

結晶中の原子列を元素別に可視化

－ 先端電子顕微鏡を用い、原子列毎に元素分析することに成功 －

解禁日時：平成19年10月29日 AM3:00

平成19年10月26日

独立行政法人物質・材料研究機構

概要

1. 独立行政法人物質・材料研究機構（理事長：岸 輝雄）ナノ計測センター（センター長：藤田 大介）の木本 浩司 主席研究員らは、走査透過電子顕微鏡¹⁾と電子エネルギー損失分光法²⁾を用いて、元素毎に結晶の原子列を可視化することに成功した。

2. 物質材料を研究開発する上で、ナノメートル領域の構造解析の重要性は近年高まっている。最先端の透過電子顕微鏡により結晶構造を直接観察することは可能であるが、従来技術では原子コラム毎に元素分析して識別することは困難であった。

3. 当機構は、透過電子顕微鏡法の研究を長年行ってきており、超高压電子顕微鏡を用いた結晶構造の直接観察や、超高性能電子顕微鏡手法の開発を先導してきた。今回の研究成果はそれらを基礎とし、走査透過電子顕微鏡と電子エネルギー損失分光法により、元素コラム毎の分析を初めて可能にしたものである。

原子列毎に元素分析するためには、原子間距離以下まで収束した電子を試料に照射すると共に、電子の入射位置が一つの原子の上からずれない極めて高い安定性が必要である。当機構では、走査透過電子顕微鏡（図1）の安定度を向上させ外乱を防止するなどして、1分間に原子1個分程度のずれしか生じないようにした。さらに、入射電子が試料中の原子列に沿って伝搬する条件で観察するとともに、できるだけ内殻の電子³⁾と散乱した透過電子を捕らえるようにした。その結果、セラミックス $(\text{La, Sr})_2\text{Mn}_3\text{O}_7$ 中（図2）の酸素原子や、ランタンやマンガンなどの金属原子を原子コラム毎に可視化することに成功した（図3）

4. 結晶構造を元素毎に可視化できるので、材料物性や実用材料の性能に直接結びつく知見、特に異種材料の界面や局所的な材料の欠陥の解析に有効である。なお、本研究成果の一部は、文部科学省ナノテクノロジー総合支援プロジェクト（2002年度～2006年度）およびナノテクノロジー・ネットワーク（2007年度～）の一環として行われ、観察試料は十倉好紀教授（東京大学）より提供いただいた。

5. 本研究成果は、英国科学誌 Nature に掲載予定であり、10月28日 18:00（ロンドン現地時間、日本時間翌29日 3:00）に Advance Online Publication として www.nature.com/nature にて公開される予定である。

研究の背景

物質研究や材料開発の上で、ナノメートル領域の構造制御と評価の重要性は近年高まっている。透過電子顕微鏡は、極微小領域の評価に適しており、既に結晶構造を直接観察することは可能であった。しかし従来技術では、原子コラム毎に元素を分析し識別することは困難であった。

物質・材料研究機構は、長年透過電子顕微鏡法の研究を行ってきており、超高圧電子顕微鏡を用いた結晶構造の直接観察（1991年）や、各種の超高性能電子顕微鏡手法の開発を先導してきた。今回の研究成果はそれらを学術的・技術的基礎として、走査透過電子顕微鏡と電子エネルギー損失分光法により、元素コラム毎の分析を初めて可能にしたものである。

今回の研究成果

原子列を識別して分析するためには、原子間距離程度まで収束した電子を試料に照射すると共に、その電子の入射位置が一つの原子の上からずれない極めて高い安定性が必要である。当機構では、走査透過電子顕微鏡（図1）の機械的電氣的安定度を10倍程度向上させ、1分間に原子1個分程度のずれ（約0.1ナノメートル）しか生じないようにするとともに、外乱の少ない無振動特殊実験棟に装置を設置した。

さらに、得られた実験結果の解釈のためには、電子の波としての性質、言い換えれば結晶内部での電子の進み方や原子との散乱などの量子力学的な効果を検討する必要がある。今回、シミュレーションを用い入射電子が試料中の原子列に沿って伝搬する条件を検討して観察するとともに、できるだけ内殻の軌道の電子と散乱した透過電子を捕らえるようにした。その結果、セラミックス（La, Sr）₂Mn₃O₇中（図2）の酸素原子やランタンやマンガンなどの金属原子を原子コラム毎に可視化することに成功した（図3）。

波及効果と今後の展開

結晶構造を元素にいたるまで可視化できることにより、材料物性や実用材料の性能に直接結びつく知見を得ることが期待される。特に異種材料の界面や局所的な材料の欠陥の解析に有効である。

現時点ではすべての元素を可視化するまでには至っておらず、計測時間も数十分以上必要である。空間分解能も1Åより大きいため、複雑な結晶構造の材料を解析するまでには至っていない。今後はさらに空間分解能を高め、多岐にわたる元素の分析を可能にするよう装置開発を進めると共に、開発技術を実際の材料への適用を進めていく。特に当機構が開発している高機能先端材料、特異な物性を示す強相関電子系材料、高い空間分解能が要求される半導体素子関連材料などへの適用を進める予定である。

