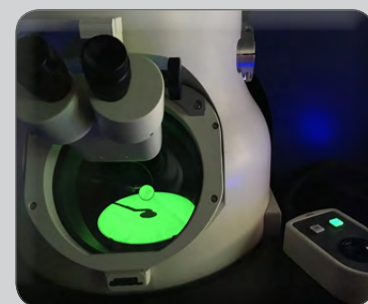
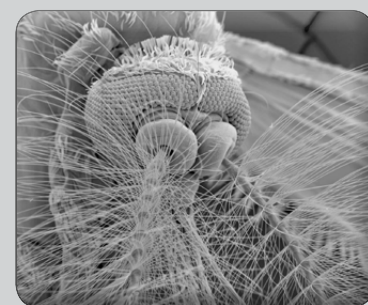


## میکروسکوپ تونل زنی روبشی اسپین قطبیده

حمایت ویژه شبکه آزمایشگاهی از اعضای هیئت علمی دانشگاهها  
و مراکز علمی - پژوهشی و شرکت‌های دانش بنیان سراسر کشور



معرفی ساختار و کاربردهای  
میکروسکوپ الکترونی عبوری با قابلیت  
فیلتر کردن انرژی



آماده‌سازی نمونه‌های زیستی به‌منظور  
تصویربرداری با استفاده از  
میکروسکوپ الکترونی روبشی

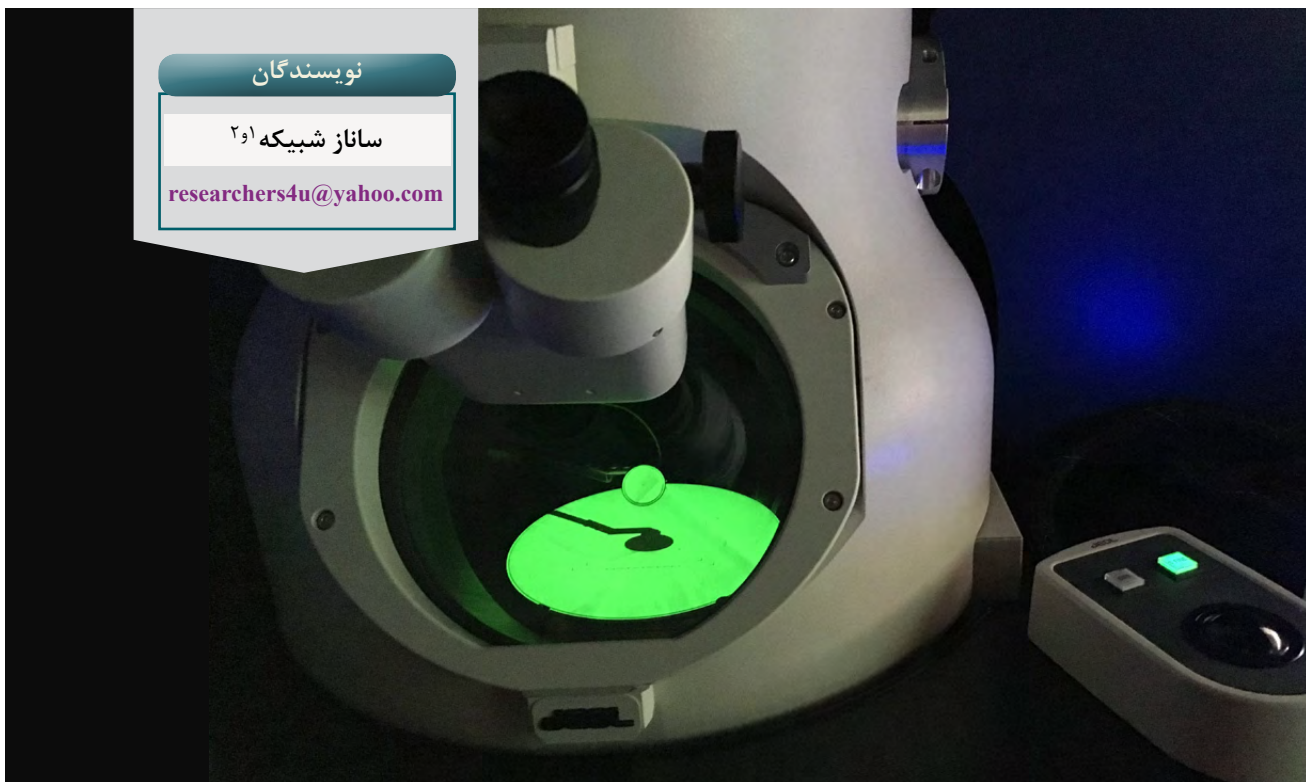


نیازهای آموزشی به‌منظور درک تضمین  
کیفیت

نویسندگان

ساناز شبیکه<sup>۱</sup> و<sup>۲</sup>

researchers4u@yahoo.com



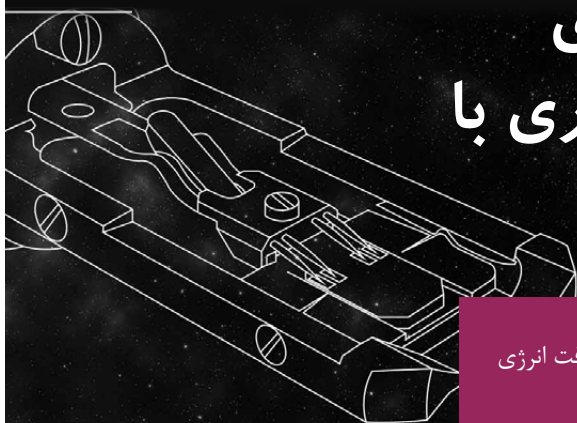
## معرفی ساختار و کاربردهای میکروسکوپ الکترونی عبوری با قابلیت فیلتر کردن انرژی

واژه‌های کلیدی

میکروسکوپ الکترونی عبوری با قابلیت فیلتر کردن انرژی، طیف‌سنجی افت انرژی الکترون، فیلتر درون ستونی، فیلتر بعد از ستون.

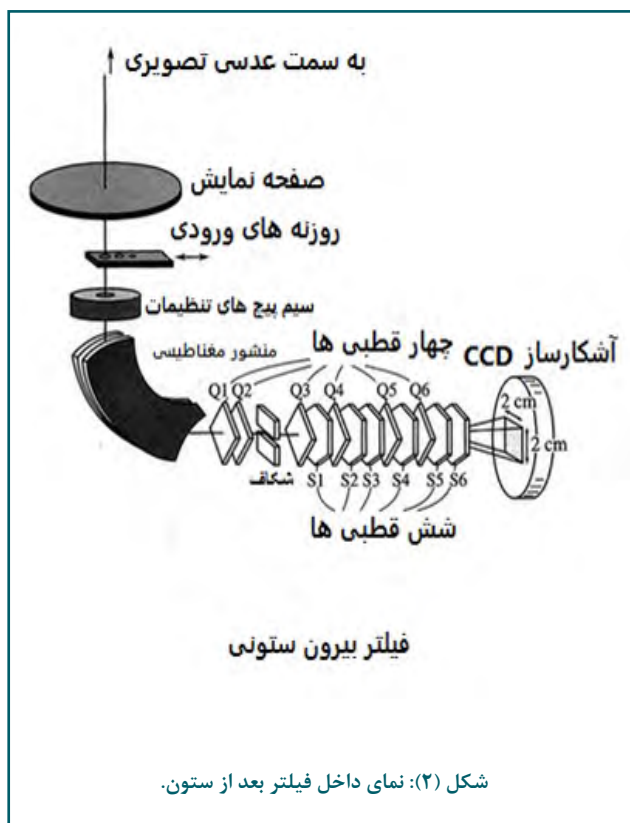
### چکیده

در مقاله پیشین با عنوان «معرفی اصول پایه‌ای میکروسکوپ الکترونی عبوری با قابلیت فیلتر کردن انرژی» (منتشر شده در شماره ۲۴ - زمستان ۹۷ فصلنامه تخصصی دانش آزمایشگاهی ایران)، پیش زمینه‌ای جامع درباره اصول بنیادین چگونگی تشکیل تصویر نهایی در میکروسکوپ الکترونی عبوری با قابلیت فیلتر کردن انرژی<sup>۳</sup> در اختیار خواننده محترم قرار گرفته است. در این مقاله که هم اکنون مورد مطالعه قرار خواهد گرفت، ساختار دو فیلتر انرژی تجاری پر کاربرد با عناوین: فیلترهای درون ستونی و فیلترهای بعد از ستون که به ترتیب درون و زیر میکروسکوپ الکترونی عبوری مستقر بوده به‌طور تفصیلی بررسی شده‌است. کاربران حوزه‌های مختلف باید به‌منظور برطرف نمودن نیازمندی‌های خود، آشنایی مقدماتی با این دستگاه ارزشمند را داشته باشند. این امر به کاربران کمک می‌کند تا تشخیص دهند چه زمانی برای دستیابی به نتایجی خاص و مطلوب در حوزه‌های مشخص از دستگاه ارزشمند EFTEM استفاده کنند. لذا به‌منظور درک بهتر موارد استفاده خاص و مزایای میکروسکوپ الکترونی عبوری با قابلیت فیلتر کردن انرژی، کاربرد این دستگاه در حوزه‌های مختلفی نظیر: زیست‌شناسی، پلیمر، نیمه هادی‌ها و نانولوله‌های کربنی شرح داده شده‌است.



