利用技術

線形加速器を用いた透過電子顕微鏡



三宮 工^{*1} Sannomiya Takumi



新井 善博*2 Arai Yoshihiro



永山 國昭^{*3} Nagayama Kuniaki



永谷 幸則^{*4} Nagatani Yukinori

1 はじめに

透過電子顕微鏡は、加速電子線を試料に当てて透 過させ、高い空間分解能で試料の情報を可視化する 手法である。その高い空間分解能を生かして、生物 学,分子化学,物質科学,物理学等の学術分野だけ でなく、デバイスや材料評価、各種スクリーニング まで幅広い分野で用いられている。電子顕微鏡の高 い空間分解能は、主に電子の短い波長に由来してお り、電子の波長は100 kVの加速で3.7 pm, 1,000 kV で 0.87 pm になる。一方, 電子の物質への透過能は 極めて低く、電子が散乱されて強度がなくなるまで の侵入深さの指標となる消衰距離は、100 kV 加速 では数十~数百 nm 程度であり、明瞭なコントラス トと高い分解能で観測可能なサンプルの厚みはおお よそこのオーダーとなる¹⁾。この消衰距離は波長に 反比例し、加速電圧が大きいほど電子線の透過能は 高い。500 kV を超える加速電圧の超高圧電子顕微 鏡ではミクロンオーダーの厚さのサンプルのイメー ジングも可能である^{2,3)}。

通常,透過電子顕微鏡において,電子は直流電場 によって加速される。高電圧の空間的な絶縁は距離 に依るしかなく,絶縁ガス内で高電圧を保持する高 圧タンクは,超高圧電子顕微鏡では高圧タンクだけ で数mの巨大なものとなり,それらを含めた10m 以上の顕微鏡本体を除震するため,超高圧電子顕微 鏡の設置には専用の建物が必要となる。 本研究では、高周波により荷電粒子を加速する線 形加速器を用いることで、コンパクトな超高圧電子 顕微鏡の実現を目指した⁴。ここではその実現のた めの要素技術の開発と現状を解説する。

2 線形加速透過電子顕微鏡の構成と原理

図1に開発した 500 kV 線形加速透過電子顕微鏡 の模式図と外観写真を示す。オメガ(Ω)フィルタを 有する汎用 200 kV 電子顕微鏡 (JEM-2200FS, 日本 電子)をベースにし,高周波ビームチョッパ,線形 加速器,線形減速器を組み込んだ。減速器を採用す ることで,試料周辺のみ 500 kV 用の電子光学系と し,残りの結像系光学素子は,Ωフィルタを含め, コンパクトな 200 kV 汎用機のものを使えるように なっている。高周波は単一のクライストロンから供 給され,4つの位相振幅調整器により,2つのチョッ パ空洞,加速空洞,減速空洞に分配される。

直流 100 kV の電子銃より放出された電子線は, チョッパにより高周波パルス化され,加速空洞で 400 kV 分加速され,500 kV に到達する。500 kV で 試料に照射され,対物レンズ通過後に,減速空洞で 300 kV 分減速され,200 kV の電子線となる。その 後拡大系,Ωフィルタを経てカメラに到達する。

今回開発された電子顕微鏡は,500 kV の加速で ありながら,全高 3.75 m であり 1 フロア分の既存 の実験室にも収まるサイズである(実際,生理学研



図1 開発された線形加速器を用いた透過電子顕微鏡の概略 図と外観(左下)

究所の通常の実験室に本装置は設置された)。

3 ビームのパルス化:ビームチョッパ

高周波を利用した加速空洞内の電場は,当然なが ら高周波(2.45 GHz)で振動している。空洞内で電子 が加速されるためには,高周波に同期して,電場が加 速方向に向いているタイミングで電子が侵入する必 要がある。また加速空洞は多段となっており(図 2a), 空洞内において電子は最大の電場の「波乗り」をし て加速されていく。空洞の1段の幅は,電子の速度 で1周波当たりの進む距離を反映して設計されてお り,相対論的になるにつれ加速されにくくなるため 幅は一定に近づく。500 kV の電子の速度は光速の 86%である。

この加速において、電子のエネルギー幅は少ない ほうが良い(時間コヒーレンスが高い)。異なるエ ネルギーの電子は、磁場レンズによるレンズ作用が 異なり、色収差により像ボケとなる。サブナノメー



図 2 加速空洞内の電子加速の概略図(a)と、エネルギー幅 とパルス幅の関係(b)

(a)の電場は電子加速方向を矢印方向としている

トルの分解能を達成するには、対物レンズの色収差 係数を考慮すると、エネルギー安定度はおおよそ 10⁻⁵以下が求められる。空洞内の電場は正弦波であ るので、最大電場を利用するとして、このエネルギー 安定度は 580 fs 程度の時間幅に相当する(図2b)。 すなわち、2.45 GHz 周期で、580 fs 幅以下の電子線 のパルス化が必要となる。

本装置開発では、このパルス化を実現するために, 2つのデフレクタ空洞からなるチョッパ機構を開発 した。デフレクタは、電場を電子線進行方向垂直に 発生させることにより,電子線を曲げる働きをもつ。 デフレクタの後方にスリットを設置することで、短 い時間だけ電子線を透過させること(チョッピング) が可能となる。しかし、単に1つのデフレクタ空洞 とスリットを並べただけでは、進行方向垂直に電子 線が時間的に振動することになり、仮想光源が大き い(空間コヒーレンスが悪い)ことになる。新たに 開発したチョッパ機構では、2つの同じデフレクタ 空洞を光学的に重ね合わせることで電子線の空間的 な動きをキャンセルし、スリット透過後の電子線が 静止するようにして、チョッピングによる空間コ ヒーレンスの劣化を防いだ。2つのデフレクタ空洞 が光学的に完全共役になるように、4f(fはレンズ の焦点)の光学系を用いて2枚のレンズにより結合



