

平成23年度日本顕微鏡学会
北海道支部学術講演会

「顕微鏡科学の新展開」

日時：平成23年12月10日（土）
場所：北海道大学工学部オープンホール
（〒060-8628 札幌市北区北13条西8丁目）

主催
日本顕微鏡学会北海道支部

後援（順不同）

（株）トプコンテクノハウス、（株）TSLソリューションズ
日本エフイー・アイ（株）、日本電子（株）、（株）ムトウ
（株）日立ハイテクノロジーズ、（株）日本ローパー
（株）システムブレイン、オリンパス（株）
三協ラボサービス（株）、（株）菅製作所

日本顕微鏡学会北海道支部事務局
〒060-8628 札幌市北区北13条西8丁目
北海道大学大学院工学研究院応用物理学部門内

平成 23 年度 日本顕微鏡学会 北海道支部学術講演会 プログラム

9:30-9:35 開会挨拶

【一般講演 1】

座長：石政 勉（北大）

9:35-9:50 HRTEM および EELS に基づくシリコン対応粒界の原子構造・電子状態評価

○三宅牧人、野崎康基、坂口紀史、渡辺精一
北海道大学工学院 材料科学専攻

9:50-10:05 環境セルによる水素貯蔵材料の水素化のその場観察

○梅田絢香、若杉剛伸、王永明、磯部繁人、橋本直幸、大貫惣明
北海道大学工学院 機能材料学研究室

10:05-10:20 超高圧電子顕微鏡による電子線・イオン同時照射のその場観察

○窪田知宜¹、瀬戸仁史¹、橋本直幸¹、大貫惣明¹、木下博嗣²
¹北海道大学大学院工学院 材料科学専攻、²福島高専

10:20-10:35 超高圧電子顕微鏡によるナノコンポジット接合界面における破壊挙動のその場観察

○柴山環樹、谷津茂男、渡辺精一
北海道大学大学院工学研究院 附属エネルギー・マテリアル融合領域研究センター

【一般講演 2】

座長：大貫 惣明（北大）

10:35-10:50 Au 細線を用いた Electromigration による形状変化の TEM 内同時観察

○村上 暢介、有田 正志、浜田 弘一、高橋 庸夫
北海道大学大学院 情報科学研究科

10:50-11:05 固体電解質 ReRAM の TEM その場観察

○藤井孝史¹、有田正志¹、浜田弘一¹、高橋庸夫¹、藤原一郎²
¹北海道大学大学院情報科学研究科、²半導体理工学研究センター

11:05-11:20 銅微粒子の表面酸化状態

○内田佳希¹、米澤徹²、成島隆²
北海道大学工学部¹、北海道大学大学院工学院²

11:20-11:35 休憩

【特別講演 1】

座長：平 義樹（旭川医大）

11:35-12:20 物質非依存・ナノサイジング誘起生体反応

ーナノ構造はナノレベルの生体反応を誘導するー

○亘理文夫
北海道大学大学院歯学研究科 口腔健康科学講座 生体理工学教室

- 12:20-13:40 昼休み
12:30-13:20 支部役員会
13:20-13:40 支部総会

【指定講演 1】

座長：竹花 一成（酪農大）

- 13:40-13:55 **血管新生研究における電子顕微鏡観察法の重要性**
○川辺淳一¹、暮地本宙己²、平義樹²、渡部剛²
¹旭川医科大学心血管再生先端医療開発講座、²解剖学講座
- 13:55-14:10 **電子線トモグラフィーからシステムバイオロジーへの展開**
葦原 雅道
日本エフイー・アイ株式会社 ナノポートジャパン
- 14:10-14:25 **SEM 内3D 連続イメージ取得装置 3ViewTM のご紹介**
高内 幸一
株式会社日本ローパー ガタン事業部

【指定講演 2】

座長：柴山 環樹（北大）

- 14:25-14:40 **収差補正 200kV-SEMを用いた原子分解能SEM観察**
○今野 充^A、鈴木裕也^A、稲田博実^B、中村邦康^B
^A日立ハイテクノロジーズ グローバルアプリケーションセンタ、
^B日立ハイテクノロジーズ 先端解析システム第二設計部
- 14:40-14:55 **収差補正電子顕微鏡における Cold-FEG とその応用**
遠藤 徳明、奥西 栄治、河野 祐二、石川 勇、富田 健、大蔵 善博、近藤 行人
日本電子株式会社 EM 事業ユニット
- 14:55-15:10 **大口径SD検出器「Centurio」搭載 ハイスループット電子顕微鏡JEM-2800 の紹介**
久芳聡子^a、松下光英^b、川合修司^b、田中勝広^b、岩間岳^b、遠藤徳明^b
^a日本電子(株) 電子光学機器営業本部、^b日本電子(株) EM事業ユニット
- 15:10-15:25 休憩

【特別講演 2】

座長：郷原 一寿（北大）

- 15:25-16:10 **コヒーレントX線イメージング**
○西野吉則、Marcus Newton、木村隆志
北海道大学 電子科学研究所
- 16:10-16:25 休憩

【一般講演 3】

座長：植田 弘美（酪農大）

- 16:25-16:40 **歯科インプラント用カーボンナノチューブコーティング陽極酸化チタンの開発と観察**
○井上沙織、宇尾基弘、坂入正敏、平田恵理、Min-Ho Lee、Tae-Sung Bae、
赤坂司、亙理文夫、横山敦郎
北海道大学歯学研究科 口腔機能学講座／生体理工学講座
- 16:40-16:55 **ブタ角膜固有質における細胞の特徴と分布**
星野 信隆¹、○美名口 順¹、寺田 希¹、永易 彩^{1,2}、竹花 一成¹
¹酪農学園大学 獣医学群 組織解剖学、²株式会社メニコン

【指定講演 3】

座長：坂口 紀史（北大）

- 16:55-17:10 **光電子顕微鏡の開発**
○武藤正雄¹、佐々木 貢²、菅 育正³、内藤俊雄⁴、津野勝重⁵、宮崎晃太郎⁶、
朝倉清高⁶
¹株式会社北海光電子、²シー・エス特機株式会社、³株式会社菅製作所、
⁴愛媛大学大学院理工学研究科、⁵EOS津野、⁶北海道大学触媒化学研究センター
- 17:10-17:25 **Spherical Aberration Correction not just for Imaging but also for Chemical Analysis**
Eric Van Cappellen
FEI Company, Hillsboro; United States
- 17:25-17:40 **SEM 用イオン断面だし装置 Ilion による試料冷却効果の検証**
○鈴木敏洋
トプコンテクノハウス
- 17:40-17:55 **EBSD 法による格子歪の測定**
○鈴木清一
株式会社 TSL ソリューションズ
- 17:55-18:00 閉会挨拶
- 18:00-18:15 移動
- 18:15-20:00 懇親会（ファカルティハウス「エンレイソウ」内レストラン「エルム」）
会費：一般 4,000 円、学生 1,000 円

HRTEM および EELS に基づくシリコン対応粒界の原子構造・電子状態評価

○三宅牧人(院), 野崎康基(院), 坂口紀史, 渡辺精一
北海道大学工学院 材料科学専攻

【緒言】太陽電池に用いられる多結晶シリコンにおいて、結晶粒界はキャリアの再結合中心として作用したり、キャリアの伝導を阻害するポテンシャル障壁を形成してしまうことにより、高効率を妨げる要因となっている。現在、第一原理電子状態計算による解析から、ファセット化した粒界や粒界三重点では五配位シリコン原子を含む粒界原子構造が出現し、原子構造に起因したギャップ内準位の形成が指摘されている。一方、これを実験的手法で検出するためには、ナノサイズでの分析・評価手法が必要となる。本研究では、 $\Sigma 3$ 対応粒界ファセットや $\Sigma 9$ 対応粒界との粒界三重点における原子構造と電子状態を HRTEM と EELS (電子エネルギー損失分光法) を用いて取得し、粒界原子構造とギャップ内準位の相関を検討した。

【方法】超高純度多結晶シリコン(純度:11N)を約 5mm 四方に切り出し、厚さ $40 \mu\text{m}$ 程度まで機械研磨した。加速電圧 3kV の Ar イオンビームを用いて試料をイオン研磨し、表面損傷の少ない TEM 観察用試料を作製した。その後、HRTEM 観察および EELS 分析を行った。

【結果】HRTEM より、ファセット化した $\Sigma 3$ 対応粒界が多数観察され、これらは主に $\{111\} \Sigma 3$ 対応粒界と $\{112\} \Sigma 3$ 対応粒界の連結で構成されていることがわかった。この様な連結部、およびそれを構成する $\Sigma 3$ 対応粒界において Si-L エッジの EEL スペクトルを取得したところ、連結部においてバルクには見られないショルダーがスペクトルに現れた(図 1)。このショルダーの成因は連結部にある原子周囲に局在した空電子軌道へと内殻電子が励起されたことに起因すると考えられ、これらの結果は理論計算による予測と一致する。すなわち、電子状態の観点からも粒界ファセットにおける五配位シリコン原子の存在が実験的に初めて示された。また、 $\Sigma 9$ 対応粒界について、安定な $\Sigma 9$ 対応粒界の HRTEM 像は第一原理計算より予測された原子モデルと一致した。一方、粒界三重点近傍では、五配位原子を含む準安定な $\Sigma 9$ 対応粒界モデルと HRTEM 像がよく一致しており、三重点は電氣的に活性なサイトになりうることが示唆される。

