The University of Osaka
Institutional Knowledge Archive

| | |
|---|---|
| Title | ３次元干渉強度分布を用いた位相差電子顕微鏡法に関する研究 |
| Author(s) | 川崎, 忠寛 |
| Citation | 大阪大学, 2002, 博士論文 |
| Version Type | |
| URL | https://hdl.handle.net/11094/43417 |
| 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">大阪大学の博士論文について</a>をご参照ください。 |

*The University of Osaka Institutional Knowledge Archive : OUKA*

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

The University of Osaka

【1】

| | |
|---|---|
| 氏　　名 | 川　崎　忠　寛（かわ さき ただ ひろ） |
| 博士の専攻分野の名称 | 博　士（工　学） |
| 学　位　記　番　号 | 第　16974　号 |
| 学位授与年月日 | 平成14年3月25日 |
| 学位授与の要件 | 学位規則第4条第1項該当<br>工学研究科物質・生命工学専攻 |
| 学　位　論　文　名 | **3次元干渉強度分布を用いた位相差電子顕微鏡法に関する研究** |
| 論文審査委員 | （主査）<br>教　授　高井　義造<br>（副査）<br>教　授　梅野　正隆　　教　授　伊東　一良　　教　授　金谷　茂則<br>教　授　福住　俊一　　教　授　宮田　幹二　　教　授　柳田　祥三<br>教　授　横山　正明 |

## 論文内容の要旨

本研究では、試料構造を直接表すことができる位相像を得るための位相差電子顕微鏡法として、3次元フーリエフィルタリング法と呼ばれる方法を新たに提案した。この方法は、像空間に形成される3次元干渉強度分布を記録し、計算機処理を行なうことで位相像を再構成するものである。本研究では、3次元フーリエフィルタリング法を高分解能位相差電子顕微鏡法として確立することを目的とし、理論・実験の両面から検討を行ない、その有用性を示した。

以下に学位論文の要旨をまとめる。

第1章では、本研究の背景について述べた。これまでに試みられてきた位相差電子顕微鏡法について概説しながらそれぞれの特徴について説明し、本研究の位置付けを明らかにした。

第2章では、3次元フーリエフィルタリング法について理論的側面から説明した。まず透過型電子顕微鏡の像形成理論を、従来の物面から像面へという2次元の関係から、物面から像空間へという3次元の関係に拡張して記述し、3次元干渉強度分布の導出とそのフーリエスペクトルの解析を行なった。続いて、3次元干渉強度分布を用いて位相像を再構成する3次元フーリエフィルタリング法の原理を示した。

第3章では、3次元フーリエフィルタリング法を実際の透過型電子顕微鏡像に適用し、原理確認を行なった結果について述べた。まず、処理を行なう際に必要となる種々の過程について説明した後、処理方法の最適化を行なった結果について詳述した。そして、非晶質・結晶質試料に対する処理結果を示し、本手法の効果について考察した。さらに、本手法が他のSeidel収差補正に拡張しうることを述べ、その原理確認実験の結果を示した。

第4章では、3次元フーリエフィルタリング法によって得られる位相像の分解能を更に向上させるために行なった装置の改善について述べた。位相像の分解能を決めている情報限界について、その測定法を詳述した後、本研究で用いている装置において情報限界を制限している要因を調べた結果を示した。そして、判明した制限要因を除くべく装置の改善を図り、情報限界を向上させることに成功したことについて述べた。

第5章では、動力学回折シミュレーションを用いて処理像が示すコントラストの定量的な評価を行なった。まず、シミュレーションを行なうことで処理像に現れる格子点位置の再現性を調べ、本手法が実際の試料構造を非常に高い精度で再現しうることを示した。さらに、処理像における格子点のコントラストが、試料厚さに関する情報を示し得ることを明らかにした。

第6章では、これまでに検討を行なってきた3次元フーリエフィルタリング法による波面再構成を実際の試料観察

に応用した結果を示した。まず、本手法を応用することでナノ・サイズの局所領域における電子回折像が再構成できることを提案した。次に、本手法で得られる処理像により触媒活性を有する金超微粒子の結晶構造を解析し、結晶に含まれる歪みを原子レベルで解析した結果を示した。さらに、本手法を用いることで環状DNAの高分解能観察を試みた結果について述べた。

最後に総括として、本論文のまとめと今後の展望について述べた。

## 論文審査の結果の要旨

透過型電子顕微鏡において試料の原子構造を解析するには収差補正された位相像を得ることが重要である。しかし、通常の電子顕微鏡ではレンズに残存する球面収差の影響などにより、位相像の構造情報のすべてを結像することは不可能であった。本研究は、収差を補正したうえで位相像が得られる位相差電子顕微鏡法として3次元フーリエフィルタリング法を提案し、その確立を行なったものである。

3次元フーリエフィルタリング法は、フォーカスの異なる多数枚の電子顕微鏡像に対し計算機処理を施すことによって収差補正された位相像を再構成する手法で、処理過程で行なわれる3次元フーリエ空間でのフィルタリング作用により、ノイズおよび構造情報を乱す非線形結像成分が除去できるため、高S/Nかつ正確な位相像が得られる点が特長である。

本研究の主な成果は、以下の通りである。

(1)透過型電子顕微鏡の3次元結像特性から、3次元フーリエフィルタリング法によって収差補正位相像が再構成できることを理論的に証明している。

(2)処理像に現れるアーティファクトを極力抑えるために、用いるフィルタ関数の最適化を行なっている。また、非晶質および結晶質薄膜試料像に対して3次元フーリエフィルタリング法を適用し、本処理によって広帯域の空間周波数情報が正しく再構成できることを実験的に確認している。

(3)3次元フーリエフィルタリング法が球面収差以外のSeidel収差補正にも拡張可能であることを述べ、球面収差と2回対称非点収差の同時補正を行なっている。

(4)電子顕微鏡の情報限界を制限している要因を調べ、現状ではターボ分子ポンプ（TMP）から生じる機械的振動がその主要因であることを突き止めている。また、TMPの回転数を装置の固有振動から外すことで、情報限界を大幅に改善することに成功している。

(5)電子散乱と結像の計算機シミュレーションから定量的な評価を行なうことで、3次元フーリエフィルタリング法で得られる収差補正位相像は、試料が薄い場合には、非常に高い精度で原子位置を再現しうることを明らかにしている。

(6)3次元フーリエスペクトルから局所領域における電子回折像が得られることを提案し、単結晶シリコン薄片を用いて原理確認を行なっている。また、再構成した波面において領域を選択することで、nmサイズの極小領域からの電子回折像が得られることを示し、金超微粒子と酸化チタンの接合界面における電子回折像を得ることに成功している。

(7)触媒活性を有する金超微粒子を観察し、3次元フーリエフィルタリング法により収差補正された位相像からその結晶構造を解析した結果、金超微粒子の表面および接合界面付近の構造が、原子列欠損、表面再構成、基板との接合などの影響により、バルクの金の構造と比較して大きく歪んでいるものが存在することを明らかにしている。

(8)3次元フーリエフィルタリング法を用いて環状DNAの高分解能観察を試みた結果、観察しているものがDNAであることが確認できなかったものの、直径2～3nmの極細カーボンワイヤの構造を明瞭なコントラストで再構成できることを明らかにしている。

以上のように、本論文は応用物理学、特に電子顕微鏡学の今後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。