図3 (a) チョッパの模式図 4fの光学系で完全共役に空洞 を接続することで,偏向の動きをキャンセルする。(b)2つ の空洞の相対位相を変化させたときのビームスポットの動 きと同位相でスリットを入れた時の像



図 4 減速器を使わず 400kV まで加速した透過電子顕微鏡像 (a) 200fs パルス幅,(b) 4ps パルス幅での撮影。試料は穴の開いた金多結 晶薄膜

し、デフレクタ空洞の逆空間位置にスリットを設置 している(図3)。このスリット幅により、チョッ ピングの時間窓(パルス幅,図2参照)を調整する ことができる。あるいはデフレクタの振幅強度を上 げることはスリット幅を狭めることと同等である。

図 3b には 2 つの偏向空洞の高周波の相対位相を 変化させたときのビームスポットの動きを示す。同 位相のときにビームの動きは最小となる。この状態 でスリットを導入すると、ビームは 2 つのスポット となる。この 2 つのスポットは、偏向空洞によるビー ム偏向の行きと帰りに相当し、高周波の位相として は 180 度ずれているビームスポットとなる。実際の オペレーションでは、この 2 つのスポットのうち 1 つ だけを加速空洞の位相に合わせるため、もう片方の スポットは加速空洞で加速されないか、減速あるい



(a)レンズを使わず電子回折図形を撮像することにより電子の波長を計測 する。試料は金単結晶を用いた。(b)測定値のプロットと理論曲線

は反射されるため、無視できる。

図4に、400 kV 加速(DC100 kV+RF300 kV)で、 減速器とオメガフィルタを使わずに結像した例を示 す。(a)は200 fs パルス幅で測定した像、(b)は4 ps パルス幅で測定した像を示す。エネルギー幅の大き い(b)の像では色収差の影響で、かなり像がボケて いることが分かる。

4 加速の確認と加減速による像撮影

加速電圧は、レンズを励磁せずに回折図形を撮影 することで確認した。図1における減速空洞直上に 蛍光板を挿入し、対物レンズ及び中間レンズをオフ にして撮影したものが図5である。加速空洞への投 入電力に応じて、回折図形の大きさが変化する。図5a

に示すように、加速電圧が高くなるにしたがって、 電子の波長は短くなり、結晶からの回折角が小さく なる。撮影された回折スポットの回折角とカメラ長 (試料からスクリーンまでの距離)を用いて、電子 の波長を求め、加速電圧に換算する¹⁾。試料には金 単結晶 [001] 入射を用いている。投入電力と加速 電圧の関係をまとめたものが図 5b である。8 kW 程度 の投入電力で 500 kV まで加速されることが分かる。

減速は、オメガフィルタを用いて確認する。(図1 参照)オメガフィルタを200kV用に設定しておく と、200kVの電子のみがオメガフィルタを通過す る。これにより500kVまで加速された電子線を減 速空洞によって200kVの加速まで減速させる条件 (空洞の振幅と位相)を決めることができる。

これまでに, DC100 kV 加速の電子線を RF500 kV 加速し試料通過させ, RF で 300 kV 分減速した 200 kV の電子線をオメガフィルタを通過させて結 像することに成功している⁴。像情報を持つ電子波 を,像情報を保持したまま RF 減速・結像させた初 めての例である。DC100 kV+RF100 kV の条件では, サブナノメートルの空間分解能が実現している。

5 今後の展望

本研究で, RF 加減速による超高圧透過電子顕微 鏡が実現可能であることを実証した。ここでは原理 検証として,500 kV 加速までであったが,超電導 体を利用した加速空洞やレンズを用いることで,熱 損失が少なく,本研究で開発した程度のサイズの装 置で,5 MeV を超える電子顕微鏡の実現も可能と 考えられる⁵。これにより,コンパクトな超高圧電 子顕微鏡が実現し,バルクに近い形での電子顕微鏡 観察がより簡便に行えるようになることが期待され る。また,本研究で示した空間分解能は,理論上の 限界には達しておらず,今後安定度や光学条件の最 適化を進めていく予定である。

謝辞

本研究開発を実施するにあたり,数多くの方(企 業含む)の協力をいただいた。特に,相原博士,白 井博士,飯島氏,秋本氏,生理学研究所村田博士, 香山博士,テラベース(株)斉藤氏,池田氏,河口氏, 日本電子(株),AET, IDX,ATA,カシワ電気の方々 には格別のご支援をいただきここに感謝したい。本 研究の一部はJST さきがけ研究の支援によって実 施された。

参考文献

- 1) Hawkes, P. and Kasper, E., *Principles of Electron Optics*, Academic Press (2017)
- Makin, M. J. and Sharp, J. V., J. Mater. Sci., 3, 360 (1968)
- 3) 永谷 幸則, 他, 顕微鏡, 50, 160 (2015)
- Sannomiya, T., et al., Phys. Rev. Lett., 123, 150801 (2019)
- 5) Dietrich, I., et al., Optik, 42, 439 (1975)

(*1 東京工業大学, *2 テラベース(株), *3 生理学 研究所, *4 高エネルギー加速器研究機構)