

دانش آزمایشگاهی ایران

سال دوم ■ شماره ۴ ■ زمستان ۱۳۹۳ ■ شماره پیاپی ۸

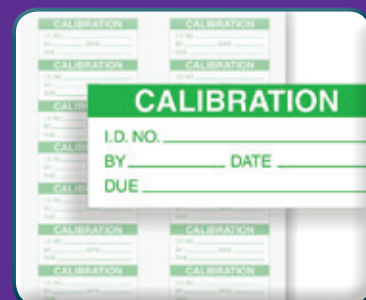
تعیین توزیع اندازه ذرات در ابعاد نانو با استفاده از دستگاه تفرق نور پویا



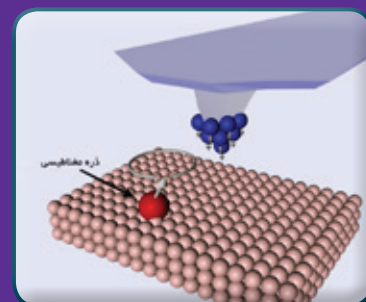
شرایط حمایت از آزمایشگاه‌های عضو شبکه آزمایشگاهی فناوری‌های راهبردی معاونت علمی؛ منتشر شد



آنچه که کارشناس آزمایشگاه آنالیز شیمیایی از آماده‌سازی نمونه باید بداند



تعیین فاصله زمانی کالیبراسیون



میکروسکوپ نیروی تشدید مغناطیسی

اللہ علیہا

اے بے نستانہ اے کہ خدا را نستانہ اے



فصلنامه تخصصی

دانش آزمایشگاهی ایران

سال دوم ■ شماره ۴ ■ زمستان ۱۳۹۳ ■ شماره پیاپی ۸

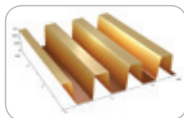
فهرست مطالب

اخبار

با تدوین دستورالعمل حمایتی شبکه آزمایشگاهی فناوری‌های راهبردی معاونت علمی؛ شرایط حمایت از آزمایشگاه‌های عضو این شبکه منتشر شد

۲ <

استاندارد



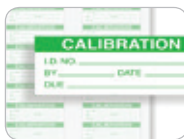
روش استاندارد کالیبره کردن بزرگ‌نمایی Z میکروسکوپ نیروی اتمی، در سطوح جابجائی زیرنانومتر و با استفاده از پله‌های تک اتمی Si (111)

۳ <



آنچه که کارشناس آزمایشگاه آنالیز شیمیایی از آماده‌سازی نمونه باید بداند

۴ <



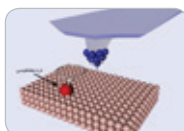
تعیین فاصله زمانی کالیبراسیون

۹ <



تعیین توزیع اندازه ذرات در ابعاد نانو با استفاده از دستگاه تفرق نور پویا

۱۴ <



میکروسکوپ نیروی تشدید مغناطیسی

۲۱ <

صاحب امتیاز: شبکه آزمایشگاهی فناوری نانو

سرمدبیر: رضا اسدی فرد

مدیرمسئول: مجتبی نسب

مدیریت اجرایی: شبکه آزمایشگاهی فناوری نانو

دبیر مقالات: داود قزایلو

همکاران این شماره: تهمینه ذاتی مصلحتی، اشرف سادات کریمان، الهه ابولحسنی، محمود رفیعی، زینب ستاریان، آزاده رضا، داود قزایلو، ساسان مرادده، پروین هادیان، صدیقه صادق حسنی و مریم خراشادی‌زاده

طراحی و صفحه آرایی: سیمین رفیع پور لنگرودی

ویراستاران: زینب زرینچه، صدیقه صادق حسنی

نشانی: تهران . صندوق پستی ۳۴۴-۱۴۵۶۵

تلفن: ۰۲۱ ۶۳۱۰۲۳۰۴

پایگاه اینترنتی: www.IJLK.ir

پست الکترونیکی: info@ijlk.ir



شبکه آزمایشگاهی فناوری نانو

مقالات

باتدوین دستورالعمل حمایتی شبکه آزمایشگاهی فناوری‌های راهبردی معاونت علمی؛

شرایط حمایت از آزمایشگاه‌های عضو این شبکه منتشر شد

به گزارش مرکز روابط عمومی و اطلاع‌رسانی معاونت علمی و فناوری ریاست جمهوری؛ دکتر رضا اسدی‌فرد، مدیر شبکه آزمایشگاهی فناوری‌های راهبردی معاونت علمی و فناوری ریاست جمهوری، با اشاره به دستورالعمل حمایتی این شبکه که چارچوب و قوانین حمایتی آن تعیین و شفاف‌سازی شده است، گفت: «بر اساس این دستورالعمل، حمایت‌های تشویقی این شبکه آزمایشگاهی از مراکز عضو، به منظور استفاده بیش‌تر و بهتر از ظرفیت‌های تجهیزاتی خود، افزایش بهره‌وری سرمایه‌گذاری‌های انجام شده در کشور و تسهیل انتقال دانش و تجارب آزمایشگاهی بین مراکز عضو شبکه تحقق خواهند یافت.»

قابل پرداخت است، اعلام مشخصات دوره (شامل نام برگزار کننده، نام دوره، زمان برگزاری و هزینه آن) و افراد شرکت کننده به صورت مکتوب توسط آزمایشگاه را ضروری دانست و افزود: مبلغ حمایت به صورت اعتبار آزمایشگاه، نزد شبکه خواهد بود که با توجه به هزینه دوره و تعداد افراد شرکت کننده از طرف آزمایشگاه، پرداخت می‌شود. اسدی‌فرد همچنین تهیه فهرست نیازهای آزمایشگاه در زمینه پشتیبانی تجهیزات موجود و ارسال آن طی نامه رسمی به شبکه؛ و تأیید موارد درخواست شده از طرف شبکه و لحاظ کردن آن در قرارداد فی مابین شبکه و آزمایشگاه عضو را از الزامات دریافت حمایت تعمیر و نگهداری دانست و افزود: «کالیبراسیون تجهیزات عضو شبکه در آزمایشگاه، تا سقف ۵۰ میلیون ریال و حمایت از نگهداری و تعمیرات تجهیزات عضو شبکه در آزمایشگاه، تا سقف ۳۵۰ میلیون ریال تحت حمایت شبکه آزمایشگاهی قرار می‌گیرد.»

مدیر شبکه آزمایشگاهی فناوری‌های راهبردی معاونت علمی و فناوری ریاست جمهوری، استاندارد ISO/IEC 17025 را لازمی صحت عملکرد و اعتباردهی به نتایج آزمایش‌ها بیان کرد و از حمایت این شبکه از آزمایشگاه‌های عضو برای اخذ این استاندارد خبر داد.

خریدهای نمایندگان تجهیزات آزمایشگاهی ساخت ایران حمایت می‌شوند

وی پیاده‌سازی نرم‌افزار مدیریت اطلاعات آزمایشگاهی با نام تجاری LabLead را از دیگر حمایت‌های شبکه آزمایشگاهی فناوری‌های راهبردی بر اساس دستورالعمل عنوان کرد و افزود: «اعضای قطعی شبکه پس از ارسال درخواست به صورت رسمی و به همراه پیش‌فاکتور به شبکه آزمایشگاهی، پس از اخذ تأیید کتبی شبکه، ۵۰ درصد هزینه پیاده‌سازی این نرم‌افزار را دریافت می‌کنند.»

اسدی‌فرد خرید دستگاه جدید آزمایشگاهی از نمایندگان تجهیزات و مواد آزمایشگاهی ساخت ایران را لازمه دریافت حمایت شبکه در بخش خرید تجهیزات آزمایشگاهی ساخت ایران برشمرد و با بیان این که همه مراکز عضو شبکه (آزمایشی و قطعی) می‌توانند از این سرفصل حمایتی بهره‌مند شوند، افزود: میزان حمایت شبکه، ۱۰ درصد حمایت علاوه بر حمایت معمول ارایه شده در نمایندگان فوق برای دستگاه‌های نوع ۳ و ۴ است و هر آزمایشگاه در هر سال می‌تواند تنها برای یک دستگاه از این حمایت استفاده کند.

مدیر شبکه آزمایشگاهی فناوری‌های راهبردی معاونت علمی با بیان این که این حمایت تنها خود دستگاه را شامل می‌شود و تجهیزات جانبی را شامل نمی‌شود افزود: در صورتی که دستگاهی، به صورت تلفیقی از چند روش باشد و یا امکانات ویژه‌ای بر اساس نیاز مشتری در آن تعبیه شود، میزان حمایت شبکه، پس از بررسی دستگاه از طرف بخش فنی نمایندگان تجهیزات و مواد آزمایشگاهی ساخت ایران، تعیین و اعلام خواهد شد. اسدی‌فرد قرارگیری در بین ۲۰ رتبه اول شبکه در آخرین ارزیابی و رتبه‌بندی انجام شده از فعالیت آزمایشگاه‌ها، برتری امتیاز آزمایشگاه متقاضی استفاده از حمایت در آخرین ارزیابی عملکرد آزمایشگاه‌های عضو شبکه نسبت به سایر متقاضیان، میزان نیاز کشور و کمبودهای تجهیزاتی شبکه، ارائه مشخصات فنی کامل و دلایل توجیهی کافی به شبکه در خصوص نیاز به خرید دستگاه موردنظر و تعهد آزمایشگاه برای ارائه خدمات در شبکه تا زمان مورد توافق را از شاخص‌های انتخاب آزمایشگاه و شرایط لازم برای استفاده از تسهیلات خرید تجهیزات آزمایشگاهی جدید از خارج کشور برشمرد و افزود: شبکه بر اساس میزان مشارکت آزمایشگاه‌ها در هزینه‌کرد برای خرید دستگاه، تا حداکثر ۴ میلیارد ریال و تا سقف ۵۰ درصد قیمت دستگاه مورد نظر به مراکز متقاضی دارای شرایط حمایت پرداخت می‌کند که این پرداخت برای مراکز بخش خصوصی عضو شبکه در قالب تسهیلات ارائه می‌شود.

مدیر شبکه آزمایشگاهی فناوری‌های راهبردی معاونت علمی، در مورد چگونگی تخصیص اعتبار حمایتی به آزمایشگاه‌های عضو شبکه توضیح داد: «آزمایشگاه‌های متقاضی دریافت حمایت، موظفند نامه درخواست خود را به همراه مستندات تعیین شده در دستورالعمل برای مدیر شبکه ارسال کنند. درخواست‌های ارسال شده به شبکه در فرم پیگیری درخواست حمایت ثبت، شماره‌گذاری و پیگیری می‌شوند.» وی افزود: «پس از بررسی تطابق درخواست‌ها با این دستورالعمل، نتیجه بررسی و چگونگی انجام حمایت یا در صورت مغایرت، عدم مطابقت درخواست ارائه شده، به متقاضی اعلام خواهد شد.»

سرفصل‌های حمایتی شبکه

به گفته مدیر شبکه آزمایشگاهی فناوری‌های راهبردی معاونت علمی، بر اساس این دستورالعمل، این شبکه در برگزاری و یا حضور کارشناسان در کارگاه‌ها و دوره‌های آموزشی، تعمیر و نگهداری، ارتقاء کالیبراسیون و تأمین قطعات برای تجهیزات موجود، اخذ اعتبارنامه استاندارد ISO/IEC 17025 برای مراکز عضو شبکه، پیاده‌سازی نرم‌افزار مدیریت اطلاعات آزمایشگاهی تولید داخل کشور، خرید تجهیزات جدید آزمایشگاهی ساخت ایران و خرید تجهیزات آزمایشگاهی جدید از خارج کشور، آزمایشگاه‌ها را مورد حمایت قرار می‌دهد.

زمینه‌های مختلف حمایت

اسدی‌فرد با اشاره به حمایت شبکه آزمایشگاهی فناوری‌های راهبردی برای شرکت کارشناسان و متخصصان دستگاه‌های مراکز عضو در دوره‌ها و کارگاه‌های آموزشی مرتبط با دستگاهی که کارشناس مذکور با آن دستگاه خدمات آزمایشگاهی ارایه می‌کند افزود: آزمایشگاه‌های مستقر در استان‌های تهران و البرز، سالانه تا سقف ۱۵ میلیون ریال و آزمایشگاه‌های مستقر در دیگر استان‌ها سالانه تا سقف ۲۰ میلیون ریال مورد حمایت شبکه قرار می‌گیرند.

وی با بیان این که این حمایت برای همه اعضای آزمایشی و قطعی

نویسندگان

روح الله عزیزی^{۱*}، صدیقه صادق حسینی^{۲*}،زهرا ثبات^۳ و محبوبه محسن نیا^۴

sadeghs@ripi.ir

۱. کارشناس ارشد مهندسی مواد، مجتمع آزمایشگاهی فناوری نانو کفا

۲. کارشناس ارشد شیمی تجزیه- پژوهشگاه صنعت نفت

۳. کارشناس ارشد شیمی فیزیک- پژوهشگاه صنعت نفت

۴. کارشناس ارشد شیمی تجزیه- پژوهشگاه صنعت نفت

۵. عضو کارگروه تخصصی دستگاه SPM شبکه

آزمایشگاهی فناوری نانو

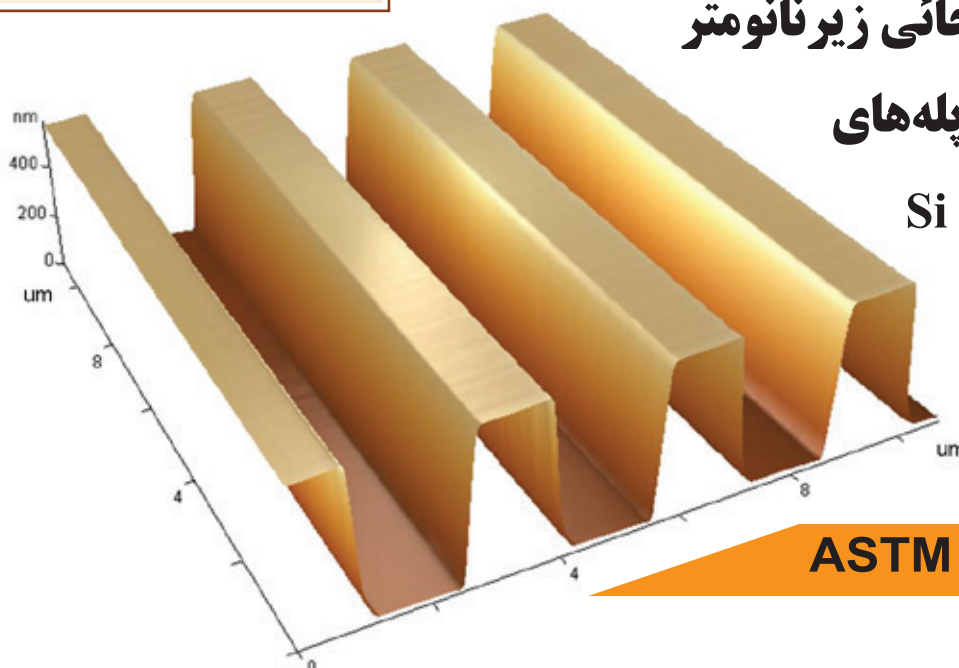
روش استاندارد کالیبره کردن

بزرگ‌نمایی Z میکروسکوپ نیروی اتمی،

در سطوح جابجائی زیر نانومتر

و با استفاده از پله‌های

تک اتمی Si (۱۱۱)

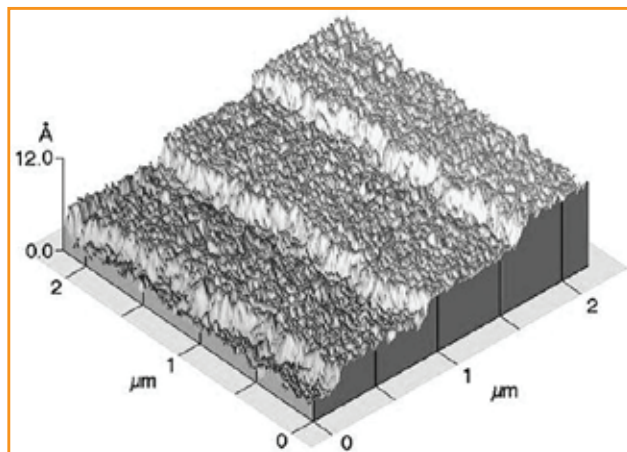


ASTM E 2530-06

جدا می‌شود، به گونه‌ای که هر زیر سطح به‌طور تقریبی در مرکز خود دارای یک تک پله باشد.

در هر زیر سطح، میانگین ارتفاع پله به‌دست آمده از هر مقطع عرضی محاسبه می‌شود تا در نهایت میانگین ارتفاع پله برای تمام مناطق به‌دست آید، سپس انحراف معیار برای هر ۴ زیر سطح محاسبه می‌گردد.

در پایان، دستگاه AFM در راستای محور Z و با اصلاح مقدار حساسیت روبشگر پیزو الکتریک کالیبره می‌شود.



شکل ۱: تصویر سطح سیلیسیم با پله تک اتمی.

هنگام استفاده از ابزار اندازه‌گیری، کالیبراسیون صحیح آنها در هنگام ساخت و بهره‌برداری بسیار مهم است. میکروسکوپ نیروی اتمی (AFM) یکی از ابزارهای بسیار دقیق اندازه‌گیری و نمایش سطح در مقیاس اتمی است. برای اطمینان از نتایج حاصل از این روش اندازه‌گیری، نیازمند طراحی و انجام روش‌های کالیبراسیون دقیق در ابعاد مختلف هستیم. در این استاندارد روش کالیبراسیون بزرگ‌نمایی در راستای Z میکروسکوپ نیروی اتمی در سطوح جابجائی زیر نانومتر با استفاده از پله‌های تک‌اتمی سیلیسیم (۱۱۱) شرح داده شده است.

برای این منظور، یک سطح تک بلور سیلیسیم با جهت‌گیری صفحه بلوری نزدیک به صفحه (۱۱۱) استفاده می‌شود. این صفحه بلوری، دارای تعداد زیادی پله تک اتمی مجزا و تراس‌های هموار اتمی است (شکل ۱). همان‌گونه که در شکل مشاهده می‌شود، این سطح شامل پله‌های تک اتمی است که میانگین مقدار ارتفاع پله بر اساس پارامتر شبکه سیلیسیم به‌وسیله X-Ray تعیین شده و ۳۱۴ پیکومتر است.

با استفاده از این روش می‌توان بزرگ‌نمایی Z کالیبره شده را با عدم قطعیت تقریبی ۰.۷٪ در محدوده ارتفاعی در حدود ۱ نانومتر به‌دست آورد.

نمونه سیلیسیم (۱۱۱) روی نگهدارنده نمونه در موقعیت مناسب قرار داده می‌شود. منطقه‌ای که حدوداً دارای چهار زیر سطح مستطیل شکل از پله‌های اندازه‌گیری شده است انتخاب شده و

نویسندگان

تهمینه ذاتی مصلحتی^{۱*}
 اشرف سادات کریمان^۲
 الهه ابولحسنی^۳، محمود رفیعی^۴

T.maslehati@wri.ac.ir

آنچه که کارشناس آزمایشگاه آنالیز شیمیایی از آماده‌سازی نمونه باید بداند

چکیده

این مقاله، مروری بر چگونگی آماده‌سازی نمونه‌های مایع و جامد، به‌منظور خوانش با دستگاه جذب اتمی و پلاسما جفت شده القایی نشر اتمی است. آماده‌سازی نمونه برای انجام آنالیز شیمیایی، شامل بخش‌های بسیار مهم و اساسی است به‌طوری که اگر آماده‌سازی به درستی انجام نگیرد، خطاهای زیادی در نتایج آزمایش‌ها به‌وجود می‌آورد.

واژه‌های کلیدی

آماده‌سازی نمونه، جذب اتمی، نشر اتمی - پلاسما جفت شده القایی -، هضم اسیدی، میکروویو.

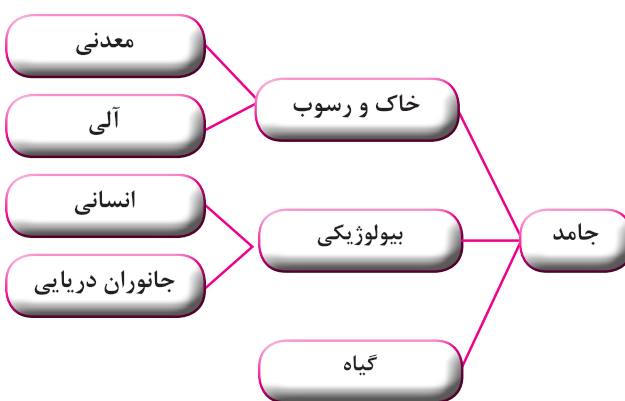
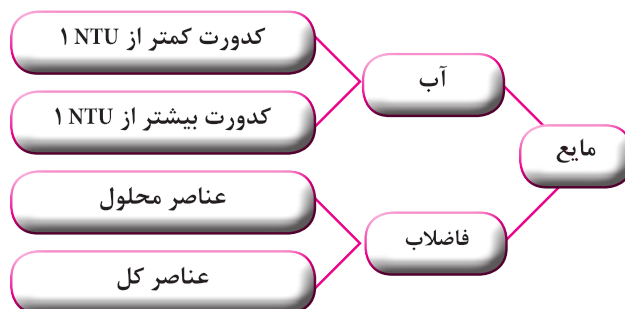
مقدمه

در آنالیز شیمیایی برای تعیین مقادیر عناصر، چه در روش‌های کلاسیک مانند تیتراسیون (حجم سنجی)، وزن سنجی و طیف‌سنجی نور مرئی و ماوراء بنفش و چه در روش‌های جدیدتر مانند طیف‌سنجی جذب اتمی و طیف‌سنجی نشر اتمی در محیط پلاسما جفت شده القایی، نمونه مورد نظر باید به‌طور کامل حل شود. روش‌هایی که برای این منظور استفاده می‌شود با توجه به نوع نمونه اعم از این که خاک، رسوب، بافت موجودات زنده، گیاه و غیره باشد، با هم متفاوت خواهند بود و باید هم از نظر معرف‌ها و مواد شیمیایی به کار رفته و هم از نظر وسایل و ابزار مورد نیاز، مقرون به صرفه باشند. به دلیل این که هدف، آنالیز عنصری نمونه است، باید روش‌های به کار برده شده طوری باشند که ماهیت اصلی نمونه‌ها تغییر نکند و تمامی عناصر در محیط باقی بمانند.

