

分析機能付透過型電子顕微鏡によるミクロ観察

キーワード：結晶粒界、薄膜、界面、ナノ分析、微粒子、明視野像、格子像

概要

当所では、冷陰極電界放出形電子銃を採用した透過型電子顕微鏡に、エネルギー分散型X線分析装置(EDX)を装備して設置しております。一般の熱電子を利用した電子銃に比べ、電界放出形電子銃は、電子線の平行性、干渉性が良く、回折コントラスト、位相コントラストとともに、容易に鮮明な像を得ることができます。また、1 nm 程度までビームを絞っても電流密度が高く、極微小領域での EDX 分析や電子線回折が可能になります。

解説

(事例1)

図1はジルコニアにより強化されたアルミナ焼結体の明視野像です。当所では、通常は、粉体の混合により作製されているジルコニア分散強化アルミナ焼結体の新しい製造方法を開発しました。ジルコニア添加法に沈殿法を利用することにより、より少ないジルコニア添加量で従来法のものよりも高い強度を持たせることに成功しました。粉体の混合による従来法で作製した試料は、主にアルミナの結晶粒界の三重点に存在するジルコニアのピン留め効果により焼結時の結晶粒成長が抑えられるため、結晶粒微細化による高強度が得られます。この場合、ジルコニアは通常 10wt% 以上加えることが必要となります。一方、この度開発した、沈殿法を利用して作製した焼結体の場合、ジルコニアは三重点以外にも存在しており、広く粒界の界面に存在している様子が図の様に観察され、5 wt% と少ないジルコニア添加量でも、十分に結晶粒の成長が抑えられて微細化していることがわかりました。図中の黒い粒子がジルコニアですが、局所の元素分析を行い、ジルコニアであることを確認しています。

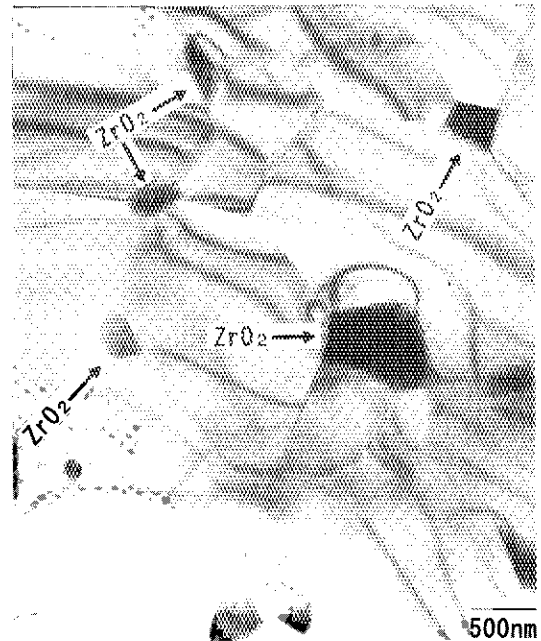


図1 沈殿法でジルコニア分散強化されたアルミナ焼結体の明視野像

(事例2)

図2は、レーザーアブレーション法によって SrTiO₃ 基板上に作製した (La, Ca)MnO₃ 膜の断面観察を行った結果です。格子像により原子配列の様子が観察でき、基板上に膜がどのように成長しているかが視覚的にとらえられます。図中では、基板との界面で整合性をもって膜が成長している様子が観察されます。さらに、電子線回折により基板と膜の結晶方位関係を求めることもできます。また、電界放出形電子銃を持った透過型電子顕微鏡では、電子線を 1 nm 程度まで絞って試料に当てることができますので、1 nm の領域の元素分析が可能です。したがって、膜の成長過程で元素濃度の変化がないかどうかを調べることもできます。

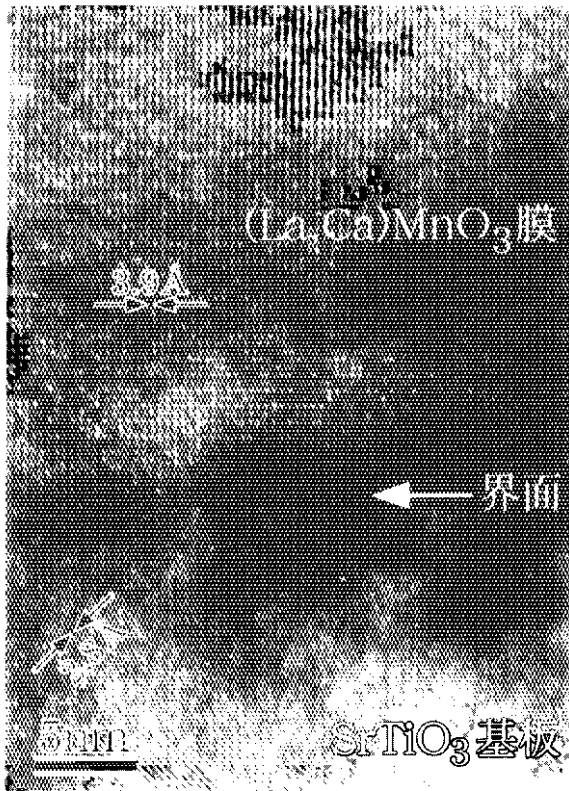


図2 SrTiO₃膜と(La, Ca)MnO₃基板の界面の断面観察

(事例3)

図3はTiO₂薄膜上にスパッタ法で着けたAu微粒子を観察した結果です。試料は、TiO₂膜を基板から剥離させて観察しています。SEMでは観察が困難な微粒子や、内部に存在する粒子などを透過させて観察・分析することができます。

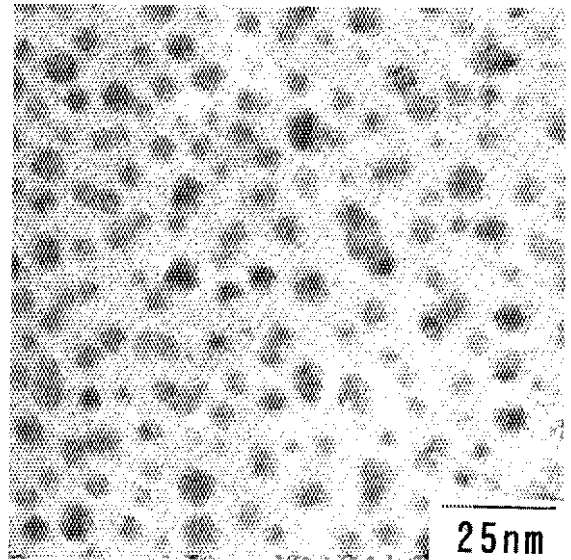


図3 TiO₂膜上のAu微粒子の明視野像

表1 分析機能付透過形電子顕微鏡の仕様

本 体	HF-2000 (日立製作所 冷陰極電界放出形透過形電子顕微鏡)
X線分析装置	DX4 CDU-SuperUTW™ (エダックス ジャパン)
加速電圧	100kV, 150kV, 200kV
分解能	格子像 0.10 nm 粒子像 0.26 nm
ビームスポット径(最小)	1 nm
フォーカスステップ(最小)	1.2 nm
最高倍率	×2000 ~ ×1,500,000 (低倍モード ×200 ~ ×500)
試料傾斜(最大値)	±40°
X線取り出し角	68°
分析可能元素	B ~ U
TVシステム	GATAN MODEL622SC
試料調整装置	イオンリング, ウルトラマイクローム, デインプレグライナ, 超音波カッター, 他

作成者 材料技術部 金属材料グループ 藤田直也 Phone:0725-51-2645

発行日 平成10年7月31日