

ナノ～マイクロスケール 各種トモグラフィの紹介

広島県立総合技術研究所
西部工業技術センター 生産技術アカデミー
発表者：製品設計研究部 田辺栄司

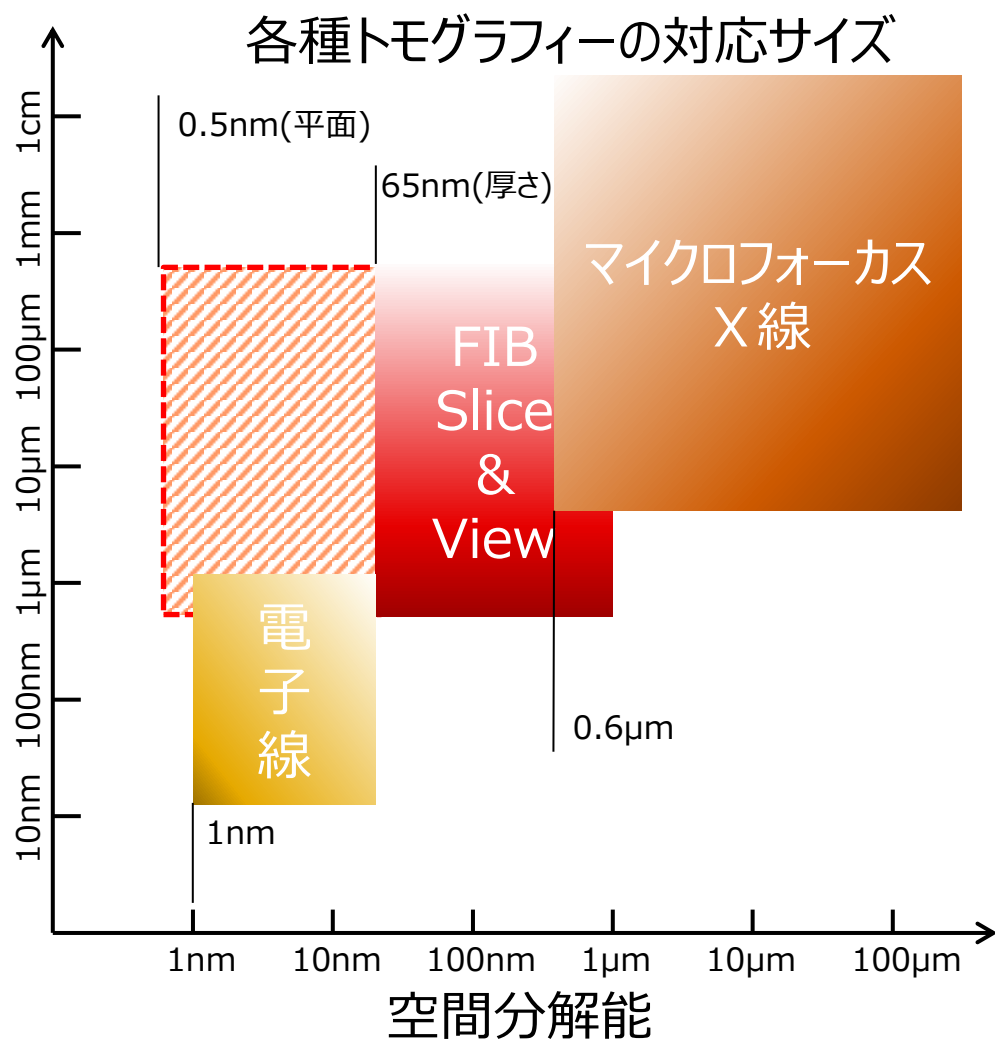
トモグラフィーとは？と題目についてのちょっとお詫び

- ・定義は「波を使って、**非破壊**で物の内部を可視化する手法」です全般が・・・、ここではCT(Computed Tomography)、しかもナノ～ミクロンサイズに限った話で、物を**破壊**してしまう定義から外れるものも入ってきます。
- ・よく出てくる用語「voxel」は3次元空間に拡張したpixelの意味。
- ・内閣府地方大学・地域産業創生交付金「ひろしまものづくりデジタルイノベーション創出プロジェクト」によってひろしま産学共同研究拠点（東広島市鏡山3丁目）に整備された機器。
- ・撮影例は工業所有権に関連しないもの紹介しています。

ナノ～マイクロスケール 各種トモグラフィー

1. X線トモグラフィー
マイクロフォーカスX線CT
(株)リガク nano3DX
2. FIB Slice & View
XeプラズマFIB-SEM
FEI Helios G4 PFIB
- 2'. FIB-TOF-SIMS
3. 電子線トモグラフィー
透過電子顕微鏡 (TEM)
日本電子(株) JEM-3000F

