

# کندوپاش و تأثیرات آن در آماده‌سازی نمونه‌ها

نازنین نیک‌رو<sup>۱</sup>، بهنام رحمانی<sup>۲</sup>

۱- فیزیک حالت جامد، بنیاد علوم کاربردی رازی

[Nazaninr@yahoo.com](mailto:Nazaninr@yahoo.com)

۲- مهندسی مواد متالورژی، بنیاد علوم کاربردی رازی

[Rahmani.Behnam@ymail.com](mailto:Rahmani.Behnam@ymail.com)

کلمات کلیدی: کند و پاش، پلاσμα، تارگت، پوشش دهی، طلا

## ۱. چکیده

در دستگاه کندوپاش با به وجود آمدن پلاσμα بین کاتد و آند توسط گازی که در این فرآیند استفاده می‌شود (معمولاً گاز آرگون) و سپس با بمباران شدن سطح تارگت<sup>۳</sup> با استفاده از یون‌های گاز، این سطح دچار فرسایش می‌شود؛ انجام این فرآیند کندوپاش نامیده می‌شود. یکی از موارد کاربرد فرآیند کندوپاش، در آماده‌سازی نمونه‌ها برای گرفتن تصاویر با میکروسکپ الکترونی است. با استفاده از این روش و با نشان دادن لایه‌ای از یک فلز رسانا روی نمونه، هدایت الکتریکی در نمونه‌های غیرهادی و یا نیمه‌هادی برقرار شده و می‌توان تصویری مناسب از نمونه تهیه کرد که در این مقاله به بررسی این روش پرداخته می‌شود.

## ۲. مقدمه

روش‌های متفاوتی برای به وجود آوردن لایه‌ای نازک روی نمونه، در شرایط خلاء وجود دارد: یک روش، روش تبخیر است که در این روش، یک فلز رسانا به اندازه دمای تبخیرش در خلاء بالا گرم شده و اتم‌های فلز تبخیر شده روی سطح نمونه چگال

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

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

<sup>3</sup> target

می‌شوند. روش دیگر که می‌توان به آن اشاره نمود پدیده کندوپاش است که در این روش سطح فلز، رسانایی که دارای بار منفی است توسط یون‌های مثبت در خلاء پایین بمباران شده و اتم‌های فلز فرسوده شده روی سطح نمونه چگال می‌شوند.

عواملی که در تشکیل شدن فیلمی نازک روی نمونه تاثیر گذار هستند عبارتند از:

۱- انرژی بستگی و انرژی برخورد ماده به کار برده شده در تارگت؛

۲- کمترین دمای مورد نیاز برای تبخیر آن؛

۳- کمترین انرژی مورد نیاز برای به وجود آوردن پدیده کندوپاش؛

۴- میزان رسوب‌دهی فلز و دمای زیر لایه.

حال در اینجا به بررسی پوشش‌دهی به روش کندوپاش می‌پردازیم.

### ۳. پوشش‌دهی به روش کندوپاش:

این روش، روشی مطلوب و نسبتاً ساده برای نشان دادن لایه‌ای نازک از فلز و یا آلیاژهای آن‌ها روی زیر لایه‌های غیررسانا است. ماده‌ای که در تارگت استفاده می‌شود در معرض پلاسمایی پر انرژی قرار می‌گیرد که معمولاً توسط گاز بی‌اثر و سنگین آرگون به وجود می‌آید. سطح تارگت توسط پلاسما فرسوده شده و اتم‌های آن دفع می‌شود که با مولکول‌های گاز پس‌مانده برخورد می‌کنند. مسافت آزاد میانگین اتم‌های تارگت بسیار کم است؛ بنابراین با یکدیگر برخورد کرده و یک لایه روی سطح نمونه به وجود می‌آورند. چهار عامل بر میزان کندوپاش تاثیر گذار است که عبارتند از: ولتاژ، جریان پلاسما، ماده به کار برده شده در تارگت و ویژگی‌های گاز بی‌اثر.

