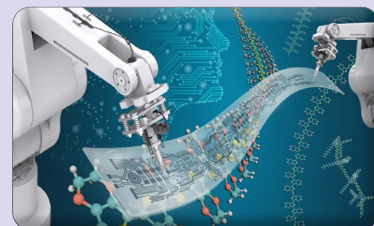




کاوش تطبیقی نانوذرات با آنالیز ردیابی ذرات و پراکندگی دینامیکی نور

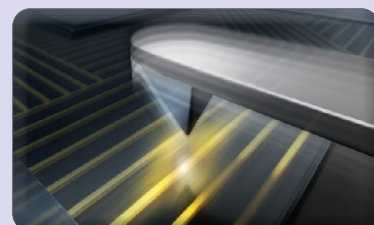
ارائه بیش از چهار میلیون خدمت آزمایشگاهی به مشتریان حقیقی و حقوقی



چالش‌ها و محدودیت‌های به‌کارگیری هوش مصنوعی در حوزه میکروسکوپ الکترونی عبوری به همراه ارائه راه‌حل‌های عملی



تحلیل پلاستیک‌های گرمانرم نیمه‌بلورین با استفاده از دستگاه DSC چند نمونه‌ای



چگونه پروب مناسب AFM را برای آزمایش خود انتخاب کنیم؟



تأثیر جنس بوت‌ها بر اندازه‌گیری‌های آنالیز حرارتی گرماسنجی روبشی تفاضلی



کاربرد طیف‌سنجی نزدیک مادون قرمز تبدیل فوریه در تعیین عدد هیدروکسیل پلی‌آل‌ها



ميلاد حضرت محمد رسول الله (ص) و امام جعفر صادق (ع) مبارك باد



فصلنامه دانش آزمایشگاهی ایران

سال سیزدهم ■ شماره ۲ ■ تابستان ۱۴۰۴ ■ شماره پیاپی ۵۰

ISSN 2538-3450

صاحب امتیاز: ستاد ویژه توسعه فناوری نانو معاونت علمی
و فناوری ریاست جمهوری

سر دبیر: علیرضا بدیعی

مدیر مسئول: مجتبی نسب

مدیریت اجرایی: شبکه آزمایشگاهی فناوری نانو

دبیر مقالات: داود قزایلو

همکاران این شماره: پدram ملائکه، هانیه مشرقی، فریده باتقوا،

حمید حیدری، ساناز شبیکه، پروین هادیان

سمانه تقوایی‌نیا، دریا ناز فرهنگد بروجنی

طراحی و صفحه آرایی: سیمین رفیع پور لنگرودی

ویراستار: زینب زرینچه

نشانی: تهران . صندوق پستی ۱۴۵۶۵-۳۴۴

تلفن: ۰۲۱ ۶۶۹۴۱۰۸۵

پایگاه اینترنتی: www.IJLK.ir

پست الکترونیکی: info@ijlk.ir



شبکه آزمایشگاهی فناوری نانو

فهرست مطالب

ارائه بیش از چهار میلیون خدمت آزمایشگاهی به مشتریان حقیقی و حقوقی

۲ <

استاندارد «فناوری حباب‌ریز - مشخصه‌یابی حباب‌های ریز - قسمت اول: ارزشیابی شاخص‌های اندازه و غلظت با روش پراش لیزری»

۴ <



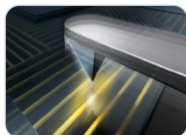
چالش‌ها و محدودیت‌های به‌کارگیری هوش مصنوعی در حوزه میکروسکوپ الکترونی عبوری به همراه ارائه راه‌حل‌های عملی

۵ <



تحلیل پلاستیک‌های گرمانرم نیمه‌بلورین با استفاده از دستگاه DSC چند نمونه‌ای

۱۹ <



چگونه پروب مناسب AFM را برای آزمایش خود انتخاب کنیم؟

۲۳ <



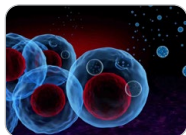
تأثیر جنس بوته بر اندازه‌گیری‌های آنالیز حرارتی گرماسنجی روبشی تفاضلی

۳۱ <



کاربرد طیف‌سنجی نزدیک مادون قرمز تبدیل فوری در تعیین عدد هیدروکسیل پلی‌ال‌ها

۳۵ <



کاوش تطبیقی نانوذرات با آنالیز ردیابی ذرات و پراکندگی دینامیکی نور

۴۲ <

اخبار

استاندارد

مقالات

✓ ارائه بیش از چهار میلیون خدمت آزمایشگاهی به مشتریان حقیقی و حقوقی

امیر یونسیان، مدیر شبکه آزمایشگاهی کشور اعلام کرد: در سال ۱۴۰۳ بیش از چهار میلیون خدمت آزمایشگاهی به متقاضیان ارائه شده است.



نشان می‌دهد که آزمایشگاه‌های عضو شبکه نه تنها در ارائه خدمات رشد کمی داشته‌اند، بلکه از نظر کیفیت، مشتری‌مداری و همکاری‌های شبکه‌ای نیز جایگاه خود را ارتقا داده‌اند. شبکه آزمایشگاهی کشور مأموریت اصلی خود را در تسهیل دسترسی پژوهشگران، دانشگاهیان، صنعتگران و دیگر ذی‌نفعان به خدمات پیشرفته آزمایشگاهی دنبال می‌کند و به همین منظور، ارزیابی سالانه یکی از ابزارهای کلیدی برای سنجش وضعیت موجود و ترسیم مسیر آینده است.

وی درباره شاخص‌های مورد بررسی در حوزه همکاری شبکه‌ای توضیح داد: مشارکت فعال مراکز در ارسال گزارش خدمات، همکاری با سایر آزمایشگاه‌ها، به‌روزرسانی اطلاعات پایگاه اینترنتی، معرفی رابط و تعامل سازنده با شبکه، نشر دانش و تبادل تجربه، حضور در برنامه‌های شبکه و مشارکت در برگزاری آنها، توافق برای تبادل نمونه و ارجاع مشتری، استانداردسازی فعالیت‌ها و ایجاد سازوکارهای تشویقی برای کارکنان، از جمله مواردی بود که در ارزیابی سال ۱۴۰۳ مدنظر قرار گرفت.

او ادامه داد: هدف از این ارزیابی صرفاً رتبه‌بندی مراکز نیست، بلکه شناسایی نقاط قوت و ضعف، ارائه بازخورد به مدیران و کارشناسان آزمایشگاه‌ها و کمک به ارتقای سطح خدمات و توانمندی‌ها در مقیاس ملی است. نتایج

براساس ارزیابی عملکرد مراکز عضو شبکه آزمایشگاهی کشور در سال ۱۴۰۳، سه شاخص کلیدی «همکاری شبکه‌ای»، «میزان خدمات» و «مشتری‌مداری» مورد بررسی قرار گرفت و نتایج حاکی از رشد قابل توجه فعالیت آزمایشگاه‌ها نسبت به دوره پیشین بود.

یونسیان با اشاره به گستردگی فرآیند ارزیابی افزود: در این دوره، عملکرد ۱۰۹۳ آزمایشگاه در قالب ۷۳۵ مرکز آزمایشگاهی عضو شبکه مورد بررسی قرار گرفت. داده‌های ثبت‌شده نشان می‌دهد که درآمد مراکز آزمایشگاهی عضو در سال ۱۴۰۳ به حدود ۲۵ هزار میلیارد ریال رسیده و بیش از ۸۰ هزار مشتری حقیقی و حقوقی از خدمات این مراکز استفاده کرده‌اند. همچنین این مراکز در مجموع بیش از چهار میلیون خدمت آزمایشگاهی ارائه کرده و میزان رضایت مشتریان به‌طور متوسط ۸۵ درصد ثبت شده است.

وی افزود: بخش خصوصی نقش برجسته‌ای در این عرصه داشته است؛ به‌گونه‌ای که بیش از ۵۰ درصد خدمات ارائه‌شده و حدود ۸۰ درصد درآمد کسب‌شده به شرکت‌های خصوصی عضو شبکه تعلق دارد. پس از آن، مراکز تابعه وزارت علوم با ارائه بیش از ۳۰ درصد خدمات و کسب نزدیک به ۶ درصد از کل درآمد، در جایگاه دوم قرار گرفته‌اند.

مدیر شبکه آزمایشگاهی کشور تأکید کرد: این آمار



می‌کند با ارائه حمایت‌های هدفمند، مسیر رشد و پایداری خدمات آزمایشگاهی در سراسر کشور را تسهیل کند و زمینه‌ساز حضور پررنگ‌تر مراکز عضو در حوزه‌های صنعتی و پژوهشی باشد. یونسفیان در پایان خاطرنشان کرد: ارزیابی عملکرد آزمایشگاه‌ها علاوه‌بر ایجاد فضای رقابتی سالم میان مراکز عضو، موجب شفافیت عملکردی آزمایشگاه‌ها و انگیزه‌بخشی برای ارتقای خدمات می‌شود و امید است در سال‌های آتی شاهد شکوفایی بیشتر شبکه در خدمت به جامعه علمی و صنعتی کشور باشیم.

این ارزیابی نشان می‌دهد که آزمایشگاه‌های عضو شبکه در مسیر بلوغ سازمانی قرار دارند و نقش مهمی در تحقق اهداف زیست‌بوم علم و فناوری کشور ایفا می‌کنند. مدیر شبکه آزمایشگاهی کشور با اشاره به اولویت‌های این شبکه در سال جاری تصریح کرد: تمرکز بر توسعه همکاری‌های فناورانه در سطح ملی و بین‌المللی، ارتقای استانداردهای کیفی، افزایش بهره‌وری تجهیزات و حمایت از آزمایشگاه‌های نوپا و مراکز مستعد از جمله برنامه‌های اصلی شبکه در سال ۱۴۰۴ است. وی تأکید کرد: شبکه آزمایشگاهی کشور تلاش



تهیه کننده

روشنک شاکری

کارشناس ارشد فیزیک اتمی - مولکولی
کارشناس سازمان ملی استاندارد ایران

استاندارد «فناوری حباب ریز - مشخصه یابی حباب های ریز - قسمت اول: ارزشیابی شاخص های اندازه و غلظت با روش پراش لیزری»

مثلاً حباب های بزرگتر، وجود هزاران حباب ریز که از نظر تعداد در اکثریت هستند، را کاملاً بیوشانند. توزیع مبتنی بر تعداد، جمعیت انبوه حباب های ریز را به وضوح نشان می دهد. بنابراین تفسیر نتایج تنها بر اساس یکی از این روش ها می تواند به برداشت های کاملاً گمراه کننده ای منجر شود. این استاندارد روش های لازم برای تبدیل بین این دو نوع توزیع را نیز ارائه می کند.

رویکرد اصلی و کلیدی در این استاندارد استفاده تلفیقی از هر دو تحلیل مبتنی بر تعداد و حجم است. برای به دست آوردن تصویری کامل از سیستم، باید از توزیع حجمی برای ارزیابی عملکرد کلی و اثر ماکروسکوپی سیستم و از توزیع عددی برای درک فرآیندهای میکروسکوپی مانند تشکیل و ادغام حباب ها استفاده کرد. یک پیوست آگاهی دهنده در استاندارد با ذکر مثال های عملی، این رویکرد تلفیقی را به طور ملموس نشان می دهد.

استاندارد مشخصه یابی حباب های ریز با روش پراش لیزری به عنوان راهنمای جامع، روشی دقیق برای ارزیابی سیستم های حاوی حباب های ریز ارائه می دهد. هدف اصلی این سند، استانداردسازی استفاده از روش پراش لیزر برای اندازه گیری توزیع اندازه و غلظت حباب ها و در نهایت اطمینان از قابلیت تکرارپذیری و مقایسه پذیری نتایج در بین آزمایشگاه های مختلف است. این استاندارد بر دو مفهوم کلیدی تمرکز دارد: غلظت عددی و غلظت حجمی که درک تمایز بین این دو، برای تفسیر صحیح داده ها اساسی است.

یک بخش مهم این استاندارد به توضیح تفاوت بنیادین بین نمایش توزیع اندازه بر مبنای تعداد و بر مبنای حجم اختصاص یافته است. دستگاه های پراش لیزر داده ها را بر اساس حجم، شدت و تعداد گزارش می دهند که اگر این گزارش ها با دقت تفسیر نشوند ممکن است در این نمایش ها خطا ایجاد شد

نویسنده

ساناز شبیکه^{۱،۲*}

۱. کارشناس آزمایشگاه میکروسکوپ الکترونی عبوری دانشگاه شیراز
۲. عضو کارگروه تخصصی میکروسکوپ الکترونی عبوری

*researchers4u@yahoo.com

تاریخ دریافت: ۱۴۰۴/۰۴/۲۱

تاریخ پذیرش: ۱۴۰۴/۰۶/۰۳

چالش‌ها و محدودیت‌های به کارگیری هوش مصنوعی در حوزه میکروسکوپ الکترونی عبوری به همراه ارائه راه‌حل‌های عملی

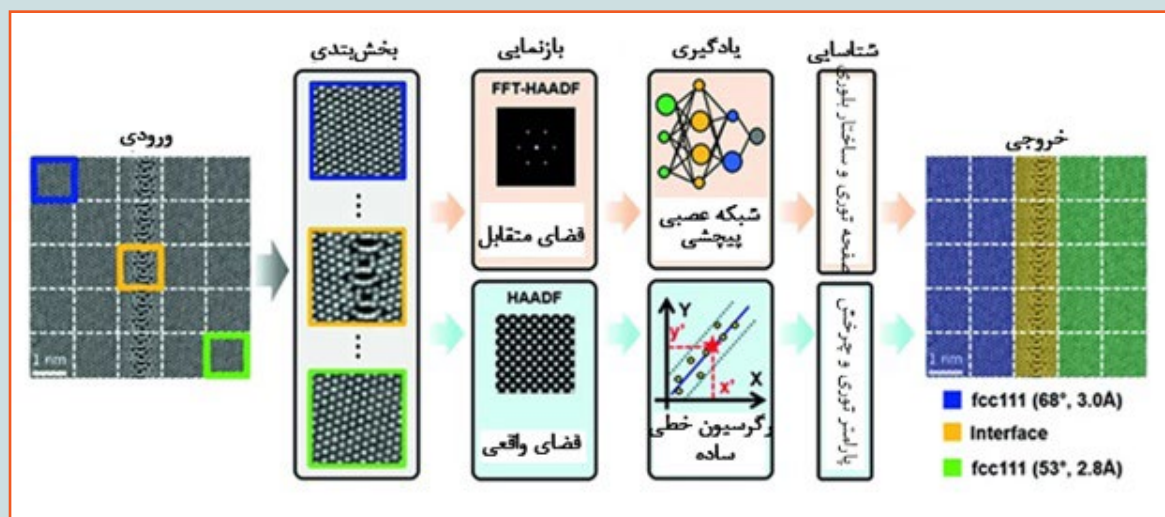
چکیده

ادغام هوش مصنوعی^۱ با میکروسکوپ الکترونی عبوری^۲ موجب تحولات قابل توجهی در حوزه‌هایی نظیر: علوم مواد، زیست‌شناسی و فناوری‌نانو شده‌است. این یکپارچگی، امکان تحلیل دقیق‌تر تصاویر، شناسایی خودکار ویژگی‌ها و افزایش سرعت پردازش داده‌ها را فراهم کرده است. با وجود این پیشرفت‌ها، بهره‌برداری کامل از ظرفیت‌های هوش مصنوعی در TEM با چالش‌ها و محدودیت‌هایی همراه است. از جمله موانع اصلی می‌توان به دشواری آموزش مدل‌های هوش مصنوعی به دلیل کمبود داده‌های برچسب‌گذاری شده با کیفیت اشاره کرد؛ مسئله‌ای که اصلاح آن مستلزم صرف زمان و منابع قابل توجهی است. علاوه بر این، تغییرات ذاتی و نویز موجود در تصاویر TEM دقت پیش‌بینی‌ها و بخش‌بندی‌های مبتنی بر هوش مصنوعی را با مشکل مواجه می‌سازد. مسئله تفسیرپذیری و شفافیت الگوریتم‌های هوش مصنوعی نیز همچنان به‌عنوان یکی از نگرانی‌های اصلی مطرح است، چراکه ماهیت «جعبه سیاه»^۳ اعتبارسنجی و ایجاد اعتماد علمی را دشوار می‌سازد. از سوی دیگر، پیاده‌سازی هوش مصنوعی در کنار سخت‌افزار TEM به‌منظور تحلیل بلادرنگ با چالش‌هایی نظیر محدودیت توان محاسباتی، ناسازگاری سخت‌افزار و نیاز به کالیبراسیون دقیق مواجه است. این مقاله به بررسی این چالش‌ها می‌پردازد و راه‌کارهای عملی ممکن با هدف ارائه تصویری متعادل از وضعیت کنونی و مسیر پیش‌روی هوش مصنوعی در حوزه TEM را تحلیل می‌کند.

واژه‌های کلیدی

میکروسکوپ الکترونی عبوری، هوش مصنوعی، چالش و راه‌حل.

هوش مصنوعی به سرعت به ابزاری تحول‌آفرین در حوزه میکروسکوپ الکترونی عبوری تبدیل شده و ظرفیت‌های نوینی را در تصویربرداری، پردازش و تحلیل داده‌ها فراهم کرده است. به کارگیری الگوریتم‌های یادگیری ماشین و یادگیری عمیق در TEM، نوید ایجاد دگرگونی‌های بنیادین در حوزه‌هایی مانند علوم مواد، فناوری‌نانو، زیست‌شناسی ساختاری، مهندسی نیمه‌رساناها را می‌دهد. این فناوری قادر است وظایف پیچیده‌ای مانند بخش‌بندی تصاویر، استخراج ویژگی‌ها، شناسایی الگوها، تشخیص نقایص و ناهنجاری‌ها به صورت بلادرنگ و مدل‌سازی پیش‌بینی را به طور خودکار انجام دهد (شکل (۱)).



شکل (۱): نمایی از گردش کار فرآیند طبقه‌بندی مبتنی بر هوش مصنوعی برای تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی عبوری^۴ تجربی. در این فرآیند، تصاویر ورودی^۵ HAADF-STEM شامل دو ناحیه بلورین مجزا و یک مرزخانه هستند. تصویر اصلی به پنجره‌هایی با ابعاد ۵×۵ تقسیم شده است. سه ناحیه مختلف در تصویر اصلی مشخص شده‌اند: ناحیه (۱،۱) با مربع آبی، ناحیه (۳،۳) با مربع نارنجی و ناحیه (۵،۵) با مربع سبز. نقشه طبقه‌بندی، نواحی آبی و سبز را به عنوان ساختار fcc {۱۱۱} شناسایی کرده و ناحیه نارنجی را به عنوان منطقه مرزخانه تعیین کرده است [۱].

این پیشرفت‌ها پتانسیل آن را دارند که میزان خطای انسانی را کاهش داده، سرعت پردازش داده‌ها را افزایش دهند و بینش‌هایی ارائه کنند که با روش‌های سنتی دستی قابل دستیابی نیست. علاوه بر این، الگوریتم‌های هوش مصنوعی قادرند الگوها یا ساختارهایی را در تصاویر TEM شناسایی کنند که در تحلیل‌های متعارف ممکن است نادیده گرفته شوند. در نتیجه، استفاده از این الگوریتم‌ها می‌تواند به کشف بینش‌های نوینی درباره ویژگی‌های مواد یا فرآیندهای زیستی در مقیاس مولکولی منجر شود. در نتیجه، کاربرد هوش مصنوعی در TEM این ظرفیت را دارد که رویکرد دانشمندان و مهندسان را در مواجهه با مسائل علمی دگرگون سازد و مسیر را برای کشف‌های سریع‌تر، پردازش داده‌های مؤثرتر و درک عمیق‌تری از سیستم‌های پیچیده هموار کند. با این حال، در کنار مزایای چشم‌گیری که هوش مصنوعی در این زمینه ارائه می‌دهد، چالش‌ها و محدودیت‌هایی نیز وجود دارد که مانع از پذیرش فراگیر و بهره‌وری کامل از این فناوری شده‌اند.

یکی از چالش‌های اساسی در به کارگیری مؤثر هوش مصنوعی در TEM، نیاز به مجموعه داده‌های برجسته‌گذاری شده و با کیفیت بالا برای آموزش مدل‌ها است. تهیه این داده‌ها، فرآیندی زمان‌بر و وابسته به دانش تخصصی است که آن را به یکی از گلوگاه‌های اصلی در مسیر پذیرش و توسعه این فناوری تبدیل کرده است. علاوه بر این، تصاویر TEM به طور ذاتی دارای نویز بوده و متأثر از عواملی مانند تغییر در وضوح، کنتراست و شرایط آماده‌سازی نمونه است؛ عواملی که دقت و پایداری مدل‌های هوش مصنوعی را در تحلیل داده‌ها با چالش مواجه می‌سازد. پیچیدگی تفسیر تصاویر TEM نیز چالش دیگری به شمار می‌آید، چراکه بسیاری از مدل‌های هوش مصنوعی در تمایز میان ویژگی‌های مرتبط و غیرمرتبط با دشواری مواجه‌اند. از سوی دیگر، نبود شفافیت بسیاری از این مدل‌ها، به ویژه در روش‌های مبتنی بر یادگیری عمیق که اغلب به عنوان سیستم‌های «جعبه سیاه» شناخته می‌شوند، موجب کاهش اعتماد پژوهشگران به خروجی‌های تولید شده می‌شود. این محدودیت در تفسیرپذیری، فرآیند اعتبارسنجی علمی نتایج را نیز با مانع روبه‌رو کرده و پذیرش گسترده آن‌ها را دشوار

می‌سازد؛ به‌ویژه در حوزه‌هایی مانند TEM که جزئیات ریز و دقیق می‌توانند نقش تعیین‌کننده‌ای در تفسیر نتایج داشته باشند، ناتوانی در توضیح فرآیند تصمیم‌گیری مدل‌های هوش مصنوعی، به‌ویژه مدل‌های غیرقابل تفسیر، می‌تواند مانعی جدی در مسیر پذیرش علمی آن‌ها باشد. از سوی دیگر، ادغام این فناوری با سخت‌افزار TEM نیز با چالش‌های فنی متعددی از جمله محدودیت‌های توان محاسباتی و ناسازگاری میان سیستم‌ها همراه است. تحلیل داده‌ها به‌صورت بلادرنگ که در بسیاری از کاربردهای TEM ضروری است، مستلزم توسعه الگوریتم‌هایی است که افزون بر دقت بالا، از کارایی محاسباتی و سرعت عملکرد مناسبی نیز برخوردار باشند. پیچیدگی در هماهنگ‌سازی مدل‌های هوش مصنوعی با سیستم‌های تصویربرداری TEM، نیاز به کالیبراسیون دقیق در شرایط مختلف و حفظ سازگاری میان اجزای سخت‌افزاری و نرم‌افزاری، استفاده عملی از این فناوری را با چالش‌هایی همراه ساخته است. در کنار این مسائل فنی، نگرانی‌های اخلاقی و ایمنی نیز زمانی مطرح می‌شوند که نقش سیستم‌های هوش مصنوعی در فرآیندهای تصمیم‌گیری علمی پررنگ‌تر می‌شود. تعصبات موجود در داده‌های آموزشی، همراه با نیاز به اعتبارسنجی دقیق و بازبینی مداوم بینش‌های تولید شده، از جمله موضوعاتی هستند که باید به‌طور جدی مورد توجه قرار گیرند. تنها در این صورت می‌توان اطمینان حاصل نمود که هوش مصنوعی به کشف‌های علمی دقیق، قابل اعتماد و عاری از سوگیری کمک می‌کند، بدون آن که موجب ورود خطاهای ناخواسته به فرآیند علمی شود.

در این راستا، مسیرهای پیش‌روی فناوری‌های هوش مصنوعی در حوزه TEM نیز مورد بررسی قرار گرفته و بر اهمیت همکاری میان پژوهشگران حوزه هوش مصنوعی، متخصصان TEM و دانشمندان داده تأکید شده است. این همکاری چندرشته‌ای، برای بهره‌برداری کامل از ظرفیت‌های هوش مصنوعی و غلبه بر موانع موجود، امری ضروری به شمار می‌رود. درنهایت، هدف این مقاله ارائه درکی جامع از چالش‌های پیش‌روی ادغام هوش مصنوعی در TEM و پیشنهاد راهبردهایی برای تقویت هم‌افزایی میان این دو حوزه در حال تحول است. در این مقاله، چالش‌های اساسی در حوزه‌های مختلف مرتبط با به کارگیری هوش مصنوعی در TEM مورد بررسی قرار گرفته و راهکارهای بالقوه برای غلبه بر این محدودیت‌ها ارائه شده است تا زمینه‌ای برای پیشرفت‌های آتی در این حوزه فراهم شود.

■ بررسی حوزه کیفیت و دسترس‌پذیری داده‌ها

◆ چالش: کمبود داده‌های برچسب‌گذاری شده با کیفیت بالا

یکی از چالش‌های اساسی در به کارگیری هوش مصنوعی در میکروسکوپ الکترونی عبوری، کمبود داده‌های برچسب‌گذاری شده و مسائل مربوط به کیفیت آن‌هاست. مدل‌های هوش مصنوعی، به‌ویژه مدل‌های مبتنی بر یادگیری نظارت‌شده، برای آموزش دقیق و مؤثر نیازمند مجموعه داده‌هایی با حجم بالا و برچسب‌های توصیفی قابل اعتماد هستند (شکل‌های (۲) و (۳)). با این حال، در زمینه TEM، داده‌های برچسب‌گذاری شده به‌ویژه در ارتباط با مواد جدید یا شرایط نوآورانه بسیار محدود هستند. این محدودیت، توانایی مدل‌ها را در تعمیم به نمونه‌های ناشناخته کاهش داده و اثربخشی آن‌ها را در کاربردهای واقعی با مشکل مواجه می‌سازد. تهیه تصاویر برچسب‌گذاری شده TEM، که در آن موقعیت دقیق اتم‌ها، نقص‌ها یا دیگر ویژگی‌های میکروسکوپی مشخص شده‌اند، نیازمند تخصص فنی بالا و مشارکت مستقیم متخصصان است. این فرآیند زمان‌بر، پرهزینه و مستعد خطای

انسانی است و در نتیجه، دستیابی به حجم کافی از داده‌های با کیفیت برای آموزش مدل‌های هوش مصنوعی دشوار می‌شود. در صورت نبود داده‌های دقیق و برچسب‌گذاری شده، مدل‌ها عملکرد قابل اعتمادی نخواهند داشت. این چالش در TEM برجسته‌تر است، زیرا پیچیدگی تصاویر و دشواری در تفکیک صحیح ویژگی‌هایی مانند نقص‌های بلوری، فازهای مختلف یا ساختارهای نانومقیاس، فرآیند برچسب‌گذاری را با محدودیت‌های جدی روبه‌رو می‌کند.

در بسیاری از موارد، برچسب‌گذاری داده‌ها بر عهده پژوهشگران است که ناگزیر باید مجموعه‌های بزرگی از تصاویر را به‌صورت دستی پردازش کنند؛ کاری که بسیار زمان‌بر، پرهزینه و مستعد بروز خطای انسانی است. علاوه بر این، تصاویر TEM به‌طور معمول دارای نویز، آرتیفکت یا ویژگی‌هایی با کنتراست پایین هستند که فرآیند برچسب‌گذاری دقیق را دشوارتر می‌سازد. در غیاب یک مجموعه داده گسترده و با کیفیت، مدل‌های هوش مصنوعی در تعمیم‌پذیری به داده‌های جدید و ناشناخته دچار ضعف خواهند شد و عملکرد آن‌ها در سناریوهای واقعی قابل اطمینان نخواهد بود.

واقعی یا شرایط ناشناخته از خود نشان می‌دهند. این مسئله به‌ویژه در کاربردهای علمی که تعمیم‌پذیری مدل اهمیت بالایی دارد، می‌تواند نتایج تحلیل را مخدوش کند.

◀ **چالش‌های پیش‌پردازش داده‌ها:** آماده‌سازی تصاویر TEM برای استفاده در مدل‌های هوش مصنوعی نیازمند فرآیندهای پیش‌پردازی دقیق و هدفمند است. مشکلاتی مانند نویز، اعوجاج و وضوح پایین باید به‌طور مؤثر مدیریت شوند تا از تأثیر منفی آن‌ها بر عملکرد مدل جلوگیری شود. داده‌هایی با کیفیت پایین نه تنها دقت مدل را کاهش می‌دهند، بلکه پایداری و قابلیت تعمیم آن را نیز تضعیف می‌کنند.

◆ راه‌حل‌های پیشنهادی

◀ **داده‌افزایی:** به‌کارگیری روش‌هایی مانند چرخش، مقیاس‌دهی، آینه‌سازی و دیگر تبدیل‌های هندسی روی تصاویر TEM می‌تواند با افزایش تنوع داده‌های آموزشی، به بهبود استحکام مدل‌ها و کاهش حساسیت به تغییرات جزئی در ورودی کمک کند. این رویکرد به‌ویژه زمانی مفید است که مجموعه داده‌های اصلی محدود باشند.

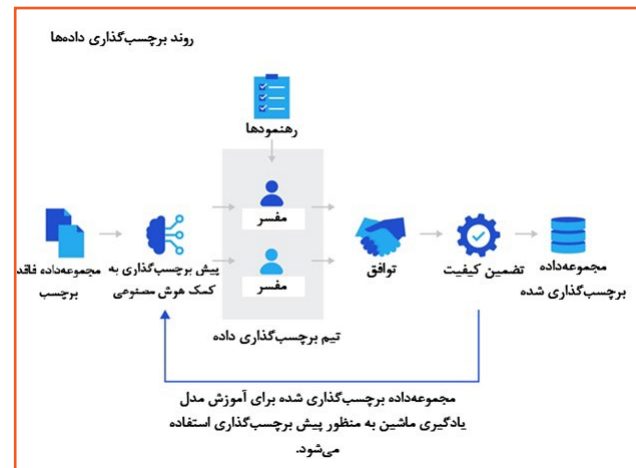
◀ **داده‌های مصنوعی:** استفاده از مدل‌های مولد، به‌ویژه شبکه‌های مولد رقابتی (GANs)^۷، برای تولید تصاویر مصنوعی TEM، امکان گسترش مجموعه داده‌ها را فراهم می‌سازد. این تصاویر می‌توانند ویژگی‌های واقعی نمونه‌ها را تقلید کرده و به ایجاد تنوع در داده‌های آموزشی کمک کنند، بدون آن‌که نیاز به تصویربرداری آزمایشی بیشتر وجود داشته باشد.

◀ **یادگیری انتقالی و یادگیری نیمه‌نظارت‌شده:** در یادگیری انتقالی، مدل ابتدا بر پایه یک مجموعه داده بزرگ عمومی آموزش داده می‌شود و سپس با استفاده از مجموعه داده‌های کوچک‌تر و تخصصی‌تر مرتبط با TEM تنظیم می‌شوند. این روش میزان نیاز به داده‌های برچسب‌گذاری شده را کاهش می‌دهد. از سوی دیگر، یادگیری نیمه‌نظارت‌شده با بهره‌گیری هم‌زمان از داده‌های برچسب‌دار و بدون برچسب، امکان استفاده مؤثرتر از داده‌های در دسترس را فراهم می‌کند این رویکردها می‌توانند دامنه کاربرد مدل‌های هوش مصنوعی را در TEM گسترش داده و وابستگی به داده‌های پرهزینه و دشوار در برچسب‌گذاری را کاهش دهند.

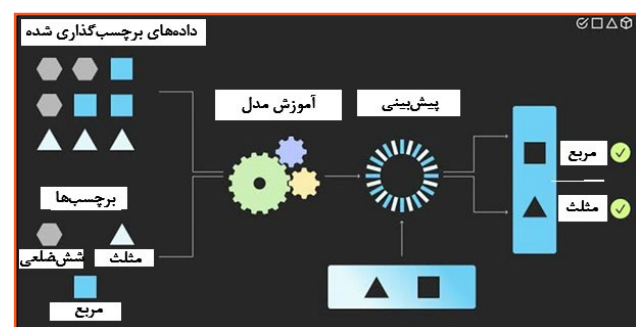
□ بررسی حوزه قابلیت تفسیر و توضیح‌پذیری مدل‌ها

◆ **چالش:** ماهیت جعبه سیاه مدل‌های هوش مصنوعی بسیاری از مدل‌های هوش مصنوعی، به‌ویژه شبکه‌های یادگیری عمیق، به دلیل پیچیدگی ساختاری و عدم شفافیت در فرآیند تصمیم‌گیری، به‌طور معمول به‌عنوان «جعبه سیاه» شناخته می‌شوند (شکل (۴)).

افزون بر چالش‌های ذکر شده، تنوع شرایط تصویربرداری در TEM، از جمله نوع نمونه، جهت‌گیری بلورها و دوز الکترونی، موجب می‌شود مدل‌های هوش مصنوعی که بر پایه یک مجموعه داده خاص آموزش دیده‌اند، در مواجهه با داده‌های جدید عملکرد مطلوبی نداشته باشند. این مسئله، توانایی تعمیم مدل را کاهش می‌دهد و استفاده از آن را در شرایط ناآشنا یا مواد نوظهور با محدودیت مواجه می‌سازد.



شکل ۲: نمایی از روند برچسب‌گذاری داده‌ها. پیش از آغاز فرآیند برچسب‌گذاری، داده‌ها ابتدا باید از منابع مختلفی مانند حسگرها، پایگاه‌های داده، فایل‌های ثبت رویداد و رابط‌های برنامه‌نویسی کاربردی^۶ گردآوری و آماده‌سازی شوند. داده‌های خام به‌طور معمول فاقد ساختار مشخص هستند و ممکن است شامل ناسازگاری‌هایی نظیر مقادیر گم‌شده، داده‌های پرت یا رکوردهای تکراری باشند. در مرحله پیش‌پردازش، داده‌ها پاک‌سازی، قالب‌بندی و استانداردسازی می‌شوند تا برای فرآیند برچسب‌گذاری آماده و سازگار باشند [۲].



شکل ۳: نمونه‌ای ساده به‌منظور درک بهتر اهمیت فرآیند برچسب‌گذاری داده‌ها در یادگیری ماشین. این مثال نشان می‌دهد که کیفیت و دقت برچسب‌ها نقش تعیین‌کننده‌ای در عملکرد مدل‌های یادگیری دارد و هرگونه ابهام یا خطا در این مرحله می‌تواند موجب کاهش دقت پیش‌بینی و کارایی الگوریتم شود [۳].

