

به نام خدا



مرکز دانلود رایگان مهندسی متالورژی و مواد

www.Iran-mavad.com



SIMS

روش های نوین آنالیز در مهندسی مواد

فهیمة سادات حسینی

زمستان ۹۱

www.iran-mavad.com

مرجع دانشجویان و مهندسين مواد

چکیده

SIMS یا همان طیف سنجی جرمی یون ثانویه مخفف *Secondary Ion Mass Spectrometry*

می باشد. که یک نوع طیف سنج جرمی با حساسیت بالا بدون نیاز به آمادگی سطحی برای شناسایی تمام عناصر و گونه های موجود در ماده است که نیاز به خلا بالایی دارد. که به دو نوع استاتیکی و دینامیکی تقسیم می شود. اجزای مختلف دستگاه شامل منبع یون، آنالیزورها و آشکار سازها و همچنین انواع دستگاه و مکانیزم آنها در این پروژه به طور کامل بررسی شده است.

واژگان کلیدی: آنالیز-طیف سنج-*SSIMS-DSIMS*

فهرست

عنوان.....	صفحه
مقدمه.....	۱
الف-تاریخچه.....	۱
ب-معرفی.....	۲
فصل اول:فرآیند SIMS.....	۳
۱-۱ مکانیزم SIMS.....	۴
۲-۱ فیلترهای جرمی.....	۷
۳-۱ روش های مورد استفاده برای آنالیز SIMS.....	۸
فصل دوم: SIMS.....	۹
ساختمان SIMS.....	۱۰
۱-۲ تفنگ الکترونی.....	۱۲
۲-۲ منبع یون اولیه.....	۱۳
۳-۲ ستون اولیه.....	۱۵
۴-۲ اکستروژن پون ثانویه.....	۱۶
۵-۲ انتقال یون ثانویه.....	۱۷
۶-۲ آنالیز انرژی یون.....	۱۸
۷-۲ آشکارسازهای یون ثانویه.....	۲۱
۸-۲ خلا چیست؟.....	۲۷
۹-۲ کنترل میدان مغناطیسی.....	۲۸
۱۰-۲ ارتباط SIMS با روش های دیگر آنالیز.....	۳۰

۱۱-۲ کاربرد-مزایا و محدودیت ۳۱

فصل سوم: SSIMS ۳۳

۳-۱ معرفی ۳۴

۳-۲ طیف ۳۵

۳-۳ ساختمان ۳۶

۳-۳-۱ سیستم خلا ۳۶

۳-۳-۲ طیف سنج جرمی ۳۶

۳-۳-۳ منبع یون اولیه ۳۷

۳-۴ کاربرد در علم سطح ۳۸

۳-۵ مزایا ۳۸

فصل چهارم: DSIMS ۳۹

۴-۱ معرفی ۴۰

۴-۲ ساختمان DSIMS ۴۱

۴-۳ کاربرد ۴۲

۴-۴ اطلاعات بدست آمده از DSIMS ۴۳

۴-۵ مزایا و محدودیت ۴۴

نتیجه گیری ۴۵

شرکت های سازنده و مدل ها ۴۶

منابع ۴۶

مقدمه

الف - تاریخچه

اصول SIMS به اوایل سده ی اخیر و آزمایش های لوله ی تخلیه تامسون (اولین کسی که تاثیر یون های مثبت را روی صفحه ی فلزی بدست آورد) برمی گردد.

اولین دستگاه آنالیز SIMS در سال ۱۹۴۰ به وسیله ی هورزگ^۱ و همکاران ساخته شد. SIMS در سال ۱۹۶۰ برای آنالیز توزیع ایزوتوپیک و فضایی همه ی عناصر از هیدروژن تا اورانیم موجود در نمونه هایی که از ماه به زمین آورده می شد، استفاده می شد. این روش آنالیز سه بعدی برای نیازهای نیمه رسانا و ریزالکترونیک تولید و بکارگیری شد.

این شناسایی به عنوان SIMS دینامیک شناخته شده زیر تحت این بررسی سطح به طور ثابت تغییر می کند. همچنین در اواخر ۱۹۶۰ بنینکون^۲ و همکاران نوع دیگری را برای آنالیز تک لایه هامعرفی کردند که با استفاده از شرایطی که خسارت ناچیزی به سطح وارد شود تنظیم شده است.

این شناسایی به عنوان SIMS استاتیکی شناخته شده است زیرا سطح تحت این بررسی بدون تغییر می ماند. که برای آنالیز مولکول های روس سطح روش قوی می باشد.

ب- معرفی

SIMS^۱ یک تکنیک همه کاره و متنوع برای شرح اطلاعات سه بعدی درباره ی سطح و نزدیک ناحیه ی سطحی یک ماده است. در این روش پرتو اولیه به صورت ذرت باردار به سطح نمونه برخورد کرده و در اثر این برخورد و انتقال انرژی تکه هایی از سطح نمونه خارج می شود که حدود یک درصد آن به صورت یونی است. این یون ها به سمت آشکار ساز می رود که قبل از آشکار ساز به منظور رسیدن به جرم های مناسب برای تفکیک جرمی باید از فیلتر های جرمی عبور کند.

اجزای این دستگاه شامل منبع یون اولیه ، نمونه، یک روش برای جمع آوری یون های ثانویه خارج شده. یک آنالیز کننده جرمی برای جداسازی یون های مفید (چهار قطبی دایره ی مغناطیسی، زمان پرواز) یک سیستم یون آشکار کننده برای ثبت سیگنال یون ثانویه (صفحه ی فوتوگراف، کاپ فارادی، تقویت کننده ی الکترون یادوربین CCD و صفحه ی عکس) می شود. که در ادامه به شرح کامل آن می پردازیم.

SIMS می تواند برای آنالیز سطحی (SSIMS)^۲ آنالیز جسم با حساسیت بالا (DSIMS)^۳ استفاده می شود. آنالیز غلظتی با عمق زیر سطح (پروفایل عمق) تغییر می کند.

در SIMS استاتیکی کاهش خسارت در سطح نمونه حین کسب داده با استفاده از دانسیته ی جریان یون اولیه بسیار کم است، مقدار یون اولیه کل می تواند بین 10^{12} و 10^{13} یون های حادثه محدود می شود.

به طور عکس در دینامیک SIMS، دانسیته ی جریان یون اولیه بالا است به این منظور که یون ثانویه ماکزیمم حاصل شود. بطور همزمان نمونه در طول آنالیز به وسیله طیف خورده می شود و ترکیب میانگین در حجم نمونه را نمایش می دهد. حساسیت به تاثیر عناصر در نمونه در این روش بهینه می شود.

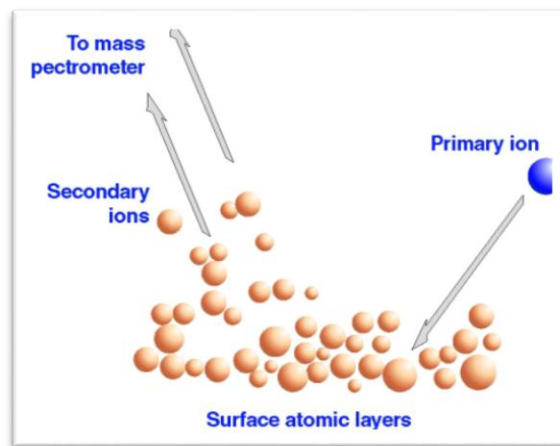
^۱ SECONDARY ION MASS SPECTROMETRY
^۲ STATIC SECONDARY ION MASS SPECTROMETRY
^۳ DYNAMIC SECONDARY ION MASS SPECTROMETRY

فصل اول

فرآیند SIMS

۱- امکانیزم SIMS

در آنالیز SIMS، نمونه با پرتو ذرات بار دار شده با انرژی حدود ۱-۲۵ Kev بمباران می شود. این ذرات وارد شده را یون اولیه می نامند. در مینی SIMS یون های Ga^+ با انرژی حدود ۶ keV به عنوان یون اولیه استفاده می شوند.



تصویر (۱) تصویر شماتیک فرایند SIMS

یون های اولیه انرژی را روی لایه ی سطحی ذخیره می کنند. بسیاری از پیوندهای اطراف محل ضربه تا عمق ۳mm می شکنند. و حرکت و جابجایی تصادفی زیادی بوجود می آید. این ناحیه را آبشار برخورد^۱ می گویند. برخورد ها منجر به هدایت انرژی انتقالی به پشت لایه ی سطحی می شود که باعث پس زنی ماده می شود. به این فریند کندوپاش^۲ ماده می گویند. ماده ی کندوپاش شده بصورت یک تکیه یا قطعه ی خشی خارج می شود. اما حدود ۱٪ به شکل ذرات باردار شده خارج می شوند. ای نه به عنوان یون های ثانویه شناخته می شوند مقدار زیادی به تنهایی باردار می شوند.

هر دو نوع یون های مثبت و منفی ساطع می شوند و آن ها در اندازه های واحد به خوشه های بسیار زیادی از اتم محدود می شوند. یون های کندوپاش شده می توانند سطح را به فاصله ی بیشتر از ۵ nm از محل برخورد

^۱ collision cascade
^۲ sputtering

ترک کنند. دفع یون های بزرگتر این فاصله را افزایش می دهد که این ها به حداقل انرژی داخلی برای جلوگیری از تجزیه نیاز دارند. یون های ثانویه انرژی جنبشی حدود ۲۰ eV دارند. اما یون های مختلف توزیع انرژی مختلفی دارند. به طور ویژه یون های خوشه ای و مولکولی توزیع کمتری از یون های اتمی دارند و آنها در انرژی کمتری به اوج می رسند.

در نوع خاص SIMS اغلب ماده ی خارج شده از دو لایه ی رویی خارج می شود. بنابراین عمق نمونه می تواند به ۱ nm برسد که ذرات آلی بزرگ احتمال بیشتری برای آمدن از تک لایه ی سطحی دارند. در حالی که اغلب ذرات اتمی دارای انرژی از لایه های عمیق تر می آیند. همچنین بمباران یون اولیه باعث نشر الکترون ها با انرژی کم می شود و این ها می توانند آشکار شوند تا تصویر نمونه (اطلاعات توپوگرافی) در یک روش قابل ملاحظه با SEM تولید شود.

در روش میکروسکوپی، پرتو یون اولیه در یک نقطه ی کوچک متمرکز می شود (از قطر ۱ mm تا ۱ μm). این بدین معنیست که میکروآنالیز می تواند برای یک ناحیه با ابعاد یکسان در یک نقطه ی خاص روی نمونه انجام شود. پرتو متمرکز شده می تواند از نقطه ای به نقطه ی دیگر در تمام منطقه محدود شده با فیلتر جرمی تنظیم شده برای یک مقدار منتخب m/z تصویر ایجاد می شود. این یک تصویر دو بعدی با تغییرات در شدت پیک در کل سطح نمونه ایجاد می کند. و عکس حاصل موقعیت یک نمونه ی شیمیایی را نشان می دهد. حساسیت بالای SIMS بدین معنیست که عکس ها می توانند در محدوده ی زمانی از چند ثانیه تا چند دقیقه حاصل شوند.

