

بررسی اثرات ساختار نمونه و هندسه آزمایش بر نتایج روش‌های آنالیز با باریکه یونی: حرکت به سوی تصویربرداری سه بعدی

طاهره نیکبخت^{۱*}، بهزاد یداللهزاده، میثم زحمتکش اصفهانی، یاشار وثوقی، حسین رفیع خیری

پژوهشکده فیزیک و شتابگرها، پژوهشگاه علوم و فنون هسته‌ای، سازمان انرژی اتمی، ۸۳۶-۱۴۳۹۵، تهران، ایران

چکیده:

روش‌های آنالیز با باریکه یونی روش‌هایی با حساسیت زیاد، غیر مخرب و نسبتاً سریع هستند که به ویژه در ترکیب با یکدیگر، قادر به ارائه اطلاعات عنصری و ساختاری نمونه می‌باشند. با این وجود، با توجه به بررسی نمونه‌های با ساختار نایکنواخت و ناهمگن توسط این روش‌ها، جهت‌گیری نمونه نسبت به باریکه فرودی و همچنین هندسه آزمایش نقش زیادی در نتایج اندازه‌گیری‌ها ایفا می‌کنند. معمولاً برجستگی‌ها و لایه‌های خارجی نمونه بر یون‌ها و فوتون‌هایی که از قسمت‌های عمقی‌تر نمونه می‌آیند تأثیر گذار هستند. در این کار تحقیقاتی اثرات ساختار نمونه و هندسه آزمایش بر نتایج آنالیز STIM و micro-PIXE روی نمونه‌های با ساختار دو بعدی و سه بعدی بررسی می‌شود. در ادامه تصویربرداری سه بعدی به عنوان راهکاری جهت در نظر گرفتن اثرات ساختار و هندسه آزمایش بر نتایج روش‌های آنالیز با باریکه یونی، مطرح می‌شود. همچنین نتایج تلاش‌های صورت گرفته در آزمایشگاه جهت بهره‌برداری از امکان تصویربرداری سه بعدی از نمونه‌ها به اختصار ارائه می‌شود.

کلمات کلیدی: STIM، micro-PIXE، تصویربرداری سه بعدی، باریکه یونی

Investigation of the effects of sample structure and experimental setup geometry on ion beam analysis results: Moving towards 3-D imaging

Tahereh Nikbakht^{*}, Behzad Yadollahzadeh, Meysam Zahmatkesh Isfahani, Yashar Vosoughi, Hossein Rafi-Kheiri

Physics and Accelerators Research School, Nuclear Science and Technology Research Institute, 14395-836, Tehran, Iran

Abstract

Ion beam analysis techniques are highly sensitive, non-destructive and relatively fast and especially in combination with each other, can provide elemental and structural information of samples. However, regarding the results of investigation of samples of inhomogeneous and rough surface by means of these techniques, it has been revealed that the sample structure and experimental setup geometry highly affect the experimental results. Normally, the outer layers of the sample shadow ion beams and photons coming from the deeper layers. In this research work, the effects of sample structure and experimental setup geometry on the results of STIM and micro-PIXE analysis of 2-D and 3-D samples are investigated. 3-D imaging is introduced as an approach which considers the effects of the sample structure and experimental setup geometry on the ion beam analysis results. Also, the results of the efforts have made in the laboratory for the implementation of the 3-D imaging setup is provided.

Keywords: STIM, micro-PIXE, 3-D Imaging, Ion Beam

Email: ¹ .tnikbakht@aeoi.org.ir

۱. مقدمه

تصویربرداری با باریکه یونی به طور متداول تنها در یک هندسه آزمایش مشخص، با توجه به جهت قرارگیری آشکارساز، نمونه و باریکه یونی نسبت به یکدیگر، انجام می‌شود. در این حالت تأثیر ساختار نمونه بر نتایج تصویربرداری و آنالیز، نادیده گرفته می‌شود. در واقع عمق نفوذ چند ده میکرومتری یون‌ها منجر به تداخل اطلاعات لایه‌های عمقی مختلف نمونه در طیف نهایی می‌شود. با این وجود اگر با چرخش نمونه اطلاعات مربوط به عمق‌های مختلف آن بدست آید، عمق نفوذ قابل توجه یون‌ها در نمونه، یک مزیت به شمار خواهد آمد.

