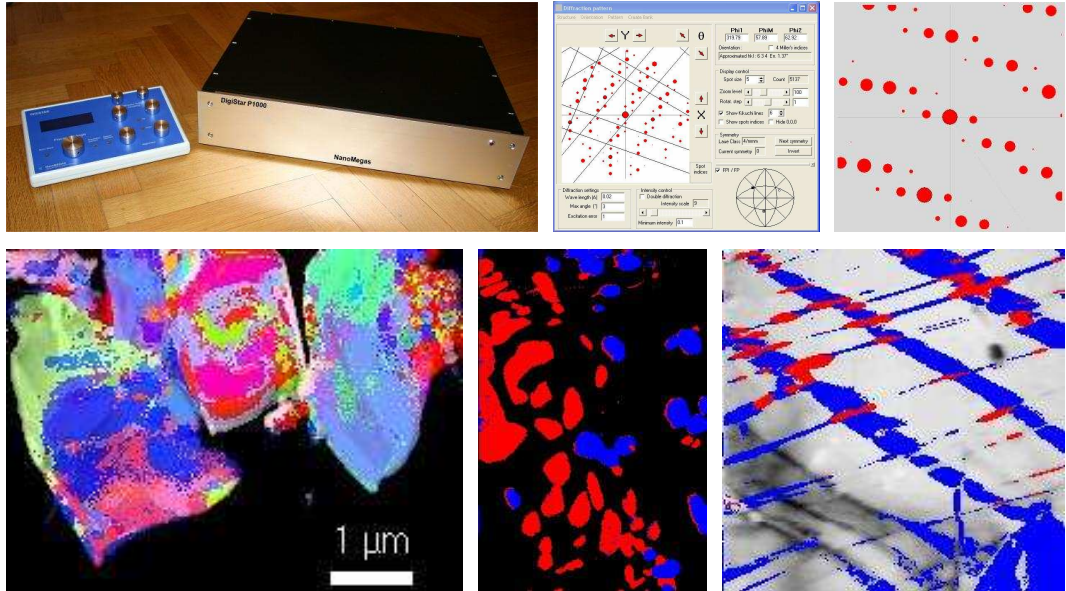


ASTAR* (アスター) 透過電子顕微鏡でのナノ結晶方位と異相マッピング



「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る。

概要

- アスターを利用すると、透過電子顕微鏡で EBSD の様な技術が可能になる。
- 高分解能の方位マップが作成できる。方位精密は 1° 以下、空間分解能が 5 nm 以下の優れた結果が得られる。
- アスターは金属、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える。さらに、結晶の表面処理の必要がないので、TEM の試料をそのまま分析できる。
- 外部カメラが用意してあるので、データが高速で、簡単に得られる。例えば、 $5 \times 5\mu\text{m}$ 、 400×400 ピクセルのマップが5分間で取得できる。
- アスターの一番の特徴は、同時にプリセッションと走査ができることである。従って、精密な方位と異相マップが上手に作成できる。
- アスターは $100 \sim 300\text{ kV}$ の顕微鏡に簡単に取り付けられる。

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！

*ASTAR は NanoMEGAS 社の商標である。

アスターとは何ですか？ どのように使いますか？

アスターは、透過電子顕微鏡のために開発された自動結晶方位を解析する道具である。Fig. 1には、簡単に方位マップができるまでの過程を示す。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する。それぞれの回折像がその後、予め計算で造られた一連のテンプレートと相互相関法で比較される。そこで一番合致するテンプレートが該当する結晶方位を表す。

