



بسمه تعالی

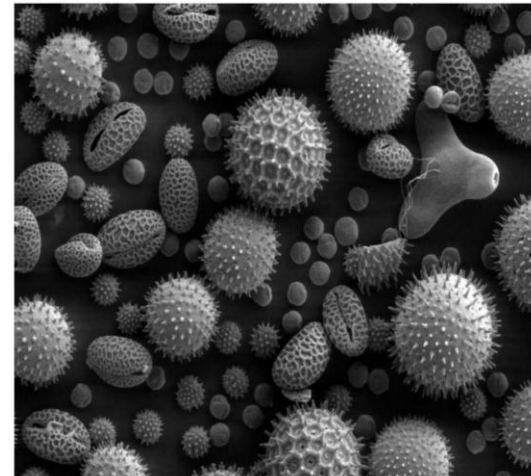
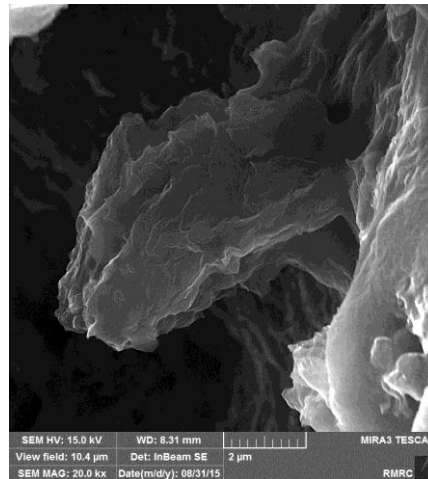
تعیین مشخصات

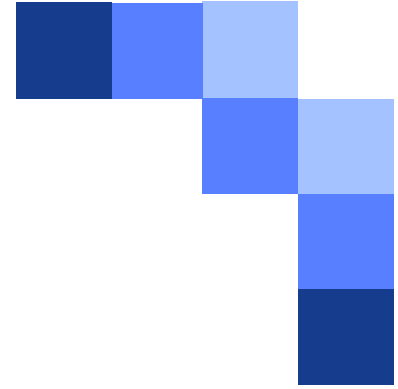
**Presented by:
Dr. Omid Rafeie**

University of Tabriz

2025

Microscopic Methods(SEM, TEM, EDX,..)





Part.1: Important Principles of Optical Microscopy

- چشم انسان می تواند با نزدیک شدن یک جسم، نقاط ریز و اطلاعات بیشتری دریافت و به مغز ارسال نماید. عمل تطابق و کانونی کردن تصویر در چشم انسان سالم تا ۲۵ سانتی متری آن امکان پذیر است.
- در فاصله های کمتر چشم انسان توانایی کانونی کردن را ندارد و تصویر به سرعت مبهم می شود که این نقطه را **نقطه بینایی نزدیک چشم** می نامند
- در فاصله های کمتر به وسیله ای که بتواند جسم را بزرگ کند(مثل ذره بین) نیاز بوده و در بررسی های پیشرفته از میکروسکوپ استفاده می شود
- میکروسکوپ ها ابتدا برای مشاهده اجسام کوچک ساخته شده بودند ولی در حال حاضر از آنها برای بررسی و اندازه گیری ویژگی های ریز ساختار مواد استفاده می شود.

- ابزارهای میکروسکوپی، سیستم های نوری و یا الکترونی هستند که به کمک آنها می توان تصویری از جسم با بزرگنمایی های مختلف ایجاد کرد.
- در میکروسکوپ های نوری از نور مرئی و نور ماورای بنفش استفاده می شود.
- مهمترین محدودیت میکروسکوپ های نوری بزرگنمایی و قدرت تفکیک کم آنها است
- **میکروسکوپ های الکترونی** به دسته ای از میکروسکوپ ها گفته می شود که از **پرتوی الکترونی** برای تصویرسازی استفاده می کنند
- بزرگنمایی و قدرت تفکیک بالا امکان بدست آوردن اطلاعات ساختاری، ریخت شناسی و شیمیایی، مطالعه نقصهای بلوری و قابلیت مشاهده سطوح ناصاف از مهمترین ویژگی های میکروسکوپ های الکترونی است. و دو نوع متداول آنها میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM) و میکروسکوپ الکترونی عبوری (TEM) است

- SEM تصویر بزرگنمایی از سطح ماده و TEM اطلاعاتی در مورد ساختار داخلی جامدات ارائه می دهد
- میکروسکوپهای الکترونی اگرچه گران تر و در ظاهر بسیار پیچیده ترند اما اصول کار و روش های مورد استفاده آنها بسیار شبیه به میکروسکوپ نوری است.
- میکروسکوپ های پروبی روبشی (SPM) سطح ماده را با قدرت تفکیکی در مقیاس نانومتر روبش کرده و تصاویر ناهمواری یا نقشه هایی از یک خاصیت فیزیکی یا شیمیایی سطح ماده تهیه می کند

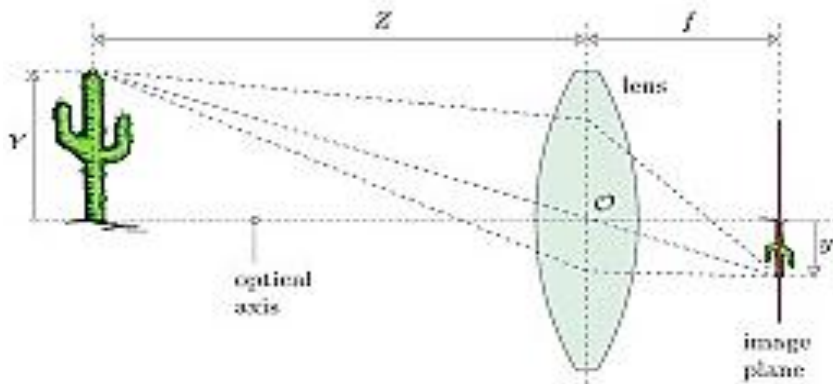
تصویر یک جسم به سه روش تشکیل می شود.

۱. تصویر نمایشی (Projection image): مانند تشکیل سایه ای از جسم مقابل یک منبع نور. هر نقطه از تصویر به طور مستقیم متناظر با نقطه ای در نمونه است

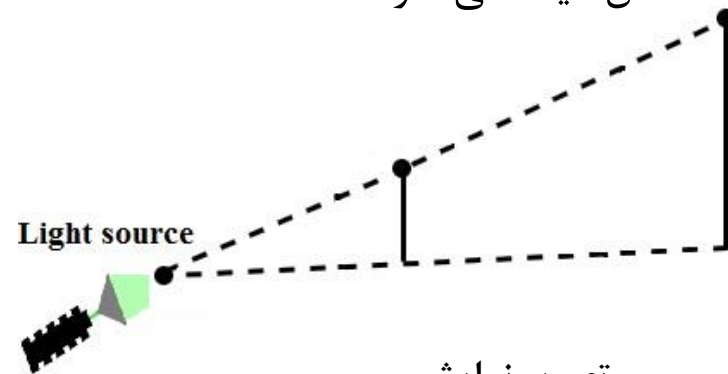
۲. تصویر اپتیکی (optical image): در این روش تصویر توسط عدسی تشکیل می شود

نکته : در تصویرهای نمایشی و اپتیکی تمام بخشهای تصویر به صورت همزمان تشکیل می شوند.

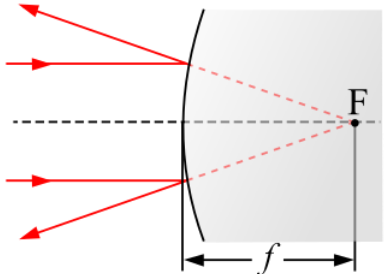
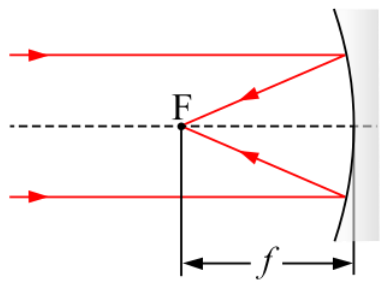
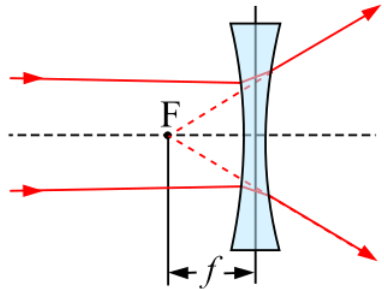
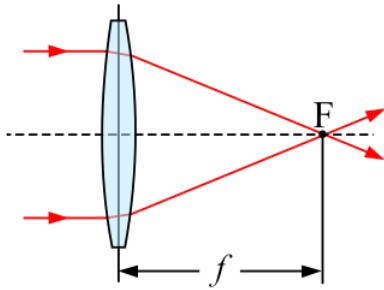
۳. تصویر روبشی (picture element or pixel): تصاویر به صورت پیوسته و به دنبال هم ایجاد می شوند. تصاویر تلویزیونی نوعی تصویر روبشی محسوب می شوند که هزاران نقطه تصویر (پیکسل) به تدریج و به دنبال هم به نمایش در می آیند. سرعت فرایند بالا است و به همین دلیل تصویر به صورت کامل دیده می شود.



تصویر اپتیکی



تصویر نمایشی



(Focal length) در سیستم‌های نوری مثل عدسی دوربین‌های عکاسی، به میزان همگرایی (فوکوس) یا واگرایی (دیفیوز) شدن پرتوهای نور گفته می‌شود. هر چه فاصله کانونی، کوتاه‌تر باشد، قدرت و تمرکز نور بیشتر و هر چه فاصله کانونی بلندتر باشد، قدرت و تمرکز نور کمتر می‌شود.

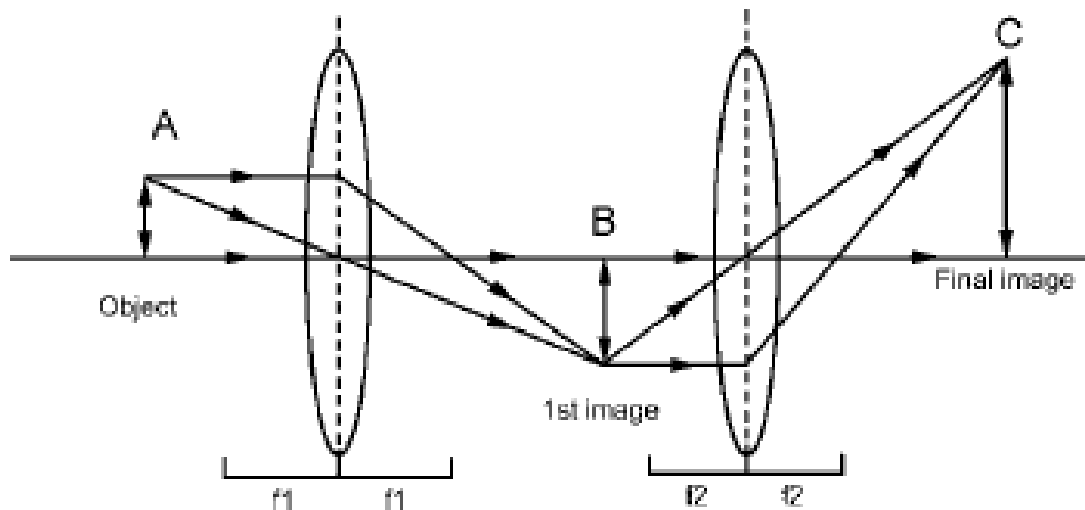
در عدسی‌های مقعر یا واگرا کننده نور، نقطه کانونی در پشت عدسی یعنی در همان سمتی که پرتوهای نور به عدسی تابیده می‌شوند تشکیل شده و شعاع‌های موازی نور پس از تابیده شدن به سطح عدسی پس از عبور از آن در جلوی عدسی از هم جدا شده و واگرایی روی می‌دهد. از این رو گفته می‌شود که **فاصله کانونی در عدسی‌های مقعر، منفی است**

قطه کانونی F و فاصله کانونی f یک لنز مثبت (محدب)، یک لنز منفی (مقعر)، یک آینه مقعر و یک آینه محدب است.

بررسی اصول نوری میکروسکوپ ها اولین قدم برای درک میکروسکوپ نوری باشد.

اصول نوری میکروسکوپ ها شامل تشکیل **تصویر، بزرگنمایی و وضوح** است.

شکل گیری تصویر را می توان با **رفتار یک مسیر نور** در یک میکروسکوپ نوری مرکب (مطابق شکل زیر) نشان داد. یک نمونه (object) در موقعیت **A** قرار می گیرد که بین یک تا دو فاصله کانونی از یک عدسی شیئی است. پرتوهای نور از جسم ابتدا در **عدسی شیئی همگرا** می شوند و سپس در **موقعیت B متمرکز** می شوند تا یک تصویر معکوس بزرگنمایی شده را تشکیل دهند. پرتوهای نور حاصل از تصویر توسط عدسی دوم (عدسی پروژکتور) **همگرا شده تصویر بزرگنمایی شده** نهایی از جسم را در **نقطه C** تشکیل می دهند.



Optical Principles



هنگامی که ریزساختار را با چشمان خود بررسی می کنیم، مسیر نور در میکروسکوپ **به جای عدسی پروژکتور از یک چشمی** عبور می کند تا تصویری مجازی روی شبکیه چشم انسان ایجاد کند.

تصویر مجازی نسبت به شی معکوس است و اغلب طوری تنظیم می شود که به عنوان حداقل فاصله فوکوس چشم قرار گیرد که معمولاً ۲۵۰ میلی متر از چشمی گرفته می شود.

یک میکروسکوپ مدرن معمولاً به وسیله‌ای برای جابه‌جایی بین لنز چشمی و پروژکتور برای ضبط تصاویر روی فیلم عکاسی یا ارسال تصاویر به صفحه رایانه مجهز است.

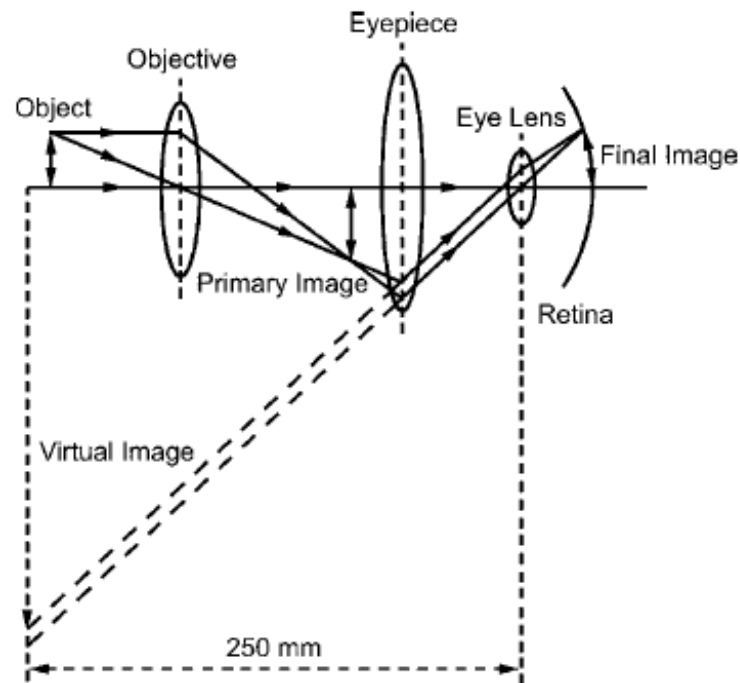
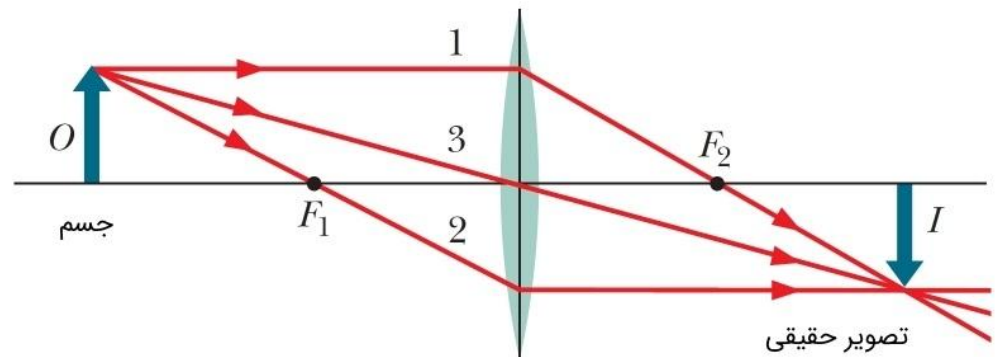
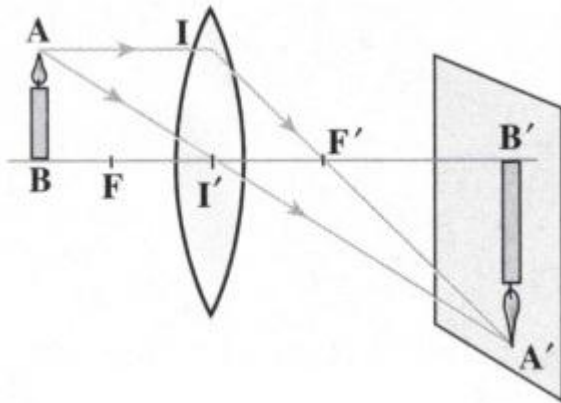


Figure 1.2 Schematic path of light in a microscope with eyepiece. The virtual image is reviewed by a human eye composed of eye lens and retina.

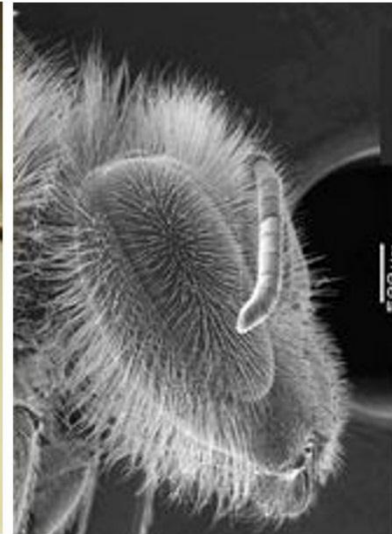
- به نسبت اندازه تصویر به اندازه شیء بزرگنمایی گفته می شود
- با میکروسکوپ های نوری می توان بزرگنمایی های مختلف را با جایگذاری عدسی هایی با فاصله کانونی متفاوت انجام داد



به توانایی یک سیستم برای تمایز جزئیات یک تصویر، قدرت تفکیک یا وضوح گفته می شود. به عبارت دیگر، وضوح کوتاه ترین فاصله دو نقطه است که بتوان آن ها را در یک سیستم میکروسکوپی به صورت دو بخش جداگانه دید. همانطور که در شکل زیر دیده می شود SEM قدرت تفکیک بالاتری دارد و استفاده از آن در بزرگنمایی های بالاتر منطقی تر است.

