

電子顕微鏡と機械学習で2次元原子層材料の微細構造を高精度に解析

～単層 MoS₂ 膜のツイストと極性をナノレベルで丸ごと可視化～

NIMS を中心とする研究チームは、走査透過電子顕微鏡と機械学習とを融合した新手法で、次世代電子デバイス材料として注目される二硫化モリブデン (MoS₂) 単層膜の微細な「ツイスト (微小回転)」や「極性」をナノメートル単位で広範囲・高精度に可視化することに世界で初めて成功しました。この研究成果は、8月6日に Small Methods 誌にて掲載されました。

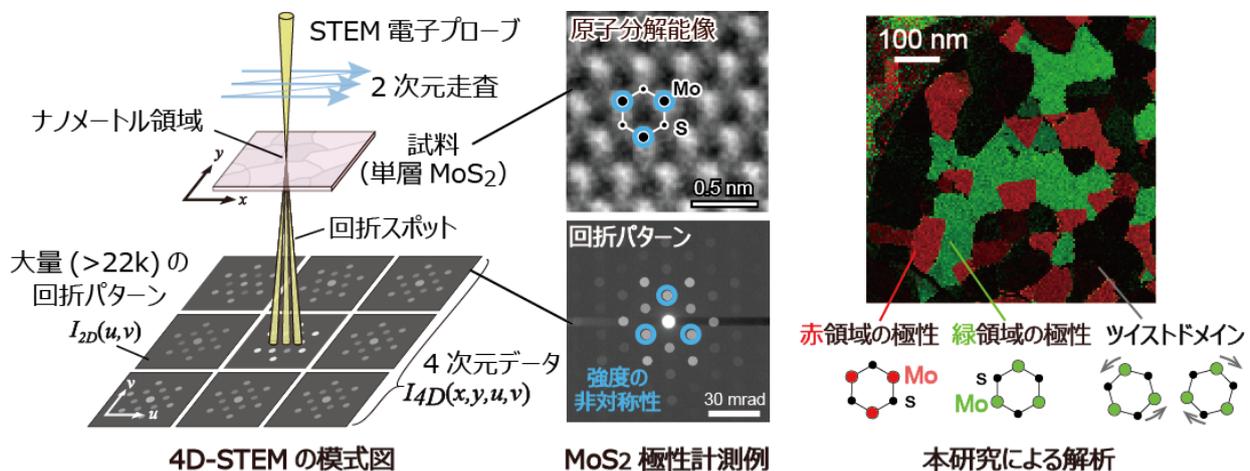
研究成果の概要

■ 従来の課題

二硫化モリブデン (MoS₂) は数原子層からなる新素材で優れた半導体特性を持ち、次世代電子デバイスの材料として世界的に注目されています。その材料の性能は、ナノメートルレベルで微小に回転 (ツイスト) した領域の有無や極性 (原子配列の方向) などの微細構造に左右されます。従来技術ではその微細構造を高精度かつ広範囲に評価することが難しく、理想的な材料設計や製造工程の調整が手探り状態でした。今後の革新的な材料開発やデバイス応用を加速させるためには、こうしたツイストや極性をナノレベルで解析できる新しい分析技術が不可欠です。

■ 成果のポイント

今回、研究チームは、最新の走査透過電子顕微鏡法 (4D-STEM) により大量の回折パターンと機械学習とを組み合わせ、ナノ領域で単層 MoS₂ のツイストと極性を解析できる手法を開発しました。実際に、半導体プロセスにも使われる成長法で作製した単層 MoS₂ 薄膜から2万点以上の回折パターンを収集し、教師なし機械学習と組み合わせ、従来見分けが難しかった結晶のツイストと極性を、ナノメートルレベルの分解能で可視化することに初めて成功しました。この成果により、どのような条件でどのような微細構造になるのか、あるいはどの領域が性能劣化をもたらすかなどを定量的に把握できるため、最適な成長プロセスの実現や不具合の原因究明がスムーズに進み、次世代の高性能電子デバイス開発に大きく貢献することが期待されます。



図：4D-STEMと呼ばれる計測法の模式図 (xy座標は位置情報、uv座標は回折パターン情報を表している) と MoS₂ の原子配列観察例、および本研究により一つのツイストドメインの極性を赤と緑で色分けした解析結果

