

アトミックスケール電磁場解析プラットフォーム の取り組みと成果，今後の展望






株式会社 日立製作所
研究開発グループ基礎研究センター

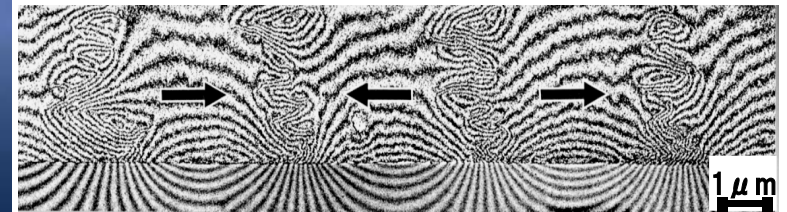
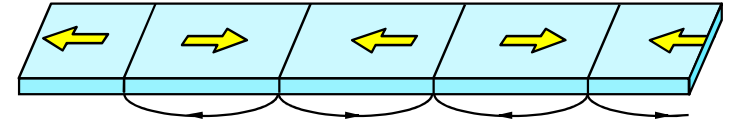
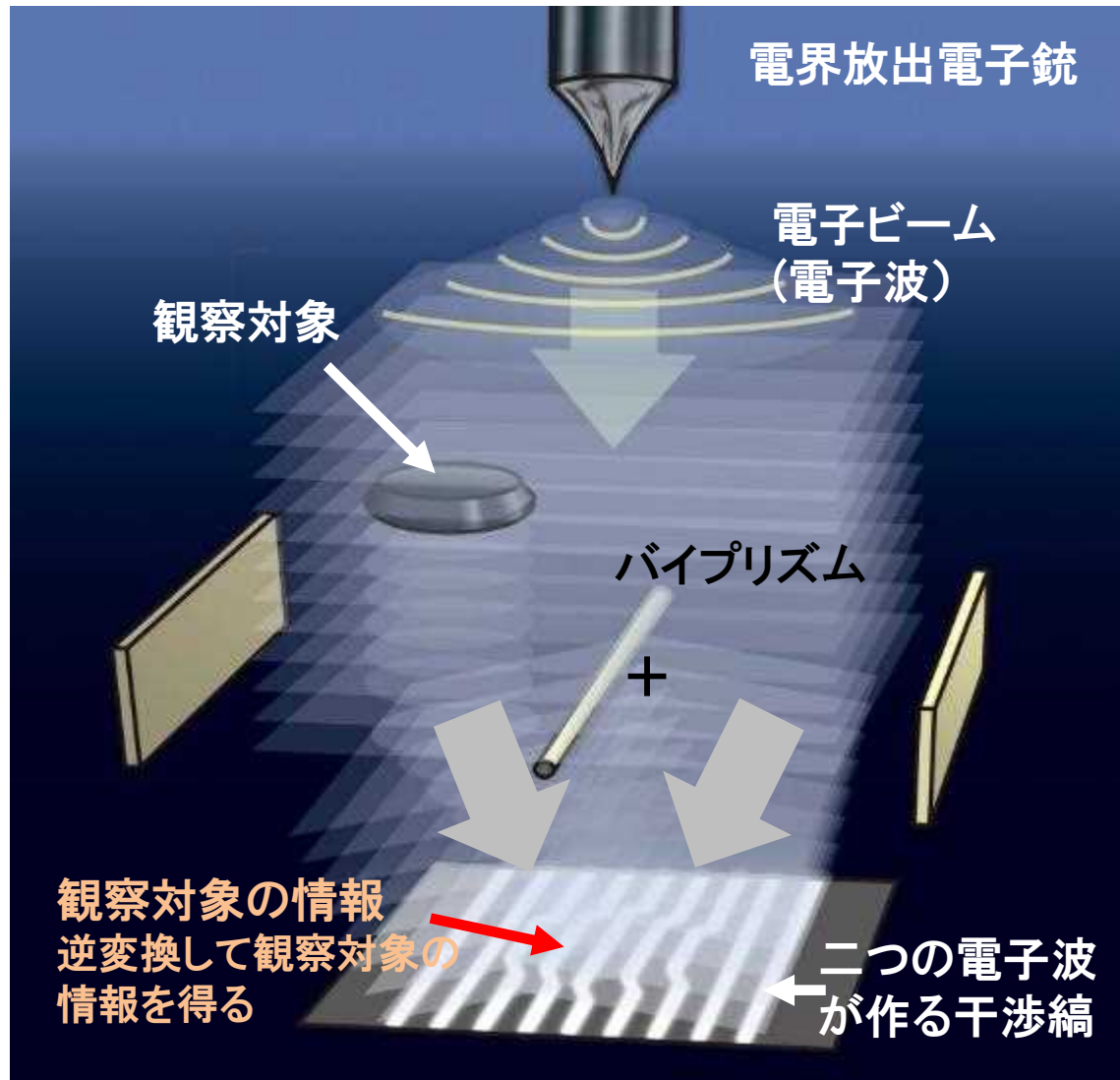
品田博之

世界で唯一原子分解能で磁場を計測できる世界最大級の電子顕微鏡をあなたの研究・開発に使えます。

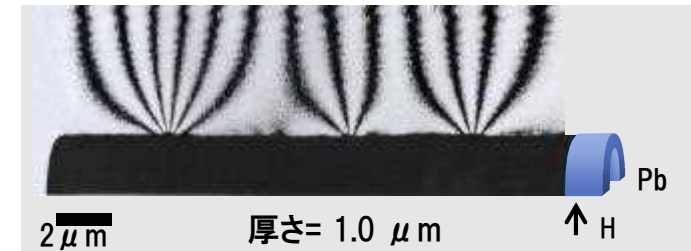
- ◆ ナノ領域の電磁場計測が可能な電子顕微鏡を共用装置として複数ラインナップ
- ◆ 装置の利用だけでなく、計測試料の準備から電場・磁場分布の表示法まで相談

