

## 走査電子顕微鏡活用の現状課題と 将来展望

### Present and Future Views in SEM Techniques

稲里 幸子<sup>a, b</sup>, 乙部 博英<sup>a, c</sup>, 山下 美香<sup>a, d</sup>,  
米光 恭子<sup>a, e</sup>, 渡邊 俊哉<sup>a, f</sup>, 許斐 麻美<sup>a, f</sup>,  
久芳 聡子<sup>a, g</sup>, 柴田 昌照<sup>a, g</sup>, 森谷 久雄<sup>a, h</sup>,  
佐藤眞美子<sup>a, i</sup>, 新藤 恵美<sup>a, j</sup>, 村井 則子<sup>a, k</sup>

Sachiko Inazato, Hirohide Otake, Mika Yamashita,  
Kyouko Yonemitsu, Syunya Watanabe, Mami Konomi,  
Toshiko Kuba, Masateru Shibata, Hisao Moriya, Mamiko Sato,  
Emi Shindo and Noriko Murai

<sup>a</sup>走査電子顕微鏡分科会, <sup>b</sup>パナソニック(株),

<sup>c</sup>旭化成ケミカルズ(株), <sup>d</sup>(株)コーサー,

<sup>e</sup>一般財団法人材料科学技術振興財団,

<sup>f</sup>(株)日立ハイテクノロジーズ, <sup>g</sup>日本電子(株),

<sup>h</sup>帝人(株), <sup>i</sup>日本女子大学, <sup>j</sup>東京都市大学, <sup>k</sup>埼玉医科大学

**要旨** 本分科会ではSEMに要求されるニーズを調査し、3～5年後で必要とされるSEM技術のロードマップ(将来展望)を作成した。ここでは、そのロードマップで明らかとなった次世代SEMと試料前処理の将来像の展望について紹介する。

キーワード: SEM, ロードマップ, 将来展望

#### 1. はじめに

走査電子顕微鏡分科会は、「SEMの利用法や様々な応用技術を異分野から学び、SEMの裾野を広げること」を目的に、材料、食品、医学・生物分野など多くのSEMユーザー向けに、SEMによる観察、分析、試料前処理、観察手法、像解釈などのテーマで有識者からの講演を企画している。また、参加者が有識者と自由に議論できる場の提供も同時に企画している。

近年、SEMは高性能・高機能化を実現し、極低加速電圧領域での高分解能化、複数の検出器による信号弁別が可能となった。一方、各種分野では、新材料の開発が進められており、その材料のSEMによる観察・解析ニーズも高い。しかし、これら新材料は、従来の観察手法や試料前処理での可視化が

困難なことが多く、新しい技術の確立が重要である。特にエレクトロニクス分野では、ソフトマテリアル、ライフサイエンス対応の材料、技術を開発しており、これまで必要としなかった、医学、生物などの観察手法、前処理の採用が必要となっている。

また、電界放射型電子銃(FEG)と低収差対物レンズ(インレンズ、セミインレンズ)の採用により、低加速電圧領域の分解能は飛躍的に向上した。さらに、最近では極低加速電圧(数100V)の観察を実現するSEMも商品化され、無コーティング観察と低ダメージ観察を実現し試料表面の構造を忠実に再現することが期待されている。しかし、強励磁の対物レンズでは、従来の検出器の位置(対物レンズ下面)で二次電子信号を効率良く検出できないことから、検出効率の良い位置へ検出器(対物レンズ上面など)が搭載されている。また、複数の検出器とエネルギーフィルターを併用することで、二次電子信号と反射電子信号を弁別して像形成することも可能となった。これにより、試料の特性、観察目的に応じて最適な観察条件を設定することが可能となるが、ユーザーはSEM操作や解釈が複雑になったと感じている。

本分科会では、このような状況を踏まえ、SEMのユーザーが現在困っていること、また今後どのような観察・解析ニーズが必要になるかのアンケート調査を行い、それを解決する技術のロードマップを作成した。本報告がアプリケーション開発を手掛けるSEM技術者や、次世代SEMの開発を行うメーカーの参考となれば幸いである。

#### 2. アンケート結果

SEM技術ロードマップを作成するにあたり、日本顕微鏡学会全会員および第66回学術講演会に参加された非会員の方々にアンケートを配布し、合計127件の回答を頂いた。なお、アンケートは16項目について行い、その中から12項目に対する回答を図1に円グラフで表示した。

#### 3. SEM技術課題

アンケート、並びにヒアリングで明らかとなったSEM技術に対する課題(SEMへの改善点、困っていること、今後SEMに期待すること、試料作製で困っていること、その他SEMへの要望など)についてキーワードを抜き出し、整理してみると、「SEM装置」「分析」「前処理」「試料(材料系)」「試料(生物系)」「その他」の6つのカテゴリーに分類できた。各々のカテゴリーで拳がった課題のキーワードを表1に示す。

##### 3.1 SEM装置

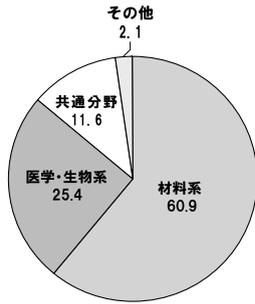
SEM装置の課題として最も多くあげられているのが、検出器のエネルギー弁別と極表面観察である。近年、複数の検出器やエネルギーフィルターが搭載された装置が一般的になっているが、検出器の位置や種類の違いによる検出信号・SEM像の解釈が複雑で難しくなっていることが課題である。また、材料表面を特殊処理した新素材の開発が盛んに