در بیشتر این روش‌ها معمولاً از اسیدهای معدنی مختلف و یا مخلوطی مناسب از آنها به همراه مواد اکسید کننده، محلول‌های بازی و یا در مورد برخی عناصر مقاوم، از ذوب قلیایی در حضور کمک ذوب‌های مناسب استفاده می‌شود. در واقع در حالت‌های عادی، آماده‌سازی نمونه تقریباً ۶۰ درصد زمان کل آنالیز را در بر می‌گیرد؛ در نتیجه، نقش مهمی در دقت و صحت نتایج حاصل از آنالیز، به‌خصوص در مورد عناصر کمیاب و ناچیز خواهد داشت.

در مورد نمونه‌هایی که حاوی عناصر دیرگداز مانند: آلومینیوم، سیلیسیم، زیرکونیوم، برلیوم، تالیم، لانتانیم و توریم هستند، به دلیل مقاومت شیمیایی بالا، آماده‌سازی آنها چه از نظر نوع و مقدار عوامل شیمیایی و چه از نظر مدت زمان انجام فرآیند هضم، مشکلات زیادی را در پی خواهد داشت.

انواع نمونه



روش‌های هضم نمونه‌های مایع

در مورد نمونه‌هایی که از ابتدا به صورت محلول هستند، به منظور آنالیز عنصری، نمونه‌ها بدون آماده‌سازی به دستگاه‌ها تزریق می‌شوند، مشروط بر این‌که نمونه‌ها کاملاً شفاف بوده و حاوی ذرات معلق نباشند.

به منظور آنالیز عناصر غیر محلول موجود در نمونه‌های مایع، نمونه را باید به کمک اسیدهای معدنی هضم نمود. در این روش به ازای یک لیتر نمونه آب، ۵ میلی‌لیتر نیتریک اسید غلیظ به نمونه اضافه می‌شود. برای هضم این نمونه، ۱۰۰ میلی‌لیتر از این مخلوط را برداشته و آن را درون بشر می‌ریزیم؛ سپس ۵ میلی‌لیتر هیدروکلریک اسید ۱ به ۱ به آن اضافه می‌نماییم و به مدت ۱۵ دقیقه، داخل حمام بخار یا روی هیتر قرار می‌دهیم [۱].

نکته: در صورت وجود مواد جامد، ابتدا نمونه فیلتر و سپس نمونه صاف شده را داخل بالن حجمی ۱۰۰ میلی‌لیتری ریخته و به کمک آب یون‌زدایی شده (دو بار تقطیر) آن را به حجم می‌رسانیم. با توجه به نوع عنصر، روش‌های هضم متفاوتی وجود دارد. در ادامه به روش‌های هضم نمونه مایع با توجه به نوع فلز مورد نظر به تفکیک اشاره خواهد شد. به طور کلی، نیتریک اسید برای هضم کلیه فلزات مناسب است. استفاده از دیگر اسیدهای مکمل (پرکلریک اسید، سولفوریک اسید، فلئوئوریدریک اسید و پرکلریک اسید) به منظور هضم کامل، برای برخی از عناصر توصیه نمی‌شود. هضم نمونه حاوی نقره به دو روش انجام می‌شود:

۱. مخلوط نیتریک اسید و هیدروکلریک اسید به نسبت ۱ به ۳ (یک حجم اسید نیتریک و سه حجم هیدروکلریک اسید) استفاده می‌شود.

۲. مخلوط اسید نیتریک و هیدروکلریک اسید به نسبت ۱ به ۳ (یک حجم نیتریک اسید و سه حجم هیدروکلریک اسید) به علاوه محلول آمونیاکی ۳۰ درصد برای تشکیل کلرید نقره آمونیاکی استفاده می‌شود.

هضم نمونه‌های حاوی قلع، آنتیموان و روتنیم به کمک مخلوط نیتریک اسید و هیدروکلریک اسید انجام می‌گیرد که در برخی مواقع استفاده از کلریدریک اسید می‌تواند مفید باشد.

عناصر سرب و توریم: در این نمونه‌ها از نیتریک اسید استفاده می‌شود.

عناصر تیتانیم: مخلوط نیتریک اسید و سولفوریک اسید مورد استفاده قرار می‌گیرد.

هضم نمونه‌های حاوی مواد آلی: در این نمونه‌ها از مخلوط نیتریک اسید و پرکلریک اسید استفاده می‌شود.

هضم نمونه حاوی مواد سیلیسی: در این نمونه‌ها از مخلوط هیدروکلریک اسید و فلئوئوریدریک اسید استفاده می‌شود. توجه داشته باشید که در صورت استفاده از فلئوئوریدریک اسید به هیچ عنوان از دستگاه نشر شعله به منظور خوانش نمونه‌ها استفاده نشود. نکته: در صورت استفاده از فلئوئوریدریک اسید، برای از بین بردن اثرات مخرب آن باید به ۵۰ میلی‌لیتر از نمونه، ۰/۵ گرم بوریک اسید افزوده شود.

نکته: به منظور هضم نمونه حاوی باریم، سرب و نقره هرگز از سولفوریک اسید استفاده نشود.

هضم نمونه جامد

در روش هضم نمونه‌های جامد به صورت کلاسیک، نمونه تحت تأثیر اسیدهای معدنی قرار می‌گیرد تا پیوندها شکسته شده و عناصر فلزی وارد فاز محلول شوند. انواع روش‌های هضم:

♦ هضم به روش تیزاب سلطانی [۲]

این روش برای اندازه‌گیری فلزات از جمله کادمیم، کروم، کبالت، نیکل، روی، وانادیم، آهن، منگنز، جیوه، سرب، مولیبدن، کلسیم، منیزیم، آنتیموان، قلع و غیره مناسب است.

در این روش، یک گرم نمونه خشک را درون بشر توزین نموده و به آن ۵ میلی‌لیتر نیتریک اسید غلیظ و ۱۵ میلی‌لیتر هیدروکلریک اسید غلیظ اضافه می‌کنیم. سپس به مدت ۳۰ دقیقه نمونه را در دمای محیط قرار داده و بشر را روی هیتر در دمای ۱۰۵ درجه سانتی‌گراد به مدت ۳۰ تا ۴۵ دقیقه حرارت می‌دهیم تا عملیات هضم کامل شده و مایع شفاف حاصل شود.

نکته: در مورد هضم نمونه‌هایی که حاوی مقادیر بالای سرب هستند، بعد از مرحله پایانی، ۲۰ تا ۲۵ میلی‌لیتر آمونیم استات اشباع به محتویات بشر اضافه نموده و دوباره روی هیتر حرارت می‌دهیم تا بخارات سفید رنگ از آن خارج شود. بعد از این مرحله، محتویات

روش دوم

مواد شیمیایی مورد نیاز:

۱. سدیم هیدروکسید
۲. پتاسیم هیدروکسید.

هیدروکسیدهای سدیم و پتاسیم ذوب کننده‌های قلیایی بسیار قوی محسوب می‌شوند ولی باید توجه داشت که این ترکیبات در شرایط خاصی مورد استفاده قرار می‌گیرند. عمومیت نداشتن این گونه ذوب‌ها را می‌توان ناشی از دو عامل دانست؛ اول آن که، این ذوب در بوت‌های پلاتینی عملی نبوده و باید از بوت‌های طلا، نقره و نیکل و یا بوت‌ه زیرکونیم استفاده نمود و دیگر آن که، این مواد را به آسانی به خلوص سایر ذوب کننده‌ها نمی‌توان به دست آورد. اشکال دیگر در مورد استفاده از پتاسیم هیدروکسید این است که مقدار زیادی نمک‌های پتاسیم به محلول اضافه می‌شود. این مواد به خاطر خاصیت جذب رطوبت زیاد، هنگامی که حرارت زیاد باشد کف نموده و از ظرف خارج می‌شوند.

روش کار: ۵ میلی‌لیتر سود ۳۰ درصد را درون بوت‌ه نیکلی ریخته، آن را تا مرحله خشک شدن حرارت می‌دهیم؛ سپس حدود ۰/۳ گرم از نمونه را به آن اضافه نموده و عمل حرارت دادن را ادامه می‌دهیم تا ذوب انجام گیرد. بعد از خنک شدن بوت‌ه به کمک آب مقطر، محتویات بوت‌ه را به بالن ۵۰۰ یا ۱۰۰۰ میلی‌لیتری انتقال داده و برای خنثی شدن سود از ۱۰ میلی‌لیتر هیدروکلریک اسید غلیظ استفاده می‌کنیم. بالن را با کمک آب یون‌زدایی شده به حجم می‌رسانیم. این محلول به‌منظور خوانش عناصر سیلیسیم و آلومینیم (عناصر دیرگداز) با دستگاه جذب اتمی و یا پلاسما جفت شده القایی - نشر اتمی آماده است.

هضم گیاه [۵]

روش اول

ابتدا اندام برگی نمونه را جدا نموده و با آب شستشو می‌دهیم؛ سپس در آن در دمای ۶۰ درجه سانتی‌گراد آن را خشک می‌کنیم. نمونه خشک شده را آسیاب نموده؛ یک گرم از آن را توزین و به آن ۵ میلی‌لیتر فلئوئوریدریک اسید و ۱۰ میلی‌لیتر نیتریک اسید و ۵ میلی‌لیتر هیدروکلریک اسید می‌افزاییم و آن را تا دمای ۱۰۰ درجه سانتی‌گراد حرارت می‌دهیم تا نمونه شفاف شود. سپس نمونه را با کمک نیتریک اسید ۴ درصد به حجم می‌رسانیم. نمونه برای خوانش با دستگاه جذب اتمی آماده است.

روش دوم

به‌منظور اندازه‌گیری عناصر Al, B, Ca, Cu, K, Mg, Na, P, Pb, Zn ۱ گرم نمونه خشک را داخل بشر وزن نموده و ۱۰ میلی‌لیتر نیتریک اسید به آن می‌افزاییم. مخلوط را روی هیتر قرار داده تا اسید آن تبخیر شود و حدود ۱ میلی‌لیتر از آن باقی بماند؛

بشر را داخل بالن ۱۰۰ یا ۲۵۰ میلی‌لیتر به حجم می‌رسانیم و به‌منظور اندازه‌گیری، به دستگاه‌های جذب اتمی و یا نشر شعله داده می‌شود.

هضم چهار اسید [۳]

در این روش، یک گرم نمونه خشک را درون بوت‌ه تفلونی توزین نموده و به آن ۵ میلی‌لیتر نیتریک اسید غلیظ اضافه می‌نماییم و به مدت ۳۰ دقیقه در دمای اتاق قرار می‌دهیم. سپس به آن ۱۰ میلی‌لیتر پرکلریک اسید و ۲ میلی‌لیتر فلئوئوریدریک اسید غلیظ اضافه نموده و روی هیتر گذاشته و دمای آن را تا ۱۰۰ درجه سانتی‌گراد افزایش می‌دهیم. در این روش چون هدف، هضم کامل نمونه جامد است، اضافه نمودن فلئوئوریدریک اسید تا شفاف شدن نمونه ادامه پیدا می‌کند. در پایان، ۱۰ میلی‌لیتر هیدروکلریک اسید غلیظ اضافه نموده و به مدت ۱۰ دقیقه نمونه را در همان دما نگه می‌داریم. پس از سرد شدن نمونه، آن را به بالن حجمی ۵۰ یا ۱۰۰ میلی‌لیتری انتقال داده و با آب دو بار تقطیر به حجم می‌رسانیم.

روش هضم ذوب قلیایی [۴]

این روش برای نمونه‌های حاوی Al_2O_3 و SiO_2 و همچنین نمونه‌هایی که حاوی مقادیر بالایی از مس، روی و سرب هستند، مورد استفاده قرار می‌گیرد. روش ذوب قلیایی بر دو نوع است:

روش اول

مواد شیمیایی مورد نیاز:

۱. کربنات سدیم بدون آب
۲. اسید کلریدریک ۶ نرمال
۳. اسید کلریدریک ۱۲ نرمال

روش کار: در حدود ۵ گرم کربنات سدیم را روی ۱ گرم خاک خشک درون بوت‌ه پلاتینی و یا نیکلی ریخته و آن را با خاک به‌طور کامل مخلوط نمایید. سپس یک گرم کربنات سدیم را روی سطح مخلوط ریخته و در کوره گذاشته و کم‌کم دمای کوره را زیاد نموده تا به دمای ۹۰۰ درجه سانتی‌گراد برسد؛ ۱۵ تا ۲۰ دقیقه در این دما بماند. سپس گاهی در بوت‌ه چینی را بردارید تا شرایط اکسیداسیون در آن ایجاد شود؛ در این مرحله، دما را تا ۱۰۰۰ درجه سانتی‌گراد افزایش دهید و به مدت ۵ تا ۱۰ دقیقه نمونه در این دما نگه داشته شود. در اثر حرارت، مواد به‌صورت توده مذاب تغییر حالت می‌دهند. (در صورتی که در پایان مرحله ذوب و در مرحله خنک شدن، حباب هوا در نمونه دیده شود به معنی ناقص بودن مرحله ذوب است. لذا حرارت دادن نمونه را به مدت ۱۵ دقیقه ادامه می‌دهیم).

کمی آب مقطر درون بوت‌ه ریخته سپس به آرامی محتویات آن را درون بشر می‌ریزیم، ۵ میلی‌لیتر کلریدریک اسید ۶ نرمال به بوت‌ه اضافه نموده تا موادی که احتمالاً به ته بوت‌ه چسبیده است جدا شود؛ سپس آن را به بشر انتقال می‌دهیم. محتویات بشر، آماده خوانش با دستگاه جذب اتمی و یا پلاسما جفت شده القایی - نشر اتمی است.

یک گرم از آن را توزین نموده، ۱۰ میلی‌لیتر تیزاب سلطانی و ۷ میلی‌لیتر پرکلریک اسید ۳۷ درصد به نمونه اضافه می‌نماییم و روی هیتر تا دمای ۱۰۰ درجه سانتی‌گراد حرارت می‌دهیم تا هضم، کامل شود. نمونه شفاف را در بالن ۵۰ میلی‌لیتری با آب مقطر به حجم می‌رسانیم. نمونه آماده خوانش با دستگاه جذب اتمی و یا پلاسما جفت شده القایی - نشر اتمی است.

هضم با استفاده از ماکروویو [۹]

روش هضم به کمک دستگاه‌های ماکروویو آزمایشگاهی بنا به مدل دستگاه و شرکت سازنده، متفاوت است. ولی به‌طور کلی همه ماکروویوهای آزمایشگاهی براساس دمای ۲۰۰ تا ۲۴۰ درجه سانتی‌گراد و در فشار بالا عمل هضم را انجام می‌دهند. در جدول صفحه بعد به چند روش آزمایشگاهی برای هضم نمونه خاک و رسوب با دستگاه ماکروویو اشاره شده است.

نکات مهم در مورد کار با اسید:

- ▶ هنگام استفاده از پرکلریک اسید دقت شود که به آرامی و به مقدار کم به محلول اضافه شود. در صورت عدم رعایت موارد ایمنی احتمال انفجار وجود دارد.
- ▶ هنگام استفاده از آب اکسیژنه برای محلول‌های اسیدی و یا نمونه‌های حاوی مقادیر زیاد مواد آلی دقت شود از جوشیدن نمونه هنگام استفاده از H_2O_2 پرهیز شود.
- ▶ در نمونه‌هایی که حاوی مقادیر کم سرب هستند به‌منظور تثبیت نمونه، pH مناسب، ۵ تا ۶ است.



شکل ۱: نمونه‌ای از یک دستگاه ماکروویو

سپس ۱۰ میلی‌لیتر نیتریک اسید، ۲ میلی‌لیتر آب اکسیژنه به آن اضافه می‌کنیم و دوباره حرارت می‌دهیم. در انتها محتویات بشر را به یک بالن ۱۰۰ میلی‌لیتری منتقل نموده و با آب یون‌زدایی شده به حجم می‌رسانیم. در صورتی که نمونه احتیاج به صاف کردن داشته باشد آن را با کاغذ صافی واتمن ۴۲ صاف می‌کنیم. این نمونه آماده خوانش با دستگاه پلاسما جفت شده القایی - نشر اتمی است [۱۰].

هضم جانوران دریایی

▶ روش هضم جانوران کفزی [۶]

نمونه را با آب مقطر شستشو می‌دهیم و در آن در دمای پایین خشک می‌کنیم. نمونه خشک شده را آسیاب و یک گرم از آن را توزین نموده و به آن ۱۰ میلی‌لیتر تیزاب سلطانی و ۷ میلی‌لیتر پرکلریک اسید ۳۷ درصد اضافه نموده، روی هیتر گذاشته و حرارت می‌دهیم تا هضم، کامل شود. در پایان، نمونه به یک مایع شفاف تبدیل می‌شود. محتویات بشر را درون بالن ۵۰ ریخته و با آب مقطر به حجم می‌رسانیم.

▶ روش هضم ماهی [۷]

روش اول

نمونه عضله ماهی را ابتدا با آب مقطر شستشو می‌دهیم و در دمای ۶۰ درجه سانتی‌گراد در آن خشک می‌کنیم. نمونه خشک شده را آسیاب، یک گرم از آن را توزین نموده و درون بشر ریخته و به آن ۶ میلی‌لیتر نیتریک اسید غلیظ اضافه می‌کنیم. نمونه را با آب مقطر به حجم ۱۰۰ میلی‌لیتر می‌رسانیم و با دستگاه جذب اتمی و یا پلاسما جفت شده القایی - نشر اتمی می‌کنیم.

روش دوم

برای هضم نمونه‌های بیولوژیکی مانند عضله و کبد ماهی و گیاه با استفاده از حمام شنی یا هیتر، حدود ۰/۲ گرم از نمونه خشک را در بوته تفلونی وزن می‌نماییم. ۵ میلی‌لیتر نیتریک اسید غلیظ به آن اضافه نموده و درب ظرف را با پوشش آلومینیومی می‌بندیم و نمونه‌ها را در دمای اتاق به مدت ۱ ساعت قرار می‌دهیم. سپس نمونه‌ها را روی هیتر در دمای ۹۰ درجه سانتی‌گراد به مدت ۳ ساعت قرار داده و اجازه می‌دهیم تا نمونه‌ها در دمای اتاق سرد شوند. سپس پوشش آلومینیومی را برداشته و محتویات داخل بوته را با کاغذ صافی واتمن ۴۲ صاف می‌نماییم. محلول صاف شده را در بالن ۵۰ میلی‌لیتری با آب یون‌زدایی شده به حجم می‌رسانیم. نمونه آماده خوانش با دستگاه جذب اتمی و یا پلاسما جفت شده القایی - نشر اتمی است [۱۱].

هضم نمونه انسانی (مو و ناخن) [۸]

نمونه مو و یا ناخن را در آن خشک می‌نماییم. نمونه را خرد و

نمونه	مقدار میلی گرم	روتور	مواد معرف	پروفایل	برنامه			
					قدرت دما	روند افزایش دما	زمان ماندگاری	خنک کننده
رس	۱۰۰-۵۰۰	HF 100	۲ میلی لیتر نیتریک اسید ۴ میلی لیتر فسفریک اسید ۲ میلی لیتر پرکلریک اسید	دما	۲۴۰ ۰	۱۵	۴۵ ۲۰	۱ ۲
رسوب رودخانه	۱۰۰-۵۰۰	HF 100	۱ میلی لیتر نیتریک اسید ۲ میلی لیتر هیدروکلریک اسید ۳ میلی لیتر فلوئوریدریک اسید	دما	۲۴۰ ۰	۱۵	۲۵ ۲۰	۱ ۲
رسوب	۵۰-۳۰۰	MF 100	۳ میلی لیتر نیتریک اسید ۹ میلی لیتر هیدروکلریک اسید	دما	۱۹۰ ۰	۱۰	۲۰ ۲۰	۱ ۲

مراجع

[1] Standard methods for the examination of water & wastewater -21st Edition, 2005

[2] ASTM D 4698 Edition approved Oct.15,1992
2001

[3] Standard methods for the examination of water & wastewater , 3030 -21st Edition, 2005

[۴] نشریه شماره ۸۹۳ سال ۱۳۷۲ وزارت کشاورزی - موسسه تحقیقات خاک و آب

[5] Determination of Heavy Metal Accumulation in Ipomoea Aquatica using Wet DEstruction Method, Faculty of Chemical & Natural Resources Engineering University Malaysia Pahang, November2010

[6] Decomposition of fish samples for determination of Mercury, Institute for medical research and occupational Health , Zagreb Croatia, November 1998

[7] Decomposition of fish samples for determination of Mercury, Institute for medical research and occupational health , Zagreb Croatia, November 1998

[8] Preparation of Hair for measurement of element by (ICP-OES),Accepted March 5, 1998

[9] Multiwave 3000 – Classified List of Applications, Anton Paar

[10] Liberty SerirsII Analytical Methods book .publication No.8510150000 October 1999

[11] Moopam 1999

نتیجه گیری

برای انتخاب روش هضم مناسب، ابتدا باید به نمونه دقت شود تا با توجه به بافت نمونه، روش هضم مناسب و اسیدهای مناسب آن را انتخاب نمود. از طرفی باید توجه داشت که براساس نوع دستگاه و روشی که به منظور آنالیز انتخاب می‌شود، از اسید و مواد مناسبی برای ذوب نمونه استفاده نمود تا در حد امکان مزاحمت‌های طیفی و دستگاهی به حداقل برسد.

