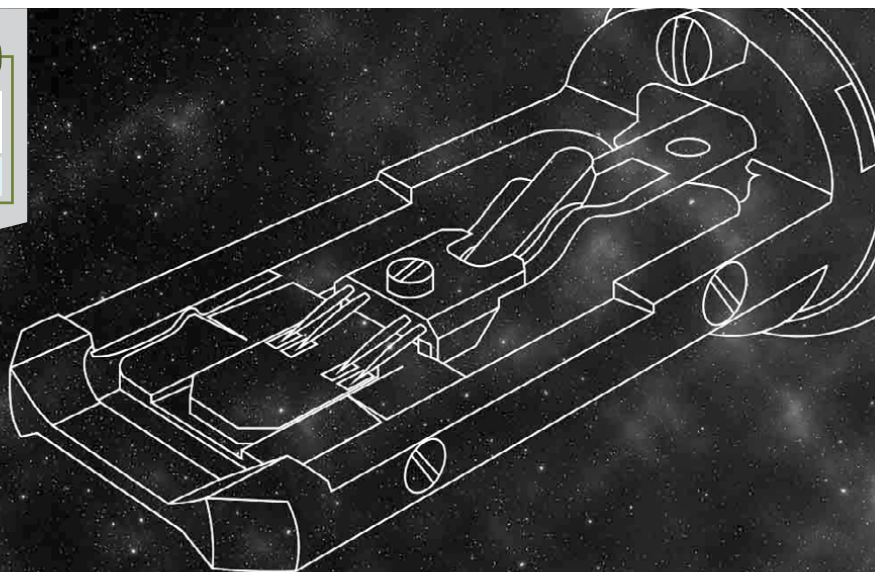


نویسندگان

ساناز شبیکه

researchers4u@yahoo.com



پیشرفت‌های اخیر در حوزه میکروسکوپ الکترونی عبوری پویا



چکیده

امروزه یکی از نیازمندی‌های روزافزون دانشمندان و محققان فعال در حوزه میکروسکوپ الکترونی عبوری^۳ دستیابی به قابلیت مشاهده زنده/هم‌زمان وقوع فرآیندهای مواد به صورت درجا و بهنگام^۴ درون میکروسکوپ مذکور است. در بسیاری از فرآیندها نظیر: هسته‌زایی و رشد، تغییرات فاز و پاسخ‌های مکانیکی در شرایط کرانه‌ای، حتی پیشرفته‌ترین TEMهای دربرگیرنده قابلیت نشر/گسیل میدانی نیز برای دست یافتن به تصاویری با قدرت تفکیک پذیری زمانی ($1\mu s$ تا $1ns$) به منظور مشاهده درجا و بهنگام تعاملات/فعل و انفعالات بنیادین نیز قادر به تولید جریان پرتوی کافی نیستند. میکروسکوپ الکترونی عبوری پویا^۵ به منظور حل این مسئله از لیزر پالسی کوتاه برای ایجاد پالس الکترونی با پهنای مورد نیاز در طول فرآیند انتشار نور استفاده می‌کند. این پالس برای ایجاد تصویری کامل با قدرت تفکیک پذیری بالا از الکترون‌های کافی برخوردار است. در این مقاله با در نظر گرفتن پیشرفته‌ترین میکروسکوپ الکترونی با قدرت تفکیک‌پذیری زمانی بالا، پیشرفت‌های صورت گرفته در زمینه نورشناسی الکترونی و طرح‌های آشکارسازی مورد نیاز برای

واژه‌های کلیدی

میکروسکوپ الکترونی عبوری پویا، تصویربرداری میدان تاریک، میکروسکوپ درجا و بهنگام، طبقه نگهدارنده با محیط سیال^۶، طبقه نگهدارنده با محیط گازی^۷.

بکارگیری قابلیت کامل این نوع پالس‌های الکترونی در حوزه علم مواد شرح داده می‌شود. علاوه بر این، تحقق پیشرفت‌های مورد انتظار برای تجهیزات و آزمایش‌های امکان‌پذیر در حوزه میکروسکوپ الکترونی عبوری پویا در آینده‌ای نزدیک نیز تشریح شده‌است [۵۳].

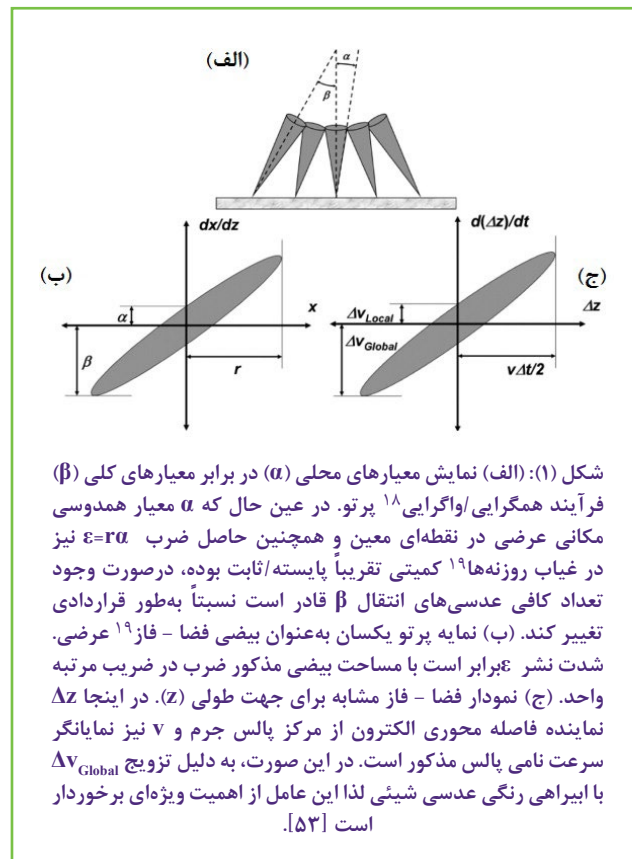
میکروسکوپ الکترونی عبوری در دهه‌های اخیر نقش اصلی و مهمی در زمینه درک علمی نقایص گسترده و تاثیر این نوع نواقص بر کنترل خواص ویژگی‌های مواد داشته است. نسل کنونی میکروسکوپ‌های الکترونی عبوری با ابیراهی^۸ اصلاح شده و قابلیت تکفام قادرند در زمینه تهیه طیف‌نگاری افت انرژی الکترون^۹ و تصاویر مرسوم به قدرت تفکیک‌پذیری مکانی^{۱۰} فوق‌العاده‌ای (نزدیک به ۰/۵ nm) دست پیدا کنند [۱ تا ۵]. البته با وجود قابلیت بی‌نظیر این نوع میکروسکوپ‌های جدید در زمینه قدرت تفکیک‌پذیری مکانی، لازم به یادآوری است که نمونه‌های مورد بررسی در این میکروسکوپ‌ها باید بدون حرکت و بدون تغییر باشند. در این شرایط غلبه بر عواملی نظیر: رانش، شارژ شدن، ناپایداری‌های مکانیکی، میدان‌های پراکنده و سرگردان، صدمه پرتو و غیره برای دستیابی به معیار پایداری و ثبات مورد نظر به چالشی سخت تبدیل می‌شود. در این صورت، هدف اصلی محققان به جای فراهم آوردن تجهیزات به اندازه کافی انعطاف‌پذیر برای بررسی رویدادهای پویا، به سمت ایجاد شرایط پایدار/ثبات‌تر متمرکز خواهد شد. تاکنون رویدادهای پویای بسیاری نظیر: تغییر شکل مکانیکی، اثر فشار گاز بر فعالیت کاتالیزوری، رشد و هسته‌زایی نانو ساختارها، صدمه و آسیب پرتو و حتی واکنش‌های به وقوع پیوسته درون مایعات درون حوزه میکروسکوپ درجا/بهنگام (زیرمجموعه میکروسکوپ الکترونی عبوری مرسوم) بررسی شده‌اند [۶ تا ۱۵]. در تمام موارد مذکور قدرت تفکیک‌پذیری مکانی به دلیل ضرورت دستیابی به شرایط ایده‌آل بهنگام و یا حصول قدرت تفکیک‌پذیری زمانی مطلوب به شدت محدود می‌شود. در شرایط حضور جریان‌های پرتو معمولی در میکروسکوپ‌های الکترونی نشر/گسیل میدانی و انتشار حرارتی، محدودیت عملی تقریبی ۱ ms ~ در قدرت تفکیک‌پذیری زمانی به معنی محدود شدن تعداد الکترون‌های دریافت شده با استفاده از آشکارساز در فاصله زمانی مذکور است. در بسیاری از موارد، این محدودیت به این معنا است که فرآیند تصویربرداری به اندازه‌ای کند بوده که جزئیات بحرانی و مهم پدیده در حال بررسی قابل مشاهده نیست. در این صورت، تنها دستیابی به اندازه‌گیری استاتیک/ایستا امکان‌پذیر خواهد بود. در فاصله زمانی کمتر از ۱ ms پدیده‌های پویای گسترده‌ای درون ساختارهای آلی و غیرآلی به وقوع می‌پیوندند. در برخی از موارد نظیر حرکت نابجایی دستیابی به قدرت تفکیک‌پذیری مکانی در سطح اتمی برای مشاهده پدیده مورد نظر الزامی نیست، اما در دیگر موارد همچون: نفوذ/انتشار اتمی دستیابی به قدرت تفکیک‌پذیری مذکور ضروری است. بنابراین، دستیابی به محدوده‌ای از مقیاس‌های زمانی و طولی با استفاده از روش‌های آزمایشی، به‌طور تقریبی برابر با قدرت تفکیک‌پذیری مکانی ۱ um تا ۱ Å به همراه قدرت تفکیک‌پذیری زمانی ۱ μs تا ۱ fs ایده‌آل در نظر گرفته می‌شود. تمایل دستیابی به قدرت تفکیک‌پذیری زمانی/مکانی بالا مسئله جدیدی نیست، همچنین مشاهدات پویا نیز پیشتر با استفاده از تجهیزات نوری و اشعه ایکس حاصل شده‌است [۱۶، ۱۷، ۱۸]. اگر چه آزمایش‌های طیف‌سنجی در مقیاس فمتوثانیه^{۱۱} و پمپ-پروب^{۱۲} موفقیت‌آمیز بوده، اما آنها در زمینه قدرت تفکیک‌پذیری مکانی محدودیت دارند و در بیشتر موارد تصویر نهایی از الگوی پراش استخراج می‌شود (تصویربرداری مستقیم انجام نمی‌شود). در صورت استفاده از پالس‌های الکترونی دربرگیرنده مقیاس زمانی یکسان با هدف تحلیل مواد می‌توان بر چالش‌های ذکر شده غلبه نمود [۱۹]. تعامل الکترون‌ها با موادی که در حال بررسی هستند قوی‌تر بوده و در نتیجه سیگنال بیشتری تولید می‌شود که می‌توان این امر را یکی از مزایای بکارگیری الکترون‌ها در نظر گرفت. سال‌ها از این مزیت در حوزه پراش الکترون فوق سریع^{۱۳} استفاده می‌شود [۲۰ تا ۲۳]. در صورت ترکیب نمودن پالس‌های الکترونی با روش‌های TEM ذکر شده، پس از هدایت و متمرکز ساختن پرتو مورد نظر، دستیابی به تصاویر، طیف‌ها و الگوهای پراش از مناطق مختلف نمونه امکان‌پذیر می‌شود و بدون نیاز به تبدیل الگوی پراش نیز می‌توان به‌طور مستقیم به تصاویری با قدرت تفکیک‌پذیری بالا از رویدادهای پویا دست یافت. یکی از انگیزش‌های اصلی در زمینه توسعه میکروسکوپ الکترونی عبوری پویا در آزمایشگاه ملی لاورنس لیومور^{۱۴} دستیابی به قابلیت بررسی فرآیندهای پویا در مقیاس زمانی نزدیک به ۱ ns است [۲۴ تا ۳۰]. به‌منظور حصول چنین قدرت تفکیک‌پذیری زمانی بالایی و در عین حال حفظ قابلیت تصویربرداری مستقیم با قدرت تفکیک‌پذیری بالا درون TEM باید اصلاحاتی درون ساختار مرسوم این دستگاه ایجاد شود که به تبع آن محققان قادر به ایجاد و کنترل بسته‌های بزرگ الکترون (حاوی تقریباً ۱۰^۹ الکترون) باشند [۳۱ و ۳۳]. در این مقاله، اصول فیزیکی پایه در زمینه تولید و کنترل بسته‌های الکترونی و همچنین قدرت تفکیک‌پذیری مورد انتظار تصویر TEM تشریح شده‌است. اصول و تجهیزات نورشناختی الکترونی لازم برای تبدیل نمودن یک TEM مرسوم به DTEM برای دستگاه‌های DTEM موجود و تجهیزات بالقوه جدید در حال شکل‌گیری، بررسی می‌شوند. لازم به ذکر است، هدف اصلی در این مقاله [۵۳]، حصول تصاویر کامل از آزمایش‌های یکباره‌ای بوده که این امر در اصل، متفاوت از اصول کاری TEM‌های فوق سریع یا میکروسکوپ‌های الکترونی عبوری با قابلیت چرخش‌ناپذیری^{۱۵} ارائه شده توسط زوایل^{۱۶} و همکاران است [۳۴ و ۳۵].

