



文部科学省ナノテクノロジープラットフォーム 平成 28 年度技術スタッフ表彰 優秀技術賞 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

文部科学省は、微細構造解析、微細加工及び分子・物質合成の3つの分野で最先端のナノテクノロジー施設・設備を有する26研究機関が、全国の産学官の研究者に利用機会を提供し、イノベーションにつながる研究成果の創出を目指すナノテクノロジープラットフォーム事業を推進している。最先端の施設・設備を有効に利用して研究成果を挙げるには施設・設備を熟知した支援スタッフの利用者への支援が必要となる。ナノテクノロジープラットフォーム(NPJ)は平成26年度から特に優れた支援を行った技術スタッフに3つの賞(優秀技術賞、技術支援貢献賞、若手技術奨励賞)を贈ってきた。平成28年度の優秀技術賞には、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 微細構造解析プラットフォーム実施機関 特任准教授 荒井 重勇(あらい しげお)氏「反応科学超高压電子顕微鏡による研究支援」が選ばれた。そこで、どのような技術で、どのような支援が行われたかを伺うべく、同氏を名古屋大学東山キャンパスにある同大学超高压電子顕微鏡施設に訪ね、お話をうかがった。



(左) 反応科学超高压電子顕微鏡の前に 受賞者 荒井 重勇氏
(右) 副賞のバッジ 優秀技術賞



1. 反応科学超高压電子顕微鏡で何ができるか

1.1 反応科学超高压電子顕微鏡の開発の狙いと組み込まれた新機能 [1][2][3][4][5]

名古屋大学は1939年の創立から間もない1942年に電子顕微鏡を設置して以来、その活用と性能向上に最先端を走ってきた。1972年には加速電圧百万ボルト(1000kV)の超高压電子顕微鏡(High Voltage Electron Microscope, HVEM)であるHU-1000Dが開発され、1983年にはFE(電界放射型)電子銃が搭載可能な1250kV 走査透過型超高压電子顕微鏡(H-1250ST)が導入され、厚い材料中の格子欠陥や生物試料の立体観察、電子照射実験などが可能になった。また、2006年からはHVEMを有する大学や

研究機関が連携して、広く全国の研究者に利用機会を提供する超高压電子顕微鏡連携ステーション事業が始まり、事業の一環として、2010年には時代に即した新しい研究活動が可能なHVEMの建設が企画された。

高分解能観察は汎用の200kVクラスの電子顕微鏡でも可能になったため、超高压電顕では汎用の電子顕微鏡では不可能なことをやろうと考え、ガス環境その場観察を提案した。O₂、COなどのガスを導入できるようにし、触媒作用や金属の酸化・還元、電池の電極における反応などが簡便に観察できるようにしようという試みである。化学反応に限らず、様々な物理や化学の現象を直接観察できるような装置を作りたい。そこで新たに開発するHVEMは「科学」の文字を使って「反応科学(Reaction Science, RS)」超高压電子顕微鏡(RS-HVEM)と名付けられた。この時までには30年以上、名古屋大学で電子顕微鏡の研究、運用に当たってきた荒井氏は新しい顕微鏡の開

発に参加し、長年の経験をもとに装置本体や周辺機器の設計に様々な工夫を盛り込んだ。

RS-HVEMは日本電子株式会社（JEOL）の協力を得て、2010年に完成した。図1は全体像であるが、設置・運用されている現在、この姿をそのまま見ることはできない。地下1階から、地上3階まで床を突き抜ける形で設置されているからである [1][2][3][4][5]。

地下1階には重さ300t、高さ3.7mの除振台、地上1階部分に重さ10t、高さ3.6mの鏡筒部、2階部分には1000kVの加速電子を発生させる重さ20t、高さ6.7mの高圧・加速管部が設置され、全高は14mになる。1000kVの高電圧はコッククロフトウォルトン回路と36段の加速管で発生させている。

通常、電子顕微鏡の鏡筒部は高真空中に保持されているが、RS-HVEMでは鏡筒内にガスを導入できる独自の機構（図2）を有している、このガス導入機構は鏡筒内に挿入・

引き抜き可能なりトラクタブル方式を採用し、反対側から挿入される試料ホルダーを囲うような構造となっている。ガスはこの機構により鏡筒部の高真空（ 10^{-6} Pa台）とは全く異なった、最大13,000Pa（約0.1気圧）という高い圧力のガスを保持することができる。ガス導入機構部の上下の面には小さな貫通孔があり、その孔を覗き込むように1000kVに加速された電子が通り、試料を電子が通過する機構となっている。一般的な電子顕微鏡では電子線を集束させる対物レンズの磁極の間隔は通常3～5mm程度だが、これを16mmにして、厚み14mmのガス導入機構が挿入できる構造になっている。1000kVに加速された電子の透過率は高く、0.1気圧の厚いガス中をほとんど散乱されることなく透過する。試料を透過した電子は、中間レンズ、投影レンズなどで結像・拡大され、観察室に取り付けた蛍光板やCCDカメラで検出される。

