

透過電子顕微鏡 (TEM/EDS/EELS)

Transmission Electron Microscopy
Energy Dispersive X-ray Spectroscopy
Electron Energy Loss Spectroscopy

大阪大学 超高压電子顕微鏡センター
保田 英洋

- ✓はじめに
- ✓透過電子顕微鏡法
結像と分解能
回折コントラストと位相コントラスト
様々な観察法
- ✓走査透過電子顕微鏡法
- ✓電子回折法
- ✓電子照射による試料損傷
- ✓分析電子顕微鏡による分析法
エネルギー分散型X線分光法 (EDS)
電子エネルギー損失分光法 (EELS)
- ✓試料作製法

物質・材料科学における「どこに、なにが、どのように。」

空間分解能

原子 電子
物性

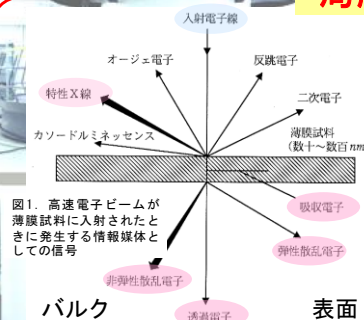
時間分解能

1次構造
単位格子

不均一性

2次構造
格子欠陥

局所領域解析



1) 形態や原子構造に関する信号
透過電子、弾性散乱電子
TEM像、STEM像

2) 化学組成や化学結合に関する信号
特性X線、非弾性散乱電子
EDS、EELS

格子像

透過関数

+

球面収差および焦点外れによる位相変化

$$\chi(hk) = 2\pi (C_s \alpha^4 / 4 - \Delta f \alpha^2 / 2) / \lambda$$

C_s : 球面収差係数、 α : ビームの1/2開き角、
 Δf : 試料の焦点面からのずれ量、 λ : 波長

透過関数のフーリエ変換

回折像

$$\phi(hk) \text{ による後焦点面上での弱位相物体近似}$$

$$\phi(hk) = \phi(hk) \exp[-i\chi(hk)]$$

$$= \{\delta(hk) + i\sigma V(hk)\} \exp[-i\chi(hk)]$$

$$\text{位相コントラスト伝達関数: } T(hk) = \exp[-i\chi(hk)]$$

フーリエ変換

像面

$$\phi(\bar{x}y) = F[\phi(hk)] = 1 + i\sigma V(\bar{x}y) * F[\exp[-i\chi(hk)]]$$

$V(\bar{x}y)$: 厚さ Δz の範囲での平均ポテンシャル
*: コンボリューション積分
 $I(\bar{x}y) = |\phi(\bar{x}y)|^2 \approx 1 + 2\sigma V(\bar{x}y) * F[\sin\chi(hk)]$

位相物体における像強度は、投影ポテンシャルと $T(hk)$ のフーリエ変換の虚数項 ($I(\bar{x}y)$ とする) とのコンボリューションで与えられ、 $V(\bar{x}y)$ を $I(\bar{x}y)$ というフィルター関数を介して試みることに相当する。

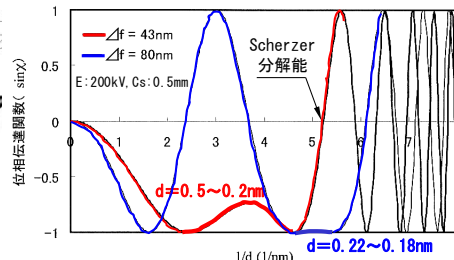
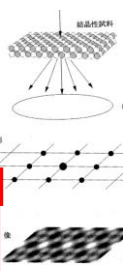