منطقه ی فیزیکی قابل توجه معمولاً از بازرسی چشمی میکروسکوپ نوری شناخته می شود. همچنین ممکن در محل با استفاده از عکس توپوگرافی انتخاب شود. این به طریق شرح داده شده در بالا تولید می شود. به جز آن تغییرات در شدت الکترون های ثانویه اندازه گیری می شود. کل تصاویر یون نیز نگهداری می شوند تا به وسیله ی کنتراست توپوگرافی برجسته شوند و یک راه جایگزین برای تولید یک عکس فیزیکی نمونه را ایجاد می

کند. در هر دو روش سیگنال استفاده شده بسیار شدیدتر از آن برای یون ثانویه ی معلوم است. این اجازه ی عکس برداری در شبه زمان واقعی را می دهد اما در این روش هیچ اطلاعات شیمیایی از نمونه بدست نمی آید. طیف جرمی ثانویه به وسیله ی جمع آوری یون های ثانویه و قرار گرفتن آن ها در فیلتر کننده ی جرمی قبل از آشکارساز بدست می آید.

۱-۲ فیلتر های جرمی

سه نوع فیلتر جرمی در SIMS استفاده می شود: ناحیه ی مغناطیسی^۱، زمان پرواز^۲ و چهار قطبی^۳. در این وسیله یون ها با انرژی بالا نمی تواند فیلتر شود. که آن به یک فیلتر انرژی برای انتخاب مقدار مناسب توزیع انرژی یون ثانویه قبل از آنالیز جرمی نیاز دارد. طیف جرمی یون ثانویه مثبت و منفی در آزمایش های مداوم به وسیله ی انتخاب طیف جرمی درست بدست می آید.

فیلتر جرمی باید قادر به جداسازی یون های ثانویه با جرم های مختلف به وسیله ی واحد جرم اتمی در ناحیه جرم مناسب باشد. تفکیک پذیری جرم یا نیروی حل طیف سنج جرمی به وسیله ی معادله ی زیر معلوم می

$$R = \frac{m}{\Delta m} \quad \text{شود:}$$

که m جرم نمونه ی آشکار شده و Δm عرض پیک است. Δm اغلب از عرض کل در نصف ارتفاع ماکزیمم پیک بدست می آید. در چهار قطبی بهتره Δm_b در نظر گرفته شود که عرض کل در ۱۰٪ ارتفاع ماکزیمم پیک یا عرض در پایه ی پیک است. در مینی SIMS چهار قطبی برای $\Delta m_b \sim 1$ برای همه ی m ها تنظیم شده که $m \sim R$ می باشد.

^۱ magnetic sector
^۲ time-of-flight
^۳ quadrupole

جریان یون ثانویه I_s برای جرم یون m انتخاب شده (یا نسبت جرم به بار m/z که z در SIMS واحد است) به وسیله ی معادله ی زیر بدست می آید:

$$I_s(m) = I_p \gamma \alpha T C(m)$$

I_p جریان یون اولیه، γ محصول خارج شده، α احتمال یونیزاسیون، T انرژی انتقالی کل و فیلترهای جرمی، $C(m)$ غلظت نمونه ی شناسایی شده در حجم خارج شده می باشد.

برای تنظیم یک چهار قطبی شرح داده شده در بالا T حدود ۱/۰٪ است و تقریباً با عکس m می باشد. در هر حال حساسیت دستگاه برای یون ها با جرم بالاتر که به وسیله ی فیلتر جرمی انتخاب شده است کاهش می یابد.

γ محصول کل ذرات خارج شده (خشتی یا باردار) از جرم m در یثن های اولیه واقعی می باشد؛ γ بین ۱ تا ۲۰ برای نوع اتمی است و آن تابع جرم و انرژی یون اولیه و زاویه ی برخورد آن است. (قوی ترین پیک در ۶۰ درجه نسبت به سطح است).

a^+ و a^- احتمالات نسبی هستند که ذره ی برخورد کرده مثبت یا منفی خواهد بود. احتمال یونیزاسیون در کل عنصر متفاوت است. و به حالت الکترونیک سطح بسیار حساس می باشد.. محصول یون ثانویه ($\gamma\alpha$) می تواند به وسیله ی هر چهار قسمت اندازه برای عناصر مختلف تغییر کند و ممکن است حساسیت زمینه زیاد باشد.

جدول زیر به طور خلاصه این تاثیرات را نشان می دهد.

وابستگی به ماتریس	وابستگی به نمونه m	تعریف	
ندارد	ندارد	جریان یون اولیه	I_s
ندارد	کم	انتقال سودمند	T
کم	متوسط	محصول خارج شده	γ
زیاد	زیاد	احتمال یونیزاسیون	α

۳-۱ روش های مورد استفاده برای آنالیز SIMS

۱-۳-۱ آنالیز توسط طیف سنج: مطالعه ی طیف ثانویه اجازه ی آنالیز شیمیایی و مقدماتی، آشکارسازی

قسمت های شیمیایی اصلی و شناسایی مولکول های سطح را می دهد.

طیف اثر دیجیتالی سطح را نشان می دهد. آن ها به چند پارامتر مانند ترکیبات شیمیایی و خنثی فازهای

شیمیایی و فیزیکی پیر سختی، کریستالی، شبکه بندی و اکسیداسیون حساس هستند.

این روش به طور رایج استفاده می شود برای، شناسایی مولکول پلیمرها و کو پلیمرها، شناسایی و تشخیص

افزودنی ها، آلوده کننده ها، تمیز کننده ها پسماندها، تشخیص ترکیبات فلزی خنثی و اکسیدی، آنالیز آلیاژ فلزی

و فلزات؛ شامل پوشش ها و گراف ها، ارزیابی میزان شبکه بندی، بهبود یا تخریب.

۲-۳-۱ عکس برداری یون ثانویه: توپوگرافی گونه های مولکولی و عنصریبه وسیله ی اسکن پرتوآنالیز

روی یک منطقه ی قابل ملاحظه بدست آید. روش عکس برداری به طور متناوب به منظور آنالیز موضعی ترک

ها، آلودگی ها، خوردگی، عیوب لنز، عیوب رنگ پوشش، عیوب جوشکاری برقی، ریزالکترونیک ها، رشته

های نوری، لحیم کاری، اتصال ریز ذرات و پوشش ها استفاده می شود.

۳-۳-۱ عمق پروفایل: کندوپاش متناوب و آنالیز فازها در آنالیز عمق انجام می شود. زمینه های کاربردی به

پوشش های بسیار نازک حدود $1\mu\text{m}$ محدود می شود اما دقت عمق می تواند به تک لایه ها بدون از بین رفتن

حساسیت برسد. کاربرد اصلی آنالیز عمق برای پوشش های بسیار نازک، پوشش های گراف به وسیله ی

تکنولوژی پلاسما، مطالعه ی لایه ی اکسید فلز، تفکیک نمونه، اکسیداسیون استفاده شود.

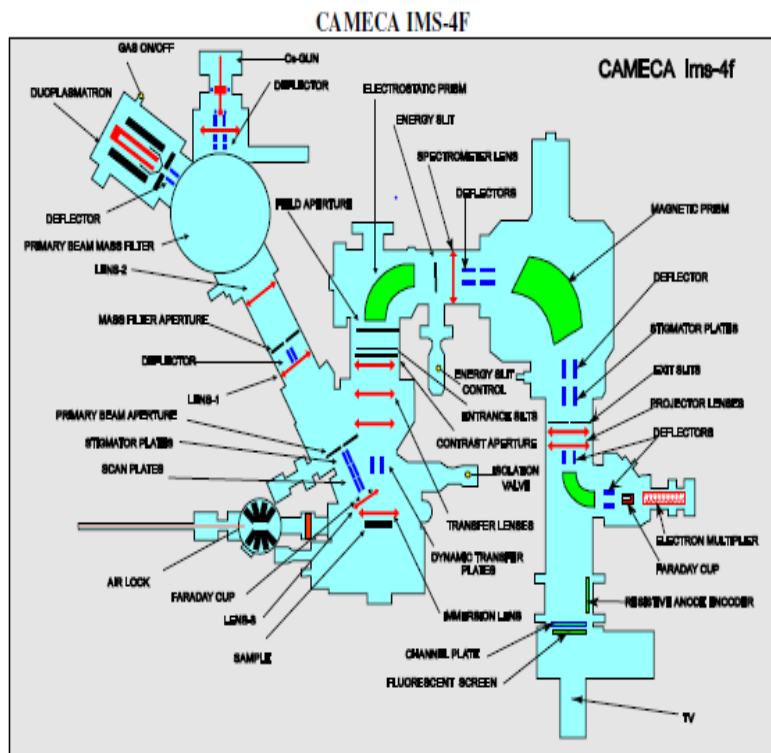
فصل دوم

ساختمان SIMS

ساختمان SIMS

تصویر زیر ساختمان SIMS مدل CAMECA IMS-4F را به صورت شماتیک نشان می

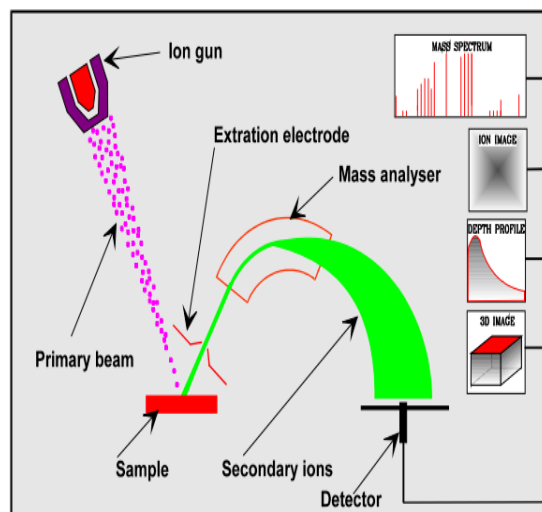
دهد.



تصویر (۳) نمای شماتیک ساختمان SIMS

دستگاه SIMS شامل بخش های زیر می باشد:

- منبع یون اولیه (o^+ ، o^- ، cs^+ ، Ar^+ ، Ga^+ ی خنثی) برای ایجاد بمباران نمونه ها.
- یک تلرگت یا نمونه که باید جامد و در خلا پایدار باشد.
- یک روش برای جمع آوری یون های ثانویه خارج شده.
- یک آنالیزکننده جرمی برای جداسازی یون های مفید (چهار اقطبیه ی مغناطیسی، زمان پرواز)
- یک سیستم یون آشکارکننده برای ثبت سیگنال یون ثانویه (صفحه ی فوتوگراف، کاپ فارادی، تقویت کننده ی الکترون یا دوربین CCD و صفحه ی عکس).

