

# 酸素原子の周期的な配列像の観察に初めて成功

世界最高性能を有する原子識別電子顕微鏡

平成13年12月18日

独立行政法人 物質・材料研究機構

## 1. 概要

独立行政法人 物質・材料研究機構 ナノマテリアル研究所ナノシンセシス研究グループ：板東義雄主幹研究者らは、酸素原子の周期的な配列像を原子レベルの分解能値 0.5nm で観察することに初めて成功した。これは、世界最高性能を有する原子識別電子顕微鏡<sup>\*1</sup> を使用し得られた成果である。今回の観察に成功したことにより、ナノ領域の評価・計測技術の進展に寄与することができ、ナノテク開発研究の加速化が期待される。

## 2. 経緯

現在、ナノテクノロジーは新産業を創出するための革新的な基盤技術として、今その開発に世界的な関心が寄せられている。なかでも、ナノチューブなどのナノマテリアルは次世代の情報通信や環境・エネルギー等の重点分野を支える基盤材料技術として極めて重要である。当機構では、ナノテク研究を強力に推進するため、平成13年4月にナノマテリアル研究所を設立し、ナノデバイスやナノスケール物質の開発などの研究プロジェクトを行っている。本研究成果は、同プロジェクトの一環として得られたものである。

## 3. 観察結果

今回の観察材料として熱伝導や耐熱性に優れ、半導体の基板材料として用いられる、窒化アルミニウム(AlN)を使用している。しかし、窒化アルミニウムに不純物の酸素が入ると性能を劣下させることから、不純物の酸素分布状態を調べることが重要である。そこで、原子識別電子顕微鏡を用い  $Al_{11}O_3N_9$  試料中の酸素原子の非弾性散乱電子<sup>\*2</sup>のみを用いて画像化した高分解能のエネルギーフィルター像<sup>\*3</sup>が(図1)である。白く線状に光っているのが酸素原子に対応したエネルギーフィルター像で、約 2.9nm の間隔で周期的な並んだ単一層の酸素原子列層が明瞭に白いコントラストとして観察されている。背景の黒いコントラストは窒素原子に対応している。(図1)の酸素原子の像の分解能を測定した結果である(図2)。線幅の広がりから、分解能値が 0.5nm 以下であることが明らかとなった。これは、エネルギーフィルター像の分解能としては世界最高値である。

## 4. 今後の展望

最近の透過型電子顕微鏡は、原子を1個1個分離して識別するだけの分解能を有しているが、原子の種類を画像として識別することは出来なかった。一方、試料を透過した非弾性散乱電子をエネルギー分析器により検出して画像化すると、原子の種類を判別することが原理的には可能であるが、これまではエネルギーフィルター像の分解能が 1~2 nm と悪

く、原子レベルの高分解能の観察が困難であった。今回の観察では、加速電圧を従来の200kV から 300kV の高電圧にし、さらに高性能のエネルギー分析器を導入した原子識別電子顕微鏡を使用することによって世界最高のエネルギーフィルター像の分解能を観察することに成功した。また、原子識別電子顕微鏡は、原子の配列だけでなく、原子の種類をも原子レベルの解像度で識別できる優れた観察機能を有していることから、ナノチューブやナノシートなどの新規なナノマテリアルの高精度な観察・解析ができる。今回の観察結果によって、ナノ領域の評価・計測技術が一段と進展し、ナノテク開発研究が早いスピードで前進すると期待される。

<用語説明>

\* 1 : 原子識別電子顕微鏡

通常の透過型電子顕微鏡にエネルギー分析器を組み込んだ電子顕微鏡で、特に原子の種類を識別できる能力を有した装置

原子識別電子顕微鏡の主な特徴は下記の通りである。

エネルギーフィルター像の分解能値 0.5nm で観察することが可能である。

電子ビームを最小で 0.2nm 直径にまで絞ることが出来る。

コンピュータによる自動制御観察機能を有する。

走査像を従来のアナログ方式からデジタル方式を採用し、高画質像を実現出来る。

\* 2 : 非弾性散乱電子

試料に電子線を当てると、散乱が起こる。このとき、エネルギーを損失しない電子を弾性散乱電子、エネルギーを損失した電子を非弾性散乱と言う。非弾性散乱電子は損失したエネルギーの量が元素の種類に対応することから、元素の種類を判別することが出来る。

\* 3 : エネルギーフィルター像

特定の原子の非弾性散乱電子をエネルギー分析器により選別し、画像化した像をエネルギーフィルター像（または元素分布像）と言う。

(問い合わせ先)

独立行政法人 物質・材料研究機構

総務部総務課広報係 TEL : 0298-59-2026

(研究内容に関すること)

独立行政法人 物質・材料研究機構

物質研究所 / ナノマテリアル研究所

主幹研究員 板東義雄 TEL : 0298-59-2037 , [BANDO.Yoshio@nims.go.jp](mailto:BANDO.Yoshio@nims.go.jp)

