

NATIONAL
INSTITUTE FOR
MATERIALS
SCIENCE

NIMS NOW

No. **5**
2013 JUNE

ナノをみる。

電子顕微鏡ステーション



ナノをみる。

電子顕微鏡ステーション

すべての理論は、実証することでサイエンスとなる。
原子の振る舞いが物質特性にどのような影響を与えるか、
知るためには物質を原子スケールで「見る」必要がある。

ふつうの顕微鏡で見えるわけではない。
TEMやSEMなどの電子顕微鏡を駆使するのだが、
それを使えば観察できる、というわけでは決していない。

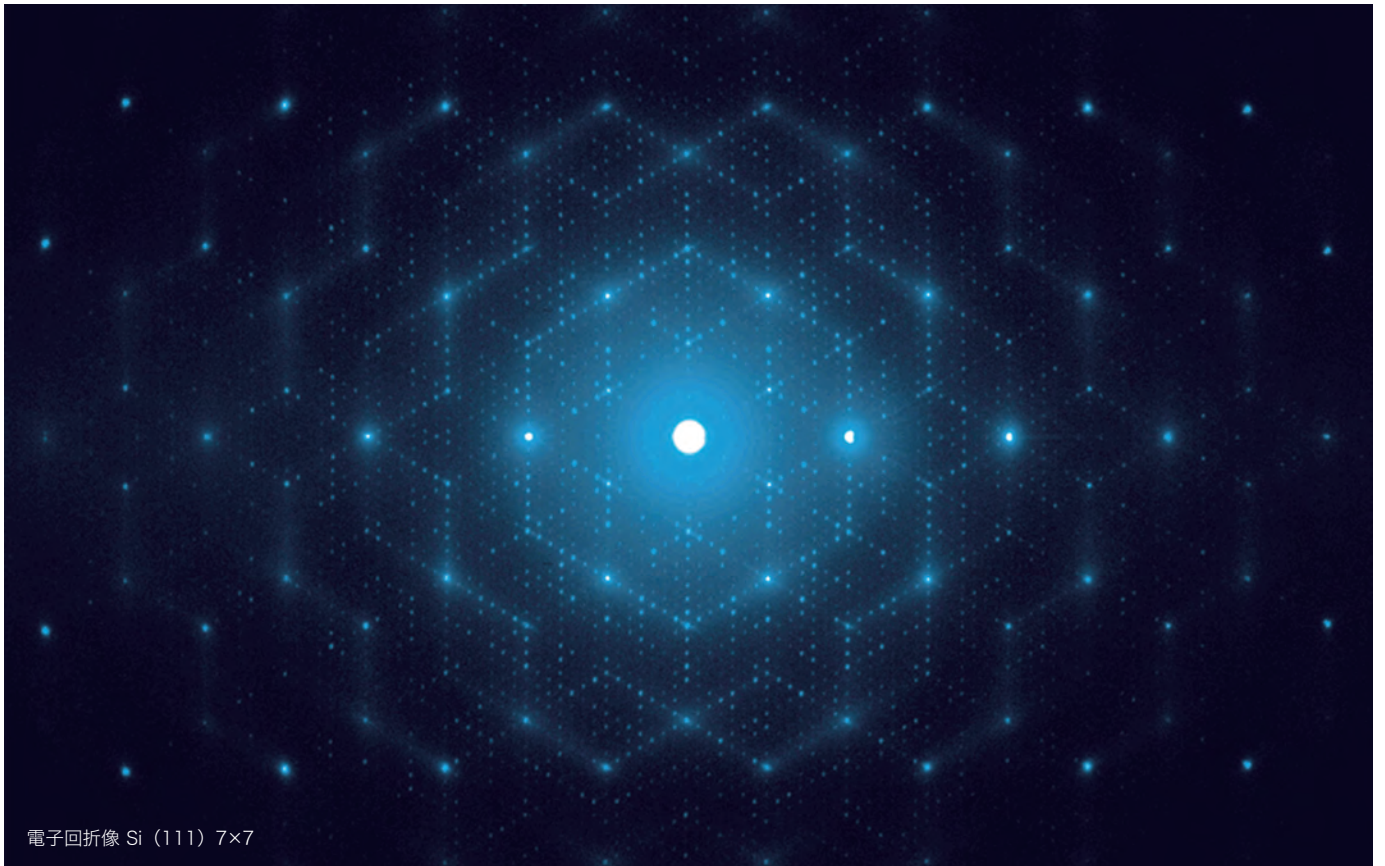
何を見るのか、目的は何か。
ひとつひとつ吟味し、手法を決定し、試料を作製する。
電子顕微鏡のスペシャリストが、
観察結果を大きく左右する。

