

同時発表：

筑波研究学園都市記者会（資料配布）

文部科学記者会（資料配布）

科学記者会（資料配布）



隠れた物性情報を引き出す新しい電子顕微鏡技術の開発

～二次電子を電子源として使う発想の転換と、天文学の手法を応用することで実現～

配布日時：平成29年5月26日14時

解禁日時：平成29年5月26日18時

国立研究開発法人 物質・材料研究機構
学校法人東京理科大学

概要

1. ダ・ボ（物質・材料研究機構 先端材料解析研究拠点および統合型材料開発・情報基盤部門 情報統合型物質・材料研究拠点 研究員）と吉川英樹（同機構 表面化学分析グループ グループリーダー）は、田沼繁夫（同機構 特別研究員）、塚越一仁（同機構 国際ナノアーキテクトニクス研究拠点 主任研究者）、渡辺一之（東京理科大学 教授）、丁澤軍（中国科学技術大学 教授）らを主とする研究グループとの共同研究により、電子ビームを使った顕微鏡において、電子のエネルギーがゼロに近い領域から高エネルギーまでの広いエネルギー範囲でナノ薄膜を一度に計測する新発想の汎用の分光顕微鏡技術^(注1)を開発し、その有効性を実証しました。
2. 単色入射電子ビーム^(注2)のエネルギーを変化させ電子光学系を再調整しながら電子顕微鏡像を計測する手間のかかる従来の方法ではなく、基板物質内で生成した広いエネルギー分布を持つ二次電子^(注3)を仮想の白色電子源^(注2)としてナノ薄膜を観察する発想を転換した新手法を開発しました。その実現にあたって、二次電子に含まれるバックグラウンド信号を完全に除去する必要があり、そのために天文学で望遠鏡の微弱信号の精密検知に利用されていた4点計測法を発展させてナノ薄膜に適用しました。それによりグラフエン^(注4)の電子透過率^(注5)をゼロに近い領域から600電子ボルトまでの広い範囲で一度に計測し、その実測値が理論値と良く一致することを確認しました。二次電子の信号に隠れていたナノ薄膜の電子透過率と言う物性情報を引き出すことは、今回初めて報告されました。広いエネルギー範囲の可視光を使った物体の透過率特性は物体の”色”を意味していますので、広いエネルギー範囲で電子の透過率を求めることは、電子と言う微小な”目”を使ってナノ薄膜の局所的な”色”を見ていることに相当します。通常は存在の検知すら難しいナノ薄膜を短時間に特定部位を狙って”色”などの品質を識別する技術の開発は、大面積で品質の均一性を確保するのが難しい新規のナノ薄膜の研究にとって重要です。
3. 本研究は、科学技術振興機構（JST）のイノベーションハブ構築支援事業の「情報統合型物質・材料開発イニシアティブ（MI2I）」、東京大学物性研ならびに自然科学研究機構共通研究施設での計算機施設利用の一環、および、文部科学省科学研究費補助金新学術領域研究「原子層科学」（No.JP25107004）、科研費（No. JP25400409）、National Natural Science Foundation of China（Nos. 11274288 and 11574289）の補助をうけて行われました。
4. 本研究成果は、現地時間2017年5月26日10時（日本時間5月26日18時）にNature Communications誌にてオンライン掲載されます。

研究の背景

物質を観察するのに光を使った場合、検出する光のエネルギー（光の色とも言う）によって物質の見え方が大きく異なることは良く知られています。電子を使って物質を観察する場合も、電子のエネルギーによって物質の見え方が大きく異なります。そのため物質を詳細に理解するためには、研究者は光や電子のエネルギーを変えながら物質の見え方の変化を観察します。これが分光法と言われる技術で、これに顕微鏡の機能が加わったものを分光顕微鏡と言います。電子を使った分光顕微鏡で、物質に入射する電子のエネルギーを広いダイナミックレンジで迅速かつ連続的に変化させることは技術的に容易でなく、特に物質内の電子状態に敏感な数十電子ボルト以下の低エネルギー域も含む広いダイナミックレンジでの分光顕微鏡は実用化が困難でした。

