

大学院工学研究院附属エネルギー・マテリアル融合領域研究センター

超 高 圧 電 子 顕 微 鏡 室

High Voltage Electron Microscope Laboratory

北海道大学

超高压電子顕微鏡室

全学共同研究・教育施設として、北海道大学超高压電子顕微鏡研究室には2台の超高压電子顕微鏡ならびに各種の顕微鏡を常設し、材料の表面と内部構造のナノ解析による研究サポートが行えるように体制を整えております。1998年に導入した、世界でも比類のないイオン加速器2基を敷設したマルチビーム超高压電子顕微鏡 (ARM-1300) に加え、2007年にはパルスレーザー発振器を追設したレーザー超高压電子顕微鏡 (Laser-HVEM) の開発を行い、それぞれイオン、電子、光 (電磁波) の各種量子ビームのマルチ化の観点から極めてユニークな先端研究展開が期待されます。

これらの装置を利用して、現在は、「ナノテクノロジー/プラットフォーム/微細構造解析プラットフォーム」事業、並びに、「大学間連携共同利用設備群 超高压電子顕微鏡連携ステーション第II期」事業による共同利用装置として、グリーン・ナノ・ライフ科学に関わる年間100件以上の環境、エネルギー、生命科学の研究者の方々への研究サポートを行っております。

本施設がその使命を果たし、共有設備として今後さらに発展するには、各方面からのご協力が必要です。世界に誇るこれらの設備と研究支援体制を十分にご活用頂きますとともに、今後とも御指導、御鞭撻のほどお願い申し上げます。

全学共同利用施設

マルチビーム超高压電子顕微鏡は、300kV、400kVイオン加速器2台と1300 kVの超高分解能電子顕微鏡 (点分解能0.117nm) を連結したシステムです。これにより、異種原子をイオン化し加速させ、単独原子あるいは複合原子を同時に材料に注入し、またその様子を原子レベルの分解能でその場観察することが世界で初めて可能となりました。

ナノプラットフォーム事業

北海道大学超高压電子顕微鏡室は文部科学省ナノテクノロジープラットフォーム事業に参画し、共同利用体制のより一層の充実、強化を図るとともに、相互のネットワーク化を促進し、超高压電子顕微鏡等を用いたナノテクノロジー研究支援を実施していきます。

超高压連携ステーション

北海道大学、名古屋大学、大阪大学、九州大学の4機関の超高压電子顕微鏡施設は、平成22年度に、連携共同利用設備群「超高压電子顕微鏡連携ステーション第II期」を開始しました。

この連携ステーションは、4つの機関に設置されている超高压電子顕微鏡を連携ステーション保有の装置として全国のユーザーに共同利用装置として開放し、新たな研究の展開を目指すことを主な目的としております。

研究設備

■マルチビーム超高圧電子顕微鏡 JEM-ARM1300

加速電圧：1250kV
 粒子分解能：0.118nm
 二軸傾斜加熱ホルダ、液体窒素冷却ホルダ等
 300kV イオン加速器 (H+, He+, Ar+, Ne+)
 400kV イオン加速器 (Ti+, Ni+, Fe+, Ag+)

超高分解能構造像・格子像の観察
 厚膜試料の観察
 試料加熱・冷却過程のその場観察
 イオン注入・照射損傷過程のその場観察



■レーザー超高圧電子顕微鏡 H-1300

加速電圧：1000kV
 粒子分解能：0.2nm
 二軸傾斜加熱ホルダー
 YAG レーザー

厚膜試料の観察
 試料加熱過程のその場観察
 レーザー照射損傷過程のその場観察
 電子線照射損傷過程のその場観察



■汎用 200kV 透過型電子顕微鏡 JEM-2000FX

加速電圧：200kV
 粒子分解能：0.28nm
 格子分解能：0.20nm
 明視野・暗視野像観察
 高分解能格子像の観察
 CBED・ナノビーム解析
 EDS による微小領域組成分析

■電界放射型 200kV 透過型電子顕微鏡 JEM-2010F

加速電圧：200kV
 粒子分解能：0.19nm、格子分解能：0.10nm
 最小プローブ径：0.5nm(EDS)、0.2nm(STEM)
 高分解能格子像の観察
 CBED、ナノビーム回折
 EDS による微小領域組成分析・マッピング
 EELS による微小領域電子状態測定
 エネルギーフィルタによる元素マッピング
 HAADF を用いた Zコントラスト像の取得



