

فصلنامه تخصصی

دانش آزمایشگاهی ایران

سال دوم ■ شماره ۱ ■ بهار ۱۳۹۳ ■ شماره پیاپی ۵

اندازه‌گیری
نیترژن، کربن و هیدروژن
با استفاده از روش
احتراق - کروماتوگرافی گازی

ثابت بیش از ۲۱ هزار تقاضای خرید در
دومین نمایشگاه تجهیزات و مواد آزمایشگاهی ساخت ایران

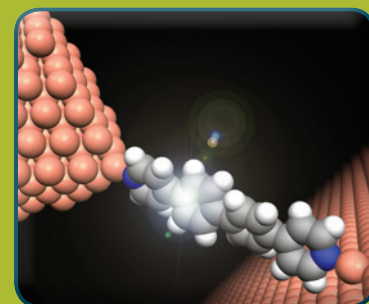
چهاردهمین نشست مدیران مراکز عضو شبکه در دانشگاه اصفهان برگزار شد



بررسی و مطالعه آئروژل‌ها با
استفاده از TEM



چگونگی رفع اختلالات تصویری
ایجاد شده در میکروسکوپ
الکترونی روبشی



اندازه‌گیری هدایت تک مولکول
به روش اتصال - شکست در
میکروسکوپ تونل‌زنی روبشی



ای حبیب من ز جا برخیز، اقرأ باسم ربّک
چیره شد جهل عما برخیز، اقرأ باسم ربّک

وحی شد بر مصطفی برخیز، اقرأ باسم ربّک
تیره شد رخسار گیتی، خیره شد دیو تباھی



فصلنامه تخصصی

دانش آزمایشگاهی ایران

سال دوم ■ شماره ۱ ■ بهار ۱۳۹۳ ■ شماره پیاپی ۵

فهرست مطالب



ثبت بیش از ۲۱ هزار تقاضای خرید در دومین نمایشگاه تجهیزات و مواد آزمایشگاهی ساخت ایران

۳ <

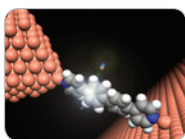


چهاردهمین نشست مدیران مراکز عضو شبکه آزمایشگاهی فناوری نانو در دانشگاه اصفهان برگزار شد

۴ <

فناوری نانو- تعیین اندازه نانو ذرات با استفاده از روش میکروسکوپی نیروی اتمی - راهنما
ASTM E2859-11: Nanotechnology- Standard Guide for Size Measurement of Nanoparticles Using Atomic Force Microscopy

۵ <



اندازه‌گیری هدایت تک مولکول به روش اتصال- شکست در میکروسکوپ تونل‌زنی روبشی

۶ <



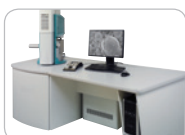
اندازه‌گیری نیتروژن، کربن و هیدروژن با استفاده از روش احتراق- کروماتوگرافی گازی

۱۱ <



بررسی و مطالعه آنروژل‌ها با استفاده از TEM

۱۷ <



چگونگی رفع اختلالات تصویری ایجاد شده در میکروسکوپ الکترونی روبشی

۲۴ <

صاحب امتیاز: شبکه آزمایشگاهی فناوری نانو

سردبیر: دکتر رضا اسدی فرد

مدیرمسئول: مجتبی نسب

مدیریت اجرایی: شبکه آزمایشگاهی فناوری نانو

دبیر مقالات: داود قرایلو

همکاران این شماره: پیروز مرعشی، پری‌سیما بهبهانی، صدیقه صادق‌حسینی، سحر طیب‌طاهر، فاطمه خاکراه، زهرا ثبات، حسن منافی، روح‌الله کاشانکی، سیامک نورایی، داود قرایلو، ساناز شریف‌زاده، مریم علیزاده ذوالبین، سمانه غفرانی، مهین هوشیارصادقیان، مریم خانی‌نور

طراحی و صفحه‌آرایی: سیمین رفیع‌پور لنگرودی

ویراستار: زینب زرینچه

نشانی: تهران، صندوق پستی ۳۴۴-۱۴۵۶۵

تلفن: ۰۲۱ ۶۶۵۳۵۳۱۵

پایگاه اینترنتی: www.IJLK.ir

پست الکترونیکی: journal@nanolab.ir



شبکه آزمایشگاهی فناوری نانو

اخبار

استاندارد

مقالات



دکتر رضا اسدی فرد

سخن سردبیر...

ده بهار از آغاز به کار شبکه آزمایشگاهی فناوری نانو می‌گذرد و این نهال کوچک، در آستانه ده‌سالگی خود، به درختی افراشته بدل گشته است. این رشد تدریجی مهیا نمی‌شد اگر همراهی تک تک اعضای این خانواده بزرگ در میان نبود. اکنون در جایی ایستاده‌ایم که به جرات می‌توان گفت شبکه آزمایشگاهی نانو به معنای واقعی کلمه، شبکه‌ای گسترده از آزمایشگاه‌های فعال در سراسر ایران است که مسیر خود را برای رسیدن به اهداف متعالی یافته‌است.

در کنار رشد و تکامل، آفت‌ها و تهدیدهایی نیز در کمین این شبکه است که باید راهکارهای مناسب برای مقابله با آن اندیشیده شود. هر سیستمی از ابتدای پیدایش خود سه مرحله اصلی را تجربه می‌کند، در واقع اگر برای یک سیستم پویا منحنی عمر ترسیم شود یعنی میزان انرژی، نشاط و توانمندی آن به صورت نموداری برحسب زمان رسم شود منحنی زنگوله‌ای شکل پدید می‌آید هرچه سیستم از نقطه پیدایش خود به سوی جوانی می‌رود نیرو، توانایی، نشاط و پویایی آن بیشتر شده و بعد به ثبات می‌رسد و سپس انرژی جوانی و حیاتی‌اش رو به افول می‌گذارد، درست مانند فرآیندی که بدن یک موجود زنده طی می‌کند. سیستم‌های پویا برای جلوگیری از وارد شدن به مرحله پیری باید تدابیری بی‌اندیشند. یکی از این راهکارها ارائه ایده‌های نو است، ایده‌پردازی و پیاده‌سازی ایده‌های نو به سیستم‌های پویا کمک می‌کند تا نشاط و توانمندی خود را حفظ کرده و دچار رخوت نشوند.

شبکه آزمایشگاهی نانو نیز از گزند این آفات مصون نیست و چشم‌پوشی به اعضای فعال خود در سراسر کشور دارد. خرد جمعی اعضای شبکه، از مدیران آزمایشگاه‌ها گرفته تا کارشناسان آزمایشگاه‌ها، می‌تواند نوآوری و خلاقیت‌های لازم برای رشد و شکوفایی شبکه آزمایشگاهی را فراهم کرده و مسیر رشد و شکوفایی این شبکه را هموار کند. دست‌یاری همراهان و همکاران را برای ارتقای کمی و کیفی شبکه آزمایشگاهی به گرمی می‌فشاریم.



ثبت بیش از ۲۱ هزار تقاضای خرید در دومین نمایشگاه تجهیزات و مواد آزمایشگاهی ساخت ایران

۲۱۰۵۳ پیش فاکتور خرید صادر و توسط فروشندگان در سامانه نمایشگاه ثبت شده است، افزود: مجموع پیش فاکتورهای صادر شده در این دوره از نمایشگاه، به بیش از ۷۷۵ میلیارد تومان رسیده است. وی ایجاد کشش بازار را از جمله تفاوت‌های نمایشگاه تجهیزات و مواد آزمایشگاهی ساخت ایران با سایر نمایشگاه‌ها عنوان کرد و گفت: دانشگاه‌ها و مراکز علمی و تحقیقاتی و شرکت‌های دانش بنیان تجهیزات ساز خصوصی برای نخستین بار در یک رویداد عرضه و تقاضا شرکت کردند در حالی که تا به حال معمولاً شرکت‌ها برای فروش تجهیزات خود در نمایشگاه‌های غیرمرتبط و یا خارجی شرکت می‌کردند.

معاون علمی و فناوری رئیس جمهور با بیان اینکه در حدود ۹۰ درصد از بازدیدهای صورت گرفته از این نمایشگاه تخصصی و با هدف خرید صورت گرفته است، خاطرنشان کرد: با توجه به اینکه اطلاع‌رسانی از نمایشگاه هدفمند و ویژه دانشگاه‌ها و مراکز علمی و تحقیقاتی بود، این اتفاق به نحو شایسته‌ای صورت گرفت لذا استقبال بیش از انتظار بود و دانشگاه‌های زیادی از نقاط مختلف کشور در نمایشگاه حضور یافتند.

سورنا ستاری اظهار امیدواری کرد که برگزاری نمایشگاه تجهیزات و مواد آزمایشگاهی ساخت داخل تداوم یافته و بستر مناسبی برای تجاری‌سازی تولیدات دانش بنیان داخلی باشد و از سوی دیگر نیازهای مراکز علمی و تحقیقاتی از طریق تجهیزات و مواد آزمایشگاهی ساخت داخل برطرف شود.

معاون علمی و فناوری رئیس جمهور افزود: همچنین امیدواریم برگزاری این نمایشگاه بستری برای توسعه دانش فنی تولید تجهیزات و مواد آزمایشگاهی در کشور باشد و زمینه شناسایی شرکت‌های دانش بنیان سازنده تجهیزات آزمایشگاهی فراهم شود و در نهایت بستری برای حمایت از دانشگاه‌ها و موسسات آموزش عالی برای تجهیز آزمایشگاه‌های آنها باشد.

معاون علمی و فناوری رئیس جمهور از ثبت بیش از ۲۱ هزار تقاضای خرید تجهیزات و مواد آزمایشگاهی در دومین نمایشگاه تجهیزات و مواد آزمایشگاهی ساخت ایران خبر داد.

سورنا ستاری معاون علمی و فناوری رئیس جمهور با اشاره به برگزاری موفق دومین نمایشگاه تجهیزات و مواد آزمایشگاهی ساخت ایران در روزهای هفتم تا دهم اردیبهشت‌ماه در محل دائمی نمایشگاه‌های بین‌المللی تهران، گفت: در این نمایشگاه ۱۹۵ شرکت سازنده تجهیزات و تولید کننده مواد مصرفی آزمایشگاهی بیش از ۳۵۰۰ هزار محصول شامل ۳۳۰۷ نوع تجهیزات آزمایشگاهی و ۴۳۹ انواع مواد مصرفی آزمایشگاهی را ارائه دادند.

وی با بیان این که ارائه تجهیزات و مواد آزمایشگاهی این نمایشگاه با یارانه خرید به تمامی متقاضیان ارائه شده است، گفت: دانشگاه‌ها و مراکز علمی دولتی با حضور در این نمایشگاه برای تأمین تجهیزات و مواد آزمایشگاهی مورد نیاز خود، ۴۰ درصد میزان خرید را تا سقف ۳ تا ۵ میلیارد ریال از معاونت علمی و فناوری ریاست جمهوری یارانه دریافت کرده‌اند.

به گفته وی، به دانشگاه‌های آزاد اسلامی، جامع علمی کاربردی و پیام نور نیز ۲۰ درصد میزان خرید تا سقف ۱۰ میلیارد ریال یارانه تعلق گرفته است.

معاون علمی و فناوری رئیس جمهور ادامه داد: بخش‌های خصوصی و مؤسسات دانش‌بنیان خصوصی نیز برای تجهیز آزمایشگاه‌های خود یارانه معاونت را در قالب تسهیلات خرید به صورت لیزینگ با شرایط مناسب دریافت خواهند کرد.

به گفته وی، با توجه به اینکه عموماً تجهیزات آزمایشگاهی گرانقیمت هستند، ارائه یارانه خرید به دانشگاه‌ها و مراکز تحقیقاتی از سوی معاونت علمی به آنها، گامی مهم برای تجهیز آزمایشگاه‌های این مراکز محسوب می‌شود.

دکتر ستاری، با بیان اینکه طی سه روز برگزاری نمایشگاه،

چهاردهمین نشست مدیران مراکز عضو شبکه آزمایشگاهی فناوری نانو برگزار شد



چهاردهمین نشست مدیران مراکز عضو شبکه آزمایشگاهی فناوری نانو، روز سه‌شنبه ۱۶ اردیبهشت‌ماه جاری به میزبانی آزمایشگاه مرکزی دانشگاه اصفهان برگزار شد.

استاندارد آزمایشگاهی ISO/IEC 17025، قابلیت ایجاد خروجی اینترنتی برای دریافت درخواست‌های ارایه خدمت و انجام آزمون از سوی مشتریان به صورت غیرحضوری، قابلیت تعریف دسترسی کاربران مختلف به بخش‌های مختلف نرم‌افزار و همچنین قابلیت تعرف و تغییر آسان ساختار و سمت‌های مختلف سازمانی در نرم‌افزار به منظور پیگیری و اجرای فرایند انجام آزمون، از جمله مواردی است که مهندس رضانیپور به آن اشاره کرد. شایان ذکر است که نرم‌افزار مدیریت اطلاعات آزمایشگاهی LabLead با حمایت شبکه آزمایشگاهی فناوری نانو در کشور تولید شده‌است تا نیاز مدیریتی آزمایشگاه‌ها به نرم‌افزار را در کشور، تأمین نماید.

در انتهای برنامه نیز مهندس مجتبی نسب، دبیر شبکه آزمایشگاهی فناوری نانو، گزارشی از فعالیت‌های شبکه در سال ۹۲ ارایه کرد. بر اساس این گزارش، فعالیت مراکز آزمایشگاهی عضو شبکه در خدمات‌دهی به محققین و صنایع در سال ۹۲، نزدیک به ۸۰ درصد رشد داشته است. وی با بیان این‌که نتایج دوازدهمین دوره ارزیابی عملکرد مراکز عضو شبکه، به‌زودی اعلام خواهد شد، افزود: «در سال ۱۳۹۲، آزمایشگاه‌های عضو شبکه بیش از ۱۵۰ هزار مراجعه برای ارایه خدمت داشته‌اند و بیش از ۱۴ میلیارد تومان از این محل، درآمد کسب کرده‌اند».

به گفته وی، تولید ۱۸ مقاله تخصصی - دستگاهی، سه جلد کتاب تخصصی، اجرای یک مورد طرح تحقیقاتی - دستگاهی، برگزاری ۷ نشست و ۵ کارگاه آموزشی تخصصی، از فعالیت‌های کارگروه‌های تخصصی شبکه در سال ۹۲ بوده است.

مهندس نسب، از انتشار فصلنامه تخصصی دانش آزمایشگاهی ایران، به عنوان یکی دیگر از دست‌آوردهای بزرگ و ماندگار شبکه نام برد که انتشار آن از سال ۱۳۹۲ و به صورت الکترونیکی، آغاز و چهار شماره از آن منتشر شده‌است.

در پایان بخش دوم برنامه نیز از افراد فعال شبکه در سال ۹۲ که بیشترین همکاری را داشته‌اند، تقدیر به عمل آمد.

در بخش سوم برنامه نشست که پس از اقامه نماز ظهر و عصر و صرف نهار برگزار شد، مدیران و کارشناسان حاضر در نشست، از آزمایشگاه‌ها و توانمندی‌های آزمایشگاه مرکزی دانشگاه اصفهان بازدید کردند.

دکتر امید معینی جزنی، رئیس آزمایشگاه مرکزی دانشگاه اصفهان، در ابتدای این نشست، به معرفی دانشگاه اصفهان پرداخت و توانمندی‌های آزمایشگاه مرکزی آن را برای مهمانان برنامه، تشریح کرد. وی ضمن اعلام خرسندی از عضویت آزمایشگاه مرکزی در شبکه آزمایشگاهی فناوری نانو، ارتقای رتبه آزمایشگاه در شبکه طی سال‌های گذشته را حاصل عملکرد دلسوزانه و پشتکار کارشناسان و متخصصین آزمایشگاه مرکزی بیان کرد.

سپس دکتر رضا اسدی فرد، مدیر شبکه آزمایشگاهی فناوری نانو، با بیان این‌که سال ۹۳، دهمین سال فعالیت شبکه آزمایشگاهی فناوری نانو است گفت: «به منظور تدوین برنامه راهبردی ده ساله دوم فعالیت شبکه، لازم است همه مدیران و کارشناسان مراکز عضو همکاری و هم‌فکری کنند تا این توانمندی بزرگ و تخصصی ایجاد شده در کشور، بهترین و بیشترین بهره‌وری را داشته باشد». وی، ارایه ایده‌های جدید، گسترش دامنه فعالیت شبکه در خدمات‌دهی به صنایع تخصصی کشور در این حوزه و ایجاد تعاملات و همکاری‌های فرابخشی، منطقه‌ای و بین‌المللی و تعامل با دیگر شبکه‌های آزمایشگاهی ستادهای فناوری‌های راهبردی کشور، از جمله برنامه‌های آتی شبکه نام برد و تأکید کرد که ایجاد نوآوری در فعالیت‌های شبکه، لازمه‌ی دوام و پایداری آن خواهد بود.

دکتر اسدی فرد، تکیه بر فناوری‌های دانش بنیان را یکی از عوامل اصلی تقویت اقتصاد کشور بیان کرد و از همه مدیران و کارشناسان مراکز عضو شبکه به منظور همکاری در این بخش از حوزه فناوری نانو، دعوت کرد.

دکتر نعمت‌اله اکبری، معاون پژوهشی دانشگاه اصفهان، دیگر سخنران بخش اول این نشست، نیز ضمن ابراز خرسندی از ایجاد و فعالیت شبکه و تأکید بر افزایش همکاری‌های مراکز، به نیاز کشور به فعالیت‌های اقتصادی دانش بنیان به‌ویژه در حوزه فناوری نانو اشاره کرد و استفاده از پشتوانه قانونی ایجاد شده برای این فعالیت‌ها در کشور را یادآوری کرد.

در بخش دوم برنامه چهاردهمین نشست مدیران مراکز عضو شبکه، مهندس امین رضانیپور، مدیر فروش شرکت مدیریت فناوری دنا نفیس، قابلیت‌های جدید نرم‌افزار مدیریت اطلاعات آزمایشگاهی را برای مهمانان ارایه کرد. امکان سازمان‌دهی و کنترل مستندات

فناوری نانو- تعیین اندازه نانو ذرات با استفاده از روش میکروسکوپی نیروی اتمی- راهنما



نویسندگان

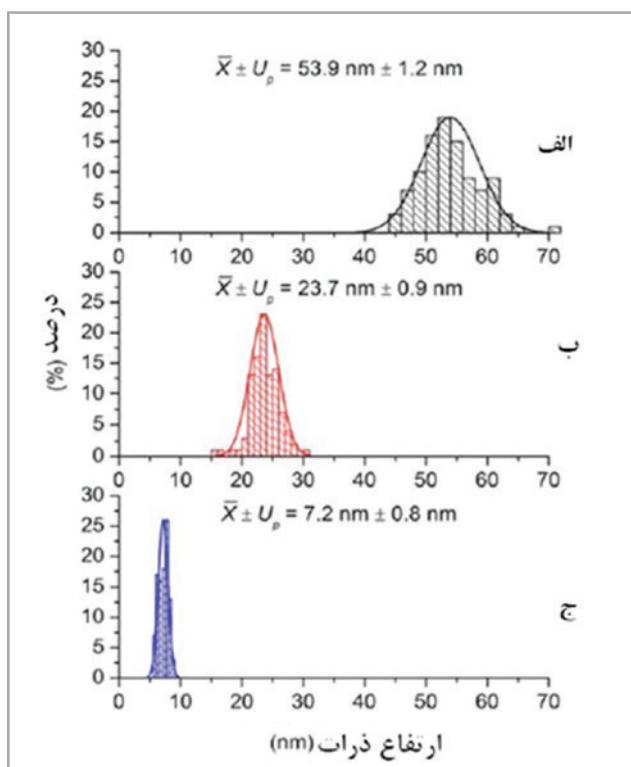
پیروز مرعشی^۱، پری سیما بهبهانی^۲،
صدیقه صادق حسنی^۳، سحر طیب طاهر^۴

piroozmarashi@maharfan.com

۱. دکتری مواد و متالورژی، دانشگاه امیرکبیر
۲. کارشناس ارشد زنتیک، دانشگاه شهید چمران
۳. کارشناس ارشد شیمی تجزیه، پژوهشگاه صنعت نفت
۴. کارشناس ارشد فیزیک حالت جامد- پژوهشگاه مواد و انرژی
۵. عضو کارگروه تخصصی SPM - شبکه آزمایشگاهی فناوری نانو

ASTM E2859-11: Nanotechnology- Standard Guide for Size Measurement of Nanoparticles Using Atomic Force Microscopy

موجود در تصویر و همچنین انتخاب اندازه روبش، در تعیین اندازه ذرات مهم هستند. بعد از تصویربرداری و هم‌تراز کردن تصاویر می‌توان ارتفاع نانوذره را به‌دست آورد.



اندازه ذرات: الف) ۶۰ نانومتر، ب) ۳۰ نانومتر و ج) ۱۰ نانومتر

میکروسکوپ پروبی روبشی یکی از روش‌های بررسی سطح مواد است که به‌وسیله آن می‌توان سطح ماده را با توان تفکیکی در مقیاس نانومتر روبش کرد و تصویری سه بعدی از سطح نمونه به‌دست آورد. یکی از مزیت‌های استفاده از این میکروسکوپ، امکان اندازه‌گیری ارتفاع نانوذراتی است که به‌صورت خشک روی زیرپایه‌های تخت قرار گرفته‌اند و اگر ذرات کروی در نظر گرفته شوند، اندازه‌گیری ارتفاع ذره که بیانگر قطر آن است، میسر می‌شود. استاندارد ASTM E2859-11 با عنوان «تعیین اندازه نانوذرات با استفاده از روش میکروسکوپی نیروی اتمی- راهنما» که به همت اعضای کارگروه تخصصی SPM شبکه آزمایشگاهی فناوری نانو ترجمه شده‌است، راهنمایی کاربردی برای استفاده از این میکروسکوپ در تعیین اندازه نانوذرات است.

این استاندارد روش‌هایی را برای پخش کردن نانوذرات طلا با اندازه‌های متفاوت (که از مواد مرجع سازمان ملی استاندارد و فناوری آمریکا هستند) روی سطوح مختلف ارائه می‌کند تا شرایط مناسبی را برای تصویربرداری و اندازه‌گیری ارتفاع در حالت شبه تماسی میکروسکوپ نیروی اتمی ایجاد کند. در این راهنما از سه زیرپایه میکا، طلا (۱۱۱) به‌طور اتمی مسطح و سیلیسیم تک بلور استفاده شده‌است تا اثر زبری سطح، روی اندازه‌گیری نانوذرات به حداقل برسد. پس از پخش کردن نانوذرات با اندازه‌های اسمی مختلف و با روش‌های خاص هر زیرپایه، نمونه آماده تصویربرداری است. البته برای دستیابی به اندازه‌گیری صحیح باید جابه‌جایی‌های محور Z پیزوالکتریک با استفاده از نمونه‌ای استاندارد کالیبره شود. علاوه بر شعاع انحنای انتهای سوزن، تعداد نقاط اطلاعات یا پیکسل

نویسندگان

صدیقه صادق حسنی^{۱*}فاطمه خاکراه^۲زهرا ثبات^۳

sadeghs@ripi.ir

اندازه‌گیری هدایت تک مولکول
به روش اتصال- شکست
در میکروسکوپ تونل‌زنی
روبشی

چکیده

یکی از قابلیت‌های ارزشمند میکروسکوپی تونل‌زنی روبشی^۵، اندازه‌گیری هدایت تک مولکول است. برای این منظور لازم است یک اتصال مولکولی بین الکتروود (سوزن STM از جنس طلا) و مولکولی که دارای گروه عاملی مناسبی برای ایجاد اتصال است (مانند گروه‌های تیولی) به‌وجود آمده و سپس هدایت در یک محیط کنترل‌شده و با پتانسیل مشخصی اندازه‌گیری شود. یکی از چالش‌های اساسی این روش، ایجاد چنین اتصالاتی به‌صورت تکرارپذیر است. پیشرفت روش شکست-اتصال، نقش مهمی را در توسعه رشته الکترونیک مولکولی ایفا خواهد نمود. در این مقاله اصول نظری و عملی اندازه‌گیری هدایت تک مولکول به روش اتصال- شکست مورد بررسی قرار می‌گیرد.

واژه‌های کلیدی

میکروسکوپ تونل‌زنی روبشی، روش شکست-اتصال، هدایت، تک مولکول

مقدمه

میکروسکوپ‌های پروبی روبشی^۶ یکی از ابزارهای با ارزش در شناسایی مواد به شمار می‌روند. در این سری میکروسکوپ‌ها، سطح نمونه به‌وسیله یک سوزن نوک تیز روبش می‌شود. این میکروسکوپ به دلیل ابعاد بسیار کوچک سوزن، می‌تواند کوچک‌ترین پستی و بلندی موجود در سطح را (در حد نانومتر) حس نماید. سازوکار ثبت اطلاعات در این میکروسکوپ‌ها متفاوت است و برحسب نیروهای برهم‌کنش بین سوزن- سطح و بررسی میزان انحراف پرتو لیزر از پشت تیرک و تغییرات نور بازتابی یا ثبت تغییرات جریان تونلی هنگام بررسی خاصیت الکتریکی اجسام متفاوت است و در حالت‌های میکروسکوپ نیروی اتمی^۷ یا میکروسکوپ تونل‌زنی روبشی کار می‌کند.

میکروسکوپ تونل‌زنی روبشی برای بررسی ساختار و برخی خواص سطوح مواد رسانا و لایه‌های نازک نارسانا که روی زیرلایه رسانای با ضخامت در ابعاد نانومتری قرار گرفته‌اند، به‌کار می‌رود.

در این میکروسکوپ هرگاه فاصله سوزن تیز رسانا به یک سطح رسانا بسیار نزدیک و در حد چند آنگستروم باشد و بین آن دو اختلاف ولتاژی به بزرگی چند ده میلی‌ولت برقرار شود، جریان الکتریکی برحسب ناوانامپیر بین سوزن و سطح برقرار می‌شود. این پدیده تونل‌زنی نام دارد که براساس مکانیک کوانتومی روی می‌دهد و در آن الکترون‌ها، هنگام انتقال از سوزن به سطح و برعکس از ناحیه بین سوزن و سطح می‌گذرند.

مقدار جریان تونلی، تابع فاصله سوزن از سطح، شکل و جنس سوزن، هندسه و جنس سطح و اختلاف ولتاژ بین سوزن و سطح است. در میکروسکوپ STM سوزن رسانای تیز به بازوهای پیروالکتریکی متصل بوده که به‌وسیله آنها سوزن با فاصله دلخواه، به نقطه موردنظر روی سطح منتقل می‌شود و بدین ترتیب، امکان بررسی خواص آن نقطه از سطح فراهم می‌شود.

میکروسکوپ تونل زنی روبشی، علاوه بر امکان تهیه تصاویر توپوگرافی سطح، تعیین خواص الکتریکی مواد، مشاهده نقایص سطح، تعیین اندازه و آرایش مولکولی مواد، اندازه گیری تابع کار نقاط مختلف سطح، چگالی حالات انرژی در نقاط مختلف سطح، ترازهای ارتعاشی نقاط مختلف سطح، دارای قابلیت های دیگری نظیر دستکاری اتمی، امکان نمایش ساختار الکترونی سطوح، امکان اندازه گیری موضعی جریان تونلی بر حسب بایاس نمونه- سوزن، ترسیم منحنی (I-V) و اندازه گیری میزان هدایت تونلی (dI/dV)، امکان بررسی تغییرات خواص الکتریکی نانومواد به دلیل حساسیت بسیار زیاد به تغییرات دانسیته ترازهای نمونه در مقیاس اتمی، امکان بررسی دانسیته موضعی ترازهای الکترونی روی سطوح در مقیاس اتمی و اندازه گیری هدایت مولکولی است.