RS-HVEMは透過電子が結像する像を観察する透過電子

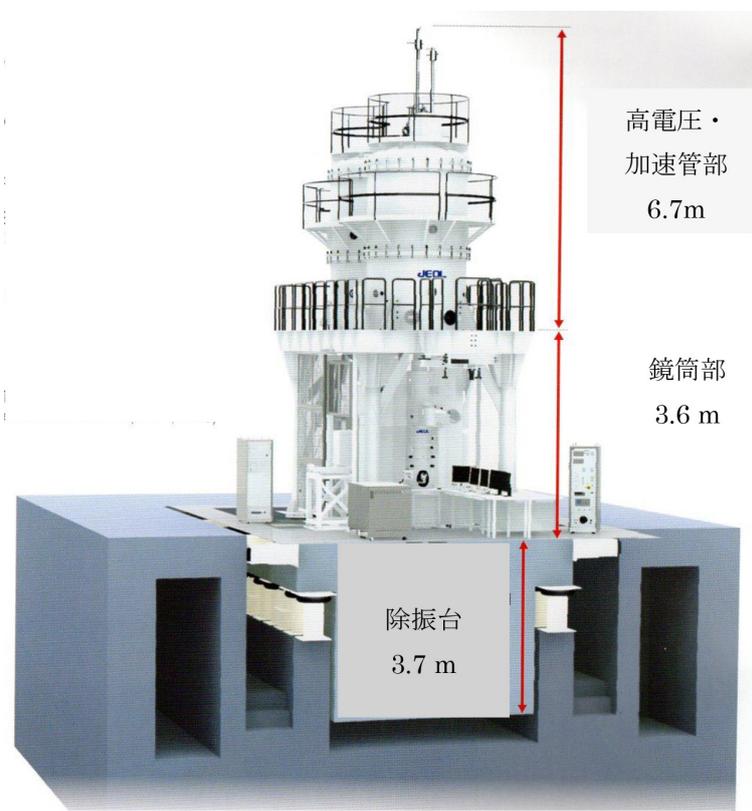


図1 反応科学超高压電子顕微鏡

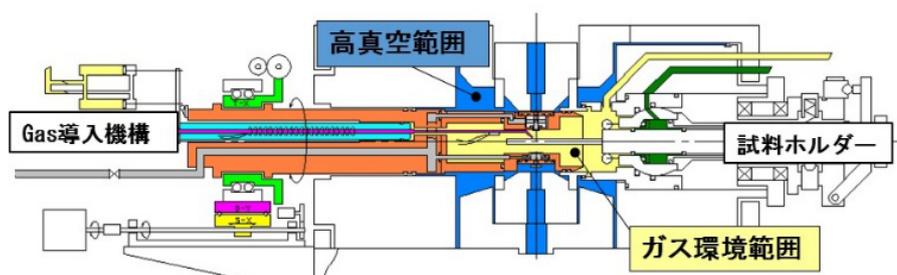


図2 ガス導入機構

顕微鏡 (Transmission Electron Microscopy, TEM) 像に加え、電子線を走査して試料原子から散乱された電子によって構成される像を観察する走査透過電子顕微鏡 (Scanning Transmission Electron Microscopy, 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電子エネルギー損失分光 (Electron Energy Loss Spectroscopy, EELS) の機能を付け加えられた。EELSにより元素分析ができる。

1.2 反応科学超高压電子顕微鏡の特徴とその運用

RS-HVEMの主な仕様は、 3×10^{-6} Pa (2×10^{-8} Torr)の高真空から 1×10^4 Pa (0.1 気圧) までのガス環境下でその場観察ができ、TEM 点分解能 0.15nm 以下 (図3)、STEM 分解能 1nm 以下、EELS スペクトル分解能 1.5eV 以下である。ガス中で金単結晶を観察すると、ガス圧 11,000Pa においても真空と変わらない像が得られ [1][2][3][4][5]、ガス中での高分解能観察を確認できた (図4)。ガスは2系統で導入でき、 N_2 、 O_2 、 H_2 、CO+Air ガスなどを常備している。超高压電子顕微鏡は厚い試料を観察でき、200 ~ 300kV の一般的な電子顕微鏡では $0.2\mu\text{m}$

