

# مبانی کاربرد میکروسکوپ الکترونی

## (Scanning Electron Microscopy)

### تصاویر الکترون برگشتی (Back Scattered Electron)

#### و تحلیل تصاویر (Image Analysis) در بررسی مخازن

تهیه کننده: علیرضا رستمی - مدیریت اکتشاف

#### اساس و نحوه عملکرد SEM

میکروسکوپ الکترونی شامل یک تفنگ الکترونی است که چشم الکترونی با شتاب دهنده دو تا ۳۰ کیلوولتی در آن به کار رفته است. پرتوها با عبور از دو یا چند عدسی الکترومغناطیسی برای ایجاد یک تصویر غیر مغناطیسی از منبع الکترونی به طرف نمونه حرکت می کنند. برای کارهای زمین شناسی از رشته تنگستن به عنوان منبع الکترون با مکشی حدود  $10^{-5}$  تور (Torr) استفاده می شود. تصاویر روشنتر و شناسایی بهتر با یک تفنگ Lab 6 با مکش  $10^{-6}$  تور (Torr) و برای شناسایی دقیق از منبع انتشاری عمل کننده در مکش  $10^{-9}$  تور استفاده می شود که همه اینها نیازمند پوشش ویژه پمپها برای بالا قدرت مکش است. قبل از عبور از آخرین عدسی الکترومغناطیسی یک Scanning Raster پرتوهای الکترونی را طوری کج می کند که تمام سطح نمونه را پوشش دهند این پوشش

ویژگیهای یک سنگ مخزن نظیر تخلخل و تراوایی توسط فاکتورهای فراوانی از جمله آرایش خلل و فرج و اندازه آنها کنترل می شود مطالعه دقیق شکل هندسی خلل و فرج (Pore Geometry) برای داشتن فهم بهتری از رفتار مخزن طی تولید ضروری است. شکل هندسی خلل و فرج شامل اجزایی نظیر سطح خلل و فرج (Pore area)، قطر خلل و فرج (Pore diameter) و محیط منافذ (Pore promoter) است. با استفاده از تصاویر برگشتی (BSE) و تحلیل تصاویر در نرم افزار تحلیلگر می توان موارد فوق را با دقت بالایی مورد بررسی قرار داد.

#### مقدمه

از ظهور اولین نمونه های SEM تجاری در سال ۱۹۶۵ تا حال، میکروسکوپ الکترونی رشد سریعی را از نظر توسعه روشها و کاربرد در رده های مختلف علمی داشته است. در بخش گسترده ای از مطالعات رسوب شناسی SEM استفاده و توسط مؤلفین بسیاری، نتایج آن تشریح شده است. میکروسکوپ الکترونی، برای آزمودن مقاطع با بزرگنمایی ۲۰ تا ۱۰۰ هزار برابر، ارزش بسیاری دارد و تصاویر خوبی از ذرات بسیار ریز و ناهموار و نیز از ذرات ظریفی که در هنگام تهیه مقطع نازک ممکن است از بین روند به دست می دهد.

مهمترین کاربرد SEM در رسوب شناسی بررسی دیاژنز، بافت سنگ، تخلخل و ذرات ظریف پرکننده خلل و فرج است که می تواند در سطوح تازه شکسته شده مورد آزمایش قرار گیرند. همچنین می توان با ابزار آنالیزی، دانه های خاص را تحلیل نمود و اطلاعاتی از سکانس دیاژنزی به دست آورد. سنگهای متخلخل با سطوح شکسته شده و سنگهای غیر متخلخل با سطوح اسیدکاری و پوشش شده آزمایش می شوند (روش اسیدکاری بسته به موارد مشاهده شده و مطلوب تعیین می شود).

تصاویر الکترون برگشتی از سطوح پوشش داده شده، تباین (کنتراست) ناشی از عدد اتمی ایجاد می نماید بنابراین توان شناسایی فازهای مختلف کانی و اجازه استفاده از سیستم تحلیل تصاویر اتمی را به دست می دهد.



نوع شناساگر BSE معمولاً استفاده می شود:

۱. Solid state conductor devices
۲. Wide - angle scintillator photomultiplier
- مثلاً Robinson
۳. شناساگرهای Multiscintillator-photomultiplier

تباین تصاویر توسط تعدادی از فاکتورها ایجاد می شود (V.N.E. Robinson 1980) و (Py E Krinsley 1984) این فاکتورها عبارتند از :  
الف) توپوگرافی عمومی نمونه و جهت سطح نمونه

الکترونهاى برگشتى (BSE) عموماً انرژی زیادی برای حرکت در خط مستقیم دارند، بنابراین باید یک ارتباط زاویه ای مناسب بین پرتوها، سطح و کالکتور بر قرار باشد. الکترونهاى ثانوى کم انرژی (SE) مىسرى دارند که به آسانی توسط میدان ایجاد شده توسط پتانسیل کالکتور خم می شوند، بدین صورت اطلاعات زیادی می تواند از نواحی جمع آوری شود که در مسیر خط دید مستقیم به کالکتور نیست. کج کردن نمونه به طرف کالکتور جمع آوری و نیز شفافیت و روشنایی تصویر را بویژه در نوع انعکاسی افزایش می دهد بنابراین روشنایی تصویر وابسته به



جهت سطح نمونه دارد.

