



جمهوری اسلامی ایران
Islamic Republic of Iran
سازمان ملی استاندارد ایران

Iranian National Standardization Organization



استاندارد ملی ایران
۲-۲۱۹۵۰
چاپ اول

۱۳۹۶



دارای محتوای رنگی

INSO
21950-2
1st.Edition
2017

فناوری نانو- مشخصه یابی نانومواد به وسیله
میکروسکوپ الکترونی عبوری (TEM) –
قسمت ۲: روش آزمون

**Nanotechnology- Nanomaterial
characterization by Transmission Electron
Microscope (TEM) –
Part 2: Test method**

ICS: 07.030

سازمان ملی استاندارد ایران

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

صندوق پستی: ۱۴۱۵۵-۶۱۳۹ تهران- ایران

تلفن: ۵-۸۸۸۷۹۴۶۱

دورنگار: ۸۸۸۸۷۱۰۳ و ۸۸۸۸۷۰۸۰

کرج، شهر صنعتی، میدان استاندارد

صندوق پستی: ۳۱۵۸۵-۱۶۳ کرج- ایران

تلفن: ۸-۳۲۸۰۶۰۳۱ (۰۲۶)

دورنگار: ۳۲۸۰۸۱۱۴ (۰۲۶)

رایانامه: standard@isiri.org.ir

وبگاه: <http://www.isiri.gov.ir>

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

Website: <http://www.isiri.gov.ir>

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)^۱، کمیسیون بین‌المللی الکتروتکنیک (IEC)^۲ و سازمان بین‌المللی اندازه‌شناسی قانونی (OIML)^۳ است و به عنوان تنها رابط^۴ کمیسیون کدکس غذایی (CAC)^۵ 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 سامانه‌های مدیریت کیفیت و مدیریت زیست‌محیطی، آزمایشگاه‌ها و مراکز کالیبراسیون (واسنجی) و 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، کالیبراسیون 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 – مشخصه‌یابی نانومواد به‌وسیله میکروسکوپ الکترونی عبوری (TEM) – قسمت ۲: روش آزمون»

رئیس:

استاد دانشگاه، عضو هیئت علمی دانشگاه تربیت مدرس

عبداله‌زاده، امیر
(دکترای مهندسی مواد)

دبیر:

مدیرعامل، شرکت راصد توسعه فناوری‌های پیشرفته

سهرابی جهرمی، ابوذر
(دکترای مهندسی مواد)

اعضا: (اسامی به ترتیب حروف الفبا)

کارشناس استاندارد، شرکت راصد توسعه فناوری‌های پیشرفته

آگند، روح‌اله
(کارشناس ارشد مهندسی مواد)

کارشناس تحقیق و پژوهش شرکت موادکاران

تبریزی، نرگس
(دکترای مهندسی مواد)

مدیرعامل شرکت فن‌آوری کهربا

حمدی، فرزاد
(دکتری)

کارشناس آزمایشگاه میکروسکوپ الکترونی دانشگاه تربیت مدرس

کارگر، فیروز
(کارشناسی ارشد)

کارشناس شرکت شوگا

مرتضوی، سید ارسطو
(کارشناسی ارشد)

ویراستار:

کارشناس استاندارد- نایب رئیس کمیته فنی متناظر فناوری نانو

سیفی، مهوش
(کارشناسی ارشد مدیریت دولتی)

فهرست مندرجات

| صفحه | عنوان |
|------|------------------------------------|
| ز | پیش‌گفتار |
| ۱ | مقدمه |
| ۲ | ۱ هدف و دامنه کاربرد |
| ۲ | ۲ مراجع الزامی |
| ۳ | ۳ اصطلاحات و تعاریف |
| ۷ | ۴ مبانی، تجهیزات و حالت‌ها |
| ۷ | ۴-۱ مبانی |
| ۸ | ۴-۲ تجهیزات |
| ۱۰ | ۴-۳ حالت‌ها |
| ۱۱ | ۵ آماده‌سازی |
| ۱۱ | ۵-۱ برش |
| ۱۲ | ۵-۲ پرداخت کاری |
| ۱۲ | ۵-۳ گودکردن |
| ۱۳ | ۵-۴ روش ساندویچ |
| ۱۴ | ۵-۵ جاسازی |
| ۱۵ | ۵-۶ تثبیت شیمیایی |
| ۱۵ | ۵-۷ تثبیت فیزیکی |
| ۱۵ | ۵-۸ لایه‌های نازک نگهدارنده پیوسته |
| ۱۷ | ۵-۹ استفاده از رپلیکا |
| ۱۸ | ۵-۱۰ روش‌های مختص ذرات ریز |
| ۱۹ | ۵-۱۱ نانولوله‌های کربنی |
| ۲۲ | ۶ کالیبراسیون |
| ۲۲ | ۶-۱ بزرگنمایی تصویر |

| صفحه | عنوان |
|------|---|
| ۲۳ | ۲-۶ مواد مرجع |
| ۲۳ | ۳-۶ روش کالیبراسیون |
| ۳۳ | ۴-۶ صحت بزرگنمایی تصویر |
| ۳۴ | ۵-۶ عدم قطعیت نتایج اندازه گیری |
| ۳۵ | ۶-۶ گزارش کالیبراسیون |
| ۳۶ | ۷ روش پراش الکترونی از ناحیهی دلخواه (SAED) |
| ۳۷ | ۱-۷ الگوی پراش |
| ۴۱ | ۲-۷ تجهیزات لازم برای SAED |
| ۴۲ | ۳-۷ روش آزمون |
| ۵۰ | ۴-۷ عدم قطعیت تخمین |
| ۵۱ | ۸ روش استاندارد گزارش نتایج |
| ۵۱ | ۱-۹ استاندارد گزارش نتایج اندازه دانه |
| ۵۱ | ۲-۹ استاندارد گزارش نتایج ریخت‌شناسی |
| ۵۳ | پیوست الف- (الزامی) چگونگی تعیین تعداد خطوط برای متوسط گیری |
| ۵۷ | پیوست ب- (آگاهی دهنده) مواد مرجع جهت استفاده در کالیبراسیون بزرگنمایی |
| ۵۹ | پیوست پ- (آگاهی دهنده) برخی از الگوهای پراش استاندارد جهت تطابق با الگوهای پراش بدست آمده |
| ۶۸ | پیوست ت- (آگاهی دهنده) فرم استاندارد گزارش دهی TEM |
| ۶۹ | پیوست ث- (آگاهی دهنده) استاندارد گزارش نتایج اندازه دانه و ریخت‌شناسی ذرات |
| ۷۱ | پیوست ج- (آگاهی دهنده) بیان کیفی ریخت‌شناسی ذرات |
| ۷۴ | پیوست چ- (آگاهی دهنده) بررسی خطوط کیکوچی |
| ۸۵ | پیوست ح- (آگاهی دهنده) مورد مطالعاتی: بررسی نانولوله‌های کربنی تک دیواره |
| ۹۰ | پیوست خ- (آگاهی دهنده) فلوچارت آماده سازی نانوذرات |

پیش‌گفتار

استاندارد «فناوری نانو- مشخصه‌یابی نانومواد به وسیله میکروسکوپ الکترونی عبوری TEM- قسمت ۲: روش آزمون» که پیش‌نویس آن در کمیسیون‌های مربوط تهیه و تدوین شده است، در چهل و هفتمین اجلاس کمیته ملی استاندارد فناوری نانو مورخ ۱۳۹۶/۰۲/۲۵ 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.

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

- 1- SO 29301- 10: Microbeam analysis — Analytical Transmission electron microscopy — Methods for calibrating image Magnification by using reference Materials having periodic structures
- 2- ISO TS 10797: Nanotechnologies — Characterization Of single-wall carbon nanotubes using Transmission electron microscopy.
- 3- Jeanne Ayache·Luc Beaunier Jacqueline Boumendil·Gabrielle Ehret Danièle Laub, Sample Preparation Handbook for Transmission Electron Microscopy, Springer publication.
- 4- ISO 25498: Microbeam analysis — Analytical electron microscopy — Selected-area electron diffraction analysis using a transmission electron microscope.
- 5- ISO 9276-3 2008: Representation of results of particle size Analysis — Part 3: Adjustment of an experimental curve To a reference mode.
- 6- ISO 9276-6 2008: Representation of results of particle size analysis — Part 6: Descriptive and quantitative representation of particle shape and morphology.
- 7- ASTM F1877 2005: Standard Practice for Characterization of Particles.

مقدمه

میکروسکوپی الکترونی عبوری (TEM)^۱ از جمله روش‌های مشخصه‌یابی است که علاوه بر توانایی تصویربرداری از ساختار ذرات در بزرگنمایی‌های بسیار بالا (با بررسی شدت پرتو عبوری از نمونه و مقایسه آن با شدت پرتو اولیه)، قادر به بررسی ساختار بلوری (بر اساس قانون براگ و پراش باریکه الکترونی و ایجاد الگوهای پراش) و ترکیب شیمیایی (با تحلیل طول موج یا انرژی باریکه الکترونی پس از برهم‌کنش با نمونه) می‌باشد.

ایجاد تصاویر با بزرگنمایی بسیار بالا، امکان اندازه‌گیری و مشخصه‌یابی مواد در مقیاس نانو را به‌وسیله این میکروسکوپ را فراهم می‌نماید. باریکه الکترونی عبوری از نمونه بر اساس ضخامت، عدد جرمی و چگالی نمونه دچار پراکندگی و پراش کشسان و غیرکشسان شده و شدت هر یک از این پرتوهای پراکنده شده در نقاط مختلف نمونه مبنای ایجاد اثری متناسب با آن شدت بر روی آشکارساز تصویر می‌شود. بنابراین تباین تصویری ایجاد شده و تصویری از آن تشکیل می‌شود.

همچنین این پرتوها با توجه به نوع و ترکیب شیمیایی نمونه، با زاویه، شدت، طول موج و انرژی مشخصی پراکنده می‌شوند. آشکارساز دستگاه با بررسی و آزمون طول موج^۲ و یا انرژی^۳ پرتو عبوری توانایی تعیین ترکیب شیمیایی مواد را نیز دارا خواهد بود.

از دیگر امکانات میکروسکوپ الکترونی عبوری، توانایی تولید تولید الگوهای پراش الکترونی از مواد دارای بافت بلوری است که بر اساس قانون براگ و همچنین ثابت دوربین دستگاه^۴، با اندازه‌گیری حلقه‌های پراش در الگوهای پراش نمونه، قادر به تعیین خواص بلورشناختی ماده از جمله جهت دانه‌ها و صفحات بلوری متناظر با هر نقطه در الگو، فاصله بین صفحات و همچنین پارامتر شبکه مواد بلوری می‌باشد.

1- Transmission Electron Microscopy (TEM)
 2- Wavelength Dispersion Spectroscopy (WDS)
 3- Energy Dispersion Spectroscopy (EDS)
 4- Camera length

«فناوری نانو-مشخصه‌یابی نانومواد به وسیله میکروسکوپ الکترونی عبوری (TEM) - قسمت ۲:

روش آزمون»

۱ هدف و دامنه کاربرد

هدف از تدوین این استاندارد، ارائه روش آزمونی برای مشخصه‌یابی نانومواد به وسیله میکروسکوپ الکترونی عبوری (TEM) است. این استاندارد در موارد زیر کاربرد دارد:

الف- روش آماده‌سازی آزمون؛

ب- کالیبراسیون دستگاه میکروسکوپ الکترونی عبوری؛

پ- روش آزمون؛

ت- ارائه نتایج آزمون.

۲ مراجع الزامی

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

در صورتی که به مرجعی با ذکر تاریخ انتشار ارجاع داده شده باشد، اصلاحیه‌ها و تجدیدنظرهای بعدی آن برای این استاندارد الزام‌آور نیست. در مورد مراجعی که بدون ذکر تاریخ انتشار به آنها ارجاع داده شده است، همواره آخرین تجدیدنظر و اصلاحیه‌های بعدی برای این استاندارد الزام‌آور است.

استفاده از مراجع زیر برای کاربرد این استاندارد الزامی است:

2-1 Microbeam analysis — Analytical Transmission electron microscopy — Methods for calibrating image Magnification by using reference Materials having periodic structures

2-2 Nanotechnologies — Characterization Of single-wall carbon nanotubes using Transmission electron microscopy

2-3 Sample Preparation Handbook for Transmission Electron Microscopy.

2-4 Microbeam analysis — Analytical electron microscopy — Selected-area electron diffraction analysis using a transmission electron microscope.

2-5 Representation of results of particle size Analysis — Part 3: Adjustment of an experimental curve To a reference mode

2-6 Representation of results of particle size analysis — Part 6: Descriptive and quantitative representation of particle shape and morphology

2-7 Standard Practice for Characterization of Particles.

۳ اصطلاحات و تعاریف

در این استاندارد اصطلاحات با تعاریف زیر به کار می‌رود:

۱-۳

ابرنشکه

super lattice

ساختار پایدار و متناوب که از چینش لایه‌های متناوب حداقل دو ماده ساخته شده است.

یادآوری- از ساختار ابرنشکه می‌توان به عنوان ماده مرجع برای کالیبراسیون بزرگنمایی تقریباً بالا تا بالا استفاده کرد.

۲-۳

انبوه نانولوله‌ها

aggregate of nanotubes

ذره‌ای متشکل از ذرات منفرد نانولوله‌ها و یا دسته‌های آن‌ها که به طور قوی بهم پیوند یا جوش خورده‌اند.

یادآوری ۱- این انبوه اغلب به صورت SWCNT های تازه تولید شده می‌باشد. نیروهایی که یکپارچگی انبوه را حفظ می‌کنند، نیروهایی قوی مانند پیوندهای کووالانسی یا نیروهایی هستند که در نتیجه تفجوشی یا گره خوردگی فیزیکی پیچیده ایجاد می‌شوند.

یادآوری ۲- انبوه را اصطلاحاً «ذرات ثانویه» و ذرات منشاء اصلی را «ذرات اولیه» می‌نامند.

۳-۳

رانش آزمونه

specimen drift

حرکت غیرمعمول آزمونه در اثر هر یک از عوامل مکانیکی، حرارتی، الکتریکی و شارژی را می‌گویند.

۴-۳

انطباق محوری

alignment

مجموعه اعمالی که در آن از دفلکتورها^۱ و/ یا نوب‌های مکانیکی^۲ به منظور انطباق جهت برخورد باریکه الکترونی و محور اپتیکی استفاده می‌شود.

۵-۳

آلودگی

contamination

تشکیل لایه رسوبی بر سطح ماده به دلیل برهم‌کنش باریکه الکترونی با آزمونه و/ یا محیط واسط آن است.

1- Deflectors

2- Mechanical knobs

۶-۳

بردار معکوس g_{hkl}

reciprocal vector

شاخص صفحه در شبکه معکوس است.

یادآوری - بردار معکوس g_{hkl} بر صفحه بلوری (hkl) عمود بوده و اندازه آن با معکوس فاصله بین صفحه‌های d_{hkl} رابطه دارد.

۷-۳

پراش الکترونی سطح انتخابی

selected area electron diffraction

SAED

روشی در میکروسکوپ الکترونی است که در آن ساختار بلورین سطحی از یک آزمون که به وسیله یک روزنه انتخاب شده است مورد آزمون قرار می‌گیرد.

۸-۳

پهنای میدان افقی

horizontal field width

HFV

طول اصلی متناسب با پهنای کامل در راستای افقی یک تصویر بزرگنمایی شده است.

۹-۳

حالت میدان تاریک در تصویربرداری میکروسکوپ الکترونی عبوری

dark-field TEM

روش میکروسکوپی الکترونی TEM تابش الکترون و تصویربرداری از آن است که طی آن باریکه الکترونی به طور مستقیم از آزمون عبور می‌کند و تصویر فقط به وسیله پرتوهای پراش یافته تشکیل می‌شود. این پرتو با استفاده از روزنه شیئی ۱ در پشت صفحه کانونی انتخاب می‌شوند.

یادآوری ۱- قسمت های بلورین آزمون، الکترون های پرتو مستقیم را در بخش هایی مجزا در پشت صفحه کانونی پراکنده می کند. با قرار دادن روزنه شیئی در پشت صفحه کانونی می توان بخش های دلخواه از پرتوهای انعکاس یافته را انتخاب کرد و در نتیجه فقط می توان قسمت هایی از آزمون که باعث پراش الکترون می شود را انتخاب کرده و تصویربرداری کرد. اگر بازتاب انتخاب شده شامل پرتو پخش نشده نباشد، تصویر در هر جایی که هیچ پراشی از آزمون وجود نداشته باشد، به صورت تاریک ظاهر شده و بنابراین به آن اصطلاحاً «میدان تاریک» اطلاق می شود.

یادآوری ۲- دستگاه های پیشرفته TEM اغلب مجهز به نگهدارنده آزمون هایی هستند که امکان کج کردن آزمون در جهت های مختلف را برای به دست آوردن شرایط پراش ویژه به کاربر می دهد. پرتویی که باعث پراکندگی و بازتاب (به طور مثال بازتاب براگ^۱) در آزمون های بلورین است، موجب تشکیل تصویر میدان تاریک می شود. این تصویر از طریق انتخاب پرتویی پراش یافته ویژه از میان روزنه شیئی در پشت صفحه کانونی عدسی شیئی تشکیل می شود.

1- Bragg reflection

یادآوری ۳- تصویربرداری میدان تاریک حلقوی با زاویه بالا^۱ به تغییرات عدد اتمی نمونه بسیار حساس بوده که این موضوع موجب تشکیل تصاویر با تباین اتمی^۲ می‌شود. این تصاویر اطلاعات مفیدی را در مورد حضور فلزات در نانولوله‌ها و باقیمانده‌های کاتالیست، حتی وقتی که ذرات کوچک کاتالیست در کربن بی‌شکل یا پایه کاتالیست باشد، ارائه می‌دهد. درحالی‌که اگر از این روش تصویربرداری استفاده نشود، در حالت تصویربرداری میدان روشن، ذرات کوچک کاتالیست غیرقابل رویت خواهند بود.

۱۰-۳

حالت میدان روشن در تصویربرداری میکروسکوپ الکترونی عبوری

bright-field TEM

روش میکروسکوپی الکترونی TEM تابش الکترون و تصویربرداری از آن است که طی آن باریکه الکترونی به-طور مستقیم از نمونه عبور می‌کند و تصویر فقط به وسیله موج عبوری تشکیل می‌شود. این پرتو با استفاده از روزنه شیئی در پشت صفحه کانونی انتخاب می‌شود.

یادآوری- به‌طور کلی، قسمت‌هایی از نمونه که ضخیم‌تر و یا دارای عدد اتمی بیشتری هستند در زمینه روشن، تیره‌تر ظاهر می‌شوند. در این حالت، تفکیک پذیری در اثر گیرافتادن و جذب الکترون در نمونه ایجاد می‌شود. مناطق دارای ضخامت بیشتر در نمونه یا مناطق دارای عدد اتمی بیشتر، تیره دیده شده و نیز مناطقی از نمونه که در معرض عبور پرتو قرار نگرفته‌اند، روشن ظاهر می‌شوند که به آن اصطلاحاً «میدان روشن» اطلاق می‌شود.

۱۱-۳

خلوص نمونه SWCNT

purity of SWCNT sample

شاخصی از مقدار ماده ناخالص موجود در نمونه‌های SWCNT است.

یادآوری- خلوص بالا نشان‌دهنده مقدار اندک کاتالیست (فلزی) باقیمانده و دیگر محصولات جانبی مانند نانولوله‌های کربنی چنددیواره، نانولیف‌های کربنی، فولرن، کربن بی‌شکل و نانو گرافیتی است که توسط TEM قابل تشخیص باشند.

۱۲-۳

دسته نانولوله‌ها

bundle of nanotubes

رشته تکی از دو یا بیش از دو نانولوله که توسط نیروهای واندروالس به یکدیگر متصل شده‌اند.

۱۳-۳

شرایط تهییج استاندارد

standard excitation condition

شرایط بهینه جریان تهییج عدسی شیئی برای نمونه است.

یادآوری ۱- این شرایط در میکروسکوپ الکترونی عبوری با سازنده میکروسکوپ قابل دستیابی است.

1- High Angle Angular Dark Field (HAADF)

2- Z-Contrast image

یادآوری ۲- بزرگنمایی تصویر معمولاً در این شرایط اندازه گیری می شود و تحت شرایط تکرارپذیر، قابل دستیابی است.

۱۴-۳

شبکه معکوس

reciprocal lattice

توصیف ریاضی شبکه بلورشناسی در فضای معکوس است.

یادآوری- فاصله هر نقطه از شبکه معکوس تا مبدا براب با معکوس فاصله شبکه ای بلوری است.

۱۵-۳

فاصله بین صفحه ای d_{hkl}

interplanar spacing

فاصله عمود میان صفحات سازنده یک دسته صفحات بلوری است.

۱۶-۳

فوکوس نبودن

defocus

شرایط اپتیکی فوکوسی که در آن مکان عمودی آزمونه بر صفحه عدسی شیئی منطبق نیست.

۱۷-۳

کره ایوالد

Ewald sphere

کره ای هم مرکز با بردار پرتوی پراش آزمایش (با طول موج λ) که شعاعی برابر با $1/\lambda$ دارد.

یادآوری- عمدتاً از تلفیق این کره و مفهوم شبکه معکوس برای توصیف و یا توضیح مشاهدات پراشی استفاده می شود.

۱۸-۳

محور منطقه

zone axis

جهت بلورشناسی $[u, v, w]$ است که برای دسته صفحات $(h_1, k_1, l_1 \dots h_n, k_n, l_n)$ که همگی در قانون منطقه $(hu+kv+lw=0)$ صادق است، قابل تعریف باشد.

۱۹-۳

محور اپتیکی

optical axis

خط مستقیمی است که از مرکز متقارن میدان مغناطیسی یک عدسی الکترونی عبور می کند.

۲۰-۳

میکروسکوپ الکترونی عبوری

Transmission Electron Microscope TEM

دستگاهی است که الگوهای پراش یافته یا تصاویر بزرگ نمایی شده از نمونه را با استفاده از باریکه الکترونی که از نمونه عبور و با آن برهم کنش می نماید را بررسی می کند.

۲۱-۳

تفکیک پذیری پیکسل

pixel resolution

نسبت تعداد پیکسل های تصویر به واحد فاصله در آشکارساز است.

۲۲-۳

شبکه* (uvw)

شاخص صفحه در شبکه معکوس است.

یادآوری - بردار نرمال صفحه* (uvw) موازی با جهت [uvw] است.

۲۳-۳

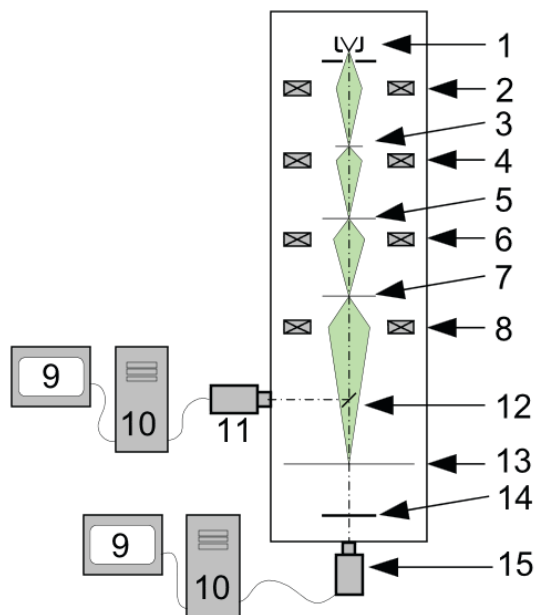
R_{hkl}

بردار است از مرکز تا نقطه hkl واقع بر الگوی پراش.

۴ مبانی، تجهیزات و حالت ها

۱-۴ مبانی

در روش میکروسکوپی الکترونی عبوری، باریکه الکترون از نمونه عبور داده می شود. شدت این پرتو عبوری با توجه به عدد جرمی، ضخامت نمونه و چگالی آن بررسی می شود. در واقع هرچه چگالی و ضخامت موضعی در نمونه بیشتر باشد، شدت پرتو عبوری کمتر خواهد بود. تفاوت در شدت های عبوری از قسمت های مختلف نمونه، مبنای تشکیل تصاویر است. شکل ۱ تجهیزات رایج مورد استفاده در دستگاه TEM را نشان می دهد.
[۱].



راهنما:

- | | | | | |
|--|------------------------------|--------------------|------------------------------------|---|
| ۱: تفنگ الکترونی | ۲: عدسی های جمع کننده | ۳: نمونه | ۴: عدسی شیئی | ۵: اولین تصویر بزرگنمایی شده |
| ۶: عدسی میانی | ۷: دومین تصویر بزرگنمایی شده | ۸: عدسی تصویرکننده | ۹: صفحه نمایش | ۱۰: رایانه |
| ۱۱: دوربین رقمی شده (حسگر تصویر): $M_g \geq M_s$ | ۱۲: صفحه نمایشگر/مانیتور | ۱۳: صفحه تصویر | ۱۴: فیلم عکاسی / صفحه عکاسی: M_f | ۱۵: دوربین رقمی شده (حسگر تصویر): $M_{is} \geq M_f$ |

شکل ۱- تجهیزات رایج مورد استفاده در دستگاه TEM [۱].

۲-۴ تجهیزات

۱-۲-۴ منبع الکترون

در دستگاه های TEM منبع الکترون مورد استفاده گرمایونی و یا گسیل میدانی (FE) است. در منبع گرمایونی، الکترون ها از رشته حرارت داده شده تولید می شوند. در صورتی که منبع گسیل میدانی الکترون ها را از طریق استخراج از یک میدان الکتریکی شدید تولید می کند.

تابع کار^۱، دمای کاری، چگالی جریان، اندازه باریکه الکترونی^۲، تابندگی^۳، توزیع انرژی، پایداری جریان گسیل، میزان خلاء و طول عمر از تعیین کننده ترین عوامل در تعیین ویژگی های منبع الکترونی می باشند.

1- Work function
2- Cross over point
3- Brightness

رشته‌های تنگستن و بلورهای LaB_6 منابع الکترونی رایج مورد استفاده در تولید الکترون گرمایونی در بسیاری از دستگاه‌های است. رشته تنگستنی؛ اقتصادی، بادوام و به راحتی تعویض پذیر است و نسبت به LaB_6 به خلاء کمتری نیاز دارد.

۴-۲-۲ عدسی‌های جمع‌کننده

وظیفه عدسی جمع‌کننده که بین تفنگ الکترونی و صفحه آزمون قرار گرفته، تنظیم باریکه الکترون خروجی از تفنگ الکترون به سوی آزمون است تا شرایط بهینه جهت مشاهده و ثبت تصویر فراهم شود.

۴-۲-۳ عدسی شیئی

بزرگنمایی یک میکروسکوپ الکترونی از یک عدسی شیئی و یک یا بیش از یک عدسی پخش‌کننده تشکیل می‌شود. عدسی شیئی تفکیک و تباین در تصویر را تعیین و عدسی‌های بعدی نیز تصویر نهایی را در بزرگنمایی مناسب برای مشاهده و ثبت حاضر می‌کنند.

۴-۲-۴ نگهدارنده آزمون

بررسی مشخصات نانوساختارها یک میکروسکوپ الکترونی عبوری به مکانیسم عملکرد دستگاه بستگی دارد. بنابراین در تصویر برداری با تفکیک پذیری استاندارد، نگهدارنده آزمون باید این قابلیت را تضمین کند. طراحی نگهدارنده آزمون بر روی دستگاه باید از روش‌های استاندارد ساخت و تولید باشد.

۴-۲-۵ عدسی تصویرکننده^۱

عدسی تصویرکننده مسئول انتقال تصویر اولیه از عدسی شیئی بر روی صفحه نمایشگر است. عدسی تصویرکننده می‌تواند تصویر بزرگ شده اولیه از آزمون را بیشتر بزرگنمایی نماید.

۴-۲-۶ دوربین و سامانه‌های تصویربرداری

صفحه نمایش TEM معمولاً با ماده فسفرسانس^۲ مانند سولفید روی برای ایجاد تصویر سبز رنگ در طول موج تقریباً 550nm (محدوده نور مرئی) پوشش داده می‌شود.

دستگاه TEM تصاویر را بر روی لایه‌های نگاتیو عکاسی به صورت سیاه و سفید ثبت می‌کند. دستگاه‌های پیشرفته، مجهز به یک حسگر تصویر مانند یک دوربین بر پایه دوربین^۳ است که تصاویر رقمی شده را بر روی صفحه نمایش و به‌عنوان یک پرونده تصویری ثبت می‌کنند.

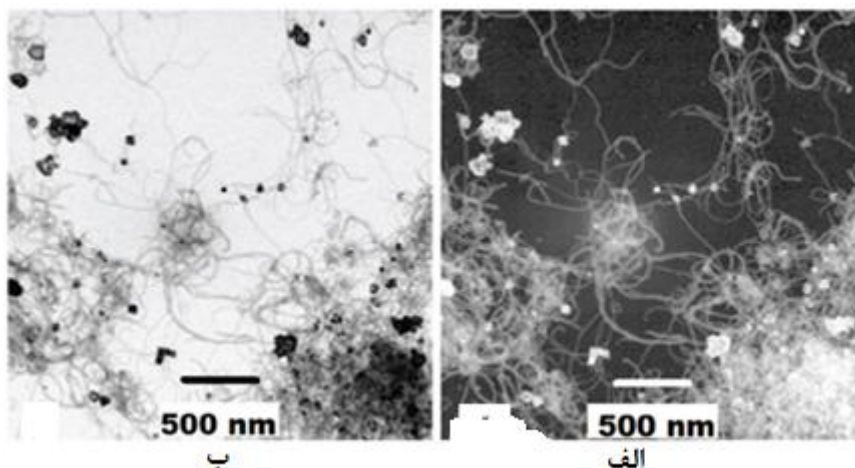
1- Projector lens
2- Phosphorescent
3- CCD

۳-۴ حالت‌ها

۱-۳-۴ تصویربرداری TEM میدان تاریک و روشن

در میکروسکوپ الکترونی، تصویر میدان روشن وقتی تشکیل می‌شود که الکترون‌های پراکنده نشده با الکترون‌های پراکنده شده یکی شده و با عبور از روزنه عدسی شیئی اصلاح شود.

سطوح تاریک تصویر ناشی از مناطقی در آزمون که الکترون‌ها را به طور گسترده پراکنده می‌کنند و سپس از روزنه عدسی شیئی عبور داده شوند. اگر الکترون‌های پراکنده نشده حذف شود، تصویری که تشکیل می‌شود فقط ناشی از الکترون‌های پراکنده شده است. بنابراین تصویری میدان تاریک ایجاد می‌شود این حالت تصویربرداری «میدان- تاریک» نامیده می‌شود. تصاویر میدان - تاریک معمولاً دارای تباین بیشتری در مقایسه تصاویر میدان - روشن است، به شکل ۲ مراجعه شود.



