

研究種目：学術創成研究費

研究期間：2006～2010

課題番号：18GS0211

研究課題名（和文） ナノ位相トモグラフィー走査型透過電子顕微鏡の開発

研究課題名（英文） Development of Nano-phase Tomographic STEM

研究代表者

生田 孝 (Ikuta Takashi)

大阪電気通信大学・工学部・教授

研究者番号：20103343

研究分野：工学

科研費の分科・細目：(分科) 応用物理学・工学基礎, (細目) 薄膜・表面界面物性

キーワード：走査型透過電子顕微鏡, 位相コントラスト, Cs コレクター, FE 電子銃, 位相 CT

### 1. 研究計画の概要

今日電子顕微鏡の分解能は、1Å に到達しているが、深さ方向の分解能はたかだか 100Å 程度に留まっている。高分解能 3 次元像を観察するため、各方向からの像を撮影後 3 次元像を再構成するトモグラフィー法があるが、投影原理に基づく正しい再構成には各方向からの焦点深度の深い観察像が必要になる。

一方、高分解能電子顕微鏡で重要となる、試料の位相情報は、焦点位置によってコントラストが反転し、トモグラフィー法では正しく 3 次元位相像を再構成出来ない。これがナノメーター分解能位相トモグラフィー電子顕微鏡実現を妨げていた原因であった。

さて 3 次元結像理論によれば、傾斜照明と画像処理を併用する、新しい像観察手法により振幅・位相像が分離出来、位相像もまた長焦点深度かつコントラスト反転無しに観察可能である。さらに本手法は結像に関する「相反定理」により、透過電子顕微鏡、走査型透過電子顕微鏡のいずれにも適用出来る。

本研究の原理による位相像長焦点深度観察手法は透過電子顕微鏡、走査型透過電子顕微鏡いずれにも適用可能であるが、前者では試料ドリフト、後者では鏡体の機械的振動の影響を受けやすいと予想される。観察時間内での試料ドリフトの完全除去は困難と判断して、走査型透過電子顕微鏡を選択した。

本研究では、純国産技術により、

- (1) 輪帯照明とアレイ型検出器・並列画像処理システムによる新しい長焦点深度位相像観察方式の開発、および、
- (2) 超高輝度電子銃とコンパクト収差補正システム搭載、高精度 3 次元試料回転ホルダー装備 STEM (走査型透過電子顕微鏡) 鏡体の

開発、を行う。

本研究は、ナノメーター分解能で、試料の位相情報の 3 次元分布 (3 次元位相像) を観察できる新しい電子顕微鏡技術の創出を目指すものであり、応用分野として、半導体中の 3 次元積層欠陥の可視化や、タンパク質などの 3 次元ナノ構造解析などが考えられる。

### 2. 研究の進捗状況

本研究に必要な輪帯照明を実現する為に、Ga 集束イオンビーム(FIB)加工により円環状対物瞳の製作を実施した。円環状対物瞳の外径内径比は 80 - 60% に設定した。内側円形マスク面を保持するための支柱は、その幅を加工溝幅の ~50 % とし、120° の間隔で 3 点支持とした。FIB 加工時のテーパ角(半角)は、3.8° 以下であり、電子源側を加工裏面として壁面衝突による高速散乱電子の影響を抑えることができる。またチャージアップによるビームのふらつきが無いことを確認した。

新 STEM が完成するまでの間(2006 - 2008)、既設 STEM によりシンチレーター、リレー光学レンズと 8 x 8 マルチアノード PMT を組み合わせた正方配列透過電子検出器と複数台 PC による並列データ収集処理表示システムを使用して、振幅・位相分離像検出の検証実験を行った。製作した円環状対物瞳を装着し、並列に走査像が得られる事を確認した。

並行して試みた振幅・位相分離処理では、振幅・位相像の分離検出に成功したと判断されるが、位相像のコントラストが低く、分解能も結晶格子を解像するに至っていない。既設 STEM の電子ビーム輝度が充分でない事、および機械的振動の影響によると考えられる。新 STEM が使用可能になる 2009 年度以

降は大幅に改善できるものと期待される。

界浸型電界放出電子銃は永久磁石を超高真空に持込んだ小型レンズ磁界中に FE 電子源を配して、その高輝度を維持できる低収差電子銃の開発を目指す。磁石素材の超高真空適応性、FE 電流安定性への影響を実験して、TiN コーティングした SmCo 磁石を選択した。また、永久磁石の磁場分布、電子源近傍の強電界とレンズ磁界中の電子軌道など、解析手法を開発、予備実験で精度を確認した。

