

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



本研究では、電子ビームのサブミクロンスケール集光制御を実現するため、回転対称性を有する結晶薄膜（CSRC）を開発した。マグネトロンスパッタリング法による InSiO 薄膜の作製に加え、加熱ステージと SEM を組み合わせたインシチュ結晶化観察により、局所的な結晶方位回転特性を備える回転結晶構造の作製に成功した。量子シミュレーションと実験結果から、この構造が新型電子回折レンズとして機能し、明瞭な菊池パターンと集光電子ビームを形成することが確認された。これにより電子光学素子の設計限界を拡張し、微小焦点 X 線管と新しい電子イメージングシステムにとって重要な意義を有しています。

This study developed a Continuously Spin-Rotated Crystal (CSRC) film with rotational symmetry for submicron-scale electron beam focusing control. Using DC magnetron sputtering to fabricate InSiO thin films, combined with in situ crystallization observation via a heating substage integrated with SEM, we successfully engineered a rotationally symmetric crystalline structure featuring localized crystal orientation rotation. Quantum Monte Carlo simulations and experimental results demonstrate that this structure functions as a novel electron diffraction lens, generating distinct Kikuchi patterns and focused electron beams. This breakthrough expands the design frontiers of electron optical components, offering significant implications for miniature X-ray sources and next-generation electron imaging systems.

1. 研究内容

本研究は、微小焦点 X 線源の集積化（特に内視鏡等の小型イメージングデバイス向け）を実現するため、回転結晶膜を基盤とした新型電子回折レンズの開発を目的とする。電子ビームはその極短波長により、光学系を大幅に上回る潜在解像度を有する。しかし、マイクロスケール領域での効率的な電子ビーム集光制御は、電子光学発展におけるボトルネック課題の一つであった。本調査では「円筒対称結晶方位構造」を有する回転結晶膜（Cylindrically Symmetric Rotating Crystal: CSRC）を用いた電子波束集光の新技术を提案し、この新規結晶材料の

作製に成功した。

従来の電子ビーム制御は電磁レンズに依存しているが、これらレンズシステムは大型・複雑化のためデバイス小型化を制限する。一方、電子ビームの波動性理論はド・ブロイの波粒二象性仮説により基礎が確立されていた。しかし、電子波長が可視光より極めて短い（通常ピコメートルオーダー）ため、人工格子ベースの回折素子を用いた電子光学応用は困難であった。このため、原子スケールで電子伝播方向を制御可能な「物理的格子」の開発が既存技術限界突破の鍵となる。

本研究はこの核心概念に基づき、結晶方位が位

置に連続的に回転する薄膜を作製することで、高精度電子回折格子と等価な材料システムを実現した（図 1）。この材料は位置依存的な結晶方位変化により透過電子波面の位相変調を可能とし、光学の「フレネルレンズ」に類似した集光効果を発揮する。

1.2 研究方法と実施内容

1.2.1 回転結晶膜の設計・作製

新型電子回折レンズ用の回転結晶膜を作製するため、サファイア基板上にマグネトロンスパッタ

リング法で 30 nm 厚の InSiO アモルファス薄膜を堆積した。In₂O₃-SiO₂ 複合ターゲットを使用し、Si 含有量を 2.3 at.% に精密制御することで、熱安定性と電気絶縁性を兼備した材料を得た（図 2）。成膜後、加熱サブステージ（Gatan Murano）と高分解能 Schottky SEM（日立 SU5000）を用いたインシチュ加熱観察により結晶化過程を解析。電子ビーム照射による局所結晶化を誘導し、中心対称性を持つ結晶アイランドの成長を制御することで、放射方向に連続的に結晶方位が変化する結晶構造の作製に成功した。

