

MerlinEM

Merlin

Application Note

MerlinEELS - 電子エネルギー損失分光法のための直接計数検出器

Key benefits in EELS:

- 直接電子計数
- ゼロリードアウトノイズ
- ハイダイナミックレンジ
- 高エネルギーコアロス・イメージング

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 (18000 fps)

6 ビット (3200 fps)

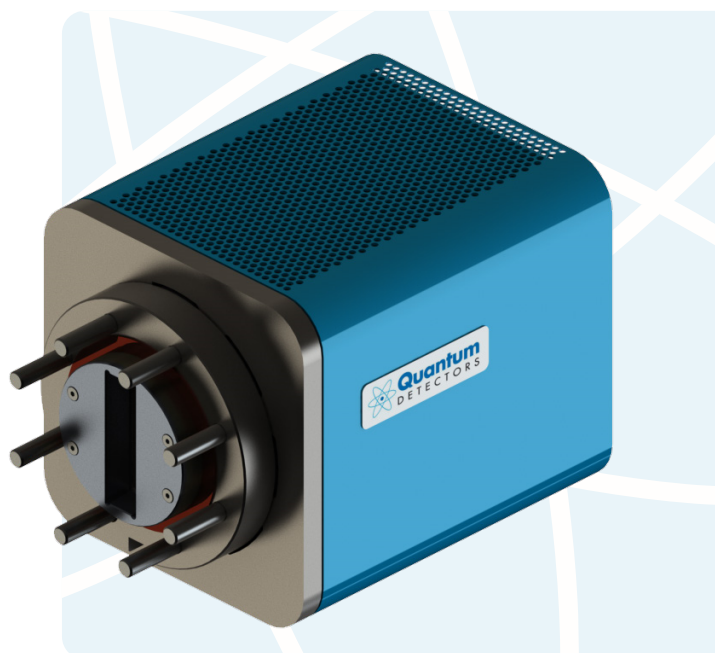
2 ビット (1600 fps)

30 keV~300 keV 動作

画素サイズ: 55×55 μm、アクティブエ

リア: 56×14 mm (1024×256 画素)

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



電子エネルギー損失分光法 (EELS) は、透過型電子顕微鏡で広く用いられている分析手法です。EELS法は、薄い試料を透過した後非弾性的に散乱した電子のエネルギー分布を検出しています。この現象は、原子種の濃度、光学特性、バンド構造、電子特性、および試料の厚さを測定するために使用することができます。磁気プリズムを備えた分光器を使用し、電子ビームを分散し、電子検出器で検出します。従来、この目的には CCD カメラが使われてきました。しかし、CCD カメラには、複数回の信号変換に伴うポアソンノイズ、読み出し時の固有ノイズ、熱背景ノイズ、撮影速度など、計測上、好ましくない特性がありました。

このノートでは、直接電子検出器である MerlinEELS を使用して EELS スペクトルを収集することの利点を紹介します。この検出器の主な利点は、ゼロリードアウトノイズ、ハードウェアベースの電子カウント、および高ダイナミックレンジです。

低損失電子とゼロロスピークのイメージングには、ゼロロスピークに含まれる電子の数が多いため、高いダイナミックレンジを持つ検出器が必要です。さらに、単色化したプローブを使用する場合は、モノクロメーターと同程度のポイントスプレッド関数の小さい検出器が不可欠です。検出器は、検出される電子の数に比べて局所的な変化が小さくても、スペクトルの詳細を画像化する必要があります。その例を図 1 に示します。

高エネルギーのコアロス電子イメージングは、試料の組成を原子レベルの分解能で分析することができます。しかし、高エネルギー損失電子の散乱断面積が非常に小さいことから、単一電子の感度が非常に重要になります。図 2 の例をご覧ください。

低損失 EELS における MerlinEELS のダイナミックレンジ

SrTiO_3 と LaMnO_3 の界面のスペクトルイメージングにおけるダイナミックレンジと低損失分解能のデモンストレーションを行います。イメージングは、LPS Orsay の Nion USTEM200 顕微鏡で、加速電圧 100 kV、プローブ 30 pA、コンバージェンス半値角 7.5 mrad で行った。MerlinEELS カメラ (256 x 1024 ピクセル) を Gatan ENFINA 分光器の背面に取り付けた。図 1 のスペクトルは、ゼロロスピークから ~1.2 keV までのエネルギー損失領域におけるカメラのダイナミックレンジを示しています。また、図 1 では、暗視野、ゼロロスピーク (明視野)、元素ピークの情報を比較しています。プローブのドウェルタイムは 1 ms、スキャンステップサイズは 50 pm です。このように、MerlinEELS は高いダイナミックレンジを持ち、低損失 EELS のイメージングに適しており、スペクトル内のすべての詳細を捉えることができます。