◆ تأثیر کیفیت و ساختار داده‌ها بر عملکرد مدل‌ها

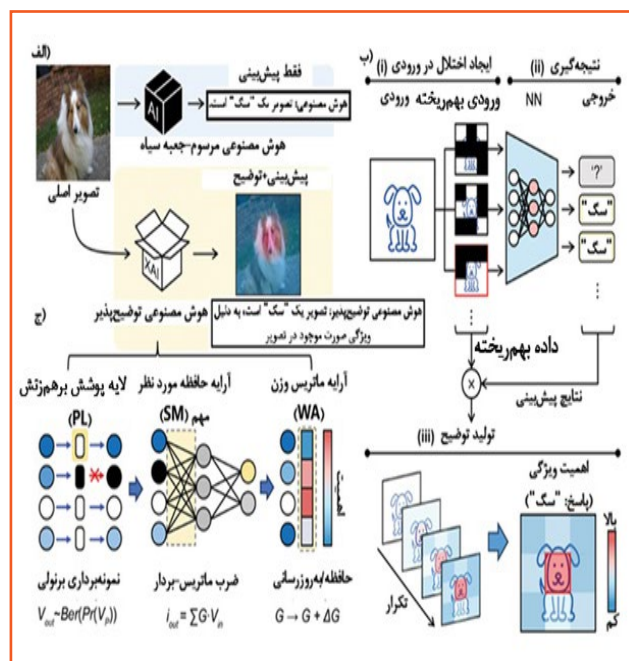
◀ **سوگیری و عدم دقت:** استفاده از مجموعه داده‌هایی با حجم محدود یا دارای سوگیری می‌تواند منجر به آموزش مدل‌هایی شود که بیش از حد با داده‌های آموزشی سازگار شده‌اند و در نتیجه، عملکرد ضعیفی در مواجهه با داده‌های

می‌تواند مانع پذیرش گسترده این فناوری در حوزه‌های علمی شود، به‌ویژه در مواردی که درک سازوکارهای درونی مدل برای تأیید و تفسیر نتایج الزامی است.

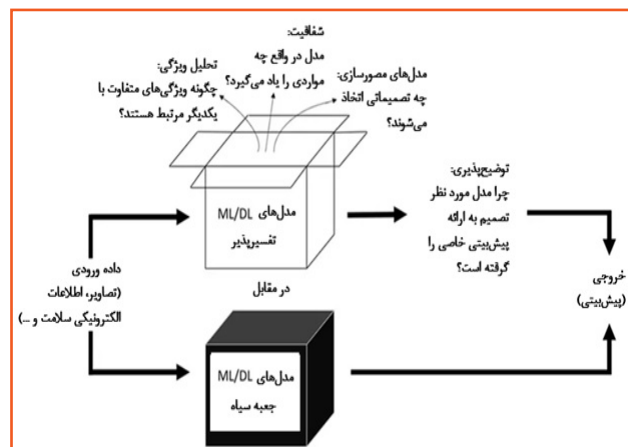
❖ **چالش در دقت علمی:** در پژوهش‌های علمی، قابلیت بازتولید و راستی‌آزمایی نتایج از اصول اساسی محسوب می‌شود. در شرایطی که خروجی مدل‌های هوش مصنوعی فاقد قابلیت تفسیر هستند، صحت‌سنجی استنتاج‌های حاصل از آن‌ها دشوار می‌شود و اعتبار علمی چنین نتایجی، به‌ویژه در مطالعات حساس، مورد تردید قرار می‌گیرد.

❖ راه‌حل‌های ممکن

❖ **توسعه هوش مصنوعی توضیح‌پذیر^۸:** استفاده از رویکردهای توضیح‌پذیر در هوش مصنوعی، راهکاری مؤثر برای مقابله با مسئله عدم شفافیت مدل‌ها محسوب می‌شود. این روش‌ها با هدف آشکارسازی فرآیند تصمیم‌گیری مدل‌های یادگیری ماشین طراحی شده‌اند تا کاربران علمی بتوانند دریابند که چرا و بر چه اساسی، یک مدل پیش‌بینی خاصی را ارائه داده است (شکل (۵)).



شکل (۵): نمایشی از یک سیستم هوش مصنوعی توضیح‌پذیر (XAI) مبتنی بر برهم‌زنش. (الف): مقایسه‌ای بین ساختار سیستم‌های هوش مصنوعی مرسوم و معماری XAI، با تمرکز بر قابلیت توضیح‌پذیری. (ب): نمای کلی نموداری الگوریتم XAI مبتنی بر برهم‌زنش، شامل سه مرحله کلیدی در فرآیند عملیاتی: تغییر ورودی، استنتاج مدل و تولید توضیح. (ج): اجزای ساخت‌افزاری مورد استفاده برای اجرای این سه عملکرد اصلی: لایه پوشش برهم‌زنش^۹ برای ایجاد تغییر در ورودی به کار می‌رود، آرایه ماتریس وزن^{۱۰} به منظور انجام ضرب ماتریس-بردار در مرحله استنتاج و آرایه حافظه به منظور ذخیره‌سازی حاصل از ضرب ماتریس-بردار برای تولید توضیحات ترکیبی می‌کند. این قابلیت‌ها را می‌توان با بهره‌گیری از مقاومت‌های حافظه‌دار دوپایانه‌ای و مقیاس‌پذیر پیاده‌سازی کرد، که امکان ادغام ساخت‌افزاری کارآمد و کم‌مصرف را در معماری‌های XAI فراهم می‌سازد [۵].

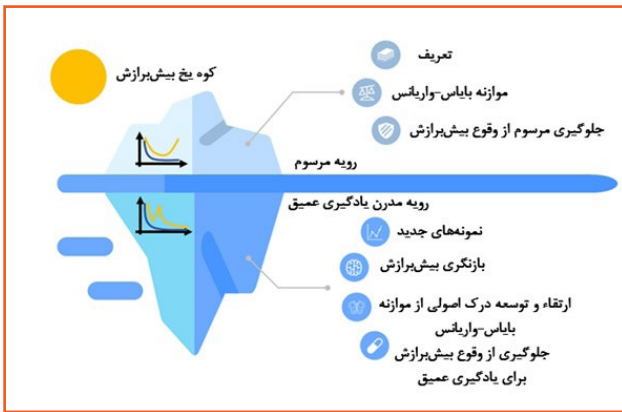


شکل ۴: مسئله «جعبه سیاه» در هوش مصنوعی به نبود شفافیت در عملکرد مدل‌های یادگیری ماشین (به‌خصوص سیستم‌های یادگیری عمیق) و چگونگی نتیجه‌گیری آن‌ها اشاره دارد. برخلاف نرم‌افزارهای سنتی، این مدل‌ها با بهره‌گیری از داده‌های گسترده آموزش می‌بینند که منجر به ساختارهای داخلی پیچیده‌ای می‌شود و ردیابی دلایل تصمیم‌گیری آن‌ها را دشوار می‌سازد. تفسیر عملکرد مدل‌های یادگیری عمیق، مانند شبکه‌های عصبی با چندین لایه پنهان، به‌طور معمول چالش‌برانگیز است [۴].

این مدل‌ها به‌طور معمول به‌صورت توابعی پیچیده و فاقد شفافیت عمل می‌کنند که درک چگونگی انجام پیش‌بینی یا طبقه‌بندی را دشوار می‌سازد. در پژوهش‌های علمی، به‌ویژه هنگام تحلیل داده‌های حاصل از TEM، درک دلایل تصمیم‌گیری مدل به اندازه خود نتیجه اهمیت دارد. در کاربردهایی مانند TEM که حتی تغییرات جزئی در ساختار اتمی می‌تواند پیامدهای قابل توجهی به همراه داشته باشد، پژوهشگران نیاز دارند تا بتوانند به نتایج حاصل از الگوریتم‌های هوش مصنوعی اعتماد کامل داشته باشند. این مسئله به‌ویژه زمانی اهمیت می‌یابد که از هوش مصنوعی برای انجام استنتاج‌های حیاتی در مورد ویژگی‌های مواد، نقص‌ها یا جزئیات ساختاری استفاده می‌شود. اگرچه مدل‌های هوش مصنوعی قادرند بینش‌های ارزشمندی نظیر شناسایی نقص‌ها یا تحلیل ساختارهای بلوری ارائه دهند، نبود شفافیت در فرآیند رسیدن به این نتایج می‌تواند مانعی جدی در مسیر پذیرش آن‌ها، به‌ویژه در حوزه‌هایی با حساسیت بالا، ایجاد کند. به‌عنوان نمونه، ممکن است یک مدل یادگیری عمیق نقصی را در یک ماده شناسایی کند، اما اگر پژوهشگران قادر به تفسیر چگونگی شناسایی آن نباشند، میزان اعتماد به خروجی مدل کاهش می‌یابد. در برخی موارد، چنین مدلی ممکن است ویژگی خاصی را به اشتباه برجسته‌گذاری کند که این مسئله می‌تواند منجر به درک نادرست از خواص یا رفتار ماده شود.

❖ تأثیرات

❖ **کاهش اعتماد:** نبود شفافیت در مدل‌های هوش مصنوعی



شکل ۶: در این شکل، تفاوت بین رویکردهای سنتی و نوین در یادگیری عمیق با تمرکز بر مسئله بیش‌برازش نمایش داده شده است. پژوهشگران حوزه یادگیری ماشین در سال‌های اخیر با پدیده‌هایی مواجه شده‌اند که نگاه تازه‌ای به تعادل میان بایاس و واریانس در مدل‌ها ارائه می‌دهد. نتایج برخی مطالعات نشان می‌دهد که حتی شبکه‌های عصبی با ساختارهای بسیار پیچیده نیز قادرند در مواجهه با داده‌های آزمون عملکرد مناسبی داشته باشند. این یافته‌ها سبب شده تا مفهوم کلاسیک بیش‌برازش مورد بازنگری قرار گیرد. به موازات آن، تلاش‌هایی در حال انجام است تا با طراحی روش‌های نوین، از وقوع بیش‌برازش در سیستم‌های یادگیری عمیق جلوگیری شود [۶].

◆ تأثیرات

▲ کاهش قابلیت کاربرد در شرایط واقعی: بروز بیش‌برازش موجب می‌شود مدل‌های هوش مصنوعی در مواجهه با داده‌های واقعی که با داده‌های آموزشی تفاوت دارند، عملکرد مناسبی نداشته باشند. این موضوع استفاده عملی از این مدل‌ها را در شرایط متنوع و پیش‌بینی‌ناپذیر محدود می‌سازد.

▲ نیاز به نگهداری مداوم: برای حفظ دقت و عملکرد مدل، به‌روزرسانی منظم و آموزش مجدد با داده‌های جدید ضروری است. این فرآیند، علاوه بر مصرف منابع محاسباتی قابل توجه، به زمان و نیروی انسانی متخصص نیز نیاز دارد.

◆ راه‌حل‌های ممکن

▲ یادگیری انتقالی^{۱۲}: یکی از رویکردهای مؤثر برای مقابله با بیش‌برازش، استفاده از یادگیری انتقالی است. در این روش، یک مدل از پیش آموزش دیده روی یک مجموعه داده گسترده، با داده‌های جدید مربوط به مواد یا شرایط تصویربرداری متفاوت، تنظیم مجدد می‌شود. این فرآیند نه تنها به بهبود قابلیت تعمیم مدل کمک می‌کند، بلکه موجب کاهش نیاز به داده‌های آموزشی بزرگ و زمان‌بر می‌شود (شکل‌های (۷) و (۸)). در حوزه میکروسکوپ الکترونی عبوری، یادگیری انتقالی امکان استفاده از دانش پیشین مدل‌ها را فراهم می‌سازد و بدین ترتیب، محدودیت‌های ناشی از کمبود داده یا توان محاسباتی کاهش می‌یابد. این رویکرد می‌تواند دقت و بهره‌وری در تحلیل تصاویر TEM را به‌طور قابل توجهی افزایش دهد.

در زمینه میکروسکوپ الکترونی عبوری، بهره‌گیری از XAI می‌تواند اعتماد پژوهشگران را نسبت به نتایج مدل‌های هوش مصنوعی افزایش دهد، زیرا مشخص می‌شود که کدام ویژگی‌ها یا الگوها در داده‌های ورودی بیشترین نقش را در خروجی مدل ایفا کرده‌اند. این شفاف‌سازی در حوزه‌هایی که تفسیر دقیق و علمی نتایج برای کشف‌های جدید و توسعه نظریه‌ها ضروری است، اهمیت به‌سزایی دارد. روش‌هایی مانند بصری‌سازی ویژگی‌ها، نقشه‌های برجستگی و سازوکارهای توجه می‌توانند برای نمایش بخش‌های مهم تصویر که بر نتیجه مدل تأثیر داشته‌اند، مورد استفاده قرار گیرند و در نتیجه درک بهتری از عملکرد مدل فراهم کنند.

▲ مدل‌های ترکیبی: ادغام الگوریتم‌های هوش مصنوعی با مدل‌های سنتی مبتنی بر اصول فیزیکی می‌تواند به بهبود قابلیت تفسیر منجر شود. در این رویکرد، خروجی‌های مدل هوش مصنوعی در چارچوب مفاهیم فیزیکی معتبر تحلیل می‌شوند، که این مسئله به افزایش اعتمادپذیری و هم‌راستایی نتایج با دانش علمی موجود کمک می‌کند.

□ بررسی حوزه تعمیم به داده‌های جدید و پیچیده

◆ چالش: بیش‌برازش و محدودیت در تعمیم‌پذیری

یکی از چالش‌های مهم در به کارگیری هوش مصنوعی برای تحلیل تصاویر TEM، مسئله بیش‌برازش مدل‌ها است. این پدیده زمانی رخ می‌دهد که مدل به جای یادگیری الگوهای کلی و معنادار، به ویژگی‌های خاص یا نویز موجود در داده‌های آموزشی وابسته می‌شود؛ در نتیجه عملکرد آن در مواجهه با داده‌های جدید و نادیده کاهش می‌یابد (شکل (۶)). این موضوع در تحلیل تصاویر TEM از اهمیت ویژه‌ای برخوردار است، زیرا تنوع بالا در نوع نمونه‌ها، شرایط تصویربرداری و کیفیت تصاویر باعث می‌شود که مدل‌های آموزش دیده روی یک مجموعه خاص، به‌خوبی در شرایط دیگر تعمیم پیدا نکنند. به‌عنوان مثال، مدلی که با داده‌های مربوط به یک نوع ماده یا در شرایط خاصی از تصویربرداری آموزش دیده است، ممکن است هنگام استفاده برای نمونه‌های جدید یا مواد دیگر عملکرد قابل قبولی نداشته باشد. این محدودیت در تعمیم‌پذیری می‌تواند مانعی جدی برای استفاده گسترده و عمومی از مدل‌های هوش مصنوعی در کاربردهای متنوع و تنظیمات آزمایشگاهی گوناگون باشد.

عمیق، نیازمند توان محاسباتی بالا و زیرساخت‌های تخصصی هستند. فرآیند آموزش این مدل‌ها به‌طور معمول به سخت‌افزار پیشرفته‌ای مانند واحدهای پردازش گرافیکی^{۱۳}، حافظه‌های پر ظرفیت و سیستم‌های ذخیره‌سازی سریع نیاز دارد. این الزامات می‌توانند منجر به افزایش قابل توجه هزینه‌ها شده و در برخی محیط‌های پژوهشی یا کاربردی، با محدودیت‌های دسترسی به چنین منابعی همراه باشند.

در حوزه TEM، داده‌ها به‌طور معمول حجم بالایی دارند، به‌ویژه زمانی که با تصاویر وضوح بالا یا بازسازی‌های سه‌بعدی سروکار داریم. به‌طور خاص، تصاویر توموگرافی سه‌بعدی می‌توانند بسیار بزرگ باشند و پردازش آن‌ها زمان‌بر و پرهزینه شود. تحلیل این حجم گسترده از داده‌ها در بازه زمانی معقول، نیازمند منابع محاسباتی قابل توجهی است که می‌تواند سرعت و کارایی ادغام هوش مصنوعی در فرآیندهای کاری TEM را کاهش و هزینه‌های مرتبط با آن را افزایش دهد. نیاز به زیرساخت‌های محاسباتی با کارایی بالا^{۱۴} می‌تواند دسترسی به فناوری‌های هوش مصنوعی را محدود کند، به‌ویژه برای آزمایشگاه‌ها یا مؤسساتی که از این منابع برخوردار نیستند. این محدودیت زمانی تشدید می‌شود که مجموعه داده‌های بزرگ و زمان‌های طولانی آموزش مدل‌ها نیز مورد نیاز باشد که در نهایت، هزینه‌های اجرای راهکارهای هوش مصنوعی در تحلیل داده‌های TEM را افزایش می‌دهد.

◆ تأثیرات

◀ **موانع ورود:** نیاز به سخت‌افزار و زیرساخت‌های محاسباتی تخصصی می‌تواند مانعی جدی برای گروه‌های تحقیقاتی و مؤسسات کوچک‌تر ایجاد کند و در نتیجه، پذیرش گسترده فناوری‌های هوش مصنوعی در حوزه TEM را با محدودیت مواجه سازد.

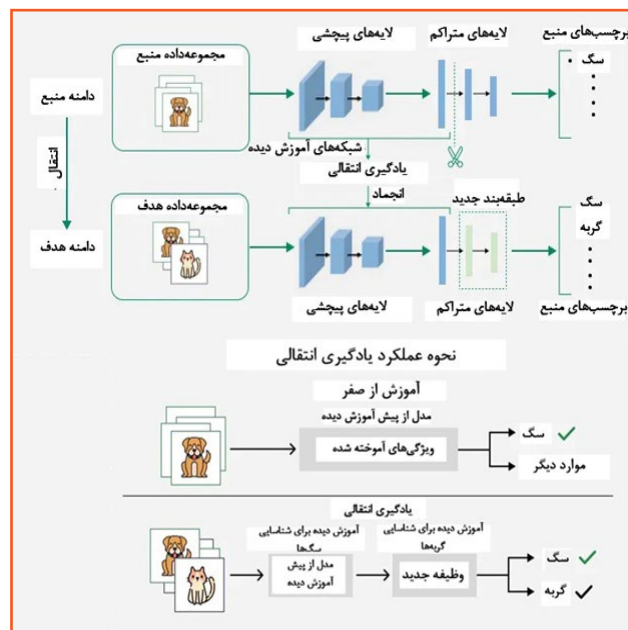
◀ **گلوگاه‌های آموزشی:** زمان‌های طولانی مورد نیاز برای آموزش مدل‌ها ممکن است فرآیند توسعه هوش مصنوعی را کند کرده و امکان بهره‌گیری از آن را در کاربردهای زمان‌واقعی در محیط‌های عملیاتی TEM کاهش دهد.

◆ راه‌حل‌های ممکن

◀ **رایانش لبه‌ای^{۱۵}:** با بهبود الگوریتم‌ها و طراحی سخت‌افزارهای کارآمدتر، امکان اجرای مدل‌های هوش مصنوعی روی دستگاه‌های کوچک‌تر یا در سطح لبه فراهم می‌شود که وابستگی به منابع محاسباتی مقیاس بزرگ را کاهش می‌دهد. در زمینه میکروسکوپ الکترونی عبوری، این رویکرد به معنای انجام تحلیل‌ها و پردازش‌های پیچیده به‌صورت محلی و در نزدیکی منبع تولید داده‌ها، یعنی خود میکروسکوپ است؛ نه ارسال داده‌ها به یک سرور مرکزی یا فضای ابری. از مزایای رایانش لبه‌ای می‌توان به کاهش تأخیر در پردازش، کاهش



شکل (۷): مقایسه میان رویکرد سنتی یادگیری ماشین و روش یادگیری انتقالی [۷].



شکل (۸): در این شکل، روند یادگیری انتقالی را مشاهده می‌کنید. با استفاده از ویژگی‌های آموخته شده در وظیفه اولیه، مدل می‌تواند به شکل موثرتری خود را با وظیفه جدید تطبیق دهد که منجر به تسریع یادگیری و بهبود عملکرد می‌شود. یادگیری انتقالی همچنین خطر بیش‌برازش را کاهش می‌دهد، زیرا مدل پیش‌تر دربرگیرنده ویژگی‌های قابل تعمیم و مفیدی برای وظیفه دوم است [۸].

◀ **یادگیری میان‌حوزه‌ای:** با بهره‌گیری از مجموعه داده‌هایی با تنوع بالا، شامل تصاویر TEM از نمونه‌ها، شرایط و مواد گوناگون، می‌توان مدل‌های هوش مصنوعی را به گونه‌ای آموزش داد که توانایی تعمیم به شرایط جدید و ناشناخته در آن‌ها تقویت شود. این رویکرد به مدل‌ها امکان می‌دهد تا از الگوهای مشترک میان حوزه‌های مختلف یاد بگیرند و در مواجهه با داده‌هایی خارج از مجموعه آموزشی عملکردی پایدارتر و قابل اعتمادتر داشته باشند.

□ بررسی حوزه مالی و منابع (هزینه‌های محاسباتی بالا و نیاز به منابع زیاد)

◆ چالش: پیچیدگی محاسباتی

مدل‌های هوش مصنوعی، به‌ویژه الگوریتم‌های یادگیری

جدول (۱): پیچیدگی محاسباتی الگوریتم‌های مختلف یادگیری ماشین [۹].*

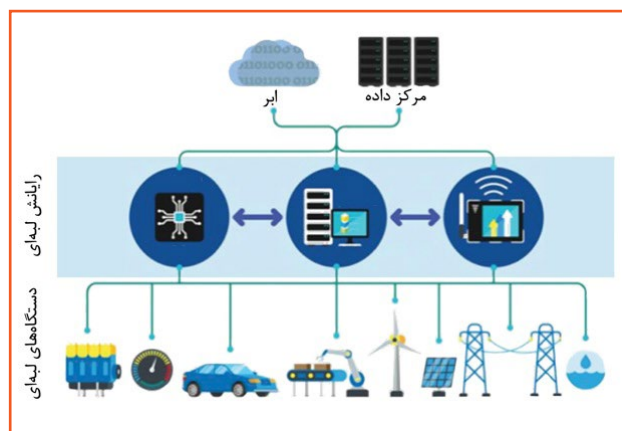
الگوریتم	طبقه‌بندی/رگرسیون	پیچیدگی آموزش	پیچیدگی پیش‌بینی
درخت تصمیم	طبقه‌بندی+رگرسیون	$O(n^2p)$	$O(p)$
جنگل تصادفی	طبقه‌بندی+رگرسیون	$O(n^2pn_{trees})$	$O(pn_{trees})$
جنگل تصادفی	پیاده‌سازی رگرسیون بریمان ^{۱۶}	$O(n^2pn_{trees})$	$O(pn_{trees})$
جنگل تصادفی	پیاده‌سازی طبقه‌بندی بریمان	$O(n^2 \sqrt{pn_{trees}})$	$O(pn_{trees})$
جنگل بسیار تصادفی	طبقه‌بندی+رگرسیون	$O(npn_{trees})$	$O(npn_{trees})$
تقویت گرادیانی	طبقه‌بندی+رگرسیون	$O(npn_{trees})$	$O(pn_{trees})$
رگرسیون خطی	رگرسیون	$O(p^2n+p^3)$	$O(p)$
ماشین بردار پشتیبان ^{۱۷} (کرل)	طبقه‌بندی+رگرسیون	$O(n^2p+n^3)$	$O(n_{sv})$
نزدیک‌ترین همسایه‌های k(ساده)	طبقه‌بندی+رگرسیون	-	$O(np)$
نزدیک‌ترین مرکز	طبقه‌بندی	$O(np)$	$O(p)$
شبکه عصبی	طبقه‌بندی+رگرسیون	?	$O(pn_{l1}+n_{l2}+...)$
بیز ساده ^{۱۸}	طبقه‌بندی	$O(np)$	$O(p)$

* در این جدول، (n) : نماینده تعداد نمونه‌های آموزشی (p) : نماینده تعداد ویژگی‌ها، (n_{trees}) : نماینده تعداد درختان، (n_{sv}) : نماینده تعداد بردارهای پشتیبان و (n_{l1}) نیز نماینده تعداد نورون‌ها در لایه (i) درون شبکه عصبی است.

الگوریتم‌های بهینه‌سازی نقش محوری در آموزش مؤثر مدل‌های هوش مصنوعی ایفا می‌کنند. این الگوریتم‌ها با تنظیم دقیق عوامل مدل، موجب افزایش دقت و سرعت پردازش می‌شوند. انتخاب صحیح الگوریتم بهینه‌سازی براساس ویژگی‌های داده و اهداف تحقیق، عاملی کلیدی در موفقیت پروژه‌های مبتنی بر هوش مصنوعی است. بهینه‌سازی مدل‌ها با هدف کاهش پیچیدگی محاسباتی، از جمله استفاده از معماری‌های سبک‌تر یا حذف لایه‌های غیرضروری، می‌تواند نیاز به منابع محاسباتی را به میزان قابل توجهی کاهش دهد. علاوه بر این، روش‌هایی مانند مانند هرس مدل^{۱۹} و کمتی‌سازی^{۲۰}، می‌توانند منجر به توسعه مدل‌هایی با کارایی بالاتر و هزینه کمتر شوند. نمونه‌هایی از این الگوریتم‌ها در ادامه معرفی می‌شوند:

۱. الگوریتم‌های مبتنی بر گرادیان نزولی و مشتقات آن در حوزه تحلیل تصاویر میکروسکوپ الکترونی عبوری، الگوریتم‌های مبتنی بر گرادیان نزولی از رایج‌ترین و مؤثرترین روش‌ها برای بهینه‌سازی مدل‌های یادگیری ماشین به شمار می‌روند. برخی از مهم‌ترین مشتقات این الگوریتم به شرح زیر هستند:

حجم داده‌های انتقالی، افزایش امنیت و حریم خصوصی و امکان پیاده‌سازی یادگیری عمیق به‌صورت محلی اشاره کرد.



شکل (۹): رایانش لبه‌ای با بهره‌گیری از مراکز داده کوچک، فرآیندهای پردازشی رایانش ابری را به دستگاه‌های پایانی نزدیک‌تر کرده و تحلیل و پردازش داده‌ها را در نزدیکی منبع تولید داده انجام می‌دهد [۱۰].

الگوریتم‌های بهینه‌سازی مدل‌های هوش مصنوعی: در تحلیل تصاویر میکروسکوپ الکترونی عبوری (TEM)،

به کار گرفته می‌شود: استفاده از روش‌هایی مانند جستجوی شبکه‌ای^{۲۸}، جستجوی تصادفی^{۲۹} و روش‌های پیشرفته‌تر مانند بهینه‌سازی بیزی^{۳۰} در تنظیم دقیق مدل‌ها، می‌تواند بهره‌وری و دقت مدل‌های یادگیری عمیق را در تحلیل‌های پیشرفته تصاویر TEM به شکل قابل توجهی افزایش دهد.

● **رایانش ابری:** راه‌حل‌های هوش مصنوعی مبتنی بر ابر می‌توانند دسترسی به قدرت محاسباتی لازم برای هوش مصنوعی در TEM را عمومی‌تر کنند و مقیاس‌پذیری را نیز بدون نیاز به زیرساخت‌های محلی فراهم آورند. به عبارت دیگر، یکی از راه‌های غلبه بر محدودیت‌های محاسباتی، استفاده از پلتفرم‌های مبتنی بر رایانش ابری است که منابع محاسباتی مقیاس‌پذیر ارائه می‌دهند. در این روش، داده‌های حجیم و پیچیده حاصل از تصاویر TEM به یک سرور ابری منتقل شده و در آنجا با استفاده از مدل‌های پیشرفته یادگیری ماشین و یادگیری عمیق پردازش و تحلیل می‌شوند. مزایای استفاده از رایانش ابری در تحلیل داده‌های TEM شامل موارد متعددی است، از جمله:

۱. توان پردازشی بالا و مقیاس‌پذیر، متناسب با حجم و پیچیدگی داده‌ها؛
 ۲. ذخیره‌سازی ایمن و گسترده برای مدیریت داده‌های حجیم تصویری؛
 ۳. دسترسی از راه دور برای تسهیل همکاری علمی بین‌المللی و چند مرکزی؛
 ۴. کاهش هزینه‌های زیرساختی، به‌ویژه در مقایسه با خرید و نگهداری سخت‌افزارهای محلی تخصصی.
- با این حال، این رویکرد با چالش‌هایی نیز همراه است، مانند:
۵. نیاز به پهنای باند بالا برای انتقال داده‌های بزرگ تصویری؛
 ۶. احتمال بروز تاخیر در پردازش به‌ویژه در ارتباطات ضعیف یا ناپایدار شبکه‌ای؛
 ۷. ملاحظات امنیتی و حریم خصوصی داده‌ها، به‌ویژه هنگام بارگذاری اطلاعات حساس روی سرورهای خارجی.
- با وجود این چالش‌ها، رایانش ابری همچنان گزینه‌ای قدرتمند و مقرون‌به‌صرفه برای بهره‌گیری از هوش مصنوعی در میکروسکوپ الکترونی عبوری محسوب می‌شود، چراکه امکان دسترسی به منابع پیشرفته را بدون نیاز به سرمایه‌گذاری سنگین در زیرساخت‌های محلی برای محققان فراهم می‌سازد.

■ بررسی مسئله یکپارچگی در جریان‌های کاری (TEM)

◆ **چالش: نبود یکپارچگی در جریان‌های کاری**
اگرچه مدل‌های هوش مصنوعی پتانسیل بالایی برای بهبود تحلیل داده‌های TEM دارند، اما ادغام مؤثر این مدل‌ها با جریان‌های کاری سنتی TEM همچنان یک چالش جدی محسوب می‌شود (شکل (۱۰)). بسیاری از مدل‌های توسعه‌یافته، به‌طور مستقل و جدا از بسترهای عملیاتی TEM

● **گرادیان نزولی تصادفی^{۳۱}:** پردازش دسته‌ای تصادفی از داده‌ها که سرعت آموزش را افزایش می‌دهد. در مواردی که داده‌های TEM حجیم اما پراکنده هستند، استفاده از SGD می‌تواند باعث افزایش کارایی و کاهش زمان آموزش شود.

● **برآورد تطبیقی لحظه‌ها^{۳۲}:** الگوریتم Adam یکی از پرکاربردترین روش‌های بهینه‌سازی در یادگیری عمیق است، که همگرایی سریع و پایدار را برای مدل‌های یادگیری عمیق تضمین می‌کند. Adam به‌ویژه در تحلیل تصاویر TEM با ساختارهای پیچیده و چندمقیاسی عملکرد بسیار خوبی دارد.

● **روش میانگین مربعات ریشه‌دار با نرخ یادگیری تطبیقی^{۳۳}:** این الگوریتم برای داده‌هایی با نوسانات بالا، مانند تصاویر TEM دارای نویز، بسیار مناسب است. RMSprop با تنظیم نرخ یادگیری برای هر عامل به‌صورت جداگانه، موجب پایداری فرآیند آموزش در شرایط پُر نوسان می‌شود.

۲. بهینه‌سازی ترکیبی یکی از رویکردهای مؤثر در بهینه‌سازی مدل‌های یادگیری ماشین، استفاده از روش‌های ترکیبی است که با تلفیق چند الگوریتم مختلف، نقاط ضعف هر یک را کاهش داده و عملکرد کلی مدل را بهبود می‌بخشد. این رویکرد به‌ویژه در مسائل پیچیده و غیرخطی، که احتمال گیر افتادن در کمینه‌های محلی وجود دارد، بسیار کاربردی است. به‌عنوان نمونه، ترکیب الگوریتم Adam با روش‌های تکاملی مانند الگوریتم ژنتیک یا الگوریتم ازدحام ذرات، می‌تواند موجب افزایش توان مدل در جستجوی بهینه سراسری شود.

۳. الگوریتم‌های تکاملی و هوش ازدحامی در مسائل پیچیده بهینه‌سازی، به‌ویژه در تحلیل داده‌های TEM با فضای جستجوی وسیع و ابعاد بالا، الگوریتم‌های تکاملی و روش‌های مبتنی بر هوش ازدحامی نقش بسزایی ایفا می‌کنند. این الگوریتم‌ها که شامل الگوریتم ژنتیک^{۳۴}، بهینه‌سازی ازدحام ذرات^{۳۵} و دیگر روش‌های الهام‌گرفته از طبیعت هستند، با بهره‌گیری از فرآیندهای تصادفی و جستجوی جمعی، امکان پیمایش مؤثر فضای عوامل را فراهم می‌کنند. از این الگوریتم‌ها می‌توان برای بهینه‌سازی ساختار مدل‌ها، انتخاب ویژگی‌های کلیدی و حتی تنظیم عوامل یادگیری استفاده کرد. به‌عنوان مثال، در شرایطی که داده‌های TEM دارای پیچیدگی ساختاری بالا یا نویز قابل توجه هستند، این روش‌ها می‌توانند ویژگی‌های مؤثر را به‌طور خودکار شناسایی کرده و دقت مدل را افزایش دهند.

۴. تنظیم ابرپارامترها تنظیم دقیق ابرپارامترها یکی از گام‌های کلیدی در بهینه‌سازی عملکرد مدل‌های هوش مصنوعی در تحلیل داده‌های TEM است. انتخاب نادرست این پارامترها، مانند نرخ یادگیری، تعداد لایه‌ها، اندازه دسته^{۳۶} یا نرخ افت^{۳۷}، می‌تواند به بیش‌برازش یا کم‌برازش منجر شده و کارایی مدل را به‌طور چشمگیری کاهش دهد. برای یافتن ترکیب بهینه ابرپارامترها، روش‌های مختلفی

جدید با زیرساخت‌ها و رویه‌های جاری، از جمله پیش‌پردازش داده‌ها و پروتکل‌های تصویربرداری، ممکن است کارایی کل سیستم را تحت تأثیر قرار دهد.

❖ **مقاومت در پذیرش:** پژوهشگران و کاربران با تجربه در TEM که به روش‌های سنتی عادت دارند، ممکن است در پذیرش فناوری‌های مبتنی بر هوش مصنوعی با تردید مواجه شوند. نگرانی‌هایی مانند نیاز به آموزش مجدد، پیچیدگی‌های ادغام، یا عدم شفافیت مدل‌ها می‌تواند به مقاومت در برابر تغییر منجر شود و پذیرش گسترده را به تأخیر اندازد.

❖ راه‌حل‌های ممکن

❖ **رابطه‌های کاربری ساده و یکپارچه:** طراحی و توسعه پلتفرم‌های نرم‌افزاری با رابط‌های کاربری کاربرپسند که بتوانند ابزارهای هوش مصنوعی را با سخت‌افزارهای TEM و نرم‌افزارهای تحلیل داده متصل نمایند، گامی کلیدی در تسهیل فرآیند پذیرش این فناوری‌ها توسط کاربران نهایی محسوب می‌شود. این رابط‌ها باید بدون نیاز به دانش عمیق برنامه‌نویسی، امکان بهره‌برداری از مدل‌های یادگیری ماشین را برای کاربران فراهم سازند.

