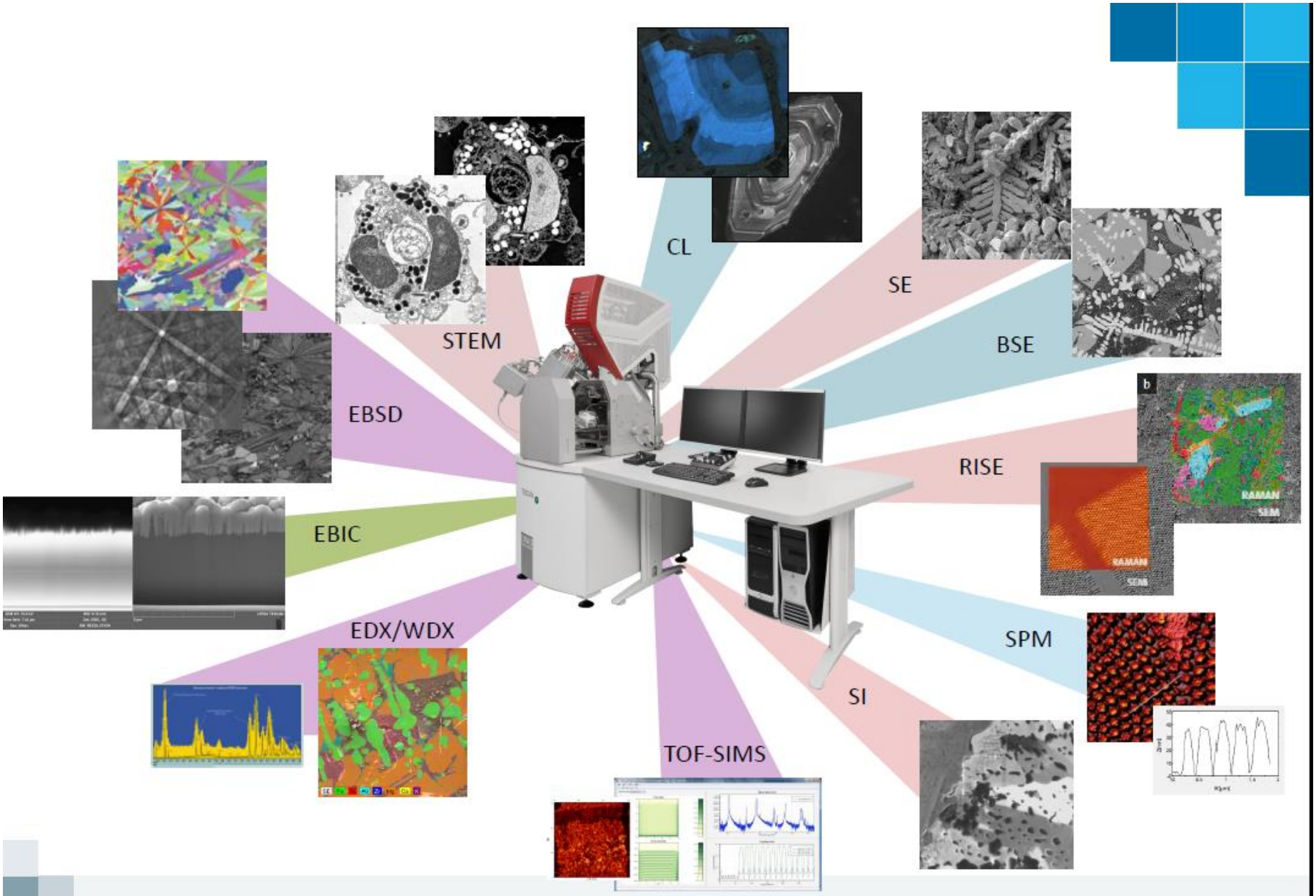
Malzeme Karakterizasyonu I

Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM)

Taramalı Elektron Mikroskobu



Taramalı Elektron Mikroskobu

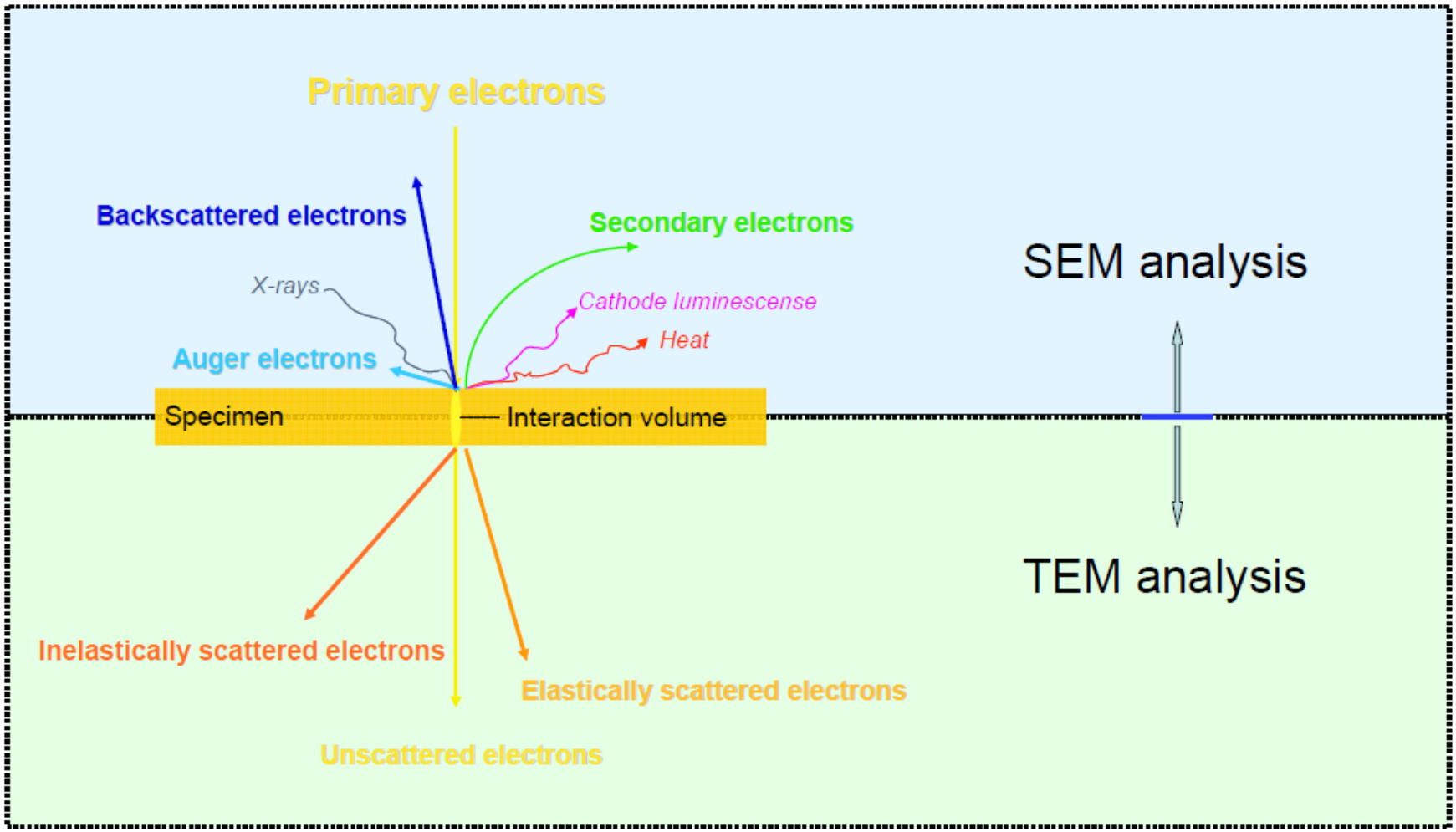
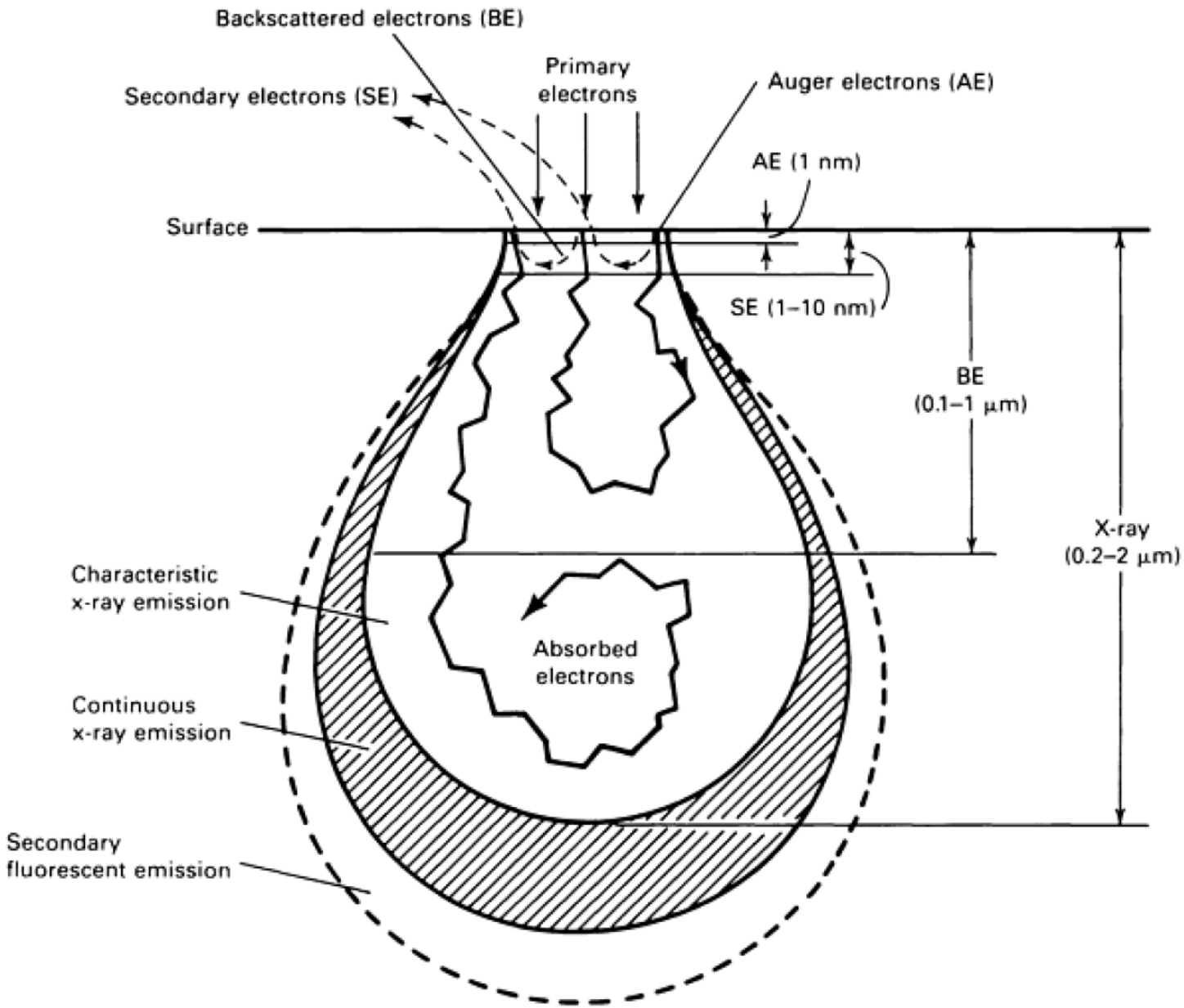
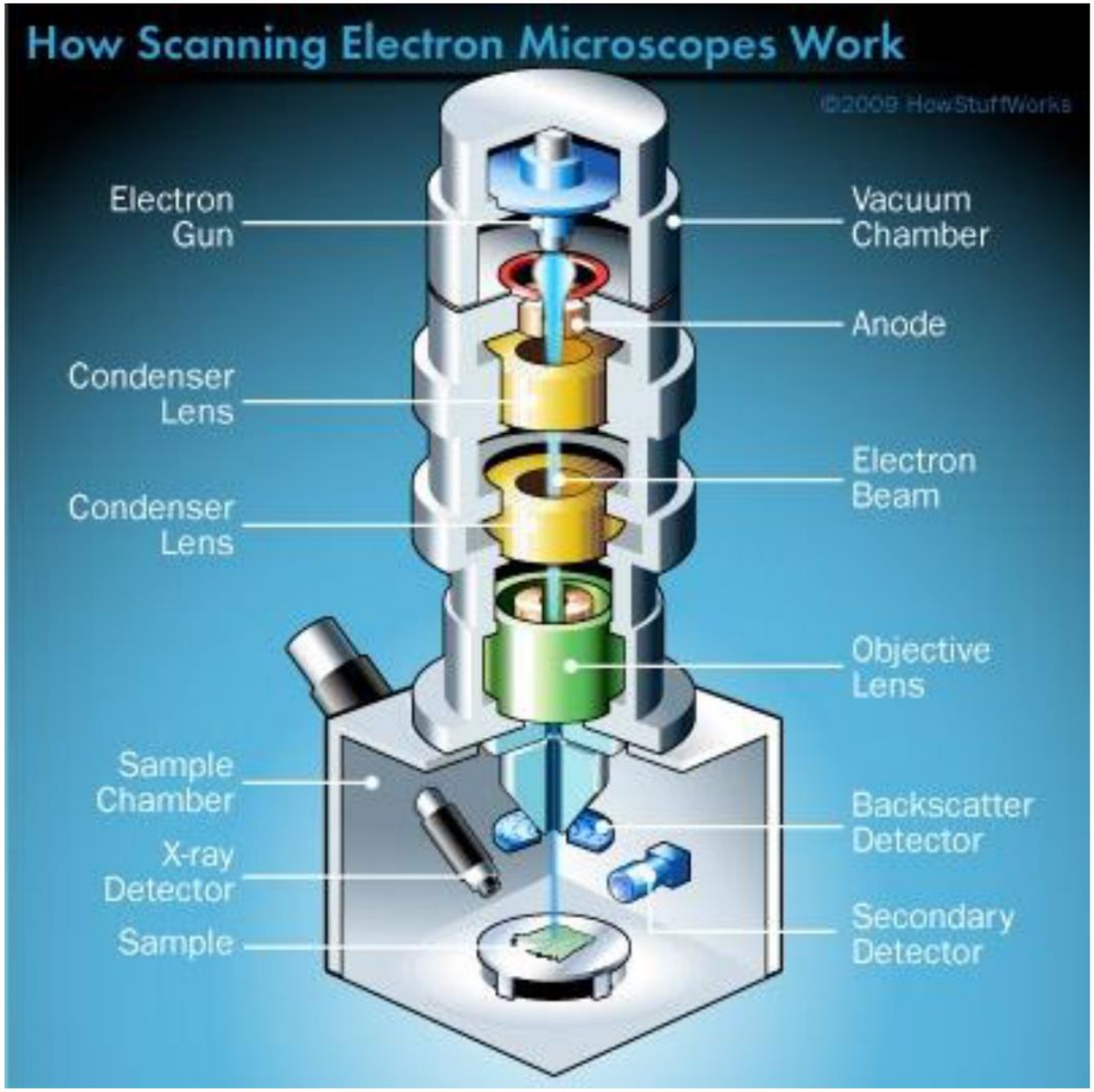


