電子エネルギーフィルタリングによる β - Si_3N_4 の結晶粒界の元素マッピング

九州大学工学部 松村 晶* 友清 芳二**

Max-Planck-Institut für Metallforschung Joachim Mayer***

Fig. 1 β - Si_3N_4 の結晶粒構造. N(緑)とO(赤)の分布を示している.

Fig. 3 三重接合部付近の元素マッピング. Ca(赤), O(青), N(緑).

Fig. 2 結晶粒の三重接合部付近の元素分布像. (a) N, (b) O, (c) Ca.

セラミックスの結晶粒界構造は、その力学的性質に大きく影響を及ぼす因子として盛んに研究がなされている。ここで示した写真は⁽¹⁾、電界放射型電子銃とオメガ型電子エネルギーフィルターを搭載した電子顕微鏡(JEM-2010FEF)を用いて観察した、Caをドーピングした β - Si_3N_4 (Si_3N_4 -2.5 wt% SiO_2 -450 ppm Ca)⁽²⁾の結晶粒界付近の元素マッピングである。Fig. 1ではNとOの分布をそれぞれ緑と赤の領域で表しており、 β - Si_3N_4 結晶粒の三重接合部に SiO_2 ガラス相が存在している様子が示されている。高倍率で観察したFig. 2から、三重接合部のみならず結晶粒界にも薄いフィルム状の SiO_2 層が存在すること、微量に添加されたCaが三重接合部の頂点付近に偏析しているこ

とが明らかである。これらの像を詳しく見ると、Caは結晶粒界にも偏析しており(Fig. 3)、分布像の定量解析により、粒界には 1 nm^2 あたり約2.1個のCaイオンが存在していることが示された。高輝度な電界放射型電子銃とエネルギーフィルターの組み合わせにより、このような微量イオンの検出が可能になった。

文 献

- (1) J. Mayer, S. Matsumura and Y. Tomokiyo: J. Electron, Microsc., **47**(1998), 283.
- (2) I. Tanaka, H.-J. Kleede, M. K. Cinibulk, J. Bruley, D. R. Clarke and M. Rühle: J. Am. Cer. Soc., **77**(1993), 911.

(1998年8月24日受理)

Element Mapping Around Grain Boundaries in Ca-doped β - Si_3N_4 by Electron Spectroscopic Imaging; Syo Matsumura*, Yoshitsugu Tomokiyo**, Joachim Mayer*** (*,**Faculty of Engineering, Kyushu University, Fukuoka. ***Max-Planck-Institut für Metallforschung, Germany)

Keywords: β - Si_3N_4 , grain boundary, mechanical property

TEM specimen preparation: ion milling TEM utilized: JEM-2010FEF(200 kV)