

# 自動収差補正装置とCold-FEGを搭載した透過電子顕微鏡による 低加速電圧原子分解能観察と分析

橋口 裕樹、佐川 隆亮、奥西 栄治、遠藤 徳明、近藤 行人  
日本電子株式会社 EM事業ユニット

## 背景・目的

近年、CNTを代表とするカーボン材料や2D材料の構造を原子レベルで観察や分析といった需要が増えてきている。しかし、これらの材料は高加速電圧で観察や分析を行うと、ノックオンダメージにより破壊されやすく、元の構造を保ったままの観察や分析が困難であることが多々ある。低加速電圧にすることでノックオンダメージは低減されるが、電子線の波長が長くなるために、回折限界および色収差により分解能は悪化してしまう。しかし、収差補正装置と冷陰極電界放出型電子銃(Cold-FEG)を搭載した電子顕微鏡により、許容される収束角は向上し、エネルギー分解能は向上した結果、低加速電圧でも高分解能での観察や分析が可能となってきた。そこで今回我々は、30kVという極低加速電圧で原子分解能観察や分析が行えるようになったことを報告する。

## 高次収差補正装置

高次収差の中でも6回非点は重要

$$A_5 = \frac{9 \cdot M^2 \cos 6\theta}{56(f^*)} l \times (Cs)^2$$

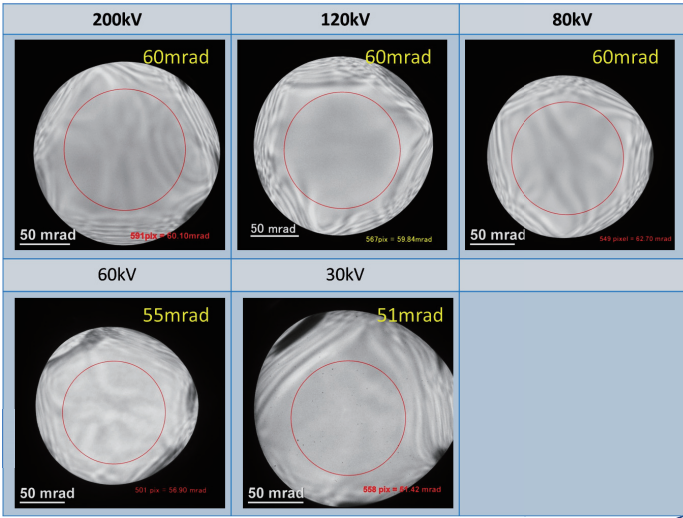
f: focal length

f: Lower kV < Higher kV  
A5: Lower kV > Higher kV

高次収差補正装置では、  
5次の収差まで補正可能

200kVから30kVまでロンチグラムの  
フラット領域の拡大

Fig. 1 各加速電圧におけるロンチグラム



## 冷陰極電界放出型電子銃

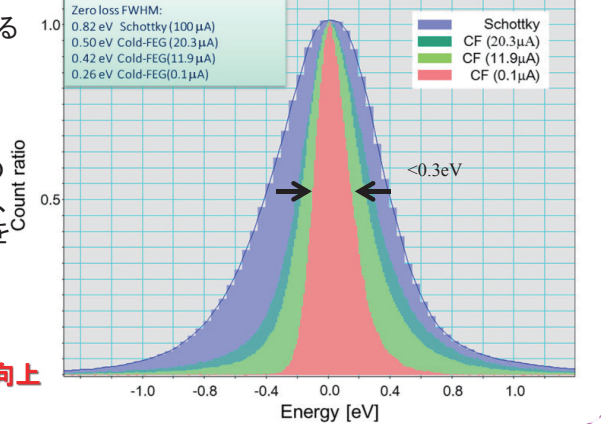
電子光源は電子顕微鏡を構成する  
輝度、干渉性、プローブ径、  
エネルギー分解能の点で重要

ショットキー型に比べてCold型の  
エネルギー分解能は通常使用で、  
0.5eV以下と高く、引き出し電圧を  
下げることで0.3eV以下  
にすることも可能

