

原子分解能 STEM-EDS マッピング による原子カラムの可視化

Development of quantitative atomic resolution STEM-EDS mapping for materials research



KEY WORDS Atomic resolution STEM-EDS, Crystal Interface

受賞者：熊本 明仁（東京大学）

Awardee: Akihito Kumamoto (The University of Tokyo)

概要【Overview】

収差補正技術を搭載した走査透過型電子顕微鏡（STEM）と高感度なエネルギー分散型X線分光分析（EDS）を高度に融合することによって、結晶材料中の原子カラムを直視できる元素分析法を確立し解析支援に活用している。本手法では、結晶中の全元素を対象に原子分解能で元素識別・可視化が可能となる。この新手法を材料開発を支援するための新奇的なイメージング法として提案し、複数の元素が混在する複合材料の局所構造解析に応用している。

Atomic resolution elemental analytical method is developed by combining aberration-corrected scanning transmission electron microscopy (STEM) with highly sensitive energy dispersive X-ray spectroscopic analysis (EDS). In this method, it is possible to identify all the elements in the crystals with atomic resolution. We offer this novel imaging technique to support a wide range of research for material science. For example, we apply this approach to the local structural and chemical analysis of very complex heterointerface within composite materials at the level of single atomic columns.

原子分解能分析イメージングの基盤技術

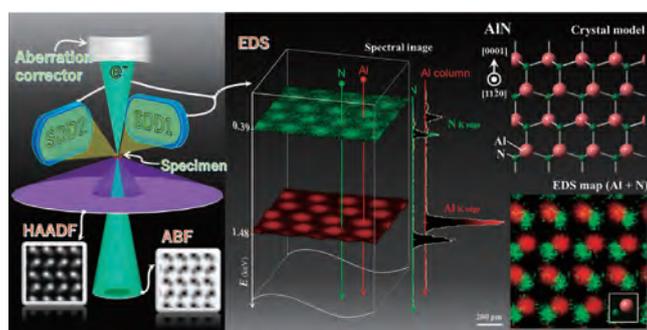
Key technology for atomic resolution analytical imaging

▶ 原子分解能 STEM-EDS 軽元素マッピング

Atomic resolution STEM-EDS mapping for light elements

収差補正STEM（JEM-ARM200F）に搭載した2つの大口径シリコンドリフト検出器(dual-SDD)を用い、原子分解能STEM-EDSマッピングによる原子レベル構造解析を行った。軽元素の原子分解能マッピングでは、電子線照射による試料ダメージが像質を劣化させることが問題となる。本技術では、弱電流プローブ走査を原子分解能で数千から数万フレーム積算するマッピング法を開発し、軽元素から成る酸化物や窒化物中の全原子カラムを鮮明に可視化することが可能になった。

Atomic resolution STEM-EDS mapping was performed using an aberration-corrected STEM (JEM-ARM200F, JEOL Ltd.) equipped with two large diameter silicon drift detectors (dual-SDD). In the elemental mapping of light elements, it was the challenge to prevent the sample damages due to electron beam irradiation. By applying a mapping method of accumulating weak current probe scanning frames at atomic resolution, all atomic columns within oxide or nitride crystals including light element columns can be obtained.



収差補正STEM-EDSの模式図とAlN単結晶の原子分解能STEM-EDSマップ。A schematic of the aberration-corrected STEM-EDS system and the results of atomic resolution STEM-EDS mapping of AlN single crystal.

Reference : A. Kumamoto, et al., AMTC4 (2014).; 熊本明仁, 他, セラミックス 51, (2016) 404.

軽元素複合材料の局所構造解析への応用

Local structural analysis of composite materials

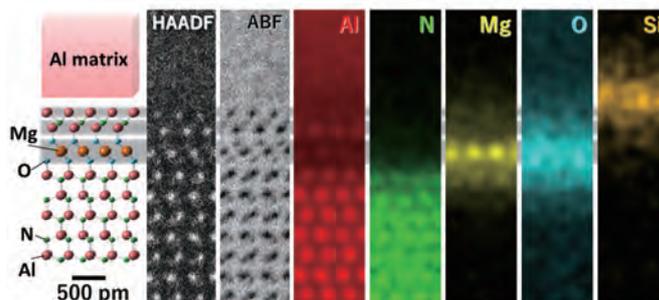
▶ Al 合金 -AlN 溶融接合界面の原子スケール構造解析

Atomic structure analysis of Al alloy/AlN liquid-bonded heterointerface

近年の高耐圧・高機能電子デバイスには、金属とセラミックスの異種材料溶融接合技術が用いられている。しかし、不純物や添加元素を含む接合界面の形成メカニズムに関してはこれまで明らかにされていなかった。そこで本研究では、溶融接合されたアルミニウム合金と窒化アルミニウムの異相界面構造を原子分解能STEM-EDSによって可視化した。これにより、従来手法では識別不可能な微量添加元素のMgが原子一層だけ界面に偏析していることを発見し、Mg原子層が異相界面で機械強度を向上する効果を明らかにした。

利用者：三菱マテリアル株式会社中央研究所 黒光祥郎、秋山和裕

Liquid-bonded heterointerfaces between metals and ceramics are used for high-performance electronic devices. However, the formation mechanism of the bonding interface had not been elucidated so far because of the presence of impurities and additional elements. In this study, the interface structure of liquid-bonded Al alloy and AlN was directly observed by the atomic resolution STEM-EDS mapping. We discovered that a small amount of Mg additive element forms one atomic layer structure at the interface. This Mg layer was found to be the origin of the enhanced mechanical strength of the interface.



Al合金とAlNのヘテロ界面の原子分解能STEM-EDSマッピング。

Atomic resolution STEM-EDS mapping of the heterointerface between Al alloy and AlN.

Reference: A. Kumamoto, et al., Sci.Rep. 6, (2016) 22936.; 熊本明仁, 他, 日本結晶学会誌 59, (2017) 246.; Y. Kuremitsu, et al., J.Cer.Soc.Jpn. 125, (2017) 165,