

نویسندگان

سمانه غفرانی^{۱*}معصومه معدنی پور^۲

*Samaneh_ghofrani@yahoo.com

آماده‌سازی پودرهای آگلومره شده با اندازه نانومتری



واژه‌های کلیدی

میکروسکوپ الکترونی روبشی، آماده‌سازی پودر، آگلومره.

چکیده

در تصویربرداری با میکروسکوپ الکترونی روبشی همواره حصول تصاویر با کیفیت مد نظر است. از این رو آماده‌سازی نمونه گامی تاثیرگذار در دست یافتن به تصاویر مطلوب‌تر است. آماده‌سازی پودرها برای میکروسکوپ الکترونی روبشی، نیازمند تجربه و آگاهی در این زمینه بوده و در بیشتر موارد آماده‌سازی اولیه مناسب موجب تسهیل مراحل بعدی تصویربرداری می‌شود. در این مقاله، ابتدا نگاهی اجمالی بر آماده‌سازی پودرها داشته و سپس با تقسیم‌بندی پودرها به دو گروه میکرونی و زیر میکرونی (و محدوده نانومتری)، به چگونگی آماده‌سازی مناسب هر یک و ارائه مراحل کاربردی به‌منظور برطرف شدن مشکل آگلومره شدن پودرها می‌پردازیم.

پودرها جزء دسته‌ای از مواد هستند که بررسی آن‌ها با استفاده از میکروسکوپ الکترونی روبشی، کار نسبتاً مشکلی است زیرا بخاطر آگلومره شدن^۴ شدید، به سختی روی سطح، پراکنده و تفکیک می‌شوند. این امر از یک سو باعث می‌شود که لایه پوشش ایجاد شده روی ذرات پودر، ناهمگن باشد و پدیده شارژ رخ دهد و از سوی دیگر در اثر جدا شدن ذرات پودر از نمونه در حین انجام کار، محفظه خلأ و ستون دستگاه آلوده شده و به دنبال آن کیفیت نتایج بدست آمده مطلوب نشود. به همین دلیل، آماده‌سازی مواد پودری از اهمیت خاصی برخوردار بوده و باید فقط یک لایه از پودر روی پایه نمونه قرار گیرد و چون امکان ناهمگن بودن پودرها به لحاظ دانه‌بندی، بسیار بالاست، نمونه‌برداری باید به‌گونه‌ای صورت پذیرد که نماینده تمامی نمونه باشد [۱].

مقدمه

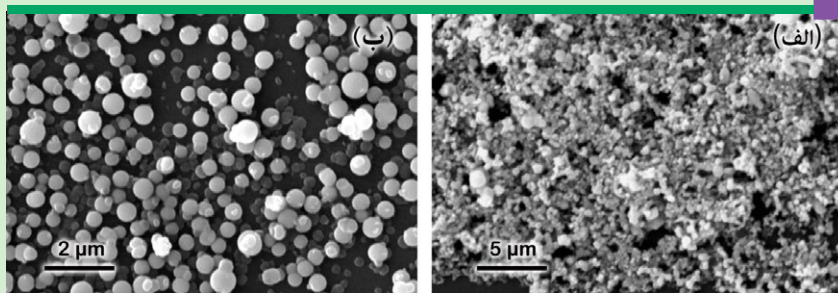
مراحل عمومی آماده‌سازی نمونه‌های پودری

به‌طور کلی، نمونه‌های پودری روی چسب دو طرفه رسانا نظیر چسب کربنی یا مسی چسبانده می‌شوند. چسب دوطرفه باید علاوه بر رسانا بودن، چسبندگی خوبی داشته و به اندازه کافی صاف باشد و همچنین الکترون‌های برگشتی و ثانویه کمی تولید کند [۲]. چسباندن پودرها روی پایه نمونه توسط چسب دو طرفه یا به‌صورت مستقیم است و یا باید پودر به‌گونه‌ای در مایع پراکنده شده و سپس روی پایه چسبانده شود [۳]. پودرها براساس اندازه، به دو دسته پودرهایی با اندازه ذرات کمتر از ۱ میکرون و پودرهایی با اندازه ذرات بیشتر از ۱ میکرون تقسیم می‌شوند. بر این اساس مراحل کلی آماده‌سازی آن‌ها به‌صورت زیر است [۲]:

پودرهایی با اندازه ذرات کمتر از یک میکرون

۱. نمونه چسبانده می‌شود؛
۲. پوشش‌دهی طلا روی نمونه انجام می‌شود (استفاده از پوشش طلا حتی در صورت رسانا بودن پودر الزامی است زیرا لام حاوی نمونه نارسا است)؛
۳. اتصال الکتریکی بین نمونه و پایه نمونه ایجاد می‌شود.
۴. در برخی موارد مشاهده شده‌است که به جای لام از فویل آلومینیومی به‌عنوان زیر پایه استفاده شده که باعث افزایش رسانایی نمونه می‌شود ولی ترجیح بر این است که از لام به‌عنوان زیر پایه استفاده شود چون ناهمواری‌های ریز و درشتی که در فویل آلومینیومی بوجود می‌آید خود عاملی برای آگلومره شدن نمونه پودری خواهد بود. شکل (۱) تاثیر آگلومره شدن ذرات پودری را بر کیفیت تصاویر مربوط به نمونه پودری نشان می‌دهد.

