

مقدمه

نمونه های مناسب برای میکروسکوپ TEM بایستی بسته به ولتاژ بالای اعمالی ضخامتی در حدود چند صد نانومتر داشته باشند. یک نمونه ایده آل بایستی نازک باشد. نماینده عمق قطعه باشد، تمییز و صاف با دو سطح کاملاً موازی باشد به راحتی قابل حمل باشد، هادی بوده، عاری از جدایش (Segregation) سطحی باشد و Self-Supporting باشد. همه این خواسته ها همواره برآورده نمی شوند تکنیک های آماده سازی معمولاً منجر به تولید نمونه گوه ای شکل می شوند که دارای یک زاویه کوچک گوه هستند.

آماده سازی نمونه می تواند نبه دو مرحله، آماده سازی ابتدایی و نازک سازی نهایی تقسیم شوند. آماده سازی اولیه از چند مرحله تشکیل شده که البته برخی از آنها می توانند حذف شوند.

آماده سازی اولیه نمونه

اولین گام در تهیه نمونه، بریدن یک تکه از نمونه اصلی است. در این خصوص لازم است که دیدگاه ها و نکات مورد مطالعه نیز مد نظر باشد. در مرحله اخیر به احتمال زیاد نمونه دارای حداقل دو سطح خشن بوده، ضخامت آن بسته به دستگاه و روش برشکاری است. یک اره با دندانهای ریز می تواند زبری ها و حفراتی به اندازه حدود یک میلی متر بر روی ساختار نمونه فلز نرم ایجاد نماید. حداقل این عیوب در صورت استفاده از ماشین های برشکاری جرقه های یا به بکارگیری چرخ های برنده الماسه و یا سیم های گردان به همراه استفاده از دوغاب سایشی، حاصل می گردد.

انتخاب روش برش نمونه به ویژگی های آن بستگی دارد. در فصل دوم به انواع روش های برشکاری نمونه اشاره شده است.

آماده کردن سطوح صاف

بعد از این که ضخامت نمونه بریده شده به ۰/۵ تا ۳ میلی متر رسید، لازم است که سطوح نمونه به صورت صاف و موازی درآیند. بدین منظور از ماشین های سنگ زنی، سنباده زنی و پرداخت کاری استفاده می شود. برای به حداقل رساندن عیوب ایجاد شده در سطح نمونه، استفاده از ساینده نرم و ریزدانه توصیه شده است. ورقه هایی از نمونه با سطوح موازی و به ضخامت $100\ \mu\text{m}$ (و کمتر) در اکثر موارد با استفاده از پرداخت کاری با پودرهای ساینده ای با دانه بندی ۶۰۰ بدست خواهد آمد. اگر تنها به نمونه ای پولکی شکل با قطر ۳ میلی متر نیاز باشد، در شرایط صنعتی می توان از صفحات

گردان استفاده به عمل آورد. با به کارگیری وسایلی دقیق تر و پیشرفته تر از این دست می توان به ضخامت هایی کمتر از $50\mu\text{m}$ نیز دست یافت. با استفاده از چرخ های ساینده و پرداخت کاری این امر قابل حصول است.

Chemical Thinning

نازک کردن شیمیایی

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 خورنده 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.

ساختن یک دیسک

بسیاری از روشهای اتوماتیک نیاز به یک نمونه دیسکی شکل به قطر ۳ میلی متر (۰/۱۰۰ اینچ) دارند. یک چنین دیسکی براحتی قابل حمل است و بطور مستقیم در اکثر میکروسکوپیها، حتی بدون گیره جاگیری می شود و همچنین پشتیبانی ساختاری

خوبی را برای نازکترین قسمتهای قطعه مهیا می کند. گهگاهی ماده می تواند در ابتدا بصورت مفتولی به قطر ۳mm (۰/۱ اینچ) آماده شود، نکه از آن دیسکهایی توسط ابزار برش الماسه ای جدا می شوند. اینچنین دیسک هایی معمولاً به ضخامت تقریباً ۱ میلی متر (۰/۰۴ اینچ) خواهند بود و می توانند با روشهایی که در بالا پیش از نازک سازی نهایی تشریح شد نازکتر شوند.

