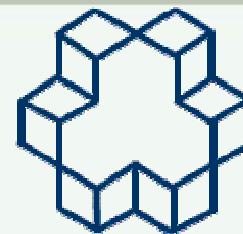




Company Logo

دانشگاه صنعتی خواجه نصیرالدین طوسی
دانشکده مهندسی و علم مواد



روش های پیشرفته مطالعه مواد و آزمایشگاه

جلسه دوم

(مقدمه ای بر روش های پیشرفته مطالعه مواد)

دکتر رضا اسلامی فارسانی





مقدمه ای بر روش های پیشرفته مطالعه مواد

✓ کلمه آنالیز (در انگلیسی) به معنای تنها تجزیه شیمیایی نیست و معنای کامل تر آن بررسی و تحلیل است.

✓ در قدیم از کلمه آنالیز به عنوان تجزیه شیمیایی مواد استفاده می شد چون عمل شناسایی مواد تنها از طریق آنالیز شیمیایی یا تجزیه آنها صورت می گرفت.

✓ امروزه شناسایی مواد به روش های گوناگونی انجام می پذیرد، لذا واژه آنالیز تنها به مفهوم تجزیه به روش شیمیایی نیست.

مقدمه ای بر روش های پیشرفته مطالعه مواد



✓ در مجموع اگر هدف تجزیه شیمیایی مواد باشد می توان به جای کلمه آنالیز واژه آنالیز شیمیایی را به کار برد و اگر هدف شناسایی به کمک روش های دیگر باشد به همراه کلمه آنالیز به روش مورد نظر اشاره کرد.

✓ کلمه بهتر به جای آنالیز جهت معنی عمومی شناسایی و بررسی واژه Characterization است که به معنای مشخصه یابی، رفتارشناسی، طبیعت شناسی و یا شناسایی و توصیف مواد است.

اهمیت و ضرورت علم شناسایی مواد



✓ روش های پیشرفته مطالعه مواد برای مشخصه یابی و مطالعه مواد اولیه، فرآیندهای تولید و ریزساختار مواد به کار رفته و مستقیماً خواص ماده (شیمیایی، فیزیکی و ...) را بررسی نمی کنند اما به طور مستقیم با این خواص ارتباط دارند. این خواص متأثر از سه موضوع مذکور هستند.

✓ از سویی، این عوامل به نوعی بر هم تاثیر می گذارند، لذا لازم است با کمک روش ها و تجهیزات خاص بتوان عملیات آنالیز و شناسایی را انجام داد. برای مثال، در شناسایی مواد اولیه، نوع و مقدار ناخالصی ها، شکل و توزیع اندازه ذرات و ساختار بلورین موثر بوده و این موارد در ماهیت و مرغوبیت محصول اثر دارند.

