

نویسندگان

مریم خسروی^{۱*}، مینا محبی مراد^۲،
غلامرضا دهقانی^۳

*M2012.khosravi@gmail.com

معرفی آشکارساز پراش الکترونیهای برگشتی در میکروسکوپهای الکترونی روبشی

واژه‌های کلیدی

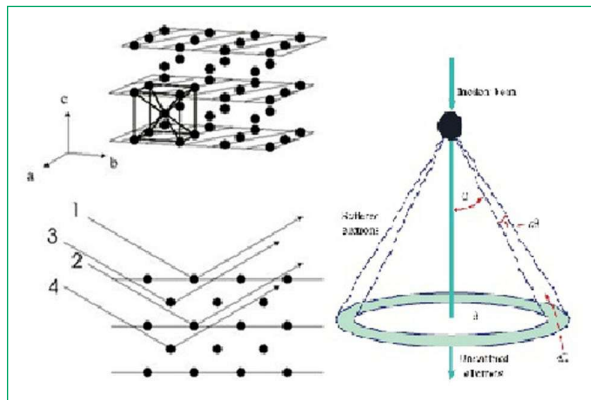
پراش الکترونیهای برگشتی، پرتو
یونی متمرکز، ریزساختار، مرز دانه.

چکیده

آشکارساز پراش الکترونیهای برگشتی^۵ یکی از آشکارسازهای قابل نصب روی میکروسکوپهای الکترونی روبشی^۶ یا میکروسکوپهای الکترونی روبشی گسیل میدانی^۷ است، تا در این میکروسکوپها علاوه بر داشتن تصاویری از مورفولوژی سطح با دقت و وضوح بالا، امکان بررسی کمی و کیفی ریز ساختارها فراهم شود. با استفاده از این آشکارساز می‌توان اطلاعات دقیقی از ریز ساختارها به صورت آشکارسازی دانه‌ها، مرز دانه‌ها، زاویه‌ی آنها، میزان بلورشدگی و جهات بلورینگی، بررسی عیوب شبکه بلوری، تعیین مرزهای مقاوم در برابر ترک و خوردگی، بررسی بافت منطقه‌ای نمونه را بدست آورد. با استفاده از روش فوق می‌توان انواع فلزات، آلیاژها، سرامیکها، کانیها، پودرها، برخی از پلیمرها و غیره را مورد بررسی قرار داد، لذا در بسیاری از علوم و صنایع نظیر بلورشناسی، تجهیزات پزشکی، منابع انرژی، علم مواد، زمین‌شناسی و غیره می‌تواند به عنوان ابزاری بسیار قدرتمند مورد استفاده قرار گیرد.

همان‌گونه که می‌دانیم در میکروسکوپهای الکترونی از یک تفنگ الکترونی برای تولید پرتو الکترونی استفاده می‌شود، با برخورد پرتو الکترونی به سطح نمونه و عبور الکترون‌ها از درون نمونه و تفرق آنها به دو صورت الاستیک و غیرالاستیک می‌توان علاوه بر بررسی مورفولوژی سطح به اطلاعات بیشتری از نمونه دسترسی پیدا کرد. در روش تحلیل پراش الکترونیهای برگشتی با بررسی الگوهای پراش (الگوهای پراش کیکوچی^۸) حاصل از این تفرق‌ها و تجزیه و تحلیل آنها می‌توان به بررسی دقیق ریز ساختارها پرداخت. لذا با توجه به اهمیتی که این الگوهای پراش^۹ در نتایج این آشکارساز دارند، در ابتدا به طور مختصری در خصوص الگوی پراش، هندسه‌ی پراش و انواع الگوهای پراش و تجزیه و تحلیل آنها پرداخته می‌شود.

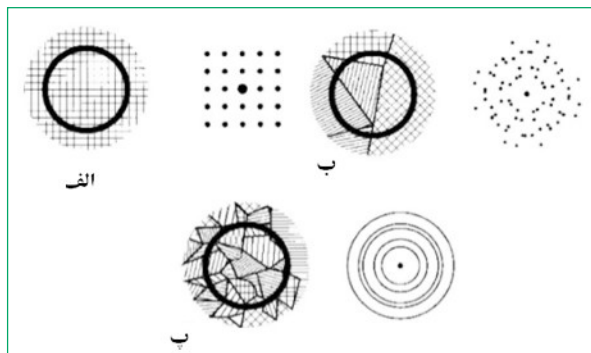
نهایت منجر به θ بسیار کوچکی می‌شود، می‌توان این گونه نتیجه گرفت که در عمل، پراش الکترونی از آن صفحات اتمی ناشی می‌شود که تقریباً موازی پرتو الکترونی تابیده شده باشند (شکل ۲).



شکل ۲: پراش حاصل از صفحه اتمی (۰۰۱) [۱]

الگوهای پراش حاصل از پرتو الکترونی می‌توانند به صورت نقطه‌ای، خطوط کیکوچی و پراش الکترونی پرتوی همگرا باشند که هر کدام حاوی یک سری اطلاعات مفید هستند. در الگوهای پراش نقطه‌ای صفحاتی از بلور که تقریباً موازی با پرتوهای الکترونی باشند، باعث پراش الکترون‌ها می‌شوند. اگر نمونه‌ی تک بلور به‌گونه‌ای جهت‌گیری شده باشد که چندین دسته از صفحه‌های آن با پرتو الکترونی موازی باشند، الگوی پراشی ایجاد می‌کند که شامل ردیف‌های منظمی از نقاط است (شکل ۳-الف).

