

استفاده از کاوند نانولوله کربنی در تهیه تصویرهای مغناطیسی با توان تفکیک بالا

صدیقه صادق حسنی^{۱*}، جمال الدین افصلی^۲ و علیمراد رشیدی^۳

۱- کارشناس ارشد و مربی شیمی تجزیه، پژوهشکده کاتالیست و نانوفناوری، پژوهشگاه صنعت نفت، تهران، ایران

۲- کارشناس ارشد فیزیک حالت جامد، پارک علم و فناوری، کردستان، ایران

۳- دانشیار مهندسی شیمی، پژوهشکده کاتالیست و نانوفناوری، پژوهشگاه صنعت نفت، تهران، ایران

دریافت: شهریور ۱۳۹۲، بازنگری: مهر ۱۳۹۲، پذیرش: آبان ۱۳۹۲

چکیده: تعیین ساختار و ابعاد نانوذرات مغناطیسی سنتز شده و نیز بررسی ریخت‌شناسی نانوکامپوزیت‌های حاوی نانوذرات مغناطیسی همواره مورد توجه پژوهشگران بوده است. یکی از روش‌های مناسب شناسایی مواد شیمیایی، استفاده از میکروسکوپ نیروی مغناطیسی مجهز به کاوند مغناطیسی است. در این پژوهش یک روش آسان و تکرارپذیر برای ساخت کاوند میکروسکوپ نیروی مغناطیسی با استفاده از نانولوله کربنی چند دیواره به روش دی الکتروفورزیس توسعه داده شده است. سوسپانسیون‌هایی با غلظت‌های معین از نانولوله‌های کربنی در محلول اتانول - آب بدون یون و با استفاده از سورفاکتانت سدیم دودسیل سولفات و به کارگیری دستگاه فراصوت آماده شد. نانولوله‌های کربنی با غلظت‌های معین در محلول اتانول - آب بدون یون و با استفاده از سورفاکتانت سدیم دودسیل سولفات و به کارگیری دستگاه فراصوت به صورت سوسپانسیون آماده شد. برای پیوند نانولوله کربنی به نوک سوزن سیلیکونی میکروسکوپ نیروی اتمی عامل‌های متفاوتی از قبیل ولتاژ، فرکانس، زاویه سوزن با صفحه الکترود و شکل سوزن را باید در نظر گرفت. جهت سادگی تزریق محلول نانولوله کربنی به ناحیه بین نوک کاوند سیلیکونی با پوشش طلا و صفحه الکترود، فاصله بین آن‌ها ۳۰ میکرومتر تنظیم شد. با توجه به آزمایش‌های انجام شده برای بررسی اثر ولتاژ، مشخص شد که ولتاژ بهینه برای پیوند نانولوله کربنی به نوک سوزن ۱۳ ولت است. کاوند‌های ساخته شده با کبالت پوشش‌دهی شده و به کمک آن‌ها از نمونه‌های مغناطیسی تصویر تهیه شد. نتیجه‌ها با تصویرهای به دست آمده از کاوند تجاری مقایسه و نشان داده شد که با کاوند‌های نانولوله کربنی تصاویری با توان تفکیک بالاتری به دست می‌آید. دوام این سوزن‌ها به دلیل ویژگی ارتجاعی و مقاومت حرارتی و مکانیکی بیشتر نانولوله کربنی مربوط است.

واژه‌های کلیدی: نانوذرات مغناطیسی، نانوکامپوزیت‌های پلیمری، کاوند نانولوله کربنی، میکروسکوپ نیروی مغناطیسی، دی‌الکتروفورزیس

مقدمه

مغناطیسی، سم‌زدایی از سیال‌های زیستی، انتقال کنترل شده داروهای ضد سرطان و جداسازی‌های مغناطیسی هستند. استفاده از نانوذرات مغناطیسی مانند آهن و کبالت در محلول‌های فروسیال که در آن‌ها نانوذرات به صورت کلئید در مایع معلق هستند و به آن خاصیت مغناطیسی می‌بخشند، به عنوان خنک کننده مورد

نانوذرات مغناطیسی یکی از مهم‌ترین و پرکاربردترین انواع نانومواد هستند که ویژگی‌های منحصر به فردشان موجب ایجاد کارایی‌های گوناگون شده‌است. این نانوذرات دارای کاربردهای گسترده‌ای در تهیه تصویرهای رنگی، فروسیال‌ها، سردسازی

شده است. یکی از عامل‌های مهم جهت افزایش توان تفکیک تصویرهای میکروسکوپ نیروی مغناطیسی، کاهش انحنای سوزن کاوند و افزایش نسبت طول به قطر آن است. نوک سوزن سیلیکون را به دلیل مقاومت کم در مقابل سایش نمی‌توان خیلی باریک کرد. از زمان پیشنهاد پیوند نانولوله‌های کربنی به نوک کاوند میکروسکوپ‌های روبشی، پژوهش‌های فراوانی روی ساخت این‌گونه کاوندها صورت گرفته است. نانولوله‌های کربنی (تک دیواره و چند دیواره) به دلیل ویژگی‌های مکانیکی و شیمیایی منحصر به فرد، قطر کوچک و نسبت بالای طول به قطر، گزینه بسیار مناسبی برای ساخت کاوندهای میکروسکوپ نیروی اتمی و مغناطیسی هستند. استحکام بالای مکانیکی و شیمیایی نانولوله‌های کربنی سبب می‌شود که سوزن ساخته شده با این نانولوله‌ها در مقابل سایش مقاوم باشد و به دلیل قطر کم، توان تفکیک تصویر را افزایش داده و امکان تصویر برداری از ساختارهای با حفره‌های عمیق را فراهم می‌سازد. تاکنون روش‌های متفاوتی برای پیوند نانولوله‌های کربنی به نوک سوزن MFM مورد استفاده قرار گرفته است [۷ و ۸].

