

透過電子顕微鏡の観察技術習得

宮崎大学 工学部教育研究支援技術センター
○原口 智宏

はじめに

電子顕微鏡は、局所領域の形状分析や組成分析において幅広く活用されている。その中でも透過型電子顕微鏡(TEM)は、試料の微細形態を直接観察できるため、材料分野だけではなく、生物・医学分野でも必要不可欠な装置の一つである。本学の木花キャンパスでは、平成21年度にJEM-2010が産学・地域連携センター機器分析支援部門に移設され、主に材料分野の研究に利用されている。本装置に関しては、当部門から工学部教育研究支援技術センター(以下技術センター)に対して技術支援の依頼が行われ、学内のユーザーに対する講習会の開催、測定依頼への対応、測定指導、機器の保守管理等の支援業務を行っている。本稿では、これらの支援業務に対応するための技術習得、機器の保守管理業務等についての報告を行う。

キーワード：透過型電子顕微鏡(TEM)、イオンスライサ

1. 電子顕微鏡について

高速の電子が固体物質(試料)に衝突すると物質の厚みに関係なく、試料からはじき出される電子(二次電子)、後方に散乱される電子(散乱電子)、特性 X 線等が発生する。その際、試料がとても薄い場合は、大部分の電子は試料より通り抜ける(透過電子)、もしくは散乱(散乱電子)が発生する(図1)。走査型電子顕微鏡(SEM)は、試料表面上に細く絞った電子プローブを走査することで、試料から発生する二次電子や反射電子を輝度変調させて観察する。測定箇所によって二次電子の放出量等が変化するので、試料表面の細かな凹凸や組成差を得ることができる。一方、透過型電子顕微鏡(TEM)は、透過電子および散乱電子からの干渉波を拡大して結像され、試料の微細形状を観察することができる。一般的なTEMの分解能は0.2nmであり、これは試料の原子や分子を直接観察できる分解能である。図2はGaAs基板上にCaSrF₂結晶を積層させた試料の表面形状のSEM像である。また、図3は同じサンプルの断面TEM像である。図2のようにSEMは表面形状の測定には適しているが、殆どの測定試料はその厚さのため、電子線が透過せず、図3のような微小領域の細かな形状観察には向いていない。

2. TEM 試料の作製方法

前項にて述べたが、TEMは試料に電子線を透過させて結像を得る顕微鏡である。このため、試料は電子線が透過するくらいに薄くないと観察できない。その厚さは試料の材質によって異なるが、一般的には50nm以下の厚さが求められる。これまで本学工学部では、粉末試料の観察は行われてきたが、バルク試料や半導体薄膜試料は機器が揃っていないため

