



1. 組織観察

1-6 透過型電子顕微鏡の構造と仕組み

山本 剛久¹⁾ 小平 亜侑²⁾

1-6-1 はじめに

微細組織の観察や、その組織に対応する構造・組成・電子状態などを計測できる透過型電子顕微鏡 (Transmission Electron Microscope, TEM) は、材料解析・開発には欠くことのできない装置です。近年、その性能が格段に向上し、操作性についても大きく改善され、高い分解能のもとで組織観察や分析が誰でも簡単にできるようになっています。本稿では、TEM に関する構造と仕組みについて概説します。具体的な操作方法や観察事例については次回以降に説明しますので、合わせて参考にしてください。TEM は、多岐にわたる観察や分析技法を有していますので、ここで紹介できる内容は、そのごく一部でしかありません。本稿の最後に教科書を紹介していますので、ぜひ、それらも参考に理解を深めてください。なお、本文中で用いられている用語や詳細な構造などは用いる機種によって異なる場合があります。取扱説明書などに従うようにしてください。

1-6-2 光学顕微鏡、走査型電子顕微鏡との違い

反射型光学顕微鏡は、可視光線を試料に照射して、表面から反射してきた光を光学レンズで拡大して像を形成します。走査型電子顕微鏡 (SEM) は、加速したプローブ状の電子線を試料表面上で走査し、試料表面から発生した2次電子や反射電子の強度を、プローブ走査と同期させてモニター上に像を形成します。前者はレンズの屈折作用を用いること、後者は試料表面とモニター上での走査範囲の比を用いる違いはあるものの、いずれも試料表面の組織を拡大します。一方、透過型光学顕微鏡は、可視光線を試料に照射し、透過した光を光学レンズで拡大します。TEM も、基本的には透過型光学顕微鏡の仕組みと同様¹⁾です。加速した電子を、薄片化さ

せた物体に照射し、透過した電子を多数の電磁レンズ(磁界型電子レンズ)群で順次拡大していきます。両者ともに、得られる像は試料内部の構造を反映しています。ただし、TEM は、透過型光学顕微鏡とは比較できないほど多様な機能を有しています。

1-6-3 構造の概要

図1に一般的なTEMの外観およびカット図を示しています。カット図において斜線が付された四角形が、光学顕微鏡の光学レンズに相当する電磁レンズ(以下レンズ)や、電子線の傾きや位置などを調整するコイルを表しています。多数のレンズやコイルなどが組み込まれていて、さらには、その調整や試料駆動のためのダイヤルやボタンが操作パネルに多数揃えられています。一見、複雑怪奇な構造です。これらすべての操作方法を覚えることは非常に手間がかかります。ところが、各レンズなどの機能を整理して理解すると、意外と簡単に使えるようになります。

図2は電子線の経路を光に置き換えて簡潔に示した模式図です(電子線の場合にも光学系という表現が用いられます)。

¹⁾ 電子線を広げた状態で試料に照射して像を観察することをTEM照射と呼びます。一方、走査透過型電子顕微鏡(Scanning Transmission Electron Microscope: STEM)では、細く収束した電子線を試料上で走査しながら像を観察します。TEM照射と区別するために、このときの照射のことをSTEM照射と呼称します。なお、TEM照射時には、平行照射という言葉がしばしば用いられます。この時の電子線照射は、光軸に対する電子線の角度が変わることなく進行している状態(光軸に対して平行)です(図4(b)を参照ください。C2レンズ以降は、破線で示した光軸に対して電子線が平行に進行しています)。試料に対して平行照射する、という表現がよく用いられますが、この平行照射とは、上に述べたような照射状態を指しており、試料に対して平行な方向からの照射ということではありません。平行照射は、例えば、回折図形の撮影時などで重要となります。

* 名古屋大学大学院工学研究科; 1)教授 2)技術補佐(〒464-8603 名古屋市千種区不老町)

Keywords: transmission electron microscope, bright field image, dark field image, electron diffraction, selected area diffraction (透過型電子顕微鏡, 明視野像, 暗視野像, 電子線回折, 制限視野回折)

2022年4月4日受理[doi:10.2320/materia.61.346]

