

コヒーレント低速電子を用いた単分子の回折顕微鏡法の開発

Development of diffraction microscope with low-energy coherent electron beams; atomic structure analysis of a single molecule



大島 忠平 (Oshima Chuhei)

早稲田大学・理工学術院・教授

研究の概要

軽元素の作るポテンシャルと強く相互作用する低速電子 (1keV 以下) で、指向性・干渉性に優れた電子波を単分子に照射し、回折強度パターンを測定できる装置をつくり、回折強度解析から原子分解能で原子構造を決める顕微鏡法の開発を目指す。

研究分野：工学

科研費の分科・細目：応用物理学、工学基礎

キーワード：コヒーレント電子ビーム、回折顕微鏡、分子の原子構造

1. 研究開始当初の背景・動機

炭素・酸素・窒素等の軽元素からなる有機分子の原子構造を直接顕微鏡で観察する要求がバイオ関連分野、ソフトマター等の材料開発分野で高まっている。従来の電子顕微鏡でこれらの分子構造を観察しようとすると、邪魔する2つの障壁がある。第1の障壁は電子レンズの球面収差や色収差であり、第2の障壁は高速電子の軽元素に対する弱い信号強度である。現在、前者については、幾つかの収差補正法が開発されているが、後者の低速化技術の技術開発についてはほとんど手つかずの状態である (最新の低速電子顕微鏡の最低加速電圧は60keVである)。これらの問題を原理的に克服するために、本研究では超低加速 (1keV 以下) でかつ空間的可干渉性に優れた電子ビームを用いた回折顕微鏡法の開発を目指す。

2. 研究の目的

1 keV 以下の電子波は軽元素の作るポテンシャルによっても強く散乱され、その反射回折強度の解析から、単原子層のグラファイトや *h*-BN のホウ素、炭素、窒素の軽原子の位置を正確に決定することができる。所謂、低速電子線回折法である。単原子電子源から放出される高い空間的干渉性をもった低速電子ビームを単分子に照射し、透過回折パターン強度を広角度にわたって測定し、オーバーサンプリング解析から原子分解能の顕微像をえること、つまり軽元素からなる単分子の原子構造解析への道筋をつける。

3. 研究の方法

(1)単原子電子源の開発

回折顕微鏡への応用を視野にいれ新材料・製作方法、動作環境等を最適化する。

(2)大型グラフェン膜の作成

単分子を支持する良質で大型のグラフェン膜の製造技術を開発する。

(3)エネルギー分別検出器の開発

低速電子ビームは物質内を通過する時、ノイズとなる2次電子を大量に放出する。これらの電子を除き、弾性散乱した電子による回折像を得るための検出器を開発する。

(4)低速電子線回折顕微鏡の開発：単原子電子源を搭載可能とし、電磁レンズと逆バース法を採用し、低加速でも高い空間分解能が確保できる装置を設計・製作・調整する。

4. 研究成果

(1) コヒーレント電子源の開発

これまで、単原子電子源は、実用化に必要な不可欠な自己修復機能性やデモンタブル性も兼ね備えていることを報告した。回折顕微鏡への応用を検討した結果、真空蒸着法や合金法による製造が優れていることを見出し、実用化に極めて近いレベルに到達した。

(2)グラフェン膜の製造成功

分子を支持する単原子層のグラフェン膜の製造方法を見出した。100 μ m 以上の良質な大きな膜である。(特許申請)

(3)検出器開発

入射角 \pm 20度で高エネルギー分解能をもつ検出器を開発した。

(4)低速電子線回折顕微鏡の開発

図1は製作した回折顕微鏡の写真である。開発した低速電子線回折顕微鏡は、逆電位型の静電磁レンズを組み合わせた SEM 機能で試料位置を確認し、その後平行ビー

ムを照射するシステムを採用した。現在単原子電子源搭載の調整を行っている。以下に、W-Zr ショットキー電子源による予備実験の結果について述べる。

ビーム径百 nm の平行ビームを試料に照射し、非弾性散乱電子を除いた弾性電子で回折像を測定した。図 1 の下段に金箔からの 1keV の電子回折像の 3 次元表示を示す。金箔は数十 nm の厚さがあり、回折像は中心のみに現れている。

図 2 に本研究で製作技術を開発した自己保持グラフェン膜（厚さ単原子層）の加速 1 kV の回折像を示す。単原子層の炭素からの明瞭な回折斑点を観測することができた。