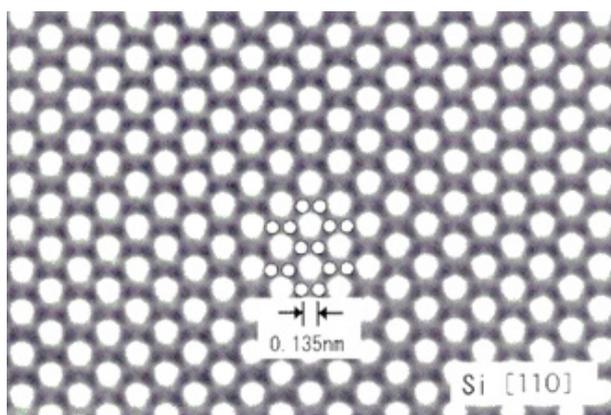


図3 単結晶 Si[110] 方位からの高分解能像 (Si 原子列が二つ並んでいる)

程度の試料が限度であるのに対し、 $1\mu\text{m}$ 以上の厚い試料でも観察できる。さらに、3次元断層観察 (Computed Tomography, CT) で厚みのある試料の立体像を構成できるよう、ガス反応室を用いない場合、1軸傾斜で試料を $\pm 70^\circ$ の範囲で連続傾斜できるようにした。また、金属の水素脆性なども調べられるよう真空内応力印加機構 (ナノインデンテーションホルダー) も加えた。そのほか、液体 He ホルダー、2軸傾斜加熱ホルダー、ワイヤータイプ超高温加熱ホルダーなどの利用もできる。

こうして出来上がった RS-HVEM により、従来できなかった観察ができるようになり、2014年4月に、荒井氏は、名古屋大学 田中信夫教授、日本電子株式会社 大田繁正・大崎光明の両氏とともに、「ガス中ナノ観察研究のための反応科学超高压電子顕微鏡の観察」の研究題目で、「平成26年度科学技術分野の文部科学大臣表彰 科学技術賞 (開発部門)」を受賞した。田中教授は、2015年1月30日開催の第13回ナノテクノロジー総合シンポジウム「Session 3: 先端計測・解析技術の進展」において「反応科学超高压電子顕微鏡の開発とナノ、バイオ材料への応用」と題する講演を行い、装置の紹介とともに、青色 LED の厚さ数 μm 以上の観察部で界面歪みによる転位網、Pt/MWCNT (白金/多層カーボンナノチューブ) の酸化における Pt の挙動、酵母菌の3次元観察などの観察例を紹介した [6]。

ガス雰囲気中の超高压電子顕微鏡観察という新たな試みに応える高度な装置を用いた実験には数々の注意が必要であり、熟達した操作技術が求められる。このため、RS-HVEM におけるガス圧下の電顕観察に先立って、同じ条件でどのような反応が進むかを調べる装置が用意されている。本体で用いられるのと同じ試料室とガス導入部を結合させ、RS-HVEM における実験と同じ設定条件のもとで反応状況などを確認し、電顕観察などに問題ないかあらかじめ確認する予備試験装置である。また、電顕観察は装置があるだけではダメで、観察可能な厚さに加工する試料作製が必要であるが、ナノテクノロジープラッ

