

## מעבדה: מיקרוסקופ אלקטרוני חודר (TEM)

### מטרות המעבדה:

1. להבין את עיקרון הפעולה של מיקרוסקופ אלקטרוני חודר ולהבין מהם מצבי העבודה העיקריים של המכשיר.
2. להבין מהם הגורמים המשפיעים על כושר ההפרדה של מיקרוסקופ אלקטרוני חודר.
3. להבין מהו מנגנון הקונטרסט שמתקבל בתמונה מיקרוסקופית.
4. ללמוד באופן בסיסי את מהלך הפענוח של תמונות הדיפרקציה.
5. להכיר שיטות להכנת דגמים לבדיקה במיקרוסקופ אלקטרוני חודר.

### 1. הקדמה

מיקרוסקופ אלקטרוני חודר הוא המכשיר היחיד אשר מאפשר בדיקת מבנה חומרים ברמה אטומית. המיקרוסקופ האלקטרוני החודר (Transmission electron microscope-TEM) יצא לשוק לפני כ- 60 שנה וניתן לאמר כי הוא היה הגורם החשוב ביותר בהרחבת ידע שלנו על מבנה חומרים. כמובן, שהעניין הרב אשר יש לחוקרים במבנה החומר נובע מהעובדה שקיים קשר הדוק בין מבנה החומר לבין תכונותיו.

הדבר המיוחד המאפיין את ה- TEM הוא היכולת לקבל באמצעות TEM תבנית דיפרקצית אלקטרוניים בנוסף לתמונה מיקרוסקופית. בעוד שתמונה מיקרוסקופית מאפשרת לראות גרעינים, נקעים, חלקיקים של פאזות שונות שנמצאות בחומר וכו', דיפרקצית אלקטרוניים מאפשרת לאפיין את המבנה הקריסטלוגרפי של כל פרט שרואים בתמונה ואף לקבוע מאפיינים קריסטלוגרפים של פגמים במבנה החומר.

כושר הביצוע של המיקרוסקופ תלוי ביכולת של המכשיר להגיע להפרדה בין פרטים קטנים בתמונה, המרחק המינימאלי בין פרטים שניתן לראות באמצעות המיקרוסקופ נקרא **מושד ההפרדה**.

כמו במיקרוסקופ אופטי רגיל, כושר ההפרדה של מיקרוסקופ אלקטרוני תלוי בעיקר בתכונות של עדשת האובייקטיב (objective lens). ע"פ התיאוריה של אַבֶּה (Abbe) כושר ההפרדה של עדשת

$$(1) \quad \delta = \frac{0.61\lambda}{\text{Sin}\alpha}$$

כאשר  $\alpha$  היא הזווית שבה האלקטרונים נכנסים לעדשה,  $\lambda$  הוא אורך הגל אשר ניתן לייחס לאלקטרון ע"פ נוסחת de Broglie:  $\lambda = \frac{h}{\sqrt{2emV}}$  (m- מסת האלקטרון, e- מטען האלקטרון ו- V הוא מתח השדה החשמלי שבו מואצים האלקטרונים).

