

به نام خدا

سازمان آموزش و پرورش استان همدان

اداره آموزش و پرورش منطقه خزل

موضوع :

کار برد میکروسکوپ الکترونی در شیمی

کاری از :

میثم آقاسی (سرگروه شیمی منطقه خزل ۹۰-۸۹)

شماره پرسنلی: ۹۶۳۵۷۸۴۱:

سال تحصیلی: ۹۰-۹۱

[www.ShimiPedia.ir](http://www.ShimiPedia.ir)

## فهرست

### فصل اول

میکروسکوپ ریشه‌ی لغوی ..... ۱	۱
تاریخچه ..... ۱	۱
سیر تحولی و رشد ..... ۱	۱
مکانیزم ..... ۲	۲
اطلاعاتی که میکروسکوپ الکترونی میدهد ..... ۳	۳
طراح میکروسکوپ الکترونی نخستین در گذشت ..... ۳	۳
تاریخچه‌ی میکروسکوپی ..... ۴	۴
مراحل توسعه‌ی تکنولوژی میکروسکوپ	
(جدول ۱-۱) ..... ۷	۷

### فصل دوم

میکروسکوپ الکترونی ..... ۸	۸
(مقدمه) ..... ۸	۸
میکروسکوپ الکترونی روبشی ..... ۹	۹

کاربرد میکروسکوپ الکترونی روبشی.....	۱۰
چگونه <b>SEM</b> کار میکند.....	۱۰
آماده سازی نمونه.....	۱۲
میکروسکوپ الکترونی روبشی( <b>SEM</b> ).....	۱۳
استفاده ی عمومی.....	۱۴
کاربرد.....	۱۴
نمونه ها.....	۱۵
آنالیز شیمیایی در میکروسکوپ الکترونی.....	۱۵
حدودیت ها.....	۱۶
فهرست <b>SEM</b> های موجود در کشور.....	۱۷
فصل سوم	
میکروسکوپ الکترونی عبوری	
(مقدمه).....	۲۰
اجزای اصلی.....	۲۰

اساس عملکرد **TEM**

عملکرد میکروسکوپ

میکروسکوپ **TEM**

اجزای اصلی میکروسکوپ **TEM**

کاربرد

آماده سازی نمونه

میکروسکوپ عبور الکترونی

اساس کار میکروسکوپ الکترونی عبوری

برهم کنش الکترون با اتم و تفنج الکترونی

حالت های مختلف تصویر برداری

فهرست **TEM** های موجود در کشور

مقایسه ای بین **TEM** و **SEM**

فصل چهارم

**Environmental**

**Scanning**

**Electron**

۳۶ .....**Microscope**

۳۷ .....(ESEM) **میکروسکوپ الکترونی محیطی**

۳۷ .....**اساس کار**

۴۰ .....**ESEM** آشکار سازی الکترون در

۴۲ .....**ESEM** تصویر سازی

۴۳ .....**مزایا**

۴۴ .....**حدودیت ها**

**فصل پنجم**

شکل های مربوط به میکروسکوپ های الکترونی

۴۵ .....**SEM(1)**

۴۹ .....**TEM(2)**

۵۴ .....**ESEM(3)**

منابع و توضیحات ..... ۵۷

تقدیر و تشکر ..... ۵۸

## فصل اول

### میکروسکوپ ریشه لغوی

میکروسکوپ به معنی کپی یا ثبت کوچکتر ذره است و ریشه در زبان لا تین دارد و از آن برای بررسی ذرات اتمی و زیر اتمی استفاده می‌شود.

#### تاریخچه

میکروسکوپ الکترونی نوعی میکروسکوپ مرکب است. اولین میکروسکوپ مرکب، احتمالاً در سالهای ۱۶۰۰ میلادی توسط دو نفر هلندی به نام هانس و زاکاریاس جنس ساخته شد. در سال ۱۸۷۳ ارنست آبه ثابت کرد که برای تشخیص دقیق دو ذره نزدیک به هم، طول موج نور نباید بیشتر از دو برابر فاصله دو ذره از یکدیگر باشد. بالاخره در سال ۱۹۳۹ اولین میکروسکوپ الکترونی ساخته شد.

#### سیر تحولی و رشد

میکروسکوپ‌های اولیه که میکروسکوپ ساده نام داشت، شامل فقط یک عدسی بودند اما میکروسکوپ الکترونی، که میکروسکوپ مرکب است از ترکیب حداقل دو عدسی بوجود آمده است. در طول قرن هیجدهم میکروسکوپ در زمرة و سایل تفریحی به شمار می‌آمد. با پژوهش‌های بیشتر پیدا شرفاً قابل توجهی در شیوه ساختن عدسی شئی حاصل شد. بطوری که عدسی‌های دیگر یا صورت ذره بینهای معمولی نبودند بلکه خطاهای موجود در آنها که به کنجهایی معروف هستند، دفع شده‌اند و آنها میتوانستند جرئیات یک شی را دقیقاً نشان دهند. پس از آن در طی پنجاه سال، پژوهشگران بسیاری تلاش کردند تا بر کیفیت و مرغوبیت این وسیله بیافزایند. بالاخره ارذست آبه توانست مدل‌نای علمی میزان بزرگنمایی میکروسکوپ را تعریف کند.

بدین ترتیب میزان بزرگنمایی مفید آن بین ۵۰ تا ۲۰۰۰ برابر مشخص شد. البته میتوان میکروسکوپ‌هایی با بزرگنمایی بیش از ۲۰۰۰ برابر ساخت. مثلاً قدرت عدسی چشمی را بیشتر کرد. اما قدرت تفکیک نور ثابت است و درنتیجه حتی بزرگنمایی بیشتر میتواند دو نقطه از یک شی را بهتر تفکیک کند. هر چه بزرگنمایی شی افزایش یابد به میزان پیچیدگی آن افزوده می‌شود. بزرگنمایی شی در میکروسکوپ‌های تحقیقاتی جدید معمولاً ۳X، 6X، 10X، 12X، 40X و 100X است. در نتیجه بزرگنمایی میکروسکوپ نوری از محدوده معینی تجاوز نمی‌کند برای بررسی بسیاری از پدیده‌هایی که احتیاج به بزرگنمایی خیلی بیشتر

دارند مفید است. تحقیقات بسیاری صورت گرفت تا وسیله دقیق تری با بزرگنمایی بیشتر ساخته شود. نتیجه این پژوهشها منجر به ساختن میکروسکوپ الکترونی شد.

### مکانیزم

میکروسکوپ مرکب از یک لوله تشکیل شده که در دو انتهای آن دو عدسی شنی نزدیک به شی مورد مطالعه و عدسی چشمی قرار دارد. تصویری که توسط عدسی شنی بوجود می‌آید، بواسیله عدسی چشمی بزرگتر می‌شود. به این جهت بزرگنمایی آن بیش از قدرت یک عدسی است. در میکروسکوپ‌های پیشرفته، دستگاه نوری پیچیده تر است. بدین ترتیب که در آنها علاوه بر لامپ، یک کندانسور (مجموعه عدسی‌های متمرکز کننده نور) و یک دیافراگم که شدت نور را کنترل می‌کند، قرار داده شده است. لامپی که در این نوع میکروسکوپ‌ها مورد استفاده قرار می‌گیرد، با ولتاژ کم کار می‌کند. لامپ‌های فراوانی برای این مذکور وجود دارند که هر کدام نوری باشد و طول موج مورد نظر تامین می‌کنند. بنابراین برای تفکیک دو نقطه نزدیکتر از ۲۵۰۰ آنکاستروم باید از میکروسکوپ الکترونی استفاده کرد.

زیرا طول موج الکترون از طول موج نور کمتر است. اولین میکروسکوپ الکترونی که ساخته شد، درست مانند میکروسکوپ نوری که شعاع نور را از داخل نمونه مورد مطالعه عبور می‌دهد، شعاع الکترون را از داخل مقطع بسیار نازکی عبور می‌دهد. چون تراکم مواد در تمام قسمتهاي نمونه مورد مطالعه یکسان نیست، میزان الکترونی که از قسمتهاي مختلف عبور می‌کند متفاوت است. درنتیجه تصویری از قسمتهاي تاریک و روشن آن بدست می‌آید. میکروسکوپ الکترونی دارای یک قسمت لوله‌ای شکل است که الکترون میتواند آزادانه از آن عبور کند. در قسمت بالای لوله یک قطب منفی الکتریکی به شکل رشته سیم نازک وجود دارد که جنس آن از تنگستان است. این قسمت آنقدر حرارت داده می‌شود تا بتواند از خود الکترون آزاد کند.

این عمل با ایجاد اختلاف پتانسیل از ۲۰۰۰۰ تا ۱۰۰۰۰ ولت بین کاتد و آند صورت می‌گیرد. در نتیجه یک شعاع الکترونی بسوی پایین قسمت لوله‌ای شکل شتاب داده می‌شود. به این سیستم تفنگ الکترونی می‌گویند. در طول لوله عدسی‌های همگرا اندازه و روشنایی شعاع الکترونی را قبل از برخورد با نمونه مورد مطالعه کنترل می‌کنند. مقطع مورد بررسی روی یک صفحه مشبك دایره شکلی قرار داده می‌شود. شعاع الکترونی پس از عبور از مقطع و قبل از این که به حد بزرگنمایی نهایی برسد، از میان عدسی‌های شنی عبور کرده و تنظیم می‌شود. سپس تو سط عدسی‌های بر روی صفحه زیر میکروسکوپ منعکس می‌شود. چگالی بزرگنمایی بیشتر میکروسکوپ‌ها از ۵۰ تا ۸۰۰۰۰ برابر

است. صفحه زیر میکروسکوپ از مواد فسفردار (فسفید روی) پوشانیده شده که در مقابل پرتو الکترون از خود نور تولید میکند. در زیر این صفحه یک دوربین عکاسی قرار دارد که از تصویر روی صحنه عکس میگیرد.

اطلاعاتی که میکروسکوپ الکترونی ارائه میدهد. توپوگرافی شی (نقشه برداری)؛ در این کار با آشکار کردن مشخصات سطح و بافت داخلی شی، میتوان به خواصی مانند سفتی و میزان ارجاعی بودن آن پی برد.

مورفولوژی (زیست شناسی)؛ به دلیل اینکه در این رویت شکل و سایر ذرات مشخص است، میتوان به نیروی استحکام پی برد. ترکیب؛ این میکروسکوپ میتواند عناصر سازنده شی را مشخص نماید. بنابراین میتوان به خواصی مانند نقطه ذوب، اکتیویته شی دست یافت.

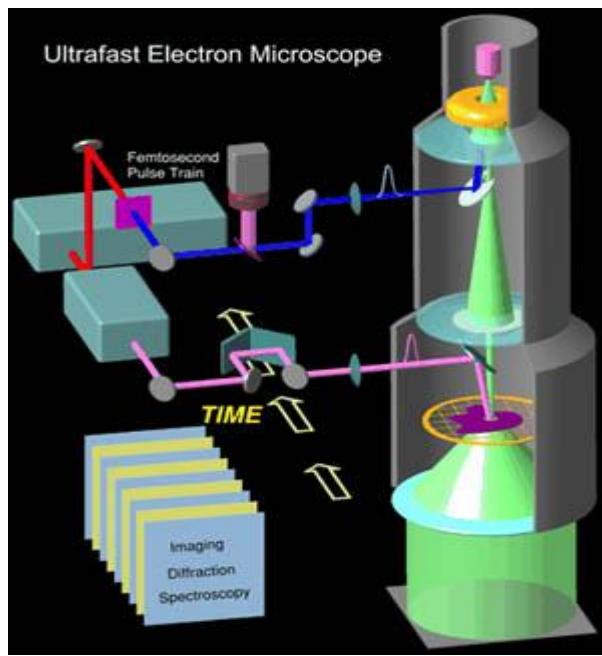
بملو رشنا سی؛ میکروسکوپ الکترونی چگونگی چیده شدن اتم را در مجاورت یکدیگر نشان میدهد. به این ترتیب میتوان آنها را از نظر رسانایی و خواص الکتریکی بررسی نمود

## طراح نخستین میکروسکوپ الکترونی درگذشت

جیمز هیلی یر، فیزیکدان کانادایی و طراح اولین میکروسکوپ الکترونی در سن ۹۱ سالگی درگذشت.

میکروسکوپ الکترونی که در سال ۱۹۳۱ توسط دو دانشمند آلمانی به نام های ارنست رو سکا و راینهولد رودنبرگ ابداع شد متخصصان را با مشکلات زیادی مواجه میکرد به طوری که تهیه تصاویر صحیح با بزرگنمایی بالا توسط آن ممکن نبود.

هیلی یر و همکارش آلبرت پریباش در دانشگاه تورنتو از سال ۱۹۳۷ تلاش های تحقیقاتی خود را برای ارتقاء کیفی این سیستم آغاز کردند و بالاخره بر اساس کار محققان آلمانی اولین میکروسکوپ الکترونی کاربردی در جهان را طراحی کردند.



چرا باید از میکروسکوپ الکترونی استفاده شود؟ از نظر تاریخی به دلیل محدودیت قدرت تفکیک میکروسکوپهای نوری که از طول موج نور مرئی ناشی میشود، میکروسکوپهای الکترونی ارائه شدند. بعدها مشخص شد که دلایل محکم دیگری نیز برای استفاده از الکترونها وجود دارد که در میکروسکوپ‌های الکترونی جدید، اغلب آنها مورد استفاده قرار میگیرند.