دی‌الکتروفورزیس^۱، روشی ساده، ارزان و قابل تکرار جهت ساخت این‌گونه کاوندهاست. در این روش از یک میدان الکتریکی متناوب غیریکنواخت جهت پیوند نانولوله‌های کربن به نوک سوزن کاوند استفاده می‌شود. در چنین میدانی نانولوله‌ها قطبیده می‌شوند و نیروی دی‌الکتروفورزیس مثبت آن‌ها را به ناحیه‌ای با گرادیان میدان الکتریکی قوی‌تر، یعنی نوک سوزن هدایت می‌کند و نانولوله در نوک سوزن انباشته می‌شود [۹ تا ۱۱]. زاویه پیوند نانولوله به نوک سوزن، به شرایط ساخت آن‌ها از جمله دامنه ولتاژ، شکل سوزن، زاویه سوزن با سطح، غلظت و حجم محلول نانولوله بستگی دارد. برای پیوند یک نانولوله کربنی به نوک سوزن و موازی با محور آن باید شرایط ساخت طی انجام آزمایش‌های متعدد بهینه شود.

اسنو^۴ و همکارانش نشان دادند که برای پایداری تصویر به‌دست آمده از سوزن نانولوله کربنی میکروسکوپ نیروی مغناطیسی، باید نانولوله

توجه قرار گرفته‌است. پژوهش‌هایی نیز در زمینه حرکت این سیال‌ها به‌وسیله نیروی مغناطیسی انجام شده است. در علوم زیستی نیز با استفاده از نانوذرات مغناطیسی و ایجاد یک میدان مغناطیسی، دارورسانی هوشمند به بافت مورد نظر بدون آسیب رساندن به بافت‌های دیگر، انجام شده است. نانوذرات مغناطیسی در نانوکامپوزیت‌ها نیز دارای کاربردهای فراوانی در حسگرها، پوشش‌های الکترومغناطیسی و مواد جاذب امواج هستند. استفاده از نانو ذرات مغناطیسی در حذف آلاینده‌ها حرکت جدیدی است که نسبت به روش‌های قبلی جداسازی اقتصادی‌تر و کارآمدتر است. از سوی دیگر امکان اصلاح و عامل‌دار کردن این نانوذرات با ترکیب‌هایی که گونه مورد نظر را به طور انتخابی از محیط جذب می‌کنند، ابزار توانمندی را برای جداسازی آلاینده‌ها فراهم کرده است. ذرات مغناطیسی اصلاح شده با پلیمرهای پرشاخه، در جذب مواد رنگزای شیمیایی که به صورت صنعتی و خانگی استفاده می‌شوند و باعث ایجاد آلودگی آب‌های طبیعی هستند، بسیار مؤثر است. زوئو و همکاران، جاذب‌های مغناطیسی اصلاح شده با پلیمر پلی گلیسرول پرشاخه را در جذب رنگ‌ها و داروی دکسوروبسین به کار بردند و با اصلاح سطح آن، ظرفیت جذب را افزایش داده‌اند [۱ و ۲].

اندازه نانو ذرات در کارایی آن‌ها بررسی بسیار مؤثر است. بررسی دقیق ابعاد نانوذرات مغناطیسی و تعیین مشخصات حوزه‌های مغناطیسی به کمک میکروسکوپ نیروی مغناطیسی^۱ امکان‌پذیر است. این میکروسکوپ یکی از اعضای خانواده میکروسکوپ‌های روبشی^۲ است که در آن با اندازه‌گیری برهم‌کنش مغناطیسی موضعی بین نوک سوزن مغناطیسی و نمونه، نقشه ویژگی‌های مغناطیسی نمونه و حوزه‌های مغناطیسی سطح نمونه به تصویر کشیده می‌شود. میکروسکوپ نیروی مغناطیسی دارای قابلیت به تصویر کشیدن اتم‌های مغناطیسی انفرادی است و اندازه‌گیری کمی ممان مغناطیسی نانوذرات را امکان‌پذیر می‌کند [۳ تا ۶].

سوزن میکروسکوپ نیروی مغناطیسی به‌طور معمول از جنس سیلیکون است که با لایه‌ای نازک از مواد فرومغناطیسی پوشیده

