

令和 5 年 10 月 25 日現在

機関番号：12608

研究種目：奨励研究

研究期間：2022～2022

課題番号：22H04246

研究課題名 多元素ナノ粒子を用いたドーナツ型検出器の散乱電子取り込み角検証法の確立

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） 410,000円

研究成果の概要：試料を透過してある角度以上に散乱した電子のみをドーナツ型の検出器で捉えて画像を構築できる電子顕微鏡を使って、その取込み角度について検証した。材料の原子番号に依存する散乱電子の取込み角度は、試料と検出器の距離（カメラ長）で決まるが、そのカメラ長はメーカーのブラックボックス部分のため利用者には分かりにくい。材料の元素によりどのカメラ長を選択すべきか効率的に検証するため、原子番号が大きく異なる多元素ナノ粒子の標準試料を作製した。2種類の電子顕微鏡を使用して検証した結果、カメラ長の変化に応じて異種材料のコントラストが変化する傾向を掴むことが出来た。

研究成果の学術的意義や社会的意義

材料開発において、電子顕微鏡による解析は重要な役割を果たしている。直観的に理解しやすく、特定材料の分布をコントラスト強度として強調させるインパクトのある画像が得られるかは、利用者のカメラ長の選択次第である。学生を含む多くの利用者は電子顕微鏡法を専門としないため、漠然と推奨条件を利用していることが多い。原理や理論を学び検証する手段を提供し、材料解析を正しく理解し適切な結果へと導くことは、教育的意義を有すると考えられる。

研究分野：電子顕微鏡

キーワード：電子顕微鏡 走査透過電子顕微鏡 カメラ長 環状暗視野検出器

1. 研究の目的

研究の目的は、環状検出器による散乱電子取込角度の検証方法を確立することである。散乱電子の取込み角度は原子番号に依存するため、元素の周期表の異なる周期で構成される多元素ナノ粒子を用いることで、コントラスト変化が視覚的に理解しやすく、効率良く取込散乱角の検証を行えると考えた。さらに測定する材料に合った条件を容易に選択でき、迅速に研究にフィードバックできるようになる。そのためには、まず単元素および多種類の周期の異なる元素を含むナノ粒子から成る標準試料を作製することが必要である。

研究目的となる背景：環状暗視野走査透過電子顕微鏡法(ADF-STEM法)は、走査する電子線により試料を透過した電子のうち、ある角度以上に散乱した電子のみをドーナツ型の環状検出器で捉えてSTEM像を構築する顕微鏡法である。像のコントラストは試料の散乱強度に依存し、その強度は原子番号に比例するため、材料の分布を視覚的かつ直感的に理解しやすい特徴があり、高感度・高空間分解能観察などに用いられる。環状検出器の取込散乱角は、カメラ長として光学系の調整により任意に設定できるため、散乱角が材料ごとに異なる点を考慮する必要がある。言い換えると、特定材料のコントラストを強調させるインパクトのあるSTEM像が得られるかは、利用者のカメラ長の選択次第となる。

報告者が管理する共用機器の透過電子顕微鏡および走査電子顕微鏡にはこの環状検出器が付いているが、取込散乱角を設定するカメラ長は簡易的な設定文字が表示されるだけであり、メーカーのブラックボックス部分に釈然としない気持ちで使用している。多くの利用者は電子顕微鏡法を専門としていないため、その設定文字が何を意味するのかを理解することもなく、推奨値を使用するか、簡易的に設定値を振って現れる像から感覚的に選んで使用することが多い。取込散乱角の検証については、基本的な内容ではあるがその具体的手法について参考書等で詳しく説明しているものはない。疑問を抱きながら感覚的に結果を出すのではなく、扱う材料に応じて理論的に最適な条件設定が誰にでもできるような手段を検討することは必要なことである。

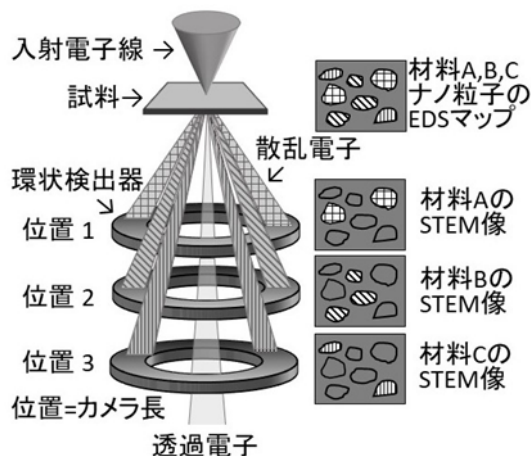


図1 環状検出器と散乱電子取込み角の関係

2. 研究成果

軽元素であるアルミナ粒子をベースとして、周期が異なる元素素材として金、銀、銅を組み合わせて真空蒸着装置 (JEE-400, JEOL) にて蒸着し、アルミニウム、金、銀、銅の原子番号が大きく異なる4元素から成る標準試料を作製した。原子番号の大きな元素ほど散乱角度が大きいことから、ADF-STEM像のコントラスト強度が変わること、また、TEM像のコントラスト、EDS分析の結果からも判断し、その傾向が判明した。

