

物質材料研究のための超高分解能電子顕微鏡

Advanced electron microscopy for materials science

木本浩司、長井拓郎、倉嶋敬次

K. Kimoto, T. Nagai, K. Kurashima



新規な物性や優れた特性を有する材料を開発するためには、物質の超微細構造を知る必要があります。電子顕微鏡による材料評価が必要不可欠です。NIMSでは、原子レベルの構造まで評価できる空間分解能と、元素分析や化学結合状態が解析できる分析能力、磁区構造等を直視できる物性評価能力を有する電子顕微鏡を整備しました。

Nano structures should be characterized for the developments of advanced materials, and electron microscopy is an indispensable tool. We have installed an advanced electron microscope for crystal structure analysis, elemental/chemical bonding analysis and magnetic domain structure analysis with atomic resolution.

本電子顕微鏡の特徴は下記の通りです。

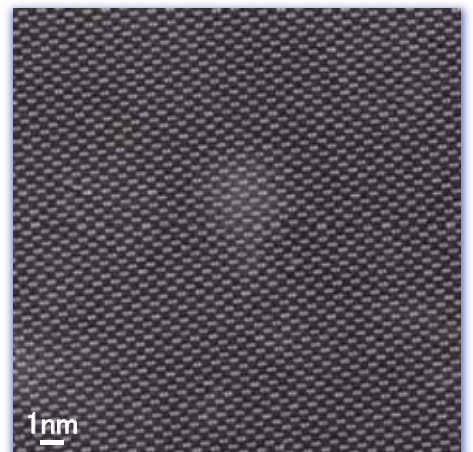
- 1) 加速電圧：300 kV ~ 80 kV (50kV 以下も設定可)
金属セラミックスから有機材料、ナノ材料に最適化できる。
- 2) 電子線単色化装置
電子のエネルギー広がりを約 1/5 (1eV→0.2eV) にできる。
- 3) プロブ形成用球面収差補正装置
原子直径以下 (70pm) の領域に電子を収束し分析できる。
- 4) イメージ形成用球面収差補正装置
結晶構造を 70pm の空間分解能で観察できる。
- 5) 電子エネルギー損失分光器およびエネルギー分散型 X 線検出器
軽元素および重元素の分析ができる。
- 6) ローレンツ顕微鏡法
磁区構造をナノメートルオーダーの空間分解能で観察できる。

Important points of the microscope are as follows.

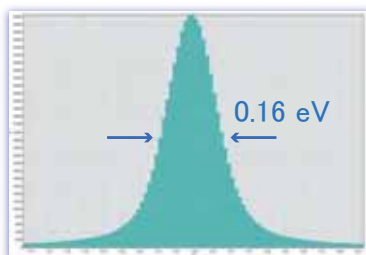
- 1) Acceleration voltage: 300 kV , 80 kV (less than 50 kV is available)
- 2) Monochromator: a high energy resolution of 0.2 eV
- 3) Spherical aberration corrector for probe-forming lens:
Small probe diameter of 70 pm
- 4) Spherical aberration corrector for image-forming lens:
High spatial resolution of 70 pm
- 5) Electron energy-loss spectrometer and energy-dispersive x-ray spectrometer
- 6) Lorentz microscopy for magnetic domain observation with nanometer resolution



球面収差補正装置と電子顕微鏡外観
Spherical aberration corrector and electron microscope



収差補正装置による高分解能像
High-resolution STEM image using aberration corrector



モノクロメーターによる
高エネルギー分解能
High energy resolution of less than
0.2 eV using monochromator

本設置室を整備するにあたり、下記の企業のご協力を得ました。日本 FEI (収差補正電子顕微鏡)、日本ガタン (電子エネルギー損失分光器等)、メルビル (試料ホルダー)、真空デバイス (プラズマクリーナー)。

This microscope was developed by the collaboration with the following companies: Japan FEI (aberration-corrected monochromated electron microscope), Gatan Inc. (energy-loss spectrometer, et al.), Mel-Buid (specimen holder), Vacuum Device Inc. (plasma cleaner).

最先端の電子顕微鏡性能を実現する設置室環境整備

Environmental requirements and laboratory design for advanced electron microscopy

倉嶋敬次、長井拓郎、木本浩司

K. Kurashima, T. Nagai, K. Kimoto



最先端の電子顕微鏡装置の本来の性能を発揮させるためには、室温変動、風量、磁場、床振動、気圧変動、電源安定度などさまざまな要素で、理想的な設置条件が要求されます。単原子を分析できる超高性能電子顕微鏡を運用するため、以下の様な設置室を整備しました。

Advanced electron microscope requires advanced environment to realize the inherent performance of the instrument. Room temperature, pressure, mechanical vibration, stray magnetic field, line voltage stability and other various factors are critical for atomic resolution analysis.



