

Title	コインシデンス電子顕微鏡の開発
Author(s)	安野, 元英
Citation	大阪大学, 1997, 博士論文
Version Type	
URL	<a href="https://hdl.handle.net/11094/40189">https://hdl.handle.net/11094/40189</a>
rights	
Note	著者からインターネット公開の許諾が得られていないため、論文の要旨のみを公開しています。全文のご利用をご希望の場合は、 <a href="https://www.library.osaka-u.ac.jp/thesis/#closed">〈a href="https://www.library.osaka-u.ac.jp/thesis/#closed"〉</a> 大阪大学の博士論文について <a href="https://www.library.osaka-u.ac.jp/thesis/#closed">〈/a〉</a> をご参照ください。

***Osaka University Knowledge Archive : OUKA***

<https://ir.library.osaka-u.ac.jp/>

Osaka University

氏名	安野元英
博士の専攻分野の名称	博士(工学)
学位記番号	第 13139 号
学位授与年月日	平成9年3月25日
学位授与の要件	学位規則第4条第1項該当 工学研究科応用物理学専攻
学位論文名	コインシデンス電子顕微鏡の開発
論文審査委員	(主査) 教授 志水 隆一 教授 八木 厚志 教授 増原 宏 教授 岩崎 裕 教授 樹下 行三 教授 川上 則雄 教授 興地 斐男 教授 後藤 誠一 教授 中島 信一 教授 一岡 芳樹 教授 萩行 正憲 教授 石井 博昭 教授 河田 聡 教授 豊田 順一 教授 伊東 一良

#### 論文内容の要旨

本論文は、コインシデンス信号検出法を電子顕微鏡のイメージングに利用したコインシデンス電子顕微鏡の開発及び、コインシデンス電子顕微鏡による元素マッピングの可能性を実証することを目的として行った研究の成果をまとめたものであり、6章から構成されている。

第1章では、電子顕微鏡を用いた生体試料分析の重要性が大きくなっているにもかかわらず、その実行には電子線による照射損傷という困難が伴うことを指摘し、その解決手段の1つとしてコインシデンス電子顕微鏡を提案し、本研究の位置づけを行っている。

第2章では、提案したコインシデンス電子顕微鏡の特徴として、試料を照射する電子線強度を極力低く抑えることにより、従来の手法に比べて大幅にSN比を改善した元素分析が可能になることを説明している。この特徴を利用することによって、低照射損傷で生体試料分析を行えることを述べている。

第3章では、コインシデンス電子顕微鏡の実現のために開発した、X線検出システムについて述べている。本システムでは、Si(Li)半導体検出器を利用しており、エネルギー及び時間検出を独立に行うことにより、高エネルギー分解能と高時間分解能を同時に実現している。開発したシステムを用いて、X線と試料透過電子との間の時間相関測定を行い、特性X線と、これを発生したエネルギー損失電子のコインシデンス検出が可能であることを実証している。

第4章では、コインシデンス・イメージングの検証実験について述べている。二次電子の生成確率を反映したコインシデンス二次電子像を測定し、測定時間を短縮して、コインシデンス信号検出法を利用したイメージングが可能であることを実証している。

第5章では、試作したコインシデンス電子顕微鏡を用いて行った元素マッピングについて述べている。透過中にAg試料において特性X線を発生させた、特定のエネルギー損失電子をコインシデンス検出し、電子顕微鏡で11倍に拡大することにより元素マッピング像を得ることに成功している。さらに結像系の色収差の影響を評価し、その結果から得られたマッピング像が元素分布を反映したものであることを述べ、コインシデンス元素マッピングを実証している。

第6章では、測定時間の短縮を目的として行った、暗視野結像によるコインシデンス元素マッピングについて述べている。バックグラウンド電子のうち、エネルギー損失を受けなかったものを除去することにより、5章で述べた測定に対して、信号検出効率を約2倍に改善できたことを述べている。この事実から、試料透過電子に対してエネルギー

選別を行うことにより、コインシデンス信号検出効率の飛躍的な向上が期待できることを指摘している。

最後に総括では、本研究で得られた研究成果をまとめ、今後の展望について述べている。

## 論文審査の結果の要旨

分析電子顕微鏡は、微小領域の元素分析装置として、材料物性の研究分野において広く利用されている。しかながら、生体試料に関しては、電子顕微鏡本体や分析装置の性能が飛躍的に向上した現在においても、開発当初と本質的に同じ状況にある。その原因は、分析に際して試料に照射する電子線が引き起こす照射損傷にある。生体試料における元素分析では、バックグラウンドに埋もれた微弱な信号を検出することが要求され、従来の分析手法においては、十分なSN比を確保するために電子線強度を強くすることを余儀なくされ、分析中に生じる照射損傷を低減することは困難であった。

本研究は、通常、分離検出が不可能とされるバックグラウンドに埋もれた微弱信号をコインシデンス信号検出することにより、低電子線強度で元素分析を行うことができるコインシデンス電子顕微鏡の開発を目指して行われたものである。研究成果を要約すると以下の通りである。

- (1) 提案したコインシデンス電子顕微鏡を実現するため、高エネルギー及び高時間分解能を備えたX線検出システムを開発し、X線とその発生に関与したエネルギー損失電子とをコインシデンス検出できることを実証している。
- (2) 二次電子と透過電子をコインシデンス検出し、二次電子の生成分布を示すコインシデンス二次電子像を測定し、電子顕微鏡においてこの方法によるコインシデンス・イメージングが可能であることを実験により確認している。
- (3) 開発したコインシデンス電子顕微鏡を用いて、試料中で特性X線を発生させた電子を選び出し、拡大結像を行うことによって、コインシデンス元素マッピング像を得ることに成功している。また、フェムトアンペア程度の非常に強度の低い電子線照射による元素分解が可能であることを実証している。さらに、コインシデンス法によるバックグラウンドX線除去効果を明らかにし、定量X線分析における検出精度の改善方法を提案している。
- (4) 暗視野結像を利用し、元素分析に不要な、エネルギー損失を受けていない電子を除去することで、コインシデンス電子顕微鏡による元素分析の信号検出効率を改善している。また、バックグラウンド電子の除去を推し進めた新しい方式のコインシデンス・エネルギーフィルター電子顕微鏡法を提案し、測定時間を大幅に短縮できることから実用的な分析が可能となることを示している。
- (5) 本研究で開発したコインシデンス信号検出法によって、入射電子に対して1億分の1程度の確率で生成される微弱信号まで抽出できることを実証し、従来の分析電子顕微鏡による元素分析の検出限界を大幅に改善した極微量元素分析実現への道を拓いている。

以上のように、本論文では、コインシデンス信号検出法を電子顕微鏡のイメージングに利用したコインシデンス電子顕微鏡を開発し、さらにコインシデンス電子顕微鏡を用いた元素マッピングの検証実験によりその有用性を実証しており、その成果は応用物理学、特に電子顕微鏡工学の発展に寄与するところが大きい。よって、本論文は博士論文として価値あるものと認める。