



多層膜の微細結晶構造解析

最先端の物理解析手法を駆使し、お客様のニーズにお応えいたします。

方位解析(透過EBSD法)とTEM観察の同視野測定

走査電子顕微鏡(SEM)に取り付けたEBSD*1を用いると、多くの結晶粒の方位を一度に測定でき、広範囲でより平均的な情報を得ることができます。さらに、透過電子顕微鏡(以下TEM)を用いて得られる電子回折図形を用いると、局所の精密な結晶構造解析が可能です。当社では、最新技術である透過EBSD法*2による結晶方位解析と同一視野のTEMによる高分解能観察・分析とを組み合わせることで、材料の平均構造から局所構造までを解析することを可能としました。

切削工具や金型の高性能化を実現するために表面に施される超硬質膜について解析した例をご紹介します。

*1 後方散乱電子回折(Electron BackScatter Diffraction)のことで、試料表面の結晶から電子回折されて得られる擬菊池パターンを収集し、解析することで、ミクロな結晶方位や結晶系を測定することができる結晶方位解析手法の一つ。EBSDで得られた電子回折パターンをEBSP(Electron BackScatter Diffraction Pattern)と呼びますが、EBSPはEBSDと同義語に使われることもあります。

*2 透過EBSD法:2011年にR. R.Kellerらにより、薄膜試料を透過した電子線からもEBSDパターンが得られることが示され、この透過EBSDパターンの発生領域が、従来法に比べ小さいことから、EBSD法での高分解能測定が可能となる方法。

出典:日本金属学会誌第77巻第7号(2013)268-275

CrN/CrAlN積層膜の透過EBSD法による結晶方位測定

図1は、CrN/CrAlN積層膜を透過EBSD法にて結晶方位を測定した例です。図1-(a)の反射電子像でやや明るいコントラストがCrN層、暗いコントラストがCrAlN層です。図1-(b)に示す結晶方位分布から、平面方向には200nm程度の結晶粒も深さ方向には層間をまたいでエピタキシャル成長しているものがあることも確認できます。さらに、結晶粒内には、色調の変化が見られるものもあることから、結晶がわずかに回転していることも分かります。このように、EBSDを用いると薄膜における結晶方位を広範囲で調べることができ、薄膜成長の様子を解析可能です。なお、極点図やODF解析による配向(集合組織)の評価も可能です。

