



文部科学省ナノテクノロジープラットフォーム 令和2年度技術スタッフ表彰 技術支援貢献賞 電子顕微鏡群を用いた各種研究支援

受賞者 名古屋大学 微細構造解析プラットフォーム 樋口 公孝氏に聞く

最先端の研究設備とその利用・解析のノウハウを提供することにより、異分野融合を図り、イノベーションの創出に寄与することを目指した文部科学省ナノテクノロジープラットフォーム事業（NPJ）は、数々の利用成果を生み出してきた。その成果の多くは、装置を所有する研究室や機関が機器利用をユーザーに開放するだけでなく、技術スタッフが利用・解析を支援したことによってもたらされた。このため、NPJは平成26年度（2014年度）より技術スタッフ表彰を行なっている。毎年数件の表彰が、国際ナノテクノロジー総合展・技術会議（nano tech）の折に行われている。令和2年度の表彰は2020年12月9日に行われ、名古屋大学 微細構造解析プラットフォームの樋口 公孝（ひぐち きみたか）氏の「電子顕微鏡群を用いた各種研究支援」と題した活動に対して技術支援貢献賞が贈られた[1]。今回 Web 取材により、どのような支援が行われ、どのような苦労があったかなどについて、受賞者の樋口氏に伺った。



表彰式にて、表彰状とバッジを授与された樋口 公孝氏



1. 名古屋大学の微細構造解析プラットフォームの施設概要と支援の状況

名古屋大学 微細構造解析プラットフォーム（PF）は「高性能電子顕微鏡による反応科学・ナノ材料科学研究支援拠点」と称し、名古屋大学 未来材料・システム研究所 超高压電子顕微鏡施設で外部共用事業を行っている。反応科学超高压走査透過電子顕微鏡をはじめとする最先端の電子顕微鏡群を用いて、金属・セラミックス・有機薄膜などの結晶構造解析・元素分析・電子状態解析・微小電磁場解析を観察用試料の作製から支援している。本PFで利用できる装置や受けられる支援の詳細については、PFのホームページ[2]や、PFを利用して生まれた成果を本Webマガジンで取り上げた過去の記事[3][4][5][6]を参照されたい。

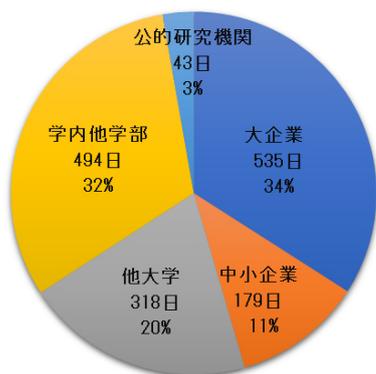
図1に、本PFの令和元年度の利用状況を示した。左側がユーザー別の装置利用日数で、大企業・中小企業合わせて全体の45%、他大学と学内他学部を合わせて52%、公的研究機関3%と、幅広く利用されている。右側は利用

形態別の統計データであり、技術代行が32%と多い。これは、TEM（Transmission Electron Microscope：透過型電子顕微鏡）での高分解能観察やガス中その場観察の他、TEM用の試料加工、FIB-SEM（Focused Ion Beam：集束イオンビーム、Scanning Electron Microscope：走査型電子顕微鏡）による3次元観察など、装置操作への習熟が求められる案件が多いためである。学内利用者は、学生の機器利用が多い。共同研究の件数割合は23%で増加傾向にあり、複数年にわたるリピーター利用になる場合が多い。

令和2年度は、新型コロナウイルス感染症の影響を受け、3月～5月のコロナ禍初期は共用を停止した。その後、自治体や大学本部から示される方針に従いつつ、利用者の範囲を教職員から学生、そして学外へと徐々に広げていった。共用再開にあたっては、感染対策環境の整備状況を踏まえた運用ルールを都度作成し、施設長の指示の下、ユーザーが混乱しないように1～2週間毎に更新してユーザーや関係者に周知した。

感染対策の環境整備としては消毒用アルコールの設置、建屋玄関のオートロック機能を利用した入館者管理、マ

名古屋大学_微細構造解析PF
令和元年度 装置利用日数(ユーザー別)



名古屋大学_微細構造解析PF
令和元年度 装置利用日数(利用形態別)

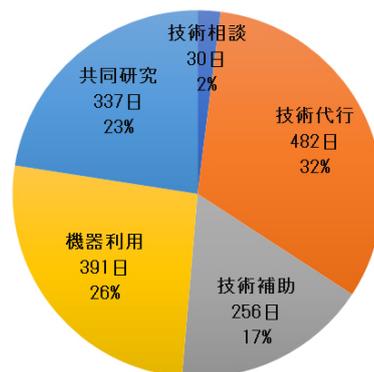


図1 名古屋大学微細構造解析 PF の装置利用日数；(左) ユーザー別, (右) 利用形態別

スクや手袋の調達, 装置やドアノブ等の定期的な消毒, 講習会(座学)のオンライン開催, 実験室の換気, 入室人数の制限, 利用者や利用日の制限などを行った。現在までPF利用者や職員スタッフの感染例は報告されておらず, 感染対策と設備共用は両立できていると考えている。令和2年度の利用件数は, 例年と比較すると約半減した。



