

## TARAMA ELEKTRON MİKROSKOBUNUN TEMEL PRENSİPLERİ VE NUMUNE HAZIRLAMA

Dr. Nurgün ERDİN<sup>1</sup>

### Kısa Özet

Hızlandırılmış elektronların dalga boylarının daha kısa olduğu ve bu dalga boyu ile daha yüksek ayırım gücü elde edilebileceği teorisinden yararlanılarak geliştirilen tarama elektron mikroskopunda, ayırım gücü 4 nm'ye kadar yükseltilmiştir. Odak derinliği, 1000×büyültmede optik mikroskopta 0,1 µm iken tarama elektron mikroskopunda bu mesafe 30 µm dur. Bu özellikleri yardımı ile elektron mikroskopta bir numunenin topografik ayrıntıları net olarak görülebildiği halde optik mikroskopta sadece yüzey görüntüsü alınabilmektedir. Tarama elektron mikroskobu; ayırım gücünün, büyültme oranlarının yüksek olması, görüntü sinyallerini sayısal hale çevirerek görüntüdeki ölçüm ve kimyasal analizlerin bilgisayarla yapılmasının mümkün olması, kolay numune hazırlanması gibi özellikleri nedeniyle, giderek daha yaygın uygulama alanı bulmaktadır.

Bu makalede, elektron mikroskobunun sayılan özellikleri, genel dizaynı içinde ele alınarak numune hazırlama hakkında bilgi verilmektedir.

### GİRİŞ

İnsan gözünün iki noktayı birbirinden ayırabilme yeteneği, 100 m uzaklıkta ve aralarında 2,5 cm mesafe olan iki noktayı ayrı ayrı görmeye yetecek kadardır. Diğer bir deyişle; insanın çok ince ayrıntıları görebilme yeteneği yani, ayırım gücü sınırlıdır. Bu nedenle, görüntü iletimini sağlayan ışık yolları merceklerle değiştirilerek, çok küçük ayrıntıların görülebilmesini sağlayan çeşitli aygıtlar geliştirilmiştir. Çok küçük ayrıntıların incelenebilmesi için geliştirilen aygıtlardan Tarama Elektron Mikroskobu (Scanning Electron Microscope «SEM») ayırım gücünün yüksek olması, görüntü ile numune analizini birleştirebilme özelliğinde olması nedeniyle günümüzde araştırmalarda geniş ölçüde kullanılan bir aygıt haline gelmiştir. Bu mikroskopta ayırım gücü; Optik donanım, etkileşim hacim sınırları, sinyal seviyesine bağlı olmakla beraber kısaca, en ince demet çapı ile sınırlıdır denebilir.

İlk ticari tarama elektron mikroskobu 1965 yılında piyasaya çıkarıldıktan sonra hızla geliştirilerek, bugünkü modern tarama elektron mikroskoplarının ayırım gücü 35 keV uyarıma gerilimindeki ikincil elektron görüntüsü için 40 A°-50 A°'na kadar düşürülmüştür. Bu mikroskopların büyültmeleri 300.000-500.000 X arasında değişim göstermektedir.

### 1. Tarama Elektron Mikroskopunun Genel Dizaynı

Tarama elektron mikroskopunda ve optik mikroskopta görüntü oluşumu Şekil 1'de şematik olarak verilmiştir.

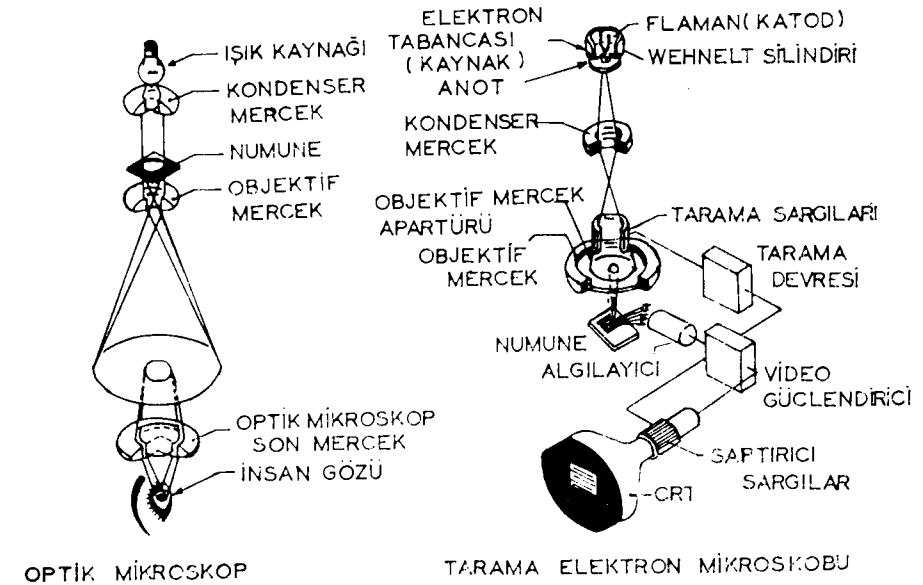
Şekilde görüldüğü gibi tarama elektron mikroskobu genel olarak; optik kolon, numune odacığı, elektronik donanım olmak üzere üç bölümden oluşmaktadır.

#### 1 — Mikroskopun optik kolonu içinde;

##### 1.1. Elektron demetinin kaynağı olan ELEKTRON TABANCASI

1.2. Elektronları numuneye doğru hızlandırmak için yüksek gerilimin uygulandığı ANOT PLAKASI

1.3. Demeti toplamak ve yönlendirmekte kullanılan KONDANSÖR ve OBJEKTİF MERCEKLERİ



Şekil 1. Optik Mikroskop ve Tarama Elektron Mikroskopunda Görüntü Oluşumu.

1.4. Numune yüzeyini taramak için demeti uygun şekilde saptıran TARAMA BOBİNLERİ bulunmaktadır.

<sup>1</sup> İ.Ü. Orman Fakültesi Orman Endüstri Mühendisliği Bölümü, Orman Biyolojisi ve Odun Koruma Teknolojisi Anabilim Dalı.

2 — Numune odacığı, optik kolonun açıldığı bölüm olup;

2.1. Üç boyutta hareket edebilen NUMUNE KIZAĞI

2.2. Demet-numune etkileşimi sonucunda oluşan değişik sinyallere duyarlı ALGILAYICILAR'dan meydana gelir.

3 — Mikroskopun elektronik donanımı,

3.1. Flaman akımı, mercecek akımı ve uyarma gerilimini kararlı tutarak DEMET- NUMUNE ETKİLEŞİMİ sonucunda çıkan sinyalleri algılamak,

3.2. Algılayıcılardan gelen sinyalleri işleyerek numunenin değişik özelliklerini yansıtan GÖRÜNTÜLERİN OLUŞUMUNU sağlamaktadır.

## 1. ELEKTRON MİKROSKOPU OPTİK KOLONU

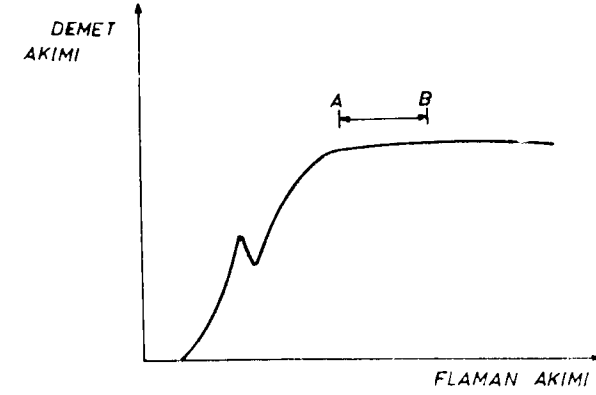
### 1.1. Elektron Tabancası

Elektron tabancası, mikroskopta kararlı bir elektron demeti oluşturan elektron kaynağıdır ve altında daire şeklinde bir delik bulunan Wehnelt silindiri ile bunun içindeki Wolfram telden yapılmış flamandan meydana gelir. Flamanın ucunun wehnelt silindrine uzaklığı 0,20 mm - 0,25 mm olmalıdır. Elektronların salınışı, flamanın kontrollü bir voltaj altında ısıtılması ile sağlanır. Flamanın sıcaklığı 2700 Kelvine kadar çıkmaktadır. Bu sıcaklık her türlü korozyona sebep olduğundan, flaman zamanla oksitlenip gevrekleşir ve eskir. Flaman tel, kalınlaştırılırsa ömrü uzar fakat ısıtmak için gerekli akım artar. En uygun kalınlığın wolfram teller için 0.125 mm olduğu saptanmıştır.

