

1. 評価対象研究課題

- (1) 研究課題名：環境制御観察における超高感度 3D 電磁場顕微鏡法の開発
- (2) 研究代表者：(株) 日立製作所 谷垣 俊明
- (3) 研究期間：令和3年度～令和7年度（予定）

2. 中間評価の実施概要

日時：令和5年10月27日

場所：TKP 東京駅大手町カンファレンスセンター

評価委員：未来工学研究所 理事長、上席研究員／東京大学 名誉教授

平澤 洽（委員長）

東京工業大学 工学院 電気電子系 教授

梶川 浩太郎

東京農工大学 名誉教授

佐藤 勝昭

東京工業大学 名誉教授

谷岡 明彦

科学技術振興機構 研究開発戦略センター 企画運営室長、フェロー

中山 智弘

理化学研究所 光量子工学研究センター センター長

緑川 克美

量子科学技術研究開発機構 量子技術基盤研究部門・研究企画部長

八巻 徹也

情報通信研究機構 経営企画部 プランニングマネージャー

山本 真之

（委員長以外は五十音順・敬称略）

3. 研究と成果の概要

研究の概要

本研究の目的は触媒・電極など機能性材料の高効率化・低コスト化実現のカギを握る反応メカニズム解明を目指し、電子顕微鏡による電磁場計測の新3次元解析法により、ガス中・液中等の環境制御下における反応中の構造や電磁場を原子レベルで解析する技術を開発することである。

電子顕微鏡においてガス中・液中等の環境制御下における試料を観察するためには、電子顕微鏡内の真空と試料周辺の環境を隔離するための隔膜が必要となる。しかし、この隔膜の情報が観察対象である試料およびその近傍の情報に重畳して観察

されるため、超高感度計測の障害となっていた。本研究は、3D 計測化と積算により電磁場情報からの隔膜の影響を除去し超高感度化を実証する課題である。実現するための計測法として電子線ホログラフィー[主に株式会社日立製作所で実施]と位相差コントラスト走査透過電子顕微鏡 (DPC-STEM) [主に国立研究開発法人物質・材料研究機構で実施]をベースとし、電磁場計測の高度化を行う。

進捗状況

主な実施項目に対する進捗は以下の通り。

(1) 環境下での超高感度 3D 位相計測法の開発(電子線ホログラフィー)

隔膜情報を除去し試料情報を高感度に計測可能な Beam Tilt (BT)-3D 位相計測法の開発、自動データ取得ソフトウェアの開発と整備、データ解析法の開発、機械学習を用いた SN 比向上技術の開発を完了し、約 1/600 波長の位相計測感度を達成した。また、環境制御観察の基盤技術として、ガス環境での MEMS 加熱温度制御技術を確立した。

(2) 環境下での高感度 3D 位相計測法の開発(DPC-STEM)

STEM 法による位相計測における基本性能と隔膜の影響を実験およびシミュレーションで評価し、電子線ホログラフィー向けに開発した BT-3D 法および機械学習を用いた SN 比向上技術を STEM 向けに開発した。自動データ取得ソフトウェアの開発と整備を完了し、約 1/600 波長の位相計測感度を達成した。

(3) 水電解触媒計測

環境制御観察に必要なとなるガス中観察も可能な TEM 用液中加熱・バイアス印加試料ホルダーの整備を完了し、液中電圧印加下観察のため、観察条件の検討と観察試料を MEMS チップに搭載するための方法を確立した。液中電圧印加観察のための計測対象の検討を行い、テスト試料及び応用計測対象となる試料の予備観察を行った。

(4) 水素製造光触媒計測

TEM 用液中加熱・バイアス印加試料ホルダーを活用し、光照射下もしくは電子線励起を利用した水分解反応環境での観察条件の検討を行い、試料準備方法と観察試料を MEMS チップに搭載するための方法を確立した。液中光触媒観察のための計測対象の検討を行い、テスト試料及び応用計測対象となる試料の予備観察を行った。

(5) ガス反応触媒計測

ガス中観察も可能な TEM 用液中加熱・バイアス印加試料ホルダーを活用し、ガス中観察における電子線透過能、像質、測定時間など基本的な特性を評価し、ガス中電圧印加観察のための課題を抽出した。観察試料を MEMS チップに搭載する新規手法として、マイクロプローブを用い、微細試料を MEMS チップに搭載する手法を開発した。ガス中触媒観察のための計測対象の検討を行い、試料準備方法を確立しテスト試料及び応用計測対象となる試料の予備観察を行った。

4. 中間評価の評点

A 進捗は順調であり、研究計画に沿って進めてよい。

5. 総合コメント

ガス・液体環境下での電子線ホログラフィーでは、1/600 波長感度を達成し、STEM 法においては、当初の目標を大幅に上回る 1/600 波長感度を達成するなど、研究は順調に進捗している。

進捗が順調なことから、よりチャレンジングな最終目標の設定が望まれる。

今後は、計測の基礎となる優れた手法の確立にとどまらず、更に、電気二重層の直接観察等の新しい観察対象を探し、多くの実例を重ねてデータベース化するなどにより、新しい物理や化学、生物学の発展へ寄与する成果を期待する。

6. 主な個別コメント

- ・反応場解析に用いることのできる電場測定感度を達成したことは評価に値する。
- ・研究の進捗状況は問題なく、素晴らしい研究だと感じている。この研究の価値を高めるに、新しい物理や化学、生物学の発展に寄与できる観察対象を探してもらいたいと感じた。
- ・最終目標に向けて順調であり、論文等の成果も十分である。うまくいけば、観察手法としても研究インフラとしても価値あるものになる可能性が高い。その意味で、特許の外国出願が少ないのが気になる。
- ・広い範囲での応用に加え、計測の基礎となる優れた計測手法の確立が本研究課題で進むことを期待する。
- ・今後、電子線ホログラフィーと STEM の比較などが楽しみである。
- ・本研究の威力が発揮されるよい観察対象を探すとよいと思う。
- ・分析技術の開発に関する課題であり、対象とする分野、試料の広がり期待される。まずは目標とする技術の開発に注力しつつ、このような波及効果の視点も入れてほしい。
- ・できるだけ多くの事例を集める体制が必要と思われる。

- 現場に則した測定ができるように、様々な材料および環境に対応した試料ホルダーの整備が必要である。
- 今後、未踏の分野を進むに当たって、高倍率化、時間分解能の向上に係る想定外の問題が懸念される。今後出てくる問題に対して、柔軟な計画の見直し等が必要。