

# Talos (S)TEM材料科 学研究向け電子顕微鏡

多次元での定量的な材料特性評価をより<br />
り迅速かつ正確に実施

thermo scientific

## はじめに

材料科学研究におけるブレイクスルーは、信頼性の高い高 分解能情報がすぐに得られるかどうかによって左右されま す。この情報があることにより、研究者は材料の性能を最 適化することができます。材料の機能や挙動を正確に理解 するには、2Dおよび3Dにおける組成データと構造データを 取得するとともに、高度な可視化と試験を行う必要がありま す。これにより、材料の研究者は材料挙動の予測に必要な 情報を得ることができます。

#### Talos (S)TEM

Thermo Scientific<sup>™</sup> Talos<sup>™</sup>走査型透過電子顕微鏡(STEM)は、ナ ノ材料の定量的な特性評価を迅速かつ正確に行えるように設計さ れています。Talos F200 TEMは、いくつかの高分解能電界放出型電 子銃(FEG)が用意されています。S-FEG、高輝度X-FEG、超高輝度 X-CFEGのいずれかを選択できます。X-CFEGは、高品質(S)TEMイ メージングと高エネルギー分解能を兼ね備えています。シンプルな自 動操作により、高品質なデータがすぐに得られるため、材料のイメー ジングと分析が加速されます。Talos STEMは、非常に優れた高分解 能(S)TEMイメージング、エネルギー分散X線分光(EDS)信号検出で の比類ない進歩、独自の組み込み式検出器ソリューションを用いた 組成マッピングによる3D化学特性評価が可能です。Talos (S)TEMは 人間工学に基づいて設計されており、明るい室内での遠隔操作も可 能です。



Talosシステムラインアップ:Talos L120C G2 TEM(左)、Talos F200i TEM(中)、 Talos F200X/C/S G2 TEM(右)。

#### Align Genie自動アライメント

Align Genieにより、顕微鏡のセットアップとアライメントの時間を短縮できます。日常的なTEMの調整は、最適化され再現性のあるセットアップになるよう自動で調整することが可能です。この自動化により、初心者のオペレーターでも本装置の操作を容易に習得でき、マルチユーザー環境でもオーバーヘッドを削減でき、さらに熟練オペレーターはデータが得られるまでの時間を短縮することができます。そのため、Talos (S)TEMは、高分解能のナノスケールデータを入手したいと考えている顕微鏡使用者や材料研究者にとって最適なツールです。

#### Veloxソフトウェアによる簡単なマルチモーダルデータ取得

Talos (S)TEMは、マルチユーザーや複数分野の研究用に設計されて おり、また、Thermo Scientific Velox<sup>™</sup>ソフトウェアのユーザーインター フェースが搭載されているため、初心者に最適な装置です。Veloxソフ トウェアを用いれば、迅速かつ簡単な方法で、マルチモーダルデータ を取得・分析できます。また、検出器パネルでは、すべての光学系設 定をグラフィカルに確認でき、検出器の状態(カメラ長の変更時、ビー ムのブランキング時など)もライブで更新されます。これにより、研究 者は操作中に実験条件を常に把握することができます。このような 条件は画像とともに保存されるため、結果を簡単に再現できます。さ らに、実験後に行う画像シミュレーションに必要な情報もすべて記録 されています。





Veloxの光学系および検出器レイアウト表示例



#### Mapsソフトウェアによる高分解能かつ広領域イメージングと 分析データの取得

現代の材料科学では、さまざまな長さスケールとモダリティのプラット フォームで試料特性を得るために、マルチモーダルで統計的に意味 のあるデータが必要になります。ナノ粒子や触媒試料の研究、および 金属析出物においてこの重要性がさらに増しています。TEMおよび EDS用のThermo Scientific Maps<sup>™</sup>ソフトウェアは、さまざまな長さス ケールにわたってナビゲーションを自動化することにより、大量の試 料を迅速かつ再現性よく特性評価することができ、関連領域におけ るピンポイントでコンテキストに基づいた分析を行うことができます。

システムの自動化

- 広い領域の画像を取得し、観察のコンテキストを保持
- さまざまな分解能での自動画像取得を複数サンプルで簡単に 設定可能
- 顕微鏡を夜間または週末に連続使用可能

