

令和 7 年度公益社団法人日本顕微鏡学会
北海道支部学術講演会

講演要旨集



**The Japanese Society of
Microscopy**

主催：公益社団法人日本顕微鏡学会北海道支部
北海道大学

日時：令和 7 年 11 月 29 日（土）

会場：北海道大学工学部フロンティア応用科学研究棟 2F

令和 7 年度公益社団法人日本顕微鏡学会 北海道支部学術講演会

日時：令和 7 年 11 月 29 日（土）

会場：北海道大学工学部

フロンティア応用科学研究棟 2F

主催

公益社団法人 日本顕微鏡学会北海道支部
北海道大学

協賛（順不同）

日本電子（株）、（株）日立ハイテク、

（株）TSL ソリューションズ、

サーモフィッシャーサイエンティフィック、

ライカ マイクロシステムズ（株）、

（株）北海光電子、（株）コンドウサイエンス、

北海道和光純薬（株）

公益社団法人日本顕微鏡学会北海道支部事務局

〒060-8628 北海道札幌市北区北 21 条西 10 丁目

北海道大学 電子科学研究所内

令和7年度公益社団法人日本顕微鏡学会 北海道支部学術講演会プログラム

9:20-9:25 開会挨拶

【講演1】 座長：木村 勇気（北海道大学）

9:25-9:40 「Minimizing electron beam-induced dehydrogenation of MgH_2 by STEM-EELS」

* ○ Mohd Azri Azizi Bin Ismail, Yuki Nakagawa, Tamaki Shibayama, Norihito Sakaguchi
(Hokkaido University)

9:40-9:55 「Precipitation evolution and strengthening mechanisms in additively manufactured Co-free high entropy alloys during long-term aging」

* ○ Haotian Sun, Hiroshi Oka, Naoyuki Hashimoto
(Hokkaido University)

9:55-10:10 「High-Purity Zr_3AlC_2 : Synthesis and Room-Temperature Helium Irradiation Behavior」

* ○ Yang Wang, Naoyuki Hashimoto, Hiroshi Oka, Shigehito Isobe
(Hokkaido University)

10:10-10:15 休憩

【講演2】 座長：中川 祐貴（北海道大学）

10:15-10:30 「断面研磨 SEM 法を用いた非脱灰の歯の観察方法の検討」

* ○ 伊藤 聖都¹, 齋藤 タ子², 豊岡 公德², 小林 良祐¹, 渡邊 敬文¹, 高橋 直紀¹
(酪農学園大学¹, 理化学研究所²)

10:30-10:45 「その場 IR 測定と TEM 観察で探る MoO_3 と WO_3 ナノ粒子の気相からの核生成と非古典的成長機構」

* ○ 酒井 貫志, 山崎 智也, 木村 勇気
(北海道大学)

10:45-11:00 「Ti-Zr-Nb-Ta 合金における「玉ねぎ組織」の変形挙動」

* ○ 橋本 主希, 安田 天亮, 川島 大器, 三浦 誠司, 滝沢 聡, 池田 賢一
(北海道大学)

11:00-11:05 休憩

【特別講演1】 座長：坂口 紀史（北海道大学）

11:05-12:00 「究極の汎用電子顕微鏡としての反応科学超高压電子顕微鏡」

○ 武藤 俊介
(名古屋大学)

12:00-13:00 昼休み（12:10-12:55 支部役員会 場所：工学部 R208 室）

13:00-13:30 支部集会

* : 日本顕微鏡学会北海道支部長賞の表彰審査対象

【ポスターセッション】

13:30-14:30 発表タイトル・講演者名は次ページ

【特別講演 2】 座長：永山 昌史（北海道教育大学旭川校）

14:35-15:30 「光顕-電顕相関観察で解き明かす生命の仕組み」

○釜崎 とも子
(北海道大学)

15:30-15:35 休憩

【講演 3】 座長：山崎 憲慈（北海道大学）

15:35-15:50 「ブロイラーに多発する胸筋異常硬化の組織学的特性からみえてきたこと」

○岩崎 智仁¹, 長谷川 靖洋¹, 渡邊 敬文¹, 山田 未知¹, 前田 尚之¹,
高橋直紀¹, 小林良祐¹, 川崎武志²
(酪農学園大学¹, 人と鳥の健康研究所²)

15:50-16:10 (指)「ナノ触媒による低温核融合の実用化」

○武藤 正雄¹, 北川浩史²
(株式会社 北海光電子¹, 北海道科学大学²)

16:10-16:30 (指)「FIB-SEM による雰囲気遮断サイドエントリーホルダリンケージシステム
の解析事例」

○陳 ヤオ
(株式会社 日立ハイテク)

16:30-16:35 休憩

【講演 4】 座長：柴山 環樹（北海道大学）

16:35-16:55 (指)「無磁場電子顕微鏡 JEM-Z200MF (MARS) の特徴とその応用」

○奥西 栄治, 前川 達洋, 河野 祐二
(日本電子 株式会社)

16:55-17:15 (指)「シームレスな観察と自動化がもたらす新しい電子顕微鏡観察」

○石丸 雅大, 山口 貴司
(サーモフィッシャーサイエンティフィック)

17:15-17:35 (指)「Spherical Index 法を用いた EBSD パターン指数付けの進化」

○吹野 達也
(アメテック株式会社)

17:35-17:40 閉会挨拶

18:45-20:30 懇親会

(北海道大学インフォメーションセンター エルムの森 カフェ de ごはん)

【ポスターセッション】

- P01 「Carbon Encapsulation on MOF-derived NiCo Bimetallic Nanoparticles」
○ Wei Jian Sim, Mai Thanh Nguyen, Tetsu Yonezawa
(Hokkaido University)
- P02 「酸化亜鉛に担持した Pd 単原子触媒の STEM 観察と MgH_2 との複合物質の水素放出特性」
* ○ 根子 拓也, Mohd Azri Azizi Bin Ismail, 中川 祐貴, 柴山 環樹
(北海道大学)
- P03 「水中光合成を用いたタングステン酸ナノ結晶の核形成機構解明」
* ○ 高松 和生, 林 學毅, Melbert Jeem, 張 麗華, 石田 倫敦, 大沼 正人, 渡辺 精一
(北海道大学)
- P04 「小惑星中のフランボイダルマグネタイトの再現に向けたサブ μm マグネタイト粒子の合成」
* ○ 近藤 智仁, 榊原 雅也, 山崎 智也, 木村 勇気
(北海道大学)
- P05 「レーザー加熱を用いた液体セル TEM による氷—水界面のその場観察」
* ○ 浅井 勇志, 山崎 智也, 榊原 雅也, 木村 勇気
(北海道大学)
- P06 「Effect of cold rolling and annealing conditions on microstructure of diffusion bonded $\text{Cr}_{0.8}\text{FeMn}_{1.3}\text{Ni}_{1.3}$ / F82H joint」
* ○ Qingyan Xue, Naoyuki Hashimoto, Hiroshi Oka, Shigehito Isobe
(Hokkaido University)
- P07 「RAFM 鋼の照射損傷組織に及ぼす粒界の影響」
* ○ 田岡 志都, 橋本 直幸, 岡 弘, 磯部 繁人
(北海道大学)

Minimizing electron beam-induced dehydrogenation of MgH₂ by STEM-EELS

○ Mohd Azri Azizi Bin Ismail¹, Yuki Nakagawa², Tamaki Shibayama², Norihito Sakaguchi²

¹Division of Quantum Science and Engineering, ²Faculty of Engineering, Hokkaido University, Sapporo, Hokkaido, Japan

【Introduction】 Magnesium hydrides (MgH₂) can rapidly undergo beam-induced dehydrogenation due to radiolysis caused by inelastic scattering of the incident electrons. In a typical TEM, the electron dose is high, and the analysis of the hydrides is usually in a dehydrogenated state. EELS spectra analysis has shown that the dehydrogenation rate of MgH₂ increases with increasing electron density and beam irradiation time indicated by the plasmon peak [1]. At present, studies on optimizing electron microscopy parameters to minimize beam damage in MgH₂ are not available. Here, we investigate the optimum conditions to reduce beam damage in MgH₂ using STEM-EELS.

【Method】 MgH₂ powder ($\geq 70.0\%$ purity) was purchased from Wako Pure Chemical Industries, Ltd., Japan. Fine MgH₂ powder was prepared in an argon-filled glove box by hand milling process for 10 minutes and deposited onto a TEM carbon support film grid (Microgrid, molybdenum, NH-M15). For acquiring the EELS spectra, a STEM (Titan³ G2 60-300) operating at 300 kV was used under different probe current conditions ranging from 0.1 to 3 pA. The EELS spectra were realized by a Gatan DigitalMicrograph with an exposure time of 1s under a CCD readout area of 512 × 512 pixels. The EELS spectra were acquired using a point and area analysis after irradiating the sample for 0 to 10 minutes using the specified conditions. The plasmon peaks in the low-loss region were fitted using a Lorentz function, and the relative phase fraction of MgH₂ was determined.

【Results and Discussion】 From the EELS spectra, the beam-induced transformation of MgH₂ was identified by the distinct plasmon peaks for Mg and MgH₂ at 10 eV and 14 eV, respectively. It was found that point analysis led to partial dehydrogenation of MgH₂ prior to beam irradiation due to a higher EELS dose compared to area. The rate of dehydrogenation of the MgH₂ increases with increase total electron dose and vice-versa. The conditions of 0.1 pA with dose rate of 3.9 e⁻nm⁻²·s⁻¹ using area analysis enables dehydrogenation-free characterization for MgH₂ under the electron beam irradiation (Figure 1).

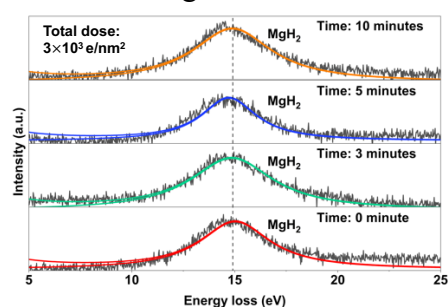


Figure 1. Four EELS spectra acquired from MgH₂ particle using 0.1 pA at 3.9 e⁻nm⁻²·s (area analysis)

【Reference】[1] A. Surrey, L. Schultz, and B. Rellinghaus, *Adv. Struct. Chem. Imag.* 2, 7 (2016).

This work was supported by research grants for young researchers of the Japanese society of microscopy (FY2025)

Precipitation evolution and strengthening mechanisms in additively manufactured Co-free high entropy alloys during long-term aging

○Haotian Sun, Hiroshi Oka, Naoyuki Hashimoto

Division of Materials Science and Engineering, Faculty of Engineering, Hokkaido University

【Introduction】 High entropy alloys (HEAs) are promising materials for advanced nuclear reactors due to their high strength, thermal stability, and irradiation resistance. In particular, the Co-free $\text{Cr}_{0.8}\text{FeMn}_{1.3}\text{Ni}_{1.3}$ HEA offers reduced activation and enhanced stacking fault energy, making it suitable for radiation environments. Additive manufacturing (AM) techniques such as laser powder bed fusion (LPBF) and electron beam powder bed fusion (EB-PBF) enable tailored microstructures, but their effects on long-term thermal stability remain unclear. This study evaluates the microstructural evolution of LPBF and EB-PBF fabricated $\text{Cr}_{0.8}\text{FeMn}_{1.3}\text{Ni}_{1.3}$ HEAs after 700 °C aging up to 6000 h, focusing on dislocation and precipitation behavior.

