

電界放射型透過電子顕微鏡による ナノ構造解析と液中オペランド観察

～姫路工学キャンパスオープンファシリティの紹介～

工学研究科 化学工学専攻

○准教授 ふくむろ なおき
福室 直樹

キーワード

原子分解能観察、元素マッピング、局所結晶構造解析、
液中 TEM 観察、観察用試料作製、外部供用



研究概要

金属、半導体、セラミックス、およびポリマーなどの材料の物性は、これらの材料を構成する元素の種類とそれらの化学結合状態、結晶構造、集合組織、および表面形態などの構造に依存します。従って、材料開発において所望の物性を得るために構造解析は非常に重要であり、特にナノテクノロジーにおいては電界放射型透過電子顕微鏡 (FE-TEM) によるナノ構造解析は不可欠です。FE-TEM では電子線を 1 nm まで細く絞ったナノビームを用いて材料の内部組織を原子分解能で観察することができ、同時に材料を構成する元素から発生した特性 X 線を検出して原子分解能の元素マッピングを迅速に取得することができます。さらに、ナノビーム電子回折によりナノ領域の結晶構造を解析することができます。

図 1 は電解研磨後の SUS304 ステンレス鋼の断面 TEM 像とその元素マッピング像であり、SUS304 鋼の表面には厚さ約 5 nm の不規則な原子配列 (アモルファス) の酸化膜が見られます。酸化膜の下部にはクロム (Cr) の濃度が高くなった厚さ約 2 nm の Cr リッチ層が存在し、これが耐食性の向上に寄与していることがわかりました。このような FE-TEM によるナノ構造解析の技術を提供して、半導体、めっき膜や高分子フィルムなどの薄膜材料、および水素発生触媒などの様々な材料の開発に貢献しています。

今年度は液中で電圧を印加しながら電極表面を FE-TEM で観察することができる試料ホルダーを導入しました。これを用いて電解液中でめっき膜の析出過程、電池の充放電過程、および水素発生触媒の反応過程などをリアルタイムで可視化するオペランド観察に取り組んでいます。

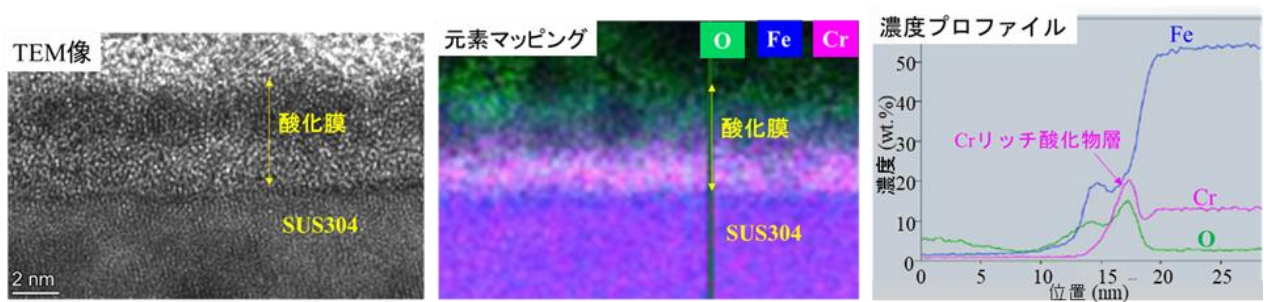


図 1 SUS304 ステンレス鋼の断面 TEM 像とその元素マッピング像および濃度プロファイル

アピール ポイント

本学共同利用機器センターでは姫路工学キャンパスオープンファシリティによって Thermo Fisher Scientific 社製の FE-TEM Talos F200i (特別仕様により 4 本の X 線検出器 Super-X を搭載) の外部供用を行っています。FE-TEM の使用に際し、必要に応じて技術相談と初回講習を実施し、基本的な使用方法から観察・分析のテクニック、およびデータ解析について丁寧にご説明いたします。TEM 観察用試料の作製にも応じますので、お気軽にご相談ください。