



1. 組織観察

1-8 透過型電子顕微鏡用薄片試料の調製法

加藤 丈晴* 小形 健二¹⁾* 着本 享²⁾*

1-8-1 はじめに

高い空間分解能で材料組織を観察することができる透過型電子顕微鏡(TEM)は、ミクロからナノスケールまでの多様な情報を取得することができる優れた顕微鏡です。ところが、得られる情報の質は観察に用いる試料の調製状態に左右されます。高性能なTEMを用いても試料調製が芳しくない場合には、正しい観察や分析結果を得ることはできません。本稿では、金属材料の薄片化に適している電解研磨法⁽¹⁾⁻⁽⁴⁾、機械的、化学的に性質が異なる組み合わせの材料(多層膜材料や複合材料)の薄片化に適したイオンミリング法⁽⁵⁾⁻⁽⁷⁾、イオンスライサ法⁽⁸⁾および、集束イオンビーム(Focused ion beam; FIB)法⁽⁶⁾⁽⁷⁾⁽⁹⁾⁻⁽²⁸⁾についての概要と作業手順、観察例を紹介し、ぜひ、参考文献も参照して、TEM観察に最適な試料調製技術を習得してください。

1-8-2 TEM 試料調製の概要

一般的なTEM試料ホルダーに設置できる試料サイズは、最大で直径3mm、試料厚さは0.1mm程度になります。観察に使用する箇所(薄片化領域)は、電子線が十分に透過できる数100nm程度以下であることが必須で、高分解能観察により原子の並びを反映させた構造像や、格子像を撮影する場合は、試料厚さを10nm程度もしくは、それ以下に薄片化します。後述するいずれの方法を用いる場合にも、最終的にはこの大きさや薄片厚み以下にする必要がありますが、TEM試料調製に用いる方法によってはその方法に適した形状に予め調製する必要(前処理)があります。前処理には、精密切断機や超音波打ち抜き機等が用いられます。この時には、加工に伴う変形などに十分注意することが必要です。また、観察場所や観察する方向などを検討した上で適切に前処

理を行ってください。前処理については各項目で説明しますので、参照してください。

1-8-3 電解研磨法

1-8-3-1 電解研磨法の概要

電解研磨法は、金属試料を電気分解によって溶解し薄片化する手法です。本手法で作製する試料は、薄片化過程(機械加工やイオン照射)で試料に導入される歪や欠陥の影響を少なくでき、広範囲の視野を観察できるという利点があるため、金属材料の組織観察(結晶粒組織、転位などの内在欠陥、析出物)に適した最も汎用的な手法です。

電解研磨法の基本原理(図1)は理科の実験でも経験した方が多いであろう「電気分解(酸化還元反応)」となります。具体的には、観察対象試料を陽極(正極)、白金やステンレス鋼等を陰極(負極)として電解液中で直流電流を流すことで、両極での気体(酸素や水素)の発生に加えて、陽極側の試料表面が溶解する現象を利用して試料を薄くします。電解液と電解

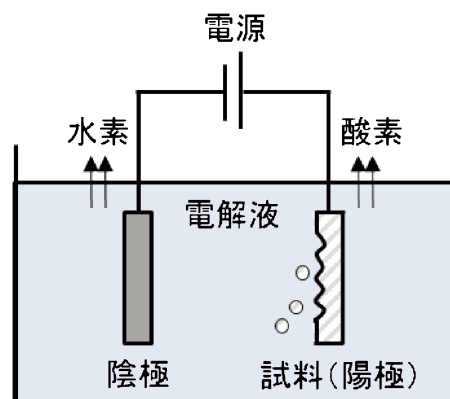


図1 電解研磨の原理図。

* 一般財団法人ファインセラミックスセンター；G長，主席研究員(〒456-8587 名古屋市熱田区六野 2-4-1)

** JFE テクノリサーチ株式会社；1)係長 2)部長

Keywords: TEM specimen preparation, electropolishing, ion milling, ion slicer, FIB (TEM 試料調製, 電解研磨, イオンミリング, イオンスライサ, FIB)

2022年9月13日受理[doi:10.2320/materia.61.887]

条件を適切に選ぶことで多くの金属・合金材料に応用が可能で、各種材料の適切な電解条件(電解液、印加電圧、研磨温度など)については専門書や学術論文等に一般的な条件が記載されているので参考にしてください⁽¹⁾⁻⁽³⁾。電解研磨法は、古くは Bollman 法や窓枠法といったピーカーを用いる実験室的な手法がありましたが、現在では試料の両側から電解液を噴射しながら研磨を行う「ジェット研磨法(ジェット式電解研磨法)」が主流となっています。ジェット研磨法は、電解研磨が安定的に行え、作業効率が良いという利点から広く使われています。ジェット研磨以外に近年では名古屋大学のグループによって、1~2 mL という少量の電解研磨液で研磨が可能な装置が開発されています⁽⁴⁾。この装置を用いると、従来のジェット研磨法で必要となる 500 mL~1 L 程度の電解研磨液を大きく削減できるため、環境への負荷が軽減されるという利点があります。本節では、主にジェット研磨法を用いた試料作製方法について説明します。

1-8-3-2 前処理(試料切断および予備研磨)

対象試料は、先述したように機械研磨などで厚さを 0.1 mm (= 100 μm) 程度に準備しておく必要があります。大きいバルク材料の場合、低速ダイヤモンドホイールカッターや放電加工機などの試料に歪が入りにくい方法を用いて切断加工し、その後の厚さ調整のための機械研磨がしやすい大きさに調製します。この切断加工時に、摩擦や放電により発生する熱や、切削で試料表面に導入される歪や欠陥を含む層(加工変質層)が形成されてしまうと、アーティファクトとして TEM 観察結果に大きな影響を与えてしまうことがあるため注意が必要です。試料は 10 mm \times 10 mm \times 0.5 mm 程度の板状に加工しておく、その後の機械研磨が容易に行えます。

板状に切り出した試料は、接着剤やホットワックス等を用いて台座(平坦な研磨治具など)に貼り付けた後、エメリー紙等の研磨紙を用いて湿式研磨します。この研磨では、エメリー紙粒度番号(JIS 規格)で、80番程度から180番、400番、1000番、2000番まで行います。研磨は砥粒番号の小さい番手(砥粒が大きいエメリー紙)から行い、前の番手でできた深い研磨傷が消えるまで研磨していきます。このような研磨紙を用いた研磨の際には、例え砥粒が小さい2000番エメリー紙研磨でも加工変質層が形成されます。例えば、Interstitial Free (IF) 鋼(炭素量が 10 ppm 以下の極低炭素鋼)と呼ばれる鉄鋼材料の場合には、加工変質層の厚さ $t(\mu\text{m})$ と研磨粒子サイズ $d(\mu\text{m})$ との間に、 $t = (d/4 + 18.5) \pm 7.5$ の関係式があることが報告されています⁽²⁹⁾。エメリー紙の砥粒サイズは、80番で 250 μm 、180番で 106 μm 、400番で 40 μm 、1000番で 16 μm 、2000番で 10 μm ⁽²⁹⁾ 程度であるため、研磨で見込まれる IF 鋼試料表面直下の加工変質層の厚さは、およそ 81 μm (80番)、45 μm (180番)、28.5 μm (400番)、22.5 μm (1000番)、21 μm (2000番) になります。つまり、機械研磨で試料を薄くしすぎると、その後の電解研磨では加工変質層を取り除くことができなくなりますので注意が必要です。このように電解研磨法では前処理での試料厚さ調整がとても重

要になります。また、前処理として上記の機械研磨に加え、化学研磨(電気を使わず化学研磨溶液に浸漬することにより金属表面を溶かす研磨)等を利用して目的の厚さに調整することも可能です。機械研磨よりも試料に与える歪を小さく薄片化したい時に使われます。最終的に薄片化した試料は、アセトン等の有機溶剤を用いて台座から剥がし、その後、ディスクパンチ等を用いて 3 mm ϕ のディスク状に打ち抜きます。

1-8-3-3 ジェット研磨法

現在主流のジェット研磨法の模式図を図 2 に示します。100 μm 以下の厚みにした試料を陽極(図 2(a) 中央部)に接続した試料ホルダーにセットします。試料ホルダーの両側から電解液を試料表面に噴射しながら両極回路に電流-電圧を印加すると、試料中央近傍が溶解することによって薄くなり、最終的に微小な穴が開きます。試料に穴が開くと、光源から発せられる光が、光センサーに届き電解研磨が自動的に停止するようにプログラムが組まれています。なお、有害な揮発性の電解液や液体窒素を使用する場合には、装置をドラフトチャンバー(局所排気装置)内に設置するなどの十分な安全対策が必要となります。

