

電子線照射に高敏感な材料の 電子顕微鏡による構造観察および分析

Electron microscope observation and analysis of highly sensitive materials to electron irradiation

「優秀技術賞」受賞 / Best Technical Skill Award

受賞者 | 鳥山 誉亮 (九州大学)
Awardee | Takaaki Toriyama (Kyushu University)



Key words

Electron-irradiation sensitive materials, HR-STEM

概要 / Overview

本発表では「電子線に高敏感なサンプルを電子顕微鏡により構造観察および分析したい」という利用者からの強い要望に応えた事例を紹介する。電子線に高敏感な材料は一般的な観察条件では電子線照射により直ちに構造変化が起こる。収差補正電子顕微鏡を用いて、電子線照射による構造変化を最小限に抑える最適な観察条件検討を行い高分解能観察や組成分析に成功した。

This presentation shows some examples where researchers strongly demanded us, for instance, "We want to observe and analyze fine structures in electron-beam sensitive materials with an advanced electron microscope !!". Under standard TEM observation conditions, such highly sensitive materials to electron beam undergo structural changes immediately by electron beam irradiation. Using an aberration-corrected electron microscope, we have found out the optimum observation condition to minimize the structural damages caused by the electron beam irradiation, and have succeeded high resolution observation and composition analysis.

事例1：臭化ヨウ化銀ナノ粒子の構造評価

Case1: Structural evaluation of $\text{AgBr}_{1-x}\text{I}_x$ nano particles

利用者：京都大学大学院理学研究科

山本貴之、小林浩和、草田康平、北川宏

概要

利用者機関では $\text{AgBr}_{1-x}\text{I}_x$ ナノ粒子を合成し様々な分析により構造解析を行っているが、ナノ粒子に対して均質性や組成など固溶状態に関する知見を得るため、電子顕微鏡による分析の要望があった。AgIは写真感光材に用いられる程電子線照射に極めて敏感であり、 $\text{AgBr}_{1-x}\text{I}_x$ ナノ粒子も電子線照射で即座に分解が起こり大きく構造変化する事が大きな課題であった。

この課題を克服するため試料の冷却(約-176℃)、低加速電圧(80kV)等の試みを行った。 $\text{AgBr}_{1-x}\text{I}_x$ ナノ粒子の分解は抑えられ組成分析が可能となり、液体窒素のパブリック振動ノイズ抑制や、試料ドリフト補正を行いながらの複数画像積算により原子構造像観察に成功した。

図2のHAADF-STEM像の様に六角格子状の原子配列が確認できた。

使用機器
JEM-ARM200-CF
(ACCELARM)

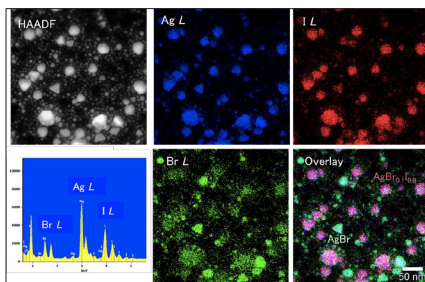


図1： $\text{AgBr}_{1-x}\text{I}_x$ ナノ粒子のHAADF像とXEDS元素マッピング

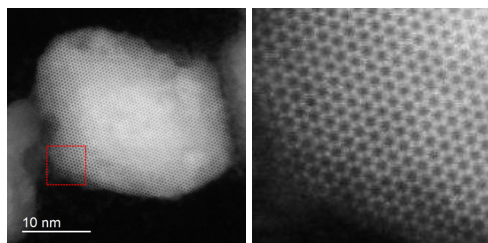


図2： $\text{AgBr}_{1-x}\text{I}_x$ ナノ粒子のHAADF原子分解像

事例2：ハイブリッドナノ粒子の高分解観察

Case2: High resolution observation of hybrid nano particles

利用者：京都大学大学院理学研究科

小林浩和、北川宏

概要

利用者機関にて合成されたハイブリッド材料(多孔性金属錯体(MOF)-金属ナノ粒子)は触媒として高い活性を維持する特徴をもつ。その要因究明にはMOF-金属ナノ粒子間の界面構造解析が必須であり、MOF及び金属ナノ粒子の高分解能構造観察の要望があった。MOFは電子線照射に弱く、STEM観察において一般的な観察条件では数回の電子線走査でMOFの構造が壊れることが課題であった。

この課題を克服するため、加速電圧の低加速化(80kV)や電子線プローブ電流量の低電流化(<5pA)等の検討を行った。電子線走査によるMOFの構造変質抑制観察技術を確立して、高分解能像を撮影することに成功した。

この技術は他の支援課題にも適用でき、例えば電子線照射に弱い金属酸化物ナノシートにおいても、金属酸化物の構造を維持した原子分解能STEM像の撮影に成功している。

使用機器：JEM-ARM200-CF(ACCELARM)

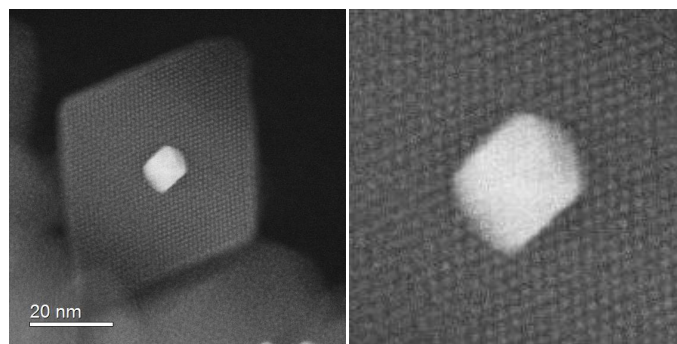


図1：金属ナノ粒子-MOFの高分解能HAADF-STEM像

CONTACT

九州大学
鳥山 誉亮

Kyushu University
Takaaki Toriyama