

## 透過電子顕微鏡(TEM)による結晶構造解析について

### 1. はじめに

透過電子顕微鏡(TEM)は、観察試料に電子線を照射し、透過してきた電子を捉えて検出することで、微小領域中の内部構造や結晶構造が観察できる装置です。広範囲な領域から結晶学的な情報が得られるX線回折と異なり、TEMは局所的な結晶情報を得ることができます。

### 2. TEMによる透過像観察及び、電子回折図形の取得

照射した電子線が試料を透過すると、電子は試料と相互作用し、試料の内部構造の情報をもちます。試料の情報を持った電子を図1のような結像系で像を形成することで、試料内部の拡大像を観察することができます。また、レンズの励磁条件を変更することで、試料の結晶構造を反映した電子回折図形を得ることができます。

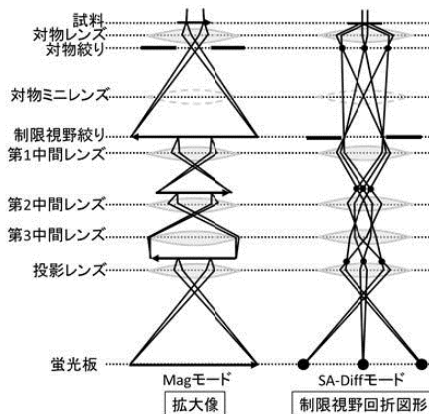


図1 結像系レンズの光路図

### 3. 加熱処理した亜鉛粒子の結晶構造解析

亜鉛粉末(粒径75~150 $\mu\text{m}$ )について、X線回折装置による測定を行い、加熱前のX線回折パターンを取得しました。その後、装置付属の試料高温加熱装置にて600 $^{\circ}\text{C}$ まで昇温した後10分保持し、室温まで空冷した粉末のX線回折パターンを取得しました(図2)。

加熱処理前の試料からは、亜鉛(Zn)のピークしか確認されませんが、加熱処理した試料からは、Znのピークと、酸化亜鉛(ZnO)のピークが現れました。この結果から、昇温し

たことで亜鉛粒子が酸化されたと予想されます。そこで、実際に粒子の内部がどのようになっているか調べるため、亜鉛粒子の断面試料を作製し、TEMによる構造解析を行いました。

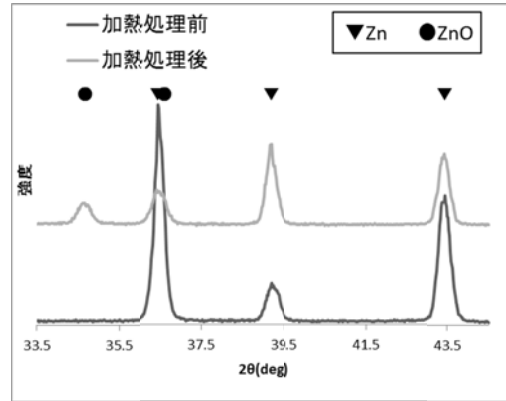


図2 亜鉛粉末のX線回折パターン

TEMでは、亜鉛粒子の表面近傍を観察しました。加熱処理後の亜鉛粒子(図3)では、表面から深さ1 $\mu\text{m}$ 付近で、サブミクロンの大きさの微結晶の存在が確認できました。その部分で制限視野回折図形を取得して、面間隔などを調べると、微結晶がZnOであることが分かりました。また、微結晶の下部分から回折図形を取得すると、Znであることが確認され、この結果から、加熱処理後の亜鉛粒子表層約1 $\mu\text{m}$ がZnOであることが分かりました。

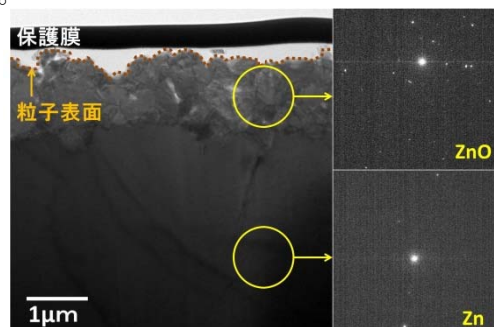


図3 亜鉛粒子(加熱処理後)断面の拡大像と電子回折図形

### 4. まとめ

当センターでは、企業の方々からのご依頼により、TEMによる微細構造観察を行っております。是非ご活用下さい。



共同研究支援部 鈴木 陽子 (0561-76-8315)

研究テーマ: 顕微鏡観察

担当分野: 材料評価