

# میکروسکوپ الکترونی پویشی و کاربرد آن در مطالعه ساختار پلیمرها

Scanning Electron Microscope and its Application in Polymer Structural Studies

پروین شکرالهی

مرکز تحقیقات پلیمر ایران

دریافت: ۷۵/۴/۲۶، پذیرش: ۷۵/۹/۲۸

## چکیده

امروزه، پلیمرها و پلاستیکها در ساخت لوازم خانگی، پوشاک، منسوجات، اتومبیل و صنایع هوا-فضا کاربرد روزافزونی یافته‌اند. بنابراین، محققان و متخصصان علم مواد در پی آنند که از روشها و فنون لازم برای درک ارتباط بین خواص و ساختار پلیمرها آگاهی هرچه بیشتری پیدا کنند. هدف این مقاله فراهم آوردن زمینه لازم برای شناخت عملکرد و کاربردهای میکروسکوپ الکترونی پویشی در زمینه‌های مختلف است. بدین منظور ابتدا اصول کار دستگاه بحث می‌شود و سپس کاربردهای آن در مطالعه امولسیونها و لاتکسها، رزینها، کولیمرها، آلیاژها، سطوح شکست، کامپوزیتها، زیست پلیمرها، قطعات قالبگیری و روزن‌رانده و آثار فرایند بر ساختار پلیمرها مورد بررسی قرار می‌گیرد.

واژه‌های کلیدی: میکروسکوپ الکترونی پویشی، عدسی الکترومغناطیسی، سطح شکست، ساختار، آلیاژ پلیمری

**Key Words:** scanning electron microscope, electromagnetic lens, fracture surface, structure, polymer blend

## مقدمه

از آنجا که قدرت تفکیک چشم انسان در حد تشخیص اجسام دارای قطر تا  $1 \text{ mm}$  است، تمام اشیای کوچکتر از آن برای انسانها هم‌اندازه به نظر می‌رسند. این اثر به پدیده پراش نور در چشم مربوط است. در واقع تصویر هر شیء، به دلیل پدیده پراش، روی شبکیه چشم یک نقطه کاملاً مشخص نیست، بلکه ناحیه پراکنده‌ای است که صفحه ایری (airy disc) نامیده می‌شود. بنابراین، اگر در زمان مشاهده دو ذره فاصله مراکز صفحه‌های ایری مربوط به آنها کمتر از شعاع هریک از آنها باشد، مشاهده کننده تنها یک پراش نور را خواهد دید. شعاع صفحه ایری (R) از معادله زیر محاسبه می‌شود:

$$R = \frac{1.22 \lambda}{2n \sin \alpha} \quad (1)$$

در این معادله،  $\alpha$  نیمساز زاویه‌ای است که نور با شیء می‌سازد،  $\lambda$  طول موج نور بکار رفته و  $n$  ضریب شکست محیطی است که شیء در آن قرار دارد.

در میکروسکوپیهای نوری با افزایش  $\alpha$  و گاهی  $n$ ، R را کاهش می‌دهند و نقاط نزدیک به هم را قابل تشخیص می‌سازند. معلوم است که حداکثر قدرت تفکیک برابر با نصف طول موج خواهد بود. بنابراین، تنها راه افزایش قدرت تفکیک استفاده از نوری با طول موج کوتاهتر است.

پس از آنکه معلوم شد ذرات متحرک می‌توانند خواص ذره‌ای - موجی نشان دهند [۱] این خاصیت در ساخت میکروسکوپیهای الکترونی مورد استفاده قرار گرفت. بدیهی است طول موج یک پرتو الکترونی طبق معادله ۲ بدست می‌آید:

$$\lambda = \frac{h}{mv} = \frac{12.27}{\sqrt{V}} \quad (2)$$

که در آن  $v$  سرعت الکترون،  $m$  جرم الکترون،  $h$  ثابت پلانک و  $V$  ولتاژ شتاب دهنده است. بنابراین، با تغییر ولتاژ شتاب دهنده طول موج قابل تغییر است [۲].

## بحث

### میکروسکوپ الکترونی

در هر میکروسکوپ الکترونی اجزای اصلی عبارتند از: مجموعه مولد الکترون، ستون مسیر الکترونها و محفظه نمونه‌ها و آشکار ساز.

مجموعه مولد الکترون شامل مولد پرتو و ابزار لازم برای جهت‌دهی به آن است. مولد الکترون از یک رشته (فیلامان)، حفاظ و آند تشکیل شده‌است. رشته کاتدی است که به طریق گرمایونی (thermionic) الکترون نشر می‌کند. معمولاً، قطعه‌ای از تنگستن خالص که  $V$  شکل است و می‌تواند تا حد سفید شدن به طریق الکتریکی گرم شود بکار گرفته می‌شود. برای بدست آوردن تصاویر روشنتر می‌توان به جای تنگستن از لانتان هگزابورید ( $LaB_6$ ) استفاده کرد [۲،۳].

حفاظ، استوانه شکاف‌داری است که شعاع شکاف آن ۱ تا ۳mm بوده و دقیقاً مقابل قله رشته قرار می‌گیرد. بین حفاظ و رشته اختلاف پتانسیل کوچکی برقرار است.

آند صفحه شکاف‌داری است که نسبت به کاتد بار مثبت زیادی دارد و به صورت هم‌محور با رشته قرار می‌گیرد. الکترونها آزاد شده فضای بین کاتد و آند را به کمک اختلاف پتانسیل موجود طی کرده و در محیط خلاء ستون با سرعت ثابت حرکت می‌کنند. اغلب میکروسکوپهای متداول از نوع خودتنظیمی (self-adjusting) هستند. در چنین آرایشی شکاف حفاظ مانند یک عدسی متراکم کننده قوی عمل می‌کند. در همه مولدها، افزایش جریان الکتریکی گرم کننده رشته باعث افزایش سریع جریان پرتو می‌شود. آرایش خود خود تنظیمی در مولد دارای این مشخصه مطلوب است که شکاف حفاظ، شدت پرتو عبوری را در حد عملی مورد نظر حفظ می‌کند. در این حالت، عامل کنترل کننده جریان الکترونها، یعنی دمای رشته و ولتاژ جهت‌دهنده طوری در تعادلند که تغییرات جزئی هریک بطور خودکار بوسیله دیگری جبران می‌شود. در این شرایط، مولد اشباع بوده و هر نوع افزایش دمای رشته تنها عمر آن را کاهش می‌دهد.

ستون مسیر الکترونها شامل مولد الکترون، عدسیهای الکترومغناطیسی، آند، سیم‌پیچهای روبش پرتو و محفظه نمونه‌هاست.

طی سالهای ۱۹۲۰ گابورد برلین یک نوسان‌نمای پرتو کاتدی ساخت که در ولتاژ شتاب دهنده  $50\text{ kV}$  کار می‌کرد [۴]. در این ولتاژ پرتو الکترونی بوسیله یک سولنئوئید الکترومغناطیسی که در پوشش آهنی قرار داشت کاملاً نقطه‌ای می‌شد. امروزه، برای افزایش بزرگنمایی فاصله کانونی عدسی را کاهش می‌دهند که به منزله افزایش چگالی شار مغناطیسی است. چون بین دو سولنئوئید الکترومغناطیسی خطوط شار متراکم نیستند، فاصله کانونی زیاد و بزرگنمایی عدسی کم است. برای جبران این نقص، با قراردادن یک پوشش آهنی نرم دور سولنئوئید، فاصله کانونی را کوتاهتر و بزرگنمایی را بیشتر می‌کنند. اگر اندازه پوشش بزرگتر شود و بین دو سر سولنئوئید فاصله کوچکی باشد، بزرگنمایی به میزان بیشتری افزایش می‌یابد.

در عدسیهای جدید، سیم‌پیچ در یک پوشش آهنی نرم قرار می‌گیرد. عدسی شیئی غالباً بزرگتر از عدسی متراکم کننده است و سیم‌پیچ آن شامل دوره‌های بیشتری است، بنابراین میدان قویتری ایجاد می‌کند. بین دو سرپوشش آهنی، یک ماده غیرمغناطیسی (برنج) قرار می‌گیرد و انتقال میدان تنها به کمک قطعات قطبی انجام می‌گیرد. در این حالت حداکثر شدت میدان و حداقل فاصله کانونی بدست می‌آید [۲،۴].

### عدسی متراکم کننده

مهمترین عمل عدسی متراکم کننده (condensor lens) هدایت تابش به طرف نمونه و جلوگیری از پراکنده شدن آن است. این عدسی نسبتاً ضعیف بوده و فاصله کانونی آن چند سانتیمتر است. عدسی بین نمونه و منبع روشن کننده قرار می‌گیرد و تصویری از تابش را روی نمونه می‌اندازد. اگر تنها یک عدسی بکار رود، ناحیه‌ای در حدود  $30\ \mu\text{m}$  روی نمونه در معرض تابش قرار می‌گیرد. وسعت کم این ناحیه باعث نور تخریب ناخواسته در اطراف آن می‌شود. بنابراین، با استفاده از یک عدسی نسبتاً قوی قطر تابش را به ۱ تا  $2\ \mu\text{m}$  کاهش داده و به کمک یک عدسی ضعیفتر، تصویری از آن را روی نمونه می‌اندازند تا اثر تخریبی تابش روی آن نواحی از نمونه که هنوز در معرض پرتو قرار نگرفته است به حداقل برسد. دومین عدسی متراکم کننده دارای شکافی است که شدت تابش را به منظور کاهش نور تخریب نمونه و شدت تابشهای ایکس ناشی از برخورد پرتو با نمونه را کم می‌کند [۲].

