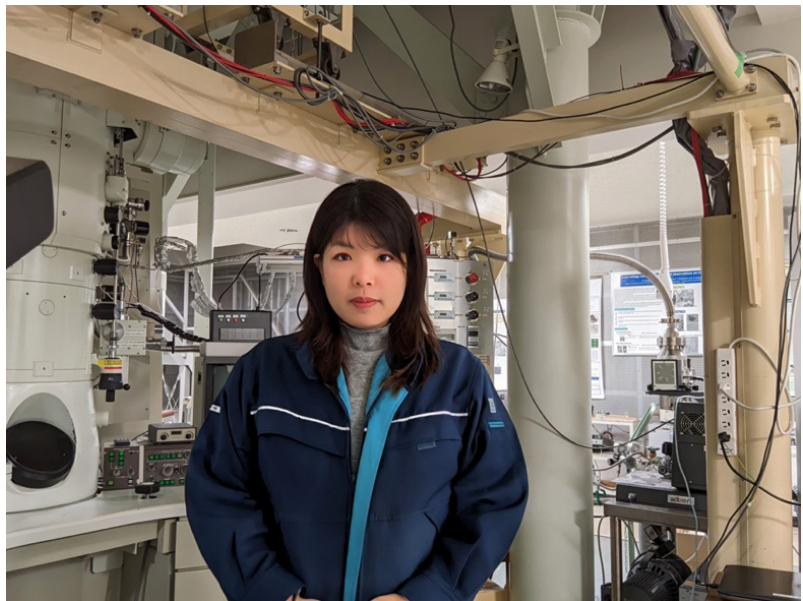




文部科学省 マテリアル先端リサーチインフラ 令和 5 年度技術スタッフ表彰 若手技術奨励賞 多分野にわたるサンプルの試料準備から観察まで微細構造解析 支援

受賞者 北海道大学 横平 綾子氏に聞く


文部科学省は、マテリアル革新力の強化を目指し、「データ創出・活用型マテリアル研究開発プロジェクト」、「マテリアル先端リサーチインフラ」及び物質・材料研究機構（NIMS）のデータ中核拠点が三位一体となり、「マテリアル DX プラットフォーム」の構築に取り組んでいる [1][2]。「マテリアル先端リサーチインフラ（ARIM：Advanced Research Infrastructure for Materials and Nanotechnology in Japan）」は、平成 24 年度～令和 3 年度（2012～2021）に実施した「ナノテクノロジープラットフォーム事業（NPJ：Nanotechnology Platform in Japan）」で培った、全国 25 法人の大学・研究機関の最先端装置の共用と、熟練した専門技術者による技術支援の提供に、データの収集・利活用という新たな視点を加えた事業である [2]。



実験室の横平 綾子氏

最先端設備の共用事業の遂行には技術スタッフが重要な役割を担ってきた。この支援にあたる技術スタッフの貢献に報い、その育成を図ろうと、平成 26 年度（2014）より技術スタッフ表彰を始めた。技術スタッフ表彰には、優秀技術賞、技術支援貢献賞、若手技術奨励賞があり、ARIM に引き継がれて令和 5 年度（2023）は、若手技術奨励賞が北海道大学（北大）横平 綾子（よこひら りょうこ）氏に贈られた [3]。題目は、「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」で [4]、表彰式は 2024 年 1 月 31 日に第 22 回 国際ナノテクノロジー総合展・技術会議（nano tech 2024、東京ビッグサイトで開催）の中で行われた。表彰式では、「平成 27 年度（2015）から北大技術センターにおいて説明会、ユーザー教育を実施し、装置管理、広域支援（遠隔観察）などを行ってきた。現在は、北大電子顕微鏡室で、超高圧電子顕微鏡を含めた支援を行なっている。8 年間で 113 件の支援を行なった。」と紹介された。後日、その詳細を、受賞者の横平 綾子氏にリモートで伺った。

.....



1. 北海道大学（北大）創成研究機構 先端マテリアルリサーチインフラ（ARIM） [2][5]

1.1 北大 ARIM の概要 [2][5]

ARIM は、7 つの重要技術領域（略称で、1. 高度なデ

バイス機能マテリアル、2. エネルギー変換マテリアル、3. 量子・電子マテリアル、4. マテリアルの高度循環技術、5. バイオマテリアル、6. ナノスケールマテリアル、7. マルチマテリアル化技術・高分子マテリアル）のそれぞれに強みを持つ先端装置群を提供するハブ機関と、特徴的な装置・技術を持つスポーク機関からなるハブ&スポーク体制を取り、「計測・分析技術」、「加工・デバイスプロ

セス」,「物質・材料合成プロセス」に関わる分野を対象に、利用者の研究開発を支援する。また、支援により得られたデータを蓄積し、データ駆動型研究などへの利活用ため、広く提供する。

北海道大学は、北海道大学 創成研究機構 先端マテリアルリサーチインフラの名で、国立研究開発法人 物質・材料研究機構 (NIMS) をハブとする「量子・電子制御により革新的な機能を発現するマテリアル」技術領域のスポーク機関と位置付けられ、「加工・デバイスプロセス」と「計測・分析技術」の2つの分野を中心に研究支援を行っている。「計測・分析技術」の分野では、(1) 表面構造 (2)

内部構造・3D 構造 (3) 電子状態分析の観点から、金属、セラミックスなどの材料系に加えて、量子・電子デバイス、触媒に用いられるコアシェルや原子クラスター、タンパク質など、多様なナノデバイス・ナノ材料の計測・分析技術支援を行う。これにより産学官連携による異分野融合とイノベーションを加速し、ナノテクノロジーを利用した新規材料開発の進展を図る (図 1)。

北大 ARIM では、NPJ 時代からこれまでに、表 1 に示す技術スタッフ表彰を受賞している [2]。横平氏の若手技術奨励賞受賞は令和元年度のグループでの表彰に次ぐ 2 度目の受賞となる。



図 1 北海道大学創成研究機構 先端マテリアルリサーチインフラ計測・分析技術分野の技術支援

表 1 北大 ARIM の技術スタッフ受賞 (NPJ を含む)

年度	種別	題名	受賞者	掲載 ARIM URL
令和元年	技術支援 貢献賞	複合量子ビーム超高压電子顕微解析研究室における技術支援	大久保 賢二 谷岡 隆志 大多 亮 横平 綾子	https://nanonet.mext.go.jp/data/doc/1652943341_doc_11_0.pdf
令和元年	技術支援 貢献賞	微細加工技術を用いた材料開発支援	大西 広 中野 和佳子	https://nanonet.mext.go.jp/data/doc/1652943349_doc_11_0.pdf
令和元年	若手技術 奨励賞	FIB-SEM を用いた微細構造解析支援	遠堂 敬史	https://nanonet.mext.go.jp/data/doc/1652943361_doc_11_0.pdf
令和3年	技術支援 貢献賞	XPS, AES を用いた微細構造解析支援	鈴木 啓太	https://nanonet.mext.go.jp/data/doc/1652753905_doc_10_0.pdf
令和4年	技術支援 貢献賞	微細構造解析支援と業務効率化への取り組み	平井 直美	https://nanonet.mext.go.jp/data/doc/1696406705_doc_11_0.pdf