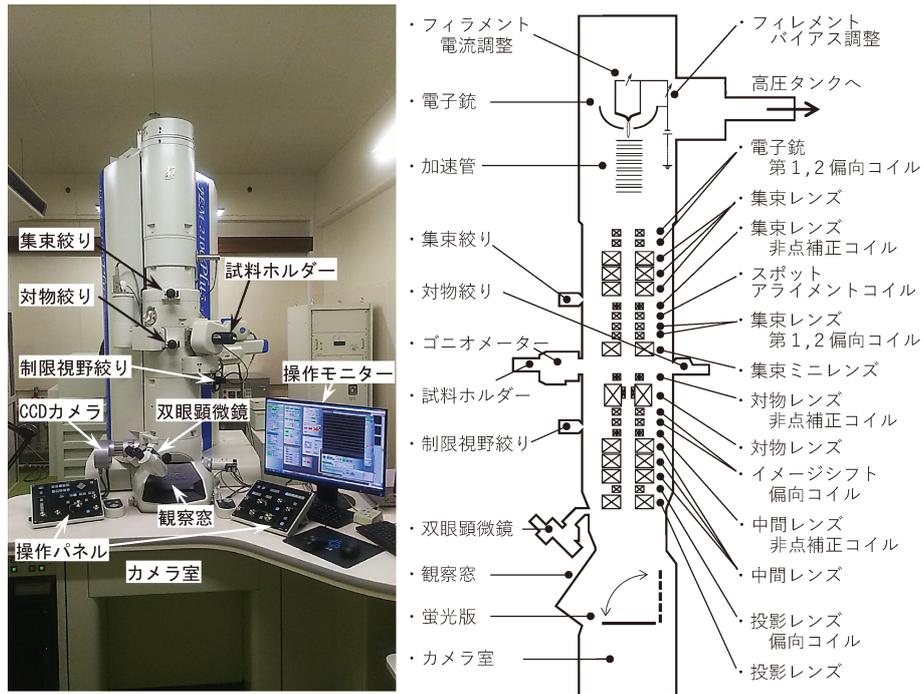


図1 TEMの外観およびカット図の例(使用するTEMの機種により構成等は異なります)。

カット図では、熱電子放出型の電子銃が搭載されたTEMについて示しています。まず、試料位置を確認してください。試料ホルダーと記載されている箇所です。これよりも上方(電子銃の方向)が照射系、試料の直下に設置されているのが対物レンズ、それよりも下方(蛍光板側)が拡大系です。照射系は、電子銃、その光源(本文図2では点光源A)を調整する電子銃偏向コイル(偏向コイル2個が1組)、照射系レンズである集束レンズ(コンデンサーレンズ)群、試料への電子線の傾きや位置を調整する偏向コイル、形状を整える非点補正コイルが並びます。カット図では集束レンズが3段として描かれていますが、その機能は本文で説明する通り2段の作用として簡略化して考えることができます。集束ミニレンズは試料への収束角度を調整したり、光学系の安定性を向上させるために設置されていますが、機種に依存します。対物レンズの非点補正コイルは、像質を左右する重要なコイルです。その下段に設置されている偏向コイル(イメージシフト偏向コイル)は、像の位置を電氣的に移動させるときに利用します。その下段の非点補正コイルは、回折斑点の非点を修正します。図に示した機種では、中間レンズが3段構成になっています。その下段の偏向コイルは、回折図形を移動させるときに用います。回折図形の撮影時に調整します。観察される像は蛍光板上に投影されます。さらに、その細かい情報を見るときには、双眼鏡顕微鏡を用います。像を撮影するときには、この蛍光板を破線で示すように立てることで、像をカメラ室の方へ通過させます。最近では、フィルムではなくCCDカメラが用いられています。ここに示した構成や上記の説明は簡易的に述べています。

図中の試料位置を確認してください。これより上方を照射系、試料の直下にあるレンズを対物レンズ^{t2}、それよりも下方を拡大系と大きく分けています。照射系は、電子銃から発せられた電子線を、電子線の形状(広げるか、収束させるか、明るくするか、暗くするかなど)を調整して試料上に照射します。対物レンズは、試料を透過した電子線を最初に拡大します。また、電子線回折図形(以下、回折図形)の観察にも重要な役割を果たします。拡大系レンズ群は、対物レンズで形成された像や回折図形を適宜拡大して蛍光板に投影します。これら大きく3つに分類した各レンズ群に対して、電子線の傾きや位置などを調整する偏向コイルと、電子線の形状を整える非点補正コイルがそれぞれセットされている、とまずは覚えてください。

図2の模式図をもう少し詳しく見ていきましょう。電子銃^{t3}から発せられた電子は、電子銃に付随している静電レンズでいったん収束されて点光源Aを作ります。この位置を

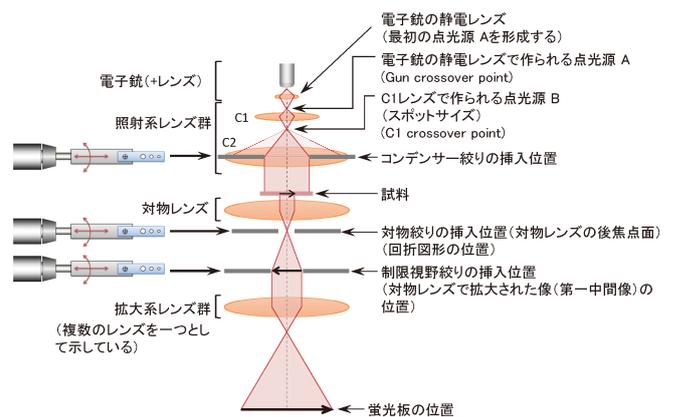


図2 簡略化した光線経路の模式図。

電子銃から発せられた電子線は、電子銃に設置されている静電レンズによって点光源Aを形成します。集束レンズC1はスポットサイズを調整します。集束レンズC2は、試料上への電子線の大きさや位置などを調整します。試料を透過した電子線は、対物レンズによって、回折図形、第一中間像を形成します。後段の拡大系レンズ群は、この回折図形や第一中間像を拡大して蛍光板へ投影します。また、これらの光学系には、集束絞り、対物絞り、制限視野絞りの3種類の絞りが設置されています。

^{t2} 近年の対物レンズの多くは励磁強度が高くなるように設定されているC/Oレンズ構成になっています。Cは集束レンズ、Oは対物レンズを意味しています。1-6-6-1項を参照ください。

Gun crossover point と呼称します。この点光源 A は、最初の集束レンズである C1 レンズによって、次の点光源 B へと投影されます。この位置を C1 crossover point と呼びます。C1 レンズの励磁(電流値)を変えると、この点光源 B の明るさ(スポットサイズと呼称される)を変えることができます。C1 レンズで作られた点光源 B は、次の集束レンズである C2 レンズによって試料上へ投影されます。ここでは集束レンズの作用を簡易的に理解するために 2 つの集束レンズを用いて説明していますが、2 つの集束レンズを連動して調整したり、図 1 のカット図に示すように 3 つの集束レンズを連動して用いています。使用している機種に依存します。C2 レンズ(最下段の集束レンズ)の励磁を変えると、試料上に照射される電子線の領域(大きさ)を調整できます。操作パネルの Brightness ダイアル^{†4}は、この C2 レンズの励磁を変えています。Brightness ダイアルを回転させると、蛍光板上で明るく見える範囲が変化の様子を確認できます。C2 レンズの位置(近傍)には、電子線の径(光軸からの角度)を機械的に制限するための集束(コンデンサー)絞りが挿入されます。スポットサイズや集束絞りをを用いて、試料上に照射する電子線の明るさ(電流量)やプローブ状に細く収束させるときの最小径などを調整できます。多くの場合、集束絞りの穴径は、その面積が半分程度ごとになるように用意されています。一段小さい絞り径へ変えると、照射量(電流量)がおおよそ 1/2 減少します。