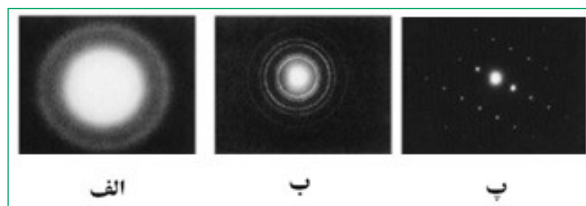
اما اگر نمونه حاوی چندین بلور با جهت‌گیری‌های متفاوت باشد، الگوی پراش از مجموع الگوهای پراش منفرد، هر کدام از بلورها ساخته می‌شوند و از پیچیدگی‌های بیشتری برخوردار خواهند بود (شکل ۳-ب). در نهایت اگر نمونه‌ای از تعداد بسیار زیادی بلور با جهت‌گیری‌های متفاوت تشکیل شده باشد، در این حالت الگوی پراش به صورت نقاطی است که روی دایره قرار دارند و به قدری به هم نزدیک هستند که به نظر پیوسته می‌آیند (شکل ۳-پ).



شکل ۳: الگوهایی از پراش نقطه‌ای [۲]

به‌طور کلی به تجزیه و تحلیل توزیع فضایی الکترون‌های متفرق شده در برخورد پرتو الکترونی به نمونه، الگوی پراش الکترونی گفته می‌شود. در بررسی مواد آمورف در الگوی پراش مشاهده شد که اطلاعات چندانی حاصل نمی‌شود ولی در بررسی مواد بلورین، الگوهای پراش اطلاعات زیادی را در خصوص ریز ساختارهای نمونه ارائه می‌کنند.

همان‌گونه که در شکل (۱) مشاهده می‌کنید در تصویر (۱-الف) که مربوط به کربن آمورف است الگوی تفرق الکترونی حاوی اطلاعات خاصی نیست ولی در تصاویر (۱-ب) و (۱-پ) که از مواد بلوری تهیه شده الگوهای پراش دارای پیچیدگی‌های خاصی است.



شکل ۱: الگوی الگوی پراش مواد آمورف، (ب) و (پ) الگوهای پراش مواد بلورین [۱]

به‌طور کلی، توزیع زاویه‌ای الکترون‌های متفرق شده در یک نمونه و شدت تفرق آن‌ها به‌عنوان دو عامل مهم در پراش الکترونی محسوب می‌شوند و در شکل هندسی الگوهای پراش تاثیرگذار هستند.

شکل هندسی الگوهای پراش الکترونی می‌تواند اطلاعات مفیدی درباره ساختار بلور و جهت‌گیری آن و غیره ارائه دهد. در بررسی هندسه‌ی پراش الکترونی به‌طور معمول از قانون معروف براگ^۱ استفاده می‌شود، قانون فوق که به‌طور گسترده‌ای در بررسی پراش پرتو X و پراش الکترون کاربرد دارد، بیان می‌کند که تعداد اندکی از الکترون‌های نمونه به‌صورت الاستیکی متفرق می‌شوند مگر اینکه زاویه صفحات اتمی نمونه با پرتو تابیده شده معادل θ باشد که با استفاده از معادله‌ی (۱) می‌توان آن را محاسبه کرد:

$$2d \sin \theta = n \lambda \quad [۲] \text{ معادله (۱)}$$

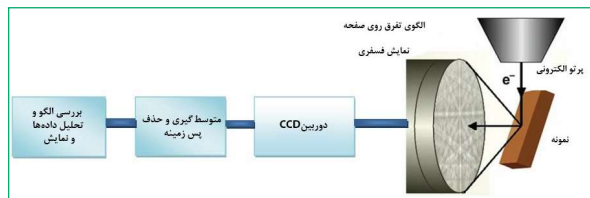
که در آن: d در یک بلور همان فاصله دو خط اتمی در حالت سه بعدی، فاصله لایه‌ها و یا ضخامت صفحات اتمی است.

به‌منظور تفسیر الگوهای پراش الکترونی و برای تعیین صفحات و جهت‌های آنها در بلور به سیستمی نیاز است، به این منظور از سیستم اندیس‌گذاری میلر استفاده می‌شود. در این سیستم، جهت‌ها با استفاده از کروه نشان داده می‌شود و هر جهت بلور از ۳ عدد که بیانگر X, Y, Z هستند بهره می‌گیرد. از آنجایی که پرتوهای الکترونی که در میکروسکوپ مورد استفاده قرار می‌گیرند، دارای طول موج بسیار کوتاهی هستند و در

