

MerlinEM

Application Note

4D-STEM とバーチャル STEM の検出

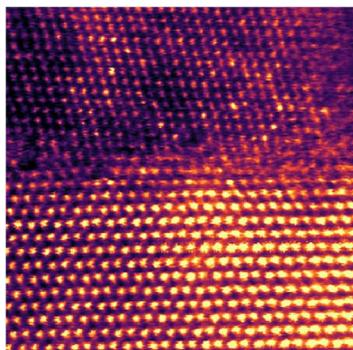
Key methods:

- 4D-STEM
- HAADF
- ADF
- ABF
- BF
- CBED

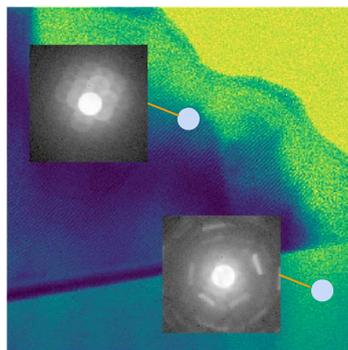
MerlinEM key specifications: noiseless readout, zero dark counts; no dead time with 1-bit (18800 fps), 6-bit (3200 fps) or 12-bit (1800 fps) imaging; 30 keV - 300 keV operation; pixel size 55 x 55 μm ; active area: 14 x 14 mm (256 x 256 pixels), 28 x 28 mm (512 x 512 pixels), 56 x 14 mm (1024 x 256 pixels); DQE at 60 keV: 1 at Zero frequency, 0.45 at Nyquist; MTF at 60 keV: >0.62 at Nyquist.



走査型透過電子顕微鏡 (STEM) にピクセル検出器を使用すると、多くの可能性が広がります。長距離・原子分解能の電磁界イメージング、タイコグラフィー、揺らぎ電子顕微鏡などの技術は、スキャンの各ポイントの完全な回折パターンを取得しなければ、効果的ではないばかりでなく、全く解析が不可能になります。STEM でピクセル化された検出器を使用すると、4D データセット (2D スキャンと 2D 回折次元) が得られます。これが 4D-STEM であり、将来的には STEM1 の主要な技術となるでしょう。このノートでは、STEM で確立された信号を生成するために MerlinEM 検出器を使用する例を示します。データの再構成には LiberTEM2 ソフトウェアを使用し、特にその GUI ウェブインターフェースを紹介します。いくつかの異なるサンプルからの仮想 STEM 画像と収束ビーム電子回折 (CBED) の例を示します。下の図は、このアプリケーションノートで紹介されるデータの例です。



Atomically resolved TiN/HfO₂ interface



CBED details in conventionally

Quantum Detectors would like to acknowledge the AEM group at TU Darmstadt for collaboration on this application note, namely Alexander Zintler and Leopoldo Molina-Luna.

1 Ophus, Colin. Microscopy and Microanalysis 25.3 (2019): 563-582. <https://doi.org/10.1017/S1431927619000497>
 2 <https://libertem.github.io/LiberTEM/>



STEM 仮想検出器

スキャンの各ポイントで完全な回折パターンを取得することで、回折パターンの尊重された領域内の情報を合計することにより、実験後に標準的な STEM 信号を再現することができます。つまり、複数の STEM 検出器（環状検出器、明視野検出器、DPC分割検出器など）の機能を 1 つのピクセル検出器で置き換えることができるのです³。このアプローチは広範な汎用性に加えて、仮想検出器がすべて校正された感度特性を持つことから、データは原子計数などの技術に容易に利用できるという利点もあります。

高いダイナミックレンジと多彩な読み出しシステムを備えた MerlinEM は、4D-STEM のデータ収集に最適です。ハードウェアベースの電子計数は、サーマルバックグラウンドを除去することで極めて低いノイズレベルを実現しています。電子検出の後には、すべてのプロセスがデジタル化されるため、読み出しシステムによって追加のノイズが発生することはありません。図 2 は、4D-STEM データセットから抽出した一つのプローブポイントからの CBED 回折パターンの例です。この例では、中央のプローブ内のコントラストと、光軸から離れた場所にある単一電子がはっきりと確認できます。フレームタイムは 0.5ms、ダイナミックレンジは 6 ビットに設定されている。これらの設定により、256x256 のプローブポジションデータセットを 32 秒で取得することができ、サンプルドリフトの問題を最小限に抑えることができます。MerlinEM の最高速度は、ダイナミックレンジを 1 ビット (18.8kfps) に設定した場合で、同じ領域を約 3.5 秒で撮影することができます。