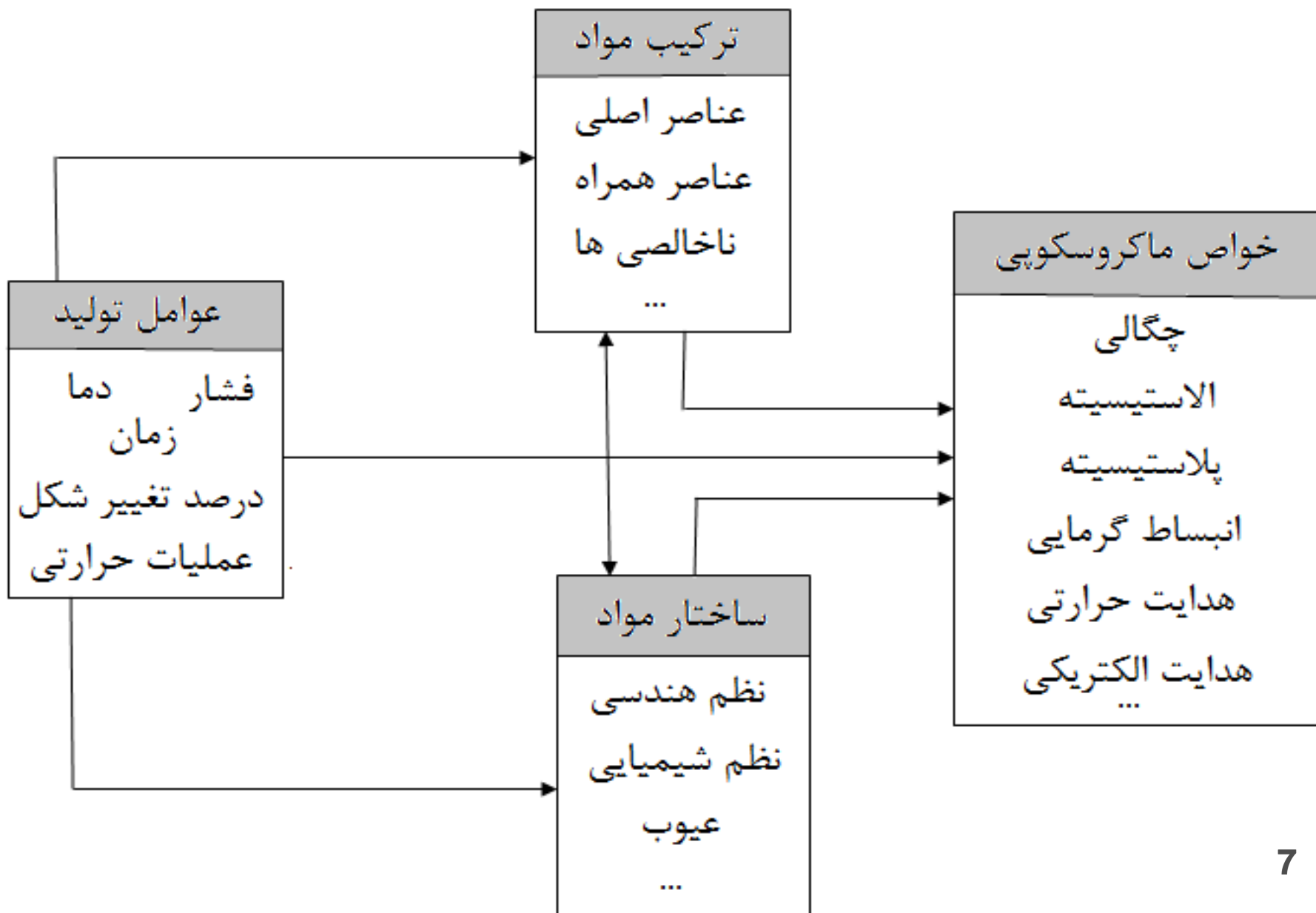
اهمیت و ضرورت علم شناسایی مواد



✓ در ریز ساختار یا ساختار میکروسکوپی نیز باید نوع فازها، شکل، اندازه، مقدار و توزیع آنها را بررسی نمود.

✓ برای کنترل فرآیند تولید و تضمین ثبات ویژگی های محصول نهایی نیز به کارگیری روش های آنالیز و شناسایی در مراحل مختلف تولید ضروری است.

تاثیرپذیری خواص فیزیکی و شیمیایی مواد از مواد اولیه، فرآیند ساخت و ریزساختار





شناسایی و آنالیز مواد

آنالیز
ریزساختاری
(میکروسکوپی)

آنالیز فازی
(آنالیز معدنی)

آنالیز عنصری
(آنالیز شیمیایی)

دسته بندی روش های آنالیز و شناسایی مواد



✓ نوع دیگری از آنالیز وجود دارد که از دیدگاه دیگری موضوع را بررسی می کند. این آنالیز، آنالیز و بررسی سطحی است.

