

Title	透過電子顕微鏡（TEM）の更新について
Author(s)	東嶺，孝一
Citation	国立大学法人北陸先端科学技術大学院大学技術サービス部業務報告集：平成21年度：45-52
Issue Date	2010-10
Type	Presentation
Text version	publisher
URL	http://hdl.handle.net/10119/10013
Rights	
Description	

透過電子顕微鏡(TEM)の更新について

東嶺孝一

本日の報告内容

- 1、旧設備の状況と申請・採択について
- 2、有機試料用TEMの更新
- 3、高分解能TEMの更新
- 4、データ例(H-7650, JEM-ARM200F)
- 5、原子分解能観察のために

2010年6月25日 技術サービス部業務報告会

旧設備の状況:有機試料用TEM

- 平成5年導入以来共通設備として広く利用されてきた
- 共通装置としてのTEMが15年近く使用されている
- 過去3年間に起きた主要な故障

老朽化が著しいにもかかわらず、本学の教育・研究プログラムに欠かせない設備として利用されてきた。(平成19年度420件13研究室31名(教員、学生、研究員)の利用)

平成20年	3月	高電圧がかからないトラブル
	1月	ビームが不安定になるトラブル
平成19年	10月	排気系統が停止するトラブル
	4月	ビームが不安定になるトラブル
平成18年	7月	ビームが不安定になるトラブル
	2月	レンズ磁路水漏れトラブル

最近の機種の特長(旧設備では得られない性能)

- ・有機試料の高コントラスト像
- ・各種自動化機能による容易な操作
- ・元素マッピング
- ・3次元トモグラフィー(立体)像

●最近は本来最高の性能が出る120kVの加速電圧がかからなくなり、100kVでも放電が起ることがあり、電子ビームの不安定化が多発している。

●レンズの冷却水系統の劣化が著しく、近い時期に使用できなくなる可能性が高い。

旧設備の利用状況: HRTEM

- 平成5年導入以来共通設備として広く利用
- 共通装置としてのTEMが15年近く使用されている
- 平成17年度より本学の技術サービス制度(有償)で地域の企業に対して依頼測定を提供している
- 平成19年度より文部科学省の先端研究施設共用イノベーション創出事業「京都・先端ナノテク総合支援ネットワーク」で他大学の利用も積極的に促進している

●問題点

近年増設したCCDカメラはPCによって制御されるが、顕微鏡本体はPCによって制御されず、また顕微鏡本体の状態もPCへ通信されない。

EDX装置にマッピングの機能は無く、ポイントでの測定のみである。

平成20年の利用件数: 171件 14研究室
(教員、研究員による利用、および、技術職員、支援研究員による依頼測定)

観察対象: 半導体材料、セラミクス、金属ナノ粒子、カーボンナノチューブ、微生物等、様々な種類の材料の観察が行われている

最近の機種の特長(旧設備では得られない性能)

- ・PCによる顕微鏡本体の制御
- ・元素マッピング
- ・STEM(走査透過電子顕微鏡)

透過電子顕微鏡更新の必要性(申請時資料から)

有機試料用透過電子顕微鏡(TEM)

