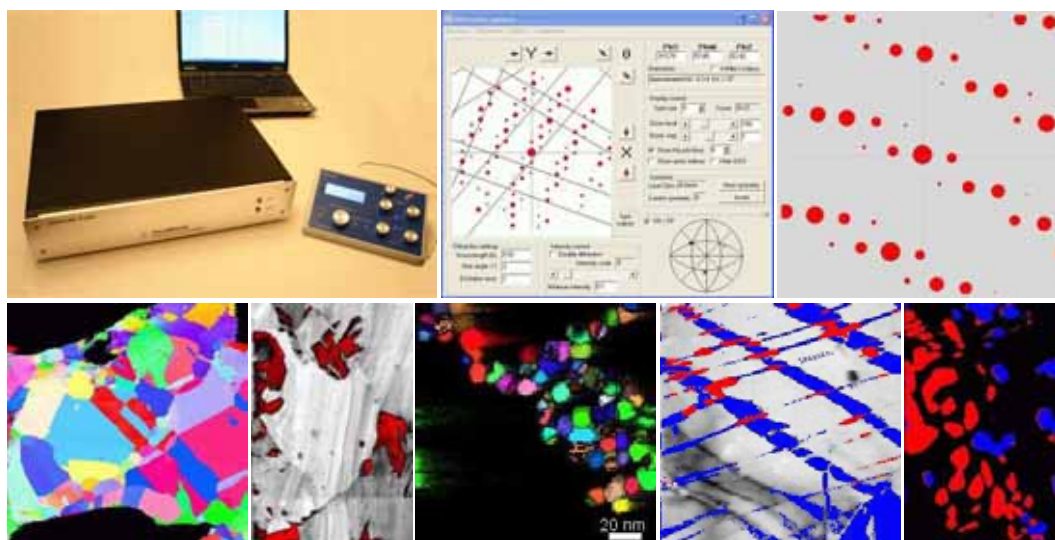


ASTAR* (アスター) 透過電子顕微鏡でのナノ結晶方位と相マッピング

*ASTARはNanoMEGAS社の商標です。



「アスター」を取り付けると透過電子顕微鏡を簡単に改善できます。

特徴

- 透過電子顕微鏡で EBSD と同様なことができます。
- 高分解能の方位マップが作成できます。

(方位精密は 1° 以下、空間分解能が電顕依存で、5 nm 以下の優れた結果が得られます。)

- 金属やセラミックス、半導体などの回折する物質に結晶系を問わず直接使用できます。さらに、結晶の表面処理が必要ないので、TEM の試料をそのまま分析できます。
- 専用カメラを用意していますので、簡単かつ高速にデータが得られます。例： $2 \times 2 \mu\text{m}$ 、 200×200 点のマップが7分間で取得できます。
- プリセッションと走査が同時にできるため、精密な方位と相マップが正確に得られます。
- 100 ~ 300 kV の顕微鏡に簡単に取付けできます。

アスターを利用して、試料をより正確に分析してみましょう！

アスターとは、どのように使用しますか

アスターは、透過電子顕微鏡用に開発された自動結晶方位を解析するツールです。

図1は簡単に方位マップができる過程を示しています。電子線が試料上で走査しながら、高速カメラで個々の点で回折像を取得します。各々の回折像がその後、予め算出された一連のテンプレートと相互相関法で比較されます。そして一番合致するテンプレートが該当する結晶方位を表します。

