

目次

第1章 概論	1	2.3 コンデンサーレンズ系	33
1.1 透過電子顕微鏡法の基本要素	1	2.3.1 コンデンサーレンズ系の構成	33
1.2 透過電子顕微鏡法でできること	3	2.3.2 TEM 像観察用平行照射	34
1.2.1 TEM のさまざまな計測手法	3	2.3.3 STEM 用収束照射	35
1.2.2 各章の概要	4	2.3.4 入射電子の偏向	35
1.2.3 TEM 以外の計測手法との比較	6	2.4 対物レンズ	36
1.2.4 1つの材料をさまざまな TEM の計測手法で解析した例	8	2.4.1 構造と働き	36
1.3 計測を始める前に確認したいこと	10	2.4.2 対物レンズのポールピース	38
1.3.1 計測の目的と対象	10	2.4.3 球面収差と色収差	39
1.3.2 試料の性質・形態	10	2.5 球面収差補正装置	40
1.3.3 他の手法による解析結果	11	2.5.1 開発経緯と現状	40
1.4 計測手順	12	2.5.2 装置の概要	41
1.4.1 試料の管理	12	2.5.3 調整方法	43
1.4.2 計測用の試料作製	12	2.6 試料ホルダー	44
1.4.3 計測	13	2.6.1 試料微動機構	44
1.4.4 データ解析・管理	15	2.6.2 各種試料ホルダー	45
1.5 透過電子顕微鏡の研究開発経緯	15	2.7 中間・投影レンズ系など	48
1.5.1 研究開発経緯の概要	15	2.7.1 制限視野絞り	48
1.5.2 日本の貢献	16	2.7.2 中間・投影レンズ系	49
1.6 まとめ	18	2.7.3 観察室・カメラ室	50
付録 1.1 用語および略語について	19	2.8 検出器	51
第2章 ハードウェア	23	2.8.1 画像検出器の性能指標	51
2.1 装置の構成と基本事項	23	2.8.2 各種検出器	53
2.1.1 概観と構成	23	2.8.3 CCD および CMOS カメラ	53
2.1.2 レンズの働き	24	2.9 ソフトウェア・ネットワーク環境	55
2.1.3 デフォーカスの呼び方と符号	26	2.9.1 ソフトウェアの重要性	55
2.1.4 電子の諸性質	27	2.9.2 計測データの形式と取り扱い	55
2.1.5 確度と精度	28	2.9.3 実験室内ネットワーク環境	56
2.2 電子銃	29	2.10 真空排気系	57
2.2.1 電子銃の種類	29	2.11 装置設置環境および周辺装置	58
2.2.2 輝度・エネルギー幅・光源径	30	2.11.1 装置設置環境	58
2.2.3 加速管および加速電圧の設定	32	2.11.2 周辺装置	61
		2.12 まとめ	61
		付録 2.1 計測・解析時の注意点	62
		付録 2.2 電流軸・電圧軸・コマフリー軸	63
		付録 2.3 プローブ電流の計測	65
		付録 2.4 多極子レンズの構造と働き	65
		付録 2.5 主要なパラメータ(メタデータ)	66

第3章 電子回折法	73
3.1 電子の散乱.....	73
3.1.1 孤立原子からの電子の散乱.....	73
3.1.2 原子の集合からの電子の散乱.....	75
3.2 結晶からの散乱.....	76
3.2.1 回折関数.....	77
3.2.2 結晶構造因子.....	79
3.2.3 消滅則.....	80
3.2.4 エバルト球.....	85
3.3 回折図形の取得.....	87
3.3.1 試料の傾斜と電子線の傾斜.....	88
3.3.2 結晶の方位の合わせ方.....	90
3.3.3 制限視野回折図形の取得.....	92
3.4 回折図形の解析.....	94
3.4.1 カメラ長とカメラ定数.....	94
3.4.2 入射方位の決定.....	95
3.4.3 制限視野絞りの視野選択誤差.....	96
3.5 収束した電子線による回折図形.....	98
3.5.1 収束電子回折(CBED).....	98
3.5.2 収束電子回折図形が反映する情報.....	100
3.6 菊池パターン.....	104
3.7 まとめ.....	106
付録 3.1 ブラベーの空間格子.....	108
付録 3.2 面と方位の指数.....	108
付録 3.3 逆格子・面間隔.....	110
付録 3.4 CBED を用いた試料の厚さ測定.....	114
第4章 回折コントラスト像	118
4.1 回折コントラスト像の概要.....	118
4.2 回折強度変化のしくみ.....	122
4.2.1 ベーテ法(固有値法).....	122
4.2.2 境界条件から決まる励起強度.....	125
4.2.3 Darwin 表示と散乱行列.....	127
4.2.4 二波近似.....	128
4.2.5 励起誤差.....	129
4.3 回折波と透過波の強度のふるまい.....	131
4.3.1 消衰距離.....	133
4.3.2 等厚干渉縞.....	134
4.3.3 等傾角干渉縞.....	135

