

多目的透過電子顕微鏡

設置場所:機器分析センター一階微細構造解析室 担当者:若山登

令和2年2月10日、多目的透過電子顕微鏡 JEOL JEM-F200 (愛称 F2) は、先代の日立 H-9000NAR と交代し、当センターに到来しました。裸のままの機器は、納品時と廃棄時にしか見ることが出来ません。貴重な瞬間でした。

当該機器は、文科省から全学共用機器として利用することを強く求められ、設置場所は執行部において十分に検討され、機器分析センターが選択されました。機種選定においては価格、必要機能、ユーザのニーズ、学内での共用性を重んじ、検討されました。主要な機能は、STEM および EDS でした。最も苦慮されたところは、電子銃でした。Lab₆ 銃か FE 銃か、最終的に全学運用の観点から FE 銃が選定され、機器の応札規格が決まりました。

F2 は、FE 銃、STEM 機能、CCD カメラシステム、エネルギー分散形 X 線分析システム 試料、2 軸傾斜ホルダー、ベリリウム試料 2 軸傾斜ホルダーが主要な仕様です。山口、福岡、佐賀、大分県の大学には FE-TEM は無く、使用時間の短縮 (ハイスループット)、FE 銃を保有ことにより、山口・北部九州では優位性を生成します。また、高分解能の STEM (LaB₆ の 5 倍) は、触媒等のナノ粒子、コアシェル構造の観察に適用可能で、新たな利用用途の拡大に大きく寄与します。主な仕様は下記の通りとなっております。

- ✓ 加速電圧 80kv 及び 200KV で可変設定が可能
- ✓ TEM 分解能 200kV のとき 0.23nm
- ✓ TEM 倍率 最高×2,000,000 以上
- ✓ 試料交換 試料交換に際しホルダー挿入/排出はオートローディング・マニュアルローディング。オートエアロック方式、自動 2 段予備排気方式

【オプション】

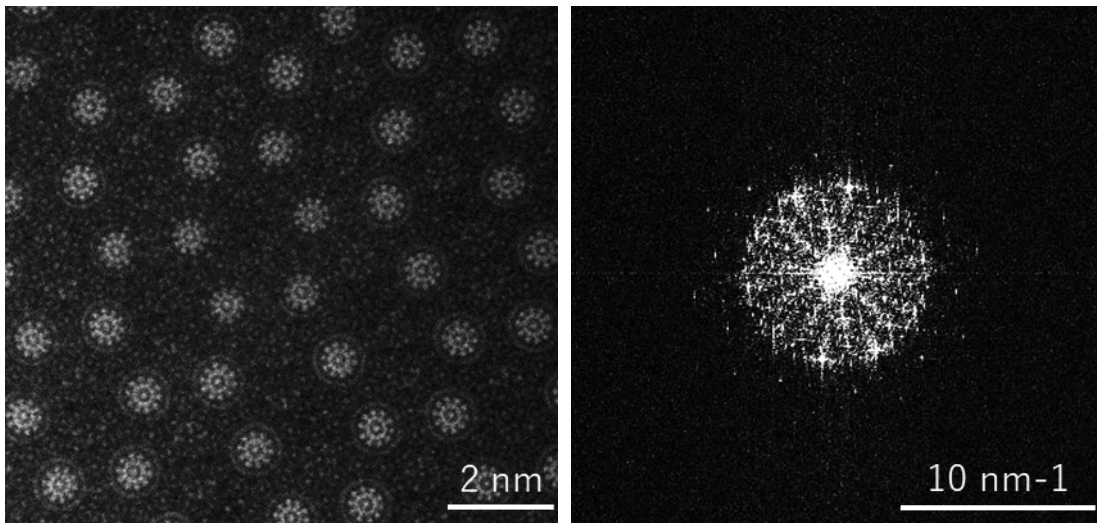
- ✓ EDS (エネルギー分散形 X 線分析装置)
方式 シリコンドリフト方式で、液体窒素レス
有効面積 100mm² 以上
分解能 Fe にて 133eV 以下
分析内容 定性、定量分析、線分析、
カラーマッピングが可能
検出元素 B から U までを検出可能
ウインドウ ウインドウレスタイプ



