

# 实验简报

## 配备直接探测的 GIF Continuum

### 标题

通过多帧原位谱成像获取辐照敏感聚合物的相分布

### 使用的 Gatan 设备

GIF Continuum® K3® 和型号 626 单倾液氮冷冻传输杆

### 背景

在纳米尺度上获取化学和相组成信息对理解和提升共混聚合物的功能属性至关重要。但是，诸如聚碳酸酯共混物等有机材料非常容易发生辐照分解，使得利用 EELS 谱成像对其进行研究变得异常困难 [1]。借助直接探测传感器的高灵敏度，可以在更少总剂量下侦测 C K-边的近边精细结构 (ELNES) 特征，从而令科学家得以在更高的分辨率上从有机材料中获取有用的信息。DigitalMicrograph® 中的多帧原位谱成像功能将总剂量分割为若干个独立保存的扫描帧，用户可以自由摒弃遭到辐射分解影响的帧。我们发现结合直接探测和多帧原位谱成像能够在辐照敏感的共混聚合物种获取到更高空间分辨率的信息。

### 材料和方法

使用一种聚碳酸酯 (PC) 和 75:25% 聚(苯乙烯-丙烯腈) (SAN) 的共混物作为研究的模型系统来评价直接探测带来的灵敏度增加。C K-边的近边精细结构是局部未占据态密度的投影，能够用来研究碳的键合特征的局部变化。使用了原位多帧谱成像来研究累加剂量下的近边精细结构变化，研究人员得以监控 C K-边形状随着总剂量的变化。图1a 和 b 分别显示了来自 SAN 和 PC 相的 C K-边 ELNES 随着总辐照剂量的变化。SAN 相 C K-边 ELNES 随着剂量增加的变化不甚明显。观测到最大的变化来自峰 a，其强度随着剂量的增加而减小 (图1a)。PC 相中则能观察到若干显著的 C K-边 ELNES 变化，ELNES 峰 a 和 c 随着剂量的增加而减弱，而峰 b 的强度随着剂量增加而增加 (图1b)。由于观察到 C K-边精细结构的变化，最终仅保留最初的两帧数据。通过提取自 PC 和 SAN 相的 C K-边 ELNES 作为内部参考谱，使用 DigitalMicrograph 的定量工具面板得到所选区域内 PC 和 SAN 相的空间分布 (图1c)。由于在 1000 e/nm<sup>2</sup> 以上观察到了 C K ELNES 的变化，我们以总剂量 828 e/nm<sup>2</sup> 采集了更大面积的分布图 (图2b)。在 SAN 基体中观察到若干较小的 PC 内含物，并能够清晰分辨出较大内含物的形貌。

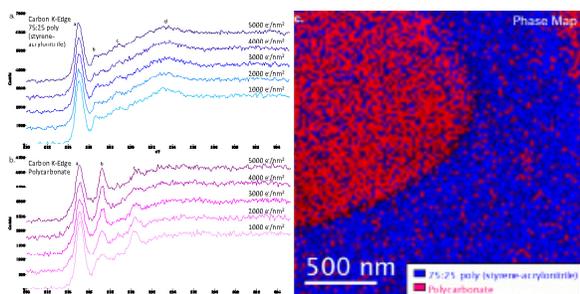


图 1. 碳的 K-边，采集自共混聚合物中不同总剂量条件下的 (a) SAN 以及 (b) 聚碳酸酯相。(c) 采用在总剂量 1000 e/nm<sup>2</sup> 下提取的 ELNES 内部标准谱生成的相分布图。

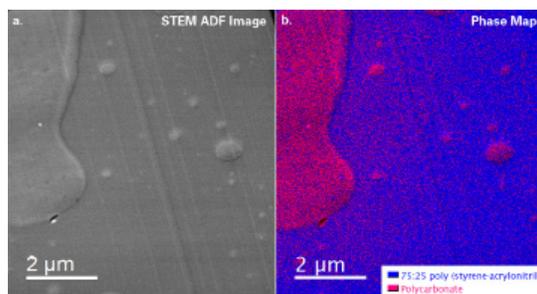


图 2. (a) 共混聚合物的 ADF STEM 相。(b) 使用来自 C K-边 ELNES 标准谱生成的相分布图。

### 小结

图1c 和 2b 展示了 PC 和 SAN 相的分布，成功获得了相比以前使用光学耦合 CCD 相机的研究中[1] 仅仅 ~1/10 剂量并同时获得显著的空间分辨率提升，从 25 nm/像素到 20 nm/像素的相分布图。结合 Continuum 的高性能电子光学和 K3 相机的高 DQE 带来以足够低的剂量下保留 C K-边 ELNES 原始谱线特征并同时获得元素分布图的能力。基于此，并结合 Gatan 的冷冻杆，将使得研究者对以前被认为无法分析的其它剂量敏感材料进行 EELS 表征。

### 致谢

感谢 ExxonMobil Technology and Engineering 公司 Robert Colby 分享的样品、数据和反馈意见。

[1] Colby R. et al., Ultramicroscopy 246 (2023) 113688