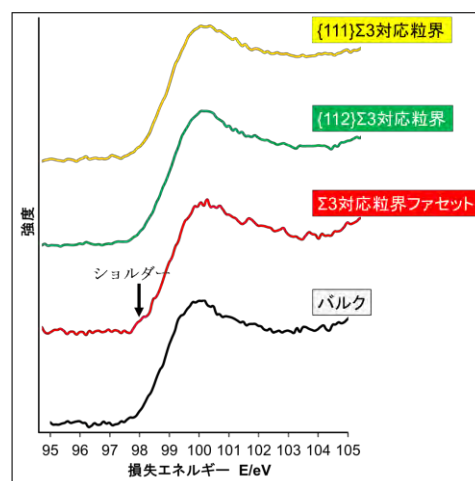


図 1 バルク、 $\Sigma 3$ 対応粒界連結部および $\Sigma 3$ 対応粒界中央部の EELS 測定結果

環境セルによる水素貯蔵材料の水素化のその場観察

○梅田 絢香 若杉 剛伸 王永明 磯部 繁人 橋本 直幸 大貫 惣明
 北海道大学工学院 機能材料学研究室
 a-umeda@eng.hokudai.ac.jp

燃料電池実用化推進協議会(FCCJ)は2015年にFCV量産車を販売するという目標を掲げており、車載用燃料電池の開発に向けた高容量水素貯蔵材料の研究が盛んに行われている。マグネシウム(Mg)は軽元素であり、水素吸蔵量が7.6 mass%に達すること、また資源が豊富で安価であるため、水素貯蔵材料としての利用が期待され、研究開発が進められてきた。これまでの研究で、 MgH_2 水素放出は触媒との界面で生じ、結果としてMg結晶子が成長することなどがHVEMによるその場観察から明らかとなった[1]。しかし、逆反応である水素化時の MgH_2 結晶子の変化のその場観察はされておらず、微細構造変化は解明されていない。

本研究では、環境セルによる水素化過程その場観察を実施した。Fig.1に本研究で用いた環境セルの構造を示す。上下2枚の隔膜によって水素ガス層とTEM鏡筒内の高真空雰囲気を隔てる密閉式構造であるため、0.1MPaまでのガスを導入することが可能である。触媒添加Mgを室温0.1MPa水素雰囲気下で保持することにより水素化を試みた。観察結果をFig.2に示す。また、本装置を用いて、Pdの水素化反応の回折像の動画の撮影に成功した。これに並行して、TEM予備排気室を水素雰囲気下に保持した場合の水素化も試みた。講演では、環境セルによるその場観察結果と予備排気室における水素化の結果を比較し、報告する。

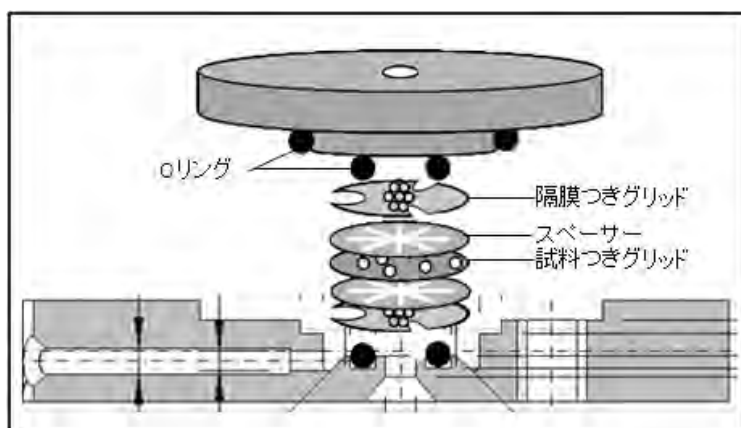


Fig.1 環境セル試料部の構造

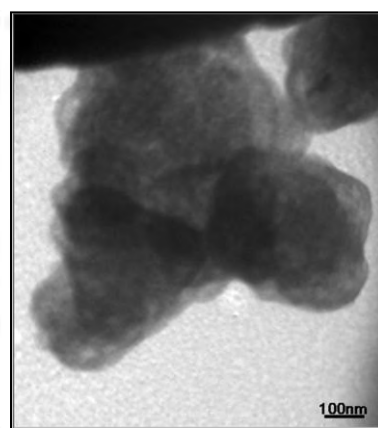


Fig.2 0.1MPa水素雰囲気でのMgの明視野像

[1] S. Isobe et al., Applied Physics Letters 96, 223109 2010

謝辞 本研究の一部はNEDO (Hydro Star) の委託を受けて実施された。

超高压電子顕微鏡による電子線・イオン同時照射のその場観察

○窪田知宜、瀬戸仁史、橋本直幸、大貫惣明、木下博嗣(福島高専)
 北海道大学大学院工学院 材料科学専攻

【背景】核融合炉構造材料中では、高エネルギー中性子による核変換によって水素とヘリウムが生成し、これが材料劣化の一因と考えられている。本研究では超高压電子顕微鏡とイオン加速器を用いたその場観察による模擬照射実験を行い水素の損傷組織に対する効果を調べた。

【実験方法】F82H(Fe-8Cr-2W-0.2V-0.04Ta)標準熱処理材に追加熱処理を施し、照射実験用試料とした。照射は超高压電子顕微鏡(1250kV)とイオン加速器(90~150kV)を用いて350℃~450℃の範囲で行い、水素イオンは電子線と同時に照射し、生成した転位ループの成長をその場観察することにより、空孔の移動エネルギーを求めた。

【結果】図1に電子線による転位ループの成長、図2に電子線-水素同時照射による転位ループの成長、図3に空孔の見かけの移動エネルギーを求めた結果を示す。空孔の見かけの移動エネルギーは電子線照射では1.3~1.4eV、電子線-水素同時照射では1.5eVであり、水素の存在により空孔の見かけの移動エネルギーが上昇した。これは、水素と空孔の相互作用により空孔の易動度が抑えられたためだと考えられる。また水素の存在によって転位ループの成長速度も増加した。これは水素がループ周辺に偏在し、空孔と結合することでループへの格子間原子の流入量が増加したのではないかと考えられる。

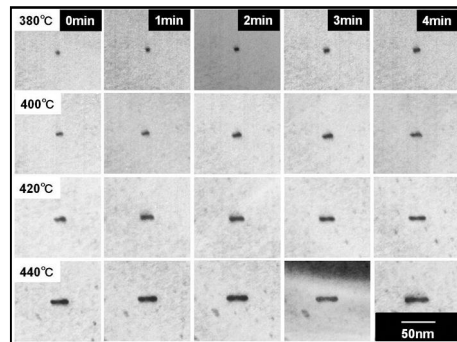


図1 電子線による転位ループの成長

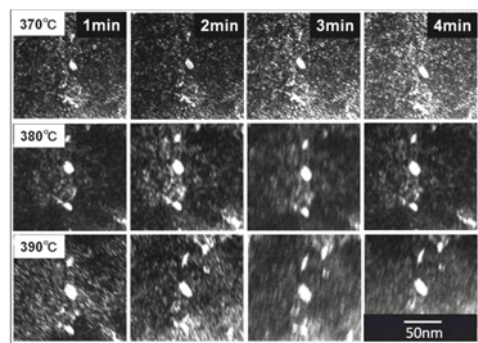


図2 電子線-水素同時照射による転位ループの成長

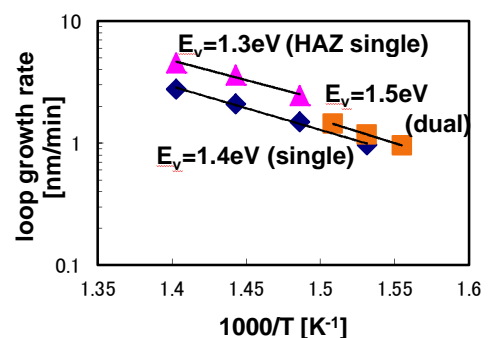


図3 空孔の移動エネルギー

超高圧電子顕微鏡によるナノコンポジット接合界面における破壊挙動その場観察

○柴山環樹、谷津茂男、渡辺精一

北海道大学大学院工学研究院 附属エネルギー・マテリアル融合領域研究センター

【緒言】SiC/SiC 複合材料は、軽量で耐酸化性に優れ誘導放射能の減衰も速くモノリシックな SiC と比較すると脆性を示すことから次世代の原子力機器を構成する材料として期待されている。最近、強化繊維や母材の結晶粒をナノサイズに制御したナノコンポジットが開発され、微細な破壊を分散することにより更にプロポーションナルストレス（偽弾性強度）が向上している。特に、熱膨張率がほぼ等しい W との接合は、高熱流束機器用の材料システムとして有望であることから検討を進めている。そこで、本研究では、SiC/SiC 複合材料の破壊挙動に加えモノリシックな SiC と W を 1 軸加圧方式のホットプレスを用いて拡散接合させ、曲げ試験と共にマルチビーム超高圧電子顕微鏡等を用いてナノコンポジットの SiC 繊維/カーボン層/SiC マトリックス界面や接合界面での破壊挙動のその場観察を行い強度との相関を明らかにすることを目的とした。

【実験方法】NITE-SiC/SiC 複合材料の TEM サイズのミニチュア DNS 試験片を FIB で作製し破壊挙動のその場観察を行った。また、NITE-SiC/SiC 複合材料あるいは α -SiC と純 W (99.99%) の加圧方向の両面の平行に留意し鏡面研磨を行った後、1 軸加圧方式のホットプレスを用いて Ar ガスフロー下にて種々の条件で拡散接合させた片持ち式のせん断試験や 3 点曲げ試験から接合強度を評価した。試験後の破面の SEM 観察並びに FIB により接合界面近傍から TEM 薄膜を作製し、マルチビーム超高圧電子顕微鏡を用いて高分解能観察を行った。

