

走査透過電子顕微鏡を用いたトモグラフィ(STEMT)における空間分解能の試料厚さ依存性

日本電子株式会社 元木創平 金子武司 青山佳敬 西岡秀夫 大藏善博 近藤行人
京工繊大院工芸/東北大 WPI-AIMR 陣内浩司

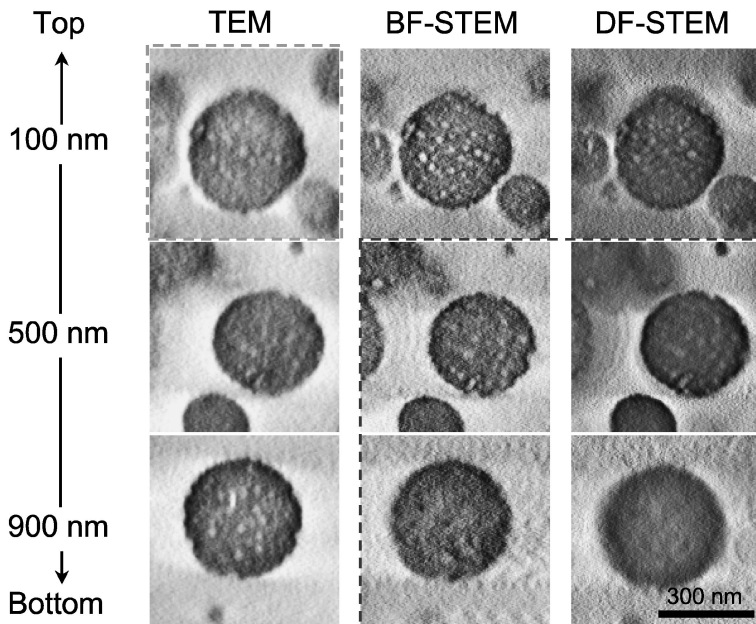


Fig. 1 BF-TEM, BF-STEM および DF-STEM で取得した ABS 樹脂のトモグラフィのスライス像. 電子線入射側から 100 nm, 500 nm および 900 nm の深さ位置にある同一粒子を比較の為に並べて表示してある.

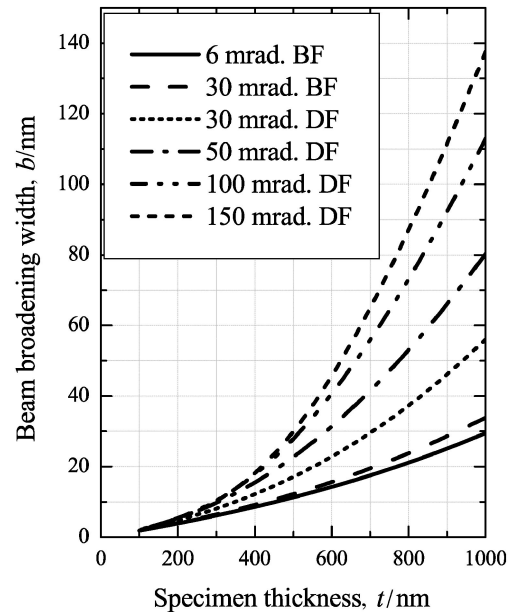


Fig. 2 炭素原子の多重散乱微分断面積から計算により見積もった走査電子線の径. 試料厚さと取込角に依存することが分かる.

(走査)透過電子顕微鏡((S)TEM)を用いた厚い試料に対するトモグラフィ((S)STEMT)では, 試料内部での電子の散乱過程が複雑であり, 現状提案されている明視野(BF)-TEM, BF-STEM および暗視野(DF)-STEM に関しても, 定量的な像解釈がなされていない. 従って, 厚い試料に対して, どのような結像方法が最も有効であるかは未だ理論的にも実験的にも検証されていないのが現状である. 本研究では, 厚さ $1 \mu\text{m}$ の高分子試料を, BF-STEMT, BF-STEMT および DF-STEMT の 3 つの方法で, トモグラム(断面像)を取得しこれらの 3 つの方法の比較検討を行ったので報告する.

試料は ABS 樹脂を用いた. (S)TEM 用の試料はオスミウム酸バルク染色後, ミクロトームにて $1 \mu\text{m}$ 厚に切削した. 像観察には加速電圧 200 kV の JEM-2100 を使用した. 厚い試料を観察するために, TEM, BF-STEM および DF-STEM での被写界深度が試料厚さよりも深く ($\sim 1.6 \mu\text{m}$) なるように取込角を設定した. 取込角は TEM で 1.4 mrad , BF-STEM で 6.5 mrad , DF-STEM で 150 mrad とした. トモグラフィは最大傾斜角 60 度, 傾斜角度刻みは 2 度で撮影された像から再構成した.

Fig. 1 は, 得られたトモグラムをスタックし試料表面層部から試料厚み方向に 100 nm , 500 nm および 900 nm の位置で切り出した粒子のスライス像である. STEMT では全ての深さ位置で, 空間分解能がほぼ同程度低下している. 厚い試料を透過する電子が非弾性

散乱を起こし, TEM 像の結像に寄与する電子のエネルギー幅が拡がり, 色収差が大きくなることに起因していると考えられる. 一方, STEMT では深くなるに従って分解能が落ちていることが判る. すなわち表面層付近の 100 nm 位置ではシャープな像を得ているが, 500 nm および 900 nm の深さではサンプリングピッチよりも電子線の径が大きくなり分解能が低下することが分かる. また Fig. 2 に示すように取込角の増加に伴って分解能が低下する傾向があることも分かる.

STEMT は 500 nm 程度の厚さの試料に対しては TEM よりも高い分解能を有すが, それ以上厚い試料に対しては TEM よりも分解能が低下することが分かった. また STEM では取込角を小さくすることにより分解能の低下を抑制でき, より取り込み角を小さくできる BF-STEM 法が有効であることが分かった.

(2009年7月21日受理)

Detection Angle Dependence of Beam Broadening on STEM Tomography; Sohei Motoki*, Takeshi Kaneko*, Yoshitaka Aoyama*, Hideo Nishioka*, Yoshihiro Okura*, Yukihito Kondo* and Hiroshi Jinnai**,** (*JEOL Ltd., Tokyo. **Kyoto Institute of Technology, Kyoto. ***WPI-AIMR, Tohoku University, Sendai)

Keywords: tomography, multiple scattering, thick sample

TEM specimen preparation: cryo-microtomy TEM utilized JEM-2100