

# AI的画像解析による オペランド電子顕微鏡計測技術に関する研究

Development of *Operando* Electron Microscopy Techniques Using AI Image Analysis

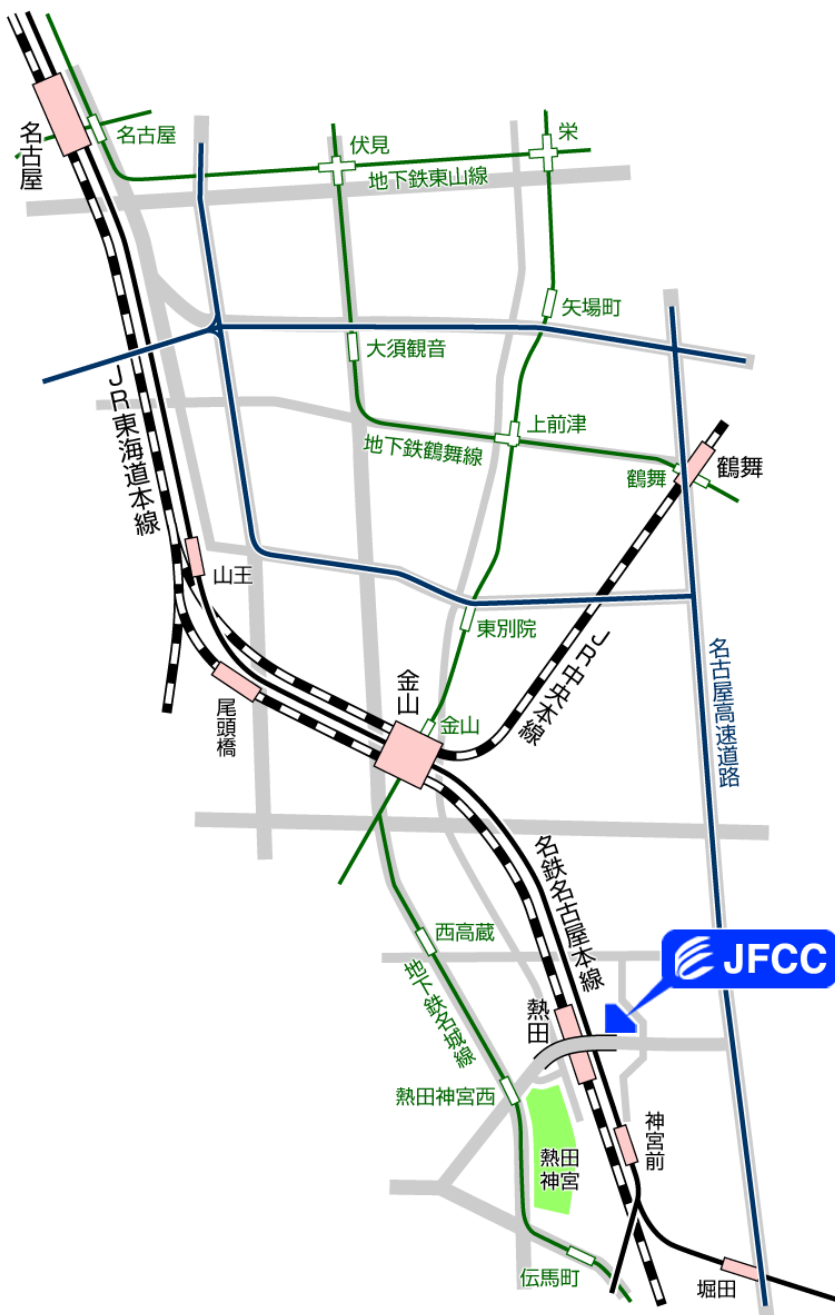
一般財団法人  
ファインセラミックスセンター  
*Japan Fine Ceramics Center (JFCC)*



# 本日の発表内容

1. ファインセラミックスセンター（JFCC）の簡単な紹介
2. 安全保障技術研究推進制度での本プロジェクトの研究概要
3. これまでの研究成果の紹介
4. 今後の方針と将来の活用
5. 安全保障技術研究推進制度で採択されて良かった点の紹介

# 1-1. ファインセラミックスセンターの所在地



独創と変革を求めて

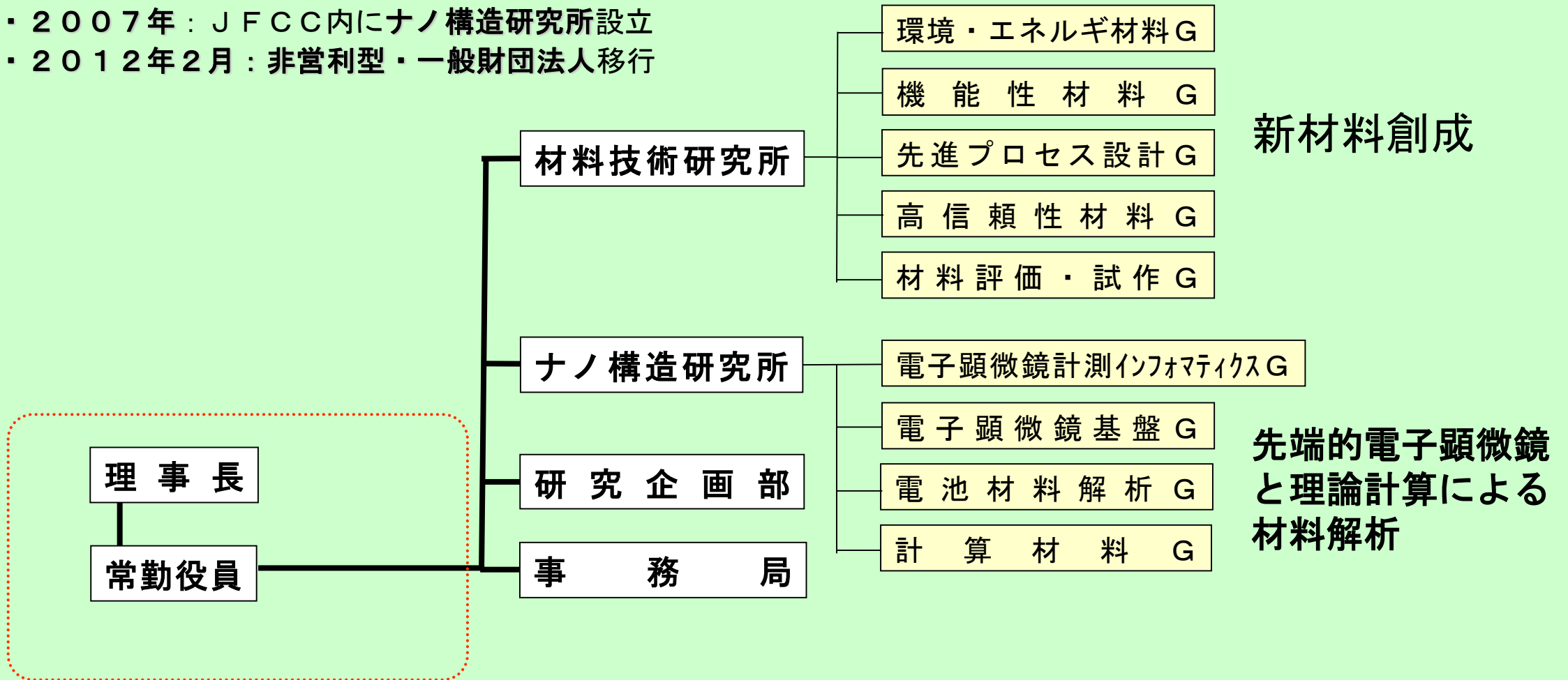
非営利  
一般財団法人ファインセラミックスセンター

<https://www.jfcc.or.jp/>

# 1-2. ファインセラミックスセンターの設立経緯・体制図



- ・ 1985年：財団法人ファインセラミックスセンター設立
- ・ 1987年：試験研究所竣工、本格事業開始
- ・ 2002年：材料技術研究所に改称
- ・ 2007年：JFCC内にナノ構造研究所設立
- ・ 2012年2月：非営利型・一般財団法人移行



総数 86名 2022.6.1



## 本日の発表内容

1. ファインセラミックスセンター（JFCC）の簡単な紹介
2. 安全保障技術研究推進制度での本プロジェクトの研究概要
3. これまでの研究成果の紹介
4. 今後の方針と将来の活用の
5. 安全保障技術研究推進制度で採択されて良かった点の紹介

