

## 3次元電子顕微鏡の研究開発

### I 試験研究の全体計画

#### 1. 研究の趣旨

現在、我々の周りには環境、エネルギー関連などの諸問題が増大している。一方、真に豊かな生活への要求も強く、これらを実現する社会の構築が強く求められている。この対応のためには科学・技術、なかんずく、高機能材料、先端デバイス等の開発への関心が高まっている。これを実現するためには、本質に迫ることを可能とする先端的計測ツールの知的基盤整備を行うことが、必要となっている。

材料、デバイス等の高性能化、あるいは新しい高機能材料、新デバイスの創出は、原子レベルの微細構造を制御することによって達成される。例えば、耐熱高強度セラミックスや半導体レーザーなどでは、結晶中の欠陥や不純物などの空間分布、元素の結合状態や種類によって特性が決定される。それらの機能、特性などを含めた微細構造評価、新現象の発見には、原子レベルでの3次元観察と高精度な結合状態や元素の分析が必要不可欠である。

このように微細構造の計測技術は、重要であるにも拘わらず、従来の計測技術では内部構造の2次元的な観察しかできないことや、ナノメートル領域の元素結合状態を高精度で測定できないなどの問題があり、新しい装置の実現が必要とされている。

本開発は、このような状況に鑑み、次世代材料、デバイス等の研究において、飛躍的進歩（ブレイク・スルー）を可能とする固体内部構造をサブナノメートルオーダーの分解能で立体観察するとともに、元素の種類と結合状態を分析でき、さらに、科学・技術の広い範囲に波及効果を及ぼす研究支援ツールである「3次元電子顕微鏡」を開発、提供することにある。そのために、以下の研究開発を行う。

まず、第I期において、要素技術の開発と、その評価を行うテストベンチとして、3次元電子顕微鏡の試作機の開発を行ってきた。そのために、1. 3次元電子顕微鏡の装置構成技術に関する研究およびシステムの開発、2. 3次元電子顕微鏡の画像処理技術に関する研究、3. 3次元電子顕微鏡による材料、デバイス構造評価に関する研究、④ 3次元電子顕微鏡の評価技術および標準試料作製技術に関する研究、を行ってきた。これに、引き続き第II期では、これら第I期の評価結果に基づき、さらなる高機能化、適応性向上を図る。そのため、1. 3次元電子顕微鏡システムの確立、2. 3次元電子顕微鏡を用いたエネルギー分析技術の確立、3. 3次元電子顕微鏡を用いた評価技術の確立、4. 3次元構造再構築技術の確立を行う。

#### 2. 研究概要

研究の飛躍的進歩を可能にし、また、波及効果の大きい先端的3次元観察・分析装置を目指して、固体内部構造を0.5nm以下の空間分解能で立体観察するとともに、元素の結合状態と元素の種類をエネルギー分解能0.5eV以下で分析する3次元電子顕微鏡を開発する。そのために、当年度では以下の研究開発を行う。

##### 1. 3次元電子顕微鏡システムの確立

第I期では、新規要素技術の開発を進めるとともに、一方で2次元像を多数撮影して既存技術を活用し、何とか3次元化を試み成果を上げてきたが、その要素技術を第II期において第I期での成果に組み込みシステムの確立を図る。

(1) 3次元電子顕微鏡の高性能・汎用技術に関する研究開発（理化学研究所）

基本的なハードウェアが完成した3次元電子顕微鏡の分解能及び操作性の向上を行うために、電気系、照射系の性能向上、自動化ソフトウェアの搭載などを行う。

(2) 3次元電子顕微鏡の制御自動化アルゴリズムに関する研究開発（工学院大学）

第I期に完了した、焦点合わせや非点収差補正などの電子光学パラメータ自動調整のアルゴリズムを本体の3次元電子顕微鏡に搭載し、自動補正の高速・高精度化を達成する。

(3) 3次元電子顕微鏡用試料加工技術と電子線検出装置の研究開発（株式会社日立製作所）

3次元観察に適した形状を有する試料加工法と観察のための試料ハンドリング技術を研究開発する。また、試料内で散乱された電子の高S/N検出を可能とする電子線検出装置の改良を行う。

##### 2. 3次元電子顕微鏡を用いたエネルギー分析技術の確立

本プロジェクトは、3次元像を得るだけでなく、電子線のエネルギー分析により、試料の構成原子及びその結合状態を同定できるツールを開発することを目指している。第I期では、電子線エネルギー分光計単体の開発を行うと同時に、それを用いたデータ収集法・解析法の研究を行ってきた。第II期では、第I期で開発された3分光計を次元電子顕微鏡本体に搭載し、エネルギー分析技術の確立を図ると同時に観察法の最適化を行う。

(1) エネルギー分析系の高分解能化に関する研究開発（株式会社日立製作所）

高度な結合状態、元素分析に資するため、低収差電子光学系と高安定化電子回路により、試料を透過した電子のエネルギーを高分解能で測定する電子エネルギー分析系に関する研究を行う。

(2) エネルギー分析系におけるデータ収集・解析技術の最適化に関する研究（日本原子力研究所）

3次元電子顕微鏡によるスペクトルデータ計測の実験を行い、マッピングを指向した測定法の効率化を検討する。また、スペクトル構造を利用した簡便なデータ解析を検討する。

3. 3次元電子顕微鏡を用いた評価技術の確立

新たに開発した3次元電子顕微鏡の性能を評価するためには、予め形状が分かっており、かつナノスケールの立体構造を有する標準試料が必要である。ここでは、これらの標準試料を制御性よく作成する技術の開発を目指している。第Ⅰ期では、開発中の3次元電子顕微鏡の性能を正しく評価するために、主に半導体などの無機材料の標準試料作成技術の開発を行った。第Ⅱ期では、プロジェクト終了後の3次元電子顕微鏡の用途を視野に入れ、高分子や生物試料などにも対応した広範囲な評価技術を確立する。

