

実験装置担当者の仕事紹介

—電子顕微鏡を例に—

共通機器部門 共通利用機器管理班

前田 誠

1. はじめに

実験装置担当者は実験室で、一人で仕事をする事が多く、ほかの技術職員と接する機会が少ない。日常的な接点は少なくとも、技術職員同士が互いの業務内容を理解していることは重要である。そこで、本稿では装置担当者の業務内容を紹介し、その理解の助けとなれば幸いである。

2. 担当装置の紹介

筆者の担当装置は電子顕微鏡が二台、電子顕微鏡用の試料作製装置が三台である。各装置の概要を以下に述べる。

(1) 電子顕微鏡

小・中学校の理科室にある光学顕微鏡は可視光と凸レンズを用いて拡大像を得ている。それに対して、電子顕微鏡は電子と電磁レンズを用いて拡大像を得ている。顕微鏡でどれくらい小さいモノを見ることができるのか？は、情報伝達の媒体として利用している物質(今の話だと、可視光や電子)の波長に大きく依存する。可視光の波長は 400～700 nm (1 nm = 0.000000001 m) だが、電子の波長は 0.0025 nm (200KV の電圧で加速した場合)である。近年、ナノマテリアルという言葉に象徴されるように、ナノオーダーでの物質制御を目的とした研究が活発に行われている。それに伴い、ナノオーダーでの物質評価の重要性が増している。そして、ナノオーダーでの観察・分析に最も有効な装置の一つが電子顕微鏡である。著者は、走査型と透過型の二種類の電子顕微鏡の管理・運用を担当している。以下に各装置の概要を示す。

① 走査型電子顕微鏡 (SEM; Scanning Electron Microscope)

走査型電子顕微鏡とは、試料表面に電子線を走査させることで、試料表面から発生する様々な情報を取得できる装置である。具体的には、試料表面の凹凸や化学組成などを知ることができる。SEM は電子線の発生方法の違いによって、汎用 SEM と FE-SEM (Field Emission SEM) に分けられる。FE-SEM は汎用 SEM と比べて、電子密度が高く、平行性の高い電子線を生み出すことができる。このため、FE-SEM は汎用 SEM に比べて高分解能である。さらに、電子線密度が高いため低加速電圧であっても十分な信号量を得ることができる。

② 透過型電子顕微鏡 (TEM; Transmission Electron Microscope)

透過型電子顕微鏡とは、試料を透過した電子線から情報を取得できる装置である。SEM が試料表面の情報を得られるのに対して、TEM は試料内部の情報を得ることができる。具体的には、結晶・非結晶の判別、結晶の場合はその構造に関する様々な情報(転位や欠陥などの結晶構造の歪みに関する情報など)が得られる。

(2) 蒸着装置

電気を通さない試料(不導体)は、電子を利用した電子顕微鏡では観察・分析することができない。そこで導電性を持たない試料に後付で導電性を持たせられるのが蒸着装置である。著者は、イオンスパッター、カーボンコーター、オスmiumコーターの三台の蒸着装置を担当している。蒸着装置の基本原理は何らかの導体を試料表面に付着(吸着)させることで、導電性を確保することである。導体として何を選択するのか、またどのような手法で導体を試料表面に付着(吸着)させるのかの違いにより、様々な蒸着装置がある。装置の操作そのものは簡便であるが、試料と装

置の特性を正しく把握していないと上手く蒸着できない場合がある(試料によっては前処理が必要)。蒸着の出来不出来が後の電顕観察に大きく影響するため、蒸着作業は大変重要である。

3. 実験装置担当者の仕事紹介

装置担当者の仕事は担当装置の管理・運用を行うことである。担当装置を効率よく稼働させ、できるだけ多くの研究のサポートを実行することが求められている。主な仕事内容を以下に記す。