# 2-1. 本研究を行うべき社会, 産業上の背景 Introduction

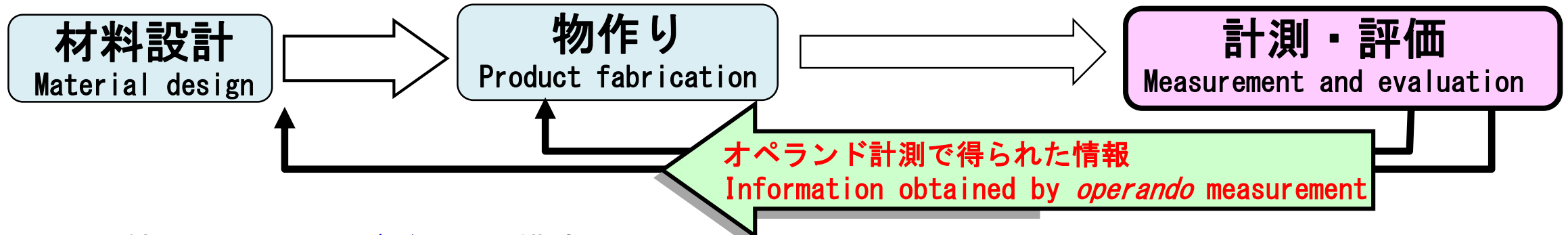
パワーデバイス  
Power devices

高出力モーター  
High-power motors

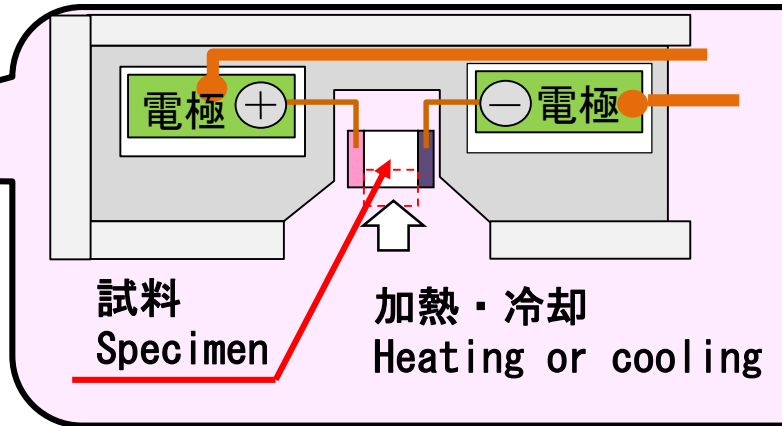


高容量蓄電池  
High-capacity batteries

Electric vehicles



透過型電子顕微鏡計測：材料やデバイスの構造や機能を可視化  
Transmission Electron Microscopy: Visualize structures and properties of materials and devices



オペランド電子顕微鏡動的計測技術  
Dynamic measurement techniques using *operando* electron microscopy

材料 / デバイスを動作させた状態で計測  
Measurement of materials and/or devices in operation

## 2-2. 現在の電子顕微鏡とファインセラミックスセンターの研究成果

### Current electron microscopy and research achievement of Japan Fine Ceramics Center

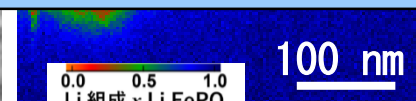
- (1) 市販の電子顕微鏡 Commercially available electron microscopies.
  - @原子配列を直視. Direct observation of atoms.
  - @元素組成や電子状態の分析. Analysis of chemical composition and electronic state.
  - @テレビレート (30 fps) 程度の動画撮影. Dynamic observation at TV rate.
- (2) ファインセラミックスセンターの最近の研究成果

走査透過電子顕微鏡  
Scanning Transmission Electron Microscopy

電子線ホログラフィー  
Electron Holography

電子エネルギー損失分光法  
Electron Energy Loss Spectroscopy

1秒～1ミリ秒と言われる実際の原子やイオンの動きの高速観察には至らず  
High-speed observation of the motion of atoms and ions at 1ms~1s has not yet demonstrated

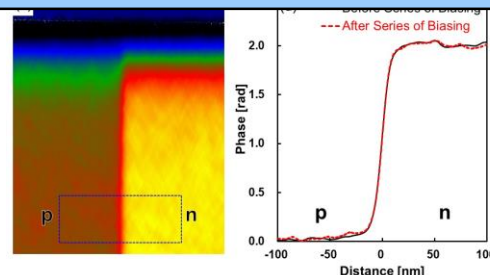


水素原子直接観察  
Direct observation  
of hydrogen atoms

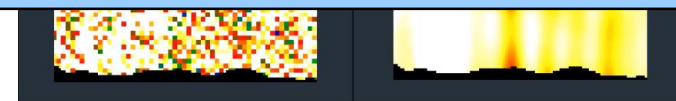
Appl. Phys. Express,  
3, 116603 (2010)

100~1000時間の変化を早送りで表示  
Recorded in 100~1000 hours and replayed  
at higher speed

Li 濃度変化を解析  
Dynamic analysis of  
Li-ion concentration  
Nature Communications  
9, 2863 (2018)



半導体p-n接合の精密電位解析  
Measurement of potential  
at p-n junction  
J. Appl. Phys. 122, 225702 (2017)

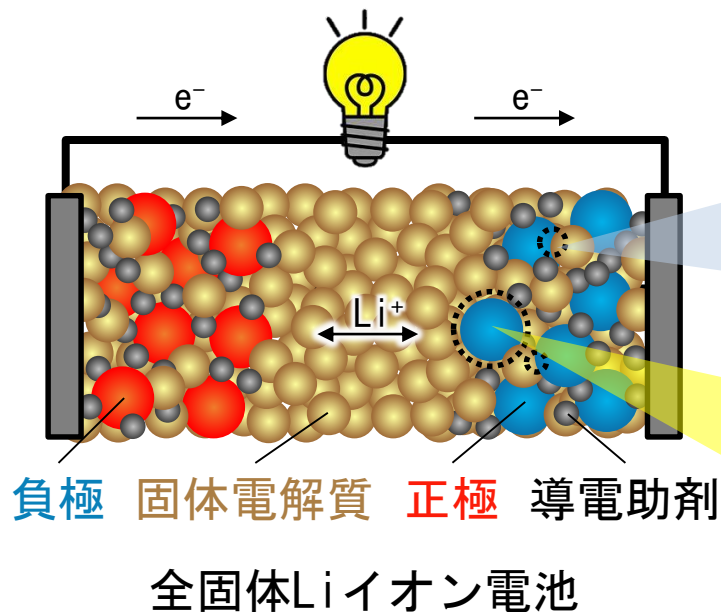


全固体電池内のLiイオン分布変化解析  
Analysis of Li-ion distribution change in  
All-solid-state battery  
Nature Communications, 11, 2824 (2020)

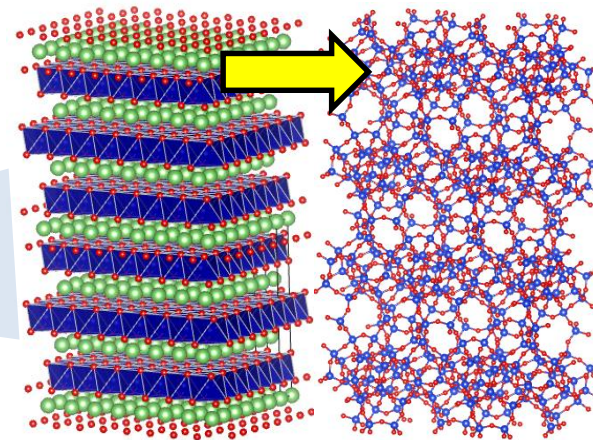
約1時間の変化を早送りで表示  
Recorded in one hour and  
replayed at higher speed