ولتاژ اعمال شده در پدیده کندوپاش بر انرژی بمباران گاز بی‌اثر، تاثیر گذار است و جریان پلاسما تاثیری مستقیم بر میزان کندوپاش دارد. در پلاسمای با انرژی بالا میزان سرعت کندوپاش نیز بالا است. انرژی بستگی، به ماده به کار برده شده در تارگت نیز تاثیر بسزایی بر میزان سرعت فرسایش سطح تارگت دارد. به‌عنوان مثال انرژی بستگی طلا و پالادیوم نسبتاً پایین

بوده و اتم‌های آن نسبت به تنگستن که انرژی بستگی بالایی دارد، سریعتر کنده می‌شوند. از طرفی هرچه عدد اتمی گاز بی‌اثر بیشتر باشد، سطح تارگت بهتر مورد فرسایش قرار می‌گیرد. بنابراین می‌توان گفت که گاز زنون نسبت به گاز آرگون سرعت بیشتری در فرسایش ایجاد می‌کند. اگرچه میزان کندوپاش با سرعت بالا تاثیر بسزایی در زمان نشانیدن لایه روی نمونه دارد، با این حال احتمال خرابی سطح نمونه نیز به دلیل بالا رفتن دما وجود دارد و همچنین ممکن است باعث افزایش اندازه دانه‌ها در لایه نشاننده شده شود [۱].

اتفاقی که در دستگاه کندوپاش رخ می‌دهد این است که در اثر پلاسمای به‌وجود آمده، سطح کاتد توسط یون‌ها بمباران می‌شود. این امر سبب فرسایش ماده به کار برده شده در کاتد می‌شود که در طی این فرآیند اتم‌های ماده، فرسایش یافته و به دلیل داشتن جهت گیری‌های مختلف به‌صورت لایه‌ای نازک روی نمونه و دیواره‌های محفظه رسوب می‌کنند. به‌وجود آمدن این لایه نازک در رسانایی نمونه‌هایی که توسط میکروسکپ الکترونی روبشی از آنها تصویر تهیه می‌شود، استفاده می‌گردد. چنین لایه‌ای از تجمع بار الکتریکی روی نمونه جلوگیری کرده و باعث کاهش آسیب‌های ناشی از حرارت و همچنین افزایش گسیل الکترون‌های ثانویه می‌شود. در دستگاه کندوپاش با جریان مستقیم، کاتد منفی که همان تارگت است، مورد کندوپاش قرار می‌گیرد (معمولاً از جنس طلا، پلاتین و غیره است) و برای نشانیدن لایه روی نمونه‌ها، آن‌ها را در قطب مثبت که همان آند است، قرار داده می‌شوند که معمولاً زمین شده می‌باشد (به پتانسیل صفر متصل است). در دستگاه‌های کندوپاش معمولاً از پمپ‌های توربو و یا پمپ‌های دورانی استفاده می‌شود [۲۱].

#### ۴. دلایل استفاده از گاز آرگون در دستگاه کندوپاش:

دلایل بسیاری در استفاده از گازها برای تخلیه و کندوپاش وجود دارد. به‌طور کلی، مولکول‌های گازهایی که در تخلیه مورد استفاده قرار می‌گیرند، برای محافظت از سطح داخلی محفظه نیز استفاده می‌شوند و همچنین این مولکول‌ها از جذب آب و گازهایی مانند  $O_2$  و  $CO_2$  و غیره جلوگیری می‌کنند. نیتروژن گازی است که بیشتر در تخلیه استفاده می‌شود. گاز آرگون

نیز می‌تواند در تخلیه مورد استفاده قرار گیرد اما از این گاز بیشتر در فرآیند کندوپاش استفاده می‌شود. آرگون گازی ارزان‌قیمت و فاقد انرژی جنبشی بوده که در میزان کندوپاش موثر است.

همان‌طور که می‌دانیم در فرآیند کندوپاش، میزان کندوپاش به جرم یون‌های اولیه، انرژی آن‌ها و زاویه فرود بستگی دارد. جرم اتمی آرگون ۴۰ بوده که از جرم اتمی هلیم و نئون بزرگتر است. از گازهای دیگری نیز می‌توان برای فرآیند کندوپاش استفاده نمود، اما باید پدیده کاشت یون که در لایه سطحی نمونه در حین فرآیند کندوپاش یون اتفاق می‌افتد را نیز در نظر گرفت. به‌عنوان مثال می‌توان به کندوپاش یون در اکسیژن اشاره نمود که سبب تشکیل لایه نازک اکسیدی در سطح نمونه می‌شود. یون‌های گازی بی‌اثر چنین مشکلی را ایجاد نمی‌کنند. همچنین باید در نظر داشت که بسیاری از گازها نظیر  $O_2$ ،  $N_2$ ،  $Cl$ ،  $F$  و غیره از نظر شیمیایی فعال هستند، بنابراین در زمان استفاده از این گازها حفاظت از دستگاه در مقابل واکنش‌های شیمیایی پلاسما، مورد نیاز است [۳].

