بررسی نانوذرات توسط میکروسکوپ الکترونی عبوری روبشی

STEM

پژوهشسرای غیاث الدین جمشید کاشانی

قطب نانوفناوری استان اصفهان

مقدمه

- دستگاه های STEM برای بدست آوردن اطلاعات ساختاری، شیمیایی و مورفولوژیکی درباره نانوذرات در مقیاس اتمی یا نانومتری ساخته می شوند.

- ویژگی جالب دیگر STEM انعطاف پذیری بسیار زیاد آن در سیستم آشکارسازی است.

- سیگنالهای مختلفی که از سطح مشخصی از نمونه تولید می شوند می توانند بطور جداگانه یا بطور همزمان جمع آوری شوند و برای بدست آوردن اطالاعات تکمیلی از نمونه مورد استفاده قرار گیرند.

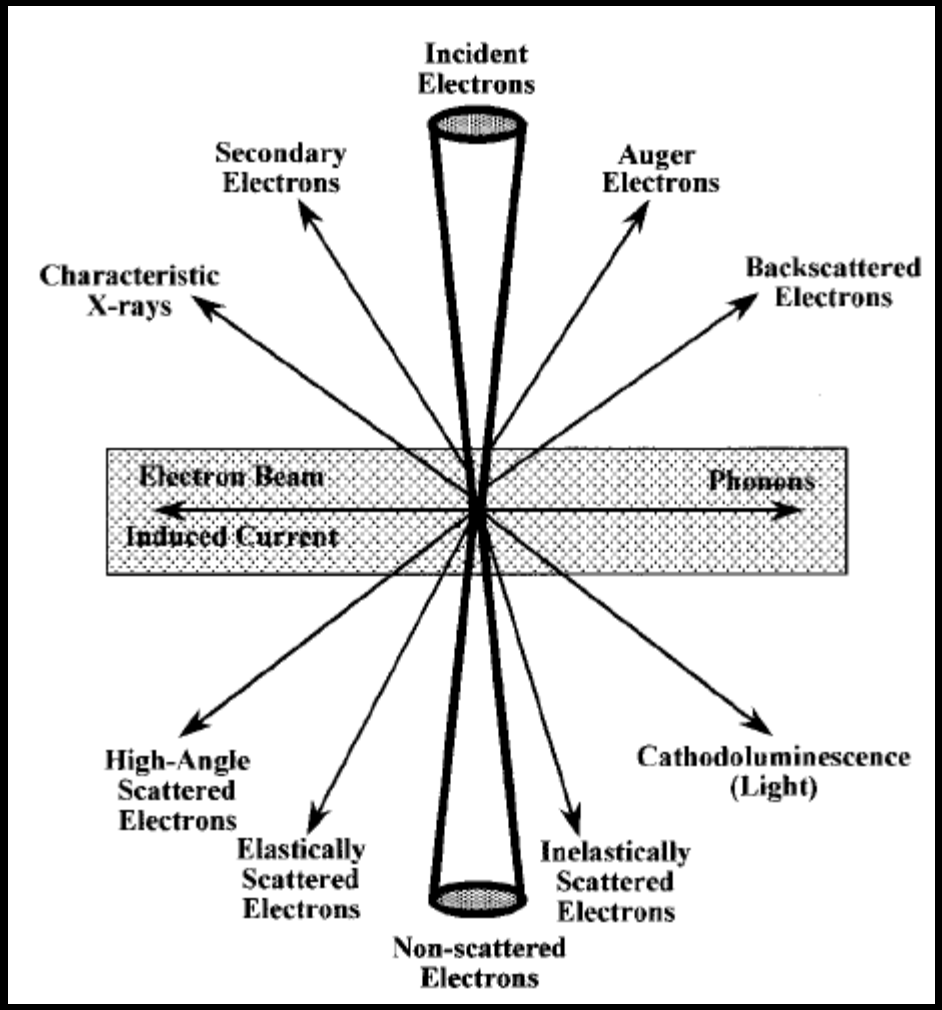
- هیچ چرخشی بین صفحات شییء و تصویر وجود ندارد و بزرگنمایی میکروسکوپ می تواند بدون کانونی کردن مجدد باریکه الکترونی برای حصول یک تصویر کانونی ، تغییر داده شود.
- قدرت تفکیک تصاویر STEM توسط اندازه باریکه برخوردی، پایداری میکروسکوپ و ویژگی های ذاتی فرایندهای تولید سیگنال تعیین می شود.
- تصویربرداری چندگانه و آشکارسازهای تحلیلی برای جمع آوری همزمان چندین سیگنال که بتوانند بطور مجزا یا به همراه هم نمایش داده شوند، ایجاد شده اند.

- قابلیت مهم دستگاه های *STEM*، تشکیل باریکه های با روشنایی بالا است.