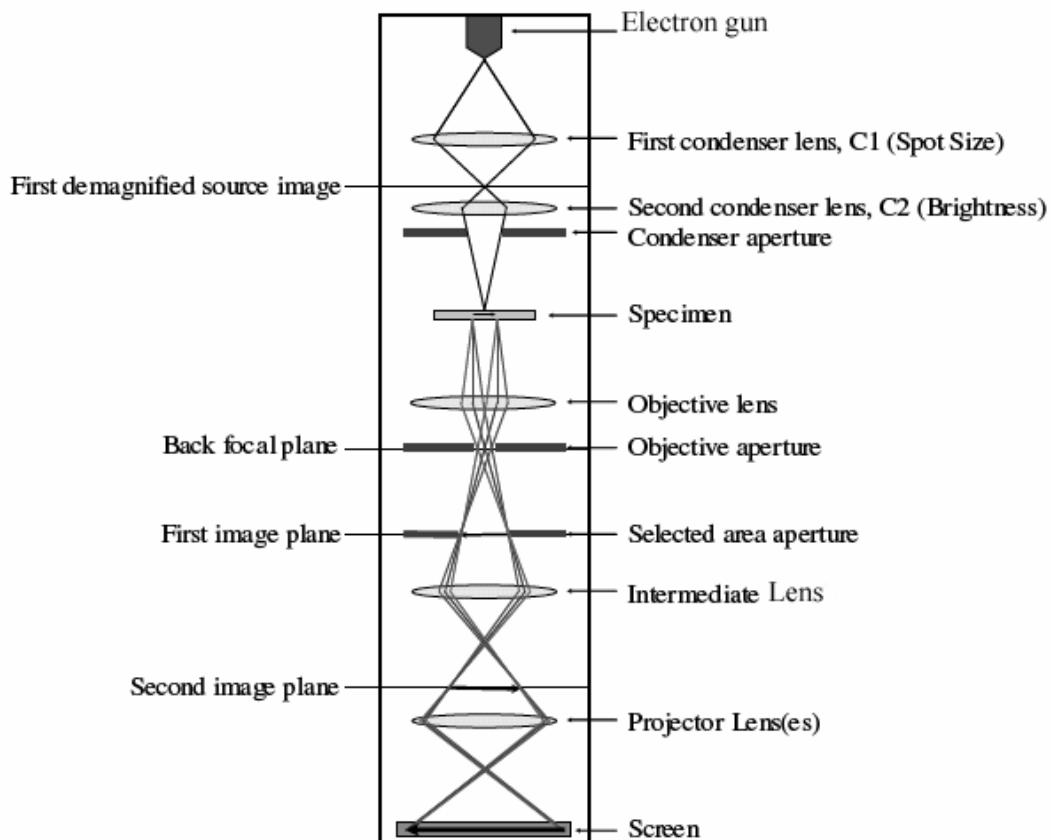
כפי שידוע, עדשת האובייקטיב במיקרוסקופ אלקטרוני היא עדשה אלקטרומגנטית. באופן מעשי לא ניתן לבנות עדשה אלקטרומגנטית עם זווית כניסה של אלקטרונים יותר גדולה מ-0.01 rad. לכן במיקרוסקופ אשר עובד במתח 200kV ( $\lambda=0.025\text{\AA}$ ), כושר ההפרדה ע"פ נוסחה (1) הוא:

$$\delta = \frac{0.6 \cdot 0.025}{0.01} = 1.5\text{\AA}$$

(המיקרוסקופים האלקטרוניים הטובים ביותר מגיעים היום לכושר הפרדה טוב יותר מ-1 Å)

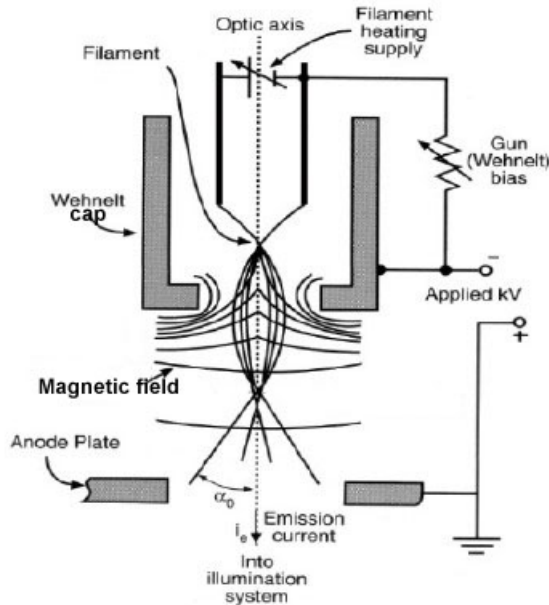
## 2. מבנה של מיקרוסקופ אלקטרוני חודר

את המבנה של המיקרוסקופ האלקטרוני החודר רואים בציור 1. ניתן לחלק את מבנה המכשיר לארבע מערכות עיקריות: תותח אלקטרוני, מערכת תאורה, עדשת האובייקטיב, מערך עדשות הביניים ועדשת הפרויקטור.



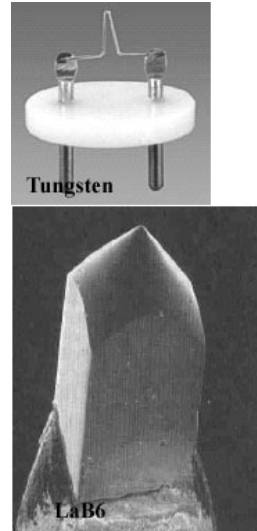
איור 1: תיאור סכמתי של המיקרוסקופ האלקטרוני החודר

א. **תותח אלקטרוניס (electron gun)** – הוא מקור האלקטרוניס אשר יוצאים מהקתודה. הקתודה עשויה או מחוט להט של טונגסטן (מחומם עד טמפי  $2500^{\circ}\text{C}$ ), או מגביש  $\text{LaB}_6$  מחודד אשר מחומם עד טמפי  $1600^{\circ}\text{C}$  (ראה איור מס' 2). האלקטרוניס מואצים בשדה החשמלי אשר נוצר בין הקתודה לבין האנודה ע"י הפעלת מתח גבוה, כך שהאנודה נמצאת במתח חיובי ביחס לקתודה (ראה איור 3). ב- TEM מתח זה נמצא בתחום 100-400kV.