Fig 3.2: Interaction of electrons with specimen/matter, induced radiation and emission. Transmitted electrons like elastically scattered electrons are typically used for TEM imaging of biological specimens. Secondary electrons and backscattered electrons are mainly used for imaging in the SEM.

Taramalı Elektron Mikroskobu



Taramalı Elektron Mikroskobu



SEM: Elektron Tabancası

Elektron tabancasının temel olarak 3 parçadan olur:

1- Katot veya elektron kaynağı
2- Wehnelt elektrodu
3- Anot

Katot yüzeyinden salınan elektron elektrik alan ile anota doğru hızlandırılır. Anot ve katot arasındaki Wehnelt elektrotu, elektron demetinin yol boyunca ilerlerken demet akımının düşmesi kaynaklı voltaj salınımlarını stabilize etmek katota göre birkaç yüz voltluk negatif potansiyel uygular.

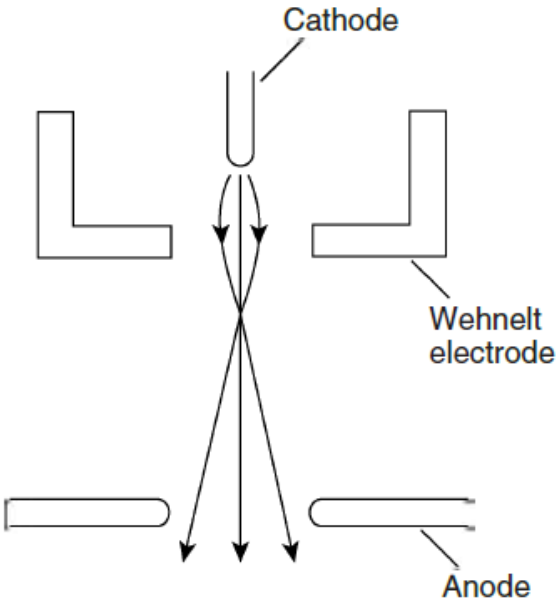
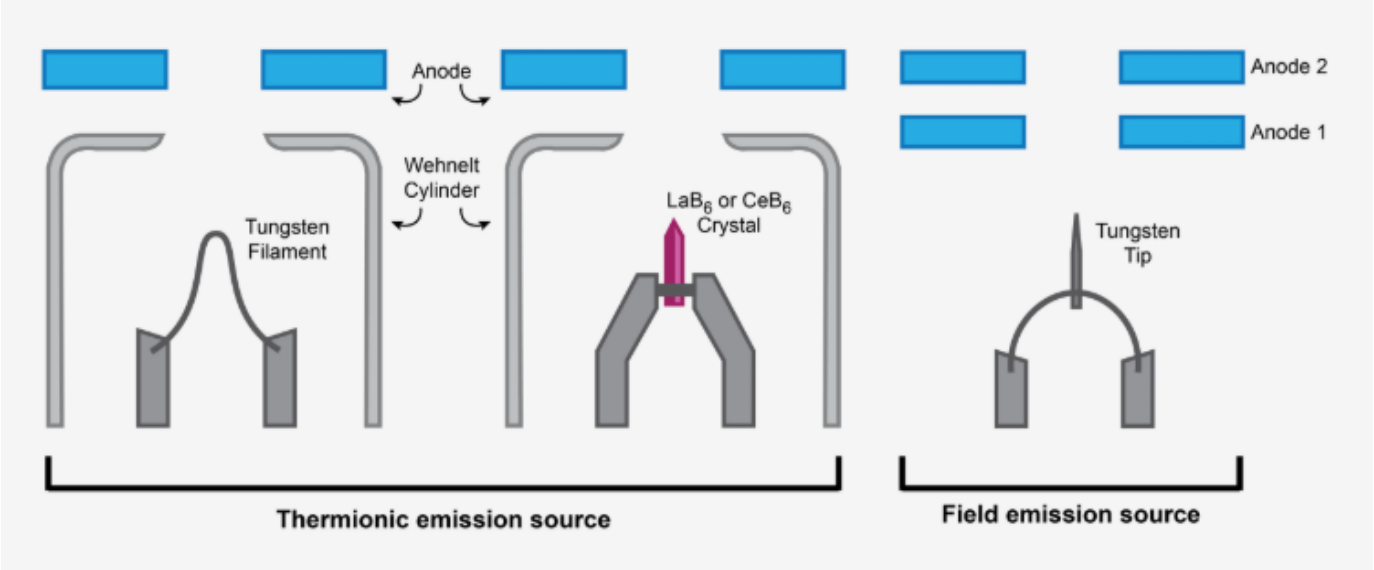


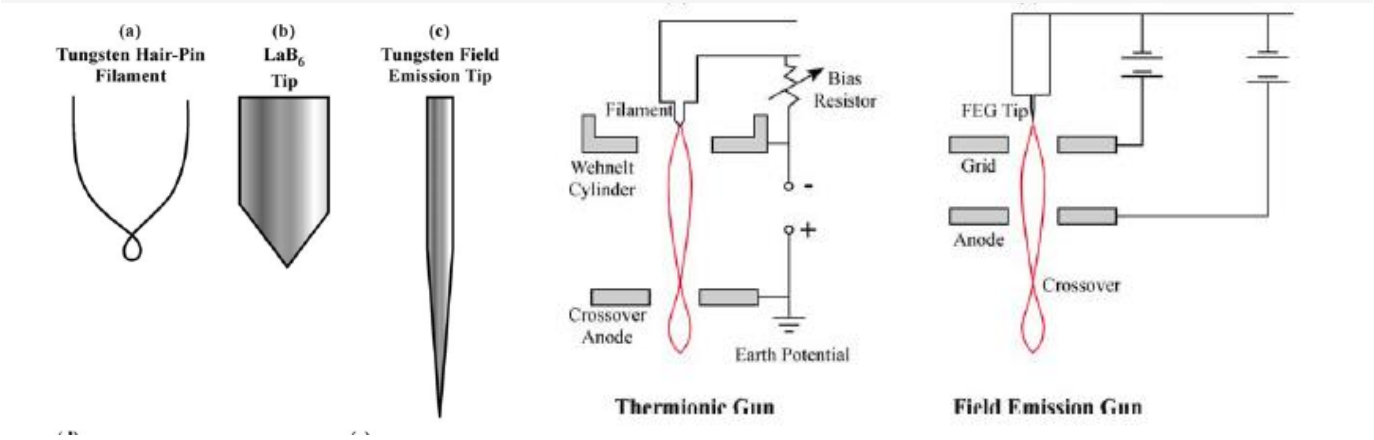
Figure 3.2 General structure of an electron gun.

SEM: Elektron Tabancası

Temel alarak 2 tür elektron tabancası vardır:

1- Termiyonik Salınımlı Tabanca
2- Alan Salınımlı Tabanca





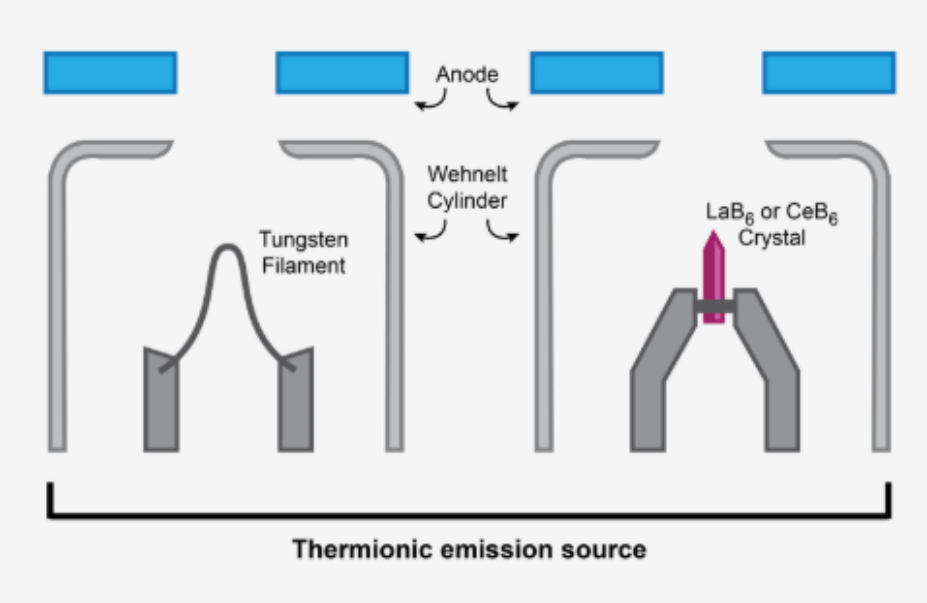
SEM: Elektron Tabancası

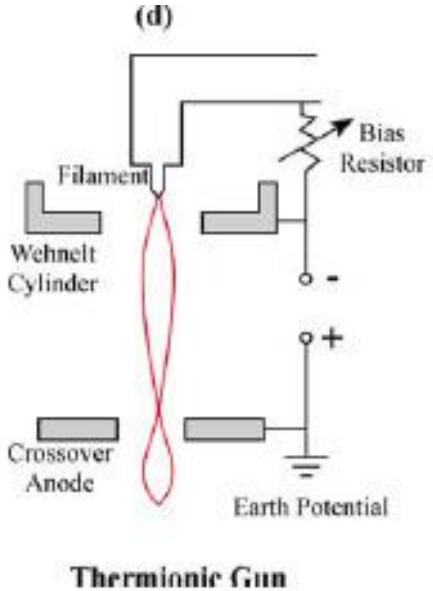
Temel alarak 2 tür elektron tabancası vardır:

1- Termiyonik Salınımlı Tabanca

En fazla kullanılan elektron tabancası türüdür. Tungsten filaman ve Lantan hekzaborür filamanlardır.

