



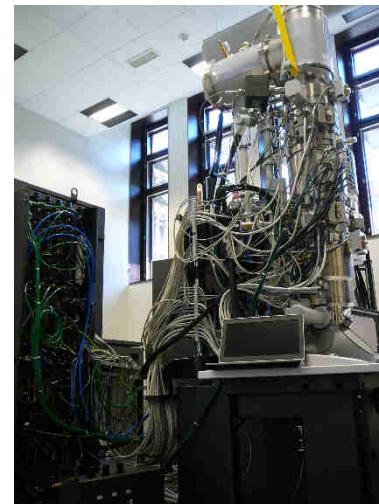
Titan 200 - analüütiline, kõrglahutusega elektronmikroskoop

Väino Sammelselg

vaino.sammelselg@ut.ee

Tartu, 2017

Analüütiline kõrglahutusega (S)TEM Titan 200 FEI (USA/Holland)



Installeeritud Physicumi suvel 2014 (vastu võetud 27.06.2014)



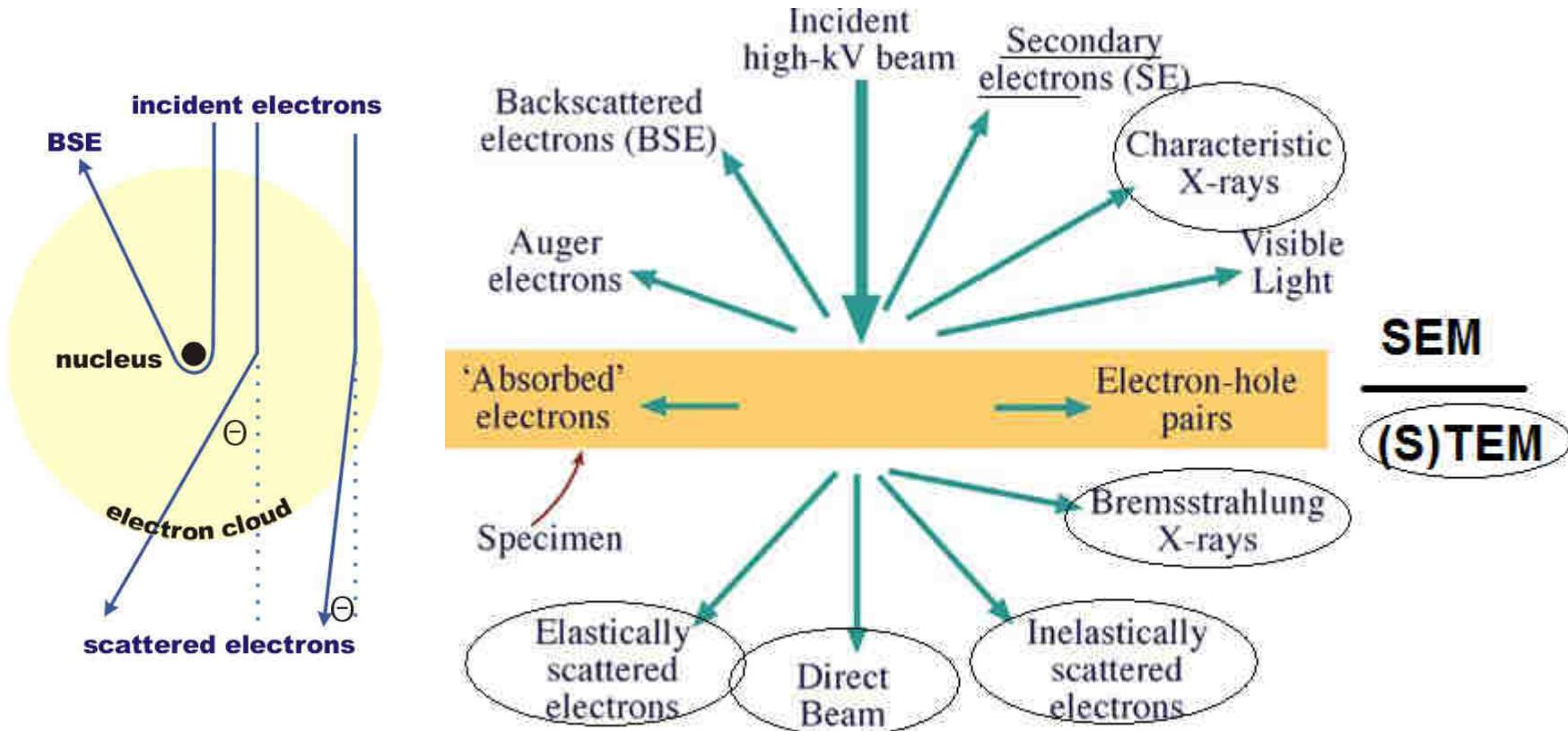
HR-STEM Titan 200

| Tähtsamad osad | Milleks? | Kas on? | Märkused |
|------------------------------------|-----------------------------|------------------------------|--|
| Eeljusteeritud e-sondi pinged | Kiirem ja täpsem töö | 80, 120 ja 200 kV | 300 kV - ei jätkunud raha |
| Sondi korrektsioon | Suurem lahutus STEM-s | Jah! | Pildi korrektsioon ei saa lisada |
| EDS | Elementanalüüs | Jah – 4 SSD detektoriga | Vajab spetsialistit - on |
| Pildikaamera | Kiire (TV) elektroonne pilt | Jah – 4k x 4k pikslit | Hea digi-lahutus ja kiire |
