وزارت علوم، تحقیقات و فناوری

پژوهشگاه پلیمر و پتروشیمی ایران



# آزمایشگاه میکروسکوپی


آدرس: تهران، ضلع شمالی آزادراه تهران به کرج، بعد از پیکان شهر، بلوار پژوهش، پژوهشگاه پلیمر و پتروشیمی ایران

کارشناس آزمایشگاه: خانم مهندس مریم خسروی

تلفن تماس: ۴۸۶۶۲۱۳۵


تائید صلاحیت‌های دریافتی آزمایشگاه:

تائید صلاحیت استاندارد:
**ISO/IEC 17025**

آزمایشگاه همکار اداره استاندارد
استان تهران

گواهینامه استاندارد:
**ISO 9001:2008**

# فهرست مطالب


| عنوان | صفحه |
|---|---|
| **فصل اول: میکروسکوپ الکترونی روبشی SEM** | |
| ۱-۱ مقدمه | ۴ |
| ۱-۲ مدل دستگاه و مشخصات فنی آن | ۵ |
| ۱-۳ اساس کار میکروسکپ های الکترونی روبشی | ۷-۶ |
| ۱-۴ معرفی قسمت های مختلف دستگاه میکروسکوپ الکترونی روبشی | ۸ |
| ۱-۴-۱ تفنگ الکترونی | ۱۰-۹ |
| ۱-۴-۲ لنزهای الکترومغناطیسی | ۱۲-۱۱ |
| ۱-۴-۳ سیستم روبشگر | ۱۲ |
| ۱-۴-۴ آشکارساز | ۱۴-۱۳ |
| ۱-۴-۵ سیستم تصویرسازی | ۱۶-۱۵ |
| ۱-۴-۶ سیستم خلاء | ۱۸-۱۷ |
| **فصل دوم: معرفی آشکارسازهای EDX,BSED** | |
| ۲-۱-معرفی آشکارساز طیف سنجی پراندگی انرژی EDX | ۱۹ |
| ۲-۲-۱ مدل دستگاه و مشخصات فنی | ۲۰ |
| ۲-۲-۲ اساس کار سیستم EDX | ۲۲-۲۱ |
| ۲-۲معرفی آشکارساز الکترون های برگشتی BSED | ۲۴-۲۳ |




آدرس: تهران، ضلع شمالی آزادراه تهران به کرج، بعد از پیکان شهر، بلوار پژوهش، پژوهشگاه پلیمر و پتروشیمی ایران

صندوق پستی: ۱۴۹۷۵/۱۱۲ تلفن تماس: ۴۸۶۶۲۱۳۵ دورنگار: ۴۴۷۸۷۰۵۵ Website: www.ippi.ac.ir

## فصل سوم: معرفی دستگاه پوشش دهی به روش کندوپاشی

۳-۱ مدل دستگاه و مشخصات فنی آن ۲۵

۳-۲اساس کار دستگاه پوشش دهی طلا به روش کندوپاشی ۲۶

۳-۳ دلایل استفاده از گاز آرگون در دستگاه کندوپاش ۲۸-۲۷

۳-۴ عناصر مورد استفاده در روش کندوپاشی ۲۹

## فصل چهارم: معرفی برخی از روش های آماده سازی نمونه

۴-۱ مقدمه ۲۹

۴-۲ تقسیم بندی مواد و روش های آماده سازی آن ها ۳۰

۴-۲-۱ موادفلزی ۳۰

۴-۲-۲سرامیک ها و مواد معدنی ۳۱

۴-۲-۳ پودرها ۳۲-۳۱

۴-۲-۴ پلیمرها ۳۳-۳۲

۴-۲-۵ موادزیستی ۳۴-۳۳

۴-۲-۶ پوشش ها ۳۴

## فصل پنجم: معرفی میکروسکوپ های نوری

۵-۱ میکروسکوپ نوری عبوری ۳۵

۵-۲ میکروسکوپ نوری انعکاسی ۳۶

۵-۳ میکروسکوپ نوری عبوری با صفحه داغ ۳۷

## منابع

منابع فارسی و انگلیسی ۳۸




آدرس: تهران، ضلع شمالی آزادراه تهران به کرج، بعد از پیکان شهر، بلوار پژوهش، پژوهشگاه پلیمر و پتروشیمی ایران

صندوق پستی: ۱۴۹۷۵/۱۱۲ تلفن تماس: ۴۸۶۶۲۱۳۵ دورنگار: ۴۴۷۸۷۰۵۵ Website: www.ippi.ac.ir

## ۱-۱ مقدمه

امروزه روش های مختلفی جهت شناسایی و آنالیز مواد وجود دارد که یکی از معروف ترین آنها، روش های میکروسکوپی می باشد. **میکروسکوپ** از دو واژه یونانی **میکرو** به معنی کوچک و **اسکوپ** به معنی دیدن، گرفته شده است .بنابراین میکروسکوپ یعنی دیدن چیزهای کوچک .با استفاده از روش های میکروسکوپی، تصاویر با بزرگنمایی بالا از ماده به دست می آید تا بتوان جزئیات آن را با دقت بیشتری مطالعه نمود.

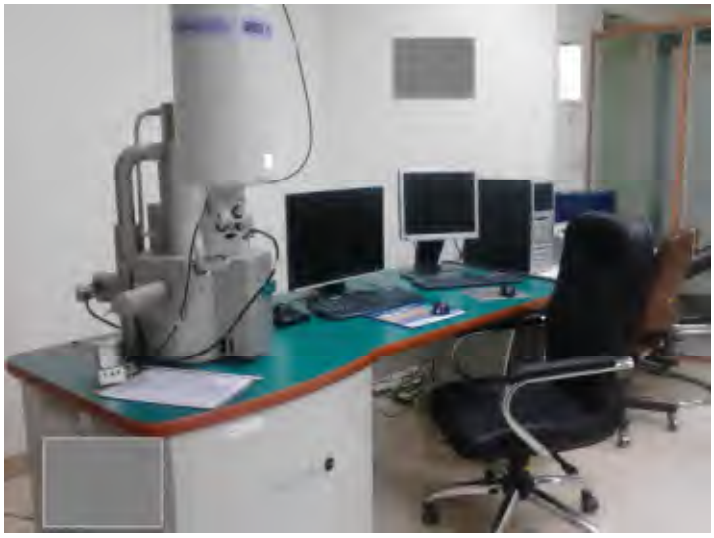
تهیه هر تصویری مستقل از ابزار و هدف تهیه تصویر، وابسته به وجود یک اختلاف در مشخصات تصویر سازی جزء مورد نظر یا به عبارت دیگر **"تفکیک پذیری"** آن است. همان گونه که می دانیم قدرت تفکیک چشم انسان در حد تشخیص اجسام با قطری تا ۰.۱mm است، تمام اشیاء کوچکتر از این حد برای انسانها هم اندازه به نظر می‌رسد، این اثر به پدیده تفرق‌نور در چشم مربوط می‌شود. بنابراین تنها راه افزایش قدرت تفکیک استفاده از نوری با طول موج کوتاهتر است.در میکروسکپ های نوری با استفاده از نور در محدوده طول موج ۴۰۰–۷۰۰ nm ، لنزها یا همان عدسی ها (در مسیر پرتوهای عبور یافته یا منعکس شده از سطح نمونه و با تغییر زاویه حرکت پرتو و به دنبال آن تغییر محل تقاطع پرتوها) می توانیم تصاویری با قدرت تفکیک در حدود ۱ میکرومتر از سطح نمونه تهیه کنیم.

همان گونه که می دانیم **قدرت تفکیک** (حداقل فاصله دو نقطه غیر مشابه (با خصوصیت تصویری متفاوت) از نمونه که به صورت دو نقطه متفاوت (قابل تشخیص) بر روی تصویر دیده می شود) **و عمق میدان** (حداقل فاصله ای که می توان جسم را در آن جابجا کرد. به طوری که خطای حاصل از این جابجایی در تصویر کمتر از قدرت تشخیص چشم انسان باشد.) این دو پارامتر خیلی مهم و تاثیر گذار در تصاویر میکروسکوپی خصوصا در بزرگنمایی های بالا می باشند که هر دو پارامتر به **شدت وابسته به طول موج نور** مورد استفاده در میکروسکوپ می باشند. در میکروسکوپ نوری شاید بتوان با تغییر انحنای سطح عدسی‌ها(میزان تقعر و تحدب) و تعداد آنها بزگنمائی تصاویر را به هر مقدار زیاد کرد، اما به علت بلند بودن طول موج نور، عملا تصاویر در بزرگنمائی‌های بالای ۲۰۰۰ وضوح خود را از دست می‌دهند. لذا در میکروسکوپ های الکترونی به جای نور از الکترون ها به خاطر طول موج کوتاه آنها استفاده می گردد (طول موج نور چند هزار برابر بزرگتر از طول موج الکترون ها است، همان گونه که می دانیم الکترونها به عنوان ذراتی که می‌توانند خواص موج ـ ذره‌ای از خود نشان‌دهند به عنوان تشعشعتی با طول موجهای 0/1-0.001nm در نظر گرفته می شوند) .


آدرس: تهران، ضلع شمالی آزادراه تهران به کرج، بعد از پیکان شهر، بلوار پژوهش، پژوهشگاه پلیمر و پتروشیمی ایران
صندوق پستی: ۱۴۹۷۵/۱۱۲ تلفن تماس: ۴۸۶۶۲۱۳۵ دورنگار: ۴۴۷۸۷۰۵۵ Website: www.ippi.ac.ir

## ۲-۱ مدل دستگاه و مشخصات فنی آن:

- **میکروسکوپ الکترونی روبشی:** SEM(Scanning Electron Microscopy)
- **مدل دستگاه:** VEGA\\
- **کمپانی:** TESCAN
- **ساخت:** Czech Republic



**مشخصات فنی:**

- محدوده بزرگنمایی: 20X-100/000X
- محدوده ولتاژ: 5kv-30kv
- مقدارخلاء: $10^{-5}$Pa

**شرایط نمونه:** نمونه ها باید به صورت پودر یا جامد، پایدار در خلا، عاری از هرگونه رطوبت و ماده فرار، تخریب ناپذیر در خلا و عدم تولید انفجار، رادیواکتیو، اثر آلرژی زا یا هرگونه پرتو مضر دیگری باشد.

**استاندارد قابل استفاده :**

- ASTM: Standard Practice for characterization of particles(F1877-05)



آدرس: تهران، ضلع شمالی آزادراه تهران به کرج، بعد از پیکان شهر، بلوار پژوهش، پژوهشگاه پلیمر و پتروشیمی ایران

صندوق پستی: ۱۴۹۷۵/۱۱۲ تلفن تماس: ۴۸۶۶۲۱۳۵ دورنگار: ۴۴۷۸۷۰۵۵ Website: www.ippi.ac.ir

## ۳-۱ معرفی اساس کار میکروسکپ های الکترونی روبشی

همان گونه که می دانیم در میکروسکوپ های الکترونی به جای نور از پرتوی الکترونی استفاده می‌شود. از آنجایی که طول موج الکترون می تواند بسیار کوتاه باشد، پس در میکروسکوپ های الکترونی می توان به بزرگنمائی بسیار بالا دست یافت (تا حد یک میلیون برابر در بعضی از میکروسکوپ های الکترونی).

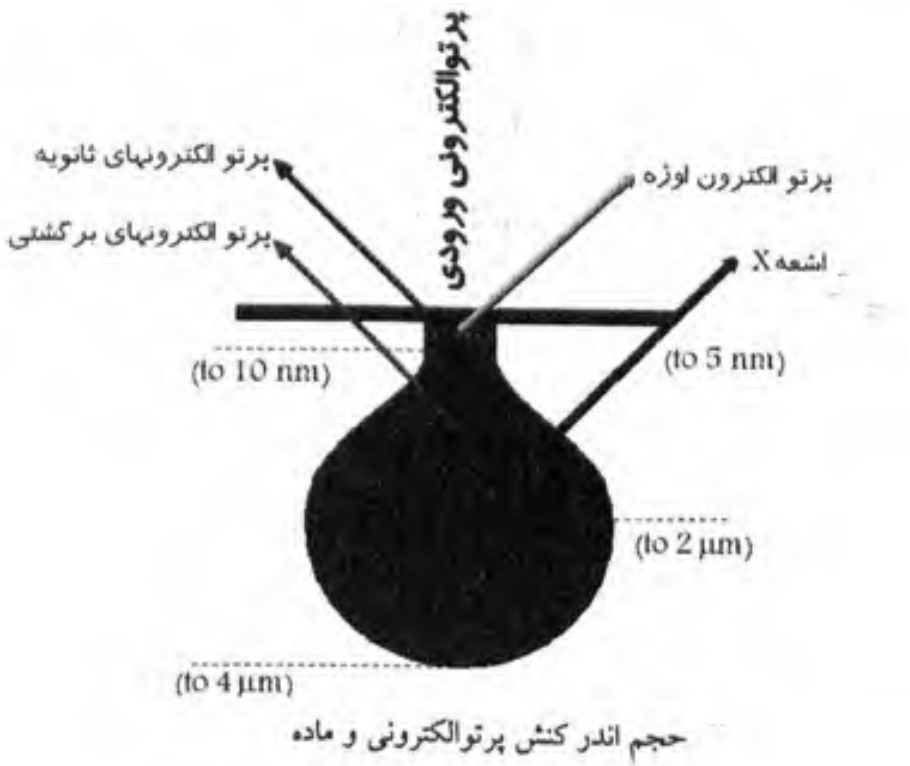
در واقع میکروسکوپ‌های الکترونی براساس قوانین امواج الکترومغناطیس کار می کنند و مانند تمام میکروسکوپ ها از لنزهای شیئ و چشمی تشکیل شده اند، با این تفاوت که در میکروسکوپ‌های الکترونی، به جای نور از شار الکترون (پرتوهای الکترونی) پرانرژی استفاده می گردد. علاوه بر این، لنزها نیز در این نوع میکروسکوپ‌ها از نوع لنزهای الکترومغناطیس می باشند که با لنزهای نوری متفاوت می باشند.

میکروسکوپ الکترونی روبشی که به آن Scanning Electron Microscope یا به اختصار SEM گویند، یکی از انواع بسیار معروف میکروسکوپ های الکترونی است که خصوصا کاربردهای بسیاری در فناوری نانو پیدا کرده است.
اساس کار میکروسکوپ های الکترونی روبشی، همانطور که از نامش پیداست، مبتنی بر روبش سطح نمونه توسط یک پرتو الکترونی می باشد. در اینجا برای توضیح بهتر اساس کار SEM به سه اصل مهم که در ساخت و کاربرد میکروسکپ های الکترونی روبشی تاثیر مستقیم دارند، اشاره می گردد :

- امکان تولید و کنترل مشخصه های پرتو الکترونی روبشگر در میدان های الکتریکی و الکترومغناطیسی
- اندر کنش یا تاثیر متقابل پرتو الکترونی و مواد
- امکان آشکار سازی پرتوهای ساطع شده از سوی ماده در اثر اندر کنش آن با پرتو الکترونی ورودی

ناحیه ای از نمونه که الکترون های اولیه به آن نفوذ می کنند حجم واکنش نامیده می شود، به علت تنوع و کثرت برخوردهایی است که ممکن است به وقوع بپیوندد در راه شناخت چگونگی ((حجم اندر کنش)) پرتو الکترونی ورودی و ماده، پیچیدگی های زیادی وجود داشت.
دانشمندان با استفاده از روشی به نام روش مونت کارلو، مدل بسیار مناسبی برای ((حجم اندر کنش)) پرتو الکترونی با ماده، ارائه کرده اند. بر اساس این روش که از جزئیات ریاضی و آماری صرف نظر می شود ، ((حجم اندرکنش)) به شکل یک گلابی است که در منطقه ورود پرتو به داخل ماده قابل تصور می باشد. همان گونه که در شکل ۱ مشاهده می کنید، گستردگی و عمق اندر کنش وابسته به شرایط پرتو الکترونی و ماده می باشد.