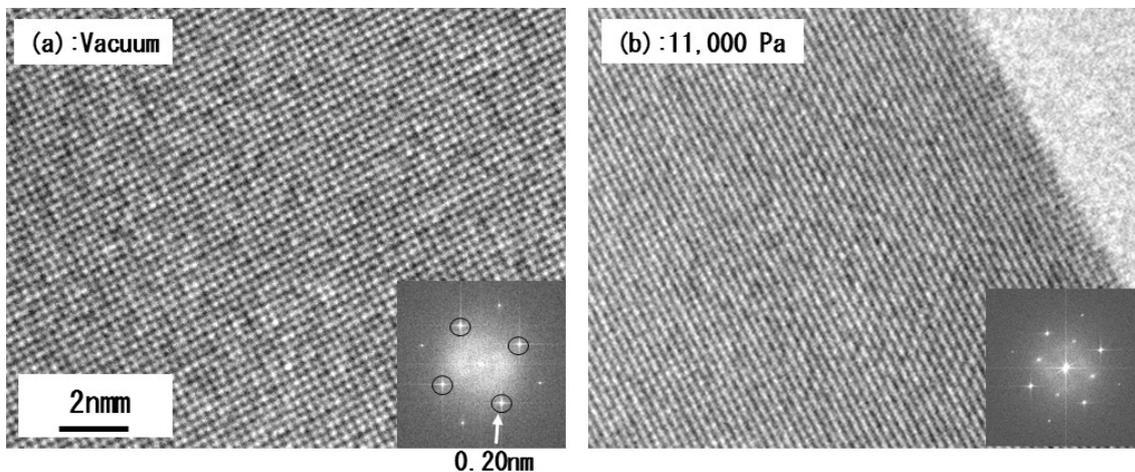


図4 金単結晶のガス中観察

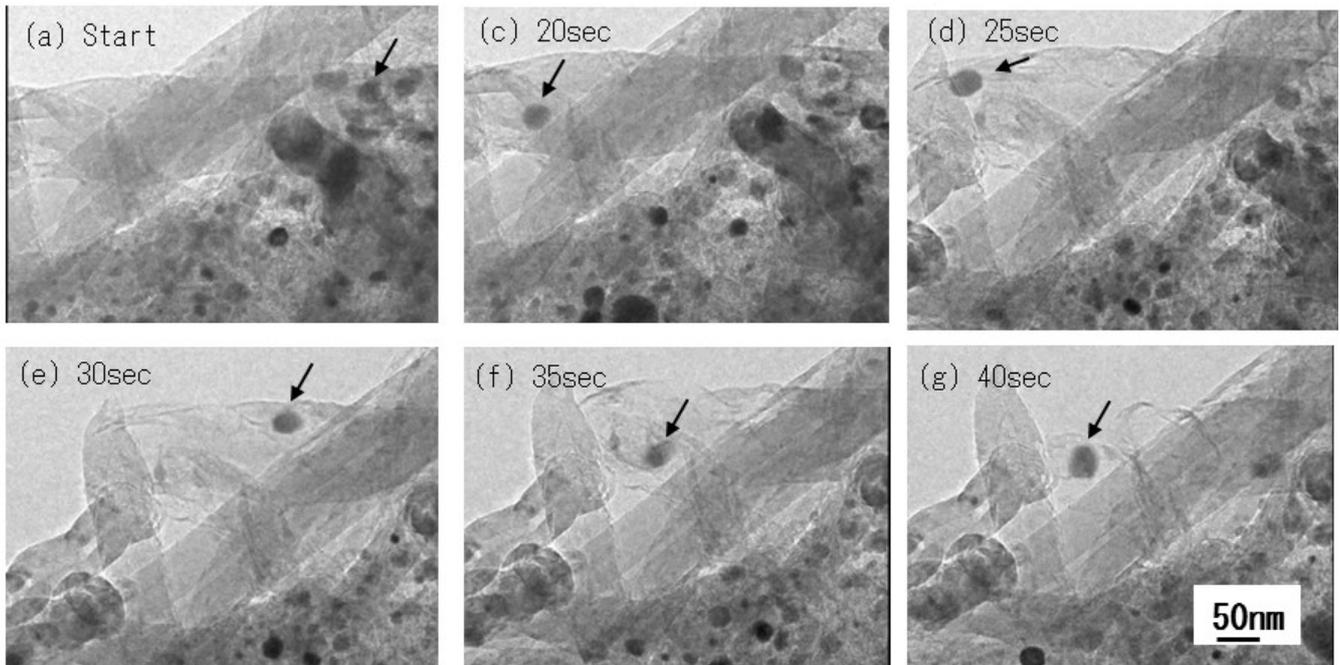


図5 Pd粒子によるCNTの酸化実験（図中の矢印は一つのPd微粒子の5秒ごとの位置）

トフォームのおかげで一貫したサポート体制がとれているという。さらに、RS-HVEMのような多機能で高度な装置は運転や操作に習熟を要するので、RS-HVEMでの実験は荒井氏のような支援スタッフが利用申請者と一緒に実験を行う。このため、電頭内の試料を観察するテレビカメラは低倍率、中倍率、高倍率と3台用意されている。利用申請者と支援者がそれぞれのモニターで実験中の試料の状況を観察し、支援者が電子顕微鏡の調整、真空中での試料位置の精密調整やガスの安定導入などの操作を行うことにより、利用申請者の望む実験とそれに伴う観察を可能にしている。



2. 反応科学超高压電子顕微鏡 (RS-HVEM) による観察と研究支援

2.1 RS-HVEM の観察例

様々な観察例が多数ある中から、2つの例を示す。

(1) 酸素ガス中での貴金属触媒によるCNTの酸化 [4][7][8]