شکل ۲- تصاویر میکروسکوپ الکترونی عبوری الف- میدان دید تاریک و ب- میدان دید روشن از نانولوله کربنی چندجداره.

۲-۳-۴ پراش الکترون سطح انتخابی (SAED)

روش SAED امکان کالیبراسیون مقیاس TEM را با استفاده از الگوی پراش موادی که ثوابت شبکه مشخصی دارند را فراهم می‌سازد. برای این منظور، ثابت دوربین ($L\lambda$) محاسبه می‌شود که در آن L طول دوربین بر حسب میلی‌متر و λ طول موج الکترون بر حسب نانومتر است. پارامتر دیگر، R (بر حسب میلی‌متر) است که به فاصله پرتوهای مستقیم و پراش یافته گفته می‌شود. این پارامتر از روی صفحه نمایش یا تصویر اندازه‌گیری می‌شود. وقتی ثابت دوربین معلوم است، با اندازه‌گیری R ، d که همان فاصله بین صفحات بلوری است را می‌توان محاسبه کرد.

(۱)

$$\frac{R}{L} = \tan 2\theta \cong 2\theta$$

با توجه به قانون براگ:

(۲)

$$\frac{\lambda}{d} = 2 \sin 2\theta \cong 2\theta$$

پس می توان گفت:

(۳)

$$\frac{R}{L} \cong \frac{\lambda}{d} \text{ و } Rd \cong L\lambda$$

اگر هندسه سامانه اپتیک میکروسکوپ و طول موج باریکه الکترون مشخص باشد، ثابت دوربین و فاصله صفحات بلوری آزمون را می توان از اندازه گیری های نقاط یا حلقه های الگوی پراش محاسبه کرد. کالیبراسیون دستگاهی TEM نیز با استفاده الگوی پراش آزمون های مزجج با مقدار d شناخته شده انجام می گیرد [۲].

۵ آماده سازی

برای مشخصه یابی نانومواد با استفاده از TEM در صورتی که آزمون توده ای باشد، نیاز به آزمون هایی با سطح صاف، یکنواخت و به حد کافی نازک است که باریکه الکترونی بتواند از آن عبور نماید. ضخامت این آزمون ها باید در محدوده ۲۰ نانومتر الی ۱۰۰ نانومتر باشد. قطر این آزمون ها نیز باید در حدود ۲ میلی متر تا ۲/۳ میلی متر باشد تا بتوان آنها را بر روی نگهدارنده قرار داد.

به طور کلی آماده سازی آزمون های TEM را می توان به دو روش مستقیم و غیر مستقیم انجام داد. در روش اول، آزمون آماده شده و مورد آزمون قرار می گیرد ولی در روش دوم، اثری از آزمون به وسیله رلیکا^۱ ایجاد شده و مورد بررسی قرار می گیرد.

مراحل و روش های آماده سازی با توجه به نوع مواد و حالت فیزیکی آنها تفکیک و به اختصار شرح داده می شوند. برای مطالعه بیشتر در زمینه هر یک از مراحل آماده سازی، مطالعه کتاب راهنمای آماده سازی آزمون های TEM [۳] توصیه می شود.

۱-۵ برش آزمون

این مرحله از آماده سازی برای مواد توده انجام می شود. هدف نهایی از برش آزمون، دستیابی به ورق نازک^۲ یا صفحه گرد با ضخامت ۰/۱ میلی متر تا ۱ میلی متر است. به طور معمول برای برش آزمون از صفحه برش متناسب با جنس آزمون استفاده می شود. برای برش آزمون های فولادی، کامپوزیتی و کاربردی از صفحات

1- Replica

2- Foil

برش دارای الماس و چسب فلزی، برای آزمون‌های شیشه‌ای از چسب فلزی مخصوص و الماس، برای مواد بسیار سخت و برخی فولادها از نیتريد بور و چسب فلزی و برش سرامیک‌ها، کاربیدهای تفجوشی شده، مواد معدنی و شیشه از چسب رزینی و الماس استفاده می‌شود. برش شیمیایی، برش الکتروشیمیایی، برش اسیدی و برش فراصوت نیز از سایر روش‌های مورد استفاده برای برش مواد می‌باشند.

۲-۵ پرداخت کاری^۱

پرداخت کاری معمولاً پس از مرحله برش انجام می‌شود و جهت ایجاد سطح صاف، موازی، بدون خش و یکنواخت برای تقریباً تمام آزمون‌های توده، متراکم و لایه نازک با هر مقدار سختی قابل استفاده می‌باشد. حتی می‌توان ذرات ریز یا متخلخل (به شرطی که به طور مناسب جاسازی شده^۲ باشند) را نیز پرداخت کاری کرد. جدول ۱ نشان‌دهنده اصول روش‌های قابل استفاده جهت پرداخت مواد با توجه به جنس و کاربرد آنها است.

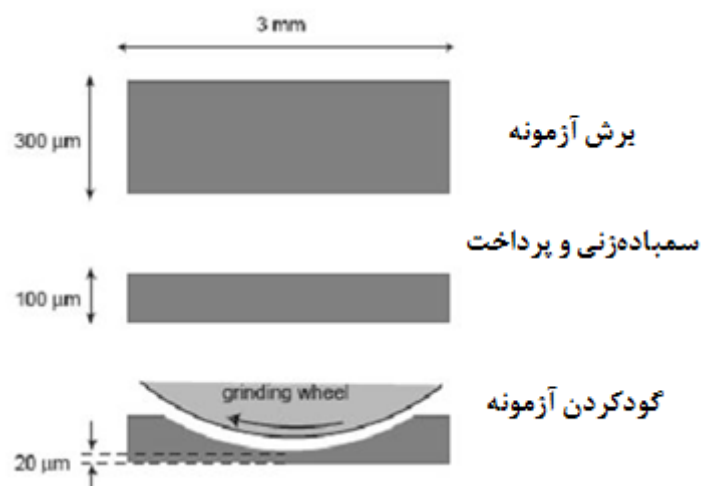
جدول ۱ - اصول روش‌های قابل استفاده جهت پرداخت مواد با توجه به جنس و کاربرد آنها [۳].

| جنس / کاربرد | اصول پرداخت | روش پرداخت |
|--|---|-------------------|
| اغلب مواد | مراحل پی در پی پرداخت با استفاده از سنباده | مکانیکی |
| مواد با استحکام بالا، آلیاژهای تنگستن، مولیبدن، تیتانیوم و زیرکونیم، مواد معدنی و نیمه‌هادی‌ها | افزودن واکنشگر شیمیایی ^۳ در مرحله نهایی پرداخت مکانیکی | مکانیکی / شیمیایی |
| فلزات سبک و آلیاژهای آنها، آلیاژهای دارای آلومینوم، سرب، مس و روی | استفاده از واکنشگر شیمیایی اچ کردن بدون سمباده کاری | شیمیایی |
| فلزات و نیمه‌هادی‌ها، آلومینوم ضدزنگ، آلیاژهای پایه تیتانیوم، فلزات نجیب | انحلال آندی | الکتروشیمیایی |
| فلزات با استحکام بالا | پرداخت مکانیکی با انحلال آندی آهسته | الکترومکانیکی |

1- Polishing
2- Embedded
3- Reagent

۳-۵ گودکردن^۱

از این روش برای گود کردن ناحیه‌ای از نمونه‌های گرد صفحه‌ای به ضخامت ۱۰۰ میکرومتر و قطر ۳ به میلی‌متر جهت آماده‌سازی‌های بعدی استفاده می‌شود، شکل ۳.

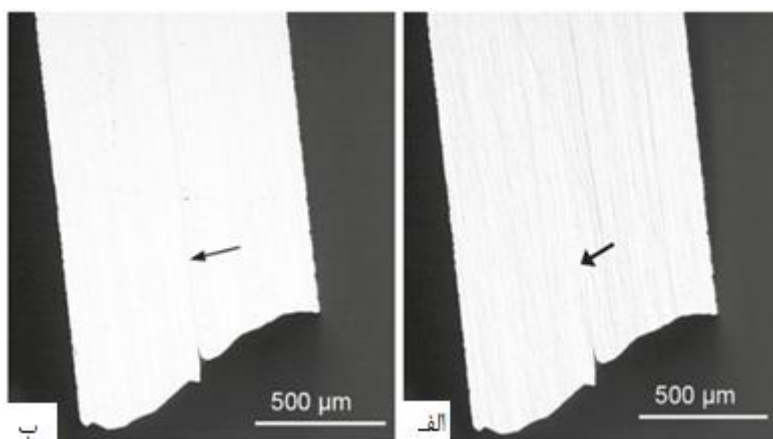
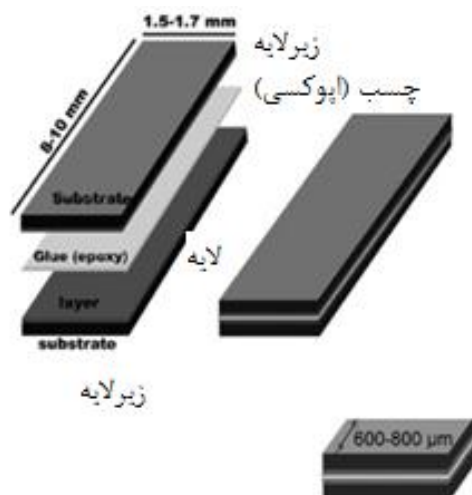


شکل ۳- روش گود کردن برای کاهش ضخامت نمونه TEM پس از برش، سمباده‌زنی و پرداخت.

۴-۵ روش ساندویچ

این روش برای مواردی استفاده می‌شود که لازم است مقطع عرضی نمونه‌های تک لایه و یا چندلایه (مانند کامپوزیت‌ها) مورد بررسی قرار گیرد. در این روش لایه‌ها به وسیله رزین بسپاری^۲ مطابق شکل ۴ به هم می‌چسبند و برای آماده‌سازی‌های بعدی (مانند پرداخت کاری) به کار برده می‌شود. شکل ۴ نشان‌دهنده لایه‌ها و محو شدن چسب میان دو لایه پس از پرداخت کاری با الماس با اندازه ذرات ۱ میکرومتری است. استفاده از چسب‌ها موجب محافظت ماده به منظور بررسی میکروسکوپی نیز می‌شود. این روش برای همه مواد تک‌لایه، توده و یا متراکم، شامل فلز، نیمه‌هادی، سرامیک، مواد معدنی و کامپوزیت‌ها مورد استفاده قرار می‌گیرد.

1- Dimpling
2- Polymeric resin

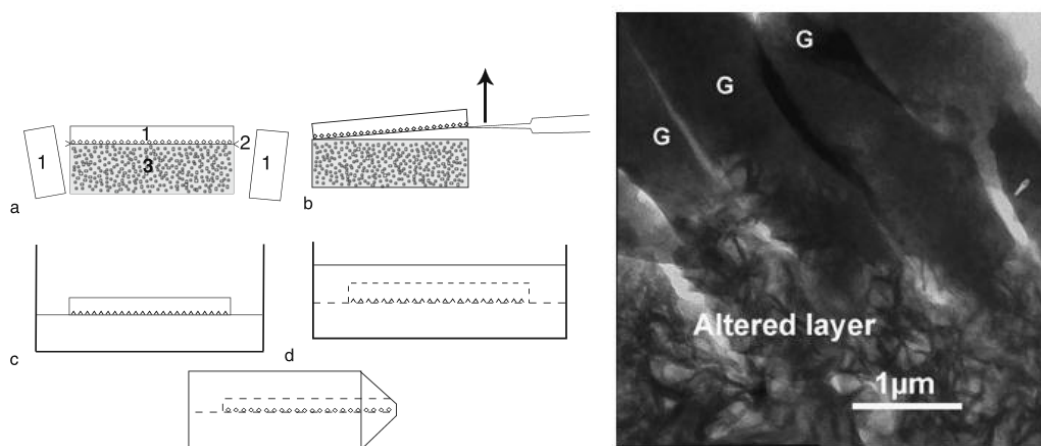


شکل ۴- لایه‌ها و محو شدن اثر چسب بین دو لایه پس از پرداخت کاری با الماس با اندازه ذرات ۱ میکرومتری [۳].

۵-۵ جاسازی^۱

از این روش برای خرد کردن و ریز کردن ذرات استفاده می‌شود. در این روش ابتدا قطعات کوچکی از نمونه درون قالب گذاشته شده و در تماس با رزین قرار داده می‌شوند که در اثر بسپارش^۲ سخت می‌شوند. سپس لایه رویی که دارای نانوذرات است مطابق شکل جدا شده و برای مراحل بعدی مورد استفاده قرار می‌گیرد. لازم به ذکر است این مرحله دو بار انجام می‌شود. شکل ۵ نشان‌دهنده ذرات بازالت بر روی زیرلایه شیشه‌ای می‌باشد. از این روش برای آماده‌سازی مواد فلزی، سرامیکی، نیمه‌هادی، معدنی، آلی، کامپوزیت و لایه‌های نازک استفاده می‌شود.

1- Embedding
2- Polymeraziation



شکل ۵ - ذرات بازالت بر روی زیرلایه شیشه‌ای [۳].

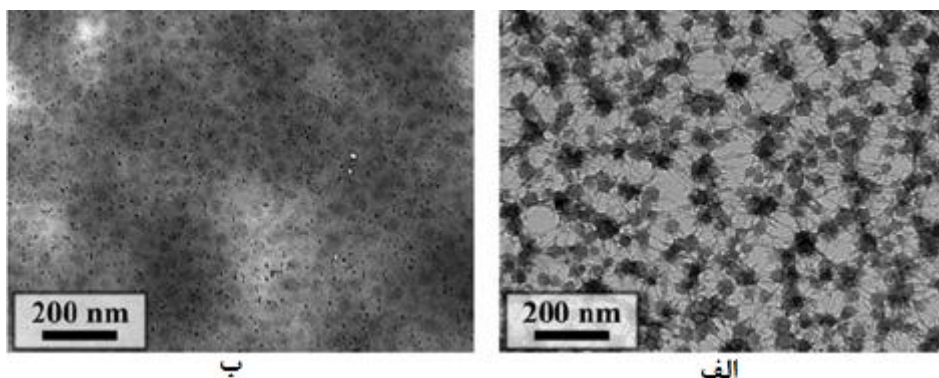
۵-۶ تثبیت شیمیایی

از این روش برای پایدار ساختن ساختار مواد زیستی آبدار از طریق اتصال پروتئین و تبدیل ژل پروتئین به شبکه اتصال داده شده استفاده می‌شود. این روش برای آزمون‌های با حجم ۱ به میلی‌متر مکعب، به یک ساعت تثبیت (با ۱٪ تا ۲/۵٪ گلوتارآلدهید^۱ و ۱٪ تا ۴٪ پارافرم آلدهید^۲) در مرحله اول و ۰/۵٪ تا ۴٪ اوسیم تری‌اکسید^۳ در مرحله دوم استفاده می‌شود.

۵-۷ تثبیت فیزیکی

از این روش برای پایدار ساختن ساختار مواد زیستی آبدار، مواد پلیمری، مواد توده و حتی ذرات استفاده می‌شود. اساس کار این روش بر کاهش تدریجی یا سریع دمای آزمون و انجماد آن و خروج آب از آن استوار است. در این حالت، تصویر آزمون به حالت طبیعی آن بسیار نزدیک خواهد بود. در این روش دمای آزمون با آهنگ ۱۰^۶ درجه کلوین بر ثانیه کم شده و به ۹۳ درجه کلوین رسانده می‌شود. برای آزمون‌های زیستی اشباع‌شده، این مقدار تا ۱۰^۳ درجه کلوین بر ثانیه قابل تغییر خواهد بود. گاهی از افزایش فشار به‌همراه کاهش دمای آزمون استفاده می‌شود.

1- Glutaraldehyde
2- Paraformaldehyde
3- Osmium tetroxide



شکل ۶- تصاویر TEM از آزمون‌های بسپاری پس از تثبیت فیزیکی و انجماد سریع از الف- ۵ و ب- ۴۵ درجه سلسیوس.

۵-۸ لایه‌های نازک نگهدارنده پیوسته

از این روش برای آزمون‌سازی ذرات بسیار ریز، ترد و یا پراکنده شده^۱ استفاده می‌شود که طی آن یک لایه فوق نازک بر روی توری نگهدارنده^۲ قرار گرفته و آزمون‌سازی انجام می‌شود. این لایه‌های نازک باید:

- ۱- در برابر الکترون شفافیت داشته باشند.
- ۲- در برابر (تابش و گرمای) باریکه الکترونی مقاوم باشند.
- ۳- توانایی تحمل وزن آزمون را داشته باشند.
- ۴- بی‌شکل باشند و موجب ایجاد خطا در تصویر و یا الگوی پراش ایجاد شده برای آزمون نشوند.

بنابراین این لایه‌ها معمولاً از مواد سبکی همچون ترکیبات آلی یا کربنی برای مثال کلودیون^۳، فورموار^۴ و یا تریافول^۵ ساخته می‌شوند. از این لایه‌ها برای آماده‌سازی هر نوع ماده‌ای به‌ویژه مواد معدنی، کاتالیست‌ها، مواد بسپاری، ذرات ریز معلق در مایع و مواد زیستی استفاده می‌شود. در تمام حالات از توری‌های مسی، آلومینومی، نیکلی و غیره با مش ۱۰۰ تا ۱۰۰۰ و ابعاد ۲/۳ میلی‌متر تا ۳ میلی‌متر استفاده می‌شود.

1- Dispersed
2- Support grid
3- Collodion
4- Formvar
5- Triafol

۵-۸-۱ لایه کلودین

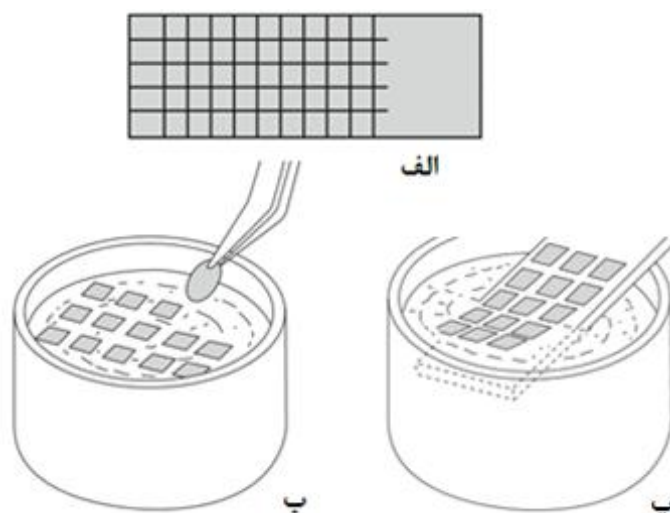
این لایه از طریق پخش محلول ۱٪ تا ۳٪ کلودین (نیتروسولوز) حل شده در حلال آلی (ایزوآمیل سابوتیل استات) به روش چکاندن محلول^۱ ایجاد می‌شود. این لایه بسیار نازک (تقریباً ۱۰ نانومتر) است و به‌سادگی با جریان هوا نیز می‌شکند و بنابراین باید آنرا با استفاده از لایه کربنی تقویت کرد.

۵-۸-۲ لایه فورموار

این لایه نیز به روشی مشابه با لایه کلودین و از محلول فورموار تولید می‌شود.

۵-۸-۳ لایه کربنی

این لایه از طریق تبخیر و لایه‌نشانی لایه بی‌شکل کربنی بر روی میکا و یا یک شیشه تمیز با کیفیت سطح مناسب استفاده می‌شوند. سپس مطابق شکل ۷ به‌وسیله فروری در آب، روی آن شناور و جمع آوری شده و بر روی توری‌های نگهدارنده قرار داده می‌شوند تا بلافاصله پس از خشک شدن، مورد استفاده قرار گیرند. جدول ۲ برخی از خصوصیات این سه لایه را باهم مقایسه کرده است [۳].



شکل ۷ - روش غوطه‌وری در آب [۳].

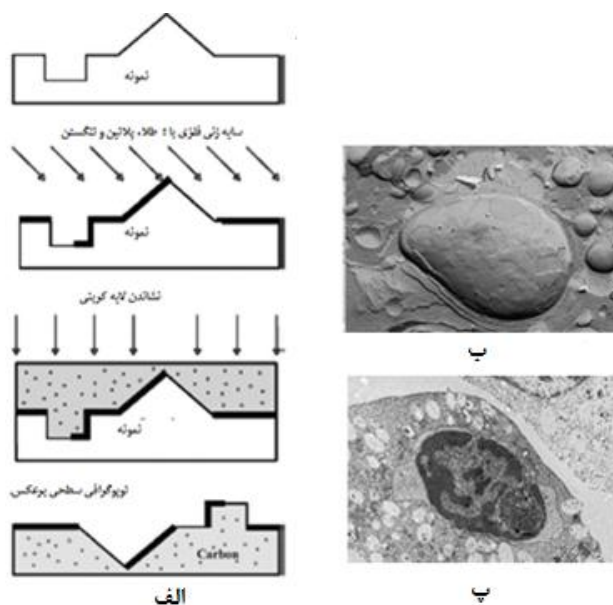
1- Solution drop method

جدول ۲ - مقایسه برخی از خصوصیات سه لایه رایج در TEM [۳].

| ویژگی | لایه کلودین | لایه فرموار | لایه کربنی |
|---------------|-------------|-------------|------------------------|
| ضخامت | ۱۰ nm | ۱۰-۲۰ nm | ۵-۱۰ nm |
| تردی | بسیار ترد | کمی ترد | ترد |
| اثر شارژ | بله | بله | خیر |
| آبگریزی | خیر | خیر | بله |
| روش ساخت آسان | بله | خیر | بله، گاهی دشوار است. |
| بافت | بسیار ریز | بله | در مقیاس اتمی ریز است. |

۵-۹ استفاده از رپلیکا

در این روش اثری معکوس از توپوگرافی سطح نانوساختار توسط فعل و انفعالاتی ایجاد شده و مورد بررسی و آزمون قرار می‌گیرد. مطابق شکل ۸، در مرحله اول سطح آزمونه نانوساختار تمیز شده و درون تبخیرکننده‌ای دارای دو منبع تبخیر (یکی برای فلز و دیگری برای کربن) قرار می‌گیرد. سپس سطح آن به وسیله ذرات فلزی طلا، تنگستن و پلاتین تحت فشار 10^{-3} پاسکال تا 10^{-4} پاسکال پوشش‌دهی می‌شوند. پس از آن، لایه کربنی بی‌شکل به صورت عمود بر روی آزمونه نشانده می‌شود و در نهایت با جداسازی آزمونه، لایه کربنی دارای شرایط معکوسی از توپوگرافی سطحی خواهد بود.



شکل ۸- الف- مراحل استفاده از رپلیکا برای آزمونه‌های نانوساختار و تصاویر به دست آمده از سلول‌های زیستی در حالت ب- معمولی و پ- با استفاده از رپلیکای کربنی-پلاتینی [۳].

۵-۱۰ روش‌های مختص ذرات ریز

۵-۱۰-۱ پخش^۱ ذرات ریز (در بستر مایع)

پخش ذرات ریز در بستر مایع متناسب با آزمون و شرایط آن انجام می‌شود. برای آزمون‌های زیستی، سرامیکی و معدنی معمولاً از آب به عنوان بستر سیال برای پراکنده شدن ذرات استفاده می‌شود در حالیکه برای آزمون‌هایی که امکان واکنش با آب را دارند معمولاً از الکل که سرعت تبخیر بالایی دارد استفاده می‌شود. برای نانومواد و کاتالیست‌ها نیز معمولاً از الکل استفاده می‌شود چرا که از کلوخه‌ای شدن^۲ مجدد آن‌ها جلوگیری می‌کند.

۵-۱۰-۲ پخش نانوذرات در حالت خشک

در مورد نانوذرات پودری، پودر مستقیم بر روی توری نگهدارنده ریخته شده و بقیه ذراتی که به آن نچسبیده‌اند با ضربه‌های آرام حذف می‌شوند.

۵-۱۰-۳ پخش آئروسول

برای مشخصه‌یابی ذراتی که در فاز گازی پخش شده‌اند، می‌توان توری را در معرض جریان از فاز گازی حامل ذرات قرار داده و با گذشت زمان مناسب، غلظت مشخصی از ذرات را بر روی آن نشانده.

۵-۱۰-۴ پخش ذرات در اسید نوکلئیک

از این روش برای توزیع ذرات DNA، RNA و پروتئین‌های مشابه آن استفاده می‌شود. توضیحات تکمیلی مربوط به این روش و سایر روش‌های ذکر شده در مرجع [۳] نشان داده شده است.

۵-۱۱ نانولوله‌های کربنی

نانولوله‌های کربنی تک دیواره^۳ چالش‌های مخصوص به خود را در آماده‌سازی آزمون‌های TEM دارند. نانولوله‌ها معمولاً به صورت دسته‌ای^۴ و در شکل پودر خشک یا سوسپانسیون مایع هستند. آماده‌سازی با استفاده از روش فراصوت می‌تواند نانولوله‌ها را از یکدیگر جدا کند اما امکان آسیب به ساختار آن‌ها و حتی کوتاهی طول لوله و تغییر ریخت شناسی ماکروسکوپیک آن‌ها شود. بنابراین معمولاً توصیه می‌شود که آماده‌سازی به روش‌های مکانیکی برای آزمون‌های نانولوله‌های کربنی به حداقل رسانده شود.

معمولاً برای آماده‌سازی نانولوله‌های کربنی و ایجاد لایه‌های شفاف در برابر الکترون از آنها، استفاده از روش‌هایی مانند آسیاکاری یونی^۵، پرداخت کاری الکتریکی^۱، تکثیر^۲، استخراج^۳ و حکاکی شیمیایی ترجیحی^۴

1- Dispersion
2- Agglomeration
3- Single Wall Carbon Nanotubes (SWCNTs)
4- Bundle
5- Ion milling

توصیه نمی‌شود. حداقل سه نمونه از ماده SWCNT را باید آماده‌سازی کرد و کیفیت آماده‌سازی نمونه را از بررسی سه نمونه آماده‌سازی شده و مشابه بودن نتایج حاصل از بررسی آنها مشخص نمود. دستورالعمل آماده‌سازی این نمونه‌ها در ادامه به اختصار شرح داده می‌شوند. این روش‌ها در گزارش آزمون باید قید شوند.

۵-۱۱-۱ انتخاب نوع توری TEM

به‌طور معمول برای آزمون خلوص نانولوله‌های کربنی استفاده از توری مسی با قطر ۳/۳۵ میلی‌متر و اندازه مش ۲۰۰ توصیه می‌شود که دارای پنجره‌های بسیاری با ابعاد ۳۳ میکرومتر \times ۳۳ میکرومتر می‌باشد. اگر آماده‌سازی خاصی مانند حرارت‌دهی لازم باشد، استفاده از توری‌هایی با جنس مولیبدن یا توری‌هایی با پنجره‌های دارای غشاء کاربید سیلیکون مناسب می‌باشد.

گاهی اوقات، برای مثال هنگام مطالعه ریخت‌شناسی نانولوله‌های کربنی (که در آن به برشی نازک و تباین و تفکیک‌پذیری خوبی نیاز داریم)، نمونه بدون استفاده از لایه نگهدارنده اضافی بر روی توری TEM قرار می‌گیرد. از آنجا که استفاده از لایه نگهدارنده اضافی بر روی توری، بدون انجام فرآیندهای خاص، تباین و تفکیک‌پذیری را دچار مشکل می‌کند، لایه کربنی (لیسی^۵ و هولی^۶) برای نگهداری نانولوله‌های کربنی مناسب می‌باشند (لایه‌های نازک تر ترجیح داده می‌شوند).

۵-۱۱-۲ آماده‌سازی با توجه به حالت فیزیکی نمونه

۵-۱۱-۲-۱ نمونه پودری خشک

برای آماده‌سازی نمونه‌های پودری خشک مراحل زیر انجام می‌شود:

- ۱- توری TEM را درون نگهدارنده مناسب قرار دهید.
- ۲- توری را در محل آماده‌سازی نمونه، زیر هود مکشی یا محفظه دستکش‌دار^۷، قرار دهید.
- ۳- نمونه SWCNT را انتخاب و آن را به داخل هود مکشی یا جعبه دستکش‌دار منتقل کنید و سپس درب ظرف دارای نمونه را باز کنید.

-
- 1- Electropolishing
 - 2- Replication
 - 3- Extraction
 - 4- Preferential chemical etching
 - 5- Lacey
 - 6- Holley
 - 7- Glove box

- ۴- مقدار بسیار کمی (تقریباً ۰/۰۱ میلی گرم) از SWCNT را با استفاده از سوزن تیز یا انبرک^۱ بر روی سطح توری TEM قرارداده و با اعمال فشاری اندک به آن بچسبانید.
- ۵- مقداری از نمونه که بر روی توری TEM نچسبیده است را با ضربه زدن به سطح سخت نگهدارنده و با استفاده از جریان آرام گاز نیتروژن بردارید.
- ۶- روش دیگر این است که قطره‌هایی از حلال آلی مانند پروپانول، ایزوپروپیل الکل و یا بوتانول را بر روی توری ریخته و زمان کافی داده شود تا حلال تبخیر شده و SWCNT خشک بر سطح توری قرار گیرد.
- ۷- توری دارای نمونه را مستقیماً به دستگاه TEM یا درون محفظه نگهدارنده منتقل کنید.

۵-۱۱-۲-۲ نمونه لایه‌ای خشک

برای آماده‌سازی نمونه لایه‌ای خشک مراحل زیر انجام می‌شود:

- ۱- چهار مرحله اولیه اشاره شده در بخش قبل را انجام داده و سپس به ویال^۲ ۱۳ میلی‌لیتری وارد کرده و ۱۰ میلی‌لیتر آب یون‌زدایی شده و یا ۲-پروپانول به آن اضافه کنید.
- ۲- وقتی که SWCNT کاملاً خیسانده شد، با استفاده از قطره‌چکان از محلول دارای نمونه بر روی فیلتری با غشاء پلی‌پروپیلن آبدوست یا پلی‌کربنات با اندازه حفرات ۰/۲ میکرومتر تا ۰/۵ میکرومتر بچکانید تا لایه‌ای بر روی آن تشکیل شود.
- ۳- بخشی از لایه خشک شده را از روی فیلتر جدا کرده و بر روی توری تمیز TEM فشار دهید (بدون استفاده از لایه).
- ۴- توری دارای نمونه را مستقیماً به دستگاه TEM یا درون محفظه نگهدارنده منتقل کنید.
- پس از خشک شدن نمونه تعلیق شده SWCNTs، تفاوت‌هایی در توزیع فضایی نانولوله‌های کربنی و ناخالصی‌ها ایجاد می‌شود. علاوه بر آن، استفاده از حلال نامناسب نیز میتواند بعضی انواع ناخالصی‌ها را حل کرده و در نتیجه دقت محاسبات را تغییر دهد.