اصول فیزیکی پالس‌های الکترونی کوتاه در TEM

به ذکر است، فرآیند ناهمدوسی زمانی^{۲۲} (به‌طور معمول با عنوان بسط انرژی شناخته شده) از طریق تزویج با ابیراهی رنگی^{۲۳} به‌طور مشابه کنتراست را کاهش می‌دهد، لذا باید آن را در حداقل میزان ممکن نگاه داشت. میکروسکوپ‌های DTEM تک نما محدودیت جدیدی برای حالت‌های تصویربرداری مرسوم در میکروسکوپ الکترونی عبوری ساده ایجاد می‌کنند.

این محدودیت را می‌توان اینگونه توصیف نمود: یک پالس با مقیاس نانو ثانیه برای ایجاد تصویری با کنتراست و قدرت تفکیک‌پذیری قابل قبول باید حاوی تعداد کافی الکترون باشد. این امر منجر به حذف گزینه افزایش همدوسی مکانی از طریق بکارگیری روزنه‌ها، تنظیم عدسی‌های متمرکز کننده و استفاده از زمان‌های طولانی‌تر می‌شود. در این شرایط برای دستیابی به روشنایی و جریان پالس الکترونی مطلوب نیازمندی‌های دقیق‌تری مد نظر قرار می‌گیرند (در حالی که جریان پرتو باید در مقیاس میلی‌آمپر قرار گیرد، روشنایی نیز باید حداقل برابر با steradian^{-1} 10^7 A cm^{-2} و ترجیحاً دربرگیرنده مرتبه بزرگی بالاتری باشد [۳۸]. علاوه بر موارد فوق، این نیازمندی که بسط انرژی باید پایین‌تر از 5 eV نگاه داشته شود، محدودیت زیادی در امر بکارگیری نوع منابع تولید کننده الکترون اعمال می‌کند (به‌عنوان مثال: انتشار نور خطی حاصل شده از تاباندن لیزر پالسی ماوراء بنفش به سطح بزرگی از کاتدهای فلزی. لازم به ذکر است، محققان در جستجوی منابع مطلوب دیگری نیز هستند). DTEM علاوه بر موارد ذکر شده باید اثرات غیرخطی اضافی به‌خصوص مربوط به چگالی‌های فوق‌العاده بالای جریان را نیز کنترل کند. این امر ناشی از یک مسئله فیزیکی پایه است: الکترون‌ها در واقع فرمیون‌های^{۲۴} باردار هستند. لذا الکترون‌ها در فواصل طولانی یکدیگر را دفع کرده، در فواصل کوتاه با یکدیگر برخورد نموده و فضای فاز (فضایی شش بعدی شامل موقعیت سه بعدی و تکانه سه بعدی) را به واسطه چگالی برابر با یک الکترون به ازای حالت کوانتومی پر می‌کنند. در نتیجه پرتوهای الکترونی به مواردی نظیر: اثرات بار فضایی، اثرات پراکندگی ناهمگن و محدودیت‌های بنیادی روشنایی طیفی (یعنی: روشنایی به ازای بسط انرژی معین) وابسته خواهند بود. اثرات بار فضایی در اصل چگالی جریان قابل استخراج از هندسه تفنگ الکترونی را محدود ساخته و به همراه فرآیند بسط انرژی به‌عنوان عاملی مهم در تعیین بیشترین روشنایی دسترس‌پذیر از تفنگ مذکور در نظر گرفته می‌شوند. اثرات ذکر شده علاوه بر موارد فوق، ابیراهی‌های عدسی را تولید نموده و پرتوهای الکترونی را نیز منحرف می‌سازد (در این شرایط، هم‌زمان با تغییر جریان پرتو، اعمال تنظیمات جزئی در قدرت عدسی‌ها الزامی است). سرانجام می‌توان اینگونه برداشت کرد که عملکرد DTEM تک نما با استفاده از عامل روشنایی منبع الکترون کنترل می‌شود. البته این امر برای هر نوع TEM صدق می‌کند، اما برای DTEM تک نما که نیازمند دسترسی به شارش فوق‌العاده زیاد (الکترون‌ها در هر واحد سطح) در زمانی بسیار کوتاه بوده از اهمیت بسزایی برخوردار است. معادله روشنایی B به‌صورت ذیل تعریف می‌شود:

مهندسی ساختار DTEM‌های تک نما/عکس^{۱۷} از طریق درک فیزیکی پالس‌های الکترونی آغاز می‌شود [۳۶، ۳۷ و ۳۸]. به‌منظور حصول قدرت تفکیک‌پذیری زمانی مورد نظر، DTEM باید با حفظ حداقل افت همدوسی مکانی و زمانی (که ضامن شکل‌گیری تصاویر در میکروسکوپ مربوطه است) در شرایط چگالی‌های جریان فوق‌العاده بالا (حدود 10^9 الکترون به ازای هر پالس) فعالیت کند. یکی از مهمترین نکاتی که در فرآیند تصویربرداری DTEM باید به آن توجه نمود، محو شدن کنتراست با زوایای همگرایی محلی بزرگ α در صفحه یکسان (برابر با طول‌های همدوسی مکانی کوچک) است (شکل (۱)). این امر از این نظر حائز اهمیت بوده که نقش مهمی در قانون حفظ روشنایی بر عهده دارد. لازم به ذکر است، افزایش چگالی جریان در نمونه، در اصل منجر به افزایش یافتن α و در نتیجه کاهش پیدا کردن همدوسی مکانی می‌شود.