افزودن فیلترهای انرژی یا طیف‌سنج‌های مدرن به میکروسکوپ الکترونی عبوری مرسوم<sup>۴</sup> امکانات و فرصت‌های جدیدی برای محققان و دانشمندان فراهم آورده تا تحقیقات نظری خود را در عمل مورد آزمایش قرار دهند. پیش از پیدایش میکروسکوپ الکترونی عبوری با قابلیت فیلتر کردن انرژی، رویه معمول برای تحلیل طیف‌سنجی افت انرژی الکترون<sup>۵</sup> به این صورت بود که تنها یک طیف از منطقه‌ای منتخب از نمونه با CTEM ثبت می‌شد. پس از بکارگیری تجاری EFTEM، تصویربرداری از تمام اطلاعات موجود در طیف مورد نظر امکان‌پذیر شد. علاوه بر قابلیت فوق، در صورت انتخاب بخش معینی از طیف مورد نظر می‌توان تصاویری محتوای اطلاعات مختلف را بدست آورد. مجهز ساختن میکروسکوپ الکترونی عبوری به فیلترهای انرژی مطلوب منجر می‌شود کاربران حوزه‌های مختلف قادر باشند به اطلاعات تکمیلی مربوط به نمونه‌های به اندازه کافی نازک خود دسترسی پیدا کنند. قابلیت انتخاب هر ویژگی طیفی از یک طیف افت انرژی معین روش‌های تصویربرداری جدیدی را برای کاربران فراهم می‌آورد. یکی از روش‌ها، روش تصویربرداری افت صفر<sup>۶</sup> نام دارد. در این روش به دلیل حذف پراکندگی غیرالاستیک، کنتراست تصاویر TEM و الگوهای پراش به‌طور فوق‌العاده‌ای بهبود یافته است. روش دیگر تصویربرداری TEM با انرژی فیلتر شده نام دارد که به‌منظور تنظیم کنتراست نمونه‌های ناهمگن به کار برده می‌شود. یکی دیگر از روش‌ها، نگاشت ضخامت نسبی بوده که برای ثبت ضخامت نمونه مورد نظر بر حسب واحد متوسط فاصله آزاد غیرالاستیکی استفاده می‌شود. لازم به ذکر است، روش نگاشت عنصری برای نمایش توزیع دو بعدی عنصری خاص کاربرد دارد. همچنین روش نگاشت شیمیایی نیز به‌منظور تصویربرداری از ساختار الکترونیکی محلی نمونه تحت بررسی مورد استفاده قرار می‌گیرد. هم‌اکنون برای دستیابی به روش‌های تصویربرداری فوق<sup>۲</sup> نوع فیلتر انرژی به‌صورت تجاری در بازار موجود است: فیلتر درون ستونی (معروف به امگا (Ω)) و فیلتر بعد از ستون (معروف به فیلتر تصویربرداری گاتان<sup>۷</sup>). فیلترهای درون ستونی همان‌طور که از نامشان نیز مشخص است درون ستون میکروسکوپ الکترونی عبوری بین عدسی‌های شیئی (یا تصویری) و میانی قرار گرفته‌اند. در این صورت، آشکارساز دوربین<sup>۸</sup> تنها الکترون‌هایی را دریافت می‌کند که از فیلتر درون ستونی عبور کند. بنابراین، تمام تصاویر و الگوهای پراش شامل الکترون‌هایی با انرژی معین هستند. البته می‌توان برای ثبت تصاویر TEM معمولی فیلتر مذکور را خاموش نمود. فیلترهای بعد از ستون در قسمت زیرین صفحه نمایش TEM مستقر شده‌اند که با توجه به موقعیت می‌توان به راحتی آنها را به‌از فرآیند تصویربرداری وارد/خارج نمود. درون فیلترهای نامبرده شکافی تعبیه شده که نواری از انرژی‌های (افت‌های انرژی) معین را از خود عبور می‌دهد. در فیلترهای امروزی به جای جابجایی شکاف مذکور یا تغییر جریان آهنربا به‌منظور انتخاب افت‌های انرژی مختلف، ولتاژ شتاب دهنده توسط افت انرژی مورد نظر افزایش پیدا می‌کند. در این شرایط الکترون‌ها پس از عبور از نمونه مربوطه همیشه دربر گیرنده انرژی یکسان هستند. در این صورت، جابجایی رنگی یا تغییر در بزرگنمایی رخ نمی‌دهد. همچنین دیگر نیازی به تغییر فرآیند تحریک عدسی‌های تصویربرداری یا چندقطبی‌های فیلتر تصویربرداری، که در گذشته امری چالش برانگیز بوده نیز نیست. به‌منظور آشنا ساختن خوانندگان محترم فعال در حوزه‌های مختلف با میکروسکوپ EFTEM مثال‌هایی کاربردی در این مقاله ارائه شده است. ساختار مقاله به شرح ذیل است:

در بخش (۱)، انواع فیلترهای انرژی تجاری بکار برده شده در میکروسکوپ EFTEM بررسی شده است. در بخش (۲)، با استفاده از مثال‌هایی ساده کاربرد میکروسکوپ الکترونی عبوری با قابلیت فیلتر کردن انرژی در حوزه زیست‌شناسی شرح داده شده است. در بخش (۳)، کاربرد میکروسکوپ الکترونی عبوری با قابلیت فیلتر کردن انرژی در حوزه پلیمر توضیح داده شده است. در بخش (۴)، کاربرد میکروسکوپ الکترونی عبوری با قابلیت فیلتر کردن انرژی در حوزه نیمه هادی‌ها ارائه شده است. کاربرد میکروسکوپ الکترونی عبوری با قابلیت فیلتر کردن انرژی در حوزه نانولوله‌های کربنی نیز در بخش (۵) نمایش داده شده است. نتیجه‌گیری مقاله در بخش (۶) درج شده است.



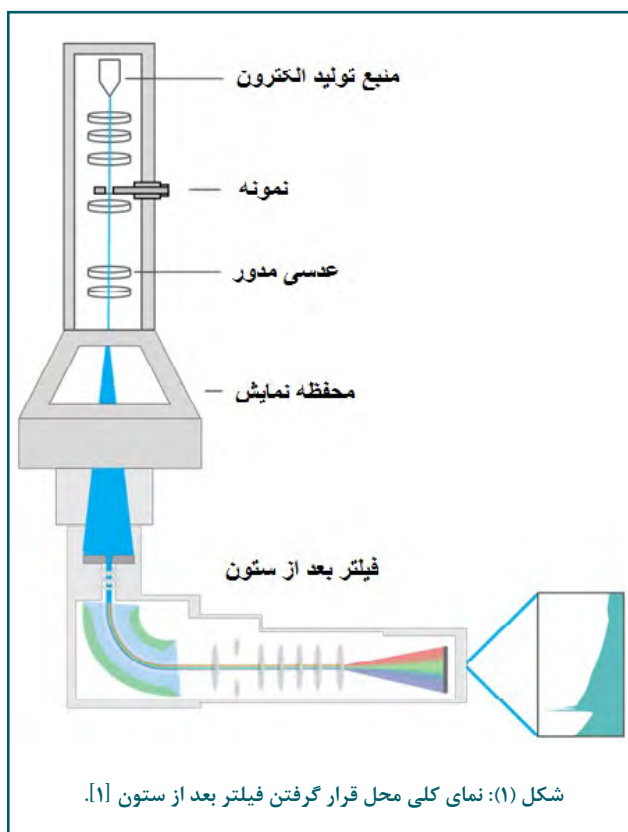
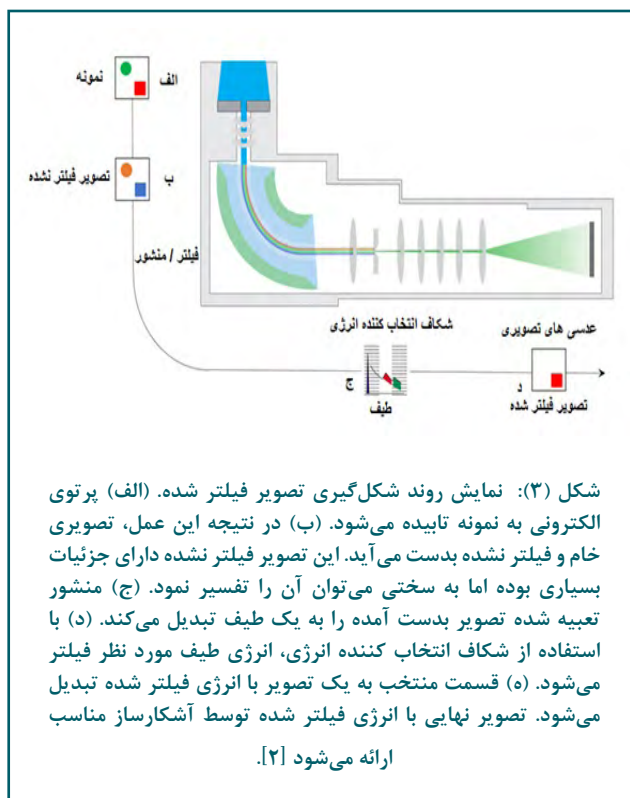
## ● انواع فیلترهای انرژی تجاری بکار برده شده در میکروسکوپ EFTEM

به طور کلی دو دسته فیلتر انرژی برای میکروسکوپ الکترونی عبوری با قابلیت فیلتر کردن انرژی به طور تجاری مورد استفاده قرار می گیرند:

### ▶ فیلترهای بعد از ستون<sup>۹</sup>

فیلترهای بعد از ستون در واقع یک منشور بوده که زیر محفظه نمایش میکروسکوپ الکترونی عبوری قرار می گیرد و به طور معمول در انتهای این منشور یک آشکارساز تعبیه می شود (شکل (۱)). همان طور که در شکل (۲) مشاهده می شود، میان منشور و آشکارساز یک شکاف<sup>۱۰</sup> انتخاب کننده انرژی قابل تنظیم قرار می گیرد.

