MerlinEM

Application Note

Merlin

走査型透過電子顕微鏡を用いたタイコグラフィー

Key methods:

- **Ptychography**
- **4D-STEM**
- **Atomic resolution imaging**

MerlinEM は、透過型電子顕微鏡用の高速電子計数式ピクセル検出器です。その高いダイナミックレンジ、耐放射線性、多彩な読み出しシステムにより、科学研究のためのエキサイティングなツールとなっています。

MerlinEM の主な仕様：ノイズレス読み出し、ダークカウントゼロ、1 ビット（18800fps）、6 ビット（3200fps）または 12 ビット（1600fps）イメージングでデッドタイムなし、30keV～300keV 動作、ピクセルサイズ 55×55µm、アクティブエリア。14 x 14 mm（256 x 256 ピクセル）または 28 x 28 mm（512 x 512 ピクセル）。

電子線タイコグラフィー

電子線タイコグラフィーは、計算機によるイメージング技術の一つで、干渉パターンを含む大規模なデータセットからサンプルの画像を再構成します。タイコグラフィーは、物理的な測定の性質上、直接アクセスできない、サンプルに関連する複雑な位相を回復することができます。

走査型透過電子顕微鏡（STEM）によるタイコグラフィーは，4D-STEM データ（2D スキャンの各点について 2D 回折パターンを取得する）を用いて算出されます。集束したプローブの他にもデフォーカスしたプローブを用いることもできます。試料の複雑な位相は、実験後に再構成技することで生成されます。STEM タイコグラフィーの簡略化した概略図を 図 1 に示します。

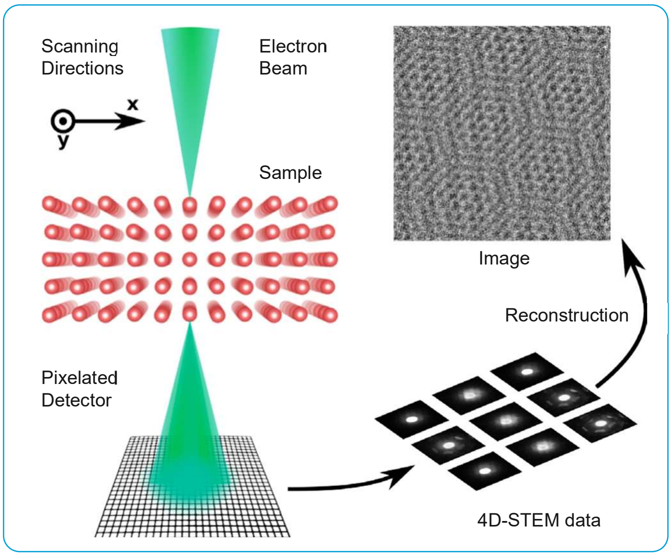


図 1：4D-STEM タイコグラフィーの概略図。
ピクセル化された検出器で 4D データを取得し、得られた画像をコンピュータで再構成する。
グラフェン二重層の再構成画像（Christopher S. Allen 氏提供）。Allen, ePSIC, Diamond Light Source, Harwell Oxford, UK)

STEM での Ptychography

STEM でのタイコグラフィーは、焦点を合わせたプローブを使用するか、デフォーカスしたプローブを使用するかによって、２つの異なる方法に分けることができます。

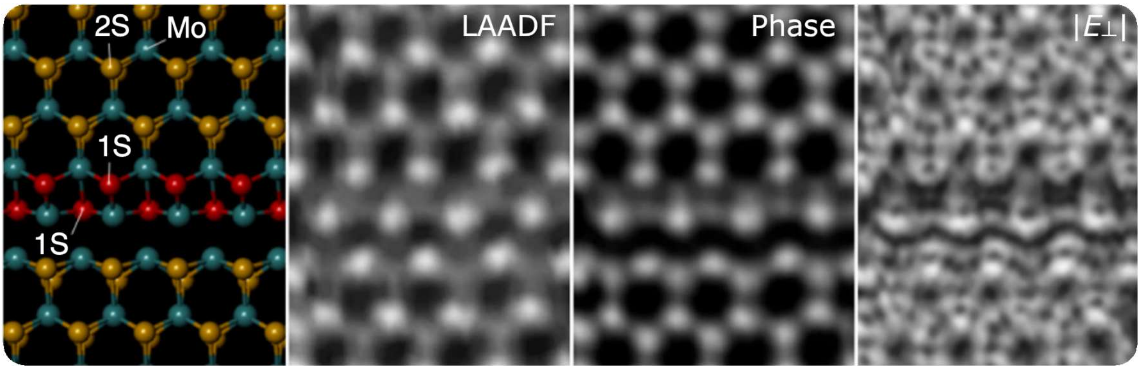


図２: フォーカス・タイコグラフィーの例。左から右へ : 原子モデル、環状暗視野、位相および電場画像。
4D-STEM データ（MerlinEM 検出器で取得）を用いて、位相マップと横電界マップを作成した。
Adapted with changes by BY CC 4.0 from Fang, Shiang et al. Nature communications 10. 1(2019): 1127.