有機材料のナノメートルスケールでの構造解析に用いられる

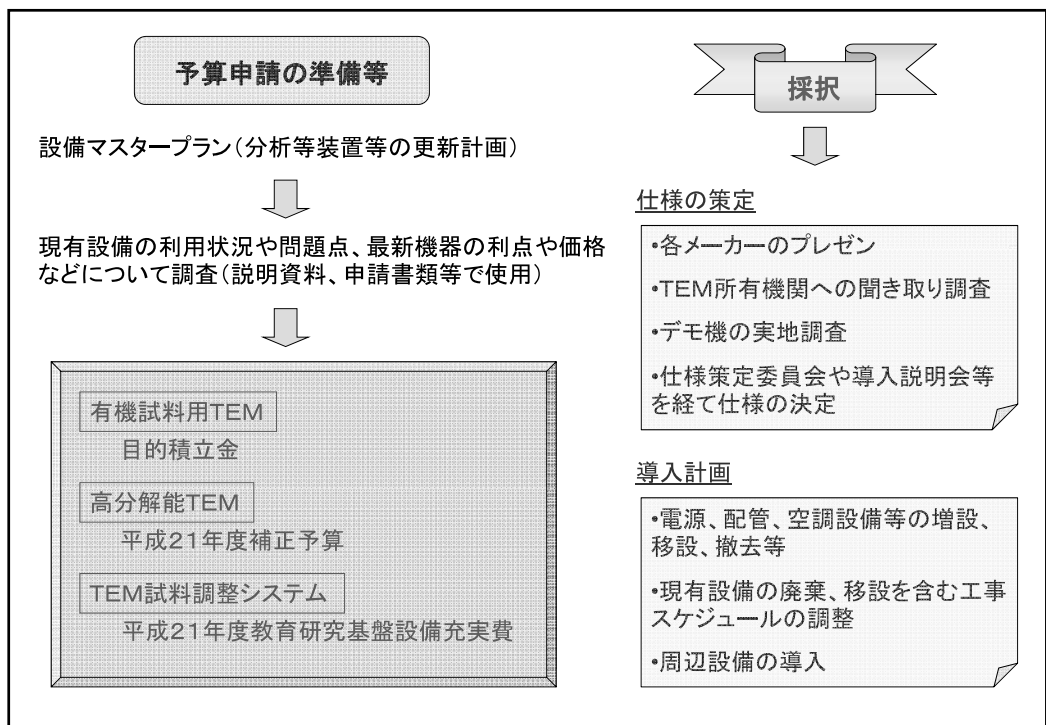
高分解能透過電子顕微鏡(HRTEM)