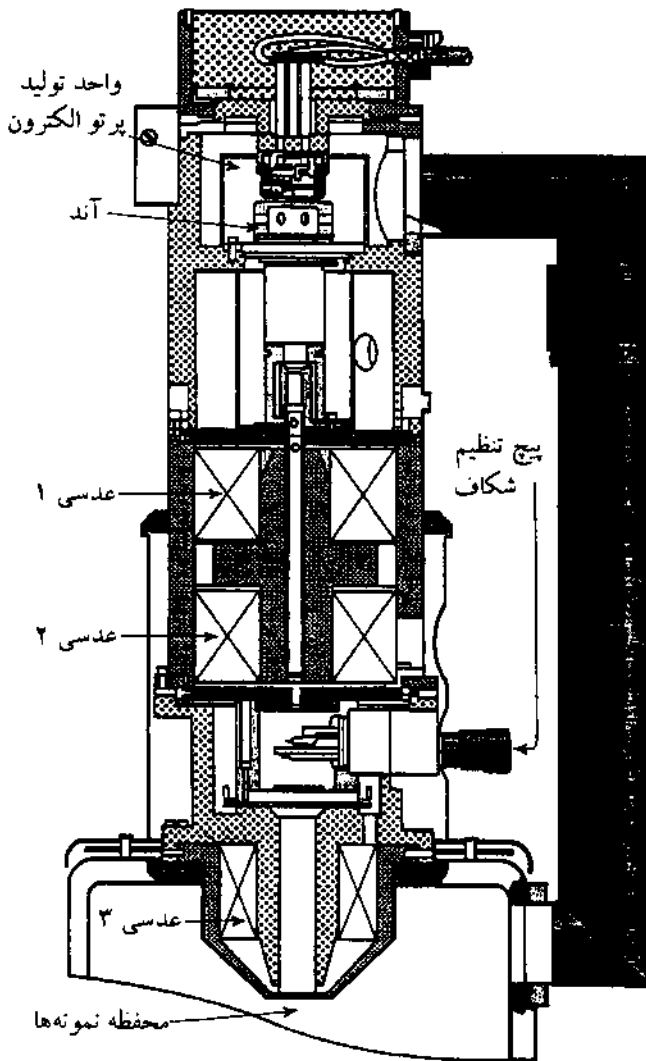
### عدسی شیئی

عدسی شیئی حساس‌ترین جزء میکروسکوپ است و در ساخت آن باید دقت فراوان مبذول داشت. برای بدست آوردن بزرگنمایی زیاد در فاصله تصویری از پیش تعیین شده، فاصله ثابت بین عدسیهای شیئی و تصویرده (projector lens)، نمونه باید نزدیک به سطح کانونی عدسی

در این معادله  $M$  بزرگنمایی،  $de$  قدرت تفکیک چشم غیر مسلح (بر حسب mm) و  $d$  قدرت تفکیک دستگاه (بر حسب mm) است [۲،۴]. قدرت تفکیک دستگاه به ولتاژ شتاب دهنده الکترونها و ساختار عدسیهای الکترومغناطیسی بستگی داشته و برای میکروسکوپ الکترون پویشی با ولتاژ شتاب دهنده  $40 \text{ kV}$  در حدود  $2/5 \text{ nm}$  است [۵].

### مشاهده و ثبت تصویرها در میکروسکوپ الکترونی

علامتهایی که به وسیله میکروسکوپ الکترونی دریافت می شود باید سرانجام به علامتهای قابل مشاهده تبدیل شود. یکی از روشهای متداول استفاده از سولفیدهای حاوی مقادیر جزئی فلز است. برخورد الکترونها به این صفحات تولید نور با طول موج مرئی می کند. مخلوط زرد رنگ سولفیدهای روی و کادمیم، که مقدار کمی از مادهای فعال کننده مثل نقره یا مس به آن اضافه شده است، برای استفاده در میکروسکوپ الکترونی



شکل ۱- ستون میکروسکوپ الکترونی و چگونگی قرار گرفتن اجزای آن در کنار یکدیگر [۲۸].

شیشی قرار گیرد. برای این منظور عدسی طوری طراحی می شود که نمونه دقیقاً زیر آن واقع شود. به علاوه، فاصله کانونی ( $F$ ) عدسی باید تا حد امکان کوچک باشد ( $F \approx 1-5 \text{ mm}$ ) تا انحرافات کروی و رنگی آن به حداقل برسد [۲].

### عدسی تصویرده

ساختمان این عدسی مشابه عدسی شیشی است، با این تفاوت که محلی برای نمونه در اطراف آن پیش بینی نمی شود. دامنه تغییرات فاصله کانونی در این عدسی باید گسترده بوده و عمق میدان آن در بزرگنماییهای زیاد باید بزرگ باشد. در شکل ۱ ستون میکروسکوپ الکترونی نشان داده شده است.

### انحرافات

کار با عدسیهای میکروسکوپ الکترونی همانند عدسیهای شیشه‌ای مشکلاتی دارد. دو گروه عمده از مشکلات کار با این عدسیها از انحرافات کروی و رنگی در آنها ناشی می شود. به علاوه، نقصهای ناشی از بی تقارنی عدسیهای شیشی و اغتشاشات میدانهای الکتریکی و مغناطیسی نیز مشاهده می شود [۲].

### عمق میدان و بزرگنمایی

وقتی عدسی روی یک سطح مشخص به دقت کانونی می شود، چشم بیننده فضاهای کمی بالاتر یا پایینتر از آن سطح را نیز به وضوح می بیند. چنین فضایی عمق میدان عدسی نامیده می شود و با تنظیم جریانی که از عدسیهای متراکم کننده و شیشی می گذرد تا حدودی تغییر می کند.

در هر میکروسکوپ بزرگنمایی با استفاده از معادله زیر محاسبه می شود:

$$M_t = M_o M_p \quad (3)$$

در این معادله  $M_t$  بزرگنمایی کل،  $M_p$  بزرگنمایی عدسی تصویرده و  $M_o$  بزرگنمایی عدسی شیشی است. اگر بعد از عدسی متراکم کننده سه مرحله بزرگنمایی وجود داشته باشد، معادله به شکل زیر در می آید:

$$M_t = M_o M_1 M_p \quad (4)$$

افزایش بزرگنمایی بدون زیاد شدن قدرت تفکیک، موثر نیست. حداکثر بزرگنمایی مفید با توجه به قدرت تفکیک دستگاه از معادله ۵ بدست می آید:

$$M = \frac{de}{d} \quad (5)$$

بسیار مفید است. مخلوط یاد شده همراه با چسب مناسب روی سطحی پوشش داده می‌شود. قدرت تفکیک این صفحه به اندازه ذرات پخش شده روی آن بستگی دارد. در میکروسکوپ الکترونی پوشی، تصویر به روشی متفاوت تشکیل می‌شود. در این دستگاه پس از تبدیل علامتهای ناشی از برخورد پرتو الکترون به سطح نمونه به علامتهای الکتریکی، تصویر روی لامپ پرتو کاتدی تشکیل می‌شود. در این دستگاه، عدسیها پرتو را کوچک می‌کنند و نقطه پرتو حاصل سطح مورد مطالعه را مشابه دوربین تلویزیون رویش می‌کند. آشکارسازهای مناسب در نزدیکی سطح قرار می‌گیرند و بطور پیوسته و همزمان با پرتو الکترونی، الکترونیهای ثانویه، بازپراکنده، عبوری و پرتو ایکس یا نور مرئی حاصل از نمونه را دریافت و آشکار می‌کنند [۲].

#### سیستم خلاء

در ستون میکروسکوپ الکترونی بنا به دلایل زیر ایجاد خلاء ضروری است: - اجتناب از برخورد الکترونها و مولکولهای گاز که سرعت و انرژی الکترونها را کم می‌کند،

- حفظ ولتاژ بین آند و کاتد و مانع از تخلیه الکتریکی در گاز، - مانع از کاهش عمر رشته در محیط اکسیژن.

برای ایجاد خلاء مناسب (در حدود  $10^{-5}$  torr) از یک پمپ چرخشی و یک پمپ توربو مولکولی استفاده می‌شود. برای کار در ولتاژهای شتاب دهنده خیلی زیاد باید خلاء در حدود  $10^{-7}$  torr باشد. در چنین شرایطی پمپ یونی نیز همراه با دو پمپ فوق بکار می‌رود.

#### محفظه نمونه‌ها

این محفظه قسمتی از ستون میکروسکوپ است و در خلاء قرار دارد. محفظه به وسیله یک شیر با ستون ارتباط پیدا می‌کند تا در موقع شکستن خلاء (که مثلاً برای تعویض نمونه‌ها ضروری است) امکان حفظ خلاء در سایر نواحی ستون وجود داشته باشد. صفحه نمونه‌ها در محفظه قرار می‌گیرد و می‌تواند تا  $360^\circ$  چرخش داشته باشد. روی صفحه امکان قراردادن همزمان چند نمونه وجود دارد. نمونه‌ها را بوسیله تسهیلات مکانیکی موجود می‌توان در امتداد محورهای x، y و z حرکت داد یا  $90^\circ$  چرخاند. نمونه‌ها بوسیله چسب دورویه روی پایه آلومینیمی تثبیت می‌شوند.