ナノをみる。
一言で言えば簡単だが、そのためには
電子顕微鏡ステーションの知見の積み重ね、
なにより人がいなければ、なしえないことなのだ。

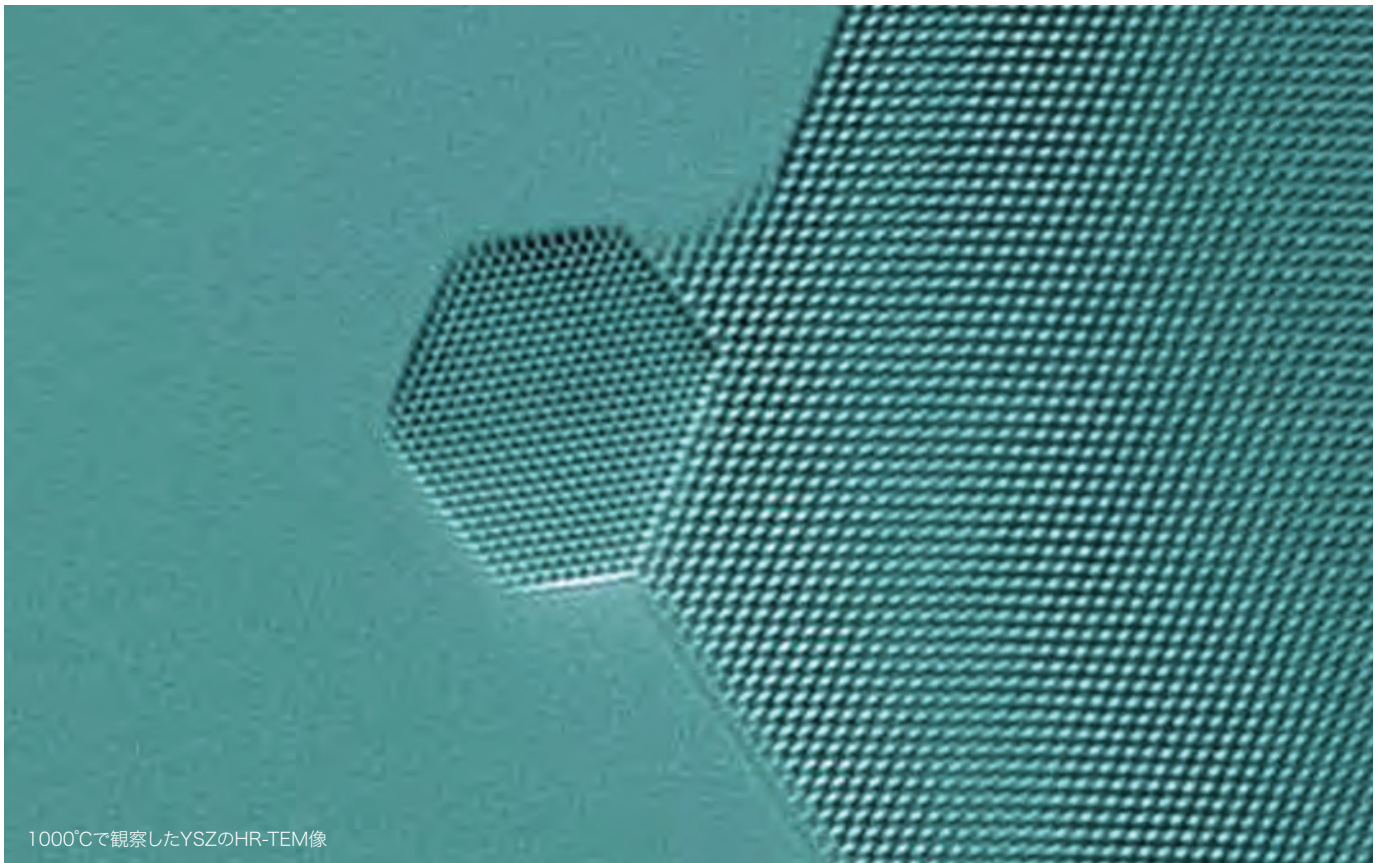
幾種ものTEM試料ホルダー。使用する電子顕微鏡や実験の用途によって使い分けられる。



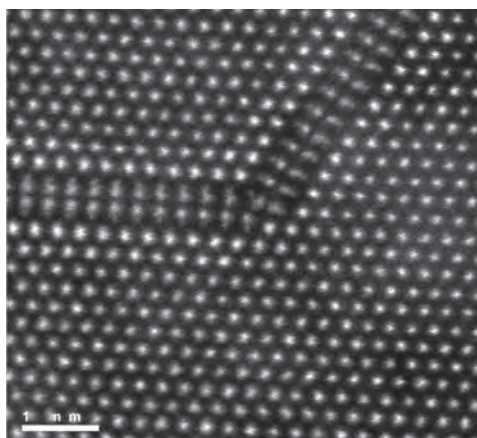
実動環境対応物理分析電子顕微鏡



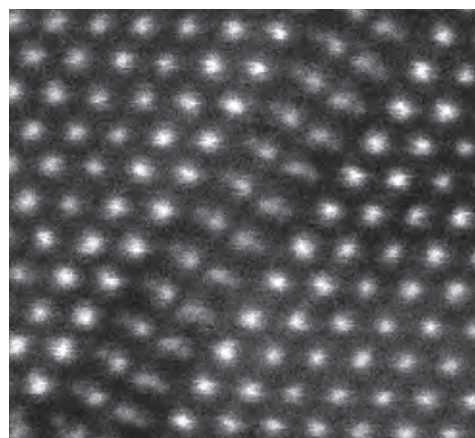
電子回折像 Si (111) 7×7



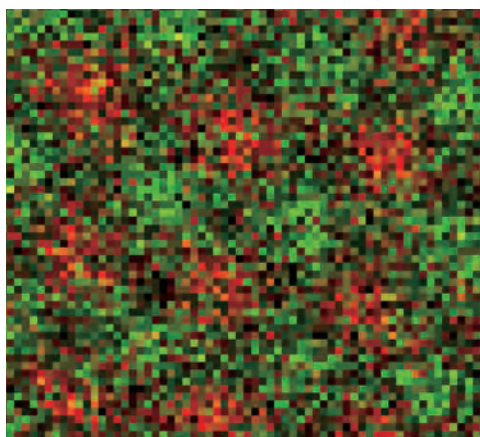
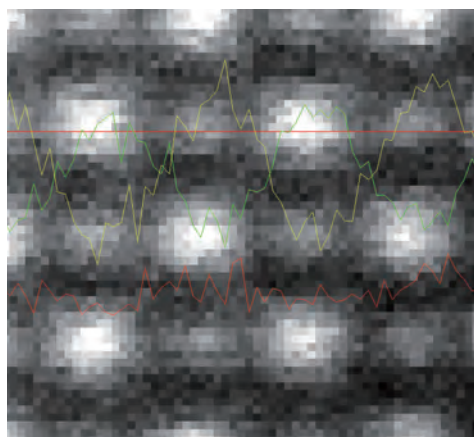
1000°Cで観察したYSZのHR-TEM像



