

超高压電子顕微鏡を用いた技術支援

Technical support using an ultra-high voltage electron microscope



技術支援貢献賞 / Best Technical Support Contribution Award

受賞者：前野 宏志 (九州大学)

Awardee : Hiroshi Maeno (Kyushu University)

KEY WORDS UHV-EM, TEM, EELS, EF-TEM, Thick sample

概要 / Overview

九州大学マテリアル先端リサーチインフラ事業では「解析」および「合成」の2つの領域を中心に支援活動を行っている。本受賞者は本事業に参画している共同利用施設「超顕微解析研究センター」の技術職員として装置管理と利用者の支援を行っている。本発表では担当装置と超高压電子顕微鏡を用いた観察方法を紹介する。

Advanced Research Infrastructure for Materials and Nanotechnology at Kyushu University conducts support activities primarily in the two areas of 'analysis' and 'synthesis'. The recipient of this award is a technical staff at the Ultramicroscopy Research Center, a shared-use facility involved in the project. His responsibilities include equipment management and user support. In this presentation, we will introduce the equipment in charge and the observation method using an ultra-high voltage electron microscope.

担当装置の紹介

Introduction of equipment in charge

● JEM-1300NEF

オメガ型電子分光装置を搭載した透過電子顕微鏡で、加速電圧は最高1250kVで使用可能なので、通常の200kV電頭と比べてより厚いサンプルも観察可能。対物レンズのポールピースのギャップも大きいため、3次元トモグラフィの他、加熱、冷却(液体窒素)、加熱引張り実験等のその場観察も可能。



● JEM-ARM300F2

冷陰極電界放出型電子銃を搭載した透過電子顕微鏡で、加速電圧は最高300kVで使用可能なので、こちらも超高压電子顕微鏡程ではないが通常の電子顕微鏡と比べると厚いサンプルの観察が可能となっている。対物レンズのポールピースがワイドギャップタイプでXEDSの検出器が大口径(158mm²)の2本挿しとなっており、XEDSの検出効率が従来品と比べ向上している。



● JEM-ARM200CF

冷陰極電界放出型電子銃を搭載した透過電子顕微鏡で、加速電圧は最高200kVで使用可能。対物レンズのポールピースが高分解能タイプでXEDSの検出器(100mm²)が2本挿しとなっており、像分解能もよく、XEDSの検出効率もよい装置構成となっている。他にもGatan社製の電子エネルギーフィルターを搭載しているので、EELSの取得も可能である。



厚いサンプルの観察方法

How to observe thick samples

● 厚いサンプルの観察方法

本装置(JEM-1300NEF)は必ずオメガ型電子分光装置を電子線が通るので、スリットをエネルギーを失っていない電子線だけを通すように入れた方が像質はよくなる(図1)が、サンプルが厚くなるとほとんどの電子線がエネルギーを失っているので、前述したやり方でスリットを入れてしまうと暗くなりすぎてしまうので、この場合、エネルギーを失った電子線部分にスリットを入れた方が(図2)像はきれいに撮れる。

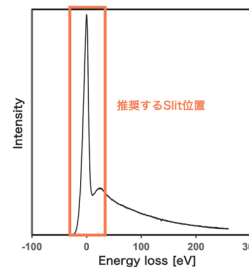


図1. 薄いサンプルのEELSスペクトル

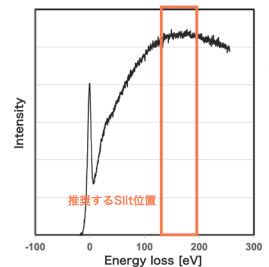


図2. 厚いサンプルのEELSスペクトル

JEM-1300NEFによる技術支援例

Example of technical support by JEM-1300NEF

● 低温はんだ(SnBi系)の加熱実験

低温はんだは従来のはんだに比べて融点が低いので、通常の使用温度範囲でも変化してしまう。その変化を確認するため、JEM-1300NEFを用いて500nm厚のサンプルを段階的に加熱しながらその場観察を行った。

図3、図4は低温はんだのTEMの低倍像で、図3がスリットを入れていない時の像で、図4がスリットを図2のようにエネルギーロス側に入れた際の像となっており、サンプルが厚い場合は図4のようにした方が、実際に観察したいサンプル部分が十分な明るさで観察することが可能となる。

利用者：野北和宏教授(クイーンズランド大学)

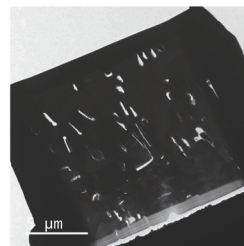


図3. スリット入れていない時

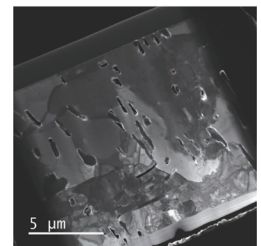


図4. スリットをエネルギーロス領域に入れた時

CONTACT

前野 宏志 / Hiroshi Maeno
九州大学 / Kyushu University
URL : <https://www.hvem.kyushu-u.ac.jp/>