日立製作所 (研究開発グループ) 代表者：品田博之	ファインセラミックスセンター (ナノ構造研究所) 代表者：平山司	九州大学 (超顕微解析研究センター) 代表者：村上恭和	東北大学 (多元物質科学研究所) 代表者：寺内正己
埼玉県比企郡	愛知県名古屋市	福岡県福岡市	宮城県仙台市
世界唯一の収差補正機能付き超高圧ホログラフィー電顕を所有。厚膜の計測に特長を発揮。 *最先端研究開発支援プログラムの助成により開発	半導体デバイス、電池など産業界向けの計測実績多数。試料作製のノウハウも豊富。	金属材料の研究で世界有数の実績あり。事業には新規導入した装置で対応。	材料分野での知見が豊富な多元物質科学研究所内の研究室で事業を実施。
1.2MVホログラフィー透過電顕* 1MVホログラフィー透過電顕	300kVホログラフィー透過電子顕微鏡		
 			
超高分解能(～43pm), 厚膜透過, 磁場印加	高分解能(～120pm), 厚膜透過, 極低温+磁場	高分解能(～200pm), 加熱・冷却, 電圧印加, 磁場印加	高分解能(～200pm), 加熱・冷却, 電圧印加, 磁場印加
			高分解能(～170pm), エネルギー分析像, 試料への光や電子の照射

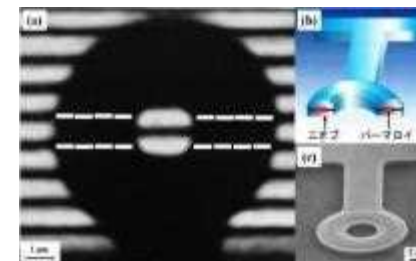
- 金属先端から放出されるレーザー光のような電子ビーム(電子波)が形成する干渉縞から、観察対象の構造や**電磁場**を高分解能で計測する技術です。



磁気記録テープの磁力線観察例 1983



超伝導体から漏れ出る磁束量子の可視化1985



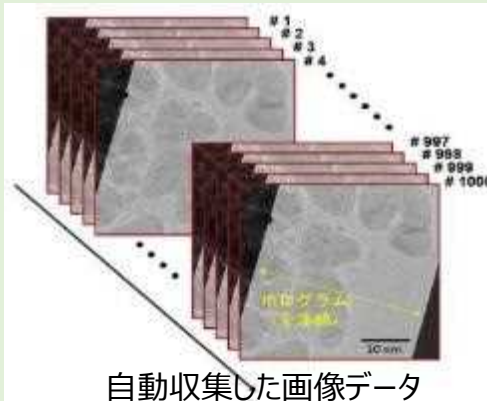
電磁場が存在しなくてもベクトルポテンシャルが存在すれば電子波が影響を受ける(位相が変化する)ことを実証

アハラノフ・ボーム効果の実証 1986

- 多量データの自動取得とAI や高度情報処理技術の利活用により大幅な感度向上を実現しこれまで得られなかった知見を得られるようになってきた。

1万視野自動計測の実現

- ・原子レベル解像度を維持して1万枚の自動画像取得可能 (~0.2nm, ~数hr)
- ・視野探索に深層学習を適用し, 実質計測時間一桁短縮
- ・取得画像にAIを適用し同種微粒子を抽出



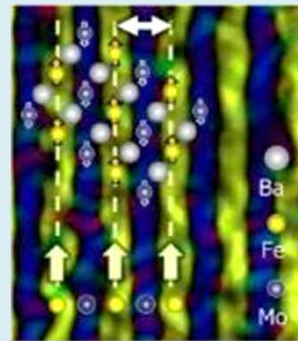
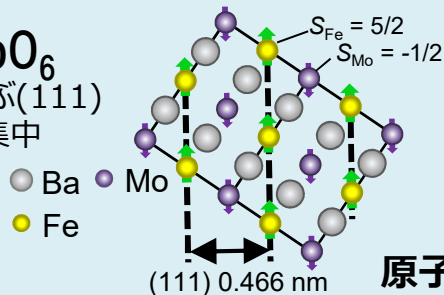
Takahashi et al, , Microscopy, <https://doi.org/10.1093/jmicro/dfaa004>

