

実験概要

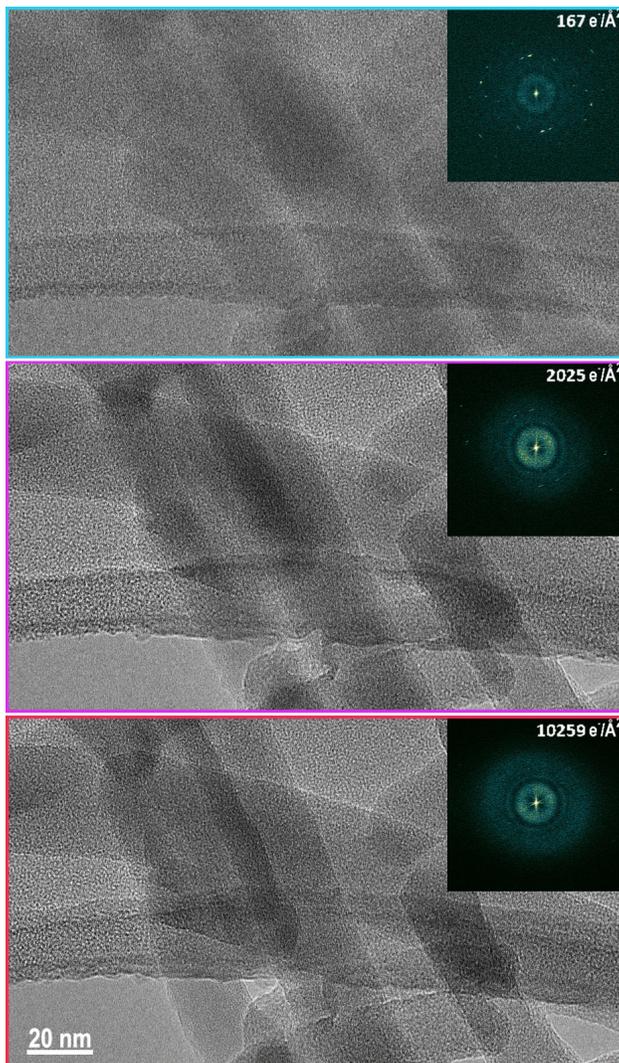
Metro カメラ

タイトル

低電子線照射量連続観察を用いた電子線ダメージの評価と定量化

Gatan社使用装置

リアルタイム電子カウンティング処理がもたらす低加速電圧の低電子線照射量観察と電子線回折実験を、Metro™ カメラがシンプルなユーザーインターフェイスを通じて実現します。



研究の背景

ゼオライトと金属有機構造体(MOF)は電子線照射によって容易にダメージを受けるナノ構造材料であり、透過型電子顕微鏡(TEM)観察を用いたキャラクタリゼーションが困難です。しかしながら、電子をひとつずつカウントすることが可能な高感度の直接検出型カメラの登場によって、これらの材料に対するダメージを最小化しながら長時間の観察が可能となるほど照射電子線量を十分に低く抑えることが可能となりました。それぞれのナノ構造中の欠陥や担持された金属、その他の構造的な特徴のキャラクタリゼーションの可能性が広がります。

材料と測定手法

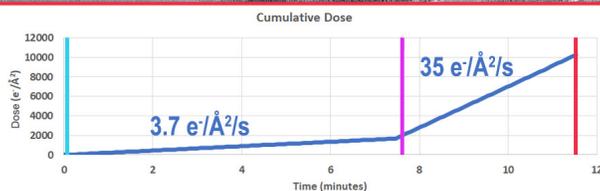
今回観察を行ったゼオライトの構造は、ヒドロキシカンクリナイトのナノロッドです。データの取得には、加速電圧200 kVの冷陰極型電界放射銃を備えた日本電子株式会社製JEM-F200を使用しました。またMetroカメラを用い、初期照射電子線密度 $3.7 \text{ e}^-/\text{Å}^2/\text{s}$ で10 fps、10分以上の動画データセットを記録しています。損傷が格子に相当するスポット強度の低下として観察されるFFTから判るように、結果として試料の構造変化が抑えられました。構造変化が非常にゆっくりとしたものに抑えられたことから、試料の初期構造を観察し焦点合わせを行うのに十分な時間が得られています。さらに動画の7分半経過時点で照射電子線密度を $35 \text{ e}^-/\text{Å}^2/\text{s}$ まで増加させました。これによって急速な構造変化が引き起こされ、その2分後には格子縞が観察されなくなりました。図1に示すように、各フレームはドリフト補正と積算を行い2.5秒毎の動画を生成しています。

まとめ

Metroカメラを用いて、低電子線照射密度で動画のデータセットを取得しました。Metroカメラのその場動画記録機能を用いた試料の連続観察によって、照射電子線量の増加に起因する損傷のモニタリングが実現されました。

電子線照射に敏感な試料に対しても、限界照射電子線量とダメージが最小化可能な限界照射電子線密度を容易に決定することが可能となります。本データでは、格子の視認性は $200 \text{ e}^-/\text{Å}^2$ 未満で低下し始めましたが、格子縞の一部は $7500 \text{ e}^-/\text{Å}^2$ まで観察されていました。さらに初期の低い照射電子線密度における構造へのダメージは非常に小さく、初期構造が動画の開始時点においても観察されていました。

図1. その場観察動画データから抜き出した3枚のフレームとそれぞれのFFT。初期状態では明瞭に格子縞を示しているが、その後総照射電子線量の増加と共に構造を失っている。積算照射電子線量のグラフが示すように、照射電子線密度は当初長時間の観察が可能のように低く抑えていたが、約8分後からはほぼ一桁増加しています。



謝辞

ゼオライト試料はニューサウスウェールズ大学、Shery Chang博士から提供頂きました

Gatan社は、試料作製から像観察や分析までの電子顕微鏡の能力を拓ける装置とソフトウェアの世界トップレベルのメーカーです。