## ۲- تاریخچه میکروسکوپی

او لین میکروسکوپها در قرن هفدهم ساخته شدند. احتمالاً مؤثرترین آنها توسط Leeuwenhoek ساخته شد که به صورت شیشه‌های کوچک نصب شده در یک صفحه فلزی بود که نزدیک چشم نگه داشته شده و در شرایط روشنایی مناسب، قادر به نشان دادن جزئیاتی در حد ۱ mm بودند.

انواع دیگر میکروسکوپ‌های اولیه تصویر واضحی فراهم نمی‌کردند تا قرن نوزدهم که میکروسکوپ‌های ترکیبی، به برتری تکنیکی نسبت به میکروسکوپ‌های تک لنزی دست یافتند. استفاده از میکروسکوپ‌های ترکیبی ساده تر بود و به واسطه پیشرفت در تکنولوژی طراحی، قدرت تفکیک بهبود یافته و نقایص عدسی‌ها کاوش یافت. در سال ۱۸۷۶ تئوری تشكیل تصویر Abbé نشان داد که طول موج نور، محدودیتی در حدود  $\frac{mm}{2}$  بر قدرت تفکیک اعمال مینماید. در این مرحله، دستگاه تقریباً در حد کمال خود بود و از ۱۹۰۰ به بعد بیشتر پیشرفت‌ها، عمدتاً در تکنیک‌های استفاده، روش‌های روشنایی و راههای بهبود کنتراست بوده است.

در سال ۱۹۰۰ امکان دیگری نیز به وجود آمد به طوریکه الکترون‌ها می‌توانستند در مسیرهای غیرمستقیم هدایت شده و بنا براین در تشکیل تصاویر بزرگنمایی شده، مورد استفاده قرار گیرند.

تئوری موجی الکترون‌ها بعدها به همراه تئوری Abbé برای محاسبه محدودیت قدرت تفکیک میکروسکوپ الکترونی به کار رفت که به دلیل طول موج بسیار کوتاهتر الکترون‌ها، بسیار بهتر از قدرت تفکیک میکروسکوپ نوری است. تا سال ۱۹۵۰ توسعه میکروسکوپی الکترونی بر بهبود تکنیکی دستگاه متوجه شده بود ولی بعد از آن پیده‌شدن بیشتر به سمت توسعه روش‌های استفاده بر مبنای درک واکنش بین الکترون‌ها و نمونه و همچنین روش‌های تشکیل تصویر ادامه یافت.

بروگلی (Louis de Broglie) در سال ۱۹۲۵ برای اولین بار تئوری خصوصیات موجی الکترون‌ها که طول موجی به مراتب کمتر از طول موج مرئی دارند را ارائه نمود. سپس در سال ۱۹۲۷ دیویسون (Davisson) و گرمر (Germer) و همچنین تامپسون (Thompson) و رید (Reid) به طور مستقل آزمایشات کلاسیک تفرقه الکترونی را انجام دادند که نشان دهنده طبیعت موجی الکترون‌ها بود. اندکی بعد، ایده میکروسکوپ الکترونی ارائه گردید و این عبارت برای اولین بار در مقاله نول (Knoll) و راسکا (Ruska) در سال ۱۹۳۲ مطرح شد. این محققین توانستند در این مقاله، آنها ایده عدسی‌های الکترونی را به عمل درآورند و تصاویر الکترونی به دست آمده از چنین دستگاهی را ارائه نمودند. این یک مرحله بسیار مهم و تعیین‌کننده بود که بالاخره منجر به اختصاص جایزه نوبل به راسکا در سال ۱۹۸۶ گردید (<http://www.nobel.se/physics/laureates/1986>). یک سال پس از انتشار این مقاله، قدرت تفکیک میکروسکوپ الکترونی از میکروسکوپ‌های نوری پیشی گرفت.

راسکا اعتراف کرد که چیزی درباره ایده‌های بروگلی در مورد امواج الکترونی نشنیده و تصور بر آن داشته که محدودیت طول موج در مورد الکترون‌ها اعمال نمی‌گردد. تئوری موجی الکترون بعدها به همراه تئوری Abbé برای محاسبه محدودیت قدرت تفکیک میکروسکوپ الکترونی به کار گرفته شد که به دلیل طول موج بسیار کوتاهتر الکترون‌ها، بسیار بهتر از قدرت تفکیک میکروسکوپ نوری است. چهار سال بعد میکروسکوپ‌های الکترونی عبوری (TEM) توسط شرکت‌های تجاری ارائه شدند. اولین میکروسکوپ‌های الکترونی عبوری تجاری توسط EM1 Metropolitan-Vickers در سال ۱۹۳۶ در انگلستان ساخته شد ولی ظاهراً چندان خوب کار نمی‌کرد. اما تولید این نوع میکروسکوپ‌ها در سال ۱۹۳۹ توسط زیمنس (Siemens) و هالسک (Halske) در آلمان شروع شد. پس

از جنگ جهانی دوم میکروسکوپهای TEM توسط منابع دیگر (Hitachi, JEOL, Philips, RCA, Interalia) به تعداد زیاد ساخته شد. مهم ترین تحول برای دانشمندان مواد در اوایل دهه ۱۹۴۰ میلادی افتاد، به این ترتیب که در سال ۱۹۴۹ هایدنریش (Heidenreich) برای اولین بار فویل هایی (foils) فلزی را تا حد شفافیت برای الکترون‌ها (electron transparency) نازک کرد. این کار توسط بولمن (Bollman) در سوئیس و هیرش (Hirsch) و همکارانش در کمبریج انگلیس انجام شد. از آنجا که قسمت عمده ای از بررسی‌های اولیه TEM بر روی نمونه‌های فلزی انجام شد، کلمه "فویل" به صورت معادل "نمونه" درآمد. تا سال ۱۹۵۰ توسعه میکروسکوپی الکترونی بر بهبود تکنیکی دستگاه متوجه شده بود ولی بعد از آن، پیشرفتها بیشتر مربوط به توسعه روش‌های استفاده بر مبنای درک و اکنش بین الکترون‌ها و نمونه و روش‌های تشکیل تصویر بوده است. تا سال ۱۹۶۰ ترکیب میکروسکوپ‌های نوری و الکترونی تمام محدوده بزرگ‌نمایی مورد نیاز برای مطالعه ذیلی سوپر اتمی را پوشش داد ولی هنوز محدودیت‌های زیادی در استفاده از آنها وجود از جمله محدودیت عمق میدان میکروسکوپ نوری داشت و این واقعیت که میکروسکوپ الکترونی معمولی که استفاده چندانی در حالت انعکاسی نداشت و تقریباً به طور کامل به بررسی نمونه‌های بسیار نازک که به روش‌های خاص تهیه می‌شدند، منحصر می‌شد. توانایی‌های میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM) این فاصله را پر کرد و امکانات جدیدی را نیز فراهم نمود. نکته جالب توجه در جدول ۱-۱ تشابه توالي مراحل توسعه هر نوع میکروسکوپ است با این تفاوت که در مورد میکروسکوپی الکترونی روبشی طی این مراحل از چند دهه به چند سال، کوتاه‌تر شده است.

گروه کمبریج تئوري "کنتراست پراش الکترونی" را توسعه داد که امروزه شناسایی (اغلب به صورت کمی) همه عیوب کریستالی شناخته شده خطی و صفحه ای در تصاویر TEM به کمک آن، صورت می‌گیرد. این کار تئوري به صورت یک متن اساسی خلاصه شد (Hirsch et al (1997)) که غالباً به عنوان انجیل TEM به آن اشاره می‌شود. توماس (Thomas) امریکایی یکی از دانشمندان رشته مواد است که پیشرو استفاده از TEM می‌باشد که نتایج کار خود را در کتاب خود (Thomas (1962)) در سال ۱۹۶۲ ارائه نمود. بعدها متون تخصصی دیگری نیز در مهندسی مواد نظیر Edington (1976) و Thomas and Goringe (1976) منتشر شد.

امروزه میکروسکوپ‌های الکترونی عبوری، TEM، به عنوان مؤثرترین و انعطاف‌پذیرترین ابزار برای بررسی خصوصیات مواد مطرح هستند. کتابهای مختلفی Marton (1968) و Hawkes (1985) به تاریخچه و سیر

تحول TEM پرداخته اند. کتاب Fujita (1986) نیز به مشارکت ژاپن در توسعه این دستگاه پرداخته است. این حوزه از علم امروز به مرحله ای رسیده است که پیشگامان آن خاطرات خود را به رشته تحریر درآورده اند و یا در بزرگداشت این متخصصین کتابی منتشر شده است، برای مثال Cosslett (1979) و Ruska (1980) و Hashimoto (1986). در این متون، مشارکت این پیشگامان طی دهه های متوالی و همچنین مجموعه ای از کارهای انجام شده در این زمینه، ارائه شده اند. مطالعه کتابهای پنجاه سال پراش الکترونی ویرایش (Goodman 1981) و پنجاه سال تفرق پرتو X ویرایش شده توسط Ewald (1962) به علاقه مندان تاریخ علم، توصیه می شود.

جدول ۱-۱ مراحل توسعه تکنولوژی یک میکروسکوپ

تاریخچه شاخه (به طور تقریبی)			مرحله
میکروسکوپ الکترونی روبشی	میکروسکوپ الکترونی مستقیم	میکروسکوپ نوری	
۱۹۳۵	۱۹۰۰	۱۶۰۰	۱- ایده و فکر (ایده هندسی) میکروسکوپ، بدون نقایص و بدون محدودیت بزرگنمایی، تعیین حد کارآیی توسط تکنولوژی موجود
۱۹۴۵-۱۹۵۵	۱۹۳۲-۱۹۵۰	۱۸۰۰-۱۸۷۰	-۲- مراحل اولیه توسعه
۱۹۵۵	۱۹۳۵	۱۸۷۵	-۳- درک پایه ای
۱۹۶۵	۱۹۴۰	۱۸۰۰	-۴- تولید تجاری
ادامه دارد	ادامه دارد	۱۸۷۵-۱۹۰۰ ۱۹۵۰-۱۹۶۰	۵- بهبودهای بیشتر در طراحی
ادامه دارد	ادامه دارد	۱۹۳۰-۱۹۶۰	-۶- تکنیکهای بهتر بهره وری

مطالب بیشتر در مورد تاریخ توسعه میکروسکوپ های الکترونی و تماویری از میکروسکوپ های اولیه را می توانید در آدرس های زیر مشاهده نمایید:

[http://www2.rgu.ac.uk/life\\_semweb/introduction.html](http://www2.rgu.ac.uk/life_semweb/introduction.html)

<http://www-g.eng.cam.ac.uk/125/achievements/mcmullan/mcm.htm>

## فصل دوم

### میکروسکوپ‌های الکترونی

میکروسکوپ‌های الکترونی دستگاه‌های قدرتمندی برای مطالعه ساختمان‌های ریز می‌باشد. این گونه میکروسکوپ‌ها ضمن آن که دارای توانایی بزرگ نمایی زیاد می‌باشند، دارای قدرت تفکیک بسیار بالایی نیز هستند. میکروسکوپ‌های نوری قادر به تفکیک سلول‌ها و هسته‌ها از همدیگر می‌باشند، در حالی که میکروسکوپ‌های الکترونی قادرند در عمق بیدشتی از سلول نفوذ کرده و اجزای داخلی سلول را نمایش داده و آنها را در معرض دید و قدرت تماشای انسان بگذارند. قدرت تفکیک چشم غیر مسلح حدود  $200\text{ }\mu\text{m}$  و قدرت تفکیک میکروسکوپ‌های نوری حدود ۲۵۰ نانومتر یعنی در حدود هزار مرتبه بیشتر از چشم غیر مسلح می‌باشد.

امروزه بررسی ویژگی‌ها و خاص مواد بدون مطالعه ریزساختار امکان‌پذیر نیست. بررسی آرایش اتمی به همراه آنالیز موضعی، اطلاعات ارزشمندی برای درک کامل خواص و رفتار مواد، طراحی مواد نو و پیش‌بینی خواص مورد نیاز فراهم نموده است. استفاده از تکینک‌های جدید بر اساس استفاده از پروب‌های الکترونی، یونی، مکانیکی، الکتریکی، مغناطیسی و نوترونی بر محدودیتهاي نور مرئی به عنوان یك پروب شناسایی، فائق آمده‌اند به گونه‌ای که بزرگنمایی‌های بالاتر از یك میلیون برابر و در مقیاس سه بعدی تا حد تفکیک اتمی

#### ۲. میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM)

##### ۱-۲. مقدمه

این میکروسکوپ، یکی از روش‌های تولید تصاویر به وسیله‌ی روبش یک پرتو الکترونی روی سطح نمونه است. توسط این روش تصاویر سه بعدی از ساختار نمونه به دست می‌آید. در شکل (۱-۲) نمونه‌ای از دستگاه SEM را مشاهده می‌نمایید.



شکل (۱-۲). نمونه‌ای از دستگاه SEM

در SEM نمونه با پرتو الکترونی باریکی به قطر ۱۰۰ آنگستروم بد باران می‌شود. در اثر برخورد پرتو‌های الکترونی به نمونه،

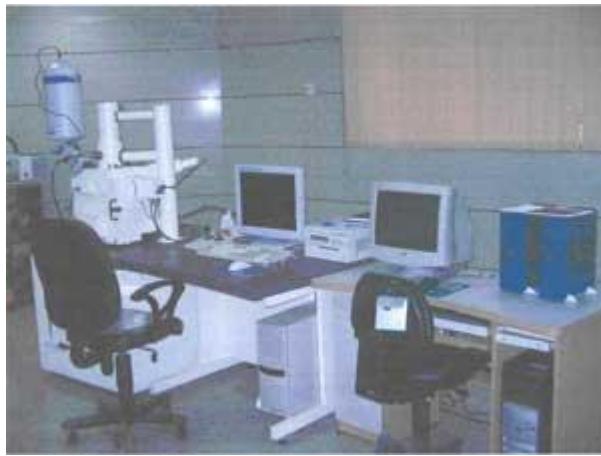
الکترون های ماده برانگیخته می شوند و در هندگام بازگشت به مدار اصلی خود به شکل پرتو الکترونی از سطح نمونه منتشر شده و توسط یک آشکارساز جمع آوری و آنالیز می شوند. این پرتو های برگشتی از نمونه، برای مشخصه یابی خواص مختلفی از ماده از قبیل: ترکیب شیمیایی، پستی و بلندی سطح، کریستالوگرافی، خواص الکتریکی و مغناطیسی و ... به کار می روند.

