



جمهوری اسلامی ایران  
Islamic Republic of Iran  
سازمان ملی استاندارد ایران

Iranian National Standardization Organization



استاندارد ملی ایران  
۲۱۲۵۹  
چاپ اول

۱۳۹۵



دارای محتوای رنگی

INSO  
21259  
1st.Edition  
2016

فناوری نانو - مشخصه یابی نانومواد با استفاده از  
میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM) - روش آزمون

**Nanotechnology - Characterization of  
nanomaterials by Scanning Electron  
Microscope (SEM) - Test method**

ICS: 07.030

## سازمان ملی استاندارد ایران

تهران، ضلع جنوب غربی میدان ونک، خیابان ولیعصر، پلاک ۲۵۹۲

صندوق پستی: ۶۱۳۹-۱۴۱۵۵ تهران - ایران

تلفن: ۵-۸۸۸۷۹۴۶۱

دورنگار: ۸۸۸۸۷۱۰۳ و ۸۸۸۸۷۰۸۰

کرج، شهر صنعتی، میدان استاندارد

صندوق پستی: ۱۶۳-۳۱۵۸۵ کرج - ایران

تلفن: ۸-۳۲۸۰۶۰۳۱ (۰۲۶)

دورنگار: ۳۲۸۰۸۱۱۴ (۰۲۶)

رایانامه: [standard@isiri.org.ir](mailto:standard@isiri.org.ir)

وبگاه: <http://www.isiri.org>

### **Iranian National Standardization Organization (INSO)**

No.1294 Valiasr Ave., South western corner of Vanak Sq., Tehran, Iran

P. O. Box: 14155-6139, Tehran, Iran

Tel: + 98 (21) 88879461-5

Fax: + 98 (21) 88887080, 88887103

Standard Square, Karaj, Iran

P.O. Box: 31585-163, Karaj, Iran

Tel: + 98 (26) 32806031-8

Fax: + 98 (26) 32808114

Email: [standard@isiri.org.ir](mailto:standard@isiri.org.ir)

Website: <http://www.isiri.org>

به نام خدا

آشنایی با سازمان ملی استاندارد ایران

سازمان ملی استاندارد ایران به موجب بند یک ماده ۳ قانون اصلاح قوانین و مقررات مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران، مصوب بهمن ماه ۱۳۷۱ تنها مرجع رسمی کشور است که وظیفه تعیین، تدوین و نشر استانداردهای ملی (رسمی) ایران را به عهده دارد.

تدوین استاندارد در حوزه‌های مختلف در کمیسیون‌های فنی مرکب از کارشناسان سازمان، صاحب‌نظران مراکز و مؤسسات علمی، پژوهشی، تولیدی و اقتصادی آگاه و مرتبط انجام می‌شود و کوششی همگام با مصالح ملی و با توجه به شرایط تولیدی، فناوری و تجاری است که از مشارکت آگاهانه و منصفانه صاحبان حق و نفع، شامل تولیدکنندگان، مصرف‌کنندگان، صادرکنندگان و واردکنندگان، مراکز علمی و تخصصی، نهادها، سازمان‌های دولتی و غیردولتی حاصل می‌شود. پیش‌نویس استانداردهای ملی ایران برای نظرخواهی به مراجع ذی‌نفع و اعضای کمیسیون‌های مربوط ارسال می‌شود و پس از دریافت نظرها و پیشنهادهای در کمیته ملی مرتبط با آن رشته طرح و در صورت تصویب، به عنوان استاندارد ملی (رسمی) ایران چاپ و منتشر می‌شود.

پیش‌نویس استانداردهایی که مؤسسات و سازمان‌های علاقه‌مند و ذی‌صلاح نیز با رعایت ضوابط تعیین شده تهیه می‌کنند در کمیته ملی طرح، بررسی و در صورت تصویب، به عنوان استاندارد ملی ایران چاپ و منتشر می‌شود. بدین ترتیب، استانداردهایی ملی تلقی می‌شود که بر اساس مقررات استاندارد ملی ایران شماره ۵ تدوین و در کمیته ملی استاندارد مربوط که در سازمان ملی استاندارد ایران تشکیل می‌شود به تصویب رسیده باشد.

سازمان ملی استاندارد ایران از اعضای اصلی سازمان بین‌المللی استاندارد (ISO)<sup>۱</sup>، کمیسیون بین‌المللی الکتروتکنیک (IEC)<sup>۲</sup> و سازمان بین‌المللی اندازه‌شناسی قانونی (OIML)<sup>۳</sup> است و به عنوان تنها رابط<sup>۴</sup> کمیسیون کدکس غذایی (CAC)<sup>۵</sup> در کشور فعالیت می‌کند. در تدوین استانداردهای ملی ایران ضمن توجه به شرایط کلی و نیازمندی‌های خاص کشور، از آخرین پیشرفت‌های علمی، فنی و صنعتی جهان و استانداردهای بین‌المللی بهره‌گیری می‌شود.

سازمان ملی استاندارد ایران می‌تواند با رعایت موازین پیش‌بینی شده در قانون، برای حمایت از مصرف‌کنندگان، حفظ سلامت و ایمنی فردی و عمومی، حصول اطمینان از کیفیت محصولات و ملاحظات زیست‌محیطی و اقتصادی، اجرای بعضی از استانداردهای ملی ایران را برای محصولات تولیدی داخل کشور و/یا اقلام وارداتی، با تصویب شورای عالی استاندارد، اجباری کند. سازمان می‌تواند به منظور حفظ بازارهای بین‌المللی برای محصولات کشور، اجرای استاندارد کالاهای صادراتی و درجه‌بندی آن را اجباری کند. همچنین برای اطمینان بخشیدن به استفاده‌کنندگان از خدمات سازمان‌ها و مؤسسات فعال در زمینه مشاوره، آموزش، بازرسی، ممیزی و صدور گواهی سیستم‌های مدیریت کیفیت و مدیریت زیست‌محیطی، آزمایشگاه‌ها و مراکز واسنجی (کالیبراسیون) وسایل سنجش، سازمان ملی استاندارد این‌گونه سازمان‌ها و مؤسسات را بر اساس ضوابط نظام تأیید صلاحیت ایران ارزیابی می‌کند و در صورت احراز شرایط لازم، گواهینامه تأیید صلاحیت به آن‌ها اعطا و بر عملکرد آن‌ها نظارت می‌کند. ترویج دستگاه بین‌المللی یکاها، واسنجی وسایل سنجش، تعیین عیار فلزات گرانبها و انجام تحقیقات کاربردی برای ارتقای سطح استانداردهای ملی ایران از دیگر وظایف این سازمان است.

- 
- 1- International Organization for Standardization
  - 2- International Electrotechnical Commission
  - 3- International Organization for Legal Metrology (Organisation Internationale de Metrologie Legals)
  - 4- Contact point
  - 5- Codex Alimentarius Commission

## کمیسیون فنی تدوین استاندارد

### «فناوری نانو - مشخصه یابی نانومواد با استفاده از میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM) - روش آزمون»

#### رئیس:

میر کاظمی، سید محمد  
(دکترای مهندسی مواد)

#### سمت و/یا محل اشتغال:

عضو هیئت علمی، دانشگاه علم و صنعت ایران

#### دبیر:

سهرابی جهرمی، ابوذر  
(دکترای نانوفناوری)

مدیر عامل، شرکت راصد توسعه فناوری‌های پیشرفته

#### اعضا: (اسامی به ترتیب حروف الفبا)

آگند، روح‌اله

(کارشناسی ارشد مهندسی مواد)

اسلامی پور، الهه

(کارشناسی ارشد زیست شناسی)

پوی پوی، حسن

(کارشناسی ارشد شیمی)

رحمانی، بهنام

(کارشناسی مهندسی مواد)

کارگر، فیروز

(کارشناسی ارشد، مهندسی مواد)

گل‌زردی، سمیرا

(کارشناسی ارشد، مهندسی مواد)

میر کاظمی، سید محمد

(دکترای مهندسی مواد)

نوربخش، رویا

(فوق لیسانس سم شناسی)

کارشناس استاندارد، شرکت راصد توسعه فن‌آوری‌های پیشرفته

کارشناس، کمیته استانداردسازی ستاد ویژه توسعه فناوری نانو

دبیر کمیته استانداردسازی ستاد ویژه توسعه فناوری نانو

مسئول آزمایشگاه میکروسکوپ الکترونی، بنیاد علوم کاربردی  
رازی

مسئول آزمایشگاه میکروسکوپ الکترونی، دانشگاه تربیت مدرس

کارشناس، کمیته استانداردسازی، ستاد ویژه توسعه فناوری نانو

عضو هیئت علمی، دانشگاه علم و صنعت ایران

سازمان ملی استاندارد ایران - پژوهشگاه استاندارد پژوهشکده  
غذایی و کشاورزی

#### ویراستار:

نوربخش، رویا

(فوق لیسانس سم شناسی)

سازمان ملی استاندارد ایران - پژوهشگاه استاندارد پژوهشکده  
غذایی و کشاورزی

فهرست مندرجات

| صفحه | عنوان                                   |
|------|---|
| و    | پیشگفتار                                |
| ۱    | مقدمه                                   |
| ۲    | ۱ هدف و دامنه کاربرد                    |
| ۲    | ۲ مراجع الزامی                          |
| ۳    | ۳ اصطلاحات و تعاریف                     |
| ۱۱   | ۴ اصول کلی SEM                          |
| ۱۲   | ۵ آماده‌سازی نمونه                      |
| ۱۵   | ۵-۱ آماده‌سازی نمونه‌های فلزی           |
| ۱۵   | ۵-۱-۱ توده                              |
| ۲۴   | ۵-۱-۲ پودر                              |
| ۲۵   | ۵-۱-۳ سوسپانسیون                        |
| ۲۶   | ۵-۱-۴ کاغذ بالکی یا لایه‌های فوق نازک   |
| ۲۷   | ۵-۱-۵ لایه‌های نازک پوششی               |
| ۲۷   | ۵-۲ آماده‌سازی مواد سرامیکی و نیمه هادی |
| ۲۷   | ۵-۲-۱ توده                              |
| ۲۹   | ۵-۲-۲ پودر                              |
| ۲۹   | ۵-۲-۳ سوسپانسیون                        |
| ۲۹   | ۵-۲-۴ کاغذ بالکی یا لایه‌های فوق نازک   |
| ۲۹   | ۵-۲-۵ لایه‌های نازک پوششی               |
| ۲۹   | ۵-۳ آماده‌سازی مواد پلیمری و بیولوژیک   |
| ۲۹   | ۵-۳-۱ توده                              |
| ۳۰   | ۵-۳-۲ پودر                              |
| ۳۱   | ۵-۳-۳ امولسیون و سوسپانسیون             |
| ۳۱   | ۵-۳-۴ کاغذ بالکی یا لایه‌های فوق نازک   |
| ۳۱   | ۵-۳-۵ لایه‌های نازک پوششی               |
| ۳۱   | ۶ کالیبراسیون                           |
| ۳۱   | ۶-۱ کالیبراسیون بزرگ‌نمایی SEM          |
| ۳۱   | ۶-۱-۱ انتخاب نمونه کالیبراسیون          |

| صفحه | عنوان   |
|------|---|
| ۳۲   | ۶-۱-۲ روش آزمون                                       |
| ۳۳   | ۶-۱-۳ کالیبراسیون آنالوگ تصاویر                       |
| ۳۵   | ۶-۲ بیان نتایج  |
| ۳۷   | ۶-۳ روش تعیین عدم قطعیت اندازه‌گیری                   |
| ۳۹   | ۷ تنظیم بهینه تباین تصویر در میکروسکوپ الکترونی روبشی |
| ۳۹   | ۷-۱ مشخصه‌یابی باریکه الکترونی                        |
| ۳۹   | ۷-۲ مواد مرجع   |
| ۳۹   | ۷-۳ روش آزمون   |
| ۴۲   | ۸ بیان نتایج آزمون                                    |
| ۴۴   | پیوست الف- اندازه‌گیری ضخامت پوشش با استفاده از SEM   |
| ۴۸   | پیوست ب- تعیین ریخت‌شناسی ذرات                        |
| ۵۳   | پیوست پ- فرم گزارش‌دهی آزمون SEM                      |

## پیش‌گفتار

استاندارد «فناوری نانو - مشخصه‌یابی نانومواد با استفاده از میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM) - روش آزمون» که پیش‌نویس آن بر اساس پژوهش انجام شده تهیه و تدوین شده است، پس از بررسی در کمیسیون‌های مربوط، در سی و چهارمین اجلاس کمیته ملی استاندارد فناوری نانو مورخ ۱۳۹۵/۱۰/۶ تصویب شد. اینک این استاندارد به استناد بند یک ماده ۳ قانون اصلاح قوانین و مقررات مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران، مصوب بهمن ماه ۱۳۷۱، به عنوان استاندارد ملی ایران منتشر می‌شود.

استانداردهای ملی ایران بر اساس استاندارد ملی ایران شماره ۵ (استانداردهای ملی ایران - ساختار و شیوه نگارش) تدوین می‌شوند. برای حفظ همگامی و هماهنگی با تحولات و پیشرفت‌های ملی و جهانی در زمینه صنایع، علوم و خدمات، استانداردهای ملی ایران در صورت لزوم تجدیدنظر خواهند شد و هر پیشنهادی که برای اصلاح و تکمیل این استانداردها ارائه شود، هنگام تجدیدنظر در کمیسیون‌های مربوط مورد توجه قرار خواهد گرفت. بنابراین، باید همواره از آخرین تجدیدنظر استانداردهای ملی ایران استفاده کرد.

نتایج پژوهشی که برای تهیه و تدوین این استاندارد مورد استفاده قرار گرفته به شرح زیر است:

[۱] استاندارد ملی ایران، شماره ۱۴۰۹۵: سال ۱۳۹۰، تعیین مشخصات نانولوله‌های کربنی تک‌جداره با استفاده از

میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM) و آنالیز طیف‌سنجی پرتوی ایکس بر اساس توزیع انرژی.

[2] ISO 16700:2016, Microbeam analysis - Scanning electron microscopy -- Guidelines for calibrating image magnification, 2016.

[3] ASTM E986, Standard Practice for Scanning Electron Microscope Beam Size Characterization, Reapproved 2010.

## مقدمه

روش میکروسکوپی الکترونی روبشی (SEM) از جمله روش‌های مشخصه‌یابی است، که علاوه بر توانایی تصویربرداری از ریزساختار و ریخت‌شناسی ذرات در بزرگنمایی‌های ۱۰ الی ۱۰۰۰۰۰۰ برابر، ترکیب شیمیایی (با تحلیل طول موج یا انرژی باریکه الکترونی پس از اندرکنش با نمونه) مواد را نیز تعیین می‌نماید. این روش قدرت تفکیکی در حدود نانومتر به بالا را امکان‌پذیر می‌کند و لذا امکان مشخصه‌یابی مواد در مقیاس نانو به وسیله این میکروسکوپ فراهم است. باریکه الکترونی تابیده شده به نمونه بر اساس توپوگرافی و ترکیب شیمیایی موضعی آن ناحیه، با شدت و زوایای مشخصی دچار پراکندگی و پراش الاستیک و غیر الاستیک شده و به وسیله آشکارسازهای مختلف این تغییرات نمایان می‌شود. همچنین، این پرتوها با توجه جنس و ترکیب نمونه، با زاویه، شدت، طول موج و انرژی مشخصی منحرف می‌شوند. لذا آشکارساز دستگاه با بررسی و آنالیز طول موج (روش WDS) و یا انرژی (روش EDS) پرتوی عبوری توانایی تعیین ترکیب شیمیایی مواد را نیز دارا خواهد بود.



# فناوری نانو- مشخصه‌یابی نانومواد با استفاده از میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM)- روش آزمون

## ۱ هدف و دامنه کاربرد

هدف از تدوین این استاندارد، ارائه روش آزمون برای مشخصه‌یابی نانومواد با استفاده از میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM)، شامل مراحل آماده‌سازی نانومواد، کالیبراسیون، روش آزمون و نحوه گزارش‌دهی آزمون می‌باشد.

این استاندارد، برای انواع نانومواد، اعم از فلزی، سرامیکی، پلیمری و درحالات فیزیکی مختلف مانند کلوئیدی، توده<sup>۱</sup>، لایه نازک و پودری شکل کاربرد دارد.

## ۲ مراجع الزامی

در مراجع زیر ضوابطی وجود دارد، که در متن این استاندارد به آن‌ها ارجاع داده شده است. بدین ترتیب، آن ضوابط جزئی از این استاندارد محسوب می‌شود.

در صورتی که به مرجعی با ذکر تاریخ انتشار ارجاع داده باشد، اصلاحیه‌ها و تجدیدنظرهای بعدی آن برای این استاندارد الزام آور نیست. در مورد مراجعی که بدون ذکر تاریخ انتشار به آنها ارجاع داده شده است همواره آخرین تجدید نظر و اصلاحیه‌های بعدی برای این استاندارد الزام آور است. استفاده از مراجع زیر برای کاربرد این استاندارد، الزامی است.

۱-۲ استاندارد ملی ایران، شماره ۱۲۰۹۸: سال ۱۳۸۸، فناوری نانو- واژه‌ها، اصطلاحات و تعاریف اصلی.

۲-۲ استاندارد ملی ایران، شماره ۱۴۰۹۵: سال ۱۳۹۹، تعیین مشخصات نانولوله‌های کربنی تک‌جداره با استفاده از میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM) و آنالیز طیف‌سنجی پرتوی ایکس بر اساس توزیع انرژی.

2-3 ASTM E3 – 11, Standard Guide for Preparation of Metallographic Specimens.

2-4 ASTM E766-14, Standard Practice for Calibrating the Magnification of a Scanning Electron Microscope, 2014.

2-5 ISO 16700:2016, Microbeam analysis - Scanning electron microscopy -- Guidelines for calibrating image magnification, 2016.

2-6 ISO Guide 33, Reference materials - Good practice in using reference materials, 2014.

2-7 ASTM E986, Standard Practice for Scanning Electron Microscope Beam Size Characterization, Reapproved 2010.

2-8 ASTM B748-90, Standard Test Method for Measurement of Thickness of Metallic Coatings by Measurement of Cross Section with a Scanning Electron Microscope, Reapproved 2010.