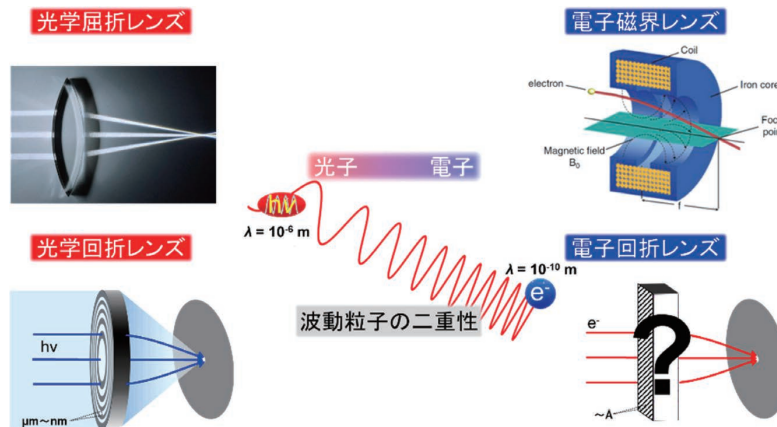


図 1：研究概念図。

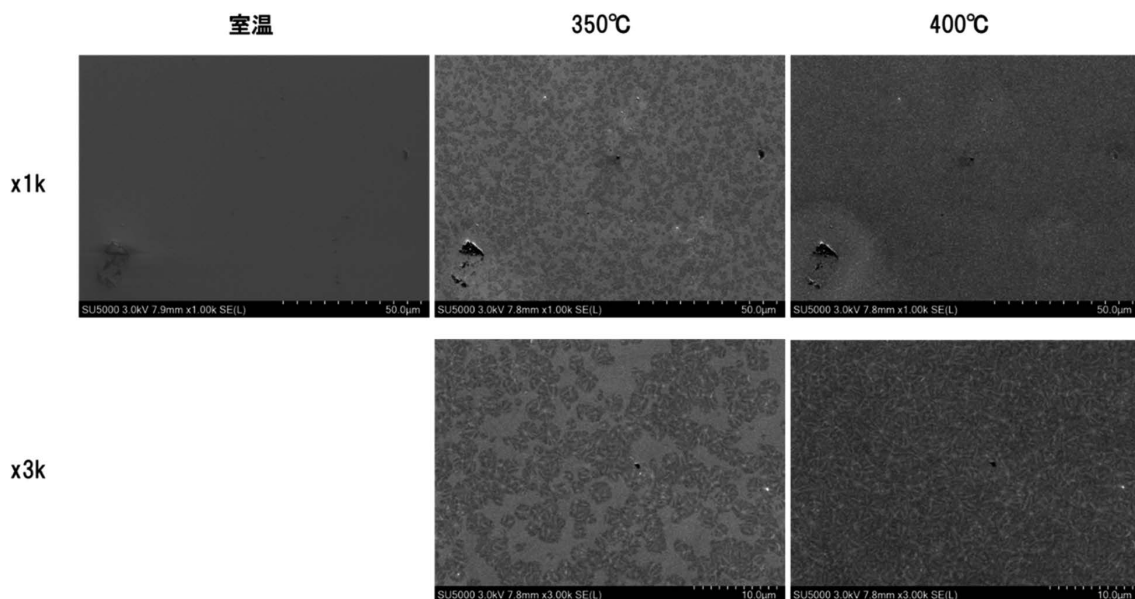


図 2：300°Cでのインシチュ加熱条件下における電子ビーム照射誘起結晶化プロセスの SEM 画像。放射状に成長する結晶アイランドの幾何学的輪郭が高対称性を示すことを明瞭に確認。局所結晶化領域の SEM コントラスト変化から結晶成長の制御性を実証。

1.2.2 結晶膜構造解析

BSE 画像と比較し、EBSD（Electron Backscattered Diffraction）はより豊富な情報を含む。本調査では回転結晶膜の構造解析に EBSD 法を採用し、その品質評価を実施した（図 3）。

