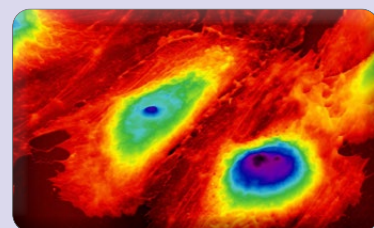


دانش آزمایشگاهی ایران

سال سیزدهم ■ شماره ۱ ■ بهار ۱۴۰۴ ■ شماره پیاپی ۴۹

ISSN 2538-3450



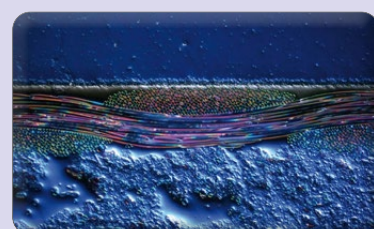
کاربرد میکروسکوپ نیروی اتمی در تحقیقات زیستی؛ با مروری بر کاربرد آن در دندانپزشکی محافظه کارانه و اندودنتیکس



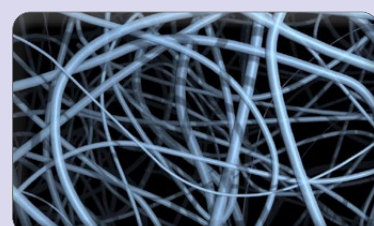
گرماسنجی روبشی تفاضلی - تجزیه گرمایی روش‌هایی برای تشخیص‌یابی بسیار



چگونه انتخاب کنید، کیفیت تصاویر TEM را تعیین می‌کند؟



روش‌های استفاده از رنگ و معرف‌های رنگی در آماده‌سازی نمونه‌های متالوگرافی



تهیه ابرجاذب پلیمری پلی‌اکریلیک اسید/ پلی‌وینیل الکل به روش الکتروریسی بدون نازل و بررسی عوامل موثر دستگاهی بر مورفولوژی آن

کاربردهای میکروسکوپ
الکترونی عبوری به همراه
هوش مصنوعی در حوزه‌های
علمی و صنعتی مختلف

اعتبار ویژه حمایتی شبکه آزمایشگاهی برای شرکت‌های دانش‌بنیان نوپا

پیگیری توسعه شبکه‌سازی آزمایشگاه‌ها در برنامه‌های جمعی

بازین سپورس که در خلق عالم

کلیک



فصلنامه دانش آزمایشگاهی ایران

سال سیزدهم ■ شماره ۱ ■ بهار ۱۴۰۴ ■ شماره پیاپی ۴۹

ISSN 2538-3450

صاحب امتیاز: ستاد ویژه توسعه فناوری نانو معاونت علمی
و فناوری ریاست جمهوری

سردبیر: علیرضا بدیعی

مدیر مسئول: مجتبی نسب

مدیریت اجرایی: شبکه آزمایشگاهی فناوری نانو

دبیر مقالات: داود قزایلو

همکاران این شماره: حسن علم‌خواه، فاطمه بهرامی
منا مختارپور، سیده مهدیه هاشمی، پدram ملائکه، داود قزایلو،
بهروز پرنج، اسماعیل رنجبری، ساناز شبکه

طراحی و صفحه آرایی: سیمین رفیع‌پور لنگرودی

ویراستار: زینب زرینچه

نشانی: تهران، صندوق پستی ۳۴۴-۱۴۵۶۵

تلفن: ۰۲۱ ۶۶۹۴۱۰۸۵

پایگاه اینترنتی: www.IJLK.ir

پست الکترونیکی: info@ijlk.ir



شبکه آزمایشگاهی فناوری نانو

فهرست مطالب

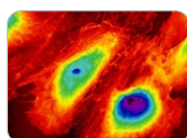
اعتبار ویژه حمایتی شبکه آزمایشگاهی برای شرکت‌های دانش‌بنیان نوپا

۲ <.....
پیگیری توسعه شبکه‌سازی آزمایشگاه‌ها در برنامه‌های جمعی

۲ <.....

فناوری نانو - پوشش‌های فلزی و سرامیکی نانومقیاس - ارزیابی مقاومت
به خوردگی - ویژگی‌ها و روش‌های آزمون

۸ <.....



کاربرد میکروسکوپ نیروی اتمی در تحقیقات
زیستی؛ با مروری بر کاربرد آن در دندانپزشکی
محافظه کارانه و اندودنتیکس

۹ <.....



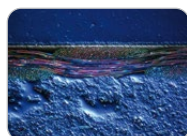
گرماسنجی روبشی تفاضلی - تجزیه گرمایی
روش‌هایی برای تشخیص یابی بسیار

۱۸ <.....



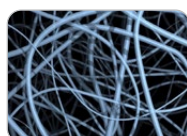
چگونه انتخاب کنید، کیفیت تصاویر TEM
را تعیین می‌کند؟

۲۳ <.....



روش‌های استفاده از رنگ و معرف‌های رنگی در
آماده‌سازی نمونه‌های متالوگرافی

۲۹ <.....



تهیه ابر جاذب پلیمری پلی‌اکریلیک اسید/پلی‌وینیل
الکل به روش الکتروریسی بدون نازل و بررسی عوامل
موثر دستگاهی بر مورفولوژی آن

۳۸ <.....



کاربردهای میکروسکوپ الکترونی عبوری به
همراه هوش مصنوعی در حوزه‌های علمی و
صنعتی مختلف

۵۲ <.....

اخبار

استاندارد

مقالات

اعتبار ویژه حمایتی شبکه آزمایشگاهی برای شرکت‌های دانش‌بنیان نوپا



عضو شبکه آزمایشگاهی پوشش می‌دهد. یونسیان، توضیح داد: این حمایت شامل دو بازه زمانی شش‌ماهه است و در هر شش‌ماه، شرکت‌ها می‌توانند تا سقف ۱۰ میلیون تومان (برای ۷۰ درصد هزینه‌ها) از این اعتبار استفاده کنند. بدین ترتیب، شرکت‌های مشمول در مجموع می‌توانند تا سقف ۲۰ میلیون تومان از این حمایت بهره‌مند شوند. وی درباره روند دریافت این اعتبار افزود: متقاضیان باید به سامانه خدمات اعتباری شبکه آزمایشگاهی به نشانی my.labsnet.ir مراجعه و درخواست فعال‌سازی اعتبار ویژه شرکت‌های دانش‌بنیان نوپا را در بخش اعتبارات ثبت و مستندات لازم را بارگذاری کنند. مهلت استفاده از اعتبار شش ماهه، تا پایان همان نیمسال زمان فعال‌سازی اعتبار است. مستندات مورد نیاز نیز شامل طرح تحقیق و توسعه محصول و آزمون‌های مورد نظر شرکت است که باید به‌صورت مختصر و مکتوب در زمان ثبت درخواست در سامانه بارگذاری شود.

امیر یونسیان، مدیر شبکه آزمایشگاهی کشور با اشاره به نقش مؤثر این شبکه در ارتقای پژوهش‌ها و توسعه فناوری شرکت‌های دانش‌بنیان، افزود: در راستای حمایت از شرکت‌های دانش‌بنیان نوپا، معاونت علمی، فناوری و اقتصاد دانش‌بنیان بخشی از هزینه‌های استفاده از خدمات آزمایشگاهی را به‌صورت یارانه‌ای و در قالب اعتبار حمایتی از طریق مراکز



پیگیری توسعه شبکه‌سازی آزمایشگاه‌ها در برنامه‌های جمعی

تخصصی، استانی و ملی برگزار می‌شود. در بهار سال ۱۴۰۴ نیز چند برنامه برگزار شد که گزارش آن در ادامه آورده شده است.

یکی از ابزارهای توسعه شبکه‌سازی آزمایشگاه‌ها، برقراری روابط سازنده و ایجاد فرصتی برای تبادل اطلاعات و تجارب، برگزاری برنامه‌های جمعی با حضور مدیران و یا کارشناسان مراکز عضو شبکه آزمایشگاهی است. در همین راستا، برنامه‌های جمعی متنوعی در قالب نشست‌های

برگزاری هشتمین نشست کارگروه تخصصی دستگاه‌های پرتو ایکس شبکه آزمایشگاهی کشور



هشتمین نشست کارگروه تخصصی دستگاه‌های پرتو ایکس، روز دوشنبه ۸ اردیبهشت‌ماه ۱۴۰۴ با حضور جمعی از کارشناسان، مدیران و فعالان حوزه آزمایشگاهی از سازمان‌های مختلف، به میزبانی دانشگاه تهران و به صورت حضوری و برخط برگزار شد. این نشست با حضور بیش از ۵۵ نفر از فعالان این حوزه، با هدف بررسی اقدامات گذشته، تشریح برنامه‌های آتی و هم‌افزایی بیشتر بین مراکز دارای تجهیزات اشعه ایکس برگزار شد.

وی در ادامه، از فعالیت‌های ارزشمند کارگروه تخصصی اشعه ایکس تقدیر کرد و آن را نمونه موفق از همکاری و تبادل تجربه میان متخصصان دانست.

♦ مشارکت اعضای کارگروه در تدوین استانداردها

مهندس فریبا علی، دبیر کارگروه تخصصی اشعه ایکس، گزارشی از اقدامات این کارگروه ارائه کرد و به دستاوردهایی مانند تدوین چهار استاندارد ملی، برگزاری دوره‌های تخصصی، انتشار مقالات علمی و برنامه‌ریزی برای توسعه دوره‌های پیشرفته‌تر آموزشی در حوزه XRD و XRF اشاره کرد. وی همچنین بر اهمیت مشارکت اعضا در تدوین استانداردهای ملی و توسعه مقالات علمی تأکید کرد و خواستار حضور فعال‌تر تمامی متخصصان در پیشبرد اهداف کارگروه شد.

در پایان این نشست، شرکت‌کنندگان با حضور در جلسه گفت‌وگو و پرسش و پاسخ، دغدغه‌های خود را مطرح کردند و سپس به‌صورت گروهی از مجموعه آزمایشگاه‌های دانشگاه تهران بازدید به عمل آوردند.

♦ حمایت از ارتقای مهارت‌های کارشناسان با تشکیل کارگروه‌های تخصصی

مهندس مجتبی نسب، دبیر شبکه آزمایشگاهی کشور، با اشاره به رسالت این شبکه در توسعه زیرساخت‌های علمی و فناوری کشور، به تبیین خدمات و حمایت‌های ارائه‌شده برای ارتقای مهارت‌ها و توانمندی کارشناسان تجهیزات پیشرفته پرداخت. وی شکل‌گیری کارگروه‌های تخصصی دستگاهی را گامی مهم و راهبردی در راستای تحقق تعاملات مؤثر دانست و گفت: تعامل، تبادل تجربه، هم‌افزایی و همکاری میان نیروهای متخصص حوزه‌های مختلف، یکی از الزامات ارتقای کیفی خدمات آزمایشگاهی است. این موضوع نه تنها منجر به افزایش دقت و کیفیت خدمات می‌شود، بلکه در توسعه فناوری‌های نوین و ارتقای پژوهش‌ها و محصولات دانش‌بنیان نیز نقش کلیدی ایفا می‌کند. نسب، در ادامه افزود: یکی از اهداف اصلی ما از تشکیل کارگروه‌های تخصصی، حل مسائل و چالش‌های مشترک، تقویت دانش تخصصی و توانمندسازی کارشناسان حوزه‌های مختلف است.

نشست مدیران آزمایشگاه‌های صنعت فولاد در خوزستان



پایلوت‌های آزمایشگاهی، خدمات پیشرفته صنعتی مانند طراحی صنعتی، ساخت نمونه اولیه و تولید سریع را با استفاده از ظرفیت شرکت‌های دانش‌بنیان ارائه کند.

◆ افتتاح نخستین نمایشگاه آزمایشگاه‌های زنجیره معدن و فولاد ایران

مهندس فریبا علی، دبیر کارگروه تخصصی اشعه ایکس، با حضور مدیر شبکه آزمایشگاهی کشور، نخستین نمایشگاه آزمایشگاه‌های زنجیره معدن و فولاد ایران، در تالار چند منظوره فرهنگسرای شرکت فولاد خوزستان آغاز به کار کرد. این نمایشگاه روزهای ۲۶ و ۲۷ فروردین‌ماه ۱۴۰۴ با برگزاری نشست‌های مختلف و ارائه طرح‌ها و مقالات بهبود، فضای تبادل اطلاعات و هم‌اندیشی شرکت‌های معدنی و فولادی با موسسات دانش بنیان در راستای ارتقای سطح تولید کیفی آهن و فولاد را فراهم کرد.

همچنین با حضور امیر یونسین از اعضای کارگروه‌های تخصصی، طرح‌های فن‌آورانه و مقالات برتر با اهدای لوح، تجلیل شد.

چهارمین همایش آزمایشگاه‌های زنجیره معدن و فولاد ایران، به میزبانی شرکت فولاد خوزستان، ۲۷ فروردین‌ماه ۱۴۰۴ با حضور امیر یونسین، مدیر شبکه آزمایشگاهی کشور برگزار شد. امیر یونسین، به نقش کلیدی این شبکه در توسعه پژوهش‌ها و فناوری‌های اولویت‌دار کشور اشاره کرد و گفت: شبکه آزمایشگاهی کشور، بستری برای تسهیل دسترسی صنایع به زیرساخت‌های آزمایشگاهی و تحقیقاتی برای تحقیق و توسعه است و کمک به ارتقای فناوری‌ها در حوزه‌های اولویت‌دار، یکی از راهبردهای این شبکه آزمایشگاهی به شمار می‌رود. یونسین، با تأکید بر اهمیت حوزه‌های راهبردی مانند صنایع، نفت و گاز، غذا و کشاورزی، از برنامه‌های گسترده‌ای برای ارتقاء خدمات آزمایشگاهی در این بخش‌ها خبر داد. و افزود: گسترش دامنه فعالیت‌های شبکه در سطح ملی و بین‌المللی در دستور کار قرار دارد و پیوند مراکز پژوهشی، دانشگاه‌ها و شرکت‌های دانش‌بنیان با صنایع، یکی دیگر از اولویت‌های امسال خواهد بود. یونسین در ادامه بیان کرد: شبکه آزمایشگاهی کشور در نظر دارد با توسعه توانمندی‌ها در عرصه تولید نیمه‌صنعتی و تقویت آزمایشگاه‌ها برای ساخت



نشست مدیران مراکز عضو شبکه آزمایشگاهی در استان گلستان



نشست مدیران آزمایشگاه‌های استان گلستان به میزبانی دانشگاه گلستان، ۲۴ اردیبهشت‌ماه ۱۴۰۴ برگزار شد. در این نشست بیش از ۷۰ نفر از مدیران و نمایندگان آزمایشگاه‌های استان و نمایندگان از سازمان‌های نظارتی از جمله غذا و دارو، استاندارد، پزشکی قانونی، صمت، گمرک و همچنین پژوهشگاه‌های استان حضور داشتند.

کرد که این مراکز در سراسر کشور و در هر دو بخش دولتی و خصوصی فعال هستند. وی همچنین از برنامه‌های حمایتی برای ارتقای دانش و رتبه‌بندی کارشناسان فنی آزمایشگاه‌ها خبر داد و گفت: شبکه آزمایشگاهی، زنجیره‌ای از خدمات‌دهندگان و خدمات‌گیرندگان را در سراسر کشور به هم متصل می‌کند و با تکیه بر حمایت‌های معاونت علمی، نقش مؤثری در توسعه زیست‌بوم فناوری کشور ایفا می‌کند.

♦ حمایت شبکه آزمایشگاهی کشور از توسعه فناوری‌ها



♦ بدون شبکه آزمایشگاهی، توسعه علمی امکان‌پذیر نیست



جعفر میرکتولی رئیس دانشگاه گلستان ضمن خوشامدگویی به مدیران آزمایشگاهی حاضر در این نشست،

امیر یونسین، مدیر شبکه آزمایشگاهی کشور، هدف اصلی شبکه را افزایش بهره‌وری زیرساخت‌های آزمایشگاهی از طریق یک پلتفرم ملی عنوان کرد و گفت: این پلتفرم با اتصال مراکز آزمایشگاهی به یکدیگر و ارائه خدمات متنوع، امکان بهره‌مندی گسترده پژوهشگران و شرکت‌ها را فراهم کرده است. به گفته او، باشگاه مشتریان شبکه آزمایشگاهی نیز با اختصاص یارانه‌ها و پژوهانه‌هایی که از سوی معاونت علمی، فناوری و اقتصاد دانش‌بنیان ریاست جمهوری در اختیار شبکه قرار می‌گیرد، خدمات ویژه‌ای به اعضای فعال ارائه می‌دهد. یونسین، با اشاره به وجود بیش از ۱۹۰۰ مرکز آزمایشگاهی و ۳۶ هزار تجهیز فعال در شبکه، تأکید

◆ معرفی خدمات و توانمندی‌های شبکه آزمایشگاهی کشور



مجتبی نسب، دبیر شبکه آزمایشگاهی کشور، به تشریح خدمات گسترده و توانمندی‌های این شبکه در حمایت از پژوهشگران، صنعت و دانشگاه‌ها پرداخت. نسب با اشاره به جایگاه ویژه شبکه آزمایشگاهی کشور در توسعه فناوری و افزایش کیفیت خدمات آزمایشگاهی، گفت: شبکه آزمایشگاهی کشور با برخورداری از مجموعه‌ای گسترده از آزمایشگاه‌های تخصصی و مجهز در سراسر کشور، زمینه مناسبی برای دسترسی به تجهیزات پیشرفته و خدمات آزمایشگاهی دقیق و قابل اعتماد فراهم کرده است. وی افزود، یکی از اهداف اصلی شبکه، تسهیل دسترسی پژوهشگران و فعالان صنعتی به تجهیزات آزمایشگاهی پیشرفته و خدمات آزمایشگاهی روزآمد است که این امر موجب افزایش کارآمدی پژوهش‌ها و تسريع در فرآیندهای تحقیق و توسعه می‌شود.

◆ ظرفیت‌های ارزشمند آزمایشگاهی استان گلستان



دکتر سید محمد فاطمی، رئیس آزمایشگاه مرکزی دانشگاه گلستان نیز در این نشست و در جریان بازدید از مجموعه آزمایشگاه‌های این دانشگاه، به معرفی بخش‌ها، تجهیزات و توانمندی‌های آزمایشگاه پرداخت و گفت: آزمایشگاه مرکزی دانشگاه گلستان، به رغم کمبودها توانسته

دانشگاه گلستان را میزبان جامعه‌ای فرهیخته و علمی خواند و گفت: خرسندیم که میزبان گروهی از نخبگان علمی کشور هستیم و امیدوارم این نشست‌ها به ایجاد هم‌افزایی و توسعه ارتباطات علمی منجر شود. میرکتولی، با تأکید بر اهمیت آزمایشگاه‌ها در تولید علم، از فعالیت شبکه آزمایشگاهی کشور در ایجاد پیوندهای علمی مؤثر و کمک به رشد علمی دانشگاه‌ها قدردانی کرد. وی، با مرور روند تاریخی جمعیت و پیشرفت فناوری، تأکید کرد: رشد جمعیت در قرون اخیر با جهش‌های علمی و پزشکی همراه بوده و ریشه همه این پیشرفت‌ها در علم است؛ علمی که پایه آن در آزمایشگاه‌ها شکل می‌گیرد. میرکتولی ادامه داد: بسیاری از دستاوردهای علمی و حتی پیشرفت‌های حوزه‌های مختلف مانند بازدارندگی در جنگ‌ها، به دستاوردهای آزمایشگاهی وابسته‌اند. رئیس دانشگاه گلستان، با اشاره به جایگاه روزافزون تجربه‌گرایی در علم، گفت: حتی در علوم انسانی نیز اگر تجربه و آزمایشگاه مبنا نباشد، آن علم نمی‌تواند مفید و معتبر تلقی شود.

◆ پیشرفت‌های علمی و آزمایشگاهی دانشگاه گلستان با حمایت شبکه آزمایشگاهی کشور



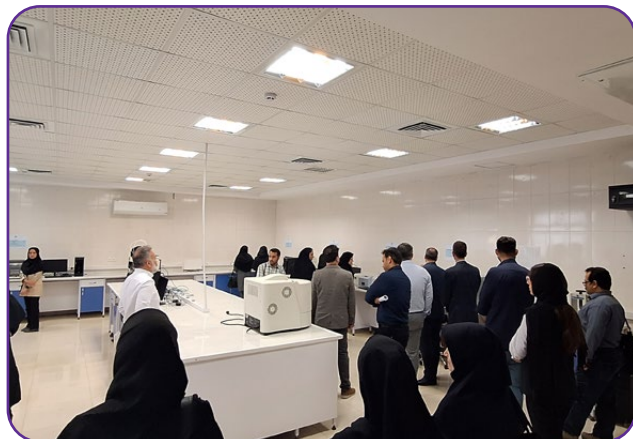
دکتر محمد فرخزاد، معاون پژوهش و فناوری دانشگاه گلستان، در بخش دیگری از این نشست، به تشریح روند رشد علمی و آزمایشگاهی دانشگاه گلستان پرداخت و از همکاری مؤثر با شبکه آزمایشگاهی کشور قدردانی کرد. وی، با اشاره به جایگاه دانشگاه گلستان در رتبه‌بندی‌های ملی و بین‌المللی، اعلام کرد که این دانشگاه در میان دانشگاه‌های تازه تأسیس کشور رتبه نخست بهره‌وری و رتبه سوم مقالات علمی را کسب کرده است. همچنین در رتبه‌بندی معتبر تایمز که شامل دانشگاه‌های وزارت علوم و وزارت بهداشت است، دانشگاه گلستان در سال‌های اخیر موفق به کسب رتبه دوازدهم کشور شده و به‌عنوان رتبه هفتم در میان دانشگاه‌های وزارت علوم شناخته شده است.

است در رتبه‌بندی آزمایشگاه‌های عضو شبکه آزمایشگاهی کشور به رتبه توانمند ارتقا یافته و رتبه نخست در بین آزمایشگاه‌های استان گلستان را به دست آورد. وی افزود این آزمایشگاه و آزمایشگاه‌های زیرمجموعه آن در دانشگاه گلستان با بهره‌گیری از دستگاه‌های تخصصی مانند FTIR, Atomic Absorption, GC, HPLC, XRF, SEM, بهترین شکل ممکن پاسخ دهیم.

در بخش پرسش و پاسخ، حاضرین به پرسش‌ها و دیدگاه‌هایشان پرداختند و در در پایان نشست، با هدف آشنایی شرکت‌کنندگان با توانمندی‌ها، ظرفیت‌ها و خدمات آزمایشگاهی دانشگاه گلستان، بازدید از آزمایشگاه‌های این دانشگاه انجام شد. این بازدید، شامل آزمایشگاه‌های زمین‌شناسی، آنالیز دستگاهی، SEM, AFM, کانی‌شناسی، زیست‌محیطی، زیست‌شناسی، بیوشیمی، ژنتیک، سلولی و مولکولی، فیزیولوژی گیاهی و موزه جانورشناسی بود.

◆ بیان دغدغه‌ها و بازدید از آزمایشگاه‌های گلستان

در بخش پرسش و پاسخ، حاضرین به پرسش‌ها و دیدگاه‌هایشان پرداختند و در در پایان نشست، با هدف آشنایی شرکت‌کنندگان با توانمندی‌ها، ظرفیت‌ها و خدمات آزمایشگاهی دانشگاه گلستان، بازدید از آزمایشگاه‌های این دانشگاه انجام شد. این بازدید، شامل آزمایشگاه‌های زمین‌شناسی، آنالیز دستگاهی، SEM, AFM, کانی‌شناسی، زیست‌محیطی، زیست‌شناسی، بیوشیمی، ژنتیک، سلولی و مولکولی، فیزیولوژی گیاهی و موزه جانورشناسی بود.





تهیه کننده

حسن علم خواه

h.elmkhah@basu.ac.ir

عضو هیئت علمی دانشگاه بوعلی سینا

فناوری نانو - پوشش های فلزی و سرامیکی نانومقیاس - ارزیابی مقاومت به خوردگی - ویژگی ها و روش های آزمون

در انتخاب، آزمون و ارزیابی عملکرد پوشش های مقاوم به خوردگی کمک می کند.

□ روش های آزمون معرفی شده در استاندارد

۱. آزمون مه نمکی^۱: شبیه سازی شرایط خورنده محیط های واقعی با استفاده از پاشش محلول نمکی به منظور ارزیابی مقاومت به خوردگی.

۲. آزمون غوطه وری^۲: بررسی میزان خوردگی با غوطه ور کردن نمونه در محیط خورنده برای مدت زمان مشخص.

۳. آزمون های الکتروشیمیایی:

◆ پلاریزاسیون^۳؛

◆ طیفسنجی امپدانس الکتروشیمیایی^۴: این آزمون ها برای تحلیل دقیق تر رفتار خوردگی در سطوح پوشش داده شده استفاده می شوند.

استفاده از پوشش های نانومقیاس فلزی و سرامیکی می تواند راه حلی مؤثر برای مقابله با خوردگی باشد. با این حال، ارزیابی علمی و دقیق مقاومت به خوردگی این پوشش ها از طریق روش های آزمون استاندارد، شرط لازم برای تضمین عملکرد آنهاست.

این استاندارد به معرفی روش ها و معیارهای ارزیابی مقاومت به خوردگی در پوشش های فلزی و سرامیکی نانومقیاس در کاربردهای صنعتی می پردازد.

خوردگی، به عنوان یکی از چالش های اساسی در صنایع مختلف، فرآیند تخریب مواد بر اثر واکنش با محیط های خورنده است. این پدیده می تواند منجر به آسیب به تجهیزات، کاهش بازدهی و ایمنی، افزایش هزینه های تعمیر و نگهداری، از بین رفتن مواد، ایجاد مخاطرات زیست محیطی و آسیب های فردی شود. برای مقابله با این مشکل، استفاده از پوشش های مقاوم به خوردگی یکی از روش های پرکاربرد و مؤثر به شمار می رود. این پوشش ها با ایجاد یک لایه محافظ، از زیرلایه فلزی یا سرامیکی در برابر عوامل خورنده محافظت می کنند. در این میان، پوشش های نانومقیاس به دلیل خواص منحصر به فرد خود، نقش ویژه ای در بهبود عملکرد ضد خوردگی قطعات ایفا می کنند. این ارزیابی برای اطمینان از کیفیت و عملکرد پوشش ها در شرایط کاری مختلف، ضروری است.

□ دامنه کاربرد

استاندارد حاضر برای تولیدکنندگان، مصرف کنندگان، و پژوهشگران فعال در حوزه فناوری نانو کاربرد دارد و به آنها

1. Salt Spray Test
2. Immersion Test
3. Potentiodynamic Polarization
4. Electrochemical Impedance Spectroscopy (EIS)

نویسندگان

فاطمه بهرامی^۱، منا مختارپور^۱سیده مهدیه هاشمی^{۲*}

۱. آزمایشگاه جامع تحقیقات شمال کشور، دانشگاه علوم پزشکی مازندران

۲. مدیر آزمایشگاه جامع تحقیقات شمال کشور، دانشگاه علوم پزشکی مازندران

*hashemi325@gmail.com

تاریخ دریافت: ۱۴۰۴/۰۱/۲۶

تاریخ پذیرش: ۱۴۰۴/۰۲/۱۱

کاربرد میکروسکوپ نیروی اتمی در تحقیقات زیستی؛ با مروری بر کاربرد آن در دندانپزشکی محافظه کارانه و اندودنتیکس

چکیده

میکروسکوپ نیروی اتمی به یکی از پرکاربردترین ابزارهای تصویربرداری در حوزه‌های فیزیک، زیست‌شناسی و علوم مواد تبدیل شده‌است. این روش مبتنی بر نقشه‌برداری از میدان نیروی اتمی روی سطح مواد با استفاده از پروب‌های غیرمخرب است و امکان بررسی دقیق توپوگرافی و ایجاد تصویر سه‌بعدی از سطح نمونه را فراهم می‌کند. یکی از مزایای اصلی میکروسکوپ نیروی اتمی انعطاف‌پذیری شرایط استفاده از آن است، به‌طوری که تصویربرداری با این روش هم در محیط معمولی و هم در مایع با کمترین کاهش در وضوح انجام می‌شود. میکروسکوپ نیروی اتمی یک روش توپولوژیکی سه‌بعدی با وضوح اتمی بالا برای سنجش سختی سطح و همچنین نوعی میکروسکوپ پروب روبشی است و روش میدان نزدیک آن براساس تعامل بین یک پروب و اتم‌های سطح نمونه عمل می‌کند. روش‌های متعددی برای اصلاح پروب این میکروسکوپ وجود دارد که به بررسی ویژگی‌های سطحی از جمله اندازه‌گیری اصطکاک، نیروهای چسبندگی، خواص ویسکوالاستیک، تعیین مدول یانگ و تصویربرداری از خواص مغناطیسی یا الکترواستاتیکی کمک می‌کند. این روش قادر است هر نوع نمونه‌ای به‌عنوان مثال، پلیمرها، مولکول‌های جذب شده، فیلم‌ها، الیاف و پودرها را در هوا،

در یک محیط کنترل شده و یا در یک محیط مایع تحلیل کند. در دهه گذشته، میکروسکوپ نیروی اتمی به‌عنوان ابزاری قدرتمند برای دستیابی به جزئیات نانو ساختاری و خواص زیست‌مکانیکی نمونه‌های زیستی مانند مولکول‌های زیستی و سلول‌ها ظهور کرده است.

واژه‌های کلیدی

میکروسکوپ نیروی اتمی، دندانپزشکی محافظه‌کارانه، اندودنتیکس، دندانپزشکی، فیلم زیستی، توپوگرافی سطح.

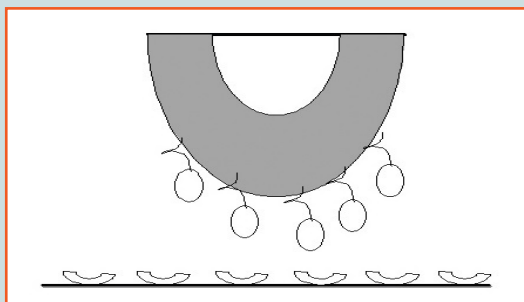
میکروسکوپ نیروی اتمی^۱ یک فناوری تصویربرداری چندکاره است که به مشاهده نمونه‌های زیستی از مولکول‌های منفرد تا سلول‌های زنده کمک می‌کند. AFM نوعی میکروسکوپ پویشگر با وضوح بسیار بالا محسوب می‌شود. این ابزار را می‌توان برای مطالعه، بررسی و تحلیل هر نوع سطحی از جمله پلیمرها، سرامیک‌ها، کامپوزیت‌ها، شیشه و نمونه‌های زیستی به کار برد. این روش به‌عنوان یک روش تصویربرداری غیر نوری سه‌بعدی توپوگرافیک توسعه یافت و اولین بار توسط بینینگ و کوییت در سال ۱۹۸۶ ارائه شد [۱]. طی دهه‌های گذشته، میکروسکوپ نیروی اتمی به‌عنوان ابزاری برای بررسی جزئیات نانو ساختاری و ویژگی‌های زیست‌مکانیکی نمونه‌های زیستی مختلف ظهور کرده است. AFM می‌تواند برای مطالعه و اندازه‌گیری ویژگی‌های مکانیکی غشای سلول‌ها، سفتی سلولی، چسبندگی و ویسکوالاستیسیته (خواص رئولوژیکی سلول) مورد استفاده قرار گیرد. میکروسکوپ نیروی اتمی به‌طور گسترده برای بررسی سازوکار تراکم DNA و تحلیل ژن استفاده شده است. داده‌های اخیر نشان می‌دهند که از AFM در تحقیقات و تشخیص سرطان و همچنین برای بررسی ساختار فوق‌ریز سلول‌های سرطانی استفاده می‌شود [۲].

AFM کاربردهای گسترده‌ای در رشته دندانپزشکی دارد و می‌تواند برای تحلیل توپوگرافی سطح دندان استفاده شود؛ به‌عنوان مثال، برای بررسی شیمی مینای دندان، عاج و مواد مختلف دندانی به کار می‌روند. بررسی توپوگرافی ضایعات غیر پوسیده با AFM به ما کمک می‌کند تا خواص مکانیکی و ویسکوالاستیک انواع ضایعات غیر پوسیده را بهتر درک کنیم. همچنین این روش می‌تواند برای تحلیل توپوگرافی سطح مواد مختلف دندانی به کار رود. میکروسکوپ نیروی اتمی می‌تواند برای بررسی نمونه‌های زیست‌فیلم دندانی استفاده شود؛ که در نتیجه، به ارزیابی مورفولوژی (ریخت‌شناسی) سلول‌های باکتریایی، برهم‌کنش‌ها و دینامیک آن‌ها به‌عنوان فیلم زیستی کمک می‌کند [۳].

میکروسکوپ نیروی اتمی نوعی میکروسکوپ پروبی اسکن کننده است که به جای استفاده از الکترون‌ها یا پرتو نور، از یک پروب بسیار ظریف برای بررسی سطح استفاده می‌کند (شکل (۱)).



شکل (۱): میکروسکوپ نیروی اتمی برای اندازه‌گیری کشسانی [۴].



این نوع میکروسکوپ، نقشه‌های سه‌بعدی از سطوح ارائه می‌دهد. AFM دارای یک پروب (سوزن) است که می‌توان آن را به روش‌های مختلف تغییر داد تا خواص سطح را بررسی کند؛ بنابراین، نسخه‌ای پیشرفته‌تر از میکروسکوپ تونلی روبشی^۲ محسوب می‌شود که قادر است به‌طور تقریبی هر نوع سطحی را در مقیاس نانو تصویربرداری کند (شکل (۲)) [۴].

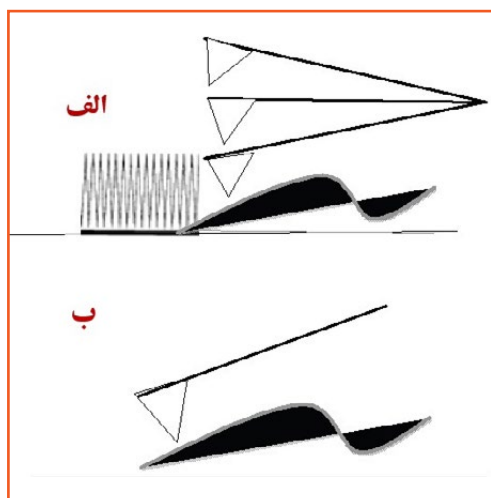
شکل (۲): پروب اصلاح شده میکروسکوپ نیروی اتمی [۴].

اصول AFM

به سطح نزدیک‌تر است. این حالت برای بهبود وضوح جانبی نمونه‌های نرم شناخته شده است.

◆ مدولاسیون نیرو: در این حالت، شیب منحنی به صورت نیرو - فاصله اندازه‌گیری می‌شود که به کشسانی نمونه مربوط می‌شود.

◆ تصویربرداری فازی: در این حالت، تغییر فاز نوسان کانتیلور نسبت به سیگنال محرک اندازه‌گیری می‌شود. این تغییر فاز می‌تواند با ویژگی‌های خاص مواد که بر تعامل نوک/نمونه تأثیر می‌گذارند، مرتبط شود. تغییر فاز می‌تواند برای تمایز نواحی مختلف روی نمونه با ویژگی‌های متفاوت مانند اصطکاک، چسبندگی، ویسکوزیته و کشسانی استفاده شود [۸].



شکل (۳): مقایسه بین دو نوع میکروسکوپ نیروی اتمی اسکن کننده: (الف): حالت ضربه زنده، (ب): حالت تماسی. به‌طور معمول نوع اول، تغییر فرم نمونه را کاهش می‌دهد [۴].

مزایای AFM در زیست‌شناسی و ژنتیک

در دهه گذشته، میکروسکوپ نیروی اتمی به‌عنوان ابزاری قدرتمند برای بررسی جزئیات نانوساختاری و ویژگی‌های زیست‌مکانیکی نمونه‌های زیستی شامل مولکول‌های زیستی و سلول‌ها ظهور کرده است [۹ تا ۱۲]. این دستگاه می‌تواند تغییرات در خواص مکانیکی غشای سلولی [۱۰]، سفتی سلول [۱۱] و ویسکوالاستیسیته سلول [۱۲] را اندازه‌گیری کند. همچنین، طیف‌سنجی نیروی مبتنی بر AFM به‌ویژه برای ارزیابی چسبندگی سلولی [۱۳] مناسب است و می‌تواند سلول‌ها را کشش دهد، به این ترتیب امکان اندازه‌گیری خواص رئولوژیکی آنها را فراهم می‌کند (شکل ۴). مهم‌ترین مزیت روش AFM در زیست‌شناسی، مطالعه نمونه‌های زیستی به‌طور مستقیم در محیط طبیعی آنهاست، به‌ویژه در محلول‌های بافر در شرایط محیط آزمایشگاهی^۵، محیط طبیعی^۶ و حتی در بدن موجود زنده^۷ بدون نیاز به آماده‌سازی نمونه، که قبلاً کاری زمان‌بر بود [۱۴]. این دستگاه همچنین می‌تواند سطح سلول‌های زنده را تا نیروهای مولکولی تک در زمینه زیست‌شناسی سلولی تشخیص دهد. علاوه بر این، هیچ

سازوکار میکروسکوپ نیروی اتمی (AFM) براساس تشخیص نیروهایی است که بین یک پروب تیز و سطح نمونه عمل می‌کنند. این پروب که به‌عنوان سوزن AFM یا حسگر AFM شناخته می‌شود، به یک کانتیلور (نگهدارنده پروب) بسیار انعطاف‌پذیر متصل است. روش‌های مختلفی برای تشخیص حرکت کانتیلور وجود دارد و امروزه بیشتر AFM‌ها از سیستم نوری تشخیص پرتو لیزر استفاده می‌کنند. در این روش، نور لیزر از کانتیلور منعکس شده و به یک آشکارساز موقعیت حساس (فتو دیود) می‌تابد. نوک‌های AFM و کانتیلورها با استفاده از فناوری‌های میکرومکانیکی از سیلیکا یا نیتريد سیلیکون ساخته می‌شوند که باید با سطح مورد نظر در تماس یا نزدیک تماس باشند. نیروهای بسیار کوچکی بین پروب و سطح ایجاد می‌شوند که از طریق پروب به سطح منتقل شده و این نیروها امکان ثبت انحراف کانتیلور توسط دستگاه AFM را فراهم می‌کنند. انحراف کانتیلور به‌عنوان «سختی کانتیلور» شناخته می‌شود که با قانون هوک قابل اندازه‌گیری است. این سختی به‌صورت بصری ثبت شده و در زمان واقعی روی کامپیوتر قابل مشاهده است [۵].

حالت‌های عملکرد AFM

◆ حالت تماس: این حالت به‌طور گسترده‌ای در بین روش‌های مختلف میکروسکوپ نیروی اتمی (AFM) استفاده می‌شود. در این حالت، سوزن AFM به‌طور واقعی با سطح نمونه در تماس است (شکل ۳) [۶].

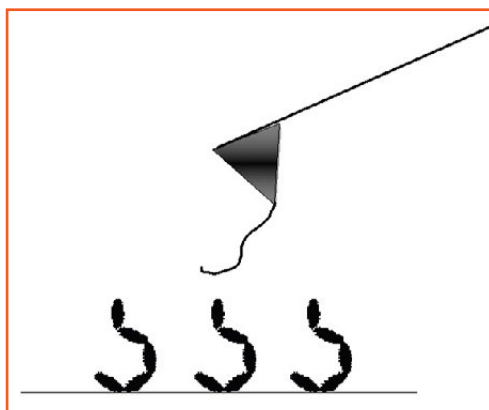
◆ نیروی میکروسکوپی جانبی^۳ به‌عنوان یکی از حالت‌های تصویربرداری در میکروسکوپی نیروی اتمی (AFM) شناخته می‌شود. در این روش، نواحی با نیروهای اصطکاکی بالا و پایین اندازه‌گیری می‌شوند. این روش، خمیدگی جانبی کانتیلور را که ناشی از نیروهای اصطکاکی میان نوک پروب و سطح نمونه است، ثبت می‌کند. به همین دلیل، این روش گاهی به‌عنوان میکروسکوپ نیروی اصطکاکی^۴ نیز شناخته می‌شود.

◆ در حالت نانوتماس، کانتیلور در فاصله‌ای بالاتر از سطح نمونه نوسان می‌کند که در این حالت، نوک کانتیلور دیگر در نظام دفعی نیروهای بین مولکولی قرار ندارد بلکه در نظام جذبی قرار دارد. عملکرد تصویربرداری نانوتماس در شرایط محیطی بسیار دشوار است، زیرا یک لایه نازک آب روی نوک کانتیلور و سطح نمونه وجود دارد. هنگامی که نوک کانتیلور به سطح نمونه نزدیک می‌شود، یک پل مویین کوچک بین نوک و نمونه ایجاد و باعث می‌شود نوک پروب به سطح «پرش کند» و تماس برقرار شود (شکل ۳) [۷].

◆ نیروی پویا/تماس متناوب: این روش به‌عنوان حالت تپشی (تپینگ) نیز شناخته می‌شود. سوزن AFM به سطح می‌زند و یا آن را لمس می‌کند و نسبت به حالت نانوتماس

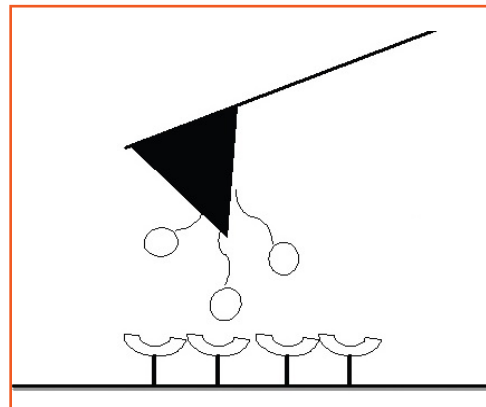
از هیدرولیز آنزیمی می‌تواند با استفاده از حالت تصویربرداری فازی میکروسکوپ نیروی اتمی انجام شود؛ با این حال، در پژوهش انجام شده توسط لیو و همکاران، هیدرولیز سلولز با استفاده از AFM تعیین شد [۲۹]. مشاهده مستقیم فعالیت آنزیم با میکروسکوپ نیروی اتمی امکان‌پذیر است. در یک مطالعه، نوسانات ارتفاع در سطح پروتئین لیزوزیم که روی سطح میکا جذب شده بود، به صورت محلی با AFM در حالت ضربه‌ای و در محیط مایع اندازه‌گیری شد. این نوسانات ارتفاع که اندازه‌ای حدود ۱ نانومتر داشتند و حدود ۵۰ میلی‌ثانیه طول می‌کشیدند، در حضور یک بستر آماده مانند پلی‌گلیکوزیدها روی مولکول‌های لیزوزیم مشاهده شدند. در حضور بازدارنده‌ای مانند چیتوبیوز، این نوسانات ارتفاع به سطحی کاهش یافتند که مشابه حالتی بود که پلی‌گلیکوزید وجود نداشت. ساده‌ترین تفسیر از این نتایج این است که نوسانات ارتفاع مربوط به تغییرات ساختاری لیزوزیم در حین هیدرولیز هستند [۲۹].