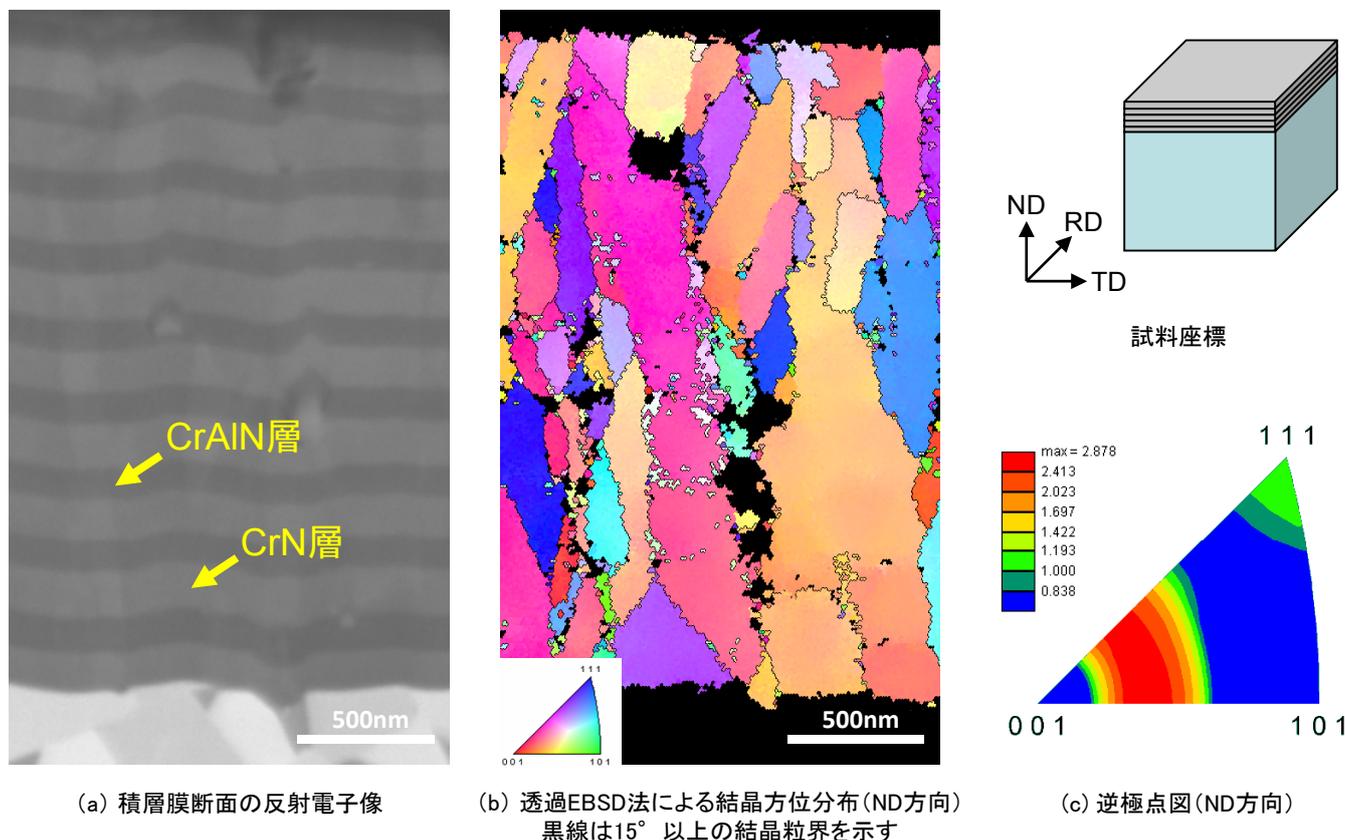


図1 透過EBSD法による積層膜の分析

CrN/CrAlN積層膜のTEM観察

EBSD測定と同じ場所をCs補正STEMで高倍率で観察、分析した結果を図2に示します。図2-(a)に示すHAADF-STEM像に見られる原子配列とそれぞれの電子回折図形から、CrAlN層とCrN層は、ともにNaCl型の結晶構造を有しており、二つの層はエピタキシャル成長をしていることも分かります。さらに、暗いコントラストであるCrAlN層中に明るいコントラストの層(矢印部)が確認されました。EDXとEELSによるライン分析を行った結果、明るいコントラストに対応して、CrとOのリッチな層が周期的に分布することが分かりました。これは成膜条件による影響と考えられます。

TEMを用いると局所構造を解析でき、EBSDの広範囲の情報と合わせて解析することで、薄膜全体の情報が得られます。

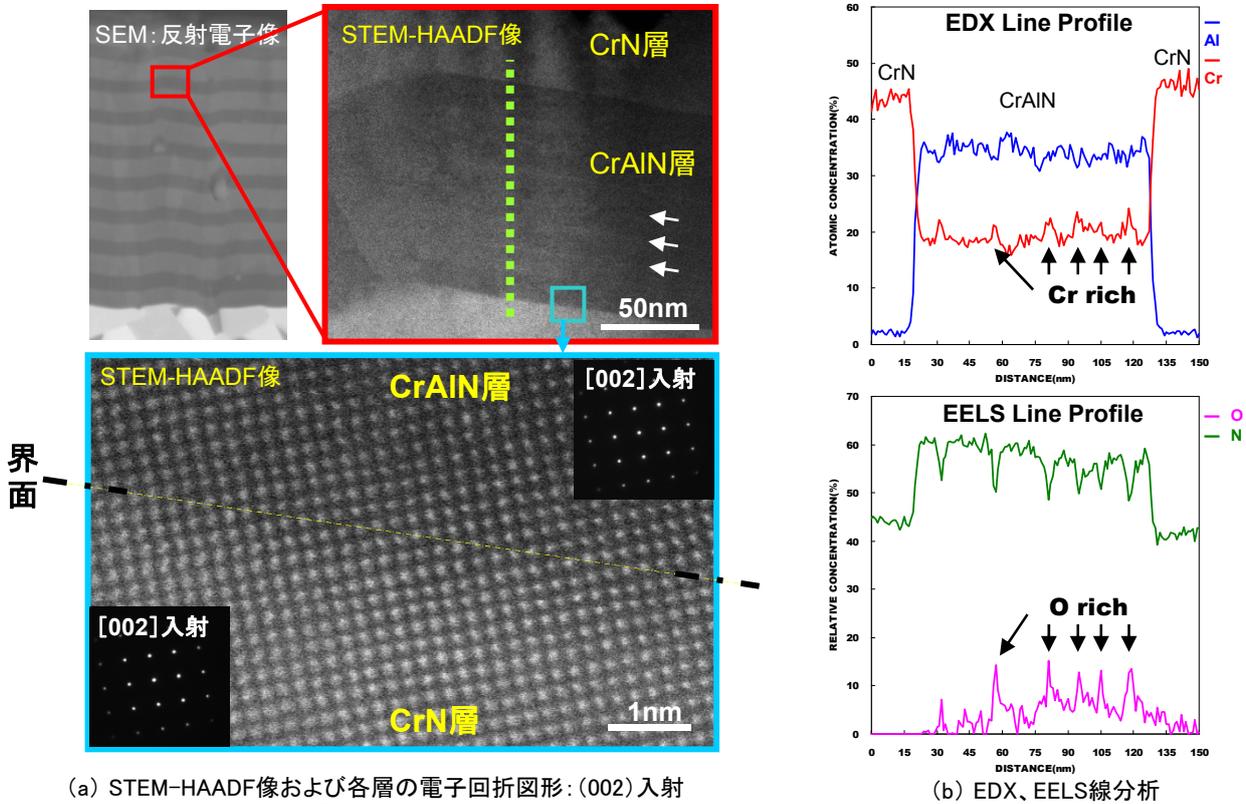


図2 STEM-HAADF像、EDXおよびEELS線分析結果。透過EBSDの測定位置から選んだ層界面近傍

分析に使用した装置の主な特長

● 極低加速電圧走査電子顕微鏡(ZEISS社製 SUPRA40VP)



■ 主な特長

- ・極表面構造観察 絶縁物の無処理観察
- ・極表面組成コントラスト・状態コントラスト観察
- ・極低加速電圧における超高分解能(5.0nm:200V、2.1nm:1kV)
- ・高分解能EDX分析、高分解能・高速EBSD解析・高速粒子解析

■ 付帯分析装置

- ・ブルカー社製EDS
- ・エダックス(TSL)社製EBSD

● 球面収差補正走査透過電子顕微鏡(日本電子社製 JEM-ARM200F)



■ 主な特長

- ・加速電圧60kV~200kV
(STEM分解能:0.08nm)

■ 付帯分析装置

- ・日本電子製CENTURIO検出器(EDS)
- ・Gatan社製Model 965 Quantum ER(EELS)

■ オプション

- ・大気非暴露、三次元トモグラフィ、クライオ



JFE テクノリサーチ 株式会社

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

0120-643-777

Copyright ©2015 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。