بسم الله الرحمن الرحيم

دانشگاه صنعتی خواجه نصیر الدین طوسی
دانشکده مهندسی و علم مواد

روش های پیشرفته مطالعه مواد و آزمایشگاه

جلسه نهم
(میکروسکوپ های الکترونی عبوری)

دکتر رضا اسلامی فارسانی

مقدمه

میکروسکوپ الکترونی عبوری

Transmission Electron Microscopy (TEM)

در سال 1936 اولین میکروسکوپ الکترونی عبوری توسط شرکت Metropolitian-Vickers در انگلستان ساخته شد.

میکروسکوپ TEM عملکردی مشابه میکروسکوپ نوری داشته با این تفاوت که در آن به جای نور با طول موج 5000 انگستروم از الکترونهایی با طول موج 0/05 انگستروم برای تابش بر نمونه استفاده می شود.

مقدمه

از نظر تئوری، قدرت تفکیک میکروسکوپ TEM حدود 10^5 بار بیشتر از میکروسکوپ نوری است.

البته به علت محدودیت هایی نظیر خطاهای عدسی، قدرت تفکیک میکروسکوپ TEM حدود 2 انگستروم است که حدود 1000 مرتبه از قدرت تفکیک میکروسکوپ نوری بهتر است.

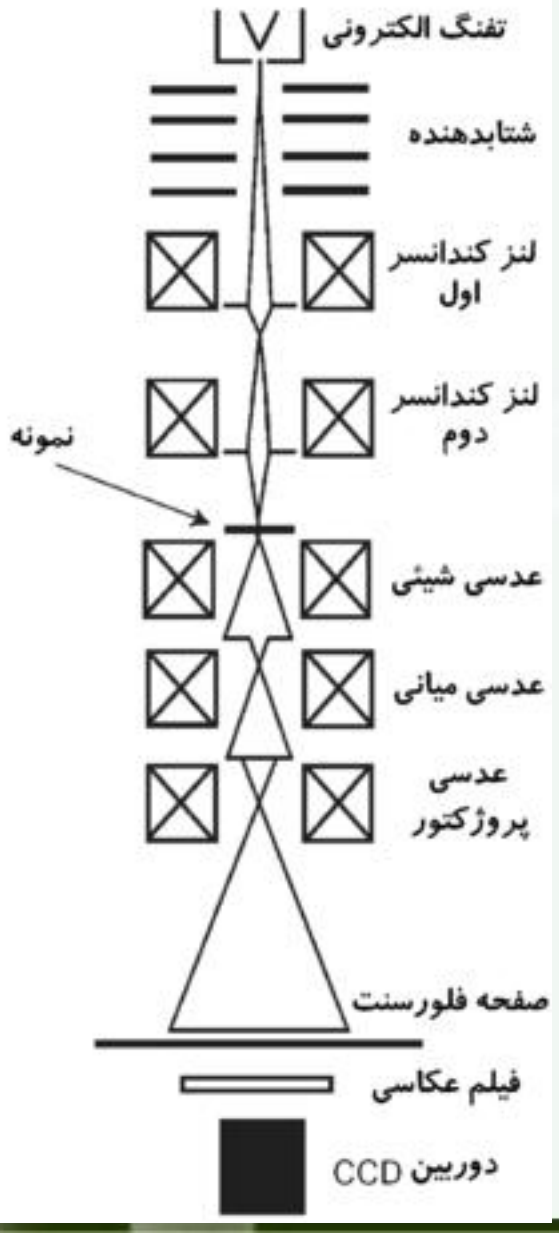
اصول تشکیل تصویر در TEM

در میکروسکوپ TEM با ترکیب اجزای اصلی میکروسکوپ های الکترونی (تفنگ الکترونی، لنزها، روزنه ها، پمپ های خلا و ...) و با استفاده از اشعه عبوری، تصاویر ساختار نمونه را ایجاد می کنند.

لنزهای جمع کننده و روزنه ها، پرتوهای الکترون حاصل از تفنگ الکترونی را متمرکز کرده و قطر باریکه را کاهش می دهند.

پرتوهای الکترونی پس از برخورد و عبور از نمونه توسط عدسی و روزنه شیئی مجدداً همگرا می شوند.

اصول تشکیل تصویر در TEM



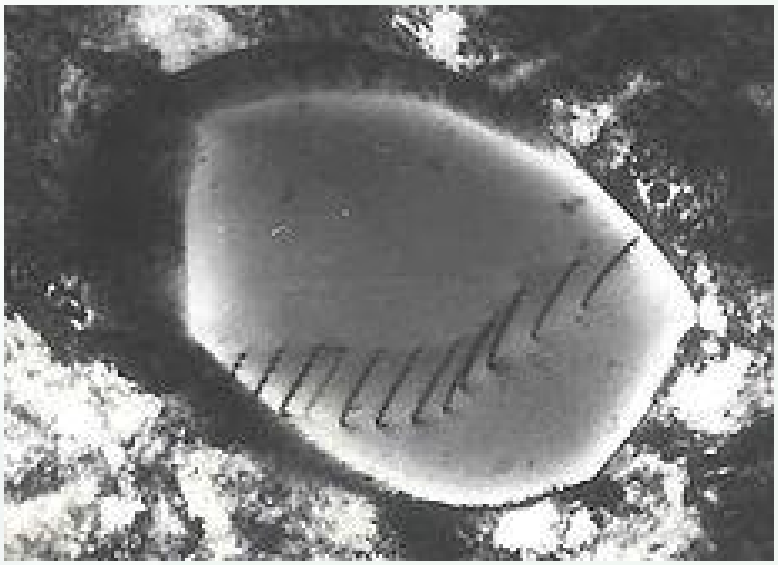
لنزهای میانی معمولاً جهت تغییر بزرگنمایی تصویر و تعیین مود کاری (الگوی تفرق و یا تشکیل تصویر) به کار می روند.
نهایتا تصویر نهایی با کمک لنز تصویر بر روی صفحه نمایش ایجاد می شود.

