

# Studi Interaksi Materi Elektron $\text{Al}_2\text{O}_3$ dengan Simulasi *Monte Carlo* dan *wet-STEM* *Electron Tomography*

Firman Septiyanto, R<sup>1</sup>; Affifah, I<sup>2</sup>

<sup>1</sup>Jurusan Pendidikan Fisika, Universitas Sultan Ageng Tirtayasa. Serang, Banten

<sup>2</sup>Jurusan Pendidikan Kimia, Universitas Sultan Ageng Tirtayasa. Serang, Banten

## Abstract

*Materials science and biology are both fields that require a three-dimensional (3D) structure characterization method. Tomography is an efficient tool for analyzing the three-dimensional structure of a material. The principle is based on the acquisition of a series of projected images at different tilt angles, and on the calculation of the three-dimensional (3D) volume reconstruction (tomogram) using a special algorithm. Various studies have been developed to perform electron tomography in Environmental Scanning Electron Microscopy (ESEM), which provides access to the observation of hydrated samples in an aquatic environment. In this study we present the feasibility of tomography on wet materials, namely  $\text{Al}_2\text{O}_3$  compounds by simulating electron material interactions. From these simulations, we determine the optimum detectable thickness of water in the wet material which is calculated by Monte Carlo simulation.*

**Keywords:**  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , Tomography, Monte Carlo Simulation, wet-STEM

## Abstrak

Sains material dan ilmu biologi merupakan kedua bidang ilmu yang memerlukan suatu metode karakterisasi struktur tiga dimensi (3D). Tomografi merupakan alat yang efisien untuk menganalisis struktur tiga dimensi suatu material. Prinsipnya didasarkan pada perolehan serangkaian gambar proyeksi pada sudut kemiringan yang berbeda, dan pada perhitungan volume rekonstruksi tiga dimensi (3D) (tomogram) menggunakan algoritma khusus. Berbagai penelitian telah dikembangkan untuk melakukan tomografi elektron dalam *Environmental Scanning Electron Microscopy (ESEM)*, yang menyediakan akses ke pengamatan sampel terhidrasi di lingkungan air. Pada penelitian ini kami menyajikan kelayakan tomografi pada material basah yaitu senyawa  $\text{Al}_2\text{O}_3$  dengan simulasi interaksi materi elektron. Dari simulasi tersebut, kami menentukan ketebalan optimum air yang dapat dideteksi pada material basah yang dihitung melalui simulasi Monte Carlo.

**Kata kunci:**  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , Tomografi, Simulasi Monte Carlo, wet-STEM

## 1. Pendahuluan

Beberapa jenis material mengandung atau tersebar dalam air selama prosesnya,

baik itu material organik maupun anorganik

[1]. Misalnya, sel biologis mengandung fraksi air yang tinggi. Suspensi lateks, terdiri dari

partikel polimer yang terdispersi dalam air, digunakan untuk berbagai aplikasi, di antaranya untuk cat, lem atau sebagai pengikat untuk superinsulator[2]. Pada material anorganik terdapat bahan yang dalam prosesnya harus terdispersi dalam cairan, salah satu contohnya pada beberapa keramik, untuk mendapatkan keramik dengan kepadatan yang tinggi diperlukan proses dispersi menggunakan cairan dan surfaktan [3] [4].

Keramik melibatkan nanopartikel yang disintesis langsung dalam cairan, melalui proses kimia atau fisik. Dalam semua kasus, pemahaman lengkap tentang dispersi dalam suspensi berguna untuk memahami sifat material. Pada skala nano dan mesoscales, mikroskop elektron adalah teknik kunci [5]. Mikroskopi elektron pemindaian lingkungan (*Environmental Scanning Electron Microscopy-ESEM*) bisa juga digunakan untuk mempelajari suspensi cair. Dengan pemompaan diferensial, tekanan dalam ruang sampel dapat mencapai beberapa puluh Torr. Penggunaan tahap *Peltier* dalam *ESEM* memungkinkan untuk mengamati objek dalam keadaan terhidrasi sepenuhnya [6][7]. Kondensasi dan penguapan air dapat dilakukan di

tempat dengan mengubah tekanan di ruang sampel. Material basah berhasil diamati di *ESEM* menggunakan elektron sekunder atau detektor elektron hamburan balik [7], kumpulan detektor yang ditempatkan di bawah tetesan cairan telah terbukti menjadi mode observasi yang efisien [8].

Tomografi merupakan alat karakterisasi kunci dalam ilmu material dan ilmu biologi. Prinsip tomografi didasarkan pada perolehan serangkaian gambar proyeksi pada sudut kemiringan yang berbeda, dan pada perhitungan volume rekonstruksi tiga dimensi (3D) (tomogram) menggunakan algoritma khusus [9]. Bogner dkk [8] telah menjelaskan kegunaan kombinasi STEM-in-SEM dan ESEM, dan ide ini berada di balik pengembangan mode pencitraan STEM basah. Reimer dkk telah menandai sampel tertentu dalam berbagai mode transmisi dan telah menyoroti pelebaran berkas melalui ketebalan sampel. Mereka telah menunjukkan bahwa resolusi, yang berhubungan langsung dengan ukuran probe, dikenakan efek atas-bawah [10]. Penggunaan sampel tipis dengan demikian menghasilkan resolusi yang lebih baik, menghindari probe melebar melalui ketebalan sampel.