اما معمولاً در وسط، دیسک بشقابی می شود تا ضخامت ۱ میلی متر (۰/۰۴ اینچ) را در لبه های خارجی تر (که حمل و نقل را توسط موجین آسان می کند) و کمتر از ۱۰۰ میکرومتر را در مرکز داشته باشد.

بشقابی کردن (Dimoling) که زمان کمتری نسبت به نازک سازی نهایی نیاز دارد، می تواند بصورت مکانیکی با پرداخت الکتریکی و یا بمباران یونی انجام گیرد. نیازی نیست که این بشقاب سطح پوشش شده بدون خدشه ای داشته باشد بنابراین فرآیند بشقابی کردن نیازی به کنترل دقیق به عنوان نازکسازی نمونه ندارد.

سریعترین روش تهیه یک دیسک ۳ میلی متری (۰/۱ اینچی) پانچ کردن دیسک توسط یک دستگاه فلکه کاری شعبه ای با یک قطر داخلی ۳ میلی متر (۰/۱ اینچ) می باشد. این روش برای فلزات شکل پذیر (Ductile) مناسب است نه برای مواد ترد. البته صدمات غیر منتظره امکان وقوع دارد بطور مثال گزارش شده است که دیسکهای فولادی ممکن است در قسمتهای بشقابی شده پس از پانچ شدن حاوی باشند.

روشهای آرامتر و ظریفتر برای برش دیسک ها از ورقه ها زمان بیشتری نیاز دارد.

رایجترین روشها شامل استفاده از یا برنده های می باشد.

Final Thinning

نازک کردن نهایی نمونه

Electropolishing

پرداخت الکتریکی

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 می شوند. مراحل گوناگون فرآیند در شکل () ارایه شده است. پرداخت الکتریکی در واقع روشی عکس فرآیند آبکاری الکتریکی است. در این روش، قطعه مورد پرداخت، آند قرار داده می شود و لذا گرایش به حل شدن در الکترولیت دارد. الکترولیت و چگالی جریان طوری کنترل می شوند 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 می آید.

شکل () : مراحل پرداخت کاری الکتریکی.

نمونه خشن (الف) باید پرداخت شده (ب)، صاف شده (ج) و به صورت یکنواخت نازک شود (د).

در محلول الکترولیت سلول معمولاً یک عامل اکسید کننده و یک معرف حضور

دارند که باعث ایجاد یک لایه چسبناک، غلیظ و پایدار بر روی نمونه می شوند.

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 می شود.

هرچه نقاط سطح نمونه به سطح آزاد الکترولیت نزدیک تر باشند، عملیات حل شدن

نسبت به محیط اطراف سریع تر صورت می گیرد. بدین ترتیب یک سطح نرم به دست

می آید که از روشنایی و براقی آن قابل تشخیص است.

شکل () : عمل پرداخت کاری الکتریکی نرم. یک لایه چسبناک (V) بین نمونه (S) و

الکترولیت (E) وجود دارد. نقاط بالاتر دارای مسیر نفوذ کوتاه تری از لایه بوده و بنابراین

پردخت سریعتر صورت می گیرد.

از آن جا که می بایست لایه چسبناک نازک نگه داشته شود، لازم است که الکترولیت محتوی یک ماده حل کننده لایه چسبناک، یک عامل اکسید کننده و یک تشکیل دهنده لایه باشد. گاهی یک نوع معرف می تواند به هر سه گونه رفتار نموده و الکترولیت را ساده نماید. یکی از این معرف ها محلول رقیق اسید پرکلریک (HClO_4) در اتانول می باشد که یک عامل پرداخت کننده مرسوم است. هرچند گاهی الکترولیت های پیچیده ای با بیش از ۳ الی ۴ جزء نیز مشاهده می شود. در چنین مواردی یک عامل اکسید کننده نظیر اسیدپرکلریک (HClO_4) یا اسید نیتریک (HNO_3)، یک تشکیل دهنده لایه مانند اسید فسفریک (H_3PO_4) و اسیدهای دیگری چون اسید سولفوریک (H_2SO_4) برای حل کرد اکسیدها و نیز یک رقیق کننده ای که می تواند غلیظ هم باشد مثل گلیسرول برای کنترل کردن سرعت واکنش، حضور دارد.

