

# 透過電子顕微鏡観察の試料調整

長 迫 実

## 1 はじめに

本稿では透過電子顕微鏡を用いて実験を行っている、あるいはこれから取り組もうとする初学者向けにその試料作製法と取り扱い方を解説する。なお、紙面の都合上、金属・酸化物・半導体デバイス等物質材料系を対象を絞り、生物材料や、ソフトマテリアル及び走査電子顕微鏡法等の周辺技法に関する内容は割愛した。

### 1.1 透過電子顕微鏡

透過電子顕微鏡(Transmission electron microscope : TEM) は数十～数百 kV で加速した電子線を真空中で試料に照射し、透過した電子線を電磁レンズで結像することで拡大像を得る装置であり、試料の形態や微細組織の評価する顕微法に用いられる。入射した電子線の一部は試料と相互作用を起こして散乱させられる他、X線等の様々な信号を生じさせるため、これらを検出して、回折法による結晶構造解析や分光法による化学分析を行うことが可能である(図1)。X線回折法やICP発光分析法等と比較して定量性の面において数桁劣るものの、顕微法と組み合わせることで試料中の特定の領域について

て選択的に情報を得ることが可能である。つまりTEMは一台で材料科学における重要な情報(組織/形態・結晶構造・化学組成)を一通り評価出来るパワフルな装置と言える。その最大の特徴である空間分解能は数10 pmに達しており、僅かな原子変位も捉えられるまでに進歩しているが、下記のような問題点もある。

- (1) 利用機会の限定 TEMは複数の分析装置が付属した複合装置である為、高額の導入コストが必要である。特に近年はより高い空間分解能や分析性能が求められるためその傾向は顕著である。また、技術習得にも時間がかかる。
- (2) 不十分な標準化 物質材料系のTEM分析手法はほとんど標準化されておらず、最適な実験手法を選択するための情報が入手しにくい。(なお、生物系の場合は日本顕微鏡学会による技術認定制度など、標準化が一定程度進んでいる。)
- (3) 実験手法による限界 TEMで得られる情報は薄膜化の影響を受けており、さらに極めて狭い領域のみの観察であるため、木を見て森を見ずなデータである可能性がある。したがって、実験対象を代表する情報として適当かどうかを十分に検証する必要がある。

利用機会の限定は、サンプリングからデータ取得、解析その一部ないし全部を分析会社等に委託せざるを得ない状況を作り、依頼実験がTEM利用形態の主流になりつつある。一方でTEM観察においては試料に応じた学術的判断が必要になる場面が多いが、オペレーターが依頼者と同様の研究上のバックグラウンドを有することはまれである。しかし、分析手法の不十分な標準化のため、依頼実験の過程や結果が適切かどうかをオペレーター側で判断することは困難である。従って、ルーチン的なデータ取得でないかぎり、依頼者は詳細で具体的な指示を与えと共に、得られたデータについて実験手法による限界を踏まえた上で十分な検証をする必要がある。特に試料の品質は像解釈に直接影響して実験の成否を左右するため、試料の適切な取り扱いを修得しておくことは重要である。

