

STEM-パラレル EELS 元素マッピング



若者

小 粥 啓 子*

STEM-Parallel EELS Elemental Mapping

Key Words : STEM, EELS, Elemental Mapping

1. はじめに

大阪を離れて2年が経ちました。名古屋大学に赴任した当初は勝手がわからず、遊び仲間もいませんでしたので、ずいぶん寂しい思いをしました。また、私は応用物理学専攻出身で1学年40人強という環境で育ちましたが、こちらでは工学部電気系(電気, 電子, 電子情報)として1学年150人で、学生がお互いの顔を知らないとか、(割合は同じとしても)単位を落とす人数が信じられないくらい多いとか、いろいろ面食らいました。

現在では、100人分のレポートを採点するとか、授業をするとかいった物量的なことには慣れました。昨年度、大学院改革の波に乗って電気系及び情報学科が第3系として整備され、助手の数も一度に増えましたので、ここ2,3年の間に着任した助手ばかり(名大出身者は5割)でゴシップというメーリングリストを作り、「花が咲いた」と言っただけで厳寒の公園で飲んでほたえたりして、寂しいということもなくなりました。

昨年あたり、「阪大だったら××なのに」と

いった呪縛からようやく解放され、自分自身が「こわれた」を経て、少し「こなれた」感じがしています。新年度も始まり、また新しいフェイズで仕事をしようと思っています。今回は、この2年のまとめということで、私が担当した「走査透過型電子顕微鏡(STEM)及びパラレル電子エネルギー損失分光器(EELS)を用いた元素マッピングの研究」について述べたいと存じます。

2. STEM-パラレル EELS 元素マッピング

現在、分析電子顕微鏡法として、透過型電子顕微鏡(TEM)とEELS, エネルギー分散型X線分光器(EDS)などによる極微小領域の組成分析が、金属, 半導体, セラミックス, 生物など広い分野にわたって行われています。例えば、TEMとEELSを用いて、電子プローブ(直径: 数nm)を試料とする薄膜(厚さ: 数10nm)にあて、試料を透過した電子のエネルギー分光を行いますと、電子が試料との相互作用により失うエネルギーの値は各元素に固有なので、電子が透過した体積に含まれる元素を特定することができ、またスペクトル強度から元素濃度を定量的に求めることができます。さらに、スペクトルの微細構造を詳細に検討することによって、試料における電子結合状態や、近接原子間距離などを求めることも可能です。

TEM観察で試料の広い領域(直径: 数10nm)の構造を把握しながら、ナノ電子プローブ照射とエネルギー分光を行えば、界面や粒界での偏析など局所的に組成変化する試料につい

* Keiko OGAI

1967年2月23日生

1994年大阪大学大学院工学研究科・応用物理学専攻修了

現在、名古屋大学理工学総合研究センター、助手、工学博士、電子顕微鏡学

TEL 052-789-5277

FAX 052-789-3155

E-Mail ogai@nuee.nagoya-u.ac.jp



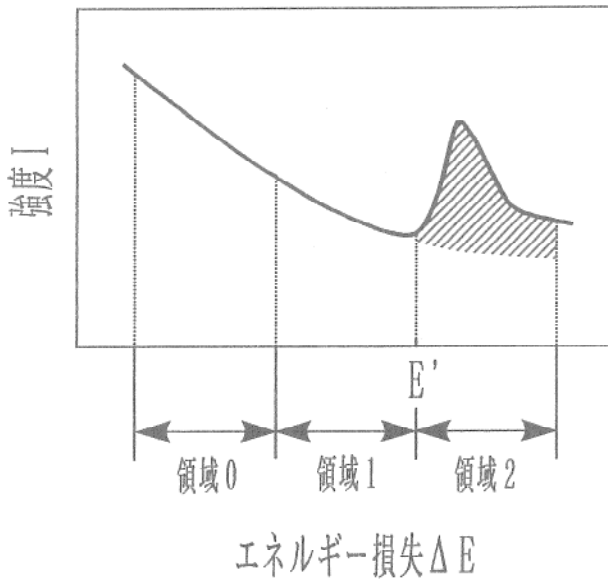


図1 スペクトルの模式図

て、構造と組成を結び付けた解析が可能です。本研究室で行っているSTEMとパラレルEELSを用いた元素マッピングでは、試料上ナノ電子プローブを走査しながら一定時間毎にスペクトルを計算機に取り込みます。図1にスペクトルの模式図を示します。図1において、試料との相互作用により特定のエネルギー E' を損失した電子の数は斜線部の面積で表されます。まず E' をはさんだ2つの領域を設定し、領域1のカーブを領域2まで外挿してバックグラウンドとして差し引き、面積を求め、これを各画素の輝度とする画像を作製します。得られる画像(元素マップ)は、特定のエネルギーを失った電子の数の空間分布、即ち(膜厚が既知であれば)特定の元素の濃度の空間分布を表します。従って、1枚の元素マップで構造解析と組成分析を同時に行うことができ、局所的な組成変化を直観的に理解することができます。