ترکیب الکترولیت با تغییرات اولیه پتانسیل کاربردی تعیین می شود. از طرف دیگر پتانسیل پایین به اچ شدن نمونه و پتانسیل بالا به سوراخ شدن و عدم پرداخت کاری منجر می گردد. بدیهی است می بایست از هر دو گونه شرایط مذکور دوری جست. شرایط صحیح عملکرد با مطالعه منحنی عملی ولتاژ- جریان قابل تشخیص است. در یک سلول پرداخت الکتریکی پایدار منحنی مذکور می تواند بدان گونه که در منحنی A شکل () آمده ملاحظه گردد. پرداخت کاری بهینه در منطقه فلات منحنی رخ می دهد. 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 رسم منحنی های تجربی انجام شده است. یک تجربه عملی چیزی شبیه منحنی B شکل () را به دست داده که چندان مفید هم نیست. 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 حفره دار شدن نمونه خواهد گشت.

The Window Technique

روش پنجره

آخرین مرحله نازک کردن نمونه از صفحات حدود $125\mu\text{M}$ به ضخامتی نهایی تلاش های تحقیقی فراوانی را به خود جذب نموده است. در این میان متغیرهایی چون شکل هندسی آند و کاتد. بامداری ولتاژ، دمای محلول و تلاطم الکترولیت همگن مورد مطالعه قرار گرفته اند. رساندن نمونه به ضخامت هایی در حدود و رقم مذکور با روش هایی چون نازک کردن شیمیایی، پرداخت الکتریکی، کوبیدن، استفاده از جرقه و ماشین کاری، با به کارگیری ظرایف و نکاتی امکان پذیر است.

شکل () : منحنی ولتاژ- جریان پرداخت الکتریکی. منحنی A در حالت ایده آل بوده و

بهترین شرایط پرداخت کاری در محدوده مرکزی به دست می آید. شرایط عملی منجر به

پیدایش یک منحنی مشابه منحنی B می شود.

ابتدایی ترین روش پرداخت الکتریکی که به نام "روش پنجره" شناخته شده است، توسط Bollman (۱۹۶۵) ارائه شد. طرح عملکرد این شیوه در شکل () ملاحظه می شود. این روش بر سرعت گوناگون خوردگی مناطق مختلف سطح تکیه دارد. نمونه اولیه مورد استفاده در این روش مربعی با ابعاد ۲*۱ سانتی متر بوده، توسط گیره‌ای شبیه موجین در الکترولیت آویزان است. به منظور حفاظت در برابر حمله محلول، نمونه با یک لاک مقاوم به اسید پوشش شده است درون وان الکترولیت مواد به ارتفاع کافی حضور داشته و همزن مغناطیسی موجود تلاطم و گردش مناسب محلول را ایجاد می نماید.

نمونه به قطب مثبت (آند) متصل است. کاتد نیز ورقه هایی از همان جنس نمونه یا موادی خنثی نظیر پلاتین یا فولاد ضد زنگ می باشد. موجین نگهدارنده نمونه حتی می تواند با دست نگه داشته شده و با غوطه ور شدن نمونه در محلول، جریان برقرار گردد. در هر حال پس از برقراری جریان الکتریکی در داخل الکترولیت، نمونه آرام آرام خورده شده و به سمت ایجاد بخش هایی گلویی شکل حرکت می کند. به دلیل شفاف بودن ظرف و محلول الکترولیت، رویت فرآیند پرداخت الکتریکی و خورده شدن نمونه دائماً امکان پذیر خواهد بود. پس از سوراخ شدن این قسمت گلویی شده،

