آزمایش شماره ۳

بررسی نانو ذرات نقره با استفاده از میکروسکوپ تونلی روبشی

۱- هدف

هدف از این آزمایش آشنایی با دستگاه میکروسکوپ تونلی روبشی و اساس کار آن، روش استفاده از آن، و تصویر برداری از نانو ذرات تولید شده در آزمایش اول است.

۲- تئوری آزمایش

پدیده تونل زنی کوانتومی

پدیده‌ی تونل زنی کوانتومی[1] در حیطه مکانیک کوانتوم قرار می‌گیرد که به بررسی اتفاقات رخ داده در ابعاد بسیار کوچک می‌پردازد. این فرایند را نمی‌توان به‌طور مستقیم درک کرد اما مثال‌هایی برای بیان آن در ابعاد بزرگ[2] وجود دارد که فیزیک کلاسیک از توجیه مناسب آنها ناتوان است. برای درک این پدیده می‌توان ذراتی که تلاش می‌کنند از میان سدهای پتانسیل عبور کنند را به توپی تشبیه کرد که تلاش می‌کند از تپه‌ای که پشت آن قرار دارد عبور کند.

مکانیک کلاسیک و کوانتوم با این مسأله به طرق متفاوتی برخورد می‌کنند. مکانیک کلاسیک بیان می‌کند در صورتی که این توپ انرژی کافی برای صعود کلاسیکی و گذر از این سد انرژی را نداشته باشد، نخواهد توانست به

[1] Quantum tunneling
[2] Macroscopic scale

آن سوی سد انرژی گذر کند. بنابراین، با دیدگاه کلاسیک ذراتی که انرژی کافی برای غلبه بر سد انرژی را ندارند توان عبور از آن را نداشته و مجدداً از آن پایین خواهند افتاد. یا به عبارت دیگر نبود انرژی کافی برای نفوذ از یک دیوار، موجب بازگشت یا انعکاس آن و در نهایت، چسبیدن به سطح و جذب شدن آن خواهد شد. با دیدگاه مکانیک کوانتوم، ذرات با احتمال بسیار کمی می‌توانند به طرف دیگر سد انرژی تونل بزنند و از آن عبور کنند.

این تفاوت رفتاری به دلیل نگرش مکانیک کوانتوم به ماده است که برای آن خواص دوگانه موجی – ذره‌ای را متصور است. یکی از توجیهات موجود برای این دوگانگی رفتاری، اصل عدم قطعیت هایزنبرگ است که برای دقت تعیین مکان و انرژی ذرات در یک زمان، محدودیت تعیین می‌کند.

۳- روش کار آزمایش

۳-۱- تجهیزات مورد نیاز

تجهیزات مورد نیاز برای انجام این آزمایش عبارتند از:

- دستگاه میکروسکوپ تونلی روبشی
- دستگاه کند و پاش یونی
- لام شیشه‌ای
- چسب نقره
- مولتی سنج
- دسیکاتور
- سیم‌های مختلف از جنس رمانیم و تنگستن

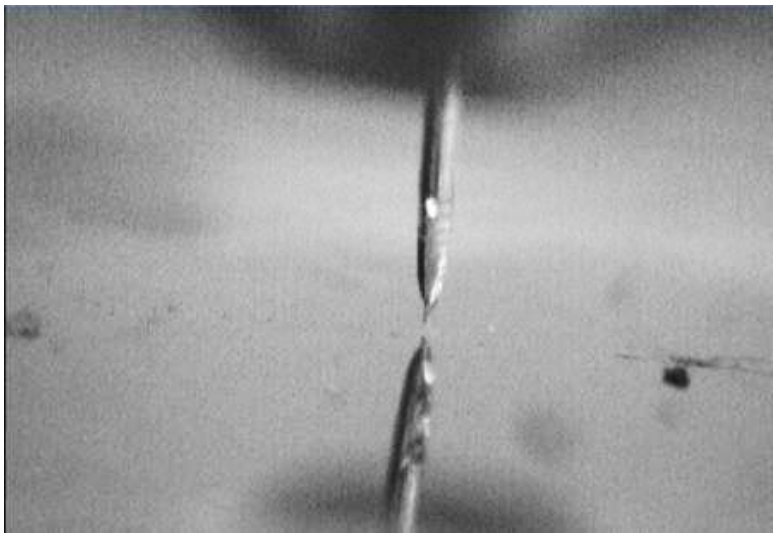
- سیم چین و پنس
- بشر
- آب مقطر
- KOH
- منبع تغذیه DC با خروجی ۶ v یا ۱۲ v
- گیره و پایه آزمایشگاهی

