

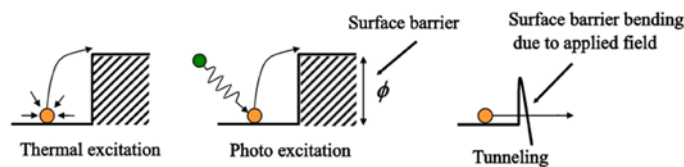
میکروسکوپ نشر میدانی (FEM) Field Emission Microscopy

هدف آزمایش: مشاهده و بررسی ساختار بلوری و تابع کار فلز تنگستن با استفاده از میکروسکوپ نشر میدانی.

۱. مقدمه

پدیده نشر میدانی بنا به تعریف حالتی است که الکترون‌های یک جامد فلزی یا نیمه فلزی تحت اثر یک میدان الکتریکی بسیار قوی (حدود ۱۰ میلیون ولت بر سانتی متر) از سطح ساختار فلز به بیرون تونل می‌زنند. این پدیده کاملاً کوانتوم مکانیکی است. میکروسکوپ‌های نشر میدانی بر اساس این فرآیند عمل می‌کنند و اولین نسل میکروسکوپ الکترونی هستند و به دلیل استفاده از پرتو الکترون‌ها نیاز به خلاء فرا زیاد دارند. این میکروسکوپ توسط E. W. Muller در سال ۱۹۳۶ میلادی ساخته شد و در زمینه شناسایی خواص سطح مورد توجه قرار گرفت. با این میکروسکوپ می‌توان تا حدی تقارن و نواقص سطح را مشاهده و تابع کار فلزات را اندازه‌گیری کرده و اطلاعاتی در مورد سینتیک جذب و پخش سطحی ارائه داد. می‌دانیم که میدان الکتریکی روی سطح رسانا در نقاط تیز بیشتر می‌باشد. در اینجا از یک نمونه فلزی به فرم سوزن با نوک بسیار تیز با شعاع انحنا از مرتبه چند صد نانومتر تا مرتبه میکرومتر استفاده می‌کنیم. اعمال میدان الکتریکی بسیار زیاد بین نوک سوزن با پتانسیل منفی (کاتد) و صفحه حساس به تابش الکترونی متصل به قطب مثبت (آند) باعث تونل زنی الکترون‌ها از نمونه‌ای فلزی سوزنی شکل و شتاب آن‌ها به سمت آند می‌شود. در شکل (۱) سه مکانیزم رایج گسیل یا نشر الکترونی از سد پتانسیل سطح برای یک نمونه نشان داده شده است.

Electron emission mechanisms

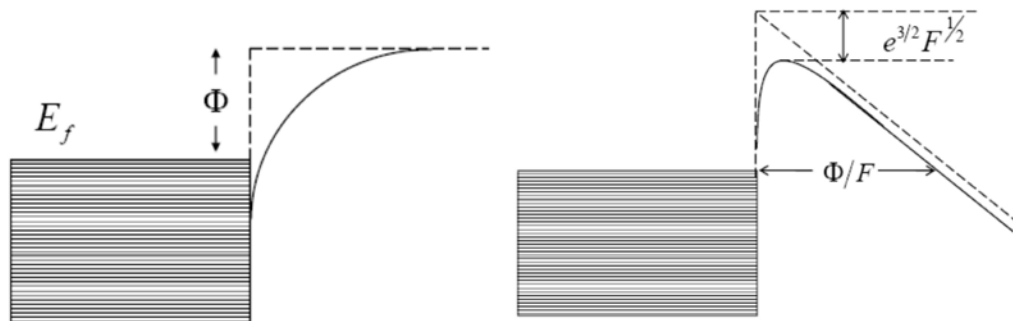


Advantages of field emission

- Low energy consumption*
- High current density*
- Small device size (sharp tips)*

شکل (۱)

همانطور که در شکل به صورت شماتیک نشان داده شده است در فرآیند نشر میدانی با خم شدن سد پتانسیل در اثر اعمال میدان الکتریکی و تونل زنی الکترون از سد خم شده مواجه هستیم. شکل (۲) تصویر بهتری از نمایش بالا می‌باشد. اعمال میدان الکتریکی بر نمونه منجر به کوچکتر شدن سد پتانسیل و خروج الکترون‌های تونل زده می‌شود (شکل ۲).