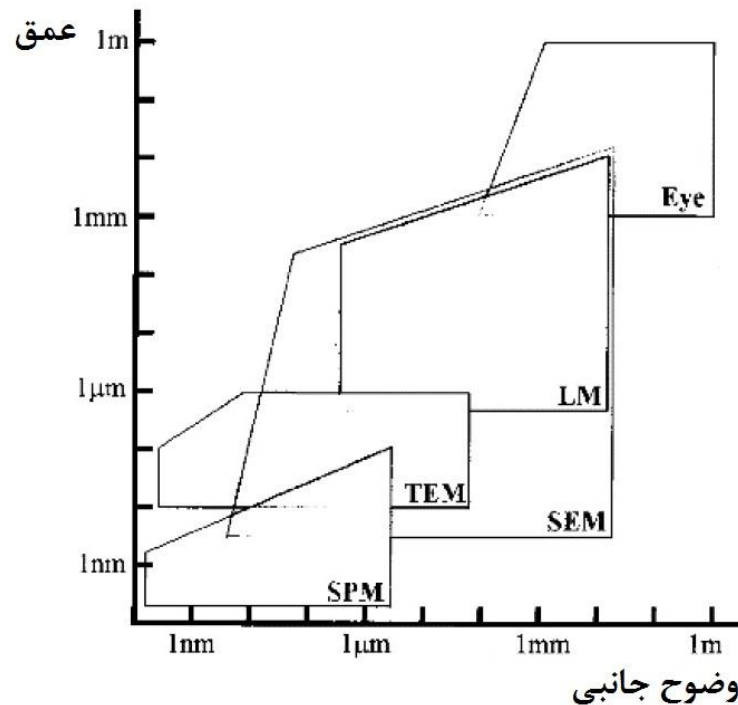


میکروسکوپ نوری



میکروسکوپ الکترونی روبشی

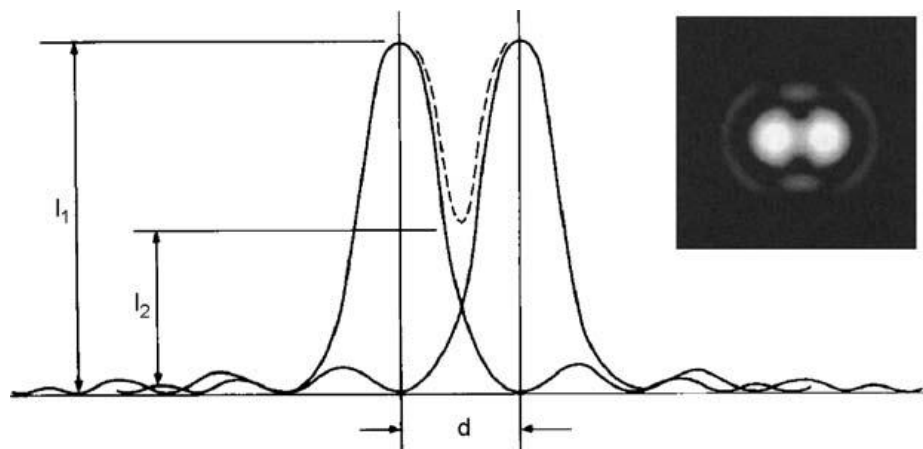
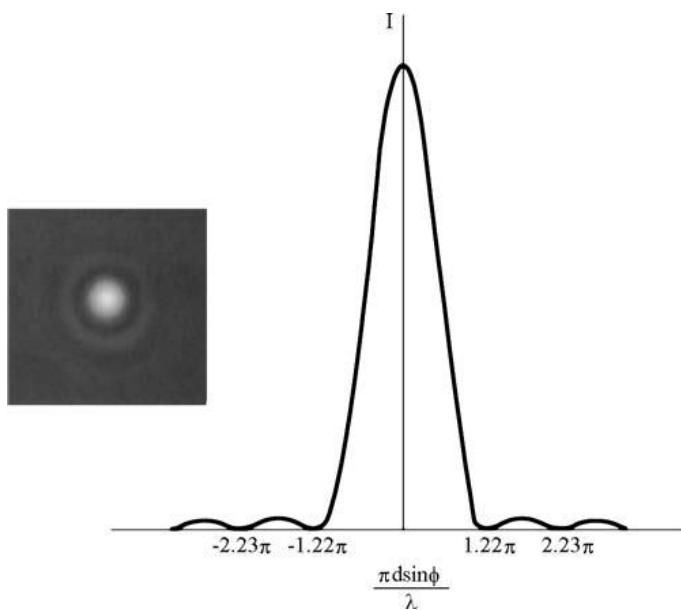
قدرت تفکیک تصاویر میکروسکوپی با توجه به نوع پرتو مورد استفاده مشخص می‌شود. به عنوان مثال، با استفاده از میکروسکوپ‌های نوری، قدرت تفکیکی در حدود ۱ میکرومتر یا حتی ۲۰۰ نانومتر و با استفاده از میکروسکوپ‌های الکترونی، STM، AFM و یونی با وضوح بالا در حدود یک نانومتر تا چند انگستروم قابل دسترسی است. در همین رابطه، دقت عمودی و افقی برخی از مهم‌ترین روش‌های میکروسکوپی در شکل ۳ نشان داده شده است. همان‌گونه که در شکل زیر ملاحظه می‌شود، بسیاری از روش‌ها خصوصاً در محدوده ۱۰۰-۱۰ نانومتر همپوشانی دارند.



آیا محدودیتی برای بزرگ‌نمایی در میکروسکوپ‌های نوری وجود دارد؟



- **بزرگ‌نمایی** معنی دار یک میکروسکوپ نوری با **وضوح** آن محدود می‌شود.
- قدرت تفکیک در اثر تفرق یا همان پراکندگی محدود می‌شود (نور هنگام عبور از عدسی‌ها و دریچه‌ها متفرق می‌شود)
- وقتی جسم نقطه‌ای بزرگ‌نمایی می‌شود، **تصویر آن یک نقطه مرکزی** است که به آن **Airy disk** می‌گویند و توسط **یک سری حلقه‌های پراش** احاطه شده است.
- برای تمایز بین دو جسم نقطه‌ای که با فاصله کوتاهی از هم جدا شده‌اند، **Airy disk**‌ها نباید به شدت روی یکدیگر همپوشانی داشته باشند. بنابراین، کنترل اندازه **Airy disk** کلید کنترل وضوح است.

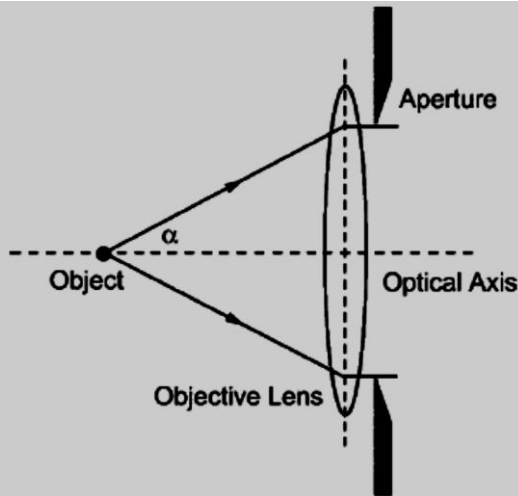


Intensity distribution of two Airy disks with a distance $d/2$. I_1 indicates the maximum intensity of each point and I_2 represents overlap intensity.

اندازه (d) **Airy disk** با **طول موج نور** (λ) و **زاویه نور وارد شده به عدسی** مربوط می شود. وضوح یک میکروسکوپ (R) به عنوان حداقل فاصله بین دو Airy Disk که قابل تشخیص است تعریف می شود. وضوح تابعی از پارامترهای میکروسکوپ است که در معادله زیر نشان داده شده است

$$R = \frac{d}{2} = \frac{0.61\lambda}{\mu \sin \alpha}$$

که در آن μ ضریب شکست محیط بین جسم و عدسی شیئی و α نیم زاویه مخروط نور ورودی به عدسی شیئی است (شکل زیر). حاصل ضرب، $\mu \sin \alpha$ **دیافراگم عددی** (**numerical aperture**) (**NA**) نامیده می شود.



برای دستیابی به **وضوح بالاتر (R کوچکتر)** باید از نور با **طول موج کوتاهتر و NA بزرگتر** استفاده کنیم. کوتاه ترین طول موج نور مرئی حدود ۴۰۰ نانومتر است. NA عدسی، به α و محیط بین عدسی و جسم بستگی دارد. (برای هوا $\mu = 1$ ، و برای روغن $\mu \approx 1.5$ است). بنابراین، حداکثر مقدار **NA حدود ۱.۵** است. بنابراین بهترین وضوح یک میکروسکوپ نوری را از معادله فوق حدود ۰.۲ میکرومتر تخمین زده می شود.

Figure 1.5 The cone of light entering an objective lens showing α is the half angle

بزرگنمایی موثر (Effective Magnification)



دانشگاه تبریز

بزرگنمایی فقط تا جایی موثر است که چشم انسان بتواند ویژگی های ظاهر شده توسط میکروسکوپ را ببیند.

بزرگنمایی موثر بزرگنمایی است که به اندازه کافی برای دیدن ویژگی های میکروسکوپی ظاهر شده توسط میکروسکوپ برای چشم ها امکان پذیر است.

یک میکروسکوپ باید ویژگی ها را تا حدود ۰.۲ میلی متر، یعنی سطح وضوح چشم انسان، بزرگ کند. بنابراین، بزرگنمایی موثر میکروسکوپ نوری باید تقریباً به اندازه زیر باشد:

$$M_{\text{eff}} = 0.2\text{mm} \div 0.2 \times 10^3 \text{ mm} = 1.0 \times 10^3$$

بزرگنمایی بیشتر از بزرگنمایی موثر فقط تصویر را بزرگتر می کند، اما جزئیات بیشتری را در یک تصویر ارائه نمی دهد.

- برای قابل مشاهده کردن یک شی در مقیاس میکرو در یک نمونه ماده، بزرگنمایی بالا کافی نیست.
- یک میکروسکوپ باید روشنایی و کنتراست کافی نور را از جسم ایجاد نماید. روشنایی به شدت نور اشاره دارد.

- در یک میکروسکوپ نور عبوری (transmission light microscope)، روشنایی مربوط به **دیافراگم عددی NA و بزرگنمایی M** مرتبط است.

$$\text{Brightness} = \frac{(NA)^2}{M^2}$$

- در یک میکروسکوپ نوری بازتابی (Reflected light microscope)، روشنایی بیشتر به NA وابسته است.

$$\text{Brightness} = \frac{(NA)^4}{M^2}$$

این روابط نشان می دهد که روشنایی با افزایش بزرگنمایی به سرعت کاهش می یابد، و کنترل NA نه تنها برای وضوح، بلکه برای روشنایی (به ویژه در یک میکروسکوپ نوری بازتابی) نیز مهم است.

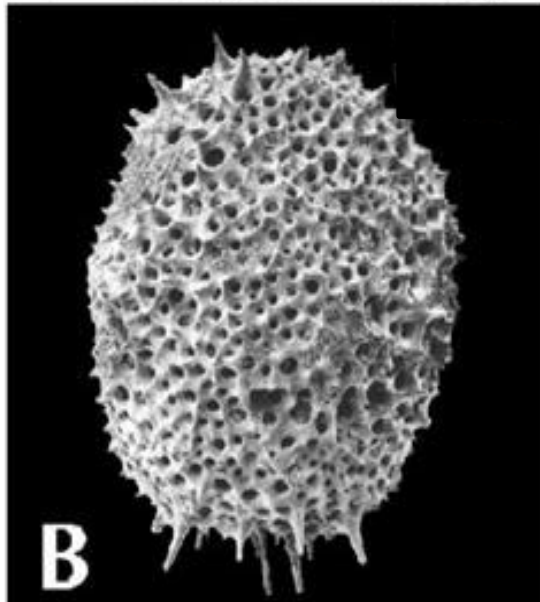
• کنتراست به عنوان تغییر نسبی در شدت نور (I) بین یک جسم و پس زمینه آن به صورت زیر تعریف می شود.

$$Contrast = \frac{I_{object} - I_{background}}{I_{background}}$$

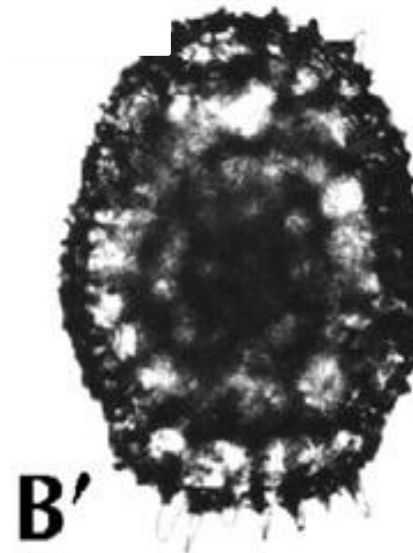
- دید (**Visibility**) مستلزم آن است که کنتراست یک شی از مقدار بحرانی که با نام آستانه کنتراست شناخته می شود، عبور نماید.
- آستانه کنتراست یک شی برای همه تصاویر ثابت نیست اما با روشنایی تصویر متفاوت است. در نور روشن، آستانه می تواند تا حدود ۳٪ باشد در حالی که در نور کم آستانه بیشتر از ۲۰۰٪ است.

❖ **عمق میدان** فاصله ای است که می توان جسم را روی آن جابه جا کرد، بدون آن که چشم تغییری در کیفیت تصویر آن را تشخیص دهد. به عبارتی دیگر، عمق میدان **حداکثر اختلاف ارتفاع دو نقطه بر روی سطح** نمونه است. به گونه ای که بتوان به **طور همزمان تصویری واضح** از آن ها تهیه نمود.

میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM)



میکروسکوپ نوری (OM)



- از آنجایی که اثر پراش، رزولوشن R را محدود می کند، اگر جسم در محدوده D_f نشان داده شده در شکل باشد، تفاوتی در وضوح تصویر ایجاد نمی کند. بنابراین می توان عمق میدان را محاسبه کرد. این معادله نشان می دهد که **عمق میدان زیاد** و **وضوح بالا (وضوح بهتر)** را نمی توان به طور همزمان به دست آورد.
- بنابراین، D_f بزرگتر به معنای R بزرگتر و وضوح بدتر است.

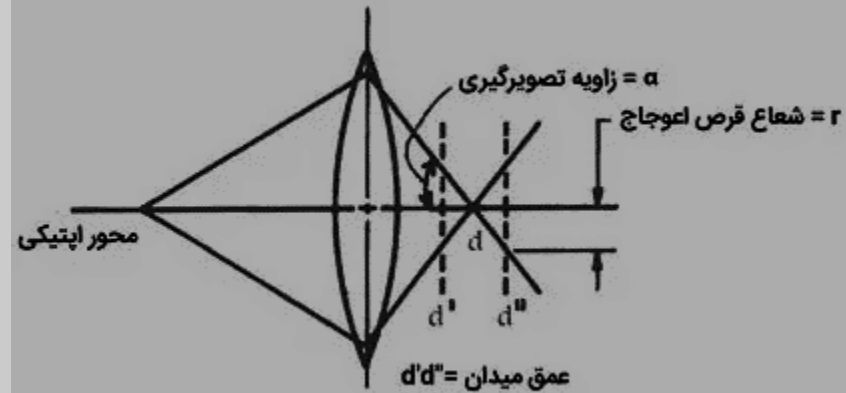
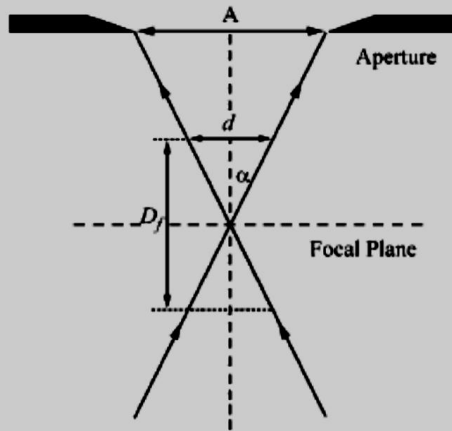


Figure 1.6 Geometric relation among the depth of field (D_f), the half angle entering the objective lens (α) and the size of Airy disk (d).

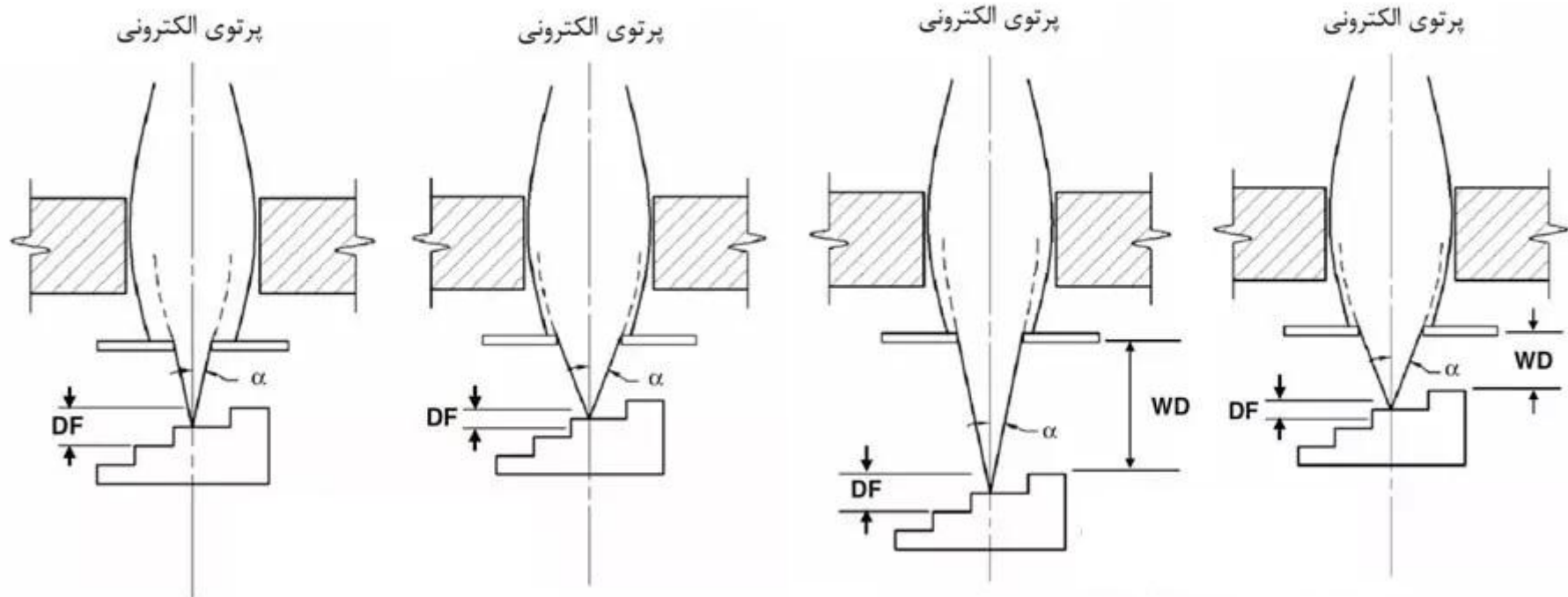
$$D_f = \frac{d}{\tan \alpha} = \frac{2R}{\tan \alpha} = \frac{1.22\lambda}{\mu \sin \alpha \tan \alpha}$$

■ برای افزایش عمق میدان باید زاویه α را کاهش داد که این کار به دو صورت انجام می شود:

■ با استفاده از روزنه های کوچک تر، اندازه روزنه نهایی را کاهش داد (برای یک میکروسکوپ نوری، α حدود 45° و عمق میدان تقریباً برابر با وضوح آن است).