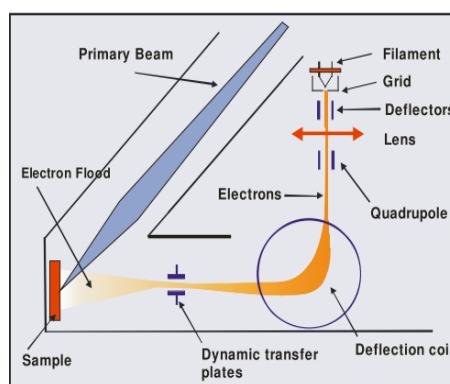


تصویر (۴): نمای شماتیک فرآیند SIMS

۲- ۱ تفنگ الکترونی

صرف نظر از قطبیت پرتوهای اولیه و ثانویه برخی از صعود بارها روی سطح نمونه های عایق اتفاق می افتد. در بسیاری از موارد صعود کم است و می توان از آن چشم پوشی کرد در مورد پرتو اولیه ی مثبت و یون های ثانویه منفی، تعداد ذرات منفی خارج شده بیشتر از یک نمونه با بار مثبت می باشد. تحت این شرایط نمونه باید با الکترون ها با انرژی کم یا زیاد به طور همزمان بمباران شود که صعود بار کم می شود.

در ساختمان کمکا از یک تفنگ سیلابی الکترون کم انرژی استفاده می شود. یک فیلمنت تنگستنی^۱ بین $۴۵۰۰V$ - و $۱۰۰۰۰V$ - وابسته به ولتاژ نمونه نگه داشته می شود. الکترون های ساطع شده از فیلمنت از میان لنز چهارقطبی و منحرف کننده عبور می کند. که برای شکل دهی و تمرکز پرتو الکترون استفاده می شود. یک منشور آهنربایی (حلقه ی انحراف^۲) الکترون ها را با زاویه ۹۰ درجه به سمت نمونه منحرف می کند. بعد از عبور از لنزهای غوطه ور الکترون ها به سطح نمونه با انرژی صفر می رسند. بنابراین وقتی یون های ثانویه منفی آنالیز می شوند یک توده ی الکترون با انرژی کم بالای سطح نمونه ایجاد می شوند که این توده برای جبران بار در دسترس است. وقتی وین هایس مثبت آنالیز می شوند نمونه در د رپتانسیل نگه داشته می شود و الکترون ها به نمونه در ولتاژ و جریان تنظیم شده اصابت می کنند تا یک سیگنال ثابت بدهد.



تصویر (۱۵): تصویر شماتیک از تفنگ الکترونی

^۱ tungsten filament
^۲ deflection coil

۲-۲ منبع یون اولیه^۱

ساختمان SIMS شامل منبع پلاسما، منبع یون سزیم یا گادیمیوم می باشد. در سرویس های علمی

NERC، Ims-۴f و ims-۱۲۷۰ هر دو منبع یون پلاسما و منبع سزیم نصب شده است.

۲-۲-۱ منبع پلاسما^۲

منبع پلاسمایی می تواند با هر گاز موجود در هوا مورد به کار گرفته شود. اغلب اکسیژن استفاده می شود. که دلیل

آن عملکرد عناصر الکتروپزیتیو را مانند REE، Si، Al افزایش می دهد. منبع پلاسمایی برای استخراج هر دو

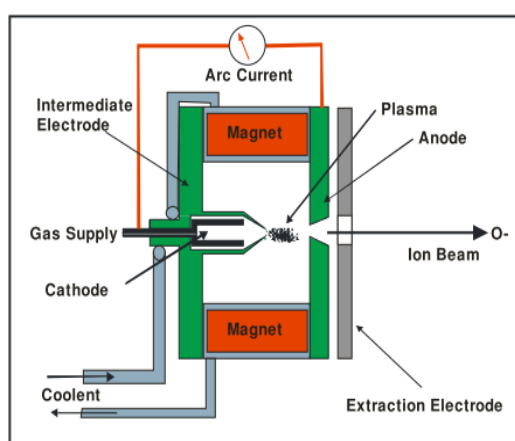
نوع O_2^+ یا O_2^- وابسته به قطبش الکتریکی انتخاب شده به وسیله ی اپراتور می تواند استفاده شود. در

حالت منفی O^- در اغلب نمونه ها فراوان است در حالی که در وجه مثبت O_2^+ اغلب فراوان است. وقتی نمونه

های عایق آنالیز می شوند O^- مانع ایجاد بار روی سطح نمونه می شود.

بسیاری از گونه های یون در منبع پلاسما تولید می شوند و به سمت فیلتر جرمی یون اولیه برای انتخاب پرتو یون

دلخواه می رود.



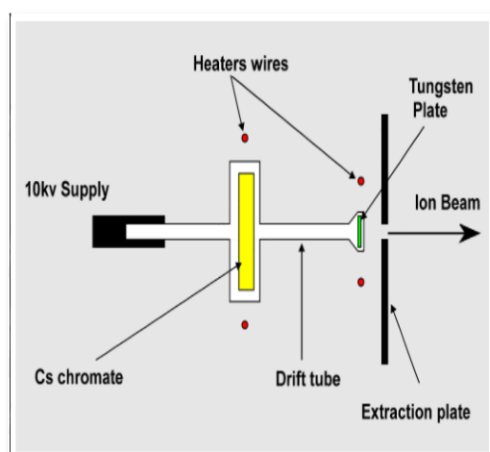
تصویر (۵): تصویر شماتیک از منبع پلاسما

۲-۲-۲ منبع یون Cs

پرتوهای یون Cs برای افزایش عملکرد عناصر الکترونگاتیو مانند O، C و S استفاده می شود. در دتفنگ Cs تنها حالت مثبت بکار گرفته شود. به طور کل پرتوهای Cs از پرتوهای تولید شده به وسیله ی پلاسما هستند. و به دلیل بزرگتر بودن جرم ماده ی کندو پاش شده بیشتر است. بکارگیری تفنگ Cs پرهزینه می باشد و و تنها برای نالیز ایزوتوپیک گوگرد، کربن و اکسیژن استفاده می شود. هنگام آنالیز عایقها برخی از روش های خنثی برای ایجاد بار مثبت (ایجاد شده به وسیله ی CS^+) مورد نیاز است.

پرتو یون اولیه به وسیله ی فرآیند یونیزاسیون سطحی تولید می شود. بخار Cs به وسیله ی گرمایش ترکیب سزیم جامد (کروات سزیم یا کربنات سزیم) تولید می شود.

بخار سزیم در طول لوله ی جریان حرکت می کند و به صفحه ی تنگستنی برخورد می کند و آنجا بصورت حرارتی یونیزه می شود. به هر اتم و مولکول خارج شده از مخزن نیرو داده می شود تا از میان صفحه ی تنگستنی و نوک تجزیه کننده بیرون رود. که این باعث می شود اتم های یونیزه شده از میان سوراخ بسیار ریز درپوش خارج شود.



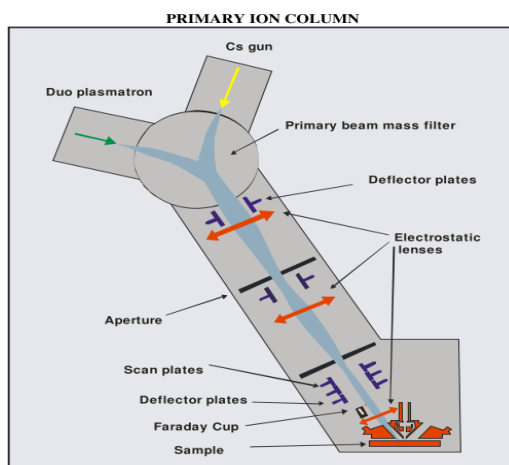
تصویر (۶): تصویر شماتیک از منبع یون سزیم

۲-۳ ستون اولیه^۱

یون های اولیه تولید شده به وسیله ی منبع یون از طیف ستون اولیه بسمت نمونه می رود.

یک نوع ستون شامل فیلتر جرمی ؛ روزنه^۱، لنز^۲ و صفحه ی شکست^۳ می باشد. وظیفه ی آن ها فیلتر، تمرکز، شکل دادن موقعیت و محل تصویر پرتو اولیه می باشد. فیلتر جرمی پرتو اولیه هر ناخالصی موجود در گاز یا تولید شده در منبع اولیه را حذف می کند. در مورد منبع پلاسما فیلتر $Ne\ OH\ N\ Fe$ را حذف می کند. بدون فیلتر جرمی اینها و دیگر ترکیبات به سطح نمونه می روند. با صافی جرمی فقط اکسیژن اجازه ی بمباران به سطح نمونه را دارد.

چند اندازه روزنه در وجود داره و انتخاب آن به اندازه ی پرتو مورد نیاز وابسته است. موقعیت آنها ممکن متناسب با پرتو اولیه عبور کننده از میان لنز الکترواستاتیکی تنظیم شود. انحراف کننده ها یون اولیه را از میان لنزها، شکل پرتو، در موقعیت پرتو یا محل تصویر پرتو در بسامد بالا هدایت می کند. در $ims-4f$ پرتو یون پلاسما از میان سه یا چهار لنز و پنج صفحه ی منحرف کننده عبور می کند.



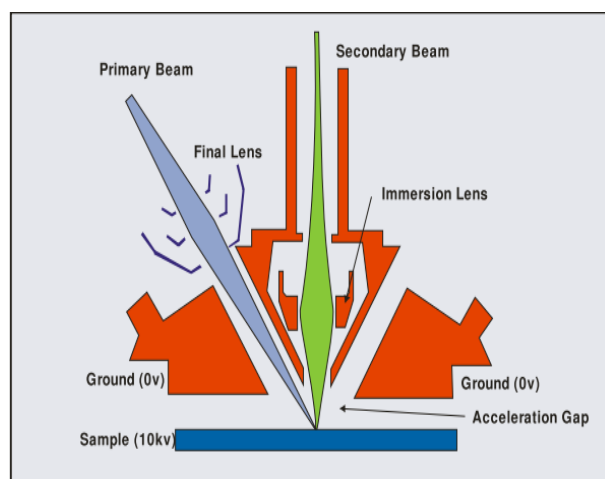
تصویر (۷) تصویر شماتیک از ستون اولیه

۲-۴ اکستروژن یون ثانویه^۱

یون های ثانویه در سطح نمونه به وسیله ی بمباران پرتو اولیه تشکیل می شود. این یون های ثانویه فوراً به وسیله ی یک استخراج کننده یا عدسی غوطه ور نگه داشته می شوند. در سیستم کمکا نمونه در پتانسیل بالا ($\pm 1000V$ یا ± 4500) نگه داشته می شود و و عضو اول از لنزهای استخراجی در پتانسیل زمین است.