مسئله دیگر قابل بررسی، تحلیل و تفسیر نتایج حاصل از به‌کارگیری روش‌های مختلف آنالیز با باریکه یونی روی یک نمونه است. لازم به ذکر است که استفاده از ترکیب روش‌های آنالیز با باریکه یونی جهت کسب اطلاعات جامع‌تر عنصری و ساختاری نمونه‌های مورد بررسی، بسیار متداول است [۱]. در این حالت با توجه به جهت‌گیری متفاوت نمونه نسبت به آشکارسازهای مختلف مورد استفاده در محفظه برهم‌کنش خلاء، امکان مقایسه مستقیم نتایج با یکدیگر وجود ندارد و لازم است اثر جهت‌گیری‌های مختلف نمونه در تفسیر نتایج در نظر گرفته شود.

تصویربرداری از نمونه‌ها در زوایای مختلف امکان بازسازی تصویر سه بعدی نهایی از آن‌ها را فراهم می‌سازد. تصویر سه بعدی نهایی علاوه بر نمایش جزئیات ساختاری و عنصری نمونه، مشکلات مربوط به ساختارهای نهفته نمونه در تصویربرداری دو بعدی را حل می‌کند و امکان مقایسه دقیق‌تر نتایج حاصل از روش‌های آنالیز مختلف بر نمونه را فراهم می‌کند. به همین دلیل در سال‌های گذشته ایجاد زیرساخت مناسب جهت تصویربرداری سه بعدی در مراکز باریکه یونی مختلف مورد توجه قرار گرفته است [۲،۳].

در این کار تحقیقاتی اثرات ساختار نمونه و جهت‌گیری آن نسبت به هندسه آزمایش در تحلیل نتایج نهایی حاصل از دو روش $STIM^1$ (میکروسکوپی یونی عبوری روبشی) و $micro-PIXE^2$ (گسیل پرتوهای ایکس ذره القایی توسط باریکه میکرونی) نشان داده می‌شود. در ادامه ویژگی‌های سیستم طراحی شده در آزمایشگاه واندوگراف جهت چرخاندن نمونه نسبت به راستای باریکه یونی با هدف ثبت تصاویر سه بعدی از آن شرح داده می‌شود.