【結果】モノリシックな SiC と W を W のバッファー層を用いて拡散接合した場合、ガラス層の厚さの抑制及び反応性生物であるタングステンシリサイドの微細分散化によって曲げ強度が約 20MPa から約 90MPa 程度まで向上することが明らかになっていたが、NITE-SiC/SiC 複合材料の場合は、バッファー層を用いない場合でもせん断強度や曲げ強度が他の接合条件と比較して約 50%向上していたことから、接合界面の高分解能観察を行いその機構解明について検討した。その結果、図に示すように W と SiC 繊維やマトリックスの β -SiC は直接拡散接合していること及び助剤の複合酸化物と W の整合性が良いことが初めて明らかになった。本研究は、平成 22 年度日本学術振興会 科学研究費補助金 基盤研究 (A) 21241025 の一部を含む。

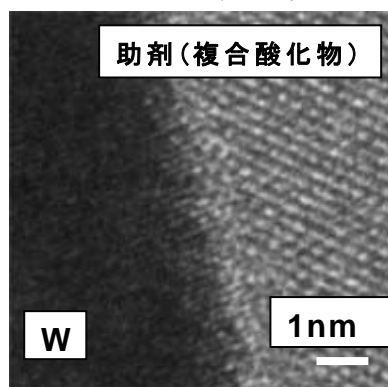


図 1. W と接合したナノコンポジット中の助剤界面における HRTEM 像

Au 細線を用いた Electromigration による形状変化の TEM 内同時観察

○村上 暢介, 有田 正志, 浜田 弘一、高橋 庸夫
北海道大学大学院 情報科学研究科

はじめに 金属原子に多数の電子が衝突することにより金属原子が移動する現象がエレクトロマイグレーション (以下 EM) とされている。近年、EM による原子移動と形状変化を新たな微細構造作成 (主にナノギャップ) に応用する研究が数多く行われている。しかし、確率的な現象である EM のより良い制御には、発現する構造変化の詳細な解析が必要である。本報告では EM の良好な制御を目的とし、Au 細線における EM の透過型電子顕微鏡 (TEM) その場観察を行った。これにより、EM の進行に伴う細線の狭窄化、薄膜構造の変化、及び電気特性についての関係を評価し考察した。

実験方法 CVD-SiN/Si 基板上にフォトリソグラフィと真空蒸着法を用いて、電極パッド(Au / Cr)と細線(Au: 細線幅 5 μ m)を作製した。細線形状は矩形型と括れを付けた物の 2 種類を使用し、ソースメジャーユニット (SMU) を用いて電圧印加と電流測定を行いながら、TEM による細線構造変化の観察を行った。使用した TEM は、JEOL 製 JEM-2010 及び JEM-200CX である。

実験結果と考察 Fig.1 は幅 50nm 程度に狭窄化した Au 細線がさらに狭窄化する過程を、TEM を用いてその場観察した結果である。狭窄化する過程において同時に複数のグレインの結合が生じること、また、電子の移動方向に沿った Au 細線の構造変化を観察した。これらの結果は、電子の移動方向に原子が移動するとされる EM の原理と合致する。Fig.2 に最終的な断線部の TEM 像を示す。最終的な断線部ではギャップ幅が約 10nm となり、断線部付近では成長した数個の大きなグレインにより薄膜が構成されている。また、同時に行った電気測定より、細線の狭窄化や再結晶化が細線の抵抗値に影響していることが確認された。以上の結果より、EM による原子移動とグレイン成長は密接な関係があり、現象の制御に重要な役割を果たすことがわかった。

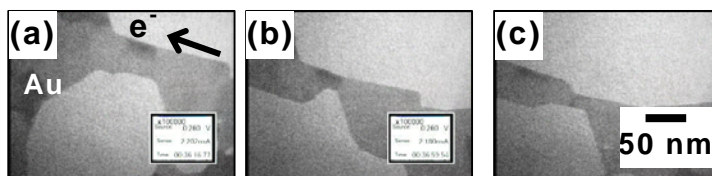


Fig.1 細線 TEM 像の時間変化 (a \rightarrow c)

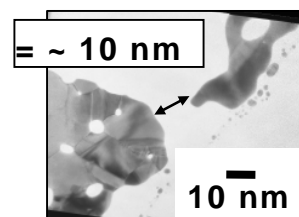


Fig.2 Au 細線破断部の TEM 像

固体電解質 ReRAM の TEM その場観察

○藤井孝史¹、有田正志¹、浜田弘一¹、高橋庸夫¹、藤原一郎²
 北海道大学大学院情報科学研究科¹、半導体理工学研究センター²

はじめに 固体電解質材料は電圧の印加によって、抵抗値が大きく変化する。この現象は、高速書き換え・不揮発性の機能を有する抵抗変化型メモリ (ReRAM) としての応用が期待されている。この抵抗変化の物理機構については、固体電界質内に拡散しているイオンの金属化によって形成される導電性のフィラメントが接続・切断することで起こっていると考えられている。我々は透過型電子顕微鏡 (TEM) 観察と伝導測定を組み合わせた TEM 内同時観察を行い、フィラメントが形成される様子を直接観察し、その組成について分析を行った。

実験方法 観察には自作のピエゾ駆動ホルダーを装着した TEM (JEM-2010) を使用した。電極は Pt-Ir のワイヤーを針状に加工したもので、この針の上に Cu ドープした GeS 薄膜をスパッタ成膜した。TEM 内での I-V 特性は、上述の TEM ホルダーに固定された Cu-GeS/Pt-Ir に、移動可能な別の Pt-Ir 電極を対向方向から接触させて行った。その様子を in-situ で TEM 観察し CCD カメラで撮影した。

実験結果 Fig.1 に Cu-GeS の同時観察の様子を示す。Pt-Ir の先端には 20nm 程度の Cu-GeS のアモルファス薄膜が成膜されている (Fig.1(a))。この薄膜に電圧を印加したところ約 +2.6V 付近で電流が流れやすくなった。この際 Cu-GeS 膜内には Fig.1(b) に示すような析出物が現れた。その後、電圧を負側に掃印すると析出物が徐々に消えていき、約 -1.8V 付近で完全に見えなくなった。このとき抵抗は急激に上昇した。Fig.2 に Fig.1 の TEM 観察中に測定した I-V グラフを示す。抵抗値の変化するポイントと Fig.1 の析出物の生成、消失の様子が対応する。また、Cu-GeS の膜に対して EDX による分析を行ったところ、析出物が出現しているときには Cu の強度が強くなっていることがわかった。

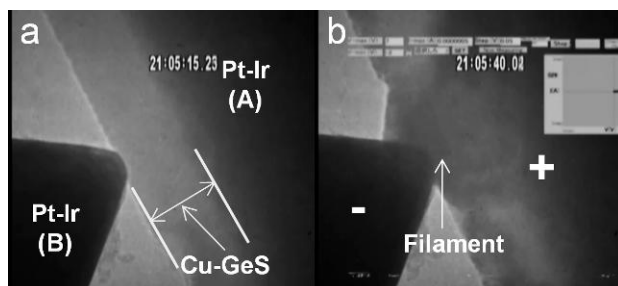


Fig.1 TEM 内同時観察の様子
 (a)電圧印加前 (b)正電圧印加

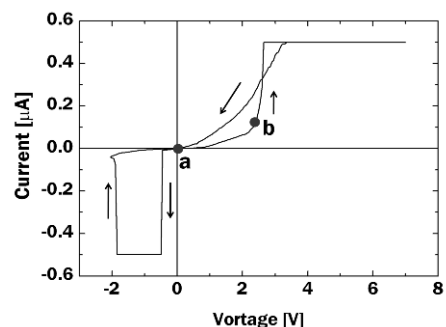


Fig.2 I-V 測定結果

銅微粒子の表面酸化状態

○内田佳希¹、米澤徹²、成島隆²北海道大学工学部¹、北海道大学大学院工学院²

【緒言】 銅微粒子は、高い導電性、低融点などの特性から、電極用導電ペースト、電子回路形成材など様々な工業的応用が期待されている。湿式法である液相還元による金属ナノ粒子の合成は、比較的簡便に大量に金属ナノ粒子を合成できるが、還元剤・保護剤・温度・pH など、多様な要素が関わる複雑なプロセスである。目的とする性質の粒子を得るためには、合成した粒子の表面状態を理解し、制御することが重要である。そこで本研究では、以前報告されたヒドラジン還元剤を用いた酸化銅(II)から液相還元により合成した銅微粒子の、窒素雰囲気処理及び、pH調整による表面状態の比較・観察を試みた。

【実験】 5 L ビーカー中で酸化銅(II)をゼラチン水溶液中に分散させ、攪拌しながらアンモニア水を加え(pH 11 に調整)80°Cまで昇温し、ヒドラジン水和物を加え還元反応を進行させた。その後 ①窒素雰囲気下で、飽和クエン酸水溶液にて pH 調整(pH 8.5)及びデカンテーション・乾燥 ②乾燥時のみ窒素雰囲気下にて行ったものをそれぞれ用意した。更に②については、飽和クエン酸水溶液により A : pH 8.5 と B : pH 10 に調整した。以上より合成した粒子を FE-SEM、XRD、TEM により評価した。

【結果】 80°C還元により、平均粒径約 125 nm~132 nm の銅微粒子が合成できた。Fig.1 はそれぞれの XRD の結果である。いずれも Cu のピークが見られた。また、②A と②B は銅酸化物のピークも見られたが、処理時に窒素雰囲気下でデカンテーション・乾燥を行った①には酸化物ピークは見られなかった。Fig.2 のそれぞれの TEM 像から、pH 8.5 では粒子全体にゼラチン被覆が完全であるが、pH 10 では被覆が薄く、均一ではないことがわかった。

