

平成 22 年 4 月 7 日現在

研究種目：基盤研究(S)
研究期間：2007～2011
課題番号：19106002
研究課題名（和文） 光励起現象に対する電子線ホログラフィーシステムの確立と材料科学への展開
研究課題名（英文） Development of electron holography system for photoexcitation phenomena and its application to materials science
研究代表者
進藤 大輔 (SHINDO DAISUKE)
東北大学・多元物質科学研究所・教授
研究者番号：20154396

研究代表者の専門分野：材料科学
科研費の分科・細目：応用物理学・工学基礎／応用物理学一般
キーワード：物理計測・制御、電子顕微鏡

1. 研究計画の概要

代表者らの研究グループが独自に開発した 2 探針ピエゾ駆動ホルダーを改良し、透過電子顕微鏡内で試料へのレーザー照射が可能な装置を開発した。この装置と電子線ホログラフィー技術を駆使して、有機感光体材料に誘発された電荷が光減衰する過程を、その電場分布変化として観察することにはじめて成功した。

2. 研究の進捗状況

(1) 光導入ピエゾ駆動ホルダーの開発

2 探針ピエゾ駆動ホルダーの可動アームの一つに、レーザービームを誘導する光ファイバー細線を導入した。試料に対するレーザー照射位置は、アームの駆動機構で精密に制御できるように工夫されている。なお、同ホルダーにはもう一本、ピエゾ駆動可能なアームが搭載されている。このアームは、電子線による試料の帯電等を阻止するためのシールドとして、試料の真上に置き、電子線を遮る用途に用いている。また、遮蔽シールドの代わりに金属探針を取り付ければ、光照射に伴う試料の伝導性の変化を計測することもできる。

(2) ナノ領域での高精度電磁場解析を目指したホログラフィー技術の高度化

絶縁体試料表面でのキャリア誘発やレーザー照射によるキャリア分布の操作を、電子顕微鏡内の限られた空間内で一貫して行うために、イオンビームを用いた微細加工技術を駆使して、微細なマニピュレータや遮蔽板を作成した。これらを用いて、光励起現象に関わる一連の過程を電子顕微鏡でその場観察できる技術を整備できた。

また、有限要素法を取り入れたシミュレ

ション技術を駆使して、任意の形状・任意の誘電率の試料に対する電場分布の計算を可能にした。さらに、電子線ホログラフィーの実験で以前から問題となっていた参照波の位相変調効果を、このシミュレーション技術を応用して精密に評価することに成功した。

(3) 有機感光体へのレーザー照射と表面キャリア分布の変化に対する応用展開

上記の技術を光励起現象の評価に応用した。具体的には、コピー機など電子写真技術に広範に利用されている誘起感光体を取り上げ、摩擦帯電によって生じた電荷が、レーザー照射によりホールと電子の結合により消失し、その電場が次第に小さくなってゆく様子を電位の変化として定量的に追跡することにはじめて成功している。

3. 現在までの達成度

① 当初の計画以上に進展している (理由)

当初計画では平成19年度～22年度の課題として①光導入ピエゾ駆動ホルダーシステムの開発（19年度）、②ナノ領域での高精度電磁場計測を目指したホログラフィー技術の高度化（19～21年度）、③有機感光体へのレーザー照射と表面キャリア分布の変化に対する応用展開（22年度）を掲げていた。このうち①に関しては、計画通り平成19年度に主要設備を完成させることができた。②に関しては、20年度に購入した複合ビーム加工観察装置による試料の微細加工技術や有限要素法を取り入れた三次元電場シミュレーションの実施の他、ナノ領域の磁場解析事例を包含した電子位相計測の系統的な定量化研究など当初計画には含まれていなかった

課題も有効に実践し、当初の目的を十二分に達成することができた。③に関しては、技術開発を待って平成22年度に行う予定であった研究を一年前倒しして、平成21年度に実施することができた。

