

エネルギーフィルター搭載超高压電子顕微鏡法による 極厚膜試料中の転位観察

鹿児島大学大学院理工学研究科 定松 直
九州大学大学院工学研究院 田中 将己
佐世保工業高等専門学校 東田 賢二
九州大学大学院工学研究院 松村 晶

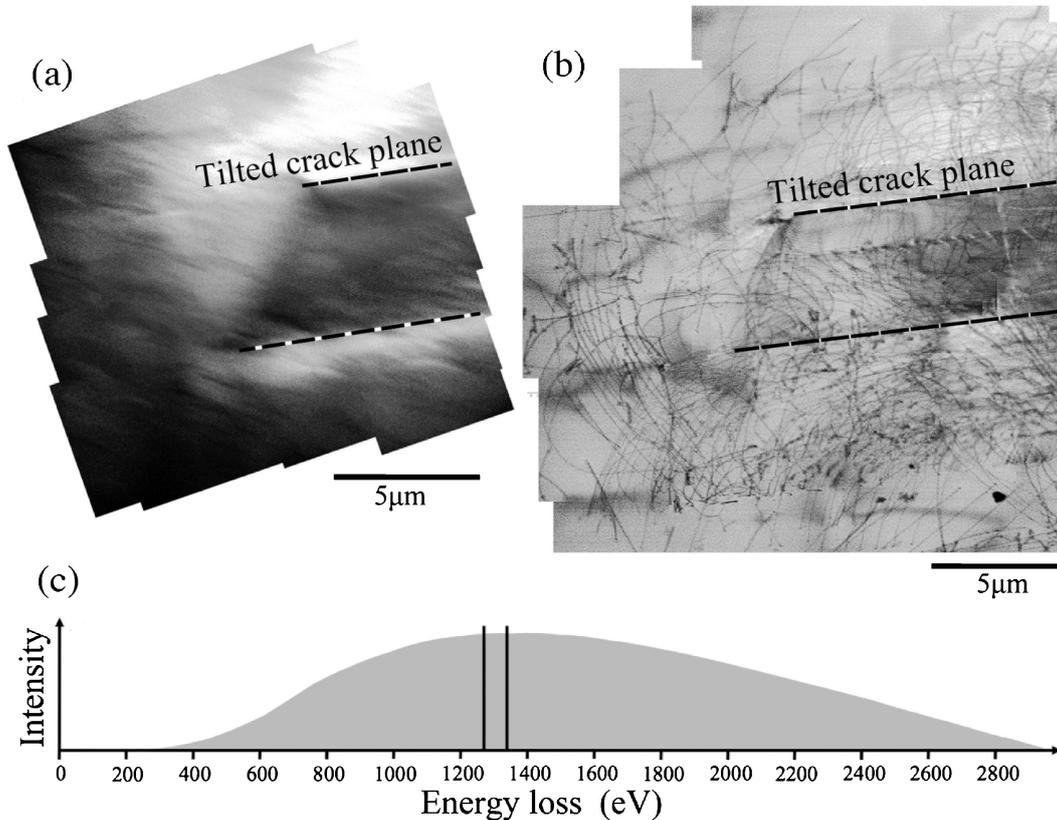


Fig. 1 (a)明視野像(エネルギーフィルター無し)(b)明視野像(エネルギーフィルター有り)
(c)電子エネルギー損失スペクトルおよびスリット挿入位置.

転位のようなメゾスコピックスケールオーダーの格子欠陥観察において、バルク状態ありのままを観察するためには厚さ数 μm オーダーの試料中の転位を観察しなければならない。これを可能にするためには加速電圧が高い超高压電子顕微鏡が有用である。しかし、超高压電子顕微鏡を用いても膜厚が数 μm を超えると鮮明な転位像の観察などが困難になる。その原因は、膜厚増加に伴って非弾性散乱が顕著になり、透過電子のエネルギーロスの分布が大きく広がり色収差による像質低下が避けられなくなるためである。本手法は、厚膜試料で顕在化する非弾性散乱を活用することで膜厚 $10 \mu\text{m}$ という極厚膜試料中の転位観察を可能にするものである。具体的には Si ウェハにビッカース硬度計を用いて亀裂を導入し、加熱により亀裂まわりに発生させた転位を超高压電子顕微鏡 (JEM-1300NEF)

により観察した。厚さ $10 \mu\text{m}$ の試料から得られた電子エネルギー損失スペクトルを Fig. 1(c)に示す。エネルギー損失の分布が約 3000 eV に渡って広がっており、ゼロロスピークは消滅している。エネルギーフィルターを用いない場合の明視野像を Fig. 1(a)に示す。転位のコントラストが観察できないほどに像がボケている。ここで色収差を低減するため、スペクトルの中で最大強度となるエネルギー損失量 $1300 \pm 40 \text{ eV}$ の電子のみを Ω 型エネルギーフィルターを用いて選択し結像したところ、Fig. 1(b)に示すように非常にシャープな転位コントラストが得られた。本手法はこれまで透過電子顕微鏡観察が極めて困難であった厚い試料の下部組織観察を可能にするため今後の応用が期待される。

(2016年7月25日受理) [doi:10.2320/materia.55.597]

Observation of Dislocations in Thick Specimens Using by The High-Voltage Electron Microscopy with an Energy Filter; Sunao Sadamatsu*, Masaki Tanaka** Kenji Higashida*** and Syo Matsumura**** (*Department of Mechanical Engineering, Kagoshima University, Kagoshima. **Department of Materials Science and Engineering, Kyushu University, Fukuoka. *** National Institute of Technology, Sasebo College, Sasebo. ****Department of Materials Science and Engineering, Kyushu University, Fukuoka)

Keywords: high voltage electron microscopy, electron energy loss spectroscopy, dislocation

TEM specimen preparation: Tripod polisher and ion milling

TEM utilized: JEOL JEM-1300NEF (1250kV)