

実験概要

Stela ハイブリット-ピクセル型カメラ

タイトル

スピントロニクスにおけるカイラリティ決定のための電子線回折手法

Gatan社使用装置

Stela™ ハイブリット-ピクセル型カメラは、低加速電圧においても電子線回折の測定に妥協する必要がありません。StelaにはDECTRIS社のハイブリット-ピクセル技術が採用されており、電子線カウンティング処理によって実現される最高のシグナルノイズ比を活かして検出が困難な回折図形中の詳細を明らかにします。加えて、その大きなダイナミックレンジを有するセンサーにより、1枚の像の中で弱い信号強度と強い信号強度の回折ピークを同時に捉えます。

研究の背景

スピントロニクスの分野は近年非常に注目されています。それはデータストレージや通信技術、そして情報処理といった応用分野において潜在的なポテンシャルを有しているためです [1]。スピントロニクスの中でも、非中心対称(NCS)は外部刺激に対してスイッチ可能なスピン分裂したバンドの分散を示します。NaCu₅S₃ (空間群 P6₃22) はそのようなNCSのひとつであり、理論的に電子構造中のカイラリティに依存したスピン分裂を示す安定なフェリキラル化合物です。一方で電子顕微鏡を用いたカイラリティの実験的な決定には、非常に困難が伴うことが判っています。それは電子顕微鏡の単純な二次元投影では、三次元の構造を有するカイラリティの検出が不可能であるためです。

材料と測定手法

カイラル結晶においてはフリーデル則に従わないことを利用すると、収束電子線回折(CBED)で二つの光学異性体から得られる回折強度が変化します[2]。そのため、適切に選択した結晶軸におけるパイフットペアの反射の強度非対称性を利用するとカイラリティの同定が可能となります。その強度差は極めて小さく検出が困難であることから、優れたシグナルノイズ比と大きなダイナミックレンジを有する電子線検出器が必要となります。合成したNaCu₅S₃結晶を日本電子株式会社製JEM-ARM300F、Grand ARMに装着されたStelaカメラを使用し 80 kVでCBEDパターンを取得しました。ビームストッパーは必要ありません。512 × 512 ピクセルのCBEDパターンを、カメラの高ダイナミックレンジ(HDR)モードを使用し総露光時間0.5秒で収集しました (ピクセルサイズは 0.092 nm₁に相当)。飽和の無い透過波とFOLZディスクが1枚の像で収集されました。

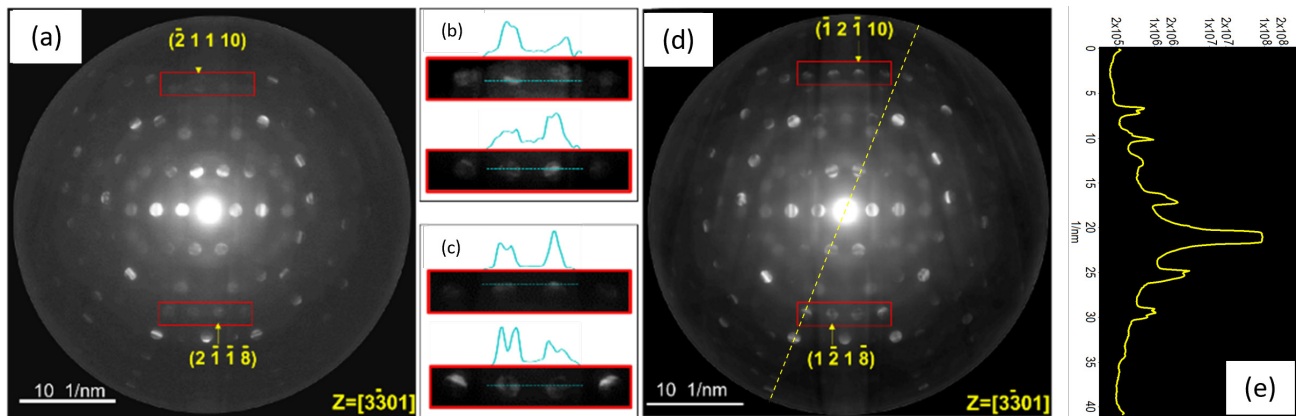


図1. [3301] 晶帯軸入射における(a) FEC-1 と (d) FEC-2 NaCu₅S₃ のCBED測定結果。二つの光学異性体におけるFOLZ反射の非対称の強度分布を示す。(b)および(c): (a)と(d)中の赤色の四角で示す対象の回折ディスクの拡大、およびコントラスト強調像。信号強度プロファイルが信号強度の非対称性を示す。(e): 図(d)中の黄色破線に沿った信号強度プロファイル。透過波においても信号の飽和(32ビット)は観察されていない(対数プロット)

まとめ

スピントロニクスのカイラリティの研究が、CBEDパターン中のパイフットペア間の僅かな差と強度の非対称性を捉えるStelaハイブリットピクセル型カメラの高いクオリティの回折図形の撮影能力によって可能となりました。

謝辞

A special thanks to Northwestern University Chi Zhang, Ken Poepplmeier, Vinayak P. Dravid, and Roberto dos Reis. This work made use of the EPIC facility of Northwestern University's NUANCE Center, which has received support from the SHyNE Resource (NSF ECCS-2025633), the IIN, and Northwestern's MRSEC program (NSF DMR-1720139).

- [1] W. W. Chow and S. Reitzenstein, Quantum-Optical Influences in Optoelectronics—An Introduction, Applied Physics Reviews 5, 041302 (2018).
- [2] J. M. Bijvoet, A. F. Peerdeman, and A. J. van BOMMEL, Determination of the Absolute Configuration of Optically Active Compounds by Means of X-Rays, Nature 168, 271 (1951).

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。