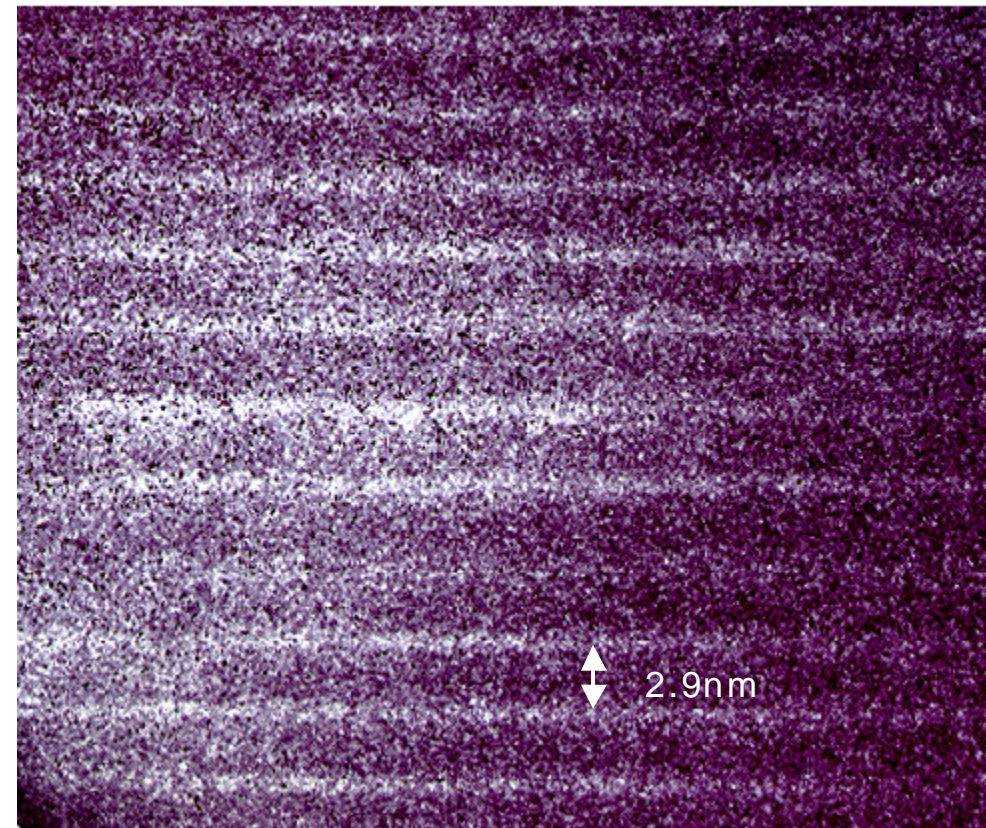


図1 酸素原子の周期的な配列像の観察に成功。  
試料は $\text{Al}_{11}\text{O}_3\text{N}_9$ 試料で、白い線状のコントラストが単一層の酸素原子列に対応した元素分布層(エネルギーフィルター像)。酸素の1原子列層が2.9nmの間隔で周期的に明瞭に見えている。

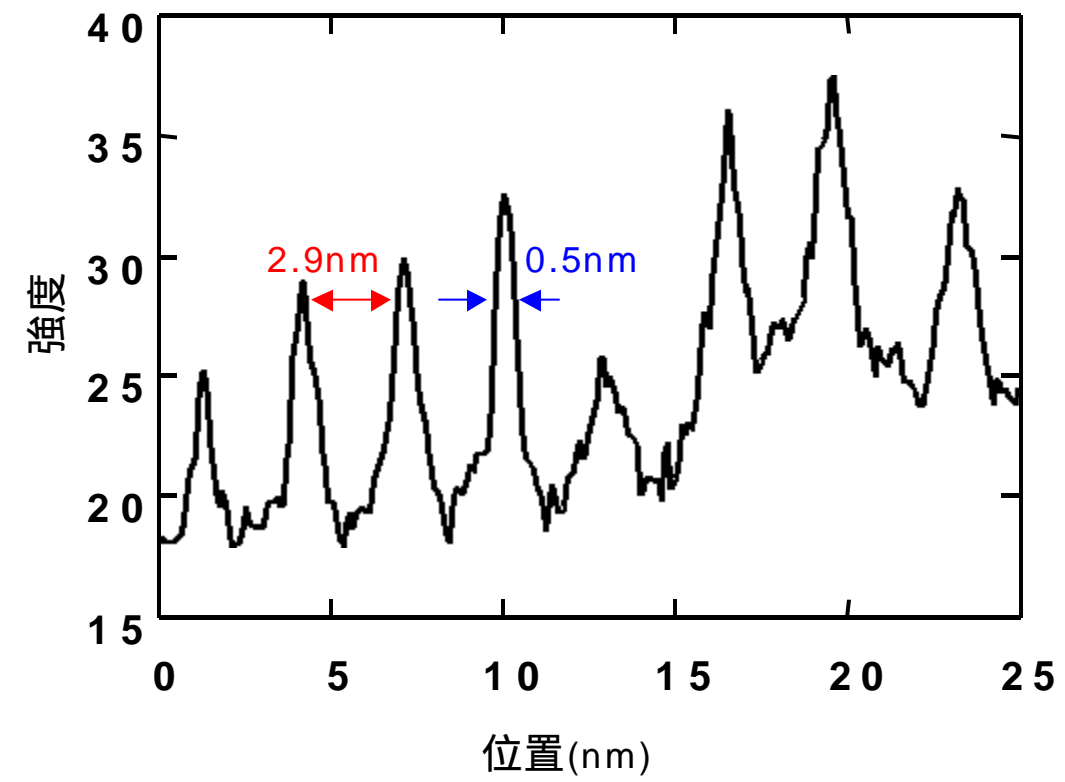


図2 図1の酸素の元素分布像の分解能の測定結果。  
線幅が0.5nm以下であることを確認(世界最高の  
エネルギーフィルター像を立証)