■ فاصله سطح نمونه با لنز نهایی (فاصله کاری) افزایش یابد.

$$D_f = \frac{d}{\tan \alpha} = \frac{2R}{\tan \alpha} = \frac{1.22\lambda}{\mu \sin \alpha \tan \alpha}$$



تاثیر کاهش اندازه روزنه بر افزایش عمق میدان

تاثیر کاهش اندازه روزنه بر افزایش عمق میدان

محاسبات فوق الذکر از وضوح و عمق میدان بر این فرض استوار است که **تمام اجزای میکروسکوپ** کامل هستند و پرتوهای نور از هر نقطه روی یک جسم بر روی یک نقطه منحصر به فرد در تصویر متمرکز می شوند. متأسفانه، به دلیل **اعوجاج تصویر توسط لنز** (به نام انحرافات لنز)، این تقریباً غیرممکن است.

- برخی از انحرافات کل میدان تصویر را تحت تأثیر قرار می دهند (انحرافات کروماتیک و کروی)، در حالی که برخی دیگر فقط بر نقاط خارج از محور تصویر تأثیر می گذارند (آستیگمات و انحنای میدان).
- وضوح واقعی و عمق میدان به شدت با انحرافات لنز کاهش می یابد.

❖ **انحراف رنگی (Chromatic aberration)** به دلیل تغییر در ضریب شکست عدسی در محدوده طول موج نور، پراکندگی نور ایجاد می شود. ضریب شکست شیشه عدسی برای طول موج های کوتاه تر (مثلاً آبی) بیشتر از طول موج های بلندتر (مثلاً قرمز) است.

❖ بدین ترتیب، درجه انحراف نور توسط یک عدسی به طول موج نور بستگی دارد. از آنجایی که طیفی از طول موج ها در نور معمولی (نور سفید) وجود دارد، نمی توان نور را در یک نقطه متمرکز کرد. این پدیده در شکل زیر نشان داده شده است.

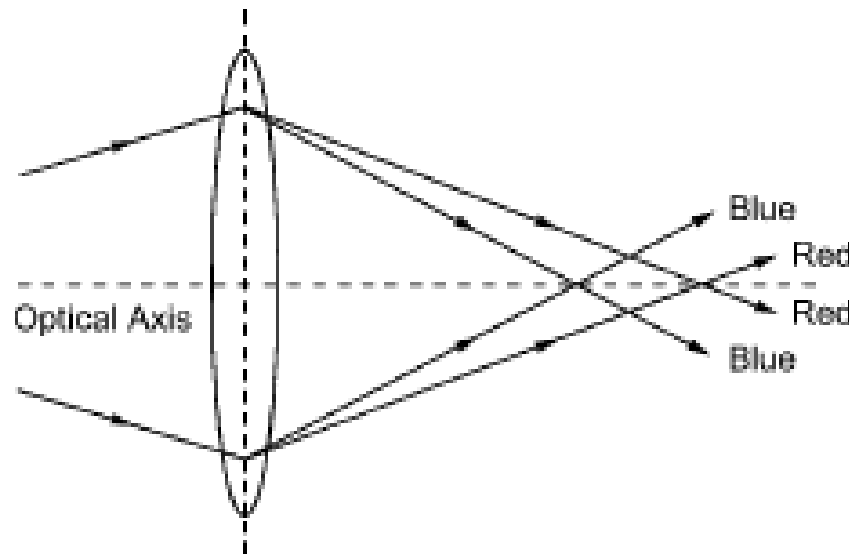


Figure 1.7 Paths of rays in white light illustrating chromatic aberration.

انحنای کروی (Spherical aberration) این انحراف، به دلیل انحنای کروی یک عدسی ایجاد می شود. همانطور که در شکل نشان داده شده است، پرتوهای نور از یک نقطه روی جسم در محور نوری در زوایای مختلف وارد عدسی می شوند و نمی توان آنها را در یک نقطه متمرکز کرد. دورترین قسمت عدسی از محور نوری، پرتوها را نسبت به قسمت مرکزی لنز به لنز نزدیک تر می کند.

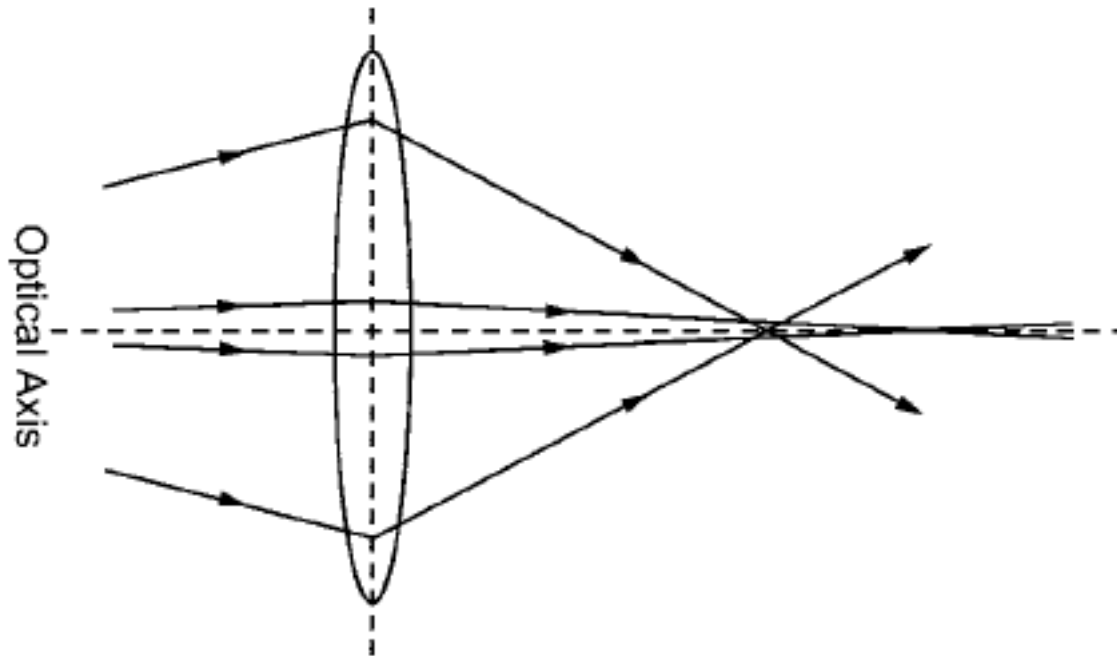


Figure 1.8 Spherical aberration.

آستیگمات زمانی ایجاد می شود که پرتوهایی که از قطرهای عمودی عدسی عبور می کنند، روی همان صفحه تصویری که پرتوهایی که از قطرهای افقی عبور می کنند متمرکز نمی شوند، همانطور که در شکل زیر نشان داده شده است. در این حالت، تصویر یک نقطه به یک رگه بیضوی در دو طرف بهترین صفحه کانونی تبدیل می شود.

- آستیگمات در عدسی با انحنای نامتقارن می تواند شدید باشد.

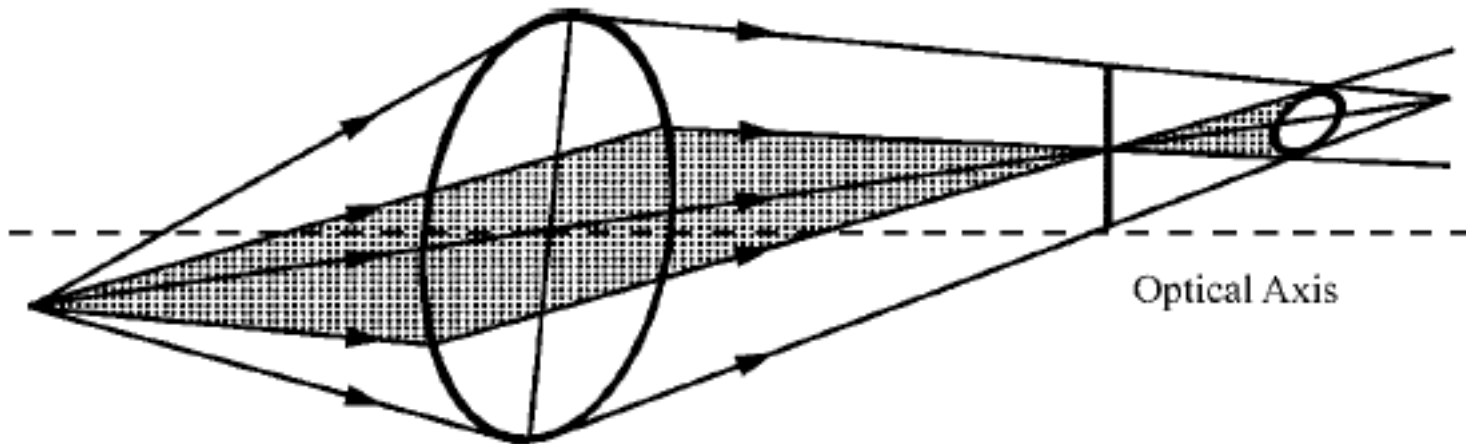


Figure 1.9 Astigmatism is an off-axis aberration.

انحنای میدان یک انحراف خارج از محور است. و به این دلیل رخ می دهد که صفحه کانونی یک تصویر مسطح نیست و دارای یک **سطح کروی مقعر** است، همانطور که در شکل زیر نشان داده شده است. این انحراف به ویژه در لنزهایی با بزرگنمایی بالا با فاصله کانونی کوتاه مشکل ساز است. ممکن است باعث عکاسی نامطلوب شود.

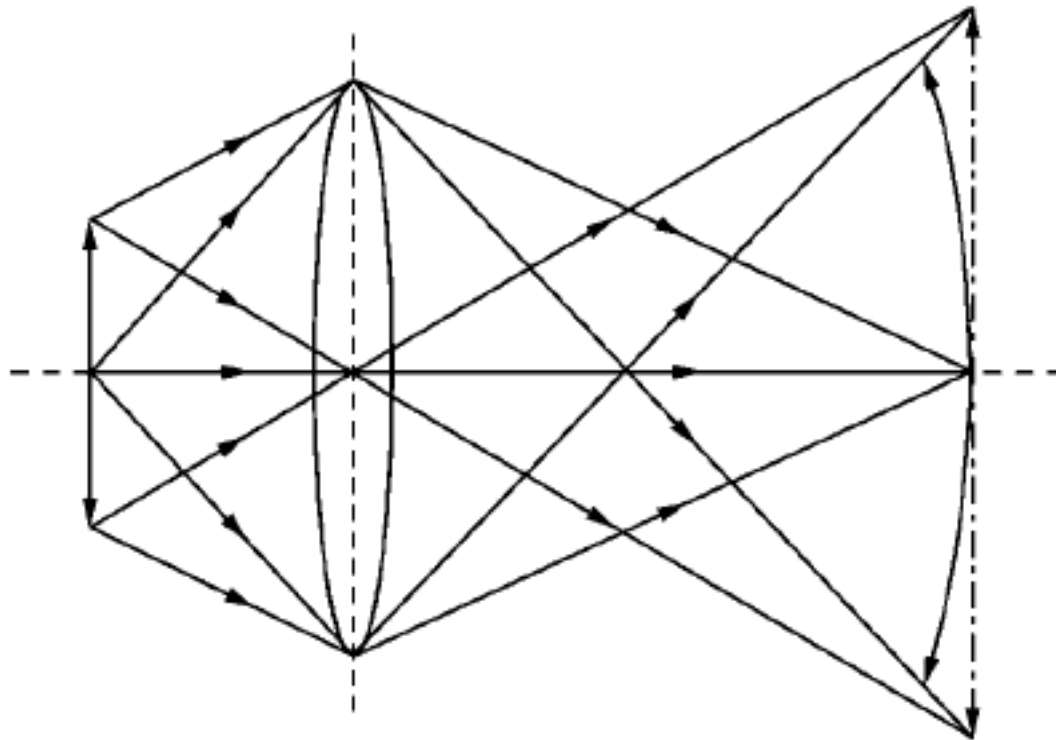


Figure 1.10 Curvature of field is an off-axis aberration.



Part.2 Instrumentation of Optical Microscopy

یک میکروسکوپ نوری شامل اجزای اصلی زیر است:

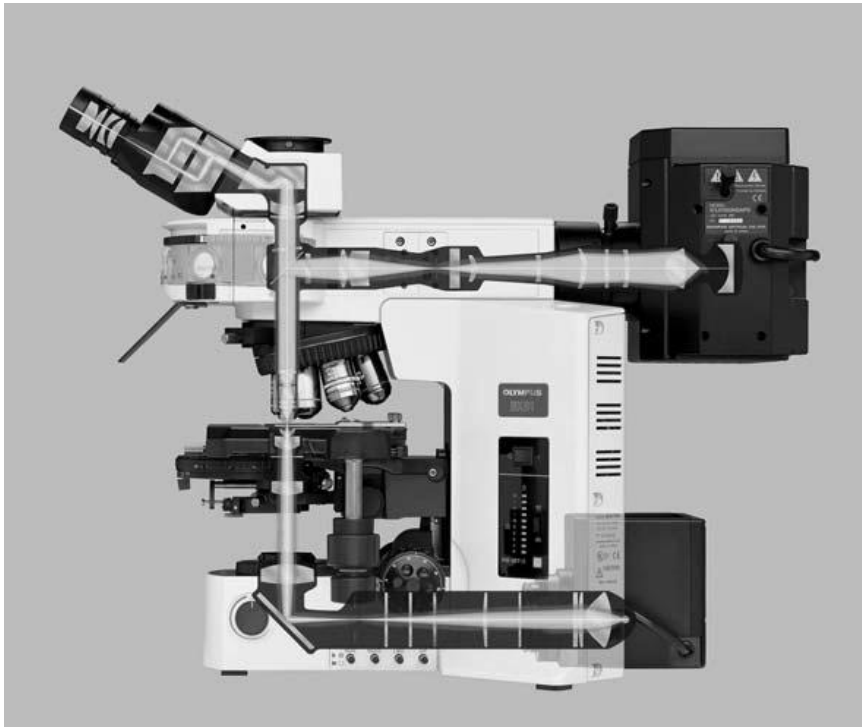
۱- سیستم روشنایی (*Illumination System*)

۲- عدسی شیئی

۳- چشمی

۴- سیستم فوتومیکروگرافی

۵- محل نمونه.



یک میکروسکوپ نوری برای بررسی ریزساختار مواد می تواند از **نور عبوری** یا **بازتابی** برای روشنایی استفاده کند. میکروسکوپ های نور بازتابی معمولاً برای متالوگرافی استفاده می شوند، در حالی که میکروسکوپ های نور عبوری معمولاً برای بررسی مواد شفاف یا نیمه شفاف مانند انواع خاصی از پلیمرها استفاده می شوند. شکل روبه رو ساختار یک میکروسکوپ نوری را برای بررسی مواد نشان می دهد.

سیستم روشنایی یک میکروسکوپ نوری، **نور مرئی** را جهت مشاهده نمونه فراهم می کند سه نوع اصلی از لامپ های الکتریکی مورد استفاده در میکروسکوپ های نوری وجود دارد:

۱- لامپ های رشته تنگستن کم ولتاژ.

این لامپها، نوری با طول موج پیوسته از **حدود ۳۰۰ تا ۱۵۰۰ نانومتر** ارائه می کنند. دمای رنگ نور نیز نسبتا پایین است.

۲- لامپ تنگستن هالوژن.

لامپ های تنگستن هالوژن، مانند لامپ های تنگستن معمولی، یک طیف پیوسته را ارائه می دهند. نور روشن تر و دمای رنگ به طور قابل توجهی بالاتر از لامپ های تنگستن معمولی است. با این حال، دمای بالای رشته لامپ های تنگستن - هالوژن به فیلتر حرارتی در مسیر نور و تهویه خوب نیاز دارد.

۳- لوله های تخلیه گاز.

لوله های تخلیه گاز پر از جیوه تحت فشار یا بخار زنون، روشنایی بسیار بالایی را ارائه می دهند. لوله هایی که بیشتر مورد استفاده قرار می گیرند با جیوه پر می شوند که قوس آن دارای یک طیف ناپیوسته است. زنون دارای طیف پیوسته و دمای رنگ بسیار بالایی است. همانند لامپ های تنگستن - هالوژن، خنک سازی برای لوله های تخلیه گاز مورد نیاز است.

دمای رنگ پایین دلالت بر نور گرمتر (زرد-قرمز بیشتر) دارد در حالی که دمای رنگ بالا دلالت بر نور سردتر (آبی بیشتر) دارد.

۲- عدسی شیئی (Objective Lens and Eyepiece)



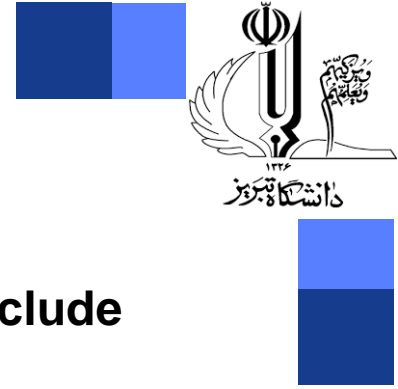
عدسی شیئی مهمترین جزء نوری یک میکروسکوپ نوری است.

❖ بزرگنمایی عدسی شیئی (**objective lens**)، بزرگنمایی کلی میکروسکوپ را تعیین می کند، زیرا چشمی ها (**eyepieces**) معمولاً بزرگنمایی ثابت $\times 10$ برابری دارند.

❖ عدسی شیئی تصویر اولیه نمونه را تولید می کند و وضوح آن وضوح نهایی تصویر را تعیین می کند.

❖ دیافراگم عددی (NA) لنز شیئی بسته به نوع لنز از $0,16$ تا $1,40$ متغیر است. عدسی با بزرگنمایی بالا NA بالاتری دارد. بالاترین NA برای یک لنز خشک (که در آن محیط بین لنز و نمونه هوا است) حدود $0,95$ است. افزایش بیشتر NA را می توان با استفاده از عدسی غوطه ور در یک محیط روغن به دست آورد. لنز غوطه‌وری روغن اغلب برای بررسی ریزساختار بزرگ‌نمایی بیشتر از $\times 1000$ استفاده می‌شود. طبقه بندی عدسی شیئی عمدتاً بر اساس قابلیت های تصحیح انحراف آن است

Specimen Preparation



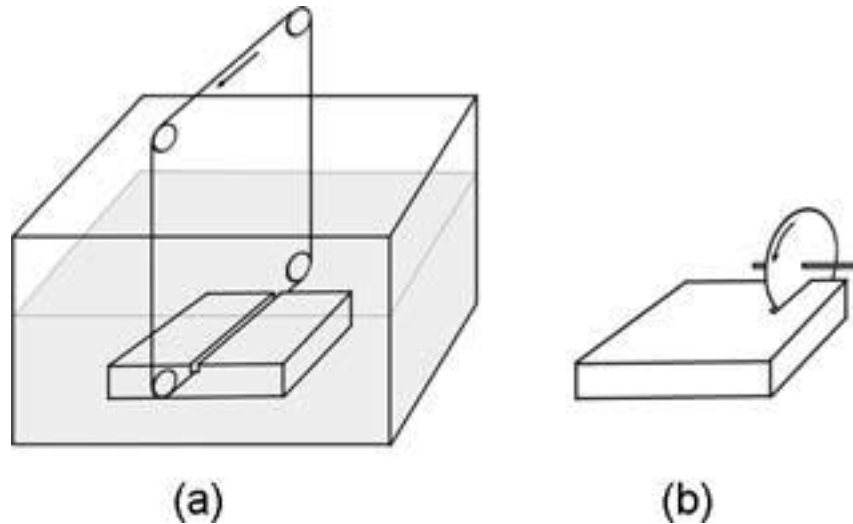
The main steps of specimen preparation for light microscopy include the following:

1. Sectioning;
2. Mounting;
3. Grinding;
4. Polishing;
5. Etching.



Sectioning; it serves two purposes: **generating a cross-section** of the specimen to be examined; and reducing the size of a specimen to be placed on a stage of light microscope, or **reducing size of specimen** to be embedded in mounting media for further preparation processes.