結晶性材料の原子レベルでの構造解析(HRTEM)と材料に含まれる微量元素の分析(EDX)に用いられる

JAISTマテリアルサイエンス研究科のこれからの教育研究プログラムにとって基盤となる設備

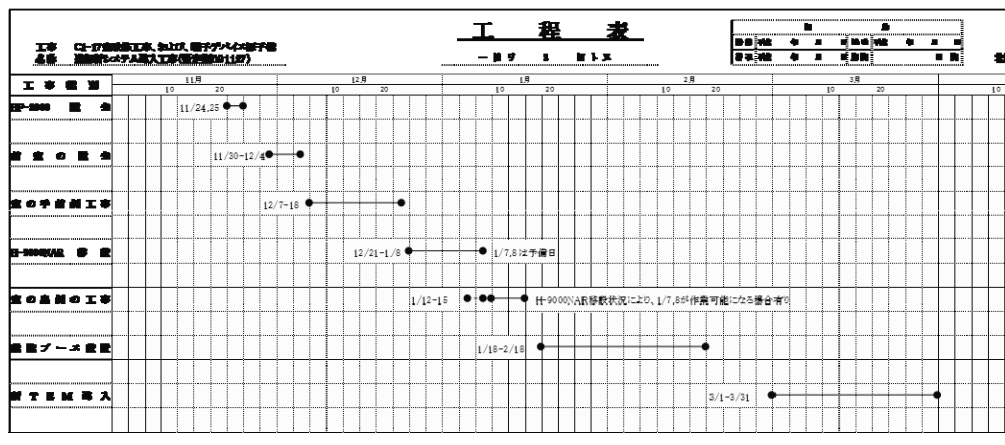
中期目標・中期計画

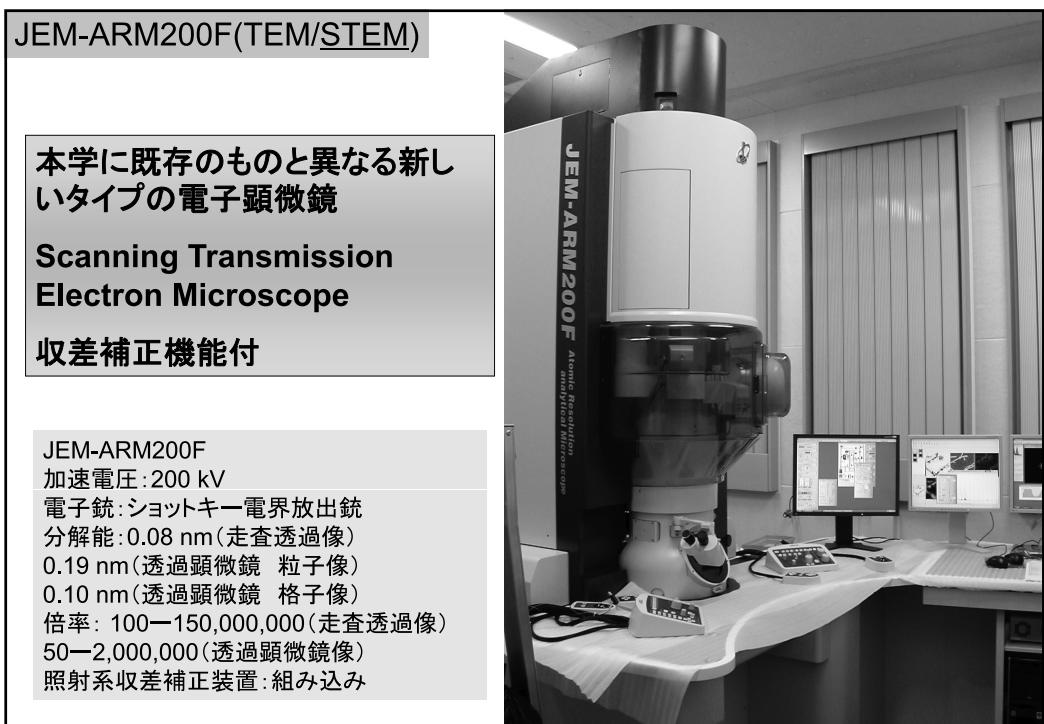
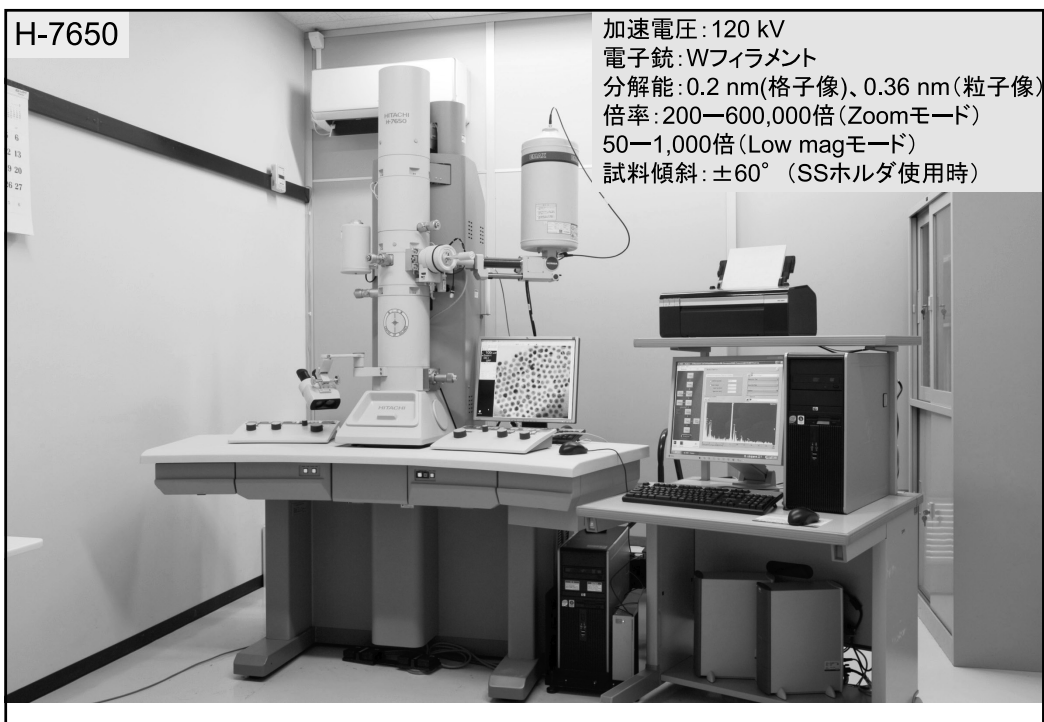
- 先端的な研究設備を用いたマテリアルサイエンス大学院教育
- ナノテクノロジーと計算科学に基いたマテリアルの基礎研究を通しての環境・医療・情報通信用材料の開発
- その主要な柱としてナノメートルスケールで設計・制御された有機材料の研究、あるいは、原子レベルで設計・制御された結晶性材料の研究