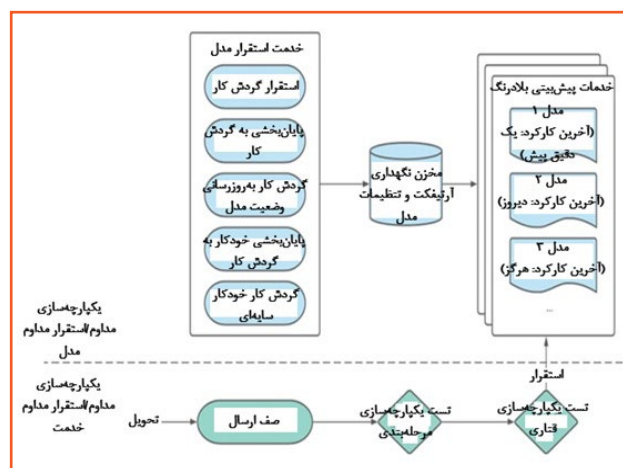
❖ **همکاری با تولیدکنندگان تجهیزات TEM:** ایجاد همکاری‌های راهبردی میان پژوهشگران هوش مصنوعی و تولیدکنندگان تجهیزات میکروسکوپی، می‌تواند منجر به توسعه راه‌حل‌های سفارشی‌سازی شده‌ای شود که با در نظر گرفتن ویژگی‌های خاص دستگاه‌ها و جریان‌های کاری موجود، به‌صورت طبیعی و مؤثر در فرآیندهای آزمایشگاهی ادغام شوند. علاوه بر این، تدوین پروتکل‌ها و استانداردهای صنعتی مشترک برای ادغام هوش مصنوعی در تحلیل TEM، می‌تواند به‌عنوان زیربنایی برای پذیرش گسترده‌تر این فناوری در مقیاس‌های مختلف عمل کند.

❑ بررسی حوزه کیفیت و پیچیدگی داده‌ها

❖ **چالش: داده‌های حاوی نویز و با کنتراست پایین**
یکی از چالش‌های اساسی در به‌کارگیری هوش مصنوعی در TEM، کیفیت داده‌های تصویری است. الگوریتم‌های هوش مصنوعی، به‌ویژه آن‌هایی که برای وظایف تشخیص و شناسایی تصویر طراحی شده‌اند، وابستگی زیادی به داده‌های با کیفیت بالا دارند. عدم وجود داده‌های تمیز، با وضوح و کنتراست مناسب می‌تواند منجر به تفسیرهای نادرست یا پیش‌بینی‌های غیرقابل اعتماد از ساختار نمونه شود. تصاویر به‌دست آمده از TEM اغلب با نویز همراه‌اند و در مواردی به‌ویژه در نمونه‌های پیچیده یا زیستی کنتراست بسیار کمی دارند. این شرایط تفسیر دقیق داده‌ها را برای الگوریتم‌های هوش مصنوعی دشوار می‌سازد. به‌عنوان نمونه، در بررسی مواد نرم یا بافت‌های زیستی، آسیب ناشی از پرتو می‌تواند کیفیت

طراحی شده‌اند و در نتیجه، به‌کارگیری آن‌ها در فرآیندهای روزمره آزمایشگاهی اغلب با موانعی همراه است. در مجموع، میکروسکوپ الکترونی عبوری روشی پیشرفته و بسیار تخصصی است که نیازمند مراحل دقیق و منظم از جمله آماده‌سازی نمونه‌ها، کالیبراسیون دقیق دستگاه و تفسیر تخصصی داده‌ها است. فرآیند به‌دست آوردن تصاویر TEM، پردازش داده‌ها و تحلیل نتایج آن، نه تنها به تجربه و دانش فنی بالا نیاز دارد، بلکه مستلزم ادغام مؤثر و بی‌وقفه بین ابزارهای هوش مصنوعی و روش‌های سنتی میکروسکوپی نیز است. این هماهنگی برای دستیابی به تحلیل‌های دقیق‌تر، سریع‌تر و قابل اتکاتر ضروری است و می‌تواند نقش تعیین‌کننده‌ای در پیشبرد پژوهش‌های علمی و صنعتی ایفا کند.

به همین دلیل، ادغام هوش مصنوعی در جریان‌های کاری TEM بدون ایجاد اختلال در روش‌های موجود، می‌تواند چالش‌برانگیز باشد. به‌عنوان مثال، مدل‌های هوش مصنوعی ممکن است نیازمند سازگاری با تجهیزات خاص TEM، پروتکل‌های تصویربرداری یا مراحل پیش‌پردازش داده‌ها باشند. توسعه این مدل‌ها به‌گونه‌ای که بتوانند به‌طور روان و بدون اصطکاک در چارچوب‌های آزمایشگاهی موجود عمل کنند، مستلزم تخصص بالا و تلاش قابل توجه است. علاوه بر این، تنوع گسترده در سیستم‌های تصویربرداری TEM، پلتفرم‌های نرم‌افزاری و اهداف پژوهشی، فرآیند استانداردسازی و یکپارچه‌سازی ابزارهای هوش مصنوعی را بیش از پیش پیچیده می‌سازد.



شکل (۱۰): نمای کلی از فرآیند یکپارچه‌سازی مداوم و استقرار مداوم (CI/CD) برای مدل‌های یادگیری ماشین، به همراه معماری پیاده‌سازی شده توسط شرکت اوبر^{۳۲}. در این شکل، گردش کار آزمون استقرار مدل و بررسی سلامت عملکردی آن نیز نمایش داده شده‌است که نشان می‌دهد چگونه می‌توان مدل‌های یادگیری ماشین را به‌صورت کارآمد و قابل اطمینان در سامانه‌های عملیاتی ادغام کرد [۱۱].

❖ تأثیرات

❖ **اختلال در جریان کاری:** ادغام مدل‌های هوش مصنوعی در فرآیندهای تحلیلی موجود در TEM، در صورتی که به‌درستی انجام نشود، می‌تواند منجر به ایجاد گلوگاه‌ها، ناکارآمدی و اختلال در لوله‌های داده‌ای و تحلیلی شود. عدم تطابق ابزارهای

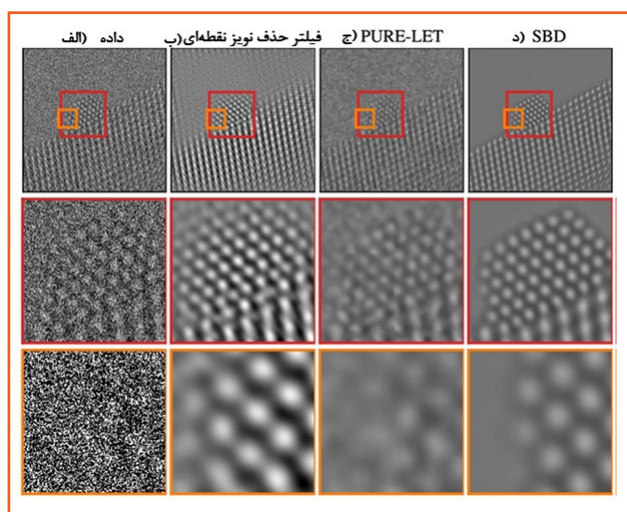
اما در کاربردهای علمی مانند TEM، در بیشتر مواقع تصاویر مرجع بدون نویز^{۳۶} وجود ندارند یا تهیه آن‌ها بسیار دشوار و پرهزینه است. این تفاوت اساسی، چالش‌های قابل توجهی را در توسعه و آموزش مدل‌های کاهش نویز برای داده‌های علمی واقعی ایجاد می‌کند.

برای غلبه بر چالش نبود تصاویر مرجع تمیز در کاربردهای علمی، چارچوبی مبتنی بر شبیه‌سازی برای حذف نویز^{۳۷} پیشنهاد شده است. در این روش، شبکه‌های عصبی کانولوشنی روی تصاویر شبیه‌سازی شده آموزش می‌بینند که به صورت مصنوعی شرایط نویزی واقعی را بازنمایی می‌کنند (شکل (۱۲)). این چارچوب به طور خاص در زمینه داده‌های حاصل از میکروسکوپ الکترونی عبوری مورد آزمایش قرار گرفته است؛ روشی که کاربردهای گسترده‌ای در حوزه‌های علوم مواد، زیست‌شناسی و پزشکی دارد. نتایج حاصل از پیاده‌سازی روش SBD نشان می‌دهد که این رویکرد، در مقایسه با روش‌های متداول حذف نویز، عملکرد بسیار بهتری را ارائه می‌دهد؛ چه در مجموعه داده‌های شبیه‌سازی شده و چه در داده‌های واقعی به دست آمده از TEM.

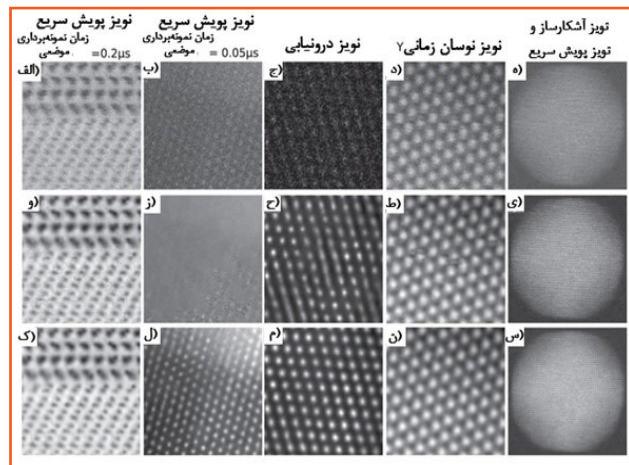
تصویر را کاهش دهد و موجب شود مدل‌های هوش مصنوعی در شناسایی دقیق ویژگی‌ها عملکرد ضعیف‌تری داشته باشند. اگرچه برخی روش‌های پیشرفته مانند یادگیری عمیق در برابر نویز تا حدی مقاوم هستند، همچنان برای عملکرد مؤثر نیازمند مجموعه داده‌های بزرگ و متنوع‌اند که در کاربردهای تخصصی یا نوظهور TEM همواره در دسترس نیستند.

◆ راه‌حل‌های ممکن

پیش‌پردازش داده‌ها و کاهش نویز: یکی از مؤثرترین راهکارها برای مقابله با داده‌های نویزی، بهره‌گیری از روش‌های پیش‌پردازش پیشرفته است که پیش از ورود تصاویر TEM به الگوریتم‌های هوش مصنوعی، کیفیت آن‌ها را بهبود می‌بخشند (شکل (۱۱)). روش‌هایی مانند رمزگذارهای خودکار حذف نویز^{۳۳}، فیلترینگ فضایی و ابزارهای تقویت تصویر می‌توانند نویز را کاهش داده و وضوح تصاویر را به طور چشمگیری افزایش دهند. استفاده از این روش‌ها نه تنها دقت تحلیل را افزایش می‌دهد، بلکه به مدل‌های هوش مصنوعی امکان می‌دهد جزئیات ساختاری دقیق‌تری را در تصاویر TEM شناسایی کنند.



شکل (۱۲): تصاویر نتایج کاهش نویز برای داده‌های واقعی با به کارگیری روش‌های مختلف یادگیری عمیق برای پیش‌پردازش. (الف): تصویر میکروسکوپ الکترونی با قدرت تفکیک پذیری اتمی از یک نانوذره پلاتین که با استفاده از میکروسکوپ الکترونی عبوری (TEM) در بزرگنمایی بیش از یک میلیون برابر به دست آمده است. شدت متوسط تصویر برابر با 0.45 الکترون به ازای هر پیکسل است (یعنی بخش زیادی از پیکسل‌ها نمایانگر صفر الکترون هستند!) که این امر منجر به نسبت سیگنال به نویز بسیار پایینی می‌شود. (ب): تصویر کاهش نویز شده حاصل از فیلترسازی مبتنی بر تبدیل فوری که توسط یک کارشناس حوزه انجام شده، دارای آرایه‌های دوره‌ای بسیار قوی است. (ج): تصویر کاهش نویز شده به روش برآورد بدون ارباب خطر پواسونی-بسط خطی آستانه‌ها^{۳۸} مبتنی بر موجک، سطح نانوذره را بازبایی نمی‌کند. (د): در مقابل، تصویر کاهش نویز شده به روش نوین حذف نویز مبتنی بر شبیه‌سازی (SBD)، ساختار سطحی نانوذره را بدون افزودن آرایه‌های دوره‌ای بازسازی می‌کند. SBD چارچوبی است که در آن شبکه‌های عصبی پیچشی (CNN) عمیق علاوه بر تصاویر واقعی براساس تصاویر شبیه‌سازی شده نیز آموزش داده می‌شوند. همان‌طور که مشاهده نموده عملکرد آن برای داده‌های واقعی از دیگر روش‌ها مطلوب‌تر است [۱۳].



شکل (۱۱): تصاویر (الف) تا (ه): نماینده نویزهای مختلف موجود در تصاویر اصلی تجربی STEM هستند. تصاویر (و) تا (ی): نسخه‌های بازسازی شده تصاویر مذکور هستند که با داده‌های مخدوش شده براساس مدل‌های نویز نادرست برای پیش‌پردازش آموزش دیده‌اند. تصاویر (ک) تا (س): نسخه‌های بازسازی شده تصاویر هستند که با داده‌های مخدوش شده براساس مدل‌های نویز دقیق برای پیش‌پردازش آموزش داده شده‌اند [۱۲].

کاهش نویز یکی از چالش‌های بنیادین در تصویربرداری علمی است. در سال‌های اخیر، شبکه‌های عصبی کانولوشنی عمیق^{۳۴} در کاهش نویز تصاویر طبیعی، به عنوان یکی از پیشرفته‌ترین و مؤثرترین روش‌ها شناخته شده‌اند و نتایج بسیار موفق‌تری ارائه کرده‌اند. با این حال، پتانسیل این شبکه‌ها در زمینه تصویربرداری علمی، به ویژه در حوزه‌هایی مانند TEM هنوز به طور کامل مورد بهره‌برداری و بررسی قرار نگرفته است. در کاربردهای متداول، مدل‌های CNN کاهش نویز به طور معمول با استفاده از تصاویر طبیعی پاک^{۳۵} که به طور مصنوعی با نویز آلوده شده‌اند، آموزش داده می‌شوند.

▣ بررسی مسائل اخلاقی و اعتبارسنجی

◆ چالش: پیامدهای اخلاقی و اعتبارسنجی مدل‌ها

با گسترش کاربرد هوش مصنوعی در تحلیل داده‌های TEM، مسائل اخلاقی و اعتبارسنجی مدل‌ها اهمیت روزافزونی پیدا می‌کنند. بسیاری از تصاویر TEM، به‌ویژه در حوزه‌های پزشکی و زیستی، ممکن است شامل داده‌های حساس باشند؛ به‌عنوان مثال، تصاویر بافت‌های انسانی یا اطلاعات مربوط به مواد اختصاصی صنعتی. در چنین شرایطی، حفظ حریم خصوصی داده‌ها و استفاده مسئولانه از الگوریتم‌های هوش مصنوعی، برای ایجاد اعتماد در میان پژوهشگران و جوامع علمی ضروری است. همچنین، اعتبارسنجی دقیق مدل‌ها پیش از استقرار در کاربردهای واقعی، به‌منظور جلوگیری از نتایج نادرست یا گمراه‌کننده، باید به‌عنوان یکی از اولویت‌های اصلی در نظر گرفته شود.

مدل‌های هوش مصنوعی در برخی موارد تصمیماتی می‌گیرند که تبیین یا اعتبارسنجی آن‌ها دشوار است. این موضوع می‌تواند منجر به نگرانی‌های جدی اخلاقی شود، به‌ویژه در حوزه‌های علمی که شفافیت، قابلیت بازتولید و دقت استنتاج‌ها اهمیت بالایی دارند. در تحقیقات علمی، ضروری است که پیش‌بینی‌ها و نتایج حاصل از مدل‌های هوش مصنوعی به‌طور دقیق ارزیابی و اعتبارسنجی شوند تا از وجود خطاها یا سوگیری‌های احتمالی جلوگیری شود. چنانچه این مدل‌ها بدون آموزش مناسب روی مجموعه داده‌های متنوع مورد استفاده قرار گیرند، خطر بروز سوگیری در تحلیل داده‌ها و تفسیر علمی افزایش می‌یابد که می‌تواند پیامدهای ناخواسته‌ای بر نتایج تحقیقات داشته باشد.

◆ تأثیرات

▣ خدشه به تمامیت علمی: استنتاج‌ها و نتایج حاصل از مدل‌های هوش مصنوعی، اگر بدون اعتبارسنجی دقیق و

علمی مورد استفاده قرار گیرند، می‌توانند به تفاسیر نادرست یا گمراه‌کننده منجر شوند. این امر در نهایت، اعتماد به فرآیند علمی و یافته‌های مبتنی بر هوش مصنوعی را کاهش می‌دهد.

◆ تقویت سوگیری موجود

مدل‌های هوش مصنوعی ممکن است سوگیری‌های نهفته در داده‌های آموزشی را بدون آن که آشکار باشد، بازتولید یا حتی تشدید کنند. چنین سوگیری‌هایی می‌توانند عدالت، بازتولیدپذیری و قابلیت اطمینان نتایج علمی را به خطر بیندازند، به‌ویژه در حوزه‌های حساس مانند تحقیقات زیستی یا پزشکی.

◆ راه‌حل‌های ممکن

▣ استقرار پروتکل‌های دقیق اعتبارسنجی: توسعه و اجرای پروتکل‌های جامع برای اعتبارسنجی مدل‌های هوش مصنوعی و ارزیابی مستمر عملکرد آنها بر مجموعه‌های داده متنوع، برای اطمینان از قابلیت اعتماد تحلیل‌های مبتنی بر TEM ضروری است. ▣ کاهش سوگیری و افزایش تنوع داده‌ها: برای جلوگیری از سوگیری‌های آماری و الگوریتمی، لازم است مدل‌های هوش مصنوعی روی مجموعه داده‌هایی متنوع، متوازن و نماینده واقعیات آزمایشگاهی آموزش ببینند. این رویکرد به افزایش پایداری و صحت پیش‌بینی‌ها کمک خواهد کرد.

▣ تدوین دستورالعمل‌های اخلاقی و سیاست‌های حفاظت از داده‌ها: پژوهشگران و نهادهای تحقیقاتی باید چارچوب‌های اخلاقی مشخصی برای استفاده از هوش مصنوعی در TEM طراحی کنند که شامل اصولی برای حفظ حریم خصوصی داده‌ها، شفافیت الگوریتمی و یکپارچگی علمی باشد. اجرای سیاست‌های قوی حفاظت از داده و گزارش‌دهی شفاف می‌تواند نگرانی‌های اخلاقی و حقوقی را به میزان قابل توجهی کاهش دهد.

نتیجه‌گیری

ادغام هوش مصنوعی در میکروسکوپ الکترونی عبوری (TEM) بیانگر یک تغییر الگویی اصولی در چگونگی تصویربرداری و تحلیل علمی داده‌هاست. با خودکارسازی وظایف پیچیده، افزایش توان پردازش تصاویر و فراهم‌سازی امکان تفسیر داده‌ها در زمان واقعی، هوش مصنوعی قادر است به‌طور چشمگیری سرعت، دقت و عمق تحلیل‌ها در مطالعات مبتنی بر TEM را افزایش دهد. این تحول فناورانه نوید آن را می‌دهد که روند کشف‌های علمی در حوزه‌هایی همچون علوم مواد، نانوفناوری، زیست‌شناسی ساختاری و دیگر زمینه‌های مرتبط، به‌صورت محسوسی شتاب گیرد و به درک عمیق‌تری از ساختارهای میکروسکوپی و نانومقیاس منتهی شود. با این حال، همان‌طور که در این مقاله تشریح شد، پذیرش گسترده و به‌کارگیری مؤثر هوش مصنوعی در TEM با چالش‌ها و محدودیت‌های قابل توجهی همراه بوده که لازم است پیش از تحقق کامل ظرفیت‌های این فناوری، برطرف شوند. یکی از مهم‌ترین این چالش‌ها، نیاز به مجموعه‌های داده برچسب‌گذاری شده و با کیفیت بالا است که برای آموزش دقیق مدل‌های هوش مصنوعی در تفسیر تصاویر TEM ضروری هستند. ایجاد چنین مجموعه داده‌هایی فرآیندی زمان‌بر، پیچیده و وابسته به دانش تخصصی است؛ به‌ویژه در زمینه‌هایی که با نمونه‌ها و روش‌های تصویربرداری خاص سروکار دارند. علاوه بر این، نوین و تغییرپذیری ذاتی موجود در داده‌های TEM که ناشی از عواملی مانند آماده‌سازی نمونه، شرایط تصویربرداری و محدودیت‌های دستگاه است باعث می‌شود عملکرد مدل‌های هوش مصنوعی همواره دقیق و پایدار نباشد. رفع این مشکلات، مستلزم پیشرفت‌هایی نه تنها در جمع‌آوری و برچسب‌گذاری داده‌ها، بلکه در

توسعه مدل‌های هوش مصنوعی مقاوم در برابر چالش‌های ذاتی این نوع داده‌ها است. از دیگر موانع مهم، عدم شفافیت بسیاری از الگوریتم‌های هوش مصنوعی، به‌ویژه مدل‌های یادگیری عمیق است که بیشتر با عنوان «جعبه سیاه» شناخته می‌شوند. با وجود اثربخشی این مدل‌ها در بسیاری از کاربردها، ناتوانی در تبیین فرآیند تصمیم‌گیری آنها همچنان مانعی جدی در پذیرش گسترده آنها در حوزه‌های علمی به شمار می‌رود، حوزه‌هایی که در آنها شفافیت، قابلیت تفسیر و بازتولید نتایج از اهمیت بالایی برخوردارند. در زمینه TEM، جایی که جزئیات ساختاری ظریف می‌توانند پیامدهای علمی عمیقی به‌همراه داشته باشند، ناتوانی در درک فرآیند تصمیم‌گیری مدل‌های هوش مصنوعی می‌تواند مانعی جدی برای پذیرش این فناوری‌ها از سوی محققان باشد که به‌ویژه آن‌هایی که نسبت به اعتبار علمی و صحت استنتاج‌های حاصل از تحلیل‌های مبتنی بر هوش مصنوعی دغدغه دارند. از این رو، افزایش شفافیت و تفسیرپذیری الگوریتم‌های هوش مصنوعی گامی اساسی در راستای جلب اعتماد جامعه علمی و تضمین پذیرش این ابزارها در تحلیل‌های دقیق علمی خواهد بود. علاوه بر این، ادغام هوش مصنوعی با سخت‌افزار TEM چالش‌های فنی قابل توجهی را ایجاد می‌کند. دستگاه‌های TEM به‌عنوان ابزارهایی بسیار تخصصی، نیازمند یکپارچه‌سازی دقیق با نرم‌افزارهای هوش مصنوعی هستند که این امر، نه تنها مستلزم توان محاسباتی بالا، بلکه نیازمند هماهنگی کامل و بدون نقص میان سخت‌افزار و نرم‌افزار است. از سوی دیگر، تحلیل‌های بلادرنگ که برای بسیاری از کاربردهای TEM حیاتی محسوب می‌شوند، مستلزم استفاده از الگوریتم‌هایی هستند که علاوه بر دقت بالا، از نظر محاسباتی نیز کارآمد باشند. نیاز به محاسبات با عملکرد بالا و پیچیدگی حفظ سازگاری میان پلتفرم‌های مختلف TEM، به‌عنوان موانع جدی برای توسعه جریان‌های کاری مبتنی بر هوش مصنوعی مطرح می‌شوند؛ جریان‌هایی که بتوانند در شرایط عملی و محیط‌های واقعی عملکردی مؤثر و پایدار داشته باشند. با وجود این چالش‌ها، راه‌حل‌های امیدوارکننده‌ای در حال ظهور هستند. پیشرفت‌های اخیر در حوزه الگوریتم‌های هوش مصنوعی، مانند توسعه مدل‌های یادگیری عمیق کارآمدتر و بهره‌گیری از روش‌های یادگیری انتقالی، موجب شده‌است که تحلیل داده‌های TEM با دقت و سرعت بیشتری انجام شود. علاوه بر این، استفاده از مدل‌های تولیدی و روش‌های تقویت داده می‌تواند به رفع مشکل کمبود مجموعه‌های داده برچسب‌گذاری شده با کیفیت بالا کمک کند، به‌گونه‌ای که سیستم‌های هوش مصنوعی قادر باشند حتی از داده‌های محدود نیز به‌صورت مؤثر یاد بگیرند. علاوه بر این، همکاری‌های بین‌رشته‌ای میان محققان هوش مصنوعی، متخصصان TEM و مهندسان سخت‌افزار، به نوآوری‌هایی در زمینه یکپارچه‌سازی سیستم‌ها منجر شده‌است؛ نوآوری‌هایی که استفاده آسان‌تر و مؤثرتر از فناوری هوش مصنوعی در کنار میکروسکوپ الکترونی عبوری را امکان‌پذیر می‌سازند. با نگاهی به آینده، به وضوح می‌توان گفت که مسیر پیشرفت هوش مصنوعی در TEM به شدت تحت تأثیر توسعه‌های مداوم در هر دو حوزه هوش مصنوعی و سخت‌افزارهای پیشرفته TEM قرار خواهد گرفت. تکامل مستمر مدل‌های هوش مصنوعی، در کنار پیشرفت‌های محاسباتی و توسعه ابزارهایی کاربرپسندتر و استانداردشده، به احتمال زیاد زمینه‌ساز پیشرفت‌های بیشتر در این حوزه خواهد بود. همچنین، با افزایش نیاز به تحلیل‌هایی دقیق‌تر، کارآمدتر و بازتولیدپذیرتر در TEM، نقش هوش مصنوعی در پاسخ‌گویی به این نیازها روزبه‌روز حیاتی‌تر خواهد شد. درنهایت، اگرچه ادغام هوش مصنوعی با فناوری TEM با چالش‌های قابل توجهی همراه است، اما مزایای بالقوه آن در ارتقای کیفیت تحلیل‌های علمی آن‌چنان چشمگیر است که نمی‌توان آن‌ها را نادیده گرفت.

با تداوم بلوغ فناوری‌های هوش مصنوعی و غلبه بر موانع موجود، کاربرد این فناوری‌ها در TEM نه تنها توانمندی‌های میکروسکوپ را ارتقا خواهد داد، بلکه افق‌های تازه‌ای را در مسیر کشف‌های علمی خواهد گشود. با برطرف شدن چالش‌های مطرح شده در این مقاله، پژوهشگران قادر خواهند بود پتانسیل کامل هوش مصنوعی را در زمینه TEM بالفعل کرده و مسیرهایی نوین برای تحلیل‌هایی دقیق‌تر، سریع‌تر و ژرف‌تر از مواد و سامانه‌های زیستی در مقیاس اتمی فراهم آورند. آینده هوش مصنوعی در TEM بی‌تردید روشن است و با تداوم نوآوری و گسترش همکاری‌های میان‌رشته‌ای، این فناوری نقش فزاینده‌ای در ارتقای درک علمی و پیشرفت‌های فناورانه در طیف وسیعی از حوزه‌های تحقیقاتی ایفا خواهد کرد.

پی‌نوشت

1. Artificial Intelligence (AI)
2. Transmission Electron Microscopy (TEM)
3. Black-Box
4. Scanning transmission electron microscopy (STEM)
5. High-angle Annular Dark-field Scanning Transmission Electron Microscopy (HAADF-STEM)
6. Application Programming Interfaces (API)
7. Generative Adversarial Networks (GANs)
8. Explainable AI (XAI)
9. Perturbation Mask Layer (PL)
10. Weight Matrix Array (WA)
11. Saliency Memory Array (SM)
12. Transfer Learning
13. Graphics Processing Unit (GPU)
14. high-performance computing (HPC)
15. Edge Computing
16. Breiman
17. Support Vector Machine (SVM)
18. Naïve Bayes
19. Model Pruning
20. Quantization
21. Stochastic Gradient Descent (SGD)
22. Adaptive Moment Estimation (Adam)
23. Root Mean Square Propagation (RMSprop)
24. Genetic Algorithm (GA)
25. Particle Swarm Optimization (PSO)
26. Batch size
27. Dropout rate
28. Grid Search
29. Random Search
30. Bayesian Optimization
31. Continuous Integration and Continuous Deployment (CI/CD)
32. Uber
33. Denoising Autoencoders
34. Convolutional neural network (CNN)
35. Clean
36. Ground Truth
37. Simulation-based denoising (SBD)
38. Poisson unbiased risk estimate- linear expansion of thresholds (PURE-LET)

مرجع

- [1] <https://www.mpie.de/4690990/big-data-and-machine-learning-in-electron-microscopy>.
- [2] <https://www.toptal.com/artificial-intelligence/how-to-label-data>.
- [3] <https://labeledyourdata.com/articles/label-data-for-machine-learning>.
- [4] <https://hyperright.com/ai-black-box-what-were-still-getting-wrong-about-trusting-machine-learning-models>.
- [5] Hanchan Song, Woojoon Park, Gwangmin Kim, Moon Gu Choi, Jae Hyun In, Hakseung Rhee, and Kyung Min Kim. Memristive Explainable Artificial Intelligence Hardware. Advanced Materials published by Wiley-VCH GmbH. Adv. Mater. 2024, 36, 2400977.
- [6] <https://blog.ml.cmu.edu/2020/08/31/4-overfitting/>.
- [7] <https://www.v7labs.com/blog/transfer-learning-guide>.
- [8] <https://www.geeksforgeeks.org/ml-introduction-to-transfer-learning/>.
- [9] <https://www.linkedin.com/pulse/complexity-time-space-sample-yair-rajwan-ms-dsc>.
- [10] <https://semiengineering.com/how-ai-in-edge-computing-drives-5g-and-the-iot/>.
- [11] <https://www.uber.com/en-AU/blog/continuous-integration-deployment-ml/>.
- [12] I. Lobato, T. Friedrich & S. Van Aert. Deep convolutional neural networks to restore single-shot electron microscopy images. Computational Materials, volume 10, Article number: 10 (2024).
- [13] <https://sreyas-mohan.github.io/electron-microscopy-denoising/>.



واژه‌های کلیدی

بسط، پلاستیک، گرمانرم، نیمه بلورین، گرماسنجی.

نویسندگان

پدرام ملائکه^{۱*}، هانیه مشرقی^۲

۱. شرکت فنی و مهندسی آزما پلیمر پارس، مشهد، ایران
۲. عضو کارگروه آنالیز حرارتی شبکه آزمایشگاهی کشور

*pedrammalaekhe@yahoo.com

تاریخ دریافت: ۱۴۰۴/۰۳/۱۸

تاریخ پذیرش: ۱۴۰۴/۰۵/۲۱

تحلیل پلاستیک‌های گرمانرم نیمه‌بلورین با استفاده از دستگاه DSC چند نمونه‌ای

چکیده

دستگاه گرماسنج روبشی تفاضلی^۱ با بهره‌گیری از محفظه کوره چندنمونه‌ای، امکان اندازه‌گیری جریان حرارتی با دقت و کیفیت بالا را برای حداکثر سه نمونه به‌صورت هم‌زمان فراهم می‌کند. این سامانه با ارائه عملکردی پیشرو در صنعت، ابزارهایی مؤثر برای ارتقاء بهره‌وری در کلیه سطوح پژوهش‌های مرتبط با مواد را در اختیار کاربران قرار می‌دهد. نوآوری‌های به کار رفته در این دستگاه موجب تسریع روند دستیابی به اهداف آزمایشگاهی شده و اتخاذ تصمیم‌های علمی دقیق و مطمئن را تسهیل می‌کند.

مقدمه

گرماسنجی روبشی تفاضلی یکی از روش‌های تجزیه گرمایی است که برای بررسی تغییرات انرژی (آنتالپی) و تعیین ظرفیت گرمایی ویژه مواد در طول واکنش‌های شیمیایی گرماگیر یا گرمازا مورد استفاده قرار می‌گیرد. در این روش آزمایشگاهی، نمونه و ماده مرجع به‌طور هم‌زمان در یک برنامه دمایی کنترل‌شده قرار می‌گیرند. دمای هر یک از محفظه‌های نمونه و مرجع به‌صورت مستقل پایش می‌شود تا اختلاف انرژی مورد نیاز برای حفظ نرخ گرمادهی یکسان بین آن‌ها اندازه‌گیری شود.

کنترل کیفیت محسوب می‌شود. این دستگاه قادر است تا سه نمونه را به‌طور هم‌زمان و در شرایط آزمون یکسان تحلیل کند، که امکان شناسایی دقیق هر گونه تفاوت را فراهم می‌آورد. علاوه‌بر این، تحقیقات می‌توانند با انجام آزمون‌های تکراری و استفاده از تحلیل‌های آماری بهبود یابند؛ که این امر یکی از مزایای برجسته محفظه کوره چندنمونه‌ای دستگاه به شمار می‌رود.

در این دستگاه، تفکیک جریان گرما بین سه نمونه به‌صورت هم‌زمان انجام می‌شود. سامانه مذکور از فناوری پیشرفته‌ای بهره می‌برد که قادر است جریان گرما را با دقت بالا برای هر سه نمونه اندازه‌گیری کند. هر نمونه در یک

□ گرماسنج روبشی تفاضلی مدل چند نمونه‌ای

این دستگاه مجهز به محفظه کوره‌ای با قابلیت آزمون چندنمونه است که امکان تحلیل هم‌زمان تا سه نمونه را فراهم می‌کند. این ویژگی موجب افزایش چشمگیر بهره‌وری و ظرفیت آزمون نمونه‌ها می‌شود. در این مقاله، به بررسی مزایای این دستگاه در تحلیل پلاستیک‌های گرمانرم پرداخته می‌شود، که شامل توانایی شناسایی تفاوت‌های ذاتی در خواص حرارتی مواد به‌عنوان تابعی از تاریخچه گرمایی آن‌ها است. دستگاه ابزاری قدرتمند برای

جمله فرآیندهای حرارتی، مکانیکی و همچنین استفاده از مواد افزودنی وابسته است. برای درک خواص نهایی یک ماده، شناخت دقیق ریخت‌شناسی و روش‌های کنترل آن اهمیت بالایی دارد. دستگاه و روش DSC ابزاری کلیدی برای تحلیل خواص حرارتی و ساختار مورفولوژیکی مواد به شمار می‌رود. به‌عنوان نمونه، پلی‌اتیلن ترفتالات^۴ یکی از بسپارهای گرمانرم نیمه‌بلورین است که به‌طور گسترده در کاربردهای مختلفی مانند بسته‌بندی و صنایع نساجی به کار می‌رود.

در راستای پاسخگویی به نیازهای صنایع مختلف، پلی‌اتیلن ترفتالات باید دارای خواص مناسب برای کاربردهای نهایی باشد. یکی از عوامل کلیدی مؤثر بر خواص PET، درصد بلورینگی است که می‌تواند از طریق شرایط فرآیندهای گرمایی تنظیم و کنترل شود.

□ آزمون

سه نمونه PET برای این مطالعه تهیه شد. تمامی نمونه‌ها از بطری‌های آب پلاستیکی تجاری که از جنس PET هستند، برش داده شدند. نمونه‌ها در ظروف آلومینیومی مخصوص آزمون قرار گرفتند. دو نمونه تا دمای ۳۰۰ درجه سانتی‌گراد حرارت داده شده و در دستگاه DSC به‌منظور ذوب شدن و حذف تاریخچه گرمایی قبلی، مورد آزمایش قرار گرفتند. پس از آن، نمونه‌ها با استفاده از روش‌های مختلف سردسازی مورد تحلیل قرار گرفتند. نمونه سریع سردشده^۵ PET پس از انجام آزمون در دستگاه DSC خارج شد و با قرار دادن ظرف آزمون روی سطح سردشده، در عرض چند ثانیه تا دمای اتاق خنک شد. نمونه دوم که قبلاً ذوب شده بود، به‌منظور رسیدن به دمای اتاق با نرخ کنترل‌شده ۲۰ درجه سانتی‌گراد در دقیقه در دستگاه DSC سردسازی شد. نمونه نهایی که به‌صورت مستقیم و بدون هیچ فرآیند پیش‌درمانی از بطری گرفته شده بود، به‌عنوان نمونه دریافت‌شده^۶ PET شناخته می‌شود.