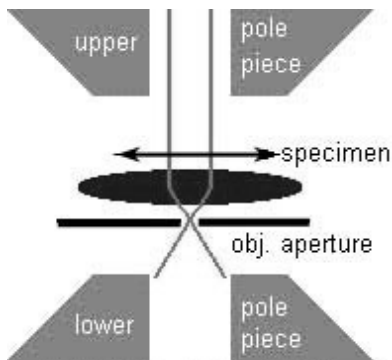
Schematic diagram of a thermionic electron gun

איור 3.



איור 2 מקורות האלקטרוניס

ב. **מערכת תאורה (illumination system)** מרכזת את האלקטרוניס היוצאים מהתותח ובונה קרן אלקטרוניס. בד"כ מערכת תאורה מורכבת משתי עדשות- (ראה איור 1): העדשה הראשונה יוצרת את דמות המקור כנקודה קטנה ("spot"-demagnified image of source), העדשה השנייה מרכזת את הקרן על הדגם. שתי העדשות הני"ל שייכות ל-"condenser". עוצמת התאורה (brightness) וגודל האזור המואר בדגם ניתנים לשינוי באמצעות בקרה על הזרם בעדשה השנייה של הקונדנסר.



איור 4. עדשת האובייקטיב

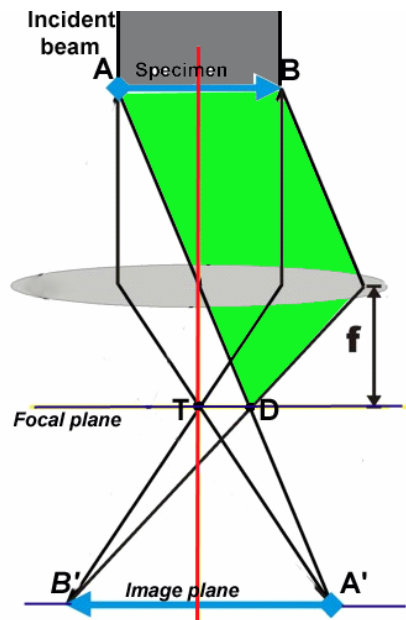
ג. **עדשת האובייקטיב (Objective)**. עדשה זו היא החשובה ביותר בתהליך קבלת הדמות, וכושר ההפרדה של המיקרוסקופ תלוי במיוחד בתכונותיה. בדרך כלל קטבים (Pole Pieces) של עדשת האובייקטיב בנויים משני חלקים, כפי שזה הוצג באיור 4. בפירצה שקיימת בין החלק העליון לבין החלק התחתון של הקטבים נמצאים דגם וצמצם הנקרא **צמצם של קונטרסט**, מפני שבעזרתו ניתן לקבל **קונטרסט** בתמונה (ראה פרק 4 בהמשך).

ד. מערכת של עדשות ביניים ועדשת פרויקטור (intermediate lens and projector lens) -

תפקידן להגדיל את הדמות שמתקבלת ע"י עדשת ה- Objective ולקבל תמונה על גבי מסך פלואורסצנטי (או לקבל תמונה באמצעות מצלמה דיגיטלית).  
לעדשת ה- intermediate יש תפקיד חשוב נוסף: בעזרת שינוי זרם בעדשה ניתן לכוונן אותה לקבלת תמונה מיקרוסקופית או לקבלת תמונת דיפרקציה מאזור נבחר בדגם. בחירת האזור מתבצע באמצעות צמצם מיוחד שנקרא selected area aperture (ראה איור 1).

3. שני מצבי עבודה ב- TEM : מצב ה- image ומצב ה- diffraction

באיור 5 מוצגת באופן סכמתי פעולה של עדשת ה- Objective. בסכימה זו שתי קרניים יוצאות מהדגם: קרן אחת היא הקרן שעוברת באותו כוון של הקרן הפוגעת, והקרן השנייה (בצבע ירוק) היא קרן הדיפרקציה (ברור שנוצרות מספר קרני דיפרקציה, אבל אנחנו נתייחס רק לקרן דיפרקציה אחת).