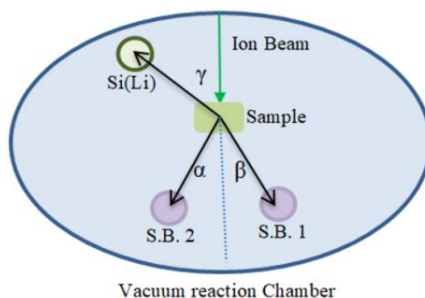
۲. روش کار

از دو آشکارساز سد سطحی (S.B. 1 و S.B. 2) در زوایای متقارن ۳۰ درجه رو به جلو نسبت به راستای باریکه یونی و در فواصل یکسان ۴ cm از محل قرارگیری نمونه جهت انجام آزمایش $STIM$ استفاده شد. با توجه به کارایی بالای آشکارسازهای سد سطحی، امکان جمع‌آوری داده‌های کافی برای آنالیز $STIM$ با استفاده از جریان‌های باریکه کم از مرتبه ۱ fA وجود دارد. بنابراین جهت اجتناب از قرارگیری آشکارسازهای سد سطحی در معرض شار زیاد یون‌های پر انرژی (از مرتبه ۱ pA)، هنگام انجام همزمان آزمایش با روش $micro-PIXE$ ، که با گذشت زمان احتمال آسیب‌رسانی به آن‌ها را زیاد می‌کند، آشکارسازها از راستای مستقیم باریکه یونی منحرف شده تا جریان کمتری دریافت کنند. جهت ثبت طیف پرتوهای ایکس مشخصه نمونه از آشکارساز $Si(Li)$ که در فاصله ۶ cm از سطح نمونه قرار داشت، استفاده شد. پنجره برلیومی آشکارساز $Si(Li)$ با ضخامت حدود $10 \mu m$ ، کارایی آن در مقابل پرتوهای ایکس کم‌انرژی را کاهش می‌دهد و بنابراین امکان آشکارسازی عناصر سبکتر از Na توسط آن وجود ندارد. به طور کلی روش $PIXE$ قادر به آشکارسازی عناصر از Na تا U است. زمان جمع‌آوری طیف‌های $STIM$ و $micro-PIXE$ به ترتیب ۲۵ و ۴۰ دقیقه بود. طرح‌واره‌ای از چیدمان داخلی محفظه برهم‌کنش خلاء مورد استفاده در شکل ۱ آورده شده است.

¹ . Scanning Transmission Ion Microscopy

² . Particle Induced X-ray Emission

برای انجام آزمایش‌ها باریکه پیوسته پروتون با انرژی $2/2 \text{ MeV}$ و جریان حدود 10 pA به کار گرفته شد. نمونه‌های مورد بررسی در این کار تحقیقاتی یک توری فلزی و یک حشره کوچک هستند. باریکه فرودی کانونی شده در ابعاد $10 \times 10 \text{ }\mu\text{m}^2$ جهت روبش مساحتی نزدیک به $2/5 \times 2/5 \text{ mm}^2$ از سطح نمونه‌ها، متناظر با تعداد 256×256 پیکسل و گام $10 \text{ }\mu\text{m}$ استفاده شد. قدرت تفکیک مکانی روش‌های تصویربرداری با باریکه یونی در خط میکروباریکه آزمایشگاه واندوگراف، با توجه به ابعاد باریکه، به $10 \text{ }\mu\text{m}$ محدود می‌شود. از نرم‌افزارهای OM_DAQ، Pymca، ImageJ جهت جمع‌آوری طیف‌ها، تحلیل داده‌ها و استخراج

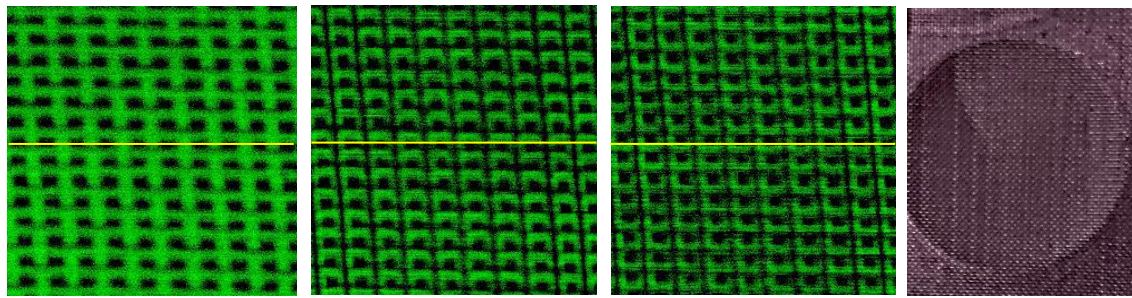


نقشه‌های توزیع عنصری و جرمی نمونه‌ها استفاده شد.

شکل ۱. طرح‌واره‌ای از محفظه برهم‌کنش خلاء مورد استفاده جهت انجام آزمایش‌ها. موقعیت آشکارسازهای Si(Li) و سدسطحی (S.B. 1 و S.B. 2) نسبت به راستای باریکه فرودی توسط زوایای α (30° درجه)، β (30° درجه) و γ (45° درجه) نشان داده شده است.

