

WSPÓŁCZESNA TRANSMISYJNA
MIKROSKOPIA ELEKTRONOWA
PODSTAWY I MOŻLIWOŚCI TECHNIK S/TEM
DOSTĘPNYCH W LABORATORIUM WYDZIAŁU CHEMII UMCS

DR INŻ. SEBASTIAN ARABASZ

LABSOFT[®]

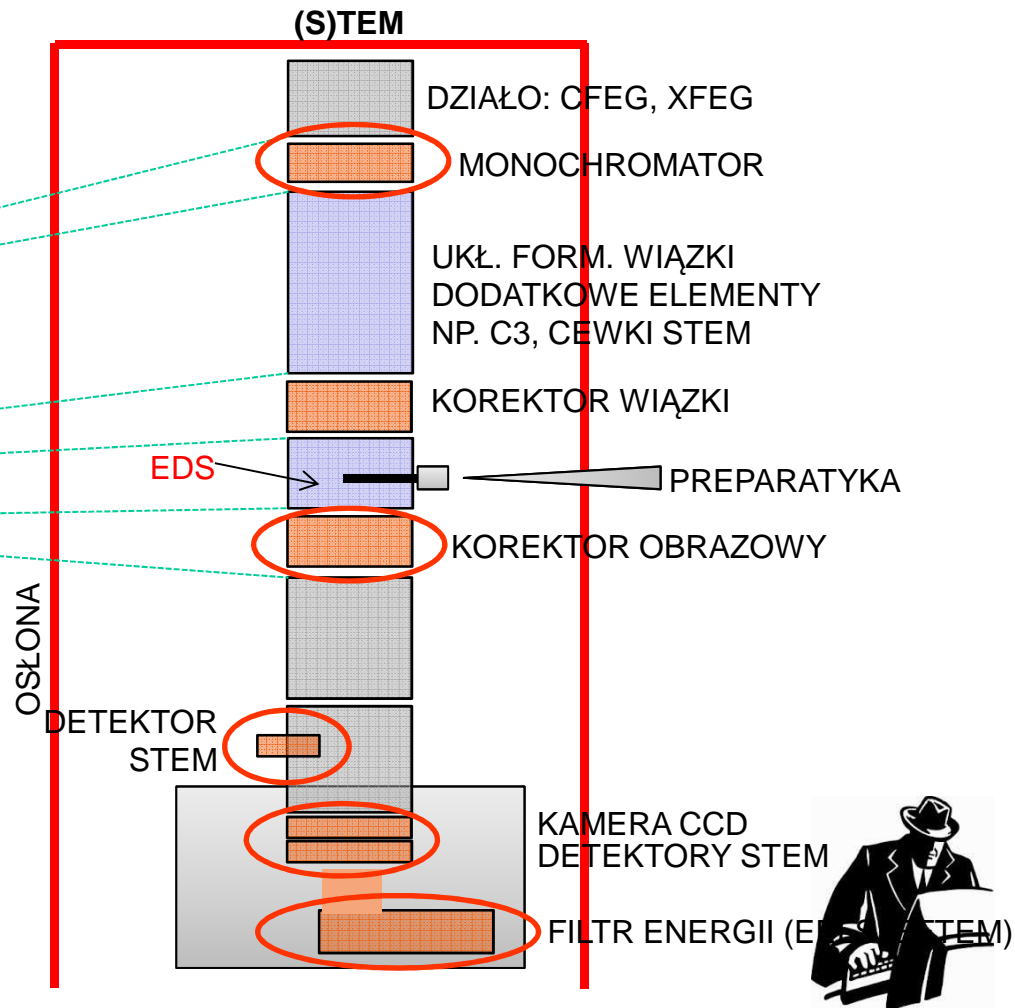
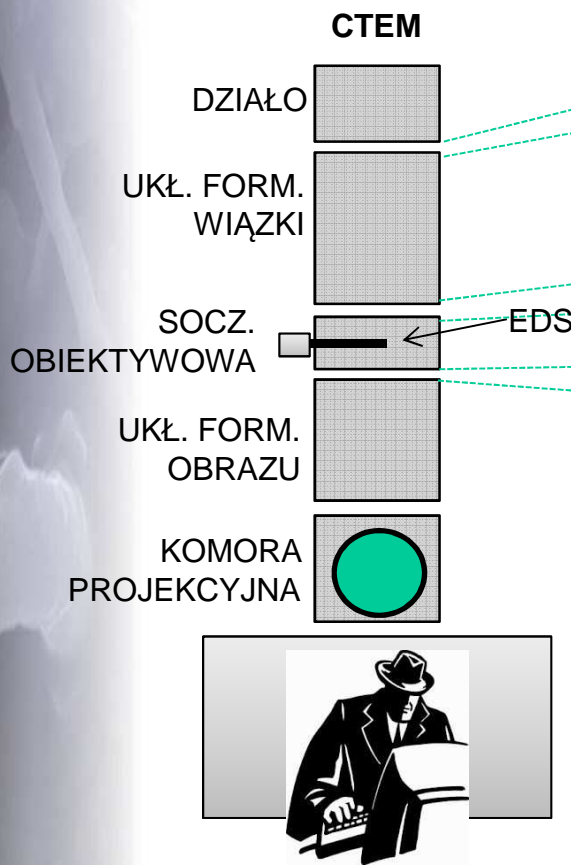
ul. Wantule 12,
02 – 828 Warszawa
tel/fax: (22) 853 27 93

LABSOFT[®]

rozwiązania dla nanotechnologii

www.labsoft.pl

TRENDY



LABSOFT®

rozwiązania dla nanotechnologii

www.labsoft.pl

UMCS LUBLIN

Tecnai G2 20 XTWIN

Titan³ G2 60-300



Quanta 3D FEG



LABSOFT[®]

rozwiązania dla nanotechnologii

www.labsoft.pl

MOŻLIWOŚCI, TECHNIKI

I. TRYB CTEM:

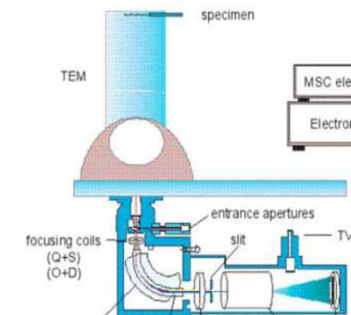
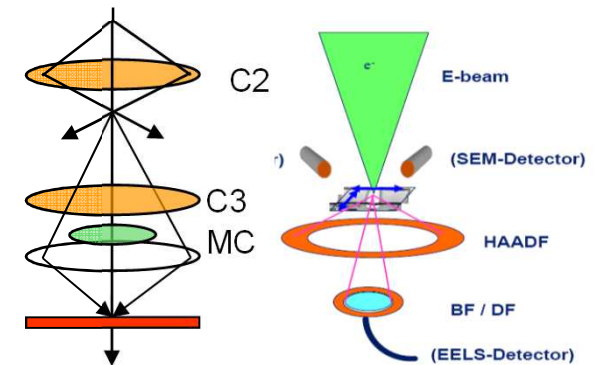
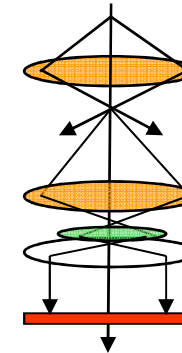
- obrazowanie BF/DF/**HRTEM**: 150 – 1200000x
- korektor C_s → rozdzielczość: < 0,10 nm
- dyfrakcja SAD: obsz. > 200 nm
- mikrodyfrakcja
- spektr. EDS i EELS: obszary > 2-5 nm
- **mikrosk. Lorentza**: histereza, mod Fresnela i Foucaulta; 150 – 55000x, rozd. ~1 nm,
- tomografia: -70° - $+70^\circ$
- rejestracja obrazów: CCD 2 x 2 MPx

II. TRYB STEM:

- wiązka: < 0,1 nm
- obrazowanie BF/DF/**HAADF** (kontrast Z): 150 x – 15 mln x; rozdzielczość: < 0,14 nm
- dyfrakcja CBED
- *spektroskopia EDS i EELS: mapy, profile*
- tomografia

III. TRYB EFTEM:

- obrazowanie TEM i STEM: elektronami elastycznymi i z kontrastem chemicznym
- dyfrakcja SAD i CBED