EBSD 画像品質（EBSD-Q）と方位偏差角（EBSD-M）解析結果から、この構造が高度に連続的な結晶方位回転特性（1–2 μm 径の結晶アイランド内で 25–30 度の方位回転）を有し、典型的な円筒対称性を示すことが明らかとなった。逆極点図（IPF）解析においても x、y、z 方向の結晶方位変化が規則的な対称分布を呈し、回転構造の空間均一性が検証された。

円周方向において、本研究で作製した CSRC の point-point 方位偏差角は 1° 前後で変動（最大 2°）し、従来報告結晶を大幅に下回った。既存の CSRC と比較し、本研究結晶は単一核中心から primary fiber が接線方向へ均一な方位回転速度で成長し、粒界／欠陥の干渉なく 360° の累積方位偏差を達成。結晶品質の顕著な優位性を確認した。

1.2.3 電子回折集光能力の検証

作製した CSRC 膜の電子集光能力を検証するため、実験観測と数値シミュレーションの二手法を併用した。

実験的検証：

CSRC 膜上において、SEM 内で初めて明瞭な菊池パターン（Kikuchi pattern）を観察した（図 4）。このパターンは結晶内部の高品質なブラッグ散乱状態を特徴付けると同時に、電子ビームが結晶透過後に干渉性回折を起こし特定方向へ導波されたことを示す。菊池パターン強度中心の位置変化から、CSRC 膜が電子波束の伝播経路を効果的に調整し、位置依存的な電子集光を実現することが確認された。

シミュレーション解析：

量子軌道モンテカルロ法を基盤としたマルチスケールシミュレーションフレームワークを開発。波動関数進化方程式（TDSE）を組み合わせるこ

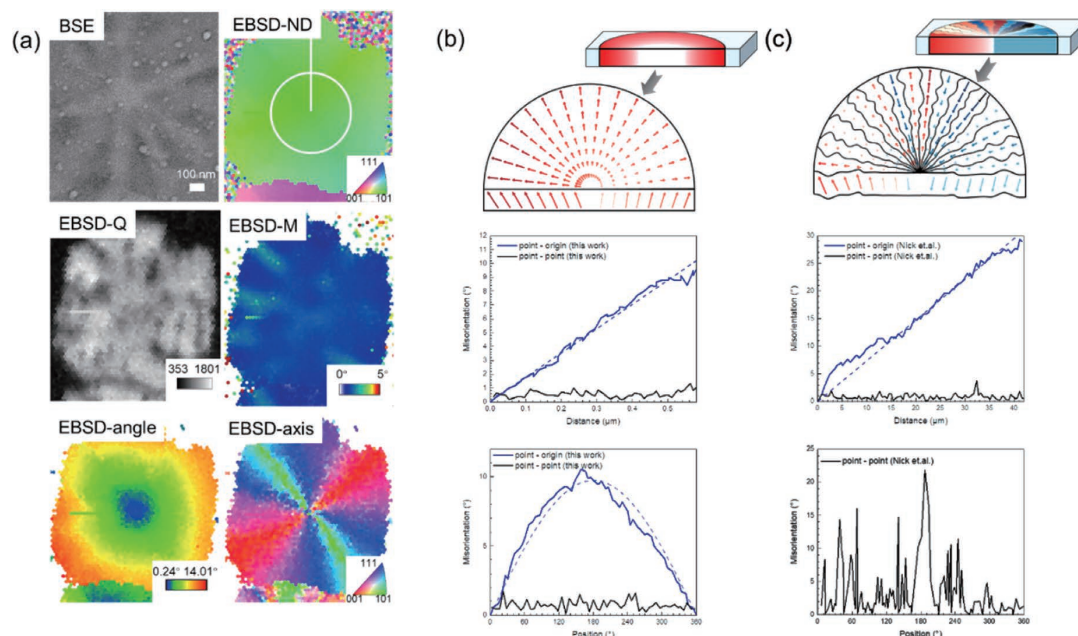


図 3：EBSD 解析図集と結晶方位回転模式図：(a) 法線方向 EBSD マップ（EBSD-ND）、結晶粒基準方位偏差図（EBSD-angle）、EBSD 画像品質（EBSD-Q）、EBSD 方位偏差角（EBSD-M）(b) 本研究の回転結晶方位模式図（上段：EBSD-ND 白円領域内の中心→端部半径方向における point-origin/point-point 方位偏差角分布、下段：同領域円周方向分布）(c) 従来文献で報告された回転結晶の方位偏差角分布。