پی نوشت

۱. کارشناس ارشد شیمی خاک، موسسه تحقیقات آب
۲. کارشناس محیط زیست، موسسه تحقیقات آب
۳. کارشناس ارشد شیمی، سازمان زمین شناسی و اکتشافات معدنی ایران
۴. کارشناس ارشد شیمی، شرکت تولیدی و تحقیقاتی صنعتی آبسار کویر
۵. عضو کارگروه تخصصی آنالیز عنصری شبکه آزمایشگاهی فناوری‌نانو
۶. به هنگام استفاده از اسیدهای ذکر شده، رعایت نکات ایمنی و مطالعه برگه‌های ایمنی MSDS الزامی است. به‌عنوان مثال، استفاده نادرست از پرکلریک اسید موجب بروز انفجار می‌شود.

نویسندگان

زینب ستاریان^{۱*}آزاده رضا^۲

I.Sattarian@yahoo.com

CALIBRATION

I.D. NO. _____

BY _____ DATE _____

DUE _____

تعیین فاصله زمانی کالیبراسیون

چکیده

برای حصول اطمینان از کیفیت یک محصول، باید ابزارها از صحت و دقت عملکرد لازم برخوردار باشند؛ به همین منظور، مفهوم کالیبراسیون و ابزارهای اندازه‌گیری مطرح می‌شود. تنها کالیبراسیون صحیح و دوره‌ای، به نتایج خروجی دستگاه‌ها کیفیت می‌بخشد. با انجام کالیبراسیون به دنبال یافتن ویژگی‌های اندازه‌شناختی دستگاه هستیم تا در صورت نیاز، اصلاحات لازم انجام شود. اغلب استانداردهای مدیریت کیفیت در بخش الزامات فنی، از کالیبراسیون تجهیزات نام برده و آن را الزام نموده‌اند. به منظور انجام عملیات کنترل وسایل، پایش و اندازه‌گیری در صنایع، باید برنامه زمانی کالیبراسیون را تعیین نمود. هدف از نگارش این مقاله، تعیین حداکثر فاصله زمانی واقعی میان تأییدهای متوالی استانداردها و تجهیزات اندازه‌گیری است. تعیین زمان فواصل کالیبراسیون دوره‌ای دستگاه‌های اندازه‌گیری یکی از عوامل مؤثر سیستم کالیبراسیون در یک نظام کالیبراسیون است.

واژه‌های کلیدی

کالیبراسیون، ویژگی‌های اندازه‌شناختی، کالیبراسیون دوره‌ای.

مقدمه

کالیبراسیون در واقع ایجاد نظامی مؤثر، به منظور کنترل صحت و دقت عوامل مترولوژیکی دستگاه‌های آزمون و وسایل اندازه‌گیری و کلیه تجهیزاتی است که عملکرد آنها بر کیفیت فرآیند تاثیرگذار است که به منظور اطمینان از تطابق اندازه‌گیری‌های انجام شده با استانداردهای جهانی مورد استفاده قرار می‌گیرد [۱].

جنبه‌های مهم در انجام کالیبراسیون عبارتند از:

- کیفیت نتایج آزمایشگاه کالیبراسیون؛
- کیفیت و درستی وسایل (اندازه‌گیری) مورد استفاده؛
- نگهداری سوابق کالیبراسیون.

در کالیبراسیون، درک مفهوم تنظیم بسیار حایز اهمیت است. تنظیم، مجموعه فعالیت‌هایی است که تجهیزات اندازه‌گیری را در وضعیت کارکرد مناسب و مطمئن برای استفاده قرار می‌دهد که می‌تواند به صورت خودکار، نیمه خودکار یا دستی باشد؛ مانند تنظیمات الکترونیکی یا مکانیکی که توسط کارکنان تعمیراتی و مطابق با توصیه سازنده یا تجارب کاری و براساس نقشه‌ها و دستورالعمل‌های سرویس انجام می‌گیرد. باید توجه داشت پس از تعمیر هر وسیله اندازه‌گیری، ابتدا آن را تنظیم نمود تا مقدار نشان داده شده به وسیله آن در محدوده مجاز از قبل مشخصی قرار گیرد و سپس آن را در مقایسه با استانداردهای اندازه‌گیری (مقادیر مرجع) کالیبره و مقدار اختلاف با مرجع و عدم قطعیت اندازه‌گیری آن را تعیین نمود [۲].

کالیبراسیون مجموعه عملیاتی است که در شرایط مشخص، میان نشاندهی یک دستگاه یا سیستم اندازه‌گیری، یا مقدار

یک سنجه مادی یا ماده مرجع و مقدار متناظر آن که از استانداردهای اندازه‌گیری به‌دست می‌آید، رابطه‌ای برقرار می‌نماید. بخش عمده‌ای از کالیبراسیون‌ها در آزمایشگاه‌های آزمون، دربرگیرنده فرآیند ساخت منحنی کالیبراسیون، اصلاح و کنترل منحنی‌های کالیبراسیون (کالیبراسیون مجدد) با استفاده از نمونه‌های مرجع گواهی شده^۴ یا مواد مرجع^۷ است که غالباً توسط کاربران تجهیزات صورت می‌گیرد. بخش دیگری از کالیبراسیون، شامل کالیبراسیون ابزارهای دقیق مانند کالیبراسیون محیط‌های دمائی مانند کوره، آون و غیره، کالیبراسیون ترازوهای آزمایشگاهی، حس‌کننده‌ها و نمایشگرهای فشار، دما، رطوبت و ابزارهای اندازه‌گیری عقربه‌ای یا دیجیتالی طول و ابعاد مانند متر، کولیس، میکرومتر و غیره است [۳].

تعریف کالیبراسیون

فعالیت‌های اجرائی ذکر شده، باید در دوره‌های زمانی معین و قابل بازنگری، با توجه به شرایط، تعریف و در زمان‌های مقرر، به‌صورت نظام‌مند به کارشناسان و تکنسین‌های مربوطه اعلام شود تا نتیجه کار را در سیستم اطلاعات مدیریت یا بانک اطلاعاتی نگهداری و تعمیرات، ثبت نمایند.

ثبت سوابق باید حداقل شامل موارد زیر باشد تا در طول چرخه عمر مفید تجهیز، بتوان فعالیت‌های انجام شده و عیوب پیش آمده را ردیابی و تا جای ممکن در مواردی که عیوب مشابه پیش می‌آید اقدام سریع و مطمئن انجام شود و به‌صورت نظام‌مند به دانش فنی منتقل شود:

- ◆ فعالیت انجام گرفته و نتیجه (نتایج) آن؛
- ◆ قطعات یدکی و مواد مصرفی استفاده شده؛
- ◆ انجام دهندگان فعالیت حداقل شامل تخصص و در صورت امکان نام و مشخصات؛
- ◆ نفر ساعت فعالیت (مجموع ساعات کار تمامی افراد)؛
- ◆ زمان و تاریخ شروع و پایان فعالیت [۳].

برای این که یک اندازه‌گیری معتبر باشد و از طرف طرفین مورد قبول قرار بگیرد باید با یک استاندارد مشترک، از طریق یک سری مقایسه زنجیره‌ای و قابل ردیابی انجام شود. آزمایشگاه‌های کالیبراسیون در حکم حلقه‌های این زنجیر هستند که یک اندازه‌گیری را مطابق با استاندارد مرتبط صحه‌گذاری می‌کنند. [۴]. در کالیبراسیون، اندازه‌گیری انجام شده با استفاده از وسیله مورد آزمون، با مقادیر اندازه‌گیری شده به کمک وسیله با درستی بسیار بهتر مقایسه می‌شود تا خطاهای وسیله مورد آزمون مشخص شود. خطاها در صورتی قابل قبول هستند که در محدوده مجاز، طبق استاندارد قرار گیرند [۵]. تمامی وسایل اندازه‌گیری قبل از اولین استفاده باید کالیبره شوند تا به تمامی تنظیمات انجام شده روی آن‌ها اطمینان حاصل شود.

مفهوم «تصدیق کالیبراسیون» و کالیبراسیون یکی نیست. اغلب سازندگان، همراه وسیله فروخته شده، یک گواهی تصدیق کالیبراسیون ارائه می‌نمایند که نباید آن را با گواهی کالیبراسیون اشتباه گرفت. گواهی تصدیق به این معنی است که به خریدار و استفاده کننده وسیله اندازه‌گیری، این اطمینان را می‌دهد که مقادیر نشان داده شده به وسیله تجهیز فروخته شده در محدوده

مجاز از نظر سازنده قرار دارد؛ این محدوده مجاز ممکن است با استفاده از تنظیم (نه کالیبراسیون) وسیله، محقق شده باشد یا فرآیند تولید وسیله اندازه‌گیری به‌گونه‌ای کنترل شده باشد که در نهایت آن را در محدوده مجاز قرار دهد. در هر صورت، این گواهی (تصدیق) به معنی تضمین کالیبره بودن آن نیست و غالباً سازنده یا فروشنده وسیله، هزینه جداگانه‌ای را برای کالیبراسیون در یک مرکز کالیبراسیون معتبر و دارای صلاحیت از خریدار طلب می‌نماید که این هزینه غالباً کم نیست. همچنین محتوای این دو گواهی نیز با هم تفاوت عمده دارد، در گواهی کالیبراسیون نتایج نقاط کالیبره شده همان وسیله فروخته شده ثبت شده‌است در حالی که در گواهی تصدیق چنین مورد خاصی وجود ندارد [۲].

توصیه می‌شود کالیبراسیون طبق روش‌های مکتوب انجام گیرد. کالیبراسیون فقط ارائه گواهینامه و برجسب زدن نیست، بلکه اعتبار بخشیدن به تمام اندازه‌گیری‌هایی است که در مراکز صنعتی انجام می‌گیرد. هدف از کالیبراسیون، یکسان نمودن نتایج آزمایش‌ها و اندازه‌گیری‌ها در سطح جهانی است؛ یعنی اگر یک اندازه‌گیری و آزمایش در یکی از نقاط دور افتاده ایران انجام گیرد باید با نتایجی که در پیشرفته‌ترین کشورهای جهان به‌دست می‌آید یکسان باشد؛ بنابراین می‌توان گفت: کالیبراسیون به معنی درستی، اعتماد و اطمینان، هم‌خوانی، وحدت و رسیدن به مقدار واقعی کمیت است [۶].

به‌منظور کنترل وسایل، پایش و اندازه‌گیری در صنایع، باید برنامه زمانی کالیبراسیون را تعیین نمود که تعیین این زمان مستلزم عوامل زیادی از قبیل نوع تجهیز، کارخانه سازنده، اطلاعات مربوط به انحراف مقادیر به‌دست آمده قبلی، طول زمان استفاده، شرایط محیطی و غیره است. پیش از پیدایش علم مدیریت کیفیت در جهان و فراگیر شدن آن، بحث مربوط به کنترل تجهیزات، پایش و اندازه‌گیری در صنایع از اهمیت ویژه‌ای برخوردار بوده‌است. یکی از جنبه‌های مهم کارایی یک نظام کالیبراسیون، تعیین حداکثر فاصله زمانی واقعی میان تأییدهای متوالی استانداردها و تجهیزات اندازه‌گیری است. تعیین زمان فواصل کالیبراسیون دوره‌ای دستگاه‌های اندازه‌گیری یکی از عناصر مؤثر یک سیستم کالیبراسیون در یک نظام کالیبراسیون است [۷].

عوامل زیادی در تعیین این زمان مؤثرند که مهم‌ترین آنها به شرح زیر است: ۱- نوع وسیله (دستگاه)؛ ۲- پیشنهاد و توصیه

۲) افزایش دوره کالیبراسیون

وقتی تجهیزات اندازه‌گیری مشکلی در عدم پایداری نداشته باشند، بازه کالیبراسیون آنها می‌تواند طولانی شود. اگر حداقل سه بار از دفعات کالیبراسیون بدون مشکل باشد و مشخصات کالیبراسیون ابزار اندازه‌گیری با دفعات قبل یکسان باشد می‌توان بازه کالیبراسیون را طولانی نمود. باید توجه داشت که طولانی نمودن بازه زمانی کالیبراسیون نباید بیشتر از ماکزیمم بازه زمانی کالیبراسیون تجهیز شود. همچنین در صورتی که ابزار اندازه‌گیری (اول) که قابلیت پایداری بیشتری دارد به موازات ابزار اندازه‌گیری (دوم) استفاده شود، می‌توان بازه کالیبراسیون (دستگاه دوم) را مطابق (دستگاه اول) انتخاب نمود. در ضمن، هنگامی که ابزار اندازه‌گیری در محل استفاده شود که سازنده آن ابزار، موارد دقیق‌تر از محل استفاده را پیش‌فرض قرار دهد، فرکانس کالیبراسیون می‌تواند افزایش یابد.

۳) کاهش دوره کالیبراسیون

وقتی ابزار اندازه‌گیری از مشخصات تعیین شده خود انحراف بالایی داشته باشد (خطا بیشتر از ۸۰ درصد خطای مجاز باشد) دستورالعمل زیر باید انجام شود.

در مواقعی که این انحراف از طریق خرابی ابزار یا استفاده نادرست از آن ایجاد شود باید علت خرابی یا عدم استفاده صحیح مشخص شود و اقدام اصلاحی لازم و همچنین در صورت نیاز آموزش لازم برای بالا بردن مهارت اپراتور برای جلوگیری از وقوع حوادث مشابه صورت پذیرد. در مواقعی که ابزار به دلیل وجود علل سیستماتیک، انحرافی در آن ایجاد شود، بازه زمانی کالیبراسیون باید به نصف بازه زمانی اولیه تغییر یابد و بررسی شود که آیا بازه زمانی ابزار مشابه نیز باید تغییر کند یا خیر [۹].

برای مثال، برای تعیین فواصل زمانی کالیبراسیون تجهیزات مطابق استاندارد OIML D10 در فرم شماره (۱) به‌منظور هر یک از عوامل مهم ذکر شده، وزن مشخص و درجه اهمیتی تعیین شده‌است که وزن فوق برای تمامی تجهیزات ثابت است و درجه اهمیت برای هر کدام از عوامل می‌تواند متفاوت باشد. در نهایت، مجموع حاصلضرب وزن و درجه اهمیت عوامل، عددی را مشخص می‌کند که با توجه به قرار گرفتن عدد مذکور در محدوده ذکر شده در فرم شماره (۲) دوره زمانی کالیبراسیون تعیین می‌شود.

دوره زمانی کالیبراسیون براساس روش تنظیم پلکانی بازنگری خواهد شد. به این صورت که بعد از انجام فرآیند کالیبراسیون در صورتی که نتایج در محدوده خطای مجاز باشد زمان بعدی کالیبراسیون شش ماه افزایش می‌یابد و در صورتی که نتایج در محدوده خطای مجاز نباشد زمان بعدی کالیبراسیون شش ماه کاهش می‌یابد.

کارخانه سازنده؛ ۳- اطلاعات مربوط به انحراف مقادیر به‌دست آمده از روی سوابق کالیبراسیون قبلی؛ ۴- سوابق تعمیر و نگهداری دستگاه؛ ۵- طول زمان استفاده، تعداد دفعات استفاده و چگونگی استفاده از دستگاه؛ ۶- تمایل به فرسودگی و تغییر تدریجی با گذشت زمان؛ ۷- تعداد دفعات کیفیت بازرسی کالیبراسیون‌ها در داخل سازمان؛ ۸- تکرار آزمون ضربدری دستگاه با دستگاه‌های دیگر به ویژه استانداردهای اندازه‌گیری؛ ۹- شرایط محیطی (دما، رطوبت، ارتعاش و غیره)؛ ۱۰- دقت اندازه‌گیری مورد نظر (در نظر گرفته شده) [۸].

در تعیین فواصل کالیبراسیون، هزینه‌های کالیبراسیون را نمی‌توان نادیده گرفت که این خود ممکن است عامل محدود کننده به شمار آید. بنابراین، با توجه به عوامل فوق، آشکار است که جدول فواصل کالیبراسیون یکنواختی را نمی‌توان تهیه نمود. باید ابتدا جدول اولیه‌ای تهیه شود و سپس با توجه به موقعیت‌های خاص در آن تغییراتی ایجاد گردد. به هنگام تعیین فواصل کالیبراسیون مجدد هر وسیله اندازه‌گیری، دو معیار اساسی و متناقض وجود دارند که لازم است به موازنه درآیند که عبارتند از: الف) خطر احتمالی ناشی از به کارگیری یک وسیله اندازه‌گیری در خارج از حدود تolerانس آن که باید تا حد امکان کاهش یابد. ب) هزینه‌های کالیبراسیون سالیانه که باید در حداقل نگه داشته شوند [۷].

بازنگری فاصله زمانی کالیبراسیون

سیستمی که فواصل زمانی بین دو تأییدیه را، پس از تعیین اولیه، بازبینی نکند قابل اطمینان نیست. در بازبینی باید دو عامل ریسک و قرار نگرفتن وسیله در محدوده مجاز کارکرد، در فواصل بین مورد تأیید را در نظر گرفت و همچنین هزینه هر بار آزمون و تأییدیه را نیز مورد توجه قرار داد. به‌منظور بهینه‌سازی بین هزینه و ریسک، باید تناوب کالیبراسیون به طور مداوم مورد بازنگری قرار گیرد.

داده‌های حاصل از سوابق تأیید اندازه‌شناسی و کالیبراسیون و پیشرفت‌های دانش و فناوری می‌تواند در تعیین فواصل زمانی مورد استفاده قرار گیرد. در تصمیم‌گیری برای اصلاح فواصل اندازه‌شناختی، سوابق حاصل از فنون کنترل آماری می‌تواند مفید باشد. در بازنگری فاصله زمانی، کالیبراسیون تجهیزات به سه دسته تقسیم می‌شوند:

- ۱) عدم تغییر دوره کالیبراسیون؛
- ۲) افزایش دوره کالیبراسیون؛
- ۳) کاهش دوره کالیبراسیون.

۱) عدم تغییر دوره کالیبراسیون

هر زمان یک ابزار براساس یک رویه مشخص کالیبره شود، اگر خطای ابزار از ۸۰ درصد ماکزیمم خطای مجاز تجاوز نکرده باشد آنگاه بازه زمانی آن می‌تواند تمدید شود.

نتیجه گیری

در کالیبراسیون، درک مفهوم تنظیم بسیار حایز اهمیت است. تمامی وسایل اندازه‌گیری قبل از اولین استفاده باید کالیبره شوند تا به تمامی تنظیمات انجام شده روی آن‌ها اطمینان حاصل شود. هدف از کالیبراسیون، یکسان نمودن نتایج آزمایش‌ها و اندازه‌گیری‌ها در سطح جهانی است. یکی از جنبه‌های مهم کارآیی یک نظام کالیبراسیون، تعیین حداکثر فاصله زمانی واقعی میان تأییدهای متوالی استانداردها و تجهیزات اندازه‌گیری است. در تعیین فواصل کالیبراسیون هزینه‌های کالیبراسیون را نمی‌توان نادیده گرفت که این خود ممکن است عامل محدود کننده به شمار آید. سیستمی که فواصل زمانی بین دو تأییدیه راه، پس از تعیین اولیه بازبینی نکند قابل اطمینان نیست.