آدرس: تهران، ضلع شمالی آزادراه تهران به کرج، بعد از پیکان شهر، بلوار پژوهش، پژوهشگاه پلیمر و پتروشیمی ایران
صندوق پستی: ۱۴۹۷۵/۱۱۲ تلفن تماس: ۴۸۶۶۲۱۳۵ دورنگار: ۴۴۷۸۷۰۵۵ Website: www.ippi.ac.ir




**شکل ۱: ((حجم اندرکنش)) به شکل یک گلابی است که در منطقه ورود پرتو به داخل ماده نشان داده شده است.**

به علت استفاده از الکترون به جای نور برای کار با میکروسکوپ الکترونی به محیط خلأ نیاز است. به همین دلیل پس از قرار دادن نمونه در محفظه، اتمسفر داخل ستون و محفظه میکروسکوپ به کمک پمپ های موجود به خلأ مناسب می رسد.

وقتی که خلأ موردنیاز حاصل شد، پرتوی الکترونی تولید و توسط لنزهای‌الکترومغناطیسی باریک و روی نمونه متمرکز می شود. در اثر بمباران نمونه با پرتوی الکترونی ، الکترون ها و فوتون هایی از سطح نمونه خارج و به سمت آشکارسازها رها می شوند که در آن قسمت تبدیل به سیگنال می شوند (در حقیقت پرتوی الکترونی بر روی نمونه روبش می شود تا از نقاط مختلف آن اطلاعات به دست آید).در ادامه به معرفی قسمت های مختلف و طرز کار آنها پرداخته می شود.


آدرس: تهران، ضلع شمالی آزادراه تهران به کرج، بعد از پیکان شهر، بلوار پژوهش، پژوهشگاه پلیمر و پتروشیمی ایران
صندوق پستی: ۱۴۹۷۵/۱۱۲ تلفن تماس: ۴۸۶۶۲۱۳۵ دورنگار: ۴۴۷۸۷۰۵۵ Website: www.ippi.ac.ir

## ۴-۱ معرفی قسمت های مختلف میکروسکوپ الکترونی روبشی

یک میکروسکوپ الکترونی از قسمت های زیر تشکیل شده است:

۱- تفنگ الکترونی

۲-لنزهای الکترومغناطیسی

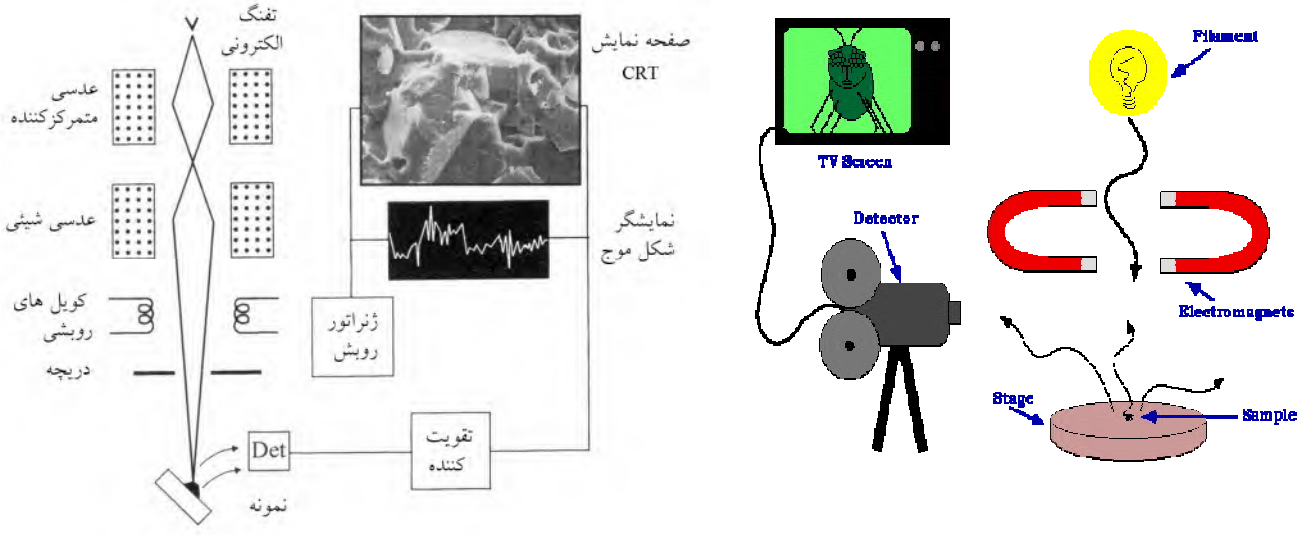
۳-سیستم روبش

۴-آشکارسازها (سیستم جمع آوری و تقویت سیگنال)

۵- سیستم نمایش تصویر

۶- سیستم خلأ

شکل ۲ اجزای یک SEM را نشان می دهد. در ادامه به شرح این اجزاء پرداخته خواهد شد که در واقع به نوعی، بیانگر نحوه ی عملکرد دستگاه نیز می باشد.




**شکل۲: نمای کلی یک میکروسکوپ الکترونی روبشی – SEM**



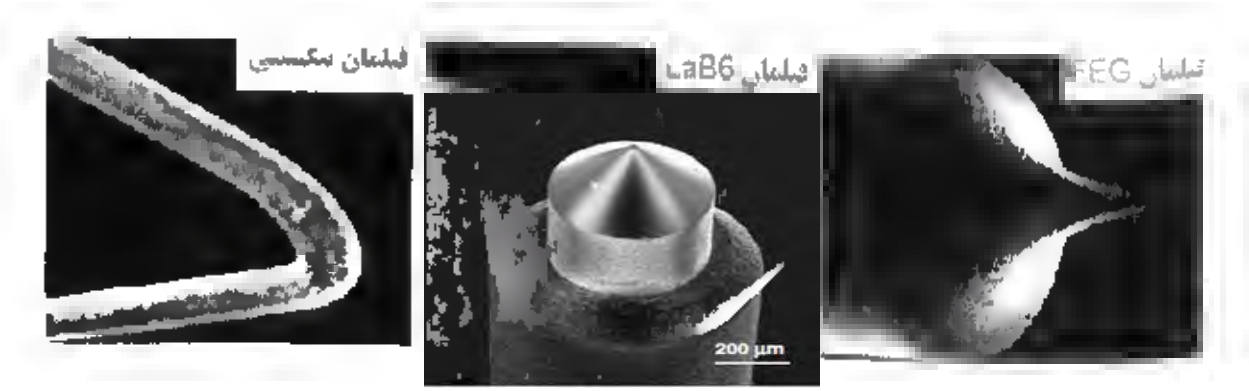
آدرس: تهران، ضلع شمالی آزادراه تهران به کرج، بعد از پیکان شهر، بلوار پژوهش، پژوهشگاه پلیمر و پتروشیمی ایران

صندوق پستی: ۱۴۹۷۵/۱۱۲ تلفن تماس: ۴۸۶۶۲۱۳۵ دورنگار: ۴۴۷۸۷۰۵۵ Website: www.ippi.ac.ir

## ۱-۴-۱ تفنگ الکترونی

اولین قسمتی که مشخصات پرتوی الکترونی در آن شکل می گیرد در محل تولید آن، یعنی تفنگ الکترونی (Electron Gun) است. به بیان دیگر، تفنگ الکترونی منبع نسبتا پایداری از الکترون است که پرتو الکترونی را ساطع می کند. تفنگ های الکترونی از نظر مکانیزم به دو دسته تقسیم می شوند:

۱-تفنگ های الکترونی نشر حرارتی (Thermoionic Guns) که بر مبنای پدیده ی ترمویونی عمل می کنند. در این نوع، با گرم شدن تفنگ تا دمایی بسیار بالا، درصد معینی از الکترون های آن به سطح مشخصی از انرژی می رسند و می توانند سطح آن را ترک کنند.
۲- تفنگ های الکترونی نشر میدانی (Field Emission Guns) که از پدیده ی تونلی جهت تولید الکترون استفاده می کنند. در این نوع تفنگ الکترونی، سطح تحت یک ولتاژ بسیار بالا قرار می گیرد و الکترون ها می توانند سطح آن را ترک کنند، بدون آنکه نیاز به اعمال انرژی تابع کاری ترمویونی باشد. قدرت تولید این فیلامان ها بسیار بیشتراز فیلامان های ترمویونی است.
بر همین مبنا، سه نوع فیلامان تجاری به عنوان تفنگ الکترونی استفاده می شوند که عبارتند از:
۱- فیلامان تنگستن سنجاق سری؛
۲- فیلامان لانتانم هگزا براید($LaB_6$) ؛
۳- فیلامان نشر یونی.(FEG)
شکل ۳ تصویر این سه نوع فیلامان را نشان می دهد .

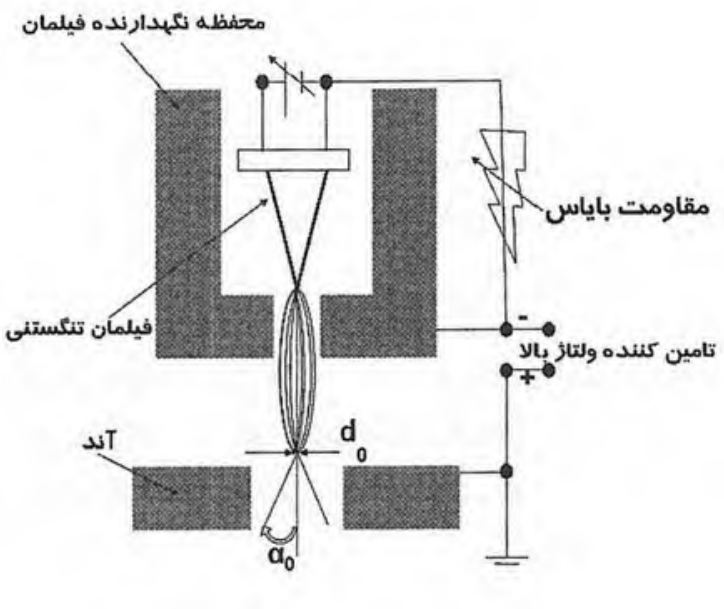



**شکل ۳-تصویر فیلامان های تجاری رایج ملاحظه می شود**

در این قسمت با توجه به استفاده از فیلمان تنگستنی در سیستم SEM آزمایشگاه توضیح مختصری در خصوص این فیلمان آورده شده است.


آدرس: تهران، ضلع شمالی آزادراه تهران به کرج، بعد از پیکان شهر، بلوار پژوهش، پژوهشگاه پلیمر و پتروشیمی ایران
صندوق پستی: ۱۴۹۷۵/۱۱۲ تلفن تماس: ۴۸۶۶۲۱۳۵ دورنگار: ۴۴۷۸۷۰۵۵ Website: www.ippi.ac.ir

فیلامان تنگستن سنجاق سری به شکل V شکل و شعاع نوک آن حدود ۱۰۰ میکرومتر است که به عنوان کاتد تولید کننده ی الکترون در بالای ستون میکروسکوپ نصب می شود. دمای کاری فیلامان در هنگام انتشار الکترون حدود 2700 K می باشد. الکترون های به دست آمده از فیلامان (کاتد)، با استفاده از اختلاف پتانسیلی معادل ۱۰۰۰ تا ۵۰۰۰۰ ولت، به سمت آند شتاب داده می شوند. شماتیک این نوع تفنگ الکترونی در شکل ۴ نشان داده شده است. قسمت در برگیرنده یا همان نگهدارنده ی فیلامان به صورت یک کلاهک شبکه ای (Grid Cap) یا به صورت استوانه ی فلزی است که به آن اصطلاحا وهنلت (Wehnelt cylinder) گفته می شود. این نگهدارنده دارای یک روزنه ی مرکزی است که دقیقا مقابل به نوک فیلامان قرار می گیرد. وهنلت نسبت به کاتد (= فیلامان) در یک ولتاژ منفی مختصر نگه داشته می شود تا الکترون های ایجاد شده در فیلامان را به خارج از محفظه ی نگهدارنده دفع کند. ولتاژ منفی به صورت بایاس (متغیر بر حسب شرایط) و با مقادیر صفر تا ۵۰۰ ولت اعمال می شود. با این روش، پرتو به صورت همگرا با یک نقطه ی همگرایی تولید می شود.




شکل ۴–نمای تفنگ الکترونی فیلامان تنگستنی


آدرس: تهران، ضلع شمالی آزادراه تهران به کرج، بعد از پیکان شهر، بلوار پژوهش، پژوهشگاه پلیمر و پتروشیمی ایران
صندوق پستی: ۱۴۹۷۵/۱۱۲ تلفن تماس: ۴۸۶۶۲۱۳۵ دورنگار: ۴۴۷۸۷۰۵۵ Website: www.ippi.ac.ir

## ۲-۴-۱ لنزهای الکترومغناطیسی

اصلی ترین اجزای ستون SEM، لنزهای مغناطیسی آن هستند که تحت خلأ کار می کنند. در این لنزها، بر خلاف لنزهای شیشه ای، پرتوی ورودی تحت اثر هیچ محیط مادی قرار نمی گیرد و کلیه ی تغییراتی که در آن ایجاد می شود ناشی از میدان های الکترومغناطیسی ایجاد شده توسط سیم پیچ هاست. تغییر جهت و تمرکز الکترون ها در میکروسکوپ های الکترونی تنها توسط میدان های الکترومغناطیسی سیم پیچ ها انجام می گیرد و اطلاق نام لنز به آنها تنها برای درک بهتر مطلب بوده و هیچ مشابهتی بین لنزهای صلب شیشه ای با مشخصات ثابت و سیم پیچ ها با مشخصات کاملا قابل کنترل وجود ندارد.معمولا دو نوع لنز در ستون وجود دارد که هر یک خود می تواند شامل مجموعه ای از لنزها باشد. این لنزها عبارتند از:

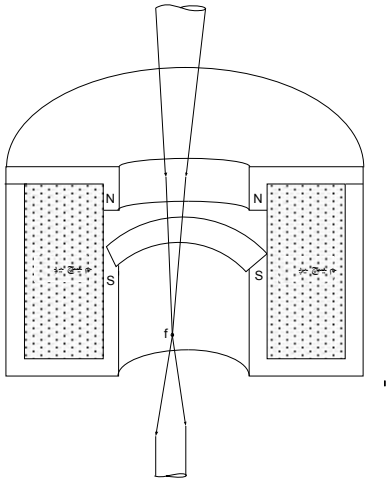
۱- لنزهای متمرکز کننده

۲- لنز نهایی

هدف اصلی از کاربرد این دو لنز در ستون اپتیکیSEM ، کاهش قطر پرتو و افزایش تراکم آن است به طوری که قطر آن از مقدار اولیهی ۱۰۰-۲۵ میکرون (در تفنگ الکترونی) به قطر بسیار کم ۵۰ آنگستروم تا ۱ میکرومتر (بر حسب نیاز) کاهش پیدا کند.

۱- لنزهای مغناطیسی متمرکز کننده

برای ایجاد یک میدان مغناطیسی با قدرت، اندازه و شکل مناسب، معمولا از یک سیم پیچ تنگستنی با دورهای زیاد استفاده می شود. هسته ی سیم پیچ از آهن نرم و به شکل استوانه انتخاب می شود. هسته ی سیم پیچ، یک شکاف بسیار کوچک دارد که بسیار دقیق تراشکاری شده و میدان مغناطیسی در عرض آن تشکیل می شود. عبور جریان های متفاوت از سیم پیچ که معمولا بین صفر تا ۱ آمپر تغییر می کند منجر به تغییر قدرت میدان مغناطیسی می شود. از شکل ۵ مشخص است که میدان مغناطیسی موازی با جهت حرکت الکترون ها و به طور دقیق تر موازی با جهت حرکت الکترون ها نزدیک به محور اپتیکی ستون الکترون- اپتیک میکروسکوپ است.