試料を透過した電子線は、対物レンズで拡大されて、最初の像である第一中間像を形成します。試料へのピント調整は、対物レンズの励磁を変化させて行います。この調整には Focus ダイアルを用います。対物レンズは試料の微細構造を最初に拡大するため、TEM の分解能はこのレンズの性能に依存します。また、対物レンズの焦点距離の位置(後焦点面)には回折図形が形成され、この位置(近傍)には対物絞りが挿入されます。絞りの径や位置を調整して、透過波を含むようにして観察するのが明視野観察法、回折波を用いるときには暗視野観察法と呼称します(1-6-8 を参照)。

拡大系レンズは、図 2 において一つのレンズとして描かれていますが、実際には複数のレンズで構成されています。図 1 のカット図を参照してください。最下段(蛍光板に近い方)のレンズを投影レンズ、それ以外を中間レンズと呼称します。これらのレンズ群は、対物レンズで形成された第一中間像や回折図形を物体に見立てて、そこにピントを合わせるようにして拡大し、蛍光板上へと投影します。第一中間像の

位置には制限視野絞りが挿入されます。この制限視野絞りをを用いると、像の必要な箇所を選択し、その箇所からだけの回折図形を撮影することができます(制限視野回折法、1-6-9 を参照)。

以上、簡潔に述べましたが、操作パネルに設置されている各種ダイヤル類の多くは、照射、対物、拡大系の各レンズ群の励磁調整(集束レンズは Brightness、対物レンズは Focus、拡大系は Diff focus)、および、それぞれのレンズ群にセットされている偏向コイル、非点補正コイルの調整用に分類されます。まずは大まかに覚えてしまうことが肝要です。

1-6-4 凸レンズの作用

電磁レンズは凸レンズ作用のみを有します^{†5}。この基本を頭に入れておくと、電子顕微鏡の光学系を理解しやすくなります。図 3 は、焦点距離が f の凸レンズの作用を示しています。物体側の焦点を前焦点、像側の焦点を後焦点と呼称します。レンズから a の距離に置かれた物体(矢印)を距離 b の位置に投影して像を形成しています。 f, a, b の間には式(1)のような近似関係が成り立ちます。

$$1/a + 1/b = 1/f \quad (1)$$

図 3 に示す光線図を参照して、 f を変更した時や、物体の位置 a を変えた時の光線図を描いてみると、レンズの結像作用がよく理解できると思います。凸レンズは拡大だけではな

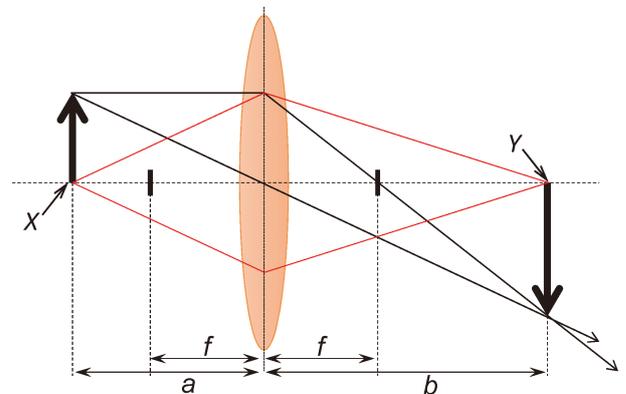


図 3 凸レンズの基本的な光線図。

凸レンズでは倒立像が形成されます。物体からレンズまでの距離を a 、レンズから像までの距離を b 、凸レンズの焦点距離を f 、とすると、近似的に、 $1/a + 1/b = 1/f$ の関係式が成り立ちます。投影される像が拡大されるか(拡大投影)、縮小されるか(縮小投影)は、物体と前焦点との位置関係で決まります。凸レンズは拡大作用も縮小作用も有しています。TEM では、物体の位置を変えずに、電磁レンズの焦点距離 f を変化させています。図中に赤線で示した光線経路は、 X の位置にある点光源が、 Y の位置へ投影される時の光線経路を示しています。

†3 電子銃には、フィラメントを加熱して電子を放出させる熱電子放出型、および、電界を用いて電子を引き出す電界放出型が用意されています。さらに、電界放出型は、ショットキー型と冷陰極型の二種類に分類されます。熱電子放出型は、電子線量(電流量)が多く、輝度は低く、光源の大きさが大きくなります。対して、電界放出型は、電流量は小さく、輝度は高く、光源の大きさは小さくなります。より小さな領域での分析を行いたいときには、電界放出型が適しています。

†4 本文中に記載されている各調整用ダイヤルの名称には、汎用性の高い名称を用いています。機種によっては異なる表記が用いられていることもありますのでご注意ください。

†5 1-6-6-1項で述べた一般的なラウンド型レンズ(図 8)とは異なり、光軸に対して垂直に電磁石を配置したポール型レンズ(例えば、類似する構造は図 5 に示した構造)は、凹レンズの作用を有します。STEM 照射時に電子線をより細く収束させるために実用化された球面収差補正機には、このポール型電磁レンズが組み込まれています。凸レンズと凹レンズの組み合わせによって、球面収差を大きく低減させています。

表1 加速電圧と電子の波長.