<sup>a, b</sup> 〒570-8501 大阪府守口市八雲中町3-1-1

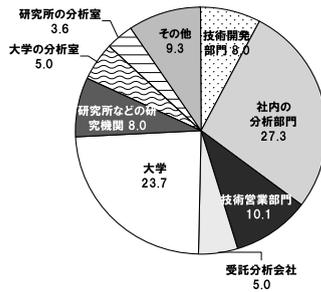
TEL: 06-6906-4916

E-mail: inazato.sachiko@jp.panasonic.com

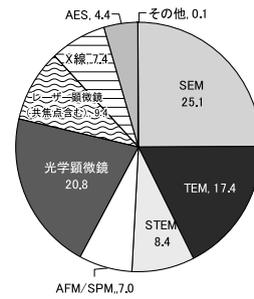
2013年4月15日受付



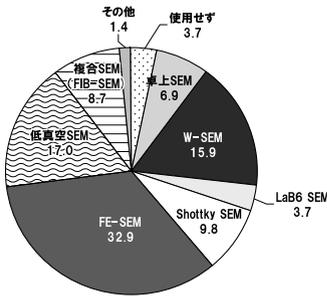
Q1：専門分野



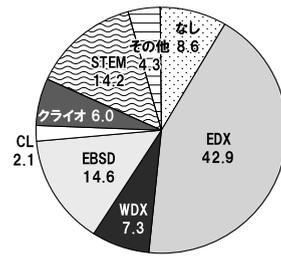
Q2：職種



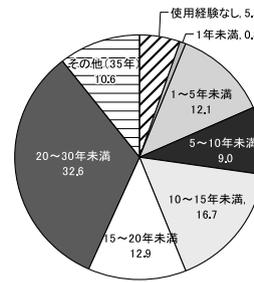
Q3：使用装置



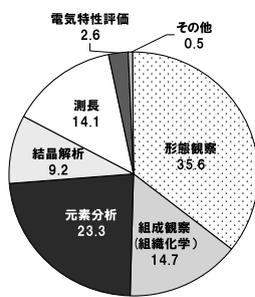
Q4：SEM種類



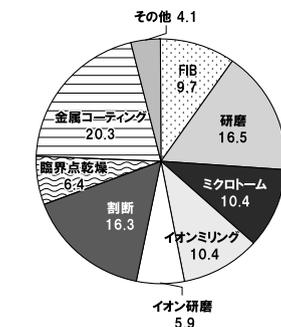
Q5：SEM付属装置



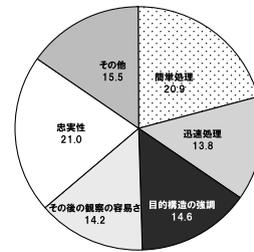
Q6：SEM使用経験



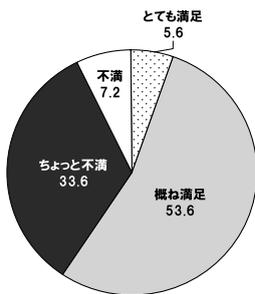
Q7：SEM使用目的



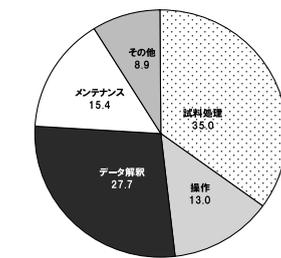
Q8：試料調整



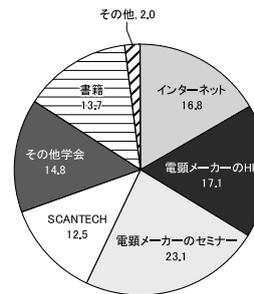
Q9：前処理に求めるもの



Q10：SEMへの満足度



Q11：SEMで困っていること



Q12：SEM情報の入手先

図1 Q1～Q12の集計結果

なり、SEMによる極表面観察のニーズが増加している。しかし、現状では極低加速での高分解能化によるSEM装置の複雑な光学系のため、どこまでの深さ情報が観えているのか明確でないことに加え、極表面の定義が不明瞭であることな

どが極表面観察における課題である。また一方で断層観察を目的としたX線CTとの融合、蛍光光学顕微鏡と複合化装置 (FL-SEM)<sup>1)</sup>、RAMANやIR等の分光装置との複合化も望まれている。

表 1 技術課題キーワード

(1) SEM 装置	検出電子のエネルギー弁別, 極表面観察, 分解能, 像障害, in-situ, 複合化, 雰囲気遮断, ソフトの充実, 低倍率観察, 測長機能の精度向上
(2) 分析	極微量分析, 定量分析, 軽元素分析, ピークの重なり, 微小領域の分析・マッピング, マクロ分析, 極表面の微量分析, 深さ方向分析, 結晶応力評価, 磁区観察, ドーパント可視化, 電気特性評価
(3) 前処理	断面作製, 帯電対策, 固定, 染色
(4) 試料 (材料系)	<ul style="list-style-type: none"> <li>・高分子; 相分離評価, 含水試料評価, 積層評価, 複合材料評価, 多孔質評価, ナノ材料評価</li> <li>・半導体; 分解能, ドーパント評価, 欠陥, 薄膜化, 結晶粒界, PN 接合</li> <li>・セラミックス; 複合材料, 表面評価, in-situ, 欠陥</li> <li>・金属・鉱物; 前処理, 像解釈, 複合材料断面評価, 他</li> <li>・環境エネルギー; 雰囲気遮断, in-situ, ドーパント評価, 試料作製が困難 (特に太陽電池), 類似構造が多く観察が困難 (有機 EL)</li> </ul>
(5) 試料 (生物系)	内部構造, 含水試料, タンパク質 (機能性, 蛍光), 微生物 (鞭毛, 等), 甲殻類, 粘液を持つ試料, 硬組織 (歯, 骨, 結石, 等), 医療系複合材料, 植物, 食品, 培養細胞
(6) その他	低価格化, アナログ制御の継続, 技術の伝承, メーカー間の統一化, メンテナンスフリー, 臨界点乾燥装置の製造中止への不安, FIB マイクロサンプリング法の簡便化, 画像保存への不安, 撮影画像一色処理, 異分野手法の応用 (材料/生物分野技術の融合), 前処理が難しい生物試料の作製法の伝達 (粘液, 鞭毛, 甲殻類)