#### 相関顕微鏡法

- 任意のソースからイメージをインポート
- マルチスケール・多種類の分析データを簡単に管理
- コンテキストを把握しながら効率的にすべてのデータを検討・ 解釈

#### 自動粒子ワークフロー

APWパッケージは、前項で説明したMapsソフトウェアの機能に加 え、Avizo2Dソフトウェアをインストールした専用処理PCで独自の データ処理が可能です。これにより、ナノ粒子の粒径、領域、周長、形 状、係数、接触などのパラメーターの自動測定が可能です。

この完全自動無人ソフトウェアパッケージで以下のことが可能になります。

- 毎日24時間稼動
- より多くの統計データを取得(通常、>500粒子/時)
- オペレーター依存がないため、再現性が著しく向上
- Avizo2Dでのレシピ設定を簡単かつ柔軟に行うことができるため、ナノ粒子や知覚領域に対して多くの複製を作成可能





自動粒子解析ワークフローの例:Pt-Rh粒子解析:粒径、領域、周長、形状係数、接触など。試料提供元:B. Gorman教授およびR. Richards教授、Colorado School of Mines。

#### Talos X-TWINレンズにより、クラス最高の(S)TEM分解能と、 あらゆる材料への分析能力を実現

再現性が高い高性能TEMカラムにワイドギャップX-TWINポール ピース(さまざまなアプリケーションに柔軟に対応可能)を組み合 わせることで、高分解能での3D観察やin situ動的観察が可能と なります。X-TWINカラムは、20~200 kV Thermo Scientific Talos F200X、F200S、F200i FEG (S)TEMで利用できます。Talosシリーズに は、高速4k解像度のThermo Scientific Ceta" 16Mカメラが搭載され ており、TEMモードおよびSTEMモードでのドリフト補正フレーム積算 (DCFI)を組み合わせることで、広視野かつ高速でドリフト補正イメー ジングが可能となり、64ビットプラットフォーム上での高感度で正確な 試料ナビゲーションも実現できます。Talos (S)TEMsにはワークフロー ベースのVeloxソフトウェアが搭載されており、直感的な操作でイメー ジ取得・分析を実施できます。Talosシリーズは、こうしたすべての機能 が組み合わされているため、市販されている(S)TEMシステムの中で もっとも生産的な装置になっています。

#### 高コントラスト用のTalos C-TWINレンズおよびソフト材料用の クライオTEM

Talosファミリーの他の2機種である20~200 kV Thermo Scientific Talos F200C FEGおよび20~120 kV L120C thermionic (S)TEMに は、さらに広いC-TWINポールピースギャップが採用されており、バイ オマテリアルの3D特性評価において強力かつ汎用な高分解能シス テムとなっています。特に、細胞生物学およびナノ技術研究における 高コントラストおよびクライオTEMイメージングに重点が置かれてい ます。また、C-TWINポールピース間の距離が広いため、回折アプリ ケーションや特殊な試料ホルダーでも大きな傾斜範囲が可能になり ます。C-TWINレンズは位相板を使用できるため、コントラストをさらに 向上させることができます。

#### 使いやすい - モードおよび加速電圧の迅速な切り替え

HRTEMからHRSTEMへなどの迅速なモード切り替えは、マルチユー ザー、マルチ材料の環境で高い生産性を得るのに必要不可欠です。 コンスタントパワー対物レンズと低ヒステリシス設計に、使いやすい設 定保存が組み合わされることで、モードおよび加速電圧の切り替えが 簡単かつ再現性高く実施できます。目的のアプリケーションに最適化 された(FEGレジスターと呼ばれる)プリアライメントを読み込むだけ で、データ収集をすぐに行うことができます。

コンスタントパワー対物レンズにより加速電圧が可変であるため、非常に広範な試料に対応できます。たとえば、80 kVから200 kVへの切り替えはシングルクリックで行え、加速電圧の切り替え中にビームを確認することができます。

#### 迅速で再現性のよい晶帯軸合わせ

Thermo Scientific CrystalPack<sup>\*</sup>ソフトウェアを使用すると、Bチルト のコンピューセントリックおよび回折条件間の高速切り替えや、所望 の晶帯軸へのチルトを自動で行うことができます。所望の晶帯軸を 入力するとシングルクリックで目的の晶帯軸に再現性よく自動的にチ ルトされます。