4.3.4 回折波の強度振動の物理的意味.....	137
4.4 分散面.....	138
4.5 吸収の効果.....	142
4.6 回折コントラスト像の取得.....	143
4.6.1 回折条件の作り方.....	143
4.6.2 晶帯軸入射.....	143
4.6.3 二波条件.....	144
4.6.4 二波条件によるコントラストエクスペリメント.....	146
4.6.5 ウィークビーム法.....	148
4.7 まとめ.....	149

第5章 高分解能透過電子顕微鏡像観察..... 151

5.1 位相コントラスト.....	151
5.1.1 位相物体.....	151
5.1.2 電子波に対する位相物体の影響.....	153
5.1.3 位相変化と散乱振幅の関係.....	155
5.1.4 試料下面での波面の求め方(マルチスライス法).....	156
5.1.5 像に対するレンズの影響.....	159
5.1.6 高分解能観察の最適条件.....	162
5.1.7 可干渉性の影響.....	166
5.1.8 位相コントラスト伝達関数の実測.....	172
5.1.9 球面収差補正装置を用いた場合の最適条件.....	174
5.2 高分解能像シミュレーション.....	176
5.2.1 マルチスライスシミュレーションソフトウェアの概要.....	176
5.2.2 シミュレーションに必要なパラメータ.....	177
5.2.3 TEM 像計算実行時の注意点.....	178
5.2.4 ストープス因子について.....	178
5.2.5 STEM 像計算における熱散漫散乱の取り扱い.....	179
5.3 まとめ.....	180

付録 5.1 キルヒホッフの積分定理とホイヘンス・フレネルの原理..... 180

付録 5.2 フラウンホーファー回折とフレネル回折..... 183

付録 5.3 相互強度と可干渉性の定義..... 185

付録 5.4 準単色光源から出た光の相互強度..... 187

付録 5.5 相互強度の伝播と光学伝達関数..... 189

付録 5.6 部分可干渉な光で透過照明された物体の結像と相互透過係数..... 192

付録 5.7 ソフトウェアの使い方: 実践編 1(xHREM の場合)..... 193

付録 5.8 ソフトウェアの使い方: 実践編 2(Tempas の場合)..... 199

付録 5.9 高分解能 TEM 観察の際の注意点..... 201

第6章 走査透過電子顕微鏡法	205
6.1 走査透過電子顕微鏡法とは	205
6.1.1 STEM装置の概要	205
6.1.2 さまざまなSTEM像	205
6.1.3 デフォーカスおよび膜厚依存性	208
6.1.4 従来型TEMとの比較	210
6.2 それぞれのSTEM像の観察手法	211
6.2.1 環状暗視野像(ADF像)	211
6.2.2 環状明視野像(ABF像)	216
6.2.3 明視野像(BF像)	217
6.3 空間分解能を決定する因子	220
6.3.1 プローブ径の基本的な考え方	220
6.3.2 対物レンズの幾何収差	223
6.3.3 色収差、焦点深度および光源径	227
6.3.4 入射電子の結晶中の伝播とチャンネルリング	227
6.4 装置と基本操作	229
6.4.1 プローブ形成にかかわる電子銃とレンズ群	229
6.4.2 走査装置とその設定	230
6.4.3 STEMに用いられる検出器とその設定	231
6.4.4 ロンチグラムの観察と軸調整	232
6.5 観察例	235
6.5.1 単原子ドーパントの観察	235
6.5.2 単層グラフェンの定量観察	236
6.5.3 低加速STEM	237
6.6 まとめ	239
付録6.1 計測・解析時の注意点	239
付録6.2 収差係数の表記方法	242
付録6.3 ADF像を用いた収差の計測方法	243
付録6.4 ロンチグラムを用いた収差計測の基礎	244
付録6.5 微分位相コントラストSTEM	246
付録6.6 4D-STEM	248
第7章 エネルギー分散型X線分光法	253
7.1 電子顕微鏡におけるX線分光分析	253
7.2 X線の発生	256
7.2.1 X線発生のメカニズム	256
7.2.2 X線の発生量	257
7.2.3 連続X線の発生	259
7.2.4 電子顕微鏡での試料からのX線の発生	260