بسته به قطبش نمونه یون های ثانویه مثبت و منفی ممکن خارج شوند. قطبش یون های ثانویه توسط کاربر انتخاب شده و وابسته به قطبش پرتو اولیه است.

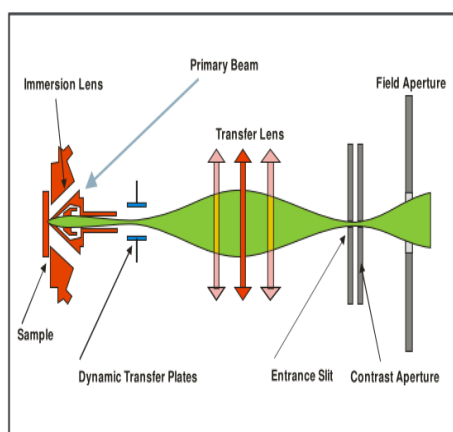
به منظور بدست آوردن جریان پرتو یون اولیه اختلافاً پتانسیل بین نمونه و لنزهای اکستروژن باید ثابت نگه داشته شود. برای یک نمونه عایق این به وسیله ی پوشش سطح با یک لایه ی نازک از طلا یا کربن بدست می آید. تحت این شرایط تنها تغییرات ولتاژ کمتر اتفاق می افتد و هر ایجاد بار ممکن از طریق پوشش طلا به زمین نفوذ کند.



تصویر (۸) تصویر شماتیک از فرآیند اکستروژن یون ثانویه

۲-۵ انتقال یون ثانویه^۱

بعد از اینکه یونهای ثانویه از سطح نمونه به وسیله ی لنزهای غوطه ور^۲ خارج شدند. آنها به وسیله ی لنز الکترواستاتی^۳ بعدی به طیف سنج جرمی انتقال داده می شوند. هدف این لنز انتقالی تشکیل یک عکس بزرگ واقعی از سطح نمونه در موقعیت روزنه ی میدان و برای تمرکز پرتو یون ثانویه در شکاف ورودی طیف است. لنز غوطه وری و لنز انتقالی^۴ بایکدیگر میکروسکوب را تشکیل می دهند. که قادر به دیدن یک عکس به وسیله ی ردیاب مناسب در موقعیت روزنه ی میدان است. هر لنز بزرگنمایی های گوناگون از سطح نمونه در موقعیت روزنه ی میدان ایجاد می کند. وقتی محل تصویر پرتو اولیه بزرگ است، پرتو یون ثانویه از محور خارج شود. این انحراف در شکاف ورودی طیف سنج را ایجاد می کند و مانع تفکیک درست جرمهای مختلف می شود. این ها همه ی یون های ثانویه تشکیل شده در محل تصویر و روی محور را منحرف می کنند بنابراین آنها از میان لنز انتقالی عبور می کنند. قابلیت عکس برداری مستقیم در میکروسکوپ از بین می رود. اما تفکیک جرمی بالا برای هر اندازه از محل تصویر بدست می آید.



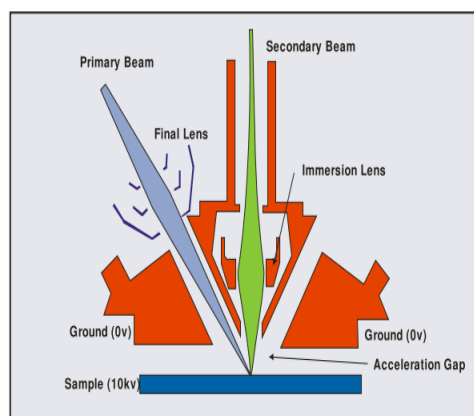
تصویر (۹): تصویر شماتیک از انتقال یون ثانویه

^۱ SECONDARY ION TRANSFER
^۲ immersion lens
^۳ electrostatic lens
^۴ transfer lens

۲-۶ آنالیز انرژی یون^۱

یون های ثانویه تولید شده در طول فرایند کندوپاش، یک رنج عرضی انرژی دارند. این یون های ثانویه به سمت آنالیز انرژی الکترواستاتیک می روند. یون ها با انرژی کمتر از یون ها با انرژی بالاتر قوی تر در انحراف می باشند. یک شکاف انرژی متحرک بعد از آنالیز انرژی قرار داده شده که می تواند بخشی کوچک از یون های ثانویه پراکنده شده انتخاب می شود و به آنها اجازه داده می شود که به سمت آنالیز مغناطیسی بروند. سطوح الکتروود کروی داخلی و خارجی آنالیز انرژی ولتاژهای قطبیده شده ی وارونه دارند؛ که مثبت و منفی بودن آن به قطبش پرتو یون اولیه وابسته است.

انواع مولکول در انرژی کم زیاد می باشند، در حالی که انواع تک اتمی طیف انرژی بالاتر غالب است. به وسیله حرکت پنجره ی انرژی تنها یون ها با انرژی بالاتر مورد قبول می باشند. انواع مولکول و اغلب مواد ناخواسته می توانند متوقف شوند. یک نتیجه ی منطقی به وسیله ی کاهش ولتاژ نمونه و نگه داری پنجره ی انرژی متمرکز شده بدست می آید. یک لنز طیف سنج الکترواستاتیک بین آنالیز انرژی و آنالیز مغناطیسی قرار می گیرد. آن یک لنز الکترواستاتیک است پرتو یون فیلتر شده انرژی در میان آنالیز مغناطیسی هم تراز می کند.



تصویر (۱۰): تصویر شماتیک از آنالیز انرژی یون

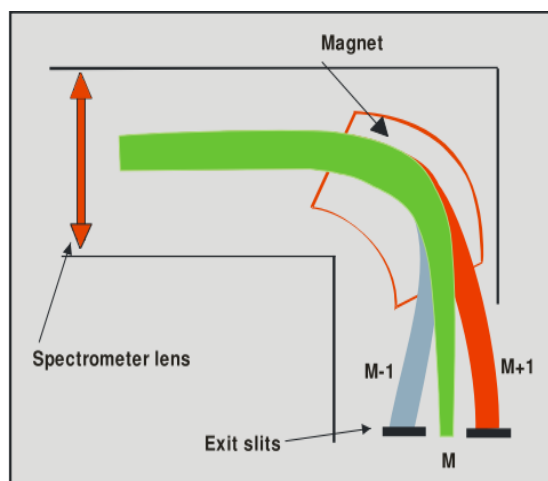
۶-۲-۱ آنالیز جرمی^۱

همانطور که یک پرتو یونی از میدان مغناطیسی عبور می کند یون هر به وسیله ی یک نیرو در گوشه ی راست برای هر دو جهت حرکت یون و برای جهت میدان مغناطیسی فعالیت می کند که این میدان مغناطیسی عمود است، اندازه ی میدان مغناطیسی مورد نیاز برای انحراف انواع یون به وسیله ی معادله ی زیر بدست می آید:

$$\frac{m}{q} = \frac{B^2}{rV} \times r^2$$

$\frac{m}{q}$: جرم به بار نسبی ؛ B : نیروی میدان مغناطیسی؛ V : ولتاژ شتاب یون ؛ r : شعاع خمیدگی میدان مغناطیسی؛
نیروی میدان مغناطیسی به وسیله ی ابزار نیمه رسانا اندازه گیری می شود. این در شار مغناطیسی قرار داده می شود و برای کنترل جریان در سیم پیچ های الکترومغناطیس استفاده می شود.

یک آنالیز میدان مغناطیسی نمی تورند یون هایی که رنج عرضی انرژی دارند را جدا کند. در ترکیب با آنالیز جرمی انحرافات کم می شوند و می تواند قدرت تفکیک جرمی را بالا برد.



تصویر (۱۱): تصویر شماتیک از میدان مغناطیسی

۲-۶-۲ زمان پرواز

یون ها توسط پتانسیل معلوم شتاب داده می شود. پس آن ها انرژی جنبشی یکسانی دارند که منجر به

یون های جرمی مختلفی می شود: نسبت بار به سرعت های مختلف.

این یون ها به یک ناحیه فضای آزاد میدان در لوله ی پرواز می روند، و سرعت خروج در زمان با یون های

جرمی بالاتر دیرتر به انتهای لوله ی پرواز می رسند که یک سیستم آشکارساز حساس به زمان یک طیف جرمی

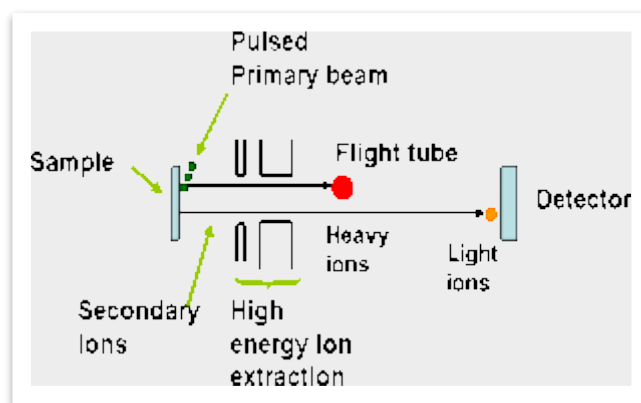
تولید می کند. یون های اولیه در گلوله های کوچک کمتر از ۱۰nm می تپند. پرتو اولیه به وسیله ی یک

منحرف کننده ی سریع از میان یک روزنه ی کوچک یا به وسیله ی منحرف کننده ی خارج ز محور جهیده می

شود. به وسیله ی میدان مغناطیسی خمیده شده برای متراکم کردن پالس ها در فضا ادامه می یابد. میدان های

شتاب دهنده ی بسیار بالا در نمونه برای کاهش پراکندگی انرژی اولیه یون های ثانویه وجود دارد. برخی از

سیستم های TOP پراکندگی انرژی لوله های پرواز غیر خطی جبران می کنند.



تصویر (۲) تصویر شماتیک از لوله ی پرواز

۷-۲ آشکارسازهای یون ثانویه^۱

اغلب طیف سنج های جرمی مدرن بیشتر از یک آشکارساز دارند. کمکا ims-۴f چهار آشکارساز یون ثانویه دارد؛ یک تقویت کننده ی الکترون^۲، یک کاپ فارادی^۳، صفحه ی عکس^۴ و رمزگذار آند مقاومت^۵ در این ساختمان، در هر زمان فقط یک آشکارساز استفاده می شود. در کمکا ims-۱۲۷۰ ساختمان به یازده آشکارساز مجهز است که به طور همزمان برای بدست آوردن دقت بالاتر و استفاده ی سریعتر استفاده می شود.