معرفی آشکارساز پراش الکترون‌های برگشتی

باروش پراش الکترون‌های برگشتی نخستین بار در سال ۱۹۲۸ در میکروسکوپ الکترون عبوری به وسیله کیکوچی مشاهده شد و در نهایت آلوم^{۱۲}، بکمن^{۱۳} و پشلی^{۱۴} در سال ۱۹۴۵ با استفاده از یک محفظه‌ی استوانه‌ای و یک دوربین فیلم‌برداری توانستند الگوی کیکوچی با زاویه بالا از بلورهای به هم چسبیده NaCl, KI, LiF تولید کنند. به‌طور کلی، روش پراش الکترون‌های برگشتی و استفاده از آن در اواخر دهه‌ی نود توسط پروفیسور آدامز^{۱۵} توسعه‌ی گسترده‌ای یافت و هم‌اکنون به دلیل کاربردهای خاص و توانایی روش در بررسی ریز ساختار یکی از روش‌های بسیار قدرتمند محسوب می‌شود. روش ابتدایی برای ایجاد الگوی پراش شامل تاباندن پرتو الکترونی روی نقطه‌ای از نمونه برای تولید الگو از ناحیه انتخاب شده بود، اما امروزه این روش با پراش الکترون برگشتی که به سرعت به‌عنوان یک ابزار آنالیز مهم توسعه یافته است، کنار گذاشته شد. در روش پراش الکترون برگشتی ضریب الکترون برگشتی به جهت بلور نسبت به پرتو الکترونی تابیده شده به نمونه، بستگی دارد. این اثر که به نام کانال الکترونی^{۱۶} شناخته شده از اثرهای پراش روی عمق نفوذ پرتو اولیه در نمونه ناشی می‌شود. هر چه عمق نفوذ پرتو اولیه بیشتر باشد احتمال فرار الکترون‌های برگشتی کمتر و در نهایت ضریب الکترون برگشتی کمتر می‌شود. به‌طور معمول کنتراست کانالی بسیار ضعیف‌تر از کنتراست اتمی است و بدست آوردن اطلاعات مناسب آن فقط از طریق یک آشکارساز الکترون برگشتی خوب به همراه آماده‌سازی مناسب نمونه (عدم تغییر فرم سطحی ناشی از پولیش مکانیکی و غیره) و شرایط کاری بهینه میکروسکوپ (به‌خصوص پرتو الکترونی باید نسبتاً موازی با بلورهای سطح بوده و جریان زیادی داشته باشد) امکان‌پذیر است. نتایج حاصل از این روش برای مطالعه‌ی ساختارهای دانه‌ها، مرز دانه‌ها و دیگر مواد بلوری بسیار مورد استفاده قرار می‌گیرد.

نمایی از اجزاء لازم در میکروسکوپ برای تهیه‌ی پراش الکترون برگشتی در شکل (۵) نشان داده شده‌اند.



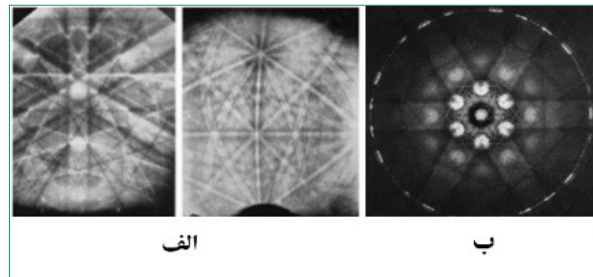
شکل ۵: نمایی از آشکارساز پراش الکترون برگشتی [۴]

این شکل مبنای روش را به‌صورت ساده بیان می‌کند. ستونی از الکترون‌ها به نمونه‌ای که حول محور عرضی خود ۷۰ درجه چرخانده شده برخورد می‌کنند، همان‌طور که

به‌طور کلی، این الگوهای پراش برای نمونه‌های با ضخامت بسیار کم مناسب هستند (نمونه‌های میکروسکوپ الکترونی عبوری) و با افزایش ضخامت نمونه، تعداد نقاط موجود در الگوی پراش کاهش یافته و در نهایت دقت کاهش می‌یابد؛ در این مورد روش‌های دیگر الگوهای پراش از دقت بالاتری برخوردار هستند.

در پراش خطوط کیکوچی که در برر نمونه‌ها با آشکارساز پراش الکترون‌های برگشتی کاربرد زیادی دارد، از الکترون‌هایی که به‌صورت غیرالاستیک متفرق می‌شوند، می‌توان استفاده نمود. با افزایش ضخامت نمونه و صفحات بلور، زمینه‌ی الگوی پراش حالتی محو پیدا می‌کند که این حاصل پراش غیرالاستیک نمونه‌ها است. شدت الکترون‌هایی که به‌صورت غیرالاستیک متفرق شده‌اند مربوط به زاویه‌ی تفرق آن‌ها است، برخی از این الکترون‌هایی که به‌صورت غیرالاستیک متفرق شده‌اند ممکن است دوباره به‌صورت الاستیک در درون نمونه تفرق حاصل کنند و در نهایت منجر به ایجاد خطوط کیکوچی شوند.