### 1.2. Anot Plakası

Flamandan salınan elektronların tekrar flaman üstüne düşmelerini önlemek için elektronları, optik kolon yönünde hızlandırmak gerekir. Ve bu amaçla flamanla anot arasında 1 - 50 kV'luk bir gerilim uygulanır. Bu gerilimin etkisiyle hızlanan elektronlar kolonu geçip numuneye çarparak, görüntü oluşumunda kullanılan sinyallerin numuneden çıkmasını sağlarlar. Elektronlara kinetik enerjilerini veren bu gerilime UYARMA GERİLİMİ denmektedir.

Flamanın ucunda elektron yayınının olduğu alanı küçültmek için, wehnelt silindrine 0 ile 2500 volt arasında ters kutuplaşma gerilimi uygulanır. Böylece anot ile wehnelt silindiri arasında demetin en ince olduğu nokta, yani kesişme noktası (crossover point) oluşturulur. Kesişme noktasındaki demet çapı numune üzerine odaklandığında, demet çapı ne kadar küçükse görüntü o kadar net olur. Ayrıca, iyi bir görüntü sağlamak için demetteki akım yoğunluğunun fazla olması, yani elektron demetinin parlak olması da istenmektedir. Demet çapının küçük ve demetin parlak olması için wehnelt silindirindeki ters kutuplama gerilimi amaca göre ayarlanmalı ve flaman ömrünü uzatabilmek için kararlı demet akımının elde edildiği en düşük sıcaklıkta çalışmalıdır (Şekil 2).



Şekil 2. Flaman akımı ile demet akımının değişimi.

Şekil 2'de görüldüğü gibi, Flaman akımının belli bir değerinden sonra elektron demet akımındaki artış durmakta ve sabit kalmaktadır. Böylece flaman akımının daha fazla artırılması ile demet akımı değiştirilememektedir. Kararlı bir demet akımı elde etmek için şekilde A - B ile işaretlenen bölgede, çalışmak yeterli olmaktadır. A - B bölgesinde, flaman akımında değişiklik olsa bile demet akımı sabit kalacaktır.

### 1.3. Kondansör ve Objektif Mercekleri

Tarama elektron mikroskopunda kondansör ve objektif mercekleri, elektro manyetik mercekleri oluşturmaktadır.

Kondansör mercekleri; elektron demetini kesişme noktasında daraltıp, yoğunlaştırarak demetin küçük bir görüntüsünü oluşturur.

Objektif mercekleri; elektron demetini numune yüzeyine odaklar. Bu mercekler görüntünün kalitesi üzerinde etkili olduğundan, elektron mikroskopunun en önemli parçaları olarak kabul edilirler.

### 1.4. Tarama Bobinleri

Elektron demetinin numune yüzeyini tarayabilmesi için, periyodik olarak soldan sağa ve aynı anda yukardan aşağıya kaydırılması gerekmektedir. Kaydırma işlemi tarama (saptırma) bobinleri yardımıyla yapılmaktadır. Elektron mikroskopunda analiz işlemi yapılacaksa; demetin, numune üzerinde seçilecek bir noktaya odaklanması gerekir ve bu odaklama işlemi de tarama bobinlerinden faydalanılarak yapılır.

Optik kolon içinde bulunan iki grup saptırma bobininden birinci grup; elektron demetini optik kolondaki apertürlere göre merkezlemek için, ikinci grup; görüntü kaydırma işlemi için kullanılır. Demete istenilen yönde sabit bir sapma vererek, numuneyi yerinden oynatmadan incelenen alan değiştirilir. Ancak demeti saptır-

mak suretiyle alan kaydırma işlemi çok küçük mesafelerde yapılabilirdiğinden sadece yüksek büyütmelelerde yararlanılabilmektedir.

### 1.5. Optik Kolonda Oluşan ve Görüntüyü Etkileyen Hatalar

Optik kolonda kaynaklanan ve görüntüyü etkileyen hatalar; küresel kusur, kromatik kusur, difraksiyon kusuru ve astigmatik kusur olmak üzere dört grupta toplanabilir.

#### 1.5.1. Küresel Kusur

Küresel kusur, elektron mikroskopunda görüntünün netliğini bozan bir mercektir. Numunenin optik ekseninde bir A noktasından ayrılan elektronlar, elektro manyetik mercektir tarafından A' yerine A'' noktasında odaklanırsa, A noktasının görüntüsü ekranda disk şeklinde olur. Görüntü sınırları bulanıklaşarak net bir görüntü elde etmek mümkün olmaz.

Küresel kusur;

$$C_s = \gamma_0 \left[ \frac{E}{(Ni)^2} \right]^2 \quad \text{eşitliği ile ifade edilmektedir.}$$

Burada;

$C_s$  = küresel kusur katsayısı

$E$  = uyarma gerilimi

$\gamma_0$  = merceğe bağlı sabite

$N$  = mercektir sargı sayısı

$i$  = mercektir akımını göstermektedir.

Denklemden görülebileceği gibi; küresel kusur katsayısını azaltmak için, uyarma gerilimi ( $E$ ) azaltılabilir. Ancak uyarma gerilimi düşürüldüğünde, algılayıcılar yeterli sinyali alamayabileceklerinden her zaman bu yola başvurmak pratik bir yöntem değildir.

Küresel kusur katsayısını düşürmenin diğer bir yolu, ( $Ni$ ) değerini yükseltmek olabilir. Mercektir sargı sayısı değişmeyeceğinden mercektir akımını artırarak bu değeri yükseltmek mümkündür ve merceğin odak uzaklığı kontrol edilerek mercektir akımı artırılmaktadır. Böylece odak uzaklığı kısaldıkça küresel kusur katsayısının azaldığı görülür. Ancak odak uzaklığı belirli bir yere kadar kısaltılabilmektedir. Numuneden çıkan sinyallerin çevredeki algılayıcılara ulaşabilmesi için numune ile objektif merceği arasında yeterli bir mesafenin bulunması gerekmektedir.

Küresel kusuru en aza indirecek pratik yöntem, inceleme için yeterli olan en küçük apertürle çalışmaktır.

#### 1.5.2. Kromatik Kusur

Elektronik kararsızlıklar nedeni ile demetteki elektronların farklı hızlarda hareket etmesi sonucunda ortaya çıkan bir mercektir kusurudur. Uyarma gerilimindeki

$\pm \Delta$  kadar bir değişiklik sonucu farklı hızlarla gelen elektronlar, elektro manyetik mercekler tarafından farklı noktalara odaklanır ve görüntü net olmaz.

Bu kusuru azaltmak için, elektron mikroskopun güç kaynağının kararlı elektronik devrelerle oluşturulması, demet dağılım açısının küçük tutulması ve kısaca odak uzaklığında çalışılması gerekmektedir.

#### 1.5.3. Difraksiyon Kusuru

Elektron demeti kolondan inerken çeşitli saçılımlara uğrar ve görüntü düzlemindeki görüntü şiddeti periyodik olarak değişerek, aydınlık, karanlık noktalar meydana gelir.

Difraksiyon kusurunu en aza indirmek için elektron dalga boyunun kısaltılması veya demet dağılım açısının büyütülmesi gerekir.

#### 1.5.4. Astigmatik Kusur

Bir merceğin elektromanyetik alanı asimetric olduğundan farklı odak noktaları göstererek elektron demetinin iki ayrı noktada kesişmesine neden olur. Astigmatizm kusuru görüntünün kalitesini ve mikroskopun ayırma gücünü büyük ölçüde düşürmektedir. Optik kolon içindeki, özellikle apertürler üzerindeki kir, toz zerrecikleri astigmatik kusuru oluşturan başlıca nedenlerdir. Demet çapı tam yuvarlak değil elips şeklindedir. Düzeltmek için netlik düğmesi ile oynandığında görüntü uzar veya kısılır.

Astigmatik kusurun düzeltilmesinde stigmatör denilen dörtlü veya sekizli manyetik bir bobin sistemi kullanılmaktadır. S, manyetik alanda mevcut asimetriye aynı şiddette fakat ters yönde bir alan yaratarak simetric alan oluşturma esasına dayanmaktadır.

## 2. ELEKTRON MİKROSKOPU NUMUNE ODACIĞI

Tarama elektron mikroskopunda, numune tutucusunun ve çeşitli algılayıcıların bulunduğu bölme numune odacığı, denmektedir. Optik kolon alttan bu odacığa açılarak, demet numune etkileşimi sonucunda oluşan sinyallerin algılayıcılara ulaşması sağlanmaktadır. Odacığın dış etkenlerden korunması için numune yerleştirme işlemi beyaz, toz bırakmayan bir eldivenle yapılmalıdır.

### 2.1. Numune Kızağı

Numune odacığı içinde bulunan numune kızağı, numune tutucusunu taşımakta ve x, y, z boyutunda rahatlıkla hareket ederek, çevirme ve tilt (eğme) yapabilme özelliğinde olmalıdır. Numune yerleştirildikten sonra odacığın vakumla havası alınır. Geliştirilmiş tarama elektron mikroskoplarında vakumu bozmadan numuneyi mikroskopa yerleştirmek veya almak için ön odacıklar bulunmaktadır. Bu durumda sadece ön oda vakumlanmakta ve vakum süresi kısaldığı gibi mikroskopun kirlenme ihtimalide azalmaktadır.