پی‌نوشت

۱. کارشناس ارشد مهندسی متالورژی، جهاد دانشگاهی صنعتی شریف
۲. کارشناس ارشد فیزیولوژی گیاهی، مرکز پژوهش‌های علمی و صنعتی ایران
۳. عضو کارگروه تخصصی استاندارد و کالیبراسیون شبکه آزمایشگاهی فناوری‌نانو
4. Certified Reference Material (CRM)
5. Reference Material (RM)

فرم شماره ۱ - تعیین درجه اهمیت عوامل تأثیرگذار در تعیین دوره کالیبراسیون تجهیزات

ردیف	معیار ارزیابی	امتیاز	امتیاز	امتیاز	امتیاز
۱	توصیه شرکت سازنده	یک ساله یا عدم توصیه	۱	دو ساله	۰/۸
۲	نتایج حاصل از کنترل‌های میانی	نتایج در محدوده ۵۰ درصد خطای مجاز قرارداد	۰/۳	نتایج در محدوده ۷۰-۵۰ درصد خطای مجاز قرارداد	۰/۸
۳	میزان و شرایط استفاده	از دستگاه به‌عنوان استاندارد کاری برای نمونه‌های مشتری استفاده می‌شود.	۱	از دستگاه به‌عنوان ابزار کاری فقط برای آزمون استفاده می‌شود.	۰/۸
۴	شرایط محیطی استفاده از تجهیز	داخل آزمایشگاه	۰/۵	کارگاه یا محل مشتری	۱
۵	درستی اندازه‌گیری مورد نیاز	به‌عنوان تجهیز مرجع استفاده می‌شود.	۱	برای نمونه‌های مشتری استفاده می‌شود.	۰/۸
۶	دوره زمانی مقایسه بین آزمایشگاهی یا مقایسه با دیگر تجهیزات	۶ ماهه (نتایج تطابق مناسبی دارد.)	۰/۳	سالانه (نتایج تطابق مناسبی دارد.)	۰/۷
۷	نوع وسیله	دارای نشانگر دیجیتال	۱	فاقد نشانگر دیجیتال	۰/۸
۸	سوابق سرویس، تعمیر و نگهداری	سوابق ندارد	۰/۱	یک بار	۰/۵
۹	تمایل به فرسودگی و تغییر تدریجی با مرور زمان	در دو دوره کالیبراسیون متوالی خارج از محدوده مجاز بوده و تنظیم شده‌است.	۱	در دو دوره کالیبراسیون متوالی خارج از محدوده مجاز نبوده و تنظیم نشده‌است.	۰/۵
۱۰	روند داده‌های به‌دست آمده از سوابق کالیبراسیون قبلی	انحرافی در روند داده‌ها نبوده است.	۰/۳	انحراف در محدوده ۵۰-۸۰ درصد وجود داشته است.	۰/۸
۱۱	جابجایی تجهیزات	در برابر جابجایی حساس است.	۱	در برابر جابجایی حساس نیست.	۰/۵

فرم شماره ۲						
نام دستگاه / ابزار کنترلی:			تاریخ تکمیل فرم:			
ردیف	معیار ارزیابی	وزن	امتیاز	حاصل ضرب وزن در امتیاز		
۱	توصیه شرکت سازنده	۱۲				
۲	نتایج حاصل از کنترل‌های میانی	۱۰				
۳	میزان و شرایط استفاده	۱۰				
۴	شرایط محیطی استفاده از تجهیز	۱۰				
۵	درستی اندازه‌گیری مورد نیاز	۱۰				
۶	دوره زمانی مقایسه بین آزمایشگاهی یا مقایسه با دیگر تجهیزات	۱۰				
۷	نوع وسیله	۱۰				
۸	سوابق سرویس، تعمیر و نگهداری	۸				
۹	تمایل به فرسودگی و تغییر تدریجی با مرور زمان	۸				
۱۰	روند داده‌های به‌دست آمده از سوابق کالیبراسیون قبلی	۶				
۱۱	جابجایی تجهیزات	۶				
مجموع امتیاز کل کسب شده:						
مجموع امتیاز	کمتر از ۵۰	۵۰-۵۵	۵۵-۶۵	۶۵-۷۰	۷۰-۷۵	۷۵-۸۰
دوره کالیبراسیون	۴ ساله	۳ ساله	۲ ساله	۱ ساله	۶ ماهه	۳ ماهه

مراجع

- [۱] علی مهران اصفهانی، «تعیین زمان واقعی کالیبراسیون تجهیزات اندازه‌گیری ابعادی در صنعت برق و دیگر صنایع»، پنجمین همایش کیفیت و بهره‌وری در صنعت برق، ۱۳۸۳.
- [۲] محسن جزمی، «تعریف کالیبراسیون» ۱۳۸۸، ۲۰۰۸ vim.
- [۳] محسن جزمی، «نگهداری و تعمیرات تجهیزات آزمایشگاه‌های آزمون در صنایع»، ۱۳۸۸.
- [4] <http://www.nri.ac.ir/Group.aspx>
- [۵] محسن جزمی، «توصیه‌های انجمن ابزار دقیق آمریکا (ISA) در مورد کالیبراسیون (در صنایع و کارگاه‌های تولیدی)»، ۱۳۸۸.
- [۶] مرتضی صادقی‌نژاد، «نقش و اهمیت کالیبراسیون در صنعت»، ۱۳۸۹.
- [۷] کالیبراسیون دستگاه سونوگرافی، سینا صادقی - دکتر بهزاد یثربی - وحید اصل زارع، ماهنامه مهندسی پزشکی، شماره ۱۴۲، ۱۳۹۱.
- [8] OIML D10, "Guidelines for the determination of calibration intervals of measuring instruments", 2007.
- [9] V.Oyj, "CALIBRATION BOOK", 2006.

نویسندگان

داود قرایلو^۱، ساسان مرادده^۲

davoud.gharailou@gmail.com

تعیین توزیع اندازه ذرات در ابعاد نانو با استفاده از دستگاه تفرق نور پویا

چکیده

تفرق نور پویا^۳ یکی از روش‌های مناسب برای تعیین توزیع ابعاد ذرات است. در این روش، از روی حرکت براونی ذرات در سوسپانسیون کلوئیدی می‌توان توزیع ابعاد ذرات در یک محلول را مشخص نمود. در این مقاله، اصول و ساز و کار DLS مورد بررسی قرار می‌گیرد.

واژه‌های کلیدی

تفرق نور پویا، DLS، تعیین ابعاد ذرات، توزیع اندازه ذرات.

مقدمه

یکی از خواص مواد که از گذشته تا به امروز در حوزه‌های مختلف علمی و صنعتی مورد بررسی و آزمون قرار می‌گیرد، عامل اندازه ذرات است. این روزها، عامل اندازه ذرات در حوزه فناوری نانو به بحث روز تبدیل شده و در دنیا به سرعت در حال پیشرفت است. در واقع می‌توان گفت، یکی از مهمترین آزمون‌هایی که در حوزه فناوری نانو روی مواد و نمونه‌های آزمایشی انجام می‌گیرد، آزمون تعیین اندازه ذرات و در برخی موارد، تعیین توزیع اندازه ذرات است که عامل توزیع اندازه ذرات، در این مقاله مورد بحث و بررسی قرار می‌گیرد. یکی از روش‌هایی که با استفاده از آن می‌توان توزیع اندازه ذرات را حتی در ابعاد نانو به دست آورد، روش تفرق نور پویا است که به آن روش طیف‌سنجی همبستگی فوتون^۴ نیز گفته می‌شود. عملکرد این روش، براساس حرکت براونی^۵ ذرات معلق درون فاز مایع است و به همین دلیل نمونه‌هایی که با این روش می‌توانند مورد آزمایش قرار گیرند، باید به حالت سوسپانسیون و یا امولسیون باشند. دستگاه‌های متنوعی به وسیله شرکت‌های مختلف در سراسر جهان به منظور استفاده از این روش برای اندازه‌گیری و انجام آزمون ساخته شده‌است که با استفاده از روش مذکور می‌توانند توزیع اندازه ذرات را محاسبه نمایند. در همه این دستگاه‌ها ساز و کار اصلی شبیه به هم است و فقط در برخی از اجزاء جانبی با هم اختلاف دارند. در این مقاله، تئوری مورد استفاده در تعیین توزیع اندازه ذرات، اجزاء سازنده دستگاه و مراحل را که برای به دست آوردن توزیع اندازه ذرات با استفاده از دستگاه طی می‌شود، به طور خلاصه بیان می‌کنیم.

البته باید به این نکته نیز توجه داشت که اندازه ذرات به دست آمده با این روش، اندازه حقیقی ذرات نیستند، بلکه اندازه هیدرودینامیکی^{۱۱} آنها است. زمانی که ذره درون محلول پخش کننده قرار می‌گیرد، لایه‌ای دور ذره تشکیل می‌شود و سطح آن را می‌پوشاند که به لایه دوگانه الکتریکی^{۱۲} معروف است. هنگامی که با روش تفرق نور پویا اندازه ذره محاسبه می‌شود، در واقع اندازه ذره به علاوه لایه دوگانه الکتریکی به وجود آمده دور آن به دست می‌آید.

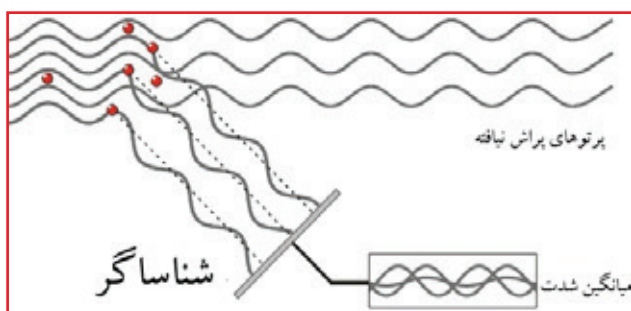
همان‌طور که در معادله استوک-انیشیتین نیز دیده می‌شود، برای محاسبه اندازه ذرات، عوامل ضریب نشر انتقالی ذره، ویسکوزیته و دمای مطلق مورد نیاز است. در انجام این آزمون با دستگاه DLS عوامل ویسکوزیته و دمای مطلق باید به نرم‌افزار دستگاه داده شود و دستگاه با محاسبه عامل ضریب نشر انتقالی که با اندازه‌گیری حرکت براونی ذرات حاصل می‌شود، می‌تواند توزیع اندازه ذرات را تعیین نماید.

لازم به ذکر است که حرکت براونی ذرات، یکی از عواملی است که عامل ضریب نشر انتقالی به آن وابسته است و عوامل دیگری نظیر غلظت سوسپانسیون، ساختار سطح و شکل هندسی ذرات نیز می‌توانند به اندازه چند نانومتر روی نتایج به دست آمده از این روش، تأثیرگذار باشند. بعد از توضیحات داده شده درباره معادله استوک-انیشیتین، حال روشی را که دستگاه DLS برای به دست آوردن اندازه حرکت براونی ذرات مورد استفاده قرار می‌دهد، شرح داده می‌شود.

تغییرات شدت تفرق نور و محاسبه میزان حرکت براونی ذرات

با توجه به مطالبی که بیان شد، از دستگاه DLS می‌توان برای اندازه‌گیری حرکت براونی ذرات مورد آزمایش و همچنین به منظور تعیین توزیع اندازه ذرات استفاده نمود. اندازه‌گیری حرکت براونی ذرات با استفاده از محاسبه میزان نوسانات در شدت پرتوهای نور متفرق شده به وسیله ذرات تعیین می‌شود. حال این سوال مطرح می‌شود که دستگاه چگونه می‌تواند با استفاده از نوسانات و یا به عبارت ساده‌تر، تغییرات شدت پرتوهای نور متفرق شده، اندازه حرکت براونی ذرات را تعیین نماید؟

همان‌طور که در شکل (۱) مشاهده می‌شود، پرتوهای نور از منبع تابش به سل نمونه یا کیووت^{۱۳} می‌تابند. پرتوهای نور تابیده شده به وسیله ذرات درون سوسپانسیون متفرق می‌شوند.



شکل ۱: تفرق نور به وسیله ذرات درون کیووت

تفرق نور پویا و حرکت براونی

همان‌طور که گفته شد، دستگاه DLS برای تعیین توزیع اندازه ذرات در ابعاد نانو از روش تفرق نور پویا استفاده می‌نماید. زمانی که ذرات درون محلول پخش کننده^۶ قرار می‌گیرند، مولکول‌های محلول پخش کننده نیرویی به ذرات اعمال می‌نمایند. اعمال این نیرو از سوی مولکول‌های محلول پخش کننده سبب حرکت ذرات می‌شود و ذرات درون محلول پخش کننده به‌طور تصادفی حرکت می‌نمایند. به حرکت تصادفی ذرات درون محلول پخش کننده بر اثر اعمال نیرو از سوی مولکول‌های محلول پخش کننده، حرکت براونی گفته می‌شود. در روش تفرق نور پویا با اندازه‌گیری حرکت براونی ذرات و یا به عبارت دیگر، میزان جابجایی ذرات درون محلول پخش کننده می‌توان به اندازه آنها پی برد. اندازه‌گیری حرکت براونی ذرات در این روش، با استفاده از دستگاه DLS و تابش پرتوهای نور مرئی از یک منبع نور از جنس نئون هلیوم با طول موج ۶۳۳ نانومتر و تجزیه و تحلیل نوسانات شدت نور متفرق شده در اثر برخورد پرتوهای نور با ذرات به دست می‌آید.

حرکت براونی ذرات درون محلول پخش کننده، وابسته به اندازه ذرات است. هر چه اندازه ذره درون محلول پخش کننده بزرگ‌تر باشد، حرکت براونی ذره آهسته‌تر شده و به همین ترتیب، با کوچک‌تر شدن اندازه ذره، حرکت آن درون محلول پخش کننده سریع‌تر می‌شود. البته لازم به ذکر است که حرکت براونی ذرات به عوامل دیگری نیز وابسته است که می‌توان از میان آنها به دما و ویسکوزیته اشاره نمود. توجه به این نکته لازم و ضروری است که عوامل تأثیرگذار در انجام آزمون، باید ثابت باشند در غیر این صورت، آزمون انجام شده می‌تواند دارای خطا باشد. سرعت حرکت براونی به صورت یک عامل ویژه تعریف می‌شود. این عامل که سرعت حرکت براونی ذرات را برای به دست آوردن آن محاسبه می‌شود، عامل ضریب نشر انتقالی^۷ نامگذاری شده است. بنابراین، محاسبه اندازه جابجایی ذرات درون محلول پخش کننده یا همان حرکت براونی ذرات منجر به دستیابی عامل ضریب نشر انتقالی خواهد شد.

معادله استوک - انیشیتین^۸

بین حرکت براونی ذرات و یا به عبارت دیگر بین عامل ضریب نشر انتقالی با اندازه ذرات رابطه‌ای وجود دارد. با استفاده از این رابطه موجود بین حرکت براونی و اندازه ذرات که به رابطه استوک-انیشیتین معروف است و همچنین با به دست آوردن ضریب نشر انتقالی می‌توان به توزیع اندازه ذرات نمونه مورد آزمایش دست یافت. معادله استوک - انیشیتین به صورت زیر است:

$$d(H) = \frac{kT}{3\pi\eta D}$$

که در آن:

$d(H)$: اندازه هیدرودینامیکی، k : ثابت بولتزمن^۹، D : ضریب نشر انتقالی ذره، η : ویسکوزیته^{۱۰} و T : دمای مطلق است.

دستگاه DLS از روی تغییرات الگوی نقطه‌ای که به صورت کم‌نور شدن و پرنور شدن نقاط تیره و روشن است، می‌تواند تغییرات شدت پرتوهای نور متفرق شده به وسیله ذرات را محاسبه نماید که تعیین شدت تفرق پرتوهای نور، به اندازه‌گیری حرکت براونی ذرات منتهی می‌شود.

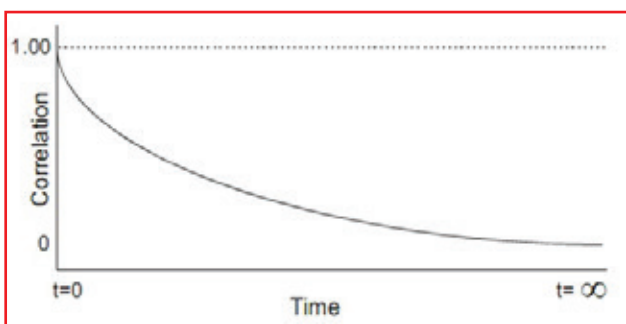
اگر در نزدیکی کیبوت یک صفحه نمایش برای مشاهده شدت تفرق پرتوهای نور قرار بگیرد، تفرق پرتوهای نور به وسیله ذرات، روی این صفحه نمایش که شناساگر^{۱۴} نامیده می‌شود، قابل رؤیت است. روی شناساگر الگویی از نقاط تیره و روشن دیده می‌شود (شکل ۲). به الگوی نمایش نقاط تیره و روشن به وجود آمده روی شناساگر، الگوی نقطه‌ای^{۱۵} گفته می‌شود.

ارتباطسنج^{۱۶} و نمودار همبستگی^{۱۷}

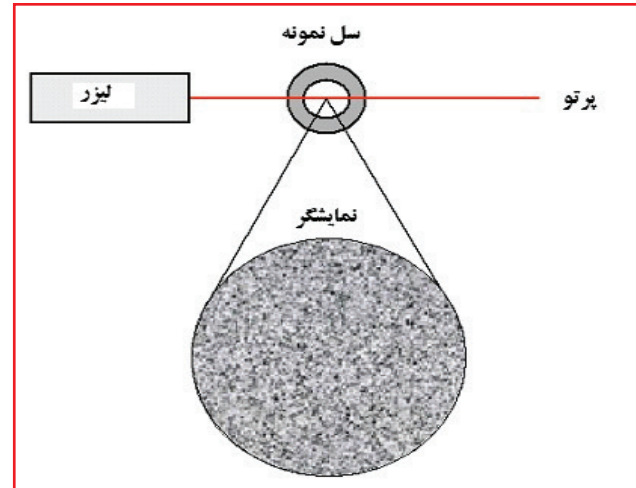
یکی از اجزای دستگاه DLS ارتباطسنج نام دارد که اساس کار آن، محاسبه میزان درجه شباهت بین شدت دو سیگنال به دست آمده از الگوی نقطه‌ای در یک محدوده زمانی مشخص است. در واقع می‌توان این‌طور بیان نمود که ارتباطسنج، مقایسه‌کننده سیگنال‌ها است. برای توضیح بهتر چگونگی عملکرد ارتباطسنج، قسمتی از الگوی نقطه‌ای که براساس تغییرات شدت تفرق پرتوهای نور ایجاد شده است، در نظر گرفته می‌شود. اگر شدت سیگنال در این قسمت از الگوی نقطه‌ای در زمان (t) با شدت سیگنال همین قسمت در یک فاصله کوتاه زمانی مثلاً (t+ δt) مقایسه شود، می‌توان مشاهده نمود که این دو سیگنال بسیار به یکدیگر شبیه هستند.

اگر همین عمل را در یک بازه زمانی که کمی بزرگ‌تر از حالت قبل است مثلاً (t+2 δt) تکرار شود، همین ارتباط و شباهت مشاهده می‌شود، ولی میزان شباهت از حالت (t+ δt) کمتر است. حال اگر شدت سیگنال این قسمت در لحظه (t) را با شدت سیگنال در یک زمان با فاصله زمانی زیاد مقایسه شود (t= ∞)، دو سیگنال هیچ ارتباطی با یکدیگر نخواهند داشت. بنابراین، نتیجه‌ای که می‌توان گرفت این است که ارتباط بین دو سیگنال از یک قسمت از الگوی نقطه‌ای با گذشت زمان کاهش می‌یابد. داده‌های استخراج شده از این شباهت‌ها در نموداری بنام نمودار همبستگی نمایش داده می‌شود.

در این نمودار حداکثر میزان شباهت بین دو سیگنال از یک قسمت از الگوی نقطه‌ای، مربوط به شباهت سیگنال شدت در لحظه (t) با خودش است که برابر با عدد (۱) بوده و این عدد در حالتی که هیچ ارتباطی بین دو سیگنال وجود نداشته باشد، یعنی در لحظه (t= ∞)، به سمت عدد صفر میل می‌نماید. در یک الگوی نقطه‌ای، فاصله زمانی دو لحظه‌ای که برای رسم نمودار همبستگی دو سیگنال به کار می‌رود، در حد میکروثانیه است.

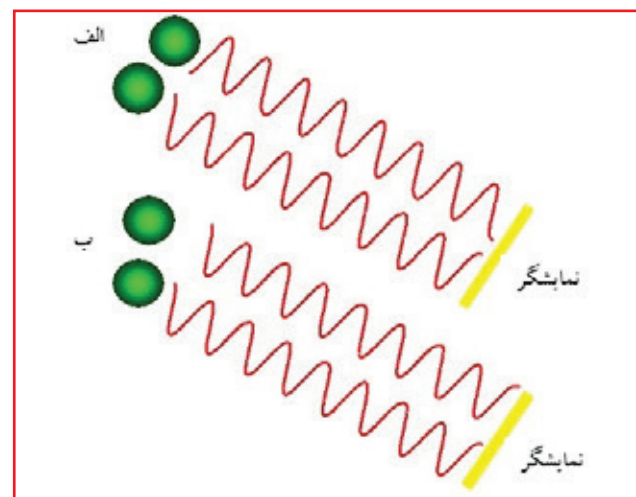


شکل ۴: نمودار همبستگی قسمتی از الگوی نقطه‌ای در بازه زمانی



شکل ۲: تصویری از الگوی نقطه‌ای

نقاط تیره و روشن به وجود آمده روی شناساگر، نشان‌دهنده شدت تفرق پرتوهایی از نور است که در اثر برخورد با ذرات، ایجاد شده‌اند و حرکت و جابجایی نقاط تیره و روشن و تغییر این الگو، بیانگر حرکت براونی ذرات است. با توجه به شکل (۳)، نقاط تیره مشاهده شده، مربوط می‌شود به تفرق پرتوهایی از نور که فرکانس طول موج آنها با یکدیگر غیر هم‌فاز هستند. زمانی که این پرتوها با یکدیگر تداخل دارند، تداخل آنها از نوع مخرب است به گونه‌ای که یکدیگر را تخریب می‌کنند (مانند ذرات (الف) در شکل (۳)). اما نقاط روشن دیده شده، مربوط به پرتوهایی از نور هستند که فرکانس طول موج آنها با یکدیگر هم‌فاز و تداخل فرکانس آنها با یکدیگر از نوع تداخل سازنده است (مانند ذرات (ب) در شکل (۳)).

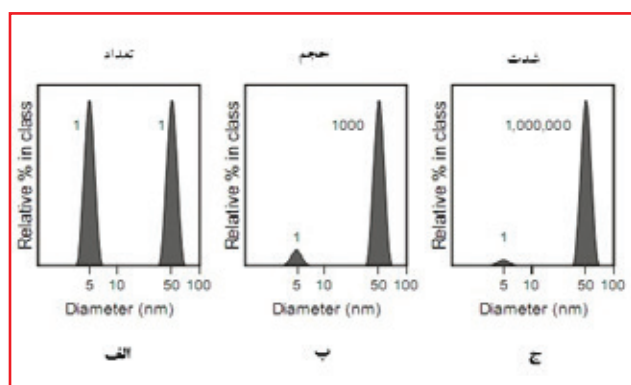


شکل ۳: نمایی از فرکانس طول موج‌های سازنده و مخرب

ذرات بر حسب شدت نور متفرق شده را می‌توان به توزیع اندازه ذرات بر حسب حجم تبدیل نمود. توزیع اندازه ذرات بر حسب تعداد نیز با استفاده از توزیع اندازه ذرات بر حسب حجم قابل محاسبه می‌شود. لازم به ذکر است که خطاهای کوچکی که در جمع‌آوری داده‌ها در نمودار همبستگی به وجود می‌آید و در نمودار توزیع اندازه ذرات بر حسب شدت نور متفرق شده قابل چشم‌پوشی است، می‌تواند به خطاهای بزرگی در توزیع اندازه ذرات بر حسب تعداد تبدیل شود.

