

دانش آزمایشگاهی ایران

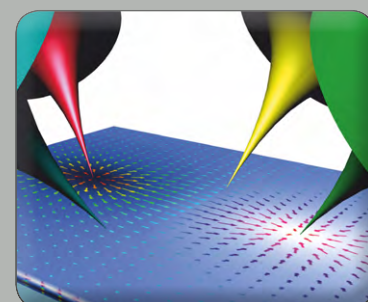
سال ششم ■ شماره ۴ ■ زمستان ۱۳۹۷ ■ شماره پیاپی ۲۴

ISSN 2538-3450

معرفی اصول پایه‌ای
میکروسکوپ الکترونی
عبوری با قابلیت
فیلتر کردن انرژی



پیشرفت‌های اخیر در کروماتوگرافی
گازی سریع: کاربردهای آن برای
جداسازی متیل استرها، اسید چرب



بررسی خواص الکتروشیمیایی مواد در
مقیاس نانو با استفاده از میکروسکوپ
حرارتی - یونی روبشی



آشنایی با آنالیزهای سطح براساس
جذب و دفع فیزیکی

برگزاری نشست‌های کارگروه‌های تخصصی در دی ماه ۹۷: کارگروه پرتو ایکس، کارگروه استاندارد و کالیبراسیون، کارگروه آنالیز سطح



در سومین سفر استانی مدیران آزمایشگاه‌های عضو شبکه: توانمندی آزمایشگاهی استان هرمزگان مورد ارزیابی قرار گرفت



نویسندگان

ساناز شبیکه^۱

researchers4u@yahoo.com

معرفی اصول پایه‌ای میکروسکوپ الکترونی عبوری با قابلیت فیلتر کردن انرژی

واژه‌های کلیدی

میکروسکوپ الکترونی عبوری با قابلیت فیلتر کردن انرژی؛ طیف‌سنجی افت انرژی الکترون؛ پراکندگی غیرالاستیک؛ پراکندگی الاستیک، مکعب داده.

چکیده

میکروسکوپ الکترونی عبوری مرسوم^۳ به‌منظور تحقق عملیات تحلیل و تصویربرداری از نمونه‌های حوزه‌های مختلف در مقیاس نانومتر مورد استفاده قرار می‌گیرد. پژوهشگران حوزه‌های مختلف برای برآورده ساختن نیازمندی‌های خود از تجهیزات جانبی به همراه میکروسکوپ الکترونی عبوری استفاده نموده یا تغییراتی را درون ساختار کلی میکروسکوپ ایجاد می‌کنند. در اینجا از میان خانواده میکروسکوپ‌های الکترونی عبوری، میکروسکوپ الکترونی عبوری با قابلیت فیلتر کردن انرژی^۴ بررسی می‌شود. این میکروسکوپ حدود یک دهه پیش اختراع شد و در حال حاضر نیز به‌عنوان یک ابزار تحلیل کاربردی در حوزه شناسایی مواد مورد استفاده قرار می‌گیرد. طراحی این میکروسکوپ براساس اصول فیزیکی طیف‌سنجی افت انرژی الکترون^۵ و بکارگیری دو نوع فیلتر انرژی: ۱- درون ستونی^۶ و ۲- بعد از ستون^۷ امکان‌پذیر است. میکروسکوپ الکترونی عبوری با قابلیت فیلتر کردن انرژی به‌منظور تهیه تصاویر از ریز ساختارها از نوار انرژی باریکی متشکل از الکترون‌های پراکنده غیرالاستیک استفاده می‌کند. به دلیل ساده بودن عملیات این نوع فیلترها هم اکنون می‌توان در مدت چند دقیقه تصاویری واضح از عنصری معین در نمونه را بدست آورد. به‌منظور حصول بهترین نتیجه، داشتن دانشی بنیادین از قوانین فیزیک بکار رفته در روش EELS و قدرت تحلیل اصولی جزئیات فنی ضروری است [۱]. البته آشنایی با ساختار فیلترهای انرژی موجود و کاربردهای EFTEM در حوزه‌های مختلف نیز از اهمیت بالایی برخوردار است.

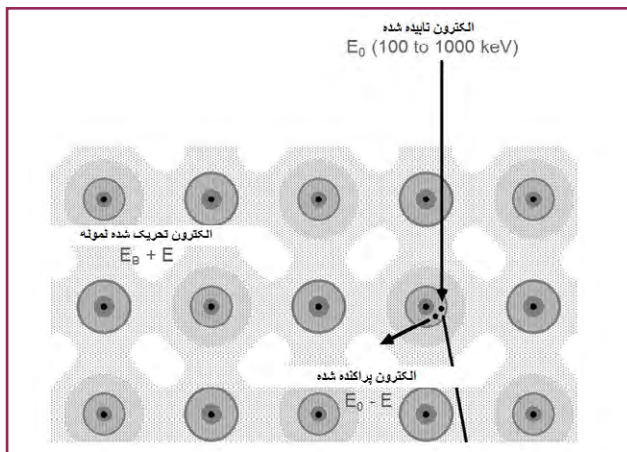
میکروسکوپ الکترونی عبوری^۱ برای پژوهش در زمینه ریزساختار مواد و بافت‌هایی که بتوان یک لایه به اندازه کافی نازک برای عبور الکترون‌ها تهیه نمود ابزاری کارآمد محسوب می‌شود. به خصوص امروزه که تحقیق درباره ساختارهای نانومتری مواد به سرعت در حال پیشرفت بوده، اهمیت این ابزار بیش از پیش آشکار شده‌است. با تغییر در ساختار داخلی میکروسکوپ الکترونی عبوری یا افزودن تجهیزات جانبی به میکروسکوپ مذکور، محققان حوزه‌های مختلف می‌توانند برای تحقیق درباره ساختارهای نانومتری و حتی زیر نانومتر از قابلیت‌های تحلیلی مهمی نظیر: طیف‌سنجی پراش انرژی پرتو ایکس^۲، طیف‌سنجی افت انرژی الکترون^۳، فیلتر کردن انرژی^۴، تصویربرداری فاز کنتراست با تفکیک‌پذیری بالا^۵، کرایو^۶، تحلیل تک ذره^۷، بلورنگاری الکترونی^۸، برش‌نگاری الکترونی کرایو^۹ و غیره برخوردار شوند. در این مقاله میکروسکوپ الکترونی عبوری با قابلیت فیلتر کردن انرژی بررسی می‌شود. با استفاده از این میکروسکوپ می‌توان در کوتاه‌ترین زمان ممکن به تصاویر توزیع عنصری با تفکیک‌پذیری عرضی یا جانبی دست یافت. بهره‌گیری از اطلاعات طیفی مربوط به الکترون‌های پراکنده شده به صورت غیرالاستیک به عنوان مزیت این میکروسکوپ نسبت به میکروسکوپ‌های الکترونی عبوری مرسوم در نظر گرفته می‌شود. بنابراین، می‌توان بیان نمود که EFTEM از تمام اطلاعات موجود استفاده بهینه می‌کند [۲].

میکروسکوپ EFTEM این قابلیت را دارد که تنها با استفاده از الکترون‌های دارای انرژی جنبشی معین تصاویر یا الگوهای پراش منحصر بفردی را ارائه دهد. با استفاده از این روش به همراه روش بلورنگاری الکترونی می‌توان ترکیبات شیمیایی نمونه را بررسی نمود. در صورت تابیده شدن پرتوی الکترونی به نمونه بسیار نازک بیشتر الکترون‌ها از آن عبور نموده اما برخی از الکترون‌ها با اتم‌های تشکیل دهنده نمونه مورد نظر برخورد کرده و سپس به صورت الاستیک یا غیرالاستیک (نظیر: پراکندگی فونون، پراکندگی پلاسما، یا یونیزاسیون پوسته داخلی) پراکنده می‌شوند. پراکندگی غیرالاستیک منجر به افت انرژی و تغییر تکانه^{۱۰} می‌شود. این امر در حالت یونیزاسیون پوسته داخلی به عنوان مشخصه عنصر درون نمونه در نظر گرفته می‌شود. در صورت هدایت پرتو الکترونی عبور کرده از نمونه به درون یک منشور مغناطیسی، مسیر عبور الکترون‌ها وابسته به انرژی آنها متغیر خواهد بود. مبانی شکل‌گیری طیف در روش طیف‌سنجی افت انرژی الکترون نیز بر همین اساس است. لازم به ذکر است، در میکروسکوپ الکترونی عبوری با قابلیت فیلتر کردن انرژی برای عبور تنها الکترون‌هایی با انرژی معین و تشکیل تصویر نهایی از طریق آشکارسازی الکترون‌های مذکور می‌توان از یک شکاف درون منشور مغناطیسی استفاده کرد. این شکاف^{۱۱} را می‌توان طوری تنظیم کرد که فقط الکترون‌های فاقد افت انرژی یا الکترون‌هایی با افت انرژی معین برای تشکیل تصویر یا الگوی پراش نهایی از آن عبور کنند. در صورتی که تنها الکترون‌هایی بدون افت انرژی اجازه عبور داشته باشند، آنگاه تصویری با کنتراست بالا بدست خواهد آمد. در صورت تنظیم شکاف به گونه‌ای که تنها الکترون‌هایی با افت انرژی معین قادر به عبور باشند، می‌توان تصاویری حساس به عنصرهای خاصی را بدست آورد. سیگنال یونیزاسیون در بیشتر موارد به مراتب کوچکتر از سیگنال پس زمینه بوده، به همین منظور تهیه چند تصویر در انرژی‌های متغیر برای حذف اثر پس زمینه ضروری است. این روش بسیار آسان، با عنوان روش نسبت پرش شناخته شده‌است. در این روش علاوه بر تصویر تهیه شده با استفاده از الکترون‌های در بر گیرنده انرژی برابر با انرژی حداکثر قله جذب (حاصل شده توسط یونیزاسیون پوسته داخلی) به ثبت تصویر درست پیش از انرژی یونیزاسیون نیز نیاز است. در بیشتر موارد، انجام فرآیند همبستگی متقاطع تصاویر برای جبران رانش احتمالی نمونه بین زمان تهیه دو تصویر مورد نظر ضروری است. در صورت نیاز به بررسی بیش از یک عنصر در نقشه‌های عنصری می‌توان برای ارتقای دقت و تحلیل بهتر فرآیند نگاشت یک سری تصاویر را تهیه نمود [۳].