(1) 各装置のメンテナンス

各装置の点検は必ず毎日行う。電子顕微鏡の場合は、各所の真空計の値、異常動作音の有無などを確認する。現在の分析装置は大部分がブラックボックス化されており、ユーザー(管理者も含む)が得られる情報は限られている。その僅かな情報から異常を発見するには、日々の点検によって積み重ねられる経験と知識が必須である。毎日欠かさず点検することで、故障の早期発見や適切なタイミングでのオーバーホールが可能となる。

(2) 直接分析のサポート

直接分析とは利用者自身が装置を操作して、観察・分析を行うことである。規定の手続きを終え、簡単な講習を受講すれば誰でも直接分析を行うことができる。従って、装置の扱いに不慣れな利用者も少なくない。そこで、利用者の知識・技術レベルに合わせたサポートを心掛けている。以下に詳細を述べる。

① その装置で何ができるかを伝える(初心者向け)

講習を受けただけの利用者は装置の基本的なことも把握しきれないことが多い。そういった利用者には、まず装置の基本的な仕組みを理解してもらるように指導している。装置の基本的な仕組みを理解する利点は、主に二つある。一つ目は、その装置からどのようなデータが取得可能かを理解できる。二つ目は、何をすればいけないのかが理解できる(何をすると装置を壊すかもしれないのかがわかる)。

② 装置の上手な扱い方を教える(初級者向け)

装置の基本的な仕組みを理解し、マニュアル通りの操作を行えるようになった利用者へは、一歩進ん

だ装置の扱い方を指導している。各装置のマニュアルには、基本的な利用方法しか記載していない。取得したいデータを得るのに最適な条件・設定で観察・分析を行うには、そのデータや試料の性質に合わせたもう少し手の込んだ条件設定や操作が必要である。こういった少し複雑な条件設定の方法は講習会の中で話しても、受講者には実感が薄く、退屈な時間を与えるだけである。従って、利用者の知識・技術レベルが上がるのを待ってから、説明を行うようにしている。

③ 中級者(上級者含む)の相談に応じる

初心者や初級者だけでなく、装置の扱いにある程度熟達した中級者以上の相談にも応じる。彼らの相談に応じるのは簡単ではないが、その反面彼らから信頼が得られると利点も大きい。装置の扱いに慣れた中級者は、装置の些細な異変にも気づき、それを我々担当者に報告してくれる貴重な存在である。

(3) 依頼分析の対応

依頼分析とは装置担当者が装置を操作し、利用者の依頼にもとづいて観察・分析を行うことである。依頼分析の試料は多種多様である。例えば、カーボンナノチューブ、機能性ポリマー(様々な触媒を担持させたポリマー)、ナノマテリアル(金ナノ粒子、銀ナノ粒子など)、半導体基板、生物試料(著者は基本的に無機物系の依頼が多いが、昆虫や微生物試料等の依頼を受けることが稀にある)、鉱物試料、実験回収試料などである。これらの試料を以下の手順で観察・分析している。

① 打ち合わせ

著者は電子顕微鏡の専門家であるが、持ち込まれる試料に関しては素人同然のことも少なくない。そのため、新規の依頼分析の際は事前に入念な打ち合わせを行う。その際には試料のサイズ、量、化学組成、導電性、揮発性などの性質と、依頼者がどのようなデータを求めているのかを確認する。依頼者は電顕に関する十分な知識を持っていないことが多いので、どのようなデータが取得可能か、試料の作製方法等も、その場で丁寧に説明する。

② 試料作製

観察・分析の進め方が決まったら、その手法に合わせて試料作製を行う。電顕観察がうまくいくか、否かは試料のできに大きく左右される。そのため試料作製には細心の注意を払う。依頼者自身に試料作製をお願いすることもあるが、その場合でも助言を必ず行う。工学系の依頼は、研究室内で合成した新素材が試料であることも多い。このような場合は、最初から最適な手法で試料作製を行うことは難しいが(試料の性質がはっきりとわからないので)、これまでの経験を生かし、トライ&エラーを積み重ねながら最適な手法を発見していく。