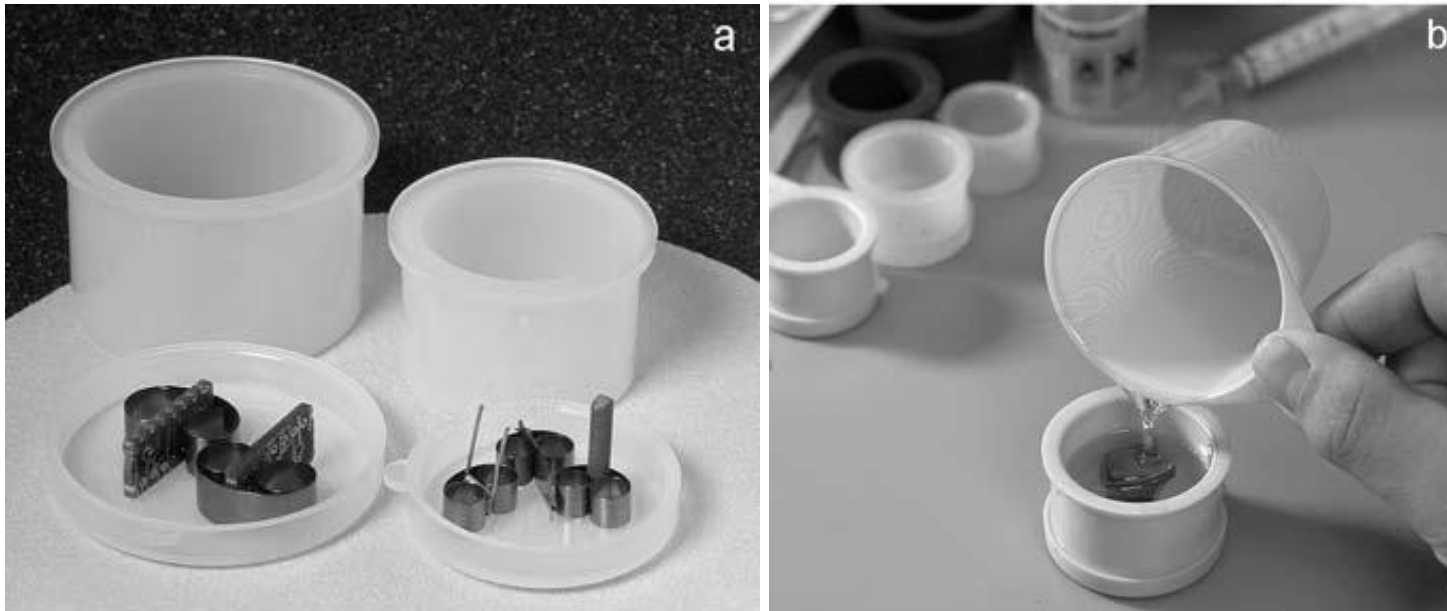
The main methods of sectioning are abrasive cutting, electric discharge machining and **microtomy**, which is mainly for polymer specimens.



Specimen sectioning by: (a) wire cutting with electric discharging; and (b) diamond saw sectioning.

Specimen Preparation

- ❖ **Mounting** refers to embedding specimens in mounting materials (commonly thermosetting polymers) to give them a regular shape for further processing.
- ❖ Mounting is not necessary for **bulky specimens**, but it is required for specimens that are too small or oddly shaped to be handled or when the edge of a specimen needs to be examined in transverse section.
- ❖ Mounting is popular now because most automatic grinding and polishing machines require specimens to have a cylindrical shape. There are two main types of mounting techniques: *hot mounting* and *cold mounting*.



Cold mounting of specimens: (a) place specimens on the bottom of molds supported by clamps; and (b) cast resin into the mold. (Reproduced with permission of Struers A/S.)

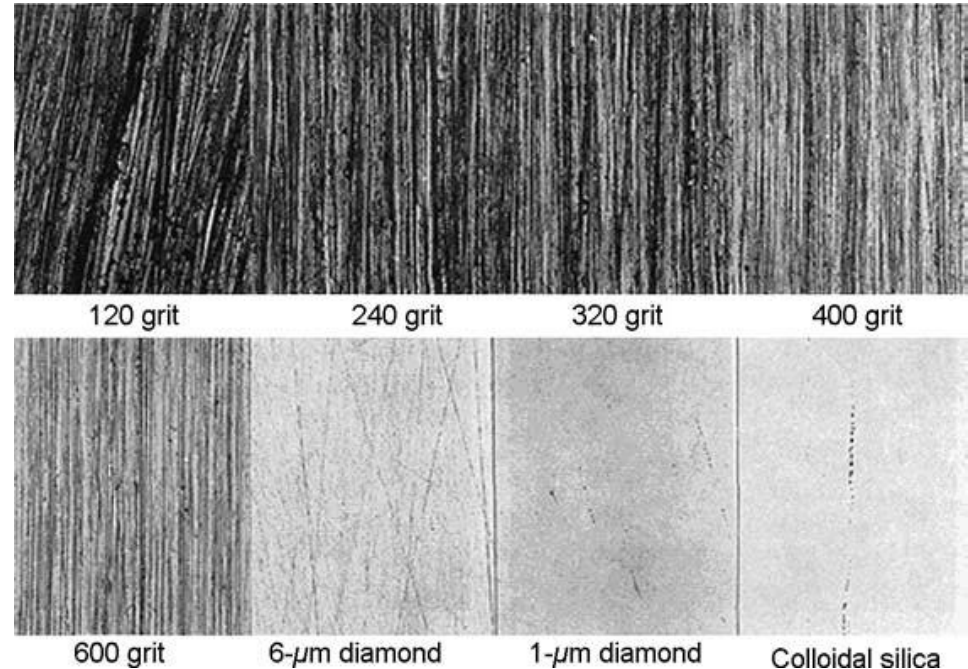
Specimen Preparation



Grinding and Polishing: **Grinding** refers to flattening the surface to be examined and removing any damage caused by sectioning. The specimen surface to be examined is abraded using a graded sequence of abrasives, starting with a coarse grit. Commonly, abrasives (such as silicon carbide) are bonded to abrasive paper. Abrasive paper is graded according to particle size of abrasives such as 120-, 240-, 320-, 400- and 600-grit paper. The starting grit size depends on the surface roughness and depth of damage from sectioning. Usually, starting grade is 240 or 320 grit after sectioning with a diamond saw or EDM. Both *hand grinding* and *machine grinding* are commonly used.



Hand grinding using a simple hand grinding device.

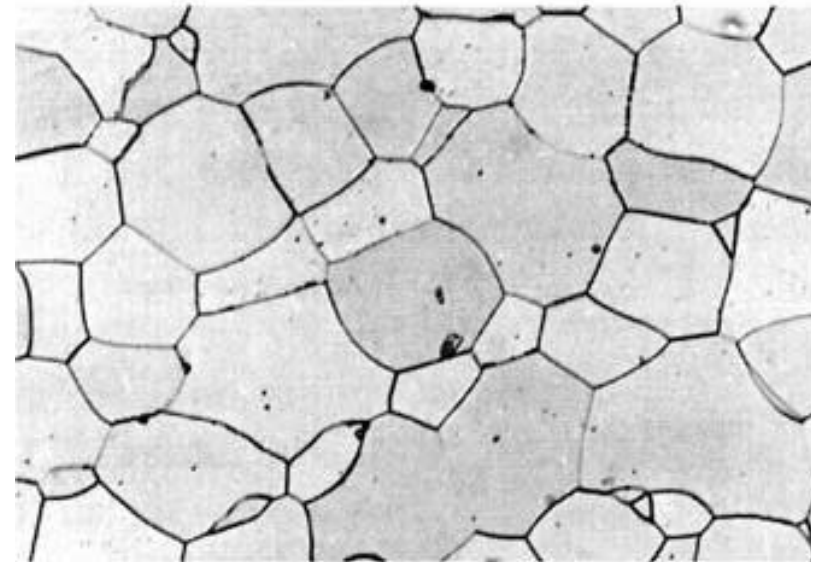
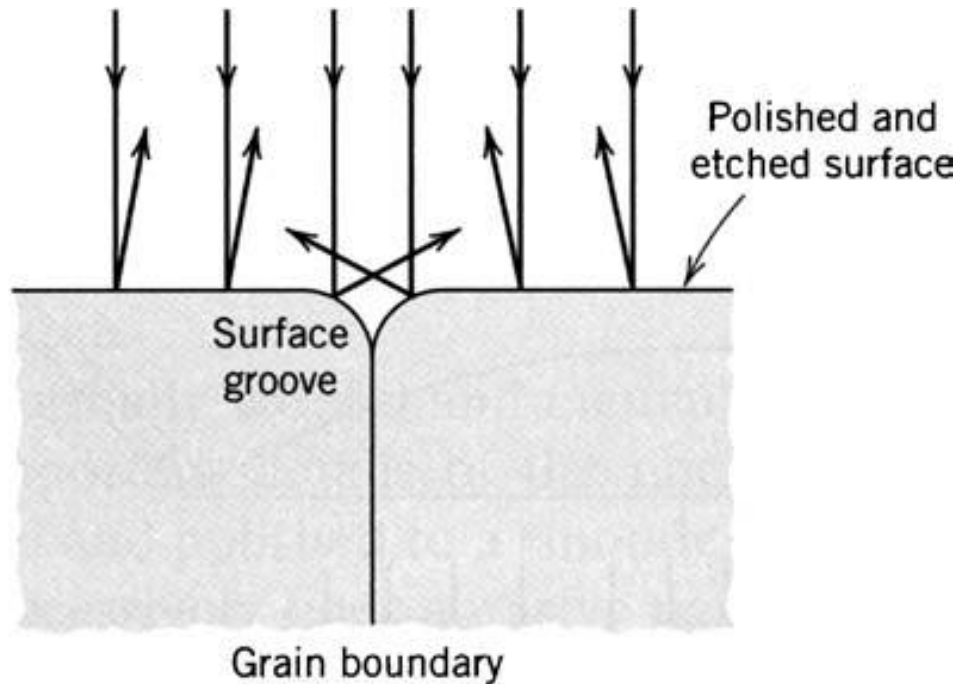


Sample of specimen surfaces after grinding and polishing with abrasives of different grits and size.

Specimen Preparation



Etching : Chemical etching is a method to generate **contrast between microstructural** features in specimen surfaces. Etching is a controlled corrosion process by electrolytic action between surface areas with differences in electrochemical potential. Electrolytic activity results from local physical or chemical heterogeneities which render some microstructural features anodic and others cathodic under specific etching conditions. During etching, chemicals (*etchants*) selectively dissolve areas of the specimen surface because of the differences in the electrochemical potential by electrolytic action between surface areas that exhibit differences.





Part.3 Scanning Electron microscopy

اساس دستگاه میکروسکوپ الکترونی روبشی



❖ با ایجاد اختلاف پتانسیل در منبع الکترونی، **یک پرتو الکترونی** ایجاد می شود. این باریکه ابتدا از لنزهای متمرکزکننده (**Condensing Lens**) عبور می کند. وظیفه ی این لنزها باریک کردن باریکه اولیه به مقدار مشخصی است. سپس باریکه از میان یک سری سیم پیچ (**Scan Coils**) عبور می کند که با ایجاد نیروی الکترومغناطیسی باریکه را به چپ و راست جابجا می کند. در نهایت باریکه از لنزهای شیئی (**Objective Lens**) عبور می کند که وظیفه ی آن متمرکز کردن پرتو بر روی نمونه است. هنگامی که پرتو به نمونه برخورد می کند، الکترون های دیگری (**backscattered or secondary**) از نمونه خارج می شوند. آشکارسازها الکترون های ثانویه یا پراکنده شده را جمع آوری می کنند و آنها را به سیگنالی تبدیل می کنند که به صفحه ای شبیه به صفحه نمایش تلویزیون های معمولی فرستاده می شود و تصویر تولید می کند.

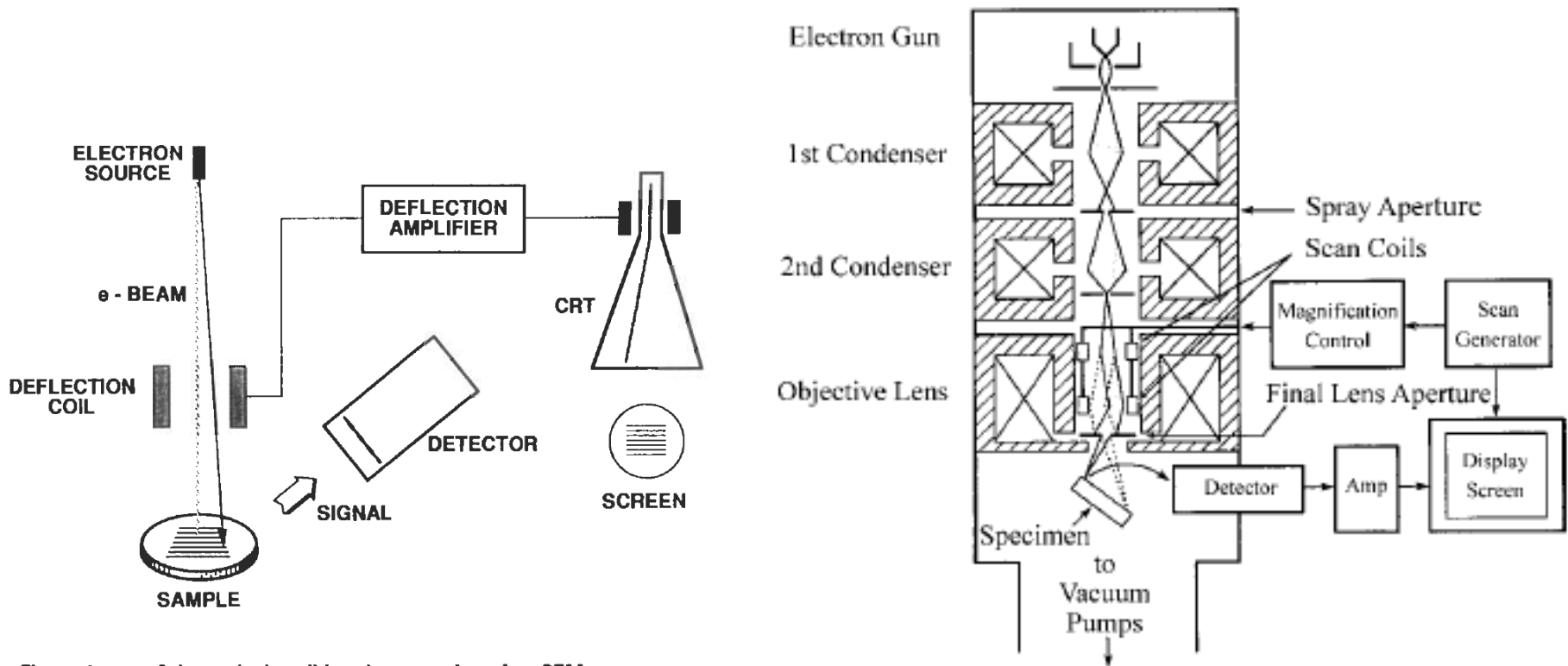


Figure 1 Schematic describing the operation of an SEM.



مزیت عملکردی دستگاه میکروسکوپ الکترونی روبشی

- ❖ **Topography:** The surface features of an object or "**how it looks**", its texture; direct relation between these features and materials properties
- ❖ **Morphology:** The shape and size of the particles making up the object; direct relation between these structures and materials properties
- ❖ **Composition:** The elements and compounds that the object is composed of and the relative amounts of them; direct relationship between composition and materials properties
- ❖ **Crystallographic Information:** How the atoms are arranged in the object; direct relation between these arrangements and material properties.

ویژگیهای نمونه های مورد استفاده در میکروسکوپ الکترونی

➤ هر جامد یا مایعی که فشار بخار کمی دارد (10^{-3} tor) >

➤ اندازه: محدودیت اندازه توسط میکروسکوپ الکترونی تعیین می شود. معمولاً نمونه هایی به بزرگی ۱۵ تا ۲۰ سانتیمتر را می توان در میکروسکوپ قرار داد.

➤ باید بین نمونه و پایه اتصال الکتریکی برقرار شود و نمونه های زیر نظیر پودرها باید روی یک فیلم هادی نظیر Al پخش شده و کاملاً خشک شوند.

➤ نمونه ها باید عاری از مایعات با فشار بخار بالا نظیر آب، محلول های پاک کننده آلی و فیلم های روغنی باقیمانده باشند.

➤ نمونه ها باید عاری از مایعات با فشار بخار بالا نظیر آب، محلول های پاک کننده آلی و فیلم های روغنی باقیمانده باشند

محدودیت:

➤ در بزرگنمایی کم کیفیت تصویر سطوح به خوبی میکروسکوپ نوری نیست.

ELECTRON GUNS are typically one of two types:

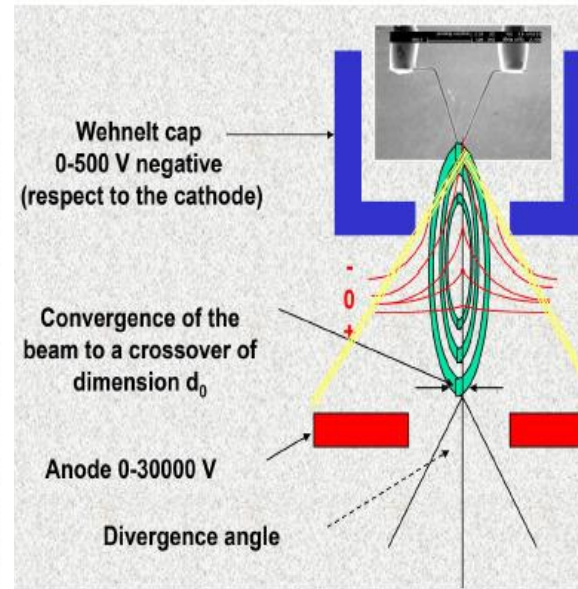
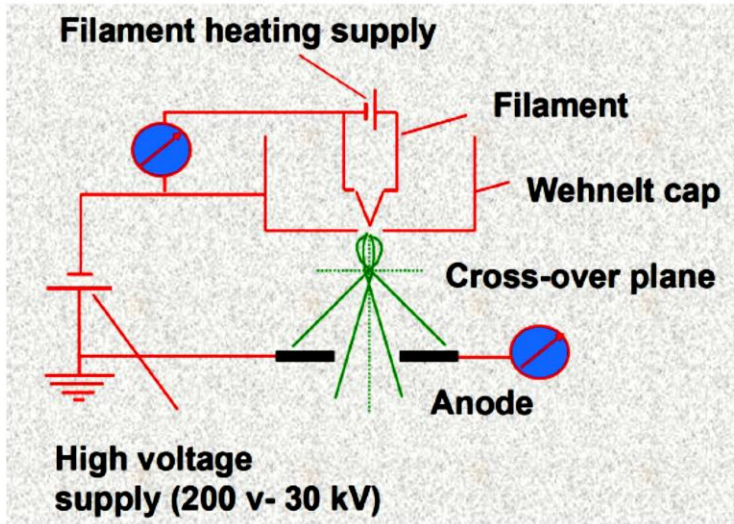
1) **thermionic guns** : which are the most common type, apply thermal energy to a filament to coax electrons away from the gun and toward the specimen under examination.