✓ در مواردی سطح مواد جامد به علت ارتباط با محیط اطراف یا انجام عملیات سطحی، وضعیت شیمیایی یکسانی با حجم نمونه ندارد و در مواردی نظیر حضور کاتالیزورها و پوشش های مقاوم به خوردگی، سطح نمونه نقش مهمتری دارد و می تواند ترکیب شیمیایی سطح با قسمت های داخلی متفاوت باشد.

✓ با این دیدگاه، روش های شناسایی و آنالیز به ۶ گروه کلی تقسیم می شوند:



۱. روش های مبتنی بر طیف سنجی (اسپکتروسکوپی) اتمی

- ✓ AUGER ELECTRON SPECTROSCOPY (AES)
- ✓ ATOMIC ABSORPTION SPECTROSCOPY (AAS)

۲. روش های مبتنی بر اشعه X

- ✓ X-RAY DIFFRACTION (XRD)
- ✓ X-RAY FLUORESCENCE (XRF)



۳. روش های مبتنی بر پرتو الکترونی

- ✓ SCANNING ELECTRON MICROSCOPY (SEM)
- ✓ TRANSMISSION ELECTRON MICROSCOPY (TEM)

۴. روش های آنالیز حرارتی

- ✓ TERMO-GRAVIMETRIC ANALYZE (TGA)
- ✓ DIFFERENTIAL SCANNING CALORIMETRY (DSC)
- ✓ SIMULTANEOUS THERMAL ANALYSIS (STA)
- ✓ DIFFERENTIAL THERMA ANALYZE (DTA)
- ✓ THERMO-MECHANICAL ANALYZE (TMA)

دسته بندی روش های آنالیز و شناسایی مواد



۵. روش های شناسایی و آنالیز سطوح

- ✓ SCANNING TUNNELING MICROSCOPE (STM)
- ✓ ATOMIC FORCE MICROSCOPY (AFM)
- ✓ X-RAY PHOTOELECTRON SPECTROSCOPY (XPS)
- ✓ MAGNETIC FORCE MICROSCOPY (MFM)
- ✓ AUGER ELECTRON SPECTROSCOPY (AES)
- ✓ SPATIAL LIGHT MODULATORS (SLMS)

۶. روش های شناسایی کربن، هیدروژن، نیتروژن، اکسیژن و گوگرد

✓ CHNOS

روش های آنالیز شیمیایی مواد مهندسی



سرامیک ها و شیشه ها عنصری اکلی			
کیفی		کمی	
زیاد اکم	جزئی بسیار جزئی	زیاد اکم	جزئی بسیار جزئی
FTIR (3,4)	FTIR(3,4)	AAS	AAS
IC (3)	IC(3)	FTIR(3,4)	FTIR (3,4)
ICP-AES	ICP-AES	IC(3)	IC (3)
IR (3,4)	IR(3,4)	ICP-AES	ICP-AES
OES	NAA	IR(3,4)	IR(3,4)
RS (3,4)	OES	OES	NAA
SSMS	SSMS	RS(3,4)	OES
XRS		SSMS	SSMS
		XRS	

روش های آنالیز شیمیایی مواد مهندسی



فلزات و آلیاژها عنصری/کلی

کیفی		کمی	
زیاد/کم	جزئی/بسیار جزئی	زیاد/کم	جزئی/بسیار جزئی
IC (3)	ESR (3)	AAS	AAS
ICP-AES	FTIR (5)	IC (3)	COMB(3)
NAA	IC (3)	ICP-AES	ESR (3)
OES	ICP-AES	IGF (3)	FTIR (5)
SSMS	IR (5)	NAA	IC (3)
XRS	NAA	OES	ICP-AES
	OES	SSMS	IGF (3)
	SSMS	XRS	IR (5)
			NAA
			OES
			SSMS

روش های آنالیز شیمیایی مواد مهندسی



پلیمرها و پلاستیکها (کلی/ماکروآنالیز)