تعامل بین میکروب‌ها و تشکیل فیلم‌های زیستی روی سطوح، پیامدهای گسترده‌ای در پزشکی و دندانپزشکی دارد. تشخیص یا شناسایی سطوح میکروبی و اندازه‌گیری مستقیم نیروهای مولکولی و خواص فیزیکی از دیگر کاربردهای پزشکی میکروسکوپ نیروی اتمی هستند. سطح میکروبی، موضوع تحقیقات گسترده علمی بوده است؛ با این حال، این فناوری به تازگی امکان مطالعه کمی تعاملات مولکولی را فراهم کرده است. بنابراین، AFM نه تنها تصویربرداری با وضوح بالا از سطوح میکروبی را ممکن می‌سازد، بلکه اندازه‌گیری مستقیم نیروهای مولکولی و خواص فیزیکی موجود در سطح میکروبی مورد نظر را نیز ارائه می‌دهد [۳۰]. همچنین AFM به لطف نانوپروب خود در ژنتیک برای شناسایی mRNA در سلول‌های زنده استفاده می‌شود. اونوسورگ^{۱۰} و همکارانش^{۱۱} با استفاده از AFM در حالت دینامیک، ویروس‌های پاکس، سلول‌های زنده و mRNA مربوط به هسته آنها را مطالعه کردند [۳۱]. دانلاپ و همکارانش فرآیندهای دینامیکی سازوکار تشکیل تراکم DNA را مورد مطالعه قرار دادند تا دیدگاه بهتری نسبت به سینتیک این فرآیند ارائه دهند [۳۲]. این تحقیق می‌تواند به درک مهمی در زمینه انتقال ژن منجر شود (شکل (۵)).



شکل (۵): مطالعه DNA با میکروسکوپ نیروی اتمی [۴].

محدودیتی در انتخاب نوع محیط، چه آبی و چه غیرآبی، دمای نمونه یا ترکیب شیمیایی نمونه وجود ندارد. مدولیت AFM تنها محدودیت را برای برخی از محیط‌های شفاف دارد که ممکن است نور لیزر را از خود عبور دهد [۱۵ تا ۱۹].



شکل (۴): برهم‌کنش‌های مولکولی از طریق پروب میکروسکوپ نیروی اتمی [۴].

AFM موفقیت‌هایی را در مطالعه ساختارهای DNA در مقیاس نانو نشان داده است که می‌تواند در توسعه ابزار انتقال ژن موثرتر شود. محققان از بسیاری از مزایای AFM استفاده می‌کنند؛ به عنوان مثال، وضوح بالا، آماده‌سازی ساده نمونه، بررسی سریع، تصویربرداری غیر مخرب و همچنین توانایی عملکرد در مایعات و بررسی سازوکارهای تراکم DNA و مواد مختلف بسته‌بندی ژن [۲۰ و ۲۱]. بسیاری از روش‌های تعیین بیان mRNA نیاز به استخراج RNA تام یا تثبیت سلولی دارند که مشکلاتی را در بررسی بیان mRNA در سلول‌های زنده بدون ایجاد مرگ سلولی ایجاد می‌کند. استفاده از روش AFM برای استخراج mRNA از مرگ سلولی جلوگیری می‌کند [۲۲]. لنفوسیت‌ها سلول‌های دفاعی بدن هستند. تجزیه و تحلیل نانو ساختار و نانومکانیک لنفوسیت‌ها با استفاده از روش AFM از حالت استراحت و فعال شدن تا آپوپتوز به محققان در انجام مطالعات ایمنی‌شناسی کمک می‌کند [۲۳].

□ کاربردهای پزشکی و دارویی با روش AFM

AFM روشی نوین برای تشخیص ویژگی‌های غشاهای زیستی است که در دهه گذشته به‌طور گسترده در تحقیقات زیستی استفاده شده است. توانایی AFM در اسکن تعامل بین لایه‌های دوگانه لیپیدی پشتیبانی شده^۸ و دارو مزیت ویژه روش AFM است [۲۴ و ۲۵]. لکرک^۹ و همکاران تعامل بین آزیترومايسين (به عنوان یک آنتی‌بیوتیک) و SLBs را که روی میکا پشتیبانی شده بود با استفاده از AFM تصویربرداری کردند [۲۶] و گوانگ یانگ و همکاران پروتئین‌های غشایی را که نقش ویژه‌ای در غشای سلولی دارند، مطالعه کردند [۲۷]. بررسی پروتئین‌های غشایی با استفاده از AFM یک زمینه تحقیقاتی جدید برای مطالعه تعاملات بین مولکول‌ها در سطح مولکولی باز کرده است [۲۸]. تصویربرداری

به دلیل تثبیت و خشک کردن نمونه‌ها در میکروسکوپ الکترونی روبشی رخ می‌دهد جلوگیری می‌کند. هانینگ و همکارانش مطالعه‌ای با AFM طراحی کردند تا سطح لایه جذب شده پروتئین‌های بزاقی (پلیکول بزاقی) را که به طور زنده روی مینای دندان و سطوح شیشه‌ای تشکیل می‌شود، بررسی کنند [۳۸].

اسید اچ روشی است که برای ایجاد تخلخل‌های ریز در سطح مینا و عاج دندان استفاده می‌شود تا چسبندگی میکرومکانیکی کامپوزیت‌ها را بهبود بخشد (باعث ایجاد فضاهای میکروسکوپی در مینای دندان و افزایش زبری سطح می‌شود). در مطالعه‌ای جدید که توسط سانچزیا^{۱۲} و همکاران انجام شده‌است، مشخصات مینا و عاج گاوی پس از حکاکی با اسید با استفاده از میکروسکوپ نیروی اتمی تصویربرداری شد [۳۹]. الفینیاتا^{۱۳} و همکاران از حالت تپشی AFM برای مطالعه انحلال و تغییر شکل کلژن دندانی استفاده کردند [۴۰]. از بین رفتن مواد معدنی در مینای انسان باعث ایجاد پوسیدگی دندانی می‌شود. ویژگی‌های مکانیکی مینای انسان که در محل از بین رفته است را می‌توان با استفاده از نانوذره‌زنی AFM اندازه‌گیری کرد [۴۱]. درمان با فلوراید یک روش حفاظتی برای جلوگیری از پوسیدگی دندانی در کودکان است. تأثیرات درمان با فلوراید بر حکاکی با اسید فسفریک در دندان‌های شیری توسط چوت^{۱۴} و همکاران با استفاده از حالت تماسی AFM مورد مطالعه قرار گرفته است [۴۲].

یکی از مهم‌ترین زمینه‌های دندانپزشکی مدرن، ایمپلنتولوژی است که می‌توان AFM را به‌عنوان ابزاری برای آزمایش زیست‌سازگاری مواد ایمپلنت با بررسی رفتار چسبندگی سلول‌های استئوبلاست در محیط آزمایشگاهی به کار گرفت. این روش امکان بررسی ریخت‌شناسی سلولی و خواص سیتومکانیکی سلول‌های زنده در مقیاس نانو را فراهم می‌کند. دومک^{۱۵} و همکاران به بررسی کاربرد مواد مختلف در ایمپلنتولوژی و کشسانی سلول‌های زنده پرداختند [۴۳]. همچنین یونگکا^{۱۶} و همکاران از یک نوع خاص از پروب AFM استفاده کردند که براساس رزونانس پلاسمون ذرات نانومتری طلا برای تشخیص زودهنگام کارسینوم سلول‌های سنگفرشی بود [۴۴]. رزونانس ذرات نانومتری می‌تواند تغییرات ریخت‌شناسی و مکانیکی را در مراحل بسیار اولیه تشخیص دهد. مقایسه مکانیک سلول‌های طبیعی و توموری می‌تواند اطلاعات جدیدی در مورد سازوکارهای تبدیل بدخیم ارائه دهد. همچنین به درک چگونگی تهاجم مکانیکی سلول‌ها به بافت طبیعی کمک می‌کند [۴۵]. در حال حاضر، تعداد کمی از مطالعات در این زمینه انجام شده‌است.

■ کاربردهای میکروسکوپ نیروی اتمی در دندانپزشکی ترمیمی

تحقیقات اخیر، از AFM به‌عنوان ابزار تحقیقاتی برای

یکی از کاربردهای دیگر روش میکروسکوپ نیروی اتمی در قلب‌شناسی است. افزایش سن باعث افزایش سختی سلول‌های عضله قلب می‌شود و این تغییرات می‌توانند با استفاده از فرورفتگی نانو در AFM اندازه‌گیری شوند. ساموئل و همکارانش با استفاده از AFM، تغییرات خواص مکانیکی سلولی را در مقیاس نانو در سلول‌های عضله قلب بررسی کردند [۳۳]. همچنین، اسکن اپتیلوم کلیه با AFM می‌تواند برای تشخیص زودهنگام بیماری‌های کلیوی مفید باشد [۳۴]. علاوه بر این، AFM در زمینه ارتوپدی نیز قابل استفاده است و تغییرات در توپولوژی سطح سلول‌های غضروفی که در معرض نیروهای مکانیکی قرار گرفته‌اند را می‌توان با این روش ارزیابی کرد. غضروف، متشکل از کندروسیت‌هایی است که در ماتریکسی از فیبرهای کلژن و در شبکه‌ای از پروتئوگلیکان‌ها قرار دارند که در طول حرکت عادی مفصل، به‌طور دائم در معرض نیروهای زیست‌مکانیکی قرار می‌گیرند. مشخص کردن مورفولوژی سطح، ساختار اسکلت سلولی، چسبندگی و خواص الاستیک این سلول‌های حساس به سازوکار در درک اثرات نیروهای مکانیکی اطراف یک سلول و چگونگی واکنش سلول به تغییرات محیط فیزیکی آن بسیار مهم است. داده‌های AFM نشان داده‌اند که تغییرات مشخصی در توپولوژی سطح سلول و آرایش اسکلت سلولی در سلول‌ها پس از درمان با نیروهای مکانیکی وجود دارد. تصویربرداری AFM و نیروهای کششی پویا ممکن است به غلبه بر اثر عوامل التهابی بر پاسخ غضروفی کمک کند [۳۵].

■ کاربرد AFM در دندانپزشکی

میکروسکوپ‌ها دریچه جدیدی را در حوزه علوم دندانپزشکی باز کرده‌اند. در میان آنها، AFM روش جدیدی است که می‌تواند نه تنها سطوح غیر زنده، بلکه سلول‌های زنده و محیط‌های پویا را نیز تصویر کند. در حال حاضر، بیماری‌های اندودنتیک بسیار شایع هستند. در زمینه درمان ریشه دندان، مناسب بودن جایگیری گوتا پرکا در دیواره‌های کانال بسیار مهم است. از AFM می‌توان برای مطالعه توپوگرافی نوک مخروط گوتا پرکا و به‌عنوان ابزاری قدرتمند و جدید برای ارزیابی مشخصات مستقیم سطوح مخروط گوتا پرکا به کار گرفته شود. کارولین و همکاران توپوگرافی بخش آپیکال چهار نوع مختلف گوتا پرکا را با استفاده از حالت نیروی جانبی AFM مورد مطالعه قرار دادند [۳۶].

پوسیدگی دندان یکی از بیماری‌های بسیار شایع امروزی است. این بیماری به دلیل تشکیل فیلم‌زیستی و کلونیزاسیون باکتری‌ها، (به‌طور عمده استرپتوکوک موتانس)، در پلاک‌های دندانی رخ می‌دهد. سارا و همکارانش عملکرد سطحی استرپتوکوک موتانس، که عامل اصلی ایجاد پوسیدگی دندان در انسان است، مورد مطالعه قرار دادند [۳۷].

میکروسکوپ نیروی اتمی (AFM) ابزاری قدرتمند برای بررسی ساختار سطحی لایه بزاقی (پلیکول بزاقی) در حالت طبیعی و مرطوب آن است. این روش از ایجاد خطاهایی که

پرکا با ارائه ساختار سه بعدی نمونه، مورد استفاده قرار می گیرد [۳۶]. AFM برای اندازه گیری زبری سطح و قابلیت تر شوندگی دنتین کانال ریشه عاج دندان که تحت تأثیر محلول های شستشوی رایج اندودانتیکی مانند هیپوکلریت سدیم قرار گرفته است، استفاده می شود. همچنین، خواص ویسکوالاستیک عاج دندان پس از درمان با مواد شستشوی مختلف اندودانتیکی از طریق فناوری AFM قابل ارزیابی است [۵۱ و ۵۲]. AFM به طور گسترده برای ارزیابی توپوگرافی سطحی کیفی و کمی نیکل - تیتانیوم دستگاه های اندو (روتاری) استفاده می شود. تغییرات ویژگی های سطح روی نیکل - تیتانیوم دستگاه پس از مواجهه با مواد شستشو مختلف را می توان با میکروسکوپ نیروی اتمی بررسی کرد. این فناوری، اطلاعات دقیقی با عوامل قابل اندازه گیری درباره تغییرات و بی نظمی های احتمالی موجود در سطح ابزار ارائه می دهد. همچنین، تجزیه و تحلیل سطح NiTi ابزارهایی که در معرض عملیات های مختلف سطحی مانند سرما درمانی (کرایوتراپی)، پوشش اکسید و درمان های حرارتی قرار می گیرند موجب بهبود خواص عملکردی این ابزارها در اندودانتیکس می شوند [۵۳].

میکروسکوپی نیروی اتمی با مدولاسیون دامنه AM-AFM^{۱۷}، که به عنوان حالت ضربه ای AFM نیز شناخته می شود، یکی از انواع میکروسکوپی پروب اسکن است. AM-AFM توانایی اندازه گیری هم زمان مورفولوژی سطح و تغییرات ترکیبی سطح نقشه برداری شده را دارد. این نوع از AFM می تواند برای تحلیل قدرت چسبندگی مواد و همچنین برای شناسایی نانوذرات مورد استفاده قرار گیرد. نانوذرات، محبوبیت زیادی در زمینه اندودانتیکس برای ضد عفونی کردن کانال های ریشه دارند.

مطالعه فرسایش مینا و فرآیند دمنیرالیزاسیون (کاهش مواد معدنی مینای دندان) عاج استفاده می کنند. AFM می تواند برای تحلیل تغییرات توپوگرافیک و اثر محافظتی ناشی از عوامل بازمینرالیزه کننده (معدنی سازی مجدد دندان) جدید توسعه یافته به کار رود [۴۶]. میکروسکوپ نیروی اتمی امکان مشاهده میکرو مورفولوژی ضایعات سرویکال غیرپوسیدگی و همچنین پهنای عملکرد محل اتصال عاج و مینا در تاج آناتومیکی دندان را فراهم می کند. بررسی سطح عاج، لوله های عاجی و شبکه کلاژن در مقیاس نانو می تواند منجر به پیشرفت هایی در زمینه دندانپزشکی ترمیمی شود و مسیری برای اصلاح زیستی عاج فراهم کند [۴۷ و ۴۸]. میکروسکوپ نیروی اتمی امکان درک برهم کنش بین چسب های دندان و بافت های سخت دندان، به عنوان مثال، مشخصه سازی لایه هیبریدی را فراهم می کند. از AFM می توان برای نانومشخصه سازی و تحلیل توپوگرافیک مواد دندان جدید مانند ویژگی های ویسکوالاستیک (گرانروی کشسانی) و ویژگی های سطحی استفاده کرد [۴۹]. AFM ابزاری حیاتی برای بررسی فراساختار (ساختار بسیار ریز پروتوپلاسم) زیست فیلم ها و خواص زیست فیزیکی سطح سلول های باکتریایی یا کل سلول میکروبی است. این روش می تواند برای تحلیل چسبندگی باکتری ها به سایر میکروب ها، به ویژه بررسی دینامیک برهم کنش های بین گیرنده های سطحی و لیگاند های آنها به کار رود [۵۰].

□ کاربردهای AFM در حوزه اندودانتیکس

AFM در اندودانتیکس برای تحلیل ویژگی های سطحی گوتا

نتیجه گیری

فناوری AFM یک روش توپوگرافی سه بعدی با وضوح اتمی بالا برای اندازه گیری سختی و زبری است. نه تنها AFM می تواند اطلاعات جدیدی در مورد خواص سطح سلول مانند اندازه گیری نیروهای اصطکاک و چسبندگی و خواص ویسکوالاستیک ارائه دهد، بلکه می تواند مدول یانگ را تعیین و خواص مغناطیسی یا الکترواستاتیکی را تصویربرداری کند. علاوه بر این، AFM می تواند هر نوع نمونه را در هر محیطی تجزیه و تحلیل کند. در واقع، ویژگی برجسته AFM این است که می تواند هر نوع نمونه را به طور مستقیم در محیط طبیعی خود بدون نیاز به آماده سازی نمونه که زمان بر بوده و ممکن است خواص سطح را تغییر دهد، مطالعه کند. AFM ابزاری منحصر به فرد برای ارزیابی سطوح سلول های زنده و مرده در مقیاس نانو است و به این ترتیب دریچه جدیدی را برای مطالعه زمینه های مختلف مانند زیست شناسی سلولی، تشخیص تک مولکولی سطح، کیفیت مواد دندان، تعامل مولکولی، درمان های پیشگیرانه دندان و سازگاری زیستی ایمپلنت ها باز کرده است. توسعه بیشتر روش AFM رازهای تعاملات سلولی و مولکولی، سازوکارها و مکانیک ها را روشن خواهد کرد. میکروسکوپ نیروی اتمی به عنوان ابزاری مؤثر و همه کاره برای تحلیل توپوگرافی سطحی دندان و مواد مختلف دندان در نظر گرفته می شود. تحقیقات انجام شده با استفاده از این روش می تواند به انتخاب مواد مناسب برای استفاده بالینی و بهبود روش های بالینی موجود کمک کند. افزایش روزافزون تعداد پژوهش ها در زمینه کاربرد میکروسکوپ نیروی اتمی در دندان پزشکی، نشان دهنده سودمندی و اثربخشی آن است.

پی‌نوشت

- | | |
|--|---|
| 1. Atomic Force Microscope (AFM) | 10. Ohnesorge |
| 2. scanning tunneling microscope (STM) | 11. Dunlap et al |
| 3. Lateral Force Microscopy (LFM) | 12. Sanchesea |
| 4. Friction force microscopy (FFM) | 13. ElFeninata |
| 5. in vitro | 14. Chot |
| 6. in situ | 15. Domek |
| 7. in vivo | 16. Yongkah |
| 8. Supported lipid bilayers (SLBs) | 17. Amplitude-Modulation Atomic Force Microscopy (AM-AFM) |
| 9. Lecrecq | |

مرجع

- [1] Binnig, G., C.F. Quate, and C. Gerber, Atomic force microscope. *Phys Rev Lett*, 1986. 56(9): p. 930-933.
- [2] Jayakumar, S., Application of atomic force microscopy in conservative dentistry and endodontics - A short review. *IP Indian Journal of Conservative and Endodontics*, 2023. 7: p. 160-162.
- [3] Silikas, N., et al., AFM as a tool in dental research. *Microscopy and Analysis*, 2001. 82: p. 19-21.
- [4] Vahabi, S., B. Nazemi Salman, and A. Javanmard, Atomic force microscopy application in biological research: a review study. *Iran J Med Sci*, 2013. 38(2): p. 76-83.
- [5] McClelland, G.M., R. Erlandsson, and S. Chiang. Atomic Force Microscopy: General Principles and a New Implementation. in *Review of Progress in Quantitative Nondestructive Evaluation*. 1987. Boston, MA: Springer US.
- [6] Wiesendanger, R., *Scanning Probe Microscopy and Spectroscopy*. Scanning Probe Microscopy and Spectroscopy, by Roland Wiesendanger, pp. 659. ISBN 0521418100. Cambridge, UK: Cambridge University Press, November 1994., 1994.
- [7] Piner, R.D., et al., "Dip-Pen" nanolithography. *Science*, 1999. 283(5402): p. 661-3.
- [8] Xia, Y. and G.M. Whitesides, Extending Microcontact Printing as a Microlithographic Technique. *Langmuir*, 1997. 13(7): p. 2059-2067.
- [9] Pelling, A.E., et al., Local nanomechanical motion of the cell wall of *Saccharomyces cerevisiae*. *Science*, 2004. 305(5687): p. 1147-50.
- [10] Hörber, J.K. and M.J. Miles, Scanning probe evolution in biology. *Science*, 2003. 302(5647): p. 1002-5.
- [11] Greenleaf, W.J., M.T. Woodside, and S.M. Block, High-resolution, single-molecule measurements of biomolecular motion. *Annu Rev Biophys Biomol Struct*, 2007. 36: p. 171-90.
- [12] Charras, G.T. and M.A. Horton, Single cell mechanotransduction and its modulation analyzed by atomic force microscope indentation. *Biophys J*, 2002. 82(6): p. 2970-81.
- [13] Dufrêne, Y.F., Using nanotechniques to explore microbial surfaces. *Nat Rev Microbiol*, 2004. 2(6): p. 451-60.
- [14] Jiang, Y., et al., Preparation and Characterization of Hollow Spheres with Cubic Mesoporous Shell. *Advanced Materials Research*, 2013. 785-786: p. 382-385.
- [15] Rabinovich, Y., et al., Atomic force microscopy measurement of the elastic properties of the kidney epithelial cells. *J Colloid Interface Sci*, 2005. 285(1): p. 125-35.
- [16] Mathur, A.B., G.A. Truskey, and W.M. Reichert, Atomic force and total internal reflection fluorescence micros-

copy for the study of force transmission in endothelial cells. *Biophys J*, 2000. 78(4): p. 1725-35.

[17] Hoh, J.H. and C.A. Schoenenberger, Surface morphology and mechanical properties of MDCK monolayers by atomic force microscopy. *J Cell Sci*, 1994. 107 (Pt 5): p. 1105-14.

[18] Berdyyeva TK, Woodworth CD, Sokolov I. Human epithelial cells increase their rigidity with ageing in vitro: direct measurements. *Phys Med Biol*. 2005;50:81-92.

[19] Zhao, L., D. Schaefer, and M.R. Marten, Assessment of elasticity and topography of *Aspergillus nidulans* spores via atomic force microscopy. *Appl Environ Microbiol*, 2005. 71(2): p. 955-60.

[20] Osada, T., et al., Clinical laboratory implications of single living cell mRNA analysis. *Adv Clin Chem*, 2004. 38: p. 239-57.

[21] Uehara H, Osada T, Ikai A. Quantitative measurement of mRNA at different loci within an individual living cell. *Ultramicroscopy*. 2004;100:197-201.

[22] Uehara, H., et al., mRNA detection of individual cells with the single cell nanoprobe method compared with in situ hybridization. *J Nanobiotechnology*, 2007. 5: p. 7.

[23] Hu, M., et al., Nanostructure and nanomechanics analysis of lymphocyte using AFM: From resting, activated to apoptosis. *Journal of Biomechanics*, 2009. 42(10): p. 1513-1519.

[24] Firtel M, Henderson G, Sokolov I. Nanosurgery: observation of peptidoglycan strands in *Lactobacillus helveticus* cell walls. *Ultramicroscopy*. 2004;101:105-9.

[25] Muller, D.J., AFM: a nanotool in membrane biology. *Biochemistry*, 2008. 47(31): p. 7986-98.

[26] Mingeot-Leclercq, M.P., et al., Atomic force microscopy of supported lipid bilayers. *Nat Protoc*, 2008. 3(10): p. 1654-9.

[27] Li, G., N. Xi, and D.H. Wang, Probing membrane proteins using atomic force microscopy. *J Cell Biochem*, 2006. 97(6): p. 1191-7.

[28] Oberleithner, H., et al., Visualizing life on biomembranes by atomic force microscopy. *Kidney Int*, 1995. 48(4): p. 923-9.

[29] Liu, H., et al., Visualization of enzymatic hydrolysis of cellulose using AFM phase imaging. *Enzyme and Microbial Technology*, 2009. 45(4): p. 274-281.

[30] Wright, C. and I. Armstrong, The application of atomic force microscopy force measurements to the characterisation of microbial surfaces. *Surface and Interface Analysis*, 2006. 38: p. 1419-1428.

[31] Ohnesorge, F.M., et al., AFM review study on pox viruses and living cells. *Biophys J*, 1997. 73(4): p. 2183-94.

[32] Dunlap, D.D., et al., Nanoscopic structure of DNA condensed for gene delivery. *Nucleic Acids Res*, 1997. 25(15): p. 3095-101.

[33] Lieber, S.C., et al., Aging increases stiffness of cardiac myocytes measured by atomic force microscopy nanoindentation. *Am J Physiol Heart Circ Physiol*, 2004. 287(2): p. H645- 51.

[34] Oberleithner, H., et al., Viewing the renal epithelium with the atomic force microscope. *Kidney Blood Press Res*, 1996. 19(3-4): p. 142-7.

[35] Iscru, D.F., et al., Changes in surface topologies of chondrocytes subjected to mechanical forces: an AFM analysis. *J Struct Biol*, 2008. 162(3): p. 397-403.

[36] Valois, C.R., et al., Atomic force microscopy study of gutta-percha cone topography. *Oral Surg Oral Med Oral Pathol Oral Radiol Endod*, 2004. 98(2): p. 250-5.

- [37] Cross, S.E., et al., Atomic force microscopy study of the structure-function relationships of the biofilm-forming bacterium *Streptococcus mutans*. *Nanotechnology*, 2006. 17(4): p. S1-7.
- [38] Hannig, M., et al., Atomic force microscopy study of salivary pellicles formed on enamel and glass in vivo. *Colloid & Polymer Science*, 2001. 279: p. 479-483.
- [39] Sanches, R.P., et al., AFM characterization of bovine enamel and dentine after acid-etching. *Micron*, 2009. 40(4): p. 502-6.
- [40] El Feninat, F., et al., A tapping mode AFM study of collapse and denaturation in dentinal collagen. *Dent Mater*, 2001. 17(4): p. 284-8.
- [41] Finke, M., et al., Mechanical properties of in situ demineralised human enamel measured by AFM nanoindentation. *Surface Science*, 2001. 491: p. 456-467.
- [42] Choi, S., et al., Effects of fluoride treatment on phosphoric acid-etching in primary teeth: an AFM observation. *Micron*, 2010. 41(5): p. 498-506.
- [43] Domke, J., et al., Substrate dependent differences in morphology and elasticity of living osteoblasts investigated by atomic force microscopy. *Colloids Surf B Biointerfaces*, 2000. 19(4): p. 367-379.
- [44] Kah, J.C., et al., Early diagnosis of oral cancer based on the surface plasmon resonance of gold nanoparticles. *Int J Nanomedicine*, 2007. 2(4): p. 785-98.
- [45] Docheva, D., et al., Researching into the cellular shape, volume and elasticity of mesenchymal stem cells, osteoblasts and osteosarcoma cells by atomic force microscopy. *J Cell Mol Med*, 2008. 12(2): p. 537-52.
- [46] Zapletalová, Z., et al., Examination of dentin surface using AFM (our experience). *Acta Medica (Hradec Kralove)*, 2004. 47(4): p. 343-6.
- [47] Brauer, D.S., et al., Nano- and micromechanical properties of dentine: Investigation of differences with tooth side. *J Biomech*, 2011. 44(8): p. 1626-9.
- [48] Poggio, C., et al., Analysis of dentin/enamel remineralization by a CPP-ACP paste: AFM and SEM study. *Scanning*, 2013. 35(6): p. 366-74.
- [49] Giacomelli, L., et al., Surface roughness of commercial composites after different polishing protocols: an analysis with atomic force microscopy. *Open Dent J*, 2010. 4: p. 191-4.
- [50] Germano, F., et al., Atomic force microscopy of bacteria from periodontal subgingival biofilm: Preliminary study results. *Eur J Dent*, 2013. 7(2): p. 152-158.
- [51] Hu, X., J. Ling, and Y. Gao, Effects of irrigation solutions on dentin wettability and roughness. *J Endod*, 2010. 36(6): p. 1064-7.
- [52] Patil, C.R. and V. Uppin, Effect of endodontic irrigating solutions on the microhardness and roughness of root canal dentin: an in vitro study. *Indian J Dent Res*, 2011;22(11):22_7.
- [53] Fatma, Y. and U. Ozgur, Evaluation of surface topography changes in three NiTi file systems using rotary and reciprocal motion: An atomic force microscopy study. *Microsc Res Tech*, 2014. 77(3): p. 177-82.



واژه‌های کلیدی

پلاستیک گرمانرم، بسیار، تبلور، تجزیه،
Discovery X3 DSC

نویسندگان

پدرام ملائکه^۱

۱. شرکت فنی و مهندسی آزما پلیمر پارس

*pedrammalaekhe@yahoo.com

تاریخ دریافت: ۱۴۰۴/۰۳/۰۳

تاریخ پذیرش: ۱۴۰۴/۰۳/۱۴

گرماسنجی روبشی تفاضلی – تجزیه گرمایی روش‌هایی برای مشخصه‌یابی بسیار

چکیده

سرد شدن تدریجی و مرحله‌ای^۱ در دستگاه گرماسنجی روبشی تفاضلی، به‌عنوان روشی مؤثر برای مطالعه ساختار مولکولی بسپارها به کار می‌رود. الگوی ذوب حاصل از این فرآیند، که پس از سردسازی مرحله‌ای ثبت می‌شود، به‌عنوان یک «اثر انگشت حرارتی» منحصر به فرد عمل می‌کند که نسبت به تغییرات جزئی در ساختار بسیار حساس است. این الگو می‌تواند تغییرات ناشی از شرایط فرآیند بسپارش، وزن مولکولی، کسر و ماهیت هم‌تکپار (کومونومر) را به‌خوبی نشان دهد.

مقدمه

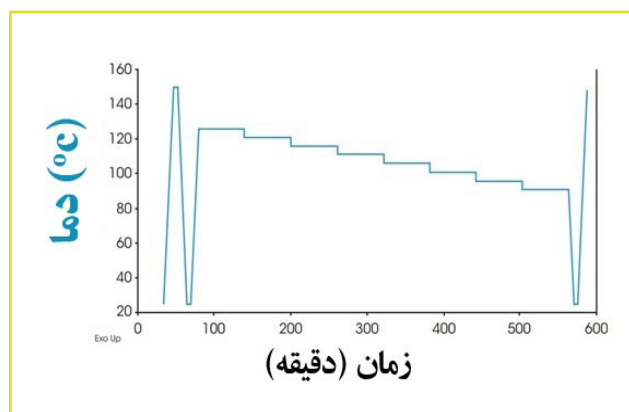
ساختار مولکولی یک بسپار تأثیر چشمگیری بر خواص نهایی آن دارد؛ از این رو، توصیف دقیق تغییرات ساختاری در سطح مولکولی از اهمیت بالایی برخوردار است. در بسپارها، حتی تغییرات جزئی در شرایط بسپارش می‌تواند منجر به تفاوت‌های قابل توجهی در ناهمگنی زنجیره‌ها شود و در نهایت، خواص فیزیکی ماده را تحت تأثیر قرار دهد. علاوه بر این، میانگین وزن مولکولی و توزیع وزن مولکولی زنجیره‌های بسپاری از جمله عوامل کلیدی در قابلیت فرآیندپذیری و پردازش بسپارها محسوب می‌شوند. وجود روشی برای شناسایی تغییرات جزئی میان بچ‌های مختلف تولید، یا تشخیص آلودگی‌های احتمالی در بسپار، برای کنترل کیفیت فرآیند بسپارش ضروری است. در این زمینه، گرماسنجی روبشی تفاضلی به‌عنوان روشی توانمند، با قابلیت اجرا و پیاده‌سازی آسان و ارائه نتایج دقیق در زمان کوتاه، گزینه‌ای ایده‌آل به شمار می‌آید. این روش، نقش مهمی در برقراری ارتباط میان ساختار و خواص فیزیکی بسپارها ایفا کرده و امکان توصیف طول بخش‌های قابل تبلور زنجیره‌های بسپاری را فراهم می‌سازد.

روش‌های جداسازی مبتنی بر گرماسنجی روبشی تفاضلی، که بر پایه تجزیه حرارتی مرحله به مرحله و براساس قابلیت تبلور طراحی شده‌اند، در منابع علمی برای طیف گسترده‌ای از بسپارها گزارش شده‌اند. در این مقاله، دو روش شامل جداسازی هم‌دمای گام به گام و آزمون خودهسته‌زایی همراه با گرمایش و سرمایش متوالی معرفی و بررسی شده‌اند. روش آزمون خودهسته‌زایی و گرمایش و سرمایش متوالی، به دلیل زمان آزمایش کوتاه‌تر، نسبت به روش جداسازی هم‌دمای گام به گام ترجیح داده می‌شود.

در این مطالعه، از دستگاه گرماسنج روبشی تفاضلی چند نمونه‌ای برای تجزیه حرارتی ساختار بلورین در مواد بسپاری استفاده شده‌است. با توجه به طولانی بودن زمان معمول این آزمون‌ها، امکان انجام هم‌زمان چندین نمونه، نقش مؤثری در افزایش بهره‌وری و بهبود نتایج خروجی خواهد داشت.

مورد مطالعه قرار می‌گیرد. این نوع توصیف ممکن است برای بررسی مواد ورودی، بررسی اثرات فرآیندپذیری، مقایسه مواد رقیب یا به‌عنوان ارزیابی اولیه یک ماده جایگزین استفاده شود. برای یک نوع بسیار مشخص، تفاوت در طول زنجیره‌های قابل تبلور می‌تواند منجر به تفاوت در ریخت‌شناسی^۴ بلوری و درنهایت، ویژگی‌های فیزیکی شود. مطالعات اولیه ساده گرمایش - سرمایش - بازگرمایش با استفاده از DSC برخی از تفاوت‌ها را برجسته می‌کند، با این حال، مطالعات عمیق‌تر DSC، با استفاده از روش‌های تجزیه گرمایی، می‌تواند داده‌های بیشتری را فراهم کند. دو رویکرد اصلی برای این کار، روش جداسازی هم‌دمای گام به گام^۵ و آزمون خودهسته‌زایی و گرمایش و سرمایش متوالی^۶ است. این دو روش برای توصیف اثر انگشت مولکولی قابل تبلور طیف وسیعی از بسپارها از جمله پلی‌اولفین‌ها^۷ و پلی‌وینیلیدین فلوراید^۸ استفاده شده‌اند. در هر دو روش، مواد تا دمایی بیشتر از دمای ذوب خود گرم می‌شوند تا هرگونه سابقه گرمایی از بین برود و بعد برای ایجاد یک سابقه گرمایی کنترل‌شده، سرد می‌شوند.

سپس نمونه‌ها تا دمای انتخابی در محدوده ذوب، دوباره گرم می‌شوند. در روش SIST، نمونه برای مدتی به‌صورت هم‌دما نگه داشته می‌شود تا تبلور رخ دهد. سپس دمای نمونه به‌طور معمول ۵ یا ۱۰ درجه سلسیوس کاهش می‌یابد، اگرچه این مقدار می‌تواند توسط کاربر اصلاح شود و دوباره به‌صورت هم‌دما نگه داشته می‌شود. این فرآیند به تعداد دفعاتی که لازم است، تکرار می‌شود تا ناحیه ذوب بسیار را پوشش دهد. سپس نمونه تا کمتر از دمای نقطه ذوب سرد می‌شود و دوباره تا تشکیل مذاب گرم می‌شود تا ساختار بلورین تشکیل شده بررسی شود. نمونه‌ای از مشخصات دمایی در شکل (۱) نشان داده شده‌است.



شکل (۱): نمونه پروفایل دمایی برای روش جداسازی هم‌دمای گام به گام (SIST) [۱].

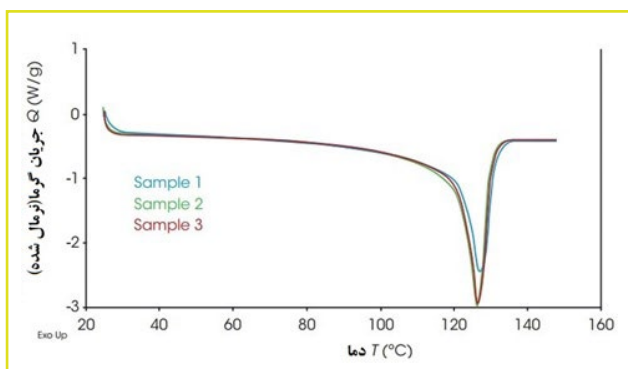
رویکرد SSA از یک پروفایل دمایی متفاوت استفاده می‌کند، به این صورت که نمونه تا دمای انتخابی در محدوده

□ دستگاه گرماسنج روبشی تفاضلی چند نمونه‌ای

دستگاه گرماسنج روبشی تفاضلی چند نمونه‌ای یک سامانه پیشرفته با قابلیت آزمون چند نمونه است که امکان تحلیل حداکثر سه نمونه به‌صورت هم‌زمان را فراهم می‌سازد. این قابلیت، مزایای مستقیمی در افزایش نرخ تحلیل و بهره‌وری فرآیند آزمون به همراه دارد. چنین ویژگی‌ای به‌ویژه در محیط‌های کنترل کیفیت که در آنها سرعت و دقت ارزیابی نمونه‌ها برای رهایی محصول پس از تولید از اهمیت بالایی برخوردار است و بسیار ارزشمند و کاربردی خواهد بود. علاوه بر این، افزایش نرخ برون‌داد نمونه می‌تواند در کاربردهای تحقیق و توسعه‌ای که نیازمند تحلیل‌های عمیق، جامع و دقیق هستند نیز بسیار سودمند باشد. اگرچه روش‌های مرسوم همچنان به‌عنوان ستون فقرات تحلیل‌های گرمایی با استفاده از گرماسنجی روبشی تفاضلی^۲ باقی می‌مانند، اما بهره‌گیری از روش‌های پیشرفته و متمرکزتر می‌تواند جزئیات دقیق‌تری از ساختار و رفتار مواد را آشکار سازد و مزایای تحلیلی بیشتری ارائه دهد. این روش‌های پیشرفته به‌طور معمول به زمان آزمون طولانی‌تری نیاز دارند؛ اگرچه این افزایش زمان ایده‌آل نیست، اما برای دستیابی به داده‌های ضروری و با کیفیت در مطالعات پیشرفته ضروری است. در این شرایط، قابلیت آزمون هم‌زمان سه نمونه در دستگاه گرماسنج روبشی تفاضلی چند نمونه‌ای می‌تواند به‌طور مؤثری در کاهش تأثیر منفی زمان آزمون و افزایش کارایی کلی فرآیند کمک کند.

□ گرمایش و سرمایش مرحله‌ای - بازپخت گام به گام - بسپارها

هنگام مطالعه بسپارها برای فرآیندپذیری، می‌توان از روش‌های ساده‌ای مانند شاخص جریان مذاب^۳ استفاده کرد که در آن بسپار تا دمایی کنترل‌شده گرم می‌شود و سپس آهنگ جرمی جریان از طریق یک روزنه با اندازه کنترل‌شده زیر بار ثابت اندازه‌گیری می‌شود. این آزمایش ساده، بررسی اولیه‌ای برای یک ماده ارائه می‌دهد. با این حال، این آزمون ممکن است تفاوت‌های ظریف‌تری را در بررسی مواد از دست بدهد و می‌توان از گرماسنجی روبشی تفاضلی برای ارائه توصیف کامل‌تری از ماده استفاده کرد. به‌طور کلی، در توصیف DSC یک نمونه بسیار، گرم یا سرد می‌شود و انتقال شیشه‌ای، رفتار ذوب و رفتار تبلور یا یکی از این موارد



شکل (۳): هم‌پوشانی چرخه گرمایش مجدد با آهنگ ۱۰ درجه سلسیوس بر دقیقه برای سه بسیار مورد مطالعه [۱].

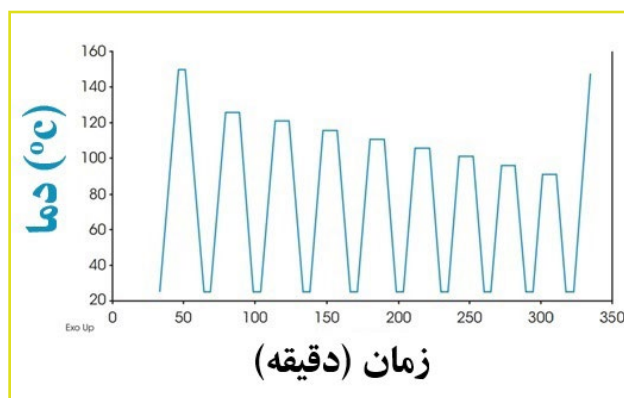
به‌طور کلی، اگرچه ناحیه ذوب یکسان است و دماهای ذوب که به‌عنوان دمای اوج - پیک^{۱۰} تعریف می‌شود، مشابه هستند؛ اما برخی تفاوت‌های بصری (ظاهری) در پاسخ‌های مواد در طول ناحیه ذوب وجود دارد. منطقی است که برای توصیف اولیه مواد، این داده‌ها در ترکیب با داده‌های تبلور روی منحنی خنک‌کاری، می‌توانند برای تحلیل کافی باشند. همچنین، این داده‌های دستگاه DSC معمولی در دستگاه گرماسنج روبشی تفاضلی چند نمونه‌ای نیز آزمون شد؛ نه تنها، آزمایش سریع‌تر انجام می‌شود، بلکه مزیت اضافی، برون‌داد سریع‌تر برای توصیف کامل نیز وجود دارد.

دماهای انتخاب شده برای روش‌های جداسازی براساس این پاسخ‌های ناحیه مذاب بودند. در هر دو آزمایش، نمونه‌ها با سرعت ۱۰ درجه سلسیوس بر دقیقه تا ۱۵۰ درجه سلسیوس گرم شدند و سپس به مدت ۵ دقیقه در حالت هم‌دما نگه داشته شدند تا هرگونه نظم بلورین از بین برود. سپس آنها با سرعت ۱۰ درجه سلسیوس بر دقیقه تا ۲۵ درجه سلسیوس خنک شدند تا یک تاریخچه گرمایی کنترل شده ارائه شود. براساس محدوده ذوب مشاهده شده، دماهای تفکیک گرمایی ۱۲۶ درجه سلسیوس دقیقاً کمتر از دمای اوج گرماگیر^{۱۱} ذوب، ۱۲۱ درجه سلسیوس، ۱۱۶ درجه سلسیوس، ۱۱۱ درجه سلسیوس، ۱۰۶ درجه سلسیوس، ۱۰۱ درجه سلسیوس، ۹۶ درجه سلسیوس و ۹۱ درجه سلسیوس در هر دو روش استفاده شد. سپس نمونه‌ها با سرعت ۱۰ درجه سلسیوس بر دقیقه تا ۲۵ درجه سلسیوس سرد شدند و با سرعت ۱۰ درجه سلسیوس بر دقیقه دوباره تا ۱۵۰ درجه سلسیوس گرم شدند.

نتایج و بحث

در تمامی داده‌های حاصل از نتایج، تنها گرمایش نهایی مجدد به‌منظور توصیف ساختار بلورین تشکیل‌شده مدنظر قرار گرفت. شکل (۴)، پروفایل‌های ذوب به‌دست‌آمده از سه نمونه را پس از دنبال کردن پروفایل جداسازی SIST نمایش می‌دهد.

ذوب، که برای مدت کوتاه‌تری، ۵ تا ۱۰ دقیقه در حالت هم‌دما نگه داشته می‌شود، گرم می‌شود و سپس با سرعت کنترل‌شده‌ای به دمای کمتر سرد می‌شود و دوباره تا دمایی در ناحیه ذوب اما کمتر از دمای قبلی گرم می‌شود. همانند رویکرد SIST، کاهش ۵ تا ۱۰ درجه سلسیوس رایج است. دوباره، این فرآیند به دلخواه تکرار می‌شود و سپس نمونه از حالت مذاب دوباره گرم می‌شود تا ساختار بلورین تشکیل‌شده بررسی شود. نمونه‌ای از پروفایل دمایی SSA در شکل (۲) نشان داده شده‌است.



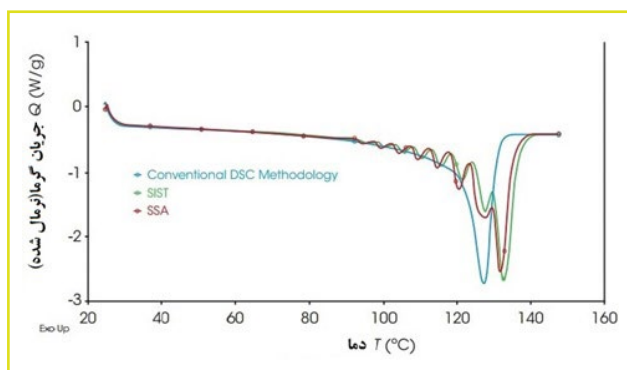
شکل (۲): نمونه‌ای از پروفایل دما برای خودهسته‌زایی و گرمایش و سرمایش متوالی (SSA) [۱].