ستون حرکت الکترون ها و نیز محفظه نگهدارنده نمونه در SEM همیشه باید در خلا باشد زیرا اگر نمونه در محیط پر از گاز قرار گیرد، به دلیل ناپایداری بالای پرتو، امکان تولید یا القای پرتو الکترونی وجود ندارد. آتشگیری گازها و امکان یونیزه شدن الکترون ها در محیط گاز، تخلیه بار را احتمالی کرده، منجر به ناپایداری پرتو ها می شود.

درخشندگی و وضوح هر نقطه از تصویر SEM، بستگی به شدت (تعداد) الکترون های بازگشتی از سطح نمونه دارد، که آن نیز شدیداً وابسته به کیفیت موضعی سطح است. و بدین ترتیب، می توان معیاری از پستی و بلندی سطح به دست آورد. در تصاویر به دست آمده، نقاط روشن نشان دهنده سطح برجسته و نقاط تیره تر تصویر، نشان دهنده سوراخ ها و فرورفتگی های سطحی است.

#### میکروسکوپ الکترونی روبشی

بهترین میکروسکوپ جهت بررسی نمونه های بزرگ SEM می باشد. میکروسکوپ الکترونی اسکنینگ (Leo 1455 VP) با دستگاه سیستم تجزیه ای INCA اکسفورد، میکروسکوپ تجزیه ای چند کاره ای است که قادر به کار در حالت های خلاء بالا و پایین برای تصویربرداری و تجزیه کیفی و کمی ray x - جهت آزمون های حساس می باشد. این دستگاه یکی از کاربردی ترین ابزار های پژوهشی در زمینه های علوم مواد، متابولرژی، علوم زیستی، پزشکی، دندانپزشکی، علوم گیاهی و جانوری، فیزیک، نانوتکنولوژی و غیره است.



مزیت این میکروسکوپ تهیه سریع نمونه و امکان مشاهده نمونه‌های بزرگ بدون نیاز به تهیه برش‌های باریک است.

کاربردهای میکروسکوپ الکترونی روبشی:

اطلاعات مورفولوژیکی: شکل، اندازه، نظم ذرات سازنده یک جسم که روی سطح نمونه قرار دارد.

اطلاعات توپوگرافی: ویژگی سطح و بافت یک جسم و همچنین ارتباط مستقیم میان این ویژگی‌ها و خواص سختی و بازتاب‌پذیری جسم را شامل می‌شود.

اطلاعات کریستالوگرافی: ترتیب قرار گرفتن اتم‌ها در نمونه و میزان نظم آنها را مشخص می‌کند.

ترکیب: تعیین عناصر و مواد مرکب موجود در نمونه و مقادیر نسبی آنها توسط این دستگاه امکان‌پذیر می‌باشد.

### میکروسکوپ الکترونی روبشی SEM

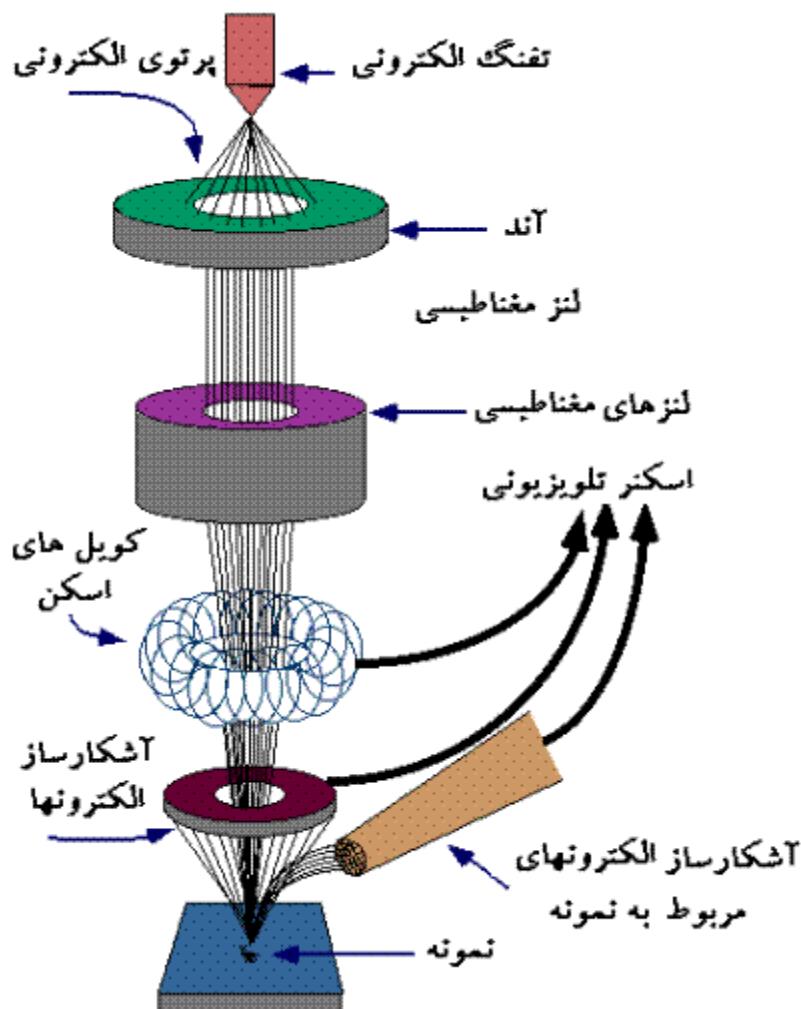
میکروسکوپ الکترونی روبشی که به آن Scanning Electron Microscope یا به اختصار SEM گویند یکی از ابزارهای مورد استفاده در فناوری نانو است که با کمک بمباران الکترونی تصاویر اجسامی به کوچکی ۱۰ نانومتر را برای مطالعه تهیه می‌کند. ساخت SEM سبب شد تا محققان بتوانند نمونه‌های بزرگتر را به سادگی و با وضوح بیشتر مطالعه کنند. بمباران نمونه سبب می‌شود تا از نمونه الکترونها یی به سمت صفحه دارای بار مثبت رها شود که این الکترون‌ها در آنجا تبدیل به سیگنال می‌شوند. حرکت پرتو بر روی نمونه مجموعه‌ای از سیگنال‌ها را فراهم می‌کند که بر این اساس میکروسکوپ می‌تواند تصویری از

سطح نمونه را بر صفحه کامپیوتر نمایش دهد. SEM اطلاعات زیر را در خصوص نمونه در اختیار میگذارد:

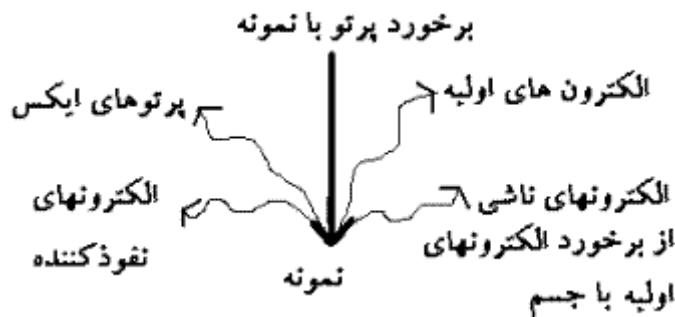
- توپوگرافی نمونه: خصوصیات سطوح
- مورفولوژی: شکل، اندازه و نحوه قرارگیری ذرات در سطح جسم
- ترکیب: اجزایی که نمونه را می‌سازند

چگونه SEM کار می‌کند؟

SEM وسیله‌ای است که به کمک آن می‌توان تصویر بزرگتر از نمونه را با کمک الکترون‌های (به جای نور) خلق کرد. پرتویی از الکترون‌ها با کمک تفنگ الکترونی میکروسکوپ تولید می‌شود.



پرتوی الکترونی در خلاء به صورت عمودی از میکروسکوپ عبور می‌کند. سپس با عبور از میدان‌های الکترومغناطیسی و لنزهای ویژه به صورت متمرکز به نمونه تابانده می‌شوند. به مخف برخورد پرتو با نمونه، الکترون‌ها و اشعه‌های ایکش از نمونه خارج می‌شوند.



سپس آشکار سازها پرتو های ایکس، الکترون های اولیه و الکترون های ناشی از برخورد الکترون های اولیه با جسم را جمع آوری می کنند و آنها را به سیگنال مبدل کرده به صفحه نمایش (مانند صفحه تلویزیون) منتقل می کنند و به این طریق تصویر نهایی تهیه می شود.

#### آماده سازی نمونه

قبل از هر کار باید آب از نمونه جدا شود چرا که آب در خلاء تبخیر می شود. تمامی فلزات رسانا هستند لذا نیازی به آماده سازی آنها برای تهیه تصویر با SEM نیست. موادی که جزو دسته فلزات نیستند باید به وسیله یک لایه نازک رسانا پوشانده شوند. این کار به کمک ابزاری به نام پوشش دهنده انجام می شود که برای این کار از میدان الکتریکی و گاز آرگون استفاده می شود. برای این کار نمونه در یک محفظه ای که خلاء قرار داده می شود و گاز آرگون و میدان مغناطیسی سبب می شوند که الکtron از آرگون جدا شده و سبب شوند تا اتمها بار مثبت داشته باشند. یون های آرگون تو سطح فویل طلای دارای بار منفی جذب می شوند. یون های آرگون به اتم های طلا روی سطح فویل طلا برخورد می کنند. این اتم های طلا روی سطح نمونه قرار می گیرند و سبب ایجاد یک پوشش رسانا از طلا بر سطح نمونه می شوند.

#### آماده سازی نمونه

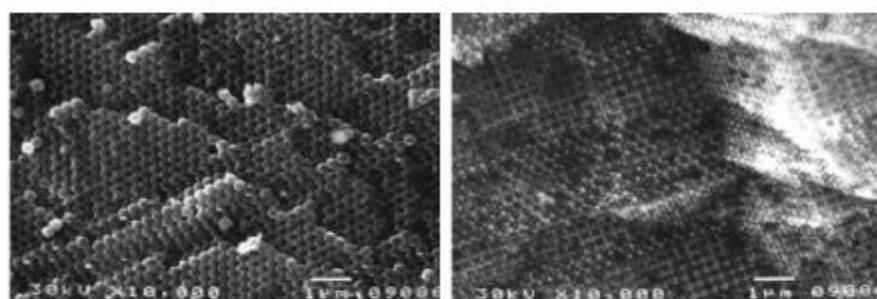
برای تصویربرداری از سطح نمونه ها به روش SEM، بهتر است که سطح نمونه رسانا باشد؛ زیرا اگر نمونه عایق باشد، سطح باردار شده و مسیر حرکت الکترون های برگشتی را تغییر خواهد داد و بنابراین، تصویر واضحی از سطح نمونه به دست نخواهد آمد.

برای سطوح نارسانا مثل سطوح غیرفلزی، یک لایه نازک طلا یا گرافیت روی سطح رسوب داده شده و بدین طریق، سطح رسانا می شود. همچنین

نمونه های ریز (نظیر پودرها) باید روی یک فیلم هادی نظیر آلومنیوم، پخش شده و کاملاً خشک شوند. علاوه بر این، نمونه ها بایستی عاری از مایعاتی با فشار بخار بالا نظیر آب، محلول های پاک کننده آلی و فیلم های روغنی باقیمانده باشند. امکان پذیر است.

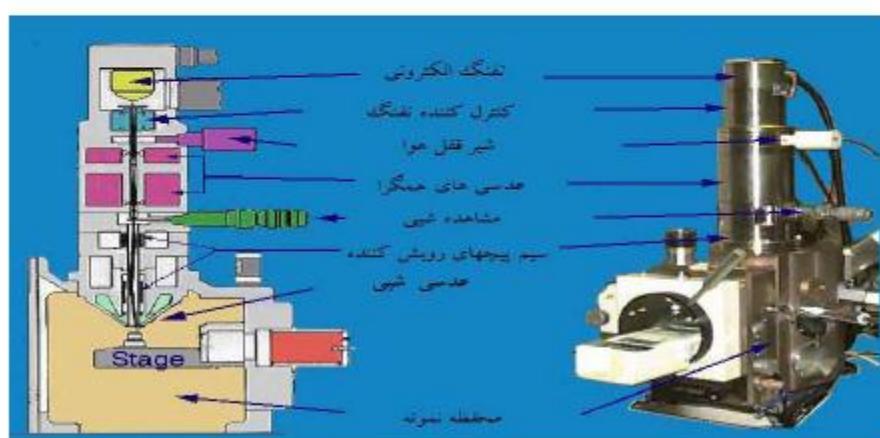
### · میکروسکوپ الکترونی روبشی<sup>۲۹</sup> (SEM)

در میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM) نیز مانند TEM، یک ہرنو الکترونی به نمونه می تابد.



شکل ۱-۲ - تصویر الکترونی روبشی سطح یک فلز با مقیاس یک میکرون [۱]

اجزاء اصلی و حالت کاری یک SEM ساده در شکل ۲-۵ نشان داده شده است.