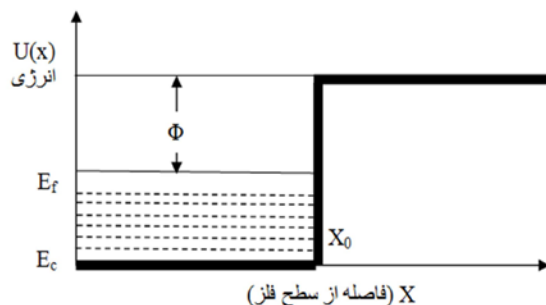


شکل (۲)

پدیده نشر میدانی را می‌توان با کمک مدل الکترون آزاد فلزات به سادگی توجیه و درک کنیم. زمانی که ما فقط با یک تک اتم سر و کار داریم الکترون‌های لایه خارجی فقط تحت تاثیر پتانسیل هسته اتم مربوطه می‌باشند. اما در شرایطی که تعداد زیادی اتم ($\sim 10^{23}$) در کنار یکدیگر در آرایشی منظم چیده می‌شوند تا یک جسم جامد را شکل دهند، الکترون‌های آزاد آن‌ها تحت تاثیر پتانسیل خارجی ناشی از اتم‌های دیگر نیز می‌باشند و دیگر به یک اتم خاص تعلق ندارند و در واقع مراکز یونی مثبتی داریم که الکترون‌های آزاد تحت تاثیر آن‌ها در سراسر فلز آزادانه حرکت می‌کنند.

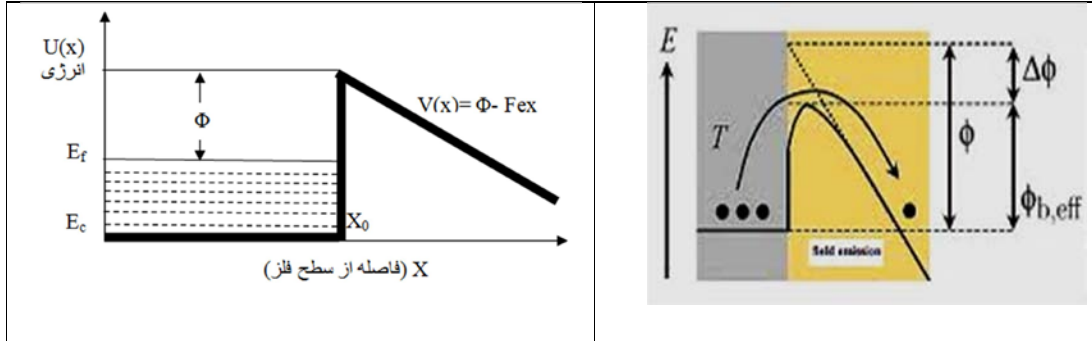
۲-۱. تابع کار (Work function)

مشابه پدیده یونیزاسیون در اتم‌ها که عبارتست از فرایند صرف انرژی برای جدایش الکترون از اتم، می‌توان برای یک جسم جامد تابع کار را تعریف کرد که عبارت است از مقدار انرژی لازم برای فرار الکترون از سطح جامد و رسیدن به فضای بیرون از جسم جامد می‌باشد. شکل انرژی پتانسیل الکترون‌ها در نزدیکی سطح یک فلز بدون حضور میدان الکتریکی خارجی مطابق شماتیک شکل (۳) می‌باشد. X فاصله از سطح فلز تا فضای بیرون (خلا) است. X_0 مرز سطح جامد فلزی و فضای بیرون از جامد است. $X < X_0$ داخل فلز و $X > X_0$ فضای بیرون (خلا) می‌باشند. E_{C0} پایین‌ترین انرژی باند یا نوار هدایت و E_F نوار فرمی می‌باشد که در یک جامد فلزی تمامی ترازهای انرژی زیر این نوار فرمی کاملاً پر از الکترون هستند و ترازهای بالای آن خالی از الکترون می‌باشند. Φ تابع کار جامد فلزی که معادل اختلاف انرژی تراز فرمی و خلا بیرون از جامد مورد نظر در عدم حضور میدان الکتریکی خارجی می‌باشد. این همان مقدار انرژی لازم برای غلبه الکترون بر سد پتانسیل سطحی و فرار از سطح جامد است.