■ 将来展望

今回開発した計測手法は、二次元材料のみならずさまざまな複合材料の評価に適用することが可能であり、材料科学やデバイス開発を加速させることができます。さらに、電子顕微鏡装置の高性能化やデータ解析アルゴリズムの最適化、特に先端計測手法の知識を機械学習と組み合わせることで、より高度な材料評価が可能となり、産業界や学術分野において幅広い応用展開が見込まれます。NIMS では、先端計測と情報科学とを組み合わせ、先端計測インフォマティクスの研究開発と、その材料応用に引き続き取り組んでいきます。

■ その他

- 本研究は、NIMS マテリアル基盤研究センター電子顕微鏡グループの木本浩司センター長、原野幸治主幹研究員、吉川純主幹研究員、Ovidiu Cretu（オヴィヂュ・クレツ）主任研究員、半導体エピタキシャル構造グループ佐久間芳樹特別研究員、電子顕微鏡ユニット上杉文彦主幹エンジニア、北陸先端科学技術大学院大学（JAIST）大島義文教授、麻生浩平講師、および東京エレクトロンテクノロジーソリューションズ（TEL TS）松本貴士グループリーダーからなるチームにより実施されました。
- 本研究は、学術変革領域研究（A）超セラミックス（JP22H05145）、メゾヒエラルキーの物質科学（JP23H04874）、ナノ物質を用いた半導体デバイス構造の活用基盤技術（JPMJCR24A3）、および科学研究費補助金（JP20H02624, JP24K08253, JP17H03241）の一部として行われました。
- 本研究成果は、2025年8月6日に Small Methods のオンライン版にて掲載されました。

研究の背景

MoS₂をはじめとする遷移金属ダイカルコゲナイド材料群は、原子数層からなる二次元構造を取ることができ、その柔軟な構造や優れた電氣的・光学的特性から、次世代エレクトロニクスなどさまざまな分野で注目を集めています。しかし、二次元材料固有の優れた特性を活用・制御するためには、広範囲でかつナノレベルで結晶欠陥などの微細構造評価が不可欠です。特にツイスト結晶ドメインや極性の反転により、二次元材料固有の優れた特性が劣化する可能性があります。従来の電子顕微鏡技術では、広範囲かつ高分解能で薄膜の微細構造を解明することに限界がありました。本研究は、最先端の4D-STEM技術^[1]と教師なし機械学習^[2]を組み合わせることで、新規の構造解析手法を確立し、材料科学やデバイス開発への新しい道を切り拓くことを目的としています。

研究内容と成果

本研究では、NIMSを中心とした研究チームが、単層 MoS₂ 薄膜を対象に、わずかに回転（ツイスト）した微小な結晶ドメイン構造を高精度で解析するための新しい計測手法を開発しました。NIMSの佐久間らは、TEL TSの松本グループリーダーと協力し、半導体プロセスにも用いられる有機金属気相成長法（MOCVD）^[3]によって単層 MoS₂ 薄膜をサファイア基板上に合成しました。NIMSの木本らは、JAISTの大島教授らと協力し、4D-STEMにより大量（2万点以上）の回折パターンをナノメートルの空間分解能で取得しました。得られた膨大な回折パターンデータ（4.6 GB）を、教師なし機械学習^[2]の一種である非負値行列因子分解^[4]や階層的クラスタリング^[5]で解析しました。回折強度を電子数に変換して量子ノイズを推定し、MoS₂ 単層膜の極性と回折パターンをシミュレーションと実験で確認しました。フリーデル則^[6]のやぶれによる回折パターンの非中心対称性からツイストドメインの極性を可視化することに成功しました。データの計測および解析は、電子顕微鏡用ソフトウェア DigitalMicrograph（Gatan Inc.）を用い、そのうえで動作するpythonライブラリ（NumPy, Scikit-learn ほか）を使うとともに、独自のスクリプトを開発しました。独自に開発したソフトウェアの一部は、ホームページ等でも公開しています（<https://www.nims.go.jp/AEMG/DMindex.html>）。

4D-STEMと教師なし機械学習との連携は強力です。試料上の位置と回折パターンによる原子配列情報を同時にとらえることができ、これまで解析を困難にしていた試料の湾曲などの影響も、クラスタリングなどにより解析することができます。この手法によ

り、従来の電子顕微鏡技術では困難だった結晶成長の様子や欠陥の全体分布を、広範囲にわたって可視化することが可能になりました。教師なし機械学習により、未知の材料も客観的に特徴抽出することが可能です。

