

# STEM-Ronchigram を利用する LACBED の開発

[研究代表者] 岩田博之 (総合技術研究所, 工学部電気学科)  
[共同研究者] 坂 公恭 (総合技術研究所)

## 研究成果の概要

STEM モードの普及が進む中で、収差補正付ハイエンド機をもちいた極限観察のみでなく、汎用 STEM 機においても WB 法はじめ新たな活用法が見られる。一方、LA-CBED (大角度集束電子線回折法) は転位のバーガスベクトルの絶対値および符号を決定することができる極めて有用な方法である。ここでは STEM ロンチグラムモードから直接 LACBED 像が得ることが、転位解析において極めて使い勝手に優れた手法となることを報告する。

ロンチグラムモードで得られた Kikuchi 線と Disk は、対物レンズの焦点位置を変更することにより Bragg 線と転位線が交差する像が得られ、これは Z 移動した CBED 像に相当する。また集束レンズを調整、具体的には Free Lens Controller を介して第 3 集束レンズ(CL3)を可変することにより、スポット状回折像が得られ kikuchi 線の指数づけを容易にする。

結果、転位位置を STEM 像で確認しスムーズに転位を含む領域からの LACBED を容易に撮影することができる。試料の位置を物理的に上下させるのではなく、C0(Condenser-Objective)レンズによっておこなうため、転位を見失う確率は非常に低い。

**研究分野：**半導体材料

**キーワード：**ワイドギャップ半導体、GaN、機械研磨、加工損傷、転位、PL、ラマン散乱、TEM

## 1. 研究開始当初の背景

走査透過電子顕微鏡 (STEM) 法は 1nm 以下に絞った電子プローブを試料上で走査し、散乱電子を試料下方の検出器で収集し、プローブ走査と同期させモニタ上に像を形成する手法である。近年はレンズ収差補正技術と組み合わせ分解能を飛躍的に向上させている。この STEM モードの普及が進む中で、収差補正付ハイエンド機をもちいた極限観察のみでなく、汎用 STEM 機においても Weak Beam 法はじめ新たな活用法が見られる。

一方、通常の CTEM (Conventional TEM) において CBED 法は、入射電子線を円錐状に絞って直径 10nm 以下程度の領域に照射することにより、ディスク状の回折図形を得る。このディスク内には回折条件の変化に対する強度分布 (ロッキングカーブ) が得られ、試料厚、格子定数、対称性(点群、空間群)、格子欠陥の同定のみで無く各種の定性/定量解析が可能となる。さらに大角度収束電子線回折法 (LACBED)を用いると、格子欠陥の同定が容易におこなえ、

多層膜の界面領域での歪みおよび転位をバーガスベクトルの絶対値および符号を高確度で決定することができる極めて有用な方法である。それは、回折ディスクの半径がブラッグ角による制限を超える大きな角度の電子回折図形が得られるためであるが、これはビームの焦点位置 Z を試料位置から大きくはずす事により実現している。物理的に Z を移動させるため、観察位置の移動を抑えることは難しく使い勝手は良くなかった。

## 2. 研究の目的

照射系レンズによって電子線を試料付近に収束させて、回折面上にできる試料投影像をロンチグラムという。STEM において試料への焦点あわせ、プローブ収差の角度範囲の確認に用いられる。

ここでは STEM ロンチグラムモード(Ronchi)から直接 LACBED 像が得ることと、それが転位解析において極めて使い勝手に優れた手法となることを明らかにする。

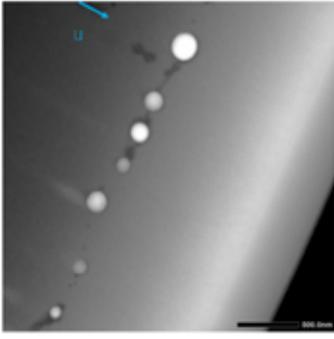


図.1 BF-STEM image of Si sample.

