

課題番号 : F-14-HK-0001
 利用形態 : 機器利用
 利用課題名 (日本語) : 超高圧顕微鏡用環境セルの開発
 Program Title (English) : Development of environmental cell for HVEM
 利用者名 (日本語) : 須貝理佐, 若杉剛伸
 Username (English) : R. Sugai, T. Wakasugi
 所属名 (日本語) : 北海道大学工学研究科材料額専攻エネルギー材料講座
 Affiliation (English) : Laboratory of Advanced Materials, Division of Materials Science, Graduate School of Engineering, Hokkaido University

1. 概要 (Summary) :

クリーンかつ効率的なエネルギー資源活用を可能とする新エネルギーシステムの実現を目指して、エネルギー関連産業界を中心に新規高機能性材料の開発が活発である。これらの実用化のためには実環境に対応した微細構造変化の直接観察が重要であり、環境制御型透過型電子顕微鏡(ETEM)法が注目されている。このETEMの最近の進歩は、収差補正技術の発展やMEMS多機能集積型ナノリアクターの開発などで顕著であり、触媒材料開発を中心に積極的な応用が試みられている。しかし、これまでのETEM観察は表面反応に限られ材料内部の反応の観察には至っていない。このため、内部の反応の直接観察を目的とした大気圧クラスの高圧ガス環境と高透過能を備えた観察システムの開発が切望されている。本研究では超高圧電子顕微鏡用のWindow型高圧ガス環境セル(EHVEM)システムを開発し、材料と環境ガスとの反応の直接観察に応用した。

ため、この非晶質化促進の機構の詳細な議論には、引き続き検討が必要である。

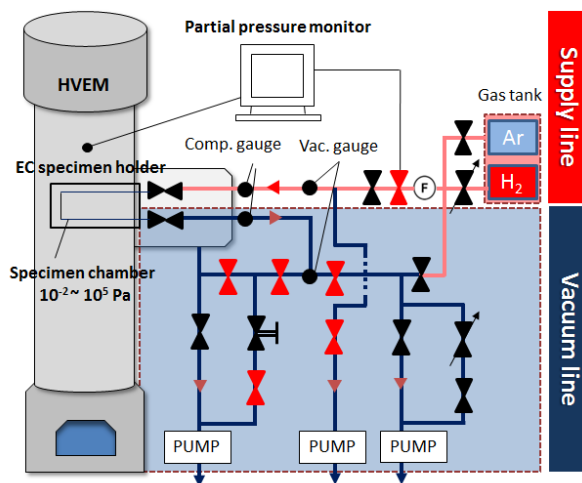


Fig.1 Schematic diagram of environmental controlled TEM system

2. 実験 (Experimental) :

第1世代から第3世代までの製作・改良を経て、雰囲気制御観察(水素・酸素・アルゴンおよび混合ガスの雰囲気、室温~350°Cの温度、真空~100 kPaの圧力)が可能なシステム(Fig. 1)を利用した。性能の評価として、微細加工装置(真空蒸着装置)を利用して作製した厚さ20 nmのパラジウム薄膜のガス雰囲気高分解能観察を行った結果、水素およびアルゴンガス雰囲気(室温、100 kPa)での像分解能は、それぞれ0.12 nmおよび0.19 nmを達成しており、大気圧クラスの高圧ガス環境下での像分解能として世界最高水準である。

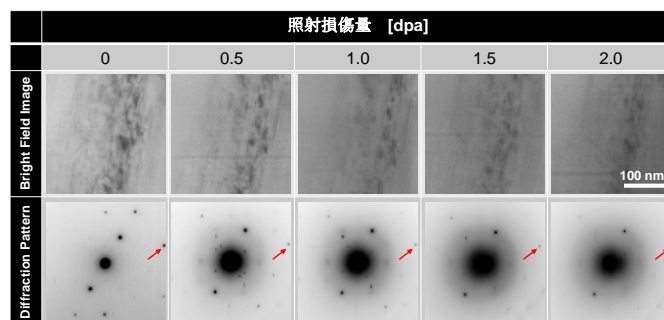


Fig.2 Bright field images and diffraction patterns of SiC during electron irradiation up to 2.0 dpa

3. 結果と考察 (Results and Discussion) :

EHVEMシステムを水素貯蔵材料(パラジウム薄膜)の水素化その場観察に適用し、その結果を述べた。同一視野でのその場観察により、水素化に伴う結晶粒の粗大化を捉えることができた。特に、高分解能観察から結晶粒近傍での転位の形成挙動を捉えることに成功した。水素圧力の増大に伴い、転位は粒界近傍で形成し、その数は10から40 kPaまでの圧力が増大すると約2倍に増加した。

EHVEMシステムを新規原子力材料のSiC 繊維材の酸素雰囲気電子線照射観察に適用した。酸素ガス雰囲気では、電子線照射量の増加に伴い高次の電子線回折スポットが消失する(Fig. 2)ことから、酸素ガスの存在はSiCのアモルファス化を促進する効果が示唆された。一方で試料表面でのコンタミネーションも顕著な

4. その他・特記事項 (Others) :

なし。

5. 論文・学会発表 (Publication/Presentation) :

1) T. Wakasugi, et al., "Development and application of environmental high voltage electron microscopy", 18th International Microscopy Congress, Prague, 7-12 Sep. 2014.

6. 関連特許 (Patent) :

特になし。