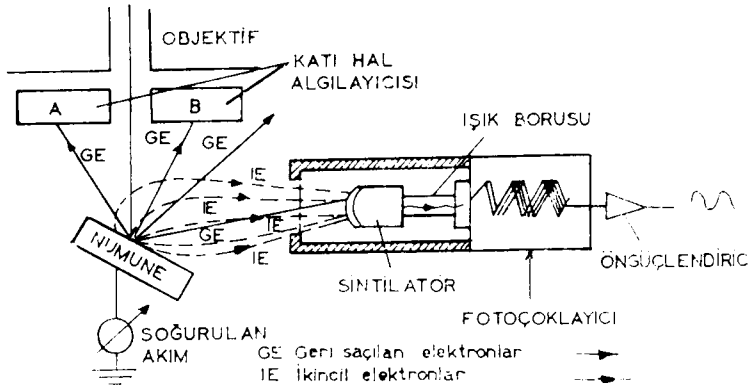
## 2.2. Algılayıcılar

Elektron demeti - numune etkileşimi sonucunda; ikincil elektronlar, geri - saçılan elektronlar, karakteristik X ışınları, katodoluminisans, auger elektronları, soğurulan elektronlar ile numune gerilme sinyalleri oluşmaktadır. Soğurulan elektronlar numuneden toprağa giden akım olduğundan elektrik sinyali halinde olup bir algılayıcı gerektirmezler, güçlendirici devrelerle görüntü oluşumunda kullanılacak seviyeye getirilirler. Diğer sinyallerin herbiri için özel olarak geliştirilmiş algılayıcılar vardır.

Görüntü oluşturmada en yaygın olarak, ikincil elektronlar, geri - saçılan elektronlar ve soğurulan elektronların sinyalleri kullanılmaktadır.

### 2.2.1. İkincil Elektron Algılayıcıları (Sintilatör - Fotoçoklayıcı Sistem)

Elektron demeti - numune etkileşimi sonucu oluşan ikincil elektronlarla, yalnızca algılayıcı yönünde numuneden çıkan geri saçılmış elektronlar sintilatör üzerindeki fosfor tabakasına çarparak ışık oluşturmaktadırlar (Şekil 3).



Şekil 3. İkincil elektron ve geri saçılan elektron algılayıcıları.

Şekilde görüldüğü gibi sintilatörde oluşturulan ışık, ışık borusu kanalıyla fotoçoklayıcıya gelerek burada elektron akışına neden olmakta ve fotoçoklayıcıdan alınan sinyal öngüçlendiriciden geçirilerek, mikroskopta görüntüyü oluşturan elektronik devrelere iletilmektedir. Bu tip algılayıcılarla ikincil elektronların çoğu toplanabildiğinden görüntüsüz bir görüntü elde edilebilmektedir.

### 2.2.2. Yüksek Enerjili Geri Saçılan Elektron Algılayıcıları (Katı Hal Algılayıcılar)

Numuneden yayılan yüksek enerjili geri - saçılmış elektronların algılanmasında katı hal algılayıcıları kullanılmaktadır. Şekil 3'de görüldüğü gibi bu algılayıcılar, optik kolonun altında yarım ay şeklinde iki yarıdan oluşmuşlardır. Her yarıya ulaşan sinyaller ayrı ayrı elektronik devrelere geldiğinde bu iki sinyalin farkı alınırsa, numunenin topografik özelliklerini veren bir görüntü, iki sinyalin toplamı alınırsa numunenin bileşimini yansıtan bir görüntü elde edilir.

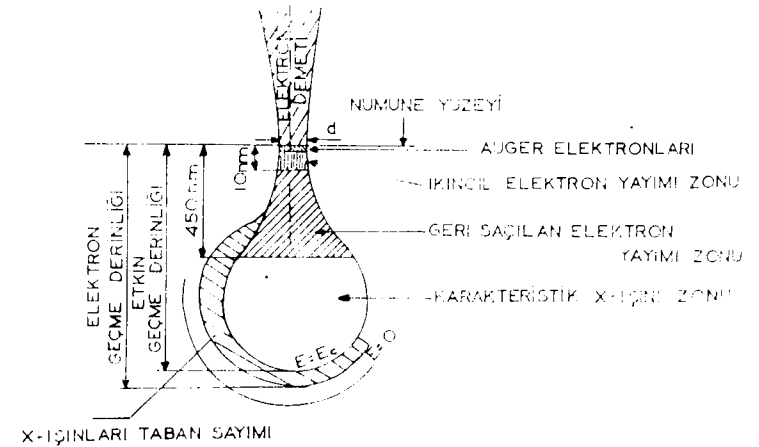
## 3. ELEKTRON MİKROSKOPUNUN ELEKTRON DONANIMI

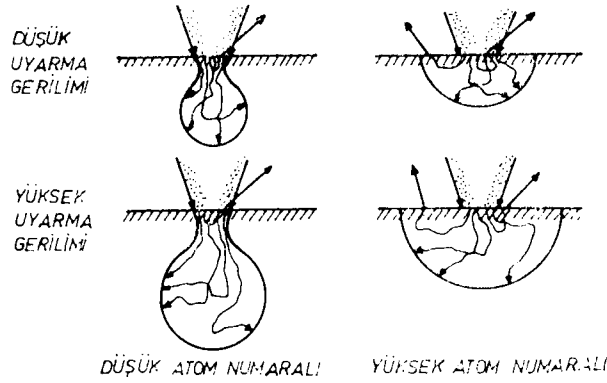
### 3.1. Demet - Numune Etkileşimi

Demetle numune üzerine gelen elektronlar ya, numune atomlarının elektrostatik alanıyla etkilenmekte veya numune atomlarının yörüngesindeki elektronlarla çarpışmaktadır.

Elektrostatik alanla olan etkileşim yön değiştirme şeklinde gerçekleşmekte ve bu elektronların bir kısmı numuneden dışarı çıkarak geri saçılmış elektronları oluşturmaktadır (Şekil 4).

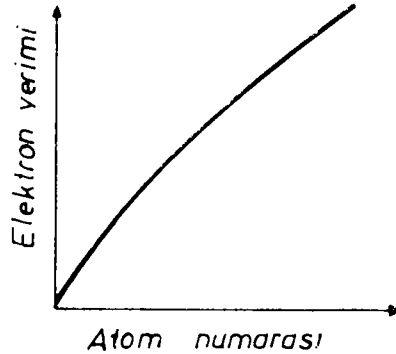
Demet elektronları numune atomlarının dış atom yörüngelerindeki elektronlarla çarpıştırsa, ikincil elektronlar oluşmaktadır. İç yörüngelerdeki elektronlarla demet elektronlarının çarpışması sonucunda ise, bu yörüngelerdeki elektronlar sökülerek, iç yörüngelerde meydana gelen boşluklar dış yörüngelerdeki elektronlardan biri tarafından doldurulmakta ve iki konum arasındaki enerji farkı X - ışını olarak yayımlanmaktadır. Bazen, X - ışını yayımlanması yerine dış yörüngelerden bir Auger elektron da çıkabilmektedir. Numune yüzeyine gelen elektronların bir kısmı elastik çarpma sonucu enerjilerinden fazla bir kayıp vermeden numune içinde hareket edebilirler. Yön değiştirip yüzeye ulaşabilen elektronların dışarı çıkabilmeleri için, hızlarının en az, yüzey enerjisini yenebilecek kadar olması gerekmektedir. Aksi halde elektronlar numuneden çıkamaz ve soğurulan elektron olarak toprağa atılırlar (Şekil 4). Demet - numune etkileşimi sonucu elde edilen; geri saçılan elektronlar ile ikincil elektronlar görüntü oluşumunu, X - ışınları ile Auger elektronları ise, ince bir yüzey tabakasının kimyasal analizini sağlamaktadır.





Şekil 5. Numune etkileşim hacmi şekil ve boyutlarının atom ağırlığı ve uyarma gerilimi ile değişimi.

Şekilde görüldüğü gibi atom ağırlığı düşük olan numunelerde, etkileşim hacmi yağmur damlası şeklini alırken, atom ağırlığı yüksek olan numunelerde, etkileşim hacmi yarı küresel bir şekil almaktadır. Uyarma gerilimini artırarak bu etkileşim hacminin şeklini değiştirmek mümkün olmamakta sadece derinlikte değişim meydana gelmektedir. Etkileşim hacminin şekli ve büyüklüğü tarama elektron mikroskopunda ayırım gücünü sınırlayan ana etkidir ve etkileşim hacminden daha küçük ayrıntılar görülemez. Sinyal sırasına göre, demet elektronlarının etkileşim hacmini etkileyen koşullar gözlemlendiğinde; Geri saçılan elektronların oluşturduğu etkileşim hacmi, numunenin ortalama atom numarasına ve numune yüzeyinin eğimine bağlıdır (Şekil 6).