معرفی روش طیف‌سنجی افت انرژی الکترون

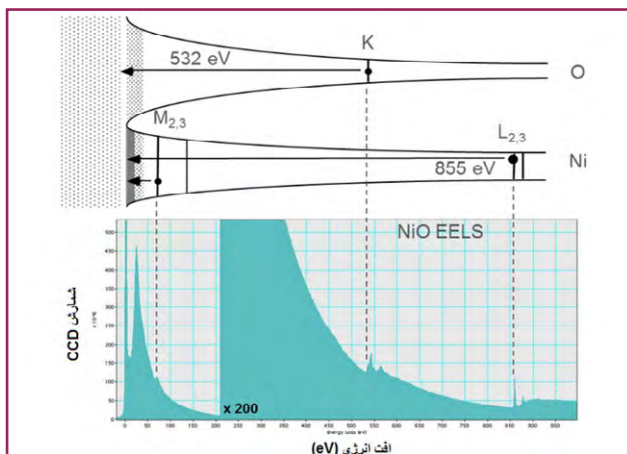
همان‌طور که پیش‌تر نیز ذکر شد، میکروسکوپ الکترونی عبوری با قابلیت فیلتر کردن انرژی براساس اصول طیف‌سنجی افت انرژی الکترون شکل گرفته است. به همین منظور، برای درک بهتر کارکرد و کاربردهای این نوع میکروسکوپ در حوزه‌های مختلف ابتدا روش طیف‌سنجی افت انرژی الکترون معرفی می‌شود. EELS در واقع روشی برای استفاده از توزیع انرژی الکترون‌های عبور کرده از یک نمونه بسیار نازک به منظور تحلیل محتوای نمونه مورد نظر و ایجاد تصاویری با کنتراست منحصر بفرد است. فرآیند طیف‌سنجی افت انرژی الکترون دربر گیرنده مجموعه‌ای از روش‌هایی است که هدف

اصلی آنها اندازه‌گیری تغییرات انرژی جنبشی الکترون‌ها پس از برخورد به نمونه است. از این روش برای تعیین ساختار اتمی و مشخصات شیمیایی نمونه نظیر نوع و تعداد اتم‌های موجود، پیوند و حالت شیمیایی اتم‌ها و تعامل یا برخوردهای دسته جمعی اتم‌ها با همسایگان خود استفاده می‌شود. برخی از روش‌های شکل گرفته براساس طیف‌سنجی افت انرژی الکترون عبارتند از: طیف نگاری، میکروسکوپ الکترونی عبوری با قابلیت فیلتر انرژی، و EELS دوگانه. الکترون‌ها هنگام عبور از نمونه با اتم‌های سطح جامد برخورد نموده و بسیاری از الکترون‌ها بدون از دست دادن انرژی از نمونه نازک عبور می‌کنند. اما بخشی از الکترون‌ها هنگام برخورد با نمونه به صورت غیرالاستیک پراکنده شده و مقداری انرژی از دست



شکل (۳): پراکندگی غیرالاستیک [۵].

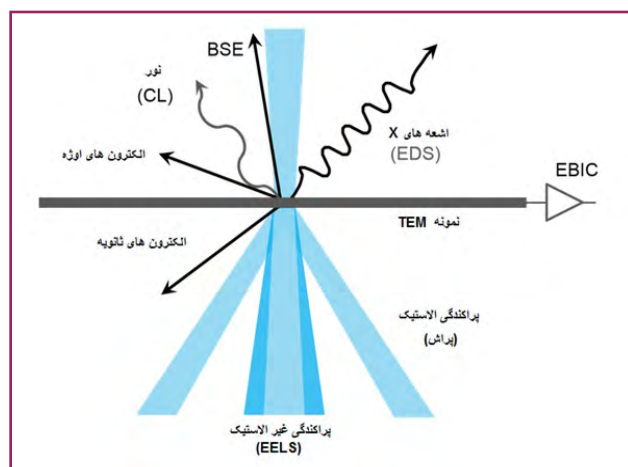
هنگامی که نزدیک‌ترین الکترون‌های چسبیده به هسته توسط الکترون تابیده شده به حالت انرژی بالاتری ارتقاء پیدا کرد، آنگاه فرآیندهای تحریک افت هسته به وقوع می‌پیوندد. ارتقاء انرژی الکترون چسبیده به هسته تنها زمانی امکان‌پذیر است که یک حالت انرژی خالی در ماده مورد نظر وجود داشته باشد. حالت‌های مذکور بالاتر از سطح خلاء را نیز می‌توان به عنوان حالات الکترون آزاد در نظر گرفت. علت حساسیت سیگنال EELS به نوع اتم و حالت الکترونیکی آن، وقوع ناگهانی فرآیند پراکندگی در انرژی فرمی و پویش حالت‌های خالی است [۵]. در شکل (۴)، همبستگی میان ویژگی‌های EELS و نمونه نمایش داده شده است.



شکل (۴): همبستگی میان ویژگی‌های EELS و نمونه [۵].

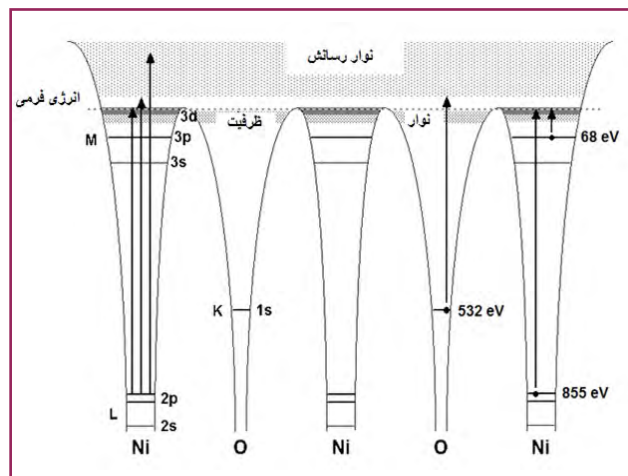
یک طیف افت انرژی مرسوم شامل چندین ناحیه است (شکل (۵)). قله نخست، شدیدترین قله برای یک نمونه بسیار نازک که در افت صفر الکترون ولت (برابر با انرژی اولیه پرتو) به وقوع پیوسته که با عنوان قله افت صفر شناخته شده است. این قله نمایانگر الکترون‌هایی است که فاقد پراکندگی غیرالاستیک است، اما در عوض پس از برخورد با هسته اتمی به صورت الاستیک پراکنده شده یا افت انرژی آنها آنقدر کم بوده که قابل اندازه‌گیری نیست. اصولاً پهنا و عرض قله افت صفر نماینده توزیع

می‌دهند (شکل (۱)). این امر منجر به باقی ماندن نمونه در حالت برانگیخته می‌شود. ماده مورد نظر به منظور خارج شدن از حالت برانگیخته باید انرژی را در قالب الکترون‌های اوژه، اشعه ایکس و فوتون‌های مرئی از دست بدهد. EELS معمولاً درون میکروسکوپ‌های الکترونی عبوری TEM یا میکروسکوپ‌های الکترونی عبوری - روبشی (STEM) به کار برده می‌شود. این نوع میکروسکوپ‌ها اصولاً برای بررسی نمونه‌ها از الکترون‌هایی با انرژی بسیار بالا (۶۰ تا ۳۰۰ کیلو الکترون ولت استفاده می‌کنند). این الکترون‌ها هنگام عبور از نمونه می‌توانند رفتاری الاستیک (بدون تبادل انرژی) یا غیرالاستیک (شکل (۲)) را به نمایش بگذارند. EELS در محدوده همین برخوردها یا تعامل‌ها اطلاعاتی را درباره نمونه استخراج می‌کند [۴].

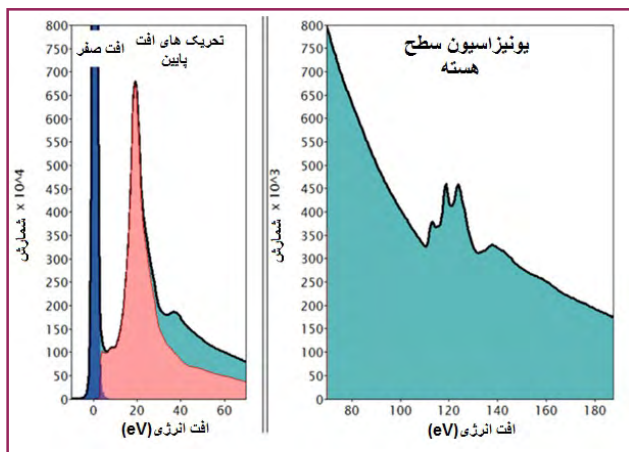


شکل (۱): اثر برخورد پرتو تابیده شده به نمونه درون میکروسکوپ الکترونی عبوری [۵].

هنگام برخورد الکترون تابیده شده با نمونه، انرژی و تکانه آن تغییر می‌کند (شکل (۳)). در صورت افزایش پیدا کردن الکترون تابیده و پراکنده شده را آشکار نمود. الکترون نمونه این انرژی و تکانه اضافی را انتقال می‌دهد.



شکل (۲): نمایی از فرآیند افت انرژی الکترون درون میکروسکوپ TEM در مقیاس اتمی [۵].



شکل (۶): توزیع پراکندگی سیگنال ZLP و افت پایین حاصل شده از اضمحلال نسبت فوریه [۵].