観察領域のサイズ



1. X線トモグラフィー

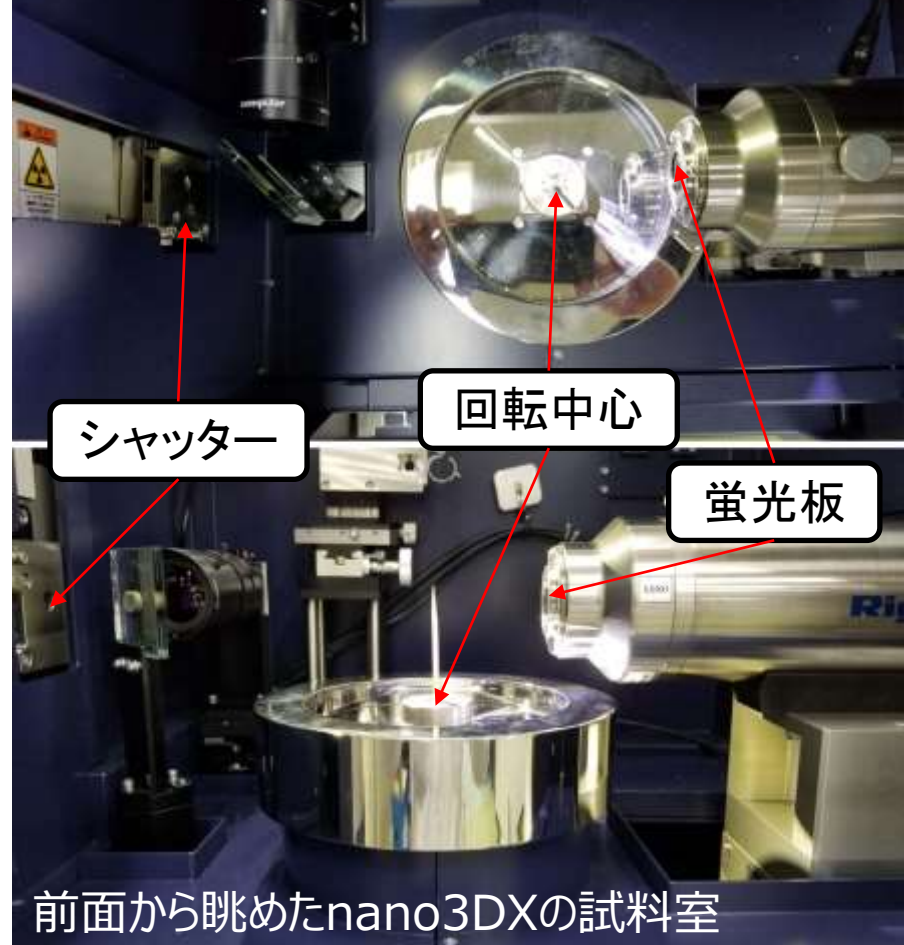
【原理】

試料を回転させながら多数（数100～数1,000枚）の透過像を撮影し、PC・WSで断層像を再構成する。

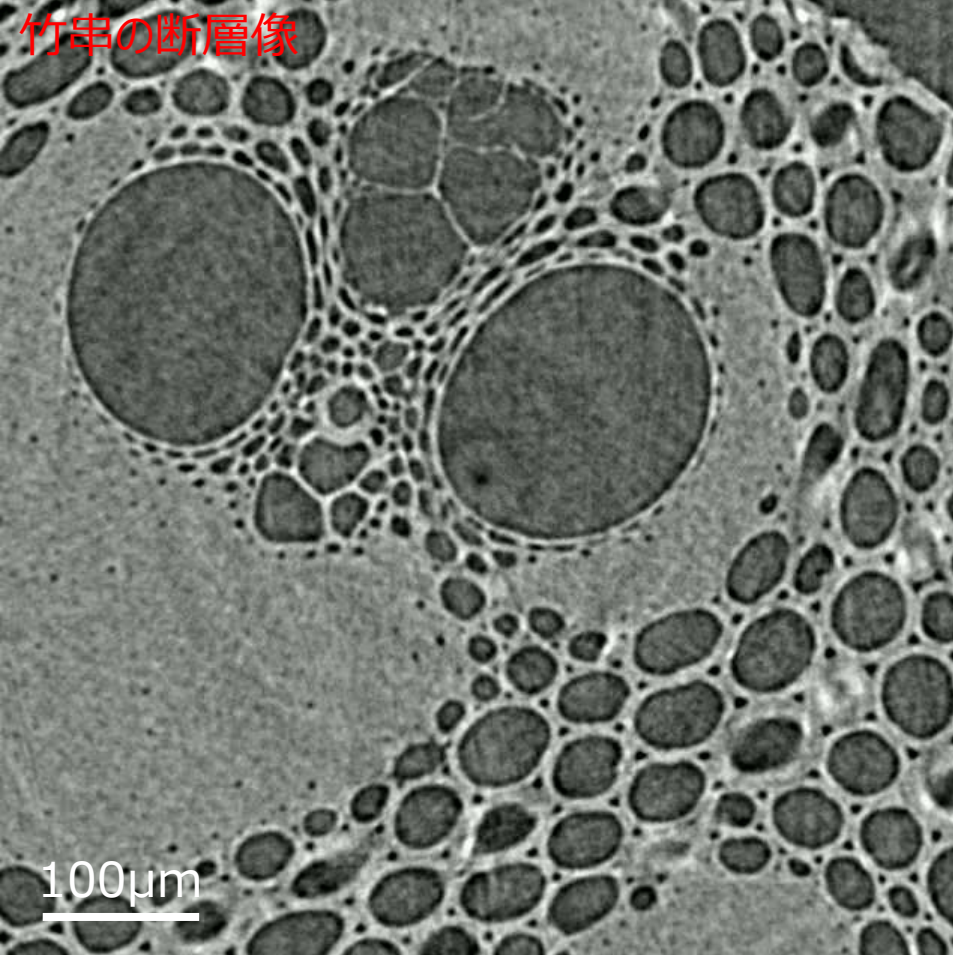
【試料準備のコツ】試料をなるべく小さく！

- ・画素サイズ = 視野 ÷ 画素数
 $0.3\mu\text{m} \doteq 0.6\text{mm} \div 2,048\text{pixel}$
- ・断面方向の最大サイズ < 視野 × 5倍
 $3\text{mm} \doteq 0.6\text{mm} \times 5\text{倍}$
- ・当然、X線が完全に透過すること
- ・識別には10voxel以上は必要