۳. نتایج

به منظور نشان دادن اثر جهت‌گیری نمونه نسبت به آشکارساز بر نتایج آزمایش نمونه‌های دو بعدی (سطح نمونه‌ها یا نمونه‌های نازک) دارای ساختار، آزمایش‌های micro-PIXE و STIM برای یک نمونه توری انجام شد. در شکل ۲ تصویری از نمونه توری مورد مطالعه به همراه تصاویر توزیع افت انرژی یون‌ها که توسط دو آشکارساز سد سطحی ثبت شده و همچنین نقشه توزیع عنصر آهن در همان ناحیه از توری ارائه شده است. با توجه به این‌که یون‌ها در عبور از حفره‌های توری متحمل افت انرژی نمی‌شوند، نواحی سبز رنگ تصاویر شکل ۲ (ب،ج) حفره‌های توری را نشان می‌دهند. مشاهده می‌شود که ساختار حفره‌ها با توجه به جهت‌گیری توری نسبت به آشکارسازها متفاوت از هم نمایش داده شده است. همچنین به نظر می‌رسد نقشه توزیع عنصری آهن (شکل ۲ (د))، که نماینده شبکه فلزی توری است، نیز با تصاویر STIM متناظر همخوانی ندارد. جهت نمایش واضح‌تر این مسئله، در شکل ۲ (ه،و،ز) نمودارهای نمایه شدت طیفی ثبت شده در تصاویر در امتداد خطوط زرد رنگ افقی آورده شده است. مشاهده می‌شود که این نمودارها ساختارهای تا حد قابل توجهی متفاوت نسبت به یکدیگر را نشان می‌دهند.

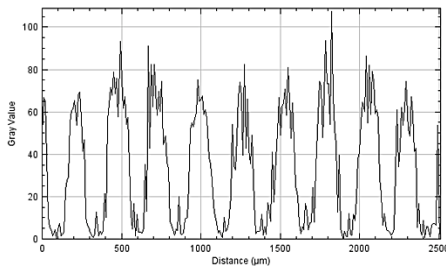


(د)

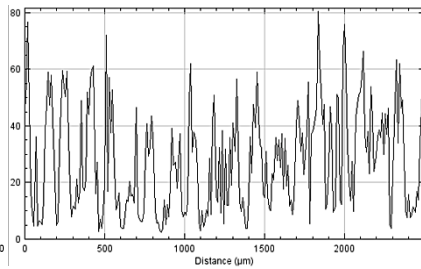
(ج)

(ب)

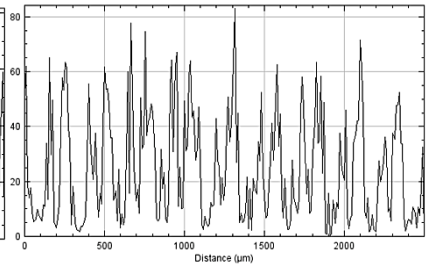
(الف)



(ز)