صفحه نمایش در TEM از جنس فلوئورسانس بوده که در اثر برخورد اشعه الکترونی نور مرئی ایجاد می کند. لذا تصویر تشکیل شده حقیقی است.

مودهای (حالت های) کاری در TEM

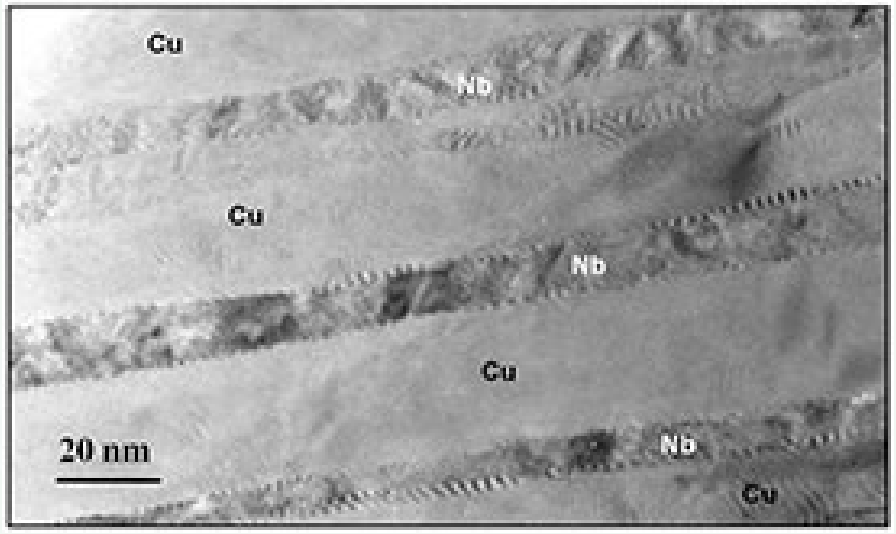
Bright Field تصویر میدان روشن

زمانی که تصویر تنها توسط پرتو عبوری ایجاد شود این حالت را خواهیم داشت که برای مشاهده عیوب ساختاری و نابجایی ها به کار برده می شود.
در این حالت پرتو منحرف شده توسط روزنه مناسب حذف می شود.



Transmission electron micrograph of dislocations in steel, which are faults in the structure of the crystal lattice at the atomic scale

مودهای (حالت های) کاری در TEM



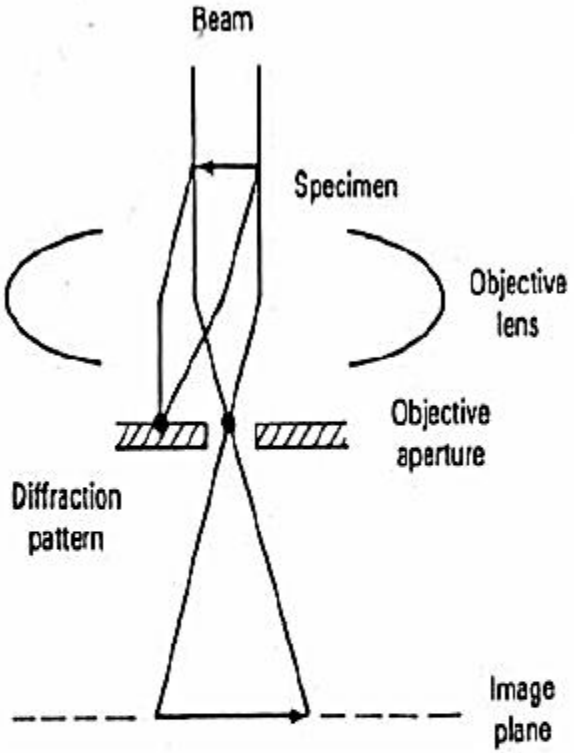
Bright field image showing nano-scaled Nb filament in a copper wire

