تعیین اندازه ذرات با استفاده از میکروسکوپ الکترونی عبوری، بحث مقدماتی در تشکیل تصویر

سالومه طباطبایی، محمدهادی مقیم

سیستم جامع آموزش فناوری نانو

ستاد ویژه توسعه فناوری نانو در راستای تأمین نیازهای آموزشی دانش آموزان و دانشجویان مقاطع و رشته‌های مختلف و سایر علاقه مندان به علوم وفناوری نانو اقدام به تدوین سیستم جامع آموزش فناوری نانو نموده است. فایل حاضر، فایل ارائه مقاله ای است که در سایت آموزش فناوری نانو با جانمایی:

دوره؛ روشهای شناسایی نانوساختارها

درس؛ میکروسکوپهای الکترونی

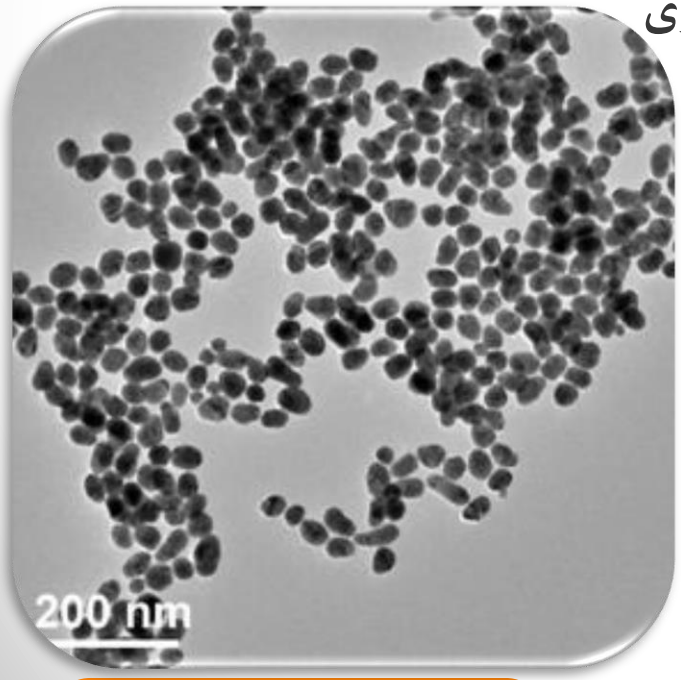
جلسه؛ TEM 4

بارگذاری گردیده که به منظور کمک به یادگیری مطالب اصلی توسط کاربر و نیز روان شدن برگزاری کارگاه ها و سمینارهای آموزشی، طراحی شده که در اختیار علاقه مندان قرار گرفته است. استفاده از این فایل ها ضمن کمک به یادگیری بهتر مخاطبان، برگزاری سمینارها و کارگاه های تخصصی را برای نهادهای ترویجی آسانتر خواهد نمود.

مقدمه

- روش های تعیین اندازه نانوذرات یکی از مهمترین روش‌های آنالیزی است که در مطالعه نانوذرات بسیار مورد توجه قرار می گیرد.
- در حال حاضر روشهای متعددی شامل ...

روش میکروسکوپ الکترونی روبشی عبوری (STEM)، روش تفرق اشعه ایکس (XRD) ، روش جذب اشعه ایکس (EXAFS)، روش پروب جذب مولکولی (Probe Molecule Absorption) ، روش‌های مغناطیسی و روش‌های نوری را می توان برای تعیین اندازه ذرات بکار برد.



- استفاده از میکروسکوپ های الکترونی، مهمترین و معمول‌ترین روش های تعیین اندازه می باشد. در این روش ها تعیین اندازه با مشاهده ذرات و انجام عملیات های آماری بر روی تصاویر انجام می‌پذیرد.

