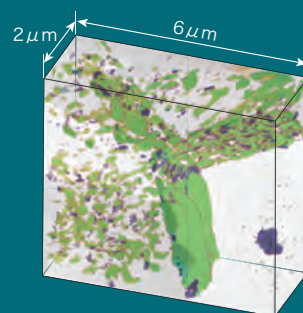


メーカーのシーズと研究者のニーズで実現

鉄鋼材料を研究していた NIMS の原 徹主席研究員に、メーカーから相談が舞い込んだ。これをきっかけに開発されたのが、高精度な三次元構造解析が可能となる電子顕微鏡。その舞台裏を、原 研究員が語る。



耐熱鋼の断層像から析出物だけを取り出して再構築した三次元像

顕微鏡は補助機能。 加工装置だったFIB-SEM

「実は、FIB-SEMは昔からある装置です。それを“直交配置型”にしたことが今回の大きなポイントです」と原は言う。ではそもそも、FIB-SEMとはどういう装置なのだろうか。

この装置、FIBとSEMという2つの装置を組み合わせでできている。FIBとは、集束イオンビームのこと。細く絞ったイオンビームを試料の表面に当てて原子を弾き飛ばすことによって、試料の表面を加工する装置である。1980年代中ごろから半導体デバイスの微細加工などで用いられている。一方のSEMは、走査型電子顕微鏡のことを言い、細く絞った電子ビームで試料の表面を走査し、反射電子や試料から飛び出てきた二次電子などを捉えることで、試料表面の凹凸や組成を画像化して観察する装置である。

1990年代になると、表面の状態を観察しながらFIBで加工したいという要望が出てきた。その声に応えるべく、FIBとSEMを組み合わせたFIB-SEMが登場した。「当初からFIB-SEMは加工が主体で、FIBでの加工を補助するためにSEMがあるという位置付けでした」と原は解説する。

60度から直角に。 30度の変化がもたらすもの

「2008年ごろ、日立ハイテクサイエンスの技術者から、あるシーズ技術を持っているのだけれども何か良い使い道はないだろうか、と相談を受けました」と原は振り返る。そのシーズ技術とは、FIBとSEMを直角に配置するというものだった(図1右)。従来は、FIBとSEMの光軸が60度前後の角度で交わる配置になっていた(図1左)。話を聞いた原は、「FIB-

SEMの三次元イメージングの精度を上げられるのではないかと考えた。

「私の専門は鉄鋼などの金属材料です。多くの材料や、生物もそうですが、鉄鋼材料は三次元の階層的な組織を持っています。それらの分野の多くの研究者は、組織を正確に知るためにどうにかして内部の三次元構造を見たいと思って、使えそうな方法を活用してきました。FIB-SEMもその一つです」

試料の表面をFIBで薄く削ってSEMで観察すると、ある深さの断層像が得られる。FIBで削ってSEMで観察するということを繰り返し、得られた複数の断層像をコンピュータで再構築すると、試料の三次元構造を得ることができるのだ。しかし、FIB-SEMは加工を主体にした装置のため、三次元構造の解析に使うには不具合もあった。

最大の問題がFIBとSEMの配置だ。FIBとSEMが同じ点を観察できるので、観察しな

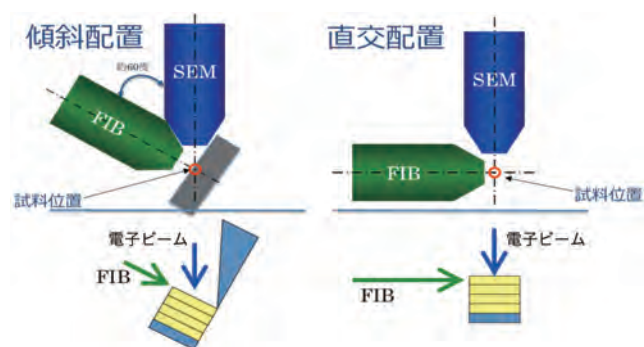


図1 FIB-SEMにおけるFIBとSEMの配置

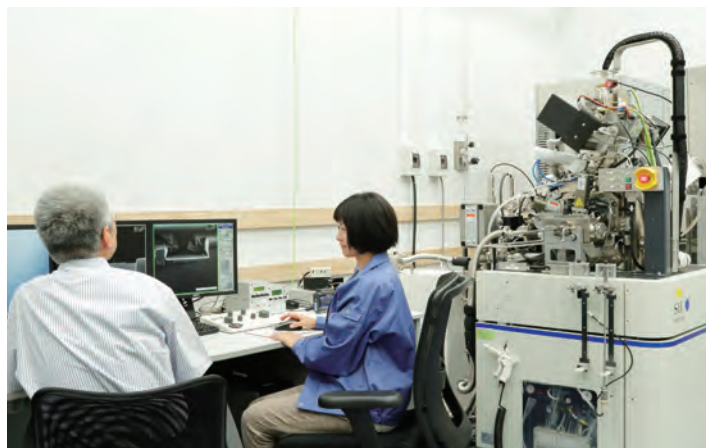


図2 直交配置型FIB-SEM

操作する中村(右)は「ニフトリの胚の頭蓋骨は印象に残っていますね。STEM用のきれいな薄片も取ることができました」と言う。「同じ試料でFIB-SEMによる三次元像とSTEM像を得られると、より詳細な解析ができます。しかしそれは、熟練した人にしかできません」と原。