2-9 ASTM F1372-93, Standard Test Method for Scanning Electron Microscope (SEM) Analysis of Metallic Surface Condition for Gas Distribution System Components, Reapproved 2013.

2-10 ISO TS 80004-6, Nanotechnologies -- Vocabulary -- Part 6: Nano-object characterization, 2013.

### ۳ اصطلاحات و تعاریف

در این استاندارد، اصطلاحات و تعاریف زیر به کار می‌رود:

۱-۳

#### آثار نامطلوب پوشش

##### **undesired coat effects**

تغییرات نامطلوب در ساختار نمونه و یا طیف پرتو ایکس ناشی از مشخصات ماده پوشش داده شده، بر روی نمونه به منظور رساناسازی، که ممکن است موجب اخلال در تفسیر جزئیات واقعی نمونه شود.

۲-۳

#### آنالیز نقطه‌ای

##### **point analysis**

به آنالیزی که در شرایط قرارگرفتن باریکه الکترون بر روی یک نقطه از نمونه و ثابت نگهداشتن آن در حین طیف‌سنجی روی همان نقطه به دست آید، آنالیز نقطه‌ای گویند.

۳-۳

#### ازدیاد طول

##### **elongation**

نسبت طول ذره به عرض آن است.

۴-۳

#### الکترون برگشتی

##### **backscattered electron**

الکترون پرتابی از سطح ورودی نمونه، از طریق فرآیند برگشتی است.

یادآوری ۱- طبق توافق، الکترون پرتاب شده با انرژی بیش از ۵۰ eV را می‌توان بعنوان الکترون برگشتی در نظر گرفت.

۵-۳

### الکترون ثانویه

#### secondary electron

الکترونی که از یک نمونه در نتیجه پراکندگی غیرالاستیک پرتوی اولیه الکترون به وسیله الکترون‌هایی که دارای پیوند مستحکم در سطح والانس نیستند، خارج شده است.  
یادآوری ۱- الکترون ثانویه طبق توافق انرژی کمتر از ۵۰ eV دارد.

۶-۳

### انحراف موجی شکل Y

#### Y-deflection waveform

اثر (موجی شکل) ایجاد شده بر روی یک CRT (صفحه نمایش) که از مدوله کردن CRT از طریق خروجی آشکارساز الکترونی حاصل می‌شود. تباین<sup>۱</sup> سیگنال الکترونی با تغییر در Y نشان داده می‌شود. به این روش مدولاسیون Y نیز گفته می‌شود.

۷-۳

### انبوه

#### aggregate

ذره‌ای است شامل ذرات جوش خورده با پیوندی قوی که مساحت سطح خارجی حاصل از آن می‌تواند به‌طور چشمگیری از مجموع مساحت‌های محاسبه شده برای تک تک اجزاء، کوچک‌تر باشد.  
یادآوری ۱- نیروهایی که یک انبوه را یکپارچه نگه می‌دارد، نیروهایی قوی‌مانند پیوندهای اشتراکی، نیروهای ناشی از تف-جوشی و یا گره‌خوردگی فیزیکی پیچیده هستند.  
یادآوری ۲- انبوه را «ذرات ثانویه» و ذرات منبع اصلی را «ذرات اولیه» نیز می‌نامند.

۸-۳

### اندازه توری

#### grid size

اندازه توری (طول و عرض توری) برابر است با حاصل ضرب ۱/۸۱۴ در بزرگنمایی که واحد آن بر حسب میکرومتر است. برای مثال برای بزرگنمایی ۳۵۰۰ برابر (۳۵۰۰X) به توری با اندازه ۰/۶۳۵ سانتی‌متر نیاز است.  
یادآوری- میدان دید انسان ۱/۸۱۴ میکرومتر است.

۹-۳

### اندازه ذره

#### particle size

اندازه یک بعدی ذره است که با روش اندازه‌گیری مخصوص و تحت شرایط اندازه‌گیری ویژه تعیین می‌شود. یادآوری- روش‌های گوناگون آنالیز، بر پایه اندازه‌گیری خواص فیزیکی مختلف بنا نهاده شده‌اند. صرف نظر از خواص واقعی ذره، اندازه ذره را می‌توان به عنوان یک بعد خطی و معادل با قطر کروی (ذره) در نظر گرفت.

۱۰-۳

### بخش نمونه

#### test portion

بخشی از نمونه مورد آنالیز، متشکل از مقداری ماده که برای اجرای یک روش آزمون مورد نیاز است.

۱۱-۳

### تصویر الکترون برگشتی

#### backscattered electron Image

تصویر باریکه الکترون روبشی، سیگنال‌هایی است که از آشکارساز پرتوهای برگشتی (مثال: آشکارساز سوسوزن<sup>۱</sup>، دیود حالت جامد، صفحه کانالی یا آشکارساز اورهارت-تورنلی<sup>۲</sup> با بایاس منفی) به دست آمده است.

۱۲-۳

### تصویر الکترون ثانویه

#### secondary electron Image

تصویر باریکه الکترون روبشی، سیگنال‌هایی است که از آشکارساز الکترون‌های ثانویه دریافت می‌شود. این آشکارساز به طور گزینشی شدت الکترون‌های ثانویه (با انرژی کمتر از ۵۰ eV) را اندازه می‌گیرد و به الکترون‌های برگشتی حساس نیست.

---

1- Scintillation detector  
2- Everhart-Thornley

۱۳-۳

چهارگوش

rectangular

ذره‌ای که دارای شکل مربع یا مستطیل است.

۱۴-۳

حجم آنالیز

analysis volume

حجمی از پرتوی ایکس است که پس از تولید و جذب، ساطع شده و برای آنالیز مورد استفاده قرار گرفته است. حجم آنالیز به صورت کسر مشخصی از پرتو ایکس ساطع شده از حجم برهم‌کنش بیان می‌شود (مثال: ۹۵ درصد کل).

۱۵-۳

ذره

particle

بخش کوچکی از ماده که مرز فیزیکی مشخصی دارد.  
یادآوری ۱- مرز فیزیکی را می‌توان فصل مشترک نیز تعریف کرد.  
یادآوری ۲- ذره می‌تواند به‌عنوان یک واحد حرکت کند.  
یادآوری ۳- این تعریف عمومی از ذره، برای نانوشیء نیز کاربرد دارد.

۱۶-۳

زاویه نمونه

sample angle

زاویه راستای عمود بر سطح نمونه با محور باریکه الکترونی است.

۱۷-۳

شرایط استاندارد

standard condition

شرایط استاندارد آزمون SEM به دمای صفر درجه سلسیوس و فشار ۱۰/۳ کیلوپاسکال گفته می‌شود.

۱۸-۳

شکل ذره

particle shape

شکل هندسی بیرونی یک ذره است.

۱۹-۳

طیف‌سنج پرتوی ایکس بر اساس توزیع انرژی

**energy dispersive x-ray spectroscopy**

دستگاهی برای تعیین تغییرات شدت پرتوی ایکس به صورت تابعی از انرژی تابش شده است.

۲۰-۳

طیف‌سنجی پرتوی ایکس بر اساس توزیع انرژی

**energy dispersive x-ray spectroscopy**

نوعی از طیف‌سنجی پرتوی ایکس است که در آن انرژی تک تک فوتون‌ها اندازه‌گیری می‌شود و برای ساختن یک هیستوگرام رقمی، نشان‌دهنده توزیع پرتوی ایکس بر حسب انرژی، به کار می‌رود.

۲۱-۳

عمق آنالیز

**analysis depth**

حداکثر عمقی را گویند که از آن پرتوی ایکس ساطع می‌شود. حجم برهم‌کنش که از آن یک درصد (مثال: ۹۵ درصد کل) از پرتوهای ایکس، بعد از تولید و جذب ساطع شده است.

۲۲-۳

فاصله کاری

**working distance**

فاصله بین سطح نمونه و سطح زیرین عدسی شیئی است.

۲۳-۳

قطر فِرت

**feret diameter**

متوسط فاصله میان جفت خطوط مماس بر مرز یک ذره است.

۲۴-۳

کلوخه

**agglomerate**

مجموعه‌ای از ذرات با اتصال سست یا انبوهه‌ها یا مخلوط‌هایی دوتایی است که مساحت سطح خارجی منته‌جه آن مشابه مجموع مساحت‌های سطح تک تک اجزاء باشد.

یادآوری ۱- نیروهایی که کلوخه را یکپارچه نگه می‌دارند، نیروهایی ضعیف‌اند مانند واندروالس و همینطور گره‌خوردگی فیزیکی ساده.

یادآوری ۲- کلوخه‌ها را ذرات ثانویه نیز می‌نامند.

۲۵-۳

میزان گرد بودن

**roundness**

معیاری که نزدیکی یک شیء به شکل دایره‌ای را بیان می‌کند.

۲۶-۳

سوسپانسیون

**suspension**

مخلوط ناهمگنی از مواد، شامل یک مایع و ماده جامدی که به خوبی در آن پراکنده شده باشد.

۲۷-۳

میکروآنالیز به‌وسیله باریکه الکترون

**electron probe microanalysis (EPMA)**

روشی که در آن آنالیز عنصری با تفکیک فضایی بالا انجام می‌گیرد. روش مذکور مبتنی بر طیف‌سنجی پرتوی ایکس ناشی از الکترون برانگیخته است به‌طوری‌که یک باریکه الکترون برانگیخته به صورت متمرکز با نمونه برهم‌کنش داشته و پرتوی ایکس ساطع شده از حجم برهم‌کنش در ابعاد میکرومتری و زیر میکرومتری طیف‌سنجی شده و آنالیز عنصری انجام می‌شود.

۲۸-۳

ناحیه آزمون

**test area**

مکانی مشخص در سطح نمونه در بخش آزمون است که برای آزمون در نظر گرفته شده و به وسیله تنظیمات بزرگنمایی SEM تعیین می‌شود.

۲۹-۳

نانوساختار

**nanostructured**

ویژگی یک ماده، که ساختار درونی یا سطحی آن نانومقیاس است.  
(برگرفته شده از استاندارد ملی ایران، شماره ۱۲۰۹۸: سال ۱۳۸۸)

۳۰-۳

**نانولوله کربنی**

**carbon nanotube**

نانولوله‌ای که از کربن تشکیل شده است (نانولوله‌ای از کربن).  
(برگرفته شده از استاندارد ملی ایران، شماره ۱۲۰۹۸: سال ۱۳۸۸)

۳۱-۳

**نانوماده**

**nanomaterial**

ماده‌ای که نانوشیء یا نانو ساختار است.  
(برگرفته شده از استاندارد ملی ایران، شماره ۱۲۰۹۸: سال ۱۳۸۸)

۳۲-۳

**اندازه شناسی در مقیاس نانو**

**nanometrology**

علم اندازه‌گیری خواص نانومقیاس است.  
یادآوری- خواص نانومقیاس می‌توانند به وسیله روبشگرهای بزرگتر از ۱۰۰ nm اندازه‌گیری شوند.  
(برگرفته شده از استاندارد ملی ایران، شماره ۱۲۰۹۸: سال ۱۳۸۸)

۳۳-۳

**نانومقیاس**

**nanoscale**

محدوده اندازه از تقریباً ۱ nm تا ۱۰۰ nm است.  
یادآوری- خواصی را که لزوماً از اندازه بزرگتر به کوچک‌تر نمی‌توان برون‌یابی کرد و برای چنین خواصی، این حدود اندازه، تقریبی است.

(برگرفته شده از استاندارد ملی ایران، شماره ۱۲۰۹۸: سال ۱۳۸۸)



۳-۳۴

نسبت منظری

**aspect ratio "AR"**

نسبت قطر بزرگ به قطر کوچک در یک ذره است، که می‌تواند هنگامی که محور بزرگ از مرکز یک ذره عبور نمی‌کند مورد استفاده قرار گیرد.  
یادآوری- محور بزرگ، بزرگترین محور بیضی منطبق شده بر ذرات غیرکروی است.

۳-۳۵

نشانگر مقیاس

**scale bar**

**scale marker**

خطی بر روی تصویر که نشانگر طول واقعی بر روی تصویر است.

۳-۳۶

نمونه میدانی

**general analysis sample**

نمونه انتخابی از محموله تولیدی یا ماده‌ای است که نیاز به مشخصه‌یابی دارد.

۳-۳۷

نمونه آزمایشگاهی

**laboratory sample**

نمونه کوچکتري<sup>۱</sup> از نمونه میدانی است که تحت مراحل آماده‌سازی مشخص (به طور مثال خشک کردن و غیره) در آزمایشگاه قرار گرفته است.

۳-۳۸

نمونه آزمون

**test sample**

بخشی از یک نمونه آزمایشگاهی است که دارنده اندازه اسمی معادل چند میلی‌متر یا جرمی معادل چند ده میلی‌گرم دارد و برای تعدادی آنالیز فیزیکی و شیمیایی استفاده می‌شود.

۳-۳۹

ولتاژ شتاب

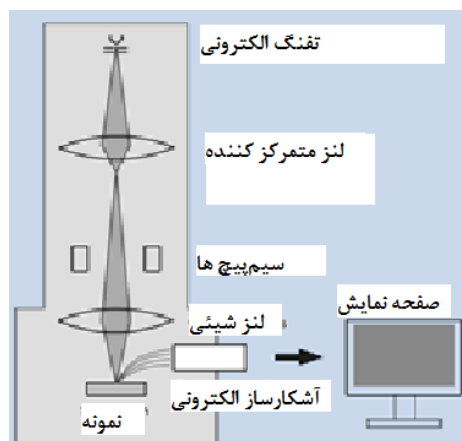
**acceleration voltage**

1- Sub-Sample

اختلاف ولتاژی است که بین رشته<sup>۱</sup> و آند برای شتاب دادن به الکترون‌های ساطع شده از منبع اعمال می‌شود.

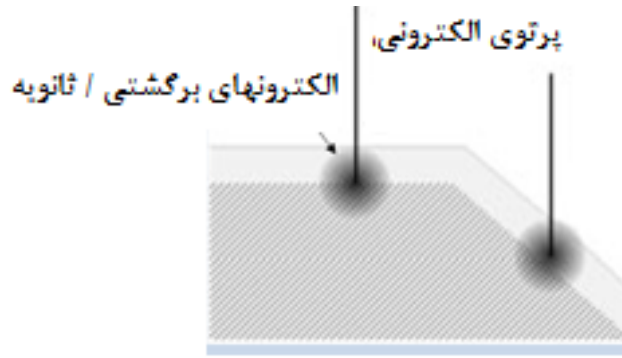
#### ۴ اصول کلی SEM

در میکروسکوپ الکترونی روبشی، باریکه الکترونی که دارای گستره وسیع انرژی از چند صد الکترون ولت تا ۳۰ کیلو الکترون ولت است به وسیله یک لنز الکترومغناطیس بر روی نقطه ای با قطر  $0/4$  نانومتر تا ۵ نانومتر متمرکز می‌شود. پس از آن پرتو از بین جفت سیم پیچ‌های روبشی الکترونی یا جفت صفحات منحرف کننده از میان آخرین لنز عبور کرده و در راستای x و y منحرف می‌شود (طبق شکل ۱). پرتوی متمرکز شده به صورت خط به خط سطح مستطیلی شکل از نمونه را روبش می‌کند (طبق شکل ۲). زمانی که باریکه الکترونی اولیه با نمونه برخورد می‌کند، الکترون‌ها با پراکنش اتفاقی و تکراری داخل نمونه و جذب، در حجم گلابی شکل<sup>۲</sup> از نمونه (حجم برهمکنش طبق شکل ۳)، انرژی خود را از دست داده و به عمق ۱۰۰ نانومتر تا حدود ۵ میکرون از سطح نفوذ می‌کنند. اندازه حجم برهمکنش وابسته به انرژی الکترون‌ها در لحظه برخورد با نمونه، عدد اتمی نمونه و دانسیته نمونه دارد. تبادل انرژی بین باریکه الکترونی و نمونه منجر به برگشت الکترون‌های پراانرژی از طریق پراکندگی الاستیک، انتشار الکترون‌های ثانویه از طریق پراکندگی غیرالاستیک و انتشار پرتو الکترومغناطیسی می‌شود، که هر کدام از آن‌ها به وسیله آشکارساز مخصوص به خود قابل شناسایی هستند. علاوه بر این، جریان الکتریکی پرتوی جذب شده به وسیله نمونه نیز قابل تشخیص بوده و می‌تواند برای ایجاد تصاویری از توزیع جریان نمونه به کار رود.

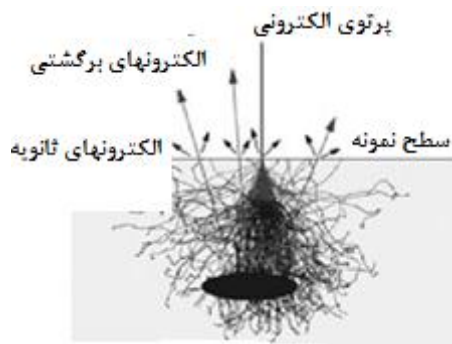


شکل ۱- تجهیزات دستگاه SEM

- 1- Filament
- 2- Droplet



شکل ۲- نحوهٔ روبش سطح



شکل ۳- حجم پراش

## ۵ آماده‌سازی نمونه

در انتخاب نمونه نهایی برای بررسی آزمونه<sup>۱</sup> از روش‌های آماری و نمونه‌برداری سیستماتیک<sup>۲</sup> از سطح نمونه میدانی<sup>۳</sup> استفاده می‌شود. به صورت متداول این روش نمونه‌گیری کاملاً منطبق بر قوانین انتخاب یک جامعه آماری است. قطر محل قرار گرفتن نمونه می‌تواند از ۱۰ میلی‌متر الی ۲۵ میلی‌متر باشد. بهتر است برای مشخصه‌یابی نمونه‌های بزرگ، به روش سیستماتیک بین یک الی پنج نمونه روی یک نگهدارنده SEM قرار داده شود. ناحیه آزمونه برای هر نمونه آنالیز بین سه تا پنج نقطه انتخاب می‌شود. سه نقطه ذکر شده باید روی سطح نمونه تشکیل یک مثلث دهند. در صورت نیاز نقطه چهارم به گونه‌ای انتخاب شود که شکل صفحه‌ای نقاط به صورت لوزی یا دوزنقه شود و نقطه پنجم در بین این نقاط انتخاب می‌شود. طبق استاندارد ASTM F1877، بزرگنمایی SEM متناسب با اندازه ذرات و مطابق جدول ۱ توصیه می‌شود:

- 
- 1- Specimen
  - 2- Systematic Sampling
  - 3- Sample

جدول ۱- بزرگنمایی پیشنهادی SEM متناسب با اندازه ذرات

| بزرگنمایی | محدوده اندازه ذرات<br>(میکرومتر) |
|-----------|----------------------------------|
| ۱۰۰۰۰۰۰   | ۰/۰۰۱-۰/۰۱                       |
| ۱۰۰۰۰۰    | ۰/۰۱-۰/۱                         |
| ۱۰۰۰۰     | ۰/۱-۱                            |
| ۱۰۰۰      | ۱-۱۰                             |
| ۱۰۰       | ۱۰-۱۰۰                           |

میکروسکوپ الکترونی روبشی بر مبنای نحوه عملکرد و آنالیز دستگاهی، به همراه آنالیزگر<sup>۱</sup> الحاقی برای آنالیز عنصری استفاده می شود. تقسیم بندی بر اساس نوع جنس بیشترین مواد تشکیل دهنده می تواند یکی از پر کاربردترین آنها در این حوزه باشد. این دسته بندی به شکل ذیل ارائه می شود:

۱- فلزی

۲- سرامیکی و نیمه هادی

۳- پلیمری، کربنی و زیستی

هدف از بررسی و آنالیز نانومواد با این روش، مشخصه یابی ریخت شناسی<sup>۲</sup> و عنصری این مواد است.

