

「物質現象の解明と応用に資する新しい計測・分析基盤技術」

平成 18 年度採択研究代表者

末永 和知

(独) 産業技術総合研究所ナノカーボン研究センターカーボン計測評価チーム  
研究チーム長)

「ソフトマターの分子・原子レベルでの観察を可能にする  
低加速高感度電子顕微鏡開発」

## 1. 研究実施の概要

ナノ材料やバイオ材料の研究開発が加速する中で、電子顕微鏡による構造観察が担う役割は急速に拡大しつつある。生体分子などソフトマターの高倍率観察においては、試料の照射損傷の低減ならびに軽元素の検出感度や時間分解能の向上が、依然として重要課題である。本研究課題では、これまで電子顕微鏡による観察が困難であるとされてきた有機分子などソフトマターの高分解能観察を可能にするために、入射電子線の波長を小さくすることなしに電子顕微鏡の分解能・感度を向上させることを目的とする。そのために洗練された電子光学系を新たに設計し、電子顕微鏡の磁界レンズの球面収差および色収差の低減という独自の手法に基づき、世界をリードする革新的な低損傷・高分解能電顕技術の開発を行う。

## 2. 研究実施内容

H18年度は、本研究課題の中核である電子線の低加速化と球面収差・色収差の同時補正技術開発の第一段階として、既存の電顕装置を利用した予備実験や理論検証を行うとともに、H19年度以降に試作する低加速電顕の各構成要素について仕様検討を行った。

まず予備実験と理論検証により、低加速化がもたらす効果を実験的・理論的に検討を行った。とくに空間分解能や単原子検出感度（散乱断面積）、各種収差（球面および色収差）の影響、試料の照射損傷などに関して実験的にも理論的にも検討をはじめた。予備実験では、既存の120kV級および200kV級の通常型電子顕微鏡を用いて、各種の無機結晶や有機分子の高分解能観察を行った。また本研究期間中に必要となる有機・生体試料の固定法などの探索を始めている。これにより、本研究期間中に完成予定の低加速TEM/STEMを用いた評価実験において比較対照となる基礎データの収集を開始した。また生体分子などソフトマターについて、単分子の高分解能電顕観察用試料作製法や照射損傷の軽減手段なども併せ

て検討を始めた。

試作機的设计・製作においては、H18年度は低加速用冷陰極電子銃（ColdFEG）および高圧電源、球面収差補正装置（Csコレクタ）、色収差補正装置（Ccコレクタ）の3要素の仕様検討を行った。これに加え電子顕微鏡本体も低加速電圧に対応するため多くの設計が必要となる。ColdFEGに関しては安定度、エネルギー広がりなど基本仕様が定まりつつある。Csコレクタについては照射系・結像系のいずれにも装備することを前提に、加速電圧30-60kVでの使用を最終的な目標として検討を開始した。また通常のTEM/STEM用に開発された既存装置を低加速電子線に適用した場合の問題点（安定度など）を精査し、H19年度前期中の仕様決定を目指している。電子銃と電源に関しては、低加速度化に伴い最大の課題となることが予想される安定性の向上への対策を中心に仕様を検討する。15-60 kVの範囲の加速電圧で使用可能な仕様が定まりつつある。Ccコレクタについては、30-60kV級STEMの照射系・結像系への装備を前提として検討し、本年度から理論的検討に着手した。また既存のTEM用およびSEM用の照射系Ccコレクタをもとに、低加速STEMへ適用した場合の問題点を明らかにし、対策を検討する。

広義の低加速透過電子顕微鏡技術法として、高分解能電子顕微鏡法やSTEM暗視野法だけでなく、EELS、エネルギー分散型X線分光法、ホログラフィー、収束電子回折法、などの手法に関して、低加速電圧の利点と欠点を整理した。また本研究課題のひとつの大きな目標である高安定化について、磁場の影響、騒音・振動の除去など基本的な問題の解決法を検討している。

とくに低加速電子専用の検出システム（CCDとシンチレータ）の高感度化に着手した。既存のCCDは加速電圧60kV程度で一電子あたりの発光効率が最大となるが、その分シンチレータ上のにじみも大きい。そこで加速電圧にあわせた最適のシンチレータ、CCDおよびカップリング法の検討を行っている。とくにEELSを用いた元素分析を行う際には、その検出感度と非弾性散乱断面積の関連などを理論的に見積もった。

また有機分子やカーボンナノチューブなどの軽元素物質について、既存の電子顕微鏡などを用いて電子線ダメージの過程を実験的な検討を始めた。とくに試料冷却の効果や弾性散乱と非弾性散乱の相対的な変化などを実験的にも理論的にも明らかになりつつある。

本年度は、予備実験として120kVショットキー銃と球面収差補正を行った電子顕微鏡を用いて、カロテノイド系分子の高分解能観察やフラレン分子の内部構造観察などに成功した（いずれも未発表）。また他のプロジェクトとの共同研究であるが、カーボン単分子鎖（アルキル基）の高分解能観察にも世界で初めて成功し、その論文がサイエンス誌の

速報版に掲載された。

### 3. 研究実施体制

#### (1)「末永」グループ

①研究分担グループ長:末永 和知((独)産業技術総合研究所 研究チーム長)

#### ②研究項目

・低加速高感度電子顕微鏡の開発とソフトマターの分子・原子レベル観察実験への応用

#### (2)「木本」グループ

①研究分担グループ長:木本 浩司((独)物質・材料研究機構 主任研究員)

#### ②研究項目

・低加速高性能電子顕微鏡法の検討と非生物試料観察に向けての基盤技術開発

#### (3)「富田」グループ

①研究分担グループ長:富田 健(日本電子(株) 専任部長)

#### ②研究項目

・冷陰極電解放出形低加速電子銃の開発と球面および色収差同時補正機構の検討

### 4. 研究成果の発表等

#### (1)論文発表(原著論文)

(参考)

○M. Koshino, T. Tanaka, N. Solin, K. Suenaga, H. Isobe and E. Nakamura, “Imaging of single organic molecules in motion”, Science 2007 (in press)

○K. Kimoto et al. “Development of dedicated STEM with high-stability”, J. Electron Microsc. vol 56 (2007) 17-20.