から加工するには、FIBとSEMの光軸が60度前後の角度で交わる配置が最適だ。しかしSEMに対して試料表面が傾斜しているため、断層像の複数撮影では切削を繰り返すにつれて、SEMの画像がずれるなどの問題があった。「試料の三次元構造の高精度な解析を目的とするならば、FIBとSEMを直角に配置するのが理想的です。簡単なことに見えるのですが、誰もそれを実現できていませんでした。その技術を日立ハイテクサイエンスが持っていたのです」

メーカーの技術と研究者ニーズのマッチング

原は早速、日立ハイテクサイエンスがつくったプロトタイプで、手持ちの試料を観察してみた。「驚きました。従来のFIB-SEMより精度が上がるとは思っていたのですが、想像以上でした」すぐ製品化に向けた共同研究開発をスタートさせた。「プロトタイプは、まだまだ荒削りでした。私たちがFIB-SEMを使う材料研究者の立場からさまざまな要望を出し、メーカーの技術者がそれを実現する、という形で一緒に開発を進めていきました」

要望の一つが試料の大きさだった。プロトタイプでは、0.1mmくらいが想定されていたが、原は「小さすぎる」と指摘した。「鉄鋼材料は、nm(ナノメートル)からmmまで幅広いスケールの組織があります。それらをすべて観察するためには数mmの試料を観察できるようにしたいと私たちは主張しました」検討や試作を重ね、4mm四方、厚さ2mmの試料を観察できるようになった。

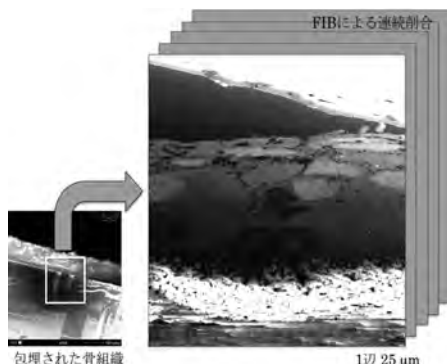


図3 ニワトリの胚の頭蓋骨の表層から深部までを観察

原は「一度の観測で試料についての多くの情報を手に入れた」と、多目的化も譲らなかった。試料の元素組成が分かるエネルギー分散型X線分光分析装置、結晶方位が分かる後方散乱電子回折分析装置、切削していき最後に残った薄片を観察する走査透過型電子顕微鏡(STEM)などの検出器を装備できるようにした。

そうして2011年に1号機が完成し、NIMSに納入された(図2)。耐熱鋼を観察したところ、界面上の析出物の分布を三次元で捉えることができた(タイトル横)。「直交配置型FIB-SEMの開発では、装置をつくる高い技術を持つメーカーの技術者と使う側のニーズを把握している材料研究者、そのマッチングが非常にうまくいきました」

電池材料から生物試料、顔料まで

直交配置型FIB-SEMは、NIMSが参画している文部科学省の「低炭素研究ネットワーク」や「ナノテクノロジープラットフォーム」事業を通じて外部の研究者も利用可能なことから、原の元には、さまざまな試料解析の依頼が寄せられる。

この装置が多く活用されているのは電池材料である。二次電池や燃料電池の電極には電子やイオンの通り道となる空隙が必要だ。空隙の大きさや配置を知るには高精度の三次元構造解析が可能な直交配置型FIB-SEMが適している。

材料系の試料が多いが、生物系試料の観察もある。印象深かった試料を聞くと、「ニワトリの胚の頭蓋骨、歯科用材料、あとは古代の顔料の解析も行ないました」という答えが返ってきた。ニワトリの胚の頭蓋骨では表面から深層まで解析して骨組織の形成過程を調べるための観察を行なった(図3)。

強みはオペレーターとノウハウの蓄積

さまざまな試料を解析する中で、改良すべき点も見えてきた。「まずは冷却装置を付けたい」と原は言う。FIBの切削による発熱で試料がダメージを受けてしまうことがある。冷却装置を付けることで、観察できる試料の種類が増えると期待される。「広い範囲を高



原 徹

物質・材料研究機構
先端の共通技術部門 表界面構造・物性ユニット
電子顕微鏡グループ
主席研究員

解像度で見たいという要望も多いですね。矛盾した難しい注文ですが、メーカーの技術者と検討しているところです」

直交配置型FIB-SEMは、現在では国内で10台ほど導入されている。海外メーカーの追随はない。「開発に携わった装置が広く使われているのはうれしいのですが、今となっては私のところにある装置が一番古くなってしまいました」と、原は笑う。「しかし、私たちのところには優秀なオペレーターがいて、ノウハウが蓄積されています。解析技術は、どこにも負けませんよ」

今後は、本来の専門である鉄鋼材料の研究にも比重を置いていきたいと考えている。「鉄鋼の微細構造はまだ全然分かっていない。三次元で構造を見たい物は、まだいっぱいあるんです」と目を輝かせる。「見えない物があれば、メーカーの技術者と協力して新しい装置や手法を開発する。材料研究と装置開発をバランスよくやっていきたいですね」(文・鈴木志乃/フotonクリエイト)