, όλα τα δείγματα αναλύονται κάτω από σχετικά υψηλό κενό.
3. Τα στοιχεία ανιχνεύονται και μετριοούνται επι τόπου (in situ) με διακριτική ικανότητα από 10 nm έως μερικά μm. Χημικές διεργασίες μπορεί να δημιουργηθούν κατά την έκθεση της δέσμης κάτω από ορισμένες συνθήκες.
4. Επειδή οι ακτίνες X είναι αποτέλεσμα μεταπτώσεων e⁻ που βρίσκονται στις εσωτερικές στοιβάδες των ατόμων και δεν έχουν καμία σχέση με χημικούς δεσμούς η ανίχνευση με ακτίνες X είναι ανεξάρτητη από τη χημική κατάσταση των στοιχείων.
5. Το όριο ανίχνευσης για WDS είναι Z=3 ενώ της EDS (EDX) όταν χρησιμοποιείται με παράθυρο Be το όριο είναι Z=11
6. Η τεχνική θεωρείται μη καταστρεπτική για τα δείγματα προς ανάλυση.
7. Η μέθοδος μπορεί να είναι ποσοτική

11.2 Παραγωγή Ακτίνων X

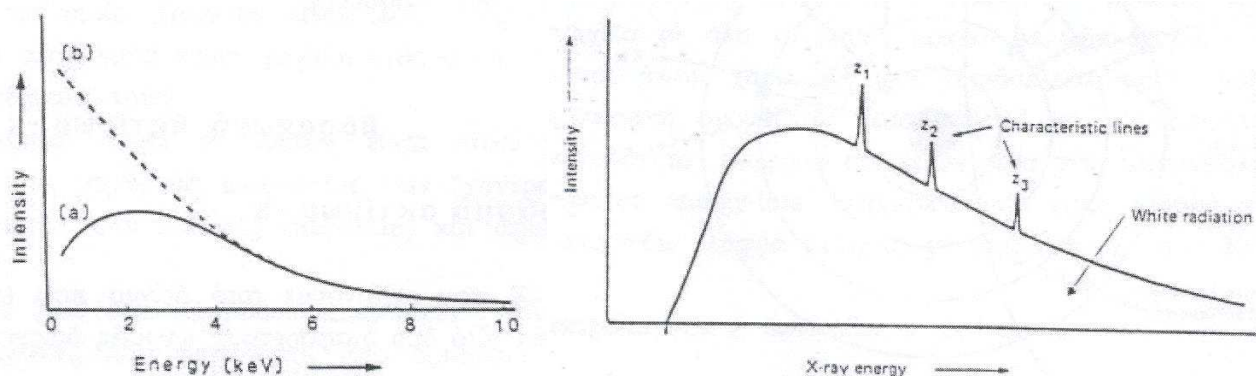
11.2.1 Συνεχές φάσμα ακτίνων X

Οι ακτίνες X που παίρνουμε από δείγμα που έχει ακτινοβοληθεί με e⁻ δημιουργούνται μετά από δύο διαφορετικές φυσικές διεργασίες σχήμα 11.4.



Σχήμα 11.4. Σχηματική παραγωγή ακτίνων-X.

- Οι χαρακτηριστικές ακτίνες-X δημιουργούνται κατά την αλληλεπίδραση των πρωτογενών e⁻ με τα τροχιακά ηλεκτρόνια ενός ατόμου
- Συνεχές φάσμα ή λευκή ακτινοβολία ή bremsstrahlung (ακτινοβολία πέδησης) δημιουργείται όταν ένα πρωτογενές ηλεκτρόνιο περνά κοντά από το ηλεκτροστατικό πεδίο του ατομικού πυρήνα. Τότε αυτό σκεδάζεται ανελαστικά αφήνοντας έτσι ένα μέρος της χαμένης κινητικής ενέργειας του σαν ένα φωτόνιο ακτίνων X. Στην πλειοψηφία αυτών των κρούσεων η χαμένη ενέργεια είναι συνήθως λιγότερο από 1keV παρόλο που η κατανομή των ενεργειών που έχουμε από ένα δείγμα ξεκινάει από το μηδέν και φτάνει την ενέργεια των πρωτογενών ηλεκτρονίων. Για αυτό άλλωστε και η ακτινοβολία αυτή ονομάζεται **συνεχής**. Η συνεχής ακτινοβολία είναι υπεύθυνη για το σήμα υποβάθρου (background) / θορύβου κάτω από τις χαρακτηριστικές κορυφές ακτίνων X σε ένα συνηθισμένο φάσμα. Συνεχής ακτινοβολία χαμηλής ενέργειας απορροφάται μέσα στο ίδιο το δείγμα αλλά και στο παράθυρο του EDS ανιχνευτή έτσι ώστε το σήμα της έντασης σε αυτή την περιοχή ενεργειών να είναι χαμηλό. (Σχήμα 11.5α, β)



Σχήμα 11.5. α) Σήμα υποβάθρου και β) Χαρακτηριστικές ακτίνες-X πάνω από το σήμα υποβάθρου.

Τέλος η θεωρία της συνεχούς ακτινοβολίας μας δίνει τις εξής χρήσιμες βασικές αρχές:

- Η ένταση της χαρακτηριστικής ακτινοβολίας ενός στοιχείου χ είναι ανάλογη με τον αριθμό των ατόμων του χ μέσα στην ακτινοβολούμενη περιοχή. Ενώ η ένταση της συνεχούς ακτινοβολίας είναι ανάλογη με τον συνολικό αριθμό όλων των ατόμων δηλ. την ολική μάζα, μέσα στην ακτινοβολούμενη περιοχή.
- Η ένταση της συνεχούς ακτινοβολίας είναι αντιστρόφως ανάλογη με το επιταχυντικό δυναμικό

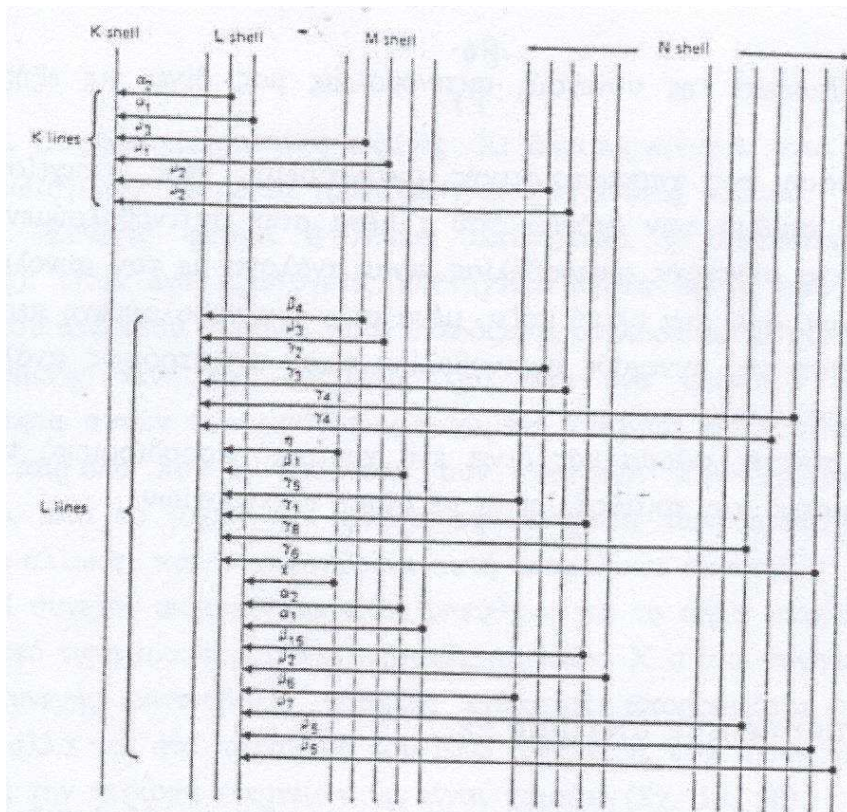
Έτσι το συνεχές φάσμα μας δίνει ένα χονδρικό προσδιορισμό της τοπικής μάζας του δείγματος που ακτινοβολείται με δέσμη ηλεκτρονίων.

11.2.2 Χαρακτηριστικές ακτίνες X

Όταν ένα πρωτογενές ηλεκτρόνιο μεγάλης ταχύτητας αλληλεπιδράσει με ένα άτομο στοιχείου του δείγματος και ειδικότερα με ένα εσωτερικής τροχιάς ηλεκτρόνιο ατόμου τότε μπορεί αυτό το ηλεκτρόνιο

(του δείγματος) να μεταπηδήσει σε υψηλότερες στάθμες ενέργειας ή ακόμα και να εκτοπιστεί τελείως από το άτομο. Σε αυτή την περίπτωση όμως έχουμε ένα διεγερμένο άτομο (ή ιονισμένο) το οποίο θα επανέλθει στην θεμελιώδη του κατάσταση καλύπτοντας το κενό του ηλεκτρονίου από ένα άλλο ηλεκτρόνιο υψηλότερης τροχιακής ενέργειας εκπέμποντας ένα φωτόνιο ακτίνων X ή ένα Auger ηλεκτρόνιο.

Η ενέργεια των φωτονίων είναι η διαφορά των ενεργειών των δύο τροχιακών που πήραν μέρος στις μεταπηδήσεις, που είναι χαρακτηριστική για κάθε στοιχείο. Αν το αρχικό κενό δημιουργήθηκε στην K τροχιά τότε οι ακτίνες X που παίρνουμε είναι οι K ακτίνες-X, και αν έχουμε μεταπήδηση από την L στοιβάδα στην K τότε παίρνουμε K_{α} ακτίνες-X, ενώ αν έχουμε μεταπήδηση από την M στοιβάδα στην K τότε παίρνουμε K_{β} ακτίνες-X. Ακόμη μπορεί να έχουμε και $K_{\alpha 1}$, $K_{\alpha 2}$, $K_{\beta 1}$, $K_{\beta 2}$,..... χαρακτηριστικές ανάλογα με τις υποστοιβάδες των στοιβάδων που παίρνουν μέρος στις μεταπηδήσεις (σχήμα 11.6)



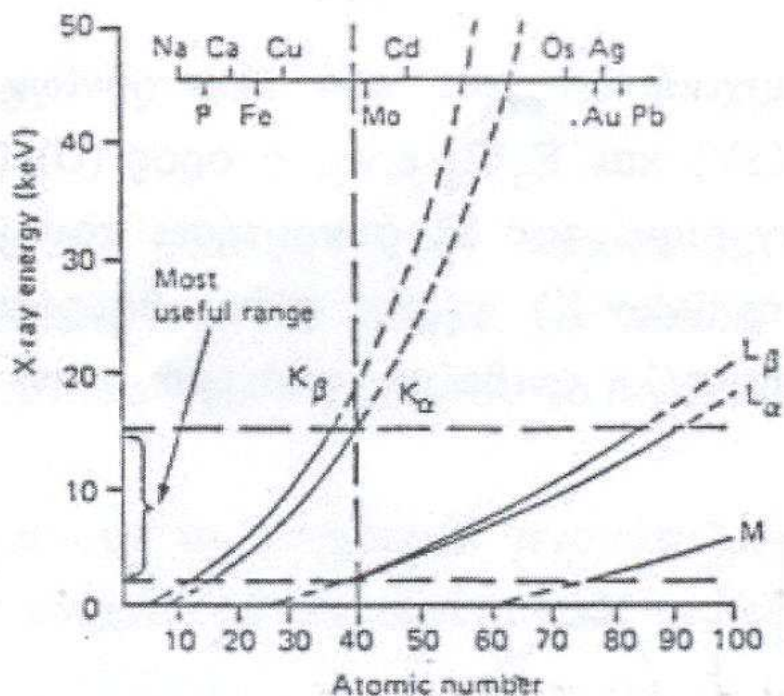
Σχήμα 11.6. Εκπομπή ακτίνων-X που παράγονται από μεταπτώσεις ηλεκτρονίων μεταξύ τροχιακών.

Ομοίως, έχουμε L ακτίνες-X αν το αρχικό κενό δημιουργήθηκε στην L στοιβάδα, M ακτίνες-X όταν το αρχικό κενό δημιουργήθηκε στην M στοιβάδα κ.ο.κ.. Έτσι, κάθε στοιχείο έχει μία οικογένεια ακτίνων -X, η πολυπλοκότητα της οποίας εξαρτάται από τον ατομικό αριθμό (δηλαδή από τον αριθμό και την ταξινόμηση των τροχιακών ηλεκτρονίων). Για παράδειγμα ο άνθρακας C ($Z=6$) με $2e^-$ στην K στοιβάδα και $4e^-$ στην L στοιβάδα μπορεί να δώσει μόνο K_{α} ακτίνες-X. Το Na ($Z=11$) έχει $1e^-$ στην M στοιβάδα έτσι ώστε να δώσει K_{α} και K_{β} ακτίνες-X. Επιπρόσθετα η ενεργειακή διαφορά μεταξύ των στοιβάδων N και M είναι μικρότερη από αυτή των M και L στοιβάδων, που με την σειρά της είναι μικρότερη με την

ενεργειακή διαφορά των L και K στοιβάδων. Για αυτό για ένα συγκεκριμένο στοιχείο, η M ακτινοβολία έχει χαμηλότερη ενέργεια από την L, η οποία έχει μικρότερη ενέργεια από την K ακτινοβολία, ενώ το φάσμα ακτίνων-X γίνεται πολυπλοκότερο καθώς αυξάνεται ο ατομικός αριθμός, κάθε στοιχείο δίνει ένα συγκεκριμένο φάσμα που το χαρακτηρίζει.

11.2.3 Παραγωγή ακτίνων –X

Ένα σημείο που πρέπει να επισημανθεί είναι ότι για να παραχθούν ακτίνες –X θα πρέπει η αρχική ενέργεια των πρωτογενών e- να είναι μεγαλύτερη από την μικρότερη κρίσιμη ενέργεια ιονισμού (E_c), έτσι ώστε να υπάρξει ιονισμός. Επειδή η ενέργεια κάθε στοιβάδας και υποστοιβάδας είναι συγκεκριμένη και μοναδική για κάθε άτομο, κάθε στοιβάδα και υποστοιβάδα απαιτεί διαφορετική κρίσιμη ενέργεια ιονισμού. (Σχήμα 11.7)



Σχήμα 11.7. Χαρακτηριστικές ακτίνες-X ανα ατομικό αριθμό.

Από το ίδιο σχήμα βλέπουμε ότι η ενέργεια ιονισμού είναι μεγαλύτερη για τα K e- από ότι για τα L e- και ακόμη ότι μεγαλώνει αναλόγως με τον ατομικό αριθμό (Z). Η πιθανότητα εκπομπής ακτίνων –X κατά την διάρκεια ακτινοβόλησης ηλεκτρονίων είναι ίση με το αποτέλεσμα των πιθανοτήτων

1. Του ιονισμού των εσωτερικών τροχιακών
2. Της παραγωγής ακτίνων –X από καθορισμένες μεταπηδήσεις στο άτομο. Η πιο χρήσιμη περιοχή ανίχνευσης κυμαίνεται από 2-15 KeV.

11.2.3.1 Ενεργός διατομή ιονισμού (Q)

Ο συντελεστής ιονισμού μιας εσωτερικής στοιβάδας σε ένα άτομο από ένα προσπίπτον ηλεκτρόνιο είναι γνωστός σαν ενεργός διατομή ιονισμού. Είναι συνάρτηση της ενέργειας των προσπιπτόντων ηλεκτρονίων (E_0) και της κρίσιμης ενέργειας ιονισμού (E_c) της συγκεκριμένης στοιβάδας του στοιχείου που μας ενδιαφέρει.

Σε ένα λεπτό στρώμα ενός καθαρού (pure) στοιχείου, ο μέσος αριθμός ιονισμών (n , ιονισμός/ηλεκτρόνιο) που συμβαίνουν από ένα ηλεκτρόνιο καθώς περνά μέσα από αυτό το στρώμα πάχους $\Delta\chi$ (cm) δίνεται από την σχέση

$$n = Q \frac{N\rho}{A} \Delta\chi$$

Όπου Q είναι η ενεργός διατομή ιονισμού [ιονισμοί / ηλεκτρόνιο (cm^2/atom)]

N ο αριθμός avogadro (atoms/mole),

ρ είναι η πυκνότητα (g/cm^3) και

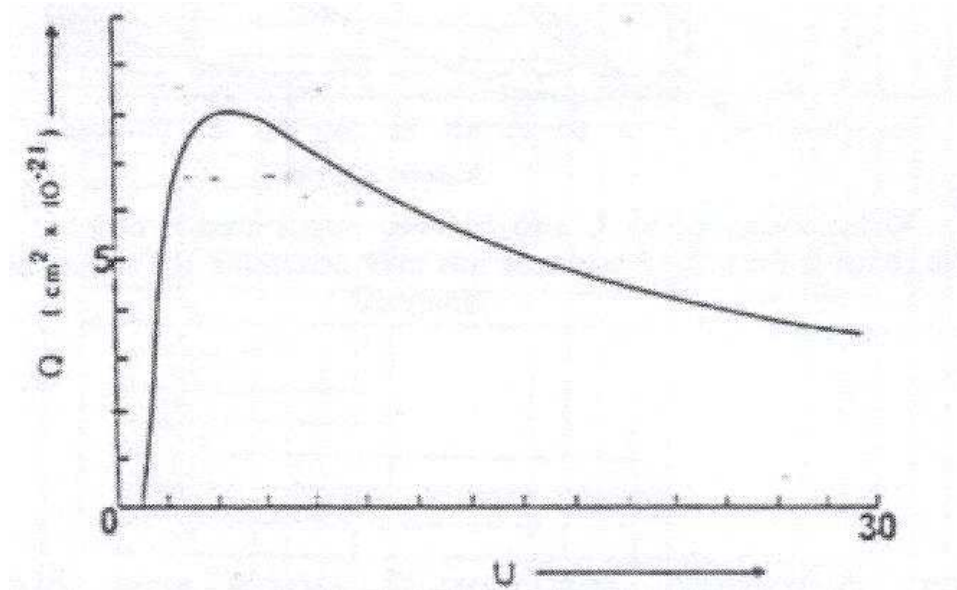
A είναι το ατομικό βάρος του στοιχείου.