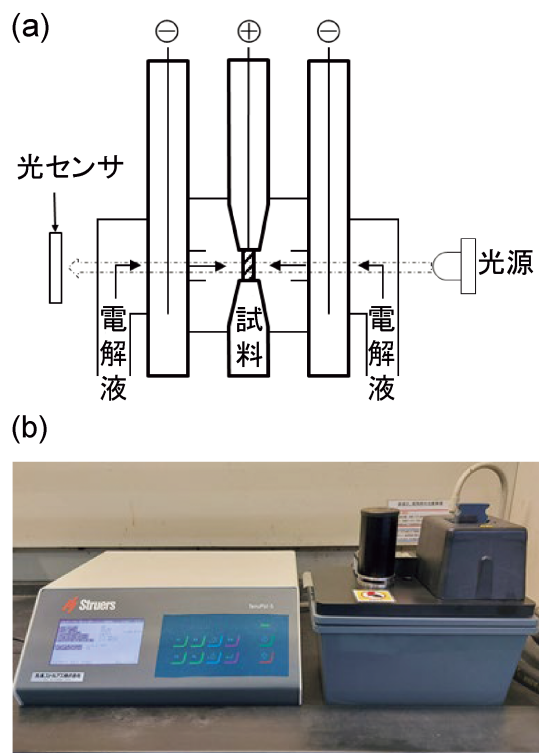


図 2 ジェット研磨法：(a) 模式図、(b) 装置外観。100 μm 以下の厚みまで調整した試料を陽極(中央部)に接続した試料ホルダーに固定。試料ホルダーの両側から電解液を試料表面に噴射し、両極回路に電流-電圧を印加することにより、試料中央近傍溶解することによって薄くなり、最終的に微小な穴が開く。試料に穴が開くと、光源から発せられる光が、光センサーに届き電解研磨が自動的に停止。

良好な電解研磨試料を作製するには、電解液の種類、電圧条件、電解液の液温、光感度(光センサーの感度)の条件を適切に選ぶ必要があります。電圧条件については、電流-電圧曲線を取得することによって決めることができます。図3は典型的な電流-電圧曲線の例を示しています。点線で示した曲線は急速に電圧上昇を行った時のものになります。両曲線において、電圧に対して電流が一定(プラトー)となる領域は、粘性液層の作用で生じます。この領域が最適な研磨領域であり、試料表面は鏡面となります。プラトー領域より低電圧側では、選択的に電解されてしまい、表面が凹凸形状になるため光沢のない表面になります。高電位側では粘性液層が破られピitting(試料表面上に局所的に小さな腐食孔が形成)が起こります。最近の電解研磨装置では、この電流-電圧曲線を取得するための機能が組み込まれている場合もあり、適切な電圧条件を見つけやすくなっています。また、光感度の設定は、観察可能な試料の領域に大きく影響します。光感度を鈍感に設定した場合、大きな穴が開き試料の薄い領域が少なくなってしまう。一例として図4はインプラントなど生体材料にも用いられるCo-Cr系合金の電解研磨試料の研磨状態を示した外観写真(図4(a), (d))および、低倍率TEM観察結果(図4(b), (e))です。図4上段の(a)-(c)と下段(d)-(f)は電解研磨停止タイミングの指標となる光感度設定を変えて作製した試料状態を示しています。光感度を適切に調整して作製した下段に示す試料(図4(d)-(f))では、広い領域で組織観察が可能な薄片領域が得られていることがTEM観察結果(図4(f))からもわかります。

電解研磨法では終了後の洗浄も重要なポイントの一つです。電解研磨後は試料表面に電解液が残留しており、放置すると電解液による腐食が進行します。そのため、電解研磨終了後は迅速に試料ホルダー(電解研磨機で使用している試料ホルダーです)ごと、純水もしくはエタノール等のアルコール中に浸漬して洗浄します。その後、ホルダーから試料を取り出し、別途準備した洗浄液で複数回洗浄します。ピンセットを使用して洗浄する際、毛细管現象でピンセットの隙間にも電解液が入り込んでいる場合があるので、ろ紙等を使い吸い取っておくことで試料をきれいに洗浄することができます。洗浄後は、試料をろ紙で挟み洗浄液を吸い取った後、ドライヤー等を用いて乾燥させます。乾燥が不十分な場合に

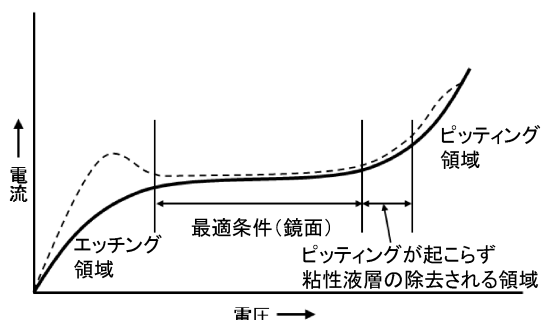


図3 電解研磨の電流-電圧曲線図。

は、表面の酸化が進行したりTEM観察時のコンタミネーション形成の原因になったりするので注意が必要です。最終的に完成した試料は、他手法と同様ですが、真空デシケータや不活性ガス雰囲気中で保管します。

1-8-3-4 電解研磨法の工夫

試料サイズが3 mmφに満たない小さい試料の場合にも電解研磨が可能です。小片試料の両面を試料よりも酸化しにくい(イオン化傾向が小さい)PtやAg等の金属の単孔メッシュ2枚で挟み、それを電解研磨用ホルダーに取り付けることで電解研磨を行うことができます。特に磁性材料はTEM観察時に内部磁場の影響で観察が困難になる場合があり、できるだけ試料体積を減らすことが有効となります。その際、上記の方法で電解研磨試料を作製することで、磁性の影響を低減させることができます。

図5(a)に示すように試料表層近傍(赤色側)が観察対象である場合、観察対象とする試料表層側の電解液の噴射口を塞いで電解する(図5(b))、もしくは、試料表層側に接着剤等の非導電性物質を薄くコートし保護した後(図5(c))、ジェット研磨を行うことで目的とする表層近傍のTEM薄片試料

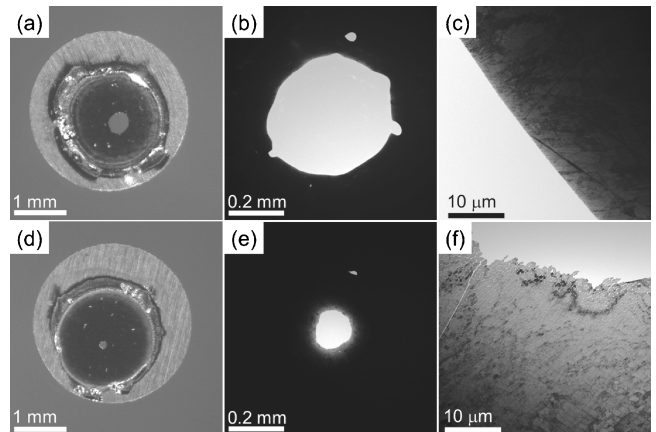


図4 停止タイミングが異なる薄片試料の形態。上段(a)-(c)は光感度が不適切であるため、大きな穴が開き、TEM観察可能な領域が狭い。下段(d)-(f)は光感度が適当であり、観察可能な領域が広い。(a), (d)は外観写真、(b), (e)は低倍率TEM像、(c), (f)は薄片領域のTEM拡大像。

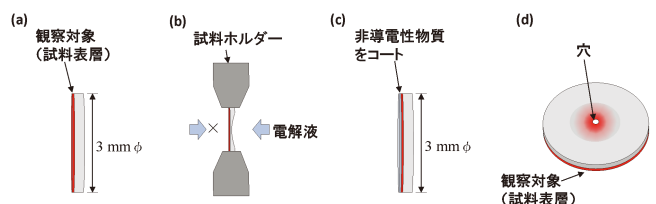


図5 試料表層近傍の電解研磨試料作製手順の模式図。(a) 3 mmφ打ち抜き試料(赤色部分が観察対象の試料表層)、(b) 観察対象面側の電解液の噴射口を塞いで電解する、(c) 観察対象面に非導電性物質をコートした模式図、(d) 試料完成イメージ: 試料中央部に穴が開き、穴の周辺部が観察対象(試料表層)領域となります。

