

PICO 2015 参加報告

山崎 順

大阪大学 超高圧電子顕微鏡センター

2015年4月19-23日の日程で、ドイツとの国境近くにあるオランダのKasteel Vaalsbroekにおいて開催されたPICO2015 (The 3rd conference on Frontiers of Aberration Corrected Electron Microscopy) に参加した。この会はJülichにあるErnst Ruska Center (ERC) のDunin-Borkowski教授らを中心に主催されたもので、収差補正電顕 (TEM 及びSTEM) の最先端研究を主題としたものであった。また、現在の収差補正技術の礎として絶大な貢献をされた、Harold Rose教授の80歳祝賀記念会合でもあった。参加者はドイツを中心としたヨーロッパの研究者が多く、本稿では海外の研究者の講演を中心に報告する (本稿作成に際し日本電子 (株) の沢田様にも一部ご協力頂きました)。

近年の装置開発について、欧州でのPICOプロジェクトの成果とSALVE IIIプロジェクトの進捗を中心に報告があった。前者における開発装置は、TEAMプロジェクトで開発された球面収差/色収差 (C_s/C_c) 補正装置 (CCOR) をERCの50-300 kV電顕 (FEI社製Titan) に搭載したものであり、excursionでのERC見学の際に実物を目にする機会を得た。Monochrometerやprobe correctorも搭載し、除振床など細部まで気が配られており、200, 300 kVでのTEM像で50 pmの分解能を達成しているとのことである。この分解能達成の妨げとなったのはJohnson noiseと二回非点収差の不安定性であり、これらの改善に取り組んだ結果 (CCOR+へのアップグレード)、1 Å分解能を保持できる時間が数10秒から10分以上まで向上し実用性を増したとのことである。一方Ulm大学を中心に現在進行中のプロジェクトがSALVE IIIであり、FEI社とCEOS社の協力のもとTitanベースの低加速電圧サブÅ分解能TEMの開発と応用研究を目指している。2016年春に20-80 kVでの C_s/C_c 補正電顕として実験データ取得を開始するとのことである。

C_c 補正の利点は、第一義的には低加速電圧での高分解能かつ高コントラスト結像の実現である。これを活用した研究として、氷や MoS_2 などの照射ダメージに弱い物質の観察が報告されたが、grapheneで挟み込んだり水素を重水素に置換したりといった試料側の様々な工夫も試みられていた。ま

たgrapheneの点欠陥の連続観察と合わせたknock on現象の第一原理計算など、理論的な側面からの研究も目を引いた。 C_c 補正の別の利点は、試料内で発生した非弾性散乱電子を捨てることなく幅広いエネルギー範囲に亘ってTEM結像に使えることである。分厚い試料のzero loss像は非常に暗いことが難点であるが、 C_c 補正TEM像では分解能を大きく損なうことなく明るい像が得られていた。また40 eV幅のcore loss像でTi原子コラム等が可視化されており、定性的ではあるもののSTEM-EELSよりも簡便に原子分解能の元素マッピングが得られる利点が示された。

収差補正電顕を用いた手法論的研究として、従来の傾斜シリーズを用いずに、一方向からの像に基づいて3次元構造情報を引き出すことを目指した研究が目立った。著者のグループも収差補正TEM像のthrough-focus撮影による3次元観察について報告したが、Van Dyck教授の講演ではfocal-series reconstructionによる再生波動場の位相変調を解析して (big-bang tomography), MgOやGe, Auの楔型結晶膜の3次元原子配列を見事に再現していた。また80 kVでの観察中にgrapheneがZ方向に揺れ動く様子についてリアルタイムでの解析にも取り組んでいた。一方Jia教授はたった1枚の収差補正TEM像から、精密なパラメーターフィッティングを経てMgO結晶膜の3次元原子配列を決定していた。またSTEMによる結晶内置換原子のdepth sectioning観察については、将来的にさらに大収束角まで収差補正した場合の見通しについてPennycook教授らがシミュレーションで示していた。

この他にも、分割ディテクターを用いたSTEM位相像観察、STEM像強度定量解析、試料ホルダーのカゲまで考慮したEDX定量解析と組成tomographyへの試みなど、興味深い講演が相次いだ。講演内容の多くはUltramicroscopy特集号に掲載されている。



会場となった古城ホテルでの集合写真