نظر دانست. به‌عنوان مثال، مقادیر کمی از عنصر آلیاژی معین می‌تواند بر تعداد حامل‌ها (منجر به جابجایی در انرژی پلاسمون) یا چگالی حامل (بسط یافتن شبکه بلورین در صورت تغییر دمای محلی) تاثیرگذار باشد. انرژی پلاسمون با فرمول ذیل محاسبه می‌شود:

$$E_p \cong \frac{\sqrt{ne^2h^2}}{\pi} m$$

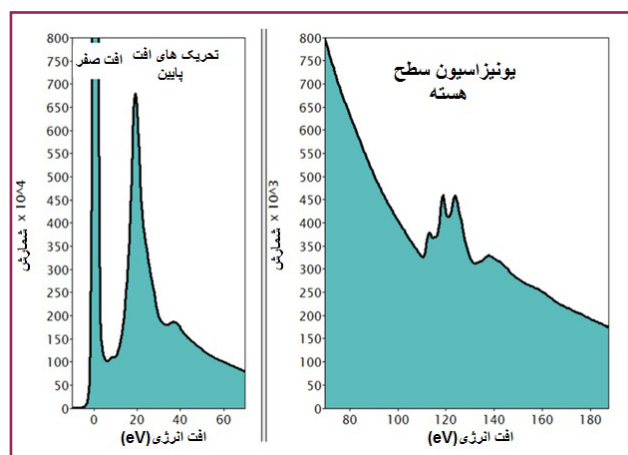
در این رابطه: (n) چگالی الکترون نوار ظرفیت/رسانش، (e) شارژ الکترون (حفره)، (m) جرم موثر الکترون (حفره) و (h) ثابت پلانک است.

منطقه و ناحیه بعدی شامل تحریک‌های سطح هسته می‌شود. این ناحیه به‌طور قراردادی از افت تقریبی ۱۰۰ الکترون ولت (برای حالت‌های نزدیک به نوار رسانش می‌تواند کمتر باشد) آغاز و تا انرژی پرتو اصلی ادامه می‌یابد. در عمل، اندازه‌گیری افت‌های انرژی بالاتر از ۵ کیلو الکترون ولت دشوار است. به دلیل متغیر بودن انرژی‌های اتصال الکترون هسته برای هر عنصر و هر نوع پوسته، لذا می‌توان برای تعیین عناصر حاضر در نمونه و همچنین میزان غلظت و تجمع عنصر درون نمونه مورد نظر به ترتیب از آستانه لبه یونیزاسیون و شدت لبه استفاده کرد [۵].

لازم به ذکر است، در افت‌های انرژی بالاتر (بیش از ۵۰ الکترون ولت) که تعداد الکترون‌های پراکنده شده به‌صورت غیرالاستیک بسیار کمتر بوده، در طیف مورد نظر مشخصه‌های ویژه‌ای با نام «لبه‌های یونیزاسیون» به نمایش در می‌آیند (شکل (۷)).

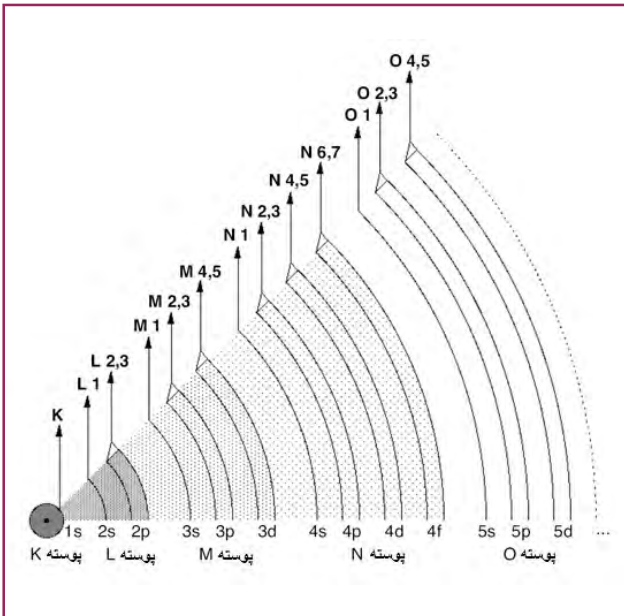
این لبه‌ها معادل از طریق وقوع فرآیند یکسانی شکل می‌گیرند. این لبه‌ها زمانی که الکترون پوسته داخلی برای رسیدن به حالتی بالاتر از سطح فرمی به اندازه کافی از پرتو الکترونی انرژی گرفته و تحریک شده شکل می‌گیرند.

انرژی منبع الکترون است. این عرض معمولاً در بازه ۰,۲ تا ۲ الکترون ولت قرار داشته اما در منبع الکترون تکفام شده می‌تواند به باریکی ۱۰ میلی الکترون ولت نیز برسد. هنگام تراز کردن سطح فرمی با قله افت صفر (ZLP) طیف مورد نظر می‌توان ویژگی‌های طیفی اولیه درون فرآیندهای تحریک افت هسته را مشاهده نمود. هم‌اکنون لبه‌ها را می‌توان به‌عنوان نقاطی در نظر گرفت که به‌منظور ارتقاء الکترون‌های اتمی چسبیده به هسته به سطح فرمی، الکترون‌های مورد نظر در آن لبه‌ها مقداری انرژی کافی را از دست می‌دهند. در اینجا تولید مجدد پراکندگی بالاتر از سطح فرمی امکان‌پذیر نیست، اما می‌توان افزایش ناگهانی شدت لبه سطح هسته را مشاهده نمود.



شکل (۷): سه منطقه تشکیل دهنده طیف افت انرژی [۵].

پس از ZLP، شاهد دیگر ویژگی‌های افت پایین در اثر وقوع پراکندگی غیرالاستیک الکترون‌های نوار رسانش یا ظرفیت نیز خواهیم بود (شکل (۶)). این ناحیه پراکندگی به تحریک‌های نوری ماده و دیگر تحریک‌ها نظیر تحریک‌های پلاسمون‌ها مربوط می‌شود [۵]. ناحیه افت پایین یا ظرفیت طیف eel اطلاعاتی مشابه طیف‌سنجی نوری از قبیل اطلاعاتی ارزشمند درباره ساختار نوار یا باند و به خصوص ویژگی‌های دی‌الکتریک مواد (نظیر: شکاف نوار و پلاسمون‌های سطحی) را ارائه می‌کند. برجسته‌ترین قله پس از ZLP معمولاً از تشدید پلاسمای الکترون‌های ظرفیت به نام پلاسمون شکل می‌گیرد. شدت‌های سیگنال در ناحیه افت پایین نسبت به شدت‌های موجود در ناحیه افت بالای طیف مورد نظر بزرگتر هستند [۶]. در مدل گازی الکترون آزاد ماده جامد می‌توان تحریک‌های پلاسمون را به‌عنوان نوسانی هماهنگ از الکترون‌های رسانش با پیوند ضعیف و پس‌زمینه‌ای از هسته‌های یونی ثابت شده تصور کرد. می‌توان فرکانس نوسان و در نتیجه انرژی آن را به چگالی گاز الکترون و جرم موثر حامل‌های شارژ مرتبط ساخت. وقوع تغییرات کوچک در ویژگی‌های ماده روی این مقادیر تاثیرگذار بوده، لذا موقعیت قله پلاسمون را می‌توان به‌عنوان نشانگری حساس به وقوع تغییرات درون ماده مورد



شکل (۹): فهرست لبه‌های یونیزاسیون پوسته داخلی (اطلس EELS، فعالیتی مشترک از آن و کریوانک) [۶].

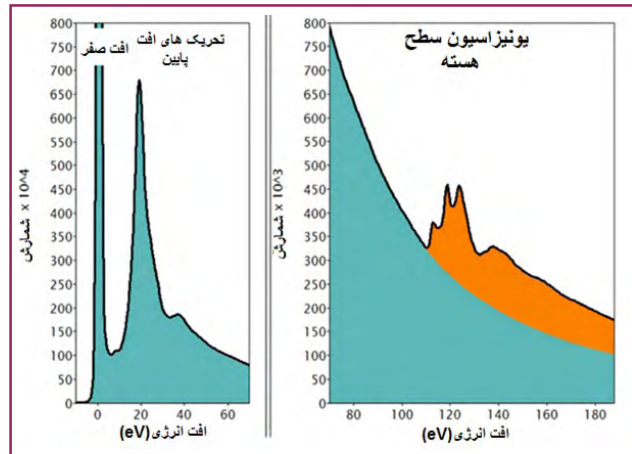
دستیابی به ثمردهی اشعه ایکس نزدیک به صفر و ثمردهی اوژه نزدیک به صفر می‌شوند. این فرآیندها نزدیک به ژرمانیوم (با عدد اتمی ۳۲) به توازن (ثمردهی ۵۰/۵۰) دست پیدا می‌کنند. الکترون‌های با انرژی بالا هنگام برخورد به نمونه سیگنال‌های فراوانی را تولید می‌کنند. تعامل‌ها و برخوردهای الکترون‌های الاستیک و غیرالاستیک به‌عنوان سیگنال‌های اولیه در نظر گرفته می‌شوند. دیگر سیگنال‌ها نیز به‌عنوان رویدادهای ثانویه پس از فرآیند پراکندگی غیرالاستیک به وقوع می‌پیوندند. EELS قابلیت پروب و پوشش چگالی محلی حالات را نیز دارد. به همین دلیل ابزار مناسبی برای اندازه‌گیری تغییرات به وقوع پیوسته در پیوندهای محلی در مقیاس نزدیک به تفکیک‌پذیری اتمی محسوب می‌شود [۵].