を作製することができます(図5(d)). 接着剤を用いた場合は、電解研磨後にアセトン等で接着剤を溶解、除去することで観察可能となります。

1-8-4 イオンミリング法

1-8-4-1 イオンミリング法の概要

イオンミリング法は、加速したアルゴン(Ar)イオンを用いて試料を研磨していく方法です。Arミリング法と呼ぶこともあります。後述するFIB法もガリウム(Ga)イオン等を用いますが、装置構成や作業手順が大きく異なりますので、このイオンミリング法とは区別されています。もっとも一般的なイオンミリング法は、図6に示すような(a)ディンプルグラインダーと、(b)Arイオンによるイオンミリング装置を用いて薄片化する手法⁽⁶⁾⁻⁽⁷⁾です。これに対して、ディンプルグラインダーを用いず、機械的な切断と機械研磨処理後に、Arイオン照射のみで試料を作製するイオンスライサ法も開発されています⁽⁸⁾。電解研磨法と比較して、イオンミリング法は、基板上に成膜された薄膜材料、多層膜材料や複合材料等、化学的・物理的に性質が異なる材料で構成されている試料および金属以外の無機材料の薄片化に適しています。(しかしながら、機械特性が明らかに異なる材料、Arイオンによる研磨速度が明らかに異なる材料の組み合わせで構成された多層膜材料や複合材料および、多孔質材料に関しては、後述のFIB法を適応することをお勧めします。)以下、基板上に成膜を行った薄膜試料を対象として、その薄膜を平面方向(薄膜面に対して垂直方向)および、断面方向(薄膜と基板との界面に対して平行方向)から観察を行うためのTEM試料調製手順をそれぞれ説明します。

1-8-4-2 イオンミリング法による平面TEM観察試料作製の作業手順

様々な調製法が考えられますが、基本的には、基板側から機械研磨、イオンミリング研磨を行って、最終的に薄膜部へ小さな穴を開ける手順となります。この調製は、試料単体で行っても構いません。ただ、金属系試料の場合には加工時などに試料が変形することも考えられますし、無機材料の場合には脆性的に破壊しやすいことも考えられますので、図7に示すような単孔メッシュ上に固定して補強する方法がしばし

ば用いられます。単孔メッシュを用いない場合には、超音波打ち抜き(加工)機を用いて直径3mmの円板形状に調製します。固定する場合には、この打ち抜いた円板状試料の薄膜面側を単孔メッシュ上に後述する方法で固定します。試料に十分な大きさが確保できないときには、図7(a),(b)に示すように、直径3mmの単孔メッシュ上に固定できるサイズとして最大2mm角程度の大きさに切断加工して、薄膜面側を単孔メッシュ上に固定します。単孔メッシュへの固定には、TEM観察時のチャージアップを避けるために、できれば導電性を有するエポキシ樹脂等を用いて、確実に固定します(図7(b))。この工程では、可能な限りエポキシ樹脂の使用量を少なくし、単孔メッシュと試料を平行にして密着させます。また、単孔メッシュの材料としては、観察対象サンプルを構成する元素と異なる種類の金属種を選択してください。組成分析(EDS分析)のときに、単孔メッシュから発生する特性X線とを区別するためです。基板側からの機械研磨を行い、試料厚さを100~20 μm 程度の厚さにします(図7(c))。次に、試料を固定した単孔メッシュを、ディンプルグラインダー用の試料ステージ上にワックスを用いて固定します。この時にも、不必要な量のワックス使用を可能な限り避けて、試料ステージ上へ平行性を高くして固定してください。さらに、試料ステージ中心と試料中心とが一致するように配慮してください。次に、ディンプルグラインダーの試料ステージを回転させながら、回転する研磨ディスクを試料の基板側に対することにより研磨して、試料中央部に窪みを加工します(図7(d))。この時に、窪みの中心位置が、試料の中心位置にできるだけ近くなるように配慮します。このずれは、研磨ディスクが試料に接触する位置と、試料ステージの回転中心との調整精度に依存しますので、予め取扱説明書を参考にして、精度よく調整しておくことが必要です。この位置調整は、付属の光学顕微鏡を用いて実施します。また、この工程で研磨剤を使いますが、初期の段階では、数ミクロン程度の砥粒を含む研磨剤を用い、徐々に小さな砥粒を含む研磨剤に変更し、最終的には、バフ研磨用ディスクを用いて鏡

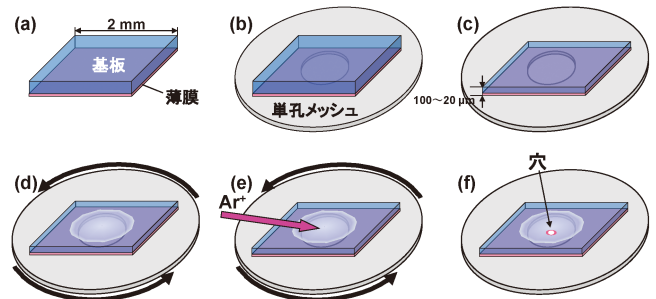


図7 イオンミリング法による平面TEM観察試料作製の作業手順。(a)2mm角の大きさに切断、(b)金属製単孔メッシュに導電性を有するエポキシ樹脂等を用いて薄膜と単孔メッシュを平行に固定、(c)試料厚さを100~20 μm 程度まで基板側から機械研磨、(d)ディンプルグラインダーによる窪み加工、(e)Arイオンを照射、(f)試料中央部に穴を開け、穴の周辺部がTEM観察領域。

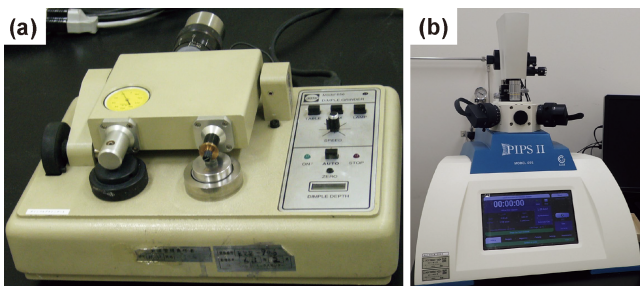


図6 (a)ディンプルグラインダー、(b)イオンミリング装置。

面研磨します。さらに、試料ステージおよび研磨ディスクの回転速度、試料への荷重、研磨剤の切り替え等、対象材料に応じて最適化することが必要です。ディンプルグラインダーによる研磨ですが、最終的に窪み中心位置の厚さを10 μm程度、もしくはそれ以下の厚さになるように仕上げます。この工程の後に Ar イオンビーム照射により薄片試料を作製しますが、TEM 観察可能な視野は、ディンプルグラインダーによる窪み中心の仕上げ厚さにおおよそ依存し、一般的には、より薄く仕上げられれば、TEM で観察できる領域は広がります。ディンプルグラインダーによる研磨工程後、有機溶剤を用いてステージ固定に用いたワックスを溶解し、単孔メッシュに貼り付けた試料を外します。その後、試料をイオンミリング装置に挿入し、試料を回転させながら、基板側のみから Ar イオンビームを照射します(図7(e))。Ar イオンビームの加速電圧は6~3 kV 程度から開始し、徐々に加速電圧を低下させ、加速電圧2~1 kV、もしくは、1 kV 以下(装置に依存します)で最終仕上げを行います。Ar イオンビームは試料観察面に対し、数度から10度ぐらいで照射角度を設定できますが、対象材料により適切な照射角度を選択する必要があります。最終的に、試料中央部に小さな穴を開け、小さな穴の周辺が TEM 観察領域になります(図7(f))。イオンミリング装置では、試料の上下方向からライト光による照射ができるので、試料中央部に穴ができたかどうかを確認できます。

1-8-4-3 イオンミリング法による断面 TEM 観察試料作製の作業手順

イオンミリング法による断面 TEM 観察試料の作業手順について、図8に示します。薄膜同士を導電性エポキシ樹脂により貼り合わせます。基板が0.5 mm よりも薄い場合は、ダミー基板を用いて観察対象のサンプルの両側から貼り合わせてください(図8(a))。この後の研磨工程を考慮して、ダミー基板も基板材料と同じ材質を用いることが推奨されます。その後、機械切断により2 mm×2 mm 程度の大きさに切り出し、機械研磨により100~40 μm 程度の厚さに調製し、外径3 mm の単孔メッシュに固定します(図8(b))。単孔メッシュへの固定作業の注意点は前述のとおりです。次に、ディンプルグラインダーにより試料中央部に窪み加工を行います(図8(c))。このような処理を行ったサンプルをイオンミリング装置に挿入し、試料を回転させながら、試料の上下からアルゴンイオンビームを照射させ試料中央部に小さな穴をあけます(図8(d-e))。この時には、Ar イオンビーム照射が薄膜に対して垂直方向となるように、試料ステージに設置し、間欠照射モード(薄膜の垂直方向に対し±数10°でイオンビームを照射し、それ以外はイオンビームを止める照射モード)を選択することを推奨します。試料に空いた穴の周辺領域が TEM 観察可能な領域になります。前節で説明した平面観察試料と同様に、ディンプルグラインダーでの回転速度、荷重、研磨剤の選択、Ar イオンミリングの照射条件等、材料ごとに適した条件を見出すことが必要です。

