実験概要

Stela ハイブリット-ピクセル型カメラ および STEMx システム

タイトル

Si-MoS_2コアシェル構造の高スループット微分位相コントラスト(DPC)観察

Gatan社使用装置

DECTRIS社の技術を採用したStela® ハイブリット-ピクセルカメラは、電子カウンティング処理による優れたシグナルノイズ比と共に広いダイナミックレンジの高フレームレート(>16000 fps)ディフラクションイメージングを実現します。STEMx® システムのハードウェアが走査電子プローブを検出器のフレームレートと同期させることで高いスループットの4D走査透過像電子顕微鏡観察(STEM)データ取得を実現し、さらにDigitalMicrograph®ソフトウェアでのデータ処理も可能となります。

研究の背景

遷移金属ダイカルコゲナイド(TMD)のコアシェル構造は、オプトエレクトロニクスや医学生物学、エネルギー、センサー技術などにおける将来の応用に向けて注目されています[1, 2]。その材料は多層TMDがナノサイズのコアを覆っており、コアの構造を制御することでシェルの欠陥/物性/機能を設計出来る可能性をエンジニアに示唆しています。またコアシェル構造は、電気的特性や化学的特性を制御するための内部ひずみを与えるのに適した構造です。そこでコアシェル構造の内部電場分布を明らかにするためDPCを適用しました。

材料と測定手法

Si-MoS_2 コアシェル構造の試料を参考文献3に記載されている手順に従い作製しました。4D STEMデータは日本電子株式会社製GrandARMに装着されたStelaカメラを使用し、4500 fpsのHSモードで加速電圧80 kVにおいて取得しました。分析箇所を指定し、800×800 nmの範囲を320×320ピクセルで走査しました。データ取得はDigitalMicrographソフトウェア中のSTEM SIテクニック操作パネルから行い46秒で終了しました。さらに4D STEMデータは、他のコンピュータへのデータ転送やファイルフォーマットの変換の必要無くDPCテクニック操作パネルから直接処理しています。重心位置(Center of Mass; CoM)法を用いて二つの直交する方向への変位成分を計算し、下記に示すようにビームの変位ベクトルマップを得ています。

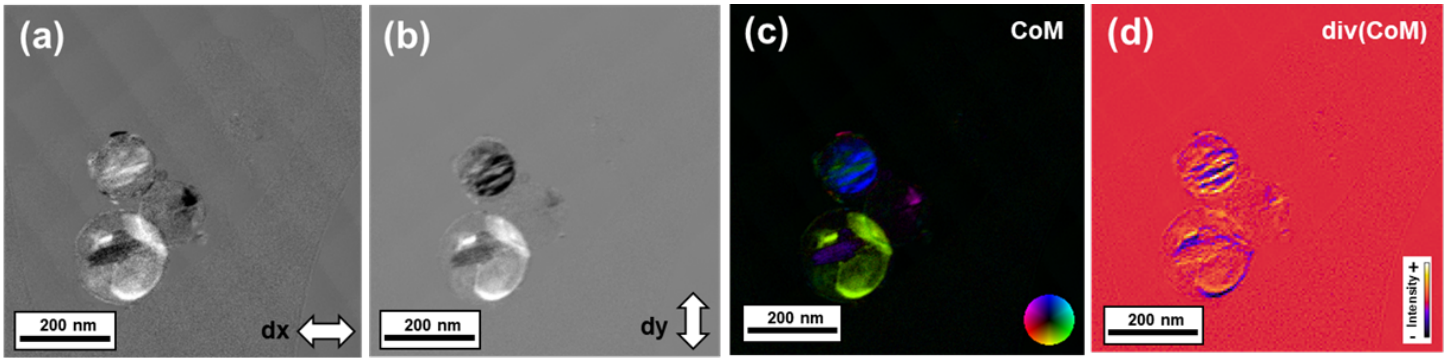

図1. Si-MoS_2コアシェルナノ粒子のDPC解析。(a)はx方向、(b)はy方向のビームの偏向量、(c)は重心位置法(DigitalMicrographソフトウェア中の微分位相コントラストテクニック操作パネル)を用いて計算を行ったマップを示す。(d)：(c)から計算したダイバージェンスマップ

まとめ

STEMxシステムとStelaカメラを組み合わせることで、4D STEMのワークフローはDigitalMicrographソフトウェアインターフェイスにハイブリット-ピクセル型電子線検出器と共に完全に統合されました。これによって結果を得るまでの時間を最短化する最適なデータ取得とデータ処理を実現し、4D STEM測定のワークフローをスムーズにします。Stelaカメラの高速取得能力とSTEMxシステムを組み合わせることで、数百のSi-MoS_2コアシェル構造を素早く走査することが可能となり、高スループットの解析とハードウェア同期による4D STEMデータキューブの取得を実現します。その得られたデータから数分でDPCマップは計算されます。DPCを用いてより高い電場の箇所を調べることで、所望の光学特性を実現するためのコアシェルナノ粒子が生成可能となりました。

謝辞

A special thanks to Northwestern University Yea-Shine Lee, Vinayak P. Dravid and Roberto dos Reis.

[1] J.G. DiStefano, et al., Au-MoS_2-WS_2 Core－Shell Architectures: Combining Vapor Phase and Solution-Based Approaches, J. Phy. 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. 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拡げ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。

© 2024, by Gatan, Inc. All rights reserved. Gatan, Gatan logo, and all other trademarks are property of Gatan, Inc. unless otherwise specified.

EB-Stela-DPC-FL2-CA-MAY24-JP