

Characterization of Nanomaterials

اهمیت آنالیز و شناسایی

- اندازه، ساختار و برهمکنش‌های بین اتمی و مولکولی نقش اصلی را در تعیین خواص و ویژگی‌های این مواد بازی می‌کنند و از این‌رو مشخصه‌یابی و تعیین ویژگی‌های این ساختارها ضروری است.
- این مشخصات: تعیین اندازه، توزیع اندازه، شکل، ترکیب شیمیایی، فاز بلوری، بافت، خواص فیزیکی، مکانیکی و شیمیایی نانومواد و
- برای تعیین هر یک از این خصوصیات نیاز به ابزارها و تکنیک‌های مختلفی است که اطلاعات دقیقی را به ما ارائه دهند.
- برخی از این ابزارها همان ادوات مورد استفاده در مشخصه‌یابی مواد بالک هستند و برخی، تکنیک‌ها و ابزارهای جدیدی هستند که برای بررسی ویژگی‌ها و مشخصات در مقیاس نانو تولید شده یا توسعه یافته‌اند.
- شناسایی و آنالیز برای پژوهش و توسعه
- کنترل کیفی محصول
- کنترل فرآیند تولید و تضمین ثبات ویژگی‌های محصول نهایی

دسته بندی روشهای آنالیز و شناسایی

براساس ماهیت روش

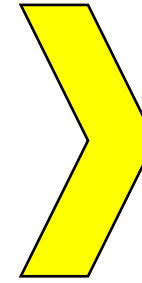
- آنالیز عنصری
- آنالیز فازی
- آنالیز ریزساختاری

- آنالیز سطح
- آنالیز حرارتی (شناسایی فازی)

- two basic methods for determining the particle size, particle size distribution, morphology, and composition:
- **Direct method:** inspects the particles and makes actual measurements of their dimensions
- **Indirect method:** utilizes the relationship between particle behavior and its size

indirect

- x-ray diffraction (XRD),
- Raman spectroscopy,
- UV–visible (UV–vis) spectroscopy,
- Photoluminescence spectroscopy (PL),
- Fourier transform infrared spectroscopy (FTIR),
- surface area analysis (BET method),
- dynamic light scattering (DLS),



determining the data related to particle size, composition, structure, crystal phase, and properties of the nanoparticles

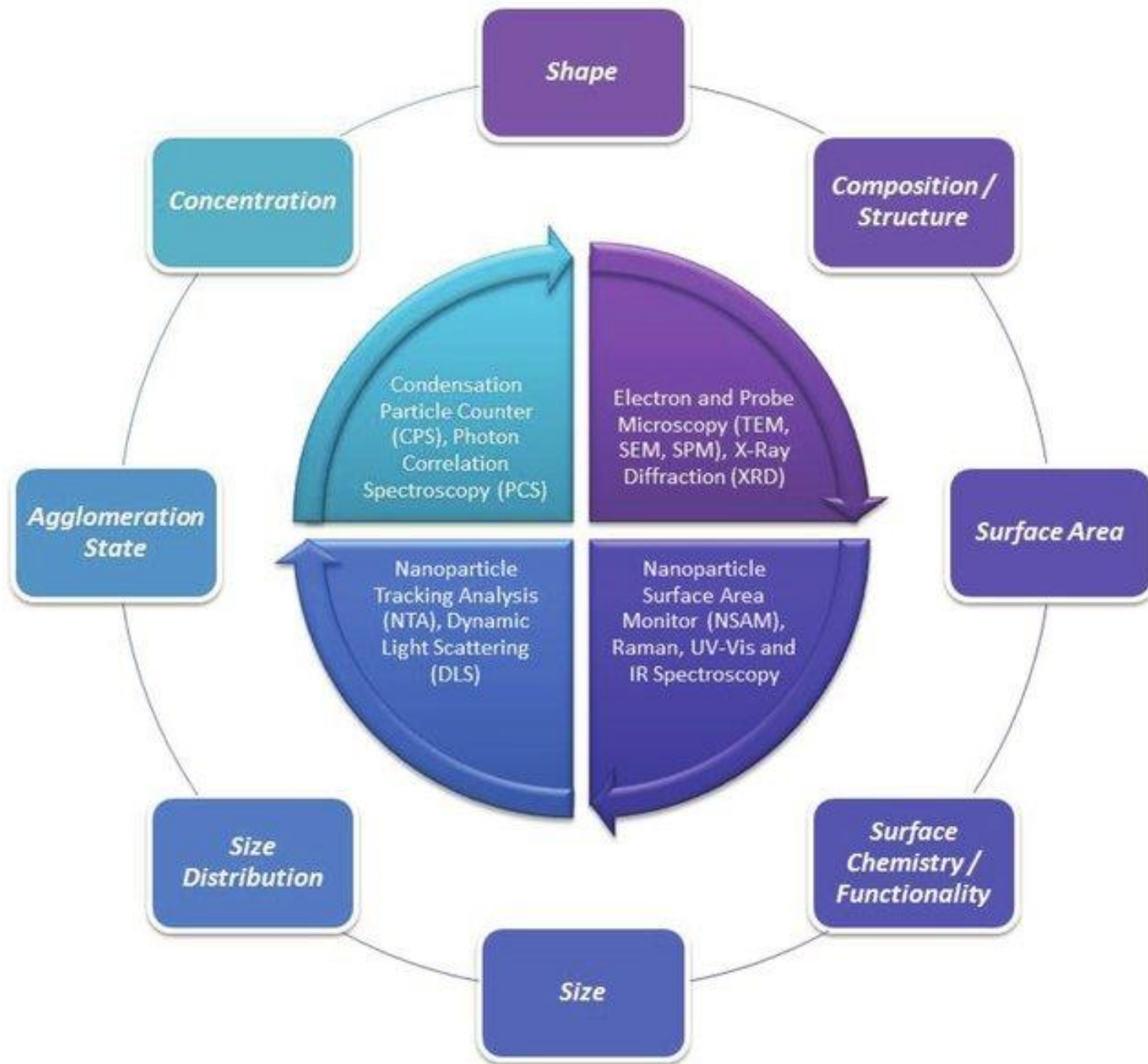
direct

- scanning electron microscopy (SEM),
- transmission electron microscopy (TEM),
- energy-dispersive spectroscopy (EDS),
- scanning probe microscopy (SPM)



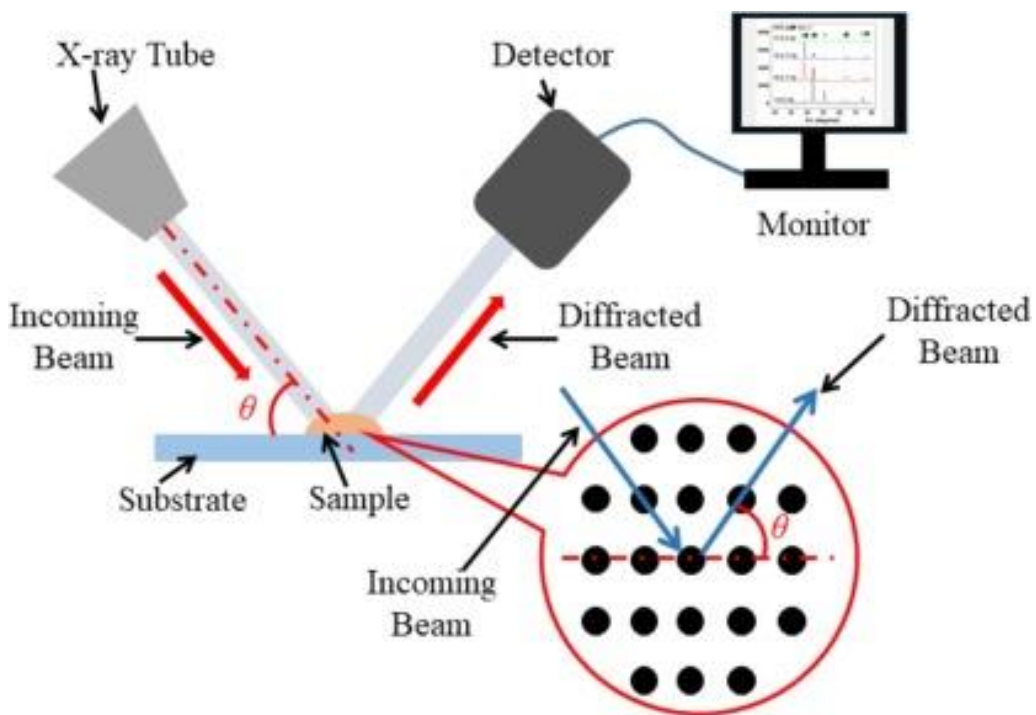
determining the size and morphological features of the nanoparticles

- **DLS spectroscopy:** to determine the size distribution and quantify the surface charge of nanoparticles suspended in a liquid.
- **EDS and/or wavelength-dispersive spectroscopy (WDS):** to determine the elemental composition of nanoparticles
- **XRD:** produces a diffraction pattern which is subsequently compared to data given in a standard crystallographic database. This exercise identifies crystallite size, structure, preferred crystal orientation, and phases present in samples.
- **FTIR spectroscopy:** to investigate the functional groups attached to the surface of the nanoparticles.
- **Raman spectroscopy:** the most important technique to distinguish the allotropes of carbon and number of carbon layers in graphene sheets.
- **SPM, atomic-force microscopy (AFM), or scanning tunneling microscopy (STM):** to investigate the topography of the nanomaterials.



X-Ray Diffraction

- آنالیز XRD بر تداخل ساختاری اشعه X تک فام و یک نمونه کریستالی استوار است.
- پرتوهای X توسط یک لوله پرتوی کاتدی تولید می شود و برای تولید اشعه تک فام فیلتر شده و برای تمرکز جمع شده و سپس به سمت نمونه هدایت می شوند.
- اشعه X سپس شناسایی، پردازش و شمارش می شود.



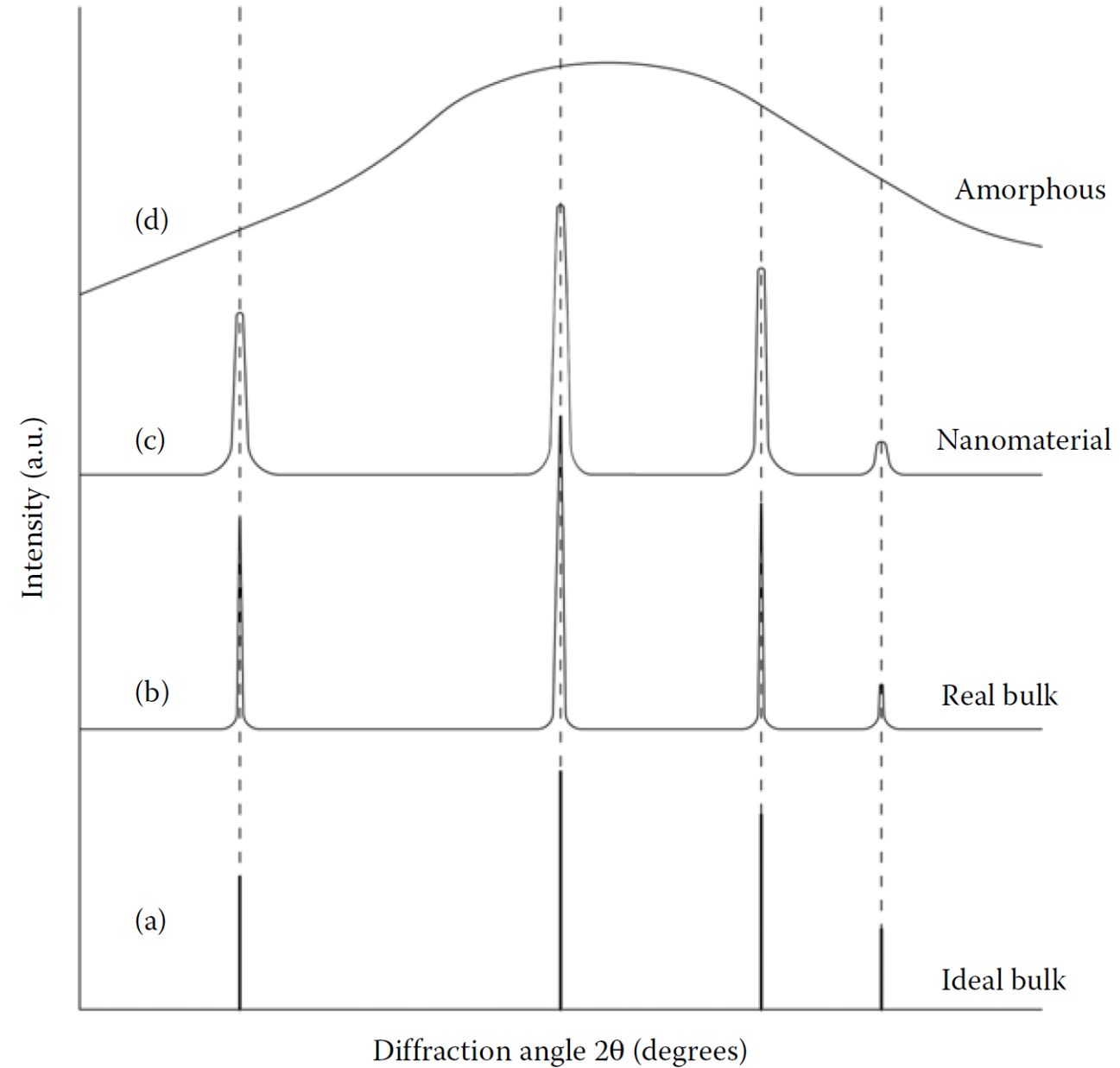
- با اسکن نمونه از طیفی از زوایای 2θ ، باید از طریق جهت گیری تصادفی مواد پودری، تمام جهت های پراش شبکه را بدست آورد.
- تبدیل پیک های پراش به فاصله های d امکان شناسایی ماده معدنی را فراهم می کند زیرا هر ماده معدنی دارای مجموعه ای از فاصله های d منحصر به فرد است.
- یکی از مؤلفه های مهم پراش، زاویه بین برخورد و پرتوهای پراکنده شده است.