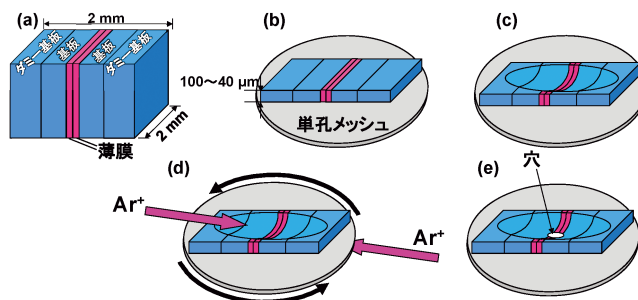


図8 イオンミリング法による断面 TEM 観察試料作製の作業手順。(a) 薄膜同士を貼り合わせ、(b) 張り合わせたサンプルを切断後、100~40 μm 程度の厚さまで機械研磨し、単孔メッシュに固定、(c) ディンプルグラインダー加工、(d) Ar イオンを照射、(e) 試料中央部に穴を開け、穴の周辺部が TEM 観察領域。

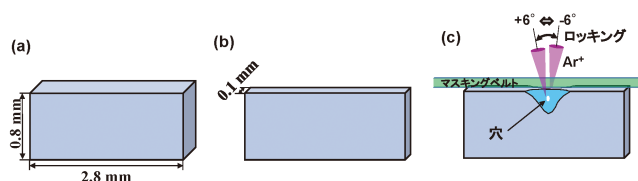


図9 (a) 2.8 mm×0.8 mm 程度の大きさに試料を切り出し、(b) 機械研磨等により試料厚みを0.1 mm 程度に追いつめ、(c) マスキングベルト越しに Ar イオンビームをロッキング照射し薄片加工。ロッキング角度は±6°程度。

1-8-4-4 イオンスライサ法の作業手順⁽⁸⁾

イオンスライサ法では、前述のように、ディンプルグラインダーを使用せずに Ar イオン照射のみで TEM 観察用薄片領域を仕上げます。そのため、試料作製の経験の差が出にくい手法と言われております。具体的な作業としては、対象試料を2.8 mm×0.8 mm 程度の大きさに切り出します(図9(a))⁽⁸⁾。機械研磨等により試料厚さを0.1 mm 程度にします(図9(b))。イオンスライサ装置に試料を挿入し、図9(c)のように Ar イオンビームをロッキングし(ロッキング角度: ±6°程度)、マスキングベルト越しに両側から照射することにより薄片加工を行います(取扱説明書を参照ください)。最終的に小さな穴が開いて、穴の周囲が TEM 観察領域になります。

1-8-5 FIB 法

1-8-5-1 FIB 法の概要

FIB 加工とは、数10 kV に加速した Ga イオンビームを電磁レンズにより数10 nm、もしくは、それ以下のビーム径に集束させ、その集束させた Ga イオンビームを、精度良く対象試料表面を走査しながら研磨する手法です。FIB 装置では、イオンビームを試料表面に走査することにより発生する二次電子を用いて試料表面の観察(Scanning ion microscopy; SIM)を行うことが可能です(図10(a))。図10(b)の模式図に示すように、一般的な FIB 加工では、試料表面からの加工

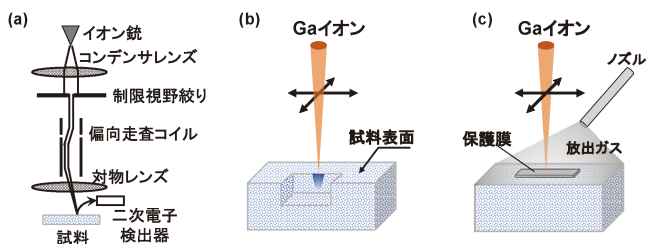


図10 FIB装置の主な機能。(a) FIBカラム構成とSIM像撮影, (b) FIBによるスパッタリング効果による試料加工, (c) 試料表面への蒸着源ガスの放出と, FIBによる保護膜の蒸着。

となり, 表面から深さ方向におよそ $100\ \mu\text{m}$ 程度までの領域を加工できます。設置できる試料形状は, 試料と対物レンズの接触を避けるために制限されています。また, 特定ガスを試料表面に放出しながらイオンビームを照射し, ガスを分解させることにより炭素系材料や金属材料を試料表面に蒸着させる機能(図10(c))も有しています。これらの機能を組み合わせながら操作することにより, 局所領域を狙った精度の良い微細加工が可能となります。FIB装置の基本的な構造は電子銃の代わりにイオン銃(イオン源)が搭載されていると考えますと, 走査電子顕微鏡(Scanning electron microscopy; SEM)(例えば30,31)とほぼ同様です。試料表面が凸凹している場合や, 試料表面から深い領域をFIB加工, 観察する場合は, 表面研磨や切断等の前処理が必要になります。

1-8-5-2 トレンチ法の作業手順

FIB装置が普及し始めた1990年代は, 図11に示すトレンチ法⁽⁵⁾によりTEM観察用薄片試料が作製されていました。まず, 観察目的箇所を含んだ領域を切り出し, 機械研磨等により $100\ \mu\text{m} \sim 10\ \mu\text{m}$ の厚さの板状の試料を準備します(図11(a))。その板状試料を金属製の支持体(半月形状の板もしくは, 切り出した直径3mmの単孔メッシュ)に貼り付けます(図11(b))。その後, FIB加工中における試料のチャージアップを防止するため, 試料を固定した支持体全体に金属材料もしくは, カーボン等をコーティングします(導電処理)。特に, 非導電性材料の場合は, 支持体を含め, 試料全面に導電処理を行うことが必須です。導電性を有する金属や半導体材料の場合は, 必ずしも導電性材料のコーティング処理が必要ではありませんが, そのような試料でも最表面をイオンビームのスパッタリングから保護することが必要な場合は, 何らかのコーティング処理を行うべきです。このような導電処理を行った試料をFIB装置に挿入し, 観察目的領域の表面にカーボン材料もしくは金属材料等の保護膜を蒸着します(図11(c))。保護膜の両脇をFIB加工し, TEM観察用薄片試料に仕上げます(図11(d))。

1-8-5-3 リフトアウト法の作業手順

リフトアウト法⁽¹⁴⁾⁽¹⁵⁾は, FIB装置内でバルク試料からTEM観察用薄片試料を作製し(図12(a)), バルク試料を

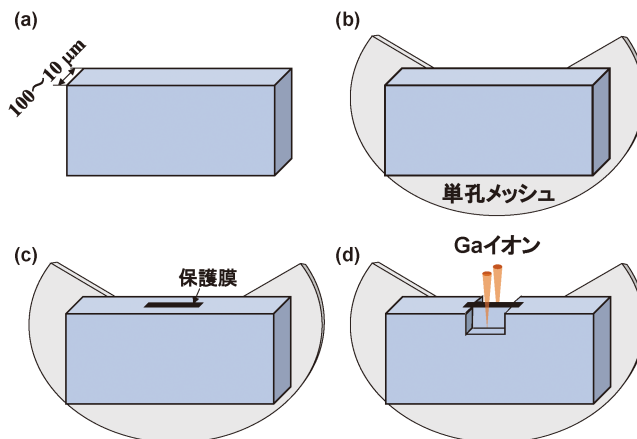


図11 FIBトレンチ法の作業手順。(a) 観察目的箇所を含んだ領域の切り出し後, 機械研磨により $100 \sim 10\ \mu\text{m}$ 程度の板状試料の準備, (b) 板状試料を直径3mmの一部を切り出した単孔メッシュに貼り付け, その後, 支持体ごと導電材料をコーティング処理, (c) 観察目的領域表面に保護膜を蒸着, (d) FIBによる薄片加工。

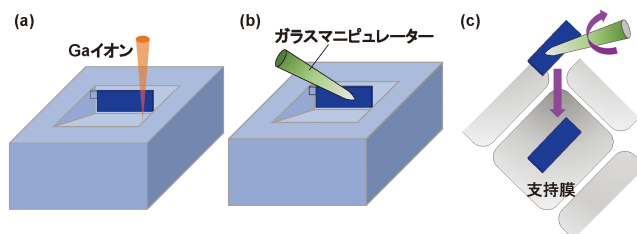


図12 リフトアウト法の作業手順。(a) FIB加工によるTEM用薄片試料作製, (b) 光学顕微鏡で確認しながらガラスマニピュレーター先端とTEM用薄片試料を接触させ固定, (c) ガラスマニピュレーターを回転させてカーボン膜等の支持膜上に薄片試料を搬送。