جهت خرید فایل word به سایت www.kandoo.cn.com مراجعه کنید
یا با شماره های ۰۹۳۶۶۰۲۷۴۱۷ و ۰۹۳۶۶۴۰۶۸۵۷ و ۰۶۶۴۱۲۶۰-۰۵۱۱ تماس حاصل نمایید

نمونه مورد نظر برای TEM آماده خواهد بود. در نهایت چیزی که از نمونه باقی می ماند، شبیه پنجره است و نامگذاری این روش نیز به همین دلیل می باشد. در خاتمه نمونه به دست آمده را به منظور حذف مواد الکترولیت از روی آن در یک ظرف آزمایشگاهی حاوی حلال فرو برده و سپس شستشو می دهند. در شکل () نمونه در دو حالت قبل و بعد از پرداخت الکتریکی نشان داده شده است.

شکل (): روش پنجره برای نازک کردن نهایی نمونه های TEM. ورقه های نمونه با یک موجین گرفته شده، مناطق مشخصی لاک می شوند. بدین ترتیب آند سلول الکترولیت شکل می گیرد.

شکل () : روش پنجره برای ورقه های نواری. (الف) نمونه قبل از پرداخت الکتریکی. لبه های ورقه فلز برای جلوگیری از خوردگی لاک می شود. (ب) نمونه بعد از پرداخت الکتریکی. سوراخ شدن نمونه از فصل مشترک فلز و لاک آغاز شده و تا ایجاد یک نوار بسیار نازک فلز توسعه می یابد.

آن چه که Bollman در سال ۱۹۵۶ ابداع نمود، استفاده از دو کاتد در دو طرف نمونه بود. او کاتدهایی را در فاصله یک میلی متری نمونه هایی که لبه های آن لاک شده بود قرار دارد. 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 زبانه ای شکل و نازک برای انجام آزمایش بدست می آمد. تغییر شکل نمونه در مراحل گوناگون روش Bollman در شکل () مشاهده می شود.

شکل () : روش Bollman برای نوارهای نازک. (الف) نمونه ای که لبه های آن لاک شده و به دلیل نزدیک بودن کاتد به آن سوراخ شدن در مرکز نمونه روی داده است. (ب) پرداخت الکتریکی با افزایش فاصله کاتد و نمونه ادامه یافته و سوراخ شدن از فصل مشترک لاک و فلز آغاز می گردد. (ج) پرداخت الکتریکی تا زمانی که سوراخ های ایجاد شده به یکدیگر پیوندند ادامه یافته و فلزی نازک و شبیه جزیره ای تولید می شود.

Automatic Jet Polishing

پرداخت خودکار با افشانه

در شکل () روش پنجره برای ورقه های نواری ملاحظه شد. به کارگیری این روش معمولاً برای نمونه ای با طول حدود ۲ سانتی متر و ضخامت $125\mu\text{m}$ است که همیشه چنین نمونه هایی در دسترس نیست. در روش دیگری که برای نازک کردن نمونه ها استفاده می شود، نمونه اولیه یک صفحه دایره ای شکل با قطر تقریبی حداقل ۳ و ضخامت حدود ۰/۵ میلی متر می باشد. می توان یک فرورفتگی در مرکز قرص ایجاد نموده و تمام قرص را تحت پرداخت الکتریکی قرار داد تا این که در همان مرکز قرص سوراخی ایجاد شود. بدین ترتیب نمونه ای بدست می آید که لبه های 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 دوتایی 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. در شکل () این دستگاه به تصویر کشیده شده است که یک پمپ، گردش الکترولیت در سلول را به انجام می رساند. 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 غیر قابل 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، همان طوری که در شکل ()

نشان داده شده است. در شرایط مناسب، سوراخ شدن می تواند بعد از گشت 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. در شکل () مراحل گوناگون تغییر شکل نمونه مشاهده می شود.

ترکیبات الکترولیت متنوعی بسته به نوع نمونه مورد استفاده است. به تعدادی از این ترکیبات در جدول () اشاره گردید. برخی از این الکترولیت ها وقتی تازه باشند، بهترین شرایط عملکرد خود را دارا هستند. بالعکس برخی دیگر پس از انبار شدن به مدت یک یا دو هفته و تعدادی پس از مصرف به شرایط بهینه می رسند. 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 می یابد.