1. Magnetic Force Microscope (MFM)

2. Scanning Probe Microscope (SPM)

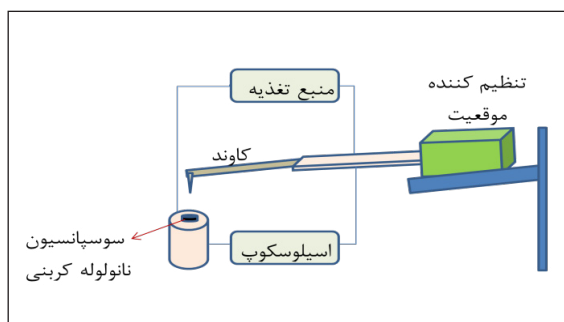
3. Dielectrophoresis

4. Snow

نانولوله‌های کربنی چند دیواره استفاده شده در این مطالعه به روش نشست بخار شیمیایی^۲ ساخته شده‌اند. چون نانولوله‌های مورد استفاده دارای ناخالصی‌های زیادی اعم از فلورن، صفحات گرافن و کربن بی‌شکل بودند، باید خالص‌سازی می‌شدند. در این مقاله نانولوله‌های کربنی با استفاده از اسید خالص‌سازی شدند. برای این کار، مقداری از نانولوله‌های کربنی چند دیواره در محیط هیدروکلریک اسید ۶ مولار و دمای ۵۰ درجه سانتی‌گراد هم زده شدند. پس از شست‌وشو با آب مقطر و خنثی شدن، با نیتریک اسید ۳/۵ مولار در دمای ۶۰ درجه سانتی‌گراد به مدت ۳ ساعت هم زده شد و عمل شست‌وشو با آب مقطر تا رسیدن به pH خنثی ادامه یافت. بعد از انجام مراحل خالص‌سازی، غلظت‌های معین از نانولوله‌های کربنی در محلول اتانول-آب بدون یون تهیه شد. به منظور توزیع یکنواخت و پراکنده کردن نانولوله‌های کربنی در محلول اتانول-آب بدون یون، سورفاکتانت سدیم دودسیل سولفات با نسبت معین به نانولوله‌های کربنی افزوده و مخلوط در دستگاه فرا صوت قرار داده شد.

پیوند نانولوله به کاوند

برای پیوند نانولوله کربنی به نوک سوزن سیلیکونی سامانه‌ای طراحی شد. این سامانه شامل سه قسمت اصلی اندازه‌گیری، القا و مشاهده است. شکل ۱ شمایی از سامانه طراحی شده در این پژوهش را نشان می‌دهد.



شکل ۱ شمایی از سامانه ساخت کاوند میکروسکوپ نیروی مغناطیسی

1. Cantilever

2. Chemical vapor deposition (CVD)

پیوند یافته کوتاه و موازی با محور سوزن باشد [۱۲]. پژوهش‌های قبلی نشان می‌دهد که در روش دی‌الکتروفورزیز برای پیوند مناسب نانولوله‌ها به سوزن باید فاصله بین نوک سوزن و صفحه الکتروود در گستره ۱۰ میکرومتر باشد. انجام آزمایش در این فاصله کم، دشوار است. چون با انتخاب این فاصله تزریق محلول نانولوله کربنی بسیار مشکل است و امکان غوطه‌ور شدن سوزن و تیرک^۱ در محلول وجود دارد. برای تنظیم دقیق شدت لیزر میکروسکوپ نیروی مغناطیسی باید تیرک به‌طور کامل صاف و صیقلی باشد و اگر در محلول غوطه‌ور شود، احتمال دارد که با نانولوله کربنی آغشته و آلوده شود. در این صورت نمی‌توان شدت لیزر را به‌خوبی تنظیم کرد [۱۳]. در این پژوهش با افزایش فاصله سوزن و سطح الکتروود به ۳۰ میکرومتر و انتخاب بهینه شرایط ساخت، نانولوله کربنی را به انتهای سوزن سیلیکونی متصل و پس از پوشش کبات، تصاویر نمونه‌های مغناطیسی با توان تفکیک و وضوح بالا تهیه شد.

بخش تجربی

مواد

هیدروکلریک اسید ۳۷٪، نیتریک اسید ۶۵٪، اتانول ۹۹٫۹٪ و سورفاکتانت سدیم دودسیل سولفات از شرکت مرک، نانولوله کربنی چند دیواره ساخته شده در پژوهشگاه صنعت نفت مورد استفاده قرار گرفتند.

تجهیزات دستگاهی

میکروسکوپ الکترونی روبشی توشیبا مدل ۱۴۰۶ برای تهیه تصویر از کاوند، میکروسکوپ نیروی اتمی Solver p47H در حالت کاری نیروی مغناطیسی برای تهیه تصاویرهای مغناطیسی نمونه‌ها و دستگاه اولتراسونیک مدل Misonix برای تهیه نمونه‌ها مورد استفاده قرار گرفتند.

تهیه سوسپانسیون نانولوله‌های کربنی

مرحله بعد آزمایش، تهیه سوسپانسیون نانولوله کربن است.

رفتن سوزن درون محلول نانولوله کربنی، به وسیله منبع تغذیه که در ولتاژهای متفاوتی از ۱۱ تا ۱۵ ولت و فرکانس ۲ مگا هرتز تنظیم شده بود، میدان غیر یکنواخت برقرار و پس از ۳ ثانیه کاوند از محلول خارج شد. باید توجه داشت که به دلیل تبخیر سریع محلول، آزمایش باید سریع انجام می‌شد. بعد از این مرحله، سوزن‌های مذکور با استفاده از دستگاه لایه‌نشانی، با لایه‌ای به ضخامت حدود ۳۰ نانومتر کبالت پوشش داده شدند. برای بررسی کیفیت سوزن‌های ساخته شده از نمونه‌های مغناطیسی مانند هارد دیسک استفاده شد. (روی این صفحه‌ها با موادی مانند اکسید آهن و یا آلیاژ کبالت به عنوان ماده مغناطیسی پوشانده شده).

