九州大学 超顕微解析研究センターの紹介

―ISIT祭り in SRP―

令和6年11月15日

九州大学
九州大学 超顕微解析研究センター
中尾 辰也

本日の内容

1. 九州大学　超顕微解析研究センターのご紹介

2. ARIMの紹介

　文部科学省　マテリアル先端リサーチインフラ
　Advanced Research Infrastructure for Materials and Nanotechnology in Japan

　ARIM Japan

3. 半導体評価技術の紹介

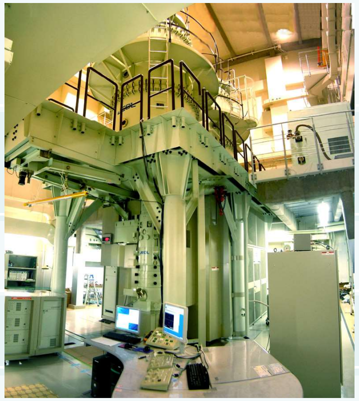
4. その他の分析手法の紹介

超顕微解析研究センター

九州大学

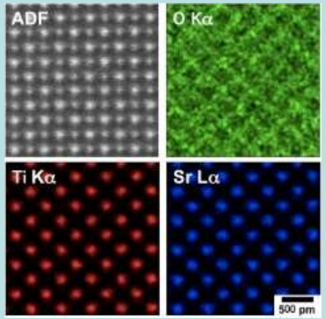
九州大学 超顕微解析研究センター(旧超高圧電子顕微鏡室)の沿革

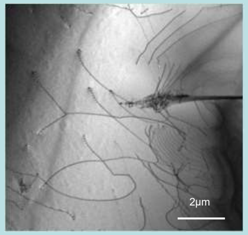
時期	内容
1975年(S50) 箱崎	学内共同利用施設 「九州大学 超高圧電子顕微鏡室」発足
1976年(S51)	超高圧電子顕微鏡 JEM-1000 設置
1987年(S62)	原子直視型高分解能電子顕微鏡 JEM-4000EX 設置
1996年(H08)	ナノプローブ電子分光型電子顕微鏡 JEM-2010FEF 集束ガリウムイオンビーム(FIB) FB2000
2000年(H12)	文科省 ナノテクノロジー総合支援事業「超顕微解析支援」 デジタル電子顕微鏡 TECNAI-20 設置
2005年(H17) 伊都	伊都キャンパスに新超高圧電子顕微鏡用建物(CE20棟) 竣工 新超高圧電子顕微鏡 JEM-1300 NEF 本体設置 超高圧電子顕微鏡フォーラム 開設
2007年(H19)	文科省先端研究施設共用イノベーション創出事業 「九州地区ナノテクノロジー拠点・ネットワーク」
2010年(H22)	収差補正走査透過電子顕微鏡 JEM-ARM200F
2012年(H24)	文科省「ナノテクノロジープラットフォーム」
2014年(H26)	超顕微解析研究センター へ改組
2015年(H27)	ホログラフィー電子顕微鏡 HF-3300X 設置
2017年(H29)	「超高圧電子顕微鏡フォーラム」⇒「先端電子顕微鏡フォーラム」
2022年(R4)	文科省「マテリアル先端リサーチインフラ(ARIM)」



