

高空間分解能の結晶方位解析と結晶相マッピング ～ASTAR*を用いた ACOM-TEM 法～

*ASTAR は NanoMEGAS 社の登録商標です。

形態科学研究部 久留島 康輔

要 旨 TEM ベースの結晶方位解析システム“ASTAR”を用いると、SEM をベースにした EBSD よりも高い空間分解能が実現可能である（各種 EBSD 法の空間分解能が数十 nm 程度に対して ASTAR を用いた ACOM-TEM 法では 2～5 nm）。また、識別できる結晶構造が多いことも特長である。通常の TEM 解析では取得困難な結晶方位マップ、結晶相マップおよび粒径分布などを得ることで定量的な解釈が可能である。さらに、TEM 観察と同一視野で測定できることから、(S)TEM-EDX / EELS と合わせた複合的な解析や *in-situ* TEM との併用も可能となる。

1. はじめに

金属およびセラミックスなどの結晶性材料は、一般的に原子または分子が三次元的に規則正しく配列している。そのため、結晶性材料の物理的特性は原子・分子の配列に大きな影響を受ける。実材料における結晶性材料の多くは多結晶体、つまり異なる結晶方位を有する多数の結晶粒の集合体である。このような組織では、結晶配向性の有無や特定の性格をもつ粒界などの存在により、その材料特性は大きく左右される。従って、結晶性材料の結晶方位や集合組織を理解することは、材料の性質を知るために、また、制御するために不可欠な情報といえる。その観点で、SEM（Scanning Electron Microscopy）をベースにした OIM（Orientation Imaging Microscopy）とも呼ばれる自動化された EBSD（Electron Back Scattering Diffraction）法^{1),2)}は、材料解析の分野において必須の解析ツールとなっている。一方で、近年では、デバイス・組織の微細化が進み、ナノオーダーの微視的組織が性能を決定付ける例も少なくなく、EBSD では解析が困難なケースも出てきている。そこで我々は、TEM（Transmission Electron Microscopy）を適用することで、EBSD と同等の分析

データを、より高い空間分解能で取得する技術を導入した。近年の TEM では、NBD（Nano Beam Diffraction）を用いることで、電子線プローブを数 nm に絞った状態で電子回折パターンを得ることが可能である。それを走査することで、電子回折パターンのマッピング、つまり、電子線による DI（Diffraction Imaging: 図 1 (c)）が可能である³⁾。これを応用した結晶方位解析法は、ACOM（Automated Crystal Orientation Mapping）-TEM 法^{4),6)}と呼ばれ、反射(r-)EBSD（50 nm 程度）や透過(t-)EBSD（20 nm）（図 1 (a)）では難しい「数 nm」での高空間分解能測定が可能になる（図 1 (b)）。

2. ASTAR を用いた ACOM-TEM 法

ACOM-TEM 法を用いれば、EBSD 法のように自動で結晶方位解析をし、EBSD 法よりも高い空間分解能のマッピングデータを取得できる。しかしながら、NBD モードの電子回折パターンの自動解析には、2つの問題点がある。1つは、得られる反射の強度が低く、高次の反射まで捉えられずに解析が十分に行えない場合が多いこと、もう1つは、構造因子を反映したパターンでは無いため、異なる結晶構造を有していても同様のパターンであれば「同じもの」として捉えてしま