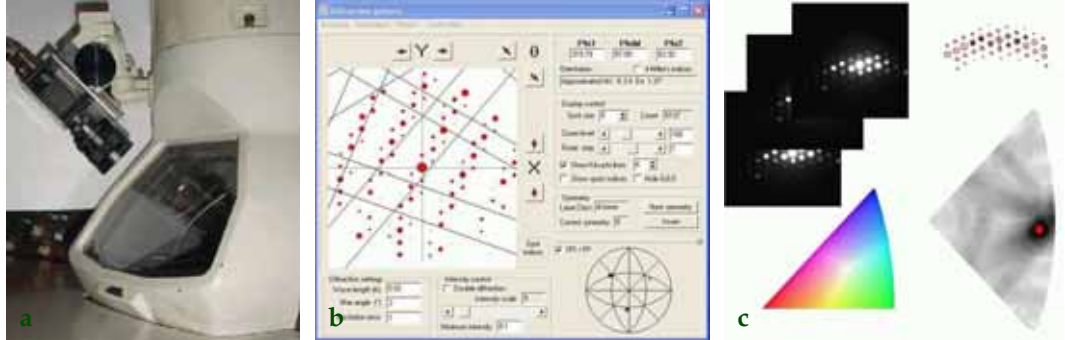


図1: 電顕の蛍光板に向けて取り付けられた高速カメラ。テンプレートを算出するプログラム。一番合致する相関指数を見つけるまで、カメラで取得した回折画像と比較。これにより、各々の点で、結晶の方位が決定されます。

応用例1：金属ナノ結晶の方位マップ

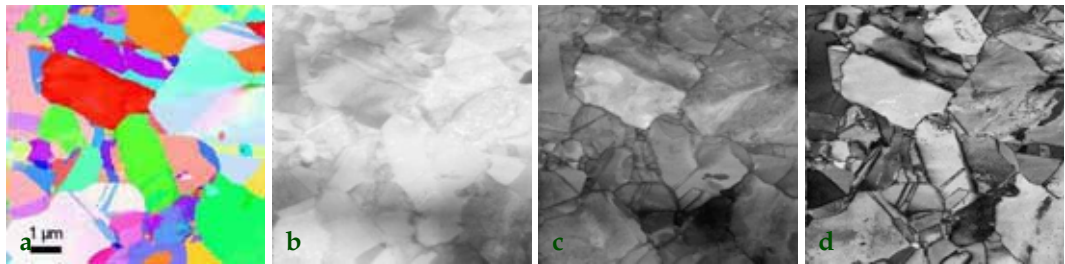
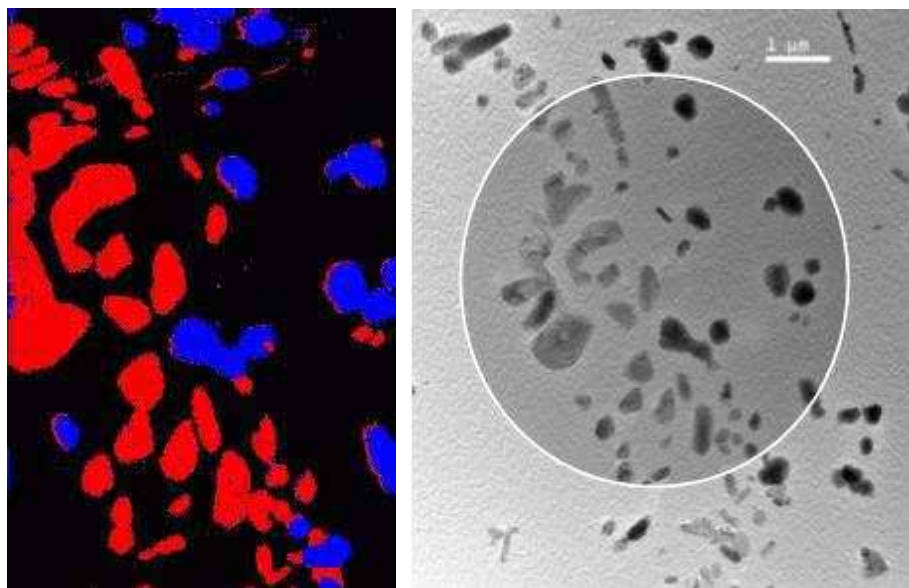


図2: この銅の試料は12 nmの分解能で、Jeol 3010 LaB₆のCBDモードで観察した。アスターを使用することによって、ナノツインを明確に表すことができます。b:パーチャル明視野、c:指数マップ、d:リライアピリティーマップ。

