

奨励金No.1548

電子線集光可能な回転結晶の膜を用いた 内視鏡用 X 線光源の集積化

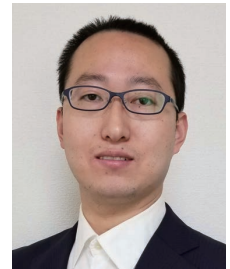
達 博

物質・材料研究機構 マテリアル基盤研究センター

Rotating crystal film based micro-focusing X-ray source using for endoscopes

Da Bo,

National Institute for Materials Science, Center for Basic Research on Materials



本研究の初年度の目標は、新型電子回折レンズの開発で、既存技術の限界を超える精密な制御を目指しました。直流マグネトロンスパッタリング法で、熱ストレスに強い InSiO 薄膜を製造。加熱サブステージと高解像度 SEM により、InSiO 薄膜の結晶化をリアルタイムで観察し、結晶方向の制御を実現。この技術は、電子伝播方向を変更し、新しい電子ビーム制御方法を提供し、微小焦点 X 線管の将来に新たな可能性を開きます。

The first year's goal was to develop a new electron diffraction lens for finer control beyond existing technologies. Using DC magnetron sputtering, we created a thermally resistant InSiO film. Combining a heating substage and high-resolution SEM, we dynamically observed and controlled InSiO film crystallization, enabling crystal orientation manipulation. This innovation changes electron propagation direction, offering a novel electron beam control method and new prospects for micro-focused X-ray tubes.

1. 研究内容

1.1. 研究背景

本研究プロジェクトの目標は、電子ビーム技術の潜在的な限界を超え、その潜在能力を最大限に引き出すための革新的なアプローチを開発することにあった。この取り組みの中核を成すのは、電子の波長が非常に短い（ピコメートルオーダー）という特性を利用して、新型の電子回折レンズの開発である。この目的を達成するために、我々は従来の光学回折レンズの技術を超える、全く新しいタイプのデバイスの設計に挑戦している。光学回折レンズは、その小型化の可能性とマイクロレンズアレイの製作の容易さにより、広範囲にわたる応用が存在する。しかし、電子ビームを効果的に集光できる回折レンズの開発は、電子の波長が

可視光の波長よりも何千倍も短いため、はるかに複雑な課題を提示する。

電子回折レンズを実現するためには、Å（オングストローム）スケールの精度で回折格子素子を設計し、製造する必要がある。このスケールでの精密加工は、既存の技術では極めて困難であるが、一般的な固体材料が Å レベルのスケールで結晶間隔を持つことから、材料の結晶方位を局所的に回転させることにより、電子の進行方向を変え、集束させることが可能なデバイスの製造が可能であることが示唆されている。これは、特に結晶膜上の位置によって結晶の回転方向が異なるという、極めて特殊な結晶構造を利用することで実現される。この革新的なアプローチにより、我々は超短作動距離（マイクロメートルオーダー）で電子を

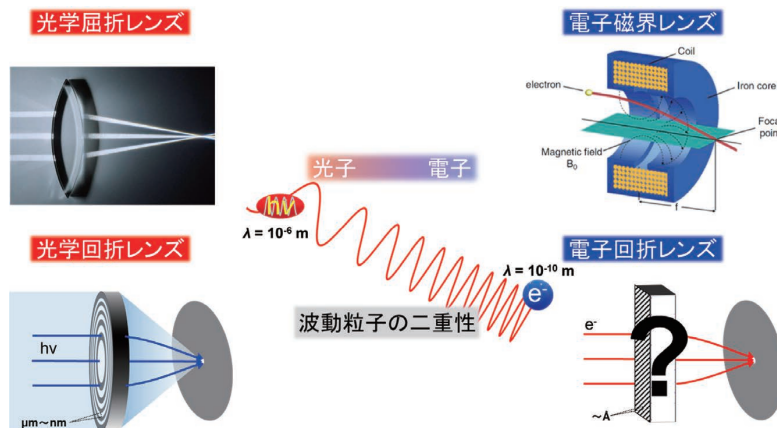


図1. 研究概念図。

収束させることができる回転結晶を作製する計画である（図1）。

この研究の実現に向けた取り組みは、電子ビーム技術に革命をもたらす可能性を秘めている。成功すれば、半導体製造技術、先端医療診断装置、新材料開発といった分野でのブレイクスルーが期待され、これまで不可能とされてきた精密加工の課題を解決し、新しい科学技術の地平を開くことに寄与するだろう。また、このプロジェクトは、物理学の基礎原理を応用し、それを実世界の技術的課題に結びつけることの重要な例となる。我々の取り組みは、科学的探求と技術革新の融合を通じて、未来の科学と産業の発展に貢献することを目指している。

