

出張期間	平成25年12月12日 ~ 平成25年12月13日
用務先	東京大学工学部武田ホール
目的	JEOL TEM ユーザーズミーティング2013参加

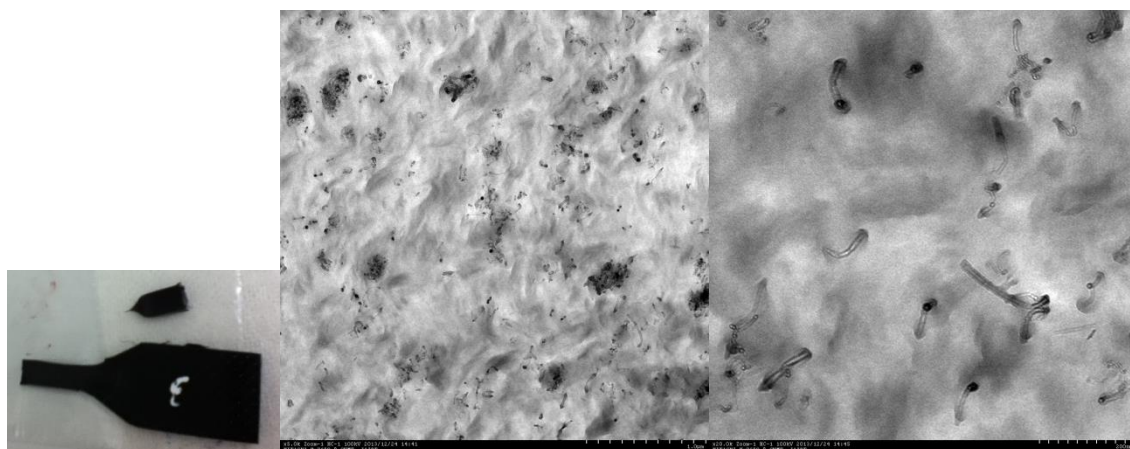
JEOL社製TEMを利用しているユーザー向けに、ユーザーズミーティングが毎年開催されており、TEMに関する最新の技術や、製品の紹介、また、それらを用いて行われた研究の紹介などの講演が行われている。本年も参加させて頂いて最新の技術情報を得ることができた。モノクロメーター電子銃を搭載したJEM-ARM200Fの紹介があった。電子のエネルギー幅が30meVにまで到達できることが確認されている。ゼロロススペクトルの比較では、通常のショットキー型電子銃での半値幅0.6eVに対して、モノクロメーター電子銃では同0.07eVまでエネルギー幅を小さくすることができる。この装置では、高圧タンクにも工夫がされていて安定した高電圧を供給することが可能である。この装置は、EELSを非常に高い分解能で測定することが可能であるのはもちろんのこと、色収差の問題が大きくなっていく低加速電圧での観察にも有効である。他に、産業技術総合研究所の末永和知先生によるご講演があった。加速電圧が15kV-60kVという低加速電圧の透過電子顕微鏡による単原子スペクトロスコピーというテーマであった。収差補正器が通常のCEOS社のものと異なったデルタ型という最新のもので搭載されており、通常では45mrad程度の非点の無い領域が得られるのに対して、それが71mradにまで拡大されており、広い領域を観察に使用できる。このことで、低い加速電圧でも高い分解能が得られるということである。電子線によるノックオンダメージが問題となってくる加速電圧は、例えばグラフェンでは80kV、特にグラフェンのエッジにおいては35kV程度であるとのことである。この装置を用いて、60kV, 30kVでの観察をしているとのことである。30kVの低い加速電圧においても、Si110面におけるSi原子のダンベル構造が分解できる分解能を有している。非常に低い加速電圧における原子レベルでの高分解能観察が可能となっている。なお、展示会場でライカマイクロシステムズ社の、高分子試料をウルトラマイクロトームで切削する前などに使用できる、トリミングシステムのデモ機が目にとまった。本学においても、ウルトラマイクロトームで作製した高分子試料のTEM観察が増えてきており、現在はウルトラマイクロトームでトリミングおよび切削を行っている。トリミングとは、ウルトラマイクロトームで非常に薄い切片をうまく切り出せるように、あらかじめ試料の先端の形状を切り出して整えておく作業であり、非常に細かい作業なので光学顕微鏡下で行われるものである。このトリミングシステムがあれば、ウルトラマイクロトームで試料を切削する前に効率よくトリミングを行うことができ、また、良い形状にトリミングできるため、ウルトラマイクロトームの切段階階において良い試料を作製できることが期待できる。