کاملاً مشخص است که این آزمون‌ها بسیار گسترده هستند و مثال‌های بیان شده، مدت زمانی بین پنج تا نه ساعت طول می‌کشند. اگرچه زمان‌ها و محدوده‌های دمایی هم‌دما ممکن است بهینه شوند اما زمان آزمایش همچنان به‌طور قابل توجهی بیشتر از یک روش معمول توصیف بسیار خواهد بود و نمی‌توان از این زمان‌های آزمایش طولانی صرف‌نظر کرد. استفاده از دستگاه گرماسنج روبشی تفاضلی چند نمونه‌ای، که در آن سه نمونه به‌طور هم‌زمان آزمون می‌شوند، برون‌داد را سه برابر افزایش می‌دهد.

مطالعات تجربی

سه نمونه رزین پلی‌اتیلن که برای قالب‌گیری تزریقی و چرخشی طراحی شده‌اند، با استفاده از روش‌های SIST و SSA مشخصه‌یابی توصیف شدند. داده‌های اولیه گرمایش - سرمایش - بازگرمایش با آهنگ ۱۰ درجه سلسیوس بر دقیقه برای نمونه‌ها به‌دست آمد تا پروفایل‌های دمایی مورد استفاده برای روش‌های تجزیه گرمایی تعریف شوند. هم‌پوشانی^۹ از داده‌های بازگرمایش برای سه نمونه در شکل (۳) نشان داده شده‌است.

همان‌طور که ارائه شد، مزیت اصلی داده‌های دستگاه گرماسنج روبشی تفاضلی چند نمونه‌ای این است که برای هر روش، سه مجموعه داده به‌طور هم‌زمان تولید شده‌اند. شایان ذکر است که نرم‌افزار کنترل و تحلیل تریوس^{۱۲}، امکان ایجاد آسان همپوشانی‌ها را با استفاده از یک رویکرد ساده کشیدن و رهاکردن فراهم می‌کند و به سرعت امکان مقایسه روش‌های مختلف تجزیه گرمایی و مقایسه با داده‌های استاندارد DSC یا سایر فایل‌های داده را فراهم می‌کند. شکل (۶) مقایسه دو روش تجزیه گرمایی و روش مرسوم DSC را برای نمونه (۱) نشان می‌دهد.

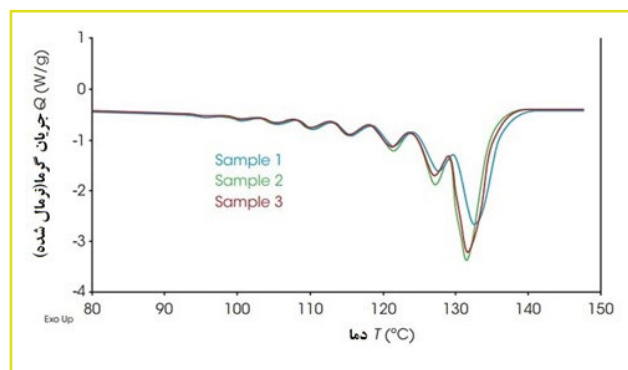


شکل (۶): مقایسه سه آزمایش گرمایش مجدد برای نمونه (۱) پس از خنک‌کاری کنترل شده با دمای ۱۰ درجه سلسیوس بر دقیقه، تجزیه SIST و تجزیه SSA [۱].

بدیهی است که روش‌های مورد استفاده در فرآیند تجزیه، امکان بروز میزانی از رشد بلورینگی تدریجی و بهبود ساختاری را فراهم کرده‌اند؛ این امر منجر به گسترده‌تر شدن محدوده دمایی ذوب مواد شده‌است. به‌طور کلی، روش SSA باعث افزایش وضوح داده‌ها در طول فرآیند ذوب شده‌است، هر چند همان‌طور که پیش‌تر اشاره شد، هیچ یک از این دو روش (SIST و SSA) به‌طور کامل بهینه‌سازی نشده‌اند.

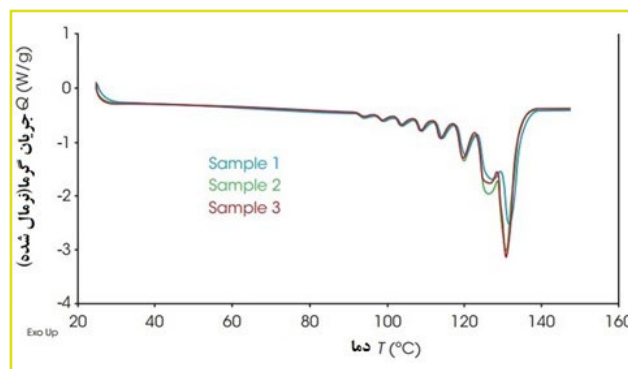
داده‌های ارائه شده، مفید بودن روش‌های تجزیه گرمایی را در توصیف همگنی بخش‌های زنجیره‌ای قابل تبلور در مواد بسپاری نشان داده‌اند، که می‌تواند نشان‌دهنده تفاوت‌های بالقوه در عملکرد مواد باشد. در این مطالعه سه نمونه پلی‌اتیلن با تفاوت‌های قابل مشاهده در دستگاه DSC استاندارد انتخاب شدند، با این حال، بررسی دسته‌هایی از مواد مشابه از دیدگاه نظری برای اطمینان از عدم وجود پاسخ‌های تجزیه گرمایی که ممکن است باعث نگرانی در فرآیندپذیری و ویژگی‌های نهایی شود، کاربرد بیشتری دارد.

نتیجه‌گیری



شکل (۴): داده‌های گرمایش مجدد پس از به کارگیری روش SIST [۱].

تفاوت‌های آشکاری را می‌توان مشاهده کرد که می‌تواند به ناهمگنی بخش‌های زنجیره‌ای قابل تبلور نسبت داده شود. براساس داده‌های استاندارد DSC در شکل (۳)، انتظار می‌رفت تفاوت در نمونه (۱) وجود داشته باشد. با این حال، تفاوت‌هایی نیز بین نمونه‌های (۲) و (۳) در پیک‌های ذوب ایجاد شده با استفاده از عملیات گرمایی در دمای ۱۲۱ درجه سلسیوس و ۱۲۶ درجه سلسیوس مشاهده شد. این تفاوت‌ها ممکن است نشان‌دهنده تفاوت در بخش‌های زنجیره‌ای قابل تبلور باشد. همچنین لازم به ذکر است، در حالی که آزمایش کامل در مجموع حدود ۹/۵ ساعت طول کشید، اما این موضوع امکان مقایسه مستقیم (۳) نمونه را فراهم کرد. اگر این سه نمونه به‌صورت متوالی آزمون می‌شدند، ۲۹ ساعت آزمایش مورد نیاز بود.



شکل (۵) همان داده‌های همپوشانی را نشان می‌دهد اما برای نمونه‌هایی که با استفاده از روش SSA مشخص شده‌اند.

در اینجا، تفکیک واضح‌تری از زنجیره‌های بسپاری قابل تبلور در هر سه نمونه وجود دارد که نشان می‌دهد این رویکرد ممکن است در تشخیص تفاوت‌های ظریف‌تر مفید باشد، با این حال، لازم به ذکر است که هیچ یک از رویکردها به‌طور کامل بهینه نشده‌اند. با توجه به واکنش‌های گرماگیر ذوب نسبی، پاسخ مشابهی را می‌توان در اینجا مشاهده کرد؛ همان‌طور که در تحلیل SIST با نمونه (۱) مشاهده شد و تفاوت بیشتر مورد انتظار را در مقایسه با نمونه‌های (۲) و (۳) نشان می‌دهد. تفاوت‌هایی بین نمونه‌های (۲) و (۳) نیز دیده می‌شود و در اینجا واضح‌تر از روش SIST است.

پی‌نوشت

1. Annealing
2. Differential Scanning Calorimetry (DSC)
3. Melt Flow Index (MFI)
4. morphology
5. Stepwise Isothermal Separation Technique (SIST)
6. Successive Self-nucleation and Annealing (SSA)
7. polyolefin
8. Polyvinylidene fluoride or polyvinylidene difluoride (PVDF)
9. overlay
10. peak
11. endotherm
12. TRIOS

مراجع

- [1] "Differential Scanning Calorimetry - Thermal Fractionation Techniques for Polymer Characterization – Faster Throughput with the Discovery X3 DSC", TA Instruments, Waters Corporation, TA 439, 1-3, 2025.

نویسندگان

داود قزایلوا*

۱. مدیر فنی آزمایشگاه TEM، مرکز خدمات آزمایشگاهی
دانشگاه صنعتی شریف

*Davoud.Gharailou@gmail.com

تاریخ دریافت: ۱۴۰۴/۰۲/۲۴

تاریخ پذیرش: ۱۴۰۴/۰۲/۲۸

واژه‌های کلیدی

میکروسکوپ الکترونی عبوری، گرید TEM، پوشش کربن، فورموار، گرید لیزی، گرید هولی، وضوح تصویر، آرتیفکت‌های میکروسکوپی الکترونی، آماده‌سازی نمونه، تصویربرداری ساختار نانو.

چگونه انتخاب گرید، کیفیت تصاویر TEM را تعیین می‌کند؟

چکیده

تصویربرداری با میکروسکوپ الکترونی عبوری ابزاری کلیدی برای بررسی ساختارهای نانومتری مواد بوده که کیفیت آن وابسته به نوع گرید مورد استفاده است. گریدهای TEM با جنس‌های مختلف مانند مس، طلا، مولیبدن و پوشش‌هایی چون کربن و فورموار، هرکدام ویژگی‌ها و کاربردهای خاص خود را دارند. گریدهای مسی، رایج‌ترین گزینه در ایران هستند که بیشتر برای بهبود عملکرد، با لایه‌ای از کربن یا فورموار پوشش داده می‌شوند. ساختار گریدها نیز از جمله انواع لیزی و هولی، براساس نوع نمونه و نیاز تصویربرداری انتخاب می‌شود. انتخاب دقیق گرید و پوشش آن نقشی حیاتی در افزایش وضوح، کاهش آرتیفکت‌ها و بهبود نتایج آزمایش دارد.

میکروسکوپ الکترونی عبوری^۱ یکی از ابزارهای پیشرفته و حیاتی در مطالعه ساختار مواد در مقیاس نانومتری است. این فناوری، با فراهم کردن بزرگنمایی بسیار بالا و تفکیک‌پذیری بی‌نظیر، امکان بررسی دقیق ساختارهای داخلی مواد را فراهم می‌کند؛ اما کیفیت تصاویر به‌دست‌آمده صرفاً به عملکرد دستگاه وابسته نیست. یکی از عوامل کلیدی در موفقیت تصویربرداری، نوع گرید^۲ مورد استفاده برای نگهداری نمونه است. گریدهای TEM با جنس‌ها و پوشش‌های مختلف طراحی می‌شوند تا متناسب با نوع نمونه و هدف آزمایش، عملکرد بهینه‌ای ارائه دهند. در این میان، گریدهای مسی به دلیل دسترسی آسان و قیمت مناسب، در کشور ما بیشتر رایج هستند. با این حال، پوشش‌هایی چون کربن یا فورموار به‌منظور کاهش تداخلات و افزایش کیفیت تصاویر به آن‌ها افزوده می‌شود. همچنین ساختار گرید، مانند نوع لیزی یا هولی، در تعیین وضوح و حذف آرتیفکت‌ها نقش دارد. در نتیجه، انتخاب دقیق گرید و پوشش آن یک تصمیم فنی مهم در فرآیند آماده‌سازی نمونه برای TEM محسوب می‌شود که می‌تواند به‌طور مستقیم بر نتایج پژوهشی تأثیرگذار باشد.

بالا در برابر حرارت و پایداری شیمیایی، برای تصویربرداری TEM در شرایط خلاء بالا یا دمای بالا استفاده می شوند. این گریدها نسبت به گریدهای مسی یا نیکلی، واکنش پذیری کمتری با نمونه های حساس دارند.

در حال حاضر در ایران بیشتر از گریدهای مسی استفاده می شود. این گرید از نظر قیمت، مقرون به صرفه بوده و نسبت به دیگر گریدها خرید بهتری محسوب می شوند. استحکام این گریدها برای انواع مختلف نمونه هایی که به صورت رایج در ایران کار می شود، مناسب است.

گرید مسی به تنهایی برای انجام بیشتر آزمون ها مناسب نیست و لازم است روی آن پوششی قرار گیرد. رایج ترین پوشش، کربن و فورموار است. کربن به عنوان یک ماده با عدد اتمی کم، در برابر پرتوهای الکترونی، پراکندگی کمتری را ایجاد می کند و به همین دلیل تصاویر با وضوح بالاتر به دست می آید. همچنین پوشش کربنی کمک می کند تا کنتراست تصاویر بهتر شود. این پوشش به طور معمول به دلیل ویژگی های شفاف خود در برابر الکترون ها، اجازه می دهد تا نمونه ها با وضوح بالاتری دیده شوند. گریدهای مسی یا نیکلی می توانند باعث ایجاد آرتیفکت^۶ شوند. آرتیفکت به معنای اختلال، خطا یا اثر ناخواسته ای است که در نتیجه فرآیند اندازه گیری، تصویربرداری، پردازش داده و یا آزمایش به وجود می آید و ممکن است تعبیر نتایج را دچار خطا کند. پوشش کربنی این مشکل را کاهش می دهد و باعث ایجاد تصاویر بدون اختلال و با کیفیت بهتر می شود. پوشش کربنی علاوه بر محافظت از نمونه، به تقویت استحکام گرید کمک می کند و می تواند از شکستگی یا آسیب دیدگی گرید در حین آزمایش جلوگیری کند. همچنین، پوشش کربنی نازک می تواند باعث افزایش پایداری گرید در برابر فشارها و شرایط آزمایشگاهی مختلف شود. پوشش کربنی در گریدها می تواند فضای خالی میان مش ها را پر کند و باعث توزیع یکنواخت تر نمونه ها روی گرید شود. این ویژگی به ویژه در نمونه های نانو ذره ای و مواد زیستی که به راحتی آسیب پذیر هستند، اهمیت دارد.

علاوه بر کربن، از فورموار هم برای پوشش دهی سطح گرید استفاده می شود. فورموار^۷ نوعی پلیمر است که در علوم مواد و میکروسکوپی برای ساخت فیلم های نازک و پوشش های شفاف مورد استفاده قرار می گیرد. فورموار به دلیل شفافیت بالای خود، اجازه می دهد تا تصاویر به وضوح دیده شوند بدون اینکه تأثیر منفی بر روی نمایش نمونه بگذارد. چنین ویژگی برای مشاهده ذرات زیستی نظیر ویروس مناسب است (شکل (۲)). از سوی دیگر، فورموار فیلم های نازک و انعطاف پذیر می سازد که در برابر فشار یا کشش های مکانیکی مقاوم هستند. ویژگی مثبت دیگر آن، پایداری در برابر اشعه های الکترونی است. فورموار مقاومت خوبی در برابر آسیب های ناشی از تابش الکترون ها دارد، که این ویژگی در آزمایش های میکروسکوپی

گریدهای مورد استفاده در تصویربرداری با TEM

گریدها ابزارهایی حیاتی در فرآیند تصویربرداری با TEM هستند که نمونه ها را برای تصویربرداری در جای خود ثابت نگه می دارند. به طور معمول، گریدها از مواد فلزی یا دیگر مواد با ویژگی های خاص ساخته می شوند که به نمونه اجازه عبور بهتر الکترون و تصویربرداری دقیق تر را می دهند.

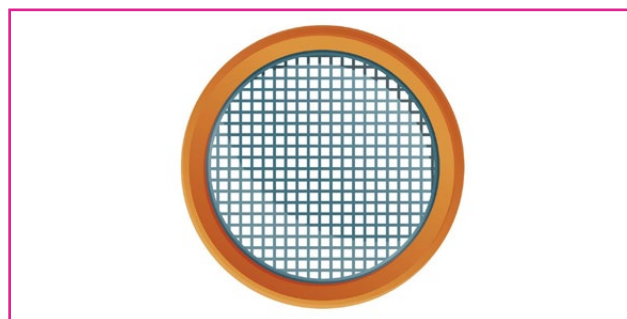
ویژگی های گریدهای TEM

♦ **مواد سازنده:** به طور معمول، گریدهای TEM از جنس مس، طلا، نقره و یا مواد کربنی ساخته می شوند. هر یک از این مواد، ویژگی های منحصر به فردی دارند که انتخاب گرید را برای استفاده در شرایط خاص محدود می کند.

♦ **ساختار گرید:** به طور معمول، گریدها حاوی حفره ها یا مش هایی هستند که نمونه ها در آن ها قرار می گیرند. این حفره ها می توانند از لحاظ اندازه و چگالی با هم متفاوت باشند.

انواع گریدهای TEM از نظر جنس

♦ **گریدهای مسی^۳:** گریدهای مسی رایج ترین نوع گریدها هستند. این نوع گریدها به دلیل قیمت مناسب، پایداری و انعطاف پذیری در استفاده از آن ها بسیار محبوب بوده و در ضخامت های مختلف و با حفره های گوناگون برای مطالعات مختلف در دسترس هستند. در شکل (۱) طرح کلی یک گرید مسی نشان داده شده است.

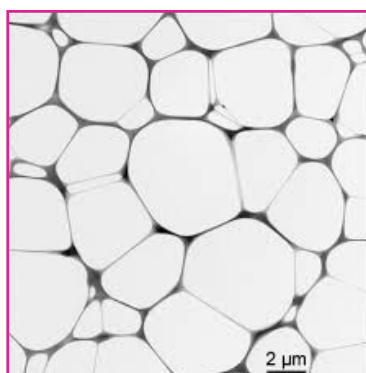


شکل (۱): طرح کلی یک گرید مسی.

♦ **گریدهای طلا^۴:** گریدهای طلا به دلیل شفافیت و پخشکی استفاده می شوند. گریدهای طلا به دلیل خواص رسانایی خوب و کمترین تعامل با نمونه ها، تصاویر با کیفیت تری را ارائه می دهند.

♦ **گریدهای مولیبدن^۵:** این نوع گرید به دلیل مقاومت

ظریف بوده و یا نیاز به پشتیبانی حداقلی دارد. این نوع گرید به گونه‌ای ساخته می‌شود که با کمترین تداخل، امکان تصویربرداری از نمونه‌هایی با ساختارهای نازک و حساس را فراهم کند. همچنین، در برخی موارد، زیر لایه آن می‌تواند به بهبود کنتراست تصویر در حین تصویربرداری کمک کند. گرید لیزی ظاهری شبیه به یک شبکه نازک و نامنظم دارد که در آن تارهای ریز و به هم پیوسته، فضاهایی با شکل و اندازه‌های متفاوت ایجاد کرده‌اند. این ساختار توری شکل به گونه‌ای است که بخش‌هایی از آن باز و بدون پوشش بوده و بخش‌هایی دیگر دارای رشته‌های نازک و پشتیبان هستند. ظاهر آن بیشتر شبیه به الیافی پراکنده یا ترک خورده است که به صورت غیر یکنواخت در سطح گرید گسترده شده‌اند (شکل (۳)). همین ویژگی باعث می‌شود که نمونه‌ها بتوانند روی نواحی باز، بدون تداخل زیاد از سوی زیرلایه، قرار بگیرند و در عین حال، پایداری نسبی مکانیکی نیز حفظ شود. سطح گرید لیزی به طور معمول با لایه‌ای از کربن پوشش داده می‌شود تا هم رسانایی لازم برای تصویربرداری الکترونی تأمین شود و هم کنتراست بهبود یابد.



شکل (۳): نمای نزدیک از یک گرید لیزی.

ویژگی‌ها و مزایای گرید لیزی

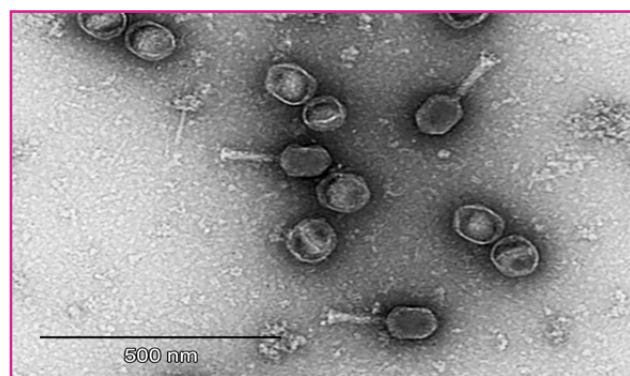
♦ **ساختار مشبک:** گریدهای لیزی به طور معمول از یک شبکه شبیه تار عنکبوت ساخته می‌شوند که با لایه نازک کربن پوشیده شده‌است. این ساختار مشبک به گونه‌ای طراحی شده‌است که بیشتر فضای گرید به صورت حفره‌های باز باقی می‌ماند، این ویژگی امکان مشاهده بهتر نمونه‌ها را فراهم می‌آورد.

♦ **کاهش تاثیر گرید بر تصویر:** به دلیل پوشش نازک و مشبک، گرید لیزی در مقایسه با گریدهای دیگر تاثیر کمتری بر تصویر دارد. این ویژگی باعث می‌شود که هیچ گونه تداخل یا اختلال در دیدگاه تصاویر نمونه‌ها ایجاد نشود.

♦ **کاربردهای زیستی:** گریدهای لیزی به طور معمول در تصویربرداری از نمونه‌های زیستی مانند سلول‌ها، پروتئین‌ها

الکترونی مهم است. همچنین این ماده به کاهش آرتیفکت‌ها و پراکندگی الکترون‌ها کمک نموده و از ایجاد نویز در تصاویر میکروسکوپی جلوگیری می‌کند.

در برخی از آزمایشگاه‌ها، گرید مسی از بازار تهیه و پس از آن پوشش فورموار روی آن قرار داده می‌شود. هر چند گرید کربنی دارای پوشش فورموار در بازار موجود بوده و قابل تهیه است. در پوشش‌های کربنی به دلیل وجود خلل و فرج در سطح کربن، امکان به دام افتادن ذرات ریز بیشتر است و از این نظر، برای نمونه‌های نانوذرات مناسب‌تر است. پوشش‌های فورموار بیشتر برای نمونه‌های زیستی استفاده می‌شوند که نیاز به کنتراست بالاتری دارند و شفافیت فورموار در این نمونه‌ها به کمک کاربر می‌آید.



شکل (۲): تصویر ویروس روی سطح گرید مسی با پوشش فورموار.

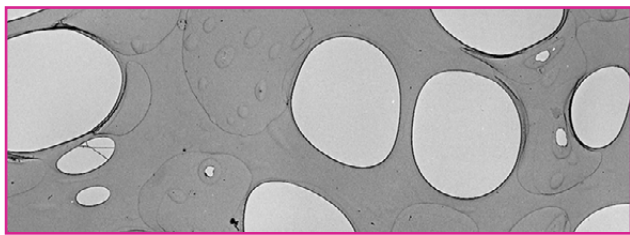
انواع گریدهای TEM از نظر ساختار

نوع دیگری از تقسیم‌بندی نیز وجود دارد که در آن ساختار حفره‌های روی گرید تعیین کننده است. گریدهای لیزی^۸ و هولی^۹ از انواع گریدهای رایج از این منظر محسوب می‌شوند که برای کاربردهای خاصی طراحی شده‌اند. در واقع، گریدهای لیزی و هولی نوعی ساختار سطحی یا طراحی فیزیکی گرید هستند، نه اینکه خود، ماده‌ای مجزا باشند. بنابراین، آن‌ها جزئی از دسته‌بندی براساس جنس به عنوان مثال، مس، طلا، کربن و پلاتین نیستند، بلکه می‌توانند روی هر یک از این مواد پایه (فلزی) ساخته شوند. این گریدها به دلیل ویژگی‌های خاص خود در زمینه‌های مختلف مانند میکروسکوپ‌های الکترونی زیستی، نانومواد و علوم مواد استفاده می‌شوند.

گرید لیزی

گرید لیزی یکی از انواع گریدهای TEM است که به طور ویژه برای مواردی طراحی شده‌است که در آن‌ها نمونه بسیار

تا چند صد میکرون هستند. چنین طراحی، این امکان را می دهد که محقق با جابه جا کردن میدان دید، ناحیه ای مناسب با ضخامت مطلوب نمونه و وضوح بالا انتخاب کند.



شکل (۴): تصویری از سطح یک گرید هولی زیر میکروسکوپ TEM.

و ویروس ها استفاده می شوند؛ زیرا این ساختار مشبک کمک می کند تا نمونه های زیستی ظریف، بهتر روی گرید قرار بگیرند و در حین تصویربرداری تغییر شکل ندهند.

♦ **سبک و انعطاف پذیر:** گریدهای لیسی به طور معمول از مواد کربنی با کیفیت بالا ساخته می شوند که به آنها انعطاف پذیری بیشتری می دهد. این انعطاف پذیری کمک می کند تا گرید در حین انتقال و استفاده در میکروسکوپ ها آسیب نبیند.

کاربردهای گرید لیسی

ساختار خاص و توری مانند گرید لیسی، آن را به گزینه ای مناسب برای نگه داری و تصویربرداری از نمونه های بسیار ظریف و حساس تبدیل کرده است. این نوع گرید به دلیل حداقل دخالت زیرلایه در تصویر نهایی، در حوزه های مختلف علمی کاربرد گسترده ای دارد. برخی از مهم ترین کاربردهای آن در پژوهش های زیستی و فناوری نانو عبارتند از:

♦ **مطالعات زیست شناسی و پزشکی:** برای مشاهده ساختارهای زیستی مانند باکتری ها، ویروس ها و پروتئین ها.

♦ **فناوری نانو:** برای تصویربرداری از نانوذرات و مواد نانو ساختار.

ویژگی ها و مزایای گرید هولی

♦ **وجود حفره های بزرگ:** گرید هولی دارای حفره های بزرگی است که به طور عمده در مرکز گرید قرار دارند. این حفره ها می توانند برای قرار دادن نمونه های بزرگتر یا ضخیم تر که نیاز به فضای بیشتری دارند، مناسب باشند.

♦ **پوشش کربنی:** همانند گرید لیسی، بیشتر گریدهای هولی نیز از یک لایه نازک کربنی پوشیده شده اند. این پوشش اجازه می دهد تا الکترون ها به راحتی از گرید عبور کرده و تصویری دقیق از نمونه ها ایجاد شود.

♦ **انتخاب مناسب برای نمونه های بزرگتر:** گریدهای هولی به طور خاص برای نمونه هایی که ابعاد بزرگتر و یا به طور غیرمعمول ابعاد و ساختار پیچیده ای دارند، مناسب هستند؛ به عنوان مثال، برای مشاهده ساختارهای بلوری یا مواد مرکب، گرید هولی می تواند گزینه ای مناسب باشد.

مقایسه گریدهای لیسی و هولی

در انتخاب گرید مناسب برای تصویربرداری با میکروسکوپ الکترونی عبوری، شناخت تفاوت های میان انواع گریدها اهمیت ویژه ای دارد. دو نوع پر کاربرد در این زمینه، گریدهای لیسی و هولی هستند که هر کدام بسته به ساختار فیزیکی و ویژگی های فنی خود، برای کاربردهای خاصی طراحی شده اند. مقایسه این دو نوع گرید می تواند به پژوهشگران کمک کند تا با آگاهی بیشتری گزینه مناسب برای نمونه های خود را انتخاب کنند. در ادامه، تفاوت های کلیدی میان این دو گرید از جنبه های مختلف بررسی شده است.

♦ **حفره ها:** گریدهای لیسی به طور عمده از مش هایی با

این گرید شامل یک دیسک فلزی (به طور معمول از جنس مس، نیکل یا طلا) است که سطح آن با یک لایه نازک از مواد پشتیبان مانند کربن یا فورموار پوشیده شده است. همان طور که در شکل (۴) مشاهده می شود ویژگی بارز گرید هولی، وجود شبکه ای منظم از سوراخ ها یا حفره ها روی این لایه پشتیبان است. این سوراخ ها به طور معمول دایره ای شکل و هم اندازه هستند و به صورت یکنواخت در سراسر سطح گرید توزیع شده اند. ظاهر کلی این گرید شبیه به یک صفحه تخت با الگویی تکرار شونده از دایره های خالی است. این ساختار منظم باعث می شود که نمونه ها بتوانند درون سوراخ ها یا روی نواحی اطراف آن ها قرار بگیرند. سوراخ ها امکان تصویربرداری از نمونه ها را در غیاب هرگونه زیرلایه فراهم می کنند و این موضوع به کاهش آرتیفکت ها و افزایش کنتراست کمک می کند. قطر سوراخ ها و فاصله بین آن ها بسته به نوع گرید هولی ممکن است متفاوت باشد، اما به طور معمول در محدوده چند ده نانومتر

ساختار گرید

- ♦ **هولی:** دارای سوراخ‌های منظم برای تصویرگیری مستقیم از نمونه‌های ضخیم؛
- ♦ **لیسی:** الگوی توری نامنظم که برای نمونه‌های با ظرافت بالا و حساس بهتر است.

اندازه مش

اعدادی مانند ۲۰۰، ۳۰۰ و یا ۴۰۰ مش که در توصیف گریدها به کار می‌روند، بیانگر تعداد خانه‌ها یا حفره‌های شبکه در هر اینچ مربع از سطح گرید هستند. هر چه این عدد بالاتر باشد، یعنی تعداد خانه‌ها بیشتر و اندازه آن‌ها کوچک‌تر است. گریدهایی با مش بالاتر، مانند مش ۴۰۰ به دلیل اندازه کوچک‌تر خانه‌ها، توانایی بیشتری در نگهداری نمونه‌های ظریف دارند و از افتادن آن‌ها جلوگیری می‌کنند؛ اما در مقابل، میدان دید در آن‌ها محدودتر است و ممکن است جست‌وجوی ناحیه مناسب برای تصویربرداری دشوارتر شود. در مقابل، گریدهایی با مش پایین‌تر، مانند مش ۲۰۰ دارای خانه‌هایی بزرگ‌تر و بازتر هستند که میدان دید وسیع‌تری فراهم می‌کنند، ولی نگهداری نمونه روی آن‌ها به‌ویژه برای ساختارهای سبک یا بسیار نازک، دشوارتر است. بنابراین، انتخاب اندازه مش باید با توجه به نوع نمونه، اندازه آن و نیاز تصویربرداری صورت گیرد.

حفره‌های کوچک و پراکنده تشکیل شده‌اند که به آن‌ها اجازه می‌دهد تا از نمونه‌های ظریف و حساس پشتیبانی کنند. از طرف دیگر، گریدهای هولی دارای حفره‌های بزرگ‌تری هستند که برای نمونه‌های بزرگ‌تر یا ضخیم‌تر مناسب‌ترند.

- ♦ **کاربردها:** گریدهای لیسی بیشتر در زیست‌شناسی و برای نمونه‌های نازک و حساس استفاده می‌شوند، در حالی که گریدهای هولی بیشتر در تحقیقات مواد و فناوری‌نانو که نیاز به فضای بیشتر دارند، به کار می‌روند.

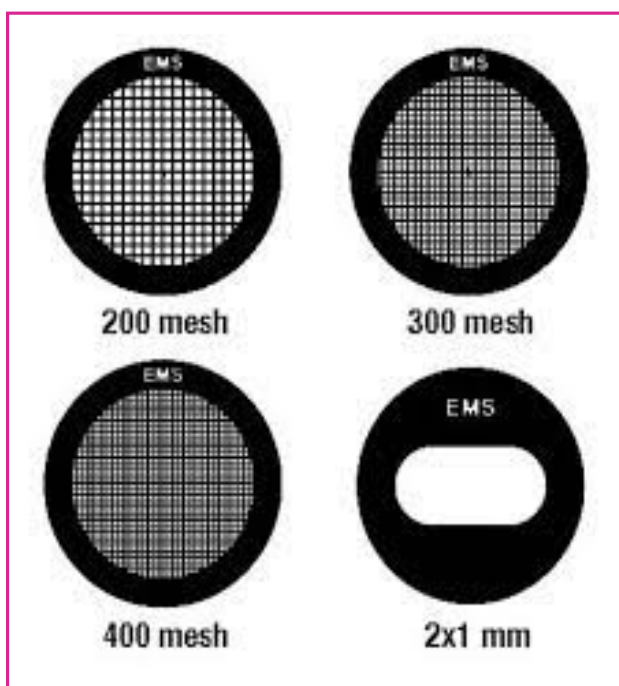
- ♦ **مشخصات فنی:** گریدهای هولی ممکن است در شرایطی که نیاز به پوشش ضخیم‌تری از کربن دارند، مناسب‌تر باشند؛ در حالی که گریدهای لیسی برای نمونه‌های نازک‌تر و ساختارهای ظریف‌تر عملکرد بهتری دارند.

نکات فنی در انتخاب گرید

پیش از تهیه گرید برای تصویربرداری با میکروسکوپ الکترونی عبوری، توجه به ویژگی‌های فنی و ساختاری آن ضروری است. انتخاب درست گرید نه تنها بر کیفیت تصاویر اثر می‌گذارد، بلکه می‌تواند از آسیب به نمونه جلوگیری کرده و کارایی فرآیند تصویربرداری را افزایش دهد. عوامل مختلفی مانند جنس بدنه گرید، نوع پوشش، ساختار سطح و اندازه مش در این انتخاب نقش دارند. هر یک از این مشخصات باید با نوع نمونه و هدف آزمایش هماهنگ باشد. در ادامه، نکات کلیدی برای انتخاب گرید مناسب معرفی شده‌است.

جنس گرید

- ♦ **مس:** رایج‌ترین و مقرون به صرفه‌ترین گزینه؛ مناسب برای بیشتر کاربردهای عمومی؛
- ♦ **طلا:** مقاوم‌تر در برابر اکسید شدن؛ مناسب برای نمونه‌های حساس به آلودگی یا نیازمند پایداری بیشتر؛
- ♦ **مولیبدن:** مقاوم در برابر دماهای بالا؛ مناسب برای تصویربرداری در شرایط خاص.
- نوع پوشش گرید
- ♦ **کربن:** کنتراست بالا، رسانای خوب، مناسب برای نمونه‌های معدنی یا نانوذرات فلزی؛
- ♦ **فورموار:** شفاف و نازک، مناسب برای نمونه‌های زیستی یا حساس؛
- ♦ **کربن روی فورموار:** ترکیب مزایای هر دو؛ استحکام و کنتراست بیشتر.



شکل (۵): طرح‌های مربوط به گریدهایی با مش‌های مختلف.

کیفیت پوشش و یکدستی فیلم

می‌توانند تأثیر منفی قابل توجهی بر کیفیت تصاویر نهایی میکروسکوپ الکترونی عبوری داشته باشند. استفاده از چنین گریدهایی به‌طور معمول باعث ایجاد آرتیفکتهای ناخواسته در تصاویر می‌شود که ممکن است به شکل نویزهای اضافی، لکه‌ها یا نواحی تار و غیرشفاف ظاهر شوند. این آرتیفکتهای می‌توانند اطلاعات واقعی نمونه را مخدوش کرده و تفسیر داده‌ها را دشوار یا حتی گمراه‌کننده نشان دهند. علاوه‌بر این، گریدهای بی‌کیفیت ممکن است دوام و پایداری لازم را نداشته باشند و در حین فرآیند آماده‌سازی یا تصویربرداری، دچار آسیب‌دیدگی شوند که خود، عامل بروز مشکلات بیشتر خواهد بود. بنابراین، استفاده از گریدهای با کیفیت بالا که دارای پوشش یکنواخت، ساختار مناسب و مقاومت کافی هستند، برای به‌دست آوردن تصاویر واضح، دقیق و قابل اطمینان ضروری است. این امر به پژوهشگران کمک می‌کند تا نتایج قابل اتکایی در تحلیل‌های میکروسکوپی خود داشته باشند و از اشتباهات ناشی از آرتیفکتهای تصویری جلوگیری کنند.

در زمان انتخاب و استفاده از گریدهای TEM، یکی از نکات مهم، بررسی دقیق سلامت پوشش سطحی آن‌ها، به‌ویژه لایه‌های کربن یا فورموار است. این پوشش‌ها نقش حیاتی در نگهداری نمونه، ایجاد کنتراست مناسب و جلوگیری از تخریب یا جابجایی حین تصویربرداری دارند. بنابراین، لازم است قبل از استفاده، سطح گرید از نظر وجود هرگونه آسیب‌دیدگی مانند ترک‌خوردگی، پارگی و یا موج‌دار شدن بررسی شود. پوشش‌های ترک‌خورده یا پاره ممکن است باعث افتادن یا تغییر مکان نمونه شوند، در حالی که پوشش‌های موج‌دار می‌توانند موجب ایجاد آرتیفکت در تصویر و کاهش وضوح شوند. حتی ناهنجاری‌های جزئی در سطح گرید ممکن است کیفیت نهایی تصویربرداری را به‌طور چشمگیری تحت تأثیر قرار دهند. استفاده از گریدی با پوشش سالم و یکنواخت، یکی از عوامل کلیدی برای دستیابی به نتایج دقیق و قابل اعتماد در میکروسکوپ الکترونی عبوری است. گریدهای با کیفیت پایین

نتیجه‌گیری

تصویربرداری با میکروسکوپ الکترونی عبوری یکی از روش‌های پیشرفته در علوم نانو و مواد است که کیفیت نتایج آن تا حد زیادی به انتخاب مناسب گرید بستگی دارد. گریدها با جنس‌های مختلف مانند مس، طلا، مولیبدن و کربن، هرکدام مزایا و محدودیت‌هایی دارند که باید با توجه به نوع نمونه و شرایط آزمایش انتخاب شوند. در ایران، گریدهای مسی به دلیل قیمت مناسب و کارایی قابل قبول، بیشترین استفاده را دارند، اما برای بهبود کیفیت تصاویر، پوشش‌دهی با کربن یا فورموار ضروری است. همچنین، طراحی ساختار گرید (مانند گریدهای لیزی و هولی) نقش کلیدی در پشتیبانی از نمونه‌های ظریف یا حجیم دارد. در نهایت، انتخاب گرید مناسب باید براساس نوع نمونه، حساسیت آزمایش و نیاز به وضوح تصویر انجام شود تا بهترین نتایج با حداقل تداخل و آرتیفکت به‌دست آید. با توجه به پیشرفت‌های اخیر در فناوری TEM، توسعه گریدهای جدید با پوشش‌های بهینه شده می‌تواند دقت و کارایی این روش را افزایش دهد.

پی‌نوشت

1. Transmission Electron Microscope
2. Grid
3. Copper Grids
4. Gold Grids
5. Molybdenum Grids
6. Artifact
7. Formvar
8. Lacey
9. Holey

نویسندگان

بهروز پارنج^{۱*}

۱. کارشناس آزمایشگاه تهیه نمونه و متالوگرافی دانشگاه آزاد اسلامی واحد علوم و تحقیقات

*Behrooz.paranj@iau.ir

تاریخ دریافت: ۱۴۰۴/۰۳/۰۷

تاریخ پذیرش: ۱۴۰۴/۰۳/۲۰

واژه‌های کلیدی

آندایزینگ، نور پلاریزه، زمینه تاریک، معرف‌های اچ رنگی.

روش‌های استفاده از رنگ و معرف‌های رنگی در آماده‌سازی نمونه‌های متالوگرافی

چکیده

این مطالعه، به بررسی کاربرد معرف‌های اچ رنگی در متالوگرافی سیستم‌های آلیاژی فلزی مختلف می‌پردازد و تأثیر آن‌ها را در بهبود کنتراست و تفکیک ریزساختاری دانه‌ها تحلیل می‌کند. این معرف‌ها با حساسیت بالا نسبت به جهت‌گیری بلورشناسی و تغییرات ترکیب شیمیایی، امکان آشکارسازی دقیق‌تر ویژگی‌های ریزساختاری را فراهم می‌کنند. همچنین، پس از اعمال فرآیند اچ رنگی و تشکیل لایه سطحی تداخلی، انجام طیف‌سنجی پراکندگی انرژی پرتو ایکس و طیف‌سنجی پراش طول‌موج پرتو ایکس روی نمونه‌ها بدون ایجاد تداخل در آنالیزهای شیمیایی امکان‌پذیر است.

مقدمه

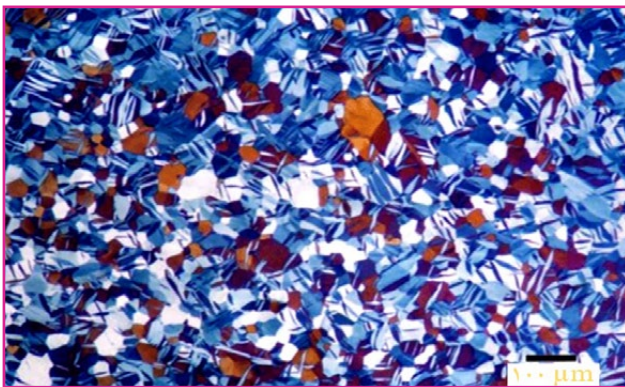
استفاده از رنگ در تصاویر، سابقه‌ای طولانی دارد و به انتشار نخستین تصاویر رنگی در حدود هشتاد سال پیش بازمی‌گردد. با این حال، به دلیل هزینه بالای فیلم‌های رنگی و همچنین مخارج بالای چاپ و تکثیر این تصاویر در نشریات، کاربرد آن‌ها تا مدت‌ها محدود باقی‌مانده بود. امروزه با پیشرفت فناوری تصویربرداری دیجیتال، ثبت تصاویر رنگی به مراتب ساده‌تر و مقرون به صرفه‌تر از گذشته شده است. همچنین، در گزارش‌هایی که به صورت دیجیتالی تهیه و توزیع می‌شوند، استفاده از تصاویر رنگی هزینه چندانی ندارد و به راحتی قابل انتشار است. با این وجود، چاپ تصاویر رنگی در نسخه‌های چاپی مجلات همچنان پرهزینه است. در زمینه درک بصری نیز، باید توجه داشت که چشم انسان تنها قادر به تشخیص حدود چهار طیف مختلف از خاکستری بین سفید تا سیاه است؛ در حالی که در استفاده از رنگ‌ها، چنین محدودیتی وجود ندارد و امکان انتقال اطلاعات بصری به مراتب گسترده‌تر و دقیق‌تر فراهم می‌شود. معرف‌های اچ رنگی در متالوگرافی، قادر به برجسته‌سازی ویژگی‌هایی از ریزساختار هستند که در بیشتر مواقع با اچ^۱ کننده‌های سیاه و سفید استاندارد قابل مشاهده نیستند. این معرف‌ها نسبت به جهت‌گیری بلورشناسی حساس‌اند و می‌توانند دانه‌هایی با بافت کریستالوگرافی تصادفی^۲ یا ترجیحی^۳ را به وضوح نشان دهند. علاوه بر این، معرف‌های رنگی به تغییرات جزئی در ترکیب شیمیایی و شرایط آماده‌سازی سطح نمونه نیز بسیار حساس‌اند، که این ویژگی آن‌ها را به ابزاری ارزشمند برای تحلیل دقیق‌تر ریزساختار تبدیل می‌کند.

روش‌های اچ رنگی نیز به‌طور گسترده در متالوگرافی مورد استفاده قرار می‌گیرند. با وجود اینکه محلول‌های اچ رنگی تنها برای تعداد محدودی از فلزات و آلیاژها توسعه یافته‌اند، ولی همیشه استفاده از آنها آسان نیست و مستلزم کنترل دقیق شرایط فرآیند است. این محلول‌ها را می‌توان به دو روش اصلی به کار برد: روش غوطه‌وری^۴ و روش اچ الکترولیتی^۵، که انتخاب هر یک به نوع ماده و هدف بررسی بستگی دارد. این محلول‌ها قادرند اجزای آندی (زمینه) یا کاتدی را رنگ‌آمیزی کنند. علاوه بر آن، محلول‌های الکترولیتی دیگری نیز وجود دارند که با عنوان محلول‌های آندایز^۶ شناخته می‌شوند؛ این دسته از محلول‌ها بیشتر برای بررسی آلومینیوم و آلیاژهای آن مورد استفاده قرار می‌گیرند و در مطالعات ریزساختاری و تعیین بافت بلوری این مواد نقش مهمی ایفا می‌کنند.