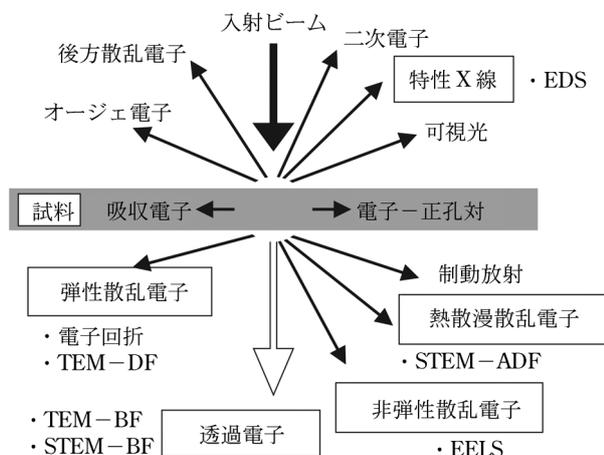


図1 電子線と試料の相互作用及びTEMにおける信号検出

## 1・2 TEM 試料の要件

金属・無機材料及び薄膜デバイスの TEM 試料に要求される条件は以下の通りである。

- (1) 電子線が透過できる厚さであること。組織形態観察・電子回折・エネルギー分散型 X 線 (EDS) 分析 (~200 nm)。高分解能 STEM 観察 (~100 nm)。高分解能 TEM 観察・電子エネルギー損失分光 (EELS) 分析 (~10 nm)。
- (2) 観察可能部位が広く、対象物を明瞭に区別できること。
- (3) 導電性を有すること。
- (4) 磁化が十分に小さいこと。
- (5) 表面が平滑であること。
- (6) 湾曲していないこと。
- (7) 表面が清浄で十分乾燥していること。
- (8) 観察中にドリフトしないこと
- (9) 観察中に破損しないこと。
- (10) 観察中に汚染 (コンタミネーション, コンタミ) しないこと。
- (11) 薄膜化によるダメージや変形が無いこと。
- (12) 転位やアモルファス相が導入されていないこと。
- (13) 観察対象が重なっていないこと。凝集していないこと。
- (14) 所望の結晶方位まで傾斜可能であること。(通常ホルダーで最大 30~40°以内)。
- (15) (試料数が十分に追実験可能であること)。

## 2 TEM 観察の準備

### 2・1 TEM 試料作製法の分類と選択

表 1 は一般的な TEM 試料作製方法を対象の材質や形態、観察目的ごとにまとめたものであり、特に標準的なものを太字で示した。それぞれの試料作製法の特徴は表 2 にまとめてあるので、全体像をつかんでもらいたい。イオンビームを使用する方法は素材を選ばない為、幅広

表 1 試料の形態・材質と TEM 試料作製法の対応

分類	適用出来る試料作製方法
金属	電解研磨, イオンミリング, イオンスライサ, FIB, 化学研磨
バルク セラミックス・半導体	イオンミリング, イオンスライサ, FIB, 粉碎法, 化学研磨
ソフトマテリアル	超薄切片法, イオンミリング, イオンスライサ, FIB
粉末 ナノ粒子, 微粒子 (~φ100 nm)	支持膜担持 (薄膜化不要)
粗大粉末 (φ100 nm~), 極小片・断面・表面	イオンミリング (貼り合わせ試料), イオンスライサ, 収束イオンビーム法 (FIB)
観察場所を指定する場合	収束イオンビーム法 (FIB)

く適用可能だが万能ではない。ここに記載した方法で観察できない場合は、類似試料の TEM 観察データを含む論文が参考になる。

### 2・2 予備観察とスクリーニング

TEM 試料作製の成功率は、日常的に同様のサンプリングを行っている場合で、7~8割程度であり、一定数の不良は避けられない。電子顕微鏡観察は未知試料に対して行う事が多く、最適条件で試料が作製されているかどうかは、実際に観察するまで分からない。試料の品質が悪いと実験機会も費用も無駄にしてしまうことになる。したがって、試料を複数作製し、予備観察で最低限のスクリーニングをしておくことが大切である。

## 3 TEM 試料作製法の実際

### 3・1 共通項目

初めに TEM 試料を取り扱う上で共通して必要な項目をまとめておく。

#### 3・1・1 ピンセット

TEM 試料は小さく変形し易いため、取り扱いの際は精密ピンセットを用いて、試料が変形しないように真上からではなく横から挟むこと。ピンセットの形状は先端部分が小さく試料が影になりにくい 4 型や 5 型が使い易い。やや高価だが、軽く丈夫で耐食性が良く帯電せず非磁性の Ti 製ピンセットがお勧めである。

#### 3・1・2 試料ケース/保管/輸送

試料保管にはゼラチンカプセルや TEM グリッドケースが用いられることが多いが、空隙があり試料が動きやすい為、振動で試料が破損する場合がある。輸送の際は、試料を一枚ずつ葉包紙で包み、樹脂製ケースに入ると良い。酸化が問題になる場合は、ケースごと真空パックする。ウエハーキャリア用のゲルポリマーシート付きのケースは試料を半固定出来るため、集束イオンビーム (FIB) 加工試料の保管に便利だが、保持力が強い為試料を取り外す際に変形させないように注意する。

#### 3・1・3 TEM 用メッシュ

電子顕微鏡用のメッシュは TEM 観察試料を載せる直径 3 mm 厚さ 20~50 μm 程度の金属板であり、丸い孔の空いた単孔メッシュや、格子状の孔の空いたグリッドメッシュ等がある (図 2)。孔のサイズ/間隔は数 10 μm ~1 mm 程度であり、材質は Cu, Mo, Pt, ステンレス等がある。元素分析を行う場合は、対象元素が含まれていない材質を選択する。保管状態が悪いと支持膜が壊れ、コンタミの原因にもなるため、新しいものを使用し、真空デシケーターで保存する。