برخی الکترولیت ها وقتی سرد هستند، خوب عمل می نمایند. عملیات سرد نمودن سلول به راحتی با قرار دادن ظرف محتوی الکترولیت در مایعات خنکی چون آب یا یخ، الکل یا یخ خشک (دی اکسید کربن جامد) و یا الکل با نیتروژن مایع ریخته شده در آن امکان پذیر می باشد. گاهی نیز از یخچال های کوچکی که مایع خنک شده را در لوله پیچ غوطه ور در الکترولیت پمپ می کنند، استفاده به عمل می آید که روش گرانی است.

جهت خرید فایل word به سایت www.kandoo.cn.com مراجعه کنید
یا با شماره های ۰۹۳۶۶۰۲۷۴۱۷ و ۰۹۳۶۶۴۰۶۸۵۷ و ۰۶۶۴۱۲۶۰-۰۵۱۱ تماس حاصل نمایید

شکل () : پرداخت خودکار با افشانه. الکترولیت در زیر محفظه پمپ شده و توسط دو افشانه مستقیماً به صفحه نمونه برخورد می نماید. سوراخ شدن می تواند با به کارگیری یک دیودنوری (D) و یک منبع نور (L) رصد شود. به محض سوراخ شدن نمونه، نور لامپ از نمونه عبور نموده و در دیود ثبت می گردد.

شکل () : مراحل تغییر شکل نمونه تا سوراخ شدن.
(الف) نمونه قبل از پرداخت الکتریکی، (ب) استفاده از یک افشانه، (ج) استفاده از دو افشانه،
(د) سوراخ شدن..

از مزایای این روش (مخصوصاً در تهیه نمونه از ورقه های نازک) می توان به

موارد ذیل اشاره نمود:

الف- سرعت تهیه نمونه افزایش می یابد. زمان لازم برای تهیه نمونه به روش های دیگر در حدود ۱۵ تا ۶۰ دقیقه است در حالی که با این روش ظرف چند دقیقه نمونه آماده می شود.

ب- برش خاصی روی نمونه لازم نیست. بدین ترتیب هرگونه احتمال خراب شدن نمونه با اره و چاقو منتفی شده، از تغییر شکل نمونه هنگام برشکاری جلوگیری می شود.

پ- 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 نمونه ها نظیر مناطق تاثیر یافته از حرارت در جوشکاری و یا نمونه های کوچک آزمایش شده در آزمایش های کشش یا خزش می توانند مورد بررسی قرار گیرند.

یکی از محدودیت های این روش بزرگ بودن نمونه وارد شده به میکروسکوپ است و در صورت وجود مواد فرومغناطیس، پرتو الکترونی منحرف شده و مشکلات مربوط به انحراف مسیر ایجاد می نماید.

Ion-Beam Thinning

نازک کردن با پرتوی یونی

نازک کردن با استفاده از پرتوهای یونی اغلب برای نازک کردن ورقه ها و رساندن آنها به ضخامت نهایی مورد استفاده قرار می گیرند. در این روش، یک پرتو از اتم ها یا یون های یک گاز خنثی مستقیماً به نمونه برخورد نموده و اتم ها یا مولکول هایی از نمونه در محل برخورد یون متصاعد می شوند. اگر این امر بتواند بدون تولید مواد مصنوعی و زاید انجام گیرد، نازک کردن یونی یک روش ایده آل برای آماده سازی ورقه های مواد هادی و غیر هادی خواهد بود.

این روش به پیش بینی و منظم نمودن چند اثر غیرقابل پیش بینی نظیر نشست یون های پراکنده شده، توسعه توپوگرافی سطح زبر نمونه و گرم شدن نمونه نیازمند است. به همین دلیل لازم است که طبیعت یون ها، انرژی و جهت پیدایش آنها و نیز فرکانس ورودشان کنترل شود.

