

原子的構造解析システムの現状と課題 The Situation and Problem in "Atomic Structure Analyzing System"

岩田 博之 井村 徹
H. Iwata and T. Imura

1. はじめに

平成7年に“原子的構造解析システム”が本所に設置され、今日まで順調に稼働を続けている。本システムを日頃利用いただいている方々を除いては、その活用の内容を十分紹介させていただいていないので、この場を借りて改めて紹介させていただく。

2. 原子的構造解析システムについて

設置当初の“原子的構造解析システム”は、透過型電子顕微鏡、走査型プローブ顕微鏡およびこれらに付帯する装置からなる。それらの諸元をTable1に記す。

2.1 透過型電子顕微鏡 (TEM)

透過型電子顕微鏡JEM-2010は安定性・操作性に定評のあるJEOL製現行機種である。加速電圧は200kV、試料はサイドエントリー、電子源としてLaB6フィラメントを用いている。本所独自の特色としてポールピースは、その場実験のために試料周辺に十分なスペースを持ち、試料を大きく傾斜できる形状を採用しており、分析に主眼を置いた仕様となっている。そのため分解能が若干犠牲となっているが、保証分解能(格子)は0.14nm (Auの(220)面間隔に対応)を維持している。

付属のノーラン・インスツルメント社製エネルギー分散型X線分析装置(EDS)は、 ${}^6\text{B}\sim{}^{92}\text{U}$ が定量分析可能なソフトウェアを備えている。Mn-K α 分解能は138eV(FWHM)、B,C,Nのピークを分離可能で、当初の要求仕様を2ランクほど上まわるスペックを発揮している。

電子回折法では通常制限視野回折法(SAD)に加え、ナノ領域電子回折法(NBD:4nm ϕ ~)、収束電子回折法(CBED)が可能である。像と電子回折パターンの方位の対応、倍率変化による像の無回転など、基本的な使い勝手に係わる点には十分配慮が行き届いている。

試料ホルダーは、試料交換が簡便な標準ホルダー以外にBe製2軸傾斜分析用ホルダー、液体窒素を用いる試料冷却ホルダー、1300 $^{\circ}\text{C}$ まで加熱可能な加熱ホルダー、そして加熱しながら引っ張り試験が可能な加熱引張ホルダーの計5種が利用可能である。

像の記録方法は8.2 \times 11.8cmサイズの銀塩写真フィルムを主としている。動的観察・多人数での観察・即時プリントな

どの点に優れたビデオ観察も可能である。結像系の非点収差補正も少々のスキルさえ積めば困難なものではない。

2.2 走査型プローブ顕微鏡 (SPM)

走査型プローブ顕微鏡の原理は、1980年代に発明されたばかりのまったく新しいタイプの表面形状観察装置である。大気中で原子レベルの分解能をもち、3次元形状情報のほか、各種物理作用を画像化し、さらには表面加工などへ応用も可能である。オリンパス光学製走査プローブ顕微鏡NV2000は、開発されてから間もないながら完成度が高く豊富なアプリケーションソフトを備えた使い勝手に優れた装置と言える。設置当初の仕様では、STM(走査トンネル顕微鏡)モードとAFM(原子間力顕微鏡)の2モードが利用可能となっていた。

STMモードでは、Pt-Irプローブを用いてnA程度の微弱電流(トンネル電流)を検出する。非接触であるのでサンプルにダメージを与えず超高分解能測定が可能であるが、試料はごく一部の導電性試料に限られる(表面の僅かな酸化膜や大気中の水分付着により測定不可能となる)。

AFMモードは、サンプルとの微小な接触によるSiNプローブのたわみ(ファンデルワールス力によるとされる)を検出する。STMに比べ観察環境・観察対象が飛躍的に広がっている。また平成11年にはAC-AFMモード(探針の振動モード)オプションを追加し、サンプルに接触ダメージを与えない測定が可能となった。

そのほか平成9年に導入した外部入力同時測定用オプションを用いることにより、LFM(水平力・摩擦力)モードをはじめ局所的電気特性など多種の物性情報が観測可能となっている。

観察画像は通常ビデオプリンターを用いたカラー紙出力である。付属の計算機端末に観察結果は数値情報として保存され、各種演算処理(修正・解析・統計等)を容易に施すことが出来ることも本顕微鏡の大きな特徴である。

2.3 周辺機器

透過型電子顕微鏡の試料作製のため、超音波カッター、精密グラインダー、デインブラー、イオンミリング装置、真空蒸着装置が当初から配備されている。これらはセラミック系材料の薄片試料の作製に適した装置である。従来、熟練者にとっても困難とされていた断面TEM観察用試料も日常的に作製できるようになった。その後、精密切断機、電解研磨装置、現像用暗室一式、簡易型ドラフター、走査型電子顕微鏡など設備の充実を図り、各種材料の試料作製から顕微鏡像の現像・プリントまで一貫して所内で行う体制が整っている。