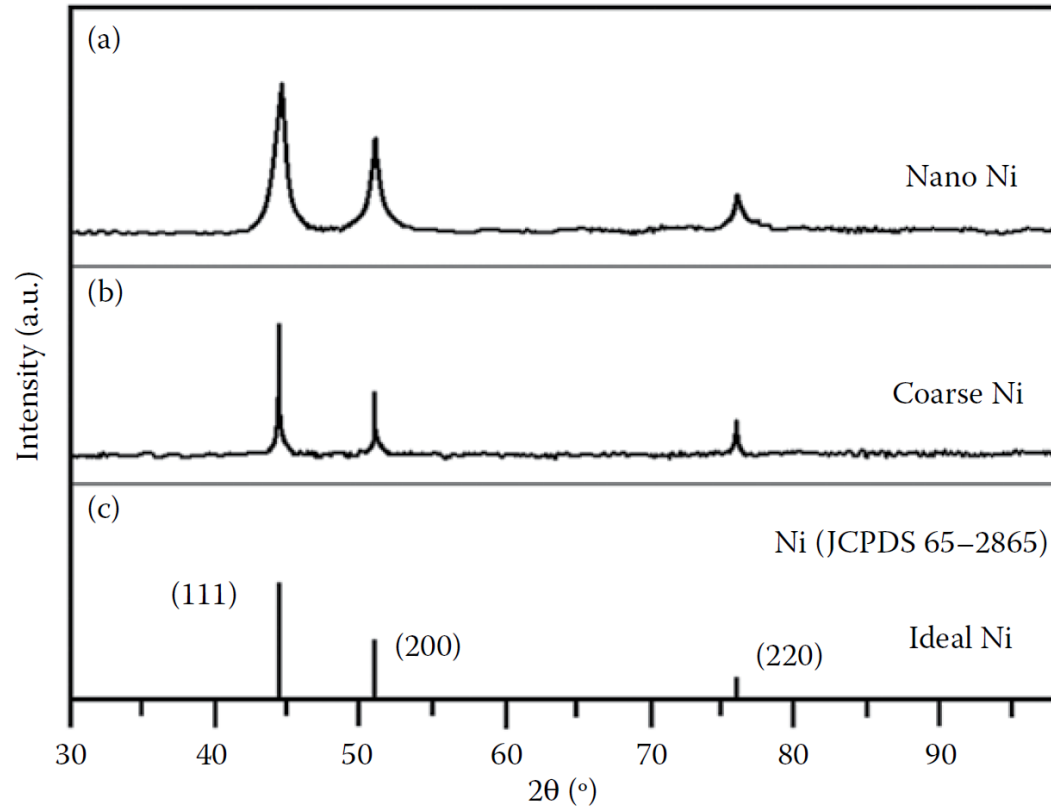
• کاربرد: تعیین ثابت شبکه، هندسه شبکه، تعیین کیفی مواد ناشناس، تعیین فاز کریستالها، تعیین اندازه کریستالیتها، جهت گیری تک کریستال، تنش، عیوب شبکه و ...

- X-rays are electromagnetic radiation with typical photon energies ranging from 100 eV to 100 keV.
- For diffraction applications, only short wavelength x-rays in the range of a few angstroms to 0.1 Å (1-120 keV) are used.
- The energetic X-rays can penetrate deep into the materials and provide information about the bulk structure.
- The x-rays are diffracted by the crystalline phases in the specimen, Bragg's law:

$$\lambda = 2d \sin \theta$$

- XRD is a nondestructive technique
- The XRD pattern is like a fingerprint



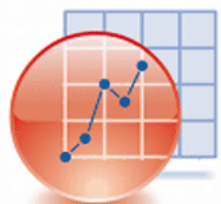


Scherrer equation

$$D = \frac{K \cdot \lambda}{\text{FWHM} \cdot \cos \theta}$$

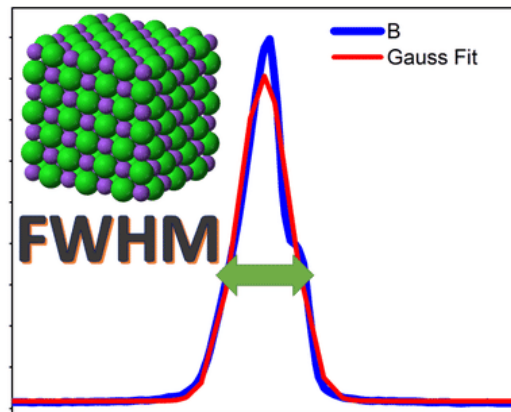
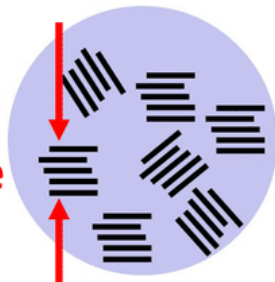
with K a constant set to 0.89, λ the wavelength of the X-ray radiation, FWHM the full width at half maximum for the diffraction peaks and θ the diffraction angle.

Crystallite Size from XRD data



SAYPhysics

$$D = \frac{K\lambda}{\beta \cos \theta}$$



Crystallite Size

نقاط قوت:

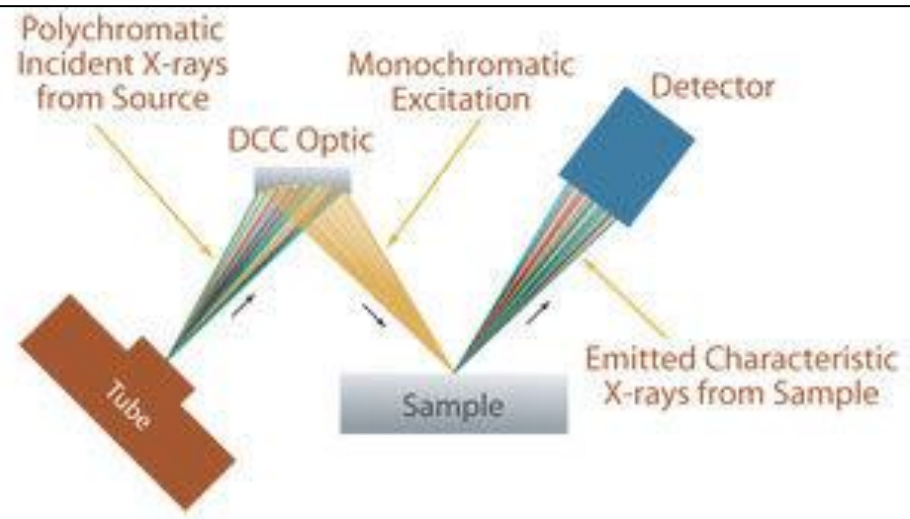
- XRD یک تکنیک سریع و قدرتمند در تشخیص مواد معدنی مجهول است.
- آماده سازی نمونه بسیار ساده است.
- در بیشتر موارد تشخیصی کاملاً دقیق و واضح دارد
- تفسیر داده ها امری نسبتاً ساده است و نیاز به تحلیل های پیچیده ندارد.

نقاط ضعف:

- نمونه مجهول ترجیحاً باید تک فاز و همگن باشد. برای استخراج نتایج، دسترسی به یک منبع الگوهای پراش استاندارد الزامی است.
- ترجیحاً نمونه باید کاملاً به حالت پودری باشد و در نمونه های مخلوط حد تشخیص ۲٪ نمونه می باشد.
- پیک ها ممکن است همپوشانی داشته باشند که احتمال این اتفاق در زوایای بالاتر بیشتر می شود.

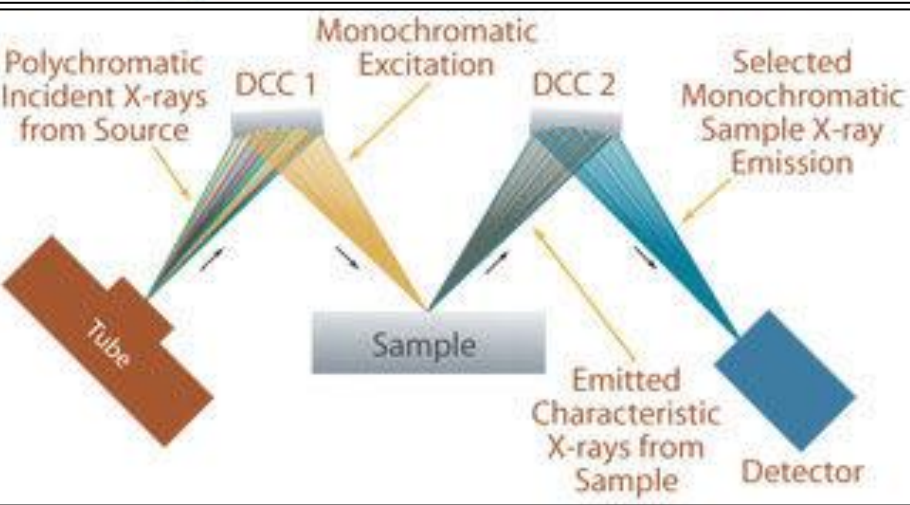
X-Ray Fluorescence

- **فلوئورسانس اشعه ایکس:** برای تجزیه لایه های سطحی استفاده میشود.
- این تکنیک توانایی انجام آنالیز عنصری به صورت کیفی و نیمه کمی نمونه ها به خصوص نمونه های معدنی را داراست.
- در اثر تابش اشعه ایکس و برانگیختگی نمونه، انتقال الکترونی در لایه های مختلف اتم انجام میشود که هر انتقال الکترونی همراه با نشر یک خط طیفی اشعه ایکس است.
- طیف سنجی XRF بیشتر برای جامدات، مایعات و مواد پودری مناسب است.
- این آزمون می تواند همه عناصر از بریلیم تا اورانیوم را در غلظت هایی از ۱۰۰ درصد وزنی تا سطح زیر ppm تجزیه و تحلیل کند.
- **کاربرد آنالیز XRF:** تحقیقات بر روی سنگ های آذرین و رسوبی، تحقیقات خاک، معدن، تولید سیمان، سرامیک و شیشه، متالورژی مواد، مطالعات محیط زیستی، صنایع نفت و محصولات پتروشیمی، تحقیقات میدانی در زمین شناسی و محیط زیست

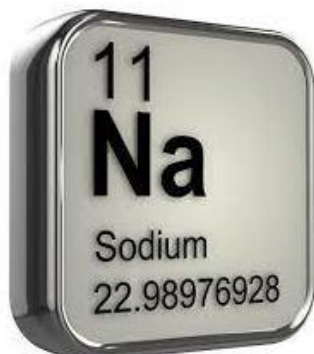


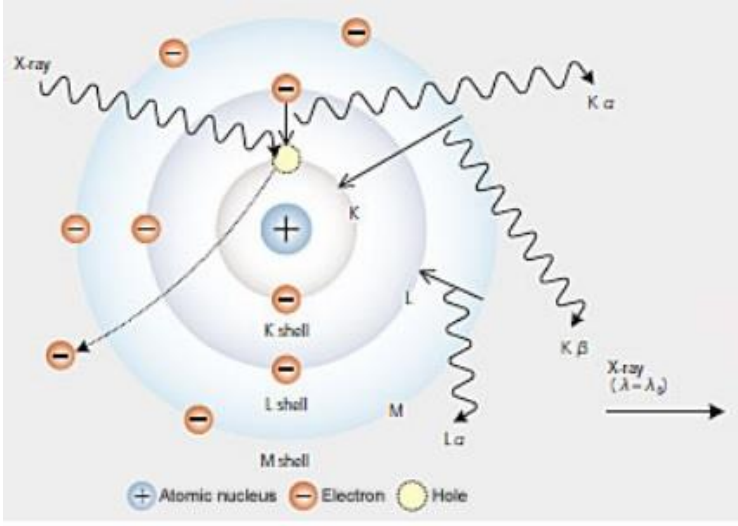
در تعیین نوع عنصر به روش XRF دو روش اصلی وجود دارد:

- **توزیع انرژی (EDXRF):** وقتی پرتو X ثانویه از نمونه منتشر می شود شدت و انرژی آن بطور مستقیم توسط دتکتور اندازه گیری می شود.
- **توزیع طول موج (WDXRF):** ابتدا پرتو توسط یک کلیماتور به صورت موازی درآمد و سپس با برخورد به یک بلور آنالیز کننده که معمولاً فلورید سدیم است بازتابش شده و توسط دتکتور اندازه گیری می شود.



- به طور معمول در روش EDXRF تمام عناصر از سدیم تا اورانیوم قابل شناسایی خواهند بود، در حالیکه روش WDXRF می تواند تنها ماده را تا عنصر بریلیم شناسایی و مشخص کند.





XRF در یک فرآیند سه مرحله ای در سطح اتمی اتفاق می افتد:

- اشعه ایکس ورودی یک الکترون را از یکی از مدارهای اطراف هسته از لایه های الکترونی خارج میکند
- یک حفره ای در یکی از لایه های مدار ایجاد می شود که یک حالت ناپایداری در ساختار اتم ایجاد می شود.
- برای به تعادل ساختار اتم، یک الکترون از لایه های بالاتر یا از مداری بیرونی از اتم به ساختار الکترونی وارد می شود. از آنجاییکه الکترون دارای انرژی کمتری است، انرژی اضافی در قالب اشعه ایکس فلورسنت ساطع می شود.

