

最新電子顕微鏡を用いた世界初の結晶構造を調べる方法の開発に成功

— 第一線で活躍する老研究者 —

生活・社会インフラの基盤となる多くの材料は原子の集合体である結晶から成っている。その結晶構造を調べる方法（結晶構造解析法）は100年前に開発されたX線や電子線の回折現象を用いた方法が主流になっていた。今回発表する結晶構造解析法は従来法とは全く異なる原理に基づくもので、高性能走査型透過電子顕微鏡(STEM)と特性X線分光(EDS)を組み合わせ、原子を可視化することにより実現された。

まず、電子線を鉛筆のように細く絞り、その先端を結晶表面の一個の原子に照射、その原子から発生する特有なX線(特性X線)を高性能検出器で収集、その原子像を作成する。電子線を結晶表面全体に(テレビ画像のように)走査し、それぞれの原子から発生するX線を順次集め、原子像の配列した描像をつくる。これが新しいタイプの電子顕微鏡像である。

なお、正確には孤立した原子を見るのではなく、結晶のある特定方向に並んだ数十個の原子「原子のカラム」を、その配列方向に沿った投影像を見ていることになる。

こうして得られた特性X線による電子顕微鏡像の一例を図1に示す。観察した結晶は、ニオブとタングステン原子からなる酸化物の結晶(最近リチウム電池の電極材として注目されている)で、ボール状の原子の集合体が規則的に配列され、結晶であることが分かる。個々のボールは「原子カラム」を上から見た投影像である。ボールは色分けされているが、緑のボール(原子)はNb原子の特性X線を用いて得られた像、赤はタングステン原子の特性X線で得られた像である。原子を区別できる結像法は、従来法(X線構造解析法や高分解能電子顕微鏡法)の白黒像では得られなかった、最大の特徴である。

今回開発した結晶構造解析法は、既存の走査型透過電子顕微鏡(STEM)と特性X線分光(EDS)を組み合わせた、電子顕微鏡法(STEM-EDS)であるが、分解能を究極のレベルに高め、個々の原子を可視化することにより実現されたものである。物質・材料研究の基礎となる結晶構造解析の新しい研究手段として期待される。

本研究の筆頭研究者は、名城大学終身教授の飯島澄男氏(現在81才)で、カーボンナノチューブの発見など世界に先駆ける研究成果を発表している。今回の研究成果はこれまでとは異なる材料評価に関わる第一級の基礎研究であることは特筆に値する。

共同研究者は大西市朗(日本電子(株))、松村昌(九州大学)、Yang Wenhui(九州大学)

本研究成果は2021年3月1日にNature誌の姉妹誌(Communications Materials)に電子出版される。

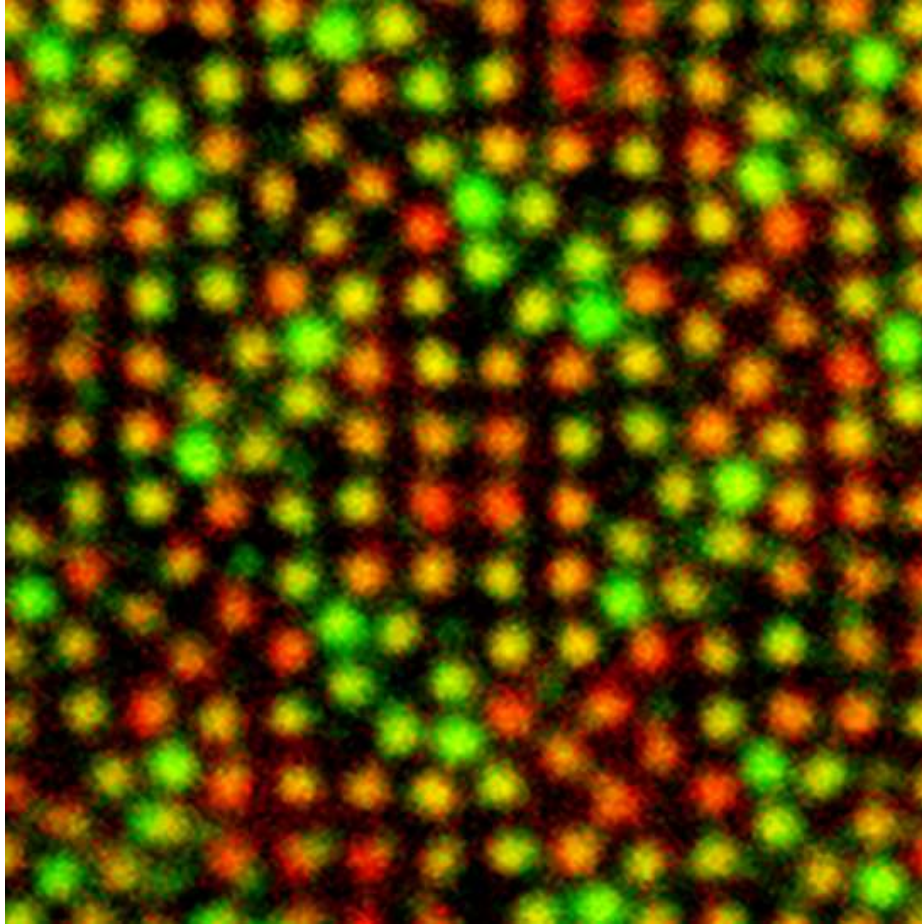


図1 最新の透過型走査電子顕微鏡-X線エネルギー分散型分光器 (STEM-EDS) で撮影されたニオブ・タングステン酸化物結晶 ($2\text{Nb}_2\text{O}_5\cdot 7\text{WO}_3$) の原子像写真
緑色のボールはニオブ原子 (カラム)、赤色はタングステン原子 (カラム)、中間色は両者の混合した原子 (カラム)。使用した装置は JEOL 社製の JEM-ARM300F