نتیجه‌ها و بحث

هنگامی که میدان الکتریکی اعمال می‌شود نانولوله‌های کربنی به دو قطبی‌های الکتریکی تبدیل می‌شوند و به دلیل غیریکنواخت بودن میدان، به وسیله گشتاور دوقطبی‌شان تحت تأثیر قرار می‌گیرند. نیروی دی‌الکتروفورزیس ناشی از میدان الکتریکی غیریکنواخت، به طول نانولوله کربنی، ثابت دی‌الکتریک محلول، ثابت دی‌الکتریک ذره و شدت میدان الکتریکی مطابق معادله ۱ وابسته است [۱۴ و ۱۵].

$$F_{DEP} = 2\pi a^3 \epsilon_m \operatorname{Re} \left[\frac{\epsilon_p^* - \epsilon_m^*}{\epsilon_p^* + 2\epsilon_m^*} \right] \nabla |E|^2 \quad (1)$$

که در آن، a طول بلندترین ذره، ϵ_m ثابت دی‌الکتریک محلول، ϵ_p ثابت دی‌الکتریک ذره و E شدت میدان الکتریکی است. این نیرو به فرکانس میدان الکتریکی اعمال شده وابسته است زیرا نفوذپذیری موهومی بر طبق معادله زیر به فرکانس وابسته است:

$$\epsilon^* = \epsilon - i \frac{\sigma}{\omega}$$

که در آن، σ رسانندگی و ω فرکانس میدان الکتریکی متناوب است. در این روش، نانولوله‌های کربنی تمایل دارند در جهتی که شدت میدان الکتریکی بالاست، حرکت کنند. همچنین نانولوله‌های کربنی در ناحیه‌ای که گرادیان میدان الکتریکی نزدیک صفر

قسمت اول شامل وسیله جابه‌جایی و تنظیم موقعیت در راستای x ، y و z در مقیاس میکرومتر است. این وسیله برای حرکت دادن کاوند در جهت محور z در گستره بازه‌ی یک میکرومتر و همچنین حفظ فاصله بین سوزن و صفحه الکتروود استفاده شده است و به کمک نقاله، زاویه آن نسبت به سطح افقی تعیین می‌شود. با استفاده از پایه متصل به آن و با تغییر زاویه ۰ تا ۹۰ درجه، زاویه کاوند نسبت به الکتروود تغییر داده شد. در این آزمایش، باتوجه به شکل سوزن، زاویه بین تنظیم کننده موقعیت نسبت به سطح افقی ۲۰ درجه انتخاب شد.

قسمت دوم بخش القای میدان الکتریکی است که شامل یک منبع تغذیه‌ی AC برای ایجاد میدان الکتریکی غیریکنواخت و یک اسیلوسکوپ برای کنترل و تعیین فاصله بین نوک سوزن و صفحه الکتروود است.

قسمت مشاهده شامل یک میکروسکوپ نوری است که به کمک آن می‌توان سوسپانسیون نانولوله‌های کربنی را به دقت بین سوزن و صفحه الکتروود تزریق کرد. همچنین به کمک این میکروسکوپ، مشاهده‌ی غوطه‌ور شدن سوزن درون محلول نانولوله کربنی میسر است. سوزن به عنوان الکتروود کار ۱ و صفحه الکتروودی از جنس طلا به عنوان الکتروود شماره ۲ مورد استفاده قرار می‌گیرد.

کاوندهای مورد استفاده، مدل NSG10 با شعاع انحنای ۱۰ نانومتر، از شرکت NT-MDT خریداری شدند. برای انتخاب فاصله ۳۰ میکرومتری سوزن از صفحه الکتروود، ابتدا باید سوزن با صفحه الکتروود در تماس باشد که این کار به وسیله اسیلوسکوپ کنترل شد. سپس به وسیله دستگاه تنظیم کننده موقعیت، سوزن به مقدار ۳۰ میکرومتر از صفحه الکتروود دور شد.

برای پیوند نانولوله کربنی به نوک سوزن سیلیکون، ۴ تا ۵ میکرولیتر از این محلول روی صفحه الکتروود طلا قرار داده شد. سپس سوزن که به وسیله گیره به تنظیم کننده موقعیت متصل شده بود، به درون محلول فرو برده شد. با استفاده از میکروسکوپ، فرو رفتن سوزن درون محلول قابل مشاهده است. به محض فرو

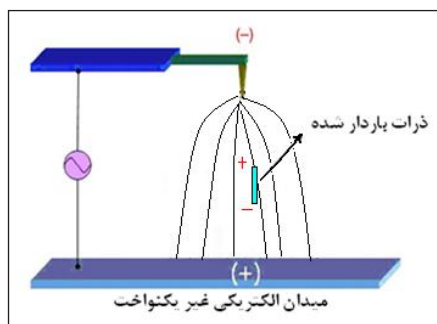
مراحل خالص‌سازی، سوسپانسیون‌های رقیقی از نانولوله کربنی در محلول اتانول - آب بدون یون (۱:۱)، در گستره غلظتی ۰/۰۰۱ تا ۰/۱ گرم بر لیتر تهیه شد. برای توزیع مناسب نانولوله و جلوگیری از توده‌ای شدن ذرات در اثر گذشت زمان و یا تبخیر حلال، نمونه‌های رقیق مناسب‌تر است. چون در هنگام آزمایش و تبخیر حلال، از انباشت توده‌ای نانولوله به نوک سوزن، جلوگیری می‌شود. به منظور توزیع یکنواخت و پراکنده کردن نانولوله‌های کربنی در محلول اتانول- آب بدون یون، از سورفاکتانت سدیم دودسیل سولفات به نانولوله کربنی استفاده شد. افزایش سورفاکتانت به نانولوله کربنی به توزیع و پایداری نانولوله‌ها در آزمایش کمک می‌کند. آزمایش‌های انجام شده نشان داد که سوسپانسیون پایدار در غلظت ۰/۰۱ گرم بر لیتر نانولوله کربنی و استفاده از نسبت ۲ به ۱ سورفاکتانت به نانولوله کربنی به دست می‌آید (جدول ۱). در غلظت‌های بیشتر، پس از انجام آزمایش و تهیه تصویر کاوند، انباشت توده‌ای نانولوله کربنی روی آن مشاهده می‌شد. استفاده از محلول‌های رقیق‌تر نیز، امکان قرار گرفتن تک نانولوله کربنی روی نوک سوزن و تکرارپذیری آزمایش را کاهش می‌هد. همگن‌سازی به کمک دستگاه فرا صوت با توان ۴۰ وات، به مدت ۳۰ دقیقه انجام شد.