وقتی که یون ها دارای انرژی حدود 100 eV باشند، می توانند اتم های سطحی را حذف نموده و پراکنده سازند. تعداد اتم های ساطع شده با برخورد هر پرتوی یون نیا 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 تنظیم هلیوم و نئون، سرعت نازک کردن بسیار آهسته تر و گازهای

خنثای سنگین تر نظیر کریپتون و گزنون بسیار گران هستند.

انتخاب مقدار انرژی یون آسان است. مطابق شکل ()، 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 یون ها در زیر سطح رسوب می کنند. در این حالت اتم های کمتری از سطح متصاعد می گردد. بنابراین مقدار انرژی بهینه در حدود ۱-۱۰ keV می باشد که در این میان مقدار ۳-۶ keV کاربردی تر است. از طرف دیگر بازده پراکنش به زاویه ای که یون ها به سطح برخورد می کنند، بستگی دارد. مطابق شکل () زاویه معمولی مورد استفاده در محدود ۳۰-۵ درجه می باشد.

شکل (): اصول نازک کردن با پرتوی یونی. بازده پراکنش با افزایش انرژی یون افزایش می یابد، تا این که به مقدار حداکثر می رسد. یون های سنگین تر دارای بازده پراکنش بیشتری هستند.

انواع تفنگ یونی در هنگام استفاده سریعاً فرسوده می شوند. یون ها هم تفنگ و هم نمونه را مورد فرسایش قرار می دهند. بنابراین در نازک کردن یونی تعویض منظم اجزای تفنگ به ویژه کاتد، اجتناب ناپذیر است. امروزه ماشین های نازک ک ردن 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 گیری هایی که توان پذیرش قرص های (نمونه) ۳ میلی متری را داشته و هنگام نازک شدن همزمان نمونه از هر دو لبه حول محور عمودی خود در حال گردش هستند، ترکیب می شوند. شکل () یک طرح عمودی از این ماشین ها را به تصویر کشیده است.

شکل (): تغییرات بازده پراکنش با زاویه برخورد یون.

شکل (): طرح یک دستگاه نازک کردن یونی. نمونه دستگاه نازک کننده یونی معمولاً تحت زاویه ای است که پرتوهای دو تفنگ را دریافت کند. نمونه حول محور A-B می چرخد. سوراخ شدن با نور یک لامپ یا تفنگ یونی سومی می تواند ردیابی شود.

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 $50\ \mu\text{m}$ 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 دوفازی 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.

ماسک ها

نقش، نقش برگردانها (ماسک ها) بطور بسیار گسترده ای از سال ۱۹۴۰ عوض شد. تا سال ۱۹۷۰ روش، ماسک برداری بطور ابتدایی روشی بود برای تولید مجدد جزییات توپوگرافیک سطح برای مشاهده در یک میکروسکوپ الکترونی عبوری.

برای این هدف روشهایی یک مرحله ای و دو مرحله ای دقیق و پر مایه بسیاری ارائه شد، که مهمترین آن مناجر به یک فیلم کربنی نازک می شد که در آن جزییات

توپوگرافیک توسط سایه دار کردن با یک فلز سنگین ظاهر می شود.

شکل ()

استفاده از میکروسکوپ SEM با قدرت تفکیک افزون بر ۵ نانومتر (۵۰ آنسگتروم) تا حدود زیادی نیاز به ماسک برداری از این نوع را برطرف کرد. روش ماسک برداری مستقیم هنوز در علم مواد برای چند مورد خاص، مانند مطالعه و معاینه سطح یک جزء بزرگ بدون بریدن آن یا مطالعه مواد رادیواکتیو که نمی شود آنها را در یک میکروسکوپ عادی بی حفاظ قرار داد استفاده می شود.

اما، نوع دوم ماسک برداری که از تکنیک های استخراج بهره می برد هنوز مورد استفاده است و تمایل بر آن است که با گسترده شدن TEM های آنالیزی از اهمیت و گستردگی بیشتری برخوردار شد. مشکلات زیادی شامل مشخص نمودن ترکیب، ساختار کریستالی، یا جهت یابی ذرات فاز ثانویه آسان می شود اگر ذرات از زمینه آنها استخراج شوند و سپس بر پایه یک ماسک در میکروسکوپ پشتیبانی شوند ماسکهای استخراجی می توانند از جهات و موقعیت های نسبی ذرات فاز ثانویه محافظت کنند به شرطی که آنقدر کوچک باشند که بتوان آنها را با یک فیلم کربنی نازک تراز ۱ میکرومتر پشتیبانی و ۱ مقدار کرد.

