

令和 3 年 6 月 7 日現在

機関番号：12608
研究種目：奨励研究
研究期間：2020～2020
課題番号：20H00960
研究課題名 既存装置を活用した散乱電子差分像による新規有機材料評価法の開発

研究代表者

秋本 由佳 (AKIMOTO, Yuka)

東京工業大学・オープンファシリティセンター・技術職員

交付決定額（研究期間全体）：（直接経費） 470,000円

研究成果の概要：軽元素で構成される有機材料を電子顕微鏡で評価する場合、像コントラストがつかず電子染色をすることが多いが、染色による構造変化が懸念される。そこで、市販の走査電子顕微鏡に付属する分割型の走査透過電子顕微鏡を活用して、無染色で有機材料の膜厚の違いや凹凸情報を評価する新しい手法「散乱電子差分法」を開発し、可視化に成功した。

研究成果の学術的意義や社会的意義

本手法は通常200kVの高加速電圧で使用する透過電子顕微鏡で行う手法を基に、30kVという低加速電圧で使用する走査電子顕微鏡に応用したものである。低加速電圧は位相変化量が大きくなるため像コントラストが上がり、さらに電子線照射による試料ダメージ抑制のメリットもあるため、無染色の有機材料観察には有効である。本手法は、高額で特殊な改造をせず、市販装置のまま活用し、像信号取得の工夫により新たな手法を生み出している点も意義あるものと考えられる。

研究分野：電子顕微鏡学

キーワード：電子顕微鏡 散乱電子 DPC 微分位相コントラスト法

1. 研究の目的

軽元素から構成される有機材料を電子顕微鏡で評価する場合、像コントラストがつかず電子染色することが多い。しかしながら染色による構造変化が懸念されるため、無染色での評価も望まれる。一方、位相変化量が大きくなる低加速電圧で観察することも像コントラストを上げる手法の一つである。報告者はこれまでに、本来高加速で使用する透過電子顕微鏡(TEM)で磁性材料の電場/磁場観察を行う“微分位相コントラスト(DPC: differential phase contrast)法”を低加速で使用する既存のSEMに応用し、無染色で有機材料を評価する新しい手法(SEMベース低加速DPC法)を検討し可視化に成功した(平成30年度奨励研究実施)。DPC法は、試料によって電子線が偏向され、多分割された対向する検出器に入る「透過電子」の信号量に差分が生じ、その位相変化量に起因したコントラストとして可視化されるものである。しかしながら、市販装置の光学系では、検出器上に均等に透過電子を入れることができず、光軸をずらして電子線を検出器に入れていたため、収差による像ボケが生じる問題が明らかになった。そこで本研究では、このDPC法の基本原理である「透過電子」の代わりに「散乱電子」を用いて、DPC法と同様に差分信号により像形成を行うことを目的とした。低加速の場合、相対的に散乱電子強度が上がるため、散乱電子を用いることは低加速観察で特に有効である。また、既存装置の光学系の光軸をそのまま使うことができるため調整も容易であり、収差によるボケも少ない。低加速では電子線散乱が大きいことを利用して、無染色で有機材料を高コントラストで可視化できるため、従来用いていた染色プロセスが不要になり、手順が簡素化されスループットが上がるだけでなく、材料そのままに近い状態での観察が可能となる。このように、低加速DPC法を発展させ、スループット良く分解能を犠牲にしない実用的な評価法を開発することを目的とした。図1に、今回開発した散乱電子差分法とSEMベース低加速DPC法および従来法のDPC法の原理図を示す。

