

高輝度電子源による STEM-EELS 分析

京都大学化学研究所 倉田博基 磯田正二

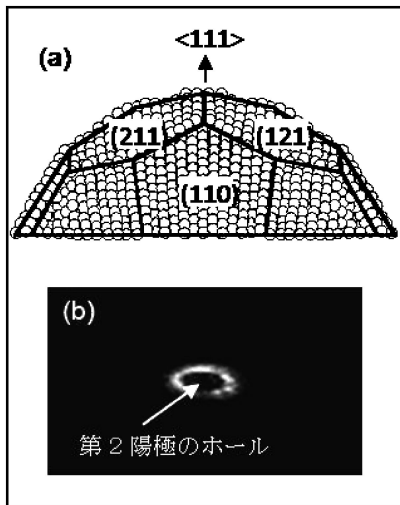


Fig. 1 (a) W<111>エミッター表面構造モデル. (b) ナノティップ電子銃からの電子放射パターン(室温).

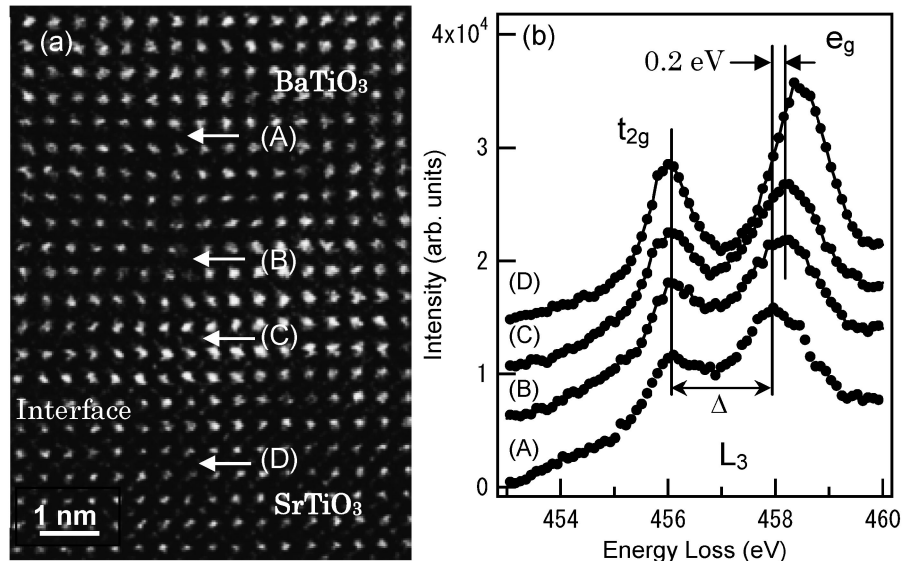


Fig. 2 (a) BaTiO₃/SrTiO₃ 界面の断面 HAADF 像 (b) Ti L₃ 殻電子励起スペクトル.

STEM-EELS 法による局所分析は、球面収差補正技術の開発により精度や効率が向上した。我々は、電子銃の輝度を向上させることにより、より一層の検出効率の改善を図るために、200 kV STEM 用の高輝度電子源を開発した。電子源は<111>軸方位のタングステン単結晶を用い、エミッター先端を熱電界処理により先鋭化することによりナノティップを形成した。Fig. 1(a)にはエミッター先端の構造モデルを示す。熱電界処理を行うことで、(211)面や(110)面のフェセティングにより表面原子拡散が進行する。原子は電界強度の強い先端部分に集中し、ナノ突起を形成する。このようなエミッターから放射されたエミッションパターンを Fig. 1(b)に示す。エミッションは光軸近傍に集中し、輝度の向上が確認された。

冷陰極高輝度電子源を球面収差補正 STEM に搭載し EELS 分析を行った例を Fig. 2 に示す。Fig. 2(a)は SrTiO₃ (STO) 単結晶基板上に作製された BaTiO₃ (BTO) 薄膜の断面 HAADF 像である。BaTiO₃ はエピタキシャル成長しているが、格子ミスフィットによる歪みを緩和するために(B)点付近に転位が導入している。像中に示された4点(TiO 原子カラム上)から

測定された Ti L₃ 殻電子励起スペクトルを Fig. 2(b) に示す。このスペクトル領域には酸素結晶場により分裂した Ti-3d バンドへの励起 t_{2g}, e_g ピークが観察されるが、このピーク間隔(Δ)は場所ごとに異なっていることがわかる。特に、BTO 中の格子歪みが存在する(C)点や転位芯(B)点で測定したスペクトルの Δ は、歪みが緩和された(A)点で測定したスペクトルと比較して 0.2 eV 広がっている。これは局所的な結晶場の強さが異なっていることを表しており、(C)点では圧縮性の歪みにより Ti-O の原子間隔が短くなっていることに起因していると考えられる。また、(B)のスペクトルでも明瞭な Δ の増加と、顕著なピークブロードニングが観察されないことから、転位芯では Ti⁴⁺ 周辺の酸素の配位が歪みを受けていることを示唆している。

本研究は学術創成 No. 19GS0207, 科研費 No. 19310071 の助成を受けました。また、試料提供いただいた島川祐一教授(京大化研)並びに断面試料作製にご協力頂きました東レリサーチセンターに感謝いたします。

(2009年7月18日受理)

Detection of Jahn-Teller Distortion by Using Site-resolved ELNES; Hiroki Kurata, Seiji Isoda (Institute for Chemical Research, Kyoto University, Uji)

Keywords: nanotip, Cold-FEG, HAADF, STEM-EELS

STEM specimen preparation: ion milling STEM utilized: JEM-9980TKP1 with a Cs corrector (200 kV)

Observation condition: HAADF-STEM, EELS