

論文 / 著書情報
Article / Book Information

論題(和文)	走査電子光学系を用いる分析機器での微小領域材料評価技術を通じた研究・教育支援
Title(English)	
著者(和文)	多田大
Authors(English)	Masaru TADA
出典 / Citation	TCカレッジ TC論文
発行日 / Pub. date	2023, 3

令和4年度 TC論文

走査電子光学系を用いる分析機器での
微小領域材料評価技術を通じた研究・教育支援

東京工業大学
オープンファシリティセンター
TCカレッジ 材料評価コース
多田 大

第1章 緒言

- 1-1. 本学および分析部門（大岡山）における材料評価支援体制
- 1-2. 高度技術人材育成
- 1-3. 材料評価系 TC 像と申請の経緯
- 1-4. 本論文の構成

第2章 微小領域元素分析技術での研究支援事例

- 2-1. 取り扱う分析機器
- 2-2. ゼオライト粒子の断面作製とオージェ電子を用いた高分解能元素マッピング（謝辞記載論文）
- 2-3. 多孔性球体の断面作製と EPMA を用いた元素マッピング（謝辞記載論文）
- 2-4. AES、EPMA を用いたセラミックス焼結体の元素分析（共著論文）

第3章 「材料評価のワンストップ窓口」へ向けた業務改善の試行

- 3-1. 機器選定の補助
- 3-2. 面談時の留意点

第4章 大学院授業と連携した共通設備の使用率向上の企画立案。

- 4-1. 2022 年度授業実施状況
- 4-2. SEM 基本操作方法の指導内容

第5章 まとめと展望

- 5-1. 第2章まとめ
- 5-2. 第3章まとめ
- 5-3. 第4章まとめ
- 5-4. 研究支援の展望

参考文献

研究支援業績

謝辞

1. 緒言

1-1. 本学および分析部門（大岡山）における材料評価支援体制

東京工業大学では2020年4月に全技術職員から構成されるオープンファシリティセンター（以後 OFC）が創設された。本センターは設備共用の促進、学生教育支援及び技術に関する専門的業務を通じて大学の発展に寄与することを目的としている¹⁾。

OFC は設備共用の統括、利用窓口の一本化、整備計画の策定、技術職員の育成、学外利用の促進をミッションとし、研究基盤戦略室、各種施設および発展的解消した旧技術部から引き継がれた各部門（図1-1-1）で構成される。

分析部門（大岡山キャンパス）は1950年頃に設立された研究協力部研究協力課の共通施設を前身とし²⁾、2022年現在は線回折装置（XRD）、透過型電子顕微鏡（TEM）、走査電子顕微鏡（SEM）などを主力に50台あまりの材料分析機器および試料作製機器を10名の技術職員で管理・運用して材料評価を中心とした研究教育支援を行っている。

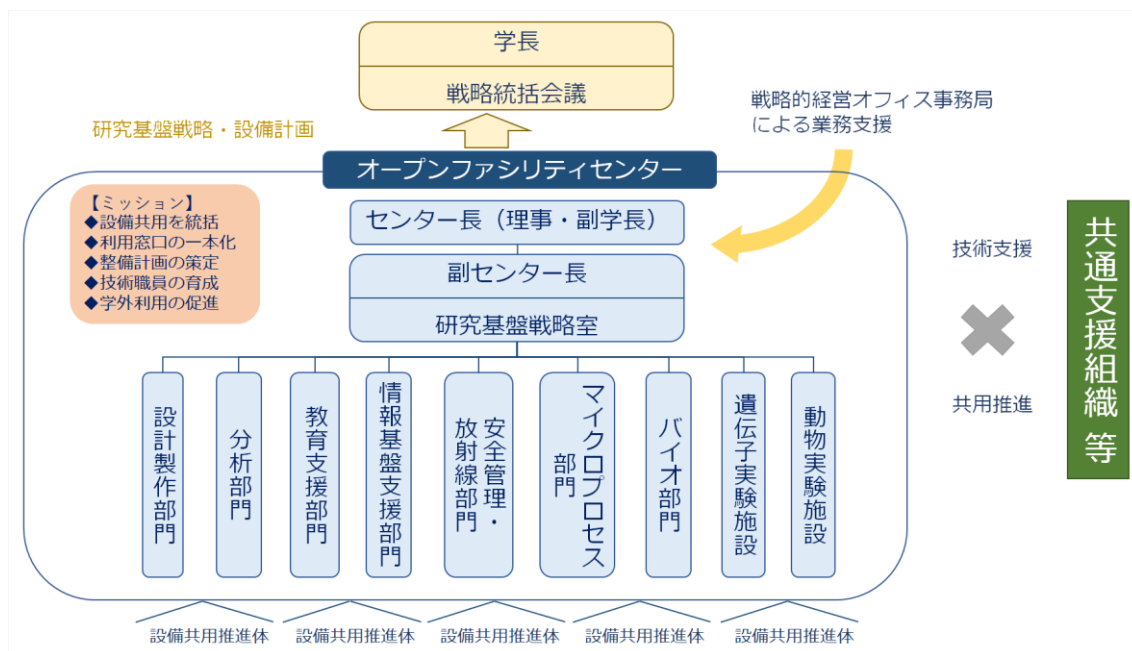


図1-1-1 OFC 組織図（OFC ホームページより転載）

1－2．高度技術人材育成

第5期科学技術基本計画³⁾では研究基盤を支えるキーワードとして「共用」が打ち出され、様々な先端研究基盤共用促進事業が実施された中、共用化の拡大のために必要な技術職員の人材不足が浮き彫りになり、技術職員のスキルアップが実施要件に含まれる先端研究基盤共用促進事業が公募された。

令和2年度、OFCは全学設備共用、技術職員育成を主軸とした「先端研究基盤共用促進事業（コアファシリティ構築支援プログラム）」に採択され、東工大TC*カレッジ（以下TCカレッジ）を含む6つの革新的研究基盤戦略（図1－2－1）を掲げた次世代研究基盤戦略の実施組織と位置付けられた⁴⁾。

TCカレッジは本学技術職員を含む高度技術支援者の育成を目的としてOFC内に設置され、「バイオコース」「構造解析コース」「材料評価コース」「設計製作コース」の4コースが令和2年度から試行的に開講されている⁵⁾。

