

「3次元電子顕微鏡の研究開発」

1. 研究概要

(平成9年度～13年度)

研究代表者：岩木正哉（理化学研究所）研究体制：理化学研究所他4機関

研究の概要・目標

1 何を目指している

透過型電子顕微鏡技術と計算断層画像処理技術を融合させ、0.5nm(千万分の5ミリ程度)の分解能で立体的観察する3次元電子顕微鏡の開発を目指す。

5年後の目標

- 操作性の向上による実用的観測技術の完成
- 生物試料・有機化合物観察への適応

2 何を研究している

3次元電子顕微鏡システム、高分解能エネルギー分析系、3次元電子顕微鏡を用いた試料評価技術、3次元画像再構築技術等の研究開発を行う。

3 何が新しいのか

高性能ステージ、高感度検出器、自動焦点など新要素技術の創出により初めて3次元微細構造の観察が可能になり、試料作成・観察技術の確立により3次元電顕の応用方法が広がり、システムの操作性の向上により、その普及可能性が高まる。

諸外国等の現状

1 現状

電子顕微鏡技術の研究開発は、装置技術及び観察技術とも我が国が先行している。このためアメリカとイギリス等では、日本製電子顕微鏡を使った応用技術研究が多く行われているところである。また、最近の学会動向には、本プロジェクトと同様な3次元観察に関する発表が増加する傾向が見られる。