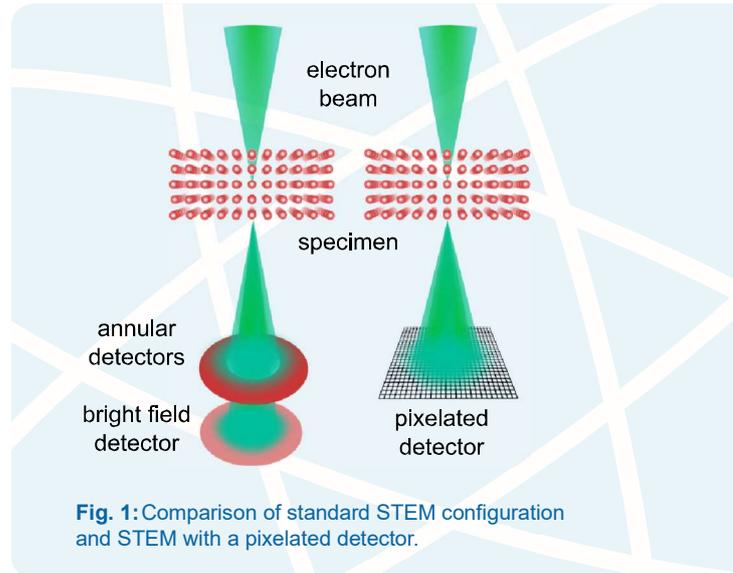


Fig. 1: Comparison of standard STEM configuration and STEM with a pixelated detector.

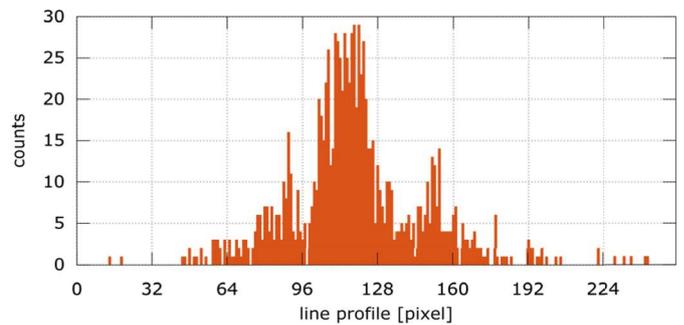
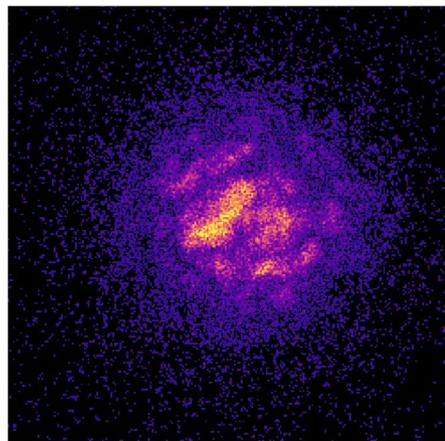


Fig. 2: A single probe position from a 4D-STEM dataset together with a line profile demonstrating single electron sensitivity and zero thermal background noise. The frame was taken with 0.5 ms frame time and 6-bit detector dynamic range.

3 ピクセル化された検出器の位置より上に環状の検出器がある場合、環状の暗視野画像をピクセル化された検出器と一緒に取得することで、より大きな散乱角からの追加情報を収集することができます。



- TiN/HfO₂ 試料の原子レベルでの界面解析

図3は、TiN/HfO₂ 界面の原子レベルでのイメージングから得られた一連の仮想 STEM 画像を示しています。高角度環状暗視野 (HAADF)、環状暗視野 (ADF)、環状明視野 (ABF)、明視野 (BF) の各画像は、各画像の右側の挿入図に示されている検出器の対応する領域から生成されました。これらの画像は、それぞれの検出方法の基本的な特性を反映しています。HAADFでは、原子番号コントラストの特性にしたがって、原子番号の高い種が画像の下半分で最も明るく解像され、ADF と ABF では、原子番号コントラストと位相コントラストがさまざまな強さで混在しており、BF ではほとんどが位相コントラストです。ここでの 4D-STEM の利点は、材料の種類に応じて理想的なイメージングを実現するために各検出器の領域を再設定し、実験後にそれを検討することができることです。また、DPC、質量中心、電磁界イメージングなどの手法を用いて、データをさらに詳しく調べることができる汎用性を備えています。