2. 表彰の対象になった支援で用いた装置

第3章で今回受賞した研究支援内容を説明する前に, ここでは受賞の対象になった支援で用いた2つの装置について説明しておく。

2.1 FIB-SEM 装置 [3]

図2は, 3.1節で紹介する研究支援例で用いた, 高速加工観察分析装置(FIB-SEM: Focused Ion Beam-Scanning Electron Microscope)(日立ハイテクノロジーズ社製, MI-4000L)である[3]。ひとつの試料室に集束イオンビームと電子線の2つの鏡筒をつけ, FIB加工とSEM観察の機能を兼ね備える。SEM観察した表面からFIB加工で薄層を削り取り, 新しく露出した表面をSEM観察することを繰り返す連続切片観察(シリアルセクションング)により, 多数の断面SEM画像から試料の3次元(3D)構造像が構築できる。

このFIB-SEM装置では, FIB鏡筒とSEM鏡筒が90度に直交していることで, FIB研削面は常にSEM光軸に垂直になり切削面の高低差によるコントラスト変化がなく, SEM画像の像質が良い点が特徴である[7]。ただしその配置上, 試料の角部しかシリアルセクションング観察ができない。

検出器としては, 二次電子検出器, 反射電子検出器,



図2 高速加工観察分析(FIB-SEM)装置[3]

EDS (Energy Dispersive X-ray Spectroscopy: エネルギー分散型X線分光器), EBSD (Electron Back Scatter Diffraction: 電子後方散乱回折法), STEM (Scanning Transmission Electron Microscope: 走査透過電子顕微鏡)が加えられ, 元素マッピングや結晶構造解析なども行える。このため, 例えば3D再構築画面は元素の種類を色付け, 区別して表示できる。

2.2 反応科学超高压走査透過電子顕微鏡装置 [4][5][6]

図3は, 3.2節と3.3節で紹介する研究支援例で用いた, 反応科学超高压走査透過電子顕微鏡(日本電子社製, JEM1000K RS)の全体構造写真である[4]。総重量330t, 全高は14mあり, 地下1階~地上2階の専用建屋に設置されている。地下1階に高さ3.7mの除振台, 地上1階に高さ3.6mの鏡筒部, 最上部に1,000kVの加速電子を



図3 反応科学超高压電子顕微鏡 [4]

発生させる高さ 6.7m の高電圧・加速管部から構成される。1,000kV と超高压なので、0.15nm 以下の高分解能で、1 μ m 以上の厚い試料でも観察できる。鏡筒部は高真空に保持されているが、ガス環境下での反応を観察できるように試料周辺のみガスを導入可能な独自の機構が設置されている。“反応科学 TEM”装置の最大の特徴は、ガス雰囲気をはじめ、加熱・冷却、電磁界、機械歪みなど外部環境下の材料その場観察ができることで、全国から利用者があり外部共用率は 95% と人気の装置となっている。

本装置は透過電子が結像する像を観察する TEM 像に加え、細く絞った電子線を走査して試料を透過ないし散乱された電子によって構成される像を観察する STEM 像の観察ができる。さらに、透過した電子線のエネルギーを測定する EELS (Electron Energy Loss Spectroscopy: 電子エネルギー損失分光) の機能もあり、元素分析や電子状態の解析ができる。

樋口氏は、PF の高度専門技術者として、上述した 2 つの装置含め装置全般にわたるオペレーションやメンテナンス、実験系の相談・打合せ、装置操作の講習 (対象者は主に学生)、ユーザーや技術補佐員への技術補助・助言、共同研究等に取り組んでいる。具体的には、TEM/STEM 観察、高分解能観察、EDS/EELS 分析、電子回折図形観察、ガス中その場観察、加熱・冷却観察、電子線トモグラフィー、FIB での各種加工、イオンミリング法での TEM 試料加工や後処理、FIB-SEM での 3 次元観察などである。樋口氏は既に平成 29 年度の技術スタッフ表彰で、「超高压電子顕微鏡によるガス中その場観察の研究支援」にて若手技術奨励賞を受賞し [5]、今回はその後の PF 利用者へのさらなる研究支援で技術支援貢献賞を受賞した。次章で 3 つの研究支援例について詳しく紹介する。



3. 技術支援貢献賞を受賞した研究支援例

3.1 支援例 (1): 鉄鋼材料の FIB-SEM 立体観察 [8] [9]

本支援例は名古屋大学工学研究科の足立 吉隆教授からの依頼で、鉄鋼材料中の“擬似パーライト組織”の 3 次元構造を明らかにすることが目的である。Fe-C 系の鉄鋼材料では、パーライトと呼ばれる薄い層状のフェライト (主成分は炭素含有量の少ない鉄: Fe) とセメンタイト (主成分は鉄カーバイド: Fe₃C) が共析変態によって生成される層状組織が、鉄鋼材の強度を高めている。層状パーライト組織と似ているが、フェライトとセメンタイトが点列状に存在する“擬似パーライト”組織があり、層状パーライトより優先的に塑性変形すると考えられている。しかし、その立体的な組織形状は明らかになっていなかった。そこで、FIB-SEM によるシリアルセクションング法で 3 次元組織観察に取り組んだ。