- اختلاف انرژی بین الکترونهای خارج شده و جایگزین، برابر همان میزان انرژی است که در فرآیند فلورسانس اتفاق افتاده.
- بنابراین، انرژی اشعه ایکسی که مستقیماً از این جابجایی لایه ها ساطع می شود توسط یک دتکتور دریافت می شود و مورد بررسی قرار میگیرد. این دقیقاً همان ویژگی اصلی است که باعث می شود XRF ابزاری برای تحلیل سریع برای ترکیبات شیمیایی یا عناصرها باشد.

تفاوت آنالیز XRF با XRD

- از آنالیز XRD برای تعیین فازها و ساختار کریستالی مواد استفاده می شود و عمده کاربرد آن در مطالعات و شناسایی فازها، کانی شناسی و کریستالوگرافی است. می تواند تعیین کند که هر عنصر در ماده، در چه ترکیب و فازی وجود دارد.
- اما آنالیز XRF یکی از روشهای آنالیز عنصری است. تنها می تواند تشخیص دهد چه درصدی از عناصر در ماده مجهول مورد آزمایش وجود دارد.
- هر دو روش از پرتو ایکس برای شناسایی مواد استفاده می کنند.

نقاط ضعف و قوت آنالیز XRF

- قادر به اندازه گیری کیفی و کمی تعداد بسیار زیادی از عناصر (سدیم تا اورانیوم) است و در مقایسه با روش های معمول آنالیز مانند تیتراسیون سرعت و دقت بالاتر و هزینه کمتری دارد.
- آنالیز XRF یک روش ایده ال برای شناسایی عناصری مانند سیلیسیم، تیتانیوم، آلومینیوم، آهن، منگنز، منیزیم، سدیم، کلسیم و ... در نمونه های سنگ و رسوب است.
- از نقاط ضعف این آنالیز توانایی محدود آن در اندازه گیری دقیق عناصر با عدد اتمی کمتر از ۱۱ در بیشتر مواد طبیعی است.
- همچنین قادر به تشخیص ایزوتوپ های مختلف یک عنصر نیست. ضمناً توانایی تشخیص یون های مختلف یک عنصر را ندارد.

Optical Spectroscopy

- This technique can be generally categorized into two groups:
 - ❖ absorption and emission spectroscopy
 - ❖ vibrational spectroscopy
- determines the **electronic structures** of atoms, ions, molecules, or crystals through exciting electrons from the ground to excited states (absorption) and relaxing from the excited to ground states (emission).

طیف‌سنج نور مرئی - فرابنفش (UV-vis spectroscopy)

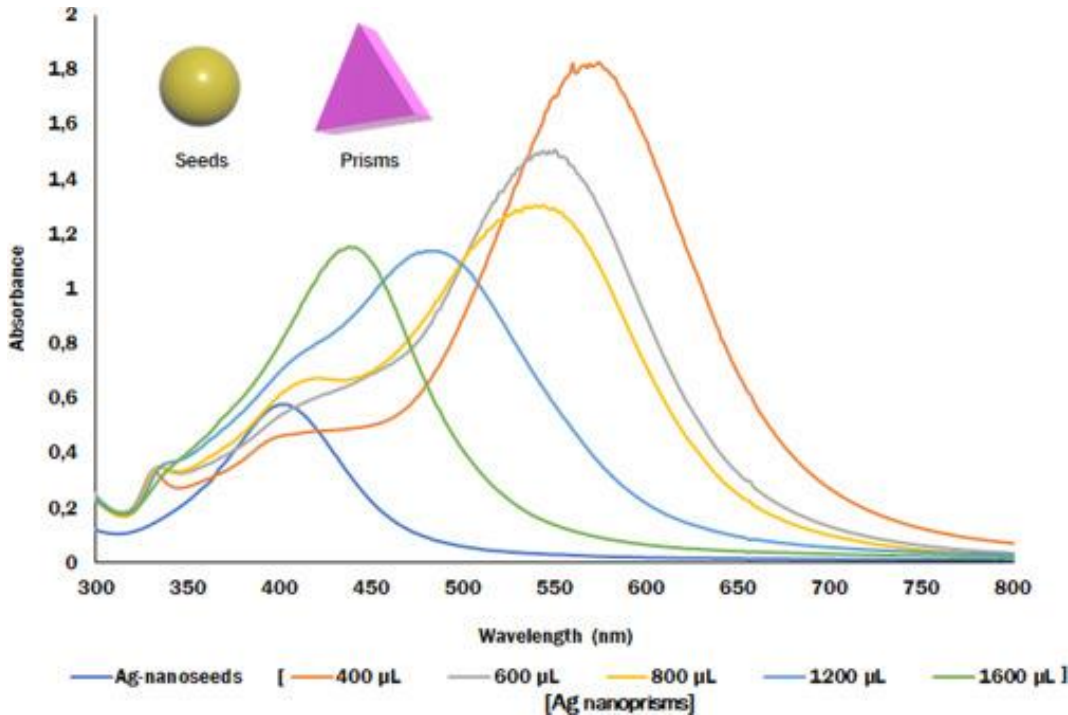
- برای اندازه‌گیری مقدار یک ماده بر اساس میزان جذب الکترومغناطیسی آن ماده می‌باشد.

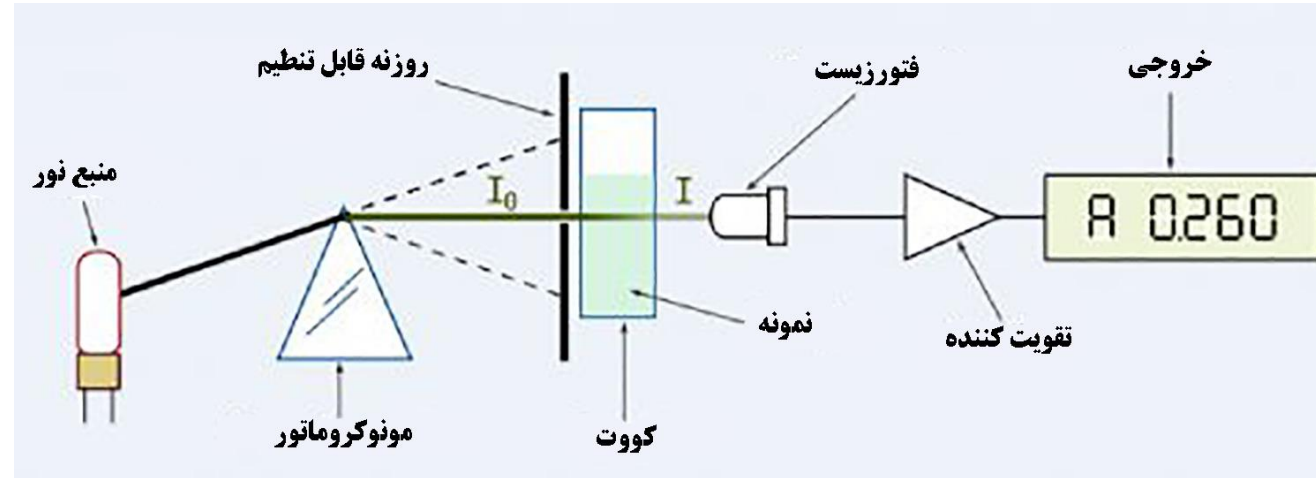
- اساساً این دستگاه برای اسپکتروفتومتری مایعات طراحی شده ولی نمونه‌های جامد را نیز می‌توان مورد آنالیز و بررسی قرار داد.

- مستقیماً برای اندازه‌گیری شدت نور در طول موج‌های مختلف استفاده می‌شود

- می‌تواند درصد نور عبور یافته، جذب شده و یا بازتاب شده را به صورت تابعی از طول موج اندازه‌گیری نماید.

- در این دستگاه نور توسط یک منبع نور تولید شده و پس از گذشتن از میان نمونه مورد نظر، نور به صورت طیفی منتشر می‌شود سپس به وسیله سنسورها آشکارسازی می‌شود. خروجی اسپکتروفتومتر همیشه نموداری از شدت نور نسبت به طول موج است.





بخش‌های اصلی اسپکتروفتومتر عبارتند از:

- **منبع نور:** نور مرئی، مادون قرمز یا ماورا بنفش (از لامپ تنگستن برای تولید نور مرئی و از لامپ دوتریم برای تولید نور ماوراء بنفش). ازه طول موجی قابل اندازه‌گیری به صورت معمول در این دستگاه از ۲۰۰ نانومتر تا ۱۱۰۰ نانومتر می‌باشد.

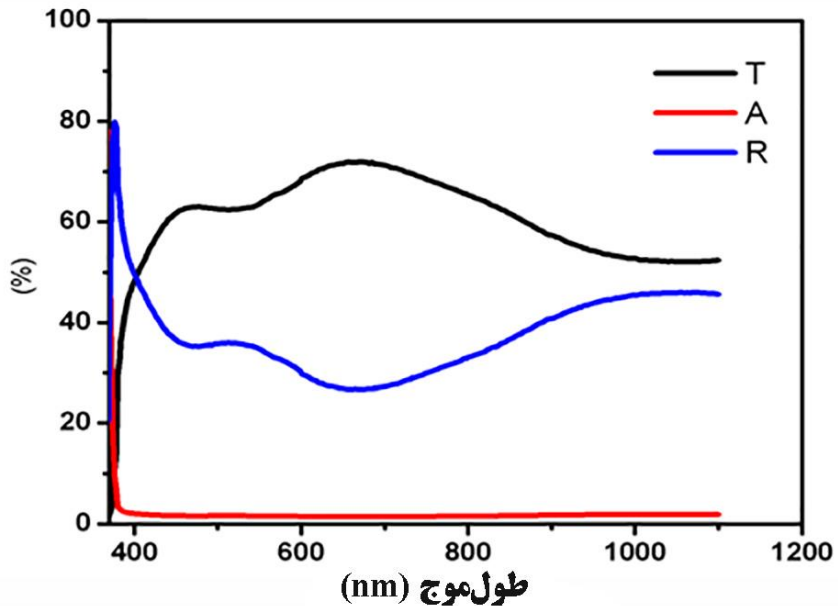
- **منشور یا آینه گریٹینگ:** جهت تکفام نمودن نور در دستگاه اسپکتروفتومتر

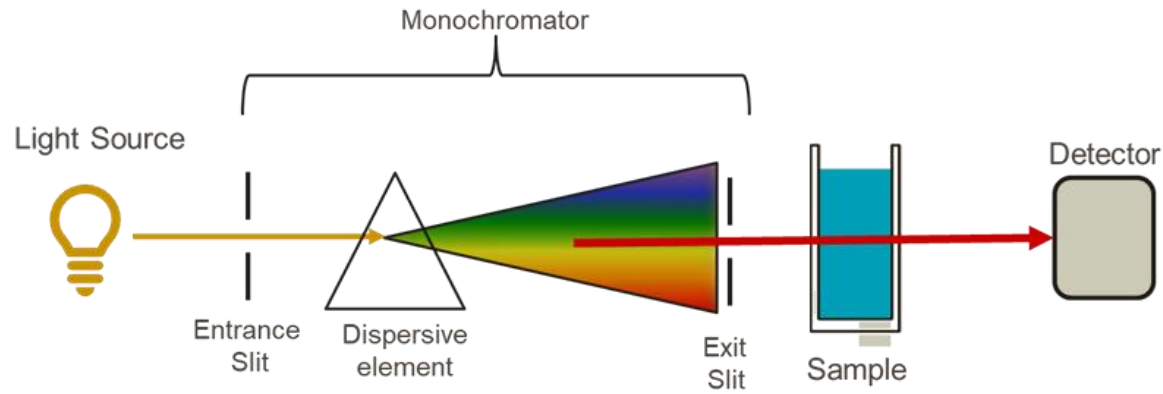
- **مونوکروماتور**

- **آشکارساز:** اندازه‌گیری شدت نور تابیده شده و انتقال اطلاعات به کنتور

- **پردازشگر**

- وظیفه اسپکتروفتومتر در دستگاه تبدیل انرژی فوتون به انرژی الکتریکی می‌باشد.