本研究成果は、英国科学誌 Nature に掲載予定であり、10月28日18:00（ロンドン現地時間、日本時間の翌29日3:00）に Advance Online Publication として www.nature.com/nature にて公開される予定である。なお、本研究成果の一部は、文部科学省ナノテクノロジー総合支援プロジェクト（2002年度～2006年度）およびナノテクノロジー・ネットワーク（2007年度～）の一環として行われ、観察試料は十倉好紀教授（東京大学）より御提供いただいた。

用語解説

1) 走査透過電子顕微鏡法

電子を収束して試料に入射し、透過した電子を観察する顕微鏡手法。入射電子を試料上で2次元に走査しながら、透過した電子の強度を観察することで、2次元画像が観察できる。本研究で用いた入射電子の大きさは、約0.1ナノメートルで、水素原子の直径とほぼ同じ。

2) 電子エネルギー損失分光法

入射した電子が、試料との相互作用の結果失ったエネルギー損失から、観察試料の元素分析や化学結合状態を解析する手法。特に、試料を構成する原子の内殻の電子と相互作用した電子は、元素固有のエネルギー損失量を持っているので、元素分析が可能である。

3) 内殻の電子

原子は、原子核を中心として、それを取り囲む電子が幾つかの殻を作っており、内側からK殻L殻などと呼ばれる。内殻の電子とは、より原子核に近い殻に属する電子である。

問い合わせ先

〒305-0047 茨城県つくば市千現1-2-1

独立行政法人物質・材料研究機構

広報室 TEL:029-859-2026

研究内容に関すること：

独立行政法人物質・材料研究機構

ナノ計測センター 先端電子顕微鏡グループ

主席研究員 木本 浩司 (きもと こうじ)

TEL : 029-860-4402

FAX : 029-860-4700

E-mail : kimoto.koji@nims.go.jp



図1 走査透過電子顕微鏡の外観図

機械的電氣的な安定度を向上させるため、例えば防音用カバーを新たに設置するなど、さまざまな改良がなされている。道路から振動の影響を低減するため、装置は無振動特殊実験棟に設置されている。

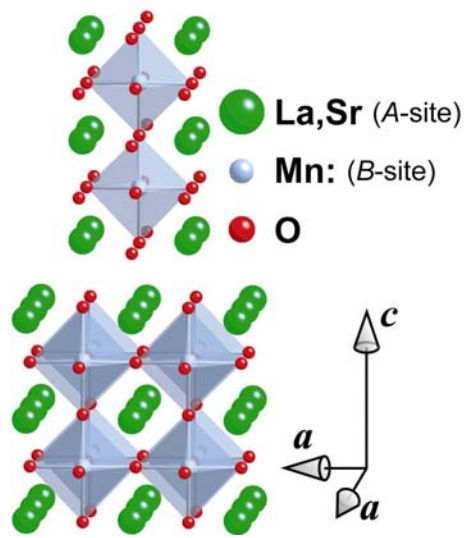


図2 観察した試料の構造

強相関電子系材料として最近注目されているマンガン酸化物の一種。層状ペロブスカイト型構造と呼ばれる構造を持っている。

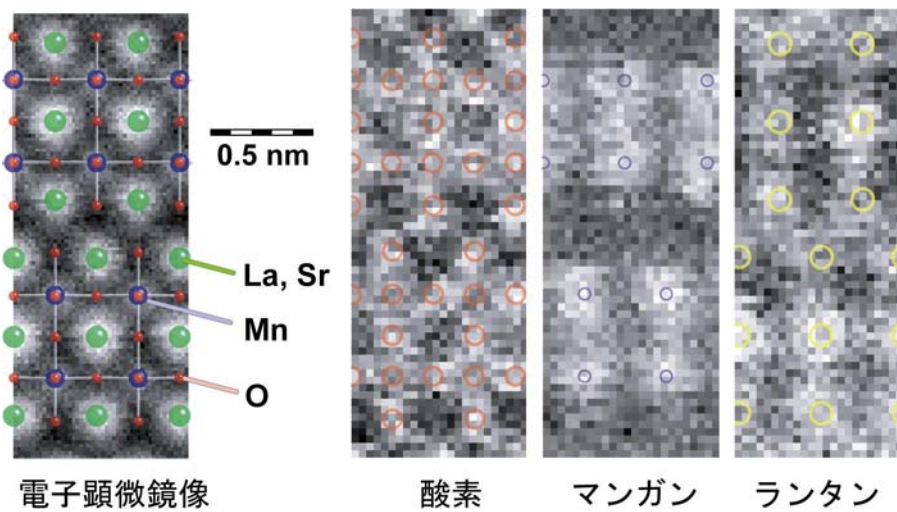


図3 電子顕微鏡像と元素マッピング像

走査透過電子顕微鏡を用いた画像（環状暗視野像）では原子の位置が明るく観察されるが、元素の種類までは識別できない。本研究により、酸素や金属元素のマンガン、ランタンなどの原子列をそれぞれ直接識別できる。