شکل (۳) نمایی از سد پتانسیل در سطح جامد فلزی

حال اگر یک میدان قوی روی سطح فلز اعمال کنیم به نحوی که فلز قطب منفی و قطب مثبت در مقابل در مکانی خارج از فلز باشد. تمایل الکترون‌ها تحت اثر میدان خارجی (F) برای خروج از فلز باعث خم شدن سد پتانسیل سطحی و تونل زنی آن‌ها به خارج از سد مطابق شکل (۲) در بالا و (۴) در نمایش زیر می‌شود.



شکل (۴)

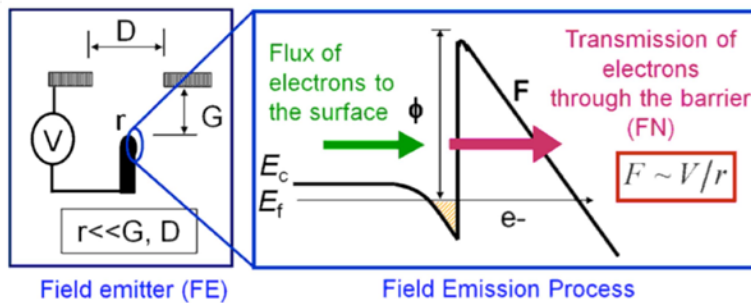
در شکل (۴) اگر صفر مبدا انرژی را روی سطح فرمی در نظر بگیریم در اینصورت الکترون‌ها برای عبور از سد همچنان به انرژی معادل Φ نیاز دارند اما تفاوت اساسی با حالت بدون میدان الکتریکی در این است که این بار اعمال میدان الکتریکی بر نمونه منجر به کوچکتر شدن سد پتانسیل و خم شدن سد پتانسیل می‌شود و الکترون‌ها می‌توانند از داخل سد تونل بزنند. در نتیجه میزان تونل زنی بستگی به خصوصیت الکترونی و ساختاری سطح دارد. برای تعیین یک معیار کمی برای تونل زدن، با استفاده از اصل عدم قطعیت می‌توان نوشت:

$$x \cong \Delta x \approx \frac{\phi}{Fe} \quad P \cong \Delta P \cong \sqrt{2m\phi} \quad (1)$$

که ϕ تابع کار، F شدت میدان و m جرم الکترون است پس

$$F \cong \frac{\phi\sqrt{2m\phi}}{eh} \quad (2)$$

پس اگر برای فلز تنگستن $\phi(W) = 4.5eV$ باشد میدان مورد نیاز $5 \times 10^7 V/m$ است یعنی اعمال ولتاژ چند ده کیلو ولت بر روی سوزن کافی است.



شکل (۵)

چگالی جریانی ناشی از الکترون‌های تونل زده را می‌توان از معادله فولر-نوردهایم (Fowler-Nordheim) بدست آورد.

$$J = DF^2 \exp\left[-\frac{B\phi^{3/2}}{F}\right]$$

$$D = \frac{e^3}{8\pi\hbar\phi} = \frac{1.5 \times 10^{-6}}{\phi(eV)} \quad (3)$$