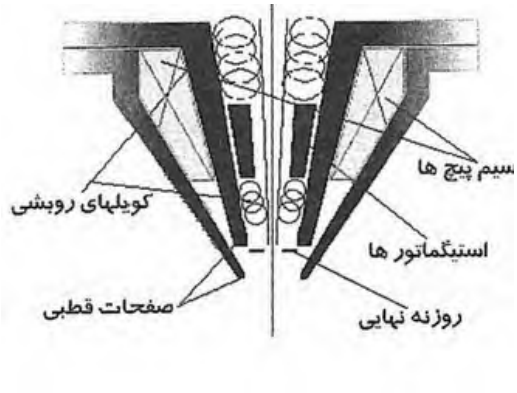

شکل۵-نمایی از سطح مقطع لنز مغناطیسی متمرکز کننده که به صورت استوانه ای بوده و از نظر شدت و سایر مشخصات نسبت به محور اپتیکی متقارن است


آدرس: تهران، ضلع شمالی آزادراه تهران به کرج، بعد از پیکان شهر، بلوار پژوهش، پژوهشگاه پلیمر و پتروشیمی ایران
صندوق پستی: ۱۴۹۷۵/۱۱۲ تلفن تماس: ۴۸۶۶۲۱۳۵ دورنگار: ۴۴۷۸۷۰۵۵ Website: www.ippi.ac.ir

2- لنز نهایی

مبانی روش کار لنز نهایی مشابه اصولی است که در رابطه با لنز مغناطیسی متمرکز کننده بیان شد. بخش عمده ی کاهش قطر پرتوی الکترونی در لنز نهایی اتفاق می افتد (ناحیه ای از لنز که بر پرتوی الکترونی مؤثر است، در انتهای خارجی لنز قرار می گیرد. همین امر موجب می شود که کاهش قطر ناشی از تأثیر لنز نهایی، در پرتوی ارسال شده به سمت نمونه حفظ شود).

لنز نهایی، آخرین بخش عملگر امتداد ستون اپتیکی است و تنها قطعه ی موجود بعد از لنز نهایی در ستون، روزنه ی نهایی یا روزنه ی محدود کننده است. این روزنه، یک کنترل کننده ی قطر بوده و تغییر چندانی در پرتو به وجود نمی آورد.لنز نهایی به صورت مخروطی طراحی می شود(پرتوهایی که پس از خروج از لنز متمرکز کننده، هنوز دور از محور اپتیکی هستند، امکان ورود به لنز نهایی را دارند. این امر منجر به افزایش قابل توجه بازده ی نهایی مخروطی، نسبت به سایر شکل های فضایی می گردد). (شکل ۶).




**شکل۶: نمایی از لنز نهایی**

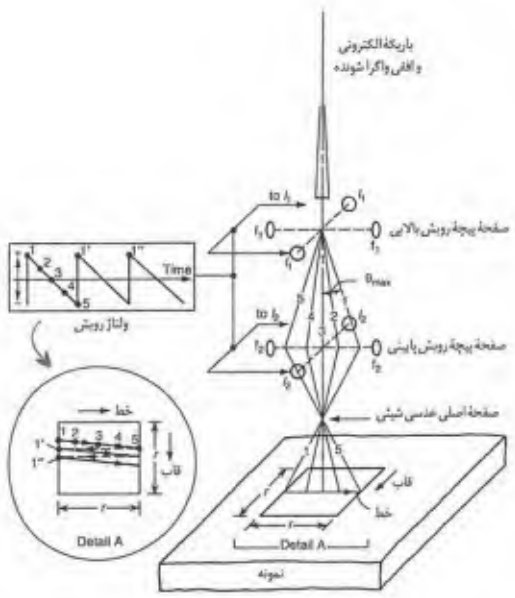
## ۳-۴-۱ سیستم روبشگر

پس از اینکه یک پرتوی موازی با قطر مناسب تولید شد، نوبت به مرحله ی روبش می رسد. عملی که در این مرحله صورت می گیرد، زاویه گرفتن یا همان کج کردن پرتوی ساطع شده از لنزها است تا بدین ترتیب امکان انجام فرایند روبش سطح فراهم گردد. این روبش به صورت نقطه به نقطه انجام می شود تا یک خط روبش شکل گیرد و این فرایند خط به خط ادامه پیدا می کند.به منظور کج کردن پرتوی الکترونی از دو سیم پیچ روبشی (scan coil) استفاده می شود که هر دو با اعمال میدان های مغناطیسی عمود بر محور اپتیکی، پرتوی الکترونی را به سمت مناسب کج می کنند. اولین سیم پیچ، زاویه ی مناسب با محور اپتیکی را ایجاد می کند و دومی آن را به سمت محور اپتیکی برمی گرداند.

همان گونه که در شکل ۷ مشاهده می کنید، یک ولتاژ دندانه اره ای به جفت سیم پیچ های $I_1$-$I_1$و $I_2$-$I_2$ اعمال می شود. میدان های مغناطیسی تولید شده توسط سیم پیچ ها، نیرویی اعمال می کنند که پرتوی الکترونی را از چپ به راست و در امتداد خطی که درپایین روی نمونه رسم شده است، منحرف می کند. میدان های مغناطیسی متغیر در جفت سیم پیچ های $f_1$-$f_1$ و $f_2$-$f_2$ انحراف های کوچک


آدرس: تهران، ضلع شمالی آزادراه تهران به کرج، بعد از پیکان شهر، بلوار پژوهش، پژوهشگاه پلیمر و پتروشیمی ایران
صندوق پستی: ۱۴۹۷۵/۱۱۲ تلفن تماس: ۴۸۶۶۲۱۳۵ دورنگار: ۴۴۷۸۷۰۵۵ Website: www.ippi.ac.ir

تری را از نقطه ی ۱ به ´۱ و به ´´۱که با جزئیات در تصویر کوچک A نشان داده شده است، تولید می کنند. بنابراین پرتوی الکترونی به طور مکرر، پهنای نمونه را از چپ به راست و با الگوی شبکه ای روبش می کند که نهایتا کل سطح قاب r×r روی نمونه را در بر می گیرد.




**شکل ۷–سیستم روبش دو مرحله ای .SEM / وقتی سیم پیچ های روبشی بالایی($I_1$-$I_1$) ، پرتوی الکترونی را تحت زاویه ی θ منحرف می کنند، سیم پیچ های روبش پایینی($I_2$-$I_2$) آن را تحت زاویه ی ۲ θبرمی گرداند و الکترون ها به ترتیب در امتداد خط نشان داده شده، به نمونه برخورد می کنند.**

## ۴–۴–۱ آشکارساز

پرتوی نهایی با طی مسیری بسیار پیچیده از میان لنزهای متمرکز کننده، سیم پیچ های روبشی و لنز نهایی به گونه ای آماده می گردد که نهایتا دارای قطر مناسب، توزیع تراکمی خوب و حتی الامکان متقارن و دایره ای باشد. این پرتو روی سطح نمونه را روبش می کند و با برخورد آن به هر واحد از سطح نمونه، واکنش متقابل پرتوی الکترونی و ماده رخ می دهد که موجب گسیل پرتو های خاصی می گردد. برای تصویر سازی، نیاز به جمع آوری این پرتوها و ترجمه ی آنها به یک تصویر دیجیتال عموما دو بعدی است.به طور کلی جمع آوری و آشکارسازی پرتوها کار مشکلی بوده و ما قادریم بخش کوچکی از این پرتوها برا جمع آوری و برای ساخت تصویر مورد استفاده قرار دهیم. از اینرو، برای اینکه بتوان از مقدار ناچیز پرتو جمع آوری شده، تصویر ساخت، نیاز به یک تقویت کننده ی بسیار قوی است. برخی از انواع آشکارسازهی مورد استفاده در SEM شامل موارد زیر می باشد:

آشکارساز اورهارت– تورنلی E-T (Everhart-Thorley)

آشکارسازهای نیمه هادی

آشکارسازهای رابینسون

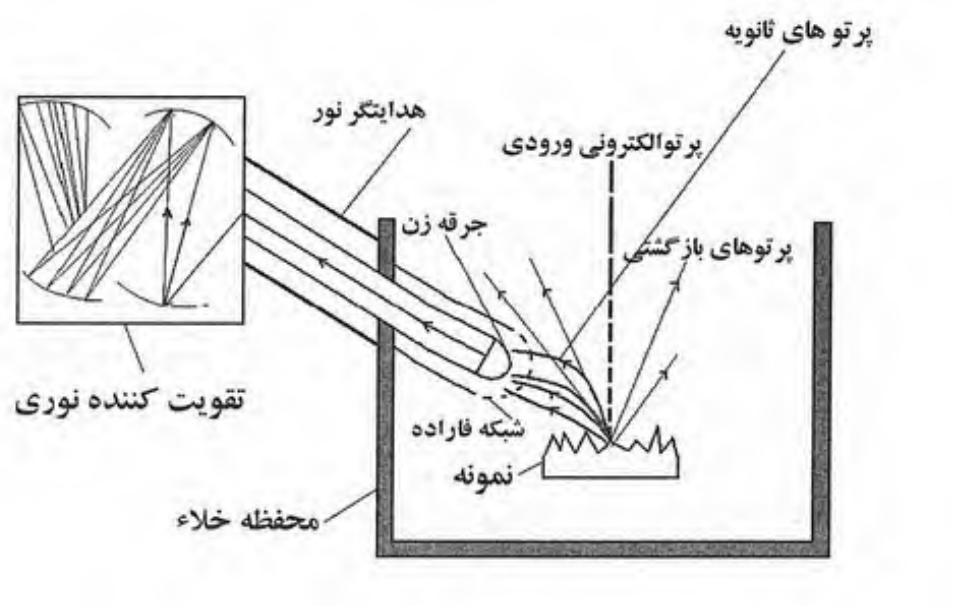

آدرس: تهران، ضلع شمالی آزادراه تهران به کرج، بعد از پیکان شهر، بلوار پژوهش، پژوهشگاه پلیمر و پتروشیمی ایران
صندوق پستی: ۱۴۹۷۵/۱۱۲ تلفن تماس: ۴۸۶۶۲۱۳۵ دورنگار: ۴۴۷۸۷۰۵۵ Website: www.ippi.ac.ir

آشکارسازهای درون لنزی(Through the Lens (TTL) detectors)

در این قسمت با توجه به استفاده بیشتر از آشکارساز اوهارت–تورنلی در بیشتر SEM ها به بررسی این آشکارساز پرداخته شده است.

## آشکارساز اورهارت– تورنلی E-T (Everhart-Thorley)

قابل ذکر است از این آشکارساز جهت اندازه گیری سیگنال های بدست آمده از برهمکنش ماده و الکترون استفاده می شود که پر کاربردترین آنها برای توپوگرافی تصویری و مورفولوژی، آشکار ساز E-T این قابلیت را دارد که بدون حساسیت به الکترون های کم انرژی، تصویری با کنتراست بالا از الکترون های ثانویه ارائه بدهد. همان گونه که در تصویر شماتیکی از این آشکارساز در شکل ۸ نشان داده شده است، جزء اصلی این آشکارسازها، یک جرقه زن (Scintillator) است. ماده ی تشکیل دهنده ی این جرقه زن به گونه ای است که در صورت اصابت یک الکترون پر انرژی، شروع به ساطع کردن نور می کند که البته شدت نور ساطع شده، متأثر از مقدار الکترون برخورد کرده به سطح جرقه زن می باشد. نور تولید شده پس از عبور از داخل یک هدایتگر نور(Light pipe) ، وارد قسمت تقویت کننده ی نور (Photomultiplier) می شود.




**شکل۸: نمایی از آشکارساز اورهارت– تورنلی E-T (Everhart-Thorley)**

در اکثر جرقه زن ها، حداقل انرژی لازم برای الکترون اصابت کننده، ۱۰ تا ۱۵ کیلو الکترون ولت است که البته اگر انرژی الکترون اصابت کرده از این مقدار کمتر باشد، جرقه زنی انجام نشده و نور ساطع نمی گردد.


آدرس: تهران، ضلع شمالی آزادراه تهران به کرج، بعد از پیکان شهر، بلوار پژوهش، پژوهشگاه پلیمر و پتروشیمی ایران
صندوق پستی: ۱۴۹۷۵/۱۱۲ تلفن تماس: ۴۸۶۶۲۱۳۵ دورنگار: ۴۴۷۸۷۰۵۵ Website: www.ippi.ac.ir

در عمل، اگر گستره ی انرژی پرتو الکترونی ورودی عمدتا بیش از ۲۰ الکترون ولت باشد، بخش عمده ای از پرتوی الکترونی بازگشت یافته از نمونه، قدرت جرقه زنی را دارد. با اینحال، معمولا الکترون های پرتوی ثانویه بسیار کم انرژی تر از ارقام مذکور هستند و بنابراین به آشکارساز این الکترون ها، ولتاژ مثبتی معادل با ۱۲ کیلو ولت اعمال می شود. در اثر این ولتاژ، الکترون ها قبل از برخورد به جرقه زن شتاب می گیرند و با انرژی کافی به آن برخورد نموده و نور تولید می کنند.

جرقه زن توسط یک شبکه ی فلزی که به آن «شبکه ی فاراده» گفته می شود، احاطه شده است. این شبکه فلزی در ولتاژی بین ۵۰- تا ۲۵۰+ ولت نگه داشته می شود که به آن «ولتاژ جمع کننده» گفته می شود. وجود شبکه ی فلزی با قابلیت تغییر ولتاژ در یک بازه ی حدود ۳۰۰ ولتی می تواند از تأثیرگذاری ولتاژ بسیار بالای جرقه زن بر پرتوی الکترونی جلوگیری ومنجر به جذب انتخابی (ثانویه یا برگشتی) پرتوی الکترونی نمونه، به سمت جرقه زن شود. لذا با اینکه عموما آشکارساز به طور دقیق مقابل نمونه قرار نمی گیرد، اما از بازده ی جذب مناسبی برخوردار است.

## ۵-۴-۱ سیستم تصویرسازی

پس از جمع آوری پرتوهای نشر شده از نمونه توسط آشکارسازها، نوبت به تشکیل تصویر با استفاده از آنها می رسد، این کار وظیفه ی سیستم تصویرسازی است.

سیستم تصویر برداری در SEM بر استفاده از لوله ی پرتوی کاتدی CRT (Cathode Ray Tube) مبتنی است. شماتیک لوله های پرتوی کاتدی مورد استفاده در شکل ۹ آورده شده است. لوله ی پرتوی کاتدی، یک محفظه ی استوانه ای تحت خلأ است که در آن، تصویر با استفاده از تهییج نقاط مختلف یک صفحه ی فسفرسنت با انرژی مختلف ایجاد می گردد.

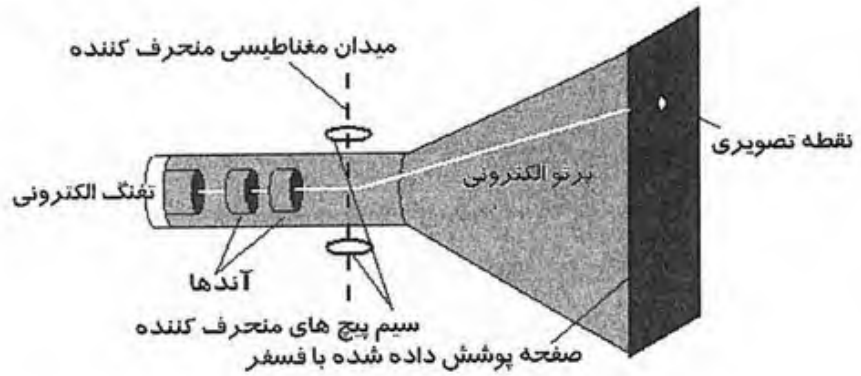
بنابراین ایجاد یک تصویر بر روی CRT نیاز به تعیین و کنترل دو عامل دارد:

۱- شدت پرتوی الکترونی

۲- محل برخورد الکترون به صفحه ی فسفرسنت

بنابراین شدت سیگنال الکتریکی (پرتوی الکتریکی) برخورد کننده به صفحه ی فسفرسنت، بر مبنای شدت پرتوی الکترونی ساطع شده از نمونه و در آشکارساز تعیین می گردد. بعلاوه، محل این سیگنال، دقیقا منطبق بر محل ساطع شدن الکترون از نمونه در قاب تصویر بر روی نمونه است. به عبارت دیگر، متناظر با هر نقطه بر روی نمونه، نقطه ای بر روی CRT ایجاد می شود.