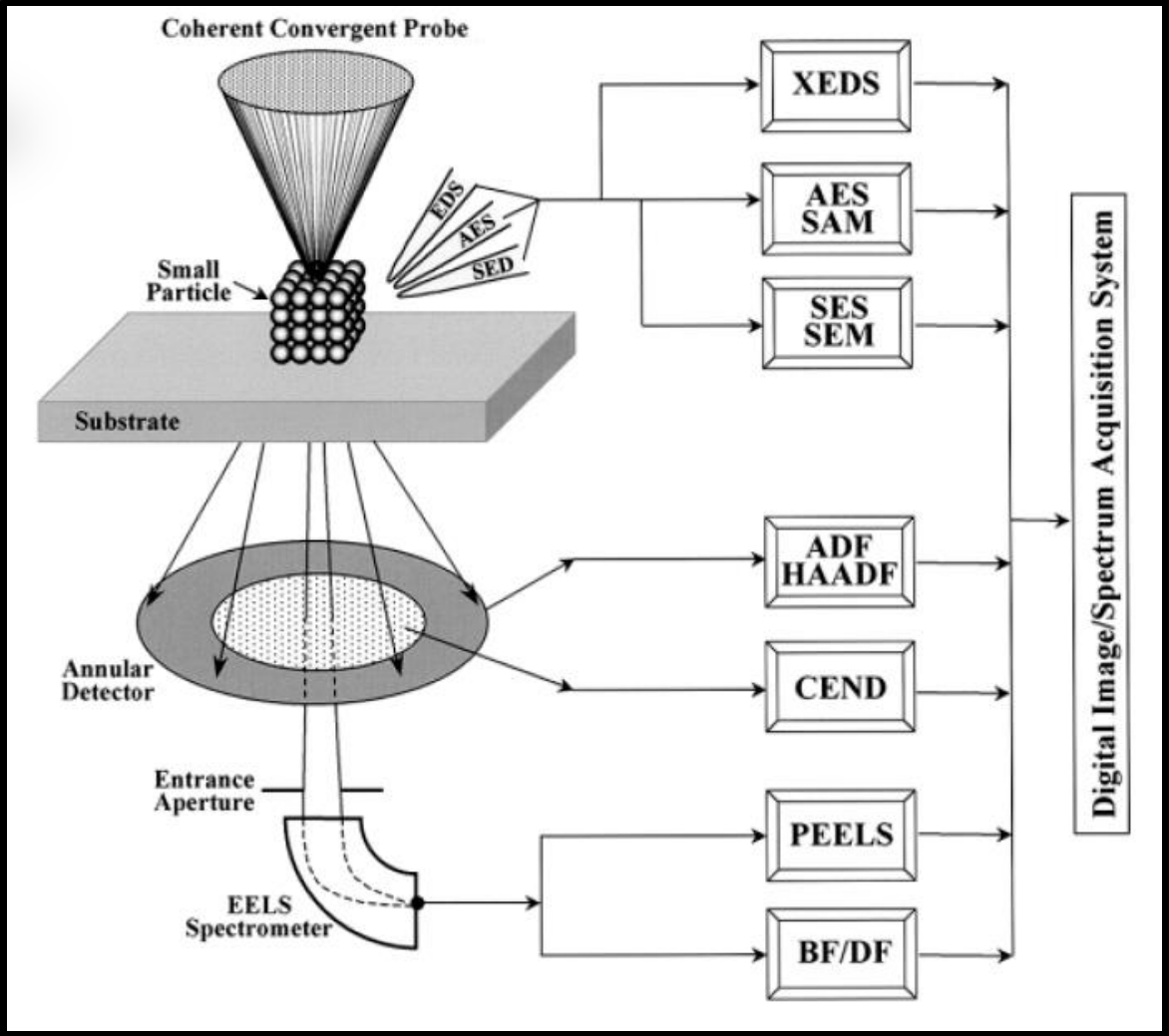
- برای ایجاد چنین باریکه الکترونی نانومتری، استفاده از تفنگ نشر میدانی (*FEG*) برای ایجاد سیگنالهای قوی به منظور مشاهده و ثبت تصاویر، طیف ها و الگوهای تفرق در *STEM* ضروری است.

- منبع *FEG* حداقل 103 برابر روشنایی بیشتر از فیلامانهای تنگستن یا *LaB6* که بطور متداول در دستگاه های *TEM* استفاده می شوند، دارند در حالیکه قطر منبع الکترون فقط حدود *4-5 nm* است.

