

MerlinEM

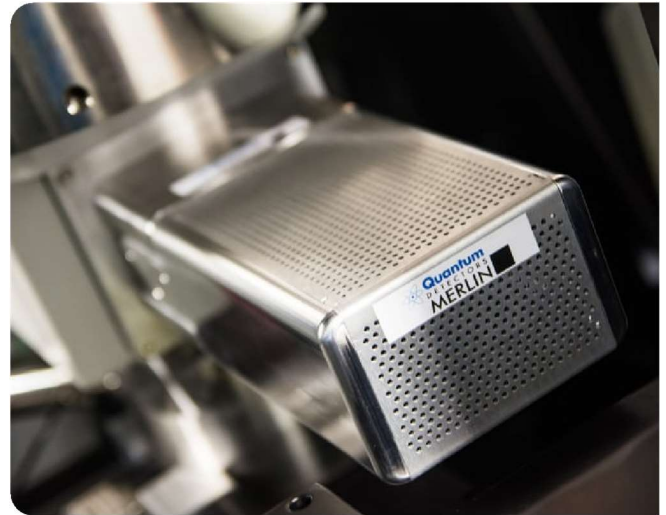
Application Note

Merlin

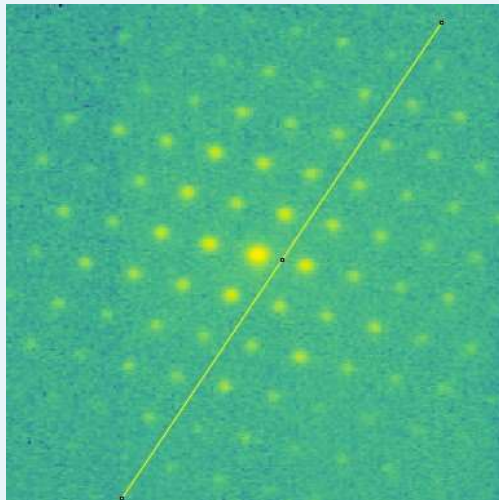
MerlinEM を使った SPEM

NanoMEGAS 走査型歳差電子回折 (4D-SPED)

このアプリケーションノートでは、NanoMEGAS 走査型歳差電子回折 (4D-SPED) ツールキットと MerlinEM 直接電子計数検出器を用いて得られた結果を紹介します。MerlinEM 検出器は、NanoMEGAS TopSpin アプリケーションに組み込まれており、DigiSTAR 歳差運動ハードウェアと同期可能になっています。



Conventional Optical Camera



MerlinEM

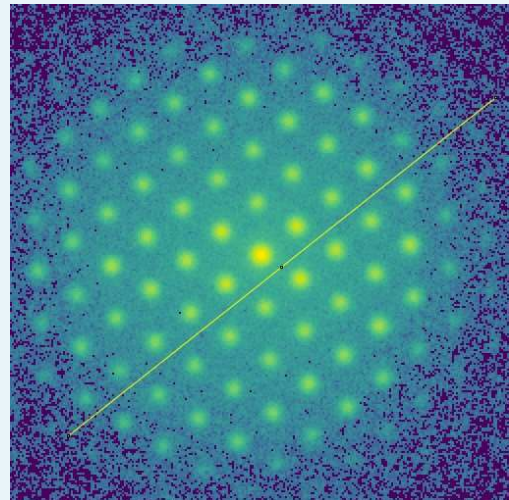


図1: Si-SiGe 単結晶の類似サンプル領域からの回折パターン。MerlinEM 検出器は 10ms、従来のカメラは 20ms で収集 (いずれも 10ms/pixel または 100Hz の歳差運動周波数を使用)¹。コントラストは、データの最小値と最大値の間を対数表示している。Fig2 にラインプロファイルを示す (Data courtesy Dr. Joaquim Portillo, NanoMEGAS)。



