

研究課題別事後評価結果

1. 研究課題名：0.5 Å分解能物質解析電子顕微鏡基盤技術の研究

2. 研究代表者名及び主たる研究参加者名(研究機関名・職名は研究参加期間終了時点)：

研究代表者

高柳 邦夫（東京工業大学大学院理工学研究科 教授）

主たる共同研究者

谷城 康眞（東京工業大学大学院理工学研究科 助教）

大島 義文（東京工業大学大学院理工学研究科 助教）

近藤 行人（日本電子(株)電子光学機器本部 EMG ユニット長）

金山 俊克（日本電子(株)電子光学機器本部 EMG チームリーダー）

3. 研究実施概要

3-1. 研究実施の概要

背景

欧米で 1950 年代から続けられていた球面収差補正の研究が最近急速に進歩して実用化技術にまで進んだ。この基礎技術をもと、球面収差補正装置を一手に製造していたドイツのベンチャー企業が、加速電圧 300kV の電子顕微鏡用の球面収差補正装置を米国の FEI 社に独占的に供給する契約を結んだ。その結果、フラッグシップである 300kV の日本の電子顕微鏡のシェアは FEI 社に独占され、最先端の研究を行っている世界の研究機関はこぞって FEI 社の電子顕微鏡の購入に走り、日本企業の衰退は目に余るものがあった。さらに、欧米においては、色収差補正を含む高分解能収差補正電子顕微鏡の開発と先端研究拠点づくりを目指す国家レベルの大型プロジェクトが立ち上がった。

一方、わが国においては、球面収差補正技術は海外から購入すればよいとの安易な方向に流れ、その開発を怠ってきた。その結果、わが国には球面収差補正の国産技術がなく、物質解析に資する電子顕微鏡の開発ができていなかった。そのつけが上記のような深刻な結果を招いた。このような状況を深く反省し、日本の国際的競争力を緊急に回復するために球面収差補正の国産技術を開発し、あわせて世界最高の性能を持つ 300kV 電子顕微鏡を開発し、日本のメーカーがシェアの失地回復ができるようにしようというのが本プロジェクトの目的である。なお、これも喫緊の課題である色収差補正技術の開発については、本領域の末永プロジェクトとして、本プロジェクトの成果を最大限生かして、進行中である。

研究の実施概要

「0.5 Å分解能物質解析電子顕微鏡の基盤技術の研究」について、物質構造の解析に資する研究基盤として、国産の球面収差補正技術ならびに 0.05nm 以下の分解能をもつ高分解能電子顕微鏡の開発を目的として、以下の課題を実施した。

① 0.05nm分解能物質解析電子顕微鏡(R005)の開発

国産球面収差補正技術の獲得のため、異なる強さと形状をもつ非対称型の12 極子収差補正装置を開発し、300kV 電子顕微鏡装置開発を進めた。分解能とその場観察を両立できる高性能ワイドギャップの対物レンズを開発した。

② 安定な冷陰極電界放射電子銃の開発

0.05nm 分解能で物質解析・分析を進めるために不可欠な、安定で明るい新型冷陰極電界放射電子銃の開発を実施した。

③ 自動収差補正装置と収差計測、自動補正システムの開発

従来の STEM 装置の球面収差補正外国特許であったが、新たな補正原理に基づいた SRAM (Segmental-Ronchigram-Autocorrelation-Function Matrix)を開発し、収差自動補正システムを構築した。

④ ナノスペーススラボ技術の構築

その場観察(ガス導入、加熱、冷却)に不可欠な高解像度・高 S/N カメラを開発した。

- ⑤ 0.05nm 分解能の検証と 0.05nm 分解能による物質現象の観察
半導体結晶の STEM 観察を行い、分解能の検証を行った。半導体ドーパント、グラフェン膜構造、金触媒などで物質解析を実施し、単原子やリチウム含物質の観察を実施した。
- ⑥ 連携研究の推進
国内外の研究者に対し、R005 装置の有効な連携使用を図った。