$$B = \frac{8\pi\sqrt{2m}}{3he} = 6.12 \times 10^8$$

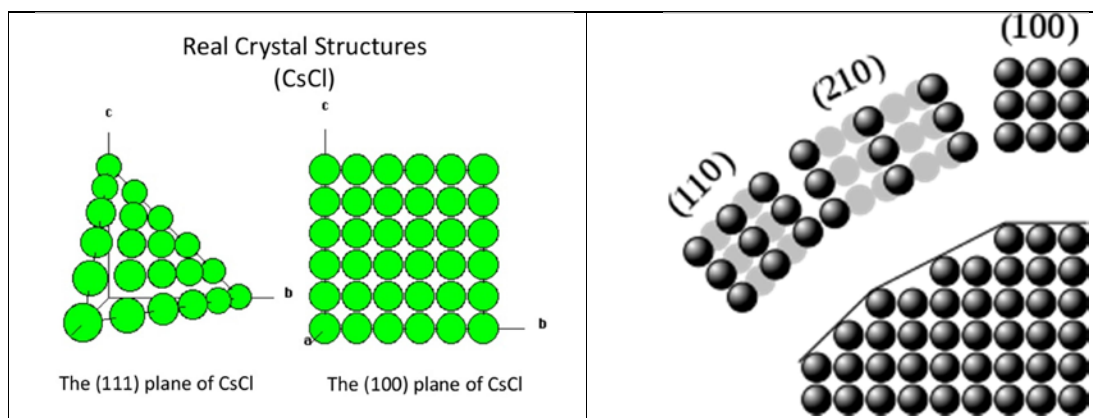
m جرم الکترون، e بار الکترون، h ثابت پلانک و Φ تابع کار فلز می‌باشند. اگر $\phi = 4.5 eV$ و $F = 5 \times 10^7 V/m$ چگالی جریان تقریباً $1000 A/cm^2$ است. تابع جریان برحسب انرژی الکترون وابستگی نمایی به تفاوت انرژی الکترون تا سطح فرمی دارد:

$$J(E) \propto \exp\left(\frac{E - E_f}{\beta}\right) \quad \text{که } E - E_f < 0 \quad (4)$$

بنابراین برای انرژی‌های کمتر از انرژی فرمی دانسیته شدت جریان کم می‌شود در حقیقت برای میدان $3 \times 10^7 V/cm$ پهنای انرژی $0.2 eV$ است. یعنی با این میکروسکوپ الکترون‌های سطح فرمی قابل آشکار سازی است و دانسیته حالات زیر سطح فرمی را می‌بایستی با دیگر روش‌های آزمایشگاهی از جمله UPS¹ و XPS² مشاهده کرد.

۳-۱. اندیس‌های میلر

در کریستالوگرافی و فیزیک حالت جامد چینش اتم‌ها در صفحات جامد کریستالی را با اندیس‌های میلر نشان می‌دهند. شکل (۶) نمایش دو بعدی چینش اتم‌ها در صفحات (۱۰۰)، (۱۱۰)، (۲۱۰)، (۱۱۰) و (۱۱۱) را نشان می‌دهد.



¹- Ultraviolet Photoemission Spectroscopy
²- X-ray Photoelectron Spectroscopy

همانطور که در شکل بالا نشان داده شده است، اتم‌ها در صفحات با اندیس کوچک به هم پکیده‌تر و فاصله بین اتم‌ها کوچکتر از نمونه صفحات با اندیس‌های بزرگتر می‌باشد. در نتیجه در صفحات با اندیس‌های کوچکتر الکترون‌ها تحت پتانسیل بزرگتری از اتم‌های شبکه نسبت به صفحات با اندیس‌های بزرگتر می‌باشند. در نتیجه صفحات با اندیس‌های کوچک تابع کار بزرگتری نسبت به صفحات با اندیس‌های میلر بزرگتر دارند و الکترون در این صفحات به انرژی بیشتری برای فرار از قید شبکه به سمت ناحیه خارج از جامد فلزی دارد.

۲. وسایل مورد نیاز آزمایش: میکروسکوپ (شامل: لامپ و قطعات آن)، منبع ولتاژ بالا، آمپر متر