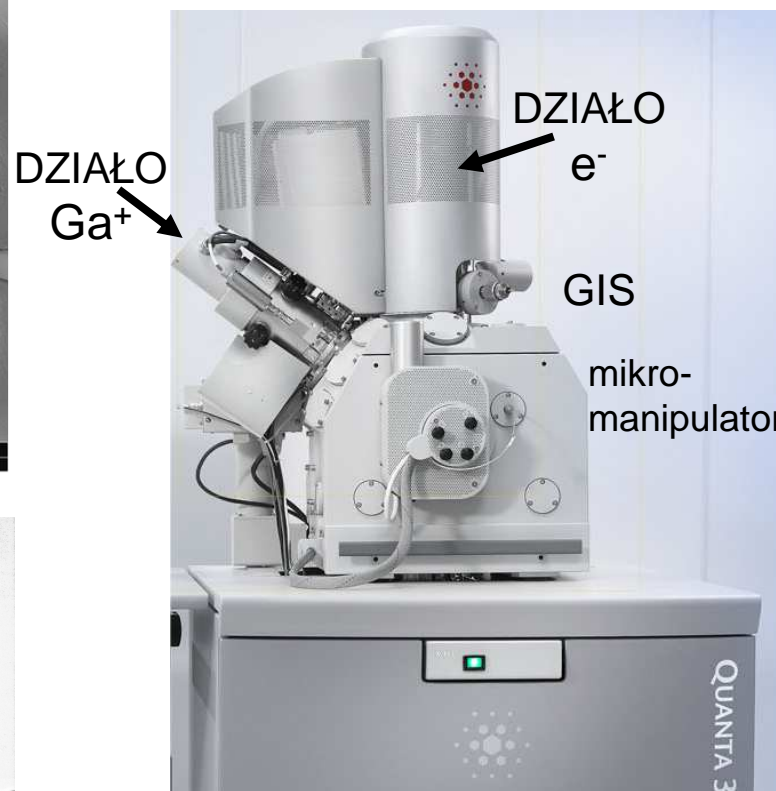
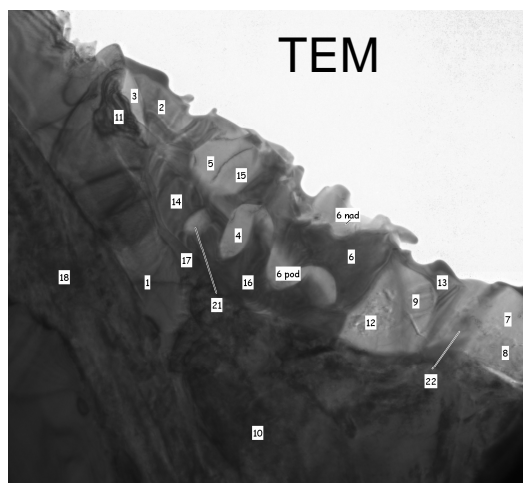
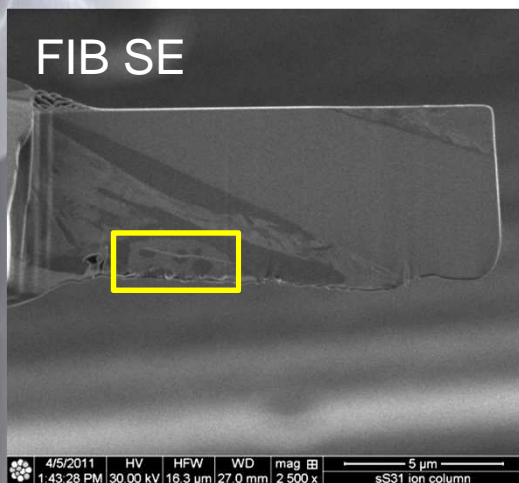
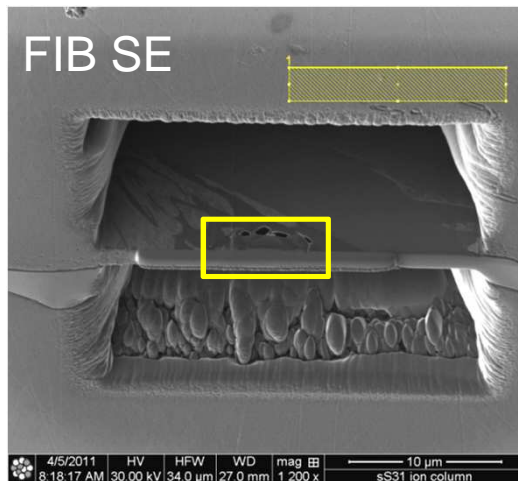
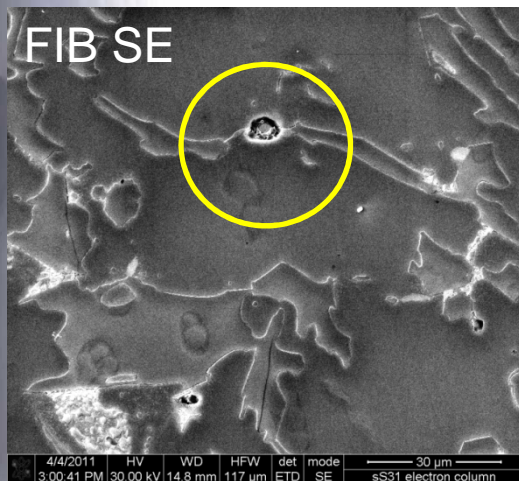


LABSOFT®

rozwiązania dla nanotechnologii

www.labsoft.pl

PREPARATYKA FIB



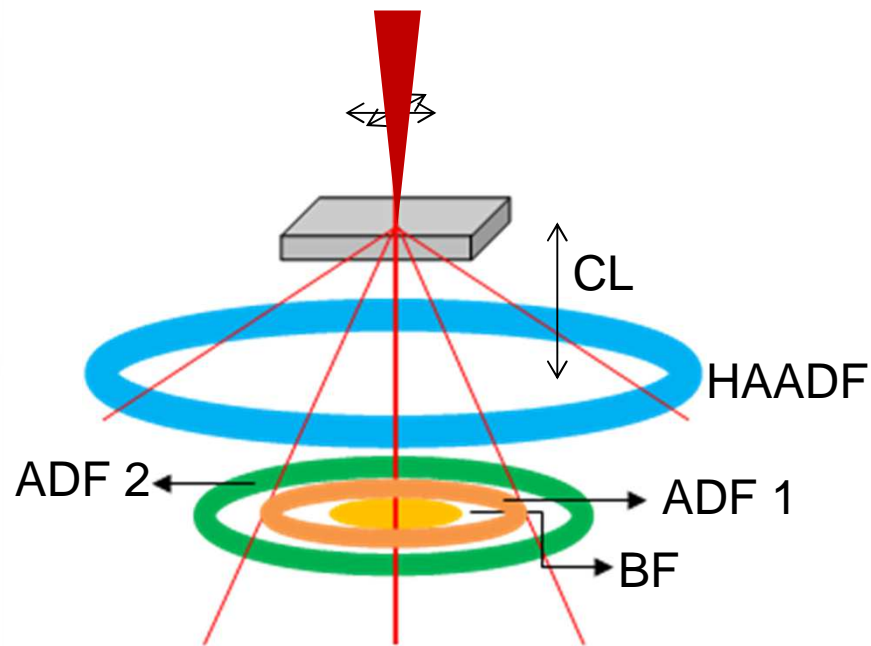
- kontrola pocieniania
- próbki celowane
- przekroje
- próbki o niejedn. wsp. rozpylania
- próbki „magnetyczne”

LABSOFT®

rozwiązania dla nanotechnologii

www.labsoft.pl

TRYB STEM



Detektory STEM:

- HAADF (High Angle Annular DF):
~ Z^2 @ małych CL ($Z^2 \cdot t$)
- ADF (Annular DF):
kontrast dyfrakcyjny
- BF: masa-grubość, kontrast dyfrakcyjny

- Akwizycja obrazu na detektorze
- Projektor nie bierze udziału w formowaniu obrazu
- Detektory → obrazowanie
- Jednoczesna akwizycja obrazów + EELS + EDS + CCD
- Wiązka o małych rozmiarach → EDS, EELS
- Lokowanie wiązki z wykorzystaniem obrazu → EDS, EELS
- Skanowanie w zadanym kierunku/obszarze → EDS, EELS

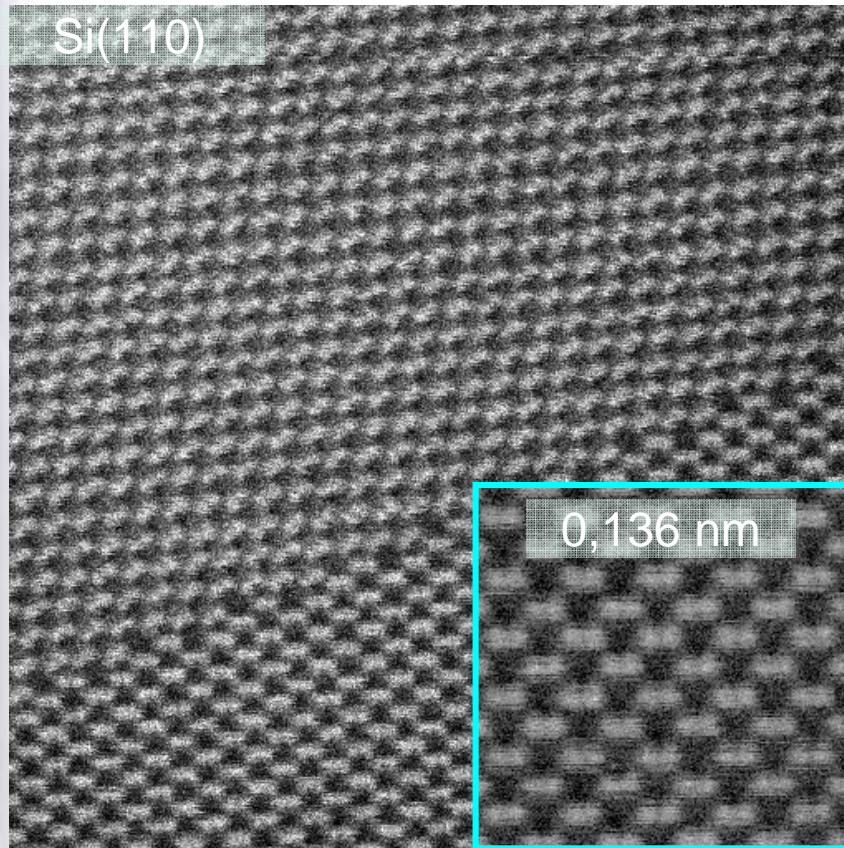
LABSOFT[®]