Usually made of tungsten, which has a high melting point

2) **field emission guns**

انتشار حرارتی Thermoionic Emission

در حرارت‌های بیش از ۲۷۰۰ کلوین یک سیم تنگستن مقدار زیادی نور و الکترون منتشر می‌کند



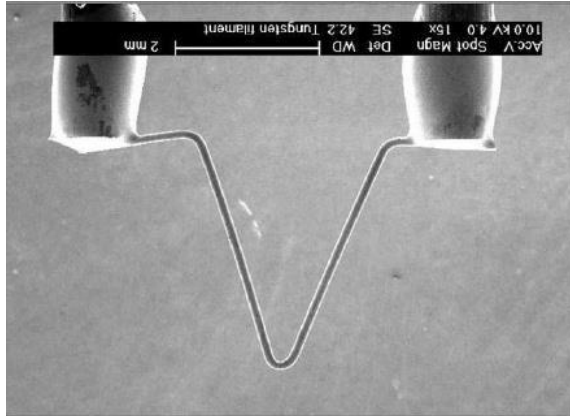
استوانه Wehnelt که در ولتاژی کمی منفی تر از فیلامان نگه داشته می‌شود کنترل سطحی از انتهای فیلامان که الکترون را منتشر می‌کند را امکان پذیر می‌کند.

الکترونی‌هایی که بصورت حرارتی منتشر شده اند به سرعت به طرف آند شتاب داده می‌شوند و پرتویی از الکترونی‌ها با انرژی زیاد در محور ستون میکروسکوپ منتشر می‌شود

• میدان ایجاد شده بین فیلامان و آند بوسیله استوانه Wehnelt اصلاح شده و الکترونها را در V متمرکز می‌کنند که بعنوان منبع پرتو الکترونی شناخته می‌شود.

محدودیت تفنگهای الکترونی انتشار حرارتی

❖ تفنگهای حرارتی برای بسیاری از اهداف رضایت بخش هستند ولی در روشنایی «brightness» پرتویی که تولید می کنند محدودیت دارند



فیلامان تنگستن

• تابع کار ترمیونیکی ماده فیلامان به الکترون ولت

$$B = 2 \times 10^6 TV \exp\left(-\frac{\phi}{KT}\right) \text{Am}^{-2} \text{Sr}^{-1}$$

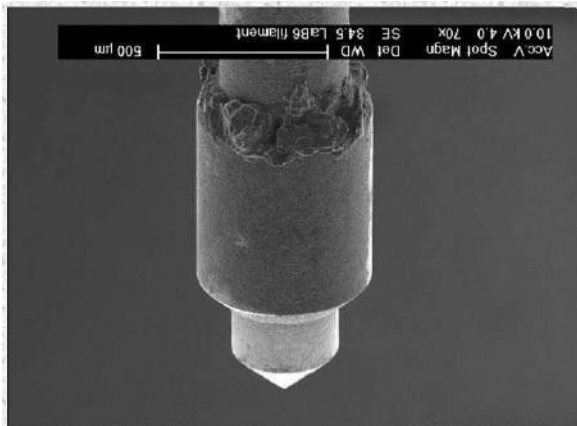
• درجه حرارت فیلامان

$$T = 3653\text{K}$$

$$\phi = 4.5\text{eV}$$

$$T \uparrow \leftrightarrow B \uparrow$$

$$\phi \downarrow \leftrightarrow B \uparrow$$



فیلامان از جنس LaB6

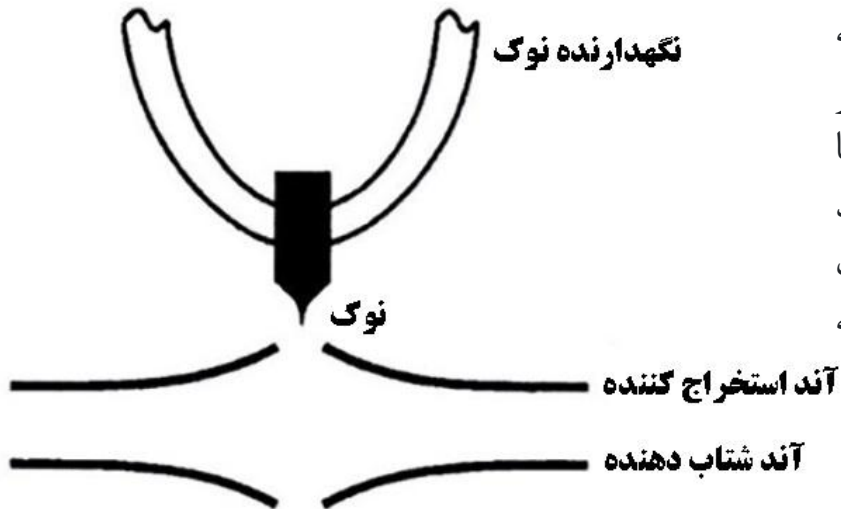
• روشنایی حاصل از فیلامان از جنس LaB6 بیش از ۱۰ برابر روشنایی حاصل از فیلامان تنگستی است.

$$\phi = 0.3\text{eV}$$

❖ انتشار میدانی , FEG Field Emission

❖ چنانچه هنوز به روشنایی بیشتری نیاز باشد از **تفنگ انتشار میدانی** استفاده می شود.

❖ در این تفنگ الکترونی، سطح یک فلز (معمولا تنگستن تک بلور) که نوک آن تا ۱۰۰ نانومتر تیز شده است، تحت یک اختلاف پتانسیل بسیار بالا قرار می گیرد. این اختلاف پتانسیل تابع کار فلز را تامین می کند و الکترون ها سطح فلز را ترک می کنند (پدیده tunneling). در این تفنگ نیز، فلز به عنوان کاتد بار منفی دارد و آند بار مثبت دارد تا الکترون را به سمت مورد نظر بکشانند. در این روش نوک فلز بسیار تیز است.



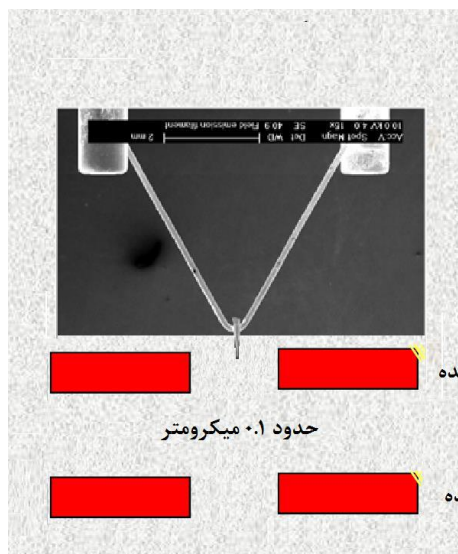
❖ الکترون پس از خروج از نوک فلز، توسط آند استخراج کننده به مسیر مورد نظر کشیده می شود. اختلاف پتانسیل بین نوک فلز (کاتد) و آند استخراج کننده خیلی زیاد نیست و هدف صرفا هدایت الکترون به مسیر مورد نظر است. ولی بعد از آند استخراج کننده، آند شتاب دهنده وجود دارد که اختلاف پتانسیل بسیار بیشتری ایجاد می کند تا الکترون را با شتاب به سمت نمونه بفرستند.



❖ انتشار میدانی , FEG Field Emission

❖ جریانی که توسط انتشار میدانی در دمای محیط منتشر می شود، بیش از آن چیزی است که به صورت دانشگاهی ترمیونیکی می تواند منتشر شود.

❖ برای چنین میدان بالایی باید منتشر کننده، به شکل نوک تیز تهیه شود. قطر نوک منتشر کننده حدود μm 0/1 یعنی چندین برابر کوچک تر از نوک سوزن است. برای حفظ این نوک تیز در حین استفاده، محیط کاری باید یون های بسیار کمی داشته باشد، پس از تکنیک خلا بسیار بالا باید استفاده نمود.

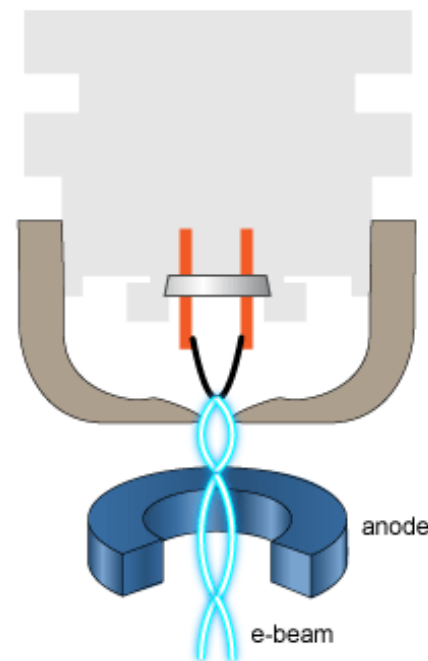


آند استخراج کننده

حدود ۰.۱ میکرومتر

آند شتاب دهنده

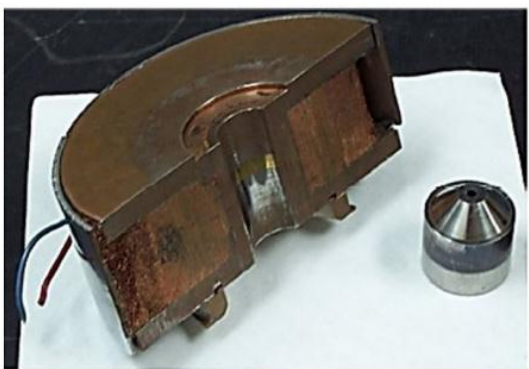
خلأ بسیار زیادی نیاز داریم



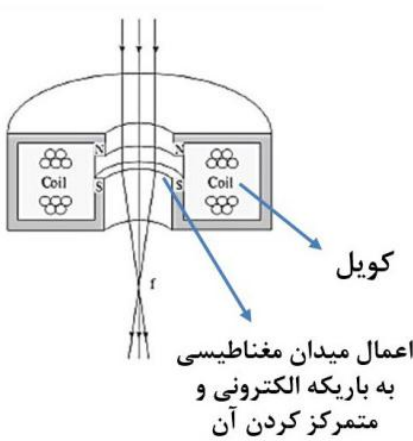


- ❖ جزء دوم SEM لنزهای الکترومغناطیسی است، لنزهای الکترومغناطیسی جهت **باریک کردن و متمرکز کردن** پرتو الکترونی به کار می‌روند.
- ❖ لنزهایی که در SEM استفاده می‌شوند بر دو نوع **متمرکزکننده و نهایی** می‌باشند که هر یک با هدف خاصی در دستگاه تعبیه می‌شوند.
- ❖ لنزهای مغناطیسی تحت خلأ کار می‌کنند. در این لنزها، بر خلاف لنزهای شیشه‌ای، پرتوی ورودی تحت اثر هیچ محیط مادی قرار نمی‌گیرد و کلیه تغییراتی که در آن ایجاد می‌شود ناشی از میدان‌های الکترومغناطیسی ایجاد شده توسط سیم‌پیچ‌هاست.
- ❖ تغییر جهت و تمرکز الکترون‌ها در میکروسکوپ‌های الکترونی تنها توسط میدان‌های الکترومغناطیسی سیم‌پیچ‌ها انجام می‌گیرد و اطلاق نام لنز به آنها تنها برای درک بهتر مطلب بوده و هیچ مشابهتی بین لنزهای صلب شیشه‌ای با مشخصات ثابت و سیم‌پیچ‌ها با مشخصات کاملاً قابل کنترل وجود ندارد.
- ❖ الکترون‌ها از فضای تعبیه شده بین سیم‌پیچ‌ها عبور می‌کنند. با اعمال جریان الکتریکی به سیم‌پیچ‌ها، یک میدان مغناطیسی به سمت مرکز ستون الکترونی دستگاه SEM وارد می‌شود. میدان مغناطیسی سبب کاهش قطر پرتو الکترونی جهت دستیابی به بزرگنمایی و حد تفکیک مورد نظر می‌شود.

ب

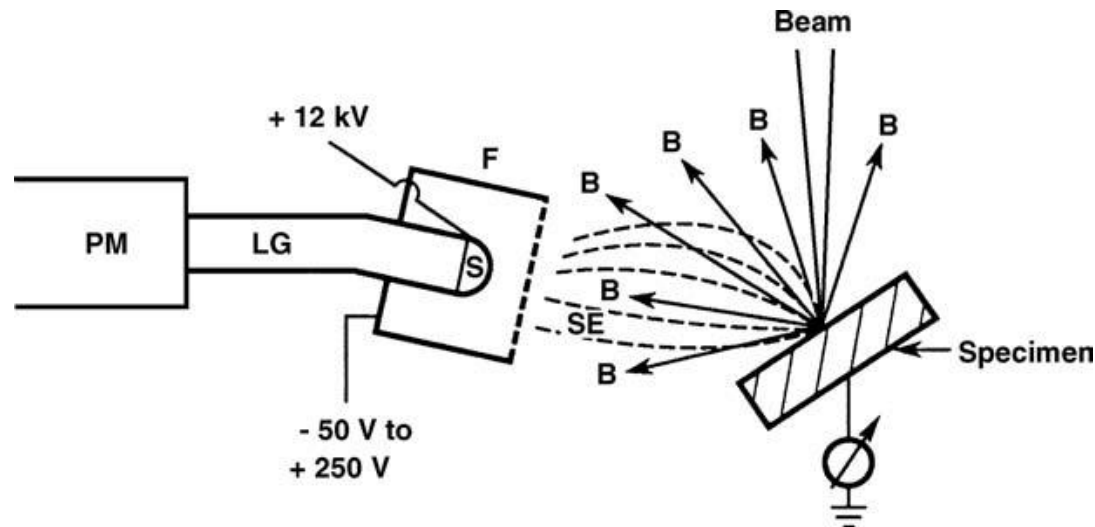


الف



Signal Detection

- ❖ The electron signals from **each pixel** of the raster are collected by a detector in order to generate a corresponding **point-to-point image** on a display screen.
- ❖ To understand signal detection, knowledge of **electron signal types** that are useful in an SEM is necessary: **backscattered electrons** and **secondary electrons**. When high energy electrons strike a specimen, they produce either **elastic or inelastic scattering**.
- ❖ Elastic scattering produces the **backscattered electrons (BSEs)**, which are incident electrons scattered by atoms in the specimen.
- ❖ Inelastic scattering produces **secondary electrons (Ses)**, which are electrons ejected from atoms in the specimen .



- ❖ BSEs are typically deflected from the specimen at **large angles** and with **little energy loss**; 60-80% of the energy of incident electrons.
- ❖ In contrast, SEs are typically deflected at **small angles** and show considerably **low energy** compared with incident electrons.
- ❖ **During inelastic scattering, an incident electron** transfers **kinetic energy** to an electron in a **specimen atom**. Any electron in atoms in the specimen with sufficient kinetic energy **will leave its orbital** to become a **secondary electron**.
- ❖ The SE energy is usually in the range of about 3–5 eV. In terms of usefulness, **SEs are the primary signals for achieving topographic contrast**, while **BSEs are useful for formation of elemental composition contrast**.

❖ الکترونیهای ثانویه Secondary electron

این الکترونها در اثر واکنش الکترونیهای اولیه با الکترونیهایی که اتصال ضعیف اتمی دارند ایجاد می شود. الکترون ثانویه خیلی سطحی است) عمق اطلاعاتی که با SE بدست می آید در حدود ۱nm است. در نتیجه توپوگرافی سطح را مشخص می کند (ناهمواریهای سطح و فیلم های سطحی) کلیه الکترونیهایی خارج شده از سطح که زیر ۵۰eV انرژی را داشته باشند را الکترونیهای ثانویه می نامند.