بنابراین، میکروسکوپ تونل زنی روبشی به دلیل توانایی تصویربرداری از تک مولکول های جذب شده در بستر هادی با وضوح زیرمولکولی، نقش منحصر به فردی در زمینه الکترونیک مولکولی داشته است. به علاوه این روش می تواند برای دستکاری اتم ها و مولکول ها در سطح نیز مورد استفاده قرار گیرد. روش میکروسکوپی نیروی اتمی نیز روش تقریباً مشابهی است. اگر چه روش AFM به طور معمول از توان تفکیک پایین تری نسبت به روش STM برخوردار است، ولی می تواند خصوصیات الکتریکی و مکانیکی مولکول ها را با استفاده از سوزن هادی اندازه گیری نماید. تاکنون از روش های STM و AFM برای به تصویر کشاندن بسیاری از پدیده های مهم در الکترونیک مولکولی استفاده شده است [۱].

استفاده از تک مولکول ها به عنوان قطعات ساختار دستگاه های الکترونیکی، هدف نهایی الکترونیک مولکولی است. با این حال، اندازه گیری، درک و دستکاری انتقال بار از طریق مولکول های متصل به نانوالکتروند همچنان کار دشواری است. در حالی که شیمیدان ها قادر به سنتز مولکول هایی با خواص شگفت انگیز الکترونیکی، نوری، مغناطیسی، ترموالکتریکی یا الکترومکانیکی بوده و دستگاه های الکترونیکی با قابلیت های جدید ارائه می دهند، تلفیق و استفاده از دستگاه های تک مولکولی به عنوان مشکل اصلی «الکترونیک مولکولی» باقی می ماند. انجام نقل و انتقالات الکترونی از طریق یک مولکول، نه تنها به خواص ذاتی آن، بلکه به جزئیات و ویژگی های تماس و محیط آن نیز بستگی دارد.

اندازه گیری هدایت تک مولکول

معمولاً برای تعیین هدایت مولکول مورد بررسی، لازم است که مولکول فوق حداقل به دو الکتروند متصل شود. در نتیجه، هدایت مولکول نه تنها به ویژگی های ذاتی مولکول، بلکه به جنس الکتروند نیز بستگی دارد. علاوه بر این، هدایت، به جزئیات مربوط به سطح اتمی تماس الکتروند- مولکول و محیط اطراف مولکول حساس است. ایجاد هندسه تماس یکسان به لحاظ تجربی مشکل است و فقدان اطلاعات ساختاری سطح تماس در مقیاس اتمی محاسبات را دشوار می نماید. با وجود این مشکلات، محققان پیشرفت های قابل توجهی را در سال های اخیر به دست آورده اند.

هدایت، کمیتی است که به توصیف خواص الکتریکی مواد می پردازد که بر اساس آن مواد به ترکیبات هادی، نیمه هادی و عایق تقسیم می شوند. قابلیت هدایت به صورت زیر تعریف می شود:

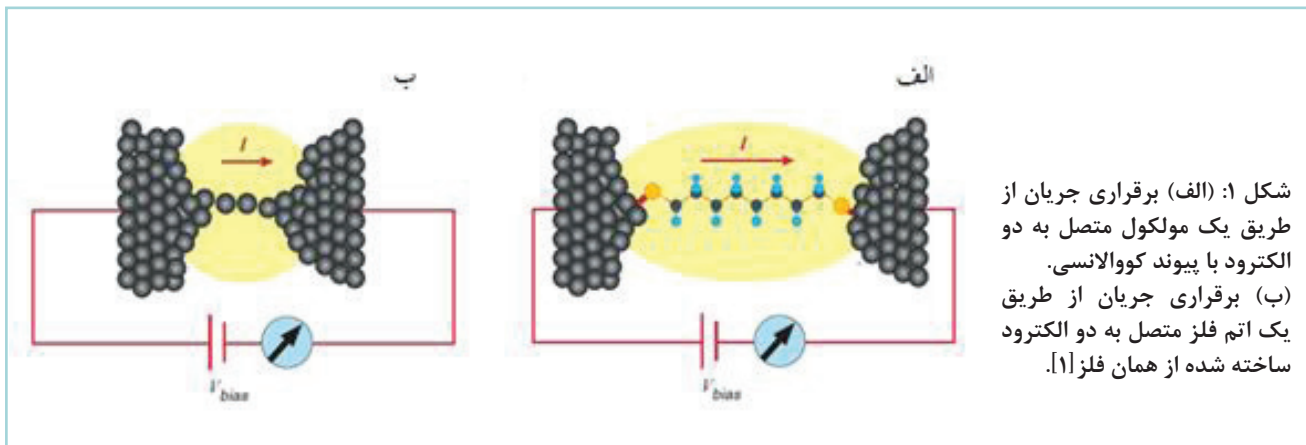
$$\sigma = (I / V) \times L / A$$

که در آن I: جریان الکتریکی، V: ولتاژ اعمال شده، L: طول و A: مساحت سطح مقطع ماده است. برای یک مولکول کوچک، به سختی می توان A و L را به طور دقیق تعیین کرد و در نتیجه میزان هدایت، G، از طریق رابطه زیر به دست می آید:

$$G = I / V$$

بنابراین در الکترونیک مولکولی برای تعیین هدایت یک مولکول، باید مولکول حداقل در تماس با دو الکتروند خارجی قرار گیرد و این اتصال باید قوی و تکرار پذیر باشد که بتواند یک تماس الکترونی مناسب بین مولکول و الکتروندها ایجاد نماید. در شکل (۱)، چگونگی برقراری تماس بین دو الکتروند از طریق یک مولکول نشان داده شده است [۱].

یک روش برای ایجاد چنین تماسی این است که مولکول از طریق گروه های مناسب نگه دارنده ای که در دو انتهای مولکول قرار دارند با پیوند کووالانسی به الکتروندها اتصال پیدا کند. واضح است که هدایت اندازه گیری شده نه تنها به مولکول، بلکه به خواص



شکل ۱: (الف) برقراری جریان از طریق یک مولکول متصل به دو الکتروند با پیوند کووالانسی. (ب) برقراری جریان از طریق یک اتم فلز متصل به دو الکتروند ساخته شده از همان فلز [۱].

گروه مطالعه شده‌است. در مطالعاتی که توسط زو و تائو انجام شد، مشاهدات قابل توجهی به دست آمد که نشان می‌داد بعد از JOC، برای مولکول‌هایی در محلول که دارای گروه‌های عاملی مناسب (مانند گروه‌های تیولی) هستند، ممکن است اتصال طلا-مولکول-طلا برقرار شود. اتصالات مولکولی به وجود آمده دارای طول عمر محدودی بوده بنابراین ممکن است مقدار هدایت، از آزمایشی به آزمایش دیگر تغییر کند. بنابراین، انجام مطالعات آماری دقیق روی تعداد بسیار زیادی «شکست-اتصال» دارای اهمیت اساسی است [۲].

در روش میکروسکوپی تونل‌زنی روبشی، اندازه‌گیری هدایت تک مولکول با کنترل پتانسیل میسر است و می‌تواند بین داده‌های الکترونی-شیمیایی و مولکولی یک ارتباط بسیار مهم فراهم کند. براساس تحقیقات انجام شده توسط جین هی^{۱۳} و همکارانش در سال ۲۰۰۵، مشخص شد که می‌توان با استفاده از مبدل جریان به ولتاژ لگاریتمی، طیف گسترده‌ای از جریان‌ها را در روش اتصال-شکست STM برای مولکول اکتان دی تیول مورد مطالعه قرار داده و هدایت تک مولکول را به وضوح بررسی نمود. همچنین می‌توان دو سری از جریان‌های مولکولی را که به هندسه متفاوت پیوند مولکول‌ها در محل اتصال-شکست نسبت داده می‌شود، تشخیص داد [۳].

در شکل (۲-الف)، نمایی از این دستگاه نشان داده شده‌است. پروب طلا به درون تک‌لایه‌ای از مولکول‌ها با انتهای چسبیده (به‌عنوان مثال دی‌تیول‌ها) فرو می‌رود. هنگامی که پروب بیرون کشیده می‌شود، با باریک شدن طلا که به‌صورت یک سیم کوانتومی درآمده است، در نمودار هدایت حالت پلکانی لاندویر^{۱۴} ظاهر می‌شود. سرانجام سیم طلا شکسته شده و این شکاف اغلب به‌وسیله یک مولکول پل زده می‌شود. طلا راحت‌تر از مولکول تغییر شکل می‌دهد، به‌طوری‌که نمودار زمان-جریان، پلکان‌هایی با رسانایی نسبتاً ثابت را نشان می‌دهد، با باز شدن شکاف، تغییر شکل طلا در دو طرف مولکول ادامه می‌یابد. یک هیستوگرام از میزان رسانایی شکاف، پیک‌هایی از مولکول را نشان می‌دهد که در این شکاف به دام افتاده‌اند. شکل (۲-ب) تصاویر STM سطح طلا، قبل و بعد از اندازه‌گیری و چگونگی بیرون کشیده شدن رشته‌های طلا از سطح را نشان می‌دهد.

این روش بسیار ساده است و پس از این که توسط زو و تائو

الکترودها و هندسه تماس مولکول-الکتروود در مقیاس اتمی نیز بستگی دارد. عامل دیگری که ممکن است بر هدایت اندازه‌گیری شده تأثیرگذار باشد، محیط موضعی اطراف مولکول بوده که شامل مولکول‌های حلال (خلاء یا هوا)، pH محیط و یون‌های اطراف مولکول است. در نهایت، عبور الکترون از میان مولکول ممکن است انرژی را به حالت‌های ارتعاشی مولکول و یا مولکول‌های محیطی حلال منتقل نماید. در نتیجه، هدایت اندازه‌گیری شده ممکن است به درجه حرارت نیز حساس باشد. کنترل دقیق جزئیات اندازه‌گیری، به ویژه اتصال مولکول-الکتروود کار دشواری است. دلیل عمده این امر، اختلاف بین اندازه‌گیری‌های مختلف حتی برای یک مولکول نسبتاً ساده، مانند آلکان دی تیول‌ها است. در واقع مشکل به تعیین هدایت یک اتم فلز یا زنجیره خطی از اتم‌های فلزی که بین دو الکتروود فلزی هم جنس قرار گرفته و به‌صورت زنجیره‌ای اتمی پل زده‌اند، مربوط می‌شود. بنابراین، برای تعیین هدایت تک مولکول باید به موارد زیر توجه کرد:

- اطمینان حاصل شود که هدایت اندازه‌گیری شده فقط به یک تک مولکول مربوط است؛
- مشخص شود که تک مولکول به درستی به دو الکتروود پروب متصل شده‌است؛
- اندازه‌گیری در یک محیط مناسب انجام شود.

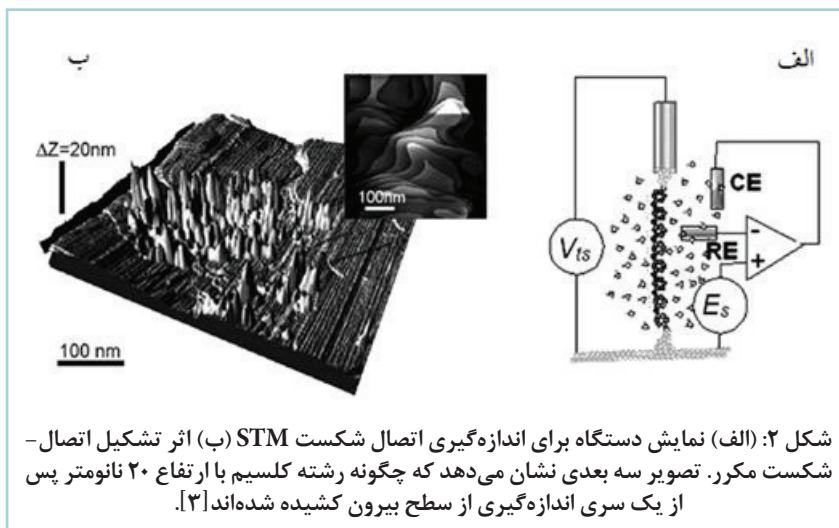
برای مطالعه انتقالات الکترونی که از طریق مولکول‌های منفرد انجام می‌شود، چندین روش آزمایشگاهی شامل روش‌های میکروسکوپی تونل‌زنی روبشی شکست-اتصال، میکروسکوپی هدایتی نیروی اتمی^{۱۵}، روش شکست-اتصال قابل کنترل به‌صورت مکانیکی^۹، روش نانوذرات و روش الکترودهای ثابت برای این سری مطالعات استفاده شده‌است [۱ و ۲].

روش اندازه‌گیری هدایت با STM

اندازه‌گیری هدایت تک مولکول از دیگر قابلیت‌های میکروسکوپ تونل‌زنی روبشی است که با مجموعه مطالعات ارزشمند زو^{۱۰} و تائو^{۱۱} در رشته الکترونیک مولکولی آغاز شد. آنها از روش میکروسکوپی تونل‌زنی روبشی برای اتصال مولکول‌های تیول‌دار استفاده کردند. در این آزمایش‌ها، یک سوزن STM از جنس طلا در وضعیت تماسی با پایه طلا قرار گرفته و در حضور یک محلول به دقت روی پایه کشیده می‌شود. در این هنگام، میزان هدایت (G) اتصال سوزن-پایه به‌صورت هم‌زمان اندازه‌گیری می‌شود. هنگامی که سوزن دور می‌شود، قطر اتصال سوزن و پایه کوچک‌تر شده و بنابراین (G) کاهش می‌یابد. این فرآیند آنقدر تکرار می‌شود تا اتصال به یک اتم منفرد طلا محدود شود، در این حالت، مقدار (G) به حدود هدایت کوانتومی می‌رسد.

$$G=2e^2/h=77/5 \mu S$$

با کشیدگی بیشتر، یک جهش ناگهانی رو به پایین مشاهده می‌شود که نشان‌دهنده شکسته شدن قسمت کشیده شده طلا است. پرش از اتصال^{۱۲} به‌طور کامل توسط چندین



شکل ۲: (الف) نمایش دستگاه برای اندازه‌گیری اتصال شکست STM (ب) اثر تشکیل اتصال-شکست مکرر. تصویر سه بعدی نشان می‌دهد که چگونه رشته کلسیم با ارتفاع ۲۰ نانومتر پس از یک سری اندازه‌گیری از سطح بیرون کشیده شده‌اند [۳].

متعددی به الکتروود متصل باشد، شکسته شدن همه آنها در یک زمان غیرممکن است و حداقل یکی از آنها تا انتهای فرآیند دوام خواهد داشت.

این روش در مورد مولکول‌های فراوانی مانند مولکول‌هایی که دارای ساختارهایی با پیوند π هستند، مطالعه شده و در شرایط محیطی مختلف نظیر محلول‌های آبی، آلی، هوا و خلاء نیز قابل استفاده است. برای کاهش اتصال هم‌زمان چندین مولکول به الکتروود، عموماً از محلول‌های رقیق مولکولی استفاده می‌شود. برای اندازه‌گیری هدایت تک مولکول، به دلایل زیر از سیم و سطح طلا استفاده می‌شود:

□ طلا فلزی بی‌اثر است و سطح آن به راحتی با تمیزکاری

شیمیایی به روش بازپخت شعله‌ای تمیز و آماده می‌شود؛

□ در ایجاد سیم‌های مولکولی، بسیاری از گروه‌های متصل‌شونده با طلا پیوند شیمیایی قوی تشکیل می‌دهند (مخصوصاً گروه‌های تیول که بسیار استفاده می‌شوند)؛

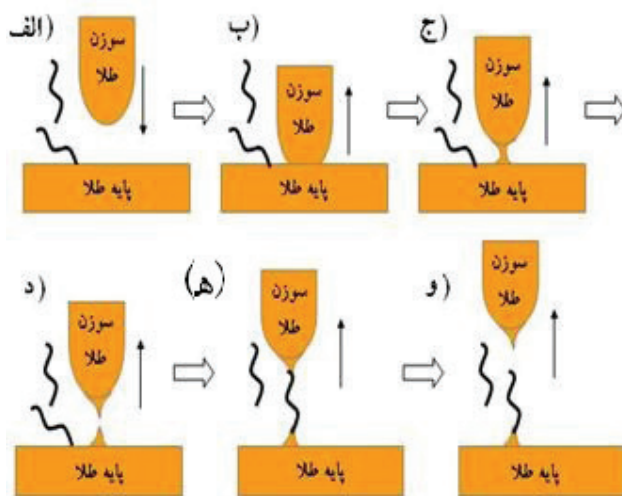
□ فلز طلا نسبتاً نرم است؛ بنابراین می‌تواند به آسانی کشیده شود و برای تولید نانوسیم و تهیه نانوالکتروود به کار رود.

سرعت دور شدن سوزن، عاملی کلیدی است که باید برای انجام این آزمایش تنظیم و کنترل شود. کشش سریع‌تر منجر به پله‌ای بلندتر می‌شود. شکست - اتصال عمدتاً ناشی از کشش مکانیکی است، به‌گونه‌ای که در کشش‌های کند، حرارتی که بر اثر حرکت مولکول‌ها ایجاد می‌شود، عامل اصلی شکست پیوند است. باید گفت که منحنی جریان-فاصله در این روش باید تا جایی که ممکن است، پله‌هایی واضح داشته باشد. به هر حال سرعت به‌دست آوردن نتایج، باعث محدود شدن سرعت آزمایش می‌شود. سرعت $20-40 \text{ nm/S}$ سوزن معمولاً محدوده‌ای خوب برای سرعت کشش است [۴].

معرفی شد؛ در مدت زمان کوتاهی تعدادی از مولکول‌ها با این روش مورد مطالعه قرار گرفتند [۳].

باید توجه کرد که برای اندازه‌گیری هدایت، سه مرحله وجود دارد که عبارتند از: تشکیل دو الکتروود در مقیاس نانو، اتصال سیم مولکولی به دو الکتروود و اندازه‌گیری جریان، که معمولاً برحسب نانوامپر یا کم‌تر است. تکرار این سه مرحله با سرعتی که اندازه‌گیری‌های فراوان در زمان قابل قبول انجام شود، آسان نیست. در روش اتصال - شکست STM که یکی از رایج‌ترین روش‌های اندازه‌گیری هدایت مولکول با ایجاد سامانه $m-M-m$ است، سه مرحله فوق بدین صورت انجام می‌شود که یک سوزن طلا با سرعتی حدود 20 nm/S به سطح نزدیک می‌شود و با آن تماس می‌یابد؛ سپس سوزن از سطح دور و جریان در یک محلول حاوی سیم‌های مولکولی اندازه‌گیری می‌شود [۴].

مطابق شکل (۳-الف-ج)، طی فرآیند کشش، دو الکتروود نانومقیاس تشکیل می‌شوند. در این حالت، مولکول‌های درون محلول در فاصله بین دو الکتروود (فاصله سوزن - سطح) قرار گرفته و سامانه $m-M-m$ ایجاد می‌شود (شکل ۳-ه). مسافتی که سوزن برای تشکیل و شکست تماس طی می‌کند کم‌تر از 10 nm است؛ بنابراین با سرعت 20 nm/S سوزن، این فرآیند هزاران بار در ساعت تکرار شده و هر بار منحنی جریان-فاصله ثبت می‌شود. هنگام تشکیل پل مولکولی در فاصله بین سوزن-زیرپایه (شکل ۳-ه)، منحنی جریان-فاصله، به جای کاهش نمایی ساده، حالت پله‌ای را نشان می‌دهد [۴]. موقعی که سوزن از سطح دور می‌شود، مولکول‌های فراوانی شامل مولکول‌های حلال و آلودگی می‌توانند در محل اتصال بین سوزن و سطح باقی بمانند. به هر حال فقط مولکول‌هایی که پیوند قوی با دو الکتروود دارند، می‌توانند برای اندازه‌گیری جریان در مدت زمان قابل قبولی در محل اتصال باقی بمانند. اگر مولکول‌های



شکل ۳: چگونگی تشکیل نانوالکتروود و سامانه $m-M-m$ بین تک مولکول در آزمایش شکست-اتصال در STM. دو الکتروود نانویی به کمک شکست تماس بین سوزن طلا و پایه تشکیل شده‌اند (الف-د). با حضور مولکول‌ها در محلول و روی سطح، یک سامانه $m-M-m$ ایجاد می‌شود (ه). تکرار فرآیند اندازه‌گیری هدایت تک مولکول به زمانی کم‌تر از یک ثانیه نیاز دارد [۴].

هدایت یک تک مولکول نه تنها به خواص ذاتی مولکول و الکترودهای پروب، بلکه به تماس‌های مولکول-الکتروده و محیط موضعی آنها نیز بستگی دارد. برای تعیین هدایت، لازم است یک اتصال مولکولی با تماس مولکول-الکتروده که در مقیاس اتمی تعریف می‌شود، به‌وجود آید و سپس اندازه‌گیری در یک محیط کنترل شده انجام می‌شود. ایجاد چنین اتصال‌هایی به‌صورت تکرارپذیر یک چالش اساسی است. با وجود دشواری‌های پیش رو، محققان اخیراً پیشرفت‌های قابل اطمینانی را در این زمینه داشته‌اند. به‌عنوان مثال، از STM برای ایجاد یک اتصال فلز-مولکول-مولکول با قرار دادن دقیق اتم‌های فلز در تماس با یک مولکول جذب شده در یک بستر استفاده شده‌است. برای اندازه‌گیری هدایت، چالش‌هایی نظیر برقراری اتصال دو انتهای فلز به یک مدار خارجی و اطمینان از این که اتصال الکترونیکی بین مولکول و بستر برقرار شده‌است، قابل اغماض است. یکی دیگر از پیشرفت‌های مهم، روش‌های مختلف اتصال-شکست است. با ترکیب روش اتصال-شکست مکانیکی با اندازه‌گیری هم‌زمان نیرو و هدایت، می‌توان هدایت اندازه‌گیری شده مربوط به یک مولکول و همچنین چگونگی اتصال مولکول به الکترودهای پروب را تعیین نمود. این رویکرد همچنین اجازه می‌دهد تا گروه بزرگی از اتصالات مولکولی با تماس‌های مختلف الکتروده-مولکول به‌طور میکروسکوپی ایجاد شوند و تجزیه و تحلیل آماری در مقادیر هدایت اتصالات مولکولی انجام می‌شود. یک پیک در نمودار توزیع هدایت، متوسط هدایت مولکول را می‌دهد. این روش ساده برای اندازه‌گیری خواص انتقال-الکترون مولکول‌های مختلف در خلاء و در حلال استفاده می‌شود. با این حال، هندسه دقیق تماس الکتروده-مولکول که با روش‌های اتصال شکست ایجاد شده، معمولاً ناشناخته هستند و روش‌هایی که می‌توانند اطلاعات ساختاری از تماس مولکول-الکتروده در مقیاس اتمی ارائه دهند، اهمیت ویژه‌ای در این زمینه دارند [۱].

بدین ترتیب، این آزمایش‌ها ممکن است پایه‌های قابل اعتمادی را برای رشد و توسعه رشته الکترونیک مولکولی در آینده فراهم آورند و روش شکست-اتصال احتمالاً نقش مهمی را در این توسعه ایفا خواهد نمود. به‌ر حال، اطلاعات به‌دست آمده در این آزمایش‌ها، به اندازه‌گیری جریان و ولتاژ و نیز اعمال کنترل روی آنها، محدود می‌شود. دلایل خوبی برای خوش‌بینی به آینده وجود دارد و توسعه مجموعه ابزارهای آزمایشگاهی موجود مانند الکترودهای ترکیبی، حسگرهای نیرو، ابزارهای اندازه‌گیری نوسانات هدایت و غیره برای دستیابی به این هدف، مهم خواهند بود.

پی‌نوشت

۱. کارشناس ارشد شیمی تجزیه، پژوهشگاه صنعت نفت، پژوهشکده کاتالیست و نانوفناوری
۲. کارشناس ارشد زمین‌شناسی اقتصادی، دانشگاه فردوسی مشهد، آزمایشگاه مرکزی
۳. کارشناس ارشد شیمی فیزیک، پژوهشگاه صنعت نفت، پژوهشکده کاتالیست و نانوفناوری
۴. عضو کارگروه تخصصی SPM شبکه آزمایشگاهی فناوری نانو

5. Scanning Tunneling Microscope (STM)
6. Scanning Probe Microscope (SPM)
7. Atomic Force Microscope (AFM)
8. Conducting Atomic Force Microscopy (CAFM)
9. Mechanically controllable break junctions (MCBJ)
10. Xu
11. Tao
12. Jump out of contact (JOC)
13. Jin He
14. Landauer steps

مراجع

- [1] Fang Chen, Joshua Hihath, Zhifeng Huang, Xiulan Li, and N.J. Tao, Measurement of Single-Molecule Conductance, *Annu. Rev. Phys. Chem.* 2007, 58:535-64.
- [2] E.H. Huisman, M.L. Trowborst, F.L. Bakker, B. de Boer, B.J. van Wees and S.J. van der Molen *Nano Lett.* 8, 3381 (2008).
- [3] Jin He, Otto Sankey, Myeong Lee, Nongjian Tao, Xiulan Li and Stuart Lindsay, Measuring single molecule conductance with break junctions, *Faraday Discuss.* 2006, 131, 145-154 (145)
- [4] Y. Xing, Measurement and Visualization of Electron Transfer at the Single Molecule Level, Temple University, 2009

نویسندگان

حسن منافی او^{۴*}
روح‌اله کاشانکی او^۲
سیامک نورایی^۳

hasan_manafi2000@yahoo.com



اندازه‌گیری نیتروژن، کربن و هیدروژن با استفاده از روش احتراق - کروماتوگرافی گازی

چکیده

در این مقاله اندازه‌گیری مقدار نیتروژن، هیدروژن و کربن براساس روش احتراق تشریح شده است. برای این کار گازهای حاصل از احتراق نمونه مورد نظر توسط کروماتوگرافی گازی مورد بررسی قرار گرفته و مقادیر CO_2 ، N_2 ، H_2O بدست می‌آید. در نهایت از روی این مقادیر، می‌توان عناصر نیتروژن، هیدروژن و کربن را اندازه‌گیری کرد. برای اکسایش کامل نمونه، از گاز اکسیژن و به‌عنوان فاز متحرک از گاز هلیوم با خلوص بالا استفاده می‌شود. احتراق آبی نمونه با استفاده از کاتالیست‌های اکسایش توسعه‌یافته، بهبود می‌یابد. این عوامل همانند اکسید کروم فاقد جذب سطحی و مقاوم حرارتی بوده و دانه‌ای با سطح فعال بالا است. مس عمل‌آوری شده با نقره به‌منظور عامل کاهنده استفاده می‌شود. ترکیبات گازی ناخواسته با استفاده از CO_2/O_2 حاوی نقره حذف می‌شوند. اندازه‌گیری کمی براساس انتگرال‌گیری از سیگنال به‌دست آمده حاصل می‌شود. فرآیند آنالیز با استفاده از پتانسیومتر کنترل می‌شود. احتراق کامل و پاسخ خطی آشکارساز در محدوده ۰.۱ تا ۳ میلی‌گرم از نمونه حاصل می‌شود. به غیر از توزین نمونه و محاسبه نتایج از روی انتگرال تمام مراحل کار به‌صورت اتوماتیک کنترل و انجام می‌شود.