#### برهم کنشهای پرتو و نمونه

در برخورد پرتو الکترون با نمونه، برهم کنشهای مختلف بین پرتو الکترون و نمونه اتفاق می‌افتد و نوع تصویری که تشکیل و ارائه می‌شود به نوع برهم کنش بستگی دارد. قدرت تفکیک دستگاه با حجم برهم کنش (ناحیه‌ای که پرتو و نمونه اثر متقابل دارند و معرف میزان

نفوذ پرتو در نمونه است) ارتباط دارد. برای بررسی حجم برهم کنش، نمونه‌ای از قبیل تیل متاکریلات در معرض تابش الکترونی با انرژی  $20 \text{ KeV}$  قرار می‌گیرد. سپس، یک مقطع عرضی از ناحیه تابش دیده تهیه و برای میکروسکوپی الکترونی آماده می‌شود. تصاویر میکروسکوپ الکترونی این مقطع حفره‌هایی با ساختمان گلابی شکل و عمق تا  $10 \mu\text{m}$  را نشان می‌دهد که همان حجم برهم کنش است. بررسی حجم برهم کنش برای چند نمونه در شرایط مختلف نشان می‌دهد که این حجم با کاهش عدد اتمی و افزایش ولتاژ شتاب دهنده زیاد می‌شود. اندازه و شکل حجم برهم کنش به انرژی اولیه پرتو، شدت تابش، چگالی و عدد اتمی ماده بستگی دارد [۶]. عمق و پهنای این ناحیه کمی بزرگتر از قطر پرتو فرودی است [۳، ۵]. استفاده از آشکارسازهای مختلف یا ترکیبی از روشها در بدست آوردن اطلاعات مربوط به توپوگرافی و ساختار نمونه اهمیت بسزا دارد [۷].

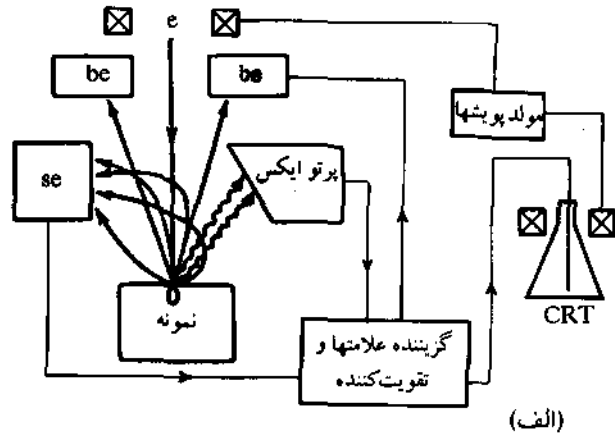
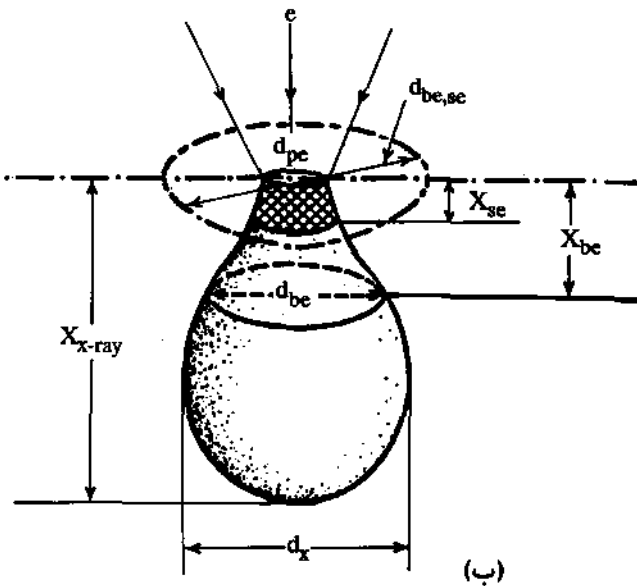
#### نشانه‌های الکترونی ثانویه

در طیف تعداد الکترونیهای منتشر شده از یک نمونه بر حسب انرژی دو ماکسیمم مشاهده می‌شود. یکی در انرژی زیاد که به الکترونیهای بازپراکنده مرتبط است و دیگری در انرژی کم که از الکترونیهای ثانویه ناشی می‌شود.

الکترونیهای با انرژی کمتر از  $5 \text{ eV}$  که از چند نانومتر اولیه سطح نمونه منتشر می‌شوند، الکترونیهای ثانویه نامند. ضریب نشر ثانویه حاصل تقسیم تعداد الکترونیهای ثانویه نشر یافته بر تعداد الکترونیهای فرودی بوده و مستقل از عدد اتمی نمونه است. ارتباط بین ضریب نشر ثانویه و انرژی پرتو اولیه بسیار مهم است. این ضریب در انرژی  $1 \text{ KeV}$  برابر ۱ است و پس از آن تا انرژی  $2 \text{ KeV}$  افزایش می‌یابد و بعد از گذشتن از یک ماکسیمم در انرژی  $3 \text{ KeV}$  دوباره به ۱ می‌رسد. در این ناحیه نمونه در برابر تجمع بار الکتریکی پایدار است و به پوشش رسانا نیاز ندارد [۳].

الکترونیهای ثانویه از برخورد پرتو الکترونی اولیه و الکترونیهای بازپراکنده به نمونه تولید می‌شوند. انرژی این الکترونها کم و در حدود  $5 \text{ eV}$  است. برای آشکارسازی این الکترونها از یک آشکارساز جرقه‌ای که پتانسیل مثبتی در حدود  $200$  ولت دارد، استفاده می‌شود [۸]. بنابراین با توجه به انرژی کم الکترونیهای ثانویه، تنها آن گروه از الکترونها که در نزدیکی سطح تولید می‌شوند می‌توانند از نمونه خارج شوند و خود را به آشکارساز برسانند. الکترونیهای ثانویه‌ای که در اثر برخورد پرتو الکترونی اولیه به نمونه تولید می‌شوند تصاویری با قدرت تفکیک بسیار خوب تولید می‌کنند [۹].

نشر ثانویه کاملاً به توپوگرافی سطح مربوط است. اگر پرتو به یک ناحیه با لبه تیز یا برجستگی برخورد کند، برهم کنش در نزدیکی



شکل ۲- الف) مسیر الکترون در دستگاه SEM که دارای آشکارسازهای الکترون ثانویه، الکترون بازپراکنده و پرتو ایکس است، ب) ناحیه برهم کنش پرتو الکترون و نمونه [۳].

نمونه جامد است، تولید می‌شوند. کارایی این پدیده زیاد نبوده و از هر  $10^4$  تا  $10^5$  الکترون تنها یکی از آنها تابش ایکس مشخصه قابل آشکارسازی تولید می‌کند. با کاهش عدد اتمی عناصر موجود در جامد، کارایی حتی کمتر از این می‌شود. به همین دلیل، پرتوهای ایکس برای تصویرگیری ساده مناسب نبوده و تنها برای بدست آوردن اطلاعات تجزیه‌ای بکار می‌روند. اگر الکترونها انرژی کافی نداشته باشند، توانایی تولید پرتو ایکس مشخصه را ندارند، بنابراین پرتوهای ایکس از تمام حجم برهم کنش ناشی نمی‌شوند، بلکه تنها از ناحیه‌ای می‌آیند که الکترون انرژی زیادی از دست نداده است. بزرگی این ناحیه به انرژی پرتو، انرژی تابش ایکس و ترکیب ماده بستگی دارد. در برخی از میکروسکوپیهای پویشی امکان تجزیه پرتو ایکس وجود دارد.

سیستمهای مورد استفاده در تجزیه پرتو ایکس می‌توانند بر اساس تفکیک انرژی یا تفکیک طول موج عمل کنند. سیستمهای تجزیه پرتو ایکس از نوع پاشیدگی انرژی (energy dispersive x-ray analysis, EDXA) سریعتر بوده و قادرند تمام پرتوهای ایکس با انرژیهای مختلف را همزمان دریافت و آشکار کنند [۸]. هیچ یک از دو روش را نمی‌توان در مورد عناصر دارای عدد اتمی کمتر از ۱۰ بکار برد. در سیستم تجزیه پرتو ایکس از نوع پاشیدگی طول موج (wavelength dispersive x-ray analysis, WDXA) برای تجزیه هر عنصر باید دستگاه را روی طول موج آن عنصر تنظیم کرد. بنابراین، همه عناصر موجود را نمی‌توان بطور همزمان شناسایی کرد. با این حال، صحت این روش در تجزیه کمی بیشتر است، زیرا احتمال تداخل

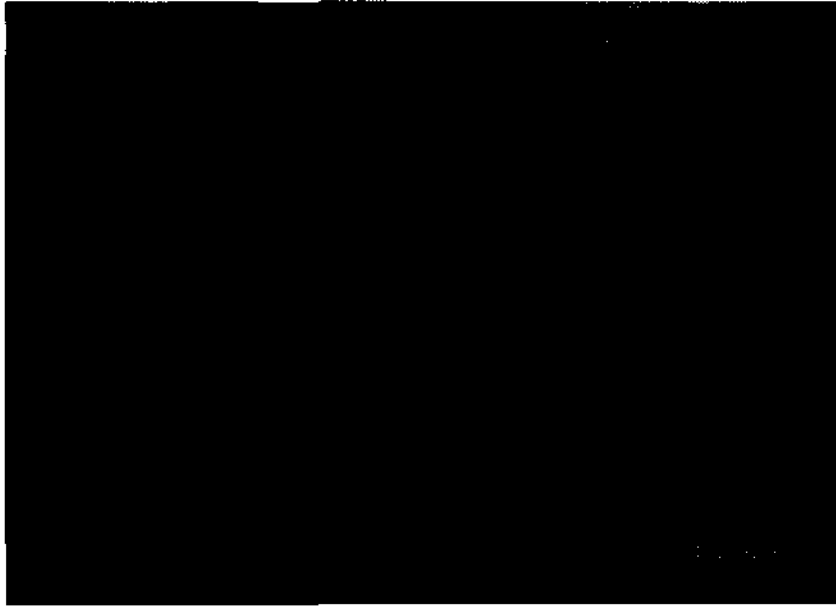
سطح بیشتر می‌شود، بطوری که الکترونها ثانویه بیشتری تولید می‌گردد. اگر پرتو به فرورفتگی یا حفره برخورد کند، حجم برهم کنش و در نتیجه تعداد الکترونها ثانویه کاهش می‌یابد [۳، ۱۰].

