

## 透過型分析電子顕微鏡

科学分析支援センター 徳永 誠

透過型電子顕微鏡(TEM)は、試料内部を直接、原子レベルで観察可能な装置である。応用範囲は大変広く、観察対象となる試料は、生物、金属、鉱物、セラミックスなど多岐にわたっている。装置に要求される性能は、生物系試料と無機材料系試料では若干異なり、無機材料系試料の場合には、高い加速電圧が必要とされる。最近では、観察だけではなくナノメートルレベルの元素分布等の分析も求められるようになっている。

科学分析支援センターには、従来より主に生物系試料を対象とした TEM が共同利用機器として設置され、利用されてきたが、無機材料系試料を対象とした共同利用可能な TEM は設置されていなかった。本装置は、このような状況の下、無機材料系試料に対応可能な TEM にエネルギー分散型 X 線検出器を組み合わせ、観察と同時に X 線元素分析を可能とした超微小領域複合分析装置として、平成 21 年度補正予算により設置された装置である。

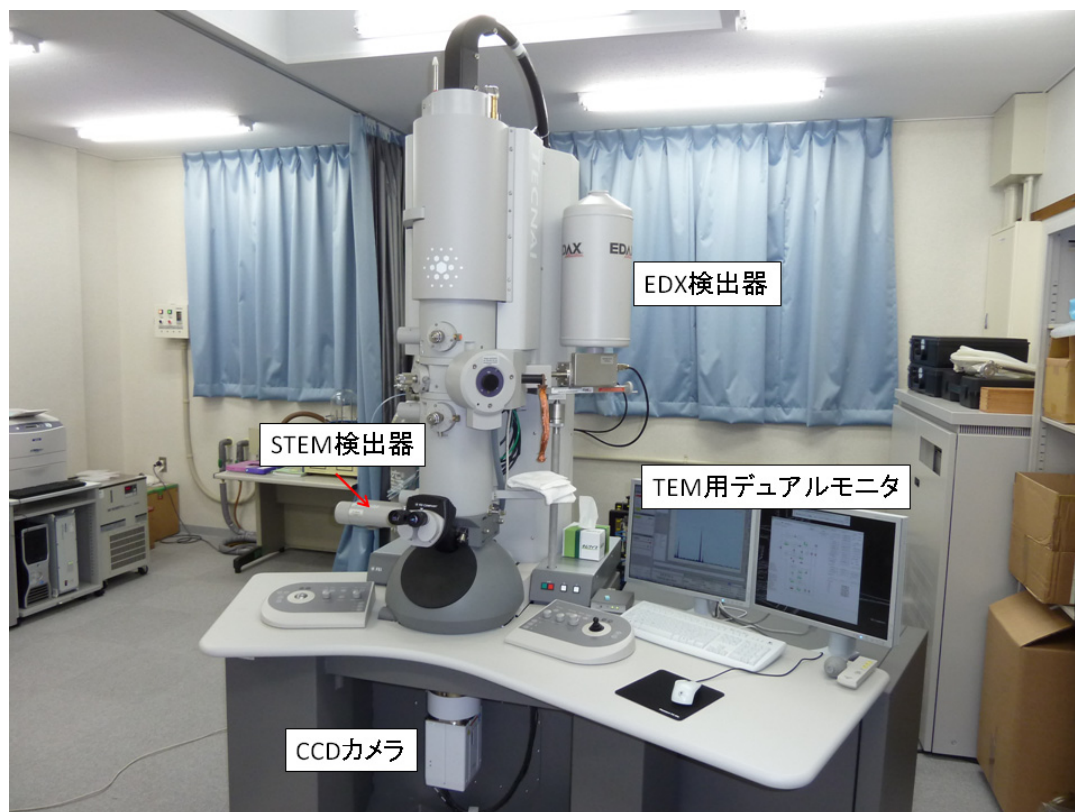


図 1 Tecnai G2 の装置構成

### 1. 透過型電子顕微鏡

今回導入された TEM は、FEI 製 Tecnai G2 20 である。電子銃には六ホウ化ランタン (LaB6) を用いた熱電子放出型電子銃が用いられており、最大加速電圧は、無機材料系試料に対応可能な 200 kV である。