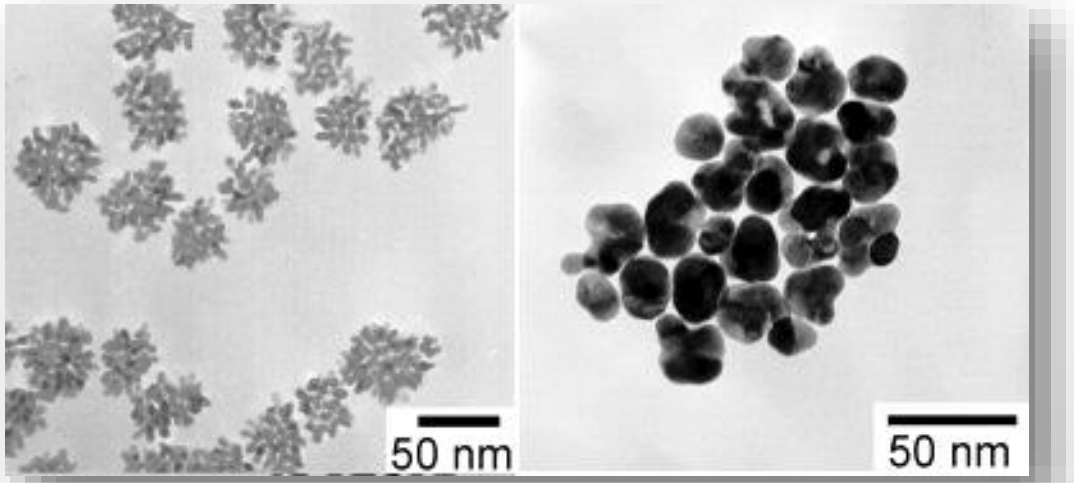
مقدمه

- معمولاً آماده سازی ذرات برای مطالعه به وسیله TEM به دو روش صورت می گیرد:

۱- فروبردن گرید (grid) در نمونه پودری

۲- افزودن یک قطره از محلول معلق نانو ذرات بر روی گرید.

- در این مورد گاهی اوقات نمونه قبل از آماده سازی تحت محیط التراسونیک قرار گرفته تا ذرات مجزا از هم تولید شود.
- اگر نانو ذرات بوسیله عوامل سطحی از هم مجزا شده باشند، باید به گونه‌ای این عوامل را از ذرات جدا نمود، زیرا در غیر این صورت بیم الکترونی با آنها بر هم کنش کرده و باعث ایجاد مشکلاتی برای ستون خلا می گردد.



تصویربرداری از نانوذرات

- برای آنالیز ذرات تکنیک های تصویر برداری متعددی مورد استفاده قرار می گیرد:

- ✓ تصویربرداری زمینه روشن (Bright field)،
- ✓ تصویربرداری زمینه تاریک (Dark field) و
- ✓ تصویربرداری تفکیک فازی (Phase Contrast Imaging).

- ➢ به دلیل نقص اجتناب ناپذیر در ساخت لنزهای الکترومغناطیس، بیشتر میکروسکوپ‌های TEM مرسوم دارای انحراف (aberration) در لنزها است، که باعث نقصان در وضوح تصویر می شود.
  - این نقصها شامل انحراف کروی، انحراف کرومانیک و انحراف آستیگمات می باشد.

- ❑ شدیدترین نوع، انحراف کروی می‌باشد که باعث عدم استقرار یا عدم توانایی برای تعریف مکان نقاط تصویر می‌شود، که در این صورت نقاط به صورت دیسکی لکه دار مشاهده می شوند.
- ➢ عدم استقرار یا لکه دار شدن تصاویر، باعث محدودیت در وضوح تصویر و قابلیت تفسیر تصویر می شود.

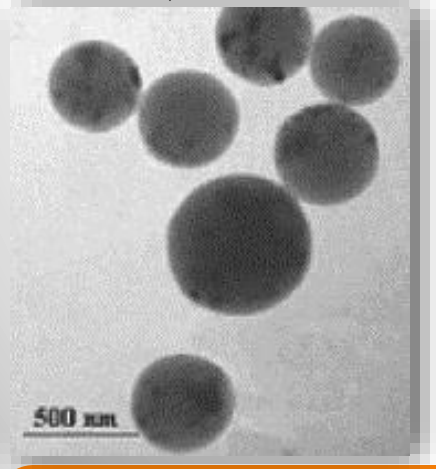
تصویر برداری زمینه روشن

- در تصویر برداری زمینه روشن از بیم الکترونی که از الکترونهای پراشیده مستقیم (Direct Electron Beam) تشکیل شده است، استفاده می شود.
- این بیم الکترونی به صورت غیر الاستیک پراکنده شده و مسیر آن موازی بیم تابیده شده است و شامل الکترونهایی است که از نمونه عبور کرده اند.
- تصویر زمینه روشن را عموماً می توان با الحاق روزنه شیئی (aperture) تشکیل داد.
- این روزنه باید به اندازه کافی کوچک باشد تا فقط اجازه عبور بیم الکترونی مستقیم را دهد.
- در تشکیل تصویر زمینه روشن می توان کنتراست بین زمینه و نمونه را با تغییر پارامترهای زیر افزایش داد:

  افزایش ضخامت نمونه

  افزایش چگالی ماده در ضخامت ثابت

  کریستالی بودن نمونه در جهتی که قانون براگ برقرار است.



تصویر برداری زمینه روشن

- برای ذرات کوچکتر از ۲ نانومتر ، تمام مکانیزم های پراکندگی مینیمم می باشد و کنتراست بین زمینه (معمولاً فیلمی از کربن آمورف) و نانوذرات محدود می باشد که به دلیل محدودیت تعداد مراکز پراکندگی ذرات نسبت به تعداد مراکز پراکندگی در زمینه می باشد.

- برای اینکه الکترون های پراشیده شده به دامنه کنتراست قابل بررسی تبدیل شود، باید ...

  بیم مستقیم یا بیم پراشیده شده در ناحیه پراش انتخاب شده (selected area diffraction pattern) را انتخاب کرده تا تصویر زمینه روشن یا تصویر زمینه تاریک به ترتیب تشکیل شود.

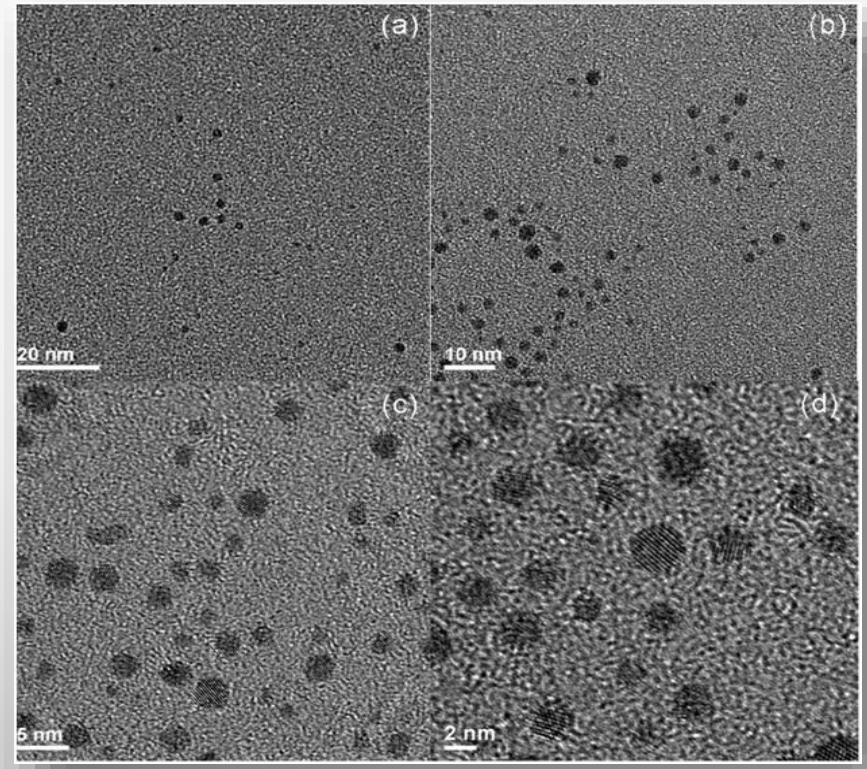
- اگر بدون روزنه تصویر تشکیل شود: کنتراست کاهش می یابد و این به دلیل تعداد زیاد بیم‌های الکترونی است که در تشکیل تصویر شرکت می کنند.

- انحراف الکترون های خارج از محور، تشکیل تصویر را غیر ممکن می‌سازد.

- دقت در انتخاب اندازه روزنه، شرکت الکترون ها در تشکیل تصویر را کنترل کرده و در نتیجه کنتراست قابل کنترل می‌گردد.