#### الکترونها بازپراکنده

الکترونها بازپراکنده (back scattered)، که در مقایسه با الکترونها ثانویه، انرژی بسیار بیشتری دارند، تنها به میزان ناچیزی تحت تأثیر میدان الکتریکی جاذب الکترونها ثانویه قرار می‌گیرند. با یک ولتاژ بایاس منفی کوچک الکترونها ثانویه دفع و الکترونها بازپراکنده جذب آشکارساز تکثیر کننده فوتونی می‌شوند. بهره‌ای این آشکارساز با افزایش عدد اتمی عنصر بازپراکنده ساز افزایش می‌یابد. الکترونها بازپراکنده در ناحیه‌ای با وسعت  $d_{be}$  و عمق  $X_{be}$  تولید می‌شوند (شکل ۲). اگر از آشکارساز حالت جامد (solid state detector) استفاده شود [۱۱]، آشکارساز به دو نیمه تقسیم می‌شود و قادر خواهد بود در شرایط استفاده همزمان از این دو نیمه و افزودن علامتهای آنها به یکدیگر تباین عدد اتمی یا توپوگرافی ارائه کند. تفاضل علامتهای دو نیمه تباین توپوگرافی را به تصویر می‌کشد. شکلهای ۳ و ۴ نمونه‌ای از عملکرد این آشکارساز را به دو شیوه یاد شده نشان می‌دهد [۳، ۱۰].

#### نشر پرتو ایکس

وقتی پرتو الکترونی پراانرژی یک نمونه جامد را بمباران می‌کند، پرتوهای ایکس، که انرژی آنها معادل انرژی مشخصه عناصر موجود در



شکل ۳- تصویر BEI آلیاژ ناسازگار پلی استیرن و پلی (۲، ۶-دی متیل فنیل اکسید) پس از لکه گذاری با برم در متانول، فاز دارای برم روشن به نظر می رسد [۳].

جریان ایجاد می کند. جریان پس از تقویت و تبدیل به پالس ولتاژ به تجزیه گر بلندی پالس می رود. در این قسمت پالسهای ورودی با توجه به دامنه های مربوط ذخیره می شوند. در هر دو روش، پرتو الکترونی می تواند روی یک نقطه ساکن

اطلاعات مربوط به عناصر مختلف کاهش می یابد [۱۲]. در روش EDXA، پرتوهای ایکس وارد آشکارساز حالت جامد شده و متناسب با انرژی خود تعدادی زوج الکترون - حفره ایجاد می کنند. این جریان با اعمال ولتاژ بایاس به حرکت در آمده و پالس



(ب)



(الف)

شکل ۴- تصاویر ناحیه ای از نمونه آلیاژ PPO-PBT: (الف) BEI و (ب) SEI فاز PPO با برم در متانول رنگ آمیزی شده است و روشتر به نظر می رسد [۳].

بدون اتلاف انرژی پراکنده می‌شوند. به این پدیده پراکندگی کشسان می‌گویند. با افزایش عدد اتمی عنصر مورد نظر و ضخامت نمونه مورد آزمایش تعداد الکترونهاى پادشده افزایش می‌یابد. بنابراین، شدت پراکندگی با زاویه مشخص متناسب با ضخامت نمونه است. اگر یک متوقف کننده فیزیکی که شکافی با زاویه کوچک دارد در پشت نمونه قرار گیرد، الکترونهاىی که زاویه پراکندگی آنها بزرگ است از پرتو حذف و شدت تصویر در نواحی مربوط به ضخامت جرمی زیاد کمتر می‌شود. این وابستگی شدت به ضخامت جرمی تباین دامنه نامیده می‌شود. با افزایش یا کاهش اندازه زاویه شکاف می‌توان این تباین را کم یا زیاد کرد. در میکروسکوپ الکترونی این شکاف در سطح کانونی عقبی عدسی شیشی قرار دارد و شکاف شیشی نامیده می‌شود. زاویه پراکندگی الکترونها از یک نقطه مشخص نمونه به انرژی پرتو فرودی و بنابراین، ولتاژ شتاب‌دهنده بستگی دارد. افزایش انرژی الکترون، زاویه پراکندگی را کم می‌کند. بنابراین، در زاویه شکاف مشخص، کاهش ولتاژ به افزایش تعداد الکترونهاىی که توسط شکاف متوقف می‌شوند و در نتیجه زیاد شدن تباین منجر می‌شود [۲].

منبع دیگر تباین در میکروسکوپ الکترونی فاز است. تباین فازی مستقل از شکاف عدسی شیشی بوده و تنها به میزان ناچیزی با ولتاژ شتاب‌دهنده و عدد اتمی اتمهای پراکنده ساز متناسب است. بنابراین، مشاهده جزئیات مواد حاوی عناصر سبک را که با تباین دامنه قابل تشخیص نیستند امکان پذیر می‌سازد.

برای بدست آوردن بهترین تباین در کار با میکروسکوپ الکترونی باید ولتاژ شتاب‌دهنده و شکاف شیشی را به دقت بهینه کرد. برای این منظور ضخامت نمونه، عمق میدان عدسی در بزرگنمایی مورد آزمایش و بزرگنمایی مورد نیاز عواملی هستند که باید مورد توجه قرار گیرند [۱۵ و ۱۶].

#### نمونه‌سازی

نمونه‌سازی برای میکروسکوپ الکترونی باید با توجه به هدف مطالعه انجام شود. اگر بررسی سطح نمونه مورد نظر است، نیاز به انجام مراحل برش یا شکست وجود ندارد. ولی، در اغلب موارد مطالعه پراکندگی فازها یا پرکننده در ماتریس هدف است. در چنین مواردی دستیابی به یک سطح بکر و دست‌نخورده از نمونه ضروری است. بدین منظور، معمولاً نمونه را در دمایی پایتتر از دمای انتقال شیشه‌ای آن می‌شکنند و سطح شکست را بررسی می‌کنند.

اگر نمونه رسانای الکتریسیته نباشد، لایه نازکی از یک فلز روی سطح آن کشیده می‌شود تا ضمن برخورد الکترونها به سطح نمونه بار ساکن روی آن جمع نشود. پوشش‌دهی با ضخامت حدود  $100 \text{ nm}$  به یکی از روشهای تبخیر در خلاء یا تراشه‌سازی انجام می‌شود.

باشد یا روی ناحیه‌ای کوچک یا یک خط حرکت کند. اگر ریز تجزیه با پوش پرتو روی ناحیه‌ای از نمونه همراه باشد، می‌توان با استفاده از علامتهای آشکارساز پرتو ایکس، تم ریز را روی لامپ پرتو کاتدی نیز بدست آورد. چون پرتوهای ناشی از عمق نمونه نیز به آشکارساز می‌رسند، بررسی ترکیب سطح نمونه در مورد نمونه‌هایی که از سطح به عمق دارای گرادیان غلظت‌اند با این روش امکان پذیر نیست. برای آنکه خطاهای ناشی از جذب و فلوئورسان در طول مسیر محل تولید تا خروج پرتو ایکس از سطح نمونه به حداقل برسد، لازم است که فیلم نازک و مسطحی از نمونه مورد آزمایش قرار گیرد. تجزیه کیفی سرعت و سهولت انجام پذیر است، اما برای تجزیه کمی انجام این مراحل ضرورت دارد:

- جمع آوری طیف،

- شناسایی عناصر موجود،

- کم کردن تابش زمینه از طیف،

- محاسبه غلظتهای نسبی،

- محاسبه فلوئورسان پرتو ایکس،

- محاسبه کارایی آشکارساز و

- محاسبه تصحیحات مربوط به جذب و خود فلوئورسانی.

برای پلیمرهایی که در اثر تابش پرتو ایکس دچار کاهش جرم می‌شوند تصحیحات مربوط به کاهش جرم با زمان نیز باید اعمال شود [۱۴، ۱۳، ۱۲].