### 3.2 分析

SEM を用いた分析で挙げられた課題は, EDX と EDX 以外に大別された。EDX は扱いが簡便で定性分析時間が短いなどの利点があるが, WDX 並みの検出感度や定量分析精度を求める声が多かった。また, サブミクロンオーダーでの微小領域の分析・マッピングの精度向上が望まれる一方, 数十～数百ミクロンオーダーで広いエリアを調べるマクロ分析の精度向上の要望もあった。EDX 以外の分析での課題としては, TOF-SIMS, CL, AES 等他の分析装置を用いて行っている分析結果を SEM の表面観察結果と簡便にリンクさせるため, SEM へのそれら分析装置の搭載による複合化の要望が多く挙げられた。

### 3.3 前処理

SEM 観察において試料の前処理は必須であり, SEM 装置の発展と並行して様々な前処理法が開発され, 知見も蓄積されている。しかし, 近年は, ナノ材料, 含水材料, 柔らかい材料, 複合材料等, いろいろな新しい材料が開発され, 従来の方法では SEM 観察が困難な試料が増加しており, それら

に対する前処理の課題が多く挙げられた。特に, 近年材料の複合化が進み, ソフトマテリアルとハードマテリアル, ソフトマテリアル同士が複合化された材料が増加していることから, これらの材料への課題, 特に断面作製法, 染色法が多く挙げられた。従来, 試料の断面作製には, 切断法, 研磨法, 割断法, ウルトラマイクローム法といった手法が用いられてきた。しかし, それらの手法による技術のノウハウの詳細が公開されたものは少なく, 職人芸的な作業となっているため, これらの技術の伝承に関する課題が多く挙げられた。さらに, 特定位置の断面作製やダメージ低減といった課題に対するニーズも多く挙げられた。一方で, 近年 FIB, BIB といった技術も注目されており, 材料に応じてどの様に使い分けるかも重要な課題である。また, 生物試料や高分子観察で一般的に用いられている染色法のニーズも高まっているが, 試料の性質, 観察目的に応じて染色剤, 染色方法を選択する必要がある。これらの技術の伝承に関する課題も挙げられた。

### 3.4 試料 (材料系)

材料系の試料は, 表 1 に示すように材料ごとに課題が異なっている。半導体分野では, SEM の機能や性能向上が半導体の開発ニーズに伴って行われてきたと言っても過言ではなく, SEM 技術は高いレベルにあるものの, SEM への要求は更に難しいものとなっている。一方, 近年新たな素材や複合化材料の開発が盛んであり, 特に Li イオン電池, 燃料電池, 太陽電池, LED, 有機 EL のような環境エネルギーの分野や高分子の分野では従来の方法では試料作製や観察が困難な場合が増加しているため, それらを解決する試料作製法や観察法に対するニーズが高かった。Li イオン電池の雰囲気遮断評価など一部は現実的になっているが, 動作状態の可視化が望まれている。また, 様々な素材から構成される複雑な層構造の試料についても, 動作時の構造を維持して観察・分析用試料を作製する前処理方法の開発が期待されている。

### 3.5 試料 (生物系)

生物系の試料の場合は, SEM の発展と連動して前処理法, 観察法が開発され, 成書になっているものが多いため, 挙げられた課題は, 現在観察が困難な試料に対するものがほとんどであった。その一方で, 材料系と異なり, 異なる試料での共通の課題として最も多く挙げられた課題は技術の伝承である。生物系の手法は成書になっているものが多いと言いつつも実際は試料の状態や観察目的ごとに最適化が必要であり, 成書には記載されていないノウハウがある。それらノウハウをどのように伝承するかが大きな課題である。また, 生物試料は水, 揮発成分を多く含む試料のため前処理は不可欠であるが, その手順は煩雑であるため, 真の姿を忠実に観察するための, 簡単迅速にできる前処理法の開発への要望が高かった。近年光学顕微鏡の高分解能化とともに, SEM での観察の機会は以前に比べ減少しているが, SEM の特徴である広範囲の詳細な立体構造を観察できる装置として見直されている。特に, 光学顕微鏡との相関解析を目的とした手法の開発への要望も多く, SEM と光頭の双方で可視化可能な新