مودهای (حالت های) کاری در TEM

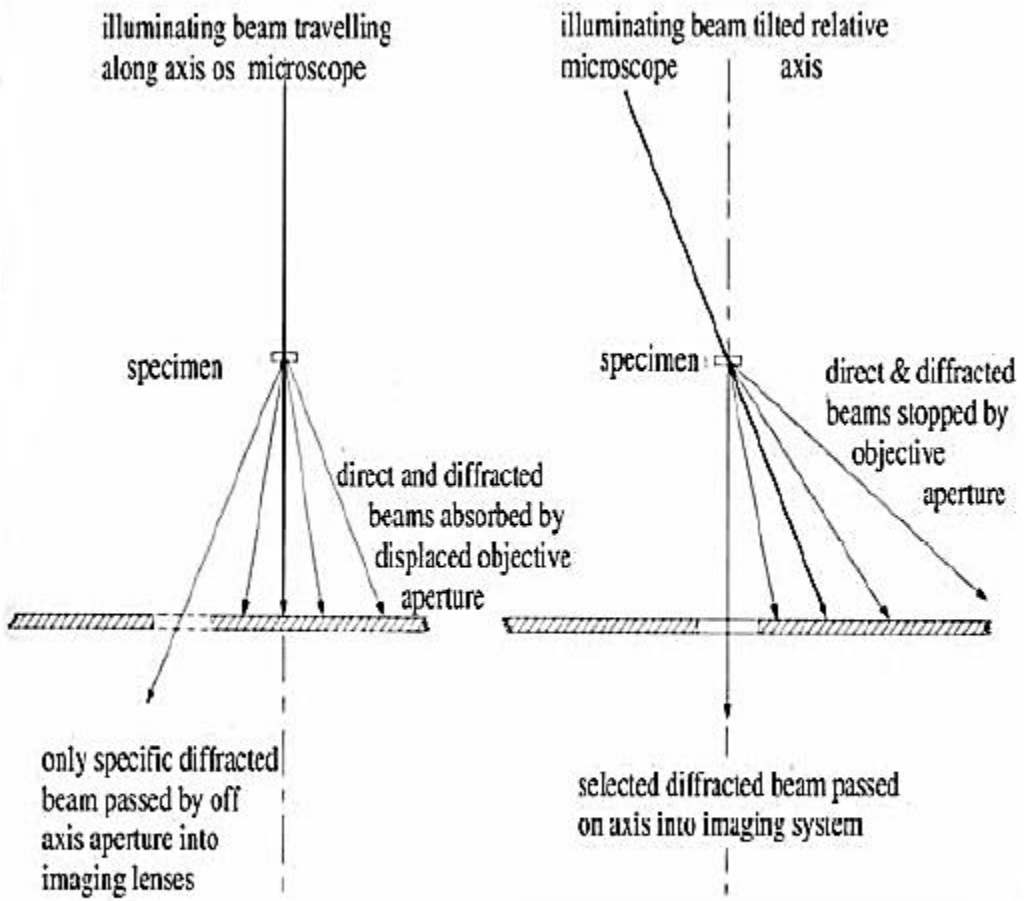
تصویر میدان تاریک Dark Field

زمانی که تصویر توسط پرتو انحرافی (منحرف شده) تشکیل می شود.
این حالت با استفاده از روزنه مناسب یا کج کردن منبع ایجاد می شود.
این تصویر به صورت نقاط روشنی در زمینه تاریک است و برای تشخیص فازهای ساختاری مناسب است.

مودهای (حالت های) کاری در TEM



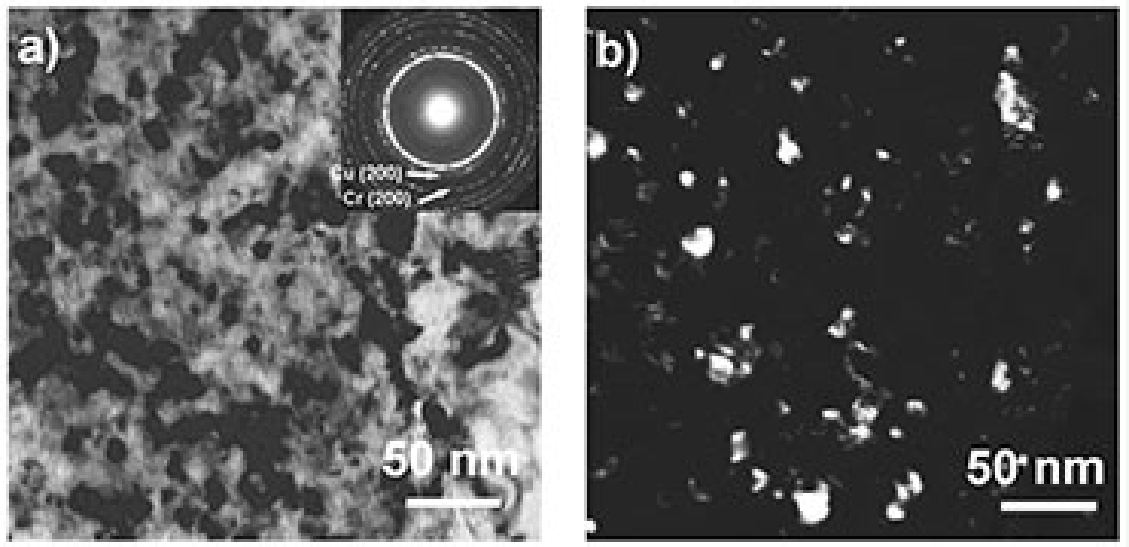
Bright field Microscopy



a) Dark field microscopy by displaced objective aperture

b) Tilted beam dark field microscopy (precision dark field)

