

# 平成26年度活動記録

産学連携本部技術サービス部

東嶺孝一

## I：産学連携

### A) 技術相談会

日時：平成26年6月20日（金）15：00～

場所：連携センター3階中会議室

内容：個別相談および見学会

テーマ：「分析」

参加企業数：7社

スケジュール： 15:00～16:00 グループA：個別相談、グループB：分析装置見学

16:00～17:00 グループA：分析装置見学、グループB：個別相談

17:30～懇親会

産学官連携総合推進センター企画の平成26年度第一回技術相談会において、走査透過電子顕微鏡の見学者への説明を行い、それを用いた分析に興味を持たれている企業に対して個別相談に応じた。

### B) マッチングHUB

日時：平成27年2月23日（月）10：00～19：00

場所：県立音楽堂、ANAクラウンプラザ

産学連携のマッチングイベント「マッチングHUB北陸メッセに向けて」において、技術サービス部の紹介パネルを出展した。技術サービス制度の紹介や、主な分析装置による測定例を紹介し、また、一分間プレゼンテーションを行った。その他、ナノテクノロジープラットフォーム分科会にて透過電子顕微鏡に関する事例紹介を行った。

## II：出張報告

出張期間 平成26年12月11日～平成26年12月12日

目的 JEOL2014TEMユーザーズミーティング参加

用務内容 透過電子顕微鏡に関する情報交換、新技術・実践的技術に関する情報収集

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。

今年の講演の中には、本学マテリアルサイエンス研究科の大島義文准教授による「電気化学のその場TEM観察」と題した40分間のご講演があった。以前、前之園信也教授によるご講演があった際にも感じた事ではあるが、学内の研究者が講演者として本ミーティングに招聘されていること

はずばらしいと感じる。また、ご研究の全体像や、その中でのTEMの位置付け等について、十分な時間をかけて話をお聞きできることは良い機会であるし、さらに講演内容が、研究分野の専門家に向けた話というより、会合の主な聴講者であるTEMユーザー向けに分かりやすく構成されているので、本会合に参加することは、TEM担当者として大変有意義である。今回のミーティングで、特に気になった3つの講演を以下に挙げる。

- 1) プリセッション電子回折によるTEM結晶方位解析
- 2) JEM-1400Plusの新しい可能性
- 3) 原子分解能電子顕微鏡 JEM-ARM300F “Grand ARM”

- 1) 電子回折法はX線回折法と同様、結晶構造解析において有用な手法であるが、X線と比較して電子線の方が物質との相互作用が強く、例えばSi等のダイヤモンド構造を有する結晶の電子回折図形では多重散乱による002禁制反射の回折点が現れる。プリセッション電子回折では、そのような動力学的効果が軽減され、運動力学的回折理論に近い回折図形が得られるとのことで、ダイヤモンド構造の場合は002の強度が、消滅しないまでも減衰するとのことである。このことで、結晶構造に対応した対称性を持った電子回折図形が得られて解析が行いやすくなるほか、結晶方位マッピングも可能であるとのことである。本講演ではNanoMegas社製DIGISTAR/ASTARを用いて得られた結果が示されていた。
- 2) JEM-1400Plusは120kVクラスのTEMであるにも関わらず、新型ポールピースの球面収差係数と色収差係数を従来の半分に抑え、分解能0.14nmを達成している。また、グリッド上のどこかにある目的の試料の部分を探すために、従来型では、低倍率モードと、高倍率モードを何度も切り替えながら観察するのが一般的であったが、本機種では一旦低倍率像を取得しておく、以降は高倍率モードのまま、低倍率像上の点を指定すれば、目的の位置に自動で移動できるとのことで、操作が簡便になっている。この機能は、例えばマイクロームで薄切した試料などで有用であると思われる。

JEM-ARM300Fは、本学が有するJEM-ARM200Fの加速電圧が300kVクラス版のSTEMである。それだけではなく、ARM200Fから改良された機能や、新規に開発された機能を多く有しており、一段と発展を遂げたSTEMであるように感じた。分解能はARM200Fの82pmに対して63pmを達成している。また、本学のARM200Fでは不可能な、80kVでのSTEM観察も標準で備えられている。収差補正器として、R005プロジェクトで開発されたJEOL社製ETAコレクターが搭載されている。ARM200Fは、国内では大阪大学とともに本学に最初に導入されたが、現在では、世界で130台が販売されたという。本講演で紹介されたARM300Fも非常に期待されている装置であると思われる。