عنصری				مولکولی/ترکیب			
کیفی		کمی		کیفی		کمی	
زیاد/کم	جزئی بسیار جزئی	زیاد/کم	جزئی بسیار جزئی	زیاد/کم	جزئی بسیار جزئی	زیاد/کم	جزئی بسیار جزئی
COMB (3)	COMB (3)	COMB (3)	COMB(3)	EFG	FTIR	EFG	FTIR
EFG	ESR (3)	EFG	ESR (3)	FTIR	IC (3)	FTIR	IC(3)
ESR (3)	IC (3)	ESR (3)	IC (3)	IC (3)	IR	IC(3)	IR
IC (3)	MFS (3)	IC (3)	MFS (3)	IR	LC (4)	IR	LC(4)
MFS (3)	NAA (3)	MFS (3)	NAA (3)	LC (4)	MFS (3)	LC (4)	MFS(3)
NAA (3)	UV/VIS	NAA (3)	UV/VIS	MFS (3)	UV/VIS	MFS (3)	UV/VIS
NMR (3)		UV/VIS		NMR (3)		RS	
UV/VIS		XRS (3)		RS		UV/VIS	
XRS (3)				UV/VIS			
				XRD (4)			



دسته بندی روش های آنالیز و شناسایی مواد

اعداد ۱ تا ۶ ذکر شده در جداول مبین موارد زیر می باشند:

۱. محدوده غلظت بدین صورت تعریف شده است:
زیاد: ۱۰ درصد وزنی، کم: ۱/۱۰ تا ۱۰ درصد وزنی
جزئی: ۱/۱۰۰۰ تا ۱/۱۰ درصد وزنی، بسیار جزئی: کمتر از ۱/۱۰۰۰۰ درصد وزنی
۲. آنالیز شیمی تر، الکتروشیمی، UV/VIS و MFS معمولاً برای انجام تعدادی از آنالیزهای کلی بکار گرفته می شوند.
۳. برای تعداد محدودی از عناصر قابل کاربرد می باشند.
۴. تحت شرایط خاص
۵. فقط نیمه هادی ها
۶. در جامدات غیر آلی، اکثر روش ها (تکنیک ها) می توانند برای هر نوع باقیمانده ای پس از احتراق بکار گرفته شوند.



۱. روش اسپکترومتری به روش جذب اتمی

ATOMIC ABSORPTION SPECTROMETRY (AAS)

کاربردها: آنالیز کمی حدود ۷۰ عنصر. محدوده بررسی از ppb (یک قسمت در بلیون) تا ppm (یک قسمت در میلیون) است.

محدودیت ها: این روش نمی تواند مستقیماً برای آنالیز گوگرد، کربن و نیتروژن بکار گرفته شود و اصولاً تکنیکی تک عنصری است.



۲. روش اشتعال در دمای بالا

HIGH-TEMPERATURE COMBUSTION (COMB)

کاربردها: تعیین کربن و گوگرد در فلزها و مواد آلی

محدودیت ها:

نمونه باید همگن باشد.

روشی مخرب است.



۳. آنالیز تک عنصری و ترکیبات آن

ELEMENTAL AND FUNCTIONAL-GROUP ANALYSIS (EFG)

کاربردها:

شناسایی ترکیب های آلی و تعیین فرمول های تجربی آنها
تعیین ترکیب یک مخلوط
تعیین خلوص



۴. روش تشدید چرخش الکترون

ELECTRON SPIN RESONANCE (ESR)

کاربردها:

شناسایی عناصر گروه فلزات انتقالی
شناسایی ظرفیت یون های عناصر انتقالی

محدودیت ها: نمونه باید حاوی غلظت بالایی از مراکز پارامغناطیس (یون های انتقالی، بنیان های آزاد، مراکز نقص و ...) باشد.