نمونه های ارائه شده معمولاً یکی از حالت های فیزیکی زیر را دارا هستند:

- امولسیون، کلوئید<sup>۳</sup> یا سوسپانسیون<sup>۴</sup> مانند سل<sup>۵</sup> نانوذرات سیلیس یا تیتانیا یا امولسیون نانوذرات نقره در آب؛
- پودر<sup>۶</sup> مانند پودر کربن فعال یا کاتالیست نانو اکسید روی؛
- لایه نازک پوششی<sup>۷</sup> مانند پوشش چند لایه مغناطیسی کبالت-نیکل-مس یا نانوپوشش خود تمیز شونده تیتانیا؛
- لایه فوق نازک یا کاغذ بالکی<sup>۱</sup> مانند کاغذ بالکی نانو لوله های کربنی یا کاغذ بالک گرافن؛

- 
- 1- Analyzer
  - 2- Morphology
  - 3- Emulsion, colloid
  - 4- Suspension
  - 5- Sol
  - 6- Powder
  - 7- Thin film coating

- بالک یا توده<sup>۲</sup> مانند نانو کامپوزیت پلیمر (برای مثال نانو رُس پلی پروپیلن) یا نانو ساختار فلزی (برای مثال آلومینیم شدیداً تغییر شکل یافته<sup>۳</sup>) و یا یک بافت زنده عمل آوری شده<sup>۴</sup> با نانوذرات؛

موارد کلی که باید در آماده‌سازی نانومواد لحاظ شود، در استاندارد BSI PAS 139:2012 ذکر شده است. این موارد شامل ملاحظات مربوط به سه دسته<sup>۵</sup> «پایداری زمینه<sup>۵</sup>»، «پایداری نانوشیء» و «نگهداری و حمل و نقل» می باشد.

موارد مربوط به پایداری زمینه عبارتند از:

- جلوگیری از خروج و یا نفوذ گاز یا ترکیبات فرار؛
  - افزایش تلاطم جهت کاهش کلوخه‌ای شدن. برای مثال: آماده‌سازی نانومواد با حمام فراصوت؛
  - جلوگیری از تغییرات دمایی (ممکن است در شیمی-فیزیک ماده و وضعیت کلوخه‌ای شدن، pH و فعالیت میکروبیولوژیکی تغییر ایجاد شود)؛
  - جلوگیری و به حداقل رساندن مواجهه<sup>۶</sup> نمونه با نور (مواجهه با نور ممکن است موجب اکسایش نوری<sup>۶</sup> ماده و فرآیندهای فوتوسنتز شود)؛
- پایداری نانوشیء نیز با توجه به اتصال آن به زمینه شامل موارد زیر است:
- جلوگیری از هدررفت نانومواد و جذب سطحی آنها با دیواره‌های ظروف نمونه‌گیری؛
  - جلوگیری از هدررفت نانومواد در اثر انحلال، به ویژه برای نانوآکسیدهایی مانند اکسید روی و نقره که انحلال سریعی دارند؛
  - جلوگیری از آلوده شدن نمونه طی فرآیند نمونه‌گیری؛

با توجه به حساسیت‌های ذکر شده در بالا، "به حداقل رساندن زمان بین نمونه‌گیری<sup>۷</sup> و آماده‌سازی نمونه<sup>۸</sup>" مهمترین ملاحظه در نگهداری و حمل و نقل نانوآشیاء از مرحله آماده‌سازی تا مرحله آزمون است. بنابراین

- 
- 1- Bulky paper, ultrathin films
  - 2- Bulk
  - 3- Severe plastic deformed (SPD) aluminium
  - 4- Treated
  - 5- Matrice
  - 6- Photo-oxidation
  - 7- Sampling
  - 8- Sample preparation

پایدارسازی و آماده‌سازی نمونه باید همزمان با نمونه‌گیری انجام شود. برای پایدارسازی نباید از مواد پایدارکننده استفاده کرد. عامل بعدی کاهش دما در ذخیره‌سازی است که موجب کاهش کلوخه‌ای شدن و فعالیت بیولوژیکی می‌شود. همچنین نباید نمونه در مکان تاریک نگهداری شود. در جابه‌جایی نیز باید از تلاطم بیش از حد که موجب تغییر وضعیت آن می‌شود جلوگیری کرد.

## ۱-۵ آماده‌سازی نمونه‌های فلزی

### ۱-۱-۵ توده

اگر هدف، بررسی سطح رویی نمونه آزمایشگاهی باشد، تصویربرداری و آنالیز تصویر از سطح انجام می‌شود و اگر هدف بررسی ریزساختار داخلی نمونه باشد، نمونه باید شکسته شود و اصطلاحاً شکست‌نگاری<sup>۱</sup> انجام گیرد یا سطح مقطع نمونه مورد تصویربرداری قرار گیرد. شکستن نمونه‌های فلزی در آزمایشگاه به وسیله دستگاه‌های کشش می‌تواند صورت پذیرد. در صورتی که فلز از چقرمگی<sup>۲</sup> و انعطاف پذیری بالایی برخوردار باشد شکست آن باید پس از غوطه‌وری نمونه در نیتروژن مایع بین دو فک انجام شود. تهیه آزمونه<sup>۳</sup> آزمایشگاهی از نمونه اولیه به وسیله دستگاه‌های برش متداول مانند: برش با تیغه‌های الماسه یا کاربرد تنگستن انجام می‌شود.

در صورتی که یک ریخت‌شناسی خاص که در پستی بلندی‌های سطح نهفته است مانند: شکست نگاری و ردیابی مسیر عبور ترک از داخل ساختار نمونه، مد نظر باشد، روی نمونه نباید فرآیند پرداخت کاری<sup>۳</sup> انجام شود. در غیر اینصورت توصیه می‌شود برای ارائه تصویر مناسب از سطوح، روی نمونه‌ها فرآیند پرداخت کاری انجام شود. علت این امر، حساس بودن آشکارسازهای الکترون‌های ثانویه (SE) الکترون‌های برگشتی (BSE) و پرتو ایکس (EDS/WDS) به پستی بلندی‌های سطح نمونه است زیرا در حالت تصویربرداری نقاط روشنتر در یک نمونه با پستی بلندی‌های زیاد به معنای فاصله کمتر نسبت به آشکارساز و در نتیجه رؤیت قله‌های بلند روی سطح نمونه است. در این شرایط روی نمونه‌ها باید فرآیند متالوگرافی انجام شود.

### ۱-۱-۱-۵ آماده‌سازی نمونه‌های متالوگرافی

#### ۱-۱-۱-۱-۵ انتخاب موقعیت آزمونه از نمونه

روش پیشنهادی جهت متالوگرافی مواد در استاندارد ASTM E3 – 11 ذکر شده است. طبق این استاندارد، بررسی‌های متالوگرافی شامل سه دسته کلی «مطالعات و بررسی‌های کلی و رایج»، «بررسی علل تخریب و شکست‌نگاری» و «مطالعات پژوهشی» می‌شود. برای دسته اول، آزمونه باید از قسمتی از نمونه که بیشترین تغییرات ساختاری را دارد، تهیه شود. در مطالعات شکست، آزمونه باید تا حد امکان از نزدیک‌ترین نقطه به

1- Fractography  
2- Toughness  
3- Polishing

محل شروع ترک تهیه شود. برای تهیه نمونه مطالعات پژوهشی، علاوه بر مورد فوق باید شرایط روش تحقیق و آزمایش را مد نظر قرار داد.

#### ۵-۱-۱-۱-۲ تعیین هندسه نمونه

برای قطعات ریختگی، یک برش عمود بر صفحه نمونه زده می شود تا تغییرات ریزساختاری از خارج به داخل نمونه را نشان دهد.

برای آماده سازی نمونه های کار شده<sup>۱</sup> نیز بهتر است که نمونه گیری از دو مقطع طولی و عرضی به گونه ای انجام شود که سطح نمونه به موازات سطح قطعه باشد.

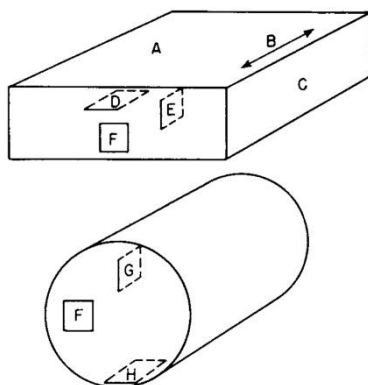
در قطعات اکستروژنه<sup>۲</sup> شده مانند سیم یا میله توصیه می شود نمونه از یک مقطع طولی گذرنده از محور نمونه تهیه شود، شکل ۴ مقاطع شرح داده شده را نشان می دهد.

معمولاً از مقاطع عرضی (تهیه شده در راستای عمود بر محور نمونه) برای بررسی موارد ذیل استفاده می شود:

- مشاهده تغییرات ریزساختاری از سطح به مرکز و همچنین توزیع ناخالصی در مقطع
  - سطح مواد فولادی کربن زدایی شده
  - عمق خوردگی<sup>۳</sup>
  - عمق عیوب سطحی (به طور مثال: ترک های سطحی)
  - ضخامت و ریزساختار پوشش ها
- از مقاطع طولی (تهیه شده در راستای موازی با محور نمونه) نیز برای بررسی موارد زیر استفاده می شود:
- میزان آخال در فولاد
  - میزان تغییر شکل پلاستیک با توجه به کرنش دانه ها
  - حضور یا عدم حضور نوارهای مشخص در نمونه
  - ریزساختار حاصل ایجاد شده از هر گونه فرآیند حرارتی
- موقعیت نمونه همواره باید در گزارش ذکر شود. روش انتخاب موقعیت نمونه با توجه به استاندارد در شکل ۴ نشان داده شده است.

---

1- Worked  
2- Extruded  
3- Corrosion depth



راهنما:

- A: سطح نورد شده
- B: جهت نورد
- C: لبه نورد
- D: مقطع صفحه‌ای
- E: مقطع طولی عمود بر سطح نورد
- F: مقطع عرضی
- G: مقطع طولی شعاعی
- H: مقطع طولی مماسی

#### شکل ۴- روش پیشنهادی برای تعیین موقعیت آزمون برای درج در گزارش

#### ۵-۱-۱-۱-۳ اندازه آزمون

بهتر است قطر آزمون‌های متالوگرافی بیش از ۱۲ تا ۲۵ میلی‌متر مربع نباشد. ارتفاع این آزمون‌ها نیز باید در حد متعارف برای نگهداری نمونه در حین پرداخت کاری<sup>۱</sup> باشد. آماده‌سازی آزمون‌هایی که بیش از اندازه بزرگ باشند دشوار است. همچنین آزمون‌های بسیار کوچک نیز باید مانند<sup>۲</sup> شوند تا سطح آن‌ها به حد مورد نیاز برای مطالعه با میکروسکوپ برسد.

#### ۵-۱-۱-۱-۴ برش نمونه

سه روش کلی برای برش مواد وجود دارد:

- ارّه کردن: می‌تواند دستی یا با ماشین انجام شود. این روش برای مواد با سختی کمتر از ۳۵۰ ویکرز به کار می‌رود. سطح ارّه شده بسیار زیر و دارای سیلان پلاستیک<sup>۳</sup> در اطراف خود است که باید در مراحل بعدی آماده‌سازی (سمباده‌زنی و پرداخت)، با دقت و به طور کامل از بین رود.

1- Polish  
2- Mount  
3- Plastic flow



- تیغه برش ساینده: این روش از ارّه کردن، سرعت بالاتری دارد. کیفیت برش حاصل از این روش به جنس تیغه و ماده، نوع روغن کار و همچنین شرایط سرمایشی برش بستگی دارد. لذا برای برش نمونه نرم از تیغه نرم و برای برش مواد سخت از تیغه سخت استفاده می‌شود. این روش برای نمونه‌های با سختی بیش‌تر از ۳۵۰ ویکرز به کار می‌رود. جنس تیغه‌های مورد استفاده برای تهیه نمونه‌های گوناگون در جدول ۲ ذکر شده است.
- برش: در این روش نمونه بین دو تیغه بریده (قیچی) می‌شود. از برش برای تهیه نمونه از برخی سیم‌ها، ورق‌ها، صفحات و یا میله‌ها استفاده می‌شود.

یادآوری- گاهی برای برش برخی از نمونه‌ها از ابزار برش دقیق‌تری مانند وایرکات<sup>۱</sup> یا واترجت<sup>۲</sup> نیز استفاده می‌شود.

جدول ۲- جنس تیغه‌های مورد استفاده برای برش مواد گوناگون

| قدرت اتصال     | اتصال <sup>۳</sup> | ذرات ساینده                    | نمونه                  | سختی<br>(بر حسب ویکرز) |
|----------------|--------------------|--------------------------------|------------------------|------------------------|
| سخت            | P یا R             | SiC                            | غیر آهنی (آلومنیوم-مس) | $300 \geq$             |
| تقریباً سخت    | P یا R             | SiC                            | غیر آهنی (تیتانیوم)    | $400 \geq$             |
| سخت            | P یا R             | Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> | آهنی نرم               | $400 \geq$             |
| تقریباً سخت    | P یا R             | Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> | آهنی نیمه نرم          | $500 \geq$             |
| متوسط          | P یا R             | Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> | آهنی نیمه سخت          | $600 \geq$             |
| تقریباً نرم    | P یا R,R           | Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> | آهنی سخت               | $700 \geq$             |
| نرم            | P یا R,R           | Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> | آهنی بسیار سخت         | $800 \geq$             |
| سخت            | P یا M             | CBN <sup>۴</sup>               | آهنی شدیداً سخت        | $800 \leq$             |
| بسیار سخت      | P یا M             | الماس                          | سرامیکهای بسیار ترد    |                        |
| فوق‌العاده سخت | M                  | الماس                          | سرامیکهای نرم‌تر       |                        |
|                | فنولیک: P          | پلاستیک: R                     | رزین و پلاستیک: R,R    | فلز: M                 |

1- Wire-cut  
 2- Water-jet  
 3- Bond  
 4- Cubic Boron Nitride

۵-۱-۱-۵ تمیزی

نمونه باید عاری از هرگونه آلودگی اعم از چربی، روغن، گریس و مواد باقیمانده حاصل از فرآیند برش باشد. آلودگی را معمولا با استفاده از حلال‌های آلی و یا فراصوت از بین می‌برند. هر نوع پوشش سطحی، قبل از بررسی فلز پایه باید از روی سطح حذف شود. حذف پوشش می‌تواند با انحلال در اسید سرد (نیتریک اسید ۱/۴۲ گرم بر لیتر)، سولفوریک اسید رقیق و یا هیدروکلریک اسید رقیق انجام شود. هنگام کار با نیتریک اسید باید از گرم شدن آن جلوگیری شود. این کار با قرار دادن محفظه تمیزکننده در آب سرد انجام می‌شود. همچنین می‌توان از خوردگی و یا اکسیداسیون سطوح نیز برای تمیز کردن سطح آن استفاده کرد. (طبق جدول ۳).

جدول ۳- مواد مورد استفاده برای تمیز کردن نمونه‌ها

| مواد استفاده   | ماده   |
|--|--|
| نمونه را بمدت ۱ الی ۱۵ دقیقه در محلول فرو ببرید. این روش برای فولادها مناسب است.   | هیدروکلریک اسید ۶ نرمال<br>۲ گرم بر لیتر هگزامتیلن تترامین <sup>۱</sup>                                |
| محلول در محلول تازه تهیه شده را و بمدت ۳۰ ثانیه در دستگاه تمیزکننده فراصوت استفاده کنید.   | ۳ میلی لیتر هیدروکلریک اسید<br>۴ میلی لیتر ۲-بوتین-۱، ۴ دیول <sup>۲</sup><br>۵۰ میلی لیتر آب           |
| نمونه را ابتدا دو دقیقه با الکل و سپس ۲ دقیقه در حمام این اسید فراصوت کنید.  | ۴۹ میلی لیتر هیدروکلریک اسید<br>۲ میلی لیتر رودین-۵۰ <sup>۱</sup><br>۴۹ میلی لیتر آب                   |
| نمونه داخل محلول زنگ‌زدا زیر هود قرار گرفته و با چگالی جریان ۱۰۰ میلی لیتر بر سانتی متر مربع و مدت زمان ۱۵ دقیقه مورد فرآیند الکتروپوشش قرار می‌گیرد. <sup>۴</sup>   | ۶ گرم سدیم سیانید <sup>۲</sup><br>۶ گرم سدیم سولفات <sup>۳</sup><br>۱۰۰ میلی لیتر آب مقطر              |
| این محلول در دمای تا ۳۰ درجه سلسیوس استفاده شود.   | ۱۰ گرم آمونیوم سیترات <sup>۵</sup><br>۱۰۰ میلی لیتر آب مقطر  |
| این محلول برای اکسیدزدایی از آلیاژهای آلومنیوم توصیه می‌شود.   | ۷۰ میلی لیتر اورتوفسفریک اسید <sup>۶</sup><br>۳۲ گرم کرومیک اسید <sup>۷</sup><br>۱۳۰ میلی لیتر آب مقطر |
| در چگالی جریان ۲۵۰ میلی آمپر بر سانتیمتر مربع و مدت زمان بیش از ۱ دقیقه با استفاده از کاند پلاتینی برای زدودن محصولات اکسیدی استفاده شود. سپس ۱ دقیقه در محفظه فراصوت شود. این چرخه به تعداد لازم تکرار شود. فرآیند زیر هود انجام شود. | ۲۲۶/۸ گرم پودر اندوکس <sup>۸</sup><br>۱ لیتر آب مقطر سرد   |

1- Rodine-50 inhibitor

2- Sodium cyanide

3- Sodium sulfate

۴- با استفاده از دستگاه پتانسیو استات/ گالوانو استات که نمونه آند و کاتد هم از جنس پلاتین است.