■電界放射走査型電子顕微鏡 JSM-7001FA

加速電圧：30kV
 二次電子・反射電子による表面観察
 EDS による微小領域組成分析
 EBSD による結晶方位解析

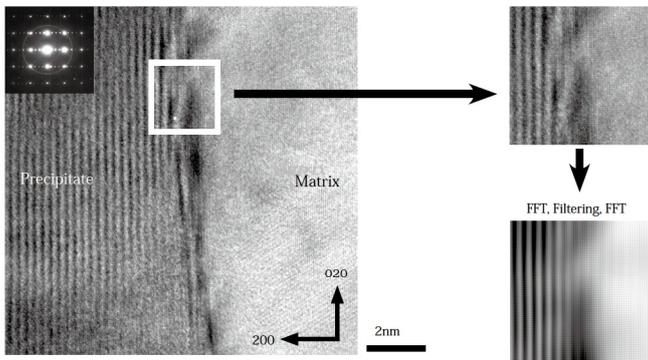
■FIB 加工装置 JEM-9320FIB

加速電圧：5～30kV
 倍率：×50(視野探し用)、×150～300,000
 像分解能：6nm(30kV)
 最大ビーム電流：30nA(30kV)
 Gaをイオン源とし、透過型電子顕微鏡観察用薄膜試料
 制作及び SIM 像観察を行う

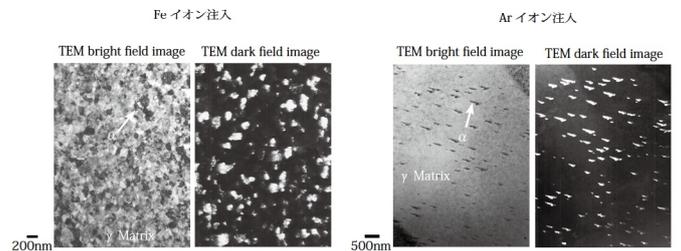


研究・観察例

■イオン注入を利用した高強度材料製作手法の確立

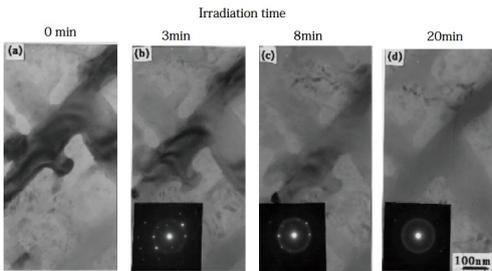


非平衡析出相の高分解能TEM像とフィルター像

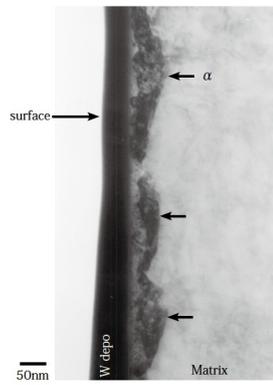


Fe及Arイオン注入した301ステンレス鋼に形成された微細マルテンサイト相

Reversible Phase Change



電子線照射による非平衡析出相のアモルファス化



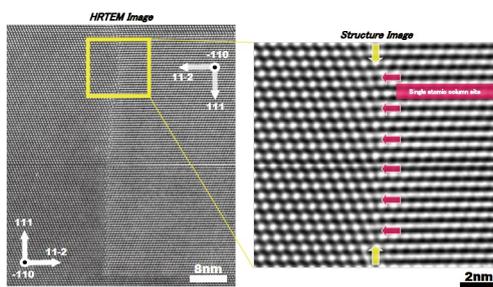
変態相の断面TEM像

マルチビーム超高压電子顕微鏡に付属したイオン加速器を活用することで、既存の手法では得られないような相組織・原子構造をもった材料を創製することが可能となります。例えば、アルミ合金に種々の金属元素をイオン注入することで、非平衡な析出相を微細分散させることによりイオン注入層のみを高強度化することができます。

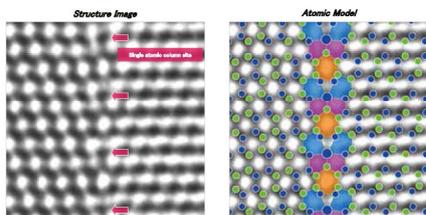
また、構造材料用ステンレス鋼についても、イオン注入を利用することで表層のみに硬いマルテンサイト相を形成させることが出来るため、新しい表面改質技術として今後の応用が期待されます。