ب) شیمی سطح نمونه

کارایی الکترونهاى برگشتى از سطح

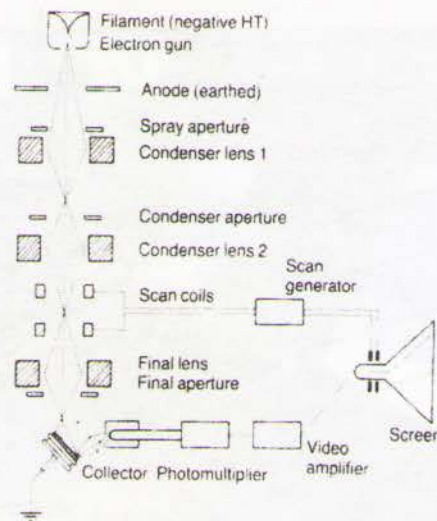
۱۵ کیلو وات را برای دادن شتاب کافی به الکترونهاى کم انرژی منتشره (به منظور انتشار هنگامی که آنها به سوسونج برخورد می کنند) دارد.

### نحوه عملکرد انتشار SE و BSE

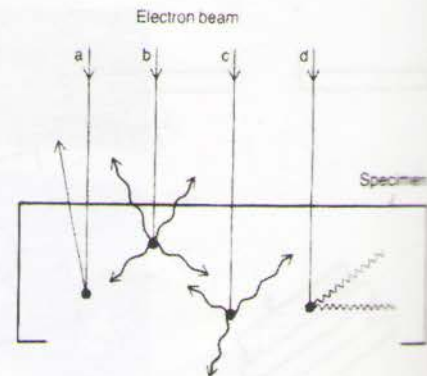
طی عملکرد عادی، الکترونهاى منتشره و منعکسه جمع آوری شده و سوسونج و Gauze پتانسیل مثبت دارند. هنگام عمل به صورت انعکاس (BSE)، الکترونهاى کم انرژی ثانوى از رسیدن به کالکتور به خاطر اعمال پتانسیل منفی (۳۰۰ تا ۱۰۰ کیلووات) روی سپر سوسونج و Gauze باز می مانند و تنها الکترونهاى انعکاسی پر انرژی جمع می شوند و به طور استاندارد از کالکتوری استفاده می شود که یک سوسونج مولتی پلایر جهت یافته است که می تواند به خوبی دور از نمونه قرار گیرد تا الکترونهاى کم انرژی توسط ولتاژ به کار رفته جذب گردند. البته این نوع شناساگر برای جمع آوری الکترونهاى پر انرژی خیلی کارآمد نیستند و به این منظور یک شناساگر BSE نیاز است. سه

با پرتو لوله کاتدی و تصویر ایجاد شده (ساخته شده از منطقه پوشش داده شده) نمونه همزمان می شود تباین (کنتراست) در تصویر اشعه کاتدی بواسطه تغییر در انعکاس طی سطح نمونه است.

هنگامی که الکترونها به سطح نمونه برخورد می کنند برخی منعکس می شوند الکترونهاى برگشتى (Back Scattered Electron) و برخی، الکترونهاى کم انرژی ثانوى (Secondary Electron) را آزاد می کنند. انتشار اشعه الکترومغناطیسی از نمونه در طول موجهای مختلفی صورت می گیرد. طول موجهای قابل مشاهده کاتدولومینسانس و اشعه ایکس است و الکترونهاى برگشتى (BSE) و الکترونهاى ثانویه (SE) توسط یک سوسونج (Scinillator) جمع آوری می شود که موج یا نور را از الکترونهاى ورودی انتشار می دهد. نور منتشره به سیگنال الکتریکی تبدیل و توسط فتومولتی پلایر (Photomultiplier) تقویت می شود و پس از کمی تقویت سیگنال به طرف شبکه لوله کاتدی هدایت می شود. سوسونج معمولاً پتانسیل مثبتی از پنج تا



Schematic diagram to illustrate basic functional features of a Scanning Electron Microscope.