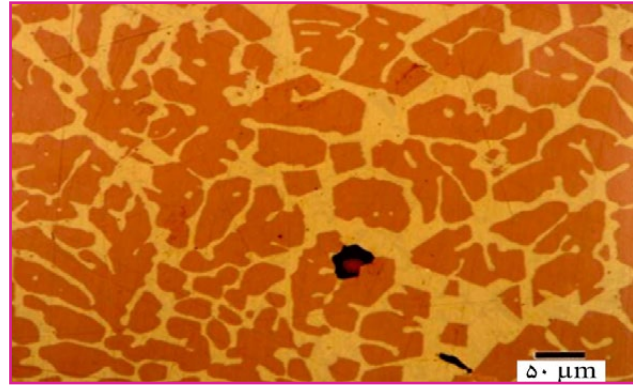
روش‌های دیگری نیز برای ایجاد لایه‌های تداخلی^۷ وجود دارد، از جمله رسوب‌نشانی بخار^۸ و رنگ کاری حرارتی. این لایه‌ها می‌توانند رنگ‌های مداخله‌ای ایجاد کنند که در بررسی ریزساختار مورد استفاده قرار می‌گیرند. رنگ‌های حاصل را می‌توان در نور زمینه روشن^۹ مشاهده نمود و با بهره‌گیری از نور پلاریزه^{۱۰}، شدت و وضوح آن‌ها را افزایش داد [۱].

● روش‌های نوری برای تولید رنگ

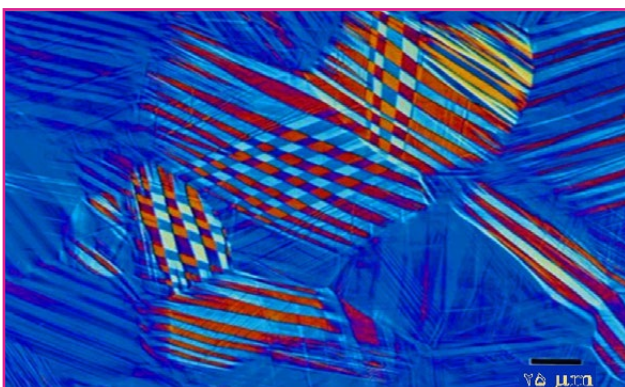
فلزات با ساختارهای بلوری غیر مکعبی را می‌توان بدون اچ با استفاده از نور پلاریزه بررسی نمود اما رنگ همیشه مشاهده نمی‌شود. برای مشاهده رنگ، نمونه باید به‌طور کامل، عاری از آسیب‌های باقی‌مانده آماده شود و حتی در این صورت هم برخی از فلزات غیر مکعبی هنوز رنگ کمی از خود نشان می‌دهند. بسیاری از فلزات و آلیاژها را می‌توان با معرف‌هایی که در نور زمینه روشن روی سطح یک لایه تداخلی رنگی ایجاد می‌کنند، اچ نمود. اگر رشد چنین لایه‌ای برای ایجاد انعکاس رنگی ایده‌آل مشکل باشد، می‌توان رنگ را با بررسی زیر نور پلاریزه و شاید با کمک یک فیلتر رنگی حساس که صفحه لامبدا^{۱۳} یا فیلتر قرمز مرتبه اول^{۱۴} نیز نامیده می‌شود، بهبود بخشید [۱].



شکل (۳): ریزساختار شامل دوقلوبی‌های مکانیکی در زیرکونیم [۱].



شکل (۱): ریزساختار آلیاژ ریختگی طلا-۲۲ درصد آلومینیوم [۱].



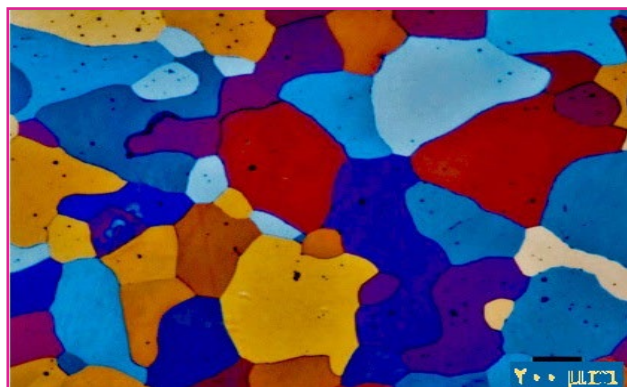
شکل (۴): ریزساختار آلیاژ حافظه‌دار با استفاده از کنتراست تداخلی تفاضلی [۱].



شکل (۲): ریزساختار اکسید مس قرمز رنگ در مس آرسنیک‌دار در زمینه تاریک [۱].

● آندایزینگ

برخی از معرف‌های اچ الکترولیتی وجود دارند که می‌توانند برای تولید رنگ از آنها استفاده نمود. اجزای فاز دوم را می‌توان رنگ‌آمیزی و با نور زمینه روشن مشاهده کرد. آندایزینگ نمونه‌های آلومینیومی با معرف بارکر^{۱۵} یا محلول‌های مشابه لایه تداخلی ایجاد نمی‌کنند، زیرا در زمینه روشن به‌صورت رنگی مشاهده نمی‌شوند. این روش، باعث ایجاد حفره‌های حاصل از اچ ریز روی سطح می‌شود. ساختار دانه‌ها را می‌توان زیر نور پلاریزه به‌صورت سیاه و سفید و در صورت اضافه کردن یک صفحه حساس به رنگ، به‌صورت رنگی مشاهده نمود. شکل (۵) نمونه‌ای از آندایزینگ را برای آشکار کردن ساختار دانه‌های آلومینیوم فوق خالص نشان می‌دهد [۱ و ۲].



شکل (۵): ریزساختار آلومینیوم خالص اچ شده با معرف بارکر [۱].

● اچ کردن رنگی

بسیاری از فلزاتی که با معرف‌های استاندارد برای آشکارسازی مرزدانه‌ها اچ می‌شوند، در بیشتر موارد، به جای تمام مرزدانه‌ها، تنها درصد بالایی از مرزدانه‌ها را نشان می‌دهند. با این حال، اچ‌های رنگی، ساختار دانه را به‌طور کامل آشکار می‌کنند. در مورد فلزاتی با دوقلوهای بازپختی، وقتی یک محلول اچ استاندارد بخشی از مرزدانه‌ها و دوقلوها را آشکار می‌کند، به علت وجود مرزهای نوارهای دوقلویی‌ها اندازه‌گیری دانه‌ها حتی به‌صورت دستی بسیار دشوار است، زیرا تمایز بین مرزهای دانه و دوقلویی (دومی باید در اندازه‌گیری نادیده گرفته شود)، ساده نیست. با این حال، در ریزساختاری که اچ رنگی شده، جداسازی دانه از مرزهای دوقلویی،

حداقل به‌صورت دستی، به نسبت آسان است. علاوه‌بر این، لایه‌ها به‌عنوان تابعی از جهت‌گیری بلوری رشد می‌کنند. بنابراین، می‌توان هر جهت‌گیری بلورشناسی ترجیحی را با محدوده رنگی باریک موجود، تشخیص داد. اگر طیف وسیعی از رنگ‌ها در یک الگوی تصادفی وجود داشته باشد، جهت‌گیری بلوری تصادفی خواهد بود. اگر طیف باریکی از رنگ‌ها در دانه‌ها وجود داشته باشد، یک جهت‌گیری ترجیحی وجود دارد. ترکیبات محلول‌های اچ رنگی در جداول شماره (۱) تا (۵) آمده است. آماده‌سازی نمونه هنگام استفاده از روش‌های رنگی در مقایسه با روش‌های سیاه و سفید باید بهتر باشد، زیرا لایه‌های رشد یافته به‌صورت اپیتاکسیال^{۱۶} به آسیب‌های باقیمانده ناشی از آماده‌سازی که برطرف نشده‌اند، حساس هستند. این سطح از آماده‌سازی در کار تجزیه و تحلیل تصویر مورد نیاز است و می‌تواند به راحتی توسط یک متخصص متالوگرافی آگاه با تجهیزات مناسب به‌دست آید. برای دستیابی به بهترین سطح آماده‌سازی، نیازی به پرداخت الکترولیتی نیست.

رایج‌ترین معرف‌های اچ رنگی، آن‌هایی هستند که لایه‌های تداخلی سولفیدی^{۱۷} را بر سطح نمونه رسوب می‌دهند. این معرف‌ها به‌عنوان شناخته‌شده‌ترین اچ‌کننده‌های رنگی شناخته می‌شوند و به‌طور معمول، ساده‌ترین کاربرد را دارند [۱ و ۳]. کلم^{۱۸} و براها^{۱۹} پرکاربردترین معرف‌های اچ رنگی سولفیدی را با استفاده از تیوسولفات سدیم^{۲۰} و متابی سولفیت پتاسیم^{۲۱} توسعه دادند (جداول (۱) و (۲)).

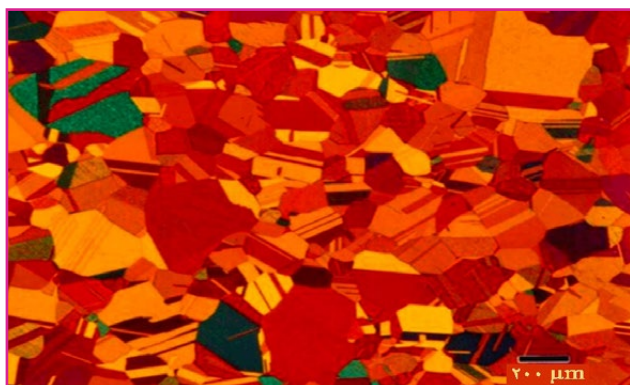
جدول (۱): معرف‌های کلم [۱].

نام معرف	ترکیب شیمیایی(*)	شیوه و موارد استفاده
کلم (۱)	<ul style="list-style-type: none"> ۵۰ میلی‌لیتر از محلول اشباع شده که در ابتدا آماده شده است؛ ۱ گرم متابی سولفیت پتاسیم. 	<ul style="list-style-type: none"> زمان غوطه‌وری: بیشینه مقدار، ۳ دقیقه؛ فازهای فریت و مارتنزیت را در چدن، فولادهای کربنی و کم آلیاژ رنگی می‌نماید. جدایش فازی را مشخص می‌سازد. فاز بتا در برنج را رنگی می‌نماید (فاز آلفا نیز می‌تواند رنگ شود، اما بسیار آهسته‌تر) روی و آلیاژهای آن را مشخص می‌نماید.
کلم (۲)	<ul style="list-style-type: none"> ۵۰ میلی‌لیتر از محلول از پیش آماده شده؛ ۵ گرم متابی سولفیت پتاسیم. 	<ul style="list-style-type: none"> زمان غوطه‌وری: بیشینه مقدار، ۸ دقیقه؛ فاز آلفا در برنج، قلع و فولادهای منگنزدار را رنگ می‌نماید.
کلم (۳)	<ul style="list-style-type: none"> ۵۰ میلی‌لیتر از محلول از پیش آماده شده؛ ۴۵ میلی‌لیتر آب؛ ۲۰ گرم متابی سولفیت پتاسیم. 	<ul style="list-style-type: none"> زمان غوطه‌وری: بیشینه مقدار، ۸ دقیقه؛ آلیاژهای برنزی و مونل را رنگ می‌کند.

*: محلول از پیش آماده شده: محلول اشباع شده از تیوسولفات سدیم در آب سرد.

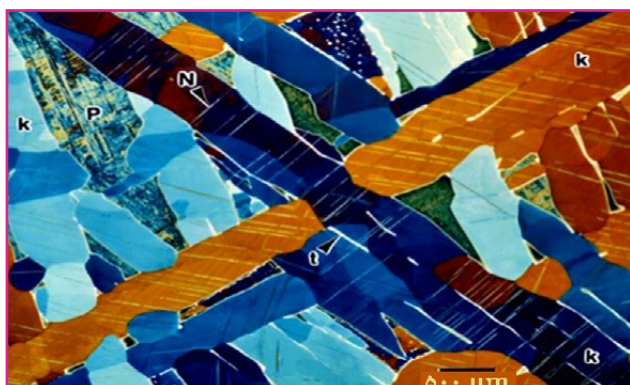
جدول (۲): معرف‌های براها بر پایه اسید کلریدریک و متابی سولفیت پتاسیم [۱].

معرف	محلول اصلی
۰	<ul style="list-style-type: none"> ۶ میلی لیتر اسید کلریدریک؛ ۹۹۴ میلی لیتر آب.
۱	<ul style="list-style-type: none"> ۱ گرم متابی سولفیت پتاسیم؛ ۲۰۰ میلی لیتر اسید کلریدریک؛ ۱۰۰۰ میلی لیتر آب؛ ۲۴ گرم آمونیوم بیفلورید^{۲۲}.
۲	<ul style="list-style-type: none"> ۴۰۰ میلی لیتر اسید کلریدریک؛ ۸۰۰ میلی لیتر آب؛ ۴۸ گرم آمونیوم بیفلورید.
۳	<ul style="list-style-type: none"> ۴۰۰ میلی لیتر اسید کلریدریک؛ ۶۰۰ میلی لیتر آب؛ ۵۰ گرم آمونیوم بیفلورید.
۴	<ul style="list-style-type: none"> ۵۰۰ میلی لیتر اسید کلریدریک؛ ۵۰۰ میلی لیتر آب؛ ۵۰ گرم آمونیوم بیفلورید.

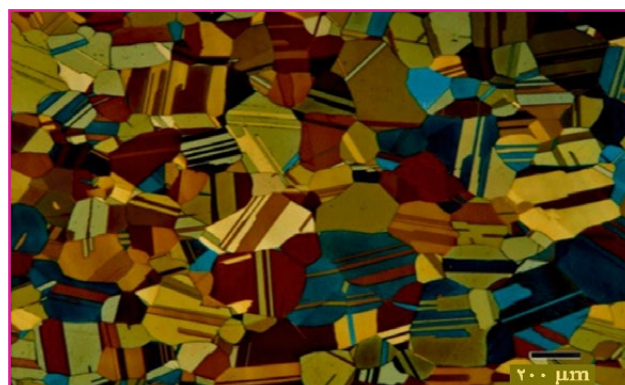


شکل (۶): ریزساختار با نور پلاریزه برنج کار تریج اچ شده با معرف کلم (۱) [۱].

معرف‌های اچ کلم شماره (۱) تا (۳) (شکل‌های (۶) و (۷)) و یکی از معرف‌های براها (شکل (۸))، هر دو بر پایه ترکیبی از تیوسولفات سدیم و متابی سولفیت پتاسیم ساخته شده‌اند. در مقابل، براها برای اچ کردن انواع آلیاژهای پایه آهن، از معرف‌هایی استفاده می‌کند که شامل غلظت‌های متفاوت اسید کلریدریک^{۲۶} ترکیب شده با متابی سولفیت پتاسیم هستند (شکل (۹)). این تفاوت در ترکیب معرف‌ها به منظور تطبیق با خواص مختلف آلیاژها و بهینه‌سازی فرآیند اچ رنگی در متالوگرافی به کار گرفته می‌شود.



شکل (۸): ریزساختار دانه‌های اکتاهدریتی شهاب سنگ گیبون اچ شده با معرف براها [۱].

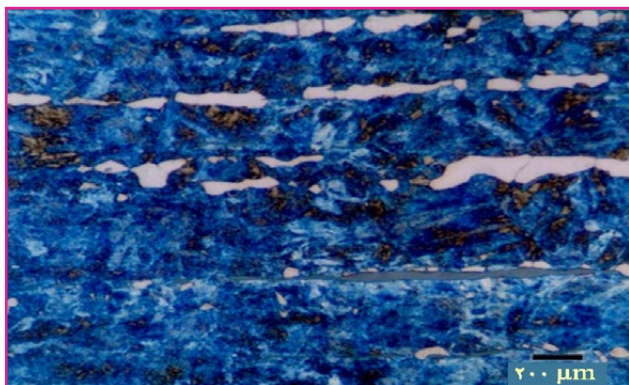


شکل (۷): ریزساختار با نور پلاریزه برنج کار تریج اچ شده با معرف کلم (۳) [۱].

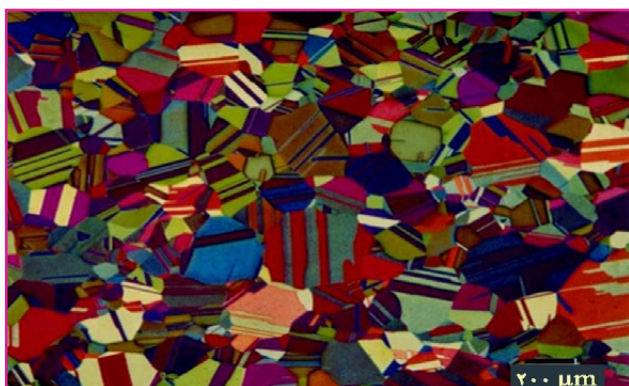
براه‌ها همچنین معرف‌های اچی بر پایه اسید سولفامیک^{۲۷} که یک اسید آلی ضعیف است را ایجاد نمود که با وجود نتایج خوب آنها، زیاد مورد استفاده قرار نگرفته‌اند. معرف‌های اچ اسید سولفامیکی برای چدن‌ها، فولادهای کم کربن و آلیاژی، فولادهای ابزار و فولادهای ضد زنگ مارتنزیتی استفاده می‌شوند (شکل (۱۲)). همچنین، براها دو معرف اچ رنگی اختصاصی توسعه داد که قادرند لایه‌هایی از سولفید کادمیوم^{۲۸} (شکل (۱۳)) و یا سولفید سرب^{۲۹} (شکل (۱۴)) را روی سطوح فولادها و آلیاژهای پایه مس، رسوب دهند. اگرچه تهیه این دو معرف با دشواری‌هایی همراه است، اما استفاده از آن‌ها بسیار سودمند بوده و اطلاعات ریزساختاری ارزشمندی ارائه می‌دهد (جدول (۳) و (۴)) [۱].



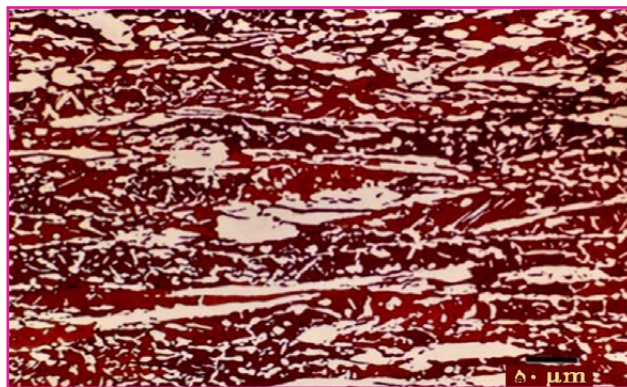
شکل (۱۲): ریزساختار نور پلاریزه آلیاژ آهن و نیکل با براها اسید سولفامیکی اچ شده [۱].



شکل (۱۳): ریزساختار نور پلاریزه فولاد زنگ نزن ۴۱۶ با براها سولفید کادمیم اچ شده [۱].

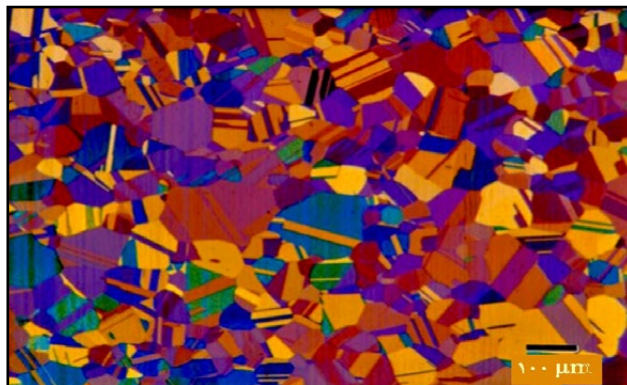


شکل (۱۴): ریزساختار برنج کارتریج اچ شده با براها سولفید سرب دار [۱].

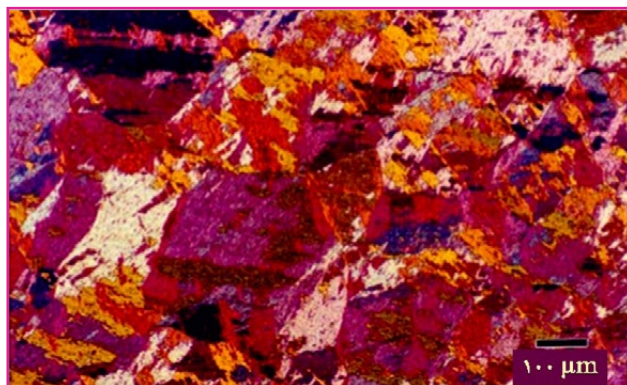


شکل (۹): ریزساختار فریت در فولاد زنگ نزن دوپلکس اچ شده با معرف براها [۱].

این معرف‌ها را می‌توان برای رنگ‌آمیزی فریت و مارتنزیت در چدن‌ها، فولادهای کربنی و کم آلیاژ استفاده کرد. معرف‌های اچ حاوی اسید کلریدریک از نظر غلظت بسیار متفاوت هستند و می‌توانند برای رنگ‌آمیزی ساختارهای دانه‌ای فولادهای زنگ نزن (شکل (۱۰))، آلیاژهای پایه نیکل و پایه کبالت استفاده شوند. از متابی سولفید سدیم با غلظت‌های متفاوتی حدود ۱ تا ۲۰ گرم در ۱۰۰ میلی‌لیتر آب، استفاده شده‌است که یک اچ رنگی ایمن، قابل اعتماد و مفید برای آهن و فولاد ایجاد می‌کند (شکل (۱۱)) [۴ تا ۸].



شکل (۱۰): ریزساختار نور پلاریزه فولاد زنگ نزن ۳۰۲ با معرف براها (۱) [۱].



شکل (۱۱): ریزساختار نور پلاریزه فولاد استحکام بالا با متابی سولفات سدیم ۱۰ درصد [۱].

جدول (۳): معرف های اسید سولفامیکی براها [۱].

معرف	ترکیب شیمیایی	توضیحات
۱	<ul style="list-style-type: none"> ۱۰۰ میلی لیتر آب؛ ۳ گرم متابی سولفیت پتاسیم؛ ۱ گرم اسید سولفامیک. 	<ul style="list-style-type: none"> برای چدن، آهن، فولادهای کربنی و آلیاژی، فولادهای منگنزدار؛ زمان غوطه‌وری بیشینه مقدار ۴ دقیقه است. بعد از تغییر رنگ محلول به زرد (بعد از ۲ تا ۴ ساعت) دور ریخته شود.
۲	<ul style="list-style-type: none"> ۱۰۰ میلی لیتر آب؛ ۶ گرم متابی سولفیت پتاسیم؛ ۲ گرم اسید سولفامیک. 	<ul style="list-style-type: none"> همانند معرف ردیف (۱) اما با سرعت بیشتر استفاده شود.
۳	<ul style="list-style-type: none"> ۱۰۰ میلی لیتر آب؛ ۳ گرم متابی سولفیت پتاسیم؛ ۲ گرم اسید سولفامیک. 	<ul style="list-style-type: none"> همانند معرف ردیف (۱) اما با سرعت بیشتر استفاده شود؛ زمان غوطه‌وری: بیشینه مقدار ۹۰ ثانیه.
۴	<ul style="list-style-type: none"> ۱۰۰ میلی لیتر آب؛ ۳ گرم متابی سولفیت پتاسیم؛ ۱ گرم اسید سولفامیک؛ ۱-۰/۵ گرم آمونیوم بیفلورید. 	<ul style="list-style-type: none"> برای فولادهای زنگ نزن - ابزار - حاوی منگنز استفاده می‌شود؛ زمان غوطه‌وری: بیشینه مقدار، ۳ دقیقه.

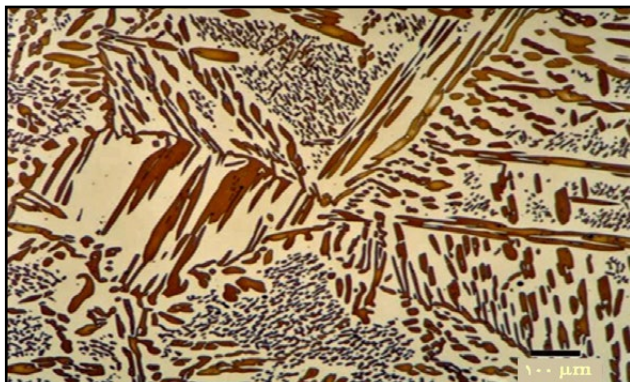
جدول (۴): معرف های سولفید کادمیوم و سولفید سرب براها [۱]

معرف	ترکیب شیمیایی	توضیحات
سولفید کادمیوم	<ul style="list-style-type: none"> ۱۰۰ میلی لیتر آب؛ ۲۴۰ گرم تیوسولفات سدیم پنج آبه^{۳۰}؛ ۳۰ گرم اسید سیتریک^{۳۱}. 	<ul style="list-style-type: none"> برای آهن، فولاد و فولادهای زنگ نزن مارتنزیتی و فریتی: مواد را به ترتیب نشان داده شده، حل نمایید. محلول آماده را به مدت ۲۴ ساعت در دمای ۲۰ درجه سانتی گراد و در بطری سیاه رنگ و تاریکی قرار دهید. قبل از استفاده ۱۰۰ میلی گرم از آن را فیلتر نمایید. زمان غوطه‌وری: ۲۰ تا ۹۰ ثانیه.
	<ul style="list-style-type: none"> ۲۵-۲۰ گرم کلرید کادمیم^{۳۲} می‌توان از سولفات یا استات کادمیم به جای کلرید کادمیم استفاده نمود. 	<ul style="list-style-type: none"> برای فولادها، بعد از ۲۰ تا ۴۰ ثانیه فریت به رنگ قرمز یا بنفش در می‌آید؛ با زمان بیشتر فریت زرد یا آبی روشن، فسفید قهوه‌ای و کاربیدها بنفش یا آبی می‌شوند؛ برای فولادهای زنگ نزن: غوطه‌وری به مدت ۶۰ تا ۹۰ ثانیه کاربیدها را به رنگ قرمز یا آبی تیره و زمینه را به زنگ زرد در می‌آورد. رنگ فریت متغییر است. غوطه‌وری بیش از ۹۰ ثانیه، سولفیدها را قرمز متمایل به قهوه‌ای می‌کند.
سولفید سرب	<ul style="list-style-type: none"> ۱۰۰۰ میلی لیتر آب؛ ۲۴۰ گرم تیوسولفات سدیم پنج آبه؛ ۳۰ گرم اسید سیتریک؛ ۲۴ گرم استات سرب^{۳۳}. 	<ul style="list-style-type: none"> برای مس و آلیاژهای مس: مطابق با ترکیب نشان داده شده مواد را حل و همانند سولفید سرب به آن زمان بدهید. محلول اصلی را فیلتر نکنید. غوطه‌وری در محلول، زمینه FCC را رنگی می‌سازد؛ برای فولاد و چدن: اچ اولیه با نیتال. افزودن ۰/۲ گرم نیتريت سدیم به ۱۰۰ میلی گرم از محلول همراه با هم زدن زیاد. غوطه‌وری تا زمانی که سطح مطابق با حالت زیر رنگی شود؛ فریت: بنفش تا آبی، سمنتیت: بنفش کم رنگ یا آبی، فسفید: زرد و سولفیدها: سفید

ابتدا با نیتال^{۳۴} اچ شده تا زمینه تیره شود، سپس لایه‌های سولفیدی به صورت سفید در برابر زمینه تیره قابل مشاهده خواهند بود. علاوه بر این، براها دو معرف اچ رنگی دیگر را معرفی کرد که بر پایه استفاده از یون‌های مولیبدات^{۳۵} در اسید نیتریک^{۳۶} طراحی شده‌اند. این معرف‌ها قادرند سمنتیت را در فولادها به‌طور مؤثری رنگ‌آمیزی کنند (شکل (۱۵)) [۱].

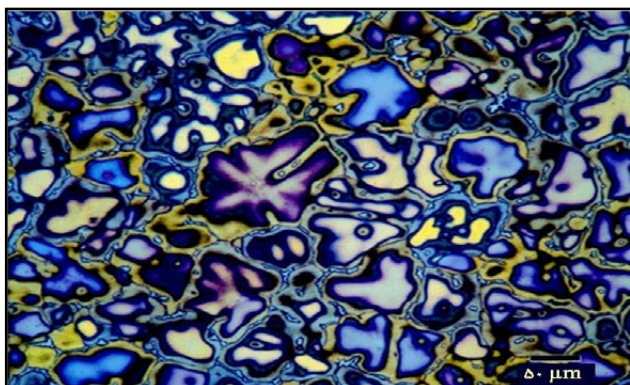
معرف سولفید کادمیم برای اچ ریزساختار فولادهای کربنی و آلیاژی، فولادهای ابزار و همچنین فولادهای زنگ نزن فریتی، مارتنزیتی و رسوب سخت‌شونده بسیار موثر است. در مقابل، معرف سولفید سرب عملکرد بسیار خوبی بر آلیاژهای پایه مس دارد و می‌تواند برای رنگ‌آمیزی فازهای سولفیدی به رنگ سفید در فولادها مورد استفاده قرار گیرد. در این روش نمونه

را در فولادهای زنگ نزن دوپلکس^{۴۰}، به جای فریت رنگ‌آمیزی نماید (شکل (۱۸)).

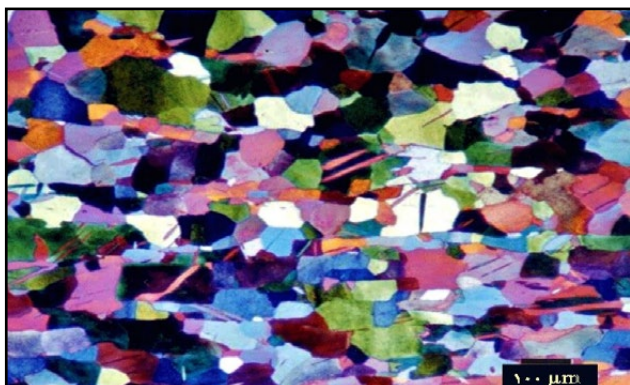


شکل (۱۸): ریزساختار آستنیت در فولاد زنگ نزن دوپلکس اچ با معرف لیختنر و بلوخ^{۴۱} [۱].

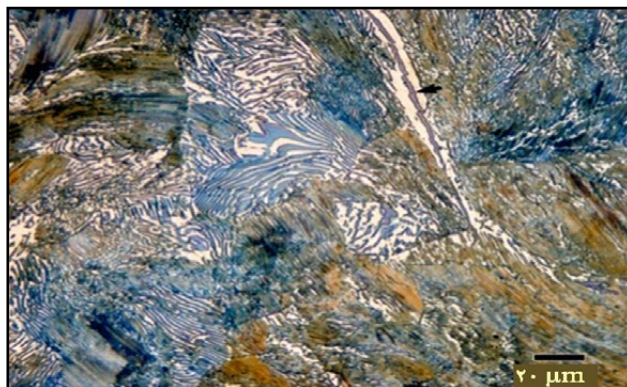
ویک^{۴۲} هم معرف‌های اچ رنگی را توسعه داد و بسیاری از آنها را در پژوهش‌های خود به کار برد. این محلول‌ها در چند مورد برای رنگ‌آمیزی آلیاژهای آلومینیوم (شکل (۱۹)) و یا تیتانیوم (شکل (۲۰)) به کار رفته‌اند. در هر دو مورد، ایجاد رنگ خوب در ساختار آلیاژهای ریخته‌گری شده آسان‌تر از آلیاژهای کار شده‌است.



شکل (۱۹): ریزساختار آلومینیوم ریختگی ۲۰۶ اچ شده با معرف ویک [۱].

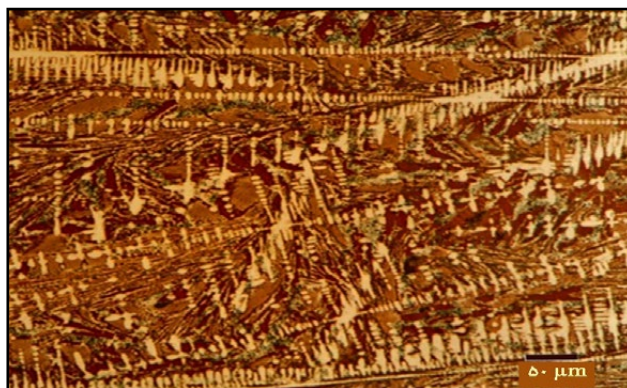


شکل (۲۰): ریزساختار تیتانیوم نوردی دارای دوقلویی اچ شده با ویک اصلاح شده [۱].

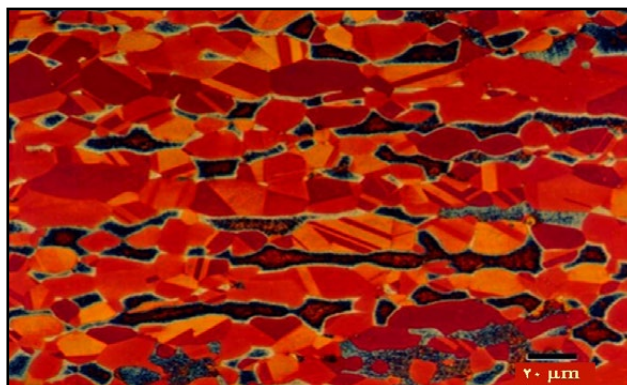


شکل (۱۵): ریزساختار فولاد ۱ درصد کربن نوردی اچ شده با براها مولیبدات سدیم [۱].

همچنین براها محلول اچ‌کننده رنگی را ایجاد نمود که عنصر سلنیوم را روی سطح فولادها (شکل (۱۶))، آلیاژهای پایه نیکل و آلیاژهای پایه مس، رسوب می‌دهد (شکل (۱۷)).



شکل (۱۶): ریزساختار چدن تحت تبریدی اچ شده با براها اسیدسلنیکی [۱].



شکل (۱۷): ریزساختار برنج ۴۰ درصد روی اچ شده با براها اسیدسلنیکی^{۳۷} [۱].

برخی محلول‌های اچ‌کننده رنگی دیگری نیز وجود دارد که توسط متخصصین متالوگرافی توسعه یافته‌اند؛ به‌عنوان مثال، لیختنر^{۳۸} و بلوخ^{۳۹}، معرف اچ غیرمعمولی را ابداع کردند که قادر است آستنیت

پیوست

• معرف اسید سلنیک براها برای چدن: ۱۰۰ میلی‌لیتر اتانول، ۲ میلی‌لیتر اسید کلریدریک، ۱ میلی‌لیتر اسید سلنیک.

• معرف اسید سلنیک براها برای آلیاژهای مس: ۳۰۰ میلی‌لیتر اتانول، ۲ میلی‌لیتر اسید کلریدریک، ۱-۰/۵ میلی‌لیتر اسید سلنیک.

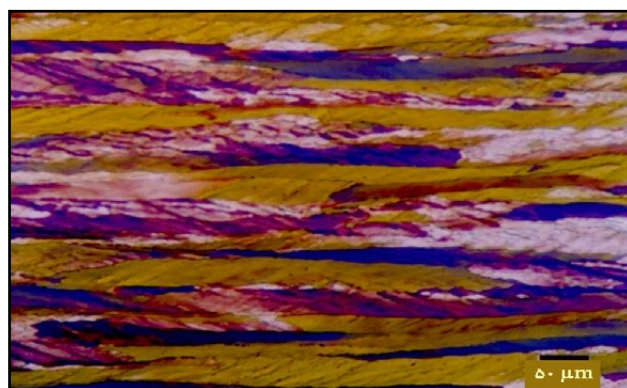
• معرف لیختنر و بلوخ: از ۲۰ گرم آمونیوم بیفلورید و ۰/۵ گرم پتاسیم متابی‌سولفیت، حل شده در ۱۰۰ میلی‌لیتر آب (از آب داغ استفاده کنید) در دمای ۲۵-۳۰ درجه سانتیگراد اچ شود.

• معرف ویک برای آلومینیوم: ۱۰۰ میلی‌لیتر آب، ۴ گرم پرمنگنات پتاسیم^{۴۷} و ۱ گرم هیدرواکسید سدیم^{۴۸}.

• معرف ویک اصلاح‌شده برای تیتانیوم: ۱۰۰ میلی‌لیتر آب، ۲۵ میلی‌لیتر اتانول و ۲ گرم آمونیوم بیفلورید.

• معرف رنگی ORNL برای مولیبدن: ۷۰ میلی‌لیتر آب، ۱۰ میلی‌لیتر اسید سولفوریک و ۲۰ میلی‌لیتر پراکسید هیدروژن (غلظت ۳۰ درصد). نمونه به مدت ۲-۳ دقیقه غوطه‌ور می‌شود. مالیدن محلول اچ بر سطح نمونه، یک ریزساختار اچ شده مسطح (بدون رنگ) ایجاد می‌کند.

دو محلول اچ برای رنگ‌آمیزی فاز تتا^{۴۳} در آلیاژهای آلومینیوم-مس مفید هستند که لینارد^{۴۴} یکی از ساده‌ترین آنها را برای استفاده ایجاد کرد. چندین محلول اچ رنگی هم برای اچ رنگی مولیبدن (شکل (۲۱)) و تنگستن ایجاد شده‌اند [۹ و ۱۰].



شکل (۲۱): ریزساختار مولیبدن خالص کار شده که با معرف ارنل^{۴۵} اچ شده‌است [۱].

محلول اچ رنگی حاوی مولیبدات سدیم برای آشکارسازی ریزساختار فولادها مورد استفاده قرار می‌گیرد. این محلول به‌ویژه در رنگ‌آمیزی فاز سمنتیت در فولادها مؤثر است و امکان تفکیک بهتر فازها را فراهم می‌سازد (جدول (۵)) [۱].

جدول (۵): محلول مولیبدات سدیم^{۴۶} براها [۱].

ترکیب شیمیایی محلول اصلی	توضیحات
<ul style="list-style-type: none"> ۱۰۰۰ میلی‌لیتر آب؛ ۱۰ گرم مولیبدات سدیم دو آبه 	<p>✓ برای زرد - پرتقالی نمودن فسفید و سمنتیت (بر فریت تأثیری ندارد):</p> <ul style="list-style-type: none"> برای چدن: افزودن اسید نیتریک به محلول اصلی برای تنظیم میزان اسیدی (۳-۲/۵). زمان غوطه‌وری: ۴۵-۶۰ ثانیه. برای فولادهای کم کربن: تنظیم میزان اسیدی و افزودن ۰/۱ گرم آمونیوم بیفلورید در هر ۱۰۰ میلی‌لیتر از محلول اصلی. زمان غوطه‌وری: ۴۵-۶۰ ثانیه. برای فولادهای متوسط و پرکربن: همانند مراحل بالا اما افزودن ۰/۳ گرم آمونیوم بیفلورید در هر ۱۰۰ میلی‌لیتر از محلول اصلی. زمان غوطه‌وری: ۳۰-۴۵ ثانیه.
	<p>✓ برای قرمز - بنفش نمودن کاربیدها و زرد نمودن فریت:</p> <ul style="list-style-type: none"> برای تمام فولادها: افزودن ۰/۵ گرم آمونیوم بیفلورید و تنظیم میزان اسیدی در حدود ۳ - ۳/۵. برای فولادهای کم کربن: زمان غوطه‌وری: ۲۰ - ۳۰ ثانیه. برای فولادهای متوسط و پرکربن: زمان غوطه‌وری: ۴۵ - ۹۰ ثانیه.

نمونه‌های ارائه‌شده در این مقاله، به‌خوبی ارزش بالایی استفاده از رنگ و معرف‌های اچ رنگی را در بررسی ریزساختار فلزات و آلیاژهای گوناگون، که هر یک دارای روش ساخت منحصر به فردی هستند، نشان می‌دهند. این مثال‌ها به‌وضوح توانایی این معرف‌ها را در آشکارسازی کامل ساختار دانه‌ای حتی در نمونه‌هایی که به سختی اچ می‌شوند، به نمایش می‌گذارند. افزون بر این، ماهیت انتخابی این معرف‌ها آن‌ها را به ابزارهایی بسیار مفید برای مطالعات کمی در متالوگرافی تبدیل کرده است.

همچنین، اچ‌کننده‌های رنگی جدایش عناصر را به وضوح نمایان می‌کنند و این امکان را فراهم می‌سازند که تحلیل‌هایی نظیر طیف‌سنجی پراکندگی انرژی پرتو ایکس یا طیف‌سنجی پراش طول‌موج پرتو ایکس، بدون ایجاد اختلال ناشی از لایه سطحی تداخلی، به‌طور مستقیم روی سطح نمونه‌های اچ‌شده انجام شود.

پی‌نوشت

1. Etch
2. Random
3. Preferred
4. Immersion
5. Electrolytically
6. Anodizing
7. Interference films
8. Vapor deposition
9. Bright-field illumination
10. Polarized light
11. Dark field
12. Differential interference contrast illumination
13. Lambda plate
14. First-order red filter
15. Barker's reagent
16. Epitaxially
17. Sulfide
18. Klemm
19. Beraha
20. Sodium Thiosulfate ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$)
21. Potassium Metabisulfite ($\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_5$)
22. Ammonium bifluoride (NH_4FHF)
23. Sodium sulfide (Na_2S)
24. Iron (III) chloride hexahydrate ($\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$)
25. CuCl_2
26. Hydrochloric acid (HCl)
27. Sulfamic acid
28. Cadmium Sulfide (CaS)
29. Lead Sulfide (PbS)
30. Sodium thiosulfate pentahydrate ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$)
31. Citric acid
32. CdCl_2
33. Lead acetate
34. Nital
35. Molybdate
36. Nitric acid (HNO_3)
37. Selenic acid (H_2SeO_4)
38. Lichtenegger
39. Blösch
40. Duplex Steel
41. Lichtenegger and Blösch 1) LB1(
42. Weck
43. AlCu_2
44. Lienard
45. Oak Ridge National Laboratory (ORNL)
46. Sodium molybdate dehydrate ($\text{Na}_2\text{MoO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)
47. Potassium permanganate (KMnO_4)
48. Sodium hydroxide (NaOH)

مراجع

- [1] G. F. Vander Voort, Metallography: Principles and Practice, McGraw-Hill Book Co., NY, 1984 and ASM International, Materials Park, Ohio, 1999.
- [2] H.S. Yang, An Electrolytic Etching/Anodizing Method for Revealing the Microstructures of Common Aluminum Alloys, Pr. Metallogr., Vol 27, 1990, p 539.
- [3] G.F. Vander Voort, Tint Etching, Met. Prog., Vol 127, (No. 4), March 1985, p 31.
- [4] H. Klemm, Uses of Sodium Thiosulfate (Klemm's Reagent) as an Etchant, Pr. Metallogr., Vol 5, April 1968, p 163. p 454
- [5] E. Beraha, New Metallographic Reagents for Stainless Steel and Heat-Resisting Alloys, J. Iron Steel Inst. Jpn., Vol 204, March 1966, p 248.
- [6] E. Beraha, Staining Metallographic Reagent for Detection of Phosphides, Carbides and Nitrides in Iron, Steel, Tool Steels, Stainless Steel and Heat-Resisting Alloys, Pr. Metallogr., Vol 5, Sept 1968, p 501.
- [7] E. Beraha, Staining Metallographic Reagents for Cast Iron, Steels, Tool Steels, Manganese Steels, and Ferritic and Martensitic Stainless Steel, Pr. Metallogr., Vol 8, Sept 1971, p 547.
- [8] E. Beraha, Metallographic Reagents Based on Molybdate Solutions, Pr. Metallogr., Vol 11, May 1974, p 271.
- [9] P. Lichtenegger and R. Bloch, Colour Etching of High Alloy Steels, Pr. Metallogr., Vol 12, 1975, p 567.
- [10] P. Lienard, Etching of Aluminium Alloys, Structure, Vol 8, June 1984, p 17-20.