مقایسه نمودارهای توزیع اندازه ذرات

نمودارهای توزیع اندازه ذرات در دستگاه DLS به سه شکل شدت نور متفرق شده، حجم و تعداد، ترسیم می‌شوند. بعد از دانستن چگونگی استخراج این نمودارها با استفاده از نمودار همبستگی، حال به این نکته که این نمودارها چه تفاوتی با یکدیگر دارند، پرداخته می‌شود. برای درک بهتر، این مطلب با یک مثال توضیح داده می‌شود. در این مثال فرض می‌شود که دو نمونه آزمایشی با تعداد ذرات مساوی وجود دارند که اندازه شعاع ذرات در یک نمونه ۵ نانومتر و در نمونه دیگر ۵۰ نانومتر است (در این مثال، شکل ذرات نیز کروی در نظر گرفته شده‌است). نمودارهای به دست آمده از دو نمونه در شکل (۷) آورده شده‌است.

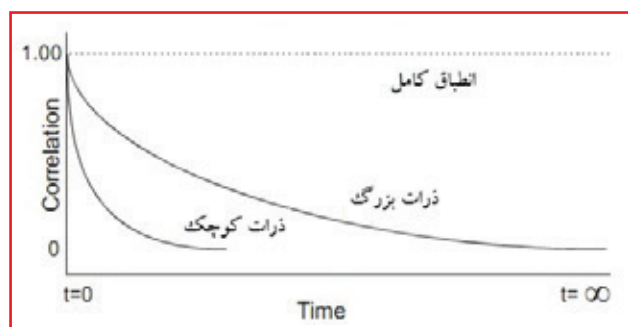


شکل ۷: نمودار توزیع اندازه ذرات در حالت‌های مختلف

همان‌طور که در نمودار (الف) دیده می‌شود، مساحت زیر منحنی توزیع اندازه ذرات بر حسب تعداد، برای هر دو نمونه با هم برابر است که تساوی این دو پیک به خاطر برابر بودن تعداد ذرات در دو نمونه است. در نمودار (ب) که مربوط به نمودار توزیع اندازه ذرات بر حسب حجم می‌شود، پیک مربوط به نمونه‌ای که دارای ذرات با شعاع ۵۰ نانومتر است، ۱۰۰۰ برابر بزرگ‌تر از پیک مربوط به نمونه‌ای است که دارای ذرات با شعاع ۵ نانومتر است (حجم کره برابر است با $\frac{4}{3}\pi r^3$ به همین دلیل شعاع ذره به توان ۳ رسیده و اختلاف سطح زیر منحنی و نمونه به ۱۰۰۰ می‌رسد). نمودار (ج)، نمودار توزیع اندازه ذرات بر حسب شدت نور متفرق شده را نشان می‌دهد. شدت تفرق نور رابطه مستقیمی با اندازه ذره دارد که در این رابطه شعاع (r^6) است. به همین دلیل، در دو نمونه‌ای که به عنوان مثال مطرح شده‌است، در نمودار توزیع اندازه ذرات بر حسب شدت نور متفرق شده، سطح زیر منحنی در نمونه‌ای که

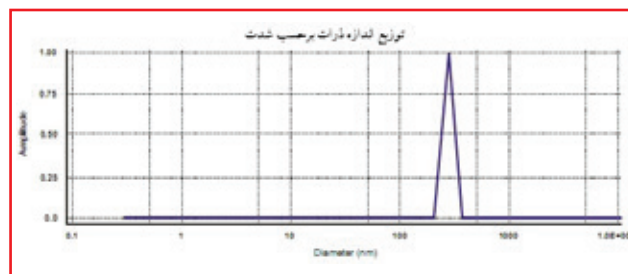
ارتباط تغییرات نمودار همبستگی با اندازه ذره

همان‌طور که در بخش‌های قبلی مقاله نیز گفته شده است، سرعت حرکت براونی ذرات با اندازه آنها در ارتباط است (معادله استوک-انیشتمین)؛ به طوری که حرکت براونی ذرات بزرگ‌تر، آرام‌تر از حرکت براونی ذرات کوچک‌تر است. پس هر چه ذراتی که مورد آزمایش قرار می‌گیرند بزرگ‌تر باشند، شدت نوسانات و یا تغییرات الگوی نقطه‌ای آنها نیز آرام‌تر است و در نتیجه شیب نمودار نزولی همبستگی در این ذرات در محدوده زمانی مشخص، با شیب کمتری سقوط می‌نماید. این حالت در مورد ذرات کوچک‌تر کاملاً برعکس است، یعنی این‌که در ذرات کوچک‌تر، نوسانات و تغییرات الگوی نقطه‌ای با سرعت بیشتری رخ می‌دهد، به همین دلیل شیب نمودار نزولی همبستگی در این حالت در یک محدوده زمانی مشخص، با شیب تندتری در حال سقوط است. شیب نمودار نزولی همبستگی در نمونه‌هایی با ذرات ریز و درشت در شکل (۵) آورده شده‌است.



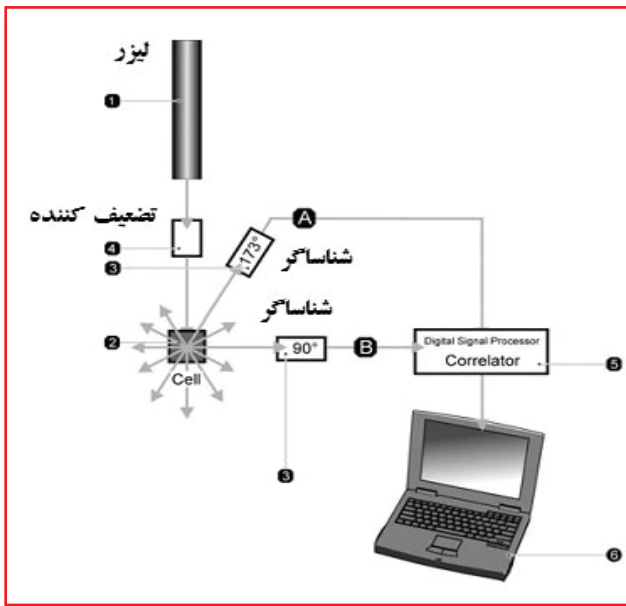
شکل ۵: نمودار همبستگی ذرات ریز و ذرات درشت بر واحد زمان

با استفاده از الگوریتم‌های به دست آمده از نرخ شیب نزولی نمودار همبستگی، دستگاه DLS، می‌تواند توزیع اندازه ذرات مورد آزمایش را بر حسب شدت نور متفرق شده از ذرات ارائه دهد. در این نمودار محور Xها توزیع اندازه ذرات است و محور Yها، شدت نسبی تفرق نور را نشان می‌دهد (شکل ۶).



شکل ۶: نمودار توزیع اندازه ذرات بر حسب شدت نور متفرق شده

از آنجایی که در برخی از آزمایش‌ها، توزیع اندازه ذرات بر حسب تعداد و یا حجم ذرات مورد نیاز است، باید نمودار توزیع اندازه ذرات بر حسب شدت نور متفرق شده را به نمودار توزیع اندازه ذرات بر حسب حجم و تعداد تبدیل نمود. ترسیم این نمودارها به کمک تئوری می^{۱۸} امکان‌پذیر است. به وسیله تئوری می، توزیع اندازه



شکل ۸: نمایی از اجزای اصلی دستگاه

روش تفرق بازگشتی^{۲۱}

زمانی که پرتوهای نور مرئی به ذرات برخورد می‌کنند، در اثر برخورد پرتوهای نور با ذرات، جهت حرکت آنها تغییر نموده و در جهت‌های مختلف متفرق می‌شوند (شکل ۸). حال برای اندازه‌گیری شدت تفرق نور باید در تمام جهت‌ها از شناساگرهایی برای اندازه‌گیری پرتوهای متفرق شده استفاده نمود که میسر نیست. با مشاهده شکل (۸)، به خوبی مشخص است که با توجه به نوع دستگاه DLS، دو زاویه برای قرارگیری شناساگر در دستگاه تعبیه شده‌است. مدلی از دستگاه DLS که در این مقاله مورد بررسی قرار گرفته است، مدلی است که از شناساگر با زاویه تفرق ۱۷۳ درجه نسبت به راستای تابش پرتو استفاده می‌نماید. به شناساگرهایی که در این زاویه قرار می‌گیرند، شناساگرهای تفرق بازگشتی گفته می‌شود که نام آنها برگرفته از موقعیت قرارگیری آنها نسبت به زاویه تابش نور مرئی است. قرارگیری شناساگر در این زاویه باعث می‌شود که شناساگر شدت تفرق بازگشتی را ثبت نماید. استفاده از این روش دارای مزیت‌هایی است که عبارتند از:

۱. پرتو تابیده شده مسیر کوتاهتری را داخل نمونه طی می‌نماید و الزام عبور پرتو از تمام نمونه وجود ندارد. این مزیت روش تفرق بازگشتی باعث می‌شود که امکان انجام آزمون از نمونه‌های غلیظ، وجود داشته باشد.

۲. زمانی که پرتوهای نور به وسیله یک ذره متفرق می‌شوند، حرکت خود را در مسیر تفرق ادامه می‌دهند. در مسیر تفرق، امکان برخورد پرتوهای متفرق شده با ذرات دیگر وجود دارد و این اتفاق به وقوع می‌پیوندد. به برخورد پرتوهای متفرق شده به وسیله یک ذره با ذرات دیگر، اثر چندگانه گفته می‌شود. ویژگی استفاده از روش تفرق بازگشتی، کاهش اثر تفرق چندگانه است که کاهش این اثر دو مزیت را به همراه دارد: اول، با بهره‌گیری از روش تفرق بازگشتی، میزان بروز خطاهای ناشی از اثر چندگانه کاهش می‌یابد. دوم، با کاهش اثر چندگانه، از نمونه‌هایی با غلظت‌های بالاتر،

اندازه ذرات آن ۵۰ نانومتر است، ۱۰۶ برابر بزرگ‌تر از سطح زیر منحنی نمونه با اندازه ذرات ۵ نانومتر است.

اجزای دستگاه DLS

در این بخش از مقاله، اجزای تشکیل‌دهنده دستگاه به همراه نقش و کارکرد آنها، همچنین مراحل طی شده برای انجام آزمون توزیع اندازه ذرات بیان می‌شود. تمام دستگاه‌های DLS که برای آزمون توزیع اندازه ذرات به کار می‌روند، از لحاظ اجزای تشکیل‌دهنده اصلی، به (۶) قسمت مجزا تقسیم می‌شوند که تصویر بخش‌های مختلف دستگاه در شکل (۸) آورده شده‌است. یکی از قسمت‌های اصلی دستگاه، منبع نور لیزر دستگاه است که نقش آن تولید نور مورد نیاز برای تابش بر نمونه مورد آزمایش است. نوری که از منبع نور لیزر دستگاه تابیده می‌شود، قبل از رسیدن به نمونه، باید از قسمتی به نام تضعیف‌کننده^{۱۹} نور عبور نماید. نقش تضعیف‌کننده این است که میزان شدت نور تابیده شده از منبع را با توجه به نوع نمونه مورد آزمایش تضعیف نماید. تضعیف‌کننده می‌تواند میزان نور تابیده شده را برحسب درصد تابش از ۰/۰۰۳ تا ۱۰۰ درصد تابش تا ۱۰۰ درصد تغییر دهد. زمانی که شدت نور متفرق شده از نمونه زیاد باشد، به‌گونه‌ای که انجام آزمایش ممکن نباشد، مثل نمونه‌هایی که غلظت بالایی دارند و یا نمونه‌هایی که میزان تفرق نور در آنها بالا است و همچنین در زمان‌هایی که میزان تفرق نور کمتر از حد مورد نیاز است، تضعیف‌کننده می‌تواند با کاهش شدت نور تابیده شده به اندازه مناسب و بهینه کردن مقدار شدت نور متفرق شده از نمونه، شرایط را برای انجام آزمون در وضعیت ایده‌آل فراهم نماید.

نور تابیده شده از منبع نور لیزر، بعد از عبور از تضعیف‌کننده با نمونه مورد آزمایش که به حالت سوسپانسیون و یا امولسیون درون کیووت^{۲۰} تزریق شده‌است، برخورد می‌نماید. کیووت یا سل یکی از اجزای اصلی دستگاه DLS است که نمونه درون آن ریخته می‌شود؛ در واقع نمونه در این مکان قرار می‌گیرد. بیشتر نوری که به کیووت می‌رسد، بدون اینکه تغییری در جهت حرکت آن ایجاد شود، به طور مستقیم از آن عبور می‌نماید. اما مقدار نوری که به نمونه آزمایشی رسیده است، در اثر برخورد با ذرات نمونه آزمایشی متفرق می‌شود. همان‌طور که در شکل (۸) نیز می‌توان مشاهده نمود، نور متفرق شده با زاویه ۱۷۳ درجه به وسیله شناساگر که یکی دیگر از اجزای دستگاه است، دریافت می‌شود. وظیفه شناساگر، اندازه‌گیری و ثبت شدت تفرق نور است. در واقع الگوی نقطه‌ای، که پیش‌تر درباره آن صحبت شد، با استفاده از شناساگر به‌دست می‌آید. سیگنال شدت تفرق که به شکل الگوی نقطه‌ای که با استفاده از شناساگر ثبت شده‌است به ارتباط‌سنج ارسال می‌شود. ارتباط‌سنج هم با مقایسه شدت تفرق در فاصله‌های مختلف زمانی، نرخ اختلاف شدت را در زمان‌های مختلف محاسبه می‌نماید. در آخرین مرحله نیز اطلاعات به‌دست آمده با استفاده از ارتباط‌سنج، به رایانه انتقال داده می‌شود و رایانه با یک نرم‌افزار مخصوص، داده‌های ارسالی را آنالیز می‌نماید و اطلاعات مربوط به توزیع اندازه ذرات نمایش داده می‌شود.

نتیجه گیری

۱. از آنجائی که در روش تفرق نور پویا، تعیین اندازه ذرات درون محلول پخش کننده انجام می شود، اندازه ذرات، بزرگ تر از اندازه واقعی آنها است. علت بروز این مسئله، وجود لایه دوگانه الکتریکی است که ذره را احاطه کرده است.

۲. این روش مشابه بسیاری از روش های اندازه گیری ذره، شکل ذرات را به صورت کروی در نظر می گیرد. کروی در نظر گرفتن ذرات، سبب ایجاد درصدی اشتباه در نتیجه اعلام شده به وسیله دستگاه می شود. به عنوان مثال، اگر شکل ذرات به صورت میله ای باشد، در واقع طول میله به عنوان قطر یک کره در نظر گرفته می شود. بنابراین، تغییرات کوچک در طول میله می تواند به طور مستقیم روی اندازه ذرات تأثیرگذار باشد، در حالی که تغییرات در قطر میله، تأثیری روی اندازه ذرات اندازه گیری شده، نخواهد داشت.

۳. ساختار سطح ذره روی اندازه ذرات می تواند نقش داشته باشد. لایه دوگانه الکتریکی ایجاد شده روی سطوح صاف و مسطح مانند یک سطح پلیمری، بزرگ تر از لایه دوگانه الکتریکی به وجود آمده روی یک سطح ناهموار است.

۴. برخی از عوامل مورد نیاز برای انجام آزمون توزیع اندازه ذرات، نظیر ویسکوزیته محلول پخش کننده، ضریب جذب^{۲۲} نور ذره، ضریب شکست^{۲۳} محلول پخش کننده و ضریب شکست ذره و غیره به صورت دستی در رایانه متصل به دستگاه وارد می شود. لذا وجود دستگاه های آزمایشگاهی ویسکومتر^{۲۴} و رفراکتومتر^{۲۵} برای بالا بردن دقت نتیجه آزمون می تواند مفید باشد.

۵. حرکت براونی ذرات درون محلول پخش کننده با اندازه آنها رابطه دارد که این رابطه به معادله استوک - اینشتین معروف است. به غیر از اندازه ذره، عوامل دیگری نیز نظیر دما و غلظت سوسپانسیون نیز روی حرکت براونی ذره تأثیرگذارند. پس در هنگام انجام آزمون توزیع اندازه ذرات با دستگاه زتاسایزر، عامل دما باید ثابت بوده و عامل غلظت نیز باید مطابق با استاندارد باشد. استاندارد بین المللی غلظت در آزمون توزیع اندازه ذره ISO13321 part 8 1996 است که میزان این غلظت ۱۰ میلی مول نمک طعام است. میزان لایه دوگانه الکتریکی که در این غلظت به وجود می آید، همان اندازه ای است که قابل انتظار است.

۶. چون این روش آزمون قادر به ارائه توزیع اندازه ذرات است، در صنایع بسیاری مثل سرامیک و داروسازی که میانگین اندازه ذره اهمیت فراوانی دارد، رایج شده است.

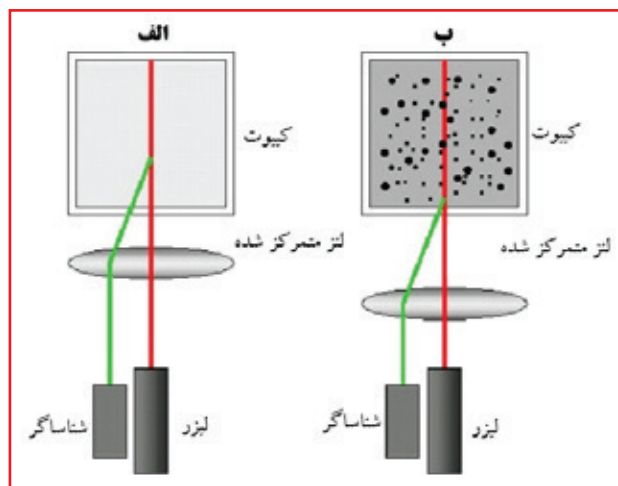
۷. برخی از محصولات تولیدی به حالت سوسپانسیون هستند، به همین دلیل اندازه ذرات آنها در حالت سوسپانسیون حایز اهمیت است. دستگاه زتاسایزر برای انجام آزمون روی این دسته از نمونه ها بسیار مناسب است.

۸. با توجه به توضیحات داده شده، به نظر نگارنده، انجام آزمون با روش دیگری مانند میکروسکوپ الکترونی عبوری که احتمال خطا در آن حداقل است، انجام شود و از آزمون توزیع اندازه ذرات با دستگاه زتاسایزر بهتر است که به عنوان مکمل سایر آزمون ها استفاده نمود.

می توان آزمون توزیع اندازه ذرات را به عمل آورد. ۳. در هنگام انجام آزمون به طرق مختلف، آلاینده هایی نظیر گرد و غبار وارد محلول پخش کننده و در واقع وارد نمونه آزمایشی می شوند. اندازه آلاینده ها معمولاً خیلی بزرگ تر از اندازه ذراتی هستند که مورد آزمایش قرار می گیرند. اغلب، جهت پرتوهای نور متفرق شده از ذرات خیلی بزرگ به سمت جلو است. بنابراین، با اندازه گیری پرتوهای تفرق بازگشتی نمونه ها، اثر آلاینده هایی نظیر گرد و غبار و در کل آلاینده های بزرگ تا حد زیادی کاهش می یابد.

قابلیت جابجایی لنز

یکی از اجزای جانبی دستگاه DLS لنز است که کار آن، متمرکز کردن پرتوهای تابیده شده از منبع نور در یک محدوده از نمونه به منظور انجام آزمون است. با توجه به ویژگی های نمونه مورد آزمایش، محدوده مورد بررسی در نمونه می تواند تغییر کند. انتخاب محدوده ای از نمونه مورد آزمایش برای انجام آزمون، به وسیله جابجایی در فاصله موجود بین لنز با کیووت انجام می گیرد. شکل (۹) نمایی از چگونگی عملکرد این لنزها را در دستگاه DLS نشان می دهد. همان طور که در شکل نیز دیده می شود، در نمونه هایی با ذرات بزرگ و همچنین در نمونه هایی با غلظت بالا، لنز متحرک با افزایش فاصله خود با کیووت، محدوده ابتدایی کیووت را مورد تابش پرتوها قرار می دهد تا نتیجه حاصل از آزمون دارای کمترین خطا و اشتباه باشد. در نمونه هایی با ذرات کوچک و همچنین در نمونه های با غلظت کم، لنز متحرک با کاهش فاصله خود با کیووت، محدوده ای از نمونه را که مورد تابش پرتو قرار می گیرد، افزایش می دهد. افزایش منطقه مورد تابش به وسیله منبع نور و در واقع انجام آزمون در یک محدوده وسیع تر از نمونه، این امکان را فراهم می آورد که نتیجه به دست آمده از تعداد ذرات بیشتری حاصل شود و این مسئله به این معنی است که جواب به میانگین توزیع اندازه ذرات نزدیک تر است.