電子顕微鏡による物質の微細構造や組織に関する研究拠点

共用設備の提供





技術研修制度

・電子顕微鏡の理論、実習、演習
・基礎コース、応用コース
（HRTEM, FIB, STEM, SEM等）
・英語コース
・

文科省ARIM事業

・機器利用、技術補助
・技術相談、共同研究
・教育、研修
・データ利用

ARIM Japan

地元自治体との連携

・学術研究都市推進機構
・ISIT, FiaS
・

学内利用と外部利用の形態

電子顕微鏡
各種装置

学内利用

学内利用者
学生、教員、研究者

学外利用

マテリアル先端リサーチインフラ（ARIM）
文部科学省；成果公開
ARIM Japan

先端電子顕微鏡フォーラム
会員制自主事業；成果非公開

学外研究者
大学、公的機関、企業

顕微イメージングソリューションPF
文部科学省；共同研究

全国の大学
研究者

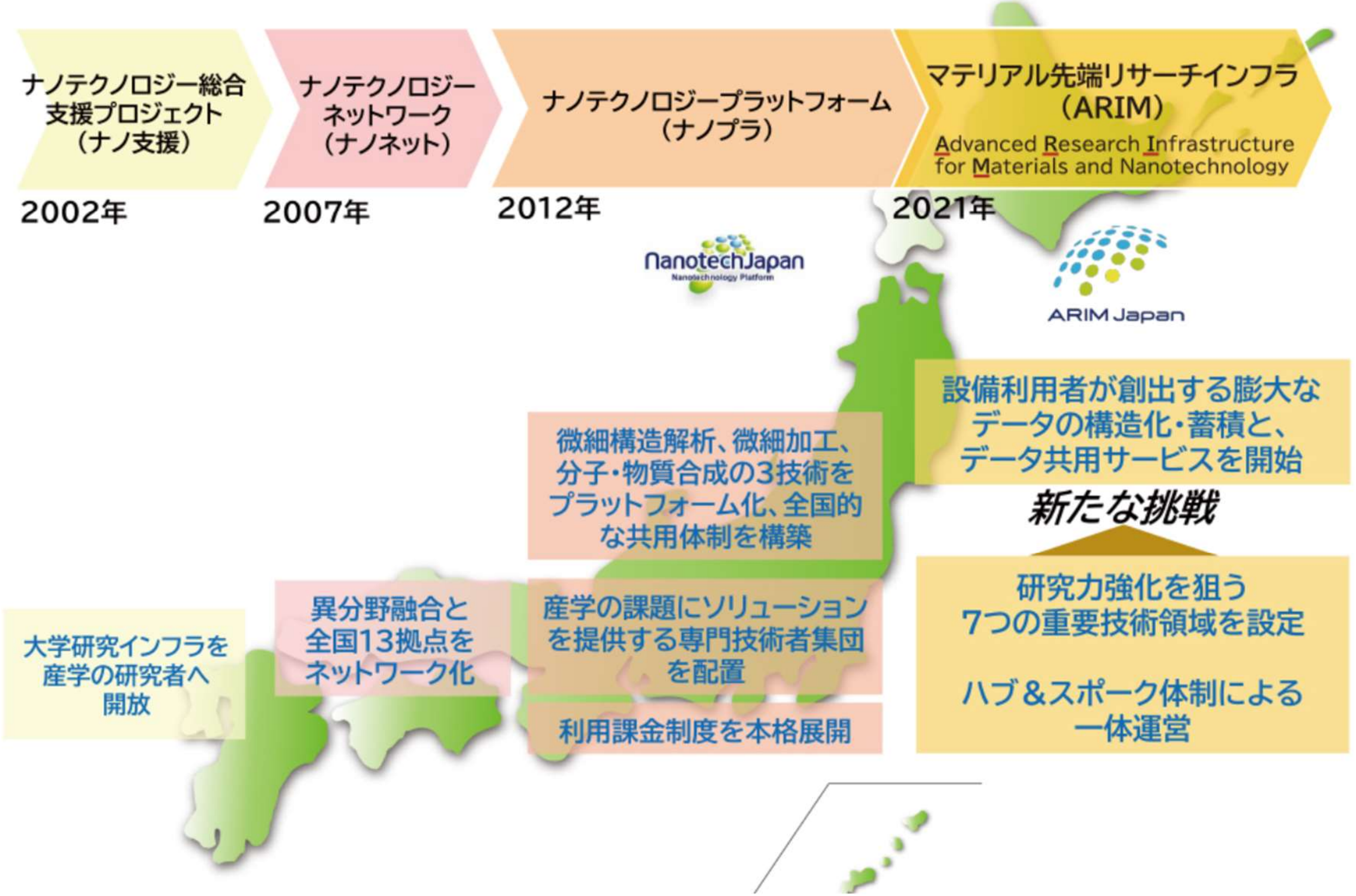
文部科学省　マテリアル先端リサーチインフラ（ARIM）

Advanced Research Infrastructure for Materials and Nanotechnology in Japan

https://nanonet.mext.go.jp

我が国のナノテク・材料研究インフラ共用事業 ～発展の歴史20年～

Nanotechnology and Materials Research Infrastructure Sharing Projects: 20 Years of Development



文部科学省　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

支援の実施体制

マテリアル先端リサーチインフラでは、全国25法人に最先端の研究設備と専任の技術スタッフを配置し、計測・分析、加工・デバイスプロセス、物質・材料合成プロセスの3つの技術分野の研究支援をカバーしています。

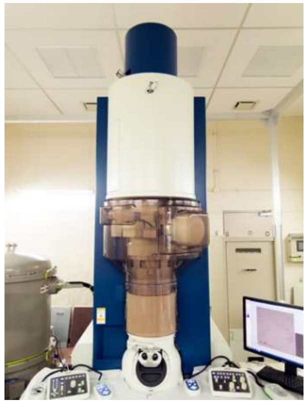
支援分野（加工、計測、合成の3分野）

加工・デバイスプロセス分野

スパッタ、CVD、ALD等成膜装置、電子線描画、マスクレス露光、ステッパ等リソグラフィ装置、DeepRIE、ALE等エッチング装置、イオン注入、酸化炉、熱処理装置、ウエハ接合装置、レーザー加工装置、FIB、SEM等観察装置、膜物性、機械、電気特性装置、分析装置　他