5- Ammonium citrate

6- Orthophosphoric acid

7- Chromic acid

8- Endox214 Powder

۵-۱-۱-۱-۶-مانت کردن<sup>۳</sup>

معمولا برای بررسی میکروسکوپی نمونه‌های کوچک، ترد و دارای شکل نامتقارن، آنها را مانت می‌کنند. آزمون ممکن است به صورت مانت مکانیکی، مانت پلاستیک و یا تلفیقی از دو حالت فوق مانت شوند.

1- Hexamethylene tetramine

2- 2-butyne-1, 4 dilol inhibitor

3- Mounting

#### ۵-۱-۱-۱-۶-۱ مانیت مکانیکی

آزمونه‌های ورقه‌ای شکل را می‌توان با چسباندن و محکم کردن به یک نگهدارنده ثابت نگاه داشت. اتصال آزمونه‌ها به یکدیگر به وسیله نگهدارنده باید به گونه‌ای باشد که باقیمانده مواد پرداخت و اچ<sup>۱</sup> در میان آنها قرار نگیرد. برای جلوگیری از این پدیده (به ویژه در آزمونه‌هایی که سطح ناهموار دارند) می‌توان از پُرکننده‌های<sup>۲</sup> نرم‌تری برای پر کردن درز میان آزمونه‌ها استفاده کرد. مواد پُرکننده باید به گونه‌ای باشند، که حین اچ کردن با آزمونه واکنش ندهند. تکه‌های کوچک پلاستیک، سرب و یا مس از رایج‌ترین مواد پُرکننده هستند.

در روش دیگر، ممکن است نمونه، قبل از قرار گرفتن روی گیره، با لایه از رزین پوشش داده شود تا جذب مواد پرداخت و اچ را به حداقل برساند.

مس برای اچ کردن نمونه‌های فولادی کاربرد زیادی دارد زیرا محلول اچ فولاد موجب خوردگی مس نمی‌شود. جنس گیره نیز باید از ماده‌ای باشد که ترکیب مشابهی با آزمونه داشته و به گونه‌ای باشد که در هنگام اچ، خورده نشود. همچنین گیره ترجیحاً باید دارای سختی مشابه با نمونه باشد تا افت لبه<sup>۳</sup> آزمونه را به حداقل برساند.

برای استفاده از گیره باید احتیاط زیادی به خرج داد. استفاده از فشار بیش از حد، ممکن است موجب تخریب آزمونه‌های نرم شود.

#### ۵-۱-۱-۱-۶-۲ مانیت پلاستیک

مانیت پلاستیک شامل دو نوع فشاری<sup>۴</sup> و ریختنی<sup>۵</sup> است. ترکیب مانیت، میزان افت لبه<sup>۶</sup> آزمونه حین سمباده‌زنی و پرداخت را تعیین می‌کند. هر مانیت معمولاً از دو جزء اصلی رزین و سخت کننده<sup>۶</sup> تشکیل می‌شود.

#### ۵-۱-۱-۱-۶-۳ مانیت فشاری گرم

چهار نوع پلاستیک رایج جهت مانیت فشاری در جدول ۴ مشاهده می‌شوند. این نوع مانیت در دمای ۱۴۰ تا ۱۸۰ درجه سلسیوس و تحت فشار ۲۷ تا ۳۰ مگاپاسکال انجام می‌شود. بهترین شرایط مانیت وقتی پدید می‌آید که نمونه تمیز و خشک بوده و بعد از فرآیند مانیت گرم نمونه و مانیت تا زیر دمای ۴۰ درجه سلسیوس سرد شود تا نمونه و مانیت از هم جدا شود.

- 
- 1- Polishing materials or Etchants
  - 2- Filler
  - 3- Rounding of the edges
  - 4- Compression
  - 5- Castable
  - 6- Hardner

جدول ۴- چهار نوع پلاستیک رایج جهت مانیت فشاری گرم

| نام ماده                    | مشخصات   |
|-----------------------------|--|
| آکرلیک <sup>۱</sup>         | گرماسخت <sup>۲</sup> ، زمان گیرش <sup>۳</sup> ۱۰ دقیقه تا ۱۵ دقیقه، شفاف، انقباض معمولی، مقاومت سایش کم، با محلول اچ گرم تجزیه می‌شود. |
| دی الیل فتالات <sup>۴</sup> | گرماسخت، زمان گیرش ۵ دقیقه تا ۱۰ دقیقه، مات، کمترین حد انقباض، مقاومت سایش معمولی، مقاومت در برابر محلول اچ خوب در برابر محلول‌های اچ  |
| اپوکسی <sup>۵</sup>         | گرماسخت، زمان گیرش ۵ دقیقه تا ۱۰ دقیقه، مات، انقباض بسیار کم، مقاومت سایش بالا، مقاومت خوب به محلول‌های اچ.                            |
| فنولیک <sup>۶</sup>         | گرماسخت، زمان گیرش ۵ دقیقه تا ۱۰ دقیقه، مات، انقباض معمولی، مقاومت سایش معمولی، در محلول اچ گرم تخریب می‌شود.                          |

- 1- Acrylic
- 2- Thermoplastic
- 3- Cure time
- 4- Diallyl phthalate
- 5- Epoxy
- 6- Phenolic

۵-۱-۱-۱-۱-۶-۴ مانیت ریختنی

این مانیت‌ها معمولاً از چند جزء تشکیل شده‌اند که قبل از مصرف ترکیب شده و در دمای اتاق استفاده می‌شوند. البته گاهی به اعمال فشار و دمای بالاتر نیز نیاز است. چهار نوع پلاستیک مورد استفاده در مانیت ریختنی در جدول ۵ ذکر شده است.

جدول ۵- چهار نوع پلاستیک مورد استفاده در مانیت ریختنی

| نام ماده                        | مشخصات  |
|---------------------------------|---|
| آکرلیک                          | زمان گیرش ۸ دقیقه تا ۱۵ دقیقه، گیرش بیشینه در ۹۰ الی ۱۲۰ درجه سلسیوس، انقباض معمولی، مقاومت سایش کم، مات        |
| پلی استر<br>آکرلیک <sup>۱</sup> | زمان گیرش ۸ دقیقه تا ۱۵ دقیقه، گیرش بیشینه در ۹۰ الی ۱۲۰ درجه سلسیوس، انقباض بسیار کم، مقاومت سایش بالا، مات    |
| پلی استر <sup>۲</sup>           | زمان گیرش ۳۰ دقیقه تا ۶۰ دقیقه، گیرش بیشینه در ۹۰ الی ۱۲۰ درجه سلسیوس، انقباض بالا، مقاومت سایش معمولی، شفاف    |
| اپوکسی                          | زمان گیرش ۰.۵ ساعت الی ۲ ساعت، انقباض بسیار کم، اتصال خوب، تولید گرمای کم، مقاومت سایش معمولی، شفاف، گرانبوی کم |

- 1- Polyester-acrylic
- 2- Polyester

#### ۵-۱-۱-۱-۱-۵ مانت نمونه‌های متخلخل

مانت نمونه‌های متخلخل باید در خلاء انجام شود تا حفرات با مواد مانت پر شده و از نشت و آلودگی آن جلوگیری شود. برای تزریق رزین به قالب مانت می‌توان از قیف استفاده کرد (ترجیحاً با گرانبوی کم‌تر). فشار داخل محفظه باید بالاتر از فشار بخار سخت کننده باشد تا از تبخیر شدن سخت کننده جلوگیری شود.

#### ۵-۱-۱-۱-۷ آّبکاری آزمونه<sup>۱</sup>

در برخی موارد لازم است که لبه‌های نمونه مورد بررسی قرار بگیرند. لذا برای اینکه لبه‌ها به خوبی محافظت شوند، قبل از سمباده‌زنی و پرداخت آنرا با استفاده از محلول‌های الکترولیز آّبکاری می‌کنند. برای اطمینان از اتصال کامل باید سطح نمونه کاملاً تمیز باشد. بهتر است از روش‌های تمیز کردن میلدر<sup>۲</sup> استفاده شود.

فلزات آهنی معمولاً با نیکل و مس پوشش داده می‌شوند. فلزات غیر آهنی را می‌توان با نقره و فلزات گرانبها را نیز می‌توان با نیکل، طلا و نقره پوشش داد. البته باید دقت کرد که فلز پوشش داده شده با نمونه کوپل گالوانیک تشکیل نداده و موجب خوردگی آن حین مراحل آماده‌سازی آزمونه نشود.

برای نمونه‌های زبر، متخلخل و نامتقارن استفاده از آّبکاری الکترولیز توصیه می‌شود زیرا محلول الکترولیز پوشش سطحی<sup>۳</sup> و نفوذ سطحی<sup>۴</sup> بهتری دارد.

کروم، مس، آهن، نیکل، طلا، نقره و روی ممکن به صورت الکتروشیمیایی رسوب داده شوند. اگرچه نیکل و مس به صورت گسترده در آزمایشگاه‌های متالوگرافی استفاده می‌شوند.

فلزات آهنی معمولاً به صورت الکتروشیمیایی آّبکاری می‌شوند. برای فلزاتی که به دشواری آّبکاری الکتریکی می‌شوند نیز می‌توان در ابتدا و با استفاده از الکترولیز در حمام مس یا نیکل، یک پوشش اولیه سریع بر روی آنها ایجاد کرد. فلزات غیر آهنی، ممکن است با نقره و فلزات گرانبها نیز با نیکل، طلا و یا نقره پوشش داده شوند. فلزات فعال مانند روی و آلومینیوم را به سختی می‌توان آّبکاری کرد. گاهی می‌توان از سیانید مس در حمام سولفات استفاده کرد. توصیه می‌شود که ضخامت آّبکاری حداقل ۵ میکرومتر باشد.

#### ۵-۱-۱-۱-۸ فرآیند سمباده‌زنی و پرداخت کاری

روش سمباده‌زنی با توجه به صافی سطح مورد انتظار در یکنواختی و در نظر گرفتن هزینه‌های نهایی، از روش دستی با کاغذ سمباده تا استفاده از ماشین‌های اتوماتیک متفاوت است. جدول ۶ ارتباط میان شماره‌ها<sup>۵</sup> و متوسط متوسط اندازه ذرات ساینده موجود بر روی نمونه کاغذ سمباده را نشان می‌دهد.

1- Plating of specimen

2- Milder cleaning treatments

3- Surface coverage

4- Surface penetration

۵- استاندارد اروپایی FEPA و استاندارد آمریکایی ANSI/CAMI استانداردهای رایج مورد استفاده در شماره‌گذاری کاغذهای سمباده هستند.

جدول ۶ - ارتباط میان شماره سمباده و متوسط اندازه ذرات ساینده موجود بر آن

| FEPA  |                               | ANSI/ CAMI   |                               |
|-------|-------------------------------|--------------|-------------------------------|
| شماره | اندازه ذرات ساینده (میکرومتر) | شماره سمباده | اندازه ذرات ساینده (میکرومتر) |
| P120  | ۱۲۵                           | ۱۲۰          | ۱۱۶                           |
| P150  | ۱۰۰                           | ۱۸۰          | ۷۸                            |
| P220  | ۶۸                            | ۲۲۰          | ۶۶                            |
| P240  | ۵۸                            | -            | -                             |
| P280  | ۵۲                            | ۲۴۰          | ۵۱                            |
| P320  | ۴۶                            | -            | -                             |
| P360  | ۴۰                            | ۲۸۰          | ۴۲                            |
| P400  | ۳۵                            | ۳۲۰          | ۳۴                            |
| P500  | ۳۰                            | -            | -                             |
| P600  | ۲۵                            | ۳۶۰          | ۲۷                            |
| P800  | ۲۱                            | ۴۰۰          | ۲۲                            |
| P1000 | ۱۸                            | ۵۰۰          | ۱۸                            |
| P1200 | ۱۵                            | ۶۰۰          | ۱۴                            |
| P1500 | ۱۲                            | ۸۰۰          | ۱۱                            |
| P2000 | ۱۰                            | ۱۰۰۰         | ۹.۵                           |
| P2500 | ۸                             | ۱۵۰۰         | ۸                             |
| P4000 | ۵                             | -            | -                             |

سمباده‌زنی شامل دو مرحله «سمباده‌زنی زبر<sup>۱</sup>» و «سمباده‌زنی نرم<sup>۲</sup>» می‌شود. مرحله اول معمولاً از کاغذ سمباده ۲۲۰ یا کمتر شروع شده و برای صاف کردن سطوح برش، حذف مواد اضافی از آزمون و تراز کردن سطح آزمون با مانت انجام می‌شود. مرحله نرم نیز با استفاده از کاغذهای سمباده نرم‌تر و برای زدودن اثرات ناشی از مرحله قبل در سمباده‌زنی انجام می‌شود. حین سمباده‌زنی در مرحله نرم باید از آب استفاده کرد. آب نقش خنک‌کننده و همچنین زدودن باقیمانده‌های مواد را ایفا می‌کند. پس از سمباده‌زنی، باید آزمون را با استفاده از دستگاه فراصوت تمیز کرد.

- 1- Rough grinding  
2- Fine grinding

۵-۱-۱-۱-۱-۸-۱ فرآیند پرداخت کاری<sup>۱</sup>

مرحله پرداخت کاری برای ایجاد سطحی با خطوط دارای ضخامت کمتر از ۶ میکرون بر روی نمونه به وسیله روانکار، ماده ساینده و سطح پرداخت انجام می‌شود. جنس سطح پرداخت، روان کننده و ساینده تعیین کننده کیفیت پرداخت است. پرداخت نیز به دو بخش «پرداخت کاری زبر» و «پرداخت کاری نرم» تقسیم بندی می‌شود. بخش اول برای حذف آثار معمولی مانند اثر میکروسختی است. پرداخت نرم نیز با استفاده از خمیر الماسه یا مواد ساینده‌ای شبیه آن انجام می‌شود. جنس و اندازه این مواد به جنس نمونه بستگی دارد. برای مثال استفاده از الماس با اندازه ذرات ۱ میکرومتر برای بیشتر انواع فولاد کافی است. برای فلزات غیر آهنی یک مرحله پرداخت دیگر با استفاده از تعلیق آلومینا ( $Al_2O_3$ ) و یا سیلیکا ( $SiO_2$ ) انجام می‌شود. پرداخت را می‌توان به صورت دستی و یا به صورت خودکار انجام داد. جزئیات بیشتر این بخش در استاندارد ASTM E3 – 11 ذکر شده است.

## ۵-۱-۲ پودر

در حالت فیزیکی پودر، می‌توان از صفحه‌های کربنی چسبنده<sup>۲</sup> که معمولاً در ابعاد ۱۰ میلی متر تا ۲۵ میلی متر (۱۲ میلی متر و ۲۵ میلی متر متداول تر است) استفاده کرد. ابتدا پودر فلزی را روی یک سطح تمیز پخش کرده و سپس صفحه کربنی مذکور روی پودر فشار داده می‌شود تا مقداری از ذرات فلزی در زمینه کربنی به دام بیفتند. سپس ذرات اضافی از روی صفحه کربنی به وسیله ضربه زدن یا با استفاده از تفنگ هوا، جت نیتروژن و غیره برداشته می‌شود. در صورت لزوم این مرحله چند بار تکرار می‌شود. بهتر است از چسبهای دو طرفه متداول استفاده نشود، زیرا این چسبها حاوی کربنات روی هستند که در آنالیز پرتو ایکس پیک زاید فلز روی (Zn) نیز مشاهده می‌شود. در صورتی که چگالی پودر مورد بررسی به اندازه‌ای کم باشد که ذرات پودر روی صفحه کربنی از فاصله ۱ سانتی متر تا ۵ سانتی متر با زاویه ۴۵ درجه پاشیده شده و سپس اسپری کربنی روی ذرات پاشیده می‌شود تا درست روی صفحه ثابت شوند. در مرحله آخر صفحه کربنی از طرف دیگر روی نمونه نگهدارنده SEM چسبانده می‌شود.

روش دیگری که می‌توان برای آماده سازی ذرات معلق شونده در هوا برای پراکنش بهتر استفاده کرد، این است که، پودر به شکل سوسپانسیون یا کلئوئید تهیه شود. بدین منظور حدود ۰/۵ - ۱ میلی گرم از نمونه به ۱۰-۲۰ میلی لیتر از آب دو بار تقطیر شده، اتانول خالص، استون یا ایزوپروپیل الکل در یک ظرف شیشه‌ای اضافه می‌شود. سپس ظرف شیشه‌ای یاد شده در حمام فراصوت به مدت ۵ الی ۱۰ دقیقه قرار می‌گیرد. برای جلوگیری از اثرات مخرب امواج فراصوت توصیه می‌شود از حمام آب یخ استفاده شود. به هیچ وجه توصیه نمی‌شود که به جای حمام فراصوت از فراصوت پروبی<sup>۳</sup> استفاده شود زیرا باعث اثرات مخرب بسیار زیادی در

1- Polishing  
2- Double sided adhesive carbon discs  
3- Sonicator



تغییرات فیزیکی و شیمیایی آزمون می‌شود. در مرحله بعد به وسیله یک میکروپیت از امولسیون آماده شده حدود ۱ یا ۲ قطره روی یک ویفر سیلیکونی تمیز ریخته می‌شود. پس از آن نمونه ابتدا در هوا خشک می‌شود و برای خروج کامل حلال پخش کننده ذرات، نمونه مذکور در یک خشک کن در محدوده دمایی ۵۰ تا ۱۰۰ درجه سلسیوس (بسته به نوع ذرات) به مدت ۱۰ تا ۲۰ دقیقه قرار داده می‌شود. ماده اضافی از طریق ضربه زدن یک کاردک کوچک به ویفرسیلیکونی یا به وسیله تفنگ هوا یا جت نیتروژن از روی سطح برداشته می‌شود. سپس ویفرسیلیکونی به وسیله نوار چسب کربنی دو طرفه به پایه نگهدارنده نمونه چسبیده می‌شود.