۵-۱۱-۳-۲ نمونه تعلیق شده در مایع

برای آماده‌سازی نمونه تعلیق شده در مایع مراحل زیر انجام می‌شود:

- ۱- مراحل چهارگانه اولیه را انجام داده و مقدار ۰/۰۱ میلی گرم از نمونه را به ویال ۲۰ میلی گرمی انتقال داده و سپس ۱۰ میلی گرم از ۲-پروپانول (یا کلروفرم) را با رعایت نکات ایمنی به آن اضافه کنید.

1- Tweezer
2- Vial

۲- ظرف (ویال) را به حمام فراصوت منتقل کرده و عملیات فراصوت را تا زمان جداسازی کافی SWCNTs ها و به مدت ۵ دقیقه تا ۳۳ دقیقه انجام دهید.

۳- قطره‌ای از مایع دارای ماده SWCNT را بر روی توری TEM بچکانید و فرصت دهید تا در معرض هوای محیط، کاملاً خشک شود.

۴- قسمتی از نمونه که بر روی توری نچسبیده را توسط ضربه یا جریان آرام گاز نیتروژن حذف کنید.

۵- توری دارای نمونه را مستقیماً به دستگاه TEM یا محفظه‌ای تمیز و عاری از ذرات منتقل کنید.

در صورتی که زمان آماده‌سازی فراصوت بسیار طولانی و یا انرژی اعمالی بسیار زیاد باشد، خواص نمونه به‌طور قابل ملاحظه‌ای تغییر خواهد کرد. آماده‌سازی فراصوت در حمام آب یخ باعث به حداقل رساندن آسیب‌های حرارتی به SWCNTs میشود.

خشک شدن و آماده‌سازی فراصوتی (با تغییر قطر و توزیع ذرات آزمونه SWCNT) و نیز استفاده از حلالی نامناسب (ورود انواع ناخالصی‌ها) موجب خطا در محاسبه خلوص نمونه می‌شوند.

۵-۱۱-۲-۴ نمونه کامپوزیتی

برای آماده‌سازی نمونه کامپوزیتی خشک مراحل زیر انجام می‌شود:

۱- پس از انجام مراحل چهارگانه اولیه، ۰/۱ گرم از ماده SWCNT را به ۱۰ گرم اپوکسی دارای عامل پخت^۱ اضافه کرده و با دقت آن را مخلوط کنید.

۲- زمان کافی داده شود تا پخت ماده کامپوزیت کامل شده و در دمای اتاق سخت شود.

از قطعه ماده کامپوزیت آزمونه‌ای میله‌ای شکل به قطر ۳ میلی‌متر تهیه کرده و درون دستگاه الترامیکروتوم قرار دهید.

۳- برش‌های نازکی به ضخامت ۲۰ نانومتر تا ۹۰ نانومتر از آزمونه کامپوزیت (نانولوله - اپوکسی) تهیه کنید (ضخامت آزمونه باید طوری باشد که نور از لایه برش داده عبور کند). لایه های برش داده شده را از داخل حمام آب جمع آوری کنید.

۴- لایه برش داده شده را با اعمال فشار اندکی بر روی توری TEM قرار دهید.

۵- توری را مستقیماً به TEM یا محفظه نگهداری تمیز و عاری از ذرات منتقل کنید.

1- Curing agent

اهمیت این روش در مرتبط بودن روش آماده‌سازی آزمون با روش استفاده از آن است. ارزیابی خواص CNTs از آزمون‌های قرار داده شده (در اپوکسی) محدودتر از خواصی است که می‌توان از CNTs آزاد بدست آورد [۲].

۶ کالیبراسیون

۶-۱ بزرگنمایی تصویر

۶-۱-۱ تعریف بزرگنمایی

بزرگنمایی تصویر در TEM عبارت است: از نسبت ابعادی خطی در تصویر به ابعاد متناظر آن در آزمون. به‌طور کلی سه نوع آشکارساز تصویر وجود دارد که عبارتند از: فیلم عکاسی، صفحه تصویر و حسگر تصویر (مانند آرایه‌های CCD یا حسگرهای CMOS که در دوربین رقمی شده استفاده می‌شوند). بزرگنمایی تصویر حاصل از یک حسگر مغناطیسی با بزرگنمایی حاصل از یک صفحه تصویر یا فیلم عکاسی متفاوت است. دلیل این تفاوت این است که موقعیت ثبت تصویر در آنها با یکدیگر تفاوت دارد.

۶-۱-۲ بیان بزرگنمایی

بزرگنمایی تصویر حاصل از هر یک از این آشکارسازها را با نماد «X» و یک عدد قبل از آن که مرتبه بزرگنمایی را تعیین می‌کند، نشان می‌دهند. به‌عنوان مثال: $10000X$ که با نماد 10 kX نیز نشان داده می‌شوند.

همچنین استفاده از یک نشانگر مقیاس بر روی تصویر متناظر با مقدار واقعی آن در آزمون نیز می‌تواند برای بیان بزرگنمایی استفاده شود. البته تصاویر رقمی شده باید بزرگنمایی را با جزئیات بیشتری مانند تعداد پیکسل بر واحد طول داده اولیه نیز نمایش دهند.

یادآوری - روش پهنای میدان افقی^۱ نیز راه دیگری برای تعریف مقیاس بر روی یک تصویر بزرگنمایی شده است.

۶-۲ مواد مرجع

برای کالیبراسیون بزرگنمایی باید از مواد مرجع ساخته شده مطابق ISO Guide 34 و یا مواد مرجع تایید شده (CRM) مطابق ISO Guide 35 استفاده کرد. این مواد باید شرایط زیر را داشته باشند:

۱- در محیط خلاء و باریکه الکترونی پایدار باشند.

1- Horizontal Field Width (HFW)

۲- در صورتی که آزمون تک‌بلور باشد، نسبت به راستای محور اپتیکی باریکه الکترونی در ناحیه کم‌نمایه^۱ قرار داشته باشد.

۳- تباین خوب و فصل مشترک مشخصی را در ساختار تناوبی تصویر TEM ایجاد نماید.

۴- بدون تخریب مکانیکی و الکتریکی در آزمون بتوان آنرا از هر آلودگی پاک کرد.

۵- سطح هر دو طرف آن صاف بوده و ضخامت آن نیز حداقل در نواحی مورد استفاده جهت کالیبراسیون برای ساختار ابرشبه مناسب باشد.

۶- دارای تاییدیه کالیبراسیون معتبر باشد.

برای انبارش و جابجایی این مواد باید آنها را درون محفظه‌های دسیکاتور و یا محفظه‌های خلاء نگهداری کرد. همچنین هنگام استفاده باید به سرعت بر روی نگهدارنده دستگاه سوار شوند. این آزمون‌ها هنگام استفاده باید از هر گونه آلودگی و تخریب به دور باشند تا موجب خطا در کالیبراسیون نشوند. همچنین می‌توان مقادیر کالیبراسیون مربوط به آنها را در فواصل گوناگون زمانی، ثبت و آنها را بررسی، مقایسه و تایید کرد.

۳-۶ روش کالیبراسیون

۱-۳-۶ کلیات

پارامترهایی که بر بزرگنمایی TEM تاثیر می‌گذارند موجب ایجاد خطای نظام‌مند می‌شوند. این موارد عبارتند از:

۱- ناپایداری یا انحراف باریکه حاصل از تفنگ الکترونی با ولتاژ بالا موجب تغییر انرژی الکترون‌ها شده و بنابراین فوکوس نهایی و در نتیجه کالیبراسیون را با مشکل روبرو می‌کند. حتی اگر هدف^۲ یکسان باشد، بزرگنمایی در ولتاژهای متغیر ممکن است متفاوت باشد.

۲- آستیگماتیسم یک عدسی شیئی اگر اصلاح نشده باشد موجب ایجاد خطا در فوکوس می‌شود.

۳- واگرایی باریکه الکترونی به‌ویژه در بزرگنمایی‌های بالا می‌تواند موجب تاثیر بر فوکوس شود. بنابراین عدسی جمع‌کننده باید در شرایطی کار کند که موجب ایجاد تابش موازی^۳ شود تا اثر واگرایی پرتو کم شود. این شرایط با بررسی چندین تصویر حاصل از بزرگنمایی در واگرایی پرتوی متفاوت ایجاد می‌شود.

۴- پسماند مغناطیسی^۱، به‌ویژه در مورد عدسی‌های شیئی می‌تواند موجب تغییر شرایط فوکوس شود.

1- Low index zone
2- Target
3- Parallel illuminate

- ۵- تغییر و یا ناپایداری در جریان تهییج عدسی شیئی نیز می‌تواند موجب تغییر شرایط فوکوس شود.
 - ۶- تغییر در ارتفاع آزمون نیز می‌تواند موجب تغییر شرایط فوکوس شود.
 - ۷- درصد خطای بزرگنمایی در هر محدوده از بزرگنمایی متفاوت است.
 - ۸- تغییر جهت‌گیری آزمون بلوری نسبت به محور اپتیکی موجب تغییر در بزرگنمایی می‌شود.
 - ۹- تغییر شرایط الکترونیکی یا دمایی اجزای مدار مربوط به عدسی‌های بزرگنمایی نیز می‌تواند موجب تغییر بزرگنمایی با گذشت زمان گردد.
 - ۱۰- انبساط یا انقباض ماده مورد استفاده در فیلم عکاسی^۱، بزرگنمایی‌کننده فیلم عکاسی^۲ و یا چاپگر رقمی شده می‌تواند بر روی چاپ تاثیرگذار باشد.
 - ۱۱- در دستگاه‌های رقمی شده، عدم دقت و اعوجاج در ابزار رقمی شده می‌تواند موجب خطای بزرگنمایی شود. بنابراین نسبت منظری (بزرگنمایی X و Y) می‌تواند با نمونه اصلی متفاوت باشد.
 - ۱۲- موقعیت لبه‌های خطوط ماده مرجع و یا ساختار متناوب آن می‌تواند بر بزرگنمایی تصویر تاثیرگذار باشد. کلیه عوامل فوق، تجدیدپذیری کالیبراسیون را تحت تاثیر قرار می‌دهند. انتخاب RM/CRM بستگی به دقت مورد نظر و نیز محدوده بزرگنمایی دارد. اما انتخاب استاندارد باید به گونه‌ای باشد که تکرارپذیری و عدم قطعیت نتایج به ترتیب بهتر از ۰.۹۸٪ و ۰.۵٪ باشند.
 - ۳-۲ سوار کردن نمونه مرجع (تایید شده)
- استفاده از آزمون و استقرار آن بر روی نگهدارنده دستگاه باید با توجه به دستورالعمل دستگاه TEM و همچنین RM/CRM مورد استفاده باشد. آزمون باید به گونه‌ای روی دستگاه سوار شود که هرگونه لرزش و جابجایی و به دنبال آن خطای تصویری را به حداقل برساند. موقعیت و ارتفاع آزمون در نگهدارنده میکروسکوپ نیز با توجه به دستورالعمل دستگاه و به گونه‌ای تعیین می‌شود تا شرایط استقرار در مرکز^۴ را فراهم گرداند.
- ترجیحاً می‌توان برای انطباق جهت‌های بلوری مورد نظر با محور اپتیکی از نگهدارنده^۵ دوشیبه^۵ و یا با شیب چرخشی^۱ استفاده کرد.

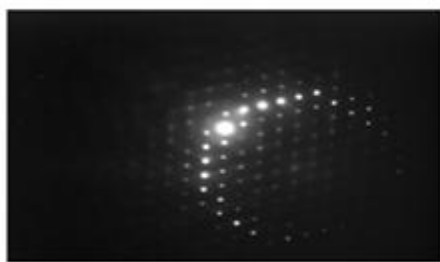
1- Magnetic hysteresis
2- Photographic material
3- Photographic enlarging
4- Eucentric
5- Double tilt

۳-۳-۶ ایجاد شرایط کالیبراسیون

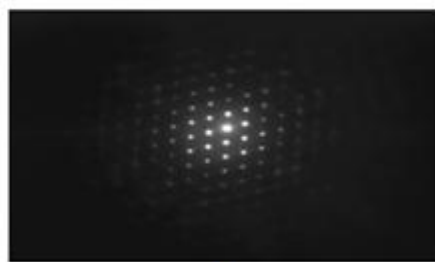
برای ایجاد شرایط کاری در TEM باید موارد و مراحل زیر را لحاظ کرد:

- ۱- عدد خلاء کمتر از 10^{-4} پاسکال و پایدار باشد.
- ۲- ولتاژ در حالت بالا قرار گیرد و زمان کافی برای پایداری داده شود.
یادآوری- محفظه‌های پر شده با روغن و گاز برای پایدار شدن به ترتیب به ۱۵۰ دقیقه و ۴۵ دقیقه فرصت نیاز دارند.
در ولتاژهای بالاتر نیز به زمان پایدار شدن زیادی نیاز نیست.
- ۳- برای کار کردن از ابزار تمیز و عاری از آلودگی استفاده شود.
- ۴- ناحیه مورد نظر^۲ تمیز و بدون آسیب از آزمون انتخاب و شرایط استقرار آن در مرکز فراهم شود.
- ۵- برای کاهش پسماند مغناطیسی، ابتدا بزرگنمایی بالاتر و سپس بزرگنمایی مورد نظر انتخاب شود.
- ۶- تهیج عدسی‌های شیئی در شرایط استاندارد تنظیم شود.
- ۷- موقعیت آزمون به گونه‌ای تنظیم شود که فوکوس مناسب تنظیم شود.
- ۸- عیب آستیگماتیسم در بزرگنمایی بالاتر از مقدار مورد نظر تصحیح شود. ولتاژ شتاب‌دهی نیز تنظیم شود. به طور مثال اگر بزرگنمایی کالیبراسیون $100 \times k$ باشد، در ناحیه $150 \times k$ تا $200 \times k$ تنظیم شود.
- ۹- حالت TEM از حالت تصویری به پراش الکترونی ناحیه انتخابی (SAED) و یا پراش باریکه الکترونی همگرا (CBED) تنظیم شود. همچنین از برداشته شدن روزنه شیئی اطمینان حاصل شود.
یادآوری- در حالت SAED باید از روزنه SAED استفاده شود تا الگوی پراش الکترونی را در ابزار نمایشگر (صفحه فلورسنت، مانیتور و یا صفحه رایانه) نمایش دهد.
- ۱۰- عدسی جمع کننده به گونه‌ای تنظیم شود تا شرایط برای تابش تقریباً موازی باریکه الکترون‌ها فراهم شود.
- ۱۱- یک ناحیه کم شاخص از بلور به موازات محور اپتیکی قرار داده شود (مطابق شکل ۹).

1- Tilt rotate
2- Region Of Interest (ROI)



ب



الف

شکل ۹- تفاوت الگوهای پراش در دو حالت: الف- حالت محور منطقه و ب- حالت خارج از محور منطقه [۱].

۱۲- روزنه شیئی را وارد کرده و آنرا با محور اپتیکی الکترون هم‌مرکز کنید. سپس TEM را به حالت تصویری تغییر دهید.

۱۳- بزرگنمایی را به عدد موردنظر برسانید و سپس جریان تهییج عدسی شیئی را به مقدار استاندارد خود باز گردانید.

۱۴- در صورتی که TEM قابلیت پسماندزدایی پایدار شدن را داشته باشد، تابع پسماندزدایی^۱ آن را اعمال کنید کنید تا پسماند عدسی شیئی حذف شود.

یادآوری- اگر دستگاه TEM به عملگر کنترل موقعیت آزمون مجهز نشده باشد، می‌توان از این مرحله صرف‌نظر کرد.

۱۵- بهترین فوکوس را با تغییر جریان تهییج به دست آورید.

یادآوری- در صورت لزوم می‌توان از عملگر وابلر تصویر^۲ برای فوکوس نیز استفاده کرد.

۱۶- عملگر فوکوس خودکار را خاموش کنید تا مقدار خارج از فوکوس^۳ عملگر وابلر بهینه شود.

۱۷- شرایط تابش سامانه عدسی شیئی (اندازه پرتو^۴ و روشنی) را طوری تنظیم کنید تا تباین کافی در کل محدوده پویایی ایجاد شود.

۶-۳-۴ عکس برداری تصویر رقمی شده

برای کمینه کردن خطای خوانش در اندازه‌گیری بزرگنمایی، تصویر باید رقمی شده باشد. عمق بیت^۵ این رقمی شدن باید بیش از ۸ بیت باشد. به‌طور کلی سه روش رقمی شدن با توجه سه نوع آشکارساز وجود دارد که به اختصار در جدول ۳ نشان داده شده است:

-
- 1- Relaxation function
 - 2- Image wobbler
 - 3- Underfocus
 - 4- Spot size
 - 5- Bit

جدول ۳ - سه روش رقمی شدن با توجه سه نوع آشکارساز [۱].

| آشکارساز | تجهیزات رقمی کردن | اندازه پیکسل |
|------------------------------|--------------------|---|
| فیلم عکاسی | روبشگر تصویر مسطح | با توجه به تفکیک پذیری اعمالی برای روبشگر تصویر تعیین می شود. |
| صفحه تصویر | رقمی کننده اختصاصی | با توجه به قطر پرتو لیزر مورد استفاده تعیین می شود. |
| حسگر تصویر (دوربین رقمی شده) | - | همان اندازه پیکسل حسگر تصویر است. |

۱- فیلم عکاسی: تصویر در این آشکارساز به طور مستقیم و بر روی آن ظاهر می شود و برای رقمی شدن باید از یک روبشگر استفاده کرد.

یادآوری - ترجیحا باید از روبشگر تصویر مسطح استفاده کرد. چراکه تنظیم مقیاس جهت کالیبراسیون اندازه باریکه الکترونی بر روی آن آسانتر است.

۲- صفحه تصویر: تصویر در این حالت نیز به صورت مستقیم بر روی صفحه ظاهر می شود و از یک رقمی شده کننده اختصاصی استفاده می کند.

۳- حسگر تصویر: تصویر در این حالت از طریق حسگر ثبت شده و از طریق دوربین رقمی شده متصل به رایانه، در صفحه نمایش نشان داده شود.

۳-۶-۵ رقمی کردن تصویر بر روی فیلم عکاسی

برای این امر از روبشگر مسطح با یکای خطی شفاف^۱ استفاده می شود.

یادآوری ۱- جهت ساختار تناوبی موجود در تصویر ثبت شده بر روی نگاتیو باید در راستای محور عرضی (y) صفحه نمایش رایانه تنظیم گردد.

یادآوری ۲- برای کمینه کردن اثرات اعوجاج لبه های روبشگر تصویر، لایه نگاتیو در نزدیکی مرکز محدوده روبش شده تنظیم شود.

۳-۶-۵-۱ تعیین تفکیک پذیری^۲ در رقمی کردن تصویر

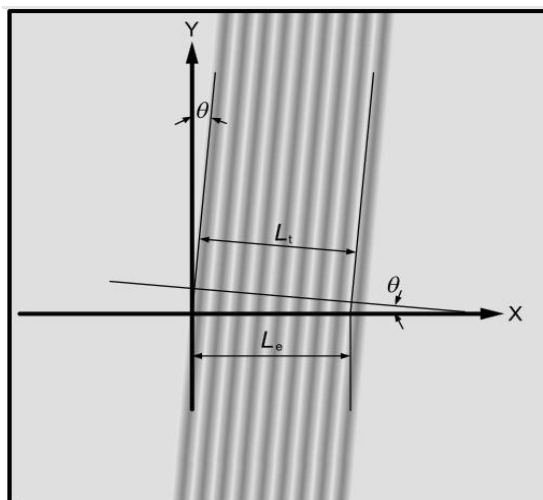
اگر در اندازه گیری طول l ، خطای dl وجود داشته باشد، حداقل یکای اندازه گیری باید کوچکتر از dl باشد. این رابطه در تعیین اندازه پیکسل در رقمی کردن استفاده می شود. شکل ۱۰ نشان دهنده ساختار یک CRM/RM است که با محور عرضی y زاویه θ را ایجاد کرده است. در این صورت طول عرضی واقعی (Lt) از رابطه ۴ بدست می آید:

1- Transparent manuscript unit

2- Resolution

(۴)

$$L_t = L_e \cos \theta$$



شکل ۱۰- ساختار یک CRM/RM است که با محور عرضی y زاویه θ را ایجاد کرده است [۱].

که در آن کمترین فاصله موجود در ساختار تناوبی تصویر است. با در نظر گرفتن L_e و نیز U (٪) به عنوان میزان توزیع، اندازه پیکسل یا یکای مقیاس (s) و تفکیک پذیری (R_s) از روابط زیر به دست می آیند:

(۵)

$$S \leq (L_e \times \frac{u}{100}) \times 0.1$$

(۶)

$$R_s = \frac{25.4}{S} = \frac{25400}{L_e \times u}$$

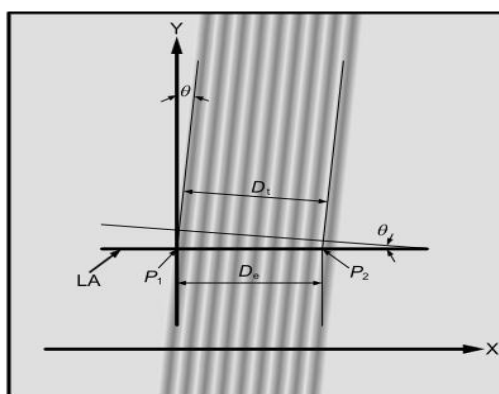
البته اگر S کمتر از 0.254 میلی متر باشد، R_s باید برابر یا بالاتر از مقدار محاسبه شده از رابطه فوق در نظر گرفته شود. البته در اینصورت تفکیک پذیری کمتر از 1000 dpi است که برای اندازه گیری مناسب نخواهد بود و بنابراین باید تفکیک پذیری را 1000 dpi یا بالاتر از آن تنظیم کرد.

۲-۵-۳-۶ اندازه گیری فاصله زاویه اصلاح شده (D_t) از تصویر رقمی شده

برای جلوگیری از خطا در اندازه گیری تصاویر رقمی شده در ابتدا باید نقاط ابتدا و انتها (لبه ها) را تعیین کرد. اندازه گیری D_t (مطابق با شکل ۱۲) متناظر با D_t (شکل ۱۱) را باید به کمک سامانه تشخیص خودکار رایانه ای تشخیص انجام داد. سامانه نرم افزاری مذکور باید ویژگی های اساسی زیر را داشته باشد:

1- Angel corrected distance

- ۱- اندازه‌گیری زاویه؛
- ۲- اندازه‌گیری طولی واحد پیکسل؛
- ۳- عملگر پروفیل خطی متوسط؛
- ۴- عملگر ROI بر روی پروفیل خطی متوسط؛
- ۵- عملگر تشخیص لبه برای اطلاعات حاصل از ROI (مانند پردازش دیفرانسیلی و تشخیص بیشینه و کمینه پیک).



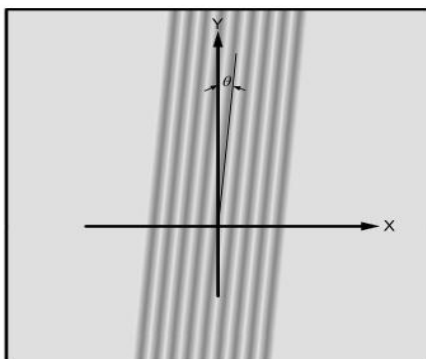
شکل ۱۱- اندازه‌گیری D_t روی تصویر نمونه RM/CRM [۱].

لازم به ذکر است که استفاده از روگرفت تصاویر، موجب ایجاد خطا در اندازه‌گیری می‌شود.

۳-۵-۳-۶ روش اندازه‌گیری فاصله زاویه اصلاح شده

فاصله زاویه اصلاح شده D_t (به پیکسل) در صفحه تصویر مطابق روش زیر به دست می‌آید:

۱- اندازه‌گیری زاویه انحراف θ (مطابق شکل ۱۲)



شکل ۱۲- اندازه‌گیری زاویه انحراف θ [۱].

۲- De یا فاصله گام پیچ^۱ از P1 تا P2 مطابق شکل ۱۱ از روی LA به موازات محور x محاسبه می شود. یادآوری- این فاصله به صورت مرکز به مرکز، گوشه راست تا گوشه راست لبه ها و یا گوشه چپ تا گوشه چپ لبه ها محاسبه می شود.

- مقدار اندازه پیکسل به عنوان واحد اندازه گیری لحاظ می شود.

- برای کاهش تاثیر نوفه تصویر در پروفیل خطی در طول LA و برای بهبود نسبت سیگنال به نوفه^۲، اندازه گیری در کل ساختار متناوب و با متوسط گیری برای n خط لحاظ گردد.

یادآوری- روش انتخاب n در پیوست الف ذکر شده است.

۳- با استفاده از یک نرم افزار اندازه گیری پروفیل خطی، موقعیت P1 تا P2 تشخیص داده شده و طول De را

$$\text{از رابطه } De = |P1 - P2| \text{ محاسبه کرد.}$$

۴- سپس D_t با استفاده از رابطه $D_t = D_e \cos \theta$ محاسبه می شود.

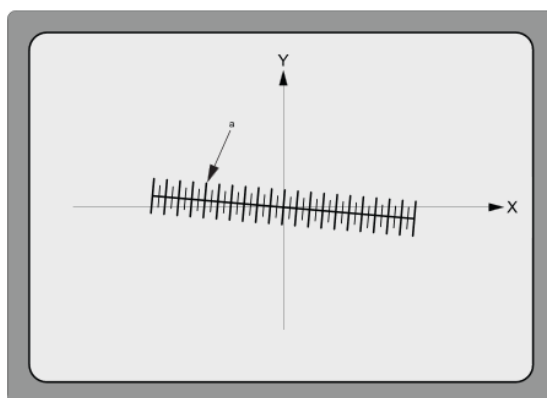
این مراحل را باید حداقل سه مرتبه و در موقعیت های متفاوت (با فاصله P+10 پیکسل از هم) تکرار شود که در آن P تعداد خطوط متوسط گیری است.

۶-۳-۶ رقمی کردن مقیاس مرجع برای کالیبراسیون اندازه پیکسل

برای به دست آوردن اندازه واقعی در یکای SI از طول رقمی شده لازم است که اندازه پیکسل (S) به میلی متر کالیبره شود. وقتی یک فیلم عکاسی و یا صفحه تصویر به عنوان آشکارساز تصویر استفاده شود، باید کالیبراسیون اندازه پیکسل با استفاده از یک مقیاس مرجع رقمی شده به همان روش رقمی شدن انجام شود. از طرفی اگر آشکارساز حسگر تصویر باشد، اندازه حسگر می تواند به عنوان اندازه پیکسل تصویر رقمی شده انتخاب شوند.

الف- فیلم عکاسی: یک خط کش با دقت اندازه گیری مشخص و قابلیت اندازه گیری ۵ میلی متر تا ۱۰ میلی متر و نیز قابلیت ردیابی می تواند به عنوان مقیاس مرجع در نظر گرفته شود. مقیاس مرجع با همان روبشگر مسطح (تحت همان شرایط مورد استفاده جهت رقمی کردن لایه نگاتیو) رقمی شده می شود. در این حالت، جهت مقیاس مرجع باید مطابق شکل ۱۳ در راستای محور x نمایشگر رایانه تنظیم شود.

1- Pitch distance
2- Signal to noise ratio



شکل ۱۳- تنظیم جهت مقیاس مرجع در راستای محور x نمایشگر رایانه [۱].

یادآوری- مقیاس‌های شیشه‌ای مرجع متداول در پیوست ب لیست شده‌اند.

ب- صفحه تصویر: برای بدست آوردن یک تصویر تماسی از مقیاس مرجع با قابلیت اندازه‌گیری ۱۰ الی ۵۰ به میلی‌متر را در تماس با تابش فلورسنت قرار دهید. سپس این تصویر را توسط یک رقیمی کننده IP (تحت همان شرایطی که پرتو لیزر برای خوانش دستگاه مورد استفاده است) روبش کنید. جهت مقیاس مرجع باید در راستای قسمت باریک صفحه تصویر باشد.

پ- حسگر تصویر: همانطور که در بخش مربوط به ثبت تصاویر رقیمی شده اشاره شد، به دلیل اینکه حسگر، داخل دوربین رقیمی شده واقع در ستون TEM قرار دارد، بسیار دشوار است که اندازه پیکسل را با استفاده از مقیاس مرجع و یا هر مادی دیگری کالیبره کرد. بنابراین، اندازه حسگر تصویر منفرد^۱ تایید شده توسط سازنده را می‌توان به عنوان اندازه پیکسل تصویر رقیمی شده در نظر گرفت.

۶-۳-۷ کالیبراسیون بزرگنمایی تصویر

طول نهایی تصویر آشکارساز؛ L_t را می‌توان از حاصلضرب D_t در تعداد پیکسل‌ها (S) به دست آورد. سپس نیز می‌توان بزرگنمایی (M) را از تقسیم L_t بر طول اولیه L_0 بر حسب میلی‌متر بدست آورد.

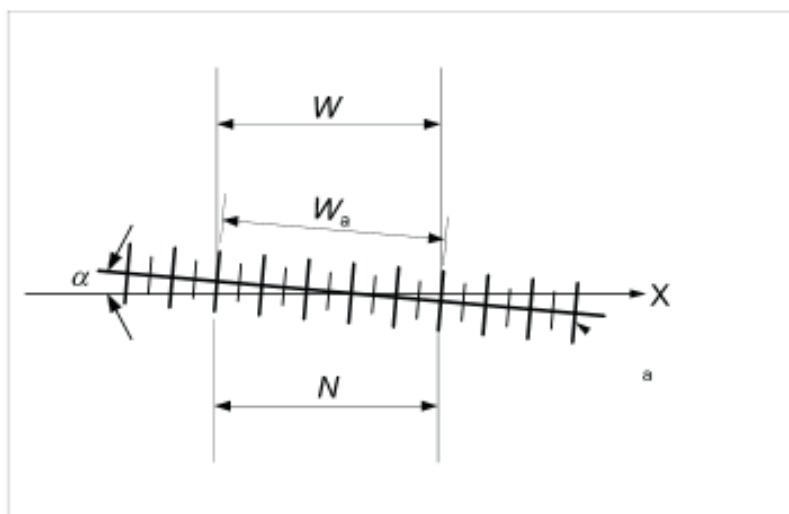
۶-۳-۷-۱ کالیبراسیون یکای مقیاس (S)

در مواردی که آشکارساز فیلم عکاسی و یا صفحه تصویر باشد، باید S را کالیبره کرد. برای این منظور باید ابتدا با استفاده از رابطه ۷ و شکل ۱۴، مقدار W را محاسبه کرد:

(۷)

$$W = W_a \cos \alpha$$

1- Individual image sensor



شکل ۱۴- زاویه آلفا میان مقیاس مرجع و محور x صفحه نمایش رایانه [۱].