なぜ直接（電子カウント）検出なのか？

Merlin

図1は、同じサンプルを MerlinEM 検出器と従来のカメラで撮影した 4D-SPED 実験の 1 フレームを示したものです。MerlinEM 検出器の信号には、非弾性散乱強度（パターン中央の回折スポット間の信号）と単電子イベントがはっきりと見て取れます。従来のカメラでは、高強度の回折スポットは十分に検出されていますが、S/N 比が悪いため、高次の回折情報が失われてしまっています。回折パターンの比較では、時間を半分にして撮影したにもかかわらず、直接電子検出では背景ノイズが低くなり、明確な改善が確認されます。

直接電子検出法の優位性をより明確にするために、回折スポット間の非弾性散乱信号のプロファイルを示します（図1の線の位置を図2にプロット）。MerlinEM ではパターンの中心から離れるにつれて電子数のカウントが減少する明確なプロファイルが得られます。従来のカメラでは、中心の回折スポットに近い最も強度の高い部分でしか非弾性電子に対応する強度分布のイメージングができず、それ以外の部分では CCD チップの変動ノイズが支配的になります。これは回折斑点の指数付けの精度、延いては信頼性に大きな影響を与えます。

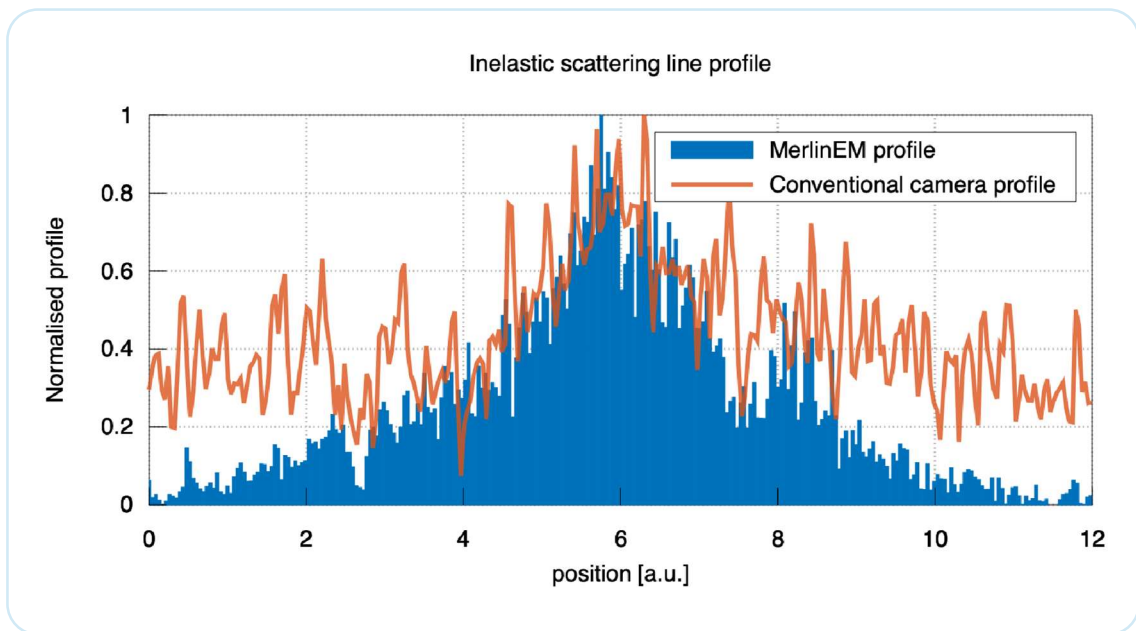


Fig.2: Fig.1 に示したラインプロファイルから得られた正規化ラインプロット。従来の光結合カメラと MerlinEM 直接電子検出器の S/N 比の違いを示している。

サンプルからより多くの情報を得るために

前節では、直接電子計数検出器が、従来のカメラと比較して、各プローブの位置/走行に対してより良い S/N 比でデータを収集できることを示しました。このセクションでは、この違いが 4D-SPED の画像再構成に与える影響を比較します。Direct Electron Detection が、歳差電子回折 (PED) の可能性を大きく広げうることを示します。