1.2. 研究の方法と実施内容

1.2.1. 回転結晶膜の作製

本研究の核心は、電子ビームの進行方向を局所的に制御し、集光することができる新型の電子回折レンズの開発にあります。この目的を達成するために、特殊な結晶構造を持つ回転結晶膜の作製に着手しました。光学回折レンズの技術とは異なり、電子の波長の短さを考慮した新しいアプローチが必要とされました。この挑戦を解決する鍵は、Åスケールの回折格子素子の製造にあります。

本研究では、サファイア基板上に直流マグネ

ロンスパッタリング法を用いて、30 nm厚のアモルファス膜を作製しました。スパッタリングには、In₂O₃とSiO₂から成るターゲットを使用し、Si/Inの比率を2.3 at.%に設定しました。この精密な素材配合とスパッタリング条件の下で、電氣的に安定かつ熱的ストレスに強いInSiO膜を生成することが可能となりました。

1.2.2. 結晶化過程の観察

生成されたInSiO膜については、その結晶化過程をダイナミックに観察しました。これは、加熱サブステージGatan MuranoとショットキーSEM Hitachi SU5000を組み合わせたインシチュSEM観察によって行われました。特定の観察エリアを精密に固定し、300度まで加熱することで、膜の結晶化プロセスをリアルタイムで捉えました（図2）。

1.2.3. 電子回折と菊池パターンの分析

さらに、本研究では電子と結晶体の相互作用のシミュレーションに量子軌道モンテカルロ法を採用しました。この方法により、結晶中での電子の波動関数の伝播や弾性散乱、さらには非弾性散乱を考慮したボーム軌道の分析が可能となり、結晶を通過する電子ビームが結晶中の原子によってどのように散乱され、干渉するか（電子回折）を理解することができました。特に、薄膜結晶材料が

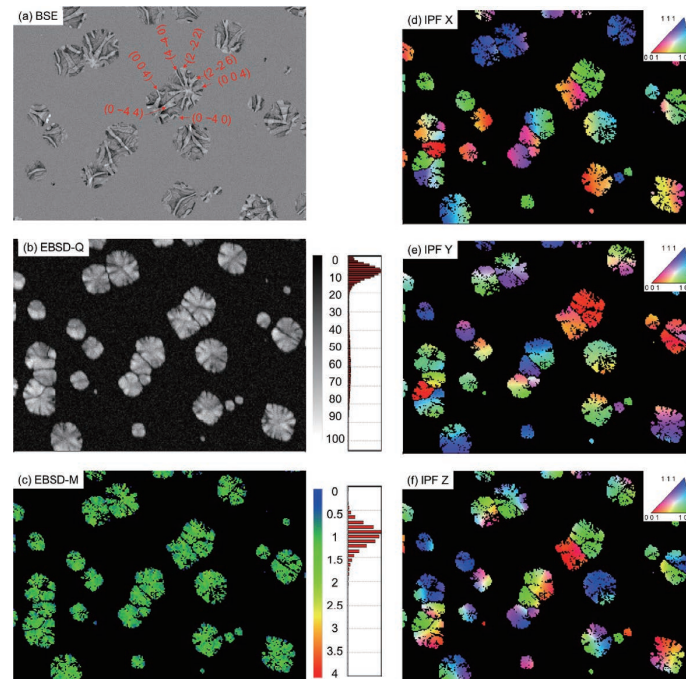


図 2. (a) 300℃でのアモルファス膜の結晶化過程で観察された InSiO 膜の後方散乱電子 (BSE) 検出の SEM 像。(b) 結晶品質の分布を示す EBSD 像品質マップ (EBSD-Q)。EBSD-Q はハフ変換で検出されたピーク之和であり、電子後方散乱回折パターンの品質を表す。(c) EBSD misorientation map (EBSD-M) は、方位角の分布で、2つの結晶粒の互いに対する相対的な方位を表す。(d) x 軸、(e) y 軸、(f) z 軸はそれぞれ Inverse Pole Figure (IPF)。