## 2-3. 全固体Liイオン電池の課題 Issues of all-solid-state Li-ion batteries



高いLi移動抵抗  
High resistance of ion diffusion



⇒ 出力不足,  
長い充電時間  
Low power,  
Long charging time

正極/固体電解質界面

Positive electrode/solid electrolyte interface



高いLi移動抵抗  
High resistance of ion diffusion

正極材料

Positive electrode material

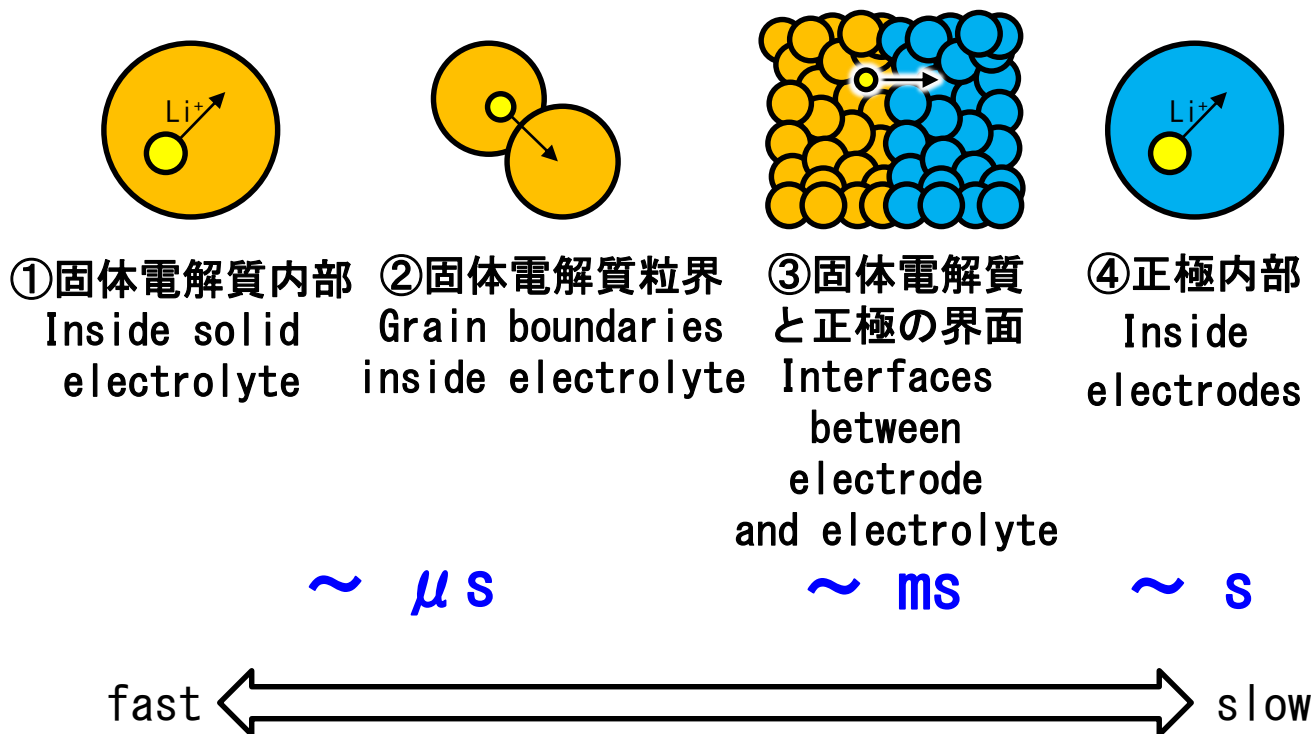
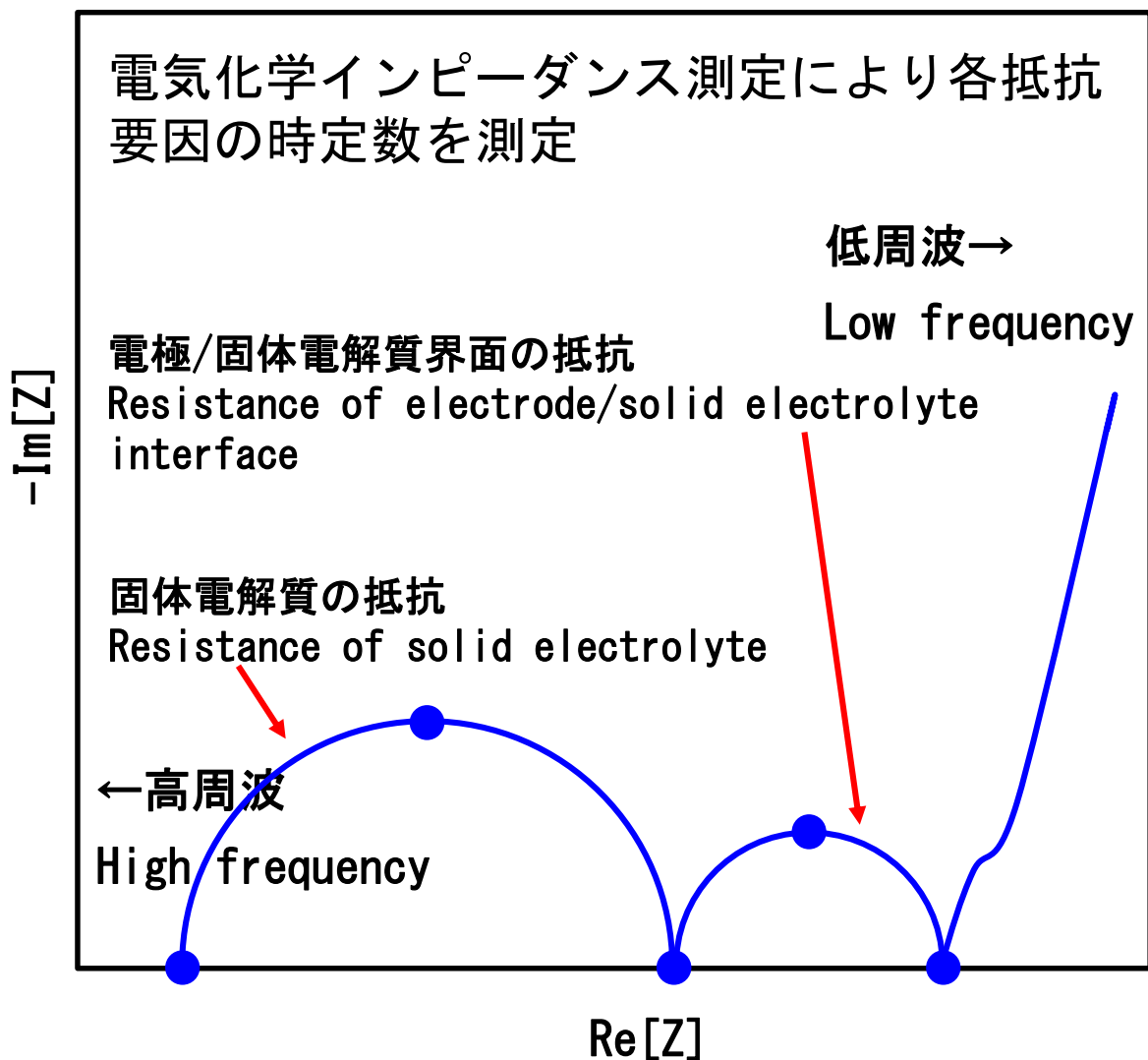
### 【全固体電池のメリット Advantage of all-solid-state batteries】

- 難燃性の固体電解質 ⇒ 安全性が高い  
Nonflammable solid electrolyte ⇒ High safety
- 高容量⇒長い航続距離  
High energy density ⇒ Long cruising distance of EVs



## 2-4. イオン移動の抵抗要因と移動速度

### Origin of charge-transfer resistance and transfer kinetics



①と②のLi移動抵抗については、高イオン伝導材料の開発により解消されつつある。

Resistance of ① and ② have been resolved by developing new solid electrolytes.

③と④の抵抗要因を解明し、抵抗を減らすことが重要。

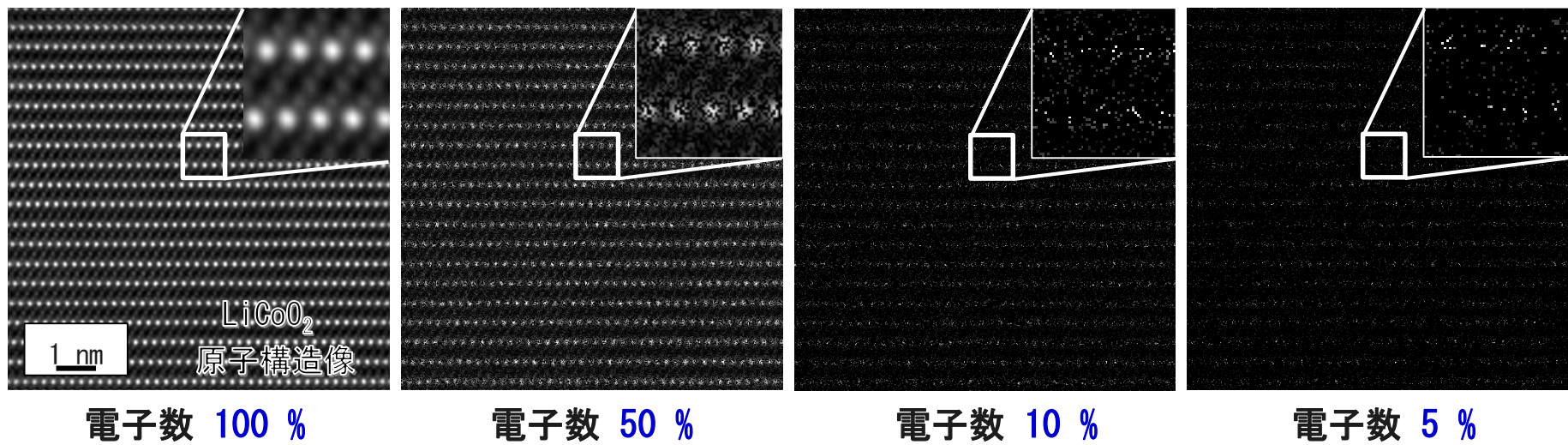
Resistance of ③ and ④ should be studied and resolved.

