

STEM-EELS による高空間分解能の元素マッピング

物質・材料研究機構 木本浩司 長井拓郎 松井良夫
ファインセラミックスセンター 浅香 透

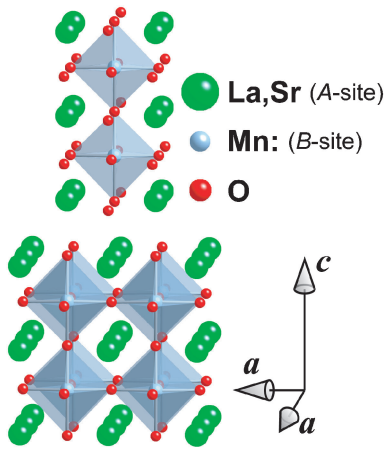


Fig. 1 観察試料 $(\text{La, Sr})_3\text{Mn}_2\text{O}_7$ の結晶構造モデル.

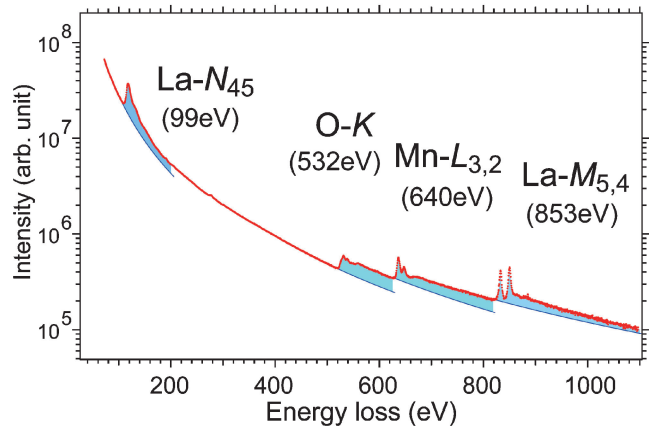


Fig. 2 STEM 観察視野全体から得られたエネルギー損失スペクトル.

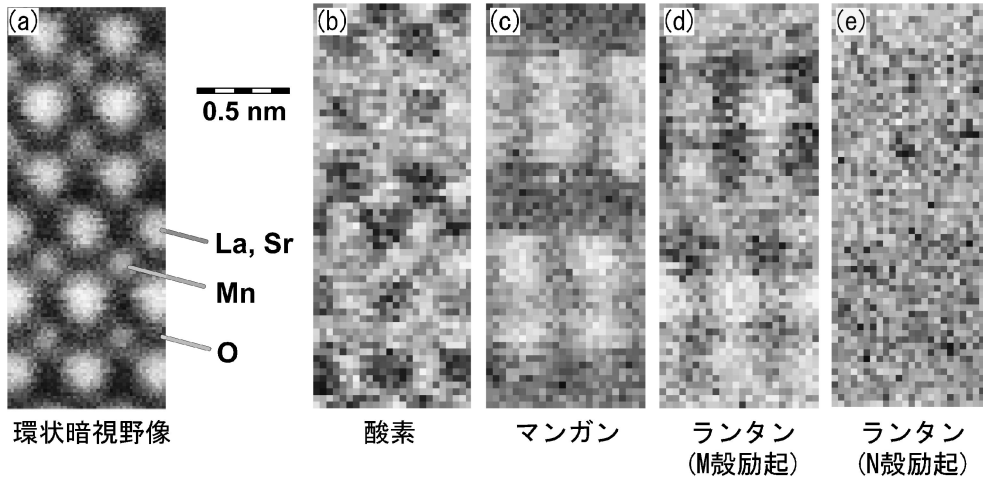


Fig. 3 環状暗視野像および同一視野の元素マッピングの実験結果.

走査透過電子顕微鏡 (STEM) と電子エネルギー損失分光法 (EELS) とを組み合わせることにより、高い空間分解能で元素マッピングや化学結合状態の解析が可能である。入射電子を走査しながらスペクトルを取得する手法は spectrum-imaging 法あるいは STEM-EELS と呼ばれる。STEM-EELS の空間分解能は、入射電子のプロブ径だけでなく、入射電子の試料中の伝搬や、非弾性散乱過程の局在性により決定される。特にエネルギー損失量が小さい場合には、非弾性散乱の非局在性が支配的になる。我々は空間分解能の決定因子を検討し、STEM-EELS を用いて結晶中の原子配列を元素種ごとに観察することに初めて成功した⁽¹⁾。観察には 200 kV の STEM 専用装置を用い、機械的・電気的安定度を向上させるための改造やソフトウェア開発を行った⁽²⁾。

Fig. 1 は観察試料 $(\text{La, Sr})_3\text{Mn}_2\text{O}_7$ の結晶構造モデルである。観察領域全体からのスペクトル (Fig. 2) では、La, O, Mn の内殻励起スペクトルが観察できる。

La は N 殻と M 殻励起スペクトルが計測できる。これらを用いて各元素のマッピングを行った。環状暗視野像 (Fig. 3(a)) では金属原子配列が輝点として観察できるが、濃淡から元素を特定することは困難である。一方 STEM-EELS では O, Mn, La の原子コラムが観察できる (Fig. 3(b)-(d))。しかし La の N 殻励起 (Fig. 3(e)) は、非弾性散乱の非局在性のために分解することができない。我々は $\beta\text{-Si}_3\text{N}_4$ についても実験およびシミュレーションを用いて、原子コラムを分解するための条件を明らかにした⁽³⁾。Mn 酸化物試料を御提供いただきました十倉好紀先生、木村剛先生に感謝いたします。

文 献

- (1) K. Kimoto *et al.*: Nature, **450**(2007), 702-704.
- (2) K. Kimoto *et al.*: J. Electron Microsc., **56**(2007), 17-20.
- (3) K. Kimoto *et al.*: Micron, **39**(2008), 257-262.

(2009年7月2日受理)

Element-selective Imaging of Atomic Columns in Crystal Using STEM-EELS; Koji Kimoto*, Takuro Nagai*, Yoshio Matsui*, Toru Asaka** (*National Institute for Materials Science, Tsukuba. **JFCC, Nagoya)

Keywords: STEM, EELS

TEM specimen preparation: ion milling by 4 kV Ar at R.T.

TEM utilized: HD-2300C(200 kV)