واژه‌های کلیدی

کروماتوگرافی گازی،
آنالیز عنصری،
احتراق

ترکیبات آلی اغلب از عناصر کربن، هیدروژن، نیتروژن و اکسیژن ساخته شده‌است لذا به‌منظور تعیین فرمول مولکولی ترکیبات ناشناخته و سنتزی، یا به‌منظور کنترل کیفیت محصولات در خط تولید، نیاز به یک روش سریع، تکرارپذیر و آسان برای تعیین هم‌زمان درصد عناصر تشکیل‌دهنده است. پرکاربردترین روش‌ها در این زمینه، پیرولیز سریع نمونه و بررسی گازهای حاصل از احتراق نمونه بوده و وجه مشترک در این روش‌ها، اندازه‌گیری عناصر برپایه گازهای حاصل از احتراق نمونه است (کربن براساس میزان CO_2 ، هیدروژن با H_2O ، نیتروژن با NO_x و سولفور با SO_2 تشکیل شده محاسبه می‌شود). موانع موجود بر سر راه تلفیق دو روش شامل موارد ذیل است:

- احتراق آبی نمونه و تزریق مخلوط همگن گازهای حاصل از احتراق و فاز متحرک؛
- قدرت اکسیدکنندگی دستگاه به‌طوری که بتواند منجر به احتراق کامل نمونه شود؛
- سختی جداسازی تک مرحله‌ای مخلوط گازهای احتراق شامل CO_2 ، N_2 ، H_2O ، SO_2 ؛
- جذب سطحی محسوس که باعث تداخل در جداسازی می‌شود؛
- نسبی بودن اندازه‌گیری یعنی مقایسه سطح زیر پیک نمونه و استاندارد؛
- پایداری سیستم و مشکلات مربوط به ناخالصی‌های حاصل از افزودنی‌های دستگاه احتراق.

در سال‌های ۱۹۶۰ تا ۱۹۷۰ مقالات زیادی در زمینه تلفیق پیرولیز با دستگاه‌های کروماتوگرافی گازی منتشر گردید [۱ و ۲]. معایب فوق موجب شد تا مطالعات بیشتری در زمینه توسعه این روش صورت پذیرد. توسعه صورت گرفته شامل موارد ذیل است:

- اندازه‌گیری مستقیم آب و بدون تبدیل با آشکارساز رسانش گرمایی [۳]؛
- افزایش توان اکسندگی دستگاه [۴]؛
- استفاده از فاز ساکن جدید در دستگاه کروماتوگرافی [۵]؛
- سیستم انتگرال‌گیری دیجیتالی از سیگنال [۶]؛
- استفاده از دستگاه نمونه‌گیری خودکار [۷]؛
- حذف مواد شیمیایی اکسیدکننده [۸].

در این مرحله تک تک گازهای حاصل از احتراق از هم جدا شده و به‌صورت مجزا برای تولید سیگنال مربوطه وارد TCD می‌شوند. حال براساس کروماتوگرام به‌دست آمده، شناسایی کیفی و اندازه‌گیری کمی صورت می‌گیرد. براین اساس، با استفاده از نمونه استاندارد با درصد مشخصی از نیتروژن، کربن و هیدروژن برای محاسبه فاکتور تصحیح استفاده می‌شود.

کاربردهای روش

آنالیز عنصری با این روش شامل گستره وسیعی از ترکیبات زیر است:

- دارویی و شیمیایی؛
- آلی فلزی، برش نفتی، کاتالیست‌ها، ترکیبات نانو ساختار؛
- محصولات سنتزی؛
- پلیمری، صنایع لاستیک‌سازی، تفلونی؛
- ذغال سنگ و مشتقات روغنی؛
- مواد دیرگداز، گرافیت، کک، روغن سوخته.

اصول روش

ماده موردنظر در یک ظرف فلزی (قلع، نقره، آلومینیوم) سبک وزن و قابل اکسید شدن بسته‌بندی شده و از طریق ورودی دستگاه به داخل یک لوله کوارتزی عمودی با دمای حدود ۱۲۰۰ درجه سلسیوس انداخته می‌شود. جریان ثابتی از گاز هلیوم از درون این لوله کوارتزی که لوله احتراق نام دارد، عبور داده می‌شود. نمونه در حضور گاز اکسیژن به‌عنوان عامل اکسند در دمای بالای لوله احتراق، به‌صورت آبی و در یک لحظه می‌سوزد. واکنش احتراق به‌صورت معادله زیر است. ماده پرکننده لوله بر حسب نوع طراحی دستگاه، می‌تواند دی کرومات، اکسید نیکل یا اکسید مس باشد [۴، ۸ و ۱۲].

معادله (۱)



مخلوط گازی حاصل از احتراق، از داخل لوله کوارتزی دیگری که لوله احیاء نامیده می‌شود و دارای دمایی حدود ۶۰۰ درجه سلسیوس است که با فلز مس پر شده‌است، عبور داده شده تا هم گاز اکسیژن اضافی حذف شود و همچنین ترکیبات مختلف از نیتروژن در مخلوط گازی به‌صورت زیر به گاز نیتروژن کاهیده شوند.

معادله (۲)



حال این مخلوط گازی بر حسب مدل دستگاه و سال ساخت به‌منظور جداسازی، وارد ستون کروماتوگرافی که با ماده پلیمری به نام وینیل اتیل بنزن-دی وینیل بنزن پر شده، می‌شود.

$$\text{Fn:W} \times \text{Nitrogen contente/In}$$

$$\text{Fc:W} \times \text{carbone contente/In}$$

$$\text{FH:W} \times \text{Hydrogene contente/In}$$

$$\% X = \text{FX} \times \text{In/W}$$

نمونه‌ای از کروماتوگرام به‌دست آمده در شکل (۲) نشان داده شده‌است.

بهینه سازی روش

براساس تجربه‌های به‌دست آمده حاصل از سال‌ها تحقیق در زمینه تلفیق روش پیرولیز و کروماتوگرافی گازی عوامل قابل تغییر در این روش برای حصول نتایج دقیق و تکرارپذیر شامل میزان ماده توزین شده، خلوص گازهای به‌کار رفته، نوع ظرف نمونه، کاتالیست به‌کار رفته در مرحله احتراق و دمای لوله احتراق^۶ و دمای لوله احیاء^۷ است.

○ میزان ماده آنالیزی

مهمترین و تاثیرگذارترین عامل در بحث دقت و تکرارپذیری نتایج، وزن نمونه است که بر حسب نوع نمونه از ۰/۱ میلی‌گرم برای ترکیبات با درصد کربن بالا، دیرگداز و پراثرژی و تا ۳ میلی‌گرم برای نمونه‌های معمولی است [۸]. اصل اساسی، احتراق کامل و آبی نمونه بدون اثر حافظه است.

○ نوع ظرف نمونه به‌کار رفته:

سیستم نمونه‌گیری در این روش به شکل مایع و جامد است. بدیهی است آنالیز ترکیبات فرار با فشار بخار بالا می‌تواند به نتایج نادرست و تکرارناپذیر منجر شود؛ لذا به‌منظور به حداقل رساندن این مشکل از فویل نقره استفاده می‌شود ولی متأسفانه در دمای به‌کار رفته اکسید نمی‌شود. قلع پرکاربردترین ظرف است؛ این ظرف نمونه در زمان احتراق، ابتدا ذوب و سپس به‌طور کامل اکسید شده و منجر به احتراق آبی نمونه می‌شود. آلومینیوم در اتمسفر اکسیژن، بدون ذوب شدن، سریع اکسید می‌شود اما اکسید شدن

قلع قدری بیشتر طول می کشد.

○ تنظیم دمای بهینه:

دمای لوله احتراق تعیین کننده است چرا که دمای بالا منجر به خرابی کاتالیست ها شده و دمای پایین سبب احتراق ناقص نمونه، نتایج نادرست و پدیده اثر حافظه می شود. بدیهی است دمای بهینه بر حسب نمونه می تواند متفاوت باشد، گستره دمایی به کار رفته از ۹۰۰ تا ۱۱۰۰ درجه سلسیوس است.

دمای لوله احیاء معمولا ۵۵۰ تا ۶۰۰ درجه سلسیوس است؛ دمای پایین، منجر به کاهش عملکرد کاتالیست ها می شود. دمای ستون کروماتوگرافی باید در حدود ۱۵۰ درجه سلسیوس باشد.

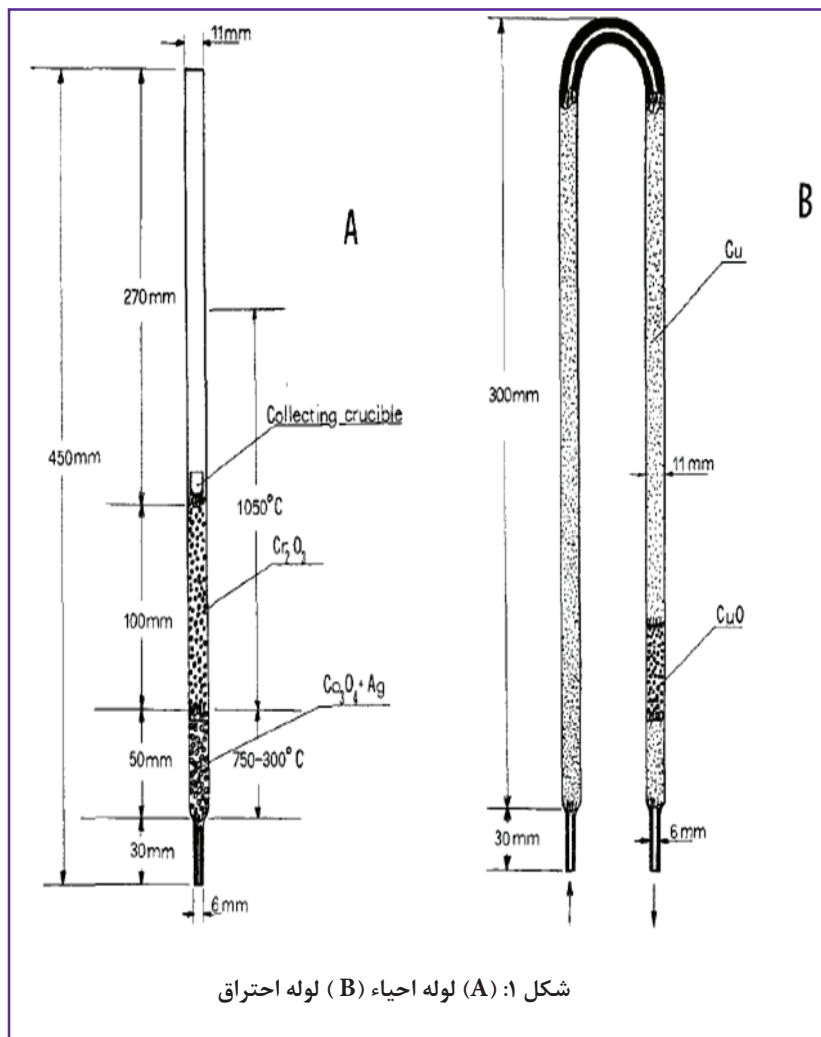
○ نوع کاتالیست:

ترکیبات به کار رفته به عنوان کاتالیست احتراق باید دارای شرایط زیر باشد:

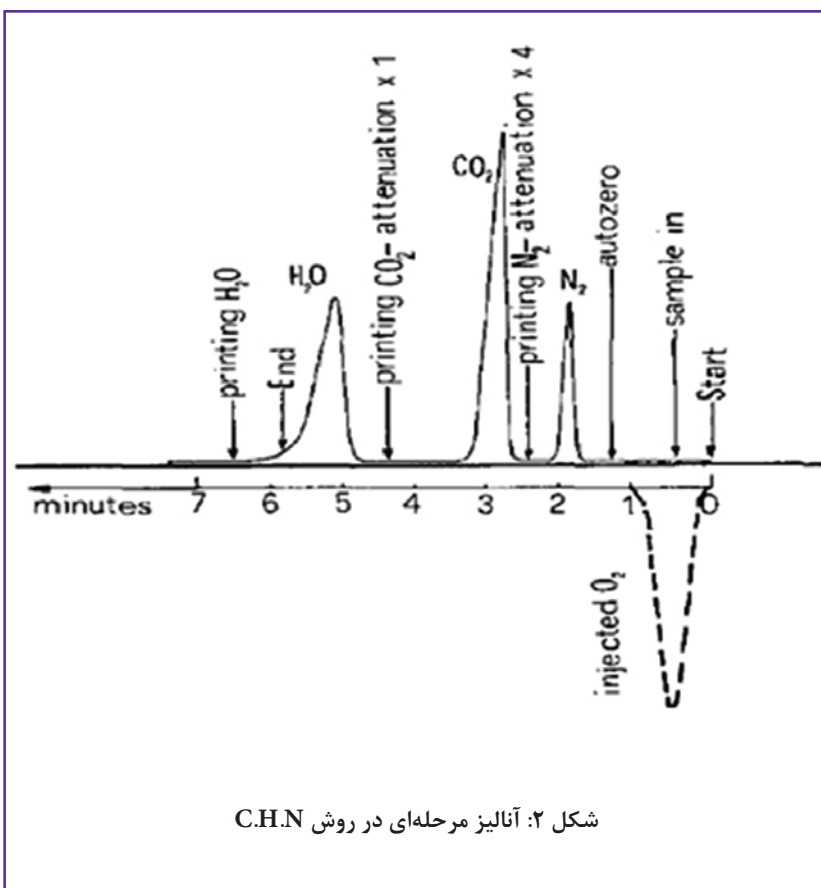
۱. اکسایش سریع نمونه؛
۲. پایداری فیزیکی و شیمیایی در دمای بالا؛
۳. عدم جذب سطحی گازهای احتراق؛
۴. مقاومت مکانیکی خوب؛
۵. عدم واکنش با کوارتز.

معمولا از NiO ، Cr_2O_3 و CuO به عنوان کاتالیست های احتراق استفاده می شود. از CO_2O_4 نمی توان دردهماهای بالاتر از ۷۵۰ درجه سلسیوس استفاده کرد. ترکیب NiO کاتالیست بسیار خوبی بوده و در دماهای بالا پایداری خوبی از خود نشان می دهد ولی متاسفانه با بدنه لوله (کوارتز) واکنش داده و موجب تخریب آن می شود. کاتالیست Cr_2O_3 همه شرایط یک کاتالیست مناسب را دارا است اما سایت های جذب بالایی داشته و منجر به جذب سطحی گازهای حاصل از احتراق می شود. کاتالیست به کار رفته در ستون کاهش، معمولا مس فلزی است که مهمترین مشکل در این بخش، جذب سطحی گازهای حاصل از احتراق است که هر چه دما بالا رود میزان جذب سطحی هم کاهش خواهد یافت.

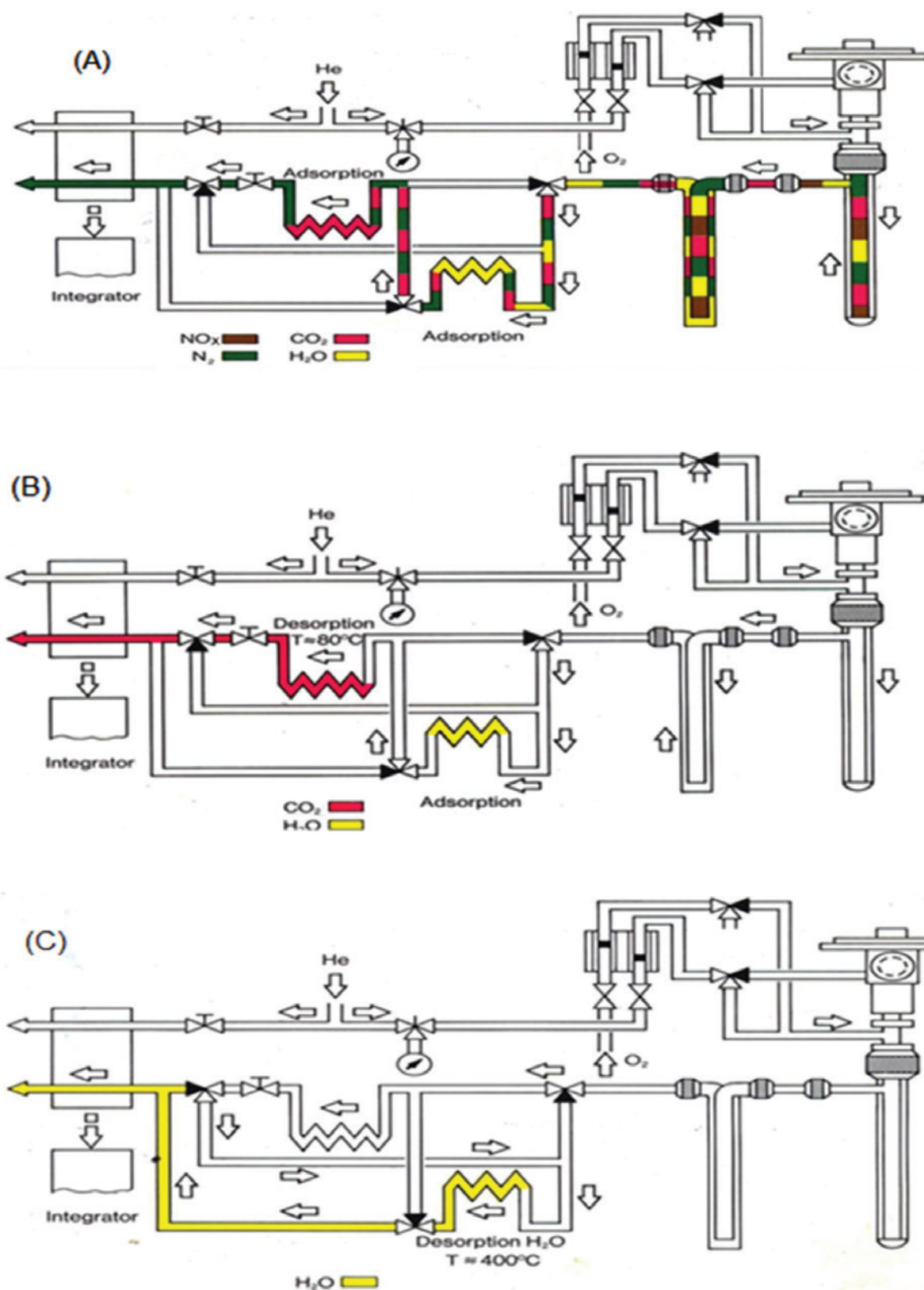
عملکرد مس همراه با پوشش نقره و تراشه کوارتزی افزایش می یابد. نقره موجب کاهش جذب سطحی و تراشه کوارتزی با نسبت (۶:۱V/V) موجب کاهش تشکیل خاکستر می شود و معمولا در لوله احیاء مطابق شکل (۱) مقداری اکسید مس به همراه مس فلزی نیز استفاده می شود.



شکل ۱: (A) لوله احیاء (B) لوله احتراق



شکل ۲: آنالیز مرحله ای در روش C.H.N



شکل ۳: آنالیز مرحله ای کربن، هیدروژن و نیتروژن با طراحی شرکت Heraeus

(A) احتراق نمونه، احیاء NO_x به N₂، جذب گازهای CO₂، H₂O و اندازه‌گیری نیتروژن با آشکارساز رسانش گرمایی

(B) واجذب CO₂ و اندازه‌گیری کربن

(C) واجذب H₂O و اندازه‌گیری هیدروژن

روش تعیین کربن، هیدروژن و نیتروژن موجود در نمونه براساس احتراق نمونه و جداسازی گازهای حاصل از احتراق به روش کروماتوگرافی گازی و در نهایت اندازه گیری هدایت حرارتی CO_2 , N_2 , H_2O توصیه می شود. به منظور دستیابی به احتراق آبی همه نوع ترکیب آلی، باید از ظروف فلزی قابل اکسایش برای انتقال نمونه به لوله احتراق استفاده کرد. برای اکسایش کامل نمونه، از گاز اکسیژن و به عنوان فاز متحرک از گاز هلیوم با خلوص بالا استفاده می شود. احتراق آبی نمونه با استفاده از کاتالیست های اکسایش توسعه یافته، بهبود می یابد. این عوامل همانند اکسید کروم فاقد جذب سطحی و مقاوم حرارتی بوده و دانه ای با سطح فعال بالا است. مس عمل آوری شده با نقره به منظور عامل کاهنده استفاده می شود. ترکیبات گازی ناخواسته با استفاده از CO_2 حاوی نقره حذف می شوند. اندازه گیری کمی براساس انتگرال گیری از سیگنال به دست آمده حاصل می شود. فرآیند آنالیز با استفاده از پتانسیومتر کنترل می شود. احتراق کامل و پاسخ خطی آشکارساز در محدوده ۳-۰/۱ mg از نمونه حاصل می شود. به غیر از توزین نمونه و محاسبه نتایج از روی انتگرال تمام مراحل کار به صورت اتوماتیک کنترل و انجام می شود.

پی نوشت

۱. کارشناس ارشد شیمی تجزیه، دانشگاه صنعتی مالک اشتر
۲. کارشناس ارشد شیمی تجزیه، پژوهشگاه مواد و انرژی
۳. کارشناس زمین شناسی، پژوهشگاه مواد و انرژی
۴. عضو کارگروه آنالیز عنصری شبکه آزمایشگاهی نانو

5. Thermal Conductivity Detector (TCD)
6. combustion tube
7. Reduction tube

مراجع

- [1] H.J.Francis, Jr., *Analyt.Chemistry*36, 31A-47A (1964).
- [2] W.Schoniger, *pure Applied Chem.*21,497(1970).
- [3] O.Hinswark, *Chem.Eng.News*41 (4), 62(1963).
- [4] C.D.Miller and J.D Winefordner, *Microchem.J.*8, 334(1964).
- [5] O.L.Hollis, *Analyt.Chemistry*38, 309(1966).
- [6] J.H.Graham, *Microchem.J.*13, 327(1968).
- [7] F.Poy, *Chem.Rdsch.*12, 215(1970).
- [8] G.Dugan and V.A.Aluise, *Analyt.Chemistry*44, 1563(1972).
- [9] V.Rezl, *Microchem.J.*15, 381(1970).
- [10] E.Pella and B.Colombo, *Analyt.Chemistry*44, 1563(1972).
- [11] J.horacek and J.Korbl, *Chem.Ind.London*1958, 101.

- [12] T.Sato, T.Takajashi, and S.Ohkoshi, Japan Analyst 16,309(1967)
- [13] M.L.Tefft and G.M.Gusting, MicrochemJ.10, 175(1966).
- [14] R.Culmo, Microchem, Acta[wien]1969,175.
- [15] J.T.Clerc and W.Simon, Microchem.J.7.422 (1963).
- [16] M.Vecera, Zanalyt.Chem.15, 208(1965).
- [17] A.E.Lawson and J.M.Miller, J.Gas Chromatography 1966,273.
- [18] G.Ingram, Analyst86, 411(1961).
- [19] M.Shimizu and K.Hozumi, Japan Analyst 19,1041(1970)
- [20] R.Stoffel, Mikrochim.Acta[wien]1972,242

نویسندگان

داود قرایلو^{۱*}ساناز شریفزاده^۲

Davoud.gharailou@gmail.com

بررسی و مطالعه آتروژل‌ها با استفاده از TEM



چکیده

مدت‌هاست که آتروژل‌ها به‌عنوان موادی با پتانسیل بالا در حوزه‌های مختلف مورد استفاده قرار می‌گیرند. یکی از چالش‌های محققان در مسیر استفاده از این مواد، روش‌های قابل اعتماد برای تعیین مشخصات آنهاست. یکی از این ابزارها، میکروسکوپ الکترونی عبوری^۴ است. هرچند با استفاده از این روش، اطلاعات متعددی درباره این دسته از مواد می‌توان استخراج کرد، اما بسیاری از دانش‌پژوهان از قابلیت‌های TEM و نوع اطلاعاتی که این دستگاه می‌تواند درباره آتروژل‌ها ارائه کنند بی‌اطلاع هستند. به همین دلیل در این مقاله مودهای مختلف دستگاه TEM و اطلاعاتی که هر یک از این مودها می‌تواند درباره این دسته از مواد ارائه کند مورد بررسی قرار می‌گیرد.

واژه‌های کلیدی

آتروژل، میکروسکوپ الکترونی عبوری، TEM

مقدمه

آتروژل به موادی گفته می‌شود که در آنها یک گاز جایگزین مایع در ژل شده‌است، در نتیجه این جایگزینی، دانسیته محصول و هدایت گرمایی به شدت کاهش می‌یابد. به آتروژل‌ها، دود یخ‌زده، هوای جامد و دود آبی نیز گفته می‌شود. این دسته از مواد اولین بار در سال ۱۹۳۱ توسط ساموئل استفان کیستلر ایجاد شد. برای تولید یک آتروژل باید مایع درون ژل با دقت از آن خارج شود به طوری که ساختار ماتریکس اصلی چروکیده نشده و حالت خود را حفظ کند [۱].

اولین ژل‌های مورد مطالعه به‌وسیله کیستلر^۵، سیلیکاژل است که از فرآیند تراکمی سیلیکات سدیم در شرایط اسیدی تشکیل می‌شود. چند سال بعد آقای کیستلر، آتروژل خود را مشخصه‌سازی نمود و سپس موفق شد آتروژل‌های دیگری از جمله آلومینا، اکسید تنگستن، اکسید آهن، اکسید قلع، نیکل تارتارات، سلولز، نیترات سلولز، ژلاتین، آگار (پلی ساکاریدها) و غیره را بسازد. چند سال بعد کیستلر از دانشگاه جدا شد و با شرکتی با نام مونسانتو^۶ شروع به همکاری نمود. این شرکت بازاریابی خود را برای فروش آتروژل آغاز نمود. در آن زمان آتروژل‌های ارائه شده از نوع سیلیکا بود که به‌صورت گرانول به‌عنوان افزودنی یا عامل تیکسوتروپیک (به پدیده کاهش ویسکوزیته ظاهری سیالات، تحت تنش برشی ثابت با گذشت زمان تیکسوتروپی گفته می‌شود) در لوازم آرایشی و خمیردندان مورد استفاده قرار می‌گرفت. در سه دهه بعد، اقدامات مهم و حائز اهمیتی روی آتروژل‌ها انجام نشد تا اینکه سرانجام در سال ۱۹۶۰ با تولید ارزان سیلیکا به فرم بخار^۷ بازار آتروژل رو به کاهش گذاشت و شرکت مونسانتو تولید آتروژل را متوقف نمود. آتروژل‌ها تا سال ۱۹۷۰ به فراموشی سپرده شد. در سال ۱۹۷۰ آقای استنیسلاس تیشتر^۸ و همکارانش از دانشگاه کلاد برنارد^۹ در لیون فرانسه موفق شدند روش جدیدی به‌غیر از روش کیستلر برای تهیه آتروژل کشف کنند و آن را روش سل-ژل نامیدند. سیلیکا آتروژل‌ها حاوی ذراتی به قطر ۵-۲

نانومتر هستند. شیمی سطح داخلی^{۱۰} ویژه بالا در آتروژل‌ها، نقش اساسی را در بروز رفتارهای بی‌نظیر فیزیکی و شیمیایی آن‌ها، ایفا می‌کند. ماهیت سطح سیلیکا آتروژل‌ها تا حد زیادی به شرایط تهیه آن‌ها بستگی دارد. به‌عنوان مثال اگر آتروژل از طریق فرآیند خشک کردن به‌وسیله الکل تهیه شود، گروه‌های آلکوکسی (OR) تشکیل‌دهنده سطح آن است و در این حالت سطح آتروژل خاصیت آب‌گریزی^{۱۱} پیدا می‌کند. اگر تهیه آتروژل‌ها از طریق فرآیند دی‌اکسید کربن باشد آنگاه سطح آتروژل را گروه‌های هیدروکسیل (OH) فرا می‌گیرد و خاصیت آبدوست^{۱۲} پیدا خواهد کرد و مستقیماً می‌تواند رطوبت هوا را جذب نماید. البته با حرارت دادن می‌توان رطوبت جذب شده را از ساختار آتروژل حذف نمود[۲].