Pada penelitian sebelumnya telah dilakukan analisis terhadap penentuan lapisan air minimum pada sampel MCM-41 menggunakan wet-STEM [11]. Konfigurasi *Scanning Transmission Electron Microscopy (STEM)* pada *Environmental Scanning Electron Microscopy (ESEM)* memberikan pendekatan baru untuk karakterisasi struktur 3D material dan mengoptimalkan kompromi antara tingkat resolusi beberapa puluh nm dan ukuran tomogram yang besar karena ketebalan transparansi yang tinggi. Selain itu, STEM memungkinkan transmisi observasi 2D sampel basah dalam ESEM dengan mengontrol suhu sampel dan tekanan air lingkungan sampel [11].

Alumina, atau Aluminium Oksida ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) adalah senyawa kimia yang terutama dikenal karena penggunaannya dalam produksi aluminium - logam yang diperkirakan akan tumbuh signifikan dalam kemajuan menuju ekonomi rendah karbon. Alumina menghadirkan sejumlah karakteristik yang tidak hanya membuatnya ideal untuk aluminium, tetapi juga berharga dalam berbagai aplikasi lain, mulai dari bahan abrasif hingga keramik yang direkayasa [12].

Dalam penelitian ini, kami melakukan studi pengukuran melalui simulasi interaksi materi elektron untuk tomografi elektron di ESEM, yang memungkinkan akuisisi rangkaian gambar pada sampel basah. Contoh yang digunakan adalah material alumina yang banyak digunakan dalam rekayasa keramik di industri. Lalu, simulasi Monte Carlo akan digunakan untuk memperkirakan jumlah optimum air yang dapat dideteksi pada sampel basah tersebut.

## 2. Metode Penelitian

Metode Penelitian ini adalah simulasi yang menggunakan software Hurricane, yang bisa diinstall di komputer atau laptop dengan minimal spesifikasi windows XP atau windows 7. Sebelum tahun 2015, simulasi menggunakan hardware USB Hurricane berbayar ini cukup dipasangkan pada laptop atau komputer, tetapi saat ini produsen Hurricane Monte Carlo ini memutuskan bahwa produk ini gratis untuk publik dan cukup mendownload di website resminya, sehingga tidak menggunakan hardware USB lagi.

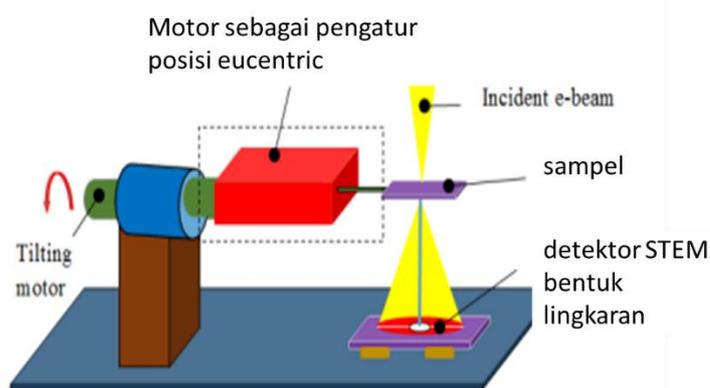
Dalam simulasi ini perlu diperhatikan parameter parameter penting pada teknik tomografi STEM.

## 2.1 Teknik Tomografi-STEM

Teknik tomografi elektron tomo-STEM terdiri dari tiga bagian utama, yaitu : (a) *tilting system* (sistem miring), (b) sistem untuk menjaga area tujuan agar tetap dalam bidang pandang, (c) sistem deteksi [13]. Fungsi dari bagian-bagian tersebut adalah sebagai berikut : (a) *tilting system* merupakan ruang mikroskop besar memungkinkan pengenalan sistem piezoelektrik untuk rotasi lebih dari 360° di sekitar sumbu horizontal; rotasi dilakukan dengan akurat. (b) Sistem untuk menjaga area yang diminati dalam bidang pandang: sistem piezoelektrik translasi digunakan untuk menempatkan area yang diinginkan pada posisi eucentric sebelum akuisisi seri gambar. Kemudian, penentuan posisi yang

bagus dari area yang diminati selama akuisisi dipastikan oleh gerakan tahap mikroskop biasa. (c) Sistem deteksi: untuk kondisi pencitraan STEM basah, detektor annular didedikasikan untuk hamburan balik. Koleksi elektron dikeluarkan dari posisinya dan ditempatkan di bawah sampel tipis, elektron tersebar (ditransmisikan secara tidak langsung) melalui sampel. Seluruh perangkat dikendalikan dan disesuaikan melalui antarmuka perangkat lunak LabView.