- i. TEM 用グリッド シート状試料をそのまま載せて観察を行うほか、試料に接着して補強に用いる。
- ii. マイクログリッド 粉末試料など、粒径が数 10 μm 以下の試料はグリッドメッシュでは孔の間隔が大き

表 2 物質材料向けの主な TEM 試料作製法とその特徴

試料作製法	必要な器具等	特 徴	注 意 点 等
懸濁法	TEM グリッド 超音波ホモジナイザー	微粒子を分散させた懸濁液を支持膜に滴下し担持させる方法。	懸濁粒子を十分に分散させる必要がある。
ふりかけ法*	TEM グリッド 刷毛・ブロワー	溶媒分散できない微粒子を支持膜上に直接ふりかける方法。	分散が不十分になりやすい。
粉碎法*	瑪瑙乳鉢 ふるい	試料を粉碎し微粉末化し、支持膜に担持して観察する方法。	結晶方位が制御出来ず、視野探しが困難。
機械研磨法*	研磨装置・研磨治具 ラッピングフィルム	Si 基板などを機械研磨のみで楔形の薄膜試料を得る方法。	熟練が必要。
電解研磨法	電解研磨装置 電解液	金属試料を電気分解で溶解し薄膜化する方法。再現性良く効率的に試料作製可能。	適切な電解液の選択。多相組織では選択エッチングが生じる。
化学研磨法*	化学研磨液	酸やアルカリを用いて試料を溶解し薄膜化する方法。	研磨状態の制御がやや困難。
イオンミリング法 (表面ミリング)	イオンミリング装置 研磨器 ディンプルグラインダ	Ar イオンビームで試料表面をスパッタし薄膜化する方法。素材を選ばない。	予備研磨による機械的ダメージ。スパッタされた元素の再付着。
イオンスライス法 (断面ミリング)*	イオンスライス装置 研磨器	Ar イオンビームで試料断面をスパッタし薄膜化する方法。硬度差の大きい複合材料や多孔質で脆い材料にも使用可。	厚みのある試料を使用するため、TEM ホルダ取り付け時に試料が破損する場合がある。
FIB (Focused Ion Beam) 法	FIB 装置	収束した Ga イオンビームで試料をスパッタし、任意の位置をサンプリングする方法。	イオンビームによる試料ダメージや Ga イオンの打ち込み生じる。
超薄切片法*	マイクロトーム装置	ダイヤモンドナイフで試料ブロックから薄片を切り出す方法。	熟練が必要。軟らかい材料のみ適用可。
表面レプリカ法*	真空蒸着装置 水溶性樹脂/溶剤	試料表面を転写したカーボン蒸着被膜 (レプリカ) を観察する手法。	表面形態のみ観察可。

\* 本解説では詳細を省略

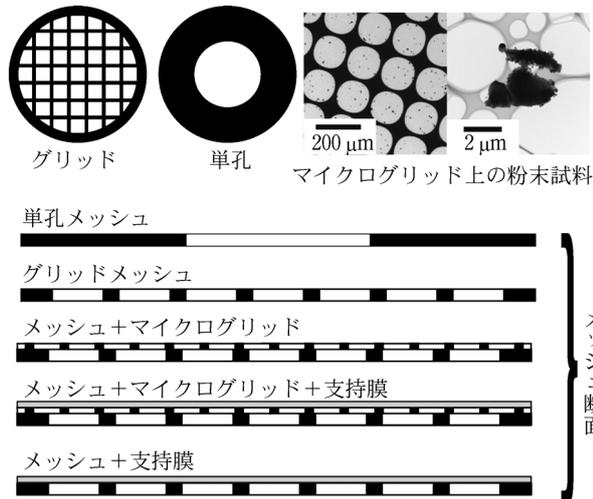


図 2 TEM 用メッシュの例

く保持できないため、数  $\mu\text{m}$  の多数の孔が空いた酢酸酪酸セルロース (トリアホール) 製の膜 (マイクログリッド) を貼って使用する。マイクログリッドは電子線を透過するが像質は良くないため、開口部 (真空部分) を観察する。

iii. 高分子支持膜/カーボン支持膜 マイクログリッドで支持出来ない微小試料は開口部の無い支持膜を用いて試料を支持する。古くから使われてきたコロジオンやフォルムバル等の高分子製支持膜は強度が高く取り扱いが容易だが、膜厚が厚い (30 nm 程度) ため、高倍観察において像質が悪い。ナノ粒子など高分解能が必要な場合は、数 nm の膜厚が得られるカーボン蒸着膜を使用する。カーボン支持膜単体では強度が弱い為、マイクログリッドと一体化させたものが良く使用される。