جدول ۱ تهیه سوسپانسیون‌های متفاوت از نانولوله کربنی

شماره آزمایش	غلظت نانولوله کربنی	نسبت سورفاکتانت
۱	۰/۰۰۱	۱:۲
۲	۰/۰۰۱	۱:۱
۳	۰/۰۱۰	۱:۲
۴	۰/۰۱۰	۱:۱
۵	۰/۰۵۰	۱:۲
۶	۰/۰۵۰	۱:۱
۷	۰/۱۰۰	۱:۲
۸	۰/۱۰۰	۱:۱

حجم سوسپانسیون نانولوله کربنی مورد استفاده نیز با اهمیت است. در این مرحله، برای انتخاب حجم بهینه آزمایش، باید

است (نوک سوزن سیلیکون) متوقف و در نتیجه به نوک سوزن میکروسکوپ متصل می‌شوند. روند جمع شدن ذرات با دوقطبی الکتریکی متناسب است به طوری که ذرات بزرگ‌تر که ثابت دی الکتریک بزرگ‌تری دارند، در ناحیه‌ای که میدان الکتریکی قوی‌تر باشد، سریع‌تر جذب می‌شوند و ذرات کوچک‌تر با ثابت دی الکتریک کمتر با سرعت کمتری به نوک سوزن نزدیک می‌شوند. بنابراین، نانولوله کربنی با ابعاد بزرگ‌تر زودتر از ذرات کوچک‌تر که همان ناخالصی‌هاست به نوک سوزن متصل می‌شوند که در شکل ۲ شمایی از آن نشان داده شده است.



شکل ۲ شمایی از ذرات باردار در میدان غیر یکنواخت

چگونگی پیوند نانولوله‌های کربنی به نوک سوزن سیلیکون، به عوامل متعددی مانند ویژگی‌های نانولوله‌های کربنی (مانند طول و ثابت دی الکتریک)، حجم محلول، غلظت محلول، فرکانس، گرادیان میدان الکتریکی یا به عبارت دیگر ولتاژ، فاصله شکاف و زاویه شکاف بستگی دارد. افزون بر این عامل‌ها شکل نوک سوزن مورد استفاده نیز بسیار با اهمیت است. همان‌طور که ذکر شد نانولوله کربنی در ناحیه‌ای که گرادیان میدان الکتریکی صفر است، متمرکز می‌شوند و در سوزن‌های نوک تخت احتمال انباشت نانولوله کم است چون نوک سوزن شعاع انحنا کمتری دارد ولی سوزن‌های نوک تیز مناسب‌ترین شعاع انحنا را دارند و احتمال پیوند یک نانولوله کربنی تک دیواره به نوک سوزن بسیار قوی است.

غلظت و مقدار مناسب سوسپانسیون نانولوله کربنی نیز با انجام آزمایش‌های متفاوت تعیین شدند. برای این منظور، بعد از انجام

زمان طولانی صرف نزدیک شدن سوزن و ورود به سوسپانسیون خواهد شد و امکان تبخیر حلال را فراهم می‌کند. با انجام آزمایش، مناسب‌ترین فاصله ۳۰ میکرومتر به دست آمد.

پس از تعیین مقدارهای زاویه، فاصله الکتروود تاسطح، غلظت و حجم محلول، پیوند نانولوله کربنی به نوک سوزن در شرایط بهینه، اثر ولتاژ و فرکانس بررسی شدند. با توجه به این که اثر فرکانس بر نیروی دی‌الکتروفورزیس در فرکانس‌های پایین قابل توجه است و در فرکانسی در محدوده چند مگاهرتز، فرکانس اثر قابل توجه‌ای روی نیروی الکتروفورزیس ندارد و در فرکانس بالا می‌توان از اثر فرکانس چشم پوشید [۱۵]. بنابراین، آزمایش در فرکانس‌های ۲ و ۳ مگاهرتز و ولتاژهای متفاوت در گستره ۱۱ تا ۱۵ ولت انجام شد تا فرکانس و ولتاژ مناسب برای پیوند یک نانولوله کربنی روی نوک سوزن به دست آید (جدول ۲).

جدول ۲ تعیین ولتاژ مناسب برای پیوند نانولوله کربنی در شرایط یکسان

شماره آزمایش	۱	۲	۳	۴	۵	۶	۷	۸	۹	۱۰
فرکانس (مگاهرتز)	۲	۲	۲	۲	۲	۳	۳	۳	۳	۳
ولتاژ (ولت)	۱۱	۱۲	۱۳	۱۴	۱۵	۱۱	۱۲	۱۳	۱۴	۱۵

