دانشگاه آزاد اسلامی

واحد تهران جنوب

دانشکده تحصیلات تکمیلی

سمینار برای دریافت درجه کارشناسی ارشد"*M.Sc.*"

مهندسی مواد- شناسایی وانتخاب مواد مهندسی

عنوان :

روشهای شناسایی و ارزیابی ذرات نانو و معرفی تجهیزات مورد نیاز برای شناسایی

استاد راهنما :

نگارش:

فهرست

عنوان **صفحه**

چکیده

مقدمه ۱

فصل اول- میکروسکوپی با نور و الکترون

۱-۱- مقدمه ۴

۱-۲- بزرگنمایی(Magnification) ۴

۱-۳- قدرت تفکیک(resolution) ۶

۱-۴- عمق میدان و عمق فوکوس(depth of field and depth of focus) ۸

۱-۵-خطای عدسی هادر سیستم های اپتیکی (Aberration) ۱۱

فصل دوم- الکترون ها و واکنش آنها با نمونه

۲-۱- مقدمه ۲۰

۲-۲- تولید یک پرتو الکترونی (generating a beam of electrons) ۲۰

۲-۳- انحراف الکترون ها – عدسی های مغناطیسی (The electromagnetic lens) ۲۷

۲-۴- تفرق الکترون ها توسط اتم ها ۲۸

۲-۴-۱- تفرق الاستیکی ۲۹

۲-۴-۲-تفرق غیر الاستیک ۳۰

۲-۵- اثرات ثانویه (secondary effects) ۳۰

۲-۵-۱- الکترون های ثانویه(secondary electrons) ۳۱

۲-۵-۲- الکترون های برگشتی (back scattered electrons) ۳۲

۲-۵-۳- آرامش اتم های تهییج شده (relaxation of excited atoms) ۳۳

فصل سوم- میکروسکوپ الکترونی روبشی (Scanning Electron Microscope, SEM)

۳-۱- خصوصیات ۳۸

۳-۱-۱- استفاده های عمومی ۳۸

۳-۱-۲- نمونه هایی از کاربرد ۳۸

۳-۱-۳- نمونه ها ۳۹

۳-۲- نحوه کار دستگاه ۴۰

۳-۳ آشکار ساز ها (detectors) ۴۴

۳-۳-۱- آشکارسازی الکترون های ثانویه ۴۴

۳-۳-۲-آشکار سازی الکترونهای برگشتی (BE) ۴۶

۳-۳-۲-۱- آشکار سازهای جرقه زن (scintilletor detectors) ۴۶

۳-۳-۲-۲-آشکارسازهای حالت جامد (solid –state detectors) ۴۷

۳-۴- میکروسکوپ الکترونی روبشی محیطی (ESEM) ۴۸

فصل چهارم- میکروسکوپ الکترون عبوری (Transmission Eiectrin Microscopy,TEM)

۴-۱- خصوصیات ۵۳
۴-۱-۱- استفاده های عمومی ۵۳
۴-۱-۲ – نمونه هایی از کاربرد ۵۳
۴-۱-۳- نمونه ها ۵۳
۴-۱-۴- محدودیت ها ۵۴
۴-۱-۵-زمان تقریبی آزمایش ۵۵
۴-۲- تجهیزات ۵۵
۴-۳- مکانیزم های کنتراست ۵۷
۴-۳-۱- کنتراست ناشی از ضخامت – جرم (mass thickness) ۵۷
۴-۳-۲-کنتراست پراشی ؛ سینماتیکی ۶۰
۴-۳-۳- کنتراست پراشی ؛ دینامیکی ۶۱
۴-۳-۳-۱- عیوب (defects) ۶۲
۴-۳-۳-۲- میدان تاریک ،شرائط تصویر برداری با پرتوی ضعیف ۶۴
۴-۳-۳-۳- کنتراست ترکیب شیمیایی ۶۶
۴-۳-۴- کنتراست فازی ۶۶
۴-۴- میکروسکوپ الکترونی ولتاژ بالا (high voltage electron microscope,HVEM) ۶۷
۴-۵- میکروسکوپ الکترونی عبوری روبشی (scanning transmission electron microscopy) ۷۲
۴-۶-آماده سازی نمونه برایTEM ۷۳
۴-۶-۱- الکترو پولیش و پولیش شیمایی ۷۴
۴-۶-۲- سایش یونی و اتمی ۷۵
۴-۶-۳- استفاده از رپلیکا (replication) ۷۷

فصل پنجم-آنالیز شمیایی در میکروسکوپ الکترونی

۵-۱- مقدمه ۸۰
۵-۲-تولید پرتوX در یک نمونه ۸۱
۵-۳- آشکار سازی و شمارش پرتو های X ۸۵
۵-۳-۱-آنالیز تفکیک انرژی (EDS) ۸۷
۵-۳-۲-آنالیز تفکیک طول موج (WDS) ۹۰
۵-۴-آنالیز پرتوX نمونه های حجیم ۹۳
۵-۴-۱- دستگاهها ۹۳
۵-۴-۲-ارائه اطلاعات آنالیزی ۹۴
۵-۴-۳-مشکلات عملی آنالیز کیفی ۹۷
۵-۵- آنالیز پرتو X نمونه های نازک TEM ۹۹
۵-۶- آنالیز کمی در یک میکروسکوپ الکترونی ۱۰۱

فصل ششم- سایر تکنیک های تکمیلی (other complementary techniques)