3. 他の技法との比較

一方、特定のエネルギーを損失した電子のみを選択して結像させるという機能を持った電子顕微鏡が開発され、計算機に取り込んだ数枚の画像(エネルギーフィルタ像)に演算処理を施し、元素マップを得るといった研究が進められています。このような電子顕微鏡として、電子顕微鏡の観察面(蛍光板)より前にエネルギーフィ

ルタが取り付けられている(インカラム型)Zeissのオメガフィルタや、観察面より後にエネルギーフィルタと結像系が取り付けられている(ポストカラム型)Gatanのイメージングフィルタなどが用いられています。さらに、昨年(1995)の日本電子顕微鏡学会で、私の先輩にあたる谷口佳史博士らが開発したインカラム型の日立の γ フィルタが発表され、電子顕微鏡学の新しい分野を拓く装置として期待されています。

これらの製品と本研究室の実験装置を比較することはとてもできませんが、数枚のエネルギーフィルタ像から元素マップを得る技法と、STEM-パラレルEELSを用い各画素に対応するスペクトルから元素マップを得る技法とを比較しますと、後者は

- (1) 元素マップ1枚あたりの試料への電子照射量が小さい。
- (2) 元素マップの空間分解能において色収差の影響がない。
- (3) 同時に暗視野STEM像を得ることが出来る。

などの特長を持つと期待されます。

説明を加えますと、(1)について、エネルギーフィルタ像の各画素は図1の領域2における全面積(バックグラウンド含む)を輝度に変換したものに相当します。従って、元素マップを得る(斜線部の面積を得る)ためには、領域0及び1に対応するエネルギーを損失した電子からなるエネルギーフィルタ像を得てバックグラウンドを推定し、領域2に対応するエネルギーを損失した電子からなるエネルギーフィルタ像から差し引かなければなりません。これに対し、STEM-パラレルEELS法では1度の走査で各画素のスペクトルを取り込みますので、領域2のエネルギー幅が同じで、検出システムの検出量子効率(DQE)が等しければ、同じS/Nの元素マップを得るための電子照射量は1/3となります。これは、例えば電子照射によって壊れやすい生物試料のマッピングなどに非常に有効であると考えられます。

(2)について、エネルギーフィルタ法で得られる元素マップの空間分解能は、電子顕微鏡の対物レンズに色収差があるために、図1におけ

る領域2のエネルギー幅によって決まりますが、STEM-パラレルEELS法では電子プローブ径によって決定され、高分解能元素マッピングに有効であると考えられます。

(3)について、エネルギーフィルタ法では特定のエネルギーを損失した電子のみを結像させ、他はカットしますが、STEM-パラレルEELS法では試料により低角度(およそ10mrad以下)で散乱された電子をエネルギー分光し、高角度で散乱された電子をアニュラ検出器で測定することによって、元素マップと暗視野STEM像を同時に得ることができます。これは、例えば電子線ナノリソグラフィを行いながら電子照射下の生成物を組成分析する際の膜厚のモニタなどに非常に有効です。

4. 装置と今後の計画

本研究室の実験装置は、6ホウ化ランタン熱電子放出型電子銃を備えた加速電圧200kVのSTEM:日立H-8000, パラレルEELS:Gatan model 666と自作の検出システムから構成されます。model 666では、パラレル電子検出器としてシンチレータ(YAG)と1024チャンネルのフォトダイオードアレイが用いられます。しかしながら、スペクトルの読み出しはシリアルに行われるため、1画素(1024チャンネル)あたりの読み出し時間は最短で25msとなり、例えば158×800画素分スペクトルを取り込むとすると、1枚の元素マップを得るために約50分かかり、装置の機械的・電氣的不安定性の点か

ら実際に行うことは困難です。そこで、1024チャンネルの代わりに35チャンネルのフォトダイオードアレイを取り付け、同画素分のスペクトルを2.3分で読み出し、バックグラウンドを減算して、元素マップを表示させるシステムを作製しました。システムは、検出器、読み出し回路、プリアンプ、16ビットA/Dコンバータ、パーソナルコンピュータとSTEMの走査と同期を取るための制御回路から構成されます。私が本研究室に来た時にはシステムがひと通りできあがっており、それからプリアンプの改良とノイズ対策を行い、同電子数(10^4 個)に対するDQEを4倍程度上げることができました。現時点で典型的な値として、直径10nm, プローブ電流1nAの電子プローブを用い、膜厚20nmの試料の元素マップが得られることを確認しています。

今後の予定として、例えば元素マッピング-暗視野STEM法による電子照射ダメージの研究など、STEM-パラレルEELS法の特長を活かした研究を計画しています。新しいものを作り出す、あるいは新しい現象を観察するためには全く新しい電子顕微鏡を作ることがこれからの課題であろうと私の博士論文に書いたのですが、正直なところ、装置はできたものの、観察対象たるべき最先端の材料、最先端の物理については現在勉強中です。この文章を読んで下さった方々に是非とも貴重なアドバイスをいただきたく、お願い申し上げます。