### III：公開講座TEMの基礎と実習

日時：平成27年3月13日（金）10：00～17：00

場所：ナノマテリアルテクノロジーセンター2階会議室

内容：平成26年度 ナノテクノロジープラットフォーム公開講座

テーマ：「材料の構造解析のためのTEMの基礎と実習」

参加企業数：4社

日程： 10:00～12:00 開会挨拶、講義、装置見学

13:30～14:50 A班：H-7650 実習、B班：個別相談

14:50～15:15 H-9000NAR, JEM-ARM200F デモンストレーション

15:15～15:25 休憩

15:25～16:45 A班：個別相談、B班：H-7650 実習

16:45～17:00 アンケート記入、修了証書授与式、閉会挨拶

公開講座TEMの基礎と実習が行われ、石川、福井の各県のそれぞれ2社、計4社から4名の参加者があった。午前はナノテクノロジープラットフォーム責任者の大木教授による開会挨拶の後、まず大島准教授により前半の講義が行われた。私は後半の講義を担当し、主に午後の実習で観察を行う試料に関することや、過去に行った観察の事例紹介を行った。その後、ナノセンター内の各装置についての見学案内を行った。昼の休憩時間には食堂で参加者の皆様と昼食をご一緒し、情報交換をさせて頂いた。

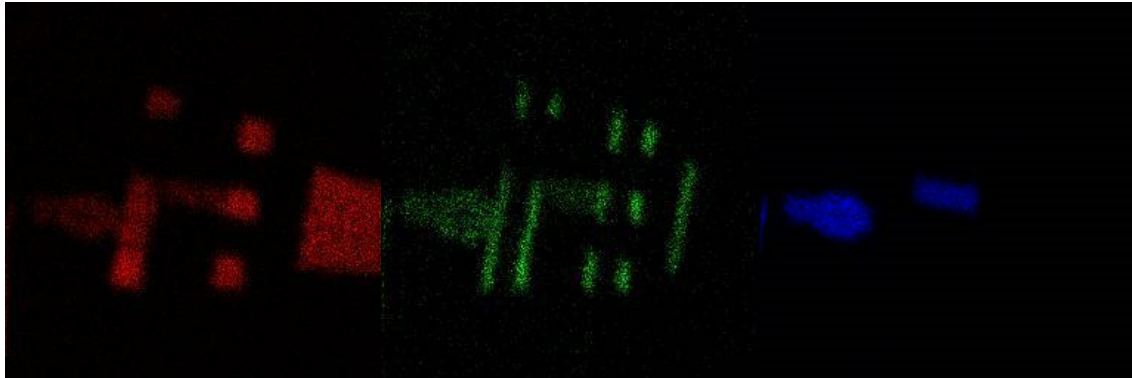
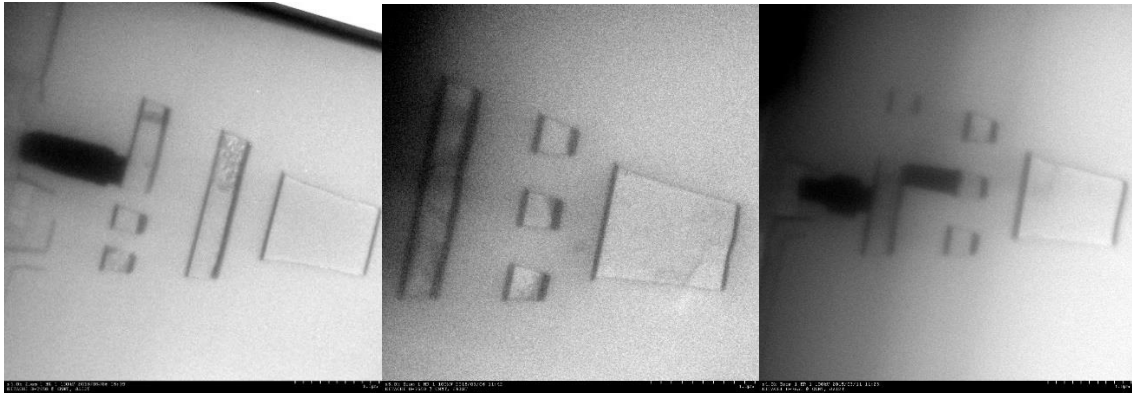
午後は参加者の皆様に2班に分かれて頂き、一方の班は大島准教授による個別相談が実施された。他方の班については、私の方で100kV透過電子顕微鏡H-7650による実習を行った。この実習の後、両班ともに集まって頂き、300kV透過電子顕微鏡H-9000NAR、および200kV走査透過電子顕微鏡JEM-ARM200Fを用いたデモンストレーションを行った。休憩をはさんだ後、先ほどの班を入れ替え、同様の実習を行った。実習およびデモンストレーションに使用した試料として、Pt/CNT、CNT-HDPE、ゼオライト等6種を用い、TEM、STEM観察とEDS測定を行った。最後に修了証書授与式が行われ閉会した。