- **フォーカスプローブデータ**は、弱い位相対象近似に基づくシングルサイドバンド（SSB）アルゴリズム[1]と、より幅広いサンプルに適用可能なウィグナー分布デコンボリューション（WDD）[2]を用いたシングルステップ法で再構成することができます。集束プローブ・タイコグラフィーの主な利点は、追加の STEM 信号（HAADF、電磁場など）を同時に収集できることです。図２に MoS_2 サンプルの画像例を示します。

- **デフォーカスプローブデータ**は、反復アルゴリズムによって再構成することができます[3]。STEM 観察時にビームに敏感な物質を観察する際の線量を減らし、サンプルの広い視野をカバーするために効果的です。図３は、グラフェンのサンプルの例です。

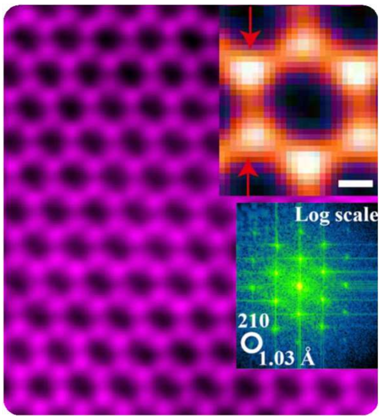


図３: デフォーカス・タイコグラフィーによるグラフェンの画像（MerlinEM 検出器で撮影）。Reproduced under CC 4.0 from Song, Jiamei et al. Scientific reports 9. 1(2019): 3919.

電子タイコグラフィーは、非常に活発な研究分野です。これは、あらゆるプローブイメージングに適用可能で、レンズの収差や走査の不整合を補正し、プローブの開口部で定義されるよりも高い解像度を得ることができます。
電子計数検出器である MerlinEM は、様々な形態のタイコグラフィーに有用な 4D-STEM データの取得に用いることができます。MerlinEM は、単一電子検出の効率性、ゼロ読み出しノイズ、高ダイナミックレンジを備えているため、応用性が高く、汎用性の高い検出器技術です。

1. Rodenburg, J M et al. Ultramicroscopy 48. 3(1993): 304–314.
2. Yang, H et al. Nature Communications 7. (2016): 12532.
3. Song, Jiamei et al. Scientific reports 9. 1(2019): 3919.
4. O'Leary, C M et al. Microscopy and Microanalysis 25. S2(2019): 1662–1663.
5. Wen, Y et al. Nano letters 19. 9(2019): 6482–6491.
6. Song, J et al. Scientific reports 9. 1(2019): 1–8.
7. Fang, S et al. Nature communications 10. 1(2019): 1–9.

Merlin

STEM タイコグラフィーに MerlinEM 検出器を採用したタイコグラフィーに関する論文の例

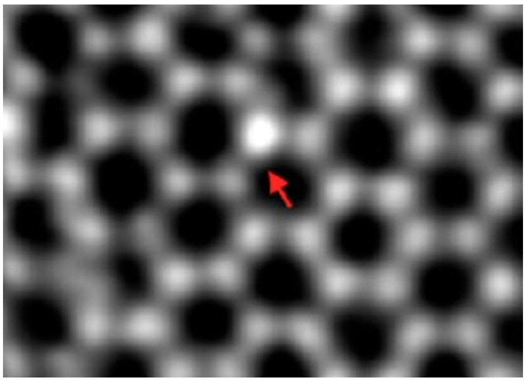
- **O'Leary, C M et al. Microscopy and Microanalysis 25. S2(2019): 1662–1663.**

非常に高速な運動量分解 STEM イメージング（>10,000 fps）を用いて、プローブ位置ごとにわずか数十個の電子で収束ビーム電子回折（CBED）のイメージングを行った。また、ビームセンシティブイメージングの例として、ZSM-5 ゼオライトサンプルに対して 200e/A2 という小さなドーズ量でイメージングが行われた。

Note: The limit of 1-bit imaging of MerlinEM is ~18,800 fps which is getting closer to standard STEM speeds with an annular detector (53 µs pixel dwell time).

- **Wen, Y et al. Nano letters 19. 9(2019): 6482–6491.**

2 次元物質を 4D-STEM 法での観察を行いました。 電子線タイコグラフィー、電界イメージング、仮想環状検出を組み合わせることで、1 回の実験で低原子番号の原子と高原子番号の原子を同時に識別することができました。



タイコグラフィーを用いて MoS2 の 2 次元試料表面に付加された Mo 原子のイメージングを行いました。

Adapted with permission from Wen, Y et al. Nano letters 19. 9(2019): 6482–6491.

- **Song, B et al. Physical review letters 121. 14(2018): 146101.**

本論文では、EELS とタイコグラフィーを組み合わせる可能性を示した。明視野の CBED ディスクを省略することで、試料の画像をタイコグラフィーで再構成することができます。中央に穴の開いた検出器を使用すれば、明視野信号を分光器に自由に送ることができます。

- **Song, J et al. Scientific reports 9. 1(2019): 1–8.**

2D 材料科学のためのデフォーカス低線量イメージングの研究。MerlinEM を電子計数、高感度検出器として使用し、デフォーカス STEM CBED プローブを収集しました。

- **Fang, S et al. Nature communications 10. 1(2019): 1–9.**

4 次元走査透過電子顕微鏡を用いた 2 次元半導体中の 1 次元チャネルの原子静電マップ。4D-STEM と MerlinEM 検出器を用いた 2D 材料の包括的な研究。低次元物質の 1 次元界面に電界とプタイコグラフィーの同時イメージングを用いた。