【Methods】 $\text{Cr}_{0.8}\text{FeMn}_{1.3}\text{Ni}_{1.3}$ HEA powders were prepared by gas atomization. Bulk samples were fabricated via LPBF (EOS M 290) using a laser power of 250 W and a scan speed of 900 mm/s, yielding an energy density of 63.1 J/mm³. In parallel, EB-PBF (Arcam A2X) was employed under a beam energy density of 148 J/mm³. All samples underwent long-term isothermal aging at 700 °C for up to 6000 h. All aging experiments were conducted by individually encapsulating the specimens in evacuated quartz tubes. Microstructural characterization was performed by TEM and EPMA. Room-temperature tensile tests were conducted at a strain rate of $1 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$.

【Results】 After thermal aging at 700 °C for 6000 hours, the LPBFed HEA exhibited better mechanical properties than the EB-PBFed counterpart. In the LPBFed specimen, high-density dislocation cell structures promoted the formation of fine Cr-rich BCC precipitates, which coarsened moderately from 62 nm to 82 nm while maintaining a high number density ($\sim 4.1 \times 10^{20} \text{ m}^{-3}$). These precipitates contributed to 47% of the total yield strength. As a result, the LPBFed specimen achieved a yield strength (YS) of 602 MPa, ultimate tensile strength (UTS) of 926 MPa, and 18% elongation. In contrast, the EB-PBFed specimen showed lower strength (YS 372 MPa, UTS 605 MPa) due to fewer and coarser precipitates. These results underscore the advantage of LPBF in tailoring thermally stable, precipitation-strengthened microstructures for nuclear applications.

【Conclusion】 This study demonstrates that AM routes influence the long-term thermal stability of reduced-activation HEAs. The dislocation structures formed during LPBF processing played a key role in precipitation behavior, indicating that process-induced microstructures can be utilized to optimize performance for structural applications in advanced nuclear environments.

High-Purity Zr_3AlC_2 : Synthesis and Room-Temperature Helium Irradiation Behavior

○Yang Wang^{1*}, N. Hashimoto², H. Oka², S. Isobe²

¹Graduate School of Engineering, Hokkaido Univ.,

²Faculty of Engineering, Hokkaido Univ.

Owing to their excellent resistance to radiation, high temperatures, and corrosion, MAX-phase materials are considered promising candidates for nuclear structural applications. In particular, zirconium (Zr) has a low thermal neutron absorption cross-section, which makes Zr-based MAX phases especially attractive for nuclear use. However, Zr_3AlC_2 still suffers from relatively low phase purity (typically below 70 wt%) and its irradiation behavior has not yet been thoroughly investigated.

In this study, Zr_3AlC_2 was synthesized via a combined spark plasma sintering (SPS) and infiltration sintering route, and compared with samples prepared by conventional SPS. The combined process significantly improved phase purity, increasing the Zr_3AlC_2 content from below 70 wt% to over 92 wt%. The resulting samples were characterized by X-ray diffraction (XRD), scanning electron microscopy (SEM), and scanning transmission electron microscopy (STEM).

The irradiation behavior of Zr_3AlC_2 at room temperature was examined using 100 keV He^+ ions. Before irradiation, the sample exhibited the typical layered structure of MAX phases, where three Zr atomic layers were separated by one Al layer. Upon irradiation, this ordered structure was destroyed, Zr and Al atoms lost their distinct layered arrangement, and a nano-twinned structure developed within the crystal. When the irradiation dose reached 6.5 dpa, surface cracks appeared, predominantly propagating along the (0001) planes corresponding to the Al layers, indicating irradiation-induced weakening of the basal planes.

* **Corresponding author.**

E-mail Address; yang.wang.q7@elms.hokudai.ac.jp

断面研磨 SEM 法を用いた非脱灰の歯の観察方法の検討

○伊藤聖都¹、齋藤夕子²、豊岡公德²、小林良祐¹、渡邊敬文¹、高橋直紀¹

¹酪農学園大学 獣医学群 獣医学類、²理化学研究所 環境資源科学研究センター

【緒言】

一般的に、光学顕微鏡下で組織学的観察を行う際には数 μm 厚の組織切片を作製する。しかし、骨や歯などの硬組織は未処理状態での薄切は困難である。そのため、試料調整時に無機成分を除去する「脱灰」を経て、硬組織を薄切することが多い。歯の主な構造であるエナメル質、ゾウゲ質、セメント質は石灰化した硬組織である。これらのうち、エナメル質は約 96%が無機成分でできているため、脱灰することでエナメル質は消失してしまう。そのため、非脱灰でエナメル質の断面を組織学的に評価することは容易ではない。今回検討した「断面研磨 SEM 法」は、硬組織を丸ごと樹脂包埋した後、数 cm 厚に切断しその断面を研磨する。そして、研磨面を走査型電子顕微鏡 (SEM) の反射電子により断面の観察を行う。本法を歯に適用すると、脱灰と薄切が不要となりエナメル質を保存した状態で断面観察が実現できる。さらに、非脱灰の歯の断面が観察できるようになることで、歯石とエナメル質の付着様式のより詳細な検討が可能になると考えた。本研究は、非脱灰の歯を用いた断面研磨 SEM 法の検討と、エナメル質と歯石の付着様態を観察することを目的とした。

【材料と方法】

イヌの頭部から歯を上顎骨ごと切り出し、ハーフカルノフスキー液で浸漬固定を 1 週間行った後、四酸化オスミウムでの後固定を 2 時間行った。その後エタノール 25~95%は 30 分×3 回、エタノール 100%は 30 分×4 回で脱水を行い、樹脂置換剤を用いて段階的に樹脂置換を行った。1 週間かけて樹脂重合させた後、ダイヤモンドバンドソーで 2 cm 厚に切断しその断面を研磨機で表面を平滑にした。その表面に電子染色、オスミウムコーティングを施し SEM での観察を行った。

【結果と考察】

エナメル質やゾウゲ質、歯周組織ではセメント質および歯槽骨、その間の歯根膜の詳細な構造がみられた。歯石はエナメル質の表面に層状に付着して存在し、拡大像では微細な粒子状の構造が見られた。断面研磨 SEM 法を用いることで、ゾウゲ質やセメント質だけでなくエナメル質や歯石を保存した非脱灰の歯の断面像を観察可能となった。しかし、エナメル質と歯石の境目に隙間があるような像やエナメル質の構造が欠けているような像も見られた。これらは、試料作製時にできたアーチファクトとも考えられる。より良い像を得るために、脱水時間の見直しや、樹脂を組織の深部まで浸透させるために組織と親和性が高い樹脂の選択、樹脂置換の時間の再検討などを行う必要がある。

その場 IR 測定と TEM 観察で探る MoO_3 と WO_3 ナノ粒子の 気相からの核生成と非古典的成長機構

○酒井貫志、山崎智也、木村勇氣
北海道大学低温科学研究所

【はじめに】

ナノ粒子や薄膜の生成過程において、初期段階の核生成メカニズムが最終的な構造、形態、さらには機能特性にまで決定的な影響を及ぼすことが知られている。近年は、気相でも液滴などの中間相を経由する多段階的核生成や、粒子同士の衝突による非古典的成長が報告されている。酸化モリブデン (MoO_3) は液滴を介さず直接結晶化し、粒子同士が共通な結晶面に沿って結合する接合成長が確認されている¹。本研究では MoO_3 と、類似した結晶構造を持つ酸化タングステン (WO_3) の気相核生成を比較し、非古典的成長機構の再現性と多段階核生成の相違点を検討した。

【実験方法】

実験では、独自に開発した自由浮遊ナノ粒子の赤外分光その場計測システム (FINE システム)²を用いて、成長過程における構造変化を赤外スペクトルによりリアルタイムで測定した。また、生成したナノ粒子をチャンバー内に設置した透過型電子顕微鏡 (TEM) 観察用グリッドで収集し、これを TEM で観察することで粒子の形状やサイズ、結晶構造を明らかにした。

【実験結果・議論】

TEM 観察の結果、 WO_3 では蒸発源から離れるにつれて粒子径が直線的に増加することが確認できた。一方 MoO_3 では針状粒子が成長に伴い板状へと形態変化する様子が観察できた (図 1)。その短軸/長軸比は約 0.2 から 0.5 以上へと増加した。

その場 IR 測定では、 WO_3 において蒸発源直上から結晶性ピークが現れ、液滴を経由する核生成は見られなかった。 MoO_3 についても蒸発源直上で結晶性のピークが確認されたが、 970 cm^{-1} のピークの減少から TEM 観察と同様に、針状から板状への形態変化が示された。 MoO_3 の形態変化は、結晶面ごとの表面融解温度の差に起因すると解釈できる。粒子温度が約 $270\text{ }^{\circ}\text{C}$ において $\{011\}$ 面の成長が停止し、直交する面の成長が持続することで、粒子は針状から板状へ変化したと考えられる。

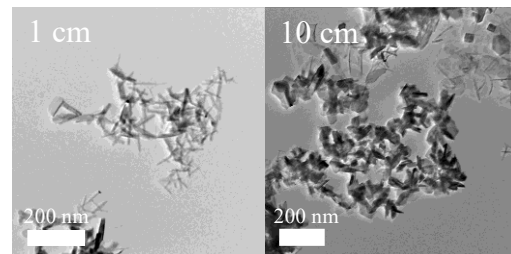


図 1 蒸発源から 1 cm と 10 cm で収集した粒子の TEM 像。

参考文献

- 1) S. Ishizuka *et al.*, *Nanoscale*, 2017, **9**, 10109-10116. 2) S. Ishizuka *et al.*, *Astrophys. J.*, 2015, **803**, 88-93.

Ti-Zr-Nb-Ta 合金における「玉ねぎ組織」の変形挙動

○橋本主希¹、安田天亮¹、川島大器¹、三浦誠司¹、滝沢聡¹、池田賢一¹

¹ 北海道大学

【緒言】周期表 4~6 族の高融点な金属元素群である耐火金属元素を主とする高濃度固溶体合金は、次世代高温材料としての応用が期待されている。我々の研究グループは、そうした耐火金属基高濃度固溶体合金の一種である Ti-Zr-Nb-Ta 合金において、金属組織としては類を見ない 2 相からなる同心球状層状組織（以下「玉ねぎ組織」）を見出した^[1]。本研究ではこの「玉ねぎ組織」の組織形態の総合的な観察・解析および、変形・破壊機構の調査を行った。

【実験方法】合金試料は高純度溶解原料を目標組成となるように電子天秤で秤量し、水冷銅ハース上、非消耗式タングステン電極を用いたアルゴン雰囲気中アーク溶解により溶製した。得られたインゴットはファインカッターを用いて切断し、 5.0×10^{-5} Pa 以下まで減圧した透明石英管に封入して、1350°C/1~168 時間の熱処理を行った。熱処理後の試料に対して、Vickers 試験 (10kgf, 15 秒保持) を行い、試料にマクロなき裂を導入した。そのき裂周辺に対し、複合ビーム加工観察装置 (FIB-SEM) を用いて、き裂進展挙動の 3D-SEM 観察および、SEM-EPMA を用いた組成分析、EBSD 法による結晶学的方位解析、XRD による結晶構造解析を行った。またレーザー顕微鏡下 in-situ 力学試験装置により、レーザー顕微鏡での観察下でブリネル圧子押し込み試験を実施し、変形挙動のその場観察を行った。

【結果】「玉ねぎ組織」は Ti, Zr-rich な黒色の hcp 相と Nb, Ta-rich な白色の hcp 相から構成されており、その組織形成にはスピノーダル分解が深く関係していることが明らかになった。3D-SEM 観察の結果から、2 相界面に沿ってき裂が偏向しながら進展している様子が確認された。き裂の偏向はき裂進展におけるエネルギーの散逸を生じるため、「玉ねぎ組織」はその同心球状構造による材料の強靱化を生じることが期待される。発表においてはレーザー顕微鏡その場試験による、変形挙動観察結果に関しても報告する予定である。

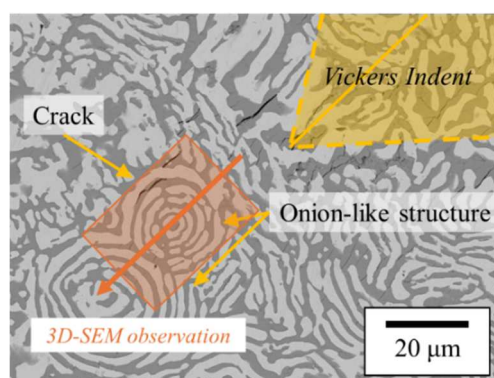


Fig. SEM image of “onion-like” structure and cracks introduced by Vickers indentation test. 3D-SEM observation with FIB-SEM was conducted for the square area around cracks.