شکل ۲-۵ - نمودار شماتیکی اجزاء اصلی یک میکروسکوپ الکترونی روبشی [۲]

<sup>۲۹</sup>-Scanning Electron microscopy

منع الکترونی (ننگ الکترونی) معمولاً از نوع انتشار ترموبیونیکی فیلامان یا رشته نگشته است اما استفاده از منابع گسیل میدان برای قدرت تفکیک بالاتر، افزایش یافته است معمولاً الکترون‌ها بین  $1\text{--}3\text{ keV}$  شتاب داده می‌شوند. سپس دو یا سه عدسی متمرکز کننده برتو الکترونی را کوچک می‌کنند، تا حدی که در موقع برخورد با نمونه قطر آن حدوداً بین  $2\text{--}10\text{ nm}$  است.

#### استفاده‌های عمومی

۱- تصویرگردن از سطوح در بزرگنمایی  $10^3$  تا  $10^{10}$  برابر با قدرت تفکیک در حد  $2\text{--}10\text{ nm}$

(بسته به نمونه)

۲- در صورت تجهیز به آشکارساز back Scattered بیکروسکوپ‌ها قادر به انعام امور زیر خواهد بود:

(a) مشاهده مرزدانه، در نمونه‌های حکاکی شده، (b) مشاهده حوزه‌ها (domains) در مواد فرومناطیس،

(c) ارزیابی جهت کریستالوگرافی دانه‌ها با قطربهایی به کوچکی  $2\text{--}10\text{ nm}$ ، (d) تصویربرنامه دهن

فاز دوم روی سطوح حکاکی شده (در صورتی که متوسط عدد اتمی فاز دوم، متفاوت از زمینه باشد).

۳- با اصلاح مناسب بیکروسکوپ می‌توان از آن برای کنترل کیفیت و بررسی عیوب قطعات نیمه‌هادی

استفاده نمود.

#### نمونه‌هایی از کاربرد

۱- بررسی نمونه‌های متالوگرافی، در بزرگنمایی بسیار بیشتر از بیکروسکوپ نوری

۲- بررسی مقاطع شکل و سطوح حکاکی عمیق، که مستلزم عمق میدانی بسیار بزرگتر از حد بیکروسکوپ نوری است.

۳- ارزیابی جهت کریستالوگرافی اجرایی نظیر دانه‌ها، فازهای رسوبی و دندربیت‌ها بر روی سطوح

## آماده شده برای کریستالوگرافی

۴- شناسایی مشخصات شیمیایی اجزایی به کوچکی چند میکرون روی سطح نمونه ها، برای مثال، آخال ها،

فازهای رسوبی و پلیسه های سایش

۵- ارزیابی گرادیان ترکیب شیمیایی روی سطح نمونه ها در فاصله ای به کوچکی  $1 \mu\text{m}$

۶- بررسی قطعات نیمه هادی برای آنالیز شکت، سترل عملکرد و تأیید طراحی نمونه ها

## نمونه ها

اندازه: محدودیت اندازه توسط طراحی میکروسکوپ های الکترونی رویشی موجود تعیین می شود.

معمولآ نمونه هایی به بزرگی ۱۵ تا ۲۰ سانتیمتر را می توان در میکروسکوپ قرار داد ولی نمونه های ۴ تا ۸ سانتیمتر را می توان بدون جابجا کردن نمونه بررسی کرد.

آماده سازی: مواد غیرهادی معمولآ با لایه نازکی از کربن، طلا یا آلیاژ طلا پوشش داده می شوند. باید بین نمونه و پایه اتصال الکتریکی برقرار شود و نمونه هایی ریز نظر پوره را باید روی یک فیلم هادی نظر رنگ آلومینیوم پختن شده و کاملاً خشک شوند. نمونه ها باید عاری از مایعاتی با فشار بخار بالا نظر آب، محلول های پاک کننده آلی و فیلم های روغنی باقیمانده باشند.

## آنالیز شیمیایی در میکروسکوپ الکترونی

هر گاه الکترون هایی با ارزی بالا به یک نمونه جامد برخورد کنند، موجب تولید اشعه X مشخصه اتم های موجود در نمونه می شوند.

به هنگام بحث در مورد تشکیل تصویر در SEM و TEM این پرتوهای  $\approx$  تا حد زیادی نادیده گرفته می شود. اگرچه، با این کار از حجم عظیمی از اطلاعات صرف نظر می شود با این حال دانشمندان در دهد

۱۹۵۰ متوجه این نکته شدند و از آن زمان میکروسکوپ‌های الکترونی به طور فزاینده‌ای برای میکروآنالیز (microanalysis) استفاده می‌شوند. عبارت میکروآنالیز به این معنی است که آنالیز می‌تواند بر روی مقدار بسیار کوچکی از نمونه، یا در بیشتر موارد بر روی قسمت بسیار کوچکی از یک نمونه بزرگتر، صورت گیرد. از آنجا که با روش‌های معمولی شبیابی و طیف‌نگاری نمی‌توان این کار را انجام داد، میکروآنالیز در میکروسکوپ الکترونی به صورت ابزار مهمی برای تشخیص خصوصیات انواع مواد جامد درآمده است.

اصولاً دو چیز را می‌توان از طیف پرتو X منتشر شده توسط هر نمونه تعیین نمود. اندازه‌گیری طول موج (با انرژی) هر پرتو X مشخصه منتشر شده امکان تشخیص عناظر حاضر در نمونه یا انجام آنالیز کیفی را می‌سازد. اندازه‌گیری تعداد هر نوع پرتو X منتشر شده در هر ثانیه، تعیین مقدار حضور عنصر در نمونه یا انجام آنالیز کیفی را امکان‌پذیر می‌سازد شرایط لازم برای نمونه و دستگاه جهت آنالیز کیفی به گونه‌ای است که گذر از مرحله آنالیز کیفی به کمی به آسانی می‌سرخواهد بود.

#### محدودیت‌ها

۱- کیفیت تصویر سطوح تخت، نظیر نمونه‌هایی که پولیش و حکاکی ماتلوگرافی شده‌اند، معمولاً در بزرگنمایی کمتر از ۳۰۰ نا ۴۰۰، برابر با خوبی میکروسکوپ نوری نیست.

۲- قدرت تفکیک حکاکی بسیار بهتر از میکروسکوپ نوری است، ولی باین ترتیب از میکروسکوپ الکترونی عبوری و میکروسکوپ عبوری رویشی است.

ضمیمه ۱- فهرست SEM‌های موجود در کشور

Scanning Electron Microscopy (SEM)		میکروسکوپ الکترونی رویشی	
ردیف	دانشگاه	مدل	نوع عضویت
۱	دانشگاه سمنان آزمایشگاه میکروسکوپ الکترونی	XL30 / TMP	عضو
۲	دانشگاه پرعلی سینا همدان آزمایشگاه مواد و میکروسکوپ الکترونی	JSM840A	عضو
۳	دانشگاه تهران مرکز تحقیقات بیوشیمی و بیوفزیک	HHS-2R	عضو
۴	دانشگاه فردوسی مشهد آزمایشگاه مرکزی	LEO-1450VP	عضو
۵	دانشگاه صنعتی اصفهان آزمایشگاه مواد	-	عضو
۶	پژوهشگاه مواد و انرژی	S-360	عضو
۷	دانشگاه صنعتی سهند آزمایشگاه مواد نانو ساختار	MV2300	عضو
۸	دانشگاه تربیت مدرس بخش مواد	XL-30	عضو
۹	دانشگاه علوم پزشکی تهران آزمایشگاه فارماکولوژی	S-360	عضو
۱۰	مرکز تحقیقات بیولوژی ابن سينا	-	عضو

ردیف	دانشگاه	مدل	نوع عضویت
۱۱	شرکت تعاب مشهد مژسسه تحقیقاتی پر طاووس	S-360	عضو
۱۲	پژوهشگاه پلیمر و پتروشیمی ایران آزمایشگاه عمومی و مرکزی	S-360	عضو
۱۳	دانشگاه صنعتی شریف آزمایشگاه ساختار و مواد	JDM-35	عضو
۱۴	پژوهشگاه صنعت نفت آذربایجان میکروسکوپ الکترونی	S-360	عضو
۱۵	دانشگاه علم و صنعت ایران آزمایشگاه دانشکده مواد	S-360	عضو
۱۶	دانشگاه تهران آزمایشگاه متالورژی و مواد	S-360 MV2300	رزرو
۱۷	مرکز تحقیقات نسوز آذر	S-360	رزرو

ضمیمه ۲- فهرست مدل‌های جدید SEM

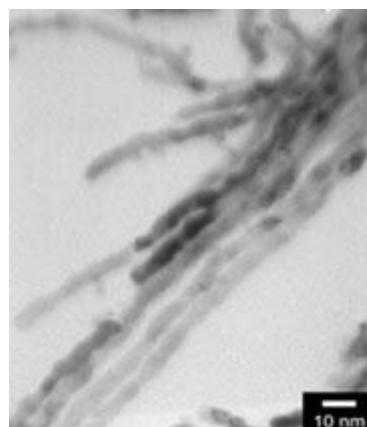
Scanning electron Microscopey(SEM)		میکروسکوپ الکترونی رویشی	
قابلیت های جدید	شرکت و کشور سازنده	مدل	ردیف
3.5nm	JEOL ژاپن	JSM-5510	۱
3.5nm	JEOL ژاپن	JSM-6060	۲
3.0nm	JEOL ژاپن	JSM-6380	۳
3.0nm	JEOL ژاپن	JSM-6480	۴
HV 3.5nm LV 4.5nm	JEOL ژاپن	JSM-5510LV	۵
HV 3.5nm LV 4.0nm	JEOL ژاپن	JSM-6060LV	۶
HV 3.0nm LV 4.0nm	JEOL ژاپن	JSM-6380LV	۷
HV 3.0nm LV 4.0nm	JEOL ژاپن	JSM-6480LV	۸
1.0nm 2.2nm (1kV)	JEOL ژاپن	JSM-6700F	۹
1.0nm (15kV) 1.5nm (1kV) 0.8nm (30k STEM)	JEOL ژاپن	JSM-7401F	۱۰
0.6nm (5kV) 1.0nm (1kV) 1.0nm (15kV) 0.7nm (1kV) GB mode	JEOL ژاپن	JSM-7700F	۱۱
1.0nm 2.2nm (1kV)	JEOL ژاپن	JSM-7700F	۱۲

## میکروسکوپ الکترونی عبوری (TEM)

## مقدمه

میکروسکوپ الکترونی عبوری از جمله میکروسکوپ‌های الکترونی است که در آن از پرتو الکترونی متتمرکز شده برای به دست آوردن تصاویر استفاده می‌شود. در این میکروسکوپ، یک پرتو الکترونی مثل نور از درون نمونه عبور کرده و متأثر از ساختار درونی نمونه می‌شود. در واقع؛ هنگامی که الکترون‌ها در میکروسکوپ الکترونی عبوری از درون نمونه عبور می‌کنند، انرژی خود را از دست می‌دهند و از طرف دیگر نمونه خارج می‌شوند. الکtron‌هاي خروجي داراي توزيع خاصي از انرژي هستند که مختص عنصر يا عناصر تشکيل دهندهي نمونه است.

پرتو الکترونی عبور کرده از نمونه، روی یک صفحه‌ی فسفوري متتمرکز و سپس ذمایش داده شده و یا برای پردازش کامپیوتري به یک کامپیوترا TEM( Transmission Electron ) نمونه‌ای از تصاویر Microscopy حاصل از نانوسيم‌ها در شکل (۱-۳) نشان داده شده است.



شکل (۱-۳). نمونه‌ای از تصاویر TEM نوعی نانوسيم اجزاي اصلي یک دستگاه TEM، عبارتند از: تفنگ الکترونی، عدسي جمع کننده، هم‌ردیف کننده‌ی پرتوهای الکترونی، نگهدارنده نمونه، عدسي شیئي، عدسي تصویري، سيدستم‌های حذف کننده آلوودگي، صفحه فلورسنت و دوربین عکاسي. كل سيدستم در يك خلا حداقل 4-10 torr قرار دارد تا مسیر آزاد طولاني برای الکترون‌ها موجود باشد (شکل ۲-۳).



شکل (۲-۳). نمونه‌ای از دستگاه TEM

اساس عملکرد میکروسکوپ TEM چیست؟

اساس عملکرد میکروسکوپ انتقال الکترونی (Transmission Electron Microscope) که به اختصار به آن TEM گویند مشابه میکروسکوپ‌های نوری است با این تفاوت که به جای پرتوی نور در آن از پرتوی الکترون استفاده می‌شود. آنچه که می‌توان با کمک میکروسکوپ نوری مشاهده کرده بسیار محدود است در حالی که با استفاده از الکترونها به جای نور، این محدودیت از بین می‌رود. وضوح تصویر در TEM هزار برابر بیشتر از یک میکروسکوپ نوری است.

با استفاده از TEM می‌توان جسمی به اندازه چند انگستروم (۱۰-۱۰ متر) را مشاهده کرد. برای مثال میتوانید اجزای موجود در یک سلول یا مواد مختلف در ابعادی نزدیک به اتم را مشاهده کنید. برای بزرگنمایی، TEM ابزار مناسبی است که هم در تحقیقات پزشکی، بیولوژیکی و هم در تحقیقات مرتبط با مواد قابل استفاده است.

