



ORIST

Technical Sheet

No. 13004

球面収差補正機能付走査透過電子顕微鏡

キーワード：STEM、球面収差補正装置、高分解能像、EDS、EELS、元素マッピング

はじめに

近年、エレクトロニクスデバイスの微細化や高機能材料のナノ構造制御化に伴い、エレクトロニクス・材料・エネルギーなど幅広い分野で、ナノ領域の解析ニーズが高まっています。走査透過電子顕微鏡 (STEM : Scanning Transmission Electron Microscopy) は、真空中において、細く絞った電子線を試料上に照射し、走査させて、試料を透過した散乱電子を検出し、二次元像として表示する装置です。材料内部の微細構造や界面状態をナノ・原子レベルの高分解能で観察でき、また分析装置を搭載することで組成分析も可能で、セラミックス・金属など様々な材料・デバイスの製品開発や品質管理に用いることができます。

当所保有機器の特長

当所に平成 23 年に導入された機器は、球面収差補正装置を搭載した STEM と、エネルギー分散型 X 線分析装置 (EDS) ならび電子線エネルギー損失分光装置 (EELS) から構成され、原子オーダー (数 Å) での観察と分析を行うことができます。図 1 に装置の外観を、表 1 にその主な仕様を示します。



図 1 球面収差機能付 STEM の外観

本機器は、電子顕微鏡のレンズ収差を解消する装置 (球面収差補正装置) を有することで、分解能の飛躍的な向上と高分解能・高感度分析が可能となり、従来困難とされていた原子分解能観察・極微小域分析 (数十～数 nm) を容易に行うことができます (例えば、格子像観察した視野でそのまま組成分析を行うことが可能)。加速電圧も標準的な 200kV に加え、120 kV 又は 80kV が選択可能で、対象物に応じた最適な加速電圧を選べます。像観察は、明視野 STEM 像、HAADF-STEM 像、二次電子像と 3 種類可能で、それぞれ、試料の結晶性や構造、組成の差、表面の凹凸情報を得ることができます。また、分析機能としては、EDS 分析と EELS 分析を行うことができ、B～U までの元素分析 (点、線、面分析) に加え、軽元素 (Li, C, N, O 等) の元素マッピング、EELS スペクトルを取得でき、多角的な評価が可能です。

主な適用例

- ・各種ナノ粒子 (金属・酸化物、コアシェル等)
- ・ナノカーボン材 (CNT 等)、高分子材
- ・触媒 (光触媒、燃料電池用触媒等)
- ・各種デバイス材料 (機能性薄膜、複合材、電池材等)

表 1 STEM の主な仕様

機種名	HD-2700 (球面収差補正機能付, 日立ハイテック社製)
電子銃	冷陰極電界放出形
加速電圧	200, 120, 80kV
像分解能	0.144nm保証 (倍率 x7,000,000)
倍率	x100 ~ x10,000,000
像信号	明視野STEM像, 暗視野STEM (HAADF-STEM) 像, 二次電子像, 特定回折暗視野像
電子線回折	ライブディフракションカメラ付属
EDS	EDAX Genesis XM2 (エダックススジャパン社製), B～Uまで (点, 線, 面分析可能)
EELS	EV3000 (日立ハイテック社製), 軽元素 (Li, C, N, O等) マッピング可能, EELSスペクトル取得可能

評価事例 Pt/TiO₂ 光触媒

光触媒とは、太陽光や蛍光灯などの光を照射することで表面に酸化力が生じ、接触した有機物等を除去できる浄化機能をもつ材料で、代表的なものに酸化チタンがあります。近年は、触媒活性を高めるため、金属ナノ粒子を担持させることがよく行われており、担持金属の粒径ならび分散状態の評価が重要になっています。図2、図3に、白金 (Pt) を酸化チタン (TiO₂) 上に担持させた Pt/TiO₂ 光触媒の観察及び分析結果を示します。