[1] 日向颯斗ら, 第 73 回日本金属学会写真賞奨励賞, まてりあ, 62(2023), 5, 294.

究極の汎用電子顕微鏡としての反応科学超高圧電子顕微鏡

○武藤 俊介

名古屋大学 未来材料・システム研究所

【緒言】名古屋大学反応科学超高圧電子顕微鏡 (RS-HVEM、以下 RS と略) は 2010 年よりユーザーへの供用を開始して以来 15 年の時を経て、これまで 80 編以上約 800 頁にわたる公刊論文という形で成果を収めた (図 1)。本講演では、RS のこれまでの歩みを辿りながら材料分析における電子顕微鏡の役割の来し方行く末について私見を交えて概観したい。

【RS の主な仕様】図 2 に設置当時の RS の主な仕様を示した。各要素技術はいわば名古屋大学の半世紀にわたる超高圧電子顕微鏡にかかわる開発の集大成というべきで、その基本コンセプトとして「半日でデータを持って帰れる」というキャッチフレーズを掲げ、空間分解能の更新を捨てたことが大きな決断であった。

【RS による成果】超高圧電子顕微鏡の主な利点は「厚い試料が観察できる」点に尽きる。RS を構成する個々の技術要素は今や最先端のスペックではない。その上で上記利点を最大限生かすために、実用材料への応用を目指し、ソフトからハードにわたる広範な材料の分析事例を紹介する。特に TEM 分析の欠点である元素検出限界を質量分析計搭載によって 3-4 桁改善し、いわゆる「オペランド計測」の分野を開拓した。「一つの計測装置による一度の実験ですべてがわかることはない」ことを強調し、今後は異種計測との連携のためにデータ駆動科学を駆使することが鍵となる。

今回の講演で紹介する様々な成果は、外部ユーザーおよび技術職員の方々の献身の賜物である。ここに心からの謝意を表したい。

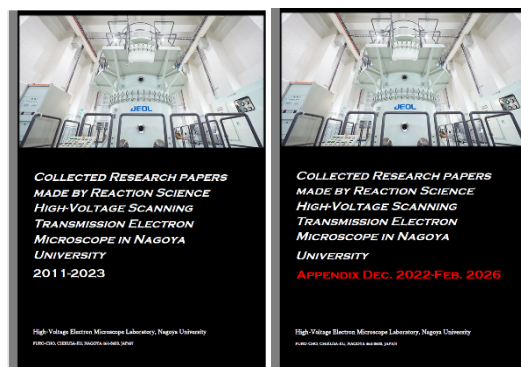


図 1 名大 RS-HVEM による成果論文集.

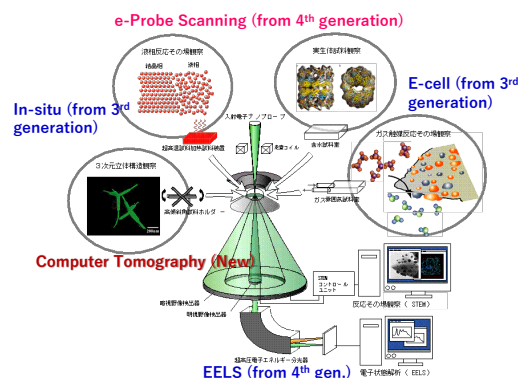


図 2 設置当初の RS の主な仕様.



図 3 現在の RS オペレーションフロアの外観.

光顕-電顕相関観察で解き明かす生命の仕組み

○釜崎とも子

北海道大学 大学院医学研究院 細胞生理学教室

医生物学分野の形態解析においては、組織や細胞、それらを構成する細胞小器官（オルガネラ）・タンパク質複合体などが主な観察対象となる。これらの構造は、マイクロメートル単位からナノメートル単位に渡るサイズであることから、研究者が目的に応じて、光学顕微鏡（光顕）と電子顕微鏡（電顕）の使い所を見極め、それぞれの強みを活かした実験を進める。これに加えて、様々な実験系と各種顕微鏡法を組み合わせることで、形態の特徴や、それを反映した機能を明瞭に示すことが可能になる。これまでに私は、分子細胞生物学的手法と古典的・先端的透過電顕法を組み合わせた光顕-電顕相関観察法を駆使して、細胞の微細構造を定量的に理解することにより、多岐に渡る生命現象における新奇微細構造や形態的仕組みを明らかにしてきた。本講演では、細胞周期に伴う細胞骨格の形成・制御に関する研究、細胞間相互認識メカニズムの研究、そして現在取り組んでいる新奇オルガネラの同定を目指した研究について紹介する。また、これらの成果に至るまでには、それぞれの実験系に合わせた電顕の技術的な工夫も必須であった。この点については、異分野の研究者にも共通すると想像される葛藤や解決策の一端を共有する。

まず初めに、細胞周期に伴う細胞骨格の形成・制御に関する研究では、細胞が正しく二つに分裂するために重要な、収縮環（アクチンリング）および紡錘体の詳細な微細構造を明らかにした。これらの構造は細胞骨格と呼ばれるタンパク質線維で構成されており、その配向は細胞内機能と密接に関係している。それらの研究では、連続超薄切片法や三次元電子線トモグラフィー法によって線維の配向を三次元的に可視化し、徹底的に定量化することにより、全く新しい細胞分裂制御の仕組みを提唱した [1, 2]。次に、細胞間相互認識メカニズムの研究では、超初期がん状態において、新たに生じた変異細胞が正常細胞層から排除される過程を可視化した。細胞間接着部位の細胞膜構造に着目して解析を行った結果、変異-正常細胞間認識の新しい側面を見出すことに成功した [3, 4]。最後に、新奇オルガネラの同定を目指した研究では、定説に当てはまらない小胞の発見の経緯や、この小胞が細胞の劇的な状況変化に対する応答の一つとして機能している可能性について議論する [5]。

[1] Kamasaki *et al.* *J Cell Biol*, 178 (5), 765-771, 2007; [2] Kamasaki *et al.* *J Cell Biol*, 202 (1), 25-33, 2013; [3] Kamasaki *et al.* *iScience*, 24, 102994, 2021; [4] Kamasaki *et al.* *Microscopy*, 24, 102994, 2022; [5] Sato, Kamasaki *et al.* 投稿準備中

ブロイラーに多発する

胸筋異常硬化の組織学的特性からみえてきたこと

○岩崎智仁¹, 長谷川靖洋¹, 渡邊敬文², 山田未知¹, 前田尚之¹,
高橋直紀², 小林良祐², 川崎武志³

酪農学園大学農食環境学群¹, 酪農学園大学獣医学群², 人と鳥の健康研究所³

【緒言】2014 年ごろから世界中のブロイラーで多発している wooden/woody breast(WB)と呼ばれる胸筋の異常硬化については、10 年余を経てその発現の傾向、機序、メカニズムについて少しずつ解明が進んでいる。本報告では、2020 年から 2024 年までに実施した飼育試験で得られたブロイラー144 羽の剖検時体重と WB の発現との関連について調べた。

【方法】上記期間に酪農学園大学附属実験鶏舎で商用ブロイラーの飼育実態に準じた条件で飼育（A 飼育）あるいは給餌制限して体重制御をしながら飼育（B 飼育）したブロイラー用鶏（ROSS308）を 45-48 日齢で剖検し、常法に従い胸筋組織を採材、ホルマリン固定後、パラフィン包埋して薄切し、HE または AZAN で染色した後、光学顕微鏡で観察した。WB は組織観察において、筋線維間の粗鬆化、筋線維間の線維増生が著明に確認できるものとした。

【結果と考察】A 飼育のニワトリの剖検時体重は、2.3-5.5kg の範囲に分布していた。それらのうち、体重が 2.7kg を超えた個体では、胸筋組織における変性、炎症、線維増生（WB に特徴的な変化、以下 WB 変化）が認められ、3.5kg を超える個体群の胸筋組織では約 60%にそれらの変化が認められた。異なる体重の個体であっても WB に特徴的な組織の様相に違いは認められなかった。また、オスはメスよりも生体重が大きい傾向であったが、WB 変化の発現率に関連性は認められなかった。WB 変化が認められる胸筋組織においては、過収縮した筋線維や筋線維内に空砲が形成されている変性筋線維のほかに、膜組織の破壊を伴う筋線維が存在し、内部細胞質（筋原線維）の融解が多く認められた。さらに変性筋線維の再生が行われずに結合組織が肥厚している領域が多く認められた。一連の筋変性を伴う胸肉異常の程度は、胸筋とそれを束ねる結合組織の境目である筋腱接合部の変性の程度と非常によく一致していることを見出した。一方で、B 飼育のニワトリの剖検時体重は 0.7-1.3kg の範囲に分布しており、その胸筋は、正常な骨格筋組織であった。これら組織化学的知見から見えてきた異常硬化胸肉の特徴について説明する。

ナノ触媒による低温核融合の実用化

○武藤正雄¹⁾，北川浩史²⁾
株式会社北海光電子¹⁾，北海道科学大学²⁾

【緒言】

現在のエネルギー状況を俯瞰すると、火力発電が73%を占め、これがCO₂放出の元凶となり地球温暖化が加速されている。そのため脱炭素が喫緊の課題となり、すでに解決策（ソリューション）はクリーンな水素を用いる核融合として掲げられているがその実用化は今世紀中には困難とされ、これでは地球温暖化対策や、その次に迫る化石燃料枯渇に間に合わない。

その実用化について、高温核融合は太陽のような超高温・高圧のプラズマ状態を地上に再現することだが、その格納容器の開発が難題とされているのに対し、近年、触媒により水素の核融合を促しその際発生する核融合熱を利用する低温核融合が注目され、北海道大学でも2017年に実験室レベルで核融合熱の発生に成功し、僅か数100度の加熱で実現し再現性も確認された。（J. Condensed Matter Nucl. Sci. 25（2017）1-25）