مودهای (حالت های) کاری در TEM



Bright field (a) and dark field (b) images of a nanoscaled CuCr composite

مودهای (حالت های) کاری در TEM

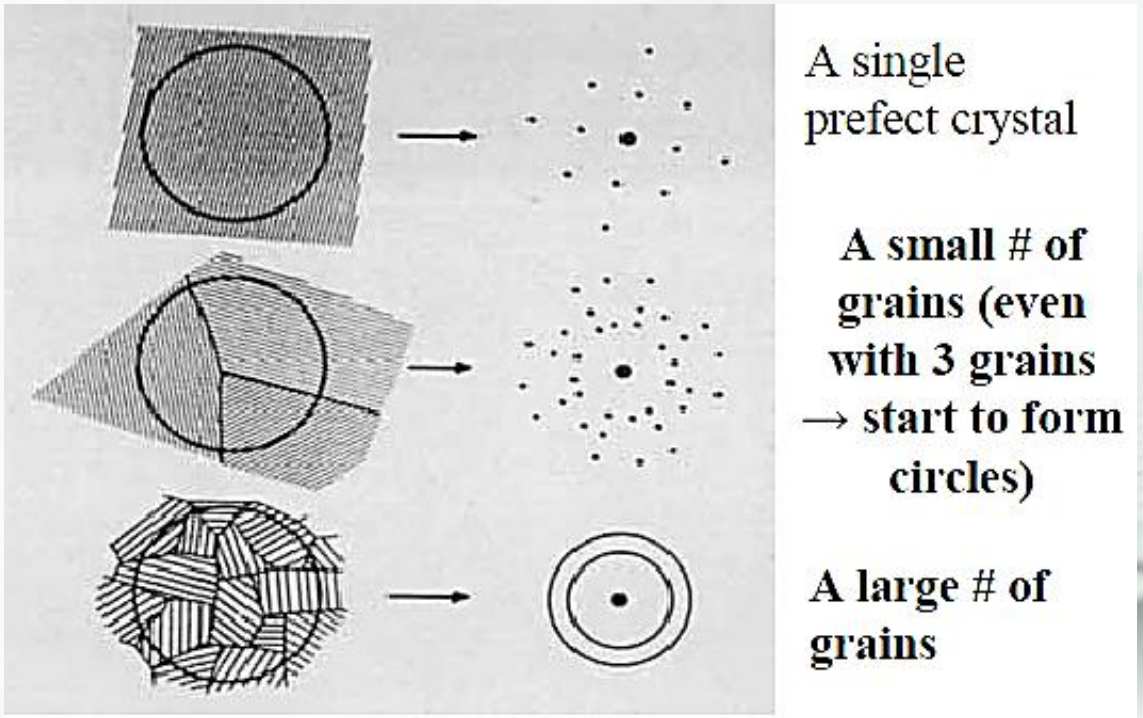
Weak Beam Dark Field

در این حالت برای تشکیل تصویر از یک باریکه منحرف شده ضعیف استفاده می شود. اشعه عبوری و باریکه متفرق شده توسط روزنه مناسب و کج کردن منبع حذف می شوند.

مودهای (حالت های) کاری در TEM

Diffraction Pattern الگوی پراش

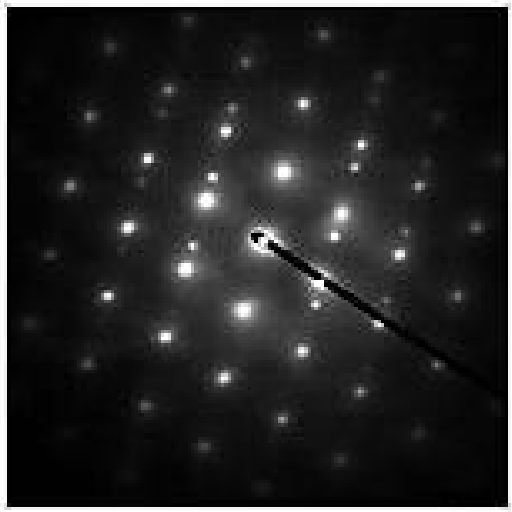
پرتوهای پراش یافته توسط قانون براگ در صفحه کانونی لنز شیئی ایجاد تصویر می کنند. تصویر تشکیل شده در تک کریستال به صورت مجموعه ای از نقاط و در پلی کریستال های دانه ریز به صورت مجموعه ای از حلقه هاست.



مودهای (حالت های) کاری در TEM

Selected Area Diffraction Pattern (SAD)

در این حالت با استفاده از روزنه مناسب الگوی تفرق تنها از بخش کوچکی از نمونه حاصل می شود.