加速電圧/kV	電子の波長/nm
100	0.00370
120	0.00335
200	0.00251
1000	0.00087

く、縮小作用も有していることが分かるかと思えます。電磁レンズの場合も基本的には式(1)に示した関係に従います。ただし、TEMでは物体の位置を変えることはできませんので、レンズに流れる電流を調整して、焦点距離 f を変化させます。 f を調整することで像の拡大率を変えたり、縮小させて電子線を収束させたりします。STEM⁽¹⁾を参照)では、常に電子線を細く収束させたプローブ状態で使用します。

図3には、教科書などでよく見かける凸レンズを用いた点光源投影に関する光線図を赤線で示しています。矢印の根本(X)から発せられた光線は、その投影位置である矢印の根本(Y)に収束しています。要は、光軸上に置かれた点光源が、ピントが合う位置(式(1))へ像点として投影されている様子が描かれている図であることが分かります。この投影された光点は、もとの点光源の大きさ、形状が正しく相似形として投影されているべきですが、実際にはボケて投影されます。投影される像は、物体上の各点(点光源)から発せられた光の合成ですから、ボケて投影された光点の集合で投影像が構成されることとなります。レンズの分解能は、このボケの大きさで主に制限されます。ボケを与える要因は収差と呼称され、回折収差、球面収差、色収差¹⁶⁾、がその代表です。その一つ回折収差は、用いている光の波長に依存し、簡易的には式(2)のように表わされます。電子線が凸レンズで投影される時にも同様のボケが生じます。ただし表1に示すように、電子線の波長は可視光線と比較して非常に短いため、回折収差の影響は格段に小さくなります。

$$\delta_a = \frac{0.61\lambda}{\sin \theta} \quad (2)$$

ここで、 δ_a は回折収差の大きさ、 λ は用いている光(電子)の波長、 θ は点光源からの光がレンズで像点へと収束する時の角度にそれぞれ対応しています。

1-6-5 照射系について

図4は照射系レンズ(図2のC2レンズ、もしくは、最下段の集束レンズ)の励磁を変化させたときの光線模式図を示しています。TEMを利用するとき頻りに操作する

¹⁶⁾ 回折収差は、図3においてXから発せられた光がYへ収束するとき生じる干渉によって生じます。球面収差は、式(1)の関係が必ずしも成立せずに、図3におけるYの位置以外で光軸を交差するために生じる収差です。色収差は、用いている光の波長分散に起因する収差です。

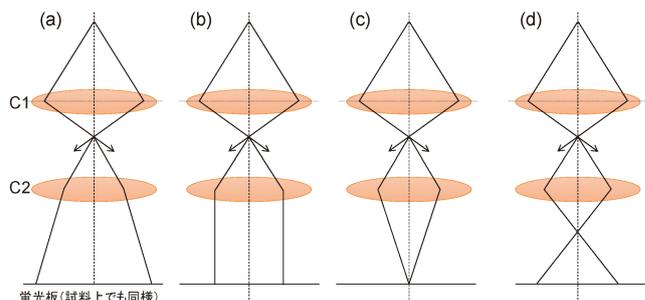


図4 C2レンズの励磁強度と試料上での照射面積の関係。図では左図から右図方向へC2レンズの励磁強度が増加しています。励磁強度を変更すると、試料に対する電子線の照射方向(角度)が変化することに注意してください。照射面積が同じでも、試料に対する電子線の傾きが大きく異なります((a)と(d)を比較)。平行に近い照射条件((b)の状態)になっているか否かは、C2レンズの励磁強度と関係しています。回折図形や像を撮影するときには、(d)のような照射条件は適していません。

Brightnessダイヤルを調整した時に対応しています。蛍光板上で電子線を広げたり収束させたりしているのは、このC2レンズの励磁強度と関係しています。像を観察するときには試料に対してなるべく平行に近い状態の電子線を照射することが適しています(図4(a)から(b)のような照射状態)。そのため、蛍光板上の明るい領域を広げるときにはBrightnessダイヤルの回転方向に注意しなければなりません。図4に示すように、Brightnessダイヤルを一定方向に回転させていくと(C2レンズの励磁を一定に変化させていくこと。(a)から(d)になるほど励磁が増加しています)、蛍光板上で広がっていた電子線が、徐々に収束し、Crossover状態を経て、再度広がっていきます。図4の(a)と(d)を比較すると、蛍光板上(試料上)での照射径はほぼ同じですが、電子線の経路が全く異なっていることがわかります。回転方向を間違えると、蛍光板上では同様に広がっているように認められても、図のように平行方向とは逆の状態となっていることがあります。Brightnessダイヤルの回転方向とC2レンズの励磁変化との関係を確認しておきましょう¹⁷⁾。

上述したように、照射系レンズには非点補正コイルが設定されています。非点補正コイルは、収差の一つである非点を調整するための簡易的なポール型レンズの一種です(図5参照)。レンズを通過した時に生じる電子線の形状変化(電子線の断面形状と考えてよい)などを、真円に調整するために使用します。図6に照射系レンズの非点の有無を示しています。非点が存在する状態では電子線が楕円状になっていることがわかります(図6(a))。この形状を非点補正コイル(Condenser Stigma)を用いて調整します(図6(b))。一方、偏向コイルも設置されています。この偏向コイルは図7に示すように電子線を傾けるためのコイル(Deflector)が二対で一組となっています。図7(b)のように作用させると、試料上の

¹⁷⁾ 操作モニターには各レンズの電流値を表示することができます。この表示を見ながらBrightnessダイヤルを回してみるとC2レンズの励磁変化が理解できます。

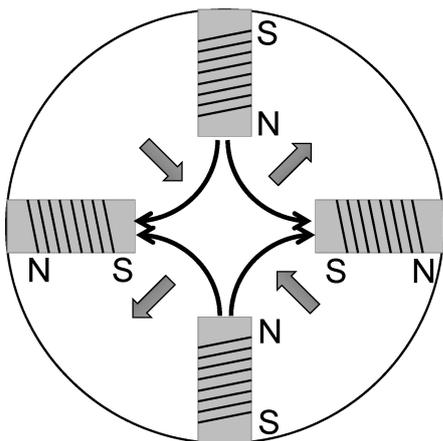


図5 非点補正コイルの構造概略図。

図の中心部分を紙面に対して垂直方向に電子線が進行します。コイルは、この光軸に対して垂直方向に設置されています。コイルの励磁方向(N極, S極)を図のように設定すると、中央を通過する電子線に対して、ブロック矢印で示すような形状変化を与えることができます。図は4極子構成の例を示しています。

