



## آماده سازی نمونه میکروسکوپ الکترونی عبوری

## پولیش مکانیکی

در این روش نازک کردن نمونه با استفاده از سمباده‌هایی با درجه بندی‌های مختلف انجام می‌شود. کاغذهای سمباده بر روی یک سطح تخت و چرخ دوار قرار گرفته‌اند. از آب به عنوان یک روان ساز استفاده می‌شود تا سطح را از ذراتی که از نمونه جدا شده است، تمیز کند. پس نمونه را با یک فشار کنترل شده روی سطح این سمباده نگه می‌دارند تا صاف شود.

در ابتدا نمونه با یک سمباده سخت پولیش می‌شود و بعد از آن با سمباده‌های نرم پولیش انجام می‌شود تا سطح به طور کامل صاف و صیقلی شود.

در پولیش اولیه که با سمباده ضخیم است، یک لایه سطحی برداشته می‌شود. در این مرحله خراش‌هایی روی نمونه ایجاد می‌شود. در پولیش با سمباده نرم این خراش‌های ایجاد شده از مرحله قبلی از بین می‌رود. باید به این نکته توجه کرد که جهت پولیش به طور مداوم باید تغییر کند تا خراش‌ها از بین برود. در غیر این صورت علاوه بر حذف نشدن خراش‌ها، خراش‌های بیشتری ایجاد می‌شود. در پولیش با سمباده نرم از پودر الماسه استفاده می‌کنند؛ دلیل استفاده از این ماده، خاصیت برشی شدید پودر الماسه است که در جدا کردن لایه‌های عمیق بسیار موثر است.

همان طور که قبلاً بیان شد، الکتروپولیش به کمک جریان برق سطح را صاف کرده و نمونه را نازک تر می‌کند. در نتیجه نسبت به پولیش مکانیکی قابلیت تمیز کاری سطح، مقاومت به خوردگی بالاتر و سطح مطلوب تری دارد. [۲]

## سایش یونی و اتمی

در این روش از فرآیند کندوپاش استفاده می‌شود. این روش دارای دو تفنگ الکترونی است که در آن اتم‌های پرانرژی خنثی به سطح نمونه برخورد کرده و اتم‌های سطح نمونه را بیرون می‌اندازد و باعث نازک شدن نمونه می‌شود. در روش سایش اتمی و یونی از دو نوع تفنگ استفاده می‌کنند. در برخی از این تفنگ‌ها به طور معمول از گاز آرگون و در تفنگ‌های یونی انتشار میدان، از گالیوم مایع استفاده می‌کنند. هر دو نوع این تفنگ‌ها بر مبنای میدان الکتریکی بالا برای تولید پلاسما در فشار گاز کم توسط جدا کردن یک یا چند الکترون از سطح اتم‌ها کار می‌کنند.

مهم ترین عوامل برای کنترل میزان نازک شدن نمونه جریان پرتو، ماهیت اتم‌های سطح نمونه و یون‌های برخوردی به سطح، انرژی و زاویه برخورد آن‌هاست.

در این روش باید توجه داشت که نمونه گرم نشود؛ زیرا گرمای ایجاد شده باعث تولید انرژی جنبشی شده و تصاویر غیرواقعی در میکروسکوپ الکترونی عبوری تولید می‌شود. پس در نتیجه این روش برای نمونه‌های حساس به گرما مناسب نیست. برای کاهش گرمای تولید شده توسط نمونه، در بعضی از دستگاه‌های سایش یونی از نیتروژن مایع استفاده می‌کنند. [۳]

از محدودیت‌های دیگر روش سایش یونی و اتمی این است که حتماً نمونه‌ها باید به صورت دیسک باشند و بر روی نمونه‌های پودری عملیاتی نمی‌توان انجام داد.

برای انجام مطالعات ریزساختاری با میکروسکوپ الکترونی عبوری ابتدا باید بر روی نمونه‌ها آماده سازی انجام شود. در میکروسکوپ‌های TEM به این دلیل که الکترون‌ها باید از نمونه بگذرند، نیاز است که نمونه بسیار نازک باشد. همچنین در نمونه‌های نارسا باید یک عملیات پوشش دهی انجام دهیم تا نمونه رسا شود که برای این کار از فرآیند کندوپاش<sup>۱</sup> برای ایجاد لایه‌های نازک طلا یا کربن استفاده می‌شود.