図 4 は、シリアルセクションングまでの前処理手順を模式図で描いている。試料は円柱状の Fe-C 系共析鉄鋼で、薬品で表面をエッチングしてから SEM 観察して、擬似パーライト組織が存在する観察位置を決定した (図 4 左)。次に、観察位置が試料片の辺付近になるように、周囲を研磨ペーパーでの機械研磨しさらにダイヤモンド研磨機で鏡面研磨することで 2mm × 2mm × 2mm 程の直方体の試料片に加工した。FIB 鏡筒と SEM 鏡筒が直交配置した装置では、試料の角部でしか観察できないので、試料片の角部から 10 μ m 程度までの観察面をきれいに面出しすることが肝要である。そのため FIB-SEM 装置に試料を組み込む前に、FIB 加工装置 (FIB-SEM 装置とは別装置) で観察面を面出した。当初は機械鏡面研磨で面出しも試みたが、試料片角部の凹凸が取り切れずきれいな面出しは困難であった。そこで FIB 加工装置を用いて面出し加工の試行錯誤を繰り返し、精度が高い観察面出しが初めて可能になった。その後、FIB-SEM 装置に試料を移して、シリアルセクションングによる連続切片観察を行った。模式図のピンクの矢印のようにイオンビームを照射し横に走査するのを繰り返し、その度に青矢印方向から SEM 観察を行った。図 4 右端の写真は FIB-SEM 装置で撮影した SEM 写真で (シリアルセクションング開始時点)、左隣の FIB-SEM シリアルセクションングの模式図とは、試料に対する FIB 加工と SEM 観察の方向が 90 度回転している。

シリアルセクションングでの FIB 加工条件は、Ga⁺ イオンビームを 30kV で加速し、1 次元的に走査する 1 ステップで 20nm 厚を切削 (~ 10 秒)、300 回の繰り返しで加工深さは 20nm × 300step = 6 μ m となる。SEM による観察は、得られるコントラストや分解能を比較して検討を

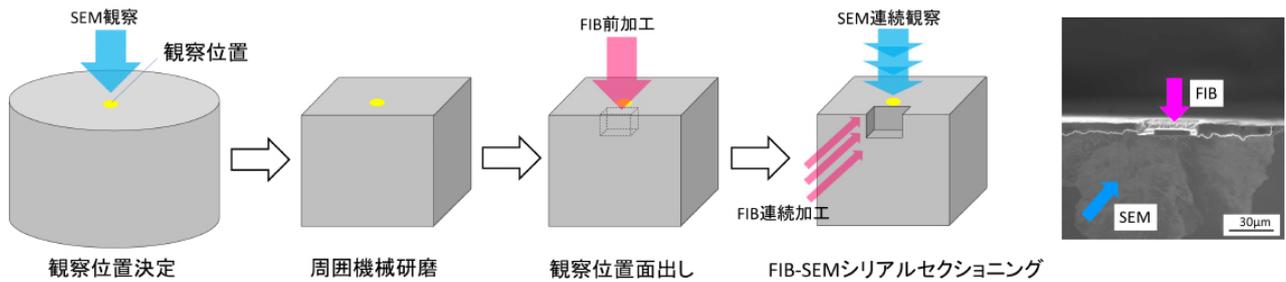


図4 シリアルセクションングまでの前処理手順（模式図）と、試料片のSEM写真（右）

重ねた結果、電子線の加速電圧を20kVとした。観察範囲は $15 \times 15 \mu\text{m}$ 、撮像素素数は $2000 \times 2000 \text{pixel}$ で、撮像時間は約2分/stepであった。FIB加工とSEM観察の1ステップに要する時間は約2分で、300ステップでは600分（10時間）を要するが、夕方までに設定しておけばシリアルセクションングは自動化されているので、翌朝にはシリアルセクションング撮影は完了している。

図5左上の①は、300枚のシリアルセクションングの内の100枚目のSEM像で、薄いグレーのフェライトに、濃いグレーのセメンタイトが点在している。フェライトとセメンタイトは組成が似ている（主成分はFeで、C量が違う）ので、SEM像でのコントラスト差が小さい。このコントラストを上げるために検出器の感度を上げ過ぎると、図5①SEM写真の上方から下方へ向かう縦筋模様の“カーテニング”が目立ってくる。カーテニングは試料表面（FIB面）に凹凸があると発生するので、表面を如何に平滑にするかという面出し条件（FIB加工による前処理）が極めて重要となる。カーテニングをできるだけ抑止し、かつ十分なコントラストで鮮明なSEM画像とすることに

苦労した。

図5の②～⑤は、①のSEM画像を元にして、画像処理ソフトを利用してコントラストの調整、縦方向ノイズ（カーテニング）除去、ラベリング等の画像処理を行った結果である。画像処理はユーザー研究室が主に担当し、PF側の樋口氏は画像処理するに十分な元SEM画像の取得に注力し、両者の強みがマッチした共同研究となった。ラベリング後の最終の画像処理⑤では、カーテニングが大幅に軽減し、フェライト（黄緑）とセメンタイト（茶色）が精度よく二値化できている。複数本の茶色線が並列した部分が層状パーライト組織であり、層状パーライト組織の間に点列状の“擬似パーライト”組織が混在している様子が分かる。

図6は、300枚のシリアルセクションングの内、連続する約200枚のSEM写真を画像処理後に積層することで立体再構築した擬似パーライト組織で、白黒の表面は100枚目のSEM画像、色付けしてあるのはセメンタイトを抽出して立体再構築した部分である。赤・緑・黄・水色・紫の色付けは、セメンタイトの棒状あるいは一部が