Tunsten filaman elektrik akımıyla 2800 K sıcaklığa kadar ısıtılır. Aşırı ısınmış yüzey elektronları, yüzey enerjisi bariyerini geçebilecek kadar kinetik enerji dolayısıyla filaman yüzeyinden yayınırlar. Ayrılan elektronlar filaman ve anot arasındaki yüksek elektrik potansiyeliyle numuneye doğru hızlandırılırlar. Elektron demetinin şiddeti filaman sıcaklığı ve hızlandırma voltajına bağlıdır.



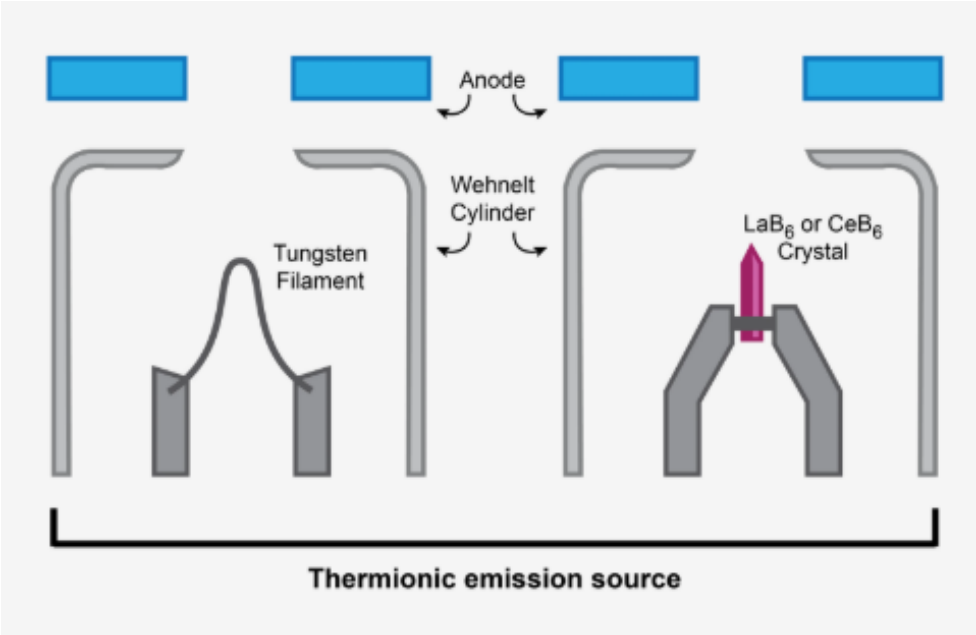


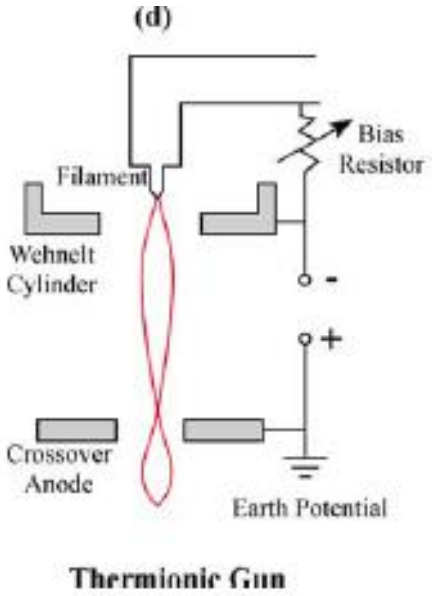
SEM: Elektron Tabancası

Temel alarak 2 tür elektron tabancası vardır:

1- Termiyonik Salınımlı Tabanca

Lantan hekzaborür filamanlar modern mikroskoplarda sıklıkla kullanılmakla birlikte tungsten katottan daha iyidir. Lantan hekzaborür filamandaki elektronlar, yüzeyden kaçmak için daha az kinetik enerjiye ihtiyaç duyarlar. Buradaki elektronların yüzey iş fonksiyonu 2 eV iken, tungstende 6.5 eV'tur. Dolayısıyla, daha düşük katot sıcaklığı demektir. LaB_6 filaman, daha yüksek elektron demeti şiddeti üretecek ve tungsten filamandan daha uzun ömürlü olacaktır. Ancak, tungsten filamandan daha yüksek vakum gereklidir.



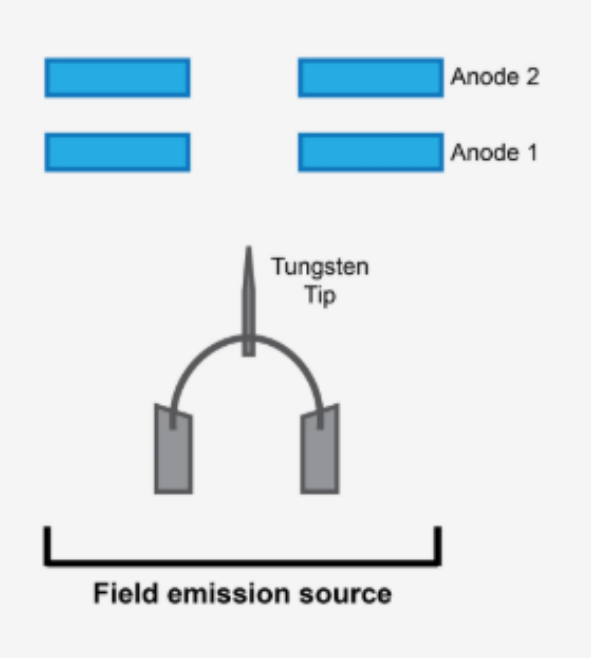


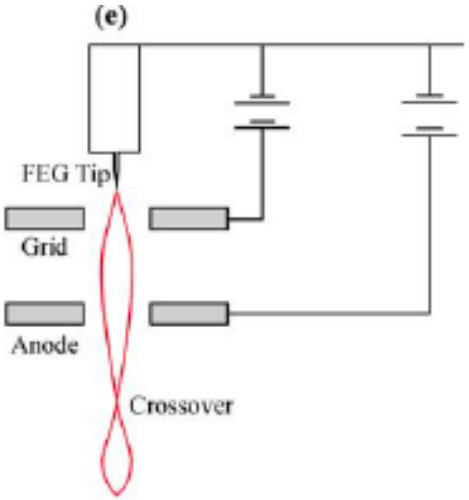
SEM: Elektron Tabancası

Temel alarak 2 tür elektron tabancası vardır:

2- Alan Salınımlı Tabanca

- ✓ Bu tip elektron tabancası elektronların yüzey potansiyel enerjisi aşmak için termal enerjiye ihtiyaç duymaz. Metal yüzeyine uygulanan çok yüksek elektrik alanıyla elektronlar yüzeyden koparılır. Termiyonik etki yerine, tunnelleme etkisiyle yüzey bariyeri boyunca iletim bandında metal elektronları oluşturulur.
- ✓ Alan Salınımlı Tabanca en şiddetli elektron demetini üretir (tungsten filamandan 10^4 ve LaB_6 filamandan 10^2 kat daha şiddetli elektron demeti üretir.)





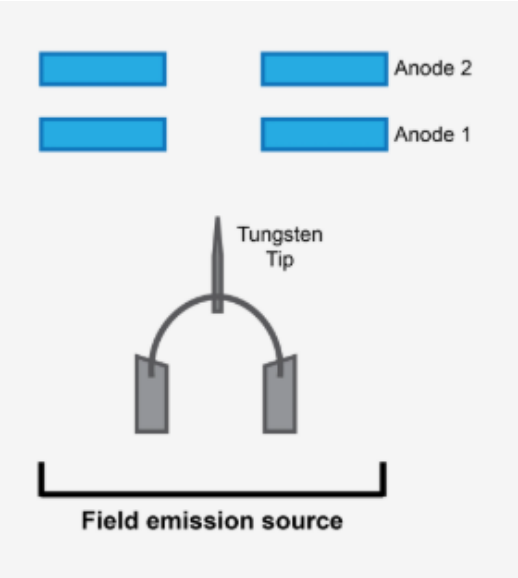
Field Emission Gun

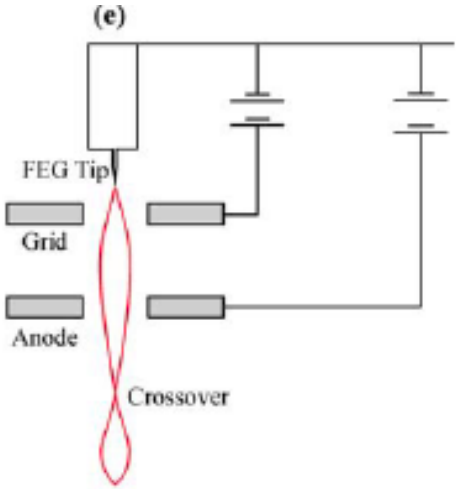
SEM: Elektron Tabancası

Temel alarak 2 tür elektron tabancası vardır:

2- Alan Salınımlı Tabanca

- ✓ 2 tür alan salınımlı tabanca vardır: termal ve soğuk. Termal olan 1600-1800 K gibi yüksek sıcaklıklarda çalışır, ki bu değer termiyonik salınımlı tabancadan yine de düşüktür. Daha az gürültü emisyonu içeren kararlı emisyon akımı sağlar.
- ✓ Soğuk alan emisyon tabancası, oda sıcaklığında çalışır ve çok dar enerji dağılımı (about 0.3–0.5 eV) elde edilir. Enerji dağılımının küçük olması oluşturulan elektronların enerjilerinin birnbirine yakın olduğu anlamına gelir. Bu da görüntü kalitesinin daha iyi olmasına neden olur.
- ✓ Daha küçük bir alandan yayınırlar ve daha düşük enerjide salınım sağlayarak, daha yüksek çözünürlük elde edilir.





Field Emission Gun

SEM: Elektron Tabancası

Elektron Tabancalarının Kıyaslanması:

- ✓ Uygulama sıcaklıkları geniş bir aralıktadır.
- ✓ Artık gaz iyonları tungsten ucun bombardıman olması sonucu emisyon stabilitesi bozuluyor. Düzenli bir yayınma gerekli.
- ✓ Soğuk alan emisyon tabancası için ultra yüksek vakum gerekmekte.
- ✓ Alan salınımlı tabancada, aydınlık termiyonikten çok yüksektir.
- ✓ Alan salınımlı tabanca yüksek vakum ihtiyacı duyar.
- ✓ Kullanım ömürleri: W filaman 100 saat, LaB_6 500 saat, FEG 1000 saatten fazla

	Termiyonik Salınımlı Tabanca		**Alan Salınımlı Tabanca**	
	Tungsten filament	LaB_6	Thermal	Cold
Operation temperature (K)	~2800	~1800	1600 ~ 1800	~300
Brightness[a] At 200 kV (A cm^{-2} sr)	$\sim 5 \times 10^5$	$\sim 5 \times 10^6$	$\sim 5 \times 10^8$	$\sim 5 \times 10^8$
Requirement to vacuum (Torr[b])	10^{-4}	10^{-6}–10^{-7}	10^{-9}	10^{-9}–10^{-10}

[a] Intensity emitted per unit cathode surface in unit solid angle.

[b] 1 torr = 133 Pa.

SEM: Elektron Tabancası

Elektron Tabancaları

	Thermionic			
	Tungsten	LaB6	Schottky	Cold field emission
Material	W	LaB6	ZrO/W	W
Heating temp. (K)	2700	1800	1800	300
Normalized brightness				
Required vacuum (Pa)	high			Ultra high
ΔE (eV)	Chromatic aberration!			