原子層一層の磁束分布計測をはじめて実現

- ・磁場情報のみを抽出できるパルス磁場印加による計測技術
- ・大量取得画像データに微小な残収差も補正できる最新情報処理技術を適用

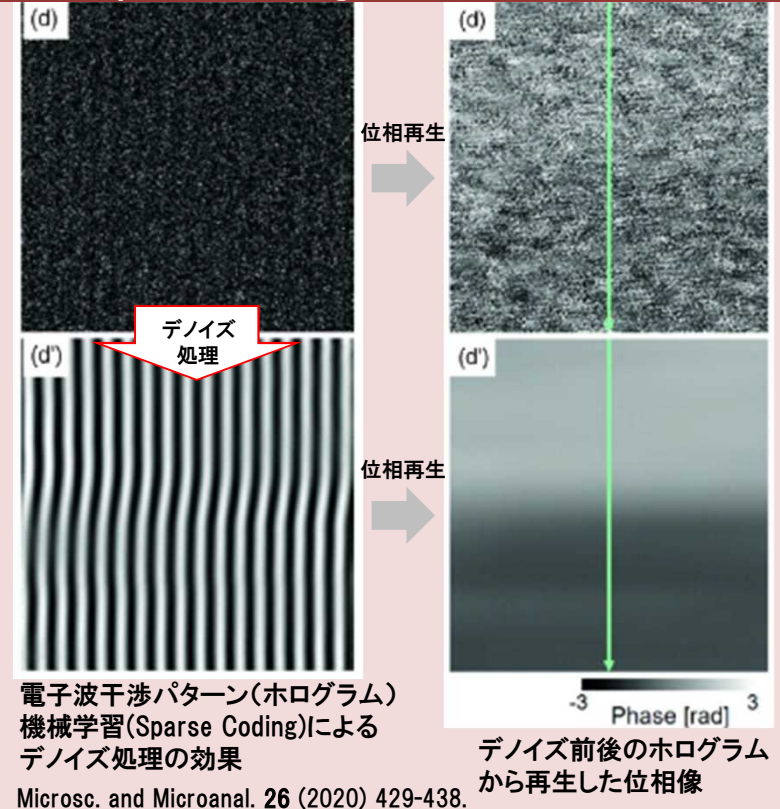


Fe原子が並ぶ(111)面に磁場が集中



原子一層の磁場計測結果

Sparse Codingによるデノイズ処理



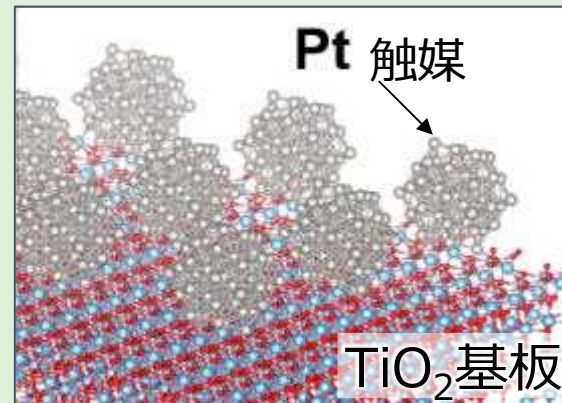
超高速電子線ホログラフィーに活用できる可能性

- 汎用の商用電顕にすぐに搭載できない最新の開発成果を共用装置により広く利用できるようになる

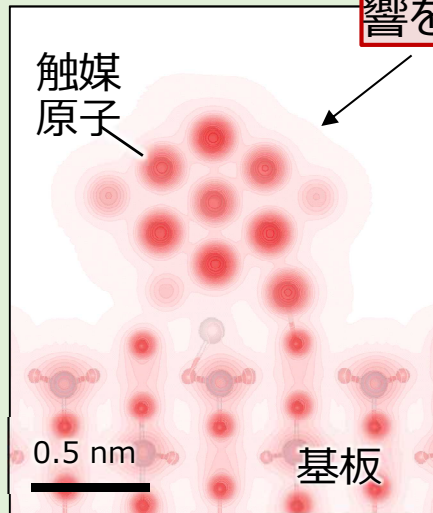
■ 触媒微粒子近傍の微弱電場計測を実現

(CREST「情報計測」領域における最新成果)

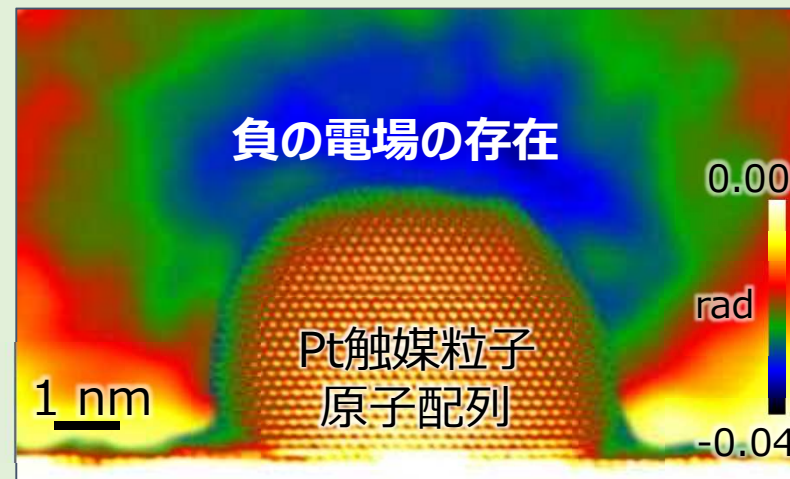
- 触媒の反応メカニズム解明に寄与することをめざし **ナノメートル領域の微弱電場***の計測に挑戦
- 多数枚のデータ取得と最新デノイズ処理を駆使し Pt/TiO₂試料にて触媒周囲の電場可視化に成功
- 感度はナノ領域で電子数個が偏在することにより生じる電場に相当