上から眺めたnano3DXの試料室

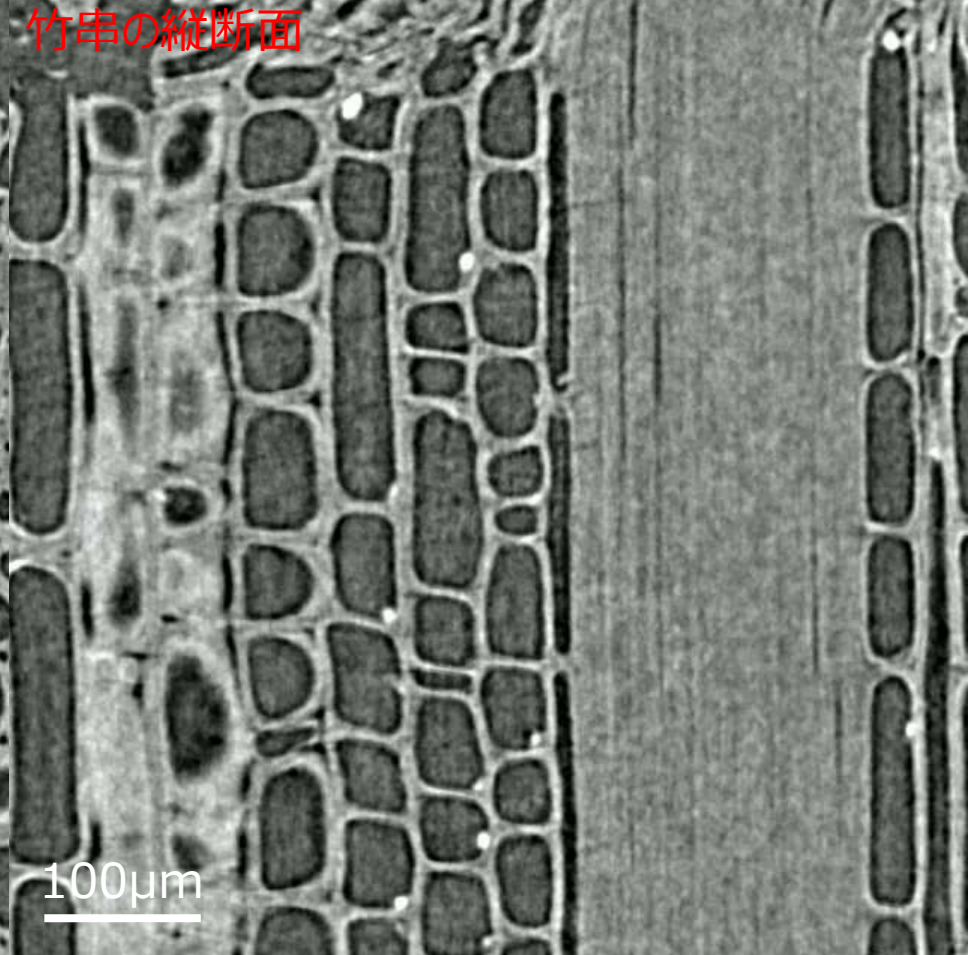


竹串の断層像



100μm

竹串の縦断面



100μm

再構成された断層像をトリミング

ExFact VR2.1で可視化

(株)リガクnano3DXの特徴

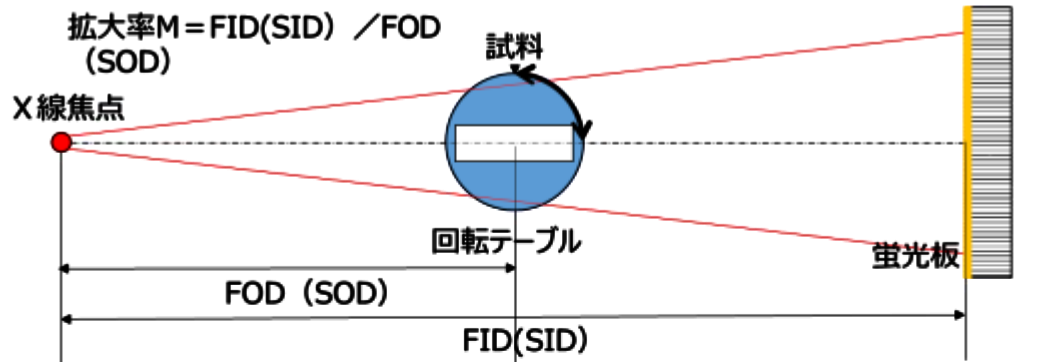
【特徴】

- ・ソフトマテリアルに適した波長
- ・リアルタイムに近い撮影が可能
- ・回折に要注意

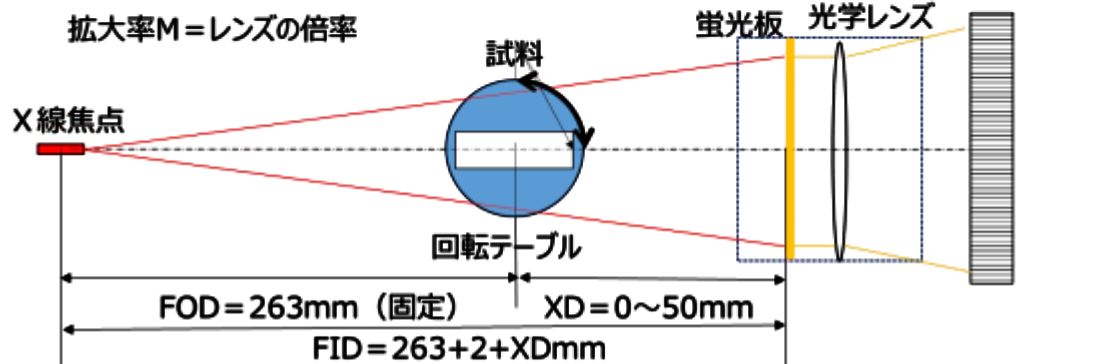
【性能】

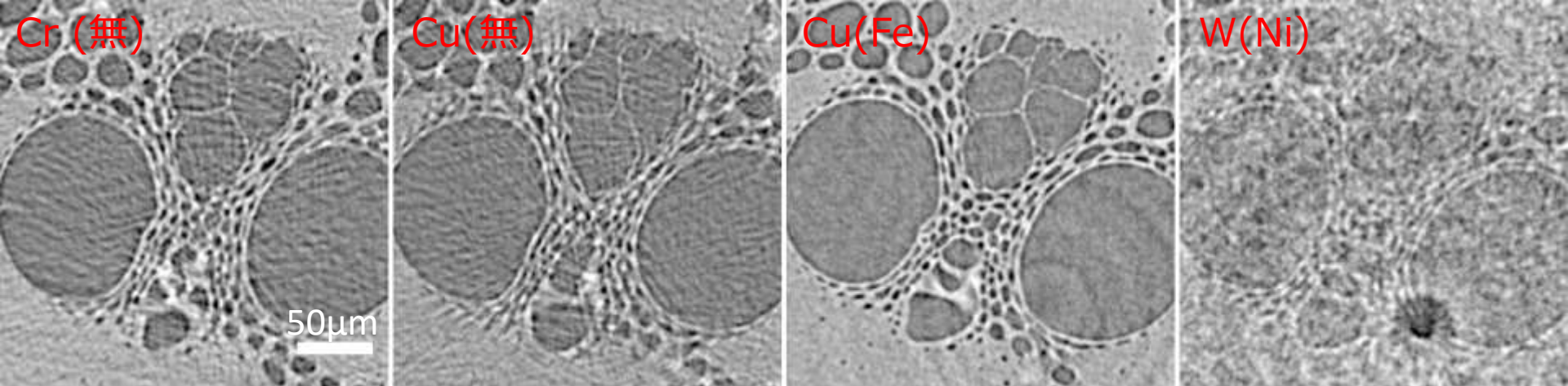
- ・疑似平行光線←点光源
- ・出力：1,200W←10・16W
- ・波長 (keV) とターゲット：
CrKa (5.5) ・CuKa (8) ・W
連続 (60)
- ←W連続 (100・160)
- ・最短撮影時間：18秒←1時間