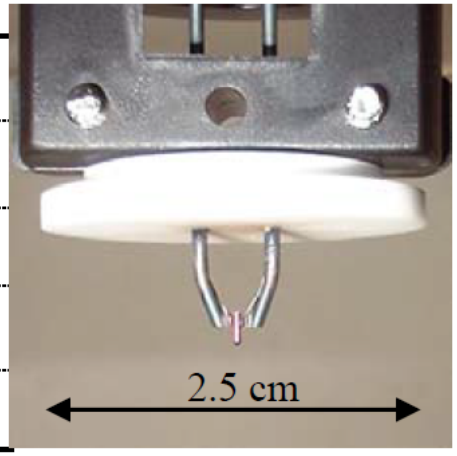
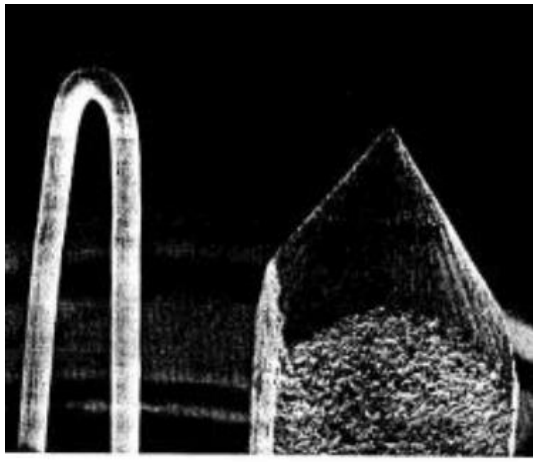
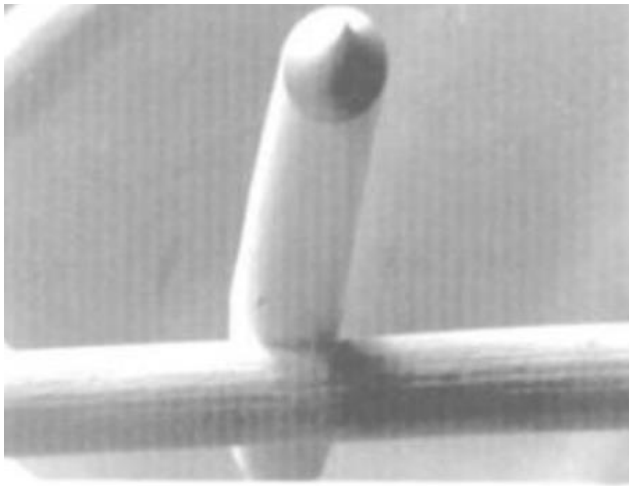


Fig. 2.4: Different types of electron sources and their properties. The image shows a Schottky emitter.



Tungsten Tel filament ve LaB6 uç



FEG filamantı

SEM: Vakum

Elektron mikroskopları vakum altında çalışmasının nedenleri aşağıdaki gibi özetlenebilir:

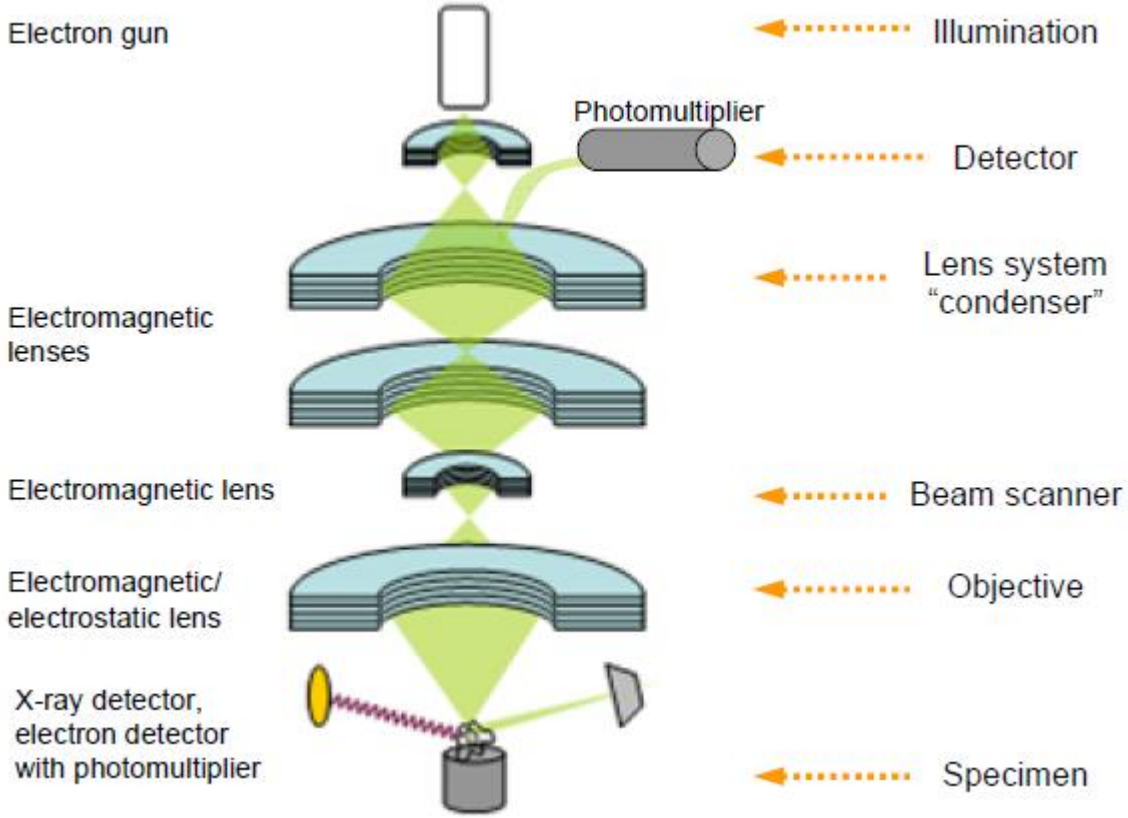
1. Yüksek enerjili elektronların elektron mikroskobu içerisinde yer alabilecek artık gazlar nedeniyle saçılım yapması
2. Elektron tabancalarının çalışması sırasında hem termal hem kimyasal kararlılığı olması
3. Numune üzerinde elektron demeti kaynaklı kontaminasyonu engelleme ihtiyacı

İlk maddede belirtilen saçılım en kolay önüne geçilen nedendir çünkü W flamanlar için sağlanan 10^{-5} Torr vakum değeri bile bu durumun önüne geçebilir.

İkinci madde daha kritiktir. Isıtılmış bir flaman (W için 2800 K) anında bozunmaya başlar ve bunun en temel nedeni oksidasyondur. LaB_6 flamanlar ya da FEG flamanlardaha düşük sıcaklıklarda çalışmalarına rağmen daha yüksek vakum altında çalışırlar. LaB_6 için 10^{-7} Torr, FEG için 10^{-10} Torr

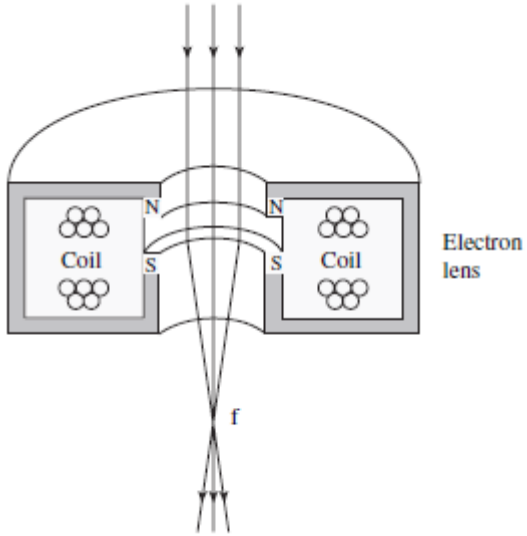
Malzeme yüzeyine yapışmış kirlilikler (gazlar/hidrokarbonlar) elektron demeti ile inelastik etkileşime girer ve polimerizasyon/piroliz işlemlerinin bir arada gerçekleşmesiyle yüzeyde amorf karbon takaka oluşturur.

SEM



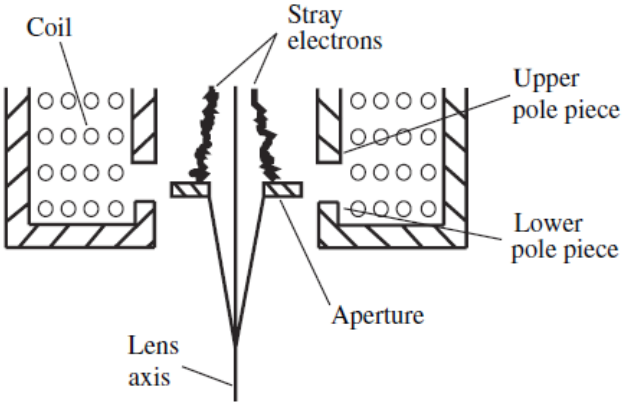
Taramalı elektron mikroskobunda, adında da anlaşılabileceği üzere bir ışın demeti numune yüzeyini tarayarak bilgi toplar. Cihazda yer alan mercekler bu ışın demetinin özelliklerini kontrol etmek için kullanılır. Büyütme ise optik lensin katkıları ile değil, görüntüleme ekranının alanının numune üzerinde taranan alana oranı şeklinde ifade edilir.

SEM: Elektromanyetik Lensler



Optik mikroskoplarda cam lensler kullanılırken, elektron mikroskoplarında elektromanyetik lensler kullanılır.

N ve S kutupları ile bir açıklıktan oluşan bu lens sisteminde oluşturulan güçlü manyetik alan ile elektronlar kontrol edilir. Manyetik alanın elektrik akımını değiştirerek kolaylıkla kontrol edilebilmesi sayesinde, bir elektromanyetik lensin büyütme gücü lensten geçen akımı değiştirerek kontrol edilebilir. Cam lenslerde böyle bir özgürlük yok.



Elektron mikroskoplarında ‘aperture’ lensin içerisine yerleştirilmiş dairesel bir metal bloğudur. Bu açıdan optik mikroskopa benzerlik gösterir.
Temel fonksiyonu saçılmaları sınırlamak ve/veya difrakte olmuş/olmamış demetlerin seçilmesini sağlamak

SEM: Dedektör

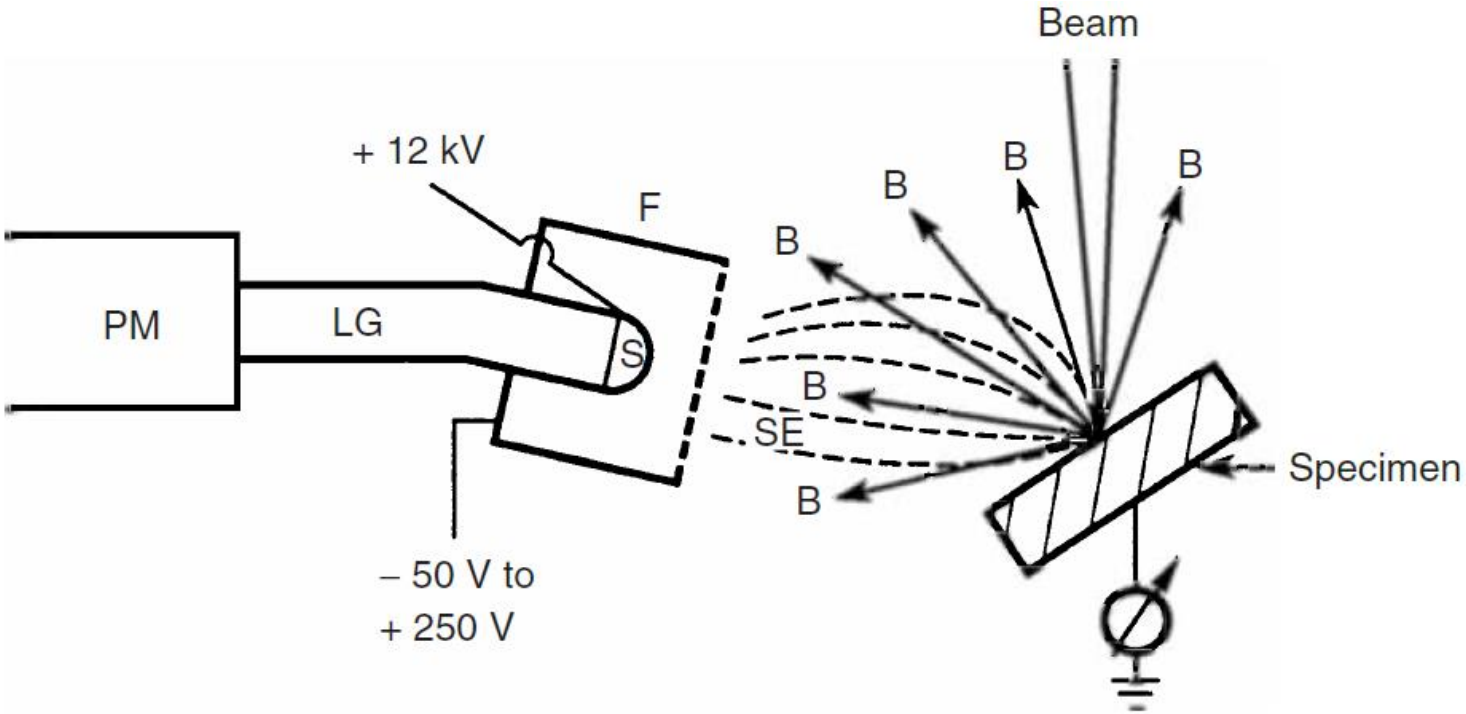


Figure 4.3 Signal collection by the Everhart–Thornley detector. B, backscattered electron trajectory; SE, secondary electron trajectory; F, Faraday cage; S, scintillator; LG, light guide; PM, photomultiplier tube. (Reproduced with kind permission of Springer Science and Business Media from Ref. [1]. © 1992 Springer Science.)