FIB-SEM : 集束イオンビーム加工観察装置, XPS : X線光電子分光, AES : オージェ電子分光

1.2 北大 ARIM の成り立ち

北大創成研究機構は、北大の研究戦略に基づく重点的な研究事業の推進及び支援を行うとともに、科学技術人材を育成して、新たな学問領域の創成及び先端的な科学技術の振興を図ることを目的に、平成 14 年（2002）に設置された [6]。平成 24 年度（2012）には、文部科学省委託事業「ナノテクノロジープラットフォーム事業」(NPJ) を推進する組織としてナノテクノロジー連携研究推進室が創成研究機構内に設置された [7]。電子科学研究所、工学研究院、情報研究院の共用施設が連携して事業推進を行い、ARIM 発足後は北大における ARIM の推進組織となった。

横平氏は、北海道大学大学院工学研究院 工学系技術センター 技術部 第一技術室 機器支援班 技術職員として ARIM の技術支援に当たっている。工学研究院には、研究

部門に加えて「工学系技術センター」、「共同利用施設等」などの組織があり、「共同利用施設等」では 5 つの研究室が共用施設を提供する。工学系技術センターは工学研究院、情報科学研究科、量子集積エレクトロニクス研究センター、工学院、総合化学院及び工学部にそれぞれからの依頼に基づき、教育・研究の技術支援を行うことを目的に技術職員を派遣する（図 2） [8]。

工学系技術センターには技術部が置かれ、技術部は 3 室 6 班で構成されている（表 2）。第一技術室に機器支援班があり、横平氏はこの班に所属する。機器支援班の職員は、共同利用施設へ配属されており、装置の管理・運営を担当している。横平氏は、ナノ・マイクロマテリアル分析研究室に派遣された後、現在は複合量子ビーム超高压顕微解析研究室に派遣され、主に新世代先端材料研究実験棟にて業務に従事している。複合量子ビーム超高压顕微解析研究室の職員は令和元年度に技術スタッフ表

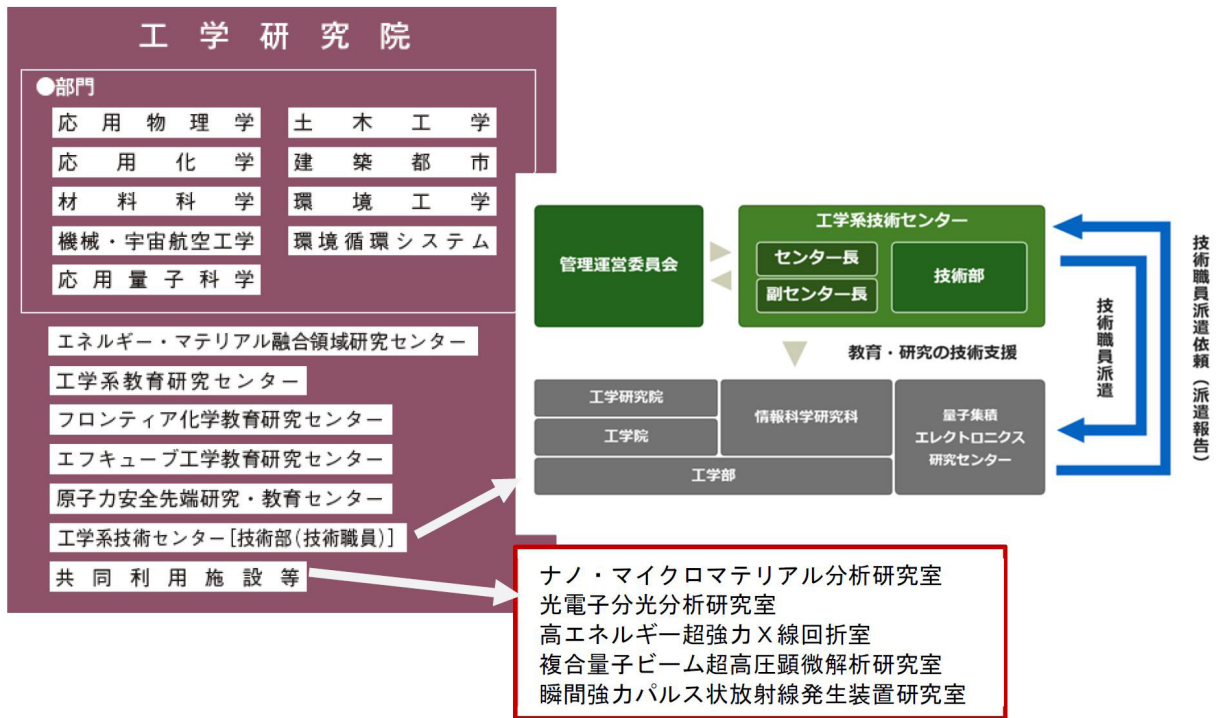


図 2 北大工学研究院・同技術センターの役割

表 2 北大工学研究院技術センター技術部の構成

技術部	第一技術室	機器支援班	機器支援班の主な派遣先： 複合量子ビーム超高压顕微解析研究室 ナノ・マイクロマテリアル分析研究室 光電子分光分析研究室 高エネルギー超強力 X 線回折室 核磁気共鳴装置研究室 瞬間強力パルス状放射線発生装置研究室
		安全衛生班	
	第二技術室	工作支援班	
		工学研究支援班	
	第三技術室	情報管理支援班	
		情報技術支援班	

彰を受けた時の4名（大久保，谷岡，大多，横平）である。横平氏はナノ・マイクロマテリアル分析研究室および光電子分光分析研究室の職員と連携し，利用者に向けて施設説明会やユーザーズミーティングを開催している。また，技術部では毎年研修会を職員自ら企画運営しており，職員の技術向上にとどまらず，機器担当者が有用な情報技術に触れるなど，他分野の技術を知る機会にもなっている。

1.3 北大 ARIM 計測・分析分野の共用装置 [2][5]

北大 ARIM は計測・分析技術分野で，(1) 2 台の X 線光電子分光装置 (XPS)，オージェ電子分光装置 (AES)，電子線プローブマイクロアナライザー (EPMA) といった表面分析装置による表面構造解析支援，(2) 2 台の高エネルギーイオン加速器を持つ世界に唯一の超高压電子顕微鏡や，収差補正走査型透過電子顕微鏡を含めた多種多様な