SADP of a single austenite crystal in a piece of steel

مودهای (حالت های) کاری در TEM

الگوی پراش با توجه به تک کریستال یا پلی کریستال بودن متفاوت است.
پراش نقطه ای برای تک کریستال های شامل ردیف های منظمی از نقاط است که این حالت وقتی ایجاد می شود که به گونه ای جهت گیری شده باشند که چندین دسته از صفحات آن با پرتوی الکترونی موازی باشند.
اگر نمونه حاوی چندین کریستال با جهت گیری های مختلف باشند الگوی پراش از مجموع الگوهای پراش منفرد هر کدام از کریستال ها ساخته می شود.
چون تنها صفحات خاصی می توانند موجب پراش شوند یعنی تعداد فواصل ممکن d و نتیجتاً فواصل r بر روی الگوی پراش محدود بوده و نقاط به صورت اتفاقی توزیع نمی شوند لذا دوایری می سازند که هر کدام r ثابتی دارند.
در تعداد کم دانه ها الگوی پراش نقطه ای بوده و نقاط به هم نپیوسته اما حالت دایره ای دارند. اما با تعداد زیاد دانه های اتفاقی، نقاط به هم پیوسته و دوایری تشکیل می دهند.

مودهای (حالت های) کاری در TEM

Lattice Image (LI)

- در این حالت از TEM جهت ایجاد تصویر شبکه کریستالی استفاده می شود.
- تصویر مذکور از تداخل و ترکیب اطلاعات مربوط به پرتوهای الکترونی مختلف (عبوری و منحرف شده، حداقل دو باریکه) تشکیل می شود.
- برای ایجاد تصویر LI باید پارامترهای دستگاه به دقت تنظیم شود.

آماده سازی نمونه جهت TEM

- تهیه نمونه جهت TEM بسیار حائز اهمیت است. باید نمونه بسیار نازک (در حد یک میکرومتر) بوده، در اثر آماده سازی تغییرات اساسی در آن ایجاد نشود و استحکام کافی برای جابجایی و بررسی در میکروسکوپ را داشته باشد.

روش های آماده سازی نمونه به دو دسته تقسیم می شوند:

- برداشتن مواد ناخواسته توسط روش های شیمیایی یا مکانیکی تا باقیماندن یک نمونه نازک
- بریدن نمونه توسط یک کارد یا در امتداد صفحات کریستالوگرافی به گونه ای که یک نمونه بسیار نازک یا بخش بسیار نازکی از یک نمونه تولید شود.