| EELS | Element- ja keemiline anal. | Jah, lahutusv. 0.8 eV | Monokromatorit ei saa |
| Objekti kuumut., tomograafia, jne. | Lisavõimalused | Jah | 1000°C; 2-teljeline tomograafia; ±75° |

Titan Themis 200

| | ENERGY SPREAD | POINT RESOLUTION | INFORMATION LIMIT | STEM RESOLUTION |
|-----------------|---------------|------------------------|-------------------|----------------------|
| Image corrector | 0.8 eV* | 90 pm | 90 pm | 160 pm |
| Probe corrector | 0.8 eV* | 240 pm / 120 pm | 110 pm | 80 pm (HAADF) |
| Uncorrected | 0.8 eV* | 240 pm | 110 pm | 160 pm |
| * X-FEG | | | | |

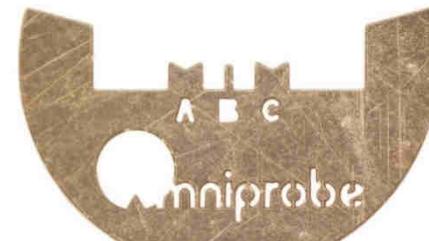
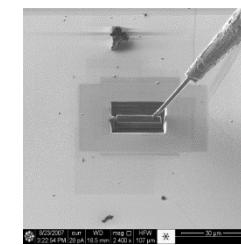
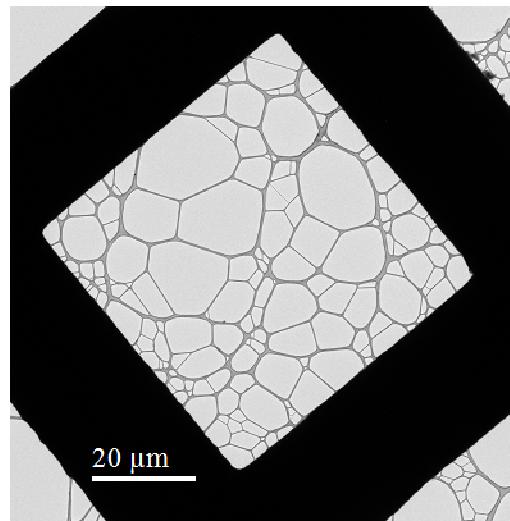
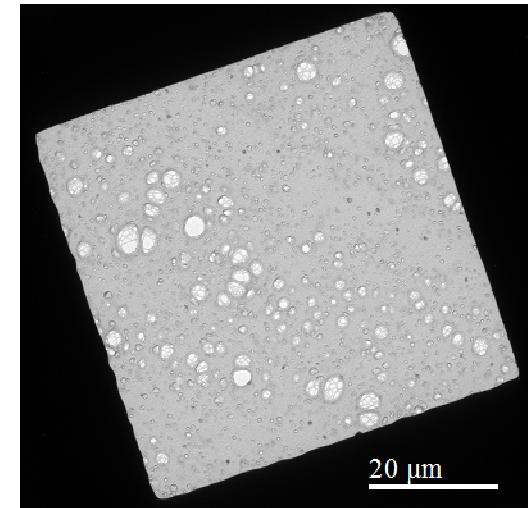
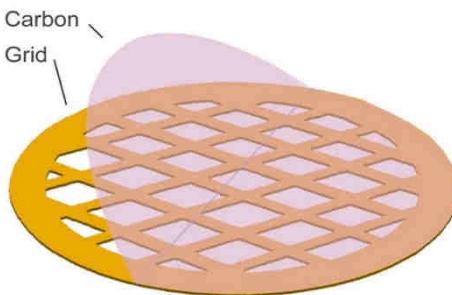
EM signaalid lähtuvalt energeetiliste elektronide interaktsioonist objektiga



