

透過型電子顕微鏡 JEM-2010 の20年 This 20 years Work of JEM-2010 in RIIT-AIT

岩田博之 高木 誠
H. Iwata, M. Takagi

Abstract : In 2015, the transmission electron microscope (JEOL JEM-2010) installed in Research Institute for Industrial Technology, Aichi Institute Technology, marks the 20th year. We report the usage of this 20 years work and current status.

1. 諸言

平成7年(1995年)に本所に設置された“原子的構造解析システム”について、すでに本研究報告第5号(平成15年)および第15号(平成24年)にて紹介している^{[1][2]}。その中核装置は透過型電子顕微鏡 JEM-2010 である。本年が納入からちょうど20年目となる節目であり、この機会にこれまで担ってきた役割と状況そして今後の課題について述べる。

2. JEM-2010 の現状

日本電子(JEOL)製JEM-2010は本学唯一の透過型電子顕微鏡であり、エネルギー分散型X線分析装置(EDS)を付属する200kV分析電子顕微鏡である。

独自の特色として、多数の試料ホルダーを所持し、各種その場実験に適した仕様となっていることである。試料交換が簡便な標準ホルダー以外にベリリウム製2軸傾斜分析用ホルダー、液体窒素を用いる2軸傾斜試料冷却ホルダー、1300℃まで加熱可能な加熱ホルダー、加熱しながら引っ張り試験が可能な加熱引張ホルダー、そして電気特性(I-V等)が計測可能なピエゾ探針ホルダーの計6種が利用可能である。

高分解能性能のみを問わず、ポールピース-試料間が若干広めに設定されており、大きく試料傾斜が可能な仕様となっている。分解能が若干犠牲となるが、保証分解能(格子)は0.14nmであり、高分解能観察に支障は無い。しかしながら、ここ数年は試料に照射する電子ビームの平行度を高倍率向けに設定しないと良好な高分解能象が得られなくなってきた。(具体的には、高分解能観察時には α 角設定を“1-3”から“1-1”に切り替える必要がある。)

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、2008年にアナライザー部をサーモフィッシャーサイエンティフィック社製システムVIに入れ替えを行い(この間ノーラン・インスツルメント社はサーモフィッシャーサイエンティフィック社に吸収

合併されている)、分析速度の高速化とPC-Windows化によるデータ流用性の向上が計られた。現在もMn-K α 分解能は130eV台(FWHM)であり、水準的性能を維持している。しかしながら走査透過電子顕微鏡(STEM)機能は搭載されておらず、元素マッピングなど2次元、3次元での元素分析作業は行えない。近年ナノサイズ領域での元素分析が求められる場面が急増している。STEMおよびEDSによる元素マッピング機能は今後優先的に増設すべき機能と考えている。なお、検出器(ノーラン・インスツルメント社製Pioneer)に関する製造者による修理等アフターサービスは2015年度をもって打ち切られることとなっている。

画像記録に8.2×11.8cmサイズの銀塩写真フィルムの使用は激減し、2010年末導入されたGatan社製ORIOUS SC-1000型CCDカメラが主となっている。圧倒的な使い勝手、高分解能、広面積のハイスpekカメラであり、利用者の実験効率を桁違いに向上させた。一方低倍率観察では十分な視野が得られないこと、電子線回折では蛍光体の焼損の恐れがあり使用不能であり、これらのためだけにフィルム撮影および現像室での現像作業を要している。サイドマウントの専用カメラの増設により代替することが急務となっている。

3. 管理・運営の状況

本装置に関連する機器の導入経過は資料[1]に詳しい。当初から利用頻度の高い利用者らと本所関係者からなる顕微鏡委員会を組織し、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[2]。所内に設置された装置は顕微鏡委員会によって維持管理され、全学共同利用設備として開放されている。具体的には、研究者が導入した機器の管理は委員会に委ねられ、利用者から等しく負担金を徴収している。実際の負担金のやりとりは消耗品伝票の受け渡しによる。研究所からの消耗品費補助の援助もあり、実質使用料は¥2,000/日程度(使用機能による)に抑えられている。この体制を築くことができたのは、委員会委員長であった井村徹、稲垣道夫両先生の導きによるところが大きい。