- ✓ ボトムマウント CMOS カメラ
2048×2048 画素以上
- ✓ STEM 分解能 200kV のとき 0.19nm
- ✓ STEM 倍率最高×150,000,000 以上
- ✓ STEM 検出器 BF 及び DF 検出器

観察例

① 高分解能 STEM HAADF 像



STEM HAADF 像(a)

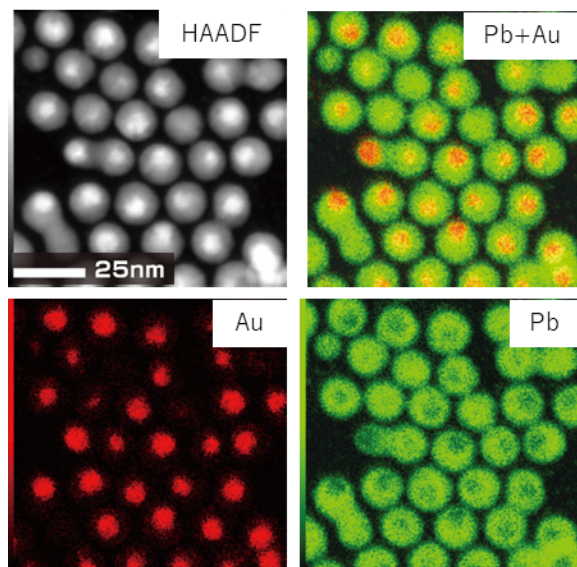
FFT(b)

試料：準結晶（東北大平賀先生ご提供）

<解説>

Al-Pd-Mn Decagonal Quasicrystal の STEM HAADF 像(a)とその FFT(b)。
準周期配列したクラスター構造と原子配列が映し出されている。

② コアシェル構造の触媒粒子の元素マップ



データご提供：
Prof. A. I. Kirkland
Oxford University
試料ご提供：
Dr. R. D. Tilley and Dr. Anna Henning
Victoria University of Wellington

<解説>

大口径 SDD により、電子線ダメージを受けやすい触媒試料でも検出効率が
高いので、コア部分の Au 及びシェル部分の Pd の分布の様子を短時間で明瞭
に取得できます。

分析できること

原子レベルの極微小部をナノオーダーで安定して分析する・試料の大きさ、形状の観察・電子線回折像が得られる・結晶の格子欠陥、転位の観察・結晶の配向方位の観察・極微小領域の元素分析（定性、定量）。分析原理 高圧（加速電圧 100～200kV）に加速した電子線を集束して薄膜化した試料に当て、透過した電子線を使って試料の内部組織や構造を観察する装置である。

試料サイズについて

・粉体試料やゾル、沈でんなどの粒子懸濁液の観察 $\phi 3\text{mm}$ のシートメッシュに載せて観察する。試料の性質、試料サイズ、観察目的（低倍率観察、高倍率観察など）によってメッシュ（マイクログリッド、コロジオン支持膜、カーボン支持膜など）を使い分ける。・金属、半導体、セラミックなどの大きな試料の内部観察 $\phi 3\text{mm}$ ($t \sim$ 数十 μm) の大きさに加工（要鏡面仕上）後、化学的研磨、電解研磨、イオン衝撃法などにより薄膜化する。

利用にあたっての注意点

・電子線が透過できるほどに薄い試料であること（通常観察：1000Å、高分解能観察：数Å～数百Å）
・試料前処理は利用者が行うこと
・試料作製にあたり要相談
・観察は固体に限る、気体、液体は観察不能
・試料は十分に乾燥させること
・真空中で電子線を照射するため、試料によっては変形を起こしたり、分解したり何らかの変化が見られる。
検体試料についてよく知っておくこと。