分光収束電子回折法による精密結晶構造解析法の開発

東北大学多元物質科学研究所 津田健治

Kenji TSUDA: Development of an Accurate Crystal Structure Analysis Method Using Energy-Filtering Convergent-Beam Electron Diffraction

An accurate crystal structure analysis method has been developed using energy-filtering convergent-beam electron diffraction. Characteristic features of the method, the analysis procedure, some applications are described, together with future prospects.

1. はじめに

収束電子回折 (Convergent-beam electron diffraction: CBED) 法は, 透過型電子顕微鏡 (Transmission electron microscope: TEM) を用いてナノメートルサイズに収束した電子線を試料に照射して電子回折図形を得る方法です. 通常の電子回折図形と CBED 図形の比較を SrTiO_3 を例として図 1 に示します. 通常の電子回折では平行な電子線を照射してスポット状の回折波が並ぶ回折図形を得るのに対して, CBED では電子線の収束角に対応して各回折波がディスク状に拡がり, ディスク中には複雑な強度分布が見られます. これは電子回折の強い多重散乱 (動力学回折) 効果によるもので, この効果を通して CBED 図形には結晶の対称性が直接反映されています. 実際, CBED 法は最も強力な結晶点群・空間群決定法として用いられています.¹⁾

図 1 は CBED 図形の中心部分, 低散乱角のゼロ次ラウエ帯 (zeroth-order Laue zone: ZOLZ) 反射ですが, 周辺の高散乱角領域にはリング状に高次ラウエ帯 (Higher-order Laue zone: HOLZ) 反射が観察されます. ZOLZ 反

図 1 SrTiO_3 [001] 入射の制限視野電子回折図形 (左) と収束電子回折図形 (右). (Selected-area electron diffraction pattern and convergentbeam electron diffraction (CBED) pattern of SrTiO_3 [001].)

射と HOLZ 反射の両方を含む高角までの CBED 図形を図 2 に示します. 回折角の大きい HOLZ 反射強度は原子位置や原子変位パラメーター (Atomic displacement parameter: ADP) に敏感であり, 一方回折角の小さい ZOLZ 反射強度は価電子密度分布の変化に敏感です.

CBED 法の大きな特徴は, 電子顕微鏡像を参照しつつ試料のナノメートルサイズの領域を選択して CBED 図形を得ることができる点です (図 3). 図 3a は BaTiO_3 の明視野電子顕微鏡像で, 試料の厚さ変化, 積層欠陥や強誘電ドメインなどが見られます. このような電子顕微鏡像を見な

図 2 SrTiO_3 [001] 入射の高角までの収束電子回折図形および対応するエwald球と逆格子点の模式図. (CBED pattern of SrTiO_3 taken at [001] incidence up to a high angle with a schematic diagram of corresponding Ewald sphere and reciprocal lattice points.)

図3 BaTiO₃の明視野電子顕微鏡像 (a) と収束電子回折図形 (b). (Bright-field transmission microscope image and CBED pattern of BaTiO₃.)

がら、任意の場所（この場合は矢印の場所）を選んで得たCBED図形が図3bです。

CBED法のほかの特徴として、見ているものが静電ポテンシャル分布である点があります。すなわち電子と核電荷の散乱への寄与を同時に見ているので、例えば価電子密度に変化があると、電子と核電荷のバランスが変わって特に低散乱角の回折強度に敏感に変化が現れます。

CBED法を用いて試料の厚さ・方位一定で完全結晶とみなせる領域から回折強度データを得れば、動力学回折強度計算と直接・定量的に比較することが可能となり、ナノサイズの局所領域から結晶構造パラメーターを精密化して静電ポテンシャルを求めることができるきわめてユニークな方法となります。われわれは、このような方法の開発に一貫して取り組んできました。²⁾⁻¹²⁾