Έτσι ο όρος $\frac{N\rho}{A}$ είναι ο αριθμός των ατόμων στην μονάδα του όγκου. Το Q εκφράζεται ως εξής:

$$Q = \frac{7.92 \times 10^{-14}}{E_0 E_c} \ln(E_0 / E_c)$$

Όπου E_0 είναι η αρχική ενέργεια των ηλεκτρονίων (KV), E_c είναι η κρίσιμη ενέργεια ιονισμού (KeV) και E_0/E_c είναι ο όρος (U) (overvoltage).

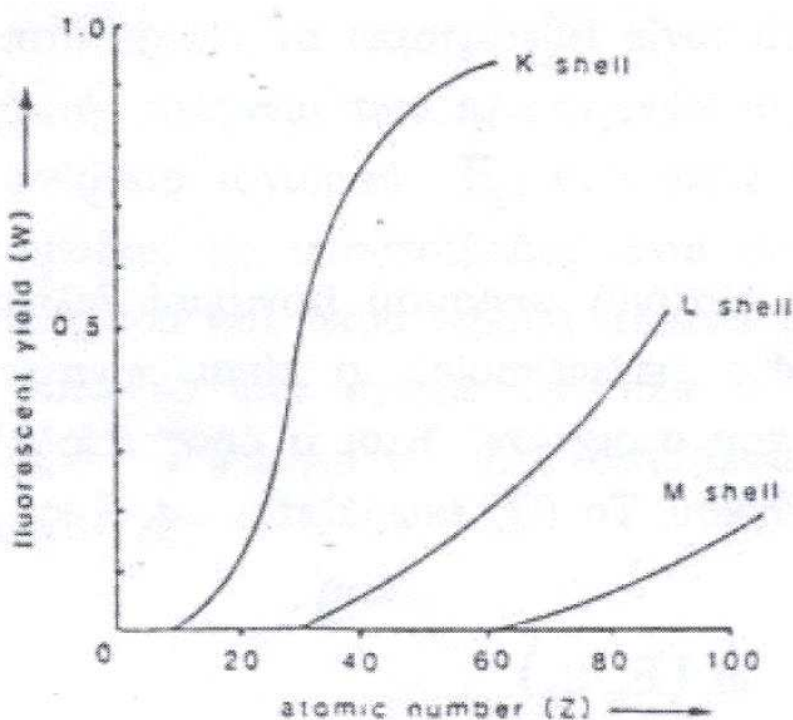
Αν πάρουμε το διάγραμμα Q συναρτήσει του U θα δούμε ότι το Q (και συνεπώς η ένταση ακτίνων -X) φθάνει σε ένα θεωρητικό μέγιστο γύρω στο $U=3$ ($E_0 > 2.7 E_c$) ενώ η καμπύλη ανεβαίνει απότομα στην περιοχή χαμηλών τιμών του U (σχήμα 11.8)



Σχήμα 11.8. Συνάρτηση $Q=f(U)$.

11.2.3.2 Πιθανότητα εκπομπής ακτίνων –X

Μόνο μερικοί ιονισμοί των εσωτερικών στοιβάδων θα έχουν σαν τελικό αποτέλεσμα την εκπομπή ακτίνων –X. Η ενέργεια που απελευθερώνεται κατά την διάρκεια μεταπήδησεων μπορεί ακόμη να συμβάλει στο να εκδιωχθεί ένα ηλεκτρόνιο από την εξωτερική τροχιά του ατόμου σαν Auger e-. Η πιθανότητα παραγωγής χαρακτηριστικής ακτίνας –X από μία μεταπήδηση ονομάζεται συντελεστής φθορισμού W (fluorescence yield). Ο συντελεστής (W) έχει έντονη εξάρτηση από τον ατομικό αριθμό του στοιχείου (σχήμα 11.9).



Σχήμα 11.9. Σνάρτηση $W = f(Z)$.

Η ένταση των χαρακτηριστικών ακτίνων –X που εκπέμπονται εξαρτάται από το αποτέλεσμα της ενεργούς διατομής (Q) και του συντελεστή φθορισμού (W). Για ένα βαρύ στοιχείο πρακτικά η ένταση της κορυφής L-line είναι μεγαλύτερη από την ένταση της κορυφής K-line.

11.2.4 Πάχος δειγμάτων

Ένα δείγμα λέγεται λεπτό στην περίπτωση που τα προσπίπτοντα ηλεκτρόνια της δέσμης διαπερνούν το δείγμα με κάποια απώλεια της ενέργειάς τους. Ακόμη οι ακτίνες –X που δημιουργούνται θα πρέπει να απορροφώνται κατά ένα μηδαμινό ποσοστό.

Όταν λοιπόν συμβαίνουν τα παραπάνω γεγονότα μπορούμε να δώσουμε την έκφραση των ανιχνευόμενων ακτίνων –X ως εξής

$$I \propto i \times Q \times n \times W$$

Δηλαδή, η ένταση των ακτίνων $-X$ (I) από ένα ακτινοβολούμενο δείγμα είναι ανάλογη του αριθμού των ατόμων (n) στην μονάδα περιοχής του λεπτού δείγματος, την ενεργό διατομή (Q), τον συντελεστή φθορισμού (W) και το ρεύμα της δέσμης (i).

Στην μικροανάλυση ακτίνων $-X$ αυτό που ενδιαφέρει άμεσα δεν είναι το ακριβές πάχος του δείγματος αλλά η μάζα μέσα στην οποία ταξιδεύουν τα ηλεκτρόνια και οι ακτίνες $-X$.

Όσον αφορά τώρα την ένταση των ακτίνων $-X$ σε χοντρά δείγματα αυτή εξαρτάται από τρεις παράγοντες:

1. Την αρχική ένταση (I_0) ακτίνων $-X$ που παράγονται μέσα στο δείγμα
2. Την απορρόφηση αυτής της αρχικής έντασης (I_0)
3. Και την δευτερογενή παραγωγή άλλων ακτίνων $-X$

Αυτοί άλλωστε οι παράγοντες συνθέτουν την διόρθωση ZAF- γνωστή μέθοδο στην μικροανάλυση για το ποσοτικό προσδιορισμό στοιχείων. (Z = atomic number, A = Absorption, F = fluorescence correction factors)

Μόνο που οι τιμές αυτών των παραγόντων διόρθωσης, εξαρτώνται από την σύσταση (ποσοτική) του δείγματος που είναι άγνωστη!! Αυτό που γίνεται τελικά είναι μία επαναλαμβανόμενη διαδικασία προσδιορισμού των παραγόντων διόρθωσης εως ότου συγκλίσουνε στην υπολογισμένη πια ποσοτική σύνθεση του δείγματος.

11.2.4.1 Διόρθωση ατομικού αριθμού (Z)

Η διόρθωση ατομικού αριθμού συνδυάζει δύο γεγονότα τα οποία εξαρτώνται από το μέσο ατομικό αριθμό του δείγματος. Το ένα έχει σχέση με τα οπισθοσκεδαζόμενα ηλεκτρόνια της δέσμης που βγαίνουν από την επιφάνεια ενός χοντρού δείγματος ενώ το άλλο έχει σχέση με την ενέργεια πέδησης (stopping power) της μάζας του.

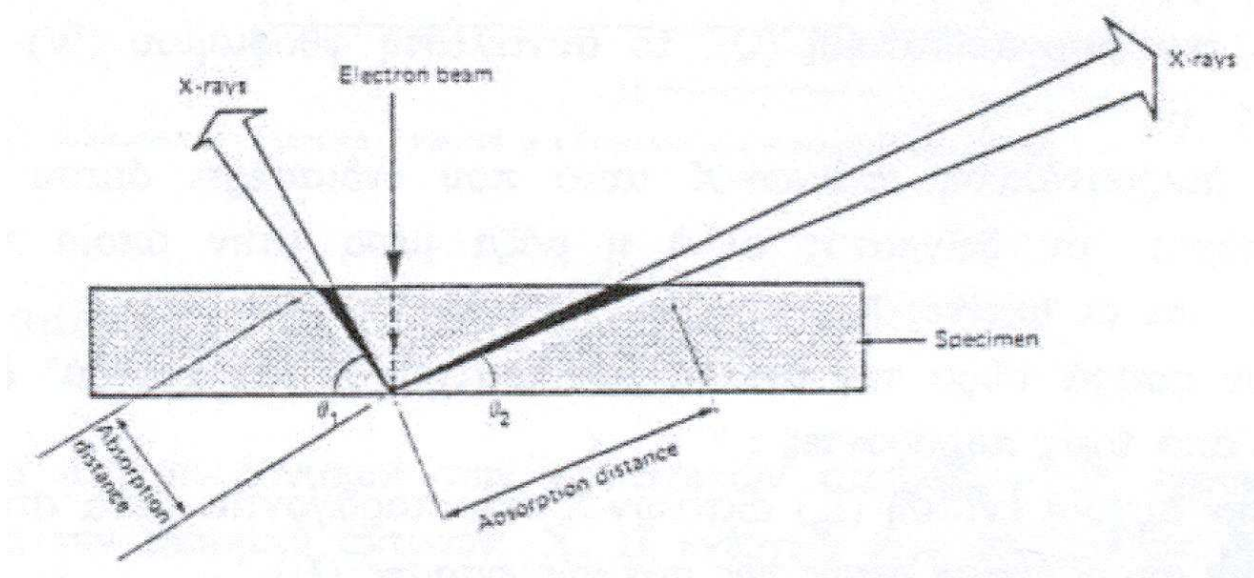
Η ενέργεια πέδησης είναι πολύ σημαντική για την ποσοτική μικροανάλυση γιατί μας δίνει έμμεσα χοντρικώς απάντηση στην ερώτηση πόσες ακτίνες $-X$ μπορούν να παραχθούν έως ότου τα e^- της δέσμης σταματήσουν να ταξιδεύουν μέσα στο δείγμα ($E=0$).

11.2.4.2 Απορρόφηση αρχικών ακτίνων $-X$ (A)

Οι ακτίνες $-X$ που δημιουργούνται σε μια περιοχή του δείγματος ταξιδεύοντας μέσα στο δείγμα απορροφώνται εκθετικά με την απόσταση. Ο βαθμός απορρόφησης στο δείγμα προσδιορίζεται από τον νόμο του Beer.

$$\frac{I_t}{I_0} = \exp(-\mu_m \times \rho \times t)$$

Όπου I_0 αρχική ένταση ακτίνων –X και I_t τελική ένταση ακτίνων –X που διαπερνούν το δείγμα, ρ η πυκνότητα του δείγματος (g/cm^3) μm ο συντελεστής απορρόφησης και t το μήκος της διαδρομής απορρόφησης (cm) (σχήμα 11.10).



Σχήμα 11.10. Απορρόφηση συναρτήση της διαδρομής εξόδου.

11.2.4.3 Δευτερογενώς παραγόμενες ακτίνες –X (φθορισμός F)

Οι αρχικώς παραγόμενες ακτίνες –X περνώντας μέσα από το δείγμα απορροφώνται σημαντικά αν η ενέργειά τους είναι ελαφρώς μεγαλύτερη από την κρίσιμη ενέργεια ιονισμού ενός στοιχείου μέσα στο δείγμα. Τότε οι αρχικές ακτίνες –X παράγουν δευτερογενείς ακτίνες –X μικρότερης ενέργειας. Το φαινόμενο λέγεται **δευτερογενής φθορισμός (secondary fluorescence)**.

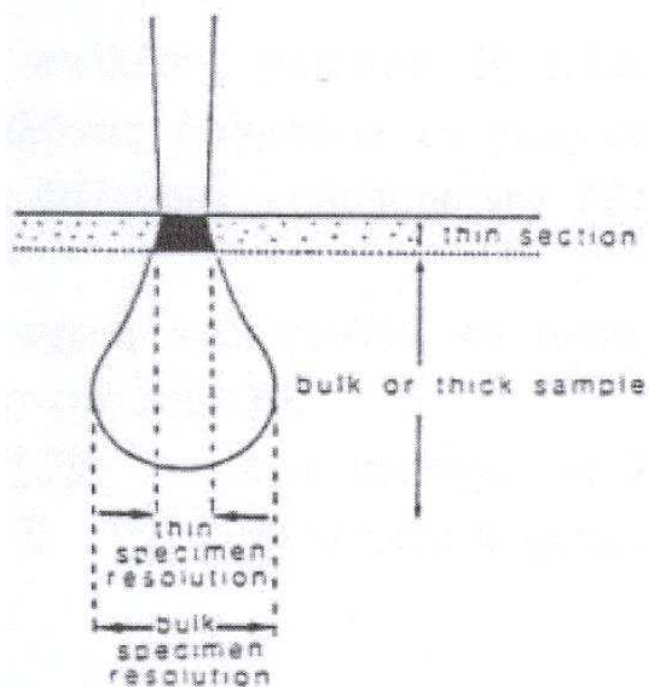
Αυτό το γεγονός είναι πολύ σημαντικό σε χοντρά δείγματα όπου η συγκέντρωση του απορροφώντος στοιχείου είναι μικρή και του φθορίζοντος στοιχείου μεγάλη: π.χ. το γεγονός φθορισμού είναι σημαντικό σε ένα κράμα Fe 1wt% Cr, ενώ δεν είναι τόσο σε κράμα Fe 25% Cr. Στα λεπτά δείγματα αυτή η διόρθωση είναι πολύ μικρή γιατί είναι εξίσου μικρή η πιθανότητα αλληλεπίδρασης των αρχικώς παραγόμενων ακτίνων –X με το δείγμα.

11.2.4.4 Χωρική διακριτική ικανότητα

Η χωρική διακριτική ικανότητα σε ένα χοντρό δείγμα σαν έννοια αφορά τον όγκο μέσα στον οποίο τα πρωτογενή ηλεκτρόνια διαχέονται. Το σχήμα 11.11 δείχνει ακριβώς τι είναι αυτή η διακριτική ικανότητα τόσο σε χοντρά όσο και σε λεπτά δείγματα. Μόνο που στα λεπτά δείγματα η χωρική διακριτική ικανότητα ταυτίζεται με την διαπλάτυνση της δέσμης (b) η οποία υπολογίζεται από την σχέση:

$$b \sim 6.25 \times 10^2 \times \frac{Z}{E_0} \left(\frac{\rho}{A} \right)^{1/2} t^{3/2}$$

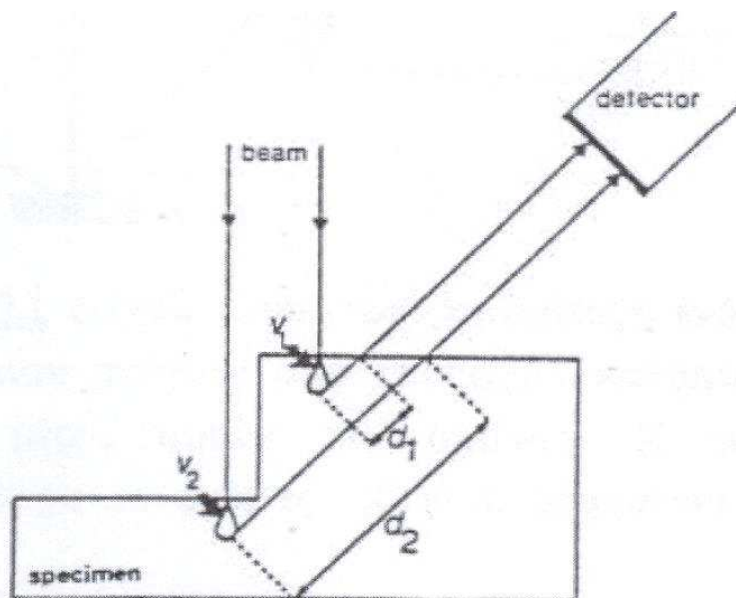
t =πάχος σε cm



Σχήμα 11.11. Χωρική κατανομή σκεδάσεων σε παχύ δείγμα.

11.2.5 Τοπογραφία του δείγματος και ανίχνευση ακτίνων –X

Τα χοντρά δείγματα μπορεί να έχουν ανώμαλη επιφάνεια τότε όμως θα υπάρχουν και διαφορές στους δρόμους (στα μήκη) μεταφοράς σημάτων από το δείγμα στον ανιχνευτή από μικροπεριοχή σε μικροπεριοχή (σχήμα 11.12).