2 我が国の水準

電子顕微鏡技術については我が国が諸外国より進んでいる。本プロジェクトを強力に推進して諸外国との差別化を強化していく必要がある。

研究進展・成果がもたらす利点

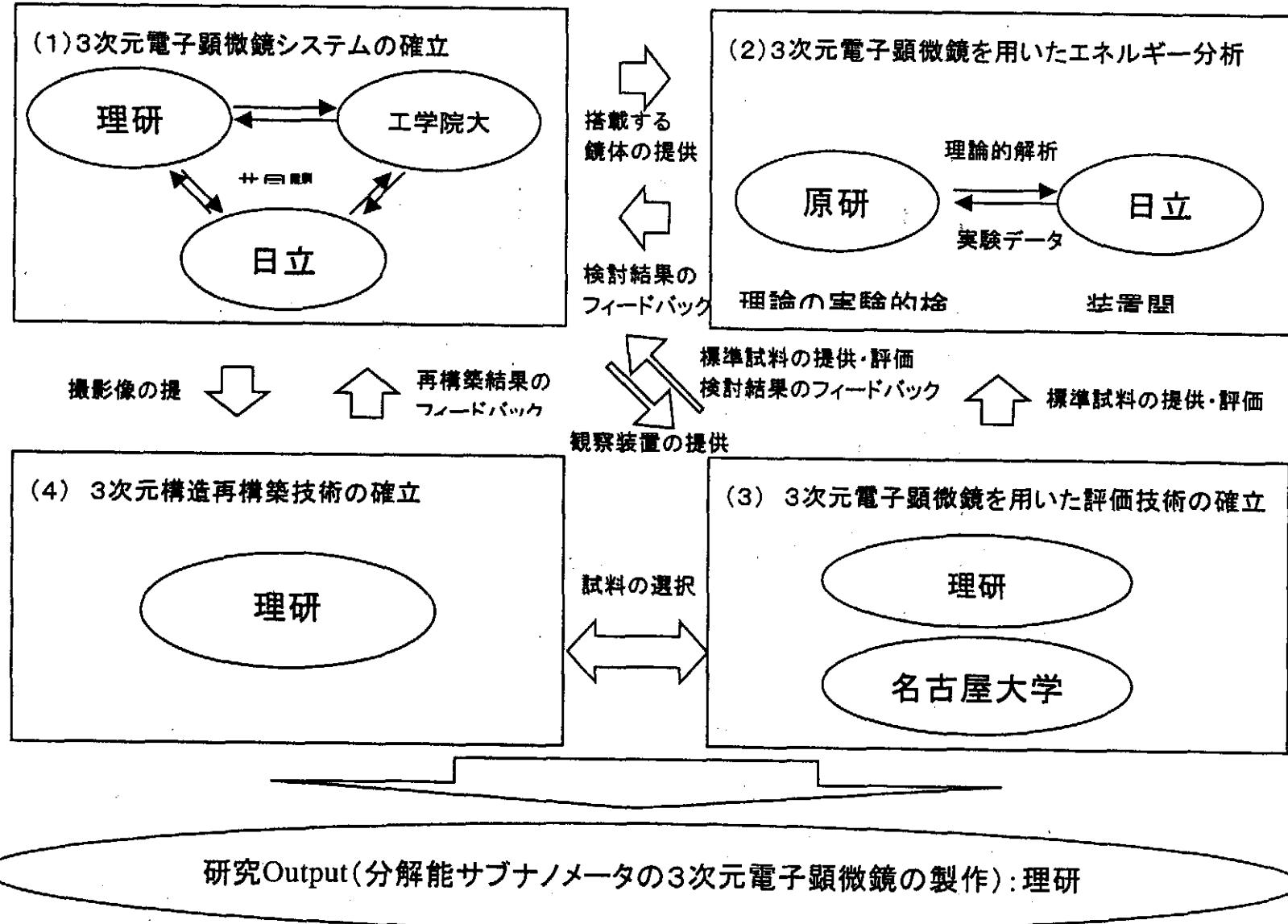
1 世界との水準の関係

3次元電子顕微鏡により、原子レベルでの3次元立体構造観察や高精度な元素及び結合状態分析を行い、従来より効率のよい立体視が実現する。このような装置は他に例がない。

2 波及効果

耐熱高強度セラミックや半導体レーザ等のような材料・デバイスの高性能化や新材料創成のためのプロセス評価や特性評価、また、新たな現象解明のためのツールとなる。

研究体制



2. 所要経費

「3次元電子顕微鏡の研究開発」の実施体制及び所要経費(第Ⅰ期)

研究項目	担当機関等	担当者(H11)	平成9年度 所要経費	平成10年度	平成11年度
1. 3次元電子顕微鏡の装置技術に関する研究およびシステムの開発					
(1) 試料搬動系・超高真空系に関する研究およびシステムの開発	科学技術庁 研究開発局 理化学研究所(委託)	岩木 正哉	149,387	147,125	136,217
(2) 電子線照射・検出系に関する研究	科学技術庁 研究開発局 理化学研究所(委託)、(株)日立製作所(再委託)	鶴林 博司	10,578	37,799	33,925
(3) 電子エネルギー分析計に関する研究	科学技術庁 研究開発局 理化学研究所(委託)、(株)日立製作所(再委託)	砂子沢 成人	27,872	17,482	26,753
2. 3次元電子顕微鏡の画像処理技術に関する研究					
(1) 高精度・高速CT画像処理に関する研究	科学技術庁 研究開発局 理化学研究所(委託)	加瀬 実	8,861	8,558	25,717
(2) 観察操作自動化用画像処理に関する研究	科学技術庁 研究開発局 理化学研究所(委託)、工学院大学(再委託)	馬場 則男	6,822	4,450	4,978
3. 3次元電子顕微鏡による材料、デバイスの構造評価に関する研究					
(1) 電子顕微鏡像の観察法とデータ解析法の研究	科学技術庁 研究開発局 理化学研究所(委託)、名古屋大学工学部(再委託)	田中 信夫	1,854	3,022	3,541
(2) エネルギー分析データの測定法とデータ解析法に関する研究	科学技術庁 研究開発局 理化学研究所(委託)、日本原子力研究所(再委託)	倉田 博基	3,189	1,646	1,940
4. 3次元電子顕微鏡の評価技術及び標準試料作製技術に関する研究	科学技術庁 研究開発局 理化学研究所(委託)	青柳 克信	11,748	8,030	9,482
5. 研究運営	科学技術庁 研究開発局 理化学研究所(委託)	岩木 正哉	8,404	444	316
所要経費(合計)			228,585	238,534	242,849

「3次元電子顕微鏡の研究開発」の実施体制及び所要経費(第Ⅱ期)