rozwiązania dla nanotechnologii

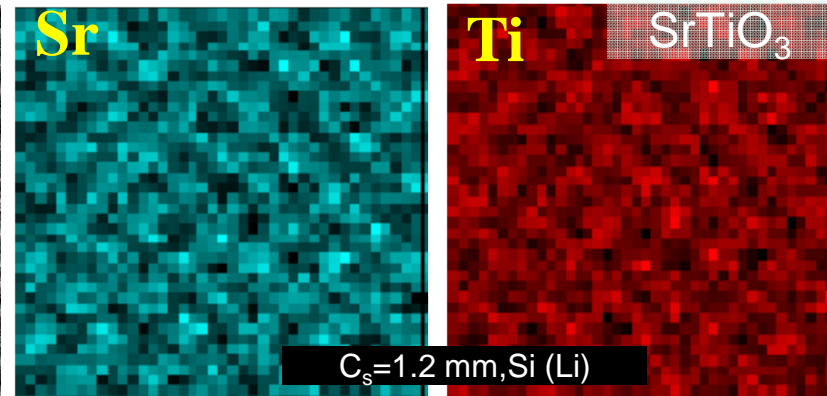
www.labsoft.pl

HRSTEM

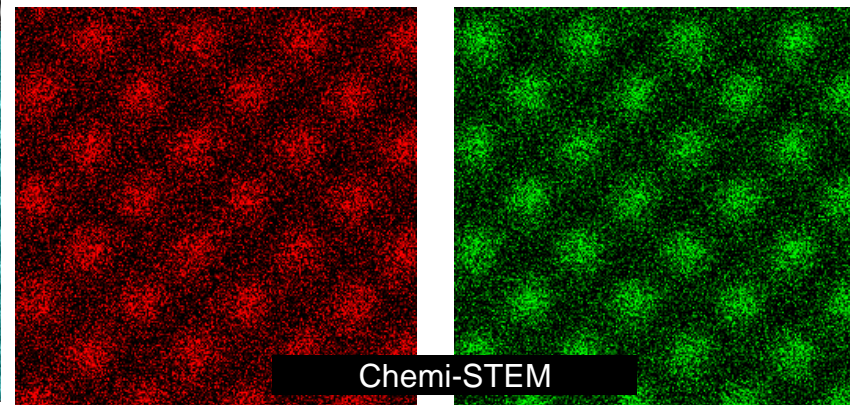
HAADF



EDS



PRB 81 (2010) A.J. D'Alfonso, B. Freitag, D. Klenov, and L.J. Allen



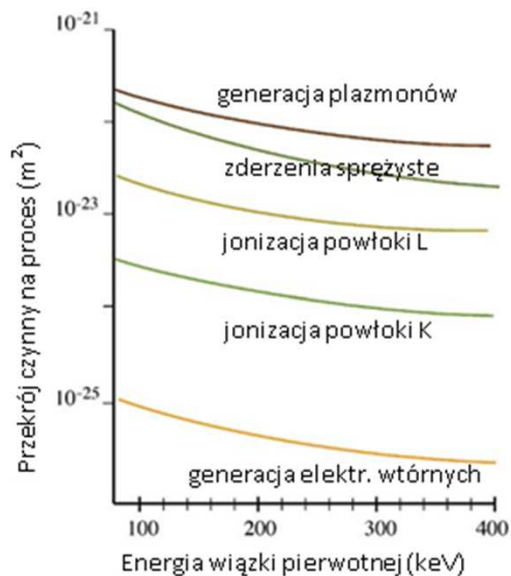
- Rozdzielczość STEM ograniczona wielkością wiązki (probe)
- Sygnał/szum obrazów STEM ograniczony jasnością wiązki
- EDS/EELS ograniczone wielkością i jasnością wiązki

LABSOFT[®]

rozwiązania dla nanotechnologii

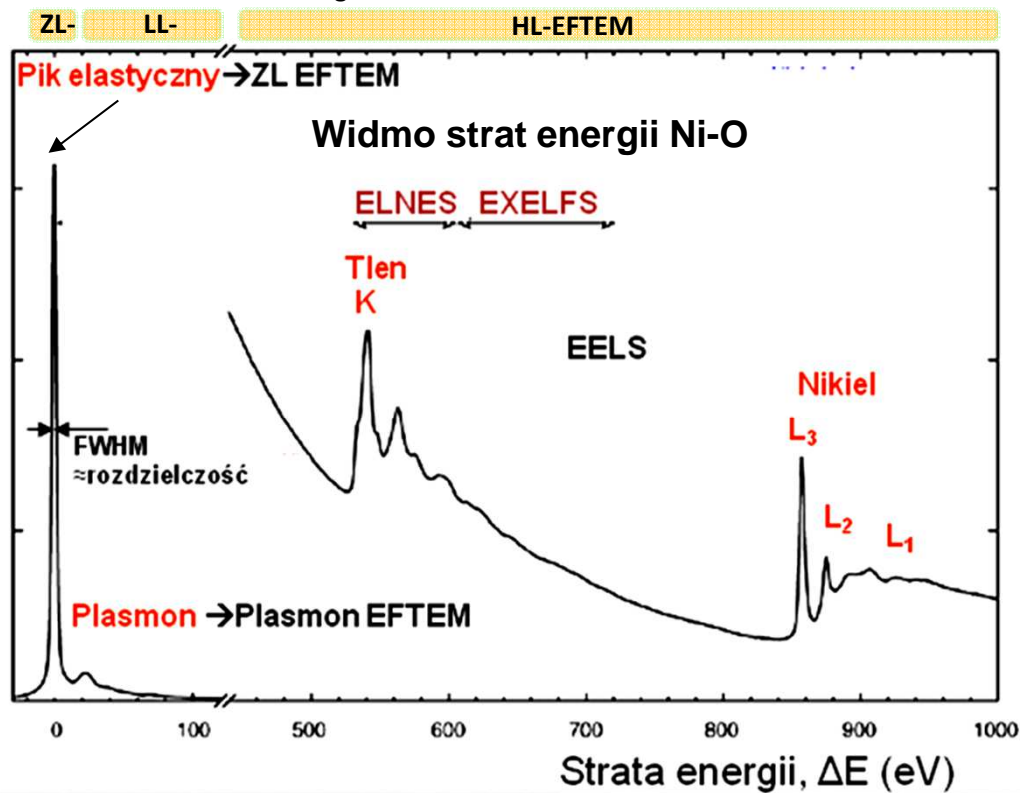
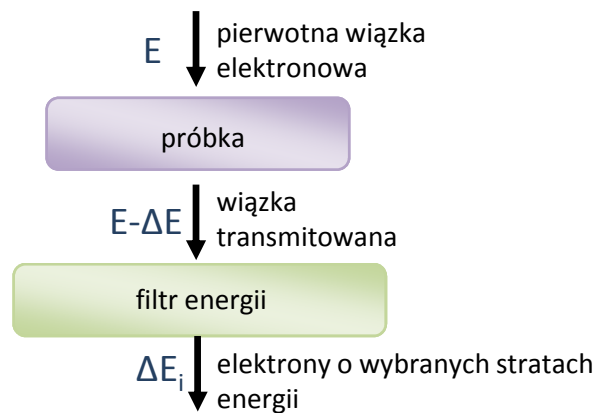
www.labsoft.pl

FILTROWANIE ENERGII: EELS I EFTEM



SPEKTROSKOPIA EELS
(Electron Energy Loss
Spectroscopy)

OBRAZOWANIE EFTEM
(Energy Filtered TEM)

