

革新的なX-CFEGを搭載したTallos (S)TEM

超高輝度Cold FEGにより、最高品質の画像と分析情報を簡単に取得

はじめに

材料科学における特性評価の課題には、走査型透過電子顕微鏡法 (STEM)、エネルギー分散X線分光法 (EDS)、電子エネルギー損失分光法 (EELS) を用いて、より優れたSN比と高い分解能を有するサブナノメートル分解能または原子分解能で、広範囲の材料を分析することが挙げられます。

より高速で優れたSTEMと分析

高分解能STEM画像が十分にシャープでない場合や、分析結果 (EDS / EELS) のマップにノイズが多すぎる場合は、詳細が不明確となり、分析が困難となります。ナノ粒子や原子構造のイメージングと元素分析ができない典型的な原因は、STEMIにおける微小領域からのEDS/EELS信号が十分に得られていないことです。また、取得に時間がかかりすぎると、試料が損傷を受ける場合があります。この結果、研究や発表、材料の開発または最適化が遅れることとなります。

これらの課題を解決するには、電子銃の光源をより小型にし、電子銃輝度をより高くする必要があります。Thermo Scientific™ Talos™ (S) TEMIに搭載した当社の新しい超高輝度Cold FE電子銃 (X-CFEG) では、空間分解能が向上し、最小限の労力で高品質の画像とスペクトルデータが得られます。

優れたエネルギー分解能によって優れた化学分析を実現

試料の元素組成の詳細に関する正確な情報をスペクトルから抽出するためには、標準である0.8 eVよりも優れたエネルギー分解能でEELSを実行できなくてはなりません。当社のX-CFEGでは、標準をはるかに上回る0.3 eVのエネルギー分解能を実現しています。

柔軟性

もう一つの課題は、試料が200 kVでノックオンダメージを過大に受けちゃうかどうかということです。加速電圧を下げていくことにより、通常は80 kVでそうした損傷を減らせますが、標準的な電子銃では、HRSTEMIにおける空間分解能が非常に多く失われてしまいます。しかし、X-CFEGの特長である、より優れたエネルギー分解能 (色収差を低減) と輝度により、80 kVでのHRSTEMイメージングと分析を改善できます。

また、非常に高いレベルの自動化により、Talos (S) TEMIにおけるモードの切り替え、ビーム電流、その他の光学系設定を非常に直感的に行うことができます。Velox™ソフトウェアを用いれば、迅速かつ簡単な方法で、マルチモードデータを取得・分析できます。

この新しい電子銃では、ランニングコストが下がり、保証期間も長くなります。X-CFEGでは、1年保証の代わりに、5年保証が提供されます。

Talos (S) TEMIにおいてX-CFEGを使用することにより、Talosのイメージングおよび分析における性能、生産性、使いやすさが向上します。材料の研究者は、今回の追加により、STEM、EDS、EELSにおいて、サブナノメートル分解能による材料分析をわずかな労力で非常に迅速に行うことができ、SN比と分解能を改善することもできます。

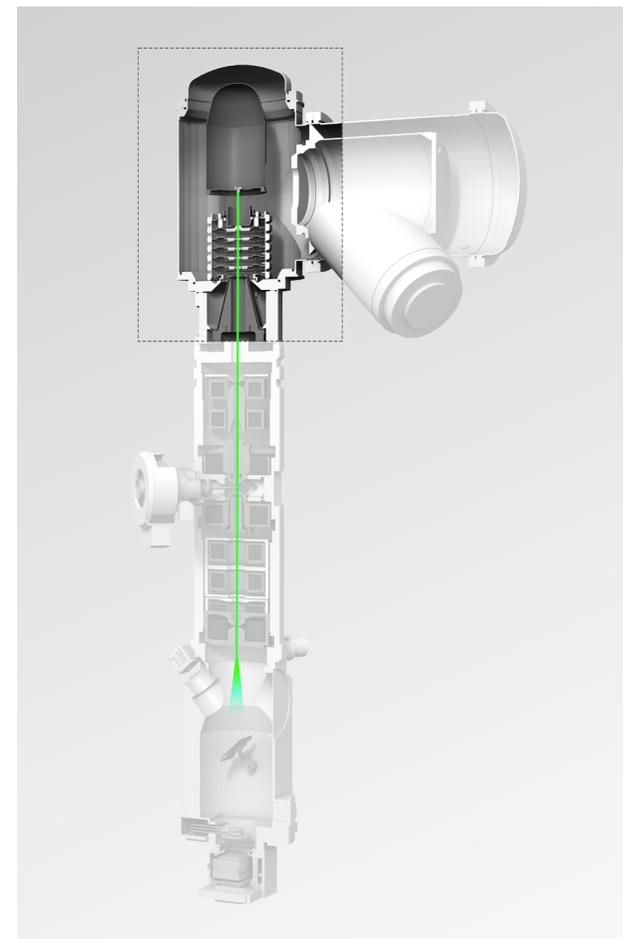


図1. 超高輝度・冷陰極電界放出電子銃 (X-CFEG) を搭載したTalos (S) TEMIカラムにより、高品質なSTEMイメージングと分析が迅速に実行できます。

装置性能

Thermo Scientific Talos F200およびTalos F200X G2 (S)TEMは、新しい超高輝度電子銃(X-CFEG)が装備可能になりました。X-CFEGには、かつてない高輝度、小型の線源サイズ(先端部)、低エネルギー分散が備わっており、以下の特長があります。

1. STEMイメージングの高速化。これは、電子銃のシャープな先端部によって実現しています。X-CFEGを用いたSTEM撮像は、ショットキーS-FEG / X-FEGよりも30%以上高速です。
2. 高分解能STEMイメージングが改善され、より簡単に。X-CFEG光学系とTalos光学系の強力な組み合わせにより、HRSTEMシステムの分解能を0.136 nmまで向上できます。
3. 高いプローブ電流を用いた高分解能STEMイメージングにより、高いスループット、高速取得STEM、EDSおよびEELSの高速分析を実現。X-CFEG光学系とTalos光学系の強力な組み合わせ、および高レベルの自動化により、高いプローブ電流を用いたEDS/EELSでの高分解能STEMイメージングと元素分析が、日常的に実現可能となります。図3と図4にはSi[110]とSrTiO₃(STO)の高電流STEMイメージングを示し、図5と図6にはSrTiO₃(STO)の原子レベルEDSマッピングを示します。