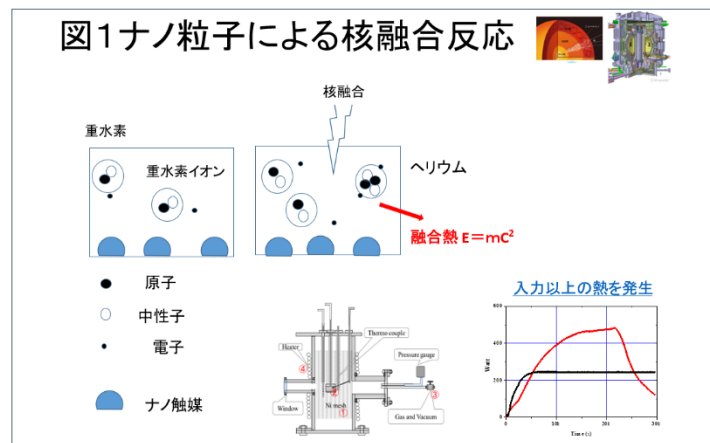
【実用化への取組】

低温核融合の要諦は触媒金属を微粒子化することにより量子ナノサイズ効果が発現し、水素（重水素）のイオン化を促進し、イオン化した水素どうしが融合し、ヘリウムに変換するとともにその際余った微量な質量mが $E=mc^2$ （Cは光速）のエネルギーを放出することである。（図1）

現在は発生熱効率（COP）が2倍以下で、実用化を考えるとCOPが5倍以上必要で、そのために金属触媒のさらなるナノ粒子化が求められている。

スパッタリング装置はナノテクノロジー化の要望に対応し各種ナノ粒子の創製に貢献してきたが、そのスパッタリングの原理に遡り、ナノメートルサイズの粒子を分散よく基盤に敷設する手法を追及し、COP向上に取り組む現状を電子顕微鏡写真を用いて発表する。

図1 ナノ粒子による核融合反応



FIB-SEM による雰囲気遮断サイドエントリー

ホルダリンケージシステムの解析事例

○陳 ヤオ

株式会社 日立ハイテク

リチウムイオン電池の開発において、エネルギー密度や出力に加えて、安全性や耐久性の観点から固体電解質を用いた全固体電池リチウムイオン電池の研究が盛んに行われており、様々な蓄電システムへの応用が期待されている。その中でも、成形性やイオン電導性の高さから硫化物系全固体電池への期待は大きい。リチウムイオン電池は充放電サイクルの反復とともに電池容量が低下し劣化することが知られており、これらの劣化メカニズムを解析することは高性能の電池開発において重要である。しかし、硫化物系固体電解質は大気中での化学的安定性が低く、水分と反応して硫化水素を発生し劣化することが課題であり、その解析には、水分による材料の変質を防ぐために、大気非暴露下での評価が必要である。本講演で、集束イオンビーム-走査電子顕微鏡複合装置(FIB-SEM)を中心とする雰囲気遮断、サイドエントリーシステムを報告する。本システムを用いた代表的なワークフローとして、大気非接触の装置間移動で前処理から TEM 観察まで行い、硫化物系全固体電池の充放電サイクル試験による構造変化を解析した例を報告する。さらに同システムを用いた冷却加工の事例も併せて紹介する。

無磁場電子顕微鏡 JEM-Z200MF (MARS) の特徴とその応用

○奥西 栄治, 前川 達洋, 河野 祐二
日本電子株式会社 EM 事業ユニット

TEM や STEM を用いて磁性材料中の磁壁や磁区を観察する際には、対物レンズを励磁せず、試料から離れた位置にある対物ミニレンズやコンデンサーミニレンズのみを励磁する手法が広く用いられている。この方法では、試料がレンズ磁場の影響を受けず、磁区構造が保持された状態で磁性に関する情報を取得することが可能である。ただし、これらのミニレンズは球面収差や色収差が大きいいため、高分解能での観察には適しておらず、通常は中低倍率での観察に限られる。

一方、磁性材料のような機能性材料においては、原子スケールでの磁気構造の観察・分析が極めて重要であり、磁場の影響を排除した高分解能観察装置の開発が求められてきた。今回紹介する無磁場電子顕微鏡 JEM-Z200MF (MARS) は、無磁場環境下でサブオングストローム分解能を達成した装置である。MARS では、図 1 に示すように、新規設計された 2つの対物レンズが試料の上下に配置され、それぞれのポールピースで発生する磁場が試料面で互いに打ち消され、試料面で実質的に磁場がゼロとなる。この構造により、原子分解能を可能とする電子プローブの形成および透過像の結像が無磁場環境下で可能となる。また、Z 方向への磁場印可を可能とする専用コイルも備えており、局所磁場の制御も可能である。

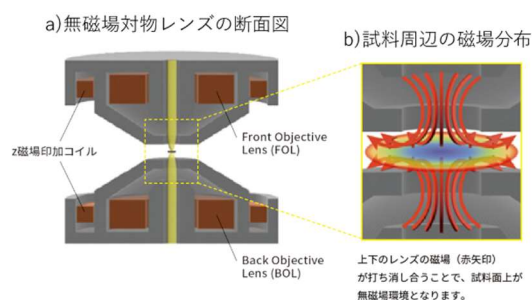


図 1. MARS が備える無磁場対物レンズとその構造

図 2 は、MARS を用いた DPC-STEM によるヘマタイト中の磁場分布の原子分解能観察例である。無磁場環境下で試料の磁気構造が保持され、原子コラムごとの磁化方向が明瞭に可視化されている。

Reference

Y. Kohno et. al, Nature 602, 234 (2022)

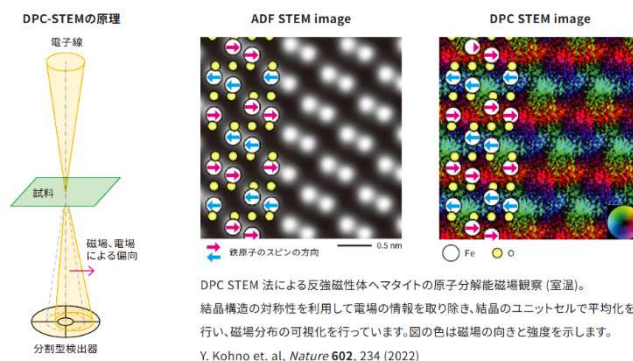


図 2. DPC-STEM による原子分解能磁場観察

MARS : Magnetic field-free Atomic Resolution imaging System

シームレスな観察と自動化がもたらす新しい電子顕微鏡観察

○石丸雅大、山口貴司

サーモフィッシャーサイエンティフィック

【緒言】これまでの電子顕微鏡を用いた微細構造観察では、観察時の検出器選択、EDS 組成分析、試料調製など様々な点でソフトウェアや装置の変更などが生じ、観察の中断が必要であった。また観察後に改めて解析の必要があるなど、観察中の気づきを即時に観察に反映させることは困難だった。定量的な観察結果に資するだけのデータ取得も、長い拘束時間が問題となっていた。近年様々な自動化ソリューションが開発され、この現状が克服されつつある。弊社が提供する様々な自動化ソリューションについてご紹介する。

【使用装置】Thermo Scientific™ Apreo™ ChemiSEM™

Thermo Scientific™ Scios™ 3 FIB-SEM

【結果】Apreo ChemiSEM および Scios 3 は、高い安定性を誇るショットキー型 FE 電子銃とアウトレンズタイプの NICol SEM カラムを共に搭載しており、安定した長時間観察と磁性材料の観察も可能で汎用性が高い上に、様々なアプリケーションが搭載可能だ。Apreo ChemiSEM では常に起動している TrueSight™ EDS システムにより、SEM 観察を行った箇所がそのまま EDS マッピング結果として表示される。またライブでの EDS カウントマップ、定量マップだけでなく、多変量解析を用いたライブ相マッピングも行えるため、観察中に相と微細構造の相関に気付くことができる。更に MAPS™を用いた自動での高倍率観察およびステッチングにより、無人での長時間観察が可能だ。直接検出型 EBSD 検出器 TruePix™も搭載可能で、シームレスなマルチモーダル観察を可能にしている。Scios 3 では、完全自動で TEM 観察試料作製が可能な AutoTEM™ 5 や自動断面箇所作製および観察が行える Auto Cross Section™ (AXS)が搭載可能である。また、新型 ToF--SIMS 検出器と Auto Slice and View™による 3D 観察も行える。このような自動化や観察は、自社での装置およびソフトウェア開発によるため、一気通貫した観察が可能だ。これまで困難だった多量の試料加工や観察の自動化と併せて、観察結果の定量化や新しい知見につながることを期待される。

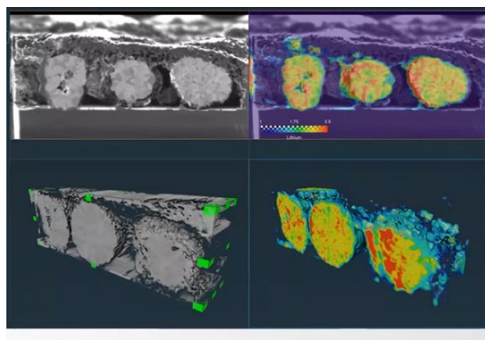


図 1. 3D ToF-SIMS 観察例

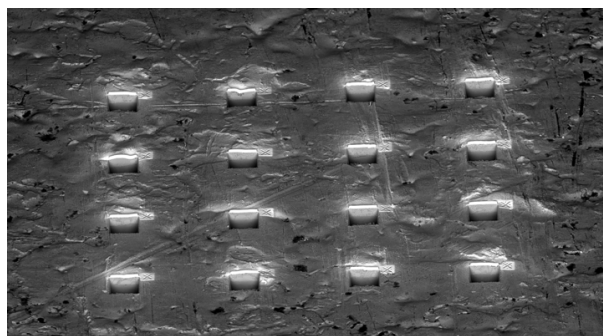


図 2. AXS を用いた断面観察加工例

Spherical Index 法を用いた EBSD パターン指数付けの進化

○吹野 達也

アメテック株式会社 ガタン・エダックス事業部

【緒言】SEM/EBSD 法は結晶方位を基に微細組織を観察・評価することができる手法である。これまで EBSD パターンの指数付けは Hough 変換によるバンド検出とバンドの角度差を用いた 3 バンド法の組み合わせ (Hough Index、HI) により行われてきた。しかし、Hough 変換ではバンド中央の検出が難しいことや面間角度の関係のみから指数付けするため、相分離できる組み合わせが限定される問題があった。

最近ダイナミカルな効果を取り入れた EBSD パターンのシミュレーション技術が実用段階となり、シミュレーションパターンを用いた指数付け法の開発が行われている。当初角度空間上に生成したシミュレーションパターンから平面に投影したパターンセットを作成し、そのパターンセットの中から最も合うシミュレーションパターンを探すという方式を採用していたが、2019 年に取り込んだ EBSD パターンのカメラ長等のキャリブレーションを球面状のシミュレーションパターンと同じ曲率になるように変換し、球面 EBSD シミュレーションパターンと直接パターンマッチングにより一致するところを探し、結晶方位および相の決定を行う Spherical Index (SI) 法が開発された 1)。SI では連続的な角度空間上で実験的に得られた EBSD パターンとシミュレーションパターンを高精度にパターンマッチングにより比較するため、角度分解能の制限を受けず、高い精度で方位の解析を行うことが可能となる。

今回は Spherical Index を用いて、強加工組織の観察、アルミ圧延材の方位差の解析、相分離において、従来の Hough Index と比較し、Spherical Index をにおける指数付けに関して発表を行う。

Carbon Encapsulation on MOF-derived NiCo Bimetallic Nanoparticles

○Wei Jian Sim, Mai Thanh Nguyen, Tetsu Yonezawa

Division of Materials Science and Engineering, Faculty of Engineering, Hokkaido University

【Introduction】 Transition-metal nanoparticles (TM-NPs) such as Ni and Co are promising non-noble electrocatalysts owing to their high activity and low cost. However, they are easily oxidized, which degrades catalytic stability. Carbon encapsulation offers an effective strategy to protect TM-NPs from oxidation while maintaining high conductivity. In this work, we synthesized NiCo bimetallic nanoparticles encapsulated in nitrogen-doped graphitic carbon derived from metal–organic frameworks (MOFs), aiming to enhance oxidation resistance and long-term electrochemical performance.

