

超高圧電子顕微鏡を用いた電子線ホログラフィーの 高分解能化・高感度化に関する研究

明石, 哲也

<https://doi.org/10.15017/2534407>

出版情報 : Kyushu University, 2019, 博士 (工学), 課程博士
バージョン :
権利関係 :

氏 名 : 明石 哲也

論 文 名 : 超高压電子顕微鏡を用いた電子線ホログラフィーの高分解能化・高感度化
に関する研究

区 分 : 甲

論 文 内 容 の 要 旨

電子線ホログラフィーは、プローブ電子の位相情報の解析を通して、物質の電場や磁場を微視的に計測できる電子顕微鏡法の一つである。2000 年以降、加速電圧が 1 MV を越える超高压電子顕微鏡にホログラフィーの機能を組み込む研究が進められている。この“超高压ホログラフィー電子顕微鏡”に寄せられる期待は、様々な物質材料が示す電磁場と結晶構造に対する複合的、かつ原子スケールでの解析である。しかし実際の動作環境では、機械的振動や加速電圧の揺らぎなど様々な外的要因により、電子波長とレンズ性能から決定される理論分解能の実現が妨げられていた。さらに超高压ホログラフィー電子顕微鏡に対しては、上記の外的要因の効果や到達可能な性能数値を調べる要素技術自体が確立されておらず、機器としての性能評価を十分に行うことができなかった。

本研究では、1 MV および 1.2 MV ホログラフィー電子顕微鏡に対する性能評価をもとに、これらの大型装置で達成し得る分解能・感度に関わる性能数値を初めて実測により明らかにし、原子分解能での電磁場解析に関わる技術基盤を確立することを目的とした。まず、超高压電子顕微鏡の性能に影響を及ぼす種々の外的因子を特定し、その抑制を通して装置機能の安定化を図った。続いて、分解能や電子干渉性などの基本性能に対する精緻な評価技術を開発し、同装置で達成可能な性能数値を決定した。さらに、超高压ホログラフィー電子顕微鏡で利用可能な電子線バイプリズム機構を作製し、原子分解能での電磁場解析に関わる基盤技術を構築した。

第 1 章では、本研究の背景と目的について述べた。

第 2 章では、先行開発された 1 MV ホログラフィー電子顕微鏡を用いて、分解能に及ぼす機械的振動の影響を評価した結果について述べた。加速度センサを用いた解析により真空排気装置やレンズ冷却水を振動発生源と特定したうえで、排気・冷却システムの再設計によって振動の抑制を試みた。この振動抑制の効果を正確に評価するため、光軸対称なブラッグ反射のみを使った結晶格子像を取得し、他の外的要因である加速電圧揺らぎ（光学的な色収差）の影響を抑えた。解析の結果、従来環境では識別可能な結晶格子縞の最小間隔が 49.8 pm に留まっていたのに対し、振動抑制後は 19.6 pm にまで改善されることを明らかにした。

第 3 章では、加速電圧揺らぎの掌握とその抑制について述べた。調査の結果、1 MV ホログラフィー電子顕微鏡の加速電圧揺らぎとして、1 Hz オーダーのドリフト成分（熱変動に由来する成分）や、10 Hz から 1 kHz オーダーにわたるリップル成分が観測された。これらの加速電圧揺らぎを抑制するために、電源構成部材に対する断熱の対策や、商用周波数補正技術の導入とフィルター回路の最適化を施した。その結果、加速電圧ドリフトは $0.5 \times 10^{-6}/\text{min}$ から $0.28 \times 10^{-6}/\text{min}$ にまで低減されたほか、リップル成分についても当初数値の 19.8 % に相当する 84.7 mV にまで値が改善した。

第 4 章では、前章までに述べた振動や加速電圧揺らぎの抑制によって達成される情報伝達性能、

即ち電子顕微鏡像に反映される結晶構造情報の限度について言及した。フーリエ空間で定義される情報伝達性能については、アモルファス薄膜の観察に基づく従来の解析手法に代えて、より広範な周波数帯の評価が可能な結晶性試料を用いる解析手法を提唱した。ここでは色収差効果を含む結晶格子像を取得し、装置に僅かな加速電圧揺らぎが残る状況で実現し得る情報伝達性能を評価した。その結果 1 MV ホログラフィー電子顕微鏡では、色収差の影響を受ける一般的な結晶格子像においても、 25.5 nm^{-1} (39.2 pm の格子縞に相当) に至る構造情報が像に反映されることが示された。

第 5 章では、開発した要素技術を最新鋭の 1.2 MV ホログラフィー電子顕微鏡に展開するとともに、同装置における電子干渉性に影響を及ぼすビーム偏向ノイズの測定とその抑制について述べた。リサージュ図形に基づく波形解析により、ビーム偏向ノイズの発生源の特定とその抑制を試みた。さらに金属板の円形孔に生じるフレネル縞の解析をもとに、電磁場解析の感度を決定する重要因子である電子ビーム開き角（電子の可干渉距離に関わる値）を計測した。その結果、 $8 \times 10^{-9} \text{ rad}$ という開き角に関わる世界最高性能の獲得が実証された。

第 6 章では、超高圧ホログラフィー電子顕微鏡に導入するバイプリズムの開発について述べた。干渉縞のピッチと本数を独立に制御できる“ダブル電子線バイプリズム”の光学系を導入するとともに、原子分解能での電磁場解析を実現するためにバイプリズムの機械的振動やドリフトを数十 nm 程度にまで抑制した。本設備の機能評価を行ったところ、一例として取り上げた Au ナノ粒子の静電ポテンシャル分布を、原子スケールで明瞭に観測できることが実証された。

第 7 章では、本論文を総括するとともに、今後の展望を記した。