تصویرهای میکروسکوپ الکترونی روشی تهیه شده از نمونه‌های ساخته شده نشان داد که فرکانس و ولتاژ بهینه برای این کار به ترتیب ۲ مگاهرتز و ۱۳ ولت هستند. شکل ۳ تصویرهای میکروسکوپ الکترونی روشی از سوزن‌های ساخته شده در فرکانس ۲ مگاهرتز و ولتاژهای ۱۵ و ۱۳ ولت را نشان می‌دهند. همان‌طور که در شکل ۳-الف مشاهده می‌شود، در ولتاژ ۱۳ ولت، یک نانولوله کربنی، با قطر ۵ نانومتر به طور موازی با محور سوزن به نوک آن چسبیده است. بنابراین، ولتاژ ۱۳ ولت، نیروی دی‌الکتروفورزیس کافی را برای پیوند نانولوله کربنی به صورت مجزا به نوک سوزن فراهم می‌کند. در ولتاژهای کم‌تر از ۱۳ ولت، نیروی دی‌الکتروفورزیس توانایی حرکت دادن و چسباندن نانولوله‌های کربنی را به نوک سوزن ندارد و در ولتاژهای بالاتر از ۱۳

خشک شدن سریع قطره و عدم آغشتگی تیرک مورد توجه قرار گیرد. استفاده از حجم بیش از ۵ میکرولیتر سوسپانسیون، باعث آلوده شدن سطح بالایی تیرک می‌شود که در این صورت به دلیل انحراف پرتو لیزر در پشت تیرک، کاوند فوق برای استفاده در میکروسکوپ نیروی مغناطیسی قابل استفاده نخواهد بود. استفاده از حجم کمتر از ۵ میکرولیتر نیز به دلیل تبخیر سریع اتانول هنگام آزمایش و تغلیظ سوسپانسیون، باعث انباشت توده‌ای نانولوله کربنی روی سوزن می‌شود. با انجام آزمایش‌های متعدد حجم مناسب سوسپانسیون نانولوله کربنی ۵ میکرولیتر به دست آمد. یکی دیگر از عامل‌های بسیار مهم برای پیوند نانولوله کربنی به نوک کاوند میکروسکوپ نیروی مغناطیسی به‌طور موازی با محور سوزن، متقارن بودن میدان الکتریکی حول نوک سوزن است. متقارن بودن میدان حول نوک سوزن باعث می‌شود، خطوط میدان الکتریکی زیر نقطه نوک سوزن بر صفحه الکتروود عمود باشند. در نتیجه محور بلند نانولوله در جهت خطوط میدان الکتریکی و موازی با محور سوزن به نوک آن می‌چسبد (جایی که میدان بیشترین مقدار را دارد). برای این که خطوط میدان حول نوک سوزن متقارن باشد باید نوک سوزن بر صفحه الکتروود عمود بوده یا زاویه کمی داشته باشد. بنابراین، شکل نوک سوزن در انجام آزمایش بسیار مهم است. زاویه بین سوزن و صفحه بستگی به شکل سوزن دارد. برای قرار گرفتن نوک سوزن در سوسپانسیون نانولوله کربنی و آغشته نشدن تیرک، زاویه‌های متفاوت بین تیرک و سطح بررسی شدند و با تکرار آزمایش زاویه ۲۰ درجه بهترین نتیجه را ایجاد کرد و برای ادامه کار انتخاب شد.

با توجه به این که برای جلوگیری از توده‌ای شدن پیوند نانولوله کربنی روی نوک سوزن از حجم بسیار کم نمونه (میکرولیتر) استفاده می‌شود و امکان تبخیر آن در آزمایش وجود دارد، فاصله بین سوزن و سطح الکترو بسیار مهم است. به کمک وسیله تنظیم کننده موقعیت در مقیاس نانو، فاصله بین نوک سوزن و سطح الکتروود را می‌توان تنظیم کرد. در فاصله کم بین سوزن سطح، امکان تزریق سوسپانسیون نانولوله کربنی روی سطح، بدون آسیب به کاوند مشکل است و در فاصله زیاد بین سوزن و سطح،

جدول ۳ مقادیرهای بهینه عامل‌ها برای ساخت کاوند نانولوله‌های کربنی

غلظت (گرم بر لیتر) (میکرولیتر)	حجم نمونه (میکرولیتر) (مگاهرتز)	فرکانس (ولت)	ولتاژ (میکرومتر)	فاصله کاوند با سطح (میکرومتر)	زاویه (درجه)
۰.۱	۵	۲	۱۳	۳۰	۲۰

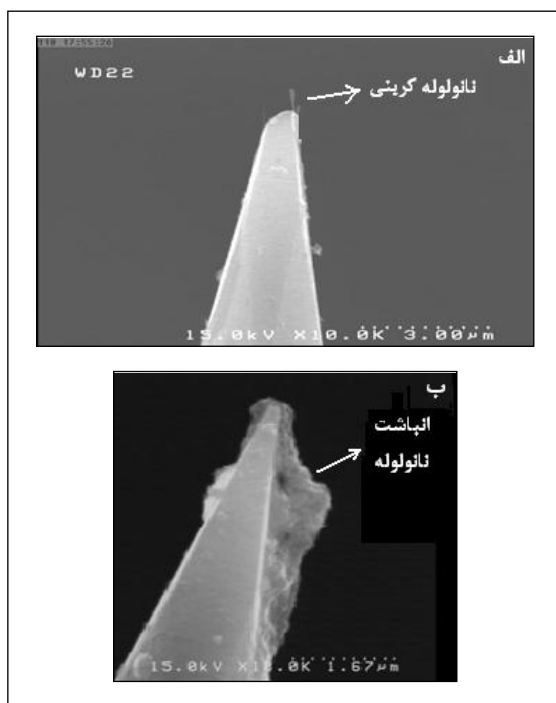
برای ایجاد پوشش مغناطیسی، با استفاده از دستگاه لایه‌نشانی، لایه‌ای به ضخامت حدود ۳۰ نانومتر کبالت روی سوزن‌ها، ایجاد شد. شعاع انحنا سوزن نانولوله‌ی کربنی نسبت به سوزن‌های تجاری بسیار کمتر است. از طرفی شعاع انحنا سوزن با توان تفکیک تصویر نسبت عکس دارد. به منظور بررسی تأثیر شعاع انحنا بر توان تفکیک تصویر در میکروسکوپ نیروی مغناطیسی، با استفاده از سوزن نانولوله کربنی و سوزن مغناطیسی تجاری از نمونه مغناطیسی هارد دیسک در حالت ضربه‌ای تصویر تهیه شد. تصویرهای میکروسکوپ نیروی مغناطیسی با سوزن نانولوله‌ی کربنی و سوزن مغناطیسی تجاری به ترتیب در شکل ۴ نشان داده شده است. همان‌طور که در شکل مشخص است با استفاده از سوزن نانولوله کربنی، توان تفکیک تصاویر به‌طور قابل توجهی افزایش یافته است. به عبارت دیگر این نوع سوزن به دلیل شعاع انحنا کمی که دارد، قابلیت تشخیص پستی و بلندی‌های ریز سطح نمونه را دارد.

