

MERIT インターンシップ（国内）報告書

工学系研究科 マテリアル工学専攻

溝口研究室 博士課程2年

MERIT6 期生

中澤克昭

・実施期間

2019年7月1日～2019年7月31日

・受け入れ先

物質・材料研究機構（NIMS） 先端材料解析拠点 実働環境計測技術開発グループ
（グループリーダー：三石和貴先生）

・テーマ

4D-Canvas を用いた新たな微細構造解析手法の検討

・内容

受け入れ先である NIMS には今年度、最新の走査型透過電子顕微鏡法（STEM）用電子検出器である 4D-Canvas が導入された。この 4D-Canvas の特徴としては、高速な信号読み出しが挙げられる。今までの電子検出器では走査各点(x, y)での積算電子量しか得ることが出来なかった。しかし 4D-Canvas では高速な信号読み出しにより、散乱像強度分布、つまり回折図形(kx, ky)を取得することが可能になった。このような 4 次元データを取得する電子顕微鏡法を 4D-STEM と呼ぶ。この 4 次元データ $I(x, y, kx, ky)$ の取得が可能になったことにより、新たな微細構造解析手法が期待されている。

このようにデータが多次元化し、より多くの情報を取得することが可能になった結果、解析の自由度が高まった一方で、走査各点の回折図形を取得する研究が過去に十分に行われていないこと、データ次元が 4 次元であり直感的な解釈が難しいこと、またデータ量が膨大であり、その操作にも多大な時間がかかること、機器が非常に高価であり、まだ十分多くの研究室に普及していないなどの理由から 4D-STEM 特有の解析方法は未だ十分に開発されておらず、そのポテンシャルが十分に生かされていない状態である。

そこで本研究課題では、以上の問題を解決するため、4D-STEM の特性を活かした新たな微細構造解析手法の開発に取り組んだ。

今回のインターンでは主に 3 つの手法の開発または実装を行った。

1. Ptychography 法の実装。

Ptychography 法は高分解能で位相回復を行う手法である。この ptychography を行うための script を python で作成し、実装した。

2. 高角度側電子散乱を用いた低ダメージでの厚さ，組成決定手法

従来の STEM では試料の厚さや組成の計測は主に分光法である STEM-EELS や STEM-EDX によって行われてきた。しかし，これら分光法は多量の電子線照射を必要とするため，電子線に弱い材料の観察が難しかった。そこで原子種によって散乱角が異なることに注目した。4D-STEM によって散乱角の違いを検出し，組成分布を計測した。また厚さによっても回折図形が変化するため，この変化を利用し，厚さの計測を行った。その結果，STEM-EELS に比べて 1/10 以下の電子線照射量で，組成と厚さの計測が可能であることを確認した。

3. 回折図形その場観察によるガラス-結晶相転移過程の観察。

4D-STEM に加えて，その場観察用加熱ホルダーを利用し，回折図形の変化の観察から，結晶化過程の解析を行った。また 2. で開発した手法を合わせて用いることで，結晶化する位置と組成の関係を解析した。

・謝辞

本インターンシップで電子顕微鏡，および 4D-STEM の操作方法や Ptychography の理論を教えていただいた三石様，インターンシップの準備をして頂いた塩見様をはじめ，実働環境計測技術開発グループの皆様がこの場を借りて感謝いたします。今回のインターンシップの機会を与えていただいた，指導教官の溝口照康教授，副指導教官の岡本博教授および，MERIT プログラムにもこの場を借りて感謝させていただきます。