LLTO HAADF-STEM像



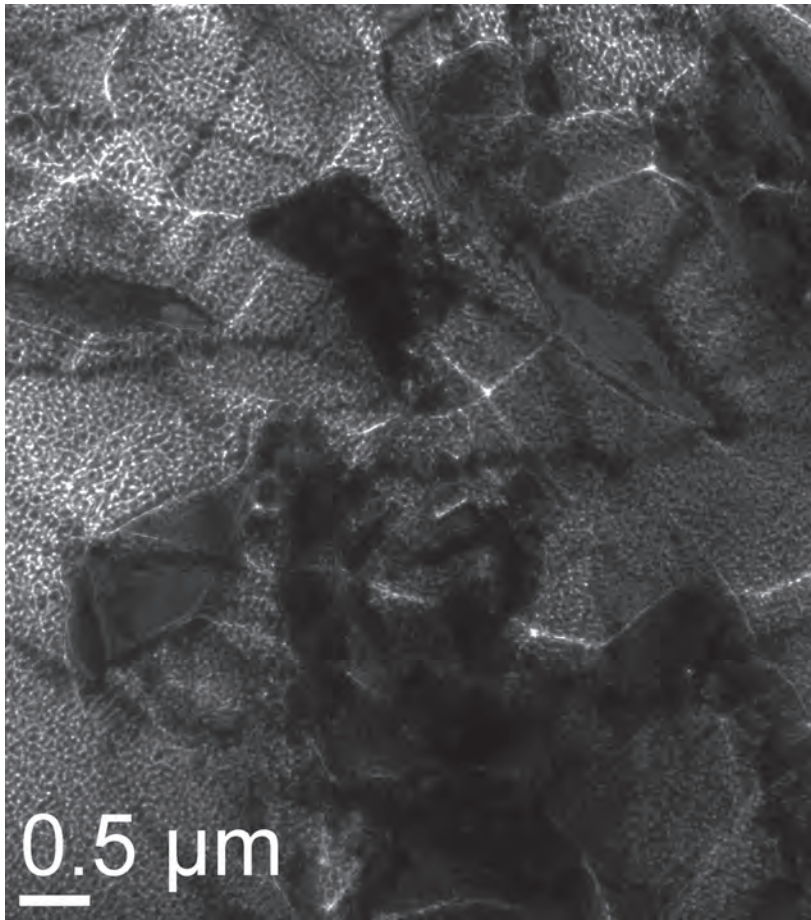
左写真の拡大像

EDSによるSrTiO₃の原子カラムマッピング
赤:チタン 緑:ストロンチウムEDSによるSrTiO₃の原子カラムマッピング(線分析)
黄:チタン 緑:ストロンチウム 赤:酸素

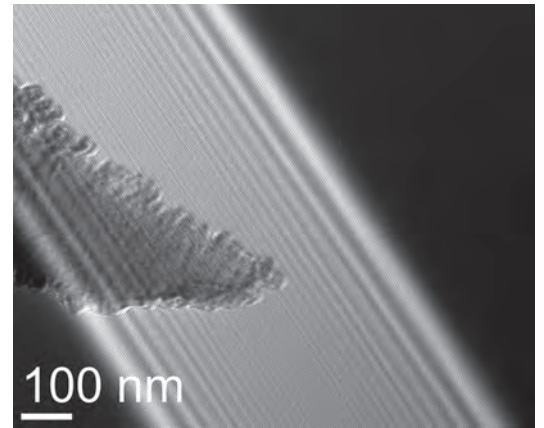
照射系と結像系の双方に収差補正機構を組み込んだ200kV電界放出型透過型電子顕微鏡。収差補正された電子プローブは鋭く細いため究極の原子分解能が得られます。この機構によって分解能が向上し、炭素や酸素などの軽元素を含むナノ構造解析などが原子レベルで可能となりました。TEM、STEM、EDS (Energy Dispersive X-ray Spectroscopy)、EELS (Electron Energy-Loss Spectroscopy)、電子線ホログラフィー、3D観察の他、 -160°C ~ 1200°C の温度制御、ガス雰囲気、光照射、バイアス印加などのその場観察が可能です。加速電圧は80kV・120kV・200kVと試料や観察目的に応じて変えられます。

このような非常に高度な観察も、電子顕微鏡ステーションのサポートにより、確実に観察結果を得ることができます。また講習を受ければ、研究者自ら操作して実験をおこなうことが出来るのも電子顕微鏡ステーションの特徴です。

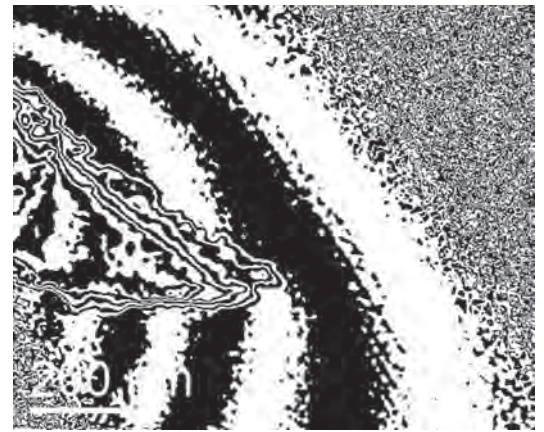
300kV 電界放出型透過型電子顕微鏡



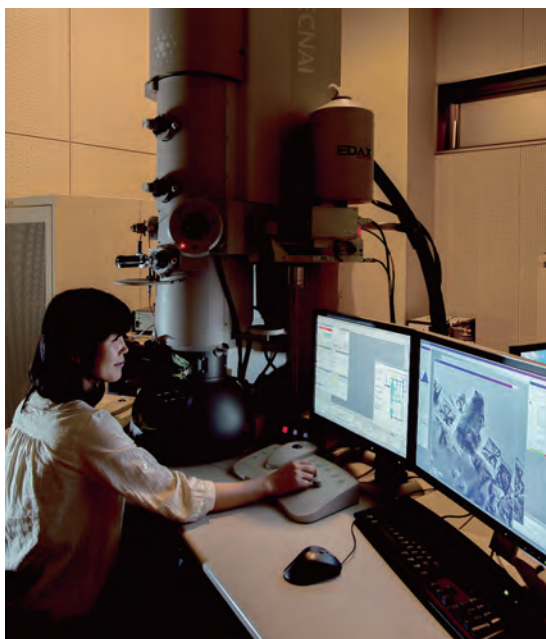
ローレンツモードによる磁区観察(試料:Fe)