研究・観察例

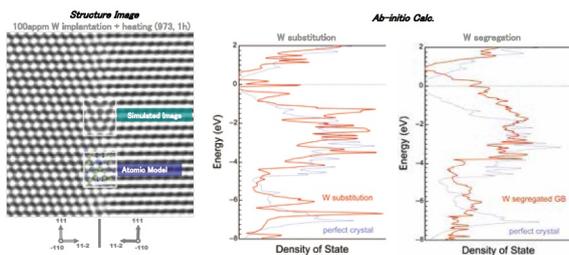
■ イオン注入を利用した量子デバイス創製への挑戦



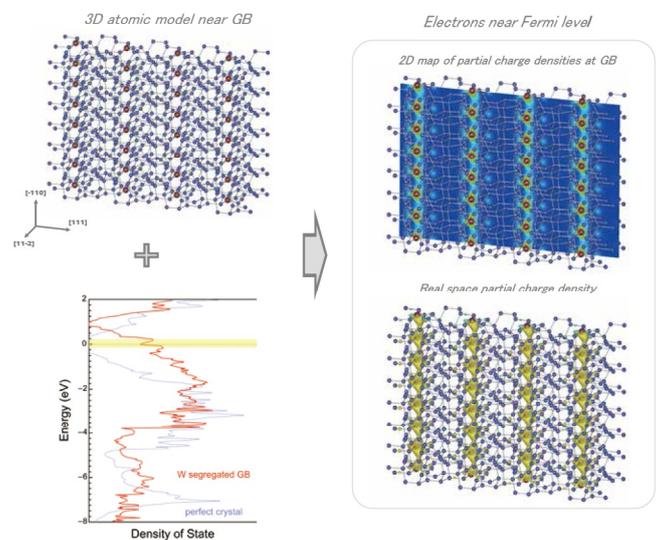
W が偏析した Si 結晶粒界の高分解能像



結晶粒界部の結晶構造像と原子モデル (大きい青丸は W 原子)



粒界部の構造像、HRTEM 計算像ならびに原子モデル 右図は第一原理計算より得られた電子状態密度



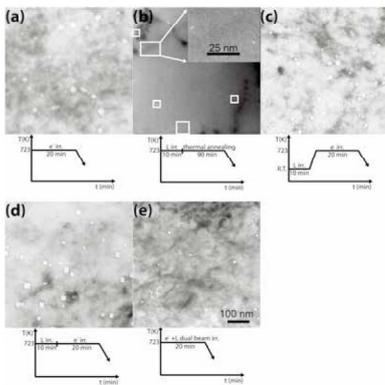
粒界部の三次元原子モデル。W が一列に並んだ構造 (原子細線) が形成
右図はフェルミレベル近傍における部分電子密度分布

近未来の電子デバイスとして、数〜数十原子オーダーの大きさを持ち、かつ電子の波動性と粒子性の双方を利用した“量子デバイス”の実用化が期待されております。マルチビーム超高压電子顕微鏡の超高分解性能・複数イオン同時注入といった特徴をフル活用し、新規な量子デバイス創製技術に関する研究を行なっております。

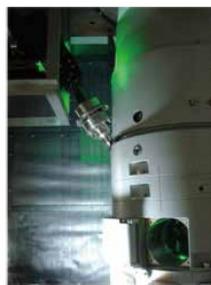
例えば、シリコン半導体中に金属元素をイオン注入し、さらに結晶粒界の周期構造を利用することにより、1〜2原子オーダーの太さを持つ“原子細線”の束を材料中に埋め込むことに初めて成功しました。その原子構造や電子構造についても、超高分解能観察と電子エネルギー損失分光法、並びに第一原理電子状態計算の組み合わせにより次第に明らかになりつつあります。