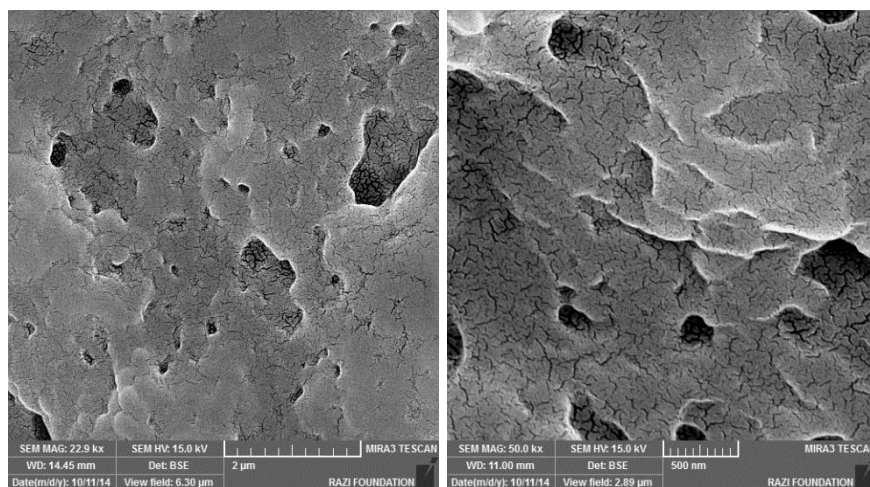
## ۵. عناصر مورد استفاده در روش کندوپاش:

فلزات و آلیاژهای بسیاری وجود دارند که از آن‌ها به‌عنوان تارگت استفاده می‌شوند. به‌عنوان مثال می‌توان از برلیوم، آلومینیوم، کروم، تنگستن، نقره، نیکل، پالادیوم، طلا، مس، طلا-پالادیوم و غیره استفاده کرد. نوع پوشش برای نمونه بسته به نوع انجام آزمون می‌تواند متفاوت باشد. استفاده از نقره در پوشش‌دهی نمونه رایج نیست ولی استفاده از آن فوایدی را خواهد داشت. بعد از اینکه نمونه با نقره پوشش داده شد این پوشش را به راحتی می‌توان به روش‌های ساده از روی نمونه پاک کرد و نمونه را به حالت اولیه باز گرداند. از طرفی رسانایی نقره از تمامی فلزات بیشتر است [۴].

در مطالعاتی که به بزرگنمایی بالا نیاز دارند، لازم است که ضخامت لایه نشانده شده بسیار ناچیز باشد و اندازه ذرات در این لایه بسیار کم بوده تا قابل صرف‌نظر کردن باشد. در بیشتر موارد برای گرفتن تصاویر نمونه‌ها، از پوشش طلا استفاده می‌شود؛ دلیل این امر آن است که طلا فلزی گرانبها، دارای ساختار FCC و غیر مغناطیسی است. در دمای ۱۳۳۶ کلوین ذوب می‌شود و از رسانایی بالایی برخوردار است. به‌عنوان مثال، در مقایسه با پوشش کربن می‌توان گفت که رسانایی پوشش طلا ۱۵۰۰ برابر