آدرس: تهران، ضلع شمالی آزادراه تهران به کرج، بعد از پیکان شهر، بلوار پژوهش، پژوهشگاه پلیمر و پتروشیمی ایران
صندوق پستی: ۱۴۹۷۵/۱۱۲ تلفن تماس: ۴۸۶۶۲۱۳۵ دورنگار: ۴۴۷۸۷۰۵۵ Website: www.ippi.ac.ir

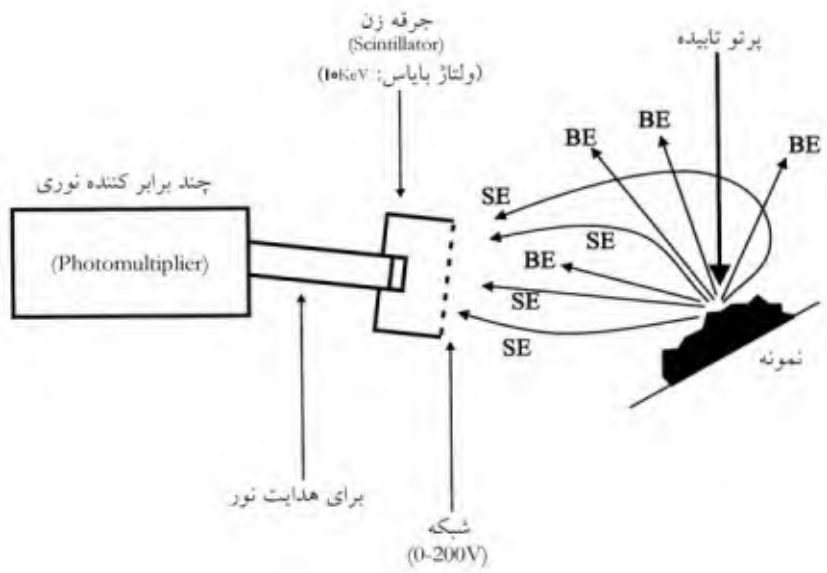



**شکل ۹- نمایی از لوله های پرتوی کاتدی مورد استفاده در تلویزیون ها و صفحه های نمایش**

با اینحال یک مشکل اساسی در سر راه استفاده از CRT به طور مستقیم، در تصویرسازی درSEM ، وجود دارد و آن انرژی کم پرتوهای الکترونی به دست آمده از نمونه (خصوصا پرتوهای الکترون های ثانویه) نسبت به انرژی موردنیاز برای تهییج صفحه ی فسفرسنت مورد استفاده در CRT است. بنابراین پیش از برخورد پرتوی الکترونی ناشی از نمونه به صفحه ی فسفرسنت، نیاز به تقویت پرتوهای لکترونی می باشد. (شکل۱۰)

به این منظور ابتدا با برخورد پرتوی الکترونی ساطع شده از نمونه به جرقه زن، فوتون های نور تولید می گردد که انرژی هر یک از فوتون ها با انرژی پرتوی الکترونی برخورد کرده با آشکارساز متناسب است. فوتون های مذکور توسط هدایتگر نوری به داخل تقویت کننده ی نوری (که در خارج از محفظه ی خلأ دستگاه قرار دارد) هدایت شده و در آنجا با شدت بالایی در مراحل متعدد تقویت می شوند. پس از این مرحله، فوتون های نوری تقویت شده، با حفظ نسبت انرژی متناسب با انرژی پرتوی الکترون برخورد کرده به جرقه زن، وارد بخش تولید سیگنال الکتریکی می شود. این کار توسط یک فوتو کاتد انجام می گیرد. در این مرحله، مجددا نور به الکترون تبدیل شده و با برخورد به صفحه ی فسفرسنت، موجب ایجاد نقاط تصویری قابل مشاهده بر روی صفحه ی نمایش دستگاه می گردد.


آدرس: تهران، ضلع شمالی آزادراه تهران به کرج، بعد از پیکان شهر، بلوار پژوهش، پژوهشگاه پلیمر و پتروشیمی ایران
صندوق پستی: ۱۴۹۷۵/۱۱۲ تلفن تماس: ۴۸۶۶۲۱۳۵ دورنگار: ۴۴۷۸۷۰۵۵ Website: www.ippi.ac.ir




**شکل ۱۰: نمایی از تقویت پرتو های الکترونی قبل از پرخورد به CRT**

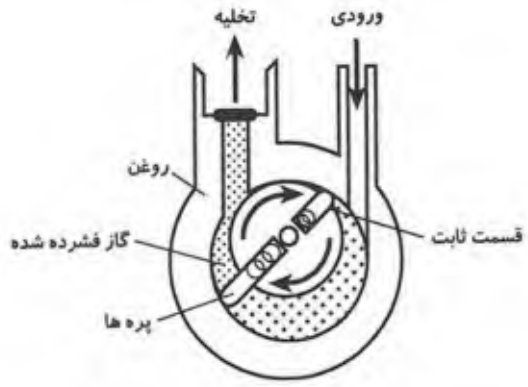
## ۶-۴-۱ سیستم خلأ

علت اصلی نیاز به برقراری خلأ در میکروسکوپ های الکترونی از یک تفاوت عمده ی نور و پرتوی الکترونی نشأت می گیرد، چون الکترون ها در محیط های گازی به شدت پراکنده می شوند، درحالیکه پراکنده شدن نور در محیط های مشابه، بسیار کمتر از الکترون است. شدت پراکنده شدن الکترون ها در محیط های گازی آنقدر زیاد است که لازم است تمام مسیرهای اپتیکی در میکروسکوپ الکترونی تا فشاری کمتر از $10^{-10}$ پاسکال خلأ شوند. پراکنده شدن الکترون ها در شرایط خلأ نامناسب باعث کاهش قدرت تفکیک و وضوح تصویر می گردد. علاوه بر این، با توجه به دمای بسیار بالای فیلامان های ترمویونی و حساسیت شدید آنها به حضور اکسیژن و سایر مواد گازی، نیاز به کاهش شدید فشار گاز توسط سیستم های خلأ و کنترل حضور مواد گازی اجتناب ناپذیر است.

از عمومی ترین تجهیزات ایجاد خلأ بالا در میکروسکوپ های الکترونی روبشی، پمپ های چرخشی

(Rotary Pump) مکانیکی هستند که خلأ اولیه را ایجاد می کنند، پمپ های چرخشی که به پمپ های پره ای نیز مشهورند، با اعمال فشار روغن بر یک پره ی خارج از مرکز کار می کنند که با چرخش پره ی مذکور جابجایی ساده ی هوا انجام می گیرد. نتیجه ی کار این پمپ، ایجاد خلأ ضعیفی در حدود $10^{-2}$ تور می باشد. شماتیکی مقطع این پمپ در شکل ۱۱ نشان داده شده است .

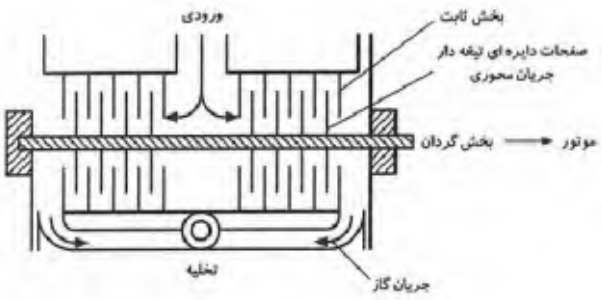

آدرس: تهران، ضلع شمالی آزادراه تهران به کرج، بعد از پیکان شهر، بلوار پژوهش، پژوهشگاه پلیمر و پتروشیمی ایران
صندوق پستی: ۱۴۹۷۵/۱۱۲ تلفن تماس: ۴۸۶۶۲۱۳۵ دورنگار: ۴۴۷۸۷۰۵۵ Website: www.ippi.ac.ir




شکل۱۱-نمایی از سطح مقطع یک پمپ مکانیکی چرخشی

به منظور ایجاد خلأ نهایی در میکروسکوپ، پمپ مکانیکی مذکور به همراه پمپ قوی تر توربومولکولی (Turbo Molecular Pump) به کار می رود. این نوع پمپ ها از اهمیت بالایی برخوردارند، زیرا توانایی بالایی در به حداقل رساندن آلودگی در SEM دارند. این موضوع خصوصا هنگامی که دقت بالایی در آنالیز عناصر موجود در نمونه نیاز باشد اهمیت پیدا می کند.

مکانیسم اصلی پمپ توربو به این گونه می باشد که در آن مولوکولهای گاز در یک جهت مشخصی توسط استفاده از پره های چرخشی رانده می شوند، در این روش پره های چرخشی مولکولها را از سمت محفظه به طرف پمپ می رانند و در نهایت مولکولها به سمت جلوی پمپ می روند، در این میان اگر برخی مولکولها از سمت پمپ به سمت محفظه وارد شوند آنها دوباره به سمت پشت پمپ رانده خواهند شد، .به این ترتیب جهت جریان گاز مطلوبی ایجاد می گردد که توسط آن اختلاف فشار در سراسر دیسک های چرخشی حفظ می گردد وخلا ی در حدود $10^{-5}$ تور ایجاد می گردد. نمونه‌ای از پمپ‌های توربومولکولی در شکل ۱۲ نشان داده شده است.(در بعضی از سیستم ها به جای استفاده از پمپ فوق از پمپ های نفوذی استفاده می گردد.)




شکل۱۲-نمایی از سطح مقطع یک پمپ توربومولکولی


آدرس: تهران، ضلع شمالی آزادراه تهران به کرج، بعد از پیکان شهر، بلوار پژوهش، پژوهشگاه پلیمر و پتروشیمی ایران
صندوق پستی: ۱۴۹۷۵/۱۱۲ تلفن تماس: ۴۸۶۶۲۱۳۵ دورنگار: ۴۴۷۸۷۰۵۵ Website: www.ippi.ac.ir

## ۱-۲معرفی آشکارساز طیف سنجی پراکندگی انرژی EDX

**(Energy-Dispersive Spectroscopy)**

عناصر دارای مشخصات متنوعی هستند که برای تعیین هر کدام از آنها، ابزار و وسایل دقیقی مورد نیازاست . روش های شناسایی میکروسکپی، ساختاری، عنصری، پیوندی، کلاسیک و روش های تعیین مشخصات سطح از جمله رو شهای شناسایی هستند که بدین منظور به کار می روند. در پژوهش های مربوط به بررسی خواص مواد (SEM) به عنوان یکی از مهم ترین و پرکاربردترین دستگاه هایی است که براساس برهم کنش الکترون با ماده کارمی کند. در این تکنیک الکترون هایی با انرژی زیاد با اتمهایی که در چند میکرونی سطح نمونه قرار دارند برخورد کرده و باعث برانگیختگی الکترون های تراز داخلی ماده شده و در نتیجه آن پرتو های ایکس را تولید می کنند .

این پرتوها دارای انرژی مشخصه عنصر مورد مطالعه ما هستند . شدت چنین پرتوهای X متناسب با مقدار عنصر مورد مطالعه در نمونه است.

در طیف سنجی پراکندگی انرژی ، پرتو های ایکس که از نمونه خارج می شوند توسط یک آشکار ساز حالت جامد آشکار سازی می شوند که این آشکار ساز آنها را به پالس های الکتریکی متناسب با مشخصه انرژی عنصر مورد مطالعه تبدیل می کند. اگر شدت اشعه X عنصر مورد مطالعه در نمونه را با یک استاندارد با ترکیب مشخص مقایسه کنیم و تصحیحات مناسب اثر وجود عناصر دیگر حاضر در نمونه را هم در نظر بگیریم، می توانیم مقدار عنصر مورد نظر را به طور نیمه کمی محاسبه کنیم و امکان آنالیز به صورت نقطه ای، خطی و صفحه ای همراه با نتایج به صورت تصویر، طیف و یا گراف وجود دارد.

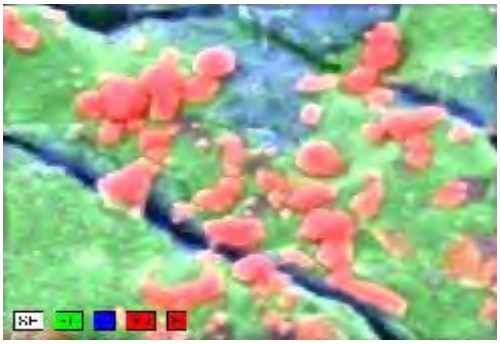
در این تکنیک برای آنالیز کمی عناصر می بایست مقدار آن از نظر وزنی در حدود دهم درصد یا بیشتر کل نمونه و از نظر حجمی چند میکرومتر مکعب یا بیشتردر نمونه باشند.

EDX تکنیک مناسبی است که به طور معمول برای آنالیز کمی عناصری که از نظر وزن اتمی سنگین تر یا معادل سدیم باشند بـه کـار می رود ولی برای آنالیز عناصر سبک بایستی از یک پنجره فوق العاده نازک در این آشکار ساز یا روش بـدون پنجـره اسـتفاده کـرد، در روش بدون پنجره درست است بازده بالاتر می رود ولی به خاطر موقعیت باز آشکار ساز، آلودگی هـای موجـود در محفظـه نمونـه روی کریستال خنک جمع می شود و موجب آسیب می شود.در کل در این روش هر نوری از جمله کاتدلومینسانس می تواند توسط کریسـتال دریافت و با عث افزایش نویز سیستم شود.

در این تکنیک آنالیز کمی عناصر سبک با صحت کمتری از آنالیز عناصر سنگین می باشند، زیرا سرعت شـمارش عناصـر سـبک کمتـر می باشد.


آدرس: تهران، ضلع شمالی آزادراه تهران به کرج، بعد از پیکان شهر، بلوار پژوهش، پژوهشگاه پلیمر و پتروشیمی ایران
صندوق پستی: ۱۴۹۷۵/۱۱۲ تلفن تماس: ۴۸۶۶۲۱۳۵ دورنگار: ۴۴۷۸۷۰۵۵ Website: www.ippi.ac.ir

## ۲-۱-۲ مدل دستگاه و مشخصات فنی آن

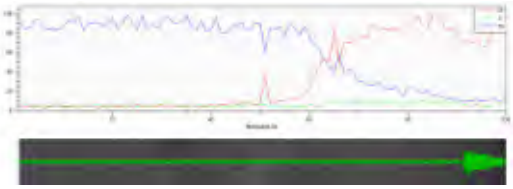


**مدل دستگاه:** INCA

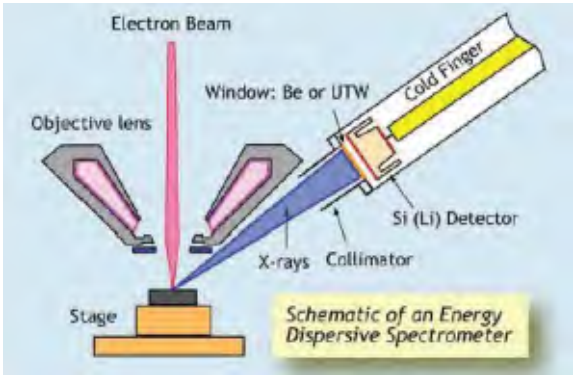
**کمپانی:** Oxford instruments

**ساخت:** England

**مشخصات فنی:**



- محدوده ولتاژ: 5kv-30kv
- مقدارخلاء: $10^{-5}$Pa
- قابلیت تشخیص عناصر سبک تر از کربن را ندارد
- درجه حرارت کارکرد دتکتور به شکلی است که همواره در دمای ۷۷°K نگه داشته شود
- قدرت تشخیص ضعیف عناصر در حد ۰.۱%wt
- امکان آنالیز به صورت نقطه ای، خطی و صفحه ای (Mapping)




**شرایط نمونه:** نمونه ها باید به صورت پودر یا جامد، پایدار در خلا، عاری از هرگونه رطوبت و ماده فرار، تخریب ناپذیر در خلا و عدم تولید انفجار، رادیواکتیو، اثر آلرژی زا یا هرگونه پرتو مضر دیگری باشد.