Setiap seri mikrograf diperoleh dalam mode STEM-in-SEM dalam bidang gelap melingkar kondisi dengan detektor ditempatkan di bawah sampel yang berputar. Struktur tiga dimensi kemudian direkonstruksi menggunakan perangkat lunak tradisional termasuk TomoJ [13].



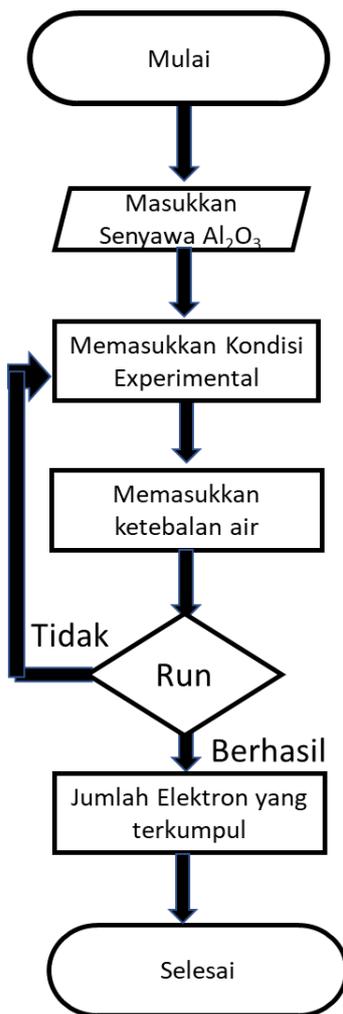
**Gambar 1.** Skema alat tomo-STEM [13]

## 2.2 Metode, Kondisi dan Parameter Simulasi

Pada penelitian ini, kami menggunakan metode pengumpulan hamburan elektron menggunakan *software Hurricane* dari SAMx (<http://www.samx.com/index.html.fr>) dengan simulasi Monte Carlo. Penelitian ini juga sebelumnya pernah dilakukan dengan menggunakan simulasi Monte Carlo dengan *software Hurricane* dengan material MCM-41 [11][9], Sebelum dilakukan simulasi, langkah pertama yang dilakukan adalah penentuan sampel, dapat berupa senyawa murni maupun campuran. Senyawa yang digunakan adalah alumina ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ), dengan lapisan air dan tanpa lapisan air yang akan dilihat melalui simulasi. Kami memasukkan senyawa alumina dengan memilih menu senyawa yang sudah disediakan pada *software Hurricane*, yang mengandung beberapa informasi terkait senyawa yang akan digunakan dalam simulasi. Kami menggunakan tegangan akselerasi 30 keV untuk simulasi seperti yang ditetapkan untuk eksperimen. Parameter simulasi mencakup kemampuan untuk menentukan jumlah

lintasan maksimum yang dicapai selama simulasi. Kami memilih 100.000 lintasan untuk simulasi dan biasanya semakin tinggi jumlah lintasannya semakin lambat proses simulasi. Struktur sampel yang digunakan dalam simulasi memenuhi kriteria:  $x = 5000$  nm,  $y = 5000$  nm, dan untuk sumbu  $z$  digunakan variasi variabel ketebalan dari 200 nm hingga 4000 nm.

Mode simulasi batch telah dirancang khusus untuk memungkinkan beberapa simulasi dilakukan secara berurutan dan sekaligus, dengan atau tanpa variasi ketebalan endapan. Ini sangat berguna ketika simulasi harus dilakukan saat mengubah salah satu parameter simulasi. Untuk simulasi dalam pekerjaan ini, digunakan endapan cair berbentuk bola dengan jari-jari 1000 nm dan ketebalan dengan variasi lapisan cair pada 10 nm, 20 nm, 30 nm, 50 nm, 100 nm. Untuk penentuan ketebalan lapisan air optimum, kami mengatur variasi kontras sebesar 5%. Adapun berikut tahapan flowchart pada penelitian ini sebagai berikut.