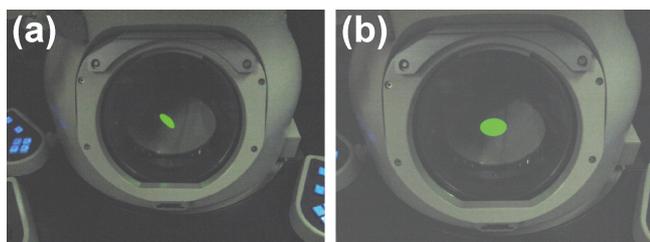


図6 蛍光板上での電子線の形状例。

写真は、蛍光板を見下ろす方向から、像を観察する部分(蛍光板)を撮影しています。中央に見える明るい楕円/円状の部分が、電子線が照射されている領域です(写真では電子線を少し収束させています)。(a)は、照射系レンズ群に非点が存在するとき、(b)はその非点を調整したときの状態を示しています。ただし、ここでは他のレンズ群などで非点が正しく調整されている状態を前提としています。

電子線位置を変更することなくその傾きを調整できることが分かります。一方、図7(c)のように作用させると、傾きは変わらずに位置を変えることができます。前者を Tilt、後者を Shift と呼称します。Beam-tilt^{†8}を利用すると、試料に対する電子線の傾きが変化するので、回折図形的位置が移動します(回折条件も変化します)。この操作は、後述する暗視野観察時に必要となります(操作は暗視野モードで行います)。また、対物レンズに入射する角度も調整できますので、対物レンズの電圧中心や電流中心の調整にも用います^{†9}。Beam-Shift は、電子線の照射位置を調整するときに使用します。TEM 使用時には前述の Brightness ダイヤルと同様に頻繁に使用します。プローブを用いた分析時には、分析したい箇所へ電子線を移動させるときにも使用します。

^{†8} 機種にもよりますが、照射系レンズ群に付随している偏向コイルでの Tilt, Shift は、Beam-tilt, Beam-shift と呼称されます。他のレンズ群については図2を参照ください。

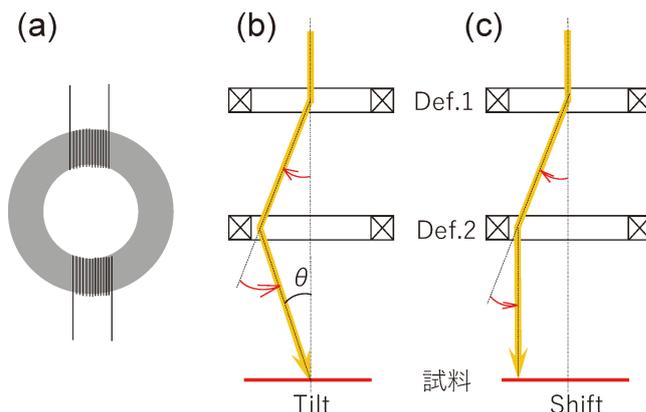


図7 (a)光軸方向から見た偏向コイル(Deflector)、および、1対の偏向コイルが、(b) Tilt 操作に対応するとき、(c) Shift 操作に対応するときの模式図。

偏向コイルは、コイルで発生させた磁力を用いて、電子線を一方方向に曲げる作用を有しています。偏向コイルは、二つが一組として設置されており、両者を連動させて駆動させます。(b)、(c)において、偏向させている角度(赤矢印)の大きさや向きが異なっていることに注意してください。Tilt や Shift 操作の時には、これらの角度や向きを連動して変化させています。Tilt の場合には、傾斜させても試料上での位置が変わらないように、また、Shift では移動させても試料に対する傾斜角度が変わらないように、二つの偏向コイルの励磁割合が適切に調整されています。図1のカット図も参照ください。

1-6-6 対物レンズ

1-6-6-1 対物レンズの構造

一般的な TEM の対物レンズは、図8に示すように、光軸に対してドーナツ型にコイルが設置されているラウンド型レンズで構成されています。この構造の電磁レンズは、磁界によるローレンツ力を用いて電子線を光軸方向へ曲げる作用を有しています。電子線が電磁レンズに入射すると、光軸に対して螺旋運動を始め、進行とともにその回転半径が小さくなり、やがて、光軸上で収束し、そのまま螺旋運動を続けながら再び広がっていきます。光学凸レンズと同様の作用を電子線に対して与えます。コイルで発生させた磁力(起磁力)を、透磁率の高い材料で作られたヨークで誘導し、ヨークに付されたギャップ(切り欠き)部分に集中させるような構造になっています。このギャップ部分に発生する磁場によって、図8(c)に示すようなレンズが構成されます。近年では、起磁力が高く、かつ、ギャップ間隔の小さいC/Oレンズ構成が一般的です。Cは集束レンズ(Condenser Lens)、Oは対物レ

^{†9} 扱いやすく、もしくは、収差が小さくなる方向に電子線を通わせるための調整が必要となります。電圧中心(HT wobbler)は、加速電圧をわずかに振動させて、その時に生じる像の振動中心のブレが最も小さくなるように調整します。対物レンズの色収差が最も小さくなるような対物レンズの光軸を通過するように調整しています。電流中心(Objective lens wobbler)は、対物レンズの励磁を僅かに振動させて、この時に生じる像の位置振動の中心が蛍光板の中心になるように調整します。対物レンズの励磁を変化させたときに生じる像のズレを小さくすることに有効に作用します。