نویسندگان

اسماعیل رنجبری^{*۱}

۱. دانشگاه آزاد اسلامی واحد علوم و تحقیقات

*esmaeil.ranjbari@srbiau.ac.ir

تاریخ دریافت: ۱۴۰۴/۰۳/۰۳

تاریخ پذیرش: ۱۴۰۴/۰۳/۲۶

تهیه ابرجاذب پلیمری پلی اکریلیک اسید/پلی وینیل الکل به روش الکتروریسی بدون نازل و بررسی عوامل موثر دستگاهی بر مورفولوژی آن

واژه‌های کلیدی

ابرجاذب، الکتروریسی بدون نازل، مورفولوژی.

چکیده

در تحقیق حاضر، ساخت نانوالیاف پلی اکریلیک اسید/پلی وینیل الکل با استفاده از روش الکتروریسی بدون نازل مورد بررسی قرار گرفت و تأثیر عوامل مواد و شرایط فرآیندی بر فرآیند الکتروریسی مطالعه شد. در گام نخست، محلول‌های پلی اکریلیک اسید در غلظت‌های مختلف تهیه و در شرایط فرآیندی مشخص الکتروریسی شدند. براساس مشاهدات عینی و تحلیل مورفولوژی به کمک میکروسکوپ الکترونی، محلول با غلظت ۹ درصد وزنی پلی اکریلیک اسید در آب به‌عنوان ترکیب بهینه انتخاب شد. همچنین، اثر خنثی‌سازی گروه‌های کربوکسیلیک بر فرآیند الکتروریسی و ارتباط آن با ویسکوزیته و هدایت الکتریکی محلول مورد ارزیابی قرار گرفت. نتایج نشان داد که خنثی‌سازی ۱۵ درصد از گروه‌های عاملی کربوکسیلیک تأثیر قابل توجهی بر قابلیت ریسندگی محلول دارد. در ادامه، محلول‌های پلی اکریلیک اسید حاوی درصد‌های مختلف پلی وینیل الکل با استفاده از دستگاه الکتروریسی بدون نازل ریسیده شده و مورفولوژی نانوالیاف حاصل مورد بررسی قرار گرفت. نتایج حاصل نشان داد که در شرایط فرآیندی شامل ولتاژ ۳۵ کیلوولت، فاصله جمع‌کننده تا رشته‌ساز برابر با ۱۲/۵ سانتی‌متر و سرعت چرخش رشته‌ساز ۱۵ دور بر دقیقه، محلول پلی اکریلیک اسید/پلی وینیل الکل با نسبت ۱۰/۹۰ (وزنی) کمترین قطر الیاف را با میانگین حدود ۱۰۵ نانومتر تولید کرده است. بر این اساس، این ترکیب به‌عنوان نمونه بهینه انتخاب و تأثیر متغیرهای فرآیندی بر آن به‌طور دقیق‌تری مورد مطالعه قرار گرفت. به‌منظور بررسی اثر متغیرهای فرآیندی شامل ولتاژ اعمالی، فاصله بین رشته‌ساز تا جمع‌کننده و سرعت چرخش رشته‌ساز، هر یک از این عوامل در سه سطح مختلف مورد آزمون قرار گرفتند. نتایج حاصل از آزمون‌ها نشان داد که شرایط بهینه برای تولید نانوالیاف با کمترین قطر، شامل ولتاژ ۳۵ کیلوولت، فاصله ۱۰ سانتی‌متر بین رشته‌ساز و جمع‌کننده و سرعت چرخش ۱۵ دور بر دقیقه است. در این شرایط، میانگین قطر الیاف حدود ۱۰۰ نانومتر به‌دست آمد. در ادامه پژوهش، به‌منظور ایجاد اتصالات عرضی و تثبیت ساختار نانوالیاف، مقدار ۲ میلی‌لیتر پلی اتیلن گلایکول ۴۰۰ به محلول الکتروریسی افزوده شد. فرآیند ریسندگی در شرایط بهینه تعیین‌شده انجام گرفت و نانوالیاف حاصل پس از جمع‌آوری، در مایکروویو پخت شدند. برای بررسی رفتار ترمیمی این نانوالیاف، نمونه‌ها در محلول ۹/۰ درصد وزنی کلرید سدیم (آب نمک) و آب مقطر مورد آزمون قرار گرفتند. نتایج نشان داد که میزان تورم نانوالیاف در آب نمک حدود ۱۷۰۰۰ درصد و در آب مقطر حدود ۵۸۰۰۰ درصد بوده است.

هیدروژل‌ها، شبکه پلیمری سه‌بعدی نامحلول در آب هستند که با حفظ ساختار خود در آب متورم می‌شوند و توانایی نگهداری مقدار آب زیادی را دارند. به عبارت دیگر، این مواد، جاذب‌های طبیعی یا مصنوعی آب و محلول‌های آبی هستند که ممکن است در حجم خود شامل بیش از ۹۹ درصد آب باشند. به طور عمومی هیدروژل‌ها را به عنوان پلیمرهایی که توانایی تورم در آب با حفظ کسر مهمی از آب در ساختار خود دارا هستند (بیشتر از ۲۰ درصد از حجم ساختار خود) بدون اینکه خود در آب و یا سیال مورد نظر حل شوند، تعریف می‌کنند. این مواد همواره درجه زیادی از انعطاف‌پذیری را همچون لیاف طبیعی از خود نشان می‌دهند که منجر به ظرفیت آب‌پذیری زیاد آن‌ها می‌شود [۱ تا ۴].

کاربردهای هیدروژل‌ها به سرعت در حال گسترش است، از کاربردهای مهم هیدروژل‌ها می‌توان به استفاده در زمینه‌های، بهداشتی، پزشکی، کشاورزی و باغبانی، داربست رگ‌ها در پزشکی، پوشک بچه و نوار بهداشتی در زمینه‌های بهداشتی اشاره نمود [۵ و ۶].

ابرجاذب‌های پلیمری^۱ مواد جاذبی هستند که در حدود (۱۰۰۰ و حتی بیشتر) برابر وزن خود آب و یا محلول‌های آبی را جذب می‌کنند. بیشتر ابرجاذب‌های پلیمری متعارف در ظاهر به شکل سخت، خشک و پودرهای گرانول هستند که به شدت شبیه به شن‌های سفید و تمیز دریا و یا گرانول‌های شکر هستند. از شکل‌های دیگر این مواد، می‌توان به میکرو کره‌های پودری که دارای رشته‌های نازک هستند، اشاره نمود [۲، ۴ و ۷].

به‌طور عمده، در یک تقسیم‌بندی کلی، ابرجاذب‌های پلیمری به دو دسته زیر طبقه‌بندی شده‌اند [۳ و ۸]:

۱. مصنوعی: ابرجاذب‌های پایه محصولات پتروشیمی؛

۲. طبیعی: ابرجاذب‌های بر پایه پلیمرهای طبیعی (به عنوان مثال، پلی ساکاریدها، پایه پروتئینی).

با این وجود، بسیاری از ابرجاذب‌های موجود از منومرهای آکریلیک اسید^۲ و نمک‌های آن و یا آکرل امید با استفاده از روش‌های پلیمریزاسیون محلولی^۳ و برگردان تعلیقی^۴ ساخته شده‌اند.

با توجه به موارد بیان شده می‌توان دریافت که استفاده از سامانه‌های ابرجاذب با توجه به اهمیت کاربرد آنها در جنبه‌های گوناگون زندگی و صنعتی به‌صورت روزافزونی در حال گسترش است؛ از این رو، در تحقیقات انجام شده روی این مواد، بهینه‌سازی خواص و برطرف کردن مشکلات و نقایص موجود در این مواد، به عنوان موضوعاتی مهم مطرح و مورد توجه هستند، به همین دلیل، در سال‌های اخیر رویکرد محققان در تهیه و تولید سامانه‌های نوینی از ابرجاذب‌ها بوده و تحقیقاتی در این زمینه انجام گرفته است که می‌توان به ساخت هیدروژل‌ها در مقیاس نانو با استفاده از روش الکتروریسی اشاره نمود [۴، ۸ و ۹]. در الکتروریسی، لیاف با استفاده از نیروی الکترواستاتیک ساخته می‌شوند. لیاف ساخته شده با این روش دارای قطری در مقیاس چند نانومتر تا چند میکرومتر هستند. لیاف الکتروریسی شده به دلیل ویژگی منحصربه‌فرد خود دارای کاربردهای فراوانی از قبیل استفاده در ساخت حسگر، زخم پوشش، دارورسانی، فیلتر، غشاء و غیره هستند. این ویژگی منحصربه‌فرد ناشی از نسبت سطح به حجم بالا، تخلخل قابل تنظیم و ساختار سه‌بعدی به هم پیوسته لیاف است [۱ و ۱۰].

در سال‌های اخیر روش الکتروریسی به‌صورت فعال برای تولید هیدروژل‌ها استفاده شده‌است. در زمینه ساخت نانوالیاف پلی‌اکریلیک اسید به روش الکتروریسی چندین گزارش ارائه شده‌است؛ اما در موارد محدودی از گزارش‌ها فقط در مورد ایجاد پیوندهای عرضی بحث شده‌است. در بیشتر تحقیقات انجام شده به جز در دو مورد، ساخت نانوالیاف با هدف بررسی امکان‌پذیری ساخت و مطالعه مورفولوژی نانوالیاف و با استفاده از فرآیند الکتروریسی سوزنی صورت گرفته است [۱۱ تا ۱۷]. لازم به ذکر است که در نانوالیاف، اگر بین زنجیره‌های پلیمری ابرجاذب اتصال عرضی صورت نگیرد، چنانچه در معرض آب قرار گیرد، به سرعت حل می‌شود. با ایجاد اتصال عرضی، یک ساختار شبکه‌ای از نانوالیاف ایجاد می‌شود. لازم به ذکر است به‌منظور حفظ استحکام و ساختار نانوالیاف زمانی که از آنها به عنوان نانوالیاف هیدروژل استفاده می‌شود باید این لیاف، شبکه‌ای شوند که برای این کار، روش‌های زیر ارائه شده‌است:

• شبکه‌ای کردن شیمیایی مانند گلو تارآلدهید^۵؛

• پرتو الکترون یا تابش گاما؛

• شبکه‌ای کردن فیزیکی مانند عملیات حرارتی.

البته باید متذکر شد که این روش‌ها، بیشتر برای ترکیباتی که در ساختار خود گروه کربوکسیل دارند، کاربرد بیشتری دارد [۱۸ و ۱۹].

کیم و همکارانش با استفاده از الکتروریسی سوزنی توانستند پلی‌اکریلیک اسید^۶ را به‌صورت نانوالیاف در بیاورند [۱۲]. البته به دلیل اینکه پلی‌اکریلیک اسید رسانای خوبی نیست، نانوالیاف به‌دست آمده از الکتروریسی این ماده، به تنهایی دارای سطحی پر از گره است. آنها از سدیم کلرید برای رسانایی بیشتر و ایجاد فرآیند تولید آسان‌تر استفاده کردند.

در سال ۲۰۱۴، مینگ و همکاران [۱۴] با هدف توسعه یک مدل مصنوعی برای کاربردهای پزشکی به‌ویژه به‌عنوان لایه سطحی اعصاب، از نانوالیاف پلی‌اکریلیک اسید تولیدشده به روش الکتروروسی استفاده کردند. آن‌ها موفق شدند نانوالیافی با قطر میانگین حدود ۸۲۰ نانومتر تولید کرده و از طریق عملیات حرارتی، الیاف مذکور را در حضور اتیلن گلاکول در معرض فرآیند پخت قرار دهند.

لی و همکارش [۲۰] نانوالیاف پلی‌اکریلیک اسید را از طریق روش الکتروروسی سوزنی از محلولی شامل پلی‌اکریلیک اسید در حلال دی‌متیل فرم‌امید تولید کردند. فرآیند پخت این نانوالیاف با استفاده از بتا-سیکلودکسترین در دمای ۱۴۰ درجه سانتی‌گراد به مدت ۲۰ دقیقه انجام گرفت. نانوالیاف حاصل دارای قطری در بازه ۸۰ تا ۵۰۰ نانومتر بودند. نتایج نشان دادند که رفتار تورمی این نانوالیاف به pH محیط حساس بوده و خواص تورمی آن‌ها بسته به میزان اسیدی یا بازی بودن محلول تغییر می‌کند.

الکتروروسی هیدروژل پلی‌اکریلیک اسید/پلی‌وینیل الکل توسط آردنت و همکاران [۱۶] و زینگ و همکارانش [۱۷] مورد مطالعه قرار گرفت. نتایج پژوهش‌ها نشان داد که با حرارت‌دهی نانوالیاف تولید شده تا دمای ۱۴۰ درجه سانتی‌گراد، واکنش استریفیکاسیون^۷ آهسته‌ای بین گروه‌های کربوکسیلیک اسید (در پلی‌اکریلیک اسید) و گروه‌های هیدروکسیل (در پلی‌وینیل الکل) رخ می‌دهد که در نهایت منجر به ایجاد پیوندهای عرضی بین زنجیره‌های پلیمری می‌شود.

در سال ۲۰۱۲، لینکا و همکارش [۲۱] ساخت ورقه‌های نانوالیاف ابرجاذب پلی‌اکریلیک اسید به روش الکتروروسی با استفاده از دستگاه الکتروروسی بدون نازل نانواسپایدر را مورد مطالعه قرار دادند. برای ایجاد پیوندهای عرضی پلی‌اکریلیک اسید از پلی‌اتیلن اکساید^۸ در معرض حرارت استفاده شد. در این تحقیق، سرعت و ظرفیت جذب مطالعه و با پودرهای جاذب تجاری مقایسه شد. نتایج نشان داد که سرعت جذب نمونه‌های نانوالیاف از پودرهای جاذب بسیار بیشتر و ظرفیت جذب آنها اندکی بیش از پودر ابرجاذب تجاری است.

در ثبت اختراع صورت گرفته توسط شرکت بی‌اس‌اف [۱۱] گزارشی از ساخت نانوالیاف پلی‌اکریلیک اسید به روش الکتروروسی بدون نازل که با دستگاه نانواسپایدر ساخته شده، ارائه شده‌است. در این ثبت اختراع نمونه‌های مختلفی از نانوالیاف پلی‌اکریلیک اسید با عملیات حرارتی در دمای ۱۳۰ تا ۱۴۰ درجه سانتی‌گراد قرار گرفتند و از عوامل پختی مانند مخلوط ۲-هیدروکسی اتیل ۲-کرازولیدین و ۱ و ۳ پروپان دی‌ال و همچنین دناکول ای ایکس-۸۱۰ استفاده و پس از انجام عملیات، ظرفیت نگهداری نمونه‌ها در سانتی‌فیوژ^۹ اندازه‌گیری شد.

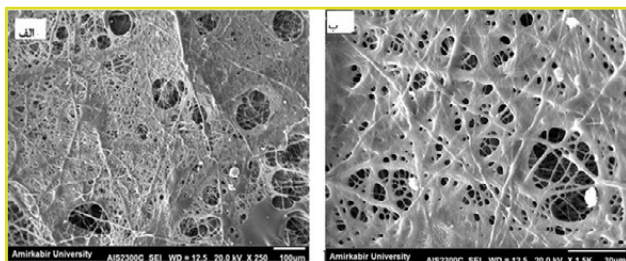
در این تحقیق، تولید هیدروژل پلی‌اکریلیک اسید/پلی‌وینیل الکل با استفاده از روش الکتروروسی بدون سوزن، عوامل موثر بر مورفولوژی آن و ایجاد اتصالات عرضی با استفاده از اشعه مایکروویو مورد بررسی قرار گرفت. برای الکتروروسی محلول پلی‌اکریلیک اسید / پلی‌وینیل الکل، ابتدا الکتروروسی پلی‌اکریلیک اسید به تنهایی مورد بررسی قرار گرفت. برای انجام این کار، محلول (۱۲) درصد وزنی از پلی‌اکریلیک اسید تهیه شد. برای تهیه محلول، پلیمر را در داخل بشر ریخته و بعد از اضافه کردن آب، مخلوط به مدت ۶ ساعت با هم‌زن مکانیکی با سرعت ۵۰۰ rpm در دمای محیط هم‌زده شد تا یکنواخت شود. محلول تهیه شده با شرایط فرآیندی ولتاژ ۳۵ Kv، فاصله جمع‌کننده تا رشته‌ساز ۱۲/۵ cm و سرعت رشته‌ساز ۱۵ rpm با دستگاه الکتروروسی آزمایشگاهی رسیده شد. مشاهدات عینی و نتایج میکروسکوپ الکترونی نشان داد که الکتروروسی پلی‌اکریلیک اسید به تنهایی به دلیل نیاز به یک میدان مغناطیسی بالا برای کشیدن محلول، سخت و در عمل غیر ممکن است. با توجه به اینکه رسانایی و ویسکوزیته از عوامل تاثیرگذار در فرآیند الکتروروسی هستند [۲] در ادامه، محلول (۵۰) درصد وزنی سدیم هیدروکسید در آب به‌عنوان کمک فرآیند مورد استفاده قرار گرفت که باعث افزایش رسانایی، ویسکوزیته و pH محلول شد.

پس از آن محلول‌هایی با درصدهای وزنی ۹ و ۱۱ از پلی‌اکریلیک اسید ساخته شد. برای انجام فرآیند پخت به هر نمونه ۴۰۰ میلی‌لیتری، ۲ میلی‌لیتر پلی‌اتیلن گلیکول اضافه شد. همچنین برای جلوگیری از قطره پراکنی و تشکیل گره و سایر مشکلات فرآیندی به همه محلول‌ها ۲ میلی‌لیتر نمک سدیم کلرید (۰/۱) مولار اضافه شد. همه محلول‌ها با شرایط یکسان و کاملاً مشابه با شرایط فرآیندی قبل رسیده شدند. به نظر می‌رسد علاوه بر افزایش غلظت و ویسکوزیته، اضافه کردن پلی‌وینیل الکل به پلی‌اکریلیک اسید می‌تواند یکی از راه‌حل‌های ساخت نانوالیاف پلی‌اکریلیک اسید با مورفولوژی یکنواخت باشد؛ با توجه به تصاویر و هیستوگرام نمونه‌ها و میانگین قطر الیاف و با لحاظ نمودن نکات ایمنی دستگاه، محلول ۹ درصد وزنی پلی‌اکریلیک اسید برای ادامه مسیر تحقیق انتخاب شد. در گام بعدی تحقیق، به محلول ۹ درصد وزنی به ترتیب ۵، ۱۰ و ۱۵ درصد وزنی مقدار جامد پلیمر با پلی‌وینیل الکل جایگزین شد. بعد از یکنواخت شدن، مخلوط‌های مورد نظر همگی با همان شرایط قبلی رسیده شدند. براساس نتایج حاصل شده، محلول ۹ درصد وزنی با نسبت ۱۰/۹۰، پلی‌اکریلیک اسید / پلی‌وینیل الکل به‌عنوان نمونه بهینه برای بررسی عوامل موثر بر مورفولوژی در ادامه تحقیق انتخاب شد. به‌منظور بررسی عوامل موثر بر مورفولوژی و قطر الیاف، غلظت، ولتاژ، فاصله بین رشته‌ساز و جمع‌کننده و سرعت چرخش رشته‌ساز مورد مطالعه قرار گرفت، در انتها میزان تورم نمونه بهینه و نمونه شاهد در آب مقطر و آب نمک ۰/۹ درصد وزنی مورد بررسی قرار گرفت.

جدول (۳): شرایط الکتروریسی پلی اکریلیک اسید [۱].

۱۲	غلظت محلول (درصد وزنی)
۳۵	ولتاژ (Kv)
۱۲/۵	فاصله جمع کننده (cm)
۱۵	سرعت رشته ساز (rpm)

در محلول های پلی اکریلیک اسید خالص به علت رسانایی بالا و همچنین هم چسبی شدید ناشی از پیوندهای هیدروژنی علاوه بر الیاف، قطرات محلول نیز از سطح درام ریسنده به سمت جمع کننده کشیده می شود، به همین دلیل، سطح جمع کننده با افزایش حلال روبرو شده و خیلی سریع خیس و چسبناک می شود. وجود مقدار زیاد حلال در لایه نانوالیاف، که ناشی از فرآیند قطره ریزی است، در تصاویر میکروسکوپ الکترونی شکل (۱) به وضوح قابل مشاهده است؛ این امر موجب به هم چسبیدن الیاف به یکدیگر و از بین رفتن ساختار لیفی می شود. در نمونه های حاوی پلی اکریلیک اسید خالص، پدیده قطره ریزی بر سطح جمع کننده بالایی دستگاه در حین فرآیند الکتروریسی به وضوح قابل مشاهده بود که به عنوان یکی از نقاط ضعف این فرآیند شناخته می شود. با ادامه ریسنده گی، چسبناکی سطح جمع کننده به طور قابل توجهی افزایش یافته و موجب اختلال در ادامه فرآیند می شود. لازم به ذکر است که از بین رفتن ساختار نانولیفی و به هم چسبیدن الیاف باعث کاهش مساحت سطح و از دست رفتن خواص نانویی محصول می شود. در این تحقیق، برای رفع مشکل قطره ریزی، روش های مختلفی از جمله افزایش غلظت و خنثی سازی با محلول ۵۰ درصد وزنی سدیم هیدروکسید در آب به کار گرفته شد. تمام این روش ها در راستای افزایش رسانایی و ویسکوزیته محلول بود.



شکل (۱): تصاویر میکروسکوپ الکترونی نمونه پلی اکریلیک اسید الکتروریسی شده از محلول ۱۲ درصد وزنی. (الف): بزرگنمایی ۲۵۰، (ب): بزرگنمایی ۱۵۰۰ [۱].

تأثیر افزایش غلظت پلی اکریلیک اسید در بازه ۶ تا ۱۶ درصد وزنی در آب مورد بررسی قرار گرفت. برای این کار، محلول هایی با غلظت های ۶، ۹، ۱۰، ۱۲، ۱۴ و ۱۶ درصد وزنی از نمونه پلی اکریلیک اسید در حلال آب تهیه و با شرایط ذکر شده در جدول (۳) مورد آزمون قرار گرفتند. نتایج نشان داد که با افزایش غلظت پلی اکریلیک اسید در محلول، از ۶ درصد وزنی به حدود ۱۰ تا ۱۲ درصد وزنی، فرآیند

بخش عملی تحقیق (نتایج تجربی)

• مواد و دستگاه

مشخصات مواد استفاده شده در این تحقیق در جدول (۱) ذکر شده است:

جدول (۱): بخش های تنظیمی دستگاه.

ردیف	نام ماده	شرکت تولید کننده	چگالی در 25°C (g/cm^3)	جرم مولکولی (g/mol)
۱	پلی اکریلیک اسید	سیماب رزین	۱/۱۳	۱۲۶۰۰۰
۲	پلی وینیل الکل	مرک	۱/۲-۱/۳	۷۲۰۰۰
۳	پلی اتیلن گلیکول	کیمیگران امروز	۱/۱۲۳	۴۰۰
۴	سدیم کلرید	مرک	۲/۱۷	۵۸/۴۴

دستگاه های استفاده شده در این تحقیق، در جدول (۲) آمده است:

جدول (۲): تجهیزات کاربردی [۱].

ردیف	نام دستگاه
۱	سنجشگر پی اچ
۲	رسانی متر
۳	ویسکومتر
۴	میکروسکوپ الکترونی
۳	ماکروویو
۴	الکتروریسی بدون نازل

نتایج و بحث

• بخش اول: تهیه و بررسی مورفولوژی نانوالیاف

◀ الکتروریسی پلی اکریلیک اسید

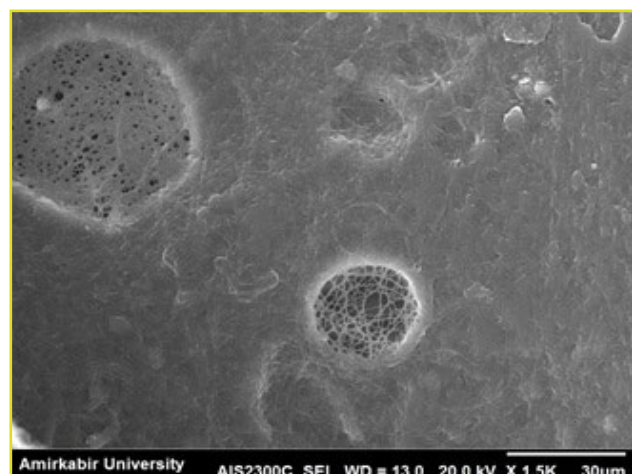
به منظور بررسی الکتروریسی، ابتدا محلولی با غلظت ۱۲ درصد وزنی پلی اکریلیک اسید در آب تهیه شد و فرآیند الکتروریسی مطابق شرایط ذکر شده در جدول (۳) انجام شد.

گرفت. در گام بعدی، به منظور بررسی تأثیر خنثی سازی بر فرآیند الکتروریسی پلی اکریلیک اسید، به ترتیب ۱۰، ۱۵ و ۲۰ درصد از گروه های کربوکسیلیک محلول ۹ درصد وزنی پلی اکریلیک اسید، با محلول ۵۰ درصد وزنی سدیم هیدروکسید خنثی سازی شدند. شرایط آزمایش ها در جدول (۵) نشان داده شده است.

جدول (۵): شرایط آزمون های بررسی تأثیر خنثی سازی بر الکتروریسی [۱].

غلظت محلول (درصد وزنی)	۹	۹	۹
خنثی سازی (COOH%)	۲۰	۱۵	۱۰
ولتاژ (Kv)	۳۵	۳۵	۳۵
فاصله جمع کننده (cm)	۱۲/۵	۱۲/۵	۱۲/۵
سرعت رشته ساز (rpm)	۱۵	۱۵	۱۵

مطالعات مورفولوژیکی نشان داد، در نمونه ای که با ۱۰ درصد خنثی سازی پلی اکریلیک اسید تهیه شده بود، فرآیند الکتروریسی انجام نشده است. همان طور که از تصویر میکروسکوپ الکترونی شکل (۲) مشاهده می شود، یک لایه نازک از پلی اکریلیک اسید ایجاد شده که اصلاً ساختار لیفی ندارد. از میان نمونه های تهیه شده، نمونه های ترکیبی با درصد خنثی سازی ۱۵ درصد و تا حدی نمونه با ۲۰ درصد خنثی سازی، قابلیت انجام فرآیند الکتروریسی را داشتند. با توجه به شرایط مطلوب ریسندگی نمونه ۱۵ درصد، تمرکز بیشتری بر این نمونه صورت گرفت. همچنین مشاهده شد که افزودن ۲ میلی لیتر محلول نمک با غلظت ۰/۲ مولار، کیفیت الکتروریسی را به طور قابل توجهی بهبود می بخشد و نتایج قابل قبولی به دست آمد. در شکل (۳) شکل گیری ساختار نانولیفی این نمونه ها به خوبی مشاهده می شود.



شکل (۲): تصویر میکروسکوپ الکترونی نمونه پلی اکریلیک اسید با خنثی سازی ۱۰ درصدی الکتروریسی شده از محلول ۹ درصد وزنی در بزرگنمایی ۱۵۰۰ برابر [۱].

الکتروریسی بهبود یافت؛ با این حال، پدیده قطره ریزی همچنان مشاهده می شد. در غلظت ۱۲ درصد وزنی، اگرچه میزان قطره ریزی به طور قابل توجهی کاهش یافت، اما به دلیل افزایش چسبندگی و خواص الاستیکی محلول، تشکیل رشته های ضخیم و پیوسته بین نازل ریسنده و جمع کننده رخ داد. این امر، موجب ایجاد پل های لیفی شد که برقراری قوس الکتریکی میان الکترودها و در نهایت، آسیب به دستگاه را در پی داشت. شایان ذکر است که شدت این پدیده در غلظت های بالاتر به مراتب افزایش یافت؛ به گونه ای که به دلیل تشکیل شدیدتر پل های لیفی و همچنین افزایش قابل توجه ویسکوزیته، امکان الکتروریسی محلول های با غلظت بیش از ۱۴ درصد وزنی فراهم نشد. با افزایش غلظت، اگرچه از مقدار قطره ریزی اندکی کاسته شد اما به دلیل افزایش ویسکوزیته، فشار زیادی به موتور دستگاه وارد می شد که این موضوع حتی منجر به سوختن موتور درام ریسنده دستگاه و ایجاد وقفه در کار شد. برای بررسی بیشتر، از محلول های ساخته شده آزمون های رسانایی، ویسکومتری و PH گرفته شد. نتایج این آزمون ها در جدول (۴) نشان داده شده است.

جدول (۴): تأثیر غلظت پلی اکریلیک اسید بر رسانایی، ویسکوزیته و pH [۱].

غلظت محلول (درصد وزنی)	۶	۹	۱۰	۱۲	۱۴	۱۶
رسانایی محلول (ms/cm)	۱/۷	۱/۹۲	۲	۲/۲۲	۲/۴۵	۲/۶۷
ویسکوزیته محلول (mPa.S)	۳۵	۱۱۰	۲۳۰	۵۵۰	۱۳۰۰	۲۲۰۰
pH محلول	۱/۸۵	۱/۷۸	۱/۷۷	۱/۷۴	۱/۷۰	۱/۶۵

براساس نتایج حاصل از اندازه گیری pH و رسانایی، می توان نتیجه گرفت که با افزایش غلظت پلی اکریلیک اسید، مقدار pH کاهش و رسانایی محلول افزایش می یابد. این رفتار را می توان به ماهیت آنیونی و خاصیت پلی الکترولیتی پلی اکریلیک اسید نسبت داد که منجر به افزایش یون های آزاد در محلول و در نتیجه افزایش رسانایی می شود. به عبارت دیگر، گروه های عاملی کربوکسیلیک اسید (COOH-) موجود در زنجیره های جانبی پلی اکریلیک اسید با از دست دادن پروتون (H^+)، به گروه های کربوکسیلات (COO^-) تبدیل می شوند و در نتیجه، بار منفی ایجاد می کنند. حضور این گروه های اسیدی در زنجیره اصلی پلیمر و افزایش غلظت پلی اکریلیک اسید در محلول، منجر به آزادسازی بیشتر یون های H^+ و در نهایت، کاهش pH محلول می شود. با توجه به نتایج نامطلوب ناشی از افزایش غلظت، بهبود فرآیند ریسندگی از طریق خنثی سازی گروه های کربوکسیل پلی اکریلیک اسید مورد بررسی قرار

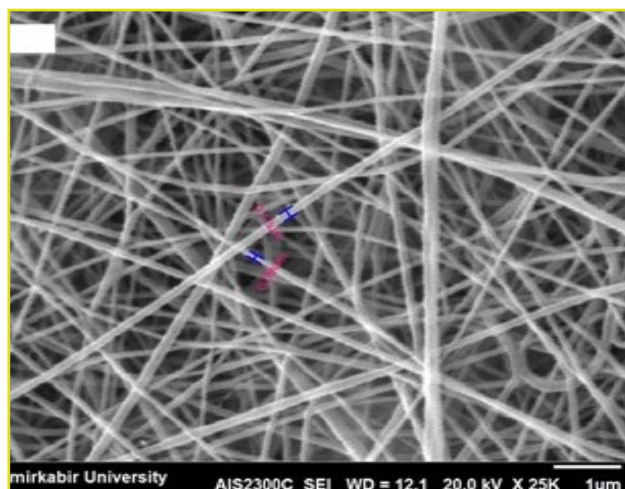
در جدول (۷) ارائه شده است.

جدول (۷): شرایط آزمون‌های بررسی تعیین غلظت بهینه پلی‌اکریلیک اسید خنثی شده [۱].

۱۱	۹	۷	غلظت محلول (درصد وزنی)
۳۵	۳۵	۳۵	خنثی‌سازی (COOH%)
۱۲/۵	۱۲/۵	۱۲/۵	ولتاژ (Kv)
۱۵	۱۵	۱۵	فاصله جمع‌کننده (cm)
۱۵	۱۵	۱۵	سرعت رشته‌ساز (rpm)

پس از آماده‌سازی محلول‌های همگن با شرایط نشان داده شده در جدول (۷)، ریسندگی صورت گرفت و لایه تشکیل شده از الیاف روی صفحه جمع‌کننده پس از خشک شدن با کمک میکروسکوپ الکترونی مورد مطالعه قرار داده شد.

با توجه به تصاویر میکروسکوپ الکترونی شکل (۴) و نمودار توزیع اندازه ذرات که در شکل (۵) نشان داده شده است، با افزایش غلظت پلی‌اکریلیک اسید در محلول، قطر الیاف افزایش یافته است. غلظت محلول پلیمری یکی از عوامل بسیار تاثیرگذار بر قطر و مورفولوژی الیاف است به طوری که با افزایش غلظت، قطر الیاف افزایش می‌یابد. در حقیقت با افزایش غلظت محلول، دانسیته گره‌خوردگی‌های فیزیکی در زنجیرهای پلیمری افزایش می‌یابد و ویژگی ویسکوالاستیک محلول تحت تاثیر قرار می‌گیرد. گره‌خوردگی‌های فیزیکی زنجیرهای پلیمری در محلول و افزایش این گره‌خوردگی‌ها با افزایش غلظت، منجر به افزایش ویسکوزیته محلول می‌شود. این امر، باعث افزایش مقاومت محلول در برابر نیروی کشش ناشی از بارهای موجود در داخل جریان می‌شود.



شکل (۳): تصاویر میکروسکوپ الکترونی از سطح نمونه الکترورسی شده از محلول ۹ درصد وزنی پلی‌اکریلیک اسید با درصد خنثی‌سازی ۱۵ در بزرگنمایی‌های ۲۵۰۰۰ برابر [۱].

برای بررسی بهتر، در این مراحل نیز از محلول‌های ساخته شده آزمون‌های رسانایی، ویسکومتری و pH گرفته شد. نتایج این آزمون‌ها در جدول (۶) نشان داده شده است:

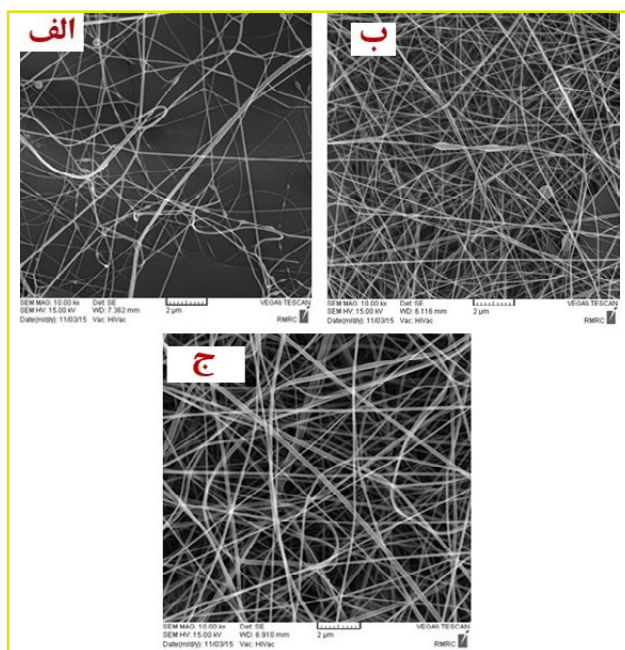
جدول (۶): تاثیر خنثی‌سازی پلی‌اکریلیک اسید بر رسانایی، ویسکوزیته و pH [۱].

۹	۹	۹	غلظت محلول (درصد وزنی)
۲۰	۱۵	۱۰	خنثی‌سازی (COOH%)
۱۴/۹	۱۰/۵۳	۶/۲	رسانایی محلول (ms/cm)
۴۶۰	۳۶۴	۲۸۰	ویسکوزیته محلول (mPa.S)
۵/۱	۳/۹۱	۲/۷	pH محلول

یکی از عوامل مؤثر بر مورفولوژی الیاف حاصل، ویسکوزیته محلول پلیمری است که به میزان درگیری فیزیکی زنجیرهای پلیمری در داخل محلول بستگی دارد. در طول فرآیند الکترورسی، میزان درگیری زنجیرهای پلیمری، تعیین‌کننده پایداری جریان است؛ به گونه‌ای که کاهش این درگیری می‌تواند منجر به پارگی جریان و تشکیل قطرات کوچک شود و در مقابل، درگیری بیش از حد ممکن است باعث ایجاد الیاف همراه با مهره‌های غیریکنواخت شود. با توجه به ارتباط بین وجود مهره و قطره پرانی با ویسکوزیته و همچنین نتایج به‌دست آمده برای رسانایی و ویسکوزیته محلول‌ها در جدول (۶) می‌توان از بین رفتن مهره‌ها و قطع شدن قطره پرانی را ناشی از افزایش ویسکوزیته به دلیل خنثی‌سازی گروه‌های کربوکسیل پلی‌اکریلیک اسید دانست.

تعیین غلظت بهینه پلی‌اکریلیک اسید خنثی شده

پس از انجام آزمایش‌های اولیه، محدوده مناسب غلظت پلی‌اکریلیک اسید خنثی‌شده در آب بین ۷ تا ۱۱ درصد وزنی تعیین شد. بر این اساس، آزمایش‌ها در سه غلظت مختلف و با ثابت نگه داشتن سایر عوامل انجام شد. شرایط این آزمایش‌ها



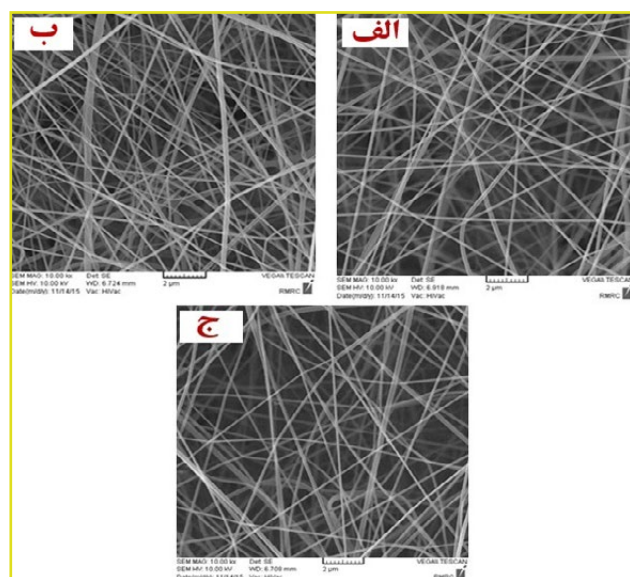
شکل (۴): تصاویر میکروسکوپ الکترونی از سطح نمونه الکترورسی شده از محلول ۷ درصد وزنی پلی‌اکریلیک اسید با بزرگنمایی ۱۰۰۰۰. (الف): محلول ۷ درصد وزنی، (ب): محلول ۹ درصد وزنی و (ج): محلول ۱۱ درصد وزنی [۱].

بررسی تأثیر غلظت پلی وینیل الکل بر مورفولوژی نانوالیاف پلی اکریلیک اسید، پس از انجام آزمایش‌های اولیه، محدوده مناسب غلظت بین ۵ تا ۱۵ درصد وزنی پلی وینیل الکل در آب تعیین و آزمایش‌ها در سه غلظت مختلف و با ثابت نگه داشتن سایر عوامل انجام شد. شرایط این آزمایش‌ها در جدول (۹) نشان داده شده‌است.

جدول (۹): شرایط آزمون‌های بررسی تعیین غلظت بهینه پلی وینیل الکل.

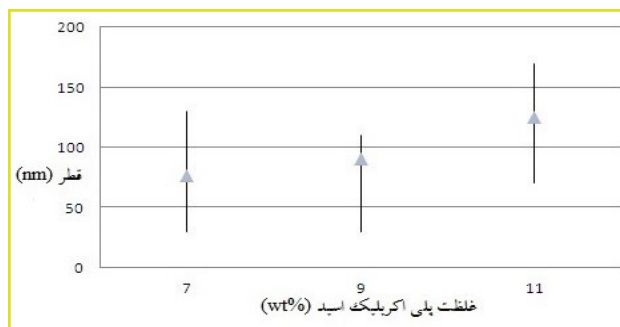
غلظت پلیمر در محلول (درصد وزنی)	۹	۹	۹
درصد وزنی پلی اکریلیک اسید (wt%)	۸۵	۹۰	۹۵
درصد وزنی پلی وینیل الکل (wt%)	۱۵	۱۰	۵
ولتاژ (Kv)	۳۵	۳۵	۳۵
فاصله جمع کننده (cm)	۱۲/۵	۱۲/۵	۱۲/۵
سرعت رشته ساز (rpm)	۱۵	۱۵	۱۵

پس از آماده‌سازی محلول‌های همگن با شرایط نشان داده شده در جدول (۹)، الکتروریسی انجام شد و در شکل (۶)، تصاویر میکروسکوپ الکترونی از سطح نانوالیاف ساخته شده از این نمونه‌ها آورده شده‌است:



شکل (۶): تصاویر میکروسکوپ الکترونی از سطح نمونه الکتروریسی شده از محلول پلی اکریلیک اسید/ پلی وینیل الکل با بزرگنمایی ۱۰۰۰۰. (الف): با نسبت ۵/۹۵، (ب): با نسبت ۱۰/۹۰ و (ج): با نسبت ۱۵/۸۵.

براساس تصاویر میکروسکوپ الکترونی در شکل (۶) و نمودار توزیع اندازه ذرات در شکل (۷)، افزایش غلظت پلی وینیل الکل در محلول منجر به افزایش قطر و یکنواختی بیشتر الیاف



شکل (۵): تأثیر افزایش غلظت محلول بر قطر الیاف [۱].

نمونه با غلظت ۷ درصد وزنی دارای نواقصی نظیر مهره‌ها و نیم‌کره‌های توخالی و گره‌خوردگی الیاف به یکدیگر بود که این مشکلات ناشی از قطره‌ریزی در حین فرآیند و غلظت پایین محلول با درگیری کم زنجیره‌های پلیمری است. این نواقص در نمونه ۹ درصد وزنی به‌طور قابل توجهی کاهش یافته و در نمونه ۱۱ درصد وزنی عملاً حذف شده‌اند که می‌تواند ناشی از افزایش گره‌خوردگی زنجیره‌های پلیمری و کاهش تحرک‌پذیری آنها باشد. همچنین، با افزایش غلظت، الیاف یکنواخت‌تر و ظرفیت‌تری حاصل شده‌است.

برای بررسی بیشتر و انتخاب نمونه بهینه از محلول‌های ساخته شده، آزمون‌های رسانایی، ویسکومتری و PH گرفته شد. نتایج این آزمون‌ها در جدول (۸) نشان داده شده‌است:

جدول (۸): تأثیر غلظت پلی اکریلیک اسید خنثی شده بر رسانایی، ویسکوزیته و pH [۱].

غلظت محلول (درصد وزنی)	۷	۹	۱۱
رسانایی محلول (ms/cm)	۹/۳۱	۱۰/۵۳	۱۱/۹۷
ویسکوزیته محلول (mPa.S)	۱۶۲	۳۶۴	۷۵۰
pH محلول	۳/۸۴	۳/۹۱	۳/۹۷

همان‌طور که در جدول (۸) مشاهده می‌شود، با افزایش غلظت محلول، ویسکوزیته افزایش می‌یابد. با افزایش ویسکوزیته به دلیل افزایش غلظت و تشدید آن در اثر تبخیر حلال طی فرآیند ریسندگی، کشیده شدن الیاف کاهش یافته و متوقف می‌شود که در نتیجه آن، قطر الیاف افزایش می‌یابد. با توجه به تصاویر میکروسکوپ الکترونی، ظرافت و یکنواختی نانوالیاف، قطر الیاف، نتایج آزمون‌های انجام شده و ایمنی دستگاه، محلول ۹ درصد وزنی به‌عنوان نمونه بهینه برای ادامه تحقیقات انتخاب شد.