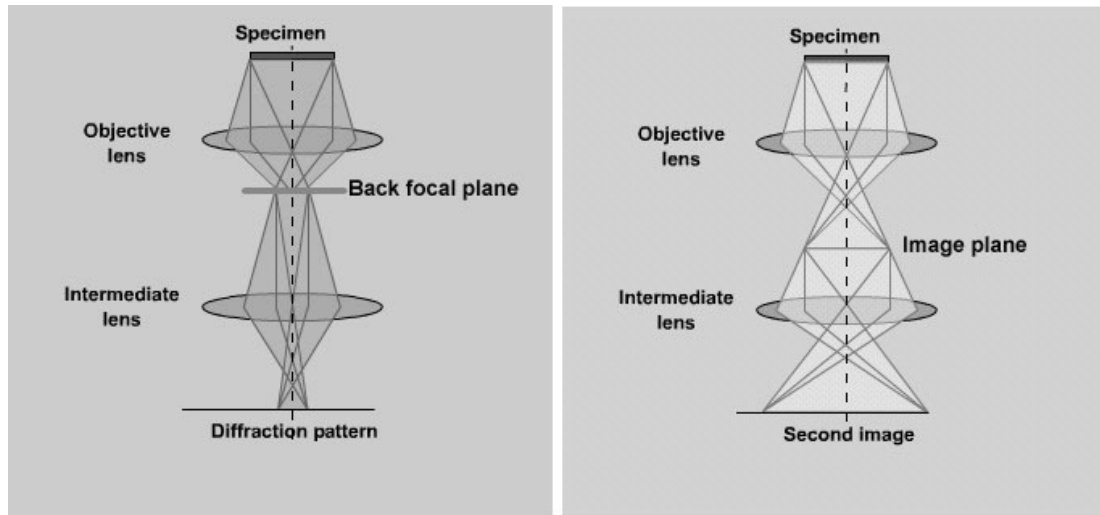


איור 5

עדשת ה- Objective ממקדת את הקרן המרכזית ואת קרן הדיפרקציה בנקודות T ו- D , בהתאמה. המישור שבו מתמקדות הקרניים נקרא "מישור המוקד" (focal plane). כפי שניתן לראות באיור 5, לאחר שהקרניים עוברות דרך נקודות המיקוד, הם יוצרות דמות A' B' במישור הנקרא "מישור הדמות" (image plane).

איור 6 מראה שכאשר עדשת ה- intermediate ממקדת על מישור המוקד, מתקבלת במסך תבנית דיפרקציה, וכאשר עדשת ה- intermediate תהיה ממקדת על מישור הדמות, מתקבלת

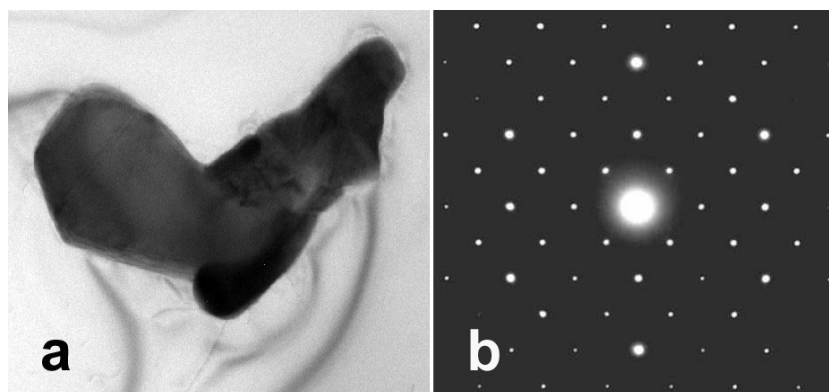
במסך תמונה של הדגם. מעבר ממצב ה-"image" למצב ה-"diffraction" מתבצע במיקרוסקופ האלקטרוני ע"י לחיצה על כפתור שקשור לבקרת הזרם בעדשת ה-intermediate.



איור 6 שני מצבי העבודה ב-TEM

מעבר מ-image ל-diffraction, וממצב "diffraction" שוב ל-"image" מאפשר לחוקר גם לראות חלקיק מסוים בדגם וגם לאפיין את המבנה שלו באמצעות שיטת הדיפרקציה. לדוגמה, איור 7a מראה תמונה של חלקיק מסוים ואיור 7b מייצג את הדיפרקציה שמתקבלת מחלקיק זה. לאחר פענוח של הדיפרקציה (ראה פרק 5.3 בהמשך) ניתן לזהות את החלקיק, כלומר לקבוע לאיזו פאזה הוא שייך.