محدوده زوایای همگرایی قابل قبول بسته به نوع سازوکار کنتراست و محدوده فرکانس مکانی مورد نظر متغیر است. در صورت انتخاب هر نوع سازوکاری این امر به وضوح قابل مشاهده بوده که در صورت وقوع کاهش در همدوسی مکانی سرانجام کنتراست تصویر مورد نظر تا حدی تقلیل یافته که ویژگی‌های آن از مصنوعات و نویز تمیزناپذیر می‌شود (برای درک بهتر لطفاً به برش تابع انتقال کنتراست با استفاده از زاویه همگرایی برای فرآیند تصویربرداری فاز - کنتراست^{۲۱} با قدرت تفکیک‌پذیری بالا توجه فرمایید). لازم

اثرگذار بوده)، تزویج شده است. بنابراین، نتیجه حاصل ضرب $B\Delta t$ (وابسته به تعداد الکترون‌های درون یک پالس) نیز تقریباً پایسته خواهد بود. از طریق ترکیب نمودن این اثر با تغییرات روشنایی که با استفاده از ولتاژ شتاب دهنده کنترل می‌شود، می‌توان کمیت بدون بعد را به صورت ذیل بدست آورد:

$$N_C \equiv \frac{\pi^2 \lambda^2 B \Delta t}{e} \quad (2)$$

این کمیت بدون بعد (مشهور به شارش همدوس^{۲۹}) را می‌توان یک معیار شایستگی مطلوب در نظر گرفت که به عنوان تابع فاصله انتشار برای هر پالس الکترونی مورد استفاده تقریباً ثابت خواهد بود. اثبات تعریف فوق به این شرح است: با توجه به این امر که طول همدوسی عرضی/افقی با استفاده از $r_c = \lambda/\alpha$ حاصل شده است، لذا کمیت N_C نیز در اصل نماینده تعداد الکترون‌های مساحت همدوسی عرضی/افقی به ازای هر پالس است. به محض خروج پالس از تفنگ الکترونی دیگر هر گونه بکارگیری عدسی‌ها، روزنه‌ها، شتاب‌دهی یا پویایی شناسی بار - فضا قادر به بهینه‌سازی قابل توجه این کمیت نیست. همان‌طور که شرح داده خواهد شد، شارش همدوس نقش مهمی در نظریه محدودیت‌های قدرت تفکیک‌پذیری فرآیند تصویربرداری پالسی تک نما بر عهده دارد. به عنوان مثال، اگر N_C حول ۱ انتخاب شد آنگاه هر چقدر هم که سیستم عدسی مطلوب باشد تصویربرداری تک نمای همدوس غیرممکن خواهد بود. به منظور تعیین شرایط مطلوب تصویربرداری با هدف برآورد محدوده قدرت تفکیک‌پذیری مکانی به عنوان تابعی از قدرت تفکیک‌پذیری زمانی Δt باید تاثیر متقابل عواملی نظیر: روشنایی، همدوسی، نویز ضربه‌ای و تابع انتقال کنتراست ابزاری بر یکدیگر بررسی شود. در اینجا برای شرح توابع انتقال کنتراست تا اندازه‌ای همدوس $(T(r))$ میکروسکوپ الکترونی عبوری مرسوم (CTEM) برای هر دو کنتراست فاز و دامنه از فرمول استاندارد استفاده شده است [۳۹]. این فرمول دربرگیرنده اثرات ناهمدوسی مکانی و زمانی در طول فرآیندهای مرسوم برآورد پوش^{۳۰} است. فرض بر این است که کاربر تمایل داشته در فرکانس مکانی معین به بهترین کنتراست ممکن با روشنایی و قدرت تفکیک‌پذیری زمانی تک نمای ثابت دست پیدا کند. حصول این امر در صورت وقوع شرایط ذیل امکان‌پذیر است:

- ۱- تنظیم عامل ناکانونی عدسی شیئی به منظور بهینه‌سازی $|T|$ برای باند فرکانس مکانی معین (این فرآیند به طور ضمنی برای تمام نتایج بدست آمده در این مقاله انجام پذیرفته)؛
- ۲- افزایش چگالی جریان از طریق اعمال فرآیند همگرایی پرتو تا زمانی که α به اندازه‌ای رسیده که ناهمدوسی مکانی به طور قابل توجهی $|T|$ را کاهش دهد. ضریب همدوسی به صورت $f_{\text{coherence}} = \lambda/r\alpha$ تعریف می‌شود. در این فرمول، λ نماینده طول موج الکترونی، r نشانگر شعاع کوچکترین ویژگی مورد نظر و α نیز نشان‌دهنده نیم پهنای تابع توزیع زاویه‌ای است. به عبارت دیگر، از طریق ضریب بدون بعد $f_{\text{coherence}}$ اندازه پیکسل نسبت

$$B = \frac{Ne}{(\pi r^2)(\pi \alpha^2) \Delta t} \quad (1)$$

که در آن: N نماینده تعداد الکترون‌ها به ازای هر پالس، e نمایانگر بار الکترونیکی، r نشان دهنده شعاع پرتو الکترونی، α نشانگر نیم زاویه همگرایی محلی و Δt نیز نمایش دهنده طول زمان یک پالس است. B تقریباً برای پرتو منتشر شده با ولتاژ شتاب دهنده ثابت پایسته است. دلیل استفاده از کلمه «تقریباً» در جمله فوق این است که در ستون الکترون ایده‌آل B ثابت بوده، اما در سیستم‌های واقعی، شماری از اثرات فیزیکی (نظیر: اثرات بورش^{۲۵}، ابیراهی‌ها، و اثرات بار - فضا^{۲۶}) هم‌زمان با افزایش فاصله انتشار روشنایی موثر را کاهش می‌دهند. در صورت عدم ثابت بودن ولتاژ، آنگاه روشنایی نرمالیزه/بهنجار برابر با حاصل ضرب ثابت‌های پایه‌ای/بنیادی در B است که λ نماینده طول موج الکترون (بدست آمده از رابطه نسبیتی دوبروی^{۲۷} $\lambda = h/(\beta\gamma mc)$ بوده) به کمیتی پایسته و وابسته حاوی تمام اصلاحات نسبیتی تبدیل می‌شود. کمیت‌های α ، r ، و Δt متناهی بوده و همان‌طور که پیش‌تر نیز تعریف شد، روشنایی میانگین موثر در طول یک مساحت متناهی است. کمیت مربوط به شدت نشر به صورت $\varepsilon = \Gamma\alpha$ تعریف می‌شود. در صورتی که هیچ یک از الکترون‌ها در روزنه‌ها حذف نشوند، آنگاه این کمیت همانند B تقریباً پایسته خواهد بود. هر چه مقدار ε کمتر باشد منجر به دستیابی به پرتویی با کیفیت‌تر به همراه همدوسی مکانی مطلوب‌تر برای اندازه نقطه معین می‌شود. فضای فاز پر شده از الکترون‌ها (شکل (۱-ب)) را می‌توان با استفاده از عدسی‌ها تبدیل کرد، البته تا زمانی که مساحت آن تغییر نکند. اگر عدسی‌های مورد نظر فاقد ابیراهی باشند، آنگاه بیضی فضا - فاز حتی در صورت تغییر کردن نسبت ابعاد و شیب در طول ستون همچنان به صورت بیضی باقی می‌ماند. المان‌های عدسی چند قطبی نظیر المان‌های بکار برده شده در اصلاح کننده‌های ابیراهی قادرند عملیات پیچیده‌تری را انجام دهند (به عنوان مثال: تبدیل شکل S مانند غیراستاندارد به شکل تقریباً بیضی). اصولاً یک سیستم عدسی به اندازه کافی پیچیده قادر است این مساحت فضا - فاز را به هر صورت ارائه کند. در میکروسکوپ الکترونی وابسته به زمان باید فضای فاز طولی (شکل (۱-ج)) که نماینده توزیع سرعت (یا انرژی) الکترون‌ها به عنوان تابعی از زمان ورود (یا موقعیت طولی) نسبت به مرکز جرم بسته مربوطه بوده را نیز در نظر گرفت. ترکیب این فضای فاز طولی با فضاهای فاز عرضی در جهت‌های x و y (شکل (۱-ب)) منجر به شکل‌گیری فضای فاز شش بعدی ذکر شده می‌شود. مساحت فضای فاز طولی نیز تقریباً پایسته بوده و می‌توان آن را از طریق بکارگیری ترکیب‌های مختلف بسط بار - فضا، انتشار پرتابی^{۲۸} و فشرده‌سازهای پالس (که می‌توان آنها را به عنوان عدسی‌های زمانی در نظر گرفت) دستکاری نمود. اثرات بار/شارژ فضای طولی که منجر به افزایش Δt هم‌زمان با انتشار پالس شده در واقع به صورت بسیار ضعیف با ابیراهی‌هایی که در اثر آنها شدت نشر ε افت پیدا کرده (با وجودی که آنها بر نرخ تکامل بیضی فضای فاز عرضی/افقی

عبوری با عنوان میدان تاریک حلقوی زاویه بالا^{۳۲} ناهمدوس برآورد می‌کند. به دلیل ناهمدوس بودن این حالت تصویربرداری دیگر نمی‌توان α را تغییر داد، در عوض مقدار آن را نسبتاً بزرگ (۱۰ میلی‌رادیان) انتخاب می‌کنند. این مقدار تقریباً مشابه شعاع داخلی روزنه HAADF میکروسکوپ الکترونی عبوری است.

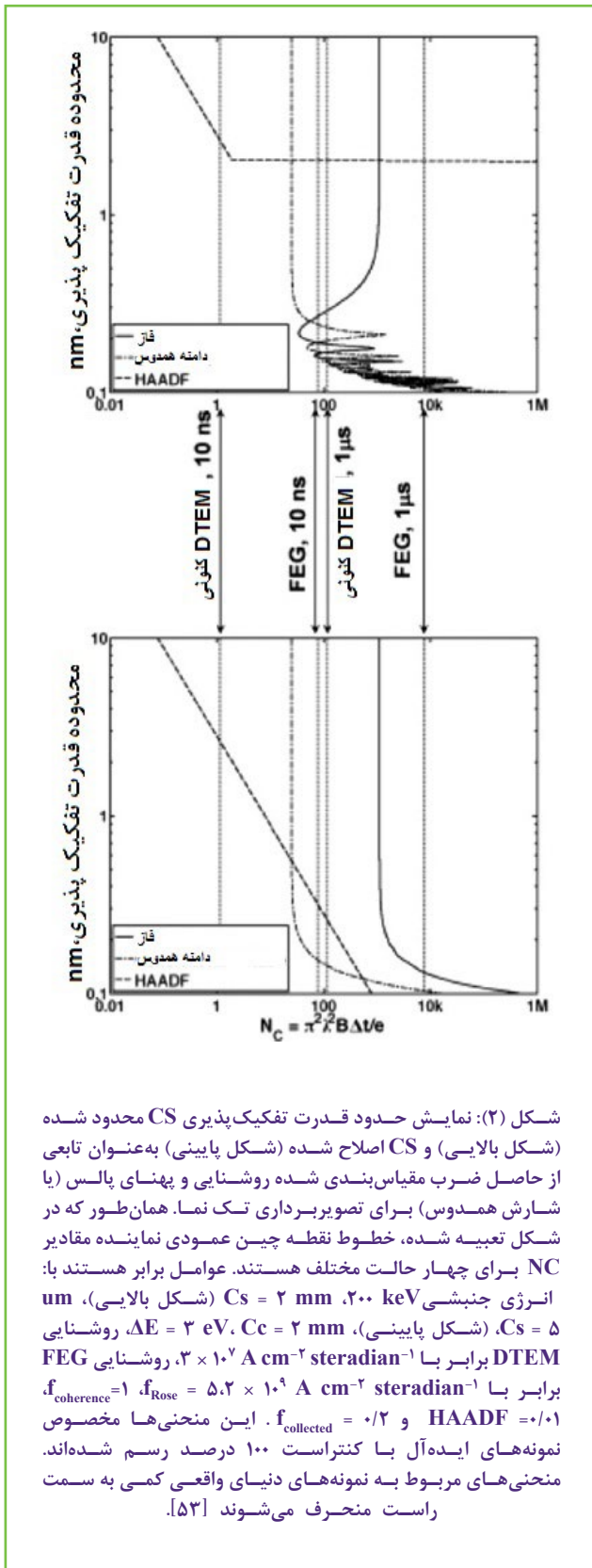
به طول همدوسی عرضی/افقی مقیاس‌بندی می‌شود. با استفاده از تعریف ذکر شده روشنایی، می‌توان تعداد الکترون‌ها به ازای هر مساحت پیکسل π^2 را به صورت ذیل محاسبه نمود:

