

多分野にわたるサンプルの試料準備から観察まで 微細構造解析支援

Technical support from sample preparation to observation for multiple fields



若手技術奨励賞 / Young Technical Skill Award

受賞者 | 横平 綾子 (北海道大学)
AWARD | Ryoko YOKOHIRA (Hokkaido University)

KEY WORDS

HVEM, TEM, FIB, SEM, EPMA, sample preparation, negative stain, ultra microtome

概要 | Overview

北海道大学では「加工」と「計測・分析」の2つの領域を中心に研究支援を行っており、試料の作製から分析・解析までサポートする環境を整えている。計測・分析領域では金属やセラミックス材料の他に、量子・電子デバイス、触媒で用いられるコアシェルナノ粒子や原子クラスター、溶液中のタンパク質など様々な形態のマルチスケールの試料観察を支援している。本発表では実際に試料作製から観察まで支援した研究事例と、業務効率化のためのシステム構築への取り組みについて紹介する。

Hokkaido University, we provide research support mainly in the two areas of “Nano-fabrication” and “Advanced Characterization” with the good environment that supports from sample preparation to analysis. At Advanced Characterization area, in addition to metals and ceramic materials, we support multiscale sample observation of various forms such as quantum/electronic devices, core-shell nanoparticles and atomic clusters used in catalysts, and proteins in solutions. In this presentation, we introduce the example of technical support from sample preparation to analysis and efforts for efficiently system development.

あらゆる分野の試料作製から観察まで 研究支援事例

Examples of the technical support from various sample preparation to analysis

● シリカテインの凝集制御の可視化

可溶性タンパク質ProS2との融合によってシリカテイン(Sil)の凝集をコントロールしている研究において、その凝集状態をTEMやSEMを用いて統計的に評価する支援を試料作製から支援した。

(Hidetoshi O. et al, *J. Biosci. Bioeng.*, 133(3), 2022, 222-228.)

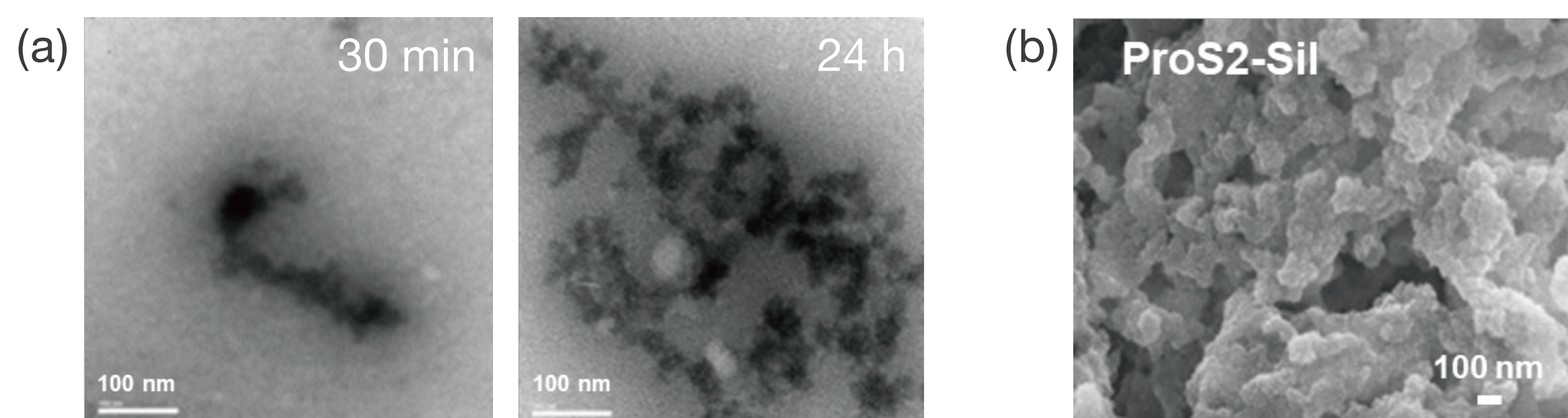


図1 (a)ProS2-Silの融合体のTEM像による時間変化の比較
(b)ProS2-Silで作製したシリカのSEM像
(a)ネガティブ染色(b)凍結乾燥の試料作製を支援した。

● 振動負荷によるチタンの常温窒化機構の解明

常温窒素ガス環境下での振動圧縮負荷実験によって純Tiの丸棒側面にTiNが形成されているか解明するため、EPMAで詳細な元素分析を支援した。さらにFIBで試料作製を行い、TEM観察による解析を支援した。

(松木優大ら, *日本金属学会誌*, 87(11), 2023, 305-308.)