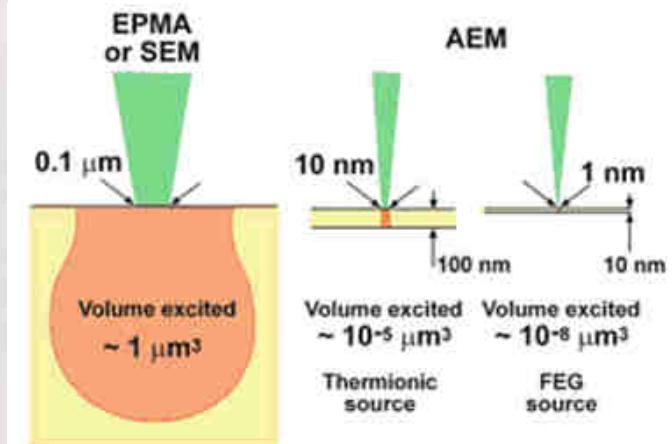
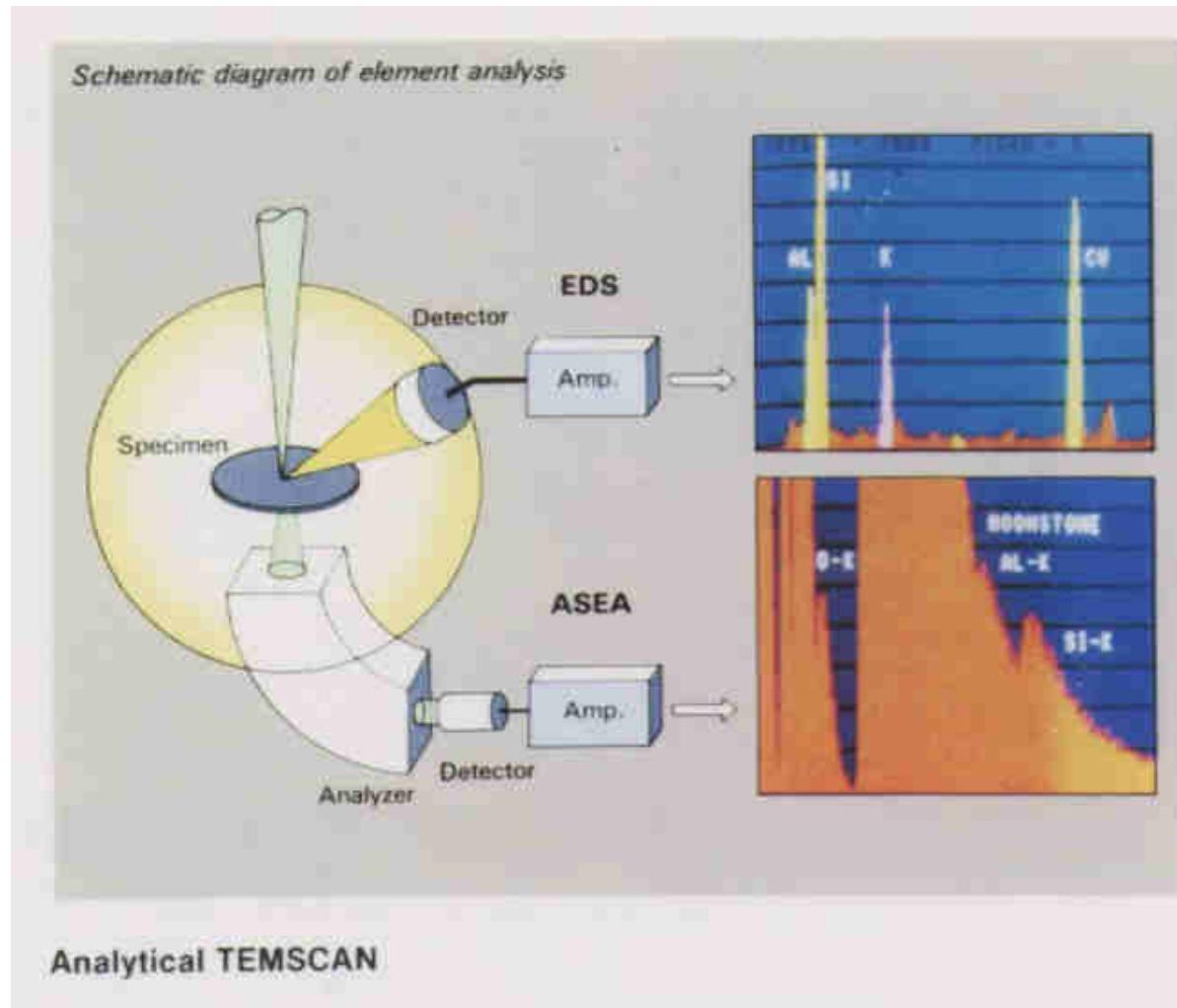
DP Williams, CB Carter. Transmission Electron Microscopy. Springer 2009 775 pp