נציין שכאשר אנחנו רוצים לעבור ממצב ה-"image" למצב ה-"דיפרקציה", אנו נצטרך להוציא החוצה את צמצם ה-Objective על מנת לאפשר לראות במסך את כל קרני הדיפרקציה.

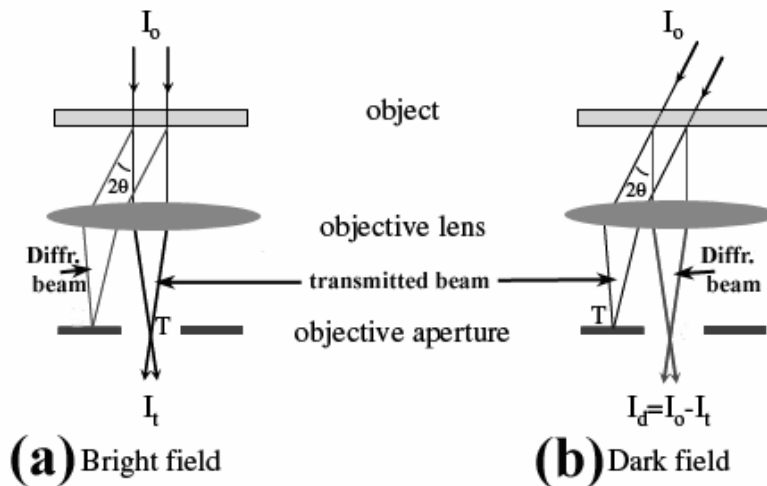


איור 7 (a) תמונה של חלקיק, (b) דיפרקציה שמתקבלת מהחלקיק שבתמונה "a"

**4. קבלת קונטרסט במיקרוסקופ אלקטרוני חודר, שדה בהיר ושדה חשוך**

רוב החומרים ההנדסיים הם בעלי מבנה גבישי. ציור סכמתי מס' 8a מסביר את מנגנון הקונטרסט שמתקבל מחומר גבישי. בסכימה זו צמצם ה- Objective מאפשר רק לקרן המרכזית לעבור למערכת העדשות הבאות ולבנות את הדמות, בעוד שקרן הדיפרקציה אינה עוברת צמצם. כתוצאה מכך אותם גרעינים בדגם שנמצאים קרוב לתנאי Bragg, כלומר נותנים דיפרקציה חזקה, נראים במסך כהים בעוד שגרעינים, אשר אינם מקיימים תנאי Bragg, נראים במסך כהים. קונטרסט מסוג זה נקרא diffraction contrast, והתמונה המיקרוסקופית נקראת תמונה "שדה בהיר" (Bright field-BF).

אפשרות נוספת לקבל תמונה מוצגת באיור 8b: ניתן להטות את הקרן המרכזית בזווית מסוימת כך שרק קרן הדיפרקציה עוברת דרך צמצם ה- Objective. במקרה זה כל המסך יהיה כהה ורק אותם חלקיקים אשר גרמו להיווצרותה של קרן הדיפרקציה נראים בהירים. תמונה כזאת נקראת תמונה "שדה חשוך" (Dark field-DF). זוג התמונות BF ו-DF מוצג באיור 9.



איור 8: סכימת קבלת שדה בהיר ושדה חשוך



איור 9: תמונות שדה בהיר ושדה חשוך במיקרוסקופ אלקטרוני חודר

## 5. דיפרקציה במיקרוסקופ אלקטרוני חודר

### 5.1 דיפרקציה אלקטרוניים מגביש יחיד

באיור 7 ניתן לראות דוגמה של תבנית דיפרקציה אשר התקבלה מחלקיק אחד בעל מבנה גבישי. תבנית זו נקראת תבנית נקודתית (spot pattern), כל נקודה בתבנית זו היא, בעצם, תוצאה של דיפרקציה (החזרה) ממשפחה מסוימת של מישורים אטומיים עם מצייני מילר (hkl). חשוב לציין שנקודות הדיפרקציה מגביש יחיד תמיד מופיעות כרשת מקבילות – דבר זה משקף את העובדה שאטומים בגביש אינם ארוזים באופן אקראי אלא מסודרים במבנה מחזורי תלת מימדי הנקרא "שריג גבישי" (crystal lattice).