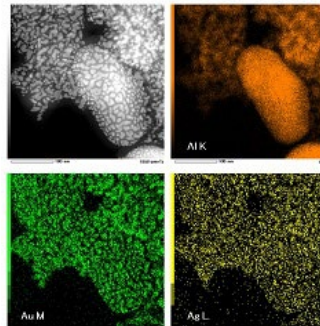
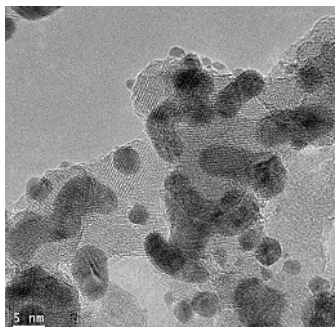


図2 アルミナ粒子に金を蒸着(TEM像) 図3 アルミナ粒子に金、銀を蒸着(EDSマップ)

環状暗視野検出器 1 (走査電子顕微鏡 S-5500, 日立ハイテク) : 物理的・連続的にカメラ長が動き、散乱電子の挙動が理解しやすい。各元素のコントラスト変化の傾向が掴めた。図 4 にアルミナ粒子に金、銀、銅を蒸着した多元素ナノ粒子標準試料のカメラ長の違いによる暗視野 STEM 像を示した。

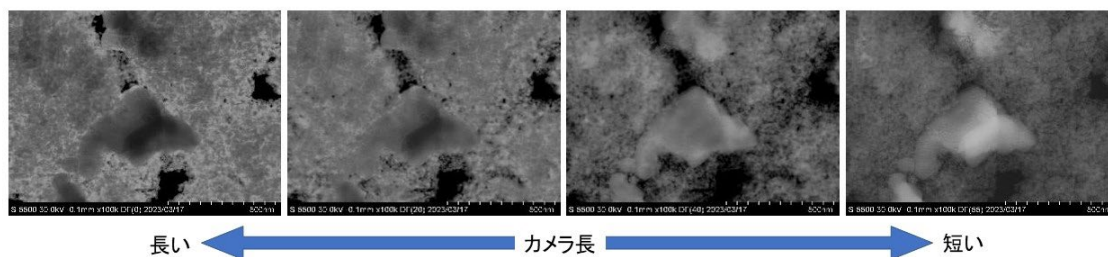


図 4 アルミナ粒子に金、銀、銅を蒸着 (DF-STEM 像)

環状暗視野検出器 2 (透過電子顕微鏡 JEM-2100F, 日本電子) : 複数のレンズ系の電流値を変動させてバーチャルなカメラ長を変えるため、散乱電子の挙動が理解しにくいものの、各元素のコントラスト変化の傾向を掴むことができた。図 5 にアルミナ粒子に金を蒸着したナノ粒子標準試料のカメラ長の違いによる暗視野 STEM 像を示した。

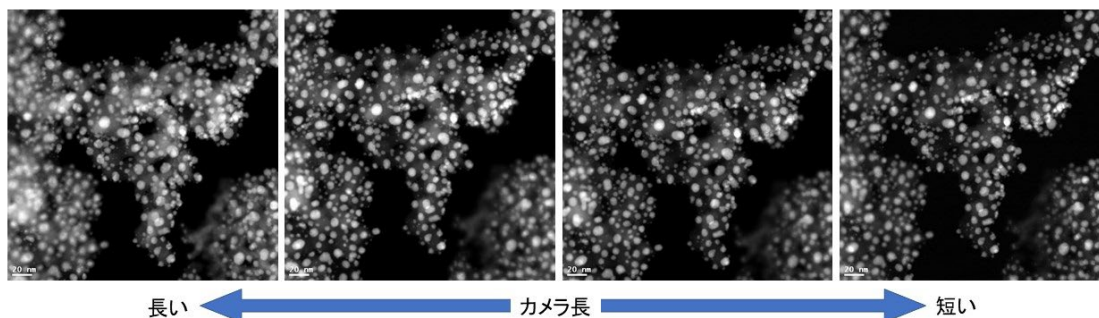


図 5 アルミナ粒子に金を蒸着 (DF-STEM 像)

作製した原子番号の大きく異なる多元素ナノ粒子標準試料により、カメラ長と散乱電子取込み角のコントラスト変化の傾向を掴むことができたが、まだ理論的な検証までには至っていない。今後はより詳細なデータを集め計測し、検証した結果を利用者に提供していく予定である。

主な発表論文等

〔雑誌論文〕 計0件

〔学会発表〕 計0件

〔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
----	--------