JAISTでは、ナノテクノロジーに関する最先端の研究設備とその活用のノウハウを有する機関が緊密に連携して全国的な設備の共用体制を共同で構築する、文部科学省委託事業(ナノテクノロジープラットフォーム)を実施している。担当している透過電子顕微鏡や試料作製装置を使って実験することを希望している企業や他大学の依頼者に対して、事業で雇用されている研究員2名と協力しながら、透過電子顕微鏡で観察するための試料作製や観察・測定を行っている。平成25年度は、4社5大学からの依頼を受けた。各依頼者の実験の実施期間、日数、使用した装置は下の表の通りである。

No	依頼者、実施期間	日数	利用装置
1	A社 4月～6月	13	H-7650
2	B大学 5、7、11、3月	15	H-7650 H-9000NAR ARM200F
3	C大学 7～8月	19	SMI3050 H-9000NAR
4	D社 9～10月、1～3月	24	SMI3050 H-9000NAR ARM200F
5	E大学 9、3月	19	H-7650 ARM200F
6	F大学 11～2月	36	Microtome H-7650 H-9000NAR
7	G社 1月	13	SMI3050 H-9000NAR ARM200F
8	H大学 2～3月	21	SMI3050 H-9000NAR ARM200F
9	I社 3月	5	H-7650

H-7650, H-9000NAR, ARM200F: それぞれ 100, 300, 200kV クラス(走査)透過電子顕微鏡  
 SMI3050: 集束イオンビーム装置, Microtome: ウルトラマイクロトーム

下図は、小林祥子研究員、伊藤真弓研究員に、ウルトラマイクロトームを用いた高分子材料のTEM試料作製方法を指導し、観察を行って頂いた事例である。



Dr. Mohd Ambri Mohamed(The National University of Malaysia)ご提供のカーボンナノチューブが分散された高密度ポリエチレン試料の外観とTEM像(低倍率、高倍率)

文部科学省委託事業 ナノテクノロジープラットフォーム

平成25年度 技術支援者交流プログラム

研修テーマ：電子エネルギー損失分光法の基礎と応用

研修機関名：京都大学

研修期間：平成26年 1月 9日 ～ 平成26年 1月10日 (2日間)

独立行政法人物質・材料研究機構ナノテクノロジープラットフォームセンターにより企画された上記プログラム(要望提案型)に応募し、京都大学化学研究所の倉田博基教授による『電子エネルギー損失分光法(EELS)』に関する研修への参加が認められた。このプログラムでは、参加者が研修先の機関における講義、実習、ディスカッションを通じて、知識・技術の幅を広げるとともに、機関の枠を超えた研究者・技術者との交流により、技術者ネットワークが形成されることや幅広い研究支援人材が育成されることを目的としている。今回、本学所有のJEM-ARM200F 走査透過電子顕微鏡にEELSが導入されることもあり、EELSに特化した研修プログラムを実施して頂けることになった。本研修の参加者は、初日が私の他に企業の研究者が3名、2日目は私一人であり、ごく少人数の受講者に対する高度な専門的内容の研修を受講する事ができて、非常に有意義だった。研修内容は次の通り。

研修内容：

- 1) 電子エネルギー損失分光法の基礎に関する講義
- 2) JEM-2200FS を使った実演
  - ・ Image mode と Diffraction mode でのスペクトル計測
  - ・ バックグラウンド除去と元素信号の定量化
  - ・ エネルギーフィルター法による元素マッピング
- 3) 吸収端微細構造に関する講義
  - ・ 内殻電子励起スペクトルによる化学結合解析
  - ・ 遷移金属酸化物の電子構造解析への応用
- 4) STEM-EELS 法の基礎の講義と解析
  - ・ スペクトラムイメージング法の原理と実際
  - ・ 正しいスペクトルを得るための諸注意
  - ・ バンド計算とスペクトル解析の基礎

## 第15回 i-BIRD マッチングセミナー

『北陸メッセに向けて～新しい産学の集い～』

日時：平成26年2月26日(水) 10:00～19:00

場所：ホテル日航金沢

【分科会(2)】分析・シミュレーション (5F 梅の間)

テーマ：ハイテク技術を現場に活かそう

進行：北陸先端科学技術大学院大学 教授 鈴木 寿一

北陸先端科学技術大学院大学 教授 松澤 照男

i-BIRD (いしかわ大学連携インキュベータ)は、ライフケア、医療、環境、食品等分野の事業化をサポートする、起業家育成賃貸施設のことで、各種イベント・セミナー等を開催している。産学連携・産産連携促進を目的として開催された上記セミナーの分科会において、『JAISTの透過電子顕微鏡を用いた分析事例』と題したプレゼンテーションを行った。下のスライドは、最近JEM-ARM200Fに導入された、電子エネルギー損失分光装置の紹介に用いたものである。試料はカーボン(C)支持膜上に担持された窒化ホウ素(BN)で、原子番号が1ずつ異なるそれぞれの元素を明確に区別する事ができる。

