

先端電子顕微鏡による材料評価：微小領域の結晶構造解析を目指して

物質・材料研究機構 木本浩司、大橋直樹

kimoto.koji@nims.go.jp

走査透過電子顕微鏡法(Scanning Transmission Electron Microscopy; STEM)による環状暗視野(Annular Dark-Field; ADF)像は、結晶構造を直視的に観察できることから近年広く用いられている。我々は ADF 像等を使って、高感度あるいは高精度に結晶構造を解析することを目指している。特に多重高速計測ソフトウェアを開発することにより、微量元素の計測とピコメートルオーダーの原子変位の計測、あるいは結晶性の経時変化などを計測している。

材料の優れた機能の発現は微量添加元素に依るところが多く、先端材料開発のためにはそれらの機能元素を観察する必要がある。我々は LED 用蛍光体として実用化が進む β -SiAlON 中の Eu ドープの観察を試みた(図 1)。

平均組成は $\text{Eu}_{0.003}\text{Si}_{0.414}\text{Al}_{0.013}\text{O}_{0.004}\text{N}_{0.565}$ で β - Si_3N_4 と同じ結晶構造をもち、c 軸に沿って直径 0.5nm 程度のトンネルがある。高い SN 比で BF および ADF 像を観察した結果を図 1 に示す。同時に計測した BF 像にはドープ

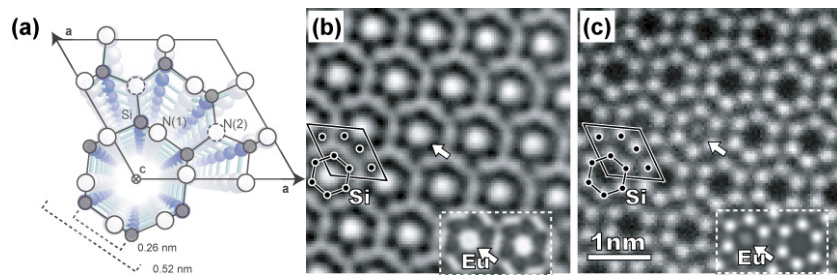


図 1 β -SiAlON の STEM による観察結果. (a)結晶構造, (b)明視野像および(c)ADF 像. 点線枠中はシミュレーション結果

メントのコントラストは全く認められないが、ADF 像にはトンネルに Eu とと思われるコントラストが観察された。これらは NIMS で開発した高 SN 計測技術により

ADF 像では原子コラムは輝点として観察される。十分に SN 比が高く歪みが無い像であれば、その輝点の位置は 10pm オーダーで計測できる(図 2)。A サイト (Tb, Ba) が規則配列したペロブスカイト構造(ABO_3)を有する $\text{Tb}_{0.5}\text{Ba}_{0.5}\text{MnO}_3$ では、Tb と Ba のイオン半径の違いによる、Mn 原子位置が計測できる。この計測法は局所的な結晶の極性計測に応用できる。

当日はこれらの計測結果に加え、非晶質材料の結晶化過程を捉えた例についても報告する。

[1] 木本浩司 顕微鏡, 47, 98-103 (2012).

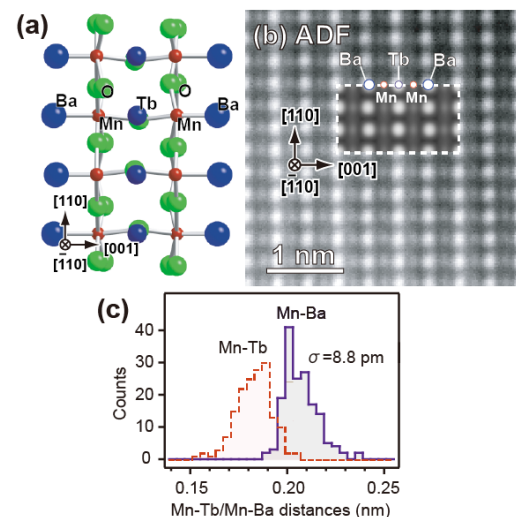


図 2 TbBaMnO_3 の STEM による観察結果.

(a)結晶構造, (b)ADF 像,(c)原子間距離