電子線ホログラム(試料:Fe)

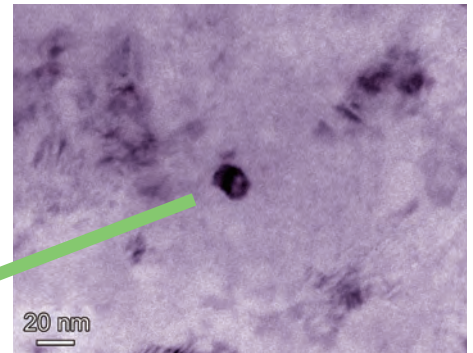
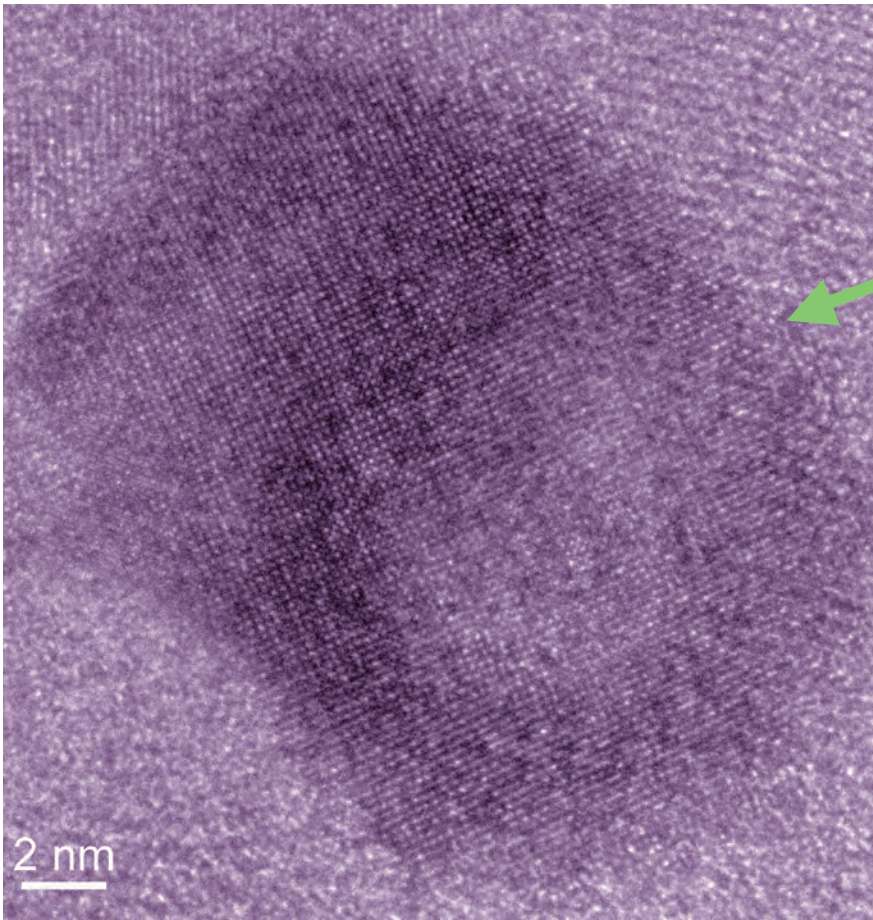


電子線ホログラフィーによる磁力線の観察(試料:Fe)

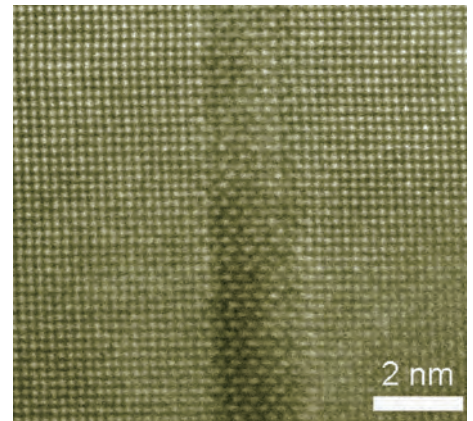


高輝度で高い干渉性と安定度の電子線が得られる電界放出型電子銃を搭載した300kV TEM。利用できる加速電圧は200kVと300kVです。電子エネルギー損失分光装置を装備し、GIF (Gatan Imaging Filter)でエネルギーフィルター像の観察が可能です。STEM-EELS、STEM-EDS、電子線ホログラフィー、トモグラフィーが利用できる他、ローレンツモードでは磁区構造の分析もでき、磁性材料の研究にも多く使われています。