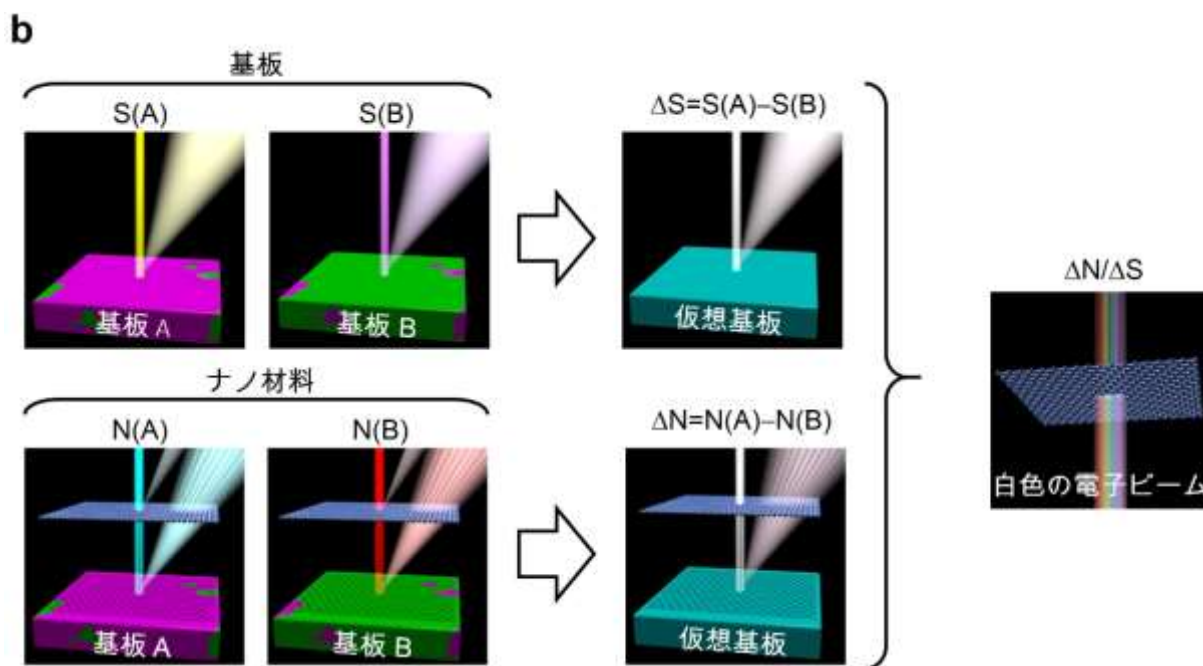
研究の内容と成果

今回、研究チームは、上記の課題を解決するため、特定のエネルギーを持つ単色の入射電子ビームを基板物質に照射した際に生じる二次電子と呼ばれる広いエネルギー分布を持つ電子を（種々のエネルギーの電子が混じった）白色の電子ビーム源として分光顕微鏡に利用する発想の転換を行いました。その結果、汎用の分光顕微鏡を使って、測定モードの工夫とそのデータの数理統計処理だけで広いダイナミックレンジを一度に計測する分光顕微鏡を実現することに成功しました。実際に単原子層や二原子層のグラフェンに適用し、その電子透過率をゼロから600電子ボルトまでの広いダイナミックレンジで計測し、その実測値が理論値と良く一致することを確認しました（下図c）。広いエネルギー（波長）範囲の可視光を使った物体の透過率特性は物体の”色”を意味していますので、広いエネルギー範囲で電子の透過率を求めることは、電子と言う”目”を使ってナノ薄膜の”色”を見ていることに相当します。

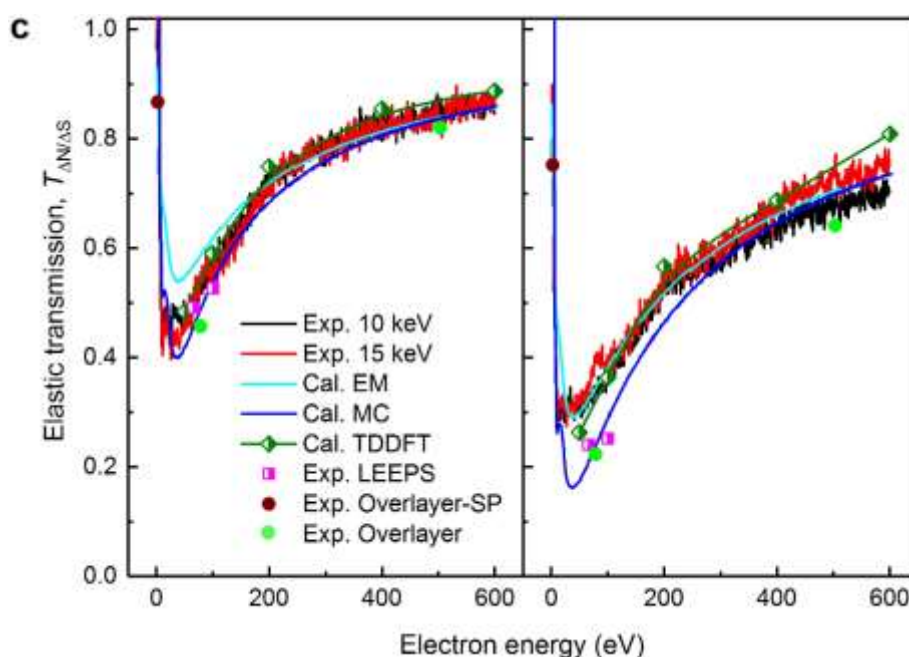
この技術を実現する際に障害となったのは、基板上のグラフェンについて単色電子ビームによって直接励起されたグラフェンからの電子や装置由来のバックグラウンドの電子を除去し、白色の電子ビームで計測したグラフェンの微弱信号だけを精密に検出することでした。そのために天文学で望遠鏡自体に由来するバックグラウンドや観察時の空気のゆらぎの影響を除去して微弱な星の信号を精密に得るために開発された4点計測法（chop-nod法）（イメージ図：下図a）を拡張して適用しました。天文学における方法は、観察対象の星とその周辺部の2点の信号の変化分だけを計測する一般的な方法に対して、望遠鏡の角度を僅かにずらして同じ対象を測定した2点の信号を加えた合計4点の信号変化を計測し演算を行うものです。この手法をナノスペースの観察の顕微分光法に適用し、多結晶金の基板上的グラフェンについて4点セットの二次電子の信号変化を多数セット測定し（下図b）統計処理を施すことで、単原子層の電子透過率という微弱信号を定量的に再現性良く求めることが可能となりました。