#### 次ページの図（TEM像、EDSマッピング像）の説明

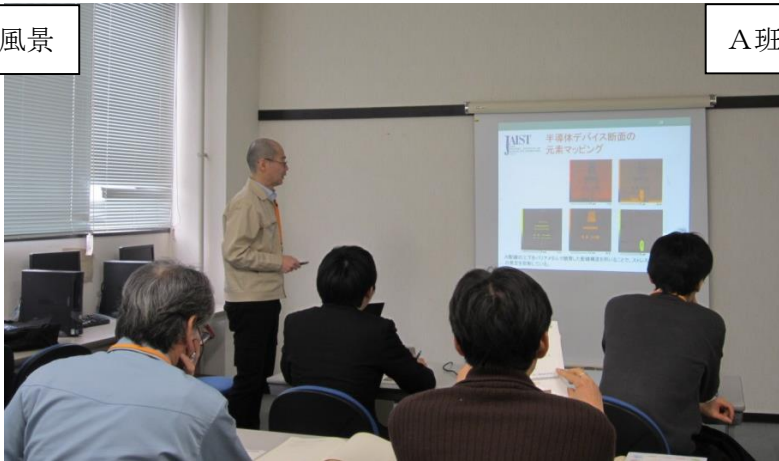
上段：H-7650による、DRAMにおける三次元的な配線のTEM像。各断面像の様子から配線が三次元的に複雑な構造をしていることが分かる。（試料提供：大島准教授）

下段：H-7650による、上段右図の像におけるEDSマッピング像。

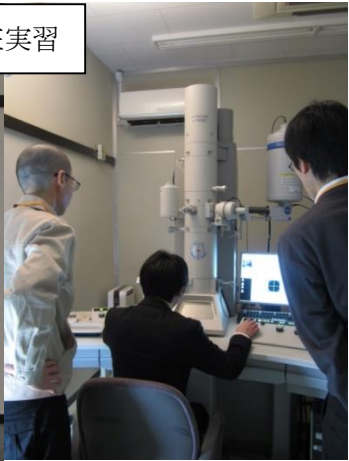
A1配線の上下をバリアメタルで積層した配線構造を用いることで、ストレスマイグレーションの発生を抑制している。



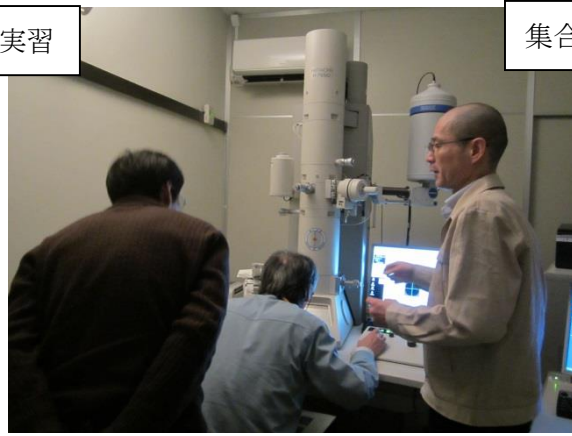
講義風景



A班実習



B班実習



集合写真