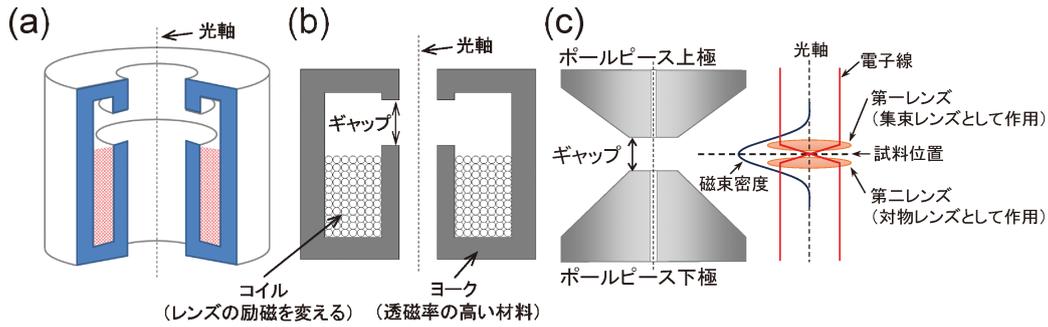


図8 電磁レンズの構造模式図。

コイルは光軸に対してドーナツ状に設置されています((a), (b))。コイルで発生した磁力は、ヨーク部分のギャップ(切り欠き)に集中されて電磁レンズが形成されます。高い分解能が要求される対物レンズでは、(b)に示したギャップ中に、より精密加工されたポールピース((c))が設置されています(機種によってこの構成などは変わります)。C/Oレンズ型の対物レンズでは、このポールピース間のギャップ中に、集束レンズ(第一レンズ)と対物レンズ(第二レンズ)が形成されます。高分解能型になるほど、ギャップ間隔は小さく(狭く)なります。これは、レンズの焦点距離が短くなるほど、収差が小さくなる傾向にあるためです。試料ホルダーは、このギャップ中に挿入されます。試料を機械的に傾斜させるときの角度は、このポールピース間のギャップの大きさに制限されるため、高分解能型では傾斜許容角度が小さくなります。機種にもよりますが、このギャップ間隔は数 mm 程度しかありませんので、試料ホルダーの挿入時には十分な注意が必要です。

レンズ(Objective Lens)を意味しています。対物レンズと呼称されていますが、集束レンズと対物レンズ両者の機能を有しています。この集束レンズは、照射系レンズ群の最終段レンズとなります。試料は、この二つのレンズの間(図8(c)のギャップ)に挿入されます。高分解能型の対物レンズはギャップ間隔が小さいため、試料の傾斜可能角度が小さく制限されます。

1-6-6-2 対物レンズと回折図形

図9は、対物レンズの作用で重要な回折図形が形成される仕組みを模式的に示しています。図では、物体を示す太矢印が、凸レンズによって左右逆方向の拡大像として投影されています。物体と像とは相似形で拡大されていますので、物体のある点から発せられた光は、像上の相似形で対応する点へと投影されます。ここで、物体の太矢印が単結晶であると仮定します。単結晶を仮定しているため、同じブラッグ回折条件を満たす電子線は、太矢印のどの位置からも同じ方向へ進行します。そして、凸レンズによって、像上の対応する位置へそれぞれ進行します。このときの進行方向を追っていくと、同じブラッグ回折条件を満たした電子線は、レンズの後焦点面において一点で交わることが分かります。これが、回折斑点に対応します。

拡大系レンズの物体位置(ピント位置)を第一中間像に合わせると、蛍光板上にはその像が拡大されて投影されます。一方、拡大系レンズのピント位置を、この回折図形に合わせた場合(対物レンズの後焦点位置)には、拡大された回折図形が投影されることとなります。つまり、拡大系レンズの励磁を変化させて、そのピント位置を変えることで、像と回折図形とを切り替えて観察できるということになります。操作パネル上にある回折モード切替スイッチは、拡大系レンズ群のピント位置を上述したように変えているのです。この切り替え時には、照射系レンズや対物レンズの励磁は変化していないことに注意しましょう。

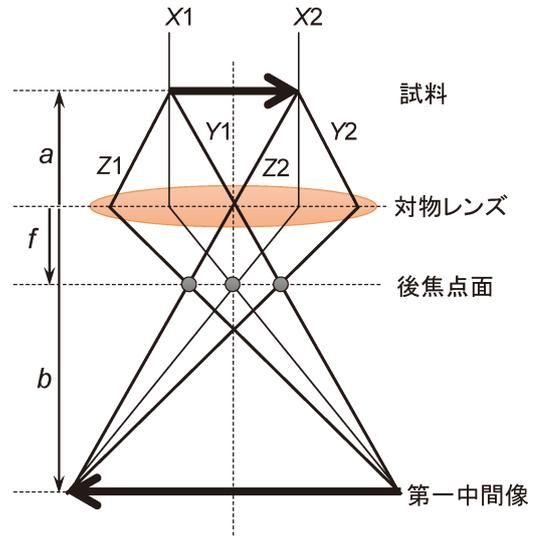


図9 回折図形の形成について。

太矢印は単結晶試料を仮定しています。Y1とY2、および、Z1とZ2は、それぞれ同じブラッグ回折条件で進行しています。それぞれの電子線は、投影された太矢印の対応する場所に向かって進みます。例えば、Y1は、太矢印の後端から出ていきますので、像の太矢印の同じ後端位置へと進みます。同様に太矢印の先端からブラッグ回折したY2(Y1と平行)は、矢印の先端へと進みます。結晶中で同じブラッグ回折を起こしたY1とY2は、後焦点面上の一点で交わる(集まる)ことが理解できます。この点の配列が回折図形に対応します。

後段の拡大系レンズが、対物レンズの後焦点位置にピントを合わせると、蛍光板上には、回折図形が拡大されて投影されることとなります。この時の拡大率は、カメラ長として表現されます。

回折図形撮影時には、図4(b)に示すような平行状態の電子線を照射することが必要です。この条件を正しく合わせることは少々厄介です。対物レンズの電流中心を合わせるためのボタンを押します(Objective lens wobbler)。すると、対物レンズの電流値が自動でわずかに増減し、対物レンズの焦点距離が変化(振動)します。この状態で蛍光板を見ると、試