SEM

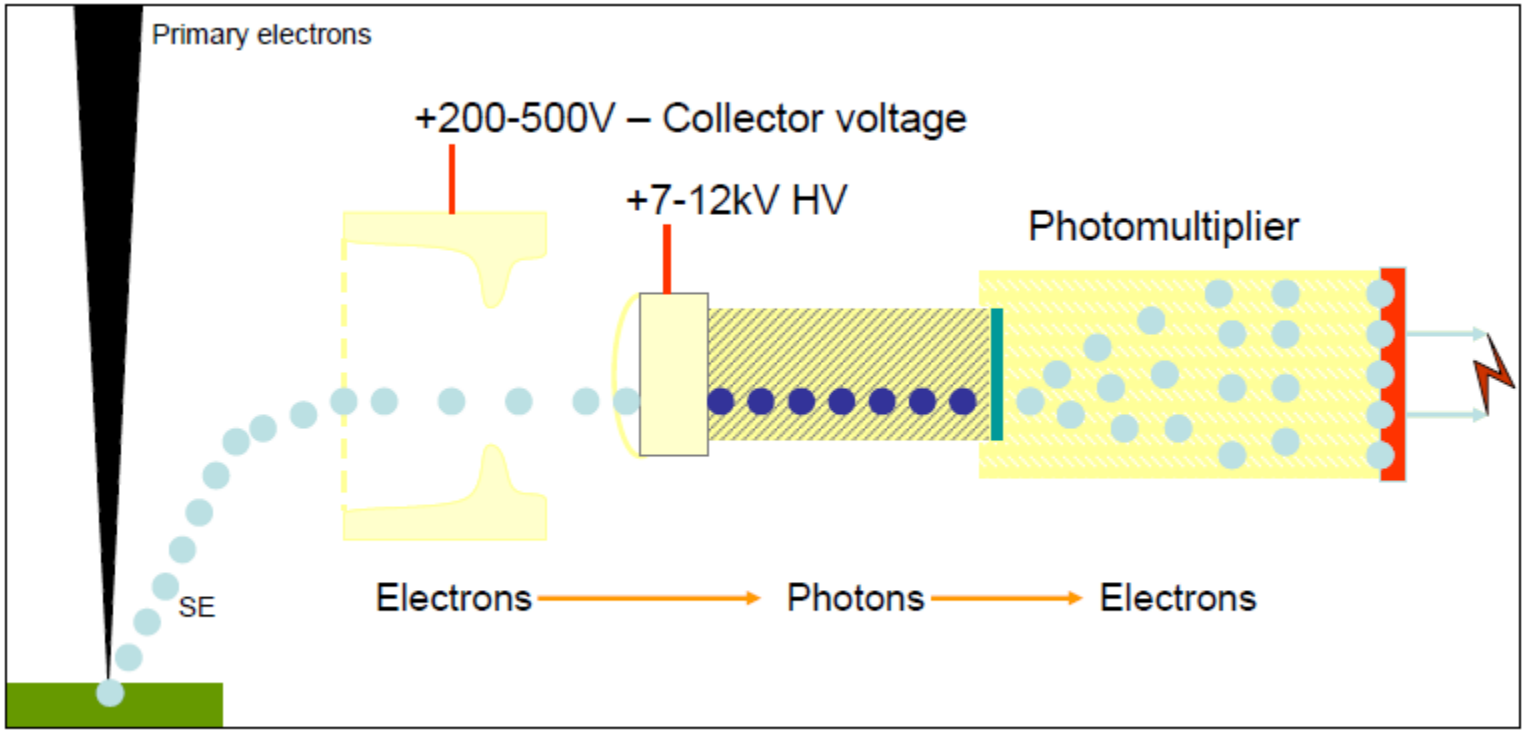


Fig 5.2: Principle of SE detection with an Everhardt Thornley detector. Explanations see text.

Secondary electrons (SE) are mainly used in SEM for imaging the surface topography of biological specimens. They are detected with an Everhart Thornley detector. The principle of detection is shown in figure 5.2. The SE are collected by a collector grid. A voltage of + 200 to 500 V is applied to the collector grid which attracts the low energy electrons. The SE then hit a scintillator which converts the electrons to photons. The

SEM: Optik Sistem

Electron Gun

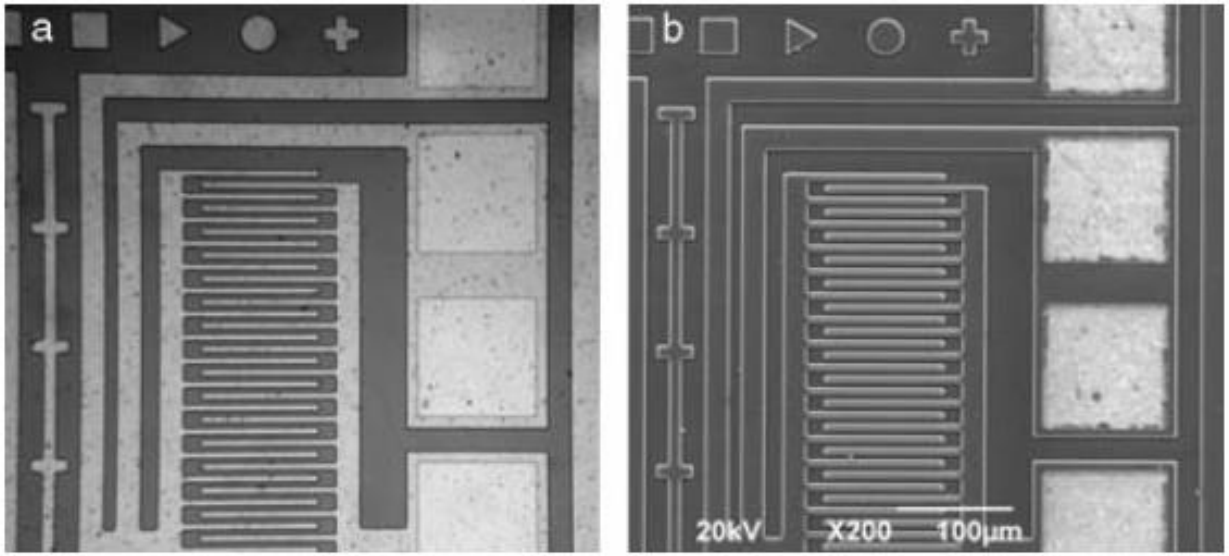
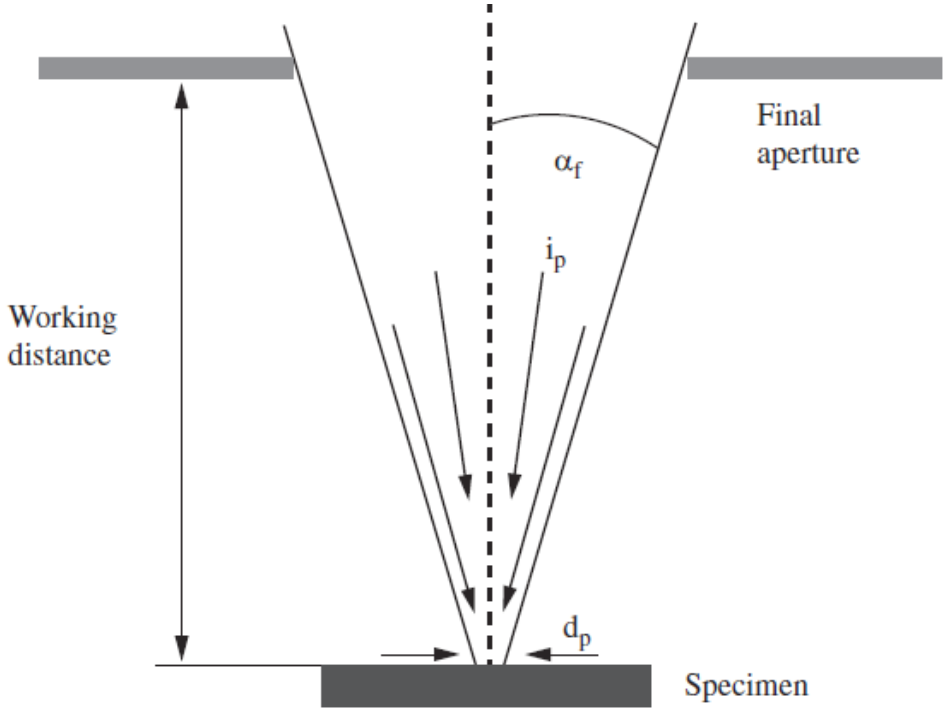


Figure 4.2 Comparison of images taken in: (a) a light microscope; and (b) an SEM. An SEM image (b) is able to provide the 3-D appearance of an integrated circuit while revealing the same in-plane details as the light microscopic image (a).

- ✓ Taramalı elektron mikroskobunda, adında da anlaşılabileceği üzere bir ışın demeti numune yüzeyini tarayarak bilgi toplar. Büyütme ise optik lensin katkıları ile değil, görüntüleme ekranının alanının numune üzerinde taranan alana oranı şeklinde ifade edilir.
- ✓ Taramalı elektron mikroskobunda, taranan alanın boyutu küçülürse büyütme oranı artar.
- ✓ Düşük büyütmeler için bile SEM optik mikroskoptan daha iyi görüntü vermekte çünkü alan derinliği daha büyüktür.

SEM: Demet boyutu ve Akım

SEM'de çözünürlük elektron demetinin kesit alanıdır. Yani, elektron demeti boyutu numunenin yüzeyinde analiz edilecek çözünürlüğün boyutunu belirler.



$$d_p = \left(\frac{4 i_p}{\beta \pi^2 \alpha_f^{\,2}} \right)^{1/2}$$

Figure 4.4 Relationship between the probe diameter, convergence angle and working distance.

d_p = Demet çapı i_p = Demet akımı

β = Demet parlaklığı α_f = Yoğunlaştırma 'convergence' açısı

Demet parlaklığı, elektron kaynağı ile kontrol edilir.

Yoğunlaştırma açısı, son epartür çapı ile belirlenir

Çalışma aralığı, numune- apertür arası mesafe

SEM: Demet boyutu ve Akım

Demet parlaklığı, elektron kaynağı ile kontrol edilir. Kullanılan elektron tabancasına bağlıdır. Eğer kullanılan elektron tabancasının türünden bağımsız olarak düşünülürse, parlaklık hızlandırma voltajı ile orantılıdır. Minimum demet çapı için parlaklığı ve yoğunlaştırma açısının artırılması gerekir. Ancak geniş yoğunlaştırma açısı küresel hataların artmasına neden olabilir. Yoğunlaştırma açısı optimize edilmelidir. **Sonuç olarak minimum demet çapı eldesi için dalga boyunun ve küresel hatanın düşürülmesi elektron aydınlatma parlaklığının artırılması gerekir.**

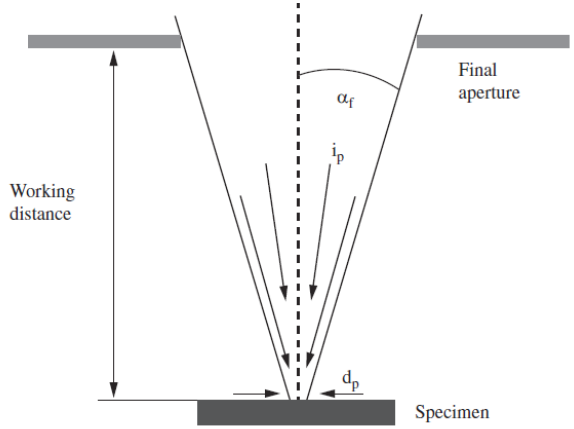


Figure 4.4 Relationship between the probe diameter, convergence angle and working distance.

