

## طیف سنجی پراش انرژی پرتو ایکس

نازنین نیک رو<sup>۱</sup>، بهنام رحمانی<sup>۲</sup>

۱- فیزیک حالت جامد، بنیاد علوم کاربردی رازی

nnikroo@razi-foundation.com

۲- مهندسی مواد متالورژی، بنیاد علوم کاربردی رازی

brahmani@razi-foundation.com

کلمات کلیدی: آشکارگر، پرتو الکترونی، پرتو ایکس، حامل های بار، تراز الکترونی

### ۱. چکیده

آنالیز EDS یک روش نیمه کمی برای تعیین درصد عناصر موجود در نمونه می باشد. این روش مبتنی بر، برهمکنش منبع الکترونی با نمونه می باشد. آشکارگرهایی که در این روش برای شناسایی عناصر به کار می روند نیمه هادی هایی از جنس سیلیکون یا ژرمانیوم می باشند. سیلیسیم معمولاً دارای مقداری بور به صورت ناخالصی است که باعث به وجود آوردن لایه ظرفیتی سیلیسیم می گردد. این کمبود الکترون سیلیسیم را رسانا می کند. نحوه قرار گیری این آشکارگرها به این صورت می باشد که بیشترین سیگنال ها را جذب کنند. این فرایند با پردازش اشعه ایکس تولید شده امکان دریافت طیفی از عناصر موجود در نمونه را به ما میدهد. [۱،۷]

### ۲. مقدمه

میکروسکپ های الکترونی با قابلیت های خود تحولی عظیم در زمینه میکروسکوپی ایجاد کردند. این میکروسکپ ها با قدرت تفکیک بالا، امکان مطالعه در زمینه علوم مختلف از جمله بایولوژی، فیزیک، پزشکی، نانو و ... را میسر نمودند. از طرفی، بزرگترین مزیت آنها مجهز بودن به سیستم EDS است که به صورت هم زمان، تصویری از نمونه و امکان شناسایی عناصر یا فازهای

<sup>1</sup> Nazanin Nikroo, Physics solid State, Razi Applied Science Foundation

<sup>2</sup> Behnam Rahmani, Materials Metallurgy Engineering, Razi Applied Science Foundation

مختلف نمونه را به ما می دهد. از طرفی این دو ابزار در خلاء بالا و محیطی بدور از رطوبت عمل می کنند تا بتوانند پرتو الکترونی پراثرژی، برای گرفتن تصویر و آنالیز مناسب تولید کنند. [۴] در این میکروسکپ ها برخورد پرتو الکترونی با نمونه منجر به تولید سیگنال هایی خواهد شد، که شامل الکترون های ثانویه، الکترون های برگشتی و پرتو های ایکس خواهند بود. الکترون های ثانویه بیشتر در تهیه تصاویر از توپوگرافی سطح مورد استفاده قرار می گیرند.

الکترون های برگشتی از برخورد الاستیک الکترون های پرتو اولیه با هسته اتمهای موجود در نمونه به وجود می آیند. و به این دلیل که این برخوردها بیشتر زمانی نمود پیدا می کند که هسته عناصر بزرگ می باشد (زمانی که عدد اتمی بزرگ باشد)، الکترونهای برگشتی برای نشان دادن اختلاف فاز بر حسب عدد اتمی استفاده می شوند. فاز های با عدد اتمی بالاتر الکترون های برگشتی بیشتری تولید کرده و زمانی که با آشکارگر BSE مشاهده می شوند روشن تر می باشند.

پرتو ایکس معمولاً زمانی تولید می شود که باریکه پرتو الکترونی اولیه سبب بیرون راندن الکترون داخلی ترین لایه شود. الکترون لایه بیرونی این جای خالی را پر خواهد کرد، اما با این عمل از الکترون لایه بیرونی پرتو ایکس ساطع خواهد شد که انرژی این پرتو به جرم هسته الکترون و تفاوت در انرژی های اوربیتال های الکترون های مورد بحث بستگی خواهد داشت. پرتو  $K\alpha$  زمانی تولید خواهد شد که یک الکترون از لایه  $k$  رانده می شود و یک الکترون از لایه  $L$  این جای خالی را پر می کند.  $K\beta$  هنگام جابه جایی الکترون از لایه  $M$  به لایه  $L$  ایجاد می شود. پرتو های ایکس تولید شده از الکترون های لایه  $M$  به دلیل دور بودن از هسته، همیشه انرژی تهییج کمتری نسبت به ترازهای  $k$  و  $L$  خواهند داشت.