مطالعه میکروسکوپی آتروژل‌ها

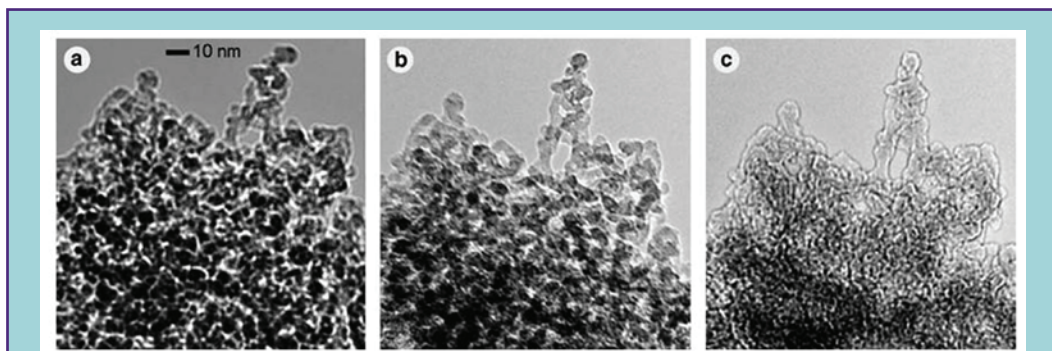
ابزارهای مختلفی برای بررسی این ساختارها وجود دارد. میکروسکوپ الکترونی عبوری، ابزاری قوی برای تعیین این ساختار و ترکیبات مربوط به آن است که از آن می‌توان برای کسب اطلاعاتی در این حوزه از مقیاس‌های میکرو تا آنگستروم استفاده کرد. هیچ روش دیگری نمی‌تواند به اندازه TEM پیرامون آتروژل‌ها اطلاعات ارائه کند. بیشتر آتروژل‌های طبیعی را نمی‌توان به سادگی توسط TEM مطالعه کرد زیرا ساختاری شکننده با دانسیته پایین داشته و همچنین خواص الکتریکی و گرمایی آن نوعی مانع بر سر این راه محسوب می‌شود. به همین دلیل بیشتر مطالعات TEM در حوزه آتروژل‌ها محدود به تصویربرداری در مود میدان روشن^{۱۳} آن هم در بزرگ‌نمایی‌های پایین می‌شود که آن هم کافی نیست. اما اگر از روش‌های مختلف آماده‌سازی نمونه استفاده شود آنگاه می‌توان از تمام قابلیت‌های TEM، تصویربرداری با قدرت تفکیکی بالا و همچنین میدان تاریک گرفته تا تصویربرداری انرژی فیلتر شده، برای کسب اطلاعات از مواد آتروژل استفاده کرد.

با تمام این تفصیلات حتی با داشتن قدرتمندترین TEM ها باز هم نیاز به ابزارهای دیگری برای بررسی آتروژل‌ها وجود دارد. جذب و واجذب نیتروژن به‌عنوان یکی از مهمترین ابزارهای بررسی اندازه و توزیع اندازه حفره‌ها در آتروژل‌ها شناخته می‌شود. همچنین برای بررسی توزیع اندازه ذرات

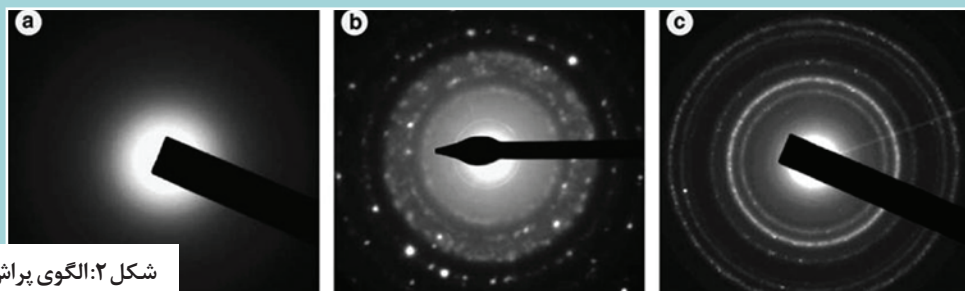
می‌توان از دستگاه پرتو ایکس با زاویه کم^{۱۴} و پراش نوترونی استفاده کرد. با این روش‌ها می‌توان پروفایل آماری و کمی از آتروژل‌ها به‌دست آورد. بنابراین برای بررسی آتروژل‌های جدید باید از ترکیب TEM و روش‌های دیگر بهره جست. در این مقاله به بررسی کاربرد عملی TEM در بررسی آتروژل‌ها پرداخته می‌شود. تصاویر گرفته شده در این مقاله نیز با استفاده از دستگاه‌های TEM مختلف از جمله هیتاچی اچ ۹۰۰، فیلیپس سی ام ۳۰، فیلیپس سی ام ۳۰۰ فیلد امیژن و ژئول ۲۰۱۰ اف گرفته شده‌است.

انواع موده‌های TEM در مطالعه آتروژل‌ها

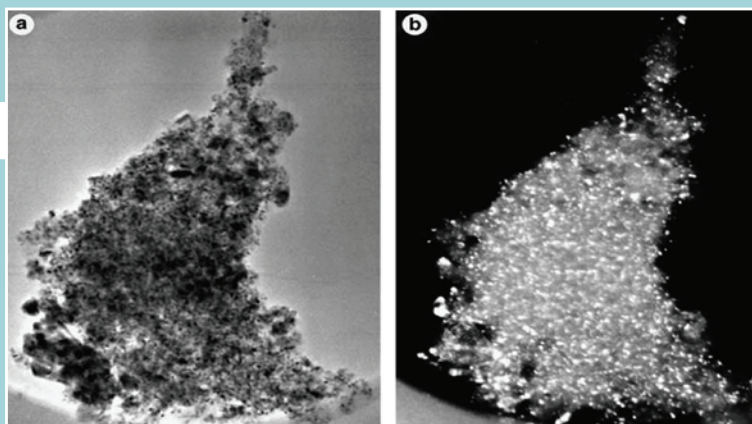
تصاویر (۱) تا (۷) برای بررسی آتروژل‌ها با استفاده از میکروسکوپ TEM گرفته شده‌است. تصویر (۱) مود میدان روشن از آتروژل سیلیکا است که با دستگاه ژئول ۱۲۰ گرفته شده‌است. شکل (۱-ا) در حالت زیر فوکوس، (۱-ب) در حالت فوکوس شرز و (۱-ج) در حالت فرای فوکوس گرفته شده‌است. شبه ذرات و برخی حفره‌ها در لبه نمونه قابل تشخیص هستند. شکل (۲) الگوی پراش از ناحیه انتخابی (SAD) از (۲-ب) آتروژل سیلیکای آمورف (۲-ب) آتروژل سیلیکای آمورف با پوششی از نانوسیم‌های RuO₂ و (۲-ج) آتروژل اکسید آهن بلوری است. شکل (۳) مقایسه مود میدان روشن معمولی است



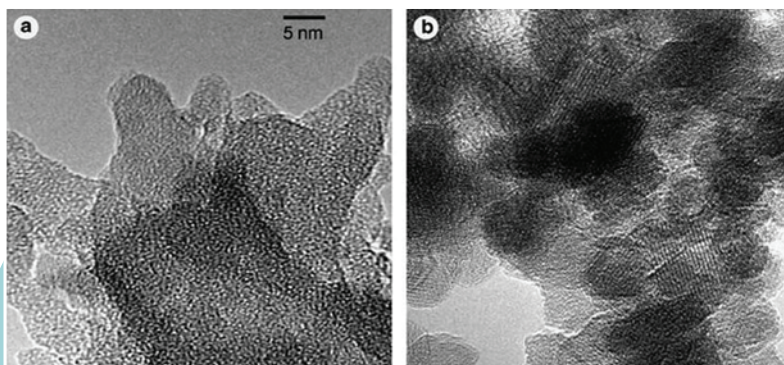
شکل ۱: مود میدان روشن از آتروژل سیلیکا، شکل (a): در حالت زیر فوکوس (b): در حالت فوکوس شرز و (c) در حالت فرای فوکوس گرفته شده‌است.



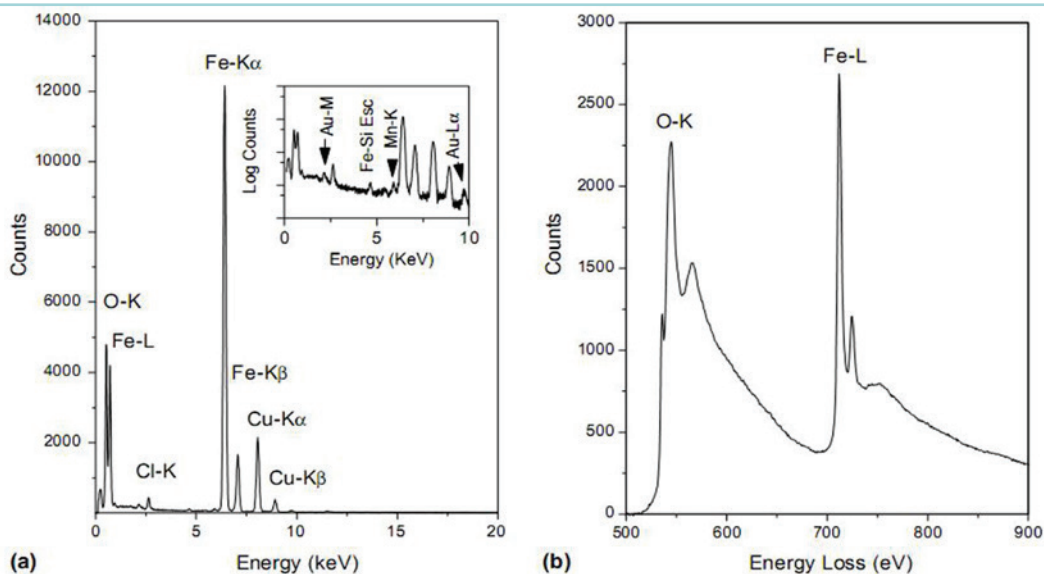
شکل ۲: الگوی پراش از ناحیه انتخابی (SAD) از (a) آنروزل سیلیکای آمورف (b) آنروزل سیلیکای آمورف با پوششی از نانوسیم‌های RuO_4 و (c) آنروزل اکسید آهن بلوری



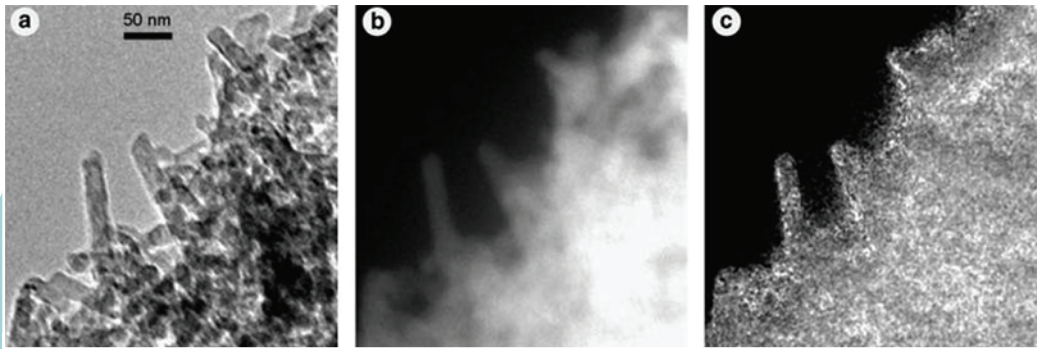
شکل ۳: مقایسه مود میدان روشن معمولی (a) با میدان تاریک (b) که از یک آنروزل سیلیکای آمورف با پوششی از نانوسیم‌های RuO_4 گرفته شده است.



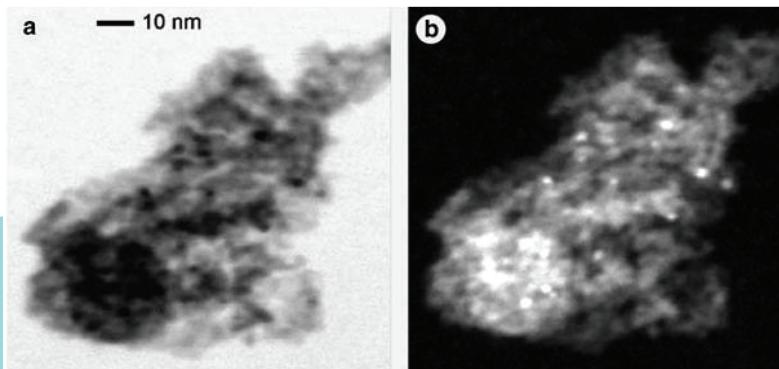
شکل ۴: تصویر با قدرت تفکیک بالا از (a) آنروزل سیلیکای آمورف (b) آنروزل اکسید آهن



شکل ۵: (a) طیف پرتو ایکس پراکنده کننده انرژی (b) طیف از دست رفتن انرژی الکترون از آنروزل کامپوزیتی نانوذرات طلا و FeOx



شکل ۶: تصویر (a) مود میدان روشن معمولی (b) انرژی فیلتر شده (c) نقشه ظرفیت آتروژل $K\sigma MNO_2$



شکل ۷: تصویر مود میدان روشن و میدان تاریک حلقوی با زاویه بالا را از آتروژل کامپوزیتی نانوذرات طلا و $FeOx$

پیکربندی حفره‌ها و یکنواختی مورفولوژی سطح را به دست آورد. شبه ذرات به راحتی در این نوع تصاویر با اندکی تغییر در فوکوس دستگاه قابل مشاهده هستند (شکل‌های a-۱ و c-۱). لبه‌های روشن و تاریک نمونه موسوم به لبه‌های فرسند در این تصاویر دیده می‌شوند، در حالی که در فوکوس گوسیون (شکل a-۱) قابل دیدن نیست. این لبه حاصل برهم‌کنش نمونه با الکترون است، بنابراین نباید تصور کرد که آنها پوششی روی سطح هستند.

از آنجایی که ذرات خارجی و ذرات سازنده نمونه در اعماق مختلف نمونه قرار دارند در فوکوس‌های مختلف کمترین حاشیه را ایجاد می‌کنند، بنابراین با استفاده از یک سری فوکوس مختلف مانند آنچه که در شکل (۱) مشاهده می‌شود، می‌توان مطالعه دقیق‌تری از ذرات داشت و رابطه آنها را در ماده کامپوزیتی به خوبی درک کرد.

● پراش از ناحیه انتخابی

پراش از ناحیه انتخابی، ابزاری مفید برای تعیین نوع نظم ساختاری فرآیند آتروژل است. این الگوی پراش از مواد آتروژل آمورف باید حاوی حلقه‌های درهم فرو رفته باشد (شکل a-۲). حلقه‌های نازک و پررنگ نشان‌دهنده وجود ماده غیر کریستالی

که در تصویر (a-۳) با میدان تاریک و (b-۳) که از یک آتروژل سیلیکای آمورف با پوششی از نانوسیم‌های RuO_2 گرفته شده است. در تصویر (۳) مود تاریک نقاط روشن مربوط به ذرات RuO_2 هستند. شکل (۴) تصویر با قدرت تفکیک بالا از (a-۴) آتروژل سیلیکای آمورف (b-۴) آتروژل اکسید آهن را نشان می‌دهد. شکل (a-۵) طیف پرتو ایکس پراکنده کننده انرژی، (b-۵) طیف از دست رفتن انرژی الکترون از آتروژل کامپوزیتی نانوذرات طلا و $FeOx$ است. شکل (a-۶) مود میدان روشن معمولی، (b-۶) انرژی فیلتر شده و (c-۶) نقشه ظرفیت آتروژل $K\sigma MNO_2$ را نشان می‌دهد. شکل (۷) تصویر مود میدان روشن و میدان تاریک حلقوی با زاویه بالا را از آتروژل کامپوزیتی نانوذرات طلا و $FeOx$ نشان می‌دهد.

بحث

دستگاه‌های TEM جدید مودهای مختلفی را در اختیار کاربران قرار می‌دهد تا با آن به آنالیز جنبه‌های متفاوت نمونه بپردازند. ساده‌ترین و رایج‌ترین روش برای مطالعه آتروژل‌ها، مود میدان روشن است که در شکل (۱) آمده است. از این نوع تصاویر می‌توان اطلاعات پایه درباره اندازه شبه ذرات،

استفاده کرد؛ برای مثال کریستالی یا آمورف بودن نمونه از طریق این تصاویر قابل شناسایی است همچنین ارتباط میان فازهای مختلف نمونه آنروژل قابل استنتاج است. از سوی دیگر امکان بررسی مواد کریستالی که دارای الگوی پراش مشابه هم هستند از طریق این تصاویر وجود دارد.

● تعیین ترکیب شیمیایی

دو روش رایج برای تعیین ترکیب شیمیایی طیفسنجی پرتو ایکس انرژی پراکنده شده^{۱۶} در شکل (۵-ا) و طیفسنجی انرژی الکترون از دست رفته^{۱۷} در شکل (۵-ب) آمده است. با روش EDS می‌توان اطلاعات کمی درباره غلظت عناصر سنگین‌تر از اکسیژن را به دست آورد. در مورد عناصری که از اکسیژن سنگین‌تر بوده و دارای پیک حداقل ۱۰۰۰ عدد بیشتر از پیش زمینه است، دقت اندازه‌گیری ۳۰ درصد است. با این حال این دقت بستگی به این دارد که آیا پیک‌ها با عناصر مختلف هم‌پوشانی داده‌اند. لازم به ذکر است که به جای استفاده از نرم‌افزار می‌توان از برخی دستگاه‌ها برای تقویت پیک‌ها استفاده کرد که این امر منجر به افزایش دقت نتایج می‌شود.

با تمام این توضیحات در صورت استفاده از دستگاه‌های EDS باید دقت زیادی داشت تا پیک‌ها با هم هم‌پوشانی نداشته و پیکی گم نشود. یکی از مزایای استفاده از EDS آن است که به راحتی می‌توان آلودگی یا مواد تقویت‌کننده را روی بدنه آنروژل مشاهده کرد که این امر در شکل (۵-ا) دیده می‌شود. در این تصویر حضور مس در نمونه قابل تایید است که منشاء این پیک، گرید مسی مورد استفاده در نگهدارنده نمونه است.

در برخی موارد نیز آنالیز EELS به‌عنوان مکملی برای نتایج EDS به کار گرفته می‌شود. EELS می‌تواند عناصر سبک را به‌صورت کمی مورد بررسی قرار دهد. نتایج EELS به همین جا محدود نمی‌شود بلکه اطلاعاتی را درباره پیوندهای نمونه، نظیر تفکیک پیوند سیگما از پی در نمونه کربنی و تعیین حالت اکسایش در نمونه‌های فلزی ارائه می‌دهد. آنالیز کمی EELS بسیار چالش‌برانگیزتر از آنالیز EDS است؛ دلیل این امر آن است که هیچ منطقی برای محاسباتی که در آن سطوح انرژی همه عناصر با دقت تعیین گردد وجود ندارد. در نتیجه می‌توان گفت که رایج‌ترین آنالیز EELS این است که از طیف‌های آن به‌عنوان اثر انگشت استفاده کرد و با مقایسه آن با طیف‌های موجود در مراجع، نمونه موردنظر را شناسایی کرد. شکل (۵-ب) تطابق خوبی با طیف رفرنس Fe_3O_4 دارد. در نتیجه می‌توان گفت از EELS در مطالعه آنروژل‌ها می‌توان برای تعیین پیوندهای کربنی و حالت اکسیداسیون فلزات استفاده کرد.

تصویربرداری انرژی فیلتر شده، که به میکروسکوپ الکترونی عبوری انرژی فیلتر شده^{۱۸} شهرت دارد، سریع‌ترین راه برای تهیه نقشه ترکیب شیمیایی از نمونه است. در این روش الکترون‌هایی که به‌صورت انتخابی با بخشی از نمونه برخورد کرده‌اند برای تشکیل تصویر، مورد استفاده قرار می‌گیرند. به‌منظور افزایش کنتراست نمونه‌های ضخیم، از تصویر فیلتر شده

است (شکل ۲-۲). وجود نقاط روشن نیز حکایت از وجود ذرات کریستالی دارد که قطر آنها بین ۲ تا ۱۰۰ نانومتر است. وجود ذرات کریستالی درون یک ماده آمورف نیز منجر به حلقه‌های حاوی نقاط روشن می‌شود (شکل ۲-ب). براین اساس، این احتمال وجود دارد که ذرات کریستالی درون آنروژل وجود داشته باشد اما اثرات آن در الگوی پراش دیده نشود، مانند نانوذرات طلا به قطر ۱۰ نانومتر در آنروژل کامپوزیتی سیلیکا-نانوذرات طلا. اما به‌طور کلی می‌توان گفت که وجود نقاط روشن و حلقه‌های تیز شاهدهی بر وجود ساختار کریستالی است؛ اما برای عدم وجود ساختار کریستالی باید از تصاویری با قدرت تفکیک بالا استفاده کرد.

● مود تاریک

مود تاریک، روش خوبی برای تعیین توزیع یک فاز کریستالی ویژه در یک ماده کامپوزیتی است (شکل ۳). تصاویر مود تاریک با استفاده از الکترون‌های پراش یافته ایجاد می‌شود در حالی که برای به‌دست آوردن تصاویر مود روشن از الکترون‌های پراش یافته رو به جلو استفاده می‌شود. با قرار دادن یک اپرچر آبجکتیو در موقعیت مناسب و تغییر مود دستگاه به مود تاریک می‌توان پرتوهای پراش یافته ویژه‌ای را شکار کرد. مواد آنروژل در زاویه براگ پراش شدیدی ایجاد کرده و کاملاً سفید دیده می‌شوند، بنابراین هر چیز به جز آنها تیره خواهد بود. دلیل این امر آن است که مواد کریستالی پراش براگ شدیدی دارند و مواد کریستالی با ساختار بلوری مختلف، دارای زاویه پراش مختلفی هستند؛ بنابراین به سرعت می‌توان دریافت که کدام ماده در تصویر تاریک متعلق به فاز کریستالی موردنظر است. در شکل (۳-ب) آنروژل سیلیکای آمورف به‌صورت تیره دیده می‌شود در حالی که نانوذرات کریستالی RuO_4 که جهت‌گیری مشخصی دارد به‌صورت نقاط روشن قابل رویت است. اگر در یک نمونه آنروژل تنها یک فاز کریستالی وجود داشته باشد، آنگاه ذرات در آن به‌صورت تیره دیده می‌شود. در نمونه آمورف تک فاز، تصویر مود تاریک کاملاً تیره خواهد بود. بنابراین تصویر مود تاریک در مطالعه آنروژل برای اثبات کریستالی بودن نمونه انجام می‌شود و با استفاده از آن می‌توان اندازه کریستال‌ها را نیز مشخص کرد.

● تصویربرداری با قدرت تفکیک بالا^{۱۵}

گاهی استفاده از کلمه تصویربرداری با قدرت تفکیک بالا، نادرست تفسیر می‌شود چرا که در ذهن شنونده ممکن است تداعی‌گر تصویری باشد که قدرت تفکیک آن بهبود یافته است. اما در عمل این گونه نیست و تصویربرداری با قدرت تفکیک بالا به تصویربرداری گفته می‌شود که در آن لبه‌های شبکه کریستالی ماده دیده شود که برای این کار لازم است قدرت تفکیک فضایی دستگاه حداقل 0.4 نانومتر باشد. در شکل (۴) مثالی از این تصویر برای آنروژل‌های کریستالی و آمورف دیده می‌شود. از تصاویر HRTEM برای کاربردهای مختلف می‌توان

نمونه به دست می‌آید. اگر با عینک‌های ویژه‌ای به این تصاویر نگاه کنید می‌توانید تصویر سه بعدی نمونه را ببینید. محدودیت این روش برای مود میدان روشن آن است که در هنگام تیلت نمونه‌های کریستالی، تغییراتی در کنتراست تصویر ایجاد می‌شود. مطلوب آن است که بتوان حفره‌های موجود در آژوژل را به صورت کامل مشاهده کرده و سازماندهای سه بعدی آن را به تصویر کشید که اصولاً توموگرافی الکترونی ابزار مفیدی برای این کار است. در این روش، تصاویر مختلفی از نمونه به صورت دو بعدی گرفته می‌شود که این تصاویر با چرخش اندکی در نمونه حاصل می‌شود. با کنار هم گذاشتن این تصاویر و با استفاده از یک نرم‌افزار، می‌توان تصویر سه بعدی از نمونه ترسیم کرد. حذف کنتراست و جابه‌جایی نمونه در این روش تصویربرداری بسیار دشوار است که یک محدودیت و چالش برای این روش محسوب می‌شود، این مشکل در نمونه‌های زیستی که کنتراست پراش کمی دارند حادثر است. اما با پیشرفت‌های اخیر در حوزه اتوماسیون کامپیوترهای متصل به میکروسکوپ این مشکل تا حدی تقلیل یافته است. احتمالاً تا ۵ سال آینده بتوان در توموگرافی HAADF به قدرت تفکیک فضایی زیر یک نانومتر که برای بررسی آژوژل‌ها ضروری است، رسید.

● روش‌های آماده‌سازی نمونه در آژوژل‌ها

آماده‌سازی صحیح نمونه، تضمین‌کننده رسیدن به هدف مطلوب در تصویربرداری است. رایج‌ترین روش برای آماده‌سازی نمونه آژوژل برای تصویربرداری TEM، آسیاب کردن نمونه، دیسپرس کردن آن در یک حلال و در نهایت ریختن نمونه روی گرید کربن فیلم است. معمولاً برای ممانعت از تجمع ذرات، از استون، الکل یا هگزان استفاده می‌شود. استفاده از این حلال‌ها ضروری نیست، در برخی موارد هم منجر به تغییر ساختار آژوژل می‌شود، گاهی هم به دلیل باقی گذاشتن ذرات هیدروکربنی منجر به آلودگی نمونه می‌شود. برای حذف این مشکلات بهتر است در صورت امکان، آژوژل را به روش خشک آسیاب کرد و در نهایت اگر استفاده از حلال ضروری است، حلال‌های مختلفی برای این کار تست شده و حلالی که تاثیر منفی در ساختار آژوژل ندارد، برای این کار انتخاب شود.

نوع گریدی که برای این کار انتخاب می‌شود بستگی به هدف آنالیز دارد. برای بزرگنمایی‌های کم میدان روشن، پراش از ناحیه انتخابی، اندازه‌گیری EDS می‌تواند از هر نوع گرید کربن فیلم استفاده کرد. اما برای EFTEM، EELS، HRTEM و HAADF گرید کربن فیلم هولی ساده مناسب است؛ دلیل این امر آن است که پایداری این نوع گریدها بیشتر از گریدهای پلیمری است، همچنین این نوع گریدها زمینه خالی در اختیار کاربر قرار می‌دهند تا آنالیز موردنظر را انجام دهد.

آژوژل‌های کامپوزیتی که دارای مواد آلی حساس یا نانوذرات کوچک هستند نسبت به حلال یا آسیاب کردن حساس بوده به طوری که خطر جدا شدن نانوذره یا ماده آلی از بدنه آژوژل وجود دارد. در این موارد بهتر است بخشی از نمونه با استفاده از

بدون از دست رفتن انرژی، استفاده می‌شود. در این حالت تمام الکترون‌هایی که به صورت غیرالاستیک پراش یافتند برای خلق تصویر استفاده می‌شود. شکل (۶) تصاویری را از انرژی فیلتر شده آژوژل $K_{\sigma}MnO_{\rho}$ در مدهای فیلتر شده و فیلتر نشده نشان می‌دهد. توزیع Mn در شکل (۶-b) نشان داده شده است. این تصویر توسط الکترون‌هایی که در لبه L فلز Mn، انرژی خود را از دست داده‌اند تشکیل شده است. از این روش برای به دست آوردن توزیع U و O در آژوژل UO_{ρ} استفاده شده است. علاوه بر این، از این روش می‌توان برای به دست آوردن حالت‌های اکسیداسیون و ظرفیت فلزات انتقالی گروه d و f استفاده کرد (شکل ۶-c)، در این شکل توزیع فضایی حالت‌های اشغال نشده d با استفاده از تصویربرداری انرژی فیلتر شده پس از برخی پردازش‌های تصویری انجام شده است. قدرت تفکیک فضایی نهایی در این روش، با استفاده از فناوری TEM فعلی تقریباً ۱ نانومتر است. بزرگترین مزیت روش EFTEM نسبت به پرتو ایکس، سرعت آن است. در کمتر از یک دقیقه می‌توان نقشه عنصری EFTEM را به دست آورد، این در حالی است که با استفاده از پرتو ایکس حداقل یک ساعت زمان نیاز است.

