

透過型電子顕微鏡に関する研修

材料・化学系（材料物性工学科） 音喜多 賢二

1. 研修日時・場所

日時 平成8年3月7日
場所 日本電子データム講習センター

2. 研修目的

電子線回折及び暗視野像の基礎知識と操作技術の修得を目的とする。

3. 研修内容

3. 1 電子線回折の原理

透過電子顕微鏡で試料を観察すると、対物レンズの後焦点面にその回折像が現われる。対物レンズは試料から出る回折波のうち、回折角（ α ）の同一のものを後焦点面で全て一点に集める作用をするので、X線等のようにレンズを使わない回折パターンよりはるかに強度の強いシャープ無パターンの像を作ることができる。その原理を図1に示す。

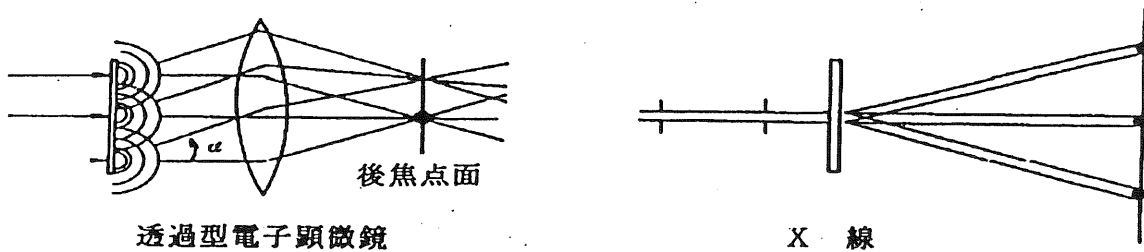


図 1 透過型電子顕微鏡とX線の回折パターン

観察試料が結晶のようなある周期配列をもったもので構成されているならば、その周期性に対応したとびとびの方向にのみ回折波が現れるので、この場合は規則正しく並んだスポット、あるいはリングとして回折パターンを形成することになる（図2）。もし試料が全く周期性のないランダムな原子配列でできたものであれば、回折像を観察しても明瞭なスポットやリングは現れてこない。

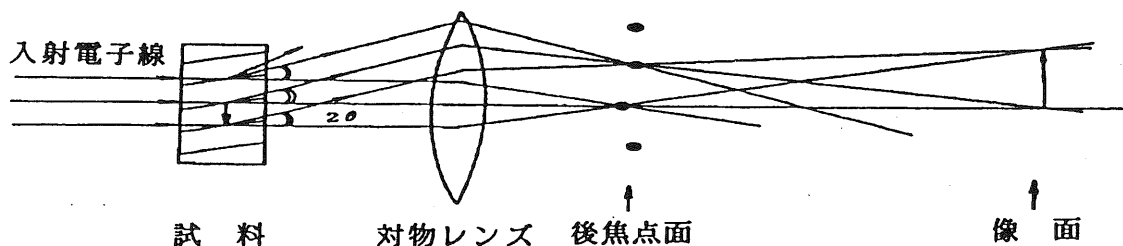


図 2 回折パターンの形成

このようにして得られた回折パターンにおいて、リングもしくはスポットの中心（000）点からの距離 R はBragg角 θ とカメラ長 L によって決められる。 L を回折像の倍率とすると L 、 θ 、 R 、 λ （波長）間には次のような関係が成立する。