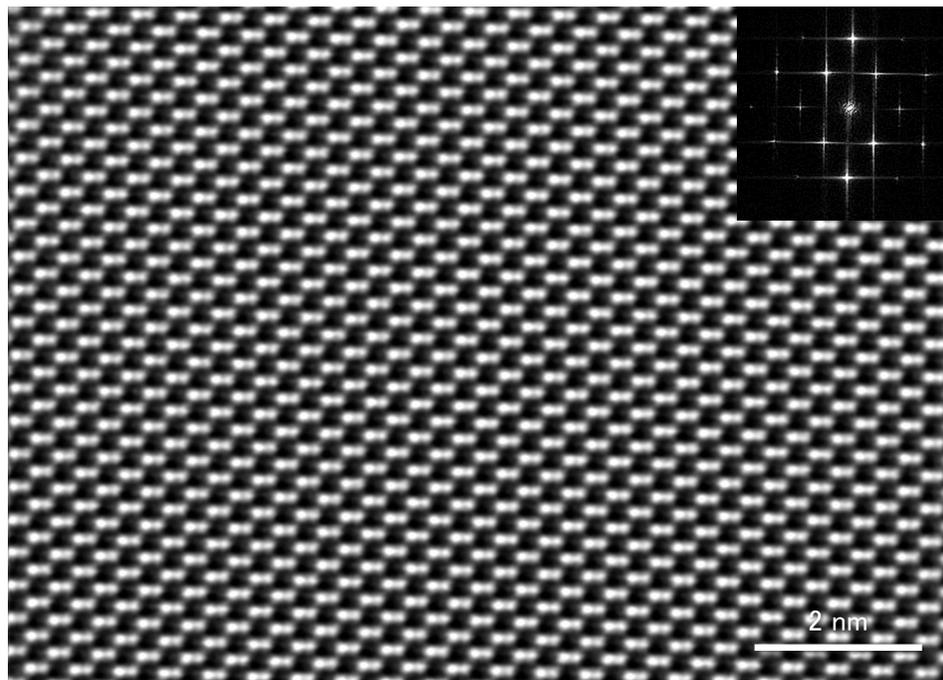


図2. X-CFEGは他の電子銃よりも、輝度、光源サイズ、エネルギー分散の点において優れています。ここに示すのは、Si[110] HAADF HRSTEM画像であり、エネルギー分解能<0.4 eVで、Siダンベル(0.136 nm)が明瞭に視認できます。従来のSchottky FEGの場合には、0.8 eVのエネルギー分解能で0.16 nmが視認できません。結果は、200 kVにおいて、X-CFEGを搭載したTalos F200 (S)TEM、Panther STEM、Gatan Continuumで撮像されたものです。



50 pA	100 pA	150 pA	250 pA	500 pA	800 pA	1 nA
0.136 nm	0.136 nm	0.136 nm	0.16 nm	0.19 nm	0.19 nm	0.19 nm
0.40 eV	0.40 eV	0.40 eV	0.40 eV	0.40 eV	0.40 eV	0.40 eV

図3a. 200 kV Si[110] HAADF HRSTEM画像、Talos F200 X-CFEGで撮像。表示したSTEM分解能は維持したままプローブ電流を50 pA~1 nAの範囲で変化させたもの。HRSTEMシステム分解能が0.136 nmと向上し、ビーム電流>100 pAでも達成できています。

