

## مقدمه

پیدایش میکروسکوپ‌های الکترونی عبوری (TEM) به صورت تجاری به سال ۱۹۴۰ بازمی‌گردد، اما از سال ۱۹۵۰ به بعد بود که کاربردهای گسترده‌ای در بررسی فلزات پیدا نمودند. مهم‌ترین عامل کاهنده در کاربرد TEM مطالعه فلزات در آن سال‌ها به مشکلات تهیه نمونه مربوط می‌شد. اما امروزه با توجه به روش‌های گوناگون تهیه نمونه فلزات، این نوع میکروسکوپ‌ها جایگاه خاصی را در میان متخصصین مواد و متالورژی برای خود ایجاد نموده و باعث بروز نقطه عطف بسیاری از پژوهش‌ها و تحقیقات گشته، به آن‌ها سرعت فراوانی داده‌اند. امروزه میکروسکوپ الکترونی عبوری امکان مطالعه موارد متنوعی در مواد گوناگون نظیر ویژگی‌های ریزساختاری مواد، صفحات و جهات بلوری، نابجایی‌ها، دوقلوبی‌ها، عیوب انباشتگی، رسوب‌ها، آخال‌ها، مکانیزم‌های جوانه‌زنی، رشد و انجماد، انواع فازها و تحولات فازی، بازیابی و تبلور مجدد، خستگی، شکست، خوردگی و ... را فراهم آورده‌است. در کل قابلیت‌های امروزی TEM را می‌توان مرهون چهار پیشرفت زیر دانست که دوتای آن‌ها در ساختمان دستگاه و دوتای دیگر در نحوه تهیه نمونه حاصل شده‌اند:

- استفاده از چند عدسی جمع‌کننده

- پراش الکترونی سطح انتخابی

- نازک کردن نمونه‌ها برای تهیه نمونه‌های شفاف در برابر الکترون‌ها

- تهیه نمونه به روش ماسک‌برداری

در بررسی مواد، میکروسکوپ الکترونی عبوری دارای سه مزیت اصلی ذیل است:

- ۱- قابلیت دسترسی به بزرگنمایی‌های بسیار بالا (حتی بیش از یک میلیون برابر) به دلیل به‌کارگیری انرژی بالای الکترون‌ها و در نتیجه طول موج کمتر پرتوها.
- ۲- قابلیت مشاهده ساختمان داخلی فلزات و آلیاژها به دلیل قدرت عبور الکترون‌های پرنرژی از نمونه نازک.

۳- قابلیت بررسی سطوح انتخابی نمونه به دلیل وجود حالت بررسی با پراش الکترون‌ها.

### مقایسه TEM با OM

به‌طور کلی میکروسکوپ الکترونی عبوری (TEM) مشابه میکروسکوپ نوری (OM) است با این تفاوت که در آن به جای نور با طول موج حدود  $5000 \text{ \AA}$  از الکترون‌هایی با طول موج حدود  $0.05 \text{ \AA}$  برای روشن کردن نمونه استفاده می‌شود. این امر به میکروسکوپ امکان می‌دهد که از نظر تئوری دارای قدرت تفکیک  $10^5$  با بهتر از میکروسکوپ نوری گردد. اما در عمل به علت محدودیت‌های مربوط به طراحی عدسی‌ها و روش‌های نمونه‌گیری، قدرت تفکیک تنها به  $2 \text{ \AA}$  می‌رسد که به نسبتی در حدود  $1000$  مرتبه از قدرت تفکیک میکروسکوپ نوری بهتر است. در کارهای روزمره قدرت تفکیک TEM حدود  $10 \text{ \AA}$  است. قدرت تفکیک زیاد میکروسکوپ عبوری در مقایسه با میکروسکوپ نوردی امکان کاربرد آن برای بررسی رزساختار فلزات را فراهم می‌سازد. زیرا امکان مشاهده اجزای نمونه تا ابعاد اتمی را میسر می‌نماید.

این قدرت تفکیک مسلماً بدون زحمت و صرف وقت قابل دستیابی نیست، اما به هر حال در دسترس متالورژیست‌ها قرار دارد. بزرگنمایی زیاد نیز برای استفاده کامل از قدرت تفکیک میکروسکوپ ضروری است. با وجود این حتی با بزرگنمایی‌های حدود ۱۰۰۰ نیز نتایج TEM به مراتب روشن‌تر از نتایج میکروسکوپ نوری است. پرتوی روشن‌کننده در TEM الکترون و در OM، امواج نوری مرکب است. یک عدسی الکترونی ساده قادر است بزرگنمایی را حدود ۵۰ تا ۲۰۰ برابر افزایش دهد.

### اجزای میکروسکوپ الکترونی عبوری TEM Parts

در شکل اجزای اصلی یک میکروسکوپ الکترونی عبوری نشان داده شده است. این طرح بنا به مورد کاربرد، به منظور به‌کارگیری انواع اثرات متقابل الکترون و نمونه اصلاح یا ترمیم‌شده و به تجهیزات کمکی و ویژه مجهز می‌گردد. همان‌طور که مشاهده می‌شود از اجزای اصلی یک دستگاه TEM، می‌توان تفنگ الکترونی، عدسی جمع‌کننده، ردیف‌کننده پرتو، نگهدارنده نمونه، عدسی شیئی، عدسی تصویری، سیستم‌های ازبین‌برنده آلودگی، پرده فلورسنت و دوربین عکاسی را برشمرد. کل سیستم در خلاء حداقل  $10^{-4}$  تور قرار دارد تا مسیر آزاد طولانی برای الکترون‌ها موجود باشد. در شکل (۳) نیز مسیر حرکت پرتوهای الکترونی نشان داده شده است.

### تفنگ الکترونی Electron Gun

سیستم روشن‌کننده در TEM شامل یک تفنگ الکترونی است که از یک رشته (فیلامنت) گرم (عمدتاً از جنس تنگستن) متصل به پتاسیم الکتریکی بالا که با یک محفظه قطبی به

نام استوانه و هنتل (Wehnelt) احاطه می‌شود، تشکیل شده‌است. پایین‌تر از این قسمت یک آند متصل به زمین قرار گرفته که در وسط آن سوراخی برای عبور الکترون‌ها به طرف پایین ستون تعبیه شده‌است. ولتاژهای شتاب‌دهنده به کار رفته در دو گروه عمده قرار می‌گیرند. میکروسکوپ‌های معمولی از ولتاژهای ۲۰ تا ۱۲۰ کیلووات استفاده می‌نمایند. تعداد ولتاژ انتخاب شده در این فاصله معین بوده و معمولاً با گام‌های ۲۰ کیلوولتی است. در گروه دیگری از میکروسکوپ‌ها (مرسوم به میکروسکوپ‌های ولتاژ بالا) از ولتاژهای ۲۰۰ تا ۱۰۰۰ کیلوولت نیز استفاده می‌شود.

شایان ذکر است که تمام انواع ذکر شده به صورت تجاری در دسترس بوده و قیمت متناسب با ولتاژ شتاب‌دهنده تعیین می‌گردد. جریان کلی تفنگ الکترونی در حدود  $\mu A$  ۱۰۰ است. اما تنها کسری آن موجب تشکیل تصویر نهایی شده و بقیه آن توسط دریچه‌های گوناگون ستون میکروسکوپ جذب می‌گردد. هنگامی که به بزرگنمایی بالاتری نیاز است، از تفنگ الکترونی قوی‌تری استفاده می‌شود. عدسی Lens در میکروسکوپ‌های الکترونی از عدسی‌های خاصی استفاده می‌شود. عمده این عدسی‌ها در دو گروه عدسی‌های مغناطیسی (سیم‌پیچ مغناطیسی با هسته آهنی) و عدسی‌های الکترواستاتیکی طبقه‌بندی شده‌اند. عدسی‌های نوع دوم دارای مزیت یکنواختی زمینه هستند ولی با این وجود بیشتر از اعوجاج حوزه الکتریکی در اثر آلودگی تأثیر می‌پذیرند. به همین جهت تاکنون نتوانسته‌اند جای عدسی‌های مغناطیسی را بگیرند.