一般のマイクロフォーカス（ナノフォーカス）X線CT

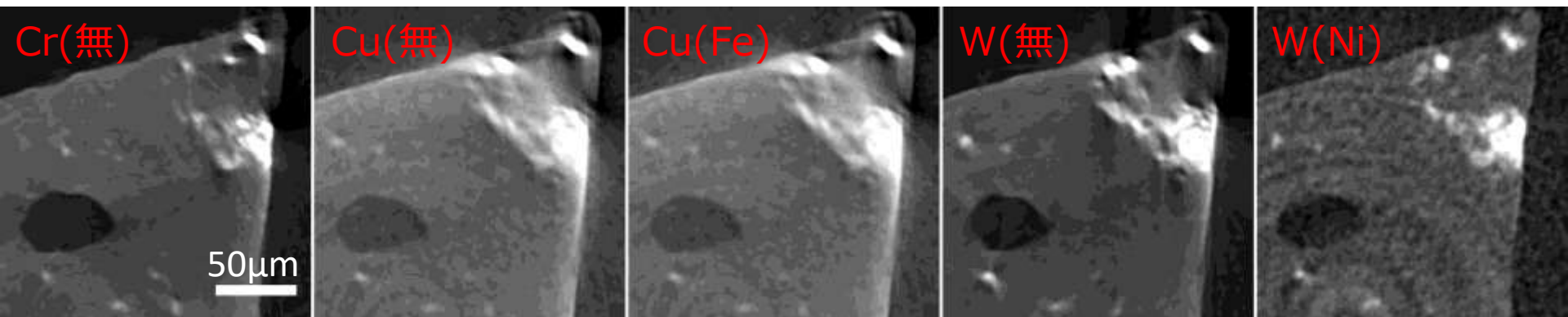


(株)リガク nano3DX





竹串の断層像（露光時間30秒）



阿蘇山の火山灰の断層像（露光時間30秒） 試料提供：広島大学総合科学部並木准教授

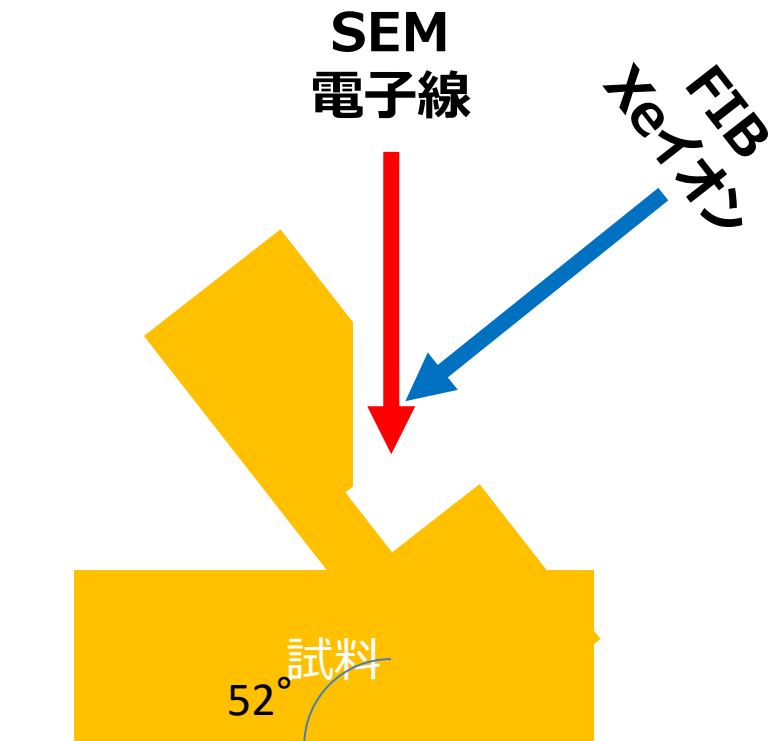
2. FIB Slice & View

【原理】

- ・「Xeイオンビームで削る⇔像を撮影する」を繰り返し、三次元像を得る。
- ・SEM像 (0.5nm) : 空隙・組成？
- ・EBSD (~10nm) : 結晶方位・構造
- ・EDS (~100nm) : 元素分布

【特徴と注意事項】

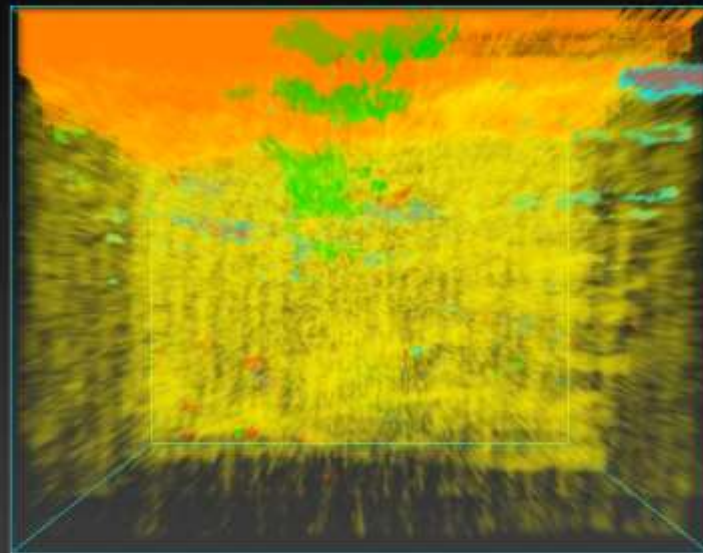
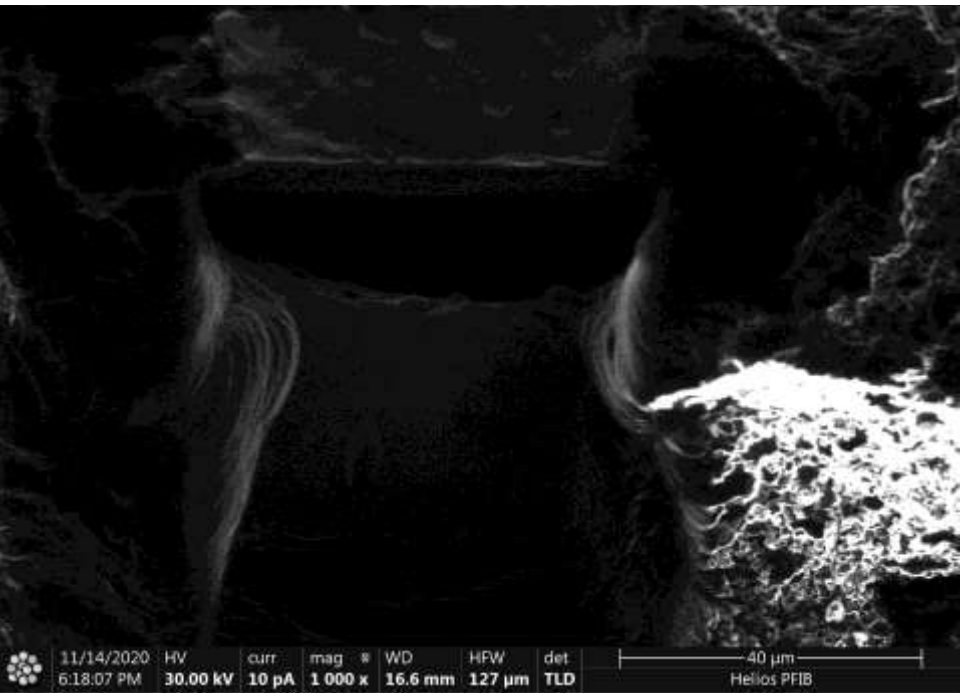
- ・Xeイオンビームの最小径は設計上65nm
走査の工夫によって多少は浅く削れます
- ・SEM像は加速電圧と検出器によって深さが異なる
なるべく**低加速電圧** (<1kV) を



FIB-SEM概念図

阿蘇火山灰の3D元素マップ

珪素(黄)アルミニウム(緑)カルシウム(青)鉄(赤)
白金保護膜(橙)



保護膜⇒粗加工⇒Slice & View
124×124×2,000nm/voxel

試料提供：広島大学総合科学部並木准教授

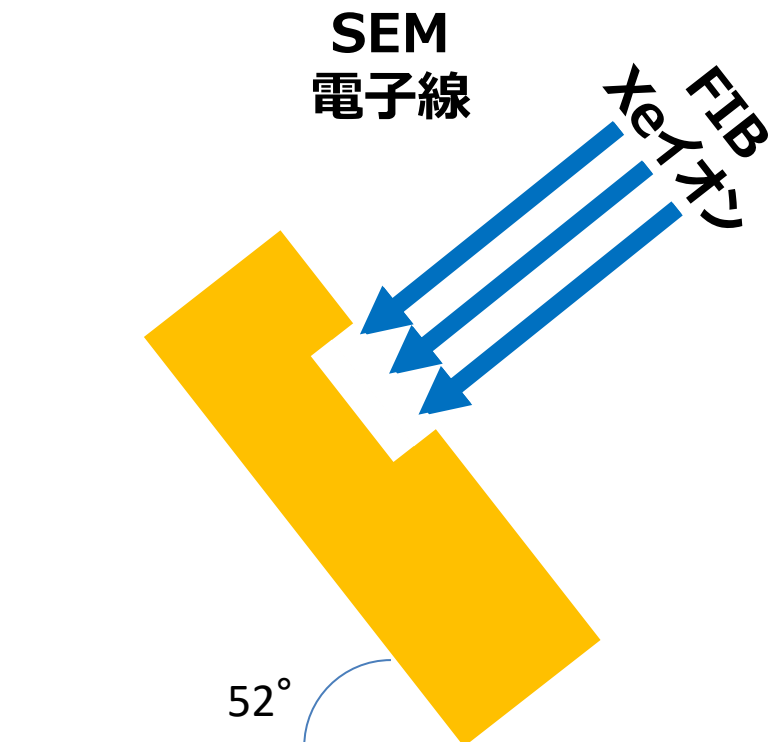
2'. FIB-TOF-SIMS

【原理】

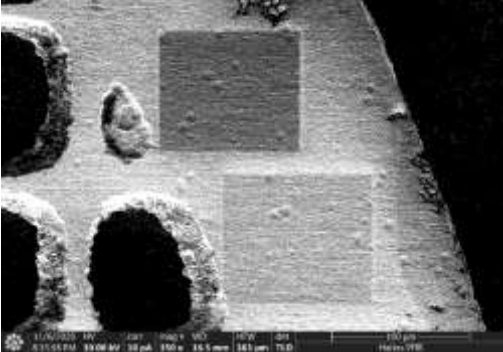
・Xeイオンビームを走査し、飛ばされた原子・分子の質量（MSスペクトル）をTOF-SIMSで計測する。