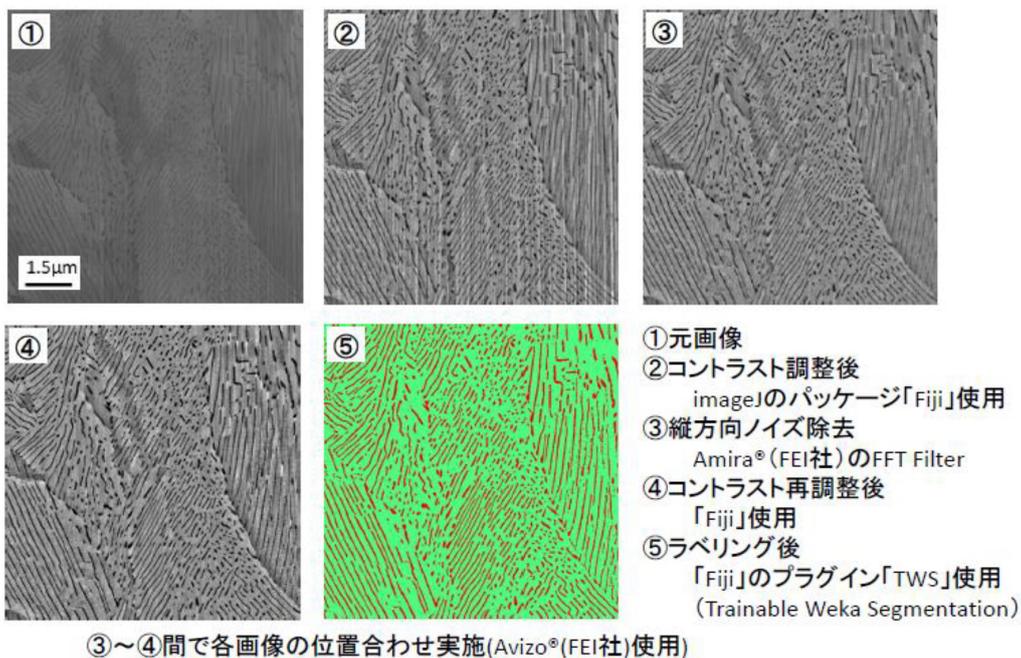


図5 シリアルセクションング100枚目のSEM画像①に対する画像処理②～⑤

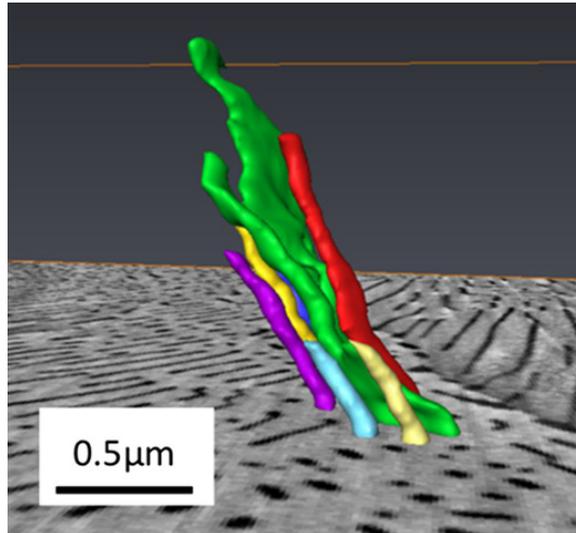


図6 200枚の連続SEM画像から得た擬似パーライト組織中セメンタイトの3次元立体再構築像

裂けた板状の個々の部分を区別するもので、組成の違いではない。擬似パーライト組織では、セメンタイトがフェライト中に細かく、かつ複雑に存在している。今回の支援により、擬似パーライト組織を3次元構造として鮮明に捉えることに初めて成功した。

3.2 支援例(2)：プラズマ照射TEM その場観察の実現 [10][11]

本支援例は、名古屋大学工学研究科の堀勝教授、近藤博基準教授との共同研究である。炭素の2次元層状物質であるグラフェンは、次世代の電子デバイス材料として注目されており、層数によって光学・電子物性が変化することから層数の制御が重要な課題である。層数制御方法として酸素プラズマによるエッチングが期待されており、今回TEMその場観察によって、酸素プラズマによるグラフェンのlayer-by-layerエッチング機構を解明することを目指した。樋口氏の技術支援貢献は、①プラズマ照射TEM観察用の試料ホルダーの開発支援と、②TEM観察とEELSでのデータ取得である。

図7は、TEM内プラズマ照射試料ホルダーを含む実験系の模式図である。図7右側の薄黄色部は、2.2節で説明した反応科学超高压電子顕微鏡の鏡筒内部で高真空に保たれ、1,000kVで加速された電子ビームが上方から試料に照射され、試料を透過した電子ビームは下方にあるカメラ(図にはない)に到達しTEM像が取得される。グラフェン試料は、単結晶グラファイトから剥離したものを粉碎し、Cuシートメッシュ上に載せ、試料ホルダー先端部に取り付けた。試料ホルダーの持ち手部分(図7左側)にはリモートプラズマユニットが一体化されており、グレーで示したガス雰囲気セルで囲われた試料ホルダー先端部に酸素プラズマが吹出す配置となっている。酸素ガス(O₂)は、図7左上からMFC(Mass Flow Controller)

で1sccm、4.6Paの条件に制御してリモートプラズマユニットに導入され、試料から5cm離れた赤色矢印で示したDischarge pointで2.45GHzのマイクロ波20Wを印加して、プラズマを生成する。Discharge pointの左右にある黒線は試料ホルダー外周のOリングで、発生した酸素プラズマは試料ホルダーの中空中心部を通過してガス雰囲気セルに吹出し、試料表面に横方向から照射されてグラフェンをエッチングする。また、図7左上の分光器にて酸素プラズマの発光スペクトルをモニターできる。

樋口氏は試料ホルダーの設計に必要な情報(真空漏れ防止条件、Oリングやグリース、プラズマ照射位置、電気的絶縁条件など)を提供し、試料ホルダーやリモートプラズマユニットの製作は外部メーカーに依頼した。TEM鏡筒の外側部分に関しても、最適な周辺機器の配置や配管の引き回し等を追求し何度も検討を繰り返した。