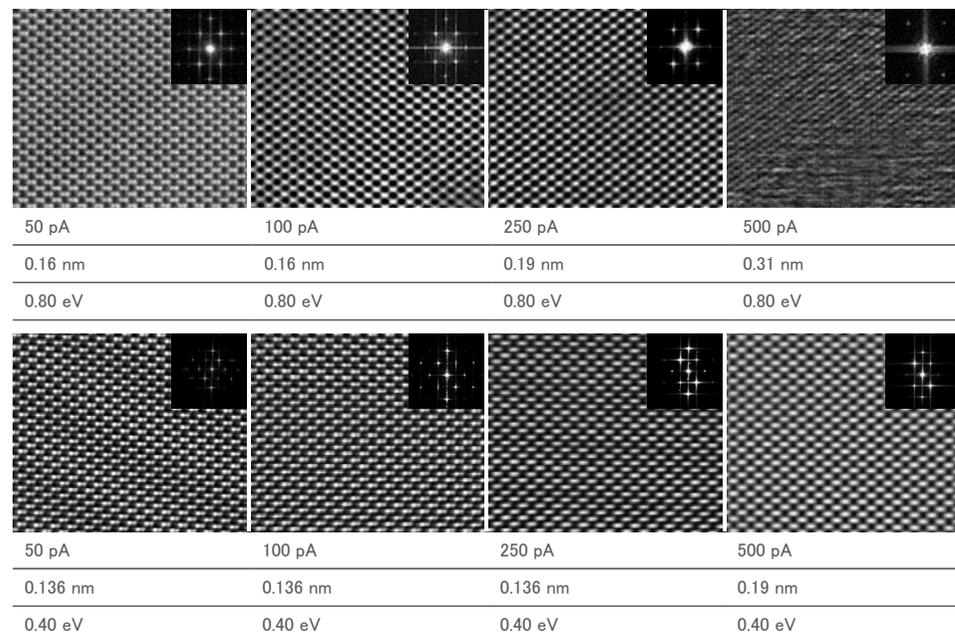


図3b. X-FEG(上)とX-CFEG(下)において、通常の分解能で電流50、100、250、500 pAでのHRSTEM画像を比較。

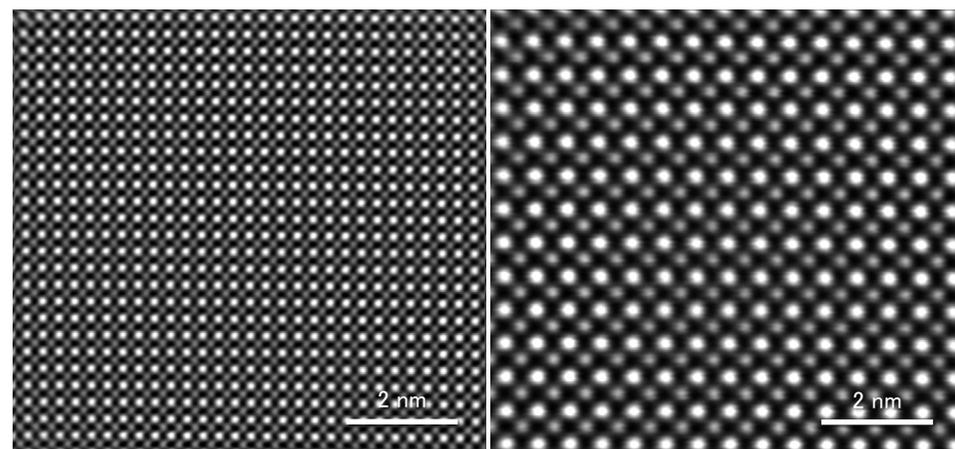


図4. HAADF STEM SrTiO₃(STO) 画像(エネルギー分解能<0.40 eV、<0.19 nm、75 pA)。結果は、200 kVにおいて、X-CFEGを搭載したTalos F200 (S)TEMおよびPanther STEMで撮像されたものです。

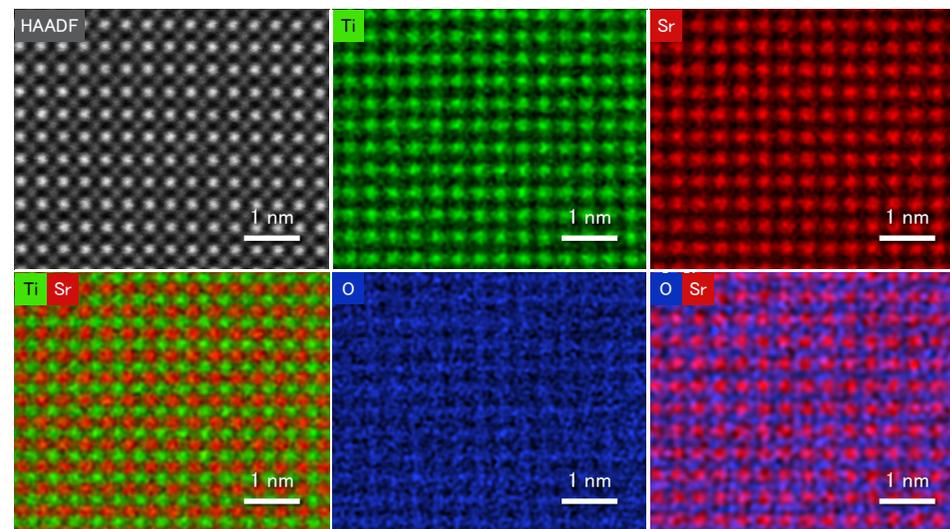


図5a. STOのHAADF STEM画像および512 x 512 EDSマップを75 pAで取得。結果は、200 kVにおいて、X-CFEGを搭載したTalos F200 (S)TEM、Panther STEM、Bruker Dual-Xで撮像されたものです。

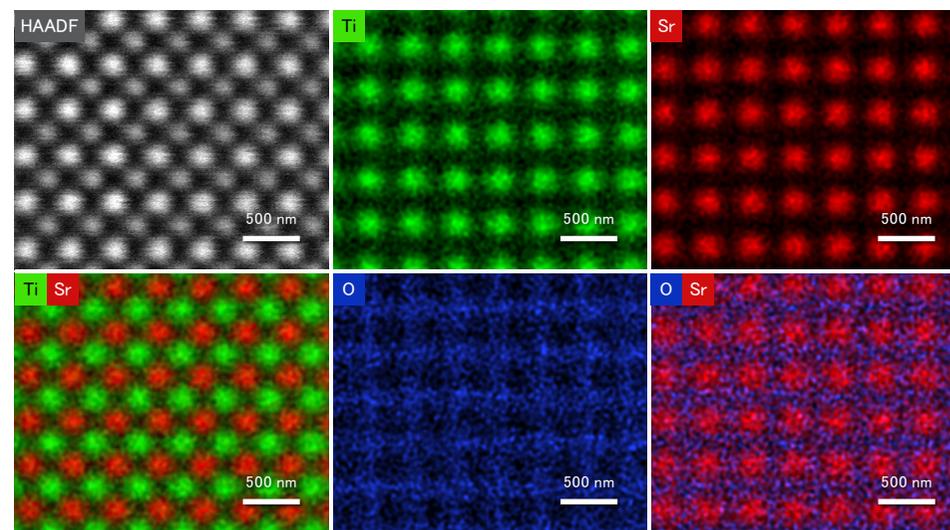


図5b. STOのSTEM画像および512 x 512 EDSマップを75 pAでより高倍率で取得。酸素原子が明瞭に視認できます。結果は、200 kVにおいて、X-CFEGを搭載したTalos F200 (S)TEM、Panther STEM、Bruker Dual-Xで撮像されたものです。