$$N = \frac{\pi^2 \lambda^2 B \Delta t}{e} \cdot \frac{1}{f_{coherence}^2} = \frac{N_C}{f_{coherence}^2} \quad (۳)$$

در صورت تحمیل شرط (۲) شارش همدوس نیز به فرمول اضافه می‌شود. هم اکنون زمان اعمال معیار رز [۴۰]^{۳۱} فرا رسیده است. این معیار حداقل تعداد ذرات قابل آشکارسازی پیش از حل شدن پیکسل در حضور نویز ضربه‌ای را تعیین می‌کند. فرمول حاکم برابر است با $f_{Rose} \cdot N^{-1/2} = |T|/f_{Rose}$ معمولاً حول ۵ انتخاب شده و T نیز نماینده تابع انتقال کنتراست است. ترکیب معادله‌های مورد نظر منجر به حصول فرمول ذیل می‌شود:

$$N_C = \left(\frac{f_{coherence} f_{Rose}}{T} \right)^2 \quad (۴)$$

در فرمول فوق، شارش همدوس از ترکیب عوامل بدون بعد بدست می‌آید. در نتیجه این امر، یک منحنی (در حقیقت دو منحنی، یکی برای کنتراست فاز و دیگری برای کنتراست دامنه که مقدار T هر یک متفاوت بوده) بدست آمده که می‌توان به منظور نمایش رابطه متقابل قدرت تفکیک‌پذیری مکانی و زمانی آن را رسم نمود (شکل (۲)). تابع انتقال کنتراست مطلق |T| وابسته به عامل ناکائونی در فرکانس مکانی معین یک چرخه/سیکل به ازای r (نماینده قدرت تفکیک‌پذیری مکانی) بیشینه می‌شود. در اینجا مسئله کاهش دادن N_C مورد نیاز به عنوان تابعی از α نیز به ذهن خطور نموده، اما وابستگی خطی معکوس ($f_{coherence}$) به α بسیار بیشتر از وابستگی به نسبت ضعیف α به تابع انتقال تقریبی T بوده که این امر منجر به ایجاد تداخل در توازن شده و مقدار بهینه در زوایای همگرایی بسیار بزرگ حاصل می‌شود. لازم به ذکر است، فرمول استاندارد مورد استفاده برای پوش همدوسی مکانی از یک تقریب مرتبه اول بدست می‌آید. آنها در شرایط وجود α بزرگ تجزیه شده‌است؛ بنابراین، مقدار بهینه تجربی به احتمال زیاد به $f_{coherence} = 1$ نزدیک‌تر خواهد بود. در واقعیت، فرآیند همگرایی پرتو الکترونی به سرعت نسبت سیگنال به نویز را افزایش داده، اما پس از مدتی ناهمدوسی مکانی خیلی سریع به قدری بد شده (به طوری که دیگر نمی‌توان با استفاده از معادله‌های پایه‌ای آن را محاسبه نمود) که هیچ‌گونه تصویربرداری عملاً امکان‌پذیر نیست. برای کنترل این شرایط، طول همدوسی با قدرت تفکیک‌پذیری هدف برای تمام حالات تصویربرداری همدوس تطبیق داده می‌شود (به عبارت دیگر، $f_{coherence}$ روی ۱ تنظیم می‌شود). در شکل (۲) یک منحنی ساده نیز وجود دارد که حد قدرت تفکیک‌پذیری را برای حالت تصویربرداری میکروسکوپ الکترونی



نوع اثرات به احتمال زیاد دلیل اصلی محدودیت قدرت تفکیک پذیری در این ناحیه هستند. افزودن صفحه فازی (که به ازای زوایای همگرایی کوچک قابلیت تعویض توابع انتقال کنتراست فاز و دامنه همدوس برای کاربر را فراهم آورده) به سیستم دربرگیرنده مشخصاتی نظیر: روشنایی بالا و اصلاح ابیراهی در صورتی که پراکندگی الکترون - الکترون کمینه باشد اصولاً دستیابی به قدرت تفکیک پذیری اتمی در مقیاس ns ۱۰ را امکان پذیر می‌سازد. پراکندگی الکترون - الکترون چالشی جدی‌تر از ابیراهی رنگی بوده که کمینه‌سازی آن یا در قسمت منبع انجام شده (از طریق کاهش بسط انرژی الکترون‌های تابانیده شده) و یا در دستگاه تصویربرداری اصلاح می‌شود. این امکان وجود دارد که در صورت بکارگیری منبع الکترون قطبیده چالش پراکندگی الکترون - الکترون حذف شود، اما در حال حاضر این امر در حد گمانه‌زنی است. روش دیگر مقابله با این چالش، استفاده از ولتاژهای شتاب‌دهنده بالاتر است [۲۸]. این روش به‌طور محتمل دارای معایبی نظیر: وارد آمدن آسیب ناشی از تابش اشعه بر نمونه و دشوار ساختن مهندسی ساختار عدسی بوده، اما این تنها روشی است که قابلیت دستیابی به قدرت تفکیک‌پذیری تک نمای تقریباً اتمی را در پالس‌های الکترونی با پهنای زیر نانو ثانیه را فراهم می‌کند [۵۳].

▣ تجهیزات کاربردی

DTEM مورد بررسی واقع در موسسه LLNL بر پایه میکروسکوپ الکترونی عبوری مدل JEOL FX ۲۰۰۰ شکل گرفته است (نمایی از مؤلفه‌های اصلی در شکل (۳) نمایش داده شده‌اند). به‌منظور فراهم آوردن دسترسی لازم لیزر به فتوکاتد^{۲۵} و نمونه، ستون نوری انتشار الکترون اصلاح شده است. یک مقطع رانش برنجی^{۳۶} میان سیم پیچ‌های تنظیم تفنگ الکترونی و سیستم نوری متمرکز کننده اضافه شده است که حاوی درگاه لیزر ۱" و آینه‌ای از جنس مولیبدن^{۳۷} ۴۵ است. این مقطع در واقع پالس لیزری ۲۱۱ nm روی محور را به سمت فتوکاتد دربرگیرنده دیسک ۱۸۲۵ um ای از جنس تانتالیوم^{۳۸} هدایت می‌کند. انتشار پالس لیزری فرابنفش ns ۱۲ ای منجر به تحریک و استخراج پهنای پیک نیمه بیشینه^{۳۹} پالس الکترونی به اندازه ۱۵ ns از کاتد مورد نظر می‌شود. این پالس به واسطه تفنگ الکترونی شتاب یافته و از درون سوراخ مستقر در آینه لیزر Mo عبور نموده و سپس وارد تجهیزات نورشناسی الکترونی ستون TEM می‌شود. پالس الکترونی پس از تنظیم شدن همانند عملیات مرسوم در TEM استاندارد به سمت نمونه هدایت می‌شود. بنابراین، تمام حالات تصویربرداری نظیر: میدان روشن، میدان تاریک، پراش الکترونی برای منطقه‌ای معین دسترس پذیر می‌شوند. یکی از گام‌های مهم در راستای مهندسی مجدد ساختار TEM

$$N_C = \left(\frac{\lambda f_{Rose}}{r\alpha} \right)^2 f_{collected}^{-1} \quad (5)$$