7.3 X線の検出	263
7.3.1 半導体検出器によるX線検出の原理	264
7.3.2 シリコンドリフト型検出器	265
7.3.3 スペクトル形状に影響を与える因子	266
7.4 スペクトルの解析	276
7.4.1 定性分析の注意点	276
7.4.2 定量分析の考え方	277
7.4.3 TEMでの定量分析の考え方	278
7.4.4 定性・定量分析の感度と精度	280
7.5 半導体検出器とは異なる原理の検出器	281
7.6 STEM-EDS分析の応用	283
7.6.1 EDSによるX線マッピング(面分析・線分析)	283
7.6.2 EDSによるX線マッピング時に設定するパラメータ	284
7.6.3 低倍率X線マップの応用例	285
7.6.4 高分解能X線マッピングの応用例と注意点	286
7.7 まとめ	290
付録7.1 バルク試料のX線定量分析の際の補正項について	290
付録7.2 測定上の注意点	293

第8章 電子エネルギー損失分光法	297
8.1 電子エネルギー損失分光法とは	297
8.1.1 スペクトルに見るTEM-EELSの特徴	297
8.1.2 EELSとEDSの比較	298
8.1.3 TEM以外の計測手法との比較	299
8.2 TEM-EELSの原理	299
8.2.1 非弾性散乱理論の概要	300
8.2.2 スペクトルの散乱角依存性	302
8.3 TEM-EELSのハードウェアとソフトウェア	303
8.3.1 2つの計測法(STEM-EELSとEFTEM)	303
8.3.2 EFTEM装置	305
8.3.3 STEM-EELS装置	309
8.3.4 電子源とエネルギー分解能について	311
8.3.5 画像検出器	313
8.3.6 ソフトウェア群	314
8.4 弾性散乱電子を中心とした計測法	316
8.4.1 弾性散乱強度の計測	316
8.4.2 膜厚計測	318
8.5 元素分析	319
8.5.1 EFTEMによる元素マッピング	319

8.5.2	STEM-EELSによる元素マッピング	322
8.5.3	空間分解能の決定因子	322
8.5.4	検出限界と定量精度	328
8.6	化学結合状態の分析	329
8.6.1	内殻電子励起スペクトルの微細構造	329
8.6.2	典型的なスペクトルの変化を利用した分析	330
8.6.3	ELNESの理論的取り扱い	332
8.6.4	解析例	333
8.7	まとめ	335
付録 8.1	計測・解析時の注意点	336
付録 8.2	モノクロメーター	338
付録 8.3	有益なウェブサイト(EELSのデータベース)	341
第9章	ローレンツ顕微鏡法	345
9.1	ローレンツ顕微鏡法とは	345
9.2	ローレンツ顕微鏡法の理論—磁場による電子線の偏向と結像原理	346
9.3	ハードウェアと磁区観察方法	348
9.3.1	ローレンツレンズ	348
9.3.2	フーコー法	349
9.3.3	フレネル法	351
9.3.4	外部磁場印加その場観察	352
9.4	強度輸送方程式法による磁化分布解析	354
9.5	観察例	355
9.5.1	強相関電子系材料	356
9.5.2	ナノ磁性体	357
9.5.3	らせん磁性体	357
9.6	ローレンツ顕微鏡法の新たな展開	360
9.7	まとめ	360
付録 9.1	計測・解析時の注意点	360
第10章	試料作製	363
10.1	試料作製の考え方	363
10.2	各種試料作製法	365
10.2.1	粉碎法	365
10.2.2	アルゴンイオンミリング法	366
10.2.3	集束イオンビーム法	370
10.2.4	低加速アルゴンイオンミリング法	374
10.2.5	電解研磨法	376
10.3	まとめ	383