# 2-5. 高速電子顕微鏡観察の原理的課題と本研究の目的

Principle problem of high-speed electron microscopy observation and purpose of this research

**原理的問題** : 1 画像あたりの短い撮影時間 → 非常に少ない電子数  
Principle short exposure time → smaller number of detected electrons  
Problem

**量子ノイズによる物理学的限界**  
Physical limit by quantum noise



**目的** : 情報科学的手法を用いて、電子顕微鏡計測の**限界を超える** !  
Purpose: To exceed the limit of measurement using information science

**AI 的高度画像解析技術**  
Image analysis techniques using AI

+

**高速オペランド電子顕微鏡計測**  
High-speed *operando* measurement  
by electron microscopy



## 2-6. 本研究で活用している画像解析技術

Image analysis techniques utilized in this research

### AI (Artificial Intelligence:人工知能)

人間の知能をコンピュータで実現させる技術

### 機械学習 (Machine Learning)

データを解析(学習)することで, その特徴を見つけ出す手法

### 本研究で画像解析に活用する技術

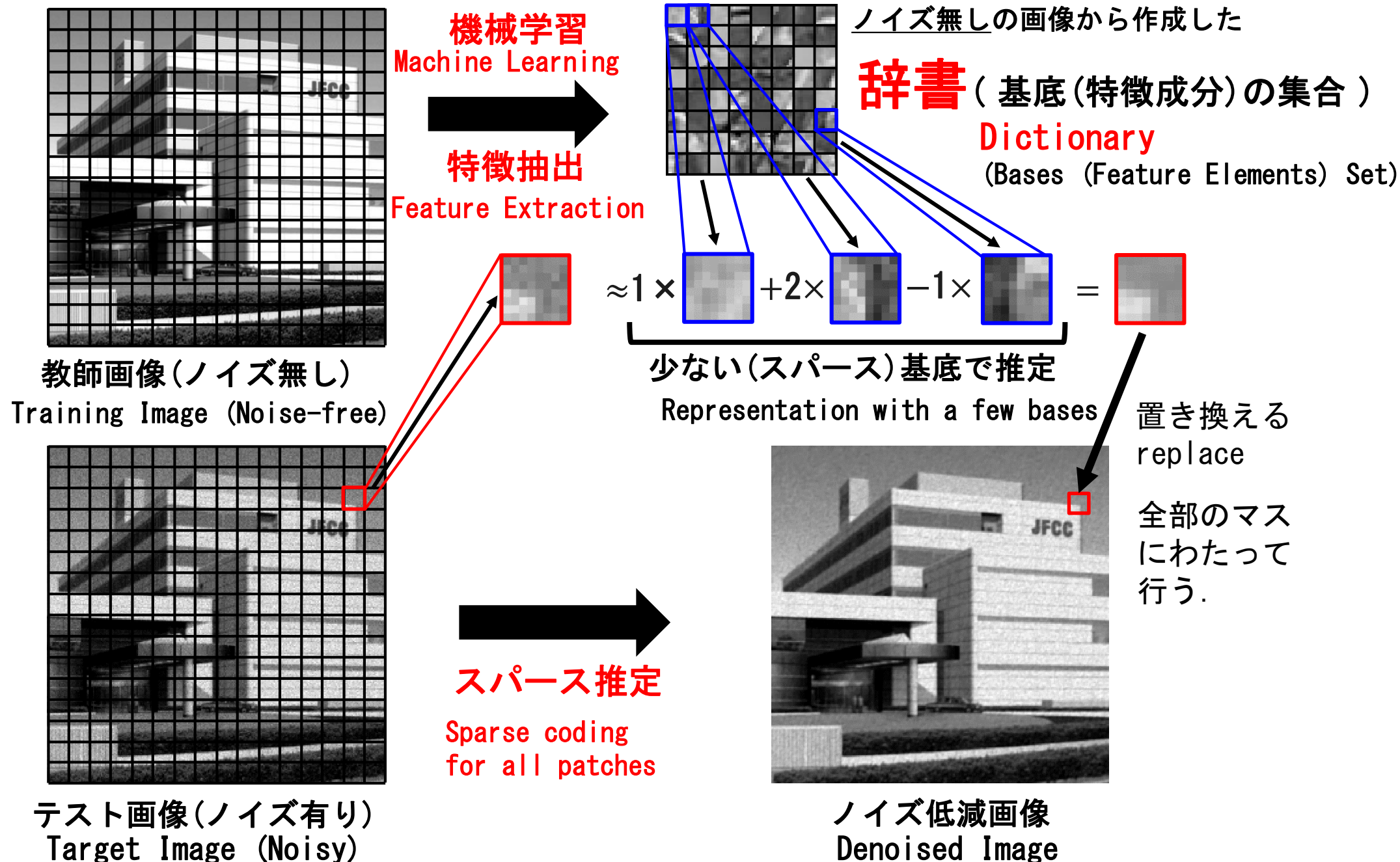
#### (1) スパースコーディング

Sparse Coding

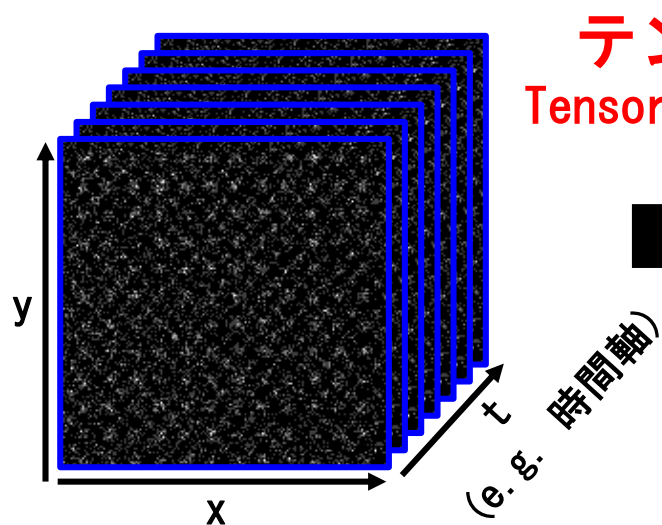
#### (2) 3Dテンソル分解法

3-dimensional tensor decomposition

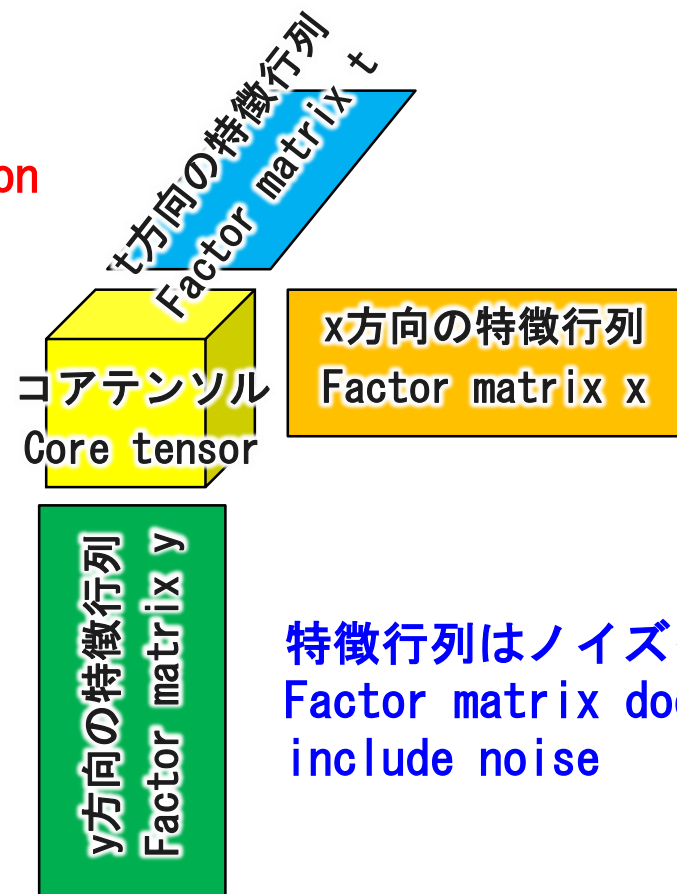
# (1) スパースコーディング sparse coding







テンソル分解  
Tensor decomposition

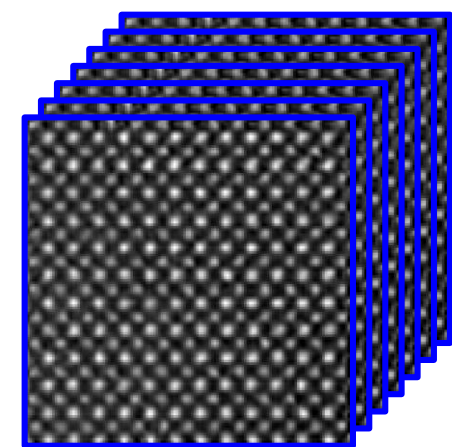