به خاطر محدودیت های موجود در طراحی، عدسی های میکروسکوپ TEM روزنه های به مراتب کوچکتر از روزنه های عدسی های شیشه ای میکروسکوپ را تشکیل می دهد. یک عدسی شیئی مغناطیسی نمونه با فاصله کانونی  $2/5\text{mm}$  ( $2500\ \mu$ ) و روزنه شیئی  $\mu$  ۵۰ دارای نیم زاویه پذیرش (Acceptance Half-Angle) در حدود  $10^{-3}$  رادیان است، در حالیکه نیم زاویه پذیرش برای یک عدسی شیئی نوری خوب حدود رادیان ( $60^\circ$ ) می باشد. بازده کم عدسی الکترونی تا حدی توسط عمق نفوذ بیشتر حوزه آن و عمق تمرکز بالا جبران می شود.

اکثر میکروسکوپ های TEM پیشرفته دارای ۴ تا ۶ عدسی می باشند. عدسی جمع کننده پرتوی الکترونی را روی نمونه متمرکز می نماید. عدسی شیئی اولین تصویر بزرگ شده را ایجاد می کند. این تصویر مجدداً توسط عدسی تصویری بزرگ شده و تصویر نهایی را که معمولاً قابل رویت است روی صفحه فلورسنت تشکیل می دهد. برای ثبت تصویر، صفحه فلورسنت برداشته شده و به جای آن یک صفحه فتوگرافیک یا فیلم قرار داده می شود. تمام آنچه که یک میکروسکوپ نوری قادر به تفکیک آن می باشد با بزرگنمایی ۵۰۰ قابل مشاهده است. بزرگنمایی بالاتر مشاهده جزئیات را آسان تر می کند اما قدرت تفکیک را افزایش نمی دهد. برای استفاده کامل از قدرت تفکیک میکروسکوپ الکترونی، بزرگنمایی تا ۲۰۰۰۰۰ یا بیشتر مورد نیاز است. این بزرگنمایی ها با استفاده از دو عدسی بدست نمی آیند. بنابراین از بزرگنمایی سه مرحله ای استفاده می شود. برای این کار یک عدسی میانی در بین عدسی های شیئی و تصویری قرار می دهند.

برای عدسی شیئی معمولاً از یک بزرگنمایی ثابت استفاده می‌شود که مقدار آن متناسب با موقعیت نمونه و فاصله کانونی است. عدسی تصویری نیز دارای بزرگنمایی‌های مشخصی می‌باشد. بزرگنمایی‌های بین این حدود را می‌توان با تنظیم شدت جریان در عدسی میانی بدست آورد. مقدار لازم بزرگنمایی بسته به نوع نمونه است، اما مرسوم آن است که برای تسهیل مقایسه تصاویر در بررسی یک نمونه از تعداد معینی بزرگنمایی ثابت استفاده گردد. به عنوان مثال در ماسک برداری صورت گرفته از نمونه‌های فولادی، بزرگنمایی‌های ثابت ۲۰۰۰، ۵۰۰۰، ۱۰۰۰۰ و ۲۵۰۰۰ را به کار می‌برند. همچنین صفحات فتوگرافیک را می‌توان تا ۵ بار بدون هیچ‌گونه اشکالی بزرگ کرد.

### عدسی جمع‌کننده Condenser Lens

وظیفه اصلی عدسی جمع‌کننده متمرکز نمودن پرتوهای الکترونی ساعت شده از تفنگ بر روی نمونه است. این عدسی امکان تغییر توان روشن نودن صفحه نمونه را برای انطباق با نوع نمونه و بزرگنمایی تصویر نهایی فراهم می‌آورد. به عبارت دیگر بزرگنمایی مورد نظر مبین شدت روشنایی منبع و چگونگی عملکرد عدسی جمع‌کننده خواهد بود. حداکثر شدت روشنایی هنگامی حاصل می‌شود که پرتوهای ارسالی از منبع الکترون در صفحه نمونه متمرکز شود. هر مقدار که مکان تمرکز پرتوها بالاتر یا پایین‌تر از صفحه نمونه باشد، شدت روشنایی کاهش می‌یابد. هرچه شدت روشنایی بیشتر باشد، به همان ترتیب تصویر نهایی آشکارتر خواهد بود. اگر تصویر متمرکز شده منبع الکترونی حداقل به اندازه خود منبع باشد، یعنی با پهنایی در حدود ۴۰ تا ۱۰۰ میکرومتر، تصویر زمینه

بدست آمده روی میکروگراف حاصله در بزرگنمایی  $100000\times$  فقط حدود ۱ میکرومتر خواهد بود. هرچه سطح تصویر منبع الکترونی بر سطح نمونه کوچکتر شود، شدت روشنایی بیشتر می گردد.

### عدسی جمع کننده ثانویه Second Condenser

عدسی جمع کننده الکترون ها را روی نمونه متمرکز می کند. با تغییر دادن فاصله کانونی این عدسی، پرتوی الکترونی پهن شده و به این ترتیب سطح تحت تابش نمونه افزایش می یابد. در این صورت شدت روشنایی کاهش خواهد یافت. با استفاده از یک عدسی جمع کننده، اندازه سطح تحت تابش از نمونه حداقل تا ابعاد منبع تابش یعنی حدود  $40\mu$  قابل کاهش دادن است. واضح است که این مقدار بسیار بیشتر از مقدار لازم برای استفاده در بزرگنمایی های معمولی است. در بزرگنمایی  $100000\times$  چنین سطحی از نمونه تصویر نهایی به ابعاد  $40\text{cm}$  ایجاد می کند. به این معنی که سطح مورد تابش از نمونه بسیار بزرگتر از سطحی است که مشاهده می شود. این امر می تواند باعث گرم شدن نمونه و آلودگی قسمت بزرگی از آن به خاطر احیای مولکول های روغن جذب شده روی نمونه به کربن در اثر بمباران الکترونی شود.

استفاده مؤثر از پرتوی الکترونی با استفاده از عدسی جمع کننده ثانویه عملی می شود. در این حالت جمع کننده اولیه یک تصویر کوچک از منبع تابش ایجاد می نماید. سپس این تصویر توسط جمع کننده ثانویه روی نمونه متمرکز شده و کاهش قابل ملاحظه ای در قطر محدوده تابش بوجود می آید. این قطر می تواند تا  $2\mu$  کاهش یابد. این امر باعث افزایش

تابش الکترون بر سطح مورد آزمایش، افزایش وضوح تصویر و کاهش آلودگی سطح می شود. با استفاده از رشته های مخصوص و ضمایم ویژه می توان به پرتوهای نازکتر تا  $\mu$  ۰/۱ نیز دست یافت که در بزرگنمایی های بالا و نیز پراش الکترونی سطح انتخابی مفید می باشد. استفاده از جمع کننده اولیه قادر به ایجاد شدت تابش کافی روی نمونه نیست. نوع جدیدی از تفنگ الکترونی به نام تفنگ حوزه یونی می تواند منبع تابش الکترون با ابعاد بسیار کوچک ایجاد نماید و ممکن است روزی جای تفنگ های الکترونی امروزی را بگیرد. اما این نوع تفنگ الکترونی هنوز به مرحله ای نرسیده است که این جایگزینی صورت پذیرد.

### عدسی شیئی Objective Lens

این عدسی مهم ترین عدسی در ستون میکروسکوپ بوده و دارای کانون وسیعی در محدوده ۱ تا ۵ میلی متر می باشد. اصولاً کمتر بودن فاصله کانونی انحراف کمتری را دربر داشته و قدرت تفکیک بهتری را فراهم می آورد.

نزدیک به پشت صفحه کانونی عدسی شیئی، روزنه عدسی به همراه یک صفحه فلزی کدر با یک سوراخ مدور مرکزی روی محور عدسی قرار گرفته است.

این روزنه الکترون های پراکنده شده توسط نمونه که باعث کاهش تباین در تصویر می شوند را جدا می کند. کاهش تباین در این حالت به دلیل ترکیب عیوب رنگی و کروی است.



زاویه روزنه عدسی شیئی ( $2\alpha$ ) مساوی نسبت  $D$  (قطر روزنه عدسی شیئی) به  $F$  (فاصله کانونی عدسی) می باشد. اندازه روزنه عدسی شیئی با توجه به میزان نسبت تباین به قدرت تفکیک تعیین می گردد. هرچه روزنه کوچکتر باشد، تباین بیشتر خواهد بود.