قابل ذکر است نقاط پراش نقطه‌ای و خطوط کیکوچی در تمامی الگوهای پراش وجود دارند. شدت خطوط کیکوچی با افزایش ضخامت نمونه زیاد و شدت نقاط پراش کاهش می‌یابد. به‌طور کلی، خطوط کیکوچی به‌صورت قرینه در دو طرف صفحاتی که موجب پراش شده‌اند، قرار می‌گیرند و اگر نمونه کمی چرخانده شود، خطوط حرکت می‌کنند. لذا از این خطوط می‌توان به‌طور گسترده‌ای برای تعیین جهت دانه، مرز دانه و چگونگی قرارگیری آنها استفاده کرد (شکل (۴-الف)). در الگوهای پراش الکترونی پرتو همگرا^{۱۱} به جای اینکه پرتو الکترونی موازی به نمونه تابیده شود به‌صورت یک پرتو همگرا روی آن متمرکز می‌شود و در این حالت الگوهای پراش به شکل یک دیسک هستند (شکل (۴-ب)). بهترین الگوی پراش برای این حالت زنی حاصل می‌شود که منطقه‌ای از نمونه که باعث پراش می‌شود دارای ضخامت مناسب، جهت‌گیری یکنواخت و عاری از عیوب باشد. از آنجایی که بخش خیلی کوچکی در حد چند نانومتر مورد تابش قرار می‌گیرد برای مطالعه ذرات کوچک به‌خصوص در بلورشناسی مناسب هستند [۱-۲-۳].



شکل ۴: الف) الگوی پراش خطوط کیکوچی، ب) الگوی پراش پرتو الکترون همگرا [۲]

نمونه‌های این روش دارد حذف کامل زبری سطح یکی از اهداف بسیار مهم در آماده‌سازی نمونه‌ها محسوب می‌شود.

برای آماده‌سازی نمونه‌هایی که برای تعیین اندازه دانه مورد بررسی قرار می‌گیرند، سمباده زنی و پولیش مناسب برای به حداقل رساندن زبری و در نهایت استفاده از محلول اچ مناسب با در نظر گرفتن مدت زمان کافی برای آشکارسازی مرز دانه‌ها بسیار حائز اهمیت است. به‌منظور کاهش اثر خش و به حداقل رساندن آلودگی‌های سطح در حین سمباده زنی و پولیش در بسیاری از نمونه‌ها به‌خصوص نمونه‌های کامپوزیتی باید موارد زیادی رعایت شود، از جمله برقراری آب با فشار مناسب روی نمونه تا ذرات باقی مانده حاصل از سمباده زنی و پولیش از روی سطح خارج شوند و به حداقل برسند، تعویض سمباده در حین کار، استفاده از سمباده و پولیش‌های بسیار سبک و به حداقل رساندن فشار در حین کار روی نمونه. در آماده‌سازی نمونه‌ها به روش اچ کردن نیز باید به اثرهای ناخواسته ناشی از باقی ماندن محلول اچ در خش‌هایی از سطوح اچ شده توجه لازم شود، در بسیاری از موارد شستشوی نمونه پس از اچ کردن با استفاده از دستگاه اولتراسونیک و خشک کردن در شرایط خلأ پیشنهاد می‌شود.

علاوه بر این، روش‌های اچ الکتروشیمیایی، شناخت کافی از ساختار و ویژگی‌های الکتروشیمیایی فازهای موجود در نمونه، انتخاب ترکیب شیمیایی مناسب محلول اچ و غلظت آن برای جلوگیری از تخریب نمونه و آشکارسازی مناسب مرز دانه‌ها تاثیرگذار است. به‌طور کلی، آماده‌سازی مناسب نمونه علاوه بر تاثیرگذاری بر نتایج پراش الکترون برگشتی روی دیگر اطلاعات قابل دسترس توسط میکروسکوپ مانند تصاویر توپوگرافی، نتایج شیمیایی حاصل توسط طیفسنجی پراکندگی انرژی ایکس^{۱۸} و غیره نیز تاثیرگذار است ولی در نهایت، آماده‌سازی نمونه پراش الکترون برگشتی نسبت به متالوگرافی معمولی دشوارتر و در مقایسه با TEM آسان‌تر و از نظر هزینه مناسب‌تر است [۶-۸].

گفته شد سطح نمونه باید کاملاً صاف و عاری از هر گونه تغییر فرم باشد و در نهایت، الگوی پراش روی صفحه نمایش فسفری عبوری تشکیل می‌شود (این الگو شامل خطوط کیکوچی است)، پس از نمایان‌سازی خطوط آنها پردازش و شاخص‌گذاری می‌شوند، این خطوط پایه‌ی محاسبات جهت بلوری است و هر چه خطوط واضح‌تر باشند، تعیین جهت بلوری با اطمینان بیشتری قابل انجام خواهد بود. از این رو اندیسی به نام اندیس اطمینان^{۱۷} برای هر الگو تعریف می‌شود. این معیار بیانگر کمیت الگوی پراش الکترون برگشتی است و به عواملی همچون پردازش تصویر، کیفیت نمونه، متغیرهای میکروسکوپ و نوع ماده و غیره وابسته است، هر چه اندیس اطمینان برای یک ریز ساختار به عدد یک نزدیک‌تر باشد، داده‌های پراش الکترون برگشتی با اطمینان و دقت بیشتری بررسی خواهند شد. لذا به‌منظور انجام این امر و پردازش باید این الگوها با استفاده از یک دوربین ویدیو حساس که بر طرف دیگر صفحه نمایش فسفری متمرکز است، ضبط شده و به کامپیوتر فرستاده شود. الگوی خام، دارای پارازیت زیاد و کنتراست کم است. بنابراین، باید شدت زمینه از الگو حذف شود تا پارازیت کاهش یابد (به‌طور معمول برای این منظور اطلاعاتی در مورد ساختار بلور نمونه و شرایط کاری میکروسکوپ به کامپیوتر داده می‌شود) و در نهایت الگوی پراش با استفاده از کامپیوتر آنالیز می‌شود. برنامه‌ی آنالیز موقعیت خطوط و زاویه بین آنها را اندازه‌گیری کرده و با پیش فرضی که در مورد ساختار بلور داده شده مقایسه و سپس جهت بلور نمونه محاسبه شده و الگوی بدست آمده ذخیره می‌شود. همان‌گونه که گفته شد، ترتیب هندسی و موقعیت خطوط در تعیین ساختار و جهت‌گیری بلوری آن قسمت از نمونه که مورد بررسی قرار گرفته است، تاثیر زیادی بر نتایج خواهد داشت.