#### اپتیکی میکروسکوپ الکترونی پویشی

معمولاً ولتاژ عمل دستگاه بین چند ولت تا چند کیلو ولت است. معمولاً به عنوان مولد الکترون از رشته تنگستن یا لانتان هگزابورید استفاده می‌شود. عدسی شیشی پرتو الکترونی را روی سطح نمونه کانونی می‌کند. تصویر با جمع آوری نوع مشخصی از علامتها به عنوان تابعی از محل پرتو روی نمونه تشکیل می‌شود. پرتو الکترونی بطور مداوم ناحیه‌ای از سطح نمونه را روشن می‌کند. پوش بوسیله کویل‌های روبش الکترومغناطیسی کنترل می‌شود. برای تشکیل تصویر، علامت ناشی از مکان پرتو الکترونی آشکارسازی و تقویت شده و برای مدوله کردن (modulation) شدت پرتو الکترون ثانویه و بنابراین شدت تصویر در لامپ پرتو کاتدی بکار می‌رود. در این لامپ، کویل‌های منحرف کننده بوسیله همان مولدین پوش که پرتو اولیه را تولید کرده‌اند، کنترل می‌شود. بدین ترتیب موقعیت مکانی نمونه و تصویر همزمان خواهد بود [۲].

#### تباین دامنه

وقتی پرتو الکترون به هسته‌های اتم برخورد می‌کند به دلیل اختلاف جرم زیاد بین الکترون و هسته، الکترونها با زاویه‌های نسبتاً بزرگ و



(ب)



(الف)

شکل ۵- سطح پلی استال قالبگیری شده (الف): صاف است، (ب) حکاکی در زمان کوتاه سوراخهایی ایجاد می کند که عمق دارند و در جهت جریان پلیمر جهت یافته اند [۶].

زیادی با فرایند تولید کنترل می شود، بنابراین میکروسکوپی رزینها و پلاستیکهایی که با روشهایی نظیر روزن رانی، تزریق و قالبگیری فشاری تولید می شوند، می توانند اطلاعات مفیدی درباره ارتباط خواص با ساختار آنها ارائه دهد.

در پلیمرهای تک فاز، تنها یک فاز قابل تشخیص است. بدین ترتیب، هموپلیمرها و کوپلیمرهای اتفافی پلیمرهای تک فاز محسوب می شوند. آلیاژ پلیمرهایی که به خوبی با یکدیگر مخلوط می شوند نیز می تواند تک فاز باشد. این پلیمرها به دلیل تفاوت خواص ویژه نظیر جریان پذیری و دمای ذوب خواص متنوع دارند. PE، IPP، PA و POM گرمانرمهای تک فاز بلوری اند. PS، PMMA و PVAC پلیمرهای تک فاز بی شکل و PS-PPO آلیاژی تک فاز است. پلی استرهای سیر نشده و فنول فرمالدهید پلیمرهای گرماسخت بی شکل و تک فازند.

بررسی میکروسکوپ الکترونی نمونه هایی از PE، POM و PP نشان می دهد که این مواد عملکردی مشابه داشته و ساختار چندلایه مغزه - پوسته دارند. مشخص شده است که در نزدیکی سطح قطعه حفره هایی وجود دارد که کاملاً جهت یافته اند و در مغزه جهت یافتگی آنها بسیار کمتر است. مطالعات انجام شده روی قطعات قالبگیری شده POM نشان می دهد که افزایش دمای بدنه، لایه پوسته خارجی را کوچک کرده و مغزه را بزرگ می کند. بدین ترتیب، مقاومت کششی نمونه در جهت تزریق کاهش می یابد. پلیمرهایی از قبیل پلی استالها ساختار چندلایه ای دارند. در پوسته این نوع پلیمرها جهت یافتگی مشهود است و بدان معناست که زنجیرهای مولکولی در جهت تزریق آرایش یافته اند. در ناحیه مرکزی قطعه، هسته ای وجود دارد که دارای گویچه بوده و آرایش گویچه ها در آن تصادفی است. گویچه های خیلی کوچک را می توان با میکروسکوپ الکترونی مشاهده کرد. البته،

متداولترین پوششها طلا، آلیاژ طلا - پالادیم، آلومینیم و کربن است. برای تصویرگیری با الکترونهای ثانویه پوشش Au-Pd مناسب است، زیرا بهره الکترونهای ثانویه را زیاد می کند. از آنجا که تصویر الکترونهای بازپراکنده به تفاوت بهره الکترونهای بازپراکنده در نقاط مختلف نمونه مربوط است، پوشش دهی با کربن برای آن مناسب است. در تجزیه پرتو ایکس معمولاً پوشش کربن بکار می رود، زیرا خطوط پرتو ایکس سایر پوششها با خطوط عناصر موجود در نمونه تداخل ایجاد می کند [۶، ۵].

از آنجا که تصویر الکترونهای ثانویه جزئیات سطح نمونه را نشان می دهد، هر نوع فرایندی که تمایز جزئیات را در سطح نمونه افزایش دهد، تباین را زیاد می کند. مثلاً، حکاکی بوسیله حلال گزینش گر (که مثلاً یکی از اجزای آلیاژ را بهتر از دیگری حل می کند) یا پلاسمای یونی می تواند تباین را افزایش دهد. برای بررسی ریز ساختار درونی نمونه ها، تهیه سطح شکست روش مناسبی است، اما خط شکست در امتداد نقاط ضعف خودچسبی (self-adhesion) ادامه می یابد.

در مورد تصویرگیری با استفاده از الکترونهای بازپراکنده (back scattered electrons imaging, BEI) و طیفسنجی انرژی پرتو ایکس (x-ray energy spectroscopy, XES)، لازم است نمونه ابتدا مسطح شده تا پس از آزمایش مشخص شود که تباین حاصل به ساختار مربوط است نه توپوگرافی سطح. بنابراین، نمونه را برش می دهند و کاملاً صیقلی می کنند. استفاده از مواد لکه زای دارای اتم سنگین تباین را در این دو روش تصویرگیری افزایش می دهد.

#### کاربردها

رزینها و پلیمرهای مهندسی: از آنجا که ریز ساختار این رزینها تا حدود



فازهاست، افزایش ضربه پذیری مشاهده نمی‌شود.

عواملی که توزیع و اندازه ذرات فاز پراکنده را در سیستمهای چندفازی معین می‌کنند عبارتند از: مقدار الاستومر، سازگاری فازها، نوع فرایند و گرانروی. اگر در سیستم فازی کسر حجمی کوچکتر متعلق به الاستومر باشد، در این حالت به احتمال قوی فاز پراکنده الاستومر است. با افزایش کسر حجمی، ذرات فاز پراکنده بزرگتر شده و این احتمال بوجود می‌آید که ماتریس در ذرات فاز پراکنده محبوس شود (شکل ۶). وجود مجموعه‌های دارای فاز پراکنده و ماتریس موجود در آن ضربه‌پذیری را افزایش می‌دهد. شکل فاز پراکنده معمولاً با تغییر ترکیب، شرایط اختلاط، گرانروی و جهت یافتگی پلیمر تغییر می‌کند. مطالعه میکروسکوپی آلیاژ ۲۰ درصد استیرن-پلی‌اتیلن نشان می‌دهد که فاز پراکنده به صورت نواحی کروی ظاهر می‌شود. در حالی که در شرایط ۵۰ درصد این نواحی بزرگتر می‌شوند و طول آنها زیاد می‌شود. ذرات فاز پراکنده معمولاً در راستای جریان جهت‌گیری می‌کنند. این ذرات در نزدیکی سطح افزایش طول می‌یابند و در جهتی عمود بر سطح قرار می‌گیرند، در حالی که در نزدیکی مرکز به شکل کروی باقی می‌مانند. اگر ذرات از  $2 \mu\text{m}$  / ۰ کوچکتر باشند، روی ضربه‌پذیری اثری ندارند بدیهی است که با تغییر ماتریس و فاز پراکنده این اندازه نیز تغییر می‌کند. نوع فرایند نقش مهمی در چگونگی پراکندگی فازها در پلیمرهای چندفازی دارد. تغییر نیروهای برشی و دما ساختار را تغییر می‌دهد. این تغییرات با روشهای میکروسکوپی الکترونی و بویژه میکروسکوپ الکترونی عبوری (transmission electron microscopy) (TEM)، قابل بررسی‌اند [۵،۱۶].

شکل‌شناسی فاز پراکنده در کopolymerها را نیز می‌توان از طریق میکروسکوپی الکترونی سطح شکست نمونه معین کرد [۱۸]. برای این منظور یا نمونه پس از غوطه‌ور شدن در نیتروژن مایع شکسته می‌شود و یا با روشهای فیزیکی دیگر نمونه‌سازی انجام می‌گیرد. تصویر میکروسکوپ الکترونی سطح شکست کopolymer POM-PP در شکل ۷ مشاهده می‌شود. روشن است که دو فاز ناسازگار بوده و به صورت دو فاز مجزا مشخص می‌شوند. قطر ذرات فاز پراکنده در حد  $0.5 \mu\text{m}$  تا  $2 \mu\text{m}$  است. مسیر شکست نمونه از سطح مشترک ذره - ماتریس می‌گذرد و در سطح شکست حفره‌هایی دیده می‌شود که از خارج شدن ذرات طی شکست ناشی می‌شود و بیانگر چسبندگی ضعیف بین دو فاز است.

شکل ذرات فاز پراکنده بوسیله جهت جریان و گرادیان دمایی کنترل می‌شود. ریز ساختار کopolymer PE-PA به بافت پوسته - هسته، که در مورد PE تعریف شد، نزدیک است. جهت یافتگی فاز پراکنده روی خواص مکانیکی سیستم مؤثر است. نواحی کروی در سیستمهایی تشکیل می‌شود که در صورت مایع بودن پلیمر جدایی فاز روی ندهد. SEM این نواحی را نشان می‌دهد (شکل ۸ الف و ب). کج کردن



شکل ۶- شکل‌شناسی پلی‌استیرن ضربه‌پذیر: پلی‌استیرن در فاز پراکنده (لاستیک) محبوس شده است [۹].