هنگام طراحی آزمون در نرم‌افزار تریوس با دستگاه مجهز به نمونه‌بردار خودکار^۷، نمونه‌ها به‌عنوان نمونه‌های A، B و C شناسایی می‌شوند. موقعیت ظروف آزمون روی سینی نمونه‌بردار خودکار قابل شناسایی بوده و همراه با موقعیت ظرف آزمون مرجع در برنامه‌ریزی آزمایش وارد می‌شود. شکل (۱)، رابط کاربری نرم‌افزار تریوس را هنگام طراحی آزمون با استفاده از هر سه حسگر نمونه موجود نمایش می‌دهد. همچنین تصویری از چهار حسگر سلول دستگاه DSC قابل مشاهده است که شامل حسگرهای نمونه‌های A، B و C و حسگر مرجع R است.

ظرف اختصاصی قرار گرفته و توسط حسگرهای حساس و مستقل، تغییرات گرمایی مربوط به هر نمونه به‌صورت جداگانه ثبت و پردازش می‌شود. در این دستگاه، از فناوری تی‌زیرو^۲ برای جبران اثرات گرمایی محیط و افزایش دقت اندازه‌گیری استفاده می‌شود. این فناوری، امکان تفکیک دقیق شار گرمایی بین سه نمونه را حتی در شرایطی که تغییرات دمایی نمونه‌ها مشابه باشد، فراهم می‌آورد. نرم‌افزار تریوس^۳ داده‌های هر نمونه را به‌صورت مجزا تحلیل کرده و منحنی‌های DSC مستقل برای هر یک ارائه می‌دهد. با بهره‌گیری از الگوریتم‌های پردازشی پیشرفته، اثرات متقابل میان نمونه‌ها حذف شده و نتایج با دقت بالایی حاصل می‌شوند. سامانه کنترل دمای دستگاه به‌صورت پویا عمل می‌کند تا اطمینان حاصل شود که هر نمونه در شرایط یکسان از نظر نرخ گرمایش و سرمایش قرار دارد. در دستگاه DSC چند نمونه‌ای، جریان گرمایی سه نمونه به‌طور هم‌زمان و مستقل با استفاده از حسگرهای چندکاناله، فناوری تی‌زیرو و پردازش داده‌های پیشرفته تفکیک می‌شود. این قابلیت، امکان مقایسه دقیق رفتار حرارتی مواد مختلف را در یک آزمون واحد فراهم می‌آورد.

□ پلاستیک‌های گرمانرم نیمه‌بلورین

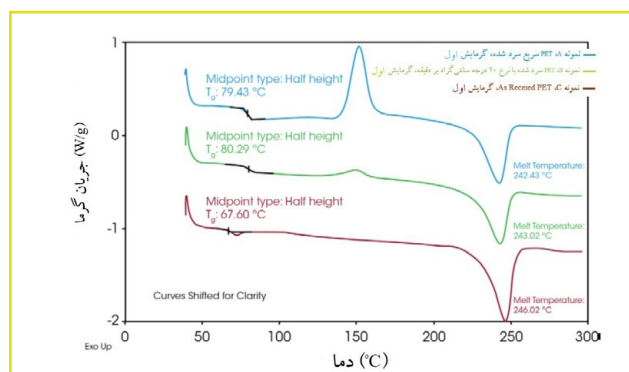
بسپارهای گرمانرم می‌توانند ساختاری نیمه‌بلورین یا آریخت (آمورف) داشته باشند. فاز بلورین در این بسپارها به مناطقی اطلاق می‌شود که زنجیره‌های بلند مولکولی به‌صورت منظم و جهت‌دار در کنار هم قرار گرفته‌اند، در حالی که فاز آریخت به نواحی بی‌شکل و فاقد چنین نظمی گفته می‌شود. بسیاری از بسپارها ترکیبی از این دو فاز را در ساختار مورفولوژیکی خود دارا هستند و به این دلیل به‌عنوان مواد نیمه‌بلورین طبقه‌بندی می‌شوند. میزان بلورینگی این بسپارها به‌طور معمول به‌صورت درصد بیان می‌شود.

تفاوت در درصد بلورینگی می‌تواند تأثیر قابل توجهی بر خواص مواد گرمانرم داشته باشد. برخی از خواص متأثر از این عامل شامل استحکام، سختی، شکل‌پذیری و پایداری حرارتی هستند. علاوه بر این، وجود نواحی بلورین در بسپار برای داشتن دمای ذوب مشخص ضروری است.

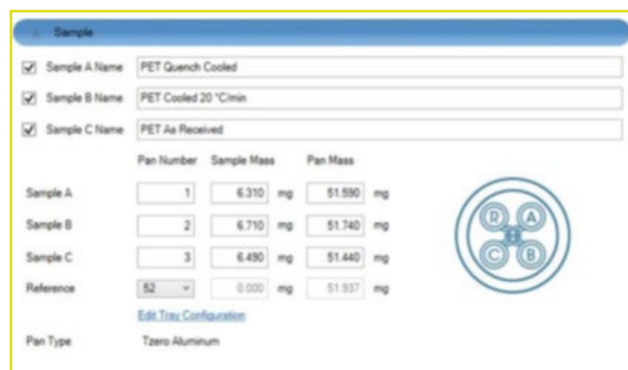
این موضوع به این معنا نیست که یک بسپار آریخت نمی‌تواند جریان داشته باشد، اما در صورت عدم وجود نواحی بلورین، تشکیل مذاب امکان‌پذیر نخواهد بود. ساختار مورفولوژیکی (ریخت‌شناسی) بسپار به عوامل متعددی از

به‌طور معمول به‌عنوان دمای مذاب^۹ در نظر گرفته می‌شود، حتی اگر ذوب در یک دمای یکنواخت رخ ندهد. همچنین ممکن است بسپارهای نیمه‌بلورین در طول گرمایش در معرض فرآیندی قرار گیرند که به آن «تبلور سرد»^{۱۰} گفته می‌شود. در دماهایی بالاتر از دمای انتقال شیشه‌ای، زنجیره‌های بسپاری که پیش‌تر در حالت شیشه‌ای بودند، تحرک بیشتری پیدا می‌کنند. این افزایش تحرک می‌تواند باعث هم‌راستا شدن زنجیره‌ها و شکل‌گیری بلورهای جدیدی شود که پیش‌تر در نمونه وجود نداشتند. این فرآیند به‌عنوان تبلور سرد شناخته می‌شود و منجر به پیدایش یک پیک گرم‌مازا در دمایی بالاتر از (Tg) و پایین‌تر از دمای ذوب (Tm) خواهد شد. زمانی که تمامی نواحی بلورین ذوب می‌شوند، تاریخچه گرمایی ماده به‌طور کامل از بین می‌رود.

شکل (۲) چرخه نخست گرمایش را برای سه نمونه مورد آزمایش نمایش می‌دهد. نمونه‌های A و B از همان منبع نمونه C تهیه شدند، اما ابتدا ذوب شده و سپس با نرخ‌های متفاوت تا دمای اتاق سرد شدند. فرآیند سردسازی سریع باعث کاهش دما با سرعتی بیشتر از نرخ تبلور PET می‌شود، که نتیجه آن تشکیل ساختاری به‌طور عمده آمورف (آریخت) است. میزان زیاد فاز آریخت در نمونه A را می‌توان از طریق پیک به نسبت بزرگ تبلور سرد در شکل (۲) مشاهده کرد. این نتایج نشان‌دهنده حجم زیاد بخش آمورف در نمونه هستند که امکان تراز شدن و تبلور را در طول گرمایش فراهم می‌سازد. علاوه بر این، بزرگی تغییر پله‌ای در خط پایه در ناحیه دمای انتقال شیشه‌ای (Tg) در نمونه‌ای که با روش سردسازی سریع خنک شده است، بیشترین مقدار را دارد. نمونه B با نرخ آهسته‌تر اما کنترل‌شده ۲۰ درجه سانتی‌گراد بر دقیقه سرد شد. در این حالت، بخش بزرگ‌تری از نمونه توانست تبلور یابد، اگرچه بخشی از بلورینگی نیز در این فرآیند مهار شد. نمونه As Received فعالیت گرم‌مازی بسیار محدودی را در طول افزایش دما نشان می‌دهد. این رفتار، همراه با تغییر پله‌ای کوچک در (Tg)، نشان‌دهنده ساختار مورفولوژیکی بسیار بلورین در این نمونه است.



شکل (۲): سه نمونه PET با تاریخچه‌های گرمایی مختلف با یکدیگر در یک آزمون در دستگاه DSC آزمون شدند. (از دمای ۴۰ درجه سانتی‌گراد تا ۳۰۰ درجه سانتی‌گراد با آهنگ ۲۰ درجه سانتی‌گراد بر دقیقه) [۱].



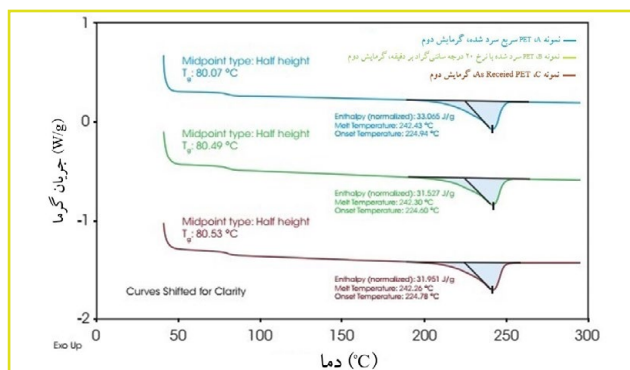
شکل (۱): نرم‌افزار TRIOS [۱].

سه نمونه PET با تاریخچه‌های گرمایی متفاوت به‌طور هم‌زمان در دستگاه Discovery X3 DSC مورد آزمون قرار گرفتند. وزن نمونه‌ها بین ۶/۳ تا ۸/۶ میلی‌گرم متغیر بود. آزمایش گرمایش-سرمایش-گرمایش به‌منظور بررسی تأثیر تاریخچه گرمایی روی نمونه‌های نیمه‌بلورین PET انجام شد. دمای نمونه‌ها با نرخ گرمایش ۲۰ درجه سانتی‌گراد بر دقیقه از ۴۰ درجه سانتی‌گراد به ۳۰۰ درجه سانتی‌گراد (گرمایش اول) افزایش یافت، سپس با سرعت کنترل‌شده ۱۰ درجه سانتی‌گراد بر دقیقه به دمای ۴۰ درجه سانتی‌گراد بازگردانده شدند و در نهایت، دوباره با نرخ ۲۰ درجه سانتی‌گراد بر دقیقه تا ۳۰۰ درجه سانتی‌گراد (گرمایش دوم) گرم شدند. با تحلیل حرارتی اولیه، می‌توان ویژگی‌های گرمایی نمونه‌ها را همان‌طور که در ابتدای بارگذاری در دستگاه DSC بودند، مورد بررسی قرار داد. پس از عبور بسپار گرمانرم از طی مذاب، تمامی تاریخچه‌های گرمایی پیشین نمونه‌ها در طی چرخه اول گرمایش حذف می‌شود. گرمایش دوم در این آزمایش به‌منظور شناسایی ویژگی‌های حرارتی نمونه‌های گرمانرم پس از داشتن سابقه یکسان سردسازی کنترل‌شده با نرخ ۱۰ درجه سانتی‌گراد بر دقیقه از حالت مذاب انجام می‌گیرد.

نتایج

با تحلیل دمانگاشت‌ها، می‌توان اطلاعات ارزشمندی در مورد ویژگی‌های حرارتی مواد، به‌عنوان تابعی از تاریخچه گرمایی هر نمونه، به‌دست آورد. دمانگاشت‌های ارائه‌شده در این مطالعه به‌گونه‌ای نمایش داده شده‌اند که انتقال‌های گرم‌مازا در محور عمودی به سمت بالا (Exo Up) ترسیم شده‌اند. یک تغییر پله‌ای گرماگیر در خط پایه ظرفیت گرمایی، به دمای انتقال شیشه‌ای^۸ مربوط می‌شود. بزرگی این تغییر پله‌ای با درصد فاز آریخت در بسپار متناسب است. همچنین، پیک گرماگیر مشاهده‌شده در ناحیه انتقال مذاب بیانگر وجود فاز بلورین در نمونه‌هاست. در بسپارها، دمای حداقل این پیک

افزایش یافته و با مقدار حدود ۸۰ درجه سانتی‌گراد به سطح نمونه‌های دیگر نزدیک شده‌است. علاوه بر (Tg)، آغاز فرآیند ذوب و دمای مذاب در هر سه نمونه سازگاری خوبی با یکدیگر دارند. همچنین، مقادیر آنتالپی انتقال مذاب در این نمونه‌ها بسیار مشابه است، که بیانگر درصد بلورینگی تقریباً یکسان در میان آن‌هاست.



شکل (۳): چرخه دوم گرمایش برای سه نمونه PET. هر سه نمونه دارای تاریخچه گرمایی یکسان هستند؛ به این معنا که از حالت مذاب با نرخ ۱۰ درجه سانتی‌گراد بر دقیقه سرد شده‌اند [۱].

نکته قابل توجه آن است که نمونه As Received دمای انتقال شیشه‌ای (Tg) پایین‌تری نسبت به نمونه‌هایی دارد که پیش‌تر ذوب شده و سپس تا دمای اتاق سرد شده‌اند. این موضوع غیرمعمول نیست، چرا که پلاستیک‌های تجاری به‌طور معمول حاوی نرم‌کننده‌هایی با وزن مولکولی پایین هستند که برای تنظیم خواص نهایی مواد به ترکیب افزوده می‌شوند. علاوه بر این، برخی فرآیندهای مکانیکی مانند کشش در فرآیند قالب‌گیری دمشی می‌توانند ساختار نیمه‌بلورین ماده را تغییر دهند. برخی از این عوامل احتمالاً در خواص حرارتی مشاهده‌شده در نمونه C نقش داشته‌اند. با این حال، صرف‌نظر از تفاوت در تاریخچه گرمایی، دمای ذوب ناحیه بلورین در هر سه نمونه یکسان باقی مانده است.

هر سه نمونه پس از عبور از دمای مذاب، تا دمای اتاق به‌طور هم‌زمان و در شرایط یکسان سرد شدند. شکل (۳) چرخه دوم گرمایش این نمونه‌ها را نمایش می‌دهد. از این نمودار می‌توان دریافت که سردسازی کنترل‌شده با نرخ ۱۰ درجه سانتی‌گراد بر دقیقه امکان تبلور گسترده در نمونه‌ها را فراهم می‌سازد. دمای انتقال شیشه‌ای (Tg) نمونه C نیز

نتیجه‌گیری

در این مطالعه، از دستگاه DSC برای بررسی تأثیر تاریخچه گرمایی بر ویژگی‌های حرارتی PET نیمه‌بلورین استفاده شد. نمونه‌هایی از یک منبع مشترک، پس از ذوب، با پروفیل‌های خنک‌سازی متفاوت آماده‌سازی و بررسی شدند. این دستگاه امکان مطالعه هم‌زمان چند نمونه در شرایط یکسان را فراهم کرد و نشان داد که فرآیندهای گرمایی مختلف می‌توانند به‌طور قابل توجهی بر خواص حرارتی نمونه‌ها تأثیرگذار باشند. پس از سردسازی کنترل‌شده از حالت مذاب، سه نمونه با منشأ یکسان و تاریخچه‌های گرمایی مشابه، ویژگی‌های حرارتی به نسبت یکسانی را از خود نشان دادند. این نتایج نشان می‌دهد که دستگاه نه تنها امکان مقایسه مستقیم نمونه‌ها در شرایط یکسان را فراهم می‌سازد، بلکه باعث افزایش توان عملیاتی نیز می‌شود. این دستگاه با حفظ دقت و قابلیت‌های فنی یک DSC استاندارد، می‌تواند بهره‌وری آزمایشگاهی را به‌طور قابل ملاحظه‌ای افزایش دهد، زمان اجرای آزمون‌ها را کاهش دهد و کارایی کلی پژوهش‌های حرارتی را بهبود بخشد.

پی‌نوشت

1. Differential Scanning Calorimetry (DSC)
2. Tzero
3. Trios
4. Polyethylene Terephthalate (PET)
5. Quench Cooled
6. As Received
7. Autosampler
8. Glass Transition Temperature (Tg)
9. Melting Temperature (Tm)
10. Cold Crystallization

مرجع

[1] Essential Polymer Material Analysis Techniques for Scientists, Researchers, and Engineers, Proactively Characterize Polymers to Improve Processability and End-Product Performance, TA Instruments, Waters Corporation, USA, July 2024.

نویسندگان

پروین هادیان^{۱*}

۱. پژوهشگاه بیوتکنولوژی کشاورزی
۲. عضو کارگروه تخصصی دستگاه‌های SPM شبکه آزمایشگاهی کشور

*parvinhadian@gmail.com

تاریخ دریافت: ۱۴۰۴/۰۵/۰۷

تاریخ پذیرش: ۱۴۰۴/۰۶/۰۳

چگونه پروب مناسب AFM را برای آزمایش خود انتخاب کنیم؟

واژه‌های کلیدی

میکروسکوپ نیروی اتمی، پروب، تیرک، شعاع نوک، ثابت فنر.

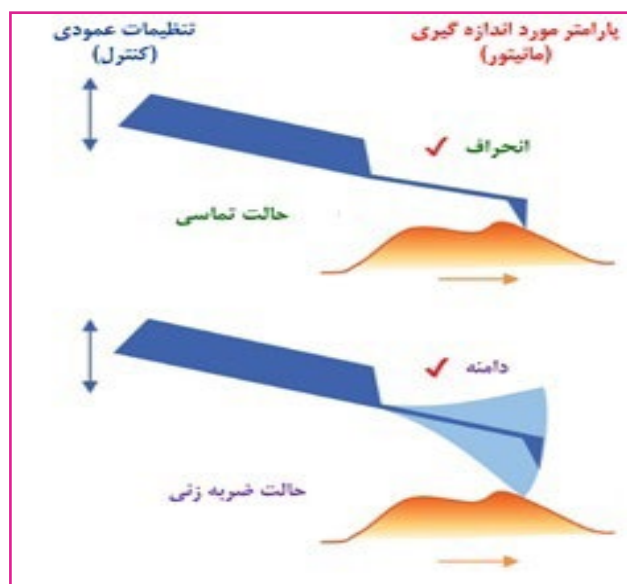
چکیده

میکروسکوپ نیروی اتمی یکی از ابزارهای بنیادی در حوزه تحقیقات فناوری نانو به شمار می‌آید و کاربرد گسترده‌ای در مطالعه مواد دوبعدی، نیمه‌رساناها، فرومغناطیس‌ها و باتری‌ها تا مولکول‌های زیستی، پلیمرها و فرایندهای زیست‌شناسی سلولی دارد. در این روش میکروسکوپی، به جای بهره‌گیری از نور متمرکز یا پرتوهای الکترونی به‌منظور بزرگنمایی ویژگی‌های نمونه، از یک پروب مکانیکی با نوک بسیار تیز برای اسکن سطح استفاده می‌شود که امکان دستیابی به تصاویر سه‌بعدی توپوگرافی با وضوح بالا را فراهم می‌سازد. علاوه بر این، با بهینه‌سازی ترکیب یا ساختار پروب، می‌توان سایر ویژگی‌های فیزیکی و شیمیایی مواد از جمله خواص الکتریکی، مکانیکی، مغناطیسی و غیره را به‌صورت هم‌زمان با تصویر توپوگرافی اندازه‌گیری و نقشه‌برداری کرد. این رویکرد، امکان برقراری همبستگی دقیق میان ساختار و خواص نمونه را فراهم می‌آورد. وضوح نوک پروب به‌عنوان یکی از عوامل کلیدی، نقش تعیین‌کننده‌ای در بهره‌برداری کامل از قابلیت‌های میکروسکوپ نیروی اتمی ایفا می‌کند؛ از این رو، انتخاب پروب مناسب اهمیت ویژه‌ای دارد. در این مقاله، مجموعه‌ای از اطلاعات و دستورالعمل‌های کاربردی با هدف یاری‌رسانی به پژوهشگران تازه‌کار و نیز کاربران باتجربه ارائه شده‌است تا فرآیند انتخاب پروب میکروسکوپ نیروی اتمی با دقت و کارایی بیشتری انجام پذیرد.

میکروسکوپ نیروی اتمی^۱ نخستین بار در سال ۱۹۸۶ توسط بینینگ، کواته و گربر توسعه یافت [۱]. هدف اصلی پژوهشگران، ارتقای توانمندی‌های تصویربرداری با وضوح بالا در میکروسکوپ تونل‌زنی روبشی^۲ بود، به گونه‌ای که علاوه بر نمونه‌های کاملاً هادی، امکان بررسی نمونه‌های عایق نیز فراهم شود [۲]. این هدف با طراحی و به کارگیری یک پروب مکانیکی، شامل سوزنی^۳ بسیار تیز نصب‌شده بر یک تیرک^۴ انعطاف‌پذیر، محقق شد. این رویکرد از نظر عملکرد شباهت زیادی به پروفیلومتر داشت و امکان مطالعه طیف گسترده‌ای از مواد را فراهم ساخت.

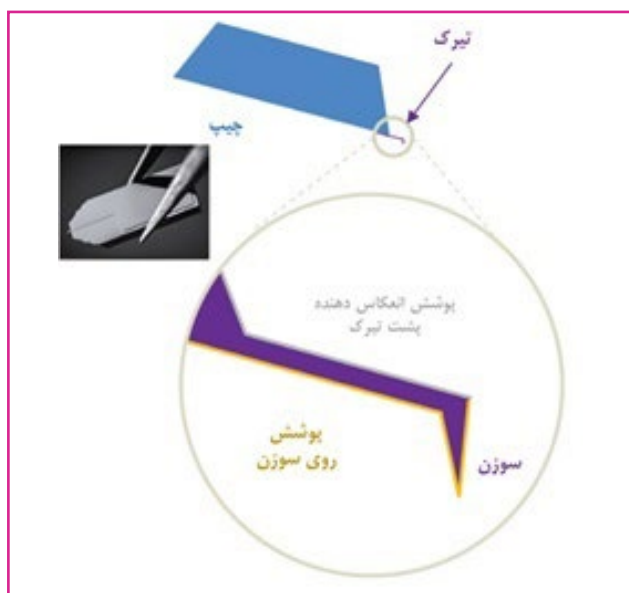
میکروسکوپ نیروی اتمی با اسکن یک پروب روی نمونه، نقشه‌ای از ویژگی‌های مورد نظر تهیه می‌کند. در AFM، ویژگی اصلی که مورد بررسی قرار می‌گیرد، توپوگرافی سطح است. علاوه بر این، به دلیل تماس یا نزدیکی پروب با سطح نمونه، AFM قادر است به‌طور هم‌زمان خواصی مانند ویژگی‌های الکتریکی، مکانیکی، مغناطیسی و حرارتی را اندازه‌گیری کرده و آنها را به‌طور مستقیم با مشخصات سطح مرتبط سازد. دو حالت رایج تصویربرداری در AFM شامل حالت تماسی^۵ [۱] و حالت ضربه‌زنی^۶ [۳ و ۴] هستند که هر دو به‌عنوان پایه‌ای برای توسعه حالت‌های پیشرفته‌تر و مکمل اندازه‌گیری به کار می‌روند (شکل (۱)). حالت تصویربرداری سومی نیز با عنوان نقشه‌برداری سریع نیرو [۵] وجود دارد، اما در این پژوهش تمرکز ما بر دو حالت تماسی و ضربه‌ای است، زیرا این دو روش کاربرد گسترده‌تری دارند. در حالت تماسی، پروب در حالی روی سطح حرکت می‌کند که نوک آن با نیرویی ثابت در تماس مستقیم با نمونه قرار دارد.

در حالت تماسی، موقعیت عمودی پروب در طول اسکن به‌طور مداوم تنظیم می‌شود تا با وجود تغییرات توپوگرافی، نیروی اعمال‌شده (انحراف) ثابت بماند. در حالت ضربه‌زنی، تیرک در فرکانس تشدید خود به‌صورت مکانیکی مرتعش و میرایی این نوسان هنگام تماس متناوب نوک پروب با سطح، ثابت نگه داشته می‌شود. در این حالت نیز، موقعیت عمودی پروب به‌طور پیوسته تنظیم می‌شود تا دامنه نوسان ثابت بماند. این تنظیمات مداوم امکان ثبت دقیق تغییرات ارتفاع سطح را فراهم کرده و به بازسازی توپوگرافی و تولید تصاویر سه‌بعدی از سطح منجر می‌شود. انتخاب دقیق پروب مناسب نقش اساسی در اجرای موفقیت‌آمیز هر یک از حالت‌های تصویربرداری AFM دارد. پیشرفت فناوری‌های نوین ساخت نیمه‌هادی در تولید انبوه پروب‌های AFM، تنوع گسترده‌ای از گزینه‌ها را فراهم کرده است که گاهی حتی برای کاربران با تجربه نیز انتخاب را دشوار می‌کند. با این حال، با توجه به چند عامل کلیدی می‌توان این فرآیند را تا حد زیادی ساده کرد.



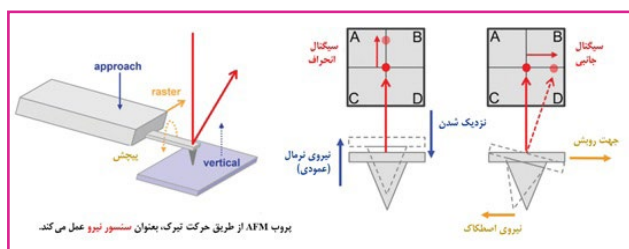
شکل (۱): حالت‌های اصلی تصویربرداری در AFM. هر دو حالت تماسی و ضربه‌زنی، توپوگرافی سطح با تنظیم مداوم ارتفاع عمودی پروب به گونه‌ای ثبت می‌شود که در حالت تماسی، انحراف و در حالت ضربه‌زنی، دامنه نوسان ثابت باقی بماند [۳].

ثابت فنر (k) در تیرک آزاد اهمیت بالایی دارد، زیرا نیروی وارد شده با سوزن بر نمونه را تعیین می‌کند. این ثابت به هندسه تیرک و خواص مکانیکی ماده آن (مانند مدول الاستیسیته) وابسته است. شعاع سوزن (r) یا میزان تیزی آن، وضوح جانبی تصویر AFM را مشخص می‌کند و همراه با ثابت فنر، فشار تماس میان سوزن و نمونه را تعیین می‌کند. فرکانس تشدید (f) و عامل کیفیت (Q)، از جمله ویژگی‌های دینامیکی تیرک در حالت ضربه‌زنی هستند. این ویژگی‌ها پهنای باند مکانیکی پروب را تعیین کرده و در نتیجه، بر سرعت تصویربرداری اثر می‌گذارند. در بخش‌های بعد، مبانی مربوط به پروب بررسی شده و این عوامل کلیدی به‌طور مفصل تحلیل می‌شوند.



شکل (۲): نام‌های مرسوم برای سه بخش اصلی یک پروب AFM (چپ، تیرک و سوزن) [۳].

بر اساس محیط کاری (خلاء، هوا یا زیر سطح مایع) و همچنین روش نوسان‌کننده تیرک در حالت ضربه‌زنی انتخاب می‌شود. پوشش آلومینیومی برای عملکرد استاندارد در محیط هوا مناسب است، اما در تصویربرداری زیر سطح مایع توصیه نمی‌شود؛ زیرا در طول زمان دچار خوردگی و لایه لایه شدن می‌شود. در مقابل، پوشش طلا به دلیل پایداری بالاتر گزینه‌ای مناسب برای تصویربرداری در محیط‌های مایع است [۶]. سطح سوزن نیز قابلیت پوشش‌دهی دارد. به عنوان نمونه، استفاده از لایه‌های رسانا یا مغناطیسی امکان بررسی پاسخ الکتریکی یا مغناطیسی نمونه را فراهم می‌سازد. این ویژگی یکی از مزیت‌های مهم AFM است که امکان اندازه‌گیری و نقشه‌برداری از خواص مکمل مواد را فراهم می‌کند. با این حال، افزودن این لایه‌ها موجب افزایش شعاع نوک سوزن شده و وضوح فضایی تصاویر توپوگرافی را کاهش می‌دهد. بنابراین، در چنین کاربردهایی همواره باید میان وضوح توپوگرافی و دستیابی به اطلاعات مربوط به خواص مواد نوعی مصالحه برقرار شود. انتخاب پروب مناسب در AFM در نهایت به نوع نمونه و ویژگی‌هایی که قرار است بررسی شوند وابسته است. با این حال، آشنایی مقدماتی با چهار ویژگی کلیدی پروب و نقش آنها در کیفیت اندازه‌گیری می‌تواند فرآیند انتخاب پروب را به مراتب ساده‌تر سازد.



شکل (۳): نمای یک پروب AFM و سیستم تشخیص پرتو نوری که سازوکار اندازه‌گیری حرکت عمودی (انحراف) و حرکت پیشروی (جانبی) تیرک را نشان می‌دهد [۶].

پروب‌های میکروسکوپ نیروی اتمی: مبانی و اصول اولیه

دیک پروب AFM از سه بخش کلیدی تشکیل شده است: چپ، تیرک و سوزن. این اصطلاحات گاهی به جای یکدیگر به کار می‌روند، اما آشنایی با معنای دقیق هر یک اهمیت دارد (شکل (۲)). چپ بخش بزرگی از پروب است که به راحتی دیده می‌شود و به طور معمول در اندازه استاندارد صنعتی $3/4 \times 1/6$ میلی‌متر ساخته می‌شود. هنگام کار با پروب و نصب آن در دستگاه AFM، این قسمت با پنس گرفته می‌شود. تیرک یا حسگر نیرو ساختاری مستطیلی یا مثلثی شبیه به تخته پرش است که در انتهای چپ قرار دارد و ابعاد آن به طور معمول بین ۱۰ تا ۱۰۰ میکرون است. در نهایت، سوزن در انتهای تیرک یا نزدیک به آن قرار دارد و بخش حیاتی پروب است که با سطح نمونه برهم‌کنش می‌کند. سوزن‌ها به طور معمول به صورت هرم‌های سه یا چهار وجهی ساخته می‌شوند، هر چند شکل‌های مخروطی، ستونی یا دیگر هندسه‌ها نیز رایج‌اند. قطر نوک سوزن در انتهای تیز آن به ابعاد نانومتری می‌رسد. بیشتر پروب‌ها از سیلیکون یا نیتريد سیلیکون ساخته می‌شوند. هر چند مواد دیگری مانند الماس پلی کریستالی، کوارتز یا پلاتین نیز به کار می‌روند، اما سیلیکون و نیتريد سیلیکون همچنان رایج‌ترین گزینه‌ها هستند. این رواج ناشی از فناوری پیشرفته ساخت نیمه‌هادی‌های مدرن است. در میان این دو، حکاکی سیلیکون برای تولید سوزن‌های تیزتر به دلیل ساختار بلوری آن، نسبت به نیتريد سیلیکون آسان‌تر است. سوزن‌های سیلیکونی به طور معمول دارای شعاع نوک $10 \geq$ نانومتر هستند، در حالی که شعاع نوک سوزن‌های نیتريد سیلیکون تا $20 \geq$ نانومتر نیز می‌رسد. با این حال، نیتريد سیلیکون به دلیل مقاومت بالاتر در برابر سایش و سازگاری بهتر، کاربرد گسترده‌تری دارد. به همین دلیل، سیلیکون بیشتر در پروب‌های حالت ضربه‌زنی در محیط هوا به کار می‌رود، در حالی که نیتريد سیلیکون برای پروب‌هایی با ثابت فنر کمتر (کمتر از ۱ نیوتن بر متر) و تصویربرداری از مواد نرم در محیط‌های مایع مناسب‌تر است.

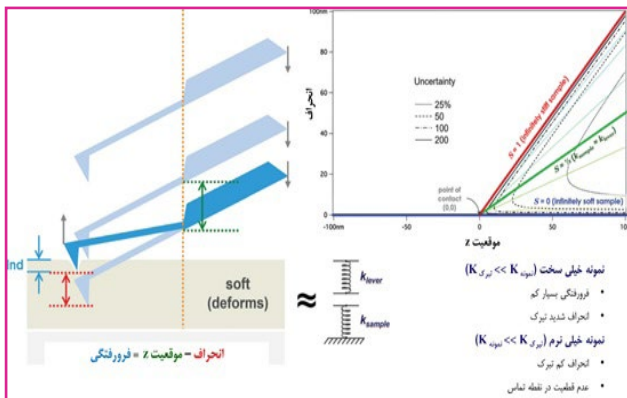
تیرک در یک پروب AFM، به عنوان حسگر نیرو عمل می‌کند (شکل (۳)). نیروهای وارد بر سوزن موجب جابه‌جایی تیرک از موقعیت تعادل شده و این تغییرات با استفاده از سیستم تشخیص پرتو نوری^۷ اندازه‌گیری می‌شود. انحراف عمودی تیرک بیانگر نیروی عمودی میان سوزن و نمونه است، در حالی که جابه‌جایی پیشروی (جانبی) نشان‌دهنده نیروی اصطکاک است. برای تشخیص پرتو نور، سطح پشتی تیرک به طور معمول با یک فیلم نازک «انعکاسی» (شکل (۲))، در بیشتر مواقع از جنس آلومینیوم یا طلا پوشانده می‌شود تا پرتو لیزر را به آشکارساز منعکس کند. نوع پوشش بازتابی

ملایم‌تری دارد. بنابراین، مواد نرم یا ساختارهای ظریف روی سطح نمونه مانند نانوذرات، لوله‌ها و سیم‌ها، همچنان قابل تصویربرداری در حالت ضربه‌زنی هستند، در حالی که در حالت تماسی ممکن است صاف یا جابجا شوند.

پروب‌هایی با ثابت فنر حدود 2 N/m ، در مرز بین تصویربرداری حالت تماسی و ضربه‌زنی قرار دارند. در فرکانس‌های نزدیک به 70 kHz ، این پروب‌ها به‌صورت تقریبی در حداقل مرز عملکرد مطلوب برای حالت ضربه‌زنی هستند. اگر تیرک بیش از حد انعطاف‌پذیر باشد، نیروهای چسبندگی و موینگی می‌توانند مانع جدا شدن سوزن از سطح در هنگام ضربه‌زنی در هوا شوند، که در این صورت نیاز به استفاده از تیرک‌های سخت‌تر با فرکانس‌های تشدید بالاتر است. تیرک‌هایی با ثابت فنر حدود 0.5 N/m به‌طور تقریبی، نرم‌ترین پروب‌هایی هستند که برای ضربه زدن معمولی در هوا قابل استفاده هستند.