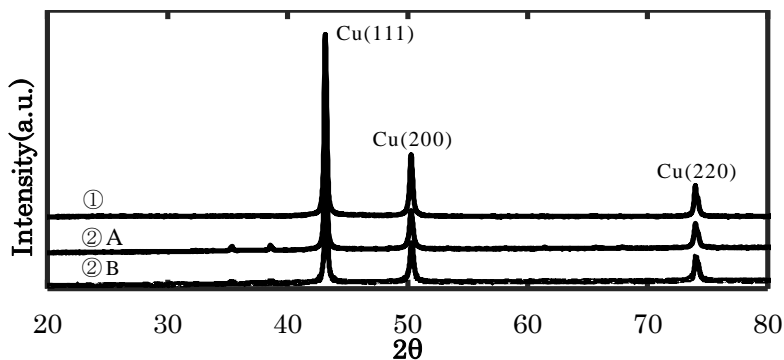


Fig.1 X-ray diffraction patterns of copper fine-particles

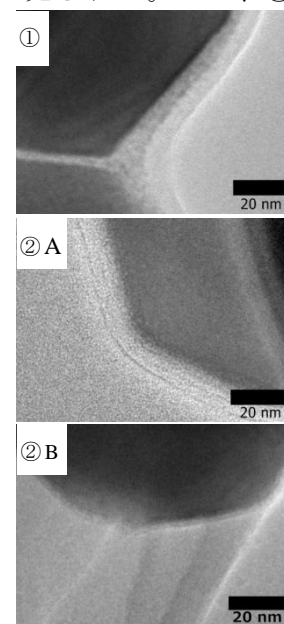


Fig.2 TEM images of copper fine-particles

【謝辞】 TEM 観察の一部は坂口紀史准教授(北大院工)にご協力いただいた。

物質非依存・ナノサイジング誘起生体反応
 — ナノ構造はナノレベルの生体反応を誘導する —

○亙理文夫

北海道大学大学院歯学研究科 口腔健康科学講座 生体理工学教室

材料の微細化(ナノサイジング)に伴う生体への影響は通常、比表面積増大による化学的イオン溶出効果が急性毒性または即効性をもたらし、最も大きい影響を及ぼすが、その作用は反応速度は昂進するが、本質的にマクロと同一でその延長と言える。

一方、ナノ微粒子は物理的にそのサイズ自体が生体反応を誘発する(Bioreactive)ため(図1)、作用は本質的に一方向性ではなく、材料-生体間に双方向的であり、Biointeractiveである¹⁾。ナノ構造はこの生物学的相互作用プロセスを通して生体のナノレベル反応を誘導し(図2,3)²⁾、マクロとは異なる機能性転換を示現するに至る¹⁾。また200nm以下では免疫防御機構は十分機能せず、体内侵入・全身拡散を許し(ステルス性)(図4)、さらに細胞核膜・胎盤関門・血液脳関門等の体内関門を透過し得るかの問題がある¹⁾。物理的サイズ効果に由来するナノサイジング誘起生体反応は、骨のリモデリングのような生命活動にも関わり、高機能性にも為害性にも働き得る二面性を併せ持ち、人類がまだ知らない未知の反応現象が起こり得る可能性も有している。

[1] F.Watari et al.: Material nanosizing effect on living organism, *J.Roy.Soc.Interface* 6, S371-388, 2009

[2] F.Watari: Biointeractive and Bioreactive Nature of Nanomaterials, *Nano Biomedicine* 1, 2-8, 2009

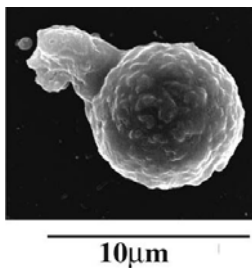


図1 ナノ微粒子(500nm Ti)は生体反応(偽足延伸・貪食)を誘発する (SEM)¹⁾

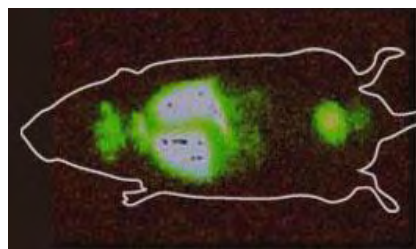


図4 ナノ微粒子のステルス性:強制曝露試験後の30nm TiO₂の体内侵入・全身拡散 (XSAM)¹⁾



図2 ナノ構造(30nmφ-CNT 叢)はナノレベル生体反応を誘導し、骨芽細胞末端から多数の100nmφ-糸状仮足の伸展を導く (SEM)²⁾

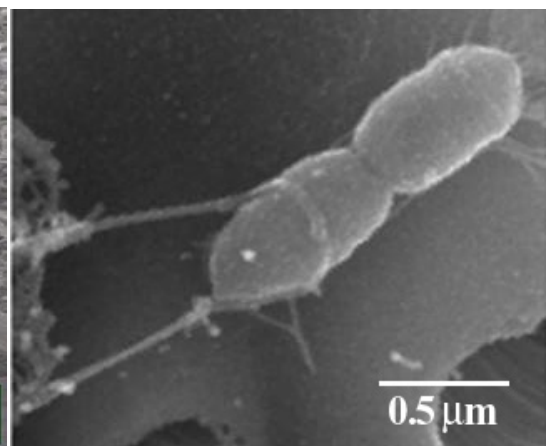


図3 30nmφ-バンドル化 SWCNT による齲蝕原生菌(*Streptococcus mutans*/ 1µm大)の捕捉(SEM)²⁾

血管新生研究における電子顕微鏡観察法の重要性

○ 川辺淳一¹、暮地本宙己²、平義樹²、渡部剛²

1) 旭川医科大学心血管再生先端医療開発講座、2) 解剖学講座

脈管は体内最大の臓器であり、ほとんどの臓器の機能維持に必要不可欠である。脈管新生研究は、最近では難治性虚血疾患や臓器再生の際の臓器内の脈管再生構築などの再生医療医学分野において注目されている。また、癌や網膜症、リウマチ性疾患や動脈硬化などの慢性炎症疾患、心不全などの本邦において重要な難治性疾患群の病態に組織内毛細血管形成（異常）が密接に関与することが明らかになり、脈管新生研究に対する期待が高まっている。一方、脈管は「最大の臓器」でありながら、具体的な研究対象の毛細血管は極小組織であり、研究上の制限が多い。微小構造解析を専門とする本学解剖学講座との共同研究により遂行している我々の **disease oriented research** 成果を報告する。

動脈硬化巣（プラーク）の形成は、プラーク内の栄養微小血管（**vasa vasorum;VV**）の幼弱性と密接な関係があり、VV 成熟化（安定化）が動脈硬化治療戦略として期待できる。マウス大腿動脈内膜障害による血管リモデリングモデルを作製すると障害血管周囲に幼弱な VV 形成が促進される。我々は、この血管周囲毛細血管新生をコラーゲン薄膜内に二次元に展開させる系を開発した。本法により電顕観察や免疫染色法などで客観的な血管新生評価が可能となり、収縮能を持たない極初期の幼弱新生血管レベルで、すでに血管周囲末梢神経繊維が再分布（再生）していることが明らかになった。この発見を契機に VV 血管新生における末梢神経再生の新たな役割解明の研究を展開している。毛細血管の維持あるいは成熟化には血管内皮と周細胞との相互作用が重要である。我々は、独自に樹立した毛細血管由来細胞株を用いて **in vitro** で血管内皮細胞と周細胞で構成される毛細血管を再生することに成功。これらの実験系において血管成熟化制御に関わる **neurotransmitters** や新規因子の探索や機能解析を行っている。

電子線トモグラフィーからシステムバイオロジーへの展開

葦原 雅道

日本エフイー・アイ株式会社 ナノポートジャパン

電子線トモグラフィーは細胞、細胞内小器官、超分子複合体の立体構造を生体から単離・精製することなく得ることができる手法である。試料を急速凍結法により非晶質の氷に包埋して観察することによって、生体内での機能構造を解析可能である。従来、X線結晶構造解析法やNMR法により数多くのタンパク質の立体構造が報告されている。これらの手法では原子レベルでの立体構造を得ることができるが、生体から精製した試料を対象とするため生体内での機能構造を必ずしも反映したものとは言えない。さらに、細胞内での位置情報は完全に欠落しており、細胞内で働く超分子のダイナミックな相互作用を理解するには不十分である。したがって、電子線トモグラフィーによって得られる立体構造は超分子ネットワークを解明する唯一の手段と言える [1]。しかし、電子線トモグラフィーには大きく二つの制約がある。一つ目は、電子顕微鏡の機構上、試料の傾斜角度が制限される点である。そのため得られる立体構造情報に欠落領域が生じる。二点目に、試料の電子線損傷を考慮した低電子線照射によりコントラストが低いことである。これらの制約により、トモグラムから細胞内小器官や超分子複合体を同定することは極めて困難である。

そこで本講演では、テンプレートマッチング法によりトモグラムから個々の細胞内小器官、超分子複合体を同定する方法を紹介する [2, 3]。この手法では、データベースに登録されているタンパク質等の既存の構造をテンプレートとして同定を試みる。従来、立体構造解析は個々の超分子を細胞の構成要素として扱ってきた。しかし、実際にはそれらが生体内でダイナミックに相互作用しシステムとして働くことで、免疫や発生・分化、細胞動態、脳機能に至るまでさまざまな機能発現を可能にしている。電子線トモグラフィーとテンプレートマッチング法の相補的な利用により、構造学的知見から細胞をシステムとして理解することを試みる。

[参考文献]

- [1] Lucic *et al.*, 2005. Structural studies by electron tomography: from cells to molecules. *Annu. Rev. Biochem.* 74, 833-865.
- [2] Ortiz *et al.*, 2006. Mapping 70 S ribosomes in intact cells by cryoelectron tomography and pattern recognition. *J. Struct. Biol.* 156, 334-341.
- [3] Lebbink *et al.*, 2007. Template matching as a tool for annotation of tomograms of stained biological structures. *J. Struct. Biol.* 158, 3227-335.