電子顕微鏡群と FIB-SEM などの試料加工装置の組合せによる内部構造・3次元構造解析支援を行う。また，(3) 環境セルホルダーを用いたその場観察 TEM や 超高真空・極低温・強磁場走査プローブ顕微鏡 (SPM) を用いた環境制御下での分析支援，超高速時間分解光電子顕微鏡などを用いた電子状態やナノ材料のリアルタイム動態の解析が可能なシステムを提供する。

北大 ARIM が計測・分析分野で共用に供する装置を表 3 に示した。その中で，横平氏が所属する複合量子ビーム超高压顕微鏡解析研究室には表 4 の電子顕微鏡と試料作製装置群が設置されている。マルチビーム超高压電子顕微鏡 (MB-HVEM) はイオンビームを照射しながら 1,300 kV の超高压で観察できる。ダブル球面収差補正走査透過型電子顕微鏡 (Titan) は照射系・結像系の二重球面収差補正により 0.07nm (70pm) の高分解能観察に加え，エネルギー分散 X 線分光 (Energy Dispersive X-ray Spectroscopy:EDS) による元素分析などの機能を多数持つ

表 3 北大 ARIM 計測・分析分野の共用装置

手法	分類	装置名	型式
状態分析・分光法	オージェ電子分光	オージェ電子分光装置	JEOL JAMP-9500F
	X 線光電子分光	X 線光電子分光装置 (2 台)	JEOL JPS-9200
	紫外・可視分光	顕微紫外近赤外分光装置	日本分光(JASCO) MSV-5200
		大気中紫外光電子分光装置	理研計器(Riken Keiki)AC-3
走査型顕微鏡	走査型電子顕微鏡	顕微レーザーラマン分光装置	HORIBA LabRAM HR Evolution
		高分解能電界放射型走査型電子顕微鏡	JEOL JSM-6700FT
		電界放出形走査電子顕微鏡	JEOL JSM-6500F
透過電子顕微鏡	走査型透過電子顕微鏡	超高分解能電界放出形走査電子顕微鏡	日立ハイテク Regulus8230
		時間分解収差補正光電子顕微鏡システム	エルミテック AC-PEEMIII
	透過型電子顕微鏡	量子・電子制御ナノマテリアル顕微物性測定装置	JEOL JEM-ARM200F NEOARM
		ダブル球面収差補正走査透過型電子顕微鏡	日本 FEI Titan3 G2 60-300
		収差補正走査型透過電子顕微鏡	JEOL JEM-ARM200F
	超高压電子顕微鏡	走査型透過電子顕微鏡	日立ハイテク HD-2000
		電界放射型分析電子顕微鏡	JEOL JEM-2010F
環境セル対応透過電子顕微鏡	JEOL JEM-2010		
微小加工装置	イオンミリング	マルチビーム超高压電子顕微鏡	JEOLARM-1300
		精密イオン研磨装置	ガタン PIPSII
	集束イオンビーム	集束イオンビーム加工装置	JEOL JEM-9320FIB
		集束イオンビーム加工・観察装置	JEOL JIB-4600F/HKD
表面分析	電子線プローブマイクロアナライザー	集束イオンビーム加工装置	日立ハイテク FB-2100
		電界放出形電子プローブマイクロアナライザー	JEOL JXA-8530F

表4 複合量子ビーム超高圧顕微解析研究室の主要装置

装置名	マルチビーム超高圧電子顕微鏡	ダブル球面収差補正走査透過型電子顕微鏡	量子・電子制御ナノマテリアル顕微物性測定装置	電界放射型分析電子顕微鏡	集束イオンビーム加工装置
型式	HVEM ARM-1300 (日本電子)	Titan3 G2 60-300 (日本 FEI)	JEM-ARM200F NEOARM (日本電子)	TEM JEM-2010F (日本電子)	JEOL JEM-9320FIB (日本電子)
外観					
仕様	*加速電圧:400~1300kV *分解能:0.12nm *イオン加速器二基接続 *試料加熱・冷却ホルダ	*加速電圧:60kV~300kV *照射・結像系二重収差補正 *分解能:0.07nm *分析機能:EDS, EELS, トモグラフィ	*加速電圧:80kV~200kV *照射系収差補正 *分解能:0.07nm *分析機能:EDS, 加熱・バイアス印加, TEM 二軸傾斜ホルダー	*加速電圧:200kV *分解能:0.19nm *分析機能:EDS, EELS, GIF, STEM 二軸傾斜分析/加熱ホルダー	*Ga 液体金属イオン源 *加速電圧:5~30kV *分解能:6 nm *TEM 試料サイドエントリ-ゴニオメータステージ

ている。Titan は多くのことができるため、利用頻度が高く、予約が取り難かった。そこで、2023年7月に ARIM 事業において、高分解能で多くの機能を備えた量子・電子制御ナノマテリアル顕微物性測定装置 (NEOARM) が導入された。

1.4 北大 ARIM 共用装置の利用方法と稼働実績例

北大 ARIM 共用装置の利用方法 (支援内容) は、多くのハブ、スポーク機関とほぼ同様の形を取っている (表5)。利用の流れは、(1) 計測・分析したい試料が実験・測

定可能か技術スタッフに問い合わせる利用相談に始まり、(2) 利用申請書を窓口提出する申請、(3) スケジュールの予約、(4) 設備利用、(5) 利用報告書提出を経て、(6) 利用料の支払いで終わる。

図3に複合量子ビーム超高圧顕微解析研究室の電子顕微鏡利用状況を示した。NEOARMはARIM発足後、令和5年(2023)6月に導入された。それまでは、機能豊富なTitanの年間稼働日数は令和4年度に200日を超え、予約を取りにくい状況にあった。NEOARMが加わってその稼働日数だけ、総稼働日数、利用機会が増えている (図3左)。令和5年における3台の電子顕微鏡の利用者を比

表5 共用装置の利用方法 (支援内容)

技術相談	機器利用	技術補助	技術代行	共同研究	データ利用
専門技術でアドバイス	利用者自身で操作	スタッフの補助の下に操作	利用者に代わり操作	利用者と支援機関共同実施	蓄積したデータの利活用