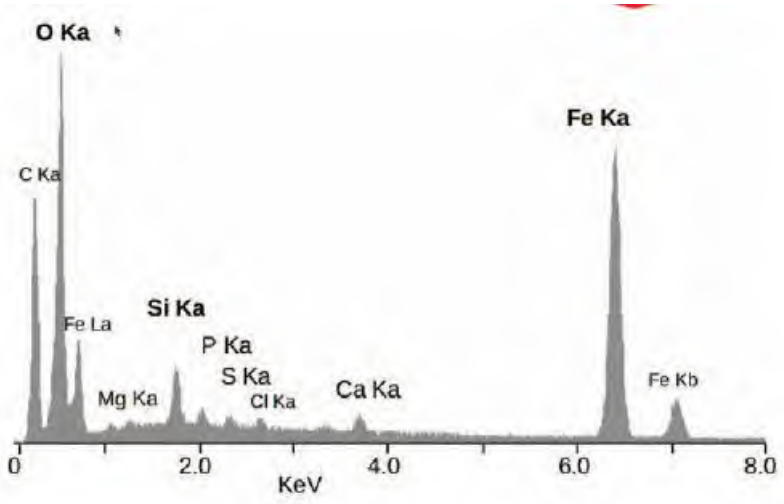
**استاندارد قابل استفاده :**

- ASTM: Standard Guide for Quantitative Analysis by Energy-Dispersive Spectroscopy1 (E 1508 – 98)


آدرس: تهران، ضلع شمالی آزادراه تهران به کرج، بعد از پیکان شهر، بلوار پژوهش، پژوهشگاه پلیمر و پتروشیمی ایران
صندوق پستی: ۱۴۹۷۵/۱۱۲ تلفن تماس: ۴۸۶۶۲۱۳۵ دورنگار: ۴۴۷۸۷۰۵۵ Website: www.ippi.ac.ir

## ۳-۱-۲ اساس کار سیستم EDX

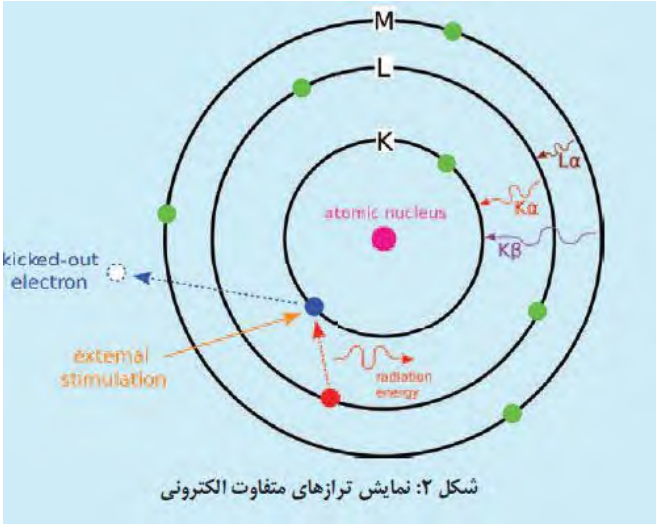
در این تکنیک نمونه به وسیله پرتو الکترونی بمباران می شود، در اثر برخورد الکترون ها به نمونه، برخی از الکترو نهای اتم از جای خودشان خارج می شوندو برای رسیدن اتم به حالت تعادل، الکترون از ترازهای بالاتر به محل خالی ایجاد شده مهاجرت کرده، جای خالی را پرمی کند .برای انجام این عمل، الکترون های ترازهای بالاتر که دارای انرژی بیشتری هستند، باید بخشی از انرژی خود را از دست بدهند تا به سطح انرژی تراز جدید رسیده، پایدار شوند که در این حالت، انرژی به صورت پرتو X منتشر می شود .
مقدار انرژی آزاد شده به ترازهایی که الکترون از آن جدا شده و یا به آن مهاجرت کرده، بستگی دارد.
از طرفی، اتمهای هر عنصر در حین انتقال از ترازی به تراز دیگر پرتو X (با مقدار منحصربه فرد انرژی) از خودشان ساطع می کنند . بنابراین با اندازه گیری‌مقدار انرژی پرتوX آزاد شده یک نمونه در حین بمباران الکترونی ، می توان نوع اتم موجود در آن را مشخص نمود.
که نتایج آن به صورت یک طیفEDX نشان داده می شود. (شکل ۱) این نمودار براساس میزان دریافت انرژی X از هر تراز انرژی رسم شده است . هر یک از پیک های نشان داده شده در این نمودار، به یک اتم خاص اختصاص دارد .




شکل۱: یک نمونه طیف EDS

نکته دارای اهمیت در خصوص طیف EDX ، تفاوت در نوع پرتو آزاد شده است .به طور مثال اگر الکترون از تراز L به تراز K مهاجرت کند، به پیک آزاد شده پرتو X ، پیک K-Alpha و پیک به ناشی از رفتن الکترون از تراز M به ترازK پیک 2 K-Beta می گویند.(شکل۲).


آدرس: تهران، ضلع شمالی آزادراه تهران به کرج، بعد از پیکان شهر، بلوار پژوهش، پژوهشگاه پلیمر و پتروشیمی ایران
صندوق پستی: ۱۴۹۷۵/۱۱۲ تلفن تماس: ۴۸۶۶۲۱۳۵ دورنگار: ۴۴۷۸۷۰۵۵ Website: www.ippi.ac.ir



شکل ۲: نمایش ترازهای متفاوت الکترونی

**شکل۲:جا به جایی الکترون ها در تازهای مختلف انرژی**

طول موج پرتو X تولید شده به جنس ماده مورد بررسی بستگی دارد و معیار مناسبی برای شناسایی شیمیایی مواد است. استفاده از سیستم EDX در میکروسکپ الکترونی روبشی، نیازمند نمونه با ضخامت زیاد است .لذا در این روش، پرتو الکترونی در قسمت وسیعی از ناحیه مورد نظر نفوذ کرده، مقدار متوسطی را به دست می دهد که برای شناسایی ساختارهای ریز مناسب نیست.
مقادیر انرژی پرتو X به دست آمده از نمودار EDX ، با مقادیر انرژی پرتو X استاندارد هر عنصر مقایسه می شود تا حضور عنصر موجود در نمونه و شناسایی کیفی نمونه صورت گیرد.

**از محدودیت های کاربردی سیستم EDX می توان به موارد زیر اشاره نمود:**

- انداز ه گیری شبه- کمی نمونه هایی که مسطح، جلادار و یکنواخت نیستند، به راحتی قابل انجام نیست زیرا ناهمواری ها جلوی رسیدن فوتون های پرتوX به قسمت های گود را می گیرند
- نمونه باید قابل شناسایی در محیط خلا باشد.
- برای عناصر با عدد اتمی کمتر از ۰.۱ درصد وزنی ، به دلیل جذب فوتون های کم انرژی به وسیله پنجره ها، حساسیت کم است.
- به دلیل کوچکی زاویه فضایی آشکارسازی، سرعت نسبتاً کم است.
- وجود مشکلات ناشی از سرد کردن دائم آشکارساز که موجب نیاز به شارژ دائمی نیتروژن مایع می شود
- در برخی نمونه ها، پیک های مزاحمی ایجاد می شوند که تشخیص این پیک های مزاحم نیاز به تحلیل مناسب یا بالا بودن قدرت نرم افزار تحلیل کننده دارد.


آدرس: تهران، ضلع شمالی آزادراه تهران به کرج، بعد از پیکان شهر، بلوار پژوهش، پژوهشگاه پلیمر و پتروشیمی ایران
صندوق پستی: ۱۴۹۷۵/۱۱۲ تلفن تماس: ۴۸۶۶۲۱۳۵ دورنگار: ۴۴۷۸۷۰۵۵ Website: www.ippi.ac.ir

## ۲-۲ معرفی آشکار ساز الکترونهای بازگشتی /Back Scattered Electrons/ BSE

یک دیگر از روش های ارزشمند برای تولید تصویر در SEM ،آشکارسازی الکترونهای بازگشتی BSE می باشد که توسط آن هر دو اطلاعات توپوگرافی و ترکیبات شیمیایی در SEM فراهم می شود.

BSE حاصل از تفرق منفرد یا چند تایی سیگنال از سطح نمونه با انرژی گریز بیشتر از 50ev می باشد. برخورد الاستیک بین الکترون و هسته اتم نمونه موجب می گردد که الکترون با تغییر جهت گستره زاویه به عقب جهش کنند.تقریبا ۵۰-۱۰٪الکترونهای پرتو نسبت به منبع خودشان برگشت داده می شوند و یک میانگینی از این الکترونها ۶۰ الی ۸۰ درصد از انرژی اولیه خودشان را حفظ می کنند. عناصر با عدد اتمی سنگین تر دارای بار مثبت بیشتری در هسته هستند و در نتیجه در آنها الکترونهای بیشتری برگشت داده می شوند و سیگنال های برگشتی بیشتری حاصل می گردد.بنابراین عملکرد الکترونهای برگشتی به عنوان درصدی از الکترونهای ورودی که توسط نمونه بازگشت داده می شوند تعریف می گردد که به عدد اتمی نمونه وابسته می باشد و کنتراست عدد اتمی در تصویر SEM را فراهم می کند.

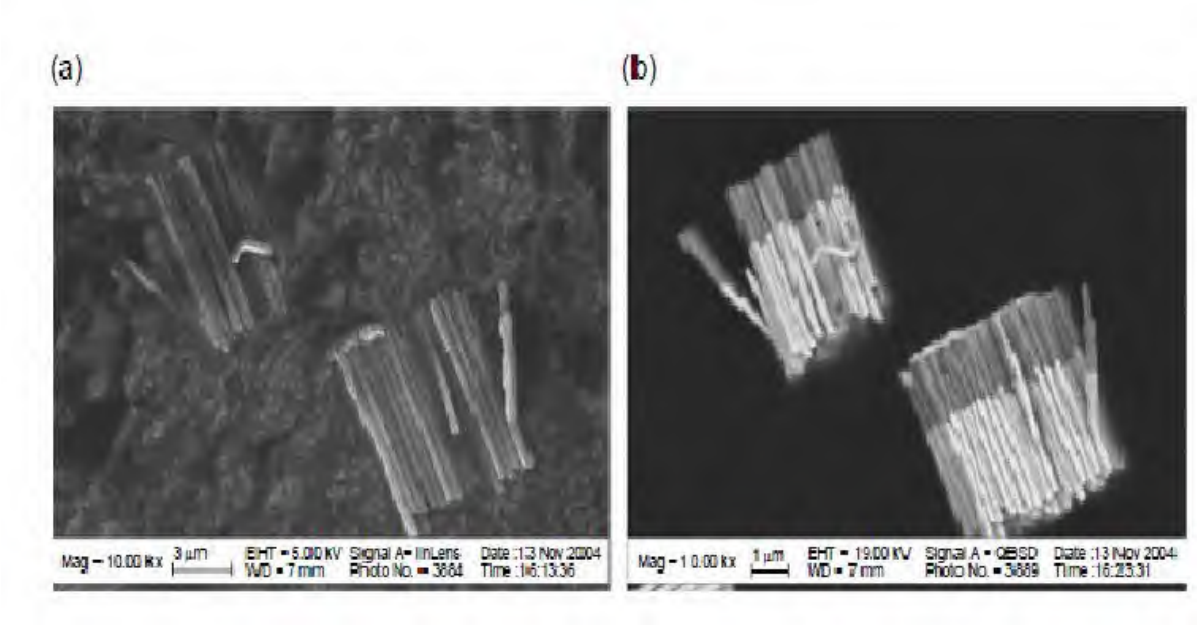
برای مثال عملکرد BSE برای یک عنصر سبک مانند کربن ۶٪ می باشد در حالی که برای یک عنصر سنگین تر مانند تنگستن ۵۰٪ می باشد. با توجه به این واقعیت که BSE یک انرژی بیشتری را دارد که مانع از جذب آنها توسط نمونه می گردد.

منطقه ای از نمونه که در آن BSE تولید شده است به مقدار قابل ملاحظه ای بزرگتر از منطقه تولید الکتروهای ثانویه می باشد. به همین دلیل قدرت تفکیک جانبی درتصویر BSE به مقدار قابل توجهی بدتر (1/0µm) نسبت به تصویر الکترون ثانویه (10nm) می باشد.اما BSE با یک پهنای نسبتا زیاد از عمق گریزالکترونها در نمونه، اطلاعاتی در مورد ویژگیهایی در اعماق زیر سطح نمونه را نیز شامل می شوند .در بررسی نمونه های نسبتا صاف BSE می تواند استفاده شود. همچنین برای ایجاد یک تصویر توپوگرافی که با تصویر تولید شده توسط الکترون های ثانویه متفاوت باشد زیرا برخی از الکترون های BSE توسط مناطقی از نمونه مسدود شده اند که الکترون های ثانویه ممکن است به اطراف آن مناطق کشیده شده باشد.

آشکارگر برای BSE متفاوت از آشکارگر الکترون های ثانویه می باشد که در آن شبکه فارادی بایاس شده برای جذب الکترون ها به کار گرفته نمی شوند در حقیقت شبکه فارادی اغلب به صورت منفی بایاس شده است تا هر گونه الکترون ثانویه را از رسیدن به آشکارگر دفع نماید و فقط آن الکترونهایی که در یک مسیر مستقیم از نمونه به آشکارگر منتقل می شوند را جهت تشکیل تصویر برگشتی BSE دریافت نماید.


آدرس: تهران، ضلع شمالی آزادراه تهران به کرج، بعد از پیکان شهر، بلوار پژوهش، پژوهشگاه پلیمر و پتروشیمی ایران
صندوق پستی: ۱۴۹۷۵/۱۱۲ تلفن تماس: ۴۸۶۶۲۱۳۵ دورنگار: ۴۴۷۸۷۰۵۵ Website: www.ippi.ac.ir

شکل ۳ تصاویری از نانومیله های ساختارNi/AU را نشان می دهد، همان گونه که مشاهده می کنید در تصویر SEM تفاوت کنتراست در تصویر ایجاد شده توسط به کارگیری سیگنال الکترون ثانویه به سختی قابل تفسیر می باشد (شکلl-6a) ولی در تصویر BSE تفاوت کنتراست ساخته شده توسط سیگنال BSE به راحتی قابل تمییز و تشخیص می باشد. (شکلl-6b) همان گونه که مشاهده می کنید طلا و نیکل با دو رنگ کاملا متمایز در تصویر BSE مشخص شده اند.




**شکل۳: تصویر سمت چپ تصویر SE و تصویر سمت راست تصویر BSE می باشد.**

در صورت تجهیز میکروسکوپ به آشکارساز back Scattered/BSE می توانیم برخی از اطلاعات زیر را در کنار تصویر SE داشته باشیم.

- تصویرنمودن فاز ها روی سطوح (در صورتی که متوسط عدد اتمی فاز ها، متفاوت از زمینه باشد).
- مشاهده مرزدانه، در نمونه‌های حکاکی نشده،
- مشاهده حوزه‌ها (domains) در مواد فرومغناطیس
- ارزیابی جهت کریستالوگرافی دانه‌ها با قطرهایی به کوچکی ۲ تا ۱۰ میکرومتر


آدرس: تهران، ضلع شمالی آزادراه تهران به کرج، بعد از پیکان شهر، بلوار پژوهش، پژوهشگاه پلیمر و پتروشیمی ایران
صندوق پستی: ۱۴۹۷۵/۱۱۲ تلفن تماس: ۴۸۶۶۲۱۳۵ دورنگار: ۴۴۷۸۷۰۵۵ Website: www.ippi.ac.ir

# ۳–معرفی دستگاه پوشش دهی به روش کندوپاشی

## ۱- ۳مدل دستگاه و مشخصات فنی

- **پوشش دهی به روش کندوپاشی:** Sputter Coater
- **مدل دستگاه:** K450X
- **کمپانی:**EMITECH
- **ساخت:** ENGLAND

**مشخصات فنی:**

- محدوده جریان: 5mA-20mA
- مقدارخلاء: $10^{-1}$Pa

**شرایط نمونه:** نمونه ها باید به صورت پودر یا جامد، پایدار در خلا، عاری از هرگونه رطوبت و ماده فرار، تخریب ناپذیر در خلا و عدم تولید انفجار، رادیواکتیو، اثر آلرژی زا یا هرگونه پرتو مضر دیگری باشد.