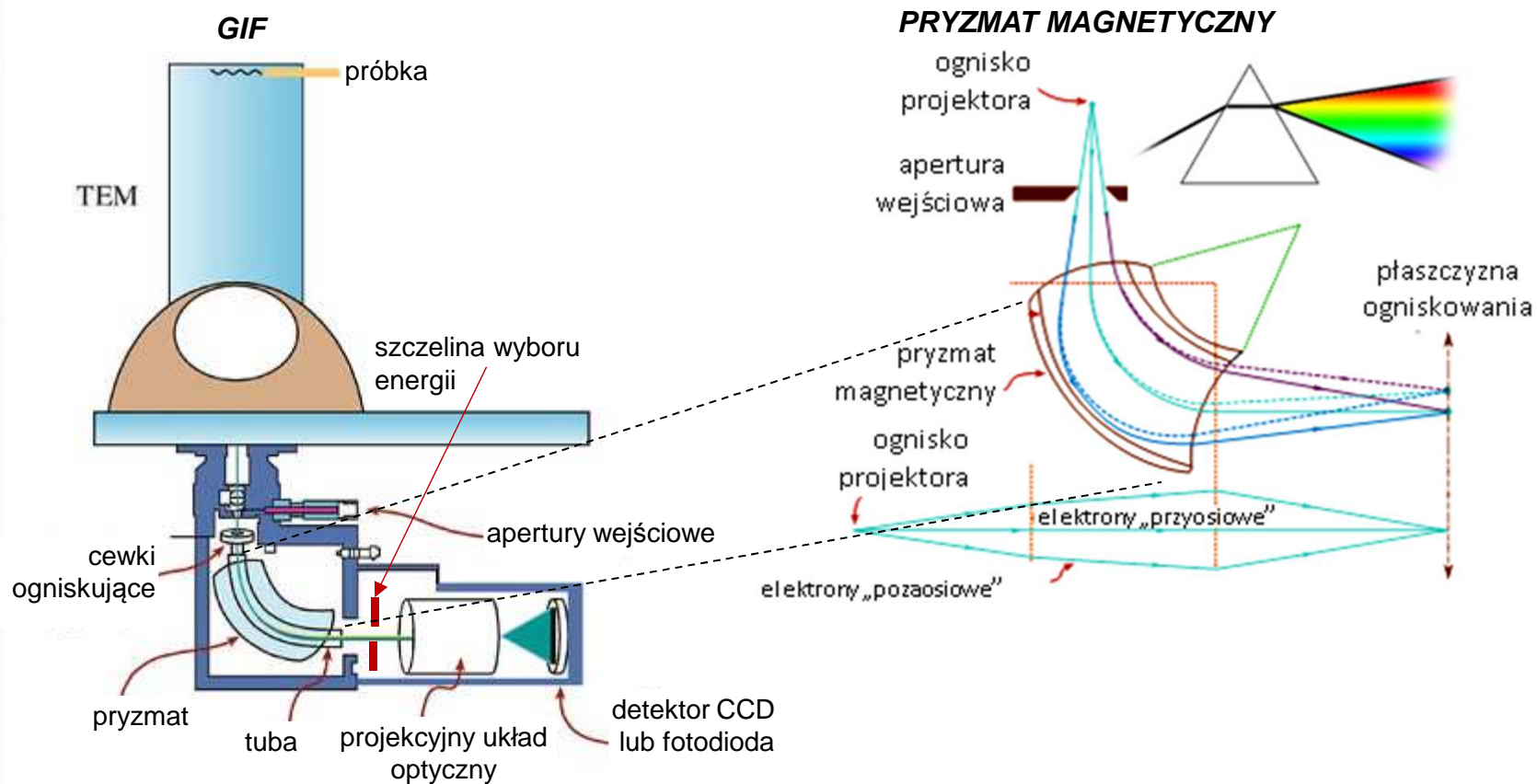


LABSOFT®

rozwiązania dla nanotechnologii

www.labsoft.pl

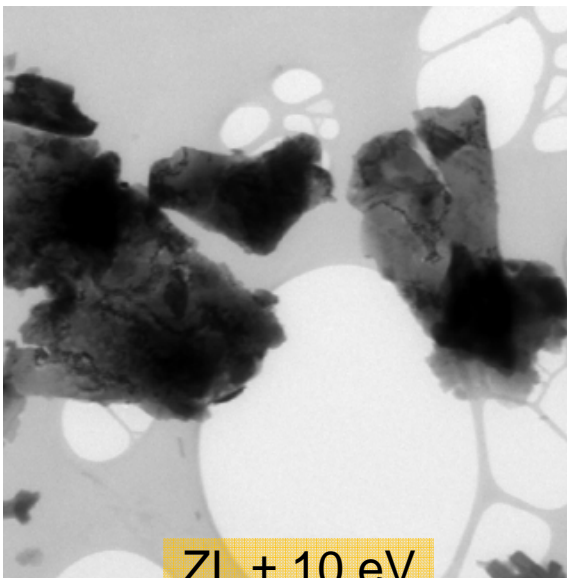
FILTROWANIE ENERGII: GIF



ZL EFTEM

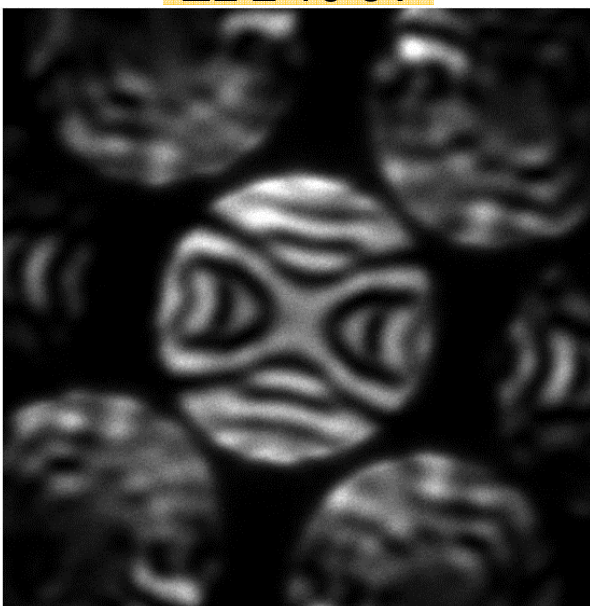
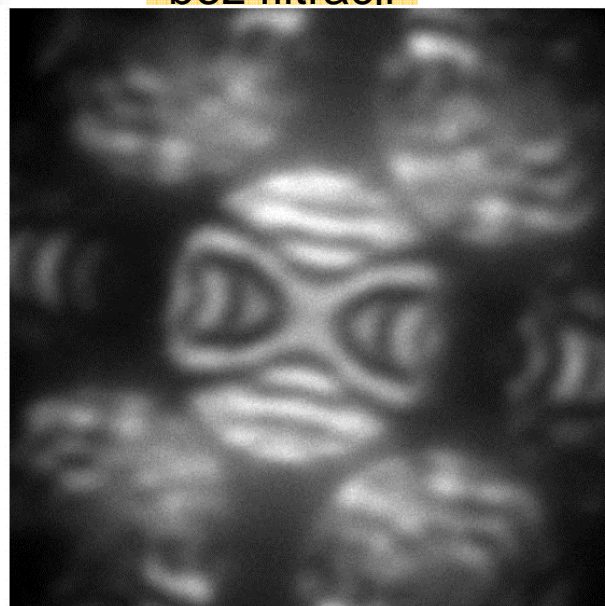


bez filtracji



ZL ± 10 eV

□ POPRAWA KONTRASTU

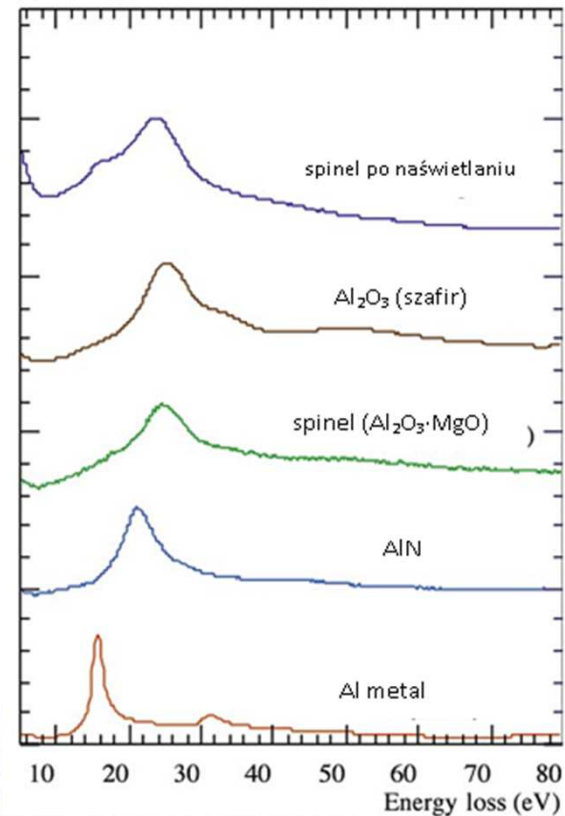
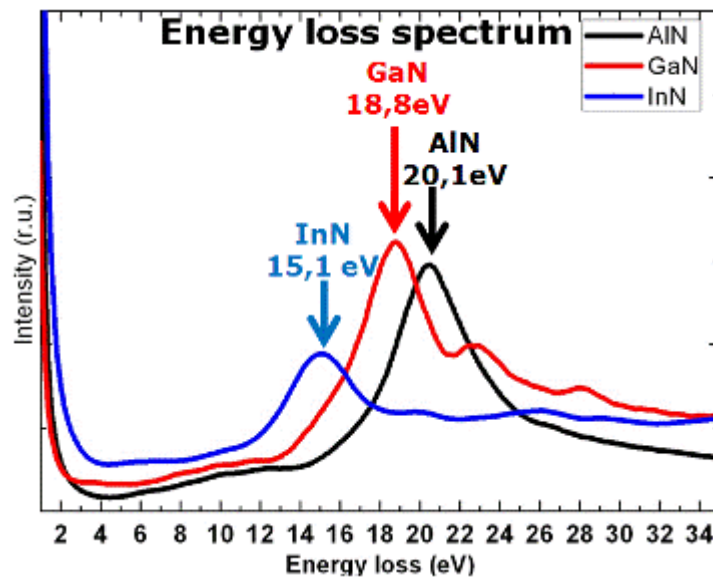
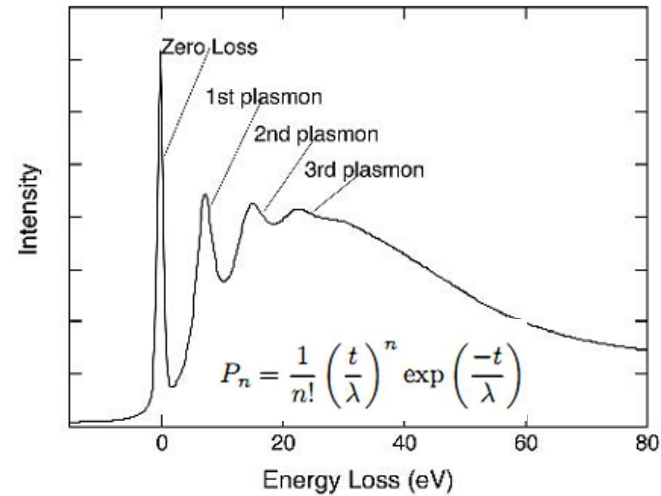
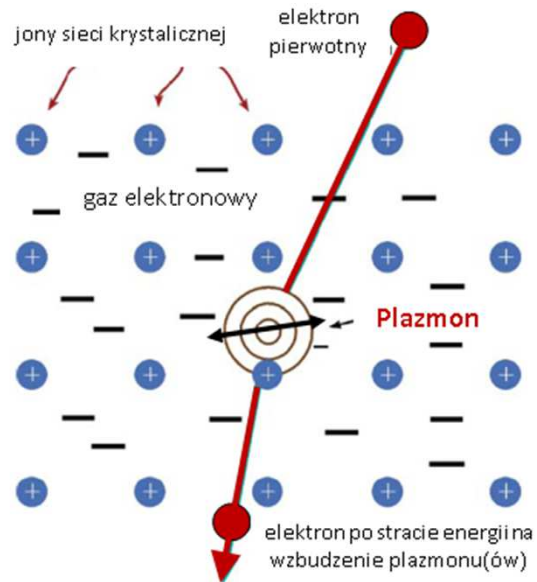


LABSOFT®

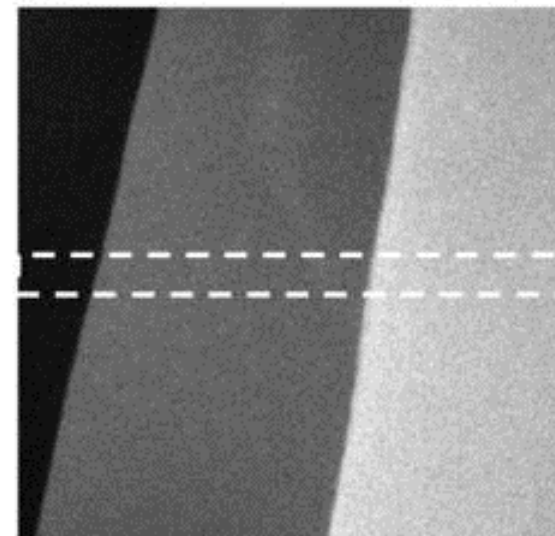
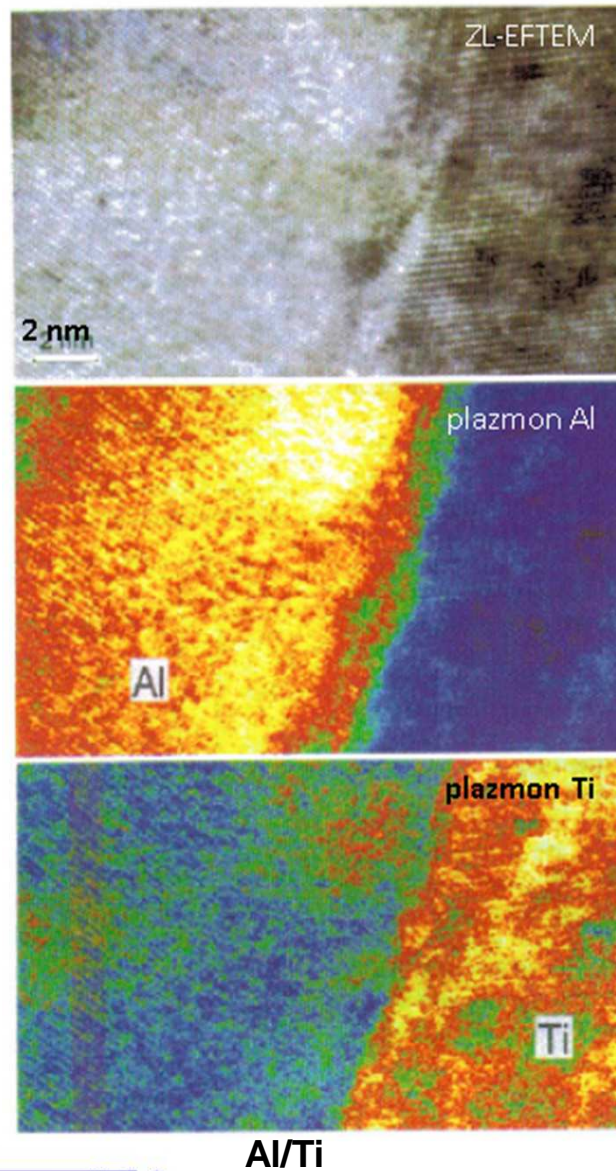
rozwiązania dla nanotechnologii

www.labsoft.pl

EELS – niskie straty (generacja plazmonów)