マッピング結果の改善

同一サンプルからの MerlinEM および従来のカメラによる 4D-SPED データセットを NanoMEGAS DigiSTAR ハードウェアで収集しました。データセットは NanoMEGAS (.blo) フォーマットにエクスポートされ、Astar ソフトウェアで解析しました。このサンプルには、10nm から μm オーダーの様々なサイズの粒子が含まれており、再構成法の感度やデータ収集の質を試すのに適しています。

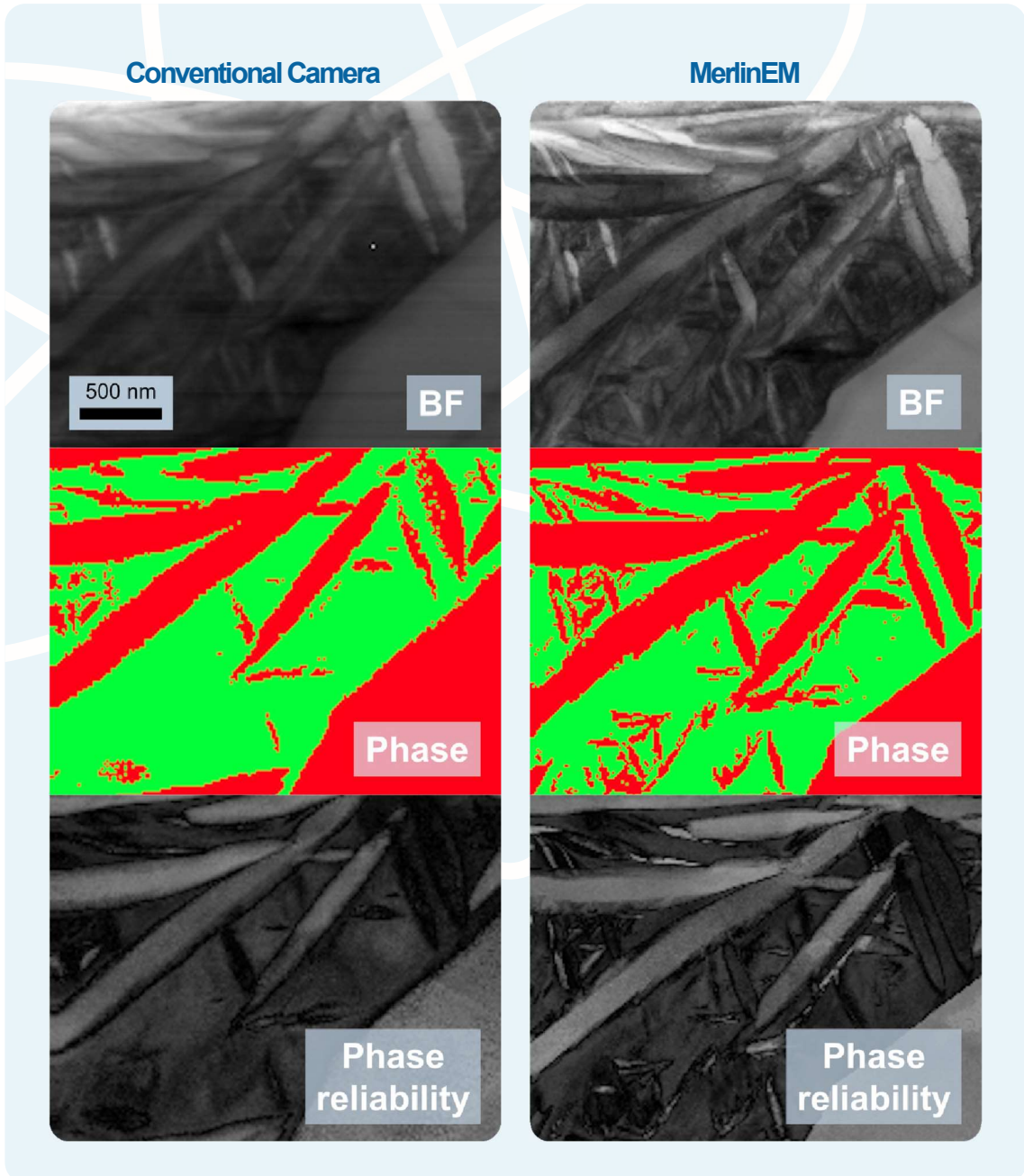


図 3 : 4D-SPED 再構成比較 従来のカメラと MerlinEM 直接電子検出器で収集した Timetal575 @Ti 合金サンプルの明視野マップ、フェーズマップ、信頼性マップ。中央のフェーズマップで α 相は赤、 β は緑である。下部の信頼性マップでは、白が 100% の信頼性を示す。データは、200kV で、10ms の歳差運動周波数と 1° の歳差運動角度で収集した(データ提供 : Dr Ian MacLaren, University of Glasgow)。



Merlin

従来のカメラと MerlinEM のマップ (図3) を比較すると、MerlinEM システムからの回折情報がより明確になっていることがわかります。フェーズマップがより詳細になっただけでなく、フェーズの信頼性も向上しています。その他のマップ、実験の詳細、結果の考察については、以下をご覧ください。MacLaren, I. et al, Microscopy and Microanalysis, 26(6), 1110-1116.

一般的に、MerlinEM 検出器は、その独自の設計から、さらなる利点と多様性をもたらします。各々の電子はピクセルレベルでアナログからデジタルへの回路によりハードウェアで計測され、信号はすぐにデジタル化されます。これは、線量分割によってカメラの読み出しによる SN 比が低下することがないことを意味します。今のところ、4D-STEM や EELS における多数のアプリケーション以外にも、MerlinEM 検出器は、電子回折トモグラフィー、マルチパステータ収集、タイコグラフィー、時間分解イメージングなど、電子回折ベースの実験に大きな可能性をもたらします。