*触媒の反応に影響を及ぼす電場



触媒周囲の電場分布の計測に成功



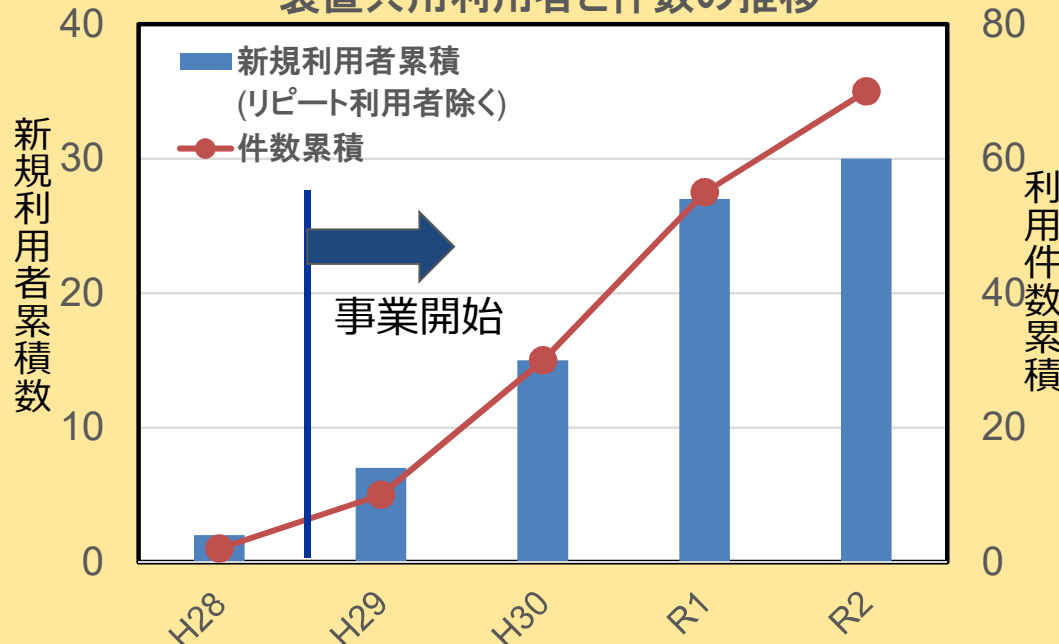
触媒原子とその周囲の電場のイメージ

多数枚画像積算で<0.02rad位相変化を検出

■ 電子線ホログラフィー計測を知らなかった**新たなユーザーを開拓できた**

➤ **毎年一定数の新たな利用者があられ、かつ、その半数以上がリピーターとなっている。**

装置共用利用者と件数の推移



➤ 本事業でなければ機会が得られなかった利用例

本事業の効果例	代表具体例
従来のコミュニティでは開拓できなかった 異分野の研究者との連携	•宇宙塵磁性計測 • 「はやぶさ2」小惑星物質分析(予定)
大規模共同研究提案が難しい チャレンジな基礎基盤研究	BKT転移の実験検証 2016ノーベル物理学賞を受賞した理論を、固体材料で初めて実験検証*に成功
以前は競合していた他社との敷居が下がり連携開始	国内半導体メーカー研究所の次世代磁性メモリ材料の計測

*利用機関から論文掲載のタイミングでニュースリリース済 (科学新聞 2021年1月8日版に掲載)

■ **最新の開発技術をすぐに産業分野の外部ユーザー利用に適用**

- サブナノメートル分解能の世界最高分解能磁場計測技術⇒次世代メモリ等磁性材料
- 半導体接合電位の精密計測技術⇒GaN, GaAs等化合物半導体の解析

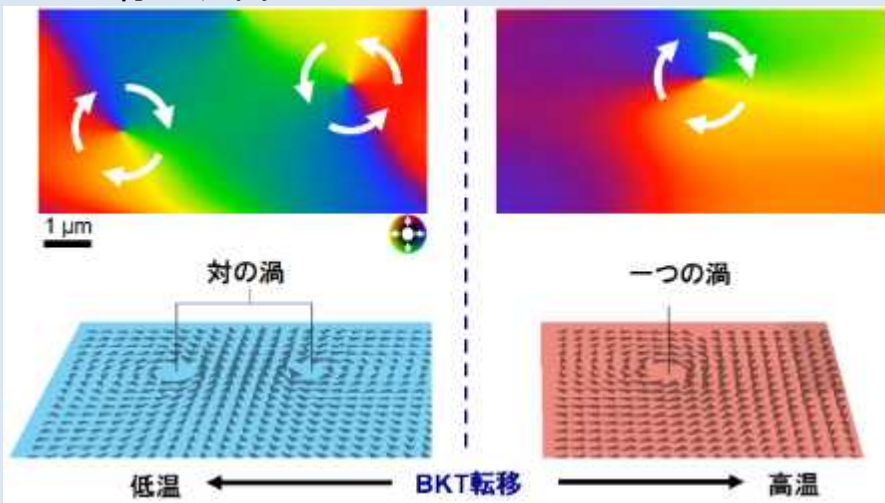
■ **幅広い課題へ対応することで実施担当者の実験技術が向上**

■ **今後の開発課題探索⇒観察中電位印加, 磁場印加, 光照射等のホルダ開発ニーズ等把握**

■ 世界唯一の性能を活かしオンリーワンのサイエンス成果創出に貢献

物理学基礎理論の実験検証・解明

- 固体材料内部におけるトポロジカル相転移(BKT転移*)を初めて直接観察
- *ノーベル賞(2016)受賞した相転移現象の一つ (Berezinskii - Kosterlitz - Thouless転移)
- 転移温度を境に磁場の渦の状態が不連続に変化する様子が計測された。



利用機関：大阪府立大：戸川先生

連携：岡山大:秋光先生，放送大:岸根先生，グラスゴー大

- [Journal of the Physical Society of Japan 10.7566/JPSJ.90.014702](#)
- 岡山大ニュースリリース12月18日「消えては結ぶ磁気の渦」ノーベル賞予言に迫る渦と反渦の観察 -磁気模様の直接観察に世界で初めて成功-
- 科学新聞掲載 2021年1月8日