EFTEM – niskie straty (generacja plazmonów)



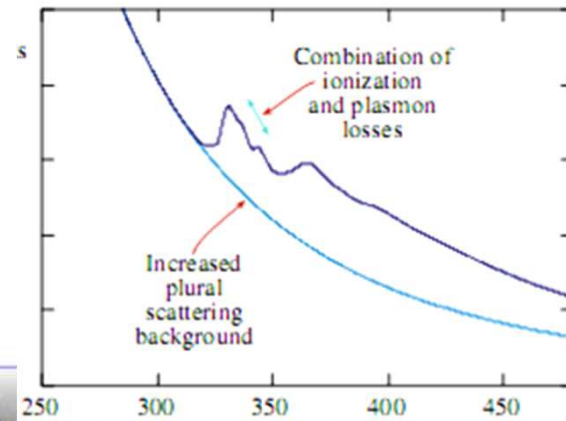
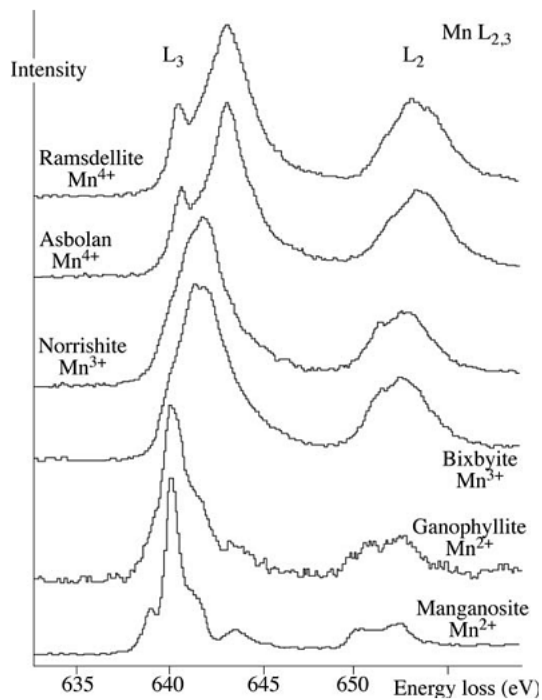
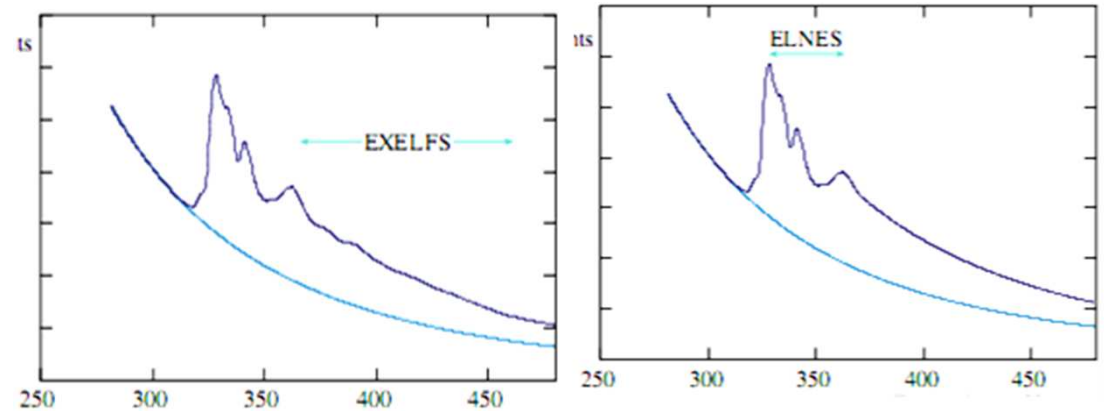
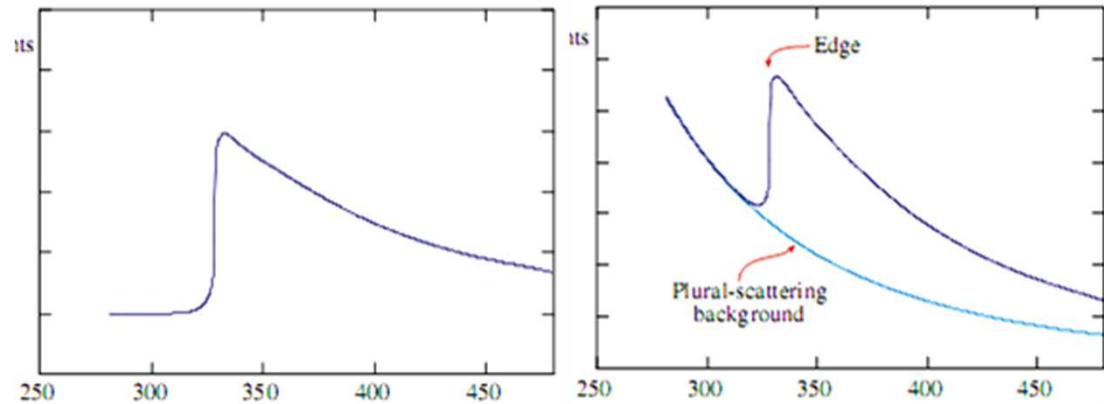
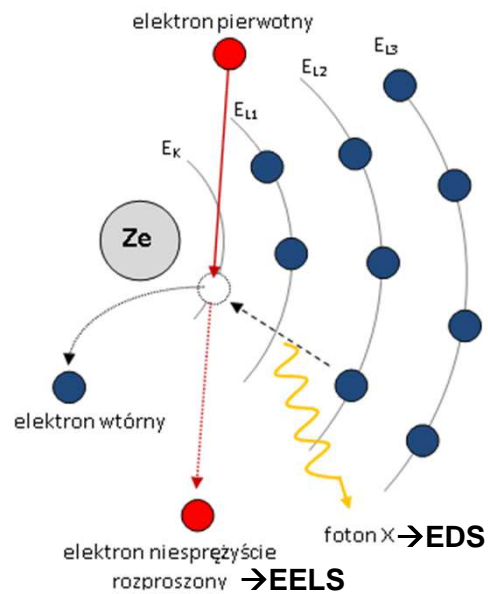
mapa grubości

LABSOFT®

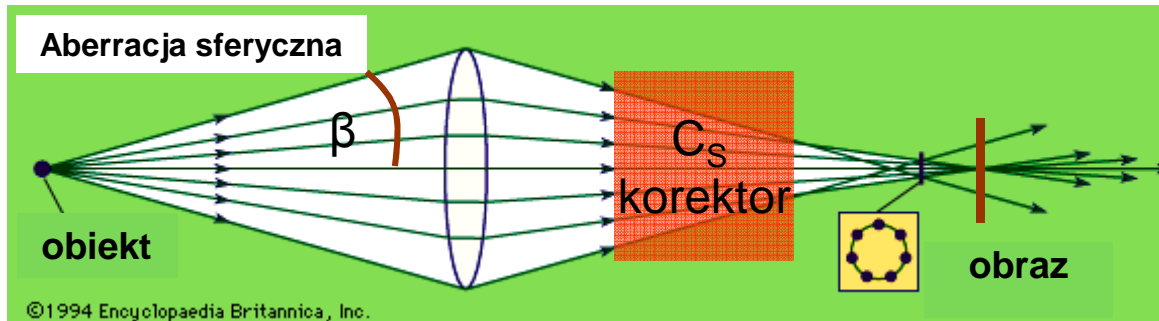
rozwiązania dla nanotechnologii

www.labsoft.pl

EELS – duże straty (krawędzie absorpcji)

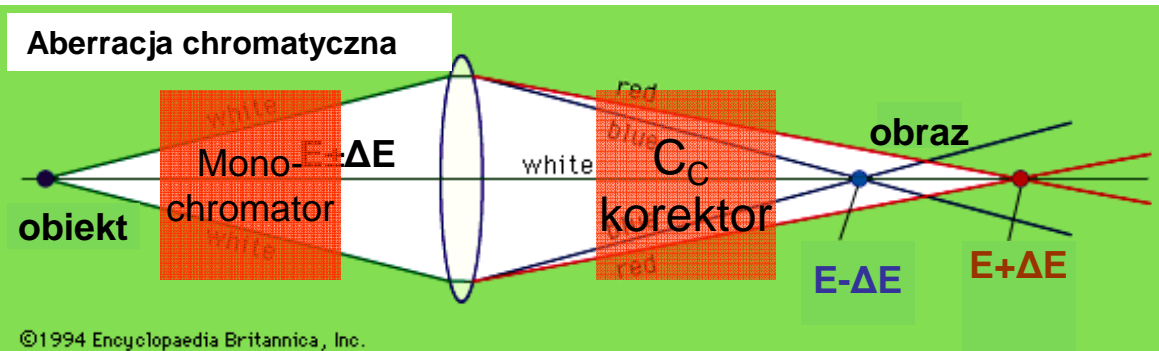


SPRZĘTOWA KOREKCJA ABERRACJI



$$\sim C_s \cdot \beta^3$$

$C_s = 1-3 \text{ mm}$
 $\beta \sim 5-15 \text{ mrad}$



$$\sim C_c \cdot \beta \cdot (\Delta E / E)$$

$$C_c = 1.2-3.5 \text{ mm}$$

ABERRACJE stanowią **główny** czynnik ograniczający rozdzielczość mikroskopu, mają znaczenie zarówno dla CTEM (obiektywu), STEM (kondensora). Aberracja chromat. obiektywu dodatkowo pogarsza kontrast.