شکل ۹: نمایی از لنز متحرک

پی نوشت

۱. کارشناس ارشد فناوری نانو، آزمایشگاه فناوری نانوکفا
۲. کارشناس ارشد مهندسی مواد، آزمایشگاه فناوری نانوکفا
3. Dynamic light scattering(DLS)
4. Photon Correlation Spectroscopy
5. Brownian Motion
6. Dispersant
7. Translational Diffusion Coefficient
8. Stokes-Einstein
9. Boltzmann's Constant
10. Viscosity
11. Hydrodynamic Diameter
12. Electrical double layer
13. Cell
14. Detector
15. speckle pattern
16. Correlator
17. Correlation Function
18. Mie
19. Attenuator
20. Cuvette
21. Back-Scatter
22. Absorption
23. Refractive Index
24. Viscometer
25. Refractometer

مراجع

- [1] Zetasizer Nano User Manual MAN0317 Issue 4.0 May 2008
- [2] www.malvern.com
- [3] www.wikipedia.com
- [4] Dynamic Light Scattering: An Introduction in 30 Minutes, DLS technical note, MRK656-01

نویسندگان

پروین هادیان^{۴*}صدیقه صادق حسنی^۴مریم خراشادی زاده^۴

parvinhadian@gmail.com

ذره مغناطیسی

میکروسکوپ نیروی تشدید مغناطیسی

چکیده

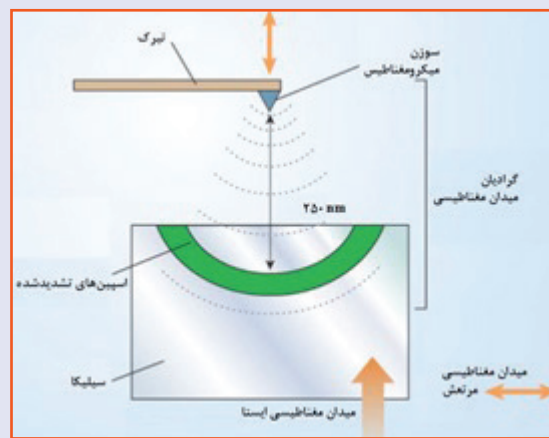
محققین در نانو فناوری و زیست شناسی مولکولی، اغلب به دلیل عدم توانایی مشاهده اتمها و مولکولها با توان تفکیک بالا به ویژه به صورت سه بعدی، به شدت محدود بوده اند. میکروسکوپی نیروی تشدید مغناطیسی (MRFM)، گونه ای از میکروسکوپی پروبی روبشی است که قابلیت تهیه تصویر سه بعدی روش تصویربرداری تشدید مغناطیسی را با حساسیت و توان تفکیک بالای میکروسکوپ نیروی اتمی تلفیق می نماید. در MRFM، برهم کنش نیروهای بین میدان مغناطیسی گرادیانی سوزن میکرومگنت و اسپین هسته های اتمهای سطح نمونه، آشکار سازی می شود.

واژه های کلیدی

تشدید مغناطیسی، ممان مغناطیسی، میکروسکوپ نیروی اتمی، میکروسکوپ نیروی تشدید مغناطیسی.

در طول چند دهه اخیر، روش های مختلف تشدید مغناطیسی^۵ به عنوان ابزار قدرتمندی برای تهیه تصویر و توصیف ساختار مولکولی مورد استفاده قرار گرفته است و باعث ایجاد پیشرفت های شایانی در زمینه علوم پزشکی، زیست شناسی، شیمی، علم مواد و فیزیک شده اند. در روش تشدید مغناطیسی هسته^۶ تعیین ساختار مولکولی نمونه با قرار دادن آن در یک میدان مغناطیسی همگن و بررسی محیط پیرامون اتمها و پیوندهای مولکولی میسر می شود. در تصویربرداری تشدید مغناطیسی^۷ تجسم ساختار سه بعدی نمونه مورد نظر، از قرار دادن آن در یک میدان مغناطیسی گرادیانی به دست می آید. اگرچه قدرت روش های تشدید مغناطیسی بی شمار است اما هنگامی که در مقیاس میکرومتری به کار برده می شود، دارای ضعف حساسیت پایین به دلیل نوع روش های آشکار سازی و میدان مغناطیسی گرادیانی بالا هستند. محققین از روش های متعددی برای بهبود حساسیت روش های تشدید مغناطیسی استفاده نموده اند. در سال ۱۹۹۱، جان

سیدلس^۸ از دانشگاه واشنگتن پیشنهاد داد تا با استفاده از آشکارسازی مکانیکی سیگنال اسپین‌ها و ایجاد میدان مغناطیسی قوی با استفاده از ذرات مغناطیسی کوچک، حساسیت و توان تفکیک جانبی روش‌های تشدید مغناطیسی را بهبود دهد. وی میکروسکوپ نیروی تشدید مغناطیسی^۹ را که ترکیبی ایده‌آل از روش میکروسکوپی نیروی اتمی^{۱۰} با توانایی تهیه تصویر در مقیاس نانومتر و MRI با قدرت طیف‌سنجی است، اختراع نمود. MRFM را می‌توان نقطه اوجی در تاریخ طولانی توسعه دستگاهی برای تهیه تصویر و آشکارسازی ممان مغناطیسی با حساسیت و توان تفکیک جانبی بالا دانست [۱ و ۲]. براساس قوانین بنیادین فیزیک، ممان مغناطیسی می‌تواند نیرویی در یک میدان مغناطیسی گرادیانی اعمال نماید که می‌توان آن را به صورت مکانیکی اندازه‌گیری نمود. ایوان^{۱۱} و همکارانش اولین کسانی بودند که توانستند رزونانس مغناطیسی را به کمک آشکارسازهای مکانیکی، تشخیص دهند [۳]. همان‌گونه که اشاره شد، دو فناوری بسیار مهم MRI و AFM در ساخت MRFM دخیل هستند. هر دو روش در طول سه دهه اخیر، پیشرفت‌های قابل ملاحظه‌ای را به‌طور مستقل و موازی داشته‌اند. امروزه MRFM قابلیت تهیه تصویر مغناطیسی MRI و امکان تهیه تصویر سه‌بعدی با توان تفکیک اتمی AFM را دارا است.



شکل ۱: نمایی از روش میکروسکوپی نیروی تشدید مغناطیسی

این روش قادر است تصاویری از خواص شیمیایی طیف وسیعی از مواد با توان تفکیک بالا و بدون تخریب نمونه در اختیار محققین قرار دهد. اخیراً یکی از سازندگان دستگاه با استفاده از این روش، اسپین مغناطیسی تک الکترون را نمایش داده است (سیگنال‌های مغناطیسی تک الکترون تقریباً ۶۰۰ برابر قوی‌تر از تک پروتون‌ها است). حساسیت این میکروسکوپ ۱۰ بیلیون برابر دستگاه‌های MRI موجود در بیمارستان‌ها است. در دستگاه MRI یک سیم‌پیچ گیرنده وجود دارد که سیگنال مربوط به تشدید اسپین هسته را در میدان مغناطیسی دریافت می‌نماید [۴]. در MRFM از سوزنی استفاده می‌شود که ویژگی فرومغناطیس دارد (آهن یا آلیاژهایی از کبالت) و به‌طور مستقیم و با توان تفکیک بالا، برهم‌کنش اسپین نمونه را آشکارسازی می‌نماید. با نزدیک شدن سوزن فرومغناطیس به نمونه، اسپین‌های هسته‌ها با وارد نمودن نیروهای جاذبه یا دافعه، باعث انحراف جزئی تیرک می‌شوند. این عمل چند بار به‌وسیله اسپین‌ها صورت می‌گیرد و باعث بالا و پایین رفتن تیرک می‌شود. این جابجایی به کمک یک تداخل‌سنج (فیبر نوری) اندازه‌گیری می‌شود تا تصاویر سه‌بعدی از سطح نمونه تهیه شود. سوزن‌های فرومغناطیس باریک و تیرک‌های نرم، مقادیر بالایی از نسبت سیگنال به نوفه را در اختیار می‌گذارند. با توجه به این که نسبت سیگنال به نوفه با معکوس اندازه ذرات نمونه رابطه نمایی دارد، حرکت براونی^{۱۲} اولین منبع نوفه خواهد بود. به همین علت، معمولاً این دستگاه در دمای پایین کار می‌کند. عملکرد MRFM در دمای خیلی پایین به دلیل کاهش نوفه ترمومکانیکی و افزایش قطبش اسپینی گرمایی، مفید خواهد بود. با پیشرفت‌های قطعات تداخل‌سنج کوانتومی ابررسانا^{۱۳} که برای جلوگیری از گرمای بیش از حد تیرک (برپایه نوع روش آشکارسازی انحراف تیرک) استفاده می‌شود، عملیات MRFM را می‌توان در دماهای حدود ۳۰ mK نیز انجام داد [۵].

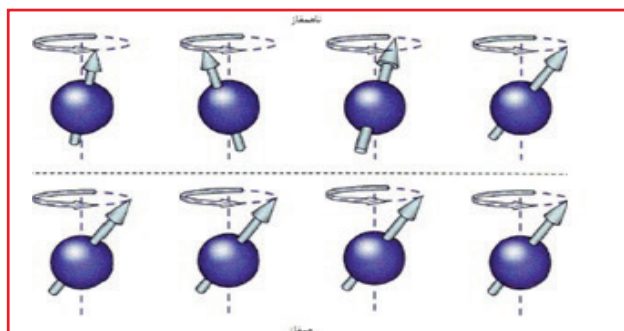
یکی از کاربردهای MRFM، تعیین ساختار پروتئین‌هایی است که شناسایی آن با استفاده از سایر روش‌ها (به دلیل شکل اتمی پیچ‌خورده پروتئین‌ها) به‌صورت درجا^{۱۴} بسیار محدود است، همچنین MRFM‌های پیشرفته ممکن است برای نشان دادن اطلاعات کوانتومی در رایانه‌های کوانتومی آینده که مبتنی بر اسپین است، مورد استفاده قرار گیرند [۶ و ۷]. در این مقاله ابتدا به اصول حرکت‌های اسپینی اشاره خواهد شد، سپس سازوکار تصویربرداری MRI و AFM و در انتها سازوکار عملکرد میکروسکوپ نیروی تشدید مغناطیسی و کاربردهای آن مورد بررسی قرار خواهد گرفت.

○ تشدید

پدیده تشدید زمانی رخ می‌دهد که یک شیء در معرض نوساناتی قرار گیرد که فرکانسی نزدیک به فرکانس نوسانات طبیعی خودش داشته باشد. زمانی که یک هسته در معرض نوساناتی قرار گیرد که دارای نوسانی مشابه با فرکانس طبیعی خودش باشد، این هسته از نیروی خارجی انرژی به دست می‌آورد و اگر انرژی داده شده دقیقاً دارای همان فرکانس فرقه‌ای (لارمور) هسته باشد، تشدید رخ خواهد داد.

○ تشدید مغناطیسی هسته‌ای

تشدید مغناطیسی هسته‌ای یک پدیده فیزیکی براساس مکانیک کوانتوم است. در حضور یک میدان مغناطیسی قوی، انرژی هسته‌های عناصر مشخصی به علت خواص مغناطیسی این ذرات به دو یا چند تراز کوانتیده شکافته می‌شوند. الکترون‌ها نیز به طریقی مشابه هسته، عمل می‌کنند. نقل و انتقال میان ترازهای انرژی القا شده مغناطیسی حاصل می‌تواند با جذب تابش الکترومغناطیسی با بسامد مناسب انجام شود. درست مشابه نقل و انتقال الکترونی که با جذب تابش فرابنفش یا مرئی صورت می‌پذیرد. اختلاف انرژی بین ترازهای کوانتومی مغناطیسی برای هسته‌های اتمی مقداری است که با تابش در گستره‌ای از ۰/۱ تا ۱۰۰-۱۰۰ مگاهرتز مطابقت دارد. در حالت عادی اختلاف انرژی بین ترازهای اسپین هسته صفر است، اما زمانی که اتم‌ها در حضور میدان مغناطیسی قرار می‌گیرند، براساس پدیده زیمان^{۱۷} شکافته خواهند شد. یکی از نتایج تشدید آن است که برخی هسته‌های کم انرژی از طریق تشدید، انرژی کافی به دست می‌آورند که به تراز پرانرژی ملحق گردند. نتیجه دیگر تشدید آن است که گشتاورهای مغناطیسی هسته‌ها (به‌عنوان مثال، هسته‌های هیدروژن) با یکدیگر هم‌فاز می‌شوند. در نتیجه تمام گشتاورهای مغناطیسی در وضعیت یکسانی روی مسیر فرقه‌ای قرار می‌گیرند و هم‌فاز می‌شوند (شکل ۳).



شکل ۳: حرکت فرقه‌ای هسته‌های غیرهم‌فاز (بالا) و هم‌فاز (پایین) [۸]

○ جمعیت

سطح انرژی گرمایی (T) و شدت میدان مغناطیسی خارجی، عوامل تعیین‌کننده جمعیت هسته‌ها در حالت اسپین بالا و پایین هستند که براساس تابع توزیع بولتزمن^{۱۸}، جمعیت یک سطح انرژی متناسب با $\exp(-E_m/kBT)$ است. در تعادل گرمایی،

تشدید مغناطیسی

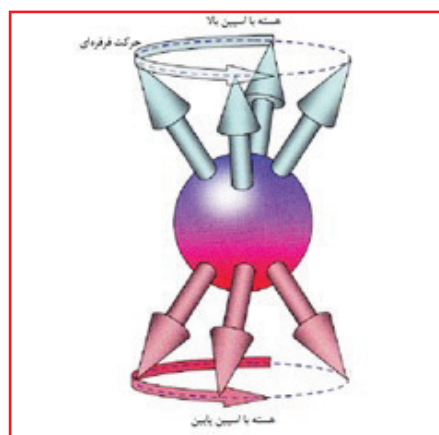
○ اصول پایه

سه نوع حرکت در اتم وجود دارد که عبارتند از: حرکت اسپینی الکترون‌ها حول محور خود، حرکت مداری الکترون‌ها در اطراف هسته و حرکت اسپینی هسته حول محور خود. اساس کار MRFM مبتنی بر حرکت اسپینی هسته‌های خاص است (این اسپین از اسپین‌های فردی پروتون‌ها و نوترون‌های درون هسته ناشی می‌شود). هسته‌های فعال تشدید مغناطیسی با مرتب شدن و هم‌راستایی محور چرخش آنها در جهت یک میدان خارجی شناسایی می‌شوند. این هم‌راستایی به این دلیل رخ می‌دهد که هسته‌ها دارای گشتاور زاویه‌ای یا اسپینی هستند. هسته‌های فعال تشدید مغناطیسی بار و اسپین دارند، لذا به‌طور خودبه‌خود یک ممان مغناطیسی پیدا می‌نمایند که می‌توانند در میدان مغناطیسی خارجی مرتب شوند. به‌عنوان مثال، هسته اتم‌های هیدروژن (۱)، کربن (۱۳)، نیتروژن (۱۵)، اکسیژن (۱۷)، فلور^{۱۹} (۱۹)، سدیم (۲۳) و فسفر (۳۱) فعال مغناطیسی هستند. ممان مغناطیسی (μ) به ممان زاویه‌ای اسپین (J) و به ضریب نسبت ژیرومغناطیسی^{۱۵} (۷) وابسته است (نسبت ژیرومغناطیسی بیان‌کننده رابطه بین اندازه حرکت زاویه‌ای و ممان مغناطیسی است) [۸ و ۹].

$$\mu = \gamma J \quad (1)$$

بنابر نظریه کوانتومی، به‌عنوان مثال، هسته هیدروژن، دارای دو حالت انرژی بالا و پایین است. هسته‌های دارای انرژی پایین ممان مغناطیسی خود را موازی با میدان خارجی و هسته‌های دارای انرژی بالا ممان مغناطیسی خود را غیر موازی با میدان خارجی مرتب می‌نمایند. اختلاف انرژی بین این دو حالت با معادله (۲) بیان می‌شود. ωL فرکانس تشدید یا همان فرکانس لارمور^{۱۶} است. گشتاور مغناطیسی تمام این هسته‌ها در اطراف میدان مغناطیسی خارجی روی یک مسیر فرقه‌ای حرکت می‌کند. شکل (۲) حرکت فرقه‌ای اسپین‌های بالا و پایین را نشان می‌دهد.

$$|\Delta E| = \gamma \hbar H = \hbar \omega L \quad (2)$$



شکل ۲: حرکت فرقه‌ای اسپین‌های بالا و پایین [۷]

○ روش تصویربرداری MRI

سازوکار MRI، مبتنی بر حرکت اسپینی هسته اتم‌های هیدروژن موجود در بدن است. با توجه به این‌که در اتم هیدروژن فقط یک پروتون وجود دارد، خود هسته یک اسپین خالص یا گشتاور زاویه‌ای دارد و چون دارای حرکت است، طبق قانون القا فاراده به‌طور خودبه‌خود یک گشتاور مغناطیسی پیدا نموده و در نتیجه با قرار گرفتن در میدان مغناطیسی خارجی جهت‌گیری می‌کند. برخی هسته‌های اتم هیدروژن موازی با میدان و تعداد خیلی کمتری از هسته‌ها غیر موازی با میدان مغناطیسی می‌شوند. تأثیر میدان مغناطیسی خارجی، ایجاد یک نوسان اضافی برای هسته‌های هیدروژن حول میدان خود آن‌ها است (حرکت تقدیمی). برای آن‌که تشدید هسته‌های هیدروژن رخ دهد، یک پالس (RF) با همان بسامد حرکت تقدیمی به‌کار می‌رود. اعمال پالس (RF) را که سبب تشدید هسته‌ها می‌شود، تحریک می‌نامند. در نتیجه عمل تحریک، هسته‌های هیدروژن انرژی پالس (RF) را جذب و به تراز انرژی بالاتر منتقل می‌شوند، در نتیجه هم راستایی خود را با میدان مغناطیسی خارجی از دست می‌دهند. به زاویه‌ای که بین هسته‌های هیدروژن و میدان مغناطیسی خارجی ایجاد می‌شود، زاویه فلیپ^{۲۰} می‌گویند. طبق قانون القای فاراده، اگر یک سیم‌پیچ گیرنده در صفحه حرکت این میدان مغناطیسی قرار گیرد، ولتاژ در سیم‌پیچ القا می‌شود. وقتی میدان مغناطیسی عرض صفحه سیم‌پیچ را قطع نماید، سیگنال MR تولید می‌شود. این سیگنال نقاط فضای (k) یا فوریه را تشکیل می‌دهد، با انجام تبدیل فوریه در این فضا، تصویر نهایی به‌دست می‌آید. با این وجود و با تمام تلاش‌های انجام شده، توان تفکیک جانبی MRI به‌وسیله محدودیت‌های روش، بیش‌تر از $40 \mu\text{m}^3$ نیست. اساس کار MRI بر پایه آشکارسازی مغناطیس هسته است و چون مغناطیس هسته اثر فیزیکی ضعیفی دارد و سیگنال نوفه کوچک‌تری تولید می‌نماید، لذا سیستم‌های آشکارسازی موجود در MRI‌های معمولی قادر به آشکارسازی این پدیده در مقیاس زیر میکرومتر نخواهند بود. با وجود این چالش‌ها، انگیزه بالایی برای بهتر کردن توان تفکیک MRI برای به‌کارگیری آن در مقیاس نانومتری با استفاده از روش MRFM وجود دارد. در این مقیاس ممکن است بتوان تصویری سه‌بعدی و بدون تخریب نمونه از ماکرومولکول‌های انفرادی و یا کمپلکس‌های مولکولی به‌دست آورد. این روش می‌تواند زیست‌شناسان را قادر به شناسایی پروتئین‌هایی نماید که برای آنالیز پرتو ایکس^{۲۱} قادر به بلوری شدن نیستند [۱۰ و ۱۱].

میکروسکوپ پروبی روبشی (SPM)

میکروسکوپ پروبی روبشی اولین بار در سال ۱۹۸۲ توسط دو دانشمند (بنینگ^{۲۲} و روهبر^{۲۳}) در شرکت IBM^{۲۴} در زوریخ سوئیس اختراع شد. SPM عبارتی است کلی، برای مجموعه‌ای از میکروسکوپ‌ها که سطح نمونه را با استفاده از یک پروب فیزیکی روبش نموده و اطلاعات متفاوتی از ویژگی‌های سطح نمونه را در مقیاس نانومتری و یا حتی آنگسترومی در اختیار می‌گذارند (شکل ۴).

همیشه تعداد هسته‌های با انرژی بالا کمتر از تعداد هسته‌های با انرژی پایین هستند. هسته‌های با انرژی گرمایی پایین فاقد انرژی لازم برای مخالفت با میدان است و لذا هسته‌های با انرژی گرمایی بالا انرژی کافی را برای مخالفت با میدان دارند و هنگامی که شدت میدان مغناطیسی افزایش یابد، هسته‌های کمتری انرژی کافی برای این کار را دارند.

تصویربرداری تشدید مغناطیسی

MRI ابزاری قدرتمند برای تهیه تصاویر مورفولوژی سه‌بعدی (با قدرت تفکیک میلی‌متر تا زیر میلی‌متر) از اعضای بدن است که دارای کاربردهای فراوانی در پزشکی و علوم اعصاب است.

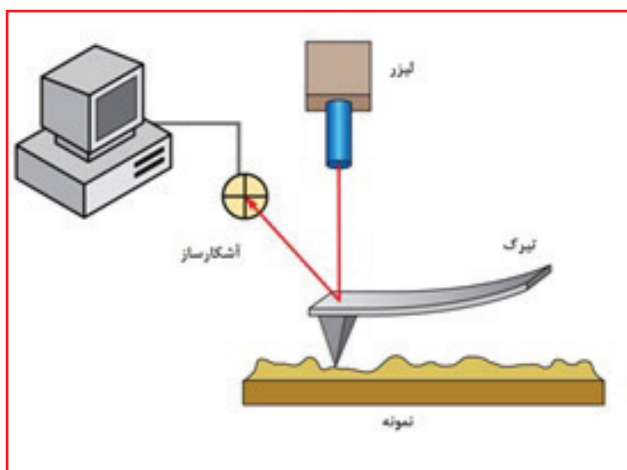
○ سازوکار MRI

در تصویربرداری با این روش، اتم‌هایی که از نظر مغناطیسی فعال بوده و به مقدار لازم در اعضای بدن وجود داشته باشند، مورد نیاز هستند. هسته اتم هیدروژن علاوه بر این‌که از نظر مغناطیسی فعال است، در مولکول‌های چربی و نیز در مولکول‌های آب (که $\frac{1}{3}$ وزن بدن را تشکیل می‌دهد) وجود دارد. در دستگاه MRI سه میدان مغناطیسی استفاده می‌شود که عبارت است از:

۱. میدان خارجی ثابت و قوی (B_0);
۲. میدان ضعیف گرادیانی متغیر؛
۳. میدان حاصل از پالس بسامد رادیویی^{۱۹} (RF) الکترومغناطیسی (B_1).