سیگنالهای تولید شده درداخل یک میکروسکوپ STEM



حالت های مختلف تصویربرداری

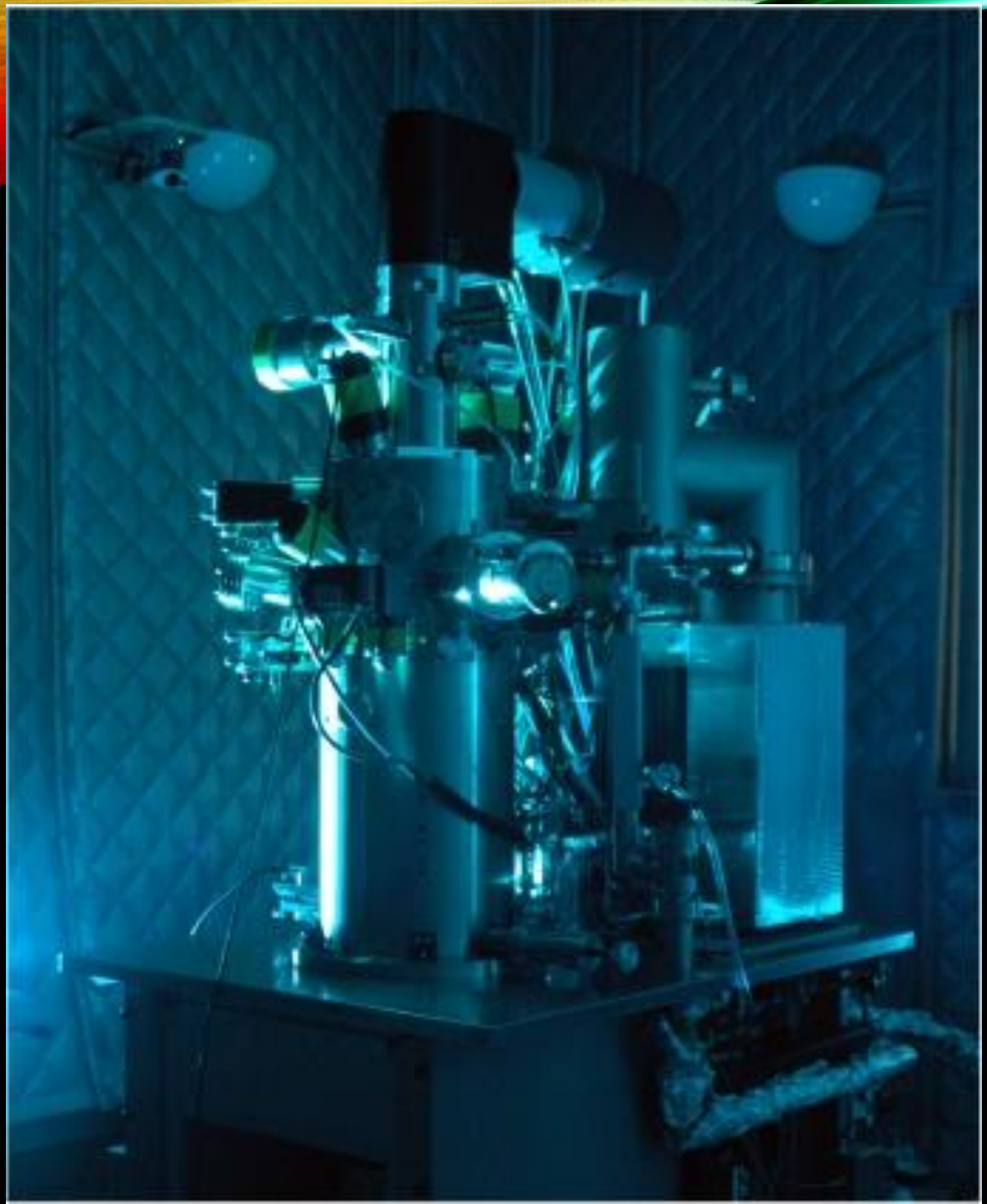


- با جمع آوری الکترونهای تفرق یافته با زاویه زیاد توسط یک آشکارساز حلقوی، تصاویر زمینه تیره حلقوی با زاویه زیاد (*HAADF*) یا تصاویر کنتراست Z برای بدست آوردن اطلاعاتی از تغییرات ساختاری در مقیاس اتمی، بدست می آیند.

- طیف سنجی اتلاف انرژی الکترون (*EELS*) و طیف سنجی پراکنش انرژی اشعه X (*XEDS*) می توانند داده های کمّی در مورد تغییرات ساختار الکترونی، ترکیب عنصری یا حالت اکسیداسیون مربوط به ساختارهای ناهمگن بدست دهند.
- ترکیب تکنیک های *XEDS* و *EELS* با تکنیک تصویربرداری *HAADF* می تواند اطلاعات جزئی در مورد ترکیب، شیمی و ساختار الکترونی و کریستالی نانوذرات را با قدرت تفکیک و حساسیت اتمی حاصل کند.

دستگاه های STEM

- بطور متداول دو نوع دستگاه *STEM* مورد استفاده قرار می گیرد: *STEM* مجزا (*DSTEM*) و *STEM* متصل به *TEM*.
- یک میکروسکوپ *DSTEM*، برای تولید باریکه های الکترونی با روشنایی بالا و اندازه زیرنانومتری، از تفنگ نشرمیدانی سرد استفاده می کند.
- اندازه پروب های الکترونی مورد استفاده در *TEM/STEM* معمولا بسیار بزرگتر از *DSTEM* است. بعلاوه، عملکرد ملحقات *STEM* انعطاف پذیری *DSTEM* را ندارد.