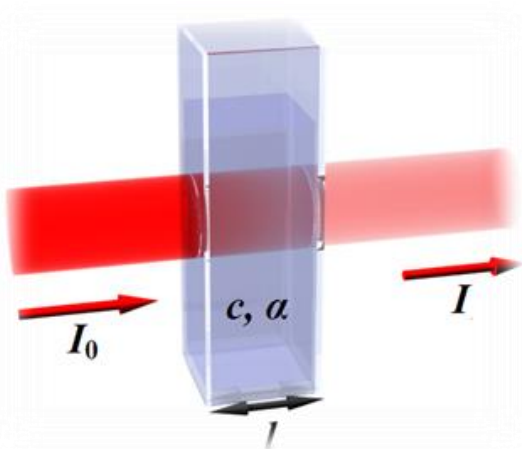




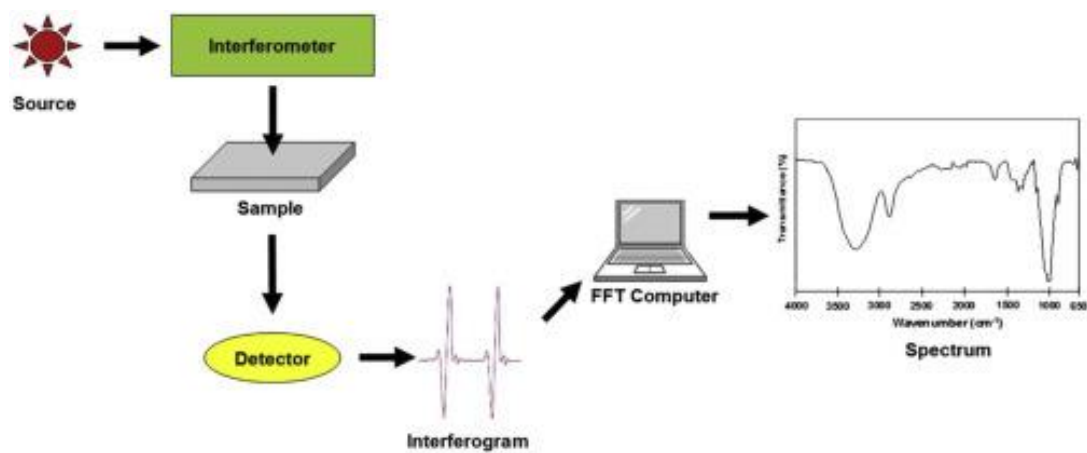
کاربرد دستگاه طیف‌سنج نور مرئی-فرا بنفش:

- بررسی خواص جذبی و عبوری یک ماده در یک بازه طول موجی
- بررسی تغییرات جذب و عبور در یک طول موج مشخص در یک بازه زمانی
- بررسی میزان جذب در چند طول موج مشخص
- اندازه‌گیری گاف انرژی
- شناسایی کیفی و کمی یک یا چند گونه خاص در یک مخلوط
- اندازه‌گیری غلظت محلول
- محاسبات جذب یا عبور نور از قانون بیر-لامبرت پیروی می‌کند:

$$A = \log (I_0/I) = \alpha C X$$



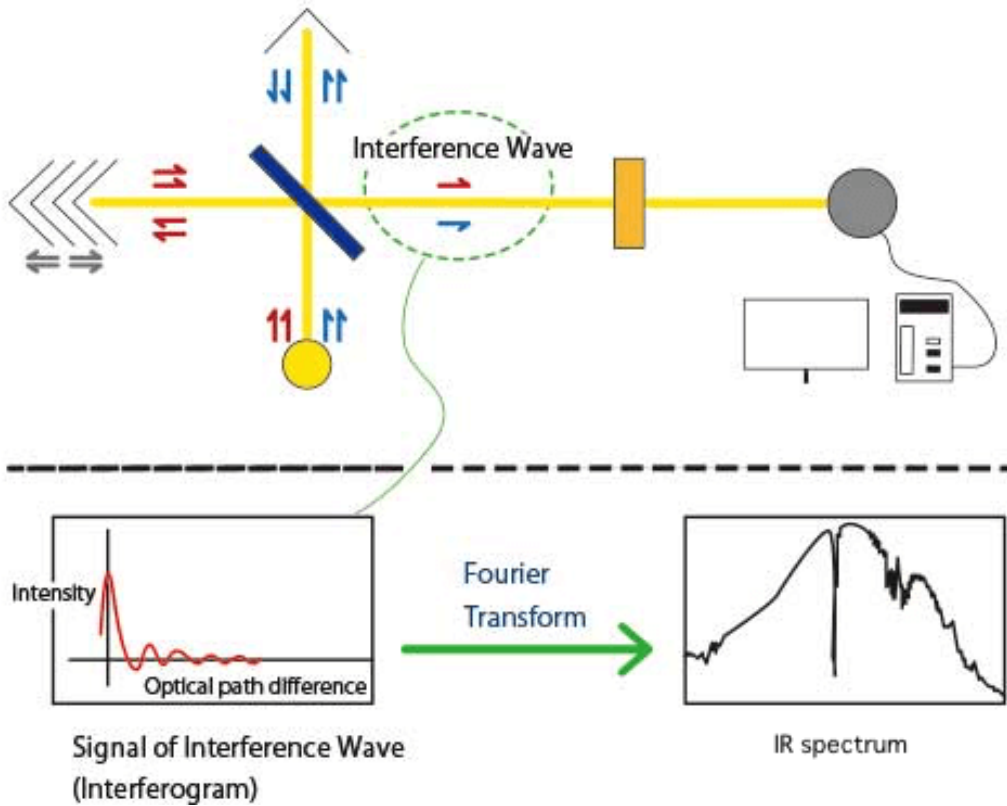
- **Vibrational spectroscopy** involves the interactions of photons with species in a sample that results in energy transfer to or from the sample via vibrational excitation or de-excitation.
- The vibrational frequencies provide the information of **chemical bonds** in the detecting samples.
- Examples: **Infrared spectroscopy** and **Raman spectroscopy**



طیف سنجی مادون قرمز (FTIR spectroscopy)

- بررسی برهم کنش موج الکترومغناطیس در محدوده مادون قرمز با نمونه
- می توان به ساختار مولکول ها، گروه های عاملی و پیوندهای موجود در نمونه پی برد.
- انرژی نور مادون قرمز باعث ارتعاش مولکول ها شده و با اندازه گیری فرکانس ارتعاش، ساختار ماده شناسایی می شود.
- در این فرایند اشعه مادون قرمز با ۱۰۰ الی ۱۰۰۰۰ cm^{-1} به نمونه تابیده می شود.
- برخی از این اشعه ها جذب و برخی دیگر از نمونه عبور می کنند.
- اشعه های جذب شده، توسط مولکول های نمونه به انرژی چرخشی و ارتعاشی تبدیل می شوند.
- در نهایت سیگنال های نهایی توسط آشکار ساز در دامنه ۴۰۰ الی ۴۰۰۰ cm^{-1} نمایش داده می شوند.

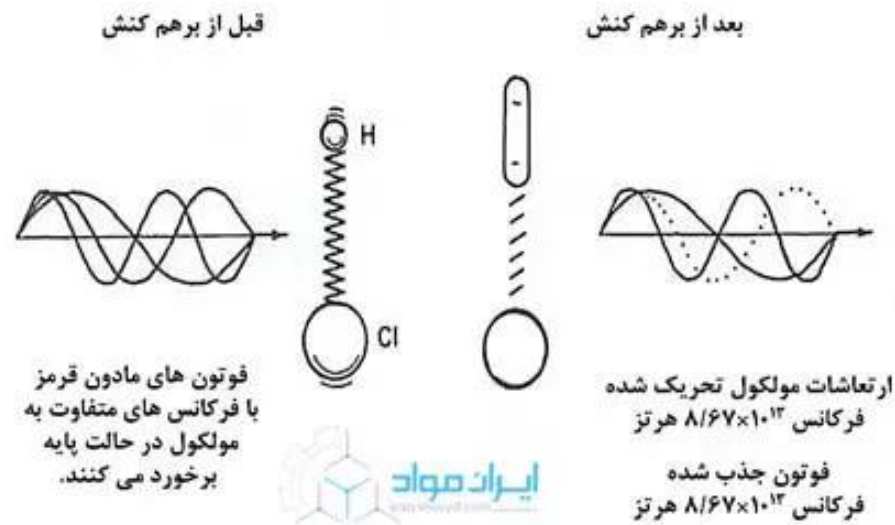
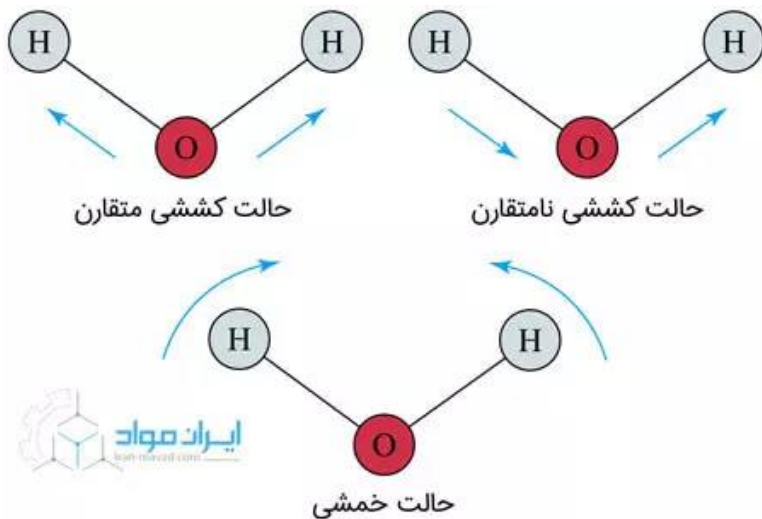
**Fourier Transform
Infrared Spectrometer**



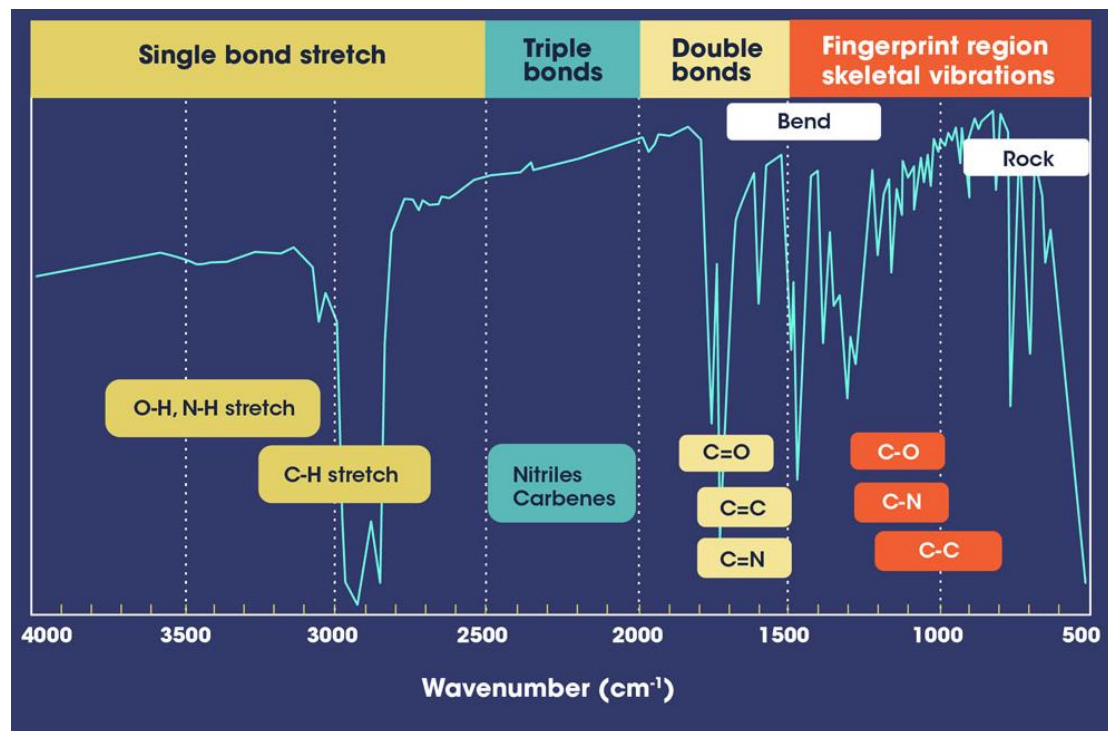
- با بررسی برهم کنش موج الکترومغناطیس در محدوده مادون قرمز با نمونه، می توان به ساختار مولکول ها، گروه های عاملی و پیوندهای موجود در نمونه پی برد.
- انرژی نور مادون قرمز باعث ارتعاش مولکول ها شده و با اندازه گیری فرکانس ارتعاش، ساختار ماده شناسایی می شود.

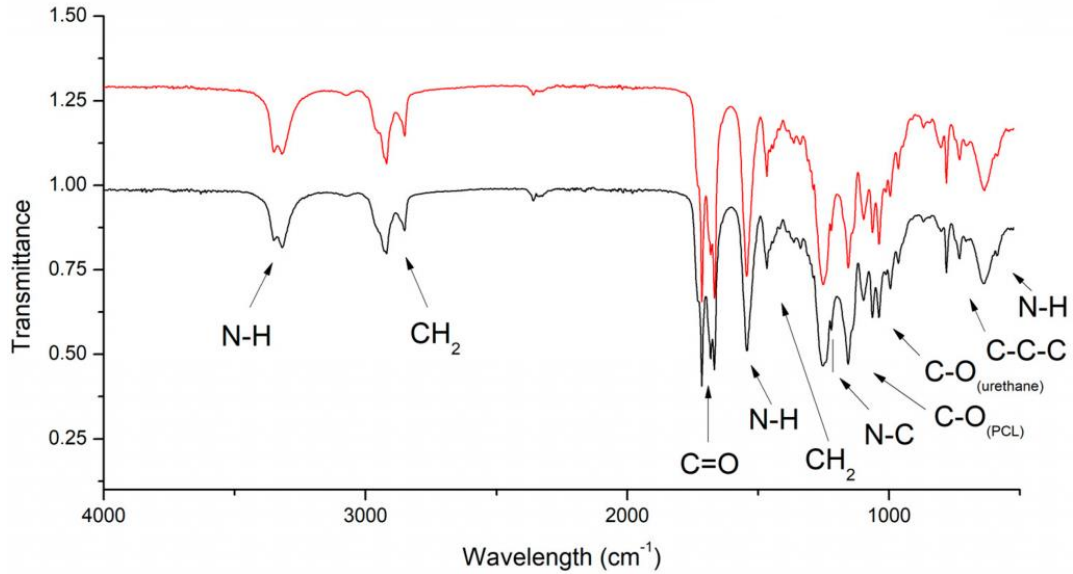
- شرط جذب انرژی امواج مادون قرمز توسط مولکول ها این است که گشتاور دو قطبی مولکول در حین ارتعاش تغییر کند.
- به عبارتی دیگر، مولکول هایی که گشتاور دو قطبی داشته باشند، می توانند مقادیر خاصی انرژی جذب کنند تا بردار گشتاور دو قطبی شان تغییر کرده و پیک های خاصی در طیف آنالیز مادون قرمز تولید کنند.

- در این فرایند اشعه مادون قرمز با ۱۰۰ الی ۱۰۰۰۰ cm^{-1} به نمونه تابیده می شود. برخی از این اشعه ها جذب و برخی دیگر از نمونه عبور می کنند.
- اشعه های جذب شده، توسط مولکول های نمونه به انرژی چرخشی و ارتعاشی تبدیل می شوند. در نهایت سیگنال های نهایی توسط آشکار ساز در دامنه ۴۰۰ الی ۴۰۰۰ cm^{-1} نمایش داده می شوند.
- وقتی که نور به این گروه های عاملی برخورد می کند، پیوندهای شیمیایی موجود کش می آیند و یا خم می گردند. در نتیجه گروه شیمیایی موجود در نمونه تمایل به جذب اشعه مادون قرمز در طیف خاصی از طول موج را دارد.
- ارتعاشات مولکولی به دو دسته **کششی** و **خمشی** تقسیم می شوند. هر نوع مولکول تعداد معینی مد ارتعاشی با فرکانسی مشخص دارد.