۷-۲-۱ تقویت کننده الکترون

تقویت کننده ی الکترون اغلب حساس ترین آشکار کننده است. اگر از انحراف یون ها پرتوهای خنثی و کیهانی محافظت شود سپس نرخ شارش زمینه کمتر از ۰/۰۱ شمارش در ثانیه می شود. تقویت کننده باید از پرتوای یون قوی محافظت کند زیرا این ها می توانند سریعاً منجر به تخریب شوند.

یک تقویت کننده الکترون شامل یک سری الکترون به نام دینود^۶ می باشد. هر دینود به یک زنجیره ی مقاومتی متصل است. اولین دینود در پتانسیل زمین است، بنابراین هر دو یون مثبت و منفی ممکن آشکار شوند. آخرین دینود می تواند بین $V +1500$ تا $V +3500$ وابسته به نوع و عمر تقویت کننده می باشد، وقتی یک ذره (الکترونی، یونی و خنثی) به اولین دینود برخورد می کند ممکن مقدار کمی ثانویه تولید شود.

این الکترون های ثانویه با دینود بعدی شتاب داده می شوند که آن در یک پتانسیل مثبت بالاتر نگه داشته می شود، در اثر اثابت یون ثانویه ی بیشتری تولید می شود و آبخاری از الکترون ها را به دنبال دارد.

^۱ SECONDARY ION DETECTION

^۲ Electron Multiplier

^۳ Electron Multiplier

^۴ Image Plates

^۵ RAE Image Detectors

^۶ Dynod

نوع ، ترکیب و تعداد دینود ، شتاب ولتاژ بین دینودها، انرژی ضربه و نوع ذره ی باردار شده اندازه ی پالس ثبت شده در انتهای زنجیره ی دینود را کنترل می کند. همانطور که تقویت کننده کهنه تر می شود تولید الکترون ثانویه مؤثر کمتر می شود، که این ناشی از آلودگی کربن روی سطح دینود است. دینودها ممکن است بازیابی شوند اما تعویض تقویت کننده از نظر اقتصادی صرفه می باشد.

برای کارآیی بهینه، تقویت کننده ی الکترون باید به حد کافی ولتاژ بالایی داشته باشد بنابراین هر ورود یون یک پالس را ایجاد می کند. سپس این پالس تقویت می شود و تا زمانی که آن بیشتر از آسانه ی سیستم شود به سمت مدار شمارشگر می رود. زمان گرفته شده برای تقویت کننده، افزایشده و تفکیک کننده برای انجام یک پالس به عنوان زمان مرده^۱ شناخته می شود. با فرآیند پالس شدت جریان برق تند، این حدود ۱۰ تا ۱۵ ns است و اگر تصحیح زمان مرده کم نگه داشته شود نرخ شمارش بیشترین تقویت کننده ی الکترون به حدود $5 \times 10^6 \text{ C/S}$ محدود می شود. زمان نرخ شمارش (n) و نرخ شمارش مشاهده شده (n_s) به وسیله ی معادله ی زیر محاسبه می شود:

$$n = \frac{n_s}{1 - n_s \tau}$$

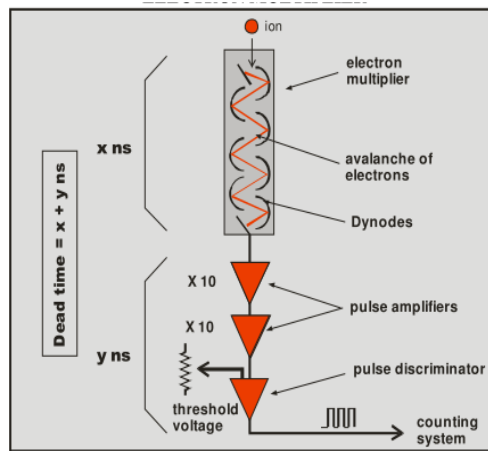
شمارنده ی پالسی ارقام ثابتی را دنبال می کند به طوری که نیاز دارد هر یون به طور جداگانه ارقام دیگر یون ها وارد شود: اگر در یک فاصله ی زمانی نگه داشته شود n نرخ شمارش آشکار شده، انحراف استاندارد اندوژه گیری به وسیله ی معادله ی زیر بدست می آید:

$$\sqrt{n} = SD$$

انحراف استاندارد نسبی به وسیله ی معادله ی زیر معلوم می شود:

Dead time ^۱

$$RSD = \frac{\sqrt{n}}{n} = \frac{1}{\sqrt{n}}$$

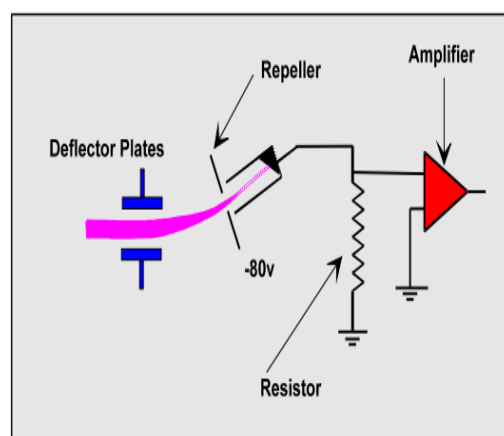


تصویر (۱۲): تصویر شماتیک از تقویت کننده ی الکترون

۲-۷-۲ کاپ فارادی

یک آشکارساز کاپ فارادی نرخ های شمارش از $5 \times 10^6 \text{ C/s}$ به بالا را می تواند آشکار کند. برخلاف تقویت کننده ی الکترون نمی تواند تفاوت بین نوع یون یا انرژی آن را مشخص کند. همچنین آن ساده و ارزان است ولی زمان واکنش آن کم است. آشکارساز کاپ فارادی شامل یک الکتروود انتقالی تو خالی متصل به زمین با مقاومت بالا است. اصابت یون های جمع شده باعث حرکت الکترون ها از زمین به مقاومت می شود. در نتیجه افت پتانسیل در کل مقاومت تقویت می شود. یک صفحه ی نگهدارنده در حدود $-10V$ در جلو گردآورنده، مانع فرار الکترون های ثانویه خارج شده می شود که این امر باعث خواندن غیر عادی می شود. یک بار واحد روی یک یون واحد $1.6 \times 10^{-19} \text{ S}$ می باشد. بنابراین نرخ شمارش حدود $1 \times 10^6 \text{ C/s}$ جریان در حدود $1.6 \times 10^{-13} \text{ Amps}$ تولید می کند.

به وسیله ی مقاومت $10M\Omega$ متصل به زمین آمپلی فایر باید بتواند افت پتانسیل حدود $1.6 \times 10^{-6} V$ را نشان دهد. محدوده ی آشکار سازی کاپ فارادی به وسیله ی نویس حرارتی در مقاومت و کیفیت آمپلی فایر تعیین می شود. اغلب این ترکیب این ترکیبات در اتاق کنترل شده و تخلیه ی حرارتی قرار می گیرند.

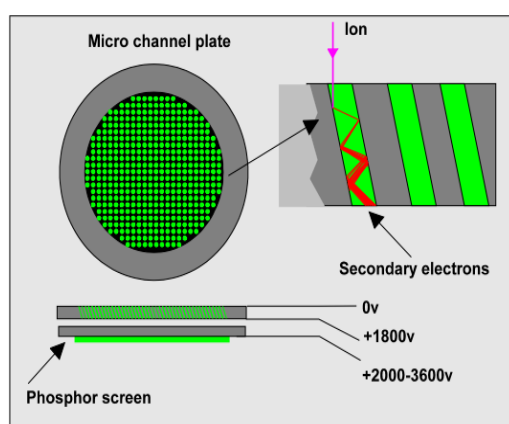


تصویر (۱۳): تصویر شماتیک از کاپ فارادی

۲-۷-۳ صفحات الکتروود

یک صفحه ی عکس یون شامل یه تقویت کننده ی ون کوچک منظم ترکیب شده با شیشه سربی^۱ است. به طور ویژه تقویت کننده های الکترون حدود $10\mu m$ قطر، $40\mu m$ طول و حدود $7\mu m$ عمود به سطح صفحه می باشد. آنها حدود $12\mu m$ بین مراکز قرار گرفته اند و حدود ۲۰۰۰ در $25\mu m$ نظم گرفته اند. سطح جلویی صفحه در پتانسیل زمین نگه داشته می شود در حالی که سطح عقبی پتانسیلی بین $2000V$ تا $+1000V$ دارد. یک یون گذرنده از کانال به دیواره ی داخلی کانال اصابت می کند و الکترون های ثانویه تولید می کند. کانال ها طراحی می شوند طوری که این یون های ثانویه یک آبشار الکترون^۲ به پایین کانال را ایجاد می کند. پالس الکترون از پشت آشکارساز به صفحه ی میکرو کانال بعدی به منظور بهره برداری بیشتر یا شتاب به سمت یک صفحه فسفری عبور می کند، که این برخورد ممکن است مستقیماً دیده شود.

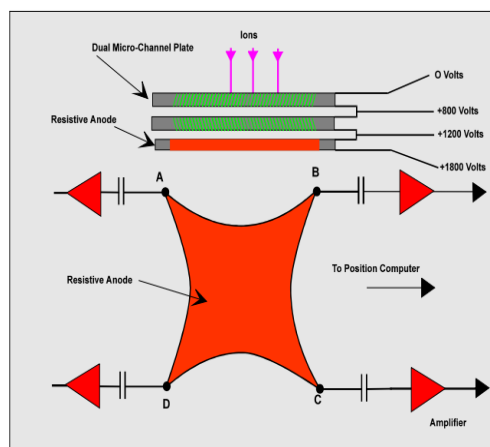
با تقویت کننده الکترون دینود مجزا، این صفحات میکرو کانال مطابق با نمونه های یونی مشخص می شوند، و در طول یه بازه ی زمانی افزایش الکترون ثانویه کاهش می یابد. تحت شرایط عملیاتی مطلوب نرخ شمارش باید حدود $5000 C/S$ روی صفحه ی فسفری دیده شود.