アルミニウム-ジルコニウム合金の微細構造の高分解能DCFI STEM画像。試料提供: オランダ、デルフト工科大学。



ニッケル合金のウィークビーム暗視野TEM。試料提供:G. Burke教授、Manchester University。

#### Panther STEMイメージングを迅速に最適化するAutoSTEMソ フトウェア

Panther STEMは、検出器と増幅器が改良された最新世代のSTEM エンジンです。最適化された機械的アライメントと検出器配置によっ て、マルチ信号取得および機械的アライメントの正確性が向上して います。ゲイン/オフセットの線形応答とシグナル処理における高い 柔軟性によって、スループットが向上し操作が簡単になっています。 最大16個のセグメント(今後のアプリケーション用)と、新設計された 低線量STEMに対応する超高感度増幅器により、より詳細なイメー ジングが可能となります。Thermo Scientific AutoSTEMソフトウェア により、ボタンひとつで自動フォーカスと非点収差補正が実行でき、 非常に高品質の(HR)-STEM画像が再現性よく得られます。これに よりHRSTEMが簡略化され、高い専門技能レベルは必要ありませ ん。AutoSTEMは結晶領域で使用できるため、通常のロンキグラム 調整で必要となる非晶質領域を見つける作業が必要なく、フォーカ ス・非点調整が容易に行えます。







#### イメージング結果

この画像では、16メガピクセルでのデータ取得により、同時にすべて の情報が記録されています。デジタルズームを使用することによって、 原子レベルでの詳細情報を抽出できます。広視野の4k x 4k Cetaカ メラにより、加速電圧範囲全体にわたって高感度かつ高速のライブ デジタルズーミングが可能です。この例は、白金/ロジウム触媒のナ ノ粒子が広視野観察例です。デジタルズームを使用することで、原子 レベルまで詳細情報を抽出できます。内蔵のピエゾ拡張ステージに より、正確な試料ナビゲーションおよびドリフト補正が可能です。



白金/ロジウム触媒ナノ粒子。試料提供:B. Gorman教授およびR. Richards教授、Colorado School of Mines。





NanoEx i/v MEMS加熱ホルダーで1,000°Cに加熱した金ナノ粒子の合体、フル4k x 4k 分解能画像(左)、拡大図(右)。



PS-PMMAブロック共重合体:PMMAユニットでのラメラ構造、80 kVで暗コン トラストで表れている試料提供:Kevin Jack教授およびIdriss Blakey教授、 University of Queensland。



水中でのポリマー気孔。試料提供:Institute of Molecular Genetics of the ASCR, v. v. i.,Vlada Filimonenko氏、Pavel Hozak氏。

Ceta高速オプションにより、4k x 4k視野のTEM画像を毎秒30フレームで記録できるため、必要な情報をすべてキャプチャ可能です。広視野イメージングにより、複数のin situイベントを同時にモニタリングでき、また統計情報も得られます。

### C-TWINレンズによる低加速電圧でのハイコントラストイメージング

ポリマーのTEM特性評価における課題のひとつは、構造特徴部間の コントラストが比較的低いことです。コントラスト向上手法はさまざま で、試料染色や低加速電圧観察などがあります。

C-TWINレンズによる低加速電圧イメージングでも、コントラストが著 しく向上し、共重合体構造の内部形態が詳細まで示されています (左)。この例では、80kVの低加速電圧TEM画像によって、ブロック 共重合体ポリスチレン-b-ポリ(メチルメタクリレート)からなる加熱後 のポリマーフィルムの形態観察が示されています。ラメラ構造が、明 コントラストのPS領域と暗コントラストのPMMA層となって示されてい ます。

コントラストをさらに向上させるために、C-TWINレンズで位相板を使用することもできます。



#### 磁気構造の微分位相コントラストSTEMイメージング

微分位相コントラストSTEMイメージング(DPC-STEM)を使用すると、 試料内および試料周辺における磁場の強度および分布を画像化で きるため、磁区構造を直接表示できます。DPC-STEMでは、4分割さ れた暗視野検出器が使用されます。各信号が同時に取得され、回折 パターンのシフトが測定されます。Thermo Scientific TEMで用いら れるVeloxソフトウェアには、ライブDPC取得のオプションがあり、ユー ザーインターフェースに完全に統合されています。

