

# 実験概要

## 直接検出型検出器とドリフト補正機能を備えたGIF Continuum

### タイトル

GIF Continuum K3で取得した $Tb_3Sc_2Al_3O_{12}$  STEM EELSマッピングにおける分解能 $\sim 1 \text{ \AA}$ の実現

### Gatan社使用装置

GIF Continuum<sup>®</sup> K3<sup>®</sup>

### 研究の背景

収差補正STEMと組み合わせた電子エネルギー損失分光法(EELS)のスペクトルイメージング(SI)は、オングストロームスケールでの構造変化と化学変化の同時キャラクタリゼーションを可能とします。しかしながら、長い取得時間、試料ドリフト、電子線照射に起因する試料ダメージによって、環状暗視野(ADF)STEM像観察と比較して原子分解能EELS SIは取得が困難です。直接検出型電子カウンティングカメラは、その優れた感度によってEELSスペクトルのイオン化エッジの検出限界を向上します。そのため総照射電子線量を大きく抑えながらSIデータの取得を実現し、さらに高い空間分解能でのデータ取得に必要な取得時間を短縮します。DigitalMicrograph<sup>®</sup>ソフトウェアを用いたマルチパスSIデータ取得において、K3カメラの速いスペクトルの取得速度と組み合わせることでデータ取得を複数のパスに分散し、像の歪みを避けるのに十分な頻度でドリフト補正を行うことが可能となります。更にK3カメラの単電子感度によって、ミリ秒以下のドウェルタイムにおいても読み出しノイズがスペクトルのシグナルノイズ比(S/N比)を悪化させるのを防ぎます。

### 材料と測定手法

集束イオンビーム(FIB)で試料作製を行ったテルビウム・スカンジウム・アルミニウムガーネット( $Tb_3Sc_2Al_3O_{12}$ )から、Thermo Fisher Scientific社製 Spectra 300に装着されたGIF Continuum K3を使用してEELS SIデータを取得しました。全てのデータは加速電圧300 kV、プローブ電流37 pA、EELSの分散値は0.9 eV/chで取得しています。この条件ではスペクトルのエネルギー範囲は3000 eVを超え、試料中の各元素から得られるイオン化エッジの同時取得が実現します。またスペクトルイメージングデータは3000スペクトル毎秒( $\sim 0.34 \text{ ms/スペクトル}$ )、ステップサイズ $0.2 \text{ \AA/s}$ で取得しました。各SIのパスのデータ収集には約3.4秒( $100 \times 100$ ピクセル)を要し、最終的に50パスのデータを取得することで総取得時間は約170秒となりました。ドリフト補正は2パス毎に行っています。全てのデータに対してDigitalMicrographソフトウェアに組み込まれたツールを利用して処理を行い、図1(a-d)に示す原子分解能の元素マップが得られました。Sc、Tb、Oの重ね描きマップ(図1f)では、原子構造モデル(図1g)で予想される原子位置と良く一致しました。投影距離が約 $1.2 \text{ \AA}$ のTbのトリマー(図1e)が分離しており(図1b、1f)、元素マップの高い分解能を示しています。

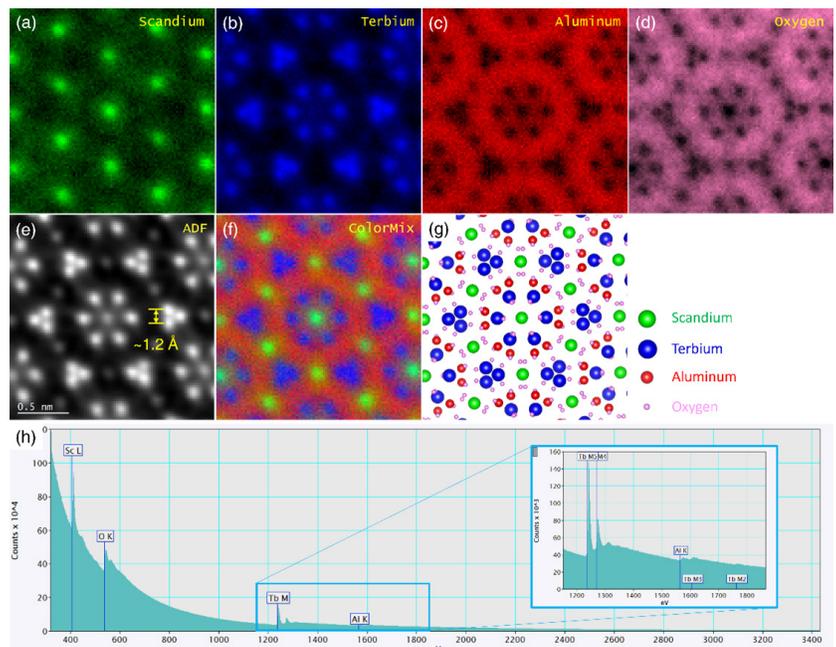


図1. (a) Sc L, (b) Tb M, (c) Al K, (d) O Kの各エッジから得られた元素マップと(e) 同時取得したADF像。(f) それぞれの元素マップを重ね合わせて生成した合成マップ。(g) 構造モデルと原子位置が良く一致していることが判る。(h) SIデータから抽出した平均EELSスペクトル。

Alマップは格子中のAl原子位置と概ね一致していますが、その厳密な位置は分解出来ていません。これはAl KエッジとTbエッジが重なり合っており、Al Kエッジのシグナルバックグラウンド比が低下すると共に定量計算時の散乱断面モデルのフィッティングの不確定性の増加に繋がったためと考えられます。

### まとめ

GIF Continuum K3を使用して、結晶格子を $1 \text{ \AA}$ レベルの空間分解能で数分以内に正確にマッピング出来ることを示しました。K3カメラの高感度と速度、電子カウンティングEELSによる低ノイズ、そしてDigitalMicrographソフトウェアのマルチパスSI機能によって、総照射電子線量を抑えながら高いシグナルノイズ比で歪みの無いEELS SIデータを取得することが出来ます。ソフトウェアに備えられた各ツールは、有意なデータを得る上での手順を更に簡単なものとします。

### 謝辞

A special thanks to Prof. Zhiyang Yu, Center of Electron Microscope, Fuzhou University, for sharing the data.