یادآوری ۱- W_a مقدار مشاهده شده مقیاس مرجع و نه مقدار اندازه گیری شده بدست آمده از سایر مقیاس های اعمال شده در نمایشگر رایانه می باشد. سپس اندازه پیکسل با استفاده از رابطه زیر قابل کالیبره شدن است. بعد از این محاسبات، باید مقادیر S را در جدولی وارد کرد.

(۸)

$$S = \frac{W}{N} = W_a \cos \theta$$

یادآوری ۲- وقتی در کالیبراسیون از حسگر تصویر استفاده شود، اندازه حسگر تصویر را در جدول به عنوان S وارد می نماییم.

۲-۷-۳-۶ محاسبه بزرگنمایی تصویر

بزرگنمایی تصویر (M) را می توان با استفاده از رابطه زیر به دست آورد:

(۹)

$$M = \frac{L_t}{L_0} = \frac{D_t S}{L_0}$$

که در آن در صورتی که از فیلم عکاسی و یا صفحه تصوی استفاده شود، رابطه زیر برقرار است:

(۱۰)

$$M = \frac{D_t W_a \cos \alpha}{N L_0}$$

۳-۷-۳-۶ کالیبراسیون نشانگر مقیاس

نشانگر مقیاس برای اندازه‌گیری ذرات، عرض خطوط و فواصل موجود در ساختار تصویر بزرگنمایی شده کاربرد دارد. طول نشانگر مقیاس با استفاده از M و S قابل اندازه‌گیری است:

(۱۱)

$$N_u = \frac{1}{S_b} = \frac{M}{S}, L_u = N_u \cdot S = M$$

که در آن N_u و L_u به ترتیب تعداد پیکسل‌ها و طول نمایش داده‌شده (بر حسب میلی‌متر) هستند. همچنین برای کالیبراسیون واحدهای طول ۱ میکرومتر و ۱ نانومتر نیز از روابط زیر استفاده می‌شود:

(۱۲)

$$N_u = \frac{1}{10^3} = \frac{M}{S}, L_u(\mu m) = \frac{M}{10^3}$$

$$N_u = \frac{1}{10^6} = \frac{M}{S}, L_u(nm) = \frac{M}{10^6}$$

۴-۷-۳-۶ روش کالیبراسیون برای اندازه‌گیری طول مشخص با استفاده از فیلم عکاسی

عدم قطعیت‌های ناشی از رقمی کردن تصویر و کالیبره کردن پیکسل با اندازه‌گیری مستقیم L_t از روی لایه نگاتیو قابل حذف هستند. در این حالت فقط عدم قطعیت مقیاس شیشه‌ای وجود خواهد داشت.

۴-۶ صحت بزرگنمایی تصویر

صحت اندازه‌گیری، نزدیکی مقادیر اندازه‌گیری شده به مقدار مرجع قابل قبول است.

یادآوری ۱- نتیجه آزمایش در این استاندارد عبارت است از: مقادیر به دست آمده از کالیبراسیون

یادآوری ۲- عبارت «مقدار مرجع پذیرفته شده» عبارت است از بزرگنمایی داده شده برای TEM در دستورالعمل استفاده از دستگاه. بنابراین صحت (A) برای بزرگنمایی داده شده (M_g) با استفاده از محاسبه ΔM قابل اندازه‌گیری است.

(۱۳)

$$\Delta M = M_g - M, A = \frac{\Delta M}{M} \times 100$$

یادآوری ۳- عدم قطعیت ناشی از شرایط کاری روزنه TEM و خطاهای آماری ناشی از ناهمگنی‌های غیر قابل اجتناب RM/CRM در نتایج کالیبراسیون بزرگنمایی موثر هستند.

۵-۶ عدم قطعیت نتایج اندازه‌گیری

عوامل بسیاری در نتایج کالیبراسیون بزرگنمایی تاثیرگذار هستند. عدم قطعیت کل از عدم قطعیت تک‌تک اجزاء حاصل شده ولی در اینجا تنها با در نظر گرفتن ۷ عامل زیر به دست آورده می‌شود:

عدم قطعیت ناشی از زاویه انحراف در رقمی کردن تصاویر: σ_α ؛

عدم قطعیت ناشی از تعداد پیک‌ها: σ_N ؛

عدم قطعیت ناشی از زاویه تتا: σ_θ ؛

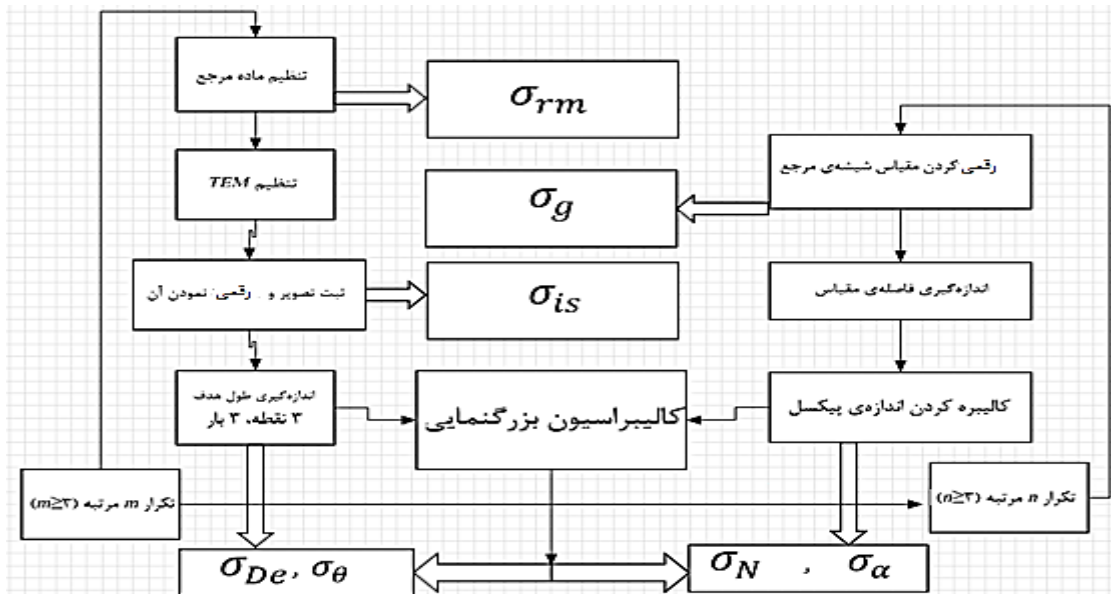
عدم قطعیت ناشی از مقیاس شیشه‌ای: σ_g ؛

عدم قطعیت ناشی از مواد مرجع: σ_{rm} ؛

عدم قطعیت ناشی از حسگر تصویر: σ_{is} ؛

عدم قطعیت ناشی از فاصله لبه‌ها: σ_{De} .

بر اساس GUM، این عدم قطعیت‌ها به دو دسته U_A (ناشی از σ_α و σ_N و σ_θ و σ_{De}) و B (ناشی از σ_{rm} و σ_g و σ_{is}) قابل تقسیم شدن هستند. مقادیر U_B از گواهینامه‌های مربوطه به دست می‌آیند و مقادیر U_A نیز از m بار تکرار آزمایش (از زیربند ۲-۳-۶ الی ۲-۵-۳-۶ برای به دست آمدن σ_{De} و σ_θ) و n بار تکرار آزمایش (از زیربند ۲-۳-۶ الی ۶-۳-۶ برای به دست آمدن σ_N و σ_α) آزمایش مطابق روش اشاره شده در متن به دست می‌آیند. طرحواره این مراحل در شکل ۱۵ نشان داده شده است.



شکل ۱۵ - طرحواره مراحل کالیبراسیون بزرگنمایی [۱].

پس از محاسبه مقادیر مربوط هر یک از عدم قطعیت‌ها، عدم قطعیت کل از روابط زیر برای آشکارسازهای گوناگون قابل محاسبه است:

(۱۴)

$$\sigma_e = \sqrt{\left(\frac{\sigma_{De}}{\sqrt{m}}\right)^2 + \left(\frac{\sigma_\theta}{\sqrt{m}}\right)^2 + \left(\frac{\sigma_N}{\sqrt{n}}\right)^2 + \left(\frac{\sigma_\alpha}{\sqrt{n}}\right)^2 + \sigma_{rm}^2 + \sigma_g^2}$$

برای صفحه تصویر و یا فیلم عکاسی

(۱۵)

$$\sigma_e = \sqrt{\left(\frac{\sigma_{De}}{\sqrt{m}}\right)^2 + \left(\frac{\sigma_\theta}{\sqrt{m}}\right)^2 + \sigma_{rm}^2 + \sigma_{is}^2}$$

برای دوربین رقمی شده CCD

و در نهایت نیز عدم قطعیت اندازه‌گیری با استفاده از رابطه $U = k \cdot \sigma_e$ قابل محاسبه است.

یادآوری ۱- برای ضریب اطمینان ۹۵٪، میزان k برابر با ۲ و برای ضریب اطمینان ۹۹٪ برابر با ۳ در نظر گرفته می‌شود.

۶-۶ گزارش کالیبراسیون

گزارش کالیبراسیون باید دقیق، شفاف، واضح و مطابق با دستورالعمل مورد اشاره در استاندارد بوده و شامل موارد زیر باشد:

۱- عنوان آزمون («گزارش آزمون» یا «گواهی کالیبراسیون»؛

۲- میزان انحراف؛

۳- نام و آدرس آزمایشگاه؛

۴- شماره مرجع گزارش کالیبراسیون؛

۵- نام و آدرس مشتری؛

۶- شرح روش مورد استفاده؛

۷- مشخصات دستگاه TEM (نام، مدل و شناسه دستگاه)؛

۸- مقادیر مشخصه ولتاژ کاری (kV)؛

۹- مشخصات نمونه مرجع مورد استفاده؛

۱۰- نوع حالت تصویر (بزرگنمایی کم، بزرگنمایی، بزرگنمایی زوم)؛

- ۱۱- جریان‌های عدسی کالیبره‌شده؛
- ۱۲- نوع نگهدارندهٔ آزمون؛
- ۱۳- روش تنظیم بزرگنمایی مورد نظر جهت کالیبراسیون؛
- ۱۴- مشخصات آشکارساز (نام، مدل و شناسهٔ آشکارساز)؛
- ۱۵- مشخصات حسگر تصویر ساخته شده در دوربین رقمی شده، تعداد پیکسل‌های موجود در راستای x و y و اندازه پیکسل حسگر تصویر منفرد؛
- ۱۶- نام و مشخصات نرم‌افزار مورد استفاده؛
- ۱۷- تعداد آزمایشات انجام شده (m و n) و نتایج مربوط به آنها؛
- ۱۸- بزرگنمایی در جهات x و y به همراه صحت و عدم قطعیت آنها؛
- ۱۹- نام کاربر؛
- ۲۰- تاریخ و زمان کالیبراسیون؛
- ۲۱- مشخصات صادرکنندهٔ گواهینامهٔ کالیبراسیون؛
- ۲۲- برای نسخه‌های روگرفت گزارش آزمون، پیشنهاد می‌شود که شماره صفحه، تعداد کل صفحات و همچنین تعداد گزارش تست‌های موجود در نسخهٔ چاپی قید گردد [۱].

۷ روش پراش الکترونی از ناحیهٔ انتخابی (SAED)

پراش الکترونی در TEM از روش‌هایی است که برای تعیین نوع شبکه، پارامتر شبکه، فازها، جهت‌گیری بین-فازی و بلوری، استحالهٔ فازی، صفحات رابط، عیوب، دوقلویی‌ها، فصل مشترک و نیز مطالعهٔ جهت‌گیری ترجیحی بلوری^۱ کاربرد دارد. میکروپراش^۲، پراش پرتو همگرا^۳، پراش الکترون برگشتی^۴ و همچنین پراش الکترونی از ناحیهٔ دلخواه (SAED) از مهمترین روش‌های مبتنی بر پراش در TEM هستند. در این بین روش SAED از مهمترین و پرکاربردترین این روش‌ها بوده و برای آزمون ناحیهٔ کوچکی از آزمون‌های نازک بلوری پرکاربرد است. کمترین حد قطر ناحیهٔ انتخاب شده برای آزمون به ضریب انحراف کروی عدسی TEM بستگی دارد که در میکروسکوپ‌های پیشرفته به $0/5$ میکرومتر می‌رسد. در مواردی که قطر آزمون بیشتر از $0/5$ میکرومتر باشد، به دلیل انحراف کروی، امکان ورود پراش‌هایی از نواحی جانبی آزمون به الگوی پراش نیز

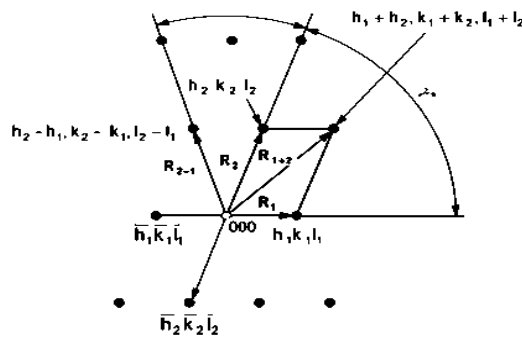
1- Preferred texture
2- Micro-diffraction
3- Convergent Beam Electron Diffraction (CBED)
4- Backscattered electron diffraction

وجود دارد. بنابراین در این موارد ترجیح داده می‌شود که از روش‌های میکروپراش و یا پراش پرتو همگرا استفاده شود.

۱-۷ الگوی پراش

۱-۱-۷ الگوی پراش نقطه‌ای

الگوی خاص از پراش یک تک‌بلور به شکل آرایه‌ای از نقاط خواهد بود. طرحواره‌ی این آرایه‌ی نقطه‌ای در شکل ۱۶ نشان داده شده است. هر نقطه از این الگو نشان‌دهنده‌ی پراش دسته صفحاتی از بلور با شاخص hkl است. بردارهای R_{hkl} نیز با توجه به موقعیت (000) و نقاط hkl متناظر با آن تعریف و از اتصال این نقاط به مبدا ترسیم می‌شود (مبدا جایی است که پرتو تابیده شده بر صفحه 000 عمود باشد). مقدار R_{hkl} به‌طور معکوس با d_{hkl} صفحات پراش متناسب است. لازم به ذکر است که در این استاندارد، بجای بردارهای $R_{h_2k_2l_2}$ ، $R_{h_1k_1l_1}$ ، $R_{h_2k_2l_2} + R_{h_1k_1l_1}$ و $R_{h_2k_2l_2} - R_{h_1k_1l_1}$ به اختصار از R_1 ، R_2 ، R_{1+2} و R_{2-1} استفاده می‌شود. همچنین زاویه بین R_1 ، R_2 برابر با γ^* است.



شکل ۱۶- طرحواره‌ی آرایه‌ی نقطه‌ای پراش [۴].

به دلیل اینکه نقطه‌ی مرکزی معمولاً بسیار روشن است، موقعیت آن به سادگی قابل تشخیص نیست و بنابراین از یک روش کاربردی برای تعیین آن استفاده می‌شود. به‌صورتی که در این روش، R_{hkl} از اندازه‌گیری فاصله‌ی میان نقاط hkl و $h\bar{k}l$ و با استفاده از رابطه‌ی زیر تعیین می‌شود. شکل ۱۷ نشان‌دهنده‌ی این روش برای تعیین مقادیر R_1 ، R_2 و R_{2-1} نیز است.

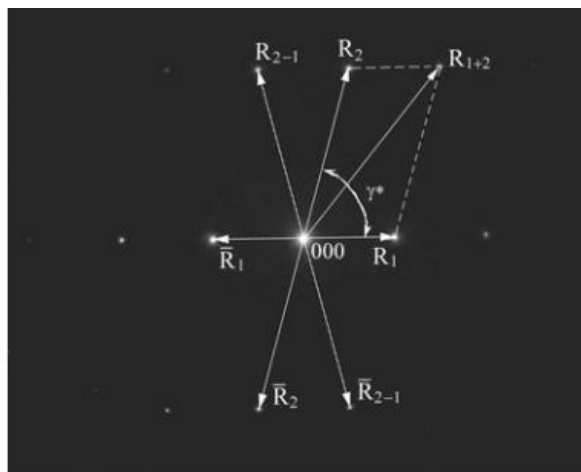
(۱۶)

$$R_{hkl} = \frac{1}{2} (|R_{hkl}| + |R_{h\bar{k}l}|)$$

$$R_1 = \frac{1}{2} (|R_1| + |\bar{R}_1|)$$

$$R_2 = \frac{1}{2} (|R_2| + |\bar{R}_2|)$$

$$R_{2-1} = \frac{1}{2} (|R_{2-1}| + |R_{\bar{2}-1}|)$$



شکل ۱۷ - روش اندازه‌گیری فاصله میان نقاط hkl و $h\bar{k}l$ برای تعیین مقادیر R_1 ، R_2 و R_{2-1} [۴].

رابطه میان R_{hkl} و d_{hkl} برای صفحه (hkl) عبارت است از:

(۱۷)

$$L\lambda = d_{hkl} \times R_{hkl} \left[1 - \frac{3}{8} \left(\frac{R_{hkl}}{L} \right)^2 \right] = d_{hkl} \times R_{hkl} (1 - \Delta)$$

که در این رابطه:

$L = f_0 \times M_i \times M_p$: طول دوربین پراش^۱ (به میلی‌متر)

f_0 : فاصله کانونی عدسی شیئی میکروسکوپ (به میلی‌متر)

M_i : بزرگنمایی عدسی میانی

M_p : بزرگنمایی عدسی تصویرکننده

λ : طول موج باریکه الکترونی (به نانومتر) است که به ولتاژ شتاب بستگی داشته و از رابطه زیر به دست می‌آید:

(۱۸)

$$\lambda = \frac{1.226}{\sqrt{V(1 + 0.9788 \times 10^{-6}V)}}$$

که در آن V ولتاژ شتابدهی بر حسب ولت است

1- Diffraction camera length

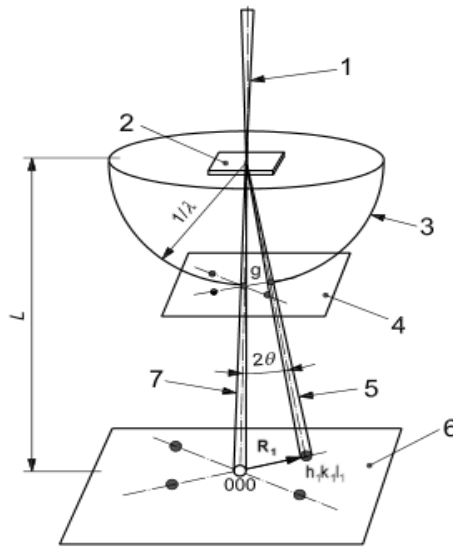
$L\lambda$: ثابت پراش (یا ثابت دوربین) میکروسکوپ الکترونی عبوری است و از الگوی پراش یک بلور با ثابت شبکه مشخص قابل محاسبه است.

برای بیشتر میکروسکوپ‌های TEM، مقدار Δ در معادله بالا از ۰/۱٪ تجاوز نمی‌کند و بنابراین معادله به صورت زیر ساده می‌شود:

(۱۹)

$$L\lambda = d_{hkl} \times R_{hkl}$$

یادآوری- بردار معکوس را با g_{hkl} نیز نشان می‌دهند که با d_{hkl} رابطه معکوس دارد: $d_{hkl} = \frac{1}{g_{hkl}}$. این معادله با کره اولد^۱ که در شکل ۱۸ نشان داده شده است به خوبی قابل فهم است.



شکل ۱۸- طرحواره تشکیل کره اولد در TEM. در این تصویر اعداد ۱ تا ۷ به ترتیب عبارتند از: باریکه الکترونی، آزمونه، کره اولد، صفحه معکوس، باریکه پراش یافته، الگوی پراش و باریکه عبوری [۴].

برای محاسبه $R_{h_1k_1l_1}$ ، از همان روش اشاره شده و با استفاده از نقاط $h_1k_1l_1$ و $h_1\bar{k}_1\bar{l}_1$ و نصف کردن فاصله این نقاط استفاده می‌شود. همچنین با دانستن ثابت دوربین، مقدار d_{hkl} نیز قابل محاسبه خواهد بود. زاویه میان بردارهای $R_{h_1k_1l_1}$ و $R_{h_2k_2l_2}$ نیز با استفاده از نقاط $h_1k_1l_1$ و $h_2k_2l_2$ و محاسبه زاویه بین بردار نرمال صفحات نظیر آنها یعنی $(h_1k_1l_1)$ و $(h_2k_2l_2)$ تعیین می‌شود. به دلیل اینکه این الگوی پراش فقط اطلاعاتی از دسته صفحات محدودی را به ما ارائه می‌کند، با چرخش آزمونه و یا از دانه‌های دیگری از همان فاز با جهت‌گیری متفاوت استفاده کرد.

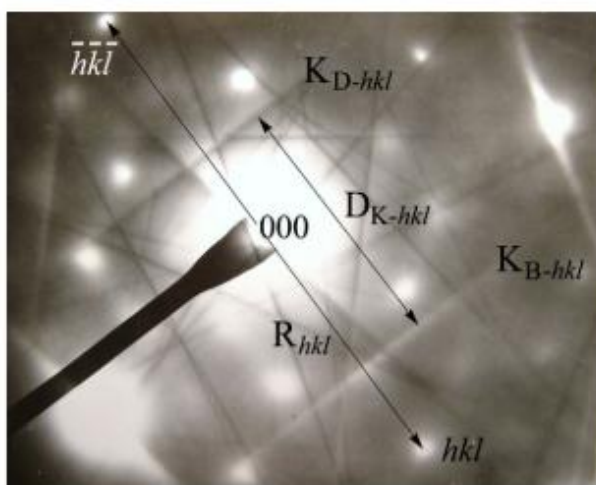
1- Ewald

اگر با چرخش آزمونه، الگوی پراش جدیدی را با ایجاد محور منطقه متفاوت برای همان ناحیه به گونه‌ای ایجاد شود که هر دو پراش ردیف نقاط یکسانی داشته باشد، می‌توان با شاخص‌گذاری و انتخاب ۳ نقطه از الگو، یک شبکه معکوس تشکیل داد. بنابراین پارامتر شبکه آن قابل تعیین و جهت‌گیری دانه یا ذره قابل محاسبه خواهد بود [۴].

۲-۱-۷ الگوی کیکوچی

برای نمونه‌های توده و به اندازه کافی ضخیم در برابر باریکه الکترونی، نقاط پراش به صورت خطوط کیکوچی به وجود می‌آیند. این خطوط نشات گرفته از الکترون‌هایی هستند که در زاویه کوچکی به‌طور غیرکشسان پراکندگی یافته‌اند و تنها بخش کمی از انرژی خود را به‌طور کشسان از دست داده‌اند. این اتفاق منجر به ایجاد تغییرات موضعی در شدت زمینه الگوی پراش و ظاهر شدن خطوط کیکوچی می‌شود.

الگوی کیکوچی شامل جفت-خطوط تیره و روشنی است که به موازات تصویر صفحات مربوط به آنها قرار دارند. خط روشن (اضافی^۱) و خط تیره (کاستی^۲) موجود در الگوی کیکوچی به ترتیب با K_{B-hkl} و K_{D-hkl} نشان داده می‌شوند. و بنابراین هر دوی این خطوط بر R_{hkl} عمود هستند. مثالی از الگوی کیکوچی در شکل ۱۹ نشان داده شده است. فاصله میان این دو خط نیز با D_{K-hkl} نشان داده می‌شود که با توجه به معادله ۱۹ از روی ثابت دوربین و فاصله بین صفحات اتمی قابل محاسبه است.



شکل ۱۹ - الگوی کیکوچی آزمونه فولادی. خط روشن (K_{B-hkl}) و خط تیره (K_{D-hkl}) و فاصله بین آنها (D_{K-hkl}) [۴].

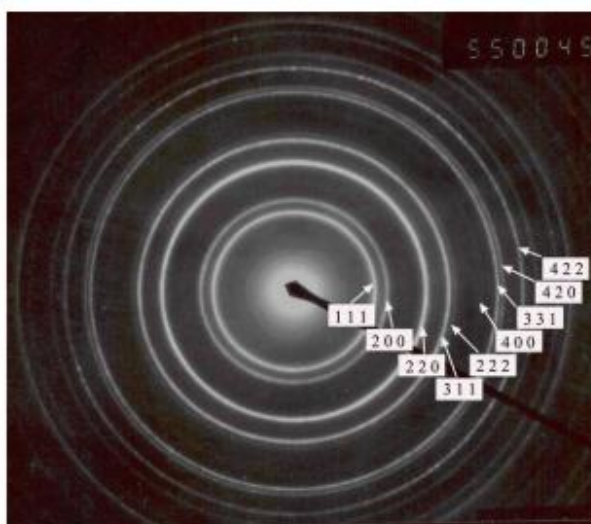
زوایای میان خطوط کیکوچی نیز متناسب با زاویه میان صفحات مربوط به آنها است. خطوط کیکوچی تقارن بلوری واقعی آزمونه را نشان می‌دهند. این خطوط برای چرخاندن آزمونه و تغییر محور منطقه و دستیابی به

1- Extra lines
2- Deficient lines

جهت گیری بلوری با دقت بالا نیز به کار برده می شوند. البته وقتی خطوط کیکوچی قابل دیدن هستند، روش چرخاندن آزمون به روش بهتری برای به دست آوردن الگوی پراش از یک ناحیه ولی با محور منطقه متفاوت است.

۷-۱-۳ آزمون چندبلوری

الگوی پراش نمونه چندبلوری شامل تعداد زیادی از حلقه های هم مرکز است که حول نقطه مبدا (۰۰۰) تشکیل شده اند. مثالی از این الگو برای نمونه طلای چندبلور در شکل ۲۰ نشان داده شده است. هر حلقه از پراش دسته صفحات hkl با جهت گیری متفاوت تشکیل شده است. هر کدام از این حلقه ها دارای d_{hkl} مشخصی هستند که با استفاده از معادله ۱۹ قابل محاسبه اند. بنابراین شاخص و همچنین پارامتر شبکه این حلقه ها قابل تعیین است.



شکل ۲۰ - الگوی پراش نمونه چندبلور طلا شامل حلقه های هم مرکز حول نقطه مبدا (۰۰۰) [۴].

۷-۲ تجهیزات لازم برای SAED

۷-۲-۱ دستگاه

دستگاه TEM برای انجام آزمون SAED نیاز به تجهیزات زیر دارد:

- ۱- TEM با نگهدارنده دو شیبه و یا نگهدارنده با شیب چرخان
- ۲- برای دستگاه های دارای لامپ کاتدی CRT و یا دوربین CCD، فیلم عکاسی و صفحه تصویر برای ثبت الگوها مورد نیاز است.
- ۳- ذره بین و نقاله برای اندازه گیری طول و زاویه صفحه
- ۴- ابزار عکاسی و ظاهر کننده نگاتیو

۵- اتاق تاریک و امکانات گسترش و تثبیت نگاتیو

۷-۲-۲ آزمون‌ها

برای انجام آزمون SAED نیاز به آزمون‌هایی با شرایط زیر است:

- ۱- بیشتر آزمون‌های TEM از نوع لایه نازک هستند. شکل و اندازه خارجی آزمون باید مطابق با نگهدارنده دستگاه باشد. البته گاهی نگهدارنده با یک توری نگهداشته می‌شود. رپلیکاهای استخراجی و یا آزمون‌های پودری باید بر روی توری‌هایی با لایه‌های نگهدارنده تهیه شوند.
- ۲- محدوده انتخاب شده از آزمون باید به قدری نازک باشند که باریکه تابیده شده بتواند از آن عبور کرده و الگوی پراش را روی صفحه نمایش ایجاد نماید.
- ۳- سطح آزمون باید شفاف، خشک و مسطح بوده و عاری از هرگونه آلودگی و یا اکسید شدن باشد.
- ۴- برای آن دسته از موادی که در برابر بمباران باریکه مقاوم هستند، می‌توان از کندوپاش باریکه یونی^۱ برای از بین بردن آلودگی سطحی قبل از بررسی میکروسکوپی TEM استفاده کرد.
- ۵- آزمون‌ها باید نامگذاری شده و پیش از استفاده درون دسیکاتور و یا محفظه‌های خلاء نگهداری شوند.

۷-۲-۳ مواد مرجع

برای تعیین ثابت پراش میکروسکوپ (ثابت دوربین) در مطالعات پراش سنجی به یک نمونه مرجع نیاز است. هر لایه نازک و یا پودر بلوری که ساختار بلوری و پارامتر شبکه آن مشخص بوده، دارای تاییده معتبر و نیز در برابر بمباران باریکه الکترونی پایدار باشد را می‌توان به‌عنوان ماده مرجع استفاده کرد. ضخامت لایه نازک یا ذره می‌تواند با توجه به انرژی باریکه الکترونی و همچنین کیفیت مد نظر برای پراش متغیر باشد (الگوی پراش با افزایش ضخامت آزمون به تدریج ناپدید می‌شود).

مواد مرجع متداول مورد استفاده شامل طلای چندبلور با ساختار FCC و پارامتر شبکه 0.4078 نانومتر و آلومینوم با ساختار FCC و پارامتر شبکه 0.4049 نانومتر با حداقل خلوص $99/9\%$ می‌شود. این نمونه‌های مرجع را باید از تبخیر قطعه کوچکی از طلا یا آلومینوم بر روی توری با یک لایه محافظ آماده‌سازی کرد. همچنین می‌توان مقداری از ماده مرجع را بر روی سطح مشخصی از آزمون‌ای که قرار است مورد بررسی و آزمون قرار بگیرد تبخیر کرد.

۷-۳ روش آزمون

برای انجام آزمون SAED باید موارد زیر را به ترتیب انجام داد.

1 - Ion beam milling

۱-۳-۷ آماده‌سازی دستگاه

آماده‌سازی TEM اولین قدم برای انجام SAED است. برای این منظور، مراحل زیر انجام می‌شود:

- ۱- شرایط کلی آزمایشگاه TEM باید بر اساس استاندارد ملی ایران ایزو آی ای سی ۱۷۰۲۵ باشد.
- ۲- توصیه می‌شود برای به حداقل رساندن آلودگی آزمون، که قبل از استفاده از انگشتک سرد^۱ دستگاه TEM استفاده شود.
- ۳- زمانی که خلاء کافی ایجاد شد، دستگاه را روشن و ولتاژ مناسبی اعمال کنید.
- ۴- انطباق محوری سامانه اپتیک الکترونی را انجام دهید.
- ۵- آزمون و نمونه مرجع را درون نگهدارنده دوشیبه و یا شیب‌چرخان قرار داده و سپس نگهدارنده را درون محفظه قرار دهید.
- ۶- نمونه پوشش داده‌شده توسط ماده مرجع را می‌توان به‌طور مستقیم درون نگهدارنده و سپس محفظه قرار داد.
- ۷- برای مقایسه الگوهای SAED دانستن زاویه چرخش این دو لازم است.

