



ΕΛΛΗΝΙΚΗ ΔΗΜΟΚΡΑΤΙΑ  
ΠΑΝΕΠΙΣΤΗΜΙΟ ΚΡΗΤΗΣ

# Ηλεκτρονική Μικροσκοπία

Β. Μπίνας, Γ. Κυριακίδης  
Τμήμα Φυσικής



Ευρωπαϊκή Ένωση  
Ευρωπαϊκό Κοινωνικό Ταμείο



ΥΠΟΥΡΓΕΙΟ ΠΑΙΔΕΙΑΣ & ΘΡΗΣΚΕΥΜΑΤΩΝ, ΠΟΛΙΤΙΣΜΟΥ & ΑΘΛΗΤΙΣΜΟΥ  
ΕΙΔΙΚΗ ΥΠΗΡΕΣΙΑ ΔΙΑΧΕΙΡΙΣΗΣ

Με τη συγχρηματοδότηση της Ελλάδας και της Ευρωπαϊκής Ένωσης



ΕΥΡΩΠΑΪΚΟ ΚΟΙΝΩΝΙΚΟ ΤΑΜΕΙΟ

# Άδειες Χρήσης

- Το παρόν εκπαιδευτικό υλικό υπόκειται στην άδεια χρήσης Creative Commons και ειδικότερα

*Αναφορά – Μη εμπορική Χρήση – Όχι Παράγωγο Έργο 4.0 Ελλάδα*

*(Attribution – Non Commercial – Non-derivatives 4.0 Greece)*



CC BY-NC-ND 4.0 GR

*[ή επιλογή ενός άλλου από τους έξι συνδυασμούς]*

*[και αντικατάσταση λογότυπου άδειας όπου αυτό έχει μπει (σελ. 1, σελ. 2 και τελευταία)]*

- Εξαιρείται από την ως άνω άδεια υλικό που περιλαμβάνεται στις διαφάνειες του μαθήματος, και υπόκειται σε άλλου τύπου άδεια χρήσης. Η άδεια χρήσης στην οποία υπόκειται το υλικό αυτό αναφέρεται ρητώς.

# 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.



Ευρωπαϊκή Ένωση  
Ευρωπαϊκό Κοινωνικό Ταμείο



ΕΠΙΧΕΙΡΗΣΙΑΚΟ ΠΡΟΓΡΑΜΜΑ  
ΕΚΠΑΙΔΕΥΣΗ ΚΑΙ ΔΙΑ ΒΙΟΥ ΜΑΘΗΣΗ  
*επένδυση στην κοινωνία της γνώσης*  
ΥΠΟΥΡΓΕΙΟ ΠΑΙΔΕΙΑΣ & ΘΡΗΣΚΕΥΜΑΤΩΝ, ΠΟΛΙΤΙΣΜΟΥ & ΑΘΛΗΤΙΣΜΟΥ  
ΕΙΔΙΚΗ ΥΠΗΡΕΣΙΑ ΔΙΑΧΕΙΡΙΣΗΣ

Με τη συγχρηματοδότηση της Ελλάδας και της Ευρωπαϊκής Ένωσης



ΕΣΠΑ  
2007-2013  
πρόγραμμα για την ανάπτυξη  
ΕΥΡΩΠΑΪΚΟ ΚΟΙΝΩΝΙΚΟ ΤΑΜΕΙΟ



# ΗΛΕΚΤΡΟΝΙΚΗ ΜΙΚΡΟΣΚΟΠΙΑ

**ΔΡ. ΒΑΣΙΛΕΙΟΣ ΜΠΙΝΑΣ**

*Post Doc Researcher, Chemist*  
*Τμήμα Φυσικής, Πανεπιστήμιο Κρήτης*  
*Email: [binasbill@iesl.forth.gr](mailto:binasbill@iesl.forth.gr)*  
*Thl. 1269*

Crete Center for Quantum Complexity and  
Nanotechnology  
Department of Physics, University of Crete

Transparent Conductive Materials (Head prof. G. Kiriakidis)  
Institute of Electronic Structure & Laser – IESL  
Foundation for Research and Technology - FORTH



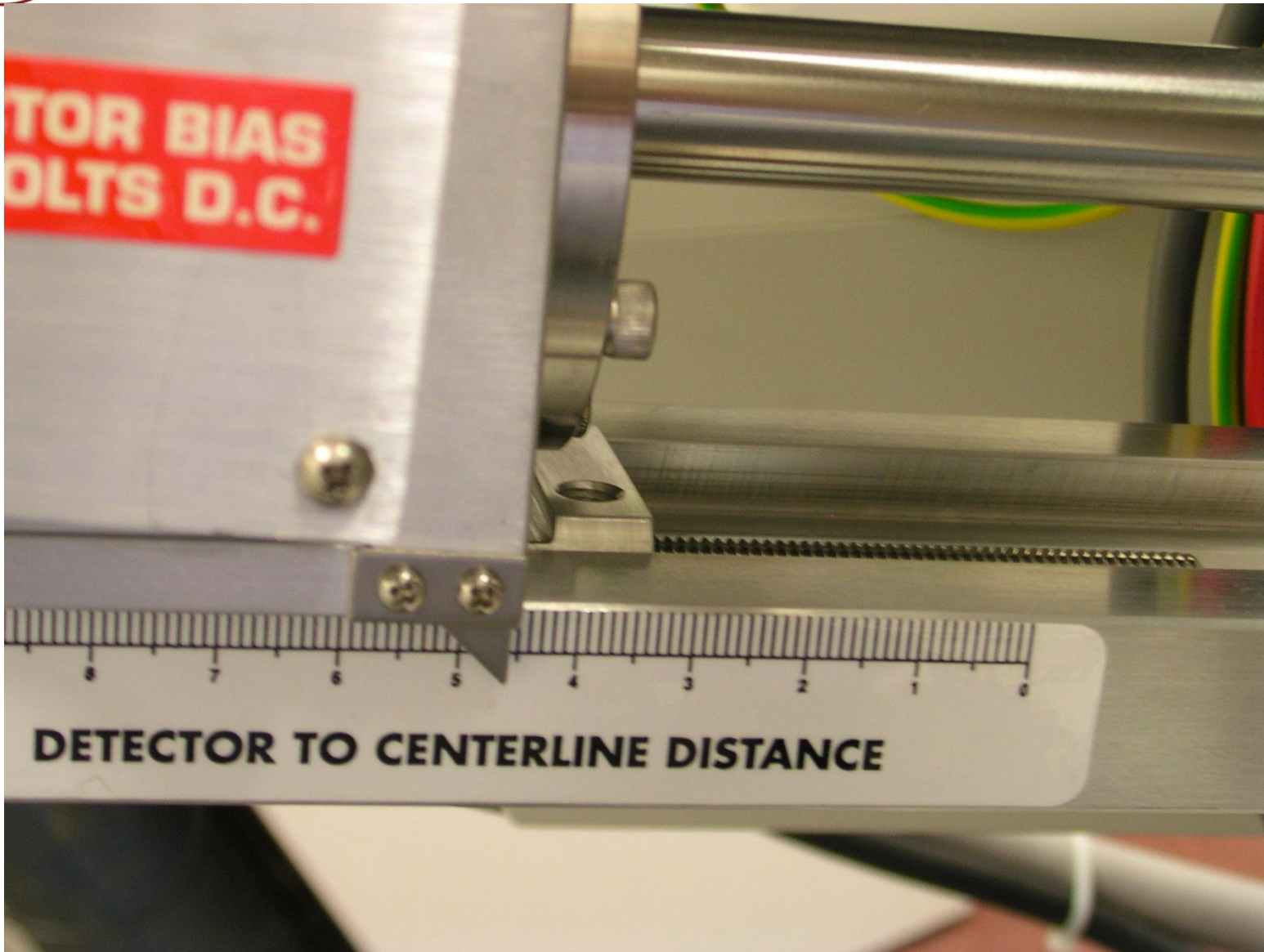
# Ανίχνευση Ακτίνων - Χ

Υπάρχουν δύο συγκεκριμένες μέθοδοι για την συλλογή και το μέτρημα των ακτίνων  $\gamma$ -Χ 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 πλατιά διαδεδομένη και σημαντικά τελειοποιημένη.