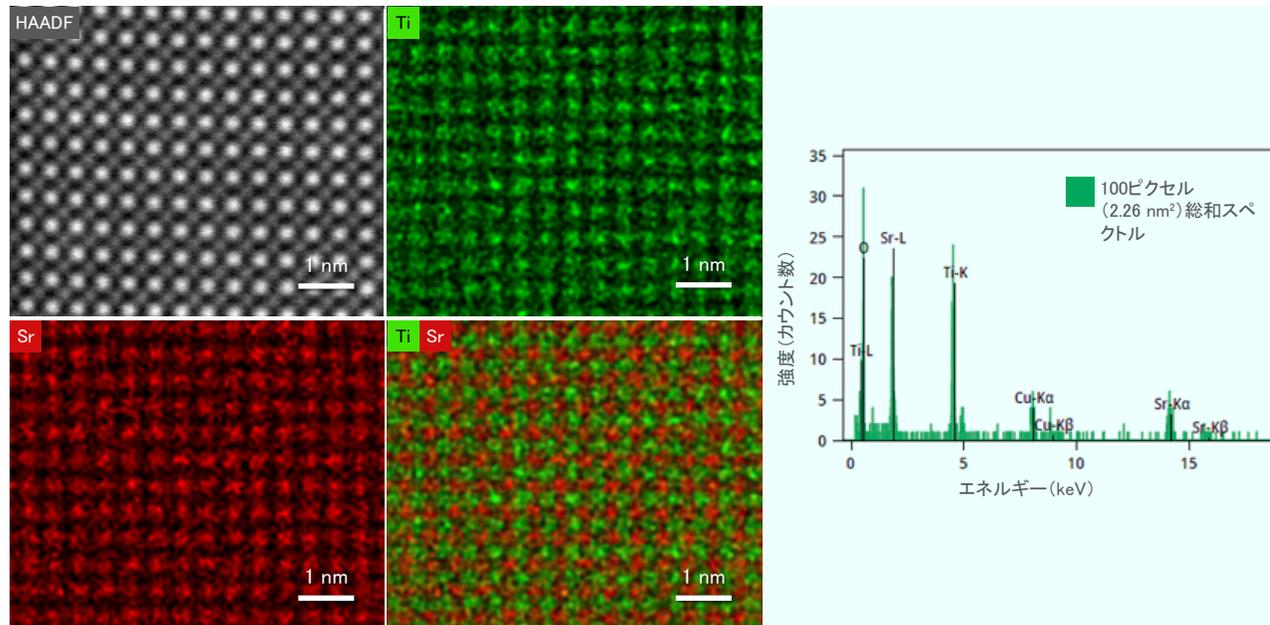


図6. STOのSTEM画像および超高速512 x 512 EDSマップ、400 pA。結果は、200 kVにおいて、X-CFEGを搭載したTalos F200 (S)TEM、Panther STEM、Bruker Dual-Xで、わずか40秒で撮像されたものです。

微小プローブと高電流の両立:

4. EELSエネルギー分解能の向上(従来のFEGと比較)により、試料の元素組成についてより多くの情報が得られるようになりました。図7には、ゼロロスピーク0.40 eVでビーム電流>math>14\text{ nA}</math>の例を示します。高SN比のイメージングと高速高分解能のEELS分光が可能となります。図8には、STOでの原子レベルEELSマッピングを示します。

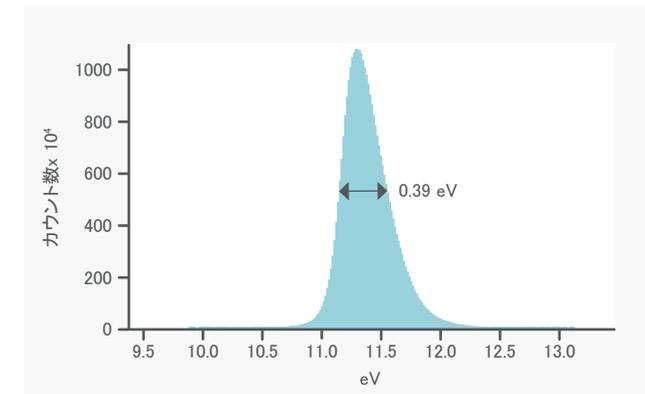


図7. エネルギー分解能0.40 eV、ビーム電流>math>14.0\text{ nA}</math>。結果は、200 kVにおいて、X-CFEGを搭載したTalos F200 (S)TEMおよびGatan Continuumで撮像されたものです。

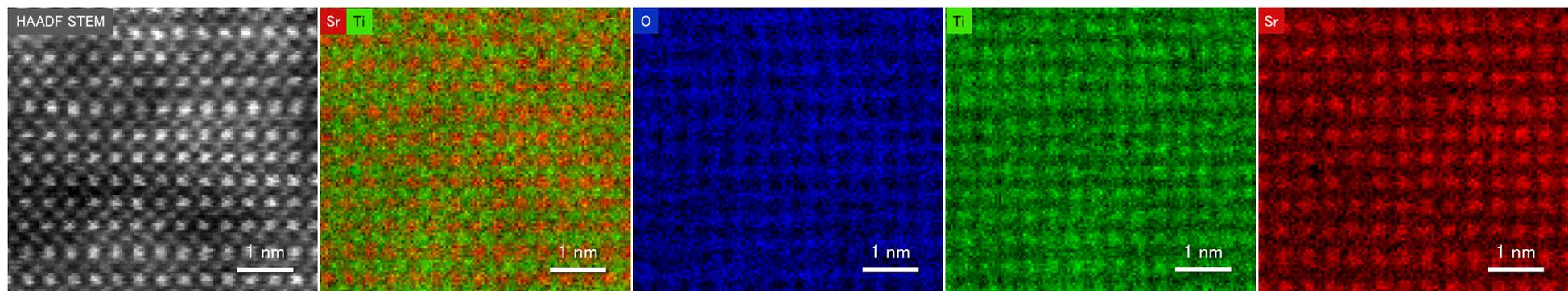


図8. 原子分解能でのSTOのSTEM画像およびEELSスペクトル画像を示す。エネルギー分解能0.40 eV、220 pA。結果は、200 kVにおいて、X-CFEGを搭載したTalos F200 (S)TEM、Panther STEM、Gatan Continuumで、わずか2分で撮像されたものです。

図9には、酸化コバルト(Co_3O_4)のHREELSスペクトルを示します。 Co_3O_4 は、地中に豊富に存在する電子求引性のCO酸化触媒です。活性部位の近くにある不活性カチオンを置き換え、露出表面の活性全体を増加させることにより、ナノ構造の金属酸化物触媒が最適化されます。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。 $L_{2,3}$ ピークの形状および重みは、3d軌道の占有率に応じて異なります。