Teoria Scherzera → magnetyczne soczewki $C_s > 0$

□ elementy o $C_s < 0$ [soczewki 6,8-biegunowe] do kompensacji $C_s > 0$

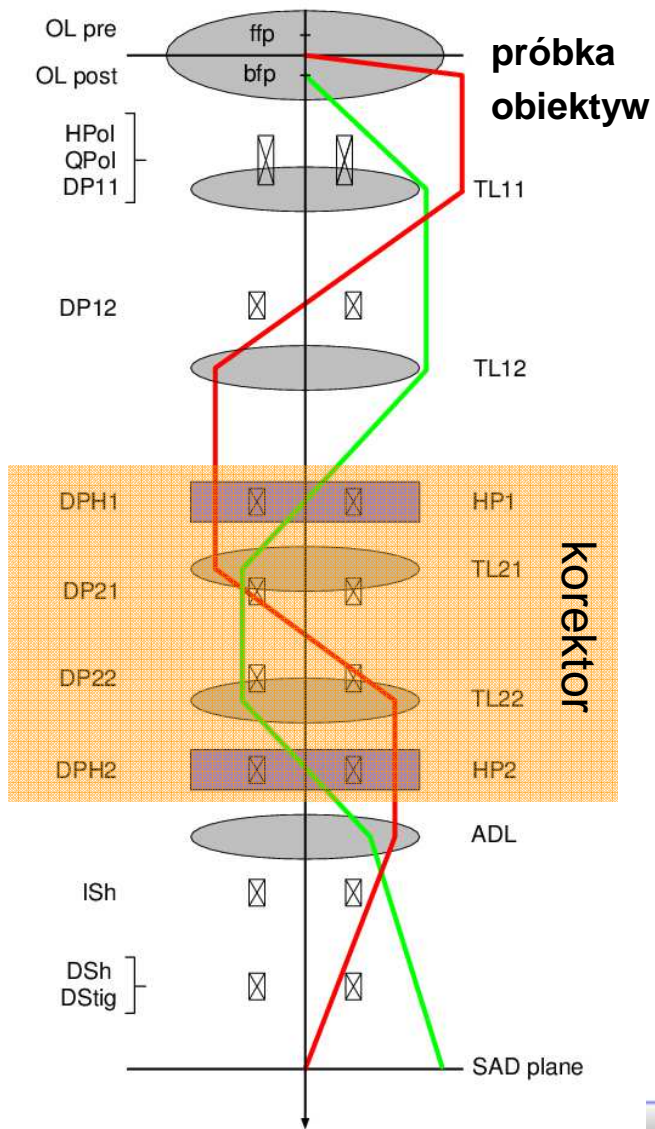
LABSOFT®

rozwiązania dla nanotechnologii

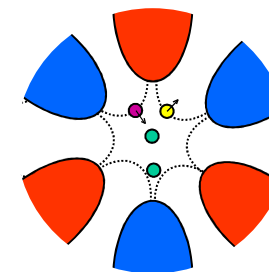
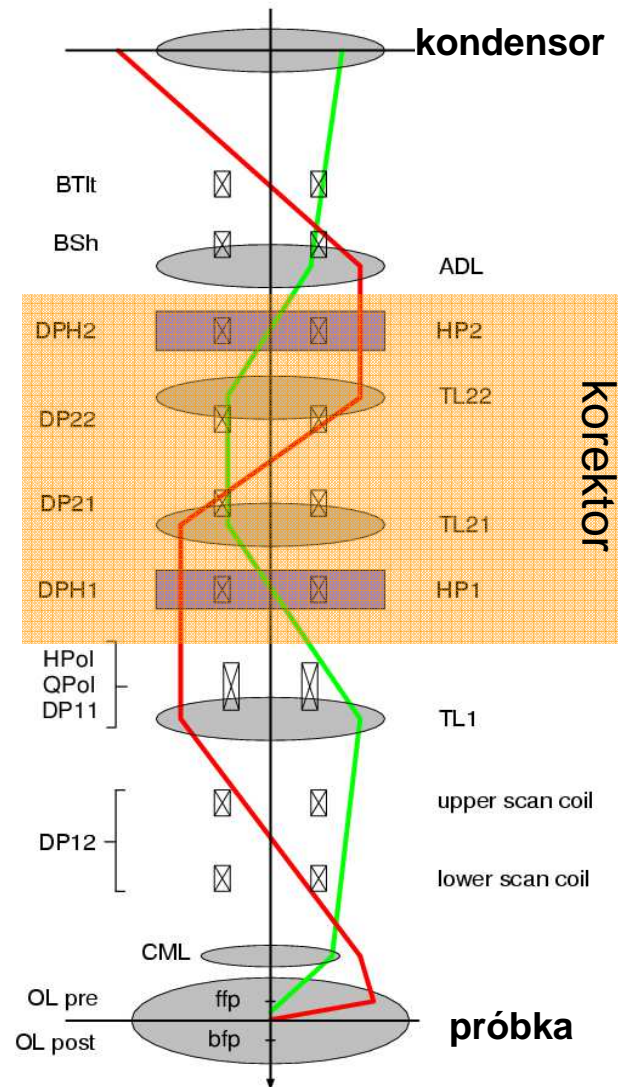
www.labsoft.pl

KOREKTORY C_s

Korektor Cs CTEM



Korektor Cs STEM



HRTEM ZE SKORYGOWANĄ C_s

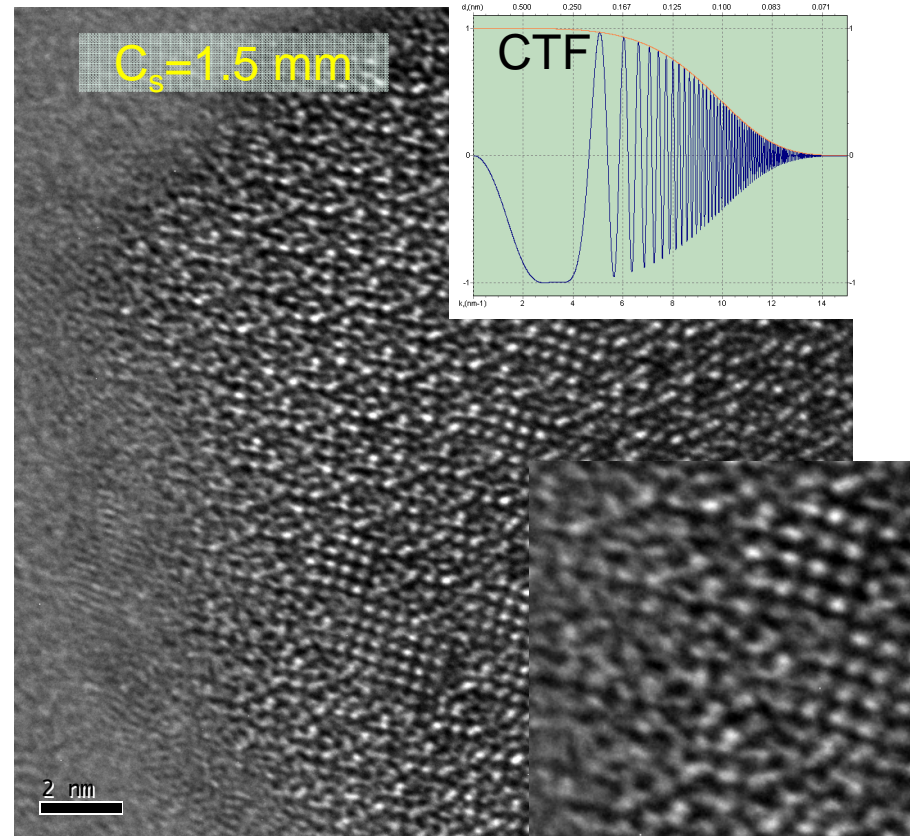
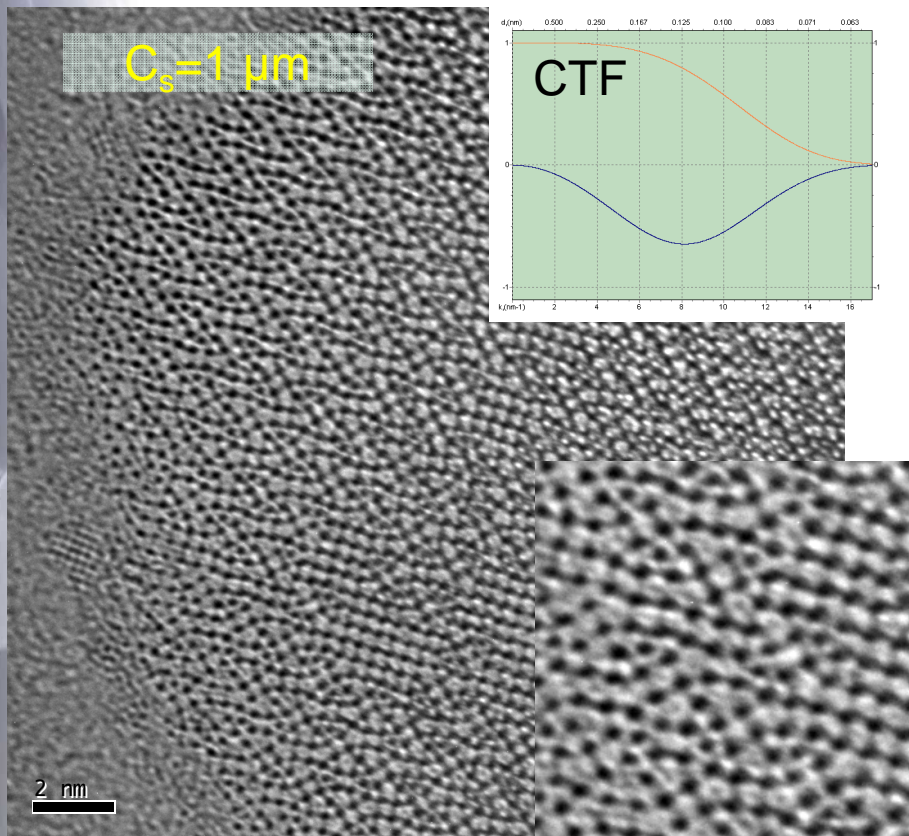