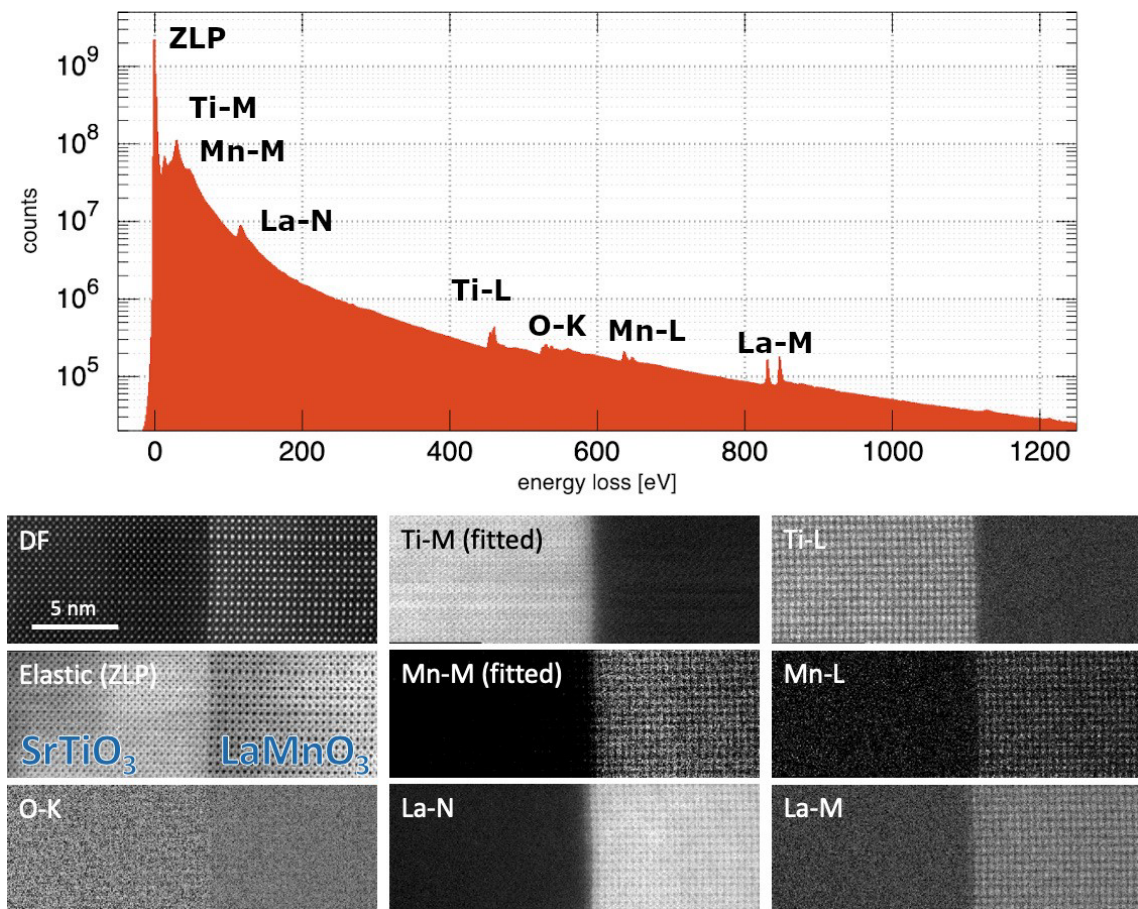


図 1 : MerlinEELS のダイナミックレンジのデモ。低損失 EELS (0-12 keV) で取得したスペクトル画像と対応するサンプルのピークマップ。スペクトルは、 SrTiO_3 / LaMnO_3 界面の 2D スキャンで取得したすべてのスペクトルを合計して生成した。スペクトルイメージングは、スキャンステップサイズ 50 pm、ドウェルタイム 1 ms、プローブ電流 30 pA、コンバージェンス半値角 7.5 mrad で行った。イメージングは、LPS Orsay, CNRS, Université Paris-Saclay において、MerlinEELS 検出器を搭載した Gatan ENFINA 分光器と Nion USTEM200 顕微鏡を用いて、100 kV で行われた。Data courtesy of Marcel Tencé and Alexandre Gloter.