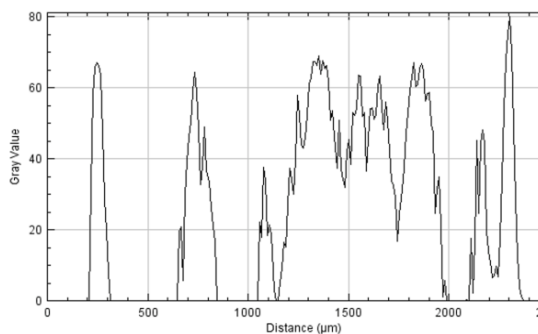
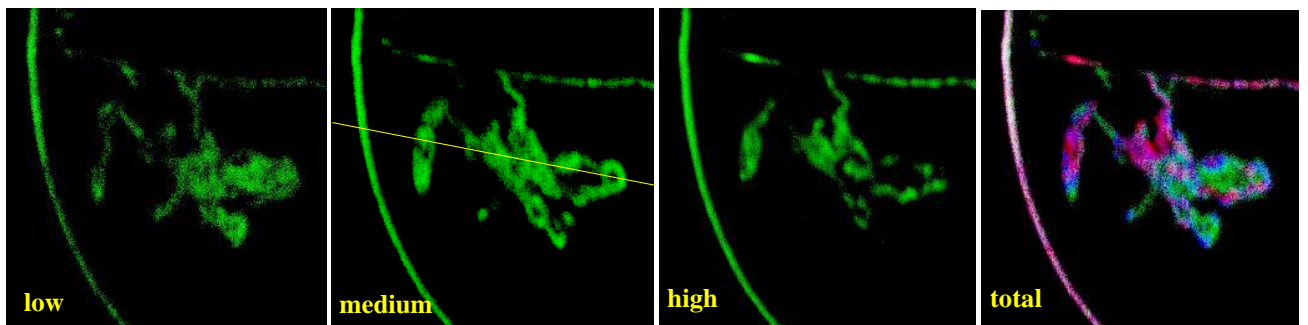
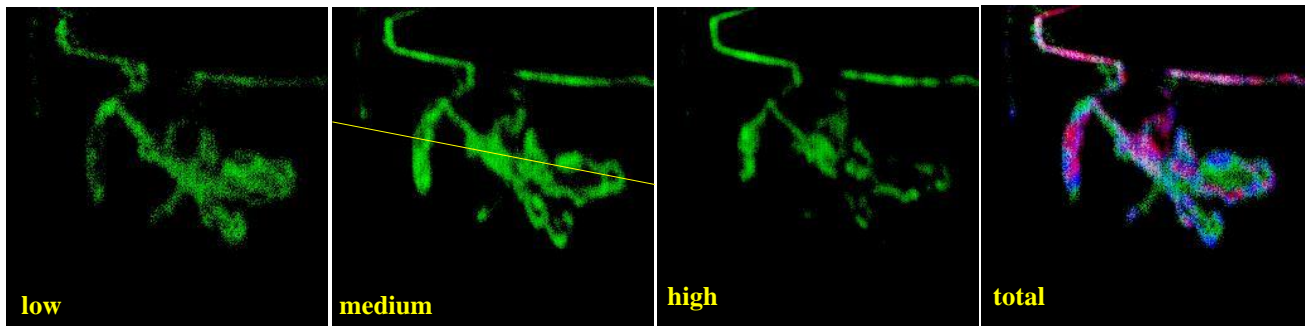
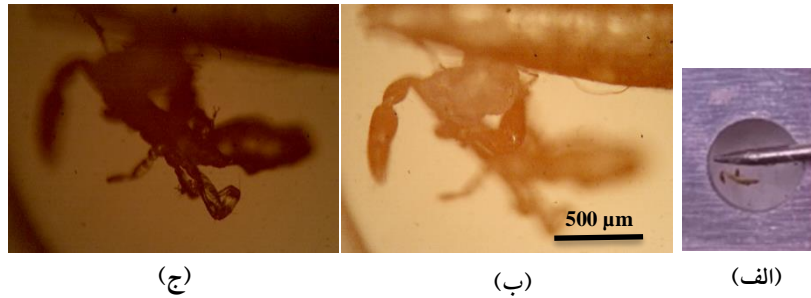


(و)

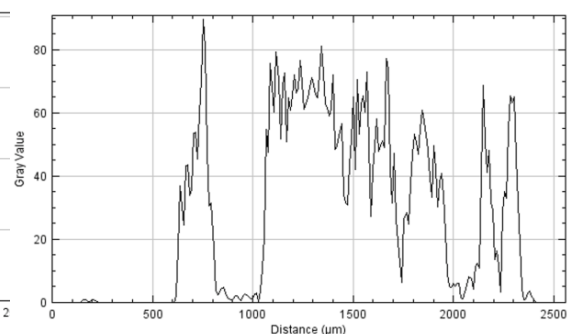


(ه)