【特徴と注意事項】

- ・深さ方向はかなりゆっくり：200層（走査）／10nmSiO₂
- ・質量範囲：3～160（Li～有機物）
- ・表面の凹凸をそのまま反映：均一には削れない
- ・1voxel = 1スペクトル⇒膨大なデータ量

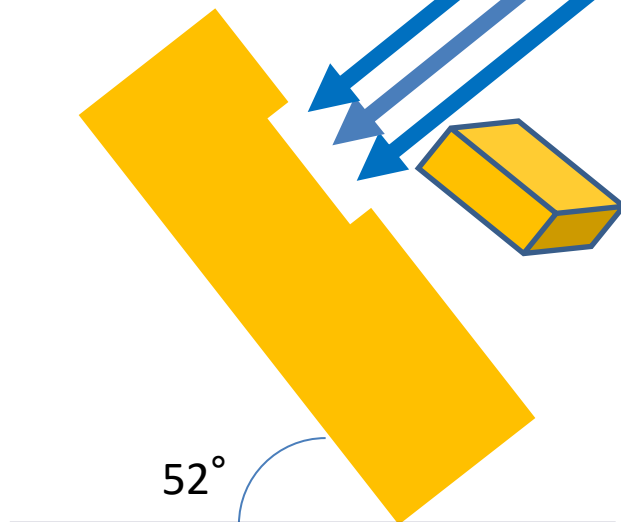


FIB-SIMS概念図



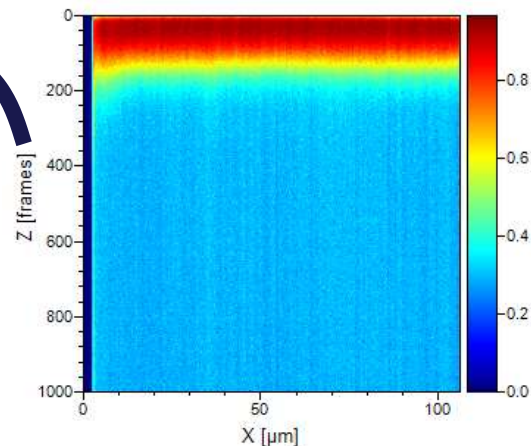
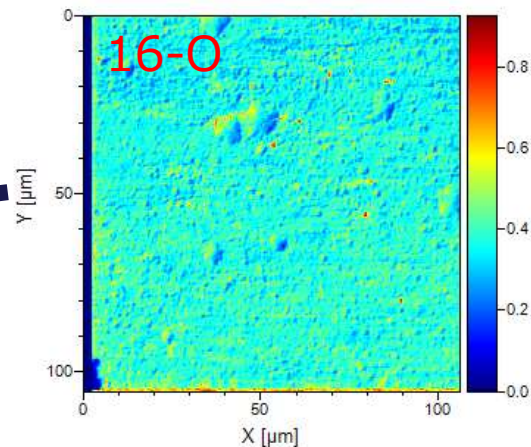
深さ方向が極端に浅い
Negative(O、Cl)とPositive(金属)を
同一箇所測定できない

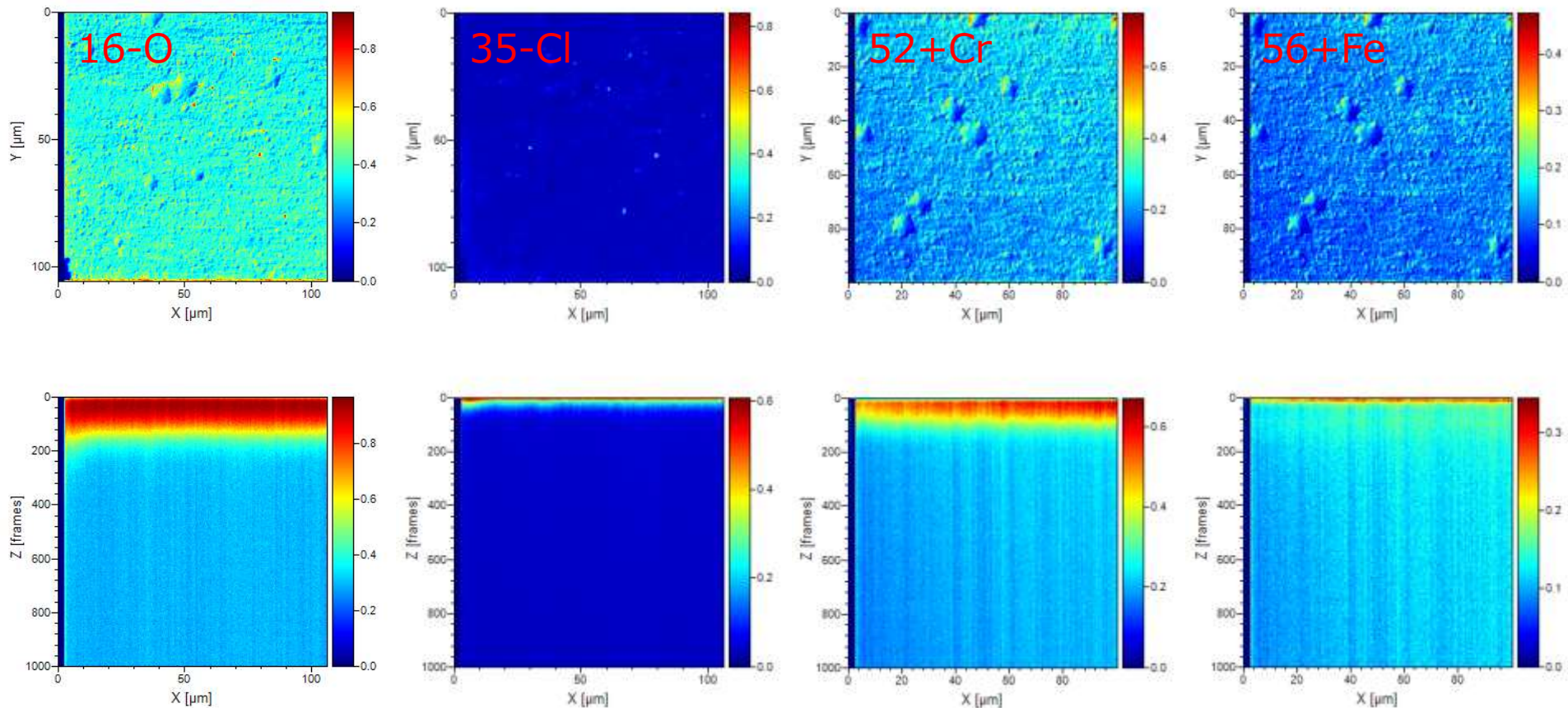
FIB
Xeイオン



FIB-SIMS概念図

例) 30kV/0.1nAでSiO₂層を
削った場合
10nm/200層 = 0.05nm/層
400×400×0.05nm/voxel
xy : 100μm z : 50nm