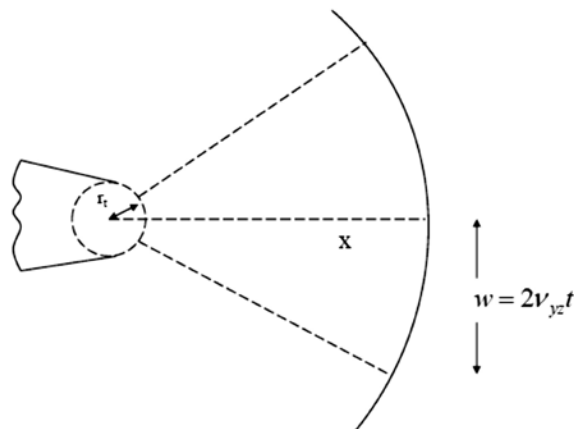
۱.۲ معرفی ساختمان میکروسکوپ

اعمال میدان $10^7 V/cm$ با انتخاب نمونه بصورت سوزنی با انتهای کروی امکان‌پذیر است. الکترون‌های خروجی در جهت خطوط میدان حرکت کرده و پس از برخورد با صفحه فلورسنت قابل مشاهده است. برای جلوگیری از برخورد الکترون‌ها با ذرات هوا می‌بایستی نمونه در خلاء باشد. بزرگنمایی میکروسکوپ برابر $M = \frac{x}{Kr_1}$ است که K ثابت و برابر عدد $1/5$ است و فاکتور ساختمانی نام دارد. x فاصله سوزن تا صفحه فلورسنت و r_1 شعاع نوک سوزن است. (شکل ۷) هرچه r_1 کمتر باشد M بزرگتر است بنابراین با لایه برداری شیمیائی از قطعه سیمی می‌توان نوک سوزنی با شعاع $500 - 2000 \text{ \AA}$ داشت و با اعمال چند کیلو ولت می‌توان به بزرگنمایی 10^6 دسترسی یافت. البته در قدرت تفکیک میکروسکوپ مؤلفه عمود بر میدان و سرعت اولیه الکترون‌ها اهمیت ویژه‌ای دارد. اگر V_{yz} مؤلفه عمود بر میدان (سرعت) و t زمان پرواز از تابنده تا صفحه فلورسنت باشد جایابی بر روی صفحه $2V_{yz}t$ است. (شکل ۷)

$$t = x \sqrt{\frac{m}{2Ve}} \quad (5)$$

$$\frac{w}{M} = 2r_1 K \left(\frac{E_{yz}}{Ve} \right)^{1/2} \quad \text{اگر } w = 2v_{yz}t$$

بنابراین با انتخاب شعاع کمتر و پتانسیل بیشتر می‌توان قدرت تفکیک را افزایش داد و تا 10 \AA رسانید.



شکل (۷)

۲.۲ محدودیت‌های FEM

میکروسکوپ FEM برای مشاهده فلزات از جمله W و Mo که با حرارت دادن تمیز می‌شوند و نقطه ذوب بالایی دارند بسیار مناسب است اما برای نیمرساناها و عایقها تولید جریانهای $10^{-8} - 10^{-5} A$ امکان‌پذیر نیست. علاوه بر محدودیت‌های فوق بعلت کشش مکانیکی خیلی قوی بین سوزن و بدنه فلورسنت امکان شکسته شدن سوزن وجود دارد (مثلاً برای میدان $4.5 \times 10^7 V/cm$ مقدار کشش $10^9 dyns/cm^2$ است). بدلیل ضرورت تمیز نگه‌داشتن نمونه خلاء UHV مورد نیاز است که این نیازها تعدد تعداد نمونه‌های قابل مطالعه را کاهش می‌دهد.

۳.۲ کاربردهای FEM

۱ - اندازه‌گیری تابع کار: با اندازه‌گیری جریان برحسب ولتاژ و با استفاده از معادله فولر نوردهایم (۴) می‌توان تابع کار را بدست آورد.

۲ - سینتیک جذب و واجذب adsorption-desorption: جذب و واجذب اتمها و مولکولها بر روی سطح منجر به تغییر تابع کار و در نتیجه شدت صدور الکترون یعنی شدت تابش صفحه فلورسنت می‌شود.

۳ - پخش سطحی

مهمترین کاربرد FEM در اندازه‌گیری ضریب پخش سطحی اتمهای جذب شده بر روی سطح می‌باشد. ضریب پخش، D^* از رابطه زیر بدست می‌آید.

$$D^* = \langle (\Delta x)^2 \rangle / 4t = \frac{1}{4t} \frac{1}{N} \sum_{i=1}^N (\Delta x_i)^2 \quad (۶)$$