一般財団研究所から金属微粒子が炭素を CO_2 に変換する過程を見たいとの利用申請があった。CNTにパラジウム (Pd) 微粒子を担持させ、RS-HVEM中で約 400°C まで昇温した後、 O_2 ガスを約 5Pa 導入し、試料の変化を CCD カメラ動画撮影した。約 40nm 程度の Pd 微粒子が CNT を酸化しながら CNT 表面を激しく移動する様子が捉えられた (図5)。支援者の HVEM 内ガス環境実験の経験とノ

ウハウによって捉えられたその場観察例である。

(2) 生物試料である毛髪中のメラニン顆粒の立体構築像 [9]

化粧品メーカーから毛髪中のメラニン顆粒の構造解析を求められた。超高压電子顕微鏡 (HVEM) は高い透過能力を有しているので STEM 機能を利用し、毛髪中のメラニン顆粒の像を立体構築した (図6)。観察の結果、長さ $1\mu\text{m}$ のメラニン顆粒は 20nm ほどの多くの球状の小胞や顆粒状粒子がメラニン顆粒の細長い方向に顆粒状構造と配列構造を含む膜のような外皮で構成されていたことが分かった。毛髪を脱色すると顆粒状の粒子は壊れるが、外皮は残り、メラニン顆粒を分解する毛髪の脱色剤の暴露後もほぼ維持されることが判明した。立体像構築には試料傾斜時の中心位置の保持などが必要であり、毛髪の電子線による損傷を最低限にするよう迅速な操作が必要であった。

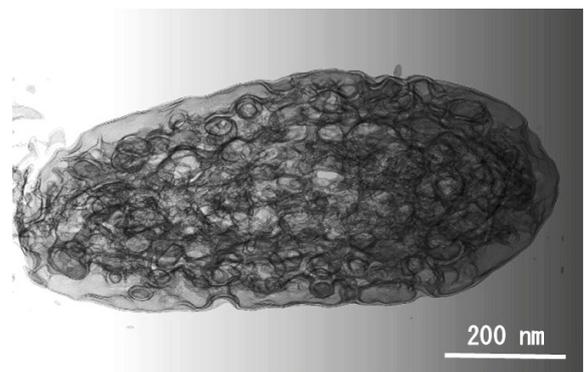


図6 RS-HVEMによる毛髪中のメラニン顆粒立体構築像

2.2 RS-HVEM における技術支援

上記の観察例でも、支援者の経験や操作技術によって観察に成功したことが示された。荒井氏が支援に当たった課題は多く、触媒関係だけでも 33 課題に上る。数多くの実験について、どのような支援を特に行ったか伺った。その中から、下表に 3 分類、各 2 実験について支援内容を示した。



3. 名古屋大学 微細構造解析プラットフォームにおける技術支援と今後の展開

3.1 名古屋大学 微細構造解析プラットフォーム [10]

名古屋大学 微細構造解析プラットフォームは、電子顕微鏡によるナノ構造解析支援を行っている。東山キャンパスにあり、汎用電子顕微鏡類を収める 1 階建ての建屋に続けて RS-HVEM を収める 3 階建ての建物がある (図 7)。

名古屋大学 微細構造解析プラットフォームは、本稿の主題である反応科学超高压走査透過電子顕微鏡を始め、冷陰極型収差補正電子顕微鏡、電界放出型収差補正電子顕微鏡、ホログラフィー電子顕微鏡、電子分光走査透過電子顕微鏡、電界放出型透過電子顕微鏡、走査電子顕微鏡と、計 7 台の電子顕微鏡群を共用している。これに加えて、試料作製装置群として、高速加工観察分析装置 (FIB-SEM)、集束イオンビーム (FIB) 加工機、アルゴンイオン研磨装置、切断、機械研磨、化学研磨、FIB 用サンプル加工等、無機材料系試料作製のための各種装置群が用意されている。試料作製から、実験・観察に至る全ての過程を一貫して支援するのも名古屋大学の大きな特徴の一つである。荒井氏は RS-HVEM を担当するだけでなく、施設全体の事業運営統括にも当たっている。

3.2 名古屋大学 微細構造解析プラットフォームの利用状況

名古屋大学の装置は学内の利用者を含め、ほぼ毎日稼

分類	利用者	実験題目	特に行った支援
ガス環境実験	大学	Ni ₃ Al の結晶粒界面制御による水素脆性	機械荷重印加, 軽元素ガスの圧力安定化
	企業	水素・酸素ガス中の白金触媒熱劣化	高温の温度制御による試料位置ドリフト抑制
厚い試料の観察	大学	金属疲労させた単結晶銅の転位壁観察	試料への電子線入射方向精密制御
	民間研究所	GaN (1μm 厚) 中の転位観察	結晶方位を考慮した鮮明な観察・撮影条件
生物試料の観察	大学	深海微生物におけるラセン菌の立体像	STEM 機能による立体像構築
	企業	熱可塑性エラストマー内部のマイクロ相分離構造	立体像構築, ミクロ構造可視化