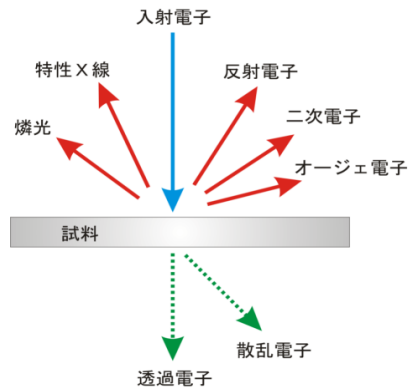


図1 試料に電子を照射させた際の作用

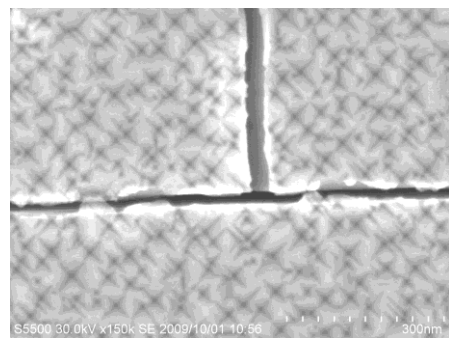


図2 GaAs 基板上の CaSrF₂ 結晶の表面 SEM 像

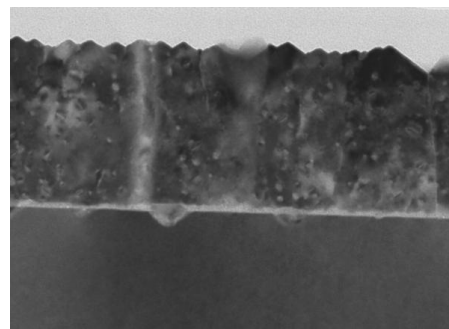


図3 GaAs 基板上の CaSrF₂ 結晶の断面 TEM 像

に観察可能な厚さに加工することができなかった。しかしながら、平成 21 年度にイオンスライサ (EM-09100IS) が新規導入され、この装置を使用することで、バルク試料や半導体薄膜の試料加工が可能となり、TEM 観察を通して材料評価の幅が広がった。以下にイオンスライサを用いた試料加工について、試料の作製方法とその実例を示す。



図 4 イオンスライサ (EM-09100 IS)

2.1 イオンスライサによる試料作製方法

- ① 試料表面にカバーガラスを接着させる。(図 5) なお、厚さが 0.8mm 未満の場合は、裏面もカバーガラスを接着する。
- ② ダイヤモンドカッターにて試料を縦 1mm×横 2.8mm(max)程度にカットする。(図 6)
- ③ 研磨シート (#800)にて、試料の厚みを 100 μm まで薄く研磨する。

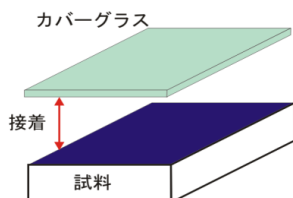


図 5 ガラス接着

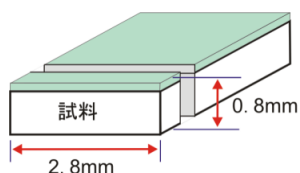


図 6 試料切断

- ④ 試料ホルダにセットし、イオンスライサによって Ar イオンビームを試料に照射し、試料を薄片化する。(図 7)
- ⑤ 試料に透過部が出現する。(図 8)

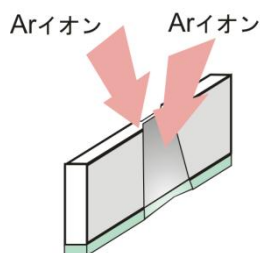


図 7 試料の薄片化

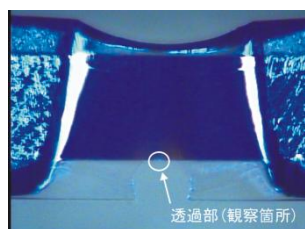


図 8 透過部の出現

- ⑥ 試料を固定リングに貼り付ける。
- ⑦ TEM ホルダにセットし、透過部の観察を行う。

3. TEM 観察技術の習得について

これまで電子顕微鏡に関する技術は、SEM に関してのみ有しており、TEM 観察に関する技術は全くなかった。このため、平成 21 年度に TEM が移設されるとともに機器分析支援部門が主催した日本電子 (株)の技術者による講習会を受講した。日程および受講内容を表 1 に示す。なお、図 9 は講習会にて使用した JEM-2010(日本電子)の外観である。

表 1 JEM-2010 技術講習会概要

講習日程 (12 日間)	2009/10/27~10/29	高分解能 TEM の基本操作
	2009/11/27~11/29	電子回折法・明視野像法
	2010/1/5~1/7	STEM・EDS による分析
	2010/2/15~2/17	材料系サンプル測定、フィルム撮影
講師	保志 一 氏 日本電子サポート室(JEOL)	
装置	日本電子 JEM-2010 透過電子顕微鏡	



図 9 透過電子顕微鏡 (JEM-2010)

上記の講習会を受講した成果として、TEM 観察の基礎から応用まで幅広く技術を習得することができ、学内ユーザー向けの講習会の開催、機器の保守管理、測定依頼への対応ができるようになった。なお、講習会で学んだ観察技術の一部を以下に示す。