3次元データ (ノイズ有り) (テンソル)  
3-dimensional data with noise

特徴行列はノイズを含まない  
Factor matrix does not include noise



3D再構築  
3D tensor reconstruction



ノイズ低減データ  
Denoised data

★ 教師データが不要  
Training data are not necessary

★ 動画のノイズ除去に有効  
Effective for denoising movies

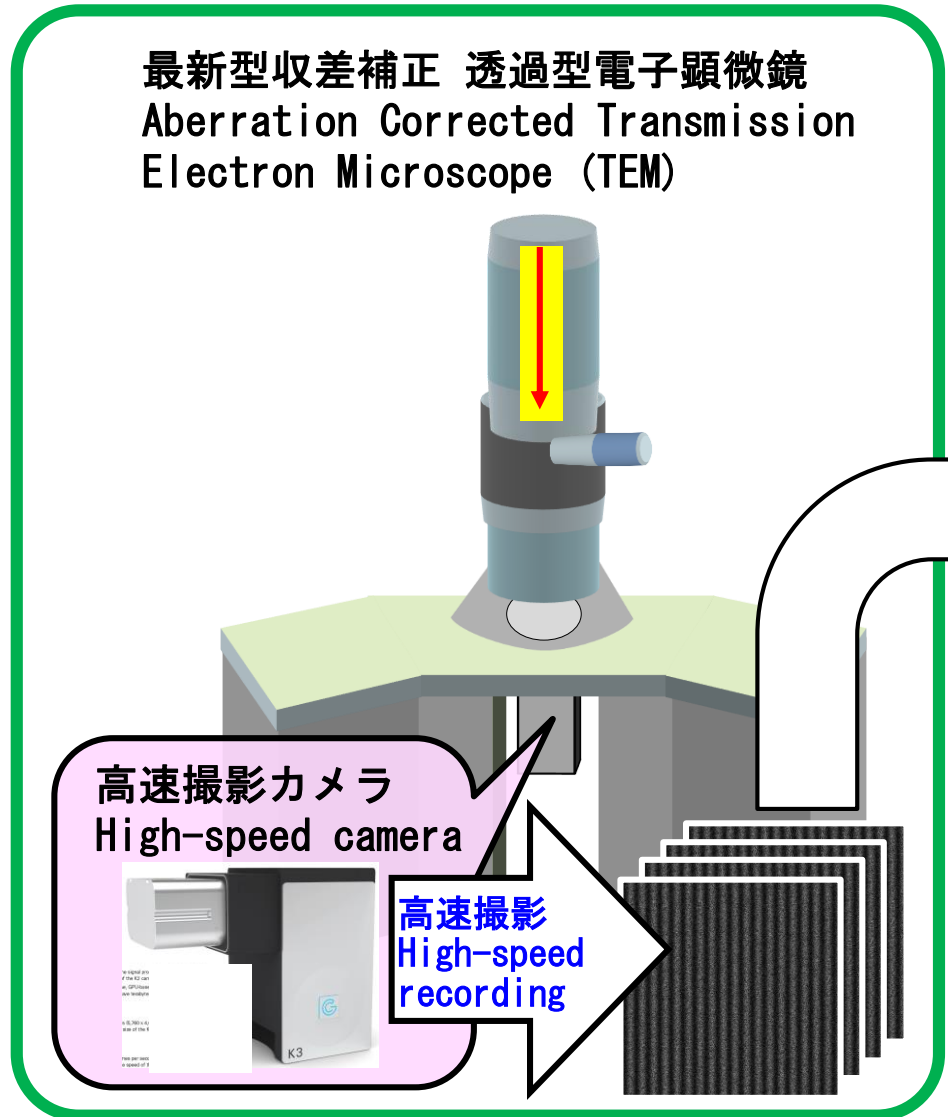
## 本日の発表内容

1. ファインセラミックスセンター（JFCC）の簡単な紹介
2. 安全保障技術研究推進制度での本プロジェクトの研究概要
3. これまでの研究成果の紹介
4. 今後の方針と将来の活用
5. 安全保障技術研究推進制度で採択されて良かった点の紹介



# 3-1. これまでの研究成果(1)

## 透過電子顕微鏡を用いた高速動画観察 High-speed dynamic observation using transmission electron microscope (TEM)



入力  
Input

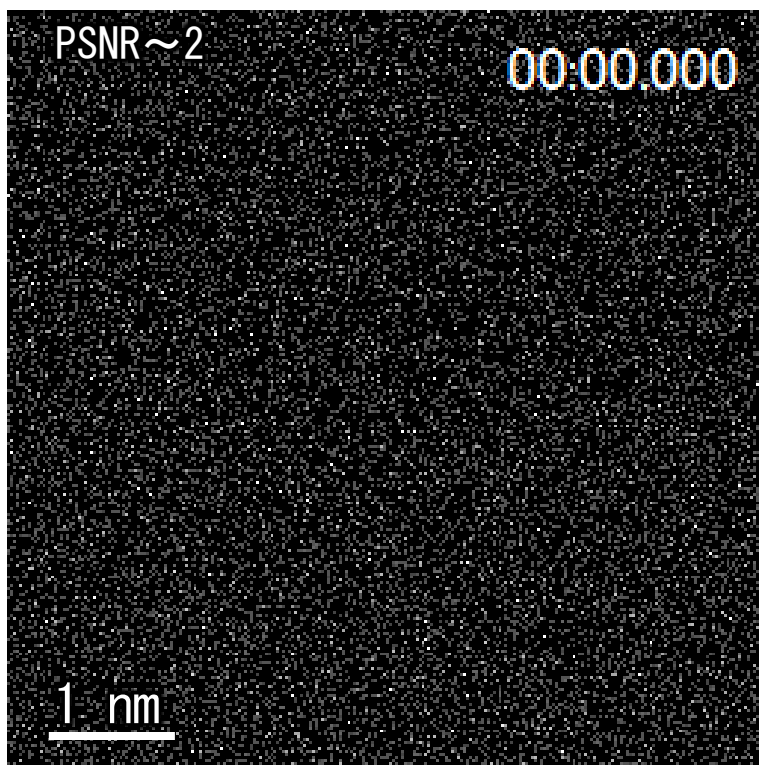


# 透過電子顕微鏡を用いた高速動画観察

High-speed dynamic observation using transmission electron microscope (TEM)

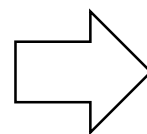
試料 : Au/SrTiO<sub>3</sub>, 画像 : 500枚, 3858 fps, 画像処理 : 3Dテンソル分解法

Specimen: Au/SrTiO<sub>3</sub>, Images : 500, 3858 fps, Image analysis : 3D tensor decomposition

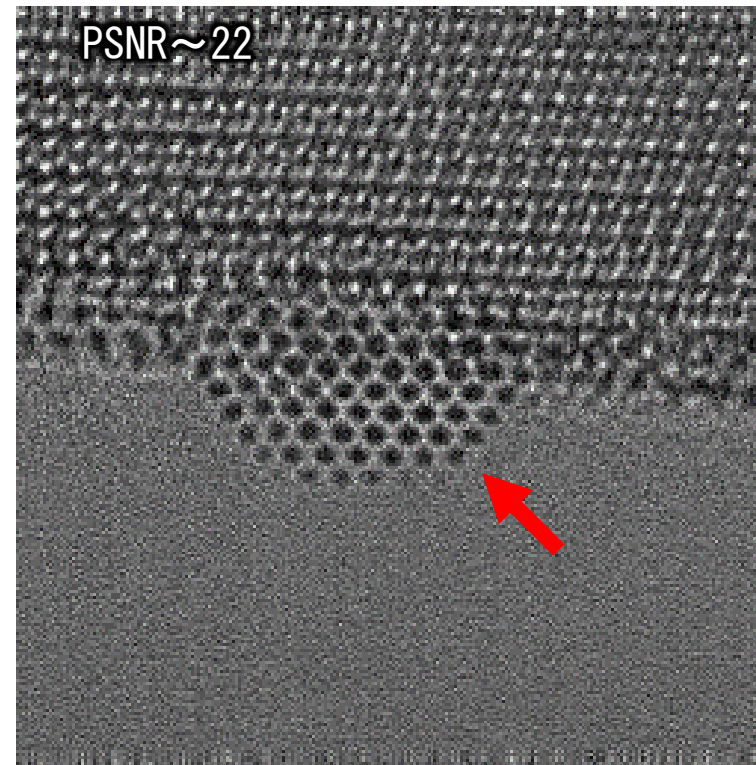


TEM image (before denoising)

PSNR : **2**



画像  
処理



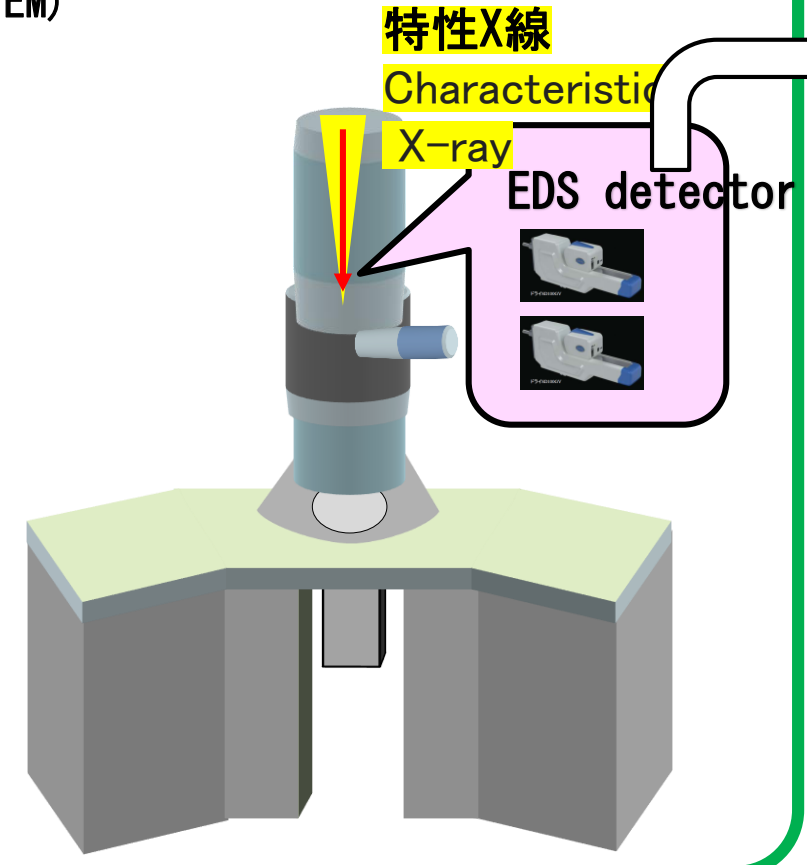
TEM image (after denoising)