計測・分析分野

走査透過電子顕微鏡（STEM）、走査電子顕微鏡（SEM）、3次元加工・観察装置（FIB-SEM）、X線回折装置、X線分光分析装置（XPS/XAFS）、電気・磁気物性評価装置（PPMS/MPMS）、示差走査熱量計（DSC）、高輝度放射光X線分析装置、　他



物質・材料合成プロセス分野

核磁気共鳴装置（NMR）、有機合成DX、X線CT、蛍光ダブルモーダルin vivoイメージングシステム、走査プローブ顕微鏡、X線光電子分光装置、質量分析装置、カーボンナノファイバー室温合成装置、他

技術支援の事例（技術スタッフ表彰）

ARIMでは、それぞれの実施機関に、秀でた技術を有する技術スタッフがたくさん在籍しています。これら技術スタッフの功績を称えるため、毎年、優秀技術賞、技術支援貢献賞、若手技術奨励賞を授与しています。

電子線照射に高敏感な材料の電子顕微鏡による構造観察および分析

Electron microscope observation and analysis of highly sensitive materials to electron irradiation

「優秀技術賞」受賞 / Best Technical Skill Award

受賞者 Awardee | 鳥山 誉亮（九州大学） Takaaki Toriyama (Kyushu University)

Key words: Electron-irradiation sensitive materials, HR-STEM

平成30年　受賞例紹介

※壊れやすい材料でも
高分解能で観察を可能に

事例2：ハイブリッドナノ粒子の高分解観察

Case2: High resolution observation of hybrid nano particles

利用者：京都大学大学院理学研究科
小林浩和、北川宏

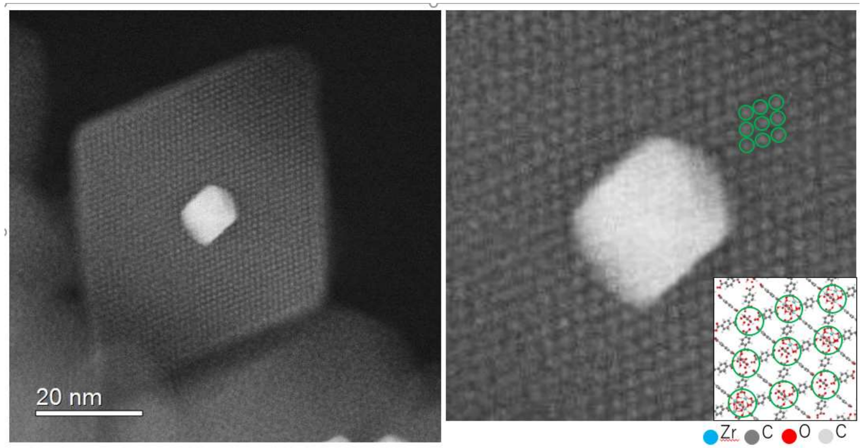
● **概要**

利用者機関にて合成されたハイブリッド材料（多孔性金属錯体(MOF)-金属ナノ粒子）は触媒として高い活性を維持する特徴をもつ。その要因究明にはMOF-金属ナノ粒子間の界面構造解析が必須であり、MOF及び金属ナノ粒子の高分解能構造観察の要望があった。MOFは電子線照射に弱く、STEM観察において一般的な観察条件では数回の電子線走査でMOFの構造が壊れることが課題であった。

この課題を克服するため、加速電圧の低加速化(80kV)や電子線プローブ電流量の低電流化(<5pA)等の検討を行った。電子線走査によるMOFの構造変質抑制観察技術を確立して、高分解能像を撮影することに成功した。