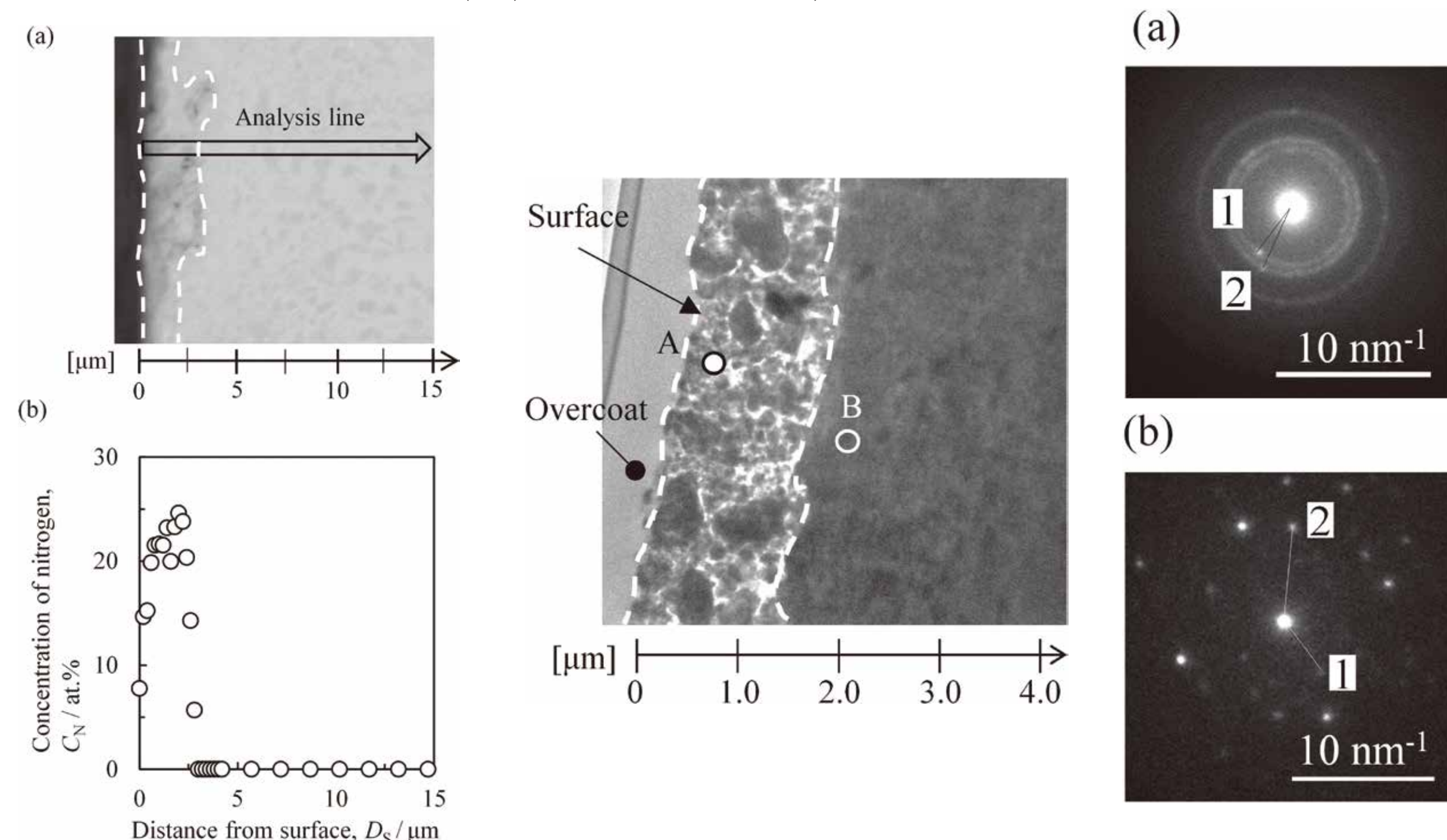


図2 試料表面近傍の窒素の濃度変化(EPMA)