図. 焦点外れによる位相コントラスト伝達関数の変化

$\Delta f = 43 \text{ nm}$

結晶構造像

多くの回折波がこの広い $\sin\{\chi(hk)\} \approx -1$ の範囲に入るとすると、

$$I(\bar{x}y) \approx 1 - 2\sigma V(\bar{x}y)$$

Scherzerフォーカス

$$\Delta f = 1.2 (C_s \lambda)^{1/2}$$

HRTEM image of Si(113)3x2 surface structure

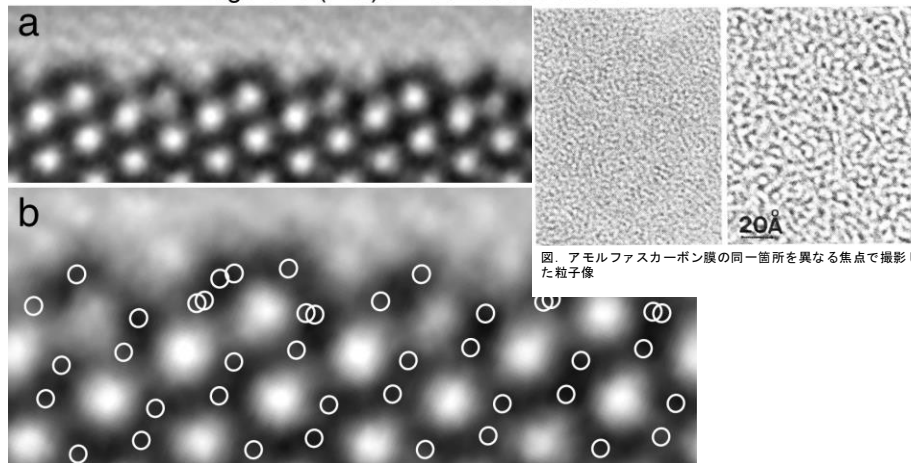
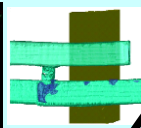
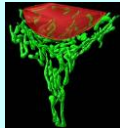


図. アモルファスカーボン膜の同一箇所を異なる焦点で撮影した粒子像

真空度の高い電子顕微鏡内において、シリコンの表面を清浄化してその断面を観察した結果を示している。(b)の写真中の白い丸がシリコン原子の位置に対応している。最表面の部分においては内部とは異なる原子配列をとっていることがわかる。このような表面に出現する特異な原子配列を表面再構成構造と呼んでいる。



H-3000
E: 2 ~ 3 MV
d: 2 ~ 5 μm
M: 2k ~ 20k



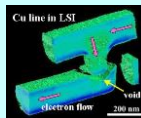
Cell biology, pathology, LSI device

電子線トモグラフィーにおける
試料厚さと観察倍率に対する
最適なビームエネルギー

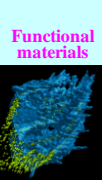
H-9500SD
200 ~ 300 kV
300 ~ 500 nm
5 k ~ 200 k