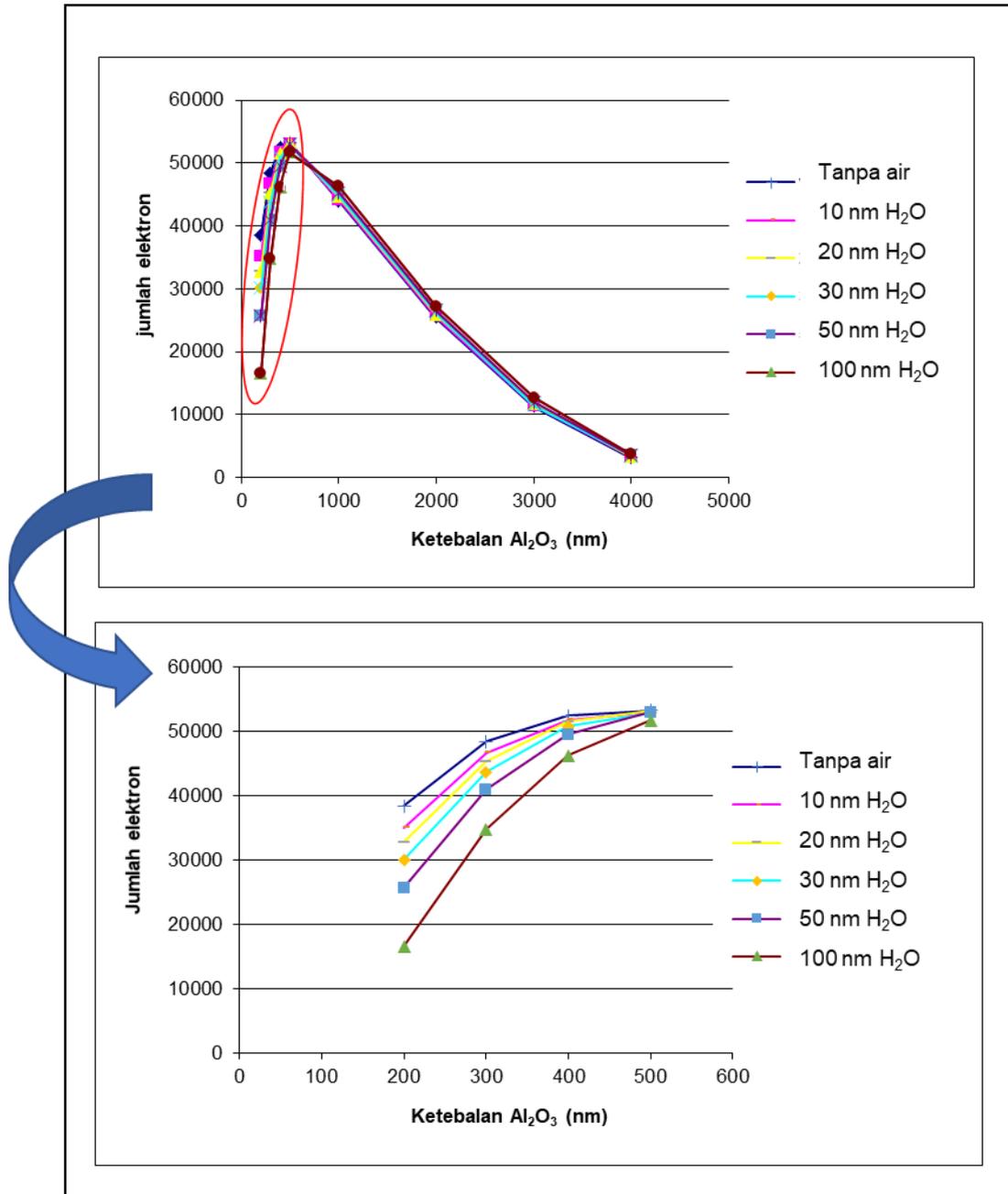
**Gambar 2** Flowchat Tahapan Simulasi Monte Carlo

### 3. Hasil dan Pembahasan

#### 3.1 Penentuan ketebalan lapisan air optimum dengan variasi ketebalan sampel Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>

Disini kami membahas hasil simulasi Monte Carlo pada kotak komputasi yang berisi film tipis alumina dengan ketebalan yang bervariasi. Dan dilapisi oleh air dengan variasi ketebalan juga.

Jumlah elektron yang terkumpul pada simulasi Monte Carlo dengan variasi ketebalan lapisan air pada sampel alumina (Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) dapat dilihat pada gambar 2. Jumlah elektron yang digunakan adalah 100.000 dan jumlah rata-rata elektron dikumpulkan pada sudut hamburan yang telah ditentukan yaitu di antara sudut 14° - 40° [9].



**Gambar 3.** Jumlah rata-rata elektron yang dikumpulkan pada sudut hamburan antara 14° - 40° pada material alumina (Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) dengan variasi ketebalan lapisan air.

Gambar 3 menyajikan lapisan air optimum yang dapat dideteksi dan menunjukkan bahwa Alumina (Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) dengan ketebalan 500 nm memiliki titik maksimal jumlah elektron yang terkumpul. Hal ini

menunjukkan bahwa semakin banyak jumlah elektron hamburan yang dapat masuk dalam medan gelap berbentuk lingkaran maka semakin kecil jumlah elektron yang terkumpul pada ketebalan di atas 500 nm.

Hal ini bisa terjadi karena semakin besar ketebalan  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , jumlah elektron yang ditangkap semakin sedikit karena banyak elektron yang dipantulkan keluar dari medan gelap berbentuk lingkaran. Jika kita memaksimalkan ketebalan  $\text{Al}_2\text{O}_3$  dari 0 sampai dengan 500 nanometer, perbedaan untuk setiap ketebalan air akan diketahui masing-masing. Dari sini kita bisa menentukan ketebalan air yang optimal.