که در آن: $f_{coherence}$ نماینده تعدادی از الکترون‌های پراکنده درون روزنه حلقوی موجود در روزنه HAADF-TEM است. این کمیت وابستگی زیادی به اندازه روزنه و ضخامت - جرم نمونه مورد نظر داشته و متناسب با آنها تغییر می‌کند. در اینجا به‌منظور انجام محاسبات تقریبی این کمیت به‌طور قراردادی برابر با ۰/۲ قرار داده می‌شود. قدرت تفکیک‌پذیری در حالت HAADF-TEM با ابیراهی کروی به میزان $r_{min} \sim C_s \alpha_p$ محدود شد، لذا باید قدرت تفکیک‌پذیری مکانی را برای منحنی‌های HAADF درون شکل (۲) زیر این مقدار نگاه داشت. با در نظر گرفتن این امر که مدل‌های بکار برده شده در این مقاله تنها برای برآوردهای تقریبی صادق بوده، لذا می‌توان چند نکته را از شکل (۲) نتیجه گرفت. نخست، DTEM کنونی در LLNL باید با کمک روزنه HAADF و نمونه ایده‌آل دارای کنتراست ۱۰۰ درصد قادر به تصویربرداری ناهمدوس در مقیاس محدوده ۱۰ نانو ثانیه باشد. در حال حاضر، DTEM در صورت استفاده از نمونه‌های واقعی که به‌طور اجتناب‌ناپذیر کنتراستی کمتر از ۱۰۰ درصد داشته در حالت تصویربرداری میدان روشن (ناهمدوس) با ضخامت - جرم مرسوم به قدرت تفکیک‌پذیری بالای ۱۰ nm ظرف مدت ns ۱۵ دست پیدا نمود [۴۲]؛ بنابراین، در شرایط مقایسه غیرمستقیم محاسبات به‌طور قابل قبولی نزدیک به واقعیت بدست می‌آیند. بسط دادن پهنای باند پالس DTEM به محدوده میکروثانیه علاوه بر فعال ساختن حالات تصویربرداری همدوس، قابلیت تصویربرداری فاز - کنتراست با قدرت تفکیک‌پذیری نزدیک به ۰/۳ nm را نیز فراهم می‌آورد. افزایش روشنایی به‌منظور قیاس‌پذیر ساختن آن با تفنگ الکترونی نشر/گسیل میدانی^{۳۴} منجر به ارائه عملکردی تقریباً یکسان به ازای عامل ns ۱۰ می‌شود. دستیابی به عملکرد مذکور در ۱ μs با روشنایی کنونی نیز امکان‌پذیر است، اما باید توجه داشت که روشنایی FEG در ۱ μs قادر به ارائه فرآیند تصویربرداری با قدرت تفکیک‌پذیری اتمی در طول پهنای باند مکانی گسترده‌ای است. با استناد به مدل‌های ارائه شده، ابیراهی رنگی به‌عنوان یک محدودیت ظاهر شد، اما اصلاح CS (نمودار پایینی شکل (۲)) قابلیت دستیابی به قدرت تفکیک‌پذیری در مقیاس آنگستروم را برای هر سه حالت تصویربرداری فراهم می‌آورد. با توجه به این مسئله که زوایای همگرایی در شرایط همدوسی منطبق بر حول مقدار ۰/۱ nm بسیار بزرگ بوده لذا مقادیر زیر ۰/۱ nm به دلیل بهم ریختن تقریب‌های محاسبات پوش همدوسی مکانی نادیده گرفته می‌شوند. همچنین اثرات پراکندگی الکترون - الکترون^{۳۴} نیز در سیستم عدسی تصویربرداری نادیده گرفته شد، زیرا بررسی محاسبات پیشین [۴۳] اثبات نمود که این

با ورود دومین پالس لیزری درون ستون TEM از طریق درگاه اشعه ایکس زاویه بالا اصلاح شده آغاز می‌شود. برای آزمایش‌هایی با مقیاس زمانی نانوثانیه از لیزرهای ایتريم - آلومینیوم - گارنت^{۴۰} آرایش شده به نئودیمیوم^{۴۱} با پهنای پالسی در محدوده ns^{-۳} ns^{-۲} ۲۵ به منظور تولید شارش‌هایی به بزرگی ۱۵۰۰ cm J^{-۲} روی نمونه (این مقدار برای تبدیل بیشتر نمونه‌ها به پلاسما کافی است) استفاده می‌شود. بنابراین، از طریق کنترل کردن نقطه و انرژی لیزر بر نمونه می‌توان محدوده گسترده‌ای از دماها و نرخ‌های حرارتی را بر نمونه اعمال نمود. طول موج پایه این لیزرها (۱۰۶۴ nm) را می‌توان با در نظر گرفتن مشخصات جذب نمونه و شرایط تجربی مطلوب و بکارگیری بلورهای مولد هارمونیک غیرخطی (به‌عنوان مثال: دوگانه (nm ۵۳۲ ای)، سه گانه (nm ۳۵۵ ای) یا چهارگانه (nm ۲۶۶ ای) از نظر فرکانس تبدیل شود. به‌عنوان مثال، فلزات دارای مشخصه جذب پهن باند هستند بنابراین می‌توان از تمام طول موج‌های مذکور استفاده نمود، اما برخی از نیمه‌هادی‌ها تنها مقدار محدودی از انرژی لیزر را در محدوده نور مرئی یا فرابنفش جذب نموده و به احتمال زیاد به پالس‌های لیزر با فرکانس دوگانه یا سه گانه نیازمند خواهند بود. یکی از واکنش‌های پویای مورد بررسی توسط محققان موسسه LLNL با استفاده از میکروسکوپ DTEM مربوط به ورق‌های چند لایه واکنشی^{۴۲} است. این ورق‌ها برای تولید مولفه‌های بین فلزی از طریق روش سنتز دمای بالا/احتراقی خودانتشار^{۴۳} واکنش گرمادهی را از خود نشان می‌دهند. حرارت آزاد شده از فرآیند مخلوط نمودن لایه‌های متمایز شیمیایی به‌عنوان نیروی محرکه اصلی در رویداد انتشار آنها (به وقوع پیوسته در سرعت‌هایی حول ۴۰ m/s) به حساب می‌آید [۴۱]. تا قبل از ظهور پیشرفت‌های اخیر در حوزه DTEM [۴۲ تا ۴۴]، بیشتر دانش موجود درباره جزئیات SHS از تحلیل پسا وقوع واکنش‌های فروکش کرده^{۴۴} یا آزمایش‌های گرمایش تدریجی کسب شده بود [۴۵]. هیچ یک از روش‌های فوق به دلایل متفاوتی تحلیل‌های کاملی از SHS ارائه نمی‌دهند. روش نخست به دلیل عدم دسترسی به اطلاعات تکامل فاز در طول وقوع واکنش مورد نظر و روش دوم نیز به دلیل تولید فازهای میانی (به ازای هر نمودار فاز) متفاوت از فازهایی که در طول انتشار SHS موجود بوده به‌عنوان روشی کامل محسوب نمی‌شوند. در یکی از آزمایش‌های مربوط به رشد چندلایه‌های AlCo در آزمایشگاه ملی سانديا^{۴۵} از DTEM برای بررسی نتایج استفاده شده‌است. لایه‌های مذکور Al:Co با درصد اتمی ۱: ۱/۳۸ رشد نموده و با در نظر گرفتن اینکه اندازه هر دو لایه برابر با ۲۰ nm است لذا می‌توان ضخامت نهایی تعداد ۸ دو لایه را محاسبه نمود. با توجه به این امر که تلفات حرارتی رسانشی و تشعشعی به‌صورت نابهنگام و بسیار زودتر از موعد مقرر واکنش مورد نظر را حذف نموده، لذا راه‌اندازی لیزر منجر به ایجاد انتشاری محدود می‌شود.

مرسوم به‌منظور دستیابی به پالس‌های الکترونی با جریان بالا در حالت تصویربرداری تک نما، افزودن تجهیزات نورشناسی الکترونی و مقاطعی از ستون میان بخش‌های متمرکز کننده و شتاب‌دهنده به‌منظور تزویج بهتر پالس الکترونی انتشار یافته به درون تجهیزات نورشناسی الکترونی متمرکز کننده مورد نظر است. لازم به ذکر است که در قسمت بالایی آینه لیزر Mo و مقطع رانش برنجی یک عدسی ضعیف نصب شده‌است. این عدسی از طریق متمرکز ساختن پرتو الکترونی پالسی داخل سوراخ مستقر در آینه لیزری مورد نظر و روزنه‌های ورودی سیستم متمرکز کننده جریان را به‌طور قابل توجهی افزایش می‌دهد. در صورت بکارگیری عدسی تزویج مورد نظر با تنظیمات مناسب عدسی متمرکز کننده و شرایط مطلوب تصویربرداری، این عدسی قادر است روشنایی تفنگ الکترونی را حفظ نموده و از طریق کاهش فرآیندهای ابیراهی (که در اثر تابیده شدن پالس الکترونی پهن باند و به‌خصوص الکترون‌های خارج از محور با زاویه بزرگ به وقوع پیوسته) کیفیت پرتو اصلی را ارتقاء ببخشد.



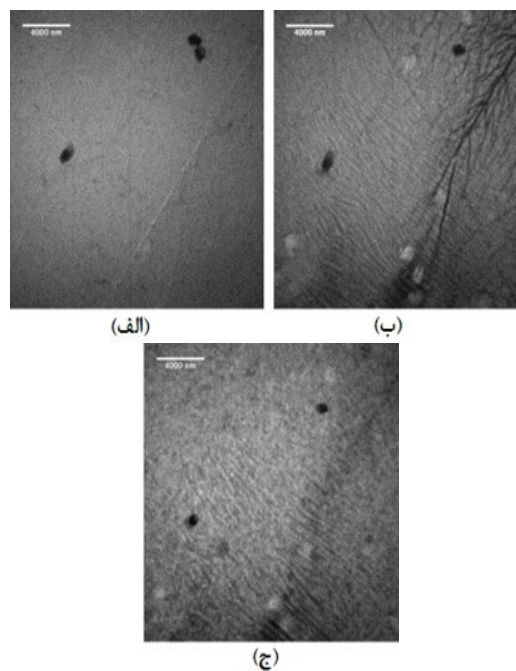
آزمایش‌های وابسته به زمان در میکروسکوپ DTEM به شرح ذیل انجام می‌پذیرند: ابتدا حالتی گذرا در نمونه راه‌اندازی شده و سپس با استفاده از پالس الکترونی ۱۵ ns با تاخیر زمانی مناسب پس از عملیات راه‌اندازی، تصویربرداری لحظه‌ای از فرآیند گذرای مذکور تهیه می‌شود. در بیشتر آزمایش‌های انجام شده با DTEM، حالت گذرا هم‌زمان