料上に現れている電子線の径が増減する様子が見えます。この変化が最も小さくなるように Brightness ダイアルを調整します。次に、このままの状態でも折モードに切り替えます。この時に回折斑点がピンボケしているときには、中間レンズのピント位置調整(Diff-focus ダイアル)で合わせましょう。ところで、このピント位置を故意にずらしていくと、回折斑点の大きさがそのずれに応じて拡大されていきます。この拡大された回折斑点の中を観察すると像が見えます。この時の像は、回折斑点ごとに異なっています。これは、異なる結晶面から回折した電子線で形成された像となるためです。ぜひ、一度、試してみてください。

さて、この対物レンズにも非点補正コイルが設置されています。対物レンズの非点補正は像質に強く影響します。これについては次回に説明します。ところで、レンズによる回折図形の形成は、対物レンズのみで生じているわけではありません。いずれのレンズにおいても同様に生じています。回折図形の撮影には、対物レンズで形成された回折図形を利用しているだけです。

1-6-7 拡大系レンズ群

拡大系レンズの主な役割は、対物レンズで形成される第一中間像や回折図形を拡大することです。像を蛍光板上へ投影する時の拡大率を倍率という言葉で表現します。これと同様に、回折図形の拡大率はカメラ長という言葉で表現します。倍率の値が大きいかほど像が拡大されているのと同様に、カメラ長が長いほど、拡大された回折図形を観察できます。拡大系レンズの非点調整は、主に回折図形の撮影時に調整します。試料の無い箇所でも回折図形を観察し、上述したようにピントを合わせます。この時に透過斑点の形状が真円でない場合には、この非点補正コイルを用いて真円形状になるように調整します。また、偏向コイル(PL alignment ダイアル)は、蛍光板上での回折図形位置を移動させるために使用します。透過斑点が蛍光板中心位置に来るように調整します。この操作では、試料に対する電子線の傾斜は変更されませんので、前述(1-6-5)した回折図形的位置移動とは全く異なります。注意してください。

1-6-8 対物絞りと観察方法

対物レンズの後焦点面位置には対物絞りが設置されています。この絞りを挿入して、透過波(斑点)や回折波(斑点)を適宜選択して観察を行います。図10に示すように透過斑点を含めるのが明視野像、透過斑点を含めずに回折斑点のみを含めるのが暗視野像です。明視野像の場合には、透過斑点のみを用いても構いませんし、径の大きな絞りを挿入して透過斑点を含む複数の回折斑点を同時に含めても構いません(厳密な意味では異なりますが)。回折斑点の数を減らすほど、得られる像のコントラストは高くなります。コントラストが高いことは像質として優れていますが、反面、淡いコントラスト変

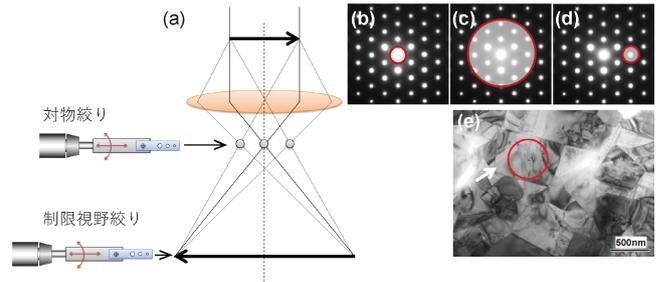


図10 (a)対物絞り、制限視野絞りの挿入位置、(b)~(d)対物絞りを挿入した透過斑点、回折斑点の選択、(e)制限視野絞りを挿入した像の選択、に関する模式図。

(b)~(e)において、赤線で示した領域内が絞りで選択できる大きさに対応しています。赤線の外側の領域は各絞りで遮断されています。また、(b)~(d)の各回折図形において、中心に位置する斑点が透過斑点、それ以外は回折斑点に対応しています。対物レンズの後焦点面位置には、異なる穴径が複数用意された対物絞りが設置されています。回折モードにして、回折図形を見ながら、この絞りを挿入し、必要な回折斑点を選択します。明視野観察時には、(b)に示すように、基本的には透過斑点のみを選択すべきですが、コントラストの関係から、(c)に示すように、より径の大きな絞りを挿入してもかまいません。穴径が小さいほど(選択する回折斑点の数が少ないほど)コントラストは高くなります。淡いコントラストを得たいときには穴径を大きくします。暗視野観察時には、(d)に示すように、目的とする回折斑点のみが選択されるように径の小さな絞りを挿入します。複数の回折斑点を絞りに含めると、異なる結晶面からの回折情報が含まれてしまうこととなるので、暗視野観察という観点からは好ましくありません。(d)では回折斑点の位置が、中心位置からずれていますが、暗視野観察時には、この回折斑点が透過斑点の位置(蛍光板の中心)に来るように調整して行います。制限視野絞りは、対物レンズの第一中間像面に設置されています。この絞りを挿入する制限視野回折法は、(e)に示すように像の一部を制限視野絞りで選択し、回折モードに変更することで、選択した領域内((e)では矢印を付した結晶粒)の回折図形のみを得る方法です。赤線で示した絞り径の大きさが、矢印を付した矩形の結晶粒の内側に位置していることに注意してください。制限視野回折法は、像とその結晶構造に関する情報とを相関させることができる優れた方法です。

化などが潰れてしまうことがあります(黒とび、白とびなどと表現されます)。この様なときには、径の大きな絞りを挿入してコントラストを低くすることも一つの方法です。一方、暗視野像の場合には、用いる回折斑点のみを選択することが必要となりますので、できるだけ径の小さな絞りを挿入して撮影することが必要です。暗視野モードに切り替えて、目的とする回折斑点の位置を、透過斑点があったもとの位置へと移動させます(予め透過斑点の位置を蛍光板の中心位置に調整しておいて、その位置へ回折斑点を移動させます)。この移動は、Beam tilt ダイアル(照射系レンズ群の偏向コイル)を用います。拡大系レンズ群の偏向コイルである PL alignment ダイアルではありませんので注意してください。