# X-ray Detector Insertion Gauge



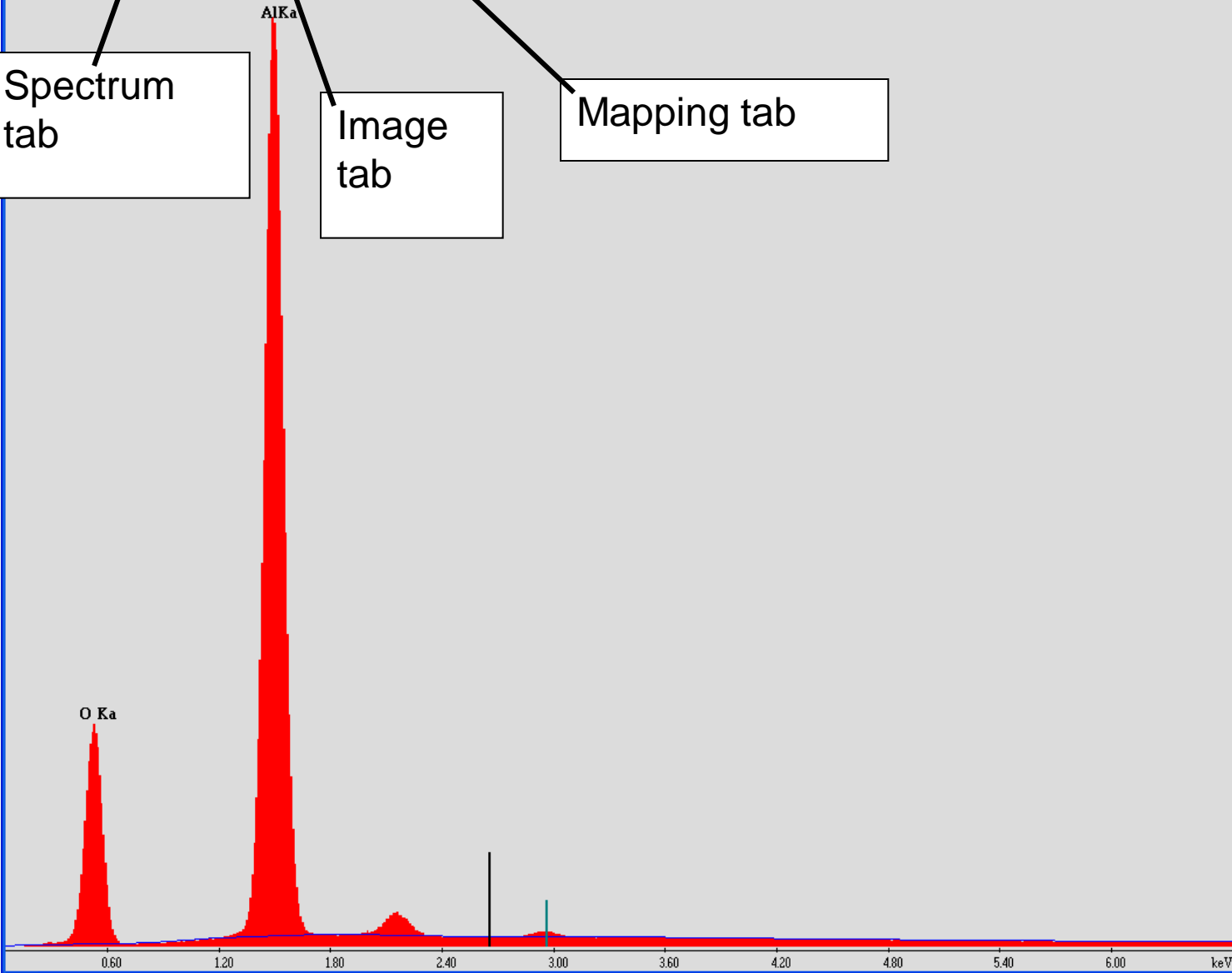
c:\edax32\genesis\genspc.spc

A: Chlorite [Norm.%= 38.86, 20.96, 34.43, 1.14, 3.84, 0.28]

Spectrum tab

Image tab

Mapping tab



kV: 20.0 Tilt: -0.3  
Take-Off Angle: 34.79  
Collect Clear  
EV/Chan: 10.0

Peak ID Fe  
ClearAll  
HPD EPIC Fe

Element: AuM Z- Z+  
OK AIK  
Add Delete  
Possible  
ClKa  
RnMa  
RuLb  
TcLb  
PbMg  
AgLi

Z List  
 Alpha Lines Only  
 Elem  Shell  Trans  
Marker  
 Abs  Esc  Sum  
Advanced...



Matrix Correction: ZAF

Element	Wt%	At%
OK	40.28	53.21
AlK	59.72	46.79

kV: 20.0 Mag: 5942

Collect Image Reso: 1024x800 Strips: 25

Conti

BSE 1 0 4095 16

Label Det Smin Smax Reads

Peak ID Fe HPD

Element: AuM Z- Z+

O K Add Possible

AlK Delete O Ka

Del All I Ma

Z List XeMa

EPIC Fe XeMz

CrLi

CrLg

V Lb

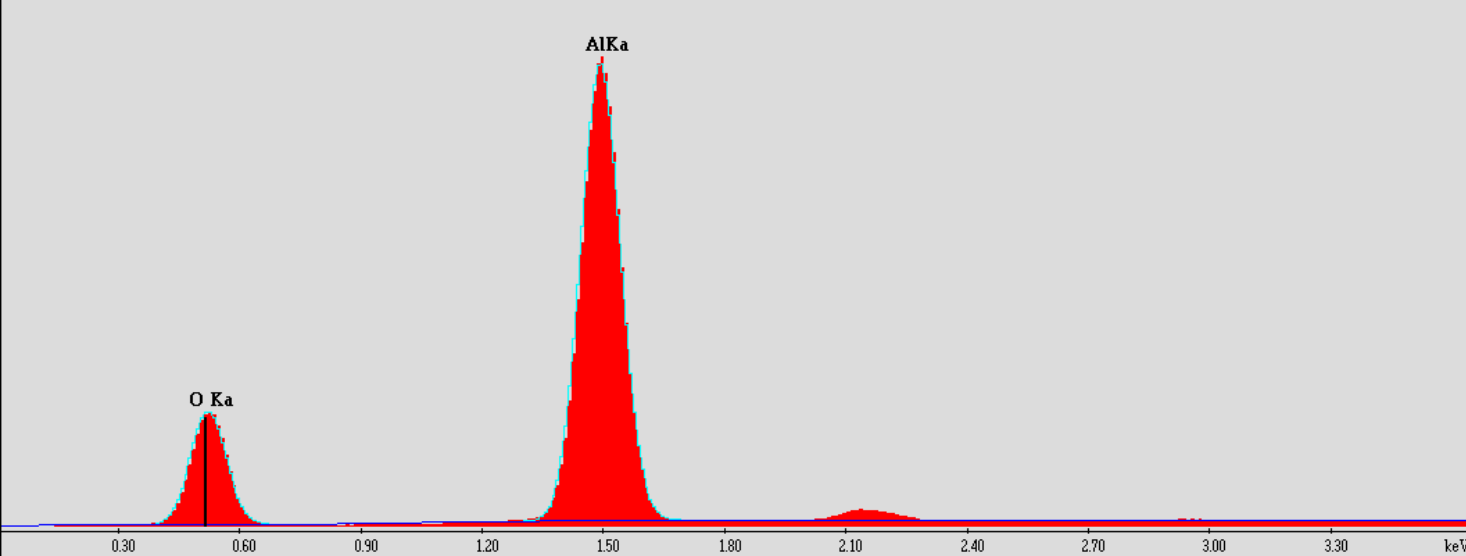
Alpha Lines Only

Elem  Shell  Trans

Markers

Abs  Esc  Sum

Advanced...