応用例2：炭化物と窒化物のナノ結晶の相マップ



430 ステンレスのレプリカからできた試料ですが、この相マップは右側の円形部分から作成された。これは fcc の立方晶系の M₂₃C₆ 炭化物と六方晶系の Cr₂N 窒化物を含む試料です。即ち、青は a=0.483 nm, c=0.451 nm 窒化物であり、赤は a=1.062 nm 炭化物です。

応用例 3 : 半導体の試料分析

半導体の試料を分析する企業研究所で迅速な反応が求められる時、アスターは大変有効です。図3を見ると、成長結晶が銅線の幅とほぼ同じ事が解かります。分析は三次元空間で行われました。

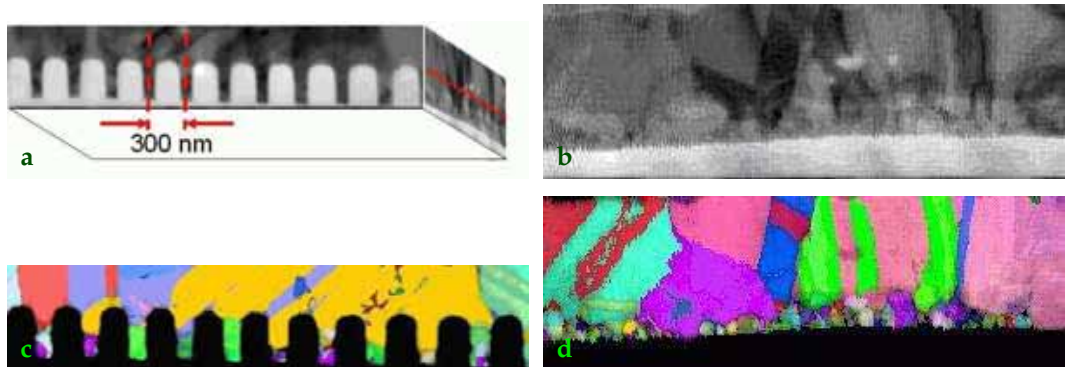


図3: Jeol 3010 LaB₆ TEM で、アスターで分析された 80 nm 銅線の組織マップ。右上は横側バーチャル明視野、右下は同所の方位マップで、25 nm スポットの 250×100 ピクセル、13 nm ステップのマップ。— 左下は表側の方位マップ、300×100 ピクセル、6.5 nm ステップ、15 nm スポット。(Courtesy: Brandstetter S., Rauch E., SiMap, CNRS Grenoble, France.)

アスターの特徴：同時にプリセッションと走査を行う

TEM で複数の結晶方位と相の分布を決定するために、質の良い電子回折像を取得する必要があります。プリセッションを利用すれば従来より、二倍以上の斑点を持つ回折像が得られます。そのために、精度の高い相と方位マップが取得できます。