شکل ۲. تصویر توری مورد مطالعه (الف)؛ تصویر توزیع شدت انرژی یون‌های فرودی پس از عبور از توری که توسط آشکارسازهای S.B. 1 (ب) و S.B. 2 (ج) ثبت شده‌اند؛ نقشه توزیع عنصر آهن (د)؛ و نمودارهای نمایه شدت طیفی ثبت شده در امتداد خطوط زرد رنگ افقی روی نقشه‌های ردیف بالا (ب، ج، د) به ترتیب در (ه، و، ز).



(ه)

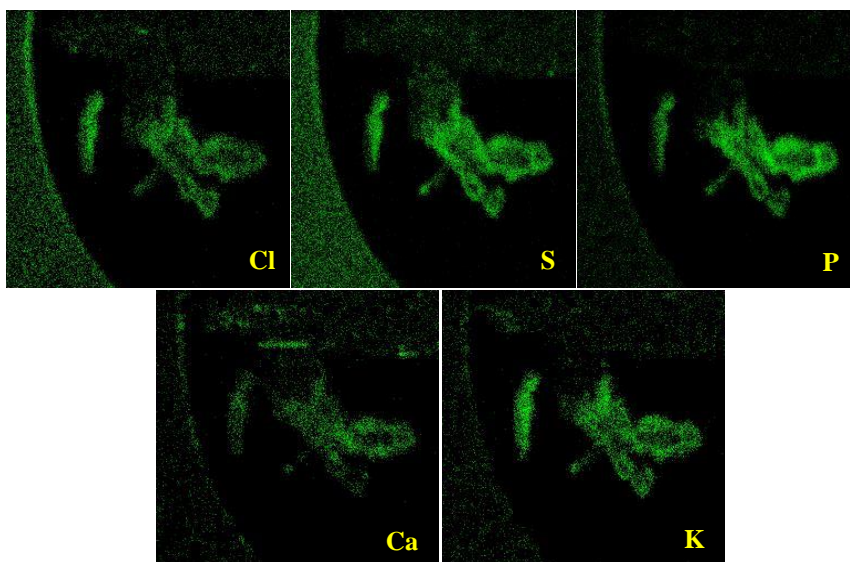


(د)

شکل ۳. تصویر نمونه حشره (الف)؛ تصویر حشره در دو کانون مختلف میکروسکوپ نوری (ب،ج)؛ تصاویر توزیع چگالی جرمی نمونه حاصل از آزمایش STIM به ترتیب از چپ به راست برای نواحی با افت انرژی کم (low)، متوسط (medium) و زیاد (high) و تصویر نهایی (total) حاصل از ترکیب سه تصویر قبل (رنگ قرمز: high، رنگ آبی: medium، رنگ سبز: low) با استفاده از آشکارسازهای S.B. 1 (ردیف دوم) و S.B. 2 (ردیف سوم)؛ نمودارهای نمایه شدت طیفی ثبت شده در امتداد خطوط زرد رنگ روی تصاویر مربوط به افت شدت متوسط یونها در ردیف‌های دوم (د) و سوم (ه).

در حالتی که نمونه‌های با ساختار سه‌بعدی (نمونه‌های بسیار کوچک) مورد آزمایش قرار می‌گیرند، تأثیر هندسه آزمایش بر نتایج نسبتاً شدیدتر می‌شود. به منظور نشان دادن این موضوع، نتایج حاصل از انجام آنالیز STIM بر یک نمونه حشره کوچک به همراه تصاویر حشره در شکل ۳ آورده شده است. طیف STIM حاصل از عبور یونها از نمونه بر اساس میزان افت شدت آن‌ها به سه