本研究で開発した光励起電場の観測システムは、高度な電子印刷技術や新規光関連ナノ物質の開発に取り組む国内・国外の研究機関から高い関心を集めて、一部は新たな共同研究へと進展を遂げている。光の電気エネルギーへの変換は、電子印刷技術に限らず、クリーンエネルギーの確保や新規な情報記録システムの開発につながる重要課題である。その光励起現象をナノスケールで直接観察（励起電場の観察）することを可能とした本年度までの研究は、学術コミュニティと産業界の双方から関心を集めており、当初予想していた以上に大きな反響を得ている。

4. 今後の研究の推進方策

本研究課題のさらなる進展に向けて、今後は以下のような課題に取り組む。これまでは光励起現象の観察のために、透過電顕内で試料をマニピュレータで機械的に刺激し、摩擦帯電を利用した表面電荷の誘発を行ってきた。このような方法で得られる表面電荷の分布は一様でなく、シールドで隠された試料の等電位線から正確な帯電量を評価することは容易と言えない。一方、電場や電荷分布の制御・励起に関しては、光だけでなく電子照射が有効なケースもある。これら平成21年度までの研究展開や問題点を踏まえて、22年度はドーズ量制御した電子線を試料に（観察に用いる入射電子線とは独立に）照射できる専用ポートを備えた、電子線照射実験装置を試作する。また、ホログラフィーを用いた位相情報解析技術の高度化を引き続き進めてゆく計画である。

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23件）

1. N. Kawamoto, Y. Murakami and D. Shindo: “Local Conductivity and Electric Field Analysis of Ag-based Conductive Adhesive by TEM” (査読有)
J. Appl. Phys., **107** (2010) 044309(1)-044309(6).
2. Y. Murakami, H. Kasai, J.J. Kim, S. Mamishin, D. Shindo, S. Mori and A. Tonomura: “Ferromagnetic Domain Nucleation and Growth in Colossal Magnetoresistive Manganite” (査読有)
Nature Nanotechnology, **5** (2010) 37-41.
3. D. Shindo, K. Takahashi, Y. Murakami, K. Yamazaki, S. Deguchi, H. Suga, Y.

Kondo: “Development of a multi-functional TEM specimen holder equipped with a piezodriving probe and a laser irradiation port” (査読有)

J. Electron Microsc., **58** (2009) 245-249.

4. D. Shindo, J. J. Kim, K. H. Kim, W. Xia, N. Ohno, Y. Fujii, N. Terada, S. Ohno: “Determination of orbital location of electron-induced secondary electrons by electric field visualization” (査読有)
J. Phys. Soc. Jpn., **78** (2009) 104802(1)-104802(8).
5. H. Okada, D. Shindo, J. J. Kim, Y. Murakami: “Triboelectricity evaluation of single toner particle by electron holography” (査読有)
J. Appl. Phys., **102** (2007) 054908(1)-054908(5).

〔学会発表〕（計49件）

1. D. Shindo, Z. Akase: “High-resolution and analytical electron microscopy for materials science”
26th Annual Conference, Microscopy Society of Thailand, Thailand, Chiang Mai, (2009.1.28)

〔図書〕（計1件）

1. D. Shindo, Z. Akase: “Electron Microscopy Characterization of Hybrid Metallic Nanomaterials” in *Nanohybridization of Organic-Inorganic Materials*, Springer-Verlag (2009) 219-246.
A. Muramatsu and T. Miyashita ed.

〔産業財産権〕

出願状況（計3件）

1. 名称：試料ホルダ及びこれを用いた試料の観測方法
発明者：進藤大輔、村上恭和、山崎和也、出口俊二
権利者：日本電子(株)
種類：特許権
番号：特願2008-281720
出願年月日：2008年10月31日
国内外の別：国内

〔その他〕

プレス発表（計3件）

1. 2009年7月17日
日経プレスリリース（日経ネット）
“光発電プロセス評価のための局所電場解析法を開発”