Objektide prepareerimine/fikseerimine

- Süsinikkate 2,5 € tk
- Auklik süsinikkate 4 € tk
- Süsinikvõrk 4 € tk
- Omniprobe 2,2 € tk
- Formvar < 120 kV
- Lisaks vasele on toetava võrguna kasutusel nikkel, kuld, titaan, molübdeen.

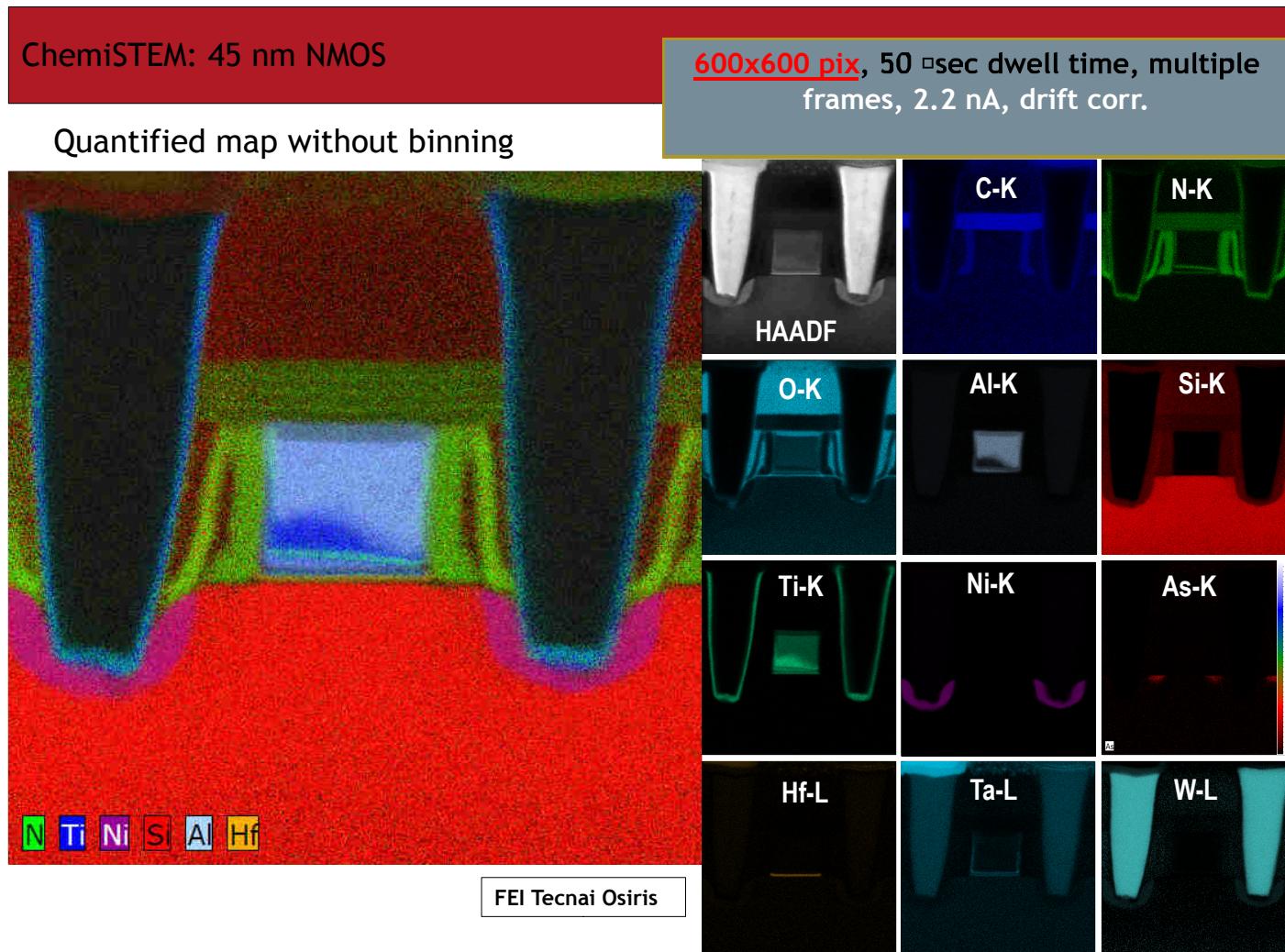


Analüütiline STEM: EDX & EELS

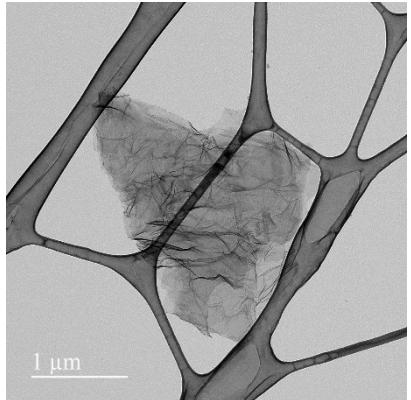


Ergastusruum paksu (EPMA)
ja õhukese objekti (AEM)
elementanalüüs korral

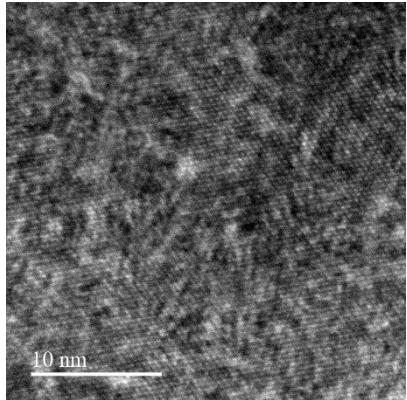
Analüütiline STEM: EDX