شده است. در طرح میکروسکوپ مذکور تفنگ انتشار نور درون چارچوب تفنگ الکترونی نشر/گسیل میدانی پیاده‌سازی شده است (باید توجه داشت که عملکرد این تفنگ مشابه تفنگ الکترونی نشر میدانی نیست). بکارگیری این امکانات منجر می‌شود عدسی اصلی تفنگ الکترونی درون دستگاه مورد نظر بدون نیاز به اعمال اصلاحات اساسی درون ستون قادر به تولید مجدد اثرات عدسی ضعیف تعبیه شده درون دستگاه موسسه LLNL باشد. علاوه بر این، از طریق پنجره مشاهده استاندارد تفنگ الکترونی نیز می‌توان لیزر را وارد سیستم تفنگ الکترونی مذکور نمود. هر دو عامل فوق فرآیند تزویج تفنگ الکترونی با ستون را افزایش و مراحل تنظیمات مورد نیاز DTEM را نیز کاهش می‌دهند. به منظور پیشینه‌سازی همدوسی مکانی و جریان در فرآیند روشن‌سازی نمونه به کار برده شده، عدسی شیئی پیش از نگهدارنده نمونه مجهز به فناوری اصلاح ابیراهی کروی است. اصلاح ابیراهی کروی منجر به کاهش بسط یافتن ناهمدوس تابع انتقال کنتراست و بهینه‌سازی نمودن کنتراست فاز حاصل شده از سیگنال‌های کوچک می‌شود (این امر به‌عنوان مثال برای تصویربرداری زیستی سلول مایع کاربرد قابل توجهی دارد). این امر بکارگیری زوایای همگرایی و روزنه بزرگتر در قسمت نمونه را فراهم می‌کند، لذا دوز مورد نظر بدون وقوع اتلاف قابل توجهی در همدوسی پرتو افزایش می‌یابد. به‌منظور حصول اطمینان از حفظ کنتراست بیشتر، بعد از برخورد پرتو با نمونه، عدسی شیئی مستقر پس از نگهدارنده نمونه نیز از نظر ابیراهی رنگی اصلاح می‌شود. استفاده از فیلتر درون ستونی با هدف حذف الکترون‌هایی با پراکندگی غیرالاستیک یا بکارگیری این نوع الکترون‌ها برای شکل‌دهی تصاویری با انرژی فیلتر شده (برای دستیابی به اطلاعات ترکیبی در فرآیند تصویربرداری سریع کاربردی است) یکی دیگر از مزایای تصویربرداری با این دستگاه است [۵۳].

▣ طبقات درجا و بهنگام

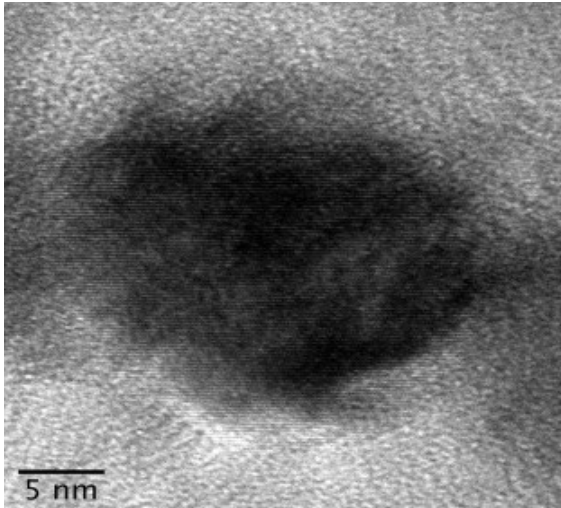
یکی از مزایای DTEM جدید، دستیابی به قابلیت بررسی درجا و بهنگام پویایی شناسی مواد درون میکروسکوپ مورد نظر است. به‌منظور توسعه کاربرد این روش در حوزه‌های مختلف باید قابلیت بررسی مواد در محیط‌هایی غیر از شرایط خلاء بالا درون ستون میکروسکوپ مذکور دسترس‌پذیر باشد. در صورت بکارگیری طبقه با محیط گازی درون DTEM مذکور می‌توان مواد مورد نظر را در شرایط متغیر دمایی و فشاری به‌طور درجا و بهنگام بررسی نمود. طبقه با محیط گازی طراحی شده برای DTEM مورد نظر از ترکیب سیستم فراهم آورنده جریان گاز به همراه نگهدارنده نمونه TEM اصلاح شده به وجود آمده است. نگهدارنده مذکور به‌گونه‌ای اصلاح شده است که جریان گردشی مخلوط کنترل شده متشکل

با استفاده از روش‌های نوری یا میکروسکوپ دربرگیرنده پروب روبشی حالت واکنش چرخشی و انتشار ناپایدار درون چندلایه‌های Al-Co مشاهده شده‌اند [۴۶ و ۴۷]. ظاهر چرخشی و موج در واقع نمایانگر وجود موج حرارتی نوسانی بوده که پس از به هم خوردن توازن میان فرآیندهای تولید حرارت و انتشار آن به وقوع می‌پیوندد [۴۷]. شکل (۴)، قسمت چرخشی جبهه انتشار در بخش پایانی انتشار کلی درست پیش از وقوع فرآیند فروکشی را نمایش می‌دهد. لیزر مورد نظر ابتدا بخش قابل توجهی از ورق فلزی را به‌منظور فراهم آوردن شرایط انتشار حالت پایدار از پیش حرارت می‌دهد. سپس هم‌زمان با غلبه بر تلفات حرارت تشعشعی و انتشار حرارت بر فرآیند تولید گرما، از مشاهده حالت پایدار می‌توان اینگونه نتیجه گرفت که علاوه بر آغاز نوسان‌ها، سرعت نیز از حالت یکنواخت خارج شده و به‌طور قابل توجهی کاهش پیدا می‌کند.



شکل (۴): نمایش ورق‌های چند لایه از جنس Al-Co با نسبت درصد اتمی برابر با ۱:۰.۳۸. (الف) پیش از انتشار، (ب) در حال رشد $25 \mu\text{s}$ پس از راه اندازی لیزر (رگه چرخشی^{۴۶} انتشار ناپایدار که درست پیش از فرآیند فروکشی ثبت شده است) و (ج) ریزساختار پس از فرآیند انتشار [۵۳].

به‌منظور بهینه‌سازی عملکرد میکروسکوپ مورد نظر (به‌عنوان مثال: به‌دست گرفتن کنترل پرتو؛ همان‌گونه که در بخش (۲) شرح داده شد) تجهیزات نورشناسی الکترونی در DTEM جدید مستقر در دانشگاه کالیفرنیا - دیویس^{۴۷} ارتقاء پیدا کرده‌اند. درون DTEM جدید از دستگاه اصلاح ابیراهی دوگانه مدل JEOL 2200 با فیلتر درون ستونی استفاده



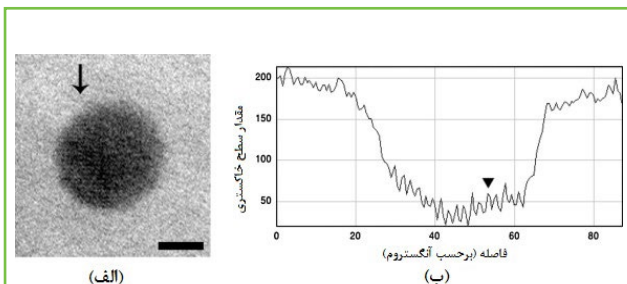
شکل (۵): تصویر میدان روشن با قدرت تفکیک‌پذیری اتمی میکروسکوپ الکترونی عبوری یک نانوذره طلا که از طریق بکارگیری طبقه با محیط گازی میان دو پنجره نیتريد سيليكوني ۵۰ nm ای تهیه شده است [۵۳].

شرایط تصویربرداری مذکور در آزمایش‌های قابل اجرا درون حوزه‌هایی نظیر: واکنش‌های الکتروشیمیایی [۴۸]، رشد نانوذره [۴۹] و مشاهده سلول‌های کامل [۵۰ و ۵۱] غیر قابل انکار است. به‌عنوان مثال، مشاهده سلول‌های کامل اشیریشیا گلای^{۵۱} به‌صورت درجا و به‌هنگام با استفاده از روش‌های تصویربرداری میکروسکوپ الکترونی عبوری مرسوم منجر به پدید آمدن حباب‌های گازی و آسیب پرتوکافت^{۵۲} به محیط مایع می‌شود [۵۰]. لازم به ذکر است، حالت تصویربرداری پالسی DTEM مذکور در مقایسه با TEM مرسوم از دوزهای پرتو بسیار پایین‌تری استفاده نموده و همین امر منجر به کاهش قابل توجه آسیب اعمال شده توسط پرتو بر محیط سیال می‌شود. نگهدارنده نمونه سیال از نوع درجا و به‌هنگام (تولید شده توسط شرکت هامينگبرد^{۵۳}) به‌گونه‌ای طراحی شده که دو لایه نازک دربرگیرنده غشاهای عبور دهنده الکترون، سیال مورد نظر را از خلاء موجود درون میکروسکوپ الکترونی عبوری جدا می‌سازد. این لایه‌های نازک به‌طور معمول از سيليكون نیتريد یا اکسید سيليكون غيرمتبلور ساخته شده و ضخامت غشای آنها در محدوده ۲۵ nm تا ۱۰۰ nm انتخاب می‌شود. این غشاها با یک لایه نگهدارنده سيليكوني ۲۵۰۰ × ۲/۶ mm دربرگیرنده پنجره‌ای به اندازه ۲ μm × ۲۵۰۰ الی ۲ μm × ۴۰۰۰ محافظت می‌شوند. تنظیم فاصله میان پنجره‌های مورد نظر از طریق تعبیه طرح لایه نگدارنده روی سطح پنجره مذکور در طول فرآیند تولید [۴۸ و ۴۹]، نشان دادن لایه‌ای از مواد خنثی/غیرفعال در گوشه‌های سطح پنجره [۵۰] یا با استفاده از پر کردن شکاف مورد نظر با اپوکسی (چسب رزینی مخصوص) [۵۱] صورت می‌پذیرد.