بنابراین با پراش الکترون برگشتی می‌توانیم بسیاری از نمونه‌ها به‌خصوص نمونه‌های ضخیم را مورد مطالعه و بررسی قرار دهیم [۴-۷].

آماده‌سازی نمونه

بررسی برخی از ابلیت‌های پراش الکترون برگشتی

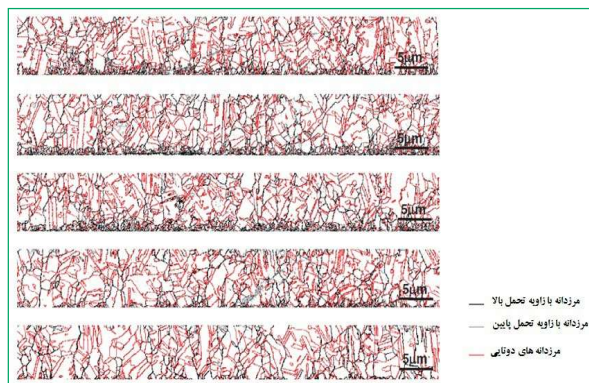
همان‌گونه که در قسمت‌های قبل توضیح داده شده‌است، آشکارساز پراش الکترون برگشتی را می‌توان به‌عنوان ابزاری بسیار قدرتمند در بحث‌های بلورشناسی مورد استفاده قرار داد. با استفاده از داده‌های حاصل از روش فوق می‌توان بررسی گسترده‌ای روی ریز ساختارها^{۱۹} انجام داد.

با پراش الکترون برگشتی می‌توان تصویرسازی از ریزساختارها به‌صورت بررسی کیفی و کمی روی آشکارسازی دانه‌ها و مرز دانه‌ها، توزیع جهاتی دانه‌ها، شناسایی فازهای موجود، اندازه و توزیع فازها و میزان بلورشدگی آنها و

به‌منظور فراهم نمودن الگوی پراش الکترون برگشتی مناسب و با کیفیت، نیاز به آماده‌سازی مناسب نمونه است. سطح محدوده‌ای که با الکترون‌ها مورد بررسی قرار می‌گیرد، باید کاملاً عاری از هر گونه آلودگی و لایه‌ی اکسیدی باشد. از آن جایی که در روش فوق بررسی دانه و مرز دانه بسیار حائز اهمیت است، هر چه ساختار ریز دانه‌تر باشد به همان اندازه نیاز به صافی سطح بالاتری است. به این منظور، استفاده از یکی از روش‌های پولیش، الکتروشیمیایی، مکانیکی و یونی برای آماده‌سازی نمونه‌ها پیشنهاد می‌شود. لذا با توجه به اهمیتی که آماده‌سازی

متفاوت است و در نهایت تاثیر دما بر رشد برخی داها و تغییر مرز دانه‌ها مشاهده می‌شود و در نتیجه‌ی این رشد بلور، تغییر ساختار بلوری سطح حاصل می‌شود.

در بررسی دانه‌ها و مرز دانه‌ها یکی از مباحث حائز اهمیت، تعیین زاویه‌ی مرزها است. در روش‌های متالوگرافی توانایی اندازه‌گیری عامل فوق وجود ندارد. به‌طور کلی، برای تعیین اندازه‌ی دقیق دانه و مرز دانه این عامل به‌عنوان یکی از متغیرهای اصلی محسوب می‌شود. این متغیر به‌عنوان زاویه تحمل در اندازه‌ی‌ها نام برده می‌شود و به‌منظور کمی‌سازی محاسبه اندازه دانه، هر چه زاویه تحمل^{۲۰} بیشتر باشد، اندازه‌ی دانه‌ها مقادیر بالاتری خواهند داشت. به‌طور معمول زاویه‌ی بیشتر از ۱۵ درجه را به‌عنوان مرز دانه‌های با زاویه بالا^{۲۱} و بین ۲ تا ۱۵ درجه را مرز دانه‌های با زاویه‌ی پایین^{۲۲} در نظر می‌گیرند (شکل ۷) [۹۵].