- به عنوان مثال پیوند کاشی $C=O$ گروه کربونیل در مولکولهای مخالف در محدوده 1700 cm^{-1} ظاهر می شود. در نتیجه براساس رابطه ی بین موقعیت طول موج و ساختار شیمیایی می توان شناسایی گروه های مختلف عاملی موجود در نمونه را به راحتی انجام داد.
- موقعیت گروه های عاملی تقریباً می توان گفت که همیشه ثابت است و با تغییراتی مانند دما، فشار، نمونه برداری، تغییر ساختار مولکول و... سازگار می باشند.





برخی کاربردهای این روش طیف سنجی در ادامه قابل مشاهده است:

- تعیین صحت انجام یک واکنش شیمیایی
- تعیین میزان پیشرفت واکنش های مختلف
- تشخیص وجود پیوند هیدروژنی در محلول های مختلف
- تشخیص عامل دار شدن یک گونه
- تشخیص گونه های حاوی هالوژن ها، بور، فسفر و گوگرد
- کمک در تعیین ساختار گونه های هتروسیکل و آلی-فلزی (Organometallic)
- تعیین صحت پوشش یک سطح به وسیله یک ترکیب خاص
- ارائه اطلاعات ساختاری ارزشمند از مولکول های زیستی مثل پروتئین ها، لیپیدها، پپتیدها و نوکلئیک اسید ها
- کمک در تشخیص برخی بیماری ها به وسیله آنالیز بافت ها

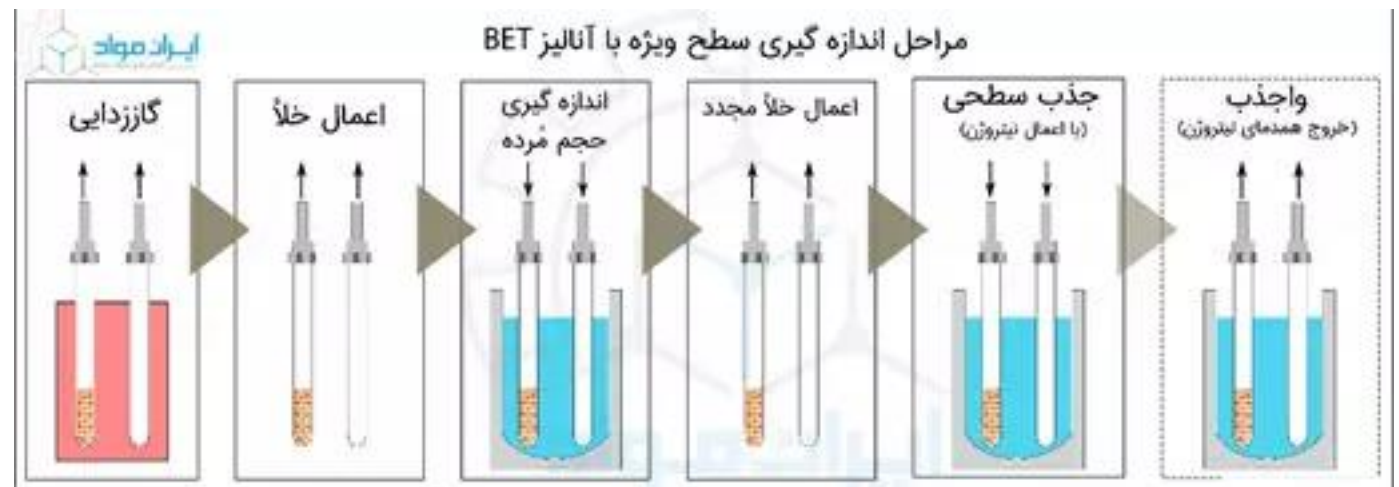
Surface Area Analysis (BET Method)

It is named after the first letters of the names of its three inventors; Stephen **Brunauer**, Paul Hugh **Emmett**, and Edward **Teller**.

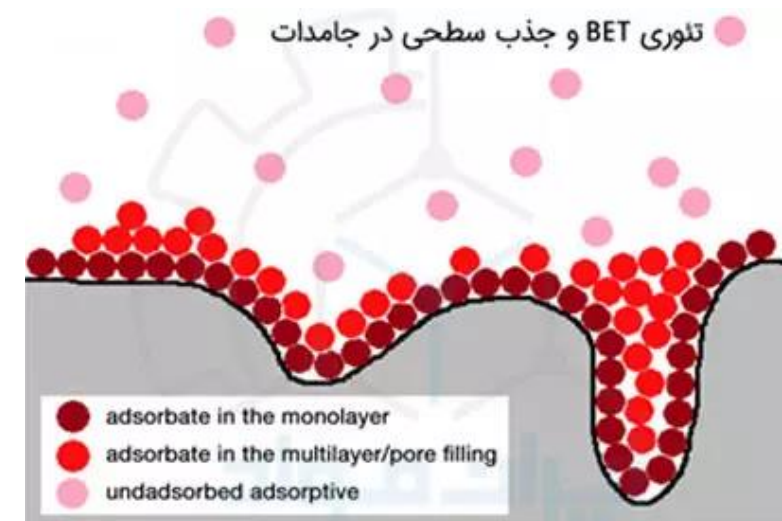


- مساحت سطح ویژه به صورت مساحت سطح ماده به ازای هر واحد جرمی یا حجم ماده بالک تعریف می شود.
- سیستم BET بر اساس سنجش حجم گاز نیتروژن جذب و واجذب شده توسط سطح ماده در دمای ثابت نیتروژن مایع (۷۷ درجه کلوین) کار می کند.
- پس از قرار گرفتن سلول حاوی نمونه‌ی مورد نظر در مخزن نیتروژن مایع، با افزایش تدریجی فشار گاز نیتروژن در هر مرحله، میزان حجم گاز جذب شده توسط ماده محاسبه می شود.
- سپس با کاهش تدریجی فشار گاز، میزان واجذب آن اندازه گیری می شود و در نهایت نمودار حجم گاز نیتروژن جذب و واجذب شده توسط ماده براساس فشار نسبی در دمای ثابت رسم می شود.
- نمودار BET که نمودار جذب و واجذب همدمای نیز نامیده می شود یک نمودار خطی است که میزان سطح موثر ماده از آن استخراج می شود.

- The specific surface area of the particles is the summation of the areas of the exposed surfaces of the particles per unit mass.
- The gas adsorption method is used to determine the specific surface of the powder.
- To measure the specific surface, helium or nitrogen is passed through the prepared powder in a special chamber.
- Helium or nitrogen molecules are adsorbed by the particle surface.



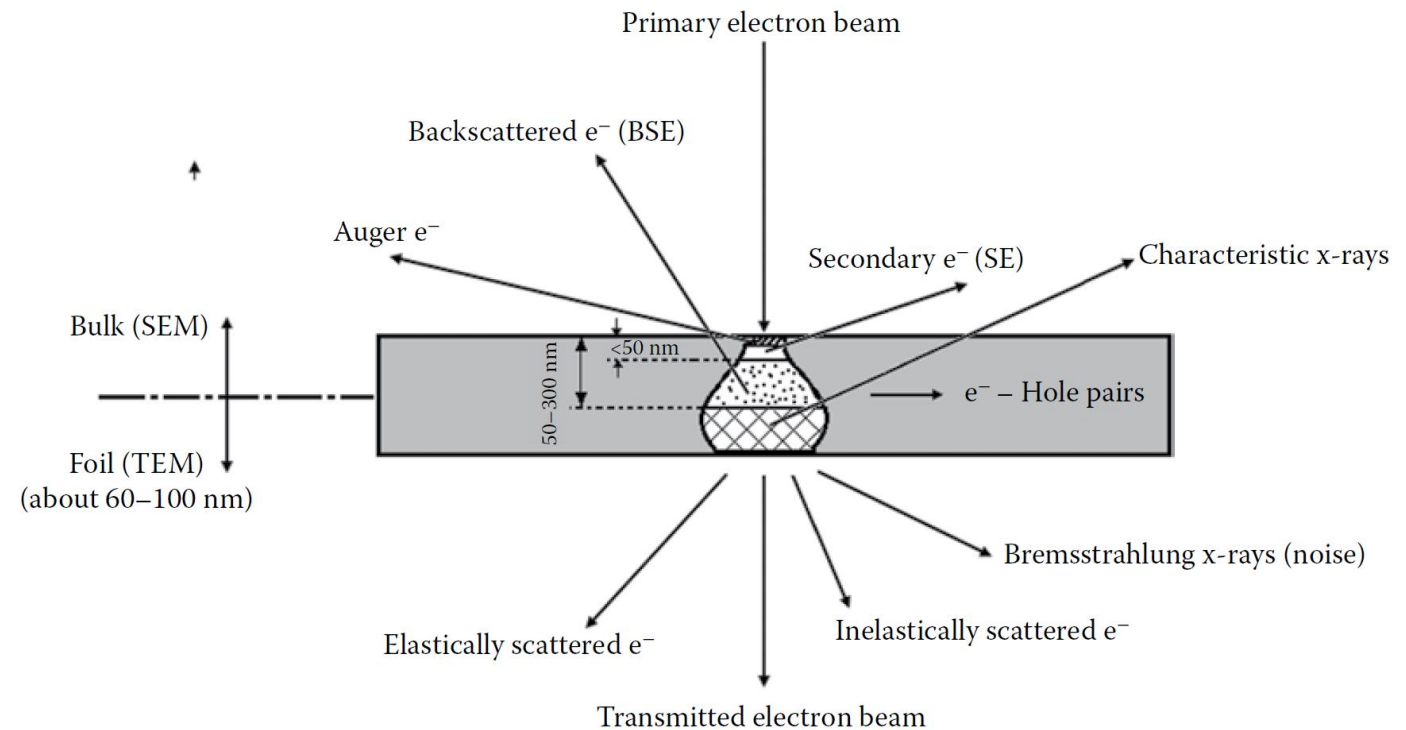
- BET method is used to measure the specific surface of powders by gas adsorption at the surface.
- This method is based on the Langmuir adsorption isotherm with some assumptions of: gas molecules physically adsorb on a solid in layers infinitely, there is no interaction between each adsorption layer, and the Langmuir theory can be applied to each layer.



Electron Microscopy

- There are two main types of electron microscopes: SEM and TEM.
- When a high-energy primary electron beam enters a specimen, electrons undergo elastic scattering and inelastic scattering along with transmitted beam (in case of thin foil).

The interactions of primary electrons with a specimen's atoms generate several signals such as **secondary electrons**, **backscattered electrons**, **Auger electrons**, **Bremsstrahlung (continuous) x-rays**, **characteristic x-rays**, etc.



میکروسکوپ الکترونی

- تهیه تصویر از مواد نانومتری
- نور مرئی دارای طول موج بین ۳۸۰-۷۵۰ نانومتر است
- از میکروسکوپ‌های نوری نمی‌توان برای مشاهده ساختارهای کوچکتر از ۱۰۰ نانومتر استفاده کرد.
- به دلیل طول موج کم پرتو الکترونی در میکروسکوپ‌های الکترونی، بزرگنمایی، عمق میدان و قدرت تفکیک میکروسکوپ‌های الکترونی چندین برابر میکروسکوپ‌های نوری است.



- انواع میکروسکوپ الکترونی:
 - میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM)
 - میکروسکوپ الکترونی عبوری (TEM)
 - میکروسکوپ نیروی اتمی (AFM)
 - میکروسکوپ تونلی روبشی (STM)

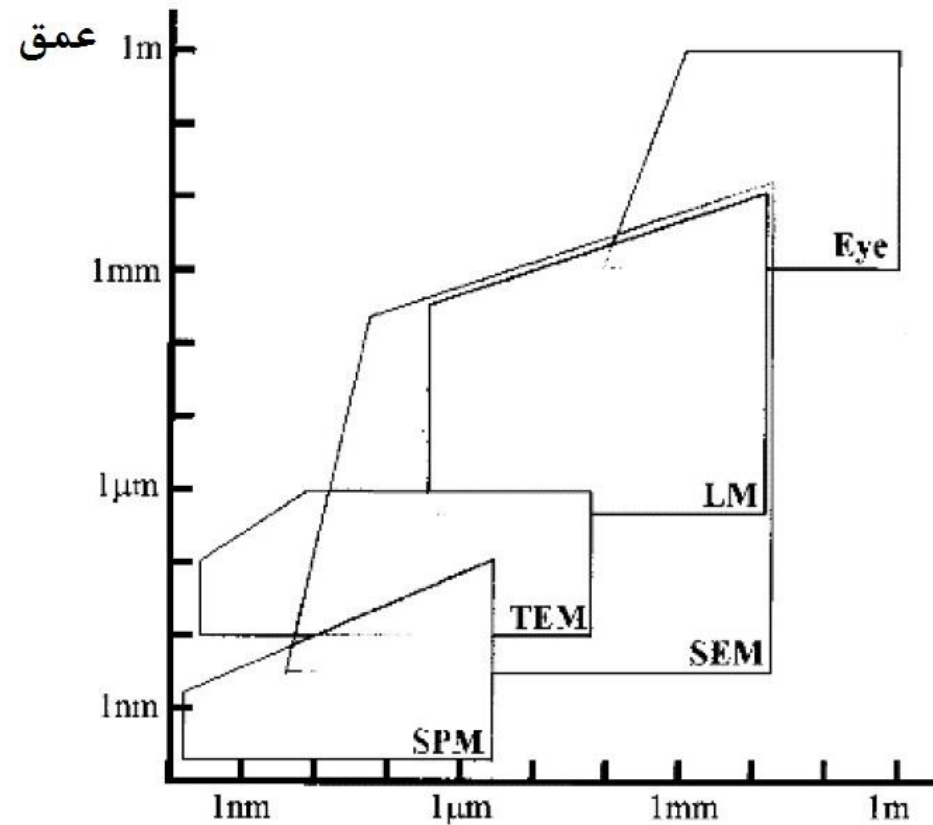
ناتوانی میکروسکوپ‌های نوری

- هر موج تنها می‌تواند اجسام یا موادی را تشخیص دهد که اندازه آنها بزرگتر یا مساوی طول موج آن باشد.
- با نور مرئی، نمی‌توان اجسام یا موادی با اندازه کمتر از طول موج مرئی را مشاهده و بررسی نمود.
- از نور مرئی برای مشاهده و بررسی اجسامی که بیشتر از ۷۵۰-۳۸۰ نانومتر اندازه دارند، می‌توان استفاده نمود.
- با توجه به مفهوم دوگانگی موجی-ذره‌ای، الکترون نیز می‌تواند از خود خاصیت موجی نشان دهد. طول موج الکترون کمتر از اندازه نانومواد است و در نتیجه گزینه مناسبی برای استفاده در میکروسکوپ‌هاست.
- با استفاده از میکروسکوپ‌های نوری، قدرت تفکیکی در حدود ۱ میکرومتر یا حتی ۲۰۰ نانومتر و با استفاده از میکروسکوپ‌های الکترونی و یونی با وضوح بالا در حدود یک نانومتر تا چند انگستروم قابل دسترسی است.