● میکروسکوپ الکترونی عبوری روبش (STEM)

برخی میکروسکوپ‌های TEM امکان تصویربرداری با روبش الکترون در سطح نمونه را دارند، این میکروسکوپ‌ها کماکان قابلیت تصویربرداری رایج TEM را حفظ کرده‌اند. به این میکروسکوپ‌ها STEM گفته می‌شود، آنها می‌توانند مدهای میدان روشن و تاریک را ارائه دهند (شکل ۷)، البته این مدها با مدهای میدان روشن و تاریک رایج از نظر کنتراست تفاوت دارند (شکل ۳). کنتراست در تصاویر میدان روشن STEM تابعی از جرم و ضخامت نمونه است. نمونه‌های غیرکریستالی دارای کنتراست پراش ضعیفی در مود میدان روشن معمولی هستند اما در STEM کنتراست بهتری دارند. در میدان تاریک با زاویه حلقوی (HAADF) تصاویر STEM کنتراست، تابعی از عدد اتمی Z است؛ بنابراین، این روش اغلب برای تولید تصاویر با کنتراست بالا از کاتالیست‌های فلزی با Z کم مورد استفاده قرار می‌گیرد. برای مثال می‌توان از تصویربرداری Pt روی آژوژل کربنی نام برد. شناساگر STEM میدان تاریک حلقوی الکترون‌ها را از زوایای مختلف جمع‌آوری می‌کند این در حالی است که در تصاویر مود تاریک معمولی پرتوهای براگ ویژه‌ای جمع‌آوری می‌شوند. بنابراین ذرات سنگین در تصاویر HAADF و STEM به صورت روشن دیده می‌شوند.

● تصویربرداری سه بعدی

تمامی روش‌هایی که تاکنون درباره آنها بحث شد منجر به تشکیل تصویر دو بعدی می‌شوند. با استفاده از تصویربرداری فضایی می‌توان اطلاعات سه بعدی از آژوژل‌ها به دست آورد. تصاویر فضایی به تصاویری گفته می‌شود که در اثر تیلت نمونه گرفته می‌شود. این تصاویر معمولاً با چرخش ۳ تا ۷ درجه‌ای

پی‌نوشت

۱. کارشناس ارشد فناوری‌نانو، آزمایشگاه فناوری‌نانوکفا
۲. کارشناس مهندسی سرامیک، موسسه تحقیقاتی پرتاووس مشهد
۳. عضو کارگروه تخصصی TEM شبکه آزمایشگاهی فناوری‌نانو
4. Transmission electron microscopy (TEM)
5. Kistler
6. Monsanto
7. Fumed
8. Stanislaus Teichner
9. Claud Bernard
10. Interior surface
11. Hydrophobic
12. Hydrophilic
13. Bright Filed
14. Saxsee
15. High-resolution transmission electron microscopy (HRTEM)
16. Energy-dispersive X-ray spectroscopy (EDS)
17. Electron energy loss spectroscopy (EELS)
18. Energy-filtered transmission electron microscopy (EFTEM)

مراجع

- [1] <http://en.wikipedia.org/wiki/Aerogel>
- [2] <http://www.nano.ir/papers/attach/820.pdf>
- [3] Rhonda M. Stroud, Jeffrey W. Long, Jeremy J. Pietron, Debra R. Rolison Journal of Non-Crystalline Solids 350 (2004) 277–284

چاقوی تیزی برش خورده و درون یک اپوکسی رسانا قرار گیرد و در نهایت روی گرید گذاشته شود. از آنجایی که چنین نمونه‌ای برای تصویربرداری بسیار ضخیم است لذا باید به قدری نازک شود که پرتو الکترونی از آن عبور کند. در تصویربرداری از این نمونه‌ها امکان باردار شدن سطح وجود دارد که برای کاهش این بار می‌توان از اپرچر آبجکتیو استفاده کرد. این اپرچر می‌تواند بار سطح را متعادل کند. لازم به ذکر است که وجود دوربین دیجیتال می‌تواند مشکل گرم شدن و ناپایداری گرمایی را در نمونه‌های آئروژل کاهش دهد زیرا در صورت استفاده از دوربین دیجیتال پرتو با شدت کم برای تصویربرداری مورد نیاز است که این موضوع گرم شدن نمونه را به حداقل می‌رساند. یک روش دیگر برای کاهش مشکل برهم‌کنش پرتو با نمونه، این است که از روی نمونه یک نسخه کپی تهیه شود و به جای خود نمونه کپی آن مورد استفاده قرار گیرد. تهیه این نوع کپی‌ها در آماده‌سازی نمونه‌های زیستی و پلیمر بسیار رایج است [۳].

نتیجه‌گیری

استفاده از دستگاه TEM در مطالعه آئروژل‌ها، اطلاعات مفیدی مانند توزیع ذرات و حفرات سطح آن را فراهم می‌کند اما از آنجایی که هدایت گرمایی و الکتریکی آئروژل‌ها کم است، در حالت میدان روشن نمی‌توان تمام اطلاعات موردنظر را به‌دست آورد. از این رو روش‌های دیگری مانند HRTEM، EELS، EFTEM و HAADF می‌تواند برای استخراج اطلاعات مختلف در این زمینه به کار گرفته شود.

نویسندگان

مریم علیزاده ذوالبین^۱،
سمانه غفرانی^۲،
مهین هوشیارصادقیان^۳،
مریم خانی نور^۴

maryamalizadeh1982@
gmail.com



چکیده

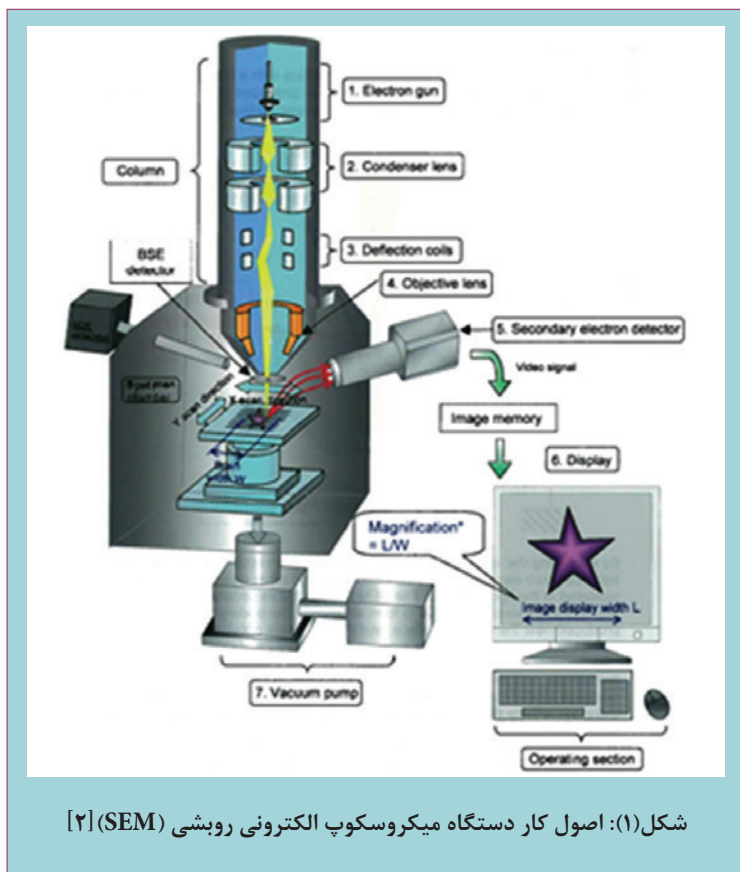
امروزه دستگاه میکروسکوپ الکترونی روبشی به‌عنوان یکی از مهم‌ترین روش‌های بررسی مواد مختلف شناخته شده‌است که توانایی بررسی مواد شامل مواد زیستی، پلیمرها، فلزات، سرامیک‌ها و غیره را دارا بوده و در گستره وسیعی از زمینه‌های مختلف کاربرد دارد. با پیشرفت روش‌ها و ابزارهای الکترونیکی، استفاده از این دستگاه حتی آسان‌تر هم شده‌است و هر شخصی با کسب آموزش جزئی، توانایی کار با این دستگاه را خواهد داشت. البته، ممکن است در ابتدای کار با دستگاه میکروسکوپ الکترونی روبشی، تصاویر مطلوب حاصل نشود که باید اختلالات جزئی که در حین کار به‌وجود می‌آید، توسط کاربر دستگاه رفع شده تا نتیجه مطلوب حاصل شود. در این مقاله تلاش بر این است که به یک‌سری از اختلالات رایجی که در حین کار با دستگاه میکروسکوپ الکترونی روبشی به‌وجود می‌آید و همچنین چگونگی رفع این اختلالات پرداخته شود تا به حداکثر نتیجه مطلوب از نمونه برسیم. علاوه بر این، تصاویر مربوط به هر یک از اشکالاتی که به‌وجود می‌آید، آورده می‌شود تا به درک بهتر مطالب کمک کند. امید است که این مقاله کمکی باشد برای کسانی که در حال حاضر از دستگاه میکروسکوپ الکترونی روبشی استفاده می‌کنند و یا در آینده استفاده خواهند کرد.

واژه‌های کلیدی

میکروسکوپ الکترونی روبشی، اختلالات، مواد زیستی، پلیمرها، فلزات، سرامیک‌ها

چگونگی رفع اختلالات تصویری ایجاد شده در میکروسکوپ الکترونی روبشی

به‌طور خلاصه، دستگاه SEM ابزاری است که در آن، یک باریکه الکترونی متمرکز، سطح نمونه را در محیط خلأ روبش کرده و یک‌سری اطلاعات در مورد نمونه، شامل تصویر و آنالیز شیمیایی را ارائه می‌دهد. در اصل پس از برخورد باریکه الکترونی با سطح نمونه، سیگنال‌های برگشتی شامل الکترون‌های ثانویه^۱ الکترون‌های برگشتی^۲، طیف پرتو ایکس و دیگر سیگنال‌های مختلف هستند که نتیجه حاصل از الکترون‌های ثانویه و الکترون‌های برگشتی به‌صورت تصویری و نتیجه حاصل از طیف پرتو ایکس به‌صورت مجموعه‌ای از پیک‌های عناصر مختلف ارائه می‌شود (شکل ۱) [۲].



شکل (۱): اصول کار دستگاه میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM) [۲]

با استفاده از تصاویر مربوط به الکترون‌های ثانویه می‌توان به اطلاعات کامل مربوط به توپوگرافی و مورفولوژی نمونه پی برد و از تصاویر مربوط به الکترون‌های برگشتی نیز می‌توان اطلاعات مربوط به توزیع فازها و ترکیبات شیمیایی موجود در نمونه را به‌دست آورد. همچنین از طریق بررسی طیف پرتو ایکس می‌توان به اطلاعات دقیق‌تر مربوط به ترکیب شیمیایی نمونه به‌صورت کیفی و کمی پی برد. لازم به ذکر است که تنها دانستن تئوری کار با این دستگاه به‌منظور رسیدن به نتیجه دلخواه کافی نبوده و برای رسیدن به هدف موردنظر، دانستن یک‌سری تجربیات در مورد رفع برخی اشکالاتی که در حین کار با دستگاه ایجاد می‌شود، لازم و ضروری است که در ادامه مطلب به شرح آن‌ها خواهیم پرداخت [۲].

لزوم رفع اختلالات تصویری ایجاد شده در دستگاه میکروسکوپ الکترونی روبشی

جدول (۱): اشکالات عمومی تصویری ایجاد شده در دستگاه میکروسکوپ الکترونی روبشی و عوامل موثر بر آن‌ها [۳]

عوامل موثر	اثر تصویری
نمونه روی جانمونه‌ای ثابت نشده‌است.	حرکت تصویر
پیچ مربوط به جانمونه‌ای محکم نشده‌است.	
جانمونه‌ای به‌درستی روی پایه محفظه جانمونه‌ای قرار نگرفته‌است.	
پایین بودن جریان نوردهی زمینه که با استفاده از بالا بردن جریان لنزها اصلاح می‌شود.	نوسان تصویر
بالا تر و یا پایین تر بودن فاصله کاری از حد معمول	
تنظیم نبودن محور اپتیکی	فوکوس ^۸ نبودن تصویر
آلوده بودن روزنه شیئی	

دستگاه SEM، نقش کلیدی را در بررسی مواد و روش‌های جدید آنالیز ناخالصی‌های ناخواسته و کنترل کیفیت فرآیندهای مختلف ایفا می‌کند. اگرچه یادگیری کار با دستگاه میکروسکوپ الکترونی روبشی نسبتاً آسان است ولی داشتن تجربه کم برای کار با دستگاه موجب می‌شود به نتیجه مطلوب نرسیم. با دانستن کاستی‌های موجود در حین کار با دستگاه، اپراتور می‌تواند با انجام تنظیمات و یا اصلاح آماده‌سازی نمونه، این کاستی‌ها را برطرف کرده و به تصویر با کیفیت مطلوب دست یابد [۱].

اشکالات تصویری ایجاد شده در حین کار با دستگاه SEM شامل موارد زیر است [۳]:

۱. پایین بودن وضوح و کیفیت کلی تصویر؛
۲. تصویر متحرک و ناپایدار؛
۳. تصویر نویزدار؛
۴. تصویر لبه‌دار و دندان‌دار؛
۵. وجود کنتراست غیرمعمول در تصویر؛
۶. تصویر تغییر شکل داده و موج.

در جدول (۱)، اشکالات عمومی ایجاد شده در این دستگاه و چگونگی برطرف کردن آن‌ها آورده شده‌است.

انواع اختلالات تصویری ایجاد شده در میکروسکوپ الکترونی روبشی

انواع مختلفی از اشکالات تصویری حین کار با دستگاه میکروسکوپ الکترونی روبشی وجود دارد. به طور کلی، اشکالات تصویری اساسی ایجاد شده در کار با این دستگاه یا به شکل نقص در ابزار موجود بوده و یا قسمت عمده تر آن مربوط به پایین بودن تجربه اپراتور، ضعف مربوط به آماده سازی نمونه و یا اشکالات خارجی ایجاد شده، مثل وجود لرزش در محیط کار دستگاه است. البته این اشکالات به راحتی قابل حل بوده و با اصلاحات اعمالی توسط اپراتور نتیجه دلخواه حاصل خواهد شد. عوامل موثر بر کیفیت نتیجه حاصل، شامل موارد زیر است [۳]:

○ تاثیر برهم کنش میان نمونه و الکترون ها بر کیفیت تصویر

- ▶ تاثیر ولتاژ شتاب دهنده، قطر و جریان پروب و اثر لبه بر کیفیت تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی؛
- ▶ تاثیر عوامل سخت افزاری شامل تیلت نمونه (زاویه تیلت)، حضور لنز^۹ BSD و شارژ الکتریکی بر کیفیت تصاویر؛
- ▶ تخریب نمونه توسط باریکه الکترونی؛
- ▶ آلودگی ناشی از برخورد باریکه الکترونی.

○ تاثیر عوامل خارجی

- ▶ تاثیر اپراتور؛
- ▶ روش آماده سازی نمونه؛
- ▶ روش پوشش دهی؛
- ▶ وجود لرزش و یا امواج مغناطیسی در محیط کاری دستگاه.

○ تاثیر اشکالات ابزاری

- ▶ فاصله کاری، آستیگماتیسم، روشنایی و کنتراست و قطر روزنه شیئی؛
- ▶ گرم نبودن فیلامان؛
- ▶ تخلیه یا دشارژ شناساگر؛
- ▶ سوختن و یا آلوده بودن CRT^{۱۰}.

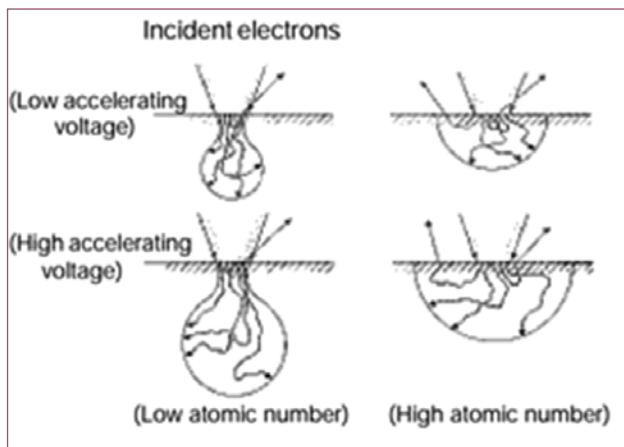
○ تاثیر برهم کنش میان نمونه و الکترون ها بر کیفیت تصویر

▶ تاثیر ولتاژ شتاب دهنده روی کیفیت تصویر

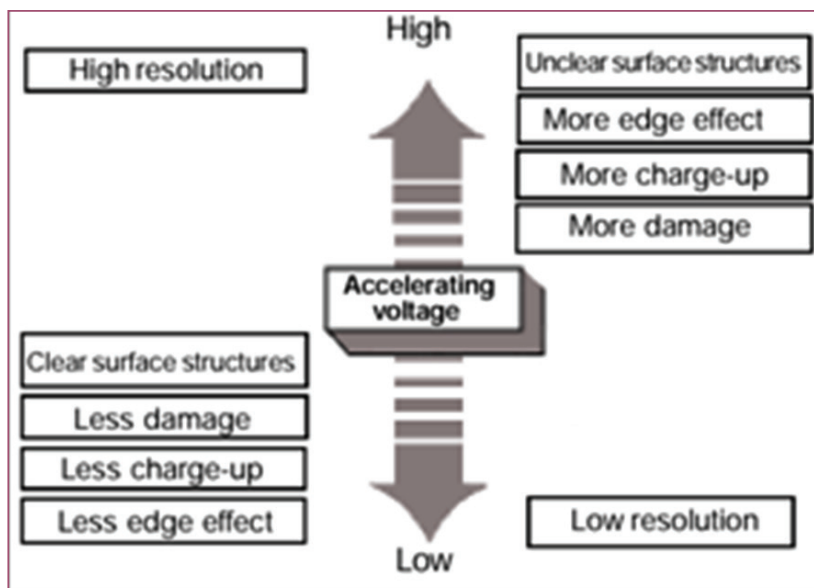
به صورت تئوری، اگر فقط قطر پروب الکترون را در نظر بگیریم، با افزایش ولتاژ شتاب دهنده، قطر پروب کوچک تر می شود (شکل ۳). اما افزایش ولتاژ هم برخی ایراداتی را ممکن است به همراه داشته باشد. برخی از این اختلالات شامل فقدان جزئیات ساختارهای سطح نمونه، وجود اثر لبه، احتمال شارژ بیشتر و احتمال تخریب نمونه هستند. ولتاژی که انتخاب می شود به شدت به نمونه و تا حدی به بزرگنمایی مورد نظر بستگی دارد. برای مثال وقتی بزرگنمایی بالا مورد نیاز باشد و نمونه به سادگی تحت نفوذ پرتو قرار نگیرد، ولتاژ بالاتر مناسب است. باید در نظر داشت که اندازه ولتاژ، مقدار بهینه ای دارد چرا که در مقادیر بالا، به جای بررسی سطح، لایه زیرین مورد اصابت الکترون ها قرار می گیرد و همچنین احتمال تخریب نمونه وجود دارد (شکل ۲) [۳].

به طور کلی در میکروسکوپ الکترونی روبشی برای تصویربرداری، از ساختارهای سطحی ظریف تر و همچنین از ولتاژ شتاب دهنده پایین تر استفاده می شود. در ولتاژ شتاب دهنده بالاتر، ناحیه نفوذ بزرگتر شده و ایجاد سیگنال های اضافی و غیر ضروری

از نمونه می کند (مثل الکترون های برگشتی) که این سیگنال ها از کنتراست تصویر کاسته و مانع دیدن ساختارهای سطحی ظریف می شود. همچنین استفاده از ولتاژ شتاب دهنده پایین برای نمونه های با تراکم و دانسیته کمتر مطلوب است (شکل ۴) [۳].



شکل (۲): برخورد و نفوذ الکترون ها [۳].



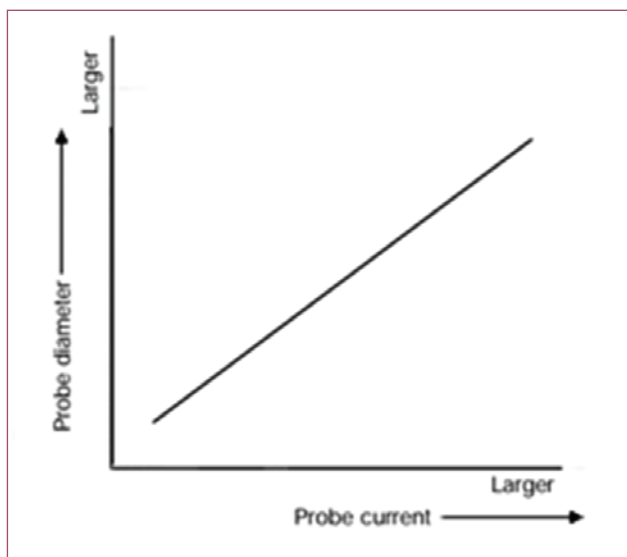
شکل (۳): اثر ولتاژ شتاب‌دهنده [۳].



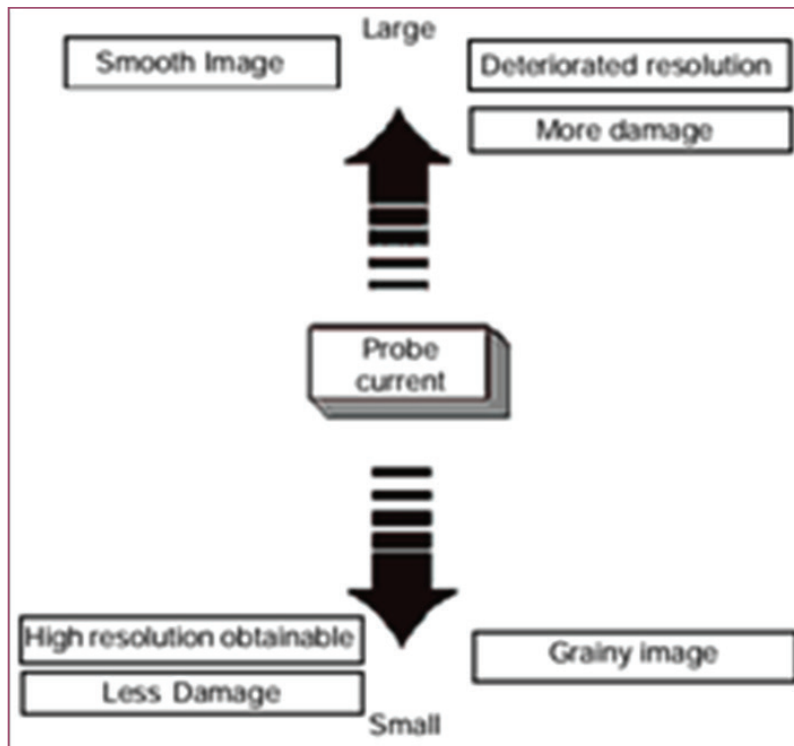
شکل (۴): اثر ولتاژ شتاب‌دهنده (الف) در ولتاژ بالا دیدن ساختارهای سطحی مقدور نیست و سطح نمونه شارژ دارد (ب) ریزساختارهای سطحی با استفاده از ولتاژ پایین مشاهده می‌شوند [۳].

تأثیر جریان پروب و قطر پروب بر کیفیت تصویر

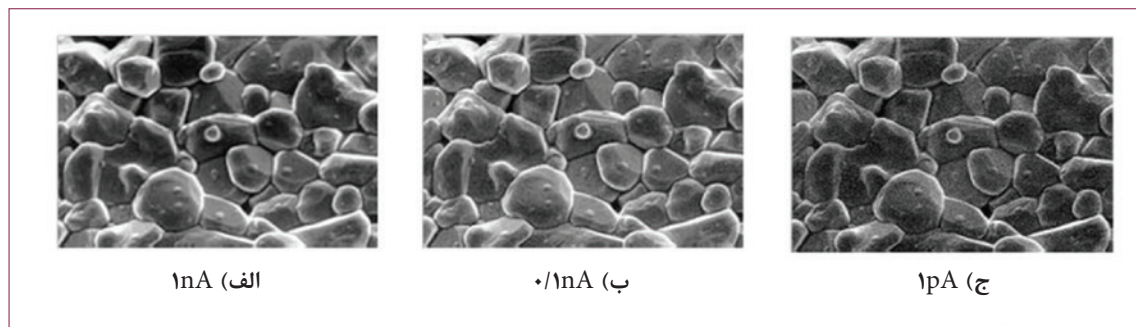
در میکروسکوپ الکترونی روبشی، هرچه قطر پروب الکترونی کوچک‌تر باشد، قدرت تفکیک و وضوح تصویر بیشتر است (شکل ۶). یکنواختی تصویر که با نسبت S/N سنجیده می‌شود، به جریان پروب بستگی دارد. ارتباط جریان پروب و قطر پروب در شکل (۵) نشان داده شده است. مشاهده می‌شود که هرچه جریان پروب کمتر باشد، قطر آن نیز کوچک‌تر می‌شود. براین اساس، انتخاب جریان مناسب برای شرایط مختلف از نظر بزرگنمایی و وضوح (شامل ولتاژ شتاب‌دهنده، تیلت نمونه و غیره) و نوع نمونه ضروری است (شکل ۷) [۳].



شکل (۵): ارتباط بین جریان پروب و قطر پروب [۳]



شکل (۶): تاثیر جریان پروب [۳]

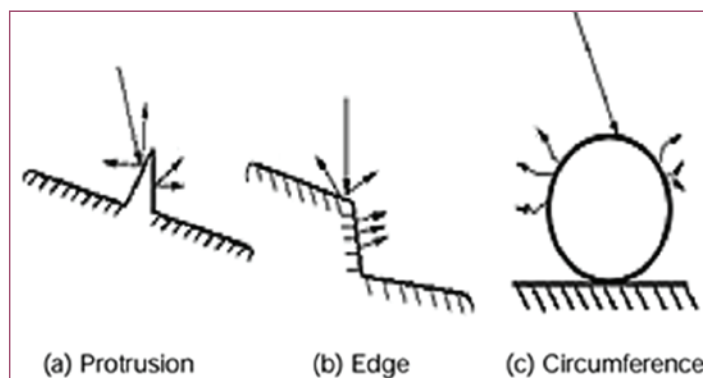


شکل (۷): هرچه جریان پروب کمتر باشد، تصویر واضح تر است اما صافی و یکنواختی سطح از بین می‌رود (نمونه سرامیکی).

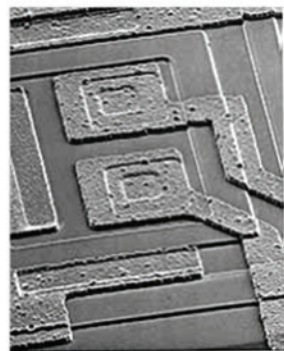
انتشار الکترون‌های ثانویه از سطح نمونه بسیار به زاویه برخورد پروب به سطح نمونه وابسته است به طوری که هرچه زاویه بیشتر باشد، انتشار الکترون بیشتر خواهد بود (شکل ۸). سطوح نمونه‌ها معمولاً ناصاف و دارای پستی و بلندی هستند که همین امر سبب ایجاد کنتراست در تصاویر به دست آمده توسط الکترون‌های ثانویه می‌شود. میزان اثر لبه به ولتاژ شتاب‌دهنده بستگی دارد. هرچه ولتاژ کمتر باشد، عمق نفوذ الکترون‌های برخوردی کمتر می‌شود که این امر باعث کاهش روشنایی لبه و دی‌دن ریزساختار موجود می‌شود. تصاویر الکترون‌های ثانویه عموماً حاوی مقادیری از سیگنال‌های الکترون‌های برگشتی هستند. براین اساس، اگر جهت تیلت سطح نمونه و مکان شناساگر الکترون‌های ثانویه با هم منطبق باشد الکترون‌های برگشتی بیشتری از قسمت تیلت شده، ترکیب شده که باعث روشن تر شدن تصویر می‌شود (شکل ۹) [۳].