الکترون های پراکنده نشده و پراکنده شده به صورت الاستیک با انرژی یکسان منتشر می شوند. آنها به منظور تشکیل تصویر مرسوم میکروسکوپ الکترونی عبوری از ستون عبور کرده، توسط منشور خم و از میان شکاف انرژی رد شده و به آشکارساز می رسند. در این حالت الکترون های پراکنده شده به صورت غیرالاستیک که انرژی کمتری دارند از ستون عبور کرده و توسط منشور، بیشتر خمیده می شوند و به جای عبور از شکاف، انرژی به بدنه این قسمت برخورد کرده، جذب شده و از تصویر نهایی حذف می شوند. روند شکل گیری تصویر نهایی با استفاده از این نوع فیلترها در شکل (۳) نمایش داده شده است.



مزیت های این نوع فیلترها عبارتند از:

- قابلیت نصب و تطبیق آنها در بیشتر ساختارهای TEM موجود؛
- عدم نیاز به باز کردن ستون حساس TEM؛
- قابلیت تصویربرداری و ثبت الگوهای پراش بدون بکارگیری فیلتر.



بدست آمده است:

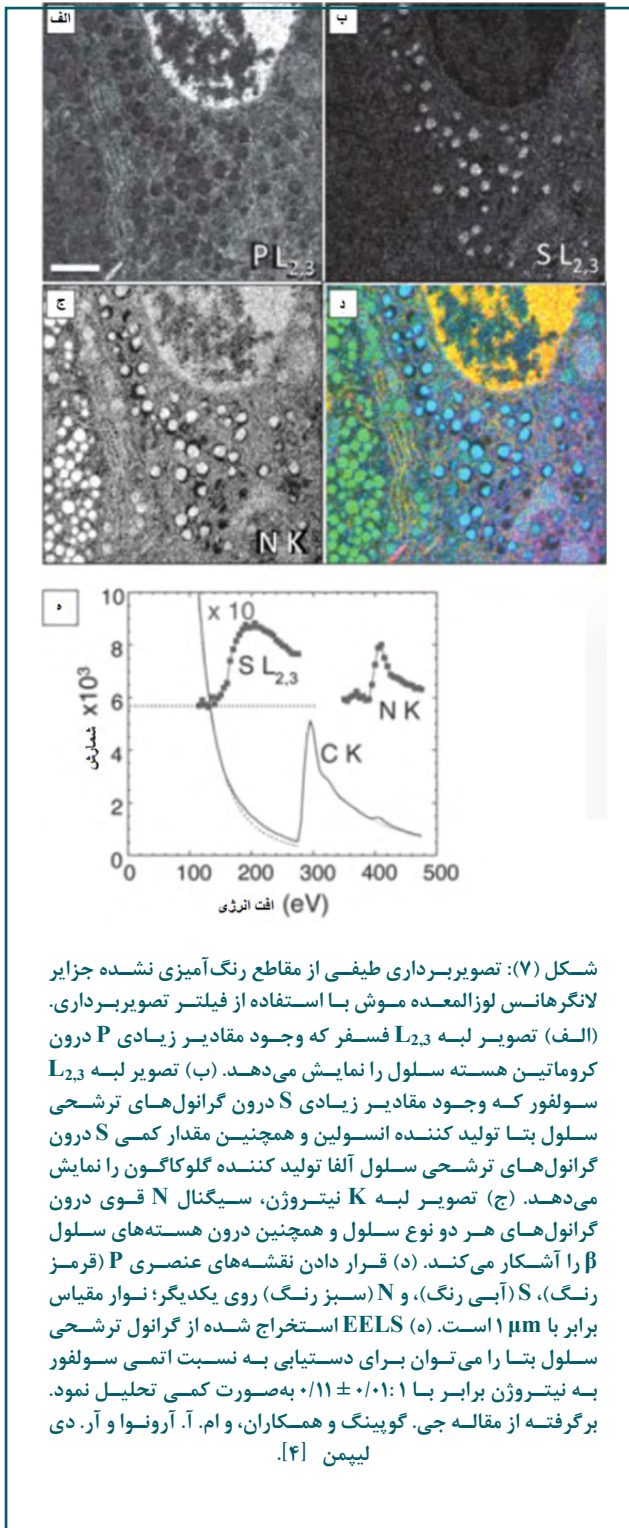
- تفکیک پذیری مکانی بهتر؛
- ارائه حساسیت بالاتر؛
- وجود قابلیت تشخیص عناصر سبک؛
- قابلیت تعیین حالات اکسایش یون‌ها.

اخیراً حساسیت بالای EELS درون میکروسکوپ STEM از طریق آشکارسازی تک اتم‌هایی از عناصر نظیر: آهن و کلسیم با نسبت‌های قابل قبول سیگنال به نویز اثبات شده است (لیپمن، ۲۰۰۳). اگر نمونه زیستی برای مشاهده با میکروسکوپ الکترونی عبوری با قابلیت فیلتر کردن انرژی به اندازه کافی به صورت نازک آماده شود، آنگاه آشکارسازی یک یا چند اتم درون نمونه مذکور امکان پذیر خواهد بود (شکل‌های (۶)-(۸)). تعیین کمیت تصاویر توزیع عنصری EFTEM نیز همانند تحلیل اشعه X از طریق تبدیل نقشه‌های عنصری به نقشه‌های غلظت در نمونه‌های زیستی و بلورین امکان پذیر است (هافر و همکاران، ۱۹۹۷). تهیه تصویر با استفاده از روش فیلتر کردن انرژی در مقایسه با میکروسکوپ الکترونی عبوری مرسوم در انرژی با افت صفر (انگرت و همکاران، ۲۰۰۰) یا قبل از لبه جذب معین کربن برای نمایش ریزساختار نمونه‌های زیستی دارای مزایای قابل توجهی است. حصول نتایج موفقیت‌آمیز از EFTEM در زمینه تهیه تصویر و تحلیل عنصری نمونه‌های زیستی به اجرای صحیح فرآیندهای فیکساسیون و آماده‌سازی نمونه بستگی دارد. در سال‌های اخیر استفاده از روش‌های کرایو برای فیکس کردن و آماده‌سازی نمونه‌های زیستی باعث بالا رفتن قابلیت اطمینان نتایج به دست آمده شده است. به خصوص روش فیکس کردن از طریق انجماد با اعمال فشار زیاد<sup>۱۶</sup> یکی از پر کاربردترین ابزار برای EFTEM محسوب می‌شود. در صورت استفاده از روش فیلتر کردن انرژی، تصویر بدست آمده در محدوده قبل از لبه جذب معین کربن علاوه بر کنتراست بالا دربر گیرنده اطلاعاتی در مورد ماهیت زیست شیمیایی ساختارها نیز بوده و همچنین می‌توان در آنها اثرات رنگ‌آمیزی با فلزات سنگین که به احتمال زیاد ساختارهای حساس را پوشانده به‌طور کامل حذف نمود. در بیشتر موارد از روش رنگ‌آمیزی با فلزهای سنگین به‌منظور بالا بردن کنتراست نمونه‌های زیستی متشکل از عناصر سبک در هنگام تصویربرداری استفاده می‌شود. به همین دلیل، ظاهر ساختار مورد بررسی درون میکروسکوپ الکترونی عبوری با توجه به غلظت، ماهیت، و مدت زمان استفاده از فلزهای سنگین متغیر خواهد بود. از طرف دیگر، تجمع فلزهای سنگین مذکور در یک مکان منجر به پوشیده شدن سلول‌ها و کاهش شانس دستیابی به اطلاعات با تفکیک‌پذیری بالا می‌شود (کارل مالمت و همکاران، ۱۹۸۵). همچنین در روش برچسب‌گذاری با نانوذرات طلا رنگ‌آمیزی ثانویه با فلزات سنگین مانع از

به‌منظور عبور الکترون‌ها است. در صورت وجود منبع KV ۲۰۰، بیشترین ضخامت‌ها که الکترون‌ها قادرند بدون پراکندگی غیرالاستیک از آن عبور کنند برابر با ۱۰۰ nm است.

۲. نمونه باید در محیط‌های خاص (نظیر: خلاء) پایدار باشد. معمولاً منطقه اطراف نمونه در شرایط خلاء بوده، البته در برخی از TEMها یا نگهدارنده‌های نمونه ویژه فشارهای بیشتری در مجاورت نمونه مذکور اعمال می‌شود که این امر در نهایت منجر به پایین آمدن قدرت تفکیک‌پذیری تصویر می‌شود. بسیاری از مواد قادر به تحمل شرایط خلاء هستند. البته مواد دارای آب یا ماده فرار درون محیط خلاء تبخیر می‌شوند. به‌منظور غلبه بر این چالش می‌توان یک سری مواد شیمیایی را به‌گونه‌ای جایگزین آب درون نمونه کرد که ریزساختار اولیه آن تغییر نکند. یک روش دیگر، منجمد کردن نمونه و نگاه داشتن آن در دمای انجماد در طول مراحل تصویربرداری است.