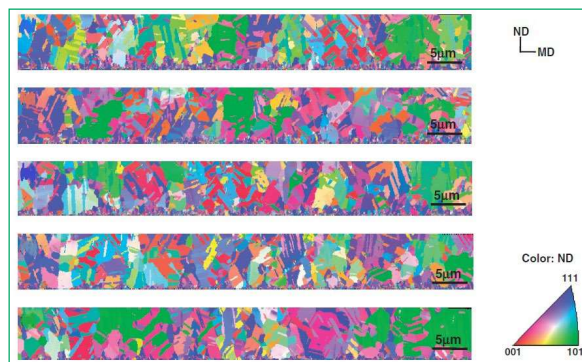


شکل ۷: تاثیر تغییرات دما بر فیلم مسی و اثر آن روی مرز دانه‌ها و زاویه‌ی تحمل دانه‌ها نشان داده شده‌است [۹].

بررسی بافت ریزساختارها

طیف گسترده‌ای از خواص فیزیکی، مکانیکی و شیمیایی وابسته به جهت بلورشناسی دانه‌ها است، اگر جهت‌گیری دانه‌ها به‌صورت توزیع تصادفی باشد، آن ماده همسانگرد و اگر دانه‌ها جهت‌گیری خاصی داشته باشند ماده دارای بافت می‌شود. یکی از روش‌های استفاده در تجزیه و تحلیل بافت، الگوی پراش الکترونی و استفاده از آشکارساز آن است. در بسیاری از فرآیندهای متالوژیکی نظیر شکل‌دهی مکانیکی و رشد دانه مشاهده می‌شود که دانه‌های تشکیل دهنده ساختار تمایل به حضور در بحث‌های بلورشناسی خاص دارند (البته این امر به نوع فرآیند و فاز ماده بستگی دارد) و در نتیجه‌ی آن، باعث ایجاد بافت‌های مختلف با شدت‌های متفاوت در ساختار می‌شوند. البته آنچه اهمیت دارد این است که حضور دانه‌های با جهات خاص در یک ساختار، خواص ماده مورد نظر را تا حدود زیادی غیریکنواخت و

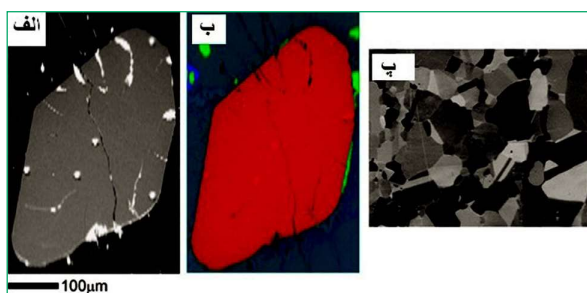
غیره انجام داد، همچنین می‌توان رفتار ریزساختار را در اثر تغییر عوامل محیطی از جمله دما، فشار، اعمال تغییر شکل محیط‌های خورنده و غیره را مورد مطالعه و بررسی قرار داد و در نهایت ویژگی متالوژیکی، مکانیکی، خوردگی و الکتریکی و غیره آنها را شبیه‌سازی کرد [۵ و ۶].



شکل ۶: از بالا به پایین تصاویر پراش الکترون برگشتی از فیلم مسی که افزایش دمایی از ۳۰ تا ۳۰۰ درجه داشته و در نتیجه آن برخی از داها رشد داشته و مرز دانه‌ها تغییر کرده‌اند [۹].

■ بررسی دانه و مرز دانه‌ها

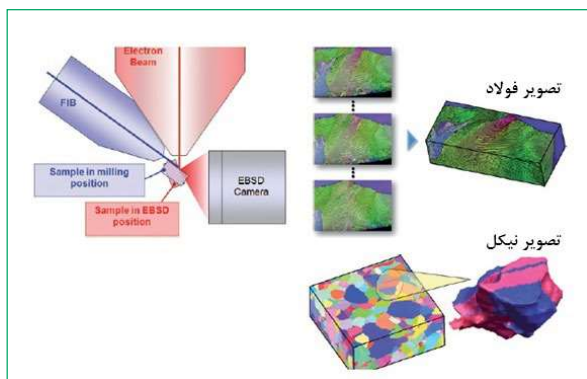
یکی از بهترین قابلیت‌های این روش، بررسی دانه و مرز دانه‌ها است. به‌طور کلی، مجموعه نقاط مجاور با جهت بلوری مشابه به‌عنوان یک دانه در نظر گرفته می‌شود و حد فاصل بین دو ناحیه مجاور با امتداد بلوری متفاوت را مرز دانه در نظر می‌گیرند، در هر مرز دانه یک نقطه اتصالی وجود دارد که با هیچکدام از دو دانه هم جهت نیست. عدم تطبیق امتدادهای بلوری در دو دانه مجاور باعث می‌شود که آنها در حد فاصل بین دو دانه کارایی کمتری داشته باشند و در نتیجه اتم‌هایی که در مرز بین دانه‌ها قرار دارند نسبت به اتم‌های درون دانه دارای انرژی بالاتری باشند، به این دلیل، شناسایی مرز دانه‌ها در بررسی رفتار نمونه بسیار حائز اهمیت است. لذا برای دیدن آنها لازم است سطح نمونه کاملاً پرداخت و صیقل شده و با استفاده از یک خورنده شیمیایی مناسب عملیات خوردگی روی آنها انجام شود (قابل ذکر است اثرات نامناسب حاصل از اچ و عوامل انسانی به شدت قدرت تفکیک را کاهش می‌دهد). با توجه به محدودیتی که قدرت تفکیک تصاویر متالوگرافی، به‌خصوص در بررسی ریزساختارها در مقیاس نانو و میکرو دارد، امروزه استفاده از پراش الکترون برگشتی به‌طور گسترده‌ای مورد توجه قرار گرفته است. همان‌گونه که در شکل (۶) مشاهده کنید یک فیلم مسی در دماهای ۱۵۰، ۲۰۰، ۲۵۰، ۳۰۰ درجه‌ی سانتی‌گراد قرار گرفته است؛ در این شرایط دمایی، شکل، اندازه و مرز دانه‌های ساختار تغییر داشته‌اند، هر رنگ نشان‌دهنده‌ی یک دانه از ریزساختار است و وجود رنگ‌های متفاوت حاکی از وجود دانه‌هایی با جهت بلوری