Image : B.Freitag, Titan

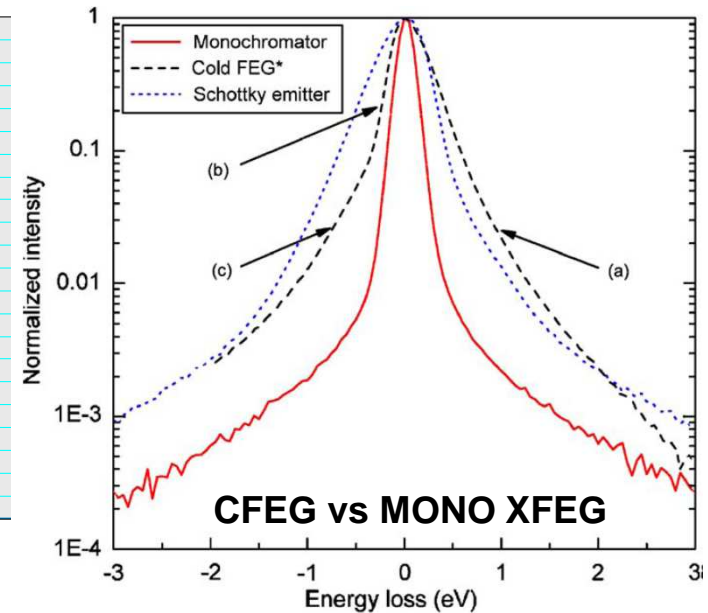
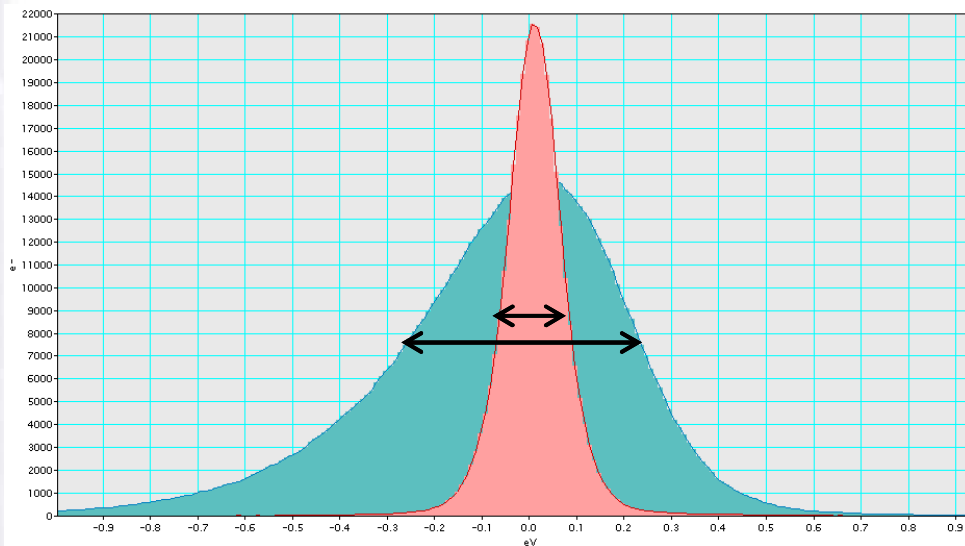
- Korektor przesunęła rozdzielczość punktową do limitu informacyjnego
- Transfer wszystkich częstotliwości przestrzennych z tym samym kontrastem

LABSOFT

rozwiązania dla nanotechnologii

www.labsoft.pl

MONOCHROMATYZACJA WIĄZKI



W	LaB ₆	S-FEG	C-FEG	X-FEG+MONO
3 eV	1.5 eV	0.7-0.8 eV	0.3 eV	<0.2 eV

- ❑ Lepsza rozdzielczość energetyczna wiązki
- ➔ Lepsza rozdzielczość HRTEM (info limit)
- ➔ Badania struktury elektronowej EELS (przerwa energ., przesunięcia chemiczne, funkcja dielektryczna)
- ❑ HRTEM przy niskich napięciach (np. 60 kV)
- ❑ Symetryczny pik elastyczny → EELS
- ❑ $\Delta E_{\text{XFEG+MONO}} < \Delta E_{\text{CFEG}}$!!!

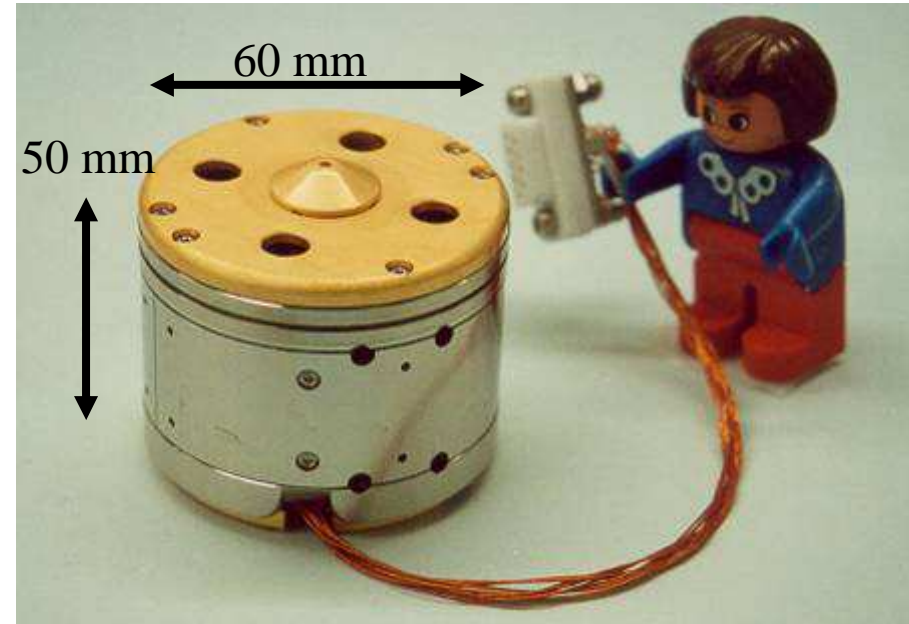
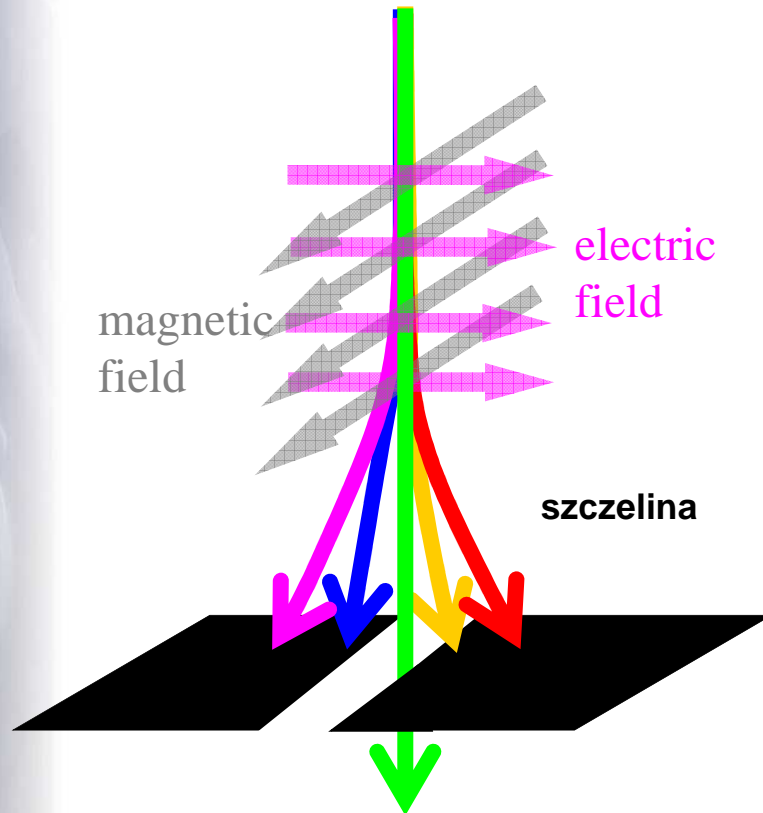
LABSOFT[®]

rozwiązania dla nanotechnologii

www.labsoft.pl

MONOCHROMATYZACJA WIĄZKI

Filtr Wienera

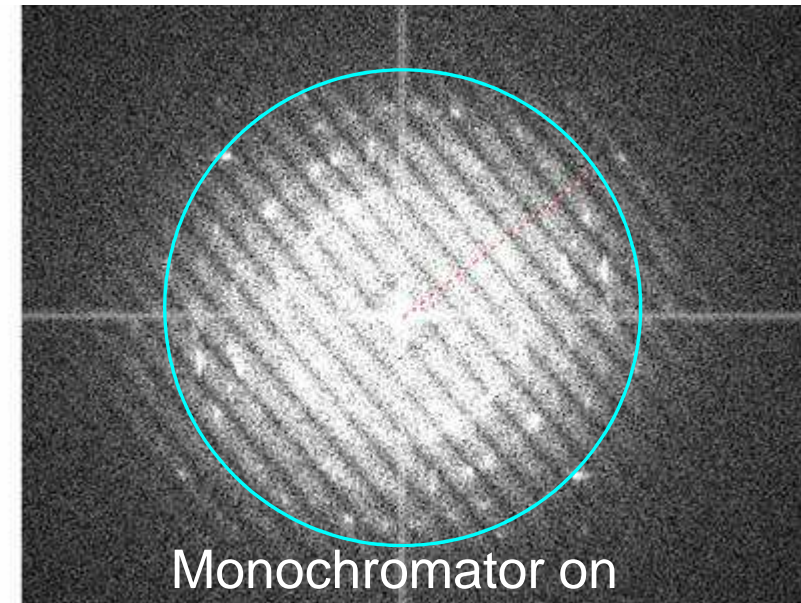
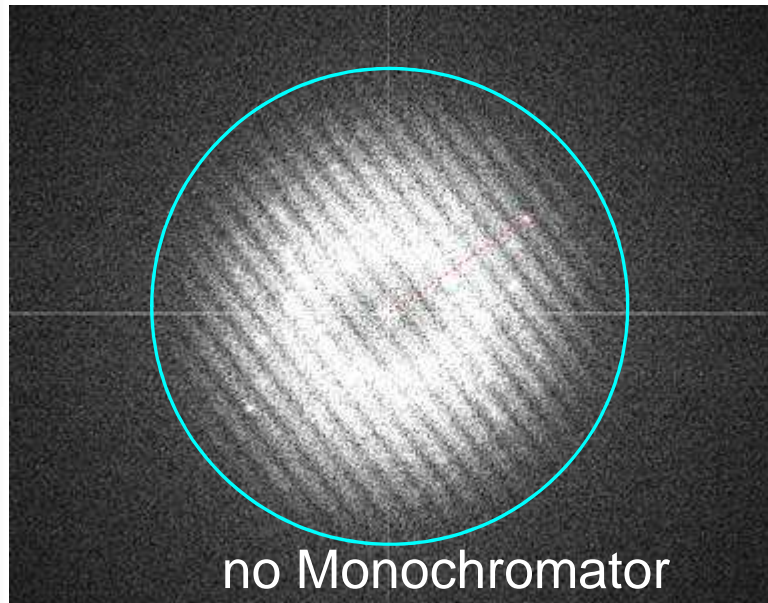