今後の展開

今回開発した電子顕微鏡データと機械学習を組み合わせた構造解析手法は、MoS₂ などの2次元材料だけでなく、さまざまな多彩な材料に適用できます。高精度かつ広範囲に評価できるため、スケーラビリティや均一性が求められる各種デバイス用材料の開発にも適用が可能です。材料プロセス開発の観点からも、最適な成長条件の探索や製造プロセスの最適化も効率的に進められることから、社会や産業への波及効果が期待されます。

■掲載論文

題目	Unveiling Twist Domains in Monolayer MoS ₂ Through 4D-STEM and Unsupervised Machine Learning
著者	Koji Kimoto, Ovidiu Cretu, Koji Harano, Fumihiko Uesugi, Jun Kikkawa, Kohei Aso, Yoshifumi Oshima, Takashi Matsumoto, and Yoshiki Sakuma
雑誌	Small Methods
DOI	10.1002/smt.202501065
掲載日	2025年8月6日

■用語解説

- [1] 4D-STEM** : 走査透過電子顕微鏡法 (Scanning Transmission Electron Microscopy, STEM) を用いて、電子線を2次元で走査しながら回折パターンを2次元検出器で撮影し、4次元 (4D) データを取得する方法。
- [2] 教師なし機械学習** : 機械学習の技術において、教師データ (正解ラベル) を使わずに、大量のデータから特徴や傾向を自動的に抽出する方法。主な手法には、データ構造を簡略化する「次元削減」や、似たデータ同士をグループ分けする「クラスタリング」などがあります。
- [3] 有機金属気相成長法 (Metal Organic Chemical Vapor Deposition, MOCVD)** : 有機金属化合物ガスを用いて過熱した基板に製膜させる結晶成長手法。大面積化が可能で、先端研究だけでなくさまざまな実用デバイスの製膜法としても用いられています。
- [4] 非負値行列因子分解 (Nonnegative Matrix Factorization, NMF)** : 教師なし機械学習による次元削減の手法の一つ。実験データ行列を、低ランクの非負値の2つの行列の積で近似的に表す手法。次元削減の手法として良く用いられる主成分分析 (Principal Component Analysis, PCA) と異なり、NMFでは解析結果に負値を含まないため、実験データとして解釈できる手法です。
- [5] 階層型クラスタリング (Hierarchical Clustering)** : データを似ているもの同士でグループ分けしていく機械学習の手法。最初はすべてのデータを個別のグループとして扱い、似ているグループ同士を順番にまとめていきます。この過程を繰り返すことで、木の枝のような階層構造ができ、データの関係性や特徴の共通点が視覚的にわかりやすくなります。
- [6] フリーデル則 (Friedel's law)** : 回折結晶学において、回折強度が対称性を示す法則。一般的なX線回折では成り立つ法則ですが、電子回折では電子と物質との相互作用が大きいいため、フリーデル則が成り立たなくなり、結晶の極性判定に利用できます。

本件に関するお問い合わせ先

研究内容について	NIMS マテリアル基盤研究センター センター長 木本 浩司 (きもと こうじ) E-mail: KIMOTO.Koji@nims.go.jp TEL: 029-860-4402 URL: https://www.nims.go.jp/AEMG/research_J.html https://www.nims.go.jp/AEMG/KMT/KMT_Research.html
報道・広報について	NIMS 国際・広報部門 広報室 〒305-0047 茨城県つくば市千現 1-2-1 E-mail: pressrelease@ml.nims.go.jp TEL: 029-859-2026, FAX: 029-859-2017

NIMS とは？

NIMS（ニムス）は、国内で唯一、物質・材料科学の研究に特化した国立研究開発法人です。世界を構成する様々な「物質」。その中で私たちの生活を支えているのが「材料」です。その材料も、大きくは有機・高分子材料、無機材料に分類でき、無機材料はさらに金属材料とセラミックス材料とに分けられます。石器時代から産業革命を経て現代まで、人類の発展はこの材料の進歩とともにありましたが、近年では、地球規模の環境や資源問題の解決手段のひとつとしても注目が高まっています。NIMS はその物質・材料に関する研究に特化した国立研究開発法人として、「材料で、世界を変える」をテーマに、未来を拓く物質・材料の研究に日々取り組んでいます。

【NIMS を掴む参考ページ】

NIMS はこんな研究所！ <https://www.nims.go.jp/nims/introduction.html>

NIMS ビジョン <https://www.nims.go.jp/nims/profile.html#vision>