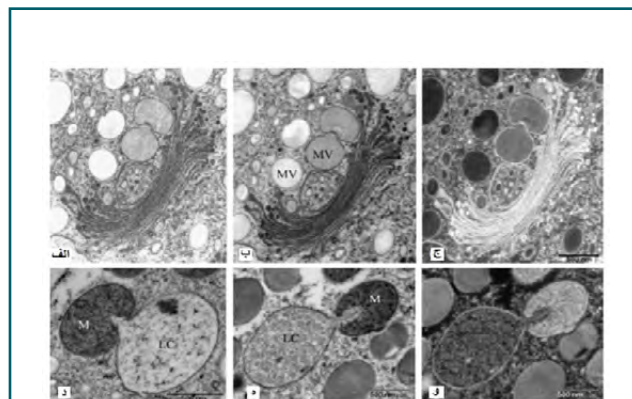
در صورت انتخاب روش دوم، عملیات انجماد باید بسیار سریع انجام شود. در غیر این صورت بلورهای یخی بزرگی درون نمونه ایجاد و ریزساختار آن را نابود می‌کنند. میکروسکوپ‌های الکترونی عبوری ویژه ارائه شده برای تحقق این روش با عنوان میکروسکوپ الکترونی عبوری کرایو<sup>۱۲</sup> شناخته شده‌اند. در ادامه، کاربردهای میکروسکوپ الکترونی عبوری با قابلیت فیلتر کردن انرژی در برخی از حوزه‌ها بررسی می‌شود. همان‌طور که در بخش‌های پیشین نیز ذکر شد، در میکروسکوپ الکترونی عبوری مرسوم (CTEM) الکترون‌های پراکنده شده به‌صورت الاستیک و غیرالاستیک از یکدیگر تمیز داده نمی‌شوند. الکترون‌هایی با مقدار معینی افت انرژی در اثر برخورد با نمونه (الکترون‌هایی با پراکندگی غیرالاستیک) توسط طیف‌سنج آشکار شده و از آنها برای ایجاد تصویر یا تحلیل فرآیندهای توزیع عناصر استفاده می‌شود. مقدار انرژی تلف شده الکترون‌ها در اثر برخورد با اتم‌های نمونه و همچنین لبه‌های یونیزاسیون پوسته هسته تعیین کننده نوع عنصر است (ریمر، ۱۹۹۵). طیف‌های افت انرژی الکترون (EELS) از طریق جداسازی الکترون‌هایی با مقدار معینی از افت با استفاده از طیف‌سنج شکل می‌گیرند. از طریق بکارگیری روزنه‌ای که تنها پهنای باند معینی از انرژی را عبور داده می‌توان قسمت‌هایی از طیف بدست آمده را برای شکل‌دهی تصاویر طیف نگاری الکترونی<sup>۱۳</sup> و نمایش فرآیندهای توزیع عناصر استفاده نمود. به دلیل اینکه لبه جذب مشخصه هر عنصر روی پس زمینه نامشخص به خوبی قابل تشخیص نبوده، لذا برای دستیابی به تصویر توزیع شبکه‌ای عنصری معین، پس زمینه باید به‌طور دقیق حذف شود. میکروسکوپ الکترونی عبوری با قابلیت فیلتر کردن انرژی در حوزه بررسی نمونه‌های زیستی از روش تحلیل تفکیک انرژی اشعه X<sup>۱۴</sup> که به‌طور معمول درون TEMها و میکروسکوپ‌های الکترونی عبوری-رویشی<sup>۱۵</sup> مورد استفاده قرار گرفته برتر است. این برتری به دلایل اثبات شده ذیل



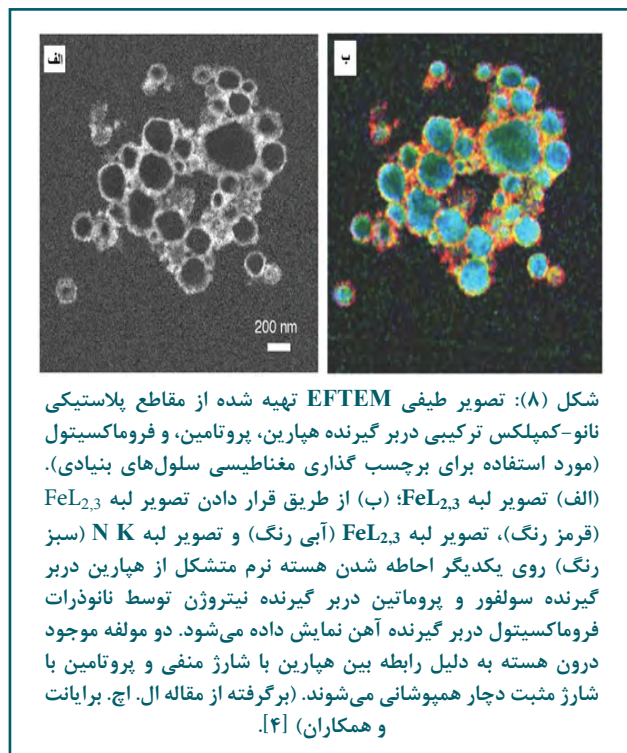
### ● کاربرد میکروسکوپ الکترونی عبوری با قابلیت فیلتر کردن انرژی در حوزه پلیمر

با وجود اینکه به‌طور مرتب از پلیمرها به‌عنوان مولفه‌هایی در آمیزه‌ها و آلیاژهای پلیمری نظیر پلی‌آمید<sup>۲۰</sup> و پلی‌متیل متاکریلات<sup>۲۱</sup> استفاده شده اما تحقیقات کمتری در زمینه تصویربرداری از توزیع عنصری آنها انجام پذیرفته است. احتمالاً یکی از دلایل ذیل نظیر: حساسیت پایین N و O درون EELS

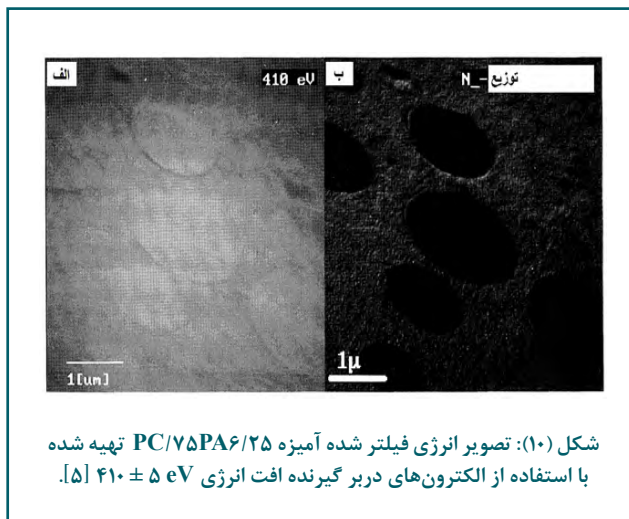
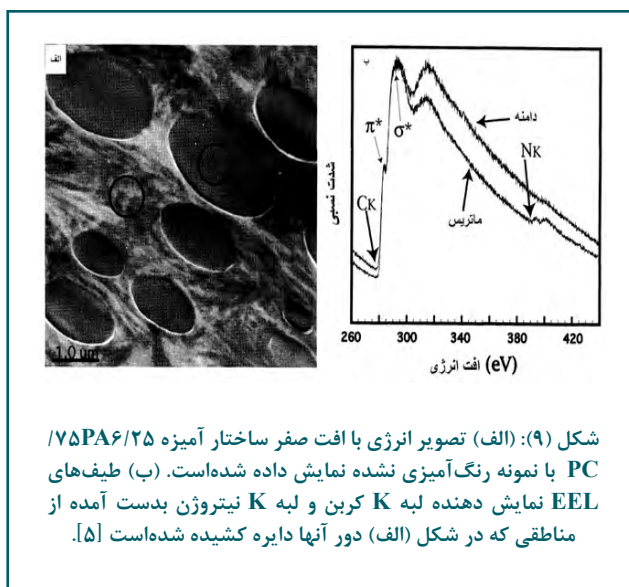
آشکارسازی و تعیین کمیت مارکرها شده یا در بهترین شرایط کیفیت این فرآیند را به شدت کاهش می‌دهد. البته در صورت حذف رنگ‌آمیزی ثانویه، بررسی همپوشانی آنتی‌ژن مورد نظر نسبت به جزئیات ساختاری دشوار می‌شود. حتی زمان بکارگیری روش‌های پیشرفته فیکس کردن کرایو (نظیر: جایگزینی تدریجی فرآیند انجماد و HPF) و همچنین ظاهر ساختار نمونه‌ها به حضور فلزهای سنگین مورد استفاده در رنگ‌آمیزی ثانویه بستگی داشته و همین امر قابلیت اطمینان نتایج را کاهش می‌دهد. دو حالت برای فیلتر کردن انرژی در میکروسکوپ الکترونی عبوری و تهیه تصویر از نمونه‌های زیستی وجود دارد. حالت میدان روشن الاستیکی فیلتر شده مبنی بر انرژی با افت صفر (ریمر، ۱۹۹۵) که به منظور ارتقای کنتراست تصویر شکاف انتخاب کننده انرژی به گونه‌ای تنظیم شده که الکترون‌های پراکنده شده به صورت غیرالاستیک حذف شوند. حالت دیگر، کنتراست مبتنی بر عنصر نام داشته که اطلاعات مربوط به ترکیب زیست شیمیایی ساختار مورد بررسی را نیز ارائه می‌دهد. در صورت بکارگیری نمونه‌های زیستی این حالت هنگامی قابل دستیابی بوده که کربن را به‌عنوان عنصر اصلی برای تصویربرداری در نظر گرفت [۳].