Σχήμα 11.12. Επίδραση της τοπογραφίας στο πλήθος συλλογής ακτίνων-X.

μπορεί τελικά να είναι δύσκολο να κάνουμε τις διορθώσεις απορρόφησης ή φθορισμού και να καταλήξουμε σε κάποια έγκυρη ποσοτική απάντηση. Ακόμη και σε μία απλή ποσοτική απάντηση μικροανάλυσης, οι ανώμαλες επιφάνειες του δείγματος μπορεί να δημιουργήσουν προβλήματα.

Στα λεπτά δείγματα η τοπογραφία δεν επηρεάζει σημαντικά.

Κεφάλαιο 12^ο Ανίχνευση Ακτίνων - X

Υπάρχουν δύο συγκεκριμένες μέθοδοι για την συλλογή και το μέτρημα των ακτίνων –X που βγαίνουν από ένα δείγμα, που ακτινοβολείται με ηλεκτρόνια.

1. *Wavelength – dispersive analysis (WDS)* είναι η πιο παλιά μέθοδος
2. *Energy – dispersive analysis (EDS)* είναι ευρέως διαδεδομένη και σημαντικά τελειοποιημένη.

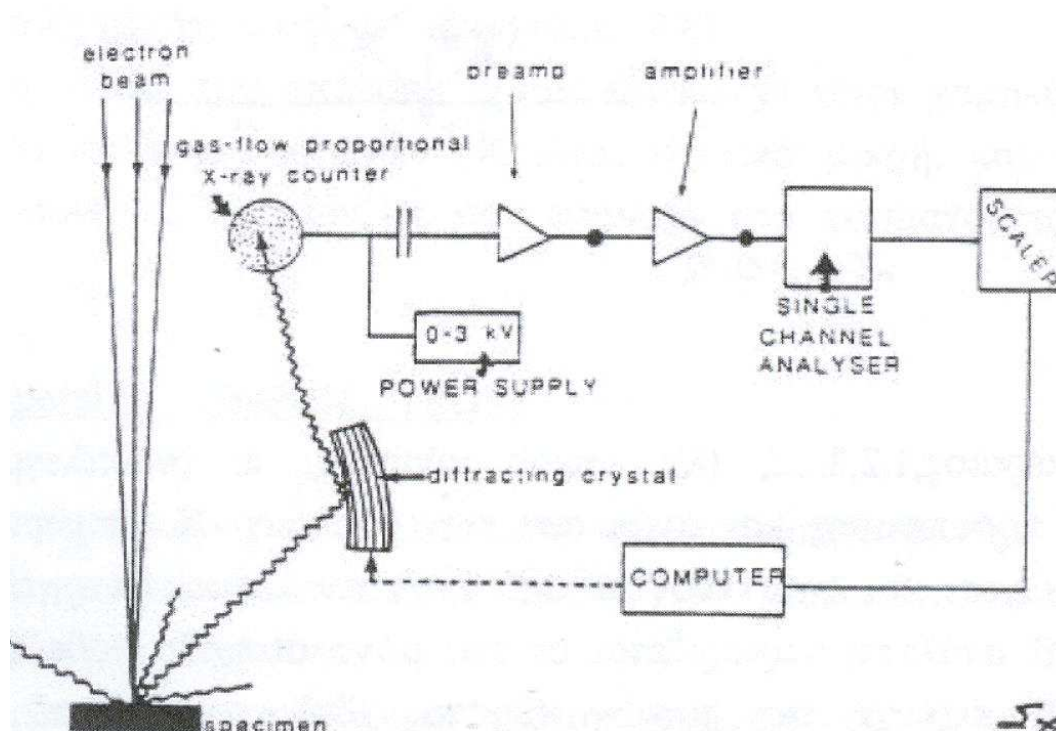
12.1 Wavelength – dispersive analysis (WDS)

Αυτή η μέθοδος ανάλυσης ακτίνων – X είναι ακόμη σημαντική και συχνά επιλέγεται για τις αναλύσεις δειγμάτων σε μικροσκοπία σάρωσης. Αντίθετα όλα σχεδόν τα μικροσκόπια διέλευσης εξοπλίζονται αποκλειστικά με το EDS σύστημα. Είναι γνωστή η σχέση που συνδέει το μήκος κύματος (λ) ενός φωτονίου ακτίνας –X με την ενέργεια του E

$$\lambda = \frac{hc}{E} = \frac{1.24}{E}$$

h : σταθερά του Planck

c : ταχύτητα φωτός



Σχήμα 12.1. Διάταξη ενός WDS συστήματος.

Οι ακτίνες –X που φεύγουν από το δείγμα καλύπτουν μια περιοχή μηκών κύματος ($\Sigma\lambda$). Ένα μέρος αυτών των ακτίνων – X εισδύει στον κρύσταλλο περίθλασης. Εκείνες τώρα οι ακτίνες – X ενός

ορισμένου λ που ικανοποιούν το νόμο του Bragg περιθλώνται και ανιχνεύονται από έναν αναλογικό μετρητή (Σχήμα 12.2)

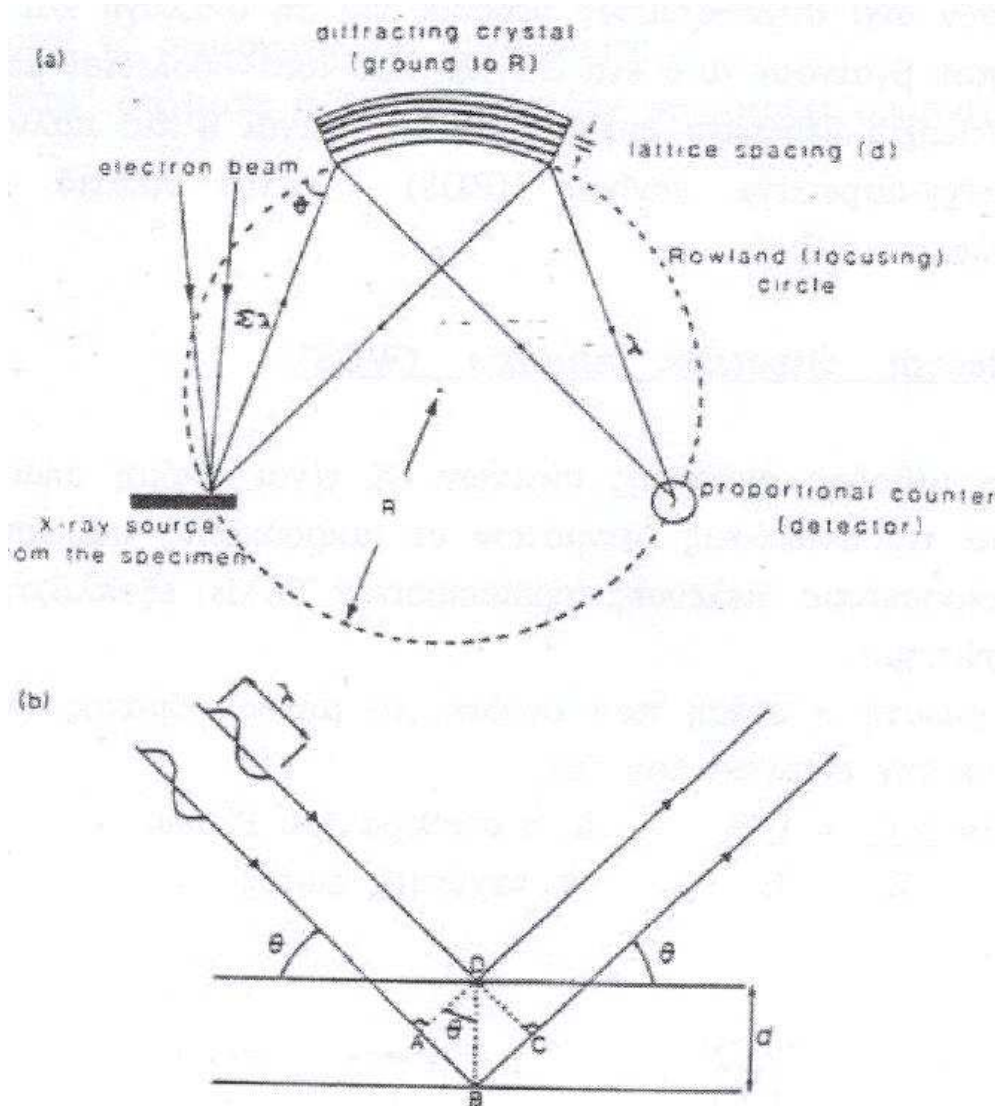
$$n\lambda = 2d \sin \theta$$

όπου n : ακέραιος, 1, 2, 3, ...

λ : μήκος κύματος

d : ενδοπλεγματική σταθερά

θ : γωνία πρόσπτωσης και ανάκλαση των ακτίνων – X που φθάνουν στον κρύσταλλο



Σχήμα 12.2. Νόμος του Bragg.

Η ανάλυση περιορίζεται σε ένα μόνο στοιχείο κάθε φορά ανά φασματόμετρο. Η περιοχή των μηκών κύματος (δηλ. του αριθμού των στοιχείων) που ο κρύσταλλος περίθλασης πρέπει να εστιάσει προς τον ανιχνευτή εξαρτάται από την περιοχή των γωνιών (θ) που καλύπτει όταν περιστραφεί. Για να έχουμε όλο το φάσμα των μηκών κύματος, στην πράξη, χρησιμοποιούνται διαφορετικοί κρύσταλλοι με διαφορετικές

πλεγματικές σταθερές (d)σε ένα μοναδικό φασματόμετρο. Τα μήκη κύματος που στην ουσία ενδιαφέρουν την μικροανάλυση κυμαίνονται από 0.1μm έως 1μm. Έτσι οι κρύσταλλοι που χρησιμοποιούνται πιο πολύ αναγράφονται στον πίνακα 12.1

Πίνακας 12.1

| <i>Some of the most commonly used diffracting crystals in WDS</i> | | | |
|-------------------------------------------------------------------|---------|---------------------------------|-----------------|
| Crystal | 2d (nm) | Lowest detectable atomic number | |
| | | Kα ₁ | La ₁ |
| LiF (lithium fluoride) | 0.40 | 19 (potassium) | 49 (indium) |
| α-Quartz | 0.67 | 15 (phosphorus) | 40 (zirconium) |
| PET (pentanerythritol) | 0.87 | 13 (aluminium) | 36 (krypton) |
| RAP (rubidium acid phthalate) | 2.61 | 8 (oxygen) | 33 (arsenic) |
| KAP (potassium acid phthalate) | 2.66 | 8 (oxygen) | 23 (vanadium) |

Note: As the atomic number of an element increases, the X-ray wavelength decreases and energy increases.

Αυτά που τελικά αξίζει να σημειώσουμε για το WD φασματόμετρο είναι:

- Καλή διακριτική ικανότητα ενεργειών (τυπικά κυμαίνεται από 1-10eV), πράγμα που περιορίζει πολλά προβλήματα επικάλυψης κορυφών.
- Καλή σχέση μεταξύ κορυφών και υποβάθρου (peak to background ratio) η οποία μπορεί να είναι 10-50 φορές καλύτερη απ' ό τι στο EDS) και συνεπώς καλύτερο όριο ανίχνευσης.
- Ο ανιχνευτής μπορεί να δώσει μεγάλο ρυθμό παλμών, 500.000cps
- Ικανότητα ανίχνευσης ελαφρών στοιχείων, $Z > 4$

Τελικά όμως η γενική του απόδοση (x-ray efficiency) είναι χαμηλή λόγω του ότι η σταθερά γωνία συλλογής ακτίνων-X είναι σχετικά μικρή, και η κβαντική απόδοση του (είναι ποσοστό ακτίνων – X που φτάνουν στο φασματοφωτόμετρο και που μετρούνται) μικρή.

12.2 Energy – dispersive analysis (EDS)

Ο κυριότερος περιορισμός του WDS φασματόμετρου εγκείται στο ότι κάθε φορά μπορεί να ανιχνεύει μια και μόνο μπάντα ακτίνων – X (δηλ. ένα μόνο στοιχείο) που βγαίνει από το δείγμα ανάλυσης. Σε αντίθεση το EDS επιτρέπει την ταυτόχρονη έκθεση ακτίνων –X με ενέργειες από ~1-20KeV που συλλέγονται σε μια αναλυτική περίοδο (σχήμα 12.3) Μερικές από τις πιο σπουδαίες αρχές των ED και WD φασματομέτρων βρίσκονται συγκεντρωμένες στον Πίνακα 12.2.

ΠΙΝΑΚΑΣ 12.2

| Operational characteristic. | ΠΙΝΑΚΑΣ 10.2 | WDS | EDS |
|---------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----|-----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| 1. Αιόθεση ανάλυση ακτίνων X, δηλ. η στήλη γινώει και οχηματίσματα με το φωσφορίτιο. | Μεταβλητός, τριπλά 0,001 σταθμιά γρ' από το λιγότερο μέρμα που απαιτείται είναι 10 ¹⁸ Αι. | | Τριπλά 0,01-0,1 σταθμιά, γιατί ο ανιχνευτής μπορεί να κοπεί στο δέγμα, γγ' από το λιγότερο μέρμα που 10 ¹⁹ Αι. |
| 2. Κρίσιμη ανάλυση δηλ. το τ' ποιότητα των ακτίνων X που μαίνονται στον ανιχνευτή και μετράονται. | Μεταβλητός <30% Ανιχνευτής Z>4 | | - 100% στην περιοχή 3-15KeV μαρφαίνει η ανάλυση επί υψηλές ενέργειες λόγω της απορρόφησης στο περιθώριο του ανιχνευτή αντίστοιχα. Ανιχνευτής χωρίς περιθώριο Z>4 ανιχνεύονται. |
| 3. Διακριτικό όριο | Εξαρτημένος απ' τον αριθμό 5 10eV. Ηδρόνιας καλής P/B λόγω λίγης παραρτήρας ακριβών ανιχνευτή εκκαθάρσει και ελάχιστη όρια ανίχνευσης. | | Εξαρτημένο από την ενέργεια (150eV στα 5,9KeV). |
| 4. Περιοχή φωσφορίτιοι αποδοχής, δηλ. το κομμάτι του φωσφορίτιοι ακτίνων X του δείγματος που μπορεί να ανιχνευθεί κατά τη διάρκεια μιας ανάλυσης. | 7-7 διακριτικό όριο του φωσφορίτιοι ακτίνων X Σε κάθε μια ανάλυσης ανιχνεύεται ένα στοιχείο. | | Η περιοχή των χρησιμών ενεργειών όλα τα στοιχεία ανιχνεύονται συνεχώς και τυποφόρως κατά την ανάλυση. |
| 5. Μέγιστος αριθμός παλμών. | - 50000 cps γγ' από χρονομετρητή απ' δέγματα μεταλλωφίτιοι. | | Εξαρτημένος απ' το διακριτικό όριο για το καλύτερο ΔΟ. |
| 6. Ελάχιστη χωρητικότητα της δόσης. | 200 που μαρφαίνει διαφορετικά είναι των αποτελεσμάτων δόσης με μέρμα χαμηλό για να δημιουργηθούν κατανοητά κωδικά ακτίνων X σε ανιχνευτή. | | - 5μm. Εδώ μαρφαίνει να χρησιμοποιηθούν μικρά μέρμα ανάλυσης ακτίνων X και η κρισιμη ανάλυση είναι μεγάλη. |
| 7. Χρονική ανάλυση πληροφοριών. | 15 μm τριπλά (α,γ) | | 1-5 μm με καταλλογούς αριθμούς παλμών. |
| 8. Φωσφορίτιοι λήθη | Σίματα. | | Αίθρια. Τα κρισιμη είναι: κορυφές διαφορετικές ανιχνεύονται ανάλυση κορυφών, διαφορετικά γεγονότα λόγω παραρτήρας στο ανιχνευτή. |

12.2.1 Ανιχνευτής και Ανίχνευση

Ο ανιχνευτής ακτίνων $-X$ είναι ένα κομμάτι κρυσταλλικού πυριτίου p-type (συνήθως <10 mm σε διάμετρο) στο οποίο στο πλέγμα έχουν διαχυθεί ιόντα Li για να εξομαλυνθούν ορισμένες κρυσταλλικές ανωμαλίες. Ο κρύσταλλος βρίσκεται υπό κενό και σε θερμοκρασία υγρού αζώτου. Το πάγωμα του κρυστάλλου είναι αναγκαίο για να μειώσουμε την ευκινησία των ιόντων Li κάτω από το εφαρμοζόμενο δυναμικό και τελικά να μειώσουμε τον ηλεκτρονικό θόρυβο. Ο κρύσταλλος Si είναι επικαλυμμένος σε κάθε πλευρά του με ένα λεπτό στρώμα επαφής ($\sim 20\mu\text{m}$) από χρυσό (Au), και απομονώνεται από το κενό του μικροσκοπίου με το παράθυρο Be ($\sim 8\mu\text{m}$ πάχος). Αυτό το παράθυρο Be:

- Θωρακίζει το κρυστατικό κενό,
- Εμποδίζει την επικάθιση οποιουδήποτε είδους βρωμιάς που βγαίνει από το μικροσκόπιο πάνω στον κρύσταλλο
- Απορροφά τα οπισθοσκεδαζόμενα ηλεκτρόνια γ (Σχήμα 12.4)

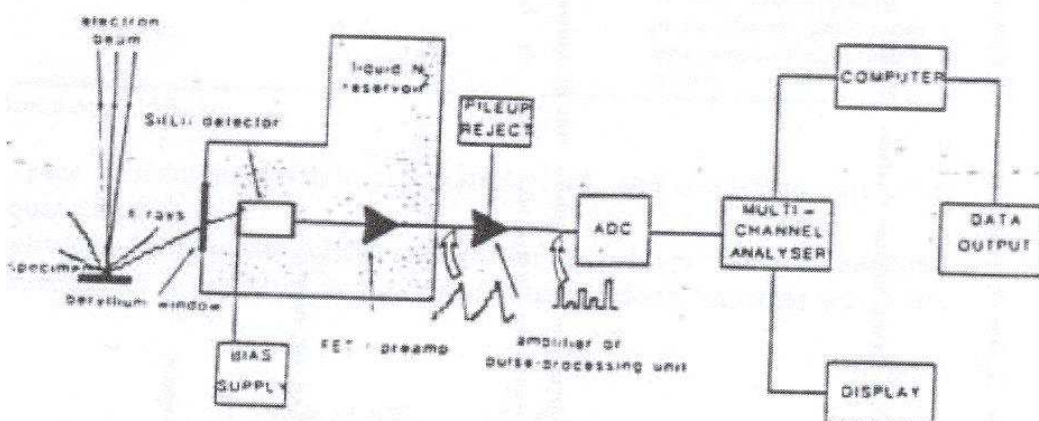
Όταν το φωτόνιο χτυπήσει την ενεργό περιοχή του κρυστάλλου Si(Li), τότε θα έχουμε μία σειρά κρούσεων έως ότου απορροφηθεί η ενέργεια του φωτονίου. Αποτέλεσμα αυτών των κρούσεων είναι η δημιουργία ζευγών e^- και οπών. Μια ισχυρή διαφορά δυναμικού (750-1000V) εφαρμόζεται ανάμεσα στα στρώματα επαφής από Au του κρυστάλλου. Έτσι τα ηλεκτρόνια και οι οπές έλκονται προς τα αντίθετα άκρα του κρυστάλλου δημιουργώντας τη ροή ενός παλμού ρεύματος. Η δημιουργία όμως ενός ζεύγους ηλεκτρονίων – οπών απαιτεί κάπου 3.8eV πράγμα που σημαίνει ότι ο αριθμός των ζευγών που δημιουργείται (που είναι και το πλάτος του παλμού φορτίου) είναι ανάλογος με την ενέργεια του εισερχόμενου φωτονίου.

$$n = \frac{E}{\varepsilon}$$

όπου : n ο αριθμός ηλεκτρονίων – οπών

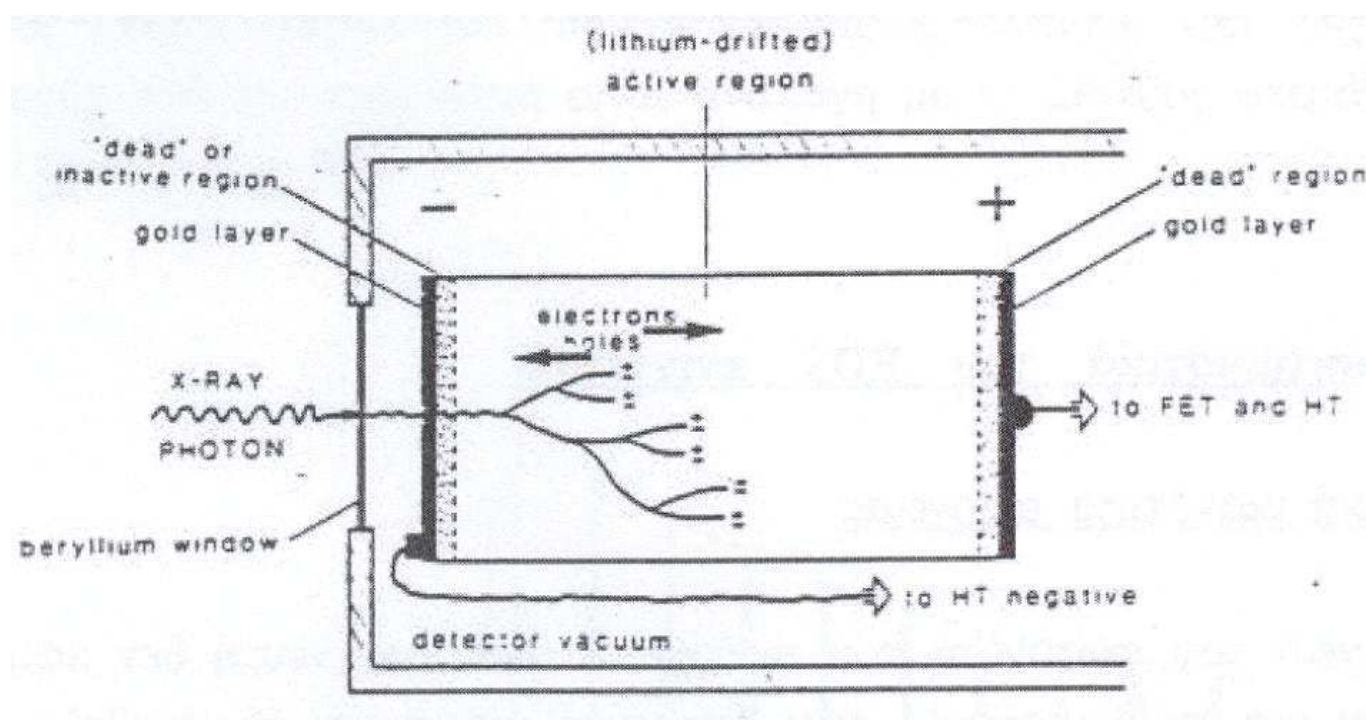
E : ενέργεια φωτονίου και

$\varepsilon = 3.8\text{eV}$ για το πυρίτιο

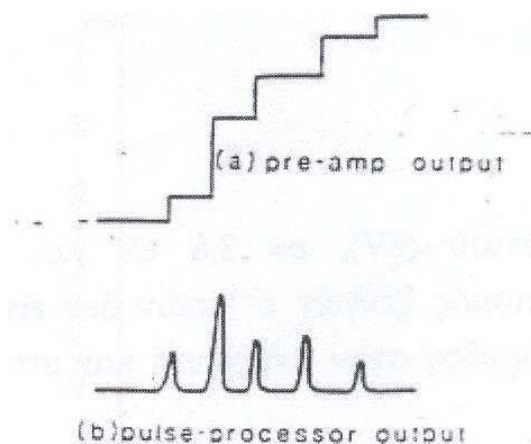


Σχήμα 12.3. Σχηματική διάταξη ανιχνευτή EDS.

Το πλάτος των παλμών φορτίου στην περίπτωση μας είναι μικρό (π.χ. ένα φωτόνιο ενέργειας 5KeV δημιουργεί συνολικά 1300e⁻ (και οπές) που ισοδυναμούν με φορτίο 2x10⁻¹⁶ Cb). Άρα ουσιαστικά απαιτείται ενίσχυση του σήματος μέχρι 10¹⁰ και διατήρηση του θορύβου σε χαμηλά επίπεδα. Ο παλμός του φορτίου συλλέγεται από ένα FET (field effect transistor) και μετά μετατρέπεται σε παλμό δυναμικού από έναν προενισχυτή. Το σχήμα της κυματομορφής εξόδου από τον προενισχυτή είναι κλιμακωτά (staircase), στο οποίο κάθε stop είναι γραμμικά ανάλογο με το φορτίο. Αυτή η γραμμική σχέση μπορεί να διατηρηθεί μόνο όταν αυτόματα και περιοδικά μηδενίζεται μόλις το σχήμα εξόδου του προενισχυτή φτάσει ένα προκαθορισμένο επίπεδο δυναμικού. Ο κύριος ενισχυτής (pulse precursor) μετατρέπει την κλιμακωτή έξοδο που είναι της τάξης των mV σε θετικούς παλμούς πάνω από 10V σε μέγεθος (σχήμα 12.5) βέβαια η αναλογικότητα μεταξύ του ύψους του κύριου παλμού και της ενέργειας του αρχικώς ανιχνευόμενου φωτονίου διατηρείται άριστα.



Σχήμα 12.4. Ανίχνευση με EDS.



Σχήμα 12.5. Ηλεκτρονικό σήμα ανιχνευτή EDS.

Σε αντίθεση με το WDS, ο διαχωρισμός του φάσματος ακτίνων –X παρουσιάζεται ηλεκτρονικά στο EDS. Ο επεξεργαστής παλμών (pulse – processor) παίζει τον πιο σημαντικό ρόλο σε αυτή την διαδικασία, συνεισφέροντας στην μεγιστοποίηση του όρου S/N (signal to noise ratio) – που επηρεάζει την διακριτική ικανότητα στην εμπόδιση της συσσώρευσης παλμών – και συμβάλει στην ευαισθησία και την ποσοτική ακρίβεια του συστήματος, στην τοποθέτηση των κορυφών και στην διόρθωση του νεκρού χρόνου (dead time).

Το πλάτος καθενός από τους παλμούς δυναμικού που βγαίνουν από τον (pulse-processor) ενισχυτή, μετρίεται από ένα συνδυασμό ενός πυκνωτή και ενός ρυθμιστή υψηλής συχνότητας. Δηλαδή οι παλμοί δυναμικού γίνονται ψηφιακοί από έναν αναλογικό/ψηφιακό μετατροπέα. Ο αριθμός των παλμών σε κάθε κανάλι μπαίνει και αποθηκεύεται στην μνήμη ενός αναλυτού πολλών καναλιών (multichannel analyser), έτσι ώστε να έχουμε πλήρη φάσμα ακτίνων –X τελικά (ανάλογο με ένα ιστόγραμμα συχνοτήτων) με την ενέργεια στον οριζόντιο άξονα και τον αριθμό των φωτονίων, που μετρήθηκαν στην αντίστοιχη ενέργεια, στον κάθετο άξονα.

12.2.2 Χαρακτηριστικά του EDS ανιχνευτή

1. Διακριτική ικανότητα ενέργειας

Η ενέργεια του φωτονίου που εισέρχεται στον ανιχνευτή δεν καταναλώνεται εξ ολοκλήρου για την δημιουργία ζευγών ηλεκτρονίων – οπών και η μεταβολή τελικά του αριθμού αυτών των ιονισμών δίνεται στατιστικά. Μια και η κατανομή αυτών των γεγονότων είναι περίπου Gaussian, η διακριτική ικανότητα ενέργεια του Si(Li) ανιχνευτή (και του WDS) ορίζεται σαν το πλάτος μιάς κορυφής στο μισό του μέγιστου ύψους της (FWHM), που είναι ίση με 2.35 φορές τη σταθερά της κατανομής Gauss. Η διακριτική ικανότητα ενέργειας: (E, eV) στο FWHM δίνεται ως εξής

$$E = 2.35 \times V \times F \times E_c \times e$$

Όπου E_c : ενέργεια φωτονίου (eV), $e=3.8$ eV και F είναι Fano factor που εισάγεται επειδή ο σηματοδότης ζευγών e- οπών δεν είναι τελείως τυχαίο γεγονός. (Επίσης ο ηλεκτρονικός θόρυβος στον ανιχνευτή και στον προενισχυτή επηρεάζει τη διακριτική ικανότητα).

Από την παραπάνω εξίσωση βλέπουμε ότι το διακριτικό όριο χειροτερεύει αυξάνοντας της ενέργεια. Τό σχήμα 10.6 δίνει χειρότερους P/B λόγους- που σημαίνει φτωχότερα ελάχιστα όρια ανίχνευσης αν και πρακτικά οι P/B λόγοι επηρεάζονται αρχικά από το συνεχές φάσμα του υποβάθρου. Για αυτό το διακριτικό όριο ενέργειας ενός ενισχυτή ορίζεται στην $K\alpha$ ενέργεια του Mn (5.9kV), και για τα πιο μοντέρνα EDS φασματόμετρα είναι της τάξης των 150 eV. (WDS φασματόμετρα έχουν διακριτικό όριο της τάξης των 10-20eV, πράγμα που σημαίνει πολύ καλύτερους P/B λόγους από το EDS).

2. Η απόδοση ανιχνευτή σε σχέση με την γεωμετρία του

Σε αντίθεση με το WDS όπου πρέπει να τηρούνται ακριβείς γεωμετρικές σχέσεις, ο EDS ανιχνευτής είναι πολύ λειτουργικός, γιατί μπορεί να πλησιάσει μέχρι και 1 cm ή και λιγότερο από το δείγμα, όσο χρειάζεται για να καλυψει μεγάλη στερεά γωνία για τις εκπεμπόμενες ακτίνες – X (σχήμα 10.7). Η απόδοση συλλογής από τον ανιχνευτή είναι ανάλογη με το μέγεθος στερεάς γωνίας.

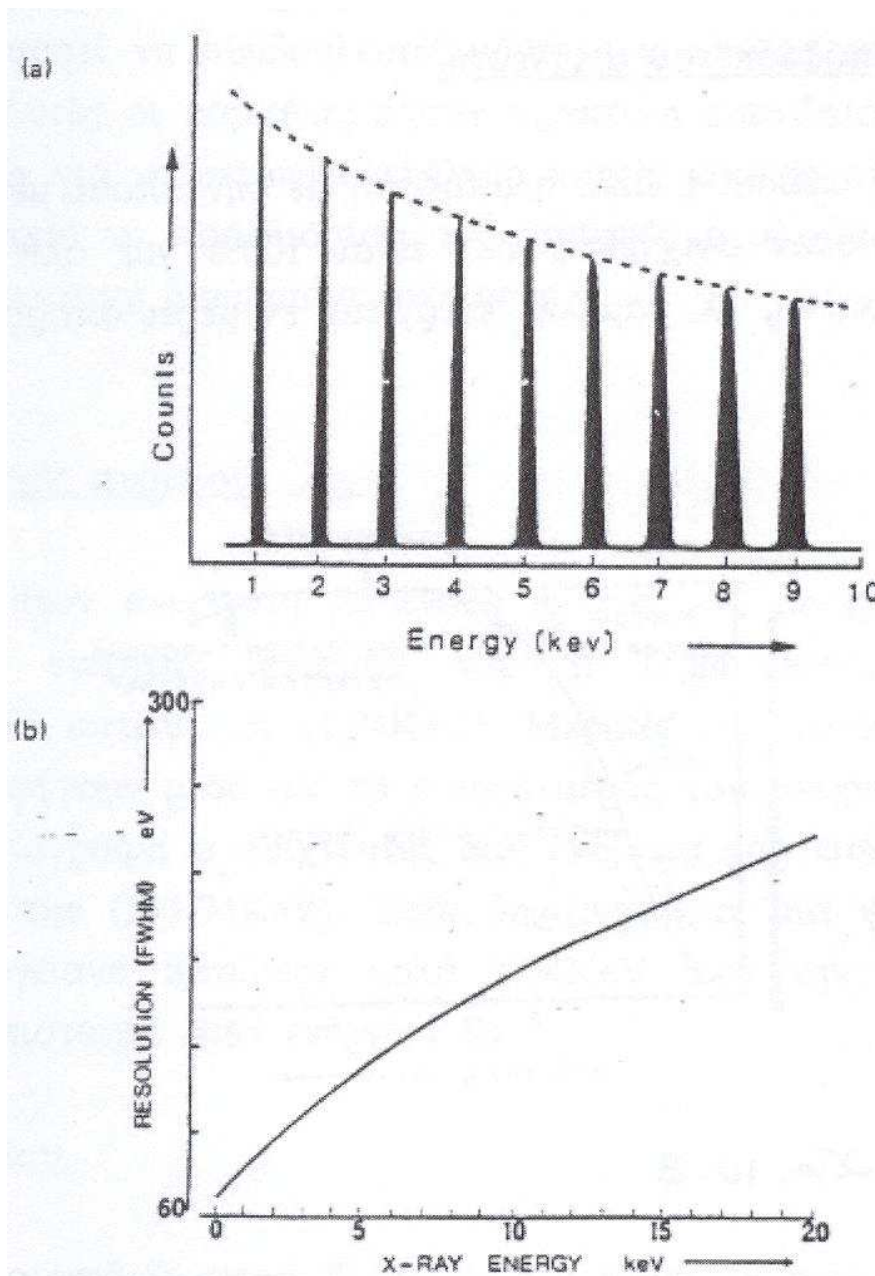
$$Q = \left(\frac{A}{S^2} \right) \sin a$$

όπου Q : είναι η στερεά γωνία

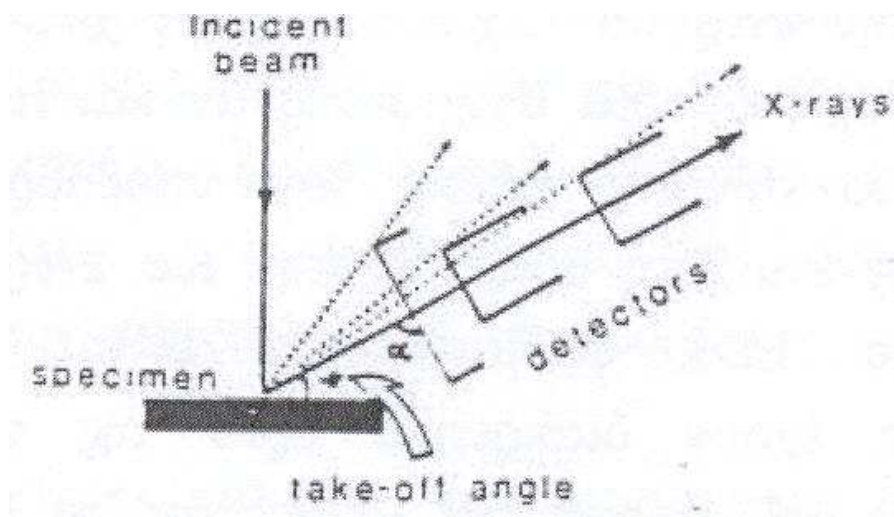
A : η επιφάνεια του κρυστάλλου σε mm^2

S : η απόσταση μεταξύ δείγματος και ανιχνευτή,

a : η γωνία πρόσπτωσης των ακτίνων X πάνω στον ανιχνευτή



Σχήμα 12.6. Μεταβολή Δ.Ι. με την ενέργεια των ακτίνων-X.