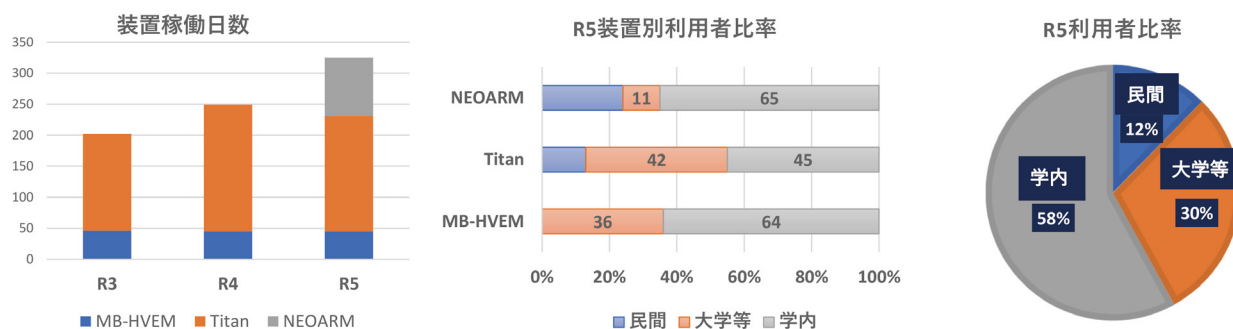


図3 複合量子ビーム超高圧顕微解析研究室の電子顕微鏡利用状況

較すると、民間企業は新しく導入された NEOARM をよく使い、大学等（北大以外の大学と公的機関）と学内（北大）は Titan の利用割合が高い（図 3 中）。3 台まとめた利用率は、学内 58%、大学等 30%、民間 12% であった（図 3 右）。



2. 受賞者横平氏の技術支援活動

2.1 共用装置利用の技術支援

横平氏は、2015 年に採用され、初めの 3 年間（2015/4～2018/3）はナノ・マイクロマテリアル分析研究室に所属し、2018 年 4 月に複合量子ビーム超高压顕微解析研究室に異動して、現在に至っている。この間に、表 6 に示す装置を担当した。

初めの 3 年間に所属したナノ・マイクロマテリアル分析研究室では、電子線プローブマイクロアナライザー（EPMA）、集束イオンビーム付走査電子顕微鏡（FIB-SEM）、汎用走査電子顕微鏡（SEM）、汎用透過電子顕微鏡（TEM）を担当した。さらに、ここでは運営責任者の先生の勧めで、新規分野の開拓として生物系やソフトマテリアルの試料作製についても取り組んだ。横平氏は学生時代応用化学を専攻し、酵素などのタンパク質や細胞などを取り扱った経験があり、新しいものへの挑戦の一環として、学内の提案型の事業に応募した。その結果、大学構内で飛散している花粉の数を計測して環境モニタリングを行うという企画が採択され、採取した花粉を SEM や FIB-SEM で観察した。北海道で広く知られているシラカバやハンノキの他に、マツやイチョウの花粉も見つかり。北海道にはほとんどないといわれていたスギの花粉も見つけた。週に何回という頻度で観察したため、SEM 観察のスキルが向上したという。

2018 年に異動して、現在に至っている複合量子ビーム

超高压顕微解析研究室は、超高压電子顕微鏡、収差補正電子顕微鏡など、高度な TEM が中心の研究室である。MB-HVEM は、イオン加速器を搭載した北大独自の超高压電子顕微鏡である。Titan は、EDS はじめ多くの分析機能を持つため、利用頻度が高く、利用予約が難しかった。そこで、ARIM 事業で、NEOARM を導入したところ、1.4 節で示したように、すぐに多数のユーザーの利用するところとなった。

NEOARM（図 4）は、照射系収差補正装置を搭載し、電子線加速電圧 200 kV で 0.07nm（70pm）の分解能を実現し、大口径 SDD-EDS 検出器を搭載して原子分解能 EDS マッピングができる。さらに、先端に制御チップを載せて、試料にバイアスを印加しながら加熱できる試料ホルダーが付属し、各パラメータを完全に制御しながら、材料の特性評価ができる。

研究室のスタッフ（技術職員）は、装置の保守管理、利用者への機器操作法の指導、利用者の操作・観察に立ち会い、観察結果解析の相談などを職務としている。

MB-HVEM は 2018 年の北海道胆振東部地震で被害を受けた。ダンパーで支えられた MB-HVEM は、建物のコンクリートが破損したことや、停電による影響で装置が沈み、イオンビーム打ち込み口の位置がずれていた。さらに高压タンク内部に入って調べると装置を固定するボルトが折れているのが見つかった。修復・再稼働しようとしていたところにまた震度 5 弱の揺れが来た。メーカーの規定に従い、再度、内部を調べることになってしまった。内部を見るには、装置内部の絶縁ガスの回収やクレーンを使って装置上部の蓋を開ける大仕事となる。

電子顕微鏡微細構造解析は、試料作製、観察、解析と進み、横平氏は通常は利用者が作製した試料の観察と解析がメインであるが、試料作製から全てを担当することもある。特に Titan は、利用希望が多くて予約をとりにくく、利用料金も高いので、汎用電子顕微鏡で前段階観察を行なって、出来の良い試料のみ Titan で観察する利

表 6 受賞者横平氏の担当装置

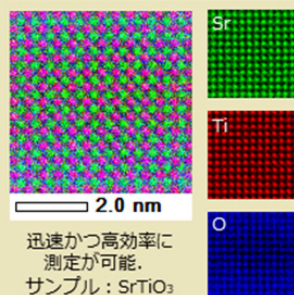
期間	所 属	装 置
2015/4 ～ 2018/3	ナノ・マイクロマテリアル分析研究室	電界放出形走査電子顕微鏡 SEM JSM-6500F（日本電子）
		電界放出形電子プローブマイクロアナライザー FE-EPMA JXA-8530F（日本電子）
		集束イオンビーム加工・観察装置 FIB-SEM JIB-4600F/HKD（日本電子）
		環境セル対応透過電子顕微鏡 TEM JEM-2010（日本電子）
2018/4 ～ 現在	複合量子ビーム超顕微解析研究室	マルチビーム超高压電子顕微鏡 MB-HVEM ARM-1300（日本電子）
		ダブル球面収差補正走査透過型電子顕微鏡 Titan3 G2 60-300（日本 FEI）
		量子・電子制御ナノマテリアル顕微物性測定装置 JEM-ARM200F NEOARM（日本電子）
		電界放射型分析電子顕微鏡 TEM JEM-2010F（日本電子）
		集束イオンビーム加工装置 JEM-9320FIB（日本電子）

量子・電子制御ナノマテリアル顕微物性測定装置 NEOARM



- ・加速電圧：80, 200 kV
- ・冷陰極電界放出形電子銃
- ・照射系収差補正装置搭載
NEO ASCOR HOC
- ・分解能
 - STEM HAADF像
70pm(200kV), 100pm(80kV)
- ・Gatan One Viewカメラ搭載
- ・大口径SDD-EDS検出器2本搭載
- ・加熱・バイアス印加二軸傾斜ホルダ