### عدسی تصویری Projector Lens

سومین نوع عدسی در میکروسکوپ الکترونی عبوری، عدسی تصویری یا عدسی پروژکتور نام دارد. این عدسی نزدیکترین عدسی به تصویر نهایی بوده و اثر شایانی بر بزرگنمایی تصویر می گذارد. مقدار فاصله کانونی عدسی تصویری در محدوده وسیعی قابل حصول است به طوری که هر فاصله کانونی یک نقش در مقدار بزرگنمایی و تغییر آن ایفا می نماید. یکی از عوامل اصلی مؤثر بر میزان بزرگنمایی نهایی حاصل از این عدسی، مقدار جریان عدسی است. در برخی میکروسکوپها گاهی از دو عدسی تصویری (یک عدسی میانی به عنوان عدسی تصویری اولیه و دیگری عدسی تصویری ثانویه) استفاده به عمل می آید.

### ردیف کننده پرتو Beam Alignmentor

هنگامی که محور پرتوهای روشن کننده با محور عدسی شیئی تطابق داشته باشد، بهترین تصویر میکروسکوپی قابل حصول است. عدم تطابق دو محور ممکن است ناشی از یک جابجایی افقی بین دو محور موازی و یا یک تفاوت زاویه ای بین دو محور باشد. با جابجایی مسیر پرتوهای روشنایی از پهلو می توان به تطابق محوری دست یافت که منجر به حذف علت اول خواهد شد. علت دوم نیز با چرخش پرتوهای روشنایی به داخل درو

محور موازی و سپس انطباق آن تصحیح می شود. عدم تطابق محوری میکروسکوپ با حرکت دادن فیزیکی و یا چرخشی مسیرهای میکروسکوپ قابل اصلاح است. امروزه در اکثر موارد عدسی های ستون میکروسکوپ در یک ردیف قرار می گیرند. هر تطابق محوری جزئی که لازم است مجدداً اعمال گردد، با تحت تأثیر قراردادن پرتوها توسط میدان الکتریکی حاصل از سیم پیچ های تعبیه شده انجام می گیرد. این پرتو می تواند در محورهای  $x$  و  $y$  آنقدر تغییر داده شود تا حداکثر انطباق بدست آید. تغییر روشنایی نیز با تغییر ولتاژ امکان پذیر است.

### نگهداری نمونه Support of Sample

نمونه در میکروسکوپ TEM معمولاً روی یک شبکه فلزی مدور باریکی به ضخامت ۳ میلی متر نگهداری می شود. نمونه در یک زاویه قائمه با محور نوری (اپتیک) در نزدیکی کانون عدسی شیئی قرار دارد. نمونه بر یک نگهدارنده بیرونی سوار شده و از طریق یک شیر هوا به داخل جا نمونه ای میکروسکوپ وارد می شود.

بیشتر میکروسکوپ های TEM دارای یک نمونه گیر استاندارد هستند که امکان قراردادن نمونه در دو جهت عمود برهم را فراهم می سازد. ارتفاع نمونه از بالای عدسی شیئی طوری تنظیم می شود که بهترین تفکیک را ایجاد نماید. بسیاری از انواع نمونه گیرها به عنوان ضمایم اضافی برای انجام آزمایش های خاص عرضه می شوند که مثلاً امکان چرخیدن نمونه حول یک یا دو محور چرخش آزاد طی گرم کردن، سرد کردن و کشیدن نمونه یا ترکیبی از اینها را ایجاد نمایند. در کار متالورژی استفاده از یک نمونه گیر قابل

چرخش اجتناب‌ناپذیر است. چرخش نمونه حول دو محور عمود برهم یا حول یک محور همراه با چرخش آزاد ضروری است. زاویه‌های چرخش باید حداقل تا ۲۵ درجه از سطح افق برسند. چرخش‌های تا ۶۰ درجه قابل دسترسی هستند اما همیشه ضروری نیستند. چرخش نمونه به کریستال‌های ظریف یا لایه‌های نازک فلزی امکان می‌دهد که به گونه‌ای قرارگیرند تا بهترین وضوح و روشنی تصویر و بیشترین اطلاعات از الگوی پراش و تصاویر با زمینه تاریک بدست آید.

#### دریافت و ثبت تصویر Receive & Record of Image

تصویر در TEM از طریق برخورد الکترون‌ها به صفحه فلورسنت ایجاد می‌شود. معمولاً از یک تلسکوپ با بزرگنمایی ۱۰ برابر نیز برای مشاهده دقیق‌تر جزئیات با تلسکوپ باید صفحه فلورسنت چرخانده شود تا دقیقاً عمود بر محور تلسکوپ قرار گیرد. اما در بسیاری از دستگاه‌های TEM به جای استفاده از تلسکوپ از یک صفحه متمرکزکننده ویژه استفاده می‌شود. معمولاً یک ابزار ویژه به صفحه فلورسنت متصل است که وظیفه آن اندازه‌گیری شدت تابش الکترون بر صفحه می‌باشد. پرده فلورسنت به کاررفته برای نمایان سازی تصویر، پرده‌ای پوشیده از فسفر است که اندازه ذرات فسفر موجود بر روی آن حدود ۱۰۰ میکرومتر می‌باشد. TEM به اتاقکی موسوم به محفظه دید (Viewing Chamber) مجهز است که رویت تصویر با چشم غیر مسطح را میسر می‌سازد. به دلیل آن که محفظه مذکور تاریک است، جزئیات تصویر با تباین کامل و بدون آشفستگی دیده می‌شود. پنجره‌های محفظه مشاهد از شیشه سربی ساخته شده است. این شیشه قادر است

اشعه ایکس تولیدشده در داخل محفظه را جذب نماید. سیستم‌های پیشرفته امروزی از تلویزیون مداربسته استفاده می‌شود. در این سیستم‌ها تصویر صفحه فلورسنت به نمایشگر تلویزیونی انتقال می‌یابد. تصاویر صفحه فلورسنت همچنین می‌توانند بر روی دیسک‌های نوری - مغناطیسی و یا روی نوار ویدیو ضبط شوند. ساده‌ترین و مرسوم‌ترین عمل ثبت تصویر با بکارگیری یک صفحه فتوگرافیک در زیرصفحه فلورسنت امکان‌پذیر است.

### سیستم کاهش آلودگی Contamination Decrease System

دستگاه ضدآلودگی ( که معمولاً به نام Cold Finger شناخته شده‌است.) سرعت آلوده‌شدن نمونه را به حداقل کاهش می‌دهد. در بیشتر سیستم‌های خلاء مولکول‌هایی از هیدروکربن‌ها در فضای تخلیه‌شده باقی می‌مانند. این مولکول‌ها می‌توانند از گریس تخلیه، روغن پمپ، اثرانگشت روی نمونه‌گیرها یا صفحات فتوگرافیک ناشی شوند. مولکول‌های روغن جذب‌شده روی سطح نمونه، توسط پرتوی الکترونی شکسته‌شده و تشکیل رسوبی از کربن می‌دهند که با سرعت  $2 \text{ A}^\circ/\text{sec}$  یا بیشتر ضخیم می‌شود. آلودگی جزئیات تصویر را مخدوش می‌سازد. گاهی در بزرگنمایی‌های بالا قبل از ایجاد آلودگی روی سطح نمونه تنها یک تصویر می‌توان تهیه نمود. برای به‌حداقل رساندن آلودگی از ابزاری که به دستگاه TEM متصل شده و سطح بسیار سردی را برای نمونه قبل از انجام بررسی ایجاد می‌کند، استفاده به عمل می‌آید.