۳-۲- نحوه آماده سازی سوزن STM

یکی از مهم‌ترین عوامل مؤثر بر کیفیت تصویر برداری توسط STM و کارایی دستگاه، کیفیت سوزن مورد استفاده است. از اینرو می‌توان گفت کیفیت تصویر حاصل از STM در شرایط کاملاً ایده‌آل به کیفیت سوزن مورد استفاده بستگی دارد. این حساسیت بالا موجب می‌شود تا همواره نیاز باشد سوزن STM را پس از چند بار استفاده تعویض کرد. بنابراین نیاز است برای تهیه سوزن مورد استفاده از یک روش مناسب و معیار استفاده کرد تا بتوان به‌راحتی، با هزینه اندک و در هر زمانی سوزن مورد نیاز را ساخت.

روش‌های متنوعی برای ساخت سوزن وجود دارد؛ با این حال دو روش بسیار ساده و در دسترس برای ساخت سوزن‌هایی با کیفیت قابل قبول، روش برش مکانیکی و روش تیزاب کاری الکتروشیمیایی است. روش برش مکانیکی ساده‌ترین روش برای ساخت سوزن‌های STM است و برای سیم‌هایی از جنس طلا، پلاتین – ایریدیوم و رمانیوم استفاده می‌شود. در این روش سوزن با استفاده از یک سیم چین برش داده می‌شود؛ به این ترتیب که سیم چین در زاویه‌ای کمتر از ۱۵ درجه با سیم قرار می‌گیرد و سیم برش داده می‌شود. در حین برش سیم و سیم چین در جهت مخالف یکدیگر کشیده می‌شوند تا از این طریق نوک سوزن تیزترین حالت احتمالی را به‌خود

بگیرد. در این روش برای تهیه‌ی سوزن‌های تیز نیاز به مهارت و تجربه‌ی کافی است. با وجود سادگی بسیار این روش، تهیه سوزن‌هایی با نوک اتمی به وسیله‌ی این روش گزارش شده است. شکل ۱ نشان دهنده تصویر سوزنی از جنس طلا که با روش برش مکانیکی ساخته شده است، می‌باشد.



شکل ۱- سوزنی از جنس طلا که با روش برش مکانیکی ساخته شده است.

هشدار ایمنی: به هنگام برش سیم برای ساخت سوزن، حتما جهت سیم و کشش سیم چین به سمت زمین باشد؛ در غیر این صورت احتمال پرتاب سیم به سمت صورت و آسیب چشم وجود دارد.

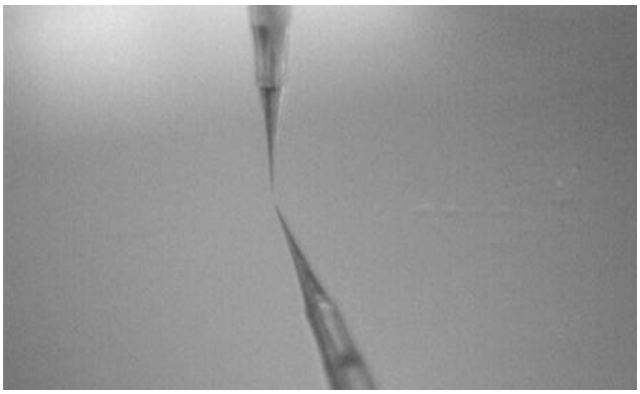
روش دومی که برای ساخت سوزن در آزمایشگاه‌های دانش آموزی نانو فناوری وجود دارد، روش تیزاب کاری الکتروشیمیایی است. این روش برای ساخت سوزن‌های تنگستنی مورد استفاده قرار می‌گیرد. فرایند تیزاب کاری الکتروشیمیایی به این صورت است که فلزی در اثر اعمال جریان الکتریکی در یک محلول حاوی یون‌های فلزی که الکترولیت نامیده می‌شود، حل یا به اصطلاح خرده می‌شود. در این روش از محلول ۱ مولار KOH در آب به‌عنوان الکترولیت استفاده می‌شود. برای ساخت این محلول مقدار ۲/۲۴ g KOH را در ۴۰ ml آب حل کنید.

- هشدار ایمنی: به هنگام کار با KOH حتماً از دستکش استفاده و از تماس مستقیم آن با پوست جلوگیری شود. در غیر این صورت خطر جدی سوختگی و آسیب پوستی ناشی از مواد قلیایی قوی وجود دارد.