図3より

$$R = L \tan 2\theta \quad \dots\dots (1)$$

Bragg の条件より

$$2 \sin \theta = \lambda / d \quad \dots\dots (2)$$

θ が小さい場合 (1)、(2) は

$$R = 2L\theta$$

$$2\theta = \lambda / d$$

となり次の関係式が得られる。

$$R \cdot d = L \cdot \lambda$$

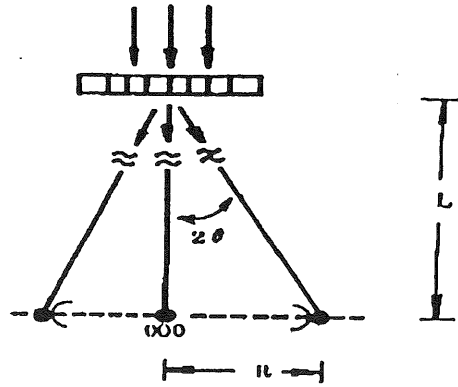
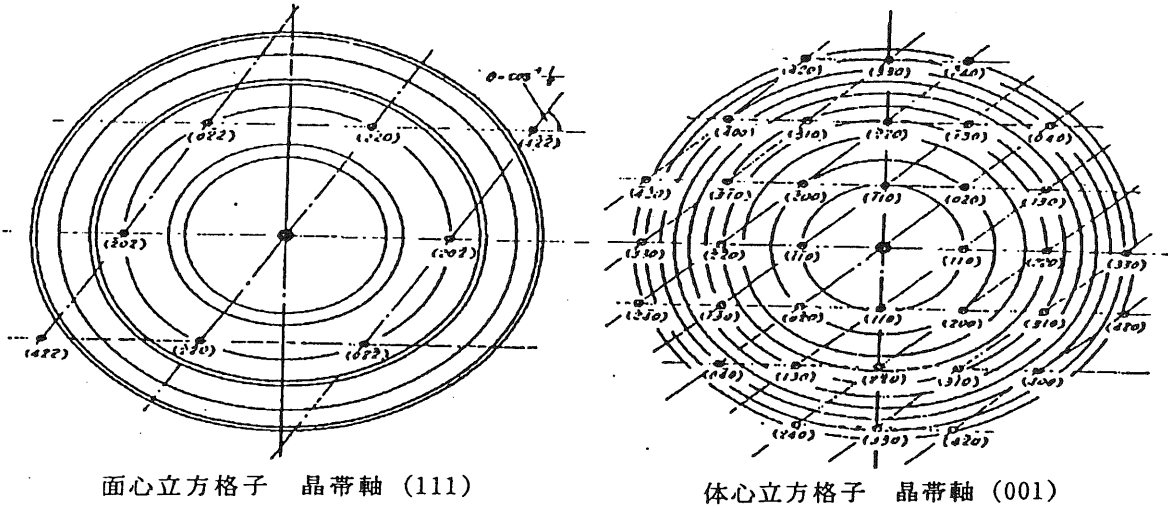


図 3 回折定数 $R \cdot d = L \cdot \lambda$ の関係図

($L \cdot \lambda$) の値は試料によらず同一条件で観察した場合は一定の値となる。この $L \cdot \lambda$ をカメラ定数 (回折定数) という。

カメラ定数が既知であれば未知試料の R を測定することにより、その試料の面間隔 d を知ることができる。 L と λ は別々に測定せず、面間隔のわかっている、例えば金の試料などを用い $R \cdot d$ を求めておき、その値を測定条件におけるカメラ定数として使用する。

金の蒸着膜を用いてカメラ定数 ($L\lambda = R \cdot d$) を求めた例を面心立方格子及び体心立方格子について図4に示す。蒸着膜等が多結晶の場合では、通常存在する面指数全部が順次リング状で現れる。



面心立方格子 晶帯軸 (111)

体心立方格子 晶帯軸 (001)

図 4 金の蒸着膜によるカメラ定数

3. 2 制限視野回折 (Selected area diffraction)

通常対物レンズの焦点距離は数mmと短く、一般に見られる回折パターンの多くはこの後焦点面に現れたパターンを、像の拡大と同じように中間レンズ、投影レンズで拡大しフィルム上に結像させている。要するに、中間レンズ絞りで制限した微小領域を通過する電子線で回折像を形成する方法である。制限視野回折法では、回り込みのない視野制限の最小値は、100kvの加速電圧で観察した場合、約 $1 \mu\phi$ となる。

中間レンズの焦点を対物レンズの像面に合わせると試料の拡大像が、また対物レンズの後焦点面に合わせることにより試料の回折像が得られる。その回折パターンの違いを図5・1及び図5・2に示す。また制限視野回折パターンを図6に示した。

