特集「顕微鏡法による材料開発のための微細構造研究最前線(11)」 一顕微鏡法の材料評価への展開と先端評価法の進展—(g)電磁場解析

電子線ホログラフィーによる帯電したセルロースナノファイバー周囲の 電場観察

東北大学工学研究科 本 郷 将 嗣 東北大学多元物質科学研究所 赤瀬善太郎 佐 藤 隆 文 東北大学多元物質科学研究所 · 理化学研究所 進 藤 大 輔 大阪大学産業科学研究所 古 賀 大 尚 能 木 雅 也



 Fig. 1 CNF の(a), (d) TEM 像, (b), (e) 位相再生像及び(c), (f) 振幅再生
像. (b), (c) では視野外においてカーボン支持膜にも電子線が照射 されている. (e), (f) では試料のみに電子線が照射されている.

電子線ホログラフィーでは試料周辺を通過した電子波(物 体波)を振幅と位相の情報を持つ複素数の波動として再生す ることができ、位相変調を抽出した位相再生像では試料内外 の電磁場分布を可視化することができる.一方、振幅再生像 は通常の TEM 像と同じような電子線強度分布像となるが、 それに加えて、電子線の干渉性の分布も反映した像となる. これは電子線の干渉性が低下しホログラムのヴィジビリティ が低下した領域では再生される振幅の値も低下するためであ る.我々はこの性質を利用し、時間的な電磁場変動を起こし ている領域を可視化する新しい手法の開発し、現在、非導電 性試料観察時の試料の帯電現象の解明に取り組んでいる.本 稿では、高絶縁性を有するセルロースナノファイバー (CNF)及び CNF と銀ナノワイヤ(Ag-NW)を組み合わせた 際の帯電状態と2次電子挙動を観察した例を示す.

まず,試料帯電は試料の導電性だけでなく電子線の照射条件にも大きく依存することがわかる例を示す.Fig.1に電子線照射領域を変化させた際のCNFの位相再生像と振幅再生像を示す.位相再生像における等高線は,試料外部の真空 領域での等電位線に,振幅再生像における明るい部分は,2次電子などにより電場が時間変動している領域に対応している.Fig.1(a),(d)の赤枠で囲われた領域は,ホログラフィー観察する際の電子線照射領域を示している.電子線が観察



Fig. 2 CNF と Ag-NW 混合試料の(a) TEM 像, (b) 位相再生像及び(c) 振幅再生像.

視野外で支持膜にも照射されている状態で観察すると,試料 帯電は弱く(Fig.1(b)),電場の時間変動(Fig.1(c))は検出 されなかった.これは支持膜から放出された2次電子が帯 電した試料に引き寄せられて吸収されるためと考えられる. 一方,小径の収束絞りを用いて電子線を試料のみに照射する と,支持膜からの2次電子供給がなくなり,強い帯電(Fig. 1(e))と電場の時間変動(Fig.1(f))が観察された.

次に, 試料周辺の導電物質と非導電物質の配置が2次電 子挙動に影響する例を示す. Fig.2は CNF と Ag-NW の混 合試料の観察結果で, Fig.2(a)の赤枠は電子線照射領域を 示しており, 電子線を試料にのみ照射した際の結果である. 位相再生像は CNF 単体での観察結果と異なり電位勾配が逆 になっており, CNF の帯電で電位が高くなった試料周辺領 域に対して, 導電性の Ag-NW の電位が下がっている様子 が観察された(Fig.2(b)).また2次電子は電位勾配に沿っ て Ag-NW から離れたため,電場の時間変動は検出されな かった(Fig.2(c)).

本観察手法により,電子線ホログラフィーは定常的な電磁 場分布の観察手法から,ダイナミックな電磁場の時間変動を 可視化できる手法へ拡張され,応用が期待される.

(2018年8月17日受理)[doi:10.2320/materia.58.100]

Keywords: electron holography, cellulose nanofibers

TEM utilized: JEM–3000F(300 kV)

Observation of Electric Field around Charged Cellulose Nanofibers by Electron Holography; Masatsugu Hongo, Zentaro Akase, Takafumi Sato, Daisuke Shindo, Hirotaka Koga and Masaya Nogi