در واقع TEM نوعی پروژکتور نمایش اسلاید در مقیاس نانو است که در آن پرتویی از الکترون‌ها از تصویر عبور داده می‌شود. الکtronون‌هایی که از جسم عبور می‌کنند به پرده فسفرسانس برخورد کرده سبب ایجاد تصویر از جسم بر روی پرده می‌شوند. قسمت‌های تاریک تر بیانگر این امر هستند که الکترون‌های کمتری از این قسمت جسم عبور کرده‌اند (این بخش از نمونه چگالی بیشتری دارد) و نواحی روشن تر مکان‌هایی هستند که الکترون از آنها عبور کرده است (بخش‌های کم چگال تر).

وضوح این میکروسکوپ  $2/0$  نانومتر است که در حد اتم است (بیشتر اتم‌ها ابعادی تقریباً برابر  $2/0$  نانومتر دارند). با این نوع

میکروسکوپ حتی می توان نحوه قرار گرفتن اتمها در یک ماده را بررسی کرد.

استفاده از این میکروسکوپ گران و وقت گیر است چرا که نمونه باید در ابتدا به شیوه ای خام آماده شود لذا تنها در مواردی خام از میکروسکوپ انتقال الکترونی استفاده نمایند. از این میکروسکوپ جهت تحلیل و آنالیز ریخت شنا سی، ساختار کریستالی (نحوه قرارگیری اتمها در شبکه کریستالی) و ترکیب نمونه ها استفاده می شود.

عملکرد میکروسکوپ:

با کمک یک منبع نور در بالای میکروسکوپ ، الکترون ها گسیل و منتشر می شوند. الکترون ها از تیوب خلاء میکروسکوپ عبور می کنند. در میکروسکوپ های نوری از عدسی های شیشه ای برای مرکز کردن نور استفاده می شود در حالی که در TEM از عدسی های الکترومغناطیسی استفاده می شود تا الکترون های را جمع و مرکز ساخته به صورت یک پرتوی باریک گسیل نماید. این پرتوی الکترونی از نمونه عبور داده می شود. بسته به چگالی مواد، الکترون ها ممکن است از بخش هایی از جسم بگذرند و به صفحه فلورسانس برخورد نمایند و تصویر سایه مانندی از نمونه ایجاد کنند که میزان تیرگی بخش های مختلف جسم به چگالی مواد در ان بخش ها وابسته است. هر چه جسم کم چگال تر باشد تصویر تیره تر خواهد بود. این تصویر می توان مستقیماً تو سط اوپراتور مطالعه شود و یا با کمک یک دوربین تصویر برداری شود.

\* TEM



## میکروسکوپ TEM

این میکروسکوپ یک وسیله کاملاً ضروری برای تحقیقات نوین مرفو لوژیکی است. همچنین درک بهتری از ساختمان ظریف سلولها و بافت‌های گیاهی و جانوری، باکتری شناسی، فراساختارهای سلولی - مولکولی میکروارگانیسم‌ها، مطالعات سیتوشیمی و ایمونو-سیتوشیمی، پاتولوژی، بررسی نمونه مواد شامل کنترل کیفیت پلیمرها، رنگ‌ها و غیره را امکان‌پذیر می‌سازد.



اصول ساختمان این میکروسکوپ مشابه میکروسکوپ نوری است. اما پرتو‌های مورد استفاده به جای فوتون‌ها، از الکترون‌ها که طول موج‌شان در حد آنگستروم است تشکیل شده‌اند. تولید الکtron از طریق گرم نمودن فیلامان تنگ‌ستن صورت می‌گیرد. این الکترون‌ها بوسیله اختلاف پتانسیلی تا ۱۲۰ کیلو ولت شتاب می‌گیرند. دسته پرتو

الکترونی توسط دو کندانسور الکترومغناطیسی کانوونی می شود . تصویر بر روی یک پرده فلورسن特 تشکیل شده و با یک ذره بین دوچشمی تنظیم می گردد . این تصویر بر روی صفحات عکاسی که در زیر پرده فلورسن特 قرار دارند و با مونیتورهای دستگاه ثبت می شود .



این میکروسکوپ از قسمت های

اساسی زیر تشکیل شده است :

۱-ترانسفورماتور (مولد ولتاژ)

۲- ستون و پمپ های خلاء

۳- تفنگ الکترونی

۴- سیستم متمرکز کننده

۵- محفظه نمونه

۶- عدسی های میانی و شیئی

۷- سیستم تصویری (تصویرها و الگوی پراش)

۸- دوربین

CCD camera-۹

کاربردها :

تصویر برداری از ریز ساختارها در بزرگ نمایی های تا ۶۰۰۰۰ برابر جهت آشکارسازی جزئیات ساختاری با قدرت تفکیک کمتر از ۱ نانومتر؛

تعیین ساختار و جهت گیری کریستالی ؛

تهیه تصویر صفحات کریستالی :

- تعیین خصوصیات ریز ساختاری فلزات ، سرامیک ها ، مواد زمین شناسی ، پلیمرها و مواد بیولوژیکی در بزرگ نمایی بسیار زیاد ؛
- شنا سائی ترکیب شید میایی و ساختار بلوری فاز های غیر آالی ، رسوبات و آلودگی ها .

آماده سازی نمونه :

- در میکروسکوپ الکترونی TEM مانند میکروسکوپ معمولی نیاز به تهیه نمونه در مقاطع باریک می باشد زیرا در TEM دسته پرتو الکترونی از نمونه عبور نموده و بدین طریق تصویر تشکیل می شود . برای آنکه دسته پرتو الکترونی به راحتی بتواند از نمونه عبور کند ضخامت نمونه باید کم باشد . این کار می تواند با قالب گیری نمونه (Embedding) دریک ماده سخت مانند رزین و سپس برش قطعات با ضخامت مناسب بوسیله الترامیکروتوم انجام شود .

آماده سازی نمونه

در روش بررسی ساختار با میکروسکوپ الکترونی عبوری، مناسبترین نوع نمونه، نمونه ای خیلی نازک است که الکترون قادر به عبور از آن باشد. در این راستا قدرت عبور الکترون از نمونه به ولتاژ شتاب دهنده ی پرتوهای الکترونی و نیز چگالی و عدد اتمی نمونه نیز بستگی دارد.

به طور کلی آماده سازی نمونه های TEM مشتمل بر دو مرحله آماده سازی اولیه و نازک نمودن نهایی می باشد. برای نازک نمودن نمونه های TEM از روش های مختلفی همچون بمباران یونی نمونه و یا غوطه ور سازی در یک محلول خورنده استفاده می شود. پس از عملیات آماده سازی، معمولاً نمونه ها روی یک توری فلزی کوچک با قطر 3 mm نگهداری شده و درون میکروسکوپ قرار داده می شود.

## میکروسکوپ عبور الکترونی (TEM)

خواص مواد نانوساختاری به شکل و اندازه آنها بستگی دارد و از این‌رو مطالعه پیرامون شکل، اندازه و آرایش مواد نانوساختاری از نظر فهم پدیده‌های موجود و درنهایت استفاده از آنها در کاربردهای مختلف ضروری است. روش‌های مختلفی برای تعیین شکل و اندازه ذرات به کار می‌رود که از جمله آنها می‌توان به میکروسکوپ نیروی اتمی (AFM)، طیف‌سنجی نوری عبوری، پراش اشعه X و مانند آن اشاره کرد. برخی از این روش‌ها شکل و اندازه ذرات را به طور مستقیم به دست نمی‌دهند. برای مثال در پراش اشعه X اندازه ذرات از رابطه زیر به دست می‌آید:

$$D = \frac{0.9\lambda}{\beta \cos\theta}$$

که رابطه فوق برای تعیین اندازه نانوذرات دقیق نیست و در اندازه‌های پایین دارای خطای قابل ملاحظه‌ای نسبت به مقادیر واقعی است. این روش برای نانوذرات غیربلوری نیز مناسب نیست. از طیف نوری عبوری مواد نانوساختاری نیز می‌توان برای تعیین اندازه ذرات استفاده کرد که روش اندازه‌گیری و تعیین قطر ذرات پیچیده‌من باشد و برای برخی از مواد قابل استفاده نیست. با توجه به مطالب فوق استفاده از روشی برای تعیین اندازه و شکل ذرات بادقت مناسب در حوزه پژوهش‌های مواد نانوساختاری سیار مهم و مورد نیاز جدی است.

در پژوهش‌های مربوط به خواص مواد نانوساختاری میکروسکوپ الکترونی عبوری یکی از مهم‌ترین و هر کاربردترین دستگاه‌هایی است که مورد استفاده قرار می‌گیرد. در اغلب مطالعات انجام شده روی خواص

مواد نانوساختاری برای تعیین اندازه و شکل آنها از میکروسکوپ الکترونی عبوری استفاده شده است. این روش اندازه و شکل ذرات را با دقت حدود چند دهم نانومتر به دست می‌دهد که به نوع ماده و دستگاه مورد استفاده بستگی دارد. امروزه در بررسی خواص مواد نانوساختاری از میکروسکوپ عبور الکترونی با وضوح بالا (High-Resolution) استفاده می‌شود. علاوه بر تعیین شکل و اندازه ذرات به وسیله میکروسکوپ الکترونی عبوری با استفاده از پراش الکترون و سایر سازوکارهای موجود در برخورde الکترون با ماده برخی ویژگی‌های دیگر مواد نانوساختاری مانند ساختار بلوری و ترکیب شیمیایی را نیز می‌توان بدست آورد.

برخی از روش‌های مورد استفاده در میکروسکوپ الکترونی عبوری برای بررسی ویژگی‌های مواد

عبارتند از:

تصویربرداری (میدان تاریک و میدان روش)

پراش الکترون

پراش الکترون با باریکه واگرا (SAD)

تصویربرداری Phase-Contrast در (HRTEM)

تصویربرداری Z-Contrast

طیف‌نگاری پاشندگی انرژی اشعه X (EDS)

طیف‌نگاری اتلاف انرژی الکترون (EBLS)

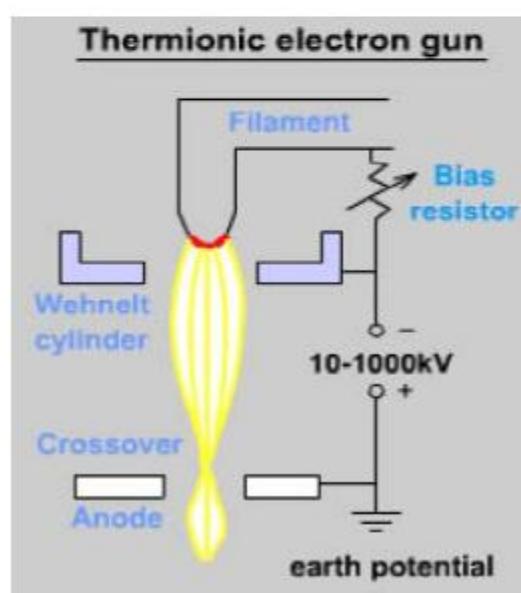
اساس کار میکروسکوپ الکترونی عبوری [۱]

برخورد الکترون با ماده شامل سازوکارهای مختلفی می‌باشد که از مهم‌ترین آنها می‌توان به برخورد و تولید الکترون نانویه پس‌پراکندگی و پیش‌پراکندگی تولید اشعه X و الکترون اوژه اشاره

کرد. یافته به سازوکارهای موجود تحلیل نتایج هریک از این سازوکارها داده‌هایی را در مورد شکل و اندازه، ساختار و ترکیب شیمیایی ماده به دست می‌دهد. ابتدا نحوه اندرکنش الکترون-ماده و تصویربرداری میکروسکوب الکترونی عبوری را بررسی کرده و سپس به سایر روش‌های مورد استفاده از جمله پراش الکترون و EDS می‌پردازیم.

### بوهم‌کش‌های الکترون با اتم و تفنگ الکترونی

پرتو الکترونی به روش‌های مختلفی تولید می‌شود که از مهم‌ترین آنها می‌توان به گسیل ترموبونیک (Thermionic Emission) و گسیل میدانی اشاره کرد. برای گسیل ترموبونیک به طور معمول از یک المان داغ استفاده می‌کنند که تا دمای حدود ۲۸۰۰ درجه کلوین گرم می‌شود. جنس المان اغلب از تنگستن یا LaB<sub>6</sub> است. مجموعه المان را نسبت به شبکهای شتاب‌دهنده در پتانسیل منفی نگه می‌دارند و الکترون‌های تولید شده در اثر پدیده ترموبونیک در پتانسیل بالا شتاب گرفته و انرژی بالایی کسب می‌کنند.



شکل ۱- اساس گسیل ترموبونیک و تولید باریکه الکترونی

در روش گلیل میدانی از پدیده تولی زنی استفاده می‌شود. در این حالت با اعمال میدان بالا در سطح فلز و کاهش سد پتانسیل الکترون می‌تواند تولی زده و از سطح فلز خارج شود. در این صورت می‌توان شار بزرگی از الکترون ایجاد کرد. مقدار بار ایجادشده در این پدیده به میدان اعمال شده بستگی دارد. برای بدست آوردن بهره بالا برای تولید جریان باید از فلزی با نوک سیار نیز استفاده کرد و برای جلوگیری از اکسیدشدن خلاه خیلی بالا نیز (Ultra High Vacuum) مورد نیاز است. در هر دو حالت الکترون‌ها ایجادشده را می‌توان به کمک میدان مغناطیسی (که مجموعه مورد استفاده عدسی مغناطیسی نامیده می‌شود) کاتونی کرده و باریکه الکترونی مناسبی تولید کرد.