از حداکثر ۴ گاز را در محفظه نمونه امکان‌پذیر کند. این نگهدارنده مخصوص به‌منظور حفظ محیط گازی مطلوب از یک سلول محیطی پنجره مانند استفاده می‌کند. در این صورت، حرارت‌دهی به نمونه برای ایجاد واکنش مورد نظر با استفاده از لیزر درون DTEM جدید انجام می‌شود. بنابراین، به‌منظور حصول اطمینان از وقوع واکنش‌ها برای فرآیندهای تصویربرداری و پراش در مقیاس زمانی مطلوب باید آنها را با فشار جزئی گاز درون طبقه مذکور کنترل نمود. سلول محیطی نگهدارنده TEM مورد نظر توسط کارشناسان شرکت فیشیون^{۴۸} طراحی شده و می‌توان نمونه استاندارد ۳ mm میکروسکوپ الکترونی عبوری را درون آن تعبیه نمود. طول مسیر جریان گاز درون سلول محیطی مذکور در حال حاضر برابر با ۲۵۰ μm است. ماده غشایی پنجره مربوطه به‌طور معمول از جنس نیتريد سيليكون غيرمتبلور/آمورف^{۴۹} انتخاب شده، اما می‌توان بر حسب نیازهای آزمایشی، آن را تغییر داد. نرخ جریان گاز مورد نظر را می‌توان از طریق کنترل کننده‌های جریان تعبیه شده بین ۰ sccm الی ۵ sccm تنظیم نمود. جریان گاز موجود در سلول مذکور از طریق لوله‌های ورودی (متصل به تجهیزات جریان) و خروجی (متصل به پمپ توربومولکولی) تعبیه شده در طول نگهدارنده تامین می‌شود. بکارگیری این طبقه با محیط گازی درون DTEM مورد نظر منجر به تولید یک ابزار مشخصه‌یابی درجا و به‌هنگام منحصر بفرد شد که قابلیت بررسی پویای نمونه‌ها با قدرت تفکیک‌پذیری مکانی - زمانی فوق‌العاده‌ای را برای کاربران فراهم می‌آورد. در شکل (۵) تصویری از نانوذره طلا با قدرت تفکیک‌پذیری اتمی نمایش داده شده که از طریق بکارگیری طبقه با محیط گازی میان دو پنجره نیتريد سيليكوني ۵۰ nm ای حاصل شده است. استفاده هم‌زمان از چنین قدرت تفکیک‌پذیری مکانی بالایی به همراه قدرت تفکیک‌پذیری زمانی DTEM مذکور منجر به حصول قابلیت مشاهده مستقیم وابسته به زمان تعاملات گاز - جامد (به‌عنوان مثال) در طول فرآیندهای کاتالیزوری در مقیاس نانومتر می‌شود. با استفاده از این قابلیت بینش فراتری در رابطه با بررسی سنتز و مشخصات نانو ساختارها و همچنین ویژگی‌های اصلی و بنیادین مواد در طول چندین مقیاس مکانی و زمانی بدست می‌آید.

در فرآیند تصویربرداری محیطی سیالات، استفاده هم‌زمان از قدرت تفکیک‌پذیری بالای مکانی و مکانی DTEM مذکور شرایط کاملاً مطلوبی را فراهم می‌کند. تهیه تصاویر از واکنش‌ها و مواد معلق آزاد در حال حاضر به دلیل وقوع حرکت براونی^{۵۰} و تحرک حاصل شده از اثرات شارژ مربوط به فرآیند تابش پرتو الکترونی به سختی انجام می‌گیرد. DTEM مورد بحث از طریق ثبت تصاویری با قدرت تفکیک‌پذیری زمانی در محدوده ۱۰۰۰ ns - ۱۰ ns ~ و هم‌زمان کمینه‌سازی اثرات پرتو بر نمونه به واسطه بکارگیری شرایط تصویربرداری با دوز پایین بر چالش فوق غلبه می‌کند. بنابراین، اهمیت

و 50 nm به ازای محلول سیال). به منظور بهینه‌سازی هر چه بیشتر قدرت تفکیک‌پذیری مکانی باید طول مسیر سیال یا ضخامت غشاء مورد نظر را کاهش داد [۵۳].



شکل (۶): نمایش تصویربرداری مایع به صورت درجا و بهنگام از نانوذرات با قدرت تفکیک‌پذیری اتمی. (الف) لبه/حاشیه‌های 2 \AA نانوذره سولفید سرب در تصویربرداری میدان روشن میکروسکوپ الکترونی عبوری - روبشی به وضوح قابل مشاهده هستند. طول مسیر سیال به طور نامی 50 nm بوده که با دو غشای نیتريد سيليكون که ضخامت هر یک 50 nm بوده محصور شده‌است. (ب) پیمایش خط عمودی ذره نمایش داده شده درون (الف) در امتداد جهت پیکان سیاه رنگ و ضخامت خط برابر با 10 \AA پیکسل نمایش داده شده‌است. با توجه به سر پیکان سیاه رنگ در این شکل، تنظیم فاصله 2 \AA قابل مشاهده است [۵۳].

نتیجه‌گیری

به اثبات رسیده است که بکارگیری لیزر برای تحریک فرآیند انتشار الکترون در نهایت قابلیت ایجاد پالس‌هایی کوتاه از الکترون درون TEM به منظور بررسی حوزه پویایی‌شناسی در مواد و سیستم‌های زیستی با قدرت تفکیک‌پذیری در حد نانومتر و نانوثانیه در حالت تصویربرداری تک نما را فراهم می‌آورد. در DTEM‌های کنونی از ابتدایی‌ترین و ساده‌ترین مولفه‌های الکترونی استفاده شده که می‌توان به منظور بهینه‌سازی عملکرد زمانی و مکانی آنها را ارتقاء بخشید. در صورت بکارگیری طبقات درجا/بهنگام درون میکروسکوپ الکترونی عبوری پویا می‌توان فرآیندهای پویا را در شرایط محیطی گسترده‌ای بررسی نمود. در این حالت، دسترسی به کنترل پرتو و محرک از طریق لیزر مورد نظر قابلیت بی‌نظیری کنترل و تجدیدپذیری برای آزمایش‌هایی که انجام آنها با میکروسکوپ‌های الکترونی مرسوم و طبقات گرمایشی امکان‌پذیر نبوده را فراهم می‌کند [۵۳].

ضخامت نهایی محلول مورد نظر (یا طول مسیر سیال) با ارتفاع فاصله گذارهایی^{۵۴} به بلندی 50 nm تا چند میکرومتر تعیین می‌شود. بکار بردن چسب به منظور محصور نمودن کامل نمونه و جداسازی آن از محفظه محیطی با خلاء بالا، دستیابی به مزیت بررسی نمونه درون یک نگهدارنده سیال غیراختصاصی را فراهم می‌آورد. لازم به ذکر است استفاده از این روش معایبی نظیر: واکنش‌پذیری چسب مذکور با محلول مورد استفاده، وقوع فرآیند بسپارش و رهش گاز و افزایش قابل توجه طول مسیرهای سیال را بر سر راه برخی از آزمایش‌ها قرار می‌دهد. ساختار سلول سیال دربر گیرنده جریان پیوسته برای نگهدارنده اختصاصی نمونه به طوری طراحی شده که پس از فشردن سلول و حلقه‌های لاستیکی دایره‌ای شکل^{۵۵} مربوطه محلول مورد بررسی در برابر خلاء میکروسکوپ الکترونی عبوری محفوظ باقی می‌ماند. در عین حال، دستگاه مذکور با استفاده از تجهیزات پمپ ریزسیال جریانی در فشار محیط را فراهم می‌آورد [۵۲]. این نگهدارنده نمونه شامل یک پنجره پایینی بوده که همانند سکوی پایه عمل نموده و غشای آن نیز رو به بالا تعبیه شده‌است. فاصله گذارها به طور معمول در گوشه‌های پنجره مذکور استقرار یافته و یک قطره از محلول مورد آزمایش نیز روی سطح پنجره دربر گیرنده غشاء قرار می‌گیرد. سطح غشای پنجره بالایی روی قطره را پوشش می‌دهد. مرکز حلقه‌های لاستیکی دایره‌ای شکل زیر پنجره پایینی و بالای پنجره بالایی مستقر بر زیرلایه Si نسبت به یکدیگر تنظیم می‌شود، در عین حال حلقه لاستیکی دایره‌ای شکل سوم به منظور ایزوله نمودن کل محفظه از خلاء میکروسکوپ مورد نظر دور چاه سیال محدود‌های مجزا ایجاد می‌کند. بنابراین، محلول مورد آزمایش به طور کامل درون ساختار داخلی نگهدارنده نمونه محصور می‌شود. به منظور تامین مواد تازه یا وارد ساختن محلول‌های واکنشی درون میدان دید در طول فرآیند تصویربرداری با میکروسکوپ الکترونی عبوری، حجم‌های مورد نظر و نرخ‌های جریان معینی از پیش تعیین شده‌اند. به طور یقین پیشرفت‌های آتی در حوزه نگهدارنده نمونه قابلیت کنترل الکتروشیمیایی و تنظیم دما را برای کاربر فراهم می‌آورند.

