

## میکروسکوپ الکترونی SEM مجهز به آنالیز EDS

آزمایشگاه مرکزی با داشتن میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM)، مدل LEO1450VP با قدرت تفکیک اسمی 2.5 nm (نانومتر) مجهز به آشکارساز EDS مدل ۷۳۵۳ شرکت OXFORD، با حد تفکیک 133 eV (الکترون-ولت)، امکان ارائه خدمات تصویر برداری از نمونه های مختلف و تهیه آنالیز عنصری بصورت کیفی را به مشتریان گرامی دارد.

خدمات قابل ارائه در بخش آنالیز SEM به شرح زیر می باشد:

- تهیه تصاویر میکروسکوپی با بزرگنمایی حداکثر ۷۰۰۰۰ مرتبه با قدرت تفکیک ۱۰ نانومتر توسط دو آشکارساز سه بعدی و دو بعدی
- تهیه آنالیز کیفی و نیمه کمی توسط آنالیزور EDS برای عناصر بالاتر از بور (B) و نمونه های مجهول
- تهیه آنالیز نقطه ای (Spot)، آنالیز خطی (Line Scan) و آنالیز صفحه ای (Map)
- تعیین جنس و ضخامت پوشش های چند لایه در حد رزولوشن دستگاه
- تهیه تصاویر نمونه های بیولوژیکی، پلیمری و اطلاعات سطحی نمونه ها
- شکست نگاری و بررسی مورفولوژی انواع نمونه ها (پودری، بلوک و غیره)
- تعیین اندازه ذرات پودر ها در ابعاد بالای ۱۰۰ نانومتر (با توجه به کاهش رزولوشن تصاویر در بزرگنمایی های بالا، پیشنهاد می شود در شرایط ذرات ریزتر از دستگاه های FE-SEM استفاده شود).

یکی از ارکان مهم در تصویربرداری، آماده سازی نمونه می باشد و بهره گیری از روش های آماده سازی نامناسب می تواند بر کیفیت نتایج و بهره وری دستگاه اثر نامطلوب بگذارد. نمونه های میکروسکوپ های الکترونی باید متناسب با ابعاد

دستگاه، پایدار در شرایط خلاء و هادی جریان باشند. در زیر اطلاعات زیر لازم و ضروری برای دسته بندی های مختلف مواد که در میکروسکوپ الکترونی قابل بررسی می باشد ارائه شده است:

## آزمایشگاه مرکزی دانشگاه فردوسی مشهد

مشخصات دستگاه میکروسکوپ الکترونی روبشی SEM و دستورالعمل های ضروری

نمونه ها و نحوه آماده سازی آنها را می توان به شش گروه عمده به شرح زیر تقسیم نمود:

### ۱ - مواد فلزی و آلیاژهای فلزی

این دسته از مواد به لحاظ شیمیایی کاملا پایدار بوده و در برابر آسیب های ناشی از برخورد پرتو و نمونه مقاوم هستند.

آماده سازی نمونه های فلزی با توجه به اهداف مورد نظر متفاوت است. تصاویر سطح شکست، سطح پولیش و یا سطح اچ شده نمونه، برای این منظور مورد استفاده قرار می گیرد. آماده سازی نمونه ها با تغییر و رعایت برخی ملاحظات ویژه، به مانند آماده سازی نمونه های متالوگرافی جهت مشاهده با میکروسکوپ های نوری می باشد.

### ۲- سرامیک ها، مواد معدنی و انواع سنگ ها و بتن ها

این مواد بسیار ترد و سخت هستند و دارای درصد بالایی تخلخل بوده که در برابر برخورد با پرتو الکترونی بسیار مقاوم هستند.

نکته ۱: با توجه به اینکه نمونه های سرامیکی معمولا دارای درصد تخلخل زیادی هستند، لذا پیشنهاد می شود نمونه تا حد ممکن کوچک بریده شود تا هنگام خلاء شدن محفظه دستگاه مشکلی ایجاد نشود.

نکته ۲: معمولا به علت تخلخل در نمونه های سرامیکی، سنگی و بتن ها بهتر است نمونه ها در آن یا اتوکلاو در دمای بالاتر از ۵۰ درجه خشک شوند.

CENTRAL LABORATORY  
OF FERDOWSI UNIVERSITY OF MASIHAD

### ۳- پودرها

پودرها جزء دسته ای از مواد هستند که بررسی آن ها توسط میکروسکوپ الکترونی روبشی نیاز به دقت و ملاحظات ویژه ای است، چون پودرها به شدت روی هم تجمع کرده و به صورت کلوخه کلوخه تبدیل می شوند و در این شرایط به سختی روی سطح پراکنده می شوند.

این امر سبب می شود که هم لایه پوشش ایجاد شده روی آن ها ناهمگن بوده و هم امکان جدا شدن پودر از نمونه آماده شده و به دنبال آن احتمال پایین آمدن کیفیت تصاویر بدست آمده وجود دارد.

## آزمایشگاه مرکزی دانشگاه فردوسی مشهد

مشخصات دستگاه میکروسکوپ الکترونی روبشی SEM و دستورالعمل های ضروری

نمونه های پودری به دو دسته کلی طبقه بندی می شود:

**الف:** نمونه های با سایز بزرگتر از ۱ میکرومتر، در صورت عدم نیاز به پراکنده سازی در محلول توسط دستگاههای اولتراسونیک، می توان مقدار بسیار کمی از پودر نمونه را بصورت مستقیم بر روی چسب رسانا بروی نگهدارنده مخصوص دستگاه ریخت.