透過型電子顕微鏡では、近年の電子レンズの収差補正装置の開発によって電子顕微鏡像の実空間分解能が0.5 Å程度まで向上していますが、¹³⁾ 電子回折では高次反射が使えるので0.1～0.01 Åオーダーの高い分解能が得られます。

現在、世界的にも電子回折を用いた結晶構造解析法の開発を行っているグループが複数あり、2つの流れがあります。1つはプリセッション電子回折法を用いて動力学回折効果の影響をできるだけ抑えて三次元の回折強度データを収集し、運動学近似の範囲でcharge flipping法^{14),15)}や直接法¹⁵⁾などにより構造未知物質の初期構造モデルを得ることを目的とするものです。もう1つはCBED図形の強度を動力学回折理論に基づいて解析するもので、構造がほぼわかっている物質について価電子密度分布などより詳細な二次構造情報を得ようとするものです。低次反射の結晶構造因子をCBED法で決定し、高次反射の結晶構造因子をX線回折から得て用いるのが普通です。^{16),17)}

われわれの方法は動力学回折理論に基づく構造パラメーター精密化という意味では後者に近いのですが、電子線データだけを用いて解析を行うという点ではほかと一線を画しています。このことはナノメーター電子プローブの利

点を最大限に活かすためきわめて重要であると考えています。このためにはCBED図形の低次反射だけでなく高次反射までの強度測定が必要になり、電子線のみによる解析を行っているのは現在世界的にもわれわれのグループのみです。

本稿では、われわれのグループの、分光収束電子回折法による精密結晶構造解析法の開発の経緯と、解析例をあげてその特徴について述べます。

2. ハードウェアおよびソフトウェアの開発

CBED法を用いた結晶構造解析は、英国ブリストル大学のVincentらにより1984年ごろ最初に報告されました¹⁸⁾が、彼らは準運動学的な近似を用いて解析を行ったため適用はごく狭い範囲に限られていました。われわれは動力学回折理論に基づく解析の必要性を主張し、1988年ごろからこの問題に取り組み、1990年に世界で初めて動力学回折理論に基づく原子位置と温度因子の精密化にSrTiO₃を用いて成功しました。²⁾この時点ではCBEDの実験はエネルギーフィルターをもたない通常の透過型電子顕微鏡で電子顕微鏡用フィルムを用いて行っていました。非弾性散乱を抑えるために試料厚さは2～300 Å程度までに抑えて、強度の読み出しはマイクロデンシトメーターを使用しました。しばらくして電子顕微鏡用のイメージングプレートが使えるようになり、感度・ダイナミックレンジ・精度が格段に向上しましたが、CBED図形に重なっている強い非弾性散乱バックグラウンドを除去するためのエネルギーフィルターの必要性が明らかになりました。このため電子線エネルギー損失分光用のスペクトロメーターを電子顕微鏡に装着してCBED図形を得る試みを行い、非弾性散乱バックグラウンドの中でも10 eV程度以上のプラズモン損失電子を除去することが定量解析のために最も効果的であることを見出しました。¹⁹⁾ただしこの装置は走査型で検出効率がきわめて悪く結晶構造解析用データの取得には不十分なものでした。

これらを踏まえて、検出効率を格段に改善できる二次元のエネルギーフィルターを搭載した分光収束電子回折用の透過型電子顕微鏡JEM-2010FEFの開発に取り組みました。この開発は田中通義先生を代表とする科研費特別推進研究(1994～1997)によるもので、日本電子(株)との共同開発として行われました。それまでに独カルツァイス社からオメガ型のエネルギーフィルターを搭載した透過型電子顕微鏡が発売されていましたが、取り込める角度範囲が小さく高角の回折波が得られないため、われわれの目的には使用できないものでした。われわれは、この原因が、対物レンズの球面収差のため高角反射がエネルギーフィルターの入射絞り位置から外れてしまう点にあることを見出しました。これを解決できる、球面収差係数の小さい対物レンズ($C_s = 0.5$ mm)とエネルギー分散の大きいオメ

図4 エネルギーフィルター透過型電子顕微鏡 JEM-2010FEF. (Energy-filtering transmission electron microscope JEM-2010FEF.)