شکل ۹: (الف): تصویر فازی آشکارساز الکترون برگشتی (BSD)، (ب): تصویر طیف‌سنجی پراکندگی انرژی (EDX) (زیرکونیم به رنگ قرمز، سیلیسیوم به رنگ سبز و آلومینیوم به رنگ آبی)، (پ): تصویر الگوی پراش الکترون‌های برگشتی (EBSD) مربوط به دانه و مرز دانه نمونه [۱۰]

نمایش سه بعدی ریزساختارها

برای داشتن این قابلیت لازم است پراش الکترون برگشتی با روش اشعه یونی متمرکز ترکیب شده تا بتوان ریز ساختار را به صورت سه بعدی نمایش داد. با استفاده از اشعه یونی متمرکز لایه‌های نازکی از نمونه برش زده می‌شود تا هر لایه با پراش الکترون برگشتی مورد بررسی قرار گیرد. برای ایجاد برش در روش اشعه یونی متمرکز با شلیک یون‌های نیمه سنگین گالیوم Ga^+ به سطح نمونه، می‌توان نمونه‌برداری و برش لایه‌های نازک را انجام داد. سپس هر لایه به‌طور سری و منظم با روش پراش الکترون برگشتی مورد بررسی قرار گرفته و سپس تمام داده‌ها با استفاده از نرم‌افزار کنترل شده و در نهایت اطلاعات هر لایه به‌طور مجزا و تمامی لایه‌ها به صورت سه بعدی نمایش داده می‌شود. این روش کاربرد زیادی در مشخصه‌یابی سه بعدی صفحات، دانه‌ها، تحول دانه‌های همسایه در هنگام تغییر شکل و جوانه‌زنی در طول تبلور مجدد و غیره دارد. همان‌گونه که در شکل (۱۰) مشاهده می‌کنید تصاویر سه بعدی و تک لایه‌ای برای نیکل و فولاد نمایش داده شده‌است [۱۱].

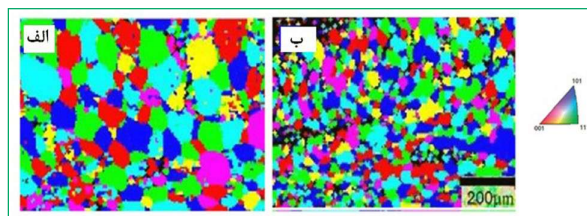


شکل ۱۰: نمایشی از ترکیب دو روش آشکارساز پراش الکترون‌های برگشتی و اشعه یونی متمرکز، تصویر سه بعدی و تصاویر پراش الکترون برگشتی از لایه‌های فولاد، تصویر سه بعدی از دانه بندی نیکل [۱۱].

جهت‌دار می‌کند.

در بررسی فلزاتی که مورد عملیات ترمومکانیکی قرار می‌گیرند، بافت حاصل از تبلور مجدد و رشد دانه حاصل از فرآیند می‌تواند خواص مکانیکی محصول نهایی را حاصل کند. همان‌گونه که در شکل (۸) مشاهده می‌کنید، فولاد بعد از انجام نورد گرم و بازیابی به ریز ساختار با اندازه دانه‌های کوچک‌تر رسید و خواص بهبود داشت (تغییر جهات بلوری و اندازه دانه در آلیاژها موجب استحکام بالای آنها در حین فرآیند می‌شود) و با توجه به تصاویر الگوی پراش الکترونی حاصل بافت با ساختار {۰۰۱} بعد از نورد به بافت با ساختار {۱۱۱} تغییر کرد و اندازه‌ی دانه‌ها از چند میلیمتر به چند میکرومتر تغییر و باعث افزایش استحکام می‌شود.

با استفاده از این روش می‌توانیم مطالعات گسترده‌ای را بر رفتارهای مقاومتی مواد و انتخاب مناسب‌ترین شرایط (مثلاً دما و غیره) را به‌منظور جلوگیری از شرایط نامطلوب و اثر آن روی بافت مواد بدست آوریم [۱۰ و ۱۱].



شکل ۸: تصاویر پراش الکترون برگشتی از فولاد - تصویر (الف) قبل از نورد و تصویر (ب) بعد از نورد [۱۰].