この技術は他の支援課題にも適用でき、例えば電子線照射に弱い金属酸化物ナノシートにおいても、金属酸化物の構造を維持した原子分解能STEM像の撮影に成功している。

MOF（Metal-organic framework）



金属ナノ粒子-MOFの高分解能HAADF-STEM像

サポート内容

技術相談 ｜専門技術でアドバイス

技術的な問題解決に向けて、各ハブ・スポーク機関の技術スタッフが様々な問題に応じます。

機器利用 ｜利用者自身で操作

機器は利用者自身が操作し、実験します。データの解析や考察も利用者が行います。

技術補助 ｜補助スタッフが補助

利用者は操作方法などについて、技術スタッフの補助を受けながら機器を使用します。

技術代行 ｜利用者に代わり操作

依頼に基づきハブ・スポーク機関の技術スタッフが実験・測定・評価・解析を行います。

共同研究 ｜利用者とハブ・スポーク機関が共同で実施

データの解析や学術的な議論を含めて、利用者とハブ・スポーク機関とが共同で行います。

データ利用 ｜蓄積したデータの利活用

蓄積したデータはデータベースとして用いる他、新たな情報を導き出す利活用が可能です。

試作・評価装置を借りたい。特殊な測定も

大学の先生に相談したい。共同研究も！

新しいデバイス開発したい！
まずは試作・検証を

九州大学

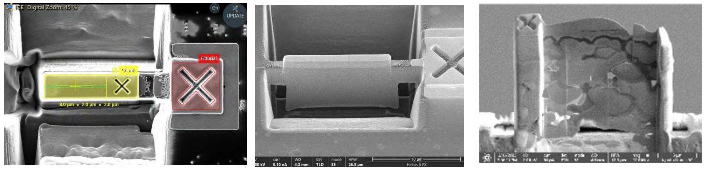
半導体評価技術の紹介

大枠	解析対象例	機器	適用等
ウエハ関連	・Via ・トランジスタ部 ・層間膜	・XeP-FIB（筑紫）Helios Hydra ・ホログラフィー電顕 HF-3000 ・ナノインデンター（信州大）	・TSV断面 ・pnジャンクション ・絶縁膜特性
パワーデバイス 化合物半導体	・欠陥・転位 ・MQW ・ナノ粒子	・HV-TEM JEM-1300NEF ・Cs-STEM	・転位の3D構造 ・原子像 ・環境制御TEM
実装・アセンブリ	・欠陥部位 ・微量異物 ・WB	・X線顕微鏡（信州大）Zeiss Xradia ・FE-EPMA（信州大） ・FIB-SEM, EBSD Helios 5UX	・電極部、接合部 ・モールド中異物 ・WB等グレイン
その他	・LiB, LiC ・触媒	・大気非暴露FIB-STEM ・環境制御下TEM	・電極、充放電 ・ガス雰囲気、応力

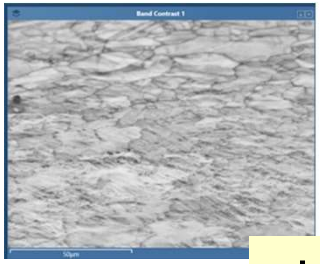
FIB-SEMの紹介 （*Focused Ion Beam-SEM*）

【 Helios 5UX 】

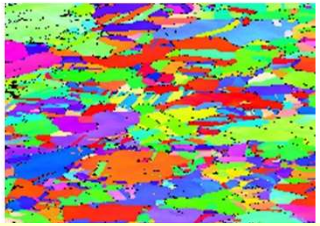
- Auto-TEM（自動加工）
- EBSD（結晶方位）
- MAPS（自動撮影）
- AutoScript（自動処理）