این کار بدون استفاده از روشهای نمونه‌سازی مناسب مشکل است. حکاکی شیمیایی، یونی یا پلاسمایی روشهایی موثر در مشاهده گویچه‌اند. میزان تأثیر این روش در شکل ۵ نشان داده شده است [۵،۱۷].

برخلاف پلی‌استالها، PE و PP در پلی بوتیلن ترفتالات و نایلون ساختار چند لایه‌ای مشاهده نمی‌شود. این دو ماده در لایه سطحی جهت یافتگی ندارند و بلوری نیستند یا بطور جزئی بلوری‌اند. ولی، بر حسب شرایط قالبگیری هسته آنها بلوری است.

بی‌شکل بودن پوسته از سرعت سرد شدن پلیمر در سطح و دمای انتقال پایین آن ناشی می‌شود، نه از جریان پلیمر در فرایند شکل‌دهی. بنابراین، در این مواد تنها یک لایه هسته - پوسته مشاهده می‌شود. یکپارخت نبودن ساختار در قطعات قالبگیری شده تزریقی از غیریکپارختی این روش در مقایسه با قالبگیری فشاری و روزن رانی ناشی می‌شود [۶].

کopolymer شدن اتفاقی برای اصلاح خواص سیستم تک‌فاز و کopolymer شدنهای پیوندی و دسته‌ای برای اصلاح خواص چسبندگی در حفاصل ماتریس - فاز پراکنده بکار می‌روند. افزایش یک پلیمر به پلیمر دیگر می‌تواند باعث بهبود خواص مکانیکی شود. این پدیده در افزایش ضربه‌کشسانی و استحکام کششی PE در ضمن اضافه شدن PP به آن قابل مشاهده است. پلیمرهای چندفازی معمولاً پلاستیکهای چقرمه‌اند که از پراکنده شدن یک جزء نرم الاستومر در ماتریس شیشه‌ای سخت یا در ماتریس گرمانرم حاصل می‌شوند. سطح شکست نایلون اصلاح نشده با SEM بررسی و مشخص شده است که از نوع شککننده است. اضافه کردن فاز الاستومر، عملکرد شکست آن را اصلاح می‌کند [۵،۱۴،۱۷].

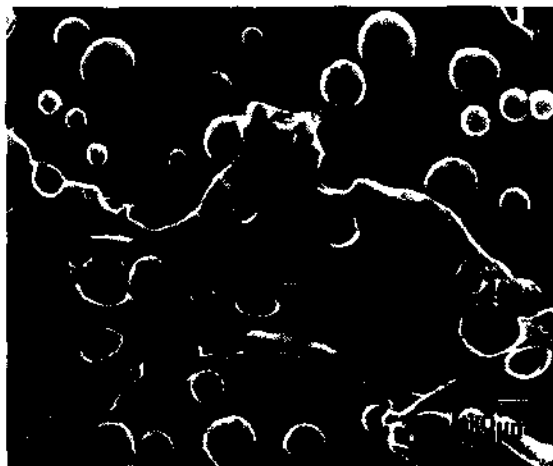
در بعضی موارد، که برای افزایش ضربه‌پذیری پلاستیک آلیاژ آن با الاستومر تهیه می‌شود، مقاومت ضربه‌ای، که مثلاً با دستگاه آزمون استحکام ضربه‌ای ایزود اندازه‌گیری می‌شود، تحت تأثیر اندازه ذرات فاز پراکنده، ترکیب لاستیک و چسبندگی آن به ماتریس قرار می‌گیرد. در یک نوع شکل‌شناسی فازی که نشان‌دهنده سازگاری کامل بین

کاهش یابد و بررسی سریعتر انجام شود شکاف کوچکی در نمونه ایجاد می‌گردد. با وارد ساختن ضربه به کمک یک تیغه خط کش مانند، شکست مصنوعی ایجاد می‌شود.

ریز تجزیه پرتو ایکس و تصاویر BEI، اطلاعاتی در مورد ترکیب عناصر فاز پراکنده و آلودگیهایی که شکست را موجب می‌شوند در اختیار می‌گذارد. اگر یک فاز دارای عنصری باشد که فاز دیگر فاقد آن است، این روش در مطالعه پلیمرهای چندفازی کاملاً مفید خواهد بود. ترکیبی از SEI، BEI و تصاویر عنصری اطلاعاتی فراهم می‌آورد که در درک ترکیب شیمیایی و توزیع عناصر در پلیمرها بسیار مفید است. مثلاً، تصویر SEI شکل ۹ سطح شکست پلیمری را نشان می‌دهد که ذرات بزرگ با اندازه  $10 \mu\text{m}$  و ذرات کوچک با اندازه کسری از میکرومتر فاز پراکنده آن را تشکیل می‌دهند. تصویر BEI نشان می‌دهد که ذرات بزرگ و کوچک هر دو از ماتریس پلیمری روشنتر بوده و بنابراین عدد اتمی بزرگتری دارند. نقشه‌های عنصری مشخص می‌کنند که ذرات کوچک دارای آنتیموان و ذرات درشت دارای کلرند. چون ذرات کوچک در زیر سطح قرار دارند وضوح تصویر حاصل کم است. باید توجه داشت در تصویرگیری به کمک پرتو ایکس عدد اتمی ماتریس و ولتاژ شتاب‌دهنده عوامل تعیین‌کننده‌اند.

#### کامپوزیتها

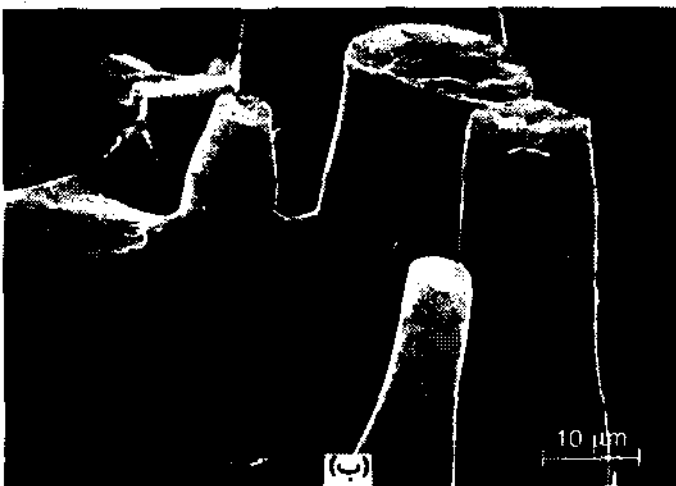
معمولاً کامپوزیتها را به سختی می‌توان برش داد و به همین دلیل ایجاد برش و صاف کردن سطح آنها مشکل است. بنابراین، میکروسکوپی الکترونی سطح شکست، به دلیل عمق میدان زیاد، مناسبترین روش مطالعه آنهاست [۵]. نمونه‌هایی که در آزمونهای خواص فیزیکی یا ضمن کار شکسته‌اند از نظر بررسی اندازه، توزیع و چسبندگی پرکننده



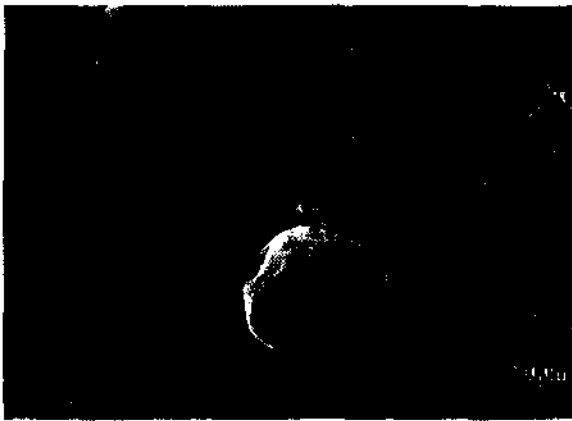
شکل ۷- ذرات فاز پراکنده در کوپلیمر پلی‌پروپیلن - پلی‌اکسی متیلن [۶]

(tilting) نمونه یا تغییر زاویه تابش پرتو به نمونه نشان می‌دهد که نواحی یاد شده به واقع جهت یافته‌اند. امتداد فاز پراکنده در خارج از ماتریس بیانگر چسبندگی بین این فاز و ماتریس است [۱۷، ۱۴، ۵].