قسمت تقسیم شده است. مشاهده می‌شود که بیشترین افت انرژی یون‌ها (high) در قسمت‌های خارجی بدن حشره با بافت سخت تر رخ می‌دهد و کمترین افت انرژی (low) مربوط به قسمت‌های داخلی بدن حشره است که معمولاً بافت نرم‌تری دارد. نقشه توزیع عنصری عناصر اصلی قابل آشکارسازی به روش PIXE متداول در شکل ۴ نشان داده شده است. عناصر آشکارسازی شده حشره از P تا Ca در بازه انرژی ۲-۴ keV هستند. با توجه به عدم امکان آشکارسازی عناصر آلی سبکی مانند کربن و نیتروژن با استفاده از روش micro-PIXE، و همچنین بررسی نقشه‌های توزیع عنصری نمونه، به نظر می‌رسد قسمت‌های درونی بدن حشره از این عناصر سبک تشکیل شده باشد. این نواحی توسط روش STIM قابل آشکارسازی و متناظر با نواحی با کمترین افت انرژی (low) هستند. لازم به ذکر است که برای انجام تمامی آزمایش‌ها موقعیت حشره نسبت به باریکه فرودی ثابت بود. مقایسه نتایج STIM و micro-PIXE نشان دهنده آن است که تصاویر STIM قادر به نمایش جزئیات ساختاری بدن حشره با وضوح بیشتری هستند. دلیل این امر آشکارسازی مستقیم یون‌های عبوری از نمونه در روش STIM و کارایی نزدیک به صد درصد آشکارساز سد سطحی است.

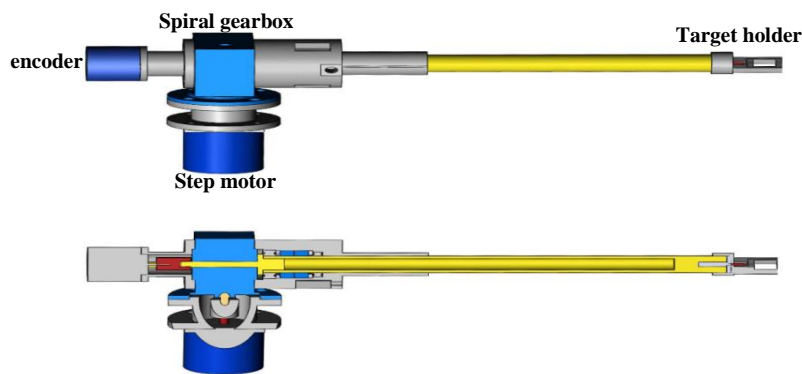


شکل ۴. نقشه‌های توزیع عنصری عناصر اصلی قابل آشکارسازی نمونه حشره توسط روش PIXE.

مقایسه نمودارهای شکل ۳ (د) و (ه) که به ترتیب نمایه شدت طیفی ثبت شده در راستای خطوط زرد رنگ تصاویر medium ردیف دوم و سوم را نشان می‌دهند بیانگر تفاوت ظاهری ساختار ثبت شده برای نمونه توسط دو آشکارساز سد سطحی واقع در مکان‌های مختلف، است. با توجه به موقعیت مختلف آشکارساز Si(Li)، تفاوت ساختاری ظاهری مشابهی نیز بین نقشه‌های توزیع عنصری و تصاویر STIM وجود دارد. در این شرایط امکان مقایسه دقیق تصاویر حاصل از آشکارسازهای مختلف وجود ندارد. اهمیت این مسئله با توجه به این که روش آنالیز STIM اغلب به منظور نرمال‌سازی جرم در آنالیز میکروپروپ هسته‌ای به کار می‌رود [۴]، بیشتر مشخص می‌شود.