特に制限視野回折を行う場合は、電圧軸合わせと傾斜軸合わせを正確に行うことが重要である。

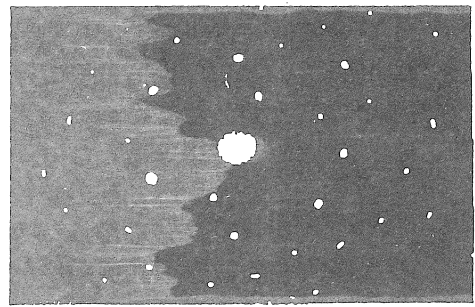
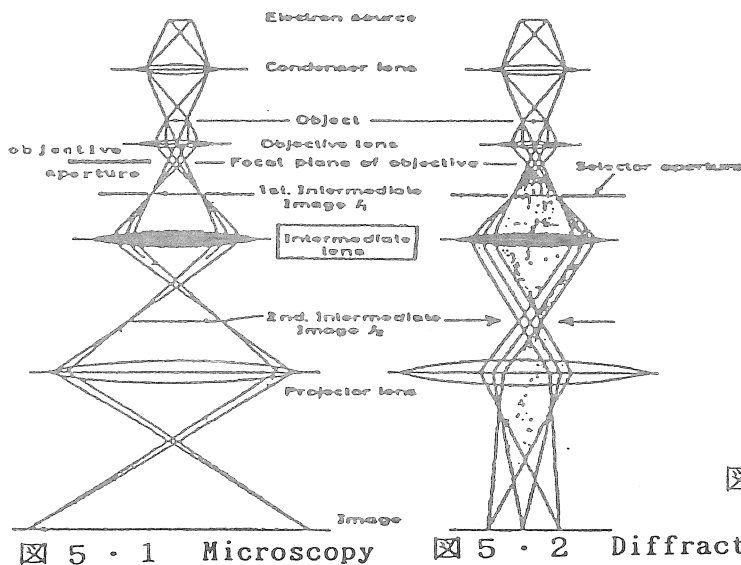


図 6 制限視野電子回折パターン

図 5 対物レンズ像面および後焦点における回折パターン

3. 3 極微電子線回折法 (Micro beam electron diffraction)

電子線を極めて細く収束することによって、試料上の電子線照射範囲を極微小領域に制限し、その領域の回折像を得る方法である。普通に用いる場合は、SPOT SIZE 1S を用いるため照射角 (α) を $\alpha=1, 2, 3$ と小さくし、プローブ電流を少なくする。またEDS 元素分析に用いる場合は、SPOT SIZE を 4S 又は 5S を用いるため、照射角 (α) を $\alpha=9, 10, 11$ と大きくし、プローブ電流を多くすることにより測定が可能である。回折パターンを図7に示す。

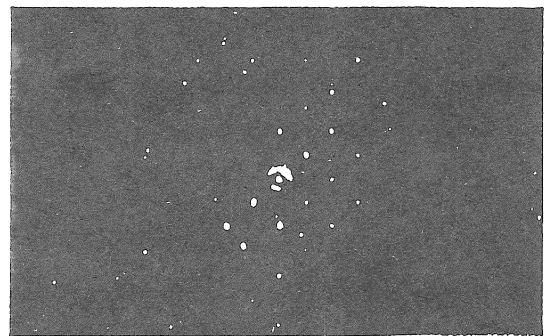


図 7 極微電子回折パターン

3. 4 高分散回折法 (High dispersion diffraction)

制限視野回折法による分解可能な面間隔は最大値でも数nmであるが、高分散回折法を用いると数百nmまでの周期構造の分解が可能である。

3. 5 集束電子線回折 (Convergent beam electron diffraction)

対物レンズの強い前方磁界で小さく収束された、大きな収束角の電子線による回折法である。収束角は収束ミニレンズの併用により自由に変えることができ、SPOT SIZE もほぼ一定に保たれる。極微小領域での結晶の対称性を知る上で有効な観察法である。収束電子線回折像の一例を図8・1、図8・2に示す。

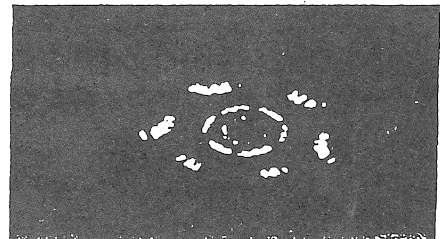
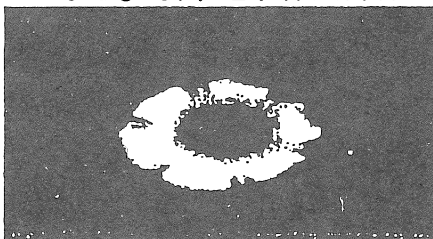