M حاصل شده از محدوده گسترده‌ای از عناصر دربر گیرنده عدد اتمی بالاتر می‌شود. بیشتر مواد نرم نظیر پلیمرها دارای غلظت بالایی از کربن، نیتروژن، اکسیژن و هیدروژن بوده و ساختار الکترونیکی مربوط به ترکیبات مولکولی درشت این نوع عناصر منجر به ایجاد ساختار ریز متمایزی در لبه‌های یونیزاسیون می‌شود (شکل‌های (۹) - (۱۱)). در بیشتر مواقع فازهای پلیمری مختلف را می‌توان براساس ترکیبات نسبی آنها از یکدیگر تشخیص داد. مشخصه حالات پیوندی ترکیبات چندگانه (به‌خصوص) کربن ساختار ریز بهینه‌ای از ظرفیت-الکترون درون مواد نرم ارائه می‌دهد. طیف‌های افت پایین (محدوده نمونه‌برداری از افت‌های انرژی بین چند eV تا تقریباً ۵۰ eV که ناحیه ظهور حالات ظرفیت در نظر گرفته شده) نوع دیگری از روش تشخیص فازهای پلیمری براساس خواص شیمیایی نسبی نمونه‌های پلیمری را فراهم می‌آورند [۱۱]. در دهه اخیر محققان به‌منظور بررسی جوانب مختلف ریخت‌شناسی<sup>۲۲</sup> پلیمر چند فازی انواع متنوعی از ترکیبات، آمیزه‌ها و همسپارهای دسته‌ای<sup>۲۳</sup> از میکروسکوپ الکترونی عبوری با قابلیت فیلتر کردن انرژی استفاده نموده‌اند.

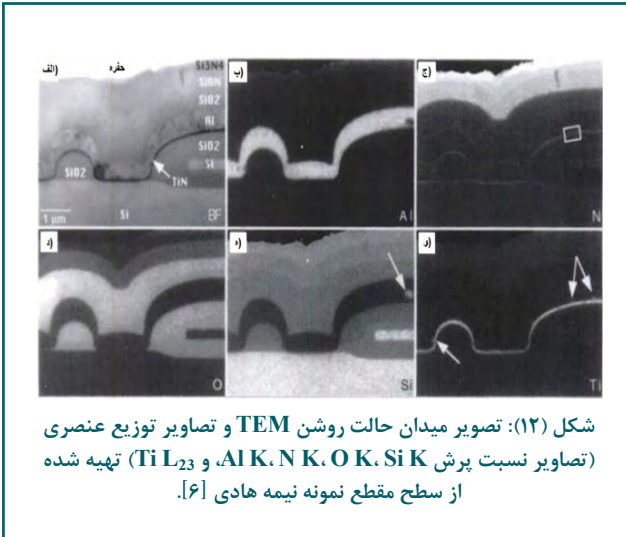


در صورت بررسی نمونه‌ای که عنصر غالب آن کربن بوده، از بین رفتن عناصر سبک به دلیل آسیب تابش و دشواری آماده‌سازی لایه‌های نازک به‌خصوص از نمونه PA (ضروری برای کاهش پراکندگی غیرالاستیک دسته‌جمعی) منجر به کاهش تمایل محققان این حوزه برای استفاده از میکروسکوپ الکترونی عبوری با قابلیت فیلتر کردن انرژی شده‌است. استفاده از EFTEM برای نمونه‌های پلیمری منجر به حصول نقشه‌های توزیع عنصری و تصاویر EELS شده که آنها نیز به نوبه خود قابلیت دستیابی به منحنی‌های غلظت اکسیژن و نیتروژن در سرتاسر رابطه‌ها با تفکیک پذیری کمتر از ۱۰ nm را فراهم می‌آورند [۵]. لازم به ذکر است غالب عناصر تشکیل دهنده پلیمرهای مصنوعی همانند نمونه‌های زیستی از نوع عناصر سبک بوده که در اثر برخورد الکترون با آنها فرآیند پراکندگی الاستیک ضعیفی به وقوع می‌پیوندد. به همین دلیل تولید تصاویری با کنتراست بالا یکی از چالش‌های این حوزه است. البته پراکندگی‌های غیرالاستیک به وجود آمده در اثر برخورد الکترون با مواد نرم نسبتاً قدرتمند بوده لذا می‌توان به طیف نگاری بهینه‌ای دست یافت (اما در عوض نمونه در برابر تابش پرتو آسیب‌پذیر است). پراکندگی‌های غیرالاستیک منبع مهمی برای دستیابی به نگاشت کمی ترکیبات، خواص شیمیایی و توزیع فازها درون مواد بدون نیاز به اعمال مرحله رنگ آمیزی با فلزات سنگین است. در صورت تعبیه EELS درون میکروسکوپ الکترونی عبوری می‌توان افت‌های انرژی در ناحیه زیر KeV را به خوبی تحلیل کرد. این ناحیه شامل تحریک یا تهییج‌های هسته‌ای مهم پوسته K بدست آمده از کربن (۲۸۴ eV)، اکسیژن (۵۲۲ eV) و نیتروژن (۴۰۱ eV) و همچنین تحریک‌های پوسته L و پوسته



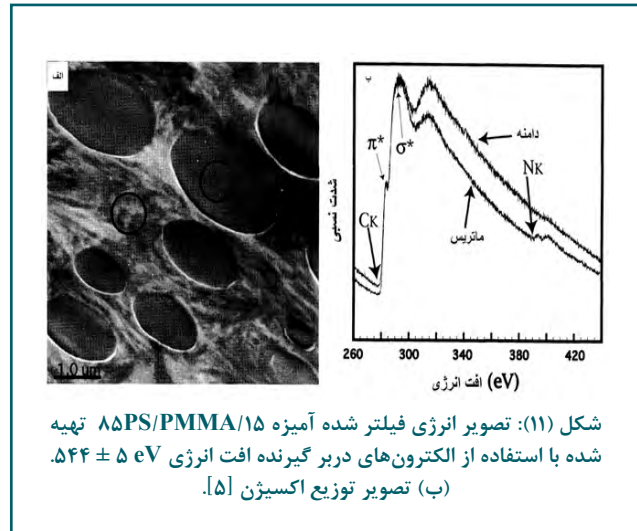


فرز یونی است. به منظور درک بهتر کاربرد میکروسکوپ الکترونی عبوری با قابلیت فیلتر کردن انرژی در حوزه نیمه هادی‌ها، مثالی در قسمت ذیل ارائه شده است. همان‌طور که در شکل (۱۲) مشاهده می‌شود، سطح گسترده‌ای از نمونه برای آشکارسازی سریع نواقص موجود آماده شده است [۶].



شکل (۱۲): تصویر میدان حالت روشن TEM و تصاویر توزیع عنصری (تصاویر نسبت پرش Si K، O K، N K، Al K، و  $Ti L_{23}$ ) تهیه شده از سطح مقطع نمونه نیمه هادی [۶].

در شکل (۱۲-الف)، تنها ساختارهای خاصی مشهود بوده، در صورتی که تمام ساختارها و فازها درون تصاویر توزیع عنصری قابل مشاهده هستند. در شکل (۱۲-ه) با استفاده از لبه Si K نقشه سیلیکون تهیه شده، لذا مناطق روشن متناظر با ویفر سیلیکونی و لایه نازک پلی‌سیلیکون به خوبی رویت می‌شوند. مناطق خاکستری به ترتیب نشانگر لایه‌های دی‌اکسید سیلیکون، اکسی نیتريد سیلیکون، و نیتريد سیلیکون هستند. در این روش تصویربرداری آشکارسازی شیب کوچک درون غلظت سیلیکون (حاصل شده از طریق بکارگیری فرآیند آرایش<sup>۲۸</sup> با برن<sup>۲۹</sup> و فسفر<sup>۳۰</sup>) واقع در لایه دی‌اکسید سیلیکون نیز امکان‌پذیر است. همچنین ناخالصی غنی از سیلیکون درون لایه رسانش (آلیاژ Al-Si-Cu) در حاشیه سمت راست شکل‌های (۱۲-ب) و (۱۲-ه) قابل مشاهده است (روش‌های مرسوم قادر به آشکارسازی این ناخالصی نبودند). نقشه تیتانیوم در شکل (۱۲-و) با استفاده از لبه  $Ti L_2$  ثبت شده و لایه روشن  $TiN$  که نمایانگر جهش‌های لحظه‌ای به درون لایه رسانش بوده نیز به وضوح قابل مشاهده است. نقشه آلومینیوم نیز در شکل (۱۲-ب) با استفاده از لبه Al K ثبت شده و لایه رسانش را به وضوح نمایش می‌دهد. در این شکل، نقص غنی از سیلیکون و جهش‌های لحظه‌ای غنی از تیتانیوم به صورت مناطق تاریک نمایش داده شده‌اند. در شکل (۱۲-ج) که نقشه ثبت شده نیتروژن بوده می‌توان لایه نیتريد تیتانیوم، اکسی نیتريد سیلیکون، و بالای ساختار مورد نظر نیتريد سیلیکون<sup>۳۱</sup> را مشاهده نمود. به‌طور مشابه، نقشه اکسیژن ثبت شده در شکل (۱۲-د) نیز فازهای اکسی نیتريد سیلیکون و اکسید سیلیکون را نمایش می‌دهد. به‌منظور بررسی لایه نیتريد تیتانیوم و رابط‌های آن با جزئیات کامل باید نقشه‌های توزیع عنصری در بزرگنمایی بالاتر تهیه شوند. در اینجا، علاوه بر نقشه‌های توزیع