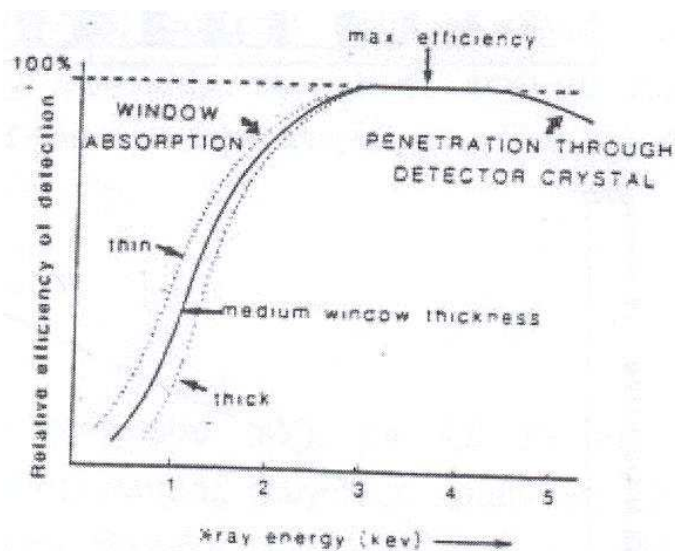


Σχήμα 12.7. Αύξηση του πλήθους των ανιχνεύσιμων ακτίνων σε συνάρτηση της απόστασης ανιχνευτή-δείγματος.

Η στερεά γωνία μπορεί επίσης να αυξηθεί μεγαλώνοντας την επιφάνεια του ED ανιχνευτή, αν και μεγαλύτεροι ανιχνευτές δίνουν τελικά κατώτερο διακριτικό όριο

3. Κβαντική απόδοση του ανιχνευτή

Κβαντική απόδοση, δηλαδή η απόδοση με την οποία μετριοούνται οι ακτίνες X που μπαίνουν στον ανιχνευτή, δεν είναι 100% για όλη την περιοχή ενεργειών (σχήμα 12.8). οι ακτίνες X χαμηλής ενέργειας εν μέρει απορροφώνται στο παράθυρο Be.



Σχήμα 12.8. Κβαντική απόδοση ανιχνευτή EDS.

Για αυτό το λόγο και τα στοιχεία που είναι ελαφρότερα από τα Na δεν μπορούν κανονικά να ανιχνευτούν (παρόλο που συνεχώς αυξάνονται οι ανιχνευτές που χρησιμοποιούνται με πολύ λεπτό

παράθυρο ή καθόλου και στην περίπτωση αυτή το όριο ανίχνευσης φτάνει το $Z=5$). Ο βαθμός απορρόφησης των ακτίνων $-X$ αυξάνεται το πάχος του παραθύρου και σε μικρές τιμές της γωνίας $-α$ (εξίσωση 12.5). η κβαντική απόδοση πέφτει στις υψηλές ενέργειες φωτονίων γιατί μέρος αυτών των ενεργητικών φωτονίων διαπερνά την ενεργό περιοχή του ανιχνευτή δίχως να δημιουργείται κάποιο σήμα. Η κβαντική απόδοση των WD φασματομέτρων είναι λιγότερο από 30% λόγω απωλειών στον κρύσταλλο περίθλασης καθώς και λόγω διαπέρασης στον αναλογικό μετρητή.

4. Στοιχειακή ευαισθησία

Η απόδοση, ή ευαισθησία, ή όριο ανίχνευσης στοιχείων είναι ένας γενικός παράγοντας που ανήκει μέσα σε εκείνους τους θεμελιώδεις φυσικούς παράγοντες που είναι μοναδικοί, για ένα αναλυτικό σύστημα. Σχετίζεται άμεσα με το επιταχυντικό δυναμικό που επηρεάζει άμεσα την απόδοση διέγερσης ακτίνων-X. άλλωστε κανείς μπορεί να συμβουλευτεί κάποιες καμπύλες ευαισθησίας για ένα εύρος στοιχείων. Αυτές οι καμπύλες έχουν πρακτική σπουδαιότητα γιατί μπορούν να χρησιμοποιηθούν για να μετρήσει απόλυτα κανείς μερικές αναλυτικές μεταβλητές και ακόμη να προσδιορίσει τις σταθερές αναλογίες κατά το μοντέλο των αναλογιών ποσοτική διαδικασία ανάλυσης.

5. Κορυφές διαφυγής πυριτίου

Όταν μέσα στον ανιχνευτή μπαίνουν ακτίνες $-X$ με ενέργειες μεγαλύτερες από την κρίσιμη ενέργεια ιονισμού του Si (1.84 KeV) τότε μπορεί να δημιουργηθούν SiKa ακτίνες $-X$ (1.74 keV). Μερικές από αυτές τις ακτίνες $-X$ Si μπορεί και να διαφύγουν μέσα από το ενεργό μέρος του ανιχνευτή. Αυτό έχει σαν αποτέλεσμα να καταγράφει ο ανιχνευτής σαν ενέργεια του εισερχόμενου φωτονίου όχι την (E) αλλά την (E-1.74 keV). έτσι δημιουργείται μία ψευτοκορυφή (silicon escape peak) ενεργειακά κατώτερη κατά 1.74 keV από την κύρια κορυφή που συνοδεύει (που αντιστοιχεί στην ενέργεια E).

6. Κορυφές πυριτίου

Μια μικρή κορυφή Si συχνά βλέπουμε στα φάσματα που μπορεί να δημιουργήθηκε από

- Την απορρόφηση ακτίνων $-X$ στην μη ενεργό περιοχή του ανιχνευτή
- Από προϊόντα βρωμιάς του μικροσκοπίου που περιέχουν Si.

Έχει προσδιοριστεί ότι η κορυφή Si λόγω απορρόφησης στον ανιχνευτή αντιστοιχεί σε μία συγκέντρωση γύρω στα 0.2 wt% Si μέσα στο δείγμα

12.2.3 EDS Διαδικασία ανάλυσης και προβλήματα

1. Συσσώρευση παλμών ή αθροιστικές κορυφές

Ξεχωριστά από την ποιότητα του Si (Li) κρυστάλλου, το διακριτικό όριο ενέργειας στο EDS προσδιορίζεται επίσης και από τις χαρακτηριστικές του κυρίως ενισχυτή. Θα έχουμε το καλύτερο

διακριτικό όριο μόνο όταν ο ενισχυτής διαθέτει τον κατάλληλο χρόνο για να μετρήσει τα ξεχωριστά σκαλοπάτια δυναμικού που έρχονται από τον πρό ενισχυτή. Αν κάποιοι παλμοί φτάσουν πολύ κοντά χρονικά δηλαδή – χρονική τους διαφορά είναι μικρότερη από τον χρόνο επεξεργασίας του ενισχυτή, τότε οι ενέργειες θα αθροιστούν φτάνοντας μια κορυφή με χαρακτηριστικό σχήμα που θα εκτείνεται από E(KeV) (η ενέργεια των εισερχόμενων ακτίνων –X) μέχρι 2 E(KeV). Πρακτικά ξεχωρίζουμε τέτοιες κορυφές όταν το φάσμα περιέχει μια ή μερικές κορυφές πολύ μεγάλες και ο ρυθμός παλμών είναι πολύ μεγάλος, (αν το φάσμα περιέχει 3 κύριες κορυφές E1, E2,E3, τότε οι αθροιστικές κορυφές που μπορεί να εφαρμοστούν είναι 2 E1, 2E2,2E3, E1+E2, E2+E3, και E1+E3) ευτυχώς οι μοντέρνοι ενισχυτές έχουν ειδικό κύκλωμα αναίρεσης των αθροιστικών κορυφών (pill-up rejector). Στην περίπτωση αυτή όμως των ανιχνευτών δίχως παράθυρο, η συσσώρευση παλμών παραμένει ανεπηρέαστη στην περιοχή ενεργειών 0-1keV πράγμα που σημαίνει ότι πρέπει να χρησιμοποιούνται χαμηλοί ρυθμοί παλμών.

2. Διόρθωση χρόνου ανάπαυλας (DT, νεκρού χρόνου)

Κατά την διάρκεια μια ανάλυσης χάνεται χρόνος λόγω του ότι ξοδεύεται στην αναπροσαρμογή του δυναμικού στο FET, στη διάκριση των αθροιστικών κορυφών και σε διάφορες διαδικασίες στον αναλυτή πολύ-καναλιών (multichannel analyser). Αυτός ο νεκρός χρόνος (deadtime /DT) αντιπροσωπεύει για το EDS την περίοδο εκείνη κατά την οποία δεν καταγράφονται τα εισερχόμενα φωτόνια.

Τα πιο πολλά EDS τώρα περιλαμβάνουν σειρά κυκλωμάτων (circuitry) για διόρθωση του DT. Μερικά από αυτά τα συστήματα χρησιμοποιούν τη διαφορά μεταξύ των ρυθμών παλμών εξόδου και εισόδου για να προσδιορίσουν το DT.

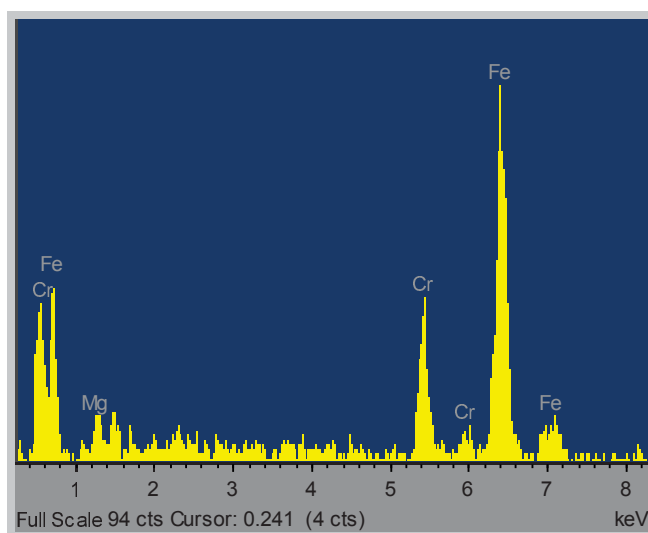
Για να μειώσουμε όσο το δυνατόν τα λάθη που σχετίζονται με το DT (περιλαμβανομένων των αθροιστικών κορυφών) και να δώσουμε το καλύτερο διακριτικό όριο συνίσταται γενικά να παραμένουν οι ρυθμοί παλμών εισόδου για όλο το φάσμα κάτω από 3.000 cps ή DT <30%. Πρακτικά ο ρυθμός παλμών μπορεί να μειωθεί

- Μειώνοντας το ρεύμα της δέσμης και
- Απομακρύνοντας τον ενισχυτή από το δείγμα

Κεφάλαιο 13^ο Ποιοτική ανάλυση ακτίνων –X (EDS)

13.1 Ενεργειακά Φάσματα

Το φασματόμετρο EDS είναι μια συσκευή γρήγορης ανάλυσης δειγμάτων γεγονός που το κάνει να είναι ιδανικό για ποιοτικές αναλύσεις. Εντούτοις, η απεικόνιση ενός φάσματος μπορεί να είναι αρκετά πολύπλοκη (σχήμα 13.1) σε σημείο που η ταυτοποίηση των χαρακτηριστικών φασματικών γραμμών των διαφόρων στοιχείων να απαιτεί συστηματική μελέτη. Κατάλληλοι πίνακες κατανομής ενέργειας (energy slide rules) σε συνδυασμό με δείκτες (markers) για ταυτοποίηση των K,L,M. κορυφών των στοιχείων αποτελούν απαραίτητα εξαρτήματα των σύγχρονων αναλυτών πολλών καναλιών (MCA) και συμβάλουν στην γρηγορότερη και καλύτερη αναγνώριση των ενεργειακών γραμμών.

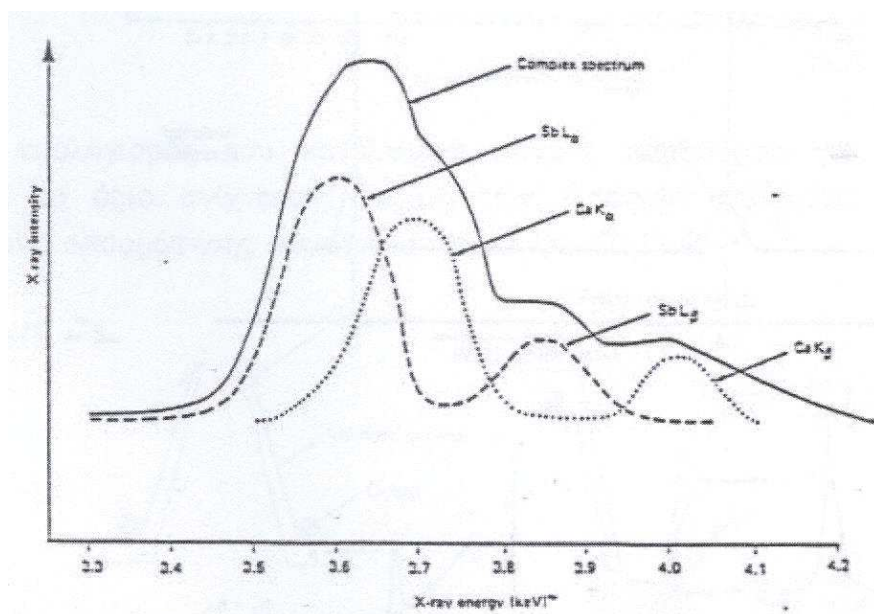


Σχήμα 13.1. Φάσμα Μικροανάλυσης.