図8は、リモート酸素プラズマ照射したグラフェンのTEM像で、左から0分、30分、60分経過した結果である。写真の中央部がグラフェンで、時間の経過とともに色が薄くなり、右端の真空部分(グラフェンがなく電子が素通りしている部分)にコントラストが近づいている。これは、時間と共にグラフェンを透過する電子の量が増えていることを示しており、酸素プラズマ照射によるエッチングでグラフェンの層数が減ったことを意味している。また、プラズマ照射時間の増加に伴い、グラフェンの右縁がわずかに後退し、写真右下に見えるエッジが右側に突き出していた部分も左方向に後退し消滅している。これは、グラフェン層の面内方向エッチングと、層に垂直方向のエッチングで層数が減少することが同時進行していることを示している。なお、写真の左上の暗い部分は、グラフェンが厚くなっているところである。

エッチングによる層数減少については、TEM観察と並行して行ったEELS分析によっても、より定量的に測定評価した[11]。図9がその結果で、プラズマ照射時間とエッ

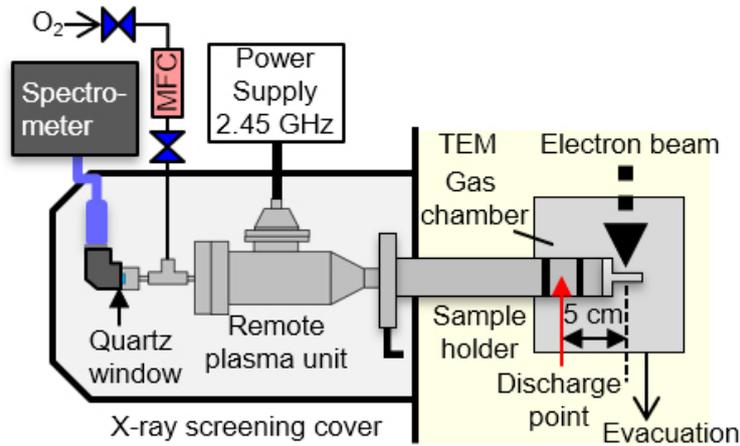


図7 TEM内プラズマ照射試料ホルダー含む実験系模式図

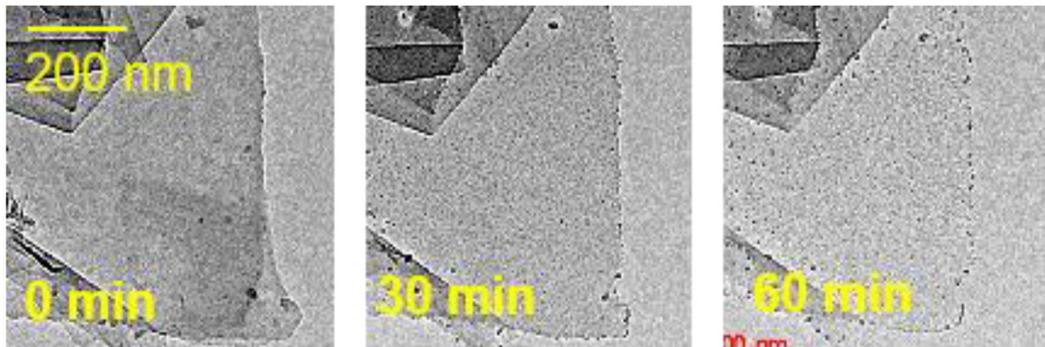


図8 プラズマ照射中のグラフェンTEM像：(左) 0分, (中) 30分, (右) 60分

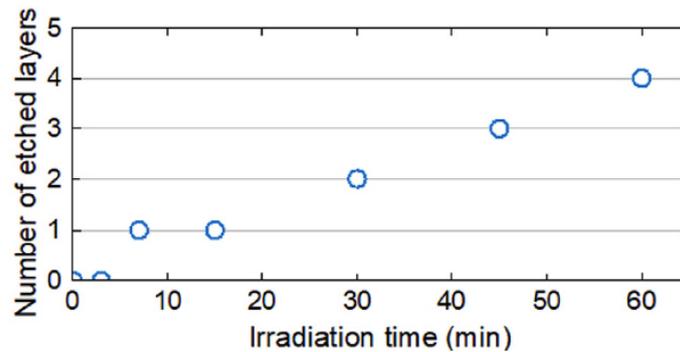


図9 EELS結果から求めたプラズマ照射時間(横軸)とエッチング層数(縦軸)の関係

エッチング層数の関係をプロットしている。プラズマ照射の約15分毎にグラフェンが1層ずつエッチングされ、60分で4層がエッチングされたことを示している。

TEM観察およびEELS観察をプラズマ照射しながら1時間以上にわたって同じ試料位置に対して安定して行うにはサンプル位置のドリフト補正の他、観察中にグラフェン試料にダメージを与えない条件の探索が必要で、TEM画像やEELS信号の強度とのバランスをとることに大変苦

勞した。

3.3 支援例(3)：酸化セリウムナノ粒子の触媒反応のTEM内観察 [12][13]

本支援例は、名古屋大学未来材料・システム研究所の小澤 正邦教授との共同研究である。酸素貯蔵能を有するセリア(酸化セリウム： CeO_2)は自動車用ガソリンエン

ジン排気浄化用の三元触媒（3種類の有害ガスCO、HC、NO_xを無害化する触媒）の助触媒や、ディーゼルエンジン排気のすす燃焼触媒として利用されている。今回、CeO₂ ナノ粒子を低圧（10⁻³～10⁻¹Pa）酸素雰囲気下での加熱実験によりTEM 現場観察して、炭素質（すす）燃焼に対する触媒性や形態安定性の評価を行った。本実験には2.2節で説明した反応科学超高压電子顕微鏡を用いて、加熱機構を有するTEM 試料ホルダーと、酸素ガスを試料室へ導入制御する機構を使用した。なお、自動車の排気ガス中のNOの浄化触媒として、ZrO₂ 粉末表面上のRh 微粒子が触媒反応を起こす様子をTEM 観察した記事が、本Web マガジンで別報告されている [6]。