◆ در نانومکانیک

در اندازه‌گیری‌های نانومکانیکی به‌عنوان مثال، منحنی‌های نیرو-فاصله، انتخاب دقیق ثابت فنر تیرک از اهمیت بالایی برخوردار است [۷]. تیرک باید به اندازه کافی سخت باشد تا سوزن بتواند در نمونه فرو رود، اما در عین حال نرم باشد تا داده‌های انحراف قابل اعتماد برای تحلیل فراهم کند. اگر تیرک خیلی سخت یا خیلی نرم باشد (نسبت به سختی نمونه)، اندازه‌گیری با عدم قطعیت بالایی همراه خواهد بود (شکل (۴)). بنابراین، تطابق سختی تیرک با سختی نمونه اهمیت دارد. برای نمونه‌های نرم مانند سلول‌ها و هیدروژل‌ها، پروب‌های نیتريد سيليكون با ثابت فنر بین 0.1 N/m تا 0.5 N/m ترجیح داده می‌شوند. برای مواد سخت‌تر، مانند پلیمرهای مهندسی‌شده و کامپوزیت‌ها، تیرک‌هایی با ثابت فنر حدود 2 N/m تا 80 N/m توصیه می‌شوند. بررسی نمونه‌های بسیار سخت مانند سرامیک و فلزات، نیازمند استفاده از سوزن‌های الماس مقاوم در برابر سایش با تیرک‌های بسیار سخت، در محدوده 1000 N/m است.



شکل ۴: نمایی از منحنی نیرو-فاصله که میزان فرورفتگی پروب در نمونه را نشان می‌دهد (سمت چپ). نمودار وابستگی عدم قطعیت اندازه‌گیری به نسبت سختی پروب به نمونه (سمت راست) [۷].

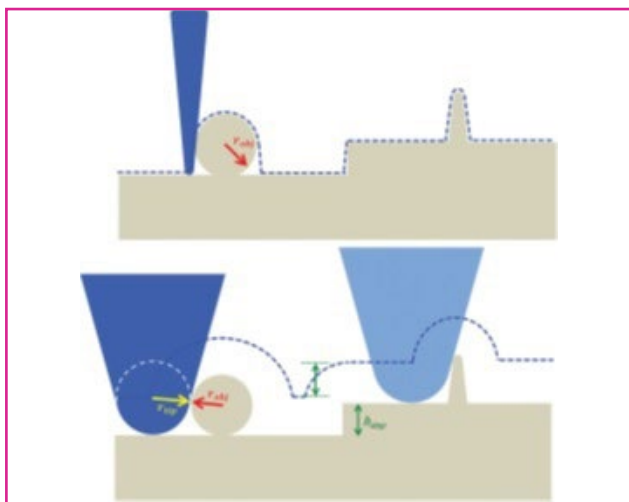
مبانی انتخاب پروب AFM براساس چهار ویژگی اصلی

◆ ثابت فنر

◆ در تصویربرداری

نخستین ویژگی مهم در انتخاب یک پروب AFM، ثابت فنر تیرک است. در تصویربرداری، به‌ویژه در حالت تماسی که سوزن با نیروی بارگذاری ثابت سطح نمونه را اسکن می‌کند، استفاده از پروب با ثابت فنر پایین (یا سختی کمتر) توصیه می‌شود تا خطر آسیب یا تغییر شکل نمونه به حداقل برسد. حالت تماسی می‌تواند شامل روش‌های مختلفی همچون میکروسکوپ نیروی پیزوالکتریک، AFM رسانا، میکروسکوپ ظرفیت روبشی و همچنین کاربردهای نانومتروالوژی مانند اندازه‌گیری اصطکاک و زبری باشد. در تمامی این موارد نیز انتخاب پروب با ثابت فنر مناسب اهمیت ویژه‌ای دارد.

برای مواد با سختی متوسط تا بالا، مانند پلیمرها، لایه‌های نازک و سرامیک‌ها، استفاده از تیرکی با ثابت فنر متوسط در حدود 2 N/m مناسب است. در مقابل، برای تصویربرداری از نمونه‌های نرم‌تر در محیط مایع، مانند مواد زیستی (سلول‌ها و هیدروژل‌ها)، به تیرک‌های بسیار نرم‌تری نیاز است. این تیرک‌ها به‌طور معمول ثابت فنری در حدود $(0.1 \sim 1 \text{ N/m})$ دارند، زیرا نیروهای بسیار کوچک احتمال تغییر شکل یا آسیب به چنین نمونه‌های حساسی را به حداقل می‌رسانند. علاوه بر این، برای تصویربرداری نیروی جانبی یا اصطکاک به پروب‌هایی با ثابت فنر کمتر از 1 N/m نیاز است، زیرا سختی تیرک در حرکت پیچشی به‌طور معمول به مراتب بیشتر از سختی آن در حرکت عمودی است. از سوی دیگر، پروب‌های مورد استفاده در حالت ضربه‌زنی (به‌ویژه در هوا) به‌طور معمول دارای ثابت فنر بالاتری هستند، چرا که دستیابی به فرکانس‌های تشدید بالا در این حالت ضروری است [۳ و ۴]. در سرعت‌های روبش معمولی (1 Hz تا 2 Hz)، تیرک‌هایی با ثابت فنر حدود 25 N/m تا 45 N/m و فرکانس تشدید نزدیک به 300 kHz محبوب‌ترین پروب‌ها برای تصویربرداری هستند. برای اسکن‌های سریع در هوا (20 Hz تا 40 Hz) به دلیل نیاز به فرکانس‌های تشدید بالاتر، تیرک‌ها ممکن است دارای ثابت فنر تا حدود 85 N/m و فرکانس تشدید $1/5$ مگاهرتز باشند. با معرفی AFM‌های روبشی سریع تجاری، پروب‌های کوچکتری توسعه یافته‌اند که امکان دستیابی به فرکانس‌های تشدید بالاتر (بیش از $1/5$ مگاهرتز) را بدون افزایش سختی تیرک (کمتر از 20 N/m) فراهم می‌کنند. با این وجود، حتی هنگام استفاده از تیرک‌های سخت‌تر، حالت ضربه‌زنی روی نمونه‌ها نسبت به حالت تماسی با اهرم‌های نرم، تأثیر



شکل ۵: اثر شعاع نوک سوزن بر وضوح جانبی تصویر AFM. سوزن تیز قادر است جزئیات ریز سطح و ویژگی‌های کوچک نمونه را با دقت باز تولید کند، در حالی که سوزن کند موجب بروز پدیده پهن‌شدگی جانبی شده و دقت بازنمایی ویژگی‌ها کاهش می‌یابد [۸].

همان‌طور که پیش‌تر اشاره شد، در بسیاری از کاربردهای AFM لازم است نوک سوزن با موادی فعال، نظیر پوشش‌های الکتریکی یا مغناطیسی، پوشانده می‌شود تا قابلیت پاسخ‌گویی به یک ویژگی خاص فراهم آید. افزودن این لایه‌ها موجب افزایش نوک از حدود ۲۰ تا ۸۰ نانومتر شده و در نتیجه، وضوح جانبی به‌طور قابل توجهی کاهش می‌یابد. بنابراین، با توجه به هدف آزمایش، باید اثر ناشی از پهن‌تر شدن نوک در این پروب‌های ویژه در نظر گرفته شده و تعادلی منطقی میان وضوح تصویربرداری و قابلیت استخراج خواص مکمل برقرار شود. برای تصویربرداری زیستی مولکولی با وضوح بالا در محیط مایع، پروب‌های ویژه‌ای طراحی شده‌اند که شامل تیرک‌هایی از جنس نیتريد سیلیکون همراه با سوزن‌های سیلیکونی هستند. این ترکیب، مزیت‌های هر دو ماده را در بر می‌گیرد: انعطاف‌پذیری نیتريد سیلیکون و تیزی بالای سیلیکون. به کمک چنین سوزن‌هایی امکان مشاهده زیرساختارهای DNA و حتی شناسایی مارپیچ دوگانه رشته‌های آن فراهم می‌شود.

◆ در نانومکانیک

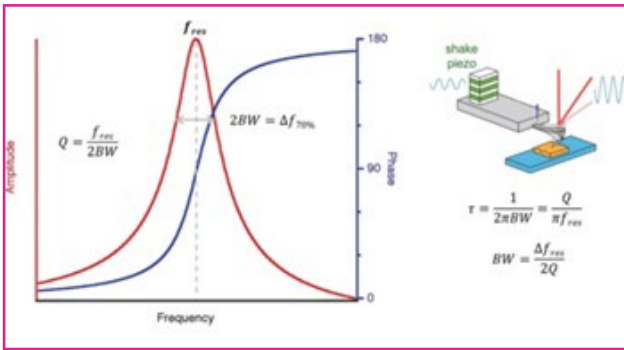
برای اندازه‌گیری‌های نانومکانیکی، استفاده از پروب‌هایی با شعاع نوک سوزن بزرگ‌تر می‌تواند راهبردی مؤثر باشد، هر چند وضوح جانبی کاهش می‌یابد. اندازه‌گیری‌های مدول کمی نیازمند سوزن‌هایی با ابعاد و هندسه کاملاً تعریف شده است، دستیابی به چنین ویژگی‌هایی با سوزن‌های استاندارد AFM به‌طور معمول چالش‌برانگیز است. بنابراین، پروب‌هایی با اندازه‌های بزرگ‌تر و هندسه کاملاً تعریف شده، مانند پروب‌های گرد با شعاع تضمین‌شده ۲۰ تا ۳۰ نانومتر که با

علاوه‌بر منحنی‌های نیرو، روش‌های نوین نقشه‌برداری نانومکانیکی مبتنی بر حالت ضربه‌زنی، به‌عنوان مثال نقشه‌برداری ویسکوالاستیک، توسعه یافته‌اند [۶ تا ۱۰]. این روش‌ها امکان اندازه‌گیری هم‌زمان خواص ویسکوالاستیک را در جریان تصویربرداری توپوگرافی فراهم می‌سازند و در مقایسه با حالت‌های ضربه‌زنی یا تماسی متداول، با سرعت بسیار بالاتری عمل کرده و زمان جمع‌آوری داده‌ها را به‌طور چشمگیری کاهش می‌دهند. این روش‌ها برای نمونه‌های با سختی متوسط تا زیاد، مانند پلیمرها، کامپوزیت‌ها و فلزات با پروب‌هایی در محدوده ۲ N/m تا ۴۰ توصیه می‌شوند. با این حال، باید توجه داشت که سختی تیرک تنها بخشی از موضوع است. برای ارزیابی مناسب بودن یک پروب در تصویربرداری یا اندازه‌گیری نیرو، فشار تماسی نیز باید در نظر گرفته شود. این عامل نه‌تنها به سختی تیرک، بلکه به سطح تماس میان سوزن و نمونه وابسته است که به نوبه خود به شعاع نوک سوزن ارتباطی مستقیم دارد.

◆ شعاع نوک

◆ در تصویربرداری

شعاع سوزن (یا میزان تیزی آن) دومین عامل کلیدی در انتخاب یک پروب AFM به شمار می‌رود. هرچه سوزن تیزتر باشد، توانایی دستیابی به وضوح جانبی بالاتر افزایش می‌یابد و حتی می‌توان جزئیاتی در مقیاس عیوب اتمی را آشکار ساخت. بیشتر سوزن‌های سیلیکونی به‌طور اسمی دارای شعاعی کمتر از ۱۰ نانومتر هستند. این مقدار به‌عنوان استاندارد پذیرفته شده و در بسیاری از کاربردها، به‌ویژه برای تصویربرداری با وضوح بالا، عملکرد رضایت‌بخشی دارد. سوزن‌های فوق‌تیز با شعاع نوک تضمین شده ۲ nm نیز به‌صورت تجاری در دسترس هستند. این سوزن‌ها می‌توانند در تصویربرداری با وضوح بسیار بالا از برخی نمونه‌ها بسیار سودمند باشند، اما به‌طور معمول قیمت بالایی دارند و برای حفظ نوک، نیازمند تجربه و روش دقیق در کار با AFM هستند. در حالی که سوزن‌های تیز (کوچک‌تر از ابعاد ویژگی‌های مورد تصویربرداری) برای ثبت دقیق توپوگرافی ضروری‌اند، در مورد مواد نرم ممکن است استفاده از پروب‌های با نوک کندتر ترجیح داده شود تا فشار تماسی کاهش یافته و آسیب سطحی به حداقل برسد. شکل (۵) نمایی از تأثیر تیزی نوک بر وضوح جانبی را برای سه نوع ساختار نمونه رایج نشان می‌دهد.



شکل ۶: سمت چپ، نمودار دامنه و فاز تیرک در حالت رزونانس به عنوان تابعی از فرکانس نمایش داده شده است. سمت راست، روابط ریاضی بین ضریب کیفیت (Q)، زمان پاسخ (τ) و پهنای باند (BW) نشان داده شده است [۹].

بیشتر پروب‌های حالت ضربه‌زنی را می‌توان در یکی از سه دسته قرار داد: ضربه‌زنی نرم (حدود ۷۰ کیلوهرتز)، ضربه‌زنی به نسبت سخت (۱۵۰ کیلوهرتز) و ضربه‌زنی سخت (۳۰۰ کیلوهرتز). تقریباً همه تولیدکنندگان پروب‌هایی در این دسته‌ها ارائه می‌دهند، هر چند هندسه نوک سوزن ممکن است متفاوت باشد تا ویژگی‌های هر دسته مانند وضوح تصویربرداری، سرعت اسکن و حساسیت به نمونه تغییر کند. به‌طور کلی، هر دسته برای محدوده مشخصی از نمونه‌ها و شرایط تصویربرداری یا اندازه‌گیری نانومکانیکی مناسب است: پروب‌های نرم برای نمونه‌های حساس یا نرم، پروب‌های متوسط برای نمونه‌های معمولی و پروب‌های سخت برای اسکن سریع یا نمونه‌های سفت و مقاوم. تیرک‌هایی با فرکانس رزونانس حدود ۷۰ کیلوهرتز (حدود ۲ نیوتن بر متر) به‌طور معمول برای ضربه‌زنی نرم، مدولاسیون نیرو و حالت تماسی در هوا استفاده می‌شوند. این پروب‌ها نه تنها برای کاربردهای عمومی عالی هستند، بلکه پایه‌ای برای پروب‌های تخصصی با پوشش‌های فعال به‌منظور اندازه‌گیری خواص الکتریکی و مغناطیسی مبتنی بر حالت تماسی و ضربه‌زنی نیز فراهم می‌کنند.

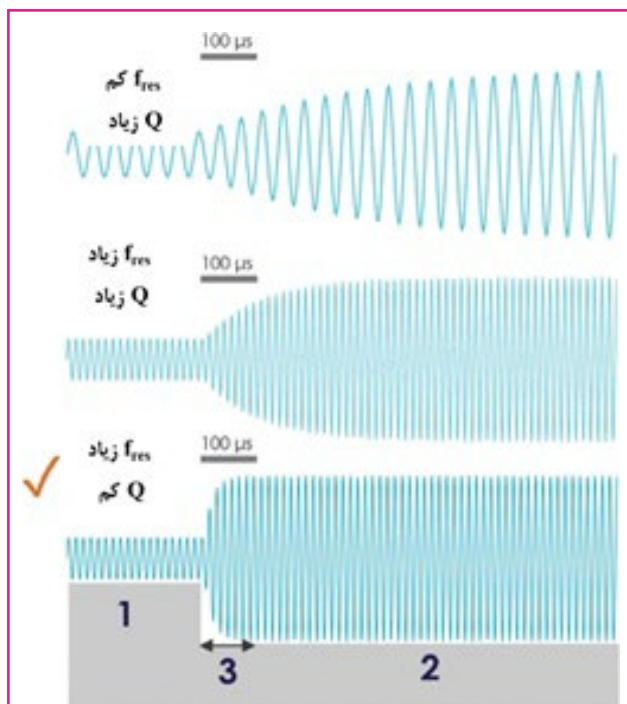
یک پروب ضربه‌زنی به نسبت سخت با فرکانس رزونانس حدود ۱۵۰ کیلوهرتز (ثابت فنر حدود ۱۰ نیوتن بر متر) برای اندازه‌گیری‌های نانومکانیکی ایده‌آل است [۶ تا ۱۰]. فرکانس رزونانس میانی این پروب باعث می‌شود حالت ویژه دوم تیرک (حالت خمش) کمی کمتر از ۱ مگاهرتز باشد که امکان تصویربرداری دقیق و هم‌زمان جمع‌آوری داده‌های نانومکانیکی را فراهم می‌کند. این پروب‌ها برای تصویربرداری فاز با کنتراست بالا از نمونه‌های پلیمری و لاستیکی بسیار مناسب هستند. تیرک‌هایی با فرکانس رزونانس حدود ۳۰۰ کیلوهرتز نقش نیروی محرکه دنیای AFM را ایفا می‌کنند. این پروب‌ها، رایج‌ترین نمونه‌های مورد استفاده در حالت ضربه‌زنی در هوا هستند و برای نرخ‌های خطی اسکن معمولی ۱ تا ۲ هرتز

روش رسوب‌گذاری پرتو الکترونی ساخته می‌شوند، می‌توانند نتایج کمی و تکرارپذیری ارائه دهند. در زمینه زیست‌شناسی، محققان از این حد فراتر رفته و برای اندازه‌گیری سختی سلول‌ها و هیدروژل‌ها، از پروب‌های کلئیدی با شعاع‌های میکرونی استفاده می‌کنند. در این حالت، با کاهش نیرو و افزایش شعاع نوک سوزن، وضوح جانبی کاهش می‌یابد، اما در عوض اطلاعات کمی ارزشمندی درباره انواع برهم‌کنش‌های بین سوزن و نمونه فراهم می‌شود. به‌عنوان مثال، یک سوزن با شعاع ۱۰ نانومتر می‌تواند فشارهایی در حدود گیگاپاسکال ایجاد کند، در حالی که نوکی با شعاع ۱ میکرومتر این فشار را به محدوده مگاپاسکال کاهش می‌دهد. بنابراین، انتخاب مناسب سختی تیرک و شعاع نوک سوزن برای دستیابی به تعادل بین وضوح و داده‌های کمی ضروری است.

◆ فرکانس رزونانس و ضریب کیفیت

حالت ضربه‌زنی یا غیرتماسی، رایج‌ترین روش تصویربرداری AFM است که امروزه مورد استفاده قرار می‌گیرد. در این حالت، سوزن با نمونه تماس مستقیم ندارد، بنابراین تصویربرداری با وضوح بالا و سرعت اسکن سریع ممکن می‌شود. این حالت زمینه را برای روش‌های پیشرفته مبتنی بر رزونانس فراهم می‌کند؛ به‌عنوان مثال، میکروسکوپ نیروی الکترواستاتیک، میکروسکوپ نیروی مغناطیسی و میکروسکوپ نیروی پروب کلوین. در واقع، فرکانس رزونانس تیرک و ضریب کیفیت آن تعیین می‌کنند که چگونه تیرک در حالت ضربه‌زنی یا نوسان به نیروهای نمونه پاسخ می‌دهد و چه حساسیتی دارد. این عوامل با ثابت فنر تیرک و جرم آن مرتبط هستند و بر عملکرد تصویربرداری و اندازه‌گیری نیرو تأثیر مستقیم دارند. دو عامل کلیدی که هنگام انتخاب پروب AFM برای حالت ضربه‌زنی باید در نظر گرفته شوند، فرکانس رزونانس و ضریب کیفیت هستند (شکل ۶). این عوامل زمان پاسخ تیرک و در نتیجه، پهنای باند تصویربرداری را تعیین می‌کنند، که به سرعت اسکن نمونه و توانایی ردیابی دقیق توپوگرافی مرتبط است. برای پروب‌های ضربه‌زنی معمولی در هوا، مقادیر ضریب کیفیت (Q) به‌طور معمول در محدوده به نسبت کوچک ۲۰۰ تا ۶۰۰ قرار دارند. در مقابل، فرکانس‌های رزونانس می‌توانند بیش از یک مرتبه بزرگی تغییر کنند و از ۷۰ کیلوهرتز تا ۲/۵ مگاهرتز متغیر باشند. تیرک‌هایی با فرکانس‌های بالاتر و ضریب (Q) پایین‌تر دارای پهنای باند مکانیکی وسیع‌تر و زمان پاسخ کوتاه‌تر هستند، که امکان اسکن سریع‌تر و ردیابی دقیق‌تر توپوگرافی را نسبت به نرخ‌های اسکن معمولی فراهم می‌کنند. با توجه به اینکه بیشتر تولیدکنندگان، مقادیر (Q) را مشخص نمی‌کنند، فرکانس رزونانس تیرک می‌تواند به‌عنوان نماینده‌ای برای پهنای باند مکانیکی مورد استفاده قرار گیرد.

۴۰ KHz) و ضریب کیفیت (Q) آن به صورت تقریبی ۴۰ برابر کاهش می‌یابد. این کاهش موجب می‌شود که زمان پاسخ تیرک حدود ۱۴ برابر سریع‌تر شود (شکل (۷)). چنین ویژگی‌ای امکان بررسی مستقیم بسیاری از فرآیندهای دینامیکی حیاتی، مانند انحلال، مونتاژ، رشد و تغییر شکل ساختاری در محیط آبی، با استفاده از AFM سرعت بالا فراهم می‌کند.



شکل (۷): زمان پاسخ پروب‌ها برای نسبت‌های مختلف فرکانس رزونانس به ضریب کیفیت (f_{res}/Q). تصویربرداری در سیال با فرکانس رزونانس بالا (و ضریب (Q) پایین، سریع‌ترین زمان پاسخ را فراهم می‌کند [۹].

عملکرد بسیار خوبی دارند.

AFM‌های با سرعت اسکن بالا با نرخ‌های خطی ۱۰ تا ۲۰ هرتز، به‌طور قابل توجهی سریع‌تر از AFM‌های مرسوم عمل می‌کنند. این نرخ حتی تا ۲۰ تا ۶۰ هرتز افزایش یافته است، نقطه عطفی که با دستگاه میکروسکوپ نیروی اتمی سایفر^۸ در سال ۲۰۰۸ محقق شد. چنین سرعت بالایی در اسکن هوا با استفاده از تیرک‌های کوچک‌تر (طول ۴۰ تا ۵۰ میکرومتر) امکان‌پذیر می‌شود که فرکانس‌های رزونانس ۱/۵ تا ۲/۵ مگاهرتز ایجاد می‌کنند. AFM‌های با سرعت بالا برای تهیه فیلم و ضبط ویدیو به جای تصاویر منفرد طراحی شده‌اند. به‌عنوان مثال، با استفاده از میکروسکوپ نیروی اتمی سریع سایفر^۹، می‌توان ۱۲۵۰ خط را اسکن کرده و تا ۴۵ فریم در ثانیه به‌دست آورد. تیرک‌های این مدل بسیار کوچک هستند (طول حدود ۱۰ میکرومتر) تا فرکانس‌های رزونانس بالا (۱ تا ۲ مگاهرتز در هوا) ایجاد کنند، در حالی که ثابت فنر پایین (حدود ۰/۱ N/m) حفظ می‌شود. چنین پروب‌هایی برای ثبت دینامیک زیستی مولکولی در زمان واقعی و تصویربرداری در محیط‌های مایع بسیار مناسب هستند.

همچنین کار در محیط مایع (آب) این مزیت را دارد که پهنای باند تصویربرداری افزایش می‌یابد و دستیابی به سرعت‌های بالا را ممکن می‌سازد. اگرچه فرکانس رزونانس تیرک در مایع کاهش می‌یابد، ضریب کیفیت (Q) آن به‌طور قابل توجهی کاهش پیدا می‌کند. به‌عنوان مثال، فرکانس رزونانس تیرکی که در هوا حدود ۱/۵ MHz است، در آب به‌طور تقریبی به یک سوم کاهش می‌یابد (حدود

پی‌نوشت

1. Atomic Force Microscopy (AFM)
2. Scanning tunneling microscope (STM)
3. Tip
4. Cantilever
5. Contact Mode
6. Tapping Mode
7. Optical Beam Detection (OBD)
8. Cypher AFM
9. Cypher Video Rate Scanning (VRS)

نتیجه‌گیری

انتخاب پروب، کلید بهره‌برداری کامل از توانمندی‌های AFM است. برای هر نمونه و حالت تصویربرداری مشخص، می‌توان پروب مناسب را براساس چند معیار ساده انتخاب کرد. در این مقاله، اصول پایه پروب‌های AFM، ویژگی‌های آنها و راهنمایی‌های لازم برای انتخاب پروب براساس چهار عامل کلیدی ثابت فنر تیرک (k)، شعاع سوزن (r)، فرکانس رزونانس تیرک (f) و ضریب کیفیت (Q) مورد بررسی قرار گرفت. امید است این دستورالعمل‌ها ابزارهای مفیدی برای کاربران AFM در تمامی سطوح فراهم کرده و انتخاب منطقی‌ترین پروب برای آزمایش‌های مختلف را تسهیل کند.

- [1] G Binnig et al., Phys Rev Lett 56 (1986) <https://doi.org/10.1103/PhysRevLett.56.930>.
- [2] G Binnig et al., Phys Rev Lett 49 (1982) <https://doi.org/10.1103/PhysRevLett.49.57>.
- [3] Q Zhong et al., Surf Sci Lett 290 (1993) [https://doi.org/10.1016/0167-2584\(93\)90906-Y](https://doi.org/10.1016/0167-2584(93)90906-Y).
- [4] SN Magonov et al., Surf Sci 375 (1997) [https://doi.org/10.1016/S0039-6028\(96\)01591-9](https://doi.org/10.1016/S0039-6028(96)01591-9).
- [5] H-U Krotil, SurfInterfaceAnal 27 (1999) [https://doi.org/10.1002/\(SICI\)1096-9918\(199905/06\)27:5/6%3C336::AID-SIA512%3E3.0.CO;2-0](https://doi.org/10.1002/(SICI)1096-9918(199905/06)27:5/6%3C336::AID-SIA512%3E3.0.CO;2-0).
- [6] M Kocun et al., Rev Sci Instrum 86 (2015) <https://doi.org/10.1063/1.4928105>.
- [7] H-J Butt and M Jaschke, Nanotechnol 6 (1995) <https://doi.org/10.1088/0957-4484/6/1/001>.
- [8] R Proksch, Appl Phys Lett 89 (2006) <https://doi.org/10.1063/1.2345593>.
- [9] R Garcia and R Proksch, Eur Polym J 49 (2013) <https://doi.org/10.1016/j.eurpolymj.2013.03.037>.
- [10] M Kocun et al., ACS Nano 11 (2017) <https://doi.org/10.1021/acsnano.7b04530>.

نویسندگان

فریده باتقوا^{۱*}، حمید حیدری^۲۱. کارشناس آزمایشگاه تحقیقاتی اکسیر تجهیز آزما
۲. عضو کارگروه آنالیز حرارتی شبکه آزمایشگاهی کشور

*exirtajhizazma@gmail.com

تاریخ دریافت: ۱۴۰۴/۰۵/۲۱

تاریخ پذیرش: ۱۴۰۴/۰۶/۰۳

تأثیر جنس بوتۀ بر
اندازه‌گیری‌های آنالیز حرارتی
گرماسنجی روبشی تفاضلی

واژه‌های کلیدی

کالریمتری، گرماسنج روبشی تفاضلی، آنالیز
حرارتی، بوتۀ آلومینیومی.

چکیده

روش‌های آنالیز حرارتی به‌طور گسترده برای بررسی کیفی و کمی اثر حرارت بر مواد مختلف از جمله ترکیبات شیمیایی، پلیمرها (لاستیک، پلاستیک و کامپوزیت)، سرامیک‌ها، آلیاژها، مواد معدنی، غذا و دارو به‌کار گرفته می‌شوند. در میان این روش‌ها، گرماسنجی پویشی تفاضلی^۱ یکی از پرکاربردترین‌ها به‌شمار می‌رود. اساس این روش بر اندازه‌گیری واکنش‌های شیمیایی ناشی از تغییرات دما استوار است. در DSC، جریان حرارت آزاد شده در طول فرآیندهای شیمیایی بر حسب تغییرات دما در زمان مشخص ثبت می‌شود. عوامل متعددی همچون نوع نمونه، جنس بوتۀ، شیب دمایی و نوع اتمسفر بر دقت و کیفیت نتایج تأثیرگذار هستند. در این پژوهش، اثر جنس بوتۀ بر کیفیت نتایج در شرایط آزمایشی یکسان بررسی شده است.

مقدمه

آنالیز حرارتی از مهم‌ترین ابزارهای مطالعه رفتار مواد در برابر تغییرات دما به‌شمار می‌رود و اطلاعات ارزشمندی در زمینه خواص فیزیکی و شیمیایی آن‌ها فراهم می‌سازد. در میان روش‌های مختلف آنالیز حرارتی، گرماسنجی روبشی تفاضلی جایگاه ویژه‌ای دارد، زیرا امکان بررسی دقیق فرآیندهایی همچون انتقال‌های فازی، واکنش‌های شیمیایی و پایداری حرارتی را فراهم می‌کند. با وجود دقت بالای این روش، عوامل متعددی بر کیفیت و صحت نتایج تأثیرگذار هستند که یکی از مهم‌ترین آن‌ها انتخاب بوتۀ^۲ مناسب است. بوتۀ نه تنها محفظه‌ای برای نگهداری نمونه محسوب نمی‌شود، بلکه به‌عنوان عنصری کلیدی در انتقال حرارت و ثبت دقیق تغییرات نقش دارد [۱]. بنابراین، انتخاب صحیح بوتۀ می‌تواند تفاوتی اساسی میان داده‌های قابل اعتماد و نتایج همراه با خطا ایجاد کند. در این مقاله، با مرور مطالعات پیشین و تکیه بر شواهد علمی، راهکارهایی برای انتخاب بهینه بوتۀ ارائه می‌شود تا امکان تحلیل دقیق‌تر رفتار حرارتی مواد فراهم شود.

● اهمیت انتخاب بوتۀ

انتخاب بوتۀ مناسب در آنالیزهای حرارتی از اهمیت ویژه‌ای برخوردار است، زیرا ویژگی‌های فیزیکی و شیمیایی بوتۀ به‌طور مستقیم بر دقت، صحت و تکرارپذیری نتایج اثر می‌گذارد. در واقع، هر یک از عوامل بوتۀ می‌تواند موجب تغییر در وضوح پیک‌ها، حساسیت دستگاه و حتی صحت تفسیر داده‌ها شود که در ذیل به آنها اشاره شده است:

- انتقال حرارت: هدایت حرارتی بوتۀ (λ) توانایی دستگاه در شناسایی تغییرات کوچک آنتالپی را تعیین می‌کند.
- ثابت زمانی^۳: بوتۀ‌هایی با ثابت زمانی کوتاه، مانند آلومینیوم، پیک‌های باریک‌تری ایجاد کرده و تفکیک‌پذیری بالاتری فراهم می‌کنند.
- تعامل شیمیایی: برخی مواد، مانند مس یا طلا، ممکن است با نمونه واکنش دهند و منجر به نتایج غیرقابل اعتماد شوند.

۱. بوت آلومینیومی ($\lambda = 237 \text{ W(m}\cdot\text{K)}$)

- **مزایا:** دارای هزینه پایین، هدایت حرارتی بالا، مناسب برای بیشتر پلیمرها و داروها؛
- **معایب:** محدودیت دمایی (بیشینه مقدار، ۶۱۰ درجه سانتی گراد)؛
- **کاربرد:** ایده آل برای بررسی تغییرات فاز در داروها و پلیمرها.

۲. بوت طلا ($\lambda = 317 \text{ W/(m}\cdot\text{K)}$)

- **مزایا:** از نظر شیمیایی بی اثر و مناسب برای نمونه های حساس [۲]؛
- **معایب:** هزینه بالا، ثابت زمانی طولانی تر؛
- **کاربرد:** مناسب برای آنالیز مواد با حساسیت بالا نسبت به کاتالیزورهای فلزی.

۳. بوت پلاتین ($\lambda = 71/6 \text{ W/(m}\cdot\text{K)}$)

- **مزایا:** مقاومت حرارتی بالا (بیش از ۶۴۰ درجه سانتی گراد)؛
- **معایب:** احتمال تشکیل آلیاژ با برخی نمونه ها؛
- **کاربرد:** مناسب برای آنالیز مواد در دماهای بسیار بالا.

○ نوآوری در طراحی بوت

- بوت های مقعر^۴: طراحی ویژه این بوت ها با ایجاد تماس حلقوی بهینه با حسگر، انتقال حرارت یکنواخت تری فراهم می کند و موجب افزایش دقت و تکرارپذیری نتایج می شود. این طراحی به ویژه در آنالیز نمونه های حساس یا تغییرات فازی جزئی، امکان تشخیص دقیق تر پیک ها و تفکیک بهتر فرآیندهای حرارتی را فراهم می آورد. علاوه بر این، تقعر بوت باعث کاهش نقاط سرد و داغ محلی می شود و اثرات گرادیان حرارتی را به حداقل می رساند.

- بوت های با حجم کم (۲۰ میکرولیتر): کاهش جرم بوت موجب افزایش حساسیت نسبت به تغییرات کوچک انرژی می شود و امکان شناسایی دقیق تر انتقالات فازی جزئی و واکنش های حرارتی کم انرژی را فراهم می کند. این ویژگی به ویژه در مطالعات مواد گران قیمت یا نمونه های با حجم محدود اهمیت دارد، زیرا هم مصرف نمونه را کاهش می دهد و هم کیفیت داده های حرارتی را بهبود می بخشد. نمایی از بوت مقعر روی یک حسگر کرونا در شکل (۱) مشاهده می شود. ترکیب این نوآوری ها در طراحی بوت ها، عملکرد DSC را به شکل قابل توجهی بهبود می بخشد. استفاده از بوت های مقعر و با حجم کم، هم زمان حساسیت، تکرارپذیری و وضوح پیک ها را افزایش می دهد و امکان بررسی دقیق رفتار حرارتی

جدول (۱) مقادیر رسانایی گرمایی (λ)، نفوذپذیری گرمایی و ظرفیت گرمایی ویژه (C_p) چند ماده پر کاربرد شامل آلومینیوم، پلاتین، آلومینا (Al_2O_3)، مس، نقره و طلا را نشان می دهد. مقایسه این داده ها اهمیت انتخاب جنس بوت را آشکار می سازد؛ به عنوان مثال، آلومینیوم، مس و نقره به دلیل رسانایی گرمایی بسیار بالا، انتقال حرارت سریع و یکنواخت تری ایجاد می کنند، در حالی که آلومینا با رسانایی پایین تر اما پایداری حرارتی بالاتر برای شرایط دمایی شدید مناسب تر است. همچنین، ظرفیت گرمایی ویژه و نفوذپذیری گرمایی هر ماده در تعیین سرعت پاسخ حرارتی و دقت نتایج آزمایش نقش کلیدی دارد.

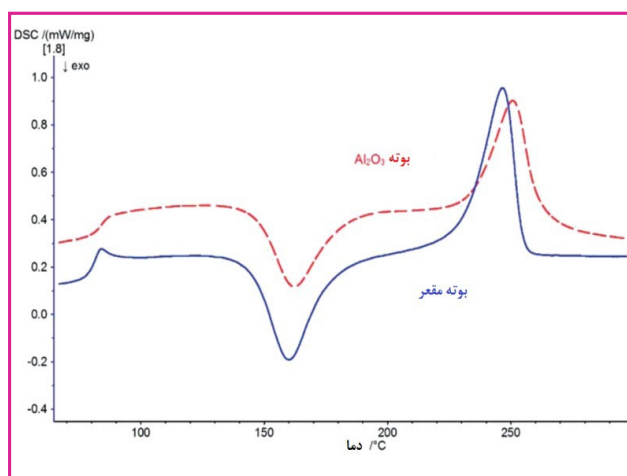
جدول (۱): داده های ترموفیزیکی برخی بوت های معمول در دمای اتاق [۱].