FIB装置外部に取り出し, 光学顕微鏡で確認しながら細いガラスマニピュレーターの先端にTEM観察用薄片試料を接触させ静電気により固定(図12(b)), その後, ガラスマニピュレーターを回転させてカーボン膜等の支持膜上にTEM観察用薄片試料を搬送します(図12(c))。しかしながら, この手法も, TEM試料作製の成功率を上げるには, かなりの経験を積むことが必要です。詳細については参考文献(14), (15)を参照してください。

1-8-5-4 マイクロサンプリング法の作業手順

マイクロサンプリング法⁽¹⁶⁾は, FIB装置内部でバルク試料から微小試料を抽出し, TEM試料に仕上げるまで, FIB装置内部で作業を行います。イオンミリング法やリフトアウト法と比較した場合, 短期間での技術習得が可能で, TEM試料作製時間を短縮できます。マイクロサンプリング法の手順を図13で説明します。まず, 図13(a)のようにTEM観察を行う目的箇所保護膜を蒸着します。次に, 図13(b)の矢印で示すような部位を残し, 保護膜蒸着周辺領域をFIB加工により除去します。試料ステージをおよそ 60° 傾斜し, FIB加工により観察目的箇所の底部を切断します(図13

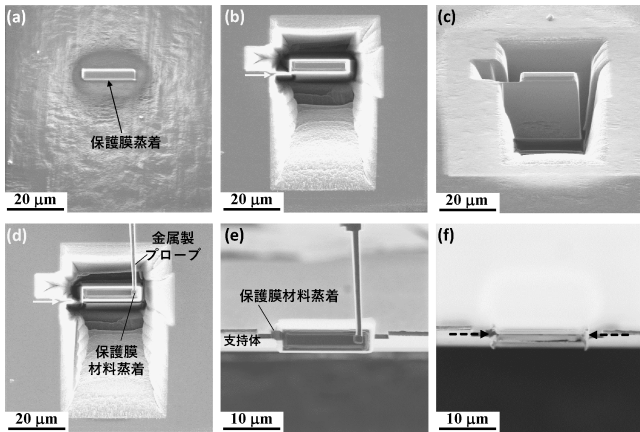


図13 マイクロサンプリング法の作業手順。(a) 観察目的箇所に保護膜を蒸着、(b) 矢印で示す部位を残し、保護膜蒸着周辺領域をFIB加工により除去、(c) 試料ステージをおよそ60°傾斜し、観察目的箇所の底部を切断、(d) 観察目的箇所に金属プローブを接触させ、接触領域を保護膜と同種材料を蒸着することにより固定し、矢印で示した部位をFIB加工により切断します、(e) 観察目的部位を金属プローブにより搬送し、支持体側面に接触させ、保護膜材料を蒸着することにより、観察目的部位と支持体を固定します、(f) FIB加工によりTEM観察用薄片試料を作製。

(c). 試料ステージの傾斜を戻し、観察目的箇所に金属プローブを接触させ、接触領域を保護膜と同種材料の蒸着により固定し、矢印で示した部位をFIB加工により切断します(図13(d)). 観察目的部位を金属プローブにより搬送し、支持体側面に接触させ、保護膜材料を蒸着することにより、観察目的部位と支持体を固定します(図13(e)). イオンミリング法の作業手順の節で説明したように、支持体材料には観察目的試料に含まれない金属材料を用いるべきです。図13(f)の破線矢印で示すように、最終的に100 nm程度の厚さの薄片試料に仕上げます。

1-8-5-5 マイクロサンプリング法およびFIB加工を実施する際の注意点

本節では、前処理を含めマイクロサンプリング法を実施する際の一連の作業工程における注意点について述べます。前述のように、FIB加工工程における対象試料のチャージアップ防止と最表面構造を保護するため、試料全面に導電材料のコーティング処理を行います。

FIB装置の試料台に対象サンプルを固定する場合、機械的に固定できる試料台でしたら問題ありませんが、比較的小さなサンプルを簡便に固定する場合は、導電性を有する両面テープを使用します。一般的に導電性を有する両面テープは、弾力性がありますので、両面テープを変形させずに試料ステージに貼ってください。そのテープ上に対象試料を置くのみで試料固定は十分です。両面テープにサンプルを置いた状態から荷重をかけると、テープが圧縮変形し、その後、テープの弾性変形により試料ドリフトが起きます。不適切な試料固定は、FIB加工の精度を劣化させてしまいますので注意ください。

図13(a)は3 μm × 20 μmの領域に保護膜を蒸着した後のSIM像です。保護膜を蒸着する際、図10(c)に示すように、ガスを放出するノズル先端を観察目的箇所近傍まで近づけます。ノズル先端から離れるにつれ、放出ガスの濃度は低下し、一定濃度以下になると、Gaイオンビームを走査しても保護膜は蒸着されず、試料表面がスパッタリングされる場合があります。試料表面に放出されるガス濃度を一定以上高くするため、ノズル先端と試料表面の距離を一定に保つことが必要です。表面が平滑な試料は、ステージのz軸調整のみで問題無いのですが、表面が凸凹している複雑な形状の試料の場合は、サンプルとノズル先端が接触しないことを確認するとともに、放出ガスが目的箇所に到達し、保護膜が蒸着できているかどうか確認する必要があります。

FIB加工の際のイオンビームは、主に、加速電圧、電流量、照射滞在時間を制御する必要があります。加速電圧や電流量が高いほど研磨速度は増加します。電流量は固定絞りの大きさと制御されます。FIBの初期加工(図13(b))では、比較的大きな数10 μm × 数10 μmの領域を加工しますので、高加速電圧で、大きな絞りを選択し、大電流のイオンビームを用いた方が加工時間は短くなります。しかしながら、対象試料によっては、大電流のイオンビーム照射により変形する場合があります。その場合は、試料変形が発生しない程度の小さな絞りを選択し、低電流のイオンビームで加工を行ってください。その後、徐々に小さな絞りを選択し、イオンビームの電流量を低下させ、仕上げ加工を行ってください。イオンビームの電流量を下げることにより、小さなプローブ径を作ることができ、より微細な加工が可能となります。照射滞在時間を長くすると、スキャン速度が遅くなり、結果的にスパッタリング効率が上がり、FIBの加工時間が短縮されます⁽¹¹⁾。しかしながら、非導電性材料である酸化物等をFIB加工する場合は、照射滞在時間を長くするとチャージアップの影響が大きくなり、結果として、イオンビームが大きく曲がり、目的の加工領域から外れた領域を照射することがあります。そのため、非導電性材料をFIB加工する場合は、照射滞在時間を短く設定する必要があります。大雑把なFIB加工メニューは各FIB装置メーカーのマニュアルを参照ください。

図14は走査電子顕微鏡(SEM)を搭載したFIB-SEM複合機を用いた加工例を示しています。加工例を示すために、ここでは、タングステン(W)保護膜をシリコン(Si)に蒸着し、そのW保護膜にGaイオンビームを照射したときの加工の様子を示しています。イオン電流は4 nA, 80 pA, 20 pAと低下させて、TEM観察用薄片試料に加工したサンプルです。図14(a)~(c)は、W保護膜側から観察したSIM像で、図14(a')~(c')は、これらのSIM像に対応するSEM像です。SEM像は図14(a)~(c)のSIM像に示すようにGaイオンビームの入射方向に対して垂直で、SIM像の上側から下側に矢印で示すような電子線を入射させて撮影しました。それぞれのSEM像では、W保護膜の表面(先端)、W/Si界面および、W保護膜から5 μm離れたSiの厚さを示しています。

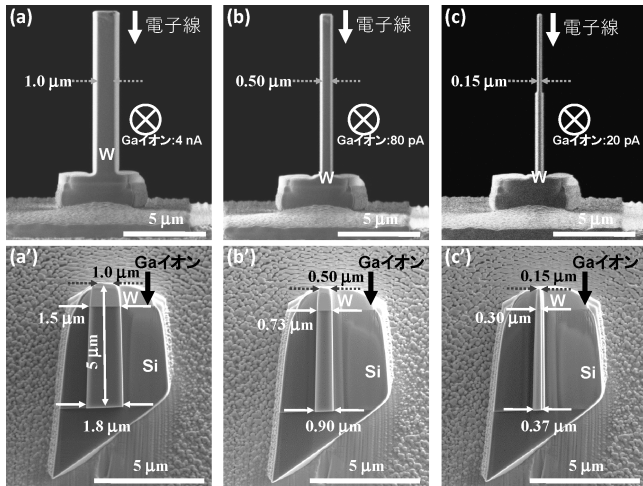


図14 Si表面にW保護膜を蒸着したサンプル. (a) 4 nA, (b) 80 pA, (c) 20 pAのGa イオンビーム電流を照射後のSIM像. (a')~(c')は(a)~(c)に示すサンプルに対応するSEM像で、電子線はGa イオンビームの入射方向に対して、垂直に照射して観察.