### ۵-۱-۳ سوسپانسیون

نمونه‌های ارائه شده به صورت سوسپانسیون یا کلئید فلزی ممکن است دارای غلظت بالایی از ذرات (نه یونهای موجود در بستر مایع کلئید) در محدوده ۳۰۰ ppm-۲۰۰ ppm باشند. در چنین حالتی پیش از هرکاری باید نمونه ارائه شده را با مایع بستر<sup>۱</sup> سوسپانسیون یا کلئید رقیق کرد. غلظت مناسب ذرات مورد بررسی باید در محدوده ۱۰۰ ppm - ۵۰ ppm باشد. به طور مثال، در صورتی که کلئید طلای ارائه شده دارای غلظت ۱۰۰ ppm باشد ۰/۵ میلی لیتر از کلئید را با میکروپیت برداشته و در یک ظرف شیشه‌ای کوچک ریخته و با مایع بستر سوسپانسیون به حجم ۱۰ میلی لیتر رسانده می‌شود. سپس به وسیله یکی از روش‌های زیر برای مطالعه SEM آماده‌سازی می‌شود:

#### ۵-۱-۳-۱ آماده‌سازی به وسیله میکروپیت

این روش آماده‌سازی در بخش پودر (۵-۲) به طور کامل شرح داده شده است.

#### ۵-۱-۳-۲ آماده‌سازی به روش اتمیزه کردن<sup>۲</sup>

در این روش، پس از انجام عمل فراصوت، تعلیق مورد نظر به وسیله یک قلم اتمیزه کننده یا نازل‌های اسپری آب یا عطر با زاویه ۴۵ درجه به وسیله یک لوله به قطر ده سانتی متر درون یک ویفر سیلیکونی تمیز ۲ تا ۳ بار اسپری می‌شود.

یاد آوری- حتی الامکان در این روش نباید از بستر مایع استون استفاده کرد.

#### ۵-۱-۳-۳ آماده‌سازی به روش ساندویچ

با توجه به مشکلات مربوط به شارژ شدن<sup>۱</sup> تصاویر در میکروسکوپ SEM در خصوص برخی از سوسپانسیون‌ها، می‌توان از روش ساندویچ برای آماده‌سازی آنها سود جست. در این روش از یک زیر لایه

1- Dispersant  
2- Atomizing

مانند شیشه لام یا ویفر سیلیکونی به قطر ده میلی‌متر استفاده می‌شود که ابتدا با الکل کاملاً شسته شده و خشک می‌شود. در مرحله بعد زیر لایه در دستگاه کندوپاش<sup>۲</sup> قرار گرفته و ابتدا یک لایه ضخیم یکنواخت طلا روی آن نشانده می‌شود. سپس با یک پوشش طلا با نرخ بالاتر (جریان بالاتر دستگاه) در مدت زمان کمتری نسبت به مرحله قبل قرار می‌گیرد. این فرآیند باعث ایجاد ترکهای زیادی با عمق زیاد و پهنای کم روی لایه اولیه طلا می‌شود. سپس زیر لایه فوق در محلول کلوئیدی غوطه ور می‌شود و نیروهای موینگی باعث جذب ذرات داخل ترکها می‌شود. در صورت لزوم برای شارژ نشدن تصاویر SEM، لایه سوم طلا روی سطح نانوذرات جذب شده در ترکها نشانده می‌شود.

#### ۵-۱-۴ کاغذ بالکی یا لایه‌های فوق نازک

##### ۵-۱-۴-۱ روش خشک

مطابق روش اشاره شده در بند ۵-۲، در این حالت می‌توان کاغذ بالکی در حالات فیزیکی مختلف را با استفاده از روش زیر آماده‌سازی کرد. همانطور که ذکر شد، نمونه به وسیله فشار یک کاردک روی سطح صفحه کربنی فرو رود و باقیمانده آن با ضربه زدن به صفحه و یا با استفاده از تفنگ هوا یا جت نیتروژن از روی سطح برداشته می‌شود. در صورت لزوم برای رسانا کردن آن می‌توان از پوشش طلا استفاده کرد.

##### ۵-۱-۴-۲ روش تر

در این روش، بخشی از کاغذ بالکی انتخاب می‌شود و با مایعات پخش کننده ذکر شده در بند ۵-۲ مخلوط شده و سپس ادامه آماده‌سازی مانند آنچه در بند ۵-۲ درباره پودر و سوسپانسیون شرح داده شد، انجام می‌شود.

#### ۵-۱-۵ لایه‌های نازک پوششی

لایه‌های نازک می‌توانند بر روی دو نوع زیر لایه عایق و رسانا نشانده شده باشند. لایه‌های نازک فلزی که بر روی زیر لایه رسانا نشانده شده اند، عمدتاً مشکلی برای تصویربرداری ندارند. ولی باید در نظر داشت در صورتی که فقط آنالیز لایه نازک مدنظر باشد، ضخامت لایه نازک باید بیشتر از ۵ میکرون باشد. برای رفع مشکلات ناشی از شارژ نشدن تصاویر، لایه نازک باید به صورت مستقیم به نمونه نگهدار<sup>۳</sup> اتصال داشته باشد. برای این منظور، معمولاً از یک سیم نازک مسی، چسب نقره یا چسب کربنی استفاده می‌شود. برای هدایت الکتریکی بهتر، از دو یا سه نقطه کناره نمونه به نمونه‌نگهدار اتصال الکتریکی ایجاد می‌شود.

۱- اگر رسانایی سطح نمونه به طور کامل برقرار نشود، الکترون‌ها تجمع نموده و این باعث شکسته شدن باریکه الکترونی و تغییر مسیر الکترون‌ها می‌شود. پیامد نامطلوب این پدیده، سفید شدن قسمت هایی از تصویر است که در این صورت امکان تشخیص جزئیات تصویر در منطقه سفید شده وجود نخواهد داشت. این پدیده شارژ سطحی الکترون (Electron Surface Charging) نام دارد.

2- Sputtering

3- Stub

## ۲-۵ آماده‌سازی نمونه‌های سرامیکی و نیمه هادی

### ۱-۲-۵ توده

فرآیند آماده‌سازی نمونه‌های سرامیکی توده مانند مشابه فرآیندی است که در نمونه‌های فلزی به آن اشاره شد. فقط در مرحله اچ کردن علاوه بر اچ کردن شیمیایی که معمولاً با محلول اسید هیدروفلوئوریک و اسید نیتریک انجام می‌شود. برای عملکرد بهتر می‌توان از اچ کردن حرارتی استفاده کرد. این دما در محدوده ۰/۱ تا ۰/۲ دمای ذوب سرامیکها می‌باشد. پس از آماده‌سازی اولیه و اچ کردن نمونه‌ها به دلیل مشکلات شارژ شدن تصاویر در SEM، نمونه‌های سرامیکی باید پوشش رسانا داده شوند. نکته حائز اهمیت این است که در پوشش دادن نباید ویژگی‌های خاص نمونه<sup>۱</sup> از بین برود (برای مثال اثر جذب، اثر همپوشانی و ضخامت بالای سطح نمونه‌ها دیده شود). همچنین ضخامت پوشش ایجاد شده نباید بیش از صد نانومتر باشد زیرا در نتایج آنالیز پرتوی ایکس (EDS) تأثیر بسزایی خواهد داشت.

**یاد آوری** - در آماده‌سازی این نوع نمونه‌ها الکتروپرداخت کاری کاربرد ندارد و به جای آن باید از پرداخت کردن پلاسمایی<sup>۲</sup> سود جست.

در فرآیند پوشش دادن نمونه‌های عایق باید به نکات زیر توجه کرد:

- ۱- تا حد امکان این فلزات باید رسانای الکتریکی بوده و از لحاظ شیمیایی خنثی باشند.
  - ۲- از لحاظ فیزیکی و شیمیایی در برابر باریکه الکترونی پایدار باشند.
  - ۳- ریزساختار پوشش به ویژه در مواقعی که تصویربرداری با استفاده از (FEG-SEM) انجام می‌شود، تا حد امکان باید دارای اندازه ریز باشند تا روی ویژگی خاص نمونه تأثیر منفی نگذارند. با توجه به نکات فوق، فلزات و آلیاژهای زیر برای پوشش دادن نمونه توصیه می‌شوند.
- طلا: متداولترین پوشش برای تصویر برداری SEM است، که بسیار آسان بر روی سطح پوشش دهی می‌شود.
  - آلیاژ طلا/ پالادیم (۸۰٪ / ۲۰٪): تمام ویژگی‌های پوشش طلا را داراست، با این مزیت که پوشش ریزدانه ایجاد می‌کند.
  - کروم: پوششی با ریزترین دانه‌بندی ایجاد می‌کند، ولی سمی است.
  - پلاتین: بسیار خنثی و هادی است ولی پوششی درشت‌دانه ایجاد می‌کند.

1- Finger print

1- Plasma polishing, plasma cleaning

3- Field Emission Gun-Scanning Electron Microscope

- مس: بسیار رسانا و با صرفه اقتصادی است ولی پوشش درشت‌دانه ایجاد می‌کند و به جز در موارد خاص توصیه نمی‌شود.
  - کربن: برای آماده‌سازی مواد پلیمری و بیولوژیک و همچنین آنالیز اشعه ایکس مواد فلزی و سرامیکی مورد استفاده قرار می‌گیرد.
- دو روش متداول برای پوشش دادن نمونه‌ها وجود دارد:

**الف- کند و پاش:** در این فرآیند پوشش‌دهی تحت بمباران یک گاز خنثی یونیزه و شتاب داده شده روی سطح نمونه انجام می‌شود. این فرآیند بسیار سریع و آسان بوده ولی باعث گرم شدن نمونه‌ها می‌شود، که این گرم‌موجب تخریب نمونه‌های پلیمری و بیولوژیک می‌شود.

**ب) تبخیر<sup>۱</sup>:** در این فرآیند فلز یا کربن در خلأ حرارت داده می‌شود و در نتیجه روی نمونه‌ها نشانده می‌شود. در این فرآیند نرخ گرم شدن نمونه‌ها پایین بوده ولی نرخ نشست نیز پایین است و کنترل ضخامت پوشش مشکل می‌شود.

ضخامت مناسب برای پوشش‌دهی در محدوده ۴ نانومتر تا ۵ نانومتر می‌باشد. ضخامت بیش از اندازه باعث ایجاد خطای تصویری خواهد شد. در روش تصویربرداری با الکترون‌های ثانویه، ضخامت بالای پوشش باعث ایجاد منابع جدید الکترون‌های ثانویه شده و در نتیجه ایجاد خطاهای تصویری مطابق بند ۵-۲ می‌شود.

#### ۵-۲-۲ پودر

روش آماده‌سازی پودرهای سرامیکی مانند پودرهای فلزی (مطابق روش شرح داده شده در بند ۵-۱-۳) است، با این تفاوت که آماده‌سازی فراصوت در زمان ۱۰ الی ۱۵ دقیقه انجام می‌شود. پس از آماده‌سازی، ذرات روی ویفر سیلیکونی قرار می‌گیرند و پودرهای اضافی با استفاده از تفنگ یا جت نیتروژن حذف می‌شوند.

#### ۵-۲-۳ سوسپانسیون

آماده‌سازی سوسپانسیون‌های سرامیکی نیز مانند سوسپانسیون‌های فلزی انجام می‌شود، با این تفاوت که پس از مرحله نهایی پوشش‌دهی رسانا می‌شوند.

#### ۵-۲-۴ کاغذ بالکی یا لایه‌های فوق نازک

آماده‌سازی مانند مواد فلزی مطابق بند ۵-۱-۴ با در نظر گرفتن لایه‌نشانی برای رسانایی، انجام می‌شود.

### ۵-۲-۵ لایه‌های نازک پوششی

آماده‌سازی مانند مواد فلزی است. با در نظر گرفتن بند ۵-۱-۵ برای لایه نشانی مواد رسانا، توجه شود که زیر لایه حتماً برای انتقال الکترون‌ها با روشهای گفته شده رسانا شود.

### ۵-۳-۵ آماده‌سازی مواد پلیمری و زیستی

حساس‌ترین انواع نمونه‌هایی که در بررسی‌های میکروسکوپ الکترونی روبشی وجود دارد نمونه‌های پلیمری و زیستی هستند.

به طور کلی توصیه می‌شود بررسی نمونه‌های پلیمری و بیولوژیک به وسیله میکروسکوپ‌های الکترونی روبشی محیطی<sup>۱</sup> یا میکروسکوپ‌های الکترونی روبشی با قابلیت خلاء پایین<sup>۲</sup> انجام شود. چرا که خلاء بالا باعث تخلیه سریع مایعات بافتی مواد بیولوژیک و پلیمری شده و در نتیجه موجب ترک خوردن سطح و تصویر ریخت‌شناسی می‌شود. البته در صورتی که امکان دسترسی به تجهیزات سرمایشی در حین تصویربرداری وجود داشته باشد، استفاده از این تجهیزات (Cryo-SEM) توصیه می‌شود.

### ۵-۳-۱ توده

در این بخش نمونه‌های ارائه شده به دو دسته تقسیم می‌شوند:

- مواد پلیمری

- مواد بیولوژیک مانند انواع بافت موجودات زنده، حشرات و گیاهان

در مورد مواد پلیمری توده ابتدا نمونه‌ای که برای مشخصه‌یابی انتخاب می‌شود باید در نیتروژن مایع غوطه‌ور شود. سپس همان گونه که در بخش مواد فلزی توده اشاره شد بین دو فک‌گیر قرار گرفته و شکسته شود. بخش سطح شکست با تیغه الماس یا دستگاه برش، بریده شده و برای پوشش دهی آماده شود. این روش بدلیل ارائه اطلاعات بیشتر سطوح شکست، ناشی از ساز و کار پراکندگی الکترون‌های ثانویه، به کار می‌رود. با توجه به نکات ارائه شده در بخش آماده‌سازی نمونه‌های سرامیکی و نیمه‌هادی، پوشش دهی مطابق بند ۵-۴ انجام شده و نمونه بر روی نمونه نگه‌دار قرار گرفته و در صورتی که اتصال الکتریکی نمونه به بدنه نمونه نگه‌دار برقرار نباشد، از یک چسب نقره یا سیم مسی برای این اتصال استفاده می‌شود.

در مورد نمونه‌های متخلخل توده مانند فیلترها و دسته<sup>۳</sup> الیاف سنتز شده، خارج شدن غیر تعادلی گاز باعث تخریب ساختار و ریخت‌شناسی آن و در نتیجه باطل شدن آزمون می‌شود. در صورتی که این نوع فیلترها

---

1- Environmental SEM (ESEM)  
2- Variable Pressure SEM (VPSEM)  
3- Bundle

مانند تمپلیت‌های پلی‌کربناتی<sup>۱</sup> سطح صاف داشته باشند، با ثابت کردن روی نمونه نگهدار با چسب نقره و سپس پوشش دهی طلا می‌توان تصویربرداری مناسبی انجام داد.

برای تصویربرداری نمونه‌های فیلتر از جنس سلولز، باید ابتدا نمونه‌ها با کربن پوشش داده شده و سپس پوشش دهی طلا انجام شود. در صورت عدم پوشش دهی با کربن، پوشش طلا به صورت جزیره‌ای روی سطح فیلتر و در درون تخلخل‌ها قرار گرفته و باعث ایجاد خطای تصویربرداری می‌شود.

برای آماده‌سازی نمونه‌های زیستی مانند: بافت‌ها و سلول‌های حیوانی، حشرات دو راهکار زیر توصیه می‌شود:

- فرآیند انجمادی

- فرآیند تثبیت شیمیایی<sup>۲</sup>

دیگر روش‌های آماده‌سازی نمونه‌های زیستی طبق پروتکل تعریف شده به تفصیل در منابع آماده‌سازی نمونه‌های زیستی قابل دستیابی است.

#### ۵-۳-۲ پودر

در حالت فیزیکی پودر، آماده‌سازی طبق بند ۵-۱-۲ باید انجام شود با این تفاوت که نمونه‌ها نباید تا حد امکان فراصوت شوند.

#### ۵-۳-۳ امولسیون و سوسپانسیون

در حالت فیزیکی امولسیون و سوسپانسیون آماده‌سازی باید طبق بند ۵-۱-۳ انجام شود.

#### ۵-۳-۴ کاغذ بالکی یا لایه‌های فوق نازک

در این حالت فیزیکی، اگر نمونه نیاز به تثبیت داشته باشد ابتدا فرآیند تثبیت طبق استانداردهای مرتبط<sup>۳</sup> NIST انجام شده و سپس آماده‌سازی لازم صورت گیرد.

#### ۵-۳-۵ لایه‌های نازک پوششی

آماده‌سازی لایه‌های نازک پلیمری-زیستی باید طبق بند ۵-۱-۵ انجام شود.