*TCとはテクニカルコンダクター（Technical Conductor）の意で、東工大で新設した称号

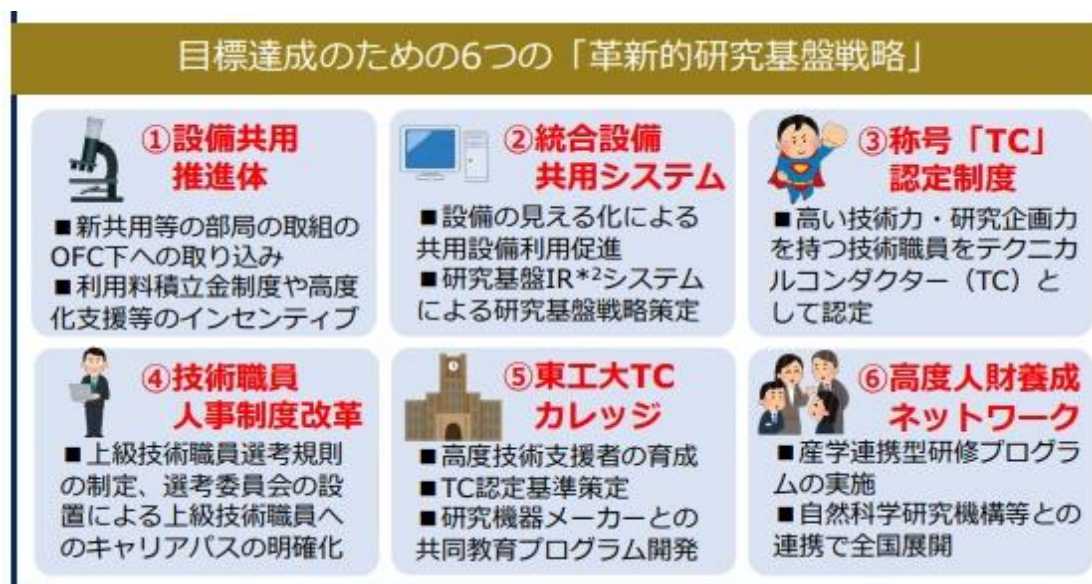


図1－2－1 OFCにおける6つの革新的研究基盤戦略「先端研究基盤コアファシリティ構築支援事業概要（文部科学省 研究開発基盤部会（第6回）配布資料（2020.7.15）より抜粋）」

1－3．材料評価系 TC 像と申請の経緯

材料評価コースでは TC の目指すべきあり方を下記のとおりに示し、高度技術人材育成カリキュラムが提供されている。

材料評価系 TC

目指すべき TC 像

材料の性質や機器分析/物性評価についての広い知識を有するとともに、深い専門知識と高度な分析技術をあわせ持つことで、材料分野に関する最先端研究にコミットする。物質・材料に対する多角的視野と高い技術力で保有資源に付加価値を与える。「材料評価のワンストップ窓口」として研究者からのニーズに応えるべく、研究者や装置メーカーとの協働を進め、利用者満足度の高いサービスを提供する。中長期的な組織運営に貢献する設備投資方針の提案や次世代技術者育成にも積極的に取り組む。

材料評価系 TC 目指すべき TC 像 「東京工業大学オープンファシリティセンターHP より転載」

申請者は2001年3月に学位取得し、機能性セラミックス関連の研究に従事した後に2011年4月より東京工業大学技術部大岡山分析部門（現オープンファシリティセンター分析部門）へ配属された。

走査電子顕微鏡および試料調整を中心として技術向上の研鑽を重ね、2022年4月現在は表1－3－1に示す分析機器を用いた材料評価で研究・教育支援を行っている。

近年では特に走査電子光学系を有する特性X線分析装置（SEM－EDS、電子プローブマイクロアナライザー）、オージェ分光分析装置を中心に微小領域分析での研究支援を行っている。材料の特性や必要な空間分解能に応じて1 μ m程度までは特性X線、それ以上の空間分解能ではオージェ分光等のように使い分けている。（第2章）

表 1－3－1 研究支援に使用する分析機器

分析機器名	機器詳細
電界放射型走査電子顕微鏡 FE-SEM	JSM-7500F 日本電子
走査電子顕微鏡 SEM	VE-9800 KEYENCE
電子プローブマイクロアナライザー EPMA	JXA-8100 日本電子
電界放射型電子プローブマイクロアナライザー FE-EPMA	JXA-8530F 日本電子
電界放射型オージェ分光分析装置 FE-AES	JAMP-9500F 日本電子
走査プローブ顕微鏡 SPM	SPM-4600 島津製作所
レーザーラマン分光装置 Raman	NRS-4100 日本分光

分析部門では装置の維持管理、分析の相談、装置使用方法の指導、依頼分析対応が主な業務となり、50台以上の機器を10名の技術職員で担当している。

個別に担当する装置の枠を超えた連携を促進させる取り組み（第3章）は材料評価サービスを充実化につながり、材料評価コースの目指すべきTC像にある「材料評価のワンストップ窓口」との関連性は十分高いものであると言える。

また、学内共通設備としての分析機器の活用方法として大学院授業との連携を企画・提案・実施に至った実績（第4章）もあり、材料評価コースのTCの申請に至った。

1-4. 本論文の構成

本論文は材料評価コースが目指す TC 像に則した研究支援および共通機器運用の取り組み事例で構成される。

第1章 緒言

東京工業大学オープンファシリティセンターが担う学内共用設備運営および高度人材教育の役割および材料評価で研究教育支援を行う分析部門を紹介する。

また、テクニカルコンダクター申請の経緯、本論文の構成についてもふれる。

第2章 微小領域元素分析技術での研究支援事例

走査電子光学系を有し平面空間分解能 $1\mu\text{m}$ 程度での分析を得意とする電子プローブマイクロアナライザーと、試料導電性による制限はあるものの 100nm 以下の平面空間分解能での分析が可能なオージェ電子分光分析装置を用いた微小領域元素分析技術での研究支援事例を示す

分析技術のみならず断面試料作製技術や装置独自の特性を生かした実務レベルの装置選択についても述べる。

第3章 「材料評価のワンストップ窓口」へ向けた業務改善の試行

材料評価コースの TC 像に掲げられており、利用者満足度向上を目標とする「材料評価のワンストップ窓口」を現在の業務に対応させることを目的に、利用者の潜在ニーズ探索および部門内の分析技術を総合的に提供する業務改善の試行内容について述べる。

第4章 大学院授業と連携した共通設備の使用率向上の企画立案。

共通設備として運用している走査電子顕微鏡の使用率向上を目的とした大学院授業との連携を企画・立案した事例を示す。

授業で指導する走査電子顕微鏡の基本的な操作方法の具体例についても述べる。

第5章 まとめと展望

各章のまとめ、および今後の研究支援の展望について述べる。

第2章 微小領域元素分析技術での研究支援事例

本章では分析部門で管理運用する分析機器の中でも特に走査電子光学系を備え、微小領域の元素分析を特徴とする EPMA および AES を中心とした研究支援事例を示す。

2-1 本章で取り扱う分析機器

<電子プローブマイクロアナライザー (EPMA)>

EPMA は細く絞った電子線を照射し、その微小部から発生する特性 X 線、反射電子、二次電子等を利用して元素分析や組織観察などをする装置である。EPMA と称される製品の多くは波長分散型分光器 (WDS) を搭載している。WDS は約 100 ppm の低濃度元素の検出や精度の高い定量分析が可能である。

分析部門の EPMA (JXA-8100、日本電子社製) は 5 台の WDS と大型ステージを備えており、最大 10 cm 角の大型試料も面分析できる。

<オージェ分光分析装置 (AES)>

AES は試料表面に電子線を照射し、表面 2-3 nm から放出されるオージェ電子を検出して元素分析する装置である。分析部門の AES (JAMP-9500F、日本電子社製) は走査型アルゴンイオン銃を搭載しているので深さ方向分析もできる。特性 X 線より高い空間分解能が得られる反面、導電性の乏しい材料の分析には表面が帯電しないよう試料調整などに工夫が必要となる。

