

その場変形電子線トモグラフィー

九州大学大学院総合理工学研究院・超顕微解析研究センター
日本 FEI 株式会社
株式会社メルビル 権堂貴志
株式会社システムインフロンティア 川本克巳 堀井則孝
大阪大学超高压電子顕微鏡センター
筑波大学システム情報系
バージニア工科大学材料工学科

波多 聰
宮崎 伸介
宮崎 裕也
古河 弘光
佐藤 和久
工藤 博幸
村山 光宏

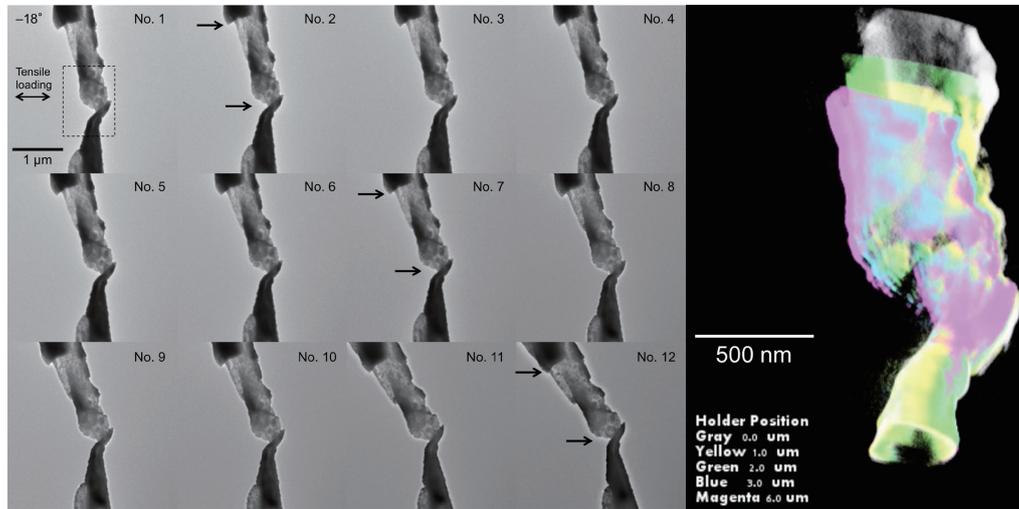


Fig. 1 (左図)アクチュエータを移動しつつ繰り返し収録した TEM 明視野連続傾斜像から試料傾斜角度 -18° の像を抜き出したもの。破線は 3 次元再構成領域を表している。

Fig. 2 (右図)アクチュエータ移動距離 $0\ \mu\text{m}$ (灰色), $1\ \mu\text{m}$ (黄), $2\ \mu\text{m}$ (薄緑), $3\ \mu\text{m}$ (薄青), $6\ \mu\text{m}$ (ピンク) で撮影した連続傾斜像からそれぞれ 3 次元再構成した画像を重ねたもの。

透過電子顕微鏡 (TEM) 内で試料を変形しながら電子線トモグラフィー (ET) による三次元 (3D) 観察が行えるシステムを開発した。同システムは、TEM 試料に引張または圧縮荷重を加えながら、 $\pm 60^\circ$ 以上の高角度まで傾斜観察可能な試料ホルダー⁽¹⁾、および上記試料ホルダーと TEM 本体ならびに撮像ユニットを統合制御するソフトウェアから構成される。本稿では、このシステムを Pb-Sn 系はんだ合金試料に適用した例を紹介する⁽²⁾。Pb-Sn 系はんだ合金線から、大きさ $2 \times 1\ \text{mm}$ 、厚み $70\ \mu\text{m}$ の長方形薄片試料を作製した。薄片試料の中央部を電子線が透過するまでイオン研磨を施した後、脱着カートリッジ式の試料台に薄膜化したはんだ合金試料を接着固定した。上記その場変形トモグラフィーホルダーに試料台をネジ止めし、アクチュエータによる試料台の変形を通じてはんだ合金試料に引張加重を加えた。1 回のアクチュエータの移動距離は $10\text{--}1000\ \text{nm}$ 、移動速度は毎秒 $1.2\ \mu\text{m}$ とし、TEM 像を見ながら変形を繰り返した。その結果、試料各所で亀裂の発生と伝播および破断が生じ、Fig. 1 のようなリボン形状の領域が形成された。以後、このリボン状領域に注目し、以下 (a)~(c) の作業を 12 回繰り返した。(a)アクチュエータの移動、(b)観察視野と像焦点の調整、(c) -20° から $+60^\circ$ までの試料傾斜範囲を毎秒 1° の角速度で連続傾斜しながら 2° おき

に電荷結合素子 (CCD) カメラで連続傾斜像を収録。直接観察倍率 9800 倍、画素数 10242 ピクセル、1 画素のサイズ $1.7\ \text{nm}$ 、画像 1 枚の撮像時間 $0.125\ \text{sec}$ 。作業 (c) における試料傾斜を途中で止めない手法により、従来の撮像時間 (30 分~数時間) を大幅に短縮する 2~3 分で連続傾斜像を収録でき、他の研究グループも本手法を採用している⁽³⁾。Fig. 1 は、収録した 12 組の連続傾斜像データから試料傾斜角度 -18° の像を抜き出したものである。図中矢印で示した領域に注目すると、アクチュエータの移動とともに試料が回転もしくは変形していることがわかる。12 組の連続傾斜像データから 6 組を選んで 3D 画像の再構成を行い、それらを重ねて表示したものが Fig. 2 である。各像の重なり具合から、アクチュエータの移動に伴いはんだ合金試料が nm のスケールで塑性変形していること、および場所により塑性変形の方法や量が異なることがわかる。

文 献

- (1) K. Sato, *et al.*: *Microscopy*, **64** (2015), 369.
- (2) S. Hata, *et al.*: *Microscopy*, submitted.
- (3) O. Migunov, *et al.*: *Scientific Reports*, **5** (2015), 14516.
(2016年 8月15日受理) [doi:10.2320/materia.55.595]

Electron Tomography with *in-situ* Deformation; Satoshi Hata*, Shinsuke Miyazaki**, Takashi Gondo***, Hiroya Miyazaki***, Katsumi Kawamoto****, Noritaka Hori****, Hiromitsu Furukawa****, Kazuhisa Sato*****, Hiroyuki Kudo*****, and Mitsuhiro Murayama***** (*Kyushu University, Fukuoka. **FEI Company Japan Ltd., Tokyo. ***Mel-Build Corporation, Fukuoka. ****System In Frontier Inc., Tokyo. *****Osaka University, Ibaraki. *****University of Tsukuba, Tsukuba and *****Virginia Tech, USA)

Keywords: *in-situ transmission electron microscopy*, *in-situ deformation*, *electron tomography*
TEM specimen preparation: Ar^+ ion milling (2.5 kV with liquid N_2 cooling)
TEM utilized: FEI Titan G2 Cubed 60-300 (300 kV)