図3 表層のTEMの明視野像
(a)分析点Aの回折像 TiNの多結晶
(b)分析点Bの回折像 α -Tiの結晶体

● ZnTeマイクロスフェアの生成過程の解明

ZnTeマイクロスフェアはTeロッドの先端から、ZnTeの球体を成長させまちな針のような形をした中間体を形成した後、Teロッドから分離することで合成される。ZnTeの生成過程を解明するために、まちな針状の中間体のHVEM観察を支援した。直径500 nm程のZnTe球体のさらに内部を鮮明に観察するために、ウルトラマイクロームでの試料作製を支援した。

(YT Rachel Chau et al., *Adv. Powder Tech.* 34, 2023, 103970)

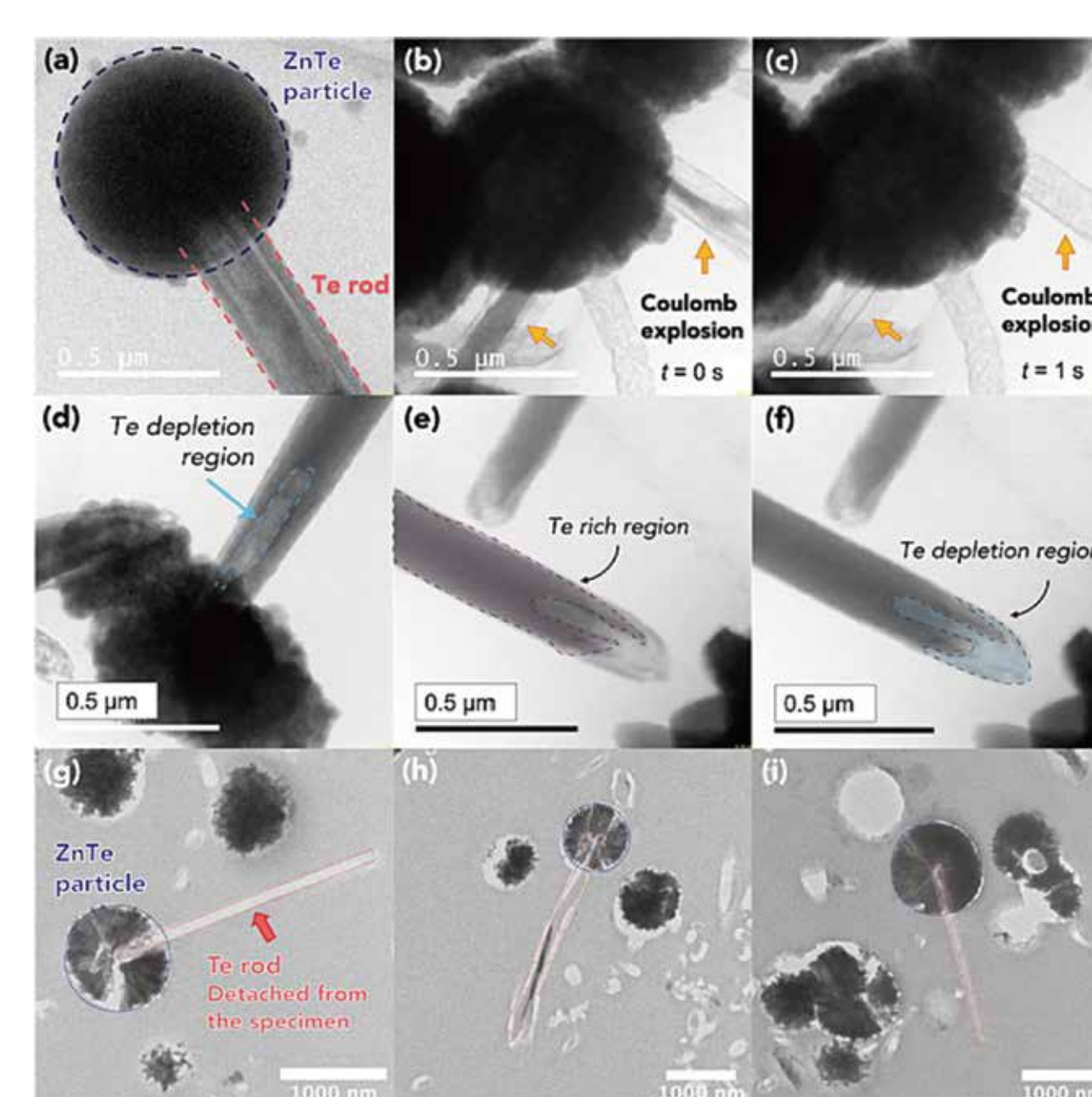


図4 (a-f) 1250keV HVEMでの観察
(g-i) ウルトラマイクローム後の200keV TEM像

(a) TeロッドがZnTeマイクロスフェアの中心に到達していることを示す。しかし内部は鮮明に観察できない。
(b-c) 電子線によるTeロッドの破壊
(d-f) Teロッドの先端部のHVEM像