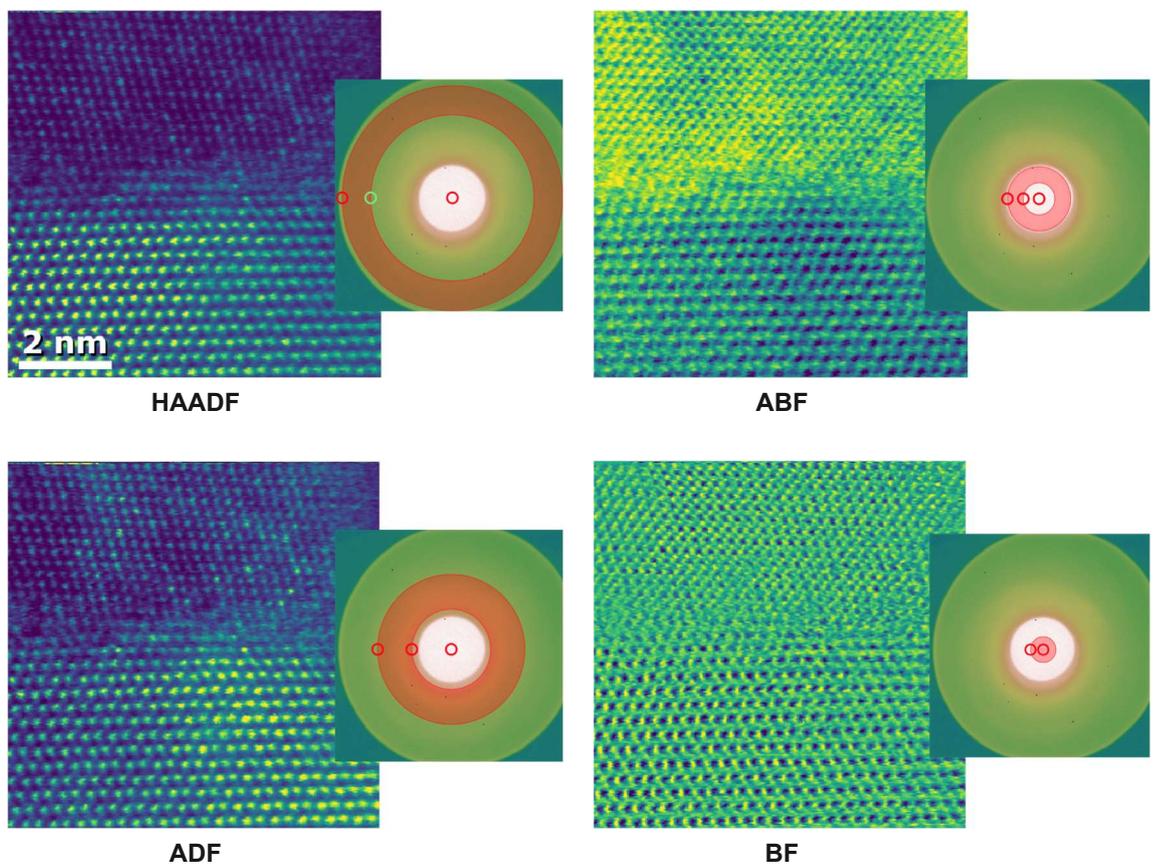


図3 : TiN/HfO₂ 界面の 4D-STEM における原子分解能バーチャル STEM イメージングのデモ。図の横の挿入図には、検出器の合計部分が示されている。データとサンプルは、Alexander Zintler と Leopoldo Molina-Luna による TU Darmstadt の AEM グループの提供です。



・ 厚さや物質の変化する複雑なサンプル

4D-STEMのもう一つの特徴は、複雑なサンプルの特性を明らかにできることです。図4では、複数の位置平均収束ビーム回折パターン（PACBED）が、それぞれの領域から得られたものと一緒に示されています。試料は鉛フリーの反強誘電体で、図4の左側の概要は、回折ディスクの中央の領域を合計して生成した明視野画像と番号付きのPACBEDパターンを示します。