研究・観察例

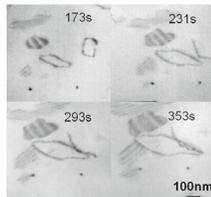
マルチ量子ビーム環境を模擬したシミュレーション照射実験



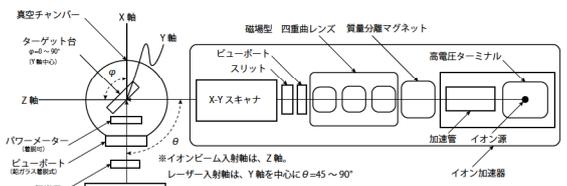
レーザー・電子線照射のポイド形成写真
 (a) 電子線のみ (b) レーザー照射のみ (c, d) レーザー照射の後に
 続いて電子線照射 (e) レーザー・電子線同時照射；時間及び温度は
 下図に記入 (RTは室温)



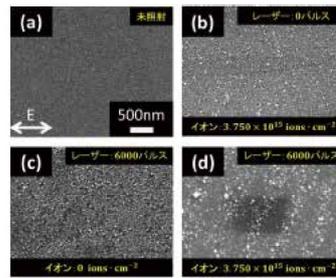
レーザー超高压電子顕微鏡



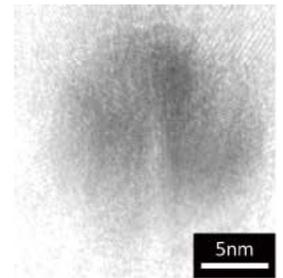
ステンレス鋼中の空孔集合体のレーザー照射による成長



イオン・レーザーマルチ照射装置



照射前後の表面SEM像 (a) 未照射 (b) イオンのみ照射後
 (c) レーザーのみ照射後 (d) 同時照射後

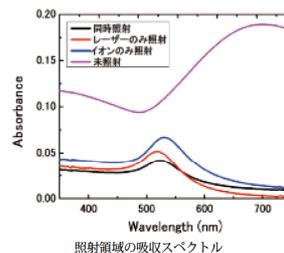


イオン及びレーザー同時照射によって作成されたナノ粒子のTEM像

レーザー光と電子線

1998年、イオン加速器2台を連結したマルチビーム超高压電子顕微鏡を開発、2007年には短パルスレーザーを敷設したレーザー超高压電子顕微鏡(L-HVEM)を開発、さらに2009年には、イオン加速器(試料照射真空チャンバー部)に短パルスレーザー装置を備えたイオン・レーザー照射単独装置の開発を実施してきました。

現在は未踏であるレーザー・電子線・イオンの3量子ビームのマルチビーム超高压電子顕微鏡の実現に向け準備を進めています。これによりフォトン(レーザー光)、レプトン(電子)、ハドロン(イオン)というすべての素粒子系の代表が揃います。これにより、これまで行えなかったガンマ線(電磁波)、ベータ線、中性子・イオンの量子ビームが共存・融合する核融合炉環境の高温プラズマに曝される材料損傷模擬なども可能であります。電子顕微鏡機能としてのナノ領域観察によるその場実験が同時に行えるため、長時間・高空間分解能解析によるグリーンナノテク・エネルギーの研究推進が期待されます。



照射領域の吸収スペクトル

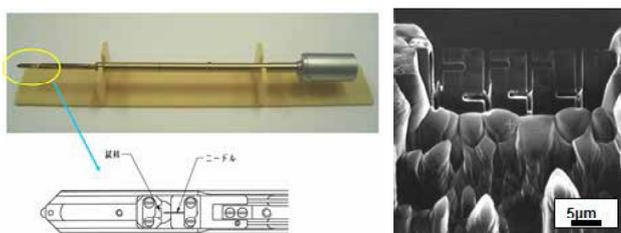
イオンとレーザー光

イオン照射と短パルスレーザー照射を組み合わせることにより、ガラス基板表面にレーザーの波長や電場ベクトルに依存した貴金属ナノ粒子を周期的に配列させたナノ構造を作成できることが明らかになってきました。そこで、超高压電子顕微鏡室ではイオン加速器と短パルスレーザーを組み合わせて超高压電子顕微鏡に連結し、ナノ構造形成の機構解明とその応用について研究開発を進めています。