به‌طور خلاصه می‌توان اطلاعات استخراج‌پذیر از نمونه با استفاده از سیگنال EELS را به‌صورت ذیل تقسیم‌بندی نمود:

- ضخامت نمونه - قله افت صفر و شدت طیف کل؛
- چگالی الکترون نوار ظرفیت/ساختار - قله‌های پلاسمون؛
- پاسخ/واکنش نوری (تابع دی‌الکتریک مختلط) - توزیع افت پایین؛
- ساختار نوار و انتقال‌های میان نوارها - ویژگی‌های افت نزدیک به صفر؛

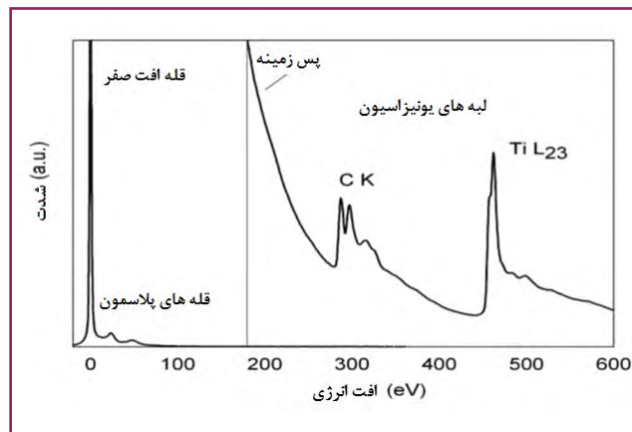
- ترکیب عنصری - لبه‌های افت هسته؛
- حالت پیوند و اکسیداسیون (چگالی حالت‌های تهی) - ریزساختار نزدیک لبه (ELNES)؛
- توزیع اتم‌های همسایه نزدیک (تابع توزیع شعاعی - RDF) - ریزساختار افت انرژی گسترش یافته.

همان‌طور که در جدول (۱) نیز قابل مشاهده است، مهم‌ترین محدودیت روش EELS اثر ضخامت نمونه است. هم‌زمان با افزایش یافتن ضخامت نمونه، برخورد قوی



شکل (۷): لبه‌های یونیزاسیون سطح هسته - انرژی آغازین لبه مذکور تعیین‌کننده نوع عنصر حاضر در نمونه است. شدت بالاتر از پس زمینه متناظر است با تعداد اتم‌هایی که پرتو الکترونی با آنها برخورد کرده‌اند [۵].

همان‌طور که در شکل (۸) مشاهده می‌شود، تمام لبه‌های یونیزاسیون به شکل دندان اره‌ای نبوده (نظیر لبه k کربن) بلکه اشکال پیچیده‌تری دارند (به‌عنوان مثال: لبه L_{۲۳} تیتانیوم). به‌منظور تعیین تقریباً تمامی عناصر شیمیایی (به‌خصوص عناصر سبک‌تر) می‌توان از لبه یونیزاسیون استفاده کرد. نقطه آغازین لبه مذکور نماینده انرژی یونیزاسیون بوده و شرایط تحلیل کیفی را فراهم می‌آورد. در صورت فوق‌العاده نازک بودن نمونه، شدت‌های لبه رابطه مستقیمی با تمرکز و غلظت عناصر متناظر خواهد داشت [۷].

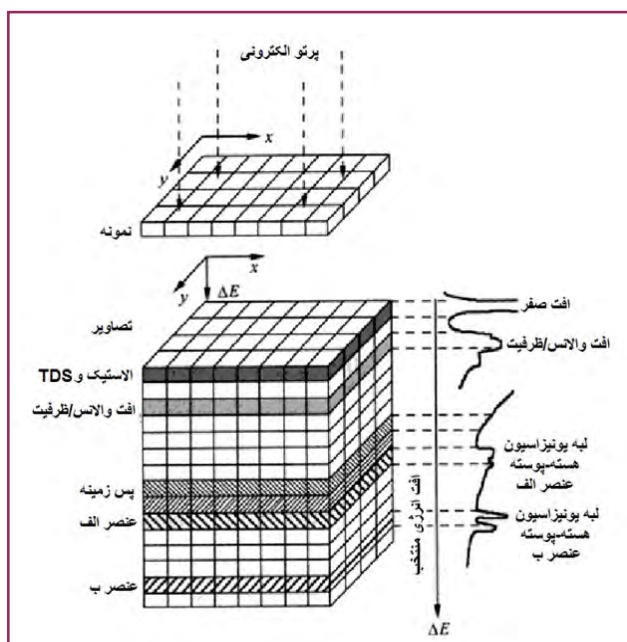


شکل (۸): طیف EELS نمونه کاربید تیتانیوم با ضخامت ۲۰ nm تهیه شده در میکروسکوپ الکترونی عبوری با انرژی ۲۰۰ کیلوالکترون ولت مجهز به تجهیزات فیلتر کردن انرژی [۷].

EELS روشی قدرتمند است که اطلاعات ترکیبی و شیمیایی از مناطق زیر نانومتری نمونه را ارائه می‌کند (شکل (۹)). این روش به دلیل سطح مقاطع واکنشی بزرگ و توزیع زاویه‌ای باریک الکترون‌های پراکنده از حساسیت و تمرکز بالایی برخوردار است. یکی از مزایای استفاده از EELS، سطح هسته‌ای حساسیت آن به تمام عناصر موجود درون جدول تناوبی (به استثنای هیدروژن اتمی) است. فرآیندهای واکنشی به ترتیب برای عناصر با Z پایین و Z بالا منجر به

جدول (۱): مقایسه سیگنال‌های مختلف پس از برخورد پرتوی الکترونی در روش‌های متفاوت [۵].

	EELS	EDS	XPS	اوزه	CL
سیگنال → پروب	$e^- \rightarrow e^-$	$e^- \rightarrow e^-$	$e^- \rightarrow e^-$	EELS	EELS
تفکیک پذیری مکانی	Å-um	nm-mm	um-mm	um-mm	nm-mm
حساسیت ترکیبی	*He – U *0.1 atm% معمولی	*B – U *0.1 atm% معمولی	*Li – U *0.01 atm% زیر تک لایه	*Li – U *0.1 atm% زیر تک لایه	حساس به خواص و ویژگی‌های مواد
حساسیت شیمیایی	از طریق شکل لبه و جابجایی شیمیایی	-	از طریق شکل قله	محدود	به طور غیرمستقیم مرتبط با خواص و ویژگی‌های مواد
سادگی روش	نیازمند تنظیم پرتوهای الکترونی	نیازمند به حداقل تنظیمات	نیازمند به خلاء فرا بالا (UHV)	نیازمند UHV و همچنین نیازمند تعبیه روش‌هایی به منظور کاهش فرآیند شارژ	نیازمند به تنظیم طیف‌سنج
مزایا	<ul style="list-style-type: none"> نسبت سیگنال به نویز بالا (SNR)؛ داده‌های ترکیبی و شیمیایی؛ تفکیک پذیری در سطح اتمی. 	<ul style="list-style-type: none"> ضخامت نامحدود؛ نسبت سیگنال به پس زمینه بالا (SBR). 	<ul style="list-style-type: none"> آشکارسازی ردها و دنباله‌ها؛ اطلاعات شیمیایی تفصیلی. 	<ul style="list-style-type: none"> آشکارسازی عالی Z پایین؛ تفکیک پذیری مکانی در سطح SEM. 	<ul style="list-style-type: none"> بسیار حساس به فازهای مواد معدنی؛ تنها انتشار نوری پروب را پردازش می‌کند.
محدودیت‌ها	<ul style="list-style-type: none"> نیازمند نمونه‌های نازک همپوشانی برخی عناصر 	<ul style="list-style-type: none"> فلوئورسانس غیرمحلی محدودیت‌های پایین Z SNR محدود فیلم نازک 	<ul style="list-style-type: none"> فقط سطح نیازمند UHV تفکیک پذیری بیش از ۱۰ میکرون 	<ul style="list-style-type: none"> فقط سطح نیازمند UHV نمونه‌های رسانا 	<ul style="list-style-type: none"> موارد استفاده خاص



شکل (۱۰): نمودار فوق چگونگی تشکیل تصاویر از الکترون‌هایی با انرژی فیلتر شده درون میکروسکوپ الکترونی عبوری را نمایش می‌دهد. تصاویر میکروسکوپ الکترونی عبوری مرسوم (CTEM) از ادغام الکترون‌هایی با افت انرژی مختلف بدست می‌آیند. در شکل، تصاویری حاصل شده از الکترون‌هایی با افت انرژی مختلف نمایش داده شده که می‌توان با استفاده از هر کدام از آنها اطلاعات ساختاری و شیمیایی موثری را در مورد نمونه استخراج نمود [۱۳].

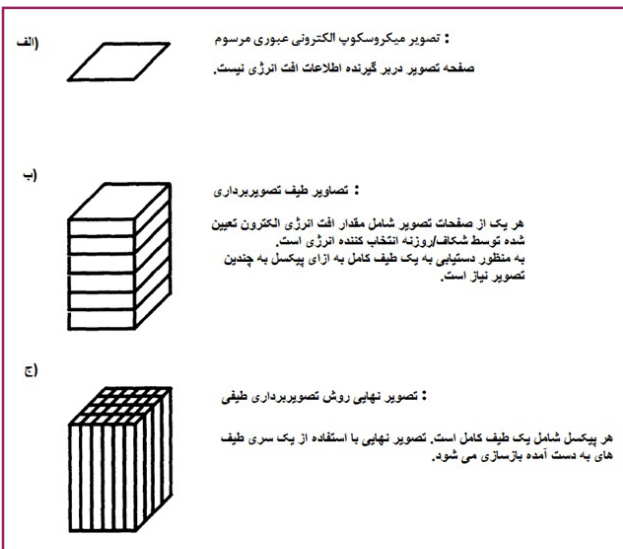
در جدول ذکر شده: e^- نماینده الکترون‌های (γ) نمایانگر فوتون‌های با انرژی بالا (اشعه UV - X)، و $h\nu$ نیز نشان دهنده فوتون‌های نوری (IR - Vis) است.