▶ اثر لبه بر کیفیت تصویر

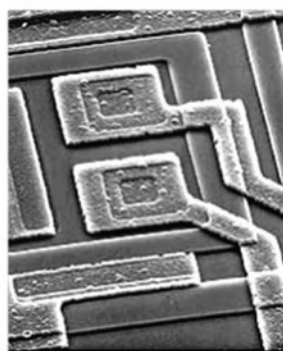
از میان فاکتورهای کنتراست در الکترون‌های ثانویه، اثر تیلت و اثر لبه به دلیل مورفولوژی سطح نمونه ایجاد می‌شوند.



شکل (۸): اثر لبه انتشار الکترون ثانویه از سطوح مختلف، متفاوت است [۳].



الف) زاویه چرخش ۵°، ۷۲۰، ۱۵kV



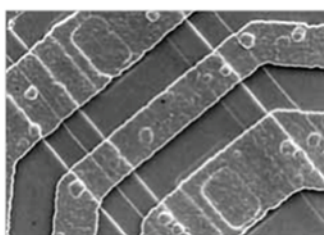
ب) زاویه چرخش ۵°، ۷۲۰، ۵kV

شکل (۹): هرچه ولتاژ شتاب‌دهنده بیشتر باشد، اثر لبه بیشتر بوده و لبه‌ها روشن‌تر دیده می‌شوند (نمونه IC) [۳].

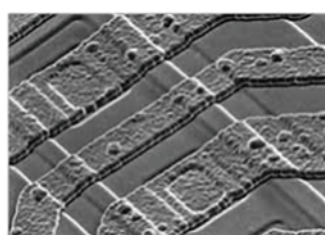
تیلت یا زاویه دادن نمونه

این است که نمونه تیلت شده برجستگی‌ها را بهتر نمایان می‌سازد. زمانی که نمونه تیلت می‌شود، طول‌های متفاوتی از آن دیده می‌شود که با حالت عادی و بدون تیلت فرق دارد. تیلت نمونه تا جایی ادامه می‌یابد که بین مقدار الکترون برخوردی و مقدار الکترون‌های خروجی از نمونه تعادل برقرار شود (برای نمونه‌های مختلف، متفاوت است) [۳].

تیلت نمونه با اهدافی شامل بهبود کیفیت تصاویر الکترون ثانویه، دستیابی به تصاویری متفاوت از نمونه تیلت نشده یعنی تصاویری که به لحاظ توپوگرافی و جهت متفاوت هستند و تصویربرداری سه بعدی، صورت می‌گیرد. شکل (۱۰)، تصاویر نمونه بدون تیلت و با تیلت ۴۵ درجه را نشان می‌دهد. مقایسه دو تصویر نشان‌دهنده

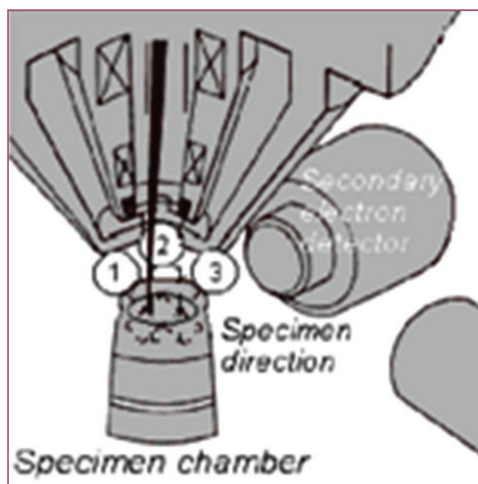


الف) زاویه چرخش صفر درجه



ب) زاویه چرخش ۴۵ درجه

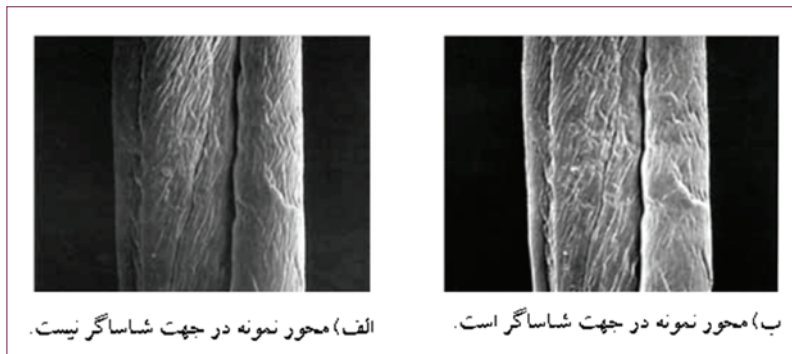
شکل (۱۰): به وسیله تیلت، کناره‌ها بهتر دیده می‌شود زیرا میزان سیگنال‌های برگشتی بیشتر می‌شود (نمونه IC) [۳].



شکل (۱۱): مکان شناساگر و جهت نمونه [۳]

همچنین گاهی در تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی، قضاوت در مورد شکل توپوگرافی نمونه مشکل است. در چنین مواردی استفاده از تصاویر سه بعدی، بررسی نمونه را تسهیل می‌کند. به علاوه تصویر سه بعدی گاهی دستیابی به اطلاعات ساختاری را نیز ممکن می‌سازد. برای تصویربرداری سه بعدی، همان نقطه از نمونه را که تصویر آن مدنظر است، ۵ تا ۱۵ درجه تیلت می‌کنیم؛ سپس برای مشاهده عکس، از عینک سه بعدی استفاده می‌شود [۳].

از طرفی، به صورت تئوری مقدار الکترون ثانویه تولید شده از نمونه، زمانی که باریکه به آن برخورد می‌کند، به زاویه برخورد باریکه الکترونی بستگی دارد. بنابراین بسته به اینکه نمونه تیلت شده در جهت شناساگر الکترون‌های ثانویه قرار داشته باشد یا در مقابل آن، روشنایی تصویر نهایی متفاوت خواهد بود. مثلاً برای نمونه بلند، روشنایی بین قسمت روبرویی شناساگر و قسمت مخالف آن متفاوت است. در چنین مواردی، اگر محور طولی نمونه در راستای شناساگر قرار گیرد، روشنایی یکنواخت‌تر خواهد بود (شکل‌های ۱۱ و ۱۲) [۳].

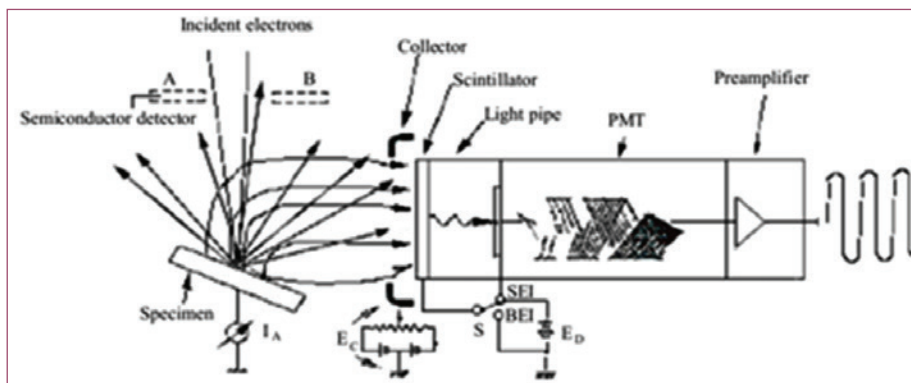


شکل (۱۲): قرار دادن محور طولی نمونه در جهت شناساگر الکترون‌های ثانویه باعث می‌شود سمت راست و چپ نمونه یکسان روشن شود (نمونه فیبر) [۳]

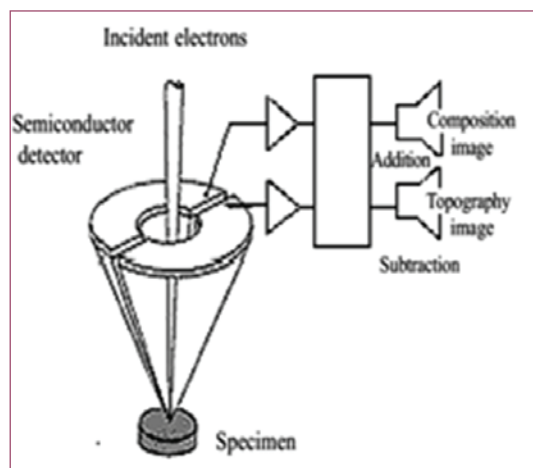
الکترون‌های برگشتی شامل دو نوع اطلاعات است، یکی تفکیک فازها و دیگری توپوگرافی نمونه. به‌منظور تفکیک این دو، از یک جفت شناساگر نیمه‌هادی متقارن استفاده می‌شود که در صورت حضور این شناساگرها ترکیب نمونه مشخص می‌شود و بدون وجود شناساگر، توپوگرافی نمونه به‌دست می‌آید (شکل‌های ۱۳، ۱۴ و ۱۵). ناحیه‌ای که الکترون‌های برگشتی تولید می‌شوند بزرگ‌تر از ناحیه‌ای است که الکترون‌های ثانویه به‌وجود می‌آیند. براین اساس، الکترون‌های برگشتی قدرت تفکیک‌پذیری کمتری دارند اما به‌دلیل داشتن انرژی بیشتر، کمتر تحت تاثیر شارژ نمونه و آلودگی آن قرار می‌گیرند (شکل ۱۶) [۳].

استفاده از سیگنال‌های الکترون برگشتی

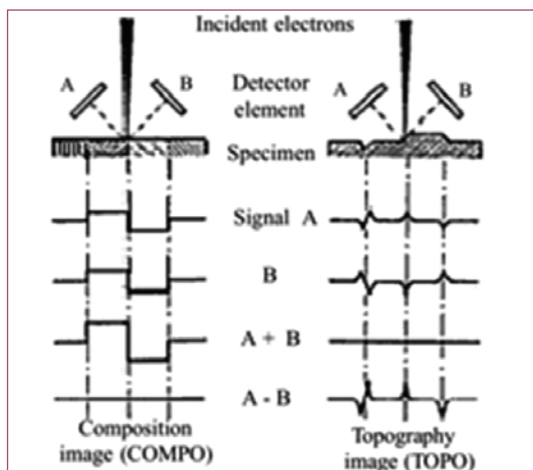
اگرچه تصاویر به‌دست آمده از الکترون‌های ثانویه بسیار مفید و پرکاربرد است اما تصاویر به‌دست آمده با استفاده از الکترون‌های برگشتی نیز اطلاعات مفیدی را ارائه می‌دهند. الکترون‌های برگشتی بسته به نوع ترکیب و توپوگرافی سطحی در مقدار و جهت، متفاوت هستند. کنتراست تصویر حاصل از الکترون‌های برگشتی به موارد زیر بستگی دارد: ۱- سرعت تولید الکترون که به میانگین عدد اتمی نمونه وابسته است، ۲- زاویه الکترون‌های برگشتی روی سطح نمونه، ۳- تغییر در شدت الکترون برگشتی با تغییر زاویه برخورد پروب الکترون به نمونه. تصاویر حاصل از



شکل (۱۳): شناساگر الکترون ثانویه [۳].



شکل (۱۴): شناساگر الکترون‌های برگشتی [۳]



شکل (۱۵): اصول تصویربرداری از ترکیب و توپوگرافی [۳].



الف) تصویر الکترون‌های ثانویه

ب) تصویر الکترون‌های برگشتی

شکل (۱۶): تصاویر حاصل از الکترون‌های ثانویه و برگشتی آلیاژ قلع

اثر شارژ الکتريکی

برای اجتناب از پدیده شارژ الکتريکی، معمولاً روی نمونه‌های غیرهادی یک پوشش فلزی اعمال می‌شود. اگر با اعمال پوشش فلزی باز هم مشکل شارژ الکتريکی وجود داشته باشد، برای کاهش شارژ از روش‌هایی همچون کم کردن جریان پروب، کاهش ولتاژ شتاب‌دهنده و اعمال پوشش فلزی روی سطح نمونه استفاده می‌شود [۳].

وقتی باریکه الکترونی به‌طور مسستقیم به نمونه غیرسانا برخورد کند، الکترون‌های با بار منفی آن به‌صورت موضعی تجمع کرده و بنابراین انتشار الکترون‌های ثانویه درست صورت نمی‌گیرد. این شارژ الکتريکی موجب ایجاد برخی پدیده‌های عجیب، نظیر کنتراست غیرطبیعی و خراب شدن تصویر می‌شود (شکل ۱۷).



الف) نمونه با شارژ الکتريکی

ب) نمونه بدون شارژ الکتريکی

شکل (۱۷): اثر شارژ الکتريکی در نمونه پای ملخ [۳]

یا مشابه آن) استفاده شود (شکل ۱۸). در مورد پودرها، اگر ذرات پودر روی هم قرار گرفته باشند پدیده شارژ اتفاق افتاده و هنگام تصویربرداری، ذرات، حرکت می‌کنند. به‌منظور جلوگیری از این امر، پس از چسباندن پودر، با دمیدن هوا روی آن ذرات اضافی و سست حذف می‌شوند. همچنین نوع چسب در نگه داشتن پودر بسیار اهمیت دارد (شکل ۱۹) [۳].

در مورد تصویربرداری از نمونه‌های بیولوژیکی، پارچه‌ای و پودری معمولاً تصاویر به شکل برخی نقاط تیره و روشن هستند که این امر به‌خاطر وجود شارژ الکتريکی در چنین نمونه‌هایی است. برای اجتناب از این امر باید سطح نمونه به‌صورت کاملاً یکنواخت هدایت الکتريکی داشته باشد که می‌توان بعد از چسباندن و ثابت شدن نمونه روی استاپ، از چسب هادی (کربن

تخریب نمونه توسط باریکه الکترونی

در مورد نمونه‌های با فشار بخار پایین، با برخورد باریکه الکترونی به سطح نمونه، معمولاً نمونه بسته به جنس آن دچار آسیب جدی و یا جزیی می‌شود. این آسیب معمولاً در اثر واکنش شیمیایی، در نقطه برخورد بین الکترون‌ها و نمونه و به صورت بالا رفتن حرارت نمونه در آن نقطه ایجاد می‌شود (شکل ۲۱). معمولاً افزایش حرارت به وجود آمده در اثر این برخورد به عواملی همچون ولتاژ شتاب‌دهنده و مقدار مصرف آن، منطقه و زمان روبش و میزان هدایت حرارتی نمونه بستگی دارد [۳]. برای محاسبه عوامل افزایش حرارت نمونه در یک نقطه می‌توان از فرمول زیر استفاده نمود [۴]:

$$\Theta m = 1.14 \frac{la.V}{C.d}$$

Θm : مقدار افزایش حرارت بر حسب درجه سانتی‌گراد

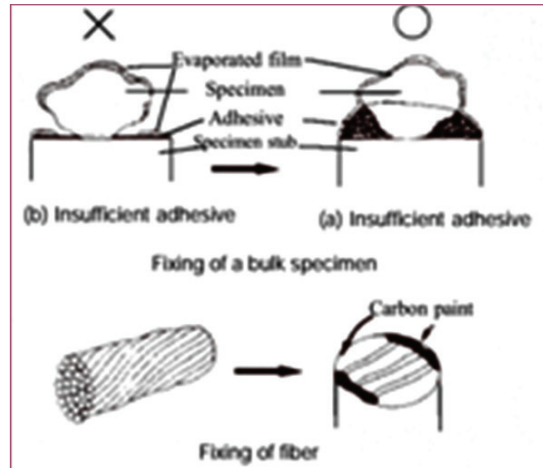
la : جریان جذب شده توسط نمونه بر حسب μm

V : ولتاژ شتاب‌دهنده بر حسب kV

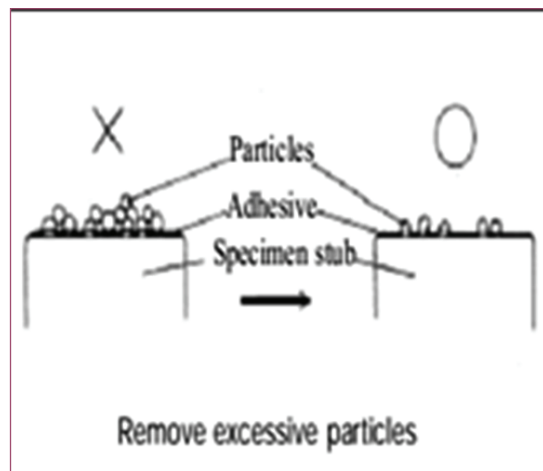
C : هدایت حرارتی نمونه ($J.cm^{-1}.S^{-1}.^{\circ}C^{-1}$)

d : قطر پروب بر حسب μm هستند

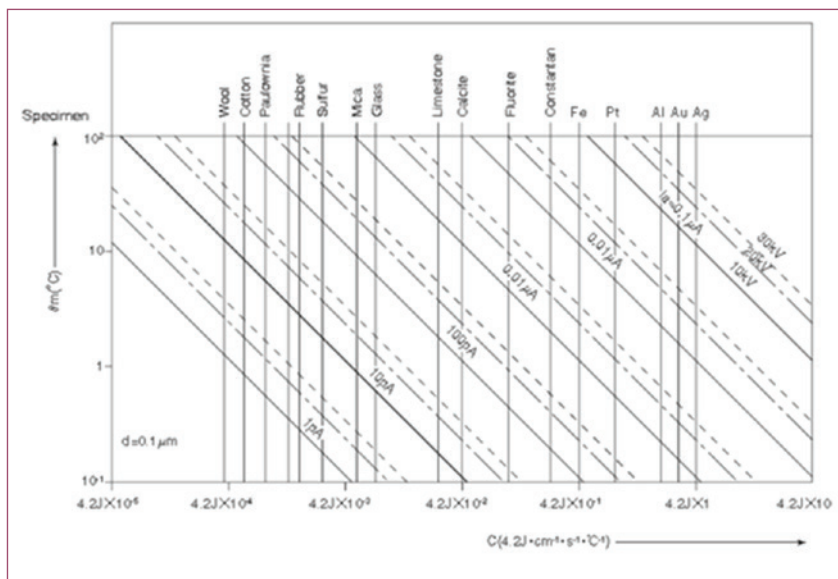
اگر قطر پروب $0.1 \mu m$ باشد، نمودار افزایش حرارت نمونه مطابق شکل (۲۰) خواهد بود. معمولاً نمونه‌های پلیمری و مواد زیستی که مقاومت آن‌ها در برابر گرما بسیار ضعیف است دچار آسیب ناشی از تخریب نمونه می‌شوند. به منظور جلوگیری از تخریب نمونه توسط باریکه الکترونی، می‌توان به مواردی چون پایین آوردن ولتاژ شتاب‌دهنده، پایین آوردن شدت جریان باریکه الکترونی، کم کردن زمان تصویربرداری حتی اگر شفافیت تصویر کاهش یابد، گرفتن تصاویر در بزرگنمایی‌های پایین، تنظیم آستیگماتیسم و روشنایی و کنتراست تصویر در یک نقطه و تصویربرداری سریع در نقطه دیگر و ایجاد پوشش فلزی روی نمونه که باعث افزایش هدایت الکتریکی و هدایت حرارتی نمونه می‌شود، اشاره نمود [۴].



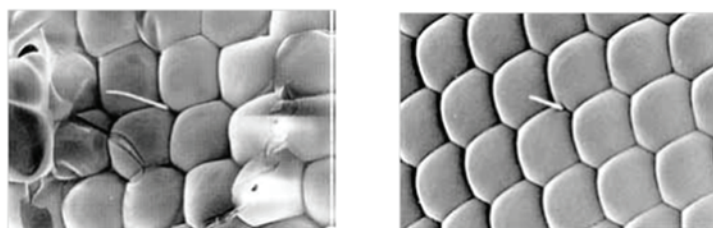
شکل (۱۸): طرز قرارگیری نمونه بیولوژیکی یا پارچه‌ای روی جانمونه‌ای [۳]



شکل (۱۹): طرز صحیح قرار گرفتن نمونه پودری روی جانمونه‌ای [۳]



شکل (۲۰): نمودار افزایش حرارت نمونه بر حسب هدایت حرارتی [۴]

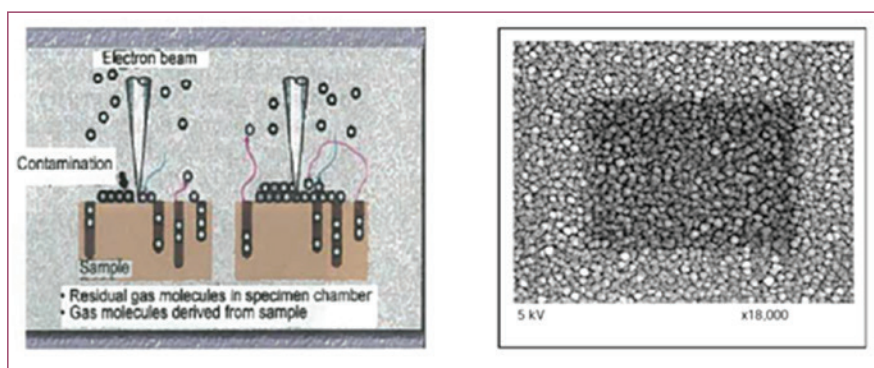


ب) نمونه بدون تاثیر باریکه الکترونی الف) نمونه تخریب شده توسط باریکه الکترونی

شکل (۲۱): در صورتی که مدت زمان بررسی و بزرگنمایی بالا باشد ممکن است نمونه تخریب شود (نمونه چشم حشره) [۳]

آلودگی ناشی از برخورد باریکه الکترونی

در اثر برخورد باریکه الکترونی به نمونه برای مدت زمان طولانی، ممکن است تصویر وضوح اولیه خود را از دست داده و تیره شود (شکل ۲۲). این امر به سبب گاز باقی مانده در اطراف نمونه مورد بررسی است. عواملی که باعث ایجاد گاز در محفظه نمونه و منجر به آلودگی می شوند شامل گاز ایجاد شده از خود دستگاه و گاز ایجاد شده از نمونه است [۳].



شکل (۲۲): اثر آلودگی ناشی از برخورد باریکه الکترونی [۳ و ۴]

برای جلوگیری از آلودگی نمونه می توان اقدامات زیر را به کار برد [۳]:

۱. استفاده از حداقل مقدار چسب کربن دو طرفه یا هر نوع چسب دیگر و خشک کردن کامل آن قبل از قرار دادن نمونه داخل دستگاه؛
۲. گرم کردن و خارج کردن گاز نمونه به وسیله پیش خلأ قبل از قرار دادن نمونه داخل دستگاه؛
۳. کوچک نمودن سایز نمونه ها تا حد ممکن؛
۴. اعمال پوشش هادی مناسب به لحاظ ضخامت؛
۴. انجام تصویربرداری و اسکن تصویر در حداقل زمان ممکن.

تاثیر عوامل خارجی

تاثیر اپراتور

مواردی در کار با دستگاه میکروسکوپ الکترونی روبشی وجود دارد که با تنظیم بهینه آنها توسط اپراتور می توان به بهتر شدن کیفیت تصویر کمک زیادی کرد. مهارت اپراتور در تنظیم روشنایی و کنتراست تصویر، نقش بسزایی را در حصول یک تصویر با کیفیت، از نمونه ایفا می کند. همچنین فوکوس دقیق تصویر توسط اپراتور بسیار مهم است. به همین منظور، بهتر است برای گرفتن تصویر نمونه در یک بزرگنمایی خاص، فوکوس کردن آن در بزرگنمایی های بالاتر انجام شود تا از دقیق بودن آن مطمئن بود. از دیگر مواردی که اپراتور می تواند به حصول کیفیت مطلوب کمک کند، سرویس و تمیز کردن به موقع دستگاه، تعویض به موقع ماده رطوبت گیر، کنترل دما و رطوبت محیط اطراف دستگاه

و اطمینان از چگونگی صحیح تعویض فیلامان و چگونگی نصب آن است که اگرچه جزئی به نظر می رسد ولی تاثیر بسزایی در کیفیت نتایج خواهند داشت.

روش آماده سازی نمونه

نمونه هایی که داخل دستگاه میکروسکوپ الکترونی روبشی قرار می گیرند باید کاملاً خشک و عاری از هرگونه خواص مغناطیسی باشند؛ همچنین نمونه باید دارای رسانایی بالا و در ابعاد مناسب بوده تا هم به نتیجه مورد نظر دست یافت و هم دستگاه را از هرگونه آسیبی حفظ کرد. انواع مختلفی از نمونه ها وجود دارند که شرایط فوق را دارا نیستند. برای مثال، بیشتر نمونه های مورد استفاده نارسا و دارای مقادیر کمی از مایعات بوده و یا کاملاً

به نمونه‌های فلزی و سرامیکی، پودرها و یا موادیستی می‌توان استفاده نمود [۶].

روش پوشش‌دهی

به‌طور کلی، اعمال پوشش روی نمونه‌های مورد استفاده در آنالیز میکروسکوپ الکترونی روبشی به دو منظور، ۱- جلوگیری از شارژ الکتریکی سطح نمونه و ۲- افزایش گسیل الکترون ثانویه انجام می‌شود. به این معنی که برای نمونه‌های نارسانا یا نیمه‌رسانایی که دارای هدایت الکتریکی مناسبی نیستند، لایه نازکی از پوشش‌هایی نظیر کربن، طلا، طلا/پالادیوم، پلاتین و کروم روی نمونه اعمال می‌شود تا رسانایی مورد نیاز برای بررسی نمونه‌ها، با استفاده از میکروسکوپ الکترونی روبشی تامین شود. برای پوشش‌دهی، معمولاً با توجه به نوع اطلاعاتی که از نمونه مورد نیاز است، اعم از تصویربرداری و یا تشخیص ترکیب شیمیایی، دو روش تبخیر در محیط خلأ و روش کندوپاش مورد استفاده قرار می‌گیرد. یک امر مهم در اعمال پوشش‌دهی، دقت در اندازه ضخامت لایه ایجاد شده، است. معمولاً پوشش‌های عملی چیزی در کمتر از ۱۰ نانومتر است که با توجه به جنس و میزان هدایت الکتریکی ماده، ممکن است کم یا زیاد شود. اما اگر ضخامت لایه موردنظر بیش از اندازه معمول باشد، معمولاً ساختار پوشش‌های عملی، قابل رویت خواهد بود و اگر کمتر از میزان مورد نیاز باشد با پدیده شارژ الکتریکی مواجه خواهیم شد [۷ و ۹].

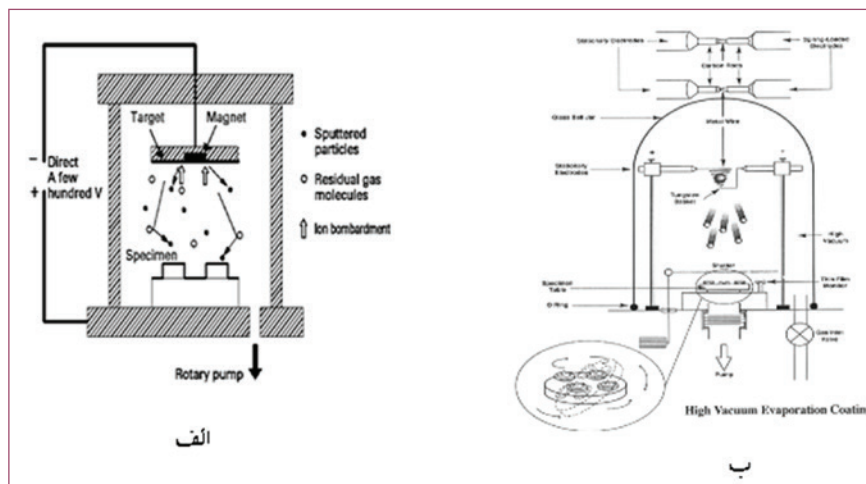
معمولاً دستگاه کندوپاش برای دستیابی به تصاویر با کیفیت از مورفولوژی سطح نمونه بسیار مناسب است. در مورد مواد پلیمری که به راحتی در اثر برخورد با باریکه الکترونی دچار تخریب می‌شوند، می‌توان دستگاه کندوپاش مغناطیسی سه قطبی را جایگزین دستگاه کندوپاش دو قطبی نمود. به‌طور کلی، برای اعمال پوشش‌های طلا، طلا/پالادیوم، پلاتین و کروم از دستگاه کندوپاش استفاده می‌شود که این مواد دارای ضریب برگشتی الکترون بسیار خوبی هستند. دستگاه تبخیر در محیط خلأ نیز بیشتر برای اعمال پوشش کربنی مورد استفاده قرار می‌گیرد که برای نمونه‌هایی که اطلاعات مربوط به ترکیب شیمیایی آن‌ها مورد نیاز است، استفاده می‌شود (شکل ۲۳) [۹].