「はやぶさ2」小惑星微粒子解析

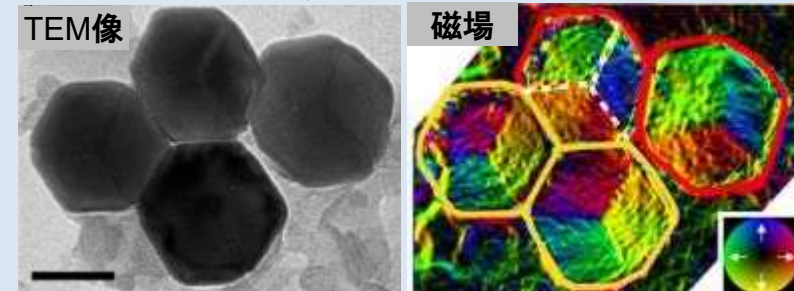
- 太陽系の起源・進化と生命の原材料物質の解明を目指す



利用機関・連携先
東北大 中村先生
北大 木村先生

2020年12月
帰還

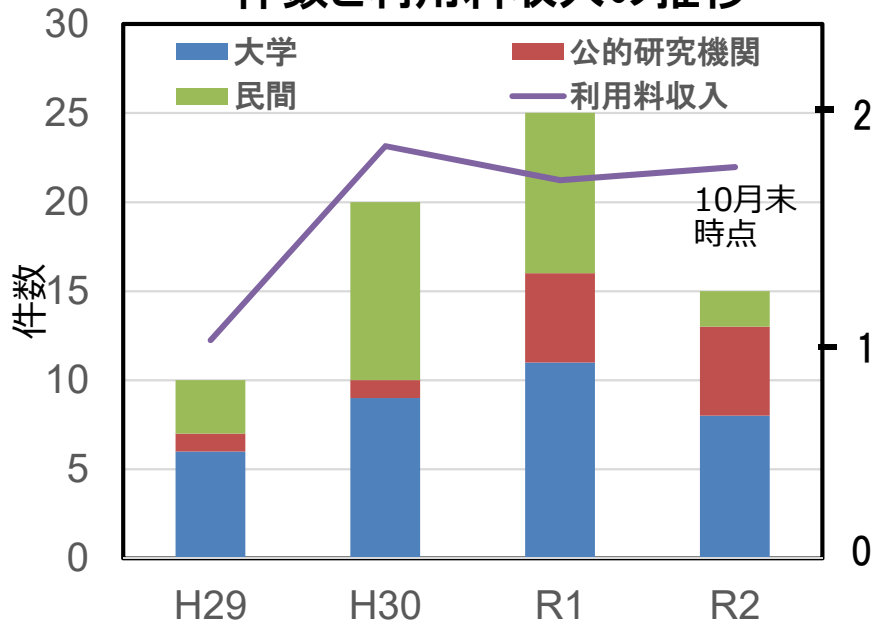
過去の微粒子磁場観察結果



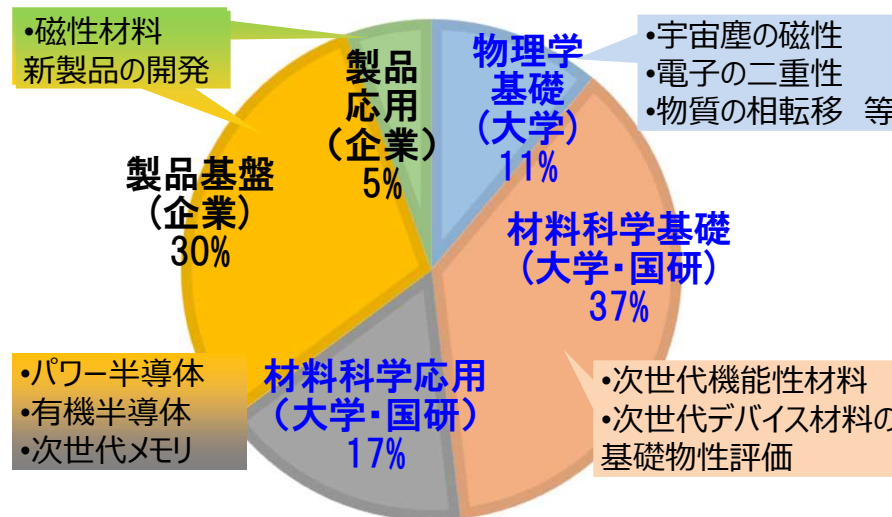
2020年度テスト計測実施中
2021年度7月頃本計測

- **利用件数は年々増加**できた。令和2年度はCovid19の影響で6月以降、特に民間企業からの申込が激減したが利用申し込みは11月末頃からやや戻りつつある。
- **利用料収入は令和元年度に大口利用者の研究テーマ終了により見通しがずれた。**
- **令和2年度上期は半期で昨年同年並みを積み上げ、収入増施策*の効果が表れつつある。**
 - *中間評価以降、利用料収入増のため以下の施策を図った。
 - 条件探索などの準備段階においても装置を占有した場合は装置利用時間として料金を算出
 - 未公開案件に関しては割増料金の設定（ただし令和2年度は適用なし）