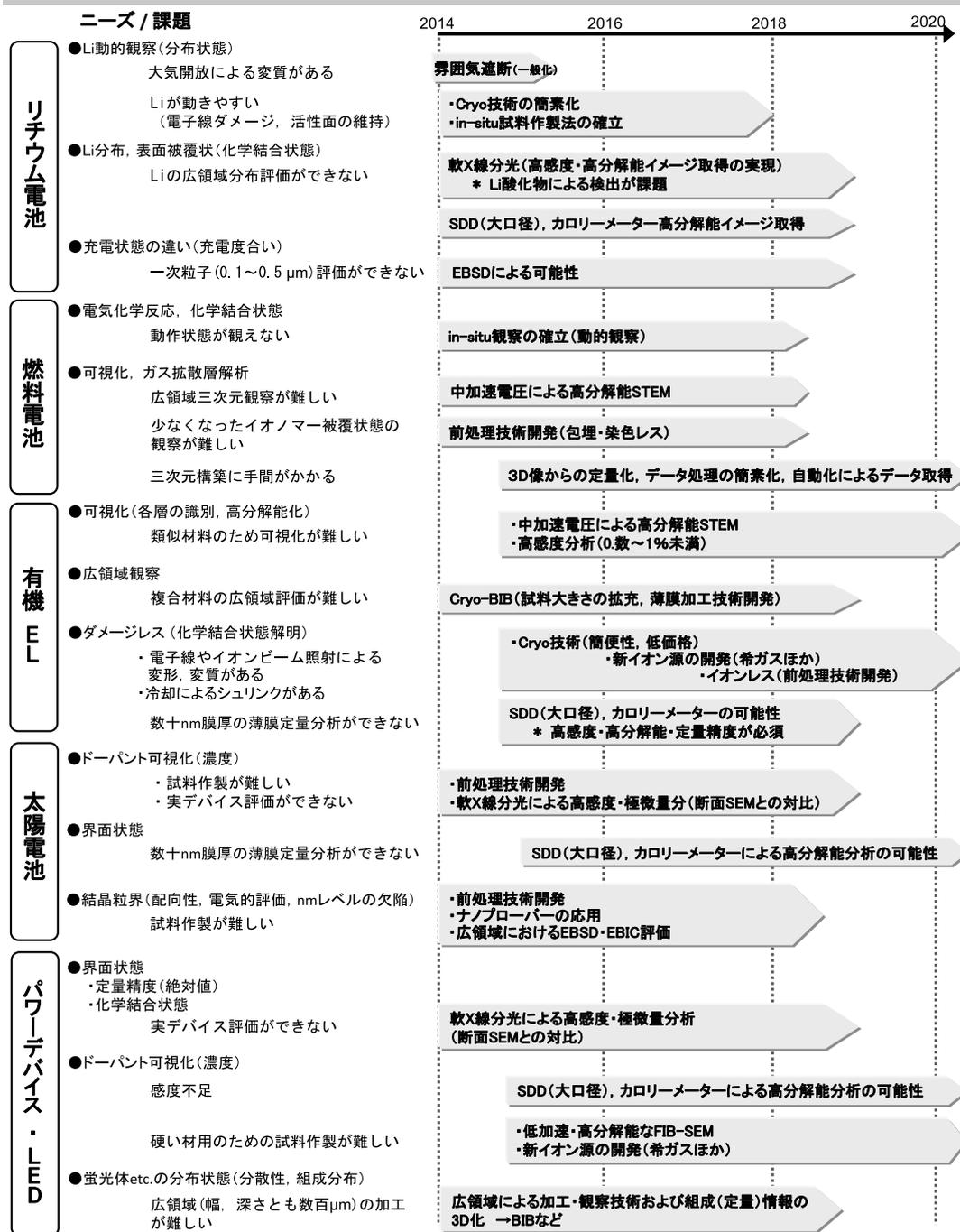


図2 環境・エネルギー分野のニーズに対する課題とロードマップ

規標識方法の開発等が求められ, また光学顕微鏡で実現している生細胞観察の実現も期待されている。

### 3.6 その他

上の5つのカテゴリーには入らないが, ニーズとして多く挙げられた課題は, PC-SEM化となりつつある中でのアナログ制御の継続, PCのバージョンアップの早さに対しての画像保存への不安, アイコン・試料台等のメーカー間の統一化, といった装置の今後の課題が挙げられた。一方, 他分野技術

の融合, 技術の伝承に関する課題も多く挙げられた。たとえば, 近年, 医療系複合材料の開発に伴い, 開発された材料と生体の適合性の確認等を目的とした観察が増加しており, その前処理には, 従来生物系の観察では使われなかった材料系の手法(たとえばBIB)の応用が期待されているが生物系の研究者にはハードルが高い。逆に, ソフトマテリアルとハードマテリアルが複合化された材料に対しては, 生物系の観察手法では一般的な染色法の応用が期待されるが材料系の研究者

にはハードルが高い、こういった異分野手法の応用に関する情報収集の場の増加を望む声も多かった。

#### 4. 課題に対するニーズとロードマップ

この章では、観察試料に注目し、環境エネルギー、半導体、高分子、医生物分野の4分野について課題に対するニーズと近い将来期待されるSEMの装置と観察技術および試料作製技術などのロードマップを示す。

##### 4.1 環境・エネルギー分野

図2に環境・エネルギー分野における課題に対するニーズとロードマップを示す。Liイオン電池、燃料電池、有機EL、太陽電池、パワーデバイス・LEDの5項目がSEM活用における課題、ニーズとして大別された。

###### 4.1.1 Liイオン電池

Liイオン電池材料は大气由来の水分や酸素などと反応し、変質することから、高純度アルゴンなど雰囲気制御による手法が一般化されつつある。しかしSEM観察時の電子線によるダメージや電池の反応状態をいかに維持するかが課題である。さらにLiイオン電池の性能低下など劣化メカニズムの解明には、in-situ観察のための試料作製法および観察法の開発が求められている。また、広領域における数ミリオーダーのLiの分布状態が観察可能な技術開発や充放電状態（サイクル試験）の違いを一次粒子の表面構造変化状態から判別する技術が求められている。しかしLi化合物（酸化物）のLi元素は物理的相互作用が少ないため検出し難いのが現状であるが、軟X線<sup>2)</sup>やカロリメーター<sup>3)</sup>に期待が寄せられている。

###### 4.1.2 燃料電池

燃料電池の電解質膜におけるプロトン移動メカニズム解明は非常に重要で、動的観察としてin-situ観察法の技術が求められている<sup>4)</sup>。

また、触媒層中のガスチャンネル評価などFIB-SEMによる三次元評価のニーズは高く、再構築の簡便化や、構造からの定量化<sup>5)</sup>などソフトウェアの充実に加え、多孔質試料への対応などについて技術開発が望まれている。

###### 4.1.3 有機EL

組織間の密度差が小さなソフトマテリアルの可視化技術は非常に難しい。薄膜化した試料での中加速電圧による高分解能STEMへの期待と同時に軽元素や金属錯体など極微量・高感度分析技術のニーズがある。また、劣化機構解明には化学結合状態分析が必要不可欠で、電子線やイオン照射によるダメージのない試料作製技術が急務であるとともに、試料汚染が少ない希ガスによるイオン源の開発<sup>6)</sup>あるいはイオンレスによる試料作製技術開発が求められている。