بیشتر از رسانایی پوشش کربن است. با این وجود یکی از معایب استفاده از پوشش طلا روی نمونه‌هایی که نیاز به انجام آنالیز EDS دارند این است که در صورتی در نمونه‌ها عناصری مانند فسفر و زیرکونیم وجود داشته باشد، پیک عنصر طلا با پیک این عناصر هم‌پوشانی دارد. از جمله مواردی که در پوشش دهی با طلا باید در نظر داشت این است که ضخامت لایه نشانده شده نباید از حدود ۵ تا ۱۰ نانومتر بیشتر باشد زیرا نه تنها سبب جلوگیری از شناسایی جزئیات سطح نمونه می‌شود بلکه در مواردی باعث آسیب زدن به سطح نمونه نیز خواهد شد. به‌عنوان مثال، در مواردی که در سطح نمونه، لایه‌ای از طلا با ضخامت بالا نشانده می‌شود به هنگام تصویر گرفتن در بزرگنمایی بالا، ترک‌هایی روی سطح نمونه مشاهده شده و یا به دلیل یکنواخت نبودن فرآیند کندوپاش، تجمعی از ذرات طلا در سطح نمونه مشاهده خواهد شد (شکل ۱). بنا به دلایل ذکر شده در هنگام کندوپاش باید به موارد ذیل توجه داشت:

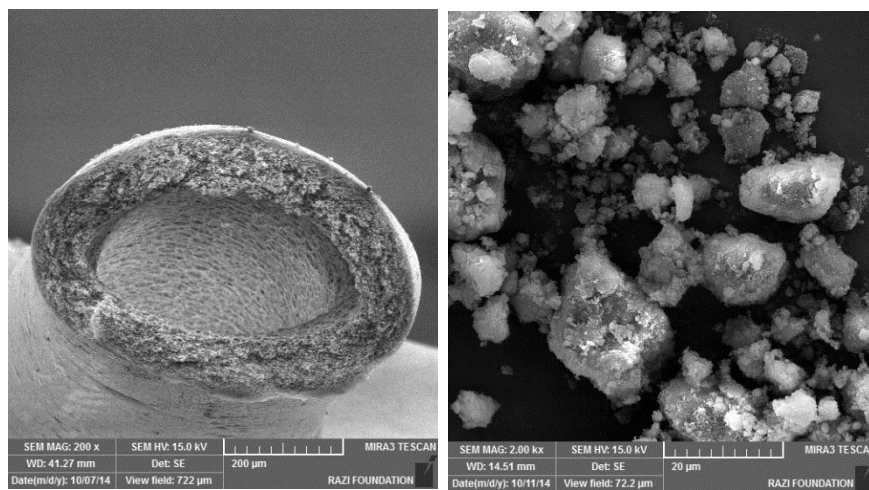
۱- فاصله سطح نمونه تا کاتد ۲- جریان اعمال شده در این فرآیند ۳- زمان معین شده برای فرآیند کندوپاش [۵، ۱].



شکل ۱: تصاویر SEM گرفته شده از سطح نمونه پلیمری که در بزرگنمایی‌های مختلف ترک‌هایی روی سطح نمونه مشاهده می‌شوند.

از موارد دیگری که در فرآیند کندوپاش می‌توان به آن اشاره نمود، نشان دادن لایه روی سطح نمونه‌هایی است که کروی شکل هستند. به دلیل اینکه ذرات کنده شده از سطح تارگت روی تمام سطح نمونه کروی شکل نخواهند نشست و همچنین در هنگام

گرفتن تصویر ممکن است نمونه، هدایت الکتریکی مناسبی نداشته باشد برای گرفتن تصویری مناسب به هنگام فرآیند کندوپاش می توان به صفحه پایه ای که نمونه ها روی آن قرار می گیرند تا حدود ۴۵ درجه زاویه داد (شکل ۲) [۶].



(ب)

(الف)