件数と利用料収入の推移



利用課題研究フェーズの分類



■ 魅力的で効率の良い共用環境・サービスの提供とは？

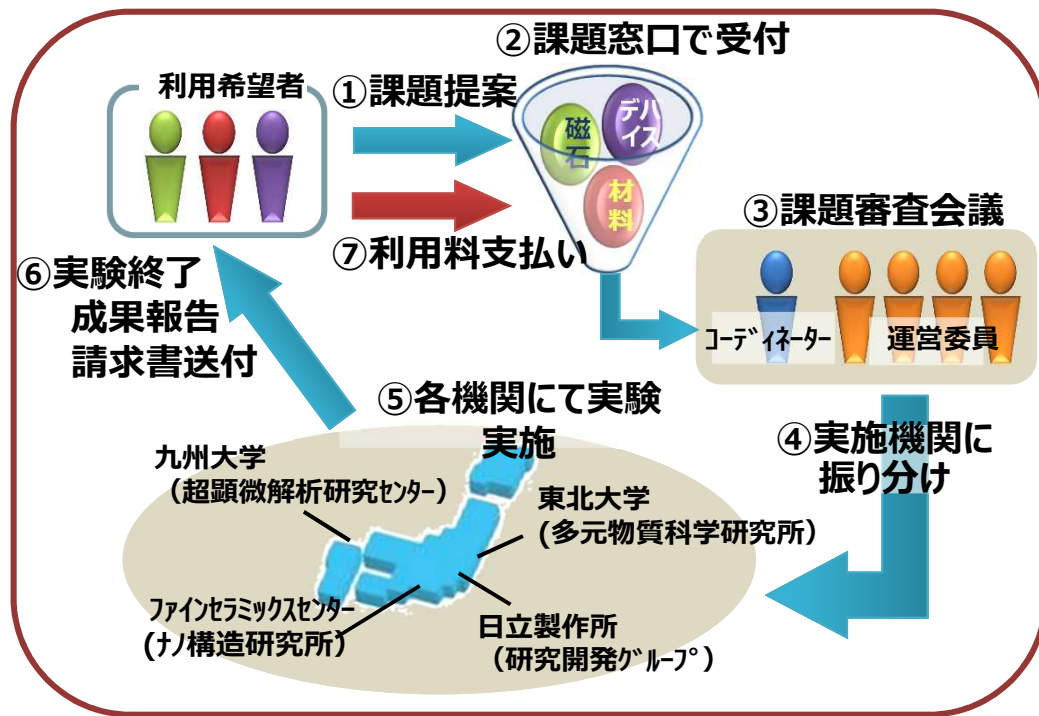
項目	課題	施策	代表的な成果例
計測用試料の準備	<ul style="list-style-type: none"> 和向け試料調整が高難度 試料加工費用 	<ul style="list-style-type: none"> 試料作成の段階からサポート 利用者の実費負担を原則としつつも柔軟に対応 	<ul style="list-style-type: none"> 化合物半導体接合電位精密計測 ねじり加工純鉄における磁気ナノ構造の観察
データ解析	<ul style="list-style-type: none"> 解析法高難度 計算機能力 	<ul style="list-style-type: none"> 最新ソフトウェアと解析技術で全面サポート 高速ワークステーションのレンタル 	<ul style="list-style-type: none"> 次世代メモリ磁性材料 CdTe材料の内部電位計
鮮明で美しい決定的な画像	<ul style="list-style-type: none"> 高度情報処理技術の導入加速 	<ul style="list-style-type: none"> CREST「情報計測」テーマの成果を迅速に適用 外部研究機関連携 	<ul style="list-style-type: none"> 次世代メモリ磁性材料 BKT転移検証での画像
実験立ち合いリモート化	<ul style="list-style-type: none"> 大容量高画質画像のリアルタイム共有 	<ul style="list-style-type: none"> Webカメラ, クラウド試験導入 現状は画質・リアルタイム性不十分 	<ul style="list-style-type: none"> JASISでデモを実施し集客効果大 実質効果は今後の機能増強に期待
学術上の論争や懸案の解決	<ul style="list-style-type: none"> 利用者の開拓 基盤テーマ研究者の予算不足 	<ul style="list-style-type: none"> 広報活動 基礎基盤テーマに対して予備実験装置利用時間無料化（≒トライアル）などの柔軟な対応 	<ul style="list-style-type: none"> 固体材料でのBKT転移を世界で初めて検証(P8) サブミクロン酸化鉄球殻に現れる特異な磁化状態の観察
全く新しい分野への応用	<ul style="list-style-type: none"> 新規利用分野の開拓 	<ul style="list-style-type: none"> 積極的な講演活動など広報宣伝活動推進 	<ul style="list-style-type: none"> 宇宙塵, 小惑星物質(P8)の磁性計測 単一電子計数カメラと複数観測者による量子計測の試み

■ ワンストップサービスにより、装置利用フロー通り順調に流れ、効率的な運営がなされている

- ◆ 専任のコーディネーター(1名)を配置し、広報活動・装置利用開始前の実現可能性調査・及び各実施機関との連絡・調整をに従事
- ◆ **計測試料の調整・加工・出来栄え評価・再加工の技術指導** (加工外注費は装置利用者負担)