200kV 電界放出型透過型電子顕微鏡



超伝導材料MgB₂線材中の磁束ピンニングに機能できるMgOナノ粒子

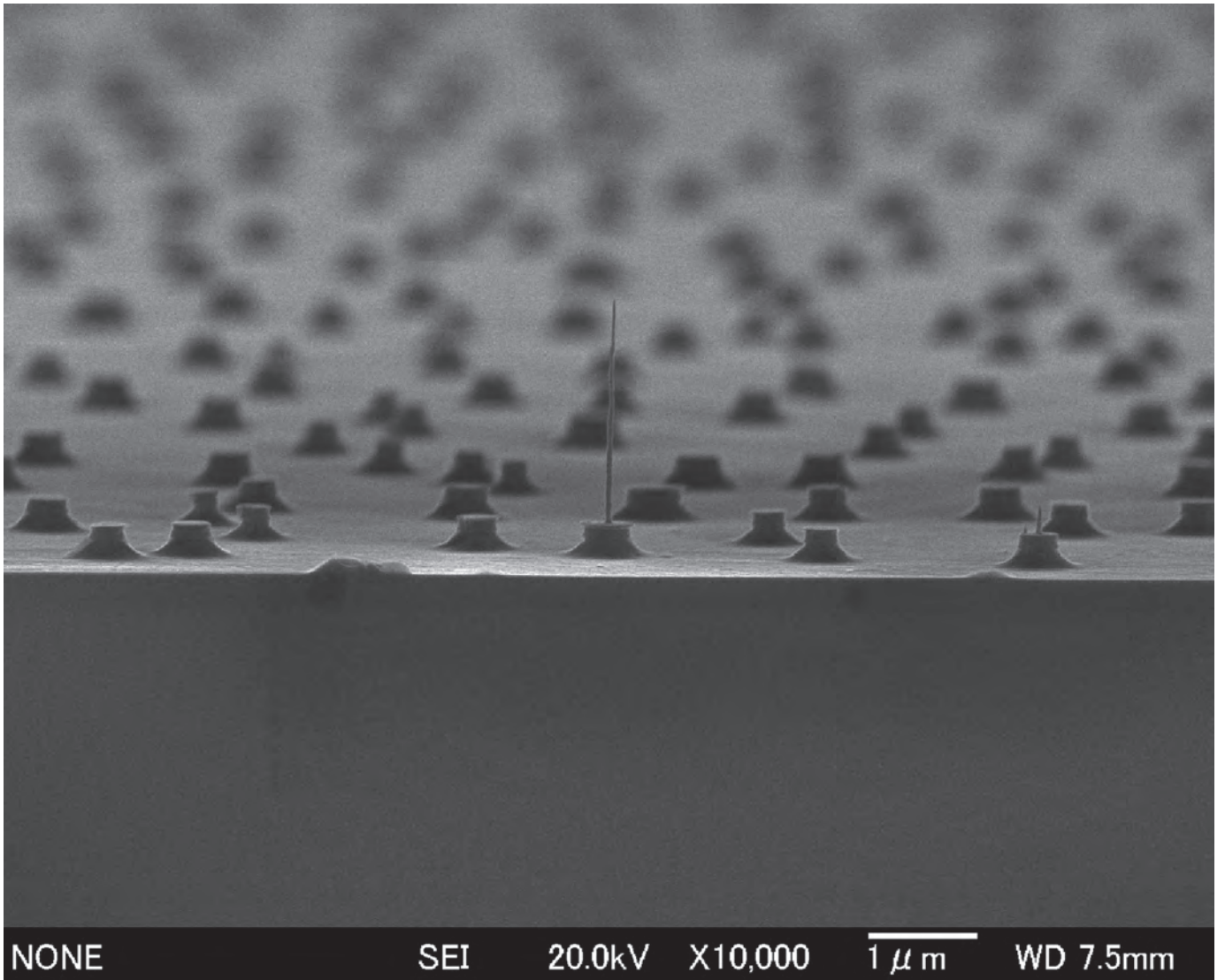


摩擦攪拌接合(FSW)したAl-Mg-Si合金材料中のナノサイズ針状析出物

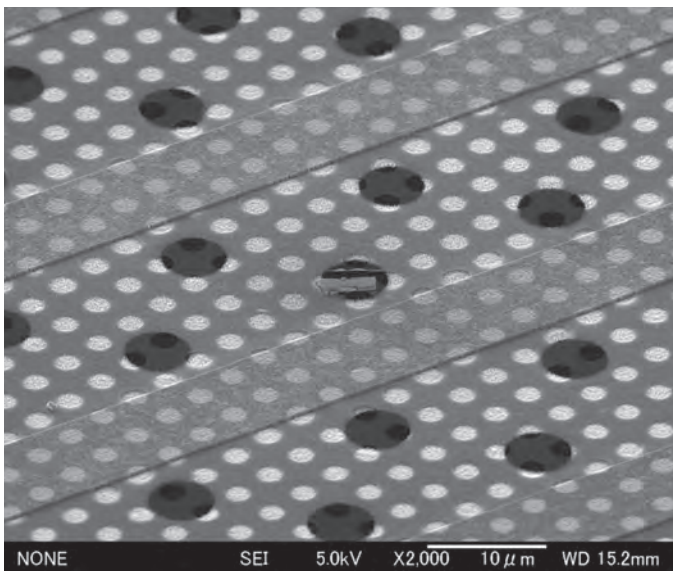


高輝度で高い干渉性と安定度の電子線が得られる電界放出型電子銃を搭載した200kV TEM。手軽さと性能のバランスがよく、特に人気があります。CCDカメラで電子回折パターンを撮影できる他、高分解能分析が可能なSTEM-EDS、トモグラフィーが利用できます。