❖ الکترونیهای برگشتی Back Scattered Electron

همان الکترونی که به نمونه برخورد می کند بر اثر **برخوردی تقریباً الاستیک با میدان هسته**، دوباره از نمونه خارج می شود) توزیع انرژی الکترونیهای برگشتی به انرژی اولیه پرتو برخورد کننده، تعداد الکترونیهای پوسته خارجی تر، **عدد اتمی نمونه** و **شیب سطح نمونه به پرتو اولیه وابسته** می باشد. (این الکترونها نسبت به الکترونیهای SE از عمق بیشتری باز می گردند. در نتیجه قدرت تفکیک بدست می آمد از BE ضعیف تر از SE است. هر چه عدد اتمی عناصر بیشتر باشد شدت الکترونیهای برگشتی افزایش یافته تصویر حاصله روشن تر خواهد بود

نکته: برای هرکدام از پدیده هایی که در ادامه معرفی خواهد شد بر روی دستگاه دتکتورهای مخصوص آن وجود دارد که اپراتوربا تغییر مود دستگاه شروع به آنالیز آن پدیده می کند در ادامه برخی از مهمترین دتکتورهای موجود روی دستگاه معرفی می شود

اثرات ثانویه Second Effect و اثرات برگشتی Back Scattered Electron

آرامش اتم های تهییج شده (Relaxation of excited atoms)

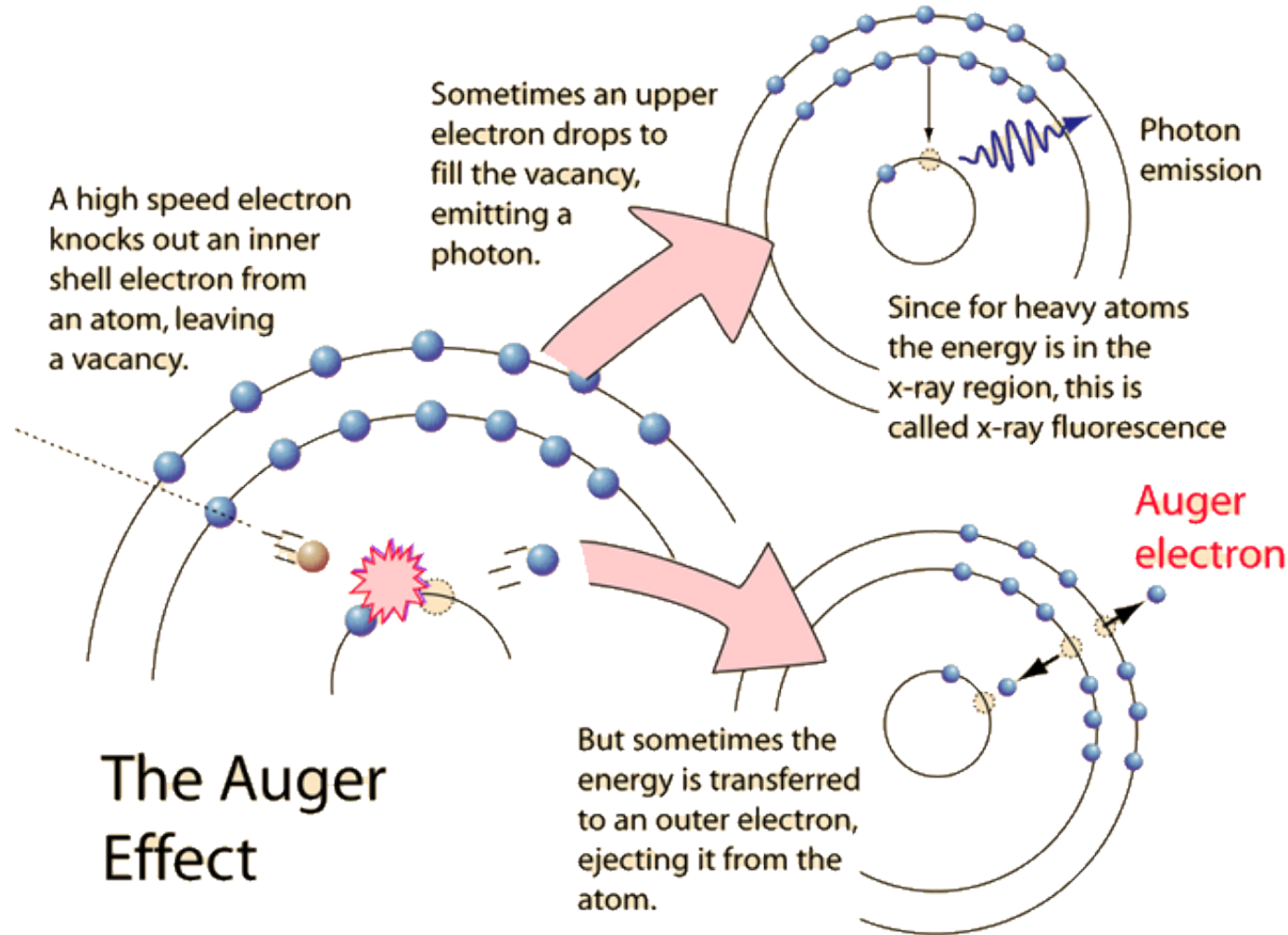
اگر یک الکترون از اتم بیرون انداخته شود اتم در حالت تهییج شده excited پر انرژی قرار می گیرد. بعد جای خالی الکترون پر می شود و اتم به آرامش می رسد و انرژی اضافی خود را بصورت اثر ثانویه آزاد می کند.

1. اگر جای خالی الکترون در مدار خارجی باشد. انرژی آزاد شده کم است و معمولاً بصورت فوتون منتشر می شود که می تواند در محدود مرئی باشد. این اثر بعنوان کاتودولومینسانس (Cathodoluminescence) شناخته می شود.

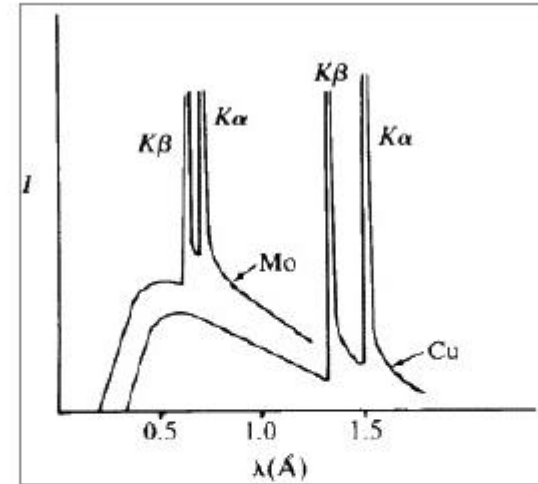
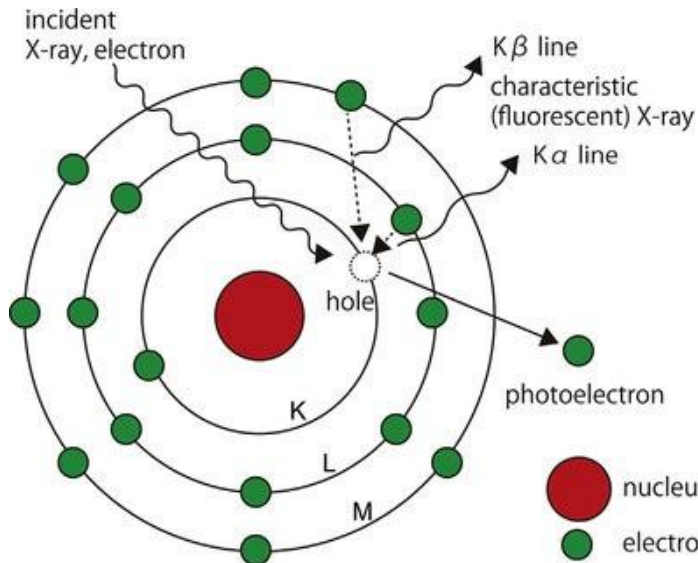
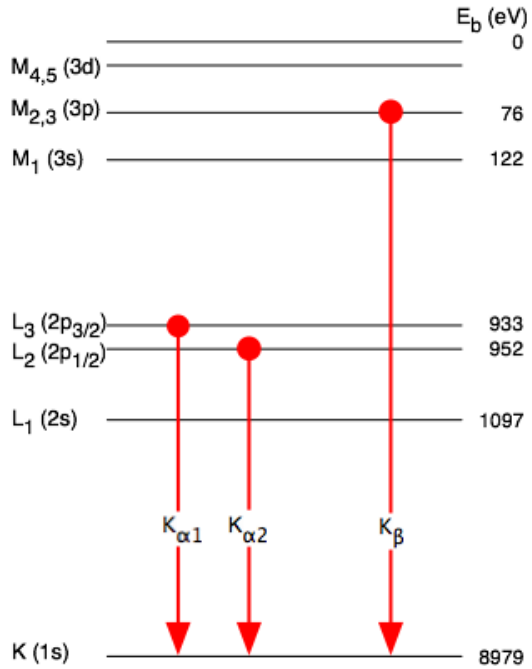
2. اگر جای خالی در مدار داخلی تر باشد.

۱- پرتو X مشخصه Characteristic X-ray

۲- الکترون اوژه Characteristic Auger Electron

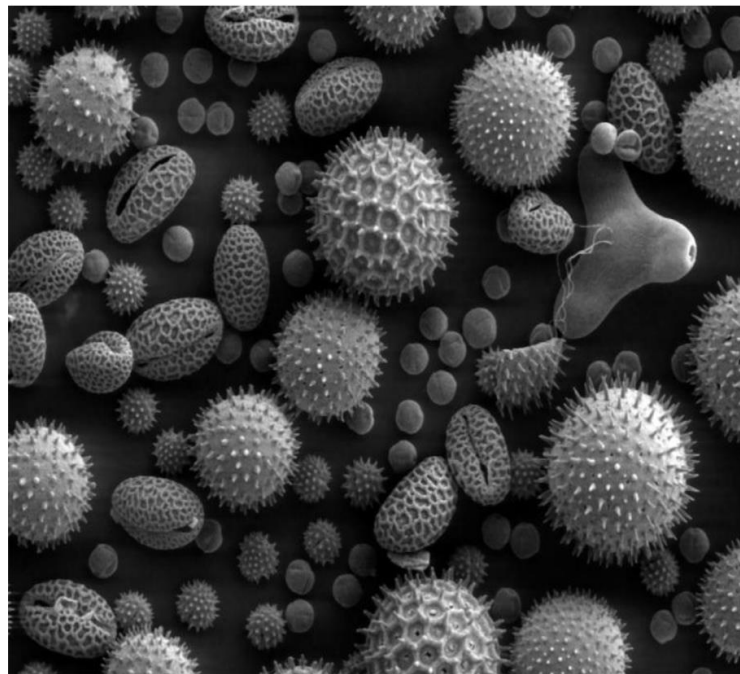
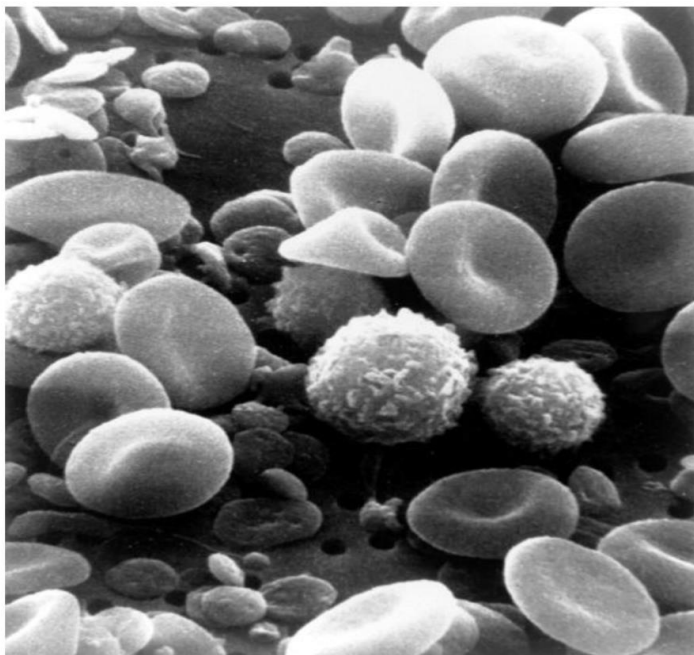


Characteristic X ray

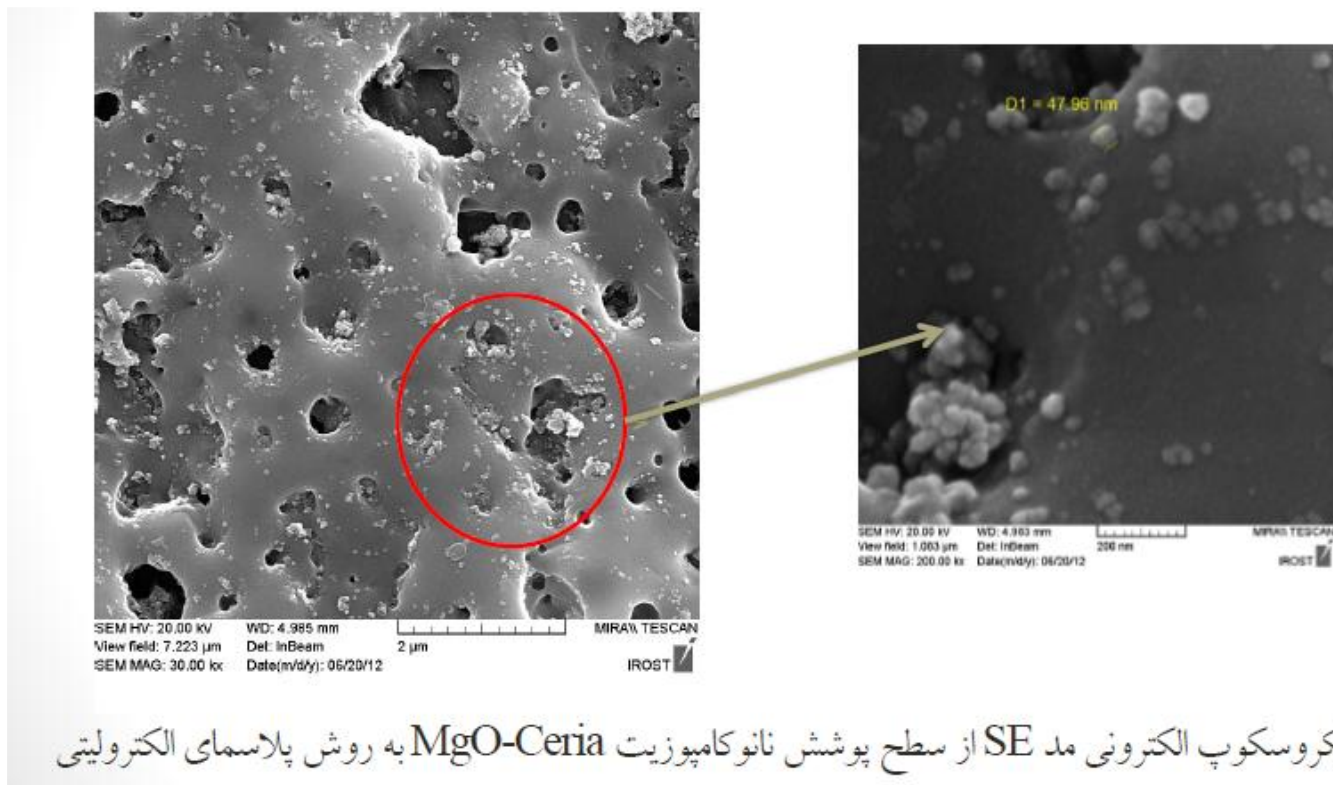


$n=2,3,4,5,\dots$	$n=1$	X-ray و فرابنفش
$n=3,4,5,\dots$	$n=2$	نور مرئی
$n=4,5,6,\dots$	$n=3$	مادون قرمز
$N=5,6,7,\dots$	$n=4$	P fund

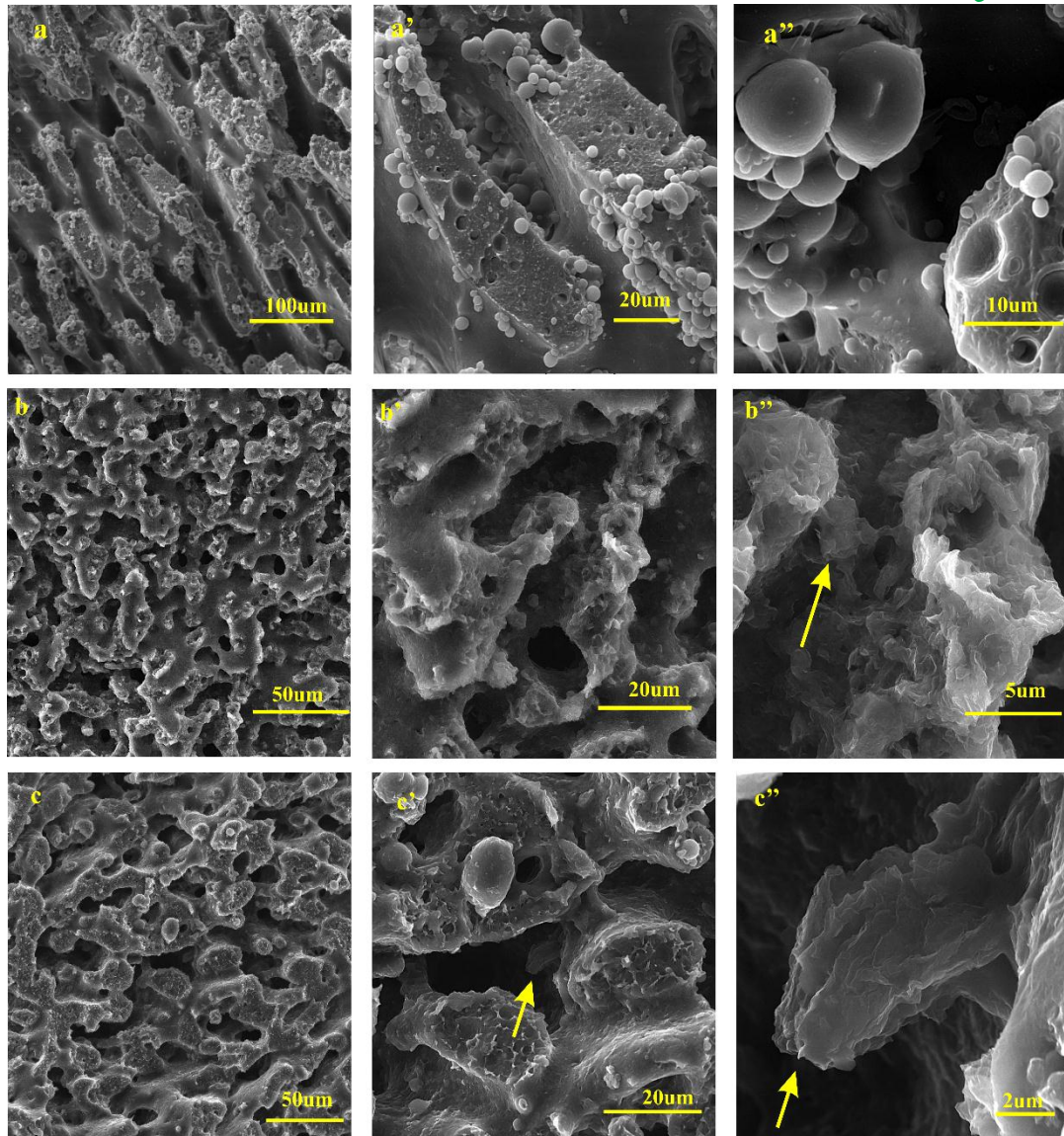
نمونه هایی از تصاویر میکروسکوپ الکترونی با استفاده مد الکترون ثانویه SE



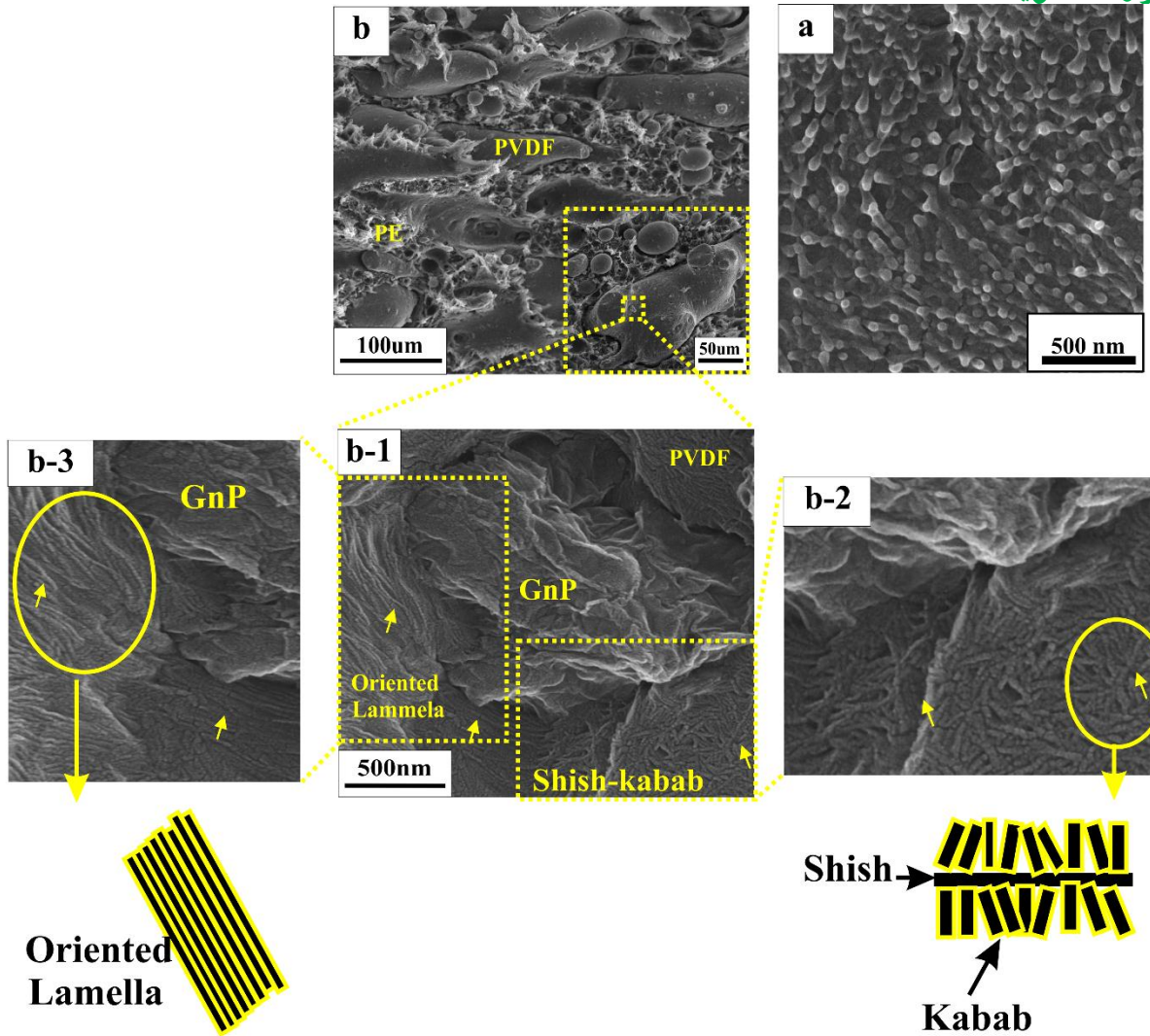
نمونه هایی از تصاویر میکروسکوپ الکترونی با استفاده مد الکترون ثانویه SE