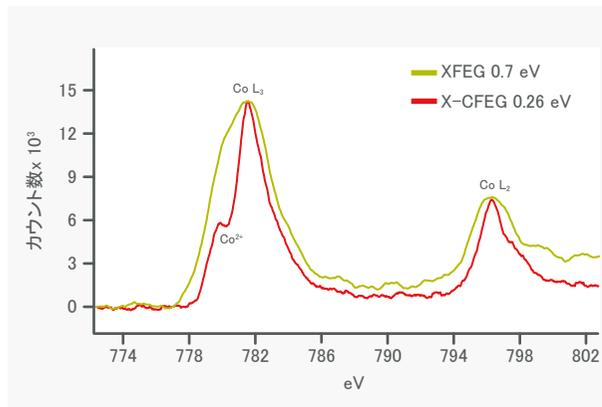
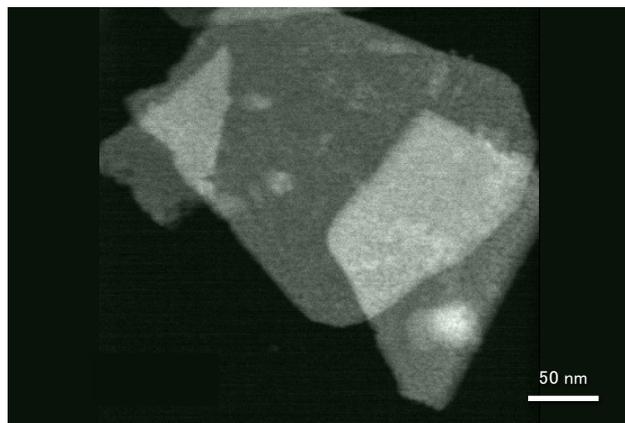
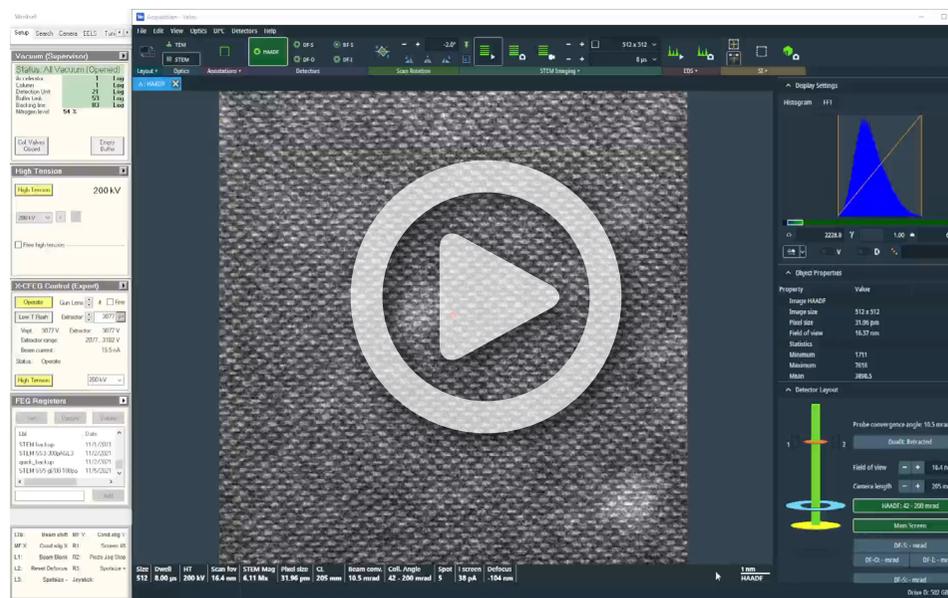


図9. 酸化コバルトのSTEM画像およびEELSスペクトル、エネルギー分解能<0.26 eV(赤色)。同一試料を従来のFEGで分析したもの。エネルギー分解能0.7 eV(緑色)。X-CFEGの微細構造(赤色)が非常に明瞭に視認でき、 Co L_3 上の肩として見える Co^{2+} が明らかになっています。このショルダーは緑色のスペクトルでは確認できません。結果は、200 kVにおいて、それぞれX-CFEG(赤色)およびX-FEG(緑色)を搭載したTalos F200(S)TEM、およびGatan Continuumを搭載したPanther STEMで撮像されたものです。



- X-CFEGは、20~200 kVで操作可能。これにより、80 kVでのHRSTEMの分解能が向上します。エネルギー分解能の向上(色収差 C_c を低減)と、非常に高い輝度により、HRSTEMイメージングと分析が向上します。
- 超高輝度X-CFEGにより、時間のかかる実験が迅速化。トモグラフィー(EDS)、Mapsソフトウェア(EDS)、APW、ドーパント材料などが対象です。
- 電子銃の耐用年数が長くランニングコストを低減、5年間の長期保証。

STEMプローブ電流は、<1 pAから数nAの範囲で柔軟なセットアップが可能であり、電子銃とコンデンサーの光学系を微調整できるため、非常に広範な試料や実験に対応できます。

シャープな先端部では、あらゆる冷陰極電界放出線源と同様に、プローブ電流を維持するために定期的な再生作業(フラッシングと呼ばれる)が必要となります。X-CFEGの先端部で必要となるフラッシングは、作業日あたり1回または2回のみです。1回の処理には1分もかかりません。非常に高い分解能のイメージング条件であっても、画像への影響はあまり大きくありません(以下の動画を参照)。また、日常的な先端部フラッシング処理により、先端部の耐用年数に影響することはありません。

この新世代X-CFEGは、大型平行プローブを用いた標準TEMイメージング実験(*in situ*など)を実施するのに十分な全ビーム電流(>14 nA)も生成するため、多用途でありながら高い性能を有する独自のCold FEGとなっています。

X-CFEGには柔軟性だけでなく、引出電圧を変化させてエネルギー分解能を調整する能力が備わっています。実験を実施する際に選択した引出電圧によって、先端部の耐用年数が影響されることはありません。

ビデオ1. X-CFEGの先端部フラッシング作業(ビデオ)。200 kVでの0.14 nmの分解能(0.40 eV)が、先端部フラッシングの前後で、光学系調整なしで維持されています。ビデオは、200 kVにおいて、X-CFEGを搭載したTalos F200(S)TEMおよびPanther STEMで撮像されたものです。
時間: 1:33