SUS製メッシュのFIB-TOF-SIMS分析結果

3. 電子線トモグラフィー

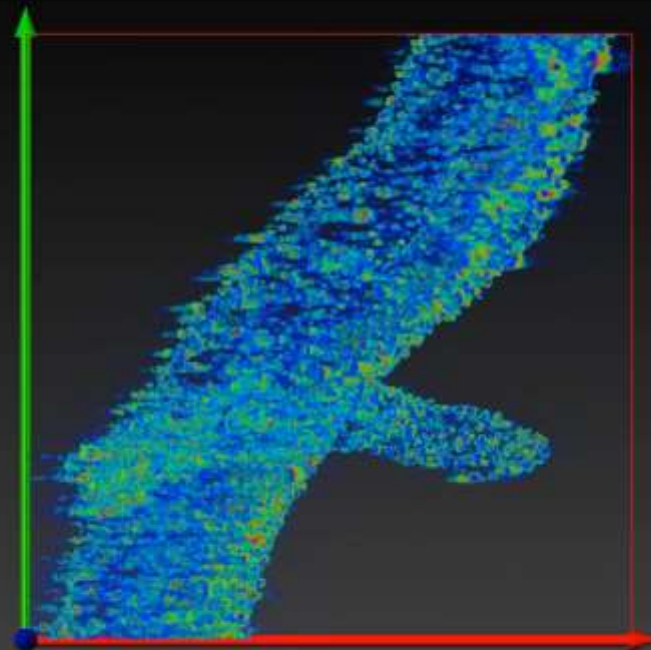
【X線との違い】電子線←X線

- ・分解能：1nm←よくても600nm
- ・透過力：よくても1 μ m←10mm以上
- ・撮影方法：半自動←自動
- ・回転中心が不明・未定←厳密に校正
- ・ミッシングアングル←360°/180°回転
- ・汎用の透過電子顕微鏡（TEM）