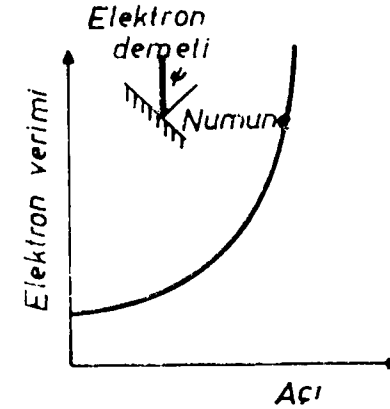


Şekil 6. Atom numarası ile geri saçılan elektron veriminin değişimi.

Bu elektronların, geri çıkış sırasında elastik olmayan çarpışmalarla enerjilerinde azalma olabilir. Bu nedenle hafif elementlerde etkileşim hacmi daha sığdır ve geri saçılan elektronlar yüzeye yakın hareket ettiğinden yüzeyden dışarı kaçabilme olasılığı daha yüksektir. Böylece atom numarası düşük olan numuneden açık renk, yüksek olan numuneden koyu renk görüntü alınmaktadır.

Geride saçılan elektronlar yüzeyi düz olan numunelerden en fazla elde edilmektedir. Elektron demeti numuneye dik olarak gelmesine rağmen, numune, yüzeyindeki pürüzler nedeniyle yüzey ayrıntılarında demet-numune açısı değişebilir. Bu durumda, sabit konumda olan algılayıcıya ulaşan geri saçılmış elektronların miktarında değişecektir. Geri saçılan elektronların bu özelliğinden yararlanarak numune yüzeyinin topografik özellikleri incelenmektedir.

Mikroskopta görüntü kalitesini etkileyen ikincil elektronların etkileşim hacminde numunenin ortalama atom numarası ve düşük uyarma gerilimi fazla etkili değildir. Demetin numune yüzeyi ile yaptığı açı ile ikincil elektron verimi değişmektedir (Şekil 7).



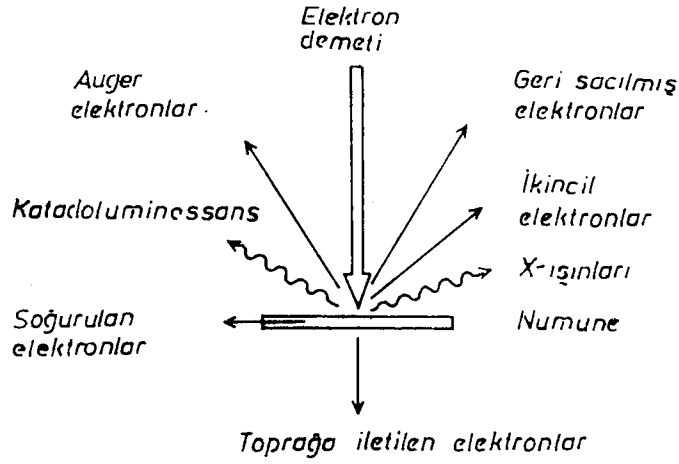
Şekil 7. Elektron demetinin numune yüzeyi ile yaptığı açıyla ikincil elektron veriminin değişimi.

Demet numune etkileşimi sonucunda elde edilen en düşük rezölüsyonlu görüntü -X ışınları görüntüsüdür. Bu ışınlar numune yüzeyinden yayılan enerji seviyesine göre, elektron mikroskopa ilave edilmiş silisyum dedektörü yardımı ile toplanarak spektrometreden izlenebilir. Karbonla kaplanmış numunenin bileşim özelliklerini incelemeye, numunenin atom numarası, uyarma gerilimi, etkileşim hacmi boyutları ve ışınların çıkış açısı etkili olmaktadır.

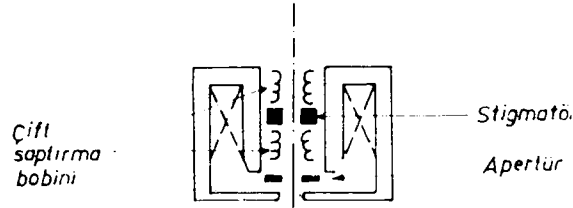
Tarama elektron mikroskopunda demet-numune etkileşimi sonucunda çıkan bu sinyallerin algılanması ile görüntü oluşmaktadır.

### 3.2. Görüntü Oluşumu

Akımı, çapı ve sapması bilinen bir elektron demetinin tek bir noktada numune yüzeyine çarpması sonucunda; ikincil, geri saçılan, soğurulmuş elektronlar ve X-ışınları gibi kaydedilen sinyaller oluşmaktadır (Şekil 8). Elde edilen bu sinyaller algılayıcılar tarafından toplanarak, demetin çarptığı tek noktanın topografik ve bileşim görüntüsü belirlenmektedir. Numune yüzeyinin sadece demet çapı kadar bir noktasının özelliklerini incelemek yeterli olmayacağından daha geniş bir yüzeyin özelliklerini incelemek için numunenin veya demetin hareket ettirilmesi gerekmektedir. Demetin hareketi Şekil 9'da şematik olarak görüldüğü gibi son objektif



Şekil 8. Numuneden elastik veya elastik olmayan saçılmalar sonucunda yayımlanan elektronlar ve magnetik dalgalar.



Şekil 9. Saptırma bobinlerinin objektif mercekteki konumları

merceğine yerleştirilen iki grup saptırma bobini yardımı ile sağlanır. Bu bobinler elektron demetini x-y yönünde hareket ettirmektedirler.

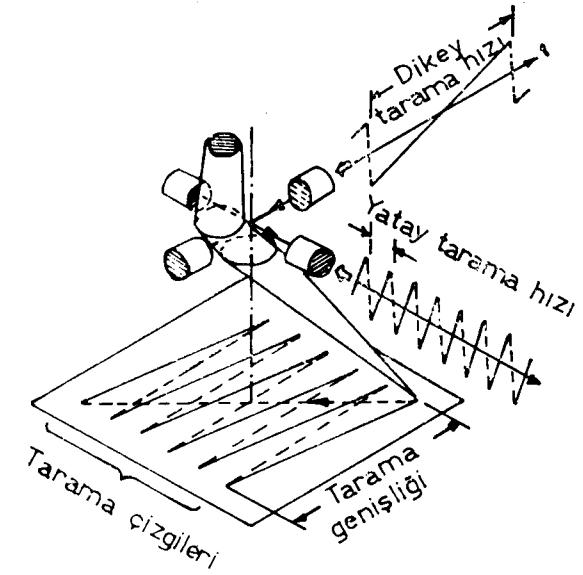
Geniş taramalarda demetin apertüre takılmasını önlemek için bobinlerin konumu geometrik bir düzen içinde yapılmıştır. Bu yerleştirme düzeni ile ilk bobinler, demeti eksenden uzaklaştırırken ikinci bobinler tekrar eksene çekerek tüm arama konumlarında demetin, son apertür merkezinden geçmesini sağlarlar. Böylece, son apertür merkezinden geçen demet, numune alanını nokta nokta taramaktadır. Demet dikey yönde sabit bir hızla hareket ederken, yatay yönde daha büyük bir hızla ileri geri hareket ettirilerek tarama işlemi gerçekleştirilmektedir (Şekil 10).

Tarama ile oluşacak çizgi sayısı, bir dikey tarama periyodundaki yatay tarama periyotlarının sayısı kadardır ve

$$\text{Çizgi (Çizgi/Alan)} = \frac{\text{Dikey periyod (Sn/Alan)}}{\text{Yatay periyod (Sn/Alan)}}$$

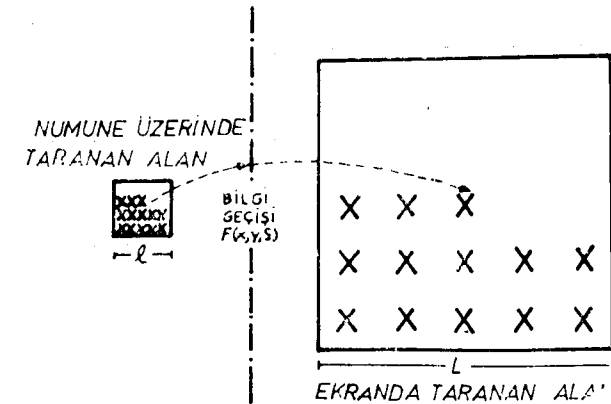
eşitliği ile gösterilebilir. Örneğin 100 saniyelik dikey, 40 milisaniyelik yatay tarama hızında, numune yüzeyinde taranan çizgi sayısı 2500'dür.

Taranan çizgi sayısı tarama elektron mikroskopunun ayırım gücünü etkileyen faktörlerden biridir.



Şekil 10. Elektron demetinin dikey ve yatay tarama işlemi.

