

【装置紹介】電界放出型透過電子顕微鏡 (FE-TEM)

概要

透過電子顕微鏡 (TEM) は、高電圧 (200kV) で加速した電子線を超薄片化 (厚さ 100nm 程度) した試料に透過させることによって、試料の内部組織や結晶構造をナノメートルオーダーで観察可能な装置です。

試料に広く平行なビームを照射する TEM 法、細く絞った電子線を走査して照射する走査透過電子顕微鏡 (STEM) 法、および、付加機能による各種解析法が可能です。表1に各種解析法の概要をまとめました。

装置概要

日本電子 (JEOL) JEM-F200

《TEM 本体》

- ・電子銃 : Cold-FE 電子銃
- ・TEM 分解能 : 0.23nm/200kV
- ・STEM 分解能 : 0.16nm/200kV
- ・加速電圧 : 80kV、200kV

《各種機能》

- ・EDS : 日本電子 JED-2300 SDD
検出器面積 : 100 mm² × 2 基
- ・CMOS : Gatan OneViewIS
- ・STEM 明視野/暗視野
- ・大気非暴露観察 ・In-situ 加熱 TEM 観察
- ・ナノビーム電子回折 (ナノビームディフラクション : NBD) マップ



【図 1】 TEM (JEM-F200) 外観

【表 1】 各種解析法の概要

測定項目		解析内容	適用材料
TEM	明視野、暗視野像	形態観察、欠陥解析、結晶方位解析 倍率 : 数万倍 ~ 数百万倍	無機材料、電子材料、電池材料、 金属、セラミックス、微粒子、触媒 高分子材料 (フィルム、ゴム)
	高分解能像、格子像	ナノメートル領域の膜厚観察、 結晶構造解析 倍率 : 数万倍 ~ 数百万倍	
	制限視野電子線回折	結晶構造解析 (結晶の同定、方位の決定) 測定エリア : 数十 nm ~ 数百 nm	
STEM	STEM-明視野像 STEM-暗視野像	形態観察、組成像観察 (組成差を像として取得) 倍率 : 数万倍 ~ 数千万倍	
	元素分析 (EDS)	ナノメートル領域の定性分析、半定量分析、 元素マッピング	
	ナノビーム電子回折 (ナノビームディフラク ション : NBD) マップ	結晶性、結晶方位、積層欠陥や双晶の形成など結 晶に関する情報の二次元分布の評価 (空間分解能 : ナノメートルオーダー)	

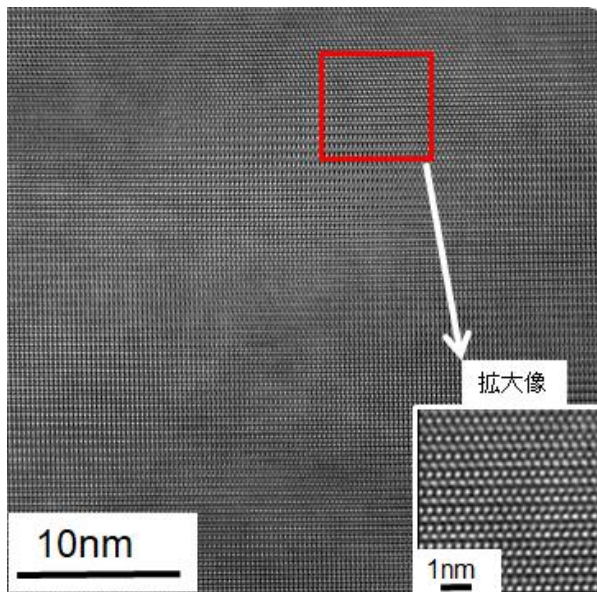
分析事例

窒化ガリウム(GaN)はパワーデバイスなどに応用されている重要な化合物半導体材料であり、GaN 薄膜を形成した際の結晶性がデバイス性能に大きく影響することが知られています。

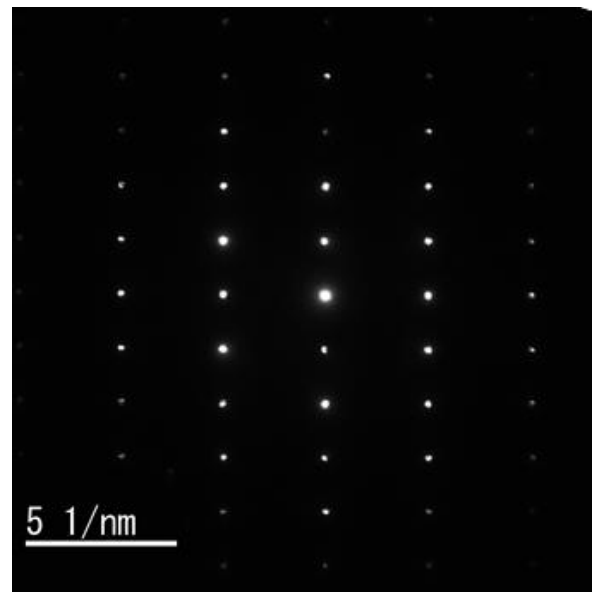
今回、透過電子顕微鏡(TEM)を用いて高分解能像(格子像)および制限視野電子回折図形により、GaN 薄膜の結晶性を解析しました。

GaN 膜の高分解能像(格子像)および制限視野電子回折図形を図 2、図 3 に示します。

高分解能像(格子像)より結晶の周期性が確認されました。また、電子回折図形を測定したところ、図 2 に示す GaN[100]の電子回折図形が得られました。上記結果より、GaN 膜中の結晶構造は、周期性があり結晶構造の乱れがない構造であることが確認されました。



【図 2】 GaN の高分解能像(格子像)



【図 3】 GaN [100] の電子回折図形

表 2 に付加機能による解析法の概要をまとめました。

【表 2】 付加機能による解析法の概要

測定項目	解析内容	材料
付加機能	大気非暴露環境下での TEM,STEM による各種解析	電池材料、触媒など大気により変質する材料
	【技術資料へのリンク】大気非暴露 FIB-TEM による易酸化材料の構造解析 (PDF)	
付加機能	室温～1300℃まで加熱を行いながら、変形挙動、劣化挙動、焼結機構をリアルタイムに観察	セラミックス、ポリマー、合金など(加熱により構造が変化する材料)
	【技術資料へのリンク】In-situ 加熱 TEM による金属コロイドの形状変化解析 (PDF)	
	【研究報告へのリンク】東ソー研究・技術報告、65、59 (2021) (PDF)	

適用分野：形態観察、構造解析、組成分析、結晶構造、大気非暴露、電子回折図形、EDS (元素マッピング) 電頭

キーワード：無機材料、易酸化材料、金属、ガラス、セラミックス、触媒、ジルコニア、ゼオライト、GaN、ポリマー、電池材料、触媒材料、結晶、ナノビーム電子回折、NBD、4D-STEM