これらのデータはナノ領域の低速電子透過回折像の世界初のデータである。このことは、ビーム径をさらに 1 桁下げれば(新電子源により進行中)、単分子の低速回折パ

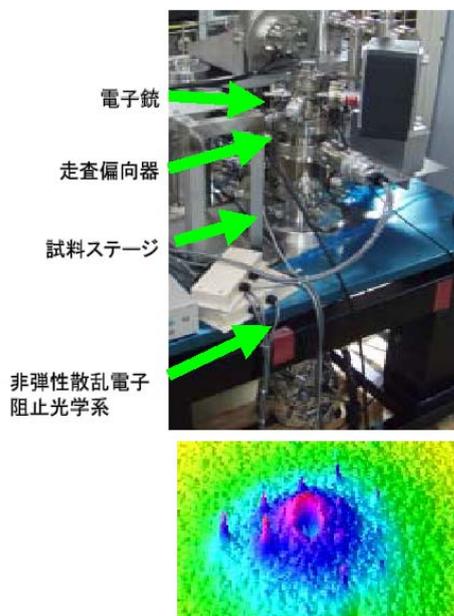


図 1. 開発した回折顕微鏡の写真および金箔の回折像(1keV)

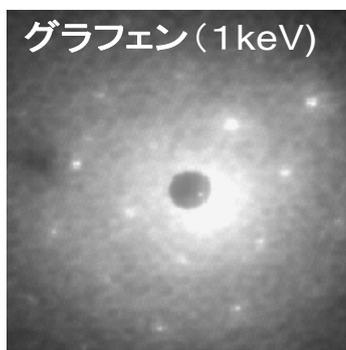


図 2. 自己保持グラフェン膜からの透過電子回折像 (1 keV)

ターンが測定でき、解析ソフトの開発により原子構造の情報入手が可能であることを強く示唆している。

5. 得られた成果の世界・日本における位置づけとインパクト

実用単原子電子源、グラフェン膜製作、新検出器、低速電子線回折顕微鏡装置の開発は、どれ 1 つをとっても国内外には報告はなく、極めて独創性に富んだ成果であり、多くの技術分野へのインパクトも大きい。

6. 主な発表論文

(研究代表者は太字、研究分担者には下線)

1) “Large solid-angle analyzer applied to angle-resolved ultraviolet photoelectron spectroscopy”, D. Sakai, D. Miura, T. Ishikawa and **C. Oshima**, Journal of Electron Spectroscopy and Related Phenomena, 159, 39-45 (2007)

2) “Highly efficient electron gun with a single-atom electron source”, T. Ishikawa, T. Urata, B. Cho, E. Rokuta, **C. Oshima**, Y. Terui, H. Saito, A. Yonezawa and T. T. Tsong, Appl. Phys. Lett., 90, 143120 (2007).

3) “Stabilities in field electron emissions from noble-metal covered W nano-tips: apex structure dependence”, T. Itagaki, E. Rokuta, H.-S. Kuo, K. Nomura, T. Ishikawa, B.-L. Cho, I.-S. Hwang, T. T. Tsong, **C. Oshima**, Surface and Interface Analysis, 39, 299-303 (2007)

4) “Coherent and Intense Multibeam generation by the apex of sharp nano-objects. B.Cho, T.Ishikawa and **C.Oshima**, Applied Phys. Lett. 91, 163102-1, 13.(2007).

5) “Demountable Single-Atom Electron Source”, **C. Oshima**, E. Rokuta, T. Itagaki, T. Ishikawa and B. Cho, H- S. Kuo, I- S. Hwang and T. T. Tsong, e-Journal of Surface Science and Nanotechnology, 3, 412-416 (2005)

6) “Atomic-scale field emitter with self-repairable function and thermo- dynamically stable structure: FEM Study on Pd-covered nanopyrramids on W<111> tips”, E. Rokuta, T. Itagaki, D. Miura, T. Moriyama, T. Ishikawa, B.-L. Cho, T. Y. Fu, T. T. Tsong, and **C. Oshima**, Applied Surface Science, 251, 205-209 (2005)

7) “Highly coherent electrons emitted from Nano-scaled Areas”, **C. Oshima**, E. Rokuta, and B.Cho, Chinese Journal of Physics, 43, 145-153 (2005)

受賞：榊賞(JSPS マイクロビーム第 141 委員会) 2007.9 “単原子電子源開発ならびに超高分解能電子分光における先駆的研究” ホームページ等：

<http://www.surface.phys.waseda.ac.jp/>