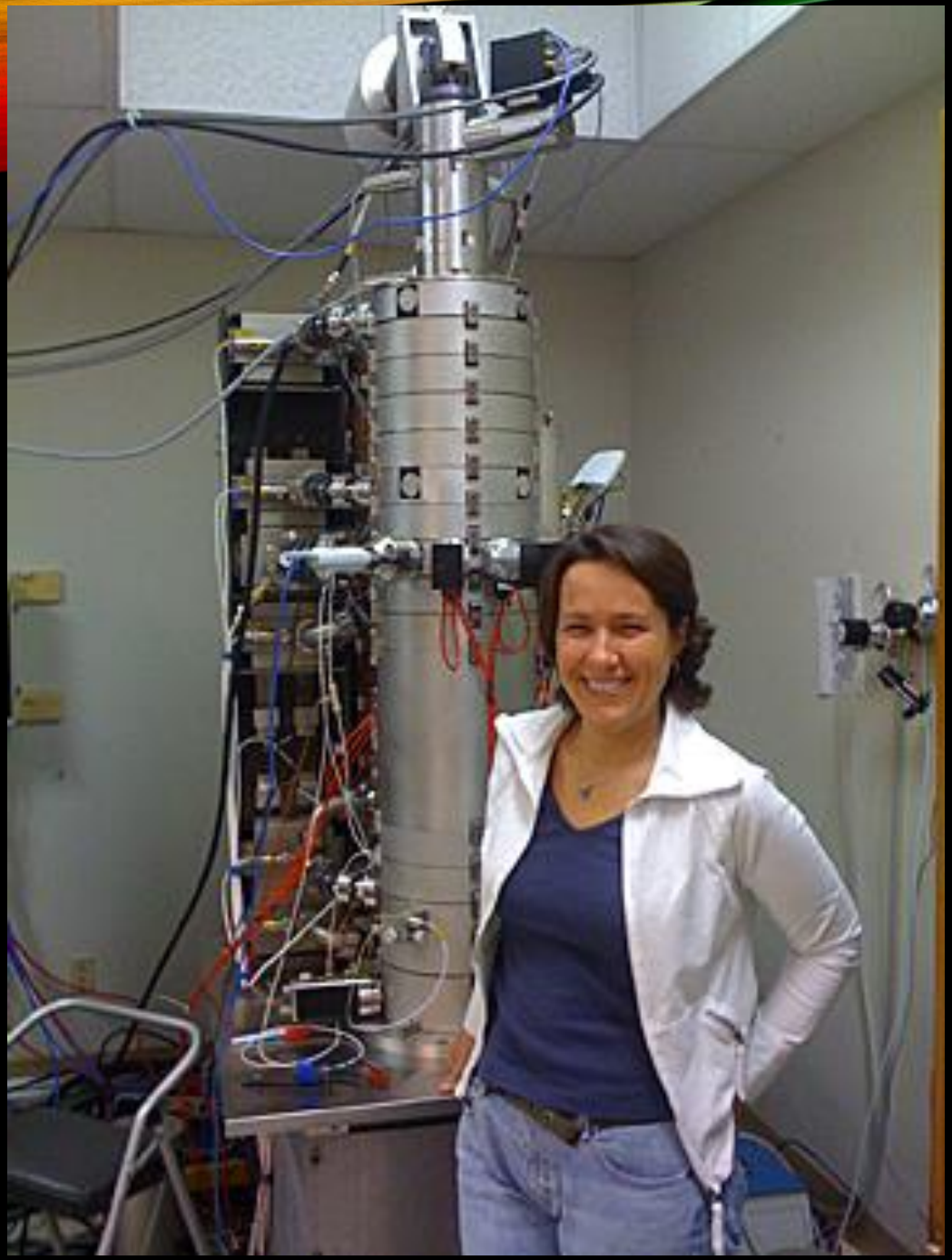


- *VG Microscopes HB501UX STEM with Nion aberration corrector*

VG Microscopes

HB601 STEM

- VG Microscopes HB601 STEM with Nion aberration corrector

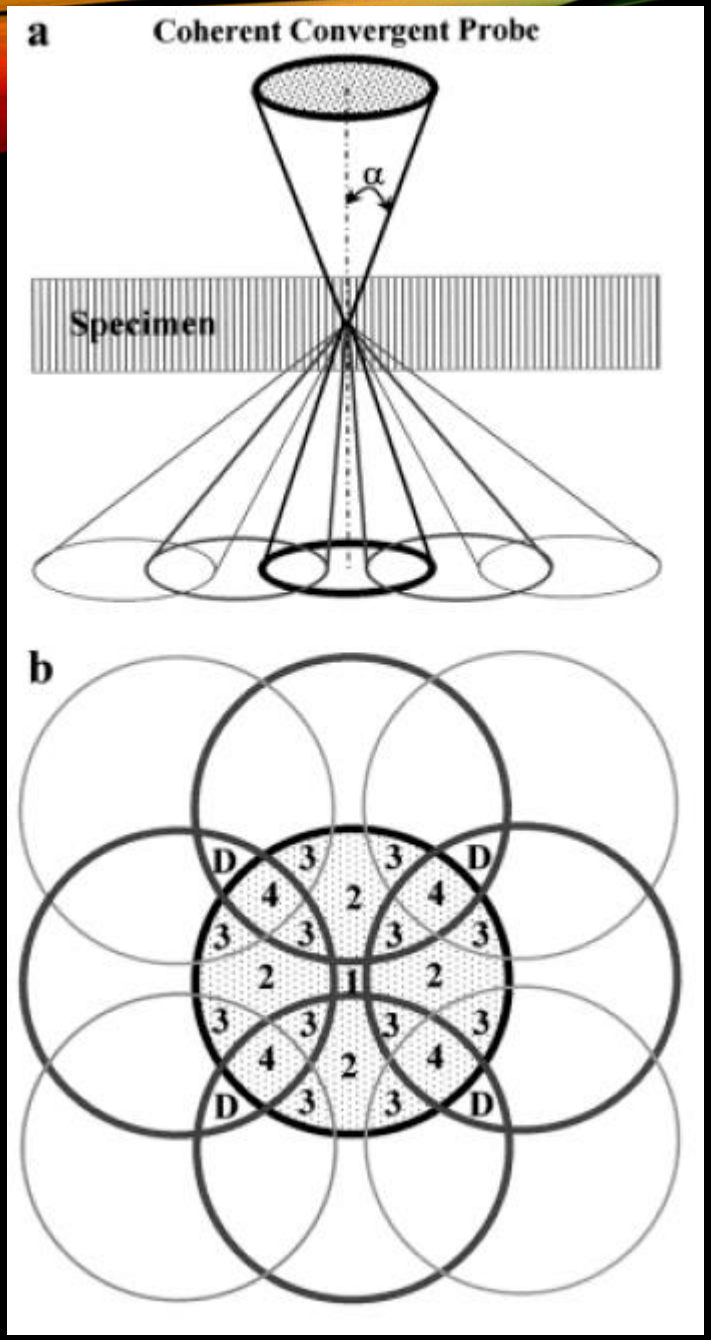


Nion UltraSTEM

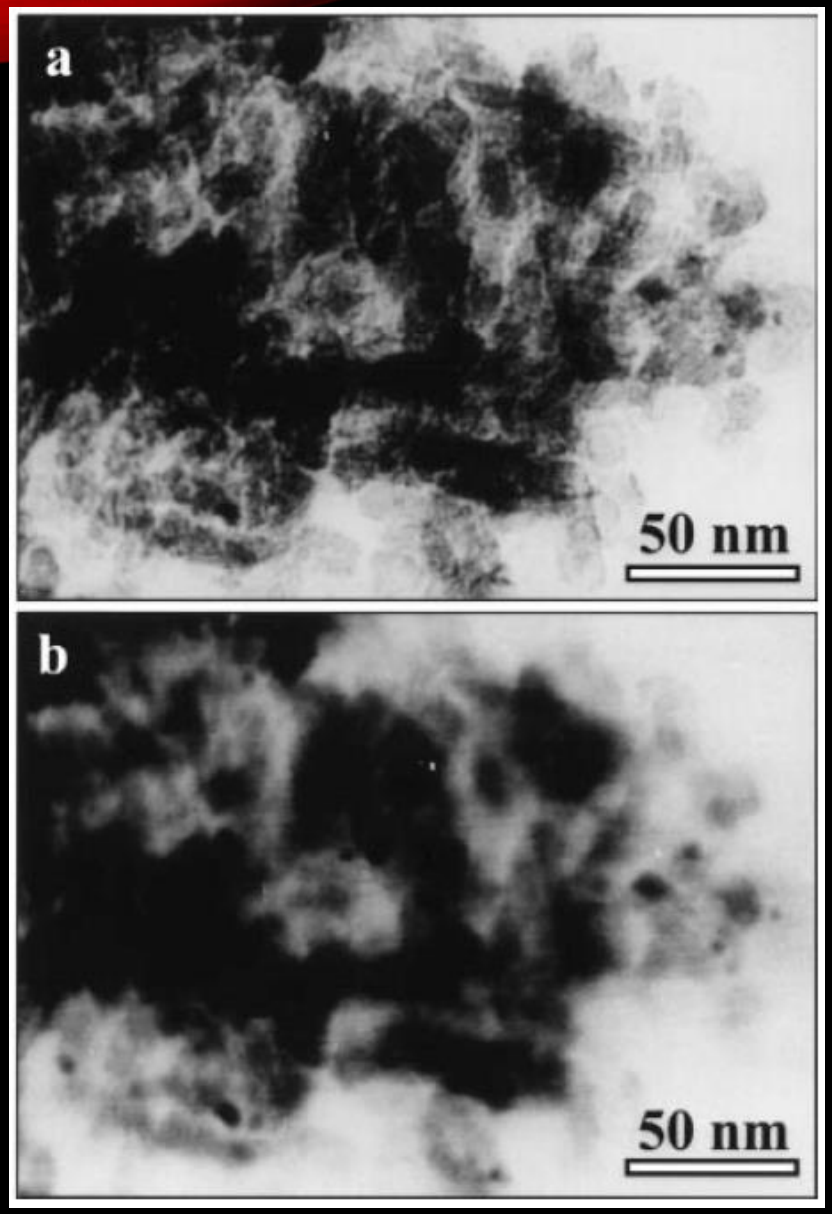
تصویربرداری STEM زمینه روشن (BF) و زمینه تیره (DF) با قدرت تفکیک بالا