図 (a) 天文学で望遠鏡の装置に由来するバックグラウンドや観察時の空気のゆらぎの影響を除去して微弱な星の信号を精密に得るために開発された4点計測法（chop-nod法）をナノスペースの顕微鏡に応用したイメージ図。雲に見立てた（色分けした）複数領域に分かれた基板上にあるナノ物質を明瞭に観察するイメージ。



図(b) 分光顕微鏡における4点計測法の原理の説明図。単色の入射電子ビームが4つの異なるパターン(金基板の2つの結晶方位の領域の上にナノ材料が存在する場合としない場合の計4パターン)の試料領域に照射され、各領域から放出された白色の二次電子の強度を演算することで、白色の電子ビームがナノ材料を透過する物理環境が仮想的に実現できることを示している。



図(c) 0~600電子ボルトのエネルギー範囲における単原子層グラフェン(左図)と二原子層グラフェン(右図)の電子透過率。図中で、赤と黒の実線は今回の新手法で求めた実験値で、離散点は従来の実測値、他の色の滑らかな実線は複数のモデルでの理論計算値を示している。

今後の展開

本手法では、電子顕微鏡像内の4点を1セットとする4点計測法を拡張し、十分なS/N比と精度の高いデータが得られるまで多セットの計測をしています。これは、産業界で多用されている走査電子顕微鏡において、顕微鏡像における多数のピクセルの信号情報に数理統計処理を行うことで、汎用装置の改造の必要なく隠れた微弱信号の情報を定量的に抽出する手法であると言えます。その技術的な簡便さから、走査電子顕微鏡のさらなる産業利用に展開できると期待されます。また、本研究は、顕微鏡の視野の全ピクセルの種々の信号情報間の演算の組み合わせ方を探り最適化することで狙いとする物性情報に辿り着くマテリアルズ・インフォマティクス (MI) の考え方につながりますので、顕微分光技術とMI技術の融合という面での新しい展開も期待できます。

掲載論文

題目：Virtual substrate method for nanomaterials characterization

著者：Bo Da, Jiangwei Liu, Mahito Yamamoto, Yoshihiro Ueda, Kazuyuki Watanabe, Nguyen Thanh Cuong, Songlin Li, Kazuhito Tsukagoshi, Hideki Yoshikawa, Hideo Iwai, Shigeo Tanuma, Hongxuan Guo, Zhaoshun Gao, Xia Sun, and Zejun Ding

雑誌：Nature Communications

掲載日時：英国時間2017年5月26日10時（日本時間26日18時）

用語解説

(注1) 分光顕微鏡

信号のエネルギー（光の分野では色と言うことが多い）を識別しつつ、空間のイメージングを行う手法。

(注2) 単色の電子ビームと白色の電子ビーム

光の分野では、特定のエネルギーを持つ光を単色光、多数のエネルギーの光が混じったものを白色光と言います。この表現を電子でも使い、特定のエネルギーを持つ電子を単色の、多数のエネルギーをもつ電子を白色の電子と表現しています。

(注3) 二次電子

試料に照射する電子を一次電子と呼ぶのに対比して、その一次電子によって試料内で発生した広いエネルギー分布を持つ電子を二次電子と呼びます。

(注4) グラフェン

炭素のハチの巣状の結晶構造を持つ原子一層から成るシートをグラフェンと言います。厳密には炭素原子一層のシートのことを指しますが、原子数層のシートも関連物質としてグラフェンと言う場合もあります。

(注5) 電子透過率

あるエネルギーを持つ電子が薄膜を透過する際に入射した電子に対する透過した電子の割合。

本件に関するお問い合わせ先

（研究内容に関すること）

国立研究開発法人 物質・材料研究機構 先端材料解析研究拠点 表面化学分析グループ
グループリーダー 吉川英樹（よしかわひでき）

E-mail: YOSHIKAWA.Hideki@nims.go.jp

TEL: 029-859-2451

東京理科大学 理学部第一部 物理学科
教授 渡辺一之
〒162-8601 東京都新宿区神楽坂 1-3
東京理科大学 神楽坂校舎 1号館 8階
E-mail: kazuyuki@rs.kagu.tus.ac.jp

(報道・広報に関すること)

国立研究開発法人 物質・材料研究機構 経営企画部門 広報室
〒305-0047 茨城県つくば市千現 1-2-1
TEL: 029-859-2026, FAX: 029-859-2017
E-mail: pressrelease@ml.nims.go.jp

東京理科大学 広報部 広報課
〒162-8601 東京都新宿区神楽坂 1-3
小原正之 / 三宅雅晴
TEL: 03-5228-8107