در اثر برخورد باریکه الکترونی با ماده پدیده‌های متنوعی روی می‌دهد (شکل ۳) که انواع پراکندگی‌ها را شامل می‌شود که مهمترین آنها عبارتند از:

پراکندگی الاستیک بدون تغییر انرژی تکانه الکtron

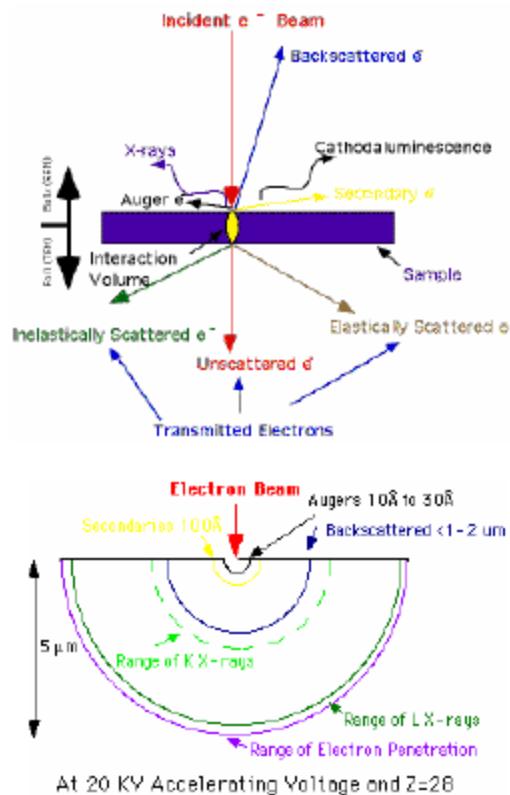
پراکندگی غیرالاستیک که الکtron بخشی از انرژی خود را از دست می‌دهد که شامل موارد زیر است:

پراکندگی در اثر برخورد با بار آزاد سطحی در فلزات که پراکندگی پلاسمونی نامیده می‌شود.

برانگیختگی الکtron والانس

برانگیختگی الکtron‌های مدار داخلی ماده که در تولید اشعه X مشخصه ماده نقش دارد.

جذب: در این حالت الکtron در برخوردهای بی در بی تمام انرژی خود را به ماده منتقل می‌کند.

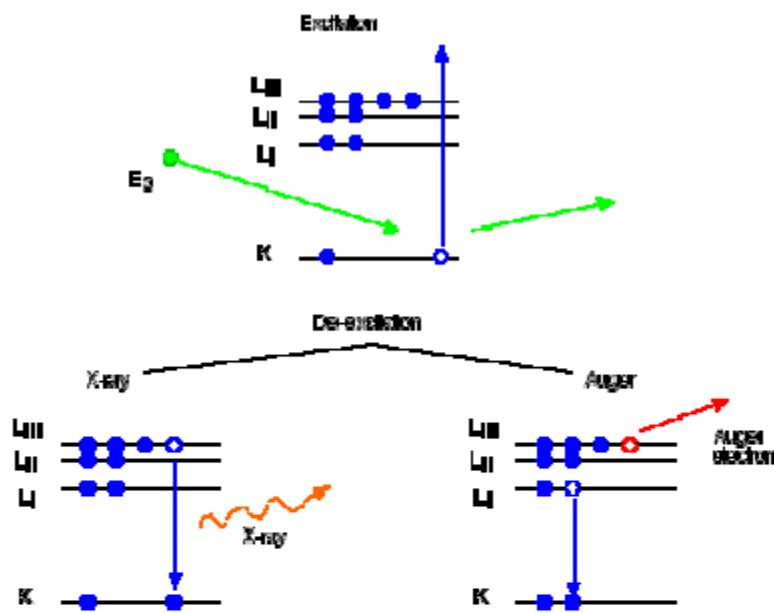


شکل (۳) سازوکارهای موجود در برخورد باریکه الکترونی با ماده

در اثر برخورد باریکه الکترونی با ماده الکtronونهای ثانویه تولید می‌شوند. هرچند تفکیک الکtronونهای اولیه کم‌انرژی و الکtronونهای ثانویه علاوه دشوار است. علاوه بر الکtronونهای ثانویه الکtronونهای پس‌پراکنده شده نیز وجود دارند که برای تصویربرداری الکترونی روشی از آنها استفاده می‌شود. الکtronونها در برخورد اولیه با ماده موجب برانگیختگی الکtronونهای ترازهای داخلی ماده می‌شوند. الکtronونها برانگیخته شده به دو صورت به حالت پایه بر می‌گردند که عبارتند از:

تولید الکtron اوزه و تولید اشعه X که با اندازه‌گیری هر کدام از آنها می‌توان برخی از ویژگی‌های ماده را بدست آورد. در صورتی که تراز برانگیخته شده تراز خارجی اتم باشد، الکtron با گسیل فوتون می‌تواند به

حالت پایه بروگردد. شکل (۴) شماتی از سازو کارهای موجود در برانگیختگی ترازهای انرژی در اثر برخورد الکترون را نشان می دهد.



. شکل (۴) شماتی از سازو کارهای موجود در برانگیختگی ترازهای انرژی در اثر برخورد الکترون .

#### حالت های مختلف تصویربرداری

تصویربرداری به وسیله میکروسکوپ الکترونی عبوری در حالت های مختلف انجام می شود که

مهم ترین آنها عبارتند از:

تصویربرداری معمولی

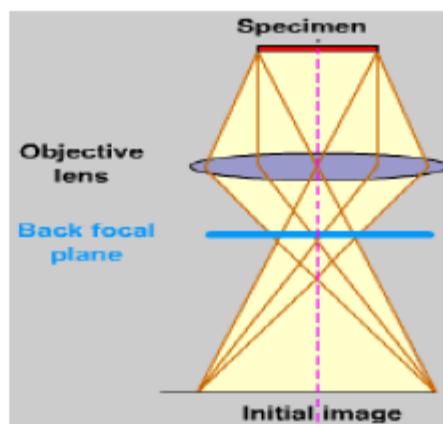
تصویربرداری میدان تاریک

تصویربرداری میدان روشن

در میکروسکوپ های الکترونی عبوری وضوح بالا، علاوه بر حالت های فوق از مدهای دیگری نیز برای

تصویربرداری استفاده می‌شود.

مسیر پرتوها در تصویربرداری معمولی در شکل (۷) آورده شده است. همان‌گونه که مشاهده می‌شود، از تمام پرتوهای عبوری برای ایجاد تصویر استفاده شده است. در این حالت نمی‌توان تصویری با وضوح بالا از نمونه تهیه کرد.

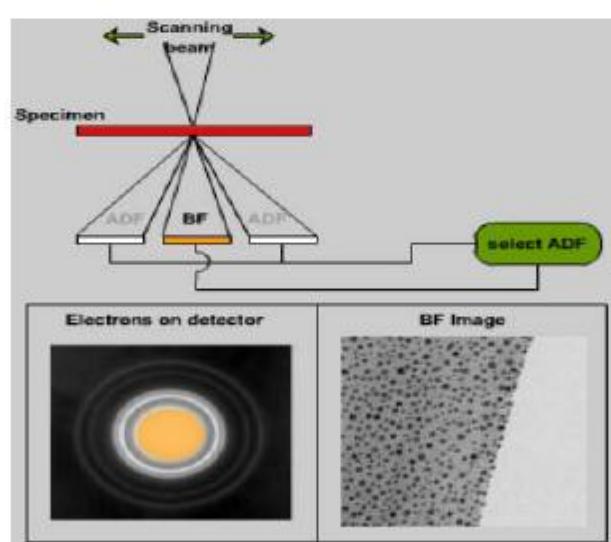
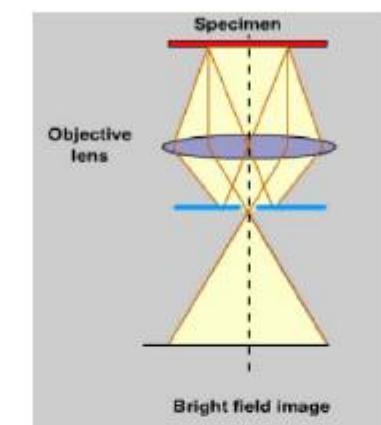


شکل ۷- مسیر پرتوها در تصویربرداری معمولی

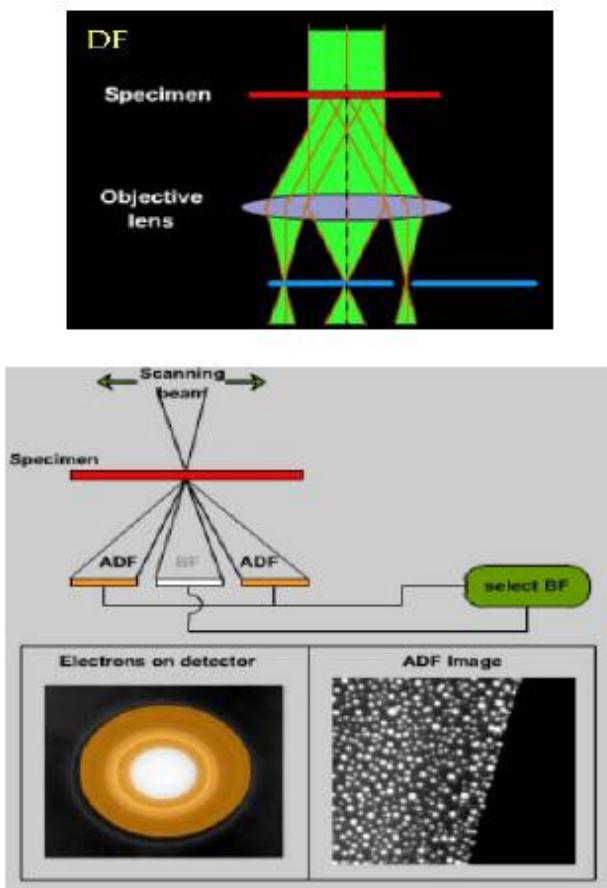
در حالت میدان روش (Bright-Field) تنها از پرتوهای پراشیده‌نشده برای تهیه تصویر استفاده می‌شود. شکل (۸) پرتوهای مورد استفاده در تصویربرداری در حالت میدان روش را نشان می‌دهد.

در این حالت الکترون‌های پراشیده در تولید تصویر دخالتی ندارند و درنهایت وضوح تصویر افزایش می‌یابد. شکل (۹) پرتوهای مورد استفاده در تصویربرداری میدان تاریک را نشان می‌دهد. در این حالت تنها بخشی از پرتوهای پراشیده شده از نمونه برای تصویربرداری مورد استفاده قرار می‌گیرند. در حالت تصویربرداری میدان تاریک اغلب از پرتوهای نشان‌داده شده در شکل (۹) استفاده می‌شود که برخی پرتوها در آن حذف می‌شوند. با استفاده از روش‌های مختلف تصویربرداری علاوه بر شکل و اندازه ذرات می‌توان

در مورد نایجایی‌ها و عیوب شبکه نیز داده‌هایی بدست آورد. در میکروسکوپ‌های TEM/STEM از روش بررسی همزمان سیگنال‌ها سازوکارهای موجود برای تصویربرداری و انواع دیگر آنالیزهای ممکن استفاده می‌شود.



شکل ۸- پرتوهای مورد استفاده در تصویربرداری در حالت میدان روش



شکل ۹- پرتوهای مورد استفاده در تصویربرداری میدان تاریک

قسمیمه ۱ - فهرست TEM های موجود در کشور

Transmission electron Microscopy(TEM)		میکروسکوپ الکترونی عبوری	
ردیف	دانشگاه	مدل	نوع عضویت
۱	دانشگاه صنعتی شریف مطالعه ساختار مواد	EM201	عexo
۲	دانشگاه پولی‌سینای همدان مواد و میکروسکوپ الکترونی	JEM1200EX	عexo
۳	دانشگاه فردوسی مشهد آزمایشگاه مرکزی	LEO-912AB	عexo
۴	شرکت لعاب مشهد مؤسسه تحقیقات پرطاقووس	CM-120 PW6031/10	عexo
۵	دانشگاه صنعتی شریف مطالعه ساختار و مواد	CM200	عexo
۶	آزمایشگاه پژوهشگاه مواد و انرژی	CM200	عexo
۷	دانشگاه تهران مرکز تحقیقات بیوشیمی و بیوفزیک	Hu-12A	عexo
۸	دانشگاه تبریز دانشکده شیمی	Zeiss900	رزرو

### مقایسه بین TEM و SEM

مقایسه بین روش‌های TEM و SEM نشان میدهد که تمرکز پرتو الکترونی در SEM بیشتر از TEM است. بنابراین، امکان دستیابی به تصاویر سه بعدی سطوح با کیفیت بالا در SEM میسر است. ولی TEM عمدتاً کنتراست یا تباین خوبی از نمونه‌های نازک ارائه میدهد. نکته قابل توجه دیگر، دقت حاصله در این دو فرایند است. در این راستا، قدرت تفکیک به دست آمده در TEM بیشتر از SEM است. دقت SEM حداقل ۱۰ نانومتر است. بنابراین، برای به دست آوردن اطلاعاتی در مورد شکل و اندازه ذرات با اندازه کوچکتر از ۱۰ نانومتر، TEM روش مناسبتری است.

### Environmental Scanning Electron Microscope

محدودیت‌های روش مطالعه با میکروسکوپ‌های الکترونی (SEM) به خوبی شناخته شده‌اند به عنوان مثال حتی در نمونه‌هایی که دارای پوشش با هدایت الکتریکی بالا هستند بر روی سطوح شکست یا در مواد متخلخل و فوم‌ها تجمع بار مشاهده می‌شود. علاوه بر این، پسماندهای آلی انواع چسبها و بایاندرها مثل روغن، مواد روآنساز و دیگر مواد افزودنی ممکن است در خلاً بالا تبخیر شده و تصویرسازی نمونه را با مشکل مواجه نماید. در این موارد می‌توان از "میکروسکوپ الکترونی محیطی روبشی" استفاده نمود. این میکروسکوپ می‌تواند نمونه را در فشارهای نزدیک فشار اتمسفر تصویر برداری کند و بنابراین برای مشاهده ساختارهای زیستی بسیار مناسب است.