در آنالیز به روش EDS، پرتوهای ایکس عناصر بر حسب عدد اتمی شان از کم به زیاد (از انرژی کم به انرژی بیشتر) قرار گرفته شده اند. و به همین ترتیب از تفسیر سیگنال های پرتو ایکس تولید شده می توان عناصر موجود در نمونه را به صورت نیمه کمی شناسایی کرد. عوامل بسیاری وجود دارند که در آنالیز به روش EDS مورد بحث قرار می گیرند که در اینجا به بررسی تعدادی از این عوامل پرداخته می شود. [۱-۳]

## ۱-۱. آشکارگر

آشکارگر مورد استفاده در EDS، قطعه ای نیمه هادی می باشد که برای شناسایی پرتو ایکس ساطع شده از عناصر موجود در نمونه و تبدیل انرژی آن به بار الکتریکی، مورد استفاده قرار می گیرد. این بار پس از اینکه مورد پردازش قرار گرفت به صورت سیگنال در آمده، سپس آشکارگر انرژی پرتو ایکس را شناسایی کرده و این منجر به شناسایی عنصر می شود.

پرتو ایکس در فعل و انفعالات<sup>۳</sup> با نیمه هادی<sup>۴</sup> انرژی خود را از دست می دهد و این منجر به تولید حامل های بار الکتریکی در نیمه هادی می شود. آشکارگر حالت جامد توانایی جمع آوری این بار را خواهد داشت. یکی از ویژگی های مهم نیمه هادی ها این است که قادر به جمع آوری تمامی حامل های بار مثبت و منفی تولید شده خواهند بود.

از سال ۱۹۷۰ آشکارگرهای نیمه هادی از جنس سیلیکون یا ژرمانیوم دوپ شده با لیتیم تولید شده اند. این آشکارگرها، آشکارگرهای حالت جامد<sup>۵</sup> نامیده می شوند. [۳-۵]

## ۲-۱. پنجره آنالایزر

پنجره های مورد استفاده در EDS به پرتو ایکس مورد نیاز اجازه عبور داده و از آشکارگر در مقابل ورود پرتوهای ایکس مازاد و آلودگی محافظت می نمایند. ماده مورد استفاده در این پنجره ها تاثیر بسزایی در میزان شناسایی پرتوهای ایکس با انرژی پایین<sup>۶</sup> را در آشکارگرها دارد.

رایج ترین پنجره ای که در EDS استفاده می شود پنجره برلیمی می باشد که فویلی برلیمی به ضخامتی بین ۷ تا ۱۲ میکرون می باشد، که گاهی این ضخامت به ۵ میکرون نیز می رسد و پرتو ایکس با انرژی حدود ۱ کیلو الکترون ولت از آن به راحتی عبور خواهد کرد. پنجره های برلیمی در مقابل شکستن خلا و فشار اتمسفر مقاوم بوده و مزیت دیگر کدر بودن در مقابل فوتون های

<sup>3</sup> Interaction

<sup>4</sup> Solid

<sup>5</sup> Solid State

<sup>6</sup> Low energy efficiency

اپتیکی خواهد بود. از طرفی یکی دیگر از خصوصیات پنجره های برلیمی این می باشد که جذب کمی از پرتو ایکس مورد نیاز را دارند.

پنجره های برلیمی از زمان تولید اولین آشکارگرهای EDS مورد استفاده قرار می گرفتند. اما از اوایل ۱۹۸۰ پنجره های بسیار نازک پلیمری نیز مورد استفاده قرار گرفتند. نوعی از این پنجره های پلیمری فوق نازک<sup>۷</sup> به ما امکان آنالیز برای تعیین وجود عنصر  $Be(z=4)$  و  $B(z=5)$  و البته بالاتر را می دهند.