این ابزار معمولاً توسط نیتروژن مایع خنک شده و گاهی بسته به نوع دستگاه، به صورت یک بلوک بزرگ مسی به شکل مخروطی در اطراف نمونه یا صفحات نازک ساخته می‌شوند. با استفاده از ابزار ضدآلودگی مؤثر، سرعت افزایش ضخامت آلودگی تا  $0.1 \text{ A}^\circ/\text{sec}$  کاهش یافته، فرصت مشاهده نمونه قبل از آلوده شدن تا حدود یک ساعت افزایش می‌یابد. تمایل به افزایش قدرت تفکیک، استفاده از دستگاه ضدآلودگی را ضروری ساخته است. با استفاده از سیستم‌های سرکننده، جایگزین کردن واشرهای معمولی با واشرهای خاص، استفاده از روغن با فشار بخار پایین برای پمپ، پمپ کردن با فشارهای کمتر و استفاده از پمپ‌های یونی یا جذبی می‌توان آلودگی را به حداقل رساند. همچنین باید از دست زدن به قسمت‌های داخلی میکروسکوپ نیز خودداری نمود.

### حالات عملکرد Operation Modes

میکروسکوپ الکترونی عبوری در حالت‌های گوناگون می‌تواند عمل نماید. TEM در حالت استاندارد از تباین‌های فازی، میدان روشن و میدان تاریک استفاده می‌کند. تصاویر روشن و تاریک تشکیل شده نیز به هنگامی است که تنها پرتوی مستقیم برای ایجاد تصویر به کار گرفته شود. روزنه عدسی از عبور همه پرتوهای دیگر به سمت سیستم ثبت‌کننده جلوگیری می‌کند. نمونه تحت زاویه‌ای قرار داده می‌شود که قانون براگ برای اکثر صفحات صادق باشد. بدین ترتیب علاوه بر پرتوی منعکس شده پرتوی برخوردی نیز تحریک می‌شود. اگر از پرتوی میدان تاریک برانگیخته شده استفاده به عمل آید

تصویر میدان تاریک به دست خواهد آمد. از فصل مشترک حداقل دو پرتوی صفحه تصویر عدسی شیئی، یک تصویر شبکه شکل می گیرد. ریشه های شبکه نیز در صورت انعکاس دسته پرتوی متقارن تصویرساز در صفحه شبکه مشاهده می شوند. تصویر ساختار با استفاده از تعداد زیادی از پرتوهای شکل گرفته در صفحات با اندیس لایه پایین تشکیل می شود. برای تشکیل تصویر با قدرت تفکیک بالا به تنظیم ویژه میکروسکوپ نیاز است. در میکروسکوپ الکترونی عبوری، علاوه بر تصاویر میدان روشن و تاریک دو نوع مشاهده، یکی با بررسی انرژی و دیگری با به کارگیری پرتوی ضعیف نیز کاربرد فراوانی یافته اند

هنگامی که الکترون ها در میکروسکوپ الکترونی از درون نمونه عبور می کنند، انرژی خود را از دست می دهند. این الکترون ها دارای توزیع انرژی خاصی هستند که مشخصه عنصر یا عناصر تشکیل دهنده نمونه است. شناسایی این پدیده محققان زیادی را به سمت توسعه بررسی و پردازش انرژی کشاند تا بتوان معیاری برای تعیین ترکیب شیمیایی نواحی فوق العاده کوچک بدست آورد. این محققان طیف انرژی الکترون های عبور کرده از نمونه را پس از عبور آنها از یک ستون باریک در داخل شبکه بلوری، تصویر می کنند. بدین ترتیب نوعی طیف سنج برای سنجش ترکیب شیمیایی مواد حاصل خواهد شد. یکی از کاربردهای اصلی TEM در مطالعه نابجایی هاست. نابجایی ها در TEM هنگامی قابل مشاهده اند که بلور رد زاویه انعکاسی براگ قرار گرفته باشد. برای اغلب فلزات، تصاویر نابجایی های رویت شده بدین طریق (میدان تاریک) دارای عرض ۸۰ تا ۱۰۰

آنگستروم هستند. بدین ترتیب تحلیل‌های فراوانی از آرایش، حرکت و تداخل نابجایی‌ها به عمل آمده‌است. با این همه روش پرتوی ضعیف برای دستیابی به تصویر نابجایی‌ها گسترش یافته است. در این روش، یک تصویر با زمینه تاریک و قدرت تفکیک بالا از طریق قراردادن بلور در معرض برداد  $g$  که از شرایط براگ دور است، تهیه می‌گردد. تنها ناحیه نزدیک مغز نابجایی که در آن صفحات بلور به طور موضعی خم شده و شرایط انعکاسی را بوجود آورده‌اند، در تشکیل تصویر مؤثرند. این روش برای تعیین دقیق عرض نابجایی منفرد مناسب است. احتمالاً محدودیت عمده روش پرتوی ضعیف، وقت گیر بودن و مشکل بودن مراحل دستیابی به تصاویر میکروسکوپی می‌باشد.

### پراش الکترون در TEM      Electuon Diffraction in TEM

یکی از مهم‌ترین منابع تهیه اطلاعات ساختاری، پراش الکترونی بوده و در تهیه اطلاعات از ورقه‌های نازک فلزی و نیز از فازهایی که از زمینه اصلی و به طریقهٔ ماسک‌برداری استخراج شده‌اند، بسیار مفید و کاربردی است. در به‌کارگیری این شیوه لازم است که نمونه‌ها دارای شرایط زیر باشند:

- ۱- هادی الکترون بوده و یا نسبت به آن شفاف باشند (Transparent to Electrons).
- ۲- ساختار بلوری داشته باشند. مدل‌های پراش الکترونی شبیه مدل‌های پراش اشعه ایکس دست می‌آید. شکل (۹) دوربین پراش معمولی را نشان می‌دهد که در آن از عدسی‌های جمع‌کننده برای تنظیم پرتوها استفاده شده و سایر عدسی‌ها خاموش می‌باشند. پرتوهای الکترونی، موازی هم از نمونه عبور نموده و پراش می‌یابند. مدل این

پراش بر روی پرده قابل تنظیم و رؤیت است. مهم ترین عیب این سیستم حضور سه عدسی بین نمونه و مدل پراش اشعه می باشد، به طوری که مغناطیس باقیمانده در عدسی ها، سبب مخدوش شدن مدل پراش می گردد. در بعضی از تجهیزات، نمونه بجای عدسی و یا در زیر آن قرار می گیرد. این امر سبب می شود که مشکل مغناطیس باقیمانده در عدسی ها حذف گردد. پراش در سطح منتخب Selected Area Diffraction مهم ترین نوع پراش در میکروسکوپ های الکترونی، پراش در سطح منتخب (SAD) است. این سطح خیلی کوچک بوده و قطر آن از چند صد آنگستروم تجاوز نمی کند. اصول کاری SAD در شکل (۱۰) نشان داده شده است. وقتی یک نمونه بلوری در معرض پرتوهای موازی الکترونی قرار گرفته و روشن می شود، الکترون ها طبق قانون براگ (Bragg)  $\lambda = 2d\sin\theta$  و یا  $\lambda = 2d\theta$  بخاطر کوچک بودن  $\theta$  پراش می یابند. پرتوهای پراش یافته با پرتوهای اصلی (Main Beam) در پشت صفحه کانونی عدسی شیئی متمرکز شده و یک مدرل پراش در آنجا تشکیل می دهند. بدین ترتیب اولین تصویر بزرگ شده نمونه در فاصله ای نزدیک صفحه کانونی تشکیل می شود. با تنظیم مناسب توان و با توجه به فاصله کانونی عدسی واسط، می توان تصویر نهایی را بر روی پرده رؤیت نمود. با تعبیه روزنه هایی با اندازه مناسب در سطح تصویر عدسی شیئی، امکان عبور پرتوهای پراش یافته در طول محفظه خلاء فراهم گشته و تصاویر مربوطه ضبط می شود. اندازه مدل پراش بستگی به شرایط عدسی تصویری و محل نصب آن دارد. با استفاده از عدسی های واسط ثانویه و یا عدسی های پراشی (Diffraction



(Lenses) می توان اندازه مدل پراش را تغییر داد امکانات اخیر قست های معینی از مدل را وسعت می دهند تا جزییات بیشتری مورد تجزیه و تحلیل قرار گیرد. تنظیم سطح روشن نمونه از طریق کنترل قطر پرتوی تابانده شده بر روی سطح بوسیله روزنه های تعبیه شده در عدسی جمع کننده انجام می شود. اطلاعاتی که از این طریق (SAD) به دست می آید، اطلاعاتی در مورد اندازه و جهات شبکه، مقایسه چند ناحیه مختلف نمونه نسبت به هم و تجزیه و تحلیل ذرات مختلف و کوچک در نمونه است.