SEM像



結晶方位像

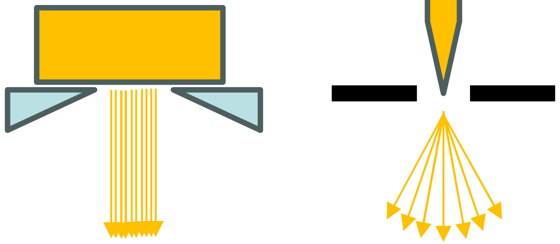


- LSI等の特定部位解析
- 3D評価（異物、クラック、等）
- 多方向観察（リーク、ショート）

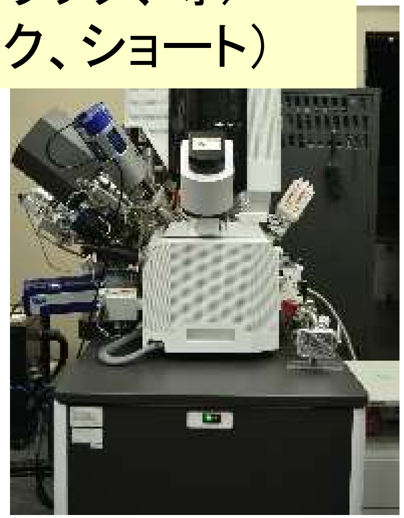
【 Helios 5 Hydra 】 筑紫キャンパス

- イオン源；Xe,Ar, O, N
- 大面積加工
- 低ダメージ
- SIMS

プラズマイオン源



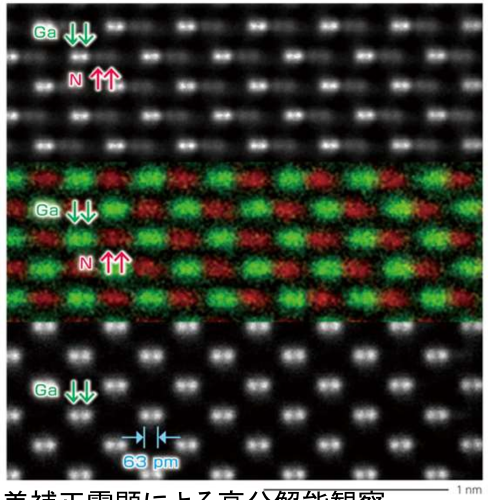
広く平行なビーム



収差補正電顕(G-ARM：80～300kV)の紹介

JEOL ；JEM-ARM300F2

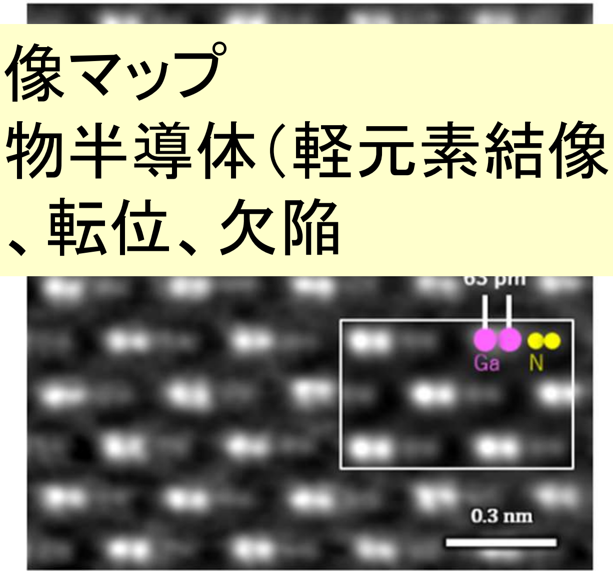
事例1．GaNの原子像レベル元素マップ



収差補正電顕による高分解能観察。
原子レベルでの元素マッピングが可能。

- 原子像マップ
- 化合物半導体(軽元素結像)
- 界面、転位、欠陥

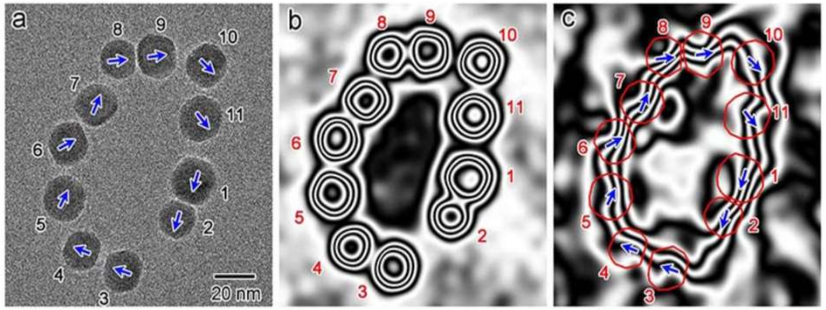
試料：GaN [211]
装置：JEM-ARM300F2
加速電圧：300 kV
収束半角：32 mrad



ホログラフィー電顕の紹介

Hitachi ; HF-3000

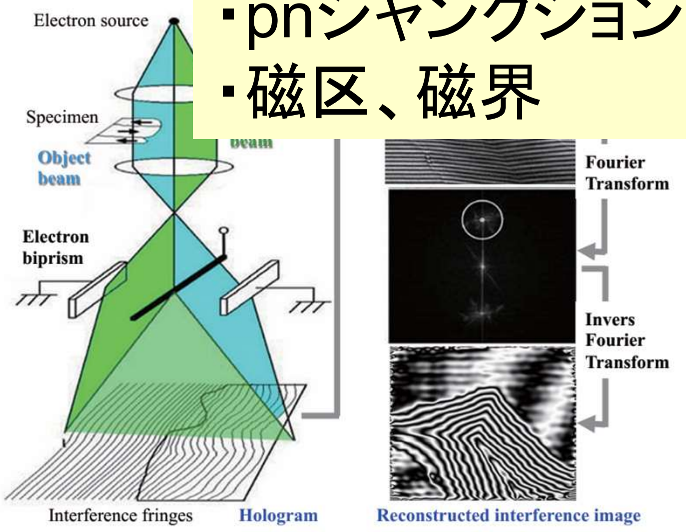
事例2. Fe_2O_3ナノ粒子の静電ポテンシャルと磁力線の観察



（a TEM像、 b 等電位線、 c 磁束線）
Appl. Phys. Lett., 105 (2014) 183102.