(1) 実試料の3次元観察に関する研究（理化学研究所）

有機、無機、バイオ材料の3次元観察を行う。

(2) 3次元電子顕微鏡の標準試料作製技術に関する研究開発（理化学研究所）

3次元電子顕微鏡の性能を正しく評価するために、ナノスケールの立体構造を持った半導体の標準試料を数種類開発し、それらの試料サイズ、組成、歪などの物性を予め明らかにしておく。

(3) 3次元観察法の最適化に関する研究（名古屋大学）

3次元電子顕微鏡による材料、デバイス構造評価を有効に行うため HAADF - STEM 像の観察法とデータ解析法の研究を行う。

4. 3次元構造再構築技術の確立（理化学研究所）

第Ⅰ期では、電子顕微鏡2次元像から3次元構造を再構築するためのアルゴリズム、及びそれを具現化するソフトウェア、ユーザインターフェースの開発を行ってきた、第Ⅱ期では引続いてそれを使いやすくするためのアルゴリズム、ソフトウェアの開発を行う。

3. 年次計画

研 究 項 目	12 年 度	13 年 度	
1. 3次元電子顕微鏡システムの確立 (1) 3次元電子顕微鏡の高性能・汎用技術に関する研究開発 (2) 3次元電子顕微鏡の制御自動化アルゴリズムに関する研究開発 (3) 3次元電子顕微鏡用試料加工技術と電子線検出装置の研究開発	第Ⅱ期		
	各機能向上・システム自動化	取りまとめ	
	自動化アルゴリズム実機搭載	取りまとめ	
	第Ⅰ期開発内容実機搭載 試料加工技術開発	取りまとめ	
	2. 3次元電子顕微鏡を用いたエネルギー分析技術の確立 (1) エネルギー分析系の高分解能化に関する研究開発 (2) エネルギー分析系におけるデータ収集・解析技術の最適化に関する研究	第Ⅰ期開発内容実機搭載 エネルギー分析装置改良	取りまとめ
		高速化・3次元化	取りまとめ
		3. 3次元電子顕微鏡を用いた評価技術の確立 (1) 実試料の3次元観察に関する研究 (2) 3次元電子顕微鏡の標準試料作製技術に関する研究開発 (3) 3次元観察法の最適化に関する研究	有機及び無機材料の観察
	3次元微細試料の開発		取りまとめ
	3次元実データへの応用		取りまとめ
	処理モジュールのシステム化 3次元データへの応用		取りまとめ
4. 3次元構造再構築技術の確立			
5. 研究運営			
所 要 経 費 ( 合 計 )	249 百万円		

## II 平成12年度における実施体制

研 究 項 目	担 当 機 関	研究担当者
1. 3次元電子顕微鏡システムの確立		
(1) 3次元電子顕微鏡の高性能・汎用技術に関する研究開発	理化学研究所物質基盤研究部 理化学研究所工学基盤研究部基盤技術開発室 理化学研究所工学基盤研究部基盤技術開発室 理化学研究所素形材工学研究室	岩 木 正 哉 新 野 俊 樹 渡 部 秀 山 形 豊
(2) 3次元電子顕微鏡の制御自動化アルゴリズムに関する研究開発	工学院大学電気工学科電子顕微鏡研究室	馬 場 則 男
(3) 3次元電子顕微鏡用試料加工技術と電子線検出装置の研究開発	(株)日立製作所中央研究所先端技術研究部	柿 林 博 司
2. 3次元電子顕微鏡を用いたエネルギー分析技術の確立		
(1) エネルギー分析系の高分解能化に関する研究開発	(株)日立製作所計測器グループ第一設計部	砂子沢 成 人
(2) エネルギー分析系におけるデータ収集・解析技術の最適化に関する研究	日本原子力研究所東海研究所材料研究部固体物理研究室	倉 田 博 基
3. 3次元電子顕微鏡を用いた評価技術の確立		
(1) 実試料の3次元観察に関する研究	理化学研究所物質基盤研究部	岩 木 正 哉
(2) 3次元電子顕微鏡の標準試料作製技術に関する研究開発	理化学研究所半導体工学研究室	青 柳 克 信
(3) 3次元観察法の最適化に関する研究	名古屋大学大学院工学研究科応用物理学専攻	田 中 信 夫
4. 3次元構造再構築技術の確立	理化学研究所工学基盤研究部基盤技術開発室	加 瀬 究
5. 研究運営	理化学研究所物質基盤研究部	岩 木 正 哉

## III 運営委員会

委 員	所 属
○岩 木 正 哉	理化学研究所 物質基盤研究部長
青 柳 克 信	理化学研究所 半導体工学研究室主任研究員
柿 林 博 司	(株)日立製作所 中央研究所先端技術研究部主任研究員
倉 田 博 基	日本原子力研究所 東海研究所材料研究部固体物理研究室副主任研究員
砂子沢 成 人	(株)日立製作所 計測器グループ第一設計部主任技師
田 中 信 夫	名古屋大学 大学院工学研究科応用物理学専攻教授
馬 場 則 男	工学院大学 電気工学科電子顕微鏡研究室教授

(注：○は運営委員長)