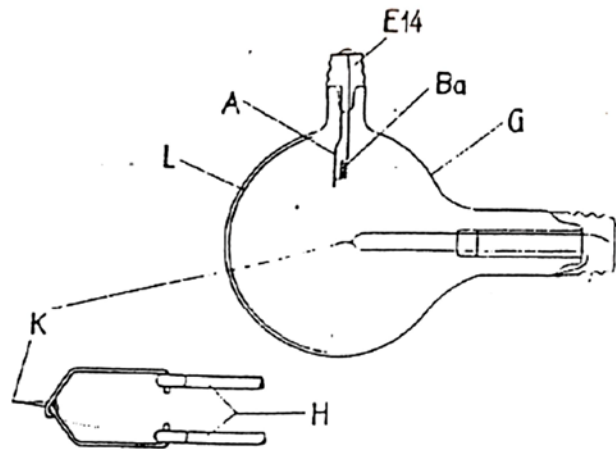
که $\langle (\Delta x)^2 \rangle$ متوسط مربع جابجائی در مدت زمان t و N تعداد ذرات است

$$D^* = \frac{1}{4} a^2 v \exp(-\tilde{E} / K_B t) = D_0^* \exp(-\tilde{E} / K_B T) \quad (۷)$$

که طول متوسط پراش a و تعداد آن در واحد زمان $ve^{-\tilde{E} / K_B T}$ است. با این روش \bar{D} و \bar{E} قابل اندازه‌گیری است.

۴.۲ آشنائی با ساختمان لامپ

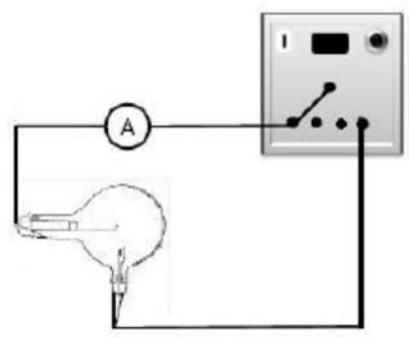
نمای کلی حباب FEM در شکل (۸) نشان داده شده است دقت نمائید که اتصالات محکم و لامپ در جای مناسبی محکم شده باشد. صفحه فلورسنت را از نور شدید محافظت کنید. داخل لامپ خلاء است و شکسته شدن آن ممکن است به شما آسیب برساند بیشترین جریان لامپ 1.9A است که می‌بایستی بتدریج به آن اعمال شود و مدت تمیز کردن فیلامان از ناخالصی‌ها و باریم حدود ۶۰ ثانیه است. بزرگنمایی آن تقریباً ۵۰۰۰۰۰ و قدرت تشخیص $20 - 30 A^0$ است. در شکل (۸)، اجزای لامپ شامل: L صفحه فلورسنت، K نوک سوزن و A گرم‌کن باریم و G بدنه شیشه‌ای، H سیم تنگستن و E_{14} سیم‌پیچ حرارت دادن باریم است.



شکل (۸). نمای کلی لامپ

۳. نحوه انجام آزمایش

مدار را مطابق شکل (۹) به دقت بسته و پس از نشان دادن به دستیار در صورت موافقت (تمیز نبودن سوزن) جریان $1.5A$ را از کاتد بگذرانید حدود یک دقیقه صبر کنید تا سطح نمونه تمیز شود سپس منبع ولتاژ زیاد را روشن کرده و به آرامی و پیوسته ولتاژ را اضافه کرده تا تصویر واضحی روی صفحه فلورسنت مشاهده شود و ولتاژ و طرح مشاهده شده را ثبت نمایید. دقت نمایید که ولتاژ ناگهان قطع و وصل نشود و رعایت مسائل ایمنی در تماس دست با دستگاهها و اتصالات را بنمائید. بدنه دستگاهها میبایستی متصل به زمین باشد.



شکل (۹). طرحی از مدار آزمایش

نکته: در هنگام بستن مدار توجه شود که آمپرسنج در سر اتصال به زمین منبع تغذیه باشد این کار برای جلوگیری از اعمال ولتاژ بالا به آن می باشد.

۱.۳ اندازه‌گیری تابع کار تنگستن

هدف مشاهده تابع کار صفحات تنگستن از طریق نشر میدانی است. سوزن تنگستن با شعاع ۰/۱ میکرومتر طراحی شده است. بین سوزن (کاتد) و صفحه فلورسنت (آند) ولتاژ اعمال کنید. جریان الکترونی ناشی از اعمال میدان الکتریکی از نوک سوزن به صفحه فلورسنت را در دمای اتاق برحسب ولتاژ اعمالی اندازه‌گیری کنید.