高分解能である対物レンズを搭載している機種では、透過波と複数の回折波を径の大きな絞りに入るように入射して高倍率で撮影すると、原子位置を反映した高分解能像や結晶面の位置を反映した格子像を撮影することもできます。この観察方法や前述した暗視野観察法については、次回以降に説明します。

1-6-9 制限視野回折法

TEMの大きな特徴の一つは、試料の微細組織とその結晶情報とを相関させられることです。この方法にはいくつかありますが、最も用いられているのが制限視野回折法です。これは、対物レンズで形成される第一中間像に制限視野絞りを挿入して、任意の箇所を選択し、その回折図形を得る方法です(図10(e)を参照)。像と回折モードを適宜切り替えて、目的とする試料箇所での結晶情報を得ることができます。ただし、この方法で回折図形を得ることのできる最小の領域は、制限視野絞りの最小径で制限されます。それよりも小さい領域の回折図形を撮影するためには次項のナノビーム回折法を用います。

1-6-10 ナノビーム回折法

数10 nm程度以下の領域から回折図形を得る場合には、前項の制限視野回折法を用いることはできません。この時には分析時と同様に収束させたプローブ状の電子線を用いて回折図形を取得するナノビーム(電子線)回折法(Nano Beam(electron) Diffraction: NB(E)D, 以下NBD)を用います。この方法を用いると、結晶情報が得られる空間的な大きさを、プローブの大きさ程度まで小さくすることが可能です。これまで述べてきた回折図形の取得時には原則として試料に対して平行な照射条件を用いてきましたので、回折斑点は点状でした(図9を参照)。これに対してNBDでは、試料上へ電子線を収束させているため、得られる回折図形にはその収束角度の効果が現れます^{†10}。図11に示すように回折斑点がディスク状(円板状)になります。回折斑点の位置関係から結晶情報を解釈するときには、回折ディスク径が大きすぎると互いに重なりが生じてしまうために、解析が困難になることがあります。これを避けるためには、より小さな集束絞径を用いるなどの工夫が必要となります。ただし、明るさとの

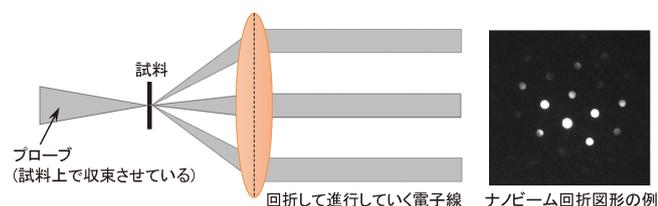


図11 ナノビーム回折(Nano Beam Diffraction)の模式図(電子線の進行方向を横向きで示しています)。電子線は、照射系レンズ群で調整され試料上に収束させています。試料に対する電子線の収束角度が存在するために、回折斑点はディスク状(円板状)になります。このディスク径は、収束角度に依存します。

^{†10} 収束角をより大きくして回折ディスクを撮影する収束電子回折法(Convergent Electron Beam Diffraction, CBED)と呼ばれる結晶の対称性や歪、格子定数の精密測定などを行う優れた方法もあります。興味のある方は、ぜひ参考文献(1)(3)を参照してください。

兼ね合いともなりますので適宜選択してください。

撮影時には、目的とする個所にプローブを移動させて、回折モードに切り替えます。回折モードへの切り替え時には、拡大系レンズの励磁が変化していることに注意してください。励磁が変化すると、周囲に影響する磁場(漏えい磁場)も変わりますので、その影響を受けてプローブ位置が意図せずに移動してしまうことがあります。目的としていた箇所とは異なる箇所からの回折図形を撮影していたということがしばしば生じてしまいます。この影響は用いている電子顕微鏡ごとに異なりますので、厳密には、予め確認しておく必要があります。

1-6-11 おわりに

TEMの構造や仕組みについて概観しました。TEMを用いると様々な情報を得ることができます。ここで紹介した内容は、そのごく一部でしかありません。また本文中に用いた用語なども使用している機種によって変わる場合もあります。ご注意ください。参考文献に紹介しました書籍をぜひ参考にしてください。なお、具体的な使用方法などの説明は、次回を予定しています。ぜひ、その説明も参考にしてください。

文 献

本稿では透過型電子顕微鏡法について概略しか述べていません。より詳細な内容を知りたい場合には下記の優れた教科書等の購入を強く勧めます。

- (1) David B. Williams and C. Barry Carter: Transmission Electron Microscopy, Springer, USA (2009).
この教科書は4分冊で構成されており、内容も豊富で説明も非常に平易に記述されています。また、原理だけではなく、本体の構造も含めた周辺機器類についても十分に説明されています。必ず所有すべき教科書の一つです。
- (2) 坂 公恭 著: 結晶電子顕微鏡学, 内田老鶴圃, (1997).
この教科書では、結晶を観察するときに必要となる種々の知識が集約されています。
- (3) 田中通義, 寺内正己, 津田健治 著: やさしい電子回折と初等結晶学—電子回折図形の指数付け, 収束電子回折の使い方, 共立出版, (2014).
結晶の構造決定についてわかりやすく解説されています。
- (4) 今野豊彦 著: 物質からの回折と結像—透過電子顕微鏡法の基礎, 共立出版, (2003).
物質において生じる電子線の回折現象について、詳細に、かつ、理解しやすく記述されています。回折を勉強したい場合には、必ず一読することを勧めます。

上記以外にも例えば電子顕微鏡メーカーの解説ページ <https://www.jeol.co.jp/words/>などが参考になります。



山本剛久

★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★
1989年 東京大学大学院工学系研究科修士課程修了
1997年 博士(工学)取得
2011年6月 現職
専門分野: セラミック材料学
◎セラミック材料の焼結・組織・機能制御や、結晶粒界・界面の原子構造・電子状態制御・解析に関する研究に従事。
★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★