آدرس: تهران، ضلع شمالی آزادراه تهران به کرج، بعد از پیکان شهر، بلوار پژوهش، پژوهشگاه پلیمر و پتروشیمی ایران
صندوق پستی: ۱۴۹۷۵/۱۱۲ تلفن تماس: ۴۸۶۶۲۱۳۵ دورنگار: ۴۴۷۸۷۰۵۵ Website: www.ippi.ac.ir

## ۲– ۳ اساس کار دستگاه پوشش دهی به روش کندوپاشی

روش های متفاوتی برای به وجود آوردن لایه ای نازک روی نمونه در شرایط خلاء وجود دارد .یکی از این روش ها، روش کندوپاش است که در این روش، سطح فلز رسانایی که دارای بار منفی است با یون های مثبت در خلاء پایین بمباران می شود و اتم های کنده شده از سطح فلز، روی سطح نمونه چگال می گردند.روش پوشش دهی کندوپاشی، روشی مطلوب و نسبتاً ساده برای نشاندن لایه ای نازک از فلز و یا آلیاژ روی زیر لایه های غیررسانا است.

اتفاقی که در دستگاه کندوپاش رخ می دهد این است که در اثر پلاسمای به وجود آمده، سطح کاتد با یون ها بمباران می شود. این امر سبب فرسایش ماده به کار برده شده در کاتد می شود که در طی این فرآیند، اتم های ماده، فرسایش یافته و به دلیل داشتن جهت گیری های مختلف، به صورت لایه ای نازک روی نمونه و دیواره های محفظه رسوب می کنند .این لایه نازک در رسانایی نمونه هایی که با استفاده از میکروسکپ الکترونی روبشی از آنها تصویر تهیه می شود، استفاده می گردد .چنین لایه ای از تجمع بار الکتریکی روی نمونه جلوگیری می کند و باعث کاهش آسیب های ناشی از حرارت و همچنین افزایش گسیل الکترون های ثانویه می شود .

چهار عامل بر میزان کندوپاش تاثیرگذار است که عبارتند از : ولتاژ، جریان، پلاسما ماده به کار برده شده در تارگت و ویژگی های گاز بی اثر.

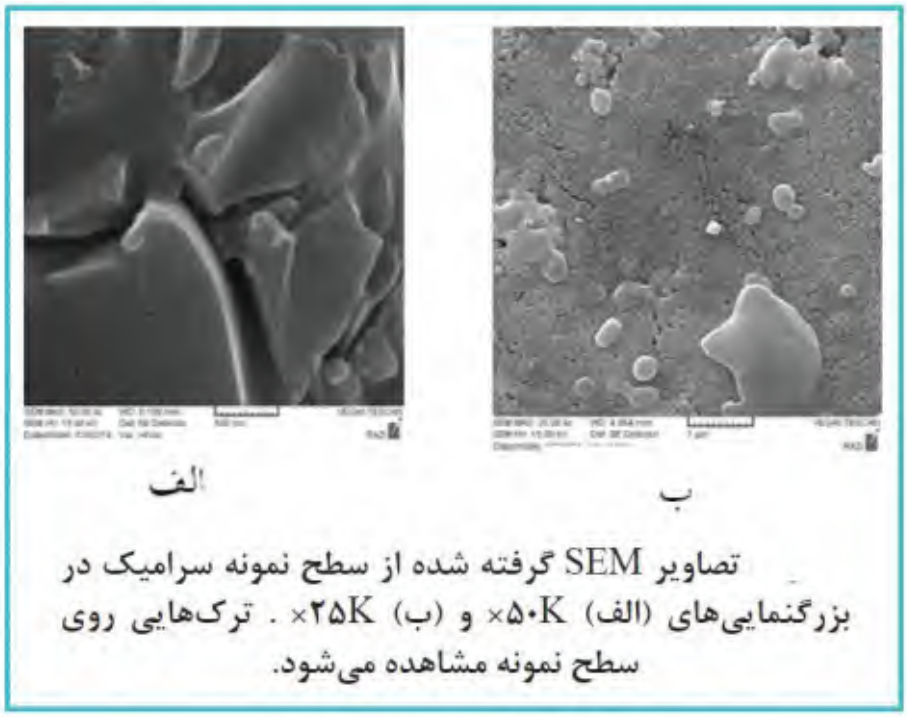
ولتاژ اعمال شده در پدیده کندوپاش بر انرژی بمباران گاز بی اثر، تاثیرگذار است و جریان پلاسما تاثیری مستقیم بر میزان کندوپاش دارد .در پلاسمای با انرژی بالا، میزان سرعت کندوپاش نیز بالا است .مقدار انرژی بستگی ماده به کاربرده شده در تارگت نیز تاثیر قابل توجهی بر میزان سرعت فرسایش سطح تارگت دارد .به عنوان مثال، انرژی بستگی طلا و پالادیوم نسبتاً پایین است و اتم های آنها نسبت به تنگستن که انرژی بستگی بالایی دارد، سریعتر کنده می شوند .از سویی هرچه عدد اتمی گاز بی اثر بیشتر باشد، سطح تارگت بهتر مورد فرسایش قرار می گیرد .بنابراین می توان گفت که گاز زنون نسبت به گاز آرگون سرعت بیشتری در فرسایش ایجاد می کند .اگرچه کندوپاش با سرعت بالا بر زمان نشاندن لایه روی نمونه تأثیر دارد، با این حال احتمال خرابی سطح نمونه نیز به دلیل بالا رفتن دما وجود دارد و همچنین ممکن است باعث افزایش اندازه دانه ها در لایه نشانده شده شود.

در دستگاه کندوپاش با جریان مستقیم، کاتد منفی که همان تارگت است، مورد کندوپاش قرار می گیرد (که معمولاً از جنس طلا، پلاتین و غیره است)و برای نشاندن لایه روی نمونه ها، آن ها در قطب مثبت که همان آند است، قرار داده می شوند(که معمولاً به پتانسیل صفر متصل هستند).دردستگاه های کندوپاش معمولاً از پمپ روتاری برای ایجاد خلاء استفاده می شود.

مورد دیگری که در پوشش دهی با طلا باید در نظر داشت این است که ضخامت لایه نشانده شده نباید از حدود ۵ تا ۱۵ نانومتر بیشتر باشد، زیرا نه تنها سبب جلوگیری از شناسایی جزئیات سطح نمونه می شود بلکه در مواردی به سطح نمونه آسیب هم می رساند.

به عنوان مثال، در مواردی که در سطح نمونه لایه ای از طلا با ضخامت بالا نشانده می شود، به هنگام تصویرگرفتن در بزرگنمایی بالا، ترک هایی روی سطح نمونه مشاهده می شود و یا به دلیل یکنواخت نبودن فرآیند کندوپاش، تجمعی از ذرات طلا در سطح نمونه دیده خواهد شد (شکل الف و ب).


آدرس: تهران، ضلع شمالی آزادراه تهران به کرج، بعد از پیکان شهر، بلوار پژوهش، پژوهشگاه پلیمر و پتروشیمی ایران
صندوق پستی: ۱۴۹۷۵/۱۱۲ تلفن تماس: ۴۸۶۶۲۱۳۵ دورنگار: ۴۴۷۸۷۰۵۵ Website: www.ippi.ac.ir




تصاویر SEM گرفته شده از سطح نمونه سرامیک در بزرگنمایی‌های (الف) ۵۰K× و (ب) ۲۵K× . ترک‌هایی روی سطح نمونه مشاهده می‌شود.

## ۳-۳ دلایل استفاده از گاز آرگون در دستگاه کندوپاش:

دلایل بسیاری در استفاده از گازها برای تخلیه و کندوپاش وجود دارد .به طور کلی، مولکول های گازهایی که در تخلیه مورد استفاده قرار می گیرند، برای محافظت از سطح داخلی محفظه نیز استفاده می شوند و همچنین این مولکول ها از جذب آب و گازهای دیگر و غیره جلوگیری می کنند .

نیتروژن گازی است مانند $CO_2$و $O_2$ که بیشتر در تخلیه استفاده می شود .گاز آرگون نیز می تواند در تخلیه مورد استفاده قرار گیرد اما از این گاز بیشتر در فرآیند کندوپاش استفاده می شود، چون آرگون گازی ارزان قیمت است و انرژی جنبشی ندارد که در میزان کندوپاش موثر است.

از گازهای دیگری نیز می توان برای فرآیند کندوپاش استفاده نمود، اما باید پدیده کاشت یون که در لایه سطحی نمونه در حین فرآیند کندوپاش یون اتفاق می افتد را نیز در نظر گرفت .به عنوان مثال، می توان به کندوپاش یون در اکسیژن اشاره نمود که سبب تشکیل لایه نازک اکسیدی در سطح نمونه می شود .یون های گازی بی اثر چنین مشکلی را ایجاد نمی کنند .همچنین باید در نظر داشت که بسیاری از گازها نظیر O2، N2، Cl،F و غیره از نظر شیمیایی فعال هستند، بنابراین در زمان استفاده از این گازها لازم است از دستگاه در مقابل واکنش های شیمیایی پلاسما حفاظت شود.

## ۳-۴ عناصر مورد استفاده در روش کندوپاش:

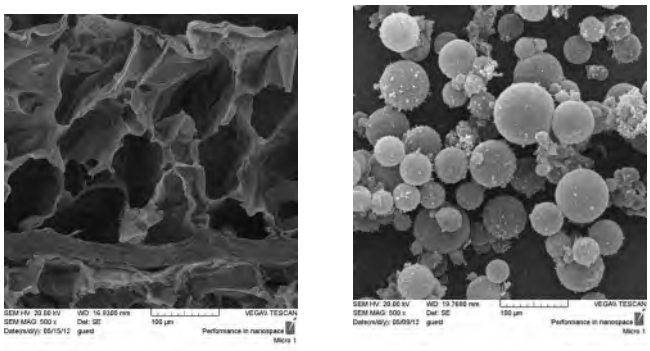
فلزات و آلیاژهای بسیاری وجود دارند که از آن ها به عنوان تارگت استفاده می شود .


آدرس: تهران، ضلع شمالی آزادراه تهران به کرج، بعد از پیکان شهر، بلوار پژوهش، پژوهشگاه پلیمر و پتروشیمی ایران
صندوق پستی: ۱۴۹۷۵/۱۱۲ تلفن تماس: ۴۸۶۶۲۱۳۵ دورنگار: ۴۴۷۸۷۰۵۵ Website: www.ippi.ac.ir

به عنوان مثال می توان از برلیم، آلومینیوم، کروم، تنگستن، نقره، نیکل، پالادیوم، طلا، مس، طلا-پالادیوم و غیره استفاده کرد .نوع پوشش برای نمونه بسته به نوع انجام آزمون می تواند متفاوت باشد .استفاده از نقره در پوشش دهی نمونه رایج نیست ولی استفاده از آن فوایدی را خواهد داشت .بعد از اینکه نمونه با نقره پوشش داده شد، این پوشش را به راحتی می توان به روش های ساده از روی نمونه پاک کرد و نمونه را به حالت اولیه باز گرداند .همچنین، رسانایی نقره از تمامی فلزات بیشتر است.یا در مواقعی که قصد دارید آنالیز EDX را برای نمونه شامل فسفر و زیرکونیوم انجام دهید انجام دهید پوشش مناسب کربن می باشد زیرا ، پیک طلا با پیک این عناصر همپوشانی دارد.

به طور کلی استفاده از طلا برای لایه نشانی روی نمونه سبب بهتر شدن کیفیت تصویر می شود، زیرا در این فلز ضریب الکترون های ثانویه ( نسبت الکترون های ثانویه گسیل شده از میان الکترون های اولیه ساطع شده ) بالا است و این امر سبب بهتر شدن کیفیت تصویر خواهد شد. در مطالعاتی که به بزرگنمایی بالا نیاز دارند، لازم است که ضخامت لایه نشانده شده بسیار ناچیز و اندازه ذرات در این لایه بسیار کم باشد تا بتوان از آن صرف نظر کرد .در بیشتر موارد برای گرفتن تصویر نمونه ها، از پوشش طلا استفاده می شود؛ دلیل آن، این است که طلا دارای ساختار FCC و غیرمغناطیسی است .در دمای ۱۳۳۶ کلوین ذوب می شود و از رسانایی بالایی برخوردار است .به عنوان مثال، در مقایسه با پوشش کربن می توان گفت که رسانایی پوشش طلا ۱۵۰۰ برابر بیشتر از رسانایی پوشش کربن است .

از موارد دیگری که در فرآیند کندوپاش می توان به آن اشاره نمود، نشاندن لایه روی سطح نمونه هایی است که کروی شکل یا دارای تخلل زیاد هستند .به دلیل اینکه ذرات کنده شده از سطح تارگت ممکن است نتوانند سطح نمونه را کامل پوشش دهند و در هنگام گرفتن تصویر ممکن است نمونه هدایت الکتریکی مناسبی نداشته باشد، در این حالت، برای گرفتن تصویر مناسب، به هنگام فرآیند کندوپاش می توان به صفحه پایه ای که نمونه ها روی آن قرار می گیرند تا حدود ۴۵ درجه زاویه داد (شکل**۲**)



**شکل۲: تصاویر SEM پودر و داربست که تحت زاویه پوشش دهی شده اند.**

# ۴–معرفی برخی از روش های آماده سازی نمونه در دستگاه میکروسکوپ الکترونی روبشی

## ۴-۱ مقدمه

همان گونه که می دانیم، یکی از مهم ترین مسائل در استفاده از دستگاه SEM آماده سازی مناسب نمونه ها می باشد، به طور کلی نمونه های که توسط این تکنیک مورد بررسی قرار می گیرند باید اندازه مناسبی داشته، در شرایط خلاء پایدار بوده و هادی جریان الکتریکی باشند.

از آنجایی که دستگاه میکروسکوپ الکترونی روبشی دارای کاربردهای مختلفی از جمله ارائه اطلاعاتی درباره توپوگرافی سطح، مورفولوژی ذرات، توزیع فازها، ترکیب شیمیایی مواد، بلورشناسی و غیره است و نکته مهم در این مورد، ارتباط تنگاتنگ بین نحوه آماده سازی نمونه و نوع اطلاعاتی که از نمونه مورد نیاز است، وجود دارد.

به طوری که ، بهره گیری از روش های نامناسب آماده سازی نمونه، می تواند نتایج را به شکل قابل توجهی تحت تاثیر قرار دهد .لذا با توجه به اطلاعاتی که از نمونه مورد نیاز است ممکن است روش آماده سازی نمونه کاملاً متفاوت باشد و به منظور بررسی دقیق و دریافت اطلاعات مناسب از نمونه ها بایستی پیش از قرار دادن نمونه ها در دستگاه اطلاعات دقیق راجع به شرایط نمونه و این که چه نوع اطلاعاتی از نمونه را نیاز داریم را داشته باشیم تا بتوانیم روش صحیح آماده سازی نمونه را مشخص کنیم.

به طور کلی مراحل عمومی آماده سازی نمونه در میکروسکوپ الکترونی روبشی شامل موارد زیر می باشد:

۱–نمونه برداری مناسب

۲–آماده سازی خاص نمونه های مختلف بر حسب اندازه، شکل و جنس نمونه

۳–تمیز و خشک کردن نمونه

۴–چسباندن نمونه ها روی جانمونه ای

۵–پوشش دهی نمونه در صورت نیاز

لازم به ذکر است که هر یک از مراحل فوق با تغییر نوع نمونه قابل تغییر و یا حذف است که در ادامه در بررسی نمونه های مختلف به جزییات آن پرداخته می شود.