MerlinEELSによる高エネルギー損失 EELS イメージング

前述したように、高エネルギー損失 EELS の収集には、ノイズを最小限に抑えた高感度の検出器が必要です。MerlinEELS で収集された画像には、熱雑音はピクセルエレクトロニクスで個別の電子イベントを認識することで効果的に除去されるため、熱雑音のバックグラウンドがありません。また、高度な設計を施したアナログ、デジタル回路を備えており、システムからの読み出しノイズは一切ありません。このように MerlinEELS 検出器は高エネルギー損失 EELS に非常に適しています。図 2 は、 SrTiO_3 と LaMnO_3 の界面を原子レベルで解析したもので、ハイロス (4.8 kV~5.7 kV) のチタン-K とランタン-L3 のエッジでマッピングされています。定量的には、La の原子列の中心部の 1 つのスペクトルは、平均 2.5 カウントで、標準偏差は 2.1 でした。

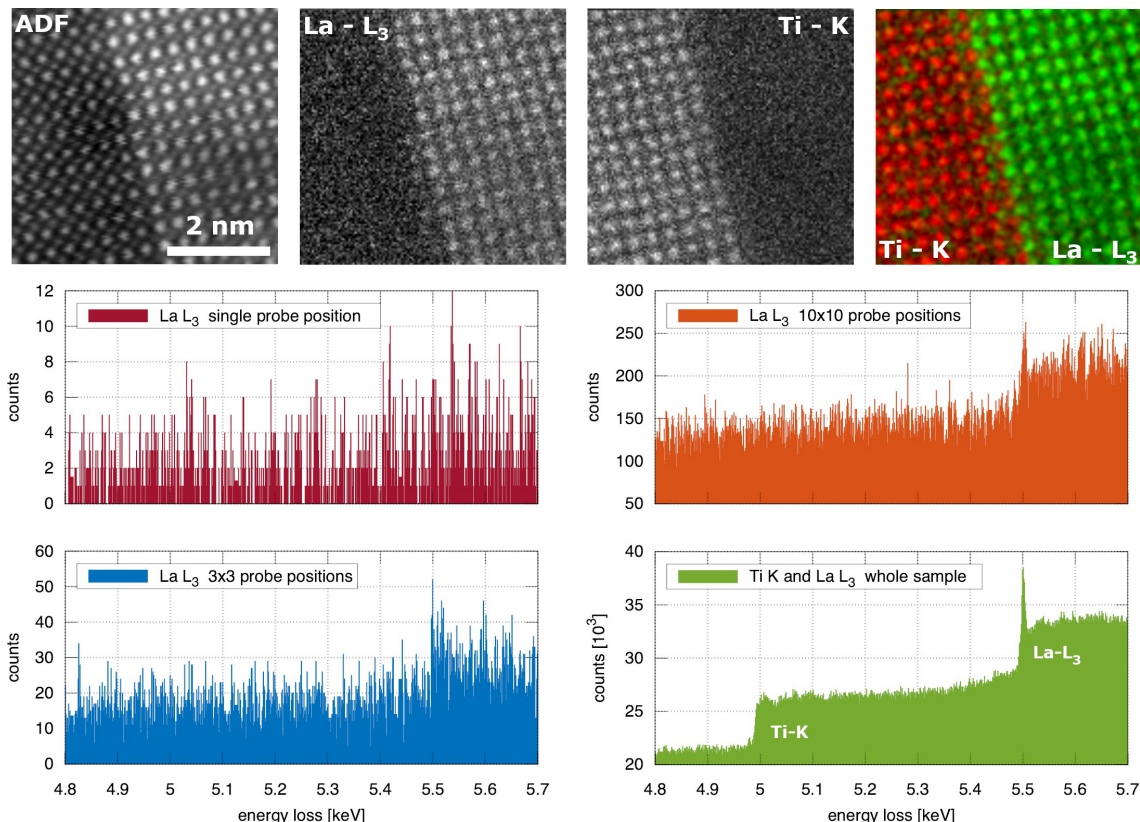


図 2 : 高コアロス・イメージング。MerlinEELS 電子計数検出器を用いた 4.8~5.7 kV の EELS イメージング。イメージングは Nion USTEM200 で、250 pA の電流で 100 kV のプローブを使用し、10 ms のドウェルタイムで行った。MerlinEELS カメラは Gatan ENFINA EELS 分光器に取り付けた。Paris-Saclay 大学 STEM LPS 研究室の Marcel Tencé 氏と Alexandre Gloter 氏のご好意によるものです。

上 : SrTiO_3 | LaMnO_3 界面のスペクトルイメージング ADF 画像と、La-L3 および Ti-K EELS エッジの画像を比較したもの。高いコアロス信号が原子レベルで明確に分解されています。右 (カラー) 図は、La 感度と Ti 感度を組み合わせたスペクトルイメージングを示しており、コアに局在した EELS 信号を持つ界面を研究する強力な方法を提供しています。

下図 同じスペクトル画像で、1 つ、3x3、10x10 のプローブ位置を合計した場合の信号対雑音比

右下の画像は、サンプル全体のスペクトルの合計を示しています。

左中央の La-L3 の画像は、信号強度が 0 から 12 の間に分布していることを示しており、従来の CCD では熱ノイズとの分離が困難で、高コアロスイメージングには計数検出器が不可欠であることを示しています。