- وقتی یک باریکه الکترونی ظریف با یک کریستال نازک دارای جهت گیری در امتداد محور اصلی، برخورد می کند، یک الگوی تفرق الکترون حاوی مجموعه ای از دیسک های تفرق بدست می آید.

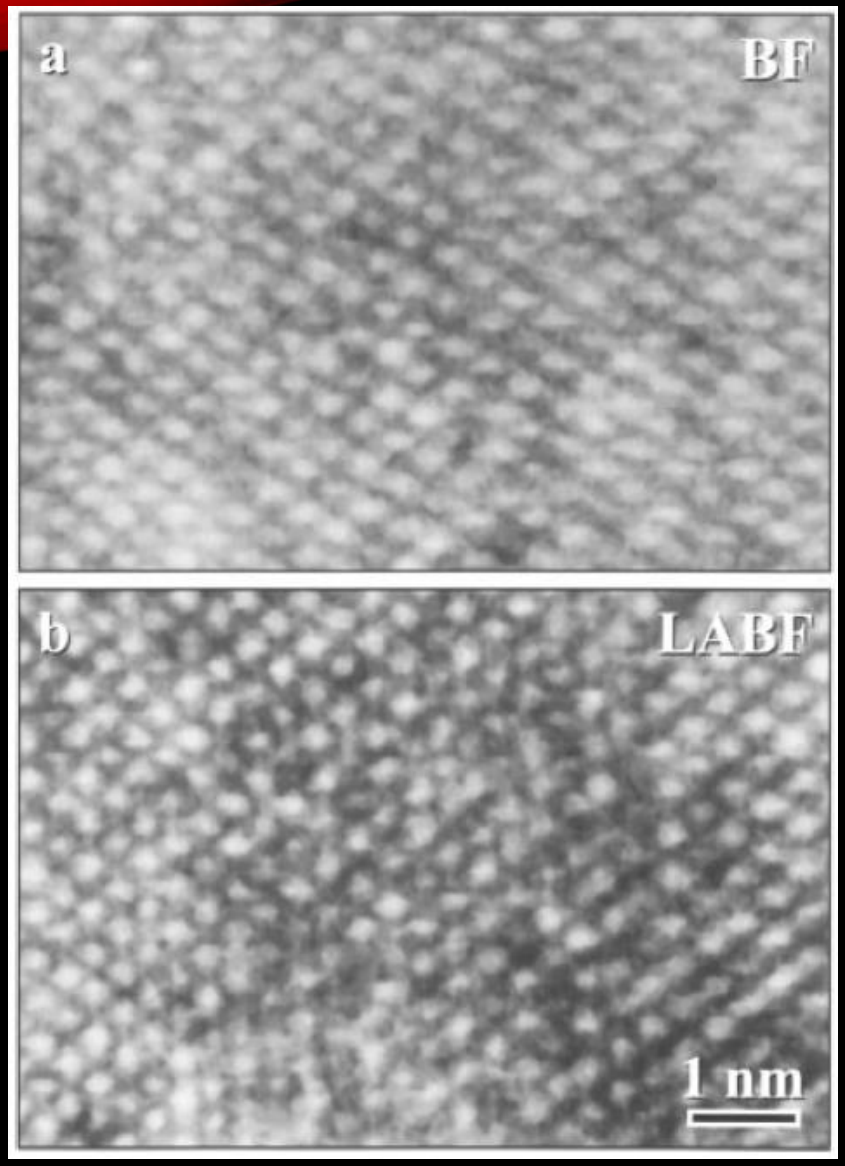
- هر حلقه دارای نیمه زاویه مشابه است که توسط اندازه روزنه شییء تعیین می شود ،آنگاه دیسک های تفرق همپوشانی می کنند.