図 8・1 収束角が小さい場合

図 8・2 収束角が大きい場合

図 8 収束電子回折像

3. 6 暗視野像観察法

試料より散乱された電子だけを開口角内に取り入れて結像させると、非結晶性試料では厚い部分ほど散乱される確率が高い。従って厚い部分は明るく薄い部分は暗く、普通像（透過像）とは明暗が逆になった像が現れる。これを暗視野像と呼ぶが、暗視野像を得るには散乱を受けずに透過したビームが電子レンズ系に入らないようにすることである。その方法として、対物レンズ可動絞りを光軸よりわずかにずらすことにより暗視野像となる。

但し、この方法は各種の収差の影響が増大し、解像度が落ちる欠点がある。解像度の優れた暗視野像を得るためには、試料に対して照射位置を移動せずに、電子線の入射角を傾ける傾斜照射法が適している。図9・1に回折像、図9・2に明視野像、図9・3に暗視野像を示す。

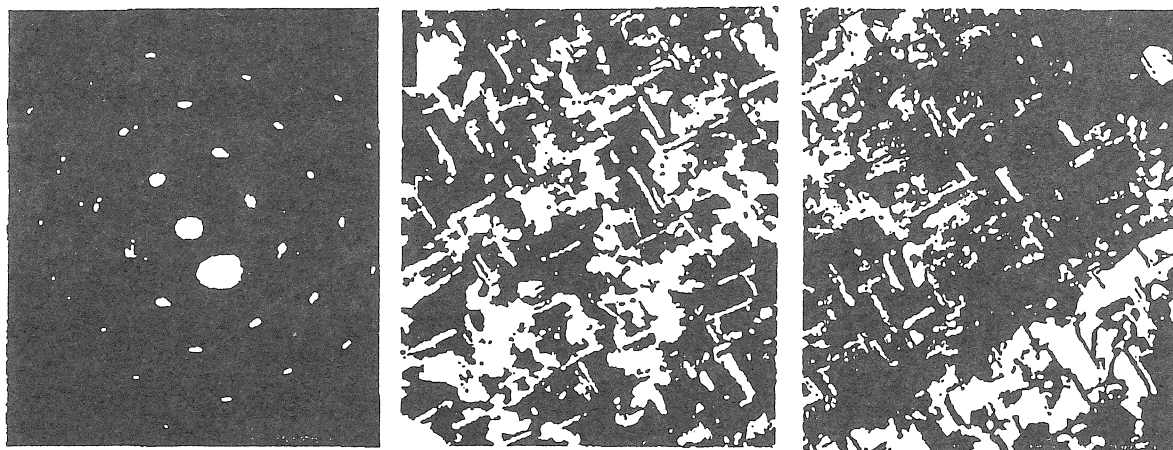


図 9・1 回折像

図 9・2 明視野像

図 9・3 暗視野像

図 9 回折像、明視野像、暗視野像の比較

4. 所 感

今回の研修で電子顕微鏡は高性能化し日進月歩であると感じた。2年前の講習で使用した電子顕微鏡とは基本的構造は同じながら、ユーザーの立場で考えて使いやすいように至る所が改良されていた。操作盤も目の前にあり、例えば透過像の観察には欠かせない対物レンズがボタン一つで挿入でき、また上下左右を自動で操作できるようになっていた。特に暗視野を行う場合などは、旧装置の対物レンズは手動で、しかも頭の上近くに位置し操作しにくかったが、新装置の操作盤は対物レンズは前面にあり、操作しやすくなっていた。また、頻繁に使用するフォーカスも自動化され、その操作盤は対物レンズの操作盤とは逆に位置し、オーバーやアンダーの微調整をスムーズに行なうことができるなど、これらの改良点により作業効率が上がるのは間違いないものと考えられる。

次に試料ホルダーであるが、当然のことながら、電子顕微鏡の中で最もリークしやすい部分である。以前のホルダーはOリングが先端よりやや下に1個しかなかったものが、先端付近と中間部に1個ずつ計2個となっていた。これにより、より高真空度が保たれると共に、多少の大気中の塵や埃なら問題ないと考えられる。またホルダーの軸径が一回り大きくなり頑丈で信頼度も高い。

日本電子は装置の開発と同時に試料の作製にも力を入れているようである。全てに共通することであるが、確かに装置だけすばらしくても、試料を電子顕微鏡で観察できないことには意味がない。どのような試料でも観察できるように日々研究しているということである。