



# 高度計測センター NEWS

## 第3号

2009年4月10日

### 新技術の解説、技術支援の事例

新技術の解説

## 透過電子顕微鏡 (TEM)リニューアルの紹介

高度計測センターではナノテクノロジー分野、極微細領域の観察・分析機器の重点整備に向け、熱放射型透過電子顕微鏡(TEM)を電界放出型透過電子顕微鏡(FE-TEM)へ改造(FE化)し、併せてEDS検出器の増設と、STEM機能の拡充を行いました。

図1がリニューアルしたFE-TEMの外観です。

FE化により分解能は大幅に向上し、EDS分析においても微小プローブを作りやすく、かつ大きなプローブ電流を得られるようになったため、従来に増して高分解能観察、微小領域分析にも応えられる装置となりました。また、検出器を増設したことでEDS分析における測定時間は約1/2となり、お客さまの要望に迅速な対応が可能となりました。

さらにSTEM機能では、高角度環状暗視野(High Angle Annular Dark Field: HAADF)-STEM観察も行えるようになっております。

STEM(Scanning Transmission Electron Microscope)は走査型透過電子顕微鏡と呼ばれ、(いろいろなタイプもありますが、ここではTEM付属タイプに限定します)細く絞った電子ビームを試料上で走査し、観察する機能です。透過電子のみを結像する場合を明視野(BF)-STEM像、散乱電子で結像する場合を暗視野(DF)-STEM像といいます。DF-STEMより高角度な散乱電子を用いて結像するものがHAADF-STEMです。HAADF-STEMで得られるコントラスト像は原子番号Zを2乗した強度差になると言われており、従来のSTEM像ではコントラスト差がつきにくく、母材との判別が難しい微粒子金属触媒(数nm)のような試料の観察に有効な手段となっております。

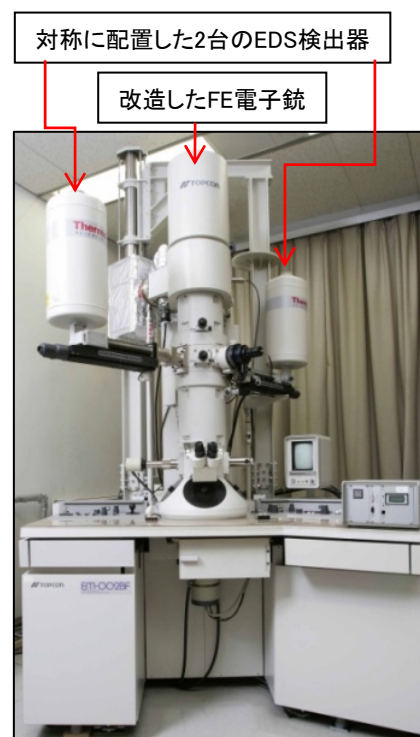


図1 FE-TEM外観  
(株)トプコンテクノハウス製 EM-002BF

## 1.解析目的

熱間金型用鋼(SKD61)における表面酸化層の構造を明らかにする。

## 2.解析の方法

既にSEM観察により酸化層の厚さや結晶粒の大きさは確認されているため、酸化層－母材界面を中心にTEMによる断面観察と元素分析を行った。なお、TEM観察用の薄片化試料(厚さ100nm以下)はTB-FIBのマイクロプロービングシステムを使用して作製した。

## 3.結果

透過電子顕微鏡(FE-TEM)付属のSTEMにより観察したのが図2である。

まず、母材部分にスジが入っていることが確認された(図2円内)。

次にEDSによる面分析を行った結果を図3に示す。スジ状の部分と酸化層に存在する元素は同じであり、鉄、クロム、シリコン等を含む複合酸化物が結晶粒界から形成され、酸化層として成長することがわかった。同じ領域をHAADF-STEMで観察した結果を図4に示す。これまでの解析から、母材の黒いスジ模様は複合酸化物であるという結果が得られている。HAADF-STEMを用いると、さらに細いスジまでも鮮明に確認することができた。

このように、観察・分析の両面から解析を行うことで、結晶粒界に沿って酸化が進行するメカニズムを明らかにすることができた。

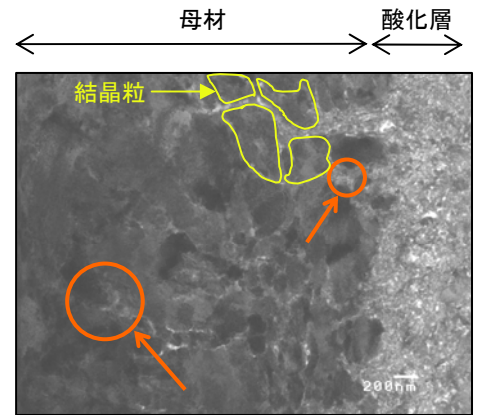
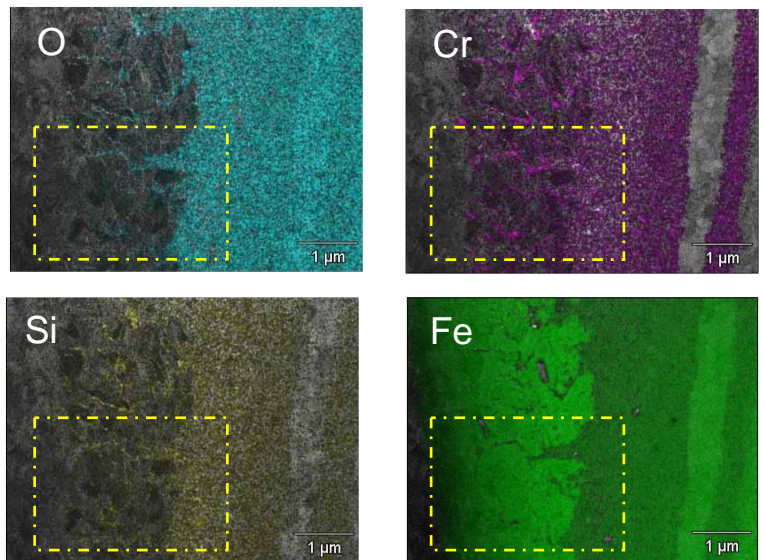


図2 金型用鋼の断面STEM像(明視野)



※黄色い点線内が図2に示した領域に相当。STEM像との重ね合わせ結果。  
EDS : サーモフィッシャーサイエンティフィック(株)製 NORAN System SIX  
図3 STEM/EDSによる面分析結果

HAADF-STEMにより結晶粒界に沿って、酸化が進行する状態が、はっきりと確認できます。

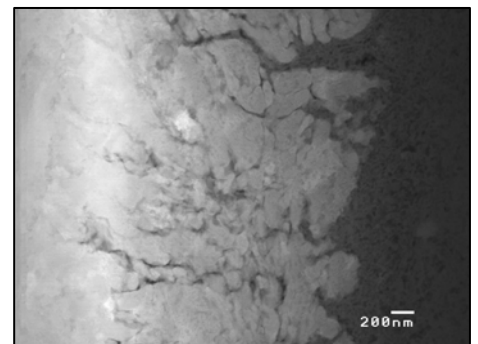


図4 HAADF-STEM像

### 【問合せ先】

微細構造解析グループ  
小沼誠司(こぬませいじ)

(Email: konuma@newkast.or.jp)



微細構造解析グループ  
牛山幹夫(うしやまみきお)

(Email: ushiyama@newkast.or.jp)



(複製を希望する場合は当高度計測センターにご連絡ください)