<クロスセクションポリッシャ (CP)>

CP(SM-09010CP、日本電子社製)は加工面の法線と直行する方位からアルゴンイオンビームを照射する装置で、半値幅 1 mm のガウス曲線に似た形状の平滑な断面が得られる (図 2-1-1, a))。

アルゴンイオンを使用するのではんだ/銅界面のような金属の接合界面も砥粒の食い込みの無い断面が容易に作製できる (図 2-1-1, b))。

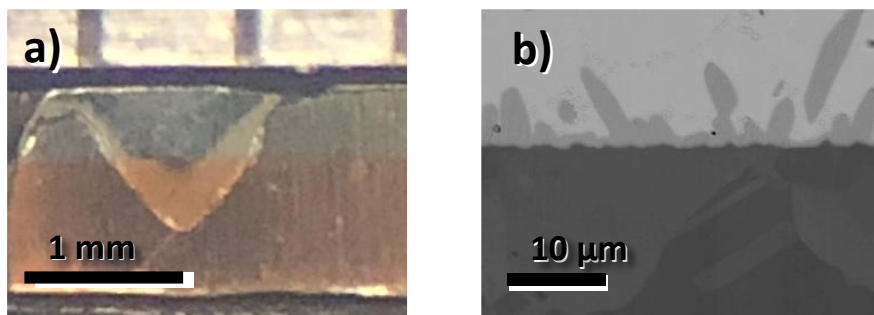


図 2-1-1 CP で作製したはんだ/銅界面の断面、a)実態顕微鏡像、b)反射電子顕微鏡像 (組成像)

2-2 ゼオライト粒子の断面作製とオージェ電子を用いた高分解能元素マッピング（謝辞記載論文）

炭素充填ゼオライト表面にゼオライトを修飾したコアシェル粒子断面の元素分布をオージェ分光分析法で評価した結果が *Journal of Catalyst* に掲載され、謝辞記載された支援例を紹介する。

<オージェ電子・特性 X 線の発生領域比較と分析手法決定>

オージェ電子は固体内の平均自由行程が極めて短く、深さ方向で数 nm、面内方向で数十 nm の空間分解能で元素分布を評価できる。

オージェ電子と同じく細く絞った電子線を照射して元素分析する特性 X 線の発生領域は加速電圧に比例して空間分解能が向上するが、加速電圧を下げすぎると特性 X 線が発生しなくなるので対象元素の臨界励起電圧、推奨励起電圧を考慮して設定する必要がある。ゼオライトの比重は約 2 g/cm^3 でゼオライトの主成分である Si と Al の推奨励起電圧はそれぞれ 4.6 kV, 3.9 kV である。

加速電圧 5 kV で励起した場合、特性 X 線発生領域は $0.42 \mu\text{m}(\text{Si})$, $0.45 \mu\text{m}(\text{Al})$ と算出された。複合粒子は $5 \mu\text{m}$ 程度であり、シェルの厚みとコアの大きさが同程度であった場合でも $2 \mu\text{m}$ 程度の領域を区別することが求められることからシェルとコアの境界を明瞭に像出するにはオージェ分光分析が有利であると判断した。

<クロスセクションポリッシャ（CP）を使用した絶縁性粒子の断面試料調整>

オージェ分光分析は高い空間分解能で元素分布を評価できる反面、ゼオライトのような絶縁性の高い物質の分析には薄体化や評価面の高傾斜による帯電防止方法など試料調整に工夫が求められる

粒子の断面試料を作製には一般的に樹脂と混錬・硬化処理を行う。しかし評価対象元素に炭素を含むため、樹脂包埋ではなく溝を掘った導電性基材に粉末をすり込んで固定し、クロスセクションポリッシャでの断面作製を試みた。

基材には下記条件を満たす Y 型圧着端子（図 2－2－1）の端子舌部を採用した。

- ・炭素を含まない
- ・導電性を有する
- ・純度が高い
- ・入手が容易
- ・加工が容易



図 2－2－1 CP 基材に用いた Y 型圧着端子

手順1. Y型圧着端子から基材（端子舌部）をニッパーで切り離し（図2-2-2, a）、耐水ペーパー（#800）で被覆層を除去する（図2-2-2, b）。

圧着端子表面を被覆している錫は融点が231.9℃と低く、アルゴンイオンでの加工中に加工領域周辺温度の上昇で融解して観察面に回り込んでしまう可能性があるため事前に除去する。



図2-2-2 CP基材のa)切り離し,およびb)被覆層除去

手順2. バイスに固定して（図2-2-3, a）CP加工面を精密平面研磨機（ハンディラップ）を用いて耐水ペーパー（#2000）で仕上げる。砥粒や汚れは超音波洗浄で除去する（図2-2-3, b）。