در فرایند تیزاب کاری الکتروشیمیایی، جریان الکتریکی از طریق دو قطعه رسانا در محلول ایجاد می‌شود که الکترود نام دارند. در این فرایند یکی از الکترودها خرده شده و اتم‌های آن به‌صورت لایه‌ای بر روی الکترود دوم رسوب می‌کنند. الکترودی که خورده می‌شود کاتد و دیگری آند نام دارد؛ کاتد به جریان مثبت و آند به جریان منفی مولد الکتریکی متصل می‌شود. پس از برقراری جریان الکتریکی، فرایند خورده شدن کاتد آغاز می‌شود. با توجه به اینکه هدف ساخت سوزن نوک تیز از سیم تنگستنی است، سیم تنگستنی در این فرایند نقش کاتد را دارد. جنس آند نیز باید به‌نحوی انتخاب شود که عمر کافی در محیط به شدت قلیایی محلول KOH داشته باشد. سیم رمانیم برای این منظور گزینه مناسبی است.

برای ساخت آند، طول کافی از سیم رمانیم را بریده از یک سر به‌صورت حلقه‌ای در می‌آوریم؛ سپس این حلقه را وارد ظرف انتخابی برای تیزاب کاری الکتروشیمیایی کنید. انتهای آزاد سیم را با استفاده از گیره بر روی بدنه ظرف ثابت کرده و به قطب منفی منبع تغذیه متصل کنید. الکترولیت را داخل ظرف ریخته، سیم تنگستنی را بریده و پس از تاب گیری یک سر آن را وارد محلول کنید. سر دیگر سیم را به قطب مثبت منبع تغذیه وارد کنید. سیم تنگستنی را ابتدا به میزان ۱ cm متر داخل بشر فرو برده بعد از مدت زمان ۳۰ ثانیه با حرکت دادن پایه‌ی فلزی مقدار بیشتری از سیم (در حدود ۱/۵ cm) را وارد بشر کرده اجازه می دهیم واکنش انجام شود. پس از ۳۰ ثانیه‌ی دیگر مقدار بیشتری از سیم را وارد محلول واکنش کرده و اجازه می دهیم سیم بیشتر خورده شود. می‌توان عکس این حالت نیز عمل کرده و ابتدا طولی در حدود ۳ cm از سیم را وارد الکترولیت کرده و به تدریج آنرا از محلول خارج کرد. همچنین می‌توان سیم رابه میزان ۲ cm داخل الکترولیت قرار داده دهیم و بدون دست

زدن به آن اجازه داد که واکنش به طور کامل انجام شود. در نهایت هنگامی که هیچ حبابی از سر سوزن خارج نشد، فرایند خردگی پایان یافته است. پس از این مرحله نیز سوزن را به مدت ۲ دقیقه به همین حالت قرار می‌دهیم. در نهایت پس از خاموش کردن منبع تغذیه، سیم تنگستنی را از محلول خارج کرده و با آب مقطر شست و شو دهید و اجازه دهید در محیط کاملاً آرام و بدون گرد و خاک خشک گردد. در صورت تماس سوزن با اجسام دیگر احتمال آسیب دیدگی و یا آلودگی نوک آن وجود دارد که منجر به خرابی و غیر قابل استفاده شدن آن خواهد شد. مشاهده شده است که روش سوم منجر به تولید سوزن‌هایی با کیفیت بهتر می‌شود. شکل ۲ تصویری از یک سوزن تنگستنی که با این روش ساخته شده است را نشان می‌دهد.



شکل۲- سوزنی از جنس تنگستن که با روش تیزاب کاری الکتروشیمیایی ساخته شده است.

۳-۳- نحوه آماده سازی نمونه برای تصویر برداری با دستگاه STM

همانگونه که در قسمت تئوری آزمایش بیان گردید نیاز است تا نمونه مورد بررسی توسط دستگاه STM رسانای الکتریسیته باشد تا جریان تونلی میان نوک سوزن و سطح نمونه برقرار گردد. در مواردی که نمونه نارسانا است یا رسانایی مناسبی ندارد، بایستی لایه‌ی بسیار نازکی از یک فلز پایدار بر روی نمونه ایجاد شود تا این رسانایی در سطح نمونه حاصل شود. جنس لایه‌ی نازک ایجاد شده بر روی نمونه معمولاً از فلزات نجیب و