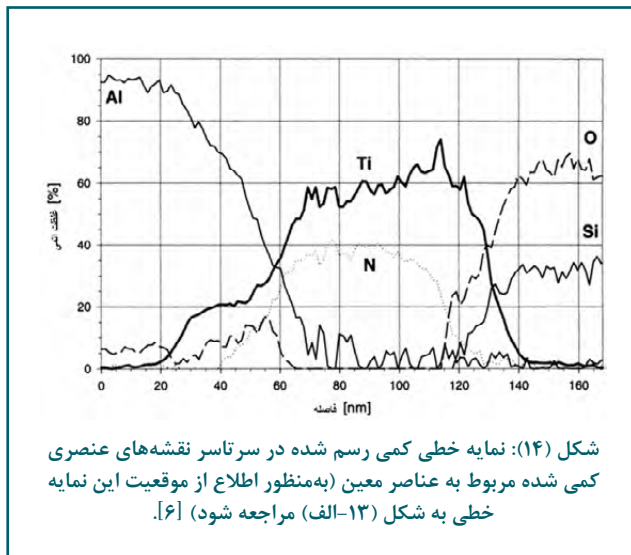


شکل (۱۱): تصویر انرژی فیلتر شده آمیزه ۸۵PS/PMMA/۱۵ تهیه شده با استفاده از الکترون‌های دربر گیرنده افت انرژی  $5.44 \pm 0.05$  eV. (ب) تصویر توزیع اکسیژن [۵].

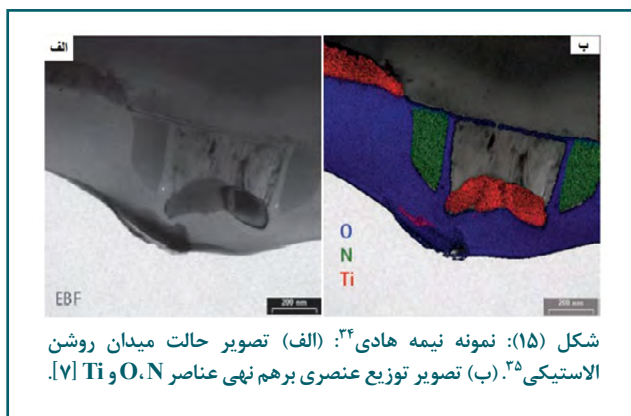
## ● کاربرد میکروسکوپ الکترونی عبوری با قابلیت فیلتر کردن انرژی در حوزه نیمه هادی‌ها

با توجه به کاهش روز افزون ابعاد نیمه هادی‌ها استفاده از میکروسکوپ الکترونی عبوری در زمینه تحلیل و بررسی این نوع قطعات افزایش چشمگیری داشته است. در طول دهه اخیر از میکروسکوپ الکترونی عبوری به‌منظور ارزیابی و تعیین فناوری‌ها و ماژول‌های فرآیند نوین ساخت و همچنین کنترل کیفیت قطعات نیمه هادی استفاده شده است. پیشرفت‌های سریع انجام پذیرفته در حوزه فناوری منجر شده کارخانجات تولید تراشه برای رقابت هر چه بیشتر با یکدیگر، همواره به دنبال جای دادن تعداد بی‌شماری قطعه نیمه هادی درون مدارات مجتمع<sup>۲۴</sup> باشند. بدین منظور استفاده از TEM برای بررسی کیفیت ساختارهای بلورین و آشکارسازی نواقص بلوری موجود درون قطعات نیمه هادی (نظیر: نابجایی و نقص‌های انباشتگی) در مقیاس نانومتر اجتناب‌ناپذیر است. یکی دیگر از دلایل محبوبیت بکارگیری TEM در این حوزه، قابلیت دستیابی سریع به نمای سطحی و نمای سطح مقطع از نمونه به اندازه کافی نازک است. همچنین قابلیت ترکیب روش‌های تحلیلی پیشرفته نظیر: طیف‌سنجی پراش انرژی الکترون پرتو ایکس<sup>۲۵</sup> و مهمتر از همه طیف‌سنجی افت انرژی الکترون (EELS) با میکروسکوپ الکترونی عبوری منجر شده محققان فعال در حوزه نیمه هادی‌ها بیش از پیش نیاز خود به این نوع میکروسکوپ را حس کنند. در صورت تعیبه روش EELS درون میکروسکوپ الکترونی عبوری و دستیابی به محصول نهایی میکروسکوپ الکترونی عبوری با قابلیت فیلتر کردن انرژی به دلیل اینکه این نوع میکروسکوپ قادر به آشکارسازی بیشتر عناصر شیمیایی بوده و حساسیت بالایی نسبت به عناصر سبک وزن (در محدوده لیتیوم<sup>۲۶</sup> تا روی<sup>۲۷</sup>) داشته، لذا می‌توان به سرعت نمونه‌های نیمه هادی در مقیاس نانومتر را با استفاده از آن تحلیل کرد. یکی از روش‌های آماده‌سازی نمونه برای مشاهده نمای سطح مقطعی آن، استفاده از دستگاه

ساخته و در نتیجه می‌توان به نمایه‌های غلظت  $\text{Al}$ ،  $\text{N}$ ،  $\text{O}$ ،  $\text{Si}$  و  $\text{Ti}$  دست پیدا کرد (شکل (۱۴)). شکل‌گیری لایه رابط متشکل از  $\text{Al}$  و  $\text{Ti}$  میان  $\text{TiN}$  و  $\text{Al}$  با استفاده از نمایه خطی به خوبی قابل مشاهده است. از طرف دیگر، رابط متمایل به سمت  $\text{SiO}_2$  دارای یک لایه میانی دربرگیرنده  $\text{O}$  است [۶].



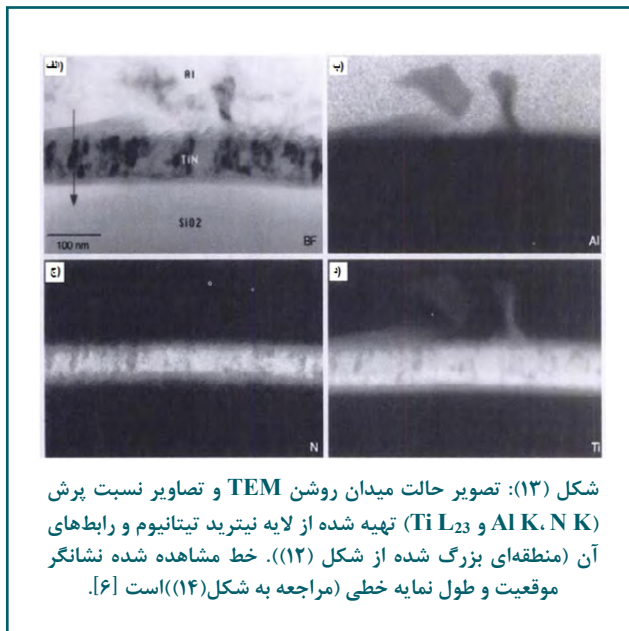
لازم به یادآوری است که نقشه‌های توزیع عنصری EFTEM روشی موثر و کارآمد برای تعیین دقیق ترکیب شیمیایی قطعات نیمه هادی است (شکل (۱۵)). تحلیل کمی نیمه هادی‌های جدید دربرگیرنده چندین لایه فوق نازک با ابعاد اتمی به‌منظور کنترل مشخصات نوری و الکترونیکی از اهمیت بالایی برخوردار بوده اما امکان اجرای تحلیل مذکور به دلیل محدودیت تفکیک‌پذیری روش‌های موجود بسیار دشوار است.



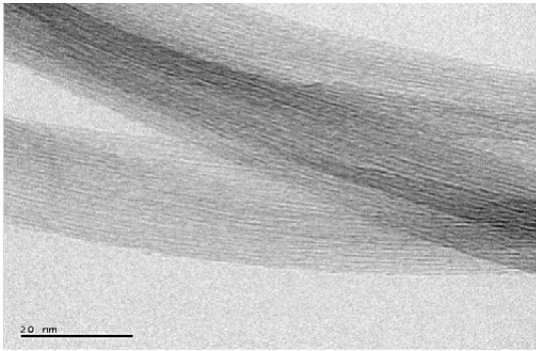
### ● کاربرد میکروسکوپ الکترونی عبوری با قابلیت فیلتر کردن انرژی در حوزه نانولوله‌های کربنی

از زمان کشف نانولوله‌های کربنی<sup>۳۶</sup> توسط لیجیما در سال ۱۹۹۱ محققان دست به تحقیقات گسترده‌ای در این حوزه زده‌اند. نانولوله‌های کربنی تک دیواره<sup>۳۷</sup> به دلیل ویژگی‌های

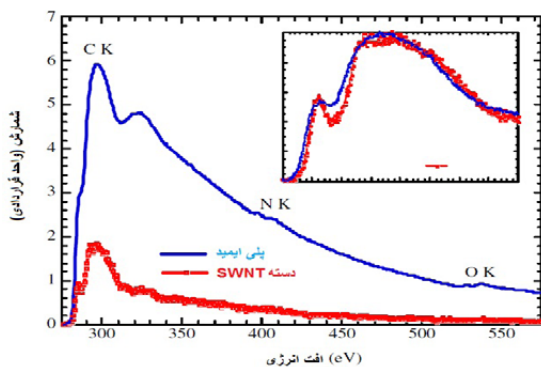
عنصری، تصاویر نسبت پرش نیز ارائه می‌شوند. تصاویر نسبت پرش کمتر تحت تاثیر کنتراست پرش قرار گرفته و نقشه‌های عنصری نیز برای فرآیند کمی‌سازی ضروری هستند. تصاویر نسبت پرش در شکل (۱۳) و نمایه خطی<sup>۳۴</sup> نیز با استفاده از نقشه‌های عنصری کمی شده در شکل (۱۴) نمایش داده شده‌اند.