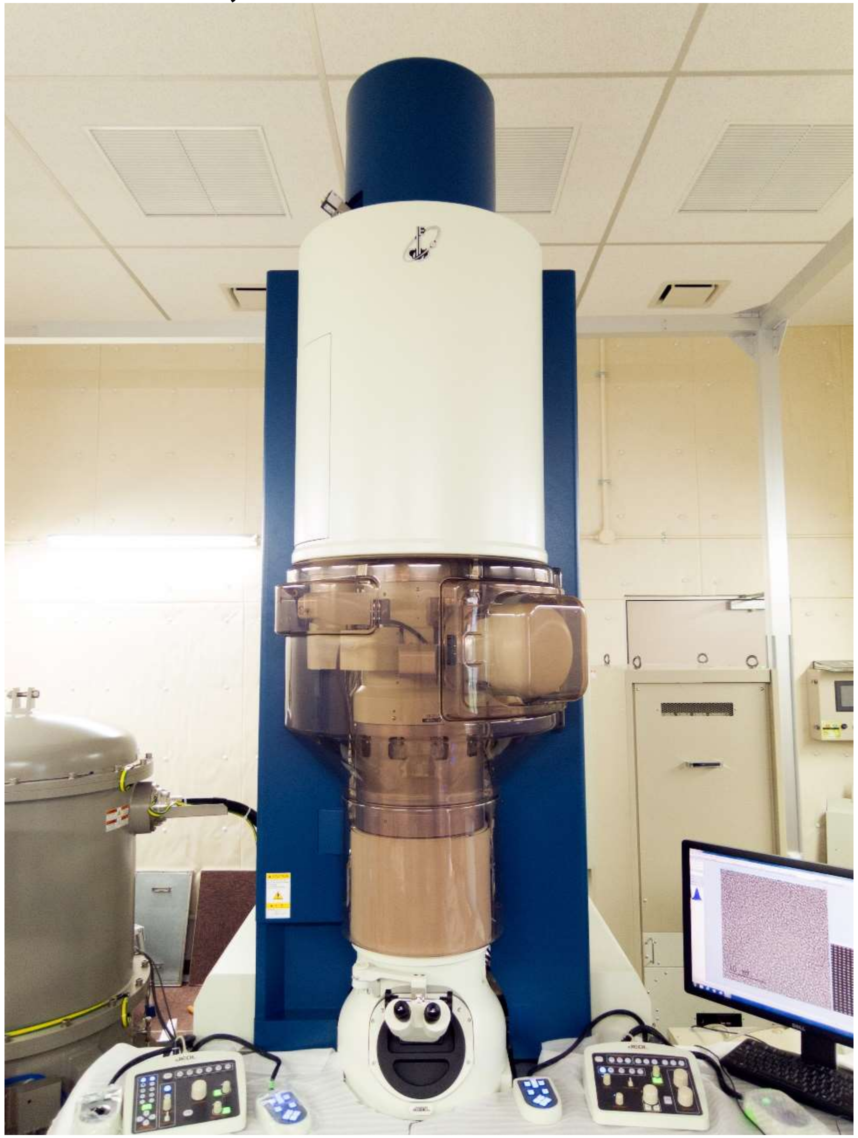
電子線ホログラフィーによる電磁場のイメージング。
半導体デバイスのp-n接合における電位分布の可視化などに広く応用が可能。