W保護膜は表面からW/Si界面まで次第に厚みが増し、保護膜表面から5 μm離れたSiでは、保護膜表面の厚さに比べおよそ倍の厚さになっています. 図14(c)のSIM像では、W保護膜先端の厚みが0.15 μmと判断できますが、図14(c')のSEM像では、W/Si界面の厚さは0.3 μmであり、W保護膜から5 μm離れたSiは0.37 μmの厚さです. W保護膜の先端の厚みが0.15 μmであっても、Siの薄片領域(TEM観察領域)の厚さは0.3 μm以上になっていることをご注意ください. このようなサンプルの厚さ変化は、Gaイオンビームの焦点深度に影響されています. GaイオンビームはW表面でフォーカスされていますが、W表面から離れるにつれ(深くなるにつれ)、Gaイオンビームのプロブサイズは大きくなるのが原因です.

FIBによる仕上げ段階では、図15に示すように薄片領域の上下にFIB加工枠(加工領域)を設定します. FIB加工仕上げ段階では10 nm径以下のビームを用います. Gaイオンビームは加工枠の外周に沿って走査しますので、実際FIB加工される領域は加工枠よりもビームの半径分オーバーしますが、そのオーバー分は5 nm以下です. そのため、およそ距離 L が薄片試料の厚さに相当します. 図14で説明したように、FIB加工により薄片化した試料の厚さをSIM像から判断することは容易ではありませんので、加工枠の距離 L を確認ください(図15). 薄片試料の奥行では、試料厚は L よりも厚くなっています. また、距離 L については、100 nm程度にとどめてください. その理由は、1-8-5-6節で説明しますが、FIB加工面上にダメージ層⁽¹⁷⁾⁻⁽²⁸⁾が形成されるためです.

試料を傾斜させず、Gaイオンビームを一方のみからのみ照射した場合、図16(a)のような断面形状になります. そのため、図16(b), (c)に示すように、試料を1°~2°程度傾斜させて、イオンビームを照射することにより薄片試料の試

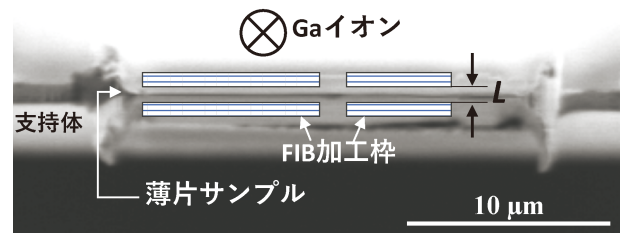


図15 FIBによる仕上げ段階の薄片試料のSIM像とFIB加工枠. 上下の加工枠の距離 L を確認. 薄片試料の奥行き領域の試料厚は L よりも厚い.

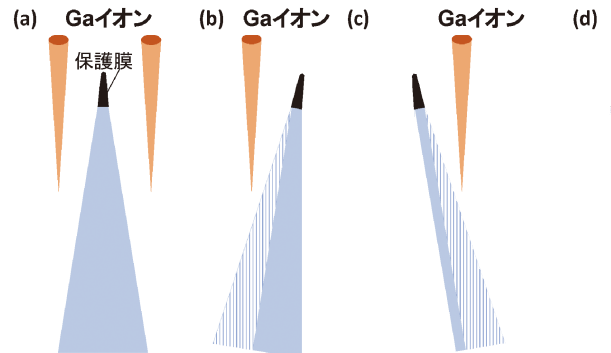


図16 FIBによる均一な厚さの薄片試料に仕上げるための試料ステージ傾斜と薄片試料の断面模式図. (a) Gaイオンビームを1方向から照射(試料ステージ傾斜なし), (b) 試料ステージを傾斜しGaイオンビームを照射, (c) 試料ステージを(b)と逆に数度傾斜しイオンビームを照射, (d) 均一厚さの薄片試料.

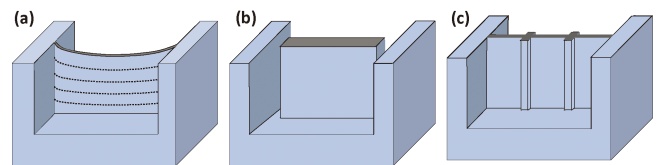


図17 (a) FIB加工による薄片領域の曲がり, (b) 試料厚が比較的厚い段階で薄片領域の端を切断, (c) 厚い領域(柱)を残して薄片加工.

料厚さを均一に仕上げることができます. 試料傾斜に関しては材料により異なるため、最適な傾斜角度を見出す必要があります.

FIBによる薄片加工を行うと、図17(a)に示すような薄片領域が曲がるのがしばしばあります. このような試料をTEM観察すると、試料の曲がりによる回折コントラストが現れます. このような曲がり为了避免するためには、試料が比較的厚い段階で切り込みを入れます(図17(b)). もしくは、厚い領域を残して、薄片仕上げする領域を狭くすることにより試料の曲がりを回避することができます(図17(c)).

TEMにより原子配列を観察するためには、薄片化試料の厚さを数10 nm程度もしくは、それ以下にする必要があります. その場合、イオンビームのスキャンローテーションを使い、図18(a)で示すようなくさび形状⁽²⁵⁾⁽²⁷⁾にもしくは、図17(b)に示すように、試料ステージ傾斜(±6°~10°程度)

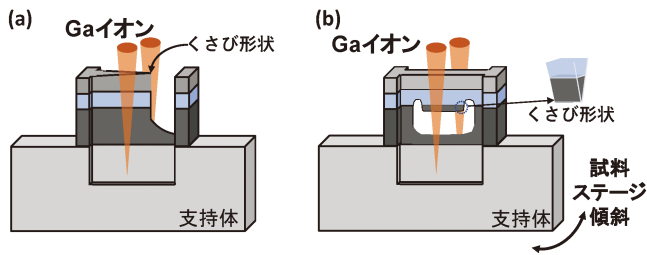


図18 (a) イオンビームのスキャンローテーションをいくさび形状に加工, (b) 試料ステージの傾斜を用いてサンプル最表面から奥行方向へくさび形状に加工.

を用いてサンプル最表面から奥行方向へくさび形状⁽⁶⁾に仕上げると、非常に薄い領域になります。このような形状の試料に低加速電圧のイオンビームを照射し、FIBダメージ層を除去すると、格子像観察・原子構造像観察が可能になります⁽²⁵⁾⁽²⁷⁾。

FIB装置で仕上げた試料は、SIM像で直接FIB加工面を観察すること(加工面に対して、イオンビームを高角度で入射)は避けてください。そのような観察を行うと、加工面にイオンが打ち込まれ、試料本来の構造が破壊されます。

1-8-5-6 FIBダメージ層とそのダメージ層軽減方法

試料にイオンビームを低角度で照射しても、FIB加工面にダメージ層⁽¹⁷⁾⁻⁽²⁸⁾が形成されます。ダメージ層厚さはイオンビームの加速電圧に比例します。図19(a)~(d)に加速電圧40kV~10kVのGaイオンビームによりSi表面に形成されたダメージ層の断面TEM像とGaイオンビームの照射方向を模式的に示します⁽¹⁷⁾。加速電圧40kVでは、ダメージ層厚さはおよそ25nm程度で、加速電圧10kVでは10nm以下になります。また、Si結晶とダメージ層境界に凹凸が確認できますが、加速電圧の低下に伴い、その凹凸も小さくなります。FIB加工では、加工面に必ずダメージ層が形成され、Siの場合は非晶質化し、化合物半導体や金属では、転位ループ等の格子欠陥が導入されます⁽⁷⁾⁽¹⁸⁾⁽¹⁹⁾⁽²⁸⁾。