۲-۳-۷ روش به‌دست آوردن الگوهای SAED

برای به‌دست آوردن الگوهای SAED باید مراحل زیر به ترتیب انجام پذیرد.

- ۱- قسمتی از تصویر آزمون که روی صفحه نمایشگر TEM ایجاد شده است را به گونه‌ای انتخاب کنید که در اثر کج کردن و یا چرخش جابجا نشود، شرایط هم‌مرکزی آن تغییر نکند و موقعیت آن در صفحه CRT ثابت بماند. این شرایط با اجرای دستورالعمل کارخانه سازنده برای دستگاه انجام می‌شود.
- ۲- بزرگنمایی را به گونه‌ای تنظیم کنید که جزییات به‌طور واضح دیده شوند. بزرگنمایی مناسب برای آزمون SAED معمولاً بین ۵۰۰۰ الی ۵۰۰۰۰ برابر تعیین می‌شود.
- ۳- روزنه را در ناحیه انتخاب شده از نمونه طوری قرار دهید که فوکوس تصویر همان ناحیه از آزمون روی صفحه نمایش تشکیل شود. این کار موجب این می‌شود که صفحه روزنه ناحیه انتخاب شده با صفحه تصویر عدسی شیئی مزدوج شود.

1- Cold finger

انگشتک سرد یکی از ابزارهای مورد استفاده در آزمایشگاه است که برای ایجاد سطح سرد موضعی بر روی نمونه (به ویژه در بررسی نمونه‌های زیستی) مورد استفاده قرار می‌گیرد.

۴- میکروسکوپ را به حالت پراش تغییر داده، تصویر روزنه عدسی شیئی را فوکوس کرده و آنرا با صفحه کانونی انتهایی عدسی شیئی^۱ منطبق کنید. به حالت تصویر میدان روشن^۲ برگشته و دوباره تصویر را فوکوس کنید.

۵- نمونه مرجع را وارد کرده و در موقعیت هم‌مرکزی قرار دهید. طول L متناسب با تجهیزات اندازه‌گیری بعدی خود را در نظر گرفته و یک الگوی پراش از آن تهیه کنید. الگوی پراش را فوکوس کرده و هر نوع آستیگماتیسم را تصحیح کنید. الگوی پراش نمونه مرجع را ثبت کنید.

۶- اگر نمونه مرجع و نمونه اصلی در یک نگهدارنده قرار ندارند، نمونه مرجع را در آورده و نمونه اصلی را مجدداً وارد کنید و بدون خاموش کردن دستگاه و یا تغییر سایر شرایط آن، مجدداً نمونه را در ارتفاع هم‌مرکزی قرار دهید.

۷- مجدداً مرحله ۱ را انجام داده و سپس از محدوده انتخابی نمونه عکس بگیرید. اگر نمونه تک‌بلور باشد، مرز فازی و مرز دانه‌های موجود در نمونه نباید در این ناحیه انتخابی حضور داشته باشند.

۸- مجدداً به حالت پراش بازگشته و روزنه عدسی شیئی را در آورید. سپس یک الگوی پراش تهیه کرده و در صورت امکان نمونه را به گونه‌ای کج کنید تا روشنی نقاط الگو یکنواخت شود و جفت خطوط کیکوچی تشکیل شده در حوالی مرکز تصویر قرار داشته باشند.

۹- این الگو از جهت کم‌شاخص^۳ بلور که تقریباً به موازات محور الکترونی قرار دارد به دست می‌آید. این جهت، محور منطقه $[u_1 v_1 w_1]$ خواهد بود که در واقع بردار نرمال صفحه معکوس $(u_1 v_1 w_1)^*$ خواهد بود. سپس دومین عدسی جمع‌کننده را به گونه‌ای تنظیم کنید که نقاط پراش تا حد امکان واضح و برجسته شوند.

۱۰- الگو را ثبت و در رایانه ذخیره کنید (با در نظر داشتن محور X و Y ابزار کج‌کننده نمونه به‌عنوان X_1 و Y_1). با استفاده از شرایط میدان تاریک، منبع الگو را تشخیص دهید.

۱۱- مجدداً نمونه مرجع را وارد کرده و دومین الگوی پراش آن را (در همان شرایط قبلی آزمایش) تهیه کنید. اطلاعات کافی از هر فاز را با استفاده از مراحل زیر تهیه کنید:

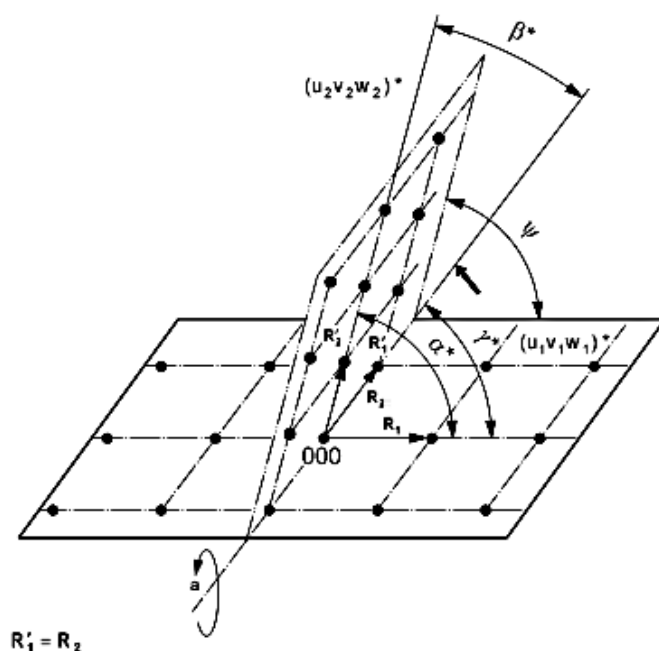
الف- با کج کردن نمونه، یک خط از نقاط پراش (هم‌راستا با نقطه مرکزی) را یافته و با محور کج‌شدگی، هم‌راستا کنید. سپس الگوهای پراش بعدی $(u_2 v_2 w_2)^*$ ، $(u_3 v_3 w_3)^*$ و غیره را تا حد امکان تهیه کنید. مرحله ۸ را تکرار و الگوهای پراش را در رایانه ثبت کنید.

1- Back focal plane
2- Bright field image
3- Low index

– زاویه Ψ بین $(u_1 v_1 w_1)^*$ و $(u_2 v_2 w_2)^*$ در واقع زاویه میان $[u_1 v_1 w_1]$ و $[u_2 v_2 w_2]$ خواهد بود. این موضوع در شکل ۲۱ نشان داده شده است.

ب- در شرایط زیر از چند ناحیه (به طور مثال ذرات یا دانه‌های دیگری از همان فاز) الگو را تهیه کنید. سپس نقاط مناسبی از الگو را برای تشکیل یک تصویر میدان تاریک^۱ و تایید هر یک از الگوهای پراش مربوطه انجام دهید:

- اگر میزان کج شدگی بیشینه نگهدارنده^۲ آزمونه به حدی زیاد نباشد که بتوان الگوی دوم را با کج کردن به دست آورد.
- اگر ذرات آزمونه بسیار ریز باشند.
- اگر آزمونه به بمباران الکترونی حساس باشد (آلوده یا تخریب شود)



شکل ۲۱- هندسه شبکه معکوس الگوی پراش نقطه‌ای [۴].

۱۲- اگر الگوهای پراش بر روی فیلم عکاسی ثبت شده‌اند، آنها را در اتاقی تاریک ظاهر و خشک کرده و سپس برچسب زده و درون کیف‌های مخصوص و محافظ نگهداری کنید.

1- Dark field

۱۳- اگر از لامپ کاتدی و یا دوربین رقمی شده برای ثبت الگوهای پراش استفاده می‌شود، باید الگوهای پراش اصلی را در رایانه با مشخصات آن ذخیره کرد. همه مشخصات این فایل باید مستند شده و گزارش شوند.

۱۴- همه الگوهای پراش ثبت شده بر روی هر نوع آشکارساز باید نام گذاری شوند. این نام گذاری باید دارای اطلاعات زیر باشد: طراحی و شماره سریال آزمون، ولتاژ شتاب، طول دوربین اسمی (L_n)، زاویه کج شدگی، کاربر، تاریخ و سایر اطلاعات مورد نیاز.

۷-۳-۳ تعیین ثابت پراش (ثابت دوربین)

برای این منظور باید موارد زیر لحاظ شوند:

- ۱- برای تعیین ثابت پراش باید از مواد مرجع مانند طلا و آلومینوم چندبلوری استفاده کرد.
- ۲- وقتی از لایه نگاتیو برای ثبت الگوی پراش استفاده می‌شود، باید قطر حلقه‌های پراش را از داخلی‌ترین حلقه تا خارجی‌ترین آن ثبت و یادداشت کرد.
- ۳- شاخص حلقه‌های پراش نمونه مرجع به دلیل دارا بودن ساختار FCC به ترتیب عبارتند از: ۱۱۱، ۲۰۰، ۲۲۰، ۳۱۱، ۲۲۲، ۴۰۰، ۳۳۱، ۴۲۰، ۴۲۲ و غیره. بنابراین مقدار فاصله بین صفحه‌ای برای نمونه‌های مرجع آلومینوم و طلا از روابط ذکر شده قابل محاسبه‌اند. این مقادیر در جدول ۴ نشان داده شده‌اند.

جدول ۴- فاصله بین صفحه‌ای برای نمونه‌های مرجع آلومینوم و طلا [۴].

| شاخص میلر دسته صفحات بلوری | d_{hkl} طلا | d_{hkl} آلومینوم |
|----------------------------|---------------|--------------------|
| {۱۱۱} | ۰/۲۳۵۵ | ۰/۲۳۳۸ |
| {۲۰۰} | ۰/۲۰۳۹ | ۰/۲۰۲۴ |
| {۲۲۰} | ۰/۱۴۴۲ | ۰/۱۴۳۱ |
| {۳۱۱} | ۰/۱۲۳۰ | ۰/۱۲۲۱ |
| {۲۲۲} | ۰/۱۱۷۷ | ۰/۱۱۶۹ |
| {۴۰۰} | ۰/۱۰۱۹ | ۰/۱۰۱۲ |
| {۳۳۱} | ۰/۰۹۳۵ | ۰/۰۹۲۹ |
| {۴۲۰} | ۰/۰۹۱۲ | ۰/۰۹۰۵ |
| {۴۲۲} | ۰/۰۸۳۲ | ۰/۰۸۲۶ |
| {۳۳۳}/ {۵۱۱} | ۰/۰۷۸۰ | - |

۴- ثوابت دوربین را مطابق روابط زیر محاسبه کنید:

(۲۰)

$$2L_1 \lambda = D_1 \times d_{111}$$

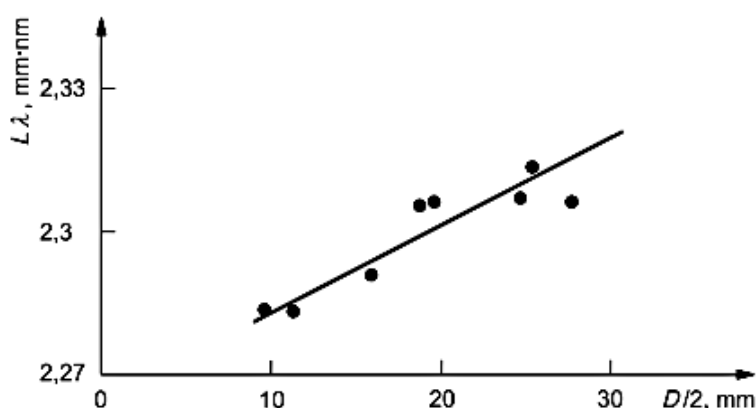
$$2L_2 \lambda = D_2 \times d_{200}$$

$$2L_3 \lambda = D_3 \times d_{220}$$

۵- نمودار D بر حسب $2L\lambda$ را رسم کنید. مثالی از این مورد در شکل ۲۲ نشان داده شده است. در استفاده از این روش توصیه می‌شود که:

به دلیل اینکه ثابت دوربین با قطر حلقه پراش با شیب بسیار ملایمی تغییر می‌کند، ترجیح داده می‌شود که برای محاسبات و اندازه‌گیری‌های مربوط به یک حلقه پراش، از ثابت دوربین مربوط به قطر همان حلقه پراش استفاده شود.

۶- در صورت استفاده از مقدار متوسط ثابت دوربین، از عدم قطعیت ناشی از محاسبه d استفاده شود.



شکل ۲۲- نمودار $D-2L\lambda$ برای طلا [۴].

۷- وقتی از لامپ کاتدی و یا دوربین رقمی شده به عنوان آشکارساز برای ثبت الگوهای پراش استفاده می‌شود، می‌توان از رایانه برای اندازه‌گیری و انجام محاسبات بالا استفاده کرد.

۷-۳-۴ اندازه‌گیری و تحلیل الگوهای پراش سطح انتخابی

۷-۳-۴-۱ انتخاب متوازی‌الاضلاع اولیه

۱- وقتی از فیلم عکاسی برای ثبت الگوی پراش استفاده می‌شود، فیلم عکاسی را به گونه ای قرار دهید که نقاط پراش در بالا مشخص باشند.

۲- دو نقطه $h_1k_1l_1$ و $h_2k_2l_2$ از محور منطقه $[u_1v_1w_1]$ را به گونه‌ای انتخاب کنید که نزدیکترین نقاط به مبدا 000 بوده و در یک راستا نیز قرار نداشته باشند. این سه نقطه به همراه نقطه $h_1+h_2, k_1+k_2, l_1+l_2$ تشکیل یک متوازی‌الاضلاع مانند شکل ۱۹ می‌دهند.

۳- مقادیر R_2, R_1 و همچنین γ^* (زاویه میان R_2, R_1) محاسبه شوند.

۴- همچنین مقادیر برداری R_{2+1}, R_{2-1} و زوایای میان R_2 و R_{2-1} ، میان R_{2-1} و \bar{R}_1 و نیز \bar{R}_1 و R_2 که به ترتیب عبارتند از φ_2, φ_3 و $\varphi_1 = \varphi_2 + \varphi_3$ را با توجه به اشکال ۱۶ و ۱۷ از روابط زیر محاسبه کنید:

(۲۱)

$$\varphi_1 = \arccos[(R_1^2 + R_2^2 - R_{1+2}^2)/2R_1R_2]$$

$$\varphi_2 = \arccos[(R_2^2 + R_{2-1}^2 - R_1^2)/2R_1R_{2-1}]$$

$$\varphi_3 = \arccos[(4R_1^2 + R_{2-1}^2 - R_{1+2}^2)/4R_1R_{2-1}]$$

اگر در تیلرانس قابل قبول عدم قطعیت، شرط $\varphi_1 = \varphi_2 + \varphi_3$ برقرار شد، روند ادامه دهید و در غیر اینصورت φ_s و R_s را مجدداً بررسی کنید.

۵- روش اشاره شده در بخش قبل را برای محور منطقه $[u_2v_2w_2]$ انجام دهید. متوازی‌الاضلاع مرجع در این حالت از سه نقطه R'_1, R'_2 و مبدا تشکیل می‌شود. همچنین زاویه میان R'_1, R'_2 برابر با β^* است. بردارهای R_1, R_2 و R'_2 سلول واحد فضای معکوس را تشکیل می‌دهند (شکل ۲۱). اگر نقاط پراش اشاره شده، کمترین شاخص را داشته باشند، سلول واحد فضای معکوس قابل تعیین و دستیابی است.

۶- وقتی از لامپ کاتدی و یا دوربین رقمی شده استفاده می‌شود، می‌توان از رایانه برای اندازه‌گیری و انجام محاسبات بالا استفاده کرد.

زاویه α^* زاویه میان R_1, R'_2 بوده و از طریق رابطه زیر قابل محاسبه است:

(۲۲)

$$\cos \alpha^* = \sin \gamma^* \sin \beta^* \cos \psi^* \cos \gamma^* \cos \beta^*$$

که در آن:

ψ^* زاویه میان الگوهای پراش $(u_1 v_1 w_1)^*$ و $(u_2 v_2 w_2)^*$ در واقع زاویه میان $[u_1 v_1 w_1]$ و $[u_2 v_2 w_2]$ خواهد بود.

۲-۴-۳-۷ شاخص گذاری نقاط پراش

۱- از فرمول ۱۸ برای محاسبه d_{hkl} متناظر با نقاط پراش استفاده کنید. d_{hkl} را می‌توان از جفت خطوط تاریک و روشن کیکوچی و استفاده از D_{K-hkl} با جایگذاری در معادله ۱۸ محاسبه کرد

۷-۳-۴-۳ ابهام ۱۸۰ درجه

شاخص‌های موجود در الگوی پراش از یک محور منطقه از یک تک‌بلور، دارای ابهام ۱۸۰ درجه هستند یعنی نقاط $h_1k_1l_1$ ، $h_2k_2l_2$ ممکن است به صورت $h_1k_1l_1$ ، $h_2k_2l_2$ نیز در نظر گرفته شوند. برای جلوگیری از این ابهام می‌توان دو الگو را از دو محور منطقه گوناگون برای همان بلور به گونه‌ای شاخص‌گذاری کرد که شاخص‌های آنها متناظر با هم باشند. سپس مراحل زیر انجام شود:

۱- پس از ثبت الگوی پراش از محور $[u_1 v_1 w_1]$ آزمون، با در نظر داشتن موقعیت نقاط الگوی اولیه، آزمون را به گونه‌ای بچرخانید که الگوی جدید از محور $[u_2 v_2 w_2]$ نیز ثبت شود. سپس الگوی دوم را نیز ثبت و زاویهٔ میان آنها بدست آورده شود.

۲- الگوی پراش جدیدی را از برهم‌نهی دو الگوی حاصل از محور منطقه $[u_1 v_1 w_1]$ و محور منطقه $[u_2 v_2 w_2]$ را بدست آورید.

۳- آزمون را چرخانده تا ۳ جفت خط کیکوچی در یک الگو ظاهر شود. سپس شاخص‌های مبهم قابل دستیابی هستند.

۷-۴-۴ عدم قطعیت تخمین

۷-۴-۱ پارامترهای موثر بر دقت

اگر منبع تغذیه ولتاژ بالا دارای نوسان باشد، ثابت دوربین دچار تغییر می‌شود که البته این تغییر بسیار اندک است. همانطور که در بخش‌های قبلی بحث شد، طول دوربین پراش برابر است با :

(۲۶)

$$L = f_0 \times M_i \times M_p$$

که در آن:

M_i : بزرگنمایی عدسی میانی؛

M_p : بزرگنمایی عدسی تصویرکننده؛

و f_0 : فاصله کانونی عدسی شیئی میکروسکوپ (به میلی‌متر) است که موثرترین عامل در تجدیدپذیری L است. عوامل تاثیرگذار بر روی f عبارتند از: نگهدارندهٔ آزمون با طول‌های متفاوت، توری‌های ناصاف، آزمون-های ضخیم و بشکه‌ای شده و اثرات ناشی از کج کردن آزمون.

با تمام این توضیحات، خطای نسبی عوامل معادلهٔ فوق از رابطهٔ زیر قابل محاسبه است.

(۲۷)

$$\frac{\Delta L}{L} = \frac{\Delta f_0}{f_0} \times \frac{\Delta M_i}{M_i} \times \frac{\Delta M_p}{M_p}$$

در برخی از دستگاه‌ها کیفیت عدسی تصویرکننده به گونه‌ای است که $\frac{\Delta M_p}{M_p} = 0$ ولی در دستگاه‌های دیگر جریان این عدسی به گونه‌ای متغیر است که اثر زیادی روی $2L\lambda$ دارد. $\frac{\Delta M_i}{M_i}$ نیز خطای حاصل از تنظیم مجدد عدسی میانی برای تصویربرداری از الگوی پراش از صفحه کانونی انتهایی عدسی شیئی است که چون معمولاً با دقت بالایی انجام می‌شود صفر در نظر گرفته می‌شود.

۷-۴-۲ کالیبراسیون با یک ماده مرجع

اندازه‌گیری d وابسته به استفاده از ماده مرجعی است تا بتوان ابتدا ثابت دوربین را از روی آن محاسبه کرد. با صفر در نظر گرفتن عوامل خطای مربوط به میکروسکوپ، خطای اصلی در محاسبه ثابت دوربین ناشی از عدم دقت در اندازه‌گیری حلقه‌ها و نقاط الگو است.

انحراف عدسی‌ها می‌تواند موجب اعوجاج و بیضی‌گون شدن حلقه‌ها شود. بنابراین باید قطر را در حداقل ۶ موقعیت اندازه‌گیری کرد و با تشکیل نمودار $2L\lambda-D$ ، مقادیر بیشینه و کمینه قطر را به دست آورد. بنابراین انحراف معیار استاندارد ثابت دوربین، S_{cc} ، با استفاده از این نمودار قابل محاسبه است. انحراف معیار ناشی از قطر حلقه‌ها، (S_d) نیز با استفاده از تکرار در اندازه‌گیری این حلقه‌ها قابل محاسبه است. این عدم قطعیت‌ها باید با عدم قطعیت ناشی از ابزار اندازه‌گیری، S_m ، ادغام می‌شود و در نهایت عدم قطعیت حاصل از اندازه‌گیری d عبارت است از [۴]:

(۲۸)

$$u = \sqrt{(S_{cc})^2 + (S_d)^2 + (S_m)^2}$$

۸ روش استاندارد گزارش نتایج

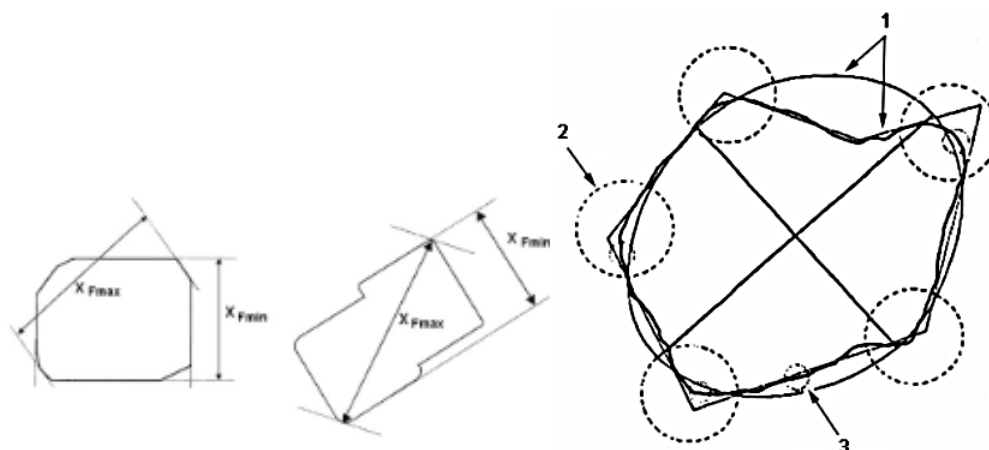
گزارش نتایج هر آزمون مطابق با شیوه مندرج برای همان آزمون در استاندارد مرجع مربوط به آن است. بنابراین ذکر یک شیوه مشخص برای هر یک از روش‌های ذکر شده با توجه به اینکه روش‌های محاسبه خطا، تکرارپذیری و عدم قطعیت مربوط به هر روش استاندارد متفاوت و منحصر به همان استاندارد است، خالی از اشکال نیست. با این وجود برای گزارش استاندارد نتایج آزمون TEM فرم پیشنهادی در پیوست پ پیشنهاد می‌شود.

۸-۱ گزارش نتایج اندازه دانه

گزارش اندازه دانه ذرات و توزیع آنها در صورت نیاز باید بر اساس استاندارد ISO 9276-3 انجام گیرد. بر این اساس، ابتدا باید یک مدل مناسب را برای برازش داده‌های تجربی حاصل بدست آمده انتخاب کرد و سپس با آزمون، مناسب بودن برازش آنها را با روش‌هایی مانند آزمون χ^2 ارزیابی کرد [۵].

۸-۲ گزارش نتایج ریخت‌شناسی

گزارش نتایج باید بر اساس استاندارد ISO 9276-6 انجام شود. بر این اساس، برای بیان ریخت‌شناسی یک ذره می‌توان شکل^۱، گردی^۲ و یا بافت سطحی^۳ آنرا بیان کرد. این مفاهیم به ترتیب با اعداد ۱، ۲ و ۳ در شکل ۲۳ نشان داده شده است. در صورت لزوم می‌توان، هر یک از این موارد را می‌توان بر اساس فرمول‌ها و تعاریف مندرج در استاندارد ایزو گزارش کرد.



شکل ۲۳ - بیان ریخت‌شناسی یک ذره با ۱: شکل، ۲: گردی و یا ۳: بافت سطحی [۶].

با این وجود، برای بیان ریخت‌شناسی معمولاً از بیان نسبت منظری^۴ بر اساس توزیع اندازه دانه استفاده می‌شود. بر اساس تعریف درج شده در استاندارد ایزو، نسبت منظری، نسبت قطر فرت بیشینه (بیشترین قطر مربوط به طول ذره) به قطر فرت کمینه (کمترین عرض ذره) تعریف می‌شود. شرح بیان ریخت‌شناسی ریخت‌شناسی در استاندارد ISO 9276-6 ذکر شده است. نمونه‌ای از گزارش استاندارد اندازه دانه و ریخت‌شناسی در پیوست ۳ درج شده است [۶]. همچنین می‌توان از بیان کیفی ریخت‌شناسی مطابق آنچه در پیوست ۴ درج شده است نیز استفاده کرد [۷].

-
- 1- Form
 - 2- Roundness
 - 3- Surface texture
 - 4- Aspect ratio(AR)

پیوست الف

(الزامی)

چگونگی تعیین تعداد خطوط برای متوسط‌گیری

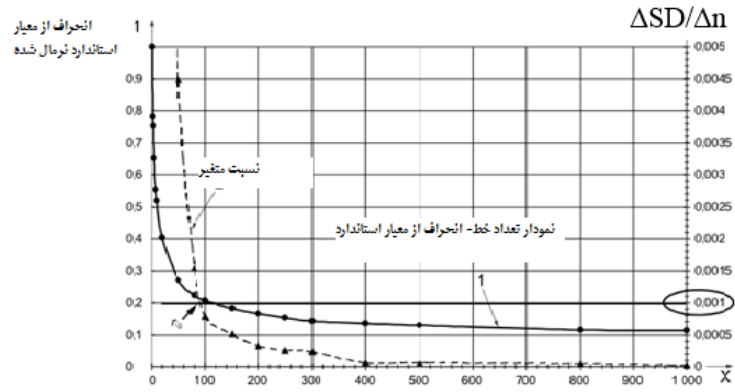
برای یکنواخت شدن پروفایل خطی، تعداد خطوط تعیین شده برای متوسط‌گیری به روش زیر تعیین می‌شود:

- ۱- باریکه الکترونی (بدون استقرار نمونه) اعمال شود.
 - ۲- سامانه تابش عدسی طوری تنظیم شود که صفحه فلورسانت را به‌طور همگن با باریکه الکترونی $K \times 30$ مورد تابش قرار دهد.
 - ۳- نمونه تحت شدت الکترونی متناسب با حساسیت آشکارساز قرار گیرد.
 - ۴- تصویر آشکارساز به تصویر رقمی شده تبدیل شود.
 - ۵- پروفایل خطی از «۵۰۰ پیکسل $\times n$ خط» در راستای محور x نمایشگر تهیه شود.
 - ۶- n (۱ تا ۵۰۰) طوری تعیین شود که نمودار موجود در شکل یکنواخت شود. سپس انحراف معیار استاندارد برای هر یک از خطوط تعیین شود.
 - ۷- شرایط فوق برای سه نقطه تصویر رقمی شده تکرار شود.
 - ۸- انحراف معیار متوسط برای هر یک از n خط در ۳ نقطه مذکور تعیین شود.
 - ۹- انحراف معیارهای مذکور به گونه‌ای نرمال شوند که مقدار انحراف معیار نرمال شده برای $n=1$ برابر با ۱ شود.
 - ۱۰- نمودار SD بر حسب n ترسیم شود
 - ۱۱- تعداد خطوط n به گونه‌ای تعیین شوند که نسبت متغیر انحراف معیار $\left(\frac{\Delta SD}{\Delta n} = \left[\frac{SD_i - SD_{i-1}}{n_i - n_{i-1}} \right] \right)$ برابر یا کمتر از ۰/۰۰۱ شود
 - ۱۲- تعداد خطوط برابر است با: $n_a = n_0 \times 2$
- مثالی از این روش در نمودار و جدول الف-۱ نشان داده شده است. همچنین می‌توان از فرم‌های موجود در این پیوست نیز استفاده کرد [۱].