実際の運営実行例(令和元年度の一例)
試料加工のサポートが成功への重要な鍵となる

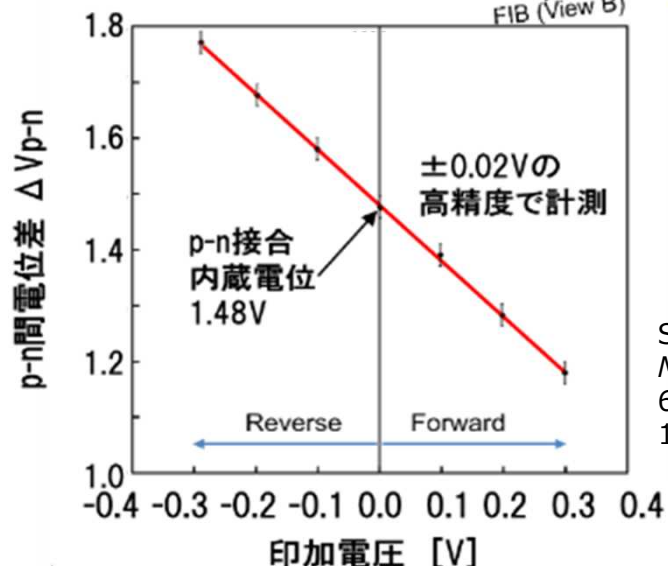
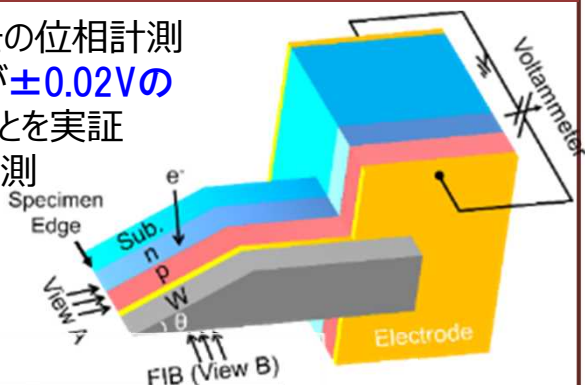
実施日	内容
6/19	学会会場にて課題(装置利用)提案を受ける
6/25	課題提案者が調整した試料を預かり、予備評価を実施→成功の可能性を確認
7/12	装置利用申請書を受領
7/22	課題審査会議で採択及び実施機関を決定
8/5~	試料予備観察→試料加工改善点抽出
8/下旬	本番試料加工を提案者から業者に外注
9/~	試料出来栄え評価→再研磨外注を繰り返す
10/2	本実験実施(1回目)
10/15	実験結果報告及び結果に関する議論
10/26	本実験実施(2回目)
10/29	データ送付完, 実験完了
11/29	利用料金を指定口座へ振り込み
12/17	成果報告書を受領



■下記実績が令和2年度の、次世代メモリ材料や 名大 天野研からの深紫外LED素子内部トンネルジャンクション評価の装置利用に結び付いた。

GaAs p-n接合電位の電圧印加状態での高精度電位計測手法とその実証

試料を楔形に加工しその位相計測から高精度な絶対値が $\pm 0.02V$ の高精度で計測できることを実証
 ⇒半導体接合電位計測に幅広く応用可能

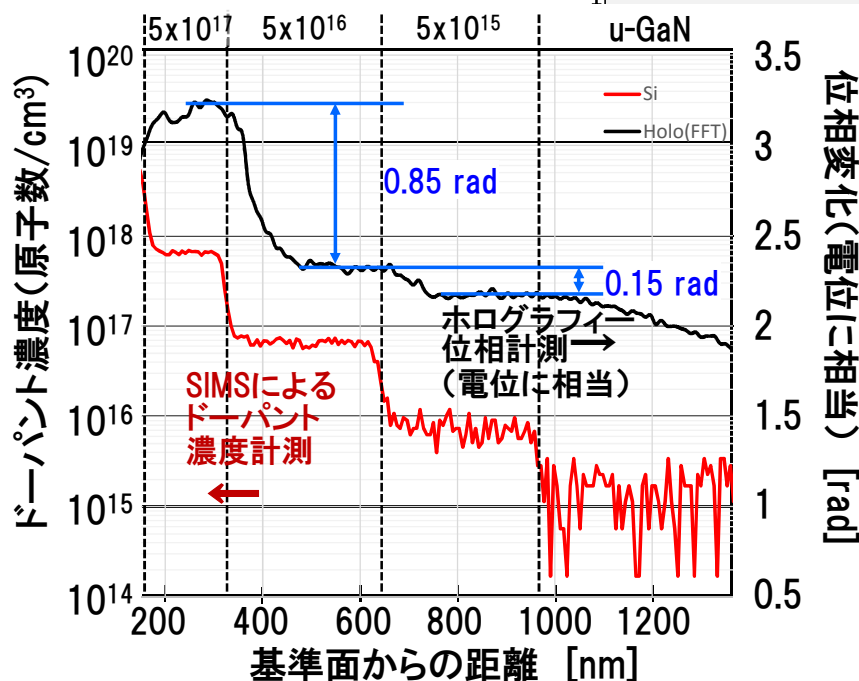
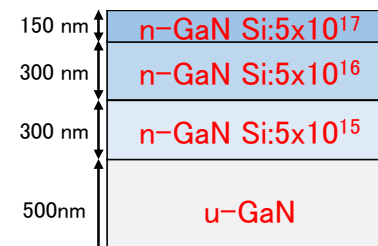


S.Anada et al, *Microscopy*, Vol. 68, p159-166(2019)