۶-۱ مقدمه ۱۰۴

۶-۲-تکنیک های مکمل تصویر سازی (complementary imaging techniques) ۴۰۴
۶-۲-۱- میکروسکوپ های پروبی روبشی (Scanning probe microscope) ۱۰۵
۶-۲-۲- میکروسکوپی تونلی روبشی (Scanning Tunneling Microscopy,STM) ۱۰۵
۶-۲-۳ میکروسکوپی نیروی اتمی (atomic force microscopy, AFM) ۱۰۷
۶-۳-تکنیک های آنالیزی تکمیلی – سیستم های آنالیزی جایگزین ۱۰۹
۶-۳-۱- طیف نگاری STM (STM spectroscopy) ۱۱۰
۶-۳-۲- طیف نگاری تقرق برگشتی رادر فوردی (rutherford backscattering spectrometry , RBS) ۱۱۲
۶-۳-۳- طیف نگاری الکترون اوژه(auger electron spectroscopy) ۱۱۵
۶-۳-۴- آنالیز سطح با طیف نگاری الکترونی برای آنالیز شیمیایی
(electron spectroscopy for chemical analysis ,ESCA) ۱۲۱
۶-۳-۵-طیف نگاری رامان (Raman Spectroscopy) ۱۲۲

فصل هفتم- دستگاه XRD (X-RAY DIFFRACTION)

۷-۱- مقدمه ۱۲۵
۷-۲- کشف پراش X-ray ازروی صفحات اتمی ۱۲۶
۷-۳- تولید X-ray ۱۳۰
۷-۴- نمودار شدت اشعه X– طول موج یا انرژی ۱۳۲
۷-۴-۱- فرآیند های منجر به انتشار X-ray ۱۳۲
۷-۴-۲- نمودار شدت اشعه X بر حسب طول موج برای مس ۱۳۳
۷-۵- جذب اشعه X ۱۳۶
۷-۶- دستگاه دیفراکتومتر اشعهx (x-ray Diffractometer) ۱۳۸
۷-۷-تفرق Diffraction ۱۷۰
۷-۷-۱- روش لویی (Laue method) ۱۴۱
۷-۷-۲- روش چرخاندن کریستال (Rotating Crystal) ۱۴۳
۷-۷-۳- روش پودری (The Powder method) ۱۴۵
۷-۸- کاربرد XRD در تعیین هویت یک فاز ۱۴۶

منابع و ماخذ ۱۵۳

چکیده :

امروزه، بررسی ویژگی ها و خواص مواد بدون مطالعه ریز ساختار امکان پذیر نیست. بررسی آرایش اتمی به همراه آنالیز موضعی، اطلاعات ارزشمندی برای درک کامل خواص و رفتار مواد و طراحی مواد نو و پیش بینی خواص مورد نیاز فراهم نموده است. توسعه دنیای نانو مرهون پیشرفت و تکامل ابزار شناسایی ریز ساختار و خواص موضعی مواد می باشد. محققان با استفاده از تکنیکهای جدید توانسته اند به بزرگنمایی هایی بالاتر از یک میلیون برابر و در مقیاس سه بعدی تا حد تفکیک اتمی دست یابند. از این رو در این سمینار سعی شده است با معرفی روشهای شناسایی وارزیابی ذرات نانو، یک جمع بندی از تجهیزات مورد نیاز برای شناسایی ساختار های نانو و همچنین معرفی مواد نانو ساختار ارائه گردد. تکنیکهای مطرح شده دراین سمینار، در طیف گسترده ای از حوزه های مختلف پژوهشی از جمله متالورژی، سرامیک و کامپوزیت، شیمی سطح، فیزیک، پلیمر، پزشکی و ... کاربرد دارد .

مقدمه :

میکروسکوپ یک سیستم نوری است که می تواند تصویری از یک شی را ایجاد کند. معمولاً بدست آوردن تصویری بسیار بزرگتر ازاندازه واقعی شی مطلوب است که به آن بزرگنمایی(magnification)گفته می شود و به روشهای مختلفی می توان این کار را انجام داد. دراین سمینارتکنیک های مختلف پیچیده ای برای تولید تصاویری با بزرگنمایی زیاد مطرح شده که بیشتر اصول کار آن ها شبیه همان روش هایی است که طی ۴۰۰ سال گذشته در میکروسکوپ نوری استفاده شده است. مفاهیم اصلی مانند قدرت تفکیک (resolution)، بزرگنمایی، عمق میدان (depth of field) و نقص عدسی (lens aberration)در میکروسکوپ الکترونی اهمیت بسیاری دارند. برای درک ساده تر این مفاهیم، آن ها در این سمینار مطرح می شوند. مطالعه سیمنار نشان خواهد داد که اصول تکنیکهای مربوط به سیستم میکروسکوپ الکترونی، به جای پیچیده تر شدن، ساده تر می شوند زیرا در آنجا از الکترون به جای نور استفاده می شود. بنابراین اگر چه میکروسکوپ الکترونی بسیار گران تر ودر ظاهر بسیار پیچیده تر است، اما اصول کار آن به سادگی یک ذره بین است .

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

اصول کار میکروسکوپ الکترونی رو بشی (Scanning Electron Microscope,SEM)و میکروسکوپ الکترونی عبوری(Transmission Electron microscope,TEM)و همچنین تکنیک های آنالیزی که می تواند به همراه این دو استفاده شود در این سیمنار توضیح داده شده اند.

درساده ترین حالت می توان گفت که SEM تصویری از شکل ظاهری سطح نمونه فراهم می کند مانند تصویری که با چشم مشاهده می گردد در حالیکه TEM درون جامدات را بررسی و اطلاعاتی در مورد

جزئیات ساختار داخلی آن ها فراهم می کند که شباهتی با مشاهدات چشمی انسان ندارد. درهر دو حالت چندین نوع تصویر می توانند تشکیل شوند. بنابراین لازم است که طرز کار این میکروسکوپ ها ونیز روش های تفسیر تصاویر به ویژه درTEM که پیچیدگی بیشتری دارد تشریح گردد.