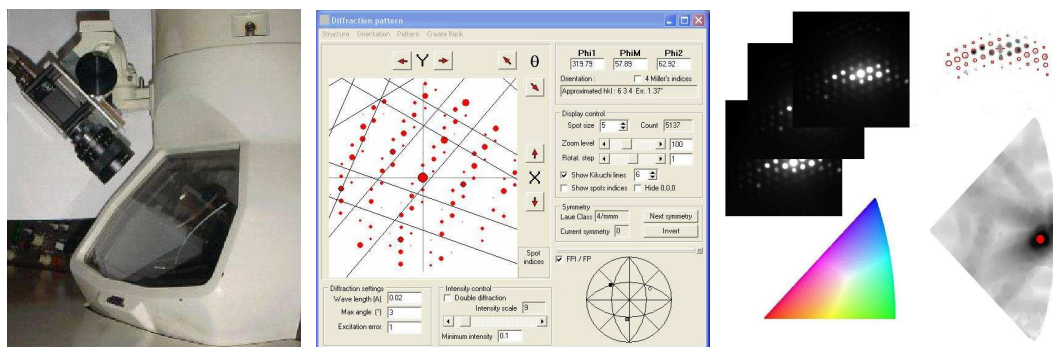


Fig. 1: 電顕の蛍光板に向けて取り付けられた高速カメラ。—テンプレートを算出するプログラム—が一番良く合っている相関指数を見つけるまで、カメラで取得した回折画像と比較する。これによって、各々の点で、結晶の方位が決定される。

応用例 1：金属ナノ結晶の方位マップ

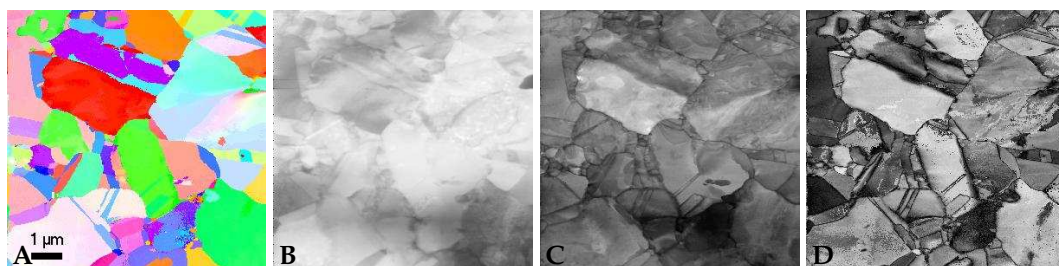
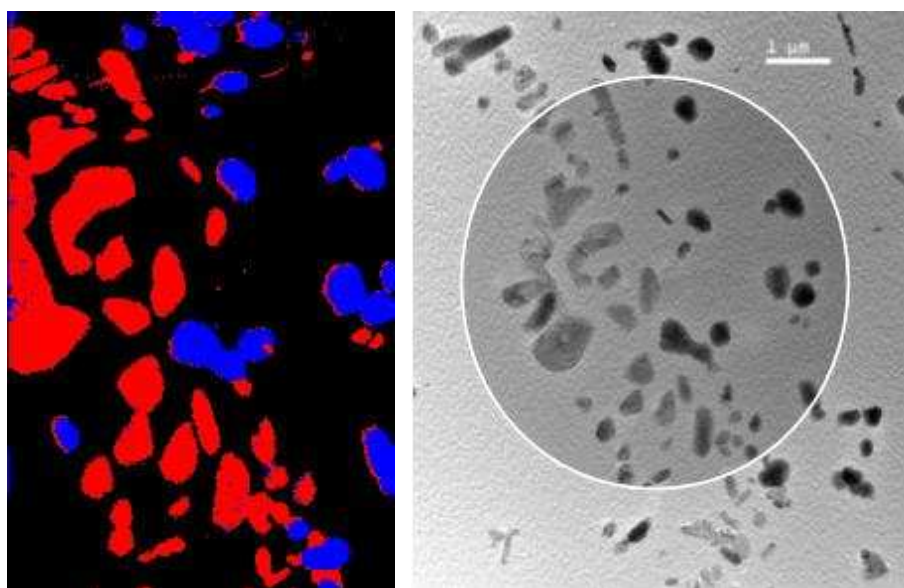


Fig. 2: この銅の試料は 12 nm の分解能で、Jeol 3010 LaB₆ の CBD モードで観察した。アスターを使用することによって、ナノツインを明確に表すことができる。二番目の図はバーチャル明視野、続いて、指数マップとリライアビリティマップである。

応用例 2：炭化物と窒化物のナノ結晶の位相マップ



430 ステンレスのレプリカからできた試料であるが、この異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ある。即ち、青は a=0.483 nm, c=0.451 nm 窒化物であり、赤は a=1.062 nm 炭化物である。