ガ型エネルギーフィルターを合わせもつ JEM-2010FEF の開発を行い、加速電圧 100 kV 時に回折角 2θ が 10° を超える高散乱角の HOLZ 反射まで一度に取り込むことを世界で初めて可能としました (図4).²⁰⁾ 当初はオメガ型エネルギーフィルターに起因する CBED 図形の歪みが問題となりましたが、フィルターの磁場を調整する歪み補正機構の導入で解決されました。この電子顕微鏡の開発がブレイクスルーとなり、CBED による精密結晶構造解析の道が大きくひらかれました。

図5に、エネルギーフィルターなしで得た通常の CBED 図形とエネルギーフィルターを用いて得た分光 CBED 図形の比較を [001] 入射 SrTiO₃ を例として示します。通常の CBED 図形では一様でないバックグラウンド強度がっており、矢印で示した弱い 100 反射の強度が判別し難いのにに対し、10 eV 程度以上の非弾性散乱強度を取り除いた分光 CBED 図形では 100 反射が明瞭に観察されています。このようにエネルギーフィルターを使って非弾性散乱を取り除くことは定量解析のためにきわめて重要です。

図2の SrTiO₃ の CBED 図形も JEM-2010FEF を用いて加速電圧 100 kV で撮影した分光 CBED 図形であり、 10° 以上の高角までの CBED 図形が得られています。

結晶構造パラメーターの精密化を動力学回折理論に基づいて行うための解析ソフトウェアの開発も不可欠なもので、独自に行う必要がありました。電子回折の動力学回折強度計算の最初のコードは、研究室で使用されていた古い FORTRAN のコードを参考に、FORTRAN77 で書きました。これを当時標準的に使用されていた非線形最小二乗パッケージ SALS と接続し、最初の動力学回折理論による構造パラメーター精密化プログラムを作製しました。⁴⁾ このプログラムは、CBED 図形をラインプロファイルとして取り扱うもので、二次元データとしての扱いはできませんでした。また FORTRAN77 の制約から静的配列しか使用できなかったため、メモリサイズの制限から実験データご

図5 SrTiO₃ の通常の CBED 図形 (左) と分光 CBED 図形. (Unfiltered and Energy-filtered CBED patterns of SrTiO₃.)

とに配列サイズを書き直す必要があり、結晶構造の記述や束縛条件なども試料が変わるたびにコード自体を書き直す不便なものでした。また、当時は計算にベクトル型スーパーコンピュータを使っていたため、コードの読みやすさを犠牲にしたチューンが求められるなど、種々の制約がありました。

そこで、動的な配列や構造体が使えらる C 言語で最初から全体を書き直すことを 1995 年ごろからスタートして、現在のコード MBFIT (Many-Beam dynamical simulations and least-squares FITting) を開発しました。⁵⁾ かなりの時間をコーディング・デバッグに費やしましたが、空間群による対称性テーブルの利用、束縛条件のフレキシブルな記述や新しい実験データ構造を取り込むことができ、現在に至るまでメンテナンスと機能の追加・改良を継続できています。最大の問題は動力学回折強度計算の大きな計算量です。このため一般化ベータ近似による行列次数低減や摂動による Jacobian 計算機能など種々の高速化の工夫を取り込み、さらに MPI (Message Passing Interface) ライブラリを使った並列計算機能を導入することで大幅な高速化が可能になり、⁸⁾ 適用範囲がかなり広がりました。試料の unit cell のサイズにもよりますが、現在使用している 96 core の PC クラスタ計算機を使うと、数十個の構造パラメーターを一度に精密化するような計算も可能になっています。MBFIT は、構造パラメーター精密化の機能以外にも、CBED 図形のシミュレーション、結晶内で許されるブロッホ状態の電子密度分布 (図6) や分散面のプロット、精密化した結晶構造パラメーターから静電ポテンシャル分布・電子密度分布を求める機能などを含んでいます。MBFIT のコードは、共同研究者に提供したり、毎年 Erice で行われている結晶学国際スクールの、電子線結晶学の回で配布するなどしており、使用者は少しずつ増えているようです。MBFIT は ANSI-C のみで書かれたキャラクターベースのプログラムですが、米 Northwestern 大学の Laurence Marks 教授の電子回折用構造解析パッケージ EDM²¹⁾ にも MBFIT コードが取り込まれており、X-window 上でグラフィカルな使用が可能になっています。