###### 4.1.4 太陽電池

実デバイス中のドーパントの可視化や分析のための試料切断が困難で、ドーパントの存在を乱すことなく、目的の部分だけを抽出する前処理技術が求められている。また、SEMによるドーパント可視化技術の簡素化、そして断面SEM像

と対比した濃度分析のニーズがある。さらに広領域における結晶粒の配向性評価、粒界の電気的評価技術が必要とされている。

##### 4.1.5 パワーデバイス、LED

太陽電池同様に、実デバイスのドーパントの可視化や分析を行ううえで、硬材料のため、へき開が困難でFIBによる断面観察がよく用いられる。しかし、イオンによるダメージの影響で高分解能像が得られず、希ガスなど新イオン源の開発や界面評価（界面準位など）、ppmオーダーの極微量分析による定量化（絶対値）が求められている。

また、複合材料（樹脂中の蛍光体など）粒子の分布状態を評価するうえで、数百 $\mu\text{m}$ など広領域における試料作製・観察技術ならびに組成情報の反映した三次元構造解析が求められている。

#### 4.2 半導体分野

図3に半導体分野における課題に対するニーズとロードマップを示す。半導体デバイスの微細化・異種材料との複合化に伴い、SEM活用における課題として断面試料作製・可視化・特性の評価・分析など11項目に大別された。

##### 4.2.1 断面試料作製

断面試料作製時の課題としては、ダメージ・微小特定箇所・空隙試料が挙げられた。イオンビームによる加工では表面の構造が破壊されたダメージ層（変質層）ができる課題があり、現状ではArイオンビームにより除去しているが完全ではない。変質層を除去するためにGCIB<sup>7,8)</sup>の搭載や変質層の発生が少ない新イオン源（希ガス）の開発が求められている。また、現状のGaイオンビームを用いたFIB加工ではnmオーダーの微小特定箇所が狙いきれない課題もあり、試料ダメージが少なく分解能が高い試料加工装置の開発が望まれている。試料側の問題として空隙試料の場合、無包埋では断面作製が困難であり、包埋した場合は樹脂との界面が明確でないなど課題が多く挙げられた。新たな包埋技術の開発、コントラスト付与法の開発などのニーズもある。

##### 4.2.2 可視化

現SEM装置のSTEM観察ではSiON/SiOx/SiN、GaAs/AIGaAsなどの像観察時には透過能不足の課題があり、中加速電圧領域でのSTEM像の高分解能化が望まれている。また、ドーパントや電気特性の可視化では、感度不足・試料作製の難しさ・プロービング機構の不足から実デバイスの評価に多くの課題があり、軟X線の装備やプローブ装置技術の汎用化・低価格化が求められている。

##### 4.2.3 特性評価

欠陥評価（Si）をCL測定で行う際、専用ステージへの交換等煩雑さが問題となっており、冷却ステージ（液体He）の標準装備が望まれている。微小部分の応力評価には、EBSDが使用されているが、前処理技術の難しさ、標準試料がない点が課題となっており、応力評価の可能な高分解能ラマンを装備したSEMの開発<sup>9)</sup>が望まれている。さらに、低加速電圧での観察が普及し、試料表面凹凸の定量的評価の要