### ۳-۱. ثابت های زمانی

در EDS زمان واقعی به live time و dead time تقسیم بندی می شود. live time مربوط به زمانی می باشد که آشکارگر توانایی دریافت پرتو ایکس را دارد و dead time مربوط به زمانی می شود که آشکارگر امکان دریافت هیچ پالسی را ندارد، زیرا یا در حال پردازش و یا در حال رد کردن پرتو ایکس می باشد. اساساً، بارهای مربوط به پرتو ایکس در حدود ۵۰ نانو ثانیه جمع آوری می شوند ولی پردازش این پالس در حدود ۵۰ میکروثانیه زمان خواهد برد یعنی در حدود ۱۰۰۰ برابر طولانی تر.

### ۴-۱. پرتوهای ایکس مستمر<sup>۸</sup>

در نتیجه تفرق غیر الاستیک الکترون های اولیه که منجر به کاهش شتاب و انرژی الکترونها بدون ایجاد یونیزاسیون آنها در نمونه می شود، پرتوهای ایکس مستمر به وجود می آیند. این پرتوها زمینه طیف EDS می باشند و شدت آنها هم به عدد اتمی عناصر تشکیل دهنده نمونه و هم به پرتو انرژی ربط دارد و این شدت با افزایش جریان پرتو افزایش می یابد.

---

<sup>7</sup> Ultra Thin

<sup>8</sup> Continuum X-Rays

## ۵-۱. پرتو مشخصه<sup>۹</sup>

تفرق غیر الاستیک بین الکترون های پرتو اولیه و الکترون های لایه داخلی که منجر به کنده شدن الکترون از اتم موجود در نمونه می شود، منجر به تشکیل پرتو مشخصه می شود. با کنده شدن الکترون اتم به حالت یونیزه و تهییج در خواهد آمد و به الکترون لایه خارجی امکان نشستن در لایه داخلی را می دهد. در برگشت از حالت برانگیخته به حالت ابتدایی، اتم باید انرژی خود را از دست بدهد که سبب تابش پرتو خواهد شد. در این حالت پرتو ایکس خارج شده، طول موج مشخصی دارد که بستگی به تفاوت انرژی مدارهای اتمی خواهد داشت و بنابراین می توان آن را پرتو مشخصه نامید. از آنجاییکه سطح انرژی لایه های متفاوت به تعداد بارها در هسته مرتبط است پرتو ایکس گسیل شده خصیصه ای از آن عنصر خواهد بود. باید توجه کرد که ورود الکترونها بباران کننده به درون ماده بمباران شونده، با دو پدیده همراه است. یکی کاهش تدریجی انرژی الکترون در برهمکنش با ابر الکترونی اتم های نمونه که همراه با تابش پرتو از نمونه با طول موج های گوناگون است و دیگری، برخورد الکترون با الکترون های اتم و بیرون راندن آنها. [۵، ۶]

## ۶-۱. عمق نفوذ

الکترون تا عمق خاصی درون یک نمونه نفوذ خواهد کرد و این را می توان با معادلات مختلف و یا نرم افزار شبیه سازی مونت کارلو<sup>۱۰</sup> تا حدی مشخص کرد. در واقع الکترون ها در هر عمقی هنگام نفوذ در نمونه مقداری از انرژی خود را از دست می دهد.

در نتیجه ممکن است یک الکترون فراتر از عمق نفوذ موثر خیلی زود مقدار زیادی از انرژی خود را از دست بدهد و در نتیجه نتواند پرتو ایکسی که خصیصه ای از آن عنصر می باشد را تهییج کند. هر عنصر در نمونه انرژی یونیزاسیون و عمق تهییج مربوط به خودش را داراست.

---

<sup>۹</sup> Characteristic X-rays

<sup>۱۰</sup> Monte Carlo

## ۷-۱. پرتو ایکس فلئورسانس

همانگونه که پرتوهای مشخصه می توانند توسط الکترون های پرتو تولید شوند، می توانند توسط پرتوهای دیگر اشعه ایکس نیز تولید شوند. که این بدین معناست که پرتو ایکس شامل فلئورسانس می باشد. به عنوان مثال پرتوهای ایکس تراز Ka نیکل، انرژی نزدیکی به انرژی یونیزاسیون تراز Ka آهن دارند و خیلی سریع سبب فلئورسانس پرتوهای ایکس آهن می شوند. این امر سبب افزایش پیک آهن و کاهش پیک نیکل در طیف خواهد شد و این چیزی نیست که ما در مورد فراوانی این دو عنصر انتظار داشتیم.