収差補正電子顕微鏡
Aberration corrected
electron microscope



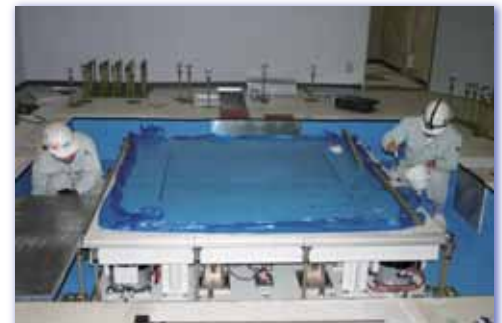
電源安定化装置
Automatic voltage regulator

精密空調システムを備えた顕微鏡室

Instrument room with advanced air conditioning system

本設置室の特徴は下記の通りです。

- 1) 操作室・顕微鏡室・機械室の分離と、電子顕微鏡のリモート操作
- 2) アクティブ除振システムによる床振動の低減
- 3) パネル式空調による室温安定化
- 4) 二重扉による気圧変動の低減、断熱窓による熱流入防止
- 5) 屋外設置式電源安定化装置によるノイズの低減



アクティブ除振システム
Active micro-vibration isolation system

Important points of this laboratory are as follows.

- 1) Three separated rooms; operation room, instrument room and equipment room.
The microscope in the instrument room is controlled through PC in the control room.
- 2) Active micro-vibration isolation system for electron microscope.
- 3) Cooling-panel air conditioning.
- 4) Air-tight double door and heat-isolated windows.
- 5) Automatic voltage regulator to stabilize electricity.

本設置室を整備するにあたり、下記の企業のご協力を得ました。日本スピンドル（内装・精密空調システム）・特許機器（アクティブ除振システム）・電研精機（電源安定化装置）・日本FEI（電子顕微鏡）。

This laboratory was developed by the collaboration with the following companies: Nihon Spindle MFG. Co., Ltd. (Air conditioning system et al.), Tokkyokiki, co. (Active micro vibration isolation system), Denkenseiki Research Institute Co Ltd. (automatic voltage regulator), Japan FEI (Aberration-corrected monochromated electron microscope).

NIMS 独自の電子顕微鏡研究と開発技術

Research and Development of Advanced Electron Microscopy in NIMS

木本浩司、長井拓郎、吉川純

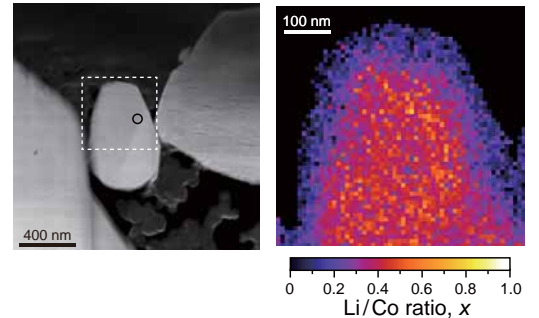
Koji KIMOTO, Takuro NAGAI, Jun KIKKAWA



高分解能 STEM-EELS マッピング

High-spatial-resolution mapping using STEM-EELS

NIMS は世界で初めて STEM-EELS を用いて原子コラムをマッピングしました (Kimoto, Nature, 2007)。現在は収差補正装置により計測時間が短縮され応用が広がりました。NIMS では新規酸化物 (Haruta, ALP, 2012) や超伝導線材 (Nagai, Physica C, 2014) へ応用しています。顕微鏡学会賞 (2008), 文部科学大臣表彰科学技術賞・研究部門 (2009)

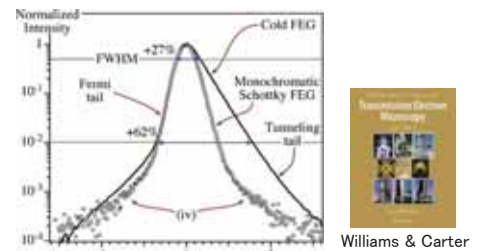


Li₂ 次電子正極材料 (LiCoO₂) 中の Li 分布
Li mapping of charged Li-battery positive-electrode material (LiCoO₂) using STEM-EELS