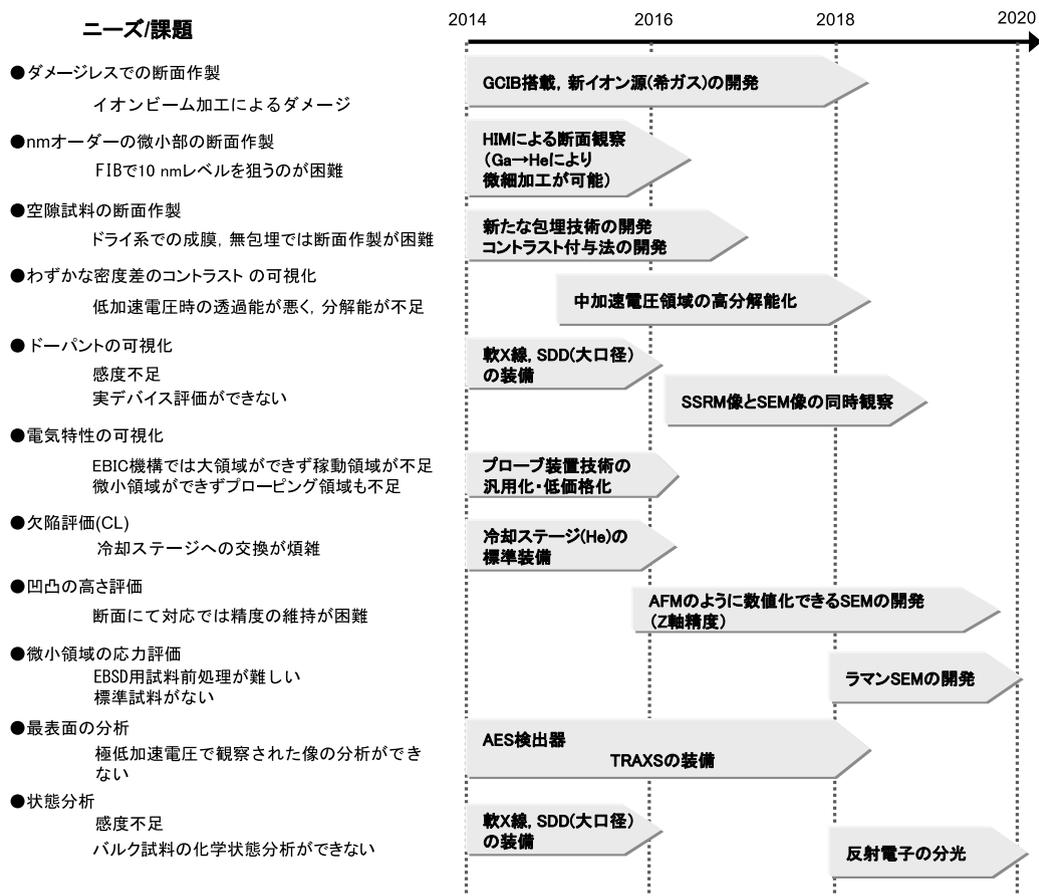


図3 半導体分野のニーズに対する課題とロードマップ

求が高まり, AFMの機能を付加したSEMが試作されている。今後, 実用機の登場が望まれる。

#### 4.2.4 分析

極表面の分析では, 極低加速電圧での観察が可能となっている反面, 分析ができない課題が浮上している。SEMに搭載可能なAES検出器やTRAXSシステムが期待されている。また, バルク試料での状態分析の要求もあり, 軟X線<sup>2)</sup> 装備や反射電子の分光可能な検出器の搭載が望まれている。

### 4.3 高分子分野

図4に示すように高分子材料の課題を整理すると, 含水試料の観察, サブナノメートル構造の高分解能観察, 複合材料の断面観察, 多孔質材料の断面観察, 異種ポリマーの識別という5項目に大別された。

#### 4.3.1 含水試料の観察

乾燥もしくは凍結工程を経て高真空下で観察を行う場合, 乾燥時の収縮や, 凍結時の氷晶成長による構造破壊が懸念されるため, 乾燥・凍結の新たな開発が求められている。水分を保持した状態での観察には, 大気圧や雰囲気制御観察装置<sup>10,11)</sup> があるが, どれも分解能不足が指摘されており, 高真空装置並みの高分解能化が望まれる。近年, 応用利用が広がっ

ているイオン液体<sup>12)</sup> では, 試料表面に残存する過剰イオン液体の除去方法の提案と, 純度や安全性の高いイオン液体の供給が求められている。

#### 4.3.2 サブナノメートル構造の観察

試料構造の微細化に伴い, 低加速領域での更なる分解能向上が求められている。

また, 数が少なく微細な試料を取り扱う場合には試料台へのマウンティング方法の新提案が求められている。

#### 4.3.3 複合材料断面観察

ハードマテリアルとの複合材料ではイオンビームによる前処理が選択される場合が多く, 高分子材料部分のダメージ抑制が求められている。また, 高分子材料に埋没した微小な対象物に対し, 部位を特定して断面作製する技術が要求されている。

#### 4.3.4 多孔質材料断面観察

無包埋での処理が望まれ, イオンビーム加工が選択されるが, リデポジションや熱ダメージの抑制が望まれている。また, 観察時にはチャージアップが激しいことから, 回り込み性や粒状性に優れた新たな導電処理方法の提案や, 新たなチャージアップ軽減機構の開発が求められている。