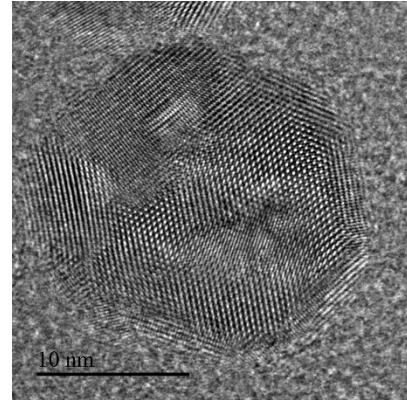
TEM/STEM pilte (MR)



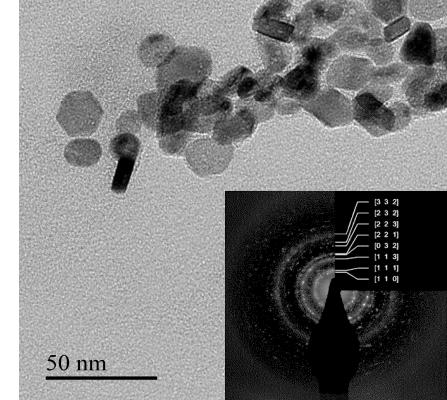
GO



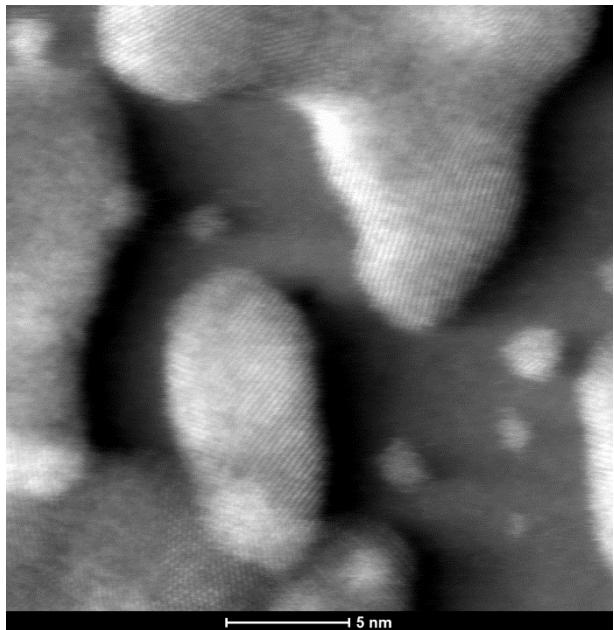
MLG



LaF_3



$\text{LaF}_3:\text{Nd}$



Au nanosized C-alusel
(STEM)

Mikroskoobi töökorraldus

- Mikroskoopi opereerib KTL töötaja PhD Mihkel Rähn. Veel sel aastal plaanime lisada teise operaatori.
- Mikroskoobi vastutavaks isikuks määrati TÜFI direktori korraldusega 11.01.2016 prof. Väino Sammelselg – praegu käib mikroskoobi tööde järjekorra määramine läbi minu: vaino.sammelselg@ut.ee;
- Mikroskoobi hankimisel omafinantseerimise osa ja seadme tööshoidmise kulude katteks on kasutatud IUT2-24 (V. Sammelselg), IUT20-54 (J. Aarik) vahendeid, sel aastal saadakse veidi abi prorekторi arengufondilt PLTLTARENG7;
- Minimaalne hinnanguline mikroskoobi hoolduskulu aastas on 85 k€ (min. firmahooldus + 2 operaatori palk);
- Tänaseks pole mikroskoobiga tehtud tasulist teenust, kuid TÜFI direktori korraldusega 24.05.2016 on kehtestatud vastav hinnakiri.