このほかに、イメージングプレート上に記録したデジタル画像からレンズ収差による歪みを補正し、熱散漫散乱によるバックグラウンド強度を除去して各反射の二次元強度分布を取り出すなど、実験データの前処理用のさまざまな周辺プログラムの開発が必要でした。⁵⁾

エネルギーフィルター透過型電子顕微鏡 JEM-2010FEF の開発と、動力学回折理論に基づく汎用解析プログラム MBFIT の開発により、分光収束電子回折法による精密構造解析法を初めて実現することができました。われわれが構築した解析法の手順をまとめると、図 7 のようになります。まずエネルギーフィルター透過型電子顕微鏡 JEM-2010FEF を用いて、分光 CBED 図形を撮影します。この図形から電子レンズによる歪みの補正とエネルギーフィ

ルターで除去できない熱散漫散乱によるバックグラウンド強度を解析的に除去し、各反射ディスクの二次元強度分布を取り出します。一方、精密化する結晶構造パラメーター（原子位置・原子変位パラメーター・占有率・低次結晶構造因子）を含む結晶構造モデルを作製して動力学回折強度計算を行います。これら実験と計算の二次元強度分布を非線形最小二乗法に基づいて定量比較し、結晶構造パラメーターを精密化します。さらに、精密化された結晶構造パラメーターからフーリエ合成によって静電ポテンシャル分布、さらには Poisson 方程式を用いて静電ポテンシャル分布から電子密度分布を得ることができます。

3. 解析例

われわれの開発した分光収束電子回折法による精密結晶構造解析法をこれまで種々の結晶に適用してきました。⁵⁾⁻¹²⁾ ここではいくつかの適用例について述べます。

まず Si の静電ポテンシャル分布解析¹⁰⁾ を取り上げます。加速電圧 100 kV、室温で 11 の異なる入射の分光 CBED 図形を得て、各回折ディスクの二次元強度分布を取り出し、MBFIT により動力学回折強度計算とフィッティングを行って、原子変位パラメーター (ADP) と $g < 0.9 \text{ \AA}^{-1}$ の 7 種の低次結晶構造因子を精密化しました。フィッティング後の各回折ディスクの強度分布の実験、計算および残差を一部の CBED 図形について図 8 に示します。実験と計算はよく一致していることがわかります。この精密化したパラメーターを用いて静電ポテンシャル分布および電子密度分布を得ました。このとき低次の結晶構造因子は精密化した値を用い、それ以外の結晶構造因子は独立原子モデル (IAM) と ADP から値を求めました。

図 6 SrTiO₃ [100] 入射での各ブロッホ状態の電子密度分布。(Electron density distributions of Bloch states of SrTiO₃ at [100] incidence.)

図 7 分光収束電子回折法による精密構造解析の手順。(Procedure of accurate structure analysis method using CBED.)