لایه نیتريد تیتانیوم نمایش داده شده در شکل (۱۲) دربرگیرنده نواقص مشهودی بوده، لذا ناحیه مستطیلی در شکل (۱۲-ج) انتخاب و برای شکل (۱۳-الف) بزرگ شده‌است. تصویر حالت میدان روشن لایه نیتريد تیتانیوم با ضخامت  $90 \text{ nm}$  در شکل (۱۳-الف) نمایش داده شده‌است. نقشه آلومینیوم ثبت شده در شکل (۱۳-ب) علاوه بر نمایش لایه رسانش (آلیاژ  $\text{Al-Si-Cu}$ )، مناطقی ناقص با غلظت آلومینیوم پایین‌تر را نیز آشکار می‌کند. نقشه تیتانیوم ثبت شده در شکل (۱۳-د) علاوه بر نمایش لایه نازک نود نانومتری، جهش‌های لحظه‌ای روشن نفوذ کننده به درون لایه رسانش را نیز آشکار می‌کند. از نقشه نیتروژن ثبت شده در شکل (۱۳-ج) می‌توان به این نتیجه دست پیدا کرد که ضخامت لایه نیتريد تیتانیوم موثر نازک‌تر (تقریباً برابر با  $70 \text{ nm}$ ) از ضخامت لایه تیتانیوم مورد نظر است. یکی از ویژگی‌های ضروری و قدرتمند EFTEM قابلیت کمی‌سازی<sup>۳۳</sup> است. همان‌طور که در مقاله‌های هافر و همکاران (۱۹۹۷) و گراگر و همکاران (۱۹۹۸) نیز نشان داده شده، نقشه‌های عنصری را می‌توان از طریق محاسبه تصاویر نسبت اتمی و ضرب کردن آنها در نسبت سطح مقطع یونیزاسیون مناسب (ضریب  $k$ ) به صورت کمی نمایش داد. با استفاده از طیف‌های EELS بدست آمده از نواحی معینی از نمونه لایه نیتريد تیتانیوم و مناطق رابط آن می‌توان نقشه‌های غلظت را محاسبه کرد. با استفاده از این نقشه‌ها می‌توان مقادیر غلظت را بر حسب درصد اتمی برای هر پیکسل نمایش داد. نقشه‌های غلظت مورد نظر مشابه تصاویر نسبت پرش هستند. بکارگیری نقشه‌های غلظت فرآیند کشیدن نمایه خطی کمی در سرتاسر لایه نیتريد تیتانیوم را امکان‌پذیر



شکل (۱۶): تصویر فیلتر شده HREM بدون افت تهیه شده از دسته‌های خالص نانولوله کربنی تک دیواره [۸].



شکل (۱۷): طیف‌های افت انرژی الکترون SWNT خالص و پلی ایمید. لبه‌های جذب K کربن و پلی ایمید در نمودار کوچک داخلی نمایش داده شده‌اند [۸].

برتر الکتریکی، مکانیکی و حرارتیشان با ارائه یک مثال در اینجا مورد بررسی قرار می‌گیرند. در صورت بکارگیری SWNT درون کامپوزیت/ترکیب ماتریس پلیمری، استفاده موثر از ویژگی‌های فوق در مقیاس ماکروسکوپی آسان خواهد شد. پلیمرهای با دمای بالا نظیر: پلی ایمیدها برای کاربردهای الکترونیکی پیشرفته و فضایی مورد استفاده قرار می‌گیرند. پراکندگی یکنواخت SWNT درون ماتریس پلیمری به دلیل فقدان چسبندگی میان SWNT و پلیمر مورد نظر دشوار است. دستیابی به فرآیند پراکندگی یکنواخت و تقویت موثر SWNT درون ماتریس پلیمری مستلزم خیس کردن سطح غیرواکنشی SWNT با استفاده از پلیمر حلال پوشیده در طول مرحله تولید است. تحقیقات پیشین اثبات نموده که افزودن ۰/۱ wt درصد از SWNT به ماتریس پلی ایمید منجر به افزایش ۱۰ برابری رسانایی الکتریکی بدون وقوع افت قابل توجهی در انتقال و عبور نور می‌شود. این امر ویژگی‌های مکانیکی و حرارتی را نیز ارتقاء می‌بخشد. در شکل (۱۶) تصویری بدون افت از دو دسته از نانولوله‌های کربنی تک دیواره با قطر تقریبی ۱/۴ nm نمایش داده شده‌است (قطر هر دسته به‌طور تقریبی برابر است با ۴۰ nm). تصویر مذکور در شرایط حداقل آسیب تابشی و رانش حرارتی تهیه شده‌است. طیف‌های افت انرژی الکترون SWNT خالص و پلی ایمید در شکل (۱۷) نمایش داده شده‌اند. همان‌طور که در شکل (۱۷) مشاهده می‌شود، نیتروژن قادر است در طیف‌های EELS بدست آمده برای تمیز موثر دسته SWNT آغشته به پلی ایمید از دسته‌های معمولی SWNT کنتراست قابل قبولی را ارائه دهد. در صورت حصول سیگنالی قوی می‌توان با استفاده از قله نیتروژن پلی ایمید را از SWNT تشخیص داد [۸].

## نتیجه‌گیری

در این مقاله، ساختار دو فیلتر انرژی تجاری محبوب با عناوین: فیلترهای درون ستونی و فیلترهای بعد از ستون که به ترتیب درون و زیر میکروسکوپ الکترونی عبوری با قابلیت فیلتر کردن انرژی مستقر بوده به‌طور تفصیلی بررسی شده‌است. کاربران حوزه‌های مختلف باید به‌منظور برطرف نمودن نیازمندی‌های خود، آشنایی مقدماتی با این دستگاه ارزشمند را داشته باشند. این امر به کاربران کمک نموده تا زمان استفاده از EFTEM به‌منظور دستیابی به اهداف خود را به درستی تشخیص دهند. به همین منظور، کاربرد این دستگاه در حوزه‌های مختلف برای درک بهتر موارد استفاده خاص و مزیت‌های آن شرح داده شده‌است. لازم به ذکر است، قابلیت ثبت موثر اطلاعات مکانی توسط EFTEM منجر به حصول قابلیت نمایش کمیت‌های محاسبه شده به‌صورت نقشه‌های دو بعدی می‌شود. تاکنون بیشتر فرآیندهای تحلیلی EFTEM به تولید نقشه‌های توزیع عنصری محدود شده‌است. این نوع نقشه‌های تولید شده توسط روش‌های پیشرفته ابزاری مطلوب برای مشخصه‌یابی کیفی محسوب شده، اما فرآیند ارزیابی کمی هنوز چالش برانگیز باقی مانده است. در سال‌های اخیر، روش‌های زیادی برای بهبود تحلیل EFTEM ارائه شده‌اند. تمرکز اصلی محققان در این زمینه به سمت تعیین توزیع و ترکیب شیمیایی نمونه در سطح نانومتر به‌صورت کمی با سطح اطمینان بالا معطوف شده‌است. چنین تحلیلهایی به‌منظور شناسایی و درک بهتر ویژگی‌های ساختارها و مواد مدرن (نظیر: کاتالیست‌ها) توسط بررسی تغییرات صورت پذیرفته درون ترکیبات نانومتری از اهمیت بالایی برخوردار است. امروزه بیشتر تحقیقات پیشرفته باید در مقیاس زیر نانومتر انجام پذیرند، لذا ضرورت بهینه‌سازی میکروسکوپ الکترونی عبوری با قابلیت فیلتر کردن انرژی و تجهیزات جانبی آن به‌منظور بکارگیری در حوزه‌هایی همچون: زیست‌شناسی، پلیمر، نیمه هادی‌ها، چند لایه‌ای‌ها، چاه‌های کوانتومی و غیره بیش از پیش احساس می‌شود [۹].