با توجه به اهمیت دسترسی به امکان تصویربرداری سه بعدی جهت افزایش دقت اندازه‌گیری‌ها در مراکز آنالیز با باریکه یونی، در آزمایشگاه واندوگراف تهران نیز تلاش جهت راه‌اندازی سیستمی که امکان تصویربرداری از نمونه در زوایای دقیق با گام‌های کوچک را فراهم سازد، در حال انجام است. برای این منظور یک سیستم چرخاننده نمونه جهت نصب روی محفظه میکروباریکه هسته‌ای طراحی و در حال اتمام مراحل ساخت است. در شکل ۵ نمایی از سیستم چرخاننده نمونه طراحی شده در آزمایشگاه ارائه شده است. در این سیستم از موتور پله‌ای متصل به گیربکس حلزونی جهت چرخش نمونه در گام‌های کوچک کسری از یک درجه استفاده می‌شود. یک انکودر جهت کنترل میزان چرخش نمونه و اطمینان از موقعیت نمونه در هر مرحله، به کار

گرفته می‌شود. جهت حفظ خلاء محفظه برهم‌کنش حین انجام آزمایش‌ها و ثبت جریان باریکه فرودی بر نمونه، از قطعات مختلف ایزوله کننده، مانند پکینگ‌ها و Vacuum Feed Through، در ساختار سیستم چرخاننده نمونه استفاده شده است. پس از تکمیل فرایند ساخت و نصب سیستم چرخاننده نمونه در خلاء و انجام آزمایش‌های مقدماتی، گام بعد فراهم نمودن نرم‌افزار بازسازی تصاویر سه‌بعدی خواهد بود.



شکل ۵. تصویر طرح کلی سیستم چرخاننده نمونه در خلاء (بالا) و برش عرضی آن (پایین).

۴. نتیجه‌گیری

استفاده از روش‌های آنالیز با باریکه یونی برای مطالعه نمونه‌های ناهمگن و ناهموار به دلیل اثرات سایه‌ای لایه‌های سطحی تر بر یون‌ها و فوتون‌هایی که از عمق‌های بیشتر نمونه می‌آیند، می‌تواند از دقت اندازه‌گیری‌ها بکاهد. در این شرایط لازم است ساختار نمونه از زوایای مختلف مورد بررسی قرار گیرد و در واقع تصویر سه‌بعدی از نمونه ایجاد شود. این امر به ویژه در شرایطی که داده‌های حاصل از روش‌های مختلف آنالیز با باریکه یونی با یکدیگر مقایسه می‌شوند و به اطلاعات تکمیلی در مورد ساختار و ترکیب عنصری نمونه مورد نیاز است، اهمیت بیشتری پیدا می‌کند. در این کار تحقیقاتی این مسئله تا حدودی برای نتایج اندازه‌گیری‌های STIM و micro-PIXE برای نمونه‌های با ساختار دو بعدی و سه‌بعدی نشان داده شد.

با توجه به اهمیت هندسه آزمایش در نتایج روش‌های آنالیز با باریکه یونی، راه‌اندازی چیدمان تصویربرداری سه‌بعدی از نمونه‌ها در آزمایشگاه واندوگراف تهران در حال انجام است. چرخاندن نمونه نسبت به راستای باریکه یونی در گام‌های کوچک، ساختار آن در زوایای مختلف را آشکارسازی می‌کند. با اتمام مراحل ساخت و نصب سیستم چرخاننده نمونه بر محفظه برهم‌کنش میکروباریکه، انتظار می‌رود در آینده نزدیک امکان تصویربرداری سه‌بعدی در آزمایشگاه واندوگراف تهران فراهم شود.

۵. مراجع

1. C. Jeynes et al., "Total IBA"–Where are we?, Nucl. Instrum. Methods Phys. Res. B **271**, 107 (2012).
2. M. Wegdén et al., *Development of a microtomography system at the Lund sub-micron beamline*, Nucl. Instrum. Methods B **249**, 756 (2006).
3. C. Michelet et al., *Development and applications of STIM- and PIXE-tomography: A review*, Nucl. Instrum. Methods B **363**, 55 (2015).
4. J. Pallon et al., *An off-axis STIM procedure for precise mass determination and imaging*, Nucl. Instrum. Methods B, **219-220**, 988 (2004).