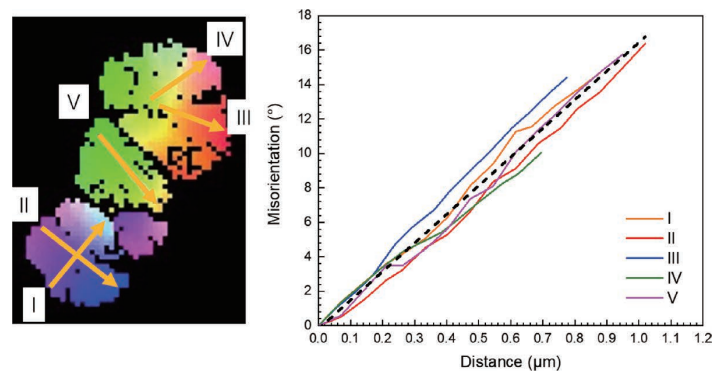


図 3. 回転結晶化島内の黄色矢印に沿って測定された結晶方位角プロファイル。

ブラッグ回折条件を満たした際に形成される回折スポットや菊池パターンの詳細な分析を行い、電子ビームの集束メカニズムの解明に貢献しました。

1.3. 結果

1.3.1. 観測された現象

この固体薄膜電子レンズを用いることで、SEM 像中の比較的完全な菊池パターンが初めて観察され、このパターンは入射電子ビームの方向と電子

ビームエネルギーに定量的に関連している。これらの結果は理論シミュレーションとよく一致し、さらに、回転結晶の SEM 画像中の菊池パターンは、結晶内部の非干渉性電子散乱によって生じるブラッグ回折に由来することを実証した。これらの菊池パターンを定量的に解析することで、固体薄膜電子レンズ材料の格子構造、格子定数、結晶方位、結晶応力情報、欠陥濃度、ブリルアン領域に関する情報が得られる (図 3)。このような結晶

微細構造に関する情報は、原子分解能を持たない従来の SEM イメージングでは得られないことが多い。関連論文が STAM method ジャーナルに掲載された。

提案された回転結晶膜は、位置に応じて結晶方位が異なるという特殊な性質を持ち、これにより電子ビームの入射位置に依存せずに集光を実現することが可能となります。これは、従来の方法では達成できなかった、電子回折レンズの新しい機能を示しています。結晶化過程で形成される菊池パターンの解析から、これらの回転結晶膜が電子ビームの進行方向を効果的に変更し、集光することができることが確認されました。

電子ビーム技術の進化は、半導体産業や精密機械加工業のみならず、医療技術や環境科学においても画期的な変革をもたらす可能性がある。例えば、より高精度ながん治療や、環境に優しい新材料の開発など、この技術には幅広い応用が考えられる。また、高精度な電子ビームリソグラフィーにより、より小型で効率的な電子デバイスの製造が可能となり、エネルギー消費の削減にも貢献する。このように、本研究は科学技術のみならず、社会経済全体に多大な影響を与えることが期待される。

2. 発表（研究成果の発表）

1. B Da, L Cheng, X Liu, K Shigeto, K Tsukagoshi, T Nabatame, Z Ding, Y Sun, J Hu, JW Liu, Cylindrically symmetric rotating crystals observed in crystallization process of InSiO film, Science and Technology of Advanced Materials: Methods 3, 2230870 (2023).
2. Z Li, JM Gong, B Da, J Tóth, K Tőkési, RG Zeng, ZJ Ding, Improved reverse Monte Carlo analysis of optical property of Fe and Ni from reflection electron energy loss spectroscopy spectra, Scientific Reports 13, 12480 (2023).
3. JM Gong, K Tőkési, X Liu, B Da, H Yoshikawa, S Tanuma, ZJ Ding, Determination of electron inelastic mean free path and stopping power of hafnium dioxide, Results in Physics 51, 106609 (2023).
4. JM Gong, MSS Khan, B Da, H Yoshikawa, S Tanuma, ZJ Ding, A theoretical characterization method for non-spherical core-shell nanoparticles by XPS, Physical Chemistry Chemical Physics 25, 20917-20932 (2023).
5. Z Li, JM Gong, Y Harada, B Da, RG Zeng, ZJ Ding, Determination of the energy loss function of tungsten from reflection electron energy loss spectroscopy spectra, Results in Physics 56, 107247 (2023).