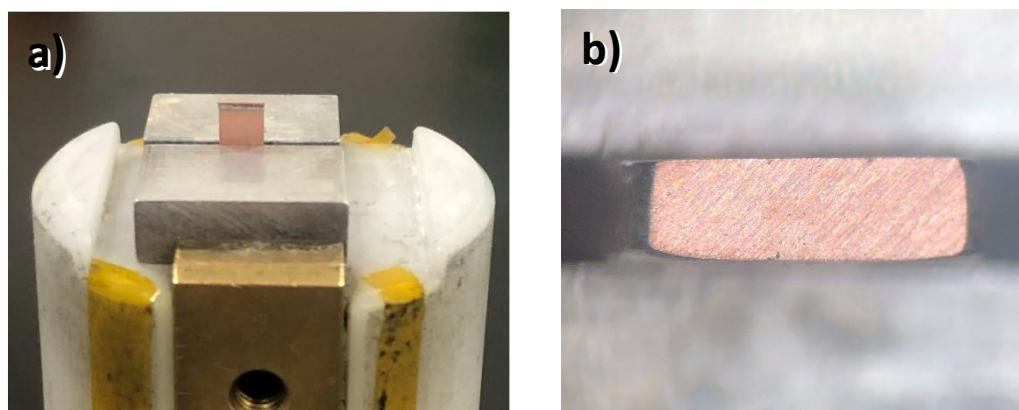


図2-2-3 a)精密平面研磨機用バイスに固定した基材と、b)耐水ペーパーで仕上げた加工面

手順3．実体顕微鏡観察下で CP 加工面にカミソリの角を押し込み、粉末を充填する溝を作る（図2-2-4, a)）。

5 μm 程度の粒子が銅と隣接してチャージアップを防ぐ効果を狙う。

標本数を増やすために溝は CP 加工面内に複数作る（図2-2-4, b)）。

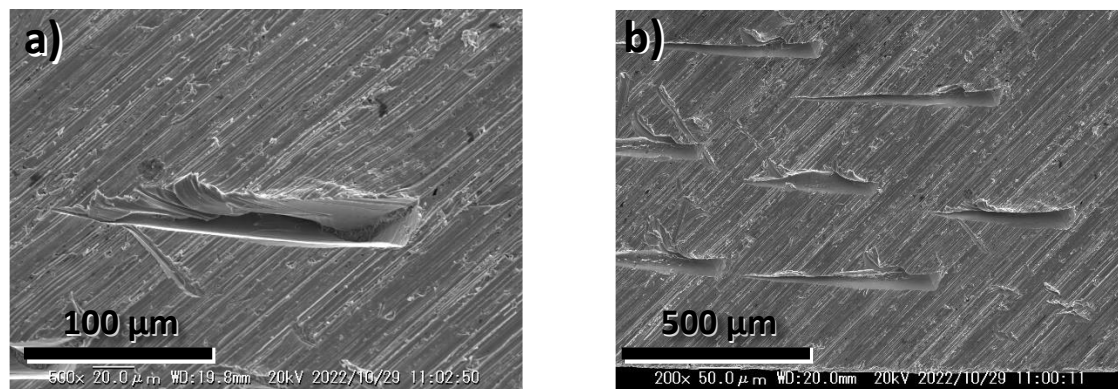


図2-2-4 a)カミソリの角で基材に作製した溝、b)CP 加工面に複数作製した溝

手順4．溝に粒子を刷り込み CP 加工を行う。

深さ 50 μm 程度になっている溝が残るよう、試料突き出し距離は 20 μm 程度になるよう調整する。

<オージェ分光分析法による元素分布評価>

作製した粒子断面をオージェ分光分析法で評価した結果を示す。

二次電子像で得られたコントラストとオージェ電子マッピング結果に相関が得られた (図 2-2-5, c), d)。

線分析の結果、コアの C/Si 比がシェルより優位に大きく出ていることが示され、シェル層はおよそ 500 nm と見積もられた (図 2-3-4, b))。

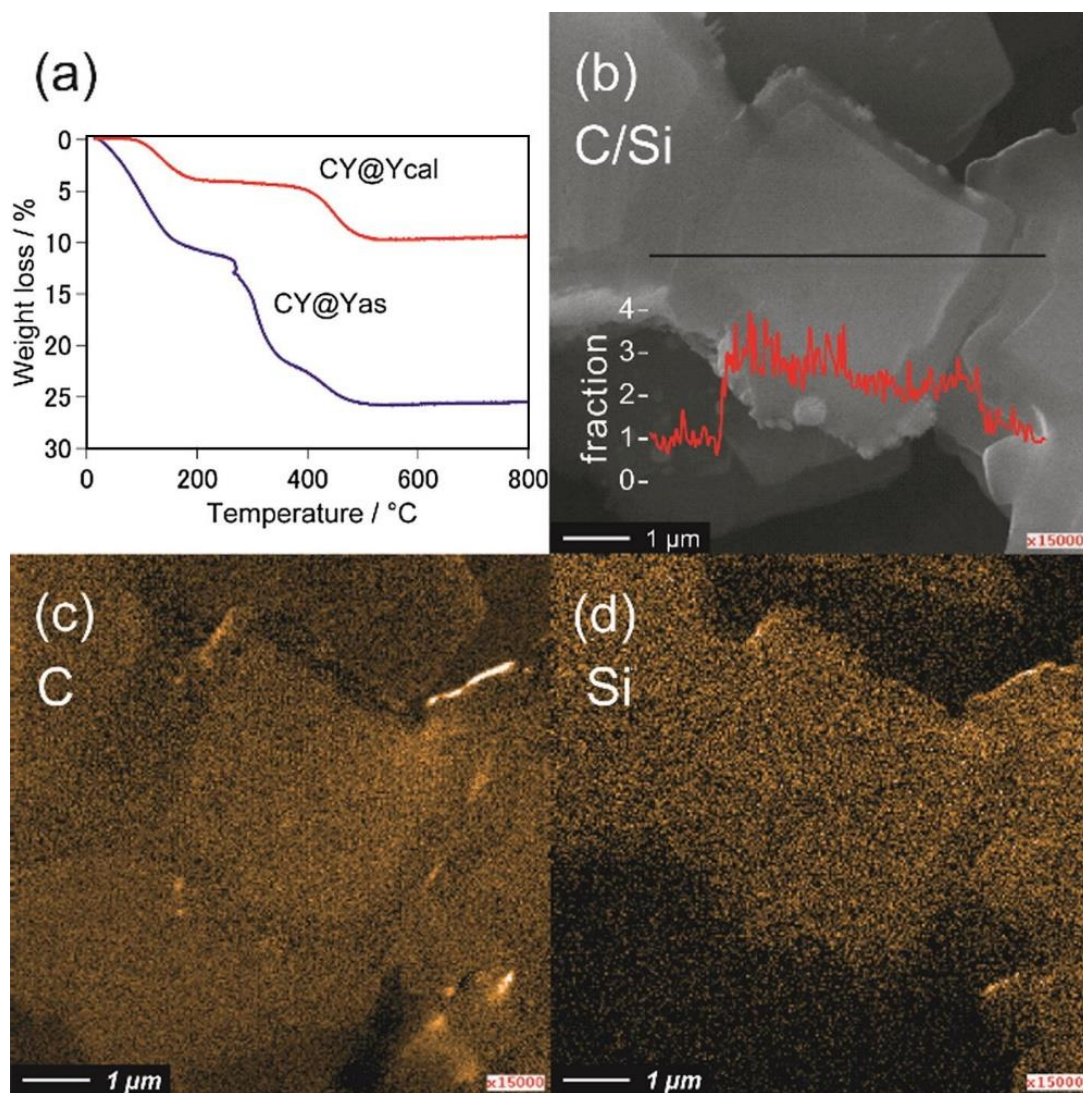


図 2-2-5 (a) Thermogravimetric analysis of (upper) CY@Ycal, (lower) CY@Yas in air (5 °C/min) and Auger Electron Spectroscopy of CY@Ycal, (b) line profile (black line) and intensity fraction (red line), and (c and d) mapping of the core-shell zeolite for C and Si. [Reprinted with permission from Mochizuki et al. J. Catal. 323, pp. 1-9(2015). Copyright 2014 Elsevier Inc.]

2-3 多孔性球体の断面作製と EPMA を用いた元素マッピング（謝辞記載論文）

多孔体粒子断面の炭素分布を EPMA で評価した結果が *Journal of Applied Physics D: Applied Physics* に掲載され、謝辞記載された支援例を紹介する。

<多孔性球体の断面作製方法の検討>

評価対象となる材料は金属ニッケルと酸化アルミニウムで構成される直径 3mm の多孔性球体である。触媒反応後の球体内に生成する炭素を特性 X 線で可視化して比較するため、断面作製方法を検討した。

一般的に SEM-EDS で評価する材料の断面は平滑であることにメリットが多く、作製には機械研磨が多用される。また、多孔性材料を機械研磨する際には樹脂を空隙に浸潤させて構造を保持する方法がとられる。

しかし、今回の材料は球体内部の炭素分布評価が目的なので炭素を主成分とする樹脂が球体内部に浸潤すると元の材料由来の炭素が判断できなくなる。

前節で使用したクロスセクションポリッシャは多孔体でも加工できるが、一度の加工で直径 3mm の球体の断面作製は難しい。

そこでカミソリを使った割断で球体の断面を作製した。

<EPMA を用いた炭素のマッピング>

100 mm x 100 mm の領域に複数試料を設置し、EPMA (JXA-8100) で炭素をマッピングした結果を図 2-3-1 に示す。カミソリで半分に切断した試料はカーボンテープ上に配した。