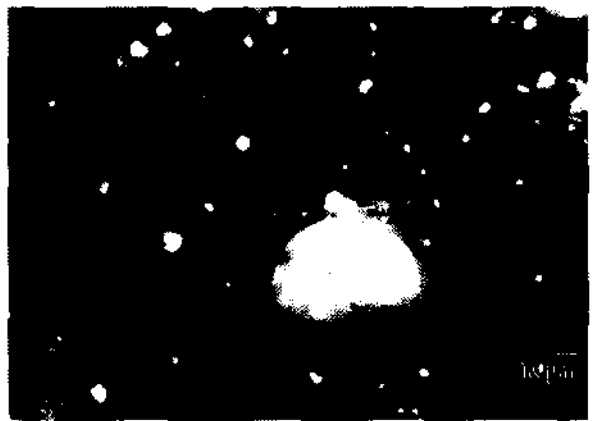
یک موضوع جالب در مطالعه ریز ساختار پلیمرهای چندفازی، بررسی سطح شکست آنها به منظور تعیین علت و شیوه شکست است [۹]. در چنین حالتی سطح شکست ایجاد شده ضمن کاربرد یا طی انجام آزمون مکانیکی مورد مطالعه قرار می‌گیرد. فرایند شکست نمی‌تواند کنترل شده باشد و در این مورد زمان یک عامل بحرانی است. لوله‌های پلاستیکی مورد استفاده در انتقال آب و گاز عموماً از PVC یا پلی‌کربنات سنگین تهیه می‌شوند. در این حالت شکست محدودیتی بر کاربرد این مواد اعمال می‌کند. برای آنکه زمان مربوط به شکست طبیعی



شکل ۸- سطح شکست آلیاژ پلی‌آمید ۶ با کوپلیمر وینیل استات - پلی‌اتیلن که در دمای  $22^{\circ}\text{C}$  روزنرانی شده است: (الف) به مدت ۳ دقیقه، (ب) به مدت ۱۰ دقیقه [۱۶].



(ب)



(الف)

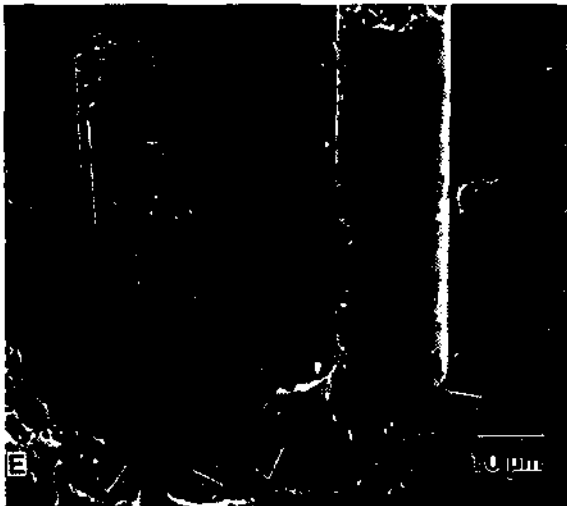


(د)



(ج)

شکل ۹- (الف) تصویر SEI یک پلیمر چندفازی که دارای ذرات بزرگ فاز پراشیده، ذرات کوچکتر و سوراخهایی است، (ب) تصویر BEI سطح که نشان می‌دهد ذرات عدد اتمی بزرگتر از ماتریس دارند، (ج) نقشه عنصری که نشان می‌دهد ذرات کوچک آنتیموان دارند و (د) ذرات بزرگتر حاوی کلر است [۶].

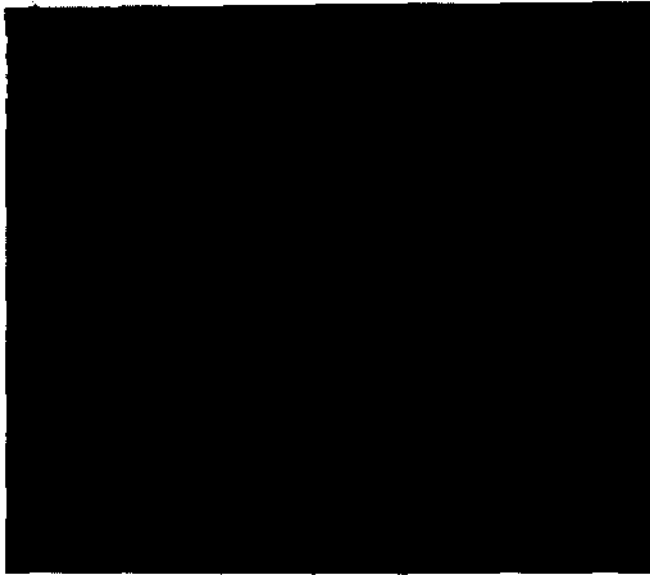


(ب)



(الف)

شکل ۱۰- سطح شکست دو نمونه کامپوزیت: (الف) الیاف به موازات پوسته جهت یافته و شکست ماتریس از نوع شکننده است و (ب) الیاف از سطح نمونه خارج شده و ترکندگی رزین کم است [۶].



شکل ۱۱- بررسی سطح EPR : (الف) قبل از اصلاح به کمک لیزر، (ب) پس از آنکه با کمک پرتو لیزر سطح اصلاح شد [۲۵].

#### امولسیونها و لاتکسها

اندازه ذرات، توزیع اندازه ذرات و شکل ذرات امولسیون خواص آن را معین می‌کند. با استفاده از روشهای آماده‌سازی مناسب می‌توان به کمک SEM به بررسی عوامل یاد شده پرداخت.

در مورد لاتکسها نیز می‌توان به کمک SEM اندازه، توزیع اندازه و شکل ذرات را بررسی کرد. با این حال، ابزار موثرتر میکروسکوپ الکترونی عبوری است. لاتکسها تشکیل فیلمهایی را می‌دهند که با SEM به آسانی قابل مشاهده و بررسی است و قابلیت آنها را در ایجاد پوشش روی سطوح نشان می‌دهد [۶].

#### چسبندگی و چسب

با توجه به گستردگی و تنوع کاربرد چسبها، مطالعه فصل مشترک چسب و سطحی که چسب روی آن اعمال می‌شود برای تعیین استحکام لایه‌برداری و ارتباط خواص نظیر استحکام پوستگی با شکل‌شناسی ضروری به نظر می‌رسد. چنین مطالعاتی غالباً با SEM انجام می‌گیرد. در بسیاری از موارد سطح یاف با یک ماده پلیمری پوشش داده شده و آماده می‌شود [۶].

#### سایر کاربردها

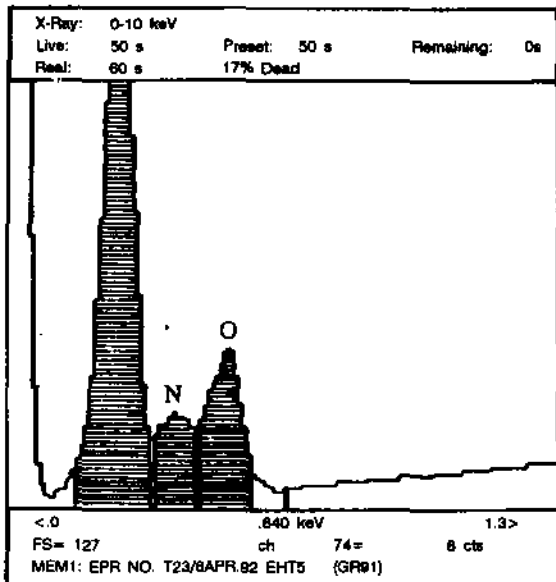
وقتی سیالات سنگین پلیمری با تغییر دما، فشار یا سیالیت فراورش می‌شوند، ممکن است تاحد زیادی انتقال فاز از طریق پدیده نفوذ روی دهد. اشاره می‌شود که در محلولهای غلیظتر به دلیل درگیر شدن زنجیرها سرعت انتقال فاز کاهش می‌یابد. ضریب نفوذ به وزن مولکولی و دما

لیفی یا ذره‌ای به ماتریس مورد توجه‌اند. میزان بیرون آمدگی یاف از سطح شکست معیاری برای سنجش بعضی از خواص مکانیکی است. بررسی طول یاف نیز عامل مهمی است، زیرا معمولاً فقط یک طول بحرانی وجود دارد که حداکثر تقویت کنندگی را ایجاد می‌کند. طی فرایند تزریق، طول یاف نسبت به طول بحرانی کوتاه شده و بدین ترتیب خواص کامپوزیت تضعیف می‌شود. تصاویر SEI سطح شکست دو نمونه کامپوزیت در شکل‌های ۱۰ الف و ب نشان داده شده است. در پوسته جهتگیری یاف به موازات سطح است و در هسته جهت‌یافتگی وجود ندارد (شکل ۱۰ الف). شکل ۱۰ ب نشان می‌دهد که ترشدگی لیف با رزین خیلی ضعیف است.

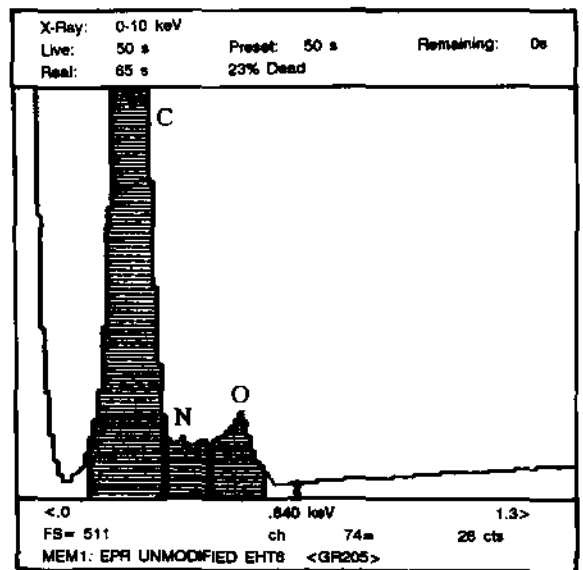
نحوه انتشار ترک در کامپوزیتهای تقویت شده با یاف کربن در ترک خواص مکانیکی این مواد اهمیت بسزایی دارد. نحوه انتشار این ترکها، توزیع یاف در رزینهای از قبیل اپوکسی، ترشدگی لیف بوسیله رزین و وجود حفره در کامپوزیت، که می‌تواند باعث شروع شکست شود، به روش میکروسکوپی الکترون پویشی قابل مطالعه‌اند.

