

## نویسندگان

نازنین نیکروا<sup>۱\*</sup>بهنام رحمانی<sup>۲</sup>غلامرضا دهقانی<sup>۳</sup>

Nazaninnr@yahoo.com

# کندوپاشی و تاثیرات آن در آماده‌سازی نمونه‌ها

## چکیده

در دستگاه کندوپاش با تحریک گازی که در این فرآیند استفاده می‌شود (معمولاً گاز آرگون) بین کاتد و آند پلاسمایی ایجاد می‌شود که موجب بمباران شدن سطح تارگت<sup>۴</sup> با استفاده از یون‌های گاز و فرسایش آن می‌گردد. این فرآیند کندوپاش نامیده می‌شود که در اثر آن، اتم‌هایی از سطح تارگت جدا می‌شود و این اتم‌ها روی سطوحی که در نزدیکی تارگت قرار دارند، می‌نشینند. یکی از موارد کاربرد فرآیند کندوپاش، 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، می‌توان تصویری مناسب از نمونه تهیه کرد که در این مقاله به بررسی این روش پرداخته می‌شود.

## واژه‌های کلیدی

SEM، آماده‌سازی نمونه، کندوپاش، پلاσμα، تارگت، پوشش‌دهی

روش‌های متفاوتی برای به‌وجود آوردن لایه‌ای نازک روی نمونه در شرایط خلاء وجود دارد. یکی از این روش‌ها، روش تبخیر است که در آن، یک فلز رسانا تا دمای تبخیرش در خلاء بالا گرم می‌شود و اتم‌های فلز تبخیر شده روی سطح نمونه چگال می‌گردند. روش دیگری که می‌توان به آن اشاره کرد، روش کندوپاش است که در این روش، سطح فلز رسانایی که دارای بار منفی است با یون‌های مثبت در خلاء پایین بمباران می‌شود و اتم‌های کنده شده از سطح فلز، روی سطح نمونه چگال می‌گردند.

عواملی که در تشکیل لایه نازک روی نمونه تاثیرگذار هستند عبارتند از:

۱. انرژی بستگی و انرژی برخورد ماده به کار برده شده در تارگت؛
۲. کمترین دمای مورد نیاز برای تبخیر تارگت؛
۳. کمترین انرژی مورد نیاز برای تشکیل پدیده کندوپاش؛
۴. میزان رسوبدهی فلز و دمای زیر لایه.

## پوشش دهی به روش کندوپاش

این روش، روشی مطلوب و نسبتاً ساده برای نشان دادن لایه‌ای نازک از فلز و یا آلیاژ روی زیر لایه‌های غیررسانا است. ماده‌ای که در تارگت استفاده می‌شود در معرض پلاسمایی پر انرژی قرار می‌گیرد که معمولاً با استفاده از گاز بی‌اثر و سنگین آرگون به‌وجود می‌آید. سطح تارگت با استفاده از پلاسمای دچار فرسایش می‌شود و اتم‌های آن جدا می‌گردد که با مولکول‌های گاز پس‌مانده برخورد می‌کنند. به دلیل این‌که مسافت آزاد میانگین اتم‌های تارگت بسیار کم است، با یکدیگر برخورد می‌کنند و لایه‌ای روی سطح نمونه به‌وجود می‌آورند. چهار عامل بر میزان کندوپاش تاثیرگذار است که عبارتند از: ولتاژ، جریان پلاسمای، ماده به کار برده شده در تارگت و ویژگی‌های گاز بی‌اثر.

ولتاژ اعمال شده در پدیده کندوپاش بر انرژی بمباران گاز بی‌اثر، تاثیرگذار است و جریان پلاسمای تاثیر مستقیم بر میزان کندوپاش دارد. در پلاسمای با انرژی بالا، میزان سرعت کندوپاش نیز بالا است. انرژی بستگی ماده به کار برده شده در تارگت قابل توجهی بر میزان سرعت فرسایش سطح تارگت دارد. به عنوان مثال، انرژی بستگی طلا و پالادیوم نسبتاً پایین است و اتم‌های آنها نسبت به تنگستن که انرژی بستگی بالایی دارد، سریعتر کنده می‌شوند. از سویی 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 کندوپاش با سرعت بالا بر زمان نشان دادن لایه روی نمونه تأثیر 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 نشانده شده شود [۱].

اتفاقی که در دستگاه کندوپاش رخ می‌دهد این است که در اثر پلاسمای به وجود آمده، سطح کاتد با 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 جهت‌گیری‌های مختلف، به صورت لایه‌ای نازک روی نمونه و دیواره‌های محفظه رسوب می‌کنند. این لایه نازک در رسانایی نمونه‌هایی که با استفاده از میکروسکپ الکترونی روبشی از آنها تصویر تهیه می‌شود، استفاده می‌گردد. چنین لایه‌ای از تجمع بار الکتریکی روی نمونه جلوگیری می‌کند 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 (که معمولاً از جنس طلا، پلاتین و غیره است) و برای نشان دادن لایه روی نمونه‌ها، آن‌ها در قطب مثبت که همان آند است، قرار داده می‌شوند (که معمولاً به پتانسیل صفر متصل هستند). در دستگاه‌های کندوپاش معمولاً از پمپ‌های توربو و یا پمپ‌های دورانی برای ایجاد خلاء استفاده می‌شود [۲ و ۱].