Κατά την διεργασία της ποιοτικής ανάγκης κανείς θα πρέπει να έχει υπόψιν τα κάτωθι:

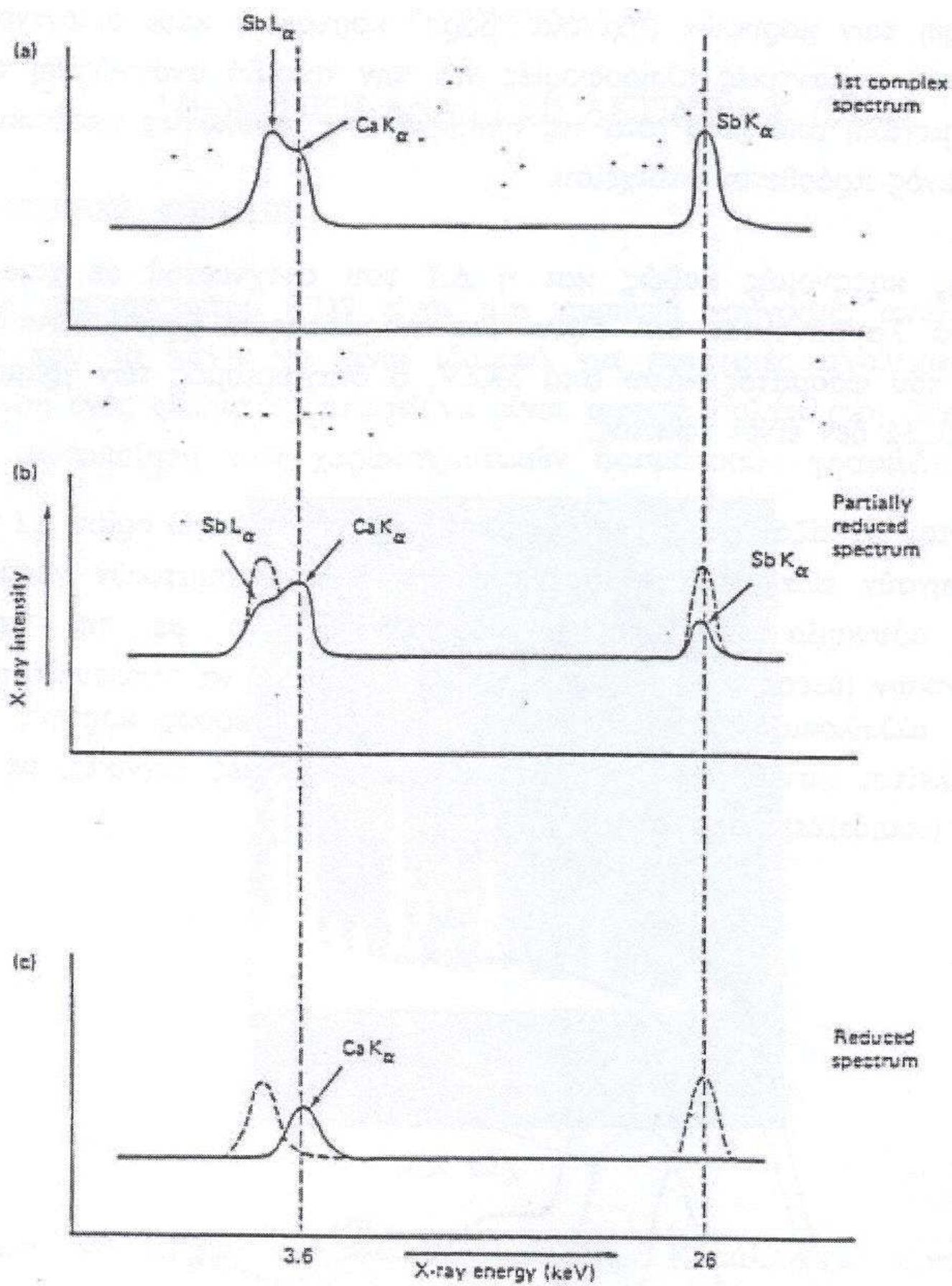
1. Οι κορυφές που στατιστικά γίνονται αποδεκτές είναι αυτές για τις οποίες η τυπική απόκλιση είναι τριπλάσια του υποβάθρου δεξιά και αριστερά της κορυφής.
2. Ένα στοιχείο εμφανίζεται σαν μια οικογένεια ακτίνων – X. αυτό συμβαίνει διότι σαν μια πρωτογενής δέσμη ηλεκτρονίων έχει ενέργεια ικανή να παράγει ακτίνες –X μιας συγκεκριμένης τιμής, που θα αντιστοιχούν σε γραμμές χαμηλότερης ενέργειας. Έτσι αν έχει ταυτοποιηθεί η (οι) K γραμμή (ες) ενός στοιχείου, πρέπει να ψάξει κανείς για τις αντίστοιχες σειρές L και M στο φάσμα
3. Τα σχετικά ύψη των κορυφών (σχετικά βάρη κορυφών) κάθε οικογένειας ακτίνων – X περιέχουν σημαντικές πληροφορίες για την ακριβή αναγνώριση των στοιχείων. Σχετικά μεγάλη απόκλιση από τις αναμενόμενες αναλογίες υποδεικνύει την πιθανή ύπαρξη ενός πρόσθετου στοιχείου.

4. Το σχήμα της κατανομής καθώς και η $\Delta.I.$ του ανιχνευτή σε χαμηλές ενέργειες πρέπει να λαμβάνονται υπόψιν. Για παράδειγμα, χρησιμοποιώντας EDS για το μέρος του φάσματος κάτω από 3keV ο διαχωρισμός των γραμμών των οικογενειών K,L,M δεν είναι εφικτός.
5. Προβλήματα που σχετίζονται με την επικάλυψη κορυφών λόγω ορίου $\Delta.I.$ των ακτίνων συχνά οδηγούν είτε σε λανθασμένη αναγνώριση φασματικών γραμμών στοιχείων ή σε αδυναμία διαχωρισμού κορυφών. Μόνο με τη χρήση υπολογιστικών τεχνικών (deconvolution processes) είναι δυνατό να αποσύνθεση κανείς πολύπλοκα αλληλεπικαλυπτόμενα φάσματα στις επί μέρους κορυφές των (σχήμα 13.2) συχνά καλείται κανείς να χρησιμοποιήσει αφαιρετικές τεχνικές, με την βοήθεια προτύπων (standards) όπως στο σχ. 13.3

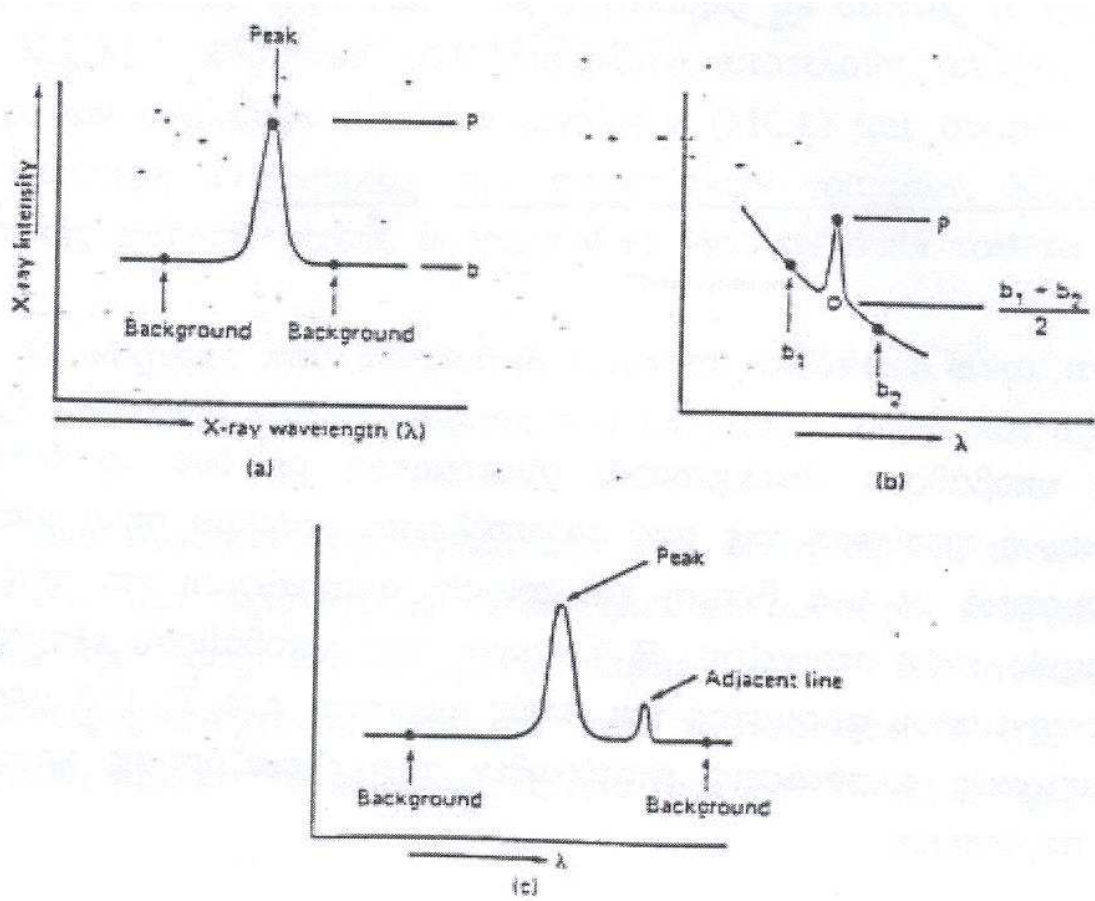


Σχήμα 13.2. Αποσύνθεση πολύπλοκου αλληλεπικαλυπτόμενου φάσματος.

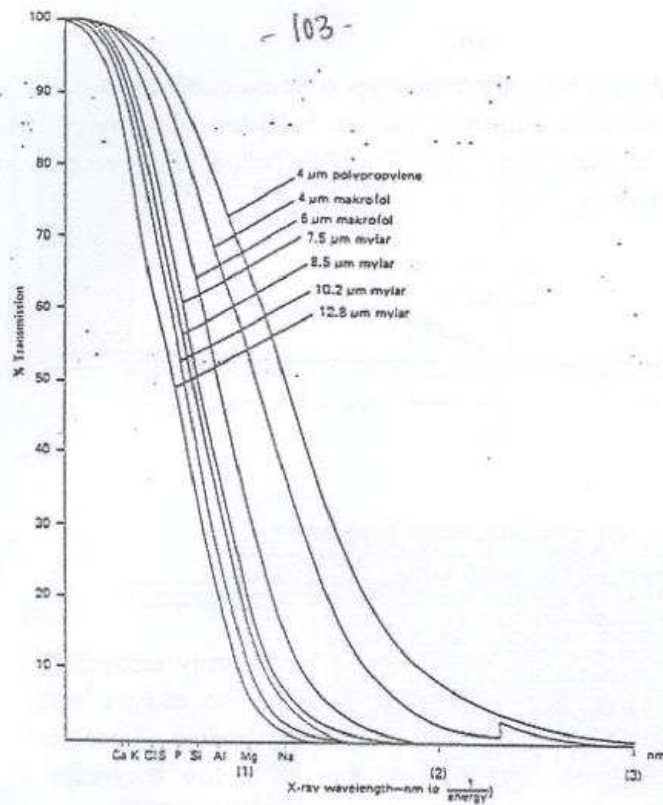
6. Η μέτρηση του υποβάθρου (background) συστήματος με όσο το δυνατό μεγαλύτερη ακρίβεια και η αφαίρεσή της από το υπόλοιπο χρήσιμο σήμα μπορεί να συμβάλει αποτελεσματικά σε μια θετική και ακριβή αναγνώριση και μέτρηση μιας φασματικής γραμμής ενός στοιχείου. Η μέτρηση του υποβάθρου εξαρτάται από την περιοχή του ενεργειακού φάσματος και όπως φαίνεται στο σχήμα 13.4 μπορεί να μετρηθεί σε συμμετρικές αποστάσεις εκατέρωθεν της εξεταζόμενης με την κάθε περίπτωση.



Σχήμα 13.3. Μέθοδος αφαίρεσης.

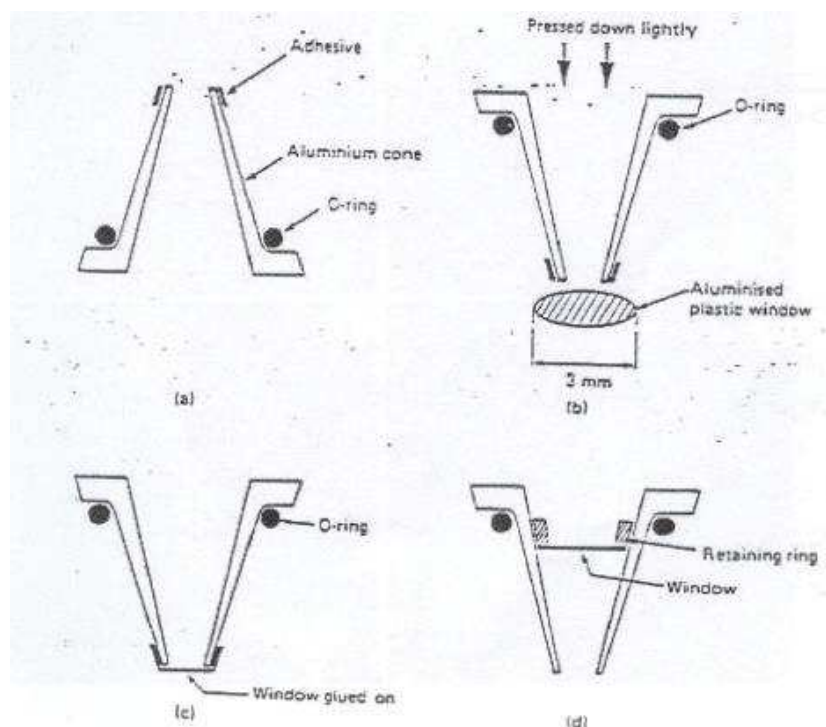


Σχήμα 13.4. Μέτρηση του υποβάθρου.



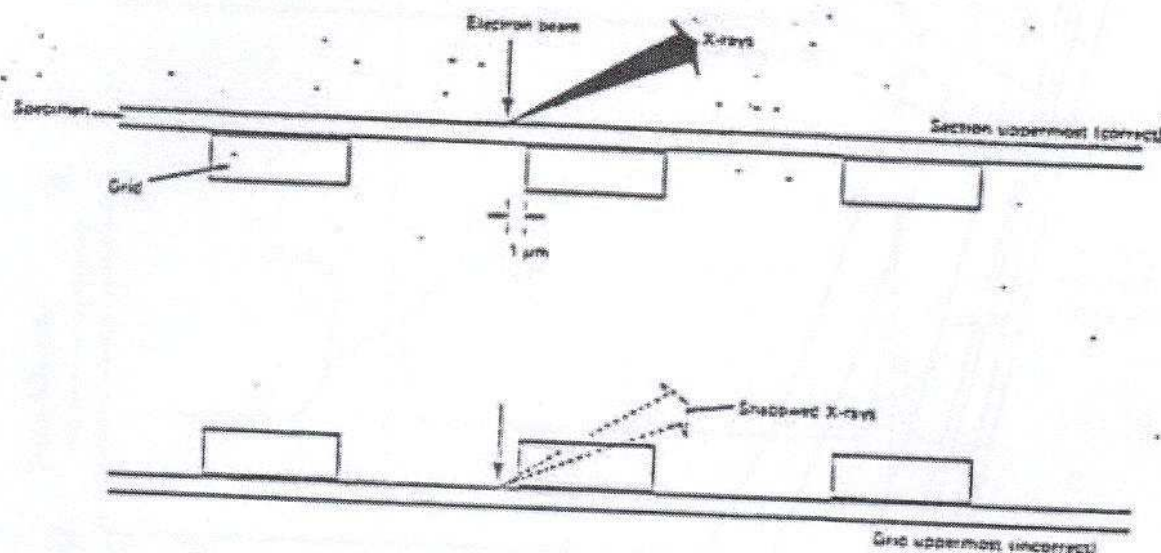
Σχήμα 13.5. Επίδραση πάχους «παραθύρου».

7. Ο υπολογισμός του κατάλληλου πάχους παραθύρου (Σχήμα 13.5) για τον ανιχνευτή καθορίζει το όριο ανίχνευσης κυρίως των ελαφριών στοιχείων καθώς και το μέγεθος της απορρόφησης κύματος ακτίνων -X



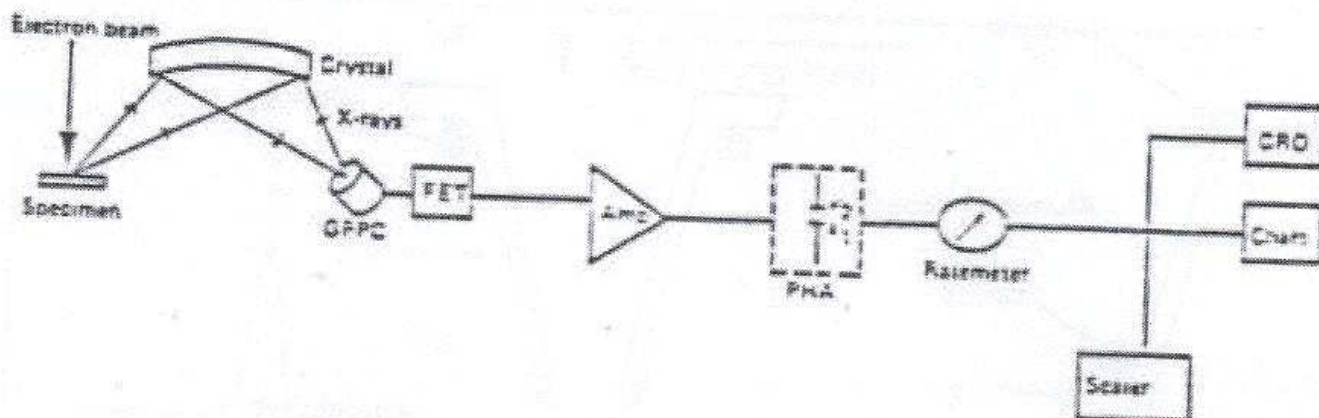
Σχήμα 13.6. Επιλογή θέσης «παραθύρου».

8. Η σωστή τοποθέτηση του παραθύρου και ο συνδυασμός του ευθιγραμματιστού (collimator) με το αντίστοιχο παράθυρο για ένα δεδομένο είδος ανιχνευτή μπορεί να βοηθήσουν στην βελτίωση του λόγου Σήμα / Υπόβαθρο, οδηγώντας σε καλύτερα αποτελέσματα. Σχήμα 13.6.