外部電圧印加によるp-n間電位差の変化

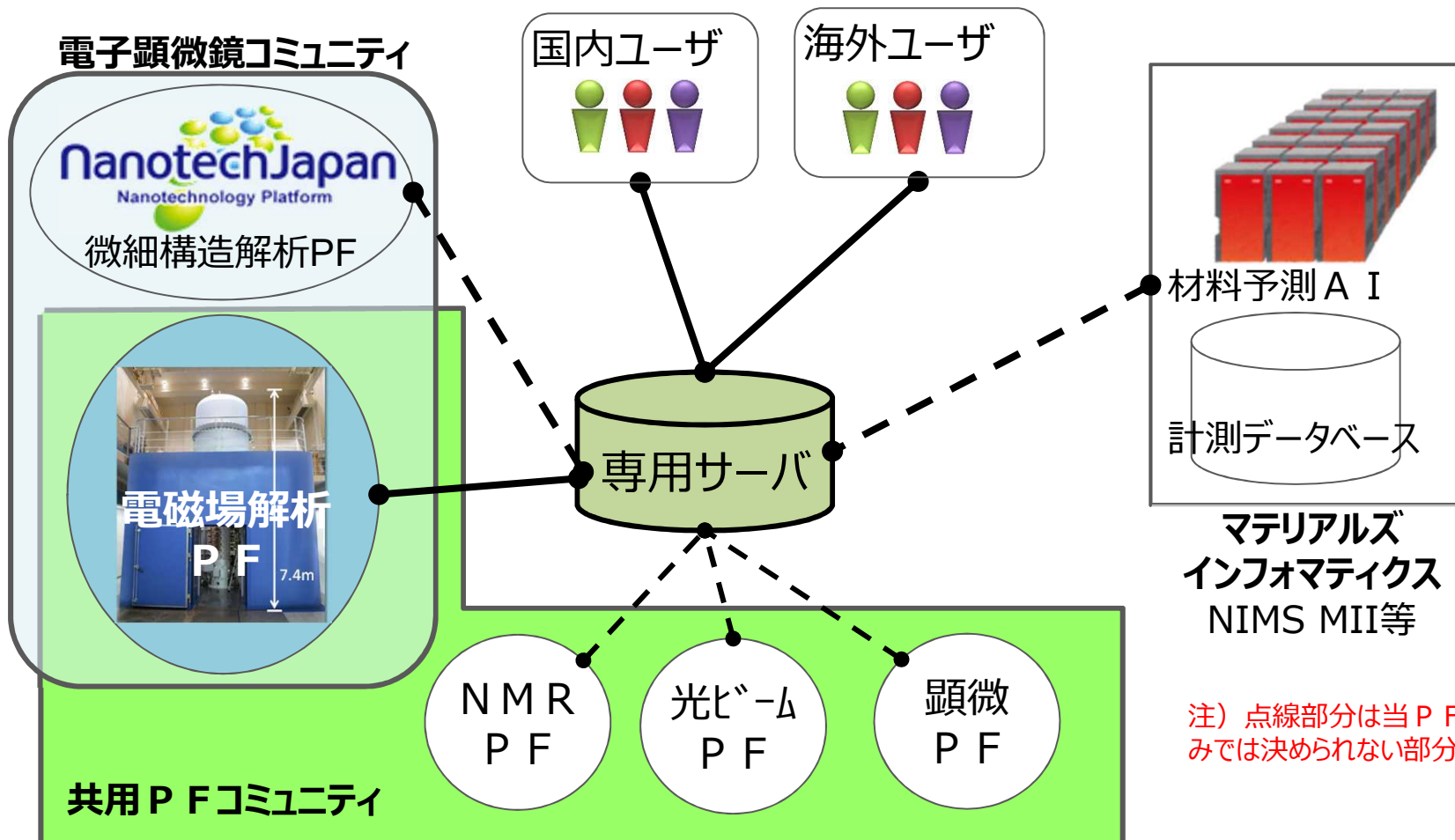
GaN半導体内部のドーパント濃度分布の検出感度限界の確認

ドーパント濃度 $10^{16}/10^{15}$ 層の位相変化を観察することに成功した。⇒半導体への応用計測に幅広く対応可能



ドーパント濃度分布とホログラフィー法による位相計測

- 電磁場解析PF内装置をセキュリティーが担保されたネットワークで接続し、自動撮像、リモート立合い実験等を安全かつ高効率に実施
- マテリアルズインフォマティクスへ対応すべく計測データのフォーマット共通化を検討
- 共用PF内の他PF, ナノテクPFとの連携強化



- 電子線ホログラフィーの普及と大型設備の活用を目指して開始し、微小領域の電磁場計測というニーズとその発展性を確認できた。
- デジタルトランスフォームを進め研究施設・設備のリモート化・スマート化・コンテンツの拡大を図り、より幅広いユーザニーズにこたえていく。
- 微小領域の電磁場計測というニーズに幅広くこたえて行くため、電子線ホログラフィーに限らずに共用技術のコンテンツを拡大する。

施策	効果	具体策(緑字は②で詳しく記載)
D X 推進－計測インフォマティクス対応	効率化, 高感度・高精度化, 遠隔化, 自動化⇒時間・経費軽減による企業利用数増	開発中の高度情報処理技術適用 (@CREST等) とクラウド活用による遠隔立ち合い・自動計測監視*
D X 推進－マテリアルズインフォマティクス対応	計測データの汎用性向上	クラウド活用*と位相像(電磁場分布に相当)フォーマットの汎用化
他 P F との相互利用	利用課題のレベル向上と大型化による企業利用数増	・ワンストップ窓口間連携強化 ・装置ポータル構築, 調整
海外トップ研究者利用拡大	利用課題と計測技術のレベル向上	計測装置のクラウド活用*と国際学会での宣伝活動
Insitu, Operando 計測への対応拡大	ガス中・液中観察で利用分野拡大	ガス中・液中観察技術の別原資の開発 P J 提案中
共用装置拡大	対応力の拡大による利用増	共用装置に走査型電顕等導入