ماسک برداری استخراجی

اصول کلی این روش در شکل () () نموده شده است نمونه اچ می شود تا ذرات مورد نظر را بر روی سطح برجسته و آزادتر نماید. یک پوشش کربنی بکار برده

می شود، و سپس ماسک ایجاد شده جدا می شود، ممکن است با یک اچ ثانویه تعداد زیادی از ذرات فاز ثانویه با ماسک منتقل شود، استفاده از محلول اچ مناسب در حفظ تعداد، شکل و توزیع ذرات در ماسک ضروری است. یک نمونه متالورژیکی عموماً در ابتدا بصورت کاملاً صاف پرداخت می شود تا جدا نمودن و بلند کردن ماسک تسهیل شود.

محلول شیمیایی اچ بایستی طوری انتخاب شود که زمینه را حذف کند اما ذرات مورد نظر و مورد نیاز را مورد حمله قرار ندهد. لایه اچ شده بایستی کم عمق و سطحی باشد تا ذرات ظاهر و برجسته شده اما حذف نشوند.

ملاحظات متالورژیکی انتخاب محلول شیمیایی اچ را معین می کند، که برای این منظور از یک کتاب استاندارد مرجع بایستی استفاده شود.

پس از اچ کردن نمونه آنرا شسته و خشک می کنند، ماسک برداری باید هرچه سریعتر انجام شود تا از نشستن گرد و غبار هوایی و آلودگی سطحی آن اجتناب شود.

یک لایه نازک کربن بایستی بر روی سطح اچ شده پوشش داده شود. این کار معمولاً توسط یک منبع آرک کربن در یک واحد پوشش دهی خلاء انجام می شود که بسیاری از طرحهای تجاری آن موجود هستند.

مرحله بعد جدا نمودن نمونه از سیستم خلاء و جدا کردن ماسک تهیه شده می باشد، در غیر از حالاتی که نمونه کوچک است یا ماسک بسیار راحت بلند می شود، بهتر است که فیلم کربن با یک شیء تیز به مربع های ۲ تا ۳ میلی متری توسط خدشه دار

کردن سطح تقسیم شود.

سپس نمونه می تواند بطور ضعیفی مجدداً با همان محلول اچ شود. تا اینکه ماسک به راحتی بلند شود. محلول شیمیایی اچ نباید خیلی قوی باشد، زیرا ایجاد حبابها ممکن است منجر به شکست ماسک شود. پیش از آنکه ماسک های مربعی شناور شوند، نمونه بایستی از محلول اچ به یک ظرف آب منتقل شود. اینک ماسک ها بایستی با فرو رفتن نمونه در آب بر روی آب شناور شوند.

بایستی به نقش برگردان اجازه داده شود مدتی در آب شناور بماند تا الکترولیت از آن شسته شود سپس بایستی توری که لبه آن با یک موجین نگه داشته شده در آب فرو برده شده و سپس با بالا آوردن آن از آب ماسک ها بر روی آن قرار گرفته و خارج شوند. برطرف کردن آبی که بر روی توری و موجین باقی مانده توسط قرار دادن فیلتر کاغذی بین شاخه های موجین قابل دستیابی است.

پس از خشک شدن، شبکه توری و ماسک آن، می تواند انبار یا در داخل میکروسکوپ قرار داده شود. معمولاً قرار دادن توری و ماسک بر روی فیلتر کاغذی توصیه نمی شود زیرا فیبرهای کاغذ به ماسک نازک خسارت وارد خواهد کرد.

جهت خرید فایل word به سایت 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:
Subject:
Author: sahel
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: 23
Number of Words: 3,399 (approx.)
Number of Characters: 19,377 (approx.)