【Experimental】 NiCo–MOFs were synthesized by coordinating $\text{Co}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ and $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ with 2-methylimidazole and 4,4'-bipyridine at room temperature. The obtained precursor was sintered at 800 °C under a nitrogen atmosphere for 2 hours to yield NiCo nanoparticles embedded in a carbon matrix. Morphological and compositional analyses were conducted using STEM and EDS to confirm particle dispersion, alloying, and encapsulation quality.

【Results】 STEM images revealed NiCo nanoparticles (10–20 nm) uniformly dispersed within graphitic carbon layers. Lattice fringes corresponding to the (002) plane of carbon and homogeneous Ni/Co distribution confirmed alloying and full encapsulation. Larger unprotected particles showed oxide shells, while encapsulated NiCo cores remained metallic after air exposure. Cyclic voltammetry over 5000 cycles demonstrated that NiCo@C retained about 90% of its initial activity, outperforming Co@C. The results highlight that MOF-derived N-doped carbon effectively prevents oxidation and enhances durability.

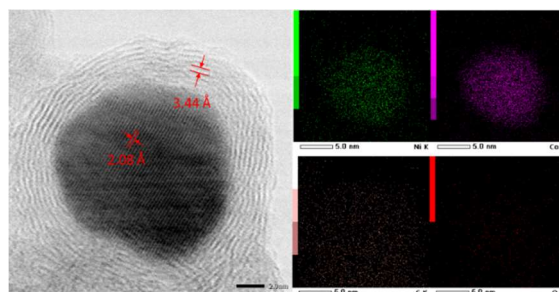


Figure 1. N-doped carbon encapsulated NiCo bimetallic NP showing clearly a layer of graphitic carbon encapsulating the NP. EDS mapping confirms the presence of both Ni and Co in the NP.

酸化亜鉛に担持した Pd 単原子触媒の STEM 観察と MgH₂ との複合物質の水素放出特性

○根子拓也¹、Mohd Azri Azizi Bin Ismail¹、中川祐貴²、柴山環樹²

¹北海道大学大学院工学院、²北海道大学大学院工学研究院

【緒言】MgH₂ は高い重量・体積水素密度を持つことから水素吸蔵材料として有望であるが、水素の吸蔵・放出速度が遅いため、反応に高い温度が必要である。特に、Pd 単原子やナノ粒子触媒は高い触媒活性を持ち、MgH₂ の吸放出速度の改善に有効であることが報告された^[1]。本研究は先行研究^[2]で報告されたボールミルと加熱を用いた手法によって Pd 単原子触媒の作製を試みた。また、得られた触媒を MgH₂ とボールミルにより複合化し、その水素放出特性を評価した。

【実験方法】亜鉛(II)アセチルアセトナート(Zn(C₅H₇O₂)₂、東京化成工業製、純度>96%)とパラジウム(II)アセチルアセトナート(Pd(C₅H₇O₂)₂、東京化成工業製、純度>98%)を質量比 400:1 で 400rpm, 10 時間のボールミリングにより複合化した。この試料を 400℃で 2 時間大気加熱をしてアセチルアセトンを分解し、触媒(Pd_{0.0019}@ZnO)を作製した。また、Zn(C₅H₇O₂)₂のみを同様の条件で加熱をし、ZnO も作製した。収差補正 STEM(JEM-ARM200F NEOARM)を用いて、200 kV で触媒試料の観察を行った。Pd_{0.0019}@ZnO 及び ZnO に 85wt% の MgH₂ をボールミリング(400rpm, 2h or 10h)で複合化し、示差熱天秤-質量分析(TG-DTA-MS)により、昇温速度 15℃/min で水素放出特性を評価した。

【結果・考察】図に示す HAADF 像より、ZnO には観られなかった多数の輝点が Pd_{0.0019}@ZnO で観られた。Pd(原子番号 Z=46)は Zn(Z=30)よりも重元素であるため、この輝点は Pd であると考えられる。また、TG-DTA-MS 測定より 10h ミリングした Pd_{0.0019}@ZnO 複合物質の水素放出ピーク温度は 346℃

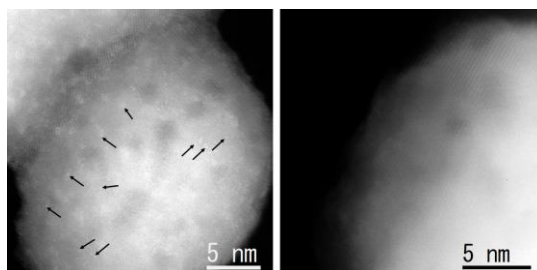


図. (左)Pd_{0.0019}@ZnO, (右)ZnO の HAADF 像.

であり、ZnO との複合物質よりも水素放出温度が 12℃程低下した。ミリング時間については、2 時間よりも 10 時間の試料の水素放出温度が低下することが分かった。以上より、Pd_{0.0019}@ZnO とのミリング複合化により MgH₂ の水素放出温度を低下させることができ、本触媒により水素放出速度が向上したと考えられる。

[1] N. Xu *et al.*, J. Mater. Sci. Technol., 191 (2024) 49-62.

[2] X. He *et al.*, Cell Rep. Phys. Sci., 1 (2020) 100004.

本研究は、文科省 ARIM 事業(JPMXP1225HK0033)の支援を受けて実施された。収差補正 STEM 観察について、北大 谷岡隆志氏のご協力に厚くお礼申し上げます。

水中光合成を用いたタングステン酸ナノ結晶の 核形成機構解明

○高松和生、林學毅、Melbert Jeem、張麗華、石田倫教、大沼正人、渡辺精一
北海道大学工学院，北海道大学工学研究院

【緒言】光を吸収して発電や発光、触媒反応などの応答を示す光機能材料は、環境にやさしい材料の1つとして注目されている。その代表的な材料の1つにタングステン酸 ($\text{WO}_3 \cdot n\text{H}_2\text{O}$ ($n:0\sim2$)) があげられる。この材料は、無毒で安定性に優れているなどの特徴からエネルギー変換や環境浄化など様々な分野での応用が期待されている。しかし、この材料の従来の作製方法は、環境負荷が大きいという課題がある。そこで近年、水中で金属に光を照射して金属酸化物ナノ構造体を作製する水中結晶光合成法 (SPSC) [1,2]が注目されている。この方法は、簡便で環境負荷が小さいといった利点がある。しかし、SPSC によって生成されるナノ結晶の核形成過程や成長メカニズムについては十分に解明されておらず、その詳細な理解が必要とされている。本研究では、SPSC によりタングステン酸を作製しながらナノ粒子の調査を行い、SPSC を用いた核形成機構の解明を目的とした。

【実験方法】金属 W を濃度 10 wt% の H_2O_2 に溶解させ、W イオン溶液を作成した。この溶液を PMMA 製のキュベットに入れて、UV 光 ($20 \text{ mW}/\text{cm}^2$, $\lambda=365 \text{ nm}$) を照射しながら3日間その場 X 線小角散乱 (in situ SAXS) 測定を行い、UV 照射により作製されたタングステン酸ナノ粒子の構造解析を行った。また、作製した試料を数時間ごとに回収し、走査型透過電子顕微鏡 (Cs-STEM) を用いてナノ粒子表面の観察を行った。さらに、UV-Vis-NIR を用いた吸光度測定を行った。

【結果】UV を照射してから 24 時間後の試料の HAADF-STEM 像を Fig1 に示す。この図から、粒径が約 1nm の $\text{WO}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ が生成されたということが推定された。UV をさらに照射し続けることでナノ粒子が凝集し、成長していく様子が確認された。また、SAXS では、STEM 観察と同様のサイズの粒子の形成を確認し成長が一時的に停滞する時間帯が確認され、その後臨界核形成が起こること示唆された。以上のことから、SPSC によるメカニズムは、UV を照射することでタングステン酸の核が形成され、その後形成と崩壊を繰り返し、臨界核形成が起こった後ナノ粒子が凝集し粒径の粗大化が起こり、最終的にプレート上の結晶が形成されるというプロセスであることが明らかとなった。

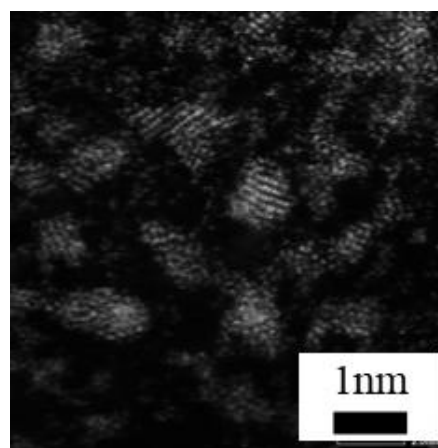


Fig.1 HAADF image of $\text{WO}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$
after 24 hours of UV irradiation

[1] M. Jeem, et al., *Sci. Rep.*, 5. (2015), 11429

[2] M. Jeem, et al., *Adv. Mat.*, 35. (2023), p.2305494

小惑星中のフランボイダルマグネタイトの再現に向けた

サブ μm マグネタイト粒子の合成

○近藤智仁、榊原雅也、山崎智也、木村勇氣

北海道大学低温科学研究所

【緒言】フランボイダルマグネタイトは、始原的な小惑星由来の試料中に観察されるサブ μm サイズのマグネタイト粒子の集合体である。46 億年前に水質変成によって形成されたと考えられているが、詳細な形成条件は知られていない。これを明らかにするため、本研究では、共沈法による再現実験を行った。鉄塩溶液へのアンモニア水の直接滴下では、直径 20 nm 程度の小さな粒子しか得られなかったため、アンモニア水の気液平衡を用いて pH の上昇を緩やかにし、低過飽和度条件下でより大きな粒子の合成を試みた。

【実験方法】鉄塩溶液 (FeCl_2 : 0.03 M、 FeCl_3 : 0.06 M) をアンモニア水と共に PTS 袋に入れ、窒素ガスを充てんし、密閉した。反応終了後、試料を採取し洗浄、グリッドに滴下して TEM 観察を行った。