تصویر (۱۴): تصویر شماتیک از صفحات الکتروود

۲-۷-۴ رمزگذار آندی حساس RED

یک حالت آشکار ساز حساس است. برای ثبت عکس های یونی به صورت دیجیتال استفاده می شود. زمینه ی نرخ شمارش بالاست، اما در طول یک دوره ی زمانی ثابت می باشد و بیشترین نرخ شمارش باید کمتر از $4 \times 10^6 /s$ باشد. چون یک صفحه ی ریز کانال تبدیل یون به الکترون استفاده می شود، آشکار ساز بین گونه ها تمایز ایجاد می کند. یون یک کانال در اولین صفحه ی میکرو کانال دابل وارد می شود. تبدیل یون به الکترون در یک پالس حاصل می شود. که از پشت صفحه ی اول خارج می شود تا آبشار الکترون بعدی در کانال های صفحه ی دوم وارد می شود. پالس الکترون بعدی به یک صفحه ی مقاومتی شامل یک فیلم مقاومتی ضخیم اصابت می کند. هندسه آشکار ساز برای اجتناب از تحریف عکس طراحی می شود. پالس بار با چهار الکترون در گوشه های صفحه بخش بندی می شود.



تصویر (۱۵): تصویر شماتیک از رمزگذار

پالس ها تقویت می شوند و به قسمتی از کامپیوتر که موقعیت X و Y به وسیله ی معادله ی زیر محاسبه می

$$X = I_B + I_C / I_A + I_B + I_C + I_D \quad Y = I_B + I_C / I_A + I_B + I_C + I_D \quad \text{شوند می روند.}$$

محاسبه ی موقعیت اصابت الکترون زمان زیادی حدود $2 - 4 \mu s$ می برد که منجر به تلف شدن وقت حدود

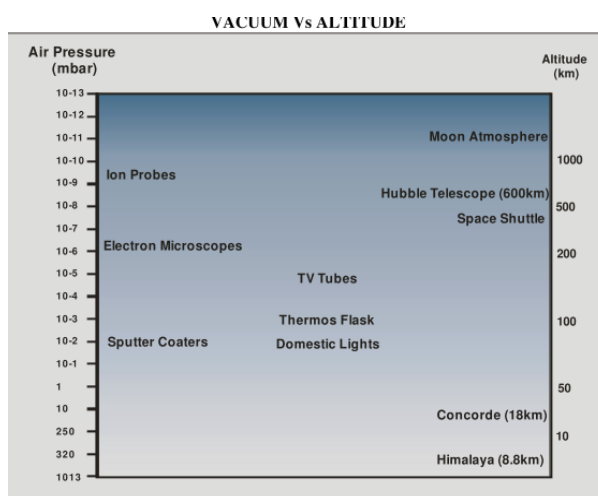
$4.3 \mu s$ می شود.

۲-۸ خلا چیست؟

خلا نیاز ضروری برای مشاهده و آنالیز می باشد که تجهیزات را تحت یک خلا بسیار زیاد (UHV)^۱ نگه می دارد. خلا به وسیله ی پمپ های متنوعی بدست می آید و نگه داشته می شود: چرخنده^۲، توربو مولکول^۳، پمپ های یون و تصعید^۴ Ti.

سطح خلا مورد نیاز یکی ز مهمترین اجزای آنالیز است و نگهداری و تهیه نمونه مراقبت بسیاری نیاز دارد.

خلا در اتاق آنالیز می تواند کمتر 10^{-10} Torr از بدست آید. که معادل تقریباً 10^{10} molecules/litre می باشد در حالی که هوا 10^{22} molecules/litre است. تحت این شرایط خلا احتمال اینکه یک یون ثانویه به مولکول گاز در داخل ساختمان اصابت کند اغلب صفر می باشد.



تصویر (۱۶) میزان خلا در مقابل ارتفاع

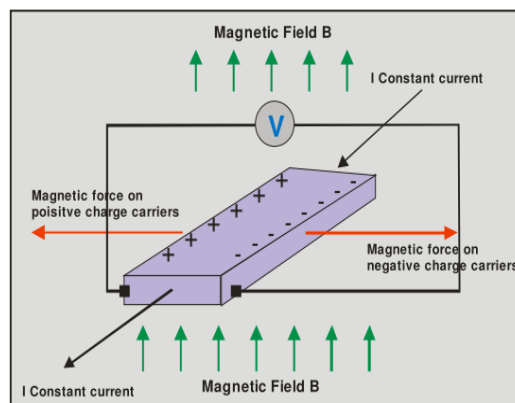
^۱ Ultra High Vacuum
^۲ Rotary
^۳ turbo molecular
^۴ Ti-sublimation and ion pump

۹-۲ کنترل میدان مغناطیسی^۱

کنترل دقیق میدان مغناطیسی بسیار مهم است به منظور اینکه سیگنال یون ثانویه ثابت از آشکارسازهای در دوره ی زمانی دریافت می شوند. احتمالاً میدان کنترل شده با هر دو مدار الکترونیک که شار جریان ثابت از میان کویل های میدان مغناطیسی تامین می شود. (فیلتر جرمی پرتو اولیه) به وسیله ی یک دستگاه اندازه گیری بهم پیوسته در میدان الکتریکی که اطلاعات فیدبک^۲ برای الکترونیک ها تولید می شود تا تنظیم بهتری انجام دهد. دو دستگاه فیدبک شامل:

۹-۲-۱ کاوشگر hall^۳

هنگامی که جریان الکتریکی از میان یک رسانا در میدان مغناطیسی جریان پیدا می کند، میدان مغناطیسی یک نیرو روی الکترون های متحرک اعمال می کند که آن ها را یک طرف رسانا نگه می دارد. این صعود بار ولتاژی بین دو طرف ایجاد می کند که می تواند برای فیدبک اندازه گیری استفاده می شود تا الکترولیت ها میدان مغناطیسی را کنترل کنند. مشکل بزرگ کاوشگر hall حساسیت زیاد است که در شرایط دمایی محدود تغییرات می کند.



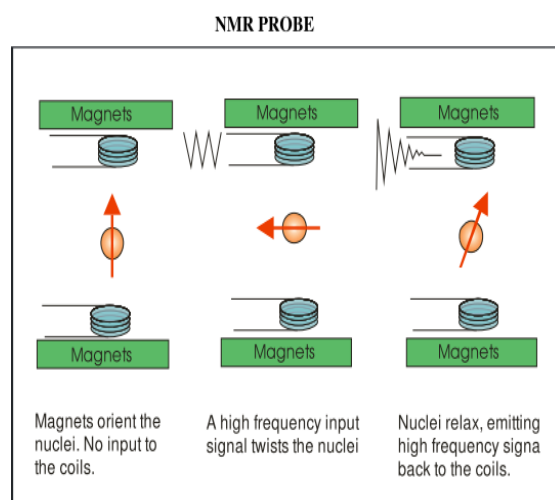
تصویر (۱۷): آشکارساز hall probe

^۱ Control of Magnetic field
^۲ feedback information
^۳ hall probe

۲-۹-۲ کاوشگر تشدید مغناطیسی هسته ۱ (NMR)

هسته بسامد رادیویی تابش الکترومغناطیس بسامد رادیویی که درون یک میدان مغناطیسی قرار می گیرد را جذب می کند. جذب و متعاقبا رها سازی هسته بسامد رادیویی پایه ی کاوشگر NMR را تشکیل می دهد. در غیاب یک میدان مغناطیسی خارجی بین حالت های میدان مغناطیسی هسته تعادل به وجود می آید. وقتی هسته ها به سوی میدان مغناطیسی می روند آن به سوی انرژی کمتری جهت گیری می کند. اگر نمونه تحت کنترل یک بسامد رادیویی رادیویی سیگنال الکترومغناطیسی قرا گیرد هسته ی کوچک مغناطیسی انرژی جذب می کند و به حالت دیگر انرژی تبدیل میشود. سیگنال بسامد بکار برده شده مورد نیاز به نیروی میدان مغناطیسی وابسته است.

به وسیله ی گزینه ی خاموش بسامد رادیویی به عقب برمی گردد تا جهت اصلی آن ها یک بسامد رادیویی مغناطیسی خارج کند. که این می تواند اندازه گیری شود و به میدان خارجی بستگی دارد.



تصویر (۱۸): نمایی از کاوشگر تشدید مغناطیسی هسته ۱

۲-۱۰ ارتباط SIMS با روش های دیگر آنالیز

در مفهوم آنالیز سطحی، SIMS متهم ISS، طیف سنجی فوتوالکترون X-ray، همچنین طیف سنجی الکترون برای آنالیز شیمیایی (XPS یا ESCA) میکروسکوپ الکترونی (SEM) طیف سنجی الکترونی

طرح های اصلی SIMS تواند بصورت زیر خلاصه شود،

- کیفیت سطح بسیار بالاست و بیشتر از XPS.AES.XRE است.

- حساسیت عنصری بیشتر است و می تواند در حد ppm یک تک لایه باشد که XPS.AES و XRF حساسیتی حدود ۰/۲٪ اتمی دارند.

- XPS و AES هیدروژن را نشان نمیدهد و XRF حساسیت صفر یا پایینی برای لیتیم، بریلیم و برون دارد. در حالی که SIMS می تواند همه ی عناصر بالا را نشان دهد و خاصیت همسانی مفیدی نیز دارد.

- الگوی یون های خوشه ای SIMS شامل اطلاعات ساختار و مولکولی بسیار زیادی برای سطوح آلی و غیر آلی می شود.

- عکس های یون ثانویه در کل شامل کنتراست توپوگرافی و ایجاد تصویر سطح می شود. اما در SEM دقت فضایی کمتر است.

- در XPS.AES.EDX عکس های جرم خارج شده کنتراست شیمیایی را می دهد و اجازه ی نقشه برداری عنصر را می دهد. اما حساسیت بالای SIMS به این معنیست که عکاسی سریع تر است.

- پروفایل عمق سراسر است زیرا تغنگ یونی یکسان برای هر دو آنالیز استفاده می شود.

۲-۱۱ کاربرد-مزایا و معایب

۲-۱۱-۱ کاربردها

مطالعه روی نمونه هایی با خلا بالا بنا شده است:

فلزات، آلیاژهای فلزی، پلیمرهای خنثی و سنتزی، سطوح صیقلی و الکل زده، پوشش ها، چسبنده های کریستالی، سرامیک ها، عایق ها، شیشه ها، چوب ها، کاغذها نمونه های زیستی (بافت های گیاهی، ناخن، مو، استخوان، پوست)، پوششهای نازک، لایه های تک مولکولی، مواد افزودنی.