### میکروسکوپ با زمینه تاریک Dark – Field Microscopy

یکی دیگر از منابع بارزش تهیه اطلاعات، استفاده از تصاویری است که با زمینه ای تیره یا تاریک تهیه می شوند. با تغییر اندازه روزنه عدسی های شیئی، امکان انتقال پرتوهای پراش یافته و ممانعت از عبور پرتوهای اصلی فراهم شده و بدین ترتیب تصاویر با زمینه تاریک ساخته می شوند. تصاویر حاصله، ناحیه ای از نمونه را که این پرتوها از آن عبور نموده اند، نشان می دهند. از آنجایی که پرتوی پراش یافته از گوشه میدان عدسی عبور می کند، در این گونه تصاویر ساده، حد تفکیک پایین می باشد. جهت تهیه تصاویر با حد تفکیک بالا سعی می شود که پرتوی روشن کننده (Illuminating Beam) را به گونه ای منحرف سازند تا به راستای محور چشمی میکروسکوپ نزدیک و در طول آن انتقال یابد (به جای پرتوی اصلی). انحراف پرتو بوسیله کج کردن و منحرف نمودن سیم پیچ های مغناطیسی صورت می گیرد که همواره در طراحی و ساخت این میکروسکوپ ها به آن توجه می شود.

## تهیه نمونه Specimen Preparation

در صورت استفاده از میکروسکوپ تمیز و کارکرد خوب با آن، قدرت تفکیک قابل دسترس در کار متالورژی به شرایط نمونه بستگی خواهد داشت. در این راستا انتخاب روش تهیه نمونه از اهمیت فوق العاده ای برخوردار است. به طور کلی تهیه نمونه مشکل ترین قسمت متالوگرافی بوده و بیشتر از سایر مراحل کار در معرض خطا و نارسایی قرار دارد. در به کارگیری TEM در متالوگرافی، شیوه تهیه نمونه و ویژگی های نمونه آماده شده اهمیت و تأثیری مستقیم و شایان توجه بر نتایج ماخوذه دارد. در روش بررسی ساختار با میکروسکوپ الکترونی عبوری، ملموس ترین نوع نمونه، نمونه ای خیلی نازک است که الکترون قادر باشد از آن عبور نماید. در این راستا قدرت عبور الکترون از نمونه به ولتاژ شتاب دهنده پرتوها و نیز چگالی و عدد اتمی نمونه بستگی دارد. در جدول (۱) تبعیت ضخامت نفوذپذیری یا عمق نفوذپذیری یا عمق نفوذ نمونه های مختلف با ولتاژهای متفاوت ارایه شده است. همان طور که ملاحظه می شود با افزایش ولتاژ شتاب دهنده، عمق نفوذ افزایش می یابد. از طرف دیگر افزایش عدد اتمی منجر به کاهش عمق نفوذ می شود. جدول (۱) : تأثیر ولتاژ شتاب دهنده و عدد اتمی بر عمق نفوذ الکترون.

جدول (۱): تأثیر ولتاژ شتاب‌دهنده و عدد اتمی بر عمق نفوذ الکترون

عمق نفوذ (μm)	عمق نفوذ (μm)	عدد اتمی	جنس نمونه
در ولتاژ ۱۰۰ کیلوولت	در ولتاژ ۱۰۰ کیلوولت		
۸	۱/۵۰	۱۳	آلومینیم
۱/۵	۰/۲۵	۲۶	آهن
۰/۵	۰/۱۰	۹۲	اورانیم

نمونه‌هایی مناسب برای TEM بسته به عملکرد وسایل و ولتاژ کاری، ضخامتی در حدود چندصد نانومتر دارند. یک نمونه ایده‌آل ضخیم‌ترین حجم ممکن از نمونه را داشته، پایدا، تمیز و صاف می‌باشد. سطوح آن حتی‌الامکان موازی بوده و نمونه به راحتی در دست قرار می‌گیرد. به عبارتی حمل و نقل آسانی دارد. دارای هدایت الکتریکی مناسب بوده و از جدایش و عیوب سطحی مبری می‌باشد. بدیهی است تمام ویژگی‌های مذکور در یک نمونه اجتماع نداشته و سعی بر آن است که حداکثر فواید حاصل گردد. در روش‌های آماده‌سازی نمونه برای TEM غالباً از یک نمونه لبه تیز (با زاویه کم) استفاده به عمل می‌آید. به‌طور کلی آماده‌سازی نمونه‌های TEM مشتمل بر دو مرحله آماده‌سازی اولیه نازک نمودن نهایی می‌باشد.

### آماده‌سازی اولیه نمونه Initial Preparation

اولین گام در تهیه نمونه، بریدن یک تکه از نمونه اصلی است. در این خصوص لازم است که دیدگاه‌ها و نکات مورد مطالعه نیز مدنظر باشد. در مرحله اخیر به احتمال زیاد

نمونه دارای حداقل دو سطح خشن بوده، ضخامت آن بسته به دستگاه و روش برشکاری است. یک ارّه با دنده‌های ریز می‌تواند زبری‌ها و حفراتی به اندازه حدود یک میلی‌متر بر روی ساختار نمونه فلز نرم ایجاد نماید. حداقل این عیوب در صورت استفاده از ماشین‌های برشکاری جرقه‌ای یا به کارگیری چرخ‌های برنده الماسه و یا سیم‌های گردان به همراه استفاده از دوغاب سایشی، حاصل می‌گردد. انتخاب روش برش نمونه به ویژگی‌های آن بستگی دارد.

#### آماده‌کردن سطوح صاف

بعد از این که ضخامت نمونه بریده شده به  $0.5$  تا  $3$  میلی‌متر رسید، لازم است که سطوح نمونه به صورت صاف و موازی درآیند. بدین منظور از ماشین‌های سنگ‌زنی، سنباده‌زنی و پرداخت‌کاری استفاده می‌شود. برای به حداقل رساندن عیوب ایجاد شده در سطح نمونه، استفاده از ساینده نرم و ریز دانه توصیه شده است. ورقه‌هایی از نمونه با سطوح موازی و به ضخامت  $100 \mu m$  (و کمتر) در اکثر موارد با استفاده از پرداخت‌کاری با پودرهای ساینده‌ای با دانه‌بندی  $600$  بدست خواهد آمد. اگر تنها به نمونه‌ای پولکی شکل با قطر  $2$  میلی‌متر نیاز باشد، در شرایط صنعتی می‌توان از صفحات گردان استفاده به عمل آورد. با به کارگیری وسایلی دقیق‌تر و پیشرفته‌تر از این دست می‌توان به ضخامت‌هایی کمتر از  $m$   $50 \mu$  نیز دست یافت. با استفاده از چرخ‌های ساینده و پرداخت‌کاری این امر قابل حصول است.

### نازک کردن شیمیایی Chemical Thinning

روشی که در آن می توان حداقل تخریب ها را در یک نمونه بدست آورد، پرداخت کردن شیمیایی است. با استفاده از این روش، برخی عیوب شناخته شده در مراحل مکانیکی آماده سازی نمونه تا حدودی از بین می رود، اما به دست آوردن سطوح موازی در نمونه مشکل به نظر می رسد. ماشین هایی که در آن با استفاده از فرآیندهای شیمیایی می توان ضخامت را کنترل نمود، در دسترس هستند. در این دستگاه ها هر دو سطح نمونه همزمان با یک محلول خوردنده پرداخت می شوند. اگر ماده نمونه زیاد باشد، کل نمونه در محلول غوطه ور شده و هیچ تلاشی برای جلوگیری از خوردگی لبه ها صورت نمی گیرد. به عبارت دیگر نمونه به اندازه کافی خورده شده و پرداخت می شود. بنابراین با به کارگیری این روش نیازی به تهیه نمونه های اولیه بسیار کوچک نیست.

