

# 電子顕微鏡群を用いた各種研究支援

Various research support with electron microscopes

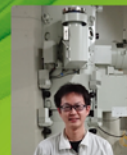


## 「技術支援貢献賞」受賞 / Best Technical Support Contribution Award

受賞者: 樋口 公孝 (名古屋大学)

Awardee: Higuchi Kimitaka (Nagoya University)

**KEY WORDS** in-situ, TEM, FIB-SEM, serial sectioning, plasma, catalytic reaction



### 概要 | Overview

名古屋大学微細構造解析プラットフォームでは複数の電子顕微鏡を運用しており、ユーザーの幅広い観察依頼に対応している。依頼の中には通常の観察方法のみでは実現が難しく、新たな実験系の構築や条件の精緻な検討を必要とする場合もある。本発表では、受賞者が実施してきた研究支援の中から3例を報告する。併せて受賞者が取り組んできた機器利用者への装置操作講習についても紹介する。

Advanced Characterization Nanotechnology Platform of Nagoya University supports a wide range of observation requests by using electron microscopes. Some requests are difficult to be observed by the normal methods, so it may be necessary to require a new experimental system or a detailed examination of the observation conditions. In this report, I will introduce three examples of research supports and technical training for users.

### 鉄鋼材料のFIB-SEM立体観察

3D observation of degenerate pearlite structure by FIB-SEM

#### ● 支援内容

鉄鋼材料中に形成される擬似パーライト組織(フェライト中にセメントタイト相が点列状に分散された構造)の3次元形態を明らかにするために、FIB-SEMによる連続切片観察(シリアルセクションング)を実施した。

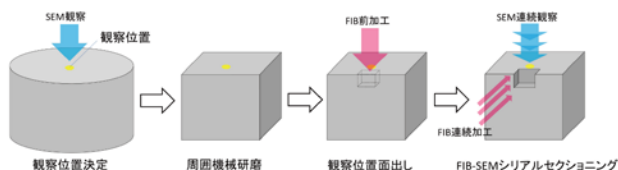


図1 実験の流れ(前加工とシリアルセクションング)

#### ● 結果

最適な前加工(機械研磨&面出し)条件と観察条件を検討した結果、鮮明な連続切片SEM画像を得た。画像処理条件も精緻に検討した結果、擬似パーライト組織中のセメントタイト相の特異な形状を捉えることに成功した。

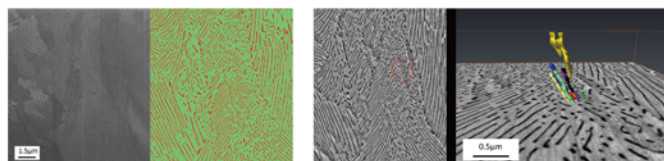


図2 左:得られたSEM画像、右:フェライトとセメントタイトの二値化画像

図3 擬似パーライト組織中の個々のセメントタイトの3次元像抽出結果

ref. Higuchi et al. Microscopy, Volume 67, Issue suppl\_2, November 2018, Page i37 (日本顕微鏡学会第63回シンポジウム抄録集)

### 酸化セリウムナノ粒子の触媒反応のTEM内観察

In-situ TEM observation of catalytic reaction of CeO<sub>2</sub> nanoparticles

#### ● 支援内容

自動車排気ガス浄化触媒の助触媒として有望な酸化セリウムナノ粒子の触媒反応のTEM内直接観察を試みた。

#### ● 結果

観察中の酸素ガス圧や観察条件を精緻に制御することで酸化セリウムナノ粒子による炭素燃焼反応を明瞭に捉えることに成功し、燃焼速度の粒子上の位置依存性についての定量的な評価が可能となった。その結果、燃焼速度には粒子周辺の局所的な環境が寄与することが分かった。

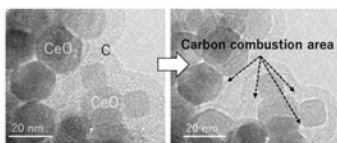


図4 炭素燃焼のその場観察TEM像

ref. M.Ozawa, K.Higuchi et al 2021 Jpn. J. Appl. Phys. 60 SAAC04

### プラズマ照射TEMその場観察の実現

Realization of in-situ TEM observation of plasma irradiation

#### ● 支援内容

プラズマ照射による材料表面反応のTEM内その場観察の実現のため特殊TEM試料ホルダーを開発した。さらに同ホルダーを用いた酸素プラズマ照射によるグラフェン材料のエッチング現象のTEM内直接観察を実施した。

#### ● 実験系の構築

ホルダー内外の狭い限られた空間に、必要な要素(試料、プラズマ照射ユニット、ガス導入機構、発光観察用の光ファイバー、各種電源ラインと信号ライン、真空排気ライン)を検討することで実験系の構築に至った。

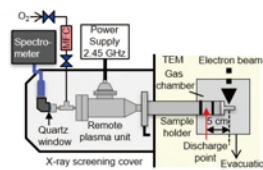


図5 TEM内プラズマ照射実験系の模式図

#### ● プラズマエッチング現象のTEM内直接観察結果

単結晶層グラフェン試料上のホルダーを用いてTEM内でプラズマを照射し、その様子をTEM、電子回折、EELS分析によって観察した。(ガス種:O<sub>2</sub>, ガス流量:1sccm(到達圧4.6Pa), 印加電力:マイクロ波20W) 酸素プラズマ照射環境下においてグラフェンはその結晶状態を保持したまま、1層づつエッチングされることを示す結果を得た。

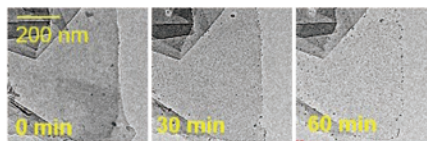


図6 プラズマ照射中のグラフェンのTEM像

名古屋大学科学研究センター  
CLIS

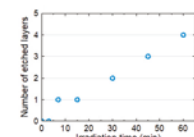


図7 EELS結果から求めたプラズマ照射時間とエッチング層数の関係

ref. H.Sugiura, K.Higuchi et al. Carbon 170 (2020) 93-99

### 機器利用者への装置操作講習と技術補助

operation training for equipment users

#### ● 概要

利用者の機器操作スキルが向上するよう、写真や模式図を多く取り入れた理解しやすい各装置の操作マニュアルの整備(一部英語版も整備)、実技講習およびその後の技術的フォローに積極的に取り組んだ。

#### ● 効果

利用者の増加、実験効率の向上、得られるデータの質の向上、マシンタイム効率の向上等に寄与していると考えている。



図8 整備した操作マニュアルの一部

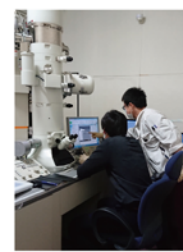


図9 外部利用者への講習の様子