تصویر برداری به روش تفکیک فازی

- تصویر برداری به روش تفکیک فازی مشابه روش زمینه روشن می باشد.
- در این روش روزنه شیئی بزرگ یا برداشتن کلی روزنه به کار می‌رود تا هم پرتوهای الکترونی مستقیم و هم پرتوهای الکترونی پراشیده شده براگ برای تولید تصویر بکار رود.
- روزنه بزرگ این اجازه را می دهد تا بیم پراکنده شده بیشتری در تشکیل تصویر شرکت کرده در نتیجه وضوح تصویر بیشتر شود.
- شکل، تصاویر تفکیک فازی از ذرات طلا بر روی گریدی از کربن آمورف را در بزرگنمایی مختلف نشان می دهد.



http://edu.nano.ir

تصویر برداری به روش زمینه تاریک

- در تصویربرداری زمینه تاریک، الکترون های پراکنده شده محدود به زوایای بزرگتر از ۱۵ میلی‌رادیان می‌باشند.

- تصویر زمینه تاریک با بکار بردن روزنه شیئی تولید می شود تا پرتو الکترونی پراشیده شده براگ را انتخاب کند، یا اینکه از حسگر حلقوی برای یافتن پرتو الکترونی پراشیده شده با محدوده زاوایای مشخص بکار رود، در حالیکه پرتوهای مستقیم و پرتوهای پراشیده شده زیر محدوده را حذف نماید.

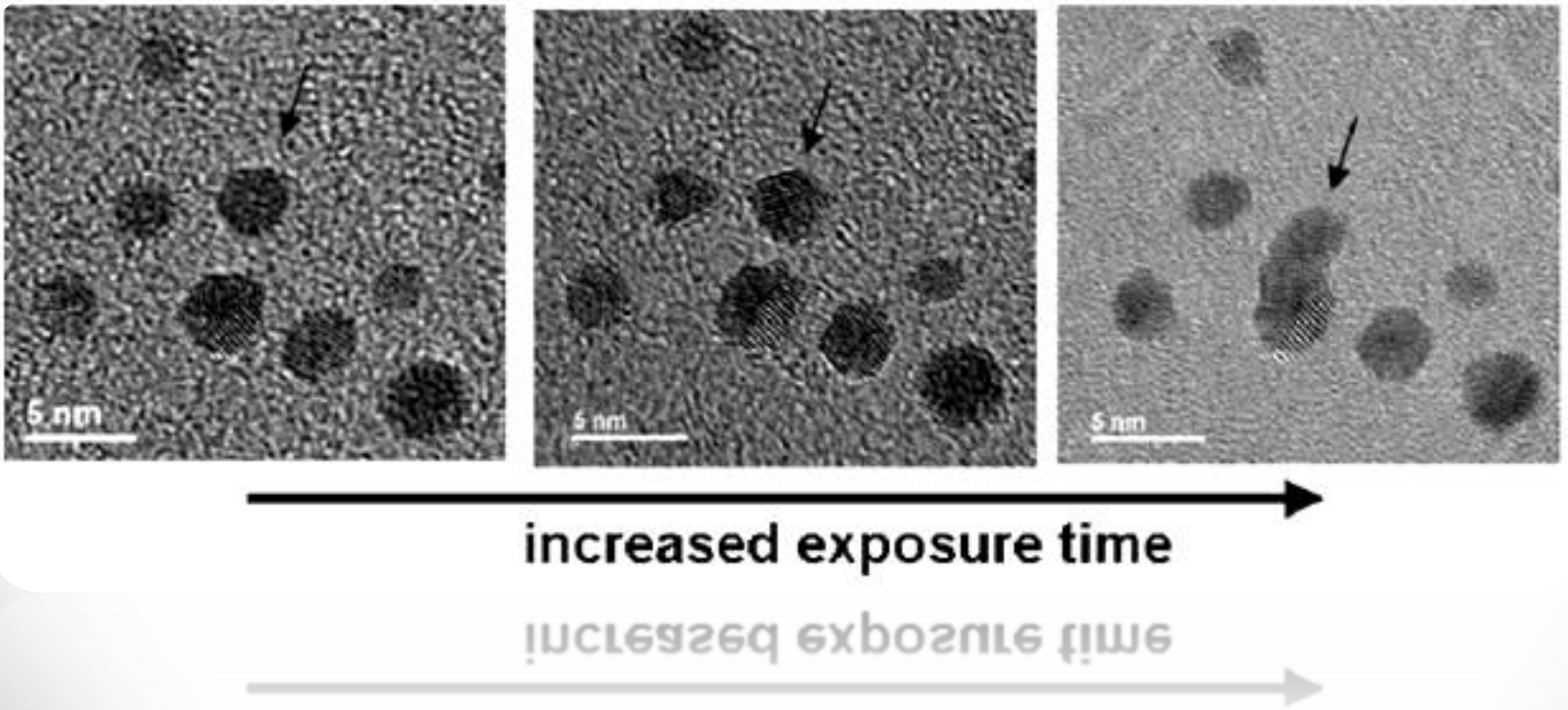
- وقتی عدد اتمی افزایش می یابد...