### نازک کردن نهایی نمونه Final Thinning

پرداخت الکتریکی Electropolishing پرداخت الکتریکی یا الکتروپولیش اغلب برای رساندن ضخامت نمونه به ضخامت نهایی مورد استفاده قرار می گیرد. عملیات پرداخت الکتریکی در یک سلول حاوی الکترولیت که در آن نمونه در حالت آند قرار دارد، با اعمال یک پتانسیل مناسب برای حل کردن مقدار کنترل شده ای از نمونه، انجام می شود. این عمل تا ایجاد یک سوراخ در نمونه ادامه می یابد. محدوده عبور الکترون در TEM، نوار باریکی در محیط همین سوراخ است. سلول پرداخت الکتریکی در واقع با حذف برجستگی ها و نامنظمی ها بسیار ریز سطح نمونه، آنرا پرداخت می نماید. این امر باعث

صاف شدن سطح و در نهایت نازک شدن یکنواخت، کامل و سریع نمونه می‌شوند. پرداخت الکتریکی در واقع روشی عکس فرآیند آبرکاری الکتریکی است. در این روش، قطعه مورد پرداخت، آند قرار داده می‌شود و لذا گرایش به حل شدن در الکترولیت دارد. الکترولیت و چگالی جریان طوری کنترل می‌شوند که اکسیژن آزاد شده در آند، نقاط برجسته قطعه را اکسید نماید. فلز اکسید شده در الکترولیت حل شده و در نتیجه سطحی صیقلی مانند صیقل کاری مکانیکی بدست می‌آید.

در محلول الکترولیت سلول معمولاً یک عامل اکسیدکننده و یک معرف حضور دارند که باعث ایجاد یک لایه چسبناک، غلیظ و پایدار بر روی نمونه می‌شوند. پرداخت کاری نرم با حل شدن نمونه همراه بوده و همان طوری که در شکل نشان داده شده است، با طول مسیر نفوذ از فیلم چسبناک تا الکترولیت کنترل می‌شود. هرچه نقاط سطح نمونه به سطح آزاد الکترولیت نزدیک‌تر باشند، عملیات حل شدن نسبت به محیط اصراف سریع‌تر صورت می‌گیرد. بدین ترتیب یک سطح نرم به دست می‌آید که از روشنایی و براقی آن قابل تشخیص است. از آنجا که می‌بایست لایه چسبناک نازک نگه داشته شود، لازم است که الکترولیت محتوی یک ماده حل‌کننده لایه چسبناک، یک عامل اکسیدکننده و یک تشکیل‌دهنده لایه باشد. گاهی یک نوع معرف می‌تواند به هر سه گونه رفتار نموده و الکترولیت را ساده نماید. یکی از این معرف‌ها محلول رقیق اسید پرکلریک (HClO<sub>4</sub>) در اتانول می‌باشد که یک عامل پرداخت‌کننده مرسوم است. هرچندگاهی الکترولیت‌های

پیچیده‌ای با بیش از ۳ الی ۴ جزء نیز مشاهده می‌شود. در چنین مواردی یک عامل اکسیدکننده نظیر اسید پرکلریک

( $\text{HClO}_4$ ) یا اسید نیتریک ( $\text{HNO}_3$ )، یک تشکیل‌دهنده لایه مانند اسید فسفریک ( $\text{H}_2\text{SO}_4$ ) برای حل کردن اکسیدها و نیز یک رقیق‌کننده‌ای که می‌تواند غلیظ هم باشد مثل گلیسرول برای کنترل کردن سرعت واکنش، حضور دارد. ترکیب الکترولیت یا تغییرات اولیه پتانسیل کاربردی تعیین می‌شود. از طرف دیگر پتانسیل پایین با اچ شدن نمونه و پتانسیل بالا به سوراخ شدن و عدم پرداخت کاری منجر می‌گردد. بدیهی است می‌بایست از هر دو گونه شرایط مذکور دوری جست. شرایط صحیح عملکرد با مطالعه منحنی عملی ولتاژ - جریان قابل تشخیص است. پرداخت کاری بهینه در منطقه فلات منحنی رخ می‌دهد. هرچند یک پتانسیواستات برای اندازه مقدار واقعی منحنی ولتاژ - جریان مورد نیاز است. به دلیل وجود مشکلات بسیار در حصول شرایط پایدار، تحقیقات خبره کمتری برای رم منحنی‌های تجربی انجام شده است. در مجموع تحقیقات انجام شده مبین شروع فرآیند با پتانسیل توصیه شده است. فراتر رفتن پتانسیل، باعث اچ شدن و فروتر رفتن آن منجر به حفره‌دار شدن نمونه خواهد گشت.

### روش پنجره The Window Technique

آخرین مرحله نازک کردن نمونه از صفحات حدود  $125 \mu\text{m}$  به ضخامتی نهایی تلاش‌های تحقیقی فراوانی را به خود جذب نموده است. در این میان متغیرهایی چون شکل هندسی آند و کاتد، پایداری ولتاژ، دمای محلول و تلاطم الکترولیت همگن مورد

مطالعه قرار گرفته‌اند. رساندن نمونه به ضخامت‌هایی در حدود و رقم مذکور با روش‌هایی چون نازک کردن شیمیایی، پرداخت الکتریکی، کوبیدن، استفاده از جرقه و ماشین کاری، با به‌کارگیری ظرایف و نکاتی امکان‌پذیر است. ابتدایی‌ترین روش پرداخت الکتریکی که با نام "روش پنجره" شناخته شده است، توسط Bollman (۱۹۶۵) ارایه شد. این روش بر سرعت گوناگون خوردگی مناطق مختلف سطح تکیه دارد. نمونه اولیه مورد استفاده در این روش مربعی با ابعاد ۱×۲ سانتی‌متر بوده، توسط گیره‌ای شبیه موجین در الکترولیت آویزان است. به منظور حفاظت در برابر حمله محلول، نمونه با یک لاک مقاوم به اسید پوشش شده‌است درون وان الکترولیت مواد به ارتفاع کافی حضور داشته و همزن مغناطیسی موجود تلاطم و گردش مناسب محلول را ایجاد می‌نماید. نمونه به قطب مثبت (آند) متصل است. کاتد نیز ورقه‌هایی از همان جنس نمونه یا موادی خنثی نظیر پلاتین یا فولاد ضدزنگ می‌باشد. موجین نگهدارنده نمونه حتی می‌تواند با دست‌نگه‌داشته‌شده و با غوطه‌ور شدن نمونه در محلول، جریان برقرار گردد. در هر حال پس از برقراری جریان الکتریکی در داخل الکترولیت، نمونه آرام‌آرام خورد شده و به سمت ایجاد بخش‌هایی گلوبی شکل حرکت می‌کند. به دلیل شفاف بودن ظرف و محلول الکترولیت، رویت فرآیند پرداخت الکتریکی و خورده‌شدن نمونه دائماً امکان‌پذیر خواهد بود. پس از سوراخ‌شدن این قسمت گلوبی‌شده، نمونه مورد نظر برای TEM آماده خواهد بود. در نهایت چیزی که از نمونه باقی می‌ماند، شبیه پنجره است و نامگذاری این روش نیز به همین دلیل می‌باشد. در خاتمه نمونه به دست‌آمده را



به منظور حذف مواد الکترولیت از روی آن در یک ظرف آزمایشگاهی حاوی حلال فروربرده و سپس شستشو می دهند. آنچه که Bollman در سال ۱۹۵۶ ابداع نمود، استفاده از دو کاتد در دو طرف نمونه بود. او کاتدهایی را فاصله یک میلی متری نمونه‌هایی که لبه‌های آن لاک شده بود قرار داد. بدین ترتیب سوراخ شدن در مرکز نمونه آغاز می شد. در حالی که عملیات پرداخت کاری در حال انجام بود، او فاصله کاتدها از نمونه را افزایش داده و به حدود یک سانتی متر می رساند. بدین ترتیب عمل سوراخ شدن در فصل مشترک لاک - فلز نیز آغاز می گشت. فرآیند پرداخت کاری تا زمانی که دو سوراخ مذکور به یکدیگر می رسیدند ادامه می یافت. بدین ترتیب با بریدن نمونه، دو نمونه زبانه‌ای شکل و نازک برای انجام آزمایش بدست می آمد.