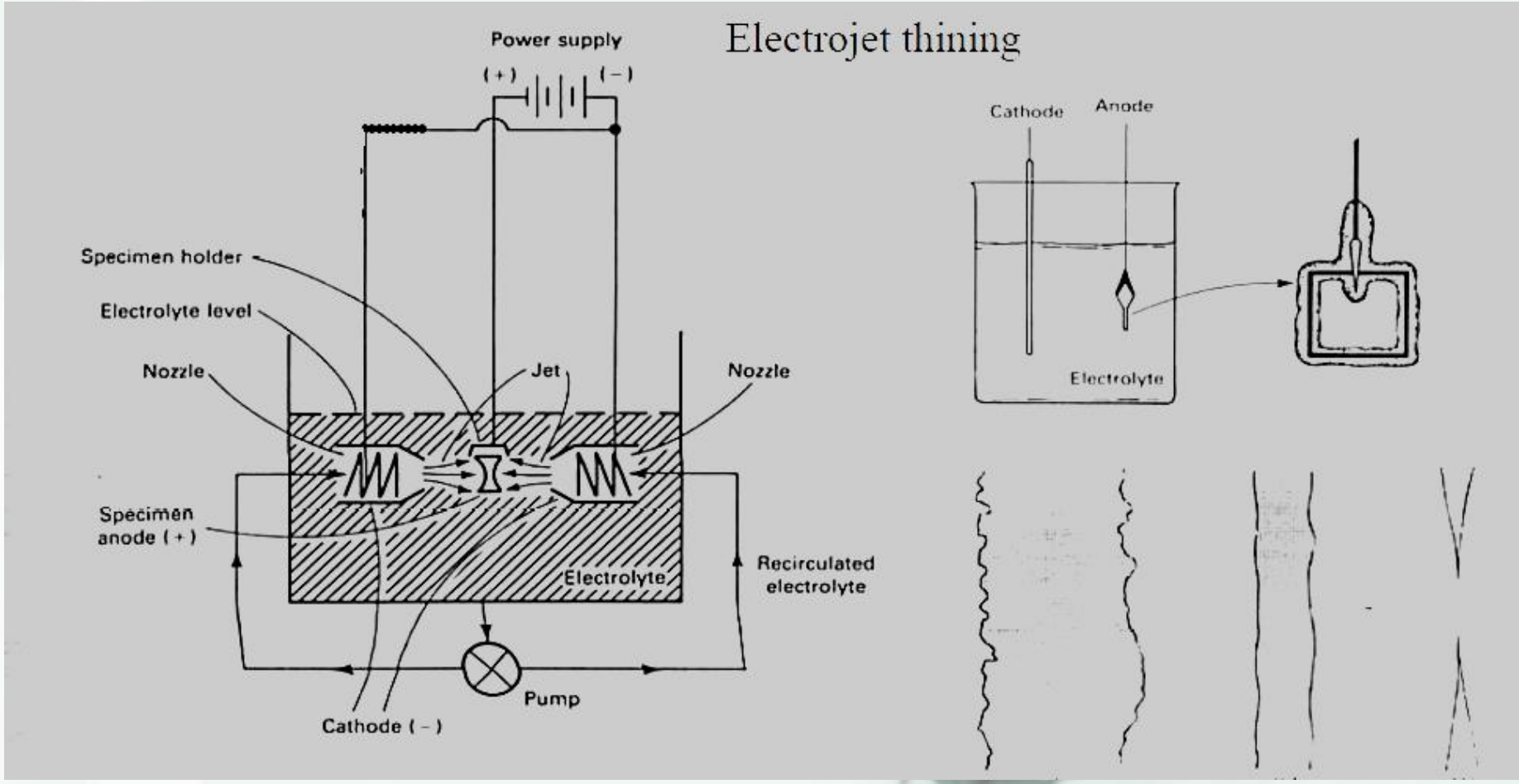
آماده سازی نمونه جهت TEM

روش الکتروپولیش و پولیش شیمیایی و اسپارک

- روش متداول برای نازک کردن مواد هادی الکتریسته (فلزات و آلیاژها) الکتروپولیش است.
- اساس روش، قرار دادن نمونه به صورت آند در سلول الکترولیت است
- با عبور جریان، فلز از آند (نمونه) جدا شده و بر روی کاتد رسوب می کند.
- پس از رسیدن نمونه به ضخامت مناسب، نمونه آماده بررسی می شود.
- در مواردی نمونه سوراخ شده و نواحی اطراف آن که بسیار نازک هستند برای بررسی به کار می روند.

آماده سازی نمونه جهت TEM

روش الکتروپولیش و پولیش شیمیایی و اسپارک



آماده سازی نمونه جهت TEM

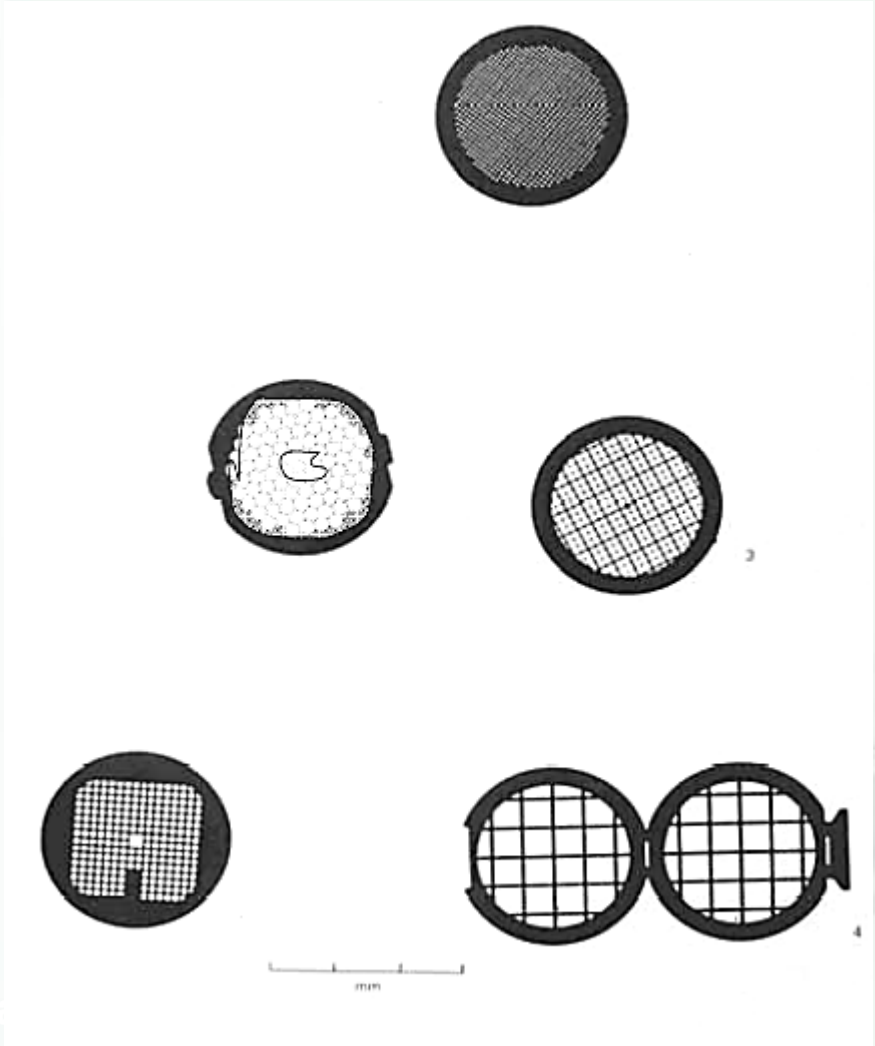
روش الکتروپولیش و پولیش شیمیایی و اسپارک

- در مواردی نیز نمونه های دیسکی به قطر 3 میلیمتر با لبه های ضخیم تر نسبت به نمونه های نازک تر مرکزی توسط دستگاه های الکتروپولیش اتوماتیک تهیه شده و مستقیماً در نمونه گیر میکروسکوپ قرار می گیرند.
- در مواردی نمونه های نازک تهیه شده به روش غیراتوماتیک با دیسک های مشبک 3 میلی متر تهیه شده از مس یا سایر موادی که با آنالیز تداخل نمی کنند تقویت می شوند.