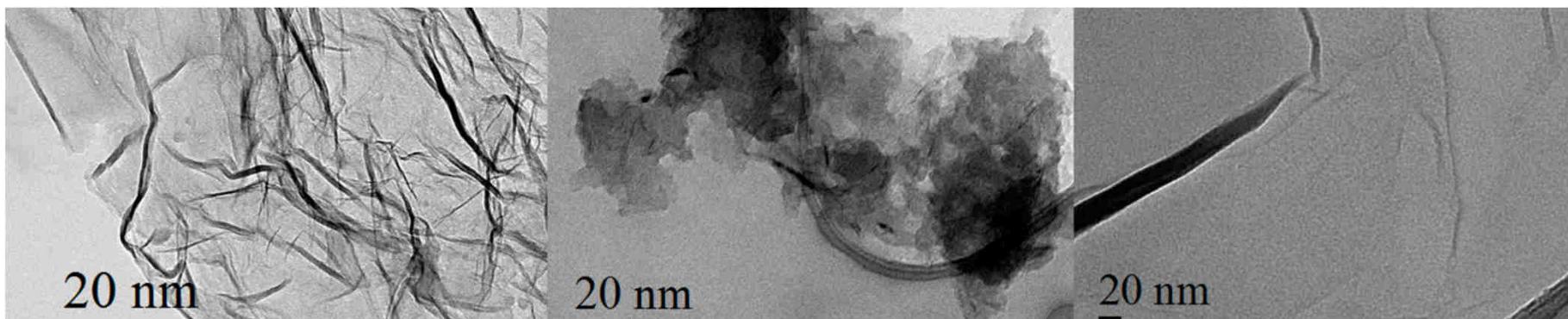
Väljavõte mikroskoopia teenustööde hinnakirjast

Vastavalt TÜ FI põhikirja punktile 18.6 kehtestan hinnakirja (€/h) järgmiste seadmete ja teenuste kasutamiseks alates 01.06.2016

| Nr | Seade / tööde teostaja | Hind FI kiletehnoloogia laborile* | Hind FI teistele allüksustele | Hind TÜ teistele allüksustele | Hind TK 134 ja 141 rühmadele*** | Hind teistele TA asutustele ja äriettevõtetele*** |
|----|---|-----------------------------------|-------------------------------|-------------------------------|---------------------------------|---|
| 1 | Skaneeriv elektronioonkiir mikroskoop-analüsaator (SEIMa) Helios 600 (FEI) / <i>Seadme operaator</i> | 0 | 25 | 32 | 46 | 75 |
| 1a | SEIMa andmete analüüs / <i>Seadme operaator</i> | 0 | 18 | 18 | 26 | 30 |
| 2 | Analüütiline körglahutusega elektronmikroskoop (aHR-(S)TEM) Titan 200 (FEI) / <i>Seadme operaator</i> | 0 | 33 | 43 | 62 | 100 |
| 2a | aHR-(S)TEM andmete analüüs / <i>Seadme operaator</i> | 0 | 20 | 20 | 29 | 35 |
| 2b | aHR-(S)TEM objektide valmistamine / <i>Seadme operaator</i> | 0 | 25 | 35 | 50 | 65 |

Avaldatud publikatsioone

1. U. Rocha, J. Hu, E. M. Rodríguez, A. S. Vanetsev, M. Rähn, V. Sammelselg, Y. V. Orlovskii, J. G. Solé, D. Jaque, D. H. Ortgies, (2016) Subtissue Imaging and Thermal Monitoring of Gold Nanorods through Joined Encapsulation with Nd-Doped Infrared-Emitting Nanoparticles. *Small*, 12, 5394-5400.
2. S. Ratso, I. Kruusenberg, A. Sarapuu, P. Rauwel, R. Saar, U. Joost, J. Aruväli, P. Kanninen, T. Kallio, K. Tammeveski, (2016) Enhanced oxygen reduction reaction activity of iron-containing nitrogen-doped carbon nanotubes for alkaline direct methanol fuel cell application, *Journal of Power Sources*, 332, 129-138.
3. S. Ratso, I. Kruusenberg, A. Sarapuu, M. Kook, P. Rauwel, R. Saar, J. Aruväli, K. Tammeveski, (2016) Electrocatalysis of oxygen reduction on iron- and cobalt-containing nitrogen-doped carbon nanotubes in acid media, *Electrochim. Acta*, 218, 303-310.
4. J. Lilloja, E. Kibena-Põldsepp, M. Merisalu, P. Rauwel, L. Matisen, A. Niilisk, E.S.F. Cardoso, G. Maia, V. Sammelselg, K. Tammeveski, (2016) An oxygen reduction study of graphene-based nanomaterials of different origin. *Catalysts* 6(7), 108.