**ب:** نمونه های با سایز کوچکتر از ۱ میکرومتر، در بیشتر موارد برای ایجاد پراکندگی بهتر، مقداری از نمونه مدنظر را به یک محلول مانند آب، اتانول، ایزوپروپانول و یا استون اضافه کرده و ظرف حاوی محلول و پودر به مدت زمان مشخصی اولتراسونیک شده، بعد از اتمام اولتراسونیک یک یا دو قطره از نمونه را توسط قطره چکان و یا پیپت، بروی جا نمونه ای چکانده می شود. غلظت محلول، دو یا چند فاز بودن ماده، رنج ابعاد متفاوت، جرم وزنی متفاوت مواد و حتی زمان و شدت اولتراسونیک می تواند در نتیجه آزمایش تاثیرگذار باشد و نیاز به دقت بالایی دارد.

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

نکته ۲: نمونه حتما باید قبل از قرار گرفتن در محفظه دستگاه، کاملاً خشک و عاری از هرگونه رطوبت شوند.

نکته ۳: در صورتیکه نمونه شامل چندین نوع پودر بصورت کامپوزیت در کنار هم می باشد، اطلاعات کامل برای انتخاب روش مناسب در فرم نوشته شود.

نکته ۴: نام حلال مناسب (که بر نمونه بی اثر باشد) باید مشخص باشد و توسط مشتری به آزمایشگاه اعلام گردد.

CENTRAL LABORATORY  
OF FERDOWSI UNIVERSITY OF MASHHAD

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

بیشتر پلیمرها نارسانا هستند 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 گسسته شده و مانع از نتیجه گیری مطلوب و همچنین باعث آلودگی دستگاه SEM شوند، در این مورد می توان با استفاده از دستگاه FESEM در شرایط ولتاژ و جریان پایین تصویربرداری نمود.

## آزمایشگاه مرکزی دانشگاه فردوسی مشهد

مشخصات دستگاه میکروسکوپ الکترونی روبشی SEM و دستورالعمل های ضروری

به دلیل اینکه دستگاه آزمایشگاه قابلیت تصویر برداری در ولتاژ پایین را ندارد، در اثر مواجه شدن با سوختن نمونه پلیمری، امکان ادامه تصویربرداری وجود ندارد.

### ۵- مواد زیستی و بیولوژی

تمام نمونه های زنده و نمونه های گیاهی و جانوری جز این دسته محسوب می شوند.

برای تصویر برداری از این نمونه ها، مراحل آماده سازی پیچیده و زمان بری لازم است.

بطور کلی مراحل نمونه سازی نمونه بیولوژی شامل نمونه گیری، تثبیت شیمیایی با گلوئارالدئید با غلظت و زمان مشخص بمنظور پایدار کردن (به گونه ای که نمونه نزدیک ترین حالت را به حالت اولیه خود داشته باشد)، تثبیت ثانویه با اسمیوم تتروکساید با غلظت و زمان مشخص، آب گیری و خشک کردن (در این مرحله یک حلال آبی مثل استون یا اتانول به عنوان عامل آب زدایی جایگزین آب نمونه شده و سپس این حلال آبی، کاملاً از نمونه حذف می شود) می باشد.

اگرچه این روش برای تمامی دسته های مواد بیولوژی ذکر می شود، اما مهمترین عامل آماده سازی صحیح، انتخاب درست غلظت و زمان فیکساتور ها می باشد که برای هر نمونه باید از مقالات مشابه استخراج گردد.

به دلیل تنوع نمونه ها، گاهی انتخاب زمان و غلظت مناسب برای نمونه جدید، کار مشکلی می باشد. لذا در نمونه های بیولوژی، در صورتیکه روش دقیقی وجود نداشته باشد گاهاً لازم است با روش های متفاوت تست و بهترین روش انتخاب شود.

CENTRAL LABORATORY  
OF FERDOWSI UNIVERSITY OF MASHHAD

نکته ۱: روش کار باید از طرف مشتری به آزمایشگاه داده شود.

نکته ۲: در صورتی که پیشنهاد از طرف آزمایشگاه باشد، با **تایید مشتری** نمونه وارد آماده سازی می گردد و تبعات نتایج آن به **عهده مشتری** می باشد.

پیشنهاد می شود محققین حداقل ۳ مقاله مشابه را مطالعه و روش کار با مشورت کارشناس بخش بیولوژی انتخاب گردد.

## آزمایشگاه مرکزی دانشگاه فردوسی مشهد

مشخصات دستگاه میکروسکوپ الکترونی روبشی SEM و دستورالعمل های ضروری

### ۶- پوشش ها و سطح مقطع نمونه

مشاهده ضخامت پوشش ها بسیار وابسته به آماده سازی نمونه ها می باشد. در صورت اعمال تنش های مکانیکی یا حرارتی، امکان حذف پوشش وجود دارد. این فرایند در ضخامت های کمتر از ۱ میکرون حساسیت بالایی دارد. معمولا برای مشاهده پوشش ها، نمونه مانت و پولیش می شود تا ضخامت دقیقی از پوشش مشخص گردد. در ضخامتهای نانومتری، این فرایند پیچیده تر و احتیاج به تخصص در آماده سازی و ملاحظات بیشتری دارد.

در برخی از نمونه ها، شکست نمونه در نیتروژن مایع، روش بسیار خوبی برای ایجاد یک سطح مقطع ایده آل می باشد.

نکته ۱: برای مشاهده سطح مقطع نمونه ها، نمونه پس از آماده سازی های تخصصی در اختیار کارشناس قرار داده می شود.

آزمایشگاه مرکزی دانشگاه فردوسی مشهد

CENTRAL LABORATORY  
OF FERDOWSI UNIVERSITY OF MASHHAD