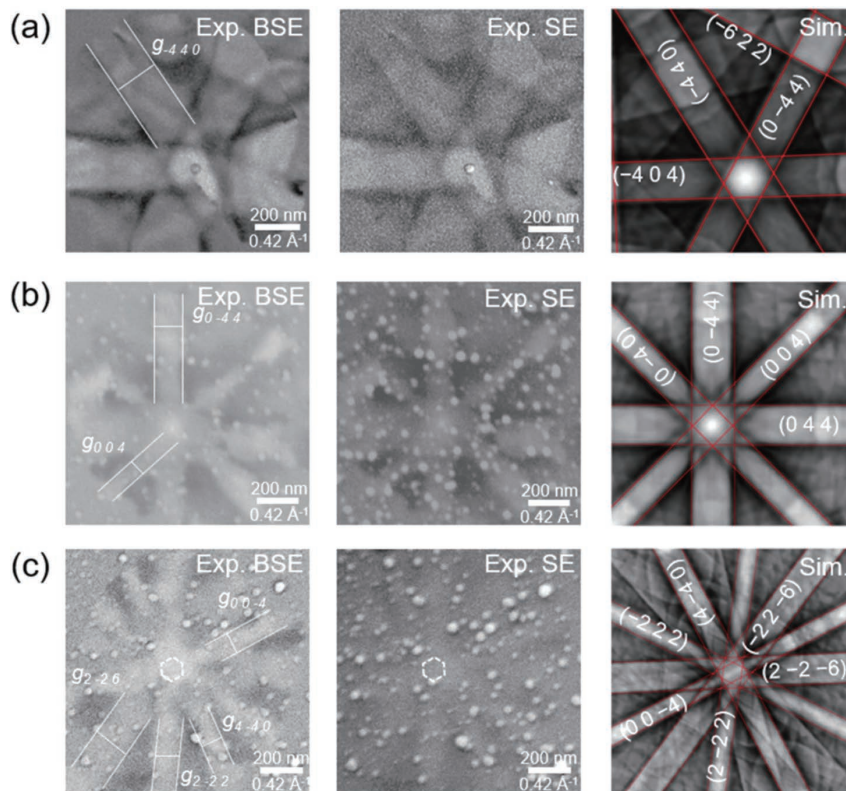


図 4：中心結晶軸が (a) $[222]$ /(b) $[400]$ /(c) $[440]$ の CSRC 結晶アイランドの後方散乱電子（BSE）像、二次電子（SE）像、シミュレーション SEM 像比較。