測定事例: 電池

図10aに、Mn、Li、Tiを含む充電式電池の正極材料をEELSで分析した例を示します。この新しい電池材料は、従来のものよりも環境に優しい材料です。

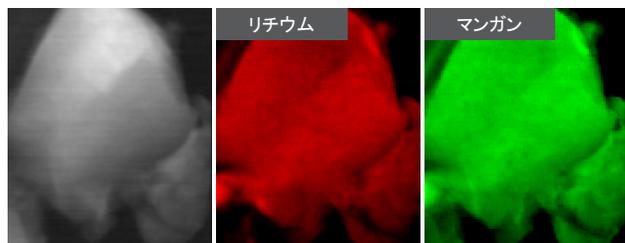


図10a. STEM画像および対応EELSスペクトル画像を示す。エネルギー分解能 <0.28 eV。結果は、200 kVにおいて、X-CFEGを搭載したTalos F200 (S) TEM、Panther STEM、Gatan Continuumで撮像されたものです。試料提供元: Dr. Chongmin Wang (PNNL)。

非常に優れたエネルギー分解能により、電子線に敏感なリチウムの微細構造だけでなく、微細マンガン粒子、チタンの構造（それぞれ、図10bと図10c）が視認できます。従来のFEGでは、電池内の元素の価電子状態に直接関連するこの微細構造を視認できません。この電池の例は、1.0 eV EELSの分解能を有する従来型FEGのもので、エネルギー分解能の制限により、Ti L_2 ピークと L_3 ピークの両方が分離された状態で測定できていません。X-CFEGの分解能は、両方のピークを分離された状態で測定するのに十分な分解能(0.28 eV)を上回っています(図10bを参照)。

この例における環境に優しい電池材料は、コバルトのような希少な天然資源を使用せずに開発されています。ニッケルは持続可能とはいえなため、研究者は地中に豊富な材料(マンガンなど)を使用して、大容量に向けた電池構造を調整しようとしています。このため、X-CFEGで実現される高分解能EELSが欠かせません。

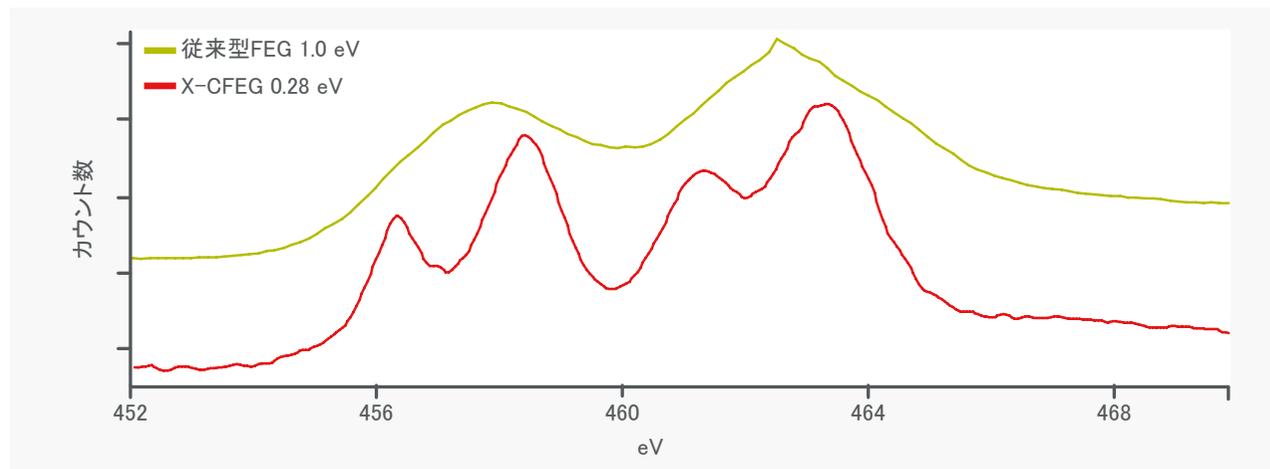


図10b. リチウム電池におけるTi- L_2 エッジ。図10aの試料と同一の試料から得られたEELSスペクトルを示す。エネルギー分解能0.28 eV(X-CFEG、赤色)と1.0 eV(従来型FEG、緑色)の差異を示す。X-CFEGスペクトル(赤色)で、明らかに多くのピークと詳細が視認できます。結果は、200 kVにおいて、X-CFEGを搭載したTalos F200 (S)TEM、Panther STEM、Gatan Continuumで撮像されたものです。試料提供元: Dr. Chongmin Wang (PNNL)。

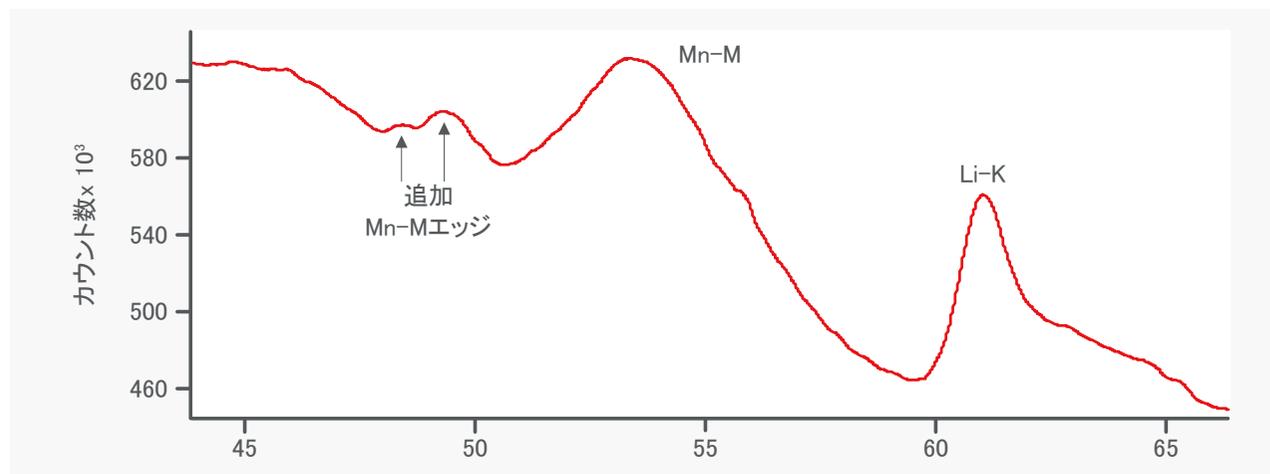


図10c. 同一の試料から得られたEELSスペクトル。ただし低エネルギーにおけるものを示す。エネルギー分解能 <0.28 eV。Li電池におけるMn-Mエッジの微細構造とLi-Kエッジが見分けられます。結果は、200 kVにおいて、X-CFEGを搭載したTalos F200 (S)TEM、Panther STEM、Gatan Continuumで撮像されたものです。試料提供元: Dr. Chongmin Wang (PNNL)。