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ある。Fig. 3 を見ると、成長結晶が銅線の幅とほぼ同じ事が解かる。分析は三次元空間で行われた。

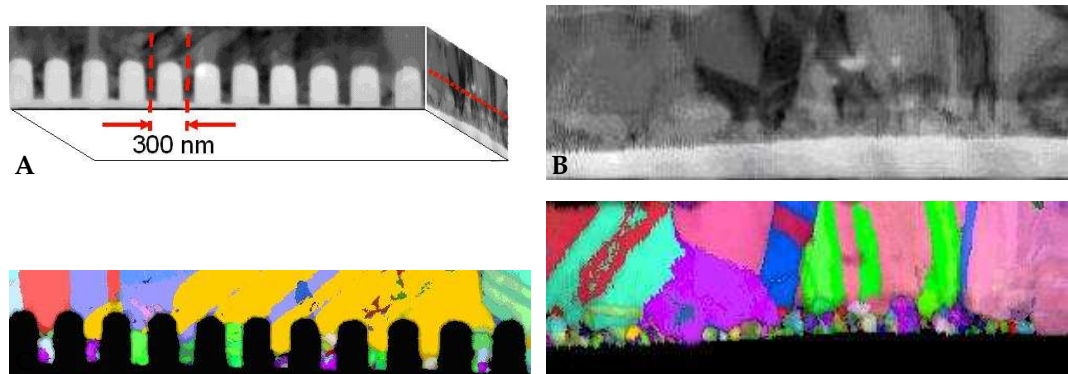


Fig. 3: Jeol 3010 LaB₆ TEM で、アスターで分析された 80 nm 銅線の組織マップ。右上は横側バーチャル明視野、右下は同所の方位マップで、25 nm スポットの 250×100 ピクセル、13 nm ステップのマップ。— 左下は表側の方位マップ、300×100 ピクセル、6.5 nm ステップ、15 nm スポット。(Courtesy: Brandstetter S., Rauch E., SiMap, CNRS Grenoble, France.)

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位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る。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る。そのために、精度の高い位相と方位マップが取得できる。