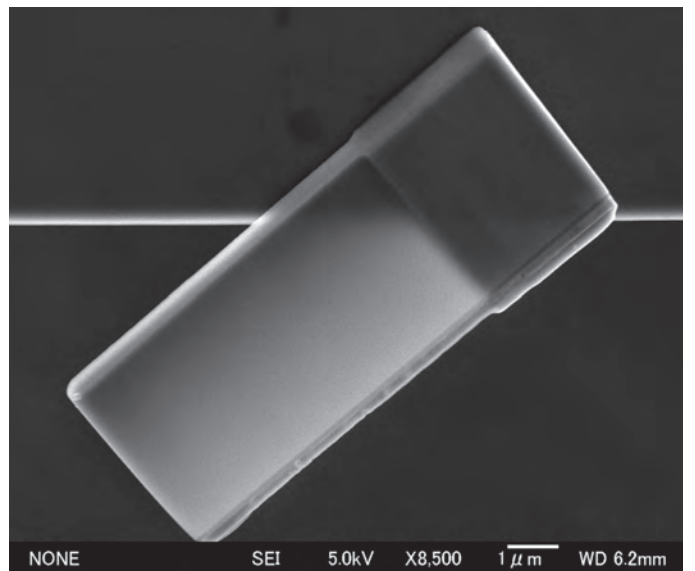
電界放出型走査型電子顕微鏡



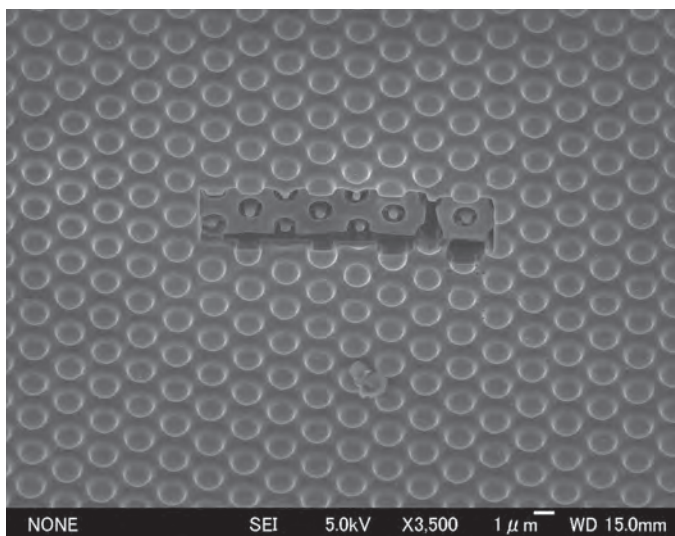
ナノダイオード



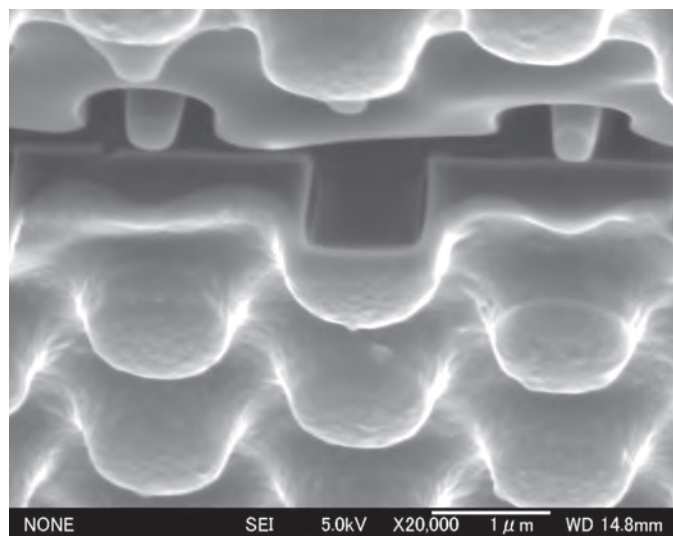
加熱実験用の試料台にマウントされたFIB試料(写真中央の薄片)



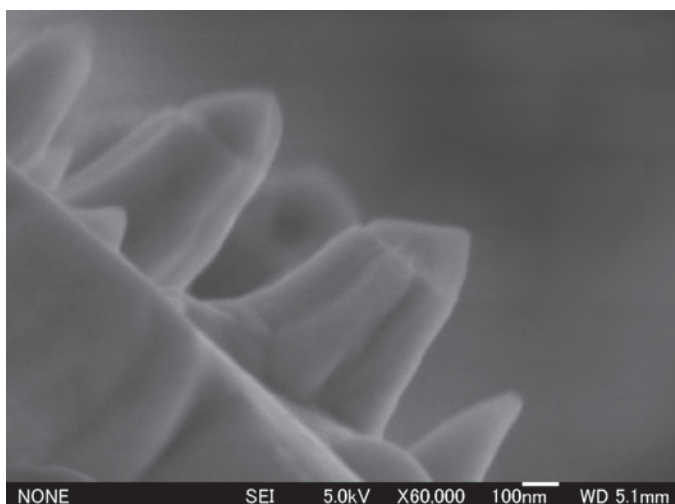
基板の上に接着されたTEM観察用FIB試料



FIB加工したPETフィルム上ポリマー膜の断面観察



左写真の拡大像

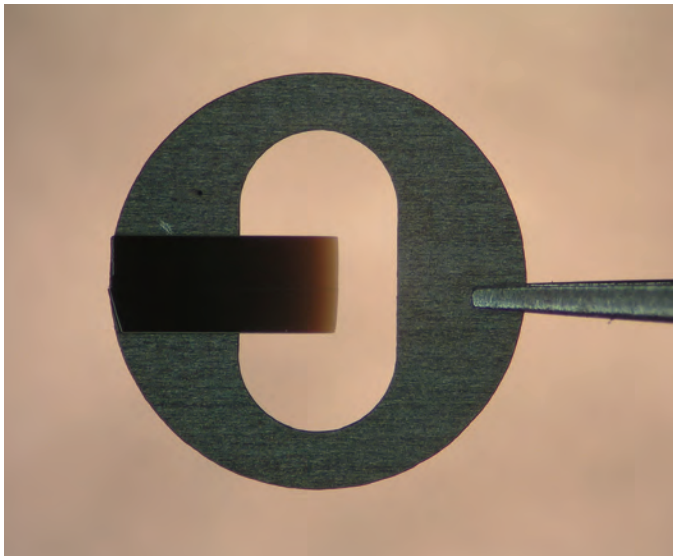


ダイヤモンドパウダーでマスクし、イオンエッチングしたピラー状試料の断面観察
(試料: AlGa_{0.2}N/GaN/Al₂O₃)