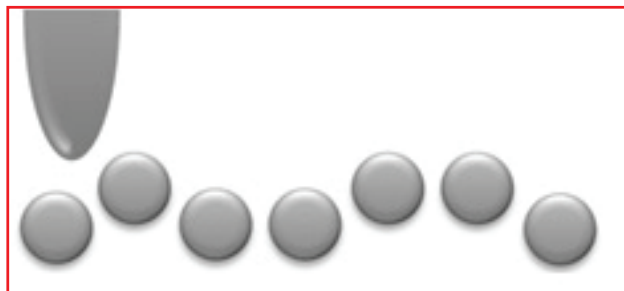
میدان مغناطیسی خارجی یک مغناطیس‌کننده دائم و یکنواخت است که اسپین هسته‌های هیدروژن را هم‌سو می‌نماید؛ هرچه قدرت میدان مغناطیسی خارجی بیشتر باشد، تصویر، با کیفیت بالاتری ایجاد می‌شود؛ زیرا تعداد بیشتری اسپین در فرآیند تصویربرداری مداخله می‌نمایند. برای اینکه عمل تشدید رخ دهد، پالس با بسامد مشخصی مورد استفاده قرار می‌گیرد که برای هسته‌های هیدروژن، بسامد تشدید در محدوده بسامد رادیویی واقع شده‌است. لذا دستگاه MRI پالس مزبور را وارد نموده و باعث می‌شود هسته‌های هیدروژن انرژی را در بسامد خاص (لامور) جذب نموده و اسپین‌ها، غیر موازی با میدان قرار گیرند. با قطع بسامد رادیویی، اسپین‌ها به حالت اولیه بازگشته و امواجی با بسامد رادیویی، تشعشع می‌نمایند که به‌وسیله سیم‌پیچ‌های موجود در بدنه دستگاه MRI دریافت شده و به جریان الکتریکی تبدیل می‌شود، سپس اطلاعات به رایانه منتقل و پس از انجام عملیات پردازش و تبدیل فوریه، تصویر از بافت مربوطه ایجاد می‌شود. روی هم رفته از سه میدان الکترومغناطیسی برای تصویربرداری MRI استفاده می‌شود: میدان مغناطیسی بسیار قوی و یکنواخت که میدان استاتیک نام دارد، میدان مغناطیسی ضعیف‌تر متغیر با زمان (در مجموع یک کیلوهرتز) برای کدگذاری فضایی، که میدان گرادیان نام دارد و میدان مغناطیسی ضعیف با بسامد رادیویی (RF) برای تشدید هسته‌های هیدروژن و تولید سیگنال‌های قابل اندازه‌گیری، که سیم‌پیچ‌های (RF) نام دارد [۱۰ و ۱۱].

ضعیفی از جمله نیروهای واندروالسی (10^{-10} - 0.1 nN) وابسته به حالت کاری (AFM) بین سوزن و سطح اعمال می‌شود و این نیرو باعث انحراف یا خمش تیرک شده و با حرکت سوزن به صورت خط به خط روی سطح نمونه و آشکارسازی میزان انحرافات تیرک، تصویر مورد نظر ایجاد می‌شود. میکروسکوپ نیروی اتمی برای مطالعه مواد هادی، نیمه‌هادی و عایق مورد استفاده قرار می‌گیرد. روش‌های متفاوتی برای آشکارسازی میزان انحراف تیرک در اثر نیروهای بین سوزن و سطح، مورد استفاده قرار می‌گیرد. اغلب دستگاه‌ها، از روش انحراف پرتو لیزر استفاده می‌نمایند. یک پرتو نور لیزر به پشت تیرک تابیده می‌شود و انعکاس آن در اثر انحراف، با استفاده از یک دیود نوری حساس به موقعیت^{۲۷}، آشکار می‌شود. نمایی از دستگاه در شکل (۶) نشان داده شده‌است. یک دیود نوری چهار قسمتی، نه تنها انحراف معمول، بلکه پیچش تیرک در اثر نیروهای جانبی اعمال شده روی سوزن را نیز اندازه‌گیری می‌نماید.



شکل ۶: نمایی از AFM و انحراف پرتو لیزر [۱۲]

در نوع دیگری از حسگر انحراف، از یک تیرک به‌عنوان آینه تداخل‌سنج^{۲۸} لیزر نوری، استفاده می‌شود و معمولاً این روش آشکارسازی در MRFM مورد استفاده قرار می‌گیرد. برتری مهم این روش، سادگی کالیبراسیون آن با طول موج نور و فضای کوچک آن در صورت محدود بودن فضا (در آزمایش‌های دمای پایین) است. حساسیت هر دو روش نوری، به نوبه حرارتی تیرک، محدود می‌شود. در روش دیگر، از یک الکتروود کمکی^{۲۹} در پشت تیرک، به صورت خازن استفاده می‌شود تا با انحراف تیرک و تغییر در ظرفیت خازنی بین تیرک و الکتروود کمکی، انحرافات تیرک آشکارسازی شود. سرعت اندازه‌گیری این روش بسیار زیاد است. حسگرهای نیرو را می‌توان با روش‌های ساخت میکرو تولید نمود. مشکل این حسگر، نیروی غیرقابل صرف‌نظر کردن بین تیرک و الکتروود کمکی است. تیرک‌های خود حسگر^{۳۰} نیز دسته جالبی از حسگرهای انحراف را تشکیل می‌دهند. اغلب آن‌ها با استفاده از یک لایه مقاومت پیزیوی در پشت یک تیرک سیلیسیمی، تولید شده‌اند. اولین اندازه‌گیری با توان تفکیک اتمی، با تیرک‌های مقاومت پیزیوی انجام شده‌است [۱۲].

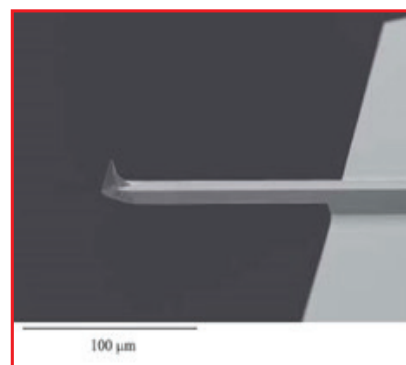


شکل ۴: نمایی از چگونگی روبش سطح نمونه به وسیله سوزن^{۲۵}

SPM [۱۲]

نمونه با استفاده از یک سوزن متصل به تیرک^{۲۶} (شکل ۵) روبش شده و با اندازه‌گیری و پردازش سیگنال به‌دست آمده از نقاط مختلف سطح روبش شده، تصویر آن سطح تهیه می‌شود. توان تفکیک و بزرگ‌نمایی SPM بهتر از میکروسکوپ‌های الکترونی متداول است و توانایی تهیه تصاویر سه‌بعدی از اتم‌ها را نیز فراهم می‌آورد.

به کمک این روش می‌توان تصاویری از خواص مغناطیسی، الکتریکی، مکانیکی و نوری سطح تهیه نمود. از مهمترین ویژگی‌های این روش میکروسکوپی، تهیه تصاویر سه‌بعدی (واقعی) از سطح نمونه با دقت آنگسترومی است. همچنین در این روش، نمونه علاوه بر خلاء، در هوا و زیر سطح مایعات می‌تواند مورد تصویربرداری قرار گیرد. مزایایی که دقیقاً نقاط ضعف روش‌های میکروسکوپ الکترونی است و در نتیجه احتمال آسیب‌رسانی به نمونه در اثر خلاء بسیار کمتر می‌شود.



شکل ۵: نمایی از تیرک به همراه سوزن [۱۲].

امروزه کاربرد این روش در کنار سایر دستگاه‌های پژوهشی، در علوم متفاوت از جمله فیزیک، شیمی، زیست‌شناسی، مواد، پلیمر، داروسازی بسیار گسترش یافته است [۱۲].

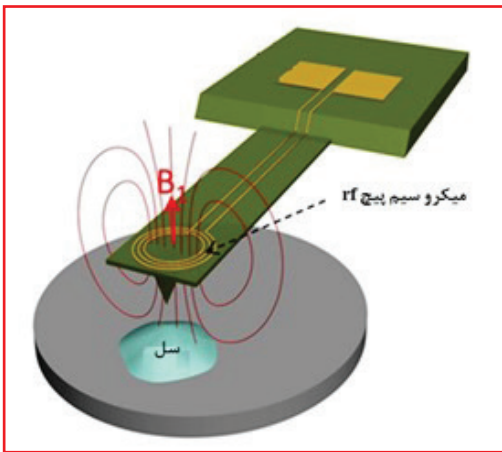
○ میکروسکوپ نیروی اتمی

میکروسکوپ نیروی اتمی (AFM) یکی از انواع روش‌های میکروسکوپی پروبی روبشی است که سطح نمونه را با استفاده از یک سوزن تیز، به طول (۲) میکرون روبش می‌نماید. سوزن در انتهای آزاد یک تیرک به طول حدود (۱۰۰) تا (۴۵۰) میکرون قرار دارد. زمانی که سوزن به سطح نزدیک می‌شود، نیروهای

اسپین‌های هسته نمونه، و سوزن مغناطیسی استوار است. در واقع MRFM مشابه MFM است با این تفاوت اساسی که در میکروسکوپ نیروی تشدید مغناطیسی میدان بسامد رادیویی به کار گرفته می‌شود تا مغناطیس‌پذیری نمونه با استفاده از روش‌های تشدید مغناطیسی دستکاری شود. در این روش، تیرک به همراه سوزن میکرومغناطیسی به نزدیکی سطح نمونه آورده می‌شود. نیروی (F) (معادله ۳) از طرف ممان مغناطیسی نمونه به سوزن اعمال می‌شود.

$$F = -(m \cdot \nabla) B \quad (3)$$

در این معادله: (M) ممان مغناطیسی نمونه و (∇B) گرادیان میدان مغناطیسی سوزن میکرومغناطیس است. این نیرو موجب انحراف تیرک خواهد شد. روش‌های آشکارسازی خاص و حساس مانند روش‌های تداخل سنج نوری و مقاومت پیزویی^{۳۵}، این نیرو را که کوچکتر از 10^{-16} N است، اندازه‌گیری می‌نمایند. شکل (۸) نمایی از تیرک و میدان بسامد رادیویی اطراف آن را نشان می‌دهد.

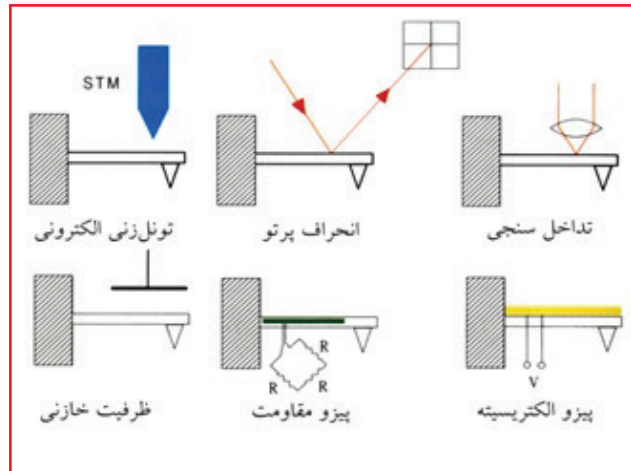


شکل ۸: نمایی از تیرک و میدان بسامد رادیویی

○ دستگاه میکروسکوپ نیروی تشدید مغناطیسی

■ تشدیدکننده میکرومکانیک

قلب میکروسکوپ نیروی تشدید مغناطیسی، حسگر نیرویی مرتعش‌کننده آن یا همان تیرک است. تیرک‌های مورد استفاده در MFRM دارای طولی معادل $500 - 300 \mu\text{m}$ ، عرض $20 \mu\text{m}$ و ضخامت $0.5 \mu\text{m}$ هستند و معمولاً از Si یا Si_3N_4 ساخته می‌شوند. یک میکرومغناطیس به‌عنوان سوزن به انتهای تیرک متصل می‌شود. مواد مغناطیسی مختلفی نظیر فلزات واسطه و Co ، Ni و یا آلیاژی از خاک‌های نادر مانند SmCo_5 یا $\text{Sm}_2\text{Co}_{17}$ برای ساخت سوزن MRFM مورد استفاده قرار می‌گیرند. سوزن‌های ساخته شده از خاک‌های نادر، طی دو مرحله تولید می‌شوند. ابتدا ذرات کوچکی از آلیاژ موردنظر در حضور میدان مغناطیسی به تیرک چسبانده می‌شود تا ممان مغناطیسی سوزن در جهت مناسب قرار گیرد، سپس سوزن با استفاده از روش آسیاب پرتو یونی متمرکز^{۳۶} شکل می‌گیرد. با این روش می‌توان سوزن‌هایی را با میدان گرادیانی بیش از 10^5Tm^{-1} ایجاد نمود (شکل ۹) [۹].



شکل ۷: حسگرهای انحراف برای میکروسکوپ نیروی اتمی [۱۲]

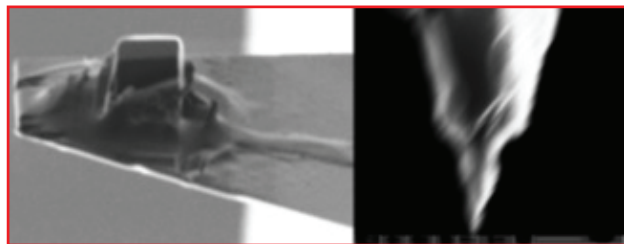
○ میکروسکوپ نیروی مغناطیسی

میکروسکوپ نیروی مغناطیسی^{۳۱} حالت ویژه‌ای از میکروسکوپ نیروی اتمی است که از آن برای مشاهده و اندازه‌گیری توزیع میدان مغناطیسی آشفته^{۳۲} روی سطح نمونه، استفاده می‌شود. میکروسکوپ نیروی مغناطیسی ابزار نیرومندی برای مشاهده و اندازه‌گیری نیروهای مغناطیسی کوچک بین سوزن و سطح، یا گرادیان نیروی مغناطیسی روی سطح نمونه است. این دستگاه امکان تصویربرداری از سطوح مغناطیسی با توان تفکیک بالا را بدون نیاز به آماده‌سازی نمونه و یا نیاز به شرایط محیطی خاص فراهم می‌نماید. در این روش، از یک سوزن مغناطیسی برای تصویربرداری استفاده می‌شود. سوزن فوق که با لایه‌ای نازک از مواد فرومغناطیسی پوشیده شده‌است، در نزدیکی سطح نمونه قرار می‌گیرد و با میدان‌های مغناطیسی آشفته اطراف سطح نمونه، برهم‌کنش می‌دهد و نیروهای مغناطیسی کوچک بین سوزن و سطح یا گرادیان نیروی مغناطیسی روی سطح نمونه را به تصویر می‌کشد. سوزن به یک تیرک کوچک متصل است. قدرت برهم‌کنش مغناطیسی موضعی، حرکت عمودی سوزن را در حین روبش سطح، تغییر می‌دهد و مقدار نیرو به انحراف قابل اندازه‌گیری، تبدیل می‌شود. برهم‌کنش‌های مغناطیسی سوزن - نمونه، به کمک آشکارساز ثبت شده و برای بازسازی ساختار مغناطیسی سطح نمونه و به دست آوردن تصویر نیرو به کار برده می‌شود. به کمک MFM تصاویر نیرو (در حالت پایا)^{۳۳} و گرادیان نیروی روی سطح به دست می‌آید. تصویر گرادیان نیروی روی سطح، بر اثر تغییر فرکانس رزونانس تیرک که به وسیله میدان‌های مغناطیسی اطراف سطح ایجاد می‌شود و به فاصله نمونه تا سوزن وابسته است، به دست می‌آید. به طور کلی، تصاویر MFM تغییرات سه‌بعدی نیروهای مغناطیسی روی سطح نمونه را نشان می‌دهند. داده‌های مغناطیسی را می‌توان با هر یک از حالت‌های تغییر در دامنه، فرکانس و یا فاز ارتعاش تیرک، ثبت نمود. بزرگی نیروی مغناطیسی ایجاد شده 10^{-12} N تا 10^{-9} است [۱۳].

■ میکروسکوپ نیروی تشدید مغناطیسی

روش میکروسکوپ نیروی تشدید مغناطیسی بر پایه اندازه‌گیری مکانیکی نیروهای مغناطیسی بسیار کوچک (آتونویوتن)^{۳۴} بین

میدان مغناطیسی (RF) استاندارد برای دستگاه MRFM مشکل است؛ زیرا نمونه در محل نگهداری نمونه در میکروسکوپ نیروی اتمی قرار گرفته و قرار دادن آن در سیم پیچ (RF) یا حفره ماکروویو تقریباً غیرممکن است، نمونه باید حتی الامکان به میکرونوار یا میکروسیم پیچ که میدان مغناطیسی را ایجاد می نماید، نزدیک باشد.

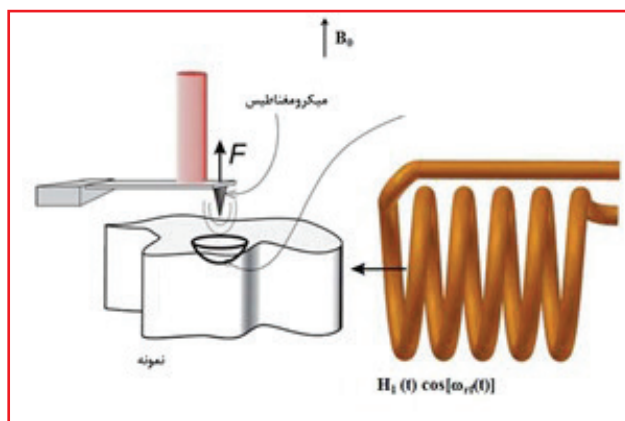


شکل ۹: سوزن ساخته شده با روش FIB [۹]

روش تصویربرداری میکروسکوپ نیروی تشدید

مغناطیسی

نمایی از دستگاه MRFM در شکل (۱۱) نمایش داده شده است. تیرک مرتعش به همراه سوزن مغناطیسی به نمونه نزدیک می شود. سیم پیچ تولیدکننده میدان مغناطیسی با بسامد رادیویی (سمت راست تصویر) وابسته به نوع اتم های موجود در نمونه، باعث تغییر جهت اسپین ها (دقیقاً مانند MRI)، می شود. برهم کنش بین سوزن و اسپین هسته های نمونه، در منطقه ای کاسه ای شکل به نام «برش تشدید» صورت می گیرد که با بالا و پایین رفتن تیرک مرتعش، جابه جا می شود.



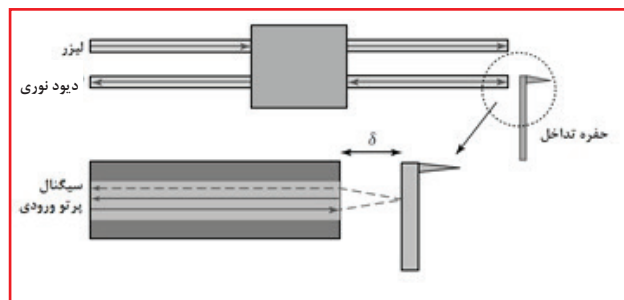
شکل ۱۱: اصول دستگاه میکروسکوپ نیروی تشدید مغناطیسی [۱۴]

جهت گیری اسپین هسته در حضور میدان مغناطیسی (RF) تغییر نموده و لذا با حرکت منطقه برش تشدید، میدان مغناطیسی بین سوزن مغناطیسی و اسپین ها به طور متناوب به صورت جاذبه یا دافعه بروز می نماید. به عنوان مثال، اگر هدف، شناسایی هسته های هیدروژن باشد، با تنظیم سیم پیچ، روی بسامد رادیویی هیدروژن، اسپین هسته های مذکور در فرکانس مربوطه مورد تشدید قرار می گیرد. با نزدیک شدن سوزن مغناطیسی و تشکیل برش تشدید، اسپین های موافق و مخالف اسپین سوزن، به ترتیب باعث ایجاد نیروهای دافعه و جاذبه شده و لذا با حرکت برش تشدید، سیگنال برهم کنش اسپین سایر هسته ها نیز آشکارسازی می شود. این نیروها به طور متناوب باعث ایجاد تغییرات جزئی در بسامد ارتعاش تیرک می شود که با استفاده از دستگاه تداخل سنج فیبر نوری، این سیگنال ها آشکارسازی می گردد. نکته دیگر آن است که اسپین های نزدیک تر به سوزن، تحت میدان قوی تری قرار گرفته، در حالی که اسپین ها یا هسته های دورتر، میدان ضعیف تری را احساس می نمایند، لذا آشکارسازی آن ها مشکل تر است. در نتیجه، ضخامت منطقه برش

سوزن مورد نظر، میدان مغناطیسی غیرهمگن یا گرادیانی را ایجاد خواهد نمود که به دو منظور استفاده می شود: جفت کردن میدان مغناطیسی نمونه با تیرک مرتعش و تعریف نواحی جانبی نمونه که تحت تشدید مغناطیسی قرار می گیرد.

آشکارسازهای تغییر مکان

تداخل سنجی نوری بر پایه تداخل سنجی فیبر نوری در بیشتر دستگاه های MRFM مورد استفاده قرار می گیرد. نور لیزر از یک سر فیبر نوری تابانده می شود تا در پشت تیرک، در فاصله ای برابر با (δ) منتشر شود. فضای بین انتهای فیبر نوری و سطح منعکس کننده نور در پشت تیرک «حفره تداخل» را ایجاد می کند. حرکت های تیرک، باعث تغییر زوایای تداخل در حفره تداخل شده و در نتیجه پرتوی تابیده شده به داخل فیبر نوری و پرتوی بازتابیده از پشت تیرک به داخل فیبر، تداخل خواهند نمود (شکل ۱۰). حساسیت این روش را می توان با تنظیم انعکاس سطوح تداخل کننده با پوشش های فلزی، بهینه نمود.