خشک نیستند. به همین دلیل یکسری آماده‌سازی روی نمونه‌هایی که دارای شرایط مناسب برای قرارگرفتن در دستگاه را ندارند، انجام می‌گیرد که با توجه به مطالب ذکر شده از اهمیت خاصی برخوردار است. نمونه‌های این میکروسکوپ باید اندازه مناسبی داشته، در شرایط خلأ پایدار بوده و هادی جریان الکتریکی باشند. بیشتر فلزات این خواص را به راحتی خواهند داشت و درخصوص سرامیک‌ها و پلاستیک‌ها، با اعمال پوشش هادی عمدتاً مشکلات رفع می‌شود. به‌صورت کلی آماده‌سازی نمونه‌های مربوط به میکروسکوپ الکترونی روبشی به ترتیب زیر است [۶]:

۱. نمونه‌برداری مناسب نمونه؛
۲. آماده‌سازی خاص نمونه‌های مختلف بر حسب اندازه، شکل و جنس نمونه؛
۳. تمیز و خشک کردن نمونه؛
۴. جاسازی نمونه‌ها روی جانمونه‌ای؛
۵. پوشش‌دهی نمونه در صورت نیاز؛
۶. استفاده از چسب دوطرفه کربنی به‌منظور تثبیت نمونه روی جانمونه‌ای؛
۷. ایجاد اتصال الکتریکی^{۱۱} بین نمونه و جانمونه‌ای.

لازم به ذکر است که هر یک از مراحل فوق با توجه به نوع نمونه، قابل تغییر و یا حذف است که در بررسی نمونه‌های مختلف به جزئیات آن پرداخته می‌شود. در مورد نمونه‌های فلزی و سرامیکی، معمولاً بسته به نوع اطلاعاتی که از نمونه مورد نیاز است شامل، توپوگرافی سطحی و یا ترکیب شیمیایی نمونه، معمولاً آماده‌سازی آن‌ها شامل بریدن یا شکست نمونه، انجام سنباده و پولیش برای رسیدن به سطح کاملاً صاف و صیقلی و در صورت نیاز، اچ کردن نمونه است [۶].

در مورد نمونه‌های خاصی همچون موادیستی آماده‌سازی صحیح نمونه‌ها اعم از شستشو، تثبیت شیمیایی و آب‌زدایی بسیار لازم و ضروری است در غیر این صورت باعث تغییر شکل نمونه و تغییر ابعادی آن می‌شود که تمامی اطلاعات مربوط به این‌گونه از مواد را تحت تاثیر قرار می‌دهد. در مورد نمونه‌های پودری، پاشش صحیح نمونه روی جانمونه‌ای و یا یک زیرلایه دیگر بسیار حائز اهمیت است. در مورد نمونه‌های پلیمری، به دلیل تنوع زیاد این نوع مواد، با توجه به شکل، اندازه و جنس آن‌ها از هر کدام از روش‌های مربوط



شکل (۲۳): انواع روش‌های پوشش‌دهی (الف) دستگاه کندوپاش (ب) دستگاه تبخیر در محیط خلأ [۹]

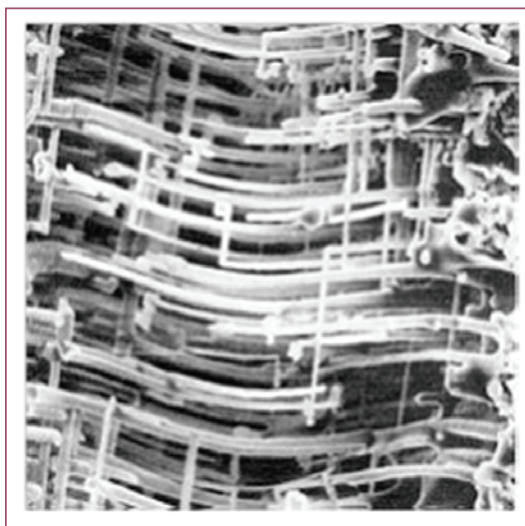
وجود لرزش و یا امواج مغناطیسی در محیط کاری دستگاه میکروسکوپ الکترونی روبشی

علاوه بر اشکالات متعددی که به آن‌ها اشاره کردیم، یکسری اشکالات محیطی متفرقه دیگری نظیر لرزش و یا امواج مغناطیسی در محیط کار وجود دارد که تاثیر بسزایی در کیفیت تصاویر به دست آمده دارد. راه حل مقابله با وجود لرزش در محیط کار میکروسکوپ الکترونی روبشی شامل موارد زیر است [۳]:

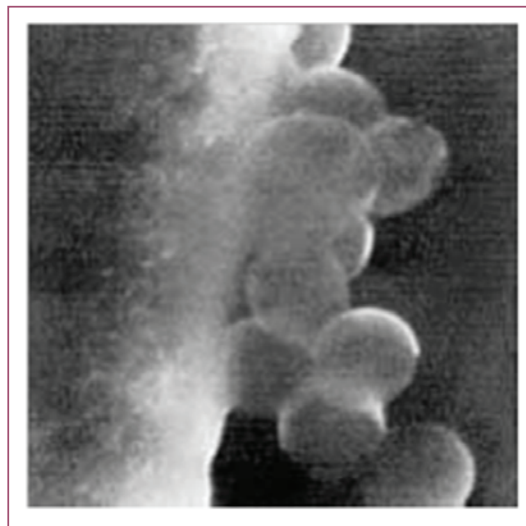
۱. دور نگه داشتن دستگاه از عوامل ایجاد لرزش مثل دستگاه تهویه هوا و پمپ‌ها؛
۲. جلوگیری از تماس کابل ولتاژ بالا با تجهیزات مربوط به دستگاه؛
۳. ممانعت از تماس مستقیم خروجی‌های دستگاه تهویه هوا با ستون دستگاه؛
۴. قرار دادن دستگاه در فضایی که کاملاً مجهز به عایق لرزش و صدا باشد.

روش‌های مقابله با اشکالات به وجود آمده توسط میدان‌های مغناطیسی نیز شامل موارد زیر است [۳]:

۱. دور نگه داشتن دستگاه از عوامل میدان مغناطیسی مانند ترنسفورمر و کابل فشار قوی؛
۲. کاهش فاصله کاری؛
۳. استفاده از دستگاه حذف‌کننده میدان مغناطیسی.



شکل (۲۵): اثر ناشی از وجود میدان مغناطیسی [۳]



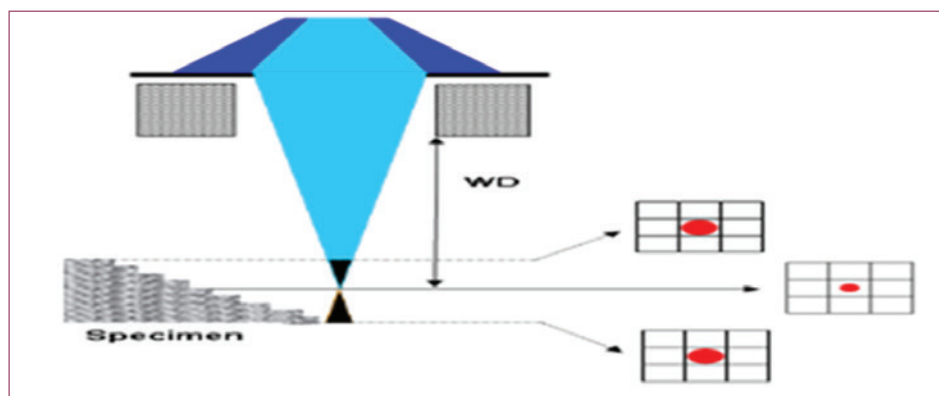
شکل (۲۴): اثر ناشی از وجود لرزش خارجی [۳]

تاثیر اشکالات ابزاری

تاثیر فاصله کاری روی کیفیت تصویر

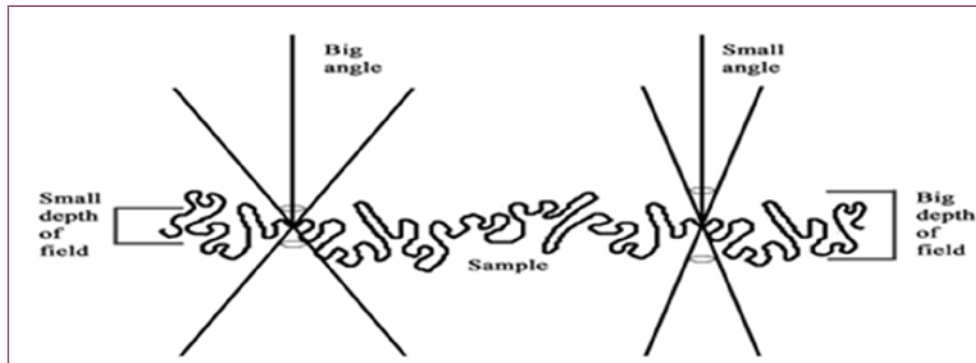
تصویر نهایی نیز دچار تغییر خواهد شد. در حقیقت با کمتر شدن فاصله کاری، عامل انحراف کروی کاهش یافته و نقطه موثر تصویر نمونه کوچکتر شده و در نتیجه وضوح تصویر بهبود می‌یابد و بالعکس (شکل‌های ۲۶ و ۲۸) [۱۰].

فاصله کاری همان فاصله بین مرکز لنز شیئی تا سطح نمونه (بر حسب میلی‌متر) است. با تغییر فاصله کاری، عامل انحراف کروی مربوط به دستگاه تصویر، تغییر کرده و در نتیجه وضوح

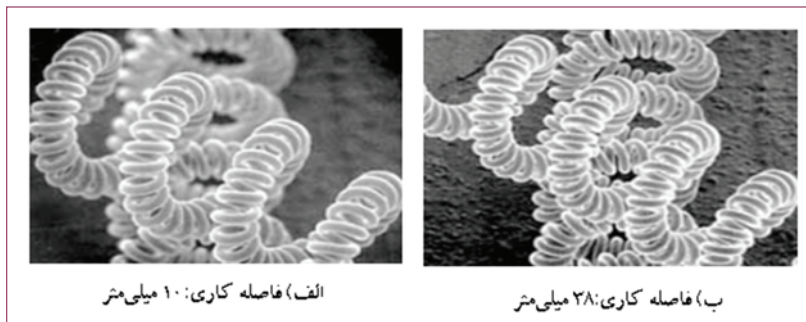


شکل (۲۶): تاثیر تغییر اندازه فاصله کاری روی وضوح تصویر [۱۰]

تاثیر دیگر فاصله کاری، روی عمق میدان در نمونه است. در فاصله کاری کوچکتر، نمونه با یک مخروط عریض تری از الکترون‌ها اسکن شده و در نتیجه یک تصویر با عمق میدان کمتر ایجاد می‌شود و بالعکس، در یک فاصله کاری بزرگتر، مخروط باریک تری از الکترون‌های اسکن شده و تصویری با عمق میدان بیشتری خواهیم داشت (شکل ۲۷) [۱۰].



شکل (۲۷): در تصویر سمت راست فاصله کاری بیشتر و در نتیجه مخروط باریکتر و عمق میدان بیشتر است و در تصویر سمت چپ، به دلیل فاصله کاری کمتر و در نتیجه مخروط عریض تر، عمق میدان کمتر است [۱۰].

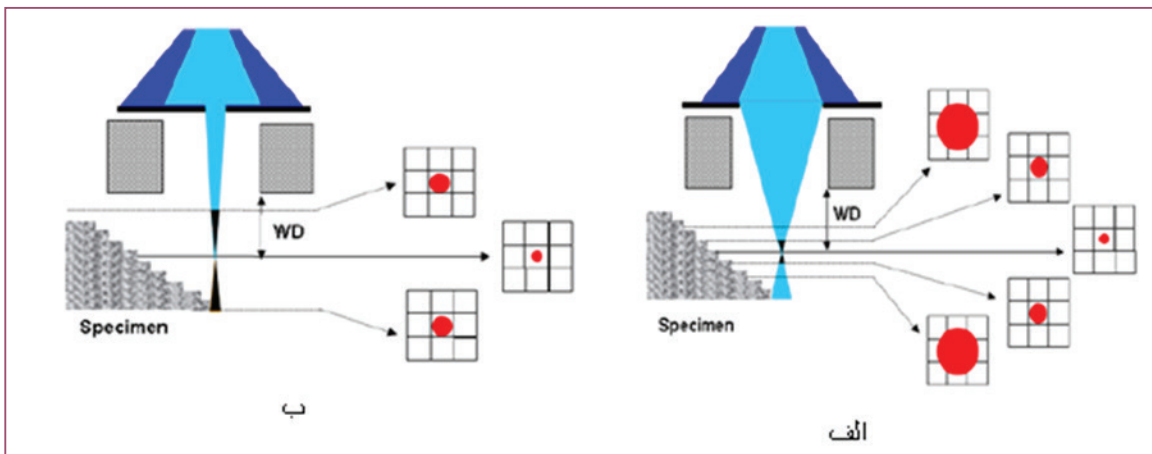


شکل (۲۸): کیفیت تصاویر به دست آمده در فاصله‌های کاری مختلف [۳]

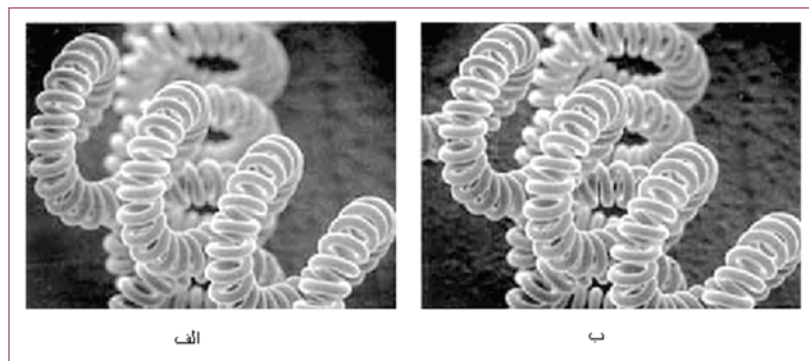
استفاده می‌شود. کاهش قطر روزنه شیئی، باعث کاهش انحراف لنزها و در نتیجه افزایش وضوح تصویر می‌شود و در فاصله کاری ثابت، با کاهش روزنه شیئی، عمق میدان همان‌طور که در شکل (۲۹) نشان داده شده است، افزایش می‌یابد [۱۰].

تاثیر قطر روزنه شیئی بر تصاویر

روزنه شیئی، زاویه واگرایی لنز شیئی یعنی α_1 را، به یک زاویه کوچکتر یعنی α_2 ، تغییر می‌دهد. قطر روزنه شیئی بین ۵۰ تا ۵۰۰ میکرومتر متغیر است. از روزنه شیئی برای کاهش انحراف باریکه الکترونی و کنترل زاویه واگرایی نهایی عمق فوکوس



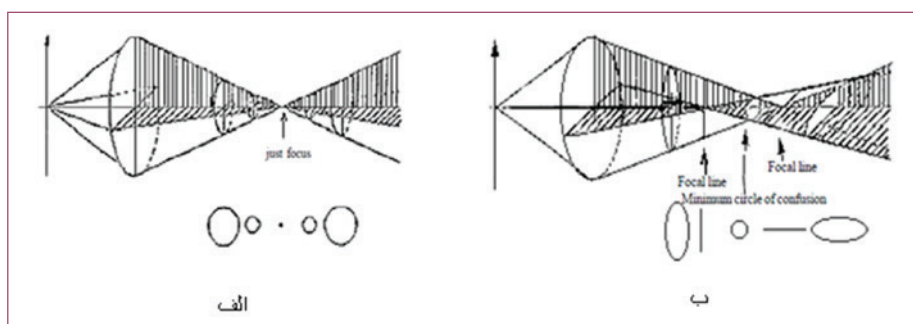
شکل (۲۹): تصویر (الف) قطر روزنه شیئی کوچکتر با عمق میدان و وضوح تصویر بیشتر (ب) قطر روزنه شیئی بزرگتر با عمق میدان و وضوح تصویر کمتر است [۱۰]



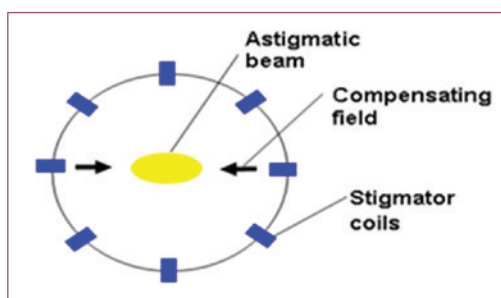
شکل (۳۰): تصاویر به دست آمده از قطر روزنه شیئی (الف) ۶۰۰ میکرومتر (ب) ۲۰۰ میکرومتر [۱۰]

تاثیر آستیگماتیسم بر کیفیت تصاویر

عدم انطباق کانونی ایجاد شده بین باریکه الکترونی و قطبیدگی لنز شیئی، آستیگماتیسم نامیده می‌شود (شکل ۳۱). معمولاً ناهماهنگ بودن آستیگماتیسم در تصاویر، به شکل پایین بودن تفکیک پذیری، وضوح و کیفیت تصاویر مشاهده می‌شود که به شکل دستی و یا اتوماتیک قابل برطرف کردن است. به طور کلی آستیگماتیسم می‌تواند به دلایل وجود آلودگی، گرد نبودن به شکل باریکه الکترونی، وجود میدان مغناطیسی در محیط، وجود خراش روی لنز شیئی و تنظیم نامناسب باریکه الکترونی ایجاد می‌شود. به منظور برطرف کردن مشکل آستیگماتیسم، کاری که دستگاه و یا اپراتور به صورت دستی و اتوماتیک انجام می‌دهد، ایجاد یک جریان متغیر در حلقه‌های سیم پیچ‌هایی است که لنز شیئی را احاطه کرده‌اند و باعث تصحیح شکل دایره‌ای باریکه الکترونی می‌شود (شکل‌های ۳۲ و ۳۳) [۱۰].



شکل (۳۱): تغییرات شکل باریکه الکترونی هنگامی که (الف) آستیگماتیسم تصحیح شده است و (ب) آستیگماتیسم تصحیح نشده است [۳].



شکل (۳۲): روش برطرف کردن آستیگماتیسم با استفاده از تغییر جریان حلقه‌های سیم پیچ‌هایی است که لنز شیئی را احاطه کرده‌اند [۱۰].



شکل (۳۳): شکل (الف) بدون مشکل آستیگماتیسم و (ب) دارای مشکل آستیگماتیسم [۱۰]

تأثیر روشنایی و کنتراست بر کیفیت تصاویر

کنتراست با استفاده از رابطه زیر تعریف می‌شود:
که در آن:

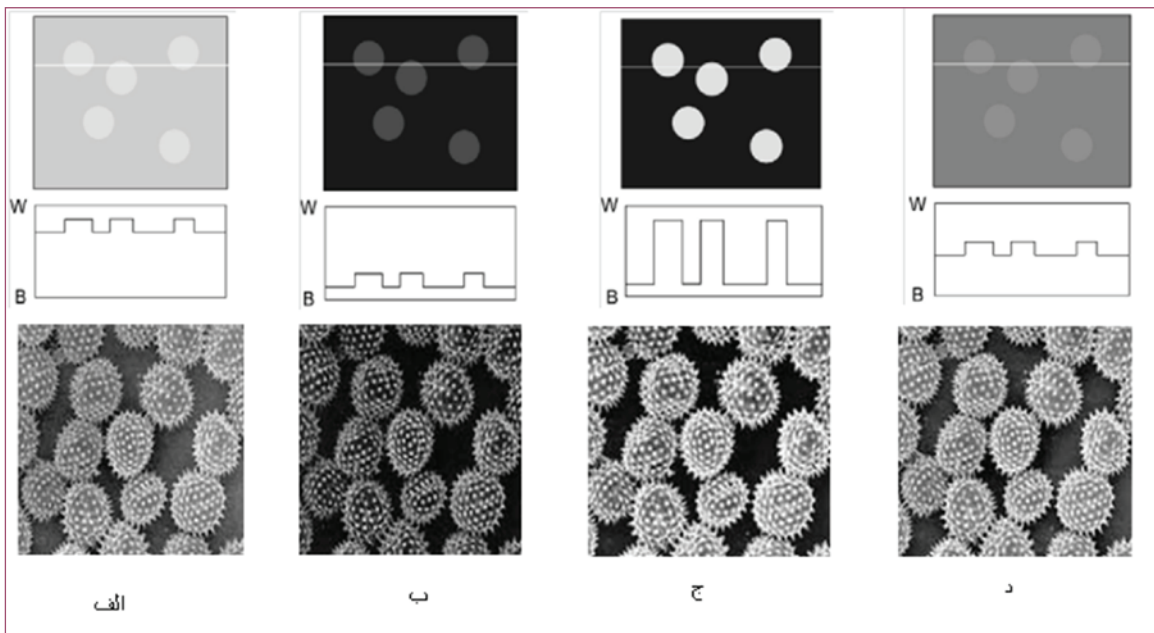
$$\frac{(S_2 - S_1)}{S_2}$$

S_1 : سیگنال‌های مربوط به پستی و بلندی‌های سطح نمونه

S_2 : سیگنال‌های مربوط به زمینه نمونه هستند که همیشه $S_1 < S_2$ خواهد بود.

است (کنتراست‌های کمتر از این می‌تواند از طریق پردازش تصویر افزایش داده شوند). در شکل (۳۴)، دو سطح سفید (W) و سیاه (B) به‌عنوان محدوده دینامیکی سیگنال‌های دریافتی روی مانیتور میکروسکوپ الکترونی روبشی، تعریف شده‌اند. محور X ، مستقیماً مربوط به فاصله اسکن شده در سرتاسر نمونه و همان روشنایی، و محور Y ، محدوده دینامیکی سیگنال و همان کنتراست را ارائه می‌دهد. کنتراست باید به اندازه ممکن در محدوده دینامیکی گسترده شود تا تصاویر مطلوب‌تری حاصل شود. در حقیقت تنظیم کنتراست و روشنایی به‌صورت تنظیم روشنایی در کنتراست ثابت و سپس، افزایش کنتراست برای ایجاد یک تصویر با کیفیت مطلوب انجام می‌گیرد.

برای بیشتر نمونه‌ها حداقل کنتراست بهینه، در حدود ۵ درصد



شکل (۳۴): چگونگی تنظیم روشنایی و کنتراست (الف) روشنایی بالا و کنتراست پایین (ب) روشنایی پایین و کنتراست پایین (ج) روشنایی پایین و کنتراست بالا و (د) روشنایی و کنتراست بهینه را نشان می‌دهد [۱۰]

$$E = E_w + E_f$$

E : انرژی لازم برای جدا شدن یک الکترون از پایین‌ترین سطح انرژی
 E_w : مجموع تابع کار
 E_f : بالاترین سطح انرژی آزاد الکترون در ماده است [۶].

از طرفی، معادله ریچارد-داشمن که در سال ۱۹۲۳ ارائه شد ارتباط بین شار الکترونی (دانسیته جریان ساطع شده) با گرمای فیلامان را به‌صورت زیر بیان می‌نماید [۶]:

$$J = A_c T^2 \exp \frac{-E_w}{kT}$$

A : ثابت ماده (برای تنگستن برابر با $120 \text{ A/cm}^2 \text{K}^2$)
 T : دمای فیلامان برحسب کلونین
 E_w : تابع کار (برای تنگستن برابر با $4/5 \text{ eV}$)

تأثیر روشنایی و کنتراست بر کیفیت تصاویر

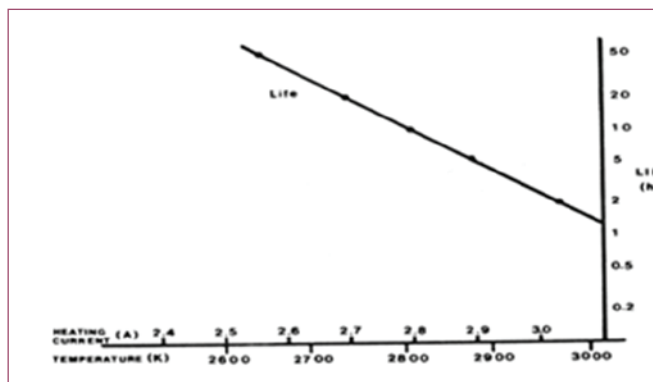
در میکروسکوپ‌های الکترونی، در اثر جریانی که به فیلامان اعمال می‌شود، فیلامان گرم شده و در اثر این افزایش دما، انتشار الکترونی از فیلامان صورت می‌گیرد. کنترل جریان فیلامان برای رسیدن به حد اشباع الکترون‌های ساطع شده از آن که باعث کنترل دمای فیلامان نیز می‌شود، تأثیر بسیار مهمی در کیفیت تصویر تشکیل شده دارد. به‌عبارت دیگر قرار دادن فیلامان دقیقاً در جریان اشباع که باعث ایجاد حداکثر جریان انتشار یافته می‌شود، تصویری با بهترین کیفیت را ارائه می‌دهد [۶]. برای خارج شدن الکترون‌ها از فیلامان، الکترون‌ها باید با سرعتی مناسب در زاویه مستقیم حرکت کنند. انرژی جنبشی الکترون‌ها باید حداقل برابر با کار انجام شده برای عبور از سطح فیلامان باشد. انرژی لازم برای جدا شدن یک الکترون از پایین‌ترین سطح انرژی از طریق رابطه زیر محاسبه می‌شود:

$$t = \frac{50}{J}$$

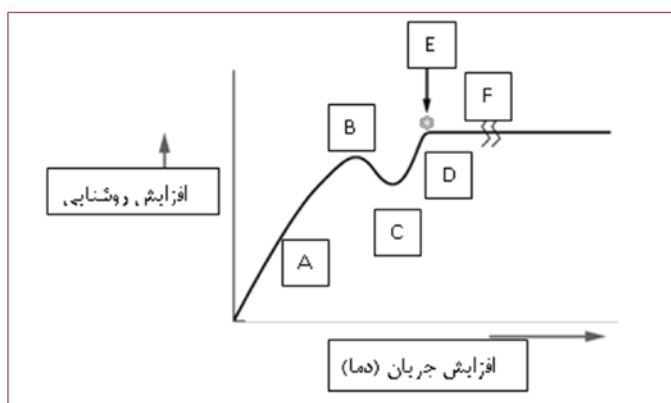
t: عمر فیلامان و J: شار الکترونی برحسب آمپر بر سانتی مترمربع است.

در شکل (۳۵)، نمودار کاهش عمر موثر فیلامان را با افزایش دما (افزایش جریان فیلامان) آورده شده است. با توجه به معادله فوق، برای تنظیم فیلامان در نقطه اشباع و تجمع کامل الکترون‌ها در حداکثر میزان خود در یک نقطه، لازم است به تغییرات انتشار الکترونی با ازدیاد جریان فیلامان توجه داشت (شکل‌های ۳۶ و ۳۷) [۶].