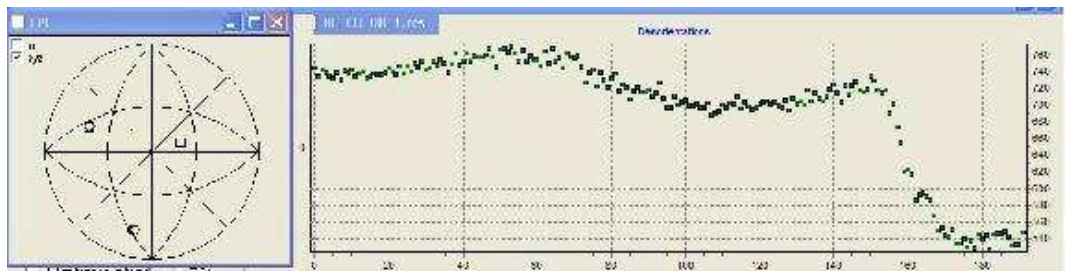


図4: 電子線と試料が安定状態でのプリセッション角度を 0° ~ 1° 上昇する時の相関係数挙動。

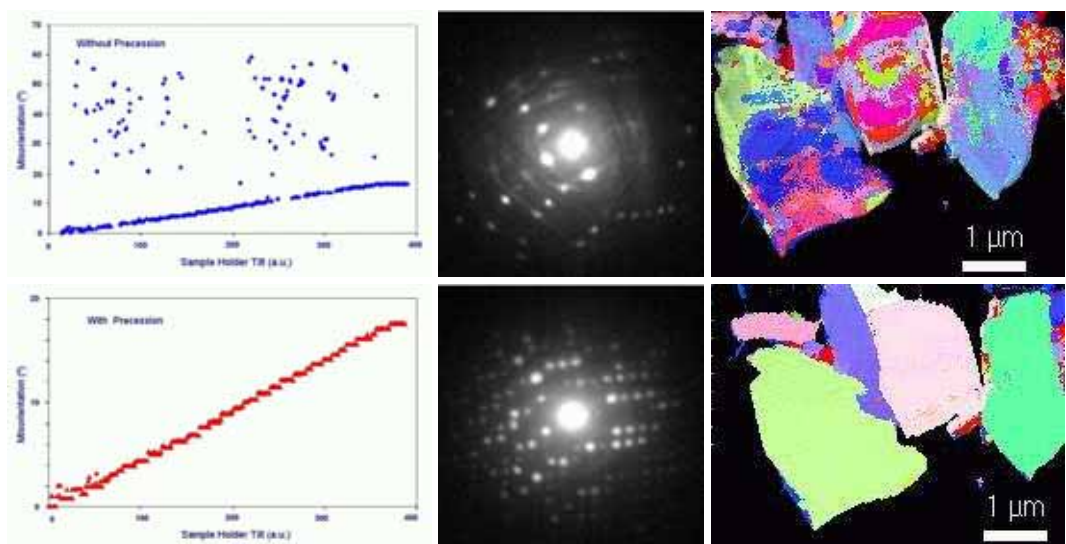


図5: マイエナイト (Ca₁₂Al₁₄O₃₃) 試料での例。上は、従来の回折像とそれを根拠にしてできたマップです。下は、僅か 0.35° のプリセッション角度でできた回折像とそのマップ。より詳細な回折像を取得できることによって、精度の高い方位マップができるようになりました。(貢献: J. Portillo, Univ. Barcelona, Spain, and E. Rauch, SiMap, Grenoble, France.)

プリセッション技術は弊社で開発した「スピニングスター P0x0」と「ディジスター P1000」によってできる技術です。これらのプリセッションユニットは「アスター」の一部となり、透過電子顕微鏡の各メーカーに対応できます。アスターのシステムで、走査とプリセッションの両方の機能が同時に起動するので、顕微鏡本体には、STEM の機能が不要になります。

図5と6を見て頂くと、実際の方角と相マップの優れた改善が解かります。電子線回折装置「アスター」はどの材料でも同じ結果が得られる理由は、プリセッションによって方角をより正確に決定できるからです。そして、更に立方晶系によくある 180° の両義性を無くすこともできる特徴があります。