図 7 名古屋大学 超高压電子顕微鏡施設

働している。外部の利用者の半分は企業で中部地元に限らない。図8に示すように、2016年4月から2017年1月までの利用課題数111件の内、大企業36件、中小企業13件で49%が企業だった。平成27年度は113件中、企業が55%を占めた。土地柄から自動車とその関連企業からの希望も多い。特に触媒に使われる貴金属微粒子は非常に小さくなければ活性能力が低下するため、RS-HVEMによる原子レベルでのその場ガス環境実験は触媒反応解明のための有効な手法の一つであることが、大学の研究者だけでなく企業にも周知されてきた。毎年、名古屋大学の7台の電子顕微鏡で110件程度の課題をこなしているが、その中の40件がRS-HVEMを利用している。RS-HVEMを利用する企業には大企業が多く、数ヶ月先までRS-HVEMの利用予定は詰まっている。

RS-HVEM装置共用上の優位点は、世界で唯一、超高圧電子顕微鏡で最大0.1気圧ものガス環境でその場観察が可能なことである。さらにHVEMは本来、厚い試料の観察が可能であるため、厚い試料観察のユーザーも多い。しかもSTEM観察では厚い金属中の転位など結晶の歪みを鮮明に捉えることも可能である。これはSTEMでは結晶の歪みによるコントラストに邪魔されることなく、厚い試料中に存在する転位などの微細な結晶欠陥などが観察出来る特徴をもつからである[3][5]。また本来、HVEMは厚い試料を透過する能力を有しており、数μmサイズの細胞であれば丸ごと透過するため、生物系の試料観察例も多い[9][11][12]。厚い試料、ガス環境その場実験(例えば[13][14][15][16][17][18])での観察など、なんでもできるのが売りになっている。

今後、さらに名古屋大学の利用者が増えるよう、学会や展示会などでプレゼンテーションも積極的に行い宣伝している。化粧品展示会でのプレゼンテーションがきっかけで、メラニン顆粒の観察を持ち込まれたなどの例も多数ある。

珍しいところでは、約5,000年前の縄文時代に作られた土器破片の観察も行っている。依頼者はインターネッ

トで名大の微細構造解析プラットフォームを探し出し、SEM観察依頼を持ち込まれた。土器破片のレプリカ膜を作製し、そのレプリカ膜をSEM観察し土器に付着した植物種子などの痕跡から、当時の人々の食物の推測に利用する。光学顕微鏡では微細な構造まで見出せないが、SEMでは明瞭に観察できるとの意見を利用者からいただいている。

3.3 RS-HVEMによる技術支援の拡大・向上に向けて

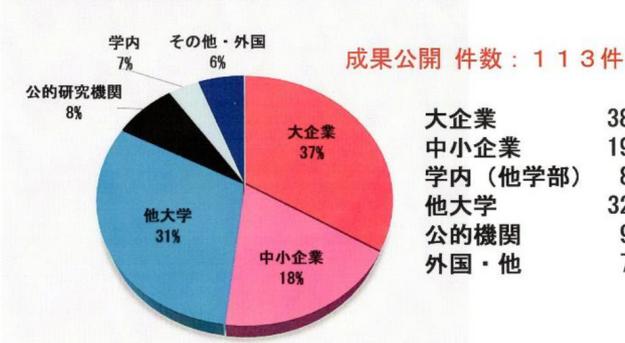
今後の技術支援に向けては以下のようなお話があった。

名大のRS-HVEMは2010年4月に完成した。装置作りではガスユニットをどのように使い易くするかが難しかった。リトラクタブル方式のガス導入機構により、安定したガス環境観察が可能になった。HVEMは大阪大学や九州大学などの大学にもあるが、ガスを導入する特殊な試料ホルダーを使わず、どんなホルダーでも最大0.1気圧ものガスを導入できる大型装置は世界的にも例がない。引き続きRS-HVEMの利用拡大・技術支援に努めるといふ。