۲-۱۱-۲ مزایا

- قابلیت شناسایی عناصر از هیدروژن تا اورانیوم؛
- اکثر عناصر با غلظت های کمتر از ۱ ppm یا ۱ ppb شناسایی می شوند.
- شعاع های همگرایی اندازه گیری می شود، معمولاً با دقت ۰/۵ تا ۰/۰۵٪.
- عکس های یون دو بعدی حاصل می شود یک یون ثانویه سطح را در نقطه ای نزدیک به موقعیت اصلی آن ترک می کند. این روش آنالیز موضعی نمونه قادر می سازد و اساس عکس برداری یون است.
- حجم ماده ی خارج شده بسیار کم است. با استفاده از انرژی بالا و دانسیته ی پرتو اولیه بالا (DSIMS) حجمی حدود $100 \mu\text{m}^3$ تا $1000 \mu\text{m}^3$ آنالیز می شود. در مقابل، با استفاده از انرژی کم و دانسیته ی پرتی اولیه کم (SSIMS) ماده ی خارج شده بسیار کوچک است با گذشت ساعات و روزها سطح ثابت می ماند.
- عکس های یون سه بعدی به وسیله ی اسکن پرتو اولیه و آشکارسازی سیگنال یون در حین فرسایش تدریجی نمونه حاصل می شود.
- نمونه نیاز به عدم یا آمادسازی سطحی کم دارد.

۲-۱۱-۳ محدودیت

- ماده ی خارج شده از سطح نمونه تنها شامل یون تک اتمی نمی شود اما انواع مولکول که در جایگاه وجود دارد بر طیف جرمی می تواند چیره شوند. که این آنالیز برخی از عناصر را غیرممکن می سازد.
- فرآیند کندوپاش بسیار کم شناخته شده است، هیچ مقدارنمونه ی وجود ندارد که بتوان فرآیند یون ثانویه را به طور دقیق پیش بینی نمود. به منظور بدست آوردن اطلاعات کمی یک استاندارد مناسب اعمال اصلاحات تجربی مورد استفاده قرار می گیرد.
- حساسیت یک عیک عنصر وابسته به ترکیب سطح و نوع پرتو اولیه مورد نیاز است. استانداردها باید نزدیک به ترکیب شناخته نشده باشد
- نمونه باید با خلا بسیار زیاد سازگار باشد
- مانع اصلی SIMS این است که تشخیص خواص مشکل است بجز در موارد خاص برای آثار غلیظ و کالبراسیون استاندارد.
- عکس برداری در دو روش استاتیکی و دینامیکی امکان پذیر است.

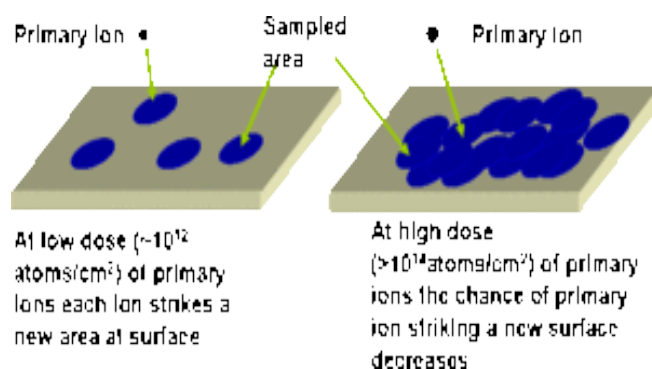
فصل سوم

SSIMS

۳-۱ معرفی

بمباران یون یک یک سطح ممکن باعث تغییرات شدید در ترکیب و ساختار شیمیایی شود. این تغییرات شامل کندوپاش، آمورف شدن، القاء، نفوذ^۲، واکنش های شیمیایی می شود. همه ی این تغییرات به یک ناحیه ی بسیار کوچک اطراف مسیر یون اولیه در نمونه محدود می شود. برای SIMS استاتیکی یون اولیه بعدی به منطقه ی خسارت ندیده برخورد می کند و در کل حدود ۱-۱۰٪ موقعیت های اتمی در طول سنجش بمباران می شود.

برای اطمینان از پایین بودن دانسیته ی جریان اولیه از یک دانسیته در ناحیه $10^{-4} A/cm^2 - 10^{-10} A/cm^2$ استفاده می شود. این امر منجر به سرعت فوق العاده کم کندوپاش بخشی از مولکول ها بر ساعت شود و بنابراین دانسیته ی جریان یون ثانویه کم می شود. این یون های ثانویه ساطع شده دارای انرژی جنبشی کم می باشند و تا ۲۰ nm از محل برخورد با سطح در یک میلیوم ثانیه ساطع می شوند. دلایل ذکر شده SIMS را تکنیکی برای آنالیز سطحی کامل که موجب خسارت ناچیز به سطح با و با آشکارسازی محدود به کمی 10^{-4} ML می سازد.



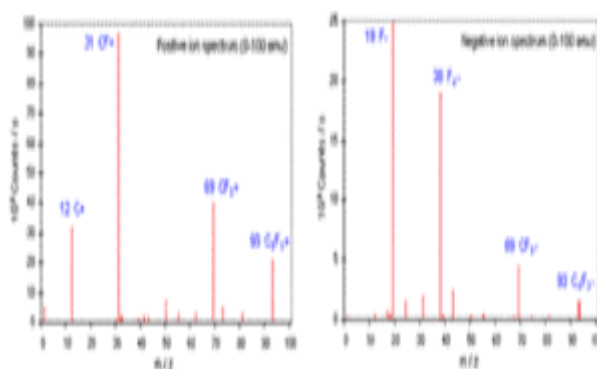
تصویر (۱۹): اثر شدت پرتو ورودی روی سطح

Amorphous^۱
Implantation^۲
Diffusion^۳

۳-۲ طیف

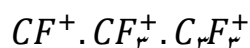
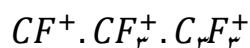
طیف جرمی یون ثانویه ساطع شده از سطح بمباران شده به وسیله ی SSIMS اطلاعات مستقیمی از ترکیب شیمیایی و سطح شیمیایی سطح بمباران شده ایجاد می کند. این به خاطر آن است که طیف جرمی شامل یون های خوشه ای و همچنین یون های عنصری است. این یون های خوشه ای اطلاعات شیمیایی سطح را به صورت جزئی منعکس می کند.

شکل شماره ی (۲۰) طیف جرمی بدست آمده از آنالیز SSIMS ۲۰ را نشان می دهد.



تصویر (۲۰): طیف جرمی بدست آمده از آنالیز SSIMS

طیف یون مثبت یون اتمی مثبت (C^+) و یون های مولکولی (CF^+ , CF_2^+ , CF_3^+) تارگت را نشان می دهد. طیف یون منفی یون اتمی منفی (F^-) و یون های مولکولی (CF^- , CF_2^- , CF_3^-) را نشان



۳-۳ ساختمان

ساختمان SSIMS شامل اجزای زیر است:

۳-۳-۱ سیستم خلا؛

۳-۳-۲ طیف سنج جرمی؛

۳-۳-۳ منبع یون اولیه؛

۳-۳-۱ سیستم های خلا: آزمایش های SSIMS در خلا بالا به دو دلیل انجام می شود: اول، برای

جلوگیری از پراکندگی یون های اولیه و ثانویه؛ دوم، جلوگیری از جذب سطحی گازها O_2 روی سطح ورود بررسی. برای مورد اول فشاری کمتر از 10^{-5} Mbar مناسب برای اطمینان از مسافت آزاد میانگین است. بنابراین SSIMS به فشاری حدود 10^{-7} Mbar نیاز دارد تا زمان کافی برای آزمایش کامل داشته باشیم.

۳-۳-۲ طیف سنج جرمی: چهار قطبی، زمان پرواز گلوله TOP و بخش مغناطیسی سه طیف سنج نوری

استفاده شده در SIMS هستند. در SSIMS نیاز اولیه دانسیته ی جریان یون اولیه کم است که بازده ی یون ثانویه کمی نتیجه می دهد. ($10^{-4} - 10^{-3} \text{ atoms/cm}^2$). بنابراین وسیله ای برای جمع آوری یون های ثانویه مورد نیاز است. آنالیز زمان پرواز بهترین روش است. انتقال بالا TOP حساسیت را ماکزیمم می کند. آشکارسازی هم زمان و تفکیک جرمی معقول و رنج جرمی بالا ($m/z < 10^3$) مزیت بزرگ دیگر آن است.

۳-۳-۳ منبع یون اولیه: سه نوع منبع یون برای SSIMS وجود دارد. برخورد الکترون^۱، یونیزاسیون

سطحی^۲ یا منابع یون فلز مایع^۳.

۳-۳-۳-۱ برخورد الکترون: الکترون ها از فیلمنت کاتدی گرم شده به وسیله ی اختلاف ولتاژ با شتاب به طرف آند می روند که آنجا یونیزه اتم های گاز در اثر ضربه تهیه می شود. معمولاً در این منبع از گازهای نجیب استفاده می شود. انرژی از $1-5\text{ KeV}$ و اندازه ی نقطه از حدود $50\mu\text{m}$ تا چند میلی متر تغییر می کند.

۳-۳-۳-۲ منابع یونیزاسیون: سطح از Cs^+ به عنوان منبع پرتو اولیه برای TOP SSIMS استفاده می

شود. در نتیجه سزیم از سطح تنگستنی گرم شده به صورت اتم و یون اتفاق می افتد. از آنجایی که هیچ برخوردی صورت نمی گیرد پرتو یون بسیار خالص است و از آنجایی که تبخیر به وسیله ی ابزار گرمایی است انتشار انرژی بسیار کم حدود $2KT$ است. انتشار انرژی کم و روشنایی ذاتی بالای منبع نور منبع نور برای رسیدن به اندازه ی نقطه های کوچک پیشنهاد می شود.

۳-۳-۳-۳ فلز مایع: یک فلز مایع را از مخزن گرم شده از نوک یک سوزن خارج میکنند. میدان الکترواستاتیکی در نوک به وسیله ی یک الکتروود استخراجی به صورت منفی در جلو نوک تهیه می شود. میدان الکترواستاتیکی مخالف و نیروهای تنش سطحی فعال روی فیلم مایع یک شکل مخروطی با شعاع زیاد برآمدگی تیزانحا از نوک تولید می شود. از این میدان تیز خروج یون اتفاق می افتد که این به وسیله ی ابزار فرآیند میدان است.

^۱ Electron impact
^۲ ionization
^۳ liquate metal

۳-۴ کاربرد در علم سطح

۳-۴-۱ مطالعه ی اکسایش فلزات؛ بررسی فرآین اولیه اکسیداسیون که تنها لایه های اول یا دوم یا سوم فلز در اکسیداسیون شرکت می کنند.

۳-۴-۲ ویژگی های سطح فلز؛ یک تست شدید سطح تمیز می دهد که می تواند گونه ها را در غلظت های ppm را آشکار کند.

۳-۴-۳ مطالعه ی شیمیایی؛ بررسی ذات جذب سطحی (مولکولی یا تجزیه). مثلاً جذب سطحی CO روی سطح فلز M به وسیله ی یون های ثانویه M_pC^+ ، MO^+ ، MC^+ و M_pC^+ مشخص می شود.