## پی‌نوشت

19. Mitochondria (M)
  20. Polyamide (PA)
  21. Poly(methyl methacrylate) (PMMA)
  22. morphology
  23. block copolymer
  24. Integrated circuits (ICs)
  25. Energy-dispersive X-ray spectroscopy (EDXS)
  26. Lithium
  27. Zinc
  28. Doping
  29. Boron
  30. Phosphorus
  31. Silicon Nitride
  32. Line Profile
  33. Quantification
  34. Dynamic Random-Access Memory (DRAM)
  35. Elastic Bright Field (EBF)
  36. Carbon nanotubes (CNT)
  37. Single-Walled carbon Nanotube (SWNT)
۱. لیسانس الکترونیک، کارشناس آزمایشگاه میکروسکوپ الکترونی عبوری دانشگاه شیراز
  ۲. عضو کارگروه تخصصی میکروسکوپ الکترونی عبوری
  3. Energy-Filtering Transmission Electron Microscope (EFTEM)
  4. Conventional Transmission Electron Microscope (CTEM)
  5. Electron Energy Loss Spectroscopy (EELS)
  6. Zero-Loss Imaging
  7. GATAN Imaging Filter (GIF)
  8. CHARGE-COUPLED DEVICE (CCD)
  9. Post-Column Filter
  10. Slit
  11. In-Column Filter
  12. CRYO-TEM
  13. Electron Spectroscopic Imaging (ESI)
  14. Energy Dispersive Analysis X-Ray (EDAX)
  15. Scanning-Transmission Electron Microscope (STEM)
  16. High-pressure freezing (HPF)
  17. Mucilage vesicles (MV)
  18. Lytic compartments (LC)

## مراجع

- [1] [www.eels.info/products/overview](http://www.eels.info/products/overview)
- [2] [www.eels.info/about/techniques/eftem](http://www.eels.info/about/techniques/eftem)
- [3] Use of energy filtering transmission electron microscopy for image generation and element analysis in plant organisms, Authors: Ursula Lu tz-Meindl.
- [4] Application of EELS and EFTEM to the life sciences enabled by the contributions of Ondrej Krivanek Authors: Richard D. Leapman
- [5] Energy-Filtering Transmission Electron Microscopy for the Characterization of Polymer Blend Morphologies, Authors: Shin HORIUCHI, Kiyoshi YASE, Takeshi KITANO, Noboru HIGASHIDA, and Toshiaki OUGIZAWA.
- [6] Elemental mapping of semiconductor devices using energy-filtering transmission electron microscopy, Authors: Werner Grogger, Ferdinand Hofer, Peter Warbichler, O. Leitner.
- [7] Photo: Carl Zeiss NTS GmbH
- [8] Adhesion study of polyimide to single-wall carbon nanotube bundles by energy-filtered transmission electron microscopy, Authors: Cheol Park, Roy ECrooks, Emilie J Siochi, Joycelyn S Harrison, Neal Evans and Edward Kenik.
- [9] An introduction to energy-filtered transmission electron microscopy, Authors: P.J. Thomas and P.A. Midgleyz.
- [10] [www.uni-tuebingen.de/en/faculties/faculty-of-science/departments/physics/institutes/institut-fuer-angewandte-physik/forschung/electron-microscopy-and-applied-material-sciences/research-for-students.html](http://www.uni-tuebingen.de/en/faculties/faculty-of-science/departments/physics/institutes/institut-fuer-angewandte-physik/forschung/electron-microscopy-and-applied-material-sciences/research-for-students.html)
- [11] Advances in the Transmission Electron Microscopy of Polymers, Authors: MATTHEW R. LIBERA and RAY F. EGERTON
- [12] Transmission Electron Microscopy: Diffraction, Imaging, and Spectrometry, Authors: C. Barry Carter, David B. Williams
- [13] [www.resaltatech.com/resources/brochures/iTEM\\_EFTEM\\_RZ.pdf](http://www.resaltatech.com/resources/brochures/iTEM_EFTEM_RZ.pdf)
- [14] Progress in Transmission Electron Microscopy 1: Concepts and Techniques, written by: Xiao-Feng Zhang, Ze Zhang.

## Authors

Sanaz Shobeikeh

\*researchers4u@yahoo.com

1. B.Sc. of Electronic Engineering, SHIRAZ University Transmission Electron Microscope laboratory Specialist
2. TEM Experts work group

## Abstract

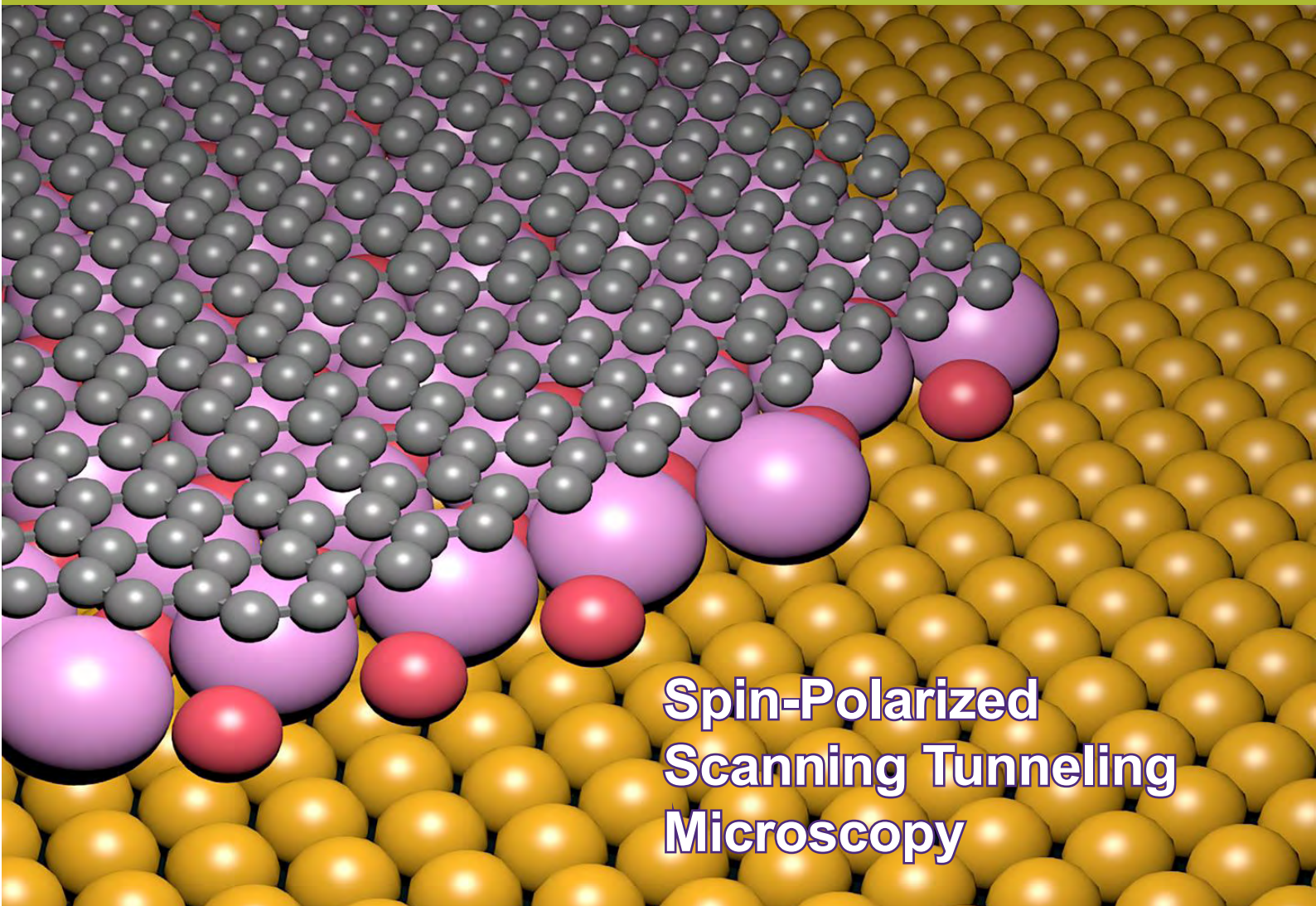
A comprehensive background information concerning underlying basis of final image formation procedure inside an Energy-Filtering Transmission Electron Microscope (EFTEM) has been provided in our previous article titled "Introduction to Energy-Filtering Transmission Electron Microscope fundamental principles" (published in Iranian Journal of Laboratory knowledge; Volume 6; Issue 4; Winter 2019; No. 24). In this article, structures of two widely used commercial energy filters have been reviewed in detail, namely, In-Column Filters and Post-Column Filters.

In-Column Filters and Post-Column Filters are located inside and beneath a Conventional Transmission Electron Microscope (CTEM), respectively. It is very important that users in various fields know when to use this piece of valuable equipment to get the desired results. For this purpose, applications of Energy-Filtering Transmission Electron Microscope in various fields like: Biology, Polymer science, Semiconductors, and Carbon nanotubes has been explained with simple examples in order to obtain a better comprehension of the unique operations and advantages of this equipment.

## Introduction to Energy-Filtering Transmission Electron Microscope structure and applications

## Keywords

Energy-Filtering Transmission Electron Microscope (EFTEM), Electron Energy Loss Spectroscopy (EELS), In-Column Filter, Post-Column Filter.



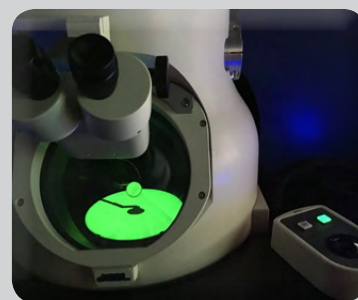
## Spin-Polarized Scanning Tunneling Microscopy



Preparing of biological samples for observing with Scanning Electron Microscope (SEM)



Training needs to understand quality assurance



Introduction to Energy-Filtering Transmission Electron Microscope structure and applications