Table 3.2 Correlation between acceleration voltage and resolution.

Acceleration voltage (kV)	Electron wavelength (nm)	TEM resolution (nm)
40	0.00601	0.56
60	0.00487	0.46
80	0.00418	0.39
100	0.00370	0.35
200	0.00251	0.24
500	0.00142	0.13

$$d_p = \left(\frac{4 i_p}{\beta \pi^2 \alpha_f^{\,2}} \right)^{1/2}$$

d_p = Demet çapı $\quad$ i_p = Demet akımı

β = Demet parlaklığı $\quad$ α_f = Yoğunlaştırma ‘convergence’ açısı

SEM: Demet boyutu ve Akım

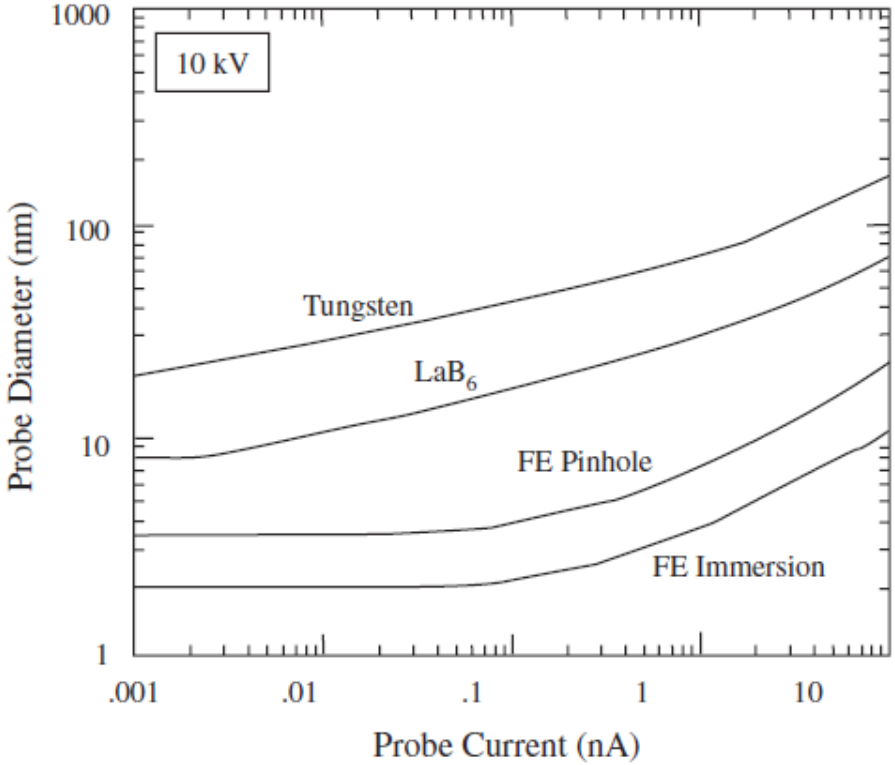


Figure 4.5 Probe size is determined by the type of the electron gun and probe current.

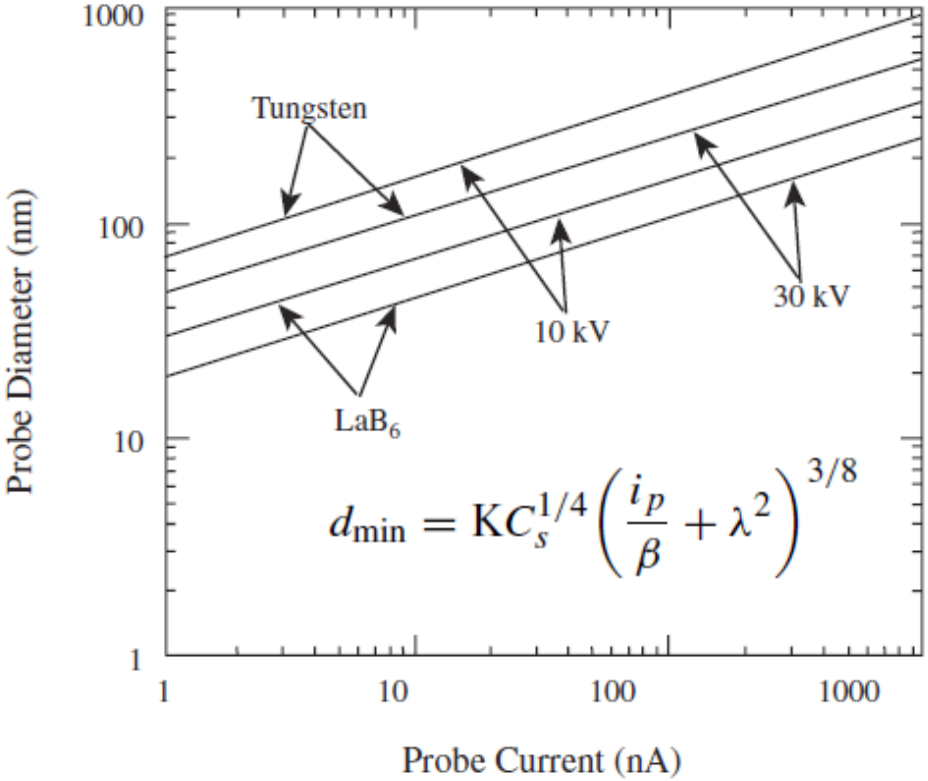


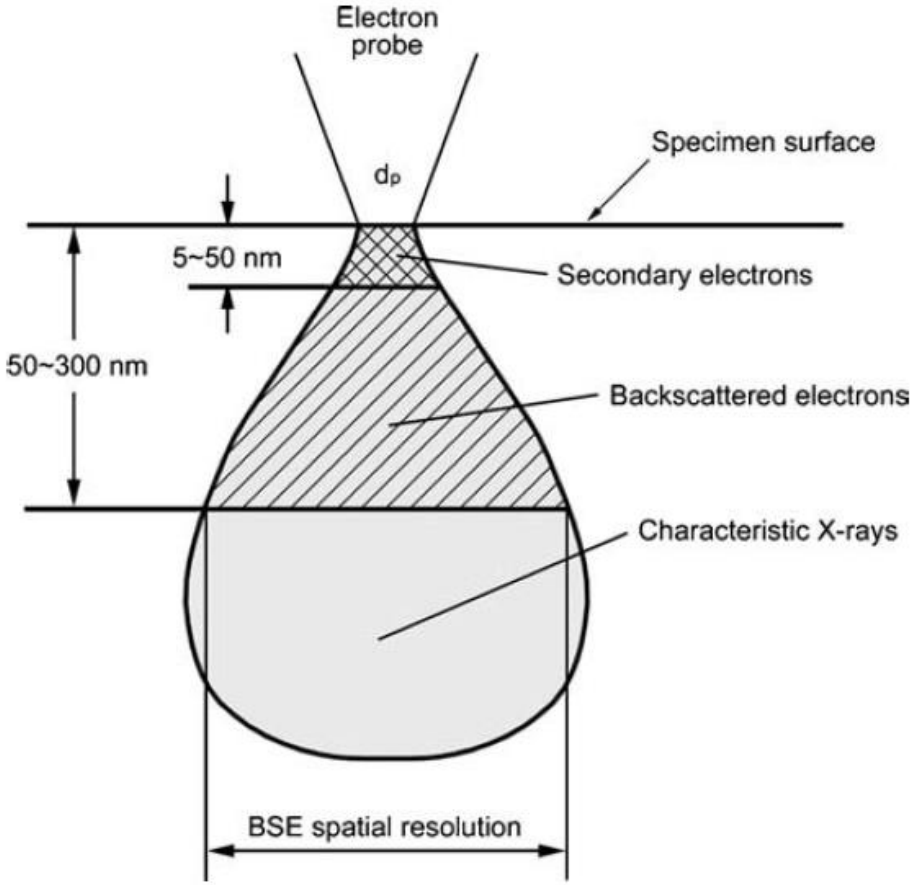
Figure 4.6 Probe size determined by the acceleration voltage of the electron gun.

- ✓ **Elektron tabancasının tipi SEM'deki çözünürlük için çok önemlidir çünkü parlaklıklarda ciddi farklar vardır.**

- ✓ **Hızlandırma voltajı ve dalgaboyu arasındaki ilişkiden dolayı demet çapındaki dalgaboyunun etkisi gözönünde bulundurulmalıdır.**

SEM: Kontrast Oluşumu

SEM'de topografik kontrast ve bileşim kontrastı olmak üzere iki temel kontrast oluşum mekanizması vardır. Kontrast oluşumunu anlamak için elektron-numune etkileşimini anlamak gerekir.



SEM: Kontrast Oluşumu

SEM'de topografik kontrast ve bileşim kontrastı olmak üzere iki temel kontrast oluşum mekanizması vardır. Kontrast oluşumunu anlamak için elektron-numune etkileşimini anlamak gerekir.

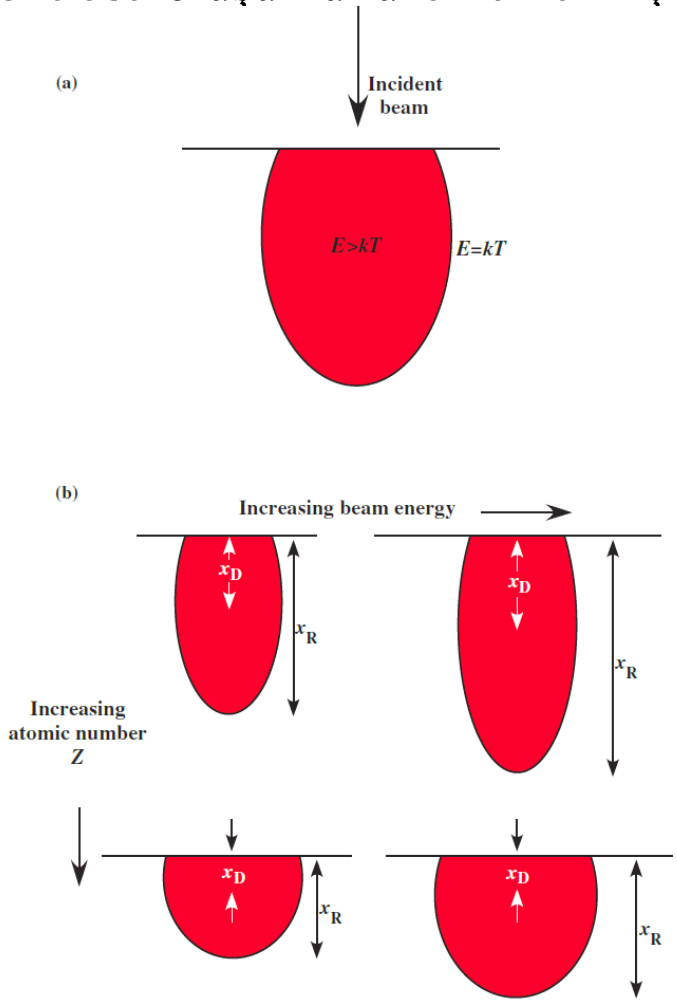
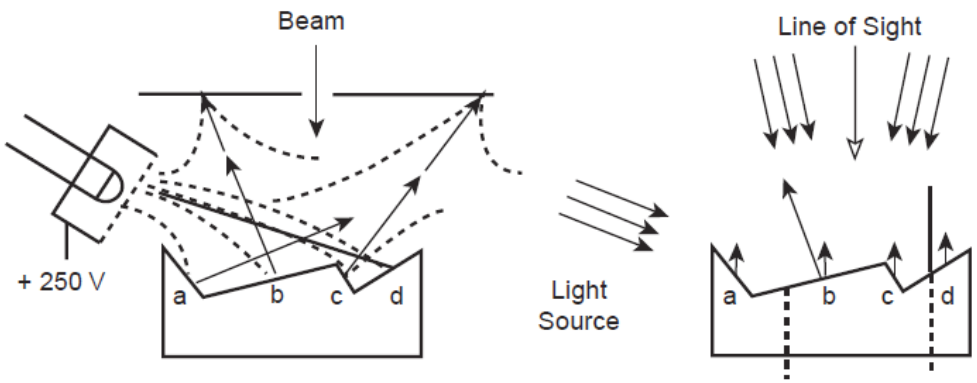


Figure 5.4 (a) The electron beam is inelastically scattered within an envelope bounded by the condition that the average energy has reached the thermal kinetic value kT. (b) The inelastic scattering envelope for an incident beam of energetic electrons depends on both the incident energy and the atomic number of the target, and may be qualitatively approximated by the two parameters, diffusion depth x_D and penetration depth or range x_R.