Tarama elektron mikroskopunda görüntü, optik mikroskopta olduğu gibi doğrudan numunenin yansımaları şeklinde değildir. Burada numune görüntüsü, içinde bulunduğu ortamdan, ekran ortamına nokta nokta taşınarak elde edilmektedir. Taranan noktalarından toplanan sinyaller kuvvetlendiriciden geçirildikten sonra, her nokta görüntü ekranında numune üzerindeki konumuna karşılık gelen noktada parlaklık şiddetine göre oluşmaktadır (Şekil 11).



Şekil 11. Numune yüzeyinde koordinatları (x, y) olan bir S sinyalinin ekrana F(x, y, s) olarak taşınması.

Şekilde görüldüğü gibi, numune üzerindeki herhangi bir noktanın «S» şiddetindeki sinyali X ve Y koordinatları ile birlikte ekran üzerine taşımakta, noktaların ekran üzerindeki birleşmesi ile de tarama elektron mikroskop görüntüsü oluşmaktadır. Görüntü oluşumunun akış şeması elektron mikroskopun dizaynı içinde, optik mikroskopa karşılaştırılmalı olarak Tablo 1'de verilmiştir.

Tablo 1. Görüntü Oluşumu Akış Şeması.

| Tarama Elektron Mikroskopi                 |   | Optik Mikroskop  |   |
|--|---|------------------|---|
| Elektron tabancası                         | Demet elektronlarını oluşturur                          | Elektrik lâmbası | Işık kaynağını oluşturur  |
| Anot                                       | Demeti hızlandırır                                      |                  |   |
| Kondanser mercek                           | Demeti daraltıp yoğunlaştırır                           | Kondanser mercek | Işığı yoğunlaştırıp parlak aydınlatma sağlar                            |
| Apertürler                                 | Demeti yönlendirir                                      |                  |   |
| Objektif merceği                           | Demeti numune yüzeyine odaklar                          | Objektif merceği | Numunenin hakiki görüntüsünü oluşturur                                  |
| Saptırma bobinleri                         | Demetin numune yüzeyini taramasını sağlar               |                  |   |
| Algılayıcı elektronik devreler CRT (ekran) | Alınan sinyalleri değerlendirilerek görüntüyü oluşturur | Oküler merceği   | Objektiften gelen hakiki görüntünün daha büyük zahiri görüntüsünü verir |

### 3.2.1. Tarama Elektron Mikroskopunda Büyültme

Tarama elektron mikroskopunda büyültme, tarama bobinleri ile sağlanmaktadır. Numune üzerinde I uzunluğundaki bir doğru, ekranda görüntü ölçeği değiştirilerek L uzunluğunda elde edilebilmektedir (Şekil 11). Burada doğrusal büyültme;  $B=L/l$  dir.

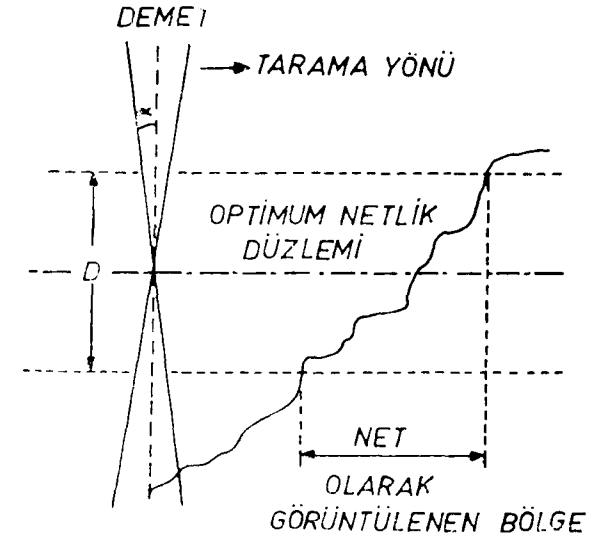
Ekranın boyutları sabit olduğundan; büyültme, numune yüzeyinde taranan alanın küçültülmesi ile sağlanır. Büyültmeye göre numune yüzeyinde taranan alan Tablo 2'de verilmiştir.

Tablo 2.

| Büyültme | Taranan Yatay Doğru <sup>1</sup> | Taranan Alan <sup>1</sup> |
|----------|----------------------------------|---------------------------|
| 10 x     | 12 mm                            | 108 mm <sup>2</sup>       |
| 100 x    | 1,2 mm                           | 1,08 mm <sup>2</sup>      |
| 1000 x   | 120 µm                           | 10800 µm <sup>2</sup>     |
| 10000 x  | 12 µm                            | 108 µm <sup>2</sup>       |
| 50000 x  | 2,4 µm                           | 4,32 µm <sup>2</sup>      |

<sup>1</sup> 9×12 cm'lik ekranda.

İncelenecek bir numunenin netlik ayarı, daha yüksek büyültmelerde yapılarak düşük büyültmelerde kaliteli bir görüntü elde edilir. Ekran üzerinde görüntü oluşturan noktaların (piksellerin) çapı, gelişmiş elektron mikroskoplarında 28 µm'dir. Diğer bir deyişle, numune yüzeyinde taranan her noktayı ekranda tam olarak görüntüleyebilmek için görüntü biriminin çapı en fazla 28 µm/Büyültme olmalıdır. Görüntü biriminin çapını; elektron demetinin çapı veya elektron demetinin numune yüzeyinde etkin olduğu alanın çapı belirlemektedir. Elektron demetinin numune yüzeyinde etkin olduğu çap, görüntü birim çapından büyük olduğunda; sinyal toplanan noktalar birbiri üzerine binmekte, ekranda aynı noktada birden fazla noktanın sinyali görüntülediğinden netlik bozulmaktadır. Netliğin bozulması; sabit demet çapında büyültme yükseltildikçe veya sabit büyültmede, demet akımı ile demet çapı artırdıkça görülür. Buna göre, sabit çaplı bir elektron demeti ile belirli bir büyültmeden sonra numune yüzeyinden daha fazla ayrıntı elde edilemez ve sabit büyültmede en fazla netlik elde etmek için en düşük demet çapında çalışmak gerekmektedir. Elektron demetinin numune yüzeyinde etkin olduğu alan, elektronların uyarma gerilimi ile numunenin atom numarasına bağlı olduğundan, uyarma gerilimi arttıkça veya atom numarası düştükçe bu alan genişlemektedir. Eğer incelenen numune yüzeyi pürüzlü, girintili çıkıntılı ise demetin etkin olduğu alan, demetin çarptığı bu yüzeydeki çapına, yüzeyin odak düzlemine olan uzaklığına göre de genişlemektedir (Şekil 12).



Şekil 12. Netlik derinliğinin şematik görünümü.

Şekilde görüldüğü gibi, net olarak görüntülenebilecek derinlik, görüntü birimini aşmayan, yüzey - odak düzleminde.

### 3.2.2. Kontrast Oluşumu

Bir görüntüde farklı bir ayrıntı varsa, bu ayrıntıdan algılanan ışıklarda veya sinyallerde de bir farklılık vardır. Bu farklılığa kontrast denmektedir.

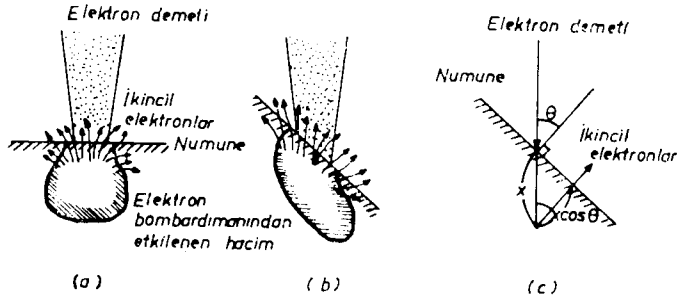
Tarama elektron mikroskopunda görüntüde kontrast, her noktadan yayımlanan elektronların sayısı veya bu sayıya göre algılayıcıda oluşan sinyalin değeri ile belirlenmektedir. Maksimum ve minimum sinyal değerlerine sahip iki noktanın birbirine göre kontrast değeri

$$K = \frac{S_{\max} - S_{\min}}{S_{\max}}$$

eşitliği ile ifade edilmektedir. Bu eşitlikte K'nın değeri 0-1 aralığında değişen pozitif bir sayıdır ve numunenin saptanmak istenen özelliğini gösteren sinyaldeki bilgiyi temsil etmektedir. Kontrast ayarlanarak sinyaldeki bilgi en yüksek oranda ekrana yansıtılmaktadır. Kontrast oluşumu; ikincil elektron, geri saçılan elektron, soğurulmuş elektron görüntüsünde farklılıklar gösterdiğinden görüntüde daha çok ayrıntı elde etmek için, numune yüzeyi-demet açısı, numunenin atom numarası, uyarma gerilimi gözönünde tutulmalıdır.