جدول الف-۱

| نسبت متغیر | انحراف معیار استاندارد نرماله شده | انحراف معیار استاندارد متوسط | تعداد خطوط |
|------------|--------------------------------------|---------------------------------|------------|
| - | ۱ | ۱۰/۱۶ | ۱ |
| ۰/۲ | ۰/۷۸ | ۷۹/۴ | ۲ |
| ۰/۰۲ | ۰/۷۵ | ۷۴/۴ | ۳ |
| ۰/۰۵ | ۰/۶۵ | ۶۶/۲ | ۵ |
| ۰/۰۳ | ۰/۵۵ | ۵۶/۲ | ۸ |
| ۰/۰۱۷ | ۰/۵۱ | ۵۲/۷ | ۱۰ |
| ۰/۰۱۱ | ۰/۴۰ | ۴۱ | ۲۰ |
| ۰/۰۰۴ | ۰/۲۷ | ۲۷/۴ | ۵۰ |
| ۰/۰۰۱ | ۰/۲۲ | ۲۲/۷ | ۸۰ |
| ۰/۰۰۰۸ | ۰/۲۰ | ۲۱/۱ | ۱۰۰ |
| ۰/۰۰۰۵ | ۰/۱۸ | ۱۸/۵ | ۱۵۰ |
| ۰/۰۰۰۳ | ۰/۱۶ | ۱۶/۸ | ۲۰۰ |
| ۰/۰۰۰۳ | ۰/۱۵ | ۱۵/۵ | ۲۵۰ |
| ۰/۰۰۰۲ | ۰/۱۴ | ۱۴/۴ | ۳۰۰ |
| ۰/۰۰۰۱ | ۰/۱۳ | ۱۳/۷ | ۴۰۰ |
| ۰/۰۰۰۱ | ۰/۱۲ | ۱۳/۱ | ۵۰۰ |
| ۰ | ۰/۱۱ | ۱۱/۸ | ۸۰۰ |
| ۰ | ۰/۱۱ | ۱۱/۵ | ۱۰۰۰ |

| حالت ترکیبی | ترکیبی | تعداد کور | اندازه گیری | | | | \bar{D}_e | σ_{De} | |
|-------------|--------|-----------|-------------|-----|-----------------|-----------------|-------------|---------------|--|
| | | | موقعیت | کور | D_{e1} (میکس) | D_{e2} (میکس) | | | |
| | | مزیل | ۱ | ۱ | | | | | |
| | | | | ۲ | | | | | |
| | | | | ۳ | | | | | |
| | | | ۲ | ۱ | | | | | |
| | | | | ۲ | | | | | |
| | | | | ۳ | | | | | |
| | | | ۳ | ۱ | | | | | |
| | | | | ۲ | | | | | |
| | | | | ۳ | | | | | |
| | | مزدور | ۱ | ۱ | ۱ | | | | |
| | | | | | ۲ | | | | |
| | | | | | ۳ | | | | |
| | | | ۲ | ۱ | ۱ | | | | |
| | | | | | ۲ | | | | |
| | | | | | ۳ | | | | |
| | | | ۳ | ۱ | ۱ | | | | |
| | | | | | ۲ | | | | |
| | | | | | ۳ | | | | |
| | | مزدبیم | ۱ | ۱ | ۱ | | | | |
| | | | | | ۲ | | | | |
| | | | | | ۳ | | | | |
| | | | ۲ | ۱ | ۱ | | | | |
| | | | | | ۲ | | | | |
| | | | | | ۳ | | | | |
| | | | ۳ | ۱ | ۱ | | | | |
| | | | | | ۲ | | | | |
| | | | | | ۳ | | | | |



نمودار جدول الف-۱- تعداد خطوط بر حسب نسبت متغیر [۱].

| تعداد تکرار | θ (درج) | θ_{avg} | σ_{θ} |
|-------------|----------------|----------------|-------------------|
| ۱ | | | |
| ۲ | | | |
| ۳ | | | |
| | | | |

| تعداد برگه | تعداد کمره | اندازه گیری | | | | | \bar{N} | σ_N |
|------------|------------|-------------|------|---------------------|------------|-------------------|-----------|------------|
| | | موقعیت | کمره | w_a (به میلی متر) | N (میکل) | w (به میلی متر) | | |
| ۲۴-dpi | مرتبه اول | ۱ | ۱ | | | | | |
| | | | ۲ | | | | | |
| | | | ۳ | | | | | |
| | | ۲ | ۱ | | | | | |
| | | | ۲ | | | | | |
| | | | ۳ | | | | | |
| | | ۳ | ۱ | | | | | |
| | | | ۲ | | | | | |
| | | | ۳ | | | | | |
| | مرتبه دوم | ۱ | ۱ | | | | | |
| | | | ۲ | | | | | |
| | | | ۳ | | | | | |
| | | ۲ | ۱ | | | | | |
| | | | ۲ | | | | | |
| | | | ۳ | | | | | |
| | | ۳ | ۱ | | | | | |
| | | | ۲ | | | | | |
| | | | ۳ | | | | | |
| | مرتبه سوم | ۱ | ۱ | | | | | |
| | | | ۲ | | | | | |
| | | | ۳ | | | | | |
| | | ۲ | ۱ | | | | | |
| | | | ۲ | | | | | |
| | | | ۳ | | | | | |
| | | ۳ | ۱ | | | | | |
| | | | ۲ | | | | | |
| | | | ۳ | | | | | |

شکل الف- ۱ نمونه برگه داده برای تعیین انحراف معیارهای گروه اول ، $m=3$ و $n=3$

پیوست ب
(آگاهی دهنده)

مواد مرجع جهت استفاده در کالیبراسیون بزرگنمایی

ب-۱ مواد مرجع برای کالیبراسیون مقیاس بزرگنمایی عبارتند از [۱]:

۱-۱) BAM-L002/XXX: الگوی نانومقیاس برای کالیبراسیون طول و بررسی تفکیک پذیری جانبی با ساختار دولایه AlGaAs-InGaAs روی ویفری از Si با اندازه‌های تاییدشده ۷۴ nm، ۱۴۵nm، ۲۸۸nm و ۴۷۸ nm

یادآوری- این ماده در بلوک‌های دارای اپوکسی رسانا با ابعاد ۱۲*۱۰*۴ عرضه می‌شود و برای استفاده باید ابتدا لایه نازک آن را جدا کرد.

۱-۲) MAG*I*cal: ماده‌ای با ساختار چندلایه‌ای SiGe/Si بر روی زیرلایه <001>Si با اندازه‌های تاییدشده ۱۰ nm، ۱۰۰ nm، ۱۰۰۰ nm و ۵۰۰۰ nm

یادآوری-۱ این محصول به شکل فویل نازک بر روی توری TEM عرضه می‌شود.

یادآوری-۲ این شرکت این محصول را به عرضه‌کننده‌های دیگری مانند Agar Scientific، EMS، SBT، SPL و Ted Pella نیز عرضه کرده است.

ب-۲ مواد مرجع برای کالیبراسیون اندازه پیکسل:

ب-۲-۱ SRM2800 (استاندارد بزرگنمایی میکروسکوپ با دوره فواصل ۱ میکرومتر و ۱ به میلی‌متر از جنس کروم بر روی زیرلایه کوارتزی)

ب-۳ فاصله بین صفحات اتمی برخی از عناصر خالص:

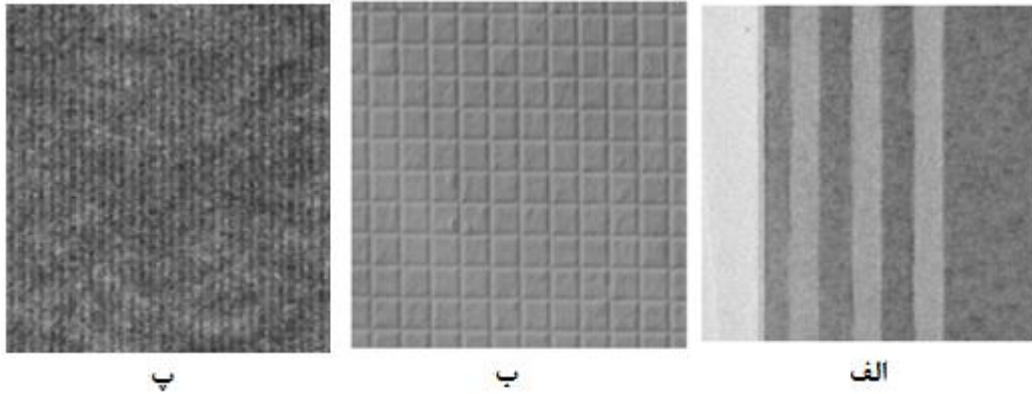
جدول ب-۱ نشان‌دهنده پارامتر شبکه برخی از عناصر خالص مناسب جهت استفاده در کالیبراسیون بزرگنمایی است.

جدول ب-۱- پارامتر شبکه عناصر خالص طلا و آلومینوم جهت استفاده در کالیبراسیون بزرگنمایی [۱].

| d-spacing (nm) | شاخص | عنصر |
|----------------|------|----------|
| ۰/۲۳۵ | ۱۱۱ | طلا |
| ۰/۲۰۴ | ۲۰۰ | |
| ۰/۱۴۴ | ۲۲۰ | |
| ۰/۳۱۴ | ۱۱۱ | آلومینوم |
| ۰/۲۷۲ | ۲۰۰ | |
| ۰/۱۹۲ | ۲۲۰ | |

ب-۴ مواد مرجع رایج با ساختار متناوب

شکل ب-۱ نشان‌دهنده برخی از مواد مرجعی است که ساختار متناوب داشته و در کالیبراسیون بزرگنمایی کاربرد دارند.



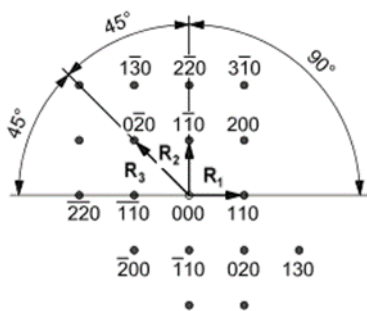
شکل ب-۱- مواد مرجع دارای ساختار متناوب داشته و مورد کاربرد در کالیبراسیون بزرگنمایی. الف: ریلیکای (۲۰۰ خط بر به میلی‌متر) برای محدوده بزرگنمایی پایین، ب: ساختار ابرشبهه GaAs/AlAs با لایه‌های ۹/۵ nm برای رنج بزرگنمایی متوسط و پ: شبکه بلوری طلا (Au (200)) با فاصله شبکه ۰/۲۰۴ nm برای رنج بزرگنمایی بالا [۱].

پیوست پ

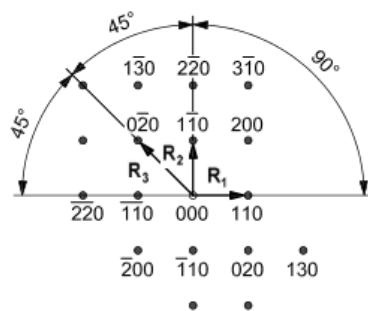
(آگاهی دهنده)

برخی از الگوهای پراش استاندارد جهت تطابق با الگوهای پراش بدست آمده [۴]

پ-۱ الگوی پراش تک بلورهای BCC ($u^2 + v^2 + w^2 \leq 22$)



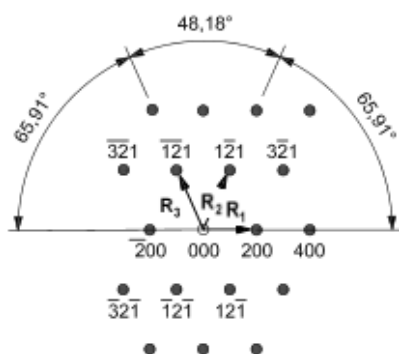
$R_2/R_1 = 1.0$
 $R_3/R_1 = 1.414$
 $[u v w] = [001]$



$R_2/R_1 = 1.0$
 $R_3/R_1 = 1.414$
 $[u v w] = [001]$

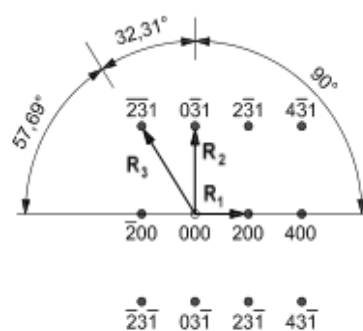
الگوی پ-۱

الگوی پ-۲



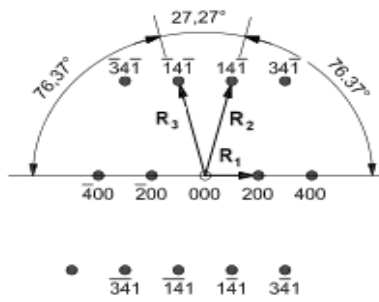
$R_2/R_1 = R_3/R_1 = 1.225$
 $[u v w] = [012]$

الگوی پ-۳



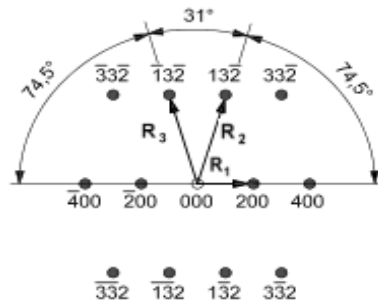
$R_2/R_1 = 1.581$
 $R_3/R_1 = 1.871$
 $[u v w] = [013]$

الگوی پ-۴



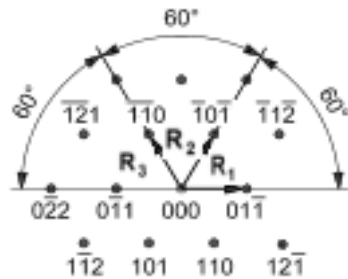
$R_2/R_1 = R_3/R_1 = 2.121$
 $[u \ v \ w] = [014]$

الگوی پ-۵



$R_2/R_1 = R_3/R_1 = 1.871$
 $[u \ v \ w] = [023]$

الگوی پ-۶



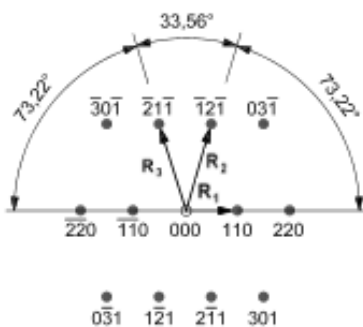
$R_2/R_1 = R_3/R_1 = 1.0$
 $[u \ v \ w] = [\bar{1}11]$

الگوی پ-۷



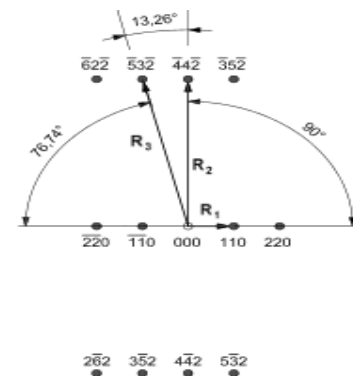
$R_2/R_1 = 2.450$
 $R_3/R_1 = 2.646$
 $[u \ v \ w] = [\bar{1}12]$

الگوی پ-۸



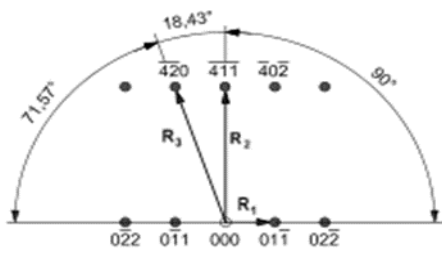
$R_2/R_1 = R_3/R_1 = 1.732$
 $[u \ v \ w] = [\bar{1}13]$

الگوی پ-۹



$R_2/R_1 = 4.243$
 $R_3/R_1 = 4.359$
 $[u \ v \ w] = [\bar{1}14]$

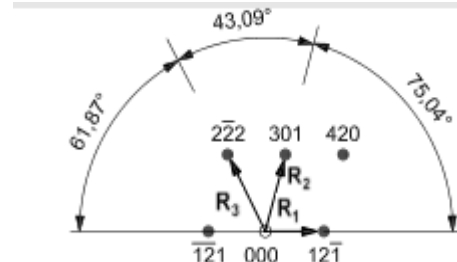
الگوی پ-۱۰



$\bar{4}13$ 402 411 420

$R_2/R_1 = 3.0$
 $R_3/R_1 = 3.162$
 $[u \ v \ w] = [\bar{1}22]$

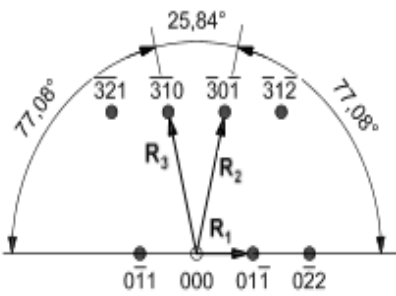
الگوی پ-۱۱



$\bar{4}20$ 301 222 $\bar{1}43$

$R_2/R_1 = 1.291$
 $R_3/R_1 = 1.826$
 $[u \ v \ w] = [\bar{1}23]$

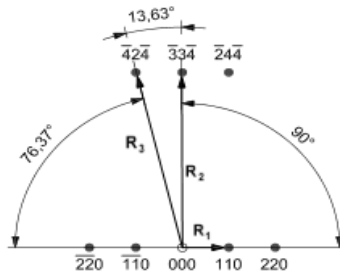
الگوی پ-۱۲



301 310 $32\bar{1}$

$R_2/R_1 = R_3/R_1 = 2.236$
 $[u \ v \ w] = [\bar{1}33]$

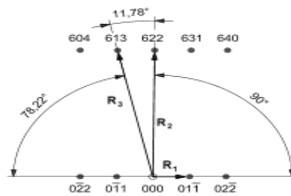
الگوی پ-۱۳



244 334 424

$R_2/R_1 = 4.143$
 $R_3/R_1 = 4.243$
 $[u \ v \ w] = [223]$

الگوی پ-۱۴



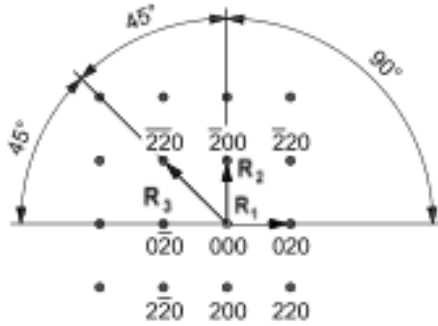
$\bar{6}40$ 631 622 613 604

$R_2/R_1 = 4.690$
 $R_3/R_1 = 4.796$
 $[u \ v \ w] = [233]$

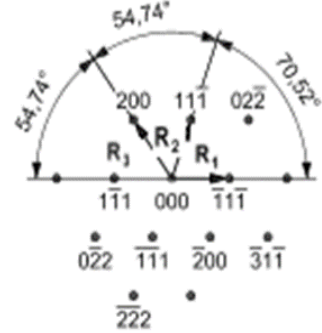
Figure B.15

الگوی پ-۱۵

پ-۲ الگوی پراش تک بلورهای FCC ($u^2 + v^2 + w^2 \leq 22$)

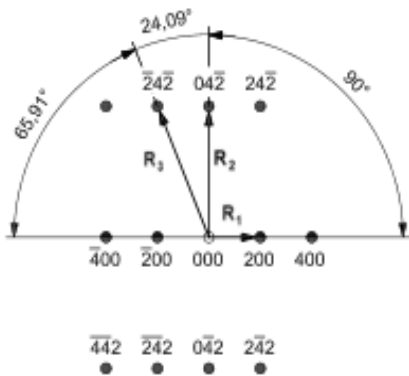


$R_2/R_1 = 1.0$
 $R_3/R_1 = 1.414$
 $[u \ v \ w] = [001]$



$R_2/R_1 = 1.0$
 $R_3/R_1 = 1.155$
 $[u \ v \ w] = [011]$

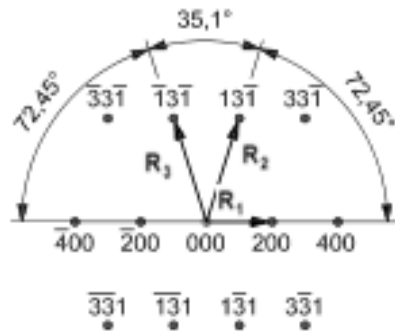
الگوی پ-۱۶



$R_2/R_1 = 2.236$
 $R_3/R_1 = 2.450$
 $[u \ v \ w] = [012]$

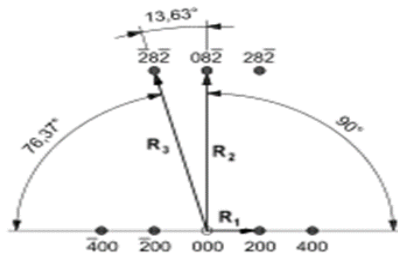
الگوی پ-۱۸

الگوی پ-۱۷



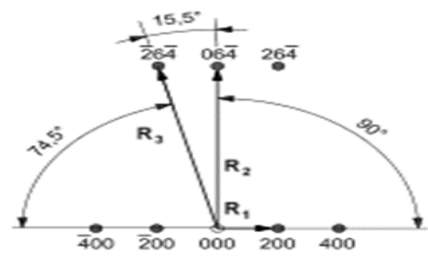
$R_2/R_1 = 1.658$
 $R_3/R_1 = 1.658$
 $[u \ v \ w] = [013]$

الگوی پ-۱۹



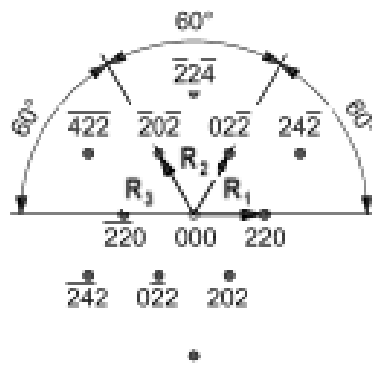
$R_2/R_1 = 4.123$
 $R_3/R_1 = 4.243$
 $[u \ v \ w] = [014]$

الگوی پ-۲۰



$R_2/R_1 = 3.242$
 $R_3/R_1 = 3.606$
 $[u \ v \ w] = [023]$

الگوی پ-۲۱



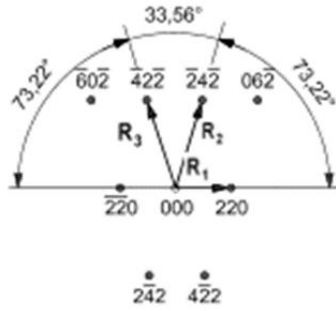
$R_2/R_1 = 1.0$
 $R_3/R_1 = 1.0$
 $[u \ v \ w] = [111]$

الگوی پ-۲۲



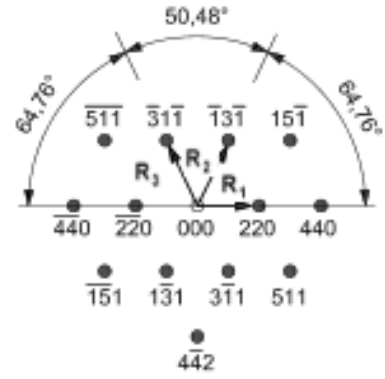
$R_2/R_1 = 1.633$
 $R_3/R_1 = 1.915$
 $[u \ v \ w] = [\bar{1}12]$

الگوی پ-۲۳



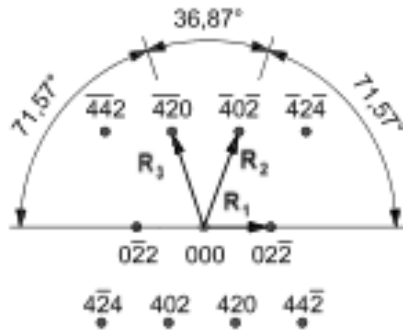
$R_2/R_1 = 1.732$
 $R_3/R_1 = 1.732$
 $[u \ v \ w] = [\bar{1}13]$

الگوی پ-۲۴



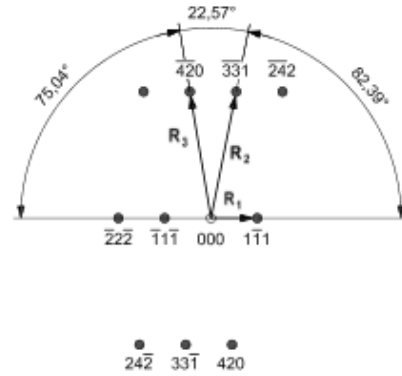
$R_2/R_1 = 1.173$
 $R_3/R_1 = 1.173$
 $[u \ v \ w] = [\bar{1}14]$

الگوی پ-۲۵



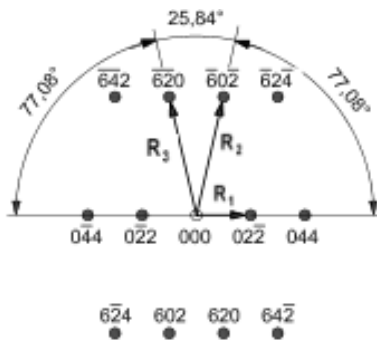
$R_2/R_1 = 1.581$
 $R_3/R_1 = 1.581$
 $[u \ v \ w] = [\bar{1}22]$

الگوی پ-۲۶



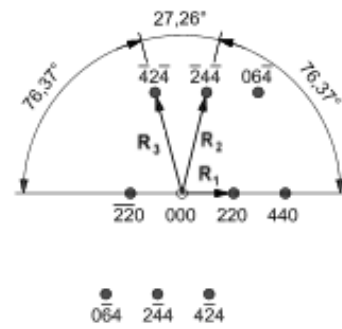
$R_2/R_1 = 2.517$
 $R_3/R_1 = 2.828$
 $[u \ v \ w] = [123]$

الگوی پ-۲۷



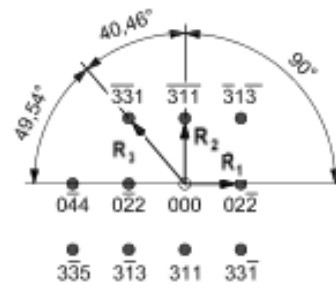
$R_2/R_1 = R_3/R_1 = 2.236$
 $[u \ v \ w] = [\bar{1}33]$

الگوی پ-۲۸



$R_2/R_1 = 2.121$
 $R_3/R_1 = 2.121$
 $[u \ v \ w] = [\bar{2}23]$

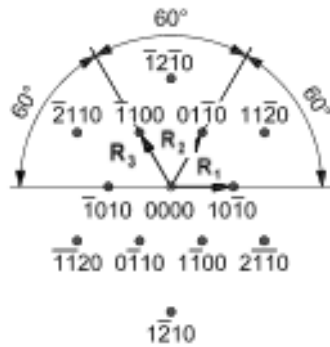
الگوی پ-۲۹



$R_2/R_1 = 1.173$
 $R_3/R_1 = 1.541$
 $[u \ v \ w] = [233]$

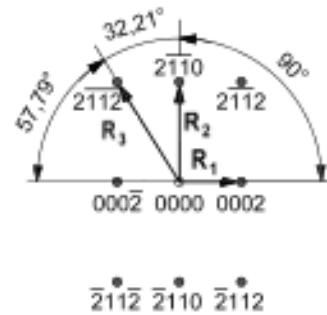
الگوی پ-۳۰

پ-۳ الگوی پراش تک بلورهای HCP ($\frac{C}{A} = 1.6$)



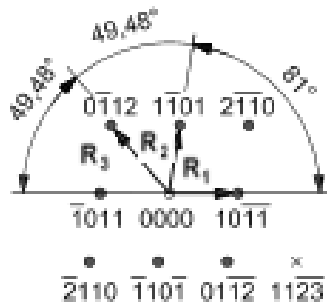
$R_3/R_1 = 1.0$
 $R_2/R_1 = 1.0$
 [0001]

الگوی پ-۳۱



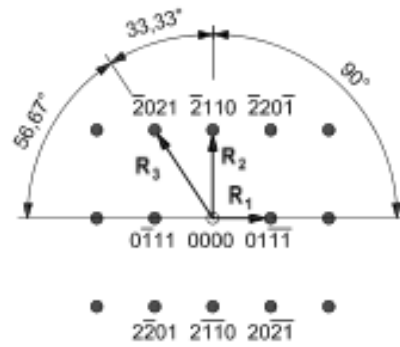
$R_2/R_1 = 1.587$
 $R_3/R_1 = 1.876$
 [0110]

الگوی پ-۳۲



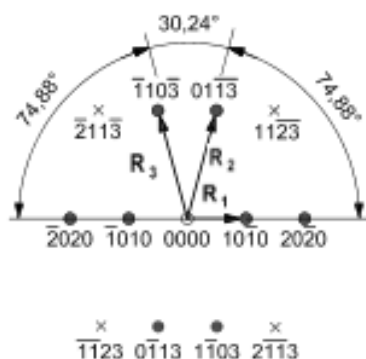
$R_3/R_1 = 1.299$
 $R_2/R_1 = 1.0$
 [0111]

الگوی پ-۳۳



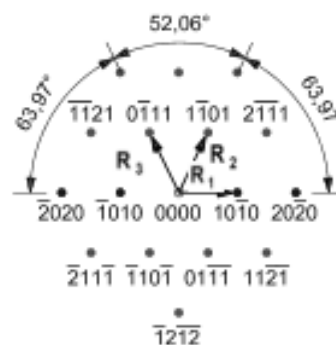
$R_2/R_1 = 1.520$
 $R_3/R_1 = 1.820$
 [0112]

الگوی پ-۳۴



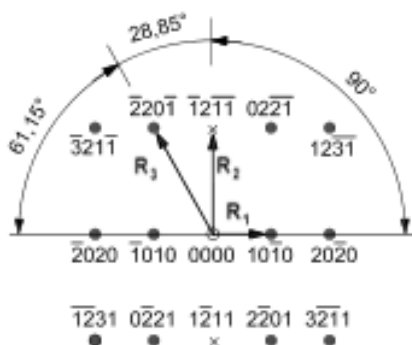
$R_2/R_1 = R_3/R_1 = 1.917$
[1211]

الگوی پ-۳۵



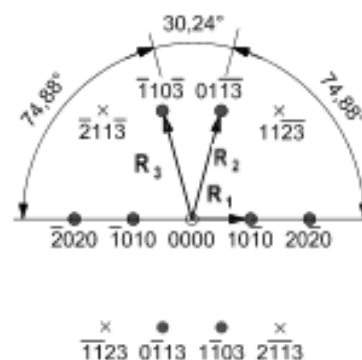
$R_2/R_1 = R_3/R_1 = 1.139$
[1213]

الگوی پ-۳۶



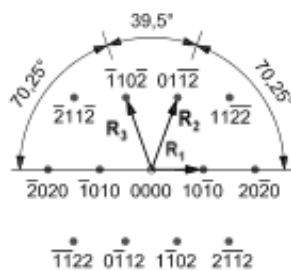
$R_2/R_1 = 1.816$
 $R_3/R_1 = 2.073$
[1216]

الگوی پ-۳۷



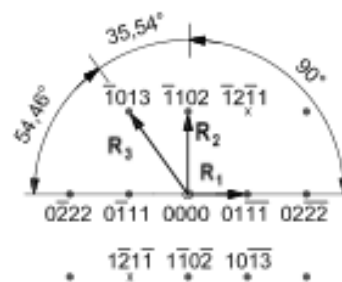
$R_2/R_1 = R_3/R_1 = 1.917$
[1211]

الگوی پ-۳۸



$R_2/R_1 = R_3/R_1 = 1.480$
[2423]

الگوی پ-۳۹



$R_2/R_1 = 1.399$
 $R_3/R_1 = 1.720$
[5143]

الگوی پ-۴۰

پیوست ت

(آگاهی دهنده)

فرم گزارش آزمون TEM

به نام خدا

گزارش آزمون TEM

تاریخ: / / زمان: نام کاربر: شرکت/مدل دستگاه: شماره اموال:

وضعیت کاری میکروسکوپ:

| | |
|--|------------------------------|
| | زاویه پراش (θ) |
| | طول موج (nm) |
| | ولتاژ کاری (keV) |
| | ثابت دوربین ($L\lambda$) |
| | آشکارساز |
| | تفکیک پذیری سطحی دستگاه (nm) |

شرایط محیطی:

| | | |
|-------------------|-----------|--------------------|
| دما (درجه سلسیوس) | رطوبت (%) | فشار خلاء (پاسکال) |
| | | |