ماده	رسانایی گرمایی λ (W/(M.K))	نفوذپذیری گرمایی (mm ² /s)	ظرفیت گرمایی ویژه C_p (J/(gK))
آلومینیوم	۲۳۷ ^(۱)	۹۸/۸ ^(۳)	۰/۹ ^(۱)
پلاتین	۷۱/۶ ^(۱)	۲۵ ^(۳)	۰/۱۳ ^(۱)
آلومینا $\text{Al}_2\text{O}_3 (\alpha)$	۲۸ ^(۳)	۱۰/۲ ^(۳)	۰/۷۶ ^(۳)
مس	۴۰۴ ^(۱)	۱۱۷ ^(۳)	۰/۳۹ ^(۱)
نقره	۴۲۹ ^(۱)	۱۷۳ ^(۳)	۰/۲۳ ^(۱)
طلا	۳۱۷ ^(۱)	۱۲۷/۲ ^(۳)	۰/۱۳ ^(۱)

○ مقایسه عملکرد بوت های مختلف

انتخاب جنس بوت در آنالیز حرارتی نه تنها بر میزان انتقال حرارت و وضوح سیگنال ها اثر می گذارد، بلکه دامنه دمای کاری و پایداری شیمیایی را نیز تعیین می کند. هر ماده به کار رفته در ساخت بوت دارای ویژگی های خاصی است که می تواند در شرایطی مزیت و در شرایطی محدودیت ایجاد کند. به همین دلیل، شناخت مزایا، معایب و حوزه کاربرد هر نوع بوت برای انتخاب صحیح و دستیابی به نتایج دقیق ضروری است. در ادامه، ویژگی های سه جنس پر کاربرد بوت ها شامل آلومینیوم، طلا و پلاتین مقایسه شده اند:

منجر به پیک‌هایی با شدت بالاتر و پهنای باریک‌تر می‌شود. این موضوع بیانگر انتقال حرارت یکنواخت‌تر و حساسیت بالاتر بوت‌های آلومینیومی نسبت به تغییرات فازی است. در مقابل، بوت‌های آلومینیوم اکسید به دلیل هدایت حرارتی پایین‌تر، موجب کاهش وضوح پیک‌ها و پهن‌تر شدن آن‌ها می‌شوند که می‌تواند تفکیک پذیری حرارتی را محدود کند. بنابراین، در مطالعاتی که هدف اصلی، شناسایی دقیق دماهای انتقال و بررسی جزئیات رفتار حرارتی است، انتخاب بوت‌های آلومینیومی به‌ویژه در طراحی‌های مقعر، مزیت قابل توجهی نسبت به بوت‌های سرامیکی دارد.



شکل (۳): نمودار DSC مربوط به پلی‌اتیلن ترفتالات (PET) با جرم نمونه در بازه ۷/۴ تا ۸/۲ میلی‌گرم، در نرخ گرمایش ۲۰ کلوین بر دقیقه و در اتمسفر نیتروژن. در این نمودار، مرحله دوم و سوم گرمایش (از مجموع چهار مرحله) ارائه شده‌است [۲].

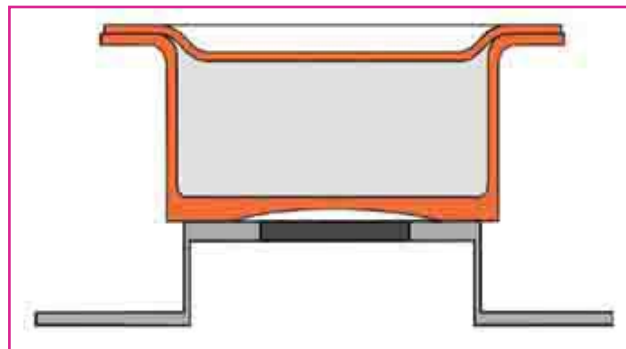
● راهکارهای عملی در انتخاب بوت

انتخاب بوت مناسب در آنالیز حرارتی، یک تصمیم فنی و کاربردی است که باید براساس ماهیت نمونه، شرایط آزمایش و هدف پژوهش اتخاذ شود. در واقع، نوع بوت می‌تواند تعیین‌کننده وضوح پیک‌ها، دقت در شناسایی تغییرات فازی و حتی قابلیت اطمینان داده‌ها باشد. توجه به عواملی نظیر دامنه دمایی، واکنش‌پذیری شیمیایی نمونه و حساسیت دستگاه نسبت به تغییرات انرژی، راهنمای اصلی در انتخاب صحیح بوت است. بر این اساس، توصیه‌های عملی زیر برای شرایط مختلف قابل ارائه هستند:

● **نمونه‌های معمولی:** بوت‌های آلومینیومی سبک با هدایت حرارتی بالا بهترین گزینه محسوب می‌شوند، زیرا علاوه بر هزینه پایین، امکان دستیابی به نتایج پایدار و قابل اعتماد را فراهم می‌کنند.

● **دمای بالا:** در آزمایش‌هایی که نیازمند دماهای بسیار زیاد هستند، بوت‌های پلاتینی یا آلومینیوم اکسید (Al_2O_3)

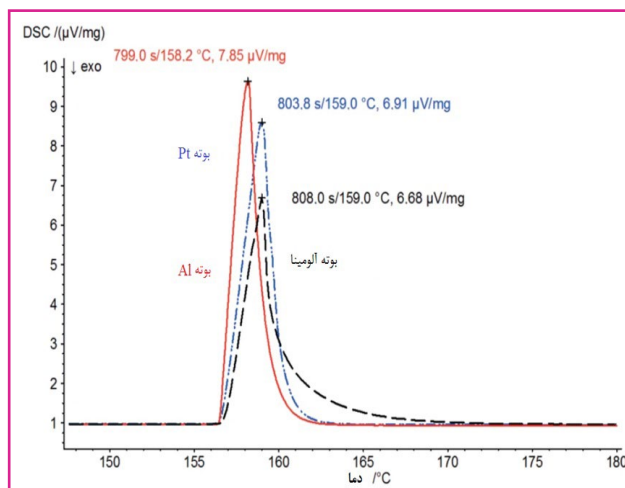
مواد را حتی در نمونه‌های کوچک و حساس فراهم می‌کند. به این ترتیب، انتخاب هوشمندانه طراحی بوت به یکی از عوامل کلیدی در دستیابی به داده‌های معتبر و قابل اعتماد در تحقیقات مدرن تبدیل شده‌است.



شکل (۱): نمایی از بوت مقعر روی یک حسگر کروم. تقعر بوت آلومینیومی در تصویر بزرگ‌نمایی شده‌است (در واقع، عمق آن تنها ۱۰ میکرومتر است) [۲].

● تأثیر بوت به بر نتایج واقعی

مطابق شکل (۲)، در مطالعه انجام شده روی ایندیم، استفاده از بوت آلومینیومی نسبت به بوت‌های آلومینیوم اکسید (Al_2O_3) و پلاتین، منجر به پیک‌های بلندتر و تفکیک‌پذیری بهتر شده است.



شکل (۲): نمودار DSC مربوط به نمونه ایندیم با جرم تقریبی ۷/۲ میلی‌گرم، در نرخ گرمایش ۱۰ کلوین بر دقیقه و در اتمسفر نیتروژن. در این نمودار، مرحله دوم گرمایش (از مجموع چهار مرحله) برای هر یک از بوت‌های آلومینیومی (Al)، آلومینا یا آلومینیوم اکسید (Al_2O_3) و پلاتینی (Pt) نمایش داده شده‌است [۲].

شکل (۳) نمودار مربوط به نمونه پلی‌اتیلن ترفتالات^۵ که در بوت‌های آلومینیومی (مقعر، منحنی آبی) و بوت‌های آلومینیوم اکسید (Al_2O_3 ، خط چین قرمز) ثبت شده‌است. نتایج DSC نشان می‌دهد که استفاده از بوت‌های آلومینیومی

• حداکثر تفکیک پیک: برای آزمایش‌هایی که نیازمند دقت بالا در تشخیص و تفکیک تغییرات فازی هستند، به‌ویژه در مواد حساس، بوتۀ‌های مقعر با طراحی ویژه بیشترین کارایی را دارند؛ زیرا تماس بهینه با حسگر و انتقال حرارتی یکنواخت‌تری را ایجاد می‌کنند.

مناسب‌ترند؛ زیرا پایداری حرارتی این مواد مانع از تخریب یا تغییر خواص بوتۀ در شرایط سخت می‌شود.

• نمونه‌های واکنش‌پذیر: در مواردی که نمونه دارای واکنش‌پذیری شیمیایی بالاست، استفاده از بوتۀ‌های طلا یا سرامیکی توصیه می‌شود. این مواد به دلیل بی‌اثر بودن شیمیایی، از ایجاد واکنش‌های ناخواسته بین بوتۀ و نمونه جلوگیری می‌کنند.

نتیجه‌گیری

انتخاب صحیح بوتۀ نقش تعیین‌کننده‌ای در کیفیت و دقت نتایج آنالیز حرارتی دارد و می‌تواند تفاوت میان یک آزمون معمولی و یک تحلیل دقیق و منحصر به فرد را رقم بزند. در نظر گرفتن عواملی همچون هدایت حرارتی، پایداری شیمیایی و طراحی فیزیکی بوتۀ، امکان دستیابی به داده‌هایی با وضوح بالاتر و تفسیر علمی معتبرتر را فراهم می‌کند. به‌ویژه در مطالعات حساس که شناسایی جزئیات تغییرات فازی یا بررسی دقیق واکنش‌های حرارتی مدنظر است، انتخاب بوتۀ مناسب می‌تواند کلید دستیابی به نتایج قابل اعتماد و تکرارپذیر باشد. این اصول در صنایع و حوزه‌های مختلف کاربردی هستند؛ از جمله در صنعت داروسازی برای بررسی تغییرات فاز داروها، در تحلیل پلیمرها و مواد پلیمری پیشرفته به‌منظور مطالعه رفتار حرارتی و فرآیندهای کریستالیزاسیون، و در مطالعات مواد پیشرفته و سرامیکی برای تعیین ویژگی‌های حرارتی و پایداری در دماهای بالا. به این ترتیب، انتخاب آگاهانه بوتۀ، نه تنها دقت آزمایش را افزایش می‌دهد، بلکه به بهبود فرآیندهای تحقیق و توسعه و ارتقای کیفیت محصولات صنعتی نیز کمک می‌کند.

پی‌نوشت

1. Differential Scanning Colorimetry (DSC)
2. Crucible
3. Time Constant
4. Concavus
5. Polyethylene Terephthalate (PET)

مراجع

- [1] Gygax, R., 1988, Thermische Prozess-Sicherheit, ISCRE 10.
- [2] Graham S Arthur and Craig Williams Syngenta, 2004, Huddersfield Manufacturing Centre, PO Box A38 Leeds Road, Huddersfield, HD2 1FF



واژه‌های کلیدی

ابرجاذب، الکترونیسی بدون نازل، مورفولوژی، FT-NIR.

نویسندگان

سمانه تقوائی نیا^{۱*}

۱. دانشکده علوم پایه، دانشگاه بین‌المللی امام خمینی (ره) قزوین

*samaneh@edu.ikiu.ac.ir

تاریخ دریافت: ۱۴۰۴/۰۶/۰۴

تاریخ پذیرش: ۱۴۰۴/۰۶/۰۹

کاربرد طیف‌سنجی نزدیک مادون قرمز تبدیل فوری در تعیین عدد هیدروکسیل پلی‌ال‌ها

چکیده

اندازه‌گیری عدد هیدروکسیل^۱ پلی‌ال‌ها^۲ به‌ویژه در سنتز پلی‌یورتان‌ها^۳، روان‌کننده‌ها و سورفکتانت‌ها اهمیت دارد. عدد هیدروکسیل به‌عنوان تعداد میلی‌گرم KOH معادل گروه‌های هیدروکسیل موجود در یک گرم از نمونه تعریف شده و بر حسب میلی‌گرم KOH/g بیان می‌شود. به‌طور معمول، روش‌های تیتراسیون سنتی در شرایط استاندارد قابل اعتماد و تکرارپذیر هستند، اما به حجم نمونه به نسبت زیاد و معرف‌های خطرناکی نیاز دارند که برخی از آنها محرک، بسیار سمی و یا خورنده هستند. علاوه‌بر این، این روش‌ها به‌طور عمومی زمان‌بر، پرهزینه، وابسته به مهارت تحلیلگر و به دلیل وجود ناخالصی‌هایی از جمله اسیدها، بازها یا آب در نمونه، مستعد خطا هستند. در مقایسه با دیگر روش‌های اندازه‌گیری عدد هیدروکسیل، از جمله روش تیتراسیون سنتی و تیتراسیون پتانسیومتری، طیف‌سنجی نزدیک مادون قرمز تبدیل فوری^۴ به‌عنوان یک روش ساده، دقیق، سریع، ایمن و مطابق با اصول شیمی سبز^۵ مورد توجه قرار گرفته است. محاسبه عدد هیدروکسیل در این روش از طریق بررسی ناحیه مربوط به پیک O-H (گروه عاملی هیدروکسیل) در طیف به‌دست آمده از نمونه انجام می‌گیرد.

مقدمه

طیف‌سنجی نزدیک مادون قرمز تبدیل فوری (FT-NIR) روشی سریع و غیرمخرب برای تعیین عدد هیدروکسیل در پلی‌ال‌ها ارائه می‌دهد. در این روش، تجزیه و تحلیل در عرض چند دقیقه روی کل نمونه و بدون نیاز به آماده‌سازی یا اصلاح نمونه انجام می‌شود. طیف‌سنجی FT-NIR ابزاری ارزشمند برای تجزیه و تحلیل کمی طیف وسیعی از ترکیبات شیمیایی به شمار می‌رود. این روش، در مقایسه با تعدادی از روش‌های شیمی‌سنجی، سریع، دقیق و غیرمخرب بوده و برای تعیین خواص فیزیکی و شیمیایی بسیار کاربردی است. از دیگر روش‌های تعیین عدد هیدروکسیل می‌توان به روش تیتراسیون سنتی، تیتراسیون پتانسیومتری و طیف‌سنجی رزونانس مغناطیسی هسته پروتون^۶ اشاره کرد [۱ تا ۵].

پلی‌ال‌ها (ماکروگلیکول‌ها) پلیمرهایی با زنجیره‌های بلند هستند که به‌طور معمول از واکنش اکسید آلکیل‌ها (به‌عنوان مثال، اتیلن‌اکسید یا پروپیلن‌اکسید) با یک آغازگر (به‌عنوان مثال، اتیلن‌گلیکول یا گلیسرین) در حضور کاتالیزور مناسب تولید می‌شوند. وزن مولکولی پلی‌ال‌ها به‌طور معمول در بازه ۴۰۰ تا ۷۰۰۰ دالتون قرار دارد [۶]. این ترکیبات مواد واکنش‌پذیری هستند که اغلب به صورت مایع وجود داشته و حداقل دو گروه عاملی الکلی متصل به یک مولکول واحد را در بر دارند. تعیین عدد هیدروکسیل در نمونه‌های پلی‌ال از نظر تحقیقات آزمایشگاهی و کاربردهای صنعتی اهمیت ویژه‌ای دارد.

یکی از مهم‌ترین کاربردهای این اندازه‌گیری در سنتز پلی‌یورتان‌ها است. از آنجا که تعداد اکی‌والان^۷ گروه‌های هیدروکسیل در پلی‌آل برای واکنش با ایزوسیانات‌ها^۸ در فرمولاسیون سنتز پلی‌یورتان‌ها اهمیت اساسی دارد؛ بنابراین، اندازه‌گیری کیفی و کمی هیدروکسیل‌های پلی‌آل به‌طور دقیق مورد ارزیابی قرار می‌گیرد [۲ و ۷].

از دیگر زمینه‌های کاربرد اندازه‌گیری عدد هیدروکسیل می‌توان به صنایع تولید روان‌کننده‌ها (لوبریکانت‌ها) اشاره کرد. میزان گروه‌های هیدروکسیل موجود در روان‌کننده‌ها، به‌طور مستقیم بر قطبیت، خاصیت ضدسایشی و حلالیت آن‌ها در آب و دیگر حلال‌ها اثر می‌گذارد. از این رو، در شرایط و کاربردهایی که آب‌گریز بودن روان‌کننده‌ها اهمیت دارد، تعیین عدد هیدروکسیل پلی‌آل‌ها یکی از روش‌های کلیدی و ضروری به‌شمار می‌رود [۸].

کاربرد نهایی مواد تولید شده با استفاده از پلی‌آل‌ها به وزن مولکولی پلی‌آل‌های مصرفی وابسته است. وزن مولکولی با تعداد گروه‌های انتهایی هیدروکسیل موجود در مقدار معینی از پلی‌آل رابطه‌ای معکوس دارد. به همین دلیل، عدد هیدروکسیل (تعداد گروه‌های انتهایی هیدروکسیل در هر گرم نمونه) به‌عنوان معیار متداول برای تعیین وزن مولکولی پلی‌آل‌ها به کار می‌رود. با این حال، روش‌های آزمایشگاهی مانند تیتراسیون گروه‌های انتهایی هیدروکسیل به نسبت زمان‌بر هستند. عدد هیدروکسیل پلی‌آل (HN) به‌صورت تئوری از رابطه (۱) محاسبه می‌شود [۹]:

$$HN = \frac{Mn \cdot fn}{56100} \quad \text{رابطه (۱)}$$

که در آن:

(M_n): وزن مولکولی پلی‌آل و (f_n) میزان عملکرد (تعداد عامل هیدروکسیلی موجود در پلی‌آل) است.

جدول (۱)، روش‌های استاندارد متداول برای اندازه‌گیری عدد هیدروکسیل پلی‌آل‌ها را معرفی می‌کند. بیشتر روش‌های سنتی در این زمینه زمان‌بر، پرهزینه، همراه با خطرات شیمیایی و نیازمند آزمایشگرانی با مهارت و تجربه بالا بوده‌اند. در مقابل، استفاده از طیف‌سنجی زیرقرمز نزدیک^۹ این محدودیت‌ها را نداشته و روشی کارآمدتر محسوب می‌شود.

جدول (۱): روش‌های استاندارد متداول به‌منظور تعیین عدد هیدروکسیل پلی‌آل‌ها.

عنوان روش	سازمان	استاندارد	مرجع
تعیین مقدار هیدروکسیل	AOCS	Cd 13-60	[۱۰]
آزمایش استاندارد برای مقدار هیدروکسیل روغن‌های چرب و اسیدها	ASTM	D4274-11	[۱۱]
آزمایش استاندارد برای گروه‌های هیدروکسیل با استفاده از استیلاسیون استیک‌انیدرید	ASTM	E222-10	[۱۲]
آزمایش استاندارد برای گروه‌های هیدروکسیل با استفاده از واکنش با پارا-تولون سولفونیل ایزوسیانات (TSI) و تیتراسیون پتانسیومتری با تترابوتیل آمونیوم‌هیدروکسید	ASTM	E1899-08	[۱۳]
تعیین مقدار هیدروکسیل - بخش ۲: روش با کاتالیزور	DIN	53240-2	[۱۴]
آزمایش استاندارد برای مواد اولیه پلی‌یورتان: تعیین عدد هیدروکسیل پلی‌آل‌ها با استفاده از طیف‌سنجی نزدیک مادون قرمز (NIR)	ASTM	D6342-12	[۱۵]

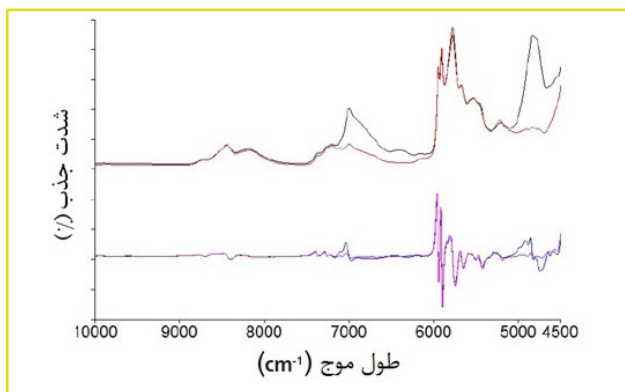
اصول استفاده از طیف‌سنجی نزدیک مادون قرمز تبدیل فوریه در تعیین عدد هیدروکسیل

آن مواجه می‌شویم، پوشش دهد. پس از آماده‌سازی نمونه‌های مرجع، توصیه می‌شود آنها به دو مجموعه تقسیم شوند: یک مجموعه برای کالیبراسیون و مجموعه دیگر برای اعتبارسنجی. مناسب بودن نمونه‌های مورد استفاده در مجموعه کالیبراسیون اهمیت ویژه‌ای دارد، زیرا این نمونه‌ها باید با محصول تولیدشده در محل تولید مطابقت نزدیکی داشته باشند. بین مجموعه‌های کالیبراسیونی که طیف وسیعی از اعداد هیدروکسیل را پوشش

یک روش متداول نزدیک مادون قرمز (NIR) برای تعیین عدد هیدروکسیل شامل جمع‌آوری اولیه مجموعه‌ای از نمونه‌های مرجع است این مجموعه باید هم محدوده مورد انتظار آنالیت و هم واریانس طیفی احتمالی را که در فرآیند کالیبراسیون با

و C-H را در بر می گیرد. پیک‌های کلیدی برای تعیین عدد هیدروکسیل عبارتند از:

- اولین اورتون O-H در محدوده 7150 cm^{-1} تا 6670 cm^{-1} (معادل 1399 تا 1499 نانومتر)؛
- پیک‌های ترکیبی O-H در محدوده 5260 cm^{-1} تا 4760 cm^{-1} (معادل 1900 تا 2100 نانومتر). این محدوده‌ها در شکل (۱) قابل مشاهده هستند [۱۸].



شکل (۱): طیف‌های جذبی (بالا) و طیف‌های مشتق اول (پایین) نمونه‌های با عدد هیدروکسیل بالا و پایین. بالا: عدد هیدروکسیل بالا (سیاه)، عدد هیدروکسیل پایین (قرمز)؛ پایین: عدد هیدروکسیل بالا (آبی)، عدد هیدروکسیل پایین (صورتی) [۱۸].

مزایای روش طیف‌سنجی نزدیک مادون قرمز تبدیل فوریه در تعیین عدد هیدروکسیل

یکی از روش‌های جایگزین برای تیتراسیون در اندازه‌گیری عدد هیدروکسیل نمونه‌ها، استفاده از طیف‌سنجی مادون قرمز^{۱۳} است. در این روش، تعیین عدد هیدروکسیل براساس منحنی‌های کالیبراسیون مربوط به جذب گروه O-H در ناحیه 9000 cm^{-1} تا 5000 cm^{-1} انجام می‌شود. جذب در این محدوده به نسبت ضعیف است و تعداد رزونانس‌ها کمتر از دیگر نواحی طیفی است. با این حال، امکان استفاده از طیف‌های فروسرخ میانی^{۱۴} نیز برای این منظور وجود دارد [۱۹]. نمونه‌برداری از NIR از جامدات و مایعات نیازی به آماده‌سازی خاص ندارد و می‌تواند با استفاده از محیط‌های نمونه‌برداری یکبار مصرف مانند ویال‌های شیشه‌ای انجام شود [۱۸]. جذب به نسبت ضعیف در محدوده NIR یک مزیت به شمار می‌رود؛ زیرا امکان بررسی نمونه‌های ضخیم‌تر را فراهم می‌کند. به‌عنوان یک روش ثانویه، قابلیت اطمینان این روش به منحنی کالیبراسیون وابسته است. با این حال، در صورتی که منحنی کالیبراسیون معتبر تهیه شود و کاربرد دستگاه به درستی استاندارد شود، روش NIR می‌تواند مقادیر هیدروکسیل را دقیق‌تر از روش‌های تیتراسیون تعیین کند؛ زیرا خطاهای ناشی از عوامل انسانی به کمترین مقدار می‌رسند [۲۰].

می‌دهند و دقت پیش‌بینی اعداد هیدروکسیل رابطه‌ای مستقیم وجود دارد. مشخص شده‌است که با استفاده از روش کالیبراسیون در محدوده محدودتری (حدود ۵۰ عدد هیدروکسیل)، می‌توان دقت پیش‌بینی را افزایش داد. روش حداقل مربعات جزئی^{۱۵} موجود در نرم‌افزار پرکین‌لم اسپکتروم کیوبیوای‌ان‌تی^{۱۱} از طیف‌های NIR ثبت‌شده برای استخراج مدل کالیبراسیون استفاده می‌کند.

سپس این معادله برای پیش‌بینی مقدار جزء موردنظر در نمونه‌های آینده با استفاده از طیف‌های NIR آنها به کار می‌رود. استفاده از طیف‌سنجی NIR به‌منظور تجزیه و تحلیل نمونه‌ها، دقت بیشتری نسبت به دیگر روش‌های اندازه‌گیری ارائه می‌دهد [۱۶]. بنابراین، تأکید بر این نکته اهمیت دارد که نتایج به‌دست‌آمده از روش مرجع در تنظیم کالیبراسیون برای موفقیت کاربرد NIR بسیار حیاتی است. این موضوع به‌ویژه در جمع‌آوری استانداردهای کالیبراسیون مناسب و تحلیل کالیبراسیون تعیین شده با تیتراسیون اهمیت پیدا می‌کند. این مرحله باید با هدف دستیابی به بیشترین دقت ممکن انجام شود. برای استخراج ماتریس کالیبراسیون بین طیف‌های نمونه‌های کالیبراسیون و مقادیر عدد هیدروکسیل مرجع آنها، از نرم‌افزار پرکین‌لم اسپکتروم کیوبیوای‌ان‌تی استفاده شد. مدل ریاضی حداقل مربعات جزئی یکی از روش‌های آماری محبوب است و می‌تواند در بهینه‌سازی داده‌های کالیبراسیون نقش مؤثری ایفا کند. یک مدل PLS قادر است حتی زمانی که ویژگی‌های طیفی همپوشانی دارند و چندین مؤلفه مؤثر در نمونه وجود دارد، با موفقیت رابطه غیریک‌نواخت بین غلظت مؤلفه‌ها و جذب طیفی را مدل‌سازی و مجموعه داده‌ها را کالبره کند. این روش همچنین امکان همبستگی آماری ویژگی‌های طیفی با دیگر روش‌های مرجع غیرطیفی، مانند تیتراسیون‌های شیمیایی مرطوب یا کروماتوگرافی را فراهم می‌آورد.

روش PLS قادر است سهم‌های طیفی مرتبط با مقدار هیدروکسیل را شناسایی کرده و نیاز به انتخاب طول موج‌های مشخص برای کالیبراسیون را برطرف کند. در مقابل، مدل کالیبراسیون خطی^{۱۲} تغییرات موجود در مجموعه داده‌ها را به‌طور کامل در نظر نمی‌گیرد، اما مدل PLS با بهره‌گیری از طیف‌های مشتق دوم، دقت بالاتری در پیش‌بینی عدد هیدروکسیل ارائه می‌دهد. این مدل آماری با انتخاب خودکار بهترین نواحی طیفی و حذف اثرات خط پایه، قادر است عدد هیدروکسیل را در طیف وسیعی از نمونه‌های پلی‌ال به‌طور دقیق تعیین کند [۱۷].

همان‌طور که پیش‌تر ذکر شد، ناحیه زیرقرمز نزدیک شامل پیک‌های همپوشانی متعددی است که حاوی پیک‌های اورتون و ترکیبی هستند و جذب‌های پیوندهای O-H، N-H

آزمایش قرار گرفت و در مجموع ۱۴ طیف برای کالبراسیون ثبت شد تا تغییرات جزئی درون دسته‌ای نیز لحاظ شود. مقادیر عدد هیدروکسیل تمام نمونه‌ها پیش‌تر با روش شیمی «مرطوب» (تیتراسیون) اندازه‌گیری و ثبت شده بود. ثبت طیف‌های زیر قرمز برای تمامی نمونه‌ها با استفاده از دستگاه طیفسنج FT-NIR مدل اسپکتروم تو ان^{۱۷} ساخت شرکت پرکین‌الم انجام شد.

از آنجایی که شیشه در ناحیه NIR به نسبت شفاف است، انتظار نمی‌رود که ویال‌ها تابش قابل توجهی را از دست بدهند یا نسبت سیگنال به نویز کاهش یابد. بنابراین، نمونه‌ها در ویال‌های شیشه‌ای یکبار مصرف با طول مسیر اسمی ۶ میلی‌متر در محدوده طیفی 10000 cm^{-1} تا 4500 cm^{-1} با استفاده از ۲۰ اسکن با وضوح 8 cm^{-1} ثبت شدند. همه طیف‌ها با پرتو باز دستگاه جانبی برای محاسبه طیف‌های جذبی به یکدیگر نسبت داده شدند. دمای نمونه عاملی مهم در تحلیل پلی‌آل‌ها است، زیرا طیف‌های NIR به دما حساس هستند. در مورد پلی‌پروپیلن گلیکول، گرم کردن ضروری نیست زیرا در دمای اتاق مایع است. با این حال، دما روی ۳۵ درجه سلسیوس تنظیم شد تا کنترل راحت دمای نمونه‌ها در دمایی بالاتر از دمای محیط فراهم شود. قبل از انجام هر اندازه‌گیری، به همه نمونه‌ها اجازه داده شد تا برای مدت حدود چهار دقیقه در دمای تعیین شده به تعادل برسند [۱۸].

نتایج و بحث

طیف‌های جذبی برای استانداردهای پلی‌آل و نمونه‌های مجهول ثبت شدند و دو نمونه که نمایانگر حدود عدد هیدروکسیل هستند، در شکل (۱) نشان داده شده‌اند. پیک‌های جذبی در محدوده‌های طیفی 7200 cm^{-1} تا 6670 cm^{-1} و 5300 cm^{-1} تا 4760 cm^{-1} (معادل 1389 cm^{-1} تا 1499 cm^{-1} و 1887 cm^{-1} تا 2100 cm^{-1}) به ترتیب مربوط به اولین اورتون O-H پلیمری و باندهای ترکیبی O-H هستند. تفاوت‌های مشاهده شده در نواحی جذب O-H بین استانداردهای با عدد هیدروکسیل پایین و بالا، حساسیت روش NIR و توانایی آن در تشخیص عدد هیدروکسیل نمونه‌های پلی‌آل را برجسته می‌کند [۱۸].

نرم‌افزار اسپکتروم کیووی‌ان‌تی قادر است عدد هیدروکسیل را براساس سهم طیفی گروه عاملی O-H مدل‌سازی کند. الگوریتم PLS بر کل طیف‌ها اعمال شد و از پیش‌پردازش مشتق اول برای حذف هرگونه انحراف خط پایه که ممکن است در طیف‌ها وجود داشته باشد، استفاده شد. نرم‌افزار به‌طور خودکار تعداد بهینه اجزای اصلی برای کالبراسیون را تعیین می‌کند. اعتبارسنجی متقاطع به

از سوی دیگر، روش NIR برخلاف تیتراسیون به حجم زیادی از نمونه نیاز ندارد و مشکلاتی مانند جابجایی نمونه و تصحیح دما نیز حذف می‌شوند [۱۶]. پس از کالبراسیون دستگاه طیفسنج NIR، عدد هیدروکسیل هر نمونه را می‌توان در مدت ۲ تا ۳ دقیقه تعیین کرد که نسبت به روش‌های شیمیایی مرطوب، پیشرفت چشمگیری محسوب می‌شود. این روش هزینه کمتری دارد، فرآیند تجزیه و تحلیل را تسریع می‌کند و پسماند شیمیایی تولید نمی‌کند. علاوه‌بر این، در طول آنالیز به نمونه آسیبی وارد نمی‌شود و امکان استفاده مجدد از آن وجود دارد؛ ویژگی‌ای که به‌ویژه در مورد نمونه‌های سنتزی ارزشمند با حجم محدود اهمیت فراوانی دارد. در مقابل، در روش سنتی تیتراسیون، تعداد گروه‌های هیدروکسیل موجود در پلی‌آل از طریق واکنش آن با اسید استیک و سپس تیتراسیون با پتاسیم هیدروکسید^{۱۵} تعیین می‌شود.

میلی گرم پتاسیم هیدروکسید مورد نیاز برای خنثی‌سازی یک گرم از محلول نمونه، عدد هیدروکسیل نامیده می‌شود. مطابق استاندارد ASTM D4274-11، روش تیتراسیون سنتی یک روش شیمی‌سنجی مرطوب پیچیده است که به زمان حداقل ۱ تا ۳ ساعت و مقادیر زیادی معرف شیمیایی نیاز دارد [۱۱]. در مقابل، تعیین مقدار هیدروکسیل مواد مختلف با روش طیفسنجی NIR براساس استاندارد ASTM D6342-12، انجام می‌شود. با استفاده از دستگاه‌های مدرن FT-NIR، مقادیر کمی از نمونه را می‌توان در کمتر از یک دقیقه مورد تجزیه و تحلیل قرار داد [۱۵ و ۱۷].

از دیگر کاربردهای NIR که مورد توجه تولیدکنندگان پلی‌آل قرار گرفته، مربوط به پلی‌آل‌های حاصل از پروپیلن اکسید و اتیلن اکسیدها است که منجر به تولید «پلی‌آل‌های مخلوط» می‌شوند. طیفسنجی NIR توانسته است عدد هیدروکسیل این پلی‌آل‌های مخلوط را با دقت تعیین کند و علاوه‌بر آن، مقدار گروه‌های هیدروکسیل نوع اول (متصل به یک واحد اتیلن روی پلی‌آل) و گروه‌های هیدروکسیل نوع دوم (روی یک واحد پروپیلن) را نیز مورد تجزیه و تحلیل قرار دهد. همچنین، میزان جانشینی متیل در اسکلت پلیمری با استفاده از نسبت جذب متیل (ناشی از بخش پروپیلن) به جذب متیلن (به دلیل هر دو بخش اتیلن و پروپیلن پلیمر) تعیین می‌شود [۱۷].

شرایط آزمایش

هفت نمونه استاندارد پلی‌پروپیلن گلیکول^{۱۶} نمونه‌ای پلیمری با فرمول تقریبی $0.8n + 0.8m$ (n واحد تکرار شونده) با مقادیر عدد هیدروکسیل مشخص به‌عنوان مجموعه کالبراسیون انتخاب شد. هر نمونه به‌صورت تکراری مورد

جدول (۳): نتایج پیش‌بینی نمونه‌های اعتبارسنجی برای مدل PLS در تعیین عدد هیدروکسیل پلی‌آل‌ها [۱۸].