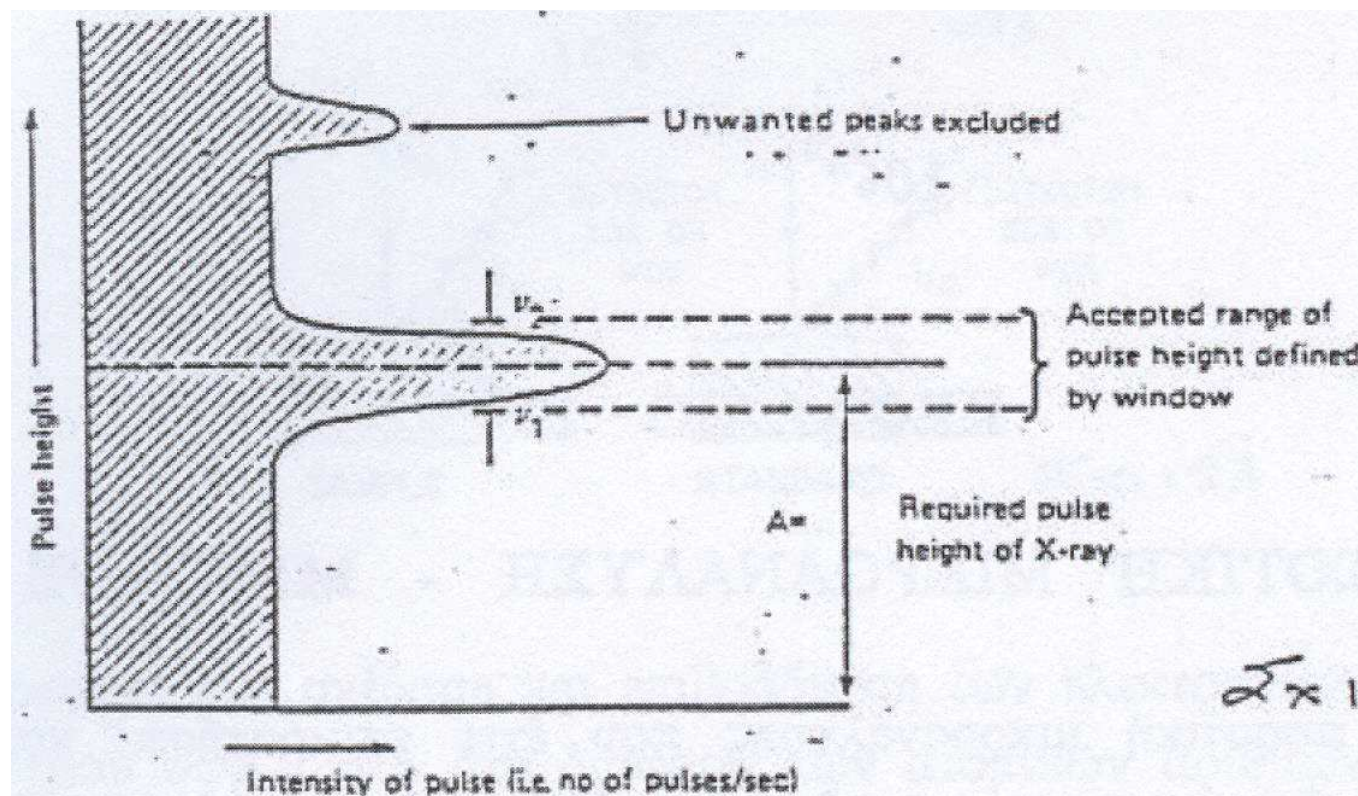


Σχήμα 13.7. Φαινόμενο επισκίασης.

9. Ιδιαίτερη φροντίδα πρέπει να δίνεται αφ' ενός στην αποφυγή επισκίασης (shadowing) των ακτίνων - X από εμπόδια όπως π.χ. το πλέγμα grid (σχήμα 13.7) κατά την πορεία εισόδου στην καταλληλότητα των ηλεκτρονίων διατάξεων για την καταγραφή και επεξεργασία των πληροφοριών μετά τον ανιχνευτή (Nucleonics) σχήμα 13.8 στην περίπτωση χρήσης ενός π.χ. ανιχνευτή GFPC η επιλογή των κατάλληλων τιμών των συχνοτήτων V1 και V2 για τον καθορισμό του ύψους των παλμών που θα γίνονται δεκτοί καθορίζει το μέτρο ανίχνευσης και επιλογής των ενεργειακών γραμμών (σχήμα 13.9).

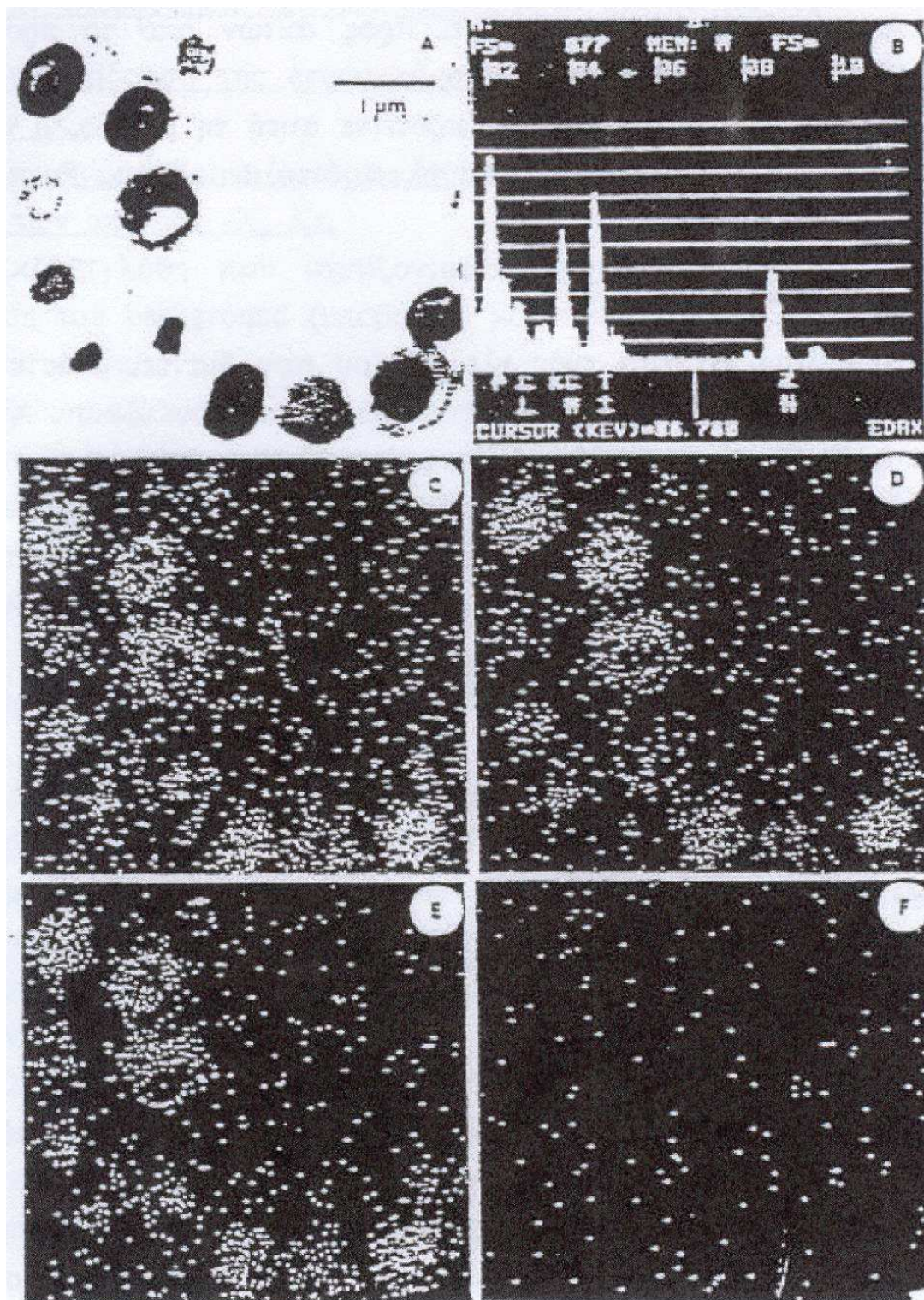


Σχήμα 13.8. Σύστημα Καταγραφής με GFPC.



Σχήμα 13.9. Καθορισμός του ύψους των παλμών.

10. Πολλές υψηλές κορυφές μπορεί να υποδηλώνουν την ύπαρξη κορυφών διαφυγής. Ολοκληρώνοντας τις διεργασίες ποιοτικής μικροανάλυσης κανείς πρέπει να έχει υπόψιν ότι είναι δυνατή η τοπογραφική χαρτογράφηση στοιχείων του δείγματος. Μετά την ποιοτική αναγνώριση των στοιχείων ενός κράματος μπορεί με την χρήση προτύπων ή καθαρών στοιχείων να πάρει κανείς πληροφορίες σχετικά με την βοήθεια μεθόδων αφαίρεσης (σχήμα 13.10)



Σχήμα 13.10. Τοπογραφική χαρτογράφηση στοιχείων του δείγματος.

Κεφάλαιο 14^ο Ποσοτική Μικροανάλυση – Μέθοδος ZAF

14.1 Εισαγωγή

Η μέθοδος ποσοτική μικροανάλυσης που έχει επικρατήσει, χρησιμοποιεί standards δηλαδή δείγματα που αποτελούνται εξολοκλήρου από το στοιχείο που μας ενδιαφέρει. Βασίζεται στο ότι ο λόγος των χαρακτηριστικών ακτίνων – X που παράγονται από το στοιχείο A στο δείγμα που μελετάμε, προς αυτών από το πρότυπο (standard), ισούται με την συγκέντρωση του A στο δείγμα. Σύμφωνα με τον Castaing ο οποίος πρότεινε αυτή την μέθοδο, ο μέσος αριθμός ιονισμών n από πρωτογενές προσπίπτον ηλεκτρόνιο με ενέργεια E_0 είναι

$$n = \frac{N_o \rho C_A}{A_A} \int_{E_0}^{E_C} \frac{Q}{-dE/dx}$$

όπου dE/dx : είναι η μέση ενέργεια ενός ηλεκτρονίου που διανύει απόσταση x

N_o : αριθμός Avogadro

P : η πυκνότητα του υλικού

A_A : το ατομικό βάρος του A

E_C : η ενέργεια εκπομπής για όποια γραμμή χαρακτηριστική ακτίνας – X μας ενδιαφέρει

Q : η ενεργός διατομή ιονισμού,

Q ορίζεται σαν την πιθανότητα ανα μονάδα μήκους διαδρομής ενός ηλεκτρονίου δοσμένης ενέργειας να προκαλέσει ιονισμό συγκεκριμένης ηλεκτρονικής στοιβάδας (K, L, M, \dots) ενός ατόμου δείγματος

Η επίδραση της οπισθοσκέδασης των ηλεκτρονίων, μπορεί να ληφθεί υπόψη, εισάγοντας ένα παράγοντα

$$R = \frac{\text{ένταση που πραγματικά παράγεται}}{\text{ένταση αν δεν συνέβαινε οπισθοσκέδαση}}$$

Η ένταση I_A τώρα των ακτίνων-X από το στοιχείο A, είναι ανάλογη του n έτσι

$$I_A = (\text{σταθερά}) \times C_A R \rho \int_{E_0}^{E_C} \frac{Q}{dE/dx}$$

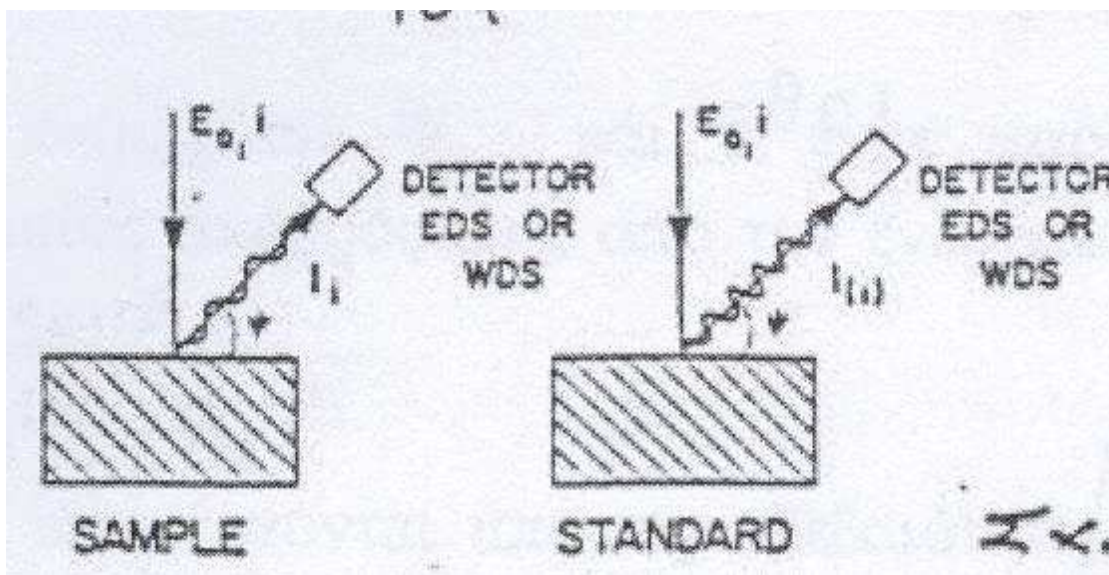
Σε πρώτη προσέγγιση τα $R, \rho, Q, dE/dx$ μπορούν να θεωρηθούν ίσα για το δείγμα και το standard οπότε

$$\frac{I_A}{I_{(A)}} = C_A$$

Όπου $I_{(A)}$ η ένταση που παράγεται από το standard

Ο λόγος $\frac{I_A}{I_{(A)}}$ που συχνά καλείται K , πρέπει να διορθωθεί για μια σειρά παραγόντων που επηρεάζουν την τιμή του, όπως:

1. Τις διαφορές στην σκέδαση και επιβράδυνση των ηλεκτρονίων στο δείγμα και το standard που οφείλονται στην διαφορά των ατομικών αριθμών των στοιχείων. Είναι η λεγόμενη επίδραση του ατομικού αριθμού που εκφράζεται με τον παράγοντα, K_Z .
2. Την απορρόφηση των ακτίνων X μέσα στο δείγμα, K_A
3. Την επίδραση της δευτερογενούς ακτινοβολίας από χαρακτηριστικό φάσμα ακτίνων – X, K_F
4. Την επίδραση της δευτερογενούς ακτινοβολίας που παράγεται από συνεχές φάσμα των ακτίνων – X, K_C



Σχήμα 14.1. Σύγκριση σήματος δείγματος- standard.

Επίσης λάθη που σχετίζονται με το νεκρό χρόνο του ανιχνευτή, την αφαίρεση του background (υπόβαθρο) και την αστάθεια των οργάνων, πρέπει να ληφθούν υπόψη. Έτσι η εξίσωση για τον υπολογισμό της συγκέντρωσης C ενός στοιχείου στο δείγμα που αναλύουμε παίρνει την μορφή

$$C = K \times K_Z \times K_A \times K_F \times K_C$$

Αυτή η μέθοδος ποσοτικής ανάλυσης, αναφέρεται σαν **μέθοδος ZAF**. Στην συνέχεια θα συζητήσουμε καθένα από τους παράγοντες διόρθωσης που αναφέρθηκαν.

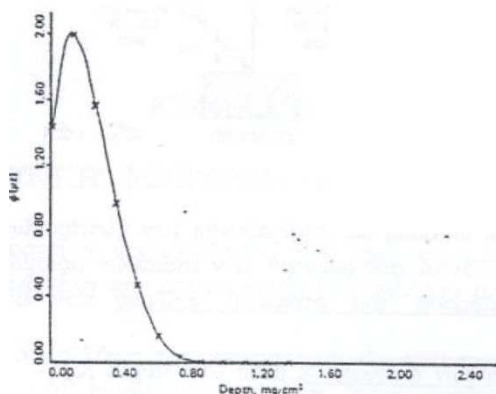
Ο παράγοντας απορρόφησης K_A

Αφού οι ακτίνες – X παραχθούν σε κάποιο βάθος μέσα στο δείγμα, πρέπει να περάσουν μέσα από αυτό για να φτάσουν στον ανιχνευτή. Σε αυτήν την διαδρομή μέρος των ακτίνων – X απορροφάται, λόγω αλληλεπιδράσεων με τα άτομα του δείγματος (άτομα είτε του στοιχείου που εκπέμπει την ακτινοβολία που μελετάμε είτε άλλων παρόντων στοιχείων). Έτσι στον ανιχνευτή, φτάνει τελικά μειωμένη ένταση των ακτίνων – X.

Ο Castaing περιγράφει την ένταση dI χαρακτηριστικής ακτινοβολίας χωρίς απορρόφηση που παράγεται σε στρώμα πάχους dz , που έχει πυκνότητα ρ , σε βάθος z από την επιφάνεια του δείγματος σαν:

$$dI = \varphi(\rho z) \times d(\rho z)$$

Όπου $\varphi(\rho z)$ είναι η κατανομή παραγωγής χαρακτηριστικών ακτίνων X σε συνάρτηση με βάθος (σχήμα 14.2)



Σχήμα 14.2. Συνάρτηση σήματος-βάθους ανίχνευσης.