### 3. 研究の方法

ロンチグラムを、その本来の目的である走査ビームの光学的特性の評価のためではなく、LACBED の取得に転用する。ロンチグラムのビーム経路は、CBED そのものであることがわかった。水素イオン注入によるバブルが形成された Si 結晶を総合技術研究所に配備された走査透過電子顕微鏡 (JEM-2100Plus) を用いて実際に観察を行った。一連の LACBED 像の取得手順を以下に示す。

まず、通常の STEM 投影像を取得し観察箇所的位置決めを行う(図 1)。次にロンチグラムモードに切り替えると回折図形が得られる。この回折図形は Kikuchi 線と disk から構成されている。ここで、STEM 像に回転を与え(走査方位を変更)回折図形に一致させる。これが図 2(a)に対応するものである。ディスクの直径はコンデンサ絞りで調整する。

続いて試料と入射ビームの焦点との相対的位置を変更する。CTEM では、試料の位置を物理的に上下に移動させて行うが、CO レンズの励起を変化させることにより焦点位置を上下に移動させ達成する。この時点で、Bragg 線(すなわち、Bragg 条件を局所的に満足する実空間での試料

位置)と転位線が交差する位置(実空間)で Bragg 線が分裂する(図 2(c))。

最後に、ここまで FLC (Free Lens Controller) は全て off に固定されていたが、このうち CL3 のみ on に切り替え、CL3 の励起を調整可能とする。CL3 の励起を調整し、入射線の開き角  $\alpha$  を小さくして平行ビームにすることにより、通常の斑点状の回折図形(図 3)が得られる。これにより、後に行う Kikuchi 線の指数付けが容易になる。

### 4. 研究成果

結果、転位位置を STEM 像で確認し転位を含む領域からの LACBED を容易に撮影することができる。試料の位置を物理的に上下させるのではなく、CO レンズによっておこなうため、転位を見失う確率は極めて低くなる。CLS3 等を適切に調整することで、投影像、回折像等を系統的割円滑に取得できる。

### 5. 関連する発表

[1]岩田, 坂: STEM ロンチグラムを経由する LACBED の有効性, 第 76 回日本顕微鏡学会学術講演会 P-I-49, (2020)

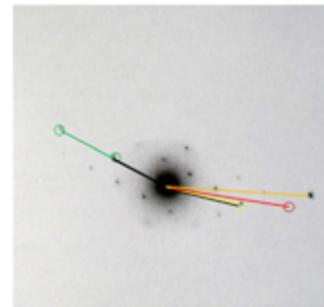


図.3 Diffraction pattern obtained by CLS3 control.

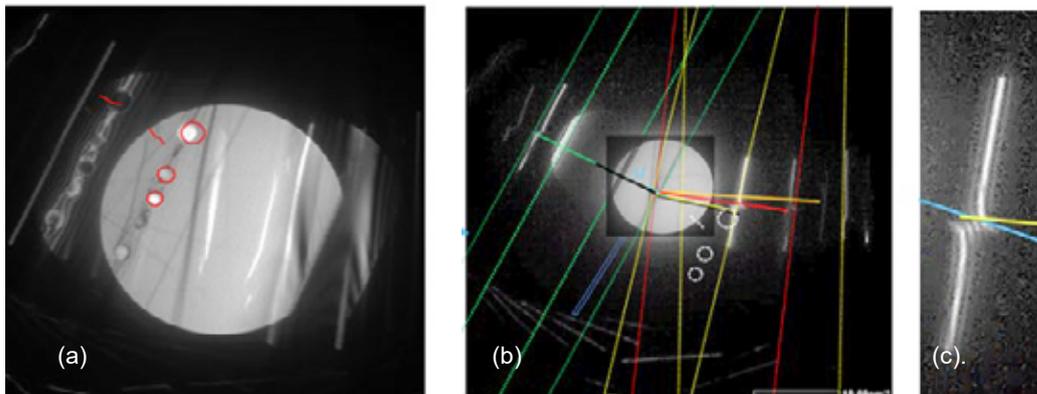


図.2 Focus varied STEM-Ronchi-images of dislocation in Si.