図 2-3-1 (c) 下部のように大きな欠損がある箇所は切断時にチッピングが生じて傾斜補正では補正しきれない高さの変化があったためであるが、全体として比較するに十分な平面が得られていることが見て取れる。

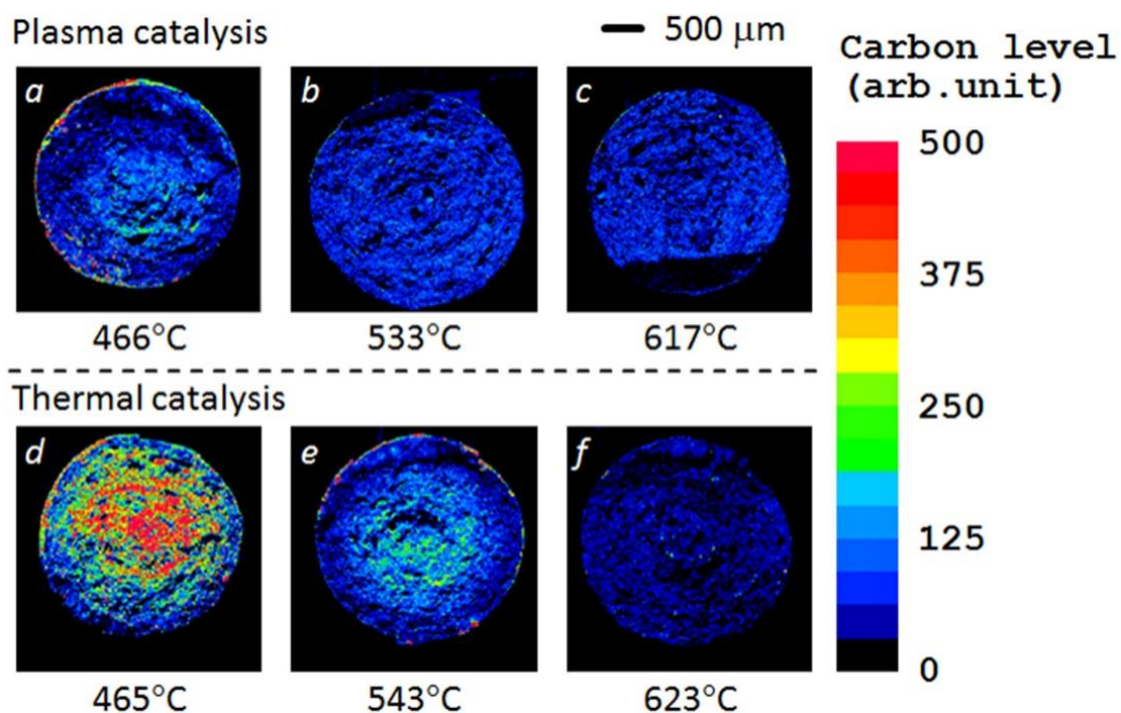


図 2-3-1, Carbon distribution over the 3 mm spherical pellet cross-section after 60 min reforming: plasma catalysis: (a)–(c) and thermal catalysis: (d)–(f), respectively. [Reprinted with permission from Kameshima et al. J. Phys. D: Appl. Phys. 51, 114006(2018). Copyright 2018 IOP Publishing Ltd]

2-4 AES、EPMA を用いたセラミックス焼結体の元素分析（共著論文）

セラミックス焼結体を AES、EPMA を使用して多角的に分析し、研究者との議論を通じて共著として *AIP Advances* に掲載された事例を示す。

<想定外の発見>

セラミックス焼結体破断面を FE-SEM で電子顕微鏡観察して Ba 置換量に応じた一次粒子の増大を確認した。母相の (Ba, Sr)RuO₃ は導電性を示すため導電処理は行っていない。二次電子像で粒子表面に不定形の組織を確認した（図 2-4-1, b, e, h））が反射電子像（組成像）ではコントラストが消失した（図 2-4-1, c, f, i））。二次電子は数十 eV 程度の低いエネルギーの電子で固体内平均自由行程が短いため固体最表面の凹凸・電子密度等が強く反映される。一方、入射電子と同じ数 keV 程度の高いエネルギーを持つ反射電子は二次電子に比べてより内部の情報を含めた平均電子密度を反映したコントラストを与える。このことから断面表面の不定形組織は極薄膜である可能性が示唆されることを支援先に共有した。

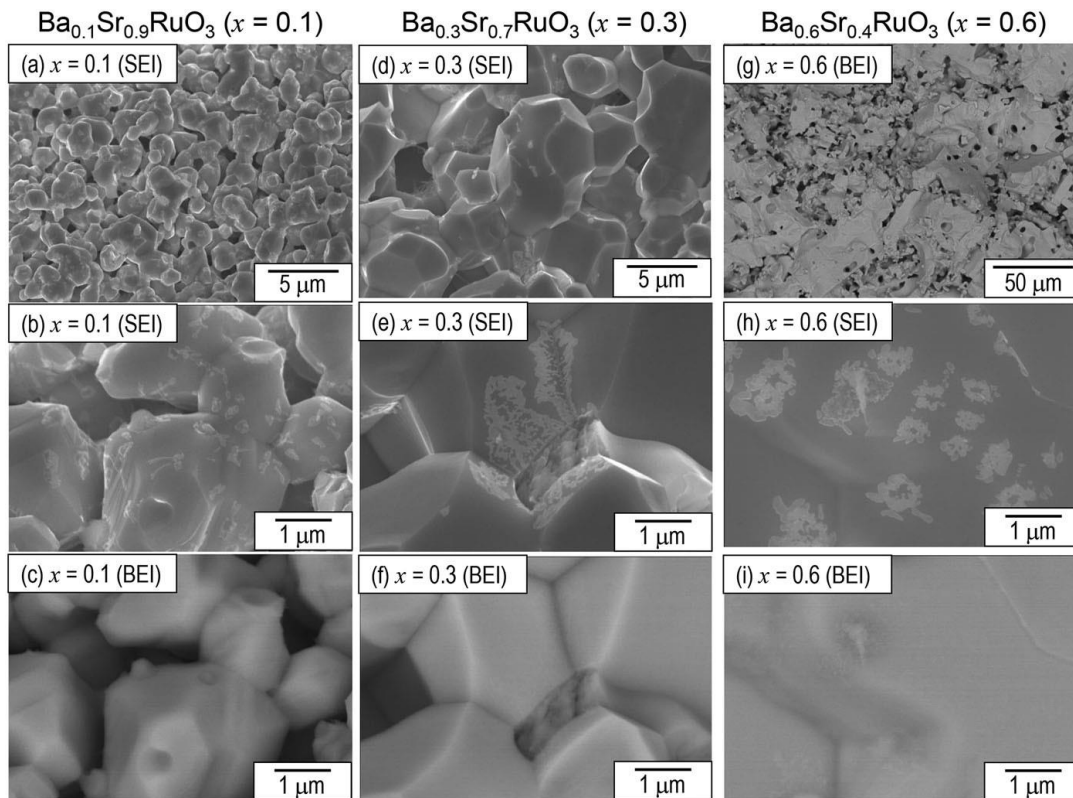


図 2-4-1 Microstructure and morphology observed by scanning electron microscopy of the ceramics of Ba_xSr_{1-x}RuO₃ sintered at 1,400°C for 12 h with the sintering aid: (a-c) x = 0.1, (d-f) x = 0.3, and (g-i) x = 0.6. SEI and BEI denotes secondary electron image and backscattered electron image, respectively. [Reprinted with permission from Noguchi et al. *AIP Advances* 8, 115135(2018). Copyright 2018 AIP Publishing LLC]