SEM: Topografik kontrast

Topografik kontrast sinyal elektronlarının 2 etkisinin sonucu olarak oluşmakta: elektron sayısı etkisi ve elektron trajectory (yörüngeleri) etkisi.

1- Trajectory (yörüngeleri) etkisi: numune yüzeyinin detektöre göre oryantasyonu sonucu oluşmakta. Dedektöre dönük yüzeylerden gelen elektronların bolluğu daha parlak görüntü, detektöre dönük olmayan yüzeylerden gelen elektronların azlığı karanlık görüntü oluşumuna neden olacaktır.



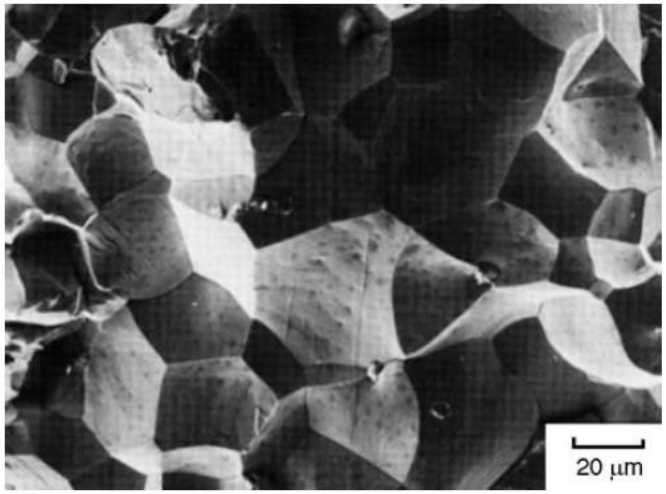


Figure 4.11 Generation of topographic contrast: (a) the trajectory effect, which arises from the orientation of surface with respect to the detector in an SEM, is similar to: (b) reflected light effects from the orientation of surface with respect to the light source in a light microscope. (Reproduced with kind permission of Springer Science and Business Media from J.I. Goldstein et al, *Scanning Electron Microscopy and X-ray Microanalysis*, 2nd ed., Plenum Press, New York. © 1992 Springer Science.)

SEM: Topografik kontrast

Topografik kontrast sinyal elektronlarının 2 etkisinin sonucu olarak oluşmakta: elektron sayısı etkisi ve elektron trajectory (yörüngeleri) etkisi.

1- Elektron sayısı etkisi: keskin köşelerden gelen elektron sayısının artışı o bölgelerin daha aydınlık, düz yüzeylerden gelen elektron sayısının azlığı o bölgelerin daha karanlık görülmesine neden olmaktadır.

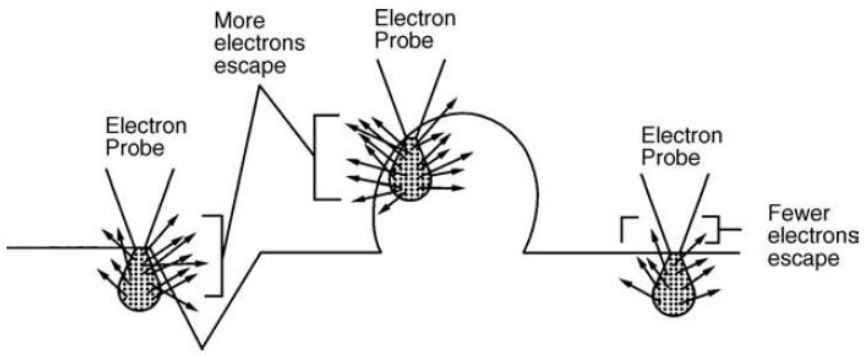
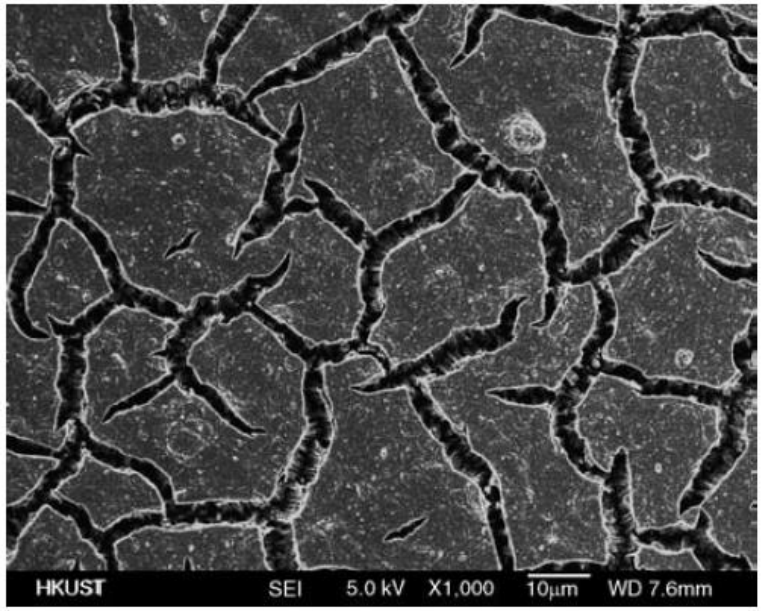


Figure 4.13 Electron number effects due to surface topography. More secondary electrons can escape from the edges of topographical features than from a flat surface.



SEM: Topografik kontrast

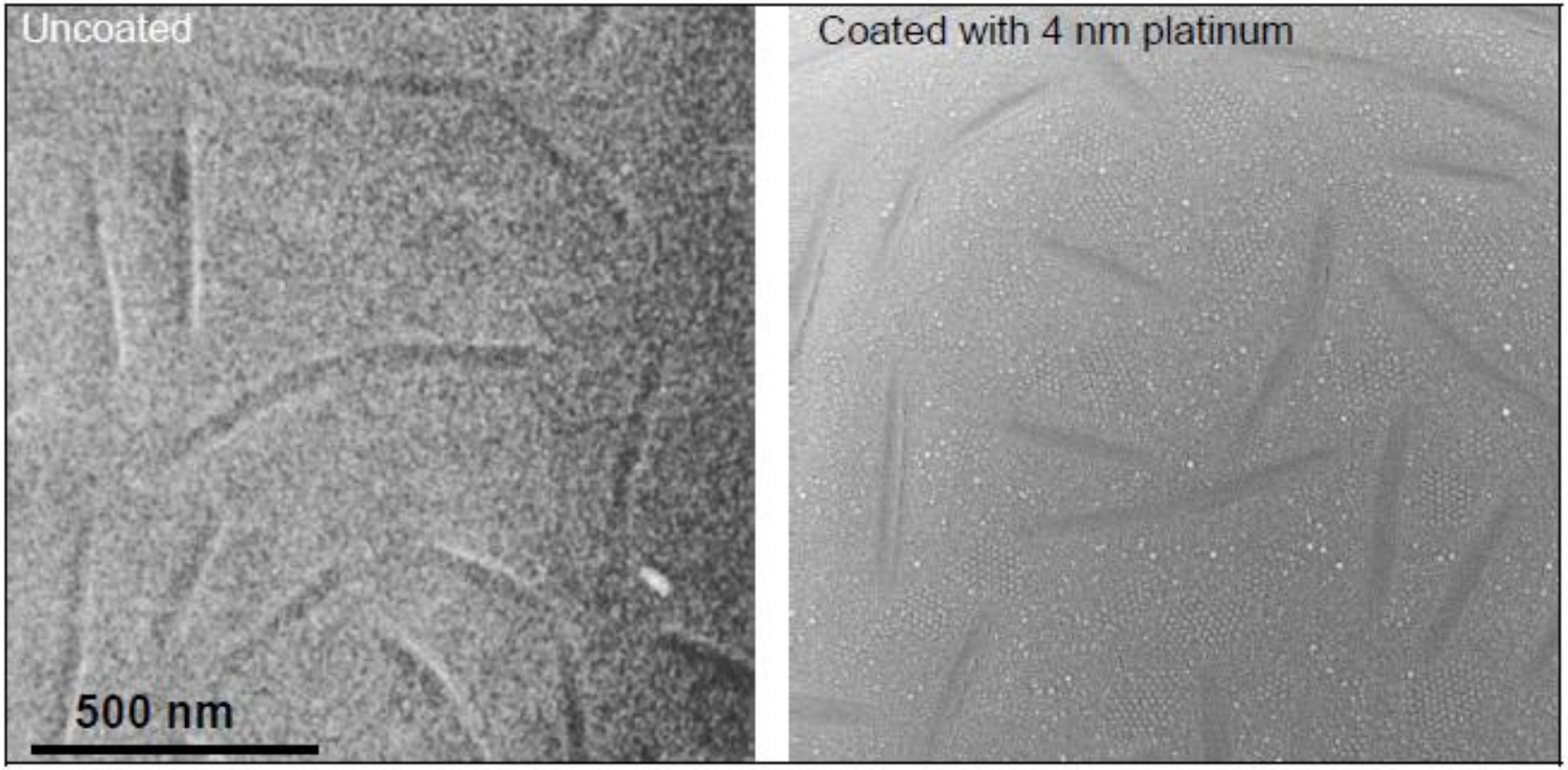
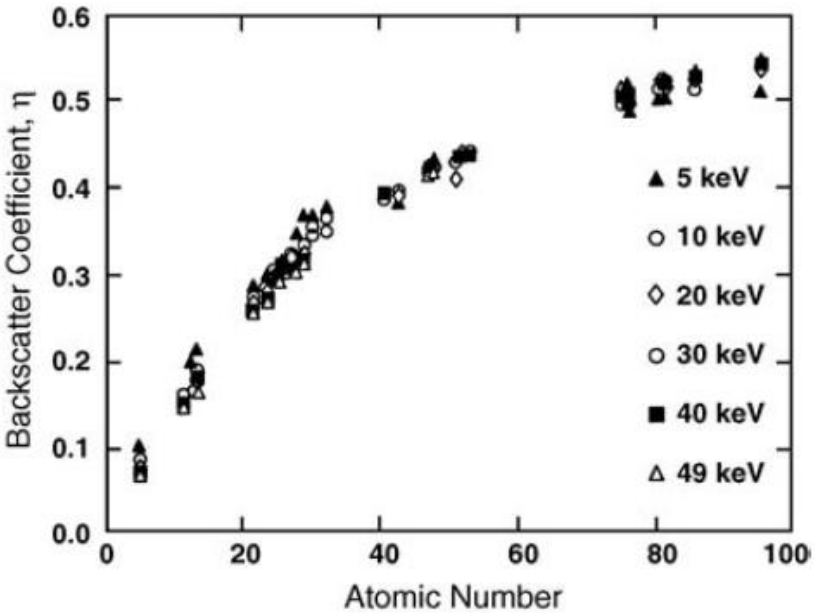


Fig. 5.5: The images represent a view on the inner surface layer of the plasma membrane of freeze-fractured yeast. Left: The surface was not coated and therefore appears noisy, unsharp and detail structures are obscured. Only invaginations of the membrane are recognizable. Right. The surface was coated with 4 nm of platinum localizing the signal to the surface providing a sharp signal at a high signal to noise ratio. Detail structures like hexagonal protein patterns are visible (bright spots are ice contaminations).

SEM: Bileşim kontrastı

Numune birden fazla kimyasal element içeriyorsa BSE kimyasal kompozisyon kontrastı için oldukça kullanışlıdır.