آماده سازی نمونه جهت TEM

نگهدارنده نمونه در TEM

Specimen Support Grid



آماده سازی نمونه جهت TEM

روش الکتروپولیش و پولیش شیمیایی و اسپارک

- الکتروپولیش نمی تواند مواد غیرهادی را نازک کند. لذا برای این مواد نازک کردن شیمیایی با استفاده از مخلوط اسیدها بدون اعمال پتانسیل استفاده می شود.
- روش پولیش شیمیایی برای سرامیک ها، شیشه ها و نیمه هادی ها به کار می رود.
- نمونه دیسکی (3 میلیمتر) با استفاده از چسبی روی یک نگهدارنده خنثی نصب شده و سپس این مجموعه در ماده اچ کننده غوطه ور شده یا جریان نازکی از این ماده به نمونه پاشیده می شود تا سوراخ کوچکی روی آن ظاهر شود.
- سپس نمونه با حل چسب در یک حلال از نگهدانده جدا می شود و پس از چندین بار شستشو نمونه آماده خواهد شد.

آماده سازی نمونه جهت TEM

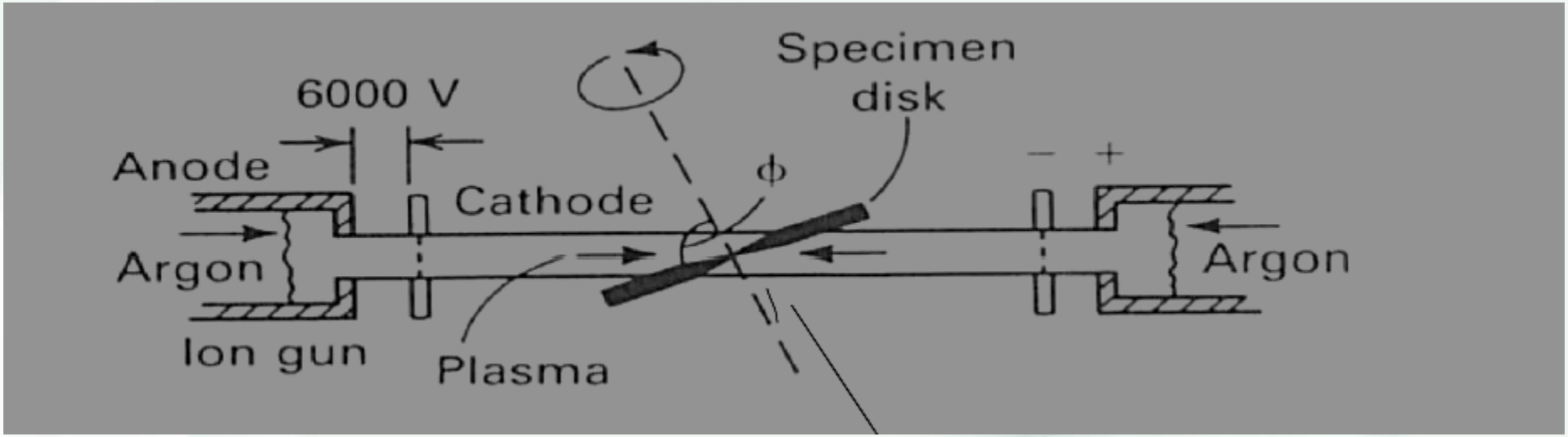
روش سایش یونی و اتمی

اگر پرتوهایی از یون ها یا اتم های پرانرژی به نمونه ای تابانده شوند احتمال بیرون انداختن اتم های نمونه وجود دارد که روشی برای نازک کردن نمونه محسوب می شود.

دو نوع تفنگ شامل استفاده از گاز آرگون و گالیم مایع برای این منظور وجود دارند. در این تفنگ ها منابع مختلف اتم یا یون وجود داشته و برای ایجاد شتاب در آن ها نیز از میدان الکتریکی استفاده می شود.

آماده سازی نمونه جهت TEM

روش سایش یونی و اتمی



آماده سازی نمونه جهت TEM

روش پولیش مکانیکی

استفاده از سمباده های خشن و سپس نرم برای سایش و پولیش نمونه ها به صورت مکانیکی روش مرسوم در مهندسی مواد است.

قبل از بررسی TEM عموماً نمونه ها باید در یک مرحله نیز تحت سایش یونی قرار گیرند.