図10は、CeO₂ ナノ粒子上の炭素燃焼その場観察TEM 像（加速電圧1,000kV）で、左側が加熱前、右側が5分間の加熱（400℃）後である。左のTEM 写真で濃い部分がCeO₂ ナノ粒子で、六角形や四角形に見える多面体の粒径は20nm 弱のことが多い。CeO₂ ナノ粒子の表面に炭素（C）を付着させており、炭素（C）のコントラストはCeO₂ ナノ粒子よりは薄い（この分解能ではC原子は分解できない）。左側のTEM 写真で右上隅のコントラストがさらに薄い部分は、サンプルがなく電子が素通り透過している真空部分である。試料室に低圧の酸素ガスを導入し、ガスの分圧が10⁻³～10⁻¹Paの範囲で安定した後、試料ホルダーに組み込んだヒーターで試料を加熱した。

図10の右側のTEM 像は、5分間の加熱後のもので、点線矢印で示す炭素（C）の領域厚みが減少している様子が観察された。また、4本の点線矢印のうち左側の2本の矢印に挟まれた箇所に、コントラストが炭素（C）より薄い部分があり、これは炭素（C）が燃焼して空洞ができたと考えられる。このように低圧酸素ガス環境下でCeO₂ ナノ粒子表面上の炭素（C）が加熱によって減少することは、CeO₂ ナノ粒子表面上の触媒燃焼反応が発生していることを示している。燃焼速度が、多面体ナノ粒子上の位置や時間の経過とともに変化することや、CeO₂ ナノ粒子

周辺の環境（炭素領域の厚さ他）に依存することも解明された [12]。これらの観察結果は、CeO₂ 触媒の酸素供給能に関する情報を提供するので、ガソリンエンジンの三元触媒の助触媒の理解を進めることにもつながる。

本実験では、特に低ガス圧の安定調整に苦労した。ガス圧は流量計と3つのバルブで制御するが、低圧での制御は自動ガス圧制御では不十分で、操作者によるマニュアル制御になる。バルブのマニュアル制御では、目標のガス圧からオーバーシュートしないように、かつ長時間にわたって安定したガス圧を維持すべく、適宜調整する必要があるが、経験知がないと調整は難しい。また、加熱すると試料ホルダーの熱膨張等によりTEM 観察の位置が変化してしまう。観察位置が変化しないように、常にドリフト補正して試料の同じ場所を観察するようにした。また、温度制御には加熱ヒーターの電流をマニュアルで調整する必要があるが、電流値の変更が試料温度に反映するには時間差があり、さらにガス圧が変動すると温度も変化するため、温度維持のために常に電流値を少し先を見越して調整する必要もあった。以上のようにガス圧・観察位置・温度という互いにかかわり合う要素を一定時間安定して維持することに苦労した。



4. 機器利用者への装置操作マニュアル整備と操作実技講習

今回の樋口氏への技術支援貢献賞は、研究支援だけでなく装置操作の講習や、講習で使用するマニュアルの整備も、受賞対象になっている。

4.1 装置の操作マニュアル整備

名古屋大学の微細構造解析PFでは、現時点で装置の操作マニュアルを14点整備しており、内12点は樋口氏が

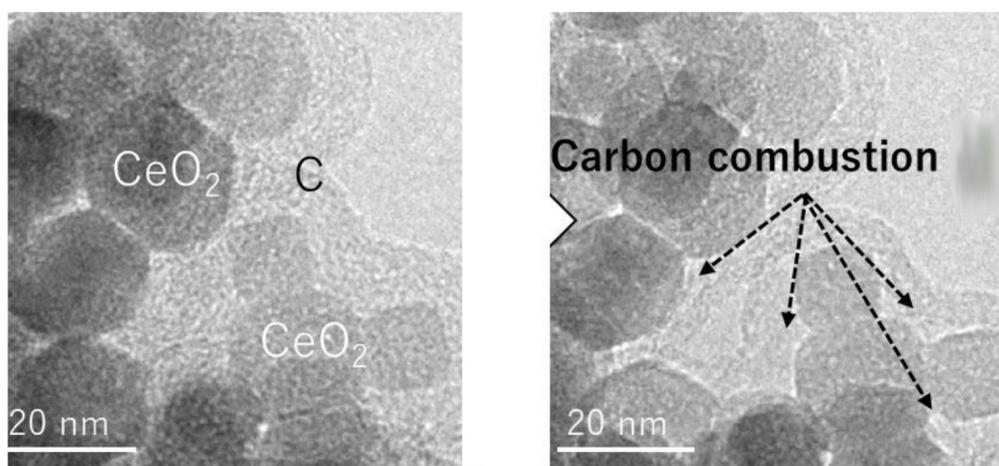


図10 CeO₂ ナノ粒子上の炭素燃焼その場観察TEM 像：（左）加熱前、（右）5分加熱後

主に作成した。図 11 および図 12 は作成した操作マニュアルの例である。図 11 は TEM 用試料作製におけるイオンミリングによる加工の全体の流れ、図 12 は FIB-SEM 装置用の試料ホルダーの準備に関するマニュアルの一部を抜粋した。