طول موج (متر)

راديو	ماکروویو	مادون قرمز	مرئی	فرابنفش	ایکس	گاما
10^3	10^{-2}	10^{-5}	5×10^{-6}	10^{-8}	10^{-10}	10^{-12}



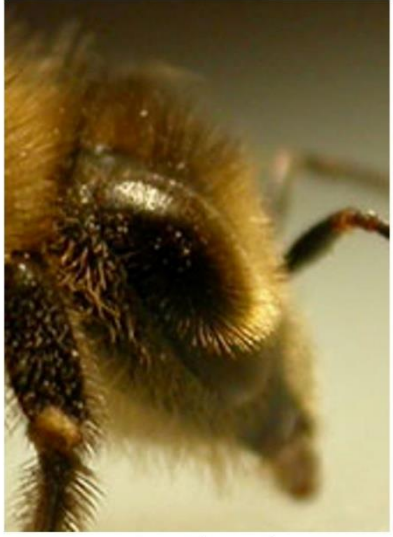


وضوح جانبی

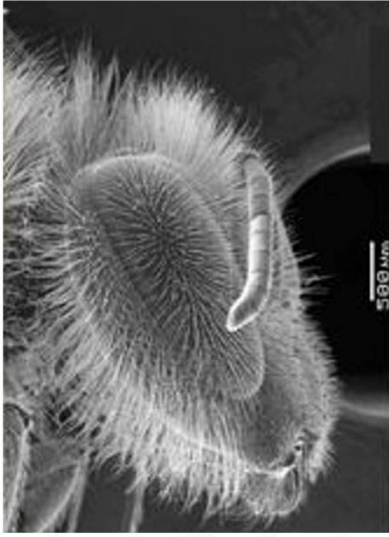
میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM)

- مبنای عملکرد میکروسکوپ الکترونی روبشی، برهمکنش پرتوی الکترونی با ماده است.
- بمباران نمونه با پرتوی الکترونی سبب می‌شود تا از نمونه الکترون‌ها و فوتون‌هایی خارج و به سمت آشکارسازها رها شوند که در آن قسمت تبدیل به سیگنال می‌شوند.





میکروسکوپ نوری



میکروسکوپ الکترونی روبشی

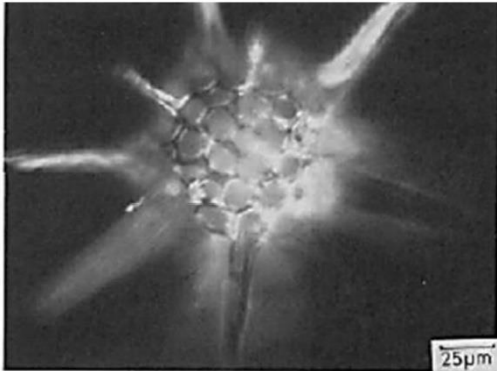
مشخصه‌های کیفیت تصویر ❖ قدرت تفکیک (رزولوشن)

- کوچکترین فاصله بین دو نقطه است که میکروسکوپ می‌تواند به صورت مجزا تشخیص دهد. هرچه قدرت تفکیک کمتر باشد به معنای نشان دادن جزئیات بیشتر در تصویر میکروسکوپ است.
- هرچه پرتو الکترونی متمرکزتر باشد قدرت تفکیک کمتر می‌شود.

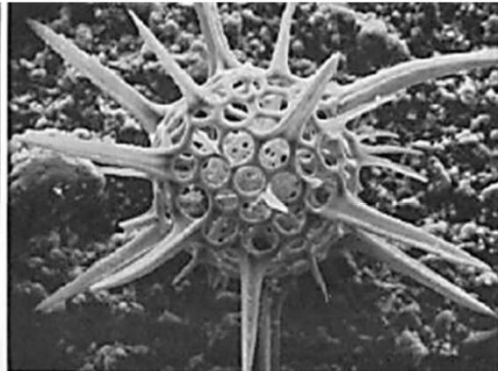
❖ عمق میدان

- عمق میدان بهتر به معنای امکان تمیز دادن و تشخیص بهتر و دقیق‌تر جزئیات در تصاویری است که اجزای مختلف آن با یکدیگر اختلاف عمق دارند.

• بزرگنمایی



تصویر میکروسکوپ نوری



تصویر میکروسکوپ الکترونی

مقایسه میکروسکوپ‌های الکترونی با میکروسکوپ نوری

- استفاده از الکترون به جای نور در میکروسکوپ‌های الکترونی
- قدرت تفکیک بسیار بالاتر در میکروسکوپ‌های الکترونی به علت استفاده از الکترون که طول موج بسیار کوتاهی دارد.
- بزرگنمایی بسیار بیشتر در میکروسکوپ‌های الکترونی
- عمق میدان بسیار بیشتر در میکروسکوپ‌های الکترونی (حدود ۵۰۰-۳۰۰ برابر بیشتر)
- عدسی‌های میکروسکوپ نوری از شیشه ساخته شده است ولی عدسی‌های میکروسکوپ‌های الکترونی از نوع عدسی‌های الکترومغناطیسی هستند که از یک کویل مسی تشکیل شده‌اند.
- منبع تشعشع در میکروسکوپ‌های نوری زیر نمونه قرار دارد ولی در میکروسکوپ‌های الکترونی در بالای نمونه قرار دارد (تفنگ الکترونی).
- میکروسکوپ‌های الکترونی اکثراً در خلاء کار می‌کنند ولی میکروسکوپ نوری در هوا یا در هر سیال دیگری کار می‌کند.
- میکروسکوپ‌های الکترونی قیمت بالاتری دارند.

مزایا و محدودیت‌های میکروسکوپ الکترونی SEM

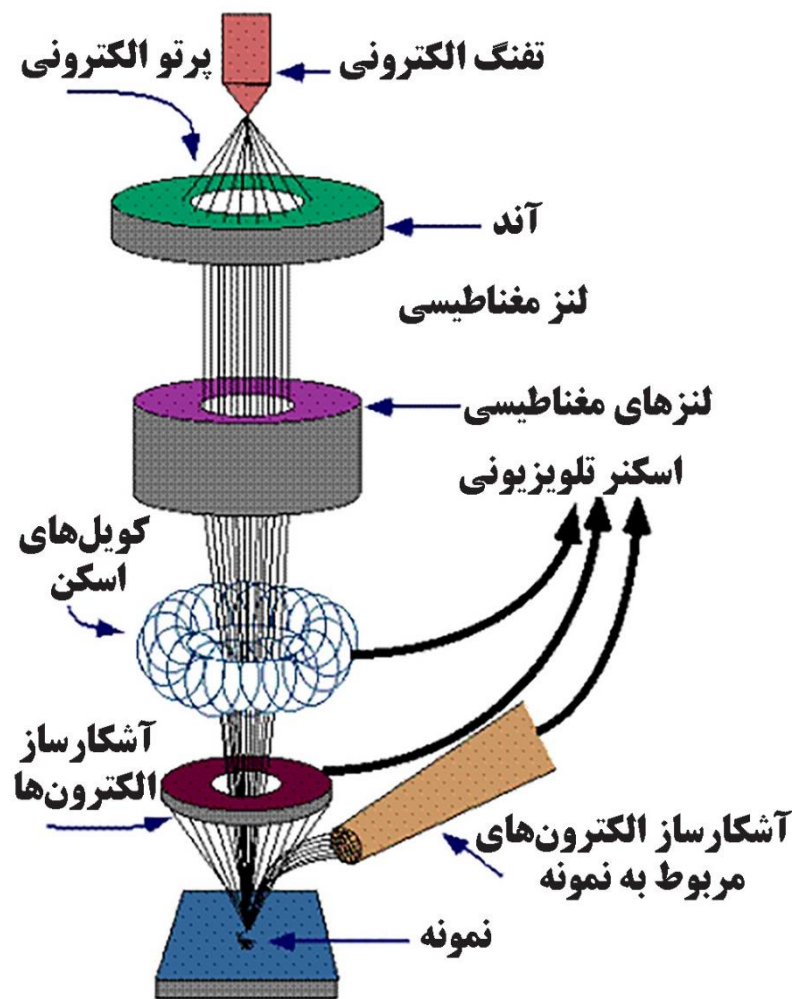
مزایا:

- امکان بررسی تقریباً تمامی انواع نمونه‌های هادی و غیرهادی؛
- عدم نیاز به نمونه‌های شفاف؛
- امکان تصویربرداری در سه بعد X ، Y و Z ؛
- راحت بودن کار با دستگاه؛
- سریع بودن کار با دستگاه؛
- نیاز به آماده‌سازی اولیه کم برای اغلب نمونه‌ها.

محدودیت‌ها:

- گران، بزرگ و نیاز به محیطی عاری از تداخل‌های الکتریکی، مغناطیسی و ارتعاشی؛
- نیاز به خلأ بالا در سیستم؛
- وضوح پایین، معمولاً در بیشتر از چند ده نانومتر؛
- سیاه-سفید بودن تصاویر به دلیل استفاده از پرتوی الکترونی

اجزاء و عملکرد میکروسکوپ الکترونی روبشی



- تامین محیط خلأ
- تولید پرتو الکترونی و هدایت آن توسط لنزهای الکترومغناطیسی روی نمونه
- روبش پرتوی الکترونی بر روی نمونه
- تولید سیگنال‌های مناسب از برخورد پرتوی الکترونی با نمونه
- دریافت سیگنال توسط آشکارسازها و تبدیل آنها به تصویر یا دیگر اطلاعات
- شش جزء اصلی:
 - تفنگ الکترونی، لنزهای الکترومغناطیسی، سیستم روبش، آشکارسازها، سیستم نمایش تصویر و سیستم خلأ



تولید پرتو الکترونی:

• تفنگ انتشار حرارتی یا گرمایونی

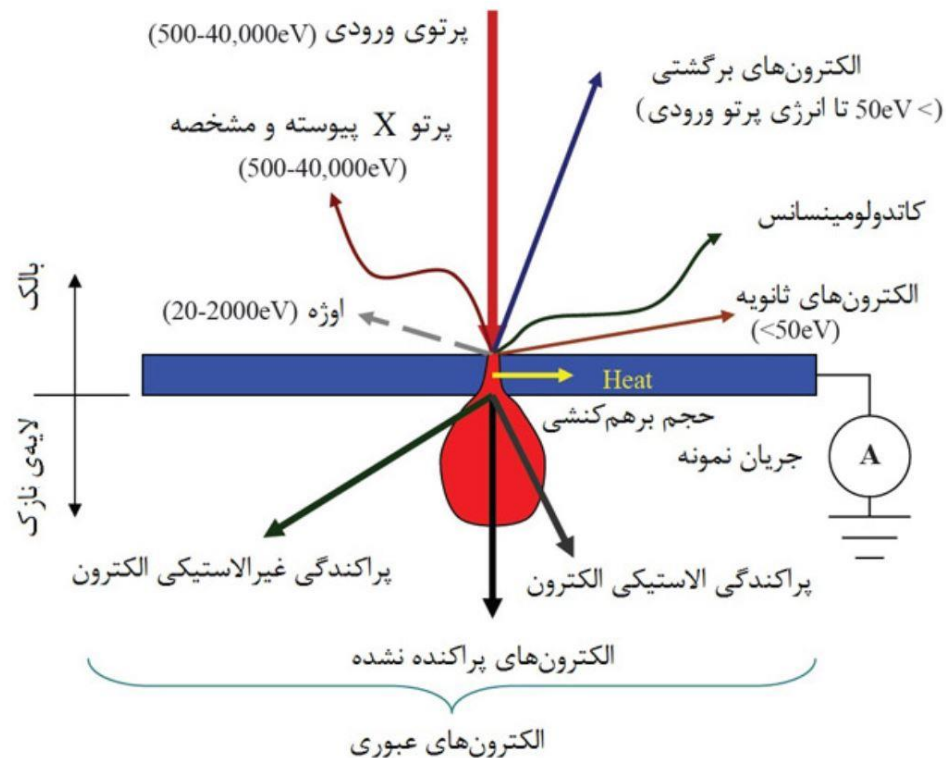
از یک سیم (تنگستن یا هگزابورید لانتانم) جریان الکتریکی عبور می‌کند؛ در اثر عبور جریان الکتریکی و وجود مقاومت الکتریکی در سیم، سیم گرم می‌شود. با گرم شدن سیم به مقدار کافی، الکترون از سیم خارج می‌شود و توسط اختلاف پتانسیل اعمالی بین سیم (به عنوان کاتد) و آند مثبت شتاب می‌گیرد و به سمت نمونه حرکت می‌کند.