#### پرداخت خودکار با افشانه Automatic Jet Polishing

در روش دیگری که برای نازک کردن نمونه‌ها استفاده می شود، نمونه اولیه یک صفحه دایره‌ای شکل با قطر تقریبی حداقل ۳ و ضخامت حدود ۰/۵ میلی متر می باشد. می توان یک فرورفتگی در مرکز قرص ایجاد نمود و تمام قرص را تحت پرداخت الکتریکی قرار داد تا این که در همان مرکز قرص سوراخی ایجاد شود. بدین ترتیب نمونه‌ای بدست می آید که لبه‌های آن به قدر کافی همان مرکز قرص سوراخی ایجاد شود. بدین ترتیب نمونه‌ای بدست می آید که لبه‌های آن به قدر کافی ضخیم بوده و به آسانی گرفته و حمل و نقل می شود. از طرف دیگر مرکز نازک آن نیز محافظت می گردد. در روشی که برای اولین بار توسط Strutt (۱۹۶۱) به کار گرفته شد، نمونه از هر دو طرف با پاشش

الکترولیت مواجه است. در این مرحله با استفاده از ولتاژ بالا به فرآیند پرداخت سرعت داده و پس از حصول منطقه نازک میانی، می توان قرص را درون وان های پرداخت الکتریکی معمولی قرار داد و عملیات را تا سوراخ شدن صفحه تعقیب نمود.

امروزه عموماً از افشانه های دو تایی برای پرداخت نمونه استفاده می کنند. بدین ترتیب که دو افشانه (Jet) در دو طرف نمونه قرار گرفته و محلول الکترولیت را با سرعت به نمونه می پاشند. افشانه ها نیز در فاصله ۳ میلی متری مرکز نمونه قرار داشته و پاشش را به طور مستقیم انجام می دهند. نمونه در نگهدارنده ای قابل تعویض قرار گرفته و به آند متصل است. فرآیند پرداخت کاری می بایست به محض سوراخ شدن نمونه متوقف گردد. اگر

فرآیند در اطراف سوراخ شکل گرفته ادامه یابد، نازک ترین منطقه حاصله با الکترولیت بیشتری محاصره شده و دچار خوردگی می شود و یا اینکه نیروهای مکانیکی حاصل از پاشش الکترولیت توسط افشانه منجر به تغییر شکل مناطق نازک شده می گردد. بنابراین به دلیل غیرقابل انتظار بودن اثرات، لازم است که لحظه شکل گیری سوراخ دقیقاً ردیابی شود. بدین منظور از یک منبع نور در یک طرف و یک دیود نوری حساس در طرف دیگر سلول استفاده به عمل می آید. در شرایط مناسب سوراخ شدن می تواند بعد از گذشت یک الی دو دقیقه حاصل شود. بدین ترتیب هم پرداخت شدن و هم سوراخ شدن نمونه در یک سیستم صورت گرفته و زمان آماده سازی نمونه کاهش می یابد.

ترکیبات الکترولیت متنوعی بسته به نوع نمونه مورد استفاده است. برخی از این الکترولیت ها وقتی تازه باشند، بهترین شرایط عملکرد خود را دارا هستند. بالعکس برخی

دیگر پس از انباشتن به مدت یک یا دو هفته و تعدادی پس از مصرف به شرایط بهینه می‌رسند. پس از پرداخت الکتریکی شستشوی کامل نمونه امری ضروری است. این عمل معمولاً در ۴ الی ۵ ظرف تمیز محتوی حلال انجام شده و با شستشو در محلولی مشتمل بر حلال سریع خشک شونده و بدون لک (مانند الکل) خاتمه می‌یابد.

برخی الکترولیت‌ها وقتی سر هستند، خوب عمل می‌نمایند. عملیات سرد نمودن سلول به راحتی با قراردادن ظرف محتوی الکترولیت در مایعات خنکی چون آب با یخ، الکل یا یخ خشک (دی‌اکسید کربن جامد) و یا الکل یا نیتروژن مایع ریخته شده در آن امکان‌پذیر می‌باشد. گاهی نیز از یخچال‌های کوچکی که مایع خنک‌شده را در لوله پیچ غوطه‌ور در الکترولیت پمپ می‌کنند، استفاده به عمل می‌آید که روش گرانی است. از مزایای این روش (مخصوصاً در تهیه نمونه از ورقه‌های نازک) می‌توان به موارد ذیل اشاره نمود:

الف - سرعت تهیه نمونه افزایش می‌یابد. زمان لازم برای تهیه نمونه به روش‌های دیگر در حدود ۱۵ تا ۶۰ دقیقه است در حالی که با این روش ظرف چند دقیقه نمونه آماده می‌شود.

ب- برش خاصی روی نمونه لازم نیست. بدین ترتیب هرگونه احتمال خراب شدن نمونه با ارّه و چاقو منتفی شده، از تغییر شکل نمونه هنگام برشکاری جلوگیری می‌شود. پ- استحکام قاب دور نمونه از فروپاشی و کماتش آن ممانعت به عمل می‌آورد.

ت- سوراخ کردن مرکز قرص (نمونه) باعث افزایش قابلیت کنترل نمونه در مراحل  
گوناگون کار با TEM می شود، مثلاً خم نمودن و مطالعه زوایای مختلف آن.  
ث- سطوح انتخابی نمونه‌ها نظیر مناطق تأثیر یافته از حرارت در جوشکاری و یا  
نمونه‌های کوچک آزمایش شده در آزمایش‌های کشش یا خزش می‌توانند مورد بررسی  
قرار گیرند. یکی از محدودیت‌های این روش بزرگ بودن نمونه وارد شده به میکروسکوپ  
است و در صورت وجود مواد فرومغناطیس، پرتوی الکترونی منحرف شده و مشکلات  
مربوط به انحراف مسیر ایجاد می‌نماید.

### نازک کردن با پرتوی یونی Ion – Beam Thinning

نازک کردن با استفاده از پرتوهای یونی اغلب برای نازک کردن ورقه‌ها و رساندن آن‌ها به  
ضخامت نهایی مورد استفاده قرار می‌گیرد. در این روش، یک پرتو از اتم‌ها یا یون‌های  
یک گاز خنثی مستقیماً به نمونه برخورد نموده و اتم‌ها یا ملکول‌هایی از نمونه رد محل  
برخورد یون متصاعد می‌شوند. اگر این امر بتواند بدون تولید مواد مصنوعی و زاید انجام  
گیرد، نازک کردن یونی یک روش ایده‌آل برای آماده‌سازی ورقه‌های مواد هادی و غیر  
هادی خواهد بود. این روش به پیش‌بینی و منظم نمودن چند اثر غیرقابل پیش‌بینی نظیر  
نشستن یون‌های پراکنده شده، توسعه توپوگرافی سطح زیر نمونه و گرم شدن نمونه  
نیازمند است. به همین دلیل لازم است که طبیعت یون‌ها، انرژی و جهت پیدایش آن‌ها و  
نیز فرکانس ورودشان کنترل شود. وقتی که یون‌ها دارای انرژی حدود  $100\text{ eV}$  باشند،  
می‌توانند اتم‌های سطحی را حذف نموده و پراکنده سازند. تعداد اتم‌های ساطع شده با