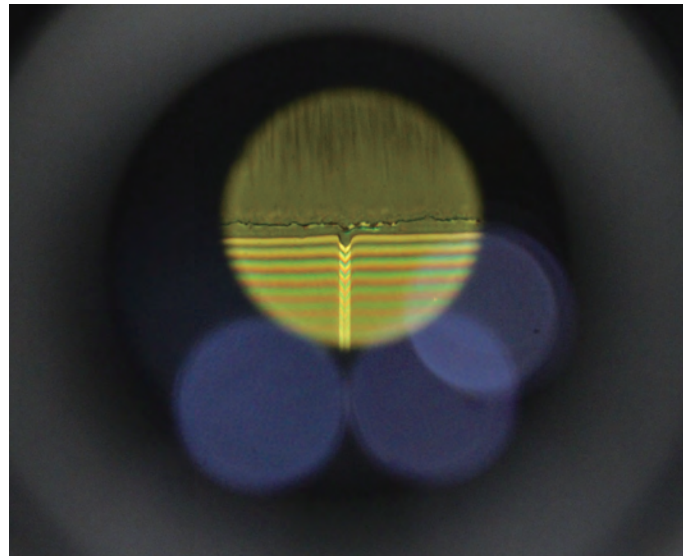


ショットキー（サーマルタイプ）の電界放出型電子銃を搭載した走査型電子顕微鏡で、主に試料の表面観察に利用されています。金属、酸化物、半導体、高分子、超伝導など多岐にわたる材料の表面および断面微細構造分析に利用されています。また、EDSも搭載しており、微小領域の元素分析・組成分析および高倍率・高分解能マッピングが可能です。

透過型電子顕微鏡試料作製室



単孔メッシュ上に接着されたシリコンのウェッジ形断面TEM試料。
透過光により薄い先端がオレンジ色に見えます



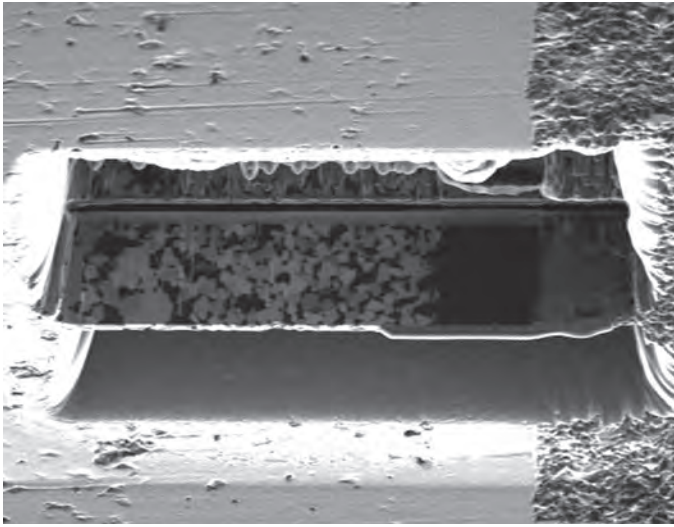
実体顕微鏡の接眼レンズから見える酸化物のウェッジ形断面TEM試料の
先端中心部分



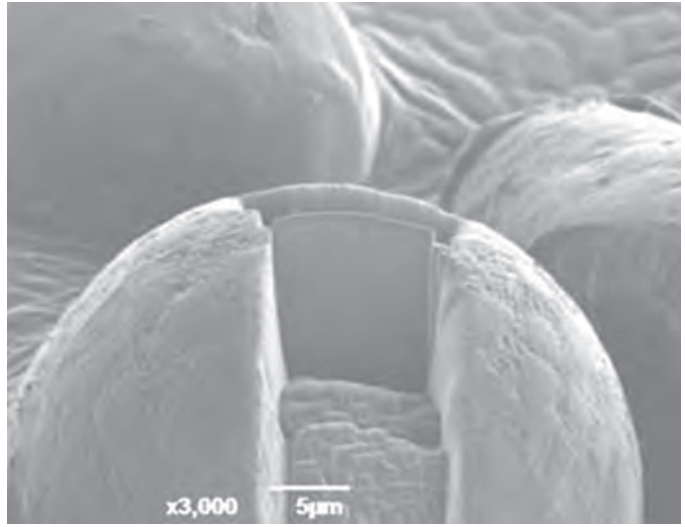
試料室には切断、機械研磨、イオン研磨、化学機械研磨 (CMP)、熱処理、金属蒸着などの設備が整っており、各種材料や観察目的に応じたTEM試料をつくることができます。TEM試料は直径3mmのディスク型に収まるサイズで且つ観察領域の厚さは約100nm (0.1 μm) 以下に薄くする必要があります。試料の良否は観察結果に大きく影響します。スタッフと研究者は、どのような試料をつくるのか、観察目的は何なのかなど、事前に念入りのミーティングをおこないます。

写真の手前にはくさび形試料研磨機 (Multiprep System) でマイクロメータを搭載したアームに試料を固定し、研磨盤を回転させながら水と研磨シートにより適正な厚みまで研磨します。うまくいけばこの工程だけでTEM試料作製が可能で、奥にあるのがPIPS (Precision Ion Polishing System) でTEM試料の最終仕上げに適した精密イオン研磨装置です。真空中でアルゴンイオンビームを試料表面に照射し、エッチングによる薄膜化をおこないます。低加速イオンガンとコールドステージを装備し、従来型よりもミリングダメージを大幅に軽減できます。