Fig. 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。

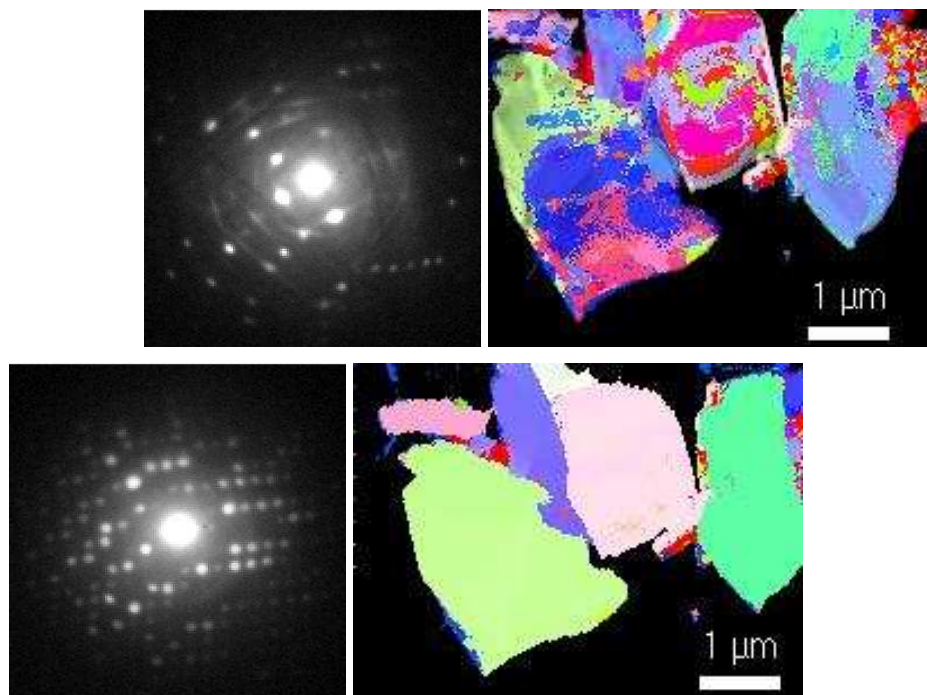


Fig. 5: マイエナイト (Ca₁₂Al₁₄O₃₃) 試料での例。上は、従来の回折像とそれを根拠にしてできたマップである。下は、僅か 0.35° のプリセッション角度でできた回折像とそのマップ。より詳細な回折像を取得できることによって、精度の高い方位マップができるようになった。(貢献: J.Portillo, Barcelona Univ., Spain, and E. Rauch, SiMap, Grenoble, France.)

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ある。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る。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 の機能が不要になる。

Fig. 5 と 6 を見て頂くと、実際の方位と位相マップの優れた改善が解かる。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位をより正確に決定できるからである。そして、更に立方晶系によくある 180° の両義性を無くすることもできる特徴がある。

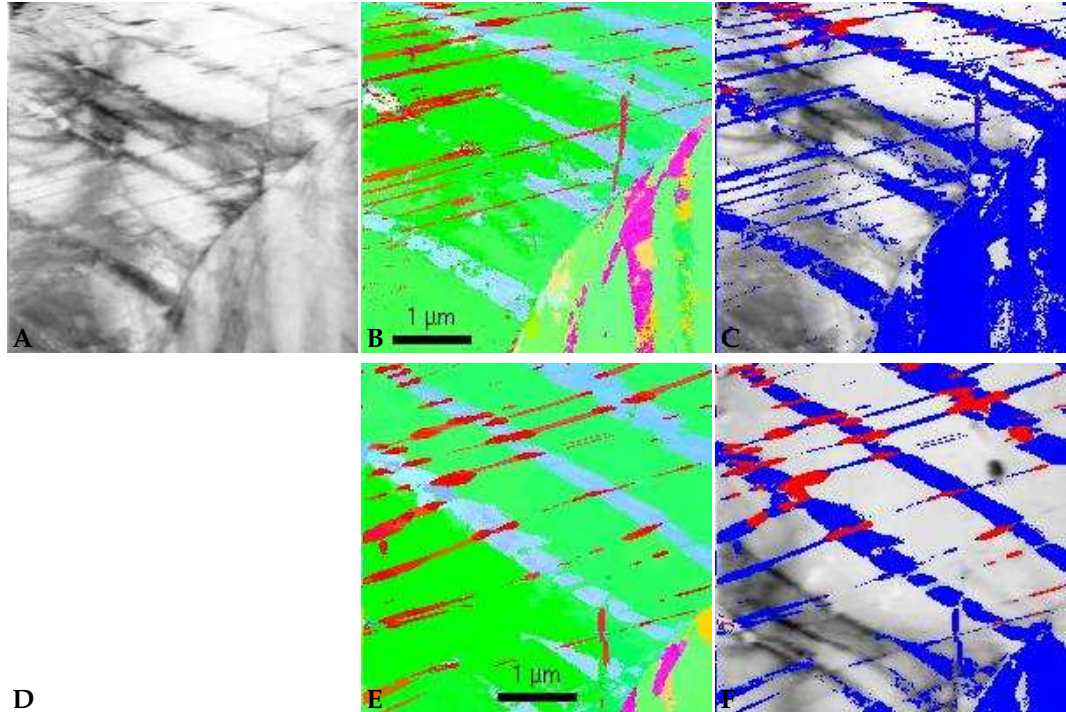


Fig. 6: 三つの位相を含めた Austenite のステンレススチール。fcc γ マトリックス、hcp ϵ バンドと、そのバンドの交差するところで、bcc α' マルテンサイト。左はバーチャル明視野。—中央は方位マップ。—右は位相マップ。上の方は、従来の回折でできたもので、下の方は 0.4° のプリセッション回折であるが、ステップは両方とも 22 nm.

プリセッションと結晶構造解決について

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る。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った。

参考文献

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

連絡先

日本販売代理店：株式会社アド・サイエンス

電話番号：(047)434 2090 — <http://www.ads-img.co.jp>