PSNR : **22**

# 3-2. これまでの研究成果 (2)

## 走査透過電子顕微鏡法とエネルギー分散型X線分光法を用いた元素分析 Elemental analysis using Scanning Transmission Electron Microscopy (STEM) and Energy Dispersive X-ray Spectroscopy (EDS)

最新型収差補正 走査透過電子顕微鏡  
Aberration Corrected Scanning  
Transmission Electron Microscope  
(STEM)



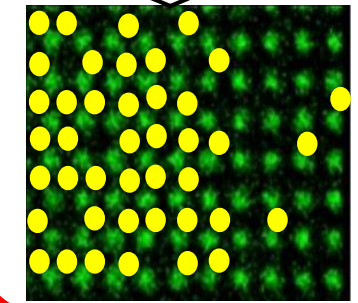
入力  
Input

### 機械学習による画像解析 Image analysis using machine learning



1. 不鮮明画像の保存  
Recording unclear images
2. ノイズ除去  
Denoising
  - ・ Sparse coding
  - ・ 3D tensor decomposition

出力  
Output

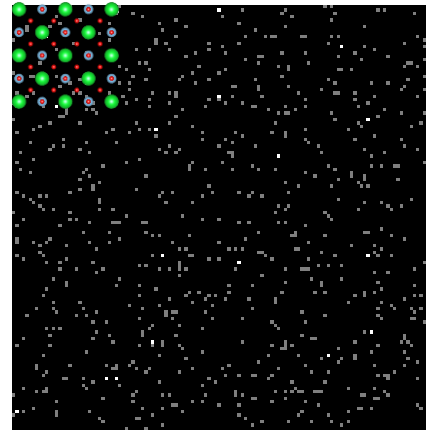
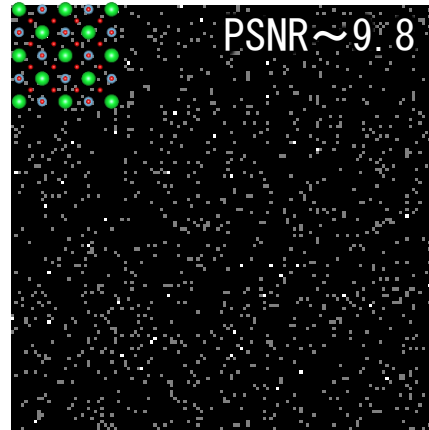
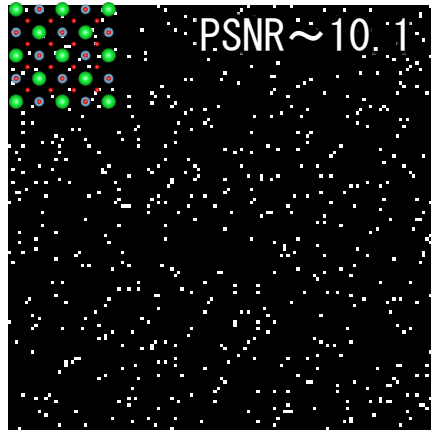


鮮明な原子レベル  
元素分布像  
Clear elemental  
mapping image

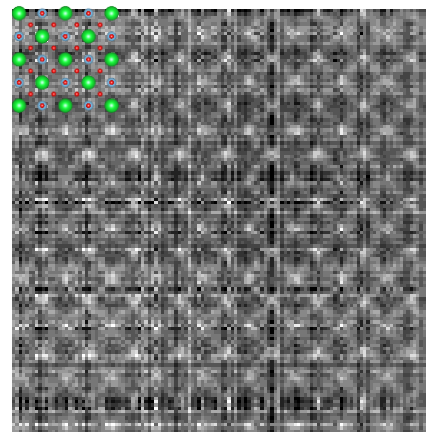
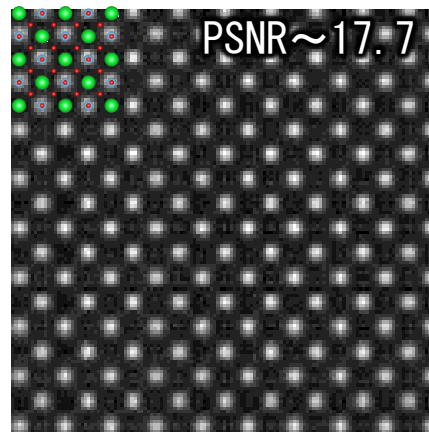
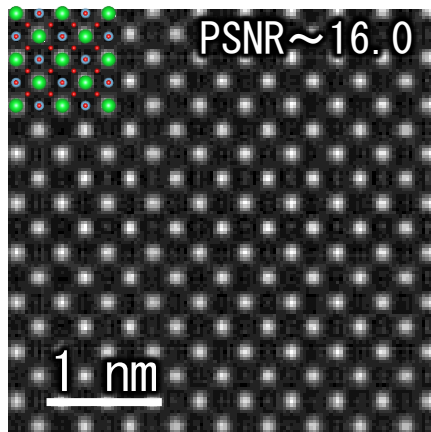


# 走査透過電子顕微鏡法とエネルギー分散型X線分光法を用いた元素分析 Elemental analysis using Scanning Transmission Electron Microscopy (STEM) and Energy Dispersive X-ray Spectroscopy (EDS)

ノイズ除去前  
Before denoising



ノイズ除去後  
After denoising



試料 :  $\text{SrTiO}_3$

Specimen:  $\text{SrTiO}_3$

画像 : 200 枚

Image: 200 frames

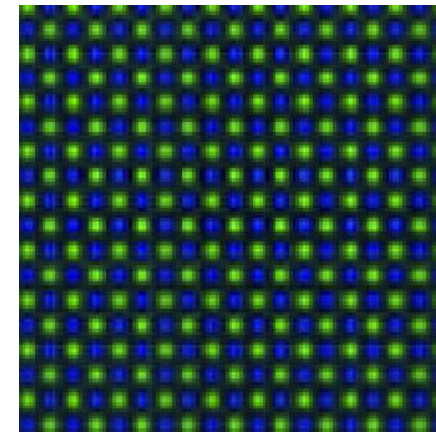
時間分解能 : 1.2 fps

Temporal resolution: 1.2fps

画像処理 : 4Dテンソル分解法

Image analysis: 4D tensor decomposition

● Sr ● Ti ● O



Sr map

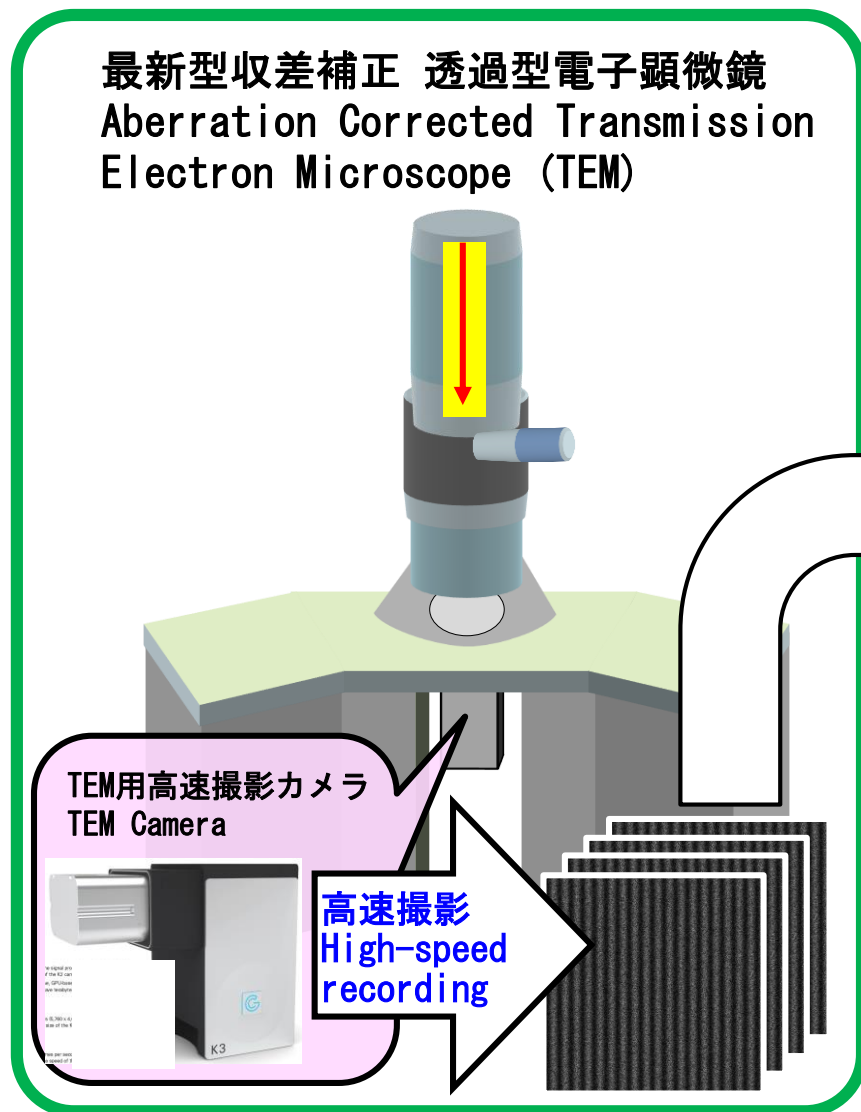
Ti map

O map

Green : Sr, Blue : Ti

## 本日の発表内容

1. ファインセラミックスセンター（JFCC）の簡単な紹介
2. 安全保障技術研究推進制度での本プロジェクトの研究概要
3. これまでの研究成果の紹介
4. 今後の方針と将来の活用
5. 安全保障技術研究推進制度で採択されて良かった点の紹介