<不定形組織の元素分析>

仮説を検証するためオージェ電子スペクトルで組成を評価したところ、二次電子コントラストを与えた不定形の組織からは Ba, Sr と O が、その周囲の粒子は Ba、Sr、Ru、O がそれぞれ検出され異なる組成であることを示した (図 2-4-2, b), c))。続いて Ar イオンのスパッタで深さ方向分析することで不定形の領域は 20 nm 程度 (SiO₂ 換算) であることを示した (図 2-4-2, d))。

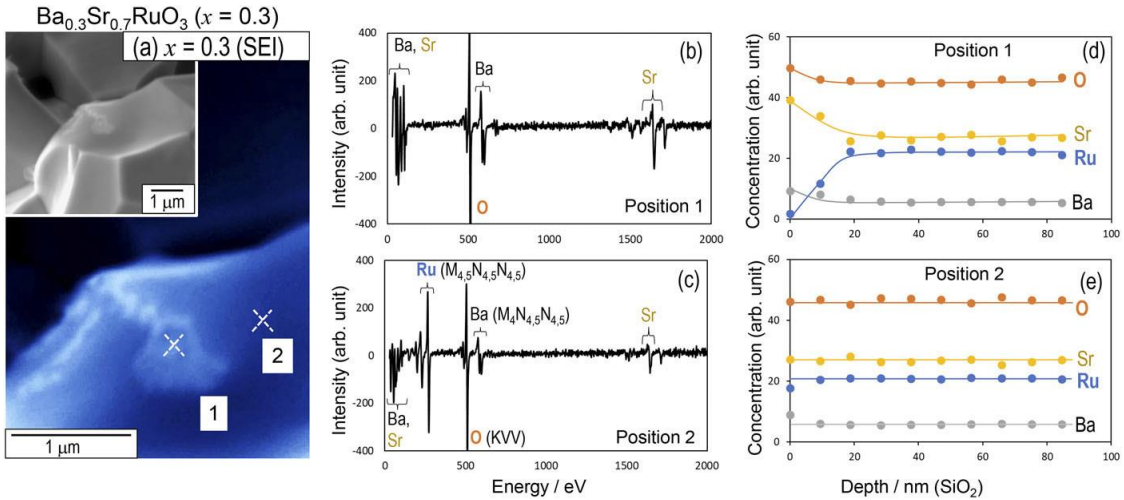


図 2-4-2 Auger electron spectroscopy analysis of the ceramics of Ba_xSr_{1-x}RuO₃ ($x = 0.3$) sintered at 1,400°C for 12 h with the sintering aid: (a) secondary electron image (SEI) of a grain, Auger spectra measured at (b) the position 1 and (c) the position 2 in (a) before etching, depth profiles of the concentrations of the constituent elements measured at (d) the position 1 and (e) the position 2. The image and the inset in (a) are the same with different magnifications. The contrast and sharpness of (a) is adjusted to clearly show the presence of a residuum at the position 1. [Reprinted with permission from Noguchi et al. AIP Advances 8, 115135(2018). Copyright 2018 AIP Publishing LLC]

<粒界組織生じる組織と焼結助剤成分の関係>

焼結助剤の有無と破断面組織を観察した。添加物が無い場合、粒界の不定形組織や反射電子像の組成コントラストが強く付く不純物組織は観察されなかった（図 2-4-3, (a-c)）。Cu の添加によって粒界に不定形薄膜組織が形成され（図 2-4-3 (d-f)）、SiO₂ の添加によって粒子状で低い反射電子コントラストを与える組織（図 2-4-3 (g-i)）が形成されることを確認した。

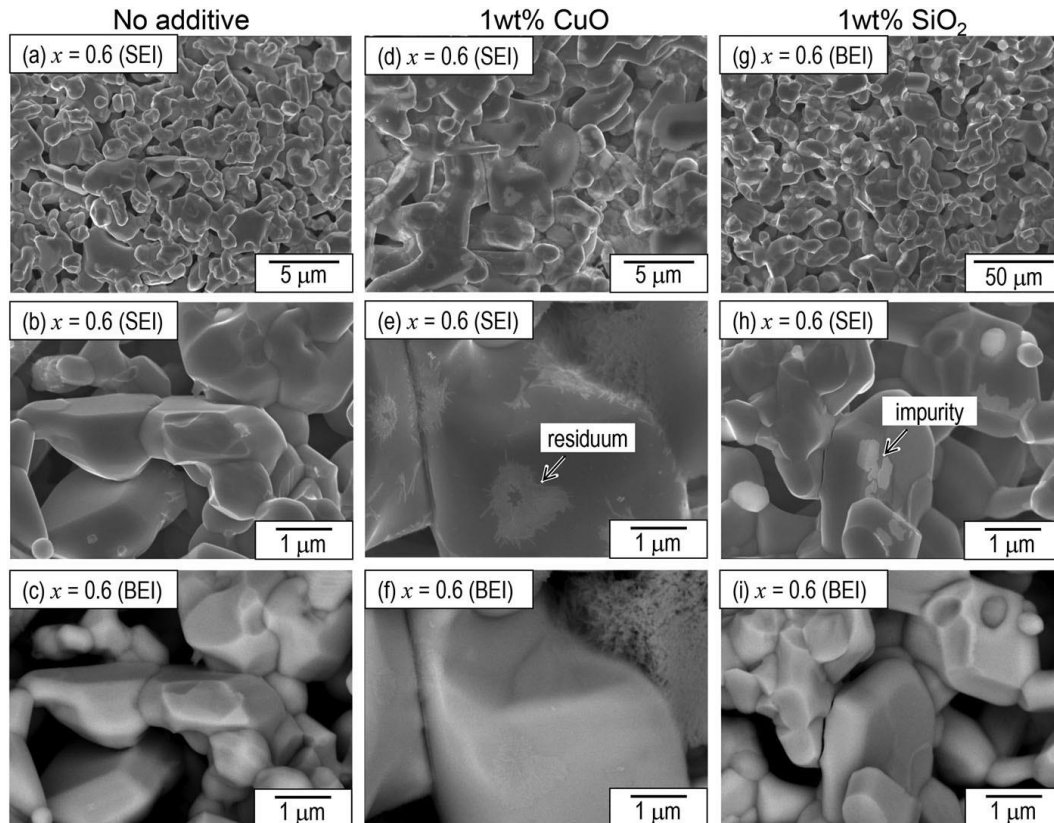


図 2-4-3 Microstructure and morphology observed by scanning electron microscopy of the ceramics of Ba_xSr_{1-x}RuO₃ ($x = 0.6$) sintered at 1,400°C for 12 h: (a-c) no additive, (d-f) 1 wt% CuO, and (g-i) 1 wt% SiO₂. SEI and BEI denotes secondary electron image and backscattered electron image, respectively. [Reprinted with permission from Noguchi et al. AIP Advances 8, 115135(2018). Copyright 2018 AIP Publishing LLC]