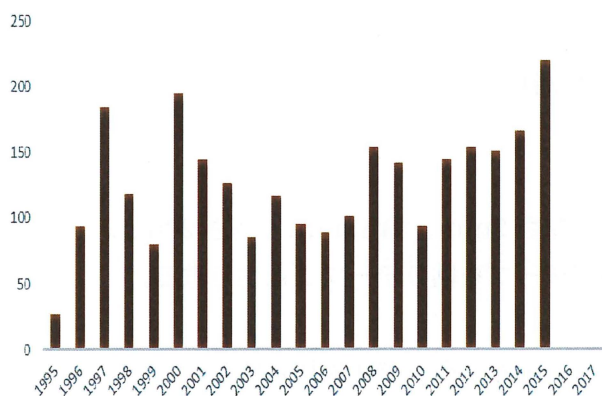


Figure 1 The frequency of use per year of JEM-2010 (compiled by the summer, maintenance work is not included, use dates based)

透過電子顕微鏡とその付属設備は、設置の1年後から製造社と名古屋電気学園の間で完全保証タイプの保守契約が締結されてきた。当初は分析装置、試料ホルダ、試料作製装置等周辺機器ならびに3台のSEMを含む包括的契約であった。年度ごとに保証内容の詳細を限定的タイプに更新を行ってきた。2014年からは一層の保守費用低減要請を受け、JEM-2010本体のみ完全保証タイプの保守契約、周辺機器は都度修理としている。この5年ほどは本体に大きな故障が続き、十分有意な内容となっている。過去の大きな故障では大きな故障として思い起こされるのは、納入後2年頃のエアバルブ系統全交換、真空弁系統、2010年頃に電子銃放電(交換)、制御系基板、ゴニオメータ(交換2回)などが挙げられる。高圧タンク、油拡散ポンプ、イオンポンプ電源、鏡筒レンズにトラブルの記録はない。ロータリーポンプおよびイオンポンプはおおよそ5年ごと交換を行っている。

総合技術研究所の建設当時、本機は1階107室に設置予定であったが諸般の事情により比較的小型の部屋である“強力X線室”と称する102室に設置することとなったとされる。部屋の大きさは5人収容が限度で見学者への対応には不向きであるが、集中して実験するには向いていたとも言える。いずれにせよ、名古屋市内に比べ八草に位置する1階設置室の環境は、振動・磁場変動の面で優れていた。

空調装置の温度制御が粗いこと、空調の送風が鏡筒に当たること、入出用扉の開閉による風圧は撮影時に悪影響を与えていることは今後の留意点である。設置当初、冷却水には市水を用いていた。水質自体に大きな問題はなかったが、顆粒状物質が大量に含まれ、水圧調整弁、配管の一部が急速に摩耗した。それ以上に問題だったのは水温の変動と高温化であり、夏季休暇中の午後には水温が40度を超え装置が頻繁に非常停止を招いた。わずかな水温変動があっても像質に影響を与えるので、設置翌年に冷却水循環装置を導入し温度安定度を±0.1℃以下におさえることとなった。



Figure 2 The students in the guidance of the operation method of JEM-2010.

4. 利用の状況

毎年夏に利用者ごとの、利用状況を集計している。年度ごとの使用回数を表したものが図1である。ここでの1回はほぼ1日使用しているものが大半であるが、一部半日使用(予備観察、試料チェック)程度も1回とカウントしている。毎年コンスタントに100回程度が利用されている。保守作業ならびにエージングはカウントしていない、したがって大学の授業日はほぼ利用されていると見ることができる。

2011年のCCDカメラの増設から利用頻度が急増した。しかしながら装置本体に大きな故障が頻発し、復旧に長期を要したため見かけ上利用回数は上がっていない。2015年は装置が順調で利用回数は順調に伸び過去最高を記録すると見込まれる。平日の予約は1ヶ月半先まで埋まり、日祝日の使用も増えており、エージング時間が十分とれない状況が続いている。

利用履歴がある学内の教員数は22名、研究グループ数は14あった。大半のグループは単発的に単年度2、3回のみ使用に留まり、一方5グループは長年にわたり一定の使用頻度を継続している。近年その傾向は顕著で、ほぼ新規の利用者はなく、長期利用ユーザのみで独占的に使用している。これはTEM観察には試料作製から操作技法、像解積まで多岐に労力を要すること、老朽化した装置本体と最新カメラの統合化が不十分ゆえに装置使用のノウハウが無いと使用困難であること、慢性的に予約が一杯であることが理由としてあげられる。

導入当初からの5年間程度は学外からの利用が半数近くを占めた。名古屋大、名古屋工業大、産業技術総合研究所等の研究者・大学院生らが本学教員との共同研究という形態で利用されていた。当時の近隣理系大学の設備を遙か

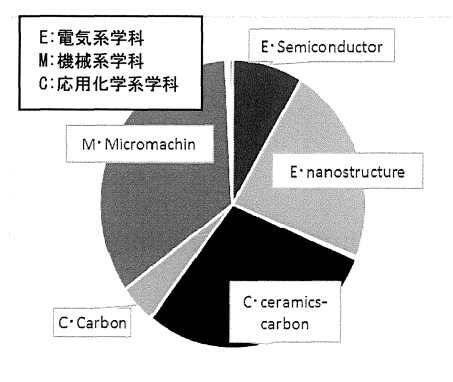


Figure 3 The sum of number of times of use. (20years, each group)