### 3・1・4 予備加工

ここでは電解研磨やイオンミリングによる TEM 試料作製の出発となる  $\phi 3 \text{ mm}$  の円盤試料を得るための予備加工法について述べる。SEM や光顕試料の作製法も共通する部分が多く参考になる。

i. 切出し 機械的ダメージを避ける為に低速カッターや放電加工機で試料を  $10 \times 10 \times 0.5 \text{ mm}$  程度の薄板状に切り出す。

ii. 試料仮貼付 作業し易いように、研磨治具 (ガラス板) に試料を貼り付ける。試料貼り付けはアルコワックス等のホットメルト系固形ワックスが取り扱い易いが、温度上昇を避けたい場合は、シアノアクリレート系

瞬間接着剤を使用する。ガラス板と試料の間にスキマがあると平行面が得られないため、接着剤が硬化する前に爪楊枝で軽く押さえて密着させる。薄い試料は変形し易いため注意する。

iii. 研磨（平面出し） 平滑なガラス製の研磨盤に敷いたSiC耐水研磨紙で#1000~2000まで順番に研磨して平面を出す。TEM試料作製用の平行研磨器を使用すると作業が容易である。研磨中は潤滑と冷却のために流水等で研磨面を濡らしておく。

iv. 試料反転 ガラス板から試料を取り外し、反転させて貼り付ける。ワックスを使用した場合は、ホットプレートで温めて剥がし、アルコールで拭き取る。瞬間接着剤を使用した場合は、アセトンに浸漬してしばらく放置する。

v. 研磨（厚さ調整） #600番程度の耐水研磨紙で約100 $\mu\text{m}$ 厚まで研磨し、さらに#1000~2000番で50 $\mu\text{m}$ （強磁性試料の場合は約20 $\mu\text{m}$ ）厚まで研磨する。試料厚さはマイクロメーターで測定する。研磨途中の厚さ確認は全体の厚さからガラス板の厚みを差し引いて求める。力の入れすぎや薄くしすぎによる、試料変形や転位の導入に注意すること。

vi. 打ち抜き ディスクパンチ・放電加工機・超音波加工機で $\phi 3\text{mm}$ の円板状試料を打ち抜く。バリが残った場合は研磨で取り除く。電解研磨の場合は、この段階の試料を使用する。

vii. 鏡面研磨 円板状試料をガラス板に貼り付け、粒径1 $\mu\text{m}$ 程度のダイヤモンドスラリーでバフ研磨し鏡面を出す。ディンプリングをしないでイオン研磨に供する場合は、両面とも鏡面研磨する。

viii. ディンプリング ディンプルグラインダに金属ホイールを取り付け、ダイヤモンドスラリーで研磨し凹みをつける。最薄部の試料厚みは5~10 $\mu\text{m}$ 程度とする。さらに、バフホイールに取り替えて鏡面研磨する。機械ダメージが問題になる場合は、金属ホイールを使用せずにバフのみで凹みをつける（時間はかかる）。

ix. 試料補強 ミリング用試料の場合は、約2mm角に切断して補強用の単孔メッシュに貼り付けても良い。TEMにセットできない場合があるため、メッシュを貼り付ける場合は、メッシュの外側に試料がはみ出さないように注意する。接着には常温硬化型のエポキシ樹脂等を用いる。

### 3.2 支持膜担持法

粉末等（最大で $\phi 200\text{nm}$ 程度）の微小試料を支持膜で担持し観察する手法。懸濁液を使用する方法と溶媒を使用しないふりかけ法がある。

#### 3.2.1 懸濁法

懸濁法による試料作製手順の概要を図3に示す。

i. 支持膜選択 粒子のサイズ、形状、観察目的に応

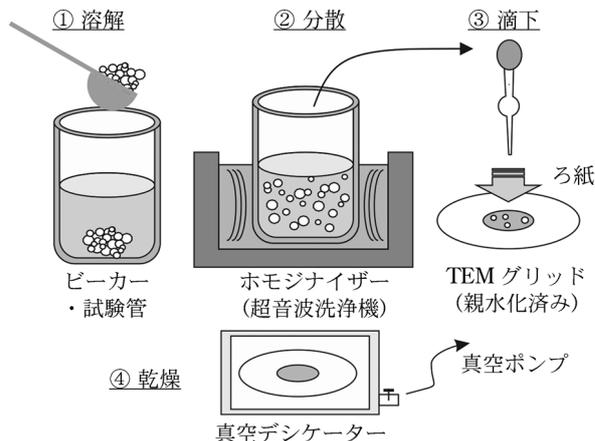


図3 懸濁法による試料作製手順

じて、マイクログリッドもしくは支持膜付きTEMグリッドを選択する。溶媒の種類やpHによって使用可能な支持膜やグリッドの材質が制限されるため、データシートを確認して液性にあった材質を選択する。