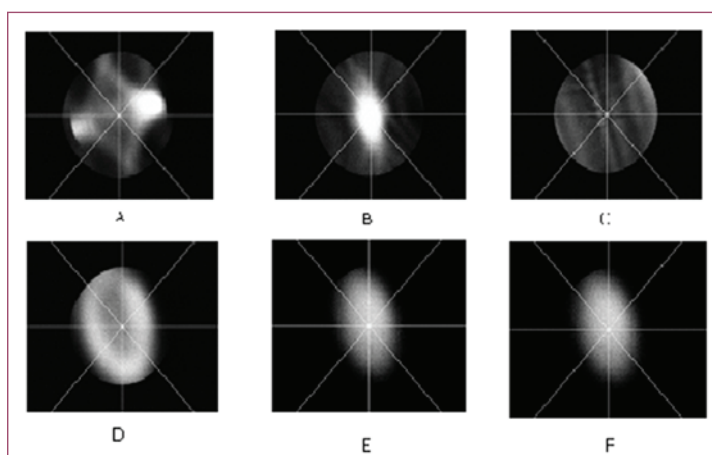
این شار الکترونی تا زمانی که دمای فیلامان به ۲۵۰۰ درجه کلون می‌رسد، پایین است اما با افزایش دما به بالاتر از ۲۵۰۰ درجه کلون، شار با توان دوم دما بالا می‌رود تا جایی که با رسیدن به دمای ۳۱۰۰ درجه کلون، فیلامان به حد ذوب‌شدگی خواهد رسید. این شار الکترونی در دمایی خاص به دلیل اثر خود بایاس وهنلت به حالت اشباع‌شدگی می‌رسد. بالاتر از این دما، تنها عمر فیلامان کاهش می‌یابد در حالی که، جریان انتشار یافته هیچ تغییری نخواهد کرد. عمر تقریبی برای فیلامانی به قطر ۰/۱۲۵ میلی متر برابر است با [۶]:



شکل (۳۵): کاهش عمر موثر فیلامان با افزایش دما (افزایش جریان فیلامان) [۶]



شکل (۳۶): تغییرات انتشار الکترون‌ها (روشنایی) با افزایش جریان نمونه تا رسیدن به پیک اول و سپس کاهش و افزایش مجدد آن تا رسیدن به پیک دوم را نشان می‌دهد. باید توجه داشت که پس از گذر از پیک دوم، افزایش جریان هیچ تاثیری در روشنایی نداشته و تنها از عمر فیلامان می‌کاهد [۶].

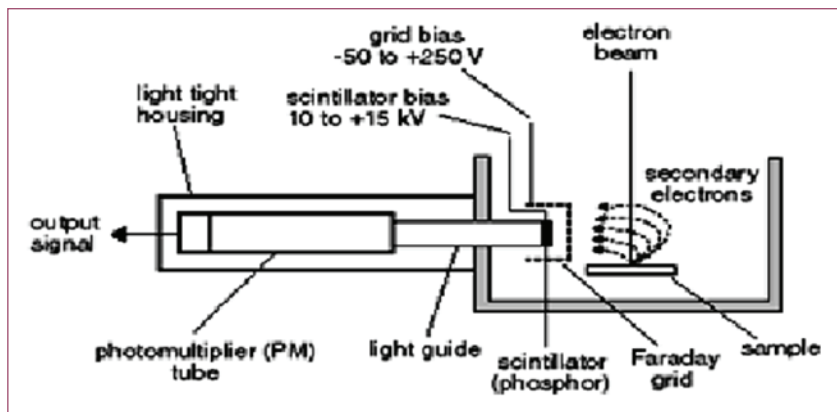


شکل (۳۷): تغییرات انتشار الکترون‌ها (روشنایی) با افزایش جریان نمونه [۶].

تأثیر تخلیه یا دشارژ شناساگر سه بعدی

از طرفی اتصال ضعیف کابل ولتاژ سینتیلاتور و یا اتصال ضعیف بین رینگ اتصال و لوله شیشه‌ای، باعث عدم انتقال ولتاژ بالا به دهانه ورودی می‌شود و از طرف دیگر خارج شدن این رینگ از موقعیت مناسب خود که باعث عدم انتقال ولتاژ بالا به دهانه می‌شود، سبب شارژ کردن و تجمع الکترون‌ها در یک نقطه روی سطح و تخلیه ناگهانی آن می‌شود. این پدیده در تصاویر مربوط به دستگاه میکروسکوپ الکترونی روبشی، معمولاً به شکل شارژ الکتریکی مشاهده می‌شود. گاهی هم ممکن است آلودگی و یا گردوغبار بر سطح سینتیلاتور بنشیند که باعث به وجود آمدن مشکل مذکور می‌شود [۱۳].

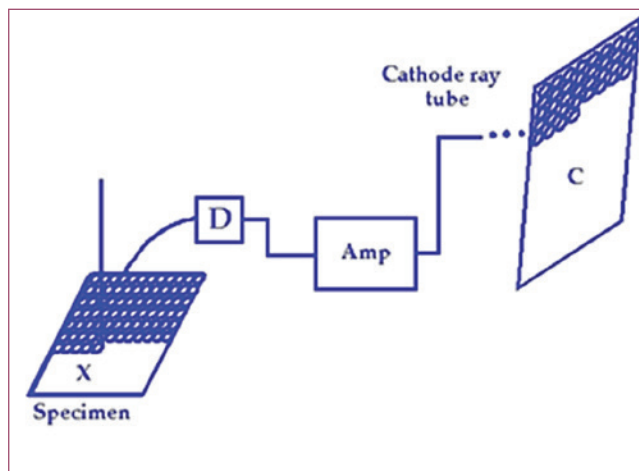
شناساگر سه بعدی در میکروسکوپ الکترونی روبشی، شامل یک لوله پلاستیکی و یک سینتیلاتور پوشش دهی شده است که وظیفه آن تبدیل باریکه الکترونی به نور مرئی است (شکل ۳۸). این لوله پلاستیکی از یک طرف به سینتیلاتور که روی قسمتی از شیشه با آلومینیوم بخار داده شده قرار گرفته، و از سمت دیگر به یک تقویت کننده نوری که نورهای هدایت شده را تقویت و سپس به یک سیگنال الکترونیکی تبدیل می‌نماید، متصل شده است. الکترون‌های کم انرژی ثانویه در اثر ولتاژ (۱۵-۱۰ کیلوولت) که به دهانه سینتیلاتور وارد می‌شود، کاملاً به سمت شناساگر جذب می‌گردند [۱۲].



شکل (۳۸): نمایی از شناساگر سه بعدی [۱۲]

سوختن و یا آلوده بودن لامپ پرتو کاتدی (CRT)

پس از خروج سیگنال‌ها از شناساگر مربوط به الکترون‌های ثانویه، این سیگنال‌ها از طریق لامپ پرتو کاتدی روی صفحه نمایش به تصویر در می‌آیند (شکل ۳۹). به مرور زمان و با مورد استفاده قرار گرفتن لامپ پرتو کاتدی، سطح آن آلوده می‌شود که کمترین آلودگی ممکن، نشستن گردوغبار روی سطح آن است. همچنین ممکن است لامپ پرتو کاتدی بعد از مدتی بسوزد. معمولاً علائم مربوط به اشکال کار در لامپ پرتو کاتدی به شکل حضور نقاط و یا خطوط در تصویر نمونه مشاهده می‌شود [۳].



شکل (۳۹): لامپ پرتو کاتدی (CRT) [۱۴]

- ▶ تغییر شکل نمونه در هنگام آماده سازی؛
- ▶ شارژ الکتریکی سطح نمونه؛
- ▶ شناور بودن تصویر به دلیل شارژ الکتریکی داخل

ستون؛

- ▶ وجود میدان مغناطیسی خارجی؛
- ▶ شناور شدن نمونه در گرم و سرد شدن محفظه.

۴. وجود نویز در تصویر که عوامل موثر بر آن شامل موارد زیر است:

- ▶ ناپایدار بودن جریان فیلامان در اثر گرم شدن آن؛
- ▶ تخلیه الکتریکی شناساگر؛
- ▶ شارژ الکتریکی سطح نمونه؛
- ▶ سوختن و یا آلوده بودن لامپ پرتو کاتدی (CRT)؛
- ▶ وجود میدان مغناطیسی خارجی؛
- ▶ وجود لرزش در محیط کار.

بدین ترتیب، این آزمایشها ممکن است پایه‌های قابل اعتمادی را برای رشد و توسعه رشته الکترونیک مولکولی در آینده فراهم آورند و روش شکست-اتصال احتمالاً نقش مهمی را در این توسعه ایفا خواهد نمود. به هر حال، اطلاعات به دست آمده در این آزمایشها، به اندازه‌گیری جریان و ولتاژ و نیز اعمال کنترل روی آنها، محدود می‌شود. دلایل خوبی برای خوش‌بینی به آینده وجود دارد و توسعه مجموعه ابزارهای آزمایشگاهی موجود مانند الکترودهای ترکیبی، حسگرهای نیرو، ابزارهای اندازه‌گیری نوسانات هدایت و غیره برای دستیابی به این هدف، مهم خواهند بود.

عوامل موثر بر اشکالات تصویری را می‌توان به صورت زیر تقسیم‌بندی نمود:

۱. پایین بودن وضوح تصویر که عوامل موثر بر آن شامل موارد زیر است:

- ▶ تنظیم نبودن ولتاژ شتاب‌دهنده؛
- ▶ ناپایدار بودن جریان فیلامان در اثر گرم شدن آن؛
- ▶ قطر پروب نامناسب؛
- ▶ مرکز نبودن روزنه‌ها؛
- ▶ تنظیم نبودن آستیگماتیسم تصویر؛
- ▶ عمق کانونی نامناسب؛
- ▶ بزرگنمایی خیلی بالا؛
- ▶ شارژ الکتریکی و وجود میدان مغناطیسی؛
- ▶ فوکوس نبودن دستگاه تصویربرداری.

۲. پایین بودن کیفیت تصویر که عوامل موثر بر آن شامل موارد زیر است:

- ▶ تنظیم نبودن ولتاژ شتاب‌دهنده؛
- ▶ تنظیم نبودن جریان پروب؛
- ▶ مناسب نبودن روشنایی و کنتراست؛
- ▶ مناسب نبودن آماده‌سازی نمونه؛
- ▶ تنظیم نبودن آستیگماتیسم تصویر؛
- ▶ نامناسب بودن جایگاه نمونه نسبت به شناساگر؛
- ▶ زاویه نداشتن نمونه.

۳. تغییر شکل تصویر که عوامل موثر بر آن شامل موارد زیر:

- ▶ تخریب نمونه توسط باریکه الکترونی؛

پی‌نوشت

- ۱ و ۲. پژوهشگاه مواد و انرژی
۳. دانشگاه فردوسی مشهد
۴. دانشگاه بوعلی سینا همدان
۵. عضو کارگروه تخصصی SEM شبکه آزمایشگاهی فناوری‌نانو

6. Secondary electron (SE)
7. Backscattered electron (BSE)
8. Focus
9. Backscattered lenses
10. Cathode ray tube
11. Contact
12. Working distance

تقدیر و تشکر

بدین وسیله از سرکار خانم سوگل پلاسید، دبیر کارگروه میکروسکوپ الکترونی روبشی، شبکه آزمایشگاهی فناوری نانو، که در تهیه مقاله نهایت همکاری را نموده‌اند تقدیر و تشکر می‌شود.

- [1] Imaging guidelines for SCANNING ELECTRON MICROSCOPY, Tony Laudate, JEOL USA Inc., Peabody, Massachusetts.
- [2] EM Course –Introduction to SEM, Professor Rodney Herring, Canada Foundation Innovation.
- [3] A Guide to Scanning Microscope Observation, JEOL Serving Advanced Technology.
- [4] Scanning Electron Microscope A to Z, Basic knowledge for using the SEM, JEOL Serving Advanced Technology.
- [5] 1. M.T. Postek, K.S. Howard, A.H. Johnson and K.L. McMichael, Scanning Electron Microscopy: A Student's Handbook, (Ladd Research Ind., Inc. Williston, VT., 1980).
- [6] 3. J.I. Goldstein, H. Yakowitz, D.E. Newbury, E. Lifshin, J.W. Colby, J.W. Colby and J.R. Coleman, Pratical Scanning Electron Microscopy: Electron and Ion Microprobe Analysis, edited by J.I. Goldstein and H. Yakowitz (Pelnum Press. New York, N.Y., 1975).
- [7] SEM Q & A, JEOL Serving Advanced Technology.
- [8] Simulated SEM Images for Resolution Measurement, P. CIZMAR, A. E. VLADA' R, B. MING, and M. T. POSTEK, NATIONAL INSTITUTE OF STANDARDS AND TECHNOLOGY, SCANNING VOL. 30, 2008.
- [9] Handbook of Sample Preparation for Scanning Electron Microscopy and X-Ray Microanalysis, Patrick Echlin, Cambridge Analytical Microscopy, UK, 2009.
- [10] Bob Hafner, Scanning Electron Microscopy Primer, University of Minnesota, 2007.
- [11] http://www4.nau.edu/microanalysis/Microprobe-SEM/Signal_Detection.html.
- [12] <http://fp.optics.arizona.edu/Nofziger/OPTI%20200/Lecture%2028/L28P3.htm>.
- [13] <http://www.emsdiasum.com/microscopy/products/sem/scintillator.aspx>.
- [14] <http://www.mse.iastate.edu/microscopy>.

Authors

Sedigheh Sadeghassani^{1,4*}Fatemeh Khakrah^{2,4}Zahra Sobat³

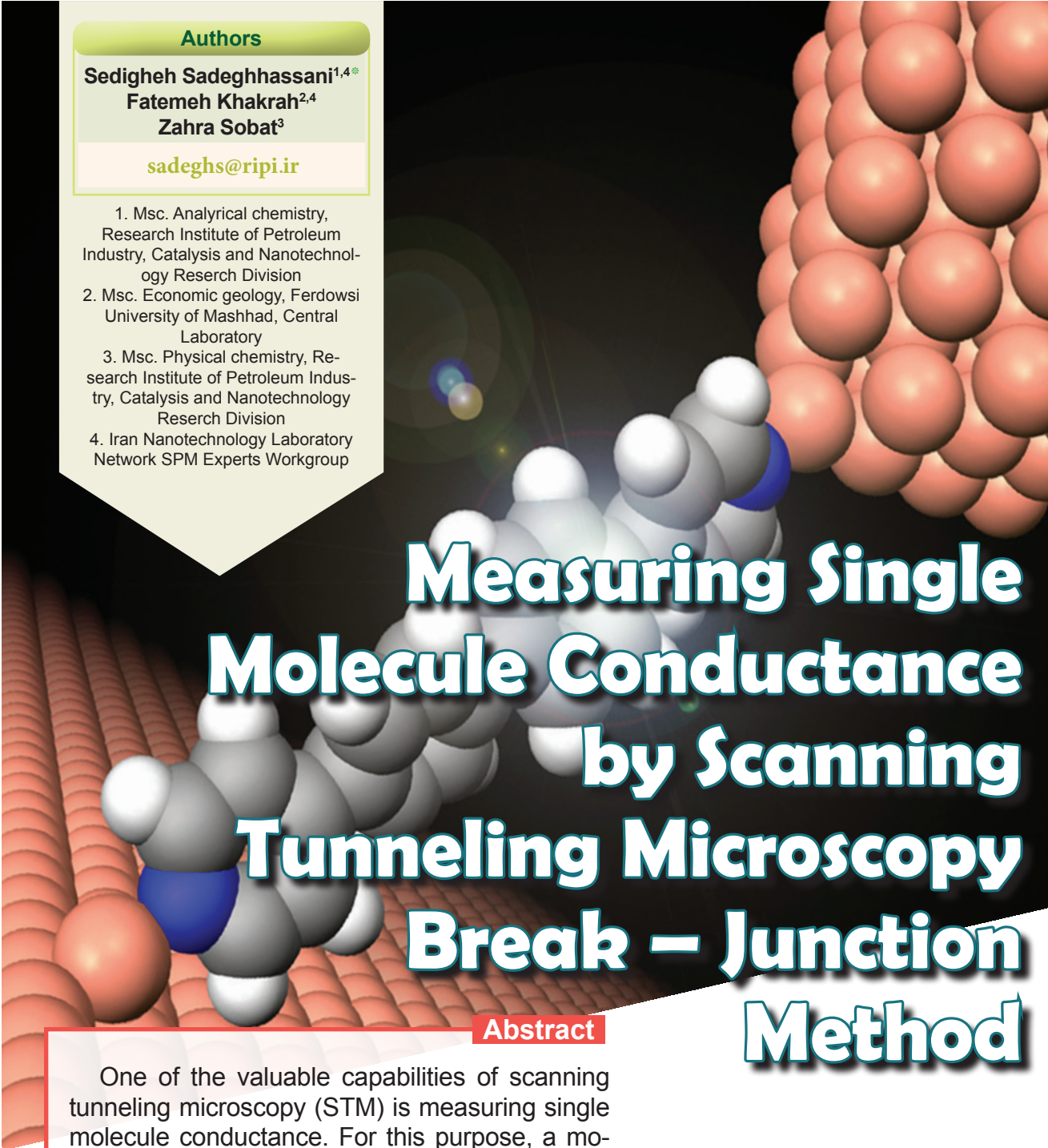
sadeghs@ripi.ir

1. Msc. Analytical chemistry, Research Institute of Petroleum Industry, Catalysis and Nanotechnology Reserch Division

2. Msc. Economic geology, Ferdowsi University of Mashhad, Central Laboratory

3. Msc. Physical chemistry, Research Institute of Petroleum Industry, Catalysis and Nanotechnology Reserch Division

4. Iran Nanotechnology Laboratory Network SPM Experts Workgroup



Measuring Single Molecule Conductance by Scanning Tunneling Microscopy Break – Junction Method

Abstract

One of the valuable capabilities of scanning tunneling microscopy (STM) is measuring single molecule conductance. For this purpose, a molecular junction should be created between an electrode (gold STM tip) and a molecule with a suitable functional group for creating junction (such as thiol groups). The conductance is measured in a controlled environment under the certain potential. One of the substantial challenges of this technique is making junctions repeatedly. Developing this method will play an important role in improvement of molecular electronics field. In this paper, theoretical and practical principles of measuring single molecule conductance are studied.

Keywords

Scanning tunneling microscope, Break Junction method, conductivity, Single molecule

Authors

Hassan Manafi^{1,4*}
 Rohollah Kashanaki^{2,4}
 Siamak Noraei³

hasan_manafi2000@yahoo.com

1. Malek Ashtar University of technology, MSC Analytical Chemistry
2. Materials and Energy Research Center, MSC Analytical Chemistry
3. Materials and Energy Research Center, B.S Earth Science.
- 4- Iran Nanotechnology Laboratory network Analysis Experts Workgroup



Study of Carbon, Hydrogen and Nitrogen Determination by Combustion-Gas Chromatography

Abstract

The method for carbon-hydrogen-nitrogen determination based on dynamic rapid combustion of the sample, gas chromatographic separation and thermal-conductivity measurement of the gases N_2 , CO_2 and H_2O is critically considered and improved. In order to achieve instantaneous combustion of all types of organic compounds, oxidizable metallic containers are used for the sample and dropped in the hot combustion zone while the carrier gas is momentarily enriched with pure oxygen. Flash combustion of the sample is followed by catalytic oxidation on a newly developed active catalyst. This reagent, adsorption-free and thermally resistant, consists of pure chromic oxide, mechanically compressed and granulated. Copper treated with silver is used as reducing reagent. Unwanted gases are eliminated with Co_3O_4 containing silver, and by utilizing the chemisorption properties of the column packing. Measurements are made by integrating and printing the electrical signal. The analytical process is controlled by means of a potentiometric recorder. The increased combustion capacity, the practical absence of blanks and the very extended linearity of response of the detector make possible CHN determination in sample sizes of 0.1-3 mg. Except for sample weighing and calculation of results from the printed integration values, all the operations are automatically controlled by a preset program.

Keywords


Gas Chromatography, Elemental analysis, Combustion

Authors

Davoud Gharailou^{1,3*}
Sanaz Sharifzadeh^{2,3}

Davoud.gharailou@gmail.com

1. MSc Nanoscience, Kefa Nanolab
2. BSc Ceramic engineering, Par-e-Tavous research center
3. Iran Nanotechnology Laboratory Network TEM Experts Workgroup



A practical guide of aerogels characterization by transmission electron microscopy

Abstract

Aerogel is a synthetic porous ultralight material derived from a gel, in which the liquid component of the gel has been replaced with a gas. The structural characterization of these disparate materials often requires techniques beyond routine application of basic transmission electron microscopy (TEM) technique. With care in sample preparation and operating technique, the full range of TEM techniques from high-resolution imaging to energy-filtered imaging and high-angle annular dark field imaging can be used to obtain more detailed information about the aerogels. This paper serves as a guide to introduce TEM modes for investigating aerogel architectures.

Keywords

Aerogel, transmission electron microscopy, TEM

Authors

Maryam Alizadeh Zolbini^{1,4*}Samane Ghofrani^{1,4}Mahin Houshyar Sadeghian^{2,4*}Maryam Khaninoor^{3,4*}

maryamalizadeh1982@gmail.com

1. Materials Ceramic Engineering, Materials and Energy research center
2. Materials Metallurgy Engineering, Ferdowsi University of Mashhad
3. Physics, BuAli Sina University
4. Iran Nanotechnology Laboratory Network SEM Experts Workgroup



How to fix image disorders in SEM

Abstract

Today, the scanning electron microscope (hereinafter abbreviated to SEM) is utilized not only in medical science and biology, but also in diverse fields such as materials development, metallic materials, ceramics, and semiconductors. This instrument is getting easier to use with the progress of electronics and introduction of new techniques. Anybody can now take micrographs after short-time training in its operational procedure. However, when one has begun to use the instrument, he cannot always take satisfactory photos. When the photo is not sharp enough, or when necessary information cannot be obtained, it is necessary to think what causes it.

This paper is based on a set of common problems that arise when working with scanning electron microscope and fixing these problems will be discussed as well as how to achieve the maximum desired results from the sample. It is hoped that this article will be of help to those who are currently using Scanning Electron Microscope or will be used in the future.

Keywords

SEM, scanning electron microscope, Disorder



Iranian Journal of

laboratory Knowledge

Volume 2 ■ Issue 1 ■ Spring 2014 ■ No. 5

Concessionaire: Iran Nanotechnology
Laboratory Network

Managing Editor: Reza Asadifard

Editor in Chief: Mojtaba Nasab

Executive Management: Iranian Nano-
technology laboratory network (INLN)

Article Editor: Davoud Gharailou

Authors:

Davoud Gharailou, Sanaz Sharifzadeh,
Sediqeh Sadeqhassani, Fatemeh Khakrah,
Zahra Sobat, Maryam Alizadeh Zolbin, Sa-
maneh Ghofrani, Mahin Hoshyar Sadeghian,
Maryam Khaninour, Hasan Manafi, Rohallah
Kashanki, Siamak Noraei

Designer : Simin Rafipour Langroudi

Editor: Zeinab Zarinchah

Iran, Tehran, Po.Box: 14565-344

www.IJLK.ir

Email : journal@nanolab.ir

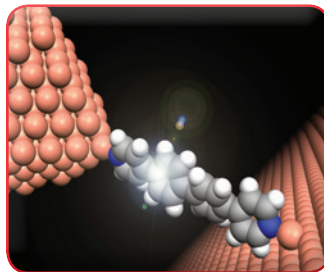


Iran Nanotechnology
Laboratory Network

Contents

Measuring Single Molecule
Conductance by Scanning
Tunneling Microscopy
Break – Junction Method

43 <



>44

Study of Carbon, Hy-
drogen and Nitrogen
Determination by
Combustion-Gas Chro-
matography

A practical guide of
aerogels characterization
by transmission electron
microscopy

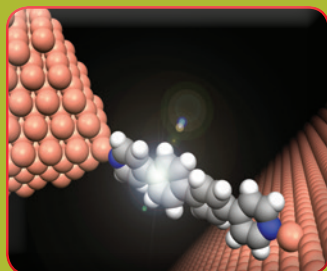
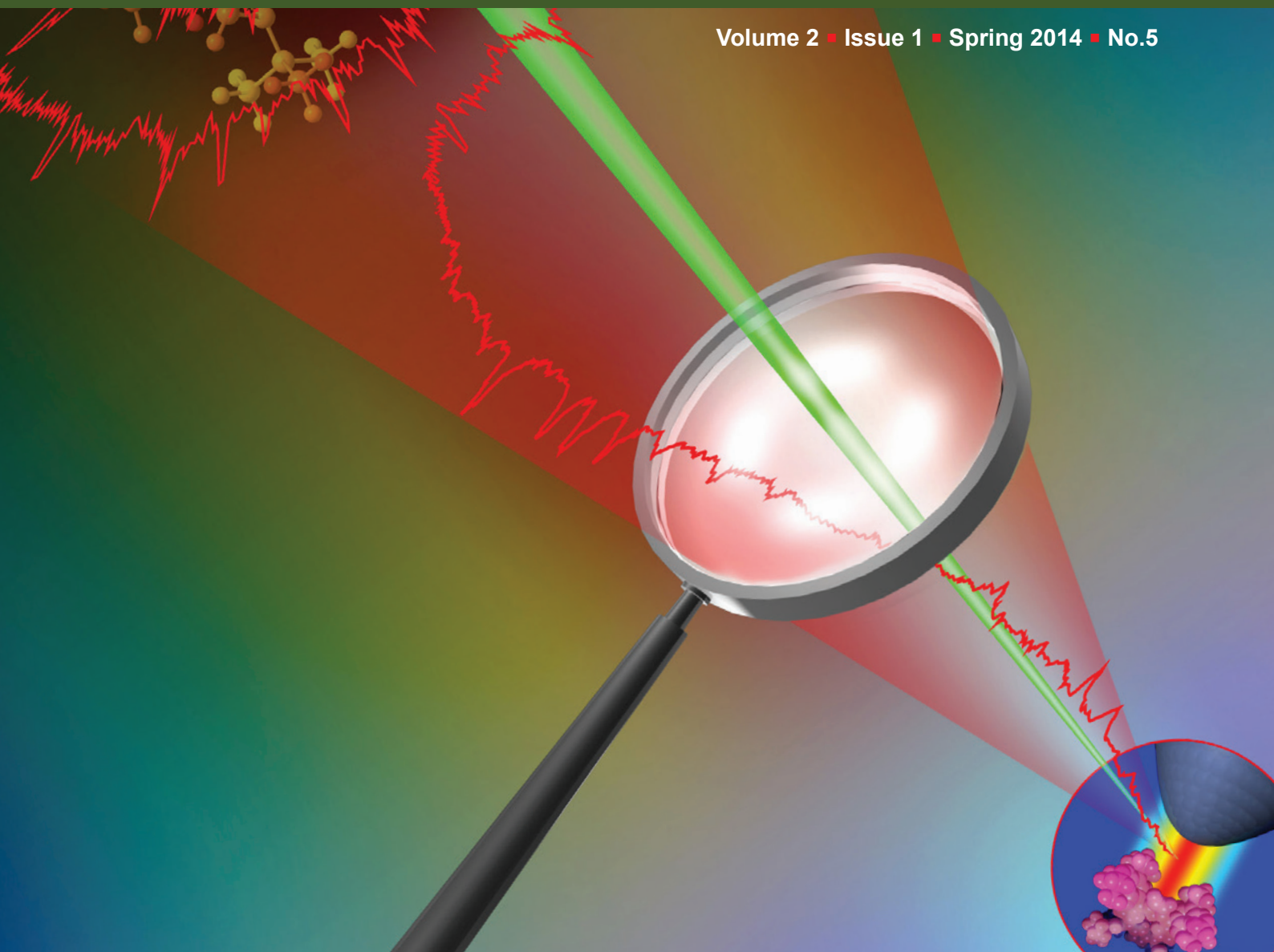
< 45



>46

How to fix image
disorders in SEM

Articles



Measuring Single Molecule Conductance by Scanning Tunneling Microscopy Break – Junction Method



How to fix image disorders in SEM



Study of Carbon, Hydrogen and Nitrogen Determination by Combustion-Gas Chromatography



A practical guide of aerogels characterization by transmission electron microscopy