①明視野像法(高分解像法)

試料が結晶の場合、試料を透過した電子線は透過波と回折波に分かれる。明視野像は、この透過波の

みを選択し、結像させた像のことを指す。明視野像の見え方としては、図3に示すように試料の存在しない部分、もしくは薄い部分は明るく結像される。また、図10はGaAs(001)基板の原子配列を観察した際の高分解像像である。この高分解像像は透過波と回折波の両方を結像に用いている。その特徴としては、分解能が0.2nm以下であるため、結晶の欠陥などが原子レベルで観察できることが挙げられる。

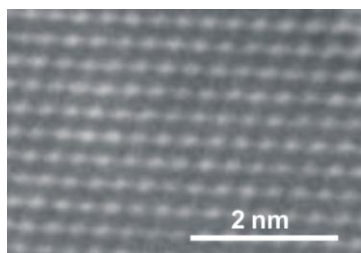


図10 GaAs 基板の高分解像像

②電子線回折像法

電子線回折像は結晶性の試料から像が得られ、それをもとに様々な情報が得られる。また、格子定数、結晶の対称性など、情報の精度は顕微鏡像よりも高い。例として、図11はGaAs(001)基板上にCaSrF₂薄膜を作製した試料の明視野像、図12と図13はCaSrF₂薄膜とGaAs(001)基板の電子線回折像である。この像を解析すると、それぞれの回折パターンが90度異なるため、基板結晶に対して薄膜結晶の方位が90度ずれて積層されていると解釈できる。

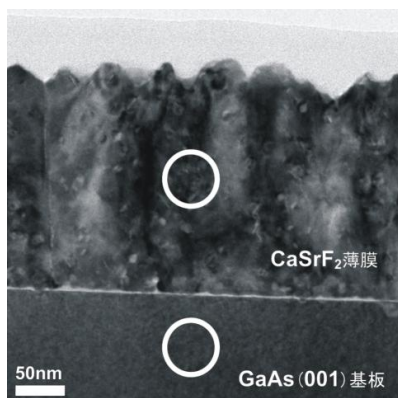


図11 電子線回折像の観察場所



図12 電子線回折像
(CaSrF₂ 薄膜)



図13 電子線回折像
(GaAs 基板)

③エネルギー分散型X線分光法(EDS)

一般に材料試料に電子線を照射すると図1に示したように特性X線が発生する。EDS法は、特性X線をX線検出器により分析する方法である。特徴としては、微小領域の組成分析や構造の解析が可能であり、材料研究の重要な解析法の一つになっている。

4. 現在の業務内容について

講習会を受講し、一定の技術を習得できたため、H22年度より、機器分析支援部門より技術センターに対して、TEMの管理支援業務の依頼がなされている。その業務内容であるが、学内ユーザー向けの講習会開催(図14)、装置の様々なトラブル対応、学内停電時の装置の立下げ、および立上げ作業を行っている。また、臨時支援業務として、測定依頼への対応や講習会以外の個別操作指導を行っている。また、イオンスライサを用いた試料加工指導も行っている。



図14. TEM 操作講習会の実施風景

5. 今後に向けて

技術的な課題としては、暗視野像の経験がほとんどないこと、TEMを用いた結晶欠陥や結晶転移の観察技術が未熟であること、材料系の試料作製および観察技術は有しているが、生物系に関しては未経験であること、絶縁膜のような観察が難しい試料の観察技術のスキルアップなどがあげられる。また、TEMは操作がとても複雑であるため、多くのユーザーにTEMを習熟して頂くためには視覚的にわかりやすいマニュアルを作成する必要がある。今後はこれらの課題に対して、少しずつ改善していく予定である。

謝辞

本報告を行うにあたり、TEMの操作・試料作製に関する技術指導をして頂いた日本電子(株)保志一氏、河原尚氏、日頃より様々な支援を頂いている機器分析支援部門の境健太郎准教授、松本朋子助教に感謝致します。

参考文献

日本表面化学会編、透過型電子顕微鏡