

環境電子顕微鏡用の液体セルの開発 (2)

Development of a liquid cell for an environmental-cell transmission electron microscope (2)

名大院工¹, JFCC², 名大エコトピア科学研究所³, ナノ材料科学環境拠点⁴

○今枝 紀裕¹, 川崎 忠寛^{2,3,4}, 丹司 敬義^{3,4}

Grad. Sch. Eng., Nagoya Univ.¹, JFCC², EcoTopia Sci. Inst., Nagoya Univ.³, GREEN⁴

○Norihito Imaeda¹, Tadahiro Kawasaki^{2,3,4}, Takayoshi Tanji^{3,4}

E-mail : imaeda.norihito@a.mbox.nagoya-u.ac.jp

隔膜型環境電子顕微鏡は、極薄の隔膜を用いて試料雰囲気のカラム内の真空から独立させることで、ガス中・液中でのその場観察を可能とする手法で、近年多くの応用研究がなされている[1]。一般的に隔膜には窒化シリコン膜が使われていることが多いが、絶縁体であるため電子線照射によるチャージアップが避けられない。この影響を低減するために、我々の研究室では窒化シリコンとカーボンを組み合わせた二層隔膜を開発した。これまでの研究で、この隔膜を使った液体セルによる水中の金コロイドの観察に成功している。しかし一方で、液体に電子線を長時間照射すると、観察領域から液体が逃げていくことがわかった。従来のセルでは、液体を観察領域に戻す外力が無かったため、継続的に液体試料を観察するのが難しかった。また、セル内外の圧力差で隔膜が外に向かって膨らむ為、液層厚が想定よりも大きくなり、分解能劣化の一つの要因となっていた。この二つの問題を解決する為、窓孔の形状改良及びリザーバー機構を組み込んだ新規液体セルを開発した。

従前の液体セルの窓孔は直径 0.1mm の円形であった。今回はこの孔を $20 \times 200 \mu\text{m}$ の長方形に変更した。これは、孔幅を $20 \mu\text{m}$ と狭くすることで膜の膨らみを低減させつつ、 $200 \mu\text{m}$ という細長い形状とすることで視野面積を確保するものである。加工には FIB(JEOL 社:JEM-9320FIB)を使用した。図 1 に作製した上蓋の SEM 像を示す。リン青銅製の特殊グリッドの中央に規定サイズの孔が形成されていることが分かる。下蓋にも同様の孔を設け、両孔に厚さ 20nm の隔膜を貼り付けて、図 2 のようにリングを挟んで組み合わせることで、セルを形成した。上蓋は図 2 右下の模式図のように中央が窪んだ形状をしており、外周部付近に液体を満たす空間が出来る構造とした。これにより、液体試料の観察視野からの逃げを抑えられると考えられる。

講演では、開発したセルを用いた液中観察結果を示す予定である。

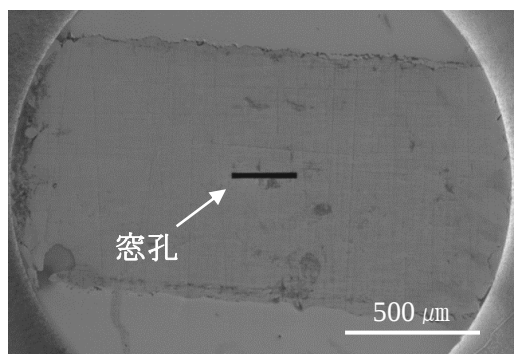


図 1 上蓋観察窓の SEM 像

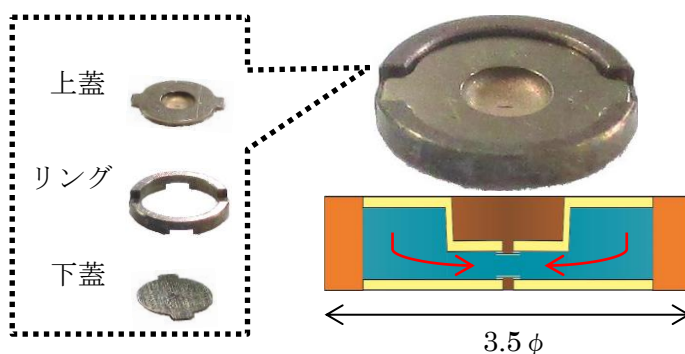


図 2 液体セルの組込図及び断面模式図

参考文献

- [1] U.Mirsaidov, C.D.Ohl, and P.Matsudaira, Soft Matter 8, 7108-7111(2012)