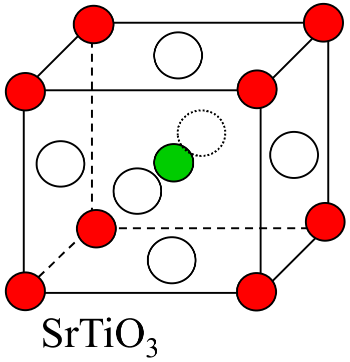
- ・pnジャンクション
- ・磁区、磁界

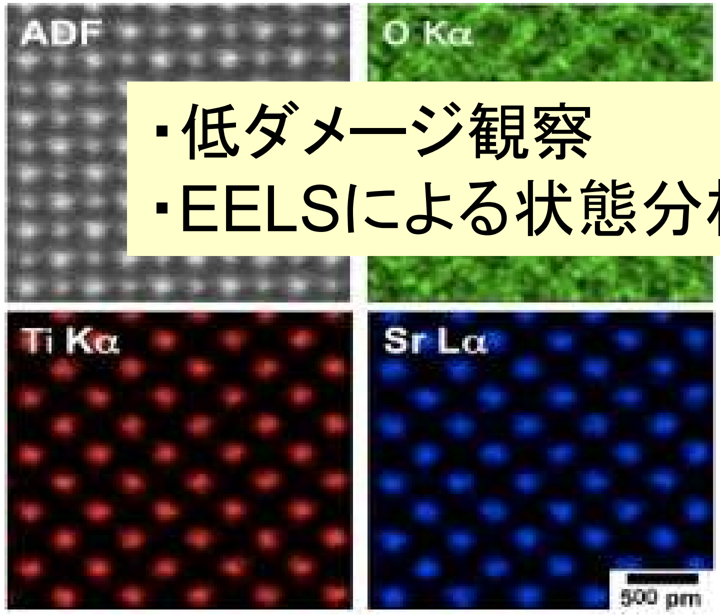


収差補正電顕(広電圧:80～200kV)の紹介

JEOL ; JEM-ARM200CF



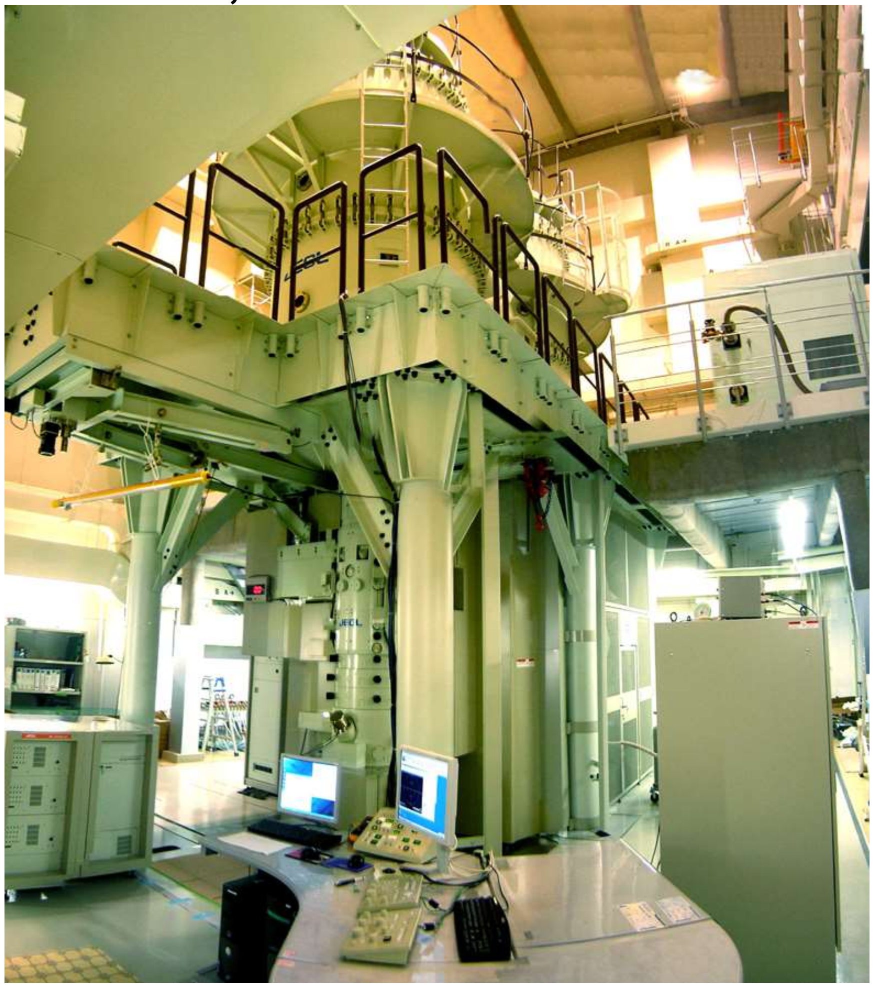


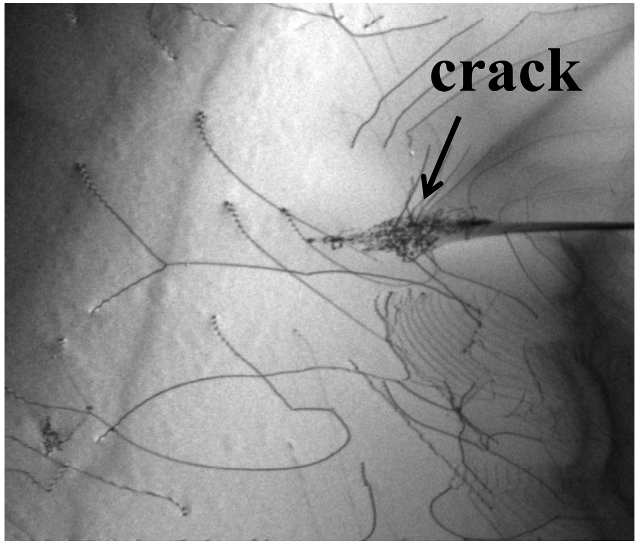


・低ダメージ観察
・EELSによる状態分析

HV-TEM;超高圧電顕の紹介

JEOL ; JEM-1300NEF





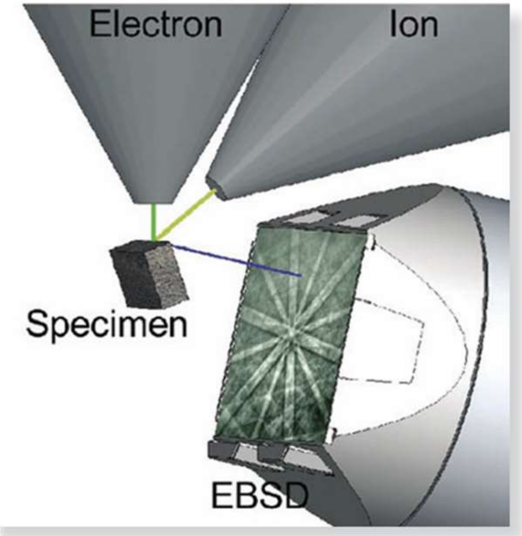
- 厚膜観察
- オメガ型電子分光(EELS)
- レーザービーム照射
- TEMトモグラフィー
- 遠隔操作機能

その他の分析手法の紹介

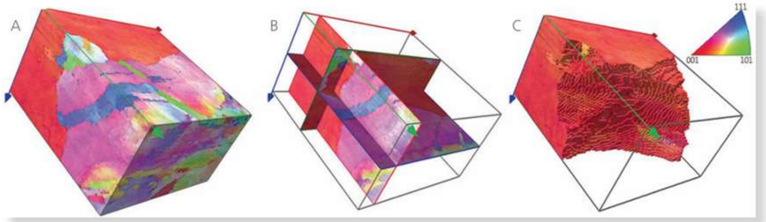
【TEM用の特殊ホルダ】

- 2軸傾斜
- クライオ、雰囲気遮断
- ガス反応セル
- 応力印加セル
- トモグラフィー用

【3D FIB-SEM_EBSD】



FIB加工とEBSD観察を交互に繰返す



結晶方位の3次元的評価

九州大学

さいごに（お気軽にご相談下さい）

超顕微センターのホームページ（利用案内ー学外利用者）

センターについて | 設備一覧 | 利用案内 | 技術研修 | 研究実績

利用案内

学外利用者