• تفنگ انتشار میدانی

سطح یک فلز (معمولاً تنگستن تک بلور) که نوک آن تا ۱۰۰ نانومتر تیز شده است، تحت یک اختلاف پتانسیل بسیار بالا قرار می‌گیرد. الکترون‌ها سطح فلز را ترک می‌کنند. در این تفنگ نیز، فلز به عنوان کاتد بار منفی دارد و آند بار مثبت دارد تا الکترون را به سمت مورد نظر بکشاند. در این روش نوک فلز بسیار تیز است.

• لنزهای الکترومغناطیس

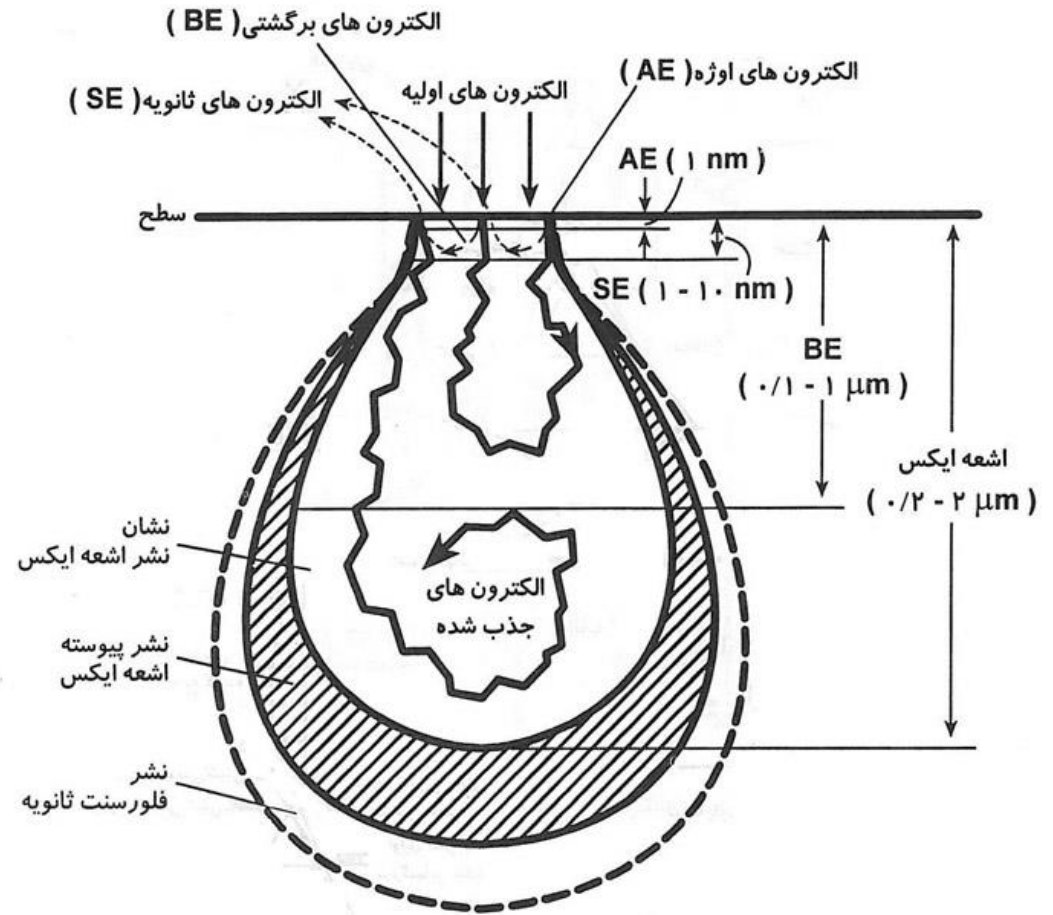
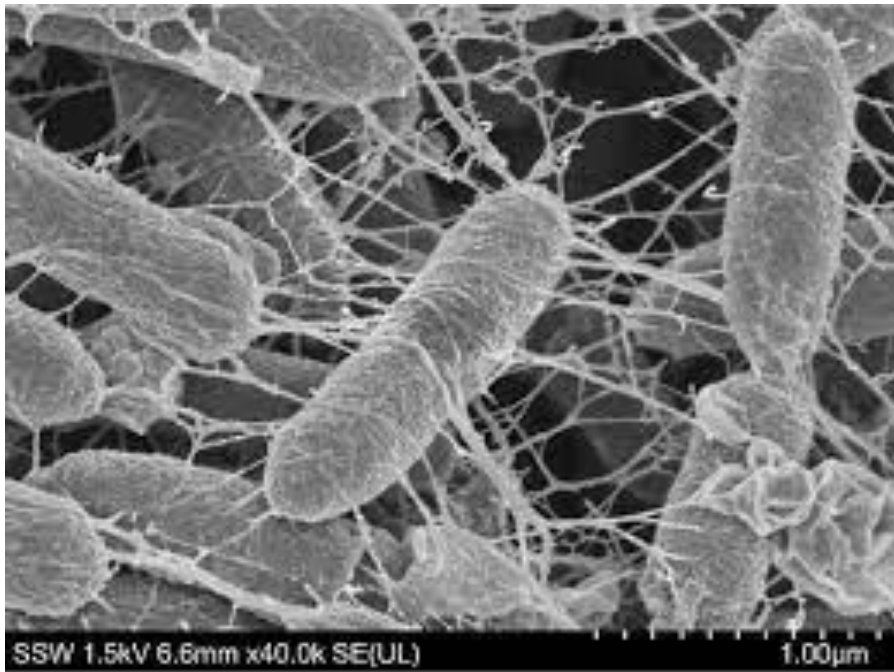
لنزهای الکترومغناطیس جهت باریک کردن و متمرکز کردن پرتو الکترونی به کار می‌روند. لنزهایی که در SEM استفاده می‌شوند بر دو نوع متمرکزکننده و نهایی می‌باشند که هر یک با هدف خاصی در دستگاه تعبیه می‌شوند.



• برهمکنش الکترون با نمونه

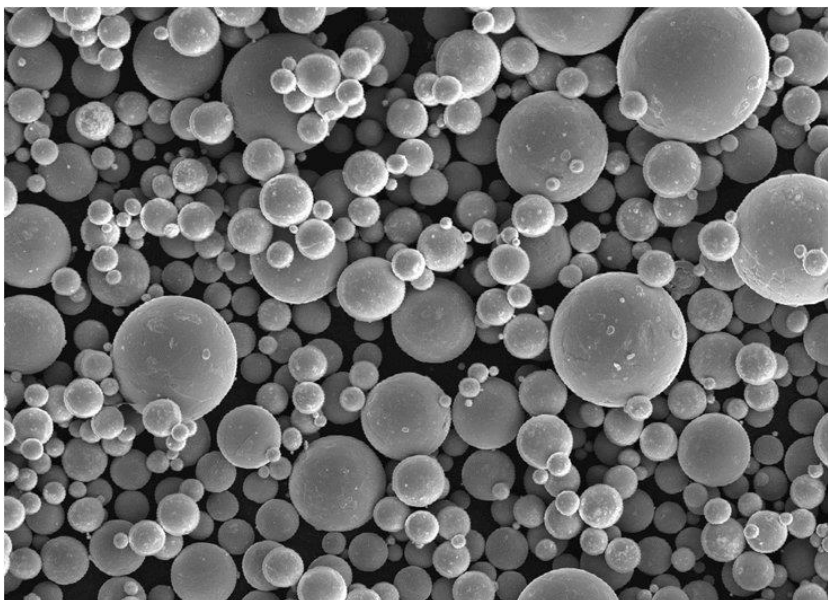
در برخورد پرتو الکترونی به نمونه:

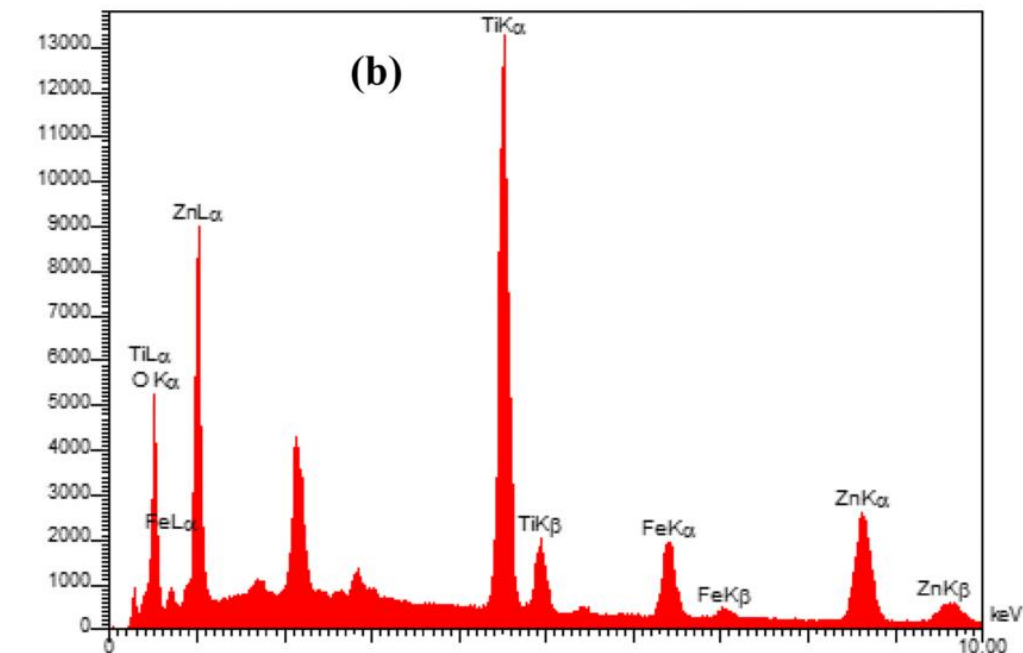
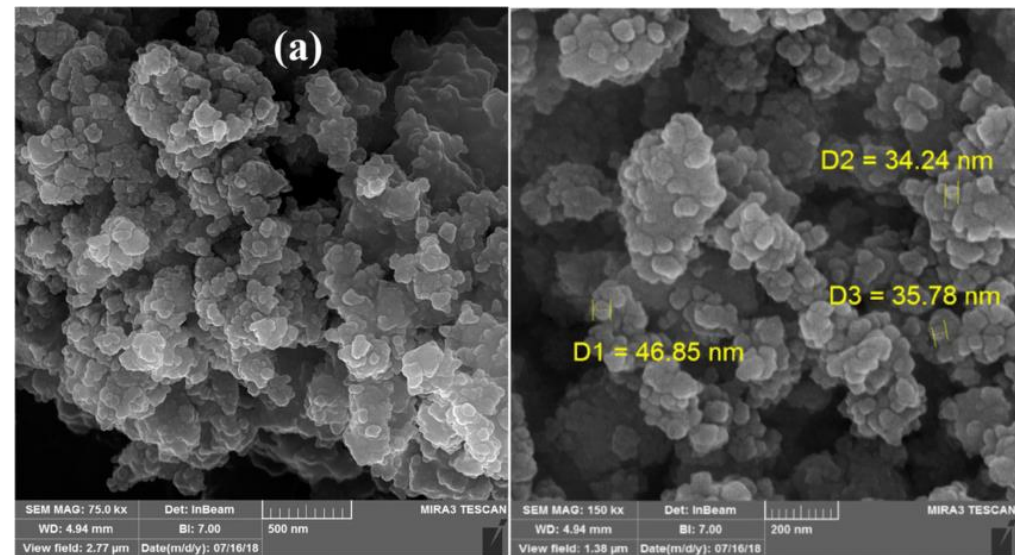
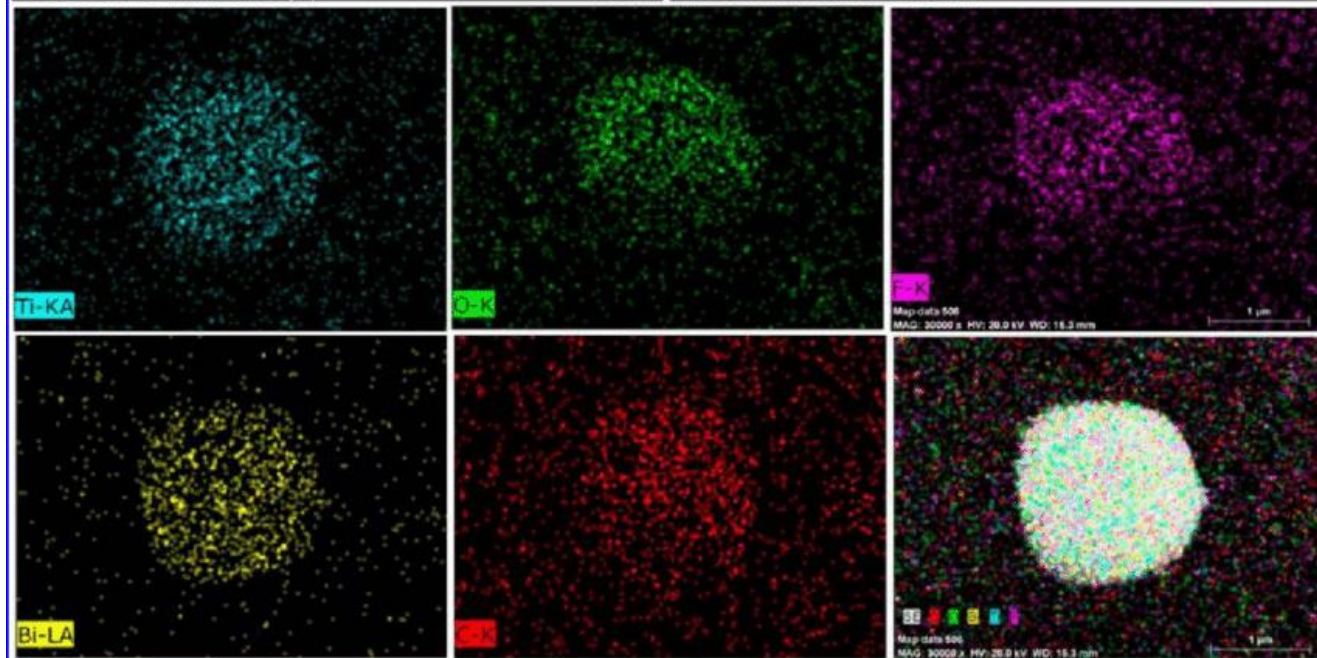
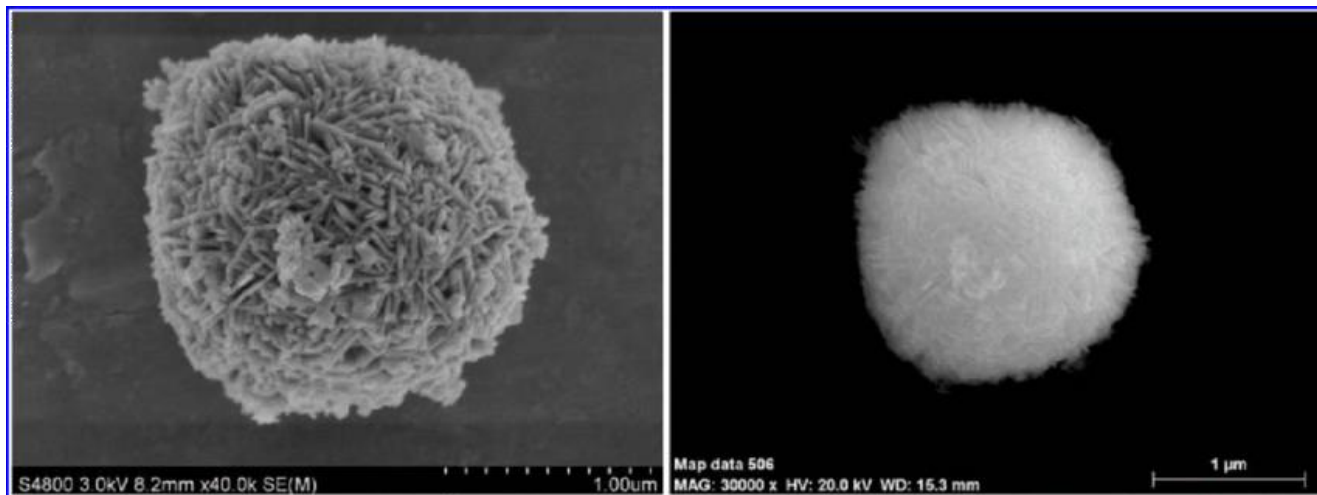
- عبور الکترون از نمونه، که برای لایه‌های نازک اتفاق می‌افتد.
- برهمکنش الکترون با نمونه و برگشت الکترون یا پرتو دیگر از نمونه، که برای مواد بالک اتفاق می‌افتد.