いずれの場合もFIBダメージ層およびダメージ層との境界の凹凸はTEM像のコントラストに影響し、像質の低下を招く結果になります。このFIBダメージ層を減少させるため、過去に多くの試みがなされてきましたが、低加速電圧のイオンビームを用いて、イオンビームによるダメージ層厚さを低減させることが最も効果的です⁽¹⁷⁾⁽²⁰⁾⁻⁽²⁸⁾。その例として、図20にCeO₂/Gd₂Zr₂O₇界面の高分解能TEM像を示します⁽²⁵⁾⁽²⁷⁾。図20のTEM像は、図18で示したようなくさび形状にFIB加工したサンプルで、くさびの先端領域を観察し、矢印はCeO₂/Gd₂Zr₂O₇界面を示しています。図20(a)は加速電圧10kVのGaイオンビームで仕上げ、図20(b)は、イオンミリング装置を用いて、最終的に加速電圧2kVのアルゴン(Ar)イオンビームで仕上げました。図20(a)では、FIBダメージ層によるまだらな明暗のコントラストが現れているのに対し、図20(b)では、CeO₂とGd₂Zr₂O₇の格子縞が明瞭に観察できています。

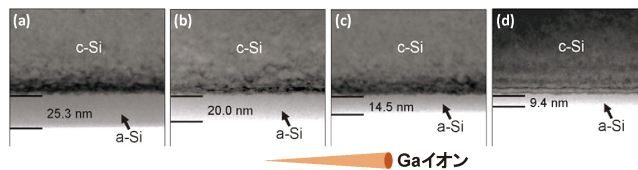


図19 Gaイオンビームの照射によりSi表面に形成されるFIBダメージ層の断面TEM像とイオンビーム照射方向. 加速電圧(a) 40 kV, (b) 30 kV, (c) 20 kV, (d) 10 kV.

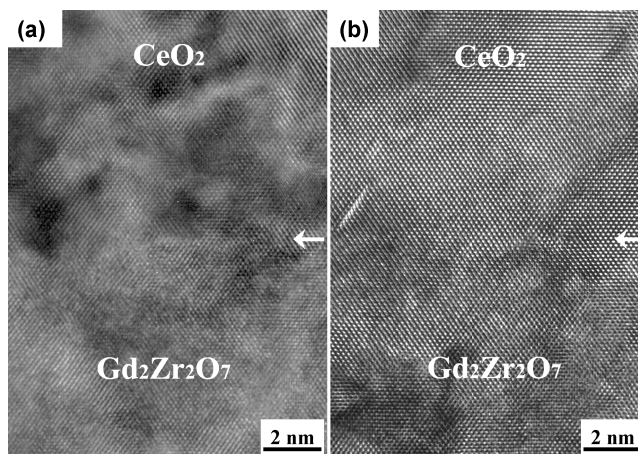


図20 CeO₂/Gd₂Zr₂O₇界面の高分解能TEM像. (a) 加速電圧10kVのGaイオンビームを照射, (b) 加速電圧2kVのArイオンビームを照射し, 仕上げ.

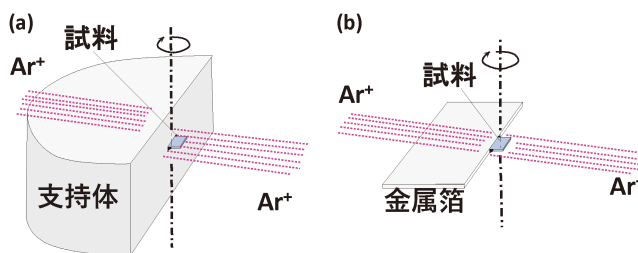


図21 Arイオン照射と薄片試料/支持体の位置関係を示した模式図. (a) 数10μm厚の支持体に薄片試料を固定した場合, (b) 数μm厚の金属箔を支持体として用いた場合.

しかしながら、FIB加工により薄片化処理を行ったサンプルをイオンミリング装置に挿入する場合、薄片領域近傍の試料形状および試料支持体の形状に注意を払う必要があります。図21(a)は、数10μm厚の支持体に、マイクロサンプリング法により抽出した微小サンプルを固定した場合のArイオンビーム照射と微小サンプル/支持体の位置関係を模式的に示した図です。微小サンプルを照射するArイオンビームの割合に対し、支持体を照射するArイオンビームの割合は極めて大きいことが分かります。勿論、微小サンプル表面もArイオンビームが照射されますが、支持体を含め、試料を回転させながらArイオンビーム照射すると、回転角度により、支持体だけにイオンビームが照射され、支持体が立体障害となり微小サンプル表面へイオンビームが照射されない時間ができます。その結果、支持体がスパッタリングさ

れ、微小サンプル表面にスパッタリングされた支持体材料が再付着します。このような微小サンプル表面への支持体材料再付着を防ぐためには、図21(b)に示すように、Ar イオンビーム照射に対し、立体障害が発生しない形状の支持体を用いることで解決できます⁽²³⁾⁻⁽²⁷⁾。そのような形状の支持体は複数種類市販されていますので、取り扱いに便利な支持体を選択してください。

また、最新のFIB装置ではイオンビームの加速電圧を1 kVまで低下させて走査することが可能です。さらに、低加速電圧で使用可能なAr イオン銃を搭載した装置も市販されていますので、FIBダメージ除去のための最終仕上げをFIB装置のみで行うことも可能です。

1-8-5-7 金属材料に対するFIB法の適用例

前述のように金属材料にFIB法を適用し、薄片加工を実施した場合、薄片領域表面には、多数の転位ループ⁽⁷⁾⁽¹⁸⁾⁽¹⁹⁾⁽²⁸⁾が形成され、TEM像の像質を低下させるばかりでなく、金属材料内部の転位構造を観察することが極めて困難でした。最近、原子炉監視試験に用いられる鉄試験片に中性子線照射(8.2×10^{23} 個/m²の照射)を行い、FIB法による薄片化後、低加速電圧(1~0.3 kV)のAr イオンビームを用いて、FIB加工により薄片試料表面に形成されたGa イオン照射欠陥を除去し、内部の転位ループ-転位複合体の観察に成功しました⁽²⁸⁾。その観察例を紹介します。図22(a)に中性子線照射を行った鉄試料の走査型透過電子顕微鏡(Scanning transmission electron microscopy; STEM)法による $g = [110]$ 回折条件の明視野(Bright-field; BF)像と図22(b)にウィークビーム環状暗視野(Weak-beam dark-field; WBDF)像を示します。BF像では暗い線状のコントラストで、WBDF像では明るい線状のコントラストで転位が観察できております。

筆者らも、圧延処理を行った白金材料で同様な観察を試みました。白金材料は、FIB装置内部でマイクロサンプリング法により薄片試料に仕上げました。薄片工程では、クライオホルダーを用いてステージ設定温度を -90°C とし、加速電圧40 kVのGa イオンビームから開始し、次に、5 kVに低下させ、最終的に2 kVで薄片処理を行いました。図23(a), (b)にFIB加工のみで仕上げた後の白金の $g = 111$ 回折

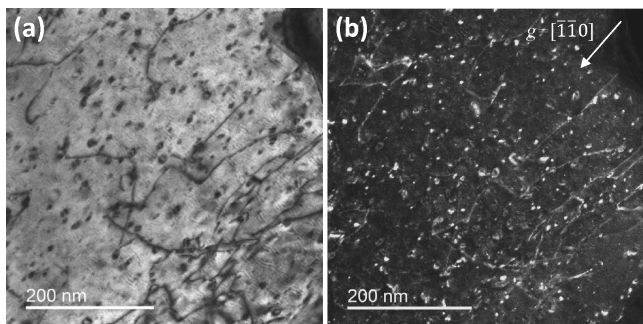


図22 中性子線照射を行った鉄試料の $g = 110$ 回折条件のSTEM像。(a) BF像、(b) WBDF像。

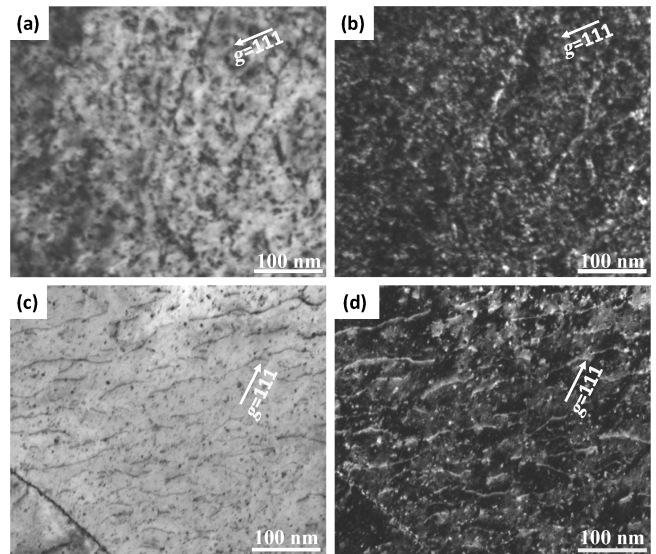


図23 白金サンプルの $g = 111$ 回折条件のTEM像。- 90°C 冷却で、加速電圧2 kVのGa イオンビームによる加工後の(a)明視野像、(b)暗視野像。- 160°C 冷却で、加速電圧0.5 kVのAr イオンビーム加工後の(c)明視野像、(d)暗視野像。