原子分解能EDSマッピング



DENS社製Lightningホルダ付属



図4 量子・電子制御ナノマテリアル顕微物性測定装置 NEOARM

用者も多い。横平氏は材料系から生物系までさまざまな試料の作製とその前段階観察を担当している。前段階観察の際に試料作製の相談に乗ることも多い。当研究室はさまざまな試料作製装置を備えておりほとんどのサンプルは研究室内で対応できるが、熱の影響やサイズの問題などでFIB加工に適さないサンプルをTEM観察用に加工できるウルトラマイクロトームは所属の研究室になかった。しかし、光電子分光分析研究室にこの装置があったので、同研究室 吉田 すずか技術職員の協力を得て、所望の試料を作製できた。一方、同研究室にはTEMがないため、作製したサンプルの出来を直接確認できないもどかさがあるというので、施設間で職員が連携できるような関係

づくりに努めているという。

2.2 ユーザー対応

工学部の共同利用施設では、毎年施設利用者向けの説明会や講習会を開催し、ユーザー獲得のための企画を行っている。横平氏は令和6年度の取りまとめ役になっている。昨年度は微小部・表面分析研究ユーザーズミーティングをARIM共催のもとに共同施設3研究室連携主催して開催した(図5, ポスターの上部)。コロナ禍などのため4年振りの開催であった。午後半日、13時から18時までに、ユーザー依頼講演3件、計測分析機器メーカー

2023年11月1日(水)

第8回 北海道大学 微小部・表面分析研究 ユーザーズミーティング

【主催】北海道大学工学研究院共同利用施設 光電子分光分析研究室、ナノ・マイクロマテリアル分析研究室、複合量子ビーム超高压顕微解析研究室
 【共催】北海道大学 創成研究機構 マテリアル先端リサーチインフラ(ARIM)事業
 【協賛】日本金属学会北海道支部、日本鉄鋼協会北海道支部、日本分析化学会北海道支部、日本顕微鏡学会北海道支部、日本電子株式会社、日新EM株式会社、Nanosuit株式会社、XPSコミュニティ

会場	フロンティア応用科学研究棟 2階セミナー室	時間	13:00~18:00	参加費	無料	参加方法	事前申込み不要
-----------	--------------------------	-----------	-------------	------------	----	-------------	---------

図5 ユーザーズミーティング開催案内(部分)

による6件のテクニカル講演を行った。オンラインでも参加可能なハイブリッド開催だったので、北海道外からの参加もあり、参加者は100名を超えた。

電子顕微鏡利用者の研究分野は広がっている。金属、セラミックスなどの材料系に加えて、ソフトマター、生物系や建築関係の利用も増えている。経験の少ない利用者には、どの装置を使うかから相談に乗る。この対応に横平氏は、研究室が替わって大変なこともあったが、異動のおかげで様々な装置に触れ、多くの経験をしたことが役立っている、装置の特性を理解し最適な装置を提案できる知識が必要と常に感じているという。

利用方法では機器利用が多い。TEM観察の時は、広い視野で観察点を決め、そこで詳細観察をする。機器利用でも全て利用者が行うかは装置、研究室によって異なる。汎用装置の多いナノ・マイクロマテリアル研究室では、試料交換、軸調整、観察まで全て利用者が行うようにしていた。高度な装置の多い現在の複合量子ビーム超顕微解析研究室では、試料交換と軸調整は職員が行って、後の観察は利用者任せという形を取っている。

2.3 業務の効率化

横平氏は、共用装置利用に関する業務の効率化にも取り組んでいる。

(1) 遠隔観察システムの構築

Titan, MB-HVEM, 電界放射型分析電子顕微鏡に遠隔観察システムを構築した。Titanは遠隔オペレーションも可能にした。これによりコロナ禍でもこれらの装置の利用が可能になった。しかし、通信の遅延などもあり、細かなやりとりが対面の様にはスムーズにいかないことがあり、まだまだ改善点はあると感じている。今は対面が再開したので利用数は減っているが、遠方からの利用などで活用している。

(2) 装置予約サイトの作成

研究室異動の当初、担当した装置の予約はホワイト

ボードに利用者や日時を書き込むアナログなものだった。その場でさっと予約できるといった良い面もあるが、職員が不在だと離れた建屋にいる利用者に改めて来て貰うか、後からメールで確認するなど、不便さを感じていた。さらにコロナ禍に入ると、ユーザーが直接施設に来ることが困難になり電話予約となった。これでは今の時代にはそぐわないと考えてWEB予約システムを作ることにした。北大が加入しているGoogle Workspaceの機能であるGoogleカレンダーの予約機能を使い、予め対応可能な時間に枠を設定してそのカレンダーをGoogleサイト上で公開することで、ユーザーがオンライン上で予約できるようにした。予約が入ると自動で職員にもメール通知が来るので見逃しがなく、効率向上につながった。

(3) 利用申請の電子化

利用者には年度ごとに利用申請書を出してもらうが、かつては紙媒体が中心で、手書きの申請書もあり、特に留学生の手書きは読みにくく、集計作業の打ち込みを手間取っていた。そこでGoogle Workspaceの機能を利用して申請書自動作成提出システムを開発した。図6に示すように、ユーザーが指定されたフォームに必要事項を入力して送信すると、システム内で送信内容が申請書の様式に自動的に変換され、PDF形式で出力されるようになっている。出力と同時にそれを利用者と職員宛のメールに添付し確認依頼を行い、集計も自動的に行われる。このシステムを導入したことで、職員は申請書の内容確認のみを行えば済むようになり事務作業に割く時間が減り、ユーザー対応などの業務に専念できる時間が増えた。

Google Workspaceの利用は、技術部が毎年行っている研修がきっかけとなった。技術部第三技術室は情報系の部署で、数年前に他部署でも使える業務効率化システムの紹介の研修が行われた。その中でGoogle Workspaceの機能紹介から、簡単なプログラムを組むことで効率化をできるシステムがあることを学び、上記のシステムを