操作マニュアルを整備することで、

- ①操作ミスの防止による故障の回避 ⇒ 装置稼働率向上、修理対応の手間と費用の削減
- ②データ取得速度の向上 ⇒ 実験効率向上
- ③取得データの質向上 ⇒ ユーザーの満足度向上

④講習の効率や効果の向上 ⇒ 業務効率向上

⑤ユーザーの不安低減 ⇒ ユーザーのリピート率向上等の効果を狙っている。したがって、内容は正しく、かつ分かりやすいことを重視している。読むユーザーのレベルは様々であるため、初心者でも間違いなく伝わるよう写真や模式図を意識的に多く使用している。こうしたマニュアルにより、PF が所有する装置が幅広いユーザーに有効利用されることを期待している。最近では留学生で日本語が苦手なユーザーも増えてきているため、英語版も整備しつつある。

2015/6/25版

2015 超高压電子顕微鏡施設 樋口

TEM用サンプル加工マニュアル(イオンミリング)

0. 全体の流れ

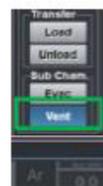


図 11 整備した操作マニュアルの例：TEM 用試料加工

2. 試料準備

●試料ホルダー準備

試料ホルダーは予備排気室(Sub Chamber)内にて真空保管している。
試料ホルダーや予備排気室内は素手で触らない



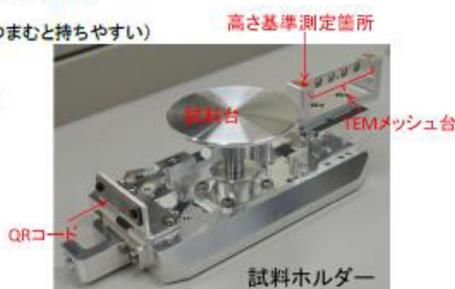
- ① Start up画面に入る(画面右上)
- ② Sub Chamber「Vent」で、試料交換室をリークし、上蓋を開ける
- ③ 試料ホルダーを取り出す(QRコードの部分指でつまむと持ちやすい)
…ホルダー先端と壁が衝突しないよう注意

- ④ 試料台(φ25mmの円盤)の上に試料を貼り付ける
…両面のカーボンテープ or 銀ペーストを使用

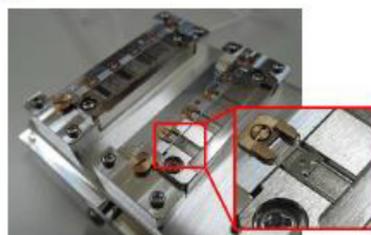
銀ペーストを使用した場合、
必ず真空デシケーターで15min以上乾燥させる

試料サイズは最大φ50mm厚さ20mm

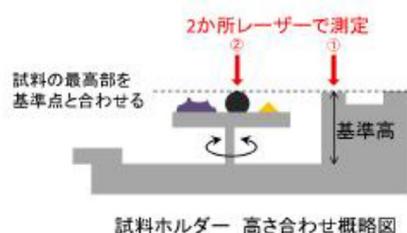
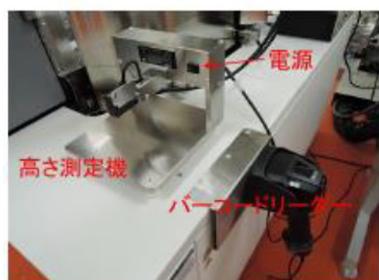
(注)試料台は使用後に試料を必ずはずす
試料をはがしたくない場合は、以下の情報(2019.5時点)を参考に試料台をあらかじめ自分で購入しておくこと
品名:シリョウダイ50 価格:40000円(1個につき) コード:BAC-2587 納期:受注後70日
問い合わせ先:日立ハイテクサイエンス



- ④ TEMメッシュを用いる場合のみ実施
ナノメッシュをTEMメッシュ用の台に固定する
…右写真のように専用の台座を用い、スライドさせて挟む
メッシュ台は右上の写真の向きで試料ホルダーに取り付ける
ナノメッシュはユーザー自身で購入すること



- ⑤ 高さ測定機で基準高測定箇所にレーザーを当て、「Zero Shift」を押す
→試料の最高部にレーザーを当て、Goが緑点灯したらOK
Hi ないし Loが赤点灯の場合、試料台を回して(1回転で0.7)、Goが緑点灯するまで調節する
(注)本作業が不適切だと装置内での干渉・衝突による故障の原因になるので必ず適切に実施すること



FIB機能 3 / 24 ページ

図 12 整備した操作マニュアルの例：FIB-SEM 装置用試料準備

4.2 装置操作の実技講習

令和2年度は14種の装置について合計50回、71人に実技講習を実施した。1回あたりの受講者は、1人～2人である。受講者は学生が殆どで、民間の企業の技術者は少ない。各ユーザーで経験・目的・試料・難易度等、すべて条件が異なるので、事前の打ち合わせで受講者の希望をできる限り把握するようにしている。講習には、

上述の操作マニュアルを用いている。マニュアルの内容は一般的なものなので、適宜そのユーザーにあった使用方法を伝えるようにしている。最近の学生は受け身の人もいるので、利用の際の気持ちのハードルが下がるように対応している。多人数にまとめて教えるのが業務効率やマシタイムの観点からは良いが、コロナ禍での密防止のため少人数で実施せざるを得ず、日程調整やマシタイムの確保には例年以上に苦労した。