右図は、データストレージ装置用の固体磁性材料として将来有望と されている、M型バリウムへキサフェライトの磁区構造および磁壁(ブ ロッホ磁壁)です。各磁区における磁場の相対強度および方位をマッ プで視認できます。磁壁を横切る磁場の変化から、どのような磁壁が 存在するかや磁壁の厚さ、磁壁構造の欠陥や変化、およびこれらが 全体として材料性能にどう影響するかがわかります。この技法はイン フォーカスのSTEM画像であり、磁場強度だけでなく磁場方位の定量 的な情報も得られるため、磁性構造の可視化において強力な技法と なります。

この他にもさまざまな可視化が可能で、あらゆる側面から磁性構造 の可視化ができます。

#### 積算微分位相コントラスト(iDPC)STEMを用いた低線量高コ ントラストイメージング

革新的な積算微分位相コントラスト法により、きわめて低い電子線量 で、最良のコントラストとSN比が得られます。これにより、軽元素を含 む電子線に敏感な材料を原子分解能で画像化できます。右に示す 例では、ゼオライト試料がわずか2 pAのビーム電流で撮像されてい ますが、0.16ナノメートルまで分解されています。



M型バリウムヘキサフェライトの磁区構造および磁壁各点での磁場強度(左)、または 磁場方位のカラーホイール表示(右)など、磁気構造のさまざまな側面を強調表示する ことができる。試料提供:H. Nakajima氏およびS. Mori氏、大阪府立大学。



ゼオライト試料のDPC画像(左)、高速フーリエ変換(右上)、ゼオライト試料のiDPCデジ タルズーム画像(右下)。





時効インコネル超合金625の制限視野回折。マトリックス材料の[100]晶帯軸方位のみで小析出物の構造情報が弱い回折として確認される。試料提供:G. Burke教授、Manchester University。

#### 電子回折

制限視野電子回折は、ナノ結晶材料に関する構造情報が必要な際 に、X線回折を補完する技法です。Cetaカメラはダイナミックレンジが 広いため、母材の強い回折の近くに出る弱い回折が検出できていま す(左の例を参照)。

Talos (S)TEMの柔軟なコンデンサーシステムにより、さまざまな収束 ビームを作ることができます。収束電子回折(CBED)を使用すると、 結晶試料の完全三次元対称性を明らかにでき、結晶点群の決定や サンプル膜厚測定が可能になります。



異なるカメラ長で得られたシリコンの[011]方向からのCBED(収束電子回折)パターン。Talos F200 (S)TEMの柔軟性とCeta 16Mカメラの広いダイナミックレンジが示されている。

#### スペクトル解析

サイドエントリー格納式EDS検出器をオプションにより、元素分析が 実施できるようになります。Talos (S)TEMには、検出面積30 mm<sup>2</sup>また は100 mm<sup>2</sup>のシングル検出器から、検出器が対称配置されたインカ ラムSuper-X検出器や100 mm<sup>2</sup>大面積デュアル検出器(「Dual-X」) まで、幅広いEDSソリューションを搭載できます。これらのソリューショ ンはいずれもVeloxソフトウェアに完全に組み込まれ、独自の吸収補 正が可能となるため、より正確な定量結果が得られます。Veloxソフト ウェアとSuper-X検出器およびDual-X検出器を組み合わせると、自 動EDSトモグラフィーも実施できます。

4つの対称配置ウィンドウレスSDDを搭載したSuper-X EDSでは、非常に高品質なスペクトルが迅速に得られます。元素分布を可視化する際は、EDSがもっとも簡単なアプリケーションです。横方向の分解能が高い状態で組成を識別するには、収集効率を高くするとともに、システムの疑似ピークやバックグラウンドなどの不要なシステム信号を最小限に抑えることが必要です。

Super-X検出器およびDual-X検出器は材料科学に最適化されてお り、あらゆるサンプル傾斜条件下で化学的信号を向上させることが できます。独自のVelox吸収補正機構では、対称配置された検出器 配置と、ホルダー設計(試料傾斜によるシャドーイング変化)が考慮 されています。その結果、全傾斜範囲で高精度な元素定量結果が得 られます。