تأثیر افزایش پلی وینیل الکل بر مورفولوژی نانوالیاف

در ادامه تحقیق، برای تولید نانوالیاف پلی اکریلیک اسید/ پلی وینیل الکل، نیاز به افزودن پلی وینیل الکل به محلول بهینه انتخاب‌شده در مرحله قبل احساس شد. به‌منظور

باشد. کاهش قطر الیاف در غلظت ۱۰ درصد وزنی پلی‌وینیل الکل را می‌توان به کاهش ویسکوزیته نسبت داد، اما این روند در غلظت ۱۵ درصد وزنی پلی‌وینیل الکل مشاهده نشد. علت این امر، کاهش نسبت پلی‌اکریلیک اسید در محلول است، چرا که نانوالیاف پلی‌اکریلیک اسید نسبت به پلی‌وینیل الکل دارای قطر کمتری هستند. به‌طور کلی، افزایش ویسکوزیته ناشی از حضور پلی‌وینیل الکل در محلول باعث تولید نانوالیافی یکنواخت و بدون نقص شده‌است.

با توجه به تصاویر میکروسکوپ الکترونی، ظرافت و یکنواختی نانوالیاف، قطر الیاف، نتایج آزمون‌های انجام شده و ایمنی دستگاه، محلول با نسبت وزنی ۱۰/۹۰ پلی‌اکریلیک اسید/پلی‌وینیل الکل به‌عنوان نمونه بهینه برای بررسی سایر عوامل مؤثر بر مورفولوژی انتخاب شد.

◀ تاثیر ولتاژ بر مورفولوژی نانوالیاف

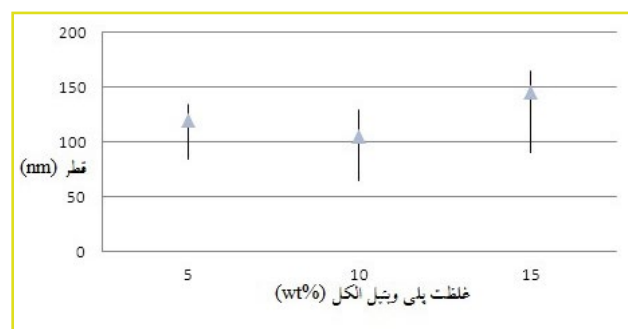
پس از بررسی تأثیر غلظت، به‌منظور مطالعه اثر ولتاژ بر مورفولوژی الیاف، آزمایش‌هایی با سه ولتاژ مختلف و با ثابت نگه داشتن سایر عوامل فرآیند انجام شد. شرایط این آزمایش‌ها در جدول (۱۱) ارائه شده‌است. دامنه ولتاژ انتخاب‌شده بین ۳۰ تا ۴۰ کیلوولت در نظر گرفته شد. دلیل انتخاب این بازه آن است که در ولتاژهای پایین‌تر، به‌دلیل تضعیف میدان الکتریکی و کاهش چگالی بار سطحی، امکان شکل‌گیری جت و کشش آن کاهش می‌یابد و در نتیجه، پدیده قطره‌پراکنی به‌طور مکرر مشاهده می‌شود. از سوی دیگر، افزایش بیش از حد ولتاژ می‌تواند منجر به ایجاد جرقه و آسیب به تجهیزات شود. همچنین مشاهده شد که در ولتاژهای بالا، به‌دلیل افزایش شدت میدان الکتریکی ناشی از تراکم بارهای همنام، بخش قابل توجهی از الیاف باردار تولیدشده از محور اصلی پاشش منحرف شده و به اطراف پراکنده می‌شوند و در فضا به حرکت درمی‌آیند.

جدول (۱۱): شرایط آزمون بررسی تاثیر ولتاژ بر مورفولوژی الیاف.

ولتاژ (Kv)	۳۰	۳۵	۴۰
غلظت محلول (درصد وزنی)	۹	۹	۹
فاصله جمع‌کننده (cm)	۱۲/۵	۱۲/۵	۱۲/۵
سرعت رشته‌ساز (rpm)	۱۵	۱۵	۱۵

همان‌طور که در تصاویر میکروسکوپ الکترونی شکل (۸) و نمودار توزیع قطر الیاف شکل (۹) مشاهده می‌شود، با افزایش ولتاژ اعمالی در شرایط یکسان، ابتدا کاهش در قطر الیاف رخ می‌دهد؛ اما با ادامه افزایش ولتاژ، قطر الیاف دوباره اندکی افزایش می‌یابد.

شده‌است. همچنین، مشاهدات عینی نشان داد که افزایش پلی‌وینیل الکل فرآیند الکترورسی را تسهیل کرده و قطره‌ریزی را از بین می‌برد؛ این موضوع با عدم مشاهده مهره‌ها، حباب‌ها و نیم‌کره‌های توخالی در تصاویر میکروسکوپ الکترونی تأیید می‌شود. نمونه با نسبت وزنی ۱۰/۹۰ پلی‌اکریلیک اسید/پلی‌وینیل الکل نیز دارای قطر الیاف کمتری بود. در این مرحله، برای تعیین غلظت بهینه پلی‌وینیل الکل، آزمون‌های رسانایی، ویسکومتری و pH بر محلول‌های الکترورسی شده انجام شد که نتایج آن‌ها در جدول (۱۰) ارائه شده‌است.



شکل (۷): تاثیر افزایش غلظت پلی‌وینیل الکل در محلول بر قطر الیاف.

جدول (۱۰): تاثیر غلظت پلی‌وینیل الکل محلول بر رسانایی، ویسکوزیته و pH.

غلظت پلیمر در محلول (درصد وزنی)	۹	۹	۹
درصد وزنی پلی‌اکریلیک اسید (wt%)	۸۵	۹۰	۹۵
درصد وزنی پلی‌وینیل الکل (wt%)	۱۵	۱۰	۵
رسانایی محلول (ms/cm)	۹/۲	۹/۷۵	۱۰/۱
ویسکوزیته محلول (mPa.S)	۸۵۵	۸۹۵	۹۱۵
pH محلول	۴/۲۵	۴/۱۵	۴/۰۶

با توجه به جدول (۱۰)، به دلیل حضور گروه عاملی هیدروکسیل (OH^-) در زنجیره اصلی پلی‌وینیل الکل، افزایش غلظت پلی‌وینیل الکل در محلول منجر به افزایش جزئی pH می‌شود. همچنین، همان‌طور که مشاهده می‌شود، افزایش درصد وزنی پلی‌وینیل الکل باعث کاهش رسانایی محلول شده که این موضوع، ناشی از کاهش گروه‌های کربوکسیلیک اسید (COOH^-) و افزایش گروه‌های هیدروکسیل (OH^-) در ترکیب محلول است.

افزودن پلی‌وینیل الکل به محلول منجر به افزایش قابل توجه ویسکوزیته شد؛ با این حال، با افزایش درصد وزنی پلی‌وینیل الکل، این روند افزایش ویسکوزیته کاهش یافت که می‌تواند ناشی از کاهش سهم پلی‌اکریلیک اسید در کل محلول

الکتریکی بر سطح محلول افزایش می‌یابد و در نتیجه، نیروی دافعه کولمبی ناشی از بارهای همنام تقویت می‌شود. این امر موجب ایجاد میدان الکتریکی قوی‌تری می‌شود که در پی آن، نیروی کششی وارد بر جت افزایش یافته و در نتیجه، قطر الیاف کاهش می‌یابد. با این حال، در صورت افزایش بیش از حد ولتاژ، توزیع میدان الکتریکی در طول سطح رشته‌ساز تغییر می‌کند؛ به گونه‌ای که شدت میدان در ناحیه میانی رشته‌ساز کاهش یافته و در مقابل، در دو انتهای آن به‌طور قابل توجهی افزایش می‌یابد. این توزیع ناهمگون می‌تواند موجب بی‌ثباتی در مسیر جت و پراکندگی الیاف شود و در برخی موارد، از کاهش بیشتر قطر الیاف جلوگیری نماید. این پدیده را می‌توان چنین تبیین کرد که با افزایش بیش‌تر ولتاژ، چگالی بارهای الکتریکی افزایش یافته و در نتیجه، جت با سرعت بیشتری به سمت جمع‌کننده حرکت می‌کند. در این شرایط، به دلیل کاهش زمان پرواز جت، فرصت کافی برای کشیده شدن الیاف فراهم نمی‌شود و در نتیجه، قطر نهایی الیاف افزایش می‌یابد. از سوی دیگر، کاهش زمان پرواز می‌تواند منجر به باقی ماندن بخشی از حلال در ساختار الیاف شود؛ در نتیجه، الیاف مرطوب به‌صورت فشرده روی یکدیگر انباشته می‌شوند که این نیز می‌تواند موجب افزایش قطر الیاف شود. این نتایج با یافته‌های وانگ [۲۲] و [۲۳] در زمینه الکتروریسی پلی‌وینیل الکل سازگار است.

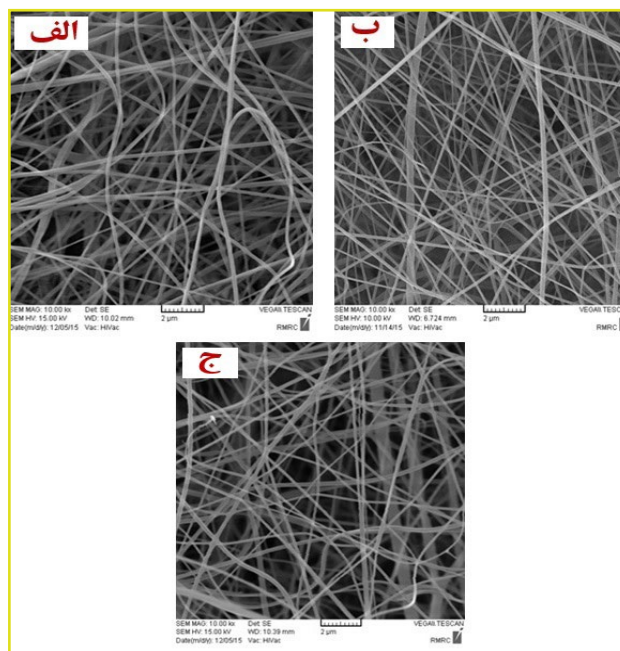
◀ تاثیر سرعت چرخش رشته‌ساز بر مورفولوژی نانوالیاف

پس از بررسی روند تغییرات مورفولوژی و قطر الیاف در اثر تغییر غلظت و ولتاژ، به‌منظور تعیین سرعت چرخش بهینه برای رشته‌ساز، مجموعه‌ای از آزمایش‌ها طراحی و اجرا شد. در این آزمایش‌ها، سرعت چرخش در سه سطح مختلف در بازه ۱۰ تا ۲۰ دور بر دقیقه (rpm) تنظیم شد. در این مرحله نیز، سایر شرایط فرآیندی ثابت نگه داشته شد تا اثر خالص عامل سرعت چرخش مورد بررسی قرار گیرد. شرایط دقیق این آزمایش‌ها در جدول (۱۲) ارائه شده‌است.

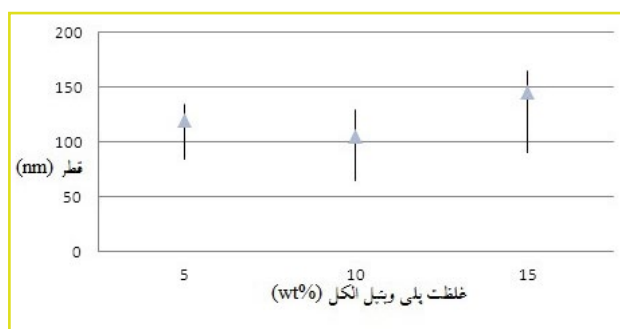
جدول (۱۲): شرایط آزمون‌های بررسی تاثیر سرعت چرخش رشته‌ساز بر مورفولوژی الیاف.

سرعت رشته‌ساز (rpm)	۱۰	۱۵	۲۰
غلظت محلول (درصد وزنی)	۹	۹	۹
فاصله جمع‌کننده (cm)	۱۲/۵	۱۲/۵	۱۲/۵
ولتاژ (Kv)	۳۵	۳۵	۳۵

به دلیل محدودیت‌های موجود در تنظیم سرعت چرخش رشته‌ساز، بازه سرعت بین ۱۰ تا ۲۰ دور بر دقیقه (rpm) انتخاب شد؛ به‌طوری‌که rpm ۱۰ به‌عنوان حداقل مقدار و rpm ۲۰ به‌عنوان بیشینه مقدار در نظر گرفته شد. در سرعت‌های کمتر از rpm ۱۰، به دلیل ویسکوزیته بالای محلول پلیمری، رشته‌ساز قادر به چرخش مناسب نبوده و فرآیند به‌طور کامل

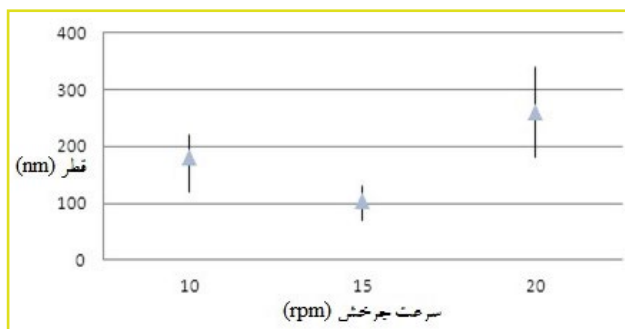


شکل (۸): تصاویر میکروسکوپ الکترونی از سطح نمونه الکتروریسی شده از محلول پلی اکریلیک اسید / پلی وینیل الکل با نسبت ۱۰/۹۰ و بزرگنمایی ۱۰۰۰۰ (الف)؛ ولتاژ ۳۰ Kv (ب)؛ ولتاژ ۳۵ Kv (ج)؛ ولتاژ ۴۰ Kv.



شکل (۹): تاثیر افزایش ولتاژ بر قطر الیاف.

به‌منظور تحلیل نتایج ذکر شده، ابتدا تاثیر افزایش ولتاژ بر میدان الکتریکی در رشته‌ساز استوانه‌ای مورد بررسی قرار می‌گیرد. در این نوع رشته‌ساز، میدان الکتریکی قوی در سطح استوانه شکل می‌گیرد، به‌طوری‌که شدت میدان در دو انتهای استوانه به مراتب بیشتر از ناحیه میانی آن است. با افزایش ولتاژ اعمالی، شدت میدان به‌طور عمده در نواحی انتهایی استوانه افزایش می‌یابد، در حالی که میدان الکتریکی در بخش میانی نسبت به تغییرات ولتاژ، نوسانات کمتری را تجربه می‌کند. میدان الکتریکی با شدت بالا در نواحی انتهایی ایجاد می‌شود، در حالی که ناحیه میانی استوانه سهم کمتری از سطح فعال الکتریکی را به خود اختصاص می‌دهد. همچنین، از سطح رشته‌ساز تا جمع‌کننده، میدان الکتریکی ایجاد شده در انتهای استوانه به سرعت کاهش یافته و سپس به وضعیت پایداری می‌رسد. در مقابل، میدان الکتریکی در مسیر میانی استوانه تا جمع‌کننده، با شیب ملایم‌تری کنترل و تعدیل می‌شود [۲۲] و [۲۳]. با توجه به مطالب بیان شده و مشاهدات تجربی، ولتاژ اعمالی تأثیرات متفاوتی بر قطر الیاف دارد. با افزایش ولتاژ، تعداد بارهای



شکل (۱۱): تاثیر افزایش سرعت چرخش رشته‌ساز بر قطر الیاف.

همان‌طور که در شکل (۱۱) مشاهده می‌شود، قطر الیاف در سرعت‌های مختلف چرخش رشته‌ساز دارای پراکندگی متفاوتی است. این تفاوت در توزیع قطر الیاف در دبی‌های مختلف را می‌توان ناشی از تعامل بین نیروهای کشش ناشی از میدان الکتریکی، نیروهای برشی موجود روی سطح رشته‌ساز، نیروهای کشش سطحی سیال و خواص ویسکوالاستیک محلول دانست. با افزایش سرعت چرخش رشته‌ساز، پرتاب قطرات به بیرون افزایش می‌یابد، در حالی که کاهش سرعت، باعث قطع شدن فرآیند تولید پیوسته الیاف می‌شود که از دیدگاه فرآیندی نامطلوب است. بنابراین، براساس داده‌های به‌دست آمده از تصاویر میکروسکوپ الکترونی و مشاهدات تجربی، سرعت‌های چرخش متوسط به‌عنوان گزینه‌ای مناسب‌تر برای حفظ تعادل بین کیفیت و پیوستگی تولید الیاف شناسایی شدند.

◀ تاثیر فاصله رشته‌ساز تا جمع‌کننده بر مورفولوژی نانوالیاف

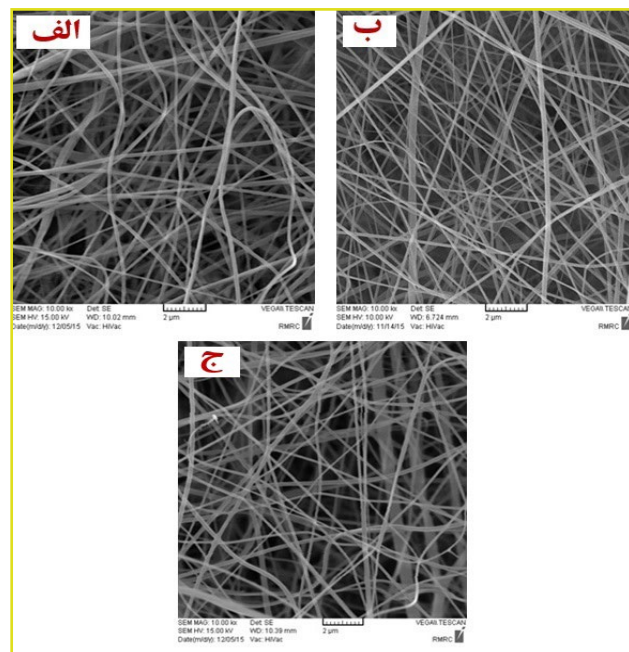
عوامل مطرح‌شده مانند ولتاژ، غلظت محلول و سرعت چرخش رشته‌ساز تأثیر بیشتری بر قطر الیاف دارند تا بر یکنواختی آنها، در حالی که فاصله بین رشته‌ساز و جمع‌کننده تأثیر قابل توجهی بر قطر الیاف ندارد و به‌صورت عمده بر یکنواختی الیاف پایه مؤثر است. در صورتی که این فاصله کمتر از حد مشخصی باشد، به‌دلیل تقویت بیش از حد میدان الکتریکی، جرقه‌هایی بین سطح رشته‌ساز و جمع‌کننده ایجاد می‌شود. از طرف دیگر، افزایش زیاد این فاصله موجب تضعیف شدید میدان الکتریکی شده و در نتیجه فرآیند ریسندگی کند یا متوقف می‌شود.

با توجه به مشاهدات تجربی پیشین، محدوده فاصله بین جمع‌کننده و رشته‌ساز در بازه ۱۰ تا ۱۵ سانتی‌متر تعیین شد. در این مرحله نیز آزمایش‌ها با ثابت نگه داشتن سایر عوامل فرآیندی انجام شد. شرایط دقیق این آزمایش‌ها در جدول (۱۳) ارائه شده است.

جدول (۱۳): شرایط آزمون‌های بررسی تاثیر فاصله بر مورفولوژی الیاف.

فاصله جمع‌کننده (cm)	۱۰	۱۲/۵	۱۵
غلظت محلول (wt%)	۹	۹	۹
ولتاژ (Kv)	۳۵	۳۵	۳۵
سرعت رشته‌ساز (rpm)	۱۵	۱۵	۱۵

متوقف می‌شود. از سوی دیگر، افزایش سرعت چرخش به بیش از ۲۰ rpm، منجر به پرتاب محلول پلیمری به خارج از محدوده رشته‌ساز و همچنین موجب خیس شدن سطح لایه بی‌بافت شد، که تأثیر منفی بر کیفیت الیاف تولیدی داشت. همان‌طور که در تصاویر میکروسکوپ الکترونی شکل (۱۰) و نمودار توزیع قطر الیاف شکل (۱۱) مشاهده می‌شود، با افزایش سرعت چرخش رشته‌ساز، قطر الیاف در ابتدا کاهش یافته و سپس با افزایش بیشتر سرعت، دوباره افزایش می‌یابد. در فرآیند الکتروریسی بدون نازل، سرعت چرخش رشته‌ساز نقش مهمی در میزان و یکنواختی توزیع محلول روی سطح آن ایفا می‌کند. در سرعت‌های پایین، به‌دلیل پوشش غیریکنواخت محلول پلیمری بر سطح رشته‌ساز، تشکیل جت‌های پایدار و پیوسته مختل می‌شود و در نتیجه الیاف با یکنواختی و کیفیت پایین‌تری تولید می‌شود. در مقابل، در سرعت‌های بالاتر، سطح رشته‌ساز به‌طور یکنواخت با یک لایه نازک از محلول پوشش داده می‌شود که این امر منجر به تشکیل پیوسته و منظم جت‌ها یا فیلامنت‌ها می‌شود و کیفیت الیاف بهبود می‌یابد. با این حال، افزایش بیش از حد سرعت چرخش رشته‌ساز به دلیل نیروی گریز از مرکز، منجر به پرتاب محلول به بیرون می‌شود. این امر باعث پراکندگی قطرات ریسیده‌نشده از سطح رشته‌ساز به سمت جمع‌کننده شده و در نتیجه قطر الیاف افزایش می‌یابد. نتایج حاصل از تصاویر میکروسکوپ الکترونی با مشاهدات تجربی پیشین به‌طور کامل هم‌راستا است. همچنین، اثر سرعت چرخش رشته‌ساز بر تغییرات قطر الیاف نسبت به سایر عوامل اهمیت کمتری دارد، اما یکنواختی محصول به‌طور قابل توجهی با دبی محلول کنترل می‌شود.



شکل (۱۰): تصاویر میکروسکوپ الکترونی از سطح نمونه الکتروریسی شده از محلول پلی‌اکریلیک اسید / پلی‌وینیل‌الکل با نسبت ۱۰/۹۰ و بزرگنمایی ۱۰۰۰۰. (الف): سرعت چرخش ۱۰ rpm، (ب): A سرعت چرخش ۱۵ rpm و (ج): سرعت چرخش ۲۰ rpm.

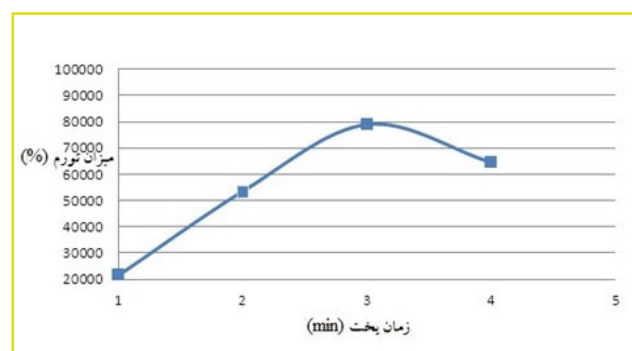
است؛ به طوری که با افزایش تعداد اتصالات عرضی، میزان تورم به طور چشمگیری کاهش می یابد. در فرآیند ساخت هیدروژل ها، لازم است اتصالات عرضی به گونه ای کنترل شوند که کاهش قابل توجهی در تورم ایجاد نشود و در عین حال، ساختار شبکه ای حفظ شده و پلیمر در آب حل نشود. بنابراین، دستیابی به شرایط بهینه پخت برای ساخت هیدروژل ها از اهمیت بالایی برخوردار است.

به منظور بررسی رفتار تورمی نانوالیاف پلی اکریلیک اسید/ پلی وینیل الکل، تعیین مقدار بهینه عامل پخت ضروری بود. براساس مطالعات پیشین، مقدار ۲ میلی لیتر پلی اتیلن گلیکول ۴۰۰ به عنوان مقدار بهینه عامل پخت انتخاب شد. برای تعیین زمان پخت بهینه، پس از انجام آزمایش های اولیه، بازه زمانی مناسب برای قرار دادن نانوالیاف در مایکروویو بین ۱ تا ۴ دقیقه تعیین شد. در این بازه، آزمایش ها در چهار زمان مختلف انجام گرفت و شرایط دقیق این آزمایش ها در جدول (۱۴) ارائه شده است.

جدول (۱۴): شرایط آزمون های بررسی تعیین زمان پخت بهینه [۱].

زمان قرارگیری در مایکروویو (min)	۱	۲	۳	۴
دمای داخل مایکروویو (C°)	۴۵	۶۲	۷۵	۸۸

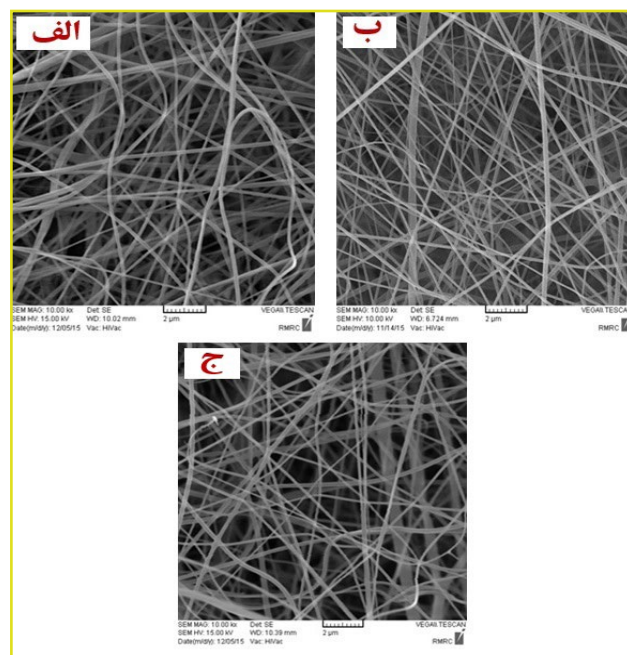
پس از آماده سازی نمونه ها، فرآیند پخت نانوالیاف پلی اکریلیک اسید مطابق با شرایط ارائه شده در جدول (۱۴) انجام گرفت. در ادامه، به منظور ارزیابی رفتار تورمی، میزان تورم هر نمونه پس از قرارگیری به مدت ۳۰ دقیقه در آب مقطر اندازه گیری شد. نتایج حاصل از این آزمایش در شکل (۱۴) ارائه شده است.



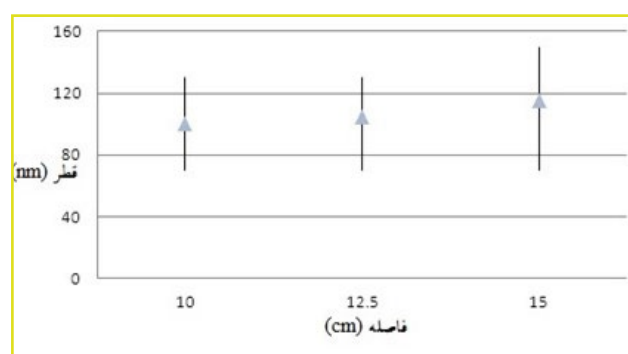
شکل (۱۴): نمودار تورم نانوالیاف پلی اکریلیک اسید در زمان های مختلف پخت [۱].

با توجه به داده های ارائه شده در شکل (۱۴)، نمونه ای که به مدت ۳ دقیقه پخت شده است، بیشترین میزان جذب آب را طی مدت ۳۰ دقیقه نشان داده و به عنوان زمان پخت بهینه برای نانوالیاف انتخاب شد. همان طور که پیش تر اشاره شد، میزان جذب آب در یک ماده ابرجاذب

همان طور که پیش تر اشاره شد و از تصاویر میکروسکوپ الکترونی (شکل (۱۲)) و نمودار توزیع قطر الیاف (شکل (۱۳)) مشاهده می شود، تغییرات فاصله بین جمع کننده و رشته ساز تنها تأثیر بسیار کمی بر قطر متوسط الیاف دارد و به طور عمده، نقش مهم تری در بهبود یکنواختی و پایداری جریان جت ایفا می کند.



شکل (۱۲): تصاویر میکروسکوپ الکترونی از سطح نمونه الکتروپرسی شده از محلول پلی اکریلیک اسید/ پلی وینیل الکل با نسبت ۱۰/۹۰ با بزرگنمایی ۱۰۰۰۰. (الف): فاصله ۱۰ cm رشته ساز تا جمع کننده، (ب): فاصله ۱۲/۵ cm رشته ساز تا جمع کننده و (ج): فاصله ۱۵ cm رشته ساز تا جمع کننده.



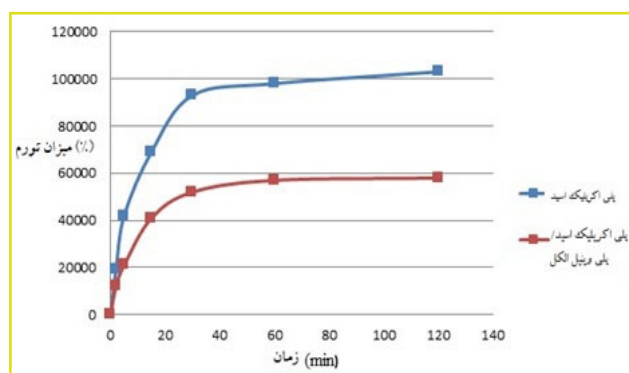
شکل (۱۳): تأثیر افزایش فاصله رشته ساز تا جمع کننده بر قطر الیاف.

• بخش دوم: بررسی رفتار تورمی نانوالیاف پلی اکریلیک اسید/ پلی وینیل الکل

◀ تعیین میزان بهینه عامل و زمان پخت

همان طور که پیش تر بیان شد، هیدروژل ها ساختارهای سه بعدی شبکه ای هستند که در تماس با آب متورم می شوند. میزان تورم این مواد به شدت وابسته به تعداد اتصالات عرضی

گروه‌های فعال آب‌دوست نظیر گروه‌های کربوکسیلیک اسید در پلی‌اکریلیک اسید کاسته می‌شود و در نتیجه، ظرفیت هیدراسیون و جذب آب کاهش می‌یابد. علاوه بر این، گروه‌های هیدروکسیل موجود در ساختار پلی‌وینیل الکل می‌توانند به‌عنوان عامل پخت با پلی‌اکریلیک اسید وارد واکنش شوند. این فرآیند حتی در دمای محیط و به مرور زمان رخ داده و منجر به افزایش میزان اتصالات عرضی در شبکه پلیمری می‌شود؛ عاملی که موجب کاهش بیشتر تورم در نمونه‌های ترکیبی خواهد شد.



شکل (۱۵): نمودار مقایسه تورم نسبت به زمان در آب مقطر برای نمونه نانوالیاف پلی‌اکریلیک اسید و پلی‌اکریلیک اسید/پلی‌وینیل الکل.

بررسی سرعت و میزان جذب تعادلی نانوالیاف هیدروژل در آب نمک

به‌منظور بررسی ظرفیت جذب در محیط نمکی، دو نمونه نانوالیاف تهیه‌شده از محلول‌های حاوی ۹ درصد وزنی پلی‌اکریلیک اسید و ترکیب پلی‌اکریلیک اسید/پلی‌وینیل الکل با نسبت وزنی ۱۰/۹۰ مورد مطالعه قرار گرفتند. برای این منظور، محلولی با غلظت ۰/۹ درصد وزنی سدیم کلرید (NaCl) در آب تهیه شد و سپس نمونه‌ها مطابق روش بیان‌شده در بخش پیشین، در این محلول در بازه زمانی ۲ تا ۱۲۰ دقیقه غوطه‌ور شدند. پس از آن، میزان تورم نمونه‌ها در زمان‌های مشخص اندازه‌گیری شد تا عملکرد جذب آنها در شرایط مشابه محیط فیزیولوژیکی مورد ارزیابی قرار گیرد.

روند تغییرات میزان تورم نمونه‌ها نسبت به زمان در شکل (۱۶) ارائه شده‌است. در این نمودار، رفتار تورمی دو نمونه نانوالیاف شامل پلی‌اکریلیک اسید خالص و ترکیب پلی‌اکریلیک اسید/پلی‌وینیل الکل در محلول آب نمک با یکدیگر مقایسه شده‌اند. همان‌طور که مشاهده می‌شود، نمونه حاوی پلی‌وینیل الکل تورم کمتری نسبت به نمونه خالص پلی‌اکریلیک اسید نشان داده است. این کاهش در میزان جذب، می‌تواند ناشی از کاهش تراکم گروه‌های آب‌دوست و افزایش اتصالات عرضی در اثر حضور گروه‌های هیدروکسیل پلی‌وینیل الکل باشد که در واکنش با پلی‌اکریلیک اسید نقش عامل پخت را ایفا می‌کنند.

رابطه‌ای معکوس با درصد اتصالات عرضی دارد؛ به‌طوری‌که با کاهش اتصالات عرضی، میزان جذب افزایش می‌یابد. با این حال، در صورتی که درصد اتصالات عرضی بیش از حد کاهش یابد، ممکن است بخشی از پلیمر در آب حل شده و در نتیجه، تورم کاهش یابد. کاهش اتصالات عرضی در نمونه‌های پلی‌اکریلیک اسید می‌تواند به دلایلی از جمله ناکافی بودن مقدار عامل پخت، نامناسب بودن سیستم حرارت‌دهی، کوتاه بودن زمان پخت یا پایین بودن دمای فرآیند پخت رخ دهد.

بررسی سرعت و میزان جذب تعادلی نانوالیاف هیدروژل در آب مقطر

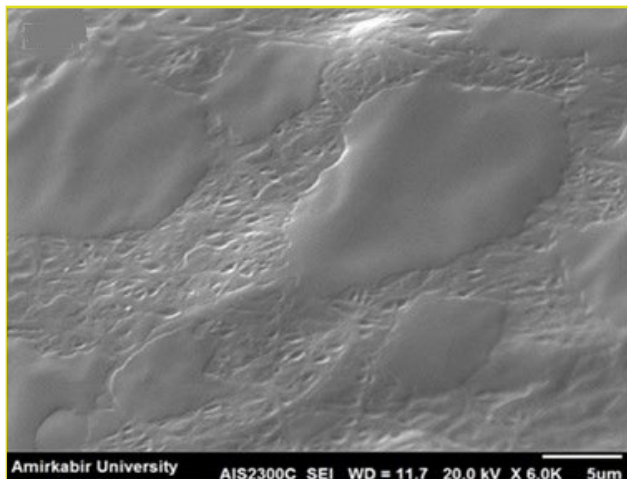
برای انجام آزمون غوطه‌وری در آب مقطر، دو نمونه نانوالیاف تهیه شده از محلول‌های حاوی ۹ درصد وزنی پلی‌اکریلیک اسید و ترکیب پلی‌اکریلیک اسید/پلی‌وینیل الکل با نسبت وزنی ۱۰/۹۰ مورد بررسی قرار گرفتند. به‌منظور ارزیابی ظرفیت جذب آب نمونه‌ها، پس از انجام آزمایش‌های اولیه، محدوده زمانی مناسب برای آزمون در بازه ۲ تا ۱۲۰ دقیقه تعیین شد. در ادامه، آزمون‌ها در شش بازه زمانی مختلف و با ثابت نگه داشتن سایر شرایط فرآیندی انجام گرفتند.

همان‌طور که پیش‌تر بیان شد، به‌منظور بررسی رفتار تورمی لایه نانوالیاف، نمونه‌های تهیه‌شده از فرآیند الکتروریسی، پس از پخت با استفاده از مایکروویو، در آب مقطر با دمای ثابت غوطه‌ور شدند. در زمان‌های تعیین‌شده، نمونه‌ها از ظرف حاوی آب خارج و به مدت ۵ دقیقه به حالت آویزان قرار داده شدند تا آب اضافی آنها تخلیه شود. سپس نمونه‌ها با استفاده از ترازوی چهار رقم اعشار توزین شدند. میزان تورم براساس اختلاف وزن نمونه خشک و نمونه متورم‌شده محاسبه شد. روند تغییرات تورم نمونه‌ها در طول زمان در شکل (۱۵) نمایش داده شده‌است.

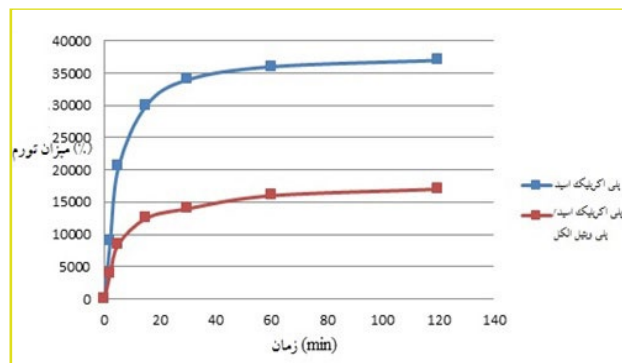
همان‌طور که در شکل (۱۵) مشاهده می‌شود، میزان تورم نمونه‌های نانولیفی به نسبت بالا است که این امر به سطح ویژه بالای نانوالیاف نسبت داده می‌شود. همچنین در این نمودار، رفتار تورمی دو نمونه شامل پلی‌اکریلیک اسید خالص و ترکیب پلی‌اکریلیک اسید/پلی‌وینیل الکل با یکدیگر مقایسه شده‌اند. نتایج نشان می‌دهند که نمونه حاوی پلی‌اکریلیک اسید خالص، میزان تورم بالاتری نسبت به نمونه ترکیبی دارد. این اختلاف می‌تواند ناشی از کاهش دانسیته گروه‌های آب‌دوست در نمونه ترکیبی یا افزایش اتصالات عرضی میان زنجیره‌ها در حضور پلی‌وینیل الکل باشد.

افزودن پلی‌وینیل الکل اگرچه منجر به بهبود فرآیند الکتروریسی و یکنواخت‌تر شدن تولید نانوالیاف شد، اما در آزمون‌های تورمی، عملکرد نمونه‌ها را تحت تأثیر قرار داده و موجب کاهش درصد تورم شد. کاهش رفتار تورمی در نمونه‌های حاوی پلی‌وینیل الکل کاملاً طبیعی به نظر می‌رسد، چرا که با افزودن پلی‌وینیل الکل، از تعداد

تماس نزدیک‌تری بین نانوالیاف ایجاد می‌شود. در مرحله خشک‌سازی، نیروهای بین مولکولی و چسبندگی سطحی میان الیاف موجب پایداری این آرایش جدید شده و مانع از جدایش مجدد آن‌ها از یکدیگر می‌شود.



شکل (۱۷): تصاویر میکروسکوپ الکترونی از سطح نمونه پلی اکریلیک اسید پس از خشک نمودن نمونه متورم شده در بزرگنمایی ۶۰۰۰ برابر [۱۱].



شکل (۱۶): نمودار مقایسه تورم نسبت به زمان در آب نمک برای نمونه نانوالیاف پلی اکریلیک اسید و پلی اکریلیک اسید/پلی وینیل الکل.

در شکل (۱۷)، تصاویر میکروسکوپ الکترونی مربوط به نمونه‌های متورم و خشک‌شده نانوالیاف پلی اکریلیک اسید ارائه شده‌است. همان‌طور که مشاهده می‌شود، نانوالیاف پس از تورم به یکدیگر چسبیده و ساختاری یکنواخت به‌صورت یک لایه یا فیلم نازک تشکیل داده‌اند. این پدیده کاملاً قابل پیش‌بینی است، زیرا در طی فرآیند تورم، زنجیره‌های پلیمری امکان نفوذ در یکدیگر را پیدا کرده و

نتیجه‌گیری

با توجه به اینکه در جوامع علمی، محدوده نانو به قطر کمتر از ۱۰۰ نانومتر اطلاق می‌شود، دستیابی به الیافی با قطر متوسط در این محدوده، به‌عنوان اولویتی اساسی مطرح بود. برای رسیدن به این هدف، عوامل متعددی شامل عوامل مربوط به محلول، دستگاه و شرایط محیطی مورد بررسی قرار گرفتند و تولید الیاف از طریق روش الکتروریسی بدون نازل انجام شد. نتایج حاصل از تحلیل‌های مورفولوژیکی و نمودار توزیع قطر الیاف نشان داد که تغییر فاصله بین رشته‌ساز و جمع‌کننده تأثیری معنادار بر قطر الیاف ندارد و بیشتر بر یکنواختی آن‌ها مؤثر است. همچنین، در بررسی سرعت و میزان جذب تعادلی نانوالیاف مشخص شد که نمونه‌های پلی اکریلیک اسید/پلی وینیل الکل به دلیل سطح ویژه بالاتر، توانایی جذب آب بسیار بالایی از خود نشان می‌دهند.

پی‌نوشت

1. Super Absorbent Polymer (SAP)
2. Acrylic Acid
3. Solution Polymerization
4. Suspension Polymerization
5. Glutaraldehyde
6. Poly Acrylic Acid (PAA)
7. Esterification
8. Polyethylene Oxide
9. Centrifuge Retention Capacity (CRC)

- [1] E. Ranjbari, S. Bazgir, MMA. Shirazi, Polym. Testing. 2020, 84, 106403 Needleless electrospinning of poly (acrylic acid) superabsorbent: Fabrication, characterization and swelling behavior.
- [2] EM. Ahmed. 6 (2015) 105-121. J. Adv. Res. Hydrogel: Preparation, characterization, and applications: A review.
- [3] RM Seyedlar, M Imani, M Atai, A Nodehi - 2018 - sid.ir .Temperature-Responsive Hydrogels: Materials, Mechanisms and Biological Applications.
- [4] FL. Buchholz, AT. Graham. 1998, Wiley-VCH, New York, Book: Ch 1-7. Modern Superabsorbent Polymer Technology.
- [5] S. Choi, HR. Kim, HS. Kim. Polymer International, - Wiley Online Library. 2019. Fabrication of superabsorbent nanofibers based on sodium polyacrylate/poly (vinyl alcohol) and their water absorption characteristics .
- [6] S. Sharma, A. Dua, A. Malik. European polymer journal. 2014 – Elsevier. Polyaspartic acid based superabsorbent polymers.
- [7] A. Mignon, N. De Belie, P. Dubruel. European Polymer . 2019 – Elsevier. Superabsorbent polymers: A review on the characteristics and applications of synthetic, polysaccharide-based, semi-synthetic and 'smart' derivatives.
- [8] J. Zohuriaan-Mehr Mohammad, K. Kourosh Iranian Polymer Journal 17 (6), 2008, 451-477. Superabsorbent Polymer Materials: A Review.
- [9] K. Kabiri, H. Omidian, M.J. Zohurian-Mehr, S. Doroudiani. Polymer Composites 32 (2011) 277-289. Superabsorbent hydrogel composites and nanocomposites: A review.
- [10] A Sadeghzadeh, S Bazgir, MMA Shirazi. Separation and Purification Technology. 2020, 116498 Fabrication and characterization of a novel hydrophobic polystyrene membrane using electroblowing technique for desalination by direct contact membrane distillation.
- [11] Zhang et al. (2013), 2013/0146810. US patent. Process for producing water absorbing polymer fibers.
- [12] B. Kim et al. Materials Letters. 2005, 59 829–832 . Poly (acrylic acid) nanofibers by electrospinning.
- [13] M. Laura, D. Hansen, J. Smith, H. Reneker, K. Woraphon. Journal of Applied Polymer Science. 2005, Vol. 95, 427–434. Water Absorption and Mechanical Properties of Electrospun Structured Hydrogels.
- [14] M. Linghui, K. Wimonwan, K-hasuwan. Prae-ravee, H. Shannon, S. Pitt, W. Gary E. Polym Int. 201564, 42–48. Electrospun crosslinked poly(acrylic acid) fiber constructs: towards a synthetic model of the cortical layer of nerve.
- [15] AA. Ali. J. of material processing technology. 2008199, 193-198. New generation of super absorber nano-fibrous hybrid fabric by electro-spinning.
- [16] K.-F. Arndt, A. Richter, S. Ludwig, J. Zimmermann, J. Kressler, D. Kuckling, H.-J. Adler. Acta Polym. 1999, 50, 383 – 390. Poly (vinyl alcohol)/poly (acrylic acid) hydrogels: FT-IR spectroscopic characterization of crosslinking reaction and work at transition point.
- [17] Z. Jun, H. Haoqing, H. Wendorff, G. Andreas. e-Polymers. 2004, no. 078. Electrospun poly (vinyl alcohol)/poly(acrylic acid) fibres with excellent water-stability.
- [18] W.E. Hennink, C.F. van Nostrum. Advanced Drug Delivery Reviews . 2012, 64 (2012) 223–236. Novel crosslinking methods to design hydrogels.
- [19] VD. Athawale, V. Lele. Starch/Stärke. 2001, 3, 7-13. Recent trends in hydrogels based on starch-graft-acrylic acid: A review.
- [20] L. Lei, H. You-Lo. Polymer. 2005, 46 5133–5139. Ultra-fine polyelectrolyte fibers from electrospinning of poly (acrylic acid).
- [21] M. Lenka, L. Daniela. Advanced materials research. 2012, 354-355, 210-215. . Nanofiber Sheets with Superabsorbent Properties.
- [22] L. Tong, W. Xungai. 6000 Broken Sound Parkway NW, Suite 300. 2013, Version Data: 20131021. Needleless Electrospinning of Nanofibers.
- [23] L. Tong. No.65, Yan An Road (West), Shanghai, China. Publisher InTech. ch 1-2. 2011, ISBN 978-953-307-420-7. Nanofibers - Production, Properties and Functional Applications.