- همپوشانی دیسک های تفرق در الگوی تفرق الکترونی یک باریکه همگرا
- (a) نمای افقی
- (b) نمای عمودی

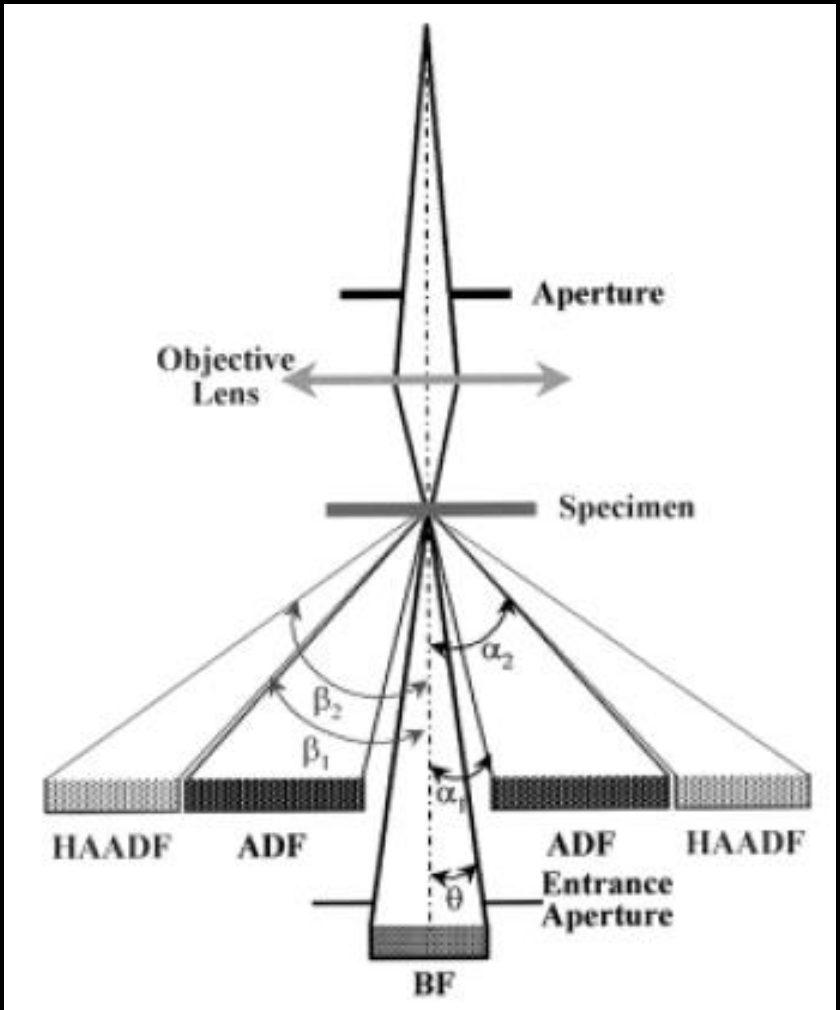


- تصاویر (a) BF *STEM*
- (b) BF *STEM* با زاویه زیاد ازنانوذرات *Pt* قرار گرفته روی کریستالیتهای گاما آلومینا



- تصاویر با قدرت تفکیک اتمی (a) *BF STEM*
- (b) *BF STEM* با زاویه زیاد از ناحیه از کریستال *GaAs* که در راستای محور منطقه [۱۱۰] جهت گیری کرده است.

شکل هندسی آشکارسازهای BF، ADF و HAADF



نشر الکترونهای ثانویه

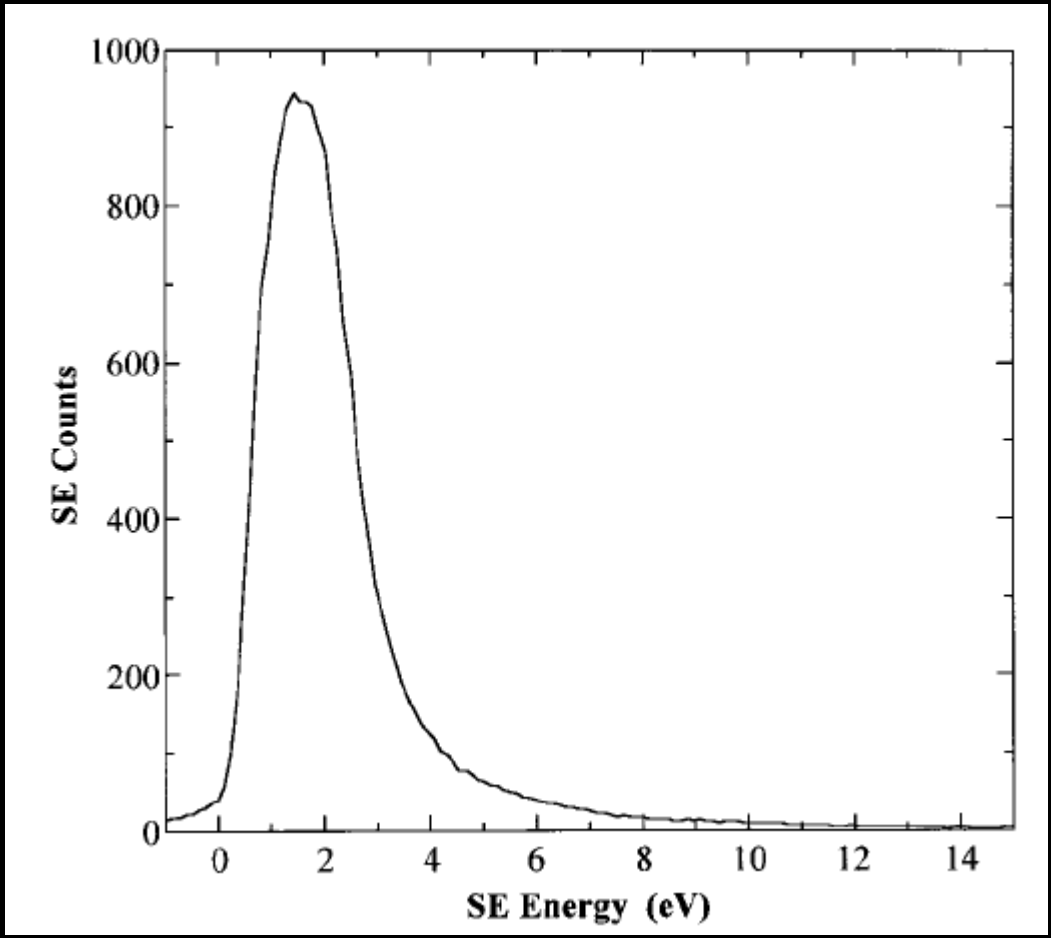
- نشر الکترونهای ثانویه از یک نمونه جامد را می توان به یک فرایند سه مرحله ای توصیف کرد: تولید، انتقال و نشر.
- فرایند نفوذ الکترون های ثانویه داخلی را فرایند آبشاری انتقال *SE* نیز می گویند.
- فرایند نشر به خواص سطحی نمونه مانند تابع کار، جاذب های سطحی، رسوب لایه های نازک، آلودگی نمونه، سختی سطح و غیره حساس است.