<CP を使った平滑断面作製と EPMA による微小領域組成分析>

特性 X 線は電子線を照射した面の法線方向に強く放射されるので高精度の元素濃度評価には平滑な断面作製が必要とされる。機械研磨は平滑面作製の代表的な手法であるが、焼結密度の低い試料では周辺組織との密着面が少ない組織の存在も想定される。このような組織は十分な機械強度が得られず、砥粒を使用した機械研磨方法による組織の脱落が生じ、一般性を欠いた組織評価になってしまう可能性が考えられる。そこでアルゴンブロードビームを使用したクロスセクションポリッシャで平滑断面を作製して EPMA による元素マッピングを行った。

(図 2-4-4) はクロスセクションポリッシャで作製した $\text{Ba}_{0.3}\text{Sr}_{0.7}\text{RuO}_3$ (1 wt% CuO, 1 wt% SiO_2) 断面の元素マッピングである。

Sr と Si に局在が見られる組織には Ru がほとんど存在していないことが見て取れる。Ba、Cu の局在は認められず、粒内に均質に分布していることが確認された。

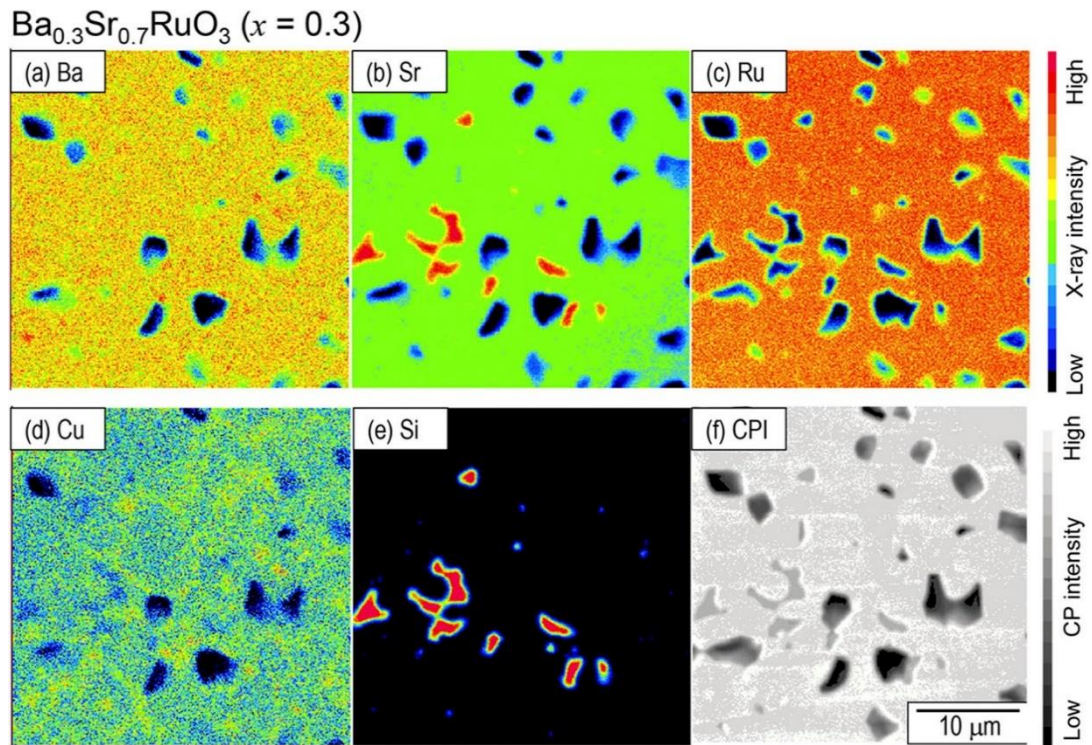


図 2-4-4 Composition mapping of the ceramics of $\text{Ba}_x\text{Sr}_{1-x}\text{RuO}_3$ ($x = 0.3$) added with 1 wt% CuO and 1 wt% SiO_2 sintered at $1,400^\circ\text{C}$ for 12 h: (a)–(e) composition maps and (f) compositional (CP) image in a backscattered electron mode. Dark positions in the CPI has high concentrations of Sr and Si and loc concentrations of Ru. [Reprinted with permission from Noguchi et al. AIP Advances 8, 115135(2018). Copyright 2018 AIP Publishing LLC]

さらに断面内で反射電子コントラストの異なる組織（図 2 - 4 - 5）を EPMA で定量分析した。

これらの評価結果から焼結促進に関わる元素とその液相焼結への寄与について考察へと展開された。

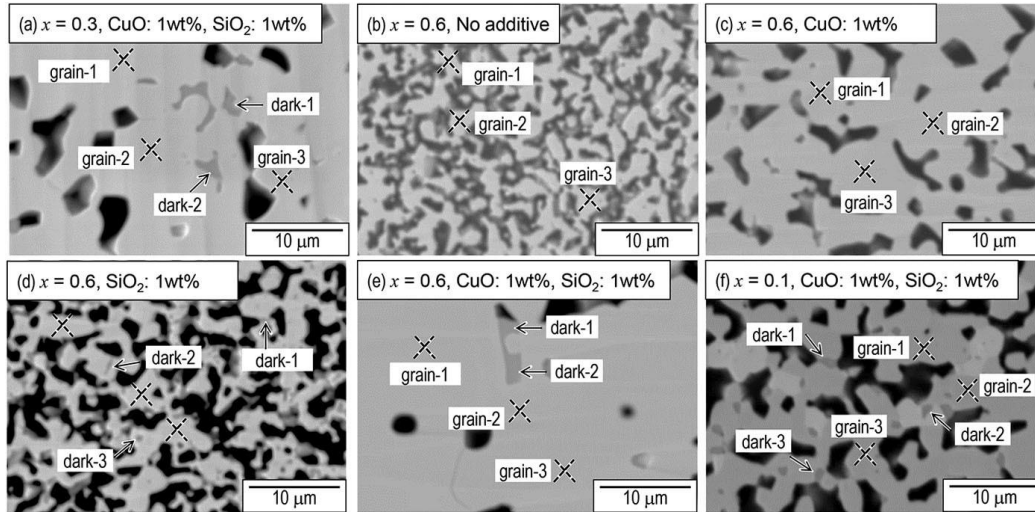


図 2 - 4 - 5 Compositional (CP) images in a backscattered electron mode of the polished surface obtained by a cross section polisher for various ceramics of $\text{Ba}_x\text{Sr}_{1-x}\text{RuO}_3$ with and without additive. Compositions of the points denoted by dotted cross and arrow are analyzed using the standard samples and the results are listed in Tables III–VII. [Reprinted with permission from Noguchi et al. AIP Advances 8, 115135(2018). Copyright 2018 AIP Publishing LLC]