۵. کروماتوگرافی یونی

ION CHROMATOGRAPHY (IC)

کاربردها: آنالیز کمی و کیفی محدوده وسیعی از آنیون های آلی و غیر آلی و برخی از کاتیون ها در محلول های آبی. محدوده بررسی زیر ppm برای تعدادی از یون ها و ppb تحت شرایط ایده آل.

محدودیت ها: باید به صورت یونی در محلول بوده و در آب قابل حل باشد.



۶. اسپکتروسکوپی نشر اتمی از طریق پلاسما و القاء

INDUCTIVELY COUPLED PLASMA ATOMIC-EMISSION SPECTROSCOPY (ICP-AES)

کاربردها: آنالیز چند عنصر بطور همزمان (کمی و کیفی) برای بیش از ۷۰ عنصر در مقادیر زیاد، کم و جزئی. محدوده بررسی ppm تا ppb است.

محدودیت ها: قابلیت آنالیز گازهای نجیب را ندارد. هالوژن ها و برخی غیر فلزها به اسپکترومتر و اپتیک های خلا نیاز دارند. حساسیت آن برای فلزهای قلیایی خصوصاً روییدیم ضعیف بوده و همچنین نمی تواند سزیم را تعیین کند.



۷. گداخت گاز خنثی

INERT-GAS FUSION (IGF)

کاربردها: تعیین کمی اکسیژن، نیتروژن و هیدروژن در مواد فلزی و غیرفلزی.

محدودیت ها:

فلزها با نقطه جوش پایین به اقدامات احتیاطی نیاز دارند.
برای موادی با اکسیدها یا نیتريد‌های پایدار باید فلاکس اضافه شود.
روشی مخرب است.



۸. اسپکتروسکوپی مادون قرمز

INFRARED SPECTROSCOPY (IR)

کاربردها:

شناسایی و تعیین ساختار مواد آلی و غیر آلی
تعیین کمی سازنده های مولکولی در مخلوط ها

محدودیت ها:

اطلاعات کم در مورد عناصر
مولکول باید دارای دو قطبی مناسبی در یکی از ارتعاشات در موقع تشعشع IR باشد.



۹. اسپکتروسکوپی مادون قرمز دگرگونی فوری

FOURIER-TRANSFORM INFRARED SPECTROSCOPY (FT-IR)

این روش در حقیقت روش کامپیوتری اسپکتروسکوپی IR است که اطلاعاتی روی طیف کامل مادون قرمز نمونه فراهم می آورد.



۱۰. کروماتوگرافی مایع

LIQUID CHROMATOGRAPHY (LC)

کاربردها:

- جداسازی و آنالیز کمی سازنده ها در مخلوط های آلی و غیر آلی.
- آنالیز ترکیب های آلی و غیر آلی به منظور تشخیص ناخالصی ها.

محدودیت ها:

جامدات باید به راحتی در حلال حل شوند. شناسایی واضح یک سازنده خاص مشکل بوده و ممکن است به آنالیز دیگری به روش IR یا اسپکترومتری جامد نیاز باشد.



۱۱. اسپکتروسکوپی فلورسانس مولکولی

MOLECULAR FLUORESCENCE SPECTROSCOPY (MFS)

کاربردها:

آنالیز شیمیایی کمی و کیفی. محدوده بررسی برای نمونه های شیمیایی بشدت فلورسنت می تواند از نانومولار تا زیر پیکومولار با توجه به نوع دستگاه مورد استفاده گسترده باشد.

محدودیت ها: مولکول ها (یا اتم های) مورد نظر باید فلورسانس طبیعی ارائه داده یا با گونه های شیمیایی دیگری جفت شده یا از طریق واکنش های فیزیکی یا شیمیایی تغییر یابند.



۱۲. آنالیز فعال سازی نوترون

NEUTRON ACTIVATION ANALYSIS (NAA)

کاربردها: سنجش غیرمخرب درصد جزئی عنصر برای هر ماده. حساسیت فوق العاده بالا برای آنالیز کمی 10^{-12} گرم بر گرم اما به صورت مخرب.