【実験結果】電子回折図形から、沈殿試料中の粒子が主にマグネタイトであることを確認した。室温で合成し、TEM 観察を行ったところ、アンモニア水濃度の減少、鉄塩溶液量の増加に伴い、マグネタイトの粒子径は増加した (図 1)。特に、鉄塩溶液 20 ml、0.6 %アンモニア水 82 ml を用いた合成では、フランボイダルマグネタイトに類似した 100 nm 以上の粒子の集合が見られた (図 1 右)。一方、マグネタイトの粒子径上昇に伴い、赤金鉱や鱗鉄鉱といった、副生成物の量も増加した。これは、前駆体であるフェリハイドライトが、pH の上昇によって Fe^{2+} と反応しマグネタイトになる前に、安定鉱物に変化したものだと考えられる。また、低温での合成では、室温での合成では見られなかったフェリハイドライトが観察され、低温環境がフェリハイドライトから赤金鉱や鱗鉄鉱への結晶化を抑制したと考えられる。

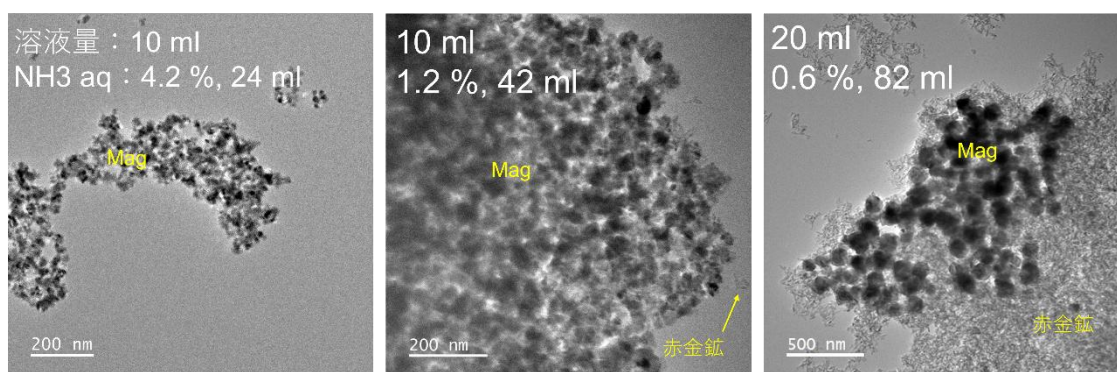


図 1 室温で鉄塩溶液量、アンモニア水濃度、量を変化させて合成したマグネタイト粒子の TEM 像。右にはマグネタイトの他に赤金鉱や鱗鉄鉱が見られる。

レーザー加熱を用いた液体セル TEM による氷－水界面のその場観察

○浅井勇志, 山崎智也, 榊原雅也, 木村勇氣

北海道大学低温科学研究所

はじめに

これまで氷と水蒸気の界面に存在する疑似液体層 (G. Sasaki et al. 2012) については多くの研究がなされてきた。また、氷と水の界面には通常の水と異なる物性を持った未知の液体層があることが報告されており (H. Niinomi et al. 2020, H. Niinomi et al. 2022)、氷界面の研究が続けられている。一方で、分子レベルの水水平分解能で氷－水界面を観察した事例は限られており、透過型電子顕微鏡 (TEM) で観察することで、水の融液成長の詳細なメカニズムや欠陥の起源などを明らかにできると期待できる。本研究では、氷－水界面を観察することを目標の一つに開発したペルチェ冷却ホルダー (T. Yamazaki et al. 2023) を用いて、液体セル内の水を冷却することで、氷を TEM で観察した。さらに、レーザー照射によって氷をその場で部分的に融解させ、生じた水と氷の界面を TEM 観察することを試みた。

実験結果

まず、純水をアモルファス窒化シリコンの薄膜を観察窓として備えた液体セルの中に封じた。これにより、高真空の TEM 鏡筒内でも液体の観察が可能となる。液体セルをペルチェ冷却ホルダーの先端に取り付けて、TEM 鏡筒内に挿入した。この際、TEM の真空により液体セルが膨張することを示す中心部分が暗く、角が明るい像が観察された (図 1)。

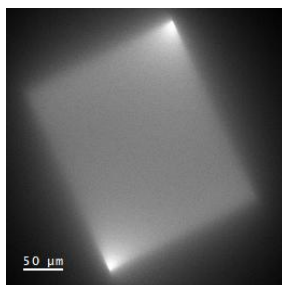


図 1. 液体セルに封入した水の TEM 像

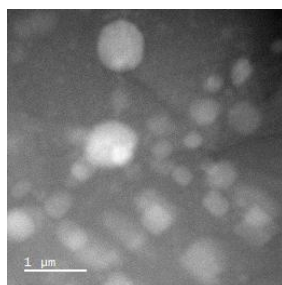


図 2. 気泡を含む氷の TEM 像

その後、ホルダーに内蔵されたペルチェ素子と -20°C の冷媒を用いてホルダーの先端を冷却した。すると、気泡の生成を示唆する弱いコントラストが多数観察され、一部ファセットしているものも確認された (図 2)。このことから、TEM 内で水を凍らせて氷が得られたと結論付けられる。取得した

電子回折パターンは、Recipro (Y. Seto and M. Ohtsuka, 2022) によってシミュレートした氷 Ih の回折パターンと一致し、氷 Ih の存在が確認できた。さらに、液体セル内の氷にレーザーを照射した。すると、氷内の気泡が動く様子が観察されたので、形状や挙動について解析を行った。最終的には氷が後退、融解して、視野全体が水で覆いつくされる様子が確認された。これにより、視野内に氷－水界面を能動的に用意出来たと考えている。

Effect of cold rolling and annealing conditions on microstructure of diffusion bonded $\text{Cr}_{0.8}\text{FeMn}_{1.3}\text{Ni}_{1.3}$ / F82H joint

Qingyan Xue^{1*}, Naoyuki Hashimoto², Hiroshi Oka², Shigehito Isobe²

¹Graduate School of Engineering, Hokkaido University, Sapporo, Japan

²Faculty of Engineering, Hokkaido University, Sapporo, Japan

【Introduction】 Nowadays, the demand for high-performance and multifunctional materials has reached unprecedented levels, particularly in the nuclear energy field. High-entropy alloy (HEA), Co-free $\text{Cr}_{0.8}\text{FeMn}_{1.3}\text{Ni}_{1.3}$, offers good irradiation resistance. However, the application of HEAs in the nuclear industry remains limited due to incomplete research on the welding processes of HEA joints. Cold rolling (CR), a process that refines the grain size and introduces dislocations, which improves diffusion behavior and joints quality. This study focuses on investigating the role of cold rolling in diffusion behavior in $\text{Cr}_{0.8}\text{FeMn}_{1.3}\text{Ni}_{1.3}$ /F82H joints.

$\text{Cr}_{0.8}\text{FeMn}_{1.3}\text{Ni}_{1.3}$ were arc-melted, homogenized at 1160 °C 24 h, CR 20% and 30%, followed by stress-relief annealing at 1000°C for either 2 or 4 h. Diffusion bonding with F82H steel were successfully welded using the Spark Plasma Sintering (SPS) technique at 800°C. Analysis of microstructures (EPMA, TEM, SEM, EBSD) were conducted for joints. Mechanical properties were evaluated by SS-3 tensile testing.

CR largely refined the grain size of $\text{Cr}_{0.8}\text{FeMn}_{1.3}\text{Ni}_{1.3}$. CR 20% followed by 2 h annealing of HEA ingots resulted in refinement of grain size (150.99 μm) and increase of dislocation density ($8.18 \times 10^{11} \text{ m}^{-2}$). Increasing the CR degree and annealing time to 30% and 4 h resulted in the finest grain size (106.54 μm) and the largest diffusion distance (25.8 μm). This process also yielded the highest UTS (460 MPa) and ductility (~14%) due to optimized recrystallization, refined grain size. Furthermore, the Cr-rich BCC precipitate was observed near the interface, the precipitates show a tendency to precipitate on dislocations. Which indicates that dislocation provides pipe diffusion channel for Cr.

RAFM 鋼の照射損傷組織に及ぼす粒界の影響

○田岡志都、橋本直幸、岡弘、礒部繁人
北海道大学工学研究院 材料科学部門

【緒言】原子炉構造材料は、中性子照射による原子のはじき出し損傷を受け、中長期的稼働により経年劣化が生ずることが知られている。一方、材料中の結晶粒界は、はじき出し損傷で生じる点欠陥のシンクサイトとして機能するが、その強度は粒界の結晶学的性格に依存すると考えられる。本研究では、核融合実証炉（DEMO 炉）の第一壁用構造材として期待される低放射化フェライト／マルテンサイト鋼 F82H を用い、粒界性格と照射損傷組織との関係を明らかにし、照射下における損傷組織変化を空間的に把握することを目的とした。

【方法】F82H 鋼を 800℃で 3 時間熱処理してマトリクス中の転位を除去後、電解研磨により電子顕微鏡観察用薄膜試料を作製した。続いて、超高圧電子顕微鏡（HVEM）を用い、損傷速度 5.3×10^{-4} dpa/s、照射温度 400℃で最大 2.0 dpa まで粒界近傍に電子線照射を行い、損傷組織変化のその場観察を実施した。照射後は、高分解能電子顕微鏡（HRTEM）を用いて、粒界のひずみ分布を解析するとともに粒界面の原子密度比（ADR: Atomic Density Ratio）を算出し、粒界近傍に生じた欠陥欠乏領域（DZ）との関係を調査した。

【結果】F82H 鋼中における各種粒界の ADR を Fig.1 に示す。旧オーステナイト粒内の約 7 割の粒界が $ADR \approx 1$ であることが分かった。Fig. 2 に、粒界の ADR と DZ 幅の関係を示す。 $ADR \approx 1$ の粒界を除けば、ADR と DZ の幅は相関関係にある様に見えるが、 $ADR \approx 1$ の粒界においては必ずしもそうではなく、粒界間の距離が欠陥分布に影響を及ぼしている可能性がある。また、粒界ひずみ間隔と DZ 幅には明確な線形関係が見られ、粒界のシンク強度が ADR 及び粒界のひずみ分布と密接な関係にあることが示された。本実験の結果は、結晶粒界の点欠陥に対するシンク強度が粒界の ADR 及びひずみ分布を用いて定量的に整理でき、複雑な組織における照射損傷組織分布の精緻な予測に貢献する可能性を示した。

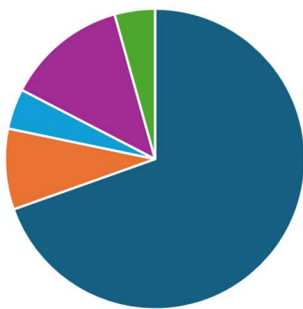


Fig.1 Trend of atomic density ratio at grain boundary of F82H.