## میکروسکوپ الکترونی محیطی<sup>۳۰</sup> (ESEM)

محدودیت‌های روش مطالعه با میکروسکوپ‌های الکترونی روش (SEM) به خوبی شناخته شده‌اند به عنوان مثال حتی در نمونه‌هایی که دارای پوشش با هدایت الکتریکی بالا هستند بر روی سطح شکست یا در مواد متخلخل و فرم‌ها تجمع بار مشاهده می‌شود. این تجمع بار می‌تواند باعث کاهش کیفیت تصویربرداری شود. علاوه بر این، پسماندهای آلی انواع چسب‌ها و بایندرها مثل روغن، مواد روانساز و دیگر مواد افزودنی مسکن است در خلاً بالا تغییر شده و تصویرسازی نمونه را با مشکل مواجه نماید. در این موارد می‌توان از میکروسکوپ الکترونی روشی محیطی استفاده نمود [۱].

اساس کار [۲]

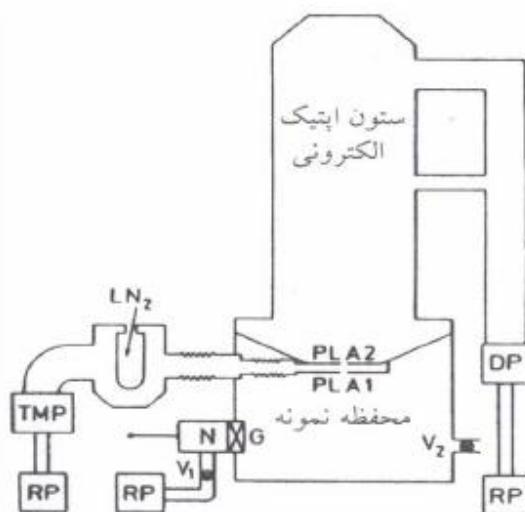
میکروسکوپ الکترونی محیطی نیز مانند تمامی انواع میکروسکوپ‌های الکترونی دارای یک منطقه خلاً برای تولید و مسترکتر کردن پرنو الکترونی می‌باشد که هبشه در فشار کمتر از  $10^9 \text{ Pa}$  قرار دارد. به علاوه یک منطقه با فشار بالا (بیش از  $60 \text{ kPa}$ ) مورد نیاز است که البته این دو ناحیه باید به نحو مطلوب و توسط یک تکیک ویژه از یکدیگر مجزا گردند. این کار یا توسط فیلم‌های پنجه عبور الکترون<sup>۳۱</sup> و یا توسط دریچه‌های کوچک محدود کننده گاز<sup>۳۲</sup> فشار انجام می‌پذیرد. در ESEM به دلیل بهره‌گیری از ولتاژ‌های

<sup>۳۰</sup>-Environmental Scanning Electron Microscopy

<sup>۳۱</sup>-electron ion window film

<sup>۳۲</sup> - pressure-limiting aperture, PLA

شتاب دهنده بسیار پایین تر، فقط دریچه های محدود کننده به کار گرفته می شود. شکل ۱ به ساده ترین بیان، این سیستم کاری را نشان می دهد. حداقل دو دریچه برای محدود کردن مؤثر فشار ایجاد شده در ستون الکترون اپتیکی مورد نیاز می باشد. جریان گاز از میان اولین دریچه محدود کننده فشار ESEM از طریق سیستم از لوله ها و پمپ ها به بیرون پسب می شود و فقط بخش کوچکی از گاز از طریق دومین دریچه محدود کننده فشار (PLA<sub>2</sub>) نشت می کند. بقیه پمپ ها و سوپاپ های نشان داده شده برای نگهداری فشار مورد نیاز در محفظه نمونه و همچنین برای تسهیل انتقال نمونه به داخل و خارج از سیستم به کار گرفته می شوند.

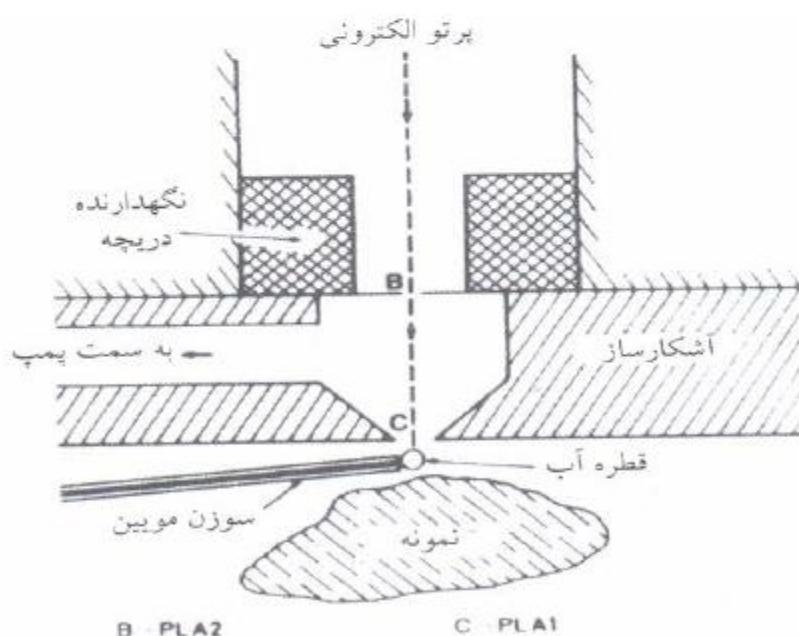


شکل ۱ - شکل شماتیک ساده یک سیستم با دو پمپ. PLA<sub>1</sub> - اولین دریچه محدود کننده، PLA<sub>2</sub> = دومین دریچه محدود کننده، (RP) - پمپ روتاری، (DP) (diffusion pump) - پمپ دیفیوزیونی، (TMP) - پمپ توربومولکولار، LN<sub>2</sub> - تله نیتروژن مایع، (N) (nitrogen trap) - محفظه تعویض نمونه، (V<sub>1</sub>, V<sub>2</sub>, G(airlock) - سوپاپ ها

اگر پارامتر های نشان داده شده در سیستم بالا به درست انتخاب شوند، هر تو الکترونی می تواند از دو

ستون و از میان هر دو دریچه با حداقل افت عبور کند اما پس از وارد شدن به محفظه نمونه، پرتو الکترونی با مولکول های گاز برخورد کرده و پخش می شوند.

به هر حال نشان داده است که تا یک فاصله مشخص در داخل گاز، یک پرتو متصرک شده مناسب وجود دارد و اگر یک نمونه به این محدوده منتقل شود یا در این منطقه وجود داشته باشد، می تواند مورد مطالعه قرار گیرد. بنابراین می توان آشکارساز مناسب طراحی نمود و در جای صحیح قرار داد تا بتوان سیگال های پدید آمده را دریافت کرد. شکل ۲ به صورت شماتیک، آرایش سیستم آشکارساز را نشان می دهد. فاصله نمونه از PLA<sub>1</sub> تعیین کننده مقدار نسبی سیگال های دریافت شده نظیر الکترون های برگشتی و پرتو X می باشد.



شکل ۲ - نمونه ای از یک آشکارساز در ESEM. قطره های آب در مقادیر معین می تواند یک نمونه آزمایشی را حین مطالعه به صورت درجا نر کند.

## آشکارسازی الکترون در ESEM

آشکارساز گازی (GED) الکترون توسط Danilatos در ۱۹۸۳ ارائه گردیده است و نهایتاً به وسیله GSED جایگزین شده است.

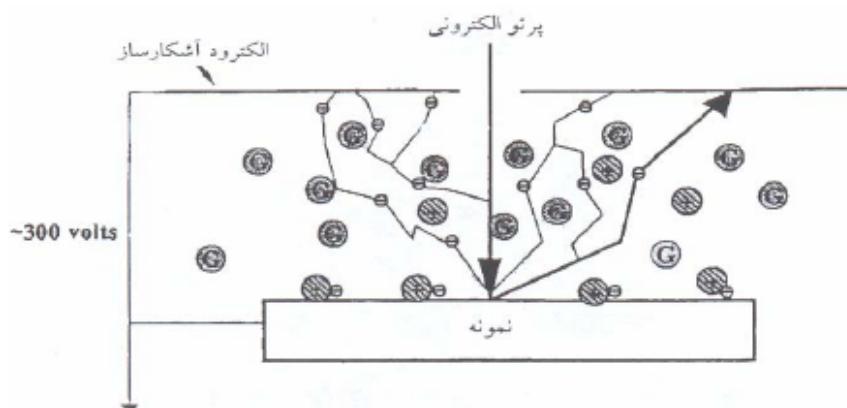
همان طور که به صورت شماتیک در شکل ۳ نشان داده شده است، پرتو الکترونی از خلال یک روزنه با سوراخ در آشکارساز با بار مثبت وارد محفظه نمونه می‌گردد، سپس از میان گاز عبور می‌کند تا به سطح نمونه برسد.

هنگامی که پرتو الکترونی وارد محفظه می‌شود دو حالت ممکن است روی دهد:

- ۱- الکترون‌های پرتو بدون تفرق از میان گاز عبور می‌کنند.
- ۲- پرتو قبل از رسیدن به نمونه با گاز تصویرساز و مولکول‌های یونیزه شده برخورد کرده، متفرق می‌شود.

الکترون‌های برگشتی و ثانویه (SE/BSE) تحت تأثیر میدان چند صد ولت<sup>۳۳</sup>، توسط آشکارساز جذب می‌شوند. در طول مسیر به آشکارساز الکترون‌های پرانرژی SE/BSE با مولکول‌های گاز تصویرساز برخورد می‌کنند و تشکیل جفت‌های الکترون-یون می‌دهند.

<sup>۳۳</sup> - high voltage field



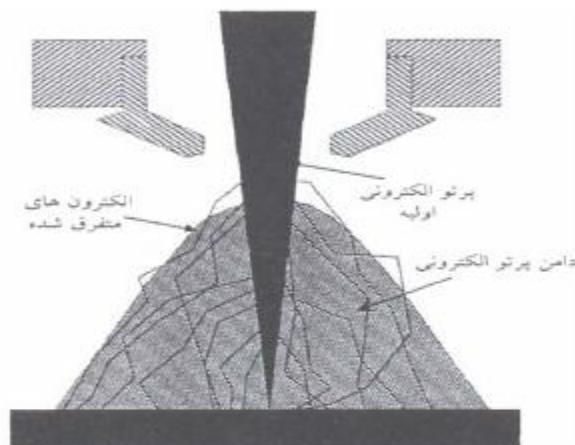
شکل ۲- نمایش شماتیک تعامل الکترون- گاز و آشکارساز الکترون تابویه گازی<sup>۳۴</sup>

تکرار فرآیند "تاب- برخورد- بونیزاسیون" ، یک آبشار تقویت شده سیگنال های الکترونی پدید می آورد. آشکارساز، سیگنال های تقویت شده را جمع آوری کرده و تصویر نمونه را بازسازی می نماید. همزمان با آبشار بونیزاسیون بون های مثبت، یک نیروی دافعه از آشکارساز که بار مثبت دارد، و یک نیروی جاذبه از بارهای اضافی منفی که بر روی سطح نمونه تجمع نموده اند، دریافت می کند. این بون های باردار شده مثبت دوباره با بارهای اضافی ترکیب شده و از باردار شدن سطح جلوگیری می کنند (شکل ۴).

وضوح تصویر در میکروسکوپ های روبشی SEM به قابلیت آن نمرکر اشعه الکترونی در کوچکترین نقطه ممکن بر روی سطح نمونه بستگی دارد. در میکروسکوپ محیطی ESEM بین مولکول های گاز تصویر و الکترون های پرنو برخوردهایی روی می دهد که منجر به پخش پرنو می گردد. گرچه این تعامل های گاز- پرنو در تمامی مسیر ستون روی می دهد، ولی اکثریت الکترون ها هنگامی که پرنو از داخل محفظه نمونه عبور می کند، مشرق می شوند. افزایش فشار محفظه، مقدار فاصله پویش آزاد را کاهش می دهد که منجر به

<sup>34</sup> - gaseous secondary electron detection

ایجاد یک دامنه وسیع الکترونی<sup>۳۵</sup>، شده و بقیه پرتو الکترونی متفرق شده را محاصره می‌نماید. این دامنه (شکل ۴) بر روی میزان تحرکت قابل دسترسی تأثیر می‌گذارد. نرم کردن لبه‌های نیز (Softening)، مقدار جریان مفید پرنو را کاهش می‌دهد و احتمالاً بر روی تحقیق‌های کسی و کمی با استفاده از میکروآنالیز پرنو مؤثر می‌باشد.



شکل ۴- دامنه پرنو الکtron اویله که به دلیل تفرق پرنو الکترونی نوسط مولکول‌های گاز تصویرساز شکل می‌شود. شایان ذکر است که مقدار پرنو تفرق یافته، تابع فاصله آخرين PLA نامونه، ترکیب گاز حاضر، فشار محفظه، ولتاژ شتاب دهنده و جریان پرنو می‌باشد.

#### ESEM تصویرسازی

میکروسکوب‌های الکترونی محیطی با استفاده از دو پیشرفت نکنولوژیکی بیان به خلاه بالا جهت تصویرسازی را میسر ساخته است. اول، استفاده از یک سیستم پسب خلاه که محفظه خلاه پایین (که نمونه در آن قرار دارد) را از محفظه فنگ الکترونی که در خلاه بالا کار می‌کند، جدا می‌سازد. همان‌طور که

<sup>35</sup> - electron skirt

گفته شد، این کار با استفاده از دریچه های محدود گشته فشار انجام می گیرد. دوم اختصار آشکارساز های گازی الکترون ثانویه<sup>۳۶</sup> است که می تواند در خلاه کمتر از ۵۰ torr کار کند.