ii. 親水化処理 市販のマイクログリッドや、支持膜の多くは、補強と導電性確保の目的でカーボン蒸着されており疎水性であり、懸濁液が広がらないため、短時間の大気プラズマ処理で親水化する。

iii. 懸濁液作製 蒸留水に、試料粉末を溶解させて、懸濁液を作製する。蒸留水が使用できない試料の場合は、有機溶媒等を使用する。

iv. 均質化 超音波ホモジナイザーもしくは超音波洗浄機を用いて懸濁液の凝集を解き分散・均一化させる。一次粒子を観察したい場合は懸濁液の濃度を下げ、超音波照射を長めに行う。

v. 懸濁液滴下 濾紙上にグリッドを置き、懸濁液をスポイトで滴下する。大きな粒子が沈んでいるため、懸濁液をとる際は容器の底を避ける。余分な液は濾紙で吸い取る。

vi. 乾燥 真空デシケーターで十分に乾燥させる。ホットプレート加熱も効果がある。乾燥が不十分な場合は試料のコンタミだけでは無く、装置の真空度を悪化させ、故障の原因となる。

### 3.3 電解研磨法

電気分解で金属試料を溶解し薄膜化する手法。試料の両面に電解液を吹きつけて薄膜化するツインジェット法（図4）が良く用いられる。孔が空くと光センサで検知し動作を止めるので、孔周辺の薄膜部分を観察する。電解液と研磨条件が適切ならば短時間で再現性良く高品位な試料が得られる。

i. 出発試料 3.1.4 予備加工 vi で得た円板状試料を使用する。試料は予備を複数準備しておく。

ii. 電解液選択・調整 材質に応じた電解研磨液を使用する。代表的な研磨液は硝酸系、硫酸系、リン酸系、

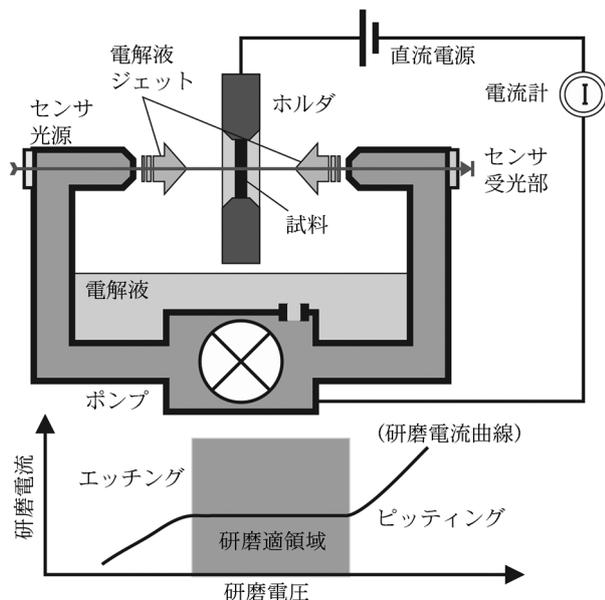


図4 ツインジェット電解研磨法

過塩素酸系がある。電解研磨液は合金種によって適切なものが異なる為、類似組成試料のTEM観察結果が含まれる論文等を参考にする。光顕/SEM試料用の研磨液も参考になる。有毒ガスが発生するものや爆発の危険がある研磨液もあるため取り扱いには十分注意すること。

iii. 研磨条件設定 研磨電圧（電流）を大きく変化させながら実際に研磨を行い、研磨状態を確認し、金属光沢が出ていればよい。電圧-電流曲線におけるプラトーから、研磨電圧を自動設定する装置もあるが、研磨液の状態は一定ではない為、必ず研磨状態を確認する。光沢が出ていない場合（エッチング）は、電流密度を上げると改善する事が多い、上げすぎると、研磨面が荒れ（ピッチング）、薄膜領域が狭くなる。改善しない場合は、電解液を変更する。電解液を冷却すると、反応がマイルドになると共に研磨液の粘度が上がり、反応層が安定するため、研磨状態が改善する傾向があるが、選択エッチングや試料の変質が生じる場合もある。