③ 観察・分析

観察・分析は依頼者同席で行う。電顕による主な取得データは、二次電子像や透過電子像などの画像である。その画像のどこに注目すべきかは、依頼者本人しかわからないことが多いため、必ず同席するようお願いしている。

④ データの解釈, 解析方法

前述のように得られるデータは主に画像である。その画像には膨大な量の情報が含まれるが、それを読み解くには少し特殊な知識が必要である。多くの利用者(特に学生)は、画像から定量的なデータを引き出すという作業を経験したことがない。例えば、ある粒子の平均系を求める場合、倍率をいくつに設定し、画像を何枚撮って、粒子をいくつ数えれば妥当なデータが得られるのか? このような問題を考えたことのある利用者は少ない。しかし、利用者の多くは画像から何らかの定量的なデータを引き出す必要がある。そこで、単純にデータを利用者に提供するだけでなく、その解釈や解析の仕方に関しても助言を行う。特に TEM によって得られる画像(明視野像, 暗視野像, 回折像など)は正確な知識がないと、像を正しく解釈することができない。

(4) その他の仕事

① 講習会の開催

装置の講習会は毎年5月末から6月にかけて行う全学講習会と、利用者の希望に応じてその都度行う個別講習会との二つがある。講習会では以下のことを重点的に伝達している。

i) センター利用のルール説明: 講習会参加者の多くは学部四年生であり、共同利用実験施設を利用するのは初めてのことが多い。そのためセンター利用に関する基本的なルール説明を丁寧に行っている。

ii) 禁止事項の伝達: 受講者の多くが実際に装置を利用しにやってくるのは秋頃である。仮に講習会で装置の扱い方を懇切丁寧に指導しても、実際の利用まで間延びしてしまうため、その効果は薄い。加えて自分で装置に触れないことには、装置の仕組みを実感することは難しい。そこで、講習会では装置の扱い方よりも、禁止事項の説明に力点を置いている(「こういった操作をすると重大なトラブルが発生する可能性があります。その際には、研究室に修理費を請求することもあり得ます。」)。こういう話をしておくと、秋口に初めて装置を利用しに来た利用者のほとんどが、初めてで不安なので一緒に測定してほしいと著者のところに来てくれる。細かなことではあるが、装置担当者の知恵である。

iii) 装置担当者の顔を覚えてもらう: 前述したように、講習会だけで利用者に十分な知識と技術を伝達することは難しい。従って、講習会後も、装置担当者のサポートが必要である。継続してサポートを行うための第一歩が、利用者に装置担当者の顔と連絡先を知ってもらうことだと考えている。

② 装置の仕組みを説明したレジュメの配付

前述したように講習会では、装置の仕組みを事細かには説明しない。直接分析の際には、利用者の知識・技術レベルに合わせて装置の仕組みを段階的に説明しているが、十分な説明ができていないと断言できない。そこで、利用者が装置の仕組みを学習できる機会を増やすために、実験室に装置の仕組みを説明したレジュメを設置している。利用者にレジュメを持ち帰ってもらい、十分に時間を掛けて自学することで、装置への理解度を深めてもらうことが狙いである。

③ 技術・知識レベルの向上

装置の持つ性能が100%発揮されるか、否かは担当者の技術・知識に大きく左右される。そのため、装置担当者には装置に関する高い技術・知識レベルが

必要とされる。さらに、持ち込まれる試料に関する知識も、装置同様、大変重要である。特に、共同利用実験施設では、多種多様な試料が次々と持ち込まれるため、担当者の知識量の差が表面化しやすい。従って、装置担当者は装置と試料に関する知識・技術を常に向上させる必要がある。

4. おわりに

以上、簡単にではあるが装置担当者の主な仕事内容を説明させて頂いた。拙い説明ではあるが、皆様の理解の助けになれば幸いである。