図 8 Si のフィッティング結果の一部。(Part of final results of fitting of CBED patterns.) (a) [111] 入射 2-20 反射励起, (b) [110] 入射 004 反射励起。

これら CBED 法で得た静電ポテンシャル分布 $V(\mathbf{r})$ を 15 V の等静電ポテンシャル面として図 9a に示します。描画には可視化ソフトウェアとして VESTA²²⁾ を使用しました。この $V(\mathbf{r})$ が CBED による精密結晶構造解析で直接得られるものです。次にこの $V(\mathbf{r})$ から $\epsilon_0 \nabla^2 V(\mathbf{r}) = \rho_e(\mathbf{r}) - \rho_n(\mathbf{r})$ を計算したものが図 9b です (ϵ_0 は真空中の誘電率)。これはポアソン方程式 $\epsilon_0 \nabla^2 V(\mathbf{r}) = \rho_e(\mathbf{r}) - \rho_n(\mathbf{r})$ により電子密度 $\rho_e(\mathbf{r})$ および核電荷密度 $\rho_n(\mathbf{r})$ を得たことになります。± 0.5 e/Å³ の等密度面を表示しています。隣合う Si 原子間 (e⁻ の矢印) に明瞭に結合電子の寄与が見られ、また Si 原子の核部分 (n⁺ の矢印) にマイナス符号をもつ核電荷密度が見られます。この核電荷密度部分を ADP から評価して取り除くと図 9c の電子密度 $\rho_e(\mathbf{r})$ が得られます。

このほかに次のような表示も有用です。0.5 e/Å³ の等電子密度面上に静電ポテンシャルの値をグレースケール

図 9 分光収束電子回折法による Si の静電ポテンシャル解析結果。(Results of electrostatic potential analysis of Si using energy-filtering CBED.) (a) 静電ポテンシャル分布の 15 V 等値面, (b) 静電ポテンシャルのラプラシアン 0.5 e/Å³ 等値面, (c) 電子密度分布の 0.5 e/Å³ 等密度面, (d) 等電子密度面上に静電ポテンシャルをグレースケールでプロットしたもの, (e) 電子密度のラプラシアン 1.5 e/Å³ 等値面および (f) その (110) 断面。

でプロットしたものが図 9d で, Si 原子間の結合電子の位置で静電ポテンシャルが低下している様子が明瞭にわかります。この結果は Acta Cryst. A 誌の 2009 年の Cover photo として採用されています。また, 電子密度 $\rho_e(\mathbf{r})$ のラプラシアン $\nabla^2 \rho_e(\mathbf{r})$ を図 9e に 1.5 e/Å³ 等値面として示します。最近接原子を含む面でのプロットが図 9f です。最近接原子間にはラプラシアンが負の領域となっており, これも共有結合電子の存在を示しています。

次に, スピネル酸化物 FeCr₂O₄ の軌道秩序相の解析結果¹²⁾ を図 10 に示します。FeCr₂O₄ は室温の立方晶相から約 135 K 以下で正方晶へ構造相転移を起しますが, これに伴い FeO₄ 四面体の Fe²⁺ イオンの 3d 電子が軌道秩序を示すと考えられていました。²³⁾ 3つの入射方位の CBED 図形の定量解析を行い, 原子位置・ADP・低次結晶構造因子を精密化して, 静電ポテンシャルおよび電子密度分布を得ました。FeO₄ 四面体の部分を取り出して 4 e/Å³ 等電子密度面上に静電ポテンシャル分布をグレースケールでプロットしたものを, 室温相および軌道秩序相についてそれぞれ図 10a と図 10b に示します。室温相では隣接酸素イオンに近い位置で, 酸素イオンの電子の影響で静電ポテンシャルが低下しています。これに対し軌道秩序相では等電子密度面の c 軸に沿う方向 (矢印で示した) でも静電ポテンシャルが低下していることがわかります。これは Fe 3d 電子の 3z²-r² 型軌道が c 軸に沿う向きで存在していることを示し, 軌道秩序を直接観測したものと言えます。

図 10 FeCr₂O₄ の FeO₄ 四面体の 4 e/Å³ 等電子密度面上の静電ポテンシャル分布。(4 e/Å³ electron density isosurface of FeO₄ tetrahedron of FeCr₂O₄ colored with electrostatic potential.) (a) 室温立方晶相, (b) 低温軌道秩序相. (c) Fe 3d 電子の低温軌道秩序の模式図。

図 11 (a) LiNbO_3 の $[120]$ CBED 図形と (b) CBED で得た静電ポテンシャル分布. $0.75 \text{ e}/\text{\AA}^3$ 等電子密度面上にプロットしたもの. ((a) $[120]$ CBED pattern of LiNbO_3 and (b) $0.75 \text{ e}/\text{\AA}^3$ electron density iso-surface colored with electrostatic potential.)