### 5.2 דיפרקציה אלקטרוניים מחומר רב-גבישי

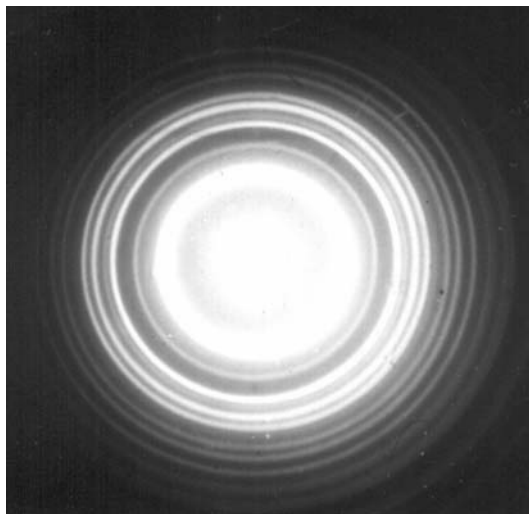
במקרה של חומר רב-גבישי קרני הדיפרקציה יתקבלו מכל גרעין, ועל המסך נקבל סופרפוזיציה (superposition) של מספר רב של דיפרקציות נקודתיות. אם מדובר בהרבה גרעינים קטנים באוריינטציות שונות אשר תורמים לדיפרקציה, אזי נקבל במסך טבעות. תבנית דיפרקציה כזאת נקראת ring pattern, כל טבעת דיפרקציה מייצגת החזרה ממשפחת מישורים מסוימת (hkl) בעלת מרחק בין-מישורי  $d_{hkl}$ . איור 10 מראה דוגמה של תבנית דיפרקציה טבעות. מדידת הרדיוס של כל טבעת מאפשרת למצוא, בהתאם, את המרחק הבין-מישורי  $d_{hkl}$  ע"פ הנוסחה הבסיסית של המיקרוסקופ:

$$(2) \quad rd_{hkl} = L\lambda$$

r – הוא רדיוס הטבעת

$L\lambda$  – הוא קבוע של המיקרוסקופ התלוי באורך הגל של האלקטרוניים ובמרחק L בין הדגם לבין המסך שבו מתקבלת תמונת הדיפרקציה.

רשימת כל ערכי  $d_{hkl}$  המתקבלים ממדידת הטבעות דומה לזו שמקבלים מדיפרקציה קרני-X של אבקות.



איור 10: תבנית דיפרקציה אלקטרוניים מחומר רב-גבישי.

5.3 פענוח תמונת דיפרקציה נקודתית

א. מטרתו של פענוח תמונת הדיפרקציה היא למצוא מצייני מילר עבור כל נקודת דיפרקציה. נקודת דיפרקציה היא בעצם, החזרה ממשפחת מישורים מסוימת, בעלת מרחק בין-מישורי  $d_{hkl}$ . מרחק זה ניתן למדוד באופן ישיר מתבנית הדיפרקציה באמצעות נוסחה (2):

$$rd_{hkl} = L\lambda$$

כאשר  $d_{hkl}$  הוא המרחק הבין – מישורי שאנחנו רוצים למדוד.

$r$  – הוא המרחק בתמונת הדיפרקציה בין נקודת הדיפרקציה לבין הקרן המרכזית הנמצאת במרכז התמונה.

$L\lambda$  – הוא קבוע של המיקרוסקופ.

באיור 11a מוצגת דוגמה של תבנית דיפרקציה נקודתית שהתקבלה מגרעין של Au, תבנית

סכמתית של דיפרקציה זו ניתנת באיור 11b.

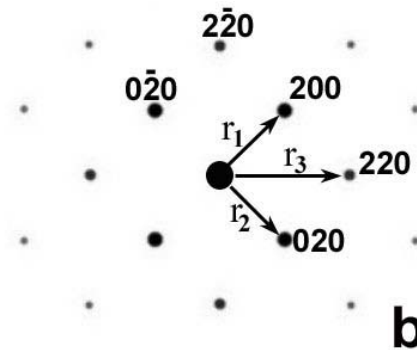
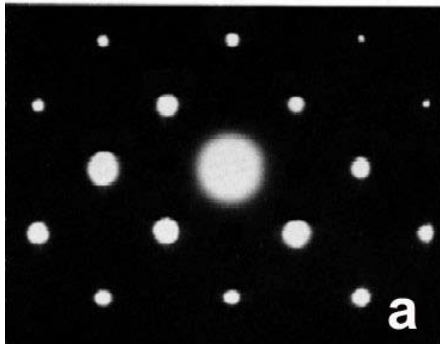
רשת נקודות הדיפרקציה יוצרת רשת מקביליות. אנו נבחר מקבילית על בסיס הוקטורים  $r_1, r_2$ .