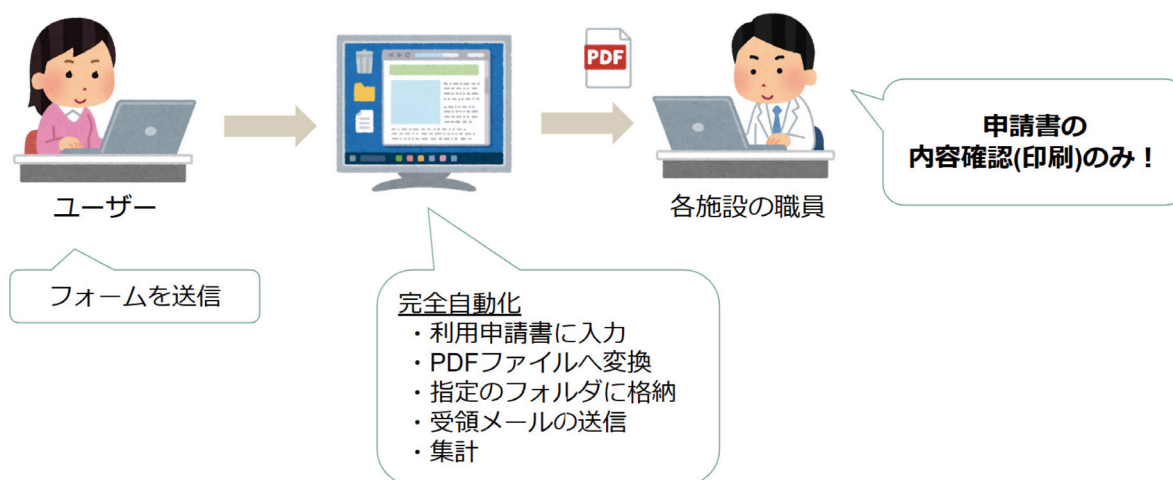


図6 利用申請の電子化

開発するきっかけとなった。これらのシステムは、本来プロである情報系の職員に作成依頼した方が効率的とも考えたが、実際現場にいる自分が使いやすい細かな設定などを盛り込むために自分で開発してみようと奮起したと横平氏は語っている。このように研修がきっかけとなり新たな知識を業務に活かすことができたことを通して、分析系の職員以外とのつながりも大切であることを改めて思うことになった。

3. さまざまな分野で試料作製から観察までの技術支援例

横平氏は、材料系から生物系への展開などに対応して新分野に挑戦し、豊富な経験を元に適切な観察手段を提案し、利用者に寄り添って利用目的達成に貢献する。このような技術支援の姿は、以下の支援例から窺い知ることができる。

3.1 シリカテインの凝集制御の可視化

海綿動物は体内のタンパク質を使って硬い骨格を形成している。生物に倣い、タンパク質を利用してミネラル(無機鉱物)を合成するバイオミネラリゼーションが材料開発の一手法となりつつある。合成にあたっては水溶液中のタンパク質の凝集の制御が必要になる。

北海道大学 大学院工学研究院 環境循環システム部門 中島 一紀教授は海綿動物体内のシリカ重合酵素であるシリカテイン (Sil) に着目し、物質を固める技術や材料作製に応用しようと、可溶性タンパク質 ProS2 との融合によって Sil の凝集をコントロールする研究を行っている。凝集状態を観察しようとしたが、Sil は高い接着性を示すため、動的光散乱などの分光分析によるタンパク質凝集の評価は困難であった。そこで、電子顕微鏡で観察しようと装置利用を申請し、どのようにしたら良いかというところから支援は始まった。タンパク質は軽元素で構成されるので電子顕微鏡で観察してもコントラストがつかないた

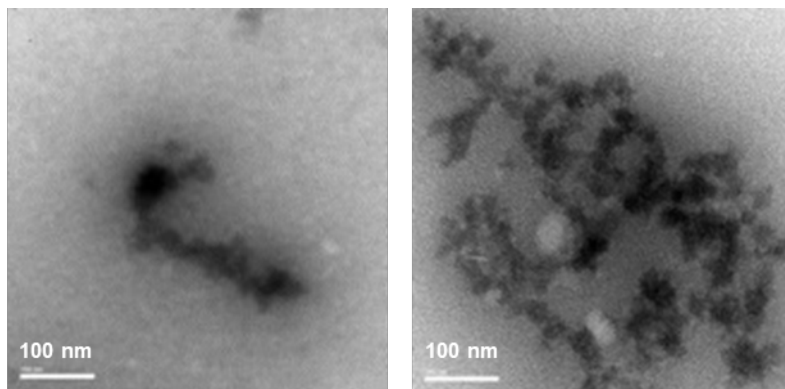


図7 (a) ProS2-Sil の融合体の TEM 像による時間変化の比較

め、重元素を含む溶液(酢酸ガドリニウム)で染色して観察することにした。タンパク質の周りに付着した重元素を観察するのでネガティブ染色という。ネガティブ染色により、ProS2-Sil の融合体の TEM 観察に成功した。図7 (a) には凝集の時間変化を30min 後と、24hr 後で比較している。また、ProS2-Sil によって合成されたシリカを凍結乾燥して、SEM による外観の観察にも成功した(図7 (b))。この結果は新しい機能性無機・バイオハイブリッド材料創成へのシリカテイン利用の可能性を明らかにするものになった [9]。

支援は染色観察という手法の提案から、染色した試料の作製、観察、凝集状態の統計的評価にまで及んだ。染色観察ではよく染まった場所を探す必要がある。この視野探しには経験が必要で、一緒に観察しながら最適な場所を探すよう助言した。

3.2 振動負荷によるチタンの常温窒化機構の解明

チタン系材料は比強度、耐食性、耐熱性に優れた軽金属であり、幅広い分野で用いられているが、耐摩耗性に乏しい。耐摩耗性を向上させる手法の1つに窒化処理があるが、Ti の窒化処理には高温と長時間を要する。北海道大学 大学院工学研究院 機械・宇宙航空工学部門 中村孝教授・藤村 奈央教授らは、低圧縮荷重を材料表面に繰返し負荷することにより、材料表面に堅固なアモルファス層やナノ微細化層を形成して、金属材料の疲労特性や耐食性を向上させていた。そこで、Ti にこの手法を適用して、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 丸棒(円柱状サンプル)側面に TiN の形成を試み、その形成を確認しようとした。技術支援は、「窒化しているらしいが濃度は低い、検出にはどうしたらいいか」という相談から始まった。

まず、元素分析を行ったが、電子顕微鏡に搭載されているエネルギー分散型特性 X 線分光装置 (EDS) ではエネルギー分解能が低く、Ti の L 線の一部と N の K α 線が重なって分離できない。そこで、波長分散型特性 X 線分光装置 (WDS) が搭載されている電子線プローブマイク

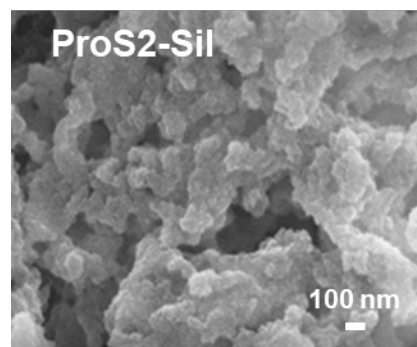


図7 (b) ProS2-Sil で作製したシリカの SEM 像(凍結乾燥)