نویسنده

ساناز شبیکه^{۱*}

۱. کارشناس آزمایشگاه میکروسکوپ الکترونی

عبوری دانشگاه شیراز

۲. عضو کارگروه تخصصی میکروسکوپ الکترونی

عبوری

*researchers4u@yahoo.com

تاریخ دریافت: ۱۴۰۴/۰۱/۱۶

تاریخ پذیرش: ۱۴۰۴/۰۲/۲۹

کاربردهای میکروسکوپ الکترونی عبوری به همراه هوش مصنوعی در حوزه‌های علمی و صنعتی مختلف

واژه‌های کلیدی

هوش مصنوعی، میکروسکوپ الکترونی
عبوری، یادگیری ماشین، یادگیری عمیق.

چکیده

روش‌های هوش مصنوعی^۱، به ویژه یادگیری ماشین^۲ و یادگیری عمیق^۳، به دلیل توانایی در پردازش داده‌های بزرگ، شناسایی الگوهای پیچیده و خودکارسازی کارهایی که به‌طور سنتی نیاز به تخصص انسانی دارند، در بسیاری از حوزه‌های علمی کاربرد گسترده‌ای پیدا کرده‌اند. این روش‌ها تنها محدود به شناسایی تصاویر نمی‌شوند، بلکه به مدل‌سازی پیش‌بینی، دسته‌بندی داده‌ها و حتی بهینه‌سازی فرآیندهای تجربی نیز گسترش یافته‌اند. ارتباط هوش مصنوعی با تحقیقات علمی به سرعت در حال گسترش است؛ زیرا این روش‌ها، روش‌های سنتی را تکمیل می‌کنند و راه‌حل‌های سریع‌تر، دقیق‌تر و مقیاس‌پذیرتری ارائه می‌دهند. در این زمینه، تأثیر هوش مصنوعی بر تحقیقات علمی در حوزه‌های مختلفی از جمله فیزیک، شیمی، زیست‌شناسی و علوم محیط‌زیست گسترش یافته است. یکپارچه‌سازی هوش مصنوعی در این حوزه‌ها مرزهای جدیدی را در حل مشکلات و کشف‌های علمی گشوده است. یکی از امیدوارکننده‌ترین کاربردهای هوش مصنوعی در حوزه‌های ذکر شده، ترکیب شدن آن با فناوری‌های تصویربرداری پیشرفته مانند میکروسکوپ الکترونی عبوری^۴ است. میکروسکوپ الکترونی عبوری ابزاری ضروری برای صنایعی است که در زمینه‌های علم مواد، فناوری‌نانو، تولید نیمه‌هادی‌ها و کاربردهای زیست‌پزشکی فعالیت می‌کنند. با این حال، پیچیدگی و حجم داده‌های تولید شده با دستگاه‌های TEM چالش‌های زیادی را در پردازش داده‌ها، تفسیر تصاویر و تصمیم‌گیری ایجاد می‌کند. روش‌های هوش مصنوعی مذکور به همراه بینایی کامپیوتری، به‌طور فزاینده‌ای برای غلبه بر این چالش‌ها به کار گرفته می‌شوند و به این ترتیب اثربخشی TEM در تحقیق و توسعه صنعتی را افزایش می‌دهند. در این مقاله، به برخی از حوزه‌های تحقیقاتی علمی و صنعتی که هوش مصنوعی در آنها تأثیرگذار است پرداخته و چگونگی ارتباط این کاربردها با TEM را بررسی خواهیم کرد.

هم‌افزایی هوش مصنوعی و میکروسکوپی الکترونی عبوری در حوزه‌های تحقیقاتی و صنعت مدرن از جایگاه قابل توجهی برخوردار است. ظهور هوش مصنوعی (AI) تاثیر عمیقی بر بسیاری از رشته‌های علمی داشته است و روش‌های جمع‌آوری، تجزیه و تحلیل و تفسیر داده‌ها را متحول کرده است. یکی از مهم‌ترین کاربردهای هوش مصنوعی در کنار میکروسکوپی الکترونی عبوری (TEM) که یک روش تصویربرداری قدرتمند است و برای مشاهده مواد در مقیاس اتمی و زیراتمی استفاده شده، نمایان می‌شود. دستگاه TEM وضوح بی‌نظیری را فراهم می‌کند و ساختارهای پیچیده مواد و نمونه‌های زیستی را آشکار می‌سازد، اما مقادیر زیادی از داده‌های پیچیده‌ای را تولید می‌کند که تجزیه و تحلیل دستی آن‌ها به‌طور معمول زمان‌بر است. ادغام هوش مصنوعی با TEM این چالش را حل کرده و مزایای تحول‌آفرینی در زمینه‌های مختلف تحقیقاتی و صنعتی ارائه می‌دهد. در علم مواد، تجزیه و تحلیل تصاویر TEM با کمک هوش مصنوعی به محققان این امکان را می‌دهد تا نانو ساختارها و نقص‌ها در مواد را با سرعت و دقت بی‌سابقه شناسایی کنند. الگوریتم‌های یادگیری عمیق می‌توانند به‌طور خودکار ویژگی‌هایی مانند مرزهای دانه، جابجایی‌ها و نقص‌های بلوری را شناسایی و طبقه‌بندی کنند. عواملی که تأثیر زیادی بر عملکرد مواد در کاربردهای مختلف دارند. این موضوع برای صنایعی مانند هوافضا، خودروسازی و الکترونیک اهمیت زیادی دارد، جایی که توسعه مواد مقاوم‌تر و بادوام‌تر از اهمیت بالایی برخوردار است. همچنین هوش مصنوعی کارایی TEM در تحقیقات زیستی را افزایش می‌دهد و تجزیه و تحلیل آنی ساختارهای سلولی، پروتئین‌ها و ویروس‌ها را در مقیاس اتمی ممکن می‌سازد. با خودکارسازی تفسیر پیچیده تصاویر، هوش مصنوعی به کشف سازوکارهای بیماری، تعاملات دارویی و پویایی‌های مولکولی کمک می‌کند و سرعت تحقیقات پزشکی و بیومدیکال را افزایش می‌دهد. به‌عنوان مثال، هوش مصنوعی می‌تواند به ترسیم ساختار پروتئین‌ها در طراحی دارو کمک کند و به‌طور بالقوه روند توسعه درمان‌های جدید را تسریع بخشد. در زمینه فناوری نانو، توانایی هوش مصنوعی در تجزیه و تحلیل داده‌های TEM افق‌های جدیدی را برای طراحی و سنتز نانومواد پیشرفته با ویژگی‌های سفارشی باز کرده است. چه در باتری‌های ذخیره‌سازی انرژی، چه در نیمه‌هادی‌ها یا مواد حسگر محیطی، ترکیب هوش مصنوعی و TEM این امکان را فراهم می‌کند که ویژگی‌های مقیاس نانو که بر خواص مواد تأثیر می‌گذارند، به سرعت شناسایی شوند و کشف فناوری‌های نسل بعدی تسریع یابد. علاوه بر این، توانایی هوش مصنوعی در بهبود کیفیت تصاویر TEM از طریق روش‌هایی مانند حذف نویز و تصویربرداری فوق قدرت تفکیک تأثیرات قابل توجهی بر کنترل کیفیت در تولید دارد. به‌ویژه در تولید نیمه‌هادی‌ها، TEM تقویت‌شده با هوش مصنوعی امکان بازرسی دقیق‌تر از میکروچیپ‌ها و بردهای مدار را فراهم می‌کند و از این طریق عملکرد بهتر و بازدهی بالاتری در دستگاه‌های الکترونیکی تضمین می‌شود. از سرعت بخشیدن به تجزیه و تحلیل داده‌ها گرفته تا امکان دستیابی به درک عمیق‌تر از سیستم‌های پیچیده مواد و زیست‌شناسی، ترکیب هوش مصنوعی و TEM در حال شکل‌دهی به آینده تحقیق و صنعت است. با خودکارسازی وظایف وقت‌گیر، بهبود وضوح و کشف الگوهای پنهان در داده‌ها، هوش مصنوعی به محققان این امکان را می‌دهد که به کشفیات مهم‌تری دست یابند و این کار را به‌گونه‌ای کارآمدتر و با اعتماد به نفس بیشتری انجام دهند.

کاربرد میکروسکوپ الکترونی عبوری به همراه هوش مصنوعی در حوزه علم مواد و فناوری نانو

بکارگیری میکروسکوپ الکترونی عبوری و هوش مصنوعی با یکدیگر در این حوزه عبارتند از:

■ کشف و طراحی مواد

الگوریتم‌های یادگیری ماشین در پیش‌بینی ویژگی‌های مواد نوآورانه با تجزیه و تحلیل داده‌های موجود از ترکیب مواد و ویژگی‌های مرتبط با آنها کمک می‌کنند. مدل‌های هوش مصنوعی می‌توانند رفتار مواد را در مقیاس اتمی شبیه‌سازی کنند که این امر به‌طور مستقیم به TEM مرتبط است، زیرا در TEM

در علم مواد، روش‌های هوش مصنوعی، به ویژه الگوریتم‌های یادگیری ماشین، به‌طور گسترده‌ای برای پیش‌بینی ویژگی‌های مواد، طراحی مواد جدید و بهینه‌سازی فرآیندهای تجربی استفاده می‌شود. از آنجا که رفتار مواد به‌طور ذاتی پیچیده است و به‌طور معمول، مدل‌سازی تحلیلی آن دشوار است، مدل‌های هوش مصنوعی برای شناسایی الگوها در داده‌های بزرگ و پیش‌بینی رفتار مواد در شرایط مختلف استفاده می‌شوند. برخی از مزایای

فراهم می‌کند.

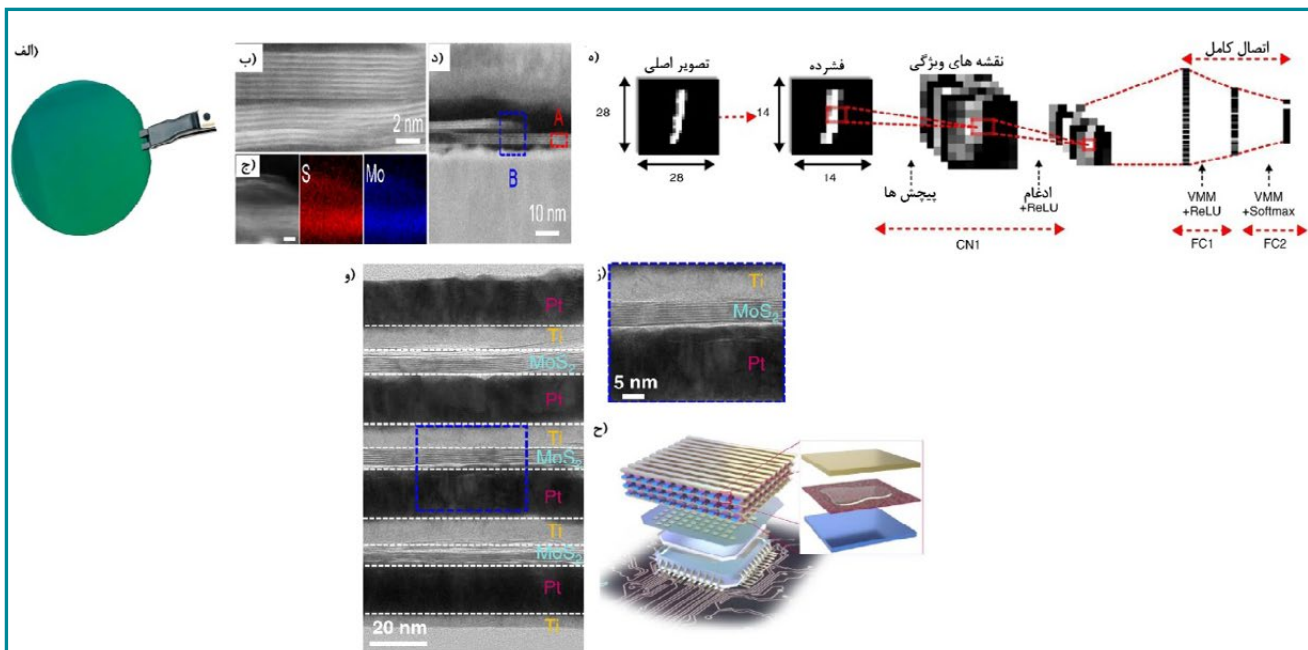
به‌منظور درک بهتر خواننده محترم برخی از مطالعات موردی انجام پذیرفته در این حوزه در قسمت ذیل ارائه شده‌است:

یکی از مسائل مهم در این حوزه، شناسایی و طبقه‌بندی نقص‌ها در مواد دوبعدی مانند گرافن برای کاربردهای حیاتی است، اما این امر با تجزیه و تحلیل TEM سنتی می‌تواند زمان‌بر و از لحاظ ذهنی دشوار باشد. به همین دلیل محققان با بکارگیری هوش مصنوعی و مدل‌های یادگیری عمیق برای تجزیه و تحلیل خودکار تصاویر TEM و شناسایی انواع مختلف نقص‌ها (جای خالی، نابجایی و غیره) با دقت و سرعت بالا استفاده می‌کنند. این امر به درک تأثیر نقص‌ها بر خواص مواد و بهینه‌سازی فرآیندهای ساخت کمک می‌کند. مطالعه موردی منتشر شده در مجله ارتباطات طبیعت^۵، از یک شبکه عصبی پیچشی^۶ برای تجزیه و تحلیل تصاویر TEM از دی‌سولفید مولیبدن^۷ تک لایه استفاده کرده و به دقت بالایی در شناسایی و طبقه‌بندی انواع مختلف نقص‌ها دست یافته است (شکل (۱)).

به‌طور معمول ساختار و ویژگی‌های اتمی در اولویت قرار دارند. به‌عنوان مثال، هوش مصنوعی برای پیش‌بینی چگونگی تعامل عناصر مختلف در مقیاس اتمی به‌منظور ایجاد مواد با ویژگی‌هایی خاص مانند استحکام، رسانایی یا انعطاف‌پذیری استفاده می‌شود. این اطلاعات می‌تواند به محققان کمک کند تا مواد مناسب برای تحقیقات بیشتر با استفاده از TEM را انتخاب کنند.

■ مدل‌سازی پیش‌بینی نانو ساختارها

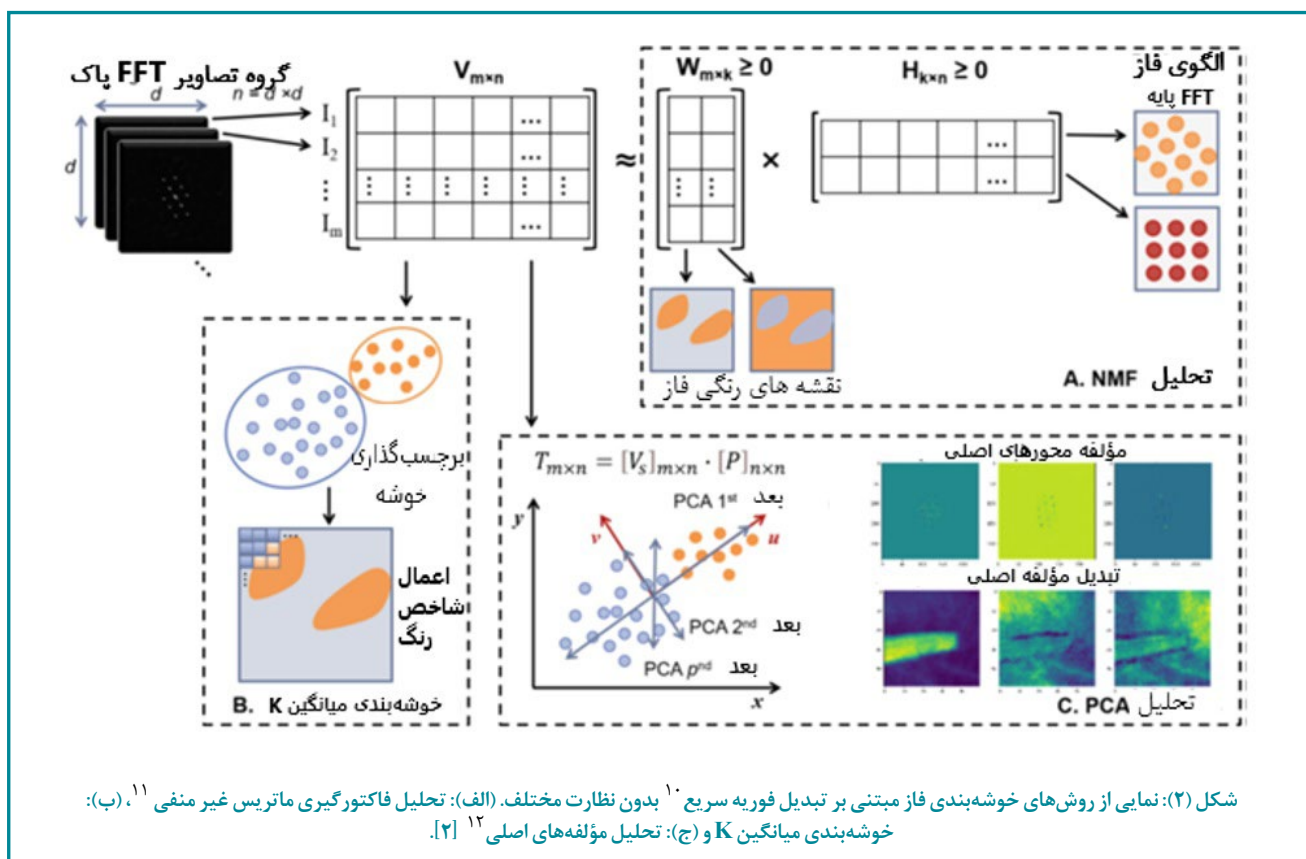
مدل‌های یادگیری عمیق به‌طور فزاینده‌ای برای پیش‌بینی و بهینه‌سازی ویژگی‌های نانو ساختارها مانند نانوذرات، نانوسیم‌ها و نانوکامپوزیت‌ها قبل از انجام آزمایش‌های فیزیکی استفاده می‌شوند. این پیش‌بینی‌ها می‌توانند به‌طور قابل توجهی زمان و هزینه مربوط به فرآیند کشف مواد را کاهش دهند. پس از شناسایی یک نانوماده امیدوارکننده، TEM می‌تواند برای تأیید ساختار اتمی، اندازه، شکل و توزیع آن استفاده شود که یک حلقه بازخورد قوی بین پیش‌بینی‌های هوش مصنوعی و تأیید تجربی



شکل (۱): (الف): تصویر نوری از لایه نازک مقاومت حافظه‌دار از جنس مولیبدن دی‌سولفید (MOS₂) در مقیاس و بزرگ. (ب): تصویر سطح مقطعی میکروسکوپ الکترونی عبوری روبشی میدان تاریک حلقوی با زاویه بالا^۸ از نانو صفحات MOS₂. (ج): نگاشت عنصری از لایه MOS₂ مورد نظر. (د): تصویر سطح مقطعی HAADF-STEM از ناحیه پیوند لایه نازک MOS₂. (ه): شبکه عصبی پیچشی عمیق سه لایه‌ای. (و): تصاویر سطح مقطعی TEM از پشته کامل مقاومت حافظه‌دار (مستطیل نقطه چین آبی رنگ نشان‌دهنده وجود نقص است). (ز): تصویر سطح مقطعی TEM از لایه میانی مقاومت حافظه‌دار پشته‌ای. (ح): نمایی از دیگرام آرایه سه‌بعدی مقاومت حافظه‌دار پشته‌ای به همراه اتصالات داخلی فلزی و مدارات منطقی [۱].

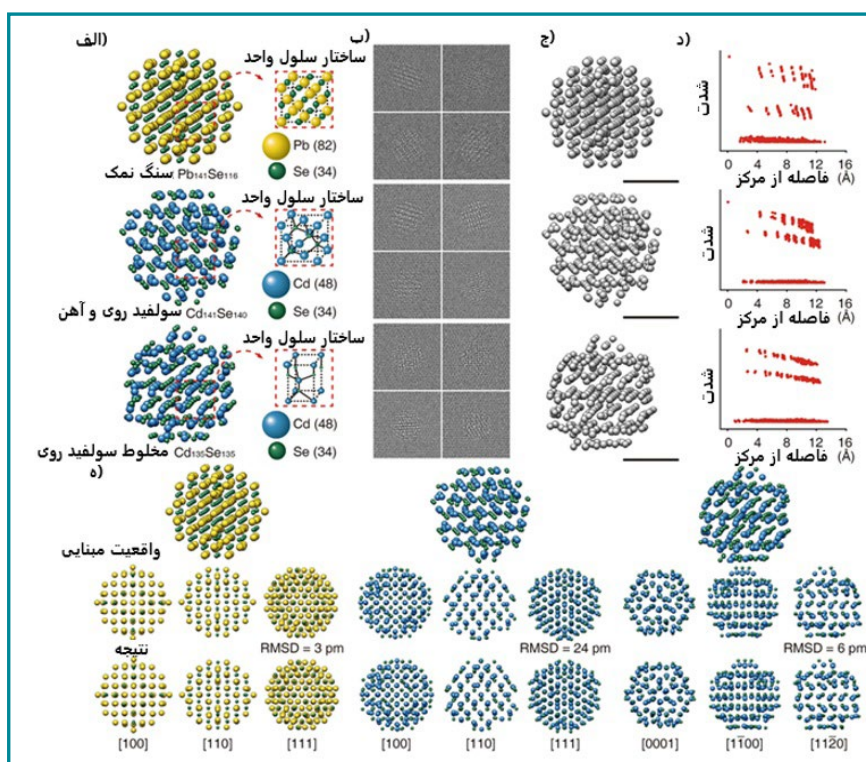
خودکار فازهای مختلف در مواد پیچیده استفاده می‌شوند. به همین منظور، محققان از یادگیری ماشین برای تجزیه و تحلیل الگوهای پراش الکترون به‌دست آمده از TEM برای شناسایی و نقشه‌برداری فازهای مختلف در آلیاژهای فلزی استفاده کرده‌اند که به بهینه‌سازی خواص مکانیکی آنها کمک می‌کند. نمونه‌ای از شناسایی و نقشه‌برداری فاز ماده در شکل (۲) ارائه شده است.

یکی از مسائل مهم دیگر، شناسایی و نقشه‌برداری فاز ماده است. تعیین فازهای مختلف موجود در یک ماده و توزیع فضایی آنها برای درک رفتار آن ضروری است. الگوریتم‌های هوش مصنوعی، به ویژه یادگیری ماشین، برای تجزیه و تحلیل داده‌های TEM به‌عنوان مثال، الگوهای پراش الکترون، نقشه‌های طیف‌سنجی انرژی پراکنده-اشعه ایکس^۹ برای شناسایی و نقشه‌برداری



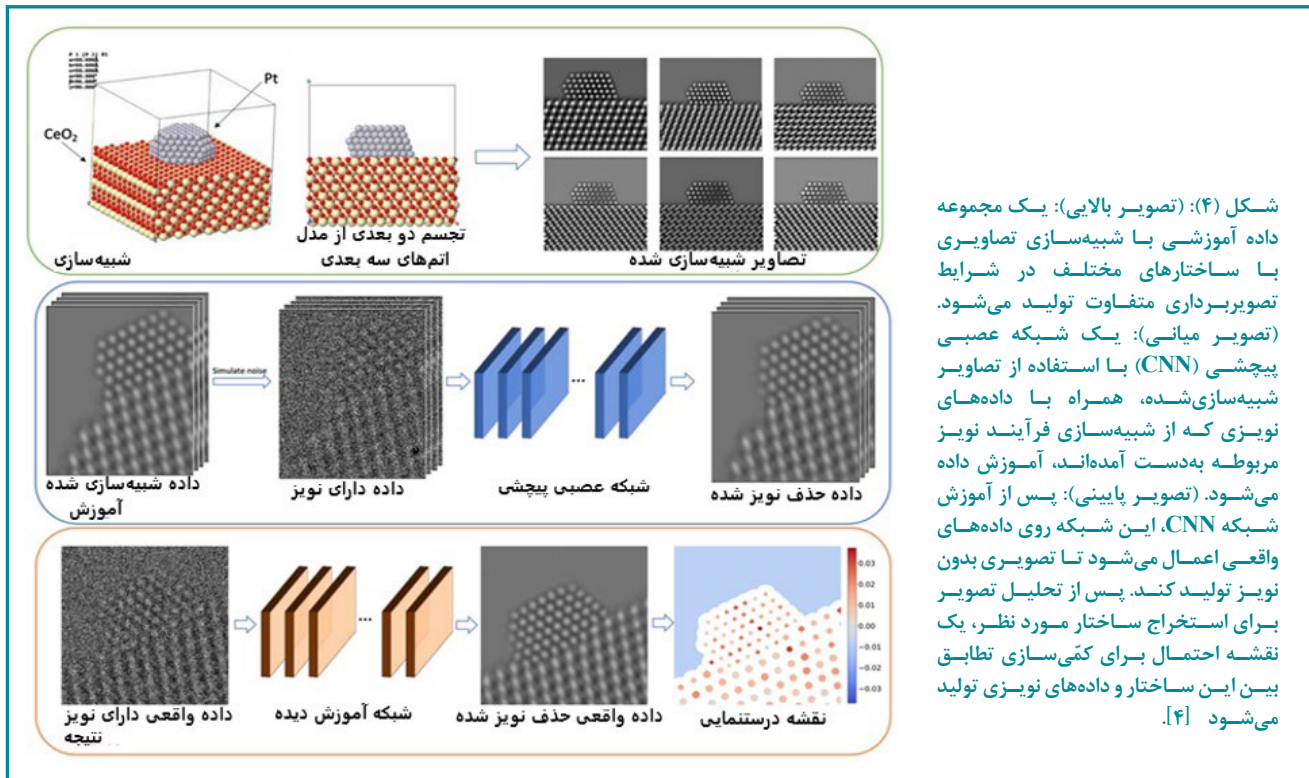
منظور دانشمندان از الگوریتم‌های یادگیری ماشین برای بازسازی ساختار سه‌بعدی نانوذرات از مجموعه‌ای از تصاویر TEM استفاده کرده‌اند که بینش‌هایی در مورد شکل، اندازه و ساختار داخلی آنها ارائه می‌دهد. به‌عنوان مثال، در شکل (۳) نمونه‌ای از بازسازی سه‌بعدی ساختار اتمی برخی از نانومواد با استفاده از تصاویر TEM و هوش مصنوعی نمایش داده شده‌است.

یکی از مسائل مهم دیگر در این حوزه، بازسازی سه‌بعدی ساختار اتمی نانومواد از تصاویر TEM است. این امر به دلیل محدودیت تصویربرداری TEM می‌تواند چالش‌برانگیز باشد. برای حل این مسئله می‌توان از روش‌های هوش مصنوعی مانند یادگیری ماشین و سنجش فشرده برای بازسازی ساختارهای اتمی سه‌بعدی از مجموعه‌ای از تصاویر TEM دوبعدی (توموگرافی الکترون) استفاده کرد. به همین



مدل‌های یادگیری عمیق برای حذف مؤثر نویز از تصاویر TEM نمونه‌های زیستی استفاده شده‌اند و جزئیات ظریف‌تر را آشکار کرده و نسبت سیگنال به نویز را بهبود بخشیده‌اند. در شکل (۴)، یکی از روش‌های شده شده با عنوان شبکه عصبی پیچشی برای حذف نویز از تصویر TEM گرفته شده از اکسید سریم^{۱۷} و پلاتینیوم^{۱۸} استفاده شده‌است.

یکی از مسائل مهم دیگر، وجود نویز در تصاویر TEM است. تصاویر TEM به دلایل مختلف می‌توانند نویز داشته باشند که می‌تواند مانع از تجزیه و تحلیل دقیق شود. روش‌های حذف نویز مبتنی بر هوش مصنوعی برای حذف نویز از تصاویر TEM ضمن حفظ ویژگی‌های مهم استفاده می‌شوند و کیفیت تصاویر را برای تجزیه و تحلیل بیشتر بهبود می‌بخشند.



در حالی که پیش‌بینی‌های هوش مصنوعی به‌طور مستقیم با TEM ارتباط ندارند، مدل‌های ساختاری تولید شده توسط هوش مصنوعی می‌توانند راهنمایی برای آزمایش‌های TEM باشند. محققان می‌توانند از این پیش‌بینی‌ها برای انتخاب پروتئین‌ها یا ساختارهای زیستی به‌منظور تصویربرداری با TEM استفاده کنند و به این ترتیب مطالعات هدفمندتر و کارآمدتری انجام دهند. در زیست‌شناسی ساختاری، میکروسکوپ الکترونی عبوری کرایو (Cryo-TEM) به روشی غالب برای تعیین ساختارهای پیچیده ماکرومولکولی و پروتئین‌ها تبدیل شده‌است. روش‌های هوش مصنوعی، به ویژه شبکه‌های عصبی پیچشی (CNN)، برای بهبود داده‌های میکروسکوپ الکترونی برودتی^{۲۳} از طریق افزایش وضوح تصاویر و اصلاح اعوجاج‌ها استفاده می‌شوند. در حالی که cryo-TEM به تجزیه و تحلیل ماکرومولکول‌های زیستی متمرکز است، هوش مصنوعی نقش مهمی در بهبود کیفیت تصویر، کاهش نویز و بهبود وضوح ایفا می‌کند. بینش‌های به‌دست آمده از پردازش مبتنی بر هوش مصنوعی می‌تواند برای تفسیر دقیق‌تر داده‌های پیچیده زیستی استفاده شود و خطای انسانی را کاهش دهد و قابلیت تکرارپذیری را بهبود بخشد. در شکل (۵) نمونه‌ای از روند پیش‌بینی ساختار پروتئین با استفاده از تصاویر Cryo-TEM و اعمال الگوریتم‌های هوش مصنوعی نمایش داده شده‌است.

کاربرد میکروسکوپ الکترونی عبوری به همراه هوش مصنوعی در حوزه زیست‌شناسی و بیوانفورماتیک

نقش هوش مصنوعی در زیست‌شناسی ساختاری و بیوانفورماتیک^{۱۹} در حال تحول است، زیرا محققان به دنبال درک سیستم‌های زیستی پیچیده در سطح مولکولی هستند. روش‌های هوش مصنوعی مانند یادگیری عمیق، یادگیری تقویتی و شبکه‌های عصبی برای حل ساختارهای پروتئینی، پیش‌بینی عملکرد پروتئین‌های ناشناخته و تجزیه و تحلیل داده‌های ژنومی در مقیاس بزرگ به کار می‌روند. برخی از مزایای بکارگیری میکروسکوپ الکترونی عبوری و هوش مصنوعی با یکدیگر در این حوزه عبارتند از:

پیش‌بینی ساختار پروتئین و تحلیل داده‌های میکروسکوپ الکترونی عبوری کرایو^{۲۰}

الگوریتم‌های هوش مصنوعی فرآیند پیش‌بینی ساختار پروتئین‌ها از دنباله‌های آمینو اسیدی را به‌طور انقلابی متحول کرده‌اند. نمونه معروف این الگوریتم‌ها آلفافولد^{۲۱} است که توسط شرکت دیپ‌ماینده^{۲۲} توسعه یافته و در پیش‌بینی ساختار سه‌بعدی پروتئین‌ها دقت بی‌سابقه‌ای را به‌دست آورده است.

شکل (۶): در این شکل، روش‌های متفاوت موجود به منظور حصول خروجی مورد نظر از داده‌های به دست آمده از میکروسکوپ الکترونی عبوری با یکدیگر مقایسه شده‌اند. در اینجا، روش‌های مرسوم به الگوریتم‌های نیمه خودکار اشاره دارد. کیفیت و دقت خروجی یک شبکه معین اصولاً به میزان تصاویر آموزشی مورد استفاده بستگی دارد [۶].

■ شناسایی خودکار مورفولوژی نانوذرات (به‌خصوص پلاتین) برای طراحی کاتالیزور

عبوری همچنین در علوم محیط‌زیست تأثیرات قابل توجهی دارند، جایی که برای مدل‌سازی تغییرات اقلیمی، نظارت بر اکوسیستم‌ها و بهینه‌سازی مدیریت منابع استفاده می‌شوند. الگوریتم‌های یادگیری ماشین برای تجزیه و تحلیل داده‌های بزرگ از تصاویر ماهواره‌ای، شبکه‌های حسگر و مدل‌های اقلیمی به کار می‌روند تا به دانشمندان در پیش‌بینی روندهای محیط‌زیستی کمک کنند. برخی از کاربردهای بکارگیری هوش مصنوعی به همراه میکروسکوپ الکترونی عبوری در این حوزه عبارتند از:

■ مدل‌سازی و پیش‌بینی اقلیمی

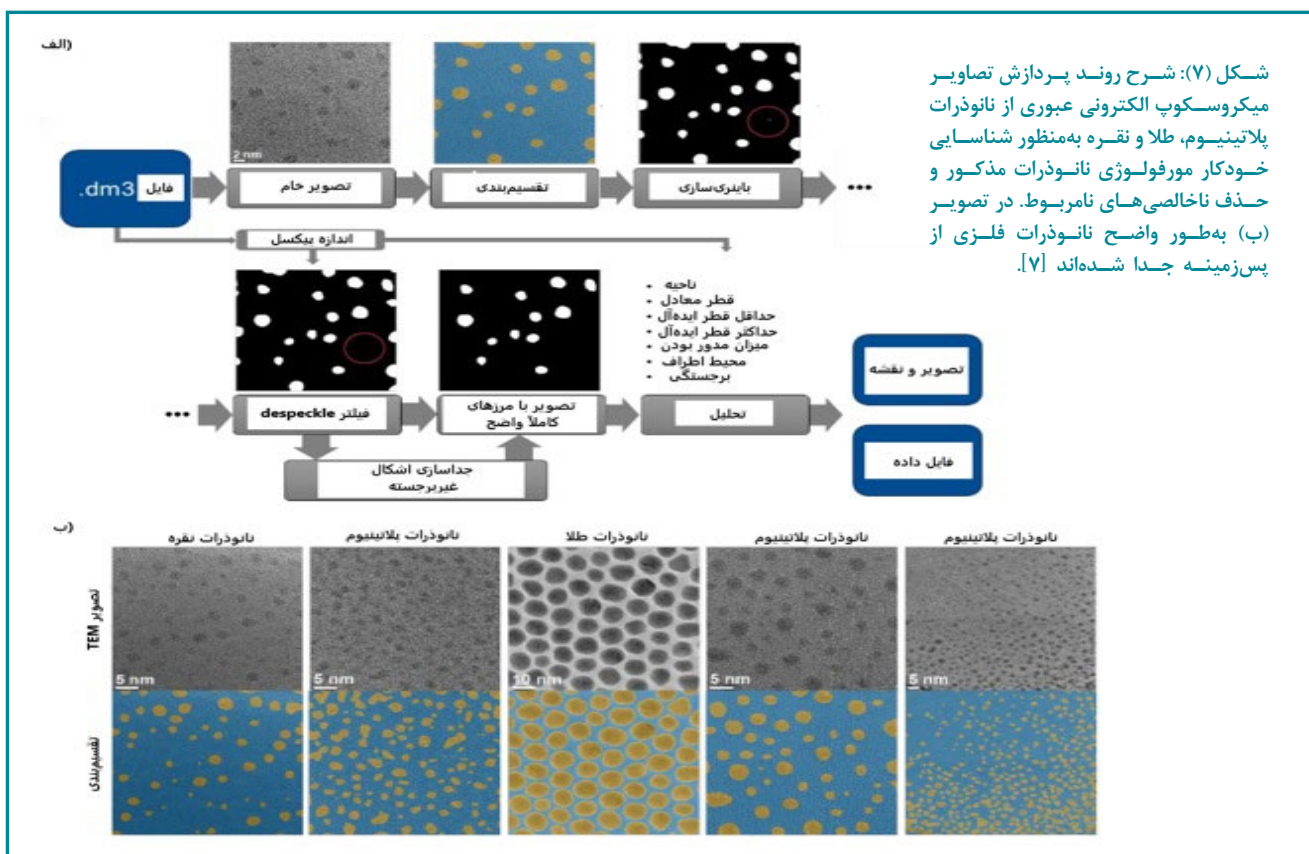
در علم اقلیم‌شناسی، الگوریتم‌های هوش مصنوعی برای پیش‌بینی تغییرات بلندمدت محیطی براساس داده‌های اقلیمی تاریخی به کار می‌روند. این مدل‌ها به محققان کمک می‌کنند تا از چگونگی تغییر متغیرهایی مانند دما، سطح دی‌اکسید کربن و جریان‌های اقیانوسی که ممکن است در طول زمان اتفاق افتاده باشد، درک بهتری داشته باشند. مدل‌های مبتنی بر هوش مصنوعی می‌توانند برای طراحی مواد با کارایی انرژی بیشتر یا بهینه‌سازی راه‌حل‌های ذخیره‌سازی انرژی استفاده شوند، جایی که تصویربرداری TEM نقش کلیدی در تأیید ساختار و ویژگی‌های مواد جدید برای کاهش تغییرات اقلیمی ایفا می‌کند. در این حوزه برای حصول نتایجی مطلوب‌تر از بکارگیری هوش مصنوعی درون TEM می‌توان روی موارد ذیل تمرکز کرد:

♦ شناسایی و طبقه‌بندی تصاویر: مدل‌های یادگیری عمیق می‌توانند انواع مختلف ذرات و مواد را در تصاویر TEM شناسایی کرده و کارایی تحلیل داده‌ها را افزایش دهند.

نانوذرات پلاتین کاتالیزورهای مهمی در بسیاری از واکنش‌های شیمیایی است. فعالیت کاتالیزوری آنها به شدت تحت تأثیر ساختار شکلی (مورفولوژی) آنها قرار دارد. تجزیه و تحلیل دستی تصاویر TEM برای تعیین مورفولوژی نانوذرات، زمان‌بر و از لحاظ ذهنی دشوار است. محققان یک شبکه عصبی پیچشی (CNN) را روی مجموعه بزرگی از داده‌های تصاویر TEM مربوط به نانوذرات پلاتین با مورفولوژی‌های مختلف (به‌عنوان مثال، مکعبی، هشت وجهی، بیست وجهی) آموزش دادند. این CNN آموزش دیده قادر است به‌طور خودکار مورفولوژی نانوذرات پلاتین جدید را از تصاویر TEM آنها با دقت بالا طبقه‌بندی کند. این امر، امکان غربالگری سریع روش‌های سنتز مختلف را به‌منظور بهینه‌سازی تولید کاتالیزور برای اشکال دلخواه و در نتیجه، فعالیت، فراهم می‌کند. این رویکرد خودکار به‌طور قابل توجهی فرآیند شناسایی را تسریع می‌کند و محققان را قادر می‌سازد تا به سرعت، شرایط سنتزی که نانوذرات پلاتین با مطلوب‌ترین خواص کاتالیزوری تولید کرده را شناسایی کنند. این امر، توسعه کاتالیزورهای کارآمدتر را سرعت می‌دهد. در شکل (۷)، رویه شناسایی خودکار مورفولوژی نانوذرات پلاتینیوم، طلا و نقره درون تصاویر به‌دست‌آمده از میکروسکوپ الکترونی عبوری با استفاده از هوش مصنوعی نمایش داده شده‌است.

■ کاربرد هوش مصنوعی در علوم محیط‌زیست و تحقیقات اقلیمی

روش‌های هوش مصنوعی به همراه میکروسکوپ الکترونی



کاربرد هوش مصنوعی در فیزیک و فیزیک ذرات

هوش مصنوعی به‌طور فزاینده‌ای در فیزیک، به ویژه در زمینه‌هایی مانند مکانیک کوانتومی، فیزیک ذرات و اخترفیزیک استفاده می‌شود. استفاده از یادگیری ماشین در این حوزه‌ها به‌طور معمول شامل پردازش داده‌های بزرگ، بهینه‌سازی تنظیمات آزمایشگاهی و شناسایی پدیده‌های نادر است که روش‌های سنتی قادر به شناسایی آنها نیستند.

پردازش داده‌ها در شتاب‌دهنده‌های ذرات

در فیزیک ذرات، آزمایش‌هایی مانند آنهایی که در LHC^{۲۴} (برخورد دهنده هادرونی بزرگ) انجام می‌شود، مقادیر عظیمی از داده‌ها را تولید می‌کنند. روش‌های هوش مصنوعی، به ویژه یادگیری عمیق، برای پردازش و تجزیه و تحلیل این داده‌ها به‌منظور شناسایی الگوها، ناهنجاری‌ها و کشفیات احتمالی به کار می‌روند. این تحلیل‌های مبتنی بر هوش مصنوعی به فیزیک‌دانان کمک می‌کند تا به نتایج امیدوارکننده‌تر توجه کنند و طراحی مواد جدید برای آزمایش‌های انرژی بالا را هدایت کنند. TEM می‌تواند برای تحلیل مواد مورد استفاده در آشکارسازهای ذرات و اطمینان از یکپارچگی ساختاری و عملکرد آنها در شرایط بحرانی و شدید استفاده شود.

کشف مواد کوانتومی

مواد کوانتومی دربرگیرنده ویژگی‌های منحصر به فرد ناشی از اثرات مکانیک کوانتومی یک محور مهم تحقیقاتی در فیزیک معاصر محسوب می‌شوند. مدل‌های هوش مصنوعی برای پیش‌بینی ویژگی‌های این مواد، از جمله ابررسانایی، رفتار توپولوژیک و مغناطیسی به کار می‌روند. پس از شناسایی یک ماده کوانتومی جدید، TEM نقش حیاتی در تأیید ساختار اتمی آن ایفا نموده و اطمینان حاصل می‌کند که ویژگی‌های ماده در بنیادی‌ترین سطوح درک شده‌است. سپس دوباره از هوش مصنوعی برای تفسیر هر چه بهتر تصاویر حاصل شده از میکروسکوپ الکترونی عبوری استفاده می‌شود (شکل ۸).

♦ استخراج ویژگی‌های خودکار: هوش مصنوعی می‌تواند ویژگی‌های کلیدی از تصاویر TEM، مانند اندازه ذرات، شکل و ترکیب شیمیایی را به‌صورت خودکار استخراج کرده و به درک بهتر پدیده‌های آب و هوایی کمک کند.

♦ مدل‌سازی پیش‌بینی: هوش مصنوعی می‌تواند برای پیش‌بینی رفتار ذرات در شرایط جوی خاص از داده‌های TEM استفاده کند. این امر به دانشمندان کمک می‌کند تا تأثیرات آنها را بر تغییرات اقلیمی بهتر درک کنند.