に凌駕しており、最新かつ高性能で使い勝手も良くバランスがとれた装置であった。その後カメラ性能、電子銃構成が優れた装置が近隣大学・企業にも多数配備され、10年前からほぼ外部からの利用者は途絶えている。

他大学の研究所あるいは分析機器センターに配置される透過型電子顕微鏡の操作者は一般に大学教職員に限られるあるいは主となるのが普通である。本学の本機においては学生の使用がほとんどであることは特筆すべきことである。研究室ごとに利用方法は異なるが、修士レベルの学生が自主的に自由度の高い状況で思う存分使用できる体制となっていることは他の機関には見られない特徴である。

本機の役割は研究ツールとしてのみでなく、本学にとって広報面の役割も担っている。高校生及びその保護者、高校教員、近隣企業、研究機関など、大学および研究所の来訪者の見学コースの主役の一つとして永く活用されてきた。

図2はスーパーサイエンスハイスクール・ワークショップ（文部科学省主催）の一端として、高校生に対する啓蒙活動として10年以上にわたり継続を続けている顕微鏡体

験実習の様子である。指導役となる本学学生にとっても教育効果の高い貴重な体験となっている。同様の催しとして、まるごと体験ワールド（本学主催）における中高生対象の体験実習、近隣高校教員に対する見学を兼ねた体験実習などが開催されてきた。

図3は20年間の学内研究グループ毎の利用頻度を表したものである。長期利用の5グループが使用実績の大半を占めている。電気系、応用化学系、機械系がそれぞれ全体の1/3を占め、3学科がバランスよく使用してきたことがわかる。

図4は図3の内容を年度ごと推移（利用負担金額ベース）として表したものである。2014年度までの集計結果を基にしている。近年、電気系研究室の使用実績が急増したが頭打ちになっている。一方機械系研究室の使用が減少傾向にある。ここに現れないが2015年度以降は応用化学系の使用実績が急増している。

今後装置の使い勝手がよくなり、ナノ領域に対応した各種分析機能が付与されていくことは必至である。高度な分析機能の利用には概して長時間を要することとなる。今後は今以上に予約状況は厳しくなり、1台の装置での対応限界を超えることが想像できる。今後、装置更新のみでなく機種増設を含め新たな装置配置方針を検討する必要がある。

参考文献

- [1] 岩田博之, 井村徹, 原子的構造解析システムの現状と課題, 愛知工業大学総合技術研究所報告, 第5号, pp. 97-99, (2003.3)
- [2] 岩田博之, 高木誠, 平野正典, 山田英介, 渡辺藤雄, 落合鎮康, 津木宣彦, 原子的構造解析システムの現状と課題 (II) 愛知工業大学総合技術研究所報告, 第15号, pp. 15-18, (2012.9)

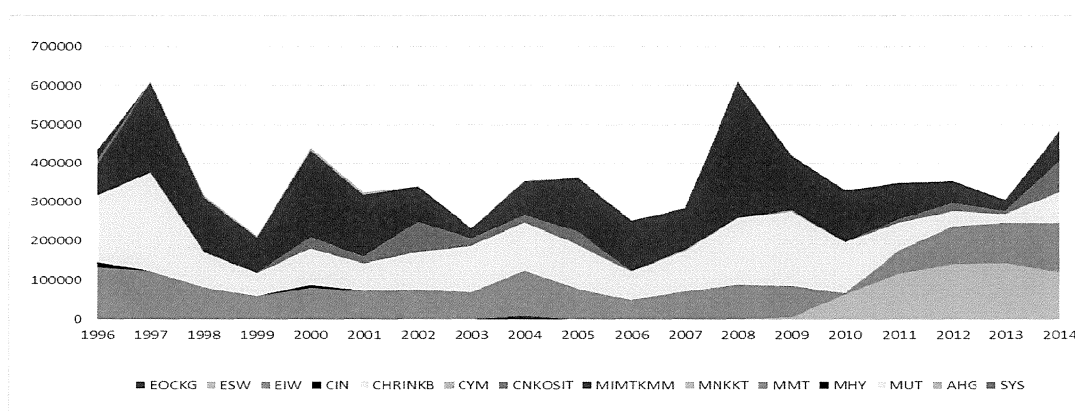


Figure 4 Changes in the total amount of 20years (use contributions monetary basis)

The legend represents the department and group names.