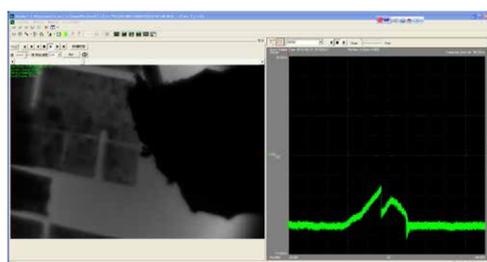
研究・観察例

■ 複合材料やオプトデバイスの研究開発

近年、結晶のナノサイズ化やナノスケールで微細組織を制御することにより、これまでにない機能や強度を発現することが明らかになりつつあります。しかしながら、その強度の発現機構は未だ不明なところが多く、試験後の微細組織観察では試料作成時の artifact の問題があります。そのため、超高压電子顕微鏡内でその場破壊挙動の観察とそのサブマイクロの荷重 / 変異曲線を取得できるその場観察ホルダーを開発し、複合材料やオプトデバイスの研究開発を推進しています。



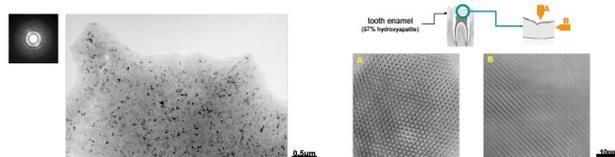
新しく開発したその場観察ホルダー (左) FIBによるミニチュア DNS型ナノメカニクス評価試験片 (右)



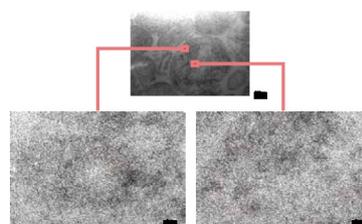
新しく開発したその場観察グラフィックユーザーインターフェース
その場 TEM 観察開始後 TEM 像 (左) その場 TEM 観察像と同期した荷重 / 変位曲線 (右)

■ 超高压電子顕微鏡のバイオマテリアルへの応用

マルチビーム超高压電子顕微鏡の超高压により加えられた電子の波長は非常に短いため、高い分解能が得られると同時に、電子線は物質を透過しやすくなります。特に、生体材料等の電子線照射に弱い物質を高分解能で観察する場合、通常の電子顕微鏡 (加速電圧 200kV) を用いると電子線照射により試料は大きく損傷されてしまいます。マルチビーム超高压電子顕微鏡を用いることで照射損傷の発生を抑えつつ原子レベルでの物質の構造を観察することが可能となり、バイオマテリアルの微細構造解析に威力を発揮しています。



人歯エナメル質の微細組織と各方向から見た高分解能 TEM 像



生体組織に包埋されたカーボンナノチューブの明視野像と高分解能 TEM 像

利用案内

■ ナノテクプラットフォーム事業

ナノテクノロジープラットフォーム事業を利用し、当施設の設備をご利用希望される方は、以下の手順でお申し込み頂ますようお願いいたします。

1. 利用申請書の提出 (はじめて当施設をご利用の方)
利用希望者は利用申請書に必要事項を記入の上、超高压電子顕微鏡室へご提出ください。
(注：申請課題毎に利用申請書のご提出が必要です。)

2. 設備利用予約
利用申請後、電話またはメールにて、希望利用設備と日時をお知らせください。
ナノテクノロジープラットフォーム事業の設備予約ページへログインし、利用設備・希望日時の予約を行ってください。

■ 一般利用

一般利用の方が当施設の設備をご利用希望される方は、以下の手順でお申し込み頂ますようお願いいたします。

1. 利用申請書の提出 (はじめて当施設をご利用の方)
利用希望者は利用申請書に必要事項を記入の上、超高压電子顕微鏡室へご提出ください。

2. 設備利用予約
利用申請後、電話またはメールにて、希望利用設備と日時をお知らせください。

■ 利用料金

超高压電子顕微鏡室関連装置の利用料金は超高压電子顕微鏡室ホームページを御覧ください。
URL : <http://labs.eng.hokudai.ac.jp/lab0/HVEM/index.html>