احتمال پراکندگی برای یک پرتو الکترونی به مقدار زیادی افزایش می یابد. این قضیه موجب افزایش کنتراست به مقدار قابل ملاحظه ای برای دو عنصر مورد نظر می گردد، اگر آنها در فاصله مناسبی در جدول تناوبی از هم قرار داشته باشند.

- این روش به تصویربرداری زمینه تاریک با زاویه زیاد (High Angle Annular Dark Field) یا تصویر برداری با کانتراست در جهت z(z-contrast) معروف می باشد.

تصویر برداری به روش زمینه تاریک

- در شکل مثالی از کنتراست افزایش یافته بوسیله روش HAADF، از ذرات پلاتین بر روی کربن، نشان داده شده است.



تصویر برداری به روش زمینه تاریک

- یکی دیگر از پارامترهایی که می تواند در افزایش کنتراست بین ذرات و زمینه نقش اساسی ایفا کند، **ولتاژ شتاب دهنده** می باشد.

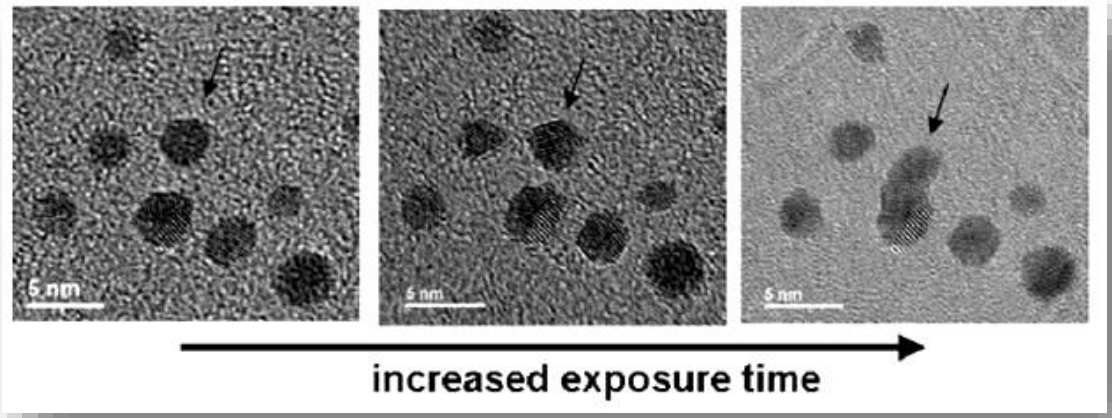
  این موضوع در مورد عناصر سنگین تر از Z>30 دارای اهمیت بیشتری است.

- ✓ با افزایش ولتاژ **احتمال پراکندگی** کاهش می یابد که در مورد عناصر سبکتر محسوس تر می باشد.
- ✓ با استفاده از **ولتاژ شتاب دهنده بالا**، کنتراست بالایی بین Pt و کربن حاصل می گردد که این موضوع به دلیل تقلیل یافتن پراکندگی از کربن در مقایسه با Pt می باشد.
- ✓ با بالا بردن ولتاژ شتاب دهنده، امکان **آسیب دیدن نمونه با بیم الکترونی پر قدرت** نیز بالا می رود.
- ✓ در بیشتر میکروسکوپ ها بزرگنمایی نشان داده شده صوری بوده و لازم و ضروری است که بزرگنمایی به طور مناسبی برای هر مد با استفاده از **نمونه استاندارد کالیبره** شود.
- ✓ مشکل دیگر تصویر برداری در بزرگنمایی بالا این است که چه تعداد ذره باید در هر تصویر وجود داشته باشد. با تعداد کمتری ذره در حوزه دید می توان توجه را معطوف یک ذره در مقابل ذرات دیگر نمود. معمولاً با **تصویر برداری در بزرگنمایی بالا و هم در بزرگنمایی پایین** اطلاعات بیشتری در اختیار کاربر قرار می گیرد.