#### — İkincil Elektron Görüntüsünde Kontrast

Numune yüzeyinde taranan noktalardan topografik konumlarına ve bileşimlerine bağlı olarak yayımlanan ikincil elektronların sayısı ile kontrast belirlenmektedir. İkincil elektron görüntüsündeki topografik kontrastı, numune yüzeyinin eğiklik açısına göre değişmesi oluşturur. Numune yüzeyi elektron demetine dik iken, soğurulan elektronlardan bazıları, numune yüzeyi eğildiğinde yüzeyden çıkmaktadırlar (Şekil 13).

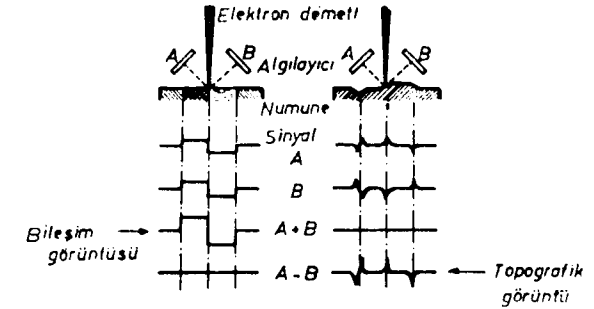


Şekil 13. Numune yüzeyinin eğimine göre ikincil elektron yayımı.

İkincil elektron görüntüsünde eğik yüzeyler yatay yüzeylere göre daha açık renkte görülmektedir. İkincil elektron sinyalini arttırmak için numuneyi 45° eğmek mümkündür. Ayrıca, çeşitli geometrik şekillerdeki dik kenarlar ile çıkıntılardan yüzeye ulaşan elektronlar düz yüzeylerden daha fazla olduğundan, daha açık renkte görülürler. İkincil elektronları toplayan algılayıcılara (sintilatöre) bakan yüzeylerden, en fazla elektron toplandığından, görüntüde bu yüzeylerde daha parlak görülmektedir. İkincil elektronlarda kontrast oluşumunu, uyarma gerilimi de etkilemektedir. Uyarma gerilimi arttıkça yayımlanan ikincil elektronlar artacağından ince ayrıntılara ait sinyal değişmelerini görüntülemek zorlaşmakta, düşük uyarma gerilimi ile alınan görüntüde daha çok ayrıntı bulunmaktadır.

#### — Geri Saçılan Elektron Görüntüsünde Kontrast

Geri saçılan elektron görüntüsü, numune yüzeyindeki topografik görüntü farklılıklarını ve bileşim görüntüsü farklılıklarını, ikincil elektron görüntüsünden daha belirgin elde etmek için kullanılmaktadır. Numune yüzeyinden alınan topografik ve bileşim bilgilerini birbirinden ayırmak için katı-hal algılayıcıları kullanılır. Şekil 14'de görüldüğü gibi objektif merceğinin altına yerleştirilmiş A-B algılayıcıları, numune yüzeyinden geri saçılan elektronları iki ayrı açıdan toplar. Güçlendiriciye kadar ayrı ayrı gelen bu sinyaller, burada toplanır veya birbirinden çıkarılır. Sinyallerin toplanması ile bileşim, birbirinden çıkarılması ile topografi görüntüsü elde edilir. Sinyal farkının negatif çıkmasını önlemek için, sabit bir doğru akım sinyali ilave edilmektedir.



Şekil 14. Geri saçılan elektron görüntüsünün oluşumu.

Bileşim görüntüsü elde edildiğinde bu görüntünün kontrastı, taranan noktaların atom numarasına bağlıdır. Atom numarası büyük olan bölgeden daha çok sayıda elektron geri saçıldığından, atom numarası yüksek olan bölgeler daha açık, daha parlak renkte görülmektedir. Atom numarası birbirine yakın olan bölgeler ise daha düşük kontrast değerine sahiptir.

Topografik görüntü elde edildiğinde; kontrast, sinyal değerleri farkına bağlıdır. Sinyallerin birbirinden çıkarılması sonucunda, sinyal değerleri birbirine eşit olan yatay yüzeyler koyu, eğik yüzeyler ise daha parlak görünürler. Diğer bir deyişle bu görüntüde kontrast, numune yüzeyindeki her girinti ve çıkıntının eğimine göre farklı parlaklık değerleri alması ile oluşmaktadır.

#### — Soğurulmuş Elektron Görüntüsünde Kontrast

Soğurulmuş elektron akımı ile geri saçılmış elektron akımı birbirlerine göre ters değerler olduğundan soğurulmuş elektron akımı ile oluşturulan görüntü, geri saçılmış elektron görüntüsünün tersi yani negatifi olacaktır. Ayrıca atom numarası arttıkça geri saçılan elektronlar arttığında, soğurulan elektronlar azalmaktadır. Bunun sonucunda, soğurulmuş elektron görüntüsünde, atom numarası yüksek olan bölgeler daha koyu görünmektedir.

#### 3.2.3. Tarama Elektron Mikroskopunda Görüntü Kalitesini Etkileyen Faktörler

Tarama elektron mikroskopundan iyi bir görüntü elde etmek için, ayırım gücü, sinyal kalitesi ve kontrast koşullarını değiştirmek gereklidir.



## -- Ayırım Gücü

Tarama elektron mikroskopunun maksimum ayırım gücü; elektron optik sistemi, numune yüzeyinden elde edilecek kontrast ve elektron demetinin numune yüzeyinde etkilediği hacimle sınırlıdır.

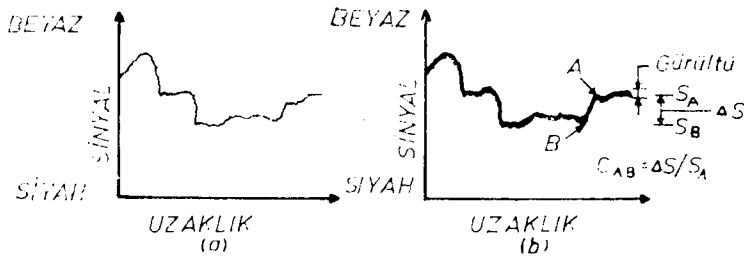
Sayılan bu etkenlerden demet çapı, en ince olduğunda maksimum ayırım gücü sağlanmaktadır. Gelişmiş tarama elektron mikroskoplarında ayırım gücü 1-5 nm ye kadar inebilmektedir.

Düşük bir demet akımı ile gürültüsüz bir görüntü, birbirine göre yüksek kontrast değerine sahip numunelerden elde edilebilir. Kontrast değeri düştükçe gürültüsüz bir görüntü elde etmek için demet akımı arttırılacağından demet çapı genişletilir ve buna bağlı olarak da ayırım gücü düşer.

Elektron demetinin numunede etkili olduğu hacmin büyüklüğü de ayırım gücünü etkilemektedir. Atom numarası düştükçe, elektron demetinin numune yüzeyinde etkili olduğu alan ve hacim artmaktadır. Atom numarası düşük numunelerden ince demet ile görüntü alınmak istendiğinde ayırım gücü düştüğünden gürültü artmaktadır. Atom numarası yüksek numunelerden daha ayrıntılı ve net görüntü elde etmek mümkündür.

## — Sinyal Kalitesi ve Kontrast

Tarama elektron mikroskopunda görüntü kalitesini etkileyen en önemli faktör, algılayıcılara ulaşan sinyalin kalitesidir. Tek bir tarama noktasındaki sinyal değerinin, belli bir zaman aralığındaki ölçümlerinin sabit kalması gerekmektedir. Sabit kalmassa, görüntü üzerinde tek bir tarama çizgisi boyunca meydana gelen sinyal değişimi, grafiğin kalınlaşmasına neden olmaktadır (Şekil 15). Sinyal değişiminin grafikte neden olduğu bu oynamaya gürültü denmekte ve yetersiz görüntü sinyallerinin her tarama periyodunda değişmesi, oynaması olarak ifade edilmektedir. Diğer bir deyişle sinyal değeri üzerine binen her farklılık gürültü değeri olarak alınmaktadır.



Şekil 15. (a) Tek bir çizgi taraması ile elde edilen sinyal değişimi, (b) bir çizgi boyunca birçok tarama ile elde edilen sinyal değişimi.

Şekilde görüldüğü gibi, grafiğin kalınlaşması ile A-B gibi iki tarama noktası arasındaki sinyal farkı, kontrastın azalmasına ve buna bağlı olarak ta görüntü belirginliğinin azalmasına neden olmaktadır. Gürültüsüz bir görüntü için daha

çok akım gereklidir. Ancak demet akımı arttıkça, demet çapı artmakta ve ayırım gücü, netlik azalmaktadır. Maksimum ayırım gücü için minimum demet çapı ve buna bağlı olarak minimum demet akımı ile gürültüsüz bir görüntü elde etmek için yapılacak tek değişiklik, tarama hızını düşürmektir.