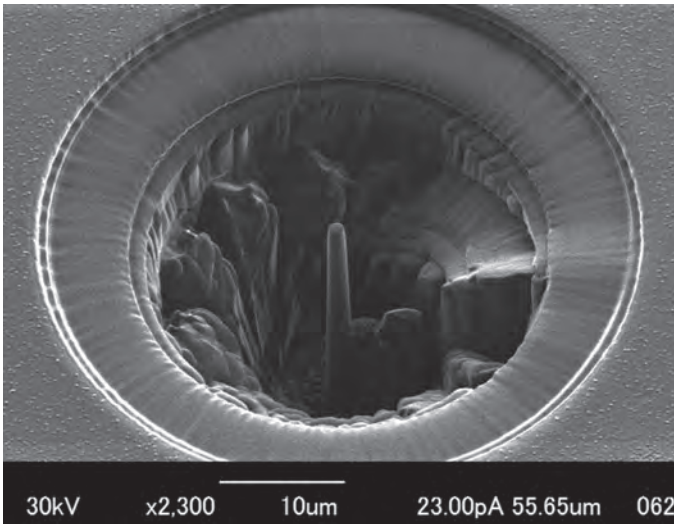
集束イオンビーム装置



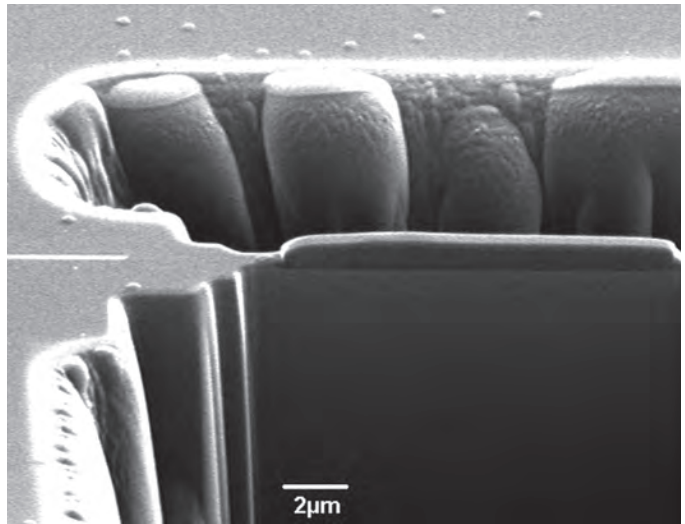
SOFC(固体酸化物型燃料電池)材料の断面加工



金属粒子の断面加工



半導体材料を針状に加工



GaAs量子ドットの断面加工



集束イオンビーム装置 (FIB) とは、数nmから数百nm径に集束したGa-イオンビームを試料表面に走査することにより特定領域を加工することができる装置です。SEM、TEM用の試料作製、配線の切断や接続といった半導体デバイスの微細加工、パターニング、ビットマップ加工などが可能で、結晶粒界が明瞭に観察できるチャネリングコントラストというSIM像が見られるのも特徴です。写真の機器にはガスインジェクターも搭載しており、カーボン・デポジションもできます。また、大電流化により加工スピードが従来より大幅に向上し、操作性も優れています。

1 NIMSと電気化学工業株式会社「NIMS-DENKA 次世代材料研究センター」を開設 包括的な研究連携に向けた覚書を調印

6月3日、NIMSと電気化学工業株式会社（デンカ）は、「NIMS-DENKA次世代材料研究センター」設立に関する覚書を調印しました。

これまでNIMSとデンカは、両者の技術やアイデアを組み合わせた技術開発に取り組み、電子顕微鏡の電子源として広く使用されるLaB₆単結晶や、白色LEDバックライト用蛍光体といったユニークな製品を世界の市場に送り出すことで、永年にわたるパートナーシップを築いてきました。しかし、近年の刻々と変化する顧客ニーズやグローバル市場での環境変化は、従来以上の速いスピードでのイノベーションを求めています。こうした状

況に対応し、革新的な製品やソリューションモデルを生み出す「オープンイノベーション」をより強化させるため、本センターは開設されました。

本研究センターは、産業界のニーズを取り込み、世界水準をリードする新しい研究分野、シーズの発掘・育成を促進するほか、研究成果を次世代の環境・エネルギー材料に活用することにより、環境に配慮した社会づくりへの貢献を目指します。



6月3日調印式（左：NIMS潮田理事長、右：吉高社長）

2 マレーシア工科大学ザイニー ビン ウジャン学長がNIMSを訪問

6月4日、マレーシア工科大学 (UTM) ザイニー ビン ウジャン学長がUTMおよびマレーシア日本国際工科院 (MJIT) の学長らを含む代表团とともにNIMSを訪問されました。

学長らご一行はNIMS潮田理事長や理事らと懇談され、お互いの組織や研究についての理解を深めた後、学生やポストドクの受け入れや研究者の派遣など、今後の連携について意見交換をおこないました。マレーシア工科大学では、特に、日本人研究者を正規にまたは客員として大学に招き、長期的に学生の指導にあたり、共同研究をおこなったりという事業に力を入れているそうです。

また、学長はNIMSが代表機関を務める文部科

学省ナノテクノロジープラットフォーム事業にも興味を持たれ、この事業を通して利用できるNIMSの最先端の研究施設を見学されました。支援の内容や利用方法について、このセンターのディレクターを務める拠点長の野田より説明を受けられました。

なお、ウジャン学長は6月より教育省の事務次官に任命されており、今回は学長と事務次官という両方の立場でお話をされました。今後のマレーシアの大学とNIMSとの人材交流や学術的な連携が期待されます。



学長ご一行とNIMS役員

3 田中眞紀子前文部科学大臣がNIMSをご視察

6月7日、田中眞紀子前文部科学大臣がNIMSをご視察されました。田中前大臣はNIMS並木地区に到着後、NIMS潮田理事長からNIMSの概要説明を受けられました。

つづいて、山崎智彦MANA研究者から生体材料を、一ノ瀬泉高分子材料ユニット長から最先端の水透過膜を、武田隆史サイアロンユニット主任研究員からサイアロン蛍光体について説明を受けられた後、千現地区に移動し、希少な金属を用いない高性能磁石の開発について説明を受けられました。田中前大臣は質疑応答で人材育成の重要性や、各研究の進捗状況、国際社会に

おいての材料研究の重要性をおたずねにられました。特に前科学技術庁長官時代に微小重力環境における材料創製について知り、20年前から材料に興味を持っていたとのこと、材料研究には何かが必要なのかを知るため、視察にいらしたと述べられました。



水の透過膜について説明を受けられる