研究項目	担当機関等	担当者(H13)	平成12年度	平成13年度
1. 3次元電子顕微鏡システムの確立				
(1) 3次元電子顕微鏡の高性能・汎用技術に関する研究開発	文部科学省 研究振興局 理化学研究所(委託)	岩木 正哉	118,858	52,922
(2) 3次元電子顕微鏡の制御自動化アルゴリズムに関する研究開発	文部科学省 研究振興局 理化学研究所(委託)、工学院大学(再委託)	馬場 則男	2,976	1,791
(3) 3次元電子顕微鏡用試料加工技術と電子線検出装置の研究開発	文部科学省 研究振興局 理化学研究所(委託)、(株)日立製作所(再委託)	鶴林 博司	21,955	17,472
2. 3次元電子顕微鏡を用いたエネルギー分析技術の確立				
(1) エネルギー分析系の高分解能化に関する研究開発	文部科学省 研究振興局 理化学研究所(委託)、(株)日立製作所(再委託)	砂子沢 成人	32,622	17,903
(2) エネルギー分析系におけるデータ収集・解析技術の最適化に関する研究	文部科学省 研究振興局 理化学研究所(委託)、日本原子力研究所(再委託)	倉田 博基	2,719	2,855
3. 3次元電子顕微鏡を用いた評価技術の確立				
(1) 実試料の3次元観察に関する研究	文部科学省 研究振興局 理化学研究所(委託)	岩木 正哉	25,344	80,950
(2) 3次元電子顕微鏡の標準試料作製技術に関する研究開発	文部科学省 研究振興局 理化学研究所(委託)	青柳 克信	8,721	8,767
(3) 3次元観察法の最適化に関する研究	名古屋大学大学院	田中 信夫	8,337	4,772
4. 3次元構造再構築技術の確立	文部科学省 研究振興局 理化学研究所(委託)	加瀬 実	27,444	27,859
5. 研究運営	文部科学省 研究振興局 理化学研究所(委託)	岩木 正哉	21	8,839
所要経費(合計)			248,997	233,980

3. 研究成果の概要

開発した3次元電子顕微鏡装置を用い、半導体デバイス試料、微粒子等の微細構造の3次元観察を行った。Pt微粒子を用いた実験では、0.5nm径以下の微粒子を立体観察できることを確認した。また、長周期構造を持つPtクラスター格子やデバイス用Cuダマシン配線の3次元観察では、従来の一方向2次元観察では検出できなかった立体周期構造や配線立体形状の異常などを明らかにできた。さらに、Ptクラスター試料においては立体構造に再構築することも成功した。これらの結果は、目標としていた3次元電子顕微鏡の性能を十分に満足している。また、ナノマテリアルなど新しい研究、半導体のデバイス不良解析など知的基盤ツールとして重要な役割を果たすと考える。

各要素技術における成果は以下の通りである。

- ① 360° 観察可能な試料ステージの作成については、中間評価までには180°であり、厳しい評価を受けたが、最終的には360°観察可能で、かつ、本来5軸であったものを6軸駆動をも可能にした。これは観察物体を斜めからでも観察可能にしたもので、目標以上の成果である。この技術は電子顕微鏡のみならず他の観察技術に応用できることから知的基盤ツールの意義は深い。
- ② 試料ステージ回転による機械的位置ぶれの最小化と画像処理による補正技術の確立においては、機械的位置ぶれは電気的補正が可能なレベルに抑えられ、長時間に渡る測定も位置ぶれを起こさずに観察可能になった。これらの技術は他の分野の画像処理にも利用でき、基盤ツールとして有用である。
- ③ 検出器の高感度化による画像取り込みに時間の短縮化については、検出器の検討により、従来の感度を飛躍的に向上できた。高感度化技術として、高度放射線利用分野には応用できると考える。
- ④ 自動焦点補正および自動非点収差補正アルゴリズムの確立とオンライン化については、2枚の写真を撮ることがキーになった。すなわち、一枚は必ずぼけているとの概念と理論計算から最適値へ到達できることが確認でき、実際に数秒で焦点および非点補正ができる装置が本体に搭載できた。この装置は走査電子顕微鏡でも利用できることができが確認でき、すでに搭載が検討されており、もし、搭載されれば電子顕微鏡観察における苦労が大幅に緩和され、長時間電子線照射が苦手な試料でも観察可能になる。したがって、基盤ツールとして大きく波及すると考える。
- ⑤ 3次元的に電子顕微鏡観察可能な画像取り込み法の確立においては、観察法としてTEM法やSTEM法があったが、検討の結果ここではSTEM法を採用した。装置としてはTEMおよびSEMが可能なものとし、試料によっては最適な方法をユーザが選択できるようにした。電子顕微鏡分野では基盤ツールとして有用な成果である。
- ⑥ 3次元電子顕微鏡観察可能な試料加工法の確立においては、マイクロイオンビームを用いたイオンビームエッティング法を採用した。この方法は試料に照射損傷を与えるものの試料を円筒に加工ができる。したがって、損傷には注意を要するが、Cuダマシンの観察においては問題なく利用できた。これはマイクロビームが円筒加工に利用できることを示したもので、基盤ツールとしてナノマテリアル、マイクロマシンなどへの波及効果は大きい。一方、高分子などにおいては損傷が無視できず、観察においては十分に注意する必要があることがわかった。今後の開発課題である。
- ⑦ 電子顕微鏡画像と元素分析のマッチング法の確立においては、元素分析にEELSを用いたことで、従来元素分析に利用されるEDX（エネルギー分散型X線分光法）に比べ短時間の内に元素情報が得られるようになった。また、3次元観察においては位置ぶれ等の影響が問題であったが、位置ぶれ補正技術とのマッチングにより、微小領域の元素分析を可能にした。このマッチングさせた技術は、新しいツールとして注目できる。