خصوصاً طلا می‌باشد که هم توان رشد لایه‌ای دارد و نیز به دلیل پایداری بسیار بالای شیمیایی اکسید نشده و کیفیت خود را از دست نمی‌دهد. با این حال با توجه به قیمت بسیار بالای طلا، می‌توان از پوشش‌های جایگزینی مانند پوشش نقره بهره گرفت؛ به این شرط که فاصله زمانی ایجاد پوشش و تصویر برداری بسیار کوتاه باشد تا احتمال اکسید و غیر قابل استفاده شدن پوشش کم باشد. از اینرو توصیه می‌شود ابتدا نمونه بر روی نگه‌دارنده فلزی چسبانده شود و در ادامه پوشش دهی صورت گیرد. چنین پوشش‌های نازکی را با استفاده از روش کند و پاش یونی ایجاد می‌کنند. دستگاه مربوط به این فرایند در مجموعه آزمایشگاه‌های نانو فناوری موجود است و در صورت نیاز به پوشش کاری نمونه‌ها با این دستگاه به دستور کار آزمایش شماره دو از سری دوم آزمایش‌ها، مراجعه کنید.

علاوه بر رسانایی نمونه نیاز است تا اتصال مناسبی میان نمونه و نگه‌دارنده نمونه در دستگاه وجود داشته باشد تا جریان الکتریکی حاصل از تونل زنی الکترونی به‌خوبی بر قرار شده و توسط سامانه الکترونیکی STM ثبت و پردازش گردد. برای این منظور نمونه‌ها پس از آماده سازی اولیه، با استفاده از چسب نقره بر روی پایه نگهدارنده نمونه تثبیت می‌شوند. برای اطمینان از اتصال مناسب میان نمونه و پایه فلزی، گوشه‌های نمونه و سطح آن در گوشه‌ها را نیز با دقت به چسب آغشته می‌کنیم تا اتصال کامل سطح و پایه حاصل گردد. توجه گردد تنها گوشه-های نمونه به چسب آغشته شود تا سطح اصلی برای تصویر برداری قابل استفاده باشد. زمان کافی برای خشک شدن به چسب نقره را داده شود (حدود ۲۴ ساعت)؛ نمونه در حین خشک شدن حتماً در محیطی آرام و به دور از گرد و غبار نگه‌داری شود تا حداقل آلودگی روی آن ایجاد شود. در نهایت در صورت نیاز نمونه بر روی نگه‌دارنده آن پوشش داده و بر روی دستگاه نصب گردد.

- هشدار ایمنی: در حین کار با چسب نقره، به دلیل سمی بودن ذرات نقره دقت نمایید پوست به چسب آغشته نگردد. همچنین از نفس کشیدن در فاصله نزدیک نمونه خودداری کنید؛ امکان ایجاد مسومیت توسط حلال‌های فرار استفاده شده در چسب وجود دارد.

پس از خشک شدن کامل چسب نقره، با استفاده از یک مولتی سنج، برقراری کامل اتصال میان نمونه و پایه فلزی را بررسی کرده و پس از اطمینان، پایه فلزی را بر روی گیره نگه‌دارنده نمونه قرار داده و با استفاده از پیچ‌های موجود در محل خود محکم کنید. به یاد داشته باشید در تمامی مراحل کار به هیچ وجه سطح نمونه توسط دست شما لمس نگردد، زیرا این امر موجب چرب شدن سطح نمونه و ایجاد لایه عایقی خواهد شد که از ایجاد جریان تونلی ممانعت می‌کند.

در مورد نانو ذراتی که با استفاده از روش انفجار الکتریکی سیم تولید شده‌اند، با توجه به اینکه ذرات در محیط کلوئیدی هستند نیاز است تا آنها را بر روی یک زیر لایه تثبیت کرده و سپس تصویر برداری صورت گیرد. زیر لایه مورد استفاده باید دارای سطح بسیار صیقلی باشد تا نانو ذرات بر روی آن قابل مشاهده باشند؛ با این حال در دسترس‌ترین و ارزان‌ترین زیر لایه موجود لام یا لامل‌های آزمایشگاهی است. لام را در ابعاد مناسب برش داده و با استفاده از چسب نقره بر روی نگه‌دارنده نمونه بچسبانید. سپس با استفاده از قطره چکان یک قطره از محلول حاوی نانو ذرات را بر روی آن بچکانید و اجازه دهید تا به‌طور کامل خشک گردد؛ این کار را چند با تکرار کنید تا تعداد کافی از نانو ذرات بر روی سطح لام تجمع یابد. بهتر است این مراحل درون دسیکاتور انجام شود تا از نشست گرد و غبار بر روی زیر لایه جلوگیری شود. پس از خشک شدن کامل، با استفاده از دستگاه کند و پاش اتمی لایه‌ای از نقره بر روی نمونه ایجاد کنید. پس از اتمام پوشش دهی بلافاصله تصویر برداری از نمونه را انجام دهید.