http://edu.nano.ir

تصویر برداری به روش زمینه تاریک

- یکی دیگر از مشکلات مطالعه ذرات وقتی سایز ذرات کاهش می یابد، این است که در زیر بیم الکترونی نانو ذرات پایداری کمتری دارند.
- این ناپایداری ذرات شامل حرکت ذرات، نوسان ساختار، تجزیه و بهم چسبیدن ذرات می باشد.
- شکل، تصاویر کنتراست فازی پشت سر هم ذرات ناپایدار در زیربیم الکترونی را نشان می دهد. مطابق شکل مشخص است که ذرات چطور با گذشت زمان بهم می چسبند.

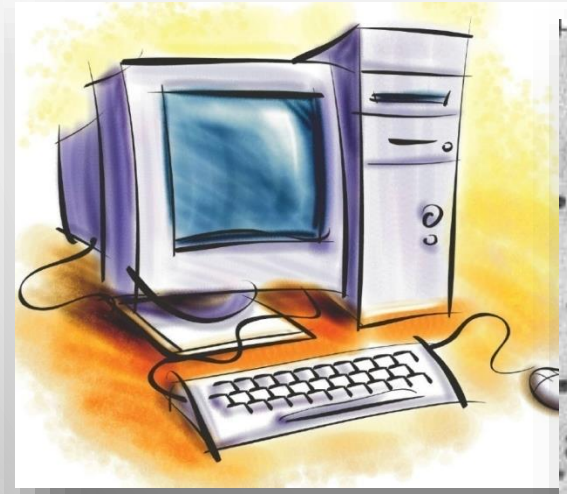


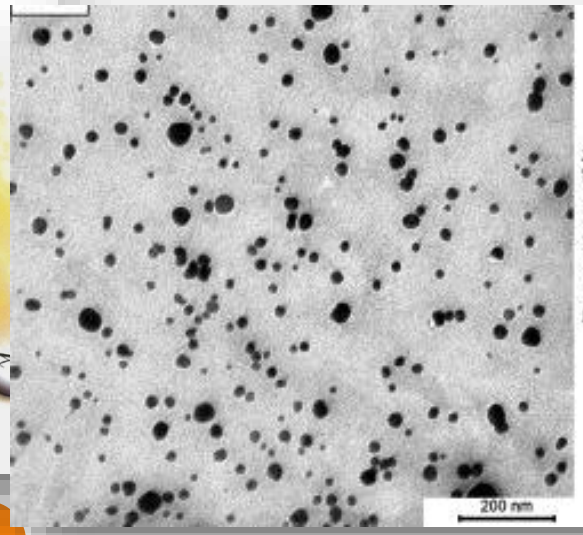
- برای مطالعه ناپایداری ذرات کافی است تصاویر پشت سر هم از نظر زمانی ثبت شود، در این صورت تغییرات فیزیکی، ساختاری، مکانی به راحتی قابل مشاهده می باشد.
- شدت بالای پرتوهای الکترونی در تصاویر HRTEM باعث تغییر در ساختار و آسیب در موارد مطالعه می گردد.