CPS:17226 DT%:19 Lsec:160.3 Cnts:31304 keV:0.510 FS:146874

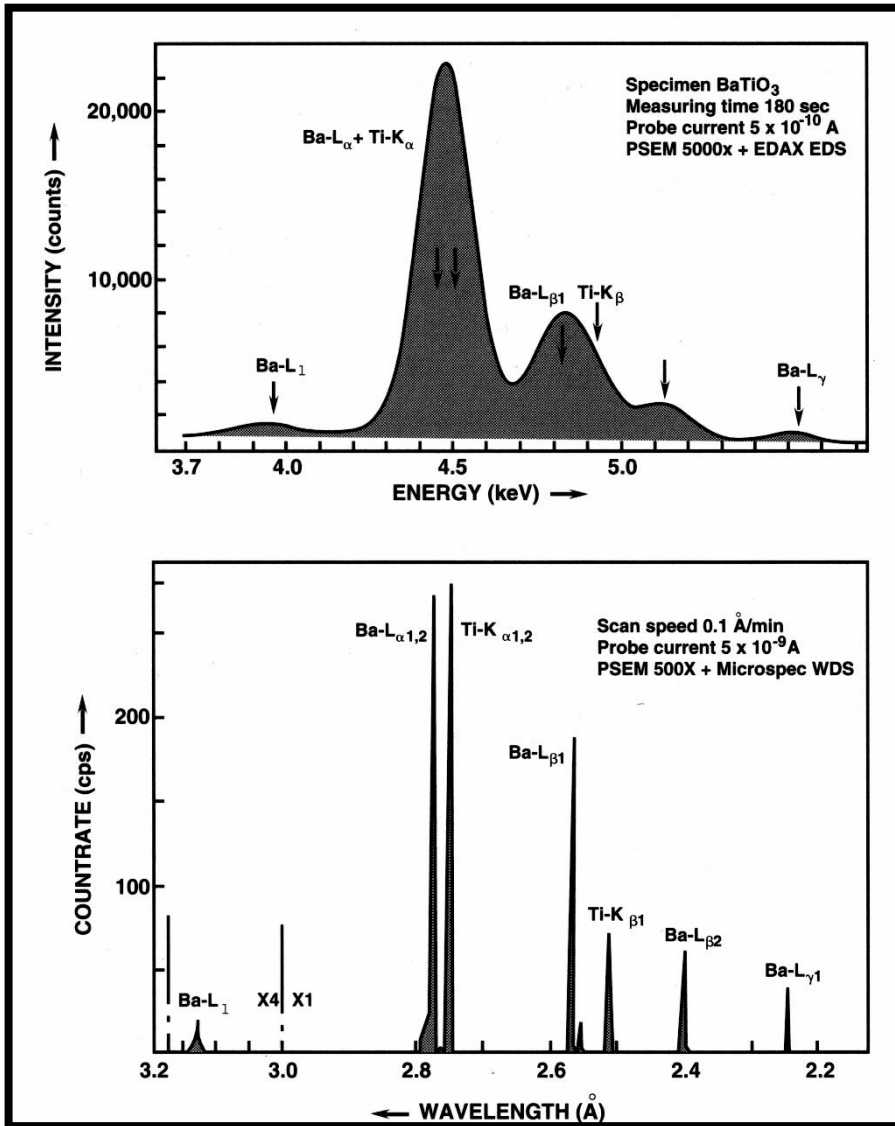




# Ανίχνευση Ακτίνων - Χ

**EDS = Energy  
Dispersive  
Spectroscopy**

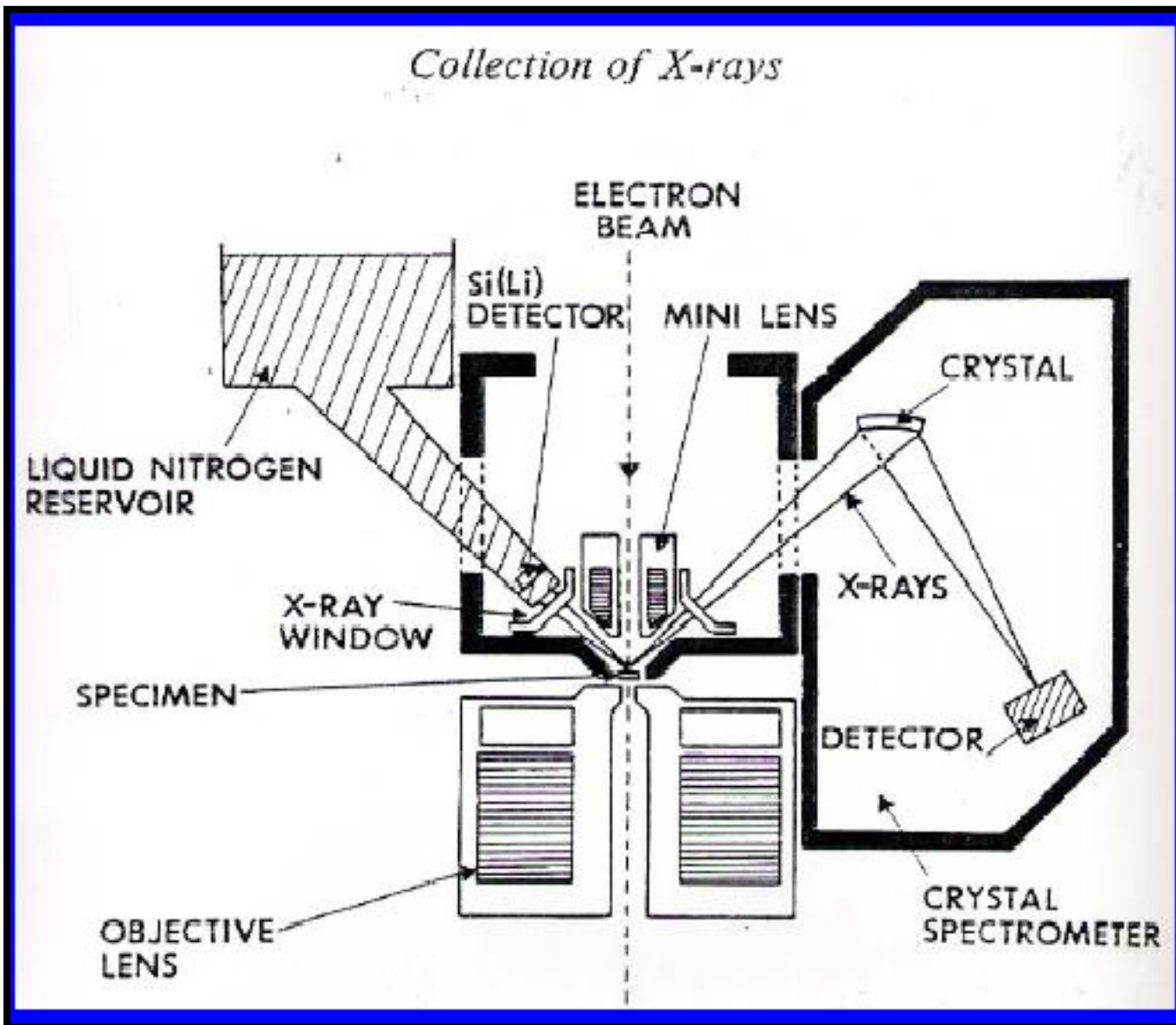
**WDS = Wavelength  
Dispersive  
Spectroscopy**