---

1- Polycarbonate Template (PCT)

2- Chemical fixation

3- National Institute of Standards and Technology

## ۶ کالیبراسیون

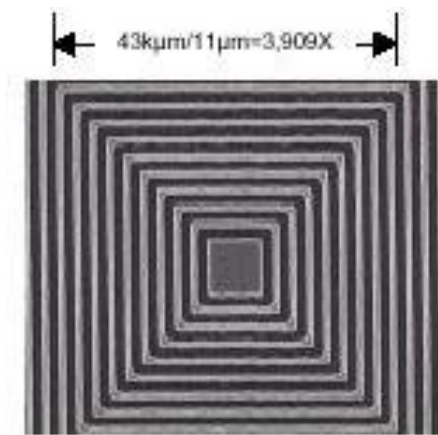
### ۶-۱ کالیبراسیون بزرگنمایی SEM

مهمترین اقدامی که برای کالیبراسیون دستگاهی SEM انجام می‌شود، کالیبراسیون بزرگنمایی آن است. کالیبراسیون بر طبق استانداردهای بین‌المللی ASTM E766-14 و همچنین ISO 16700 انجام می‌شود. بر اساس استاندارد بین‌المللی ASTM E766 این روش برای کالیبراسیون بزرگنمایی SEM در محدوده بزرگنمایی ۱۰ برابر تا ۵۰۰۰۰ برابر کاربرد دارد. دقت اندازه‌گیری این روش برای نمونه‌های رایج غیر از استاندارد ۵٪ و برای مواد مرجع استاندارد مانند SRM484 کمتر از ۵٪ است.

### ۶-۱-۱ انتخاب نمونه کالیبراسیون

انتخاب نمونه کالیبراسیون به بزرگنمایی مورد استفاده در آزمون بستگی دارد. نمونه‌های استاندارد NIST، NPL<sup>۱</sup> و مانند آن برای کالیبراسیون بزرگنمایی SEM توصیه می‌شوند. نمونه‌های استاندارد مورد استفاده باید ویژگی‌های زیر را دارا باشند:

- در این بخش از نمونه‌های دارای الگوی گام پیچ<sup>۲</sup> استفاده می‌شود و دستگاه باید امکان اندازه‌گیری این الگوی پیچ را داشته باشند. این الگوها در سراسر تصویر ایجاد شده در بزرگنمایی مشخص وجود دارند و امکان کالیبراسیون در هر دو راستای x و y را (مطابق شکل ۵) فراهم می‌سازند.



شکل ۵- الگوی گام پیچ استاندارد مورد استفاده جهت کالیبراسیون

- جنس مواد باید طوری باشد، که وضوح تصویری مناسبی را در حالات تصویربرداری SE و BSE ایجاد نمایند. همچنین باید پایداری مناسبی نسبت به باریکه الکترونی داشته و رسانش الکتریکی

1- National Physical Laboratory  
2- Pitch

- بالایی داشته باشد. جنس این نمونه‌ها، ترجیحا باید به گونه‌ای باشد، که بتوان آلودگی‌های احتمالی ایجاد شده بر روی آنها را پاک کرد. برای پاک کردن نمونه باید مطابق دستورالعمل مشخص شده برای آن نمونه عمل کرد و همچنین مراقب بود تا نمونه دچار آسیب نشود.
- مراحل نگهداری، آماده‌سازی و استفاده از نمونه باید مطابق شرایط زیر انجام شود:
    - الف- نمونه باید در محفظه‌های خلاء و یا دسیکاتور نگهداری شود.
    - ب- در هنگام برداشتن آن از دستکش و یا انبرک<sup>۱</sup> استفاده شود.
    - یک جدول بررسی و ارزیابی نمونه‌ها شامل موارد زیر باید ایجاد شود:
      - الف- بازرسی چشمی و میکروسکوپی آلودگی‌های نمونه
      - ب- مقایسه تصویری میکروسکوپی نمونه مرجع حال حاضر با نمونه مرجع اولیه
      - ج- ارزیابی و تایید دوباره نمونه مرجع با استفاده از نمونه‌های مرجع دیگر

#### ۲-۱-۶ روش آزمون

- در موادی که نیاز به آماده‌سازی دارند، نمونه آماده شده باید بر روی نمونه‌نگهدار دستگاه محکم شود تا مانع از لرزش نمونه در حین انجام آزمون شود. برای انجام آزمون باید ابتدا محفظه را خلاء کرد. سپس مدارهای تصحیح انحراف<sup>۲</sup> و چرخش روبش<sup>۳</sup> را خاموش کرد. این مدارها باید به طور جداگانه کالیبره شوند.
- انحراف نمونه در راستای افقی باید صفر درجه باشد. یک روش برای کنترل عمود بودن محور باریکه الکترونی بر نمونه این است، که با جا به جایی نمونه در راستای X و Y فوکوس (وضوح) تصویر تغییری نکند.
- فاصله کاری، ولتاژ شتاب و بزرگنمایی نیز باید مطابق دستورالعمل دستگاه ذکر شده در روش آزمونی مورد استفاده برای انجام آزمون، تنظیم شوند.
- پسماند مغناطیسی در لنزها را باید با ۲ الی ۳ مرتبه خاموش کردن مدار لنز به حداقل رساند. این مرحله تا زمانی ادامه می‌یابد، که فوکوس تصویر ایجاد شده تغییری نکند.
- تصویر نمونه کالیبراسیون با فاصله مشخص در حالت فوکوس قرار داده شود.

---

1- Tweezer  
2- Tilt correction  
3- Scan rotation

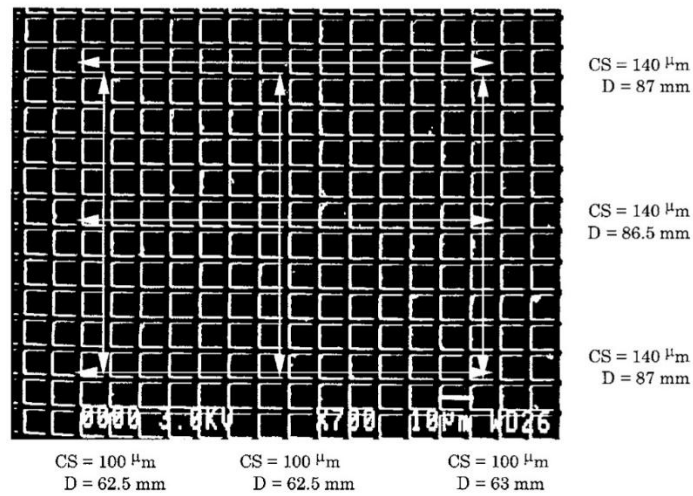


- نمونه باید چرخانده شود تا الگوهای اندازه‌گیری بر محورهای X و Y منطبق شوند. هرگز نباید از سیستم الکترونیکی چرخش برای چرخش تصویر استفاده شود. این کار ممکن است موجب ایجاد اعوجاج در تصویر و خطا در اندازه‌گیری شود.
- نمونه‌های کالیبراسیون باید به گونه‌ای جابه‌جا شوند، که نقاط مشخص الگو<sup>۱</sup> با استفاده از پایه و کنترل‌های X و Y به میزان ۹۰٪ تصویر را پوشش دهند. توصیه می‌شود، هر دو لبه‌ی علایم منطبق شونده بر صفحه نمایش مشخص باشند.

### ۳-۱-۶ کالیبراسیون آنالوگ تصاویر

- برای کالیبراسیون آنالوگ تصاویر SEM ابتدا باید مقدار D (فواصل ساختار تکرار شونده در الگوی پیچ موجود در شکل ۳) در هر دو راستای X و Y را با استفاده از خط‌کش با دقت ۰/۵ میلی‌متر اندازه‌گیری کرد. اگر نشانه‌های علایم منطبق شونده خط بودند، اندازه‌گیری باید در راستای عمود بر این نشانه‌ها انجام شود. بنابراین، در برخی نمونه‌ها لازم است، که ۹۰ درجه چرخش انجام شود.
  - بزرگنمایی با استفاده از روش زیر محاسبه شده و سپس در نسبت سیگنال به نوفه و تباین مناسب از نمونه تصویر گرفته شود. قبل از اندازه‌گیری باید به نمونه زمان کافی داده شود تا تغییرات ابعادی ناشی از حرارت و رطوبت به حداقل خود برسد.
  - مقدار D باید حداقل ۱۰ میلی‌متر باشد تا اثرات ناشی از اعوجاج به حداقل خود برسد. اگر الگو خطوطی داشت که طول یا عرض آنها بیش از طول یا عرض تصویر بود، اندازه‌گیری باید حداقل برای ۳ بار دیگر تکرار شود (مطابق شکل ۶).
  - سپس مجدداً بزرگنمایی از فرمول  $M = \frac{D}{CS} \times CF$  محاسبه می‌شود.
  - در این رابطه CS و CF به ترتیب فاصله‌ی گواهی شده<sup>۲</sup> و فاکتور تبدیل<sup>۳</sup> هستند.
- یادآوری ۱-CS با توجه به تعداد شبکه‌های موجود در فاصله D و اندازه استاندارد (هر شبکه) در این فاصله قابل تعیین است.
- یادآوری ۲-CF برای تبدیل مقیاس D (بر حسب میلی‌متر) به مقیاس CS (میکرومتر یا نانومتر) استفاده می‌شود. در تبدیل میلی‌متر به میکرومتر و یا نانومتر، CF به ترتیب ۱۰۰۰ و ۱۰۰۰۰۰۰ خواهد بود.
- شکل ۶ نشان دهنده روش کالیبراسیون بزرگنمایی برای SEM است.

1- Fiducial  
2- Certified spacing  
3- Conversion factor



شکل ۶ - روش کالیبراسیون بزرگنمایی برای SEM. تصویر از نمونه‌ی گردیدار (با مربع‌های ۱۰ میکرونی) ویفر سیلسیمی در بزرگنمایی ۷۰۰ برابر در فاصله کاری ۲۶ میلی‌متر و ولتاژ ۳ کیلو ولت تهیه شده است. با استفاده از این روش بزرگنمایی در راستای x و y به ترتیب  $620 \pm 2X$  و  $627 \pm 3X$  به دست آمده است. لذا این نمونه به دلیل تفاوت بزرگنمایی در دو راستا و همچنین تفاوت با بزرگنمایی اسمی، نمونه‌ای استاندارد است.

## ۲-۶ بیان نتایج

گزارش نتایج حاصل از آزمون باید در برگیرنده موارد زیر باشد:

- عنوان
- نام و آدرس آزمایشگاه
- مرجع استاندارد روش اندازه‌گیری
- نام و مشخصات دستگاه کالیبره شده
- نام و مشخصات نمونه کالیبراسیون استاندارد مورد استفاده
- نام کاربر
- زمان و تاریخ کالیبراسیون
- شرایط کاری؛ ولتاژ (kV)، فاصله کاری (WD)، حالت تصویر، بزرگنمایی اعمالی
- سایر شرایطی که ممکن است کالیبراسیون را تحت تاثیر قرار دهد.

- بزرگنمایی در هر دو راستای x و y
- خطای نسبی بزرگنمایی

جدول ۷- جدول گزارش دهی کالیبراسیون بزرگنمایی SEM

| توضیحات | ۲۰ keV |  | ۱۰ keV |  | ۵ keV |  | ۲ keV |  | ولتاژ شتاب |
|---------|--------|--|--------|--|-------|--|-------|--|------------|
|         |        |  |        |  |       |  |       |  | بزرگنمایی  |
|         |        |  |        |  |       |  |       |  | WD         |
|         |        |  |        |  |       |  |       |  | ۱۰         |
|         |        |  |        |  |       |  |       |  | ۲۰         |
|         |        |  |        |  |       |  |       |  | ۳۰         |
|         |        |  |        |  |       |  |       |  | ۱۰         |
|         |        |  |        |  |       |  |       |  | ۲۰         |
|         |        |  |        |  |       |  |       |  | ۳۰         |
|         |        |  |        |  |       |  |       |  | ۱۰         |
|         |        |  |        |  |       |  |       |  | ۲۰         |
|         |        |  |        |  |       |  |       |  | ۳۰         |
|         |        |  |        |  |       |  |       |  | دستگاه     |
|         |        |  |        |  |       |  |       |  | کاربر      |
|         |        |  |        |  |       |  |       |  | تاریخ      |

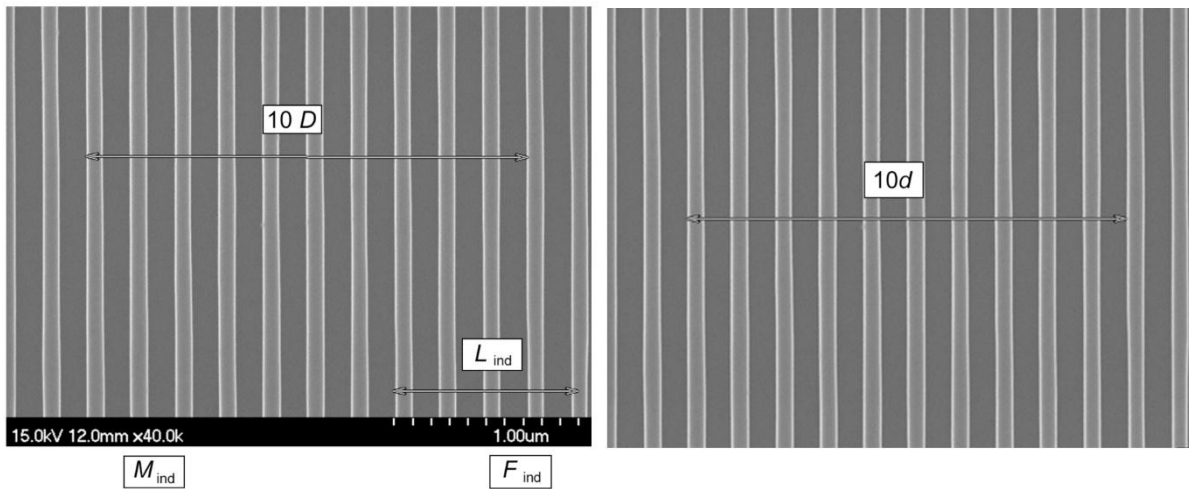
خطاهای موثر بر این روش ناشی از "بر هم کنش الکترون‌ها با لبه‌ها، سایه افتادن بر روی نمونه، تغییرات ابعادی نمونه، انتخاب حالت تصویری، تباین و ولتاژ کاری" می‌باشند. سایر عوامل موثر بر خطای اندازه‌گیری در پیوست A استاندارد ASTM E766 ذکر شده است. البته معیار رایج برای اندازه‌گیری خطا، محاسبه خطای نسبی D است. بر اساس این استاندارد، دقت اندازه‌گیری از فرمول ۱ تعیین می‌شود. در این رابطه delta بیشترین خطای ممکن برای D است. به طور مثال delta برای خطکش ۰/۵ میلی‌متر است:

$$\text{دقت} \% = \pm \frac{\text{delta}}{D} \quad (\text{فرمول ۱})$$

روش مشابه دیگری برای کالیبراسیون بزرگنمایی در استاندارد ISO 16700 ذکر شده است. طبق این استاندارد، مبنای کالیبراسیون بزرگنمایی، الگوهای پیچ موجود بر روی CRM<sup>۱</sup>ها در نظر گرفته می‌شود. این الگوهای پیچ موجود بر روی CRMها ممکن است به سه صورت گرید متعامد، آرایه خطی، آرایه نقطه‌ای و

1- Certified Reference Material

آرایه نقطه‌ای-خطی باشند. روش استاندارد کالیبراسیون بزرگنمایی و مقیاس در شکل ۷ نشان داده شده است.



شکل ۷- روش استاندارد کالیبراسیون بزرگنمایی و مقیاس

بر این اساس بزرگنمایی و طول واقعی با استفاده از فرمول ۲ تعریف و برای هر دو بعد  $x$  و  $y$  محاسبه می-شوند.

$$M = \frac{D}{d}, \quad L = f_{ind} \times M = f_{ind} \times \frac{D}{d} \quad (\text{فرمول ۲})$$

که در آن :

$D$  طول فواصل الگوی پیچها در تصویر؛

$d$  طول فواصل الگوی پیچها در واقعیت؛

$f_{ind}$  نیز فوکوس بیان شده برای تصویر در آن حالت می باشند.

اگر مقادیر بزرگنمایی برای دو راستا متفاوت بوده و بیش از حد مجاز مورد انتظار به دست آمد، نشان از عدم انطباق محوری دستگاه دارد و تنظیمات دستگاهی باید دوباره انجام شود.

با توجه اشکال می توان فرمول های ۳ و ۴ را برای بیان میزان خطای نسبی بزرگنمایی را محاسبه و گزارش کرد.

$$\Delta M = M_{ind} - M = M_{ind} - \frac{D}{d} \quad (\text{فرمول ۳})$$

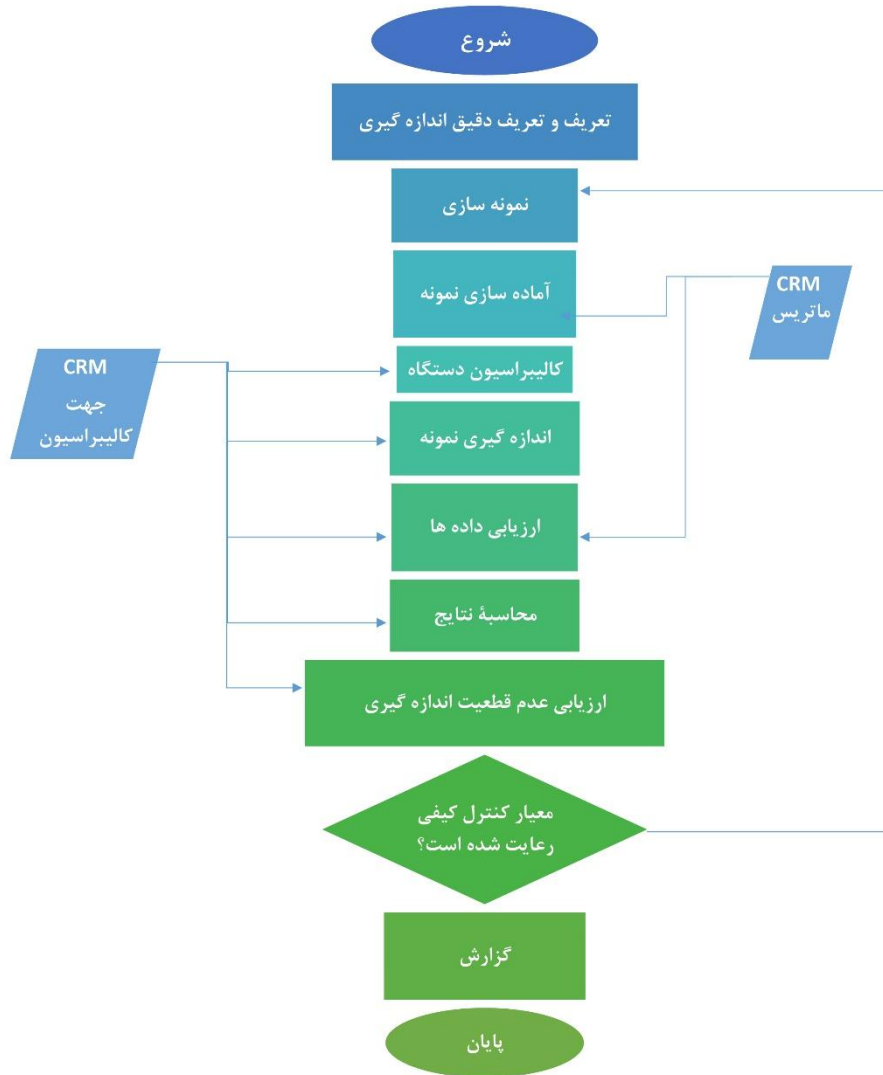
$$A_m = \frac{\Delta M}{M} \times 100 = A_s = \frac{\Delta L}{L} \times 100 \quad (\text{فرمول ۴})$$

که در این روابط،  $MA_s$ ،  $M_{ind}$  و  $A_m$  به ترتیب بزرگنمایی به دست آمده، بزرگنمایی بیان شده برای دستگاه و دقت نشانگر مقیاس و بزرگنمایی می‌باشند.