شکل ۱۰: نمایی از تداخل سنج فیبر نوری. δ فاصله بین انتهای فیبر نوری و تیرک است [۹]

اگرچه آشکارسازی با استفاده از تداخل سنج فیبر نوری عموماً مورد استفاده قرار می گیرد، روش های دیگری نیز وجود دارند که دارای مزیت های بیشتری هستند. از جمله، روش های مقاومت پیزیوی که قابلیت کاربرد برای نمونه های حساس به نور است [۹].

میدان مغناطیسی با بسامد رادیویی

یکی از اساسی ترین نیازهای میکروسکوپ نیروی تشدید مغناطیسی، حضور یک میدان مغناطیسی (RF) برای تغییر مغناطیس پذیری نمونه است. در واقع کیفیت سیگنال نیروی آشکارسازی شده به وسیله تیرک، وابسته به حساسیت میدان مغناطیسی (H_1) در مغناطیس کردن نمونه است. البته ایجاد

نتیجه گیری

دستگاه MRI که در پزشکی مورد استفاده قرار می‌گیرد، قابلیت تصویربرداری از گروه‌های اسپینی پروتون‌ها را در صورتی که حداقل یک تریلیون اسپین پروتون حضور داشته باشد، دارد. در حالی که دستگاه MRFM سیگنال‌های بسیار ضعیف‌تر از اسپین تک الکترون را هم آشکار می‌کند. همچنین تحقیقات تصویربرداری یک‌بعدی با این دستگاه، با دقت ۲۵ nm میسر است که تقریباً ۴۰ برابر بیشتر از بهترین میکروسکوپ‌های متعارف MRI است. تحقیقات به‌منظور افزایش حساسیت، دقت، سرعت و همچنین قابلیت نشان دادن پروتون‌های منفرد و دیگر هسته‌ها نظیر کربن (۱۳) ادامه دارد تا بتوان از این روش برای تشخیص ساختمان‌های مولکولی استفاده نمود. یکی از کاربردهای MRFM تعیین ساختار، به‌صورت درجا برای پروتئین‌هایی است که شناسایی آن‌ها با استفاده از سایر روش‌ها مانند پراش پرتو ایکس و یا شبیه‌سازی رایانه‌ای، به‌دلیل شکل اتمی پیچ‌خورده پروتئین‌ها، بسیار محدود است. همچنین مدل‌های پیشرفته MRFM ممکن است در آینده برای نشان دادن اطلاعات کوانتومی در رایانه‌های کوانتومی آتی که مبتنی بر اسپین است، مورد استفاده قرار گیرد.

تشدید، نقش اساسی را ایفا می‌نماید، به طوری که هر چه این منطقه نازک‌تر باشد، تعداد اسپین‌های بیشتری در شرایط میدان یکنواخت قرار می‌گیرند و سیگنال آشکارسازی را بهبود می‌بخشند. میدان مغناطیسی با گرادینان قوی‌تر، باعث ایجاد منطقه برش^{۳۷} تشدید نازک‌تر می‌شود. ضخامت منطقه برش تشدید با معادله بلاش^{۳۸} توصیف می‌شود [۱۴ و ۱۵].

محدودیت‌های MRFM

مهمترین عامل محدودکننده توان تفکیک MRFM، نوفه حرارتی تیرک است که حساسیت را محدود می‌نماید و باعث ایجاد نوفه در نیرو نیز خواهد شد. برای کاهش نوفه حرارتی، می‌توان از تیرک‌های نرم با بسامد تشدید و عامل (Q) بالا استفاده نمود تا مقدار اتلاف سیگنال، کاهش یافته و میزان سیگنال به نوفه افزایش یابد.

خنک کردن دستگاه تا کمتر از ۱۰۰ mK حساسیت به نیرو را بهبود می‌دهد و همچنین باعث افزایش تعداد اسپین‌های پلاریزه مطابق معادله بولتزمن شده که موجب افزایش سیگنال خواهد شد. از دیگر عوامل محدودکننده توان تفکیک، سیستم آشکارسازی حرکت تیرک است. با بزرگ‌تر کردن سطح تیرک، میزان انعکاس نور به داخل فیبر نوری افزایش می‌یابد در نتیجه باید تیرکی با اندازه بهینه تهیه شود تا علاوه بر سطح، با ضریب انعکاس بالا به‌منظور آشکارسازی بهتر، نازک و نرم نیز باشد تا حساسیت بیشتری نسبت به نیرو داشته باشد. در نتیجه به‌وسیله MRFM می‌توان تصویر و ساختار شیمیایی نمونه‌های بیولوژیکی چون ذرات ویروس، پروتئین‌ها و سایر کمپلکس‌های مولکولی را تعیین نمود [۱۵].

پی‌نوشت

۱. کارشناس ارشد شیمی تجزیه - پژوهشکده بیوتکنولوژی کشاورزی ایران، آزمایشگاه نانوتکنولوژی
۲. کارشناس ارشد شیمی تجزیه - پژوهشگاه صنعت نفت، مرکز تحقیقات نانوفناوری
۳. کارشناس ارشد فیزیک - دانشگاه بیرجند، دانشکده علوم گروه فیزیک، آزمایشگاه مغناطیس و ابررسانایی
۴. عضو کارگروه تخصصی SPM شبکه آزمایشگاهی فناوری‌نانو
5. Magnetic Resonance
6. Nuclear Magnetic Resonance(NMR)
7. Magnetic Resonance Imaging(MRI)
8. John Sidles
9. Magnetic Resonance Force Microscopy(MRFM)
10. Atomic Force Microscopy(AFM)
11. Ivan
12. Brownian motion
13. Superconducting quantum interference device (SQUID)
14. In situ
15. Gyromagnetic
16. Larmor
17. Zeeman
18. Boltzman
19. Radio Frequency
20. Flip angle(FA)
21. X-ray
22. Bening
23. Rohrer
24. International Business Machines Corporation (IBM)
25. Tip
26. Cantilever
27. Position sensitive photodiode(PSD)
28. Interferometer
29. Counter electrode
30. Self sensing
31. Piezoresistive
32. magnetic force microscope (MFM)
33. Stray
34. Static
35. Attonewton
36. Focused Ion Beam(FIB)
37. Resonant slice
38. Bloch

مراجع

- [1] Sidles, J.A. (1991) Applied Physics Letters, Noninductive detection of single-proton magnetic resonance, 58, 2854-6.
- [2] D. Rugar, R. Budakian, H. J. Mamin & B. W. Chui, Single spin detection by magnetic resonance force microscopy, NATURE (2004), VOL 430.
- [3] S. Codd, J.D. Seymour –Book of Magnetic Resonance Microscopy, 2008, page 62.
- [4] http://www.e-radiography.net/mrict/Basic_MR.pdf.
- [5] A. Vinante, G. Wijts, O. Usenko, L. Schinkelshoek, (2011) naturecommunications, 1581, 2011.
- [6] C. L. Degen, M. Poggio, H. J. Mamin, C. T. Rettner, and D. Rugar, Nanoscale magnetic resonance imaging, PNAS (2009), Vol 106, no 5, 1313-17.
- [7] http://en.wikipedia.org/wiki/Magnetic_resonance_force_microscopy.
- [۸] کتاب MRI از تصویر تا پروتون ترجمه شده توسط ح. غیاسی.
- [9] P. Chris Hammel and Denis V. Pelekhov, Handbook of The Magnetic Resonance Force Microscope, Ohio State University, Columbus, OH, USA.
- [10] <http://danestanihayephysics.blogfa.com/post/17>.
- [11] <http://www.centralclubs.com/mri-t14903.html>.
- [۱۲] کتاب میکروسکوپ پروبی روبشی آزمایشگاهی روی نوک سوزن، ع. ذوالفقاری، م. الماسی، پ. مرعشی، م. نجبا، ا. سیفی، تهران انتشارات پیک نور، ۱۳۸۵.
- [۱۳] میکروسکوپ نیروی مغناطیسی (MFM)، ص. صادق حسنی، ج. افضل، م. محسن‌نیا، ماهنامه فناوری‌نانو، شماره ۱۷۳، اسفند ۱۳۹۰، صفحات ۲۴ تا ۲۸.
- [14] A. Suter, Progress in Nuclear Magnetic Resonance Spectroscopy 45 (2004) 239–274.
- [15] http://courses.washington.edu/goodall/MRFM/qse_faq.html.

Authors

Parvin Hadian^{1,4*}Sedigheh SadeghHassani^{2,4}Maryam Khorashadi Zadeh^{3,4}

parvinhadian@gmail.com

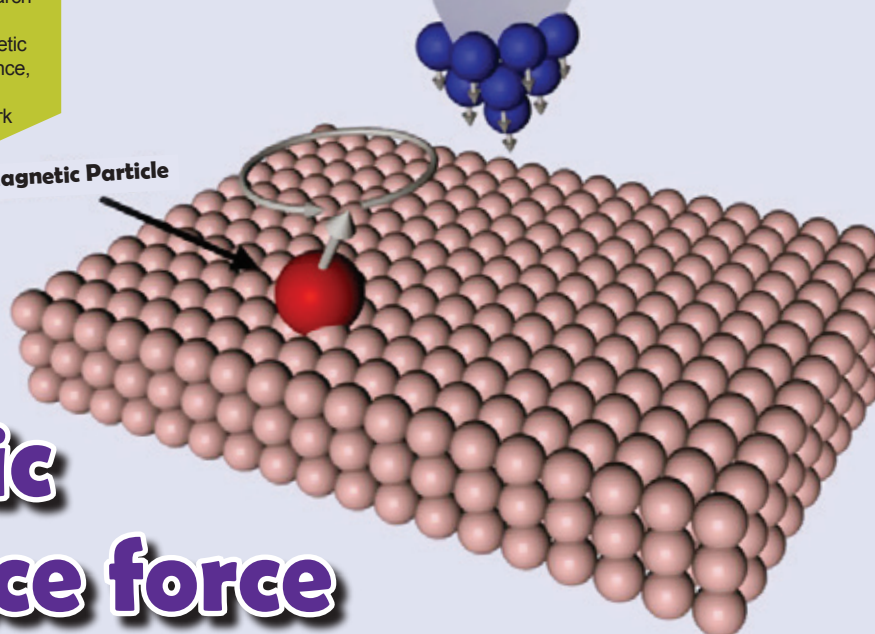
1. Msc. Analytical chemistry, Nanotechnology Lab, Agriculture Biotechnology Research Institute of Iran (ABRII).

2. Msc. Analytical chemistry, Research institute of Petroleum Industry, Nanotechnology research center.

3. Msc. Physics, Super Conductor & Magnetic Lab, Department of Physics, Faculty of Science, Birjand University.

4. Iran Nanotechnology Laboratory Network (INLN), SPM Experts Workgroup.

Magnetic Particle



Magnetic resonance force microscopy (MRFM)

Abstract

In nanotechnology and molecular biology, researchers are often severely limited by the inability to observe atoms and molecules in three dimensions. Magnetic resonance force microscopy (MRFM) is a kind of scanning probe microscopy which combines the three-dimensional imaging capabilities of magnetic resonance imaging (MRI) with the high sensitivity and resolution of atomic force microscopy (AFM). MRFM uses a micro magnet cantilever to detect the interaction force between a magnetic field gradient and a nucleus spins in a sample surface atoms.

Keywords

Magnetic resonance, Magnetic moment, Atomic force microscopy, Magnetic resonance force microscopy.

Authors

Davoud Gharailou^{1*}
Sasan Moraddeh²

Davoud.gharailou@gmail.com

1. MSc NanoTechnology, KEFA
nanolaboratory Complex

2. MSc Material Eng, KEFA nano-
laboratory Complex

Size-Distribution Determination by DLS in nanoscale



Abstract

Dynamic light scattering (DLS) is a technique in physics that can be used to determine the size distribution profile of small particles in suspension or polymers in solution. It is widely used as an effective technique for determining the average secondary particle size of Brownian nanoparticles in colloidal suspensions. In current study, the theory and mechanism behind DLS is discussed.

Keywords

Dynamic light scattering, DLS, Size distribution, Size determination.

AuthorsZeinab Sattarian^{1,3*}Azadeh Reza^{2,3}

I.Sattarian@yahoo.com

1. Metallurgy Laboratory of Jahad Sharif, MSC of metallurgy engineering

2. Iranian Research Organization for Science and Technology, MSC of plant physiology

3. Iran Nanotechnology Laboratory Network (INLN), standard and calibration Workgroup

CALIBRATION

NO. _____

DATE _____

DUE _____

I.D. NO. _____

BY _____

DUE _____

CALIBRATION

I.D. NO. _____

BY _____

DUE _____

CALIBRATION

I.D. NO. _____

BY _____

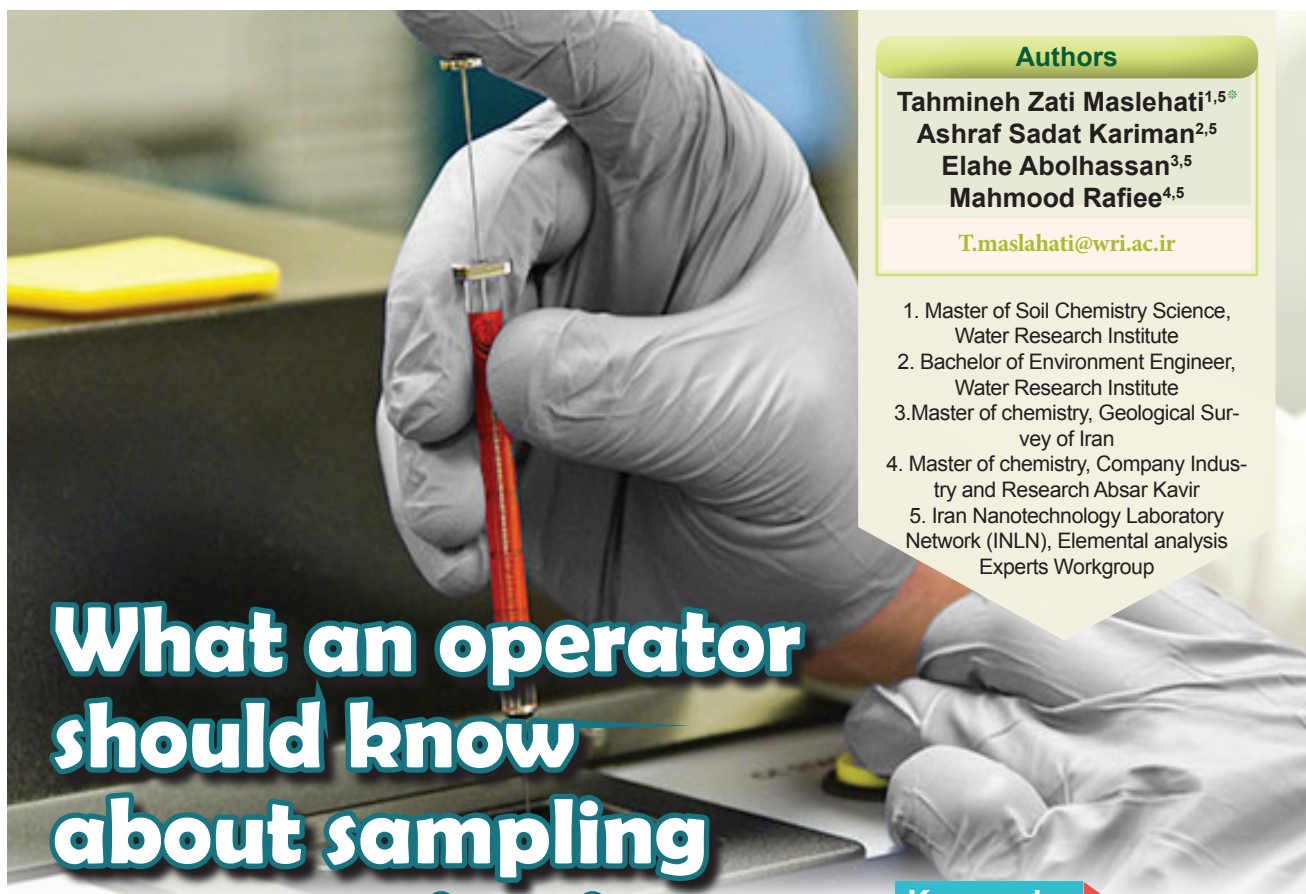
DUE _____

Determination of the calibration interval**Abstract**

To ensure the quality of a product, tools shall be precise and accurate, so calibration of measurement tools is necessary. The quality of devices results is depending on periodic and accurate calibration. We can follow metrology specifications by calibration and we can do appropriate modifications, as necessary. In technical requirements section of quality management standards, devices calibration is important and necessary. In industry in order to control devices operation devices monitoring and measurement, determination of calibration program is necessary. The target of writing this article is determination of maximum real time interval between measurement equipment and standards consecutive confirmations. Determination of periodic calibration time intervals for measurement devices is the most effective item in calibration system.

Keywords

Calibration, Metrology Specifications, Periodic Calibration.



What an operator should know about sampling preparation in chem. analysis lab.

Authors

Tahmineh Zati Maslehati^{1,5*}
Ashraf Sadat Kariman^{2,5}
Elahe Abolhassan^{3,5}
Mahmood Rafiee^{4,5}

T.maslahati@wri.ac.ir

1. Master of Soil Chemistry Science, Water Research Institute
2. Bachelor of Environment Engineer, Water Research Institute
3. Master of chemistry, Geological Survey of Iran
4. Master of chemistry, Company Industry and Research Absar Kavir
5. Iran Nanotechnology Laboratory Network (INLN), Elemental analysis Experts Workgroup

Keywords

Digest Acid, Microwave, Atomic Emission, Atomic Absorption, Sample Preparation

Abstract

This paper reviews how to prepare liquid and solid samples for readings by atomic absorption device and ICP. As you know, preparation of samples for chemical analysis includes important and crucial parts. In Chemical analysis to determine the amounts of elements, whether in the classical methods such as titration (volume measurement), gravimetric and visible light and ultraviolet spectroscopy or the newer methods such as atomic absorption spectrometry and atomic emission spectrometry inductively coupled plasma environment, the sample should be fully dissolved. The methods in use with regard to the type of sample soil, sediment, living tissue, plant, and etc, will vary with each other and with respect to reagents and chemicals used and the tools needed should be affordable. Since our goal is sample elemental analysis, therefore the methods in use should act the way that the main characteristics of the samples do not change and all elements of samples should remaining environment. In most of such methods usually inorganic acids or a suitable mixture of them with oxidizers, alkaline solutions, or in the case of some resistant elements, alkaline melts in the presence of appropriate melting aids are used. In fact, in normal conditions, sample preparation take approximately 60% of the total time of analysis. Therefore such matters play an important role in the accuracy of the analysis, in particular with Trace elements. In the case of samples containing refractory elements such as aluminum, silicon, zirconium, beryllium, thallium, lanthanum and thorium, due to high chemical resistance, their preparation in terms of type and quantity of chemical agents or the duration of the process digestion, many problems will lead in to many difficulties.



Iranian Journal of

laboratory Knowledge

Volume 2 • Issue 4 • Winter 2015 • No. 8

Concessionaire: Iran Nanotechnology
Laboratory Network

Managing Editor: Reza Asadifard

Editor in Chief: Mojtaba Nasab

Executive Management: Iran Nanotechnology
laboratory network (INLN)

Article Editor: Davoud Gharailou

Authors:

Tahmineh Zati Maslehati, Ashraf Sadat Kariman, Elahe Abolhasani, Mahmoud Rafiee, Zeinab Sattarian, Azadeh Reza, Davoud Gharailou, Sasan Moraddeh, Parvin Hadian, Sedigheh Sadegh Hassani, Maryam Khorashadi Zadeh

Designer : Simin Rafipour Langroudi

Editors: Zeinab Zarincheh, Sedigheh Sadegh Hassani

Iran, Tehran, Po.Box: 14565-344

www.IJLK.ir

Email : journal@nanolab.ir

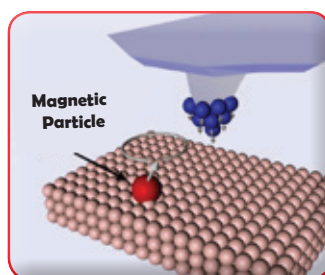


Iran Nanotechnology
Laboratory Network

Contents

Magnetic resonance force
microscopy (MRFM)

30 <

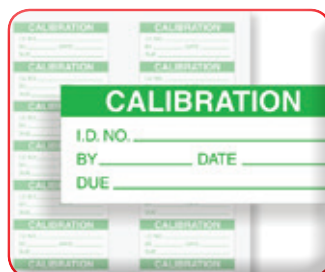


Size-Distribution
Determination by DLS in
nanoscale

>31

Determine
the calibration interval

32 <



What an operator should
know about sampling
preparation

> 33



اولین مسابقه بین‌المللی

عکس میکروسکوپی

دانشگاه صنعتی امیرکبیر تهران

متالوگرافی
مینرالوگرافی
سراموگرافی
علوم زیستی
نانومواد
فیبرها و پلیمرها



۱۶-۱۷
اردیبهشت
۱۳۹۴



www.imic2015.ir
imic.aut.ac.ir

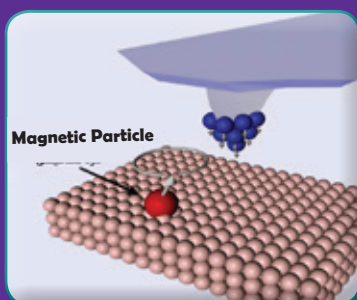


Tel: +98 (21) 64542927
Fax: +98 (21) 64542885



imic2015@aut.ac.ir
imic2015@gmail.com

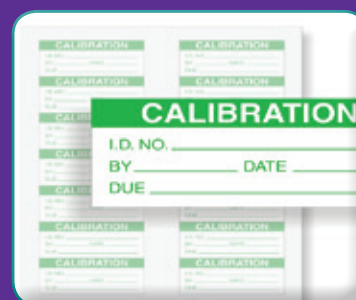
Size-Distribution Determination by DLS in nanoscale



Magnetic resonance force
microscopy (MRFM)



What an operator should
know about sampling
preparation



Determine
the calibration interval