図 10c にこの軌道秩序を模式的に示しました. このような軌道秩序に起因するきわめて小さい異方性は, 電子密度と静電ポテンシャルのどちらかを見るだけでは検出が難しく, 等電子密度面を *reference* としてその上に静電ポテンシャルをプロットすることで初めて見出すことができたものです.

また, 強誘電体 LiNbO_3 の解析結果を図 11 に示します. LiNbO_3 は NbO_6 八面体を基本とするイルメナイトに類似した結晶構造をとり, 室温で強誘電性を示します.²⁴⁾ 図 11a は加速電圧 100 kV, 室温で得た $[210]$ 入射の分光 CBED 図形で, c^* 軸に沿う鏡映対称のみが観察され, 分極方向が判別できます. CBED 図形を定量解析して, 原子位置, ADP および低次結晶構造因子を精密化して, 静電ポテンシャルおよび電子密度分布を得ました. 図 11b は $0.75 \text{ e}/\text{\AA}^3$ の等電子密度面上に静電ポテンシャルをグレースケールでプロットしたものです. 電荷移動により, Li および Nb 周りで静電ポテンシャルが上昇し O 周りで低下していることがわかります. Nb は NbO_6 八面体の中心から c 軸方向に約 $0.25 \text{ \AA}$ 変位して強誘電分極の存在を明瞭に示しています.

4. おわりに

われわれの開発してきた分光収束電子回折法による精密結晶構造解析法について開発経緯を交えて現状を述べました. この方法の特徴である, ナノサイズの局所構造解析, 動力学回折効果による極性判別および静電ポテンシャル分布解析が威力を発揮する系として, 強相関電子系の電荷・軌道秩序相や, 強誘電体の解析に現在取り組んでい

ます. 特に, これまで明らかになっていなかった強誘電体の局所構造について新しい知見が得られると期待しています.

今回述べた方法は周期構造をもつ結晶が対象ですが, 非周期構造である結晶境界・界面の構造解析へのアプローチも始めています. このためには回折波間の干渉を利用するコヒーレント CBED 法と呼ばれる方法が有用であると考えています.²⁵⁾ この方法にはこれまでより干渉性の高い電子波が必要になりますが, 冷陰極電界放出型電子銃や球面収差補正装置を備えた最近の透過型電子顕微鏡はまさにこの目的に適しており, 強誘電ドメイン境界の構造解析など新たな可能性がひらけると考えています.

CBED 法による精密結晶構造解析法の開発は, 大学院修士課程で田中通義先生からいただいて以来二十六年にわたって継続して取り組んでいるテーマです. 装置の大型化・分業化が進み競争の激しい結晶構造解析の分野で, このような長期間開発を継続することができ, かつハードウェア・ソフトウェア開発のほぼすべてに携わってこれたことは, 大変幸せなことだと強く思います. そのようなきわめて稀有な環境とご指導, 多大な励ましをいただいた東北大学名誉教授の田中通義先生と, 多大なサポートをいただいている寺内正己教授に深く感謝いたします. もちろん, ハードウェアおよびソフトウェア開発, 構造解析の共同研究でお世話になりました多数の方々のお力添えなしには, このような開発は不可能でした. この場をお借りして深く御礼申し上げます. 本手法が活躍できる場を求めて, 今後とも手法の改良と応用に取り組んでいきたいと考えております.