LABSOFT®

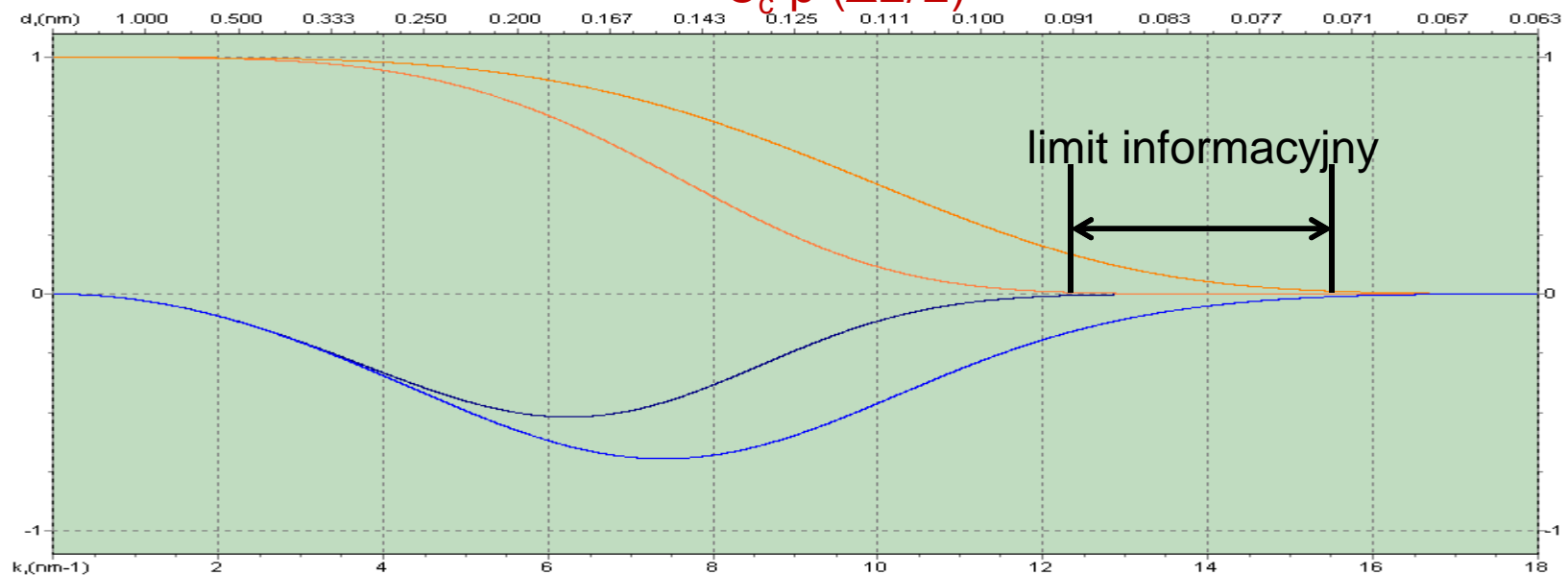
rozwiązania dla nanotechnologii

www.labsoft.pl

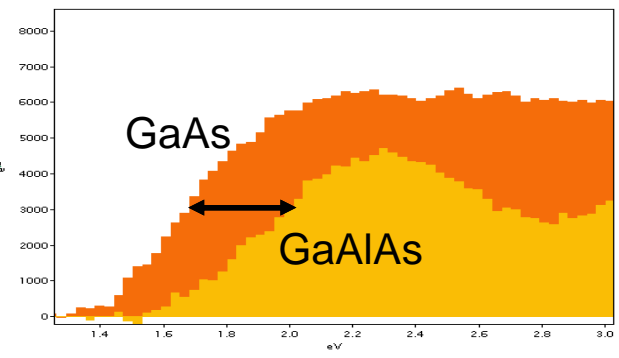
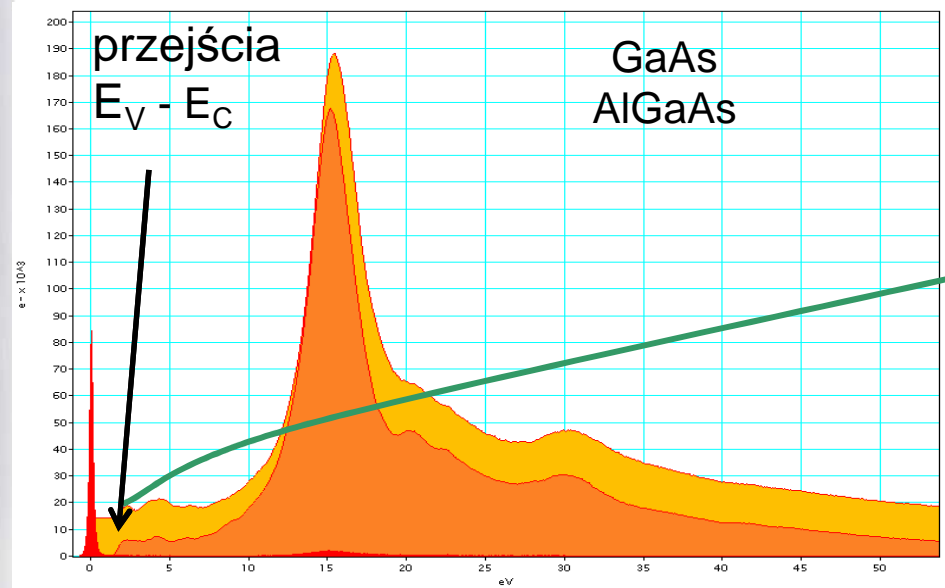
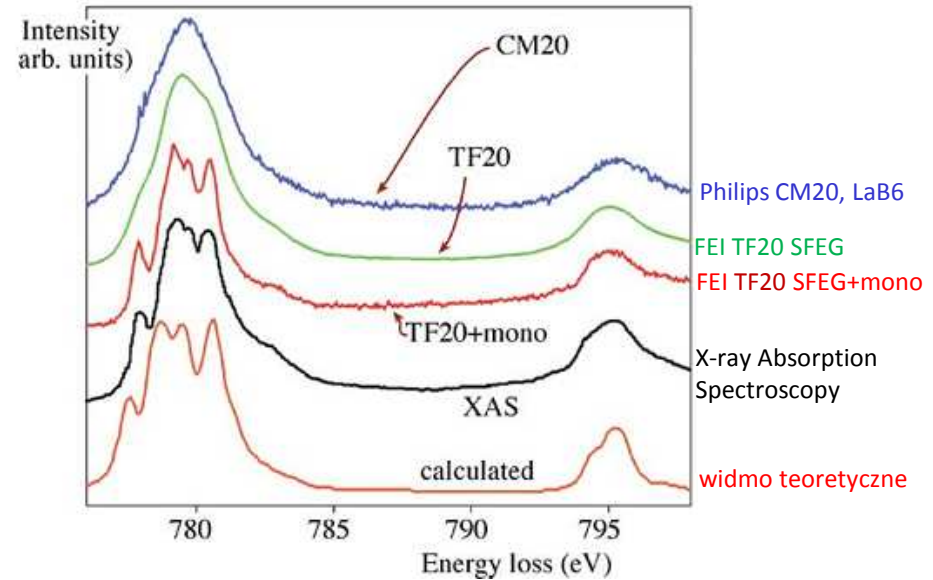
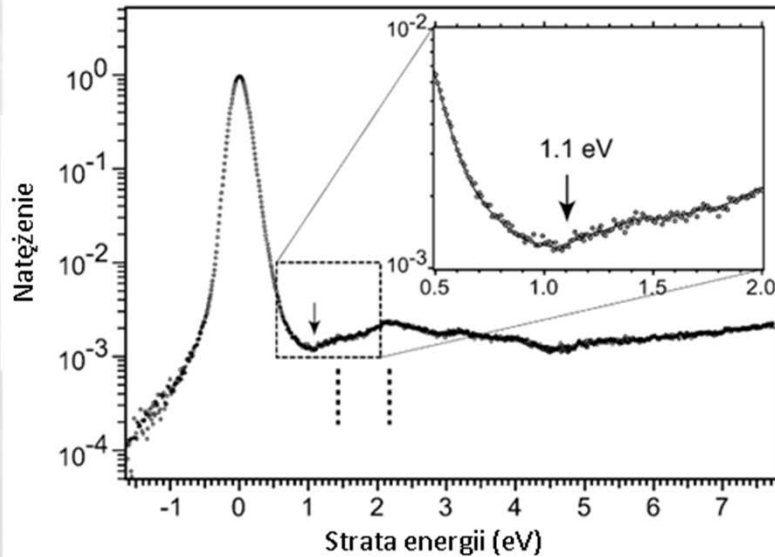
MONOCHROMATORY - obrazowanie HRTEM



Poprawa limitu informacyjnego ze względu na mniejsze ΔE :
 $\sim C_c \cdot \beta \cdot (\Delta E/E)$



MONOCHROMATYZACJA - EELS



LABSOFT®

rozwiązania dla nanotechnologii

www.labsoft.pl

PODSUMOWANIE

**WSPÓŁCZESNE MIKROSKOPY TO
MINILABORATORIA UMOŻLIWIAJĄCE
WSZECHSTRONNĄ ANALIZĘ
STRUKTURY I SKŁADU
CHEMICZNEGO NA RÓŻNYM
POZIOMIE SZCZEGÓŁOWOŚCI**



Dziękuję za uwagę

LABSOFT®

ul. Wantule 12,
02 – 828 Warszawa
tel/fax: (22) 853 27 93

LABSOFT®

rozwiązania dla nanotechnologii

www.labsoft.pl