ولتاژ (کیلو ولت)							
جریان (میکروآمپر)							

با در نظر گرفتن ساده شده رابطه فولر نوردهایم برای تنگستن

$$J = DF^2 \exp\left[-\frac{B\phi^{3/2}}{F}\right] \quad (۸)$$

J: چگالی جریان برحسب $(J = \frac{I}{A}) A/cm^2$ I جریان و A سطح نوک سوزن که در آن $A = \pi r^2$ (r شعاع نوک سوزن)

F: میدان اعمالی به سطح برحسب $(F = \frac{V}{r}) Volt/cm$ ولتاژهای اندازه‌گیری شده در طول آزمایش r شعاع نوک سوزن ϕ : تابع کار برحسب eV

$$D = \frac{1.5 \times 10^{-6}}{\phi} A/Volt^2.cm^2$$

$$B = 6.12 \times 10^8$$

نمودار $Ln(\frac{J}{F^2})$ را برحسب عکس میدان الکتریکی $\frac{1}{F}$ در نوک سوزن رسم کنید و از شیب نمودار، تابع کار تنگستن را بدست آورید.

نکته: در اینجا میدان ایجاد شده در یک خازن با صفحات کروی هم مرکز را در نظر می‌گیریم. یک صفحه کروی نوک سوزن و صفحه کروی دیگر لامپ فلورسنت می‌باشد که به علت کوچک بودن شعاع نوک سوزن در مقابل شعاع لامپ و زیاد بودن

فاصله این دو می‌توان شعاع لامپ فلورسنت را بینهایت فرض کرد و از فرمول $F = \frac{V}{r}$ استفاده کرد.

۲.۳ تبخیر اتم‌های باریوم (این قسمت توسط دستیار آزمایشگاه در جلسه‌ای جداگانه انجام خواهد شد.)

منبع ولتاژ زیاد را خاموش کرده و منبع تغذیه فیلمان گرم کننده باریوم را به رثوستا وصل کرده و جریان را به آرامی از صفر به 7.5 A می‌رسانیم و حدود ۳۰ تا ۶۰ ثانیه فیلامان را حرارت بدهید بدین صورت اتمهای باریوم تبخیر و برخی از آنها بر روی نوک سوزن هم می‌نشینند. سپس جریان را کم کرده و به صفر می‌رسانیم و منبع تغذیه را از مدار خارج کرده و منبع تغذیه ولتاژ زیاد را روشن می‌کنیم و به آرامی و به طور پیوسته با استفاده از پتانسیومتر ولتاژ را افزایش می‌دهیم. طرح جدید را ثبت کنید و سپس منبع ولتاژ زیاد را به آرامی صفر کنید.

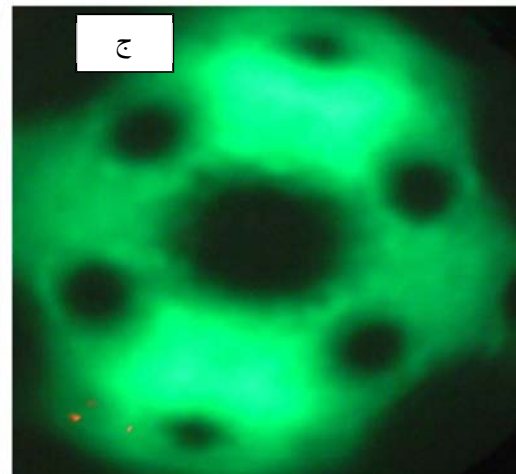
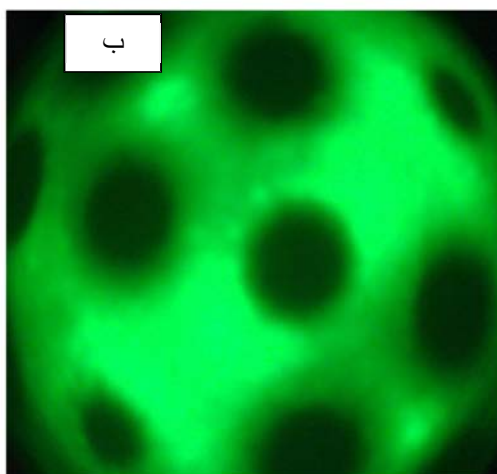
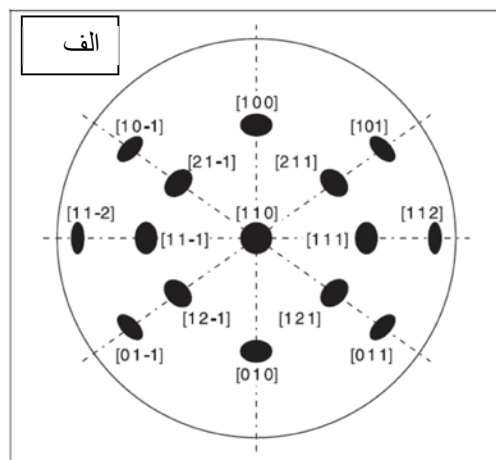
در این آزمایش قسمت جذب و واجذب (تبخیر اتم‌های باریم و بلند کردن باریم از سطح فلز) بدلیل کاهش عمر لامپ برای هر فرد به تنهایی انجام نمی‌شود.