الکترون‌های اولیه با نمونه منجر به وقوع چندین رویداد افت انرژی برای الکترون‌های مورد نظر می‌شود. این امر نسبت سیگنال به پس زمینه لبه‌های EELS و همچنین رویت پذیری لبه‌های مربوطه را کاهش می‌دهد [۵].

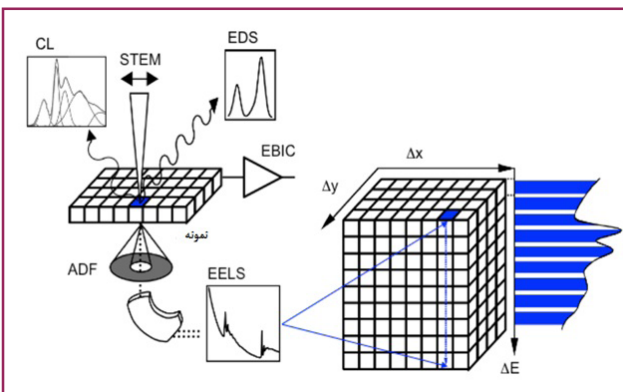
تصویربرداری طیفی

تصویربرداری طیفی در واقع روشی است که توزیع مینی بر مکان داده‌های طیف‌سنجی افت انرژی الکترون (EELS) را ارائه می‌دهد. با استفاده از این روش می‌توان به داده‌های سه بعدی دربر گیرنده اطلاعات مکانی و طیفی مربوط به نمونه دست یافت. به همین دلیل، یکی از کاربردهای رایج این روش، ایجاد مکعب داده است (شکل (۱۰)).

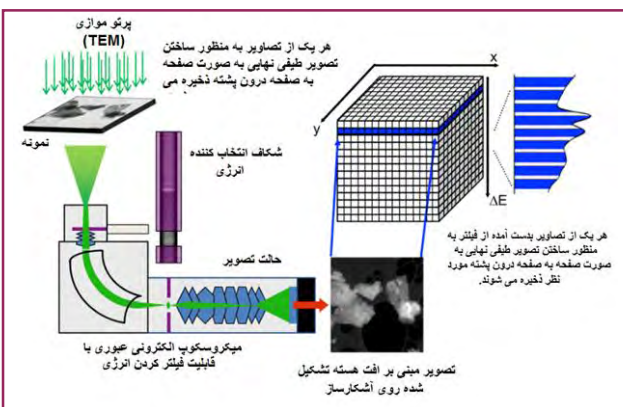
دو محور مکعب متناظر با اطلاعات مکانی و بعد سوم نیز متناسب با طیف افت انرژی شکل می‌گیرد. مجموعه داده حاصل شده با عنوان تصویر طیفی شناخته شده که با استفاده از



شکل ۱۱: تصاویر قابل دستیابی در میکروسکوپ‌های (الف) CTEM، (ب) EFTEM به همراه روش طیف تصویربرداری، و (ج) STEM به همراه روش تصویربرداری طیفی [۸].



شکل ۱۲: در تصویربرداری طیفی STEM، پروب با روشی معین در سرتاسر نمونه حرکت نموده و در نتیجه این امر سیگنال‌هایی جمع‌آوری می‌شوند. برخلاف نگاهت مرسوم، در این روش کل طیف درون هر نقطه ذخیره می‌شود. در این صورت اجرای پردازش طیفی پیشرفته برای هر پیکسل درون تصویر طیفی امکان‌پذیر است [۱۰].



شکل ۱۳: در تصویربرداری طیفی EFTEM از پرتوی موازی برای تشکیل هر تصویر استفاده شده‌است. شکاف انرژی نیز با روشی معین به‌گونه‌ای تنظیم شده که دستیابی به پشته مورد نظر به‌صورت صفحه به‌صورت امکان‌پذیر باشد. به دلیل استفاده از حالت تصویربرداری موازی می‌توان مناطق گسترده‌ای را با قدرت تفکیک پذیری بالا بررسی کرد. پس از دستیابی به پشته مذکور، فرآیند پردازش، مشابه روش STEM است [۱۰].

چندین روش قابل مشاهده است. همان‌طور که در شکل (۱۱) نیز نشان داده شده‌است، در اینجا دو روش برای دسترسی به این مکعب داده معرفی می‌شوند: ۱- به‌دست آوردن طیف کامل در هر پیکسل مکانی (STEM SI) (مراجعه به شکل (۱۲))، و ۲- دستیابی به تصویر کامل دو بعدی در طول نوار باریکی از انرژی‌ها درون یک برش انرژی از مکعب داده (EFTEM SI) (مراجعه به شکل (۱۳)).

مزیت استفاده از میکروسکوپ الکترونی عبوری - روبشی عبارت است از حداقل دوز ممکن، دستیابی به تمام افتهای انرژی به‌صورت هم‌زمان (100 ms/Pixel)، در اینجا حتی احتمال چند آشکارسازی نیز وجود دارد. از معایب استفاده از این نوع میکروسکوپ‌ها برای دستیابی به مکعب داده مورد نظر می‌توان به حصول تصویر نهایی از پیمایش پرتوی الکترونی روی نمونه نام برد زیرا زمان دستیابی (متناسب با تعداد پیکسل‌های تحلیل شده) طولانی می‌شود. مزیت بکارگیری میکروسکوپ الکترونی عبوری مرسوم دستیابی به تصویر فیلتر شده به‌صورت موازی (یعنی یک میلیون پیکسل در ثانیه) است. اما این نوع میکروسکوپ قابلیت تصویربرداری از تنها یک افست انرژی در هر زمان را ارائه می‌دهد. در روش نگاهت عنصری EELS، دو نوع اطلاعات مورد بررسی قرار می‌گیرند:

- وابستگی مکانی، که از طریق تغییر نقطه به نقطه سیگنال روی نمونه بدست می‌آید. این اطلاعات I به دو بعد نمونه یعنی X و Y وابسته است.

- اطلاعات شیمیایی، که از پاسخ طیف‌سنجی حجم ماده مورد بررسی بدست می‌آید. این اطلاعات I به انرژی E وابسته است [۸].

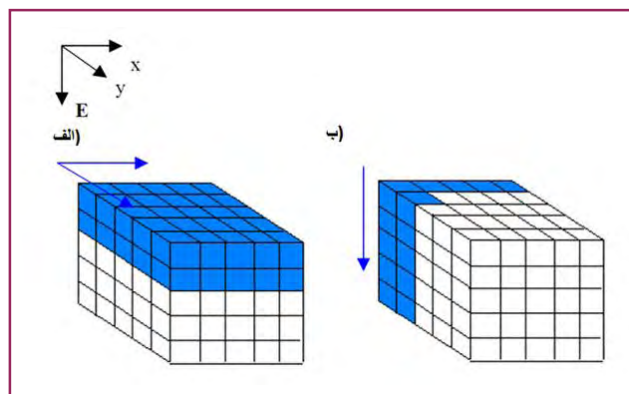
تفاوت تصویر طیفی با تصاویر مرسوم این است که تصویر طیفی دربر گیرنده طیف کامل EELS در هر پیکسل بوده اما تصویر مرسوم در هر پیکسل دارای یک مقدار واحد است [۸]. مزیت اصلی تصویربرداری طیفی، فراهم آوردن قابلیت پردازش تصمیم‌ها پس از حصول نتیجه است. در صورت در اختیار داشتن طیف کامل در هر نقطه داده می‌توان نمودارها و نقشه‌های شیمیایی یا ترکیبی کمی را بدست آورد. طیف کامل قابلیت‌هایی نظیر شناسایی و تصحیح ناهنجاری‌های داده، درک کنتراست تصویر و محدودیت‌های مجموعه داده را فراهم می‌آورد. در میکروسکوپ الکترونی عبوری - روبشی (STEM) برای دستیابی به اطلاعات مکانی (X,Y) پرتو الکترونی به درون یک پروب کوچک متمرکز شده و این پروب با حرکت سریالی نمونه مورد نظر را پیمایش می‌کند. در این حالت، به‌منظور ساختن تصویر طیفی براساس روش میکروسکوپ الکترونی عبوری روبشی تصویربرداری طیفی (STEM SI) دسترسی به طیف کامل در هر موقعیت پیکسل برای کاربر فراهم می‌شود (شکل (۱۲)).

به صورت غیرالاستیک نیز حاوی بخشی از اطلاعات مهم مربوط به نمونه هستند. از زمان تولید تجاری فیلترهای تصویربرداری قابل استفاده درون میکروسکوپ الکترونی عبوری (اوایل دهه ۱۹۹۰)، میکروسکوپ‌های الکترونی عبوری با قابلیت فیلتر کردن انرژی به عنوان ابزار قدرتمند برای تحلیل مواد مورد استفاده قرار گرفتند. این نوع میکروسکوپ‌ها برای تحلیل سریع و موازی نقشه‌های دو بعدی (و حتی سه بعدی) حالت شیمیایی، فیزیکی و عنصری مواد در مقیاس نانومتر از قابلیت‌های تصویربرداری موازی میکروسکوپ الکترونی عبوری مرسوم و اطلاعات بیشتر نهفته در طیف افت انرژی الکترون استفاده می‌کنند [۱۲].