電子線のエネルギーブレッドの向上

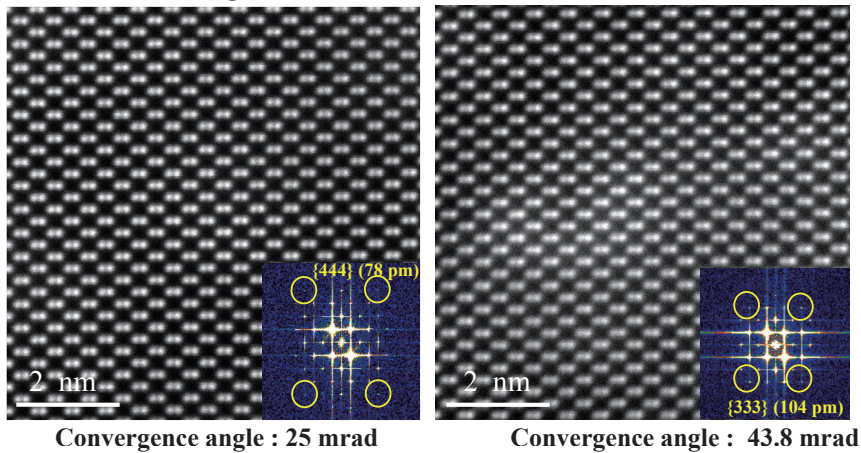
ロンチグラムのフラット領域の拡大  
電子源のエネルギーブレッドの向上 → 低加速電圧での分解能向上

Fig. 2 ショットキー型とCold型のエネルギー分解能の違い



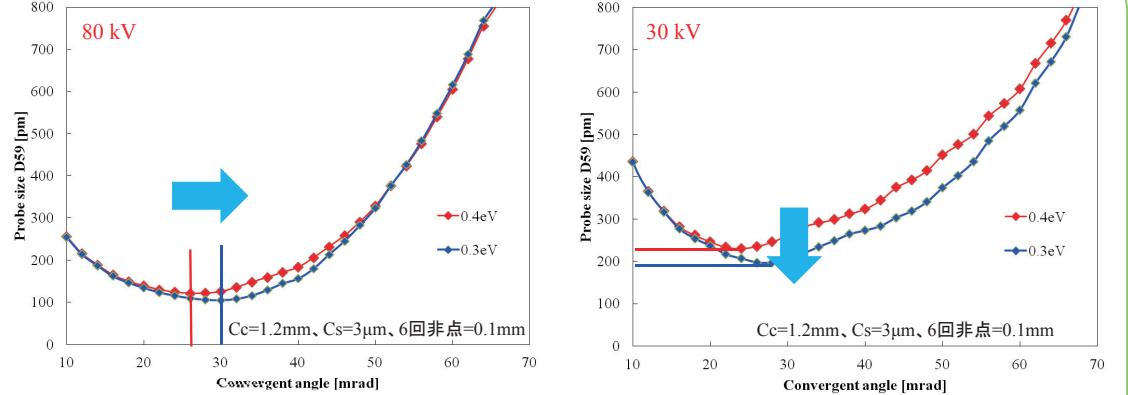
## 収束角とプローブ径の関係

Fig. 3 異なる収束角でのSTEM-ADF像



単純により大きな収束角を用いても小さなプローブを得られない → 色収差の影響

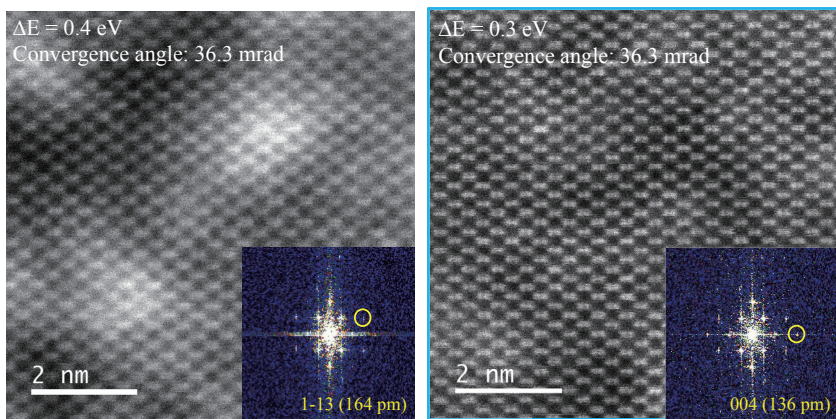
Fig. 4 80kVと30kVでのエネルギー分解能の違いによるプローブ径のシミュレーション



エネルギー分解能の向上 → プローブ径の縮小  
→ 大きなCL Ap.を使用可能 (電流量の増加)  
低加速になればなるほどエネルギー分解能向上が  
プローブ径に大きく寄与