3. 走査型電子顕微鏡(SEM)について

平成13年度に最新鋭の2種の走査型電子顕微鏡が設置された(諸元はTable1)。

電界放射型電子銃を用いているJEM-6335F(FE-SEM)は、細くコヒーレントな電子ビームが得られる高分解能タイプの走査型電子顕微鏡である。低い加速電圧でも、十分な輝度が得られるので、電子線により損傷を比較的受けやすい材料表面の繊細な形状の高倍率観察が可能となる。一方、高度な真空度の維持のため、試料のハンドリングに若干の注意を要する。2次電子検出器以外に反射電子検出器も装備されている。

JSM-5610LVA型(LV-SEM)は、一般的なタングステン・フィラメントを電子線源とする走査型電子顕微鏡に低真空モードの排気装置とエネルギー分散型X線分析装置(EDS, $^{\circ}\text{B}\sim^{\circ}\text{U}$)を装着したものである。低真空モードでは、試料室を差動排気により低真空に保つことによって、食品・生物など水分を含んだ材料が観察可能となった。X線分析では、定性・定量のほか元素マッピングが可能である。試料ホルダーには加熱引っ張り・摩擦・低温など各種その場実験用ホルダーを準備している。

上記2機種のSEMを観察倍率で使い分けるなら、数万倍以下はLV-SEM、それ以上が必要ならFE-SEMとなる。両者ともに、OSにマイクロソフトWindowsNT系を用いたパソコン制御、データ入出力を行うシステムである(PC-SEMと呼ばれ、カメラで言うデジタルカメラに相当する)。画像データは通常のプリンタ出力以外に、MOやLAN上へ保存・転送可能である。

4. 管理・運営の状況

TEM, SPM は平成7年に当時の文部省私学助成(研究代表者:井村徹[機械工学科教授])を基に設置された。平成7年度から3年間にわたり“透過電顕, STM, AFMを用いての新材料の原子的構造の解析”(研究代表者:井村)が研究所重点的プロジェクト共同研究に採択され、顕微鏡の利用に必要な備品・用品が急速に拡充された。主なものとして、冷却水循環装置・精密切断機・精密研磨装置・簡易ドラフター・写真暗室・電解研磨装置等が挙げられる。また利用者・メーカーから譲り受けた装置・オプション類も数多く存在し、現在ではこれらを含め共同利用設備として利用されている。

平成13年度には、FE-SEMが稲垣道夫応用化学科教授の尽力により、日本学術振興会未来開拓事業(代表者:信州大学遠藤守信教授)からの貸与として設置された(数年後に本学に移管となる予定)。またLV-SEMは機械工学科の私学助成による研究設備整備(研究代表者:高木誠機械工学科助教授)のため設置された。両装置とも研究所にて維持管理がなされることを条件に全学共同利用設備として広く活用されている。

これら装置群は順調に利用実績を伸ばし、学内共同利用設備の運用としては数少ない成功例と評価されるに至った。それに伴い、近年は研究所共通経費からの援助により、銀塩方式デジタル写真プリンタ・大判フィルムスキャナ・イオンクリーナなど使い勝手に関わる設備拡充が行われている。またこれとは別に性能維持に必要な消耗品費(液体窒素など)の援助も受けている。

主要な大型装置の一部は大学内共通利用設備という位置づけ上、製造者と名古屋電気学園の間で保守契約が締結されており故障および経年変化の一部に対し迅速に対処し性能劣化を最小限にとどめている。

設置当初の平成7年度に利用頻度の高い利用者らと本所関係者らを集め、研究所内に顕微鏡委員会(現行委員:井村[委員長], 稲垣, 小嶋[電気工学科教授], 平野[応用化学科助教授], 高木, 吉川[研究所教授], 岩田)を組織し、利用方法および運営方法について定期的に協議を行っている。受益者負担を原則とし、利用者には利用頻度に応じ公平に利用負担金なる名目で利用料を負担いただいている。毎年度秋に1年分の利用実績を集計している。利用負担額の詳細は利用実績により毎年若干の変更がある。近年は、前述のように研究所から消耗品の一部が援助されているおかげで極めて低額に推移している。負担金額は利用時間を基にしたポイント数+消耗品実費の和となっており、学内者が利用した場合にかかる負担額の典型例をTable1に記す(平成14年度実績)。学外者には、これら金額の約4倍を負担いただいている。

本稿執筆時点で、ほぼ毎年コンスタントに利用がある学内研究グループは約8グループ。過去に利用実績のある学内の研究グループは7学科(教室)21グループに広がっている。

現状、年間を通して最も稼働率が高いのはSPMであり、平日はほぼ100%稼働している。LV-SEMは最も繁忙となる冬季には予約待ちが発生し24時間の稼働となることがある。これら2機種に共通する特徴として、多種の物性情報が比較的簡単な操作でかつ短時間に入手できること、得られるデータがデジタル情報で加工しやすいこと、像の解釈が比較的簡単であることが挙げられる。