محققان به منظور فراهم آوردن محیطی مطلوب به منظور بررسی دقیق کلوئیدها^{۵۶}، رشد الکتروشیمیایی و تحلیل ساختار نمونه‌های زیستی قصد داشته نگهدارنده درجا/بهنگام با قابلیت ارائه جریان پیوسته را درون DTEM بکار گیرند. برای کاهش دوز پیوسته در طول منطقه تصویربرداری از ذرات کلوئیدی به طور عملی از نگهدارنده سیال مورد نظر استفاده شده‌است. با استفاده از میکروسکوپ الکترونی عبوری - روبشی^{۵۷} مدل JEM-2200-Cs تصویربرداری با قدرت تفکیک پذیری 2 \AA از نانوذره سولفید سرب با لبه/حاشیه‌های شبکه‌ای با موفقیت انجام پذیرفته است (شکل (۶)). ضخامت نامی کل نمونه برابر با 150 nm است (50 nm به ازای هر غشای نیتريد سيليكوني

۱. لیسانس الکترونیک، کارشناس آزمایشگاه میکروسکوپ الکترونی عبوری دانشگاه شیراز
۲. عضو کارگروه تخصصی میکروسکوپ الکترونی عبوری

3. Transmission electron microscope (TEM)
4. In-situ
5. dynamic transmission electron microscope (DTEM)
6. Liquid stage
7. Gas stage
8. aberration
9. electron energy loss spectra (EELS)
10. spatial resolution
11. femtosecond
12. pump-probe experiments
13. ultrafast electron diffraction (UED)
14. Lawrence Livermore National Laboratory (LLNL)
15. Stroboscopic TEM
16. Zewail
17. single-shot
18. convergence/divergence
19. apertures
20. phase-space
21. phase-contrast imaging
22. temporal incoherence
23. chromatic aberration
24. Fermions
25. Boersch
26. Space-charge effects
27. de Broglie
28. Ballistic propagation
29. coherent fluence
30. envelope
31. Rose criterion
32. high-angle annular dark field (HAADF)
33. Field Emission Gun (FEG)
34. Electron-electron scatter
35. photocathode
36. brass drift section
37. Molybdenum (Mo)
38. Tantalum (Ta)
39. Full width at half maximum (FWHM)
40. Yttrium-Aluminum-Garnet (YAG)
41. Neodymium
42. Reactive Multilayer Foil (RMLF)
43. Self-propagating High-temperature Synthesis (SHS)
44. quenched reactions
45. Sandia National Laboratory
46. spin-like vein
47. UC-Davis
48. Fischione
49. amorphous silicon nitride
50. Brownian motion
51. Escherichia coli (E. Coli)
52. radiolysis
53. Hummingbird
54. spacer
55. O-ring
56. colloids
57. Scanning-Transmission Electron Microscope (STEM)

- [1] M. Haider, S. Uhlemann, E. Schwan, H. Rose, B. Kabius, K. Urban *Nature*, 392 (1998), pp. 768-769
- [2] P.E. Batson, N. Dellby, O.L. Krivanek *Nature*, 418 (2002), pp. 617-620
- [3] R. Erni, M.D. Rossell, C. Kisielowski, U. Dahmen *Phys Rev Lett*, 102 (2009), p. 096101
- [4] K. Kimoto, T. Asaka, T. Nagai, M. Saito, Y. Matsui, K. Ishizuka *Nature*, 450 (2007), pp. 702-704
- [5] V. Ortalan, A. Uzun, B.C. Gates, N.D. Browning *Nature Nanotechnol*, 5 (2010), pp. 843-847
- [6] R. Sharma *J Mater Res*, 20 (2005), p. 1695
- [7] A.M. Minor, S.A.S. Asif, Z.W. Shan, E.A. Stach, E. Cyrankowski, T.J. Wyrobek, et al. *Nature Mater*, 5 (2006), p. 697
- [8] Z.W. Shan, R.K. Mishra, S.A.S. Asif, O.L. Warren, A.M. Minor *Nature Mater*, 7 (2008), p. 115
- [9] B.G. Clark, I.M. Robertson, L.M. Dougherty, D.C. Ahn, P. Sofronis *J Mater Res*, 20 (2005), p. 1792
- [10] A. Radisic, P.M. Vereecken, J.B. Hannon, P.C. Searson, F.M. Ross *Nano Lett*, 6 (2006), pp. 238-242
- [11] H.D. Espinosa, Y. Zhu, N. Moldovan *J Microelectromech Syst*, 16 (2007), pp. 1219-1231
- [12] P.L. Gai *Top Catal*, 21 (2002), pp. 161-173
- [13] W.Q. Han, L.J. Wu, Y.M. Zhu, M. Strongin *Nano Lett*, 5 (2005), pp. 1419-1422
- [14] K.H. Min, R. Sinclair, I.S. Park, S.T. Kim, U.I. Chung *Philos Mag*, 85 (2005), pp. 2049-2063
- [15] J.M. Howe, H. Saka *MRS Bull*, 29 (2004), pp. 951-957
- [16] A. Loveridge-Smith, A. Allen, J. Belak, T. Boehly, A. Hauer, B. Holian, et al. *Phys Rev Lett*, 86 (2001), p. 2349
- [17] D.H. Kalantar, J.F. Belak, G.W. Collins, J.D. Colvin, H.M. Davies, J.H. Eggert, et al. *Phys Rev Lett*, 95 (1-4) (2005), p. 075502
- [18] J.A. Hawreliak, D.H. Kalantar, J.S. Stolken, B.A. Remington, H.E. Lorenzana, J.S. Wark *Phys Rev B*, 78 (2008), p. 220101
- [19] J. Spence, M.R. Howells *Ultramicroscopy*, 93 (2002), pp. 213-222
- [20] A.H. Zewail *Annu Rev Phys Chem*, 57 (2006), pp. 65-103
- [21] A.H. Zewail *J Phys Chem A*, 104 (2000), pp. 5660-5694
- [22] B.J. Siwick, J.R. Dwyer, R.E. Jordan, R.J.D. Miller *Science*, 302 (2003), pp. 1382-1385
- [23] J. Cao, Z. Hao, H. Park, C. Tao, D. Kau, L. Blaszczyk *Appl Phys Lett*, 83 (2003), pp. 1044-1046
- [24] D.J. Masiel, T. LaGrange, B.W. Reed, T. Guo, N.D. Browning *ChemPhysChem*, 11 (2010), pp. 2088-2090
- [25] M.L. Taheri, S. McGowan, L. Nikolova, J.E. Evans, N. Teslich, J.P. Lu, et al. *Appl Phys Lett*, 97 (2010), p. 032102
- [26] Thomas LaGrange, David S. Grummon, Nigel D. Browning, Wayne E. King, G.H. Campbell *Appl Phys Lett*, 94 (2009), p. 184101
- [27] M.L. Taheri, B.W. Reed, T.B. Lagrange, N.D. Browning *Small*, 4 (2008), pp. 2187-2190
- [28] M.R. Armstrong, N.D. Browning, B.W. Reed, B.R. Torralva *Appl Phys Lett*, 90 (2007), p. 114101
- [29] Michael Armstrong, Ken Boyden, Nigel D. Browning, Geoffrey H. Campbell, Jeffrey D. Colvin, Bill DeHope, et al. *Ultramicroscopy*, 107 (2007), pp. 356-367
- [30] Thomas B. LaGrange, Michael Armstrong, Ken Boyden, Curtis Brown, Nigel D. Browning, Geoffrey H. Campbell, et al. *Appl Phys Lett*, 89 (2006), p. 04410
- [31] O. Bostonjoglo, R. Leidtke *Adv Imag Electron Phys*, 60 (1980), p. 451

- [32] O. Bostonjoglo, R. Elschner, Z. Mao, T. Nink, M. Weingartner *Ultramicroscopy*, 81 (2000), p. 141
- [33] O. Bostonjoglo *Adv Imag Electron Phys*, 121 (2002), p. 1
- [34] B. Barwick, H.S. Park, O.H. Kwon, J.S. Baskin, A.H. Zewail *Science*, 322 (2008), pp. 1227-1231
- [35] F. Carbone, O.H. Kwon, A.H. Zewail *Science*, 325 (2009), pp. 181-184
- [36] B.W. Reed, T. LaGrange, R.M. Shuttlesworth, D.J. Gibson, G.H. Campbell, N.D. Browning *Rev Sci Instrum*, 81 (2010), p. 053706
- [37] B.W. Reed, M.R. Armstrong, N.D. Browning, G.H. Campbell, J.E. Evans, T.B. LaGrange, et al. *Microsc Microanal*, 15 (2009), pp. 272-281
- [38] W.E. King, G.H. Campbell, A. Frank, B. Reed, J.F. Schmerge, B.J. Siwick, et al. *J Appl Phys*, 97 (2005), p. 111101
- [39] O.L. Krivanek P. Buseck, J. Cowley, L. Eyring (Eds.), *High-resolution transmission electron microscopy and associated techniques*, Oxford University Press, New York (1992), pp. 519-567
- [40] A. Rose Marston (Ed.), *Advances in electronics and electron physics*, Academic Press, New York (1948)
- [41] J.P. McDonald, M.A. Rodriguez, E.D. Jones Jr., D.P. Adams *J Mater Res*, 25 (4) (2010), pp. 718-727
- [42] J.S. Kim, T. Lagrange, B.W. Reed, M.L. Taheri, M.R. Armstrong, W.E. King, et al. *Science*, 321 (2008), p. 1472
- [43] T. LaGrange, G.H. Campbell, B.W. Reed, M.L. Tehari, J.B. Pesavento, J.S. Kim, et al. *Ultramicroscopy*, 108 (11) (2008), pp. 1441-1449
- [44] J.S. Kim, T. LaGrange, B.W. Reed, R. Knepper, T.P. Weihs, N.D. Browning, et al. *Acta Mater*, 59 (2011), pp. 3571-3580
- [45] C. Michaelsen, K. Barmak, T.P. Weihs *J Phys D: Appl Phys*, 30 (1997), pp. 3167-3186
- [46] D. Aurongzeb *Appl Phys Lett*, 92 (14) (2008), p. 141914
- [47] J.P. McDonald, V.C. Hodges, E.D. Jones Jr., D.P. Adams *Appl Phys Lett*, 94 (3) (2009), p. 034102
- [48] M.J. Williamson, R.M. Tromp, P.M. Vereecken, R. Hull, F.M. Ross *Nature Mater*, 2 (2003), pp. 532-536
- [49] H. Zheng, R.K. Smith, Y. Jun, C. Kisielowski, U. Dahmen, A.P. Alivisatos *Science*, 324 (2009), pp. 1309-1312
- [50] K.L. Liu, C.C. Wu, Y.J. Huang, H.L. Pang, H.Y. Chang, P. Chang, et al. *Roy Soc Chem*, 8 (2008), pp. 1915-1921
- [51] N. de Jonge, D.B. Peckys, G.J. Kremers, D.W. Piston *PNAS*, 106 (7) (2008), pp. 2159-2164
- [52] E.A. Ring, N. de Jonge *Microsc Microanal*, 16 (2010), pp. 622-629
- [53] N.D. Browning, M.A. Bonds, G.H. Campbell, J.E. Evans, T. LaGrange, K.L. Jungjohann, D.J. Masiel, J. McKeown, S. Mehraeen, B.W. Reed, M. Santala, Recent developments in dynamic transmission electron microscopy, *ELSEVIER journal, Current Opinion in Solid State and Materials Science* 16 (2012) 23-30