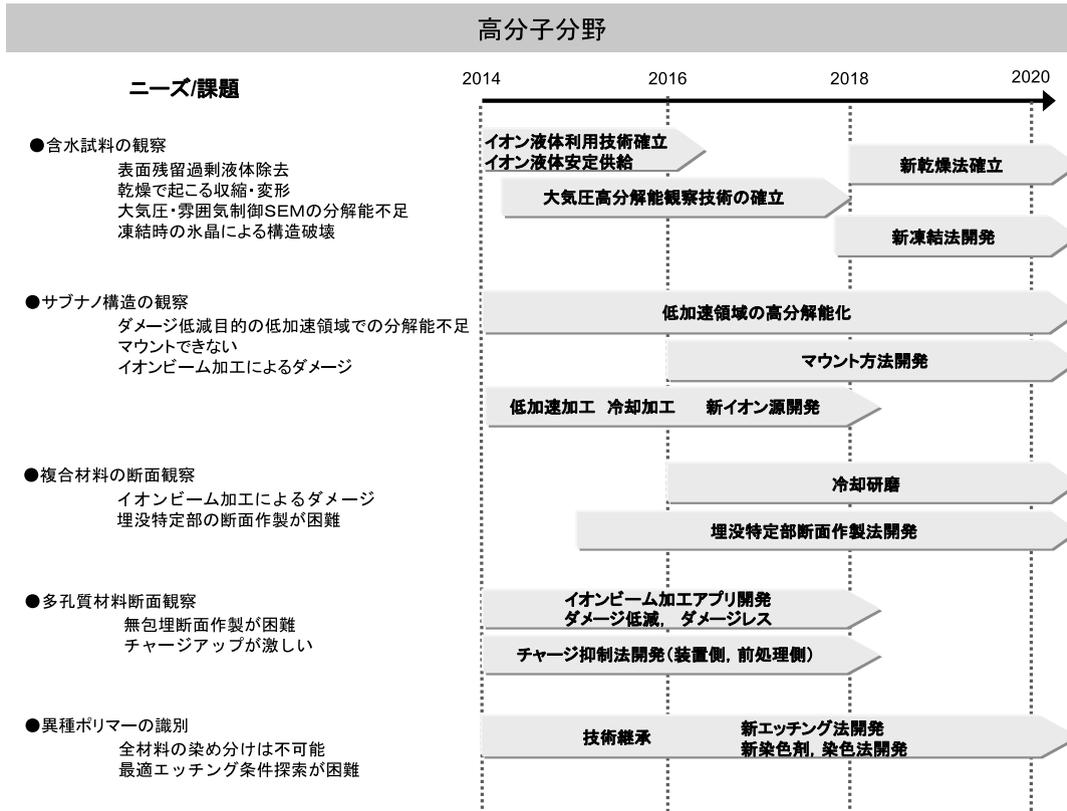


図4 高分子分野のニーズに対する課題とロードマップ

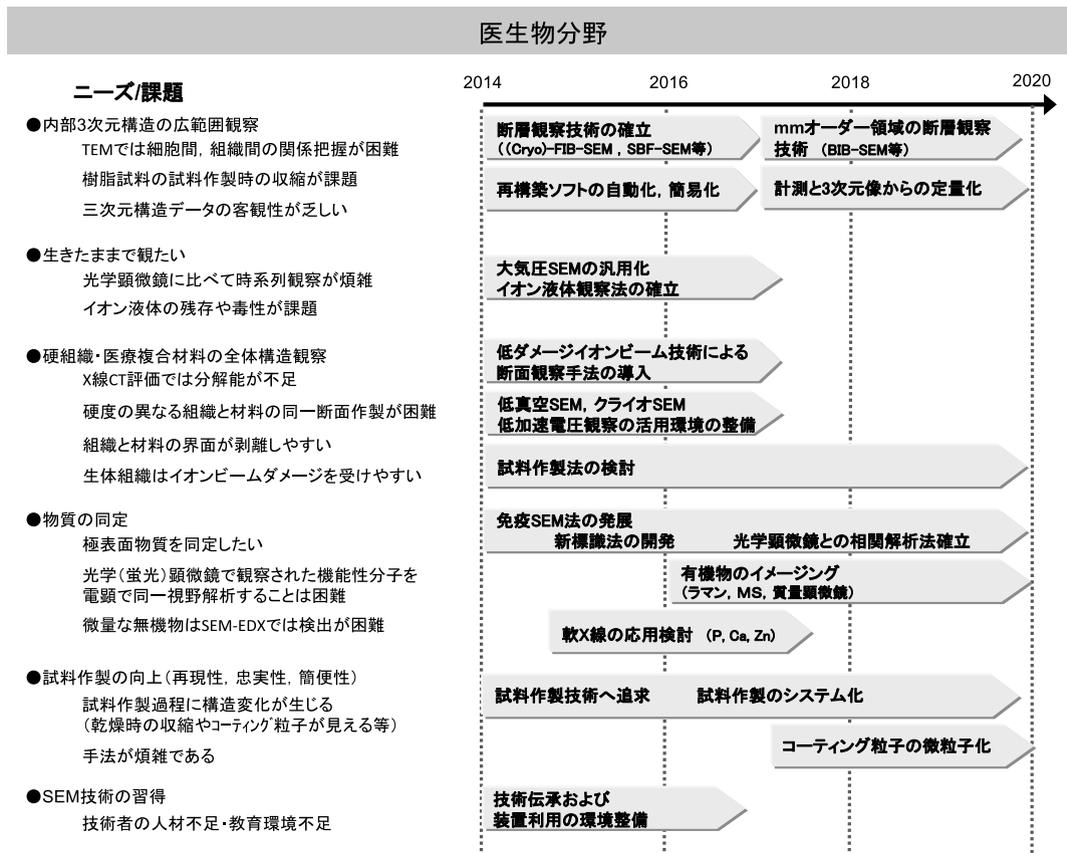


図5 医生物分野のニーズに対する課題とロードマップ

#### 4.3.5 異種ポリマーの識別

本来、TEMの領域ではあるが、評価倍率、評価面積、表面評価などの観点からSEMで実現したいというニーズがある。技術的にはエッチングによる顕在化処理や、染色による染め分けが挙げられ、新法の開発による適用材料の拡大と共に、既存技術の伝承が要求されている。

#### 4.4 医生物分野

図5に医生物分野における課題に対するニーズとロードマップを示す。主に以下の5項目がSEM活用における課題、ニーズとして大別された。

##### 4.4.1 内部三次元構造の観察

細胞および組織の相関関係の把握を目的に、樹脂包埋試料の断面加工と観察を繰り返すFIB-SEM法やSBF-SEM法の応用が進められており<sup>13,14</sup>、TEMより広い領域の情報を取得する技術として今後活用が進むと思われる。現在は、FIBやマイクロームで加工する方法が提案され、断面加工される樹脂包埋試料の作製手法の確立が進んでいる。将来的には、Cryo-FIBを利用し、凍結固定試料を加工・観察する技術も重要な要素として取り入れられ、一方ではより広範囲の観察要求に対する手法が検討されると考えられる。また、3次元構造解析の為にソフトウェアの充実も求められ、自動化・簡易化に加え、計測技術の確立による定量手法も追求されるであろう。

##### 4.4.2 生細胞の観察

生きたままを観察したいという要求は、近年の光学顕微鏡解析技術の成熟を背景にさらに高まっており、大気圧SEM法<sup>10</sup>やイオン液体観察法<sup>12</sup>は、生細胞観察のブレイクスルーを担う技術として注目を集めている。装置自体の普及や観察法の確立は十分とはいえない面もあり、今後、これらの手法を用いた生体試料観察の検討がさらに進むと考えられる。

##### 4.4.3 硬組織・医療材料の全体構造把握

インプラントなど医療材料分野の発展に伴い、硬材料と柔組織の同時観察技術への要求が高まっている。これには、従来の生物試料作製技術に加えて材料分野で活用が盛んなイオンビームによる断面加工技術の導入が求められる。しかし、本分野への応用には柔組織部の低損傷加工・観察のための技術改良や新たな技術の確立が求められる。

##### 4.4.4 物質の同定

同定要求のある物質の一つに蛍光顕微鏡観察されている機能性タンパク質がある。これには電顕用新規標識法の確立を含む新たな免疫組織化学的観察手法が必要で、光顕との相関解析技術の確立も求められる。また、含有量が微量なために同定困難であった元素分析は、比較的軽元素を分析対象とする軟X線<sup>2</sup>の活用に期待が寄せられており、本分野においてもその応用が検討されると思われる。さらにラマンなど有機物イメージング装置との複合化の挑戦も期待される。