Έτσι αν δεν συνέβαινε απορρόφηση, η συνολική ένταση που θα παράγονταν και θα ανιχνευόταν από το φασματομετρικό σύστημα θα ήταν:

$$I = \int_0^{\infty} \varphi(\rho z) \times d(\rho z)$$

Επειδή όμως συμβαίνει απορρόφηση η πραγματική ένταση I που καταγράφεται είναι

$$I = \int_0^{\infty} \varphi(\rho z) \times \exp(-(\mu/\rho) \times (\rho z) \csc \Psi) \times d(\rho z)$$

όπου μ/ρ : είναι ο συντελεστής εξασθένησης της μάζας του δείγματος για την χαρακτηριστική γραμμή ακτίνας X
 $\rho \csc \Psi$: το μήκος διαδρομής απορρόφησης

Ψ : η γωνία μεταξύ του ανιχνευτή και της επιφάνειας του δείγματος

Αν ορίσουμε $X = (\mu/\rho) \csc \Psi$ τότε $I=F(0)$ για $\chi=0$ και $I=F(x)$

Καλούμε το λόγο $F(x)/F(0)$ ($=\frac{I^o}{I}$) σαν $F(\chi)$ οπότε ο παράγοντας διόρθωσης της απορρόφησης, είναι

$$K_A = F(x)std / F(x)spec$$

Όπου *std* και *spec* αναφέρονται στο standard και το δείγμα αντίστοιχα. Ο παράγοντας απορρόφησης K_A , εξαρτάται από το συντελεστή εξασθένησης μάζας μ/ρ , την γωνία Ψ , και την τάση E_0 που χρησιμοποιείται για την επιτάχυνση των ηλεκτρονίων, την ενέργεια εκπομπής E_c για K, L ή M ακτινοβολία και τον μέσο ατομικό αριθμό Z και μέσο ατομικό βάρος A^* του δείγματος.

Έτσι γράφουμε $F(x) = F[(\mu / \rho) \csc \Psi, E_o, E_c, Z^* A^*]$

Για τον υπολογισμό του ΚΑ, προσπάθειες προσαρμογής του F(x) στις εμπειρικές καμπύλες φ(ρz) έδωσαν

$$\frac{1}{F(x)} = \left(1 + \frac{x}{c}\right) \left(1 + \frac{hx}{1+h}\right)$$

Όπου $h=1/2 A/Z^2$, $\chi=(\mu\rho)\csc\Psi$, και σ ένας παράγοντας που εισαγάγει την εξάρτηση της διαδικασίας απορρόφησης από την ενέργεια των ηλεκτρονίων.

Υπολογίστηκε

$$\sigma = \frac{4.5 \times 10^5}{E_o^{1.65} - E_c^{1.65}}$$

Φυσικά, πολλά λάθη υπαισέρχονται από τις αβεβαιότητες των παραμέτρων και των εκφράσεων που χρησιμοποιούμε. Η διάδοση των λαθών περιορίζεται σημαντικά αν $F(x) > 0.7$. Για να το πετύχουμε, πρέπει να έχουμε σταθερότητα στα όργανα, υψηλό ρυθμό μέτρησης των παλμών, χαμηλή τάση και μεγάλη γωνία εκπομπής των ακτίνων – X.

Ο Παράγοντας του ατομικού αριθμού K_z

Η επίδραση του ατομικού αριθμού στα αποτελέσματα της ποσοτικής μικροανάλυσης, γίνεται μέσω της οπισθοσκέδασης και της επιβράδυνσης των ηλεκτρονίων μέσα στο δείγμα, οι οποίες εξαρτώνται από το μέσο ατομικό αριθμό του δείγματος.

Έτσι, αν υπάρχει διαφορά μεταξύ του μέσου ατομικού αριθμού του δείγματος και αυτό του standard τότε απαιτείται διόρθωση. Για παράδειγμα σε δείγμα Fe-3wt%Si ο μέσος ατομικός αριθμός Z είναι 25.64, συνεπώς πρέπει να περιμένουμε κάπως μεγαλύτερη επίδραση στην ανάλυση του Si (Z=14) από ότι στην ανάλυση του Fe (Z=26). Γενικά η ανάλυση βαριών στοιχείων σε ελαφριές μήτρες, δίνει χαμηλές τιμές και μεγάλο λάθος και αντίστροφα.

Ο πιο ακριβής τύπος για τον παράγοντα διορθωσης K_z που έχει δοθεί είναι

$$K_z = \frac{R \int_{E_c}^{E_o} \left(\frac{Q}{S}\right) dE}{R^* \int_{E_c}^{E_o} \left(\frac{Q}{S}^*\right) dE}$$

Όπου R και R* είναι παράγοντες διορθωσης της οπισθοσκέδασης για το standard και το δείγμα αντίστοιχα:

$$R = \frac{\text{φωτόνια που πραγματικά παράγονται στο δείγμα}}{\text{φωτόνια που θα παράγονται αν δεν υπήρχε οπισθοσκέδαση}}$$

Q είναι η ενεργός διατομή ιονισμού και S η λεγόμενη ενέργεια πέδησης «stopping power» που δίνεται από τον τύπο

$$S = (\text{σταθερά}) \times \frac{Z}{AE} \ln \frac{C_1 E}{J}$$

όπου Z ο ατομικός αριθμός

A το ατομικό βάρος

E η ενέργεια του ηλεκτρονίου $1 \leq E \leq 50 \text{ KeV}$

C_1 σταθερά

J το μέσο δυναμικό ιονισμού

Για την απλοποίηση του παραπάνω τύπου και την αποφυγή του ολοκληρώματος η τιμή του K_z μπορεί ικανοποιητικά να προσεγγιστεί σαν

$$K_z = \left(\frac{R}{R^*}\right) \times \left(\frac{S^*}{S}\right)$$

Ο παράγοντας δευτερογενούς ακτινοβολίας K_F από χαρακτηριστικό φάσμα ακτίνων -X

Αν η ενέργεια E μιας χαρακτηριστικής κορυφής ακτίνων -X (π.χ. $E_{K\alpha}$, $E_{K\beta}$, ή $E_{La\dots}$) από ένα στοιχείο B του δείγματος ικανοποιεί τη σχέση $0 < (E - E_c) < 5 \text{ KeV}$. Όπου E_c η ενέργεια που απαιτείται για την εκδίωξη ηλεκτρονίου από τις εσωτερικές στοιβάδες K, L, ή M του στοιχείου A, τότε παράγεται δευτερογενή ακτινοβολία αφού φυσικά η ενέργεια ακτίνων -X από το στοιχείο B είναι ικανή να διεγείρει το στοιχείο A για την παραγωγή δευτερογενών ακτίνων -X.

Έτσι η μετρούμενη ένταση ακτίνων -X είναι λανθασμένα μεγαλύτερη για το στοιχείο A και μικρότερη για το στοιχείο B και αυτό το φαινόμενο πρέπει να ληφθεί υπόψη στην διαδικασία διόρθωσης

Η σχέση διόρθωσης του παράγοντα K_F είναι

$$K_F = \frac{1}{(1 + r_F)}$$

$$\text{όπου } r_F = C_B Y_0 Y_1 Y_2 Y_3 P_{ij}$$

C_B είναι η συγκέντρωση του στοιχείου B

P_{ij} είναι ο παράγοντας για τον τύπο της μετάπτωσης που προκαλεί τη δευτερογενή ακτινοβολία (αν K γραμμή προκαλεί εκπομπή K γραμμή ή K γραμμή προκαλεί εκπομπή L γραμμή κλπ)

Y_0, Y_1, Y_2, Y_3 δίνονται από περίπλοκους μαθηματικούς τύπους και εξαρτώνται από E_0, E_c, C_B, Ψ κλπ

Δεν συμβαίνει δευτερογενής ακτινοβολία ($K_F=1$) όταν $Z_B - Z_A > 8$ όπου Z_B, Z_A οι ατομικοί αριθμοί των στοιχείων B και A αντίστοιχα.

Ο παράγοντας δευτερογενούς ακτινοβολίας από το συνεχές φάσμα ακτίνων -X

Όπως αναφέρθηκε σε προηγούμενη παράγραφο, κατά την παραγωγή ενός φάσματος ακτίνων -X από ηλεκτρόνια μια συνεχής ακτινοβολία που αρχίζει με ελάχιστο μήκος κύματος $\lambda_{swL} = \frac{12,398}{E_0}$. Πάντα συνοδεύει τις χαρακτηριστικές κορυφές των ακτίνων -X. Αυτή η συνεχής ζώνη ακτινοβολίας, περιέχει κβάντα ενέργειας ικανά να προκαλέσουν εκπομπή χαρακτηριστικής ακτινοβολίας σύμφωνα με την παρακάτω σχέση

$$I_c = 0.5 C_A K_A W_A \frac{r_A - 1}{r_A} P_A \frac{Z^*}{X^*} F(\lambda)$$

όπου r_c η ένταση των χαρακτηριστικών γραμμών που παράγονται από το συνεχές

C_A η συγκέντρωση του στοιχείου A που απορροφά το συνεχές και δίνει χαρακτηριστικό φάσμα

K_A η σταθερά του kramel που περιγράφει το συνεχές

W_A η απόδοση δευτερογενούς ακτινοβολίας του στοιχείου A

$\frac{r_A - 1}{r_A}$ ο λόγος απορρόφησης του στοιχείου A

P_A η ισχύς της χαρακτηριστικής γραμμής που μελετάμε στο στοιχείο A (δηλαδή η ενέργεια της χαρακτηριστικής κορυφής προς συνολική φασματική ενέργεια)

Z^* ο μέσος ατομικός αριθμός του δείγματος

X^* η μέση τιμή του X του δείγματος ($X = \left(\frac{\mu}{\rho}\right) \csc \Psi$ και

$F(\lambda)$ μια μαθηματική παράσταση που σχετίζεται με τη συμπεριφορά του στοιχείου A στο συνεχές φάσμα ακτινοβολίας

Λόγω του περίπλοκου υπολογισμού του K_c , η διόρθωση αυτή συνήθως παραλείπεται αφού άλλωστε είναι αμελητέα όταν το $F(x)$ του υλικού είναι $F(x) \leq 0.95$ και η συγκέντρωση του στοιχείου που αναλύουμε μεγαλύτερη από 0.5.

Συνολικά για την μέθοδο ZAF

Ας δούμε τώρα πως οι επιμέρους διορθώσεις χρησιμοποιούνται για τον υπολογισμό της ποσοτικής σύστασης ενός δείγματος. Καταρχήν πειραματικά προσδιορίζουμε τις τιμές των K. Όμως οι παράγοντες K_Z , K_A , K_F εξαρτώνται από την πραγματική σύσταση του δείγματος η οποία είναι άγνωστη. Χρησιμοποιούμε λοιπόν το K σαν μια πρώτη προσέγγιση της συγκέντρωσης για να υπολογίσουμε τους παράγοντες διόρθωσης. Στην συνέχεια η συγκέντρωση που προκύπτει, απ' αυτούς χρησιμοποιείται για πιο ακριβή υπολογισμό των παραγόντων διόρθωσης κλπ.

Η ανακύκλωση σταματά όταν τα αποτελέσματα συμπίπτουν και γίνεται με βάση τον τύπο

$$C_m = \frac{K_m C(1-K)}{K_m(C-K) + K(1-C)}$$

όπου C_m είναι η συγκέντρωση που υπολογίζεται κάθε φορά με μεγαλύτερη ακρίβεια

Συνήθως απαιτούνται μέχρι 3 ανακυκλώσεις και το σχετικό σφάλμα του αποτελέσματος είναι 1% - 5%

Για να συνοψίσουμε, θα περιγράψουμε βήμα με βήμα όλη την διαδικασία ποσοτικής ανάλυσης:

1. Επιλογή των πειραματικών συνθηκών, εξαρτάται από το τι ξέρουμε για το δείγμα. Η ενέργεια επιτάχυνσης των πρωτογενών ηλεκτρονίων, πρέπει να είναι μικρή αλλά όχι μικρότερη από το 1.5 της ενέργειας ιονισμού των ατόμων του δείγματος. Η γωνία μεταξύ του ανιχνευτή και της επιφάνειας του δείγματος πρέπει να είναι όσο μεγαλύτερη επιτρέπουν οι περιορισμοί του μικροσκοπίου και πάντως όχι μεγαλύτερη από 45°.
2. Προετοιμασία δείγματος, για μέταλλα και ορισμένους ημιαγωγούς αρκεί η επιφάνεια να είναι επίπεδη και γυαλιστερή. Γι' αυτό τον σκοπό συχνά χρησιμοποιούνται ηλεκτροχημικές μέθοδοι. Για μη αγώγιμα υλικά, απαιτείται επιπλέον επιμετάλλωση.
3. Εκλογή κατάλληλων standards αναφοράς αυτά πρέπει να είναι δείγματα επίπεδα και ομογενή ηλεκτρικά αγώγιμα, σταθερά στο βομβαρδισμό των ηλεκτρονίων και βέβαια με γνωστή σύσταση ή καλύτερα τελείως καθαρά υλικά.
4. Συλλογή των φασμάτων από τα standards αναφοράς και το άγνωστο δείγμα, η λήψη όλων των φασμάτων πρέπει να γίνεται κάτω από τις ίδιες ακριβώς πειραματικές συνθήκες, με μικρό νεκρό χρόνο για τον ανιχνευτή και με την μεγαλύτερη ευστάθεια του οργάνου επίσης διόρθωση χρειάζεται να γίνει ως προς το υπόβαθρο το οποίο αυξάνεται με την αύξηση της τάσης του ρεύματος και τον ατομικό αριθμό του δείγματος, και το οποίο αποτελεί πηγή λαθών. Απομακρύνεται με διάφορες μεθόδους η πιο απλή από τις οποίες είναι η προσαρμογή στο φάσμα

$$\frac{I_E}{Z} = 1.89 \times 10^{-6} (E_o - E)$$

5. Μετατροπή των πληροφοριών του φάσματος σε ποσοτική σύσταση της περιοχής που αναλύουμε, αφού υπολογιστούν οι σχετικές εντάσεις και οι συντελεστές K_{ZAF} . Όλες οι μετρήσεις και οι υπολογισμοί γίνονται με ανάλογο πρόγραμμα στον ηλεκτρονικό υπολογιστή ώστε να ελαχιστοποιείται ο χρόνος που απαιτείται για την ανάλυση αλλά και τα λάθη που εισέρχονται λόγω ανθρώπινου παράγοντα.

Σημειώματα

Σημείωμα αναφοράς

Copyright Πανεπιστήμιο Κρήτης, Γ. Κυριακίδης, Β. Μπίνας. «Ηλεκτρονική Μικροσκοπία». Έκδοση: 1.0. Ηράκλειο 2014. Διαθέσιμο από τη δικτυακή διεύθυνση: <https://opencourses.uoc.gr>.

Σημείωμα Αδειοδότησης

Το παρόν υλικό διατίθεται με τους όρους της άδειας χρήσης Creative Commons Αναφορά, Μη Εμπορική Χρήση, Όχι Παράγωγο Έργο 4.0 [1] ή μεταγενέστερη, Διεθνής Έκδοση. Εξαιρούνται τα αυτοτελή έργα τρίτων π.χ. φωτογραφίες, διαγράμματα κ.λ.π., τα οποία εμπεριέχονται σε αυτό και τα οποία αναφέρονται μαζί με τους όρους χρήσης τους στο «Σημείωμα Χρήσης Έργων Τρίτων».



[1] <http://creativecommons.org/licenses/by-nc-nd/4.0/>

Ως **Μη Εμπορική** ορίζεται η χρήση:

- που δεν περιλαμβάνει άμεσο ή έμμεσο οικονομικό όφελος από την χρήση του έργου, για το διανομέα του έργου και αδειοδόχο
- που δεν περιλαμβάνει οικονομική συναλλαγή ως προϋπόθεση για τη χρήση ή πρόσβαση στο έργο
- που δεν προσπορίζει στο διανομέα του έργου και αδειοδόχο έμμεσο οικονομικό όφελος (π.χ. διαφημίσεις) από την προβολή του έργου σε διαδικτυακό τόπο

Ο δικαιούχος μπορεί να παρέχει στον αδειοδόχο ξεχωριστή άδεια να χρησιμοποιεί το έργο για εμπορική χρήση, εφόσον αυτό του ζητηθεί.

Διατήρηση Σημειωμάτων

Οποιαδήποτε αναπαραγωγή ή διασκευή του υλικού θα πρέπει να συμπεριλαμβάνει:

- το Σημείωμα Αναφοράς
- το Σημείωμα Αδειοδότησης
- τη δήλωση Διατήρησης Σημειωμάτων
- το Σημείωμα Χρήσης Έργων Τρίτων (εφόσον υπάρχει)

μαζί με τους συνοδευόμενους υπερσυνδέσμους.

Χρηματοδότηση

- Το παρόν εκπαιδευτικό υλικό έχει αναπτυχθεί στα πλαίσια του εκπαιδευτικού έργου του διδάσκοντα.
- Το έργο «Ανοικτά Ακαδημαϊκά Μαθήματα στο Πανεπιστήμιο Κρήτης» έχει χρηματοδοτήσει μόνο τη αναδιαμόρφωση του εκπαιδευτικού υλικού.
- Το έργο υλοποιείται στο πλαίσιο του Επιχειρησιακού Προγράμματος «Εκπαίδευση και Δια Βίου Μάθηση» και συγχρηματοδοτείται από την Ευρωπαϊκή Ένωση (Ευρωπαϊκό Κοινωνικό Ταμείο) και από εθνικούς πόρους.