5. 今後の課題

高額装置であるこれら顕微鏡群は、馴染みの無い者にとっては単なる高級虫めがね、すなわち単に物体を拡大視するためのものと思われがちである。しかし、TEMを例にとれば、電子線の透過・反射・回折による結像のみでなく、電子線と試料の間のさまざまな物理的相互作用(照射損傷, 光・X線, 各種散乱の発生など)を実現する多用途な実験装置でもあり、このことこそ本質である。SPM, SEMにおいても同様に多種多様な実験が可能であり、この“原子構造解析システム”の最大の特色である。この点を利用者のみならず多くの方に知っていただき、用途および分析手法のさらなる拡充を呼びかける必要がある。

各装置の初歩的取り扱い方法に関する講習を年に1~2回開講している。各装置の利用にはこれら講習の受講が義務づけられている。現状では、SEMを中心とする利用者急増への対応のみでなく従来からの利用者に対するケアも十分行われているとはいえない。顕微鏡の出力データは画像であるゆえ、良質な画像を得ることが最大の命題である。そのためには、操作上の数々のノウハウが必要であり、短い期間にこれらの会得は難しい。また基本原理が十分理解されていないことから、画像解釈の誤りもまれではない。これらの問題を解決するため、利用者を効率よく支援する体制が求められる。

SEMの利用者急増の一方、以前は中心的存在であったTEMの利用頻度は大きく減少しつつある。その大きな要因は、学外(他大学・研究機関・企業)からの利用者が大きく減少したことである。その理由の一つは近年のナノテクノロジー

に対するブームにより企業・研究機関に本学と同等のTEMが多数配備されたことが背景にある。また、本学のTEMの主画像出力は銀塩写真フィルムであり、近年のIT化が進んだ各種分析装置の中で使い勝手の点で少々時代遅れの感があることも要因のひとつと考えられる。その場加熱実験用ホルダあるいはX線分析装置など現在も一線級レベルを誇る機能を無駄にしないためにも早急にCCD等を用いたデジタル画像出力デバイスの装備が望まれる。画像データのデジタル化は同時に装置の遠隔操作なども可能とする。Web上で即時画像データが閲覧することが可能となれば、学内外の実験依頼者が実験内容を即時確認可能となるほか、大教室での教育教材としても利用可能となる。

従来、学内者の利用を優先としてきたため、学外にこれらの装置の所在から利用状況等まで含め積極的に広報活動が行なわれなかった。近年の大学を取り巻く環境を考慮すると、企業等との共同研究・受託試験の推進ならびに在学生のみならず中学生・高校生へも理科・科学への啓蒙活動にも大いに活用すべき時期が来ているようだ。

謝辞

日頃、顕微鏡の維持運営にご理解ご援助いただき、総合技術研究所関係者各位ならびに利用者の皆様ここに深く感謝の意を示します。

(受理 平成 15 年 4 月 30 日)

Table 1 Main Equipments of “Atomic Structure Analyzing System” (Specification)

略称・名称	TEM(透過型電子顕微鏡)	SPM(走査プローブ顕微鏡)	FE-SEM(電界放出型走査電子顕微鏡)	LV-SEM(低真空型走査電子顕微鏡)
近影				
製造者・型式	JEOL(日本電子) JEM-2010	OLYMPUS(オリンパス光学工業)NV-2000	JEOL(日本電子) JSM-6335F	JEOL(日本電子) JSM-5610LV
プローブ 加速電圧 分解能	熱電子(LaB6) 最小プローブ径: 1nm 80~200kV 0.14nm(格子像)、 0.23nm(粒子像)	STM(Pt-Ir) AFM(SiN) AC-AFM(Si) 先端曲率半径 ≤ 10nm	FE 電子(W(310)) 0.5~30kV 1.5nm(15kV) 4.0nm(1kV)	熱電子(Wヘアピン) 0.5~30kV 3.5nm 4.5nm(LV)
試料室 最大試料サイズ 倍率	≤ 5 × 10 ⁻⁵ Pa Φ 3mm × 300 μm 50~1,200,000 倍	大気 Φ 50mm × t10mm 最大走査範囲 30 μm ²	≤ 1 × 10 ⁻⁴ Pa Φ 32mm × 20mmh 10~500,000 倍	≤ 270Pa(LV) Φ 152.4mm 18~300,000 倍
主なオプション	エネルギー分散型X線分析装置(B~U)Norlan Voyager SUN SPARC station 加熱・引張・冷却ホルダ、ビデオカメラ	HP9000 ワークステーション 外部入力測定(2ch) フォースカーブ MO ディスク ビデオプリンタ	反射電子検出器 PC-WindowsNT	反射電子検出器 エネルギー分散型X線分析装置 PC-Windows2000 加熱・引張・摩擦磨耗・冷却ホルダ
学内者が1日利用した場合の負担金額の典型例(H14年度)	1日(@¥1,000)+フィルム(@¥125)25枚 =¥4,125	1日(@¥0)+AFM 探針1本(@¥3,885)+プリンタ紙(@¥253)5枚 = ¥5,150	1日(@¥1,000) = ¥1,000	1日(@¥1,000) = ¥1,000