【制限】

- ・電子線による損傷・変形・汚染が生じる
- ・位相コントラスト像（原子分解能）では使用できない
- ・非晶質が望ましい

カーボンナノチューブ担持Pt触媒



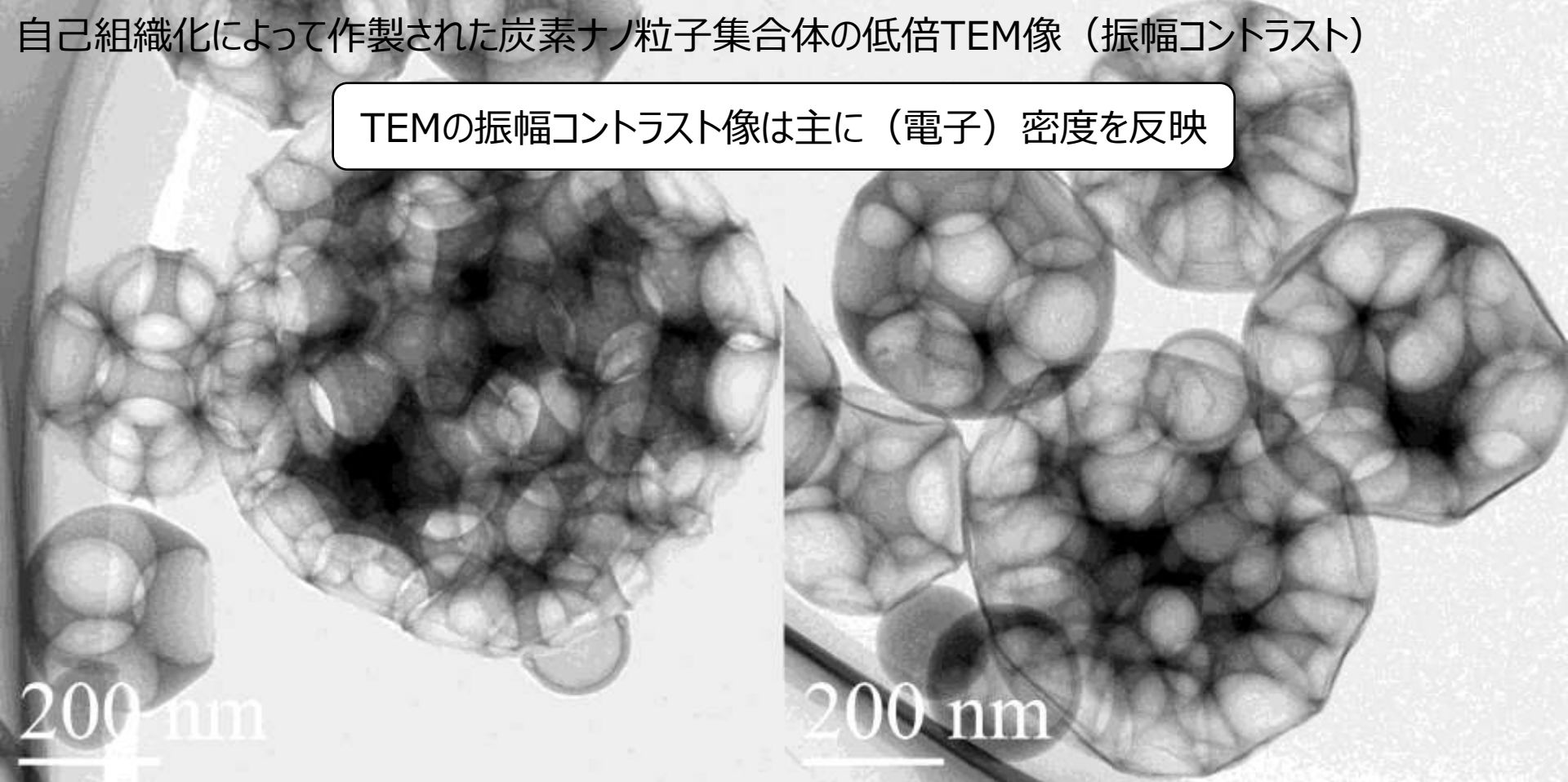
Axes Length Info

試料提供：同志社大学理工学部竹中壮教授

TEMographyで三次元再構成・疑似カラー化

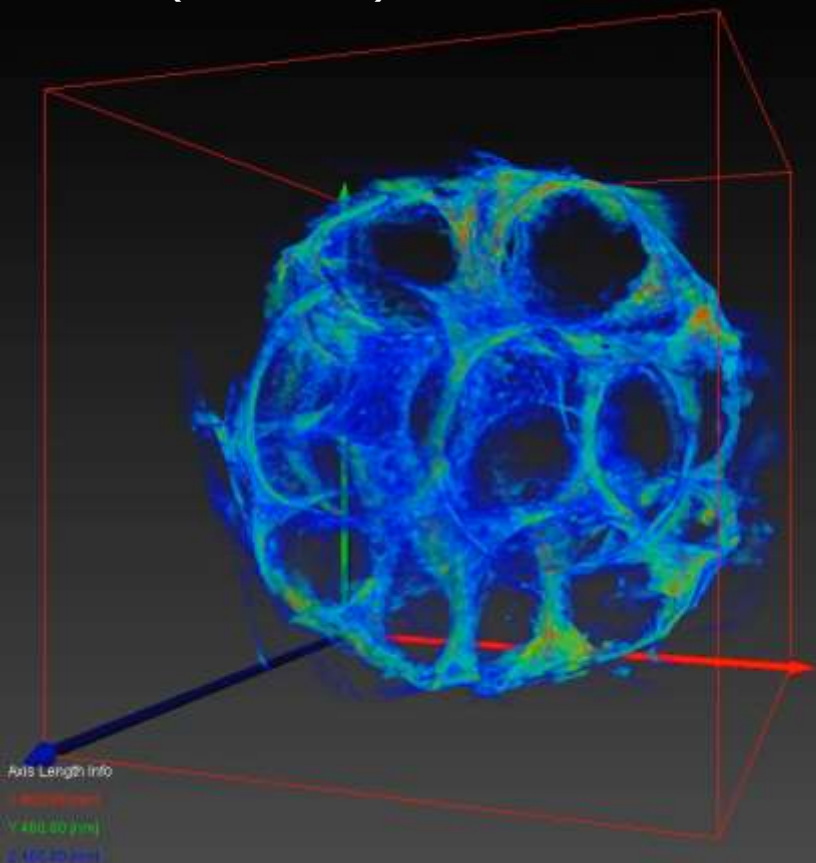
自己組織化によって作製された炭素ナノ粒子集合体の低倍TEM像（振幅コントラスト）

TEMの振幅コントラスト像は主に（電子）密度を反映

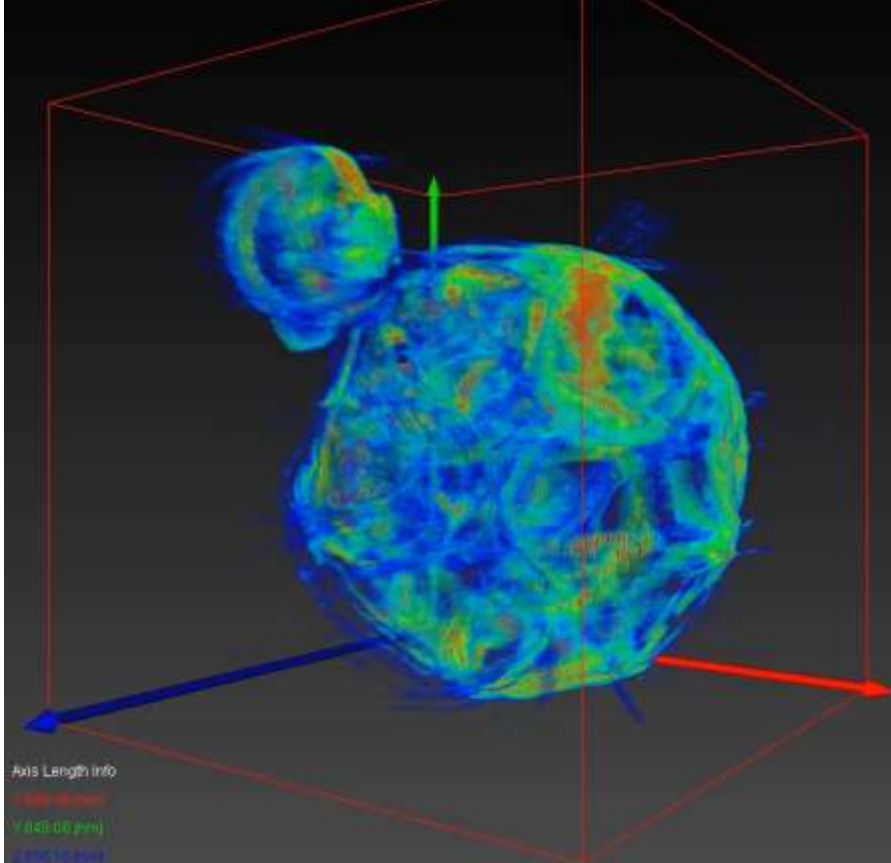


試料提供：広島大学大学院先進理工系科学研究科荻崇准教授

多孔質(Porous)炭素粒子集合体



中空(Hollow)炭素粒子集合体



試料提供：広島大学大学院先進理工系科学研究科荻崇准教授

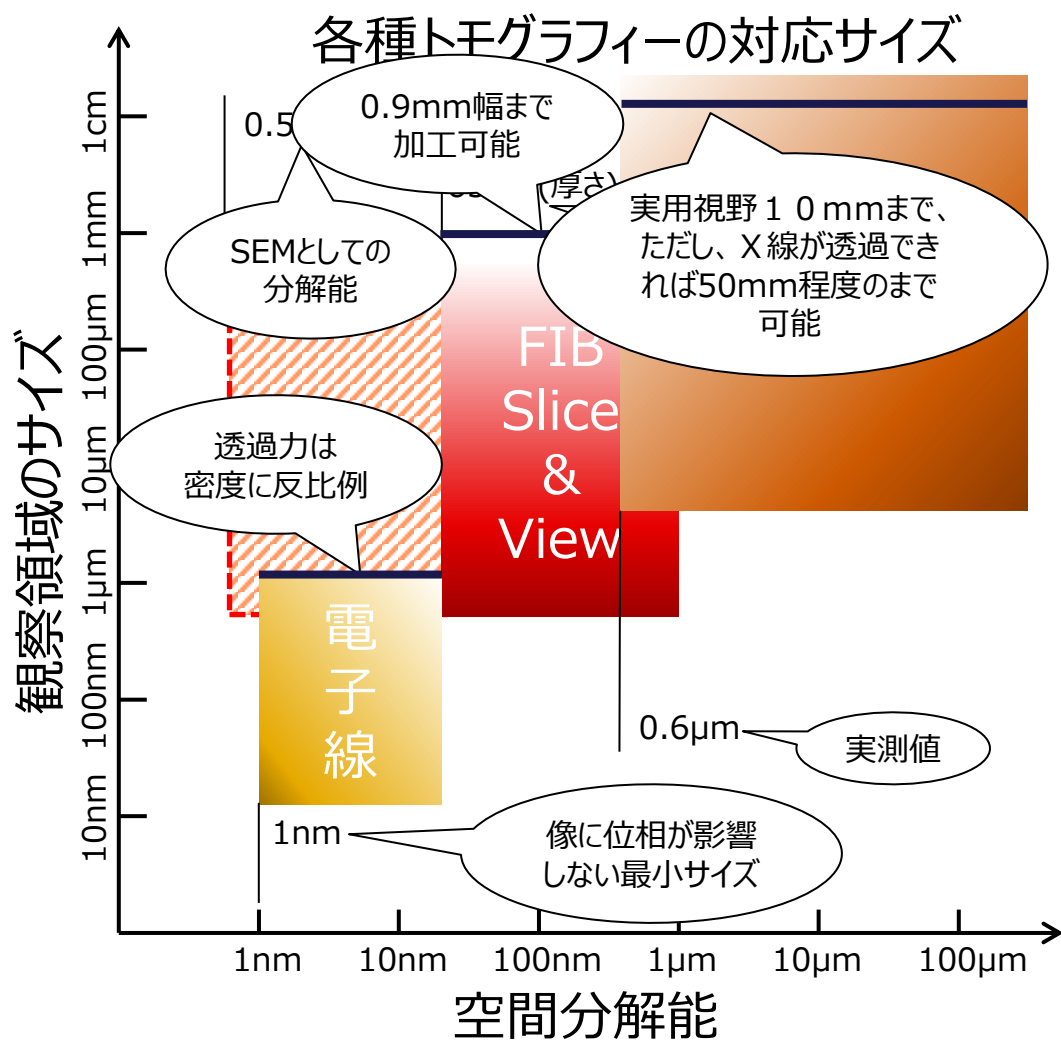
2020/11/25

 Copyright © 2020 Hiroshima Prefecture. All rights reserved.