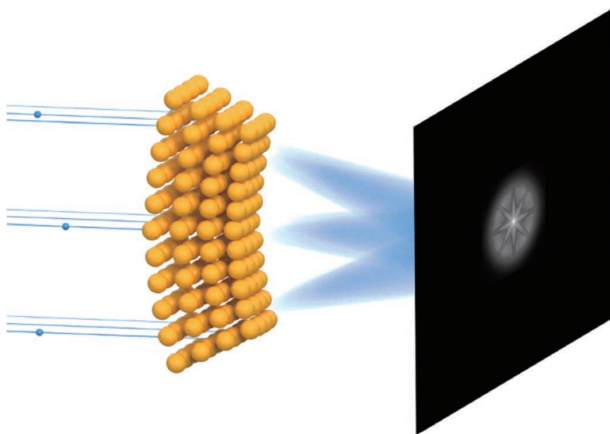


図 5：電子集光イメージングシミュレーション模式図。

とで、CSRC 結晶を透過した電子の波動挙動を解明した。シミュレーション結果から、電子ビームが CSRC 薄膜を透過後、焦点距離位置（ $\sim 5 \mu\text{m}$ ）に古典光学の「ポアソンスポット」現象に類似する明確な高強度散乱スポットが形成されることを確認。この焦点スポットは空間再現性が高く、非晶質膜対照群と比較して強度が 2 倍以上増強され、

CSRC の優れた電子集光能力が実証された。

1.3 研究成果

本研究ではマグネトロンスパッタリング法を用いて高度な回転対称性を有する CSRC を作製し、EBSD 分析により回転構造の均一性を検証した。SEM 画像と量子シミュレーションから明瞭な菊池パターンを観測し、この CSRC が電子ビームを制御して異なる位置での集束を実現できることを実証した（図 5）。

CSRC 材料は電界・磁場を必要としない受動型電子レンズとして、原子スケールで電子波を操作可能であり、電子光学デバイスの小型化・集積化に新たな可能性を拓いた。特に内視鏡用 X 線源等のコンパクトイメージングシステムにおいて、高効率・低消費電力・小型化の特性が顕著な優位性を示す。

さらに、本材料の電子集束メカニズムは電子ポ

アソンスポット等の基礎物理実験の新たなプラットフォームを提供し、電子の波動性と結晶内回折伝播の理解深化に寄与する。「連続結晶方位回転結晶を電子回折格子として活用する」という概念は、次世代電子回折ミラー・電子干渉計・電子導波路の開発に向けた重要な理論・材料基盤を構築した。

本研究は材料作製技術・結晶構造制御・電子光学結合設計におけるブレイクスルーを達成するとともに、理論物理検証と応用展開探求において体系的な解決策を提供し、「構造即機能」を特徴とする新たな材料光学パラダイムの到来を予見させる。

2. 発表（研究成果の発表）

1. B. Da, L. Cheng, X. Liu, K. Shigeto, Z. Zhang, K. Tsukagoshi, T. Nabatame, Z. Ding, J. Liu, H. Yoshikawa, S. Tanuma, Exploring high-symmetry structures in non-Cartesian coordinates: preparation and characteristics of cylindrically symmetric-rotating crystals, Sci. Technol. Adv. Mater.: Methods, 4 (2024).
2. B. Da, L. Cheng, X. Liu, K. Shigeto, K. Tsukagoshi, T. Nabatame, Z. Ding, Y. Sun, J. Hu, J. Liu, Cylindrically symmetric rotating crystals observed in crystallization process of InSiO film, Sci. Technol. Adv. Mater.: Methods, 3, 2230870 (2023).
3. G. Acharya, B. Neupane, C.-H. Hsu, X. P. Yang, D. Graf, E. S. Choi, K. Pandey, M. R. Nabi, S. K. Chhetri, R. Basnet, S. Rahman, J. Wang, Z. Hu, B. Da, H. O. H. Churchill, G. Chang, M. Z. Hasan, Y. Wang, J. Hu, Insulator-to-metal transition and isotropic gigantic magnetoresistance in layered magnetic semiconductors, Adv. Mater., 36 (2024).
4. Z. Li, J. M. Gong, Y. Harada, B. Da, R. G. Zeng, Z. J. Ding, Determination of the energy loss function of tungsten from reflection electron energy loss spectroscopy spectra, Results Phys., 56 (2024).
5. Z. Li, J. M. Gong, B. Da, J. Tóth, K. Tőkési, R. G. Zeng, Z. J. Ding, Improved reverse Monte Carlo analysis of optical property of Fe and Ni from reflection electron energy loss spectroscopy spectra, Sci. Rep., 13, 12480 (2023).