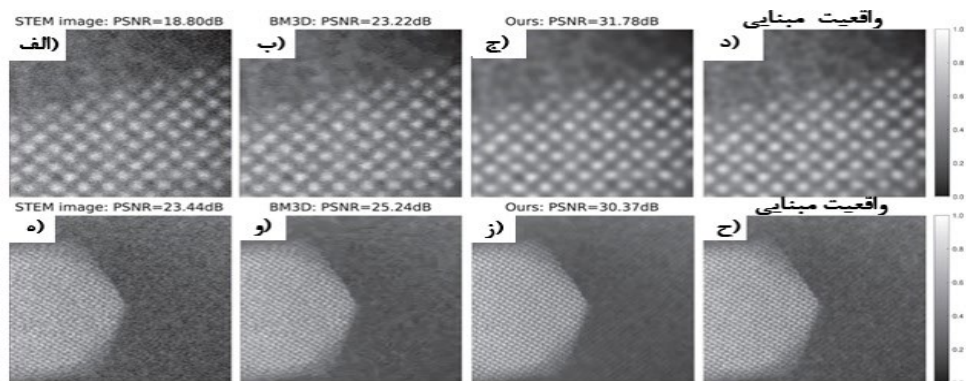
همچنین هوش مصنوعی می‌تواند به تحلیل داده‌های TEM در زمان واقعی نیز کمک کند و این امکان را برای دانشمندان فراهم می‌آورد که تغییرات محیطی را به‌طور زنده نظارت کنند. به‌عنوان مثال:

♦ نظارت بر کیفیت هوا: هوش مصنوعی می‌تواند با استفاده از داده‌های TEM به نظارت بر آلاینده‌ها و ذرات معلق در زمان واقعی کمک کند که به‌طور مستقیم با پیش‌بینی‌های مدل‌های آب و هوایی مرتبط است.

♦ ادغام داده‌های زنده: هوش مصنوعی می‌تواند داده‌های TEM را با دیگر منابع داده‌های محیطی (مانند داده‌های ماهواره‌ای و ایستگاه‌های هواشناسی) ادغام کند تا مدل‌های آب و هوایی در زمان واقعی ایجاد کند.

نظارت محیطی با حسگرهای از راه دور

فناوری‌های سنجش از راه دور مانند ماهواره‌ها و پهپادها به‌طور معمول داده‌های عظیمی در مورد پوشش گیاهی، کیفیت هوا و منابع آبی جمع‌آوری می‌کنند. مدل‌های هوش مصنوعی برای پردازش این داده‌ها به‌منظور شناسایی تغییرات محیطی، آلاینده‌ها و ارزیابی تنوع زیستی استفاده می‌شوند. در حالی که این کاربرد بیشتر بر نظارت در مقیاس کلان متمرکز است، دانشی که از مدل‌های هوش مصنوعی در حوزه محیط‌زیست به‌دست می‌آید می‌تواند به‌طور غیر مستقیم در توسعه مواد و فناوری‌های جدیدی مانند سیستم‌های جذب کربن کمک کند که سپس با استفاده از دستگاه TEM برای بررسی ویژگی‌های ساختاری آنها تجزیه و تحلیل می‌شوند.



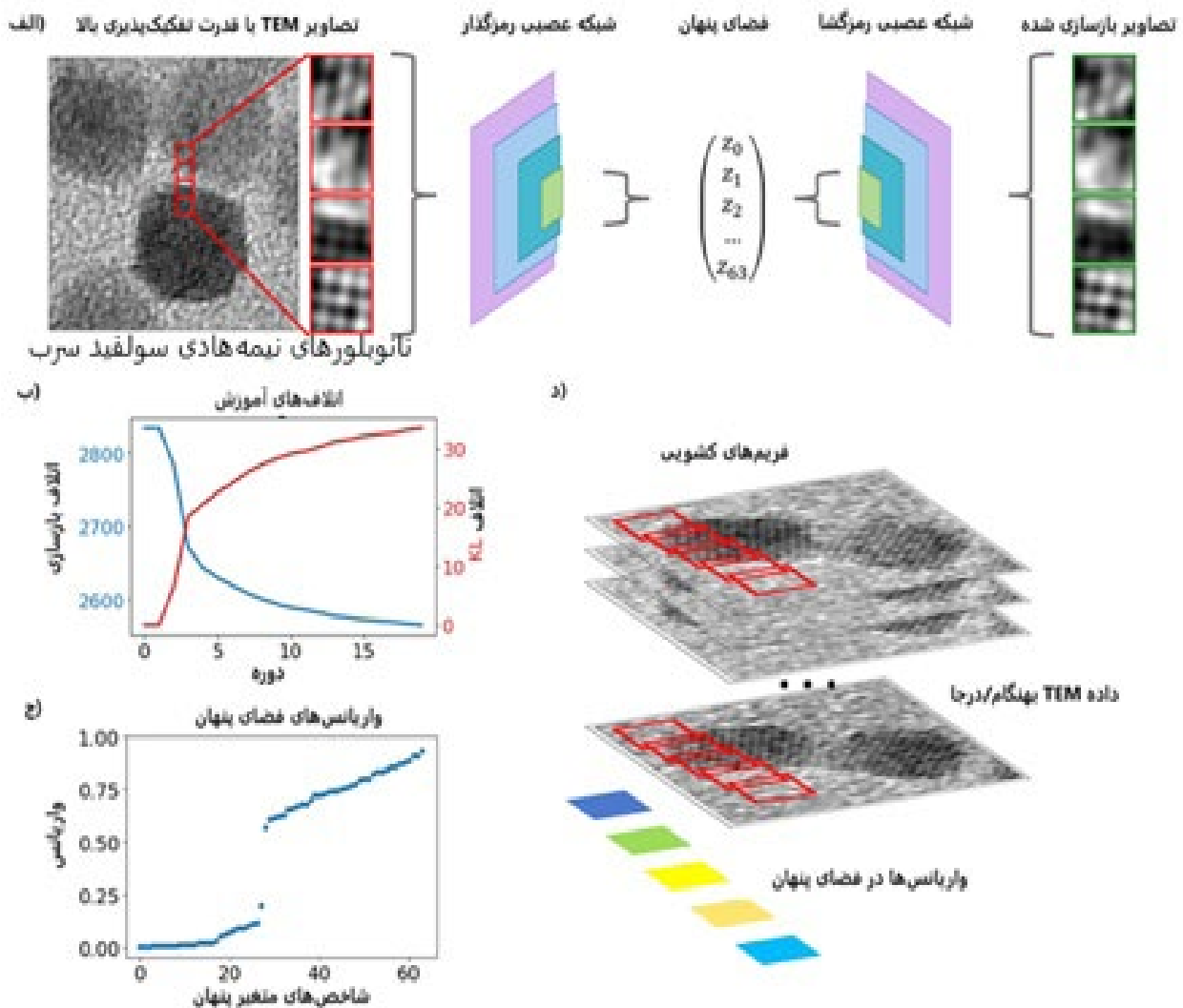
شکل ۸: مقایسه اعمال دو روش یادگیری عمیق به نام شبکه عصبی پیچشی (CNN) و الگوریتم تطبیق بلاک و پالایش سه‌بعدی (BM3D)^{۲۵} بر تصاویر ماده کوانتومی گرافنی (ردیف بالایی با بزرگنمایی بسیار بالا و ردیف پایینی با بزرگنمایی پایین) تهیه شده با میکروسکوپ الکترونی عبوری روبشی نمایش داده شده‌است. (الف) و (ه): تصاویر شبیه‌سازی شده از میکروسکوپ الکترونی عبوری روبشی (STEM)^{۲۶} هستند. (ب) و (و): خروجی الگوریتم BM3D هستند. (ج) و (ز): خروجی شبکه CNN هستند. (د) و (ح): تصاویر واقعیت مبنایی STEM هستند [۸].

■ کاربرد میکروسکوپ الکترونی عبوری مبتنی بر هوش مصنوعی در صنایع مختلف

■ صنعت داروسازی، نانوپزشکی و انتقال دارو

انتقال و تحویل دارو از طریق TEM به همراه هوش مصنوعی می‌تواند رفتار حامل‌های دارویی (مانند لیپوزوم‌ها یا نانوذرات) را در بدن و یا در سلول‌های کشت‌شده مشاهده نمود و اطلاعات مهمی در مورد چگونگی تحویل دارو به مکان‌های خاص در بدن به‌دست آورد. همچنین تصویربرداری از ویروس‌ها با TEM و هوش مصنوعی برای مطالعه ویروس‌ها در مقیاس مولکولی کاربرد دارد و به توسعه داروهای ضد ویروس، واکسن‌ها و ابزارهای تشخیصی کمک بسزایی می‌کند. در شکل (۹)، یکی از تحقیقات انجام شده در زمینه تصویربرداری از نانوبلورهای نیمه‌هادی سولفید سرب با استفاده از هوش مصنوعی الگوریتم‌های یادگیری عمیق و خودرمزگذارهای متغیر^{۲۷} به‌منظور تفسیر هر چه دقیق‌تر آن برای بکارگیری هدفمندتر آن در صنعت

صنعت داروسازی از TEM پیشرفته با هوش مصنوعی برای طراحی سریع‌تر داروها، به‌ویژه در حوزه نانوپزشکی، جایی که خواص مواد در مقیاس نانو از اهمیت ویژه‌ای برخوردار است، استفاده می‌کند. استفاده از TEM مبتنی بر هوش مصنوعی برای تصویربرداری از نانوذرات استفاده شده در سیستم‌های انتقال دارو برای شخصی‌سازی نانوذرات بسیار حیاتی است. هوش مصنوعی می‌تواند اندازه، شکل و خواص سطحی این نانوذرات را تجزیه و تحلیل کند و طراحی آنها را برای درمان هدفمند بهینه کند. ردیابی



شکل (۹): خلاصه‌ای از فرآیند معماری و آموزش مدل خودرمزگذار متغیر (VAE) شاخه‌ای از یادگیری ماشینی هوش مصنوعی نمایش داده شده است. (الف): نمایشی از مدل آموزش دیده VAE دو بعدی استفاده شده برای تصاویر TEM با قدرت تفکیک‌پذیری بالا تهیه شده از نانوبلورهای سولفید سرب. (ب): منحنی‌های آموزشی که اتلاف بازسازی آنتروپی متقاطع باینری و واگرایی کولک-لیبلر^{۲۸} را به‌عنوان تابعی از دوره‌ها را نمایش می‌دهند. (ج): واریانس‌های متغیرهای پنهان درون مجموعه آموزشی را نمایش می‌دهد. (د): نمایشی از تحلیل واریانس فضای پنهان فریم‌های کشویی مورد استفاده برای تفسیر داده‌های میکروسکوپ الکترونی عبوری درجا/به‌نگام [۹].

داروسازی نشان داده شده‌است.

■ صنعت نیمه‌هادی

ترکیب میکروسکوپ عبوری الکترونی (TEM) با هوش مصنوعی به‌خصوص یادگیری عمیق (DL) تحولی چشمگیر در صنعت نیمه‌هادی ایجاد نموده و فرآیندهای تحلیل و تولید را بهبود بخشیده است. میکروسکوپ عبوری الکترونی (TEM) امکان تصویربرداری با وضوح بالا در سطح اتمی را فراهم می‌کند و این امکان را برای بررسی دقیق مواد و دستگاه‌های نیمه‌هادی فراهم می‌آورد. الگوریتم‌های یادگیری عمیق قادر به تجزیه و تحلیل داده‌های پیچیده هستند و کارهایی را که قبلاً به‌صورت دستی انجام می‌شد، به‌طور خودکار انجام می‌دهند. در بخش نیمه‌هادی، یادگیری عمیق در زمینه‌های زیر کاربرد دارد:

♦ **شناسایی نقص:** مدل‌های یادگیری عمیق می‌توانند نقص‌ها را شناسایی و طبقه‌بندی کنند، که به بهبود کنترل کیفیت کمک می‌کند.

♦ **بهینه‌سازی فرآیند:** با تجزیه و تحلیل داده‌های تولید، الگوریتم‌های یادگیری عمیق می‌توانند فرآیندهای تولید را بهینه کرده و به افزایش بهره‌وری و عملکرد کمک کنند.

بنا به دلایل ذیل ادغام TEM با DL قابلیت‌های هر دو فناوری را تقویت می‌کند:

♦ **متروگرافی خودکار:** الگوریتم‌های یادگیری عمیق می‌توانند تصاویر TEM را پردازش کرده و داده‌های کمی استخراج کنند، که این امر امکان اندازه‌گیری و تحلیل خودکار را فراهم می‌آورد. برای مثال، میکروسکوپ عبوری الکترونی ترمو فیشر ساینترفیک^{۲۹} مدل مترپوس^{۳۰۶} از هوش مصنوعی و یادگیری ماشین برای خودکارسازی متروگرافی استفاده می‌کند و بهره‌وری را در تولید نیمه‌هادی افزایش می‌دهد.

♦ **تحلیل پیشرفته نقص‌ها:** مدل‌های یادگیری عمیق که با تصاویر TEM آموزش دیده‌اند، قادر به شناسایی و طبقه‌بندی نقص‌ها با دقت بالا هستند و این امر تحلیل سریع خرابی‌ها را تسهیل می‌کند و کیفیت محصول را بهبود می‌بخشد. مطالعات نشان داده‌اند که از یادگیری عمیق برای تحلیل تصاویر TEM در سطح اتمی استفاده شده‌است که ترکیبات شیمیایی را شناسایی کرده و تحولات محلی را دنبال می‌کند.

♦ **تصویربرداری پیشرفته:** روش‌های یادگیری عمیق می‌توانند تصاویر TEM را بهبود دهند و وضوح و کنتراست را افزایش دهند، این ویژگی برای تحلیل ویژگی‌های مقیاس نانو در مواد نیمه‌هادی بسیار مفید است. مطالعات نشان داده‌اند که یادگیری عمیق می‌تواند تصاویر SEM را بهبود بخشد، که اغلب در کنار TEM برای تحلیل جامع استفاده می‌شوند.

در حالی که ترکیب TEM و DL مزایای زیادی به همراه دارد، اما چالش‌هایی نیز در این زمینه وجود دارد، که برخی از آنها عبارتند از:

♦ **کیفیت و کمیت داده‌ها:** برای آموزش مدل‌های یادگیری عمیق مؤثر، داده‌های با کیفیت و دارای برچسب‌گذاری دقیق ضروری است.

♦ **منابع محاسباتی:** پردازش مجموعه‌های داده بزرگ TEM به قدرت محاسباتی زیادی نیاز دارد.

پیشرفت‌های آینده ممکن است بر بهبود الگوریتم‌های یادگیری عمیق برای پردازش داده‌های TEM متنوع و پیچیده متمرکز شود، که ابزارهای تحلیلی قوی‌تر و کارآمدتری را در صنعت نیمه‌هادی به ارمغان خواهد آورد. در نتیجه، ترکیب TEM و هوش مصنوعی در حال متحول ساختن صنعت نیمه‌هادی است. این امر با خودکارسازی تحلیل‌ها، بهبود شناسایی نقص‌ها و بهینه‌سازی فرآیندهای تولید، که به پیشرفت فناوری نیمه‌هادی کمک کرده به وقوع می‌پیوندد.

■ صنعت انرژی

بکارگیری میکروسکوپ عبوری الکترونی (TEM) با هوش مصنوعی پیشرفت‌های چشمگیری در صنعت انرژی ایجاد کرده است که باعث بهبود تحلیل و توسعه مواد مورد استفاده در فناوری‌های انرژی می‌شود. این ترکیب اجازه می‌دهد تا شناسایی دقیق مواد در سطح اتمی صورت گیرد و عملکرد و بهره‌وری در فناوری‌های انرژی بهبود یابد.

برخی از کاربردهای کلیدی استفاده از میکروسکوپ عبوری الکترونی با هوش مصنوعی برای این حوزه عبارتند از:

♦ **شخصی‌سازی مواد:** میکروسکوپ عبوری الکترونی تصویربرداری با وضوح بالا از مواد و همچنین امکان تحلیل دقیق ساختار و ویژگی‌های آن‌ها را فراهم می‌کند. الگوریتم‌های یادگیری عمیق می‌توانند این تصاویر را پردازش کنند تا الگوها و ناهنجاری‌ها را شناسایی کرده و توسعه مواد پیشرفته برای کاربردهای انرژی را تسهیل کنند.

♦ **تحقیقات باتری:** در توسعه باتری‌های لیتیوم-یونی، TEM همراه با یادگیری عمیق به درک بهتر مواد الکترود و رفتار آن‌ها در حین چرخه‌های شارژ و تخلیه کمک می‌کند. این ترکیب به طراحی باتری‌هایی با چگالی انرژی بالاتر و طول عمر بیشتر کمک می‌کند.

♦ **توسعه کاتالیزور:** برای سلول‌های سوختی و دیگر فرآیندهای کاتالیزتی، تصویربرداری TEM همراه با یادگیری عمیق، امکان مشاهده ساختار کاتالیزورها و تعاملات آن‌ها در سطح اتمی را فراهم می‌کند. این بینش برای توسعه کاتالیزورهای کارآمدتر ضروری است.

♦ **مواد انرژی خورشیدی:** TEM، هنگامی که با

♦ **شناسایی و تحلیل نقص‌ها:** در صنعت خودروسازی، اطمینان از یکپارچگی مواد، امری حیاتی است. TEM همراه با یادگیری عمیق می‌تواند شناسایی و تحلیل نقص‌ها را در مواد خودکار کند، مانند ذرات نانو که روی سطوح متخلخل قرار گرفته‌اند. این روش به بهبود قابلیت اطمینان و ایمنی قطعات خودرویی کمک می‌کند. مطالعه‌ای نشان داده که از یادگیری عمیق برای شناسایی خودکار و اندازه‌گیری اندازه ذرات در تصاویر TEM استفاده شده‌است که موجب بهبود کارایی فرآیندهای کنترل کیفیت می‌شود.

♦ **تحلیل سطح مواد:** TEM همراه با یادگیری عمیق می‌تواند ویژگی‌های سطحی مواد استفاده شده در تولید خودرو را تحلیل کند. این تحلیل برای توسعه پوشش‌ها و درمان‌هایی که دوام و عملکرد قطعات خودرو را افزایش می‌دهند، ضروری است. به‌عنوان مثال، از میکروسکوپ الکترونی روبشی^{۳۵} برای تعیین ترکیب‌های شیمیایی و منابع آلودگی در مواد خودرویی استفاده شده که به تضمین کیفیت و عیب‌یابی فرآیند کمک کرده است.

♦ **مدل‌سازی پیش‌بینی:** مدل‌های یادگیری عمیق می‌توانند تصاویر TEM را پردازش کرده و رفتار مواد را در شرایط مختلف پیش‌بینی کنند. این قابلیت به طراحی موادی با ویژگی‌های مطلوب، مانند مقاومت بیشتر یا مقاومت حرارتی، برای کاربردهای خاص خودرویی کمک می‌کند. پیشرفت‌های اخیر استفاده از یادگیری عمیق برای پیش‌بینی ارتفاع ستون‌ها و ترکیب عنصری در مواد را نشان داده است که اطلاعات ارزشمندی برای طراحی مواد خودرویی فراهم می‌آورد.

پیشرفت‌های اخیر در این حوزه عبارتند از:

♦ **استفاده از یادگیری عمیق در میکروسکوپ‌های الکترونی** در حال رشد است که به دلیل در دسترس بودن آشکارسازهای سریع با نرخ فریم کیلوهرتز، منجر به تولید مجموعه داده‌های بزرگی شده‌است که نمی‌توان آن‌ها را با الگوریتم‌های دستی پردازش کرد. یادگیری عمیق برای حل مشکلات مختلف مرتبط با میکروسکوپ الکترونی، از جمله حذف نویز و ترمیم تصاویر، به کار رفته است که به تحلیل مواد در صنعت خودروسازی کمک می‌کند.

♦ **پیشرفت‌های اخیر در روش‌های یادگیری ماشین** به میکروسکوپ الکترونی عبوری روبشی و میکروسکوپ پروب روبشی اعمال شده‌است که تحلیل مواد در سطح اتمی را بهبود می‌بخشد. این پیشرفت‌ها تأثیرات قابل توجهی برای صنعت خودروسازی دارند و امکان شناسایی دقیق‌تر مواد استفاده شده در تولید خودرو را فراهم می‌کنند.

یادگیری عمیق ترکیب می‌شود، امکان تحلیل مواد نیمه‌هادی استفاده شده در سلول‌های خورشیدی را فراهم می‌کند. این ترکیب به شناسایی نقص‌ها و بهینه‌سازی ویژگی‌های مواد برای بهبود کارایی سلول‌های خورشیدی کمک می‌کند.

برخی از پیشرفت‌های صورت گرفته در این زمینه عبارتند از:

♦ **پژوهشگران نرم‌افزار اتم‌ای**^{۳۱} را توسعه داده‌اند که از یادگیری عمیق برای تحلیل تصاویر الکترونی و تصاویر پروب اسکن استفاده می‌کند. این ابزار تجزیه و تحلیل پایان به پایان را فراهم می‌آورد و اطلاعات فیزیکی قابل اندازه‌گیری مانند موقعیت و نوع هر اتم در یک نمونه را ارائه می‌دهد. همچنین اتم‌ای، امکان تجزیه و تحلیل داده‌ها در زمان واقعی را فراهم می‌آورد که می‌تواند به‌طور مستقیم در شبیه‌سازی‌های نظری برای کسب بینش‌های عمیق‌تر در مورد ساختار مواد یکپارچه استفاده شود.

♦ **پیشرفت‌های یادگیری ماشین** منجر به آزمایش‌های خودکار در میکروسکوپ الکترونی عبوری روبشی^{۳۲} شده‌است. این توسعه‌ها امکان جمع‌آوری و تجزیه و تحلیل داده‌ها را به‌طور کارآمدتر فراهم می‌آورد و کشف و بهینه‌سازی مواد برای کاربردهای انرژی را تسریع می‌کند.

♦ **ترکیب یادگیری عمیق با روش‌های تصویربرداری سه‌بعدی در TEM**، امکان توسعه میکروسکوپ‌های الکترونی خودران را فراهم کرده است. این سیستم‌ها می‌توانند به‌طور خودکار داده‌ها را جمع‌آوری و تجزیه و تحلیل کنند که به‌طور چشمگیری بهره‌وری تحلیل مواد در تحقیقات انرژی را افزایش می‌دهد.

■ صنعت خودروسازی

استفاده از TEM با هوش مصنوعی، پیشرفت‌های قابل توجهی در صنعت خودروسازی ایجاد می‌کند. به‌منظور آشنایی هر چه بیشتر، در قسمت ذیل برخی از کاربردهای مهم هم‌افزایی میکروسکوپ الکترونی عبوری و هوش مصنوعی ذکر شده‌است:

♦ **شخصی‌سازی مواد:** میکروسکوپ عبوری الکترونی (TEM) تصویربرداری با وضوح بالا از مواد و همچنین امکان تحلیل دقیق ساختار و ویژگی‌های آن‌ها را فراهم می‌کند. الگوریتم‌های یادگیری عمیق می‌توانند این تصاویر را پردازش کنند تا الگوها و ناهنجاری‌ها را شناسایی کرده و توسعه مواد پیشرفته برای کاربردهای خودروسازی را تسهیل کنند. به‌عنوان مثال، شرکت آتريا اینوویشن^{۳۳} از TEM و میکروسکوپ نیروی اتمی^{۳۴} برای شناسایی پلی‌پروپیلن و ترموپلاستیک وولکانیزه شده EPDM استفاده کرد که به توسعه مواد با ویژگی‌های بهبود یافته برای قطعات خودرویی کمک کرده است.

میکروسکوپ عبوری الکترونی (TEM) یک روش تصویربرداری قدرتمند است که از الکترون‌ها به جای نور برای گرفتن تصاویری با وضوح بالا از مواد در سطح اتمی استفاده می‌کند. میکروسکوپ TEM در زمینه‌های مختلفی مانند علم مواد، زیست‌شناسی و فناوری نانو نقشی اساسی داشته است. توانایی آن در تجزیه و تحلیل جزئیات ساختاری ریز در مقیاس‌های بزرگ باعث شده است تا این روش برای محققان و مهندسانی که با مواد نانو و سیستم‌های میکروسکوپی کار می‌کنند، ضروری باشد. با این حال، داده‌های تولید شده توسط TEM بیشتر وسیع و پیچیده هستند و نیاز به ابزارهای محاسباتی پیشرفته برای تفسیر دارند. اینجاست که هوش مصنوعی (AI) وارد می‌شود. هوش مصنوعی، به ویژه یادگیری ماشین (ML) و یادگیری عمیق (DL)، پتانسیل زیادی برای خودکارسازی تجزیه و تحلیل و افزایش قابلیت‌های TEM ارائه می‌دهد. روش‌های هوش مصنوعی در TEM به‌طور عمده بر بهبود سرعت، دقت و عمق تجزیه و تحلیل تصاویر تمرکز دارند. هوش مصنوعی، به‌ویژه یادگیری عمیق، به غلبه بر چالش‌های موجود در روش‌های سنتی پردازش داده‌های TEM کمک کرده است. ادغام هوش مصنوعی در فرآیندهای کاری TEM منجر به خودکارسازی تصویربرداری، شناسایی نقص‌ها، شناسایی الگوها و حتی پیش‌بینی ویژگی‌های مواد شده است. ترکیب TEM و هوش مصنوعی بیشتر صنایع از جمله: صنعت داروسازی، صنعت خودروسازی، صنعت علم مواد، فناوری نانو و سایر حوزه‌ها را متحول کرده است. هوش مصنوعی توانایی‌های TEM را افزایش می‌دهد و آن را سریع‌تر، دقیق‌تر و قادر به پردازش داده‌های پیچیده می‌کند. در حالی که چالش‌هایی هنوز وجود دارد، آینده هوش مصنوعی در TEM بسیار امیدوارکننده است و پیشرفت‌های مستمر در الگوریتم‌های هوش مصنوعی و فناوری میکروسکوپ، راه را برای کشفیات نوآورانه هموار خواهد کرد.

پی‌نوشت

1. Artificial Intelligence (AI)
2. Machine Learning (ML)
3. Deep Learning (DL)
4. Transmission Electron Microscopy (TEM)
5. Nature Communications
6. Convolutional Neural Network (CNN)
7. Molybdenum disulfide (MOS2)
8. High-Angle Annular Dark-Field Scanning Transmission Electron Microscopy (HAADF-STEM)
9. Energy-Dispersive x-ray Spectroscopy (EDS)
10. Fast Fourier Transform (FFT)
11. Non-negative matrix factorization (NMF)
12. Principal component analysis (PCA)
13. Pb
14. Se
15. Cd
16. Root Mean Square Deviation (RMSD)
17. Cerium(IV) oxide (CeO₂)
18. Platinum (Pt)
20. Cryo Transmission Electron Microscopy (Cryo-TEM)
21. AlphaFold
22. DeepMind
23. Cryogenic electron microscopy (cryo-EM)
24. The Large Hadron Collider (LHC)
25. Block-matching and 3D filtering (BM3D)
26. Scanning Transmission Electron Microscopy (STEM)
27. variational autoencoders (VAE)
28. Kullback-Leibler
29. Thermo Fisher Scientific
30. Metrios 6
31. AtomAI
32. Scanning transmission electron microscopy (STEM)
33. ATRIA Innovation
34. Atomic force microscopy (AFM)
35. scanning electron microscope (SEM)

مراجع

- [1] Baoshan Tang, Hasita Veluri, Yida Li, Zhi Gen Yu, Moaz Waqar, Jin Feng Leong, Maheswari Sivan, Evgeny Zamburg, Yong-Wei Zhang, John Wang & Aaron V-Y. Thean. Wafer-scale solution-processed 2D material analog resistive memory array for memory-based computing. Nature Communications volume 13, Article number: 3037 (2022).
- [2] Sen Liu, Behnam Amin-ahmadi, Rui Liue, Qiaojie Zheng, Xiaoli Zhang. Automated Phase Segmentation and Quantification of High-resolution TEM Image for Alloy Design. ELSEVIER, Materials Characterization, Volume 199, May 2023, 112779.
- [3] Junyoung Heo, Dongjun Kim, Hyesung Choi, Sungin Kim, Hoje Chun, Cyril F. Reboul, Cong T. S. Van, Dominika Elmlund, Soonmi Choi, Kihyun Kim, Younggil Park, Hans Elmlund, Byungchan Han & Jungwon Park. Method for 3D atomic structure determination of multi-element nanoparticles with graphene liquid-cell TEM. NATURE, Scientific Reports volume 13, Article number: 1814 (2023).
- [4] Achraf Chaddad. Revolutionizing Protein Structure Prediction: The Impact of Artificial Intelligence and AlphaFold. African Journal of Biological Sciences 6(Issue 14, Aug 2024):8058.
- [5] Ioannis Skalidis, Fotis L. Kyrilis, Christian Tüting, Farzad Hamdi, Grzegorz Chojnowski, Panagiotis L. Kastiris. Cryo-EM and artificial intelligence visualize endogenous protein community members. ScienceDirect, Volume 30, Issue 4, 7 April 2022, Pages 575-589.e6.
- [6] Kevin P. Treder, Chen Huang, Judy S. Kim and Angus I. Kirkland. Applications of deep learning in electron microscopy. Microscopy, 2022, 71(S1), i100-i115.
- [7] Nina Gumbiowski, Kateryna Loza, Marc Heggen and Matthias Eppel. Automated analysis of transmission electron micrographs of metallic nanoparticles by machine learning. Nanoscale Advances, Volume 5, Issue 8, 11 April 2023, Pages 2318-2326.
- [8] I. Lobato, T. Friedrich, S. Van Aert. Deep convolutional neural networks to restore single-shot electron microscopy images. npj Computational Materials volume 10, Article number: 10 (2024).
- [9] Xingzhi Wang, Chang Yan, Justin C. Ondry, Viraj Bodiwala, Peter Ercius, A. Paul Alivisatos. An artificial intelligence's interpretation of complex high-resolution in situ transmission electron microscopy data. ScienceDirect, Matter, Volume 7, Issue 1, 3 January 2024, Pages 175-190.

Author

Sanaz Shobikeh^{1*}

*researchers4u@yahoo.com

1. Shiraz University Transmission Electron Microscope Laboratory Specialist and TEM Experts work group

Applications of Transmission Electron Microscopy together with Artificial Intelligence in various Scientific and Industrial Fields

Abstract

Artificial Intelligence (AI) techniques, particularly machine learning (ML) and deep learning (DL), have found widespread application across various scientific disciplines due to their ability to handle large datasets, identify complex patterns, and automate tasks that traditionally require human expertise. These AI techniques are not limited to just image recognition but extend to predictive modeling, data classification, and even optimization of experimental workflows.

The relevance of AI to scientific research is expanding rapidly, as it complements traditional methodologies by offering faster, more accurate, and more scalable solutions. In this context, AI's influence on scientific research spans multiple domains, from physics and chemistry to biology and environmental science. The integration of AI in these fields has opened new frontiers in problem-solving and discovery. One of the most promising applications of AI lies in its integration with advanced imaging technologies such as Transmission Electron Microscopy (TEM). TEM is an essential tool for industries involved in materials science, nanotechnology, semiconductor manufacturing, and biomedical applications. However, the complexity and volume of data produced by TEM instruments pose significant challenges in terms of data processing, image interpretation, and decision-making. Such AI techniques that mentioned above and also Computer Vision, are increasingly being leveraged to overcome these challenges, thereby enhancing the effectiveness of TEM in industrial research and development (R&D). In this article, we discuss several areas of scientific and industrial research where AI is making an impact and explore how these applications have direct relevance to TEM.

Keywords

Artificial Intelligence; Transmission Electron Microscopy; Machine Learning; Deep learning.

Author

Esmail Ranjbari*

* esmail.ranjbari@srbiau.ac.ir

1. Science and Research Branch, Islamic Azad University, Tehran, Iran

Preparation of Polyacrylic acid/Polyvinyl alcohol Polymer Superabsorbent Using Needleless Electrospraying and Investigation of Effective Device Parameters on Its Morphology

Abstract

In the present study, a survey on the electrospraying and producing PAA/PVA nanofibers, using needleless electrospraying was carried out and the effect of different material and processing variables were examined. In order to do this, first, PAA solutions with different concentrations were prepared and the electrospraying with certain processing conditions was tested. According to the results obtained and the examination of the morphology using SEM, the solution of PAA with concentration of 9% was chosen. The effect of neutralizing the carboxylic groups on electrospraying and its relation with viscosity and solution conductivity were studied. The results showed that neutralizing 15% of functional groups has enormous effect on spinning the fiber. Then the solutions of PAA/PVA with different percentage of PVA were spun by needleless electrospraying apparatus and their morphology were investigated. Results showed that solution of PAA/PVA (90:10) had the least fiber diameter equal to 105 nm in the process conditions as follow: the voltage of 35 Kv, the collecting distance to spinneret equal to 12.5 cm and the spinneret rotating speed of 15 rpm. This solution was chosen for further investigation of the process variables' effects. To understand the effect of process variables like voltage changes, collecting distance to spinneret and spinneret rotating speed, they were tested in three levels. According to the results, voltage of 35 Kv, the collecting distance to spinneret equal to 10 cm and the spinneret rotating speed of 10 rpm are the optimum condition which gives the fibers with the diameter of 100 nm. In the next step, the fibers were spun after the addition of PEG400 (2ml) in the optimum condition, the fibers were cured in the microwave and their swelling behaviour was investigated in the 0.9 w% saline solution and distilled water. The fibers swell 17000% and 58000% in the saline solution and distilled water, respectively.

Keywords

Superabsorbent; Needleless Electrospraying; Morphology.

Author

Behrooz paranj^{1*}

✉ Behrooz.paranj@iau.ir

1. Science and Research Branch, Islamic
Azad University, Tehran, Iran

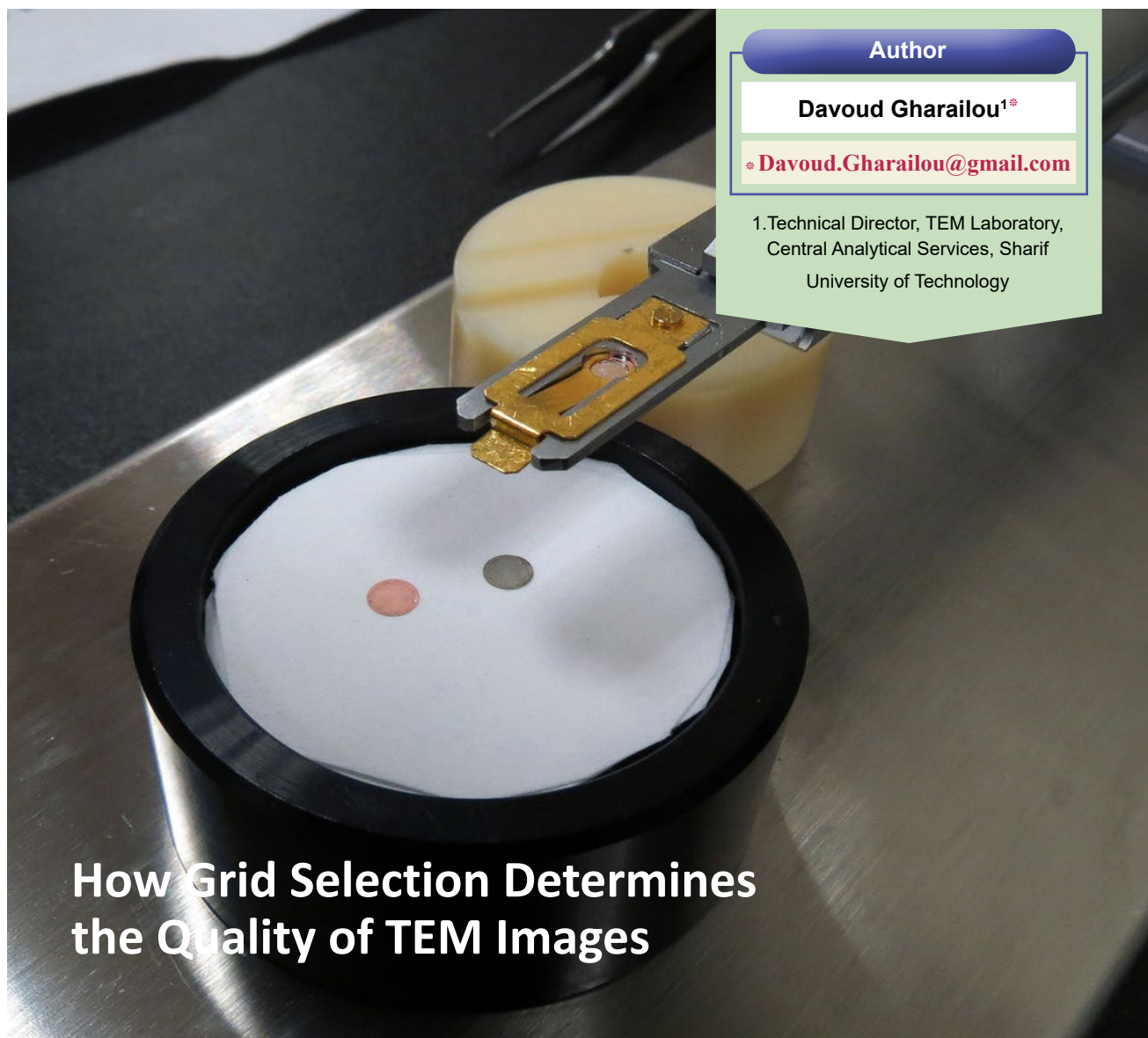
Investigating the effect of color and color reagents in metallography

Abstract

In this paper, examples shown have demonstrated the great value of color and tint etching for examining microstructures of metals. Solutions exist to develop color with most commercial alloy systems. The examples clearly demonstrate the value of these reagents in revealing the grain structure fully, even for the most difficult to etch specimens. Tint etchants reveal segregation very clearly and either EDS or WDS can be performed on a tint-etched surface without any problems from the interference surface layer.

Keywords

Anodizing, polarized light, dark field, color etching reagents.



Author

Davoud Gharailou^{1*}* Davoud.Gharailou@gmail.com

1. Technical Director, TEM Laboratory,
Central Analytical Services, Sharif
University of Technology

How Grid Selection Determines the Quality of TEM Images

Abstract

Transmission electron microscopy (TEM) is a key tool for analyzing the nanostructure of materials, and the quality of the resulting images strongly depends on the type of grid used. TEM grids come in various materials such as copper, gold, and molybdenum, and are often coated with substances like carbon or Formvar, each offering specific properties and applications. In Iran, copper grids are the most commonly used option and are typically coated with carbon or Formvar to enhance performance. Grid structure—such as lacey or holey types—is also selected based on the sample type and imaging requirements. Careful selection of the grid and its coating plays a crucial role in improving image clarity, reducing artifacts, and achieving more reliable experimental results.

Keywords

Transmission electron microscopy (TEM), TEM grid, Carbon coating, Formvar, Lacey grid, Holey grid, Image resolution, Electron microscopy artifacts, Sample preparation, Nanostructure imaging.

Author

Pedram Malaekheh^{1*}

*pedrammalaekheh@yahoo.com

1. Azma Polymer Pars Technical and Engineering Co. Mashhad, Iran



Differential Scanning Calorimetry - Thermal Fractionation Techniques for Polymer Characterization

Abstract

DSC step annealing is used to study the fine molecular structure of polymers. The melting pattern, obtained after step annealing, is a characteristic “fingerprint” for small variations in structure. This “fingerprint” detects variations in the polymerization process, the molecular weight of the polymer, the fraction and the nature of the co-monomer.

Keywords

Thermoplastic, Polymer, Crystallization, Fractionation, Discovery X3 DSC.

Authors

Fateme Bahrami¹
Mona Mokhtarpour¹

Seyedeh Mahdieh Hashemi^{2*}

*k1.ebh95@gmail.com

1. Central Research Laboratory, Mazandaran University of Medical Sciences, Mazandaran, Iran

2. Manager of the Central Research Laboratory, Mazandaran University of Medical Sciences, Mazandaran, Iran

Application of atomic force microscopy in biological research; with a review of its application in conservative dentistry and endodontics.

Abstract

Atomic Force Microscopy (AFM) has become one of the most widely used imaging tools in the fields of physics, biology, and materials science. This technique is based on mapping atomic force fields over material surfaces using non-destructive probes, enabling high-resolution topographical analysis and three-dimensional surface imaging. A key advantage of AFM is its operational flexibility, allowing imaging in both ambient and liquid environments with minimal compromise in resolution. AFM functions as a three-dimensional topological method with atomic-scale resolution for surface hardness measurement and also serves as a type of scanning probe microscopy. Its near-field approach relies on the interaction between a probe and the surface atoms of the sample. Various probe modification techniques have been developed to facilitate the analysis of surface properties, including friction measurement, adhesion forces, viscoelastic properties, Young's modulus determination, and magnetic or electrostatic property imaging. AFM is capable of analyzing a wide range of samples such as polymers, adsorbed molecules, films, fibers, and powders in air, controlled environments, or liquid media. Over the past decade, AFM has emerged as a powerful tool for probing nanoscale structural details and biomechanical properties of biological specimens, including biomolecules and cells.

Keywords

Atomic force microscopy, conservative dentistry, endodontics, dentistry, biofilm, surface topography.



Iranian Journal of Laboratory Knowledge

Volume 13 ■ Issue 1 ■ Spring 2025 ■ No.49

ISSN 2538-3450

Concessionaire:

Iran Nanotechnology Innovation Council

Managing Editor: Alireza Badiee

Editor in Chief: Mojtaba Nasab

Executive Management: Iran Nanotechnology
Laboratory Network (INLN)

Article Editor: Davoud Gharailou

Authors:

Sanaz Shobikeh, Esmaeil Ranjbari
Behrooz paranj, Davoud Gharailou
Pedram Malaekheh, Fateme Bahrami
Mona Mokhtarpour, Seyedeh Mahdiah Hashemi

Designer : Simin Rafipour Langroudi

Editor: Zeinab Zarincheh

Iran, Tehran, Po.Box: 14565-344

www.IJLK.ir

Email : info@ijlk.ir



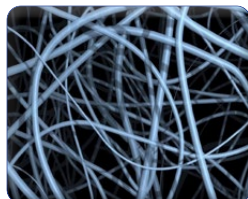
Iran Nanotechnology
Laboratory Network

Contents



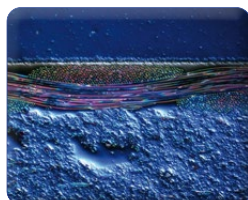
Application of atomic force
microscopy in biological research;
with a review of its application in
conservative dentistry and
endodontics.

>65



Preparation of Polyacrylic acid/Polyvi-
nyl alcohol Polymer Superabsorbent
Using Needleless Electrospinning
and Investigation of Effective Device
Parameters on Its Morphology

>66



Investigating the effect of color and color
reagents in metallography

>67



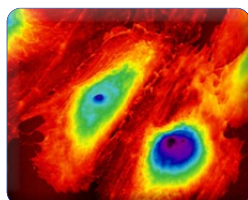
How Grid Selection Determines the
Quality of TEM Images

>68




Differential Scanning Calorimetry-
Thermal Fractionation
Techniques for Polymer
Characterization

>69

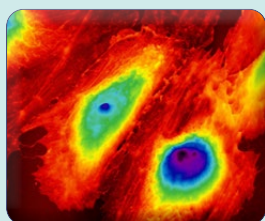


Application of atomic force
microscopy in biological research;
with a review of its application in
conservative dentistry and
endodontics.

>70



Investigation of Key Factors Affecting DLS Results and Error Reduction Strategies



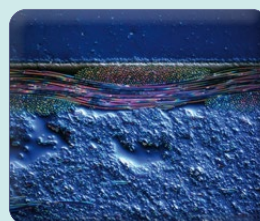
Application of atomic force microscopy in biological research; with a review of its application in conservative dentistry and endodontics.



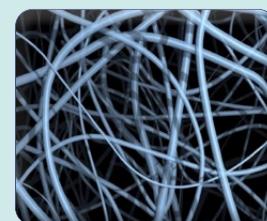
Differential Scanning Calorimetry- Thermal Fractionation Techniques for Polymer Characterization



How Grid Selection Determines the Quality of TEM Images



Investigating the effect of color and color reagents in metallography



Preparation of Polyacrylic acid/ Polyvinyl alcohol Polymer Superabsorbent Using Needleless Electrospinning and Investigation of Effective Device Parameters on Its Morphology