- 1、2ではサンプルの厚い部分からの高次のラウエゾーンラインが、界面近傍の6では部分的に覆っています。
- 3と4には1次ラウエゾーンリングがみられます。
- 5の試料の薄い領域では多数の複数の回折ディスクが見られます。

興味深現象として、パターン全体のシフト（3と4）のような他の効果が見られ、従来のSTEMイメージングを困難にしています（サンプル領域全体を検出器の中心に配置することはできません）。このような効果は、厚さの局所的な差、結晶の曲がり、あるいはひずみによって生じる可能性があります。

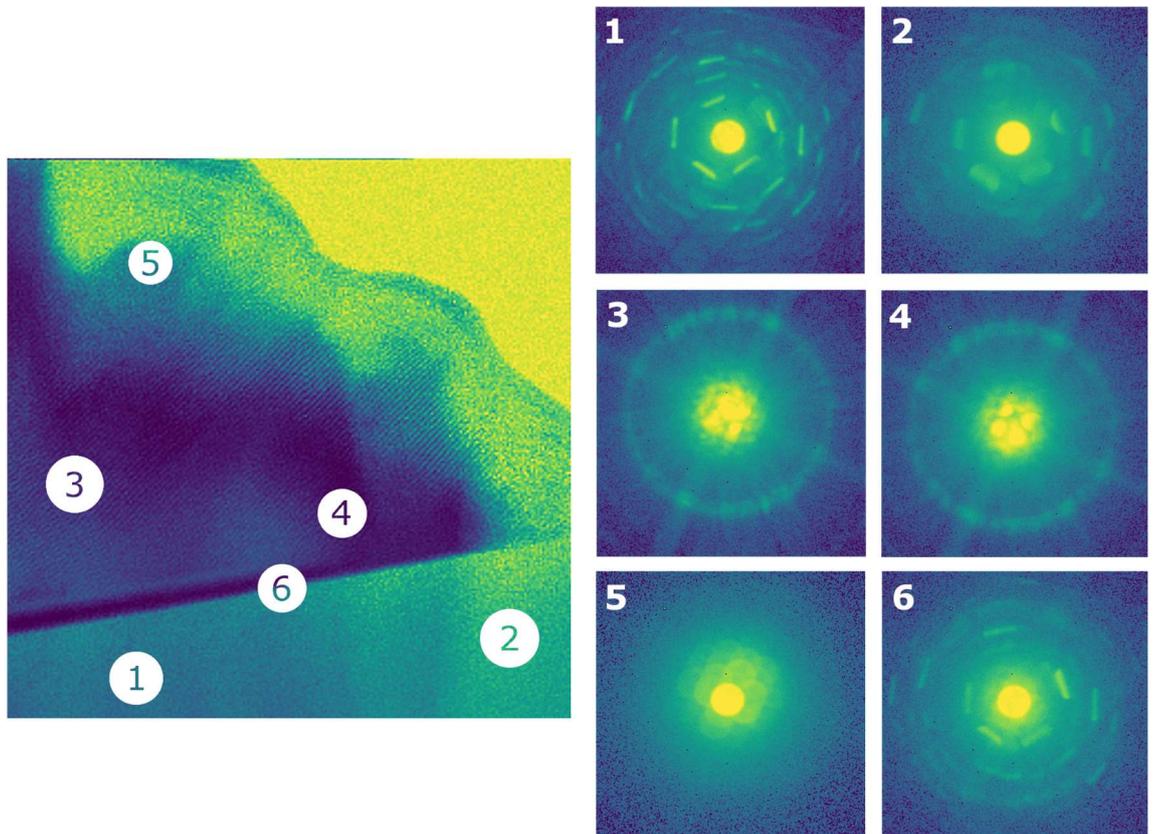


図4：鉛フリー反強誘電体の4D-STEMデータの例。各番号のついた領域の回折パターンを合計し、その対数をプロットすることで、局所的な結晶構造の違いを示している。白丸の大きさは、合計した領域の大きさに対応する。データとサンプルの提供 Alexander Zintler, Hui Ding, Leopoldo Molina-Luna, AEM group, TU Darmstadt.

