

# 实验简报

## 配备直接探测和漂移校正的 GIF Continuum

### 标题

使用 GIF Continuum K3 在  $Tb_3Sc_2Al_3O_{12}$  中实现  $\sim 1 \text{ \AA}$  分辨率的 STEM EELS mapping

### 使用的 Gatan 设备

GIF Continuum® K3®

### 背景

电子能量损失谱 (EELS) 谱成像 (spectrum imaging, SI) 与像差校正的 STEM 相结合, 可以在埃米尺度上同时表征结构和化学变化。然而, 较长的采集时间、样品漂移和电子束引起的样品损伤使得原子分辨的 EELS SI 相对于环形暗场 (ADF) STEM 成像更具挑战性。直接探测单电子计数相机灵敏度更高, 提升了 EELS 谱中电离边的检测极限。这使得 SI 数据可以在显著降低的总剂量下完成收集, 从而减少了高空间分辨率数据采集所需的时间。结合 DigitalMicrograph® 多帧 (Multi-pass SI) 采集方式和 K3 相机的高采谱速率, 总剂量被分散到多个扫描帧中, 允许用户以足够高的频率进行漂移校正, 从而避免图像畸变。此外, K3 相机的单电子灵敏度可防止读出噪音影响亚毫秒驻留时间下 EELS 谱的信噪比 (SNR)。

### 材料和方法

EELS SI 是使用 GIF Continuum K3 从铽钪铝石榴石 ( $Tb_3Sc_2Al_3O_{12}$ ) FIB 样品中采集的。TEM 主机是 Thermo Fisher Scientific Spectra 300, 加速电压 300 kV, 电子束流 37 pA。EELS dispersion 设置为 0.9 eV/ch, 单谱范围  $>3,000 \text{ eV}$ , 使得我们能够同时采集样品中每个元素的电离边。SI 数据以 3,000 谱每秒 (单谱  $\sim 0.34 \text{ ms}$ ) 的速度采集, 像素步长  $0.2 \text{ \AA}$ 。每个 SI 扫描帧耗时  $\sim 3.4 \text{ s}$  ( $100 \times 100$  像素阵列), 采集 50 帧, 总共有有效采集时间为  $\sim 170 \text{ s}$ 。每两帧之间进行漂移校正。使用 DigitalMicrograph 中的内置工具进行数据处理, 得出原子分辨的元素面分布, 如图 1(a-d) 所示。叠加图像中的 Sc、Tb 和 O (图 1f) 准确位于结构模型预测的各自位置 (图 1g)。Tb 三聚体的投影距离为  $\sim 1.2 \text{ \AA}$  (图 1e), 也可清晰分辨 (图 1b 和 1f), 表明元素面分布结果的高空间分辨率。Al 元素也大致对应于其在晶格中的位置, 但精确的位置尚未解析。这是由于 Al K 边和 Tb 信号的强烈重叠, 降低了 Al K 边的信噪比, 并增加了分析过程中散射截面模型拟合的不确定性。

### 小结

使用 GIF Continuum K3 可以在几分钟内以  $\sim 1 \text{ \AA}$  级的空间分辨率进行元素面分布分析。K3 相机的高灵敏度和速度、counting EELS 的低噪声水平以及 DigitalMicrograph 中的多帧 SI 功能, 使用户能够以较低的总剂量收集高 SNR、无畸变的 EELS SI 数据。内置的分析工具进一步简化了获得最终结果的流程。

### 致谢

感谢福州大学电镜中心喻志阳教授分享的样品、数据和反馈意见。

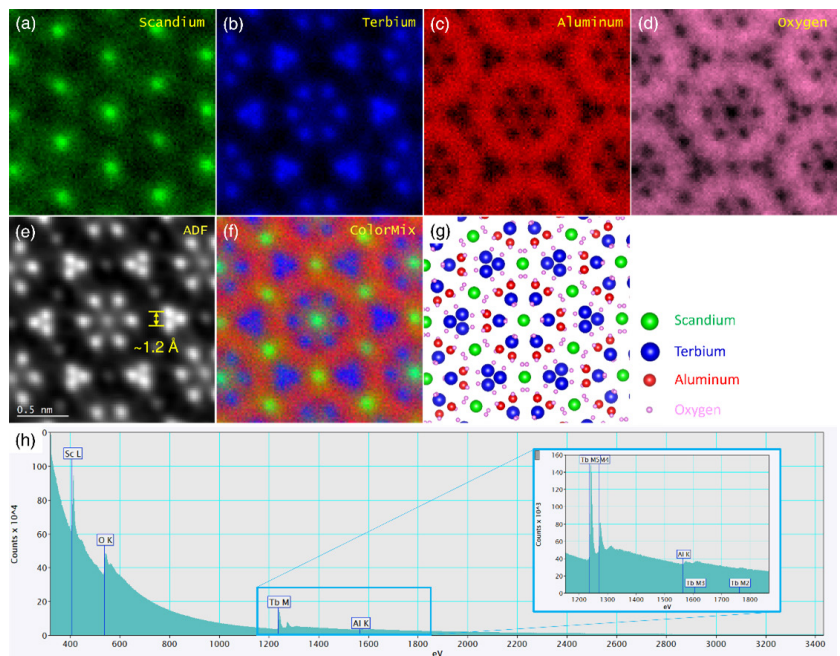


图 1. EELS SI 数据得出的元素面分布 a) Sc L, b) Tb M, c) Al K, d) O K, 以及同步收集的 ADF 像 e)。f) 各元素面分布叠加得到的组合图。g) 揭示原子位置的结构模型。h) 从 SI 数据中提取的积分 EELS 谱。