

分析部門(大岡山)における電子顕微鏡関連装置を用いた分析業務の紹介

島山 直之

東京科学大学 リサーチインフラ・マネジメント機構コアファシリティセンター分析部門

1. 概要

東京科学大学(旧東京工業大学)では共用研究設備の活用を統括するための組織としてコアファシリティセンター(旧オープンファシリティセンター)を2020年4月に創設した。当センター内にある分析部門(大岡山)は1950年頃に学内共同利用を目的として研究協力部研究協力課下の共通施設として設置され、その後幾度かの組織改編を経て現在に至っている。多くの装置を所有する中、電子顕微鏡関連装置としては2009年に世界最高空間分解能を達成¹⁾した球面収差補正走査透過型電子顕微鏡(Spherical aberration corrected Scanning Transmission Electron Microscope: Cs-corrected Scanning Transmission Microscope(STEM)/Transmission Electron Microscope(TEM))のR005を初めてとする透過型電子顕微鏡(TEM: Transmission Microscope)や走査電子顕微鏡(SEM: Scanning Electron Microscope), 集束イオンビーム加工装置(FIB: Focused Ion Beam), また昨年度移管されたデュアルビームFIB複合装置(FIB-SEM: Focused Ion Beam Scanning Electron Microscopy)などを用いて学内外の依頼利用, セルフ利用の業務を行っている。これら電子顕微鏡関連装置の紹介と実例を記述する。

2. 電子顕微鏡関連装置の紹介

表1に分析部門(大岡山)の電子顕微鏡・試料作製装置一覧を示す。現在当部門(大岡山)ではEELS, EDSが付属するFE-TEM2台と電子線トモグラフィ付属の熱電子銃TEM1台を所有している。SEMは高分解能のインレンズ式と汎用のFE-SEM2台と簡易に観察可能な卓上SEM1台を有する。FIBは、主にTEM試料作製のためのマイクロプローブ付きシングルビームFIBを1台、デュアルビームでEDS,EBSDの3次元解析が可能なFIB-SEM1台を所有する。試料作製装置には主に有機系試料の柔らかい材料用にウルトラマイクロトームや、熱ダメージ軽減のための冷却クロスセクションポリッシャー, またFIBによるGaイオンダメージ除去を行うArビームのイオンミリング装置など所有する。

表1 電子顕微鏡・試料作製装置一覧(@大岡山)

装置種		装置名
FE-TEM	電界放射型透過型電子顕微鏡 200kV	JEM-2010F
	電界放射型球面収差補正電子顕微鏡	R005
TEM	透過型電子顕微鏡 120kV	H-7650 Zero.A
FE-SEM	電界放射型透過型電子顕微鏡	SU9000
	電界放射型走査電子顕微鏡	JSM-7500F
SEM	卓上走査電子顕微鏡	JCM-7000
FIB	集束イオンビーム試料加工装置	FB-2100
FIB-SEM	デュアルビーム顕微鏡	Scios
UMT	ウルトラマイクロトーム	EM UC7
Cryo UMT	ウルトラクライオトーム	EM FC7
CP	クロスセクションポリッシャー	SM-09010CP
	クロスセクションポリッシャー	SM-09020CP
CCP	冷却クロスセクションポリッシャー	IB-19520CCP
試料作製	イオンスライサー	EM-09100IS
	イオンミリング	Gentle Mill IV5
	低角度イオンポリッシングシステム	Model 691
	超音波ディスクッター	Model 601
	ディンプルグラインダー	Model 656
	真空蒸着装置	JEE-420T
	マグネトロンスパッターコーター	E-1030
カーボンコーター	VC-100W	

2. 球面収差補正電子顕微鏡 R005 とデュアルビーム顕微鏡 Scios の活用

当部門は他部局より移管された装置が多数を占める。その中でも高度な装置として図1に示す空間分解能47pmの球面収差補正電子顕微鏡R005を用いた分析も行っている。加速電圧は80kV~300kVまで



図1 球面収差補正透過電子顕微鏡 R005 の外観



図3 デュアルビーム顕微鏡 Scios の外観

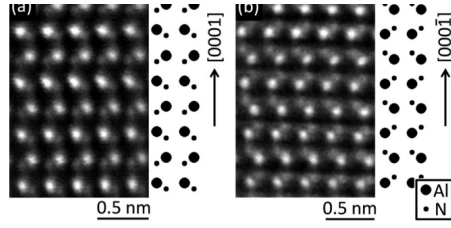


図2 HAADF-STEM 像. (a) Al 極性 AlN, (b) N 極性 AlN.

データ提供：三宮工教授

300kV で観察し, Al が白い点, N が灰色の点で示され, Al 極性と N 極性で原子配列が異なることを確認できる.

図3にデュアルビーム顕微鏡 Scios の外観を示す. 本装置は昨年度に他部局より移管され3次元構造解析が可能な装置として本学で始めて共用化された.

SEM 鏡筒は垂直方向に設置されており, FIB 鏡筒は SEM に対して 52°傾斜した入射方向となる. また当該装置は元素分析を行うエネルギー分散型 X 線分光装置(Energy Dispersive X-ray Spectroscopy: EDS) と結晶方位解析の後方散乱電子法(Electron Backscatter Diffraction: EBSD) 検出器が付加されている. 図4に W-Mo-Cu 試料の3次元再構築像を示す. 加工と観察およびマッピングを繰り返して取得し蓄積された2次元データから3次元データを再構築した. W:

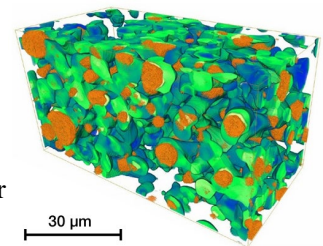


図4 3次元再構築像
W: オレンジ (EDS), Cu-Matrix: 緑, W+Mo: 青 (反射電子像)
データ提供: 日本 FEI 株式会社

オレンジ, Cu-Matrix: 緑, W+Mo: 青の分布となる.

4. 運用状況と課題

現在分析部門(大岡山)では TEM, SEM および前処理装置が長年更新されていない. なかでも透過型電子顕微鏡は学内利用者数の多い装置の一つである. 利用頻度の多い JEM-2010F は 1997 年製で 30 年近く全学への研究基盤設備として運用している. しかし老朽化したことで不具合も頻繁に生じ, 現行製品と比べ性能面が非常に劣る. また原子分解能 TEM である R005 も現在の球面収差補正機能付き TEM のプロトタイプである. 開発から長年経過し度々の不具合が生じ, いくつ故障した付属装置の復旧の目途が立たない. これら主力であったが更新できない電子顕微鏡を, 今後どのように, いつまで運用していくのが課題となる.

5. 謝辞

本報告の際にデータの提供をしていただいた物質理工学院の三宮工教授, 日本エフイー・アイ株式会社の皆様には深く感謝いたします.

参考文献

- 1) H. Sawada, et al.: J. Elect. Microsc., 58 (2009), 357-361.
- 2) Harumoto, et al., J.Appl.113,084306 (2013)