Dual-X検出器では、より電子線に敏感な材料の元素分析が行えます。



カドミウム硫化物試料、主に光学アプリケーションに使用される。サイドエントリー格納 式EDSで分析。試料提供:Li Haidong教授、Qingdao University。





金-ニッケル合金ナノ粒子にDual-Xにて、1分未満で取得した広範囲かつ高分解能の EDSマッピングの例。試料提供:J. Bursik氏、ブルノの材料科学研究所。









SrRuMnOの原子分解能のEDSマッピング。試料提供: NSF支援の下、Rongying Jin教 授、Louisiana State University。

 ${\sf Sr_3}({\sf Ru_{0.84}}{\sf Mn_{0.16}})_2{\sf O_7}$ 

#### 原子分解能EDS

Super-X検出器およびDual-X検出器の独自設計により、特に高輝度 X-FEG電子銃または超高輝度X-CFEG電子銃をオプション装備した 場合、以前はCs補正装置でのみ可能だった原子分解能EDSマップ の取得が可能になります。





P-Zn-Inナノチューブ:ナトリウムイオンおよびリチウムイオン電池用の電極材料として使用されるナノチューブの例。合成中における亜鉛の偏析はあまりよく知られていない。しかし、この元素マップとEDSトモグラフィーでは、他の元素に対する亜鉛の分布が非常にはっきりと明らかになっている。さらに直線部のナノチューブにはほとんど亜鉛がないことが示されている。試料提供:Reza Shahbazian Yassar博士、Michigan Tech University。



銀ープラチナのコアーシェル・ナノ粒子のAg-PtコアーシェルEDSトモグラフィー、数ナノメートルの分解能を有する。コアの銀(赤色)はプラチナシェル(緑色)に覆われており、わず か数ナノメートルの厚さ。EDSトモグラフィーにより、部分的にコアを露出させる微細れが 可視化されている。この使用例では、プラチナ層が連続か微細れがあるかを判断する ことがきわめて重要であった。この判断は通常の二次元EDSマップでは不可能であるた め、二次元EDSトモグラフィーが採用された。試料提供:Yi Ding教授およびJun Luo教 授、Center for Electron Microscopy、Tianjin University of Technology。

#### EDSトモグラフィー

Super-XシステムとDual-X EDSシステムの検出器配置は、横方向の 高分解能において最良の3D元素組成情報を得るのに理想的です。 これは、あらゆる材料科学研究室で必須のアプリケーションとなって います。当社では、完全自動で包括的なEDSトモグラフィーのアプリ ケーションパッケージをご用意しています。その中には、トモグラフィー ホルダー、対称配置Super-X/Dual-X検出器、一連の傾斜像を自動 的に取得・分析するソフトウェア、Thermo Scientific Inspect3D再構 築ソフトウェアおよびAvizo可視化ソフトウェアなどがあります。

Thermo Scientific自動EDSトモグラフィーソフトウェアを使用すると、 セットアップを柔軟な条件で迅速かつ簡単に行い、スループットと データ品質を最適化できます。傾斜範囲、傾斜ステップおよび手順を セットアップし、使用する検出器を自由に選択できます。トモグラフィー ソフトウェアの自動機能により、データの完全自動取得が可能となる ため、無人操作による夜間データ収集も可能になります。

#### EELS

超高輝度X-CFEGは、大幅に改良された電子エネルギー損失分 光(EELS)エネルギー分解能(S-FEGおよびX-FEGと比較)を備え ているため、試料の化学的組成に関する情報がより多く得られま す。S-FEGおよびX-FEGの「標準的」エネルギー分解能は<0.8 eVで す。そのため、特定のアプリケーションに対しては、十分な微細EELS スペクトルが得られず、試料の化学的組成に関する正確な情報が 得られません。これに対し、X-CFEGのエネルギー分解能は<0.3 eV です。

下図には、酸化コバルト(Co<sub>3</sub>O<sub>4</sub>)の高分解能EELSスペクトルを示し ています。Co<sub>3</sub>O<sub>4</sub>は、地中に多く存在し注目されているCO酸化触媒で す。ナノ構造金属酸化物触媒の最適化は、活性サイト近傍の不活性 カチオンを置換することにより、露出した表面全体の活性を高めるこ とで可能となります。遷移金属におけるEELS Lピークは、電子の2p軌 道から3d軌道への励起に由来するものです。L2,3ピークの形状およ び比率は、3d軌道の占有率に応じて異なります。