## 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 ارزان قیمت است و انرژی جنبشی ندارد که در میزان کندوپاش موثر است.

در فرآیند کندوپاش، میزان کندوپاش به جرم یون‌های اولیه، انرژی آن‌ها و زاویه فرود بستگی دارد. جرم اتمی آرگون ۴۰ است که از جرم اتمی هلیوم 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. 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 لازم است از دستگاه در مقابل واکنش‌های شیمیایی پلاسمای حفاظت شود [۳].

## عناصر مورد استفاده در روش کندوپاش

فلزات و آلیاژهای بسیاری وجود دارند که از آن‌ها به‌عنوان تارگت استفاده می‌شود. 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. همچنین، رسانایی نقره از تمامی فلزات بیشتر است [۴].

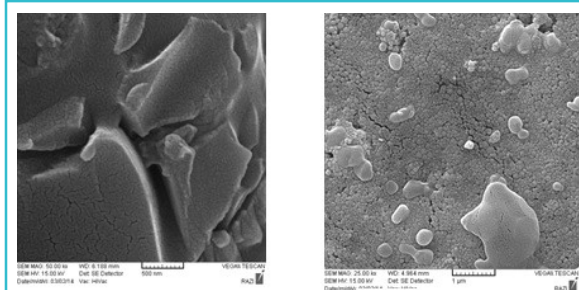
در مطالعاتی که به بزرگنمایی بالا نیاز دارند، لازم است که ضخامت لایه نشانده شده بسیار امچیز و اندازه ذرات در این لایه بسیار کم باشد تا بتوان از آن صرف‌نظر کرد. در بیشتر موارد برای گرفتن تصویر نمونه‌ها، از پوشش طلا استفاده می‌شود؛ دلیل آن، این است که طلا دارای ساختار FCC و بیرمغناطیسی است. در دمای ۱۳۳۶ 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 آلیز EDS<sup>۴</sup> دارند این است که اگر در نمونه‌ها عناصری مانند فسفر و زیرکونیم وجود داشته باشد، پیک طلا با پیک این عناصر هم‌پوشانی دارد.

به معنی دیگر نشانیدن لایه‌ای از یک فلز رسانا (طلا) روی نمونه‌ها همیشه به دلیل برقراری هدایت روی نمونه‌ها نیست. در مواردی به منظور داشتن تصویر با کیفیت بهتر و نیز نشان دادن جزئیات سطح، نمونه پوشش داده می‌شود. استفاده از طلا برای لایه‌نشانی روی نمونه سبب بهتر شدن کیفیت تصویر می‌شود؛ زیرا در این فلز ضریب الکترون‌های ثانویه (نسبت الکترون‌های ثانویه شده از میان الکترون‌های اولیه ساطع شده) بالا است و این امر سبب بهتر شدن کیفیت تصویر خواهد شد [۷].

### پوشش‌دهی به روش کندوپاش

همان‌طور که اشاره شد، فرآیند کندوپاش به عوامل زیادی از جمله تارگت، جریان و تعیین زمان کندوپاش بستگی دارد. در واقع می‌توان بیان نمود که ضخامت لایه نشانده شده، رابطه مستقیمی با جریان، زمان و ثابت ماده به کار برده شده در تارگت (طلا) دارد. مورد دیگری که در پوشش‌دهی با طلا باید در نظر داشت این است که ضخامت لایه نشانده شده نباید از حدود ۵ تا ۱۰ بیشتر باشد زیرا نه تنها سبب جلوگیری از شناسایی جزئیات سطح نمونه می‌شود بلکه در مواردی به سطح نمونه آسیب هم می‌رساند. به‌عنوان مثال، در مواردی که در سطح نمونه لایه‌ای از طلا با ضخامت بالا نشانده می‌شود، به هنگام تصویرگرفتن در بزرگنمایی بالا، ترک‌هایی روی سطح نمونه مشاهده می‌شود و یا به دلیل یکنواخت نبودن فرآیند کندوپاش، تجمع‌ی از ذرات طلا در سطح نمونه دیده خواهد شد (شکل ۱-الف و ۱-ب). بنا به دلایل ذکر شده، در هنگام کندوپاش باید به موارد زیر توجه داشت:

