

ガス環境 TEM 観察中に発生するイオン環境の調査

Investigation of Ion Environmental Generated Inside Gas Environmental TEM During Electron Beam Irradiation

名古屋大学, °徳永 智春, 河上 匠, 大川原 彩恵, 樋口 公孝, 山本 悠太, 山本 剛久

Nagoya Univ., °Tomoharu Tokunaga, Takumi Kawakami, Sae Okawara, Yuta Yamamoto,

Kimitaka Higuchi, Yuta Yamamoto, Takahisa Yamamoto

E-mail: tomoharu.tokunaga@material.nagoya-u.ac.jp

<背景目的> ガス環境その場観察法は, 材料とガスの反応をリアルタイムに観察する手法であり, 近年では触媒材料の動作時挙動解明に用いられている. しかし, ガス環境 TEM 観察では, 観察対象の試料だけではなく雰囲気中存在するガスにも電子線が照射されているため, 雰囲気ガスがイオン化し, そのイオンが材料と反応する可能性がある. そのため, 電子線が照射されているガス雰囲気に形成されるイオン環境がどのような特性を有するかを明らかにすると共に, 除去方法を検討する必要がある. そこで, イオン環境の解析に用いられているプローブ法を用いて, 発生したイオン環境の特性を明らかにすると共に, その除去方法の検討を行った.

<実験方法> N_2 雰囲気に調整した TEM 内に単孔プローブを挿入し, バイアスを印加した. 孔の中心に電子線を照射することで, 電子線照射領域近傍にイオン化により発生したイオンや電子を電流として測定した. 印加したバイアスは, $-40 \sim +40V$ である. 得られた I-V 特性から N_2 のイオン化によって発生した電子のエネルギーを推定した.

<結果と考察> I-V 特性から電子線照射中のガス環境中に陽イオンが存在していることが判明した. またイオン化に伴って発生した電子のエネルギーは数 eV であることが明らかになった. イオン化によって発生するイオンのエネルギーは, 電子のエネルギーよりも低いことから, ガス環境中に発生したイオンは, 数ボルトの電圧を印加した電極へのトラップによる除去が可能と考えられた. そこで, 電圧印加の有無によりイオンの除去が可能であることを, ガス環境から得られる電子エネルギー損失スペクトルの変化から調査した. その結果, 電圧の印加により N の ELNES 端が僅かに高エネルギー側にシフトしていることが判明した (Fig 1). この変化は N_2 への電子線照射により発生した原子間距離が広い N_2^+ が除去されたために生じたと考えられ, 電圧印加により空間に発生したイオンを除去することが可能であることが示唆された.

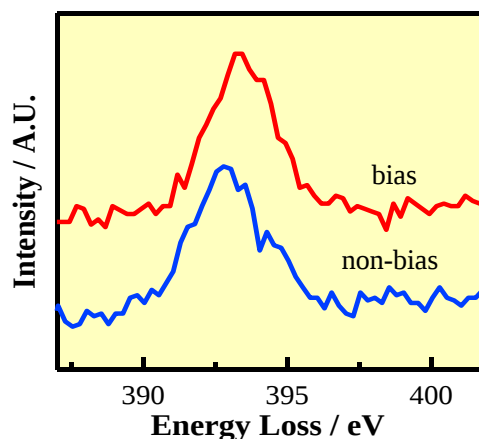


Fig 1. EEL spectra of N_2 under bias applied and non-bias conditions.