

## Cs-TEMのご紹介

### はじめに

透過型電子顕微鏡 (TEM : Transmission Electron Microscopy) は、試料に電子ビームを照射した際の透過電子を利用し、サンプルの微細構造や内部組織 (転位などの欠陥) を直接観察する事が出来る装置です (レントゲンで体の内部を観るイメージ)。また、観察に加えて特性X線による局所的なEDS成分分析 (EDS : Energy Dispersive X-ray Spectrometer) や電子回折現象を利用した結晶構造解析を行う事も可能であり、数nmの微細構造を直接観察し、成分や結晶構造などを評価出来るため、近年の解析調査においてなくてはならない装置となっています。

Cs-TEMとは、Cs(Corrector-Spherical aberration : 球面収差補正) 機能を組み込み、サブnmオーダーの極微細な電子ビームを形成する事で、従来TEMに比べ分解能が飛躍的に向上した超高倍率 (約1億倍 : 原子レベル) の観察・分析が可能な装置です。

### Cs-TEM (NEO-ARM) 装置の特長

- 1) 超高分解能STEM (電子ビームサイズ約0.1nm : 従来装置の約1/10) により、原子レベル像が観察可能 (STEM : Scanning-TEM)。
- 2) 極微小電子ビームにより、原子レベルの超高分解能EDSマッピングやライン分析を取得可能 (元素定性分析、半定量分析、成分位置情報 : B以上の全元素対応)。
- 3) 従来TEMと同じく電子回折図形 (Diffraction pattern : DIFF図形) による結晶構造解析も可能であり、Cs-TEMの超高倍率EDS分析と組み合わせる事で、微細析出物や極薄複層組織などにおいてより詳細な分析評価を行う事が可能。また、自社開発の解析ソフトにより僅か数十秒で結晶構造が解析できる「その場構造解析」も可能。

### Cs-TEMの活用事例

(1) 図1にNb添加鋼のTEM観察事例を示します。左写真内の曲線状に見える模様は転位組織で、細かい点状に見える部位がNbC微細析出物となります。NbCは転位上に多く観察されており、転位がピン止め (転位の動きを抑制) されている様子が観察できます。写真はNbC周辺の拡大像と $\alpha$ -Fe母相のDIFF図形であり、拡大する事でNbC微細析出物の形状は点状ではなく幅1nm以下の針状 (薄板状) 形態である事や、 $\alpha$ -Fe母相の(200)、(020)面方向に伸長している事が確認できます。この結果からNb添加鋼では熱処理時にNbC微細析出物が転位をピン止めする事で、転位の回復による軟化を防いでいる事が解ります (二次硬化)。

(2) 図2では図1で観察したNbCについて、詳細に評価するためHAADF (High-Angle Annular Dark Field) とEDSマッピング分析を行った事例を示しています。HAADFとは原子量(Z)に比例したコントラストが得られる手法であり、重元素ほど明るいコントラストを示します。左の超高倍HAADF像では、灰色斑点のFe原子と白色斑点のNb原子が明瞭に観察されています。また、Fe原子とNb原子が整合性を持って配列している事から、このNbC析出物が母相 $\alpha$ -Feと特定の整合面を持つ析出物である事を直接観察で解析可能です。HAADF像の白色斑点位置がNbである事は、右のEDSマッピングからも確認出来ます。このように、Cs-TEMでは従来TEMでは出来なかった原子レベルの像観察やEDSマップ情報が取得可能です。

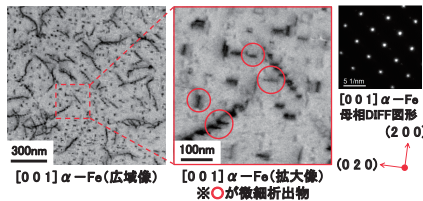


図1 Nb添加鋼の組織写真 (従来TEMで撮影)

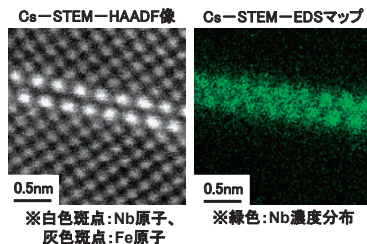


図2 Nb添加鋼の組織写真 (Cs-TEMで撮影)

(3) 図3はフェライト系ステンレス鋼の粒界Cr偏析について、従来TEMとCs-TEMのEDSライン分析を比較した事例です。両グラフとも粒界近傍±10nm領域のライン分析結果ですが、従来TEMではCr濃度 (緑ライン) について粒界偏析は認められませんがグラフのばらつきが大きくなっており、濃度勾配は不明瞭です。

一方、Cs-TEMではグラフ形状がスムーズになっており粒界近傍におけるCr濃化領域をより正確に評価できます。このように、Cs-TEMのライン分析を用いることで、粒界偏析や腐食過程で問題となるCr欠乏など、極小領域の濃度変化も正確に評価可能です。

(4) 図4はステンレス鋼最表面の不動態皮膜層について断面方向からCs-TEMでEDSマッピング分析を行った事例です。このステンレス鋼最表面には複数の極薄層が構成されており、最表面に厚さ約3nmのBa-Si系リン酸皮膜層、第2層に厚さ約2nmの

Cr-Fe酸化層 (不動態皮膜) が存在しています。さらに不動態皮膜直下の地鉄最表層では厚さ約1nmのNi濃化領域も観察されます。このように、Cs-TEMでは極薄複層組織等の複雑構造においても各層の形態観察や成分分析が出来るため、材料解析をする上で大きな役割を發揮します。

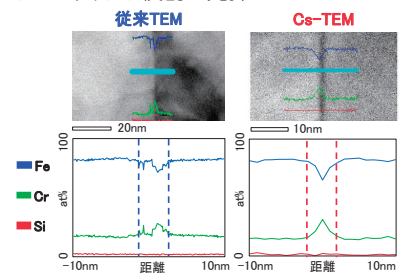


図3 粒界Cr偏析のEDSライン分析 (比較結果)

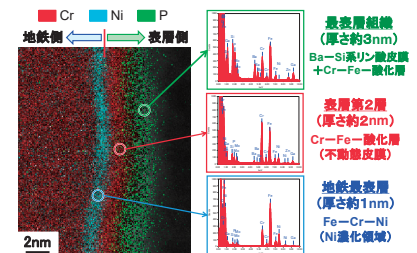


図4 ステンレス鋼の最表層断面組織 Cs-TEM-EDSマップ

### おわりに

今回紹介したCs-TEMでは、従来TEMよりも分解能が飛躍的に向上し極微小領域の分析が可能になったことで、今までは困難であった原子レベルの超高倍率における観察や成分情報を得る事が出来るようになりました。これにより、今まで小さすぎて不明であった現象などを解明する情報が得られる可能性が高くなったのではないのでしょうか。

TEMは肉眼では見えない微小な世界の①観察 (形態調査)、②成分分析、③結晶構造解析など多種多様な情報を、狙った位置で同時に評価出来る数少ないマルチな解析装置です。今まで不明であった現象の解明やサブnmテクノロジーを利用した新しい材料開発など多くの分野でお役に立てることを信じております。対象材料も様々なものに対応しておりますので、ご用命の際は是非お気軽にご相談ください。

### お問い合わせ先

富津事業所  
解析ソリューション部 物理解析室  
小田英治、水尾有里  
TEL : 0439-80-2866 FAX : 0439-80-2733  
oda.eiji.c58@nstec.nipponsteel.com