כתוצאה ממדידת אורך הוקטורים  $r_1, r_2, r_3$  ובהתאם, חישוב המרחקים  $d_{hkl}$  ע"פ נוסחה (2)

נקבל:

$$d_1=2.02\text{\AA} \quad d_2=2.02\text{\AA} \quad d_3=1.43\text{\AA}$$

נציין שטעות המדידה של  $d_{hkl}$  היא  $0.04 \text{\AA}$ .



איור 11

ב. השלב הבא בפענוח הדיפרקציה הוא השוואה של מרחקים  $d_1, d_2, d_3$  שנקבעו על פי

תבנית הדיפרקציה, עם ערכי  $d_{hkl}$  המאפיינים מבנה של Au, אשר ניתן למצוא בכרטיס ICDD

(ראה איור 12). מהשוואה זו ניתן להסיק שהמרחקים  $d_1$  ו-  $d_2$  מתאימים להחזרה (200)

והמרחק  $d_3$  מתאים להחזרה (220).

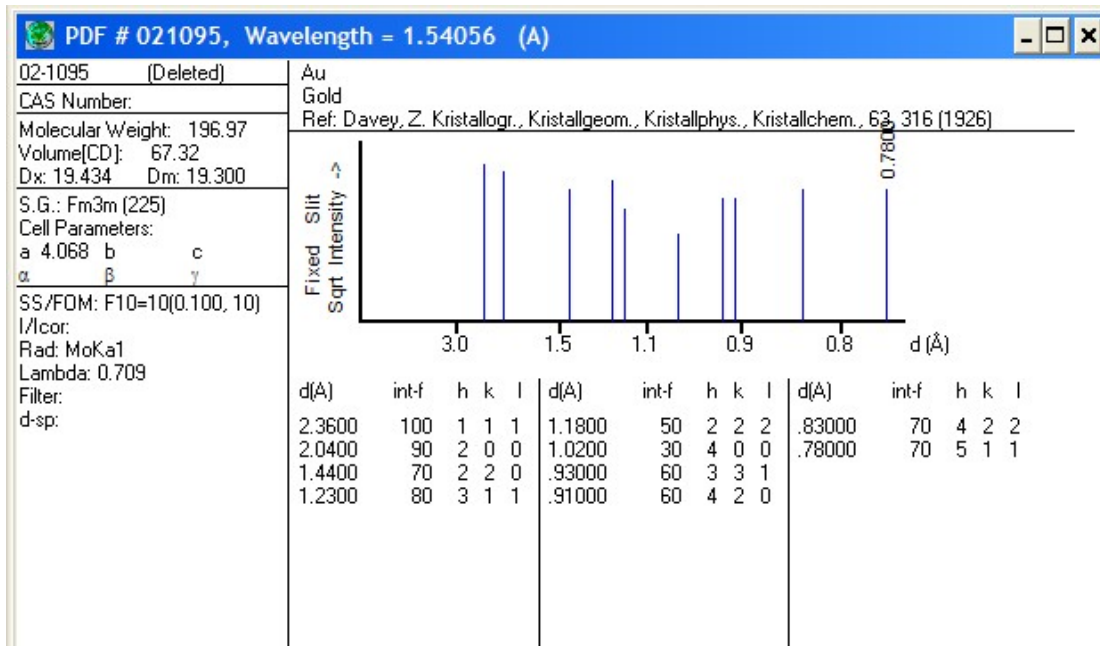


ג. השלב הבא הוא לייחס מצייני מילר לשלושת הוקטורים  $r_1, r_2, r_3$  כך שיתקיים חוק

$$k_1+k_2=k_3, h_1 + h_2 = h_3, r_1+r_2=r_3, l_1+l_2=l_3$$

של סכום וקטורי :  $r_1+r_2=r_3$ , כלומר סכום המציינים יהיה :  $h_1 + h_2 = h_3$ ,  $l_1+l_2=l_3$ .

בדוגמה שלנו לנקודה 1 (וקטור  $r_1$ ) יהיו מציינים (200), לנקודה 2 (וקטור  $r_2$ ) יהיו מציינים (020) ולנקודה 3 (וקטור  $r_3$ ) יהיו מציינים (220).



איור 12

ד. השלב האחרון הוא בדיקת הזווית הנמדדת בין הוקטורים שעבורם נקבעו המציינים. זווית

זאת חייבת להיות שווה לזווית המחושבת שבין המשורים האטומיים עם אותם מצייני מילר.