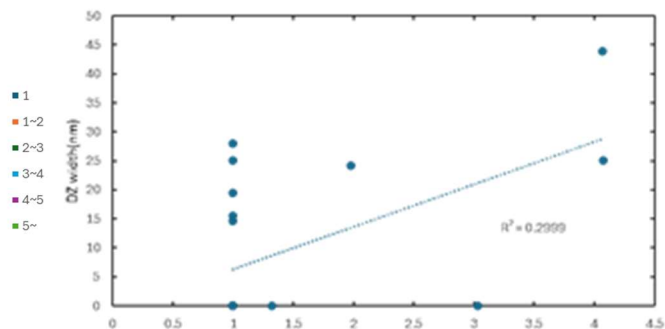
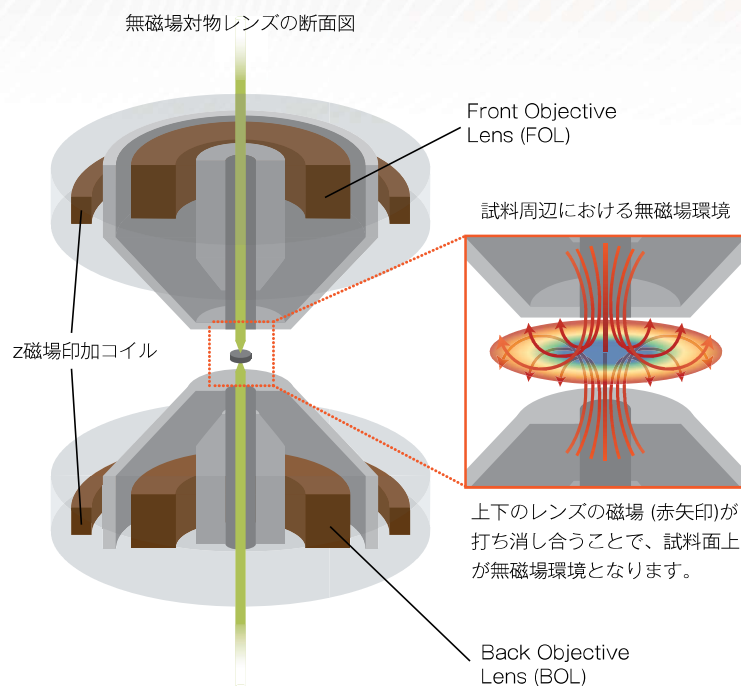


Fig.2 Relationship between atomic density ratio of grain interface and DZ width.

JEM-Z200MF

無磁場電子顕微鏡

JEM-Z200MFは、試料に強磁場を印加することなく高分解能観察を可能にする無磁場対物レンズを搭載した電子顕微鏡です。高次収差補正が可能なコレクターシステムを搭載することにより原子分解能観察を実現しています。



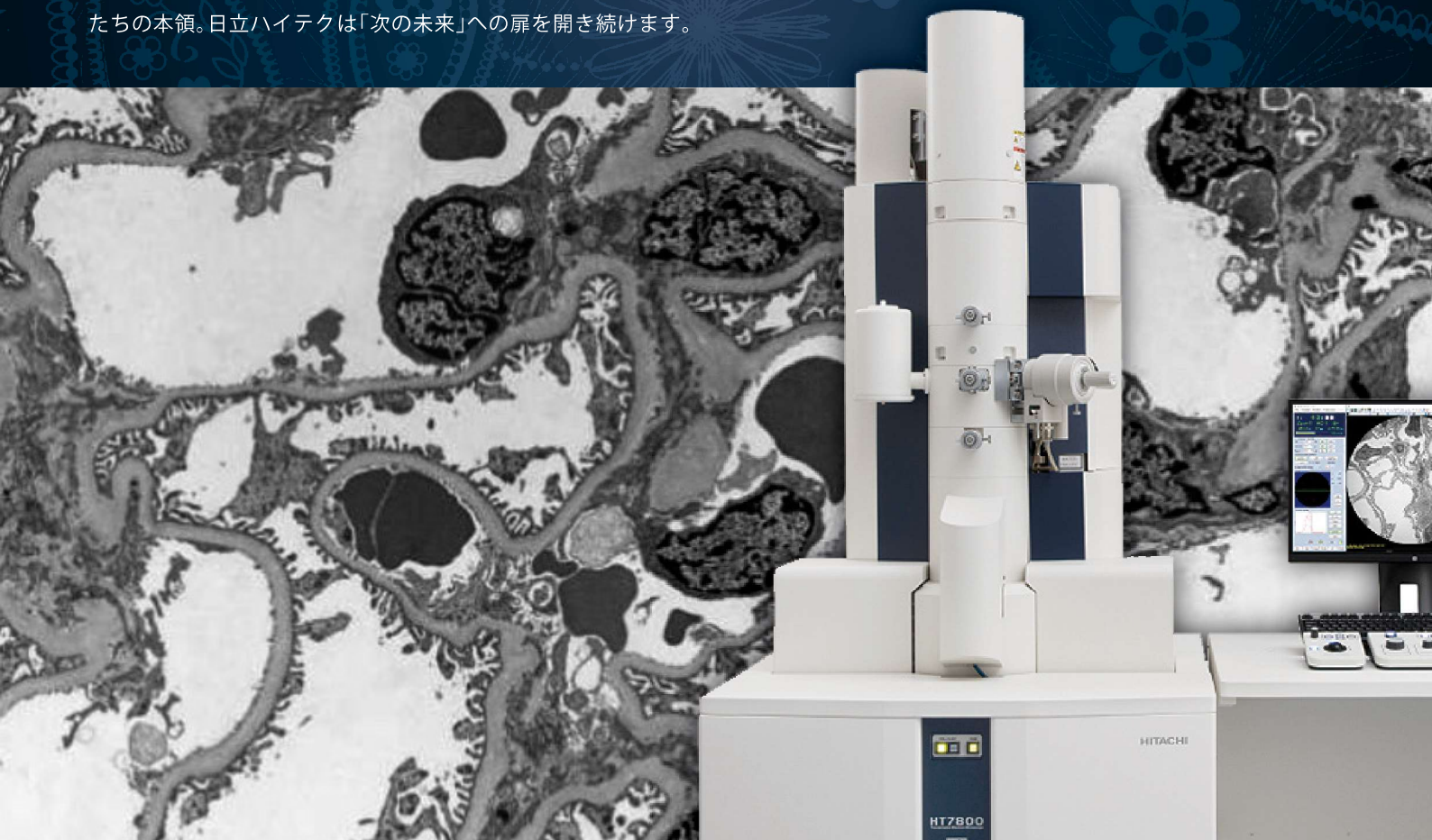
JEM-Z200MF の詳細はこちら ▶



行こう。 その次の 未来へ。

HITACHI
Inspire the Next

～エイズウィルスのSEM像の観察成功～ ～小惑星探査機「はやぶさ」が持ち帰った、イトカワの微粒子解析のための新技術と環境の開発～ 今ある技術を磨き、発展させることはもちろん大切。でも、それだけでは私たちがこれまでにしえた、数々の技術的成果（ブレイクスルー）は実現しません。あらゆる「発想」のその上を「発想」しろ。あらゆる「夢」のその先を「夢」見ろ。これがわたしたちの本領。日立ハイテクは「次の未来」への扉を開き続けます。



未来を見るキカイ



卓上顕微鏡
Miniscope® TM4000
シリーズ

パラフィン切片の観察をはじめ、光学顕微鏡との垣根をなくす、卓上SEM。前処理を軽減し、迅速・簡便な画像取得を実現。



走査電子顕微鏡
SU3800

日立独自の高感度低真空検出器を搭載し、低真空化における高い観察能力を実現。広角の形態観察像から切片のSTEM観察まで幅広く対応可能な汎用SEM。



超高分解能電界放出形
走査電子顕微鏡
SU8600

10Vの極低加速観察から高速分析まで幅広い用途に対応するFE-SEM。自動データ取得支援機能や最大40k画素での高解像度データ取得、CLEM、Array Tomographyなど多様なアプリケーションに対応。



超高分解能電界放出形
走査電子顕微鏡
SU9000II

SEMならびにSTEM性能を強化した日立FE-SEMのフラッグシップモデル。常に高スループットで超高分解能イメージを提供。



透過電子顕微鏡
HT7800 シリーズ

高コントラスト観察と高分解能観察を両立する複合対物レンズを搭載。ルーティンワークも可能にする革新的な操作性と各種自動機能を備え、幅広い分野の要求に応える汎用TEM。



リアルタイム
3D アナリティカル
FIB-SEM 複合装置
NX9000

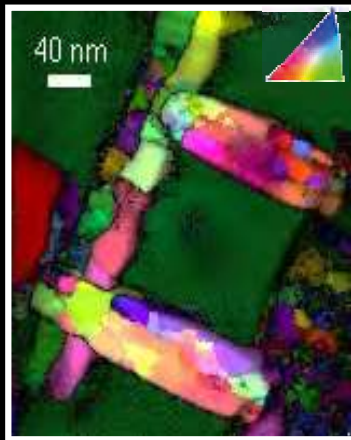
SEMカラムとFIBカラムを直角に配置したFIB-SEM。FIBによる断面作製とSEM観察の繰り返しによる三次元構造解析に最適なカラムレイアウトを実現。

ASTAR / TopSpin

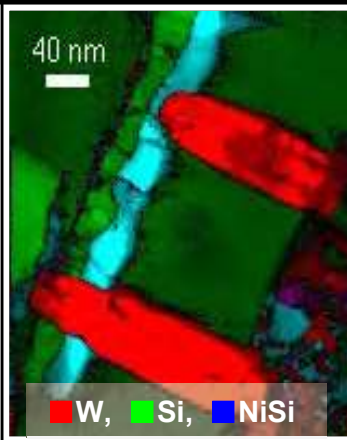
TEM Orientation Image Analysis

NanoMEGAS社では、電子線の走査とプリセッション照射法を組合せ、TEMによる結晶方位マップを可能にしました。連続的に得られた回折パターンは、テンプレートマッチング法により確実に指数付けされます。このテンプレートマッチング法は、SEM/EBSD法よりも優れた相分離性を示し、触媒表面等の微小な結晶構造の変化も検出可能としました。またTEMの優れたファインプローブの使用により、従来のEBSD法では考えられない、高空間分解能の結晶方位マップを実現しています。プリセッション照射では、照射角を大きくすることで、ダイナミカルな効果を低減した回折パターンの取得が可能となります。この状態で試料を連続的に傾斜させながら回折パターンを取得することで、ディフラクシونتモグラフィも実現しています。これによりTEMを用いた結晶構造解析が大きく進展しました。

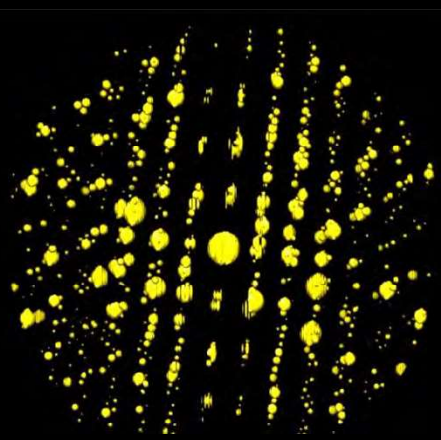
IPF 結晶方位マップ



相マップ



半導体ビア部断面の測定例:
10nmφ以下の結晶粒の指数付けや、相分離も正確に行われていることが判る。



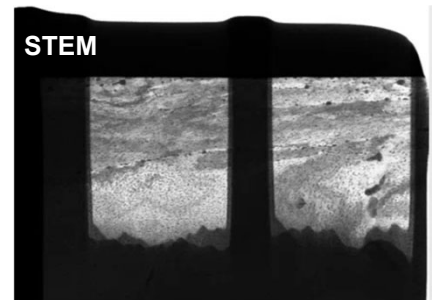
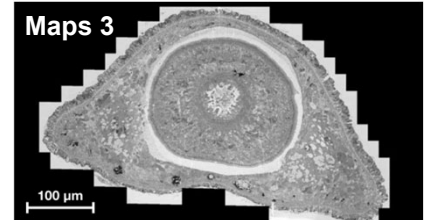
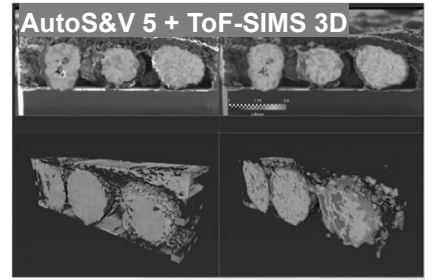
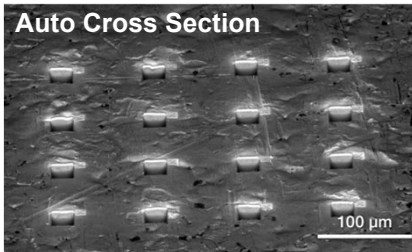
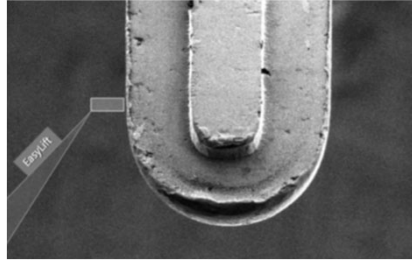
ディフラクシونتモグラフィの例:
試料傾斜角+/- 60°で連続的に取得し、3次元に再構築した例。