کاربردهای اصلی این نوع میکروسکوپ‌ها عبارتند از:

- افزایش کنتراست - از طریق حذف الکترون‌های پراکنده شده به صورت غیرالاستیک/ناکشسان که در پس زمینه حالت مه گرفتگی ایجاد نموده، کنتراست تصاویر و الگوهای پراش را افزایش می‌دهد.
 - فرآیند فیلتر کردن افت صفر - از طریق حذف الکترون‌های پراکنده شده به صورت غیرالاستیک/ناکشسان کنتراست و وضوح را بهبود می‌بخشد.
 - تصویربرداری محتمل‌ترین افت - نسبت سیگنال به نویز (SNR) در نمونه‌هایی با ضخامت بالا و کاربردهای برش نگاری را بهبود می‌بخشد.
 - تنظیم/میزان‌سازی کنتراست - مشخصه یا فاز عنصری منحصر بفردی را درون تصویر نمایان می‌کند.
 - تصویربرداری پیش از کربن - کنتراست ساختارهای غیرکربنی در نمونه‌های زیستی و پلیمری را افزایش می‌دهد.
 - تهیه نقشه/نگاشت - از طریق شکل دادن تصاویر توسط الکترون‌هایی با پراکندگی غیرالاستیک، نقشه‌های شیمیایی/عنصری با قدرت تفکیک نانومتری را ارائه می‌دهد.
 - تصویربرداری نسبت پرش دو مرحله‌ای: در این روش به دو تصویر با انرژی فیلتر شده نیاز است. یک تصویر باید درست پیش از لبه یونیزاسیون (پیش لبه) و یک تصویر درست پس از لبه (پس لبه) تهیه شود. به منظور حصول یک نقشه کیفی تصاویر مذکور پیکسل به پیکسل تقسیم می‌شوند. لازم به ذکر است این نقشه هنگام حضور عنصر روشن و در صورت عدم حضور عنصر تاریک است.
 - نگاشت عنصری سه مرحله‌ای: در این روش به دو تصویر پیش از لبه یونیزاسیون و یک تصویر پس از آن نیاز است. می‌توان از تصاویر پیش لبه برای محاسبه پس زمینه تقریبی موجود در تصویر پس لبه استفاده کرد. هنگامی که پس زمینه مشخص و پیکسل به پیکسل حذف شود، آنگاه نقشه نهایی سیگنالی را نمایش داده که متناظر با غلظت عنصر مد نظر درون نمونه خواهد بود.
 - نگاشت حالت شیمیایی .
 - قابلیت تحلیلی - به منظور فراهم آوردن تحلیل شیمیایی از نمونه‌های TEM، طیف افت انرژی الکترون را اندازه‌گیری و ثبت می‌کند.
- به طور کلی هر سیستم EFTEM به ۴ قسمت قابل تقسیم

در شکل‌های (۱۲) تا (۱۴)، تفاوت تصویربرداری طیفی در EFTEM و STEM نمایش داده شده است. لازم به ذکر است، به احتمال زیاد ضربات شدید اشعه X و رانش نمونه در تصویر طیفی EFTEM تاثیر منفی بر جای می‌گذارند. ضربات اشعه X گهگاه به صورت مقادیر حدی در صفحات تصویری مربوط به تصویر طیفی نهایی آشکار می‌شوند. در صورت رانش نمونه در طول آزمایش، آنگاه ترتیب صفحات تصویری بهم ریخته و طیف‌های استخراج شده از تصویر طیفی نهایی نیز دارای ناهنجاری خواهد بود. شرکت تجاری گاتان [۹] به منظور حذف ضربات اشعه X و همچنین اصلاح رانش نمونه نرم‌افزاری کارآمد را به بازار عرضه کرده است [۱۱].



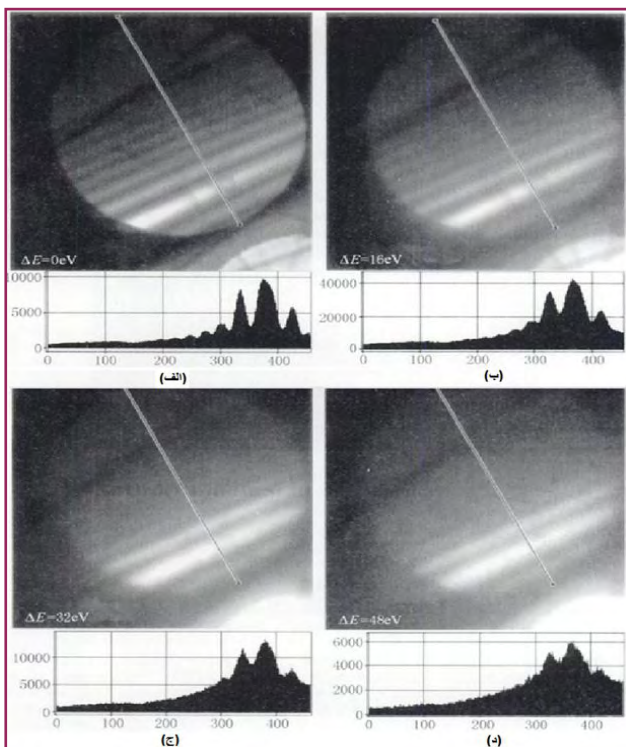
شکل (۱۴): حالت‌های دستیابی به تصویربرداری طیفی EELS در (الف) و EFTEM و (ب) پیکان‌ها جهت فرآیند تکمیل مجموعه داده‌های مکعب مورد نظر را نمایش می‌دهند [۷].

در صورت استفاده از پرتو موازی پهن (به عنوان مثال، TEM) می‌توان با بکارگیری روش صفحه تصویر به صفحه تصویر و در اختیار داشتن قابلیت تغییر دادن انرژی هر صفحه به داده‌های طیفی دست پیدا کرد (EFTEM SI). در این حالت، تصویر و طیف مورد نظر به ترتیب به صورت موازی و سریالی بدست می‌آیند. به محض دستیابی به تصویر طیفی با استفاده از هر یک از دو روش فوق می‌توان تصویر مورد نظر را به صورت طیف به طیف (X,Y) یا صفحه تصویر به صفحه تصویر (ΔE) مشاهده کرد. ترکیب اطلاعات طیفی و مکانی در یک مجموعه داده قابلیت‌های تحلیل داده‌ها را به طور قابل توجهی گسترش خواهد داد. به منظور انجام تحلیل طیفی مبنی بر مکان می‌توان از هر روش اثبات شده‌ای به منظور کل مجموعه داده تصویر طیفی استفاده کرد.

معرفی میکروسکوپ الکترونی عبوری با قابلیت فیلتر انرژی

میکروسکوپ‌های الکترونی عبوری مرسوم (CTEM) فاقد قابلیت تفکیک الکترون‌های پراکنده شده به صورت الاستیک و غیرالاستیک بوده و به منظور تشکیل تصویر نهایی تنها از الکترون‌های بدون پراکندگی و الکترون‌هایی با پراکندگی الاستیک استفاده می‌کنند. لازم به ذکر است الکترون‌های پراکنده شده

دارد. به دلیل اینکه هم اکنون تنها محاسبه دقیق سیگنال پراکندگی الاستیک امکان‌پذیر بوده، لذا روش فیلتر کردن انرژی در فرآیند تحلیل ساختار کمی با استفاده از داده‌های تصویربرداری و پراش الکترونی از اهمیت زیادی برخوردار است. در شکل (۱۵) گروهی از الگوهای پراش الکترونی پرتو همگرا حاصل شده از الکترون‌هایی با افت‌های انرژی مختلف نمایش داده شده‌است. الگوی انرژی فیلتر شده با افت صفر حاشیه‌هایی با کنتراست بالا نشات گرفته از وقوع تغییرات در خطای تحریک را نمایش می‌دهد (شکل (الف-۱۵)). از این نوع الگوها برای تحلیل ساختاری استفاده می‌شود. الگوهای شکل گرفته توسط الکترون‌هایی با افت انرژی دارای کنتراست پایین‌تری بوده اما با این حال ویژگی‌های اصلی محفوظ باقی می‌مانند (شکل‌های (ب-۱۵) و (د-۱۵)). دلیل این امر وقوع پراش پویا مشابه برای الکترون‌هایی است که به‌طور غیرالاستیک پراکنده می‌شوند. همان‌طور که به‌طور واضح از شکل (۱۵) قابل درک بوده، فیلتر کردن انرژی به‌طور چشمگیری کیفیت الگوی پراش را ارتقاء می‌بخشد [۱۳].



شکل (۱۵): الگوهای پراش الکترونی پرتو همگرا حاصل شده از روش فیلتر کردن انرژی GaAs ثبت شده توسط الکترون‌هایی با افت انرژی: (الف) افت صفر، (ب) ۱۶ eV، (ج) ۳۲ eV و (د) ۴۸ eV. نمودارهای زیر هر یک از الگوها با استفاده از پوش خطی در طول هر الگو، میزان شدت را نمایش می‌دهد [۱۳].

اطلاعات کاربردی قابل استخراج از طیف افت انرژی الکترون حاصل شده از ماده‌ای معین عبارت است از داده‌های ترکیبی کمی و کیفی (در صورت حضور و در دسترس بودن اندازه نسبی لبه‌های یونیزاسیون افت هسته)، اطلاعات شیمیایی و حالت جامد (با توجه به شکل ظاهری لبه‌های یونیزاسیون) و مشخصات فیزیکی نظیر ضخامت محلی نمونه (از آمارهای پراکندگی حاصل شده از کل

است: میکروسکوپ الکترونی عبوری، طیف‌سنج افت انرژی الکترون (EELS)، سیستم فیلتر انرژی و دوربین CCD برای ثبت داده‌های دیجیتال. با استفاده از فیلتر انرژی می‌توان به تصاویری دست پیدا کرد که توسط الکترون‌هایی با افت انرژی معین شکل داده شده‌اند. این نوع تصاویر را می‌توان به سادگی با استفاده از فضای داده سه بعدی تفسیر کرد. در این صورت باید افت انرژی الکترون‌ها را جایگزین محور Z نموده و محورهای X و Y را نیز نماینده مختصات فضای واقعی تصویر دو بعدی نمونه در نظر گرفت. تمام فرآیندهای پراکندگی غیرالاستیک را می‌توان درون طیف EELS مشاهده نمود. قله افت صفر شامل الکترون‌های پراکنده شده به صورت الاستیک و نفوذ حرارتی است. تصاویر و الگوهای پراش تولید شده توسط الکترون‌های پراکنده شده به صورت الاستیک و همچنین پراکنده شده به صورت نفوذ حرارتی در واقع ناهمدوس هستند. منطقه افت پایین غالباً دربر گیرنده تحریک‌های ظرفیت است. تصویر تشکیل شده از الکترون‌هایی با انرژی افت ظرفیت (یا افت پلاسما) برای فلزات) حساسیت زیادی به ترکیب ندارد، زیرا این نوع الکترون‌ها رابطه نزدیکی با ساختار نوار ظرفیت ماده مورد نظر دارد. به‌منظور دستیابی به تصاویر حساس به ترکیب می‌توان از لبه‌های یونیزاسیون پوسته داخلی اتمی استفاده کرد. پس زمینه مشاهده شده در طیف EELS توسط فرآیندهای پراکندگی چندین افت ظرفیت، تشعشع الکترومغناطیسی و پراکندگی کامپتون الکترون ایجاد می‌شود. به‌منظور استخراج تصاویر حساس به ترکیب ابتدا باید این فرآیندها از داده‌های به ثبت رسیده حذف شوند [۱۳].