در سطح شکست نمونه‌های حاوی یاف کربن در رزین حفره‌هایی مشاهده می‌شود که از مرطوب شوندگی بد یاف بوسیله رزین ناشی می‌شوند. بنابراین، در این مواد شکست در سطح مشترک لیف - ماتریس اتفاق می‌افتد.

عوامل متعددی روی خواص مکانیکی کامپوزیتهای موثرند. از جمله این عوامل می‌توان غلظت، نسبت طول به قطر یاف، آماده‌سازی سطح، نوع فرایند، اندازه متوسط و توزیع اندازه ذرات پرکننده را نام برد. بسیاری از این عوامل را می‌توان به کمک SEM بررسی کرد [۱۷، ۵].



(ب)



(الف)

شکل ۱۲- طیف تجزیه پرتو ایکس (الف) پرتو ایکس نمونه EPR اصلاح نشده و (ب) سطح پیوند شده با آکریل آمید [۲۴].

اصلاح کرد. از جمله این روشها اصلاح سطح PDMS به کمک لیزر و پیوند زنی آکریل آمید روی سطح EPR رامی توان نام برد. در چنین مواردی بروز تغییرات در سطح نمونه ها به روش میکروسکوپ الکترونی و انجام فرایند کویلیم شدن به کمک تجزیه انرژی تفکیکی پرتو ایکس قابل مطالعه اند (شکل های ۱۱ و ۱۲). همان طور که از شکل ۱۲ پیداست، در طیف پرتو ایکس نمونه پس از اصلاح سطح، عنصر نیتروژن دیده می شود که بروشنی بر انجام فرایند کویلیم شدن دلالت دارد [۲۴، ۲۵].

به کمک ترکیبی از روشهای ولتاژمتری و تجزیه پرتو ایکس با دستگاه SEM می توان فلزات نادر را بروی الکتروند نشانند و ضخامت لایه ته نشین شده و مشخصات آن را بررسی کرد [۲۶].

مطالب یاد شده تنها گوشه ای از قابلیت های SEM را در مطالعات میکروسکوپی نشان می دهد. استفاده از این میکروسکوپ، به دلیل همراه بودن تجزیه گر پرتو ایکس با آن، در بسیاری از زمینه ها رایج و مفید است. امروزه، از این ابزار در بررسی پراکندگی پرکننده و شکل ذرات آن در ماتریسهای پلیمری، اندازه گیری ابعاد این ذرات و تعیین جنس آنها [۲۷]، بررسی سالم بودن قطعات بسیار کوچک الکترونیکی، بررسی پدیده های خوردگی، نواحی خورده شده و عوامل خورنده در فلزات و بسیاری زمینه های دیگر استفاده می شود.

### نتیجه گیری

میکروسکوپ الکترونی پویشی با بزرگنمایی بیش از صد هزار مرتبه و

بستگی دارد. در شرایطی که پلیمری بدون عنصر مشخص در مجاورت پلیمر حاوی عنصری مشخص نظیر کلر جریان می یابد، نیم رخ غلظت کلر در پلیمر را می توان در محصول بدست آورد [۱۹].

پلیمرها ساختار مولکولی مشخصه دارند و در این ساختار زنجیرهای پلیمری در یکدیگر گره می خورند. با استفاده از میکروسکوپی جدید امروزی می توان مشاهده کرد که در این پلیمرها نواحی درشت مولکولی لینی شکلی بوجود آمده اند که لیفچه نامیده می شوند. معمولاً ابعاد لیفچه ها بسیار متغیر است. لیفچه ها و فضای بین آنها را با میکروسکوپی الکترونی دارای قدرت تفکیک زیاد می توان مشاهده می شود [۱۹].

مکانیسم شکست در کامپوزیتهایی که با الیاف شیشه تقویت شده اند به کمک SEM قابل تعیین است. همچنین می توان مکانیسم شکست طی خستگی پلاستیک تقویت شده با الیاف شیشه (GRP) و تغییر این مکانیسم با درصد تقویت کننده را بررسی کرد [۲۰، ۲۱].

استفاده از پلیمرها در ساخت اعضای مصنوعی بدن کاربرد روزافزون دارد. تغییرات فیزیولوژیک ناشی از قرار گرفتن این اعضا در بدن، بویژه تغییرات سلولهای بیگانه خوار و عکس العمل آنها در برابر عضو جایگزین، از اهمیت ویژه ای در بررسی سازگاری عضو با بدن برخوردار است. انجام چنین مطالعاتی با کمک SEM امکان پذیر است [۲۲، ۲۳].

به منظور تغییر خواص آب سازگاری و زیست سازگاری الاستومرهای زیست سازگار و در نتیجه قابل پیوند شدن این پلیمرها در سیستم های حیاتی بدن لازم است با روشهایی خواص سطحی آنها را

- 11 Ingel J. and Crouch S.; *Spectro Chemical Analysis*; Prentice-Hall, New Jersey, 1988.
- 12 Manchester; *Analytical Electron Microscopy*; Luton Ltd., Manchester, 1987.
- 13 Jenkins R.; *An Introduction to X-Ray Spectroscopy*; John Wiley & Sons, Heyden, 1988.
- 14 Nicholson A.P. and Craven A.J.; *J. Microscopy*; 168, pt 3, 289-300, 1992.
- 15 Joy D. C.; *J. Microscopy*; 161, pt 2, 343-355, 1991.
- 16 Woodward A. E.; *Atlas of Polymer Morphology*; Hanser, 1988.
- 17 Kryszewski M. and Gateski A. J.; *Polymer Blend Processing Morphology and Properties*; 2, Academic, 1984.
- 18 Mark and Bikales; *Encyclopedia of Polymer Science and Engineering*; John Wiley and Sons, 12, 1988.
- 19 Ibid, 14.
- 20 Benzeggagh M.L. and Kenane M.; *Compos. Sci. Tech.*; 56, 4, 439, 1996.
- 21 Evans W. J., Isaac D. H. and Saib K. S.; *Composites*; 27A, 7, 547, 1996.
- 22 Tomczok J. and Tomczock W. S.; *Biomaterials*; 17, 14, 1996.
- 23 Bellon J. M., Bujan J. and Contreras L. A.; *Biomaterials*; 17, 13, 1996.
- 24 - میرزاده، حمید، اصلاح خواص سطحی الاستومر EPR توسط یونددنی لیزری، مجله علوم و تکنولوژی پلیمر، سال ششم، شماره اول، اردیبهشت ۱۳۷۲.
- 25 Mirzadeh H., Katbab A. A. and Burford R. P.; *Radiat. Phys. Chem.*; 41, 3, 507-519, 1993.
- 26 Strein T. G. and Ewing A. G.; *Anal. Chem.*; 65, 1203, 1993.
- 27 Mahmud F. and Atiqullah M.; *Eur. Polym. J.*; 28, 9, 1039, 1992.
- 28 *Scanning Electron Microscope*; Operation Manual, Cambridg Instrument Ltd, England, 1987.

قدرت تفکیک حدود ۳ nm ابزاری مطمئن برای مطالعه در زمینه‌های زیست‌شناسی، متالورژی، الکترونیک و پلیمر است. این دستگاه اطلاعات کاملی درباره ساختار سطح، سطح شکست، پراکندگی فازها، سازگاری بین فازها و جهت یافتگی ارائه می‌دهد. میکروسکوپ الکترونی معمولاً به آشکارساز پرتوایکس مجهز است و امکان تجزیه عنصری در هر نقطه یا ناحیه از نمونه را فراهم می‌سازد. برای افزایش تباین تصویر، روشهای نمونه سازی نظیر حکاکی، لکه زایی و تهیه سطح شکست در دمای کنترل شده بکار می‌روند. عمق میدان بسیار خوب دستگاه باعث می‌شود تا آماده سازی نمونه برای کار میکروسکوپی به آسانی انجام گیرد. تفسیر صحیح نتایج حاصل از دستگاه می‌تواند اطلاعات دقیقی در باره علت تغییر برخی از خواص پلیمرها از جمله خواص مکانیکی در اختیار بگذارد.

### مراجع

- ۱ - قالیچه‌چیان یوسف، کشت‌بد پرویز، فیزیک مدرن، انتشارات امیرکبیر، تهران، ۱۳۶۵.
- 2 Gluert A. M.; *Practical Methods in Electron Microscopy*; 2, North Hollan, 1982.
- 3 Mark, Bikales, Overberger and Menges; *Encyclopedia of Polymer Science and Engineering*; 5, John Wiley and Sons, 1986.
- 4 Belk J. A.; *Electron Microscopy and Microanalysis of Crystalline Materials*; Applied Science, 1979.
- 5 *Rubber Chem. Tech.*; 57, 457, 1984.
- 6 Sawyer C. L. and Grubb D.; *Polymer Microscopy*; Chapman and Hall, 1987.
- 7 Kuo K.H. (Ed.); *The Application of Electron Microscopy to Materials Science*; Proceeding of an International Workshop, China, 1988.
- 8 Mark and Bikales; *Encyclopedia of Polymer Science and Engineering*; 3, John Wiley and Sons, 1985.
- 9 Ibid, 9.
- 10 Bethge H. and Heydenreich J. (Eds.); *Electron Microscopy in Solid State Physics*; Elsevier, 1982.