ロアナライザー（EPMA）（図8左）で分析を行なうこととした。入射電子線によって試料が発する特性X線を分光結晶検出器で検出するWDSは半導体検出器を用いるEDSに比べエネルギー分解能が高く、測定時間は長い、検出限界は小さい（図8中）。試料断面をEPMAで観察すると表面付近は黒ずんで見える（図8右上）。試料表面から分析線に沿って窒素の濃度を測定し、試料の表層部分、深さ3 μm まで窒素の存在が明らかになった（図8右下）。

次に、この窒素がチタンと化合物を形成しているかどうかを調べるために、引き続きFIBで横から小片を切り出して試料作製を行いTEMによる結晶構造解析の支援も行った。表層のTEMの明視野像（図9（a））における斑模様の領域（図中破線）とその下のTi領域に、それぞれ分析点A、Bを定めて、電子回折像を取得した（図9（b））。電子回折像を解析の結果、分析点Aは微細化したTiNであり、試料の表層部分にTiNが形成されていることが確認された[10]。

3.3 ZnTe マイクロスフェアの生成過程の解明

化合物半導体 ZnTe は、約 2.26 eV のエネルギーギャップを持ち、青緑 LED、リチウムイオン電池電極、可視光に応答する光触媒などへの応用が期待される。北海道大学大学院工学研究院 材料科学部門の米澤 徹教授らは有機溶剤中の化学合成で ZnTe マイクロスフェアを作製した。ZnTe マイクロスフェアは、Te ロッドの先端から ZnTe の球体が成長し、まち針のような形をした中間体（図 10（b））を形成した後、Te ロッドから分離する（切り離す）ことで生成されると推測された。

この生成過程を解明しようと電子顕微鏡による微細構造解析を行った。ZnTe の球体部分が約 500 nm 程度と微妙な大きさのため、汎用 TEM では透過できるか懸念があり、まず、MB-HVEM で観察した。その結果、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が証明された（図 10（a））。しかし、内部を見ようとして、