مشخصات نمونه و تصویر:

| کد | جنس | حالت نمونه | | | | | | حالت تصویر ۱ | | حالت تصویر ۲ | |
|----|-----|------------|-----------|------|-------|-------|-------------|--------------|-------------|--------------|--|
| | | توده | لایه نازک | پودر | محلول | هواسل | میدان تاریک | میدان روشن | میدان تاریک | میدان روشن | |
| | | | | | | | | | | | |
| | | | | | | | | | | | |
| | | | | | | | | | | | |

ملاحظات:

نتایج:

کالیبراسیون پیش از آزمون: بلی خیر ماده مرجع مورد استفاده:

| | | | | | | | | | |
|-------------------|--------------|-----------------------|-------------------|------------|-------------------|------------|---------------|---------------|---------------|
| تعداد اندازه گیری | اندازه متوسط | عدم قطعیت اندازه گیری | σ_{α} | σ_N | σ_{θ} | σ_g | σ_{rm} | σ_{De} | σ_{is} |
| | | | | | | | | | |

مهر و امضاء کارشناس:

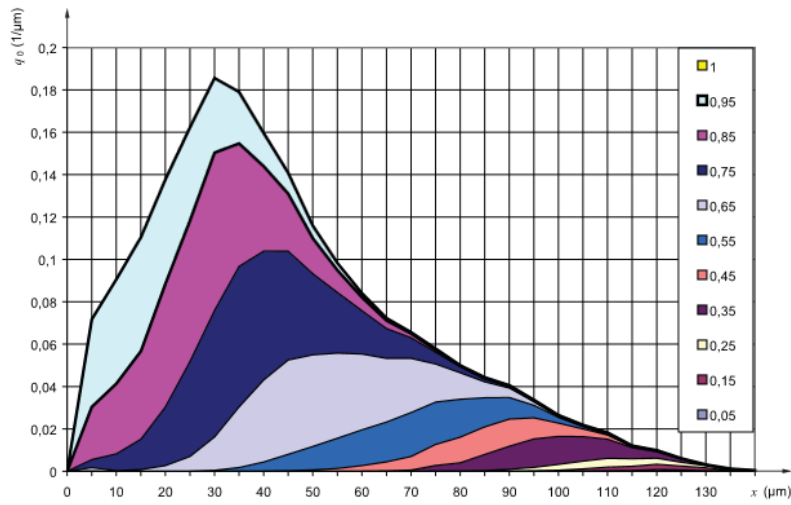
پیوست ث

(آگاهی دهنده)

فرم گزارش نتایج اندازه‌دانه و ریخت‌شناسی ذرات

جدول ث-۱- روش استاندارد گزارش نتایج کمی ریخت‌شناسی

| کلاس اندازه ذره | نسبت منطری | | | | | | | | | |
|-----------------|------------|------|------|------|------|-------|-------|-------|-------|-------|
| | ۰/۰۵ | ۰/۱۵ | ۰/۲۵ | ۰/۳۵ | ۰/۴۵ | ۰/۵۵ | ۰/۶۵ | ۰/۷۵ | ۰/۸۵ | ۰/۹۵ |
| | تعداد ذرات | | | | | | | | | |
| ۵ | ۰ | ۰ | ۰ | ۰ | ۰ | ۰.۸۲ | ۹۶۴ | ۲۳۰۰ | ۱۵۰۰۰ | ۲۵۰۰۰ |
| ۱۰ | ۰ | ۰ | ۰ | ۰ | ۰ | ۱ | ۱۹۸ | ۴۷۸۰ | ۲۰۰۰۰ | ۲۹۷۷۴ |
| ۱۵ | ۰ | ۰ | ۰ | ۰ | ۰ | ۴ | ۴۹۵ | ۸۶۶۱ | ۲۵۱۰۰ | ۳۲۴۷۵ |
| ۲۰ | ۰ | ۰ | ۰ | ۰ | ۰ | ۱۵ | ۱۵۸۴ | ۱۶۷۷۲ | ۳۵۱۰۰ | ۲۹۷۳۰ |
| ۲۵ | ۰ | ۰ | ۰ | ۰ | ۰ | ۴۸ | ۴۱۹۶ | ۲۷۱۰۳ | ۴۰۱۰۰ | ۲۶۶۵۴ |
| ۳۰ | ۰ | ۰ | ۰ | ۰ | ۱ | ۲۷۴ | ۹۵۲۸ | ۳۶۱۳۰ | ۴۴۹۵۴ | ۲۱۲۸۴ |
| ۳۵ | ۰ | ۰ | ۰ | ۲ | ۵ | ۱۰۸۸ | ۱۷۲۸۱ | ۴۰۰۹۲ | ۳۵۰۵۶ | ۱۴۷۱۴ |
| ۴۰ | ۰ | ۰ | ۰ | ۴ | ۴۳ | ۲۵۹۷ | ۲۳۴۲۹ | ۳۶۷۵۴ | ۲۴۱۷۵ | ۹۴۸۴ |
| ۴۵ | ۰ | ۰ | ۰ | ۷ | ۱۵۶ | ۴۶۹۵ | ۲۶۸۸۹ | ۳۱۰۵۵ | ۱۶۳۷۸ | ۵۹۵۵ |
| ۵۰ | ۰ | ۰ | ۰ | ۱۱ | ۳۶۷ | ۶۷۱۰ | ۲۶۱۳۶ | ۲۳۱۵۶ | ۱۰۱۱۷ | ۳۵۶۰ |
| ۵۵ | ۰ | ۰ | ۰ | ۱۳ | ۸۱۲ | ۸۶۱۶ | ۲۴۲۹۵ | ۱۷۲۸۶ | ۶۳۴۸ | ۲۰۵۱ |
| ۶۰ | ۰ | ۰ | ۰ | ۴۶ | ۱۵۷۹ | ۱۰۲۰۹ | ۲۱۶۲۷ | ۱۲۳۶۱ | ۳۸۰۹ | ۱۱۷۵ |
| ۶۵ | ۰ | ۰ | ۰ | ۱۲۸ | ۲۵۶۶ | ۱۱۳۵۲ | ۱۸۱۷۳ | ۸۵۳۰ | ۲۲۳۹ | ۷۰۳ |
| ۷۰ | ۰ | ۰ | ۱ | ۳۶۱ | ۳۸۸۳ | ۱۲۵۴۰ | ۱۵۴۴۶ | ۵۸۳۱ | ۱۲۴۰ | ۳۴۶ |
| ۷۵ | ۲ | ۶ | ۵۶ | ۱۵۸۷ | ۶۰۰۶ | ۱۲۱۰۷ | ۱۰۸۲۷ | ۳۳۶۹ | ۶۵۸ | ۳۸۹ |
| ۸۰ | ۰ | ۱ | ۲۸ | ۲۳۸۲ | ۷۳۳۵ | ۱۰۷۹۹ | ۷۵۴۱ | ۱۷۱۴ | ۲۵۹ | ۱۷۷ |
| ۸۵ | ۷ | ۷۳ | ۴۷۹ | ۶۶۱۴ | ۷۸۴۲ | ۸۳۴۱ | ۴۵۲۱ | ۸۶۰ | ۱۷۲ | ۲۵۶ |
| ۹۰ | ۷ | ۷۳ | ۴۷۹ | ۶۶۱۴ | ۷۷۰۸ | ۶۱۶۳ | ۲۷۰۶ | ۳۹۱ | ۱۳۲ | ۲۵۹ |
| ۹۵ | ۱۵ | ۱۳۹ | ۹۷۸ | ۸۰۹۳ | ۶۰۳۰ | ۳۵۷۰ | ۱۰۴۸ | ۱۳۸ | ۸۹ | ۲۵۲ |
| ۱۰۰ | ۲۴ | ۲۹۲ | ۱۶۲۹ | ۸۰۱۵ | ۳۷۸۸ | ۱۶۱۰ | ۳۲۲ | ۴۷ | ۶۹ | ۲۲۷ |
| ۱۰۵ | ۵۶ | ۶۲۴ | ۲۲۲۶ | ۶۹۷۹ | ۲۲۱۳ | ۶۸۲ | ۱۰۴ | ۳۳ | ۶۶ | ۲۴۰ |
| ۱۱۰ | ۱۵۲ | ۱۰۶۰ | ۲۴۸۷ | ۵۴۴۸ | ۱۲۰۳ | ۳۰۹ | ۶۴ | ۳۶ | ۶۳ | ۲۴۷ |
| ۱۱۵ | ۲۱۷ | ۱۲۲۲ | ۲۱۴۶ | ۳۱۵۶ | ۲۹۹ | ۶۵ | ۱۷ | ۲۸ | ۲۴ | ۱۲۹ |
| ۱۲۰ | ۵۰۰ | ۱۴۹۸ | ۱۷۴۰ | ۱۸۶۳ | ۱۵۱ | ۳۷ | ۲۰ | ۲۹ | ۲۳ | ۱۲۸ |
| ۱۲۵ | ۴۰۰ | ۱۱۰۰ | ۱۰۸۱ | ۸۸۹ | ۵۶ | ۱۸ | ۱۸ | ۲۷ | ۱۹ | ۸۸ |
| ۱۳۰ | ۲۰۰ | ۸۰۰ | ۶۳۱ | ۱۰۰ | ۲۵ | ۱۶ | ۱۹ | ۳۲ | ۱۸ | ۶۵ |
| ۱۳۵ | ۵۰ | ۱۰۰ | ۳۶۷ | ۵۰ | ۱۵ | ۱۳ | ۲۷ | ۲۷ | ۱۴ | ۵۲ |
| ۱۴۰ | ۵۰ | ۶۰ | ۵۰ | ۵ | ۷ | ۸ | ۲۳ | ۱۸ | ۷ | ۲۶ |



شکل ث-۱- مثالی از نمودار - جدول توزیع اندازه دانه بر حسب نسبت منظری [۶].

توزیع اندازه دانه بر حسب نسبت منظری، روش رایجی برای بیان ریخت‌شناسی و اندازه دانه بر حسب یکدیگر است. در نمودار- جدول ث-۱، این توزیع بر اساس اطلاعات مندرج در جدول بدست آمده است. در این نمودار q_0 توزیع چگالی احتمال است [۶].

پیوست ج

(آگاهی دهنده)

بیان کیفی ریخت‌شناسی ذرات

این روش بر اساس استاندارد ASTM F1877 [۷] بوده که در آن اندازه ذرات با استفاده از قطر فرت تعیین می‌شود. در این روش که برای ذرات کروی و چهارگوش^۱ کاربردی‌تر است، اندازه ذره با محاسبه متوسط دو قطر کوچک و بزرگ اندازه‌گیری شده تعیین می‌شود.

در روش دیگری که به تعیین قطر دایره معادل^۲ موسوم است، اندازه ذرات دارای شکل نامتقارن با اندازه‌گیری سطح آنها و معادلسازی آن با یک دایره دارای قطر معادل محاسبه می‌شود. در این حالت داریم:

(ج-۱)

$$ECD = \sqrt{4A/\pi}$$

نسبت منظری^۳ 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 رابطه ۲ محاسبه می‌شود:

(ج-۲)

$$AR = \frac{d_{max}}{d_{min}}$$

کشایی^۴ نیز مانند نسبت منظری است با این تفاوت که برای ذرات بزرگتر به‌خصوص ذرات لیفی شکل کاربرد دارد. این روش برای ذرات A و C مورد اشاره در بخش مورد استفاده قرار می‌گیرد. مقدار E از تقسیم طول بر عرض ذره قابل محاسبه است.

(ج-۳)

$$E = \frac{FL}{FW}$$

R نیز پارامتری است که میزان نزدیکی شکل ذره به دایره را بیان می‌کند. مقدار R از صفر تا ۱ برای دایره کامل متغیر است و طبق رابطه زیر محاسبه می‌شود.

1- Rectangular
2- Equivalent Circle Diameter (ECD)
3- Aspect Ratio (AR)
4- Elongation (E)

(ج-۴)

$$R = \frac{4A}{\pi d_{max}^2}$$

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

پارامتر دیگر نیز فاکتور فرم^۱ است که مشابه با R تعریف می‌شود. با این تفاوت که به جای استفاده از قطر بیشینه، از محیط 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

آنالیز EDS حداقل باید ۱۰ ثانیه برای هر ذره انجام شود.

اطلاعات زیر باید جهت گزارش نتایج نتایج SEM ارائه شوند:

- منبع 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 مواد را می‌توان با استفاده از تقسیم‌بندی مورد اشاره در طرحواره شکل ج-۱ و با قیاس با ساختارهای نشان داده شده در شکل تقسیم بندی و در گزارش نتایج ریخت‌شناسی به آن اشاره کرد [۷].

1- Form Factor (FF)

| | Type A | Type B | Type C | Type D |
|----------------------------------|--------------------------|--------------------------|--------------------------|--------------------------|
| Equivalent Circle Diameter (ECD) | ECD = 1.38 μm | ECD = 1.12 μm | ECD = 0.80 μm | ECD = 1.20 μm |
| Aspect Ratio (AR) | AR = 7.1 | AR = 1.4 | AR = 7.5 | AR = 1.2 |
| Elongation (E) | E = 36.3 | E = 3.9 | E = 23.6 | E = 2.8 |
| Roundness (R) | R = 0.10 | R = 0.52 | R = 0.09 | R = 0.73 |
| Form Factor (FF) | FF = 0.10 | FF = 0.56 | FF = 0.14 | FF = 0.68 |

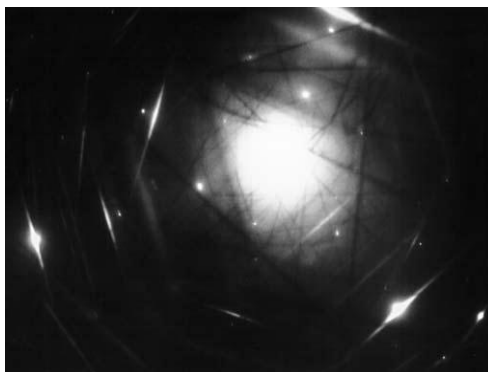
شکل ج-۱ - طرحواره ریخت شناسی مواد [۷].

پیوست چ
(آگاهی دهنده)
بررسی خطوط کیکوچی

چ-۱ منشا خطوط کیکوچی

اگر آزمونه به اندازه کافی ضخیم باشد، آنگاه تعداد زیادی الکترون‌های متفرق شده تولید می‌کند که در تمام جهات (اما اکثراً به سمت جلو) حرکت می‌کند و می‌توانند مدل‌های کیکوچی را تشکیل دهند. این الکترون‌ها در حالت ناهم‌سایما (غیرکوهرنت) متفرق شده اما الزماً این تفرق غیرکشسان نیست (کاملاً واضح است که برخی از الکترون‌ها انرژی از دست خواهند داد). گاهی این الکترون‌ها به عنوان الکترون‌های تفرق یافته به صورت نفوذی^۱ شناخته می‌شوند. این الکترون‌های تولید شده در امتداد حرکتشان، با برخورد به صفحه‌های بلوری مطابق با قانون براگ متفرق می‌شوند. در این شرایط ذکر چند نکته ضروری است:

- فرض می‌شود که طول موج این الکترون‌ها مشابه با طول موج الکترون‌های برخوردکننده به سطح آزمونه هستند زیرا انرژی هدررفته (۱۵ الکترون‌ولت تا ۲۵ الکترون‌ولت) در مقایسه با انرژی این الکترون‌ها (۱۰۰ کیلوالکترون‌ولت تا ۴۰۰ کیلوالکترون‌ولت) کم است. این فرضیه تا زمانی که آزمونه خیلی ضخیم نباشد، صادق است.
- اکثر این الکترون‌ها نزدیک به جهت الکترون‌های برخوردکننده به سطح حرکت می‌کنند.
- ضخامت آزمونه مطلوب باید به اندازه‌ای باشد که بتوان هم مدل نقطه‌ای تفرق و هم خطوط کیکوچی را مطابق با شکل چ-۱ مشاهده کرد. بنابراین آزمونه نازک‌تر الزاماً بهتر نیست.

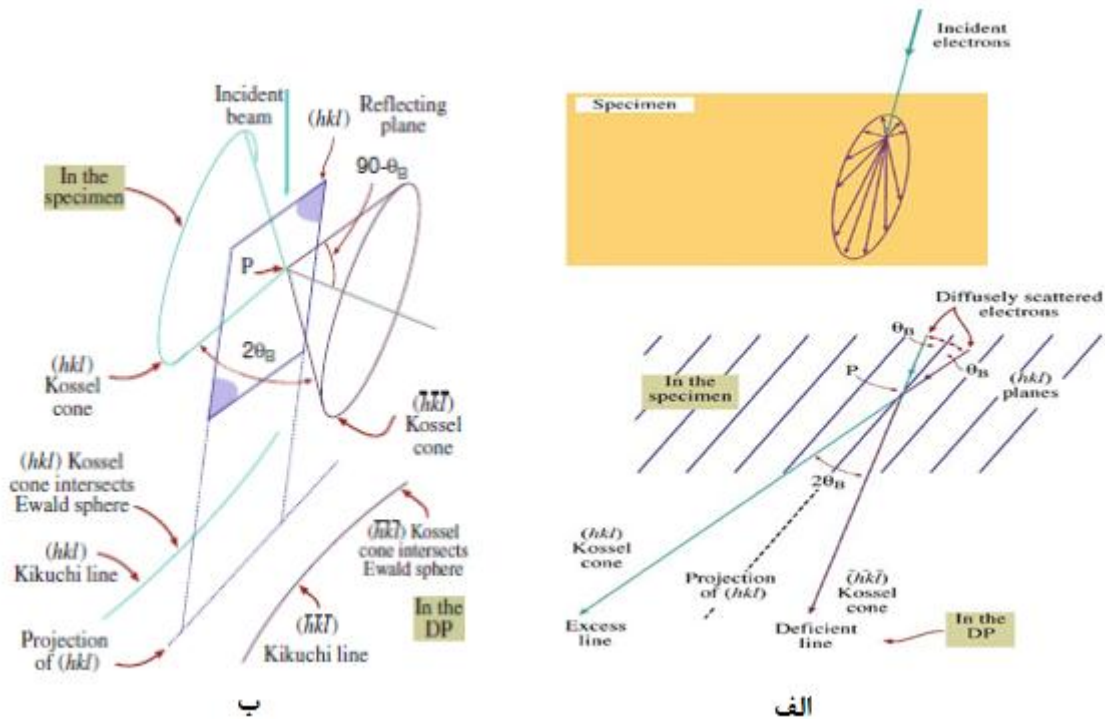


شکل چ-۱- DP مطلوب شامل نقطه‌هایی هستند که به خوبی مشخص هستند و خطوط کیکوچی دوتایی متشکل از خطوط روشن (اضافی) و تاریک (کاستین).

1- Diffusely scattered

چ-۲ خطوط کیکوچی و تفرق براگ

هندسه مدل‌های کیکوچی را می‌توان از شکل چ-۲ فهمید. در این شکل ارتباط بین اتفاقی که در آزمون می‌افتد و آنچه که در DP دیده می‌شود نشان داده شده است. در شکل چ-۲ الف، الکترون‌ها در نقطه‌ای که نشان داده شده ایجاد می‌شوند و در تمام جهات متفرق می‌شوند. بنابراین خطوط تفرق الکترون از یک نقطه به شکل واگرا کشیده شده است، در واقع الکترون‌ها از نقاط مختلف در امتداد ضخامت آزمون متفرق می‌شوند. برخی از این الکترون‌ها در زاویه θ_B نسبت به صفحات hkl همانطور که در شکل چ-۲ ب نشان داده شده است حرکت می‌کنند و سپس با صفحات خاص مطابق با براگ مخروطها بر اساس همه بردارهای آرایش یافته در زاویه θ_B نسبت به صفحه hkl ساخته می‌شود. این مخروطها با نام «کاسیل^۱» شناخته می‌شوند و زاویه مخروط ($90-\theta_B$) بسیار کوچک است (توجه: زاویه واقعی معادل با نصف زاویه است). یک جفت از مخروطهای کاسیل برای $\pm g$ وجود دارد و جفت دیگری برای $\pm 2g$ و غیره وجود دارد. در واقع DP تقاطع این مخروطها با صفحه نمایش و یا آشکارساز است.



شکل چ-۲ الف- طرحواره‌ی از تمام الکترون‌های متفرق شده از یک نقطه در آزمون، ب- برخی از الکترون‌های متفرق شده در امتداد حرکتشان با صفحات بلوری خاص hkl با زاویه براگ θ_B پراش می‌کنند. الکترون‌های پراش

1- Kossel

شده از مخروط‌های کاسل در نقطه P بر روی صفحات پراش در مرکز قرار گرفته‌اند. خطوطی که در نزدیکترین موقعیت نسبت پرتو برخوردکننده است تاریک (کاستین) است و خطوطی که در دورترین موقعیت قرار دارند روشن (اضافی) هستند. در شکل ج- مخروط‌ها کره اوالد را قطع می‌کنند که منجر به تشکیل سهمی‌ها می‌شوند که تقریباً خط مستقیم هستند زیرا زاویه θ_B کوچک است.

مخروط‌ها بر اساس همه بردارهای آرایش یافته در زاویه θ_B نسبت به صفحه hkl ساخته می‌شود. این مخروط‌ها با نام کاسل شناخته می‌شوند و زاویه مخروط ($90-\theta_B$) بسیار کوچک است (توجه، زاویه واقعی معادل با نصف زاویه است). یک جفت از مخروط‌های کاسل برای $g \pm$ وجود دارد و جفت دیگری برای $g \pm 2$ و غیره وجود دارد. در واقع DP تقاطع این مخروط‌ها با صفحه نمایش و یا آشکارساز است.

از آنجا که صفحه نمایش یا آشکارساز مسطح و نزدیک به عمود بر پرتو برخوردکننده است، مخروط‌های کاسل به شکل سهمی ظاهر می‌شوند. اگر منطقه‌های نزدیک به محور نوری بررسی شود، این سهمی‌ها به شکل خطوط موازی مشاهده می‌شود. گاهی این خطوط کیکوچی دوتایی که شامل خطوط و منطقه بین خطوط است، به عنوان باند کیکوچی شناخته می‌شود. تباین ناحیه بین خطوط کاملاً بیچیده است. برای هر جفت خطوط کیکوچی، یک خط مطابق با θ_B است و خط دیگر متناظر با $-\theta_B$ است. یک خط کیکوچی g است و خط دیگر کیکوچی \bar{g} است. هیچ کدام از این خطوط متناظر با O نیست.

در شکل ج-۲-ب، مشاهده می‌شود که پرتو متفرق شده که در ابتدا به محور نوری نزدیکترین بوده و شدت بیشتری داشته است، پس از پراش براگ دورتر از محور نوری قرار می‌گیرد. این پرتو خط زیادی (روشن) را ایجاد می‌کند و پرتو دیگر خط کاستین (تاریک) را ایجاد می‌کند. در شکل ج-۱ مشاهده می‌شود که این ایده ساده چگونه کار می‌کند.

از این نتایج می‌توان برای شاخص گذاری خطوط کیکوچی دوتایی استفاده کرد. اگر یک خط روشن مشاهده شود، جفت این خط قطعاً موازی و تاریک است. این جفت خطوط با $2\theta_B$ جدا شده است.

مخروط‌هایی که در شکل ج-۲-ج نشان داده شده به گونه‌ای عمل می‌کنند که انگار در صفحه hkl ثابت شده‌اند. بنابراین آنها در بلور ثابت شده‌اند. برای نشان دادن اثر صفحه hkl خطی در نیمه بین خطوط کیکوچی کشیده می‌شود. توجه شود که زوایا کوچک هستند.

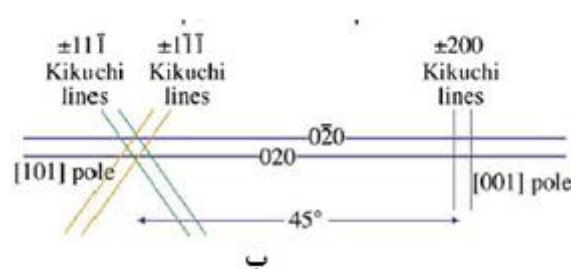
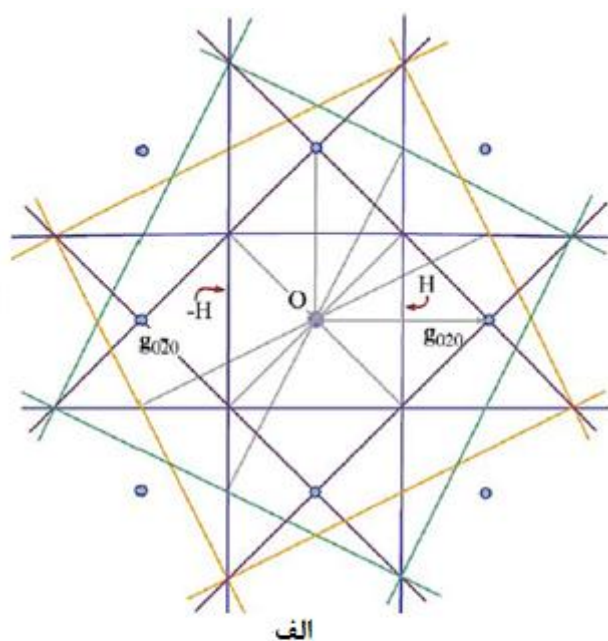
اگر بلور تحت زاویه کوچکی چرخانده شود، خطوط کیکوچی حرکت می‌کند اما شدت و موقعیت نقاط پراش تغییر نمی‌کند. بنابراین خطوط کیکوچی نسبت به چرخش پرتو /آزمونه حساستر از نقاط در SADPs هستند. از موقعیت خطوط کیکوچی می‌توان استنباط کرد که s مثبت است یا منفی. درحالی که این اطلاعات را نمی‌توان از مدل نقطه‌ای پیدا کرد.

فاصله در فضای معکوس بین خطوط کیکوچی \bar{g} و g معادل g است نه $2g$ ، زیرا زاویه بین دو مخروط $2\theta_B$ است. اگر پرتو دقیقاً محور منطقه باشد خطوط کیکوچی مشاهده نمی‌شود.

چ-۳ طراحی نقشه‌های کیکوچی

اگر به جای گرفتن عکس خطوط دوتایی کیکوچی، یک مونتاژی از تمام خطوط و مدل‌های نقطه‌ای در محدوده از فضای معکوس تهیه شود، یک نقشه کیکوچی را می‌توان ایجاد کرد.

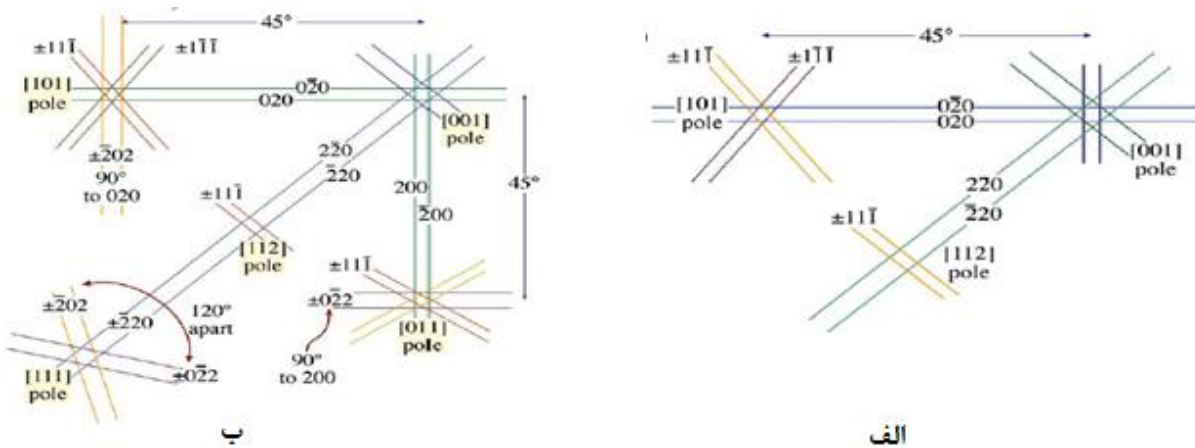
در شکل چ-۳-الف روش تولید نقشه‌های کیکوچی نشان داده شده است. در ابتدا، برای مثالی که قطب $[001]$ ، دقیقاً همان محور نوری است خطوط کشیده می‌شود. خطوط عمود بر هر بردار g است که در ZOLZ پیدا شود. همچنین این خطوط بردارهای g را نصف می‌کنند. فاصله بین هر جفت از خطوط به طور خودکار معادل با $|g|$ است. به هر خط یک g مشخص داده می‌شود.



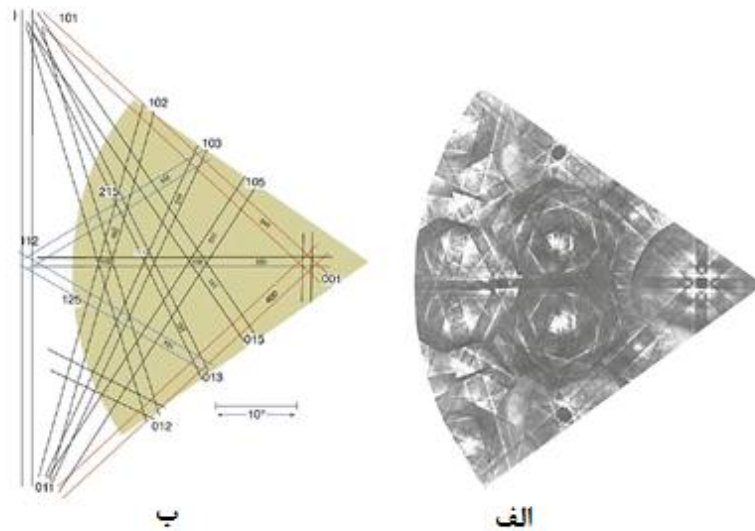
شکل ۳-الف- برای طراحی یک مدل کیکوچی، جفت خطوط دوتایی کشیده می‌شود درحالی‌که بردارهای $\pm g$ را نصف می‌کنند. به عنوان مثال، زمانی که $[001]$ ، دقیقاً همان محور نوری است g_{020} با خط عمودی در $H(020)$ نصف می‌شود و خطوط کیکوچی دوتایی دیگر در $-H(020)$ نصف می‌شوند. همه خطوط کیکوچی دوتایی را می‌توان برای هر بردار g طراحی کرد. ب- از مدل کیکوچی می‌توان برای ایجاد مدل دوم پراش استفاده کرد. به عنوان مثال، اگر مدل $[001]$ مشخص باشد می‌توان مدل $[101]$ را ایجاد کرد زیرا جفت خطوط مشترک هستند. بنابراین می‌توان خطوط 020 و $0\bar{2}0$ را می‌توان از قطب $[001]$ در زاویه 45° نسبت به قطب $[101]$ کشید.