Types of emission generated by an electron beam striking the surface of a specimen in the SEM.  
(a) High energy electron produced by single reflection.  
(b) Low energy secondary electrons generated close to surface.  
(c) Secondary electrons generated at such a depth within specimen that all are absorbed.  
(d) Generation of X-rays or cathodoluminescence.

ایجاد شده را می‌توان به طور ایده آلی توسط SME بررسی نمود و اطلاعات بیشتری نسبت به مقطع نازک به دست آورد. مثلاً در مورد سیمانهای آب شیرین می‌توان به وضعیت غلظت و  $Mg^{2+}$  تاثیر آن روی شکل بلورها با جزییات بیشتری رسید. در مورد دیاژنر گل‌های آهکی، مطالعه SEM می‌تواند وضعیت انحلال، کشیدگی (رشد طولی) و مراحل مختلف سیمان شدگی را نشان دهد در صورتی که در زیر مقطع نازک این حالت تنها به صورت نئومورفیسم افزایشی مشخص می‌شود. در مخازن ریزدانه (همانند سنگ آهک چاکی SEM) تنها ابزار کاربردی برای آنالیز جزییات هندسه خلل و فرج (Pore Geometry) و چهار چوب سنگ است. دولومیتی شدن آهکها به فراوانی، منجر به ایجاد تخلخل غیر مرتبط می‌شود. تشکیل دولومیت به انواع مختلفی از فرآیندها نسبت داده می‌شود. کار با SEM روی دولومیتها به وضوح مشکلات مخازن دولومیتی که معمولاً

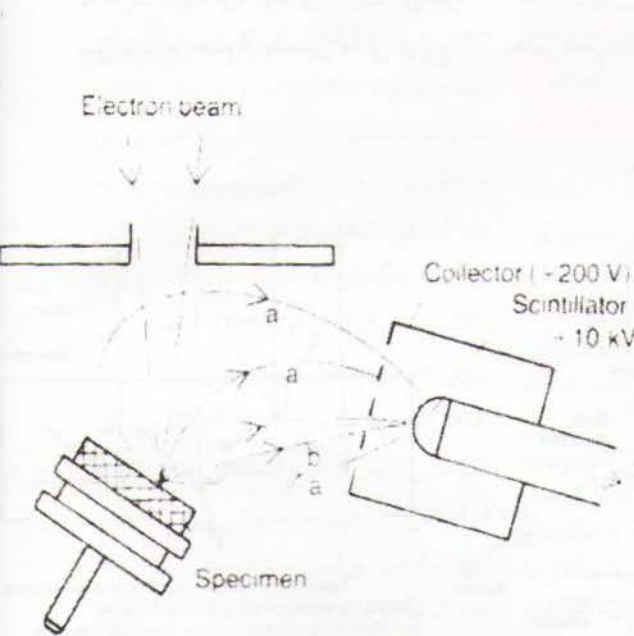
سایر نقاط با هدایت طبیعی نمونه مرتبط نبوده یا پوشش داده نشده باشد. تجمع شارژی در حد حتی چند ولت نیز بر الکترونها کم انرژی (SE) تاثیر می‌گذارد اما در مورد الکترونها پر انرژی چندین کیلو ولت افزایش شارژ نیاز است و بنابراین تصاویر BSE فارغ از تاثیرات شارژ هستند.

### میکروسکوپ الکترونی و مطالعات رسوب شناسی سنگهای آهکی

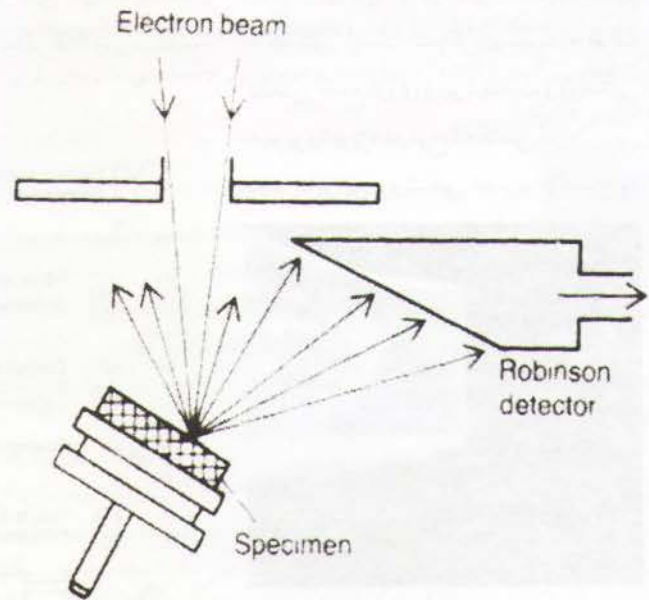
استفاده از SEM برای مطالعه سنگهای آهکی، آزمایش سنگهای چاکی (Chalk)، ردیابی تکامل سیمان، جابجایی فابریک ها و مورفولوژی و منشأ دانه ها، بسیار ارزشمند است. آغشته کردن و اشباع دانه در رزین و آزمایش سطح صیقلی و اسید کاری شده، پژوهشگر را به شناسایی ساختمان داخلی دانه ها قادر می‌سازد و می‌توان شواهد جابجایی آرگونیت توسط کلسیت را ردیابی و آشکار ساخت. مورفولوژی سیمانهای