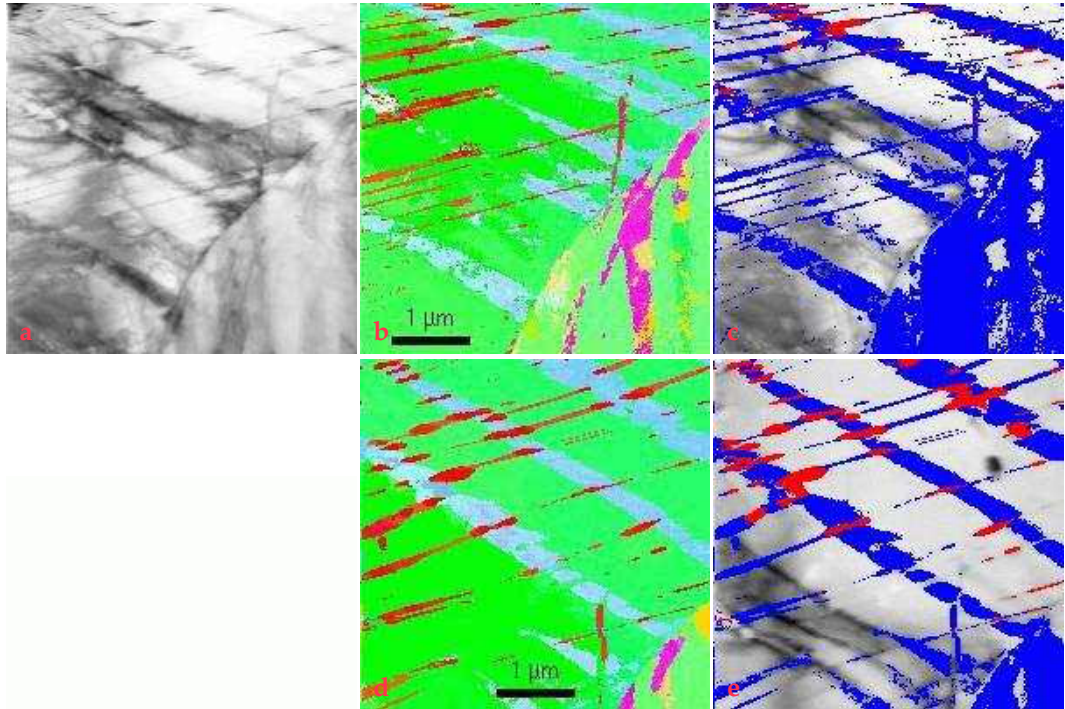


図6: 三つの相を含めた Austenite のステンレススチール。fcc γ マトリックス、hcp ϵ バンドと、そのバンドの交差するところで、bcc α' マルテンサイト。左はバーチャル明視野。—中央は方位マップ。—右は相マップ。上の方は、従来の回折でできたもので、下の方は 0.4° のプリセッション回折ですが、ステップは両方とも 22 nm.

高空間分解能

方位や相マッピングは当然、顕微鏡のスポットサイズに依存するが、図7に示す様に、球面収差補正ができる「デジスター」を利用すれば、本格的な高分解能が可能です。

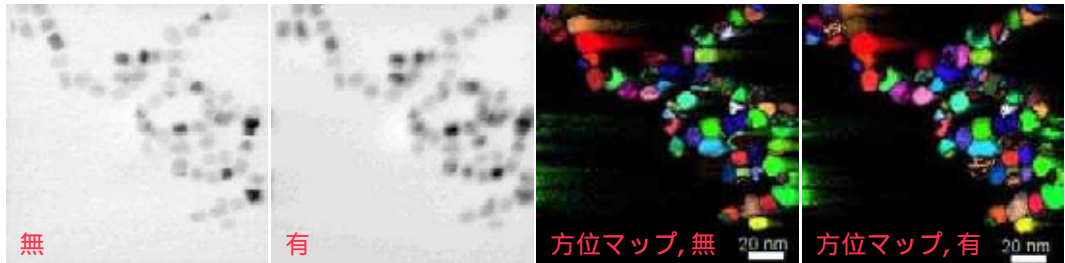


図7: Pt ナノ粒子のバーチャル明視野と方位マッピングの高分解能の例。スポットサイズは 0.5 nm の場合には、わずか 1 nm の高空間分解能ができます。

プリセッションと結晶構造解析について

プリセッションの角度を3度迄上げると、電子回折に発生する動力学的な効果が大幅に減らすことができます。よって、従来の電子線回折手法では結晶構造が決定できなかったが、本手法では、ナノ結晶の構造決定が確実にできるようになりました。

参考文献

- 1: R. Vincent, P. Midgley, Ultramicroscopy 53, 271-282, 1994.
- 2: E. Rauch, M. Veron, J. Portillo, D. Bultreys, Y. Maniette and S. Nicolopoulos, Microscopy and Analysis, November 2008.

日本販売代理店：株式会社アド・サイエンス

<http://www.ads-img.co.jp>
電話番号：(047) 434-2090
ファックス：(047) 434-2097

ADS アド・サイエンス