第2部 - 講演No.3 16

ナノ～マイクロスケール 各種トモグラフィーの特徴

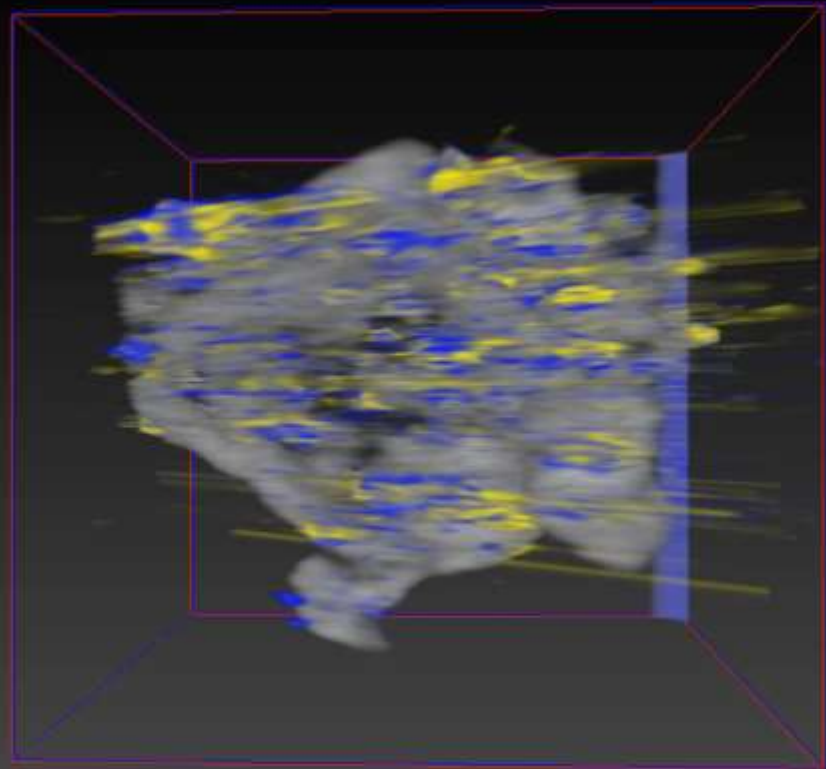
手法／ 使用料/時	撮影時間 ／再構成	得られる三 次元情報
マイクロフォー カスX線 ／ 4,900円	18秒～16時 間／ほぼ自 動～10分	密度 ($\leq 2,048^3$ voxel)
FIB Slice & View ／11,400円	数時間～数 日／半自動 数時間	各種電子像・ 元素マップ+ (ほぼ ∞)
FIB-TOF- SIMS ／同上	10分～数時 間(2.5次元)	質量数 ($256^2 \times \infty$ voxel)
電子線 ／14,100円	2～6時間 ／手動数時 間～数日	電子密度 ($\leq 512^3$ voxel)



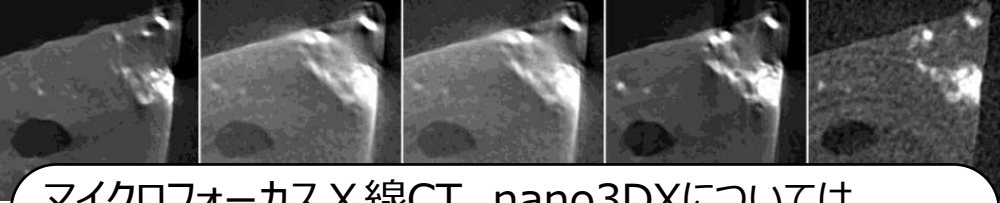
再構成・可視化ソフトが重要

- ・分解能を上げるためには試料を小さく。
- ・ナノ～マイクロ領域の三次元の像質は再構成ソフトのアルゴリズムと回転軸の導出・校正で決まる。
例) ISER法で電子線トモグラフィーの必要枚数が100枚超→10枚程度に。
- ・膨大なデータ量。
- ・Tomoshop・TEMography・ExFactVR2.1・Image Pro 3D module・Avizo

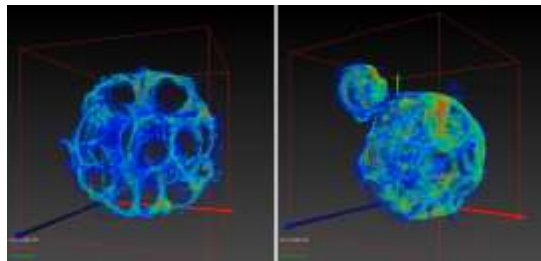
アルミナ担持(グレー)Pd(黄)Pt(青)触媒



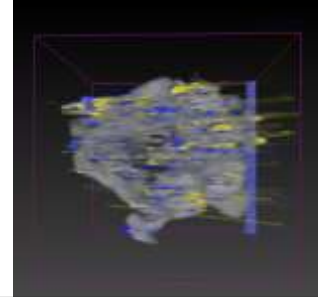
東北大学先端電子顕微鏡センターで撮影



マイクロフォーカスX線CT nano3DXについては
西部工業技術センター研究報告No.63(2020)
「サブミクロン領域 X 線 CT 断層像への線質の影響」
<https://www.pref.hiroshima.lg.jp/uploaded/attachment/407534.pdf>



電子線トモグラフィーについては
西部工業技術センター研究報告No.58(2015)
「自己組織化カーボン微粒子構造体の電子線トモグラフィー観察」
<https://www.pref.hiroshima.lg.jp/uploaded/attachment/190612.pdf>



STEM-EDS元素マップトモグラフィーについては
西部工業技術センター研究報告
No.61(2018)
「貴金属担持触媒の3次元元素マップ」
<https://www.pref.hiroshima.lg.jp/uploaded/attachment/328995.pdf>

まてりあ (Materia Japan) - 第57巻 第12号
2018年12月
「貴金属担持触媒の3D 元素マップ」
<https://www.jim.or.jp/journal/m/pdf/3/57/12/617.pdf>

文部科学省ナノテクノロジープラットフォーム事業(東北大学微細構造解析プラットフォーム)の支援を受けて実施

【お問合せ先】

広島県立総合技術研究所 西部工業技術センター
生産技術アカデミー 技術支援担当

E-mail: sgagijutsu@pref.hiroshima.lg.jp

URL: <https://www.pref.hiroshima.lg.jp/soshiki/28/>
→ 「お問合せホームはこちらから」 をクリック

TEL: 082-420-0537