

多孔体材料の微細構造観察とアルゴンイオンビームを用いた試料作製

大阪府立大学ナノ科学材料研究センター 阪本 康弘
ストックホルム大学 Sam M. Stevens Changhong Xiao
ストックホルム大学, 韓国科学技術院 寺崎 治
JEOL (EUROPE) SAS 朝比奈俊輔

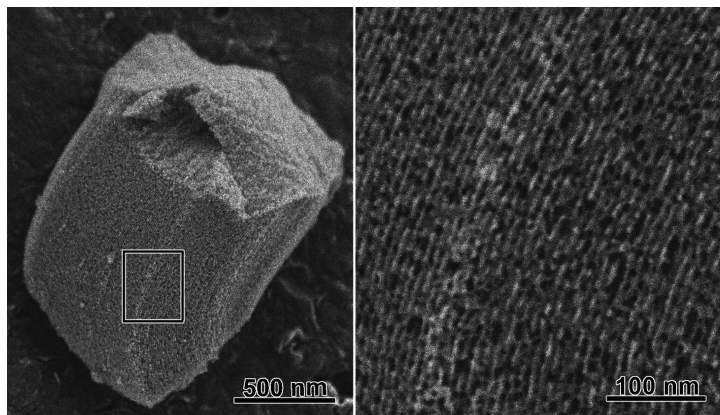


Fig. 1 超低加速電圧を用いたシリカメソ多孔体の HRSEM 像. 低倍像(左)と高倍像(右).

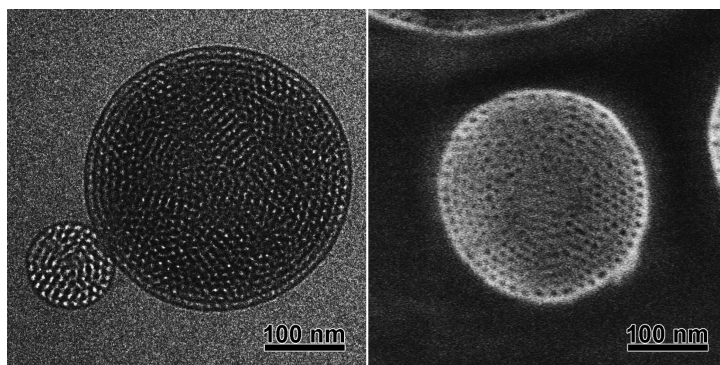


Fig. 2 アルゴンイオンビームを用いた断面試料の TEM 像(左)と SEM 像(右).

絶縁体であるシリカメソ多孔体は、チャージアップの影響が顕著であり、通常その HRSEM 観察は容易ではない。近年開発された減速法(陰極レンズ方式)は、高い加速電圧を保ったまま、試料ステージに負のバイアス電圧を掛けることにより、試料への入射エネルギーを低くする手法である。この方法によって高い分解能を保ったままチャージアップの影響を抑え金属コーティング無しでシリカメソ多孔体の表面微細構造を観察することが可能になって来た⁽¹⁾。Fig. 1 に一次元細孔が二次元六方格子状に列んだシリカメソ多孔体(SBA-15)の表面構造を減速法を用い観察した結果を示す。結晶外形のみならず周期的に列んだメソ孔、および細孔壁にランダムに空いたミクロ・メソ孔も観察することができる。

アルゴンイオンビームを用いた断面試料作製法は、機械研磨法や化学研磨法と比較して汚染やダメージが

少なく非常に平坦な表面を作ることが可能である。

Fig. 2 にアルゴンイオンビームを用いて作製した球形シリカメソ多孔体の薄膜試料(約 100 nm 厚)の TEM 像(Fig. 2 左)および断面試料の SEM 像(Fig. 2 右)を示す。通常、三次元構造の投影である TEM 像から多孔体内の細孔の配列に関する情報を取り出すには、TEM トモグラフィなどの手法が必要となるが、本手法を用いて作製した断面試料を TEM および SEM で観察することにより内部の微細構造をナノメートルスケールで評価することができる。

文 献

- (1) S. M. Stevens, *et al.*: JEOL News, **44**(2009), 17.
(2009 年 7 月 21 日受理)

Structural Characterization of Porous Materials and Sample Preparations by Argon Ion Beam; Yasuhiro Sakamoto*, Sam M. Stevens**, Changhong Xiao**, Osamu Terasaki***, Shunsuke Asahina**** (*Nanoscience and Nanotechnology Research Center, Osaka Prefecture University, Sakai. **Structural Chemistry, Arrhenius Laboratory, Stockholm University, Stockholm. ***Korea Advanced Institute of Science and Technology, Korea. **** JEOL (EUROPE) SAS)

Keywords: porous materials, electron microscopy, sample preparation

SEM utilized: JSM-7401F, Landing energy 0.7–0.8 kV TEM utilized: JEM-3010, 300 kV

Ion Slicer EM-09100IS and Cross Section Polisher SM-09010