## 機械学習による画像解析

## Image analysis using machine learning



出力  
Output



### 1. 不鮮明画像の保存

Recording unclear images

### 2. ノイズ除去

Denoising

- Sparse coding
- 3D tensor decomposition

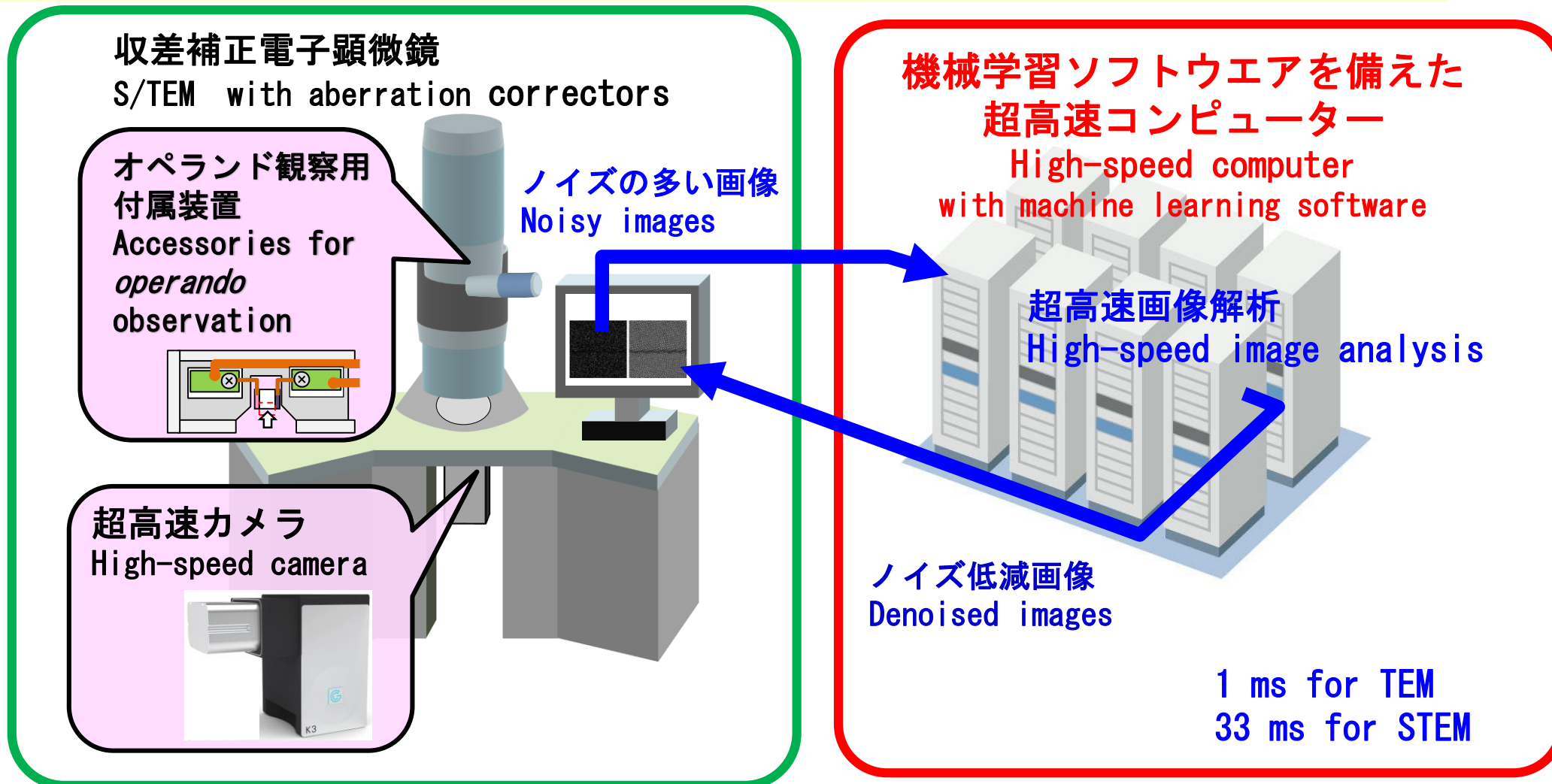
## 鮮明な動画観察

Dynamic observation of  
clear movie



# 超高速オペランド計測のための情報科学原子分解能透過電子顕微鏡システム

Atomic Resolution Transmission Electron Microscopy with Information Science (ARTEMIS)  
for High-Speed Dynamic *Operando* Observation

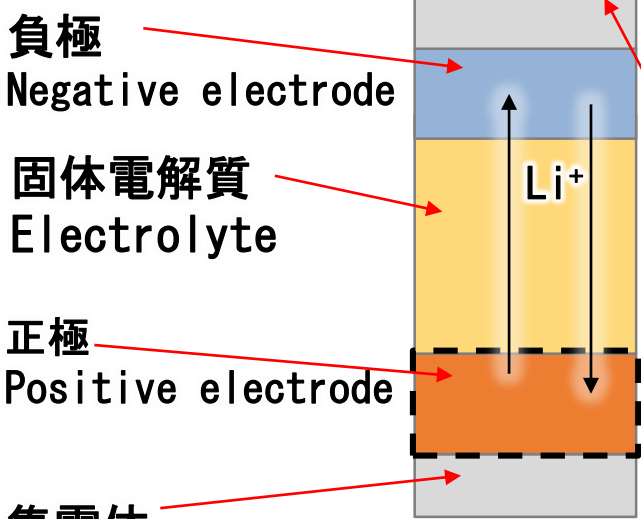


# 4-2. 今後の方針と将来の活用 (2)

## 全固体電池内イオン移動の原子レベル直接動的観察

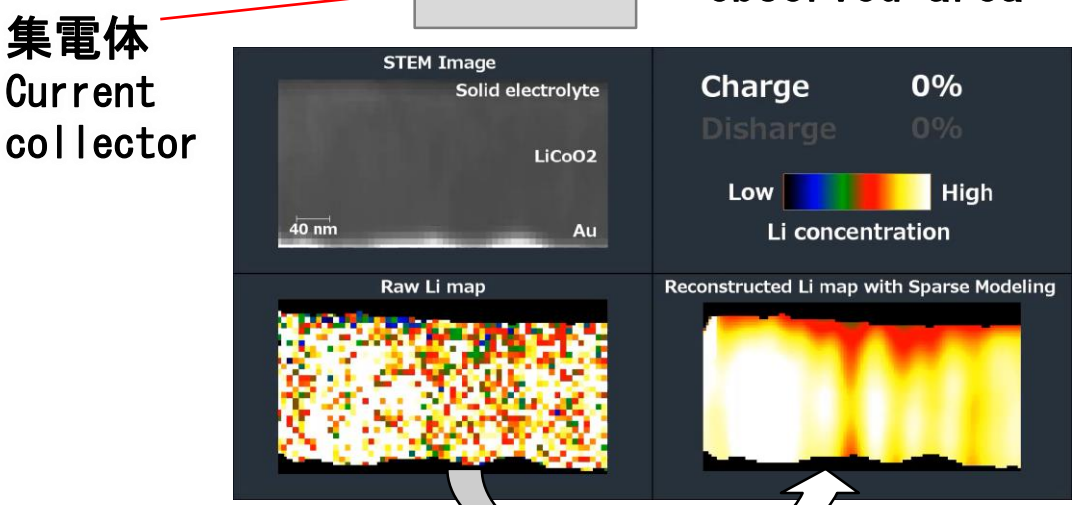
Atomic level dynamic observation of ion diffusion in solid-state battery