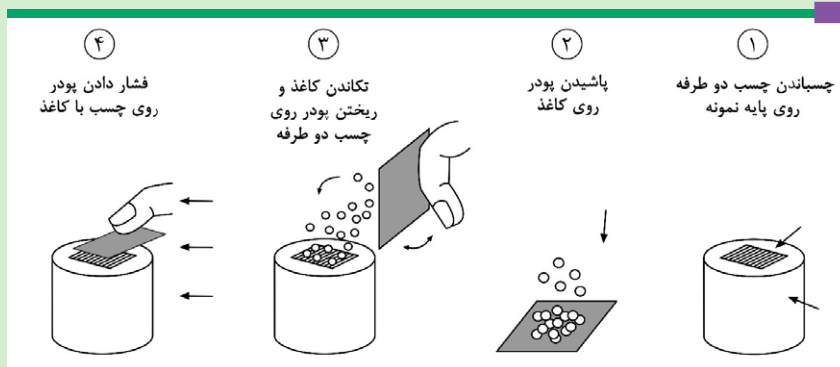
۱. کل پودر با استفاده از قاشقک^۵ هم زده می‌شود؛
۲. مقدار ناچیزی از نمونه پودر مورد نظر به یک مایع مناسب که روی ساختار و ترکیب شیمیایی نمونه تاثیر نداشته باشد، مانند اتانول، ایزوپروپانول و یا استن به‌گونه‌ای اضافه می‌شود که مایع از حالت شفاف بودن خارج شده و به شکل مات درآید و در واقع یک سوسپانسیون رقیق حاصل شود؛
۳. ظرف محتوی سوسپانسیون فوق، حداقل به مدت ۱۰ دقیقه، داخل التراسونیک قرار می‌گیرد؛
۴. بعد از اتمام التراسونیک یک یا دو قطره از سوسپانسیون با استفاده از قطره چکان و یا پی‌پت روی یک زیر پایه مناسب نظیر لام به ابعاد ۱cm × ۱cm چکانده می‌شود؛
۵. بعد از خشک شدن کامل نمونه، لام حاوی نمونه روی پایه



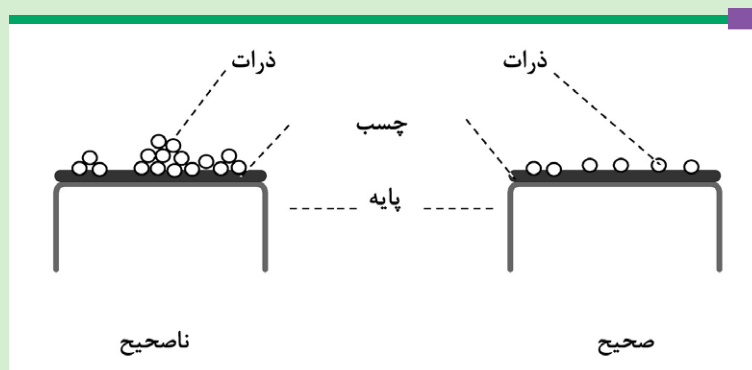
شکل ۱: اثر زمان آلتراسونیک (الف) مدت زمان کم (ب) مدت زمان بیشتر.

پودرهایی با اندازه ذرات بیشتر از یک میکرون

۱. کل پودر با استفاده از قاشقک هم زده می‌شود؛
۲. مقداری از پودر روی یک کاغذ تمیز و نرم ریخته می‌شود؛
۳. ذرات درشت نمونه جدا شده و ذرات ریزتر روی چسب کربنی واقع بر پایه نمونه پاشیده می‌شود؛
۴. پایه نمونه کاملاً نکانده شده و در معرض دمش ناچیز هوا قرار می‌گیرد تا ذراتی که به چسب کربنی نچسبیده‌اند جدا شده و مشکلی برای خلأ دستگاه ایجاد نشود؛
۵. در صورت نیاز (نارسا یا نیمه‌رسانا بودن نمونه) پوشش‌دهی روی نمونه انجام می‌گیرد.
در شکل (۲) مراحل چسباندن پودر روی پایه نمونه برای پودرهای با اندازه بیش از ۱ میکرون نشان داده شده‌است. شکل (۳) نیز طرح کلی چسباندن صحیح و چسباندن بد نمونه پودری را نشان می‌دهد.