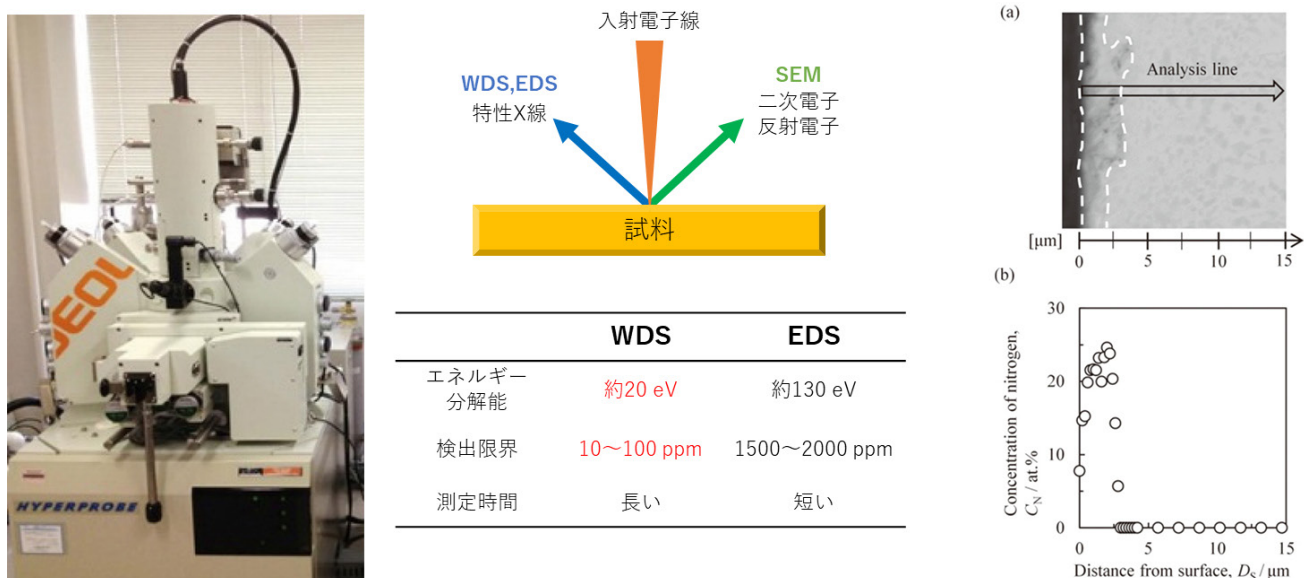


図8 EPMA を用いた振動負荷によるチタンの常温窒化の観察

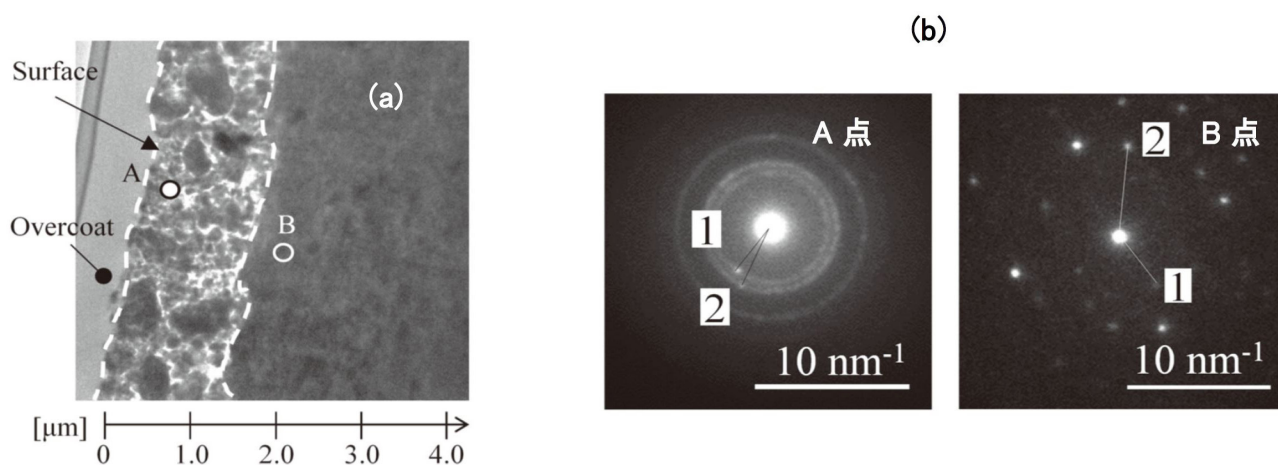


図9 (a) チタン表層のTEM明視野像 (b) 分析点の電子回折像

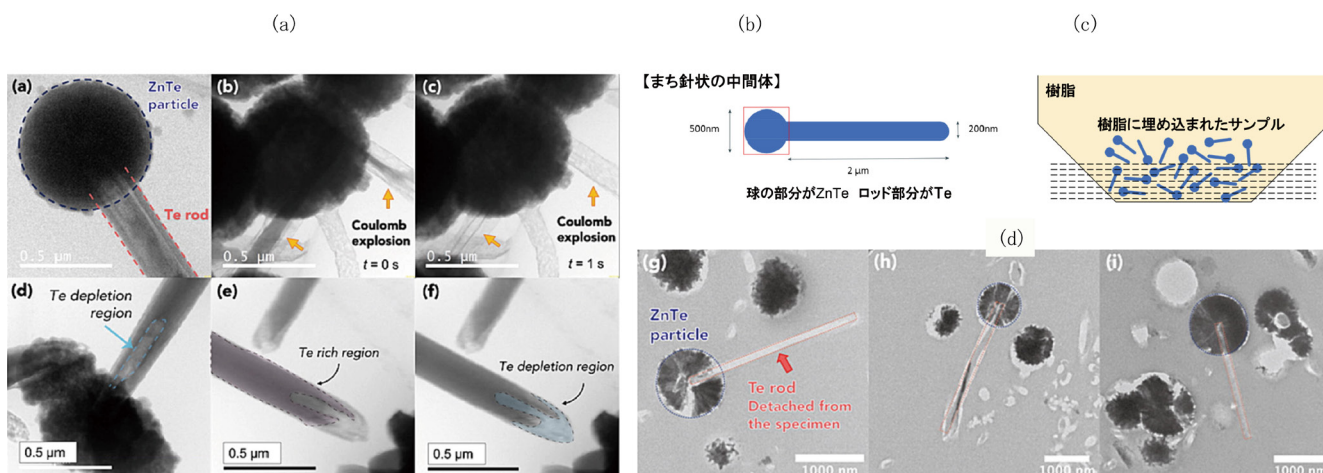


図 10 ZnTe マイクロスフェアの生成過程の解明

強いビームを当てると、Te は融点が約 450℃と低いため、すぐに破壊されてしまう。

そこで、ZnTe 球体の内部を鮮明に観察するために、サンプルを樹脂に埋めてウルトラミクロトームで薄片化することにした。樹脂に埋め込まれたサンプルをイメージすると (図 10 (c)), FIB 加工するにはサイズが小さく向きを観察面に揃えることは難しく、さらに観察時の熱の影響でサンプルが壊れてしまうことが懸念されたため、樹脂に埋めて薄く切ったもので電子ビームに垂直 (観察面に平行) になっているサンプルを見つけようと考えた。光電子分光分析研究室のウルトラミクロトームと一緒に立ち上げながら薄片化を行い、かなり多数のサンプルを観察した。サンプルの向きによっては Te ロッドがない部分や、脱落している部分も多くあったが、多数の薄片を観察していく中で Te ロッドが残っている部分を見つけることができた。Te ロッドの先に ZnTe マイクロスフェアがついているもの、突き抜けたものが見つかり (図 10 (d)), 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を示す写真を得ることができた [11]。

4. おわりに

微細構造解析の対象は金属、セラミックスなどの材料系からタンパク質のような生物系に広がっている。新たに作り出された材料では、既知の材料の試料作製法や観察手段を適用できるとは限らないため、構造解析は観察手法を選ぶことから始まり、試料作製法も考案しなければならない。前章で紹介した支援例に見られるように、横平氏は、多くの装置の利用・支援の経験を元に、新しい課題に挑戦し、利用者の抱えるさまざまな計測・分析の課題解決への技術支援を行ってきた。

横平氏は、「これからも、自分の技術を高めることはもちろん、他施設の職員とも連携してより良い装置利用を進めたい」と、技術支援に意欲を示す。「同じ装置でも

細かな違いがあるため、装置の使い分けのアドバイスなどももっと行えるようになりたい。たくさんの研究に関われることに魅力を感じて技術職員になりたいと思った。利用者には担当している装置がどんな目的で使われているのかなど、研究についての話をたくさん聞かせて貰いたい。こんな結果がほしいといった相談や、研究において行き詰った時、さらに深く調べたい時などにアドバイスできる支援者になれたらと思っている」という。横平氏は表彰式の受賞者挨拶で、「新しいものへの挑戦はやりがいがある。コミュニケーションスキルを磨き、利用者との連携を密にして支援を行って行きたい」と述べた。さらなる経験やノウハウの積み上げ、利用者との緊密なコミュニケーションのもと、横平氏の利用者に寄り添った高度な技術支援が、多くの優れた研究成果達成に貢献し続けることを期待したい。

参考文献

- [1] 文部科学省科学技術政策 分野別の研究開発 ナノテクノロジー・物質・材料分野 https://www.mext.go.jp/a_menu/kagaku/nano/index.htm
- [2] ARIM Japan マテリアル先端リサーチインフラ <https://nanonet.mext.go.jp>
- [3] 令和 5 年度技術スタッフ表彰 https://nanonet.mext.go.jp/page/awards_for_technical_staff_R05.html
- [4] 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 https://nanonet.mext.go.jp/data/doc/1706502223_doc_10_0.pdf
- [5] 北海道大学 創成研究機構 マテリアル先端リサーチインフラ <https://arim.cris.hokudai.ac.jp>
- [6] 北海道大学 創成研究機構 <https://www.cris.hokudai.ac.jp/purpose-and-history>
- [7] ナノテクノロジー連携研究推進室 <https://www.cris.hokudai.ac.jp/nanotechnology-platform>

- [8] 大学院工学研究院 工学系技術センター <https://tc.eng.hokudai.ac.jp>
- [9] Hidetoshi Oguri, Kazunori Nakashima, Kasun Godigamuwa, Junnosuke Okamoto, Yudai Takeda, Fumiyoshi Okazaki, Masafumi Sakono, and Satoru Kawasaki, "Solubilization and aggregation control of silica-polymerizing enzyme fused with a removable soluble protein", *Journal of Bioscience and Bioengineering*, Vol. 133, Issue 3, pp. 222-228 (2022)
- [10] 船木 優大, 藤村 奈央, 中村 孝, 高橋 航圭, 和島 達希, 「窒素環境における Scanning Cyclic Press を用いた純チタンの常温窒化」, *日本金属学会誌*, 2023 年 87 巻 11 号 pp. 305-308
- [11] Yuen-ting Rachel Chau, Mai Thanh Nguyen, Tomoharu Tokunaga, and Tetsu Yonezawa, "Mechanistic consideration of ZnTe microspheres formation in a PVP-contained polyol system via hot injection method", *Advanced Powder Technology*, Vol. 34, Issue 4, p. 103970 (2023)
- (図はすべて、北海道大学 横平氏から提供された)
- (古寺 博)
-