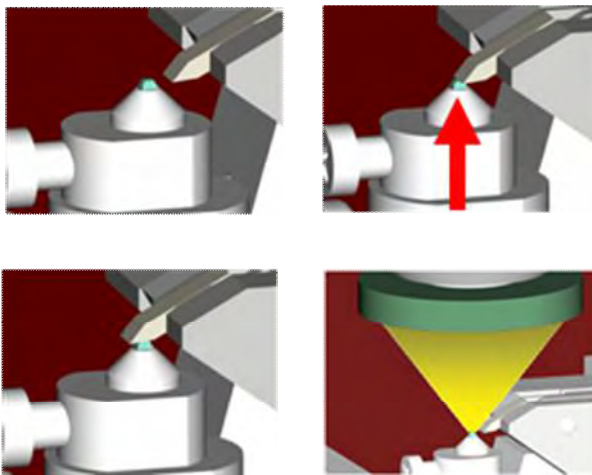
SEM 内 3D 連続イメージ取得装置 3View™ のご紹介

株式会社日本ローパー ガタン事業部

高内 幸一

ガタン社では、SEM内に組み込み、自動で試料の連続切削及び像取得を可能にする3View™を発売致しました。本システムにより、極めて高い深さ分解能の3Dデータを実体画像で観察することが可能になります。本3View™では、走査型電子顕微鏡内に高精度のウルトラマイクロトームを搭載し、データ取得を行います様々なSEMで使用可能ですが、特に低真空機能もしくは低加速高分解能観察が可能となるようなFE-SEMを使用することで、2D画像の分解能の向上と試料のチャージアップ対策がされる為、より高度なデータ取得が可能です。

(3View™の概要)



左図に3View™の動作概要を表します。本システムは、SEM内にGatan統合制御ソフトウェアにてコントロールされる、小型高性能マイクロトームを搭載したシステムです。本マイクロトームにセットされるダイヤモンドナイフにより、高精度な試料の切削が可能とします。同時に切削後の表面をSEMで自動的に観察することが可能です。この自動作業を複数回繰り返すことにより、3D構築可能な連続切片画像を取得することが出来ます。更に最表面画像を取

得する必要があることから、Gatan製の低加速電圧専用のBS検出器を搭載しており、全体のシステムを前述の統合ソフトウェアで制御しています。また試料の位置調整等をSEMステージのドアに取り付けられた光学カメラで行なうことができます。ライブ光学顕微鏡画像をシステムワークステーションに送ることができるので、走査型電子顕微鏡(SEM)チャンバーの真空引きを行う前にナイフのアプローチと最初の数カット(マイクロトームによる切削)をモニターできます。これらの手順は生産性を向上させ、ナイフと試料の偶発的な損傷を防止します。

(3View™の特長)

1. 光学顕微鏡の3Dイメージング技術と異なり、3ViewのZ軸の空間分解能はX-Y分解能と同等で、深度によって劣化しません。また光学顕微鏡よりはるかに高い分解能での観察を可能としています。
2. 切削による観察面取得ができる事、広い領域の面だしが可能とします。
3. 最小切削厚さとして、10nm近傍の厚さでの切削が可能です。また1枚の画像取得にかかる時間は約1~3分で、加工も安定しており数百枚以上の画像取得も容易です。

収差補正200kV-SEMを用いた原子分解能SEM観察

○今野 充^A、鈴木裕也^A、稲田博実^B、中村邦康^B

A 日立ハイテクノロジーズ グローバルアプリケーションセンタ

B 日立ハイテクノロジーズ 先端解析システム第二設計部

球面収差補正器を搭載した 200 kV-STEM 装置の SEM 機能を用いた原子分解能 SEM 観察技術を米国 Brookhaven National Laboratory と共同開発した [1] [2]。本研究では、像情報の物理的解釈を深めるために基礎実験として、2 nm~28 nm の非晶質層に覆われたシリコン材料の観察およびデフォーカス (Δf) 量と像質の関係を調査し、原子分解能 SEM 像と信号深さの関係を検証した内容について報告する。

収差補正 SEM 観察には、Cs コレクター (CEOS 社製 CESCOR) を搭載した走査透過電子顕微鏡 HD-2700 (加速電圧 200 kV) を用いた。HD-2700 には、高輝度かつエネルギー幅が小さいという特長を有する冷陰極電界放出電子源 (Cold Field Emission Electron Source) を搭載している。レンズは二段の照射レンズ、対物レンズ、投射レンズからなり、照射レンズと対物レンズの間に CESCOR が搭載されている。検出器は、対物レンズの上部に試料表面を観察するための二次電子 (Secondary Electrons: SE) 検出器、下部には環状暗視野 (Annular Dark Field: ADF) STEM 検出器、明視野 (Bright Field: BF) STEM 検出器と電子線回折像およびロンチグラム分析用の CCD カメラが搭載されている。

加速電圧 200 kV の条件で観察した高分解能 SEM 像に寄与する情報は、試料表面から 20 nm~30 nm の範囲であるが、観察対象が表面に近いほど分解能が向上し 105 pm の分解能が得られることが分かった。本技術は、原子レベルの各種材料表面構造解析への応用が期待できる。

[1] Y. Zhu, H. Inada, K. Nakamura, J. Wall, Nat. Mater. 8 (2009) 808

[2] H. Inada, D. Su, R.F. Egerton, M. Konno, L. Wu, J. Ciston, J. Wall, Y. Zhu, Ultramicroscopy 111 (2011) 865-876

[3] Konno M, Suzuki Y, Inada H and Nakamura K 2010 Journal of Physics: Conference Series 241

収差補正電子顕微鏡における Cold-FEG とその応用

遠藤 徳明、奥西 栄治、河野 祐二、石川 勇、富田 健、大蔵 善博、近藤 行人
日本電子株式会社 EM 事業ユニット

近年、収差補正装置 (Cs コレクター) を備えた透過型電子顕微鏡 (TEM) が登場し、原子分解能での分析が可能となってきている。TEM における分析手法には、エネルギー分散型 X 線分光法 (EDS) と電子エネルギー損失分光法 (EELS) がある。特に後者は単なる元素分析ではなく、試料の持つ化学結合状態に関する情報も与えてくれる。この EELS を用いて化学結合状態分析を行う際に 1 つの重要なファクターはエネルギー分解能である。高いエネルギー分解能で測定できれば、より情報の多いデータを取得することができる。EELS のエネルギー分解能は EELS 分光器の性能と TEM の電子銃(光源)のエネルギー幅で決まる。

現在、分析 TEM で一般的な電界放射型電子銃はショットキー型電子銃 (Schottky-FEG) と冷陰極電界放射型電子銃 (Cold-FEG) である。Schottky-FEG は高い電流量と長時間の安定性が特長であり、エネルギー分散幅は 0.8 eV 程度である。一方、Cold-FEG は、走査透過型電子顕微鏡 (STEM) や走査型電子顕微鏡 (SEM) に搭載され、輝度の高さ、干渉性の高さ、エネルギー幅の狭さ (約 0.3~0.5 eV) が優れた電子銃である。従来の Cold-FEG 電子源では W チップ表面に真空チャンバー中に残留するガスが吸着することによって電流量が低下する問題点があった。これを回避するために、頻りにチップの短時間の加熱処理 (フラッシング) が必要となり、長時間の安定動作や高い輝度を得ることが比較的困難であった。一般に分析ではドリフト補正を用いた長時間の分析が行われるため、電流量の低下は深刻な問題となる。このような理由から、分析 TEM では一般的に、Schottky-FEG を用いることが多かった。

我々は、以上述べた一般的な Cold-FEG の欠点を改善するために、電子銃部の真空排気系を新たに設計し、長時間の安定したエミッションが可能電子銃 (Improved Cold-FEG) を開発した。この電子銃においてもフラッシング処理を必要とはするが、フラッシング直後の電流量の低下が非常に遅く、長時間にわたり安定して使用できる。また、エネルギー幅は狭く、高いエネルギー分解能を維持したまま長時間の分析等に使用できる。本講演では、この Improved Cold-FEG を搭載した原子分解能分析電子顕微鏡 JEM-ARM200F の基本性能や応用データに関して紹介する。図 1 に応用例としてルチル型とアナターゼ型の TiO_2 の EELS スペクトルを示す。ここで Ti-L_{2,3} 端と O-K 端のエネルギー損失吸収端微細構造 (ELNES) をそれぞれ比較すると、図中の矢印で示した箇所に明瞭な違いがあることが分かる。このように同じ TiO_2 であっても、Cold-FEG の高いエネルギー分解能 (約 0.3~0.5 eV) により、その結合状態の違いを明瞭に捉えることができる。

