

88年の常識を覆す画期的な電子顕微鏡を開発

～磁石や鉄鋼などの磁性材料の原子が直接見える～

JST 先端計測分析技術・機器開発プログラムにおいて、東京大学と日本電子株式会社の共同開発チームは、新構造のレンズを組み込んだ画期的な電子顕微鏡を開発した(図1)。これまで磁場のない条件では不可能だった原子の直接観察を世界で初めて実現し、さらに磁気特性を持つ機能性材料(磁性材料)の詳細な原子の観察に成功した。

電子顕微鏡は、現在用いられている全ての顕微鏡の中で最も高い分解能を持つ顕微鏡です。しかし、高分解能を実現するには原理的に試料を極めて強い磁場の中に入れて観察する必要があり、その磁場の影響を受ける磁性材料の原子観察は困難でした。磁性材料の開発は急速に進歩しており、原子レベルの構造評価が今後の材料開発の鍵を握るため、この最大の難問の解決は長い間世界中で待望されていた。

本開発チームは、電子顕微鏡の心臓部に当たり、磁場を使って像を拡大する対物レンズを上下2つに組み合わせた全く新しい構造のレンズを開発しました。上下のレンズ磁場を逆向きに発生させることで、必要な場所では磁場が存在しますが、レンズの間に置いた試料上の磁場だけを打ち消し合ってほぼゼロにできた。変圧器やモーターの鉄芯などで広く使われる代表的な磁性材料の電磁鋼板は、通常は磁場の影響で変形してしまい観察できないが、新しい顕微鏡では磁場の影響を受けずに観察でき、さらに高分解能で原子構造を見ることができた。

2017年のノーベル化学賞を受賞したクライオ電子顕微鏡は、「生化学を新しい時代に導いた」とまでいわれるブレークスルーを起こしました。今回開発した新しい電子顕微鏡は、対物レンズが異なるだけで従来の電子顕微鏡と同様の使い方ができることから、ナノテクノロジーの研究開発を格段に進歩させることが期待されます。

本開発はオーストラリアのモナッシュ大学と共同で行われました。本開発成果は、2019年5月24日に英国科学誌「Nature Communications」のオンライン版で公開されます。

<研究の背景と経緯>

顕微鏡開発の歴史は、「極微の世界はどうなっているのだろう」という根源的な問いへの

追求の歴史です。1931年に実現した電子顕微鏡は、文字通り電子を使ってミクロの世界を観察する顕微鏡であり、現在用いられている全ての顕微鏡の中で最も高い分解能を持っています。世界最高性能は東京大学の幾原 雄一 教授、柴田 直哉 教授らが2017年に達成した40.5ピコメートル（ピコは1兆分の1）で、これは水素原子の半径（53ピコメートル）より小さいものを見分けることができます。

光を用いた光学顕微鏡は、光学ガラスをレンズとして使って物体の拡大像を得ますが、電子顕微鏡では強力な磁場をレンズに用います。磁場中に電子を入射するとローレンツ力という力を受けて電子は曲がりますが、この現象を試料の近くでレンズのように作用させることで像を拡大しています。この強い磁場を使った対物レンズの性能が、電子顕微鏡の性能、すなわち分解能を決定します。そのため、対物レンズは電子顕微鏡の心臓部として今も脈々と開発が続けられています。

図2に現在用いられている対物レンズの断面模式図を示します。この対物レンズでは、ポールピースと呼ばれる上下の磁極間に2～3テスラもの強磁場を発生させることで、入射電子に対する強力なレンズ作用を持たせます。この時、観察する試料はこの強磁場の中に挿入しなければならない構造であるため、試料は常に強磁場にさらされることになります。磁性がない試料であれば問題ありませんが、磁石、鉄鋼材料、磁気ヘッド、磁気メモリー、スピンドバイスなど、磁性を持つ材料やデバイスでは、レンズの磁場と材料の持つ磁性とが強く相互作用してしまい、元々の構造が大きく変化したり、破壊されたりしてしまう問題が生じます。また、試料との強い相互作用によって、観察時に光軸や非点などが大きく変化し、良質な電子顕微鏡像を撮影できないことも大きな問題です。

<研究の内容>

今回、東大と日本電子株式会社の共同開発チームは、試料室を磁場フリー（磁場のない）環境に保つことができる全く新しい対物レンズ（図3）を試作し、そのレンズを搭載した電子顕微鏡を開発しました。この対物レンズは、あたかも通常の対物レンズを上下に2つ組み合わせる1つのレンズとして用いるかのような構造をしており、試料はこの上下レンズの間に挿入して観察します。この際、上下のレンズ磁場を逆向きに発生させることによって、試料上で磁場同士がちょうど打ち消し合ってほぼゼロになるように調整します。その結果、試料が設置されるレンズ内部の磁場強度を0.2ミリテスラ以下に抑えることに成功しました。これは通常の対物レンズ内部の磁場の1万分の1以下に相当し、磁性材料の観察に影響を及ぼさない磁場フリーな環境といえます。