محدودیت ها:

برخی از عناصر قابل تشخیص نمی باشند (بجز از طریق پرتوافکنی).
به منبع تولید نوترون با شدت بالا نیاز می باشد.
رادیواکتیویته شدیدی در یک یا چند عنصر عمده ایجاد شده که می تواند سبب محو حضور تعدادی یا همه عناصر جزئی شود.



۱۳. اسپکتروسکوپی تشدید مغناطیسی هسته

NUCLEAR MAGNETIC RESONANCE SPECTROSCOPY (NMR)

این روش به عنوان تصویرسازی تشدید مغناطیسی نیز شناخته شده است.

کاربردها: آنالیز کمی سازنده های خاص و گروه های تابعه.



۱۴. اسپکتروسکوپی نشر نوری

OPTICAL EMISSION SPECTROSCOPY (OES)

کاربردها:

تعیین کمی عناصر تشکیل دهنده در درصد های زیاد و جزئی.
آنالیز کیفی عنصر.

محدودیت ها:

تعیین برخی عناصر همچون نیتروژن، اکسیژن، هیدروژن، هالوژن ها و گازهای نجیب، مشکل و یا غیرممکن است.
پاسخ ها به زمینه وابسته است.



۱۵. اسپکتروسکوپی رامن

RAMAN SPECTROSCOPY (RS)

کاربردها: آنالیز مولکولی نمونه های باالک

محدودیت ها:

حساسیت آن به مقادیر اندک بدون تشدید ضعیف است. به غلظت های بالاتر از حدوداً ۱ تا ۵ درصد نیاز دارد.

نمونه یا ناخالصی فلورسانس ممکن است مانع مشخصه رامن شود.



۱۶. اسپکتروسکوپی جرمی با منبع اسپارک

SPARK-SOURCE MASS SPECTROSCOPY (SSMS)

کاربردها:

آنالیز کمی و کیفی عناصر غیر آلی
اندازه گیری ناخالصی های جزئی در مواد
بررسی ترکیب آلیاژها. محدوده بررسی برای اکثر مواد در حد ppb است.

محدودیت ها:

معمولاً برای اندازه گیری عناصر گازی مورد استفاده قرار نمی گیرد.
آماده سازی شیمیایی نمونه می تواند آلودگی عمده ای فراهم سازد.



۱۷. اسپکتروسکوپی جذب مرئی / ماورای بنفش

ULTRAVIOLET VISIBLE ABSORPTION SPECTROSCOPY (UV/VIS)

کاربردها: آنالیز کمی و کیفی خصوصاً برای ترکیب های آلی.

محدودیت ها:

ماده مشخص یا تعیین شده باید تشعشع را از ۲۰۰ تا ۸۰۰ نانومتر جذب کرده یا قابل تبدیل به گونه ای باشد که بتواند تشعشع را در این محدوده جذب کند.
اغلب به مراحل اضافی برای حذف یا محاسبه تداخل های ایجاد شده توسط گونه های آلی که تشعشعی نزدیک به طول موج تجزیه ای را جذب می کنند، نیاز است.



X-RAY DIFFRACTION (XRD)

کاربردها: شناسایی ترکیبات به کمک روش های پودر و تک کریستال.

محدودیت ها: نمونه آنالیز باید کریستالی باشد.



۱۹. اسپکترومتری اشعه ایکس

X-RAY SPECTROMETRY (XRS)

کاربردها: تعیین کمی و کیفی عنصری. محدوده بررسی برای تعیین بالک با توجه به انرژی اشعه ایکس بکار گرفته شده و ترکیب زمینه نمونه از چند ppm تا ده ها ppm است.

محدودیت ها:

برای عناصر با عدد اتمی کمتر از ۱۱ مناسب نیست.
عناصر تا عدد اتمی ۶ ممکن است با بکارگیری تجهیزات خاص تعیین شوند.