## 原子分解能観察と分析@30kV

Fig. 5 異なるエネルギー分解能でのSTEM-ADF像

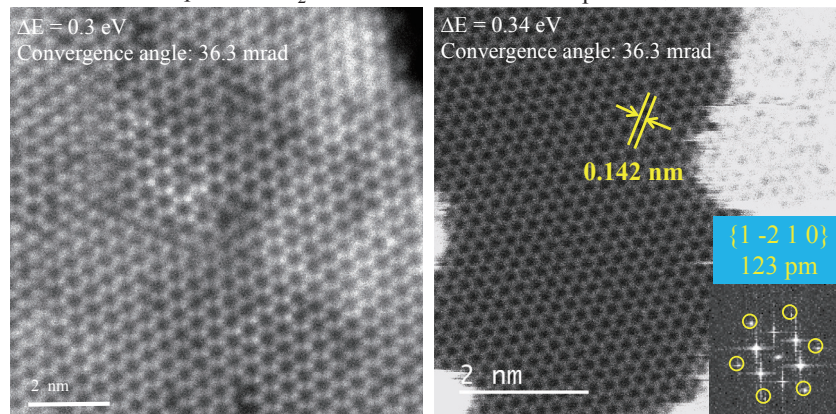


エネルギー分解能 0.4 eV → 0.3 eV  
空間分解能 164 pm → 136 pm

30フレーム  
積算

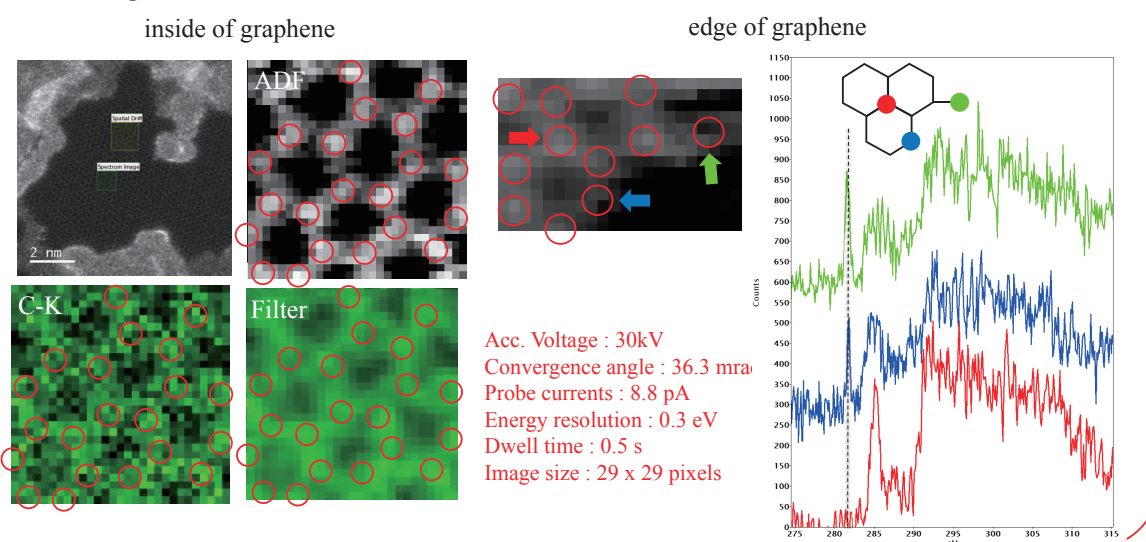
エネルギー分解能向上により、Si[110]のダンベル構造が明瞭に観察された

Fig. 6 30kVで取得したMoSe2とグラフェンのSTEM-ADF像



どちらの試料でも六印環が明瞭に観察された

Fig. 7 単層グラフェンのSTEM-ADF像とEELS分析



## まとめ

Cold-FEGと高次収差補正装置により低加速電圧での分解能が大きく向上した。さらに、引き出し電圧を下げることで、エネルギー分解能を向上させ、大きなCL Ap.を使用することで、大きな電流量を稼ぎつつ小さなプローブを得ることが出来た。その結果、30kVという低加速でも、原子分解能観察、分析が可能であることを紹介した。さらに、単層グラフェンのEELS分析では、カーボンの結合数により、異なる場所にピークが現れることを確認した。これは、それぞれの電子状態を反映していると考えられる。