4D-SPED 取得ツールキットに MerlinEM 検出器を統合してくれた NanoMEGAS に感謝したい。また、Fig3 のデータセットを提供してくれたグラスゴー大学の Dr. Ian MacLaren、Fig1 および 2 のデータセットを提供してくれた NanoMEGAS の Dr. Joaquim Portillo に感謝します。

付録 (実験の詳細)

図1、図2

ケンブリッジ大学 FS Spectra 300 プローブ補正型単色 X-FEG 顕微鏡で収集したデータ。MerlinEM 1R (256x256 ピクセルの検出器) を使用し、1° の歳差角で 10ms (1 回の歳差運動時) のドウェルタイムでの測定。追加パラメータ: スポットサイズ 8、CL2 アパーチャ 30µm。従来のカメラ (Simgrey) も同じ設定で使用しましたが、ドウェルタイムは 2 倍の 20ms (1 ピクセルあたり 2 回の歳差運動) で測定。サンプル: Si-SiGe 単結晶。

図3:

グラスゴー大学 JEOL ARM200cF プローブ補正顕微鏡で収集したデータ。200kV の TEM モードで測定。低電流量と 0.3mrad のコンバージェンス半値角を実現するために、比較的小さなアパーチャ (10µm) を使用した。プリセットは角 1°, 1 ピクセルあたり 10ms の露光を行った。サンプルにはデュアルフェーズの Ti 合金、Timetal® 575 を使用した。実験の詳細やその他情報: MacLaren, I. et al, Microscopy and Microanalysis, 26(6), 1110-1116.

MerlinEM の主な仕様。

ノイズレス読み出し、ダークカウントゼロ、イメージングによるデッドタイムなし

1 ビット (1800fps)、6 ビット (3200fps)、2 ビット (1600fps)

30keV~300keV 動作

画素サイズ: 55x55µm、アクティブエリア: 14x14mm (256x256 画素) または 28x28mm (512x512 画素)

60keV での DQE: ゼロ周波数で 1、ナイキストで 0.45、60keV での MTF: >0.62 以上 (ナイキスト時)。