STEM 観察・分析により、TiO₂ 上に Pt 微粒子が凝集することなく分散していることが確認できます。また、それら Pt の粒径は数 nm で、大きさも比較的揃っていることがわかります。二次電子像から、TiO₂ 担持体の表面構造や担持された Pt 粒子の存在状態(内部か表面か)を知ることができます。さらに高分解能像により、担持された Pt 粒子に明瞭な格子縞が見られ、良好な結晶性を有することもわかります。

また、本装置を用いることで、数 nm の粒子においても元素マッピング像の取得ができ、分析時間も数分程度です。

このように、本装置の高性能で多様な観察・分析機能を活用することで、Pt/TiO₂ 光触媒を多角的に評価することが可能となります。

最後に

本機器は、開放機器として利用いただけます。観察・分析データは、デジタルデータ (BMP, TIFF, JPEG, CSV 形式) で当日お持ち帰りいただくことができます。また、STEM の操作を、ご利用者立会いのもと、担当職員が行うことも可能です。その他、STEM を使用した受託研究・共同研究や、年間装置使用契約の相談にも応じます。詳細については、下記担当までお問合わせ下さい。皆様のご利用をお待ちしています。

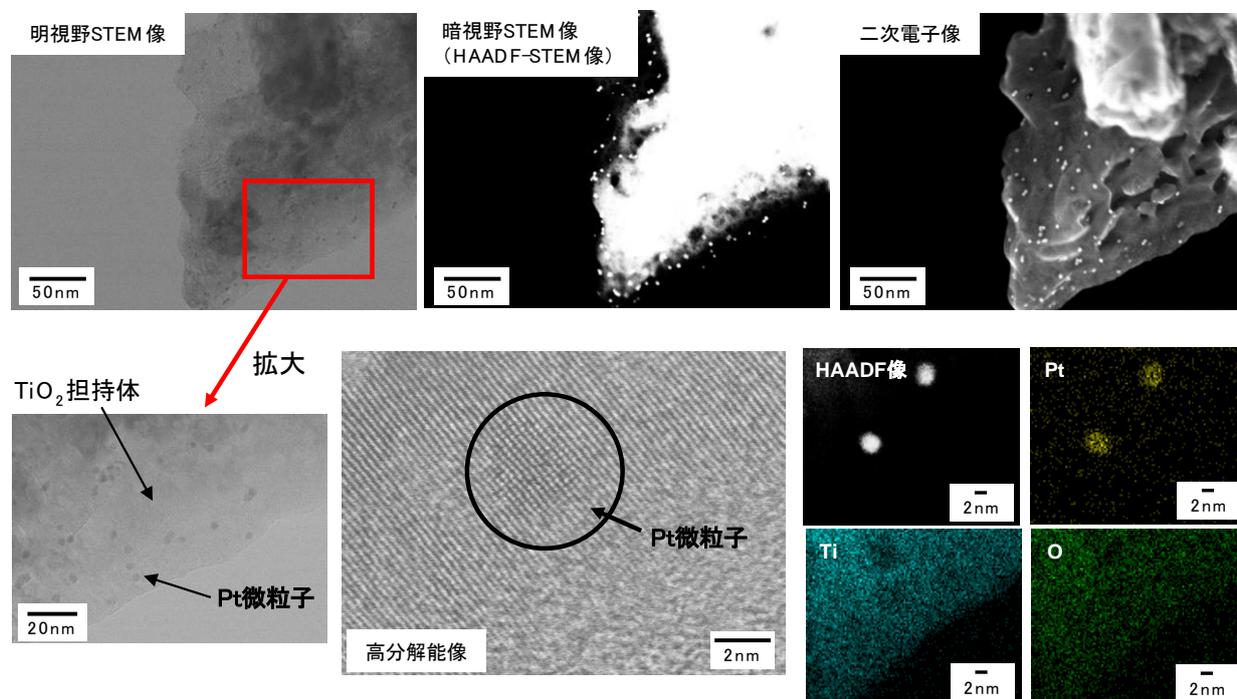


図2 Pt/TiO₂ 光触媒の STEM 観察

図3 Pt/TiO₂ 光触媒の STEM-EDS 分析 (元素マッピング)