آدرس: تهران، ضلع شمالی آزادراه تهران به کرج، بعد از پیکان شهر، بلوار پژوهش، پژوهشگاه پلیمر و پتروشیمی ایران
صندوق پستی: ۱۴۹۷۵/۱۱۲ تلفن تماس: ۴۸۶۶۲۱۳۵ دورنگار: ۴۴۷۸۷۰۵۵ Website: www.ippi.ac.ir

## ۴-۲ تقسیم بندی مواد و روش های آماده سازی آن ها

به طور کلی، گستره وسیعی از مواد در اطراف ما وجود دارد .مواد در علوم مختلف، بر حسب نیاز، به صورت های مختلفی تقسیم بندی می شوند .به عنوان مثال مواد را می توان به شکل کلی به مواد فلزی و غیرفلزی و یا مواد آلی و غیرآلی تقسیم نمود. با پیشرفت تکنولوژی یک گروه کاملاً مجزا با عنوان مواد پیشرفته، شامل نانو مواد، کامپوزیت ها، لایه های نازک و غیره به دسته بندی های فوق اضافه گردیده است .با توجه به دسته بندی که برای مواد در نظر گرفته می شود، هر کدام از مواد می تواند در یک و یا چند دسته بندی قرار گیرد.

در مورد نحوه آماده سازی نمونه ها برای دستگاه SEM هم می توان دسته بندی مواد را براساس شرایط نمونه ها و نحوه آماده سازی آن ها به شش گروه عمده به شرح زیر تقسیم نمود:

۱-مواد فلزی و آلیاژهای فلزی

۲-سرامیک ها، مواد معدنی و انواع خاک ها

۳-پودرها

۴-پلیمرها و موادی که دارای فشار بخار پایینی هستند

۵-مواد زیستی و باکتری ها

۶-پوشش ها

در ادامه، به روش کلی چگونگی آماده سازی هر کدام از دسته بندی های فوق به صورت مجزا پرداخته می شود.

### ۴-۲-۱ مواد فلزی و آلیاژهای فلزی

به دسته ای از مواد اطلاق می شود که یا فلز بوده (عدد اتمی عناصر فلزی Z=4-92 ) و یا ترکیب قابل توجهی از آن ها فلز است مانند سنگ های معدنی فلزی، نانوسیم ها، کابل، صفحات فلزی، کامپوزیت های فلزی و غیره . این دسته از مواد به لحاظ شیمیایی کاملاً پایدار بوده و به آسیب های ناشی از برخورد بیم به نمونه مقاوم هستند. در بررسی نمونه های فلزی به منظور بررسی سطح شکست نمونه نیازی به آماده سازی خاصی نیست و نمونه پس از شکست و تمیزکاری توسط دستگاه بررسی می شود.در آماده سازی نمونه های فلزی و ترکیبات آن ها عموما مواردی نظیر برش نمونه بر حسب جنس و سایز نمونه، سنگ زنی نمونه، مانت کردن نمونه در صورت نیاز(پوشش دهی نمونه در صورت مانت شدن و یا داشتن ترکیب غیررسانا)، سنباده زنی نمونه، تمیزکاری نمونه، اچ کردن نمونه در صورت نیاز، تمیزکاری پس از اچ نمونه و خشک کردن نمونه انجام می گردد ( برای تمامی کاربردها و اطلاعاتی که از نمونه انتظار داریم شامل تصاویر توپوگرافی، تصاویر الکترون های برگشتی، آنالیز شیمیایی، لاین اسکن و دات مپینگ آماده سازی نمونه ها معمولاً به صورت یکسان انجام می گیرد).

قابل ذکر است معمولاً نوع اچ مورد نیاز برای نمونه های فلزی، اچ شیمیایی است که توسط محلول اچ انجام می گیرد. در صورت اچ کردن نمونه به منظور بررسی توسط میکروسکوپ الکترونی روبشی، باید توجه داشت که حتماً باید میزان اچ، کمی بیشتر از میزان مورد نیاز برای مشاهده نمونه در میکروسکوپ های نوری باشد و بهتر است نمونه ها قبل از انجام پوشش دهی در مورد نمونه هایی که مانت


آدرس: تهران، ضلع شمالی آزادراه تهران به کرج، بعد از پیکان شهر، بلوار پژوهش، پژوهشگاه پلیمر و پتروشیمی ایران
صندوق پستی: ۱۴۹۷۵/۱۱۲ تلفن تماس: ۴۸۶۶۲۱۳۵ دورنگار: ۴۴۷۸۷۰۵۵ Website: www.ippi.ac.ir

شده اند و یا دارای ترکیب نیمه رسانا و غیررسانا هستند، نمونه ها اول توسط میکروسکوپ نوری بررسی شود تا از اچ شدن دقیق نمونه مطمئن شویم.

به منظور آماده سازی بعضی فلزات که دارای سطح ویژه بالایی هستند ( مانند منیزیم و آلومینیوم )و نمونه در تماس با محیط به سرعت اکسید می شود، بهتر است نمونه ها به روش پوشش دهی آماده شوند.

### ۴-۲-۲ سرامیک ها، مواد معدنی و انواع خاک ها

مواد سرامیکی از عناصری با عدد اتمی Z=1-20 تشکیل شده اند و شامل طیف وسیعی از مواد مانند سرامیک ها، شیشه، مواد نیمه هادی ها، مواد معدنی، سنگ ها، کانی ها، انواع بتن، خاک ها و رس ها، سیمان و غیره است. این مواد بسیار ترد و سخت، با استحکام بسیار بالا و دارای درصد بالایی تخلخل بوده که در برابر برخورد با بیم الکترونی بسیار مقاوم هستند. برخی از مراحل آماده سازی این گروه از نمونه ها شامل برش نمونه بر حسب جنس و سایز نمونه(چون نمونه های سرامیکی معمولاً دارای درصد زیادی تخلخل هستند، پیشنهاد می شود نمونه تا حد ممکن کوچک بریده شود تا هنگام خلاء شدن محفظه دستگاه، مشکلی پیش نیاید)، شکستن (در برخی از نمونه های سرامیکی برای تهیه سطح مقطع شکست از نیتروژن مایع استفاده می شود که به علت استحکام بالای نمونه های سرامیکی، پس از خارج کردن نمونه از نیتروژن مایع، نمونه توسط یک ضربه کوچک شکسته می شود) **یا** سنگ زنی نمونه، مانت کردن نمونه در صورت نیاز، سنباده زنی نمونه

تمیزکاری نمونه، اچ کردن نمونه در صورت نیاز (اچ کردن نمونه های سرامیکی کار بسیار مشکلی است و معمولاً بر حسب جنس نمونه، بر اساس سعی و خطا از روش های مختلف اچ کردن استفاده می شود ولی عمومی ترین روش اچ کردن نمونه های سرامیکی، روش اچ حرارتی است)، تمیزکاری پس از اچ نمونه، خشک کردن نمونه(معمولاً به علت درصد بالای تخلخل در نمونه های سرامیکی، بهتر است نمونه ها در آون و یا اتوکلاو، در دمای بالاتر از ۵۰ درجه خشک شوند) و پوشش دهی نمونه می باشند.

### ۴-۲-۳ پودرها

پودرها جزء دسته ای از مواد هستند که بررسی آن ها توسط میکروسکوپ الکترونی روبشی، کار نسبتا مشکلی است چون پودرها به شدت آگلومره شده و به سختی روی سطح پراکنده می شوند .این امر سبب می شود که هم لایه پوشش ایجاد شده روی آن ها ناهمگن بوده و امکان وقوع پدیده رسانایی الکتریکی در آن ها وجود داشته باشد و هم امکان جدا شدن ذرات پودر از نمونه آماده شده در حین انجام کار در محفظه خلاء و آلوده شدن ستون و به دنبال آن پایین آمدن کیفیت تصاویر به دست آمده وجود دارد .برای همین منظور آماده سازی مواد پودری از اهمیت خاصی برخوردار بوده و باید تنها یک لایه از پودر روی جانمونه ای قرار گیرد .از طرف دیگر امکان ناهمگن بودن پودرها در دانه بندی بسیار بالا وجود دارد و نمونه برداری باید به گونه ای انجام شود که نماینده تمام نمونه باشد.

مراحل عمومی آماده سازی انواع پودرها براساس سایز آن ها به دو دسته تقسیم بندی می شوند:

- **پودرهایی با اندازه دانه های کمتر از یک میکرون ( >1µm )**

۱-ابتدا کل پودر توسط اسپاچول هم زده می شود.

۲-سپس مقدار ناچیزی از نمونه موردنظر به یک محلول مانند اتانول، ایزوپروپانول و یا استون اضافه می شود به گونه ای که تنها محلول از حالت شفاف خارج شده و به شکل مات درآید.


آدرس: تهران، ضلع شمالی آزادراه تهران به کرج، بعد از پیکان شهر، بلوار پژوهش، پژوهشگاه پلیمر و پتروشیمی ایران
صندوق پستی: ۱۴۹۷۵/۱۱۲ تلفن تماس: ۴۸۶۶۲۱۳۵ دورنگار: ۴۴۷۸۷۰۵۵ Website: www.ippi.ac.ir

۳-ظرف حاوی محلول مات، به مدت حداقل ۱۰ دقیقه، داخل آلتراسونیک قرار می گیرد.

۴-بعد از اتمام آلتراسونیک، یک یا دو قطره از نمونه توسط قطره چکان و یا پیپت روی یک لام در ابعاد 1cm×1cm چکانده می شود.

۵-بعد از خشک شدن کامل نمونه، لام حاوی نمونه روی جانمونه ای قرار می گیرد.

۶-در صورت نیاز ( نارسانا یا نیمه رسانا بودن نمونه )پوشش دهی روی نمونه انجام می گیرد.

نکته :۱ باید توجه داشت که محلول استفاده شده تاثیری روی نمونه از لحاظ ساختار و ترکیب شیمیایی نداشته باشد.

- **پودرهایی با اندازه دانه های بیشتر از یک میکرون (<1µm)**

۱- ابتدا کل پودر توسط اسپاچول هم زده می شود.

۲-سپس مقداری از پودر روی یک کاغذ تمیز نرم ریخته می شود.ذرات درشت از نمونه جدا شده و ذرات ریزتر روی چسب کربنی واقع در جانمونه ای پاشیده می شود.

۴-جانمونه ای کاملاً تکانده می شود و در معرض دمش ناچیزی از هوا قرار می گیرد تا ذراتی که به چسب کربن نچسبیده اند جدا شده و مشکلی برای خلاء دستگاه ایجاد نکنند.

۵-در صورت نیاز ( نارسانا یا نیمه رسانا بودن نمونه )پوشش دهی روی نمونه انجام می گیرد.

نکته :۱ در مورد پودرهای بیولوژیکی و آلی، چون این دسته از مواد دارای درصد قابل توجهی آب هستند حتما باید قبل از قرار گرفتن در محفظه دستگاه، کاملا خشک و عاری از هرگونه رطوبت شوند.

نکته :۲ برای چسباندن نمونه پودری به استاپ، چسب های مختلفی وجود دارد .چسب باید با پودر چسبندگی خوبی داشته و به اندازه کافی صاف باشد و همچنین الکترون های ثانویه و برگشتی کمی تولید کند.

نکته :۳ وقتی اندازه ذرات چند ده میکرومتر یا بیشتر باشد، چسب کربن را روی استاپ چسبانده و پودر را روی آن می پاشیم. دقت داشته باشید که چسب نقره برای این کار مناسب نیست؛ زیرا اندازه ذرات نقره بزرگ بوده و همچنین الکترون ثانویه زیادی تولید می کند.

### ۴-۲-۴ پلیمرها و موادی که دارای فشار بخار پایینی هستند

پلیمرها جزء دسته ای از مواد هستند که ۹۹ درصد ترکیب شیمیایی آن ها را عناصر اصلی نظیر هیدروژن، کربن، نیتروژن و اکسیژن سبک با (عدد اتمی ۲۰ -۱=Z) که این عناصر به شکل ساختار زنجیره ای در کنار یکدیگر قرار می گیرند. و برخی عناصر فرعی شامل سدیم، منیزیم، سیلیسیوم، فسفر، گوگرد، کلر، پتاسیم و کلسیم و۱ درصد باقی مانده آن ها را عناصری شامل کروم، کبالت، مس، آهن، منگنز و روی ( با عدد اتمی ۳۰ -۲۴=Z ) تشکیل می دهند

این گروه شامل گستره وسیعی از مواد از جمله چوب، کاغذ، چرم، پشم و غیره به عنوان پلیمرهای طبیعی و از طرف دیگر انواع پلاستیک ها، رزین ها، فیلترها و رنگ به عنوان پلیمرهای صنعتی هستند .بعضی از انواع آن ها شامل پلیمرهای طبیعی،ممکن است حاوی مقادیر کمی آب در ترکیب خود باشند که آماده سازی آن ها مشابه مواد زیستی خواهد بود ولی تعدادی از آن ها مانند بسیاری از پلیمرهای صنعتی، موادی مقاوم و دارای استحکام بالایی هستند که در مورد آن ها می توان به شیوه آماده سازی فلزات و سرامیک ها عمل نمود


آدرس: تهران، ضلع شمالی آزادراه تهران به کرج، بعد از پیکان شهر، بلوار پژوهش، پژوهشگاه پلیمر و پتروشیمی ایران
صندوق پستی: ۱۴۹۷۵/۱۱۲ تلفن تماس: ۴۸۶۶۲۱۳۵ دورنگار: ۴۴۷۸۷۰۵۵ Website: www.ippi.ac.ir

نکته مشترک در مورد بیشتر پلیمرها این است که نارسانا بوده و حتماً نیاز به پوشش دهی دارند و از طرف دیگر به علت دارا بودن ساختار زنجیره ای با استحکام پایین، با قرار گرفتن در معرض پرتو الکترونی، ممکن است زنجیره ها گسسته شده و مانع از نتیجه گیری مطلوب و همچنین باعث آلودگی دستگاه SEM شوند .در این مورد می توان شرایط کاری دستگاه را با توجه به نمونه، در ولتاژ و یا جریان پایین قرار داد.

مراحل آماده سازی نمونه های پلیمری و ترکیبات آن ها به شرح زیر است:

۱. به منظور آماده سازی سطح شکست استفاده از نیتروژن مایع
۲. به منظور مشخص کردن فازها اچ کردن نمونه در حلال مناسب
۳. برش نمونه بر حسب جنس و سایز نمونه در صورت نیاز
۴. تمیزکاری نمونه
۵. شستشو و خشک کردن نمونه در خلا
۶. پوشش دهی نمونه

## ۵-۲-۴ مواد زیستی و باکتری ها

به طور کلی به دسته ای از مواد اطلاق می شود که معمولاً زنده بوده و درصد قابل توجهی از ترکیب آن ها را آب تشکیل می دهد .موادی مانند پروتئین ها، چربی ها، کربوهیدرات ها، باکتری ها،میکروب ها وسلول ها و بافت های زنده گیاهان و جانوران جزء دسته بندی مواد زیستی قرار می گیرند .این دسته از مواد دارای فشار بخار پایین و نارسانا بوده و بیشتر آن ها در برخورد با پرتو الکترونی دچار تخریب می شوند.

همان طور که قبلاً اشاره شد نحوه آماده سازی نمونه به نوع اطلاعاتی که از نمونه داریم بستگی دارد .در مورد مواد زیستی، معمولاً اطلاعات مورد نیاز توپوگرافی و مورفولوژی یعنی چگونگی شکل و اندازه است ولی حتی اگر اطلاعات دیگری نظیر آنالیز شیمیایی هم مورد نظر باشد نحوه آماده سازی آن ها یکی است.

مراحل عمومی آماده سازی نمونه های بیولوژیک به ترتیب زیر است:

۱-نمونه گیری و تمیز کردن

۲-تثبیت شیمیائی: پس از نمونه گیری و تمیز کردن، نمونه های بیولوژیکی در صورت نیاز، اولین مرحله از آماده سازی نمونه ها، مرحله تثبیت شیمیایی است که همان طورکه از نام آن پیداست برای پایدار کردن نمونه بیولوژیکی و جلوگیری از تخریب اولیه نمونه است به گونه ای که نمونه نزدیک ترین حالت را به حالت اولیه خود داشته باشد.