۳- ۴- نحوه تصویر برداری با دستگاه STM

- توصیه می‌شود پیش از کار با دستگاه، دستور العمل استفاده از دستگاه، تهیه شده توسط شرکت سازنده آن به‌طور کامل مطالعه گردد.

پس از آماده سازی نمونه و اتصال صحیح آن بر روی نگه‌دارنده، با دقت تمام آنرا در محل نمونه نصب کرده و با پیچ‌های موجود در جای خود محکم کنید. سوزن آماده شده را با استفاده از پنس و پیچ گوشتی مخصوص دستگاه بر روی سیستم نصب کنید.

- هشدار: از آوردن فشار به نگه‌دارنده سوزن خودداری کنید. فشار بیش از حد موجب شکستن بلور پیزوالکتریک شده و دستگاه از کار خواهد افتاد.

پس از اطمینان از نصب صحیح نمونه و سوزن در جای خود، به ترتیب رایانه و رابط الکترونیکی STM را روشن کنید وارد محیط نرم افزاری مربوط به تصویر برداری با STM شوید. در صورت نیاز نام کاربر و نوع سوزن مورد استفاده وارد گردد (معمولا این اطلاعات به‌صورت پیش فرض با مقادیر تعیین شده در آخرین استفاده از دستگاه پر شده است). حال نیاز است سوزن به فاصله مناسبی از سطح نمونه که امکان ایجاد جریان تونلی در آن وجود دارد برده شود. این کار را ابتدا به‌صورت چشمی با استفاده از دوربین نصب شده بر روی دستگاه انجام دهید؛ این عمل تا رسیدن سوزن به تصویر حاصل از انعکاس سوزن بر روی نمونه انجام می‌شود. در ادامه سوزن با سرعت بسیار آرام و با توجه به جریان تونلی و فاصله سوزن از سطح نمونه به فاصله مورد نظر رسانده می‌شود. باید توجه داشت که نباید سوزن سطح نمونه را لمس کند و موجب آلودگی سوزن/نمونه، تخریب سوزن/نمونه و یا آسیب دستگاه گردد.

پس از اطمینان از قرار گرفتن سوزن در فاصله مناسب، درب دستگاه را بسته و همچنین مبدل جریان دوربین را از برق جدا کنید. این امر موجب کاهش نویز الکتریکی و ارتعاشی در حین تصویر برداری می‌شود. در انتها اطلاعات مربوط به جریان اعمالی به سوزن و نمونه، جهت روبش سطح نمونه، سرعت روبش، ابعاد سطح روبشی را وارد کرده و دکمه شروع را بزنید. نرم افزار دستگاه آدرس محل مورد نظر برای ذخیره سازی اطلاعات را از شما می‌خواهد؛ پس از تعیین آدرس مورد نظر برای ذخیره اطلاعات تصویر، تصویر برداری آغاز خواهد شد. دقت کنید در حین تصویر برداری از هر گونه اقدامی که موجب ایجاد نویز بر روی دستگاه شده و کیفیت تصویر را کاهش می‌دهد خودداری نمایید؛ اقداماتی از قبیل: راه رفتن و صحبت کردن در نزدیکی دستگاه، استفاده از تلفن همراه و ...

پس از اتمام تصویر برداری با استفاده از نرم افزارهای موجود به بررسی و اصلاح تصاویر تهیه شده بپردازید.

۴- پرسش

- بررسی کنید در صورتی که در حین آماده سازی سوزن، سوزن دارای دو سر نوک تیز باشد چه اتفاقی خواهد افتاد. شرایط را در دو حالت نوک‌های هم ارتفاع و نابرابر بررسی کنید.
- تصویر برداری از نمونه را، در صورت آماده سازی هر دو نوع سوزن، با هر دو سوزن انجام داده و تفاوت تصاویر حاصل را بررسی کنید.
- متوسط اندازه ذرات تولید شده را تعیین کنید.
- با استفاده از تصاویر حاصل، منحنی توزیع اندازه ذرات را رسم کنید.
- شکل هندسی معمول ذرات چیست؟
- با درنظر گرفتن متوسط اندازه ذرات و شکل هندسی آنها، و همچنین مقدار مصرفی سطح ویژه نانو ذرات تولید شده را محاسبه کنید.
- به نظر شما تغییر در شکل هندسی نوک سوزن به تغییری در تصاویر به‌دست آمده خواهد داشت؟ برای تصویر برداری بهتر چه نوع سوزی را پیشنهاد می‌کنید؟