制御は完全にデジタル化されており、全て PC 上から操作でき、必要な切り替え等はワンタッチで行えるなど、極めて操作しやすいシステムとなっている。

電子線モードとしては、透過電子像観察モード (TEM モード) と分析モードが選択できる。

TEMモードは、電子線をコンデンサーレンズで微小平行光束として試料に照射し、透過してきた電子線を拡大して観察する、いわゆる通常の TEM 観察モードである。観察像の取得には、従来は写真フィルムが使われてきたが、現在では主に CCD カメラが使われている。本装置に装着されている CCD カメラは鏡体直下に装着するボトム式で、画素数  $2k \times 2k$ 、画素サイズ  $30 \times 30 \mu m^2$ 、有効面積  $61.2 \times 61.2 mm^2$  の高面積、高解像度タイプである。一般的な利用に際しては、従来のフィルムによる画像と比較しても遜色のない画像が得られる。

本装置の TEM 像観察時の分解能は次の通りである。

- ・ 粒子像分解能 0.24 nm
- ・ 格子像分解能 0.14 nm

分析モードは、電子線を細く絞り、1 nm 以下のプローブとして試料に照射し、走査透過電子(STEM)像及び電子線回折像の観察や後述のエネルギー分散型 X 線検出器による元素分析に用いられる。

STEM 像観察は、電子線プローブにより試料上を二次元走査し、試料を通過した電子を検出して、走査型電子顕微鏡(SEM)と同様にモニター上に表示する方法である。本装置では、検出器として高角度円環状(HAADF)検出器を備えている。HAADF 検出器は中央に穴の開いた、ドーナツ状をしており、高角度に非弾性散乱された電子を検出するため、暗視野像となる。電子の散乱は、重い原子ほど強く散乱されるため、HAADF で検出した場合には明るくなり、その明るさは、原子番号(Z)の 2 乗に比例する。分解能は電子線プローブのサイズにより決まるため、本装置の HAADF-STEM 像観察時の分解能は 1 nm である。

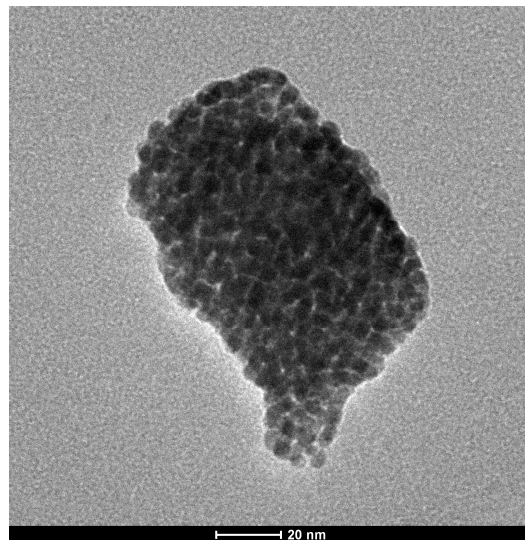


図 2 金ナノ粒子の TEM 画像

上述してきた通常の TEM 像や STEM 像は 2 次元の透過像であり、試料の厚み方向の情報を得ることは困難である。これらの欠点を補うための方法として開発されたのが、コンピュータを利用した 3 次元(3D)トモグラフィー法である。本装置では  $\pm 80^\circ$  の高傾斜可能な試料ホルダーを用いて、連続的に角度を変化させてデータを取得し、得られた大量のデータをコンピュータで処理して 3D 画像を形成させる。これにより、試料内部の構造を立体的に解析することが可能となる。取得するデータは、TEM 像、STEM 像の両方に対応しているため、広い応用範囲が期待できる。

## 2. エネルギー分散型 X 線検出器

エネルギー分散型 X 線(EDX)検出器は、観察時に試料より発生する特性 X 線を検出し、得られるエネルギー分布から試料の構成元素を調べる装置である。

今回導入された EDX 検出器は、AMETEK(旧 EDAX)製 rTEM である。rTEM はエネルギー分解能が 136 eV (Mn-K $\alpha$ )であり、TEM との組み合わせに有効な高感度タイプの検出器である。検出素子の冷却は、液体窒素冷却式であり、使用前に予めデューワーに液体窒素を満たして冷却しておく必要がある。

測定・解析用ソフトウェアは次の機能を備えており、特に STEM との組み合わせにより真価を発揮する。

- ・スペクトル測定 ・ ピーク分離 ・ 定性分析(オート, マニュアル)
- ・定量分析(スタンダードあり, なし) ・ デジタル画像処理 ・ 多点分析 ・ ライン分析(定性, 定量) ・ 全元素 X 線マッピング ・ 定量 X 線マッピング ・ ドリフト補正 ・ 相分析

本ソフトウェアは完全に TEM 制御用のソフトウェアと一体化しており、違和感なく操作することができる、極めて優れたシステムとなっている。