例:高分解能TEM導入に関する主なできごと

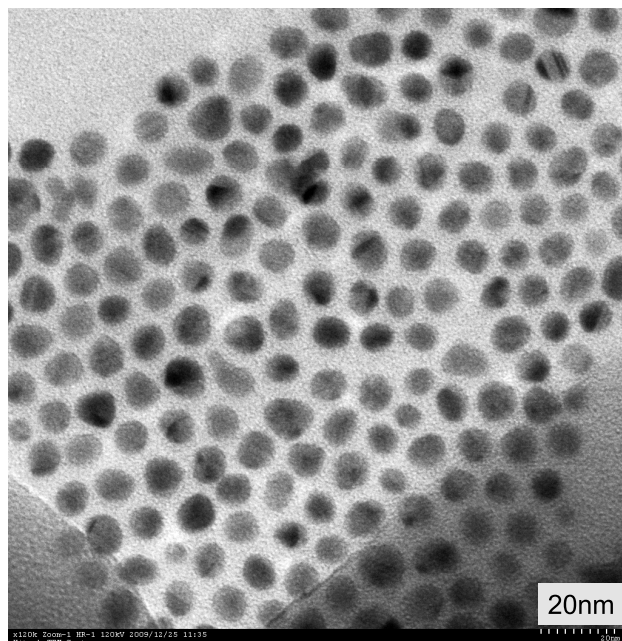
2009.3.17 補正予算の照会	7月 電源等工事の調査
5月 他機関のTEM担当技術職員へ照会	8月 仕様書案説明会
6月 メーカー各社によるプレゼン	10月 入札説明会
<u>メーカー各社のデモ機調査</u>	11月 <u>関係者間の打ち合わせ</u>
導入説明会	12月 メーカー確定(以降、下記工程表参照)





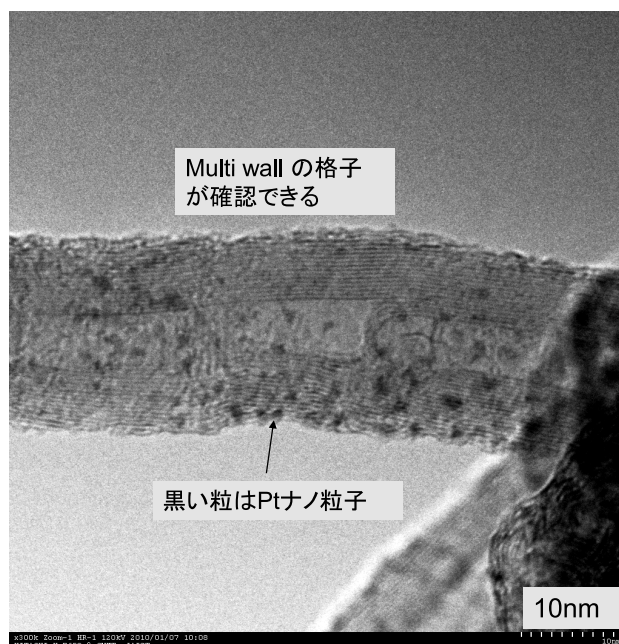
H-7650

白金ナノ粒子のTEM像 (120kV)