# Ανίχνευση Ακτίνων - Χ

EDS



WDS

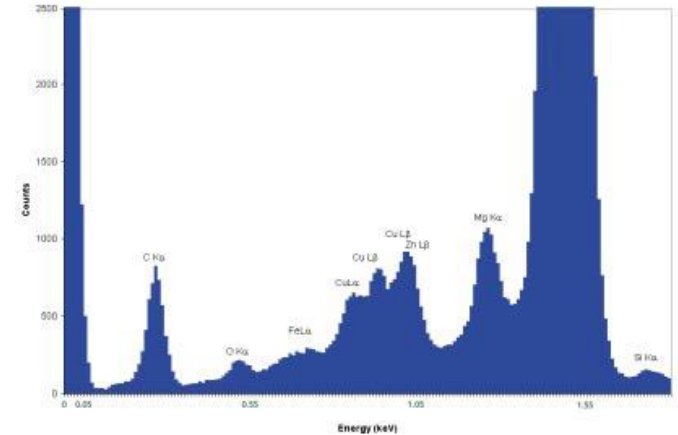


# Ανίχνευση Ακτίνων - Χ



## Pulse Processor

Measures the electronic signals to determine the energy of each X-ray detected



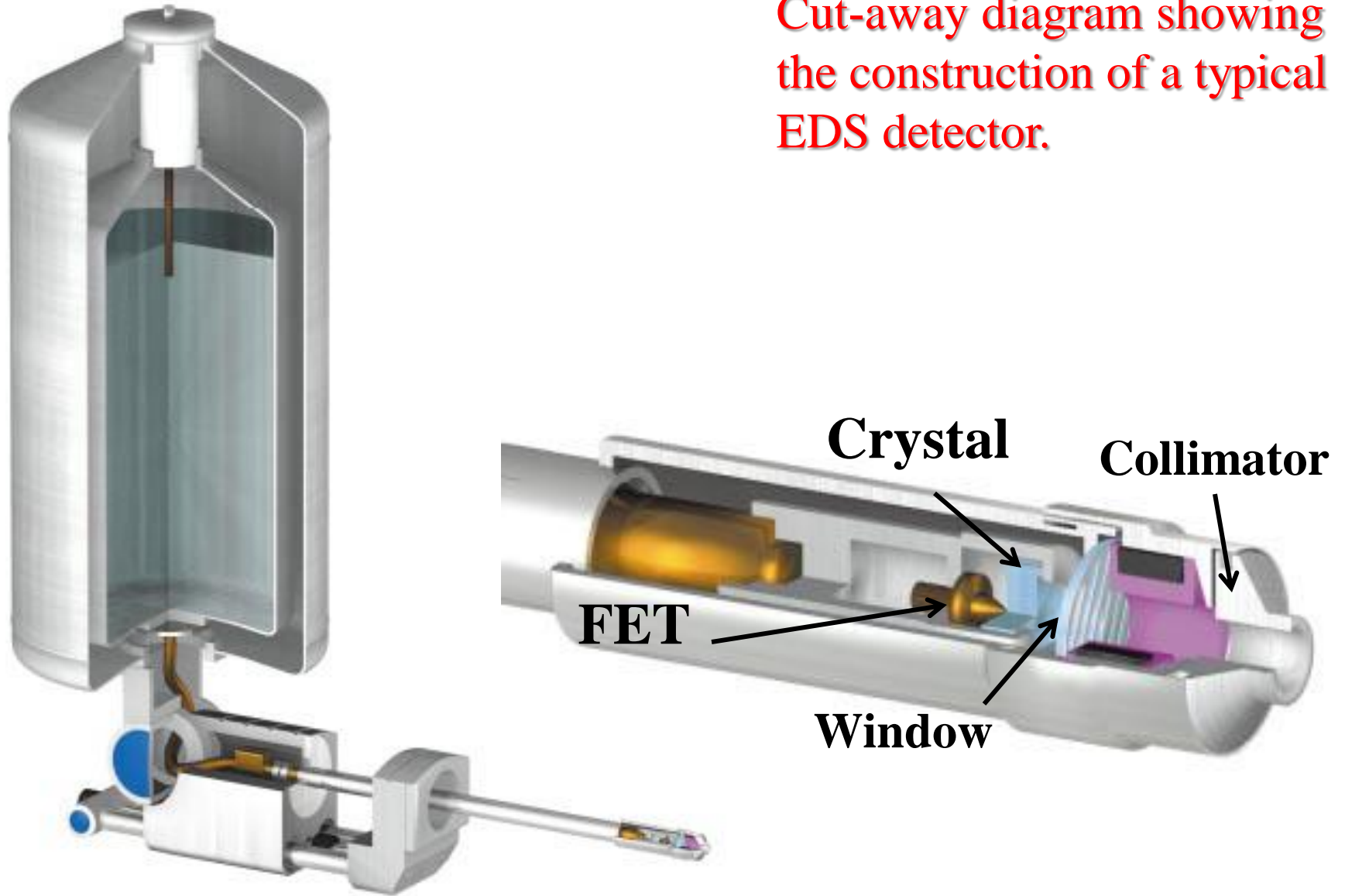
## Analyzer

Displays and interprets the X-ray data

## X-ray Detector

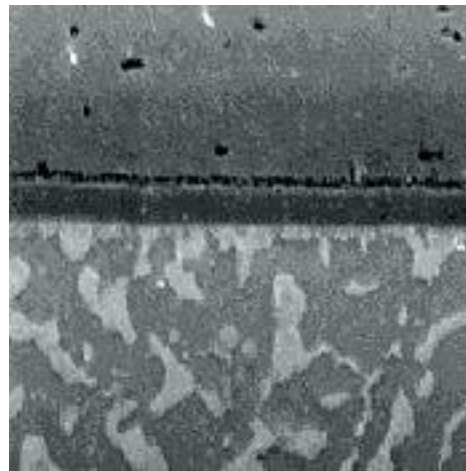
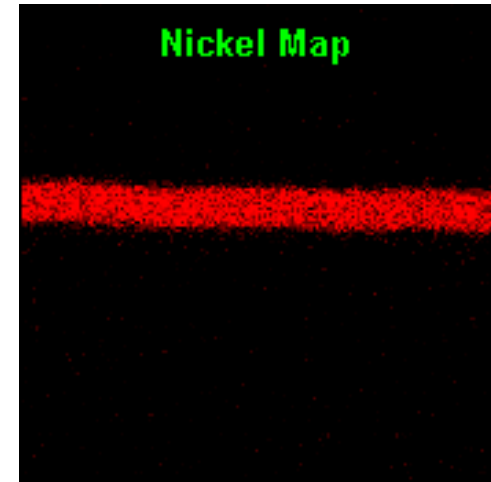
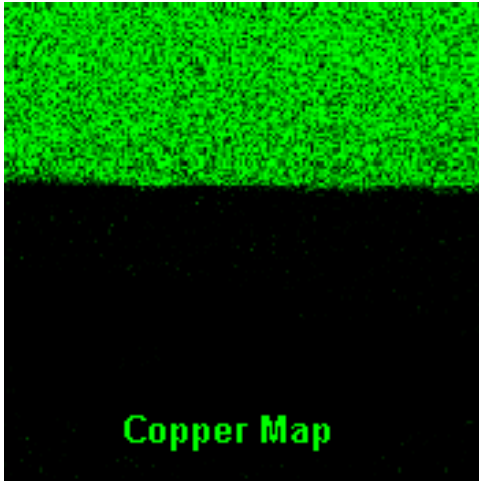
Detects and converts X-rays into electronic signals

Cut-away diagram showing the construction of a typical EDS detector.