測定事例：金ナノロッド

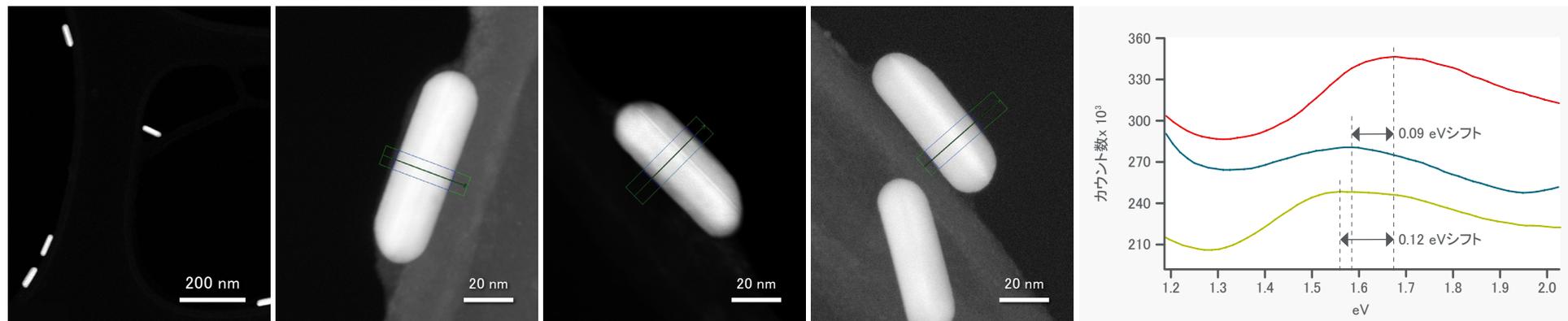


図11: STEM画像とEELSスペクトル。3つの異なる径と共鳴。もっとも小さい径に対して、きわめて微小だが0.09 eVおよび0.12 eVの関連シフトが示されている。結果は、200 kVにおいて、X-CFEGを搭載したTalos F200 (S)TEM、Panther STEM、Gatan Continuumで撮像されたものです。試料提供元: Sara Bals教授、University of Antwerp

表面プラズモン共鳴は、細胞イメージング、分子診断、ターゲット療法などの生物学アプリケーションから、フォトニック、半導体、重合体のアプリケーションまで、広範囲のアプリケーションに使用されています。貴金属ナノ粒子やナノロッドがもっともよく使用されています。電子線ビームを使用すると表面プラズモン共鳴を誘発でき、高空間分解能と高エネルギー分解能を用いて測定、撮像、分析が可能になります。

図11に、さまざまな径を有する金ナノロッドをHREELSで分析した例を示します。金ナノロッドの共鳴モードは、Auナノワイヤの径に伴いシフトします。そのため、吸収されたエネルギー損失の周波数や量が変わります。23.0 nm、23.5 nm、24.0 nmの3つの径が測定されました。その結果、それぞれ0.09 eV、0.12 eVのシフトとなりました。

Talos (S)TEMでX-CFEGを使用することで実現する高エネルギー分解能と高輝度により、金ナノロッドの径と、径に伴い共鳴モードがどのようにシフトするかが明らかになります。従来のFEGでは、これらの特徴を視認できません。そのため、研究者はTalos (S)TEMでX-CFEGを使用することで、これらのナノロッドの挙動をより理解できるようになります。

基準	Talos L120C Thermionic LaB ₆	Talos F200i/S Schottky S-FEG	Talos F200X Schottky X-FEG	Talos F200i/X X-CFEG
電子銃の耐用年数(年)	約0.5	>1	>1	>5
HRTEM情報限界(nm)	0.2(線分解能のみ)	0.12	0.12	0.11
HRSTEM(nm)	1.0	0.16	0.16	0.14
200 kVでの輝度(A/cm ² /sr)	低	4 × 10 ⁸	1.8 × 10 ⁹	2.4 × 10 ⁹
200 kVでのエネルギー分解能(eV)	約1.5	0.8	0.8	0.3

表1. 最重要仕様項目の比較概要。

サーモフィッシャーサイエンティフィックについて

世界をリードする科学支援企業。
私たちのミッションは、私たちの住む世界を「より健康で、より清潔、より安全な場所」にするために、お客様に製品・サービスを提供することです。



ビデオ2. 前へ踏み出す。はるかに超えていく。時間: 1.33

電子顕微鏡、X線トモグラフィー、表面分析、微小分析における当社の革新的なソリューションは、材料科学研究者が試料の特性評価を前進させることに役立っており、マクロスケールからナノスケールまで、材料の物理的・化学的特性(形態的、構造的、磁氣的、熱的、機械的)へのより深い知見が得られています。当社のマルチスケール・マルチモードでのソリューションは、数十にわたる産業や研究分野で、広範囲のアプリケーション(新材料の発見、分析上の問題の解決、プロセス改良、製品品質の保証)に対応しており、産官学のお客様を支援しています。当社のTEM, DualBeam™ FIB-SEM、包括的なSEMシステムラインアップ、microCT、XPS、微小分析のソリューションをソフトウェアパッケージと連動させることで、高分解能イメージングに物理的分析、化学的分析、元素的分析、機械的分析、電気的分析を組み合わせ、さまざまなスケールやモードにわたり、お客様の疑問にお答えし、有用なデータをご提供いたします。