## ۸-۱. پیک مجموع<sup>۱۱</sup>

در هنگام آنالیز زمان لازم برای شناسایی پرتوهای ایکس در حد چند نانو ثانیه می باشد. این امکان وجود دارد که دو پرتو ایکس با انرژی یکسان در این مدت زمانی کوتاه با آشکارگر برخورد کنند و به عنوان سیگنالی با دو برابر انرژی شناخته شوند. پیک مجموع معمولاً در زمان هایی که میران شمارش الکترون ها در واحد زمان بالا می باشد ایجاد مشکل خواهند کرد. [۱-۳]

## ۳. نتیجه گیری

آنالیزر EDS می تواند بر روی میکروسکپ های SEM، TEM، و STEM نصب شود، و این امکان را برای ما به وجود خواهد آورد که هم زمان با مشاهده نمونه، آنالیز از فازهای مختلف و یا ذرات با مورفولوژی متفاوت را نیز داشته باشیم. با داشتن EDS در این میکروسکپ ها امکان آنالیز منطقه ای و آنالیز از ذرات در ابعاد میکرون تا ۷۰۰ نانومتر برای ما وجود خواهد داشت. همانطور که اشاره شد بمباران الکترونی بر روی سطح نمونه سبب ایجاد پرتو ایکس خواهد شد که این پرتوها مشخصه ای از عناصر موجود در نمونه می باشند. EDS امکان شناخت عناصر موجود در نمونه در مناطق خاص بر حسب طیفی از عناصر

---

<sup>11</sup> Sum peaks

را به ما می دهد که این طیف شدت (تعداد پرتوهای ایکس شناسایی شده) بر حسب انرژی این پرتوها می باشد، همچنین به ما امکان شناسایی تغییرات عناصر روی یک خط و توزیع عناصر در یک صفحه را می دهد.

## Energy Dispersive Spectrometry Principle

Nazanin Nikroo, Master of science (physics solid state), Razi Applied Science Foundation, nnikroo@razi-foundation.com

Behnam Rahmani, Materials Metallurgy Engineering, Razi Applied Science Foundation

Key Words: Detector, Electron Beam, X-Ray, Charge Carrier, Energy Level

### Abstract:

Energy dispersive spectroscopy is a semi quantitative analysis. It is based on the interaction between the electron source and the sample. The detectors which are using in EDS analysis are solid states such as Silicon and Germanium. A small amount of boron impurity in the Silicon creates valance shell in this solid. The detectors are placed in in a way, in order to attract more signals. By processing the produced X-Ray we would be able to have the spectrum of the existing elements in the material.

### ۴. منابع و مراجع

1. Energy dispersive X-Ray spectrometry, EDS Instrumentation and signal detection, Alan Sandborg-EDX International, INC
2. X-Ray Spectrometry in Electron Beam Instruments (D Williams, J. Goldstein and D. Newbury, eds) Plenum Press, New York(1995)
3. Principles of analytical Electron Microscopy (D.C. Joy, A. Romig, Jr . and J. Goldstein, eds) Plenum Press, New York(1989)
4. Handbook of sample preparation for scanning electron microscopy and X-Ray microanalysis, Patrick Echlin, Cambridge analytical microscopy UK-Springer
5. <http://www.wikipg.com/wiki/characteristic> X-Ray

6. Hand book of analytical Methods for materials, Larry D. Hanke, P.E. CEO/Principle Engineer, Material Evaluation and engineering (2001).

۷. آنالیز الکترون مایکروپروب به روش طیف سنجی انتشاری طول موج اشعه ایکس ، معاونت فناوری اطلاعات و ارتباطات، مهندس خلیل اللهیاری، پروژه مشترک دانشگاه شهید بهشتی و موسسه فناوری ماساچوست.