مواد مرجع پیشنهادی برای کالیبراسیون بزرگنمایی شامل فویل طلای گریددار SRM 484g در رنج ۰/۵ تا ۵ میکرومتر و تراشه سیلیکونی ۰/۲ تا ۳۰۰۰ میکرومتر و نیز IMS-HR94 175-04 در محدوده ۱، ۲، ۵ و ۱۰ میکرونی می‌باشند.

### ۳-۶ روش تعیین عدم قطعیت اندازه‌گیری

بعد از کالیبراسیون و انجام آزمون، می‌توان صحت کالیبراسیون انجام شده را با استفاده از روش‌های استاندارد بررسی کرد. یکی از این روش‌ها با استفاده از فرمول‌های (۵) تا (۸) نشان داده شده است. اگر کالیبراسیون مطابق نمودار جریان<sup>۱</sup> ذیل انجام شود، صحت اندازه‌گیری روند انجام آزمون را بر اساس این نمودار نشان می‌دهد.



$$x = \bar{x} \pm u \quad U = ku \quad u = SD_x \quad (\text{فرمول ۵})$$

$$\chi^2 = \frac{S_w^2}{\sigma_{w0}^2} \text{ گزارش } \chi^2 = \frac{\chi^2}{n-1} \quad (\text{فرمول ۶})$$

برای تایید اندازه گیری باید فرمول زیر برقرار باشد:

$$|x_{meas} - x_{CRM}| \leq k \sqrt{u_{meas}^2 + u_{CRM}^2} \quad (\text{فرمول ۷})$$

در این رابطه به ترتیب عبارتند از: عدم قطعیت‌های حاصل از اندازه‌گیری پس از کالیبراسیون و عدم قطعیت بیان شده در گواهی ماده و اندازه‌های متناظر با آنها.

پس از کالیبراسیون و آماده‌سازی نیز باید فرمول زیر برقرار باشد:

$$|x_{prep} - x_{meas}| \leq k \sqrt{u_{prep}^2 + u_{meas}^2} \quad (\text{فرمول ۸})$$

از کالیبراسیون و آماده‌سازی و اندازه‌های متناظر با آنها.  $x_{prep}$ ,  $x_{meas}$ ,  $u_{prep}$ ,  $u_{meas}$  در این رابطه به ترتیب عبارتند از: عدم قطعیت‌های حاصل از اندازه‌گیری پس

## ۷ تنظیم بهینه تباین تصویر در میکروسکوپ الکترونی روبشی

### ۱-۷ مشخصه‌یابی باریکه الکترونی

بررسی باریکه الکترونی در میکروسکوپ الکترونی روبشی طبق استاندارد ASTM E986 انجام می‌شود. این روش آزمون به میکروسکوپی با بزرگنمایی ۱۰۰۰ الی ۵۰۰۰۰ برابر با قابلیت روبش خطی مواد و قابلیت تولید انحراف موجی شکل در راستای محور Y نیاز دارد (جهت تنظیم بهینه تباین تصویر).

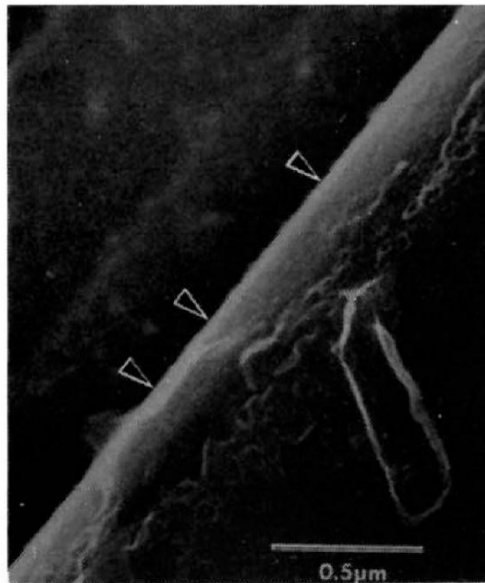
### ۲-۷ مواد مرجع

برای این روش آزمون استفاده از SRM2069B و یا لبه شکست ویفر نازک سیلیکونی در صفحه (۱۱۱) توصیه شده است. مواد مورد استفاده در این روش آزمون باید غیرمغناطیسی بوده و به پوشش‌دهی و یا آماده‌سازی سطحی نیاز نداشته باشند. همچنین برهم‌کنش باریکه الکترونی با ماده باعث انحراف آن نشود.

### ۳-۷ روش آزمون

- سطح نمونه باید عاری از هر گونه آلودگی باشد و در صورت آلودگی احتمالی، توصیه می‌شود که نمونه تعویض شود.
- نمونه باید به گونه‌ای روی نمونه‌نگهدار قرار گیرد که هیچ لرزشی نداشته باشد.
- کالیبراسیون بزرگنمایی مطابق بند ۶ انجام شود.
- میزان خلاء محفظه نمونه باید به  $10^{-4} \times 1/33$  برسد تا از برهم‌کنش اتمسفر با باریکه الکترونی جلوگیری شود.
- برای پایدار شدن سیستم الکترونیکی و خلاء و تعادل دمایی میان تفنگ الکترونی و لنزها حدود ۳۰ دقیقه زمان داده شود تا تعادل دمایی میان تفنگ الکترونی و لنزها برقرار شود.
- با افزایش ولتاژ شتاب (تا حد بیشینه ۳۰ keV)، کاهش فاصله کاری را به ۵ تا ۱۰ میلیمتر، کم کردن اندازه قطر باریکه الکترونی روی نمونه<sup>۱</sup> و افزایش زمان روبش، می‌توان قدرت تفکیک را به بیشترین حالت رساند.

- ابتدا رشته تفنگ الکترونی را اشباع<sup>۱</sup> کنید و انطباق محوری آن با تفنگ الکترونی بررسی نمایید. سپس زمان داده شده تا سیستم پایدار شود.
- برای کاهش اثر پسماند مغناطیسی، مدارهای لنز را ۲ تا ۳ مرتبه روشن و خاموش کنید. روش دیگر ایجاد یک حلقه پسماند است، که طی آن جریان ابتدا به بالاتر از حد کاری و سپس به مقداری پایین تر از حد کاری و در نهایت به محدوده کاری دستگاه رسانده شود.
- دریچه‌های لنزها و آستیگماتورها طوری تنظیم شوند که بهینه‌ترین قدرت تفکیک و کمترین آستیگماتیسم ایجاد شود. به دلیل اعمال قدرت تفکیک بالاتر، از حالت SE استفاده شود.
- سپس مطابق شکل ۵ دو نقطه انتخاب می‌شود.



شکل ۵- انتخاب لبه‌ها در تصویر SEM

- بیشترین بزرگنمایی باید به اندازه‌ای باشد که در حالت فوکوس تصویر، انتقال تباین لبه افقی سفید به سیاه در تصویر چاپ شده حداقل ۵ میلی‌متر باشد.
- نمونه طوری چرخانده شود که لبه مورد نظر عمود بر راستای افقی روبش در مرکز نمایشگر قرار گیرد.
- مطابق شکل یک تصویر خط اثر<sup>۲</sup> (تباین) را از لبه (در مدت حداقل ۶۰ ثانیه) تهیه کنید.

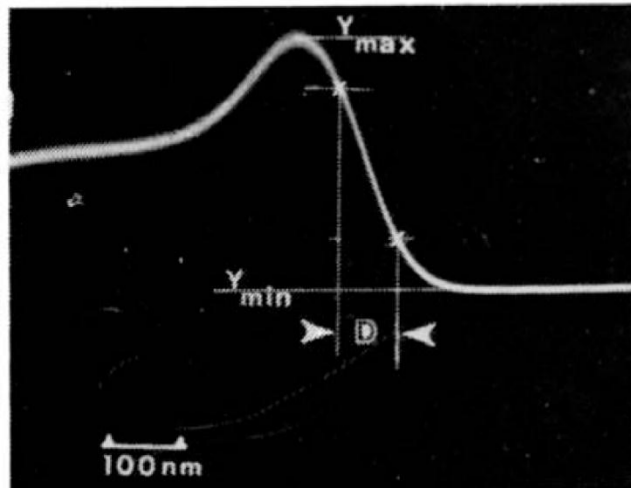
1- Saturate  
2- Line-trace



- بیشینه و کمینه  $y$  در شکل ۶ تعیین شود و تفاوت این دو مقدار تباین لبه کامل<sup>۱</sup> را نشان می‌دهد. با استفاده از فرمول های زیر و مقادیر بیشینه و کمینه  $y$ ، موقعیت محور  $Y$  به وسیله می‌آید.

$$20\% \text{ level} = 0.2 (y_{min} + y_{max}) + y_{min} \quad (\text{فرمول ۹})$$

$$80\% \text{ level} = 0.8 (y_{min} + y_{max}) + y_{min} \quad (\text{فرمول ۱۰})$$



شکل ۶ - تعیین بیشینه و کمینه  $y$ ، تباین لبه کامل و موقعیت محور  $Y$

- مطابق شکل، مقدار  $D$  (بر حسب میلیمتر در تصویر چاپ شده) با  $\gamma$  اندازه گیری می‌شود. مقدار  $D$  باید بین ۲ تا ۴ میلی‌متر باشد.
- سپس با استفاده از فرمول زیر مقدار پارامتر کارایی اندازه گیری شده و متوسط آن پس از سه بار تکرار به وسیله می‌آید.

$$P = D \times \frac{10^6}{M} \quad (\text{فرمول ۱۱})$$

$$P_{\text{متوسط}} = \frac{P_1 + P_2 + P_3}{3} \quad (\text{فرمول ۱۲})$$

منابع خطای موجود در این روش معمولاً شامل موارد زیر می‌شوند:

| عوامل                        | عدم قطعیت % |
|------------------------------|-------------|
| بزرگنمایی (M)                | ۱۰          |
| تفاوت در اندازه‌گیری کاربرها | ۲           |
| D                            | ۲           |
| کل                           | ۱۱          |

## ۸ بیان نتایج آزمون

گزارش نتایج حاصل از آزمون باید در برگیرنده موارد زیر باشد:

- عنوان آزمون
- تاریخ انجام آزمون
- نام و آدرس آزمایشگاه
- مرجع استاندارد روش اندازه‌گیری
- نام و مشخصات دستگاه کالیبره شده
- نام کاربر
- زمان و تاریخ کالیبراسیون
- مشخصات نمونه‌ها
- مقادیر اندازه‌گیری شده و متوسط آن‌ها
- بزرگنمایی x و y و کالیبراسیون
- عدم قطعیت نتایج به وسیله آمده
- شرایط کاری: ولتاژ (kV)، فاصله کاری (WD)، حالت تصویر برای بزرگنمایی
- نوع آشکارساز استفاده شده: SE، BSE، EDS، EBSD، WDS، CL و EBIC
- هر عاملی که ممکن است کالیبراسیون و نتایج به دست آمده را تحت تاثیر قرار دهد
- خطای نسبی بزرگنمایی
- تصاویر ثبت شده به همراه نشانگر مقیاس
- مشخصات قلّه، ولتاژ و زاویه انحراف (برای آزمون EDS)

– نتایج اندازه دانه (مقادیر کمینه، بیشینه و متوسط)

در صورتی که آنالیز انجام شده در حالت فیزیکی پودر باشد، نوع ریخت‌شناسی نیز باید در گزارش ذکر شود (تعیین ریخت‌شناسی در پیوست ب ارایه شده است).

## پیوست الف

### ( آگاهی دهنده )

#### اندازه‌گیری ضخامت پوشش با استفاده از SEM

استاندارد 90 – ASTM B748 به روش آزمون استاندارد اندازه‌گیری ضخامت پوشش‌ها اختصاص دارد. میکروسکوپ مورد استفاده برای این آزمون، باید قدرت تفکیک کمتر از ۵۰ نانومتر داشته باشد. عواملی که بر اندازه‌گیری ضخامت تاثیر می‌گذارند، شامل موارد زیر است:

#### الف - ۱ زبری سطح

اگر سطح پوشش و یا زیرلایه زبر باشد، موجب غیریکنواختی پیوند محل اتصال می‌شود. این موضوع اندازه‌گیری را دشوار کرده و دقت اندازه‌گیری را تحت تاثیر قرار می‌دهد.

#### الف - ۲ تیزی سطح مقطع<sup>۱</sup>

اگر صفحه سطح مقطع بر صفحه پوشش عمود نباشد، ضخامت اندازه‌گیری شده بیشتر از اندازه واقعی خواهد بود. به طور مثال، انحراف ۱۰ درجه‌ای نسبت به راستای عمود موجب ایجاد خطای ۱/۵٪ می‌شود. فرمول میان ضخامت اندازه‌گیری شده ( $t_m$ ) با ضخامت واقعی ( $t$ ) از فرمول ( الف-۱ ) به دست می‌آید:

$$t = t_m \cos \theta \quad (\text{فرمول الف-۱})$$

که در آن:

$\theta$  در این رابطه زاویه بین صفحات سطح مقطع و پوشش است.

#### الف - ۳ انحراف سطح آزمون

موقعیت سطح آزمون باید نسبت به باریکه الکترونی عمود باشد. هر گونه انحراف سطح آزمون نسبت به باریکه الکترونی، موجب خطا در اندازه‌گیری می‌شود.

#### الف - ۴ تغییر شکل پوشش

پوشش ممکن است در اثر افزایش دما یا فشار ناشی از مانع کردن و آماده‌سازی تغییر شکل دهد.

#### الف - ۵ گرد شدن لبه پوشش

1- Taper of cross section  
2- Tilt

اگر لبه پوشش گرد شده باشد، یعنی سطح مقطع پوشش نسبت به لبه‌هایش کاملاً صاف نباشد، ممکن است ضخامت اندازه‌گیری شده با مقدار واقعی تفاوت داشته باشد. گرد شدن لبه پوشش می‌تواند در اثر مانع، سمباده‌زنی، پرداخت و اچ نامناسب به وجود آمده باشد.

#### الف - ۶ آبکاری بیش از حد<sup>۱</sup> نمونه

آبکاری برای محافظت لبه‌های نمونه، حین آماده‌سازی انجام می‌شود. از بین رفتن ماده پوشش در طی فرآیند آماده‌سازی سطحی نمونه برای "آبکاری بیش از حد" می‌تواند موجب اندازه‌گیری کمتر ضخامت شود.

#### الف - ۷ اچ کردن

اچ کردن به حد کافی، باعث تشکیل خطوط سیاه باریکی در فصل مشترک دو فلز می‌شود. اچ کردن بیش از حد و یا کمتر از حد نیز موجب پهن یا نازک شدگی این خطوط مرزی و به تبع آن باعث ایجاد خطا در اندازه‌گیری ضخامت پوشش می‌شود.

#### الف - ۸ لکه‌دار شدن<sup>۲</sup> نمونه در اثر اچ کردن

لکه‌دار شدن نمونه در اثر اچ می‌تواند موجب تار شدن مرز و فصل مشترک شده و موجب خطا در اندازه‌گیری آن شود. در فلزات نرم مانند سرب، ایندیم و طلا این مشکل بیشتر وجود دارد. برای تشخیص لکه‌دار بودن نمونه باید مراحل پرداخت، اچ و اندازه‌گیری ضخامت را چندبار انجام داد. هر تفاوت زیاد در مقادیر اندازه‌گیری شده می‌تواند نشان‌دهنده لکه‌دار بودن نمونه باشد.

#### الف - ۹ تباین ضعیف

اگر عدد اتمی دو فلز (و یا یک فلز پایه و یک پوشش) نزدیک به هم باشند، تباین تصویر SEM بسیار ضعیف خواهد بود. به طور مثال مرز میان لایه‌های روشن و نیمه‌روشن نیکل به خوبی قابل تشخیص نیست. برای برخی از فلزات می‌توان از روش EDS و یا تکنیک EBSD استفاده کرد.

#### الف - ۱۰ بزرگنمایی

افزایش بزرگنمایی، باعث کاهش خطای اندازه‌گیری ضخامت پوشش می‌شود. در عمل برای اندازه‌گیری هر ضخامتی، بزرگنمایی باید به گونه‌ای انتخاب شود، که محدوده تصویر ۱/۵ الی ۳ برابر ضخامت پوشش باشد.

بزرگنمایی اسمی SEM معمولاً ۵٪ خطا دارد ولی در بعضی دستگاه‌ها به ۲۵٪ نیز می‌تواند برسد. دقت کم بزرگنمایی اسمی SEM باعث ایجاد خطا در اندازه‌گیری می‌شود، که با استفاده از پایه میکرومتر<sup>۳</sup> و روش آزمایش مناسب به حداقل خواهد رسید. به دلیل غیریکنواخت بودن بزرگنمایی در نقاط مختلف میدان

1- Overplating  
2- Smearing  
3- SEM stage micrometer

تصویر، باید کالیبراسیون و اندازه‌گیری را در یک بخش مشترک از میدان آزمون انجام شده تا از ایجاد خطا جلوگیری شود. همچنین بزرگنمایی با گذشت زمان تغییر می‌کند. برای به حداقل رساندن این خطا باید میکرومتر و نمونه را در کنار هم بر روی پایه میکروسکوپ سوار کرد تا زمان اندازه‌گیری را به حداقل رساند. تغییرات در بزرگنمایی می‌تواند در اثر فوکوس و یا سایر کنترلرهای الکترونیکی انجام شود. استفاده مناسب از کنترل‌کننده‌های X, Y و Z موجب می‌شود که نمونه در نقطه کانونی پرتو قرار بگیرد.

