

電子顕微鏡によるミクロン/ナノスケール3次元計測の進展

山崎 順^{1,2}¹大阪大学 超高压電子顕微鏡センター, ²名古屋大学 未来材料・システム研究所

Progress of micro/nanometer-scale three-dimensional measurements by electron microscopes

Jun Yamasaki^{1,2}¹Osaka University, ²Nagoya University

透過電子顕微鏡は高い空間分解能で物質を観察できる計測装置であるが、透過電子を用いた結像を行う関係上、基本的には対象物の2次元投影情報を得ることになる。透過電子を用いて3次元構造を観察する代表的な手法は電子線トモグラフィーである。医療でも用いられるX線CTと同じ原理に基づき、様々な方位の投影像(傾斜シリーズ)をもとに、ナノ~ミクロンスケールの3次元再構成を行う手法である。

トモグラフィー成立には2つの前提条件が有るが、電子線トモグラフィー実験においてはそのどちらも満たしていない場合が多く、今なお問題点の克服とさらなる手法の高度化が弛むことなく取り組まれている。1つ目の要件は±90度全方向に渡る傾斜シリーズの取得であるが、電子顕微鏡内での試料設置スペースの狭さ、試料ホルダー形状、試料担持方法などの制約により、一般には±70程度の範囲でしか観察できない。これに起因する「情報欠落問題」の解決は、手法興隆の黎明期から長年に渡り取り組まれており、様々な全角傾斜可能な試料ホルダーや試料加工方法の提案が行われてきた。我々のグループにおいても集束イオン研磨装置によるピラー形状加工プロセスや電子線デポによるピックアッププロセスとスムーズに接続可能な試料ホルダーを開発し、超高压電子顕微鏡内でのミクロンサイズ物質¹⁾、200kV電顕内での100nmスケール物質の正確な3次元形状再構成²⁾を確立してきた。

その過程で明らかとなったさらなる課題が、2つ目の要件である「密度の積分投影と比例した像コントラスト」取得の困難性である。一般に物質内での電子線多重散乱の影響により、電子顕微鏡像コントラストは厚さ増加に対して非線形な変化を示し、その関数形は未解明であった。この影響で再構成密度のアーティファクトが出現する(Fig. 1)^{1,3)}。我々は電子線加速電圧や絞り径などの結像条件の影響について系統的な測

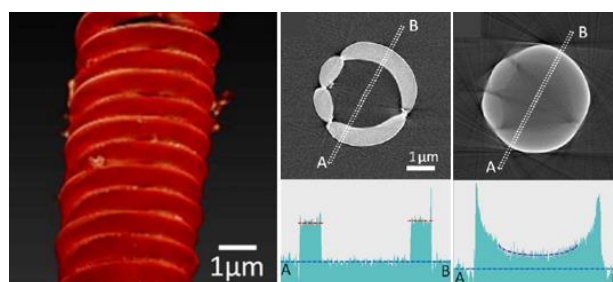


Fig. 1. 超高压電子顕微鏡トモグラフィーによるカーボンマイクロコイルの3次元観察¹⁾。結像条件によっては密度のアーティファクトが出現(中央図と右図)。

定を積み重ねることにより、TEM像およびSTEM像の厚さ変化を統一的に記述できる関数を導出することに成功した⁴⁾。この関数は結像条件に依存する3つのパラメーターを含む形をしているが、3次元再構成結果のTotal Variation値を指針とするイタレーション最適化により、形状だけでなく密度も正しい3次元再構成結果を得る手法の開発に成功した。

電子線トモグラフィーの弱点の一つは、計測時間の長さと共に伴うビーム損傷の蓄積である。これらを軽減する手法として、近年普及しつつある電子顕微鏡用高速カメラを用いた高速トモグラフィーへの取り組みも進めている。従来0.5-3時間程度かかる計測が僅か15秒で行えるようになり、その場観察への展望が開けてきている。また傾斜シリーズの代わりに焦点位置シリーズを取得し、電子顕微鏡像の結像特性を考慮して電子線透過方向の高さ位置情報を得る手法の開発にも取り組んでおり、金属ナノ粒子の3次元分布を1分程度の計測で再構成することにも成功している。

文 献

- 1) J. Yamasaki, *et al.*: *Microscopy* **63**, 345 (2014).
- 2) J. Yamasaki, *et al.*: to be submitted.
- 3) J. Yamasaki, *et al.*: *Philos. Mag.* **84**, 2819 (2004).
- 4) J. Yamasaki, *et al.*: *Ultramicroscopy* **200**, 20 (2019).
- 5) J. Yamasaki, *et al.*: *Ultramicroscopy* **151**, 224 (2015).