資金調達およびリースサービス

サーモフィッシャーサイエンティフィックでは、お客様に対して予算上の制約をつけることで、来たるべき大きな発見を阻むようなことはいたしません。

当社は市販のラボラトリー製品や分析技術でベストなものを提供するワンストップのパートナーであり、科学や産業での成功の加速に必要な独自の資金調達オプションも提供しています。

個別のお客様向けに設計されたコスト効率のよい資金調達は、あらゆる資本設備ソリューションの成功にとって重要です。

当社はおお客様の技術とアプリケーションに関する高度な要件だけを理解しているのではなく、重要設備資産の資金調達の際に直面するビジネス課題についても理解しています。当社は何10年もの間、ビジネス、病院、大学、自治体と緊密に連携して、柔軟な資金調達条件をご提供し、運営の成功を支援してまいりました。

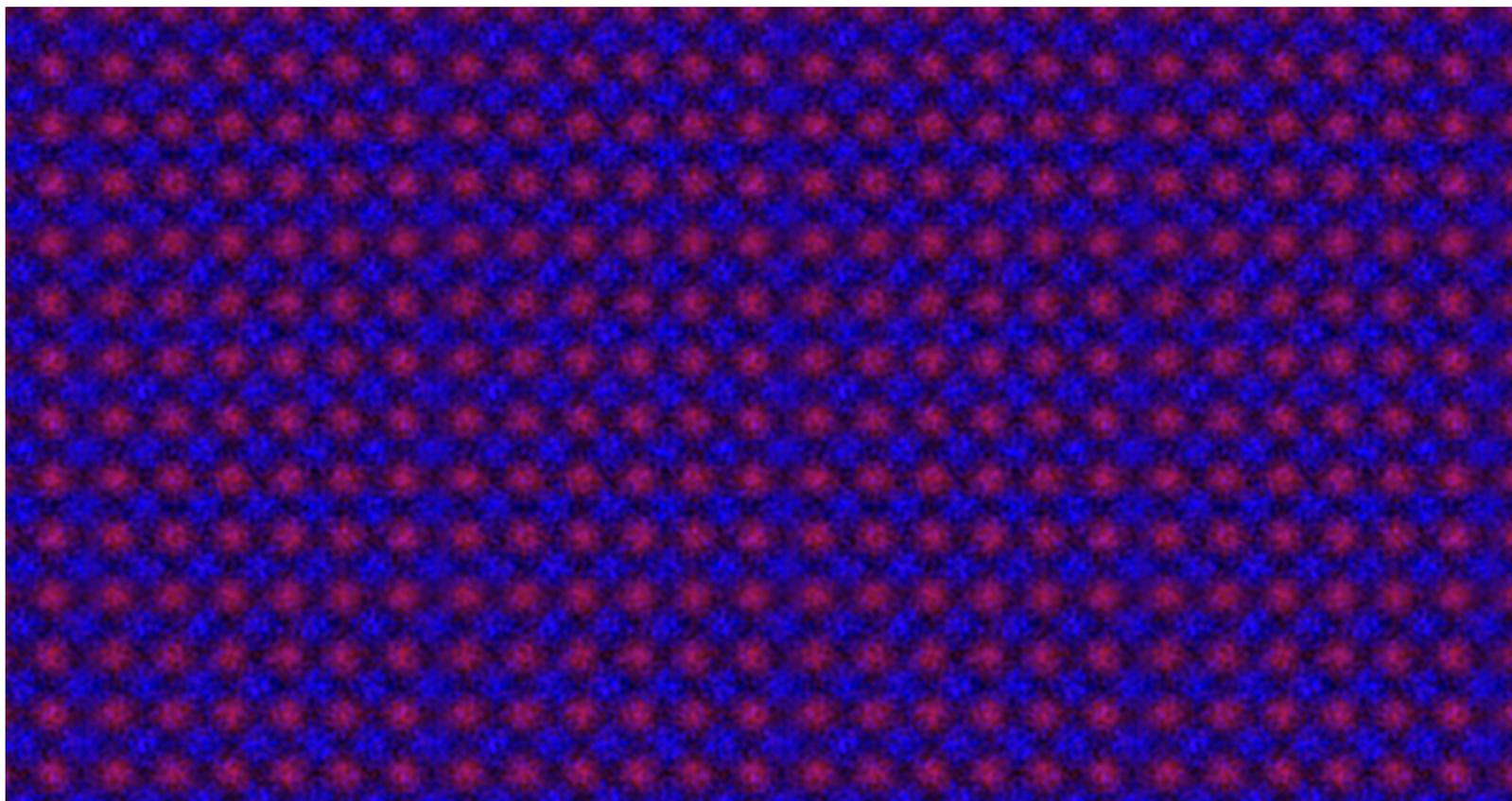
簿外取引金融、ROIの加速、技術保護、またはキャッシュフロー管理をお探しの場合、当社の革新的な資金調達オプションならば、貴社の予算ニーズと収支目標の達成に向けた支援が可能です。

さらに、機器メンテナンスとトレーニングのサービスも提供しております。

設備リースと資金調達
オプションを探す

革新的なX-CFEGを搭載したTalos (S)TEM

超高輝度Cold FEGにより、最高品質の画像と分析情報を簡単に取得



電子銃の輝度

- 電子銃の電流密度とは、単位時間単位領域あたりの電子(または電荷)の数です。
- 電子銃の輝度とは、線源の単位立体角あたりの電流密度です。
- 電子銃はそのサイズにより異なります。結果として、電子は線源から放出され、ある発散角の範囲で互いに発散していきます。この電子の角度分布が輝度に関連します。
- STEM、分析的なEDSおよびEELSにおいては、微小収束プローブを用いる際に、輝度が特に重要です。輝度の概念は、フォーカスしていない大型のビームを用いる従来型TEMでは重要性が低いものの、画面上で見える強度には依然として関連します。そのため、輝度は、顕微鏡の操作や、画像と回折パターンを観察のしやすさに影響します。
- (S)TEM用のもっともコヒーレントな電子銃は、著しく高いコヒーレンスおよび輝度により、電界放出電子銃においてもっともシャープな先端部を有しています。

詳細はthermofisher.com/talosをご覧ください