هزایا

میکروسکوب الکترونی محیطی، عموماً ویژگی های اساسی SEM نظر قدرت نمکیک، عمق سرکر، نوع سیگنال ها و پردازش سیگنال ها را حفظ کرده است. علاوه بر اینکه در ESEM نیازی به هادی کردن نمونه (صرف نظر از مقدار و نتایج شتاب دهنده) نیست. امکان ایجاد یک سیستم توزیق مایع را نیز فراهم کرده است. مشاهده دینامیک سیستم گاز- مایع- جامد در میکروسکوب الکترونی محیطی امکان پذیر است.

نکه دیگر در ESEM، کوتاه کردن زمان پسب کردن (۰ تا ۹۰ ثانیه) و محفظه نمونه بزرگتر می باشد. به دلیل عدم حساسیت به نور می توان روزنه دید در آنها تعییه نمود. این دریچه های دید به طور چشمگیری فراردادن نمونه را در جای خود تسهیل می نماید. بنابراین تصویرسازی سریع تر و راحت تر انجام می گیرد.

محدودیت دیگری نیز در کاربرد میکروسکوب های الکترونی روشنی متداول روی می دهد. آشکارسازی الکترون ثانویه SE با استفاده از آشکارساز های E-T<sup>۳۷</sup> انجام می گیرد. این آشکارسازها در پتانسیل های مثبت بالای ۱۰،۰۰۰ تا ۱۲،۰۰۰ ولت کار می کنند. در محفظه ای که فشار از  $10^{-2}$  pa تجاوز نماید، شکست الکتریکی رخ داده و آشکارسازها را غیر کارآمد می سازد. بنابراین از آشکارساز های E-T فقط در میکروسکوب های الکترونی متداول که در خلاه بالا کار می کنند، می توان استفاده نمود.

<sup>36</sup> - gaseous secondary electron detectors, GSED

<sup>37</sup> - Evehart-Thornley

## محدودیت‌ها

یک گاز تصویرساز<sup>۷۸</sup> به داخل محفظه نمونه وارد می‌گردد که محیط پرسنل را فراهم می‌سازد. انتخاب نوع گاز تصویرساز ابتدا توسط ملاحظات و تجربیات عملی از قبیل هزینه، سیمی بودن، قابلیت اشتعال و واکنش‌دهندگی شیمیایی محدود می‌گردد. متداول‌ترین گاز معرفی به دلیل یونیزاسیون آسان و در دسترس بودن، بخار آب است. گازهای دیگر مانند N<sub>2</sub>, Ar, CO<sub>2</sub>, و گازهای ترکیبی نظیر هوانیز ممکن است استفاده شود.

## فصل پنجم

شكلهای مربوط به میکروسکوپ های الکترونی

SEM (۱)

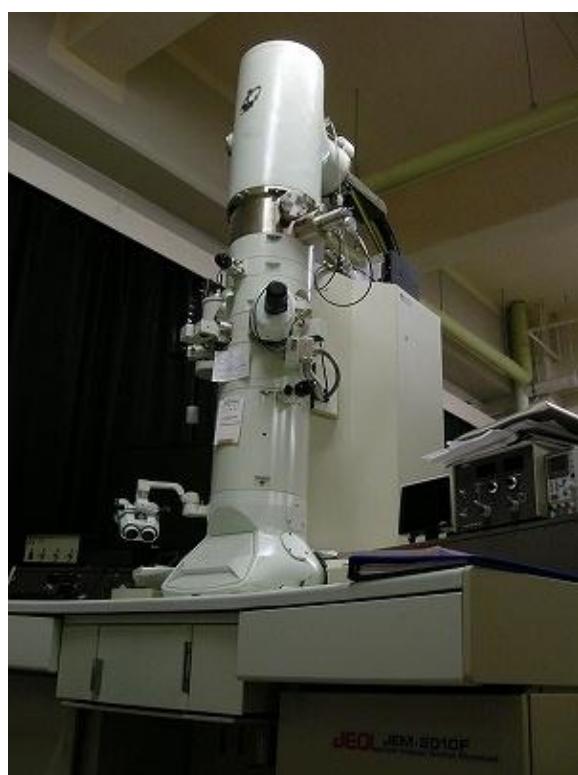


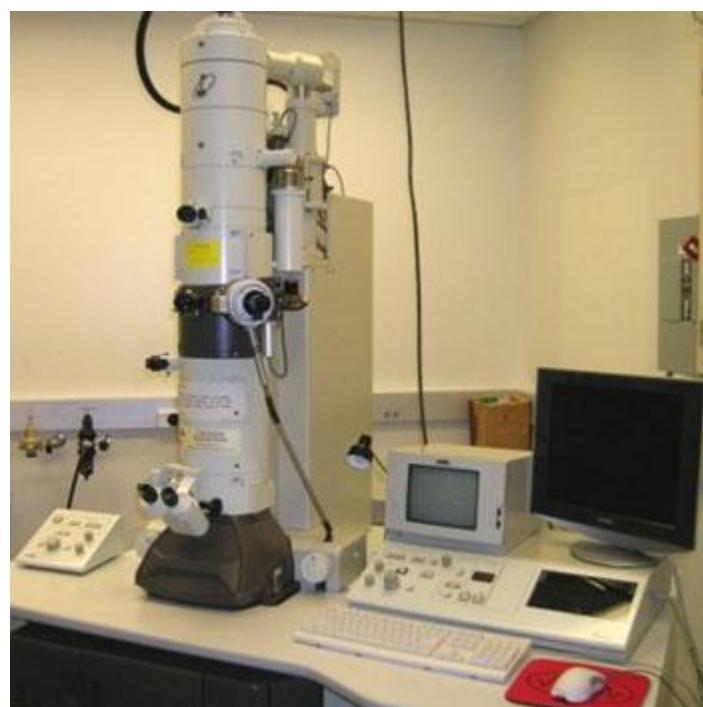


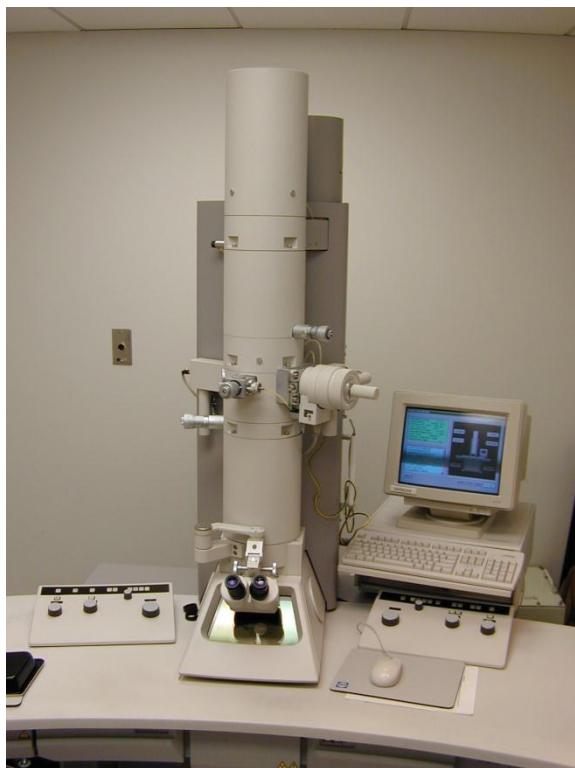




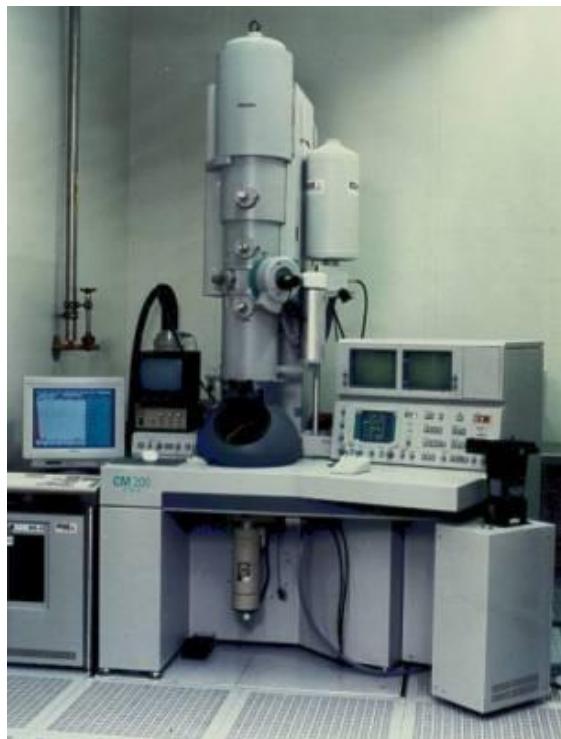
TEM -۴







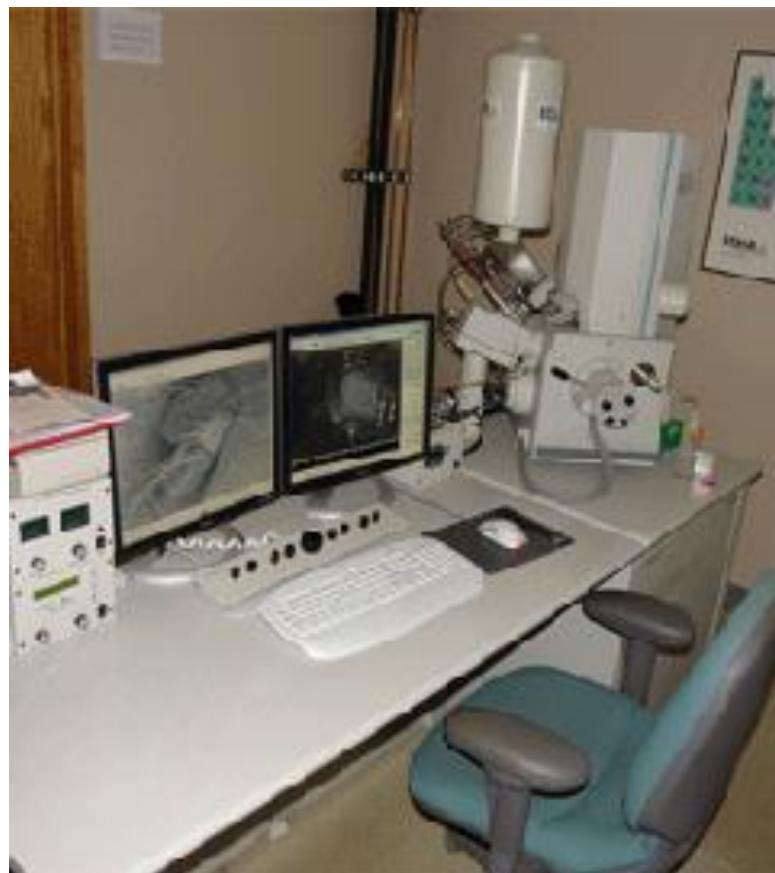






ESEM -۴







**منابع و توضیحات:**

**Virginia Tech Radiation Safety Pages -**

**Iowa State SEM Homepage -**

**Encyclopedia.Com -**

**Lawrence Livermore Radiation Safety Regulation, App. B, Summary of Radiation -**

**Generating Devices, Radiation Safety Requirements**

**/http://nanolab.nano.ir -**

**http:// www.Tebyan-Zn.ir**

**ESEM(Iran Nanotechnology Initiative Council).htm**

**http://www-g.eng.cam.ac.uk/125/achievements/mcmullan/mcm.htm**

**http://www2.rgu.ac.uk/life\_semweb/introduction.html**

**E D specht,A Goyal,D Flee,F A List,D M Kroeger,M Paran thaman, P K**

**Williams and DK Christen,Supercond, Sei. Technoll.11(1998)945.949**

**http://mse.iastate.edu/microscopy/chamber.html**

**L Reimer meas.sci.technol;2000;11 1826**

**http://www.utoronto.ca/forest/termite**

**www.matter.org.uk**

**B.Fultz and j.M.Howe,transmission Electron Microscopy and Electron Diffraction of Materials. Springer,2001**

- کتاب فناوري نانو در علوم پزشكى و مهندسي

اصول و كاربرد ميكروسكوب الكتروني و روشهای نوین آناليز

ابزار شناسی دنیای نانو

نويسندگان:

دکتر پیروز مرعشی، دکتر سعید کاویانی، دکتر حسین سرپولکی و دکتر غلیرضا ذوالفقاری

ستاد ویژه توسعه فناوري نانو دانستني هاي نانو

عنوانگزارش: آشنایی با تجهیزات آزمایشگاهی فناوري نانو:

اندازه گيري و تعیین مشخصات

تهیه کنندگان (به ترتیب حروف الفبا) : رضا اسدی فرد، رضا تیلکی، مهدی رنجبر، مهدی دینی، اصغر عرب، مجید قجاوند، امید

مرادی، احسان واحدی مقدم

زیر نظر اعضاي کميته زيرساخت آزمایشگاهی: دکتر آخوندي،

دکتر آخوندي خضرآبادی، دکتر اسلاميدکتر بيت الهي، دکتر قاسم پور،

دکتر مردي

تقدیر و تشکر:

از تمامی کسانی که من را در تکمیل و  
گردآوری

این مطالب یاری کرده اند کمال تشکر را  
دارم.

به پایان آمدیم دفتر

حکایت همچنان با قیست