

実験概要

Metro カメラ

タイトル

Metroカメラを用いた電子カウンティング4D STEMデータの取得

Gatan社使用装置

リアルタイム電子カウンティング処理によって、低加速電圧における低電子線照射観察と電子線回折測定をMetro™カウンティング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。4D STEM 測定においては、STEMx™ システムが走査ビームをカメラのフレームレートと正確に同期させ、高速データ取得を実現すると同時にデータ取得漏れの可能性も排除します。

研究の背景

窒化ホウ素のような二次元材料は、その独特で最適化可能な特性から広く研究されています。二次元のシートの配列と形状を決定することは材料のクオリティを特徴付ける上で重要であり、電子カウンティング処理と4D STEMの組み合わせは素早く重要な視野の構造を評価する上で理想的な手法です。さらにPythonによるスクリプトのような後処理ツールと組み合わせられることで、透過型電子顕微鏡(TEM)の前で素早くその有効性を評価することが可能です。

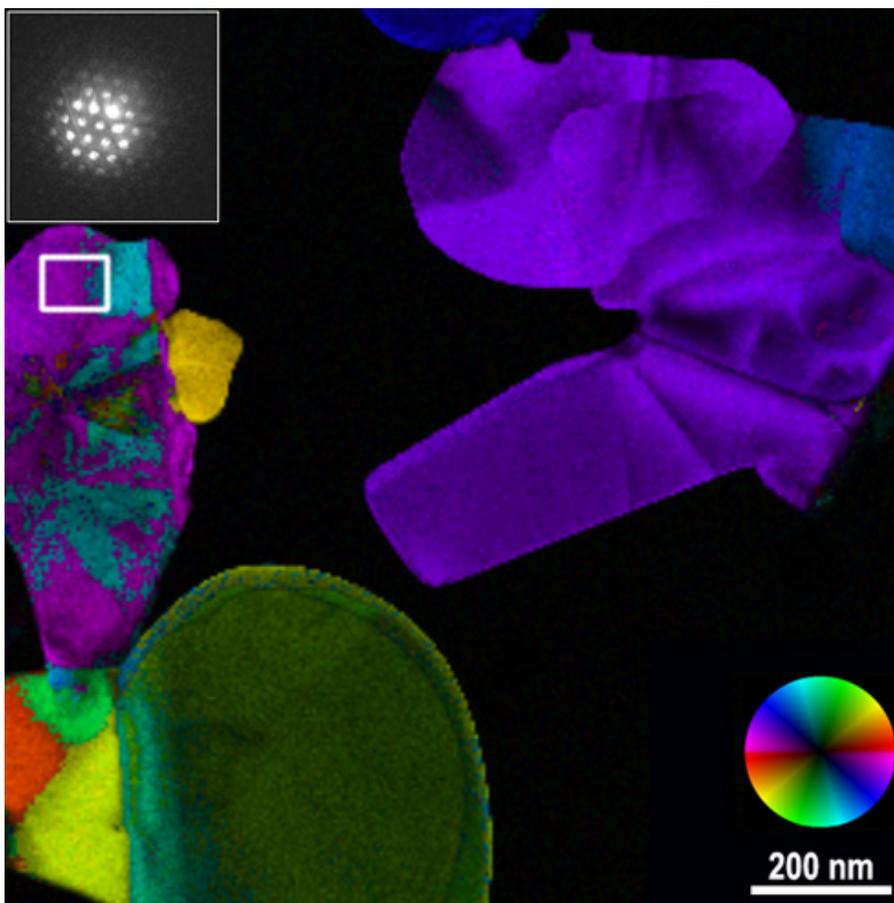


図1. Metroカメラを用いて取得した電子カウンティング4D STEMデータセットから得られた窒化ホウ素のマップングデータ。図右下のカラースケールは、その色がそれぞれの向きを、そして最も暗い中央から端に向かって回折スポットの強度を示しています。回折図形の挿入図は、白色四角で示した領域から合算された回折図形を示します。

材料と測定手法

電子顕微鏡はコールド型電界放射銃を備えた日本電子製JEM-F200を使用し、加速電圧200 kVでデータ取得を行いました。ハードウェア同期モード(492 fps)でMetroカメラとSTEMxシステムを使用し、128 × 128 (走査範囲) × 512 × 512 (回折図形) ピクセルの4D STEMデータセットを33秒で取得しました。照射電子線密度はカメラ上で 3.1×10^6 e⁻/s、試料上で平均 2.5 e⁻/Å²で観察を行っています。DigitalMicrograph®ソフトウェア上で動作するPythonスクリプトを用いて、得られた結晶に応じたマップング結果を図1に示します。マップ中の各ピクセルは、4D STEMデータセット中の各ピクセルにおける回折図形中の反射の最大強度の方向に応じて色付けされており、その反射強度がマップ中の信号強度に反映されています。マップ中のこれらの結果から様々な結晶の方向を識別することが可能ではありますが、結晶方位の同定は行っていません。

まとめ

STEMxとMetroカメラを組み合わせることで、画素数、取得速度、低ノイズ、DigitalMicrographソフトウェア上の動作、などの点から4D STEMデータを取得する上で最高のツールとなります。またMetroカメラを使用することで、4D STEMデータを30秒程度で取得可能です。電子カウンティングアルゴリズムのメリットはバックグラウンドノイズを除去する点にあります。さらにDigitalMicrographの様々な機能やPythonとの統合によって、試料とそのデータの完全さを素早く確認するためのマップをデータ取得後に生成することが出来ます。

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。