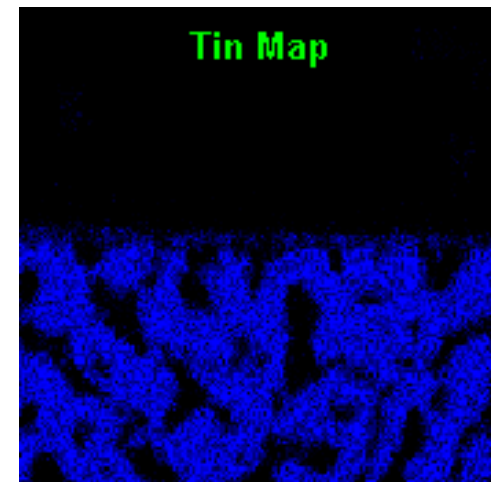
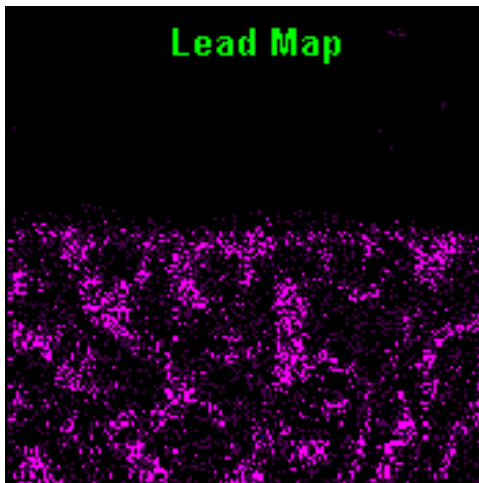




# Ανίχνευση Ακτίνων - Χ



Secondary  
Electron image





# Wavelength – dispersive analysis (WDS)

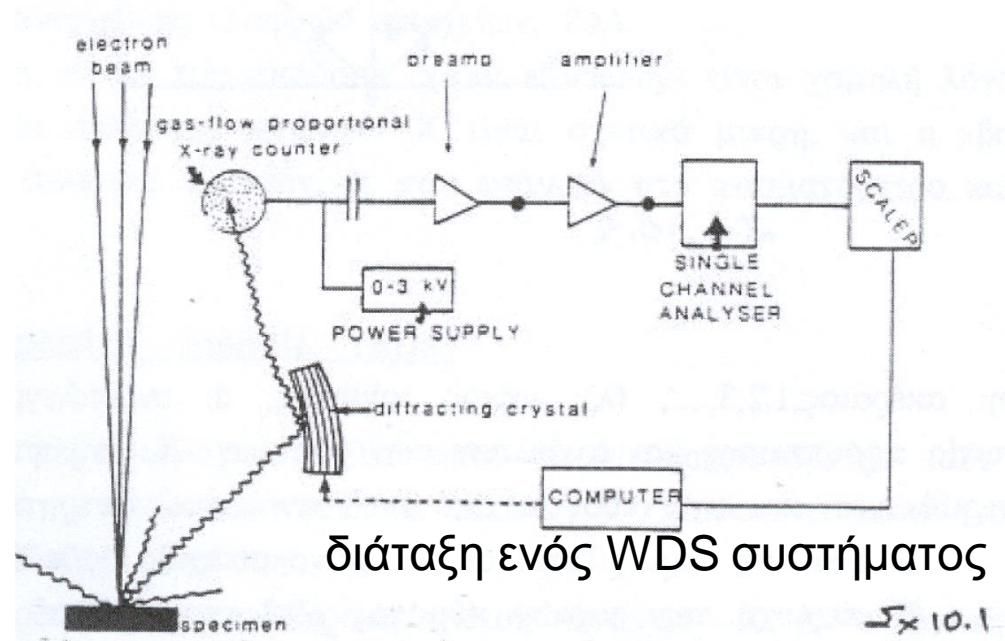
Αυτή η μέθοδος ανάλυσης ακτίνων – X είναι ακόμη σημαντική και συχνά επιλέγεται για τις αναλύσεις δειγμάτων σε μικροσκοπία σάρωσης. Αντίθετα όλα σχεδόν τα μικροσκόπια διέλευσης εξοπλίζονται αποκλειστικά με το EDS σύστημα.

Είναι γνωστή η σχέση που συνδέει το μήκος κύματος ( $\lambda$ ) ενός φωτονίου ακτίνας –X με την ενέργεια του E

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

$h$ : σταθερά του Planck

$c$ : ταχύτητα φωτός





## Wavelength – dispersive analysis (WDS)

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  $\lambda$  που ικανοποιούν το νόμο του Bragg.

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

όπου  $n$ : ακέραιος, 1, 2, 3, ...

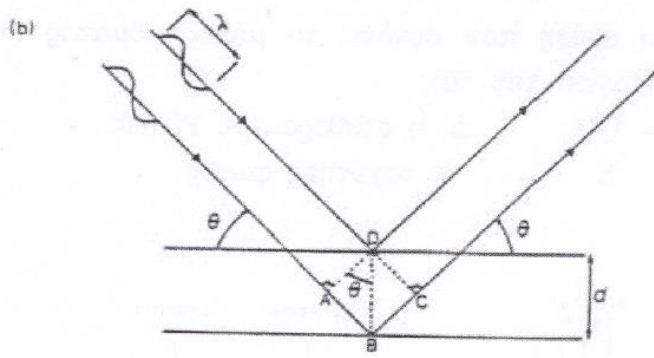
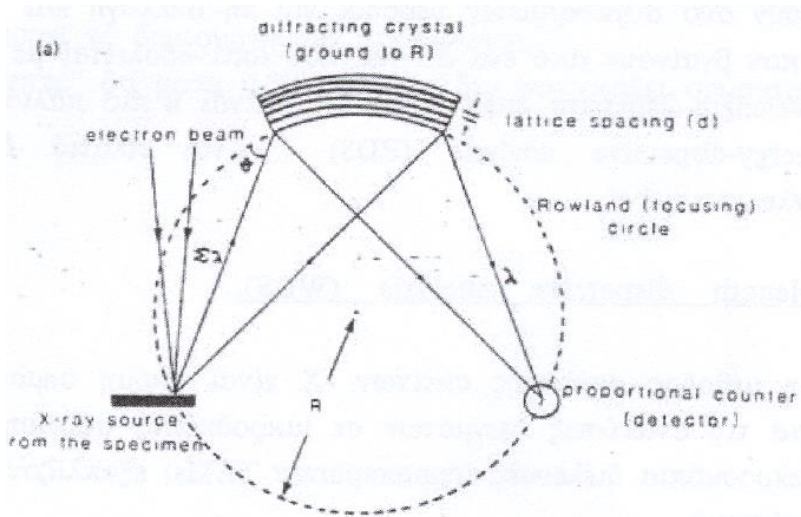
$\lambda$ : μήκος κύματος

$d$ : ενδοπλεγματική σταθερά

$\theta$ : γωνία πρόσπτωσης και ανάκλασης των ακτίνων  $-X$  που φθάνουν στον κρύσταλλο



# Wavelength – dispersive analysis (WDS)







## Wavelength – dispersive analysis (WDS)

Αυτά τα 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 απότι 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 (xray efficiency) είναι χαμηλή λόγω του ότι η σταθερά γωνία συλλογής ακτίνων-Χ είναι σχετικά μικρή, και η κβαντική απόδοση του (είναι ποσοστό ακτίνων – Χ που φτάνουν στο φασματοφωτόμετρο και που μετρούνται) μικρή.



# Wavelength – dispersive analysis (WDS)

*Some of the most commonly used diffracting crystals in WDS*

Crystal	$2d$ (nm)	Lowest detectable atomic number	
		$K\alpha_1$	$L\alpha_1$
LiF (lithium fluoride)	0.40	19 (potassium)	49 (indium)
$\alpha$ -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.

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 ( $\theta$ ) που καλυπτεται όταν περιστραφεί.

Για να έχουμε όλο το φάσμα των μηκών κύματος, στην πράξη, χρησιμοποιούνται διαφορετικοί κρύσταλλοι με διαφορετικές πλεγματικές σταθερές ( $d$ ) σε ένα μοναδικό φασματοόμετρο. Τα μήκη κύματος που στην ουσία ενδιαφέρουν την μικροανάλυση κυμαίνονται από  $0.1\mu\text{m}$  έως  $1\mu\text{m}$ . Έτσι οι κρύσταλλοι που χρησιμοποιούνται πιο πολύ αναγράφονται στον πίνακα 10.1



## Energy – dispersive analysis (EDS)

Ο κυριότερος περιορισμός του EDS φασματόμετρο κάθε φορά μπορεί να ανιχνεύει μια και μόνο μπάντα ακτίνων – X (δηλ. ένα μόνο στοιχείο) που βγαίνει από το δείγμα ανάλυσης.