高性能な全固体電池の開発に重要な指針を示す。



集電体  
Current collector

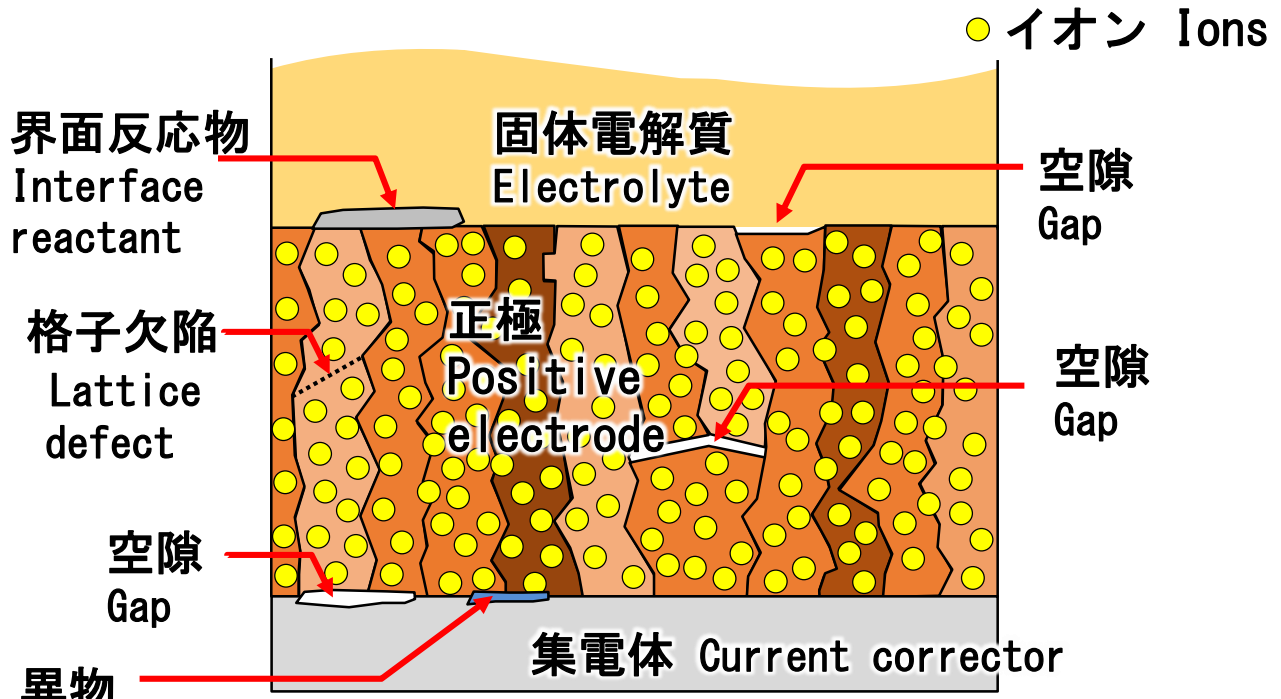
観察領域  
Observed area



**Sparse cording**

Nature Communications  
11 (2020) 2824.

低倍率でゆっくりした動きを観察  
Slow observation in low magnification



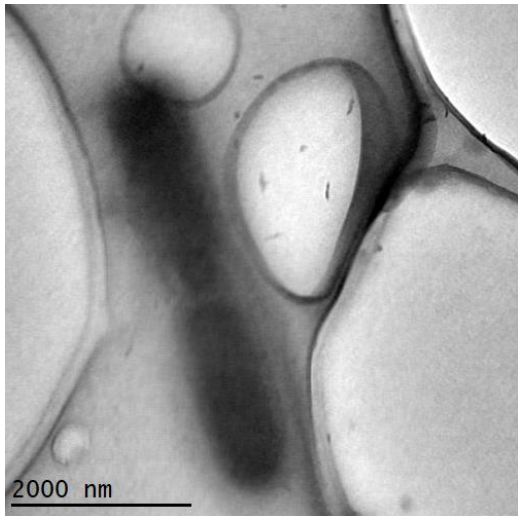
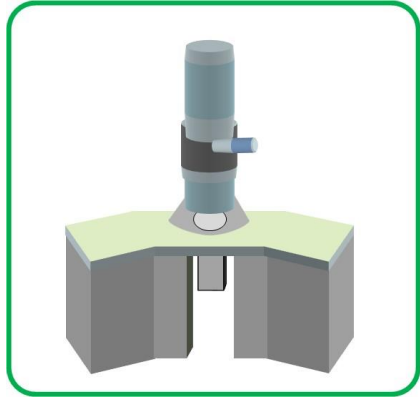
イオン Ions

- Ions ↑ ↑
- Ions ↑
- Ions ← or →

**High-speed and high-resolution observation**

## 4-3. 今後の方針と将来の活用 (3)

透過型電子顕微鏡  
Transmission Electron  
Microscope (TEM)



大腸菌  
Escherichia coli

## 生体材料の直接観察 Direct observation of biomaterials

### 最終目標

生体活性を持った生体試料のライブ観察を目指す

utions

(1) 真空に入れる水分が蒸発してしまう。  
Dried in Vacuum.

- ・ ナノスーツ溶液 NanoSuit solution
- ・ イオン液体 Ionic liquid
- ・ ガス中または液中観察用TEM試料ホルダー  
TEM specimen holder for observation in gas or liquid

(2) 電子線（強烈な放射線）で破壊される。  
Damaged by electron beam irradiation.

- ・ 低電子線照射撮影と機械学習を用いた画像解析  
Low dose recording and image analysis using machine learning



## 本日の発表内容

1. ファインセラミックスセンター（JFCC）の簡単な紹介
2. 安全保障技術研究推進制度での本プロジェクトの研究概要
3. これまでの研究成果の紹介
4. 今後の方針と将来の活用
5. 安全保障技術研究推進制度で採択されて良かった点の紹介

## 5. 安全保障技術研究推進制度で採択されて良かった点の紹介

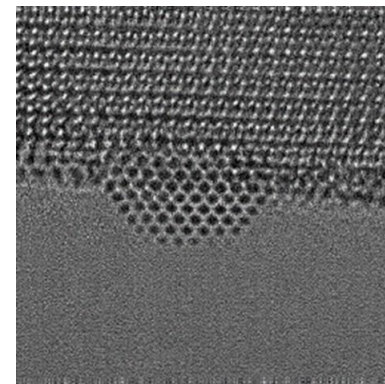
1. 民生技術の基礎研究である.
2. 十分な予算を獲得できる.  
(タイプS : 5年間で最大20億円)
3. 研究成果を発表できる.  
(論文投稿, 学会発表など)

「令和2年度 安全保障技術研究推進制度公募要領 1. 1 制度の趣旨」より

本制度では防衛装備庁が自ら行う防衛装備品そのものの研究開発ではなく、先進的な民生技術についての基礎研究を対象としていることから、研究成果については広く民生分野で活用されることを期待しています。そのため、防衛装備庁が研究者の研究成果の公表を制限することではなく、その研究成果について、将来にわたって特定秘密を始めとする秘密に指定することはありません。

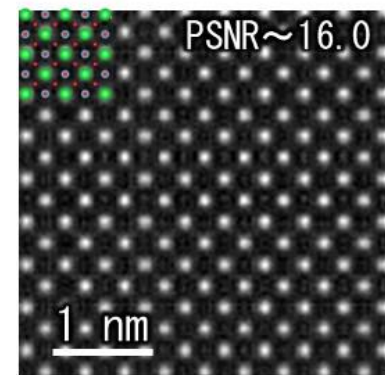
## 成果まとめ

1. 金ナノ粒子の原子配列の直接観察：3Dテンソル分解法, 3858fps.  
Observation of atomic arrangement of gold nano particle: 3D Tensor decomposition, 3858fps.
2. 元素分析：時間分解能を1/10~1/100に短縮。  
Elemental analysis: temporal resolution 1/10~1/100.

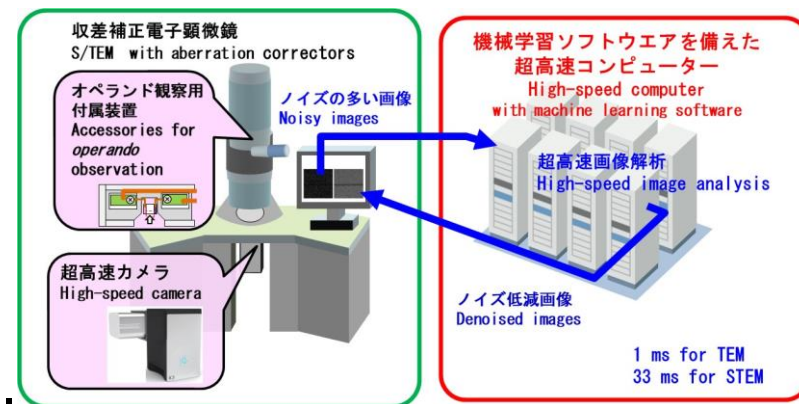


## 今後の方針

1. 電子顕微鏡と高速コンピュータを結合。  
オンライン超高速動画解析システムを構築。  
On-line high-speed dynamic observation system, by combining TEM and computer.
2. 電池・触媒・半導体などの応用計測。  
Application to batteries, catalysts, semiconductors.
3. 生体試料の水分蒸発を防ぐ。  
Prevent evaporation of water.  
低電子線量撮影と画像解析で画質の飛躍的改善。  
Denoising of low electron dose images.  
生体活性を持った状態での生体材料ライブ観察を目指す。  
Observation of biologically active specimens.



Sr map





The End