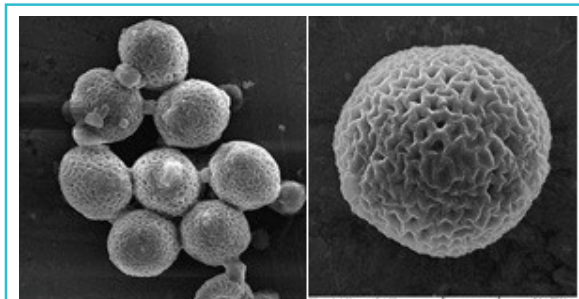
۱. فاصله سطح نمونه تا کاتد؛ ۲. جریان اعمال شده در این فرآیند؛ و ۳. زمان تعیین شده برای انجام فرآیند کندوپاش [۵ و ۱]. در اینجا تغییرات ضخامت لایه طلا در جریان ثابت ۲۰ میلی‌آمپر با در نظر گرفتن ثابت طلا در حدود ۰/۱۷، با افزایش زمان با محاسبه در نرم‌افزار، در شکل (۳) نشان داده شده‌است [۶]:



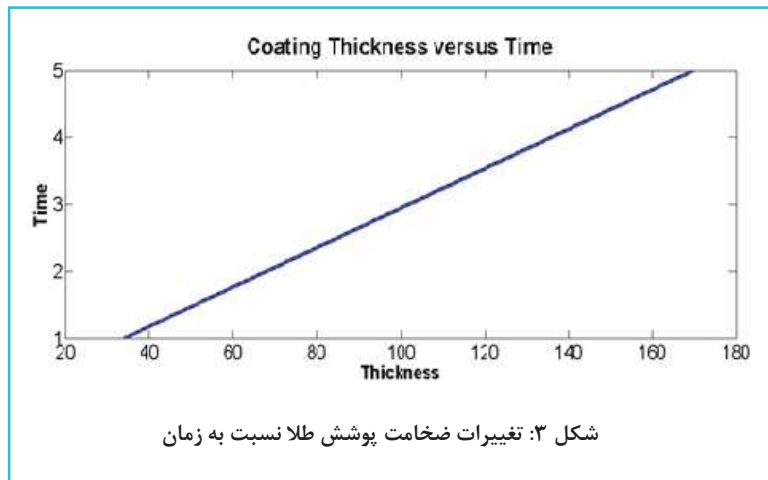
الف ب

شکل ۱: تصاویر SEM گرفته شده از سطح نمونه سرامیک در بزرگنمایی‌های (الف)  $\times 500K$  و (ب)  $\times 2500K$ . ترک بی روی سطح نمونه مشاهده می‌شود.

از موارد دیگری که در فرآیند کندوپاش می‌توان به آن اشاره نمود، نشانیدن 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. در این حالت، برای گرفتن تصویر مناسب، به هنگام فرآیند کندوپاش می‌توان به صفحه پایه‌ای که نمونه‌ها روی آن قرار می‌گیرند تا حدود ۴۵ درجه زاویه داد (شکل ۲) [۶].



شکل ۲: تصاویر SEM گرفته شده از گرده زیتون.



شکل ۳: تغییرات ضخامت پوشش طلا نسبت به زمان

## نتیجه‌گیری

پوشش‌دهی رو نمونه‌ها علاوه بر ایجاد هدایت در نمونه، فواید بسیاری از جمله کاهش آسیب‌های ناشی از حرارت و همچنین افزایش گسیل الکترون‌های ثانویه را به همراه خواهد داشت. در نظر گرفتن زمان لایه‌نشانی و ضخامت لایه نشانده شده روی نمونه از اهمیت زیادی برخوردار است. پوشش‌دهی ضخیم، نه تنها سبب جلوگیری از شناسایی جزئیات سطح نمونه می‌شود بلکه در مواردی به سطح نمونه آسیب هم می‌رساند. همچنین ممکن است به هنگام تصویرگرفتن در بزرگنمایی بالا، ترک‌هایی روی سطح نمونه مشاهده شود و یا به دلیل یکنواخت نبودن فرآیند کندوپاش، تجمعی از ذرات طلا در سطح نمونه دیده شود.

## پی‌نوشت

۱. فیزیک حالت جامد، مرکز پژوهش متالورژی رازی
۲. مهندسی مواد و متالورژی، مرکز پژوهش متالورژی رازی
۳. عضو کارگروه تخصصی SEM شبکه آزمایشگاهی فناوری‌نانو

## 4.Target

تارگت ماده‌ای است که در فرآیند کندوپاش به‌عنوان کاتد به کار برده می‌شود. از این ماده برای ایجاد لایه‌ای نازک روی سطح نمونه استفاده می‌شود.

## 5. Energy-dispersive X-ray spectroscopy (EDS)

## مراجع

- [1] Echlin, Patrik. "Handbook of sample preparation for scanning electron microscopy and x-ray micro-analysis". 2009. 330p
- [2] [http://www.emsdiasum.com/microscopy/technical/sputter coating](http://www.emsdiasum.com/microscopy/technical/sputter%20coating).
- [3] [http://www.researchgate.net/argon or air](http://www.researchgate.net/argon%20or%20air).
- [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](http://www.mtixtl.com/machine-manual/plasmasputter%20coating).
- [7] J.T Fourie. "Gold in electron microscopy". Gold Bull, 1982, 15.