ترکیب پراش الکترون برگشتی با آنالیزور یف‌سنجی پراکندگی انرژی^{۲۳}

یکی از قابلیت‌های اصلی پراش الکترون برگشتی، تعیین هم‌زمان ریز ساختار و فاز است. بدین منظور از ترکیب پراش الکترون برگشتی با طیف‌نگار پرتو ایکس استفاده می‌کنند. با اسکن پرتو الکترونی روی سطح نمونه می‌توان در هنگام بدست آوردن الگوهای پراش، اطلاعات گسترده‌ای از ترکیبات شیمیایی و نقش‌های آنها با استفاده از آنالیزور یف‌سنجی پراکندگی انرژی به صورت هم‌زمان تهیه نمود. در این حالت کاری، ترکیبات شیمیایی، نوع فازها و مقدار آنها به همراه جهات بلوری می‌توانند به‌طور هم‌زمان تعیین شوند. مثالی از این کاربرد در شکل (۹) آورده شده‌است. ریز ساختار متشکل از فازهای فلزی و بین فلزی (Si, Zr, Al) است که هم‌زمان در تصاویر فازی با آشکارساز الکترون برگشتی^{۲۴}، ترکیب شیمیایی یف‌سنجی پراکندگی انرژی و پراش الکترون برگشتی شناسایی و نمایش داده شده‌اند [۱۰].

نتیجه‌گیری

همان‌گونه که در این مبحث مطرح شد، از روش پراش الکترون برگشتی می‌توان به‌عنوان ابزاری قدرتمند در بحث‌های بلورشناسی به‌منظور بررسی کمی و کیفی ریز ساختارها استفاده نمود. با استفاده از روش فوق می‌توان برای تعیین ساختار بلوری مناطقی در محدوده‌ی نانومتر استفاده کرد. با روش فوق می‌توان محدودیت میکروسکوپ الکترونی عبوری در بررسی نمونه‌های با ضخامت زیاد را در کنار هزینه‌ی کمتر پوشش داد و برخی از محدودیت‌های روش‌های دیگر را با ارائه‌ی داده‌های توزیع فازی و ارائه‌ی داده‌های تصویری ریز ساختارها جبران نمود.

پی‌نوشت

۱. مهندسی برق الکترونیک، پژوهشگاه پلیمر و پتروشیمی ایران
۲. کارشناسی ارشد شیمی آلی، پژوهشگاه شیمی و مهندسی شیمی ایران
۳. مهندسی مواد متالورژی، مرکز پژوهش متالورژی رازی
۴. عضو کارگروه تخصصی میکروسکوپ الکترونی روبشی شبکه آزمایشگاهی

5. Electron Backscatter Diffraction (EBSD)
6. Scanning Electron Microscope (SEM)
7. Field Emission- Scanning Electron Microscope (FESEM)
8. Kikuchi
9. Diffraction patterns
10. Bragg
11. Convergent beam electron diffraction patterns
12. Alam
13. Bakman
14. Pashley
15. Adams
16. Electron channeling
17. Confidence Index(CI)
18. Energy dispersive X-ray Analysis (EDX)
19. Micro-Nano Structures
20. Tolerance Angle
21. HAGB- High Angle Grain Boundaries
22. LAGB- Low Angle Grain Boundaries
23. Energy dispersive X-ray Analysis (EDX)
24. Back Scatter Electron Detector(BSD)
25. Focused ion beam (FIB)

مراجع

- [1] Scattering and Diffraction of <http://www.springer.com/978-0-387-76500-6>
- [2] Book: Electron BackScatter Diffraction, submitted to Dr salamat ali, riphah international university
- [3] Electron Backscatter Diffraction Characterization of Microstructure Evolution of Electroplated Copper Film Su-Hyeon Kim, Joo-Hee Kang and Seung Zeon Han
- [4] <http://www.eden-instruments.com/en/edax-analytical-equipments/hikari-ebbsd-camera-series/>
- [5] Electron imaging with an EBSD detector Stuart I. Wright a,n, Matthew M. Nowell a, René de Kloe b, Patrick Camus c, Travis Rampton
- [6] Microscopy study of advanced engineering materials de Jeer, Leonardus Theodorus Henry
- [7] <https://www.tescan.com/en-us/technology/detectors/electron-backscatter-diffraction>
- [8] Properties of Electrons, their Interactions with Matter and Applications in Electron Microscopy By Frank Krumeich Laboratory of Inorganic Chemistry, ETH Zurich, Vladimir-Prelog-Weg 1, 8093 Zurich, Switzerland
- [9] Electron Backscatter Diffraction Characterization of Microstructure Evolution of Electroplated Copper Film- Su-Hyeon Kim, Joo-Hee Kang and Seung Zeon Han
- [10] EBSD investigation on the evolution of microstructure and grain boundaries in coarse-grained Nie48Al upon large deformation at elevated temperature Hou-run Xie a, Dong-liang Lin b, Ya-ting Chai c, Jing Hu a
- [11] 3D Orientation Microscopy Electron Backscatter Diffraction in a Combined FIB/SEM G.I.T. Imaging & Microscopy 04/2007, pp 40-41, GIT VERLAG GmbH & Co. KG, Darmstadt, Germany