به طور کلی روش‌های آماده سازی نمونه برای نازک کردن ضخامت آن به دو دسته تقسیم می‌شوند:

۱. استفاده از روش‌های شیمیایی و مکانیکی

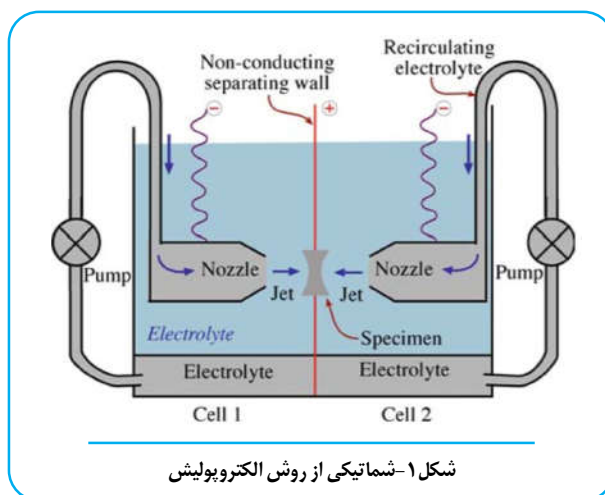
۲. استفاده از برش دادن نمونه در امتداد صفحات کریستالوگرافی

## الکتروپولیش و پولیش شیمیایی

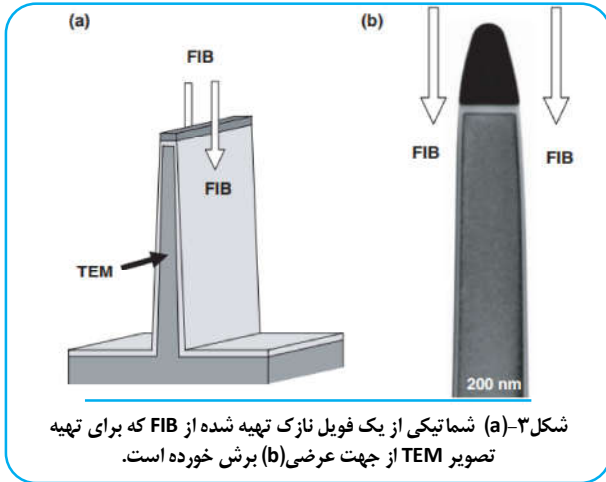
این روش از متداول ترین روش‌ها برای نازک کردن مواد رساناست. در روش الکتروپولیش نمونه را در محلول الکترولیت قرار می‌دهند که در شکل ۱ شماتیک آن آورده شده است. با عبور دادن جریان، نمونه به صورت آند عمل کرده و ضخامت آن رفته رفته کم می‌شود. این کاهش ضخامت تا ایجاد سوراخ بر روی نمونه ادامه می‌یابد. الکترولیت مورد استفاده در روش الکتروپولیش شامل ترکیبات سولفوریک اسید، فسفریک اسید و ترکیبات پرکلرات (دارای ویسکوزیته بالا) هستند.

الکتروپولیش برای مواد نیمه هادی، سرامیک‌ها و شیشه‌ها با استفاده از ترکیبات اسیدی بدون اعمال پتانسیل به کار می‌رود. از این روش برای پولیش نمونه‌های پیچیده بسیار کاربرد دارد.

از محدودیت‌های این روش، ناکارآمد بودن آن در برابر مواد عایق است. از مزیت‌های این روش این است که علاوه بر این که نمونه نازک می‌شود، صاف تر نیز می‌شود. [۱]



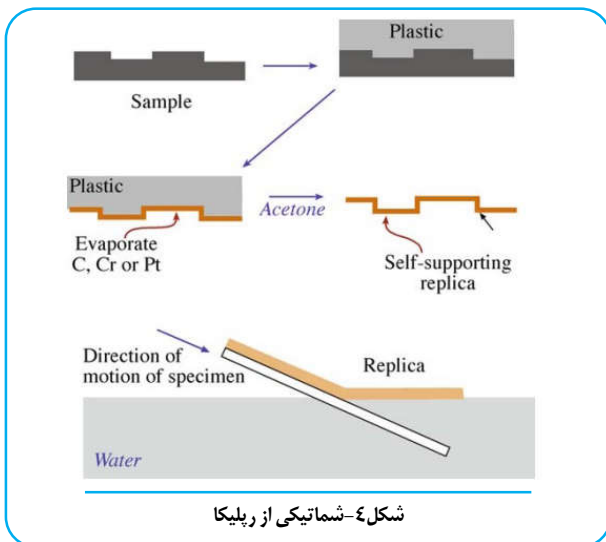
دلیل استفاده‌ی اشعه گالیم در دستگاه باریکه‌ی یونی متمرکز این است که در ابعاد کوچکی می‌تواند متمرکز شود. در نتیجه برای نمونه‌هایی که نیاز به بررسی محل خاصی دارند، استفاده می‌شود. [۱]