Το EDS επιτρέπει την ταυτόχρονη έκθεση ακτίνων –X με ενέργειες από ~1-20KeV που συλλέγονται σε μια αναλυτική περίοδο (σχήμα 10.3)

Μερικές από τις πιο σπουδαίες αρχές των ED και WD φασματομέτρων βρίσκονται συγκεντρωμένες στον Πίνακα 2.



# Energy – dispersive analysis (EDS)

Comparison of solid-state detectors and crystal spectrometers

Operational characteristic	WDS Crystal spectrometer	EDS Solid-state detector
1. Efficiency of X-ray collection, i.e. solid angle of spectrometer acceptance	Variable, typically 0.001 steradian (therefore, minimum beam current of $10^{-8}$ A required)	Typically 0.01–0.1 steradians, because detector can be positioned very close to specimen (therefore, minimum current of $10^{-10}$ A required)
2. Quantum efficiency i.e. per cent X-rays entering spectrometer which are counted	Variable, < 30 per cent Detects A.N. $\geq 4$	$\sim 100$ per cent in the 3–15 keV range; loss of efficiency at low and high energies due to window absorption and transmission through detector, respectively. Windowless detectors detect A.N. $\geq 4$
3. Resolution	Crystal-dependent 5–10 eV; implying good P/B ratios, few peak overlaps, superior sensitivity and minimum detectable limits	Energy-dependent (150 eV at 5.9 keV)
4. Spectral acceptance range, i.e. portion of the X-ray spectrum emanating from the specimen that can be detected during a single analysis 'run'	$\sim$ The spectrometer resolution; effectively one element analysed per run	The entire useful energy range: all elements in the sample analysed sequentially, but effectively simultaneously during a single run.
5. Maximum count rates (without loss of resolution)	$\sim 50\,000$ cps; therefore especially useful for bulk metallurgical specimens	Resolution-dependent: for best resolution < 3000 cps
6. Minimum useful probe diameter	$\sim 200$ nm; smaller probes would have beam currents which are too low to generate the high X-ray yields necessary to counteract the low X-ray collection efficiency	$\sim 5$ nm; lower currents can be used because of the high X-ray collection efficiency and quantum efficiency. Ideal for thin biological specimens
7. Data collection time	15–60 min typically; biological specimens will be damaged by such prolonged exposure to the beam	1–5 min with adequate count rates
8. Spectral artefacts	Rare	Several. Major ones include: escape peaks, pulse pile-up, peak overlaps, window absorption effects

(After Goldstein *et al.* 1981.)

accuracy), peak positioning (affecting deconvolution), and dead-time correction (affecting quantitation).

The amplitude of each of the voltage pulses from the pulse-processor is measured by a combination of a capacitor and a high-frequency clock. In other words the



# Energy – dispersive analysis (EDS)

ΠΙΝΑΚΑΣ 10.2

Operational characteristic.

WDS

EDS

1. Αποδοχή σκέλεσης ακτίνων X, δηλ. η υπέρτατη γωνία που σχηματίζεται με το γραμμωτήριο.
2. Κριτική ακρόαση δηλ. το  $\gamma$  ποσοστό των ακτίνων X που φτάνουν στον ανιχνευτή και μετρίονται.
3. Διακριτικό όριο
4. Πιεσοχημική απόδοσης, δηλ. το κριτήριο του φασματος ακτίνων X του δείγματος που μπορεί να ανιχνευθεί κατά τη διάρκεια μιας ανάλυσης.
5. Μέγιστος αριθμός παλμών.
6. Ποσοτική χωρητική διαμετρική της διάταξης.
7. Χρονική ανάλυση πλεγμασμάτων.
8. Φασματική λυσιμ.

Μεταβλητή, τυπικά 0,001 σταθμιά γρ' από το λιγότερο χεμα που απαιτείται είναι  $10^8$  Λι

Μεταβλητή ~30% Ανιχνευση Z>4

Εξαρτώμενος απ' τον κρυσταλλο 5 ΗΚεV  
Πούρονοιας κελούς Ρ/Β λόπος λίγες εκατοστιαίες κορυφών ανώτερες επικαθάρια και ελάχιστο όραση ανιχνευσης

Το διακριτικό όριο του φασμασμάτιζου  
Σε κάθε μια ανάλυση ανιχνεύεται ένα στοιχείο

~ 50.000 γρσ γρ' από χρομήριο τοδικά απ "χρονική" δείγματα μεταλλογρήας

700 μm μωφώτατος διαμετρία θα είναι τον απαιτείται δείγμα με χρομήριο γωφάλο γρ να διαμορφωθούν ιονισμοειδικά ποσοτικά ακτίνων X απ ανιχνευση

15 μm τυπικά  
(~5)

Στόνια

Τυπικά 0,01-0,1 σταθμιά, γιατί ο ανιχνευτής μπορεί να κοσμή στα δείγμα, γρ' από το λιγότερο χεμα που το  $10^8$  Λι

~ 100% στην περιοχή 1-15ΚεV μειώνεται η απόδοση επι υψηλές ενέργειες λόγω της απορρόφησης στο περιβάλλον κ των ανιχνευτή ανίχνευση.

Ανιχνεύει χωρής ακρόαση Ζ>4 ανιχνεύσει.

Εξαρτώμενο από την ενέργεια (150eV και 5,9ΚεV)

Η περιοχή των χρομήμων ενεργειών όλα απ στοιχείο ανάλυσης ανιχνεύει και τυποχρόνος κατά την ανάλυση.

Εξαρτώμενος απ' το διακριτικό όριο για το καλύτερο Δ.Ο

~ 5mm. Εδώ μπορούν να χρησιμοποιηθούν μικροί χρομήμοι ακτίνων X και η κριτική ακρόαση είναι μεγάλη

1-5 μm με κωαλλήλους αριθμούς παλμών.

Αύραση Το κριτικότερο είναι κορυφές διαμετρία, σκεμω επικαθάρια κορυφών, δείγματε γρομήμοι λόγω επικαθάριας απ ανιχνευτή



# Ο ανιχνευτής και η 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 επικαλυμένος 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  $\theta$



# Ο ανιχνευτής και η ανίχνευση

Όταν το φωτόνιο χτυπήσει την ενεργό περιοχή του κρυστάλλου Si(Li), τότε θα έχουμε μία σειρά κρούσεων έως ότου απορροθηθεί 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