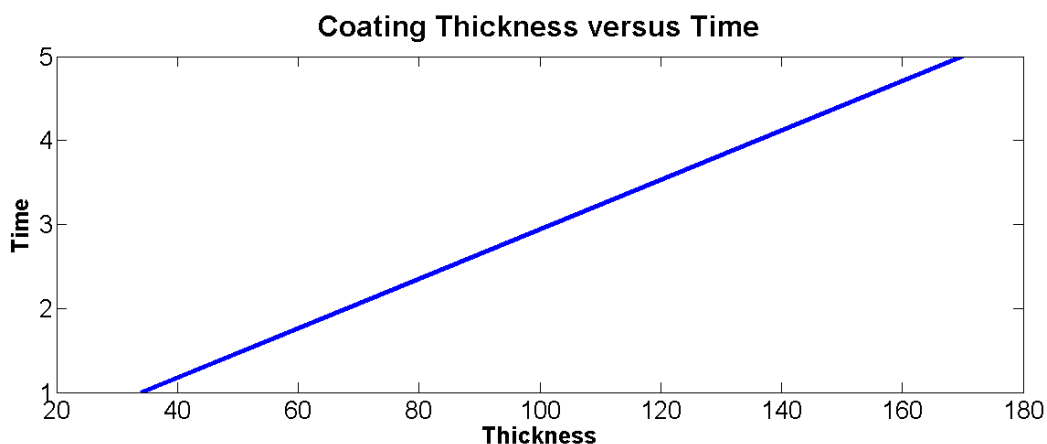
شکل ۲: تصاویر SEM گرفته شده از (الف) پودر پلیمری، (ب) نمونه غشاء.

به معنی دیگر نشانیدن لایه ای از یک فلز رسانا (طلا) روی نمونه ها همیشه به دلیل برقرای هدایت روی نمونه ها نیست. در مواردی به دلیل داشتن تصویری با کیفیتی بهتر و نیز نشان دادن جزئیات سطح، نمونه پوشش داده می شود. استفاده از طلا برای لایه نشانی روی نمونه سبب بهتر شدن کیفیت تصویر می شود زیرا در این فلز ضریب الکترون های ثانویه (نسبت الکترون های ثانویه گسیل شده از میان الکترون های اولیه ساطع شده) بالا است و این امر سبب بهتر شدن کیفیت تصویر خواهد شد [۷].

## ۶. ضخامت لایه نشانده شده در فرآیند کندوپاش:

همان طور که اشاره شد، فرآیند کندوپاش به عوامل زیادی از جمله تارگت، جریان، و تعیین زمان کندوپاش بستگی دارد. در واقع می توان بیان کرد که ضخامت لایه نشانده شده رابطه مستقیمی با جریان، زمان و ثابت ماده به کار برده شده در تارگت (طلا) دارد.

در اینجا تغییرات ضخامت لایه طلا در جریان ثابت ۲۰ میلی آمپر با در نظر گرفتن ثابت طلا در حدود ۰/۱۷، با افزایش زمان با محاسبه در نرم افزار، به صورت شکل (۳) خواهد بود [۶]:



شکل ۳: تغییرات ضخامت پوشش طلا نسبت به زمان

## ۷. نتیجه گیری

همانطور که اشاره شد، پوشش دهی بر روی نمونه ها علاوه بر ایجاد هدایت در نمونه فواید بسیاری از جمله کاهش آسیب های ناشی از حرارت و همچنین افزایش گسیل الکترونیهای ثانویه را خواهد داشت. باید توجه داشته باشیم که در نظر گرفتن ضخامت لایه نشانده شده بر روی نمونه از اهمیت زیادی برخوردار خواهد بود.

Sputtering and its effect on sample preparation

Nazanin Nikroo, Master of science (physics solid state), Razi Applied Science Foundation

Behnam Rahmani, Materials Metallurgy Engineering, Razi Applied Science Foundation

Key words: Sputtering ,Plasma ,Target ,Coating ,Gold.

## Abstract:

Sputtering occurs in a gaseous glow discharge between an anode and the cathode, using an inert gas mainly Argon, so the target will be eroded. The sputtering process is used for sample preparation in scanning electron microscope .By this method the conductive coating would prevent sample charging. Increasing the electrical conductivity ,is one of the most important factors which result in the improvement of the image resolution.

## ۸. منابع و مراجع

1-Echlin,Patrik.Handbook of sample preparation for scanning electron microscopy and x-ray microanalysis.2009.330p

2-<http://www.emsdiasum.com/microscopy/technical/sputter> coating.

3-<http://www.researchgate.net/argon> or air.

4-Stephen A.Leslie,John C.Mitchell .Removing gold coating from SEM samples.Palaeontology .2006.Vol 50.1459-1461.

5-Jakub Siegel et al.Properties of gold nanostructures sputtered on glass.Nanoscale research letters. 2011,6:96.

6-<http://www.mtixtl.com/machine-manual/plasmasputter> coating.

7-J.T Fourie.Gold in electron microscopy.Gold Bull, 1982, 15.