

TEMによる転位の3次元分布観察

九州大学 大学院総合理工学研究院 波多 聰

TEM（透過電子顕微鏡法）による転位の3次元観察では、視差を利用したステレオ観察や、試料を傾斜して複数の方向から観察するといった方法が採られてきた。これらの方法は、転位の形態や転位同士の空間的配置の理解には有効であるが、任意の方向からの観察や、高密度で複雑な形態の転位組織の解析には向かない。一方、X線CT（コンピューター断層撮影法）の原理を応用したTEM-CTは、これまで手がつけられなかった複雑な3次元転位組織の観察も可能な方法として期待されている[1-4]。本講演では、TEM-CTによる転位観察に関する最近の進展を紹介する。

転位芯近傍では結晶格子が歪んでいるために、転位の無い領域とは入射電子の回折の仕方が異なる。この電子回折の差による2次元（投影）像強度の違い、すなわち、回折コントラストによって転位の存在が認識される。これを3次元のCT観察に拡張する場合には、転位芯近傍での回折条件を一定に保ちながら試料を傾けて連続傾斜像を撮影する必要がある。このような回折条件の制御を要する観察では、通常は2軸傾斜機能を有する試料ホルダーが用いられるが、CT観察に不可欠な $\pm 60^\circ \sim \pm 90^\circ$ の広い試料傾斜角度範囲が得られる2軸傾斜ホルダーは市販品になかった。そのため、1軸傾斜のみで目的の回折条件を一定に保てるように薄膜試料を作製したり[1, 4]、入射電子線を微傾斜させて2軸傾斜ホルダーと同等の機能を持たせたり[5]、といった方法が採られてきた。しかし、それぞれに問題があり、根本的な解決には至っていなかった。

講演者らはまず、上記の試料傾斜の課題を克服するために、高傾斜3軸（2軸傾斜及び試料ステージ回転）試料ホルダーを開発した[6]。これにより、通常のTEM-CT観察と同様に、電子顕微鏡制御系ソフトを用いて転位の連続傾斜像の撮影が可能となった。また、同一視野で2種類の傾斜軸について連続傾斜像を撮影すれば、全ての転位を3次元可視化することも可能である。

撮像モードにTEMではなくSTEM（走査透過電子顕微鏡法）を用いることも、転位のCT観察には有効である[1, 4]。これは、収束した電子プローブを結晶に入射し、試料を透過した複数の波を円板状または円環状検出器で同時に取り込むプロセスによって、等厚干渉縞に代表されるブロッホ波同士の干渉による像コントラストが出にくくなることが主な要因である。その結果、連続傾斜像に画像処理[1, 4]を施すことなく、明瞭な転位の3次元再構成画像が得られる[2, 4]。

超高压電子顕微鏡の利用も転位の3次元観察には有効である[3]。加速電圧1000 kV程度での高エネルギー電子線を利用すると、200 kVの汎用TEMでは300 nm程度が限度だった結晶性試料厚みを μm オーダーにまで厚くできる。結晶の塑性変形挙動を理解するためには、転位1本1本の観察だけでなく、広範囲の転位組織を見ることも重要であり、その意味でも超高压電子顕微鏡を用いる意義は大きい。

[1] J. S. Barnard, J. Sharp, J. R. Tong, P. A. Midgley: **Science** **313**, 319 (2006).

[2] M. Tanaka, K. Higashida, K. Kaneko, S. Hata, M. Mitsuhashi: **Scripta Mater.** **59**, 901 (2008).

[3] M. Tanaka, M. Honda, S. Sadamatsu, K. Higashida: **J. Electron Microscopy** **59**, S55 (2010).

[4] J. S. Barnard, A. S. Eggeman, J. Sharp, T. A. White, P. A. Midgley: **Philos. Mag.** **90**, 4711 (2010).

[5] K. Kimura, S. Hata, S. Matsumura, T. Horiuchi: **J. Electron Microscopy** **54**, 373 (2005).

[6] <http://melbuild.com/>