 **NanoMEGAS**
Advanced Tools for electron diffraction

 **TSL**
solutions

株式会社 TSL ソリューションズ

252-0131 神奈川県相模原市緑区西橋本5-4-30 SIC2-401
e-mail: info@tsl-japan.com, Homepage: www.tsl-japan.com



Scios 3 FIB-SEM

アウトレンズタイプSEMと完全自動TEM試料調製を搭載。
汎用性の高さはそのままに、機能性をさらにUP。

Thermo Scientific™ Scios™ 3 DualBeam™は、高い信頼性を誇る自動化されたワークフローにより操作の煩雑さを解消し、高生産性と高品質データ取得を両立させます。断面観察や3D特性評価、TEM試料調製といった一般的なFIB-SEMワークフローは、自社開発によるワンベンダーの構成によって、一元的かつ簡単に管理や操作を行うことができます。柔軟性を重視して設計されたScios 3 DualBeamは多様な材料の包括的な分析を可能にし、様々な研究分野における理想的なソリューションです。

- **高安定性ショットキー電子銃**
 - 安定した輝度をもたらすショットキー電子銃によって、長時間の自動観察が可能
- **NICoIカラムによる多彩な観察結果**
 - アウトレンズタイプでも高分解能観察が可能なNICoIカラム
- **Tomahawk HTイオンカラム (Scios 3S)による大電流加工と微細加工の両立**
 - 100nAの大電流加工と良好なSIM像が可能
- **様々な自動化メニューと分析手法**
 - 完全TEM観察試料調製を可能にするAutoTEM™ 5
 - 自動断面作製および観察が可能なAuto Cross Section™
 - 自動3次元加工観察データ取得可能なAuto Slice & View™
 - 高分解能観察と広域観察を両立するMaps™



詳細はこちらをご覧ください thermofisher.com/EM

© 2023 Thermo Fisher Scientific Inc. All rights reserved.
All trademarks are the property of Thermo Fisher Scientific and its subsidiaries unless otherwise specified.

お問合せ先：
サーモフィッシャーサイエンティフィック
日本エフイー・アイ株式会社営業部
〒140-0002 東京都品川区東品川4-12-2 品川シーサイドウエストタワー1F
Email: JPTOK.sales-jp@thermofisher.com | TEL 03-3740-0970

thermo scientific

From Eye to Insight

Leica
MICROSYSTEMS

最先端の精度で自動化を インテグレーション

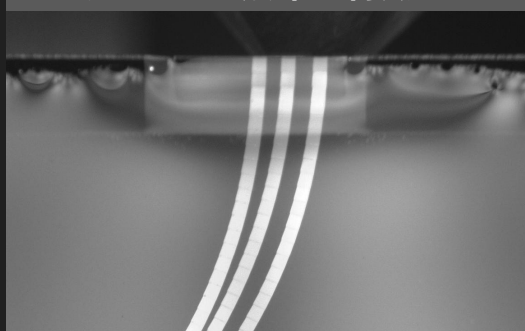
超薄切片作製用ウルトラミクロトーム

UC Enuity

自動化技術でよりスマートに



すべての切片を有効に



安定した凍結切片作製を実現



- 起動時のイニシャライズを含め、各種自走系機能の設定を包括して、自動セットアップ
- 各種ソフトウェアパッケージでアプリケーションに合わせた機能追加できる拡張性
- 精密な温度制御とクライオチャンバーにより、凍結切片作製の安定性と操作性を継続
- クライオトランスファーシステムを使用したワークフローの接続が可能
- アレイトモグラフィ向け高品質リボン状超薄切片を、基板上に効率的に回収
- 蛍光実体顕微鏡観察像や μ CTスキャンデータを用いたターゲットのトリミングなど、先進的な拡張性も



UC Enuity 製品情報はこちら
QRをスキャンしてください

試薬・理化学機器の検索・発注ができる
研究者のための総合購買サイト

e*e-laboservice*

<https://www.e-laboservice.com/>



わが社は、試薬・理化学機器のトータルサービスの提供を通して、医学をはじめとする科学分野の発展に貢献することを使命とし、心豊かな地球環境の創造と、社員の物心両面の幸せの実現を目指す企業として歩み続けます。

[バイオ関連試薬・理化学分析機器・臨床検査機器・診断薬]



北海道和光純薬株式会社

〒001-0015 札幌市北区北15条西4丁目1番16号 TEL 011-747-2811(代表) FAX 011-747-2934

URL <http://www.hwako.com>

ご注文専用Mail hokkaido@hwako.co.jp

研究試薬・理化学機器・事務機器の総合商社



株式会社コンドウサイエンス

Kondo Science, Inc.

担当：松山

〒065-0022

北海道札幌市東区北 22 条東 1 丁目 2-22

TEL : (011) 733-1777 FAX (011) 733-1778

URL : <http://www.k-science.co.jp>

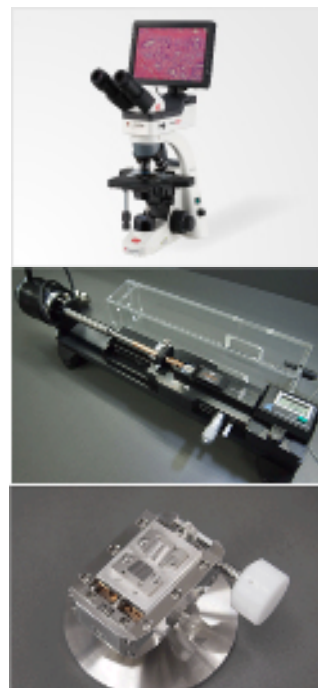
e-mail : matsuyama@k-science.co.jp

〔主要取り扱いメーカー〕

Gatan・日本電子・メルビル(TEM・SEM ホルダー・特注ホルダー)

日新 EM・応研商事・EM ジャパン・田中貴金属販売(株)・キーエンス

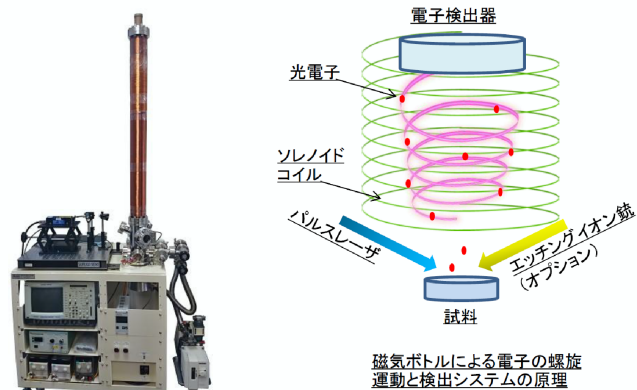
オリンパス・島津理化・シグマアルドリッチ(試薬)・純正化学(試薬) ・



MyPEEM 光電子顕微鏡



TOF-*e* 型仕事関数測定装置



TEM 用 PEEM ホルダー



株式会社 北海光電子

光電子で未来を創出します

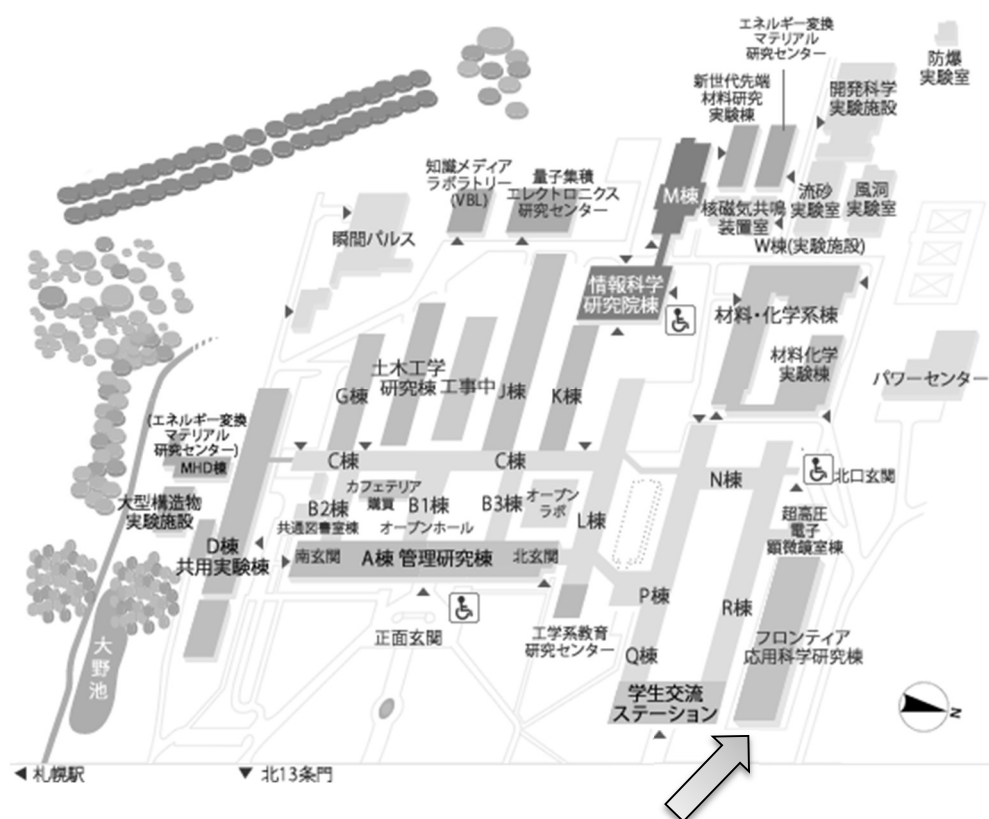
【会場案内図・工学部まで + 懇親会会場】



懇親会 会場：

北海道大学インフォメーションセンター エルムの森
カフェ de ごはん
札幌市北区北8条西5丁目

【現地会場案内図・工学部内】



学術講演会・支部集会 会場

フロンティア応用科学研究棟 2F・セミナー室 2

学術講演会・支部集会 会場：

北海道大学工学部フロンティア応用科学研究棟 2F

セミナー室 2

札幌市北区北 13 条西 8 丁目

令和 7 年度公益社団法人
日本顕微鏡学会
北海道支部学術講演会 講演要旨集

発 行 日	令和 7 年 11 月 27 日
編集・発行	公益社団法人 日本顕微鏡学会 北海道支部 支部長 永山昌史