5. 共用施設による研究支援としての今後の抱負とユーザーへの期待

最後に樋口氏に、今後の抱負を伺った。「一期一会の気持ちを大切にしたいと思っている。自分にとっては共用装置を用いた各種実験や相談は日常であるが、ユーザーにとっては悩んで悩みぬいた上で藁にもすがる思いで足を運んでくれているのかもしれない。私自身は、個々のユーザーの研究の背景や試料情報など詳しくないが、別の視点からの支援や助言ができる場面もあるので、親身にユーザーの声に耳を澄まし、可能性を広げるお手伝いできればと思っている。」

PF ユーザーへは、「ユーザー、特に学生さんには是非積極的に声をかけてきてほしい。装置の使い方の練習でも実験系の相談でも、そこに割く私自身のリソースは制限しないと決めている。なるべくこちらから声をかけて、ユーザーの状況を理解しようと努めてはいるが、おそらく取りこぼしている案件も多いと思う。すべてはコミュニケーションから始まると思うので、まずは何でも相談して欲しい。」と樋口氏は語った。



参考文献

- [1] ナノテクノロジープラットフォーム技術スタッフ表彰 令和2年度 技術支援貢献賞 樋口公孝（微細構造解析 PF: 名古屋大学）；<https://www.nanonet.go.jp/ntj/award/>
- [2] 名古屋大学 未来材料・システム研究所 超高压電子顕微鏡施設 ナノテクノロジープラットフォーム実施機関；<https://nanoplat.nagoya-microscopy.jp/>
- [3] “高精度 FIB 加工技術を用いた微細構造観察，受賞者 名古屋大学 微細構造解析プラットフォーム 中尾知代氏に聞く”，NanotechJapan Bulletin Vol. 13, No. 6 (2020)；https://www.nanonet.go.jp/magazine/content/files/mag_pdf/Staff_Aw_pdf/Award_for_technical_staff_2019-2.pdf
- [4] “反応科学超高压電子顕微鏡による研究支援，受賞者 名古屋大学 微細構造解析プラットフォーム 荒井重勇氏に聞く”，NanotechJapan Bulletin Vol. 10, No. 2 (2017)；https://www.nanonet.go.jp/ntjb_pdf/Award_for_technical_staff_2017-1.pdf
- [5] 平成 29 年度技術スタッフ表彰 若手技術奨励賞 “超高压電子顕微鏡によるガス中その場観察の研究支援，受賞者 名古屋大学 微細構造解析プラットフォーム 樋口公孝氏に聞く”，NanotechJapan Bulletin Vol. 11, No. 4 (2018)；https://www.nanonet.go.jp/magazine/content/files/mag_pdf/Staff_Aw_pdf/Award_for_technical_staff_2018-4.pdf
- [6] “ガス環境下における自動車触媒ナノ粒子のオペランド TEM 観察～触媒開発に大きく貢献する研究開発手法～，トヨタ自動車株式会社 田中展望氏，日本電子株式会社 樋口哲夫氏，名古屋大学未来材料・システム研究所 武藤俊介氏，名古屋大学微細構造解析プラットフォーム 荒井重勇氏に聞く”，NanotechJapan Bulletin Vol. 13, No. 2 (2020)；https://www.nanonet.go.jp/magazine/content/files/mag_pdf/Exellent_pdf/MajorResults2020-1.pdf
- [7] 原徹，“FIB-SEM シリアルセクションニングによる材料組織の三次元観察”，顕微鏡，Vol.49, No.1, pp.53~58 (2014)；https://www.jstage.jst.go.jp/article/kenbikyoku/49/1/49_53/_pdf
- [8] 樋口公孝，中村裕太，足立吉隆，“FIB-SEM による疑似パースペクティブの 3D 観察”，日本顕微鏡学会第 61 回シンポジウム（2018 年 11 月）
- [9] Kimitaka Higuchi, Yuta Nakamura, Yoshitaka Adachi, "3D observation of degenerate pearlite structure by FIB-SEM", Microscopy, Vol.67, Issue suppl_2, November, Page i37 (2018)；<https://doi.org/10.1093/jmicro/dfy101>
- [10] 杉浦 啓嗣，近藤博基，樋口 公孝，荒井 重勇，堤 孝嘉，石川 健治，堀 勝，“リモート酸素プラズマ照射によるグラフェンの layer-by-layer エッチング過程のその場透過電子顕微鏡観察”，第 66 回応用物理学会春季学術講演会 講演予稿集，10p-M103-6 (2019 春季)；<https://confit.atlas.jp/guide/event-img/jsap2019s/10p-M103-6/public/pdf?type=in>
- [11] Hirotsugu Sugiura, Hiroki Kondo, Kimitaka Higuchi, Shigeo Arai, Ryo Hamaji, Takayoshi Tsutsumi, Kenji Ishikawa, Masaru Hori, "Reaction science of layer-by-layer thinning of graphene with oxygen neutrals at room temperature", Carbon, Vol.170, pp.93~99 (2020)；<https://doi.org/10.1016/j.carbon.2020.07.052>
- [12] Masakuni Ozawa, Kimitaka Higuchi, Keita Nakamura, Masatomo Hattori, Satoshi Ohara and Shigeo Arai, "In situ observation of catalytic CeO₂-nanocube (100) surface with carbon contamination by environmental TEM: a model for soot combustion", Japanese Journal of Applied Physics, Vol.60, SAAC04 (2021)；<https://iopscience.iop.org/article/10.35848/1347-4065/abba0e/pdf>
- [13] “CeO₂ 系ナノ粒子の作製，複合組織及びその場観察”，名古屋大学 電子光学研究の歩み No31, pp.41-42 (2020)

図はすべて樋口氏から提供された。

(尾島 正啓)