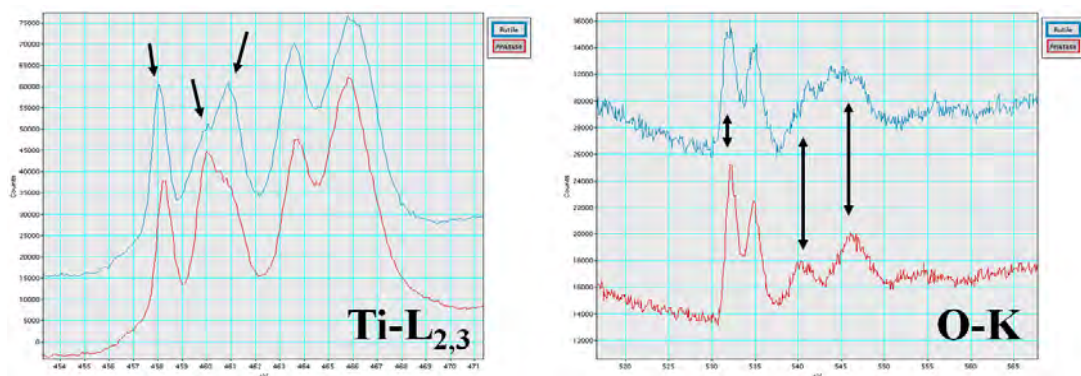


図 1. ルチル型およびアナターゼ型 TiO_2 から得られた EELS スペクトル (上段がルチル型、下段がアナターゼ型からのスペクトル)

大口径 SD 検出器「Centurio」搭載

ハイスループット電子顕微鏡 JEM-2800 の紹介

久芳聡子^{a)}, 松下光英^{b)}, 川合修司^{b)}, 田中勝広^{b)}, 岩間岳^{b)}, 遠藤徳明^{b)}

a) 日本電子(株) 電子光学機器営業本部,

b) 日本電子(株) EM 事業ユニット

これまで半導体分野では 製品の歩留まり検査、測長等の形態観察、不良要因等の物理解析に広く走査電子顕微鏡 (SEM) が使用されてきた。しかし近年、国際競争はさらに激化し、19 nm デザインルール NAND 型フラッシュメモリーの量産が開始されている。このように微細化された製品の工程管理、品質管理は STEM / TEM による解析が必要不可欠である。またこれら解析には迅速さが求められる。この傾向は半導体分野に限られたことではなく、他の分野でもその傾向が見られる。我々はこの要求に応えられる、ハイスループット電子顕微鏡 JEM-2800 (図 1) を開発商品化した。

最近の電子顕微鏡において組成分析のニーズは非常に高く、そのため、オプションのエネルギー分散型 X 線分析装置 (EDS) が、高い割合で装着されている。EDS の併用によって、観察視野と対応する組成像をそのまま視覚的にかつ容易に得られることに起因している。そのため、多くのユーザが組成分布像の取得を解析手法の一つとして恒常的に使用している。

一方、EDS 検出器では、Silicon drift (SD) 検出器が開発・製品化され、大幅に時間を短縮した解析が可能となった。そのため 従来の Si (Li) 検出器から SD 検出器に移行しつつある。

ハイスループット電子顕微鏡 JEM-2800 に大口径新型 SD 検出器「Centurio」搭載した結果 従来のスピードを遙かに上回り、高効率な X 線分析を可能にした。

本講演では JEM-2800 の特長及びこれを用いた観察例 (図 2) を報告する。



図1 JEM-2800 外観

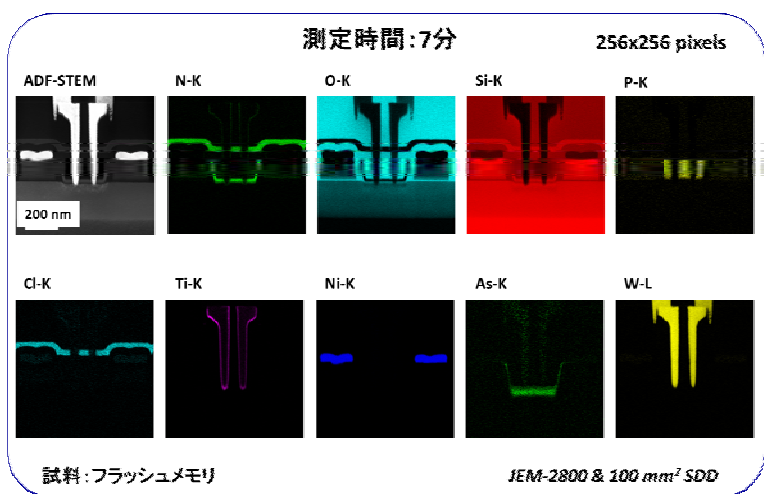


図 2 高速 EDS マッピング

コヒーレントX線イメージング

○西野吉則、Marcus Newton、木村隆志
北海道大学 電子科学研究所

X線回折は、伝統的に、結晶試料に対する原子構造解析に威力を発揮してきた。コヒーレントX線回折は、さらに、結晶以外の試料に対しても構造解析の道を拓く。きれいな波面を持つコヒーレントX線は、放射光技術の発展とともに利用ができるようになった。さらに、ほぼ完全な空間コヒーレンスを持つX線自由電子レーザー (XFEL) が近年登場し、X線科学の新しい幕が開いた。

X線回折顕微法に代表されるコヒーレントX線イメージングは、従来の顕微鏡では観察が難しかった物質深部のナノ構造に光を当てる手法である[1]。これまでに我々は、X線回折顕微法による世界初の2次元および3次元での生体イメージングなどの成果を収めてきた[2-3]。XFELを用いることにより、コヒーレントX線イメージングの更なる発展が期待される。

従来の高分解能生体イメージングでは、放射線損傷が達成可能な分解能を制限してきた。フェムト秒のパルス幅を持つXFELでは、試料損傷が顕著になる前にコヒーレントX線回折が完了するため、従来の放射線損傷限界を超える生体イメージングへの可能性が拓かれる。この試料破壊前の回折という戦略によって、我々はXFELを用いた溶液中の生体分子イメージングを計画している。

XFELの超短パルス性は、また、従来の静的なコヒーレントX線イメージングを時間軸方向に押し広げた動的4次元イメージングを可能にする。構造ダイナミクス研究に向けた第一歩として、我々は、SCSS試験加速器からの極紫外線自由電子レーザーを用いたホログラフィー実験により、テストパターン試料のフェムト秒スナップショットを再構成することに成功した[4]。さらに短波長のXFELを活用すると、原子・分子世界の超高速の構造ダイナミクス測定が可能となる。

参考文献

- [1] コヒーレントX線が明かす細胞の内部世界, 西野吉則, パリティ(丸善), 24 (11) 14-20 (2009).
- [2] J. Miao, K.O. Hodgson, T. Ishikawa, C.A. Larabell, M.A. LeGros, and Y. Nishino. PNASProceedings , 100, 110-112 (2003).
- [3] Y. Nishino, Y. Takahashi, N. Imamoto, T. Ishikawa, and K. Maeshima, Phys. Rev. Lett. 102, 018101 (2009).
- [4] Y. Nishino *et al.*, Appl. Phys. Express 3, 102701 (2010).

歯科インプラント用カーボンナノチューブコーティング 陽極酸化チタンの開発と観察

○ 井上沙織、宇尾基弘、坂入正敏、平田恵理、Min-Ho Lee、Tae-Sung Bae、
赤坂司、亙理文夫、横山敦郎

北海道大学歯学研究科 口腔機能学講座／生体理工学講座

【緒言・目的】

カーボンナノチューブ（以下 CNT）はグラフェンシートがチューブ上の構造を呈したものであり、高い化学的安定性や機械的特性を持ち、加えて細胞に対する適合性を有することから、生体材料への応用が期待されている。一方、現在歯科用インプラントはチタンを原材料とする物が主流であり、その表面性状としては陽極酸化やアパタイトコーティングが代表的である。本研究では、陽極酸化チタンを CNT によりコーティングし、CNT コート陽極酸化チタンを作製して、その接着状態を評価した。

【材料・方法】

陽極酸化したチタン表面に、3-Aminopropyltriethoxysilane (APTES)にてシランカップリングを施した。精製・親水化処理した MWCNT (Nanolab, USA 10-20nm in diameter, 1-5 μ m in length)を 100ppm となるように脱イオン化蒸留水に分散させ、この水溶液中にチタンを浸漬、Ethyl diazoacetate (EDA)を加えて触媒とし、一晚静置・反応させた。その表面性状を SEM にて観察した。また、ヒト骨芽細胞様細胞 (Saos2) を用い、細胞培養特性を検討した。

【結果・考察】

SEM 観察では陽極酸化チタンは均一に CNT でコートされていた (Fig.1b)。これはチタン表面のアミノ基と CNT の -COOH の脱水縮合が寄与していると推察される。また、Saos2 による細胞培養では、陽極酸化したチタン上での良好な細胞の増殖が観察され、細胞の仮足は様々な方向に進展している様子が観察された。(Fig.1d)陽極酸化したチタンには CNT が良好にコーティングされる。CNT コート陽極酸化チタンはまた、細胞に対する適合性を有することも示唆された。CNT は細胞接着・骨との親和性に優れていることより、CNT コート陽極酸化チタンはインプラント等の生体材料への応用が期待できる。