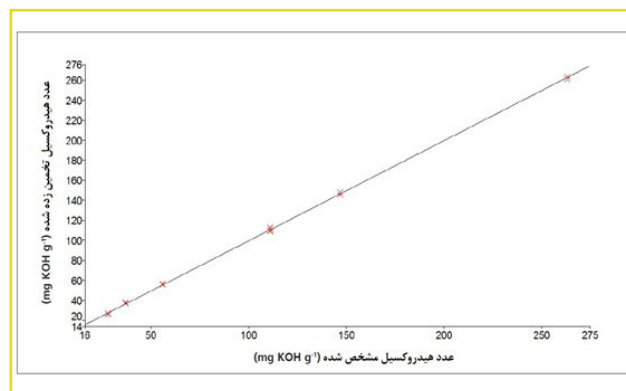
کد نمونه	عدد هیدروکسیل (mg KOH.g ⁻¹)
نمونه ۱	۱۱۰/۳۸۳۶
نمونه ۲	۱۱۲/۶۰۲۲
نمونه ۳	۱۱۰/۴۱۶۱
نمونه ۴	۱۰۹/۸۲۸۸
نمونه ۵	۱۰۹/۳۱۱۴
نمونه ۶	۱۱۰/۸۲۸۴
میانگین	۱۱۰/۶۱۱۸
انحراف استاندارد	۱/۲۳۹۹

پس از انجام کالیبراسیون، داده‌ها را می‌توان با استفاده از رابط نرم‌افزاری اسپکتروم تاج^{۱۹} پردازش نمود. این نرم‌افزار امکان ادغام مراحل یک آنالیز از جمله راه‌اندازی دستگاه، جمع‌آوری داده‌ها، تجزیه و تحلیل و گزارش‌دهی را در یک گردش کار شامل رویه‌های عملیاتی استاندارد^{۲۰} فراهم می‌کند. کار با این روش از طریق رابط کاربری ساده انجام می‌شود و می‌تواند توسط اپراتورهای معمولی با حداقل آموزش مورد استفاده قرار گیرد. تصاویر محیط نرم‌افزار هنگام اندازه‌گیری عدد هیدروکسیل در شکل (۳) ارائه شده‌است.



شکل (۳): تصاویری از محیط نرم‌افزار اسپکتروم تاج هنگام اندازه‌گیری عدد هیدروکسیل [۱۸].

این صورت انجام شد که نرم‌افزار یک نمونه را از مجموعه کالیبراسیون حذف کرده، کالیبراسیون را با نمونه‌های باقی‌مانده انجام می‌دهد و سپس پیش‌بینی عدد هیدروکسیل نمونه حذف شده را انجام می‌دهد. این فرآیند تا زمانی ادامه یافت که همه نمونه‌ها از مجموعه کالیبراسیون یک بار حذف شوند. نمودار اعتبارسنجی متقاطع که عدد هیدروکسیل تخمینی را در مقابل عدد هیدروکسیل تعیین شده نشان می‌دهد، در شکل (۲) ارائه شده‌است.



شکل (۲): نمودار اعتبارسنجی متقابل برای استانداردهای عدد هیدروکسیل [۱۸].

با نگاهی به نتایج جدول (۲)، مشاهده می‌شود که ۹۹/۹۸۶۸ درصد از داده‌ها را می‌توان با استفاده از سه عامل مدل‌سازی کرد که خطای استاندارد پیش‌بینی^{۱۸} آن برابر با ۱/۱۰۵ است.

جدول (۲): خلاصه نتایج رگرسیون برای مدل PLS در تعیین عدد هیدروکسیل پلی‌آل‌ها [۱۸].

ویژگی	عدد هیدروکسیل
تعداد عامل‌های اصلی	۳
واریانس (%)	۹۹/۹۸۶۸
انحراف استاندارد تخمینی (SEE)	۱/۰۲۴
خطای استاندارد پیش‌بینی (SEP)	۱/۱۰۵
اعتبارسنجی متقابل SEP	۱/۳۱۸
میانگین	۱۰۷/۶

کالیبراسیون روی مجموعه‌ای شامل شش نمونه از همان پلی‌آل (پلی‌پروپیلن گلیکول) با مقدار عدد هیدروکسیل گزارش شده ۱۱۱ mg KOH.g⁻¹ انجام شد. نتایج پیش‌بینی شده این کالیبراسیون در جدول (۳) ارائه شده‌است.

نتیجه‌گیری

تجزیه و تحلیل عدد هیدروکسیل در پلی‌آل‌ها با استفاده از طیف‌سنجی NIR امکان پذیر است و روش بسیار سریع‌تر و آسان‌تری نسبت به روش‌های سنتی برای تعیین عدد هیدروکسیل ارائه می‌دهد. از نتایج کالیبراسیون ارائه شده در این مطالعه مشخص شد که اعداد هیدروکسیل، حتی در محدوده وسیع طیفی، با دقت بالایی قابل پیش‌بینی هستند. بنابراین، طیف‌سنجی NIR به‌عنوان یک روش ارزشمند، دقیق، سریع و غیرمخرب برای تعیین عدد هیدروکسیل شناخته می‌شود. این روش به‌طور ویژه برای تجزیه و تحلیل گروه‌های انتهایی هیدروکسیل پلی‌آل‌ها مناسب است و امکان تعیین وزن مولکولی و تمایز نوع گروه انتهایی را فراهم می‌کند. علاوه بر این، روش NIR قابلیت توصیف اسکلت پلیمری پلی‌آل را نیز ارائه می‌دهد.

پی‌نوشت

1. Hydroxyl number (HN)
2. Polyols
3. Polyurethanes
4. Fourier transform near-infrared (FT-NIR)
5. Green chemistry
6. Proton nuclear magnetic resonance spectroscopy (1H-NMR)
7. Equivalent
8. Isocyanate
9. Near-Infrared (NIR)
10. Partial least squares (PLS)
11. PerkinElmer Spectrum™ QUANT
12. Single Band Linear (SBL)
13. Infrared (IR) spectroscopy
14. Mid-Infrared (Mid-IR)
15. Potassium Hydroxide (KOH)
16. Polypropylene glycol (PPG)
17. Spectrum Two N™
18. Standard Error of Prediction (SEP)
19. Spectrum Touch™
20. Standard Operating Procedures (SOP)

- [1] G.M.M. Sadeghi, J. Morshedian, M. Barikani, Determination of OH-number and functionality of polybutadiene-ol by FTIR and NMR spectroscopy, *Polymer Testing* 22 (2003) 165–168. [https://doi.org/10.1016/S0142-9418\(02\)00065-X](https://doi.org/10.1016/S0142-9418(02)00065-X).
- [2] S. Taghvaei Nia, M.M. Alavi Nikje, New application of ¹H NMR spectroscopy in determining the functionality and hydroxyl number of fatty amide diols, in: *Royal Society of Chemistry*, 2025: p. 23. <https://online.flippingbook.com/view/912813104/40>.
- [3] E1899 Standard Test Method for Hydroxyl Groups Using Reaction with p-Toluenesulfonyl Isocyanate (TSI) and Potentiometric Titration with Tetrabutylammonium Hydroxide, (n.d.). <https://www.astm.org/e1899-16.html>.
- [4] L.L. Jesus, L.M.S. Murakami, T. de S.D. Mello, M.F. Diniz, L.M. Silva, E. da C. Mattos, R. de C.L. Dutra, Evaluation of Techniques for Determination of Hydroxyl Value in Materials for Different Industrial Applications, *J. Aerosp. Technol. Manag.* 11 (2019) e2019. <https://doi.org/10.5028/jatm.v11.1027>.
- [5] L. Hartman, R. Lago, L. Azeredo, M. Azeredo, Determination of hydroxyl value in fats and oils using an acid catalyst, *Analyst* 112 (1987). <https://doi.org/10.1039/an9871200145>.
- [6] Near-infrared analysis of polyols, (n.d.). <https://www.metrohm.com/en/applications/application-notes/nahinfrarotspektroskopieannir/an-nir-006.html>.
- [7] G. Malucelli, A. Lorenzetti, Sustainability in polyurethanes: old hat or new strategy for future developments?, *Npj Materials Sustainability* 3 (2025) 20. <https://doi.org/10.1038/s44296-025-00064-w>.
- [8] R. Uppar, P. Dinesha, S. Kumar, A critical review on vegetable oil-based bio-lubricants: preparation, characterization, and challenges, *Environ Dev Sustain* 25 (2023) 9011–9046. <https://doi.org/10.1007/s10668-022-02669-w>.
- [9] S.T. Nia, M.M.A. Nikje, Novel bio-polyol synthesis based on date seed oil for low-density rigid polyurethane-polyisocyanurate foams, *Industrial Crops and Products* 223 (2025) 120152. <https://doi.org/10.1016/j.indcrop.2024.120152>.
- [10] Official Methods and Recommended Practices of the American Oil Chemists', (1997).
- [11] American Society for Testing and Materials Standard test methods for testing polyurethane raw materials: determination of hydroxyl numbers of polyols. ASTM D4274-11. ASTM, West Conshohocken, (2011).
- [12] American Society for Testing and Materials Standard test methods for hydroxyl groups using acetic anhydride acetylation. ASTM E222-10. ASTM, West Conshohocken, (2010).
- [13] American Society for Testing and Materials Standard test method for hydroxyl groups using reaction with p-toluenesulfonyl isocyanate (TSI) and potentiometric titration with tetrabutylammonium hydroxide. ASTM E1899-08. ASTM, West Conshohocken, (2008).
- [14] German National Standard Determination of hydroxyl value—part 2: method with catalyst (Foreign Standard). DIN 53240-2, (2007).
- [15] American Society for Testing and Materials Standard practice for polyurethane raw materials: determining hydroxyl number of polyols by near infrared (NIR) spectroscopy. ASTM D6342-12, ASTM, West Conshohocken, (2012).
- [16] S.R.K. Chalasani, S. Dewasthale, E. Hablot, X. Shi, D. Graiver, R. Narayan, A Spectroscopic Method for Hydroxyl Value Determination of Polyols, *J Am Oil Chem Soc* 90 (2013) 1787–1793. <https://doi.org/10.1007/s11746-013-2334-9>.
- [17] S. Lowry, Determining the Hydroxyl Value for Polyols Using FT-NIR, (n.d.).
- [18] I. Robertson, The Determination of Hydroxyl Number in Polyols Using the Spectrum Two N FT-NIR Spectrometer, (n.d.). https://www.s4science.at/wordpress/wp-content/uploads/2018/02/SpecTwoN-FT-NIR-OH-Number-in-Polyols-Application-Note_.pdf.
- [19] M.H. Tavassoli-Kafrani, J.M. Curtis, F.R. van de Voort, A Primary Method for the Determination of Hydroxyl Value of Polyols by Fourier Transform Mid-Infrared Spectroscopy, *J Am Oil Chem Soc* 91 (2014) 925–933. <https://doi.org/10.1007/s11746-014-2451-0>.
- [20] M.F. Sonnenschein, *Polyurethanes: Science, Technology, Markets, and Trends*, John Wiley & Sons, 2021.

نویسنده

دریاناز فرهمند بروجنی^{۱،۲*}

۱. آزمایشگاه مرکزی دانشگاه اصفهان
 ۲. عضو کارگروه زیست فناوری و اندازه ذرات
 شبکه آزمایشگاهی کشور

*dfarahmand@gmail.com

تاریخ دریافت: ۱۴۰۴/۰۵/۱۹

تاریخ پذیرش: ۱۴۰۴/۰۶/۰۶

کاوش تطبیقی نانوذرات با آنالیز ردیابی ذرات و پراکندگی دینامیکی نور

واژه‌های کلیدی

توصیف ذره، آنالیز ردیابی ذرات نانو، حرکت براونی، اندازه، فلورسانس تک ذره‌ای، ردیابی، نانوذرات، تحرک الکتروفورتیک و پتانسیل زتا.

چکیده

در چند دهه اخیر، نانوذرات به‌عنوان یکی از حوزه‌های تحقیقاتی کلیدی در علوم نانو، داروسازی، پزشکی و علوم مواد شناخته شده‌اند. اندازه‌گیری دقیق، تعیین توزیع اندازه و تعیین غلظت نانوذرات در محیط‌های مایع، برای کاربردهای تحقیقاتی و صنعتی اهمیت فراوانی دارد. تحلیل ردیابی نانوذرات^۱ یک روش پیشرفته و پرکاربرد برای اندازه‌گیری و توصیف ویژگی‌های فیزیکی نانوذرات در محلول‌های سوسپانسیون است [۱].

آنالیز ردیابی نانوذرات با استفاده از میکروسکوپ مجهز به منبع نور لیزری و دوربین ویدئویی حساس، حرکت براونی^۲ ذرات در حال معلق در محلول را ثبت می‌کند. سپس با بهره‌گیری از نرم‌افزار تحلیلی، این حرکات مورد بررسی قرار می‌گیرند تا اندازه هر ذره و غلظت کلی ذرات در نمونه براساس معادله استوکس-انیشیتین^۳ محاسبه شود. از مزایای این روش می‌توان به قابلیت اندازه‌گیری ذرات در بازه ۳۰ تا ۱۰۰۰ نانومتر، تعیین غلظت دقیق و مشاهده رفتار تک‌ذره در زمان واقعی اشاره کرد. آنالیز ردیابی نانوذرات در علوم زیستی، داروسازی، فناوری نانو و مطالعات آغزوزومی کاربرد فراوان دارد [۲]. در این مقاله، به مرور تجهیز و چگونگی عملکرد آن، مزایا و محدودیت‌ها، کاربردها و اهمیت آن در حوزه زیست‌فناوری پرداخته و در پایان، مقایسه‌ای با روش پراکندگی نور دینامیکی ارائه می‌دهیم.

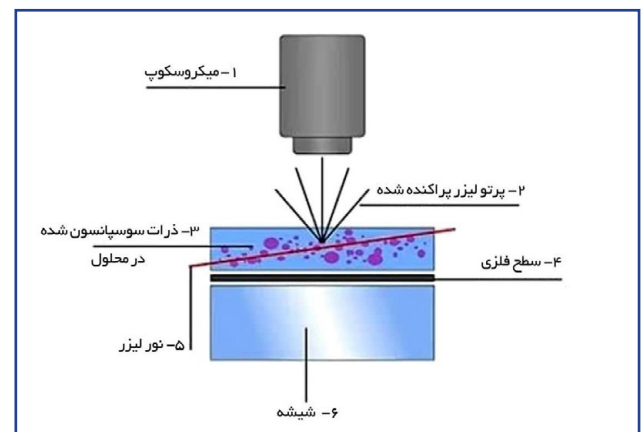
در سال‌های اخیر، فناوری‌نانو به‌عنوان یکی از حوزه‌های نوین و پیشرو در علوم زیستی، پزشکی، داروسازی و مهندسی مواد شناخته شده‌است. یکی از چالش‌های اصلی در این حوزه‌ها، شناسایی و تعیین دقیق خواص نانوذرات شامل اندازه، توزیع اندازه، غلظت و رفتار دینامیکی آن‌ها در محیط‌های مختلف است. از میان روش‌های متعدد اندازه‌گیری نانوذرات، تحلیل ردیابی نانوذرات به دلیل دقت بالا، امکان آنالیز ذره‌به‌ذره و توانایی اندازه‌گیری در زمان واقعی، جایگاه ویژه‌ای یافته است. از مزایای برجسته تحلیل ردیابی نانوذرات می‌توان به آنالیز ذره‌به‌ذره، دقت بالا در نمونه‌های پلی‌دیسپرس، امکان مشاهده رفتار زمانی ذرات و اندازه‌گیری تجمع آن‌ها با استفاده از حالت فلورسنت اشاره کرد. این روش می‌تواند ذرات برچسب‌گذاری شده را با نتایج خاص شناسایی کند. همچنین، تغییرات جزئی در ویژگی‌های ذرات از طریق پایش بلادرنگ قابل تجزیه و تحلیل است. این ویژگی‌ها، تحلیل ردیابی نانوذرات را به ابزاری کارآمد برای مطالعات اگزوزوم‌ها، ویروس‌ها و نانوذرات سنتزی و زیستی تبدیل کرده است [۳].

■ اساس کار دستگاه ردیابی نانوذرات

و مشخصه‌یابی کرد. نتایج حاصل از این تحلیل در قالب‌های متنوعی نمایش داده می‌شوند؛ از جمله: توزیع اندازه ذرات، تعداد ذرات در هر میلی‌لیتر، ویدئوهای خام و مسیر حرکت ذرات و همچنین نمودار تراکم یا غلظت ذرات برحسب اندازه. یکی از ویژگی‌های برجسته روش تجزیه و تحلیل ردیابی نانوذرات، توانایی آن در تفکیک ذرات با اندازه‌های متفاوت در یک نمونه ناهمگن است (شکل (۲)). این قابلیت، مزیتی مهم در مقایسه با روش‌هایی مانند تفرق نور پویا^۶ به شمار می‌رود؛ چرا که اساس آن روش‌ها بیشتر بر توزیع تجمعی ذرات استوار است. آنالیز ردیابی نانوذرات روشی کارآمد برای توصیف نانوذرات موجود در نمونه‌های مایع است. در این روش، حرکت براونی ذرات قرار گرفته در پرتو لیزر اندازه‌گیری شده و براساس آن، ثابت انتشار تعیین می‌شود. سپس با استفاده از الگوریتم‌های تحلیلی، ذرات شناسایی و مسیر حرکت آن‌ها ثبت می‌شود.

براساس معادله استوکس-اینشتین (رابطه (۱))، قطر هیدرودینامیکی هر ذره به‌صورت منفرد محاسبه شده و در نهایت، اندازه، توزیع اندازه و غلظت ذرات تعیین می‌شود. علاوه بر این، روش آنالیز ردیابی نانوذرات امکان اندازه‌گیری تحرک الکتروفوریتیک^۷ و همچنین پتانسیل زتا^۸ نمونه را فراهم می‌سازد. لازم به ذکر است که یکی از اصول بنیادی در تعیین اندازه ذرات با استفاده از آنالیز ردیابی نانوذرات، معادله استوکس-اینشتین است. این معادله، ارتباطی میان ضریب انتشار براونی ذرات در محیط و شعاع هیدرودینامیکی آن‌ها برقرار کرده و به‌عنوان مبنای محاسبه اندازه در روش‌های مبتنی بر حرکت براونی به شمار می‌رود.

ساختار اصلی دستگاه آنالیز ردیابی نانوذرات از پنج بخش تشکیل شده‌است. نمونه در یک محفظه سلولی قرار می‌گیرد و با روشن شدن توسط لیزر، اندازه‌گیری انجام می‌شود. این روش با بهره‌گیری از حرکت براونی و نور پراکنده، ویژگی‌های نانوذرات را توصیف می‌کند. پرتو لیزر از کنار محفظه سلول عبور می‌کند تا ذرات موجود در مایع روشن شوند و هر گاه نور لیزر به یک نانوذره برخورد کند، پراکنده می‌شود. نور پراکنده شده توسط میکروسکوپ جمع‌آوری و با دوربین دیجیتال CCD^۴ یا CMOS^۵ که حرکت ذرات را در طول زمان ثبت می‌کند، قابل مشاهده می‌شود. در نهایت، یک کامپیوتر، داده‌ها را پردازش و برای تحلیل آماده می‌کند (شکل (۱)).



شکل (۱): نمایی از چیدمان دستگاه تحلیل ردیابی نانوذرات [۴].

فرآیند ردیابی نانوذرات به‌طور معمول در سه تا پنج مرحله انجام می‌شود. بارگذاری نمونه در سلول و دستیابی به نتیجه تنها دو تا سه دقیقه زمان نیاز دارد. این امکان وجود دارد که مجموعه‌ای از نمونه‌ها در شرایط یکسان آنالیز شده و نتایج آن‌ها به‌طور مستقیم مقایسه شوند. این روش نه تنها اندازه هیدرودینامیکی ذرات را تعیین می‌کند، بلکه توزیع اندازه را نیز با دقت بالا ارائه می‌دهد. علاوه بر این، با استفاده از فلورسانس می‌توان انواع خاصی از ذرات زیستی را به‌طور اختصاصی ردیابی

$$D = \frac{TKB}{3\pi\eta r} \quad \text{رابطه (۱)}$$

که در آن:

D = ضریب انتشار (m^2/s), KB = ثابت بولتزمن (J/K),
 T = دمای مطلق (K), η = ویسکوزیته دینامیکی سیال و
 r = شعاع ذره (m) است.

در روش آنالیز ردیابی نانوذرات، حرکت براونی ذرات به

دارو در حال انجام است که می‌تواند کارایی درمان‌ها را افزایش داده و عوارض جانبی را به حداقل برساند.

یکی از مزایای استفاده از نانوذرات، تعامل طبیعی آن‌ها با سلول‌هایی است که ابعاد مشابهی دارند. این ویژگی امکان درمان‌های سلولی هدفمندتر را فراهم می‌کند. دقت بالای نانوذرات، پژوهش‌ها را به سمت کپسوله‌سازی داروهای شیمی‌درمانی هدایت کرده است، رویکردی که می‌تواند تجربه کلی شیمی‌درمانی را بهبود بخشد، عوارض جانبی گسترده را کاهش و کیفیت زندگی بیماران را ارتقا دهد. در طراحی نانوداروها، از جمله لیپوزوم‌ها، نانوذرات پلیمری و نانوذرات مبتنی بر طلا یا نقره، تعیین دقیق اندازه و پایداری ذرات اهمیت بالایی دارد. روش تحلیل ردیابی نانوذرات می‌تواند برای ارزیابی ویژگی‌های فیزیکی این نانوحامل‌ها به کار گرفته شود و اطلاعاتی از قبیل تغییرات اندازه در شرایط مختلف، میزان تجمع، توزیع اندازه ذرات، غلظت و پایداری آن‌ها در طول زمان یا در شرایط فیزیولوژیکی ارائه دهد.

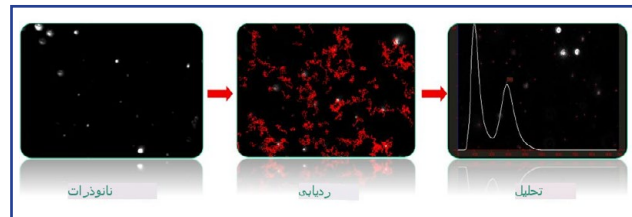
■ عبور از سد خونی مغزی^{۱۰}

روش تحلیل ردیابی نانوذرات می‌تواند اندازه این ذرات را برای عبور از سد خونی مغزی تعیین کند؛ موضوعی که در مطالعات دارویی و پزشکی اهمیت بالایی دارد، زیرا هر چه ذره کوچک‌تر باشد، عبور آن به مناطق مختلف بدن، به‌ویژه مغز، آسان‌تر خواهد بود. این ویژگی باعث می‌شود داروهایی که به‌طور معمول به دلیل اندازه بزرگ نمی‌توانند به مغز نفوذ کنند، با کمک نانوذرات بتوانند از سد خونی-مغزی عبور کنند. این قابلیت، کاربرد مهمی در درمان‌های متنوع، از جمله سرطان‌ها و داروهای مرتبط با سلامت روان، ایجاد می‌کند. همچنین، پایداری نانوذرات در این زمینه اهمیت دارد، زیرا تعیین مدت ماندگاری آن‌ها در بدن و حفظ عملکرد مؤثر دارو را ممکن می‌سازد. این عامل نیز می‌تواند از طریق تحلیل ردیابی نانوذرات ارزیابی شود [۴].

■ تحلیل وزیکول‌های خارج سلولی^{۱۱}

یکی از مهم‌ترین کاربردهای آنالیز ردیابی نانوذرات در زیست‌فناوری، اندازه‌گیری و تعیین غلظت آگزوزوم‌ها و دیگر وزیکول‌های خارج سلولی است. این وزیکول‌ها حاوی اطلاعات مولکولی ارزشمندی از سلول‌های منبع بوده و نقش کلیدی در ارتباطات بین سلولی، تشخیص بیماری و انتقال دارو دارند. NTA قادر است توزیع اندازه و تعداد این ذرات را به‌صورت مستقیم و دقیق در نمونه‌های زیستی مانند سرم، پلاسما، ادرار یا محیط کشت سلولی اندازه‌گیری کند. این توانایی، نقش مهمی در توسعه آزمایش‌های تشخیص غیرتهاجمی^{۱۲} برای بیماری‌هایی نظیر سرطان، اختلالات نورودژنراتیو و التهاب‌ها ایفا می‌کند، زیرا در شرایط بیماری یا پس از درمان، سلول‌ها الگوی ترشح آگزوزوم‌ها و میکرووزیکول‌ها را تغییر می‌دهند. بنابراین، با کمک این روش

کمک میکروسکوپ نوری و دوربین ثبت می‌شود. سپس با ردیابی مسیر حرکت هر ذره، ضریب انتشار (D) محاسبه شده و در ادامه، با جایگذاری مقدار (D) در معادله استوکس-انیشیتین، شعاع هیدرودینامیکی و در نتیجه اندازه ذره تعیین می‌شود. روش آنالیز ردیابی نانوذرات، نخستین بار در سال ۲۰۰۶ به‌عنوان یک سامانه نوآورانه برای اندازه‌گیری ذرات با ابعاد ۳۰ تا ۱۰۰۰ نانومتر معرفی و تجاری‌سازی شد [۴].



شکل (۲): مراحل مختلف آنالیز ردیابی نانوذرات [۳].

■ اهمیت و کاربرد آنالیز ردیابی نانوذرات در زیست‌فناوری

با گسترش علم نانو و توسعه فناوری‌های زیستی، شناسایی و تحلیل دقیق نانوذرات زیستی از جمله ویروس‌ها، وزیکول‌های خارج سلولی، لیپوزوم‌ها و نانوحامل‌های دارویی اهمیت ویژه‌ای یافته است. در این میان، آنالیز ردیابی نانوذرات، به‌عنوان روشی کارآمد و دقیق برای بررسی ویژگی‌های فیزیکی و زیستی نانوذرات، به‌ویژه در محیط‌های زیستی، جایگاه برجسته‌ای دارد. این روش با فراهم‌سازی امکان اندازه‌گیری دقیق نانوذرات و کنترل آن‌ها برای اهداف گوناگون، نقشی مؤثر در پیشرفت نانوپزشکی و نانوداروها ایفا می‌کند و می‌تواند اطمینان‌پذیری نانوذرات را در کاربردهای پزشکی تضمین نماید [۵]. در ادامه به مهم‌ترین کاربردهای این روش در حوزه زیست فناوری پرداخته می‌شود.

■ تحویل دارو^۹

همان‌گونه که پیش‌تر اشاره شد، آنالیز ردیابی نانوذرات در پیشبرد حوزه‌های پزشکی و زیست‌فناوری نقشی اساسی دارد، زیرا امکان توصیف دقیق ذرات در مقیاس نانو را فراهم می‌سازد. اهمیت این ذرات به‌طور عمده به اندازه و پایداری آن‌ها وابسته است. اندازه نانوذرات تعیین‌کننده نقش و مسیر آن‌ها در سامانه‌های زیستی است، در حالی که پایداری، قابلیت اطمینان و کارایی آن‌ها را تضمین می‌کند. هر دو ویژگی برای طراحی و کاربرد نانوذرات در پزشکی حیاتی هستند، زیرا تولید نانوذرات با اندازه‌های مختلف امکان استفاده آن‌ها را در اهداف گوناگون فراهم می‌آورد [۴]. در حال حاضر، نانوذرات با اندازه‌های بهینه به‌طور گسترده برای تحویل داروهای تزریقی به کار می‌روند. افزون بر این، پژوهش‌های گسترده‌ای در زمینه توسعه سامانه‌های نوین بر پایه نانوذرات برای تحویل هدفمند

■ گزارش سم‌شناسی^{۱۶}

پاسخ‌های زیستی به نانوذرات و تأثیر آن‌ها بر سلامت موجودات زنده، به عواملی مانند اندازه ذره، غلظت و میزان تجمع وابسته است. حتی نانوذراتی که ذاتاً غیرسمی هستند، می‌توانند با جذب پروتئین‌ها یا مولکول‌های زیستی دیگر در بدن، ویژگی‌های سمی پیدا کنند. روش آنالیز ردیابی نانوذرات با فراهم کردن اطلاعات دقیق در مورد اندازه، توزیع و غلظت ذرات، ابزاری ارزشمند برای مطالعات سم‌شناسی و ارزیابی ایمنی نانوذرات محسوب می‌شود.

■ شناسایی نانومواد در اکوتوکسیکولوژی^{۱۷}

توانایی روش آنالیز ردیابی نانوذرات در اندازه‌گیری دقیق اندازه، توزیع و غلظت نانوذرات مهندسی‌شده در محیط‌های طبیعی، باعث شده‌است که این روش به ابزاری کلیدی در حوزه اکوتوکسیکولوژی تبدیل شود. به کمک این روش می‌توان حضور و سرنوشت نانوذرات را در آب، خاک و محیط‌های زیستی شناسایی و پایش کرد و اثرات احتمالی آن‌ها بر موجودات زنده و اکوسیستم را مورد بررسی قرار داد.

■ آماده‌سازی نمونه

آماده‌سازی صحیح نمونه یکی از مراحل کلیدی برای دستیابی به نتایج دقیق و قابل اعتماد در آنالیز ردیابی نانوذرات است. انتخاب ماتریس مناسب و آماده‌سازی اصولی می‌تواند از ایجاد خطا یا سوگیری در داده‌ها جلوگیری کند. برخی از ماتریس‌های متداول که در این روش به کار می‌روند عبارتند از: ☒ نمونه‌های غذایی و آبی حاوی نانوذرات معلق (مانند میکروپلاستیک‌ها)؛

☒ لیپوزوم‌ها و میسل‌ها؛

☒ سوسپانسیون نانوذرات فلزی؛

☒ سوسپانسیون نانوذرات پلیمری.

در ادامه، مهم‌ترین اصول و شرایط آماده‌سازی نمونه برای آنالیز ردیابی نانوذرات به صورت گام‌به‌گام بیان می‌شود:

■ رقیق‌سازی مناسب نمونه

از آنجا که آنالیز ردیابی نانوذرات (NTA) براساس ردیابی ذرات منفرد انجام می‌شود، تراکم بهینه ذرات در میدان دید دستگاه، برای دستیابی به نتایج دقیق ضروری است.

♦ غلظت ایده‌آل ذرات: حدود ۱۰۷ تا ۱۰۹ ذره در هر میلی‌لیتر [۸].

♦ در صورت زیاد بودن ذرات: باید نمونه با استفاده از محلول بافر مناسب (مانند بافر فسفات سالین^{۱۸}) یا آب مقطر با کیفیت بالا رقیق شوند تا حرکت ذرات با یکدیگر تداخل پیدا نکند و اندازه‌گیری صحیح و تشخیص دقیق اندازه‌ها امکان‌پذیر باشد.

♦ در صورت کم بودن ذرات: دقت آماری کاهش می‌یابد و نتایج کمتر قابل اعتماد خواهند بود.

می‌توان تغییرات غلظت و اندازه ذرات را به عنوان شاخصی از پاسخ ایمنی یا التهاب رصد کرد [۵].

■ تحلیل ویروس‌ها و ذرات ویروس‌مانند^{۱۳}

در پژوهش‌های ژن‌تراپی، ویروس درمانی و تولید واکسن‌های ویروسی، مانند واکسن‌های مبتنی بر RNA یا ویروس‌های ضعیف‌شده، بررسی ویژگی‌های فیزیکی ویروس‌ها و ذرات ویروس‌مانند اهمیت ویژه‌ای دارد. آنالیز ردیابی نانوذرات قادر است اندازه و غلظت ذرات ویروسی را در محیط‌های پیچیده تعیین کند و ویژگی‌های کیفی آن‌ها را مورد ارزیابی قرار دهد. همچنین، با استفاده از فلورسانس، امکان شناسایی ویروس‌های خاص نیز فراهم می‌شود [۷].

■ مطالعه فرآیندهای زیستی و پاسخ‌های سلولی

در پژوهش‌های مرتبط با تغییرات سلولی در شرایط خاص، مانند بروز بیماری، اعمال درمان یا قرار گرفتن در معرض عوامل محیطی، می‌توان از آنالیز ردیابی نانوذرات برای بررسی الگوهای ترشح آگزوزوم‌ها و تغییر در توزیع ذرات زیستی بهره برد. این داده‌ها نقش مهمی در درک بهتر عملکرد سلول‌ها و تحلیل پاسخ‌های فیزیولوژیکی آن‌ها ایفا می‌کند.

■ تشخیص زیستی^{۱۴} و زیست‌نشانگرها^{۱۵}

با استفاده از برچسب‌گذاری فلورسانسی ذرات خاص، آنالیز ردیابی نانوذرات می‌تواند به عنوان ابزاری کارآمد برای شناسایی زیست‌مولکول‌های ویژه در نمونه‌های زیستی به کار رود. این قابلیت در توسعه روش‌های تشخیصی غیرتهاجمی مبتنی بر مایعات بدن، از جمله خون، ادرار یا بزاق بسیار ارزشمند است و می‌تواند به شناسایی سریع زیست‌نشانگرها در مراحل اولیه بیماری‌ها کمک کند.

■ پایش تجمع ذرات یا ناپایداری فرمولاسیون

بسیاری از فرمولاسیون‌های نانویی در مواجهه با تغییرات شرایط محیطی مانند pH، دما یا گذر زمان، دچار تجمع یا تهنشینی می‌شوند. آنالیز ردیابی نانوذرات این امکان را فراهم می‌کند تا میزان تجمع و تغییرات پایداری ذرات در بازه‌های زمانی مختلف به صورت دقیق مورد ارزیابی قرار گیرد. این ویژگی نقش مهمی در بهینه‌سازی فرمولاسیون‌های دارویی و افزایش ماندگاری آن‌ها ایفا می‌کند.

■ توسعه فرمولاسیون هدفمند

در فرمولاسیون نانوذرات هدفمند که دارای لیگاندهای خاص برای اتصال به گیرنده‌های سلولی هستند، آنالیز ردیابی نانوذرات همراه با فلورسانس می‌تواند به طور دقیق بررسی کند که آیا نانوذرات مورد نظر به لیگاند هدف متصل شده‌اند یا خیر. همچنین، این روش قادر است میزان ذرات دارای برچسب فلورسانسی را تعیین کرده و تغییرات احتمالی در اندازه ذرات پس از فرآیند هدف‌گیری را ارزیابی نماید.

♦ کنترل منفی، مانند بافر خالی، نیز برای بررسی وجود آلودگی زمینه‌ای و اطمینان از دقت نتایج اهمیت دارد.

■ تزریق نمونه به دستگاه

♦ پس از آماده‌سازی، نمونه با استفاده از سرنگ استریل به سلول نمونه دستگاه تزریق می‌شود.

♦ لازم است از ایجاد حباب هوا جلوگیری شود، زیرا حضور حباب‌ها می‌تواند موجب اختلال در تصویربرداری و ردیابی ذرات شود.

در جدول (۱) خلاصه مراحل آماده‌سازی نمونه برای آنالیز ردیابی نانوذرات و عوامل بهینه هر مرحله ذکر شده‌است.

جدول (۱): آماده‌سازی نمونه برای NTA [۸].