نتیجه‌گیری

در این پژوهش شرایط بهینه ساخت سوزن نانولوله کربنی با استفاده از روش دی‌الکتروفوریزس به‌دست آمد. در فاصله شکاف ۳۰ میکرومتر بین سوزن و الکتروده، با انتخاب زاویه شکاف ۲۰ درجه، می‌توان نانولوله کربنی را به صورت به‌تقریب موازی با محور سوزن به نوک آن متصل کرد.

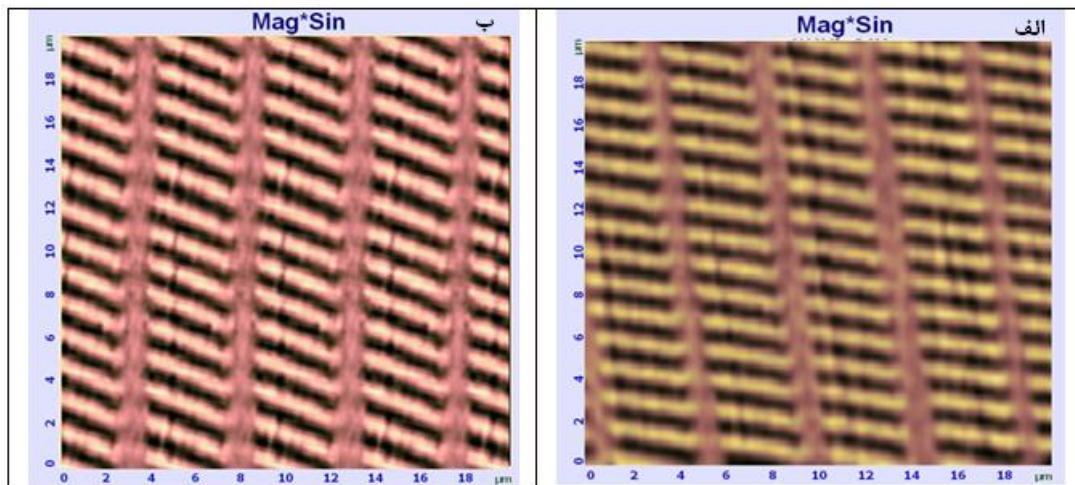
بررسی تأثیر ولتاژ بر چگونگی پیوند نانولوله به سر سوزن، با ثابت نگه داشتن سایر عامل‌ها نشان داد که ولتاژ ۱۳ ولت، برای ساخت مناسب است. تهیه تصویر سطح نمونه حاوی نانوذرات مغناطیسی نشان داد که این نوع سوزن قابلیت تعیین شکل و ابعاد ذرات مغناطیسی روی سطح نمونه را در مقیاس نانومتر به خوبی داراست. مقایسه تصویرهای میکروسکوپ نیروی

ولت، علاوه بر پیوند چندین نانولوله کربنی، ناخالصی‌ها نیز به نوک سوزن متصل می‌شوند و یا فقط ناخالصی‌ها می‌چسبند. به دلیل این‌که طول نانولوله‌ها بزرگ‌تر از ابعاد ناخالصی‌ها است، در یک ولتاژ و میدان معین، نیروی دی‌الکتروفوریزس وارد بر نانولوله‌های کربنی در مقایسه با نیروی وارد بر ناخالصی‌ها بیشتر است. بنابراین فقط نانولوله‌های کربنی به نوک سوزن می‌چسبند. زیرا نیروی دی‌الکتروفوریزس برای غلبه بر حرکت براونی حرارتی که بر ذرات کوچک‌تر تأثیرگذار است، کافی نیست. اما در ولتاژهای بالا، نیروی دی‌الکتروفوریزس به اندازه‌ای است که بر حرکت براونی ذرات ناخالصی غلبه کند و بنابراین، افزون بر نانولوله‌های کربنی این ذرات نیز به نوک سوزن می‌چسبند.



شکل ۳ الف) چگونگی پیوند نانولوله کربنی در ولتاژ ۱۳ ولت، ب) تصویر میکروسکوپ الکترونی روبشی در ولتاژ ۱۵ ولت

در این پژوهش مقادیرهای بهینه عامل‌های متفاوت مانند غلظت، حجم محلول، فرکانس، ولتاژ، فاصله و زاویه کاوند با سطح به‌دست آمدند (جدول ۳).