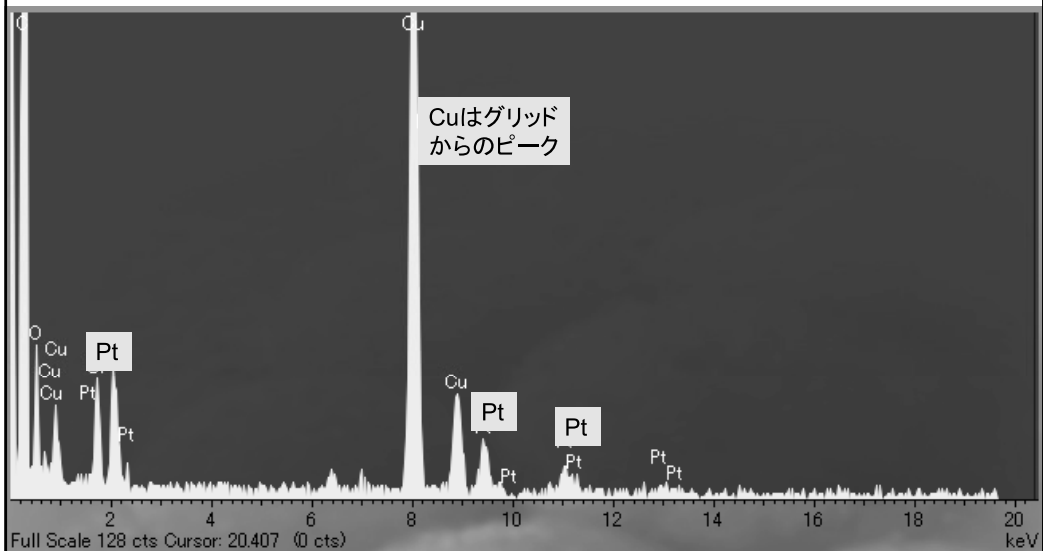
H-7650

白金ナノ粒子担持カーボンナノチューブ (120kV)



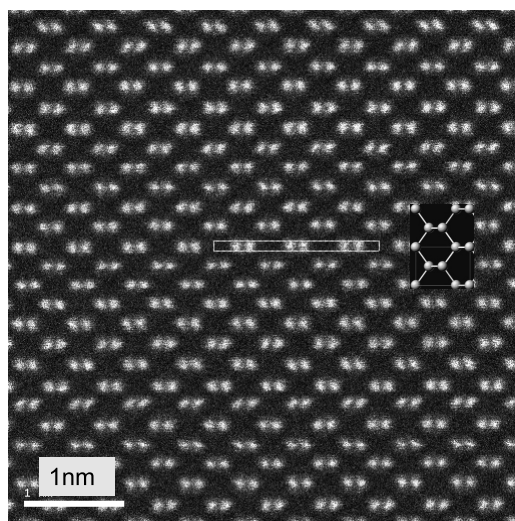
H-7650

白金ナノ粒子担持カーボンナノチューブのEDSスペクトル

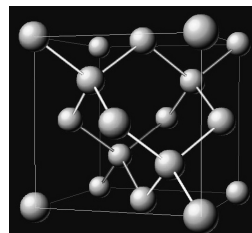


JEM-ARM200F

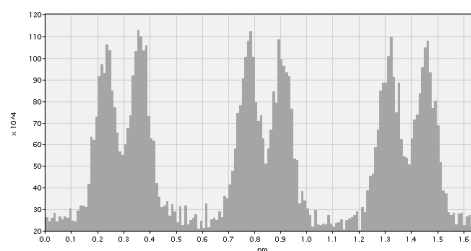
Si(110)のHAADF-STEM像とラインプロファイル



Si(110)



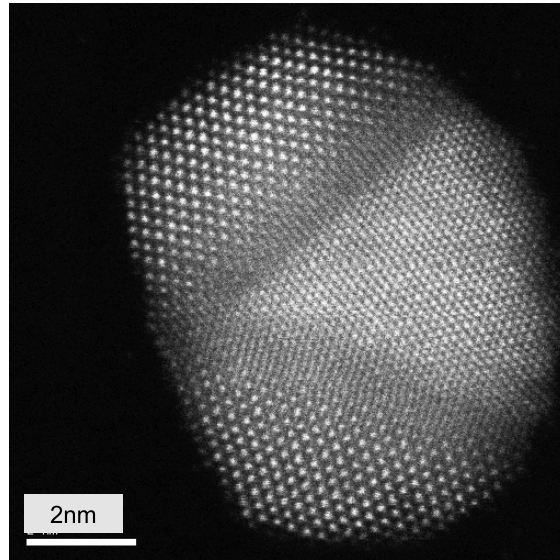
Siの構造モデル(ダイヤモンド構造)