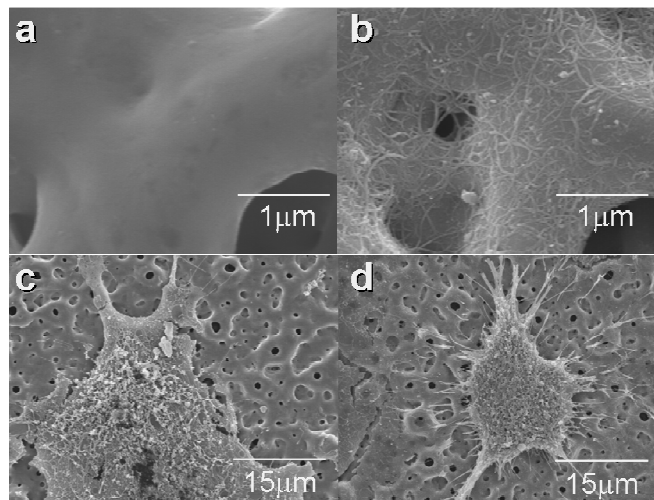


Fig. 1. Saos2 播種前後の陽極酸化チタン(a,c) および CNT コート陽極酸化チタン (b,d) の SEM 像。

ブタ角膜固有質における細胞の特徴と分布

星野 信隆¹, ○美名口 順¹, 寺田 希¹, 永易 彩^{1,2}, 竹花 一成¹

¹酪農学園大学 獣医学群 組織解剖学, ²株式会社メニコン

【目的】角膜は前上皮, 固有質, 後上皮からなる透明性を持った無血管の組織である. 角膜移植や再生医療の進歩に伴い, その性質の解明が求められている. 角膜前上皮および後上皮の研究は進んでおり臨床応用されているが, 角膜固有質については研究が進んでおらず, 臨床技術進展のボトルネックとなっている. この原因の一つとして, 角膜固有質は前上皮, 後上皮と比較して細胞に乏しく, 細胞外マトリックスが豊富であり, 基本となる構造が大きく異なっていることが挙げられる. このことから, 臨床応用に向けて角膜固有質の構造特性を明らかにすることは必須である. そのための第一段階として, ブタ眼球における角膜固有質の細胞分布と細胞形態について形態学的に検討することを本研究の目的とする.

【方法】ブタ眼球を TEM 用に包埋し, 厚切り切片を作製して角膜固有質各部位における細胞数を測定した. さらに超薄切片を作製して TEM で細胞形態の詳細を観察した. また SEM 用に試料を作製し, 細胞間のつながりを観察した. 凍結切片を作製して ATPase 染色を施し, ATPase 陽性細胞の分布を調べた.

【結果】角膜固有質の細胞は中心部よりも辺縁部に, 後上皮側よりも前上皮側に多く分布していた. 辺縁部前上皮側の細胞は中心部後上皮側の細胞と比較して細胞突起が長く, 細胞体が扁平であった. また, 中心部後上皮側の細胞に核膜の陥入が高頻度に認められた. SEM による観察では, 前上皮側で細胞間の結合によって形成される網目構造が密であることが明らかになった. ATPase 陽性細胞は前上皮直下に多く分布しており, 後上皮側にはほとんど観察されなかった.

【考察】角膜固有層の細胞分布は一様でなく, 部位によって差があることが明らかになった. 細胞形態の観察から, 辺縁部前上皮側の細胞は比較的代謝活性が低く, 中心部後上皮側の細胞は代謝活性が高いことが示唆された. 角膜固有質の細胞の多くは実質細胞であり, 主にコラーゲンやプロテオグリカンを産生している. このため中心部後上皮側は角膜の基本構造であるコラーゲン層の更新に重要な役割を果たしていると考えられた. また, 前上皮側で観察された細胞同士の結合による密な網目構造は, 角膜前上皮から始まる角膜免疫のシグナルを伝えるために重要であると考えた. これを裏付けるように, 角膜前上皮側では ATPase 陽性細胞のランゲルハンス細胞が多く分布していた. 角膜前上皮における免疫反応は角膜固有層の前上皮側の網目構造によって全体に広がり, またその間に存在しているランゲルハンス細胞を免疫反応部位へ動員させることなどを通じて, 角膜全体として抵抗する仕組みを構成していると考えられた.

光電子顕微鏡の開発

○武藤正雄¹、佐々木 貢²、菅 育正³、内藤俊雄⁴、津野勝重⁵、
宮崎晃太郎⁶、朝倉清高⁶

¹株式会社北海光電子、²シー・エ斯特機株式会社、³株式会社菅製作所、⁴愛媛大学大学院理工学研究科、⁵E O S 津野、⁶北海道大学触媒化学研究センター

光電子顕微鏡法は、光電子分光法と顕微観察手法を融合させたナノレベルの空間分解能を有する新しい分光手法である。さまざまなタイプが提案されているが、光を全体に照射して局所領域から放出される光電子を電子顕微鏡のように拡大する型は高感度な手法であり、化学反応過程のその場観察を可能にする。

この手法の装置化は、以前は国内で1社手掛けていたが、現在はドイツに3社が偏在している状態で、表面科学の重要性が高まる中、国産品の開発が北海道大学を中心に進められてきた。

その過程は、平成14年～16年度に文部科学省科学振興調整費により、XPEEMの開発機を製作し、平成18年～19年度に経済産業省地域新生コンソーシアム事業によりXPS/XPEEMの融合装置を商品化し、地域新生の趣旨に則り北海道の民間4社がコンソーシアムに加わり、新たに1社が事業化を推進するために設立された。

事業化を進めるなかで、PEEMの分解能が不足であること、販売価格が市場に合致しないことから、平成21年度にはものづくり支援事業により、PEEM専用機の開発に着手した(下図)。その際に電子光学系を綿密に検討し独自の特色を持たせ、現在イメージ分解能の向上と、各種応用データの取得に取り組んでいる。

講演では分解能データや電子光学系のシミュレーションについて紹介したい。



17:10–17:25

Spherical Aberration Correction not just for Imaging but also for Chemical Analysis

Eric Van Cappellen
FEI Company, Hillsboro; United States

Although obviously developed for their imaging capabilities spherical aberration (C_s) correctors are also powerful when combined with analytical techniques. EELS (Electron Energy Loss Spectroscopy) and EDX (Energy Dispersive X-ray microanalysis) are the competing chemical techniques. Both are based on the ionization by the electron beam of the sample atoms. Historically EDX although being simpler than EELS was never accepted as a technique to analyze light elements (below Na). The ionization cross-section of a given element determines the number of inner-shell energy loss events in both EDX and EELS, but there are 3 major differences [1]:

1. The X-ray production for an inner-shell transition competes with the generation of Auger electrons, giving rise to a Z-dependent fluorescence yield factor ($\omega < 1$).
2. The detection efficiency of EELS systems is generally much higher (up to 80% at low count rates) than for EDX systems ($< 1\%$).
3. The peak-to-background ratios ($P/B = I_p - I_b / I_b$) for EELS are generally much lower for EELS than for EDX, especially near the detection limit.

These differences make EELS a much more sensitive technique for light elements and EDX for heavy elements. However, with the advent of new detector technology it has been possible to improve the EDX detection efficiency by an order of magnitude [2]. This dramatic improvement in detection efficiency clearly repositions EDX as a technique that is capable of analyzing light elements and with its better peak to background ratios than EELS makes it a good contender for being a better elemental mapping technique than EELS even for the light elements.

This paper will review the improvements achieved with the Super-XTM detector and will also focus on application results acquired at 200 and 300kV. Efficient elemental mapping combined with optimized detector geometry also opens the prospect of EDX tomography and preliminary results will be shown.

References:

- [1] Van Cappellen, E., EDX in (S)TEM in: X-Ray Spectrometry: Recent Technological Advances. Edited by Kouichi Tsuji, Jasna Injuk and Rene Van Grieken; John Wiley & Sons, 2004.
- [2] H.S. von Harrach et al., *Microsc. Microanal.* 15 (Suppl.2) (2009) 208.

SEM 用イオン断面だし装置 Ilion による試料冷却効果の検証

○鈴木敏洋

トプコンテクノハウス

目的

近年イオンビームを用いた SEM 試料の断面出しが普及してきている。この手法は研磨や切削等では困難な、特に柔らかい試料、もろい試料、剥離しやすい試料、固さが大きく違う材料が共存している試料等を容易に断面出し出来る特徴を持つが、真空中でイオンビームを用いることから試料断面が加熱され、熔融、変形、変質、応力の開放など深刻なアーティファクトをもたらす場合が多い。この熱ダメージを回避するには試料を冷却することが有効である。最近 Gatan 社から試料冷却が可能な断面だし装置 Ilion が発表されたことから、本発表ではイオンビームによる断面だし加工における試料冷却の有効性を検証した。

装置

Ilion は遮蔽板に接着された試料を回転させ、ペニング型イオンガン 2 機を間欠動作させて断面出しをおこなう。これによりシャドウイングや温度上昇の低減が計られている。また、試料を液体窒素により約 -120°C に冷却することが可能である。この際、装置から液体窒素を抜かずに試料交換可能な構造となっているため、約 20 分で試料の交換、冷却、室温戻しが可能である。更に加工中の様子を光学顕微鏡でリアルタイムに観察できるので、観察領域の加工が終わった直後に処理を停止し、処理時間を短くすることによっても熱ダメージを軽減出来る。