300kV automatic
3D-TEM



Defect of
LSI device

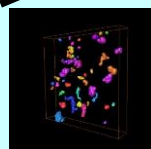


3D morphology
of cell biology



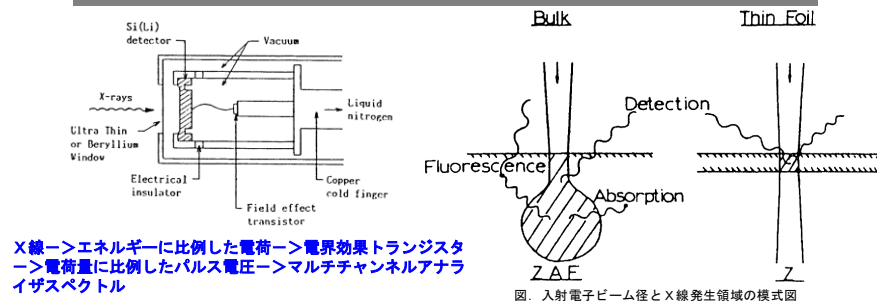
120kV 3D-TEM

H-7650
40 ~ 120 kV
100 ~ 200 nm
10 k ~ 100 k

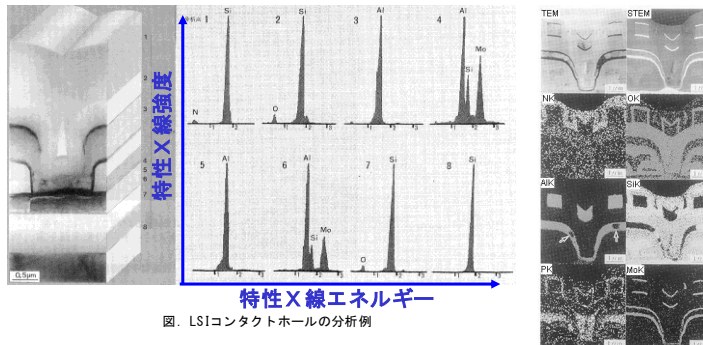


Macro-molecular

EDS (Energy Dispersive X-ray Spectroscopy)

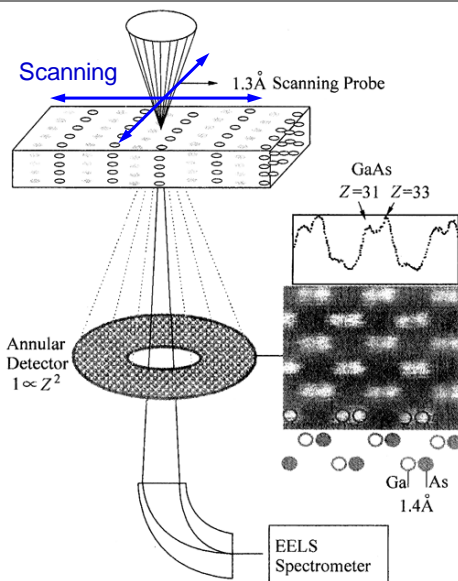


X線→エネルギーに比例した電荷→電界効果トランジスタ
→電荷量に比例したパルス電圧→マルチチャンネルアナライザスペクトル



HAADF-STEM像

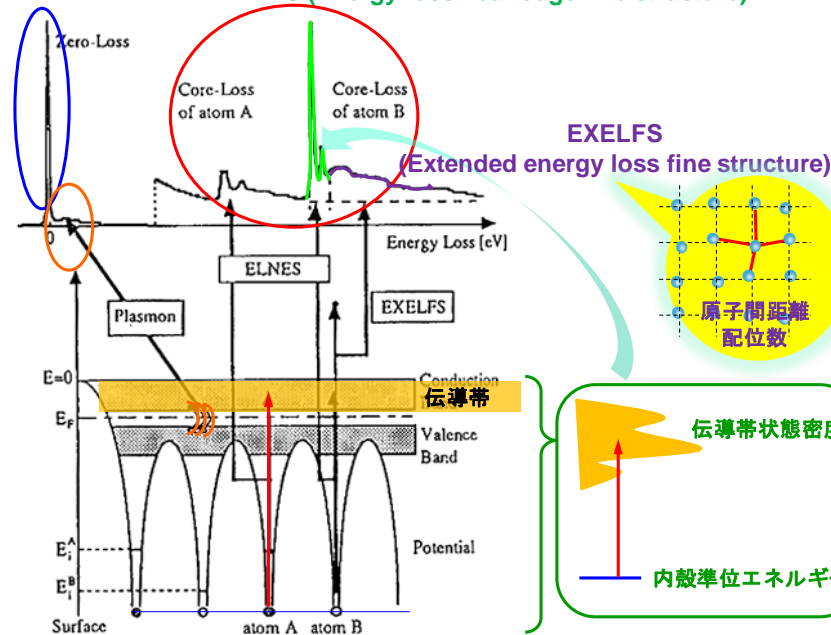
(High Angle Annular Dark-Field Scanning Transmission Microscopy)



原子間距離程度まで集束した電子ビームを試料上で走査し、それぞれのビーム位置において高角側に散乱された非弾性散乱電子を円環状検出器によって2次元マッピングすることにより原子分解能像を得る手法

Zコントラストイメージ
原子コラム位置が常に輝点として現れる原子直視性がほぼ保証

ELNES (Energy loss near edge fine structure)



代表的なEELSスペクトルとそれに対応する電子励起過程