شکل ۴ تصویر تهیه شده یک نمونه هارد دیسک با (الف) سوزن نانولوله کربنی مغناطیسی و (ب) سوزن مغناطیسی تجاری

سپاسگزاری

نویسندگان این مقاله مراتب امتنان خود را از مدیریت شبکه آزمایشگاهی ستاد ویژه توسعه فناوری نانو و کارگروه تخصصی SPM آن شبکه به جهت حمایت از پژوهش منتهی به این نتیجه‌ها، اعلام می‌دارند.

مغناطیسی با استفاده از سوزن نانولوله کربنی با پوشش کبالت و سوزن تجاری نشان داد که توان تفکیک تصویر به دست آمده، بیشتر از تصاویر به دست آمده از سوزن‌های مغناطیسی تجاری است و جزئیات تصویر را به خوبی می‌توان مشاهده کرد.

مراجع

- [1] Albrecht, T.; Buhner, C.; Fahnle, M.; Maier, K.; Platzek, D.; Reske, J.; Applied Physics A: Materials Science & Processing, 65(2), 215, 1997.
- [2] Zhou, C.; Gao, C.; Xu, W.; Appl. Mater. Interfaces, 2, 1483-1489, 2010.
- [3] Klinov, D.; Magonov, S.N.; Appl. Phys. Lett., 842697-2699; 2004.
- [4] Sievers, S.; Braun, K.F.; Eberbeck, D.; Gustafsson, S.; Olsson, E.; Schumacher, H.W.; Siegner, U.; Small. 8(17), 2675-2679, 2012.
- [5] Sadegh Hassani, S.; Aghabozorg, H.R.; Recent Advances in Nanofabrication Techniques and Applications, Intechweb publisher, 457-500; 2011.
- [6] Tang, J.; Yang, G.; Zhang, Q.; Parhat, A.; Maynor, B.; Liu, J.; Qin, L.C.; Zhou, O.; Nanoletters, 5(1), 11-14, 2005.
- [7] Hopster, H.; Oepen, H.P.; Magnetic Microscopy of Nanostructures, Springer publisher, 11-12, 2005.
- [8] Hafner, J.H.; Cheung, C.L.; Lieber, C.M.; Nature., 398, 761-762, 1999.
- [9] Hafner, J.H.; Cheung, C.L.; Lieber, C.M.; J. Am. Chem. Soc., 121, 9750-9751, 1999.
- [10] Tang, J.; Gao, B.; Geng, H.; Velez, O. D.; Qin, L.; Zhou, O.; Adv. Mater., 15, 1352-1355, 2003.
- [11] Zhang, J.; Tang, J.; Yang, G.; Qiu, Q.; Qin, L.; Zhou, O.; Adv. Mater., 16, 1219-1222, 2004.
- [12] Dai, H.; Hafner, J.H.; Rinzler, A.G.; Colbert, D.T.; Smalley, R.E.; Nature, 384, 147-50, 1996.
- [13] Hall, A.; Matthews, W.G.; Superfine, R.; Falvo, M.R.; Washburn, S.; Appl. Phys. Lett., 82, 2506-8, 2003.
- [14] Alizadegan, A.; Liao, A.D.; Xiong, F.; Pop, E.; Hsia, K.J.; Nano Res., 5(4), 235-247, 2012.
- [15] Afzali, j.; Alemipour, Z.; Hesam, M.; International Journal of Engineering (IJE) Transactions A: Basics, 26(4), 567-568, 2013.

Obtaining high resolution magnetic images using carbon nanotube probe

S.Sadegh-Hassani^{1,*}, J. Afzali² and A.M. Rashidi³

1. Academic Staff in Analytical Chemistry, Catalysis and Nanotechnology Division, Research Institute of Petroleum Industry (RIPI), Tehran, Iran
2. MSc. in Physics Solid State, Science and Technology Park, Kurdistan, Iran
3. Associate Prof. of Chemical Engineering, Catalysis and Nanotechnology Division, Research Institute of Petroleum Industry (RIPI), Tehran, Iran

Received: May 2013, Revised: May 2013, Accepted: June 2013

Abstract: The structure and size determination of synthesized magnetic nanoparticles and morphology investigation of nanocomposites containing magnetic nanoparticles have attracted a lot of interest. One of the best ways for characterization of these particles is using a magnetic force microscope equipped with a magnetic probe. In this research, a simple and reproducible technique for manufacturing magnetic force microscope probes with the aid of multiwall carbon nanotube using dielectrophoresis method has been developed. Suspensions of certain concentrations of carbon nanotubes in Ethanol–Deionized water solution and the surfactant sodium dodecyl sulfate have been prepared using an ultrasonic. In order to attach carbon nanotube to the silicon-made atomic force microscope tip, the effects of several factors such as voltage, frequency, the angle between tip and electrode, and finally the tip geometry should be investigated. To facilitate injection of CNT solution into the space between gold-coated silicon probe apex and electrode plate, the distance between them was adjusted to 30 micrometers.

Experiments for investigation of voltage effect revealed that the optimum voltage to attaching CNT to the tip apex is 13 volts. Magnetic probes were covered with cobalt and then magnetic samples were imaged using these probes. The results were compared with images obtained from commercial probes and it was found that higher resolution images can be obtained with constructed probes. The fabricated tips have greater longevity that can be attributed to the elasticity and higher mechanical and thermal stability of carbon nanotubes.

Keywords: Magnetic force microscopy, carbon nanotube probe, dielectrophoresis, Magnetic force microscopy probe