iv. 電解研磨 通常の研磨条件であれば30秒~1分程度で孔が空き、自動的に研磨が終了する。同一合金系の試料はほぼ同じ条件で研磨可能である。予備を含めて3~5個ずつ研磨する。

v. 試料洗浄 研磨終了後は試料の酸化、腐食、汚染を防止するため、十分に洗浄する。

vi. 試料乾燥 アセトンを入れたシャーレに試料を5~10分浸漬する。試料を取り出し、アセトンを乾いた

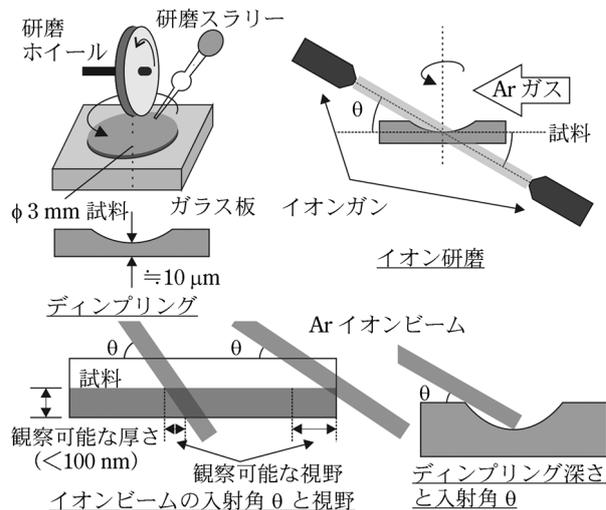


図5 イオンミリング法による試料作製法

ろ紙に吸わせて乾燥する。あらかじめシャーレにろ紙を敷いておくと試料を取り出しやすい。

### 3.4 イオンミリング法（平面ミリング）

Ar イオンビームを回転する試料の両面に照射し、表面をスパッタして薄膜化する手法（図5）。試料の材質を選ばない為幅広く利用されている。ダメージによる表面のアモルファス化や、スパッタ元素の再付着（リデポジション、リデポ）に注意が必要。

#### 3.4.1 バルク平面試料

i. 出発試料 #1000以上で平面出したディスク状試料（3.1.4参照）をホットメルト系固形ワックスで研磨治具（ガラス板）に貼り付ける。

ii. 試料研磨 1μmダイヤモンドスラリーでバフ研磨し片面鏡面研磨する（両面かけても良い）。

iii. ディンプリング 加工時間短縮と、低角でのビーム入射のために、ディンプルグラインダで試料中央に凹みを形成する。金属製研磨ホイールとダイヤモンドスラリーで粗加工後、バフ研磨する。最薄部の厚さは5~10μm程度とする。機械ダメージが無視できない場合はバフホイールのみで凹みをつけることも可能。

iv. 試料補強 エポキシ樹脂で単孔メッシュを貼り付け、ホットプレートでガラス板ごと加熱してワックスを融かし、試料を取り外す。試料に残ったワックスはアルコールで十分除去する。

v. イオンミリング装置調整 イオンミリング装置は使用前に必ず光軸の確認・調整を行う。正しく試料にビームが当たらないと、加工時間が長くなるだけでなく、目的外の箇所が研磨されリデポの原因となる。

vi. イオンミリング加工（孔開け）加速電圧は試料に応じて3~6kVとする。入射角度は小さいほど広い領域が薄膜化されるが、低角過ぎるとディンプルの底にビームが当たらず、試料外縁やホルダーがスパッタされ