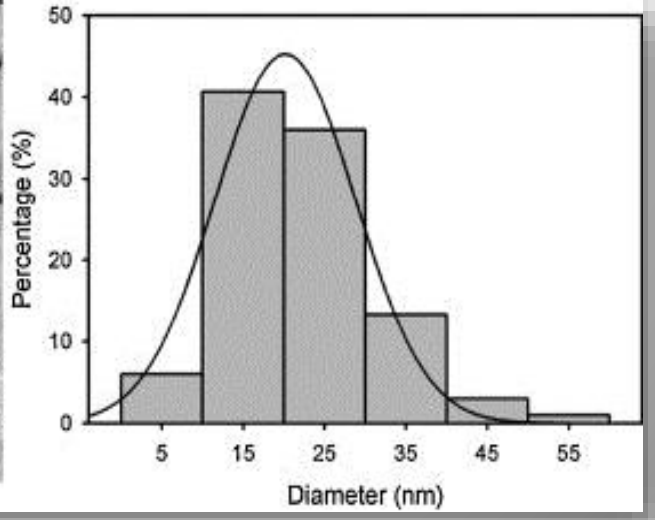
http://edu.nano.ir

تصویر برداری به روش زمینه تاریک

- حالا زمان آن رسیده است که تصویر تحت **عملیات های ریاضی** قرار گیرد. در این جا فرض براین است که TEM به دقت کالیبره شده و کاملا فوکوس باشد تا مقادیر اعوجاج لنزی و موانع دیگر به حداقل میزان خود رسیده باشد.
- عملیات ریاضی بر روی تصویر می تواند به صورت **دستی** و یا با **نرم افزار و به صورت کاملاً اتوماتیک** انجام شود.
- ✓ آنالیز دستی را می توان از طریق اندازه گیری مستقیم تصویر کالیبره شده انجام داد.
- ✓ در روش اتوماتیک به کمک **نرم افزارهای پردازش تصویر** که آرایه ای از ابزارهای اندازه گیری را در اختیار کاربر قرار می دهند، می توان به صورت اتوماتیک تصاویر را آنالیز نمود.







http://edu.nano.ir

آینده TEM برای آنالیز اندازه ذرات

- آینده تعیین اندازه ذرات بوسیله میکروسکوپ TEM تقریباً تضمین شده می باشد.
- میکروسکوپ هایی با انحراف تصحیح شده (Aberration Corrected) افزایش یافته است.
- برای هر میکروسکوپ های TEM و STEM که در ولتاژ ۲۰۰Kev کار می کنند تا سال ۲۰۰۶، وضوح تصویر در حدود یک انگستروم در هر دو مد DF و BF گزارش شده است.
- حتی گزارش هایی وجود دارد که وضوح تصویر برای میکروسکوپ الکترونی Kev300 به نیم انگستروم هم می رسد.

نتیجه گیری

- ✓ میکروسکوپ الکترونی عبوری روشی است که برای مشاهده مستقیم ریز ساختارها تا اندازه اتمی بکار می رود.
- ✓ آنالیز کیفی مناسب نانو ذرات نیازمند بهینه سازی انتخاب روش های مختلف تصویر برداری، بزرگنمایی و روش آنالیز دستی یا اتوماتیک می باشد که هدف آن بهینه سازی وضوح تصویر و کنتراست بین ذرات نمونه و تعداد مناسب ذرات در هر تصویر، در حالیکه کمترین آسیب به نمونه برسد، می باشد.
- در بزرگنمایی های پایین تصویر، امکان مطالعه توزیع ذرات وجود دارد، حال آنکه در بزرگنمایی بالا تعداد زیادی از ذرات مشاهده نمی شود و فقط اطلاعاتی در زمینه جهت‌گیری صفحات و ساختار در اختیار ما قرار می گیرد.
- در بزرگنمایی بالا جریان الکترونی بالا موجب ناپایداری و آسیب دیدن ساختار مورد مطالعه می شود.

مشارکت در توسعه سیستم جامع آموزش فناوری نانو

سیستم جامع آموزش فناوری نانو با مشارکت دانشجویان و علاقه مندان در مقاطع دکتری وکارشناسی ارشد گرایش های مختلف فناوری نانو و سایر رشته های مرتبط با این فناوری نوین در حال توسعه است. لذا از تمامی اساتید، دانشجویان، متخصصین و علاقه مندان تقاضا می گردد نظرات، پیشنهادات و انتقادات خود را به منظور توسعه هر چه بهتر این سیستم با سایت آموزش فناوری نانو در میان بگذارند.

Edu@nano.ir

ستاد ویژه توسعه فناوری نانو
کارگروه ترویج و فرهنگ سازی عمومی

پایان

Edu@nano.ir