آشکارسازی الکترونهای ثانویه

- در یک دستگاه *STEM*، نمونه معمولا داخل قطبک های یک لنز شیيء بشدت تهییج شده قرار داده می شود. الکترونهای ثانویه ساطع شده ابتدا یک میدان مغناطیسی قوی را قبل از جمع آوری توسط آشکارساز SE تجربه می کنند.

- وقتی *SE*ها به سمت بالا یا پایین محور نوری میکروسکوپ حرکت می کنند، زوایای نشر آنها متراکم می شود. بعد از اینکه بصورت مارپیچی از لنزهای شیيء خارج شدند، *SE*ها از طریق یک میدان الکتریکی معکوس توسط آشکارساز *SE* جمع می شوند.

طیف SE با قدرت تفکیک بالا بدست آمده از یک کریستال مکعبی MGO



قدرت تفکیک و کنتراست تصاویر SE

- دو نوع الکترون ثانویه وجود دارند که از سطح نمونه ساطع می شوند. الکترونهای ثانویه ای که بطور مستقیم توسط باریکه برخوردی تولید می شوند به SE1 گفته می شوند و آنهایی که توسط الکترونهای بازگشتی تولید و SE2 نامیده می شوند.

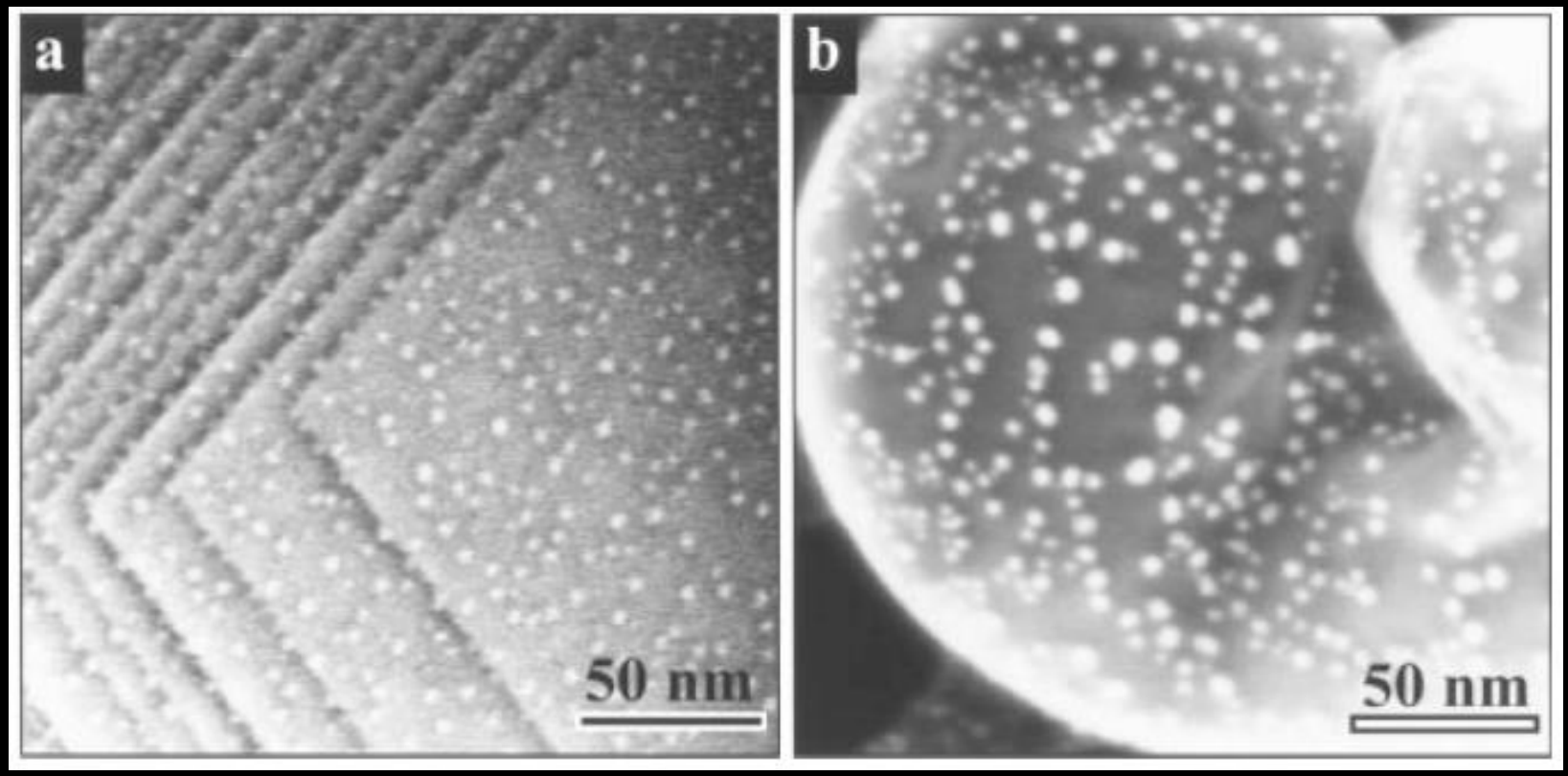
- هم قدرت تفکیک و هم کنتراست تصاویر SE به دانسیته جریان موضعی الکترونهای ثانویه ساطع شده بستگی دارد. با یک باریکه بسیار کوچک، توزیع سه بعدی SE1 و SE2 کنتراست و قدرت تفکیک تصویر تعیین می شود.

