

実験概要

eaSI 4D STEM

タイトル

電子線タイコグラフィのためのK3 ISカメラ: SrTiO₃ 中の酸素のマッピング

Gatan社使用装置

K3[®] IS カメラは直接検出電子カウンティング、高速連続データ取得、低電子線照射量観察が可能です。STEMx[®] システムはeaSI[™] テクノロジーを活用してSTEMのビームをK3 ISの高いフレームレートと同期させ、高いクオリティの4D STEMデータセットを高速で取得します。

研究の背景

4D STEMの最も有望なアプリケーションのひとつが電子線タイコグラフィです。電子線タイコグラフィは照射電子線を効率的に利用可能な手法であり、(古典的な絞り径により制限される分解能を超えた)高い空間分解能の像観察を可能とし、(従来の環状暗視野像観察とは対照的に)高いシグナルノイズ比とコントラストの線形性で軽元素と重元素の検出が実現されます。最近報告された電子線タイコグラフィを用いた研究結果においてはハイブリッドピクセル型の検出器が最も一般的に使用されてきましたが、これは主に大きなピクセルサイズ、広いダイナミックレンジ、そして高いフレームレートを実現しているためです。ここでは、モノリシックアクティブピクセル型検出器のK3 ISカメラも同様に高いクオリティの電子線タイコグラフィの研究に使用出来ることを紹介します。

材料と測定手法

K3 IS カメラと Adaptive-Propagator Ptychography (APP)法[1]の信頼性を検証するためにSrTiO₃ (原子番号Zが大きく異なる元素を含む)をモデル試料として使用しました。典型的な4D STEMデータセットの取得時には、STEMを以下の条件に設定し (日本電子株式会社製GrandARMではSpot size=10C、収束半値角= 24 mrad、デフォーカス=-20 nm) 以下の条件に設定し、4D STEMのデータはステップサイズ0.3 Å で100 x 100 x 512 x 512ピクセルで取得しました。試料の原子分解能位相像を再構築するためにAPP法を用い、フォーカス条件下で取得するHAADFの比較像では観察出来なかった酸素原子の位置を明らかにしました(図1)。

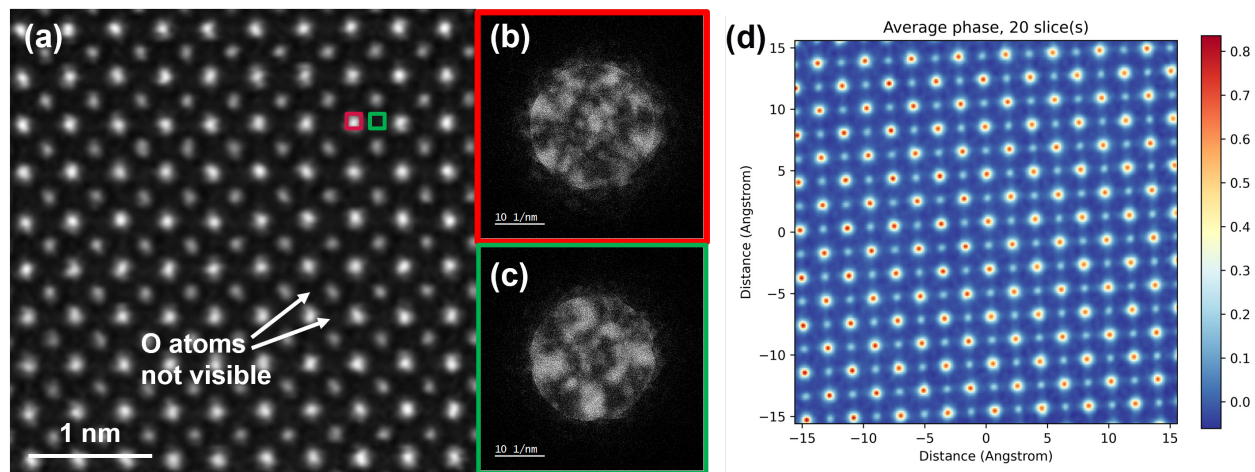


図1. [001] 晶帯軸入射に沿ったSrTiO₃ 像。(a) STEM-HAADF像。矢印で示す位置の酸素原子は観察出来ない。(a)中の赤四角、および緑四角で示す箇所の折込図形をそれぞれ(b)、および(c)に示す。(d) [001]入射のSrTiO₃のタイコグラフィ位相像。小さな白い点が酸素原子の位置を示す。

まとめ

(Stela* カメラのような)ハイブリッドピクセル型検出器と同様、(K3 ISのような)モノリシックアクティブピクセル型検出器はタイコグラフィを用いた研究のための高いクオリティの電子カウンティング4D STEMデータセットを取得する能力を備えています。本実験概要では、SrTiO₃ 中の酸素原子の位置をマッピングするためにK3 ISカメラとAPP法を使用することが出来ました。このような実験は他の材料における構造のキャラクタリゼーションと欠陥の解析にも応用することが可能です。

参考文献

[1] Sha, H., et al “Deep sub-angstrom resolution imaging by electron ptychography with misorientation correction.” Science Advances 8.19 (2022): eabn2275.

謝辞

Special thanks to Wenfeng Yang, Tieqiao Zhang, and Rong Yu from Tsinghua University.

*Stela camera utilizes DECTRIS hybrid-pixel technology