##### 4.4.5 試料作製技法の向上/技術の習得

本分野において試料作製は最も重要であり、今後も再現性・忠実性・簡便性の観点から新手法への追求は継続される。一

方、これまで確立されてきた手法については、その習熟が最も大きな課題となっている。目的にあった試料作製手法の選択や、SEM像を正しく解釈できる技術者の空洞化が進んでいる事も要因の一つである。すでに技術伝承の場の模索や装置の共同利用など環境の整備への取り組みが始められているが、加えて試料作製技術のレシピ化・システム化の試みも重要な開発要素であろう。

## 5. 総括

アンケートやヒアリングを通じて多くの方々よりいただいたSEM関連技術に対する御意見を元に、SEMユーザー側からの要望をロードマップとしてまとめた。その結果、取り扱われている試料は、環境エネルギー分野、半導体、高分子、医生物分野など、多岐に渡ったが、いくつかの共通項が見出された。

その一つは、医生物分野では生きた状態での観察、環境エネルギー分野では動作状況下もしくは動作状態の観察に代表される広義な観点でのin-situ観察である。近年、試料室の雰囲気制御などによって実現されつつあるが、コントラストや分解能不足、およびin-situ観察のための試料作製法など多くの課題があり、満足できるレベルは遠く、新たなシステムの提案が期待される。

次に金属と高分子、生体組織と人工臓器（高分子・金属・セラミック）など、取り扱う試料の複合材料化がある。特に異種材料の界面評価のための断面観察が望まれており、その試料作製が課題となっている。生体組織と高分子などソフトマテリアル同士の複合材料ではマイクロームによる断面作製が可能であることから特に問題はないが、金属と高分子などソフトマテリアルとハードマテリアルの複合材料における断面作製ではイオンビーム加工が選択される。ところがイオンビーム加工では、ビームダメージや熱ダメージによってソフトマテリアルが変質・変形するケースが多い。近年、ダメージ軽減のための試料冷却システムを搭載した装置が発売され、イオンビーム加工の適用範囲が拡大してきた。しかし、異種材料間の熱収縮（膨張）率が大きく異なる場合には、冷却加工時に平滑な断面が得られても、室温での観察時に界面に段差が生じるケースもあり、試料冷却が万能な方法とはいえない。今後、マイルドな加工でソフトマテリアルのダメージを軽減できる新イオン源の提案が待たれる。

そして顕微鏡前処理技術においては、技術の伝承が課題として挙げられる。文字やデジタルデータとして残すことのできないノウハウを確実に後継者に伝承することが必要であるが、伝承が困難ならば、それに代わるシステムを残すという考え方もある。

一方、エネルギーフィルタリングによる信号弁別など検出系の進化に伴い、何を観ているのか？得られた像をどう解釈すればよいか？という声も多かった。これについてはSEMの可能性が高まったと歓迎すべき事であると感じる。現在では各信号の脱出深さ、角度、エネルギーなどの情報や、アプ

リケーションデータは装置メーカーから提供されており、今後は試料についての詳細を把握しているユーザーが自ら考えて答を導いていかなければならない。

約50年のSEMの歴史において、ユーザーのニーズは多様化し、それに呼応するようにメーカーによって装置は様々な機能を装備するようになった。その結果、前処理から像解釈まで日々新たな課題が出現してユーザーを悩ませている状況が明確になった。今後は、メーカーの装置開発と、ユーザーのアプリケーション開発が手を携えて進むことにより、SEMが各分野の発展を支える装置へと更なる進化を遂げると期待できる。

## 謝 辞

本調査は、日本顕微鏡学会会員、同学会学術講演会参加者および同学会走査電子顕微鏡分科会主催シンポジウム参加者にアンケート協力いただき、また、民間企業・大学・公的機関を含む9施設にはヒアリング調査に協力いただいた。ここに感謝する。

なお、本分科会の活動は日本顕微鏡学会からの支援のもとに行われた。

## 略 語

SDD: Silicon Drift Detector

BIB: Broad Ion Beam

FL-SEM: Fluorescence Scanning Electron Microscope

TRAXS: Total Reflection Angle X-Ray Spectroscopy

SSRM: Scanning Spread Resistance Microscope

HIM: Helium Ion Microscope

SBF: Serial Block Face

GCIB: Gus Cluster Ion Beam

## 文 献

- 1) 金丸孝昭ら：顕微鏡, **46**, 66–70 (2011)
- 2) Terauchi, M. *et al.*: *J. Electron Microsc.*, **59**, 251–261 (2010)
- 3) 原 徹ら：顕微鏡, **44**, 289 (2009)
- 4) 高木紀和, 鹿園直毅, 笠木伸英：日本機械学会年次大会講演論文集, **7**, 119–120 (2009)
- 5) Ohta, K. *et al.*: *Micron*, **43**, 612–620 (2012)
- 6) 畑 浩一：顕微鏡, **46**, 206–210 (2011)
- 7) 山田 公 (編)：クラスターイオンビーム 基礎と応用, 日刊工業新聞社, 東京 (2006)
- 8) 松尾二郎, 瀬木利夫, 青木学聡：表面科学, **31**, 564 (2010)
- 9) 川内一晃：SCAN TECH2002, 17–20 (2002)
- 10) Nishiyama, H. *et al.*: *J. Struct. Biol.*, **172**, 191–202 (2010)
- 11) 今野 充ら：日立評論, 36–39 (2012)
- 12) Kuwabata, S. *et al.*: *Chem. Lett.*, **35**, 600–601 (2006)
- 13) De Winter, DA. *et al.*: *J. Microsc.*, **233**, 372–383 (2009)
- 14) Denk, W. and Horstmann, H.: *PLoS Biol.*, **2**, e329 (2004)