![](_page_11_Picture_10.jpeg)

![](_page_11_Figure_11.jpeg)

X-CFEGは他の電子銃よりも、輝度、光源サイズ、エネルギー分散の点において優れて います。ここに示したのは酸化コバルトのSTEM + EELSスペクトルで、エネルギー分解 能はく0.26 eV(赤色)。同一試料をエネルギー分解能0.7 eVのX-FEGで分析(緑色)。 X-CFEGスペクトルの微細構造(赤色)が明瞭に得られており、CoL3上のショルダーとし て見えるCo<sup>2+</sup>が明らかになっている。このショルダーは緑色のスペクトルでは確認できま せん。結果は、200 kVにおいて、それぞれX-CFEG(赤色)およびX-FEG(緑色)を搭載し たTalos F200を用い、Gatan Continuum 1066およびPanther STEMで測定されたもの。

#### 全Talosモデルの比較表(主要オプションを含む)

	Talos F200i				Talos F200S	Talos F200X		Talos L120C	Talos F200C
ポールピース	X-TWIN							C-TWIN	
電子銃のタイプ	S-FEG	S-FEG	X-FEG	X-CFEG	S-FEG	X-FEG	X-CFEG	LaB₅/W	X-FEG
電子銃輝度 (200 kV [A/cm2/sr])	4.0 x 10 <sup>8</sup>	4.0 x 10 <sup>8</sup>	1.8 x 10°	2.4 × 10 <sup>9</sup>	4.0 × 10 <sup>8</sup>	1.8 x 10 <sup>9</sup>	2.4 x 10°	N/A	1.8 x 10°
EDSタイプ/面積	サイドエント リー式 30 mm2	サイドエント リー式 100 mm2	サイドエント リー式対称配 置Dual-X (200 mm2)	サイドエント リー式対称配 置Dual-X (200 mm2)	インカラム 2SDD Super-X (60 mm2)	インカラム 4SDD Super-X (120 mm2)	インカラム 4SDD Super-X (120 mm2)	サイドエント リー式 30/100 mm2	サイドエント リー式 30/100 mm2
EDS実効立体角[sr]	0.19	1.28	1.65#	1.65#	0.45	0.90	0.90	0.18/0.80	0.18/0.80
Velox吸収補正による 極めて正確な定量化	可	可	可	可	可	可	可	可	可
自動/無人3D EDS	不可	不可	可	可	不可	可	可	不可	不可
Maps/自動粒子ワー クフロー	(S)TEMおよび EDS	(S)TEMおよび EDS	(S)TEMおよび EDS	(S)TEMおよび EDS	(S)TEMおよび EDS	(S)TEMおよび EDS	(S)TEMおよび EDS	(S)TEMおよび EDS	(S)TEMおよび EDS
もっともノイズの少な いEDS Fiori P/B (システム上)	最高								
HRTEM情報限界	0.12			0.11	0.12		0.11	n/a	0.18
HRTEM線分解能	0.10 0.20							0.10	
HRSTEM [nm]	0.16			0.14 (> 100 pA)	0.16		0.14 (> 100 pA)	1.0	0.20
Align Genie	可							未対応	可
EELS分解能	0.8 eV			0.3 eV	0.8 eV	0.8 eV	0.3 eV	約1.5 eV	0.8 eV
CrystalPack、iDPC	न							可	
AutoSTEM	可							不可	可
エンクロージャー	コンパクト				大 タッチスク リーン付	大 タッチスク リーン付	大 タッチスク リーン付	コンパクト	大 タッチスク リーン付
クライオ品質								最高	
TEMコントラスト								最高	
位相板	不可							可	

#:配置角は2.55

詳細は、thermofisher.com/talosをご覧ください

### thermo scientific

研究用途限定。診断用には対応していません。現在の仕様については、thermofisher.com/certificationsをご覧ください © 2022 Thermo Fisher Scientific Inc. 無断複写・転写を禁じます。すべての商標は、特に指定のない限り、サーモフィッシ ャーサイエンティフィックおよびその子会社の所有物です。BR0100-JA-05-2022