Atom numarası büyük elementlerden gelecek BSE sayısı daha yüksek, atom numarası küçük elementlerden gelecek BSE sayısı daha az olacağından karanlık-aydınlık bölgelerin oluşmasını sağlayacaktır.



$$\eta = \frac{n_{BSE}}{n_i}$$

Figure 4.15 Backscatter coefficient as a function of atomic number of specimen atoms. (Reproduced with kind permission of Springer Science and Business Media from J.I. Goldstein et al, *Scanning Electron Microscopy and X-ray Microanalysis*, 2nd ed., Plenum Press, New York. © 1992 Springer Science.)

SEM: Bileşim kontrastı

BSE ile görüntüleme yapmak için E-T dedektörü kullanıldığında, Faraday kafese 50 V ‘luk negatif yük uygulayarak SE’ların detektöre gelmesi engellenerek BSE ile görüntüleme yapılır.

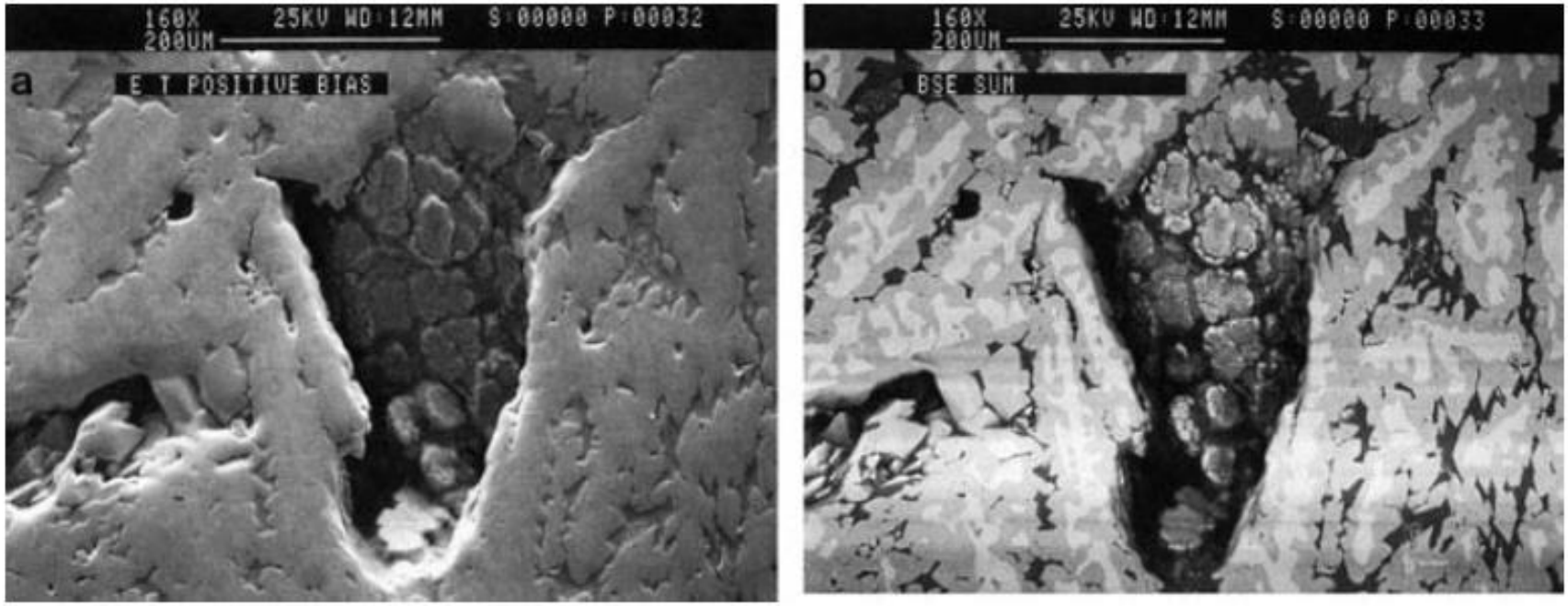
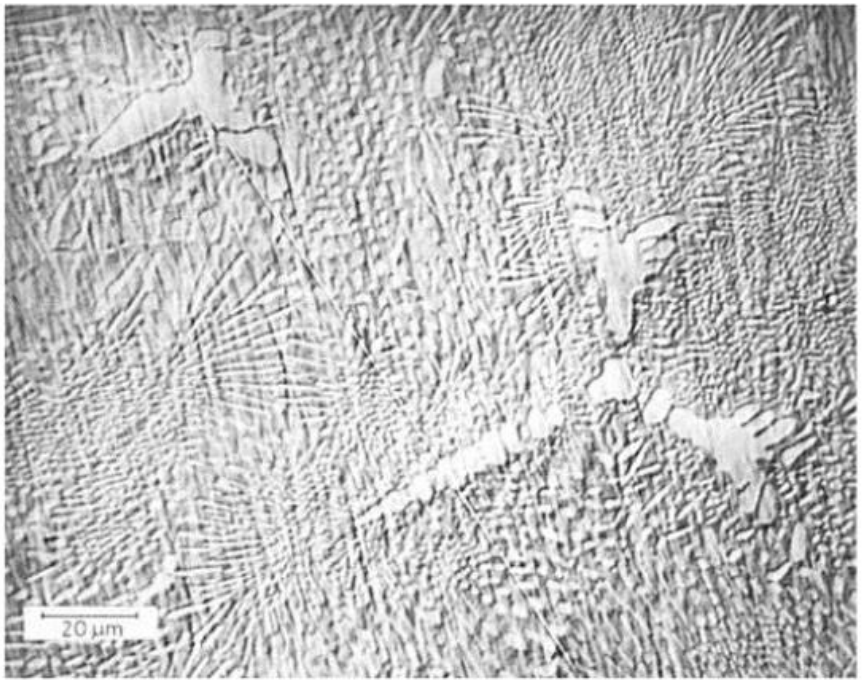
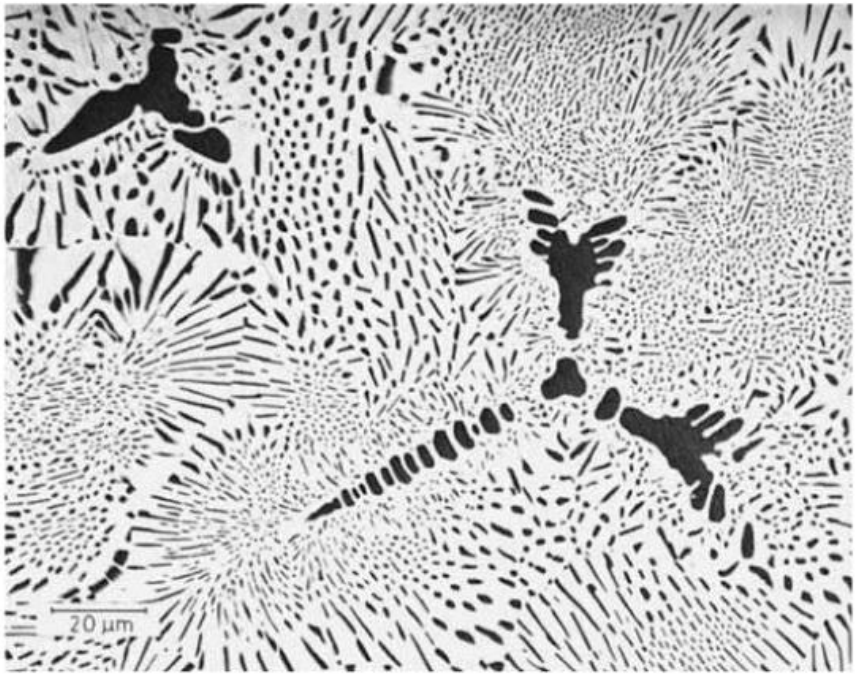


Figure 4.16 Comparison between: (a) a secondary electron image; and (b) a backscattered electron image for the same area of nickel alloy. Additional compositional information is obtained from the backscattered image. (Reproduced with kind permission of Springer Science and Business Media from J.I. Goldstein et al, *Scanning Electron Microscopy and X-ray Microanalysis*, 2nd ed., Plenum Press, New York. © 1992 Springer Science.)

SEM: Bileşim kontrastı



(*a*)



(*b*)

5.21 Backscattered images of a mechanically polished silver soldered joint. (*a*) Topographic contrast arising from the different resistance to abrasion of the phases is enhanced by subtracting the signals from the two elements of the detector. (*b*) By adding the signals from the two detector elements, topographic contrast is suppressed, and compositional contrast is enhanced.

SEM: Kristalografik kontrast

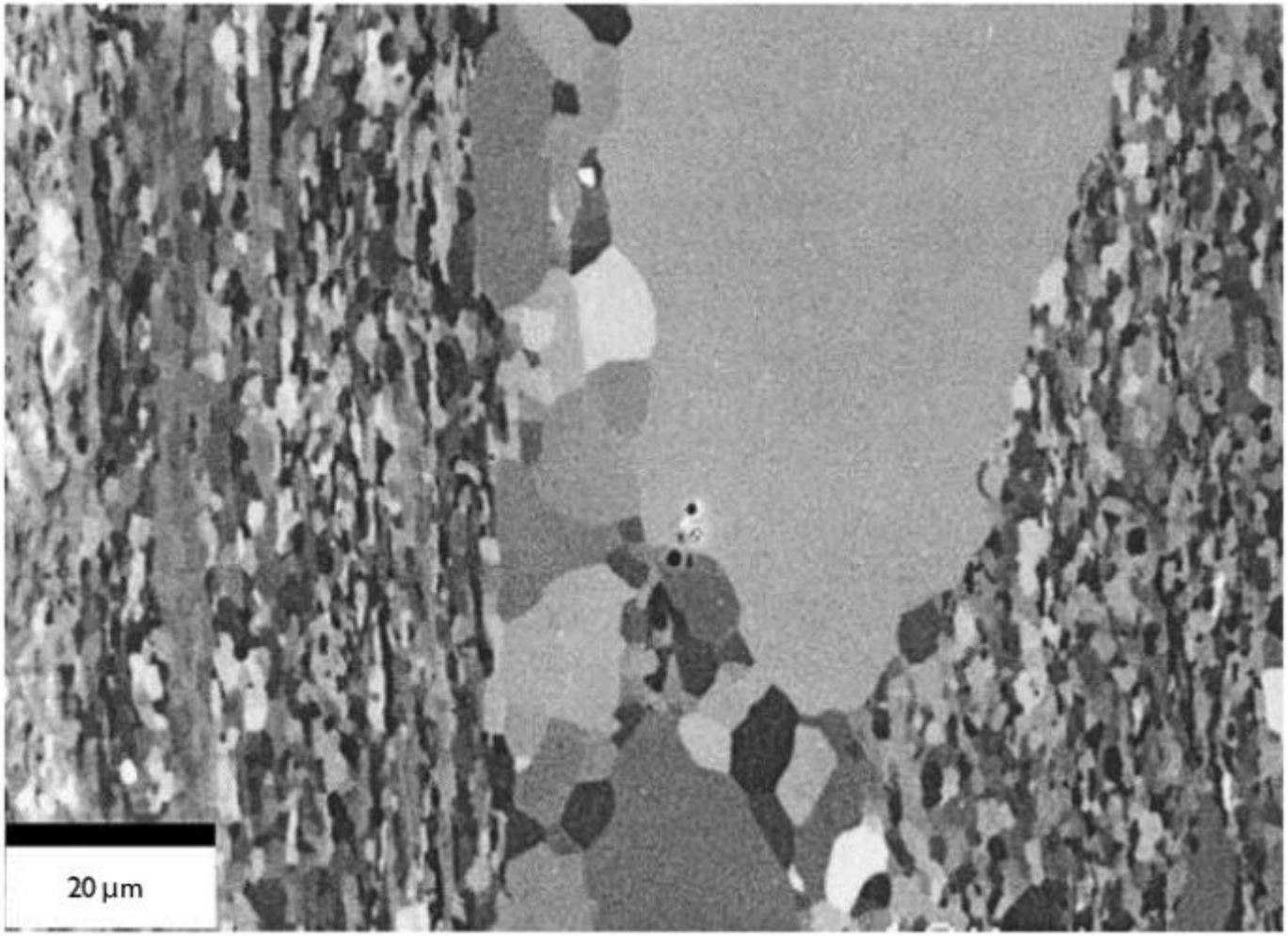


Figure 5.22 An example of channelling contrast in the backscattered image of a partly recrystallized aluminium alloy. Grains or subgrains of different crystallographic orientation have different backscattering coefficients and are therefore imaged at different grey levels.