九州大学以外の方で当センターの利用を希望される場合には以下の窓口があります。

文部科学省「マテリアル先端リサーチインフラ事業」

対象装置	超高圧電顕（JEM-1300NEF）、新高分解能電顕（JEM-ARM300F2）、収差補正電顕（JEM-ARM200F）、広電圧電顕（JEM-ARM200CF）、HC補助電顕（JEM-2100HC）、マイクロカロリーメーター分析SEM（TES＋ULTRA55）、デュアルビームFIB試料作製装置（Quanta3D200i）、直交型FIB-SEM（MI4000L）他
成果公開の有無	公開が原則、但し猶予期間有

詳細はこちら

会員制研究支援組織「先端電子顕微鏡フォーラム」

対象装置	ホログラフィー電子顕微鏡を除くセンター所有のすべての装置
サービス内容	情報サービス／コンサルティング／教育・研修支援／研究・技術支援
成果公開の有無	成果非公開も可能

詳細はこちら

文部科学省「顕微イメージングソリューションプラットフォーム」

対象装置	ホログラフィー電子顕微鏡(HF-3300X)

詳細はこちら

Contents

- 学内利用者
- 学内者予約フォーム
- 学内者向け利用料金
- 学外利用者

電顕利用予約表
Reservation table

ARIM
マテリアル先端リサーチインフラ事業

先端電子顕微鏡フォーラム

顕微イメージングソリューションプラットフォーム

・まずは手法や前処理だけといった感じでもよいですので、お気軽にご相談下さい。

・機器の見学だけでも是非お越しください。

・九大に無い装置でも対応できる可能性有（他大学との連携）