## 4. NUMUNE HAZIRLAMA

Tarama elektron mikroskopunda sağlıklı bir görüntü elde etmek için elektron demetinin numune yüzeyini düzgün bir şekilde taraması gerekmektedir. Demetle gelen elektron sayısı ile, numuneden çeşitli şekillerde ayrılan elektron sayısı arasındaki fark elektrostatik alanları oluşturmaktadır. Bu farklılaşma numune yüzeyinin iletken olmaması veya iletken yüzeylerde bulunan iletken olmayan bölgeler ile toz, kir gibi maddelerden ileri gelmektedir. Numune yüzeyinde oluşabilecek bu elektrostatik alanlar, elektronları saptırarak düzgün taramayı ve algılamayı önlerler. Bu nedenle tarama elektron mikroskopunda incelenen numunelerin herşeyden önce vakumda buharlaşmayan, katı halde, temiz ve iletken yüzeyli olması gerekmektedir. Numunede olan buharlaşma, mikroskopun kirlenmesine, ortamdaki gazın algılayıcılar üzerinde yoğunlaşmasına sebep olmakta, algılama duyarlılığına ve flaman ömrüne etki ederek vakum sisteminde problemler de çıkabilmektedir. Tarama elektron mikroskopunda incelenmek üzere hazırlanan numune temizlenip, dehidratasyona tabi tutulduktan sonra kaplanmalıdır.

## 4.1. Temizleme

Odun, tohum, spor, polen gibi materyalden hazırlanan numuneler, temiz kuru hava veya freon gazı püskürtülerek öncelikle tozdan temizlenmelidir. Numune yüzeyinde yapılacak analiz veya topografik çalışmalar için yüzey eter, alkol, aseton püskürtülerek veya ultrasonik cihazlar kullanılarak temizlenir. Vakuma dayanıklı ve vakum şartlarını bozmayacak odun numuneleri bir sputter kaplayıcıda da temizlenebilmektedir.

## 4.2. Dehidratasyon

Temizleme işlemi bittikten sonra numuneler dehidrate edilerek kurutulur. Buradaki amaç incelenen numuneyi rutubetten kurtarmaktır. Dehidratasyon işlemi; 1) Kimyasal metod, 2) Kritik noktaya kadar vakum altında kurutma, 3) Dondurarak kurutma metodlarından biri kullanılabilir. Kritik noktaya kadar kurutma metodunda numunede büzülme, dondurarak kurutma metodunda numunede buz kristallerinin oluşması, dokulara zarar verebileceğinden bu metodların dezavantajı olarak kabul edilmektedir.

Kimyasal dehidratasyonda, numune metil veya etilalkol veya asetonun dereceli serisi içinden geçirilmektedir. Dehidratasyon süresi numunenin büyüklüğüne, poroziteye bağlı olduğundan, etkili dehidratasyon için bir zaman vermek güç olmaktadır. Genel olarak bir örnek verilirse; 1-2 mm<sup>3</sup> lük doku blokları, % 15 - % 30 - % 50 - % 70 - % 95 - % 100 etanol veya asetonunda onbeşer dakika bekletilir. Daha sonra % 100 lük çözeltide üç kez onar dakika daha bırakılır. Böylece toplam işlem iki saatte tamamlanmaktadır. Hazırlık işlemlerinin süresi çok önemli olup, işlem sırasında plan dışı ertelemeler yapmaktan kaçınılmalıdır.

Kimyasal dehidratasyonda önerilen diğer bir metotta, hızlı kimyasal dehidratasyon olup, 2-2 dimethoxypropan kullanılmaktadır. Ancak, hızlı dehidratasyonda; özellikle büyük numunelerde doku çarpılması tehlikesi olduğundan, yavaş işlemler tercih edilmektedir. Yavaş dehidratasyon süresinde meydana gelebilecek doku çarpılmasını en aza indirmek için dehidrant madde (etanol, aseton v.s.) içine, su yerine numuneleri fikse etmede kullanılan tampon kullanılması etkili olmaktadır.

Çeşitli bitki ve hayvan dokularında yapılan araştırmalar göstermiştir ki, bu üç dehidratasyon rejiminden sonra, dokularda hacim değişimleri meydana gelmekte, ancak bitkisel materyalde, genellikle hayvan dokularından daha az daralma olmaktadır. Yapılan bu araştırmalara göre numune hacminde meydana gelen ölçü değişimleri, numunenin bütün yönlerinde aynı olmaktadır.

#### 4.3. Kaplama

Numune yüzeyinden iyi sinyal alabilmek için yüzey kaplaması gerekli olmaktadır. Numune yüzeyi iletken fakat topografisi fazla ise, alt ve üst limitleri birbirine yaklaştırmak amacıyla kaplama işlemi yapılmalıdır.

Yüzeyi düzgün ve iletken bir numunede kaplama yapılmayacaksa, numune pirinç tabla üzerine iki tarafı yapışkan bantla monte edildikten sonra, tabla ile numune arasına kolloidal gümüşle bant atılarak, numune tablası ile numune arasında iletkenlik sağlanmalıdır.

Yalıtkan olan veya yalıtkan bölgeler içeren numuneler ise, ince ve iletken bir tabaka ile kaplanmaktadır. Kaplama tabaka, topografik ayrıntıları örtmeden orijinal halde görülme olanağı sağlayacak kadar ince, soğurulan elektronları rahatça toprağa iletebilecek kadarda kalın ve kesintisiz olmalıdır. Numunenin görüntüsü üzerinde çalışma yapılmak isteniyorsa, kaplama için atom numarası yüksek bir metal (örneğin: altın, platin) seçilmelidir. Yüksek atom numaralı metal, daha küçük etkileşim hacmi ve daha yüksek sinyal oluşturacağından ayırım gücü artmaktadır. Numunede X-ışını analizi yapılacaksa, karbon kaplama kullanılmaktadır.

Kaplama işlemi için uygulanan iki yöntem vardır. Birinci yöntemde kaplamada kullanılacak element, vakumda yüksek sıcaklıkla buharlaştırıldıktan sonra, aynı vakumda bulunan numune üzerinde yoğunlaştırılır.

İkinci yöntemde ise, hızlandırılmış iyonlardan faydalanılarak sputter tekniği uygulanmaktadır.

#### 4.3.1. Vakumda Yüksek Sıcaklık Yardımı İle Kaplama

##### 4.3.1.1. Karbon Kaplama

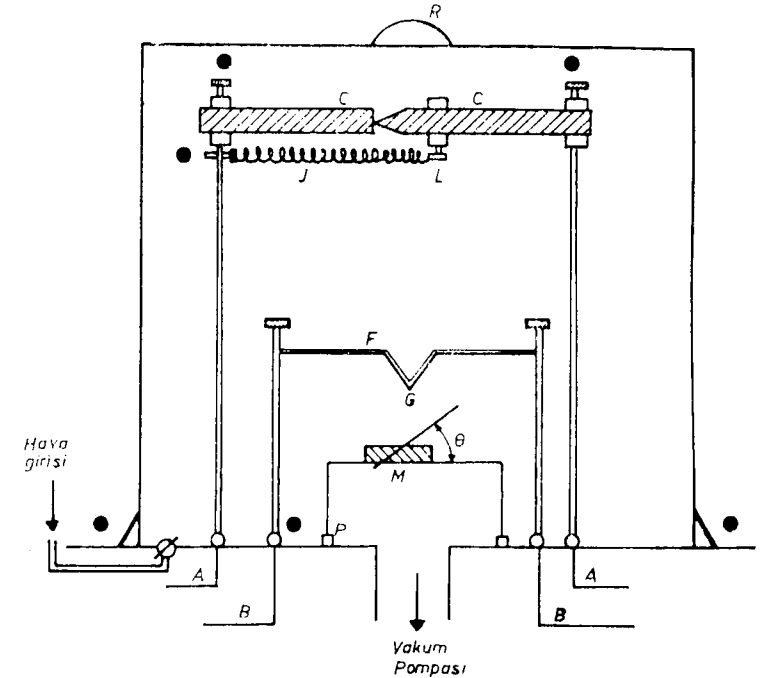
Karbon kaplama, vakum altında düşük gerilim verilerek oluşturulan arkta karbon zerreciklerinin buharlaştırılması esasına dayanmaktadır. Numunenin yüzey incelemesi ile birlikte analizde yapılacaksa, kaplamada karbon kullanılmalıdır.

X-ışınları karbon tarafından fazla miktarda soğurulmadıklarından, numuneden çıkan X-ışınları kaplama tabakasını geçerken çok az kayıp verirler. Kaplama işleminde, en az  $10^{-4}$  torr vakum altında karbon çubuklar arasında ark oluş-

turulurken arkın buharlaştırdığı karbon, numune yüzeyinde birkaç yüz angstrom kalınlığında yoğunlaşarak numuneyi kaplamaktadır (Şekil 16).

