



# μプローブSTEMを使用したナノ結晶材料の キャラクタリゼーション

広領域かつ高分解能で非晶質とナノサイズの結晶相を識別できます。

## 軟磁性材料のナノ結晶評価

軟磁性材料はnmスケールまで微細化された磁性体結晶の組織制御が重要です。この微細な構造を解析するためには分解能に優れたTEMもしくはSTEM<sup>1)</sup>を用いることが一般的です。しかし、従来の方法では回折条件によって結晶コントラストが大きく変動し、粒径分布などの定量評価に適した画像取得が困難でした。

本手法では材料中のナノ結晶を明瞭に識別できるため、結晶子サイズ分布の評価が可能です。観察と同一視野でのEDXマッピング測定や任意の箇所での電子回折図形取得により、ナノ結晶の組成や結晶構造詳細も併せて評価できます。

1) Scanning Transmission Electron Microscopy

## ナノ結晶合金粉におけるナノ結晶の可視化例

図1はナノ結晶合金粉のTEM像です。ナノ結晶は暗いドット状コントラストに対応しますが、すべてが見えているわけではありません。そこで、μプローブSTEM<sup>2)</sup>測定を実施し、回折電子の特性の違いから、非晶質とナノ結晶領域の識別を試みました。非晶質領域では電子回折図形は等方的なハローパターンを呈し、分割型STEM暗視野検出器が捉える回折電子強度に異方性は生じません。結晶領域ではほとんどの結晶で異方性が現れるため、これを数値化してカラー表示し、結晶領域のみを抽出することに成功しました(図2)。黒い領域は非晶質領域に対応し、拡大図に示すように非晶質領域内に10nm程度のナノ結晶が観測できています。

2) μプローブSTEM: 電子ビームの平行性を高めた(低収束角)条件でのSTEM法

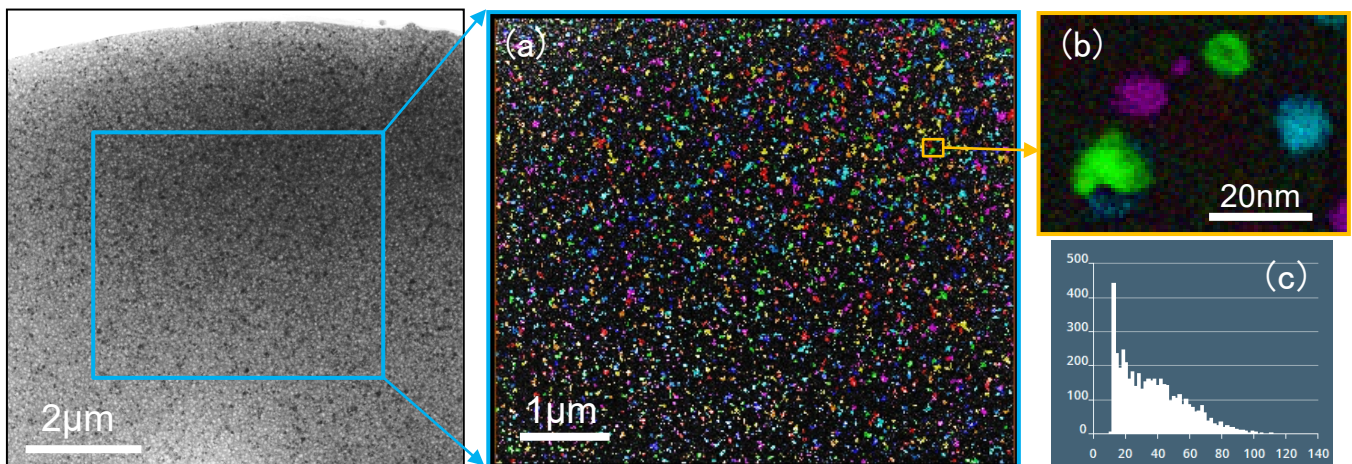
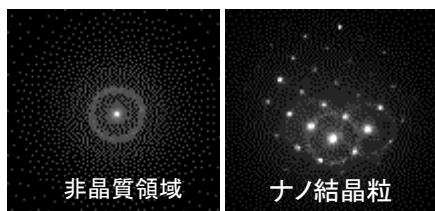


図1 合金粉のTEM像観察例

図2 μプローブSTEM法によってカラー抽出されたナノ結晶の広域観察例(a)とその拡大像(b)、および粒径に対する個数を示す分布図(c)



非晶質領域

ナノ結晶粒

参考: 抽出したμプローブ電子回折図形の例  
左: 非晶質領域 右: ナノ結晶粒

※ナノ結晶が完全に晶帯軸入射になっている場合には、可視化されないことがあります。

※精密な結晶方位の解析は、各ピクセルから得られる電子回折図形を別途詳細解析する必要があります。



JFE テクノリサーチ 株式会社

<https://www.jfe-tec.co.jp>

0120-643-777

Copyright ©2024 JFE Techno-Research Corporation. All Rights Reserved.  
本資料の無断複製・転載・webサイトへのアップロード等はおやめ下さい。