شکل ۲: مراحل چسباندن نمونه پودری با ذرات بزرگ‌تر از ۱ میکرون روی پایه نمونه [۲].

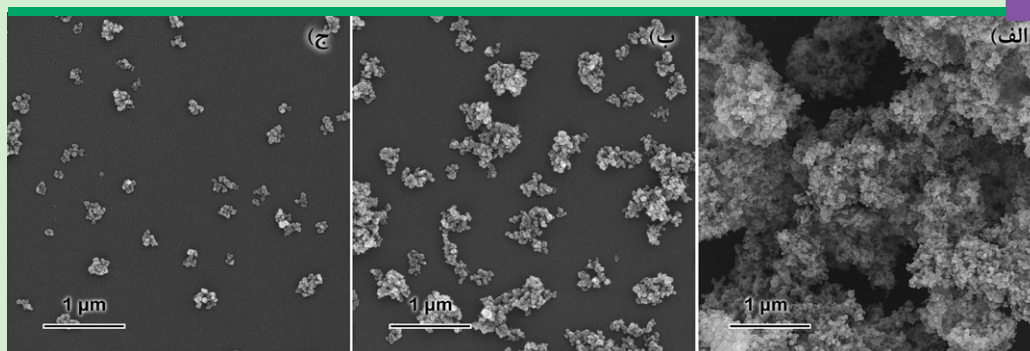


شکل ۳: طرح کلی چگونگی درست و نادرست چسباندن پودر [۴].

بررسی عملی اثر آماده‌سازی

به‌منظور بررسی اثر نوع التراسونیک روی دیسپرس شدن نانو پودرها، سه نمونه از نانوپودر به روش‌های مختلف آماده‌سازی شد TiO_2 (sigma Aldrich, <math><100 \text{ nm (BET), 13463677}</math>) و مورد بررسی قرار گرفت. نمونه اول به‌صورت مستقیم روی چسب کربنی چسبانده شد (مطابق شکل ۲)، نمونه دوم و سوم با غلظت‌های یکسان ۰/۱ درصد در استون دیسپرس شدند با این تفاوت که نمونه دوم با استفاده از التراسونیک حمامی و نمونه سوم با التراسونیک پروبی و به مدت ۵ دقیقه دیسپرس شدند. سپس سوسپانسون حاصل روی لام شیشه‌ای چکانده و پس از خشک شدن، روی نمونه‌ها پوشش طلا داده شد. تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی حاصل از هر سه نمونه در شکل (۴) ارائه شده‌است.

مشاهده می‌شود که پودر چسبیده شده روی چسب کربنی به شدت آگلومره بوده و پراکندگی پودر مورد آزمایش با استفاده از التراسونیک پروبی بهتر از التراسونیک حمامی است.

شکل ۴: تصاویر SEM حاصل از نانوپودر TiO_2 (الف) چسبانده شده روی چسب کربنی، (ب) دیسپرس شده در استون با استفاده از التراسونیک حمامی، (ج) دیسپرس شده در استون با التراسونیک پروبی.

پی نوشت

۱. پژوهشگاه مواد و انرژی، کارشناسی ارشد مهندسی مواد و سرامیک
۲. مرکز تحقیقات فرآوری مواد معدنی ایران، کارشناسی ارشد مهندسی مواد و متالورژی
۳. عضو کارگروه تخصصی میکروسکوپ الکترونی روبشی شبکه آزمایشگاهی

4. Agglomeration

5. Spatul

بطور کلی، به منظور بهبود کیفیت نتایج حاصل از میکروسکوپ الکترونی روبشی، آماده سازی مناسب نمونه بسیار حائز اهمیت است. این امر در مورد پودرها بویژه پودرهای در اندازه نانومتری که امکان آگلومره شدن شدید وجود دارد، حساس تر است. برای پودرهای با اندازه ذرات نانومتری بهترین روش، پراکنده کردن مقدار اندکی از نمونه در یک مایع مناسب با استفاده از التراسونیک و سپس چکاندن سوسپانسیون حاصل روی لام یا فویل آلومینیومی و خشک کردن آن است. همچنین مشاهده شد که برای جدا کردن آگلومره های نانوپودر، عملکرد التراسونیک پروبی در مقایسه با حمامی مناسب تر است.

مراجع

- [1] Joseph I. Goldstein et al., "Scanning Electron Microscopy & X-Ray Microanalysis" Third Edition, Kluwer academic/Plenum Publishers, New York Boston, Dordrecht, London, Moscow, 2003.
- [2] SEM Q & A, JEOL serving advanced technology.
- [3] Scanning Electron Microscope A to Z, JEOL serving advanced technology.
- [4] A guide to Scanning Electron Microscope Observation, JEOL serving advanced technology.