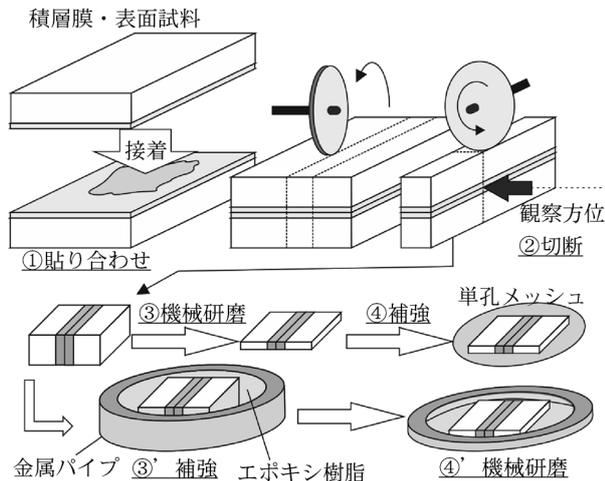


図6 貼り合わせ試料作製手順

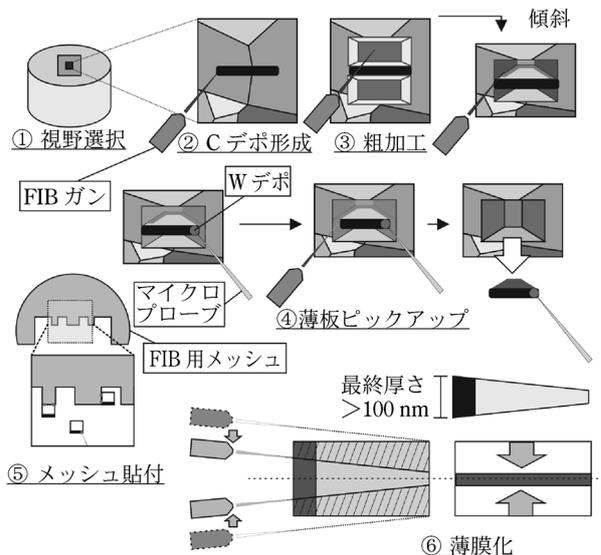


図7 FIB法による試料作製手順

てリデポの原因となる。試料を冷却するとミリング時のリデポやダメージが軽減できる。

vii. イオンミリング（仕上げ） 入射角度を高角側へ倒し、加速電圧を1~2 kVにして試料表面のダメージ層を除去する。低加速ミリング装置でダメージ除去しても良い。

### 3.4.2 貼り合わせ試料（断面、微小試料）

積層膜の界面や試料表面の断面観察を行う場合は、電子線の入射方位と界面の方位を一致させるために、貼り合わせ試料を用いる（図6）。粉末等の微小試料を挟み込んで薄膜化することも可能である。

i. 試料洗浄 試料表面に残留した切断屑や、油脂汚れは接着不良の原因となるので、超音波洗浄で完全に除去しておく。

ii. 貼り合わせ 試料同士を熱硬化型のエポキシ樹脂で貼り合わせる。十分接着されるように、バイス等で圧力を加える。微小試料の場合は、接着剤と混ぜ合わせてカバーガラスやSi基板等のダミー試料で挟み込む。

iii. 切出し 貼り合わせサンプルを低速カッターで0.5~1 mm厚×2 mm角に切断する。補強のために、φ3 mmの金属パイプ内に試験片を入れて樹脂包埋するのも有効である。

iv. 平面研磨・ディンプリング 平面試料と同様に研磨、ディンプリングする。貼り合わせ面はバルク試料と比べて強度が低く、剥がれ易いため、過度な力がかからないように注意する。ダイヤモンドスラリーによるバブ研磨は選択研磨が起こりやすいため、砥粒とりゅうが固定されているラッピングフィルムで研磨するのも有効である。

v. イオンミリング 平面試料と同様にイオンミリングで孔開け、仕上げを行う。

### 3.5 FIB法（μサンプリング法）

収束したGaイオンビームで試料の任意の場所を加工し薄膜化する方法（図7）。現行機の多くは電子銃/Ga

イオン銃の両方を備えたデュアルビーム型のSEM/FIB複合機であり、試料位置・状態を随時確認、補正しながら加工が行える。高度な職人技を必要とせず一定の訓練で良質なTEM試料を再現性良く作製できるが、装置の状態はサンプリングごとに徐々に変化するため、年に数回しか使用しないような場合、コンディションの変化を吸収しながら一定の品質のサンプリングを続けることは困難である。したがって、頻繁に行うのであればFIBでの試料作製は専任オペレーターへの依頼を推奨する。

i. 試料挿入 樹脂包埋試料など、SEM観察出来る状態の出発試料をFIB用TEMグリッド共にFIB装置に導入する。

ii. 視野探し SEM機能を使用してTEM試料化したい位置を探す。EBSD機能がある場合は、所望の結晶方位を選択することも可能である。但し、試料内部において必ずしも表面と同じ結晶方位を有するとは限らない為注意すること。

iii. 保護膜形成 チャンバーに炭化水素ガスを導入し薄膜化したい位置にビームを照射しCデポジション（デポ）を形成する。

iv. 粗加工 FIBでCデポを挟んで上下に大きく掘り進み、薄板を形成する。

v. 薄板ピックアップ ①ステージを傾けて、薄板と試料の境目の一部を残してFIBで切断し、②Wデポを形成しピックアップ用マイクロプローブ接着する。③試料と薄板を切り離し、④薄板を引き抜き、⑤FIB用の半月状メッシュのピラー先端もしくは横側にWデポで接着し、⑥プローブを切り離す。

vi. 薄膜化 FIBで試料を掘り進める。最終的にCデポが100 nm程度残るように加工すると、全体が100 nm以下の楔状けつじょう試料が得られる。試料が薄くなると薄

