

# 透過型電子顕微鏡クリーニング装置を開発

## ナノ構造解析の高度化・高信頼性化に貢献



### 堀内 伸

ほりうち しん

s.horiuchi@aist.go.jp

ナノテクノロジー研究部門  
ナノ科学計測グループ  
主任研究員  
(つくばセンター)

大学時代から高分子に関する研究を始め、企業での高分子材料開発研究を経て、現在、電子顕微鏡手法を中心に、高分子の分子レベルでの構造解析や接着現象の解明を目指しています。高分子材料は長い分子の絡み合いからできています。この絡み合いの本質を理解し、制御することにより、しなやかで強い材料が開発されると考えられます。

### 関連情報：

- 共同研究者

花田 剛、海老沢 正晴（株式会社シーゼットアイ）

- プレス発表

2008年7月7日「透過型電子顕微鏡を分解することなくクリーニングする手法を開発」

- 用語説明

[1] コンタミネーション

透過型電子顕微鏡内部に浮遊する分子に電子線が照射されることにより、分子が励起され、試料表面に付着し、観察対象が汚れること。

### 有機材料のナノ構造解析

透過型電子顕微鏡は、試料の微細な内部構造を観察し分析を行うことができる装置で、ナノテクノロジー分野において重要な解析装置です。しかし、装置内部や真空中に残存する汚染物が試料に付着することにより、観察・分析能力を低下させることが古くからの問題でした。私たちは、プラズマ発生装置から生成させた活性酸素を顕微鏡内部に循環させることで、顕微鏡を分解することなく汚染物質を除去することに成功しました。

この装置ができることで、高分解能観察、局所化学状態分析の能力向上、さらには、古い電子顕微鏡の再生も可能になると期待されます。

図1の左図は、5年間使用した透過型電子顕微鏡で模擬試料（カーボン薄膜）に電子ビームを照射した際にできたコンタミネーション（黒い斑点）<sup>[1]</sup>を示します。電子線照射により、試料にコンタミネーションが付着すると、局所的に厚みが増すため、高分解能観察や化学分析が困難になります。とくに有機物試料を観察することが多いと、電子線照射による試料の損傷からくる装置内部の汚染は著しくなります。また、コンタミネーションの主な成分元素は炭素であるため、炭素を主要構成元素とする有機物試料の分析能力が低下してしまいます。

装置内部の汚染源を装置を解体しないでクリーニングするため、活性酸素ラジカルを顕微鏡内部に循環させ、化学的に汚染源を分解し、外部に除去する装置を開発しました。プラズマ発生装置を顕微鏡本体に直接接続し、空気もしくは酸素を導入し、活性酸素を発生させ、顕微鏡内部へ導入します。プラズマを安定に発生しつつ、活性酸素の大きな流量を得ることが開発の鍵となります。

このシステムにより、クリーニングに必要な活性酸素を鏡体内に循環させる条件を最適化し、有効なシステムの運転方法を確立しました。顕微鏡内部のクリーニング後、同じ条件で模擬試料（カーボン支持膜）に電子ビームを照射したところ、コンタミネーションは劇的に軽減しました（図1の右図）。

### 今後の展開

透過型電子顕微鏡のクリーニング装置を開発したことで、試料へのコンタミネーションが起りにくいクリーンな状態を維持することが可能となります。とくに、ゴム・プラスチックなどの高分子材料の分子レベルでの構造解析に有効であることが期待されるため、企業、大学との連携により、さまざまな試料の実際の分析への適用を行い、この装置の有効性を実証していく予定です。

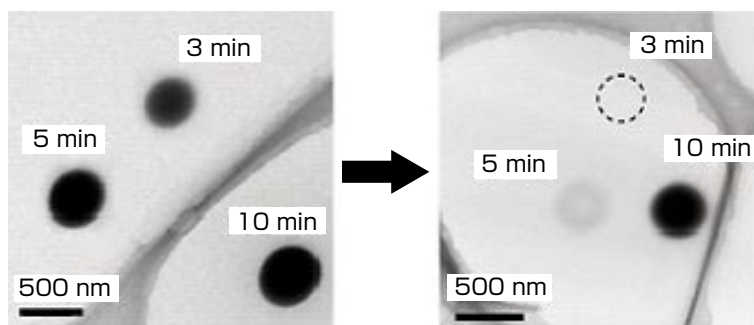


図1 クリーニング前（左図）と後（右図）で試料に付着するコンタミネーションは劇的に減少。クリーニング前の電子顕微鏡で模擬試料に電子ビームを照射すると、試料に黒い斑点ができる。本技術による電子顕微鏡のクリーニング後は、3分間の電子ビーム照射では黒い斑点は発生せず、5分間の照射においても軽微である。10分では黒い斑点は生じるが、厚みは5分の1に低下した。