همان‌طور که پیش‌تر نیز شرح داده شد، از دو طریق می‌توان به مکعب داده دست پیدا کرد:

۱. تصویر طیف؛

۲. طیف تصویری (تصویر فیلتر شده).

تنها سیگنال یونیزاسیون پوسته داخلی مذکور به‌طور مستقیم تمرکز عنصر متناظر درون نمونه را منعکس می‌کند. برای استخراج چنین اطلاعاتی از طریق تنظیم درجه انتخاب کننده انرژی روی دو افت انرژی پیش لبه می‌توان به دو تصویر با انرژی معین دست پیدا کرد. بنابراین، تصویر پس زمینه با این فرمول تعیین می‌شود:

$$A(x,y) \exp[-r(x,y) \Delta E]$$

که در آن: A و r ثابت‌های وابسته به موقعیت بوده که توسط طیف EELS محلی محاسبه می‌شوند. همچنین ΔE نیز نماینده افت انرژی الکترون است. این تصویر پس زمینه زمانی از تصویر نهایی حذف شده که درجه انتخاب کننده انرژی روی لبه یونیزاسیون تنظیم شود. از آنجایی که تصویر الکترونی مورد نظر ساختار تصویر شده نمونه را منعکس می‌کند، لذا پس از حذف پس زمینه میزان تغییرات شدت در تصویر الکترونی با انرژی معین نهایی به ضخامت تمرکز عنصر مورد نظر بستگی دارد. بنابراین، نقشه ترکیب شیمیایی به‌طور تقریبی به نسبت شدت تصاویر ثبت شده از دو لبه یونیزاسیون که پس زمینه آنها حذف شده وابستگی

توجه هر طیف در آشکارسازهای EELS به دلیل بالا بودن میزان پیکسل‌ها منجر به طولانی شدن فرآیند حصول نقشه‌ها در روش روبشی می‌شود. زمان کل فرآیند ثبت تصاویر طیفی EELS در روش فوق به ده‌ها دقیقه می‌رسد (البته پیشرفت‌های انجام پذیرفته در این حوزه در صدد کاهش هر چه بیشتر این زمان هستند). فرآیند ثبت تصویر در EFTEM تقریباً مستقل از میزان پیکسل‌ها بوده و همین امر دستیابی به نقشه‌های توزیع عنصری تنها در چند دقیقه را امکان‌پذیر می‌سازد. رانش نمونه بین فرآیندهای ثبت داده در EFTEM (به دلیل وجود ماهیت مکانی موزی) نسبت به روش روبشی بسیار بهتر و دقیق‌تر اصلاح می‌شود. با وجود زیادتر بودن کل دوز الکترون در EFTEM اما چگالی جریان پروب به‌طور قابل توجهی پایین است. بنابراین آسیب و وابسته به نرخ دوز در روش پروب روبشی (نظیر: ایجاد حفره) نسبت به EFTEM بسیار بالاتر است. تفکیک‌پذیری مکانی و همچنین حساسیت به عناصر سبک در EFTEM نسبت به روش XEDS بسیار مطلوب‌تر است. در جدول (۲)، مزایا و معایب دو روش فوق قابل مشاهده است.

جدول (۲): مقایسه روش EELS و XEDS

XEDS	EELS
اطلاعات عنصری نمونه را ارائه می‌کند.	اطلاعات بیشتری درباره نمونه ارائه می‌کند
تقریباً کند	روشی سریعتر
آشکارسازی بسیار خوب برای اتم‌های سنگین	آشکارسازی بسیار خوب برای تقریباً تمام اتم‌ها
قدرت تفکیک‌پذیری بیش از ۱۰۰ الکترون ولت	قدرت تفکیک‌پذیری ۰٫۱ تا ۲ الکترون ولت

همان‌طور که از توضیحات فوق قابل درک است، EFTEM نسبت به دو روش مذکور برتر است. به همین منظور، روش اضافه کردن فیلترهای انرژی به میکروسکوپ الکترونی عبوری مرسوم برای تحقق هدف تصویربرداری شیمیایی با تفکیک‌پذیری مکانی بالا مورد توجه بسیاری از محققان حوزه‌های مختلف قرار گرفته است.

طیف مورد نظر). به‌منظور استخراج اطلاعات محلی در EFTEM می‌توان از همان روش‌های مورد استفاده برای EELS استفاده نمود؛ البته روش‌های مذکور باید به‌صورت موازی مکانی و در فرآیند تفکیک‌پذیری پایین‌تری انجام شوند. یکی از مزایای مهم EFTEM، ثبت موثر اطلاعات مکانی بوده که به تبع آن می‌توان کمیت‌های مورد نظر را محاسبه و به‌صورت نقشه به نمایش درآورد. در سال‌های اخیر پیشرفت‌های زیادی به‌منظور توسعه کاربردهای EFTEM صورت پذیرفته است. بیشتر این پیشرفت‌ها به سمت تعیین ترکیب و توزیع شیمیایی در مقیاس نانومتری به‌صورت کمی با سطح قابلیت اطمینان بالا متمرکز شده‌اند. شایان ذکر است، محققان قادرند به‌منظور نگاشت شیمیایی دقیق در سطح نانومتر از چندین نوع میکروسکوپ الکترونی با روش‌های تحلیلی مختلف استفاده کنند. در روش‌های مبتنی بر پروب روبشی نظیر طیف‌سنجی پراکندگی انرژی اشعه X (XEDS) و تصویربرداری طیفی EELS یک پرتو الکترونی متمرکز فرآیند روبش ناحیه مورد نظر از نمونه را انجام داده و به‌منظور ارائه اطلاعات مکانی به‌صورت سریالی، داده‌های طیفی (و در نتیجه داده‌های شیمیایی) در هر نقطه را جمع‌آوری می‌کند (هانت و ویلیامز، ۱۹۹۱). در EFTEM تصاویر با انرژی معین توسط تابش پرتو ثابت و موازی ثبت می‌شوند. در این حالت، اطلاعات طیفی یکپارچه موجود نیز در محدوده افت انرژی خاص (تعیین شده توسط شکاف انتخاب‌کننده انرژی) ثبت می‌شوند. لازم به ذکر است، اطلاعات مکانی در EFTEM به‌صورت موازی ثبت می‌شوند. در نتیجه اطلاعات طیفی (و در نهایت اطلاعات عنصری) از طریق حصول تعدادی تصاویر با افت انرژی متفاوت به‌صورت سریالی روبش می‌شود. به دلیل اینکه در روش روبشی بیشتر اطلاعات در هر نقطه از نمونه به ثبت رسیده اما در EFTEM تنها منطقه تعریف شده توسط شکاف انتخاب‌کننده انرژی در هر فرآیند جمع‌آوری اطلاعات ثبت شده‌است، لذا از لحاظ نظری روش روبشی کارآمدتر است. از این رو، کل دوز الکترون مورد استفاده در روش روبشی نسبت به روش نگاشت EFTEM بسیار کمتر بوده و در نهایت منجر به کاهش قابل توجه آسیب تابشی در نمونه (به‌خصوص نمونه‌های حساس به پرتو) می‌شود. اما در عمل، زمان خوانش قابل

هم‌زمان با پیدایش فیلترهای تصویربرداری تجاری، میکروسکوپ الکترونی عبوری با قابلیت فیلتر کردن انرژی (به اختصار EFTEM) به‌عنوان ابزار تحلیلی قدرتمند در اختیار دانشمندان و محققان حوزه‌های مختلف قرار گرفت. میکروسکوپ الکترونی عبوری با قابلیت فیلتر کردن انرژی براساس اصول طیف‌سنجی افت انرژی الکترون (EELS) شکل گرفته است. هم‌اکنون با استفاده از الکترون‌هایی با مشخصه افت انرژی در سطح هسته اتمی می‌توان از طریق بکارگیری روشی موازی به سرعت به نقشه‌های توزیع عنصری دو بعدی با قدرت تفکیک‌پذیری نانومتری و دقت شیمیایی بالا دست پیدا کرد. طیف افت انرژی الکترون علاوه بر ارائه داده‌های ترکیبی کمی، اطلاعات گسترده دیگری نیز در رابطه با نمونه تحت بررسی در اختیار کاربر قرار می‌دهد. اطلاعات حالت جامد و شیمیایی را می‌توان از شکل لبه‌های یونیزاسیون کدگشایی و همچنین ویژگی‌های فیزیکی (نظیر: ضخامت محلی منطقه تحت بررسی) را نیز می‌توان از آمار پراکندگی بدست آمده از کل طیف محاسبه نمود. در ضمن دستیابی به فرآیند تعیین پاسخ دی الکتریک وابسته به فرکانس محیط مورد نظر در طول طیف گسترده‌ای از افت انرژی نیز امکان‌پذیر است. در صورت استفاده از EFTEM در شرایط عادی دستیابی به اطلاعاتی یکسان با اطلاعات ذکر شده البته با قدرت تفکیک‌پذیری انرژی پایین‌تر امکان‌پذیر خواهد بود [۱۴].