曲するため、試料を傾斜させて照射位置を調整する。

vii. 仕上げ研磨 サンプル表面は多量の Ga イオンが打ち込まれ、ダメージでアモルファス化しているため、低加速の Ga イオンビームで仕上げ研磨を行う。必要な場合は Ar イオンミリングによるダメージ除去を行う。

### 3・6 観察前処理

#### 3・6・1 クリーニング

試料がコンタミする場合は、プラズマクリーナーで、試料やホルダーを数 10 秒～数分間クリーニングする。長時間のプラズマ暴露は試料にダメージを与えることがあるため注意する。汚染量が多く、コンタミが軽減しない場合は、低加速の追加ミリングや試料加熱による脱ガスが有効である。

#### 3・6・2 試料コーティング

酸化物等の導電性が悪い試料はチャージアップし易く、試料ドリフトやコンタミの原因となるためカーボンコーティングして試料表面の導電性を確保する。

## 4 おわりに「装置か？ 腕か？ サンプルか？」

観察の結果が思わしくないと、このように理由を問われることがある。現行機を使用すれば、大半の実験は装置仕様の範囲内で対応可能であり、そのための技能は通常のトレーニングで修得可能である。したがって、今日の通常の実験では装置の性能やオペレーターの腕が問題となることは少ない。一方で、適切な実験方法と装置を採用しているにもかかわらず、良いデータが得られないことも日常茶飯事である。その原因を振り返ると、僅か

にサンプルが厚かったり、ダメージが入っていたり、コンタミしていたという場合がほとんどである。あるいは、実験データの品質は十分だが、想定していた結果ではないというケースもある。TEM は局所分析であるため、たまたま観察した領域に対象物が含まれていなかった場合や、そもそも実験前の見立てが誤っていた可能性がある。検証するためには十分な実験数が必要だが、実際の TEM 実験においては、試料数が少なく  $n=1$  となることも珍しくない。したがって対象物に対する十分な知見に基づき（薄膜化前のもも含めて）サンプルを疑うことが、実験成功への近道である。本入門講座が入口となり、信頼性の高い TEM 実験データを取得の一助となれば幸いである。光顕<sup>1)</sup>、SEM 試料作製<sup>1)</sup>、予備研磨法<sup>1)</sup>、様々な電子顕微鏡試料作製法<sup>2)</sup>、電解研磨液<sup>3)</sup>について参考書があるので、ご興味を持たれた方は参考にさせていただきたい。

### 文 献

- 1) “金属組織観察のための検鏡試料の作り方”，材料技術教育研究会編，(2020)，(大河出版)。
- 2) 朝倉健太郎，平坂雅男，為我井晴子：“失敗から学ぶ電子顕微鏡試料作製技法 Q&A”，(2006)，(アグネ承風社)。
- 3) “材料開発のための顕微鏡法と応用写真集”，日本金属学会編，(2006)，(日本金属学会)。



長迫 実 (Makoto NAGASAKO)

東北大学金属材料研究所材料分析研究コア (〒980-8577 宮城県仙台市青葉区片平 2-1-1)。熊本大学大学院自然科学研究科生産システム科学専攻博士課程修了。博士(工学)。《現在の研究テーマ》透過電子顕微鏡法による研究支援。《趣味》山歩き。  
E-mail : nagasako@tohoku.ac.jp

## 原 稿 募 集

トピックス欄の原稿を募集しています

内容：読者の関心をひくような新しい分析化学・分析技術の研究を短くまとめたもの。

執筆上の注意：1) 1000 字以内 (図は 1 枚 500 字に換算) とする。2) 新分析法の説明には簡単な原理図などを積極的に採り入れる。3) 中心となる文献は原則として 2 年以内のものとし、出所を明記する。

なお、執筆者自身の文献を主として紹介する

ことは御遠慮ください。又、二重投稿は避けてください。

◇採用の可否は編集委員会にご一任ください。原稿の送付および問い合わせは下記へお願いします。

〒141-0031 東京都品川区西五反田 1-26-2

五反田サンハイツ 304 号

(公社)日本分析化学会「ぶんせき」編集委員会

[E-mail : bunseki@jsac.or.jp]