(g-i) ウルトラマイクロームによる薄片化により、Teロッドの先端がZnTe粒子によって全方位に封入されていることが示された。

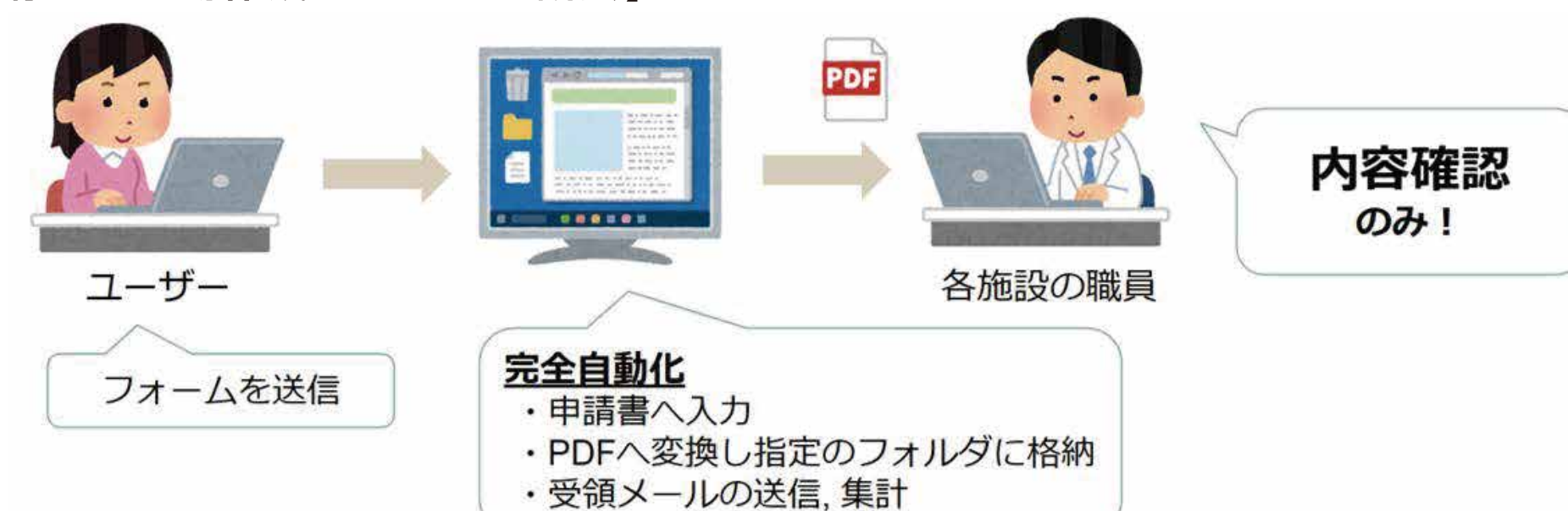
業務効率化のためのシステム構築

Efforts for efficiently system development.

● 遠隔観察の整備や施設のDX化への取り組み

オンライン会議システムを利用して遠隔観察できるシステムの構築に取り組み、在宅勤務でも継続して研究活動に取り組めるよう支援を行った。さらに予約サイト作成やGoogleフォームを利用した施設利用申請書の自動作成提出システムの開発も行い、人を介さずに処理できるシステム構築へも取り組んだ。

【施設利用申請書の自動作成システムの概要】



CONTACT

北海道大学 複合量子ビーム超高圧顕微鏡解析研究室
Hokkaido University, Multi-Quantum Beam High Voltage Electron Microscope Laboratory
<https://www.eng.hokudai.ac.jp/labo/carem/hvem/>