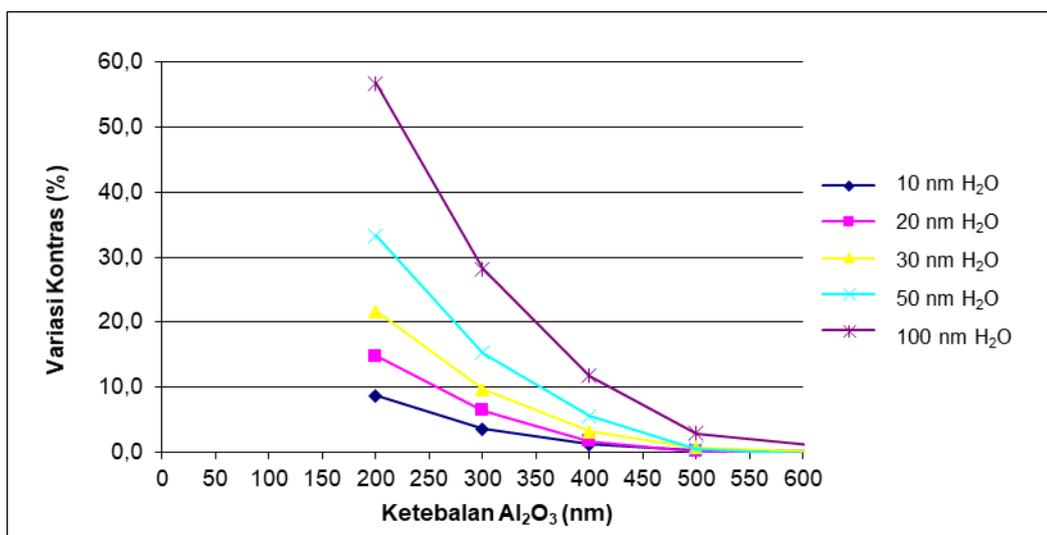
Penelitian terdahulu dengan sampel berbeda (MCM-41) menyebutkan bahwa kurva untuk ketebalan lapisan air yang berbeda semuanya memiliki bentuk keseluruhan yang sama, dengan nilai maksimum ketebalan MCM-41 (sama dengan  $2\ \mu\text{m}$ ) [9]. Untuk ketebalan MCM-41 yang lebih tipis dari  $1\ \mu\text{m}$ , jumlah elektron meningkat karena peningkatan ketebalan sampel menyebabkan peningkatan jumlah peristiwa hamburan dan sudut hamburan. Sebaliknya untuk MCM-41 yang lebih tebal dari  $2\ \mu\text{m}$ , maka peningkatan jumlah peristiwa hamburan masih mengarah ke peningkatan sudut hamburan, yang akan melebihi sudut pengumpulan maksimum [9], [11].

Dalam kasus alumina ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ), jumlah elektron yang terkumpul akan meningkat sampai ketebalan alumina 500 nm dan mengalami peningkatan sudut hamburan seiring dengan kenaikan hamburan elektron. Untuk ketebalan sampel di atas 500 nm, sudut pengumpulan akan lebih dari  $40^\circ$  sehingga akan menginduksi penurunan pengumpulan elektron.

Jumlah elektron yang keluar dari sampel sedikit dipengaruhi oleh lapisan air di atasnya. Tidak ada hal lain yang mempengaruhi jumlah elektron yang dikumpulkan oleh detektor. Oleh karena itu, dimungkinkan untuk menghitung lapisan air optimal di mana elektron dapat dideteksi pada setiap ketebalan material dari simulasi Monte Carlo.

### 3.2 Variasi kontras (*Contrast Variation*)

Ketika tekanan parsial air dinaikkan, maka air mengembun pada sampel, yang menghasilkan variasi kontras. Perubahan kontras yang diharapkan antara kondisi kering dan basah ditunjukkan pada Gambar 3. Hal ini memberikan informasi mengenai kemungkinan mendeteksi lapisan air pada  $\text{Al}_2\text{O}_3$ . Untuk penentuan ketebalan optimal air, kami telah menetapkan variasi kontras harus lebih besar dari 5% [11] [9].



**Gambar 4.** Variasi kontras yang diharapkan dari kondisi kering hingga basah, dalam fungsi ketebalan matriks Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>

Dari Gambar 4, kita dapat menentukan lapisan air optimum yang dapat dideteksi dengan mengambil nilai ketebalan Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> dengan variasi kontras lebih dari atau sama dengan 5% hasilnya ditunjukkan pada gambar 4. Variasi kontras optimal telah dipilih pada 5%. Kondisi kering hingga basah ditunjukkan dengan semakin besarnya ketebalan Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. Variasi Kontras 5% diindikasikan untuk setiap ketebalan Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. Ketebalan air optimum yang diperoleh dari variasi kontras telah ditentukan pada masing-masing ketebalan sampel.

