

透過型電子顕微鏡内その場圧縮観察における 電子回折を用いた局所応力測定

三宅亮・伊神洋平・松本徹（京大・理），甕聡子（山形大），
野村龍一（京大・白眉）

Measurements of local stress using electron diffraction in in-situ TEM indentation experiments

Akira Miyake, Yohei Igami, Toru Matsumoto (Kyoto Univ.), Satoko Motai (Yamagata Univ.),
and Ryuichi Nomura (Kyoto Univ.)

【はじめに】

材料科学の分野では、透過型電子顕微鏡内で変位または荷重をかけることによる材料の圧縮試験や破壊実験が多く行われている。しかし、これらの多くは、実験装置が制御する荷重と試料の大きさ（面積）より応力を計算していることがほとんどである。そこで、本研究では、電子回折図形から格子の圧縮率を決定し、それをもとに微小領域での応力を求めることを目的としておこなった。

【手法】

試料として、シリコンおよびダイヤモンドの単結晶を用いた。集束イオンビーム加工装置（Thermo Fisher Scientific 社製 Helios NanoLab G3 CX）を用いて、晶帯軸がほぼ[01-1]、圧縮面が(001)、圧縮方向が[001]になるような厚さ約 100 nm のシリコン薄膜試料と、太さが約 100 nm のシリコンピラー試料およびダイヤモンドピラー試料を作製した。作製した試料に対して、透過型電子顕微鏡内でのその場圧縮実験を荷重制御により行った。圧縮実験は、電界放射型透過型電子顕微鏡（JEOL 社製 JEM-2100F）内で試料に対してダイヤモンド圧子を押し込むことが可能な専用ホルダ（Bruker 社製 Hysitron PI95 TEM PicoIndenter）を使用して行った。実験は、40 ~ 500 μN の荷重で行った。

電子回折図形は、圧縮実験の前後と、圧縮実験中に取得し、実験終了後に Digital Micrograph (AMETEK Gatan 社製) と ReciPro (Seto, <http://pmsl.planet.sci.kobe-u.ac.jp/~seto/>) を用いて解析を行った。また、得られた圧縮率からの応力（圧力）の推定は、Pandya et al.

Keywords: electron microscope, in-situ experiment, nano-deformation

*Corresponding author: miya@kueps.kyoto-u.ac.jp

(2012)を用いた。

【結果と考察】

シリコン薄膜試料を用いた実験では、圧縮方向の(001)の面間隔が縮んでいることがわかった。一方、圧縮方向と垂直な方向である[110]方向は、ほとんど変化がないことがわかった。電子線入射方向の変化については、今回は情報を得ることはできなかった。線膨張係数からの換算で、荷重 40 μN の実験では圧縮方向に約 1.7 GPa、100 μN では約 2.4 GPa、200 μN では約 3.7 GPa の応力を得ることができた。電子線入射方向については結晶格子が伸びている可能性もあるが、今回はほぼ無視できると仮定すると、体積膨張率からの換算では荷重 200 μN で 1.1 GPa の応力がでたことになる。また、インデント（圧子）が接していると思われる場所から、圧縮方向に沿っていくつかの異なる領域で応力を見積もったところ、圧子から離れるに従い応力が徐々に減衰していることがわかった。

ダイヤモンドピラーを用いた荷重 100 μN の圧縮実験では、圧縮方向に約 30 GPa の応力を得ることができた。一方、圧縮方向と垂直な方向には、ほとんど変化がないことがわかった。

今後の課題として、圧子の先端の形状およびどこに接しているかを明らかにするなど挙げられる。

【引用文献】

Wang et al., (2015) Scripta Materialia, 98, 40;
Pandya et al. (2012) J. Phys.: Conf. Ser. 377
012097