

第17回電子顕微鏡解析技術フォーラム

— 会議録 —

1. 日時: 1999年8月26日(木)～27日(金)
2. 場所: 湯河原厚生年金会館
3. 参加者: 33名
4. 配布資料:

1) 第17回電子顕微鏡解析技術フォーラム講演要旨集

5. 第17回電顕解析技術フォーラムの特徴

「電子顕微鏡像をより容易に正しく解釈するために part.6」として結晶構造解析のための結晶学入門と結晶粒界を考えるための基礎知識について講演が行われた。また、最近の試料作製技術のトピックスとしてマイクロサンプリングについても講演が行なわれた。さらに、教養講座として、石油資源開発における電子顕微鏡の役割についての講演が行われた。解析事例の紹介では、炭素材料、鉛フリー接合、カラーフィルムなどが紹介された。さらに、ざっくばらんトークでも試料作製技術や解析に関するの意見交換が行なわれた。合宿形式の研究会では、毎年、深夜まで討議が行われるが、今年も深夜まで試料作製技術や解析手法について多くの問題が討議された。

6. 講演内容

電顕解析のための結晶学 堀内 繁雄 (三菱ガス化学 元 無機材質研究所)

結晶構造像の解析法を高温超伝導体を例にして説明が行われた。結晶構造像を解析するために必要な結晶学として、結晶系、空間格子、対象操作、点群、空間群、結晶構造因子、逆格子、消滅則について講義が行われた。電子回折像を用いた解析では、Siの各方位から回折パターンを用いて逆格子の作成や動力学的回折効果による回折点の説明が行われた。

推薦図書: 日本表面科学会 編 「透過型電子顕微鏡」 丸善

結晶粒界 (結晶界面) で何が問題になるか 朝倉 健太郎 (東京大学)

結晶粒界の性質と生成過程について説明が行なわれた後、小角度粒界や大角度粒界など結晶粒界の構造や結晶粒界の観察手法について解説がなされた。材料強化のために転位の移動を妨げる方法や細粒化による方法など、材料開発における結晶粒界の役割が説明された。また、高強度微細フェライト組成の創製、一方向性柱状晶凝固合金、アモルファス金属など実際の材料開発の話題が紹介された。

試料作製技術を考える (観察事例を中心に)

最近の試料作製技術の話題である、FIBやウルトラマイクロトーム技法を用いた試料技術について観察事例の紹介が行われた。FIB手法では、断面試料作製における注意点として、薄膜化に伴う試料のアモルファス化、精密加工不足による再スパッタ物の問題 (為我井 晴子 日本電気)、ダイシング加工法の改善によるFIBによる加工時間短縮化 (川窪 裕紀子 セイコーエプソン)、有機物/金属界面 (CD-Rなど) や球状複合微粒子の断面観察 (高島 正樹 三菱化学) などが紹介された。一方、ウルトラマイクロトームでは、ウルトラマイクロトームWGの活動 (広畑 泰久 日本医科大学)、防眩フィルムや食品包

材の観察事例（島崎 広美 凸版印刷）、磁性材料の観察（平坂 雅男 帝人）などの話題提供が行われた。

岩石の隙間を観る－石油開発技術における電子顕微鏡の役割－ 石橋 正敏（石油公団）

石油産業における、探査技術、油層工学、掘削技術、生産技術の役割について解説が行われた。電子顕微鏡は、パイプ腐食解析等に用いられることもあるが、主に油層評価に用いられることが多い。貯留岩の解析では、ドロマイトの評価が主体である。講演では、実際の岩石や岩石中の石油成分が含まれているポア状態のステレオ観察像が示された。また、岩石表面の油成分の状態をクライオ SEM で観察した事例や根源岩中の有機物の分布解析における FIB を用いた 3 次元マッピングなどが紹介された。

低結晶性炭素材料の微細評価 吉澤 徳子（資源環境総合研）

アルカリ賦活による調整した活性炭は比表面積が高く（2000-3000 m²/g）、メタン貯蔵材料や各種キャパシタへの応用が期待されている。この材料の構造を TEM と画像処理（2次元フーリエ変換を用いた像抽出）を用いて解析した結果が報告された。処理温度によってグラファイト層の長さは変化しないが、層数分布が異なることがわかった。また、フェノール樹脂（ノボラック）を窒素気流中で 1000℃ まで処理した材料の XRD, TEM 解析の結果が報告された。

ハロゲンによる固体接合の断面観察 井上 邦弘（セイコーエプソン）

金属（特に Sn）をフッ化処理することで、同種あるいは異種金属とを固体のまま接合する技術の可能性を見いだした。大気圧下での表面処理技術であるフレックスレスの接合処理を用いた鉛フリーの実装法の説明が行われ、また、界面観察の例が紹介された。

コニカにおける電子顕微鏡解析の事例紹介 長澤 忠彦（コニカ）

カラーネガフィルム、カラーペーパー、レントゲンフィルム、印刷用フィルムなどの各構成の違いを断面観察像を用いて紹介された。また、ハロゲン化銀粒子の役割と露光メカニズム、発色現象などについての説明が行われた。そして、試料作製におけるフィルム膨張の注意点についても説明がなされた。

マイクロサンプリング 梅村 馨（日立製作所）

FIB 加工において、ダイシング等の機械加工を必要としないマイクロサンプリング技術およびその装置について解説が行われた。試料作製装置内にはマニピュレータプローブが組み込まれており、このプローブに観察領域の試料を接着させ、また、TEM 観察用のために半円ディスク上に試料を移動接着させるフローが紹介された。この手法を応用した段違い局所平面のマイクロサンプリング技術や欠陥部の 2 方向 TEM 観察試料の作製方法が紹介された。

（文責）平坂雅男