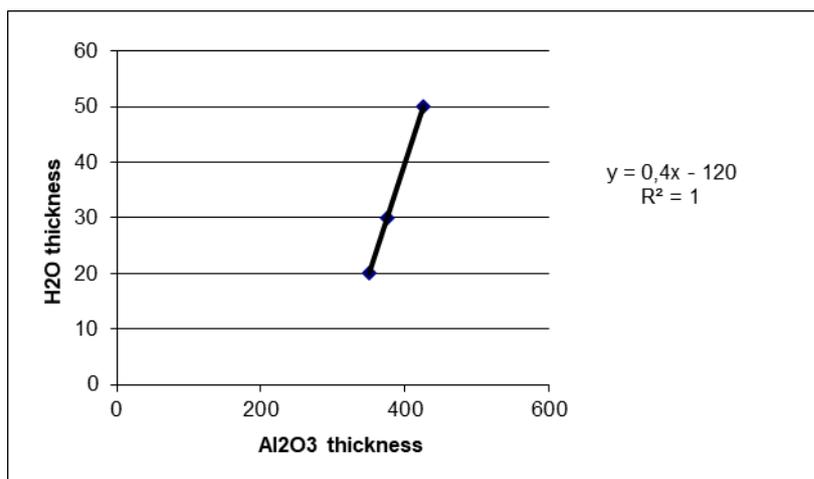
Variasi kontras dihitung dari simulasi Monte Carlo untuk menjelaskan bagaimana

suatu wilayah tertentu dapat dibedakan dari lapisan air. Rumus yang digunakan adalah

$$\text{Variasi Kontras} = \frac{N_{dry} - N_{wet}}{N_{dry}} \times 100\%$$

di mana  $n_{dry}$  dan  $n_{wet}$  berhubungan dengan jumlah elektron yang terkumpul di wilayah yang diinginkan dengan tanpa ikapian air dan pada lapisan air murni dengan ketebalan yang sama [14].

Pada ketebalan tertentu suatu material, semakin tebal material semakin besar ketebalan optimum air yang didapatkan, artinya pada keadaan tersebut jumlah hamburan elektron yang tertangkap semakin besar sehingga kontras gambar yang didapatkan semakin jelas.



**Gambar 5.** Variasi kontras pada Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> saat elektron dikumpulkan pada lapisan air optimum

Ketebalan lapisan air optimum yang dapat dideteksi adalah sebesar 20 nm, 30 nm, dan 50 nm pada Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> dengan ketebalan masing-masing 350 nm, 375 nm, dan 425 nm. Menariknya, hubungan antara ketebalan air optimum dan ketebalan sampel Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> bersifat linier (seperti yang diperlihatkan pada gambar 5). Pada Gambar 5 diambil tiga dari lima data ketebalan air, ketiga data yang diambil merupakan data yang menunjukkan kelinieran sempurna. Pada Gambar 5 ini juga merupakan hubungan antara nilai optimum air dengan ketebalan Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> menunjukkan bahwa semakin besar ketebalan Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> maka semakin besar pula nilai optimum air yang dibutuhkan. Hal ini menunjukkan bahwa semakin besar ketebalan Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> dan air maka jumlah elektron yang ditangkap air pada

medan gelap annular semakin besar. Hal ini sangat berkaitan erat dengan penelitian sebelumnya, pada material lain (MCM-41) menunjukkan hasil kelinearan tersebut [11]. Namun, ketebalan optimal air hanya tersedia sampai dengan ketebalan 0,5 mikrometer Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> dan 50 nm air. Jika ketebalan Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> dan air ditambahkan terus menerus, semakin banyak elektron yang dipantulkan dari medan gelap berbentuk lingkaran. Dengan demikian kontras gambar yang diperoleh semakin tidak jelas.

### 3.3 Simulasi lintasan elektron Monte Carlo dari volume interaksi

Dari rumus Kanaya-Okayama yang ditunjukkan pada persamaan (1), kita dapat menentukan dimensi volume interaksi bahan sederhana yaitu Karbon. Secara paralel,

simulasi Monte Carlo pada “*bulk material*” menyediakan lintasan elektron, yang mana pembatasnya adalah volume interaksi (seperti yang ditunjukkan pada gambar 5 untuk contoh  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ). Kami memiliki beberapa parameter ketebalan bahan dengan struktur sampel kotak komputasi:  $x = 33.000 \text{ nm}$ ,  $y = 33.000 \text{ nm}$ , dan  $z = 20.000 \text{ nm}$ . Parameter ini digunakan untuk mendapatkan dimensi volume interaksi.