今後は化学反応過程、転位の動きなどを高速で観察・記録できるようにしたい。観察手段として、高速のテレビカメラが必要になる。今のRS-HVEMは、低倍、中倍、高倍と倍率が異なるTVカメラを3台搭載していて、低倍率から高倍率までTVカメラの切り替えにより迅速にデータを出せるようにしている。しかし、現在搭載しているカメラのシャッター速度は0.1秒である。0.1秒の間に試料の変化が進んでしまうことも多い。高速スピードシャッターのある高感度TVカメラがあれば、さらに研究が進むだろう。

EELSでは高感度検出器利用でエネルギー分解能を上げたい。現在の分解能は最高で0.9eV程度だが、10倍ぐらい分解能が上がると、いろいろな元素の内殻励起ピークの微細構造の分離が可能になるため、より精細に触媒材料原子などの電子状態が分かるようになる。

名古屋大学 微細構造解析プラットフォーム
平成27年度観察依頼件数 (2015.04~2016.03まで)



名古屋大学 微細構造解析プラットフォーム
平成28年度観察依頼件数 (2016.04~2017.01までの10ヶ月間)

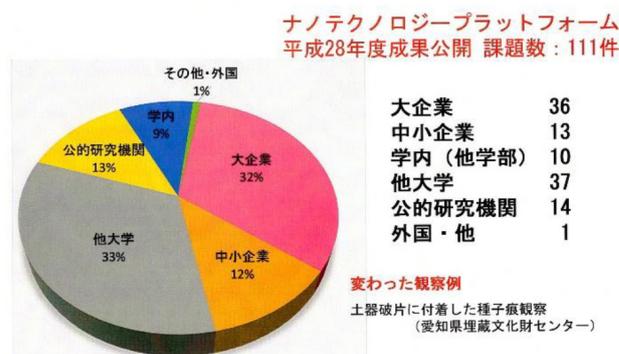


図8 名古屋大学 微細構造解析プラットフォーム利用実績

いろいろな企業からいろいろな試料が持ち込まれるため、試料の作製は苦勞することが多い。生物関係の試料については専門の先生の支援を受けている。試料準備から観察まで多くの作業を一貫して行う体制の維持・強化が望ましい。



おわりに

ガス中その場環境実験での材料の微細な変化を観察できる RS-HVEM の利用実績は多く、利用はさらに拡大して行かだろ。優秀技術賞を受賞した荒井氏は、その建設から関与し、長年の経験の下におもてに現れにくい付帯設備なども整備して、RS-HVEM 利用の便益を向上させた。装置供用に当たっては、試料作製から観察までの一貫支援体制を整備し、利用申請者の実験に立ち会って、高度な技術を要する装置の操作・調整に当たった。その結果、支援者なしには実現が難しい課題で多くの研究成果が生まれている。RS-HVEM の使い勝手を良くする装置改良も進み、高度な技術を伴った手厚い支援により、類例の少ない装置から、さらに多くの成果が生まれることを期待したい。