左図の青色部のラインプロファイル

JEM-ARM200F

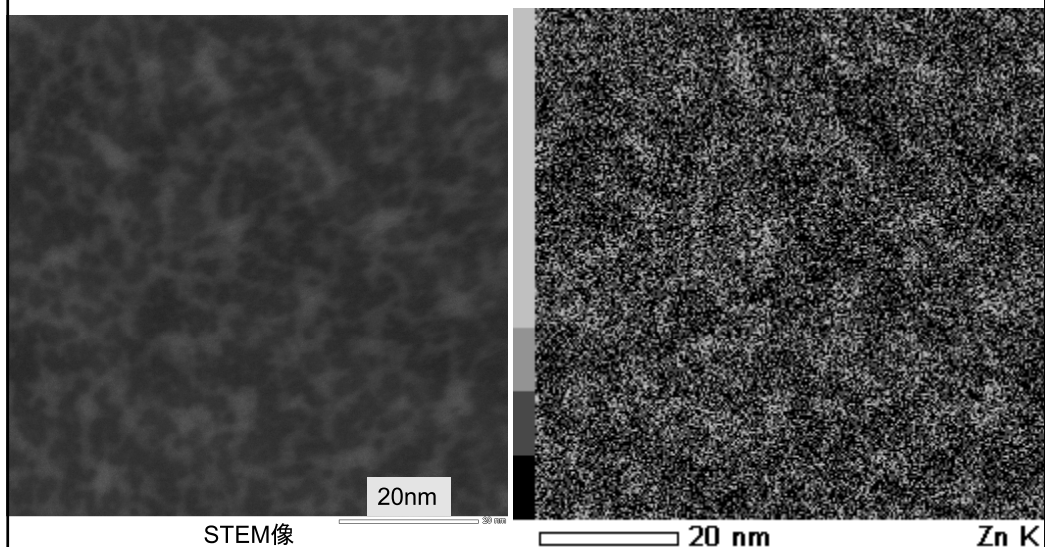
金ナノ粒子のHAADF-STEM像



JEM-ARM200F

EDSマッピングの例

STEM像の白いコントラストの部分にZnが多く検出された



STEM像

20 nm

Zn K

原子分解能観察のために

・浮遊磁場

→アクティブ磁場キャンセラで排除(ただし、センター電気室設備やセンター装置の増設、移動があった場合、再調整が必要となる可能性がある。H-9000での観察中、Scan⇄Zoom切り替え時など、比較的大きな電流変動があった場合には、ノイズとして現れる可能性がある。)

・音・声

→ブース、吸音材、鏡筒のカバーなどで対処(ただし、H-9000使用者の話し声が、場合によってノイズの原因となる可能性がある。)

・風・温度・気圧変動

→室内の空調は輻射パネルによるため無風。室温は一定に保たれる。(ただし、ブース、およびTEM室のドアの開閉によって気圧に10Paの変動があり、必ずノイズが現れる。また、センター2階入り口の両開きのドアの開閉によって、約3Paの変動があることが分かっている。状況によってノイズが出る可能性がある。)

・良いTEM試料の準備

○試料表面のC, Pt-Pdコーティング→FIB→予備観察→Gentle Mill(仕上げイオン研磨)
○Wire Saw(切断)→Dimple Grinder(機械研磨)→Ion Polishing(イオン研磨)→Gentle Mill
⇒イオンクリーナ⇒ビームシャワー

感想

- ・非常に多くの人に関わった。ご協力を賜った。貴重な経験となり、ありがとうございました。
- ・いろいろな問題点が絶えずあり、大塚先生や前之園先生に相談した。特に資金面では佐々木前センター長によく相談した。
- ・カタログの数値に表れない内容等について、装置のデモ調査は非常に有効である。
- ・全体からすれば非常に短時間であったが関係者間の打ち合わせで状況が大きく好転した。

今後

- ・TEM3台体制 → TEM3台+STEM1台体制 (+試料作製装置の充実)
- ・新たに雇用された2名のナノテク支援員の育成(富取・ナノテク支援拠点長、前之園先生)
- ・TEM試料作製室・TEM関係備品室の整備(山田センター長)
- ・外国人学生等への指導支援(大塚先生、アンブリ先生)
- ・近いうちに、興味をもたれる教員の先生に対して、簡単なデモで紹介することを計画。
- ・新しい機能であるSTEMとCs補正器に関する文献を集めてライブラリにする。
- ・他大学で同機種を使用・維持・管理している方との情報交換ができればと考えている。
- ・1, 2ヵ月後にJEOLによる応用トレーニングを受講する予定である。
- ・試料の状態やTEM試料の作製が必要かどうか等によって、装置の稼働状況やスループットは変わってくるが、装置の特徴を活かせるよう根気よく観察したい。