نمونه هایی از تصاویر میکروسکوپ الکترونی (با تفنگ گسیل میدانی) (FESEM) با استفاده
مد الکترون ثانویه SE

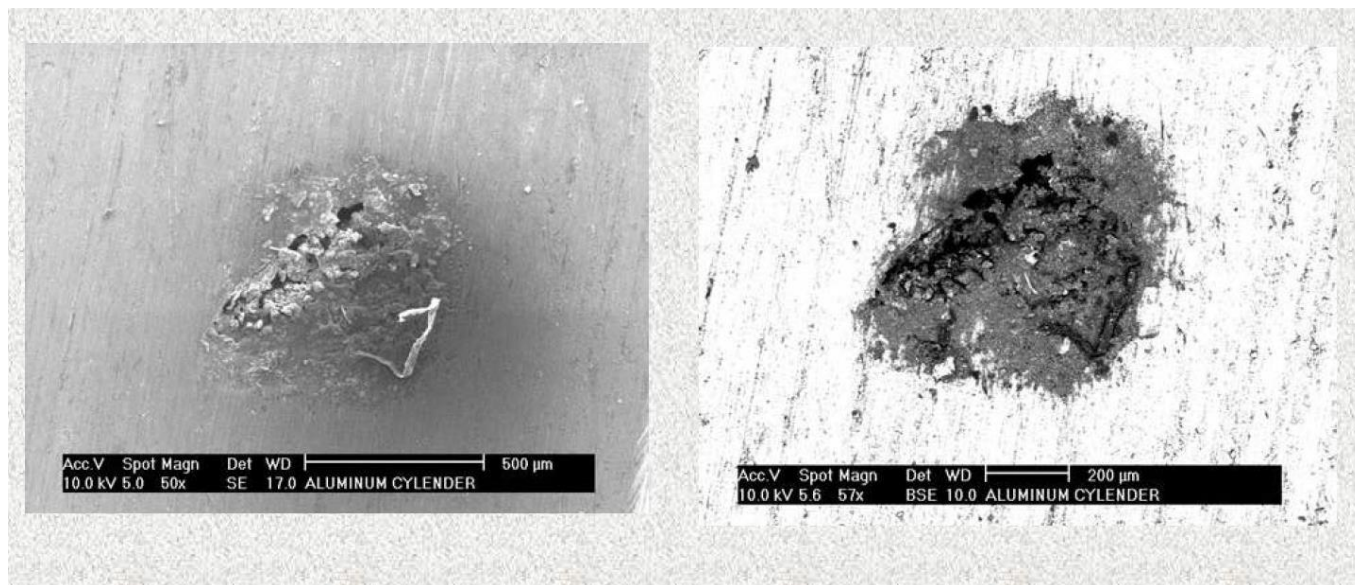


نمونه هایی از تصاویر میکروسکوپ الکترونی (با تفنگ گسیل میدانی) (FESEM) با استفاده
مد الکترون ثانویه SE

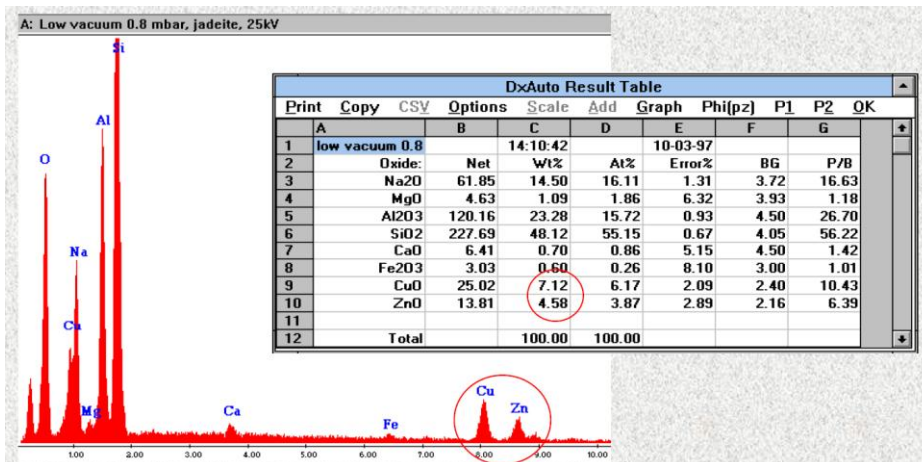


کاربرد الکترونهای برگشتی BE در تصویر برداری میکروسکوپ الکترونی

تصاویر از سطح نمونه آلومینیومی بصورت دو مد SE و BS مشاهده می شود که تصویر SE کیفیت تصویری بسیار بالایی دارد درحالیکه تصویر BS کیفیت پایینی دارد ولی می تواند آخال (ناخالصی) که از عناصر سبک تر تشکیل شده است را به سبب اختلاف عدد اتمی که با زمینه آلومینیومی دارد را با رنگ تیره تر مشاهده کرد

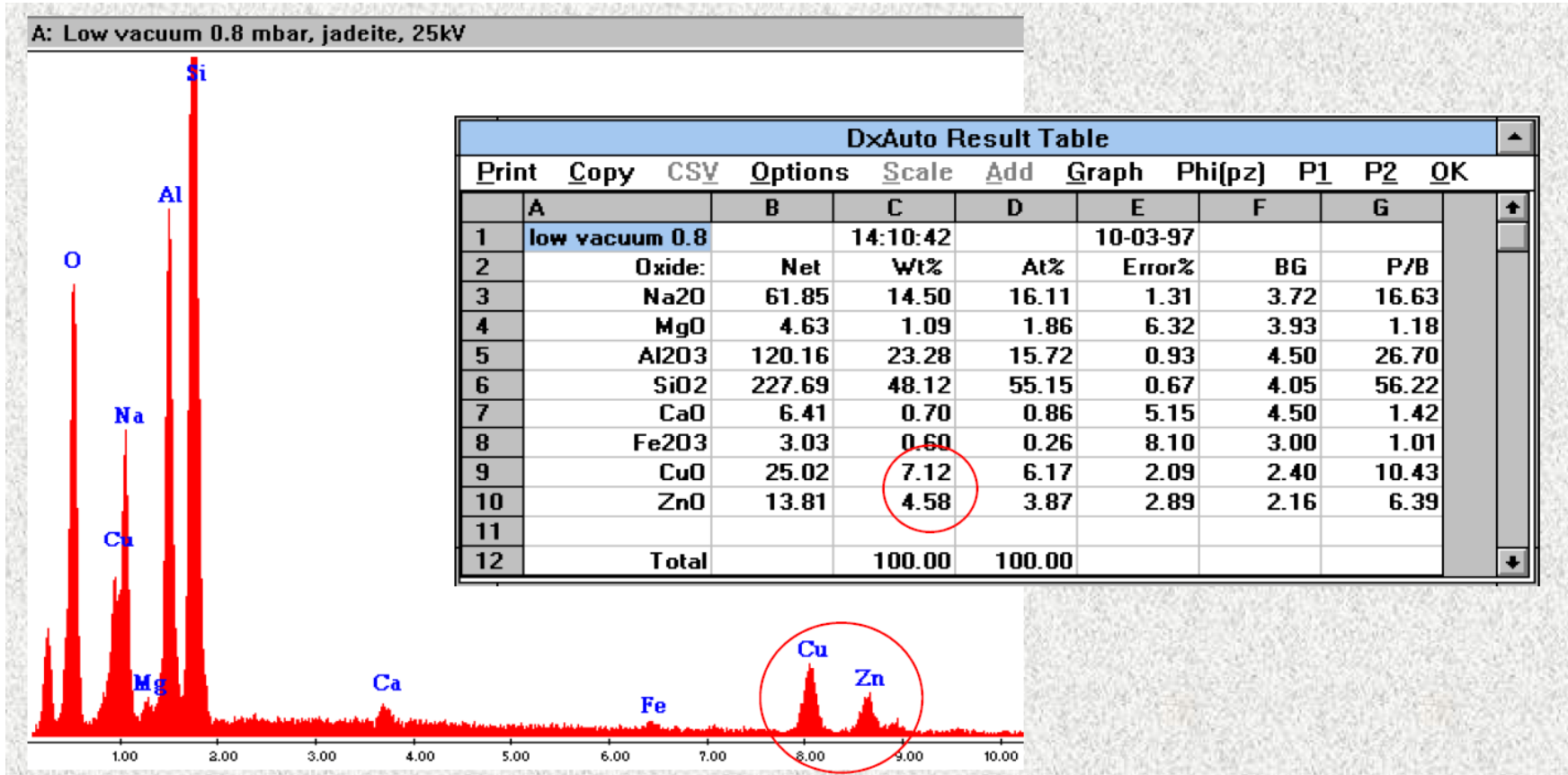


- ❖ در عمل دو مشخصه از پرتو ایکس ساطع شاده از ماده شامل **طول موج و انرژی**، قابل اندازه گیری است که این دو ویژگی تشخیص عناصر موجود در نمونه و آنالیز کیفی را مهیا می کند.
- ❖ اندازه گیری تعداد انواع پرتو های دریافتی (از لحاظ طول موج و انرژی) در واحد زمان، انجام آنالیز کمی را ممکن می سازد تعداد و انرژی پرتو های ایکس ساطع شده از یک نمونه را می توان به کمک طیف سنج پراکندگی انرژی پرتو ایکس اندازه گیری کرد و از آنجایی که اتم های هر عنصر در حین انتقال از تراز به تراز دیگر، پرتو ایکس با مقدار انرژی منحصر به فرد از خود ساطع می کنند، با اندازه گیری مقدار انرژی پرتو ایکس آزاد شده در حین بمباران الکترونی یک نمونه، می توان نوع اتم موجود در آن را مشخص نمود.
- ❖ شدت پرتو های ایکس، متناسب با مقدار عنصر مورد مطالعه در نمونه است که این آمار آنالیز عنصری کمی نمونه مجهول را فراهم می سازد . هر چه انرژی پرتوی الکترونی افزایش و وزن اتمی عناصر کاهش یابد، می توان از عمق بیش تری از نمونه اطلاعات کسب نمود .
- ❖ شکل طیف حاصل از آنالیز نمونه ای با روش طیف سنجی پراکندگی انرژی پرتو ایکس EDS را نشان می دهد. انرژی هر یک از پیک های نشان داده شده در این نمودار، به یک اتم خاص اختصاص دارد .
- ❖ پیک های با ارتفاع بیش تر به معنی غلظت بیش تر عنصر مورد نظر در نمونه است. هم چنین میزان عناصر موجود در نمونه با اساس درصد های وزنی و اتمی در جدول نشان داده شده است.



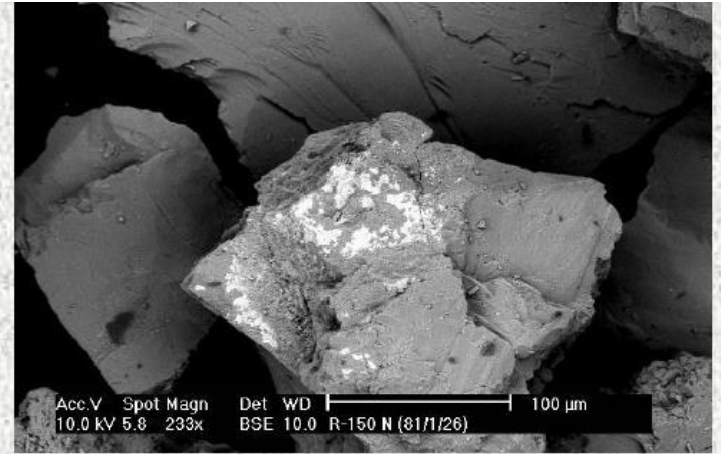
❖ نکته ۱: EDX در مواردی که ماده دارای عناصری با عدد اتمی پایین می باشد، نظیر کربن و نیتروژن خیلی قابل استناد نمی باشد

❖ نکته ۲: EDX فقط می تواند به عنوان آنالیز عنصری استفاده شود و برای ترکیب شیمیایی قابل استفاده نیست با اینحال می توان از روی درصد اتمی عناصر ترکیب شیمیایی ماده را حدس زد



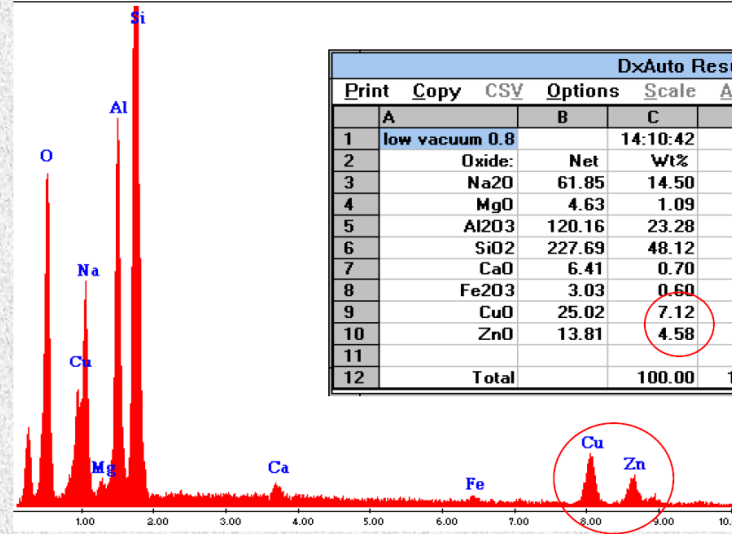
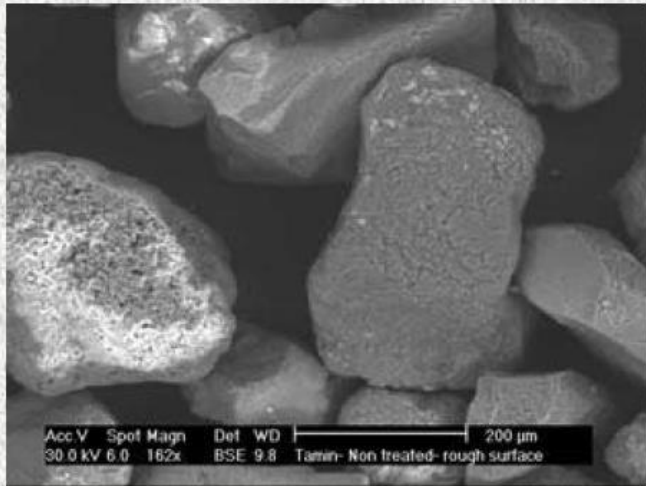


- انواع آنالیز شیمیایی ممکن از اشعه ایکس تولید شده در اثر برخورد اشعه الکترونی به سطح نمونه
- ۱- آنالیز عمومی
 - ۲- آنالیز نقطه ای
 - ۳- آنالیز خطی (line scan)
 - ۴- آنالیز نقشه ای (Map)

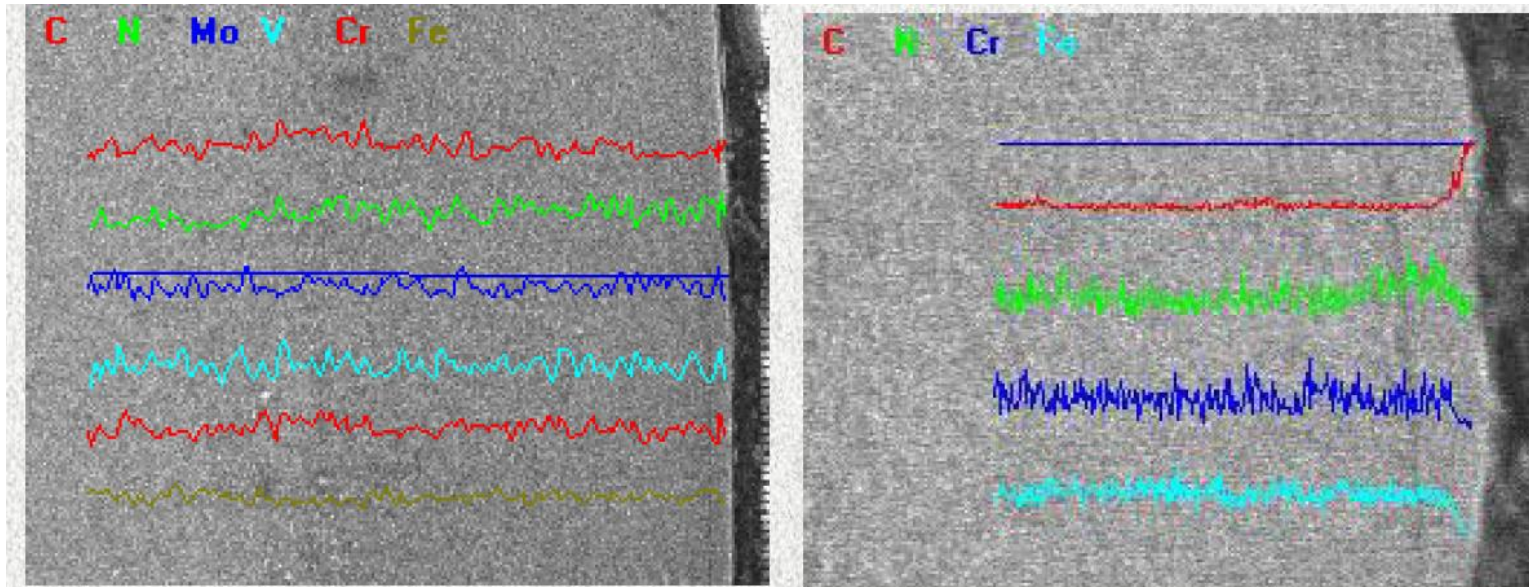


[A:

A: Low vacuum 0.8 mbar, jadeite, 25kV

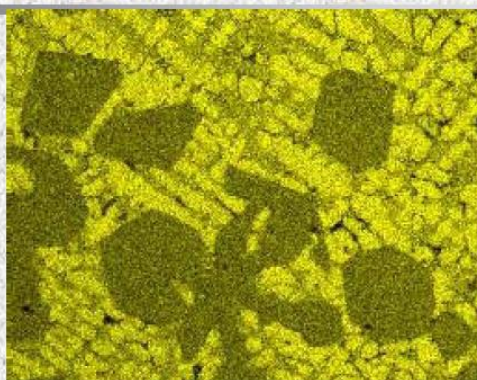
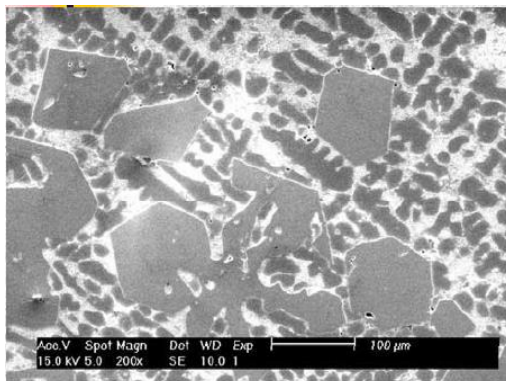


DxAuto Result Table							
Print	Copy	CSV	Options	Scale	Add	Graph	Phi(pz) P1 P2 OK
A	B	C	D	E	F	G	
1	low vacuum 0.8			14:10:42			10-03-97
2	Oxide:	Net	Wt%	At%	Error%	BG	P/B
3	Na2O	61.85	14.50	16.11	1.31	3.72	16.63
4	MgO	4.63	1.09	1.86	6.32	3.93	1.18
5	Al2O3	120.16	23.28	15.72	0.93	4.50	26.70
6	SiO2	227.69	48.12	55.15	0.67	4.05	56.22
7	CaO	6.41	0.70	0.86	5.15	4.50	1.42
8	Fe2O3	3.03	0.60	0.26	8.10	3.00	1.01
9	CuO	25.02	7.12	6.17	2.09	2.40	10.43
10	ZnO	13.81	4.58	3.87	2.89	2.16	6.39
11							
12	Total		100.00	100.00			

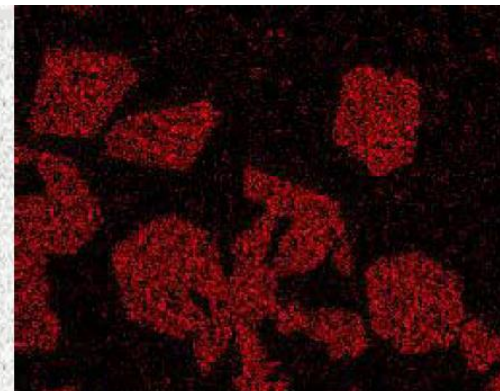


آلیاژ فولاد گرم کار در عملیات ناموفق سختی سطحی

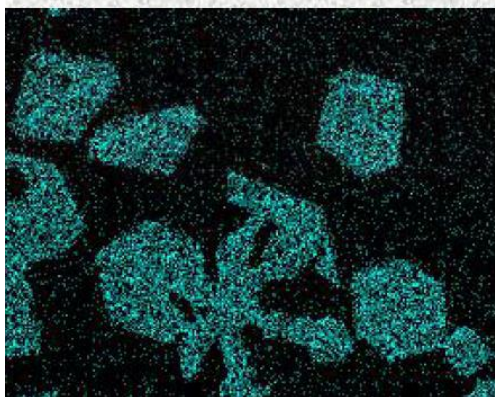
آلیاژ فولاد گرم کار سختی سطحی شده



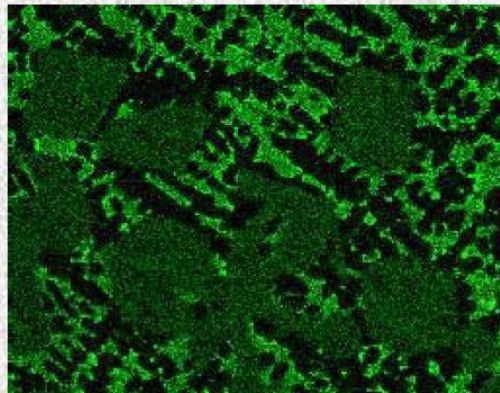
Al



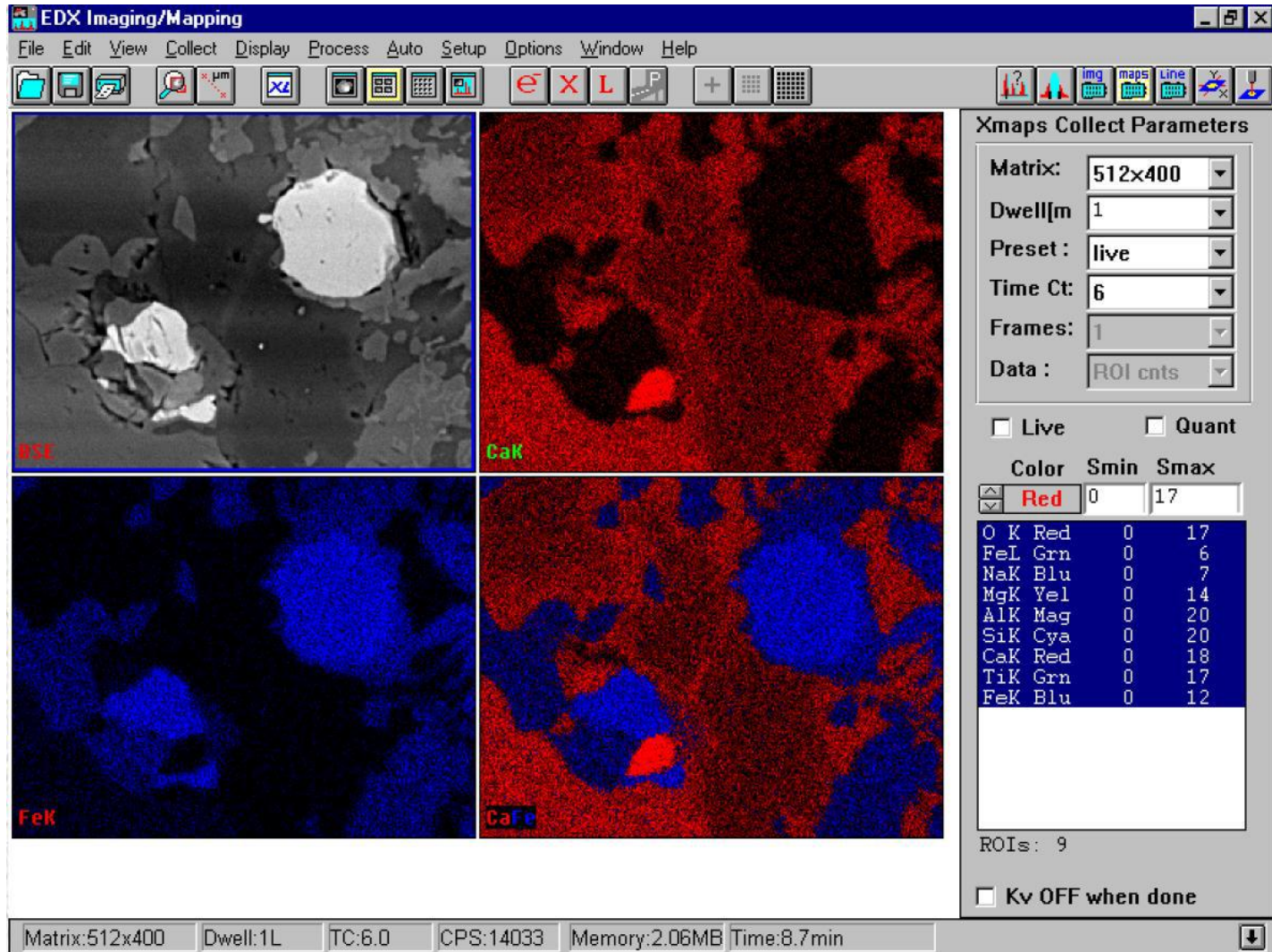
Fe

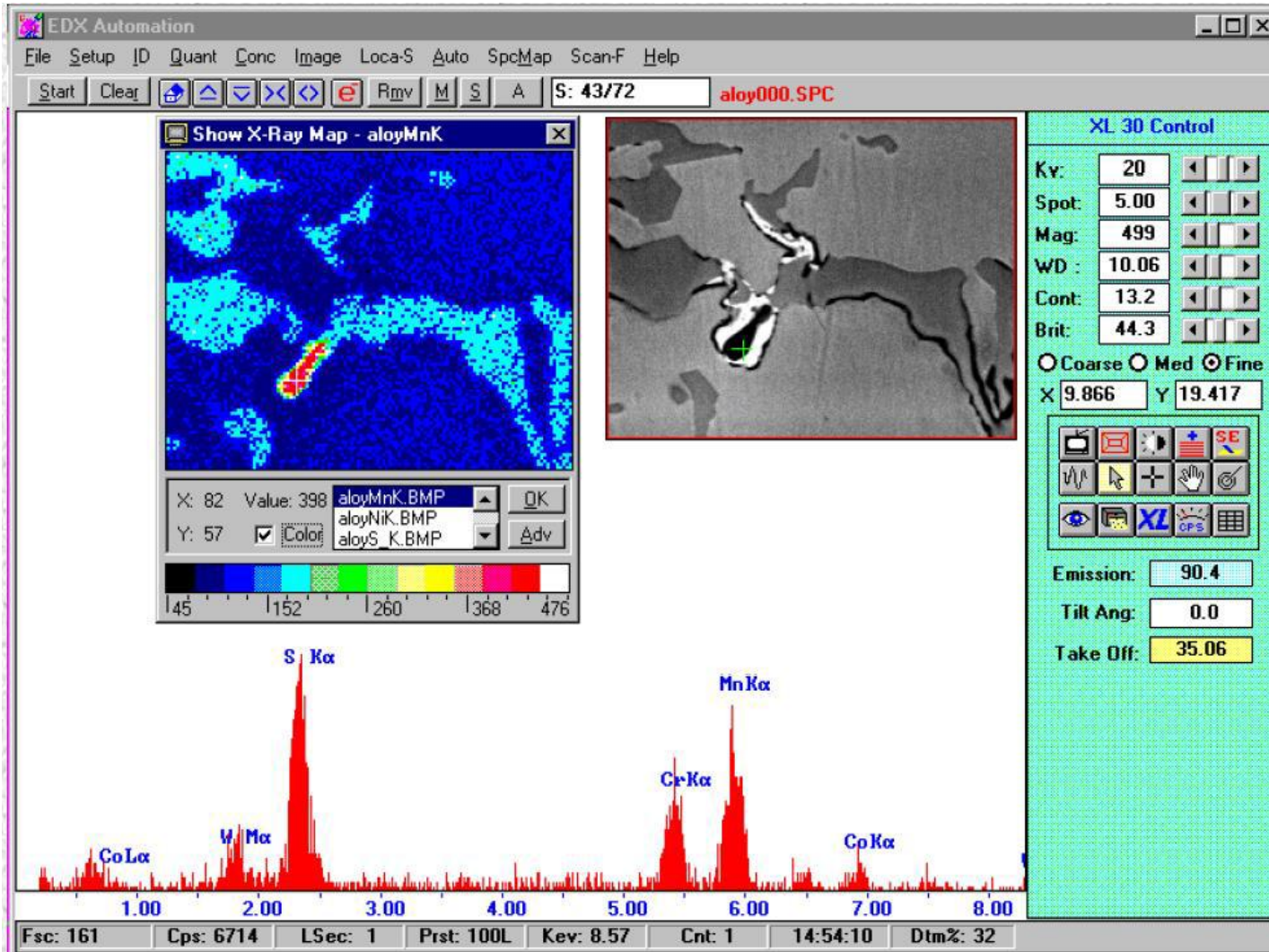


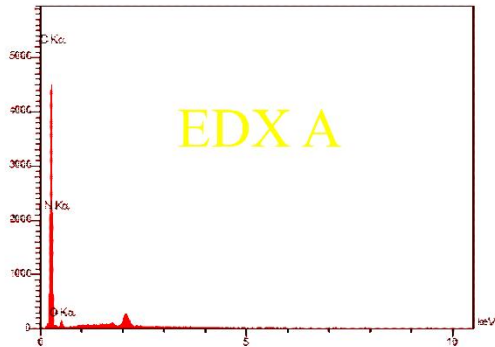
Mn



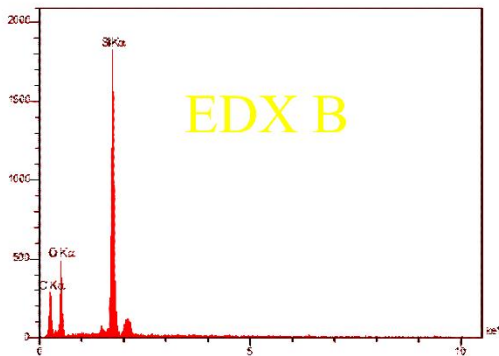
Si



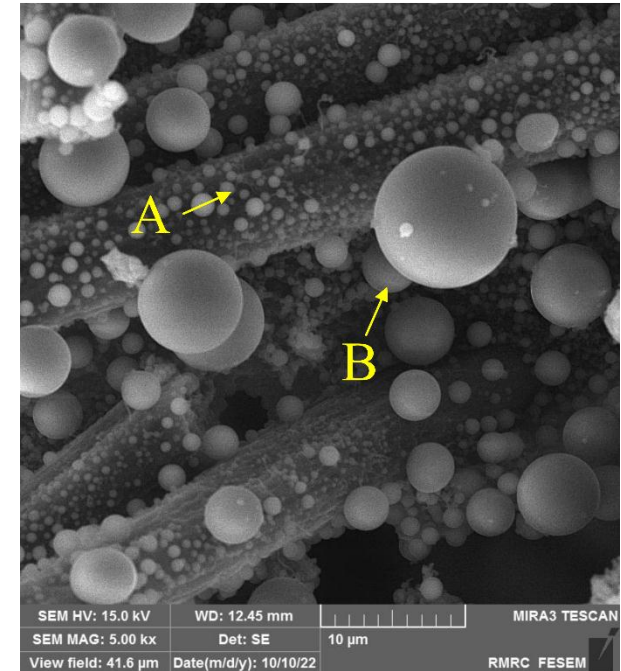




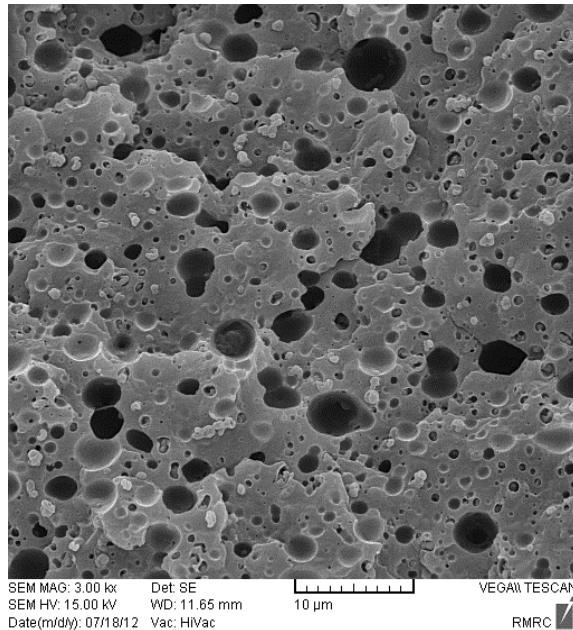
Elt	W%	A%
C	78.72	81.92
N	13.14	11.73
O	8.13	6.35



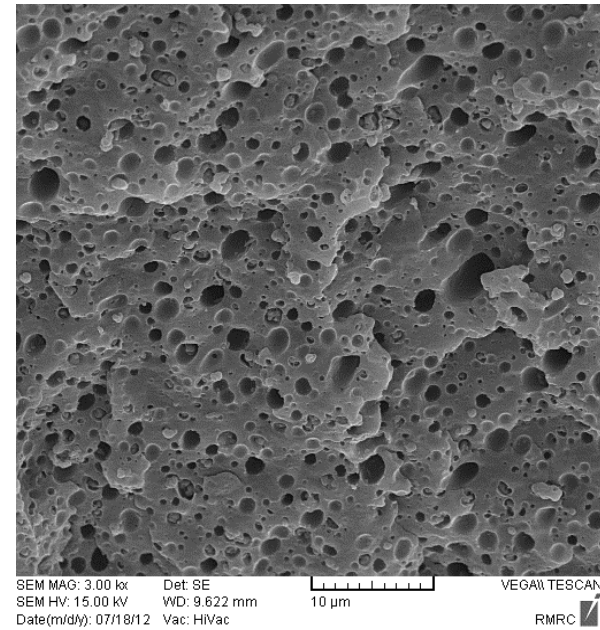
Elt	W%	A%
C	45.02	55.92
O	37.04	34.54
Si	17.95	9.54



دو شکل زیر مربوط به استفاده از سازگارکننده Al_2O_3 بر روی آلیاژ PP/PS می باشد با بکارگیری نرم افزار Image J که برای اندازه گیری اندازه ذرات مورد استفاده قرار می گیرد قطر متوسط اندازه فاز دیسپرس و توزیع اندازه ذرات را برای آن حاصل نمایید به نظر شما سازگارسازی با این روش موفق بوده است؟



PP/PS(80-20)

PP/PS/AlCl₃(80-20-0.5)

تمرین:

مقاله زیر را مطالعه کرده و نحوه بکارگیری از آنالیز SEM در آن را تشریح نمایید
چرا سطح نمونه های این مقاله پیش از انجام تست SEM با پوشش نازکی از طلا کوت شده
است

J Polym Res (2017) 24:21
DOI 10.1007/s10965-017-1183-x



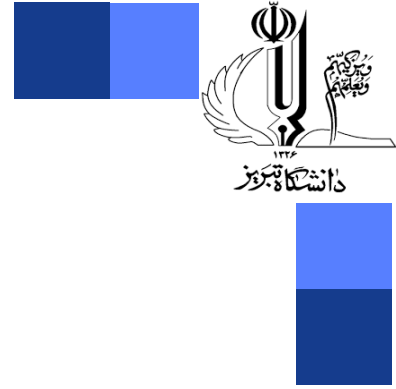
ORIGINAL PAPER

Composition and compatibilization induced morphology alteration in PVDF/LLDPE blends: correlation between rheology and morphology

A. Jameie Oskooie^{1,2} · M. K. Razavi Aghjeh^{1,2} · O. Rafeie^{1,2} · A. Tavakoli³

تمرین:

چهار مرکز ارائه دهنده تست SEM در ایران و هزینه مربوط به انجام آنالیز و نوبت بندی آن را معرفی کنید



The End