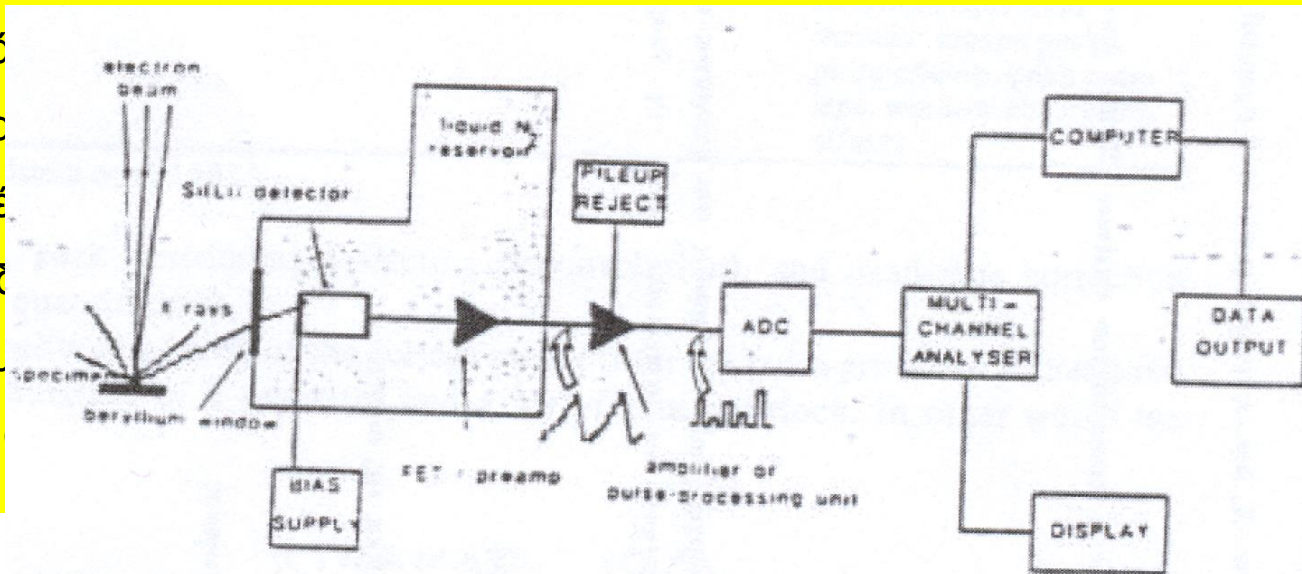
$\varepsilon = 3.8eV$  για το πυρίτιο



# Ο ανιχνευτής και η ανίχνευση

Το πλάτος των παλμών φορτίου στην περίπτωση μας είναι μικρό (π.χ. ένα φωτόνιο ενέργειας 5KeV δημιουργεί συνολικά 1300e<sup>-</sup> (και οπές) που ισοδυναμούν με φορτίο 2x10<sup>-16</sup> Cb). Άρα ουσιαστικά απαιτείται ενίσχυση του σήματος μέχρι 10<sup>10</sup> 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 γραμμικό όταν αυτόματα προκαθορισμένη κλιμακωτή έξοδος μέγεθος (σχήμα) ενέργειας του

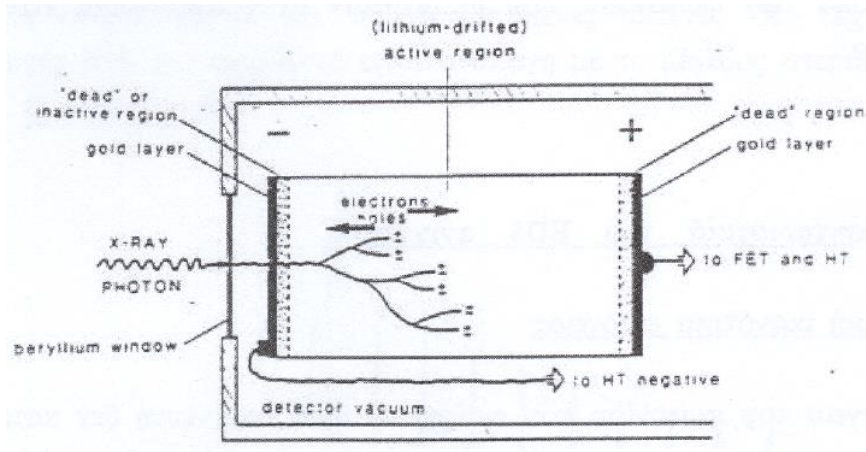


θεί μόνο άσει ένα έπει την 10V σε ύ και της



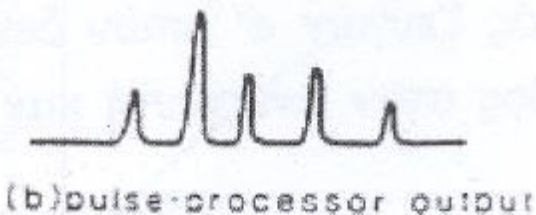
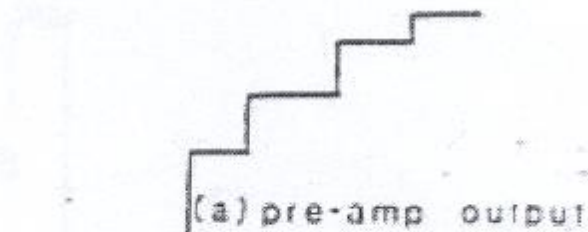


# Ο ανιχνευτής και η ανίχνευση



Σε αντίθεση με το WDS, ο διαχωρισμός του φάσματος ακτίνων  $-X$  παρουσιάζεται ηλεκτρονικά στο EDS. Ο 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 εμπόδηση της συσσώρευσης παλμών – και συμβάλει στην ευαισθησία και την ποσοτική ακρίβει 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, μετρείται από ένα συνδιασμό 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 πλήρει 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.





# Χαρακτηριστικά του EDS ανιχνευτή

Διακριτική ικανότητα ενέργειας

Η απόδοση ανιχνευτή σε σχέση με την γεωμετρία του

3. Κβαντική απόδοση του ανιχνευτή
4. 4.     Στοιχειακή ευαισθησία
5. 5.     Κορυφές διαφυγής πυριτίου
6. 6.     Κορυφές πυριτίου



# Χαρακτηριστικά του EDS ανιχνευτή

. 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



# Χαρακτηριστικά του EDS ανιχνευτή

. Διακριτική ικανότητα ενέργειας

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

Όπου  $E_c$ : ενέργεια φωτονίου (eV),  $e=3.8$  eV και  $F$  είναι Fano factor που εισάγεται επειδή ο σηματοπισμός 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 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 φασματομέτρα είναι της τάξης των 150 eV. (WDS φασματομέτρα έχουν διακριτικό όριο της τάξης των 10-20eV, πράγμα που σημαίνει πολύ καλύτερους P/B λόγους από το EDS).



# Χαρακτηριστικά του EDS ανιχνευτή

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.

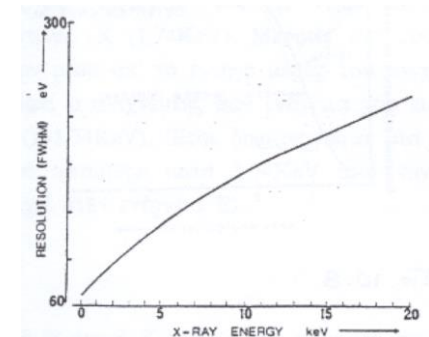
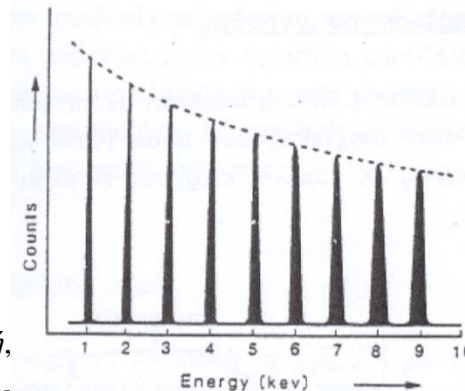
$$Q = \left( \frac{A}{S^2} \right) \sin a$$