میکروسکوپ الکترونی روبشی گسیل میدانی (FESEM)

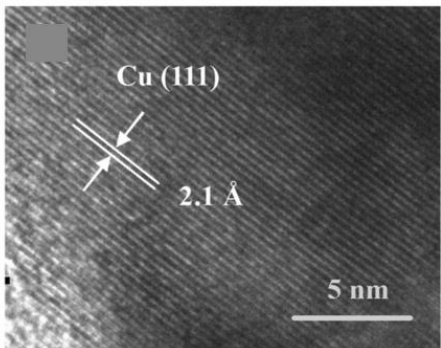
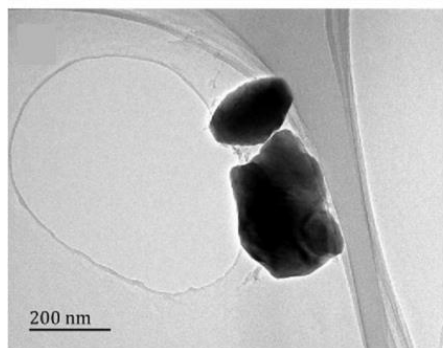
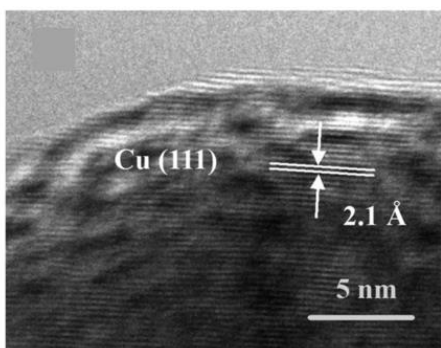
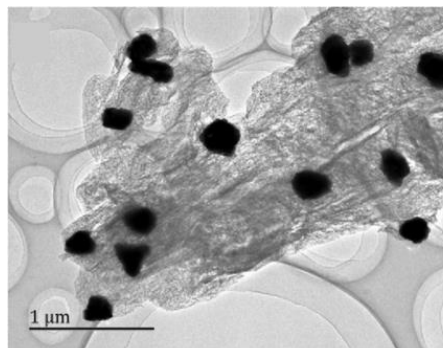
- تفنگ الکترونی FESEM به انرژی حرارتی برای غلبه بر پتانسیل سطحی نیازی ندارد و با اعمال میدان الکتریکی بسیار بالا به سطح نمونه، الکترون‌ها را از سطح جدا می‌کند.
- مزیت اصلی آنالیز FESEM نسبت به آنالیز SEM، قدرت تفکیک به مراتب بهتر آن است.
- بزرگنمایی‌های بسیار بالا
- در صورتی که دستگاه FESEM مجهز به آشکارساز EDS باشد، علاوه بر تصویر برداری از سطح نمونه، داده‌های مربوط به عناصر تشکیل دهنده نمونه نیز قابل استخراج می‌باشد.





میکروسکوپ‌های الکترونی عبوری (TEM)

- تهیه تصاویر از میکروساختار و ساختار بلوری ماده با قدرت تفکیک بالا و بزرگنمایی خیلی زیاد
- از پرتو الکترونی عبور پیدا کرده از نمونه برای تشکیل تصاویر استفاده می‌شود. بنابراین برای نمونه‌های بالک باید نمونه تا حد مطلوبی نازک شده باشد که امکان عبور الکترون از نمونه فراهم شود.
- جهت مطالعات ساختارهای بلوری، تقارن، جهت‌گیری و نقائص بلوری می‌توان استفاده نمود



بخش‌های مهم میکروسکوپ الکترونی عبوری

• تفنگ الکترونی

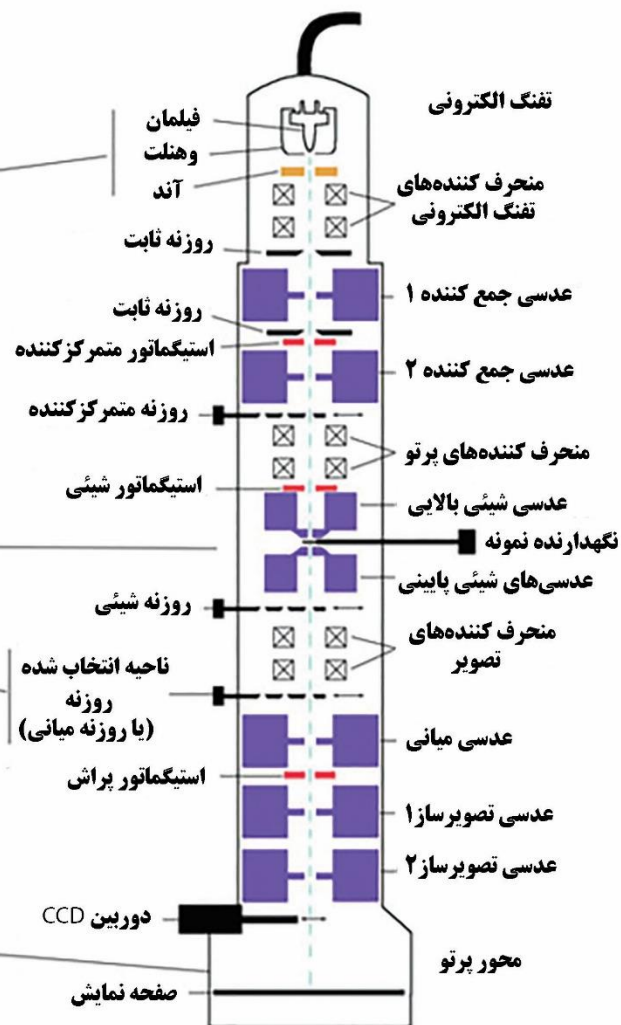
باریکه‌ای از الکترون‌های پر قدرت ایجاد می‌کند که قادر به عبور از داخل نمونه‌های نازک است.

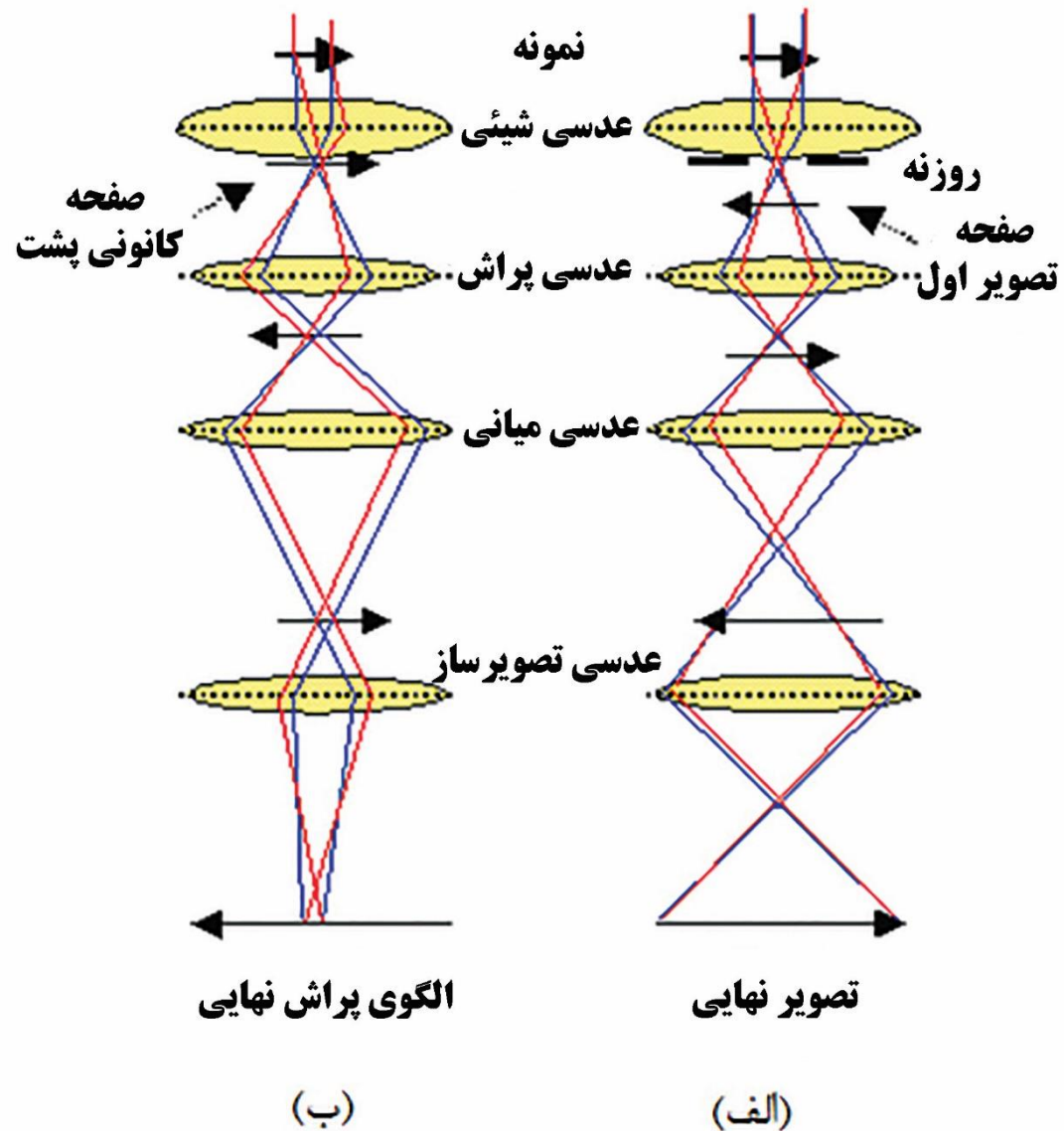
این تفنگ شامل یک منبع الکترونی (معروف به کاتد) و یک سیستم شتاب‌دهنده، تامین کننده ولتاژ پایدار، است.

تفنگ الکترونی در بخش فوقانی دستگاه قرار گرفته است.

تفنگ‌های گرما یونی: الکترون‌ها از فیلامنت داغ منتشر و به سوی آند شتاب داده می‌شوند.

تفنگ گسیل میدانی: سطح یک فلز تحت ولتاژ بسیار زیاد قرار گیرد الکترون‌ها می‌توانند سطح آن را ترک کنند





سیستم‌های عدسی

- عدسی‌هایی که بین منبع الکترونی و نمونه قرار می‌گیرند، عدسی متمرکز کننده نامیده می‌شود که برای کانونی نمودن پرتوهای الکترونی استفاده می‌شوند،
- عدسی‌های شیئی قرار داده می‌شود تا پرتوهایی که با زاویه باز پراکنش می‌یابند را محدود نمایند.

عدسی‌های الکترومغناطیس