آماده سازی نمونه جهت TEM

روش رپلیکا Replica

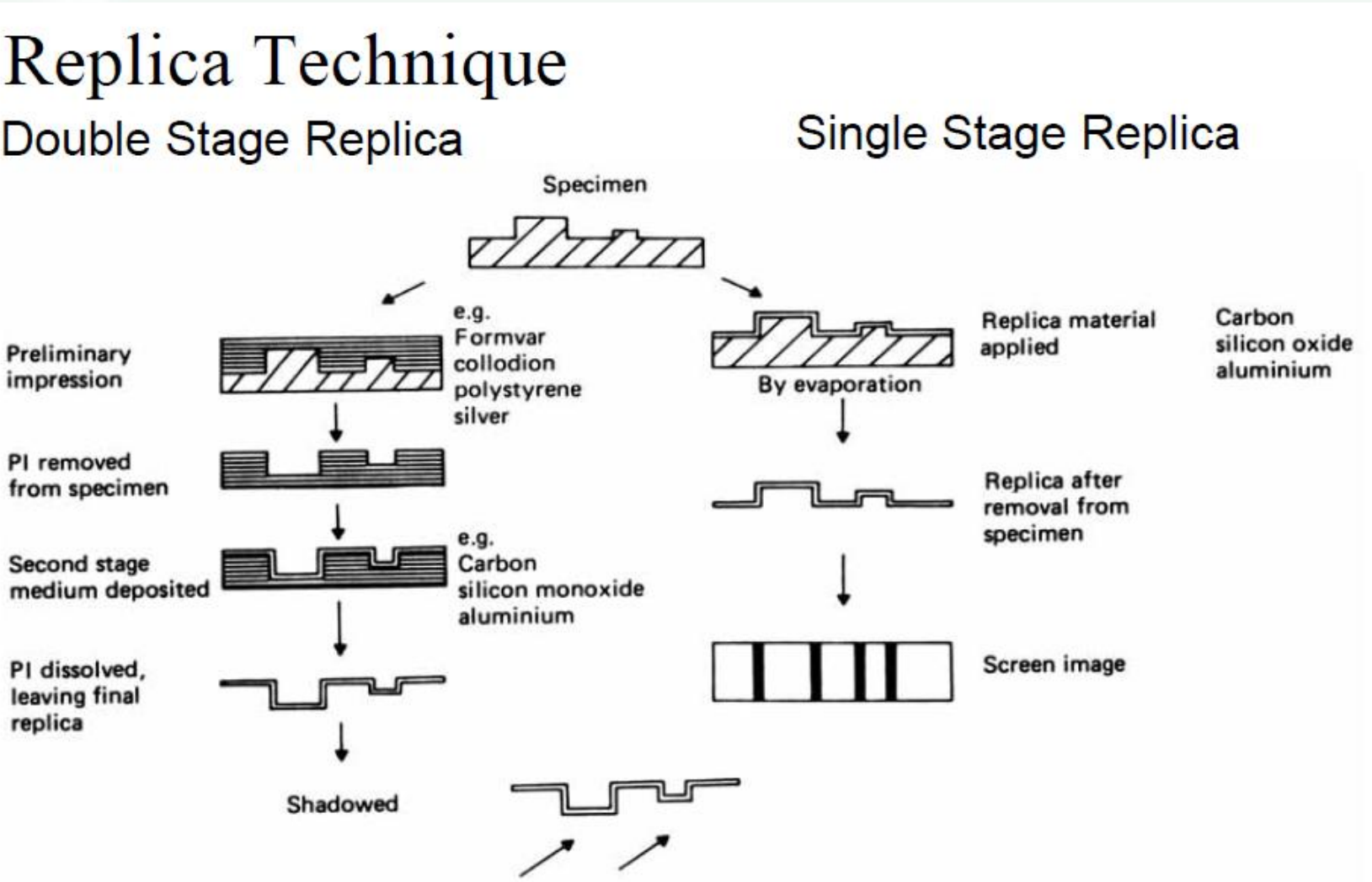
در این روش لایه نازکی از کربن (یا چند ماده دیگر) در محیط خلا با استفاده از ایجاد قوس الکتریکی بین دو میله کربنی روی سطح نمونه در محفظه دستگاه نشانده می شود.

سپس نمونه حاصل در مایع شناور شده تا لایه نازک حاصل از سطح نمونه جدا شده و روی نگهدارنده میکروسکوپ قرار گیرد.

با اختلاف ضخامت کربن نشانده شده روی سطوح یا لایه نشانی مجدد در یک فلز سنگین (نظیر Pt) تحت زاویه نسبت به سطح می توان ساختار سطح نمونه را آشکار و مطالعه کرد.

آماده سازی نمونه جهت TEM

روش رپلیکا Replica



کاربردهای TEM

- مطالعه عیوب ساختاری و صفحات اتمی
- تعیین بردار برگرز نابجایی و انرژی نقص انباشتگی
- بررسی های ساختاری (ریزساختار با قدرت تفکیکی تا ابعاد اتمی)
- استحاله های فازی
- بازیابی و تبلور مجدد
- خستگی
- اکسیداسیون
- رسوب
- بررسی سطوح شکست
- بررسی های فازی مواد با استفاده از تهیه طرح و الگوی پراش

TEM می تواند اطلاعات مشروحی در خصوص فلزات از قبیل توزیع حرکت نابجایی ها، اندازه، تعداد و توزیع رسوبات و آخال ها، مکانیزم جوانه زنی و رشد، حرکت ترک ها و ... ارائه دهد.

محدودیت های TEM

- نمونه سازی، خسته کننده بوده و زمان بر است.
- قدرت تفکیک تصویر حدود 0/2 نانومتر است.
- حداقل اندازه ناحیه آنالیز شده به قطر 30 نانومتر است و حد حساسیت دستگاه، 0/5 تا یک درصد وزنی برای آنالیز عنصری است.
- صحت آنالیز کمی به طور نسبی حدود 5 تا 15 درصد است.