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 στο δείγμα

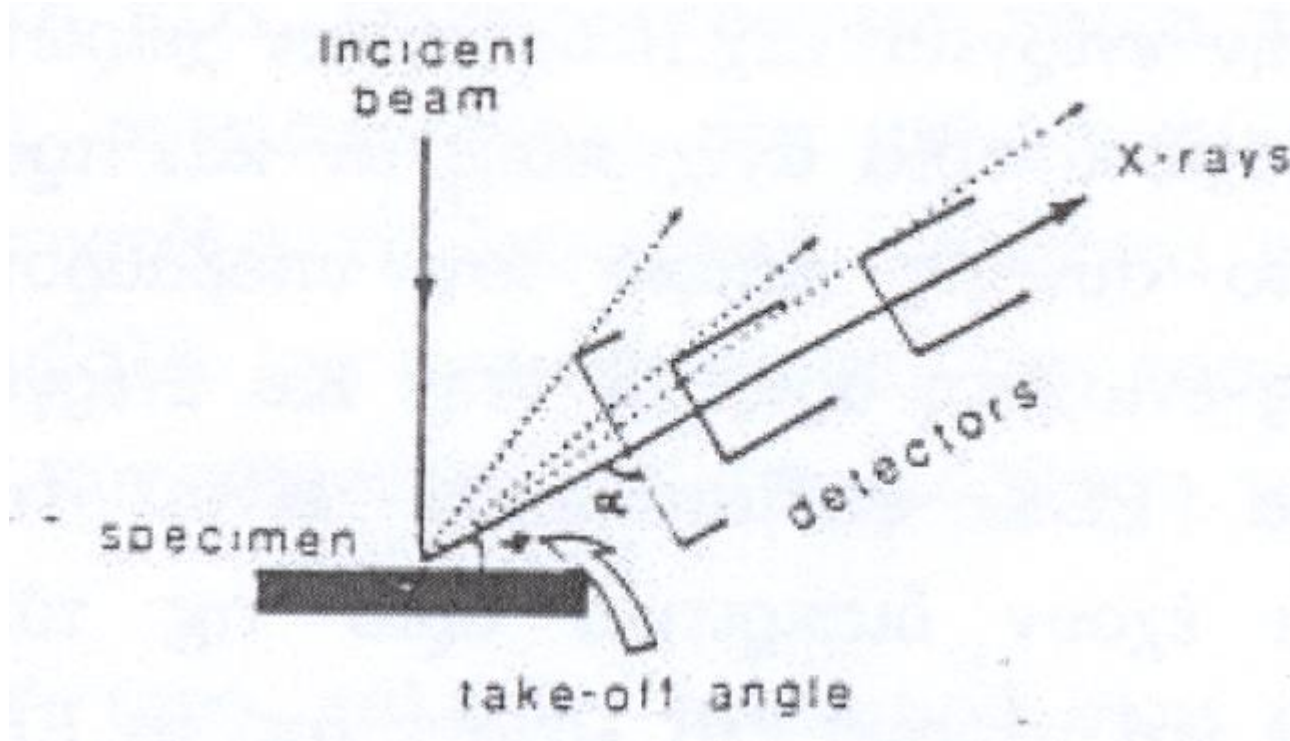


Η στερεά γωνία μπορεί επίσης να αυξηθεί μεγαλώνοντας την επιφάνεια του ED ανιχνευτή, αν και μεγαλύτεροι ανιχνευτές δίνουν τελικά κατώτερο διακριτικό όριο



# Χαρακτηριστικά του EDS ανιχνευτή

Η απόδοση ανιχνευτή σε σχέση με την γεωμετρία του



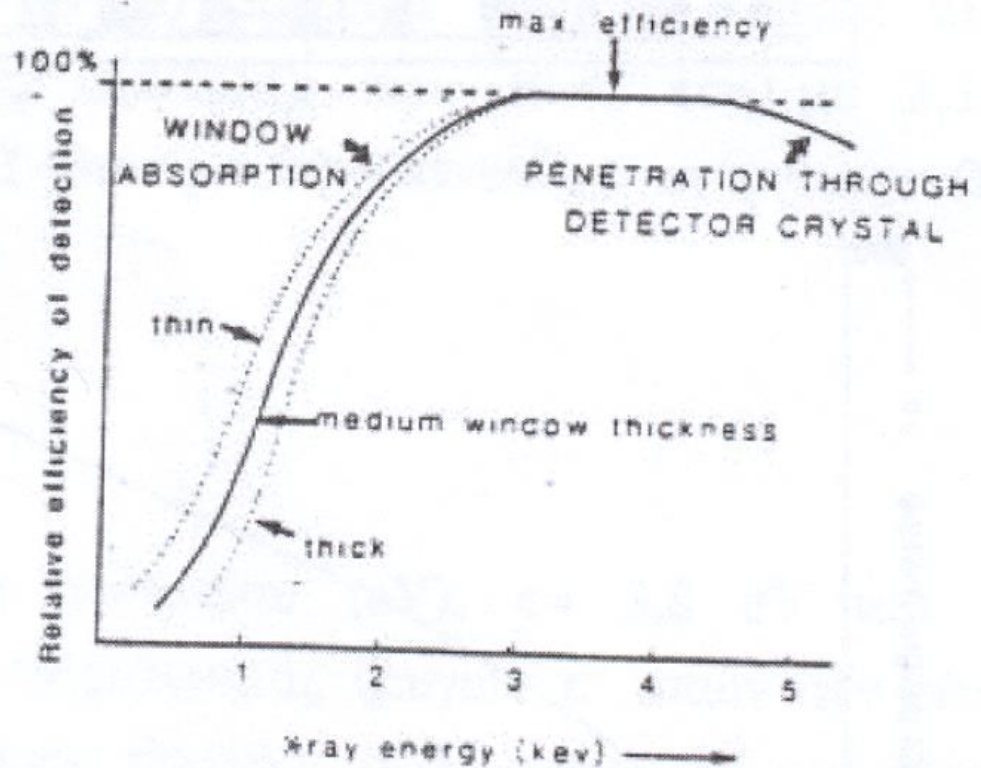


# Χαρακτηριστικά του EDS ανιχνευτή

## 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 10.8). οι ακτίνες X χαμηλής ενέργειας εν μέρει απορροφώνται στο παράθυρο Be.

Για αυτό το λόγο και τα στοιχεία που είναι ελαφρότερα απί δεν μπορούν κανονικά να ανιχνευτούν (παρόλο που συνε αυξάνονται οι ανιχνευτές που χρησιμοποιούνται με πολύ / 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  $\alpha$  (εξίσωση 10.5). η κβαντική απόδοση 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 απολειών στον κρύσταλλο περιθλασης και λόγω διαπέρασης στον αναλογικό μετρητή.





# Χαρακτηριστικά του EDS ανιχνευτή

## 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-Χ. 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.





# Χαρακτηριστικά του EDS ανιχνευτή

## Κορυφές διαφυγής πυριτίου

Όταν μέσα στον ανιχνευτή μπαίνουν ακτίνες  $-X$  με ενέργειες μεγαλύτερες από την κρίσιμη ενέργεια ιονισμού του Si (1.84KeV) τότε μπορεί να δημιουργηθούν SiKa ακτίνες  $-X$  (1.74keV). 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-1.74keV). έτσι δημιουργείται μία ψευτοκορυφή (silicon escape peak) ενεργειακά κατώτερη κατά 1.74keV από την κύρια κορυφή που συνοδεύει (που αντιστοιχεί στην ενέργεια E).



# Χαρακτηριστικά του EDS ανιχνευτή

## 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 0.2wt% Si μέσα στο δείγμα



# EDS Διαδικασία ανάλυσης και προβλήματα

## 6. Κορυφές πυριτίου

1. Συσσώρευση παλμών ή αθροιστικές κορυφές
2. 2. Διόρθωση χρόνου ανάπαυλας (DT, νεκρού χρόνου)



# EDS Διαδικασία ανάλυσης και προβλήματα

Ξεχωρά από την ποιότητα του Si (Li) κρυστάλλου, το διακριτικό όριο ενέργειας στο EDS

1. προσδιορίζεται επίσης και από τις χαρακτηριστικές του κυρίως ενισχυτή. Θα έχουμε το συσσωρευση παλμών ή αθροιστικές κορυφές

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 κάποιος 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  $E(\text{KeV})$  (η ενέργεια των εισερχόμενων ακτίνων  $-X$ ) μέχρι  $2 E(\text{KeV})$ . 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  $E_1, E_2, E_3$ , τότε οι αθροιστικές κορυφές που μπορεί να εφαρμοστούν είναι  $2 E_1, 2E_2, 2E_3, E_1+E_2, E_2+E_3$ , και  $E_1+E_3$ ) ευτυχώς οι μοντέρνοι ενισχυτές έχουν ειδικό κύκλωμα αναίρεσης των αθροιστικών κορυφών (pill-up rejector). Στην περίπτωση αυτή όμως των ανιχνευτών δίχως παράθυρο, η συσσωρευση παλμών παραμένει ανεπηρέαστη στην περιοχή ενεργειών 0-1keV πράγμα που σημαίνει ότι πρέπει να χρησιμοποιούνται χαμηλοί ρυθμοί παλμών.



# EDS Διαδικασία ανάλυσης και προβλήματα

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