まず、30kV FE-SEM 用の界浸型電子銃を設計製作、実用上の問題点を抽出し対策・改造を図ると共に、電子銃の特性改善を確認した。この改善結果と 200kV 加速管への搭載を考えて位相 STEM 用の界浸型電子銃を設計・製作した。光学解析によれば 200kV 電子銃では低収差化の効果はより顕著で、従来の静電型に比べて～10 倍大きなビーム電流まで高輝度が維持できる可能性が示されている。

コンパクト収差補正システムの開発は、独国内にて研究開発された電子顕微鏡レンズの収差補正器を、我が国の技術を持って改良・高性能化し独自の装置として完成させることを目指したものである。また、本研究課題の中では、位相情報抽出や焦点深度拡大などの処理による信号量の低下（すなわち S/N 比の劣化）を補償する重要な意味を持っている。

本開発の進捗については、当初の予定通り 3 ヶ年（2006–2008 年度）に装置を作り上げ、ベース STEM 装置（HD-2300S）への搭載を完了している。また現状はマニュアル操作ではあるが、開発システムの軸合わせを行い、STEM レンズ系の収差を補正できることも確認出来ている。これにより、輪帯照明とアレイ型検出器を組込んだ際の信号量の低下を補い、最終的に得られる位相像の S/N 比改善に貢献することが可能であることを示した。

これらのサブシステムをベース STEM に搭載した新開発 STEM 鏡体は 2009 年 2 月に名古屋大学エコトピア科学研究所に納入され、システム統合調整を行う段階に至っている。

### 3. 現在までの達成度

②おおむね順調に進展している。

（理由）輪帯照明とアレイ型検出器・並列処理システムについては既設 STEM にて予備実験が行なわれている。超高輝度電子銃は設計製作を完了、コンパクト収差補正システムはベース STEM に搭載され 2009 年 2 月に名古屋大学エコトピア科学研究所に納入された。

### 4. 今後の研究の推進方策

個別に開発してきた、界浸型超高輝度電子銃、コンパクト収差補正システム、円環状対物鏡による輪帯照明とアレイ型検出器・並列画像処理システムをベース STEM に搭載・統合し、総合調整、機能評価、改良を行う。

以上により、ナノ位相トモグラフィ－STEM（走査型透過電子顕微鏡）を完成させ、半導体中積層欠陥や、タンパク質などの無染色 3 次元構造観察等に応用する予定である。

### 5. 代表的な研究成果

（研究代表者、研究分担者及び連携研究者には下線）

〔雑誌論文〕（計 9 件）

- ① “Evaluation of annular pupil for scanning transmission electron microscope formed by focused ion beam technique,” T. Matsutani, M. Taya, T. Ikuta, T. Fujimura, H. Inui, T. Tanaka, I. Shimizu, Y. Kimura, Y. Takai, T. Kawasaki and M. Ichihashi, *Vacuum* **83** (2009) 201-204 査読有
- ② “Wave field restoration using focal-depth extension techniques under dynamic hollow-cone illumination,” M. Taya, T. Ikuta and Y. Takai, *Optik* **119** (2008) 153-160 査読有
- ③ “Aberration Analysis of Cs-corrector System with Twin Hexapoles and Transfer Lens Doublet in Scanning Transmission Electron Microscope by Simple Ray Tracing Based on Geometrical Optics,” T. Kawasaki, M. Ichihashi, T. Matsutani, Y. Kimura and T. Ikuta, *Surf. Interface Analysis* **40** (2008) 1732-1735 査読有
- ④ “Development of a Parallel Detection and Processing System using a Multidetector Array for wave Field Reconstruction in Scanning Transmission Microscopy,” M. Taya, T. Matsutani, T. Ikuta, H. Saito, K. Ogai, Y. Harada, T. Tanaka, and Y. Takai, *Rev. Sci. Instrum.* **78** (2007) 083705-1 - 083705-5 査読有

〔学会発表〕（国際会議発表 計 1 3 件）

- ① “Phase Imaging Microscopy with Increased Depth of Focus by TEM and STEM (*Invited*),” T. Ikuta and M. Ichihashi, *Proc. of the 6th International Symposium on Atomic Level Characterizations for New Materials and Devices '07*, pp. 56-60, (held in Kanazawa, Japan, 28 Oct.-2 Nov., 2007) 招待講演

〔図書〕（計 0 件）

〔産業財産権〕

- 出願状況（計 0 件）
- 取得状況（計 0 件）

〔その他〕

ホームページ <http://www.osakac.ac.jp/labs/ikuta>

新聞掲載 日経産業新聞 2007 年 4 月 6 日 p.8  
「微小構造 3 次元で観察、大阪電通大電子顕微鏡実用化へ」