برخورد هر پرتوی یون یا اتم، بازده پراکنش (S) (Sputtering Yield) نامیده می شود. عموماً S و در نتیجه سرعت نازک شدن با انرژی یون و مقدار جرم یون بمباران کننده افزایش می یابد. از طرف دیگر مقدار S با افزایش جرم اتمی نمونه دچار کاهش می شود. حصول ضریب پراکنش بالا بدون تغییر شیمیایی نمونه با استفاده از آرگون امکان پذیر است. گازهای خنثای سبک تر نظیر هلیم و نئون، سرعت نازک کردن بسیار آهسته تر و گازهای سنگین تر نظیر کریپتون و گزنون بسیار گران هستند. انتخاب مقدار انرژی یون آسان است. در ابتدا با افزایش انرژی یون، بازده پراکنش افزایش می یابد. اما پس از رسیدن به یک مقدار حداکثر، دوباره کاهش نشان می دهد. به عبارت دیگر یونها در زیر سطح رسوب می کنند. در این حالت اتم های کمتری از سطح متصاعد می گردد. بنابراین مقدار انرژی بهینه در حدود ۱۰-۱ KeV می باشد که در این میان مقدار ۶-۳ KeV کاربرد بیشتری است. از طرف دیگر بازده پراکنش به زاویه ای که یونها به سطح برخورد می کنند، بستگی دارد. زاویه معمولی مورد استفاده در محدوده ۳۰-۵ درجه می باشد. انواع تفنگ یونی در هنگام استفاده سریعاً فرسوده می شوند. یونها هم تفنگ و هم نمونه را مورد فرسایش قرار می دهند. بنابراین در نازک کردن یونی تعویض منظم اجزای تفنگ به ویژه کاتد، اجتناب پذیر است. امروزه ماشین های نازک کردن یونی با تفنگ های متنوعی در دسترس هستند. به علاوه اینکه اجزای موجود برای تنظیم کردن انرژی یون و جریان پرتو حداقل برای دو تفنگ می باشند. این ماشین ها معمولاً با نمونه گیرهایی که توان پذیرش قرص های (نمونه) ۳ میلی متری را داشته و هنگام نازک شدن همزمان نمونه

از هر دولبه حول محور عمودی خود در حال گردش هستند، ترکیب می شوند. به دلیل آن که فرسایش با سرعت بسیار کندی در حدود ۱۰-۱ میکرون بر ساعت رخ می دهد، تشخیص انتهای فرآیند، آن هم به صورت خودکار بسیار مرسوم است. بنابراین نازک کردن صفحه ای که تنها  $50\mu m$  ضخامت دارد، ممکن است به چندین ساعت وقت نیاز داشته باشد. بدیهی است نازک کردن اولیه با روش های دیگر بدون آسیب رساندن به نمونه و یا ایجاد مشکلات حمل آن و سپس نازک تر کردن آن با پرتوهای یونی بسیار مفید و بهینه خواهد بود.

نازک کردن با پرتوهای یونی امروزه در محدوده وسیعی مورد استفاده بوده و عمدتاً برای سرامیک ها، شیشه ها و سایر نارساها و نیز مواد دو فازی که تمایل پرداخت الکتریکی یک فاز نسبت به فاز دیگر سریعتر است، به کار می رود. اگرچه پراکنده شدن اتم ها یا مولکول های تمام مواد با یک شرایط تنظیم شده پرتوهای یونی امکان پذیر نیست، اما زاویه برخورد پرتو و گردش متناسب نمونه می تواند این اختلافات را به حداقل برساند.

#### روش ماسک برداری Replica Method

ماسک ها عکس بردان های مطمئنی از سطح آماده نمونه ها هستند. به تصویر کشیدن سطح نمونه ها به روش ماسک برداری به سال ۱۹۶۵ (توسط Bradley) باز می گردد. مواد گوناگونی برای تهیه ماسک معرفی شده اند که از آن جمله می توان به کربن و پلاستیک اشاره نمود. خواص عمومی این مواد عبارتند از:

۱- تراکم اتمی بالا

۲- استحکام و پایداری بال

۳- کوچک بودن ساختمان اتمی یا مولکولی به نحوی که قابل تفکیک توسط TEM نبوده و بر روی تصویر بدست آمده اثری نگذارد.

۴- سهولت ترسیب و نیز برداشتن مواد از روی نمونه روش های ماسک برداری شامل دوشیوه اصلی می باشند. در یکی سطح فلز پرداخت و اچ شده، ریزساختار آن به صورت واضح درآورده می شود که ماسک برداری از سطح اخیر صورت می پذیرد. در روش دوم سطح نمونه را آندایز نموده و فیلمی با ضخامت متغیر و منطبق با ناهمواری های ریزساختاری تهیه می نمایند. این فیلم از سطح فلز برداشته شده و به عنوان ماسک مورد استفاده قرار می گیرد.

روش های یادشده مبتنی بر تحت تاثیر قرار گرفتن غیر یکنواخت قسمت های مختلف ریزساختاری می باشند. این قسمت های مختلف همان مرز دانه ها، رسوب ها، فازهای ثانویه و ... هستند.

بدین ترتیب برخلاف میکروسکوپ نوری که قادر به استفاده از رنگ های مختلف است در ماسک ها از ناهمواری های سطحی استفاده به عمل می آید. مهم ترین مزیت ورق های نازک در مقایسه با ماسک این است که توسط ورق ها می توان ساختار داخلی فلزات و آلیاژها را با جزئیات آنها مشاهده نمود. عیوب بلوری مانند نابجایی ها و نقص انباشتگی و عوامل ساختاری مثل مرز دانه ها و سایر سطوح مشترک می توانند در یک ورق نازک مورد مشاهده قرار گیرند.

## کاربردهای میکروسکوپ الکترونی عبوری

همانطور که قبلاً نیز گفته شده TEM می تواند ریزساختار فلزات را با قدرت تفکیکی با ابعاد اتمی نشان دهد به شرط اینکه دقت کافی هم در مرحله نمونه سازی و هم در کاربرد دستگاه معمول گردد. در غیر این صورت نیز قدرت تفکیک تا  $20 \text{ \AA}$  را با میکروسکوپ های مدرن می توان به دست آورد. TEM اطلاعات مشروحی درباره فلزات از قبیل توزیع حرکت نابجایی ها، اندازه تعداد و توزیع رسوبات و آخال ها، مکانیزم های جوانه زنی و رشد، حرکت ترک ها و ... را ارائه می دهد، از آنجا که تعداد زیادی از خواص فیزیکی و مکانیکی وابسته به ریزساختار هستند می توان ارتباط بین آنها را مورد مطالعه قرار داد. در عمل بررسی ریزساختار از اندازه گیری تعداد زیادی از خواص مکانیکی آسان تر است. بنابراین چنانچه ارتباط صحیحی بین ریزساختار و سایر خواص به دست آید می توان از میکروسکوپ در تعیین و کنترل فرآیند کمک گرفت. روش TEM را می توان برای کنترل بعضی از فرآیندها به کار برد زیرا امکان تطبیق دادن ریزساختارها با استاندارد با دقت قابل قبول وجود دارد. تصاویر حاصل از روش TEM می توانند اطلاعاتی در زمینه شکست ارائه دهند که با هیچ آزمایش دیگری قابل تشخیص نیست.

TEM وجود رسوبات ریز در فولادهای آلیاژی و میکروآلیاژی و وجود نابجایی و نقص انباشتگی در فلزات را برای اولین بار نشان داده و امکان ارتباط دادن این پدیده ها را با



جهت خرید فایل word به سایت [www.kandooen.com](http://www.kandooen.com) مراجعه کنید  
یا با شماره های ۰۹۳۶۶۰۲۷۴۱۷ و ۰۹۳۶۶۴۰۶۸۵۷ و ۰۶۶۴۱۲۶۰-۵۱۱ تماس حاصل نمایید

خواص مکانیکی فراهم ساخته است. از TEM در موارد دیگری چون خودگی،  
اکسیداسیون، آبکاری، بررسی مواد مغناطیسی، مطالعه سرامیک‌ها و کانی‌ها و ...  
استفاده‌های شایانی به عمل می‌آید.

جهت خرید فایل word به سایت [www.kandoocn.com](http://www.kandoocn.com) مراجعه کنید  
یا با شماره های ۰۹۳۶۶۰۲۷۴۱۷ و ۰۹۳۶۶۴۰۶۸۵۷ و ۰۶۶۴۱۲۶۰-۵۱۱ تماس حاصل نمایید

Filename: Document1  
Directory:  
Template: C:\Documents and Settings\hadi tahaghoghi\Application  
Data\Microsoft\Templates\Normal.dotm  
Title: (TEM)

Subject:  
Author: system home  
Keywords:  
Comments:  
Creation Date: 4/1/2012 10:41:00 PM  
Change Number: 1  
Last Saved On:  
Last Saved By: hadi tahaghoghi  
Total Editing Time: 0 Minutes  
Last Printed On: 4/1/2012 10:41:00 PM  
As of Last Complete Printing  
Number of Pages: 33  
Number of Words: 5,911 (approx.)  
Number of Characters: 33,696 (approx.)