پی‌نوشت

- | | | |
|----------------------------------------------------------------|--------------------------------------------------------------|-------------------------------------------------------------------------------|
| 29. Yield | 12. High-resolution transmission electron microscopy (HRTEM) | ۱. لیسانس الکترونیک، کارشناس آزمایشگاه میکروسکوپ الکترونی عبوری دانشگاه شیراز |
| 30. Parity | 13. Transmission electron cryomicroscopy (CryoTEM) | ۲. عضو کارگروه تخصصی میکروسکوپ الکترونی عبوری |
| 31. Energy Loss Near Edge Structure | 14. Single Crystal Analysis | 3. Conventional Transmission Electron Microscope (CTEM) |
| 32. radial distribution function | 15. Electron Crystallography | 4. Energy-Filtering Transmission Electron Microscope (EFTEM) |
| 33. ExELFS | 16. Cryo-electron Tomography | 5. Electron Energy Loss Spectroscopy (EELS) |
| 34. Spectrum Imaging (SI) | 17. momentum | 6. In-Column |
| 35. Spectrum Image | 18. Slit | 7. Post-Column |
| 36. scanning transmission electron microscopy spectrum imaging | 19. Dual EELS | 8. Transmission electron microscope (TEM) |
| 37. Tomography | 20. Auger | 9. Energy dispersive x-ray spectroscopy (EDXS) |
| 38. Two-window jump ratio | 21. scanning transmission electron microscopy | 10. Electron energy loss spectroscopy (EELS) |
| 39. Three window elemental mapping | 22. Incident | 11. Energy-Filtering Transmission Electron Microscopy (EFTEM) |
| 40. Chemical mapping | 23. Probing | |
| 41. CHARGE-COUPLED DEVICE | 24. ZLP | |
| 42. Compton | 25. Valence | |
| 43. Energy-dispersive X-ray spectroscopy | 26. Band-Gap | |
| | 27. De-convolution | |
| | 28. De-excitation | |

مراجع

- [1] Energy-filtering transmission electron microscopy on the nanometer length scale, written by: Werner Grogger, Maria Varelab, Roger Ristauc, Bernhard Schaffera, Ferdinand Hofera, Kannan M. Krishnand.
- [2] https://www.researchgate.net/publication/247947564_An_omega_energy_filtering_TEM-Principles_and_applications
- [3] https://en.wikipedia.org/wiki/Energy_filtered_transmission_electron_microscopy
- [4] <http://www.eels.info/about/overview>
- [5] <http://www.gatan.com/techniques/eels>
- [6] Textbook: Electron Energy-Loss Spectroscopy in the Electron Microscope, 2nd edition, by: R.F. Egerton
- [7] Fundamentals of electron energy-loss spectroscopy, written by: F Hofer, F P Schmidt, W Grogger and G Kothleitner.
- [8] Interactive electron energy-loss elemental mapping by the "Imaging-Spectrum" method by: Jean-Louis Lavergne, Jean-Michel Martinand and Michel Belin.
- [9] www.gatan.com/
- [10] www.gatan.com/techniques/spectrum-imaging
- [11] <https://www.ifm.liu.se/materialphysics/thinfilm/Manualer/galadriel/Gatan%20Manuals/EFTEM%20Spectrum%20Imaging%20Tutorial.pdf>
- [12] Transmission Electron Microscopy: Diffraction, Imaging, and Spectrometry, Authors: C. Barry Carter, David B. Williams
- [13] Progress in Transmission Electron Microscopy 1: Concepts and Techniques, written by: Xiao-Feng Zhang, Ze Zhang.
- [14] An introduction to energy-filtered transmission electron microscopy, Authors: P.J. Thomas and P.A. Midgleyz.


Authors

Sanaz Shobeikeh

*researchers4u@yahoo.com

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

Introduction to Energy-Filtering Transmission Electron Microscope fundamental principles



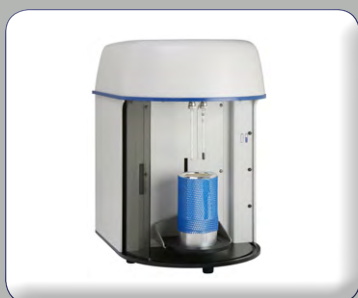
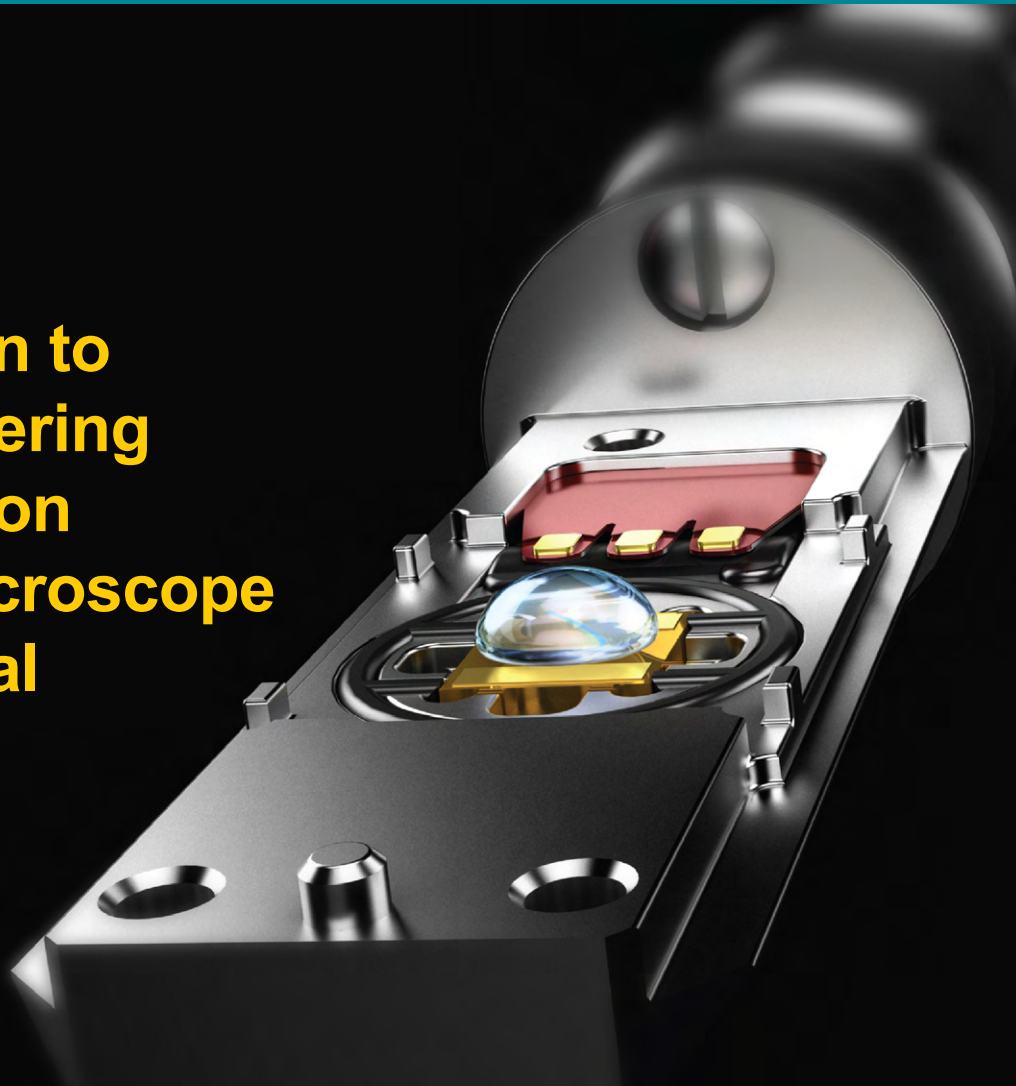
Abstract

For many years now, Conventional Transmission Electron Microscope (CTEM) has been used as an efficient tool to fulfill Nano scale analysis and imaging requirements of scientists and researchers of different areas. Despite the fact that CTEM is a very efficient tool, in some areas researchers must add specially designed equipment to this microscope in order to create desired conditions for observing and imaging their specific specimens. In this article, we introduce one of the most practical kind of CTEM that has been invented for over a decade namely, Energy-Filtering Transmission Electron Microscope (EFTEM). EFTEM has been designed by using physical principles of electron energy-loss spectrometry (EELS) and commercial in-column or post-column energy-filters introduced by companies like: ZEISS and GATAN. It can generate precise images from ultrastructure of different specimens belonging to different areas of research by using inelastically scattered electrons. The operation of these kind of energy-filters is straightforward and because of that acquiring element specific images within only a few minutes has become possible. For obtaining best results, a fundamental knowledge of the underlying physics of EELS and a systematic development of the technical details is necessary. Also it is important that users be able to know with certainty that EFTEM is the optimal equipment for their experiments. For aforementioned reason, detailed structures of available energy filters and applications of EFTEM in various fields are reviewed in the next article titled "Introduction to Energy-Filtering Transmission Electron Microscope structure and applications" that will be publish in the next issue of this journal.

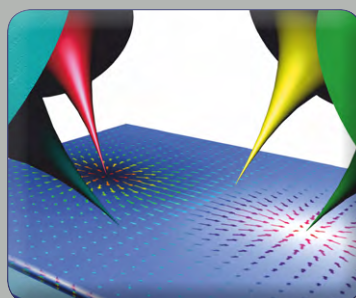
Keywords

Energy-Filtering Transmission Electron Microscope (EFTEM), Electron Energy Loss Spectroscopy (EELS), Inelastic Scattering, Elastic Scattering, Data Cube.

Introduction to Energy-Filtering Transmission Electron Microscope fundamental principles



Introduction with Surface
Analyses Based on Physical
Adsorption-Desorption



Probing Electrochemical
Properties of Materials at the
Nano-Scale by Using Scanning
Thermo-ionic Microscopy



Recent advances in fast
gas-chromatography:
application to the separation of
fatty acid methyl esters