モノクロメーターによる高エネルギー分解能 EELS 計測

High-energy-resolution EELS (~55 meV) for material characterization

外乱の少ない設置環境等により、最高 55 meV 分解能でエネルギー損失スペクトルを計測できます (Kimoto, Microscopy, 2014)。正極材料中の Li 定量マッピングは NIMS が初めて (Kikkawa, JPC C, 2015) 行いました。0.1eV 以下のエネルギー分解能でスペクトルを取得できる研究機関は、現在 (2017 年) 国内では NIMS を含め 5 機関程度です。



従来型電子銃とモノクロメーターとを比較した結果が電子顕微鏡の教科書に引用

Our monochromator performance is cited in electron microscopy textbook

高感度 STEM 計測ソフトウェアの開発とドーパント計測

High sensitivity observation of dopant using customized software

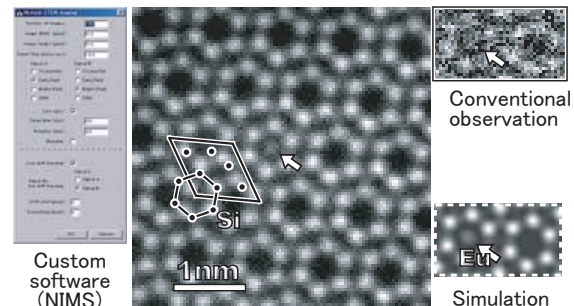
ドーパント計測のためには、微弱な信号を計測する必要があります。NIMS では高速多重計測技術 (Kimoto, IMC16, 2006) を開発し、当時まだ観察されていなかった SiAlON 蛍光体中の Eu ドーパントを初めて計測しました (Kimoto, 2009, APL)。

グラフェン・ナノシートなどの超高感度 低加速計測

Quantitative observation of nanomaterials with single-atom sensitivity

環状暗視野像の定量方法は既に提案 (LeBeau, 2008) されていましたが、NIMS はグラフェンなどの軽元素にも適用できるように、非線形応答特性 (Yamashita, Microscopy, 2015) を組み込んだ解析ソフトウェアを初めて開発しました。40kV 低加速計測も可能で、グラフェン等の二次元材料の層数計測に応用しています。

ナノシートは NIMS 開発の新材料で、触媒機能をもつチタン酸化物ナノシートは表面塗布材料として使われています。原子1層の極薄い酸化物ナノシートの観察には、モノクロメーターによる観察技術が必要です (Ohwada, Sci. Rep., 2013)。さらにこのチタン酸化物を基板として、太陽電池用色素分子の観察にも成功しました (Koshiya, Sci. Rep., 2016)。



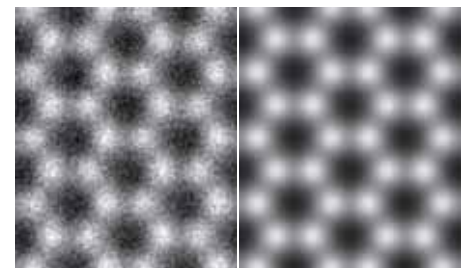
自動高速計測により SiAlON 中の Eu 単原子ドーパントを検出

Single atom Eu dopant in SiAlON using STEM and NIMS software

TEM の性能評価技術

Assessment of TEM/STEM instrument performance using optics theory

TEM 像は試料やカメラの性能によって変化するため、性能を定量評価することは困難です。NIMS では自動計測や解析用ソフトウェアを作成し、3次元フーリエ変換により、TEM 性能を正しくかつ定量的に計測できることを示しました (Kimoto, Ultramicrosc., 2012, 2013)。この技術は JST プロジェクト装置の評価や、JEOL 最新装置カタログにも利用されています。

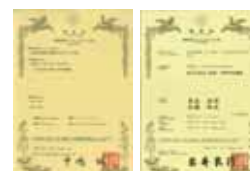


実験 Experiment 理論計算 Simulation
グラフェン単原子層を観察し理論計算と比較
STEM image of single-layer graphene

電子顕微鏡に関する特許

Patent for advanced electron microscopy

電子顕微鏡を正しく使うためには、電子光学理論に基づく光学軸調整が必要です。NIMS では TEM 用の軸調整方法 (Kimoto, Ultramicrosc., 2003) や STEM 用の収差計測法 (日本特許, 2012) で特許を 4 件 (海外 1 件を含む) 取得しています。



特許証 (一部)
Certificates of Japanese patents