3-2. 得られた研究成果

- (a)開発した電子顕微鏡(R005 顕微鏡)の分解能 0.047nm が実証され、世界最高分解能を達成した。
- (b)収差を空間周波数 0.05nm 相当までゼロに補正できる非対称型 12 極子球面収差補正(特許)技術の開発に成功し、レンズ収差補正の基盤技術を確立した。
- (c) 電子銃近傍の局所の真空度の改善という根本問題を解決し、8 時間(1 日のワーキングアワーに相当)安定に一定電流を供給できる新型冷陰極型電界放射電子銃(CFEG)を開発した。この開発は市販 CFEG に革新的変化を与えた(特許)。
- (d)STEM 装置での新たな収差補正原理に基づいた収差補正法 SRAM (Segmental-Ronchigram-Autocorrelation-Function Matrix)を開発し、収差自動補正システムを構築した(特許)。
- (e)半導体結晶の STEM 観察を行い、GaN 結晶を用いて 0.063nm の分解能を得た。次に、ゲルマニウム結晶の 0.047nm 離れた原子列の分離が観察できたことから、0.05nm 分解能の達成を確認した。0.05nm 分解能の性能を生かして、軽元素単原子の観察では、シリコン基板中のヒ素ドーパントを個別検出、グラフェン膜の欠陥構造、金チタニア触媒界面の酸素原子欠損の検出に成功した。また、バナジウム酸リチウムでのリチウム原子カラムの観察に成功した。

本研究で開発した球面収差補正装置、新型冷陰極型電界放射電子銃、収差補正システム(SRAM)をはじめ、これらを搭載する電子顕微鏡が実用化される見通しである。

4. 事後評価結果

4-1. 研究の達成状況及び得られた研究成果(論文・口頭発表等の外部発表、特許の取得状況等を含む)

- ① 原著論文発表(欧文誌 15 件、和文誌 7 件)、その他の著作物(総説など)18 件
- ② 学会招待講演(国際会議 34 件、国内会議 45 件)
- ③ 学会口頭発表(国際会議 43 件、国内会議 123 件)、ポスター発表(国際会議 37 件、国内会議 53 件)
- ④ 特許出願(海外 7 件、国内 8 件)
- ⑤ 受賞 1 件、新聞報道 2 件

原著論文数は、材料科学分野の研究と比べれば少ないが、機器開発のプロジェクトとしては十分なものであろう。学会招待講演、学会発表等は十分な数があり、成果は内外に十分発信できたと考えられる。特許出願の数も研究の高さを表している。あえて難を言えば、原著論文がもう少し高いインパクトファクターの雑誌に投稿されていれば一層よかった。

4-2. 研究成果の科学技術や社会へのインパクト、戦略目標への貢献

電子顕微鏡の分野では研究者とメーカーとが密接に連携している分野である。研究者の発想が学会等で発表されると、即メーカーの技術者が情報をキャッチし、世の中のニーズがあれば短時間のうちに市販の電子顕微鏡に反映される。そして、電子顕微鏡の売り上げに跳ね返ってくる。

今回の高柳チームの研究は、球面収差補正技術の開発で日本が不覚をとったことへの反省に立って、産官学の連携によって国産の球面収差補正技術を開拓し、合わせて高性能で実用に耐える冷陰極電界放出型電子銃を開発し、加速電圧 300kV の世界最高性能の電子顕微鏡を開発しようとしたものであった。

今回の研究開発で世界最高の分解能が得られたことから、戦略目標は十分達成され、日本の電子顕微鏡分野での基礎科学的な力および技術的な力を再び内外に示すことができた。この成果は、すでに日本電子製の 200kV の顕微鏡にも反映されており、さらに 300kV の電子顕微鏡の製造へとつながっていくであろう。電子顕微鏡というナノテクノロジーには不可欠な分析機器において、世界最高の技術を生み出したことは、科学技術の

世界のみならず社会的にも大きなインパクトと十分な貢献があったと判断される。

4-3. 総合的評価

高柳邦夫リーダーの、電顕の0.5 Å空間分解能が達成できることについて、学問的基礎付けのもとに、日本電子(株)の技術者の懸命な努力によって、従来の性能を上回る収差補正装置の開発に成功した。また高柳邦夫氏の真空に対する深い造詣に基づいて、電子銃の一層の超高真空化を図り、長時間にわたる電流安定性を獲得した電子銃の開発に成功した。この成功についても日本電子の技術者の着実な努力が評価される。さらに、日本電子の技術者による新しくしかも使い勝手の良い収差補正法の開発は、実用技術として非常に有用なものである。開発した電子顕微鏡を用いて、3番目に軽い原子であるリチウム原子列の観察に挑戦し、成功したことは特記に値する。今後、早急にこれらの基礎技術を搭載した電子顕微鏡の製品化が強く期待される。