بلند کردن باریم از سطح فلز (این قسمت توسط دستیار آزمایشگاه در جلسه‌ای جداگانه انجام خواهد شد):

با گرم کردن کاتد به مدت کم تعدادی از اتمهای باریم را از روی نوک سوزن خارج کنید و تغییر طرح را ثبت نمایید. با افزایش دما چه اتفاقی برای طرح می‌افتد پاسخ دهید؟ (دقت کنید افزودن بیشتر دما ممکن است کاتد را ذوب کند).

۴. بررسی و نتایج

فلز تنگستن دارای ساختار مکعبی و مکعبی مرکز حجمی است. در شکل‌های ۱۰، صفحاتی که تابع کار بیشتر دارند تاریک‌تر و صفحات با تابع کار کمتر روشن‌تر دیده می‌شوند. زوایای صفحات کریستالی را اندازه‌گیری و با شکل (۱۰) مطابقت دهید. اتمهای باریم که تبخیر شده‌اند و بر روی سطح نشست‌اند باعث تغییر و ظهور لکه‌هایی بطور واضح می‌شوند. شکل (۱۰) طرح قابل مشاهده قبل و بعد از تبخیر باریم را نشان می‌دهد. مشاهده می‌شود که نقاط روشن جابجا و گاهی محو می‌شوند. این امر با افزایش دما بیشتر قابل مشاهده است آیا می‌توانید اندازه کلاسترهای باریم و D ضریب پخش را با مشاهده یک لکه متحرک نورانی بدست آورید؟



شکل (۱۰). ساختار کریستالی تنگستن (الف)، نمونه‌ای از طرح مشاهده شده قبل (ب) و بعد از تبخیر باریم (ج)

به سؤالات زیر پاسخ دهید:

۱. آیا با مشاهده طرح کریستالی می‌توانید ساختار کریستالی تنگستن را تشخیص دهید. صفحات کریستالی را مشخص کنید و سپس زوایای صفحات کریستالی را اندازه‌گیری و با شکل ۹ الف مطابقت دهید. (راهنمایی: نقطه وسط شکل را مربوط به جهت [۱۱۰]، یعنی جهت عمود بر صفحه (۱۱۰)، در نظر بگیرید و باقی نقاط را به جهات دیگر نظیر [۱۱۱]، [۱۰۰] و ... نسبت دهید).
۲. نوع شبکه بلوری را از شکل مشاهده شده حدس بزنید؟
۳. روشی پیشنهاد کنید که به کمک آن بتوان ضریب پخش را بدست آورد در این آزمایش شما به چه کمیت‌های مجهولی برای ضریب پخش نیاز داشتید؟ آیا می‌توانید این کمیتها و به کمک آن ضریب پخش را تخمین بزنید.
۴. میکروسکوپ Field Ion Microscope (FIM) چه فرقی با این میکروسکوپ دارد؟
۵. با توجه به اینکه فرایندها در سطح مواد (مثل جذب و واجذب اتمها و مولکولها) و یا برش‌های مختلف کریستالی (که منجر به آرایش‌های گوناگون اتمها در سطح می‌شود) باعث تغییرات خواص الکترونی می‌شود آیا انتظار تغییر در سطح تابع کار را داریم؟