

实验简报

Stela 混合像素相机和 STEMx 系统

标题

Si-MoS₂ 核壳结构的高通量差分相位衬度 (DPC) 成像

使用的 Gatan 设备

Stela™ 混合像素相机采用 DECTRIS 的探测技术，能够在高帧率 (>16000 帧每秒) 下实现高信噪比 (通过电子计数) 和高动态范围衍射成像。STEMx® 系统在扫描电子束和探测器帧率之间进行硬件同步，从而能够在 DigitalMicrograph® 软件环境中达到高通量的 4D 扫描透射电子显微术 (STEM) 数据采集和后处理。

背景

近来出现的过渡金属硫族化合物 (TMD) 核壳结构，在光电子学、生物医药、能源和传感器等诸多领域具备应用潜力^[1,2]。此类材料通常由一个多层的 TMD 壳体将纳米尺度的核封装起来，因此通过对核结构的操纵，我们可以实现壳层缺陷、性能、功能性的设计和工程开发。核壳结构同时也自然而然带来了利用内部应变来调节电子和化学性能的可能性。通过 DPC，我们能够获得这类核壳结构内部的电场分布情况。

材料与方法

Si-MoS₂ 核壳结构样品的制备流程详细记录于文献³。在 JEOL Grand ARM 电镜中 80 kV 下，使用 Stela 相机在 4500 fps 的 HS (高速) 模式下完成 4D STEM 的数据采集。找到感兴趣区域后，进行 320 x 320 像素的扫描，覆盖 800 x 800 nm 大小的区域。数据通过 DigitalMicrograph 中的 STEM SI 技术，在 46 s 内完成采集。4D STEM 数据的后续处理直接在 DM 软件的 DPC 技术面板中完成，无需将数据传输至另一台电脑或进行格式转换。两个正交方向上的电子束偏移分量由质量中心法 (CoM) 计算得到，并获得下图中的电子束偏移向量图。

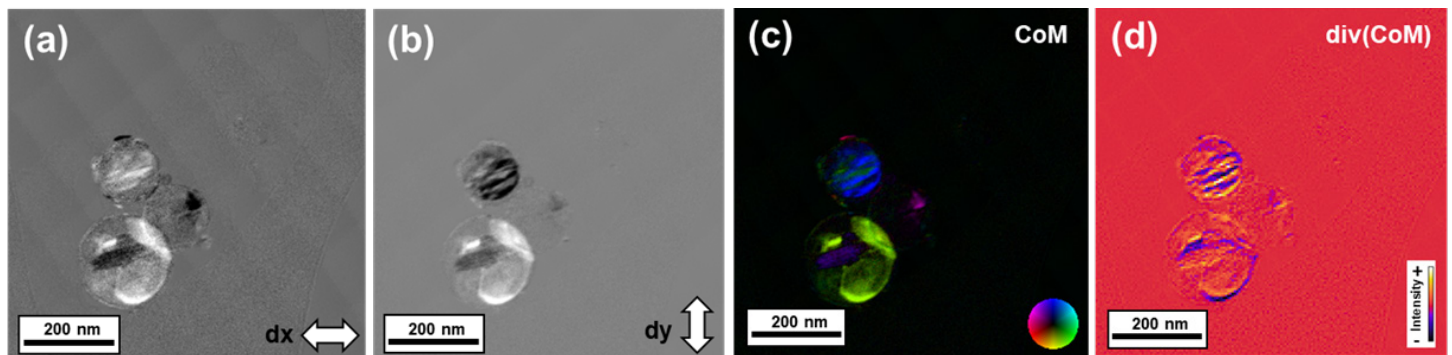


图 1. Si-MoS₂ 核壳结构纳米颗粒的 DPC 分析。x-方向(a)和y-方向(b)上的电子束偏移。(c)通过质量中心法计算得到的分布图 (通过 DigitalMicrograph 软件中的DPC 技术面板功能)。(d)通过(c)计算得到的散度 (divergence) 分布

总结

STEMx 系统和 Stela 相机的无缝组合，在 DigitalMicrograph 软件中集成了通过混合像素电子探测实现 4D STEM 的完整工作流程。这一集成使我们能够优化数据采集和后处理步骤，简化 4D STEM 的工作流程，从而在更短的时间内获得结果。STEMx 系统和 Stela 相机的高速互相结合，能够快速完成数百个 Si-MoS₂ 核壳结构的扫描，使得高通量的硬件同步 4D STEM 数据块分析和采集成为可能，并在数分钟内完成后处理计算得到 DPC 分布图。通过 DPC 对样品中具有更高的净电场累积区域的识别，我们能够对核壳结构的纳米颗粒进行调控，实现所需的光学性能。

致谢

特别感谢 Northwestern University Yea-Shine Lee, Vinayak P. Dravid 和 Roberto dos Reis.

[1] J.G. DiStefano, et al., Au-MoS₂-WS₂ Core-Shell Architectures: Combining Vapor Phase and Solution-Based Approaches, J. Phys. Chem. C, 124, 2627-2633 (2020).

[2] J.G. DiStefano, et al., Structural defects in transition metal dichalcogenide core-shell architectures, Appl. Phys. Lett. 118, 223103 (2021).

[3] Y.S. Lee, et al., Resonance Couplings in Si-MoS₂ Core-Shell Architectures, under review (2022)

Gatan, Inc. 是电子显微镜功能增强和扩展设备与软件的领先制造商——从样品制备与操作到成像和分析。