رپلیکا

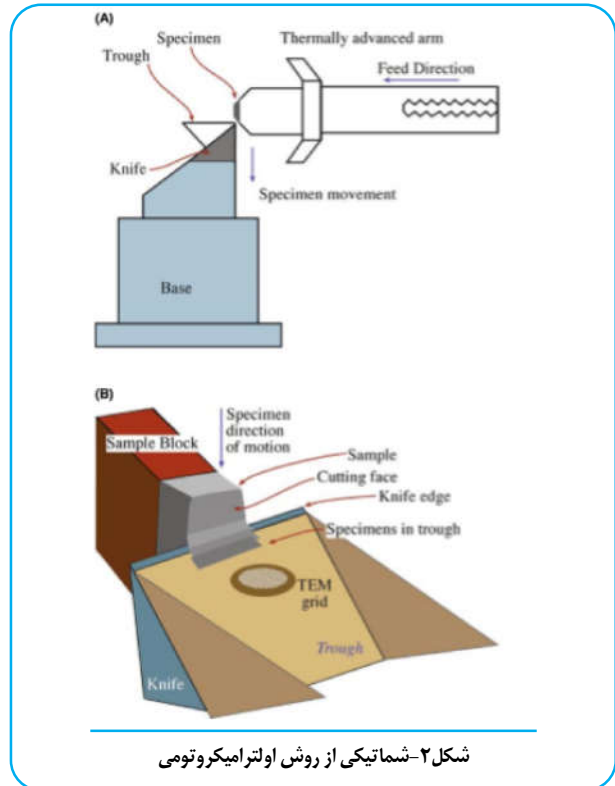
روش دیگر برای نمونه‌های TEM تهیه‌ی رپلیکا از سطح نمونه است. در این روش به جای اینکه کل نمونه را نازک کنیم، می‌توان با استفاده از لایه نشانی یک لایه نازک‌تر از نوار رپلیکا بر روی سطح نمونه با پوشش کربن، اطلاعاتی از قبیل اندازه، شکل و توزیع ذرات نمونه را به دست آورد.

در این روش نوار رپلیکا مانند شکل ۴ روی نمونه نشاند و پس از خشک شدن از نمونه جدا شده و سپس این لایه به وسیله کندوپاش، کربن اتمی تولید شده در یک محفظه خلا پوشش‌دهی می‌شود. بعد از پوشش‌دهی، نوار رپلیکا توسط یک حلال از بین می‌رود و یک لایه‌ای از نمونه با ذرات کربن باقی می‌ماند و برای بررسی به میکروسکوپ TEM انتقال داده می‌شود. [۱]



نوار رپلیکای مورد استفاده می‌تواند از جنس استات سلولز، رزین اکریک یا رپلی‌ست باشد. این روش، روش بسیار مشکلی است و نیاز به دقت و تجربه‌ی بسیار زیاد دارد که از مشکلات روش رپلیکا می‌باشد. [۵]

این روش همان‌طور که در شکل ۲ نمایش داده شده است، یک دستگاه برش‌زنی ظریف است. که برای مقاطع بافت‌ها و پلیمرها توسعه یافته است و کاربرد آن برای نمونه‌های فلزی رو به افزایش است. در اولترامیکروتومی نمونه با سطح حداکثر ۱ میلی‌متر در ۱ میلی‌متر در جای خودش ثابت و توسط یک چاقو از جنس شیشه یا الماس به برش‌های نازک تقسیم می‌شود. برش‌های ایجاد شده توسط این روش فقط از طریق TEM قابل مشاهده است. ضخامت لایه‌های ایجاد شده توسط روش اولترامیکروتومی ۵۰ تا ۱۰۰ نانومتر است اما برای وضوح بیشتر، بهتر است ضخامت برش‌ها حدود ۳۰ تا ۶۰ نانومتر باشد. لایه‌های برش خورده را روی یک صفحه نگاه‌دارنده از جنس مس قرار می‌دهند. [۱]



در مطالب پیشین اشاره کردیم که نمونه باید در جای خودش ثابت باشد؛ به همین منظور نمونه را در رزین قرار می‌دهند که بسیار زمان‌بر است. این یکی از محدودیت‌های روش اولترامیکروتومی است.

باریکه یونی متمرکز

در دستگاه‌های FIB از اشعه یون‌های گالیم استفاده می‌کنند. این دستگاه با برخورد اشعه گالیم به سطح نمونه باعث جدا شدن اتم‌های سطح نمونه به صورت یون‌های مثبت، منفی و یا خنثی می‌شود. دستگاه‌های باریکه‌ی یونی متمرکز پرتوهایی با دانسیته بالا تولید کرده و نمونه‌های میکرومقیاس را نیز می‌تواند برش بزند و نمونه‌های شفاف‌ی تولید کند. شکل ۳ شماتیکی از این روش را نشان داده است. [۴]

سرعت بالای این دستگاه و زمان آماده‌سازی بسیار کم از مزیت‌های FIB است، اما محدودیت‌هایی از قبیل آسیب به نمونه، نیاز به خلا بالا و هزینه‌ی زیاد دارد. از آسیب به نمونه می‌توان به تغییر ترکیب شیمیایی سطح نمونه به وسیله پرتوهای یونی با دانسیته بالا اشاره کرد.

- [1] Carter, C.B. and D.B. Williams, Transmission electron microscopy: Diffraction, imaging, and spectrometry. 2016: Springer.
- [2] Vander Voort, G.F., Metallography, principles and practice. 1999: ASM international.
- [3] Bean, J.J., et al., Atomic structure and electronic properties of MgO grain boundaries in tunnelling magnetoresistive devices. Scientific Reports, 2017. 7(1).
- [4] Kato, N.I., Reducing focused ion beam damage to transmission electron microscopy samples. Journal of electron microscopy, 2004. 53(5): p. 451-458.
- [5] Vander Voort, G.F., et al., ASM handbook. Metallography and microstructures, 2004. 9: p. 44073-0002.