בדוגמה שלנו הזווית הנמדדת בין הוקטור  $r_1$  לבין הוקטור  $r_3$  היא  $\theta = 45^\circ$ . הזווית המחושבת

בין המישורים (220) ו-(200) היא גם  $45^\circ$ . בדיקה דומה יש לבצע גם עבור הזווית הנמדדת בין

הוקטור  $r_1$  לבין הוקטור  $r_2$ .

נזכיר שעבור מערכת קובית חישוב הזווית מתבצע ע"פ נוסחה :

$$\cos\theta = \frac{h_1h_2 + k_1k_2 + l_1l_2}{\sqrt{h_1^2 + k_1^2 + l_1^2} \cdot \sqrt{h_2^2 + k_2^2 + l_2^2}}$$

נציין שלאחר ביצוע פענוח הדיפרקציה ניתן למצוא את אוריינטציה הגביש ביחס לקרן המקורית,

כלומר לקבוע מהו הכוון בגביש אשר מקביל לכוון הקרן. הכוון הנ"ל מתקבל כמכפלה וקטורית

של שני וקטורים שבדיפרקציה. בדוגמה שבאיור 11 נקבל :  $[001] \leftarrow [r_1 \times r_2]$ . המסקנה

היא שהגרעין הנבדק נמצא באוריינטציה [001], כלומר הכוון [001] בגרעין מקביל לכוון הקרן.

## נספח א

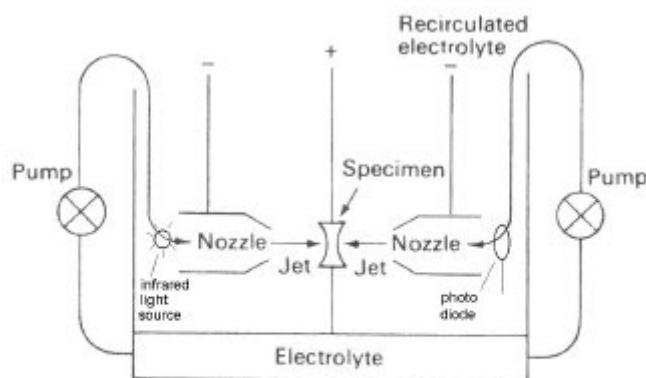
### הכנת דגמים לבדיקה במיקרוסקופ אלקטרוני חודר

דגמים לבדיקה ב-TEM חייבים לקיים שני תנאים:

א. עליהם להיות מספיק דקים על מנת לאפשר חדירת אלקטרונים בלי איבוד גדול של אנרגיה; עובי הדגם משתנה בין עשרות nm למאה nm, בהתאם לצפיפות הדגם ומתח המכשיר.

ב. עליהם לייצג את החומר במבנהו, בהרכבו וכן להיות חופשיים מתחמוצות העלולות להטעות בפענוח המבנה.

השלב הראשון בהכנת הדגם הוא קבלת דיסק (בקוטר 3 mm אשר יתאים למחזיק הדגם) על ידי חיתוך מכנית או, כאשר דגם מתכתי, במכשיר לחיתוך על ידי ניצוצות. את עובי הדגם מורידים בהתחלה בשיטת ליטוש מכאני ולאחר מכן על-ידי ליטוש אלקטרוליטי או בשיטת התזה על-ידי קרן יונים. בסוף של הליך הליטוש האלקטרוליטי (או הליך ההתזה על-ידי קרן יונים) נוצר חור במרכז הדגם, כך שהשטח סביב החור יהיה דק ביותר ושקוף לקרן אלקטרונים. ציור 13 מתאר מבנה של מכשיר Tenupol לליטוש אלקטרוליטי. הליטוש מתבצע משני הצדדים של הדגם. הזרימה של האלקטרוליט לכוון הדגם מתאפשרת באמצעות משאבה. תהליך הליטוש נפסק באופן אוטומטי כאשר אור מגיע דרך החור ל- photo diode.



**Fig.13:** Schematic diagram illustrating the action of a jet thinning technique

איור 14 מציג תמונת המכשיר להורדת עובי הדגם בשיטת התזה על-ידי קרן יונים.



ספרות

1. P.B.Hirsh, A.Howie, R.B. Nicholson, D.W.Pashley, M.J.Whelan, "Electron Microscopy of Thin Crystals", London, Butterworth, (1965), chs. 1, 2, 5
2. G. Thomas," Transmission Electron Microscopy of Metals ", John Willey&Sons, NY, (1962)
3. J.W. Edington, "Practical Electron Microscopy in Materials Science", Van Nostrand, New York, (1980)
4. D. B. Williams and C. B. Carter, "Transmission electron microscopy", Plenum, (2001)