

# Experiment Brief

## K3 IS Camera and STEMx System

### タイトル

Ni-W合金中析出物の分布と濃度を明らかにする仮想 (BF/DF) 像観察

### 使用装置

リアルタイムでの電子カウンティング処理、高速連続データ取得、広視野の観察能力を備えた低電子線照射量像観察を可能とするK3™ ISカメラ、および4D STEM測定において、走査電子ビームとカメラフレームレートを正確に同期し高速データ取得をデータ損失無しに実現するSTEMx™ システム。

### 測定の背景

Ni-W合金は、その優れた耐腐食性と機械的特性、そして高い密度から原子力材料や防衛分野における応用が期待されています。これらの合金は、異なる組成の様々な析出相を加えることで狙った特性に制御されます。これまでは、暗視野(DF)TEM像観察がTEM薄膜試料中の析出物の観察に使用されてきました。もし逆空間中の広い範囲に興味がある場合には、対物鏡りを都度手動で移動させ像を取得する必要があります。これは電子顕微鏡観察においては労力と時間を要する作業です。

### 試料と観察手法

Gatan社のK3 ISカメラとSTEMxシステムが装着された日本電子株式会社製JEM-ARM300Fを使用して、4.8 ms/pixelの取得速度で4D STEMのデータセットを取得しました。データは342 x 213 ピクセルのそれぞれに対して1048 x 1048 ピクセルの回折図形を含んでおり、取得時間は約350秒です。データセットは取り扱いが容易となるように逆空間で4ピクセル角のビンニング処理を行い、約4 GBまでデータサイズを縮小しています。オフラインコンピュータのDigitalMicrograph®ソフトウェアを使用し、析出物の位置と濃度を観察するため暗視野像を抽出しました。

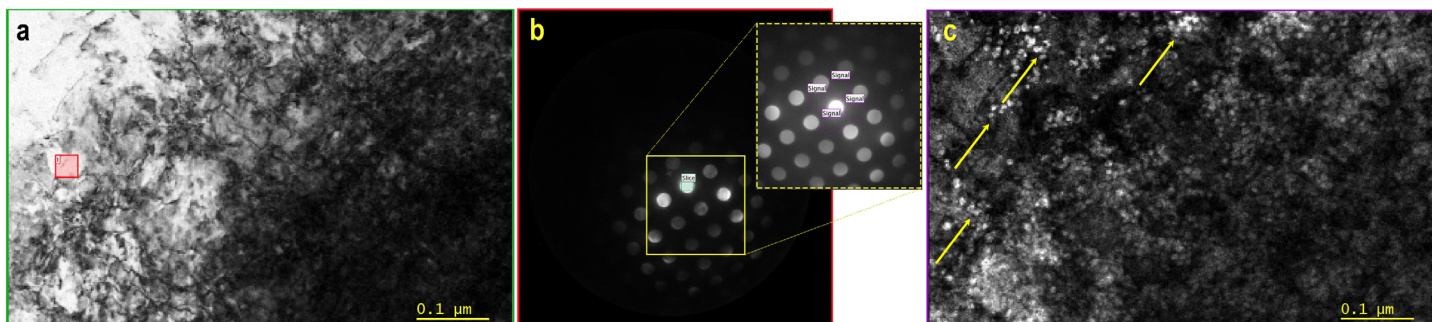


図1. Ni-W合金の仮想像観察。a) 仮想対物鏡り(図b中、緑色四角)から得られた仮想明視野 (BF) 像。b) 仮想制限視野回折図形 (図a中の赤色四角中のピクセルから積算した回折イメージングの積算像)。c) Ni-W合金中の析出物の位置(図中黄色矢印)を示す仮想暗視野像。図b中の挿入図は、像Cを生成する際に用いた四つの仮想対物鏡り(紫色円形)を示す。

### まとめ

Gatan社のK3 ISとSTEMxの組み合わせにより、非常に高速(256 x 256ピクセルの解像度時に3500 fps以上)かつ最高のシグナルノイズ比(電子カウンティング処理を使用)で4D STEMの回折実験が実現されます。これまでの暗視野像観察とは異なり、試料を電子顕微鏡から抜き観察を終了した後であっても4D STEMは逆空間の様々な角度範囲から暗視野像を得ることが可能です。これは貴重な電子顕微鏡の使用時間を節約するのみならず、試料中の観察対象を明らかにするための仮想像を生成する上で絞りの数や組み合わせ(例えば、対物鏡り、制限視野絞り、環状、分割など)を自由に選択、最適化することが出来ます。この全ての操作はデータの処理においてオフラインコンピュータで行うことが可能です。

### 謝辞

Xiaobing Hu、Roberto dos Reis、Vinayak Dravid様に初めノースウェスタン大学のグループに感謝いたします。

Gatan社は、試料作製装置からホルダー、ステージ、そしてイメージングと分析装置まで、電子顕微鏡の能力を高め拡げるための装置とソフトウェアの製造メーカーです。

This work made use of the EPIC, Keck-II, and SPID facilities of Northwestern University's NUANCE Center, which has received support from the Soft and Hybrid Nanotechnology Experimental (SHyNE) Resource (NSF ECCS-1542205); the MRSEC program (NSF DMR-1720319) at the Materials Research Center; the International Institute for Nanotechnology (IIN); the Keck Foundation; and the State of Illinois, through the IIN.