文 献

- 1) M. Tanaka: International Tables for Crystallography, 3rd ed., U. Shmueli ed., Vol.B, 307, IUCr, Springer (2008).
- 2) M. Tanaka and K. Tsuda: Proc. XII Int. Cong. on Electron Microscopy, Seattle, San Francisco Press, 518 (1990).
- 3) 津田健治, 田中通義: 日本結晶学会誌 **36**, 246 (1994).
- 4) K. Tsuda and M. Tanaka: *Acta Cryst.* **A51**, 7 (1995).
- 5) K. Tsuda and M. Tanaka: *Acta Cryst.* **A55**, 939 (1999).
- 6) K. Tsuda, K. Takagi, Y. Ogata, T. Hashimoto and M. Tanaka: *Acta Cryst.* **A58**, 514 (2002).
- 7) 津田健治: 日本結晶学会誌 **44**, 269 (2002).
- 8) Y. Ogata, K. Tsuda, Y. Akishige and M. Tanaka: *Acta Cryst.* **A60**, 525 (2004).
- 9) 津田健治: 日本結晶学会誌 **47**, 50 (2005).
- 10) Y. Ogata, K. Tsuda and M. Tanaka: *Acta Cryst.* **A64**, 587 (2008).
- 11) K. Tsuda, D. Morikawa, Y. Watanabe, S. Ohtani and T. Arima: *Phys. Rev. B* **81**, 180102(R) (2010).
- 12) 津田健治: 日本結晶学会誌 **52**, 184 (2010).
- 13) K. Urban: *Science* **321**, 508 (2008).
- 14) A. Eggeman, T. White and P. Midgley: *Acta Cryst.* **A65**, 120 (2009).
- 15) E. Mugnaioli, T. Gorelik and U. Kolb: *Ultramicrosc.* **109**, 758 (2009).

- 16) J. M. Zuo, M. Kim, M. O'Keeffe and J. C. H. Spence: *Nature* (London) **401**, 49 (1999).
- 17) P. N. H. Nakashima, A. E. Smith, J. Etheridge and B. C. Muddle: *Science* **331**, 1583 (2011).
- 18) R. Vincent, D. M. Bird and J. W. Steeds: *Phil. Mag.* **A50**, 745 (1984) ; R. Vincent, D. M. Bird and J. W. Steeds: *Phil. Mag.* **A50**, 765 (1984).
- 19) M. Tanaka and K. Tsuda: Proc. 26th Meeting of Microbeam Analysis Soc, San Jose, San Francisco Press, 145 (1991).
- 20) M. Tanaka, K. Tsuda, M. Terauchi, K. Tsuno, T. Kaneyama, T. Honda and M. Ishida: *J. Microscopy* **194**, 219 (1999).
- 21) EDM: Electron Direct Methods, L. Marks, <http://www.numis.northwestern.edu/edm/>
- 22) K. Momma and F. Izumi: *J. Appl. Cryst.* **44**, 1272 (2011).
- 23) T. Arima, Y. Watanabe, K. Taniguchi, M. Watanabe and Y. Noda: *J. Magn. Magn. Mater.* **310**, 807 (2007).
- 24) B. T. Matthias and J. P. Remeika: *Phys. Rev.* **76**, 1886 (1949).
- 25) K. Tsuda and M. Tanaka: *J. Electron Microsc.* **45**, 59 (1996).

プロフィール

津田健治 Kenji TSUDA

東北大学多元物質科学研究所 先端計測開発センター

Center for Advanced Microscopy and Spectroscopy,
Institute of Multidisciplinary Research for Advanced
Materials, Tohoku University

〒980-8577 宮城県仙台市青葉区片平2-1-1

2-1-1 Katahira, Aoba-ku, Sendai, Miyagi 980-8577,
Japan

最終学歴：東北大学大学院理学研究科物理学専攻
博士課程後期修了, 博士 (理学)

専門分野：電子線結晶学, 固体物理

現在の研究テーマ：分光収束電子回折法による精密結晶構造解析法の開発と構造物性研究への応用