۳- آب زدایی و خشک کردن :مرحله آب زدایی مرحله ای است که در آن، آب نمونه ها کاملاً حذف می شود .در این مرحله، ابتدا یک حلال آبی مثل آستون یا اتانول، به عنوان عامل آب زدایی جایگزین آب می گردد .سپس نوبت به خروج حلال آلی از نمونه می رسد . خروج حلال آبی از نمونه لزوماً در معرض هوا صورت نمی گیرد .در این مرحله، برای جلوگیری از تخریب نمونه، دمای بحرانی یا نقطه


آدرس: تهران، ضلع شمالی آزادراه تهران به کرج، بعد از پیکان شهر، بلوار پژوهش، پژوهشگاه پلیمر و پتروشیمی ایران
صندوق پستی: ۱۴۹۷۵/۱۱۲ تلفن تماس: ۴۸۶۶۲۱۳۵ دورنگار: ۴۴۷۸۷۰۵۵ Website: www.ippi.ac.ir

بحرانی خشک شدن نمونه بسیار حایز اهمیت است. دمای بحرانی همان دمایی است که در آن تبادل مولکولی فاز مایع و گاز در تنش سطحی معین برابر باشد.

۴- در برخی از نمونه های بیولوژیکی، آماده سازی های مذکور جوابگو نبوده و حتماً باید از روش انجماد سریع نمونه در شرایط معین استفاده شود.در روش فوق به نمونه های تثبیت شده می بایست مواد شیمیایی محافظ سرمایی اضافه شود (مثل ساکارز) تا تشکیل کریستال های یخ را کاهش دهد و نمونه های فیکس شده و محافظت شده از سرما در یک سیال سرمازا انداخته شده (مثل اتانول) و سپس در یک محفظه خلا با $10^{-3}$ ودر دمای 35c تا 85c نگهداری می شوند.

۵-در تعدادی از نمونه های بیولوژیکی ، اطلاعات مربوط به سطح مقطع نمونه مورد نیاز است .در این مورد می توان از برش نمونه ها توسط چاقوی الماس یا شیشه در زیر سطح نیتروژن مایع استفاده نمود.

۶- پوشش دهی(برای پوشش دهی نمونه، حتماً از روش کندوپاش استفاده شود که پوشش ایجاد شده تا حد امکان به صورت همگن و یکنواخت( جهت جلوگیری از پدیده شارژ الکتریکی )باشد).

## ۶-۲-۴ پوشش ها

پوشش ها و لایه های نازک، جزء رایج ترین نمونه هایی هستند که برای بررسی آن ها از دستگاه SEM استفاده می شود .منظور از پوشش، قرار گرفتن یک یا چند لایه با ضخامت معین است که به منظور ایجاد خواص و یا حفاظت مکانیکی، شیمیایی یا فیزیکی روی سطح یک نمونه با جنس متفاوت قرار می گیرد .با توجه به وجود تنوع وسیعی از مواد، پوشش ها هم دارای انواع گوناگونی هستند .به طورکلی، پوشش ها نیز به سه دسته کلی پوشش های فلزی، سرامیکی و پلیمری تقسیم می شوند .معمولاً اطلاعاتی که از پوشش ها مورد نیاز است شامل مورفولوژی و ساختار، چسبندگی روی زیرلایه، ترکیب شیمیایی و ضخامت آن هاست.

به طور کلی آماده سازی پوشش ها برای بررسی سطح آنها شامل همان مراحل عمومی آماده سازی می باشد ولی برای بررسی سطح مقطع برحسب جنس پوشش کمی متفاوت می گردد، اگر پوشش از جنس یک ماده سخت مانند فلز یا سرامیک با چسبندگی خوب روی زیرلایه باشد، معمولاً می توان از روش ها و ابزارهای برشی ساده برای ایجاد برش مناسب استفاده کرد(در این حالت به منظور صاف کردن اولیه سطح نمونه، می توان از سنباده با درجه های مختلف و پس از آن پولیش نمونه استفاده نمود)، ولی در مورد پوشش های نرم مانند پوشش های پلیمری و با چسبندگی کمتر، استفاده از روش های برش معمول ممکن است منجر به از بین رفتن پوشش شود .برای جلوگیری از این امر می توان از شکست نمونه در ماده ای با دمای زیر صفر که متداول ترین آن ها نیتروژن مایع است، استفاده نمود.


آدرس: تهران، ضلع شمالی آزادراه تهران به کرج، بعد از پیکان شهر، بلوار پژوهش، پژوهشگاه پلیمر و پتروشیمی ایران
صندوق پستی: ۱۴۹۷۵/۱۱۲ تلفن تماس: ۴۸۶۶۲۱۳۵ دورنگار: ۴۴۷۸۷۰۵۵ Website: www.ippi.ac.ir

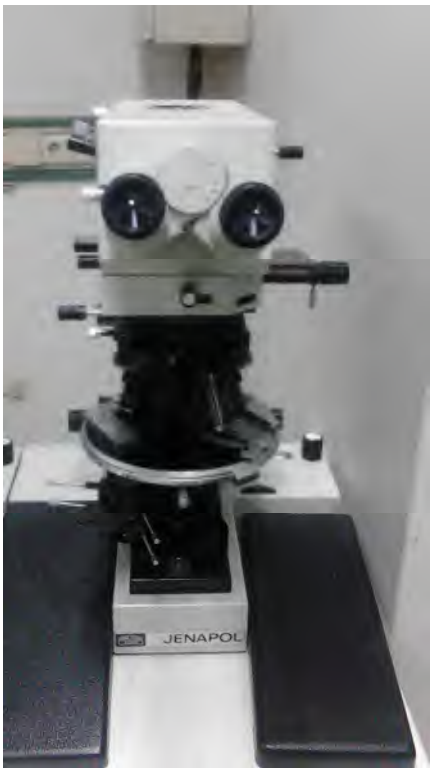
# ۵–معرفی میکروسکوپ های نوری

## ۱–۵–نام دستگاه: میکروسکوپ نوری عبوری/ Transmitted Light Microscopy

- مدل: 150C Jena pol
- کمپانی سازنده: CARL Zsiws
- ساخت: England
- **مقدمه و کاربرد:**

در بررسی خواص ساختاری پلیمرها مطالعه خواص نوری آنها لازم می‌نماید. شناخت خواص مواد و ایجاد ارتباط بین خواص و ساختار آنها یک روش قابل اعتماد در استفاده بهینه از آنها در زمینه‌های مناسب است. یکی از روشهای متداول به دست آوردن این شناخت میکروسکوپی است.

در روش نور عبوری، نوری که از نمونه عبور می‌کند در تشکیل تصویر مورد استفاده قرار می‌گیرد. این تصویر حاوی اطلاعاتی در مورد اندازه و ساختار بافت مورد مطالعه ارائه خواهد نمود.




- **مشخصات فنی:**
- ۱– محدوده دمایی محیط
- ۲– لامپ نور مرئی به اضافه ۲ صفحه پلاروید
- ۳– لنزهای ۵۰X و ۱۰۰X و ۲۰۰X و ۱۰۰X
- **تهیه نمونه و نمونه‌گذاری:**
- در این قسمت از نمونه‌هایی که توسط میکروتوم

یا پرس داغ و یا ریخته‌گیری حلالی ساخته شده استفاده می‌گردد.

- نمونه ها بایستی شفاف و نیمه شفاف باشند.


آدرس: تهران، ضلع شمالی آزادراه تهران به کرج، بعد از پیکان شهر، بلوار پژوهش، پژوهشگاه پلیمر و پتروشیمی ایران
صندوق پستی: ۱۴۹۷۵/۱۱۲ تلفن تماس: ۴۸۶۶۲۱۳۵ دورنگار: ۴۴۷۸۷۰۵۵ Website: www.ippi.ac.ir

## ۲–۵–نام دستگاه: میکروسکوپ نوری انعکاسی / Reflective Light Microscopy

- مدل: **Jenavert**
- کمپانی سازنده: **CARL Zsiws**
- ساخت: **England**

### مقدمه و کاربرد:

اساس تشکیل تصویر در شیوه نور انعکاسی، انعکاس نور از سطح نمونه است. بدیهی است هر قدر انعکاس نور قویتر باشد، تصویر روشنتر خواهد بود. لازم است برای بهتر شدن کیفیت تصویر از سطوح بسیار صیقلی استفاده شود. برای تقویت انعکاس نمونه‌ها همچنین می‌توان منبع تابش را نیز تقویت کرد. در این دستگاه منبع نور هالوژن مرئی است.

### مشخصات فنی:



– لامپ نور مرئی

– لنزهای (۵۰X) و (۱۰۰ X) و (۲۰۰ X) و (۱۰۰۰X) و (۵۰۰X)

– مجهز به دوربین دیجتالی JVC مدل TK-C1381 EG برای نرم افزار image analyzer

### تهیه نمونه و نمونه‌گذاری:

نمونه را برحسب کاربرد آن (مطالعه سطح یا سطح مقطع یا توزیع اندازه ذرات و ...) روی یک سطح تخت می‌چسبانیم و ثابت نگه می‌داریم. این مجموعه را روی صفحه تخت قابل جابجایی و چرخاندن قرار می‌دهیم.


آدرس: تهران، ضلع شمالی آزادراه تهران به کرج، بعد از پیکان شهر، بلوار پژوهش، پژوهشگاه پلیمر و پتروشیمی ایران
صندوق پستی: ۱۴۹۷۵/۱۱۲ تلفن تماس: ۴۸۶۶۲۱۳۵ دورنگار: ۴۴۷۸۷۰۵۵ Website: www.ippi.ac.ir

## ۳–۵ نام دستگاه:میکروسکوپ نوری عبوری با صفحه داغ Optical Microscopy -Jena Pol/Hot Stage

- مدل: **JenaPol/HotStage**
- کمپانی سازنده: **CARL Zsiws**
- ساخت: **England**

### مقدمه و کاربرد:

از نور پلاریزه و بویژه صفحات Cross Polar (با زاویه ۹۰° ) در مطالعه میزان بلورینگی پلیمرها استفاده می‌شود. نمونه‌های آمورف در شرایط Cross Polar کاملاً تاریکند در صورتیکه نمونه‌های بلورین قابل مشاهده‌اند. اگر نمونه با سرعت مشخصی گرم و یا سرد شود برخی تغییراتی که در آن اتفاق می‌افتد نظیر ذوب و تبلور و یا تبخیر همراه با تغییر رنگ بوسیله میکروسکوپ نوری قابل دنبال شدند. صفحه داغ امکان گرمایش و سرمایش نمونه را طی چندین مرحله و با سرعتهای قابل کنترل فراهم می‌آورد. به کمک این سیستم می‌توان گرمایش را در دمای ثابت هم اعمال نمود.



### مشخصات فنی:

- لامپ نور مرئی، دو صفحه پلاروید، لنزهای ۳۲X و X ۱۶۰ و ۱۰۰X
- محدود دمایی از محیط تا ۲۵۰ °C.

### تهیه نمونه و نمونه‌گذاری:

در این قسمت هم لازم است بدلیل استفاده از نور عبوری نمونه‌ها کاملاً شفاف و نازک باشند.
بدین منظور هم استفاده از سه روش میکروتوم یا پرس داغ یا ریخته‌گری حلالی مناسب می‌نماید.

نمونه نازک را بصورت قطعه بسیار کوچک باریک می‌بریم. تا بتوان آنرا با صفحه کوارتز آمورف زمینه مقایسه کرد.


آدرس: تهران، ضلع شمالی آزادراه تهران به کرج، بعد از پیکان شهر، بلوار پژوهش، پژوهشگاه پلیمر و پتروشیمی ایران
صندوق پستی: ۱۴۹۷۵/۱۱۲ تلفن تماس: ۴۸۶۶۲۱۳۵ دورنگار: ۴۴۷۸۷۰۵۵ Website: www.ippi.ac.ir

## منابع:


- "میکروسکوپ الکترونی روبشی و کاربردهای آن در علوم مختلف و فناوری نانو"،چاپ اول، اصفهان: جهاد دانشگاهی واحد صنعتی اصفهان،(۱۳۸۸ - .8.(م. کرباسی)
- "اصول و کاربرد میکروسکوپ¬های الکترونی و روش¬های نوین آنالیز – ابزار شناسایی دنیای نانو" پ مرعشی، س. کاویانی، ح. سرپولکی و ع. ذوالفقاری،ویرایش دوم. چاپ دوم، تهران: دانشگاه علم و صنعت ایران،(۱۳۸۹)
- مقاله مبانی آماده سازی نمونه در دستگاه میکروسکوپ الکترونی روبشی SEM(مریم علیزاده ذوالبین ۱ ، سمانه غفرانی ۲، علی الماسی۳ )

- . O. C. Wells, *Scanning Electron Microscopy*, McGraw-Hill, New York (1974).
- . S. Wischnitzer, *Introduction to Electron Microscopy*, Pergamon Press, New York (1962).
- . M. E. Haine and V. E. Cosslett, *The Electron Microscope*, Spon, London (1961).
- . A. N. Broers, in: SEM/1975, IIT Research Institute, Chicago (1975).
- . J. Goldstein, D. Newbury, D. Joy, C. Lyman, P. Echlin, E. Lifshin, L. Sawyer, and J. Michael, *Scanning Electron Microscopy and X-Ray Microanalysis*, 3rd edn, Kluwer Academic/Plenum Publishers, New York (2003).
- C. W. Oatley, *The Scanning Electron Microscope*, Cambridge University Press,
- Cambridge (1972).
- J.L Goldstein and H. Yakowitz, *Practical Scanning Electron Microscopy*, Plenum
- Y. X. Chen, L. J. Campbell, and W. L. Zhou, *J. Cryst. Growth*, 270 (2004) 505.
- J. J. Liu, A. West, J. J. Chen, M. H. Yu, and W. L. Zhou, *Appl. Phys. Lett*., 87 (2005) 172505.
- T. E. Everhart and R. F. Thornley, *J. Sci. Instrum*., 37 (1960) 246.
- Goldstein, J. I.; Newbury, D. E.; Echlin, P.; Joy, D. C.; Lyman, C. E.; Lifshin, E.; Sawyer, L.C.; Michael, J. R. (2003) , Scanning Electron Microscopy and X-Ray Microanalysis, Springer, ISBN 0306472929.
- http://www.microanalytical.com/sem.html.
- Egerton,R. F. (2005) Physical principles of electron microscopy: an introduction to TEM, SEM, and AEM. Springer, 202.
- Reimer, L. (1998) Scanning Electron Microscopy: Physics of image formatiClarke, A. R. (2002) Microscopy techniques for materials science. CRC press (electronic resource)
- Echlin, Patrik. “Handbook of sample preparation for scanning electron microscopy and x-ray microanalysis”.
- 2009. 330p
- http://www.emsdiasum.com/microscopy/technical/sputter coating.
- http://www.researchgate.net/argon or air.
- Stephen A.Leslie, John C.Mitchell . “Removing gold coating from SEM samples”. Palaeontology .
- 2006. Vol 50. 1459-1461.
- Jakub Siegel et al. “Properties of gold nanostructures sputtered on glass” .Nanoscale research letters.
- 2011, 6:96.
- http://www.mtixtl.com/machine-manual/plasmasputter coating.
- J.T Fourie. “Gold in electron microscopy” .Gold Bull, 1982, 15.
- Patrick Echlin,”Handbook of Sample Preparation for Scanning Electron Microscopy & X-Ray
- Microanalysis” Cambridge Analytical Microscopy,UK, 2009.
- “Standard preparation of biological material for SEM analysis” Laboratory of Scanning Electron
- Microscopy,University of Silesia Faculty of Biology and Environmental Protection.




آدرس: تهران، ضلع شمالی آزادراه تهران به کرج، بعد از پیکان شهر، بلوار پژوهش، پژوهشگاه پلیمر و پتروشیمی ایران

صندوق پستی: ۱۴۹۷۵/۱۱۲ تلفن تماس: ۴۸۶۶۲۱۳۵ دورنگار: ۴۴۷۸۷۰۵۵ Website: www.ippi.ac.ir