参考文献

- [1] 田中信夫, 白倉治郎, 楠 美智子, 斎藤弥八, 佐々木勝寛, 丹司敬義, 武藤俊介, 荒井重勇, "反応科学超高压電子顕微鏡の開発", 顕微鏡 Vol. 46, No. 3, pp. 156-159 (2011)
- [2] Nobuo Tanaka, Jiro Usukura, Michiko Kusunoki, Yahachi Saito, Katuhiro Sasaki, Takayoshi Tanji, Shunsuke Muto and Shigeo Arai, "Development of an environmental high-voltage electron microscope for reaction science", *Microscopy*, Vol. 62, No. 1, pp. 205-215 (2013)
- [3] 荒井重勇, "反応科学超高压走査透過電子顕微鏡の開発と応用", 応用物理, Vol. 86, No. 1, pp. 25-30 (2017)
- [4] 荒井重勇, 高橋可昌, 網野岳文, 吉田 要, 山本悠太, 樋口公孝, 山本剛久, 武藤俊介, "反応科学超高压電子顕微鏡を用いたガス環境その場観察", 金属, Vol.86, No. 12, pp. 1085-1090 (2016)
- [5] 産業応用を目指した無機・有機新材料創製のための構造解析技術, 監修:米澤徹, 陣内浩司, シーエムシー出版 (2015)
- [6] 第 13 回ナノテクノロジー総合シンポジウム講演予稿集: http://nanonet.mext.go.jp/doc/JAPANNANO2015_Proceedings.pdf
第 13 回ナノテクノロジー総合シンポジウム (JAPAN NANO 2015) 開催報告: http://nanonet.mext.go.jp/ntjb_pdf/v8n2_JAPANNANO2015.pdf
- [7] Kaname Yoshida, Shigeo Arai, Yukichi Sasaki, and Nobuo Tanaka, "Catalytic behavior of noble metal nanoparticles for the hydrogenation and oxidation of multiwalled carbon nanotubes", *Microscopy (Oxf)*, Vol. 65, No. 4, pp. 309-315 (2016)
- [8] Kaname Yoshida, Shigeo Arai, Yukichi Sasaki, and Nobuo Tanaka, "Catalytic oxidation of carbon nanotubes with noble metal nanoparticles" *Micron*, Vol. 76, September 2016, pp.19-22
- [9] Takehito Imai, Kimitaka Higuchi, Yuta Yamamoto, Shigeo Arai, Takashi Nakano, and Nobuo Tanaka, "Sub-nm 3D observation of human hair melanin by high-voltage STEM", *Microscopy (Oxf)* Vol. 65, No. 2, pp. 185-189 (2016)
- [10] nanoplat 高性能電子顕微鏡による反応科学・ナノ材料研究支援拠点: <http://nanoplat.nagoya-microscopy.jp>
- [11] Kazuyoshi Murata, Masatoshi Esaki, Teru Ogura, Shigeo Arai, Yuta Yamamoto, and Nobuo Tanaka, "Whole-cell imaging of the budding yeast *Saccharomyces cerevisiae* by high-voltage scanning transmission electron tomography", *Ultramicroscopy*, Vol 146, September 2014, pp. 39-45
- [12] Masashi Yamaguchi, Hiroyuki Yamada, Kimitaka Higuchi, Yuta Yamamoto, Shigeo Arai, Kazuyoshi Murata, Yuko Mori, Hiromitsu Furukawa, Mohammad Shorif Uddin, and Hiroji Chibana, "High-voltage electron microscopy tomography and structure analysis of unique spiral bacteria from the deep sea", *Microscopy (Oxf)*, Vol. 65, No. 4, pp. 363-369 (2016)
- [13] Takeshi Fujita, Pengfei Guan, Keith McKenna, Xingyou Lang, Akihiko Hirata, Ling Zhang, Tomoharu Tokunaga, Shigeo Arai, Yuta Yamamoto, Nobuo Tanaka, Yoshifumi Ishikawa, Naoki Asao, Yoshinori Yamamoto, Jonah Erlebacher, and Mingwei Chen, "Atomic origins of the high catalytic activity of nanoporous gold", *Nature Materials*, Vol. 11, No. 9, pp. 775-780 (2012)
- [14] Takeshi Fujita, Tomoharu Tokunaga, Ling Zhang, Dongwei Li, Luyang Chen, Shigeo Arai, Yuta Yamamoto, Akihiko Hirata, Nobuo Tanaka, Yi Ding, and Mingwei Chen, "Atomic Observation of Catalysis-Induced Nanopore Coarsening of Nanoporous Gold", *Nano Letters*, Vol. 14, No. 3, pp 1172-1177 (2014)
- [15] Takeshi Fujita, Hideki Abe, Toyokazu Tanabe, Yoshikazu Ito, Tomoharu Tokunaga, Shigeo Arai, Yuta Yamamoto, Akihiko Hirata, and Mingwei Chen, "Earth-Abundant and Durable Nanoporous Catalyst for Exhaust-Gas Conversion" *Advanced Functional Materials*, Vol. 26, No. 10, pp. 1609-1616 (2016)

- [16] Kohei Kamatani, Kimitaka Higuchi, Yuta Yamamoto, Shigeo Arai, Nobuo Tanaka, and Masaru Ogura, "Direct observation of catalytic oxidation of particulate matter using *in situ* TEM" *Scientific Reports*, Vol. 5, Article number: 10161 (2015) DOI: 10.1038/srep10161
- [17] Yoshimasa Takahashi, Shigeo Arai, Yuta Yamamoto, Kimitaka Higuchi, Hikaru Kondo, Y. Kitagawa, Shunsuke Muto, and Nobuo Tanaka "Evaluation of Interfacial Fracture Strength in Micro-Scale Components Combined with High-Voltage Environmental Electron Microscopy", *Experimental Mechanics*, Vol. 55, No. 6, pp 1047-1056 (2015)
- [18] Yoshimasa Takahashi, Hikaru Kondo, Ryo Asano, Shigeo Arai, Kimitaka Higuchi, Yuta Yamamoto, Shunsuke Muto, and Nobuo Tanaka, "Direct evaluation of grain boundary hydrogen embrittlement: A micro-mechanical approach", *Materials Science & Engineering: A*, Vol. 661, pp.211-216 (2016)
- (注) 図はすべて、荒井氏から提供されたものである。
- (古寺 博)
-