نمونه به طرف کالکتور بسته به شیمی سطح تغییر می‌یابد بدین صورت که ضریب انعکاسی با افزایش عدد اتمی افزایش یافته (Thrnton 1968) و بنابراین ذرات با عدد اتمی بیشتر روشنتر (درخشانتر) هستند. در نوع معمولی انعکاسی، انتشاری (BSE, SE) این تاثیرات معمولاً به واسطه تاثیرات توپوگرافی کم رنگ می‌شود اما می‌تواند به طوری مؤثرتر با شناساگر BSE برای ایجاد تصاویر از سطوح پوشش شده تحت شرایط مطلوب استفاده شود.

ج ( تفاوت در پتانسیل الکتریکی سطح نمونه مسیره‌های حرکتی الکترونها ثانوی کم انرژی به واسطه تغییرات جزیی در شارژ سطحی در نمونه تاثیر می‌پذیرد. قسمتهایی از نمونه که نسبتاً منفی هستند در تصویر روشنتر ظاهر می‌شوند، این تاثیر به نام شارژ شناخته می‌شود و به این دلیل به وجود می‌آید که نقطه برخورد الکترون با



Collection of low energy emitted electrons (a paths) by scintillator in positively charged collector shield. Reflected electrons (b path) are also collected.



Collection of high energy reflected electrons by a wide-angle scintillator-photomultiplier type of backscattered electron collector such as the Robinson detector

تا ۱۲۷ به عنوان صفر و مقادیر ۱۲۸ تا ۲۵۶ به عنوان یک در نظر گرفته می‌شود و لذا در یک تصویر دوتایی هر پیکسل یکی از مقادیر صفر یا یک را دارا خواهد بود. پیکسلهایی که تخلخل را نشان می‌دهند معمولاً خاکستری تیره هستند بنابراین مقادیر یک را خواهند داشت در نتیجه تبدیل به پیکسلهای سیاه می‌شوند ولی اجزای جامد تشکیل دهنده سنگ که در تصور BSE روشنتر هستند مقادیر صفر را به خود خواهند گرفت و لذا به صورت پیکسلهای سفید ظاهر خواهند شد در چنین حالتی تخلخل و دانه‌ها به خوبی از یکدیگر تفکیک می‌گردند. در تصاویر دوتایی اندازه گیری جزئیات خلل و فرج نظیر مقدار، سطح، قطر و محیط تخلخل بسیار سریع و دقیق است.

در واقع این پیکسلها کوچکترین اجزای تشکیل دهنده تصویر هستند و رنگ خاکستری در آنها از صفر تا ۲۵۶ متغیر است. شدت خاکستری بودن اجزای جامد تشکیل دهنده سنگ به طور عادی تفاوت بسیاری با حفرات خالی دارد که از اپوکسی آبی رنگ اشباع شده اند. به منظور کاربرد تصاویر خاکستری در نرم افزارهای تحلیل تصاویر بایستی آنها را به تصاویر دوتایی (Binary image) تبدیل نمود. این عمل با مشخص نمودن آستانه تغییر رنگ خاکستری تخلخل، به رنگ خاکستری اجزای جامد تشکیل دهنده سنگ صورت می‌گیرد. با مشخص نمودن این آستانه، تصویر خاکستری به تصویر دوتایی تبدیل می‌شود و تصویر دوتایی در واقع تصویر سیاه و سفیدی است که به طور مثال مقادیر خاکستری صفر

به واسطه گلوگاههای باریک و تخلخل بین بلوری و حضور تخلخل غیر مفید به صورت حفرات کوچک است را نشان می‌دهد.

### تصاویر الکترون برگشتی (BSE) و تحلیل تصاویر (Image Analysis) در ارزیابی مخازن

مقاطع نازک تهیه شده با اپوکسی، توسط پوشش کربن، طلا رسانی گردیده و با استفاده از میکروسکوپ الکترونی مجهز به شناساگر الکترون برگشتی BSE، تصاویر الکترون برگشتی از میکروسکوپ به نرم افزار تحلیلگر تصاویر انتقال یافته و مورد پردازش قرار می‌گیرد. تصاویر BSE تصاویری خاکستری (Grey scale image) هستند که در آنها تصویر از پیکسلهای کوچکی ساخته شده است که