۳-۵ مزایا

- حساسیت ایزوتوپی
- حساسیت به هیدروژن
- آشکارسازی مستقیم ترکیب به وسیله ی خروج یون های ثانویه مولکول
- حساسیت بالا در ناحیه ppm

فصل چهارم

DSIMS

۴- معرفی

یک پرتو یون اولیه با انرژی ۰.۵-۲۰ Kev برای کندوپاش برداشت لایه های متوالی از نمونه مساحتی محدود به اندازه ی حدود $1\text{ mm} \times 1\text{ mm}$ تا $10 \times 10\text{ microns}$ استفاده ی می شوند. یون های ثانویه ی مثبت و منفی ساطع شده و جرم آنالیز شده در طیف سنجی جرمی جمع می شوند.

دانشیه ی جریان یون اولیه بالا است به این منظور که یون ثانویه ماکزیمم حاصل شود. بطور همزمان نمونه در طول آنالیز به وسیله طیف خورده می شود و ترکیب میانگین در حجم نمونه را نمایش می دهد. حساسیت به تاثیر عناصر در نمونه در این روش بهینه می شود.

در این روش از یک پرتو یون اولیه پیوسته و متمرکز به منظور ربودن ماده از روی سطح یک نمونه به وسیله ی کندوپاش استفاده می شود. بخشی از ماده ی کندوپاش شده که یونیزه می شود در طیف سنج جرمی دوبل متمرکز استخراج می شود. که میدان مغناطیسی و الکترواستاتیک برای جداسازی یون ها براساس نسبت بار آن ها استفاده می شود. یون ها با نسبت یون به بار مختلف به وسیله ی تنظیم استحکام میدان مغناطیسی انتخاب می شوند. DSIMS بسیار حساس است و قادر به تشخیص کسری در حدود قسمت در میلیون قسمت تا قسمت در میلیارد قسمت است. و برای تشخیص ترکیب عنصر و سطوح ناخالصی یا ناخالصی سازها بسیار کم در مواد جامد استفاده می شود.

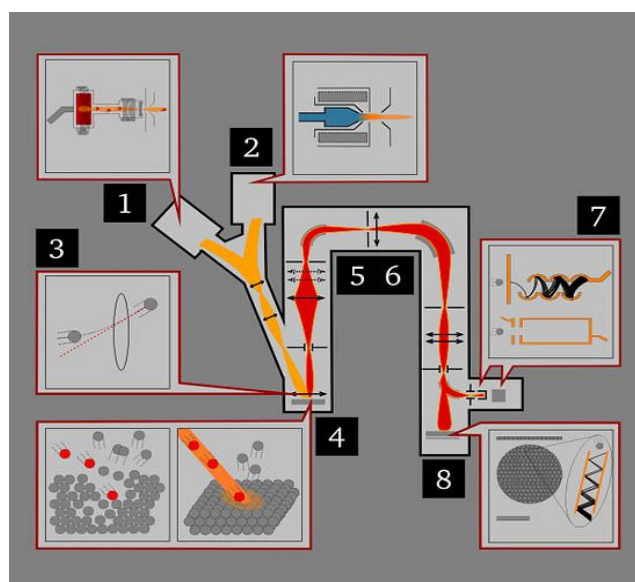
پروفایل عمق یک نوع پیشرفته DSIMS است. یک پروفایل غلظتی برای یک عنصر منتخب می تواند توسط تنظیم فیلتر جرم برای یک مقدار خاص m/z و ثبت شدت پیک به صورت تابع زمان کندوپاش اندازه گیری می شود.

تغییر سریع این جرم ها بدین معنیست که شماری از پیک ها را می توان به طور مؤثر در زمان یکسان نشان دهد. متناوباً، بعد از انتخاب زمان خروج طیف جرمی کامل می تواند ثبت شود و سیکل تکرار شود.

یک دستگاه کالیبره نرخ فرسایش را به منظور تبدیل زمان کندوپاش به یک مقیاس عمق نیاز دارد، و معمولاً این توسط اندازه گیری فیزیکی عمق نهایی دهانه ی حاصل شده در پایان آنالیز انجام می شود.

۴-۲ ساختمان DSIMS

اجزای ساختمان DSIMS مشابه SSIMS است که در زیر به طور شماتیک نمایی از آن نشان داده شده است.



تصویر (۲۱): نمای شماتیک از ساختمان DSIMS

(۱ و ۲) یون ها با انرژی بالا به وسیله ی یک تفنگ یونی تهیه می شود. (۳) تمرکز روی یک نمونه تارگت. (۴) پونیزه و کندوپاش برخی از اتم های خارج از سطح (۵) یون های ثانویه به وسیله ی لنز های یون جمع می شوند. (۶) براساس جرم اتمی فیلتر می شوند. (۷) در یک تقویت کننده ی الکترون طراحی می شوند. (۸) کاپ فارادی یا صفحه ی CCD.

۴-۳ کاربرد

۴-۳-۱ **آنالیز عنصری**؛ حضور همه ی عناصر و ایزوتوپ های یک ماده از هیدروژن تا اورانیوم تشخیص داده می شود. منابع یون اولیه ی مختلف مانند سزیم یا اکسیژن، انتخاب شرایط برای حساس ترین آنالیز را در کل جدول تناوبی را میسر می سازد. تفکیک پذیری جرمی بالا ($M/\Delta M < 6000$) جداسازی جرم های با ظاهر مشابه را میسر می سازد. این روش یک تکنیک آنالیز سطحی برای مشخص کردن هیدروژن و دوتریوم در مواد است.

۴-۳-۲ **عمق پروفایل**؛ کندوپاش در یک ماده، پروفایل غلظتی ناخالصی ناخالصی سازها برای بخشی از عمق تولید می کند. تفکیک عمق بیشتر از ۱۰nm ممکن می باشد و این روش می تواند با استانداردها بیان شود.

۴-۳-۳ **آنالیز سطحی**؛ کندوپاش در یک ماده ی خارج شده از نمونه، DSIMS را قادر به شناسایی تغییرات در ترکیب یا نفوذ ناخالصی ها از لایه ای به لایه ی دیگر می سازد. شرایط یون اولیه متغیر تفکیک عمق کمتر از ۱۰nm را میسر می سازد.

۴-۳-۴ **آنالیز عکس**؛ ردیابی افقی محل تصویر یا قابلیت عکس مستقیم وسایل منحصر به فرد می تواند عکس های یون ثانویه را برای تشخیص توزیع جانبی ناخالصی های بسیار کم ایجاد می کند. آنالیز عکس ترکیب با پروفایل عمق طرح های سه بعدی توزیع عنصری را ایجاد می کند.

۴-۴ اطلاعات بدست آمده از DSIMS

جریان های یون ثانویه ترکیب نمونه را مشخص می کند و با استفاده ی مناسب از نمونه های استاندارد می توان برای اطلاعات کمی محصول راجع به توزیع عمق و عرضی عناصر اصلی، ناخالصی و ناخالصی سازها در هر ماده ی جامد استفاده می شوند.

یون اولیه می تواند O_2^+ ، O^- ، Ar^+ ، CS^+ باشد. O_2^+ برای تشخیص گونه های الکتروپوزیتیو استفاده می شود و CS^+ برای گونه های الکترونگاتیو استفاده می شود. برای مثال آنالیز بور و سدیم در سیلیکون به وسیله ی O_2^+ انجام می شود در حالی که آشکارسازی کربن و اکسیژن در $GaAs$ نیاز به CS^+ دارد.

۴-۴-۱ طیف جرمی^۱؛ به وسیله ی اسکن طیف جرمی سراسر ناحیه ی جرمی اطلاعات عنصری و مولکولی آن از ناحیه ای از نمونه بدست می آید.

۴-۴-۲ عمق پروفایل^۲؛ نظارت گونه های عنصری و مولکولی با زمان زمانی که کندوپاش پیوسته ی یک ناحیه ی تعریف شده یک نقطه ای از جریان یون ثانویه بر حسب زمان ایجاد می کند که این غلظت معلوم بر حسب نقاط عمق انجام می شود.

۴-۴-۳ عکس های دو بعدی و سه بعدی^۳؛ نظارت بر چند گونه در حینی که پرتو اولیه تصویر برداری می شود، در طول منطقه ای از نمونه عکس های شیمیایی سطح ایجاد می شود.

حصول مستمر عکس ها با عمق می تواند اطلاعات سه بعدی شامل عمق پروفایل و بخش بندی ایجاد کند.

۴-۴-۴ اسکن خطی^۴؛ یون اولیه می تواند در طول کسری از سطح اسکن شود تا اسکن خطی برای تشخیص مرز های شیمیایی ایجاد شوند.

^۱ Mass spectrometer
^۲ profile Depth
^۳ ۲D&۳D Image
^۴ Line scans

۴-۵ مزایا و محدودیت

۴-۵-۱ مزایا

- حساسیت بالا قسمت در میلیون قسمت؛
- زمان آنالیز سریع؛
- توانایی دقت بسیار کم عمق پروفایل؛
- دقت بالای آنالیز برای ایمپلنت ها؛

۴-۵-۲ محدودیت

- به علت جمع آوری دسته ی یون ها لیست پیک ها محدود شده است.
- آنالیز سطحی نیاز به بررسی مناسب دارد
- شناخت پروفایل مورد نیاز قبل از آنالیز آغاز شود.
- نیاز به استانداردهای لازم برای تعیین کیفیت

نتیجه گیری

طیف سنج جرمی یون ثانویه روش نوین آنالیز مواد است که دارای حساسیت بالاست که توسط بمباران سطح به وسیله ی پرتوهای یونی و ایجاد کندوپاش بر سطح یون های ثانویه پدید می آید که این پرتو از آنالیزور عبور کرده و به سمت آشکار ساز می رود. و طیف و عکس های سه بعدی پدید می آورد.

این دستگاه به خلا بالایی نیاز دارد و نیاز به آماده سازی سطحی ندارد.

انواع دستگاه SIMS به دو صورت استاتیکی و دینامیکی است. در نوع استاتیکی نمونه خسارت ناچیزی می بیند ولی در عین حال آشکار سازی قوی ندارد.

در نوع دینامیکی روی سطح نمونه تغییرات ثابتی به وجود می آید ولی دارای حساسیت بالایی است.

شرکت های سازنده

مدل های تولید شده

- CAMECA
- EPNA
- LEXES
- CAMECA SAS
- JEOL

کشورهای سازنده

- کانبرا
- استرالیا

منابع

- ✓ www.Wikipediya.com
- ✓ www.geos.ed.ac
- ✓ www.meeting.co.uk
- ✓ www.ceram.com
- ✓ www.pprco.tripod.com
- ✓ Science direct
- ✓ pprco.tripod.com
- ✓ pprco.tripod.com
- ✓ pprco.tripod.com
- ✓ ww.osti.gov

SIMS

Metals Analysis

Fahime sadat hoseini

Winter ❄