#### الف- ۱۱ آماده‌سازی سطح مقطع

نمونه، باید طبق روش زیر آماده‌سازی شود:

- سطح مقطع نمونه باید عمود بر صفحه فصل مشترک پوشش مشترک باشد.
- سطح باید به گونه‌ای صاف باشد، که در بزرگنمایی مشخص، تمام عرض نمونه یکسان دیده شود.
- تمام موادی که طی فرآیند برش و سطح مقطع زدن تغییر شکل یافته‌اند، باید حذف شوند.
- مرز دانه سطح مقطع آزمون‌ها باید با تباین مناسب به خوبی قابل تشخیص باشند.

#### الف- ۱۲ کالیبراسیون بزرگنمایی

این فرآیند با استفاده از روش کالیبراسیون بزرگنمایی طبق بند ۶-۱ و یا با استفاده از روش اشاره شده در استاندارد ASTM E766 انجام می‌شود. استفاده از سایر روش‌های کالیبراسیون نیز در صورت داشتن شرایط مندرج در بند ۱۲ قابل انجام هستند.

#### الف- ۱۳ روش آزمون

- روشن کردن دستگاه مطابق دستورالعمل شرکت سازنده
- اعمال و کنترل کردن پارامترهای ذکر شده مشابه شرایطی که در بندهای ۵، ۶ و ۷ توضیح داده شده است.
- تصویربرداری از نمونه در همان شرایطی که کالیبراسیون انجام شده است.
- با یک روبش در حالت سیگنال موجی شکل ۱، سطح مقطع پوشش و همچنین مقیاس پایه میکرومتر عکس گرفته شود.
- با استفاده از ابزار مناسب، فاصله افقی میان دو قسمت عمودی مرز پوشش اندازه‌گیری شود.

الف-۱۴ محاسبات

ضخامت پوشش (T بر حسب میکرومتر) با استفاده از فرمول الف-۲ محاسبه می‌شود:

$$T = ۱۰^{-۳} \times \frac{d}{M} \quad (\text{فرمول الف-۲})$$

که در آن:

M بزرگنمایی و

d فاصله میان دو خط مذکور است.

الف-۱۵ بیان نتایج

گزارش‌دهی باید شامل موارد زیر باشد:

- تاریخ
- عنوان، تعداد و سال انتشار این روش آزمون
- مشخصات آزمون‌ها
- محل اندازه‌گیری آزمون‌ها
- ضخامت اندازه‌گیری شده و متوسط آن‌ها
- بزرگنمایی کالیبره شده
- نوع اندازه‌گیری: conventional micrograph یا video waveform signal
- هر عاملی که ممکن است نتایج اندازه‌گیری را تحت تاثیر قرار دهد.
- نام شخصی که اندازه‌گیری را انجام داده است.

خطای این روش باید کمتر از ۰/۱ میکرومتر و به طور کلی کمتر از ۱۰٪ باشد.

برای اندازه‌گیری ضخامت لایه نازک طلا در یک آزمایشگاه، عدم قطعیت ۰/۰۳۹ میکرومتر برای مقیاس پایه میکرومتر و برای اندازه‌گیری video waveform scan نیز ۰/۰۲ میکرومتر به دست آمده است. بر اساس تجربه میزان تکرارپذیری این روش در حدود ۰/۱ میکرومتر است.

پیوست ب

(آگاهی دهنده)

تعیین ریخت‌شناسی ذرات

اندازه ذرات با استفاده از قطر فرت تعیین می‌شود. در این روش که برای ذرات کروی و چهارگوش کاربردی‌تر است، اندازه ذره با محاسبه متوسط دو قطر کوچک و بزرگ اندازه‌گیری شده، تعیین می‌شود.

در روش دیگری که به قطر دایره معادل<sup>۱</sup> موسوم است، اندازه ذرات دارای شکل نامتقارن با اندازه‌گیری سطح آنها (A) و معادل‌سازی آن با یک دایره دارای قطر معادل ECD طبق فرمول ب-محاسبه می‌شود.

$$ECD = \sqrt{4A/\pi} \quad (\text{فرمول ب-۱})$$

نسبت منظری نیز یکی دیگر از معیارهای رایج در توصیف شکل ذرات است. این نسبت برابر با نسبت قطر بزرگ به قطر کوچک ذره است. در این حالت، قطر بزرگ طول بزرگترین خط مستقیمی است، که در داخل ذره می‌توان رسم کرد. همچنین قطر کوچک نیز طول بزرگترین خط عمودی قابل رسم بر روی قطر بزرگ است. نسبت منظری از فرمول ب-۲ محاسبه می‌شود:

$$AR = \frac{d_{max}}{d_{min}} \quad (\text{فرمول ب-۲})$$

که در آن:

$d_{min}$  کوچکترین قطر ذره و

$d_{max}$  بزرگترین قطر ذره هستند.

کشایی<sup>۲</sup> نیز مانند نسبت منظری است با این تفاوت که برای ذرات بزرگتر بخصوص ذرات فیبری شکل کاربرد دارد. این روش برای ذرات A و C اشاره شده در شکل ب-۱ مورد استفاده قرار می‌گیرد. E طبق فرمول ب-۳ از تقسیم طول بر عرض ذره قابل محاسبه است.

$$E = \frac{FL}{FW} \quad (\text{فرمول ب-۳})$$

که در آن:

FL طول ذره و FW عرض ذره می‌باشد.

1- Equivalent Circle Diameter (ECD)

2- Elongation (E)



$E$  پارامتری است که میزان شباهت شکل ذره به دایره را بیان می‌کند. مقدار  $R$  از صفر تا ۱ برای دایره کامل متغیر است و طبق فرمول ب-۴ محاسبه می‌شود.

$$R = \frac{4A}{\pi d_{max}^2} \quad (\text{فرمول ب-۴})$$

که در آن  $A$  مساحت و  $d_{max}$  نیز بزرگترین قطر ذره هستند.

پارامتر دیگر نیز فاکتور شکل<sup>۱</sup> است، که مشابه با  $R$  تعریف می‌شود. با این تفاوت که به جای قطر بیشینه، از محیط ذره استفاده می‌شود.

روش‌های الک کردن ذرات (با اندازه بیشتر از ۲۰ میکرومتر) و یا صاف کردن ذرات معلق در سوسپانسیون نیز از دیگر روش‌های تعیین اندازه ذرات هستند

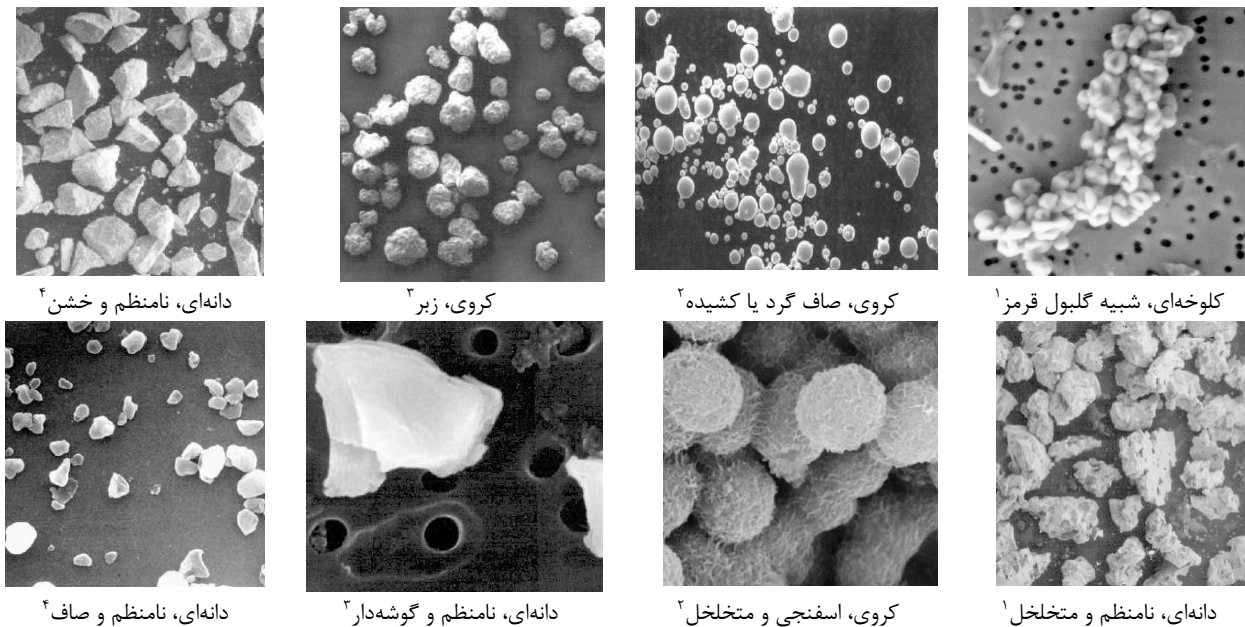
اطلاعات زیر باید برای گزارش‌دهی نتایج SEM ارائه شوند:

- نوع ذرات و همچنین روش تولید آن
- روش‌های استخراج و جداسازی مواد
- توصیف ریخت‌شناسی ماده
- نتایج آنالیز اندازه و شکل ذره

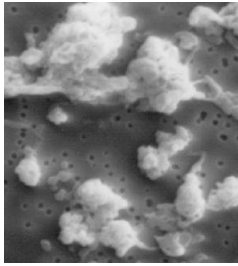
بر اساس این استاندارد، ریخت‌شناسی ذرات را می‌توان با استفاده از تقسیم‌بندی مورد اشاره در شکل ب-۱ در مقایسه با ریزساختار نشان داده شده در شکل تقسیم بندی و در گزارش دهی ریخت‌شناسی به آن اشاره کرد.

|                       | نوع A              | نوع B              | نوع C              | نوع D              |
|-----------------------|--------------------|--------------------|--------------------|--------------------|
| قطر معادل دایره (ECD) | 1.38 $\mu\text{m}$ | 1.12 $\mu\text{m}$ | 0.80 $\mu\text{m}$ | 1.20 $\mu\text{m}$ |
| نسبت منظر (AR)        | 7.1                | 1.4                | 7.5                | 1.2                |
| ازدیاد طول (E)        | 36.3               | 3.9                | 23.6               | 2.8                |
| گردی (R)              | 0.10               | 0.52               | 0.09               | 0.73               |
| فاکتور شکل (FF)       | 0.10               | 0.56               | 0.14               | 0.68               |

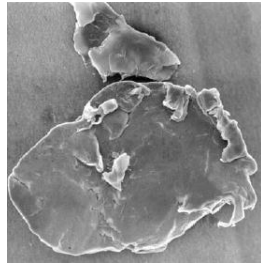
شکل ب-۱- طرحواره ریخت‌شناسی ذرات



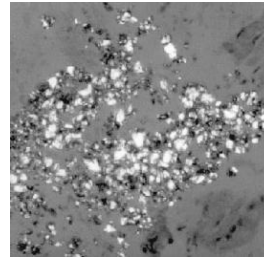
- 1- Spherical or Spheroidal—Agglomerated Red Blood cell-like
- 2- Spherical or Spheroidal—Smooth, Round or Oblong
- 3- Spherical or Spheroidal—Rough
- 4- Granular, Irregular—Rough



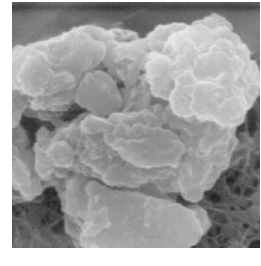
گلبولار - کلوخه‌ای نفوذی<sup>۸</sup>



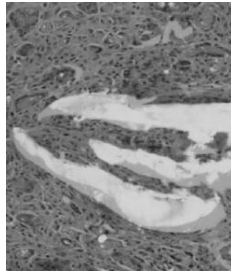
پولکی صاف<sup>۷</sup>



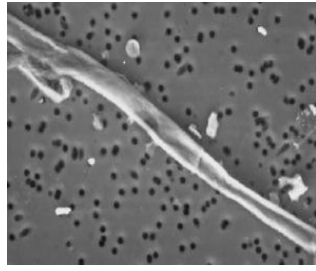
ساختار دانه‌ای نامنظم بسیار ریز<sup>۶</sup>



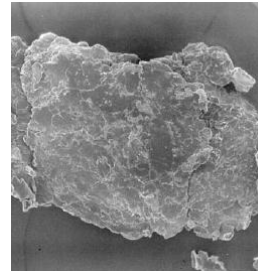
گلبولار (گرد)، گل کلمی، انبوه<sup>۵</sup>



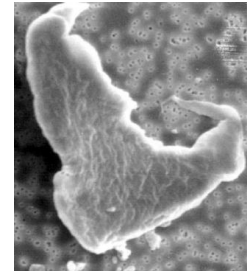
پولکی خرد شده<sup>۱۲</sup>



فیبری مستقیم<sup>۱۱</sup>



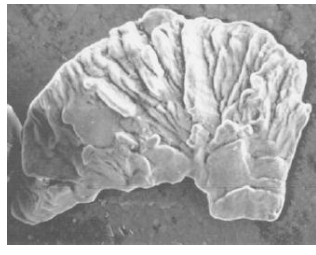
پولکی زیر<sup>۱۰</sup>



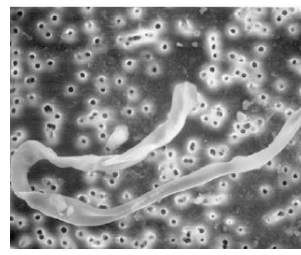
پولکی نامنظم<sup>۹</sup>



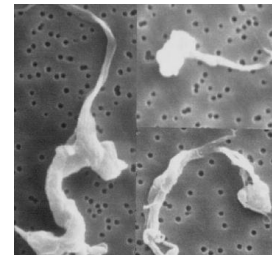
فیبری بچه‌قورباغه‌ای<sup>۱۶</sup>



تیز و خرد شده، برک و صفحات  
فشرده<sup>۱۵</sup>

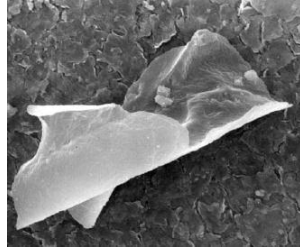


فیبری دوقلو<sup>۱۴</sup>

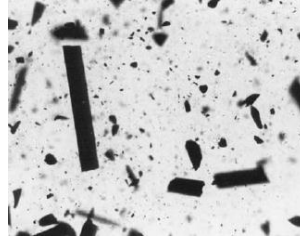


فیبری اسب آبی شکل، دوقلو،  
کوسه‌ای<sup>۱۳</sup>

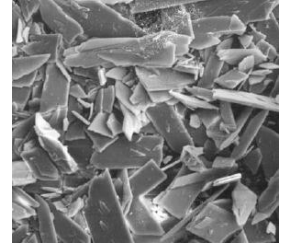
- 1- Granular, Irregular—Porous
- 2- Spherical or Spheroidal—Spongy, Porous
- 3- Granular, Irregular—Angulated
- 4- Granular, Irregular—Smooth
- 5- Globular—Clumped, Florets, Cauliflower
- 6- Granular, Irregular—Fines Too Small to Characterize accurately
- 7- Flakes—Smooth
- 8- Globular—Agglomerated, Diffuse
- 9- Flakes—Irregular
- 10- Flakes—Roughened
- 11- Fibrillar—Straight
- 12- Flakes—Shards
- 13- Fibrillar—Seahorse / Hammerhead / Twisted
- 14- Fibrillar—Twisted
- 15- Sharps or Shards—Flakes, Stacked Sheets
- 16- Fibrillar—Hammerhead / Tadpole



تیز و خرد شده، ده‌پا شکل<sup>۳</sup>



تیز و خرد شده، فیبرهای چهارگوش<sup>۲</sup>



تیز و خرد شده، تراشهای<sup>۱</sup>

شکل ب-۲ - تقسیم بندی ریخت‌شناسی جهت گزارش دهی

- 
- 1- Sharps or Shards—Lathe-Like
  - 2- Sharps or Shards—Rectangular Fibers
  - 3- Sharps or Shards—Cuttlefish

پیوست پ

(آگاهی دهنده)

فرم گزارش دهی آزمون SEM (پیشنهادی)

| کارشناس آزمون:<br>تاریخ آزمون:<br>مشخصات آزمون: |            |                    |                   |                   | نام و آدرس آزمایشگاه:<br>مشخصات دستگاه:<br>ولتاژ کاری:<br>آشکارساز: |                         |             |                 |                      |
|---|------------|--------------------|-------------------|-------------------|---|-------------------------|-------------|-----------------|----------------------|
| نام CRM   | ریخت شناسی | اندازه و عدم قطعیت | دقت بزرگنمایی عرض | دقت بزرگنمایی طول | بزرگنمایی در راستای عرض   | بزرگنمایی در راستای طول | اندازه-گیری | فاصله کاری (mm) | بزرگنمایی (بیان شده) |
|   |            |                    |                   |                   |   |                         | ۱           |                 |                      |
|   |            |                    |                   |                   |   |                         | ۲           |                 |                      |
|   |            |                    |                   |                   |   |                         | ۳           |                 |                      |
|   |            |                    |                   |                   |   |                         | متوسط       |                 |                      |
|   |            |                    |                   |                   |   |                         | ۱           |                 |                      |
|   |            |                    |                   |                   |   |                         | ۲           |                 |                      |
|   |            |                    |                   |                   |   |                         | ۳           |                 |                      |
|   |            |                    |                   |                   |   |                         | متوسط       |                 |                      |
| تصاویر ثبت شده:                                 |            |                    |                   |                   |   |                         |             |                 |                      |
| توضیحات:  |            |                    |                   |                   |   |                         |             |                 |                      |