条件の明視野像と暗視野像を示します。この試料には多数のFIBダメージによる転位ループが形成されており、圧延処理により白金内部に形成された転位が不明瞭です。さらに、この試料を -160°C に冷却し、試料を回転させながら、加速電圧0.5 kVのAr イオンビームを照射しました。Ar イオンビームは薄片試料の上下方向から 4° で照射しました。Ar イオンビーム照射後の同条件での明視野像と暗視野像を図23(c), (d)に示します。白金試料には、細かい斑点の転位ループが多数残っていますが、圧延処理により導入された転位が明瞭に観察できております。以上のように、金属材料でもFIBによる薄片化処理後に、低加速電圧によるAr イオンミリング照射を行うことにより、FIB加工で金属材料表面に形成される転位ループを低減させることが可能です。

1-8-6 おわりに

電解研磨法、イオンミリング法およびFIB法によるTEM観察用試料の薄片化処理を行うため基本的な操作手順について紹介しました。TEM試料作製では、観察対象となる材料の最適な薄片処理方法および処理条件の選択、さらに、観察目的による薄片処理方法の選択も極めて重要であり、薄片処理のための条件探索は、永遠の課題でもあります。筆者らの経験を踏まえ、それぞれの調製方法に対し、適応可能な材料系と、磁性材料観察および高分解能観察(原子の配列情報を直接可視化する観察)を目的とした場合の適応表を表1にまとめました。磁性材料の場合は材料が有する磁場が、電子線に影響するため、マイクロサンプリング法により、可能な限り小さなサンプルサイズにすることによりTEM観察が容易になります。初学者の皆様には、表1を参考にして、ご自

表1 各試料調製方法与適応可能な材料系および観察目的(磁性材料観察, 高分解能観察)との対応表.

試料調製方法	金属材料 (転位観察含む)	金属以外の 無機材料	複合材料	多層膜材料	多孔質材料	磁性材料観察	高分解能観察
電解研磨法	◎	X	X	X	X	難	○ (金属材料限定)
イオンミリング法	△ or ○	○	△ or ○	△ or ○	X	難	○
イオンスライサ法	△ or ○	○	△ or ○	△ or ○	△ or ○	難	○
FIB-マイクロサンプリング法	△	○	○	○	○	易	○
FIB-マイクロサンプリング法+ 1 kV以下の低加速電圧による Arイオンミリング法	○	◎	◎	◎	○	易	◎

身が取り扱う材料の薄片処理方法および薄片処理条件の最適化を見出す努力を行っていただきたく思います。ご自身が見出した条件から、新たな発見も生み出されることもあり、研究活動の楽しさを味わうきっかけを作れるかもしれません。また、試料作製技術は装置開発を含め、日々進化しております。試料作製に関する最新情報を収集することにより、研究・開発が進展することも期待できます。

本稿の成果の一部は、NEDO および経済産業省の委託により実施しました。FIB-SEM 複合機による一部のSIM 像およびSEM 像の撮影は、(株)日立ハイテクノロジーズ(現在: 株式会社日立ハイテク)殿に協力頂きました。白金試料は、田中貴金属工業(株)殿より提供頂きました。

文 献

- (1) P. B. Hirsch, A. Howie, R. B. Nicholson, D. W. Pashley and M. J. Whelan: ELECTRON MICROSCOPY OF THIN CRYSTALS. 2nd Edition, (1977), 469-483.
- (2) K. C. Thompson-Russell and J. W. Edington: Electron microscope specimen preparation techniques in materials science, (1977), 26-134.
- (3) 電子顕微鏡試料技術集 日本電子顕微鏡学会 関東支部編 誠文堂新光社(1970), 134-144.
- (4) 坂 公恭: 顕微鏡, **45**(2010), 180-183.
- (5) H. K. Plummer and S. S. Shinozaki, Proc. 42nd, Electron Microsc. Soc. America, Detroit, (1984), 398.
- (6) 黒田光太郎, 坂 公恭: まてりあ, **34**(1995), 769-774.
- (7) 高橋 誠: 溶接学会誌, **67**(1998), 12-15.
- (8) A. Yasuhara: JEOL News, **40**(2005), 46-49.
- (9) E. C. G. Kirk, D. A. Williams and H. Ahmed: Inst. Phys. Conf. Ser., **100**(1989), 501-506.
- (10) 多留谷政良, 開原義之, 高井義造, 志水隆一: 表面科学, **16**(1995), 755-760.
- (11) T. Ishitani, K. Umemura, T. Ohnishi, T. Yaguchi and T. Kamino: J. Electron Microsc., **53**(2004), 443-449.
- (12) M. Sugiyama and G. Sigasato: J. Electron Microsc., **53**(2004), 527-536.
- (13) L. A. Giannuzzi, and F. A. Stevie (Eds.): Introduction to Focused Ion Beams, Springer (2005).
- (14) M. H. F. Overwijk, F. C. van den Heuvel and C. W. T. Bult-Lieuwma: J. Vac. Sci. Technol. B, **11**(1993), 2021-2024.
- (15) 鈴木俊明, 柴田昌照, 奥西栄治, 遠藤徳明, 久芳聡子: 日本金属材料学会誌, **68**(2004), 293-298.
- (16) T. Ohnishi, H. Koike, T. Ishitani, S. Tomimatsu, K. Umemura

- and T. Kamino: The Proc. of the 25th Int. Symp. for Testing and Failure Analysis, Nov., in Santa Clara, California, (1999), 449-453.
- (17) Z. Wang, T. Kato, T. Hirayama, N. Kato, K. Sasaki and H. Saka: Appl. Surf. Sci., **241**(2005), 80-86.
- (18) R. J. Young, J. R. A. Cleaver and H. Ahmed: J. Vac. Sci. Technol. B, **11**(1993), 234-241.
- (19) M. Ando, Y. Katoh, H. Tanigawa and A. Kohyama: J. Nuclear Mat., **271-272**(1999), 111-114.
- (20) A. Barna, L. Toth, B. Pecz and G. Radnoczi: Microsc. Semi-conducting Mater., **157**(1997), 479-482.
- (21) Y. Yabuuchi, S. Tametou, T. Okano, S. Inazato, S. Sadayama, Y. Yamamoto, K. Iwasaki and Y. Sugiyama: J. Electron Microsc., **53**(2004), 471-477.
- (22) N. I. Kato: J. Electron Microsc., **53**(2004), 451-458.
- (23) 村山慶人, 藪崎こずえ, 松田竹善, 日本顕微鏡学会第57回学術講演会発表予稿集, 14a6, (2001), 45.
- (24) 藪崎こずえ, 佐々木宏和, 古河電工時報: **110**(2002), 77-82.
- (25) H. Sasaki, T. Matsuda, T. Kato, T. Muroga, Y. Iijima, T. Saitoh, F. Iwase, Y. Yamada, T. Izumi, Y. Shiohara and T. Hirayama: J. Electron Microsc., **53**(2004), 497-500.
- (26) 三平智宏, 遠藤徳明, 樋口裕樹, 鈴木俊明: 日本電子news, **47**(2015), 55-61.
- (27) 加藤丈晴: 顕微鏡, **54**(2019), 138-143.
- (28) Y. Du, K. Yoshida, Y. Shimada, T. Toyama, K. Inoue, K. Arakawa, T. Suzudo, K. J. Milan, R. Gerard, S. Ohnuki and Y. Nagai: Materialia, **12**(2020), 100778.
- (29) F. Jiang, K. Hirata, T. Masumura, T. Tsuchiyama and S. Takaki: ISIJ International, **58**(2018), 376-378.
- (30) 徳永智春: まてりあ, **60**(2021), 225-233.
- (31) 徳永智春: まてりあ, **60**(2021), 351-358.

★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★

加藤丈晴
1999年3月 名古屋大学大学院工学研究科博士課程後期課程修了
1999年4月 財団法人ファインセラミックセンター 材料技術研究所入所
2007年4月- 一般財団法人ファインセラミックセンター ナノ構造研究所(現職)
専門分野: 材料組織学, 結晶欠陥
◎集束イオンビーム, 電子顕微鏡を用いた材料の微細構造解析や組成分析に従事し, 組織学の観点から材料開発・材料設計を支援。
★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★



加藤丈晴



小形健二



着本 亨