Pada karbon, dimensi volume interaksi dari simulasi Monte Carlo ditemukan sama dengan 8 mikron, yang sesuai dengan apa yang dapat diperoleh dengan rumus Kanaya-Okayama (9 mikron). Ini memvalidasi cara kami menggambar batas volume interaksi dari hasil Monte Carlo, dan ini juga memungkinkan untuk menentukan dimensi volume interaksi untuk semua materi yang dipelajari. Jelasnya, ukuran volume interaksi merupakan fungsi yang kuat dari energi pancaran datang serta struktur dan

kepadatan bahan kimia. Berikut Rumus Kanaya Okayama

$$R = \frac{0.0276AE^{1.67}}{Z^{0.89}} \quad (1)$$

Dimana,

$R$  : dimensi interaction volume

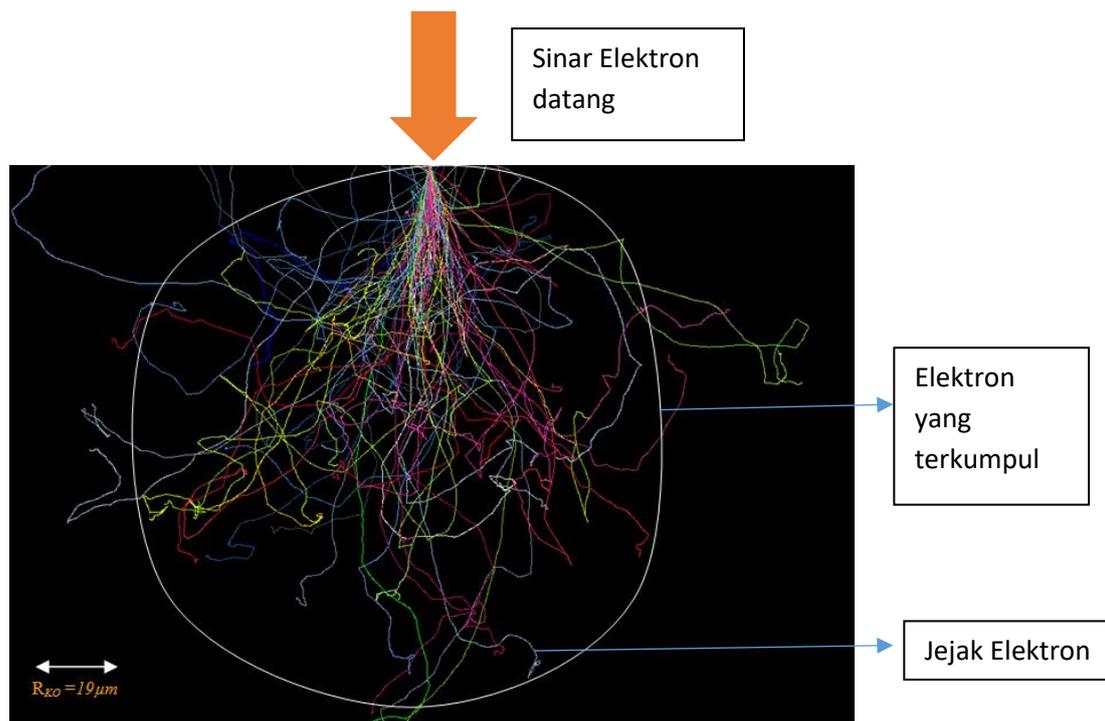
$A$  : massa atom relatif (g/mol)

$Z$  : nomor atom

$\rho$  : kerapatan ( $\text{g/cm}^3$ )

$E$  : Energi sinar datang (keV)

Gambar 6 memperlihatkan lintasan elektron yang digunakan untuk menghitung dimensi volume interaksi atau kedalaman yang dapat dicapai elektron seperti yang ditunjukkan pada simulasi Monte Carlo. Ketika sinar datang ditembakkan, maka elektron tersebut akan berhamburan ditandai dengan jejak elektron, Simulasi Monte Carlo ini menjelaskan adanya jejak jejak elektron yang ditembakkan oleh sinar datang dengan energi 30 kV.



**Gambar 6.** Simulasi lintasan elektron Monte Carlo dari volume interaksi di  $\text{Al}_2\text{O}_3$  sebagai fungsi dari energi pancaran datang 30 keV dengan ketebalan sampel 20.000 nm.

#### 4. Kesimpulan

Simulasi kontras gambar di *STEM-in-SEM* yang mensimulasikan konfigurasi eksperimental telah diselidiki. Perangkat lunak khusus berdasarkan metode Monte Carlo (Hurricane software) telah digunakan untuk menghitung jalur 100.000 elektron. Dengan simulasi Monte Carlo tersebut, kami telah dapat menghitung ketebalan lapisan air optimum yang dapat dideteksi pada beberapa material. Hubungan antara ketebalan lapisan air optimum dan ketebalan sampel dianggap linier, tetapi persamaannya bergantung pada struktur kimia sampel dan kepadatannya. Hubungan

empiris antara ketebalan lapisan air optimum dan lapisan sampel, yang juga melibatkan ukuran volume interaksi dan kepadatan sampel. Dalam karya selanjutnya, menarik untuk menguji validitas persamaan empiris yang kami tentukan, misalnya dengan menganalisis perilaku material baru.