■ 利用日時

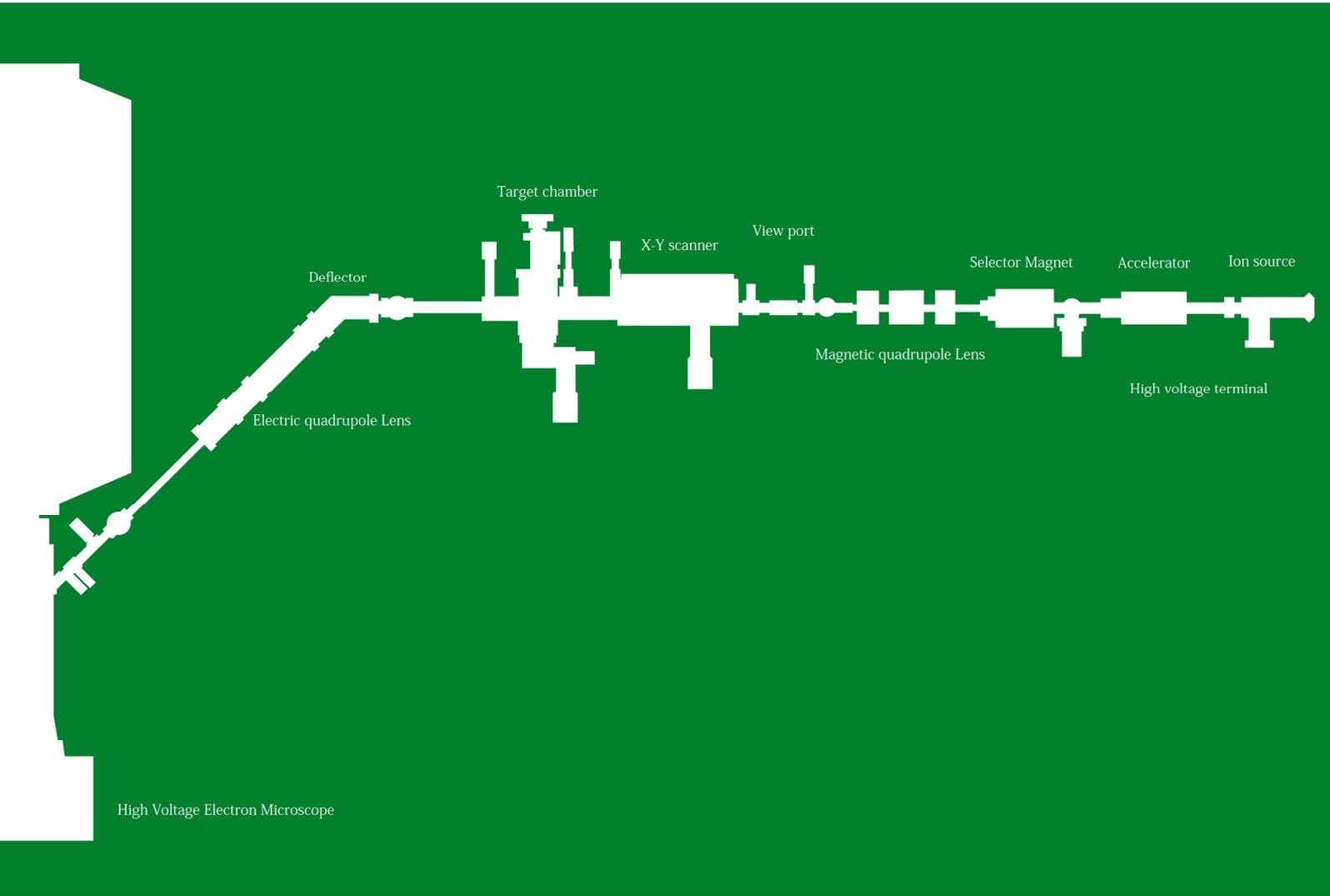
月～金曜日(祝祭日除く) 9:00～17:00

■ アクセスマップ



◇空港～JR利用
新千歳空港から快速エアポートに乗車し、札幌駅下車。
その後、地下鉄札幌駅から南北線麻生行きに乗車し、北12条駅又は北18条駅下車。
地下鉄駅より徒歩約10分(経路は上図参照)

◇空港～高速バス利用
北都交通(札幌駅南口まで)
中央バス(京王プラザホテルまで)
バス下車後、地下鉄札幌駅から南北線麻生行きに乗車し、北12条駅又は北18条駅下車。
地下鉄駅より徒歩約10分。



北海道大学

エネルギーマテリアル融合領域研究センター
超高圧電子顕微鏡室

<http://labs.eng.hokudai.ac.jp/labo/HVEM/>

〒060-8628 北海道札幌市北区北13条西8丁目

TEL/FAX:011-706-7300 E-mail:oota@eng.hokudai.ac.jp