- ⑧ 電子顕微鏡画像の再構築技術の確立においては、エッジ強度から得られるトポグラフィは構造解析に強く、一方全体の濃淡から得られるトモグラフィは内部情報まで得られるものの、構造が不鮮明になるという欠点があった。これをうまく使うことで構造と元素の情報まで得られることになった。基盤ツールとして有用な要素ツールといえるが、さらに高精度な情報を取得するためには、画像処理機能・画像位置補正機能の強化・自動化などに課題があり、また利用者がフレンドリーに活用するためには、全自動化を目指す必要がある。
- ⑨ 3次元電子顕微鏡用の標準試料の検討と作成においては、量子ドット、多層膜などで検討した。量子ドット構造の試料を対象としてFIBによる円筒加工の方向を工夫し、従来不可能であった断面方向と平面方向の同一試料でのSTEM観察を行うことに成功し、3次元電子顕微鏡の有効性を明らかにした。これらの試料は現在のナノテク分野の材料であり、ナノマテリアル観察においては標準試料として重要な基盤ツールになると考える。
- ⑩ 3次元電子顕微鏡を用いた半導体、セラミックス、高分子などの観察と評価は第Ⅱ期に開始したテーマで、材料も半導体から、高分子、生物試料まで広範囲に渡ったため、焦点が絞り難かった。しかし、半導体材料においては3次元観察を達成したし、金属埋め込み高分子では埋め込み金属の3次元観察も行った。また、コラーゲンをコートした試料においてコラーゲンと試料の接着領域の観察を試みた。これらの試みは電子顕微鏡観察法において新たな知見が得られた。今後、ユーザに対して適切なアドバイスができるものとしての貢献ができると考える。
- また、これらの成果を元に、システムの高性能化とインターネット化等を行い、さらにユーザフレンドリー化も目標としたが、インターネットはセキュリティの関係から、実際の利用はMOにデータ保存することとした。ユーザフレンドリー化は、専門家でなくとも利用できるようになるが、現段階では、まだ専門的な操作知識等が必要であり、従ってユーザフレンドリー化ための課題に取り組んで行かなければならないが、今後、多くの研究者の参画により、新たな展開が起こると考えている。

4. 研究成果公表等の状況

【研究成果発表等】

	原著論文による発表	左記以外の誌上発表	口頭発表	合 計
国内	1件	7件	21(1)件	29(1)件
国外	16(2)件	1件	6件	23(2)件
合計	17(2)件	8件	27(1)件	52(3)件

(注：既発表論文について記載し、投稿中の論文については括弧書きで記載のこと)

【特許出願等】 8件 (国内 8件、国外 1件)

【受賞等】 0件 (国内 件、国外 件)

【主要雑誌への研究成果発表】（インパクトファクター評価誌）

Journal	Impact Factor	サブテーマ1	サブテーマ2	サブテーマ3	サブテーマ4	サブテーマ5	サブテーマ6	サブテーマ7	サブテーマ8	合計
		3次元電子顕微鏡の高性能・汎用化技術に関する研究開発	3次元電子顕微鏡の制御自動化アルゴリズムに関する研究開発	3次元電子顕微鏡用試料加工技術と電子線検出装置の研究開発	エネルギー分析系におけるデータ収集・解析技術の最適化に関する研究	実試料の3次元観察に関する研究	3次元電子顕微鏡の標準試料作製技術に関する研究開発	3次元観察方法の最適化	3次元構造再構築技術の確立	
Journal De Physique IV	0401							1		1
Journal of Electron Microscopy	0556	1	1	1	1			2	1	7
Journal of Material Science Letters	0489						1			1
Microscopy and Microanalysis	2114							1		1
Surface Coating Technologies	1236					1				1
Ultramicroscopy	1890							1		1
主要雑誌小計	6誌									
発表論文合計		1	1	1	1	1	1	5	1	12