Avaldatud publikatsioone

5. I. Kruusenberg, D. Ramani, S. Ratso, U. Joost, R. Saar, P. Rauwel, A.M. Kannan, K. Tammeveski, (2016) Cobalt-Nitrogen Co-doped Carbon Nanotube Cathode Catalyst for Alkaline Membrane Fuel Cells, *ChemElectroChem*, 3, 1455-1465.
6. K. Jukk, N. Kongi, P. Rauwel, L. Matisen, K. Tammeveski, (2016) Platinum Nanoparticles Supported on Nitrogen-Doped Graphene Nanosheets as Electrocatalysts for Oxygen Reduction Reaction, *Electrocatalysis*, 7, 428-440.
7. P. Rauwel, A. Galeckas, M. Salumaa, F. Ducroquet, E. Rauwel, (2016) Photocurrent generation in carbon nanotube/cubic-phase HfO₂ nanoparticle hybrid nanocomposites, *Belstein J. Nanotech.*, 7, 1075-1085.
8. E. Rauwel, A. Galeckas, P. Rauwel, P.A. Hansen, D. Wragg, O. Nilsen, H. Fjellvag, (2016) Metal oxide nanoparticles embedded in rare-earth matrix for low temperature thermal imaging applications, *Materials Res. Express*, 3, 055010.
9. J. Eskusson, P. Rauwel, J. Nerut, A. Jänes, A Hybrid Capacitor Based on Fe₃O₄-Graphene Nanocomposite/Few-Layer Graphene in Different Aqueous Electrolytes, *J. Electrochem. Soc.*, 163, A2768-A2775.
10. G. Kelp, T. Tätte, S. Pikker, H. Mändar, A.G. Rozhin, P. Rauwel, A.S. Vanetsev, A. Gerst, M. Merisalu, U. Mäeorg, M. Natali, I. Persson, V.G. Kessler, (2016) Self-assembled SnO₂ micro- and nanosphere-based gas sensor thick films from an alkoxide-derived high purity aqueous colloid precursor, *Nanoscale*, 8, 7056-7067.

Avaldatud publikatsioone

11. K-K. Türk, I. Kruusenberg, J. Mondal, P. Rauwel, J. Kozlova, L. Matisen, V. Sammelselg, K. Tammeveski, (2015) Oxygen electroreduction on MN_4 macrocycle modified graphene/multi-walled carbon nanotube composites. *J. Electroanal. Chem.*, 756, 69-76.
12. M. Vikkisk, I. Kruusenberg, S. Ratso, U. Joost, E. Shulga, I. Kink, P. Rauwel, K. Tammeveski, (2015) Enhanced electrocatalytic activity of nitrogen-doped multi-walled carbon nanotubes towards the oxygen reduction reaction in alkaline media, *RSC Adv.*, 5, 59495-59505.
13. P. Rauwel, S. Küünal, S. Ferdov, E. Rauwel, (2015) A Review on the Green Synthesis of Silver Nanoparticles and Their Morphologies Studied via TEM. *Adv. Mat. Sci. Engin.*, 682749.
14. P. Rauwel, E. Rauwel, S. Ferdov, M.P. Singh, (2015) Silver Nanoparticles: Synthesis, Properties, and Applications, *Adv. Mat. Sci. Engin.*, 624394.

Tänan!