کنتراست تصویر ذرات کوچک

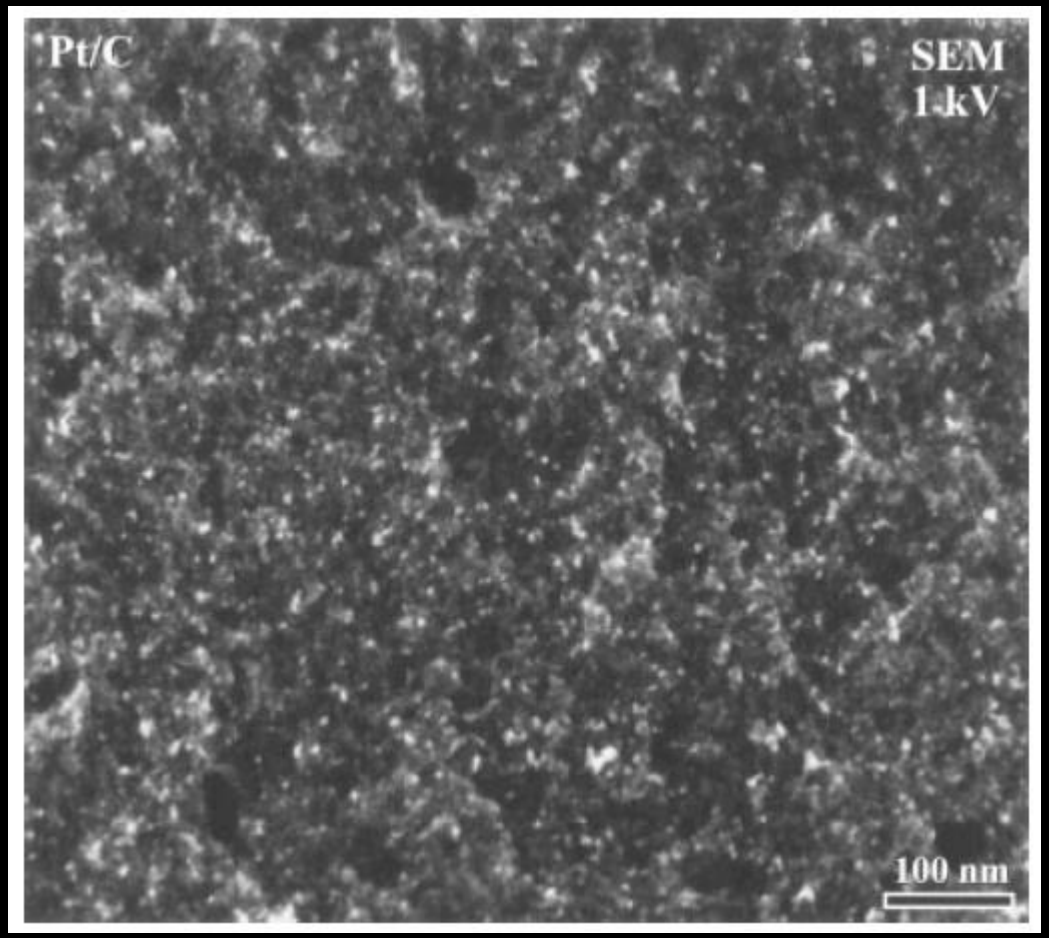
- به دلیل اثر انعکاس داخلی مربوط به الکترونهای ثانویه کم انرژی، فقط حدود ۱۰٪ از الکترونهای ثانویه داخلی که انرژی بیشتری از موانع سطحی دارند، می توانند از یک سطح صاف فرار کنند.

- ذرات کوچک اغلب با کنتراست روشن دیده می شوند.

تصاویر SE با قدرت تفکیک بالا از نانوذرات نقره که برروی سطوح تمیز (A) MGO و (B) گاما آلومینا رسوب داده شده اند.



تصویر SE ولتاژ پایین با قدرت تفکیک بالا از نانوذرات PT که در لایه کربنی فعال پراکنده شده اند.



نتیجه گیری

- مورفولوژی سطح نمونه را می توان در مقیاس نانومتری از طریق جمع آوری الکترونهای ثانویه مورد بررسی قرار داد.

- الگوهای نانوتفرق که با قرار دادن نانوباریکه در مکان مورد نظر بدست می آید، می تواند اطلاعات کریستالوگرافی را درمورد نانوذرات و زمینه نگهدارنده آنها حاصل کند.

نتیجه گیری

- *XEDS* و *EELS* می توانند برای حصول اطلاعات تکمیلی درباره ترکیب، ساختار الکترونی و حالت اکسیداسیون نانوذرات و همچنین زمینه نگهدارده آنها استفاده شوند.

- ترکیب این تکنیک های تصویربرداری، تفرق و آنالیزی در یک میکروسکوپ باعث شده است که *STEM* قویترین ابزار برای شناسایی نانوذرات باشد