さらに、開発した新しい対物レンズと最新の収差補正装置注7) (DELTA型コレクター) を組み合わせることで、原子分解能磁場フリー電子顕微鏡 (MARS マース: Magnetic-field-free Atomic Resolution STEM) を開発しました。この装置の性能評価を行うために、窒化ガリウム (GaN) 単結晶を観察すると Ga-Ga 原子間の距離はわずか 92 ピコメートルしか離れていませんが、その 2 つの原子が明瞭に分離して観察できていることがわかります (図4)。この結果より、少なくとも 92 ピコメートルの空間分解能が達成されていると判断できます。次に、典型的な軟磁性材料である電磁鋼板の原子観察を行いました。電磁鋼板は変圧器やモーターの鉄芯として広く用いられている材料で、ミクロな組織の制御がその性能向上に極めて重要です。しかし、軟磁性材料は強磁場中に入れると容易に磁化され変形してしまうため、電子顕微鏡による原子レベルの組織観察は極めて困難でした。新しく開発した電子顕微鏡で観察したところ、電磁鋼板でも磁性のない材料と同じぐらい容易にその原子構造を観察できました (図5)。原子観察が最も困難な材料の 1 つである電磁鋼板で原子観察に成功したことは、あらゆる磁性材料の原子観察が可能になったことを意味しており、88 年以上続く電子顕微鏡開発において磁場フリー環境における原子分解能観察を初めて実現した画期的な成果です。(日文全文 http://www.t.u-tokyo.ac.jp/soe/press/setnws_201905271401148880553756.html)



図1 新しく開発した原子分解能磁場フリー電子顕微鏡 (MARS)

加速電圧は200キロボルトである。矢印で示した位置に、新開発の対物レンズが導入されている。さらに、その上部には最新の収差補正装置 (DELTA型コレクター) が導入されており、原子サイズに電子線を絞り込むことを可能にしている。

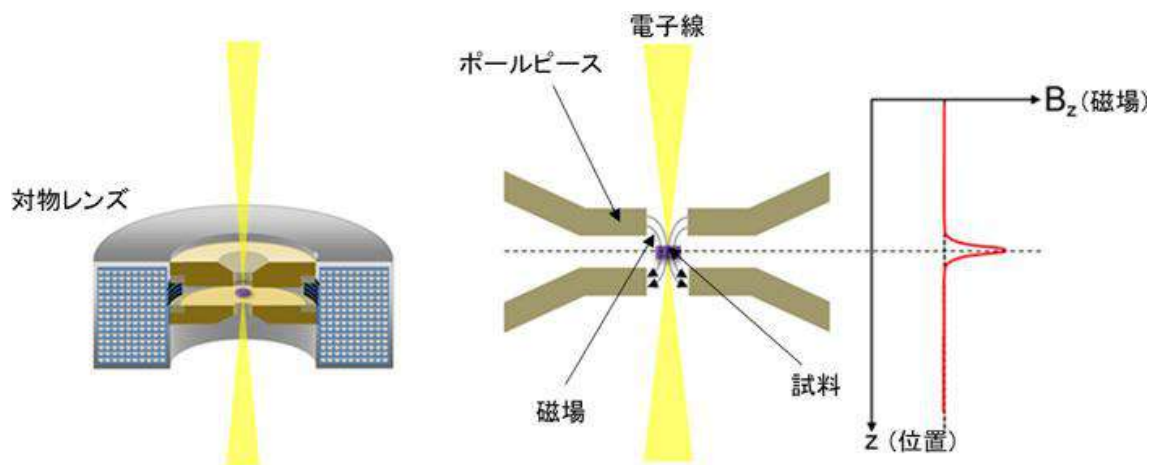


図2 従来の対物レンズの断面模式図

(左) 対物レンズの断面模式図

(右) 対物レンズ内部の磁場分布の模式図。試料（紫）を挿入する試料室に2～3テスラの非常に強い垂直磁場がかかってしまう構造を持つ。

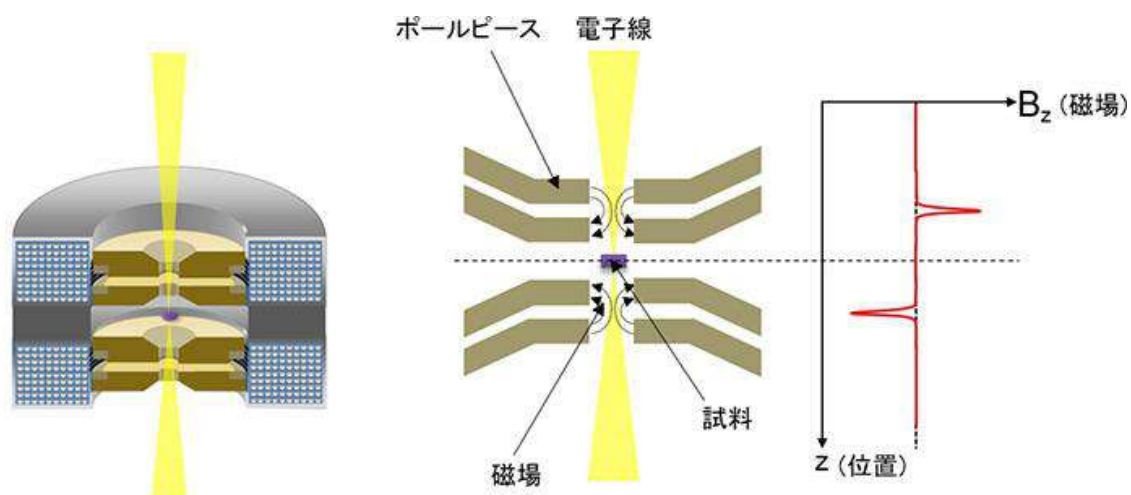


図3 新開発の対物レンズの断面模式図

(左) 新開発対物レンズの断面模式図

(右) 新開発対物レンズ内部の磁場分布の模式図。上下2つのレンズで発生する磁場が、上下反対向きであるため、試料の位置で磁場同士が打ち消し合い、試料環境を無磁場条件に保つことができる。この構造を用いると、電子線を曲げるための強い磁場を試料まで近づけられるため、原子分解能観察が実現できる。