سپس می‌توان نقشه را برای قطب [101] طراحی کرد. همانطور که در شکل چ-۳-ب نشان داده شده است با دنبال کردن بردار مشترک 020-g نقطه‌گذاری انجام می‌شود. بنابراین، خطوط کیکوچی 020 و $00\bar{2}$ در دو مدل مشترک هستند. اگرچه زاویه بین قطب‌های [001] و [101]، 45° است، خطوط 020 مستقیم و موازی کشیده می‌شوند زیرا معمولاً بخش کوچکی از مدل کیکوچی بررسی می‌شود. توجه شود که تمام فاصله‌ها را می‌توان با زوایای معادل مشابه با DP تعریف کرد.

حالا مدل [112] اضافه می‌شود. این مدل در انعکاس‌های $2\bar{2}0$ و 220 با قطب [001] مشترک هستند. خطوط کیکوچی دوتایی متناظر با این انعکاس‌ها، مشترک خواهند بود، بنابراین می‌توان مثلی ایجاد کرد که در شکل چ-۴-الف نشان داده شده است. همانطور که در شکل چ-۴-ب نشان داده شده است، می‌توان، قطب‌ها و جفت‌های دیگری از خطوط کیکوچی برای دستیابی به مدل کامل اضافه کرد.



شکل چ-۴-الف- طراحی مدل [112] از مدل‌های [001] و [101] با امتداد خطوط کیکوچی مشترک برای هر جفت از مدلها. جفت خطوط دوتایی $2\bar{2}0$ بین مدل‌های [001] و [112] مشترک است. ب-قطب‌های دیگری نظیر [011] و [111] را می‌توان اضافه کرد. توجه شود که خطوط کیکوچی که قطب‌های را وصل می‌کنند مستقیم نیستند. آنها منحنی هستند زیرا در محدوده زاویه بزرگ، شکل سهمی کاملاً مشخص است. علیرغم این نکته، این خطوط به شکل خط مستقیم کشیده شده است.



شکل چ-۵- الف- نقشه کیکوچی آزمایشی برای بلورهای FCC و ب- خطوط کیکوچی شاخص گذاری شده در نقشه.

نقشه کیکوچی برای یک ماده FCC در شکل چ-۵ نشان داده شده است. نقشه‌ها برای مواد BCC، FCC، الماس مکعبی و برخی از مواد HCP در مقاله‌ها ارائه شده است. نکات زیر را می‌توان برای ساختن نقشه کیکوچی در نظر گرفت:

- برای مواد مکعبی، فقط نیاز به مثلث متشکل از سه قطب $[001]$ و $[101]$ ، $[111]$ است که در شکل چ-۴- ب نشان داده شده است.

- برای مواد HCP، زوایا به نسبت c/a ماده نیاز است و به فضای بزرگتری از نقشه نیاز است.

- برای اکثر مواد غیرمکعبی، و عملاً برای بلورهای مونوکلینیک و تریکلینیک، ایجاد یک نقشه کامل شدنی نیست.

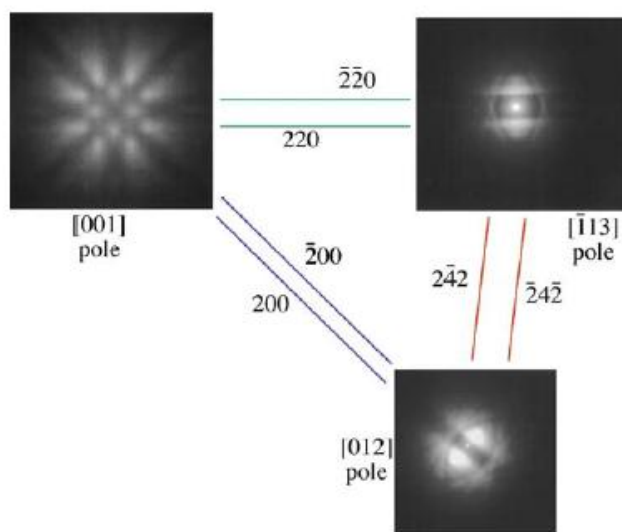
مراحل زیر را برای دستیابی به اطلاعات با ارزش برای هر ماده‌ای می‌توان انجام داد:

- در زمان کار با TEM، مدل‌های کیکوچی برای چند قطب با شاخص کم در مدل نقطه‌ای تفرق ثبت شود.

- DP ها به‌طور پیوسته شاخص گذاری شود.

- DP برای هر محور منطقه‌ای و طراحی خطوط کیکوچی استفاده شد چاپ شود.

- سپس مدل‌های آزمایشی به خطوط دیگرام اضافه شود. مشاهدات در شکل چ-۶ نشان داده شده است.



شکل چ-۶- مدل‌های کیکوچی آزمایشی حول سه قطب اصلی در MgO با خطوط مشترک کیکوچی بین هر قطب

زمانی که درباره استفاده از نقشه‌های کیکوچی بحث می‌شود، شبیه زمانی است که از نقشه جاده‌ها برای رسیدن به مقصد مشخصی استفاده می‌شود. معمولاً توصیه می‌شود که نقشه‌های شهرها با عکس ثبت شود تا به راحتی شناسایی شوند. وقتی که شما در اتوبان از یک شهر به شهر دیگری سفر می‌کنید، شما توجه زیادی به اینکه جاده چه شکلی است نمی‌کنید بلکه ترجیح می‌دهید که بدانید که چه مسافتی طی کرده‌اید و چه مسافتی باقیمانده است. از نقشه استریوگرافیک و نقشه کیکوچی همزمان استفاده شود. نقشه استریوگرافیک، تمام موقعیت‌ها، نرمال صفحه‌ها و محورهای منطقه‌ها را خلاصه می‌کند.

چ-۴ مثالی از کاربرد خطوط کیکوچی

یکی از کاربردهای خطوط کیکوچی و مدل‌های پراش، پیدا کردن بردار برگز نایجابیها است. اگر از نایجابیها، در یک قطب مشخص با بردار تفرق (g) مشخص عکس گرفته شود، با چرخش آزمون یا پرتو (تغییر قطب) تعدادی از نایجابیها ناپدید می‌شوند. در واقع نایجابیها با بردار برگز مشخصی که در رابطه زیر صدق کنند ناپدید می‌شوند:

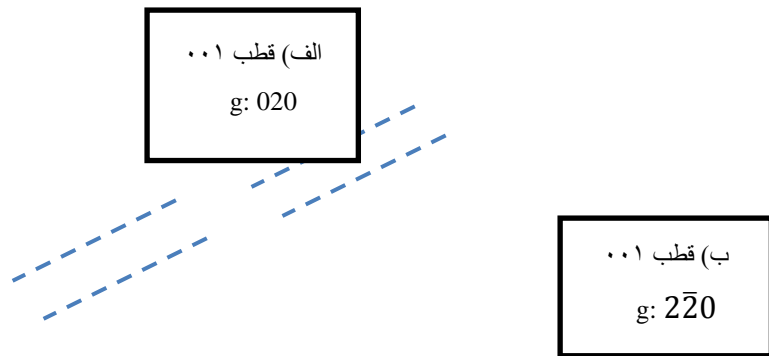
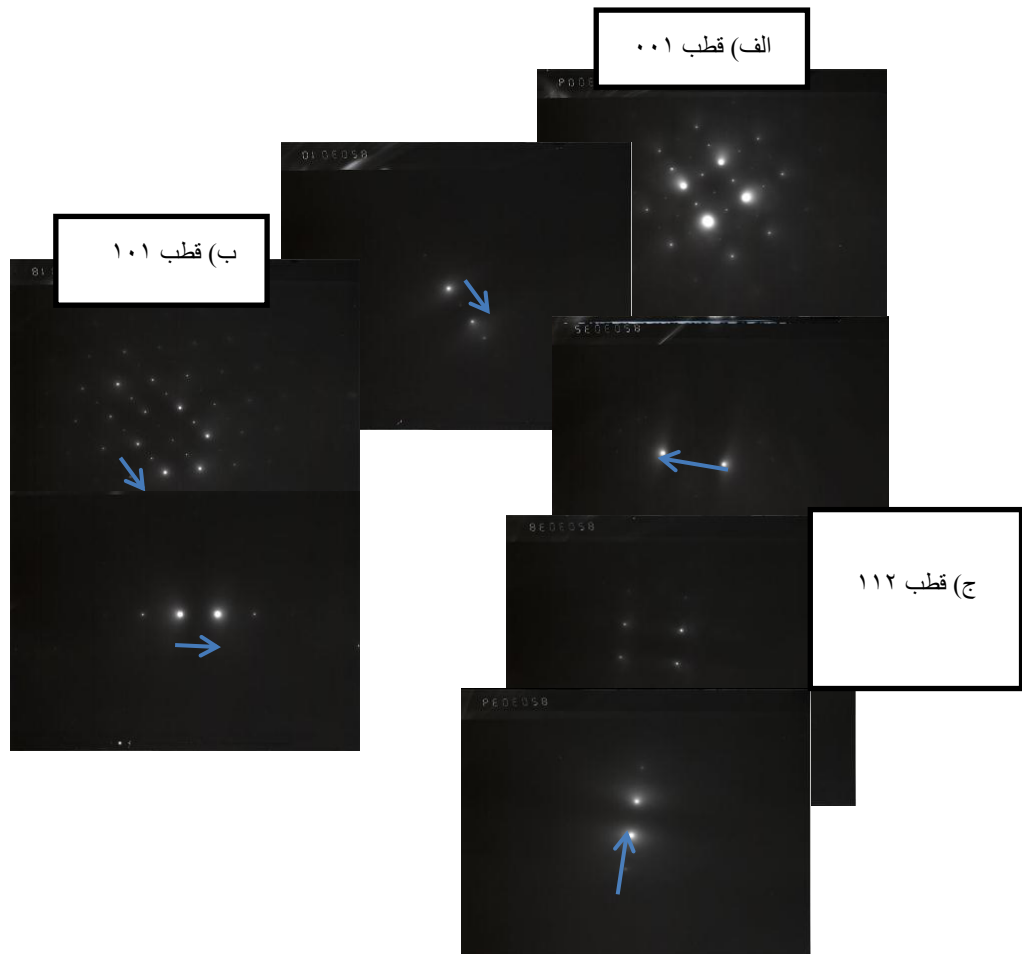
(چ-۱)

$$g \cdot b = 0$$

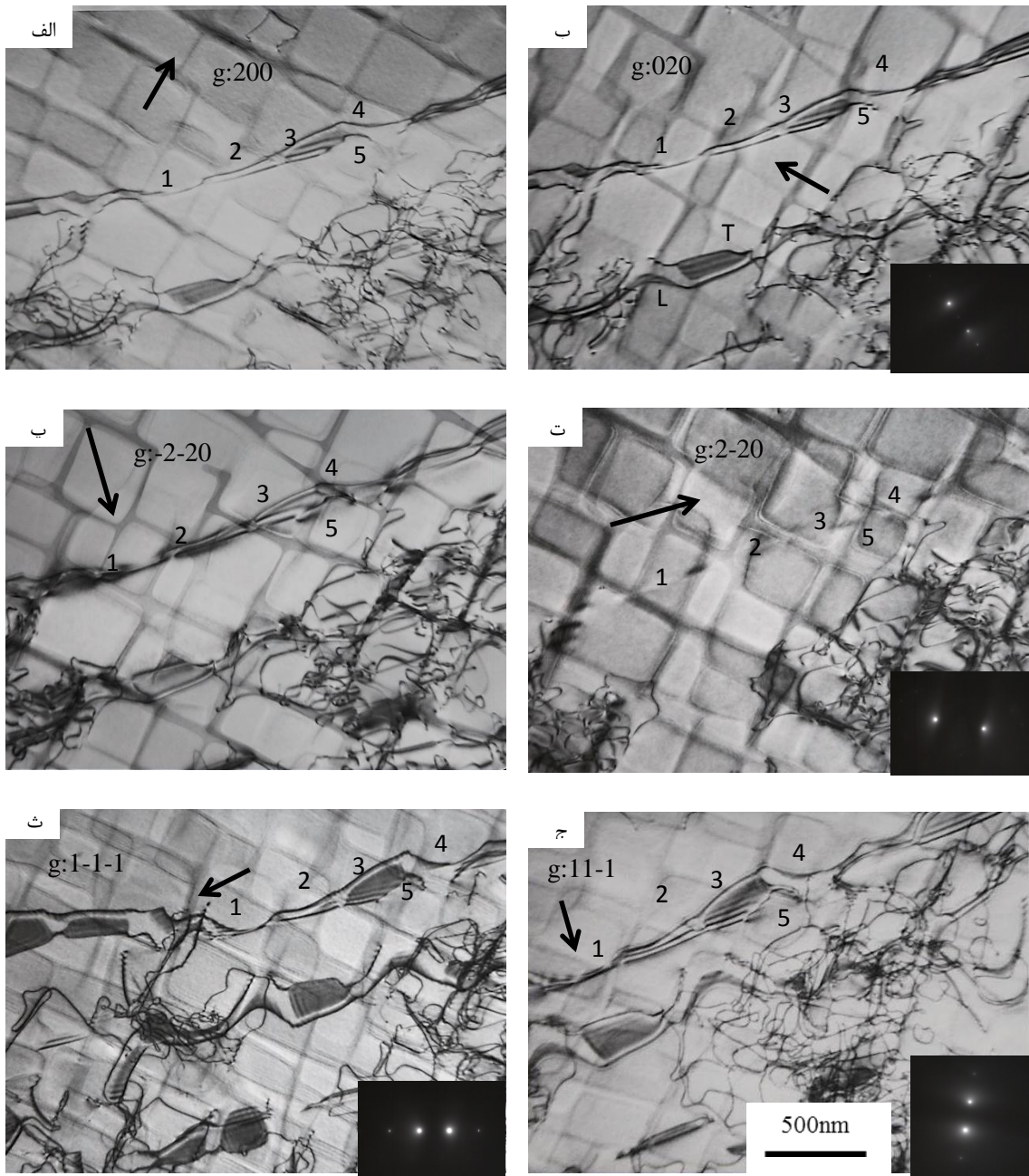
در تک بلور سوپراآلیاژ می‌توان بردار برگز را با چک کردن در شش g (بردار تفرق) مختلف پیدا کرد:

- ۱- در ابتدا محور نوری را روی قطب [001] تنظیم کرده و از مدل پراش عکس گرفته می‌شود (در شبکه‌های FCC مدل پراش به شکل مربع است). با توجه به اینکه نایجایی‌ها در حالت دو باریکه‌ای^۱ مشاهده می‌شود نیاز است که با چرخاندن نمونه یا پرتو فقط دو نقطه نورانی در مدل پراش نگه داشت. سپس می‌توان عکس‌های زمینه روشن را با بردارهای تفرق 020، $2\bar{2}0$ و 200 گرفت (شکل چ-۷-الف). ذکر این نکته ضروری است که قبل از چرخش، نقاط مدل پراش شاخص‌گذاری شود و در ادامه چرخش شاخص‌گذاری مدل‌های پراش دیگر با توجه به اولین شاخص‌گذاری مشخص می‌شوند.
- ۲- با دنبال کردن خطوط کیکوچی 020 می‌توان قطب 101 را مشاهده کرد که مدل پراش به شکل متوازی‌الاضلاع است. مجدداً در حالت دو باریکه‌ای عکسی با بردار تفرق $1\bar{1}1$ گرفته می‌شود (شکل چ-۷-ب). ذکر این نکته ضروری است که در زمان چرخش نمونه یا پرتو، مشخصه بارزی در نمونه مشخص کرده که تمام مدل‌های پراش از یک منطقه از نمونه به دست آید.
- ۳- در آخرین مرحله با دنبال کردن خطوط کیکوچی $2\bar{2}0$ ، قطب 112 مشاهده می‌شود که مدل پراش به شکل مستطیل است. مشابه با حالت‌های قبل، عکس با بردار تفرق $1\bar{1}1$ گرفته می‌شود (شکل چ-۷)

1- Two beam



شکل چ-۷- مدل‌های پراش تک بلور سوپرآلیاژ CMSX-4 تحت شرایط شرایط خزش $850^{\circ}\text{C}/520\text{ MPa}$ پس از 20 h (خطوط کیکوچی با خط چین و بردار تفرق با فلش مشخص شده‌اند).



شکل چ-۸ - عکس‌های زمینه روشن از نمونه CMSX-4 (سوپرآلیاژ نسل سوم پایه نیکل) تحت شرایط خزش 850°C/520 MPa پس از 20 h. این عکس‌ها از یک منطقه مشخص و ثابت گرفته شده است. جهت پرتو در جهات (الف-ت) [001]، (ث) [101]، (ج) [112].

عکس‌های متناظر با بردارهای تفرق مختلف در شکل چ-۸ نشان داده شده است. خطوط سیاه رنگی که به شکل هاشور دیده می‌شود عیب نقص چیده شدن است که با شماره‌های ۱-۵ مشخص شده است. بقیه خطوط مارپیچی شکل نابجایی‌ها هستند. با تهیه جدولی بر اساس رابطه $g \cdot b$ می‌توان بردار برگز نابجایی‌ها و نقص چیده شدن را پیدا کرد. مطابق با محاسبات، بردار کلی نقص چیده شدن (نابجایی‌های تشکیل دهنده

۵-۱) معادل با [11 2̄] و همچنین نابجایی_های مارپیچی شکل H₁ و H₂ با بردار برگز [01 1̄] و [10 1̄] مشخص شدند.

پیوست ح

(آگاهی دهنده)

مورد مطالعاتی: بررسی نانولوله های کربنی تک دیواره

ح-۱ کلیات

رابطه بین قطرهای نانولوله های اندازه گیری شده و تعداد نانولوله هایی که چنین قطرهایی دارند توزیع قطر SWCNTs تعریف شده است. قطر متوسط معمولاً به صورت قطر میانگین واقعی برای یک آزمون در نظر گرفته شده و به صورت زیر تعریف می شود:

(ح-۱)

$$d_m = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n d_i$$

که در آن d_m قطر متوسط تعداد n نانولوله (برحسب نانومتر) و d_i قطر اندازه گیری شده SWCNT منفرد، (برحسب نانومتر) هستند.

همچنین به طور کلی در اندازه گیری مربوط به SWCNTs باید از میدان دید بزرگ یا کوچک مناسب استفاده کرد. برای اندازه گیری ابتدا باید آزمون را در مقیاس کلی بررسی کرد و بنابراین لازم است که میدان دید اولیه بزرگ باشد تا ناخالصی های کلی آزمون تعیین شوند. سپس برای بررسی جزئیات، لازم است که میدان دید کوچک و بزرگنمایی بالاتری انتخاب شود. تنظیمات توصیه شده برای آزمون TEM با توجه به میدان دید مورد نظر در جدول ح-۱ نشان داده شده است.

جدول ح-۱- تنظیمات توصیه شده برای تصویربرداری [۲].

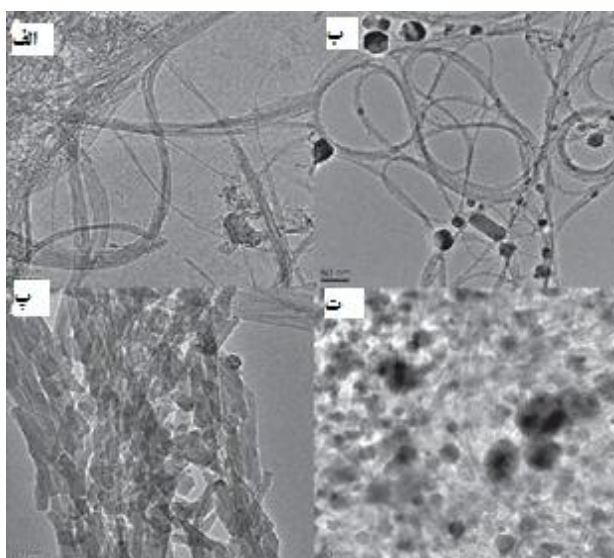
| میدان دید کوچک | میدان دید بزرگ |
|----------------|----------------|
| ۵۰۰ nm | ۵۰۰ μm |
| ۱۰۰ nm | ۱۰۰ μm |
| ۵۰ nm | ۵۰ μm |
| ۲۰ nm | ۱۰ μm |
| | ۵ μm |
| | μm |

ح-۲ ارزیابی خلوص

مقدار ۰/۰۱ میلی گرم از یک نمونه خام SWCNT را درون ظرفی شیشه‌ای قرار داده و ۱۰ میلی لیتر از ۲- پروپانول به آن اضافه کنید. سپس ظرف حاوی نمونه ۳۰ ثانیه در حمام فراصوت قرار گیرد تا محلول خاکستری رنگ تشکیل شود. قطره‌هایی از محلول را بر روی توری مس- کربن با مش ۲۳۳ ریخته و اجازه دهید تا در دمای اطاق خشک شود.

برای این آزمون از دستگاه TEM مجهز به منبع الکترون گسیل میدانی^۱ با ولتاژ شتاب دهنده ۲۰۰ keV استفاده شده است. سپس نمونه درون دستگاه قرار گیرد و سطوح مورد نیاز در تصاویر میدان دید بزرگ مشخص شود. پس از آن بزرگنمایی برای بررسی با تفکیک پذیری بالا در محدوده ۱۰۰۰۰۰ برابر تا ۱۵۰۰۰۰ برابر تنظیم می گردد.

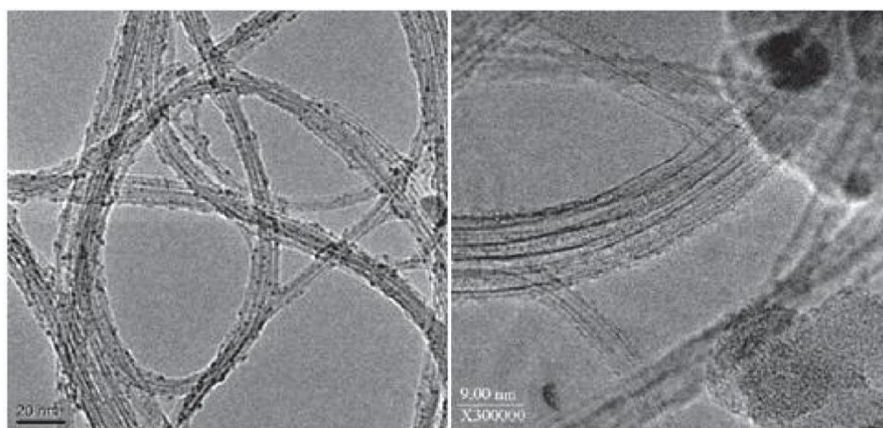
شکل ح-۱- الف و ت اجسام لیف مانند (که به صورت خطوط موازی خوابانیده شده‌اند) نمایانگر دسته‌های SWCNT است. سطوح بزرگ مشاهده شده از ماده بی شکل نیز می تواند باقیمانده پایه کاتالیست یا ماده کربن بی شکل باشد. ذرات فلزی (در شکل ح-۱- ب به شکل شش گوش مشخص شده‌اند) نیز در بسیاری از تصاویر بر روی دسته‌های نانولوله یا به طور همپوشانی یا دسته‌های نانولوله ها و ماده بی شکل قابل مشاهده است. ماده نانومیله گونه بر پایه گرافیت نیز در بعضی از مناطق قابل مشاهده است (شکل ح-۱- پ) نشان داده شده است. معمولاً ضخامت دسته نانولوله‌ها در محدوده ۵ نانومتر تا ۴۳ نانومتر و نانولوله‌های منفرد (البته با نسبت کمتری) در شکل قابل مشاهده است.



شکل ح-۱- میکروگراف های میدان دید بزرگ برای ارزیابی خلوص (میدان دید تمام تصاویر ۵۴۲nm) [۲].

1- Field Emission (FE)

شکل ح-۲ نیز تصاویر میدان دید کوچک از همین نمونه شامل دسته‌های لیف-مانند SWCNTs با قطری در محدوده ۱ نانومتر تا ۲ نانومتر را نشان می‌دهد که بر سطوح آن ذرات بسیار ریزی از جنس فلز یا کاربرد فلزی وجود دارد که در بزرگ‌نمایی‌های پایین‌تر قابل مشاهده نیستند. ماده بی‌شکل و ماده گرافیتی میله‌ای نیز مشاهده شده است. حضور احتمالی آهن، مولیبدن، منیزیم و مس می‌تواند مربوط به ماده توری TEM باشد.



شکل ح-۲- تصاویر میکروسکوپی میدان دید کوچک برای ارزیابی خلوص (میدان دید برای تصویر سمت راست: ۱۳۳ نانومتر و برای تصویر سمت چپ: ۶۳ نانومتر است [۲].

ح-۳ اندازه‌گیری قطر

از TEM برای اندازه‌گیری قطر نانولوله استفاده می‌شود. نانولوله‌ها تقریباً همواره به صورت دسته هستند. این امر تباین دیواره‌های هر نانولوله در دسته‌ای که به‌طور صاف بر روی لایه نگهدارنده قرار گرفته را برای اندازه‌گیری قطر تقریباً غیرممکن می‌سازد. علاوه بر آن، اگر شبکه سه ضلعی یک دسته، بخوبی در جهتی مشخص نسبت به باریکه الکترون قرار داده شود، فاصله l_1 یا l_2 بر اساس شکل ح-۳ به صورت زیر تعریف می‌شود:

(ح-۲)

$$l_1 = \frac{\sqrt{3}}{2} (dt + di)$$

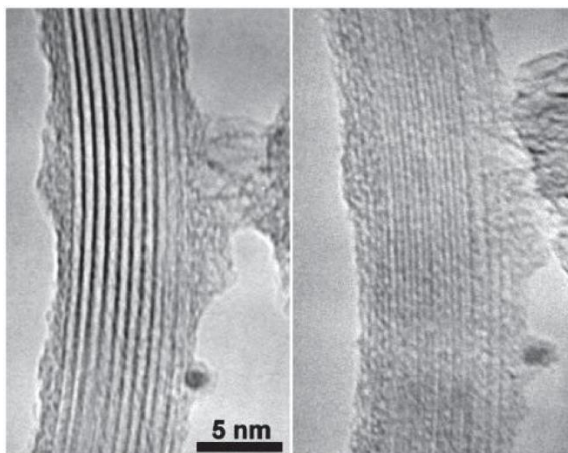
(ح-۳)

$$l_2 = 0.5 (dt + di)$$

که در آن:

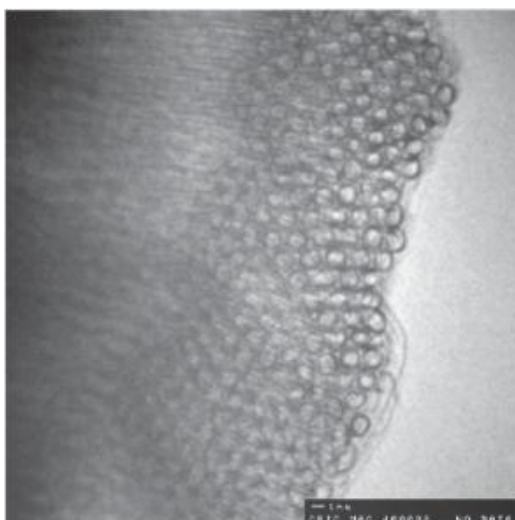
d_t قطر نانولوله بر حسب نانومتر؛

d_i نیز فاصله بین دیواره و اندروالس، بر حسب نانومتر است.



شکل ح-۳- اندازه‌گیری قطر در دسته‌های SWCNT (میدان دید در هر دو تصویر ۱۶nm) [۲].

اگر یک دسته از میان صفحه کانونی TEM حلقه شود، به طوری که نانولوله‌ها موازی باریکه الکترون باشند، امکان تصویربرداری سطح مقطع دسته وجود دارد. در این حالت بسیاری از نانولوله‌ها به طور دایره‌هایی دیده می‌شوند (شکل ح-۴).

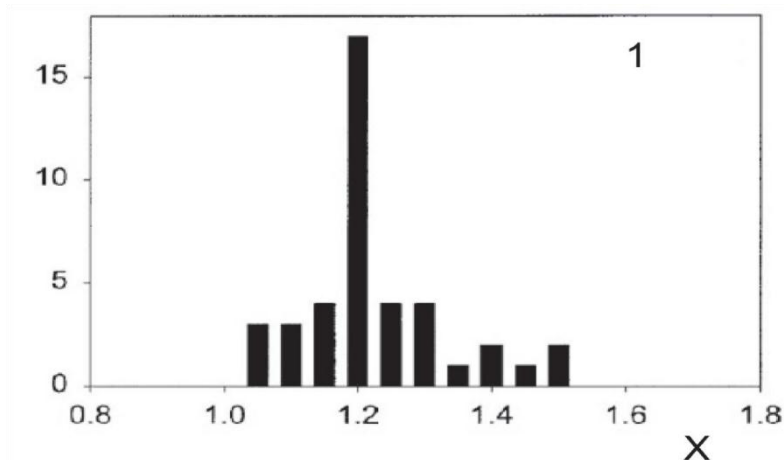


شکل ح-۴- نانولوله‌های موازی باریکه الکترونی که به صورت دایره دیده می‌شوند [۲].

در این حالت تباین بین نانولوله‌ها بسیار آسان است و براحتی می‌توان قطر تعداد زیادی آنها را اندازه‌گیری کرد. برای این امر باید آماده‌سازی را به روش زیر انجام داد:

- از یک انبوهه خشک از نانولوله‌های کربنی «رشد داده شده»^۱ ذرات بسیار کوچک را جدا کرده و بر روی توری کربنی حفره‌دار TEM قرار دهید و آن را با قطره‌ای از متانول تر کنید تا به توری بچسبند. با این روش، نانولوله توسط نیروی موئینه‌گی حاصل از خشک شدن، فشرده شده و حلقه ای را بوجود می آورد. اکثر این ذرات در یک سطح توری و بازآویزه‌ای با باریکه الکترون و کسری نیز موازی با باریکه الکترون قرار دارند.

اندازه‌گیری قطر پس از آماده‌سازی توسط برهم‌نهی^۲ یک دایره بر روی تصویر ایجاد شده از سطوح مقطع نانولوله جهت دستیابی بهترین تناسب ظاهری با نرم افزار مخصوص انجام می‌شود. مثالی برای اندازه‌گیری توزیع قطر نانولوله با استفاده فرآیند تبخیر لیزری پالسی (PLV^۳) در شکل ح-۵ نشان داده شده است [۲].



شکل ح-۵- توزیع قطر یک نمونه SWCNT با استفاده از فرآیند PLV (X قطر، برحسب نانومتر، ۱۰ سانتی متر از ماده [۲].

1- As grown
2- Superimposing
3- Pulsed Laser Vaporation (PLV)

پیوست خ