結果

図 1 にイオンビームの断面出しによる典型的な熱ダメージと試料冷却の例を示す。

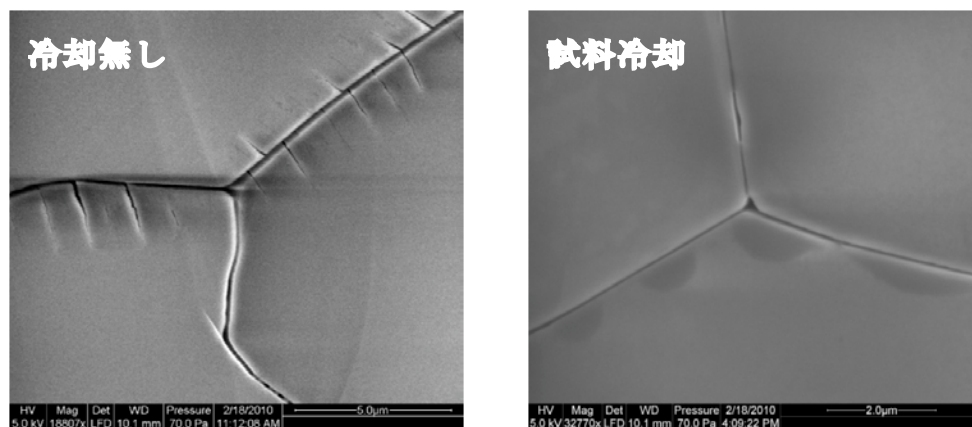


図 1：イオンビームによって断面出しされた石膏。

冷却無しの断面はクラックが発生し、各結晶粒の高さが違っている。これは石膏の熱伝導が悪く熱膨張が大きいことから、イオンビームによる温度上昇で結晶粒どうしが押しあった結果発生した熱ダメージである。試料を冷却したものは熱ダメージ無く正常な断面が出ている。この他、冷却無しでは溶けてしまうような樹脂材料も、試料冷却をすることによって正常な断面出しが可能であった。これらの結果からイオンビームで断面だしをおこなう際、試料冷却は有効な手段であることが確認された。

EBSD 法による格子歪の測定

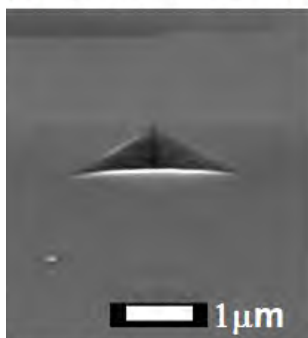
○鈴木清一

株式会社 TSL ソリューションズ

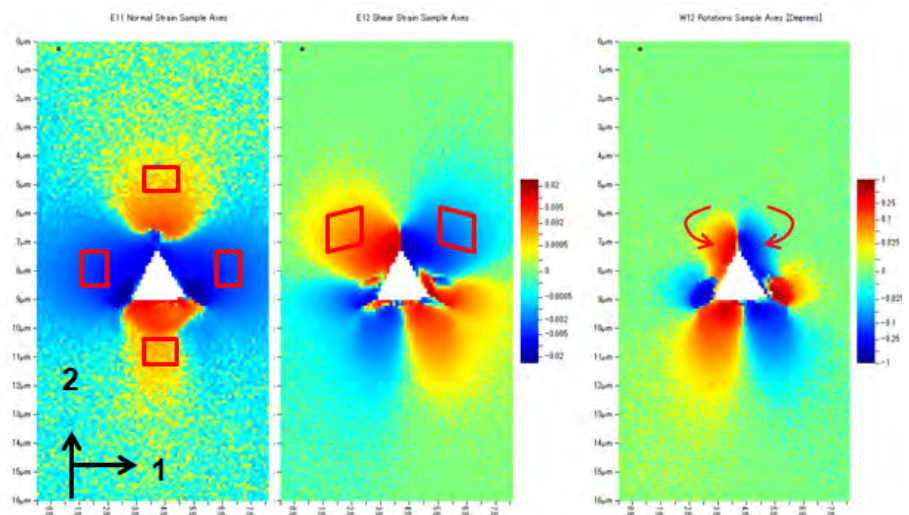
今日では EBSD 法は、結晶方位に基づいた材料のミクロな組織観察法として広く利用されている。この解析に用いられる EBSD パターンは、菊池パターンと同類のパターンであり、実格子をそのまま反映したパターンでもある。これは結晶格子が弾性的に歪めば、そこから得られる EBSD パターンもその格子の歪みに比例して歪むことを意味している。実際の歪はごくわずかであるため、EBSD パターンを高解像度で取込み、隣接する歪の無い部分から得たパターンと相互相関関数を利用しパターンの各位置のズレを検出する。この手法は Oxford 大の A.J.Wilkinson らによって開発された方法である。^[1] この方法による空間分解能は、高解像度でパターンを収集する必要があることから通常 EBSD 法で得られる空間分解能よりやや劣るものの 50nm 程度は得られると考えられる。また、格子歪の測定感度は取りこむ EBSD パターンの質や解像度に依存する。1000x1000 ピクセルの解像度の EBSD パターンの場合で 0.03~0.04%程度と考えられる。この手法のもう一つの特徴は、歪の成分をテンソルとして求めることが可能であり、垂直歪成分、せん断歪成分、剛体回転成分に分離して表示できる。一方、この手法の課題としては、近接する位置で同じ結晶方位を示す歪の無い参照パターンが必要であり、参照パターンに歪みがある場合は、その歪のあるパターンを基準として他のパターンの歪を算出するため、歪量の絶対値を得ることが難しくなることである。

下図に Si(001)ウェハーにマイクロビッカースでつけた圧痕周辺の格子歪の状況を示した例を示した。左図 SEM 像のマイクロバーが 1 μ m である。歪成分のスケールは最大値が 2%、回転成分は最大値を 0.02rad として表示している。図中に示した格子は、本来正方形の格子がどのように歪んだかを模式的に示している。図右下の黒点が参照点の場所である。ここで示すように、この手法により局所的な格子歪の分布状況が良く測定できていることが判る。

(70° 傾斜状態の SEM 像)



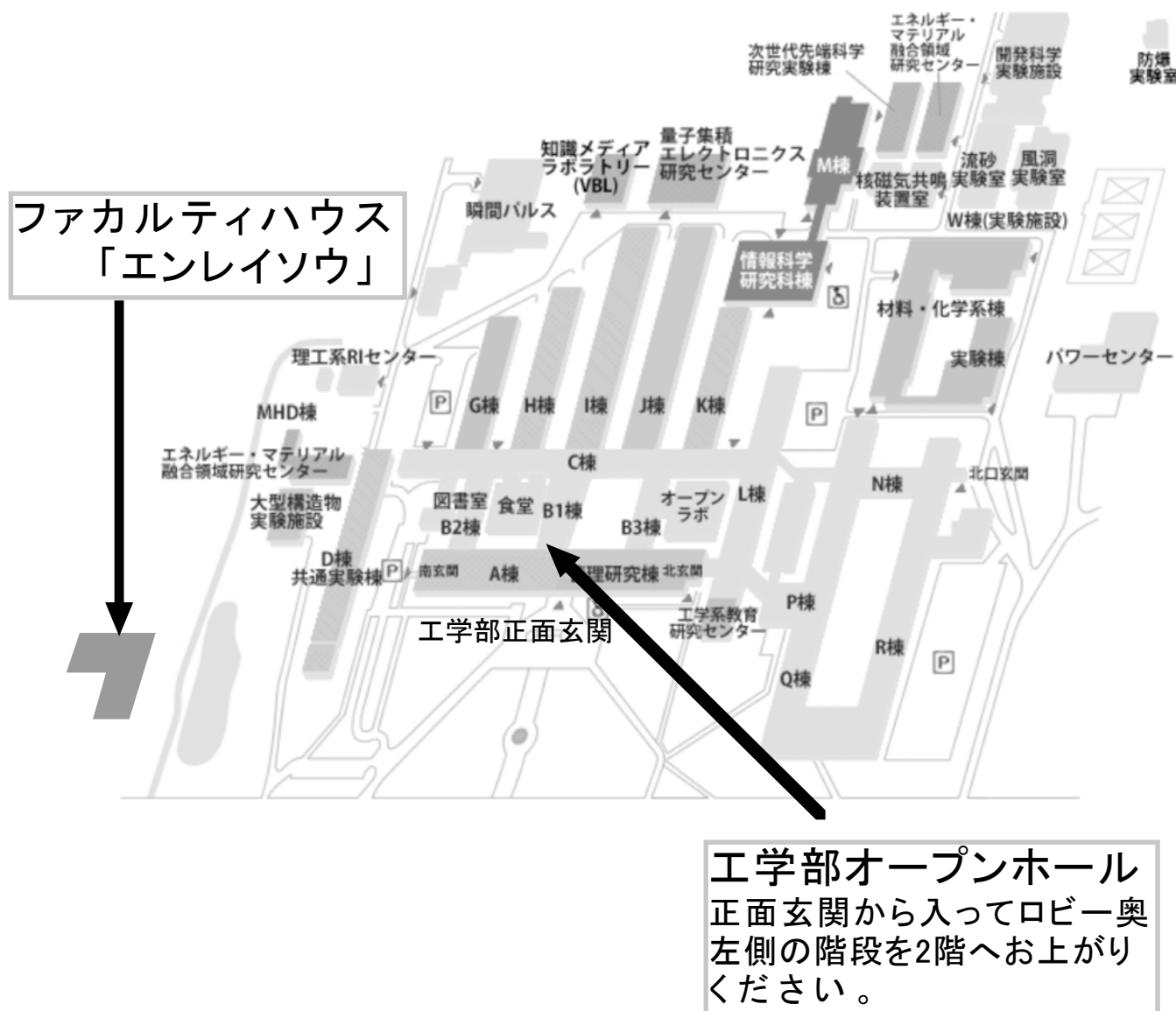
Acc.V; 15kV
Scan Area; 8x16 μ m
Step size; 0.2 μ m



参考文献

[1] A.J.Wilkinson, 'Electron Backscatter Diffraction in Material Science', Springer, (2009), p231-249

【会場案内図】



講演会場

北海道大学工学部オープンホール
札幌市北区北13条西8丁目

懇親会場

ファカルティハウス「エンレイソウ」