#### Ucapan Terimakasih

Penulis mengucapkan terima kasih kepada seluruh pihak yang terkait yang membantu proses penelitian ini, khususnya kepada Prof. Karine Masenelli Varlot - MATEIS INSA Lyon France, dan Dr.Eng. Ferry Iskandar, M. Eng - ITB Bandung.

Daftar Pustaka

- [1] J. Xiao, G. Foray, and K. Masenelli-Varlot, "Analysis of liquid suspensions using scanning electron microscopy in transmission: estimation of the water film thickness using Monte-Carlo simulations," *J. Microsc.*, vol. 269, no. 2, pp. 151–160, 2018, doi: 10.1111/jmi.12619.
- [2] G. Foray, S. Cardinal, A. Malchere, and J. M. Pelletier, "Mechanical spectroscopy, a tool to characterize cement latex composites," *Solid State Phenom.*, vol. 184, pp. 399–404, 2012, doi: 10.4028/www.scientific.net/SSP.184.399.
- [3] P. Yu, B. Cui, and Q. Shi, "Preparation and characterization of BaTiO<sub>3</sub> powders and ceramics by sol-gel process using oleic acid as surfactant," *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 473, no. 1–2, pp. 34–41, 2008, doi: 10.1016/j.msea.2007.03.051.
- [4] G. Spina, G. Bonnefont, P. Palmero, G. Fantozzi, J. Chevalier, and L. Montanaro, "Transparent YAG obtained by spark plasma sintering of co-precipitated powder. Influence of dispersion route and sintering parameters on optical and microstructural characteristics," *J. Eur. Ceram. Soc.*, vol. 32, no. 11, pp. 2957–2964, 2012, doi: 10.1016/j.jeurceramsoc.2012.02.052.
- [5] H. Stahlberg and T. Walz, "Molecular electron microscopy: State of the art and current challenges," *ACS Chem. Biol.*, vol. 3, no. 5, pp. 268–281, 2008, doi: 10.1021/cb800037d.
- [6] A. M. Donald, "The use of environmental scanning electron microscopy for imaging wet and insulating materials," *Nat. Mater.*, vol. 2, no. 8, pp. 511–516, 2003, doi: 10.1038/nmat898.
- [7] D. J. Stokes, B. L. Thiel, and A. M. Donald, "Direct observation of water-oil emulsion systems in the liquid state by environmental scanning electron microscopy," *Langmuir*, vol. 14, no. 16, pp. 4402–4408, 1998, doi: 10.1021/la980281c.
- [8] A. Bogner, G. Thollet, D. Basset, P. H. Jouneau, and C. Gauthier, "Wet STEM: A new development in environmental SEM for imaging nano-objects included in a liquid phase," *Ultramicroscopy*, vol. 104, no. 3–4, pp. 290–301, 2005, doi: 10.1016/j.ultramic.2005.03.001.

- 10.1016/j.ultramic.2005.05.005.
- [9] K. Masenelli-Varlot *et al.*, "Wet-STEM tomography: Principles, potentialities and limitations," *Microsc. Microanal.*, vol. 20, no. 2, pp. 366–375, 2014, doi: 10.1017/S1431927614000105.
- [10] L. Reimer, "Transmission Electron Microscopy of Thick Amorphous," vol. 100, no. June 1973, pp. 81–92, 1974.
- [11] R. F. Septiyanto, K. Masenelli-Varlot, and F. Iskandar, "Simulation of electron-matter interaction during wet-STEM electron tomography," *AIP Conf. Proc.*, vol. 1586, no. November 2015, pp. 82–85, 2014, doi: 10.1063/1.4866735.
- [12] S. Banerjee, S. Dubey, R. K. Gautam, M. C. Chattopadhyaya, and Y. C. Sharma, "Adsorption characteristics of alumina nanoparticles for the removal of hazardous dye, Orange G from aqueous solutions," *Arab. J. Chem.*, vol. 12, no. 8, pp. 5339–5354, 2019, doi: 10.1016/j.arabjc.2016.12.016.
- [13] P. Jornsano, G. Thollet, J. Ferreira, K. Masenelli-Varlot, C. Gauthier, and A. Bogner, "Electron tomography combining ESEM and STEM: A new 3D imaging technique," *Ultramicroscopy*, vol. 111, no. 8, pp. 1247–1254, 2011, doi: 10.1016/j.ultramic.2011.01.041.
- [14] J. Xiao, L. Roiban, G. Foray, and K. Masenelli-Varlot, "Characterization of Liquid Suspensions in 3D using Environmental Scanning Electron Microscopy in Transmission," *Microsc. Microanal.*, vol. 24, no. S1, pp. 350–351, 2018, doi: 10.1017/s1431927618002246.