مرحله آماده‌سازی	وضعیت ایده‌آل / توصیه شده
رقیق‌سازی	تراکم ذرات بین 10^7 تا 10^9 ذره در میلی‌لیتر
فیلتراسیون	فیلتر با قطر منفذ 0.22 یا 0.45 میکرومتر
محیط نمونه	بافر شفاف یا آب مقطر
همگن‌سازی	ورتکس ملایم یا سونیکیشن کوتاه
دما	کنترل‌شده بین 20 تا 25 درجه سانتی‌گراد
کنترل‌ها	ذرات استاندارد و کنترل منفی

■ مزایا و معایب آنالیز ردیابی نانوذرات

همان‌گونه که پیش‌تر بیان شد، آنالیز ردیابی نانو ذرات (NTA)، یکی از روش‌های نوین و کارآمد برای اندازه‌گیری و تعیین ویژگی‌های فیزیکی نانوذرات است. این روش بر پایه ردیابی حرکت براونی ذرات منفرد در محیط مایع عمل می‌کند و به ویژه در نمونه‌های پلی‌دیسپرس و در مطالعاتی که پایش تغییرات در زمان واقعی اهمیت دارد، مزایای چشمگیری نسبت به روش‌های مرسوم مانند پراکندگی نور دینامیکی (DLS) ارائه می‌دهد. با این حال، این روش دارای محدودیت‌ها و چالش‌های خاص خود بوده که آگاهی از آنها برای بهره‌برداری صحیح ضروری است.

آشنایی بیشتر با مزایا و معایب آنالیز ردیابی نانوذرات اهمیت بالایی دارد، زیرا به ما کمک می‌کند روش مناسبی برای نمونه خود انتخاب کنیم، از بروز خطا و تفسیر نادرست جلوگیری نماییم، کیفیت و تکرارپذیری پژوهش را افزایش دهیم و در نهایت اطمینان حاصل کنیم که داده‌های به‌دست‌آمده، علمی و قابل اعتماد هستند. برای اطلاعات بیشتر در جدول (۲) مقایسه‌ای از مزایا و معایب آنالیز ردیابی نانوذرات در کاربردهای حوزه زیست‌فناوری و دارویی ارائه شده‌است.

نکته: برای یافتن بهترین تراکم، استفاده از سری رقیق‌سازی (به‌عنوان مثال، $1:10$ ، $1:100$ ، $1:1000$) توصیه می‌شود.

■ فیلتراسیون و حذف ذرات مزاحم

اگر نمونه حاوی ذرات بزرگ‌تر یا آلودگی‌هایی مانند گرد و غبار باشد، توصیه می‌شود از فیلتراسیون با فیلترهایی با قطر منفذ 0.45 یا 0.22 میکرومتر استفاده شود. این مرحله مانع ورود ذرات خارج از محدوده اندازه‌گیری به میدان دید دستگاه شده و دقت داده‌ها را افزایش می‌دهد [۹].

■ انتخاب بافر یا محیط مناسب

♦ بافر مورد استفاده باید از نظر نوری شفاف باشد تا اختلالی در ردیابی ذرات ایجاد نشود.

♦ از به‌کار بردن مواد فلورسانس‌زا طبیعی یا بافرهایی با جذب نور بالا خودداری شود.

♦ pH و اسمولاریته محیط باید با شرایط فیزیولوژیکی یا آزمایش مطابقت داشته باشد تا نتایج دقیق و قابل اعتماد به‌دست آید [۸].

■ همگن‌سازی نمونه

♦ نمونه باید به‌طور یکنواخت مخلوط شود، اما از سونیکیشن شدید که ممکن است ساختار ذرات را تخریب کند، خودداری شود.

♦ به‌طور معمول وارونه کردن آرام لوله یا هم زدن ملایم برای یکنواخت‌سازی کافی است.

■ استفاده از فلورسانس (در صورت نیاز)

♦ اگر هدف، بررسی زیرمجموعه‌ای از ذرات باشد (به‌عنوان مثال، اگزوزوم‌های خاص)، می‌توان از برچسب‌های فلورسانس مانند آنتی‌بادی‌های کوئزوگه شده با رنگ استفاده کرد.

♦ واکنش با رنگ یا آنتی‌بادی باید در شرایط بهینه انجام شود و سپس نمونه از مواد آزاد اضافی پاک‌سازی شده تا اختلالی در اندازه‌گیری ایجاد نشود.

■ کنترل دمایی نمونه

اگرچه اختیاری است، اما کنترل دمای نمونه توصیه می‌شود. برای افزایش تکرارپذیری نتایج و به حداقل رساندن تأثیر نوسانات دما بر حرکت براونی ذرات، بهتر است نمونه‌ها در دمای ثابت نگه داشته شوند. بسیاری از دستگاه‌های آنالیز ردیابی نانوذرات دارای کنترل دمای داخلی هستند. توصیه می‌شود دمای نمونه به‌طور معمول بین 20 تا 25 درجه سانتی‌گراد تنظیم و ثابت نگه داشته شود [۸].

■ کنترل‌های مثبت و منفی

♦ استفاده از ذرات کالیبراسیون با اندازه مشخص، مانند نانوذرات استاندارد پلی‌استایرن، برای ارزیابی صحت عملکرد دستگاه توصیه می‌شود.

جدول (۲): مزایا و معایب آنالیز ردیابی نانوذرات.

ردیف	مزایا	معایب
۱	امکان اندازه‌گیری مستقیم حرکت براونی ذرات منفرد [۱۰]	حساسیت بالا به شدت نور پراکنده شده (تشخیص ضعیف برای ذرات کوچک یا با ضریب شکست پایین) [۱۲]
۲	تخمین توزیع اندازه واقعی ذرات به صورت عددی [۱]	عدم توانایی تفکیک ذرات با اندازه‌های نزدیک به هم [۲]
۳	توانایی تعیین غلظت نسبی ذرات در واحد حجم [۱۲]	وابسته به شرایط فیزیکی محیط مانند دما و ویسکوزیته
۴	مشاهده مستقیم ویدیویی حرکات ذره [۲]	عملکرد ضعیف در نمونه‌های با چند نوع ذره مختلف یا آلودگی
۵	امکان دنبال کردن دینامیک ذرات در زمان واقعی	نیاز به تنظیم دقیق عوامل اپتیکی و نرم‌افزاری برای جلوگیری از خطا و وابستگی به مهارت اپراتور [۱۰]
۶	مناسب برای آنالیز آگروزوم، لیپوزوم، ویروس‌ها و ذرات کلوییدی	دامنه اندازه‌گیری محدود، به طور معمول ۳۰ تا ۱۰۰۰ نانومتر بسته به نوع ذره [۱۱]

مقایسه دو روش DLS و NTA

آنالیز ردیابی نانوذرات (NTA) و تفرق نور پویا (DLS) دو روش پرکاربرد در اندازه‌گیری اندازه و توزیع نانوذرات هستند. هرچند هر دو بر پایه حرکت براونی ذرات عمل می‌کنند، اما تفاوت‌های اساسی از نظر اصل عملکرد، نوع داده‌های خروجی، مزایا و محدودیت‌ها دارند. آگاهی از این تفاوت‌ها به انتخاب صحیح روش متناسب با نوع نمونه و هدف تحقیق کمک می‌کند. در جدول (۳) مقایسه‌ای جامع بین این دو روش ارائه شده‌است. با توجه به مقایسه ارائه‌شده در جدول (۳)، می‌توان نتیجه گرفت که روش NTA به دلیل قابلیت تحلیل تک‌ذره‌ای و ارائه اطلاعات کمی دقیق‌تر، برای نمونه‌های پیچیده و پلی‌دیسپرس مناسب‌تر است. در مقابل، روش DLS به‌عنوان

روشی سریع و غیرمخرب، بیشتر در مطالعاتی که نیاز به بررسی یکنواختی و میانگین اندازه ذرات دارند، کاربرد دارد. انتخاب بین این دو روش باید براساس نوع نمونه، هدف تحقیق و میزان دقت مورد انتظار انجام گیرد.

جدول (۳): مقایسه مزایا، معایب و کاربردهای دو روش NTA و DLS [۱۲].

نوع ویژگی	NTA (Nanoparticle Tracking Analysis)	DLS (Dynamic Light Scattering)
براساس عملکرد		
اصل کار	ردیابی حرکت براونی ذرات به صورت ویدیویی و محاسبه اندازه براساس مسیر حرکت آن‌ها	اندازه‌گیری نوسانات شدت نور پراکنده‌شده از ذرات معلق ناشی از حرکات براونی
نوع داده خروجی	توزیع اندازه براساس تعداد ذرات + غلظت ذرات	میانگین اندازه ذرات
محدوده اندازه قابل اندازه‌گیری	حدود ۳۰ تا ۱۰۰۰ نانومتر	۱ تا ۶۰۰۰ نانومتر
براساس مزایا و معایب		
مزایا	تحلیل تک‌ذره‌ای، امکان تعیین غلظت ذرات، مشاهده مستقیم ویدیویی	سریع، غیرمخرب، مناسب برای نمونه‌های یکنواخت
معایب	نیاز به اپراتور ماهر، کاهش دقت در اندازه‌گیری ذرات بسیار کوچک یا در غلظت‌های بالا	حساسیت زیاد به حضور ذرات بزرگ، محدودیت در نمونه‌های ناهمگن
نتایج برای نمونه‌های پلی‌دیسپرس	قدرت تفکیک بالا و دقت بیشتر در اندازه‌گیری توزیع واقعی	دقت پایین، تمایل به میانگین‌گیری و از دست دادن جزئیات
براساس کاربردها [۱۲]		
اصل کار	مناسب برای تحلیل آگروزوم‌ها؛ ویروس‌ها، نانوذرات زیستی و نمونه‌های پیچیده با ذرات متنوع	مناسب برای بررسی پایداری نانوفرمولاسیون‌ها، آنالیز همگنی و تعیین اندازه ذرات منفرد یا تجمعی

با وجود اینکه روش تحلیل ردیابی نانوذرات (NTA) از سال ۲۰۰۶ توسعه یافته و در دسترس قرار گرفته است، امروزه به‌طور فزاینده‌ای در حوزه‌های گوناگون تحقیقاتی و کاربردی مورد استفاده قرار می‌گیرد. در مجموع، هر دو روش ردیابی نانوذرات (NTA) و پراکندگی دینامیکی نور (DLS) ابزارهایی توانمند برای تعیین اندازه و ویژگی‌های ذرات در مقیاس نانو محسوب می‌شوند. انتخاب میان این دو روش به عوامل مختلفی همچون نوع نمونه، هدف آزمایش و میزان دقت مورد انتظار بستگی دارد. به دلیل قابلیت تحلیل تک‌ذره‌ای و امکان مشاهده مستقیم حرکت ذرات، روش NTA مزایایی همچون تخمین غلظت و بررسی دینامیک ذرات را در زمان واقعی فراهم می‌کند. این ویژگی‌ها باعث شده NTA به‌طور ویژه در کاربردهای زیستی مانند بررسی لیپوزوم‌ها، نانوذرات پلیمری، ذرات ویروس‌مانند، تجمعات پروتئینی و همچنین شناسایی نانوذرات غیرآلی جایگاه ویژه‌ای داشته باشد. از آنجا که NTA قادر به ردیابی هم‌زمان ذرات منفرد است، می‌توان برای هر ذره بیش از یک عامل را به‌طور هم‌زمان اندازه‌گیری

نتیجه گیری

با وجود اینکه روش تحلیل ردیابی نانوذرات (NTA) از سال ۲۰۰۶ توسعه یافته و در دسترس قرار گرفته است، امروزه به طور فزاینده‌ای در حوزه‌های گوناگون تحقیقاتی و کاربردی مورد استفاده قرار می‌گیرد. در مجموع، هر دو روش ردیابی نانوذرات (NTA) و پراکندگی دینامیکی نور (DLS) ابزارهایی توانمند برای تعیین اندازه و ویژگی‌های ذرات در مقیاس نانو محسوب می‌شوند. انتخاب میان این دو روش به عوامل مختلفی همچون نوع نمونه، هدف آزمایش و میزان دقت مورد انتظار بستگی دارد. به دلیل قابلیت تحلیل تک ذره‌ای و امکان مشاهده مستقیم حرکت ذرات، روش NTA مزایایی همچون تخمین غلظت و بررسی دینامیک ذرات را در زمان واقعی فراهم می‌کند. این ویژگی‌ها باعث شده NTA به طور ویژه در کاربردهای زیستی مانند بررسی لیپوزوم‌ها، نانوذرات پلیمری، ذرات ویروس‌مانند، تجمع‌ات پروتئینی و همچنین شناسایی نانوذرات غیرآلی جایگاه ویژه‌ای داشته باشد. از آنجا که NTA قادر به ردیابی هم‌زمان ذرات منفرد است، می‌توان برای هر ذره بیش از یک عامل را به طور هم‌زمان اندازه‌گیری کرد. به بیان دیگر، این روش امکان شناسایی، اندازه‌گیری و شمارش نانوذرات را در کوتاه‌ترین زمان ممکن فراهم

پی‌نوشت

1. Nanoparticle Tracking Analysis (NTA)
2. Brownian movement
3. Stokes-Einstein equation
4. Charge-Coupled Device (CCD)
5. Complementary Metal-Oxide-Semiconductor (CMOS)
6. Dynamic light scattering (DLS)
7. Electrophoretic Mobility
8. Zeta Potential
9. Drug Delivery
10. Blood Brain Barrier
11. Extracellular Vesicles (Evs)
12. Non-Invasive Diagnostics
13. Virus-like Particle (VLPs)
14. Bio sensing
15. Biomarkers
16. Toxicology Reporting
17. Ecotoxicology Nanomaterial Identification
18. Phosphate-Buffered Saline (PBS)

مراجع

- [1] V.Filipe, A. Hawe, W.Jiskoot, Critical Evaluation of Nanoparticle Tracking Analysis (NTA) by NanoSight for the Measurement of Nanoparticles and Protein Aggregates, Pharm Res., 2010 4; 27(5): 796–810.
- [2] R.A. Draovic, C.Gardiner, A.S.Brooks, D.S.Tannetta, D.J.Ferguson, P.Hole, (2011), sizing and phenotyping of cellular vesicles using Nanoparticle Tracking Analysis. Nanomedicine: Nanotechnology, Biology and medicine, 7(6). 780-788.
- [3] Nanosight Nanoparticle tracking analysis (NTA) Technology Overview, 2011, Technical Note. Malvern Instrument Ltd.
- [4] M. Khan, What is Nanoparticle Tracking Analysis and how is it used. AzoNano, 2021.
- [5] G. Kowkabany, Y.Bao, Nanoparticle Tracking Analysis: An Effective Tool to Characterize Extracellular Vesicles, Molecules 2024, 29(19), 4672.
- [6] C.Y Soo, Y. Song, Y. Zheng, E. C. Campbell, A.C. Riches, F. Gunn-Moore, S. J. Powis, Nanoparticle tracking analysis monitors microvesicle and exosome secretion from immune cells, Immunology, 2012; 136(2): 192-7.
- [7] W. Zhang, J. Liang, X. Lu, W. Ren, C.Liu, ACS Appl. Nano Mater. 2020, 3, 3, 2881–2888.
- [8] Nano sight NS300 user manual, www.malvernpanalytical.com
- [9] W.Kenneth, Standardization of sample collection, isolation and analysis methods in extracellular vesicle research, Journal of extracellular vesicles, 2013-01, Vol.2.
- [10] Van Der Pol E, Hoeksstra AG, Sturk A. et al, Optical and non-optical methods for detection and characterisation of microparticles and exosomes. J Thromb Haemost 2010; 8: 2596-2607.
- [11] Bhattacharjee, S. (2016) DLS and Zeta Potential—What They Are and What They Are Not? Journal of Controlled Release, 235, 337-351.
- [12] B.W. Sódar, Á. K. Krisztina, et al., Low-density lipoprotein mimics blood plasma-derived exosomes and microvesicles during isolation and detection, Scientific Reports volume 6, Article number: 24316 (2016).

Author

Daryanaz Farahmand Broujeni^{1*}

*dfarahmand@gmail.com

1. Central laboratory, University of Isfahan, Isfahan, Iran
2. Biotechnology and Particle Size Working Group

Comparative investigation of nanoparticles using Nanoparticle Tracking Analysis (NTA) and Dynamic Light Scattering (DLS)

Abstract

In the past few decades, nanoparticles have been considered as one of the most important fields of research in nano sciences, pharmaceuticals, medicine and materials sciences. Accurate measurement, size distribution, and concentration of nanoparticles in liquid media is critical for research and industrial applications. Nanoparticle Tracking Analysis is an advanced technique for measuring and describing the physical properties of nanoparticles in suspension solution.

Nanoparticle Tracking Analysis, uses a laser light source microscope and a sensitive video camera to record the Brownian motion of the suspended particles and then, using analytical software, the results are analyzed to calculate the size of each particle and the total concentration of particles in the sample based on the Stokes - Einstein equation³ the advantages of this method are the ability to measure particles in the range of 30 to 1000 nm, determine the exact concentration and observe the behavior of single particles in real time. NTA is widely used in biological sciences, medicine, nanotechnology, and sequencing studies. In this paper, we review the equipment and how it operates, its advantages and disadvantages, its application and importance in the field of biotechnology, and finally compare it to the dynamic light scattering method.

Keywords

Particle characterization, Nanoparticle Tracking Analysis, Brownian motion, size, Single molecule fluorescence, Electrophoretic mobility and Zeta potential.



Author

Samaneh Taghvaei Nia^{1*}

* samaneh@edu.ikiu.ac.ir

1. Faculty of Science, Imam Khomeini International University (IKIU), Qazvin, Iran.

Application of Fourier-Transform Near-Infrared (FT-NIR) spectroscopy in the Determination of Hydroxyl Number of Polyols

Abstract

The measurement of the hydroxyl number of polyols is particularly useful in the synthesis of polyurethanes, lubricants, and surfactants. The hydroxyl number is defined as the number of milligrams of potassium hydroxide (KOH) equivalents of hydroxyl groups present in one gram of sample and is expressed in mg KOH/g. Traditional titration methods are generally reliable and reproducible under standard conditions. However, they require relatively large sample volumes and use hazardous reagents, some of which can be irritants, highly toxic, or corrosive. Additionally, titration methods are typically time-consuming, laborious, highly dependent on the skill of the analyst, and prone to error due to the presence of impurities such as acids, bases, or water in the sample. In comparison to other methods for measuring hydroxyl number, including traditional titration methods and potentiometric titration, the Fourier transform near-infrared spectroscopy (FT-NIR) method is considered to be a simple, accurate, rapid, safe, and green chemistry-friendly method. The hydroxyl number in this method is calculated by examining the region corresponding to the O-H peak (hydroxyl functional group) in the spectrum obtained from the sample.

Keywords

Fourier Transform Near-Infrared (FT-NIR) spectroscopy, quantitative analysis, hydroxyl number, polyol.

Authors

Farideh Bataghva^{1,2*}
Hamid Heydari¹

*exirtajhizazma@gmail.com

1. Exir Tajhiz Azma research laboratory
Tehran, Iran
2. Member of a specialized working
group on thermal analysis

The Effect Of Crucible Type On Differential Scanning Calorimetry (DSC) Measurements



Abstract

Thermal analysis techniques are used to qualitatively and quantitatively analyze the effect of heat on various types of materials, including chemical compounds, polymers (rubber, plastic, and composites), ceramics, alloys, minerals, food, and drugs. One of the most widely used thermal analysis techniques is differential scanning calorimetry (DSC). The analysis and analysis of compounds in this method is based on chemical reactions that occur due to temperature changes. The DSC analytical method stands for thermal scanning calorimetry, which measures the heat released during a chemical process. In fact, heat flow is measured in terms of temperature changes over a given time. Various factors such as the type of sample, the type of crucible, the temperature gradient, the type of atmosphere, etc. affect the quality of the results. This article examines the effect of the type of crucible on the quality of the results under the same conditions.

Keywords

Thermal Analysis, DSC, Al Crucible, Differential Scanning Colorimetry.

Author

Parvin Hadian^{1*}

*parvinhadian@gmail.com

1. Agricultural biotechnology research
institute of Iran (ABRII), Karaj, Iran

How to Choose the Right AFM Probe for Your Experiment?

Abstract

Atomic force microscopes (AFMs) have emerged as the principal enabling tool for nanotechnology research. They are used ubiquitously in a wide range of fields: from 2D materials, semiconductors, ferroelectrics, and batteries to biomolecules, polymers, and cell biology. As the name implies, AFMs are microscopes. However, rather than using focused light or electrons to magnify sample features, AFMs scan a mechanical probe with a very sharp tip over the surface to create a high-resolution 3D topographical image. Further, by modifying the probe composition or structure, other material properties (electrical, mechanical, magnetic, etc.) can be simultaneously measured and mapped onto the topographic image for precise structure/property correlation. Clearly, the probe is key to unlocking the power of the AFM, thus, choosing the right probe is critical. In this article, we will provide novice and experienced users with basic information and guidelines to simplify the AFM probe selection process.

Keywords

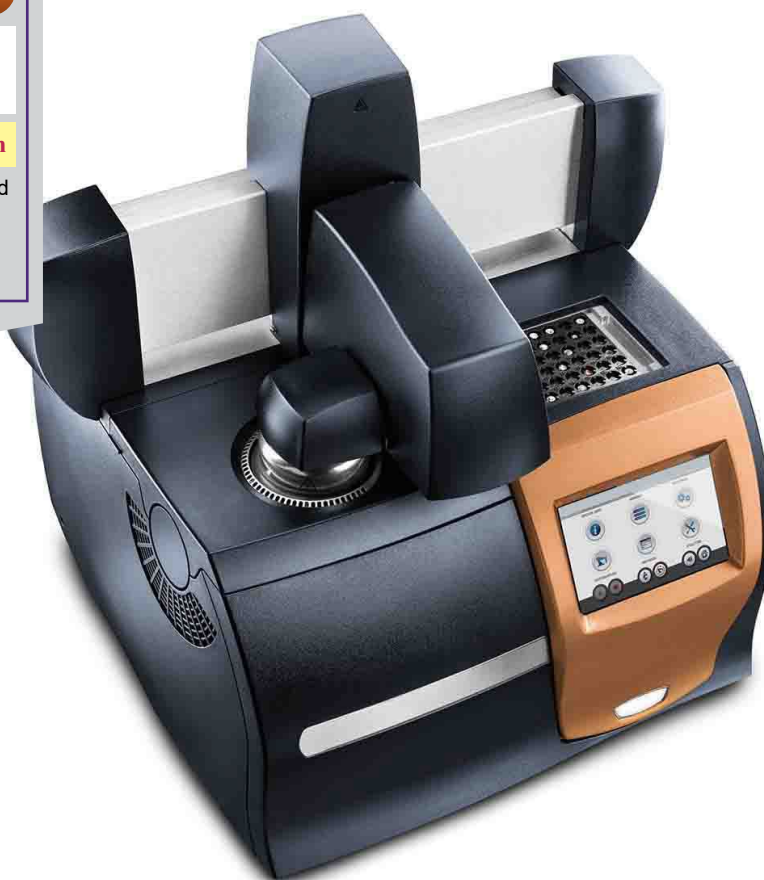
Atomic Force Microscopy, AFM probe, cantilever, tip radius, spring constant.

Author

Pedram Malaekheh^{1,2*}
Haniyeh Mashregheh^{1,2}

***pedrammalaekheh@yahoo.com**

1. Azma Polymer Pars Technical and Engineering Co. Mashhad, Iran
2. Member of Thermal Analysis workgroup



Analysis of semi-crystalline thermoplastics using the Multi Sampler DSC

Abstract

Multi Sampler Differential Scanning Calorimeter, with a multi-sample furnace chamber that provides high-quality heat flow data for up to three samples simultaneously, delivers industry-leading performance and tools to increase throughput at all levels of materials research. With this innovation, users can achieve their experimental goals faster and make critical decisions with confidence.

Keywords

Keywords: Polymer, Plastic, Thermoplastic, Semi-crystalline, Calorimetry.

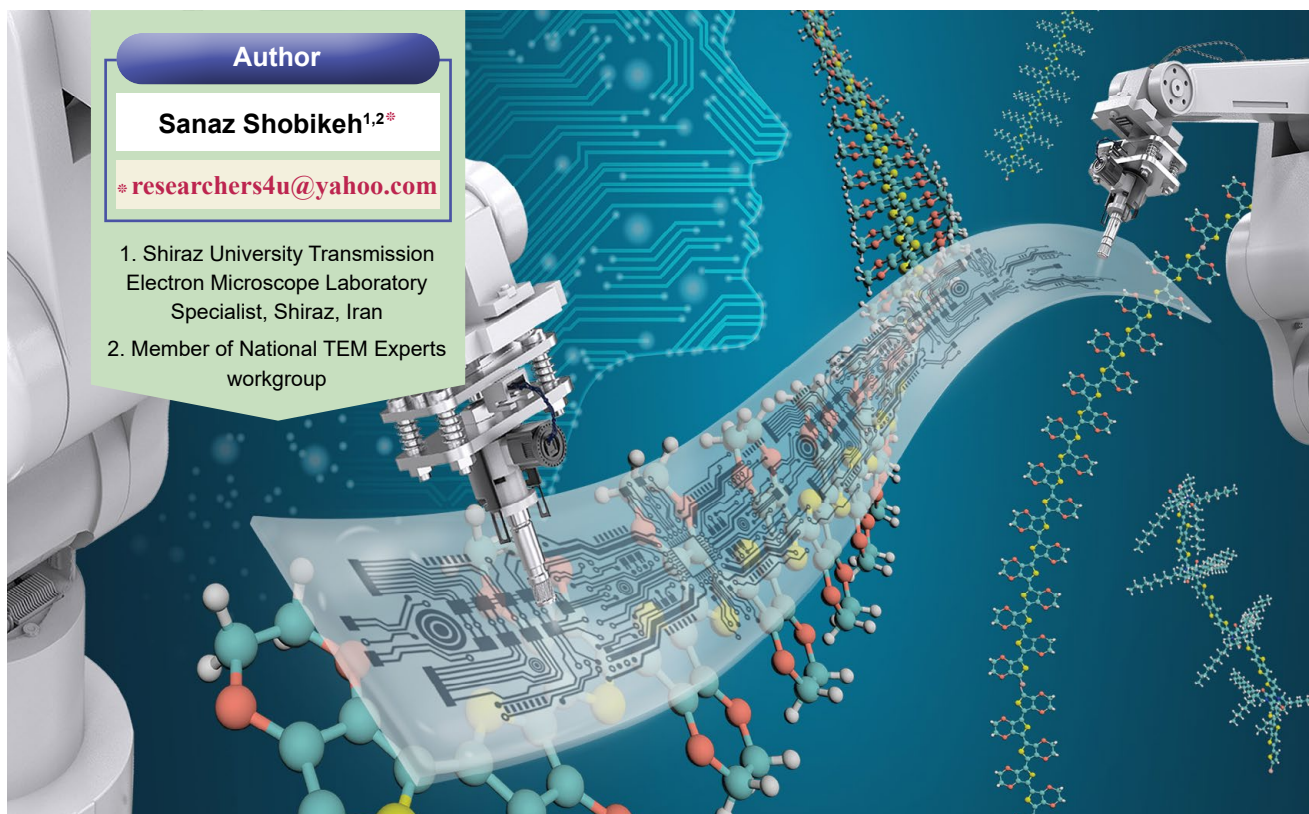
Author

Sanaz Shobikeh^{1,2*}

*researchers4u@yahoo.com

1. Shiraz University Transmission
Electron Microscope Laboratory
Specialist, Shiraz, Iran

2. Member of National TEM Experts
workgroup



Challenges and limitations of incorporating artificial intelligence in the field of transmission electron microscopy, in addition to providing practical solutions

Abstract

The integration of artificial intelligence (AI) in transmission electron microscopy (TEM) has sparked significant advancements in material science, biology, and nanotechnology, enabling enhanced image analysis, automated feature detection, and accelerated data processing. However, despite these promising developments, several challenges and limitations persist in fully realizing the potential of AI in TEM. Key obstacles include the complexity of training AI models with high-quality annotated datasets, which can be resource-intensive and time-consuming. Furthermore, the variability and noise inherent in TEM images often complicate the task of AI systems in making accurate predictions or segmentations. The interpretability and transparency of AI algorithms also remain a concern, as the "black-box" nature of many models hinders scientific validation and trust. Moreover, integrating AI with TEM hardware for real-time analysis poses technical difficulties related to computational power, hardware compatibility, and system calibration. This article discusses these challenges and explores potential practical solutions, aiming to provide a balanced perspective on the current state of AI in TEM and its future trajectory.

Keywords

Transmission Electron Microscopy; Artificial Intelligence; Challenge; Solution.



Iranian Journal of Laboratory Knowledge

Volume 13 ■ Issue 2 ■ Summer 2025 ■ No.50

ISSN 2538-3450

Concessionaire:

Iran Nanotechnology Innovation Council

Managing Editor: Alireza Badieli

Editor in Chief: Mojtaba Nasab

Executive Management: Iran Nanotechnology
Laboratory Network (INLN)

Article Editor: Davoud Gharailou

Authors:

Daryanaz Farahmand Broujeni
Samaneh Taghvaei Nia, Parvin Hadian
Pedram Malaekheh, Haniyeh Mashregi
Farideh Bataghva, Hamid Heydari
Sanaz Shobikeh

Designer : Simin Rafipour Langroudi

Editor: Zeinab Zarincheh

Iran, Tehran, Po.Box: 14565-344

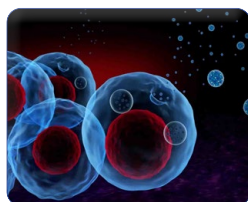
www.IJLK.ir

Email : info@ijlk.ir



Iran Nanotechnology
Laboratory Network

Contents



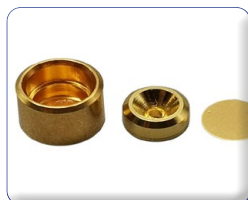
Comparative investigation of
nanoparticles using Nanoparticle
Tracking Analysis (NTA) and Dynam-
ic Light Scattering (DLS)

>49



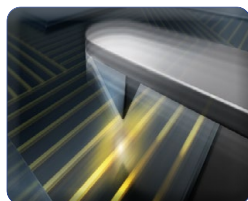
Application of Fourier-Transform
Near-Infrared (FT-NIR) spectroscopy
in the Determination of Hydroxyl
Number of Polyols

>50



The Effect Of Crucible Type On Differential
Scanning Calorimetry (DSC) Measurements

>51



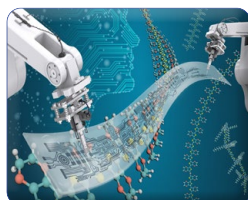
How to Choose the Right AFM Probe
for Your Experiment?

>52



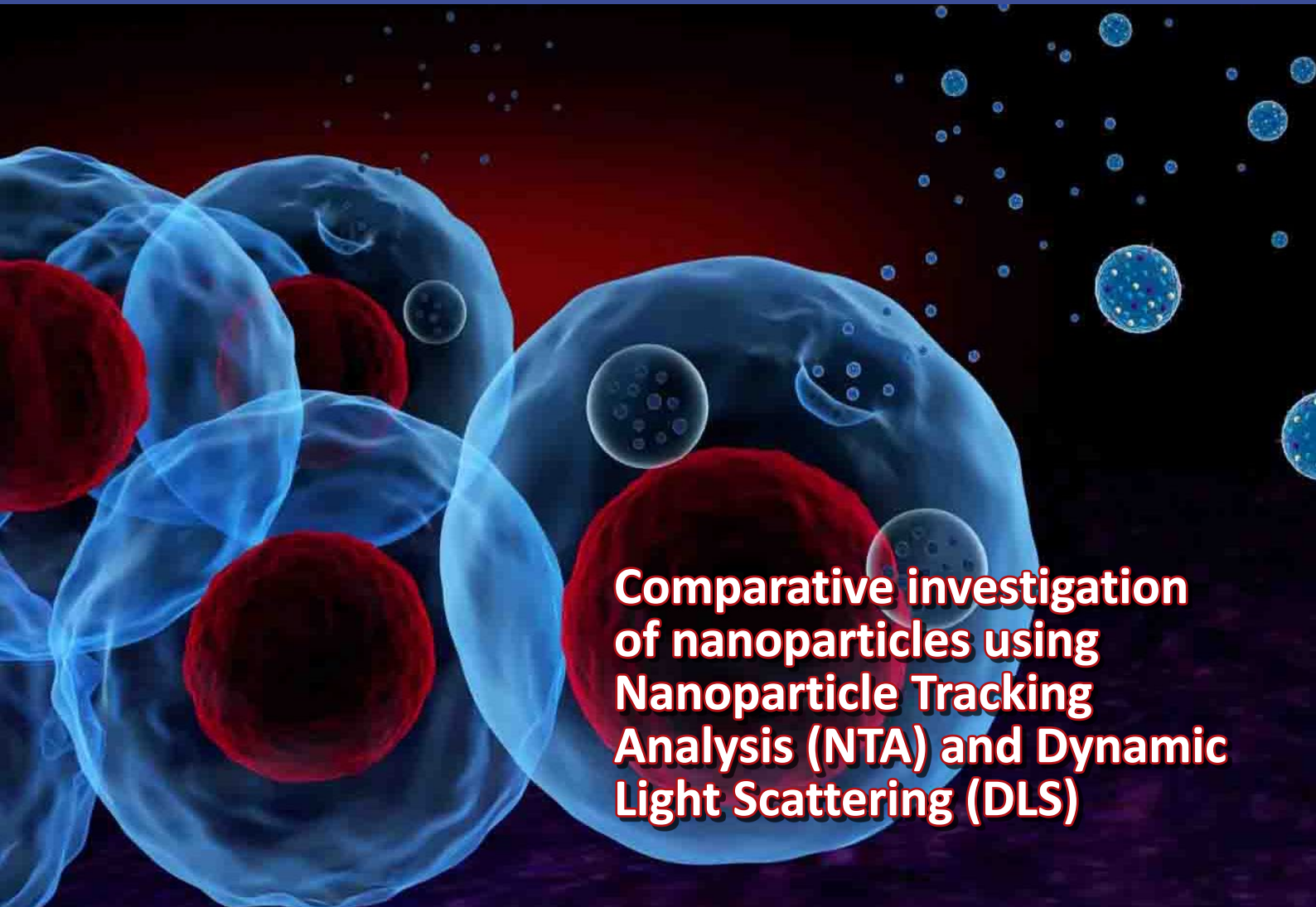
Analysis of semi-crystalline
thermoplastics using the Multi
Sampler DSC

>53

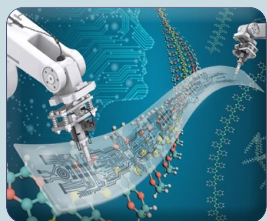


Challenges and limitations of
incorporating artificial intelligence
in the field of transmission electron
microscopy, in addition to providing
practical solutions

>54



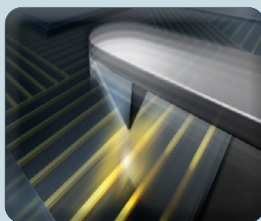
Comparative investigation of nanoparticles using Nanoparticle Tracking Analysis (NTA) and Dynamic Light Scattering (DLS)



Challenges and limitations of incorporating artificial intelligence in the field of transmission electron microscopy, in addition to providing practical solutions



Analysis of semi-crystalline thermoplastics using the Multi Sampler DSC



How to Choose the Right AFM Probe for Your Experiment?



Investigating the effect of color and color reagents in metallography



Application of Fourier-Transform Near-Infrared (FT-NIR) spectroscopy in the Determination of Hydroxyl Number of Polyols