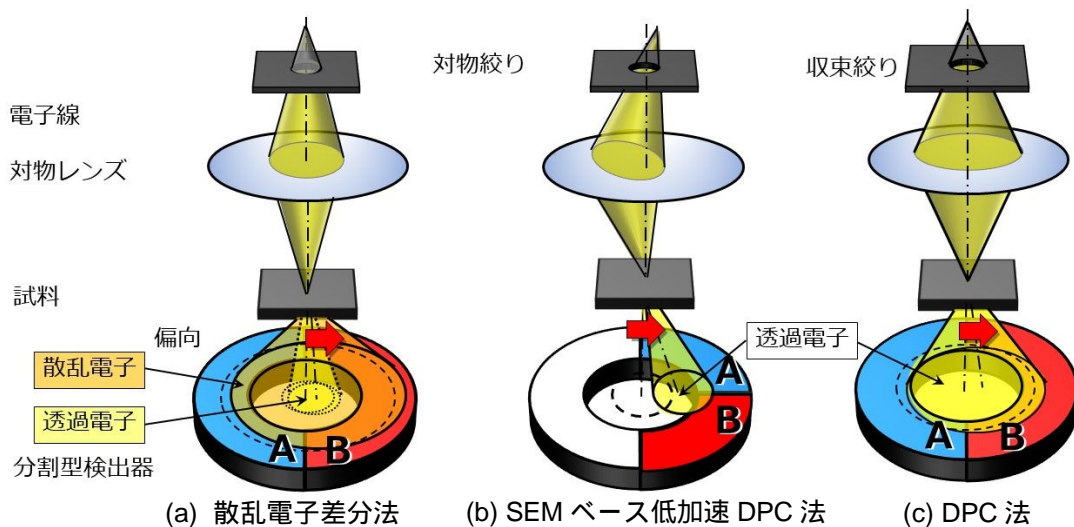


図1 散乱電子差分法と従来法の原理図

2. 研究成果

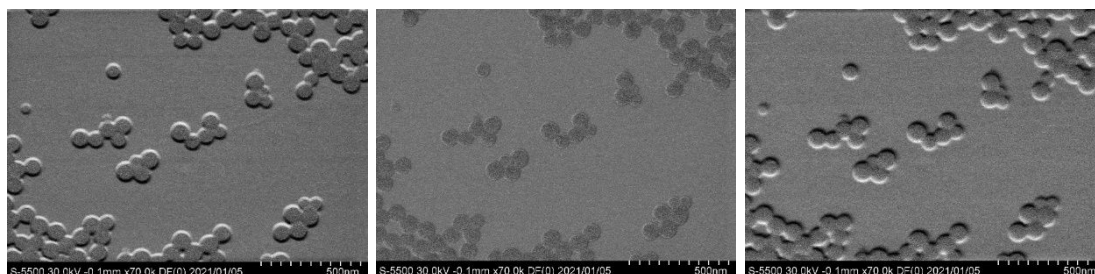
検討方法は、全方向に位相変化のあるポリスチレンラテックス粒子(90, 200, 500nm, 応研商事株式会社)および膜厚の位相変化のあるマイクログリッド(応研商事株式会社)を使用し、条件検討を行った。主な検討内容は、像形成の要因となる加速電圧、検出角、絞りサイズ、収束角、検出器極性の組み合わせ、電流強度、ビーム位置、フォーカス位置の条件を検討し、像質を改良することである。装置は、日立ハイテク製インレンスタイプのFE-SEM(S-5500)を使用し、元々組み込まれている四分分割型の環状STEM半導体検出素子の極性設定を任意に変更できる機能を活用した。

各種条件を検討した結果、図2に示すようにDPC像と同様にフォーカス位置を変えるとエッジのコントラストが白黒反転する明瞭な散乱電子差分像を得ることができた。

SEMベースDPC法では入射電子線を大きく移動させて透過電子を検出器に当てなければならず収差による像ボケが問題となったが、本手法により、散乱電子を用いることで軸調整が容易となり、さらに分解能を犠牲にしないで像質を改良することができ、DPC法と同様なコントラスト像を得ることに成功した。特殊で高額な装置を準備することなく、学生を含む多くのユーザーが日常的に利用している市販の装置を無改造のまま使用して、散乱電子差分像として全く

新しい評価法を開発することができた。本手法は、低加速電圧での電子顕微鏡観察であり、より大きな位相変化量によりコントラストが付きやすくなるだけでなく、電子線照射による試料ダメージを抑制できるメリットもあるため、無染色での有機材料の評価法として期待できる。さらには、複合材料や生体試料などの解析にも応用できるものと思われる。

今後は、組成、組織、微細構造の違いによりどのような有機材料が本手法に適しているのかを探求していきたい。



a)アンダーフォーカス

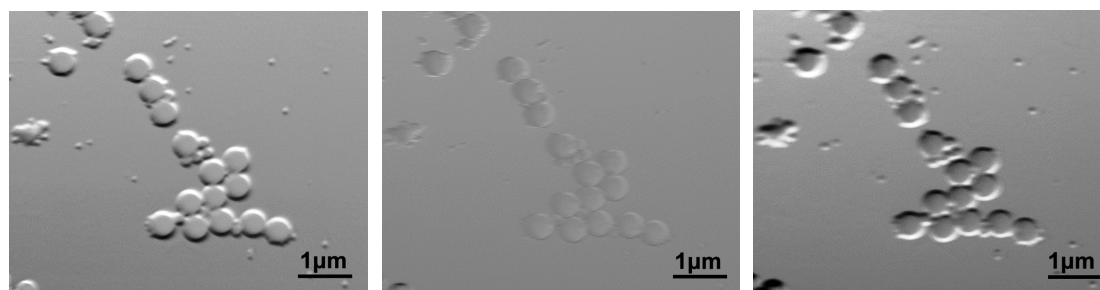
b)ジャストフォーカス

c)オーバーフォーカス

図2 散乱電子差分像

図2の解説

ジャストフォーカス(b)ではほとんどコントラストがつかないが、アンダーフォーカス(a)やオーバーフォーカス(c)でフォーカスを動かすことによりエッジ部分が白黒反転した明瞭なコントラストが得られている。これは従来のDPC法特有のコントラストと同様であり、SEMベースDPC法より像ボケが少なくなり明瞭な像に改善された。



a)アンダーフォーカス

b)ジャストフォーカス

c)オーバーフォーカス

図3 SEMベース低加速DPC像(参考)

(参考) 図3はSEMベース低加速DPC像の例である。市販装置の光学系では、検出器上に均等に透過電子を入れることができず、光軸をずらして電子線を検出器に入れていたため、収差による像ボケが生じる。そのため、高倍率での像取得は難しかった。

主な発表論文等

〔雑誌論文〕 計0件

〔学会発表〕 計1件（うち招待講演 0件 / うち国際学会 0件）

1. 発表者名 秋本由佳
2. 発表標題 既存SEM装置を活用した散乱電子差分像の検討～ SEMベース低加速DPC法の実用化に向けて～
3. 学会等名 総合技術研究会2021東北大学
4. 発表年 2021年

〔図書〕 計0件

〔産業財産権〕

〔その他〕

-

研究組織（研究協力者）

氏名	ローマ字氏名
----	--------