Numune üzerinde oluşacak kaplamanın kalınlığı; ark süresine ve numunenin arkdan uzaklığına göre değişmektedir. Ark süresi, kaplamada kullanılan karbon çubuğun çeşitli geometrielerde hazırlanan uç şekline bağlıdır (Şekil 17). Karbon çubuklar arasındaki arkın buharlaştırdığı sivri uç yok olunca arkda kesilir.

Numune - ark uzaklığı normal olarak 8-10 cm arasında tutulmalıdır. Ark sıcaklığı  $2700^{\circ}\text{C}$  civarında olduğundan, numune arka çok yakın konursa, yüksek ısı numuneye ya da kaplamaya zarar verebilmektedir. Kaplama işleminden sonra kaplama kalınlığını saptamak için, arkdan numune kadar aynı uzaklıkta pirinç bir yüzeye vakum yağı damlatılır ve numune ile birlikte kaplanır. Tablo 3'de görüldüğü gibi kaplamadan sonra yağ damlasının alacağı renk optik olarak saptanarak kaplama kalınlığını belirlenmektedir.

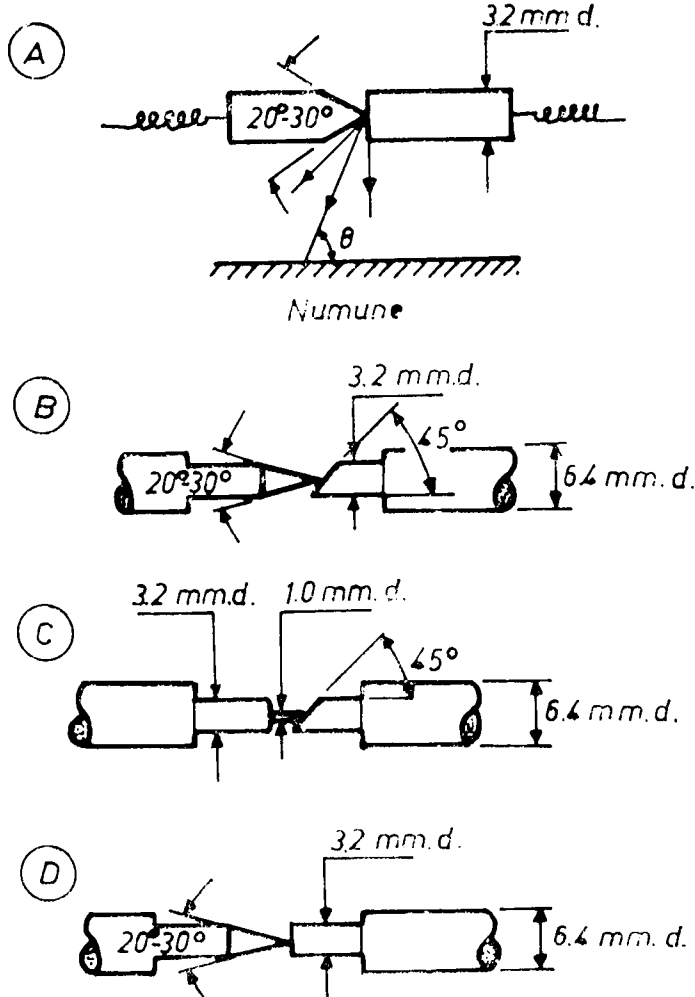


Şekil 16. Karbon çubuklarla vakumda kaplama.

- C : Karbon çubuklar
- J : Çekme yayı
- F : Metal buharlaştırma teli
- M : Numune

Tablo 3.

| Renk             | Kalınlık (Å°) |
|------------------|---------------|
| Portakal         | 150           |
| İndigo kırmızısı | 200           |
| Mavi             | 250           |
| Mavimsi yeşil    | 300           |
| Yeşilimsi mavi   | 350           |
| Açık yeşil       | 400           |
| Gümişi altın     | 450           |



Şekil 17. Karbon kaplamada kullanılan değişik uç şekilleri.

Kaplanan numunenin yüzeyi düzgün ve parlatılmış ise, rahatlıkla sabit kalınlıkta bir kaplama oluşturulabilir. Kırılma yüzeyi gibi girinti, çıkıntıları çok olan yüzeylerde numuneyi homojen kaplayabilmek için, numune, kendi eksenine etrafında döndürülür. Kaplamanın homojen olmasına dikkat ederken, topografik ayrıntıların kaybolmamasına da özen göstermelidir. Ayrıca uygun kaplama için numune arkinin tam altına gelecek şekilde yerleştirilmelidir.

#### 4.3.1.2. Metal Kaplama

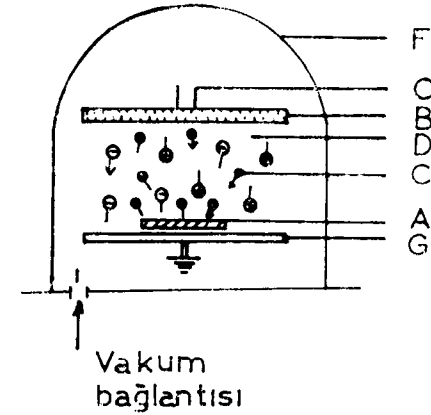
Yüksek atom ağırlıklı metallerle yapılan kaplama işleminden sonra, alınan görüntülerde ayırım gücü yüksek olmaktadır. Bu nedenle sadece görüntüsü incelenecek numuneler ağır metallerle kaplanmakta ve ağır metaller olarak; altın, nikel, platin gibi metaller kullanılmaktadır. Bu metallerin buharlaştırmasında ise, volfram veya molibdenden yapılmış değişik şekillerdeki tellerden yararlanılmaktadır.

Karbon kaplamada verilen esaslar, metal kaplamada da geçerlidir. Eğer numune yüzeyi metal kaplamayı kabul etmese, farklı bir metal veya karbonla bir ön kaplama yapıldıktan sonra esas metalle kaplamaya geçilmektedir.

#### 4.3.2. Hızlandırılmış İyonlar Yardımı İle Kaplama

##### — Sputter Kaplama

Kaplama yapılacak metal, kaplama cihazına katod olarak bağlandıktan sonra katoda negatif yüksek gerilim uygulanmaktadır. Kaplanacak numune ise, alitin su ile soğutulan anot plakası üzerine yerleştirilmektedir (Şekil 18).



Şekil 18. Sputter kaplama cihazı.

- F: Cam Fanus
- B: Katod
- C: Katoddan sökülen metal atomları
- A: Numune
- G: Anot

Negatif yüksek gerilim etkisiyle katotdan çıkan elektronlar anoda doğru hızlanırken, anot ve katod plakaları arasında 6-7 Pa basınçta bulunan argon gazı atomlarına çarpıp onları iyonlaştırır. Argon iyonları pozitif yüklü olduklarından katoda doğru giderek hızla çarparlar. Bu çarpma ile katoddaki bazı atomların bağlarını koparıp numune üzerinde kaplama tabakası oluştururlar. Bu olay sürekli devam ederken yaklaşık 1,5 dakika içinde numune üzerindeki kaplama tabakası da yeterli kalınlığa ulaşır.

Bu teknik yardımıyla genellikle altın, platin, bazende nikel, krom, bakır kaplamalar yapılmaktadır.

Sputter tekniğinde kaplamanın kalitesi, yüksek gerilim ve argon basıncı değişkenlerine bağlıdır. Kaplama kalınlığı sputter akımı, numune-katod mesafesi ve sputter zamanı ile kontrol altına alınabilir. Analizi yapılmayacak numunelerin kaplanması bu metodun öncelikle tercih edilmesinin nedeni; derin pürüzlü yüzeylerde, kırılmış yüzeylerde sabit bir kaplama kalınlığının elde edilmesidir.

#### KAYNAKLAR

- CRUICKSHANK, R., J.P. DUGUID, B.P. MARMION and R.H.A. SWAIN, 1975. *Medical microbiology*. Churchill livingstone. Edinburg London and New York.
- GOLDSTEIN, J.I., D.E. NEWBURY, P. ECHLIN, D.C. JOY, C. FIORI and E. LIFSHIN, 1981. *Scanning electron microscopy and x-ray microanalysis*, Plenum press. New York and London.
- KÖKTÜRK, İ., 1967. *Elektron mikroskop ve genel araştırma metodları*. E.Ü. Tıp Fakültesi Yayınları, No. 66.
- ONURLU, S., S. ÖZEN, Z. MISIRLI, H. YÖRÜCÜ ve O. ÖZKAN, 1986. *Enerji dağılım analizi tekniği ile mikroanaliz*. TÜBİTAK Gebze Araştırma Merkezi Proje Kod No: 03 1201 8503.
- YÖRÜCÜ, H., O. ÖZKAN, S. ÖZEN, Z. MISIRLI ve S. ONURLU, 1986. *Malzeme biliminde tarama elektron mikroskopu uygulamasına giriş*. TÜBİTAK Gebze Araştırma Merkezi Proje Kod No. 03 1202 8602.