第3章 「材料評価のワンストップ窓口」へ向けた業務改善の試行

分析部門では利用者から試料を受け取り技術職員が分析を行う依頼分析と、利用者自ら装置を操作して分析を行うセルフ利用で材料評価装置を運用している。

材料分析を希望する利用者は初めに「分析相談」「依頼分析」「セルフユーザー講習」の中からサービスを選んで受付窓口でメールで申し込む。いずれの場合も利用する装置や手法を申込者側が指定できる方式を取っており、申し込みのあった装置や手法を担当者が対応している。

利用者による機器選択の妥当性は装置担当者が利用者と面談を行って確認する。しかし、申し込みのあった分析手法で目的を達成する情報が得られるとは限らない。部門内外の共有設備を利用した分析手法を提案する選択肢もあるが、判断は依頼を受けた担当者次第であり、組織全体としてのサポート体制は確立されていない。

これは材料評価コースで掲げている「ワンストップ窓口」と対比するならば「マルチストップ窓口」状態とも見て取れる。

受付窓口担当者による差異を小さくし、横断的・総合的な「ワンストップ窓口」化するには専任担当者の配置や組織内での情報共有が有効であろうと考えた。

そこで、2021年8月より新規の相談および依頼分析について装置担当と一緒に面談に立ち会い、機器選定を補助する業務を立案、分析部門運営委員会です承を受けて実施した。

3-1. 機器選定の補助

2021年8月1日から2022年7月31日までの期間でメール申し込みのあった491件の分析依頼と分析相談を分類したところ継続の依頼が284件、新規の依頼が173件、相談が34件であった（図3-1-1）

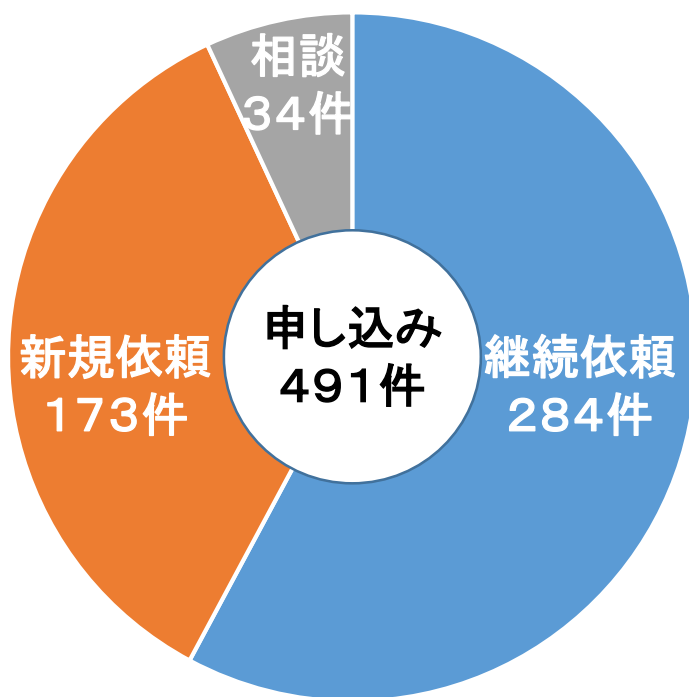


図3－1－1 分析部門（大岡山）に申し込まれた依頼分析と相談件数（2021年8月－2022年7月）

その中で新規依頼と分析相談で利用者が装置を指定する頻度は表 3-1-1 に示す通りで透過電子顕微鏡 (TEM / TEM-EDS) 55 件、走査電子顕微鏡 (SEM / SEM-EDS) 42 件、が全体の半数を占める。

表 3-1-1. 新規依頼、分析相談で指定された分析機器・手法(2021 年 8 月から 2022 年 7 月)

分析機器・手法名称	申込数 件 (計 189 件)
透過電子顕微鏡 TEM / TEM-EDS	55
走査電子顕微鏡 SEM / SEM-EDS	42
ICP 発光分光・質量分析 ICP-OES / ICP-MS	30
X 線回折 XRD	19
蛍光 X 線分析 XRF	9
飛行時間型二次イオン質量分析法 TOF-SIMS	10
電子プローブマイクロアナライザー EPMA	9
オージェ分光分析 AES	7
レーザー Raman 分光 Raman	8

同期間中、新規依頼と分析相談を中心に装置担当者と同伴して 186 件の面談を行い、内 87 件に対して 116 項目を提案して 56 件で 69 項目が採用された (図 3-1-2)。

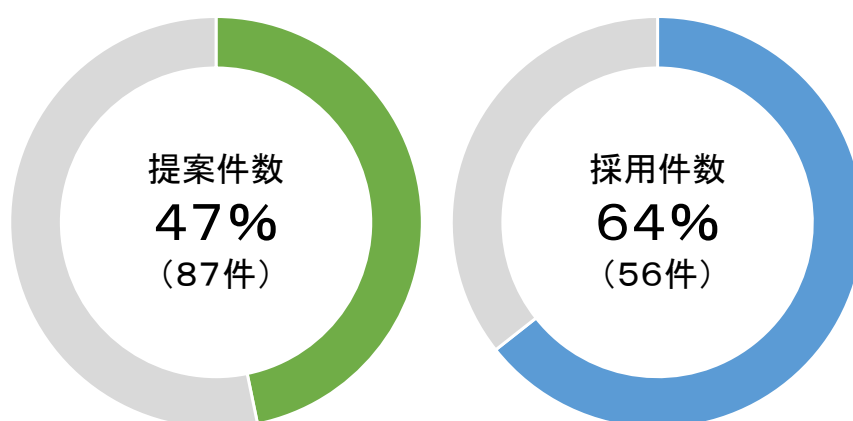


図 3-1-2 面談を行った依頼分析および相談、全 186 件の内訳

全体の中で特に装置指定が多かった TEM, SEM, ICP, XRD における提案採用事例を表 3-1-2 に示す。

表 3-1-2. TEM, SEM, ICP, XRD の面談で他装置の提案が採用された項目

指定 装置↓	採用された項目 件					
	SEM	XRD	XRF	EPMA	AES	Raman
TEM	3			1	4	
SEM		2	2	4	1	
ICP			3	3		1
XRD	1		2	1	1	2

3－2．面談時の留意点

採用された提案経験から新規案件の面談時に意識しておくべき点をまとめた。

<組織のサイズ、形態>

組織観察においては適切な観察手法が明確でない場合がある。基本は目視から実体顕微鏡、光学顕微鏡、SEM、TEM の順で確認することで周辺情報を踏まえた微細構造情報の提供につながる。

利用者が期待していない組織サイズ・形態である可能性を常に念頭に置く必要がある。

<含まれる元素>

元素分析においては周辺からの混入、使用している試薬の成分が度外視されている場合があるので合成した試料の場合は手法についての詳細な聞き取りが重要となる。

また、ICP や XRF と特性 X 線分析、オージェ分光を相補的に使用することでマクロ、ミクロ両面から元素情報を取得することで材料に対する知見が幅広くなる。

<物質同定>

XRD を主軸とした物質同定を行う際もコンタミネーション等に対する留意が必要となる。また、XRD では明確なピークが出ない場合でも Raman 分光で情報が取得できる場合がある。

第4章 大学院授業と連携した共通設備の使用率向上の企画立案。

ここでは「実践 SEM 観察技術概論」を企画・立案し、物質理工学院協力のもと大学院授業の指導者として連携し、共通設備の使用率を試みた事例を示す。

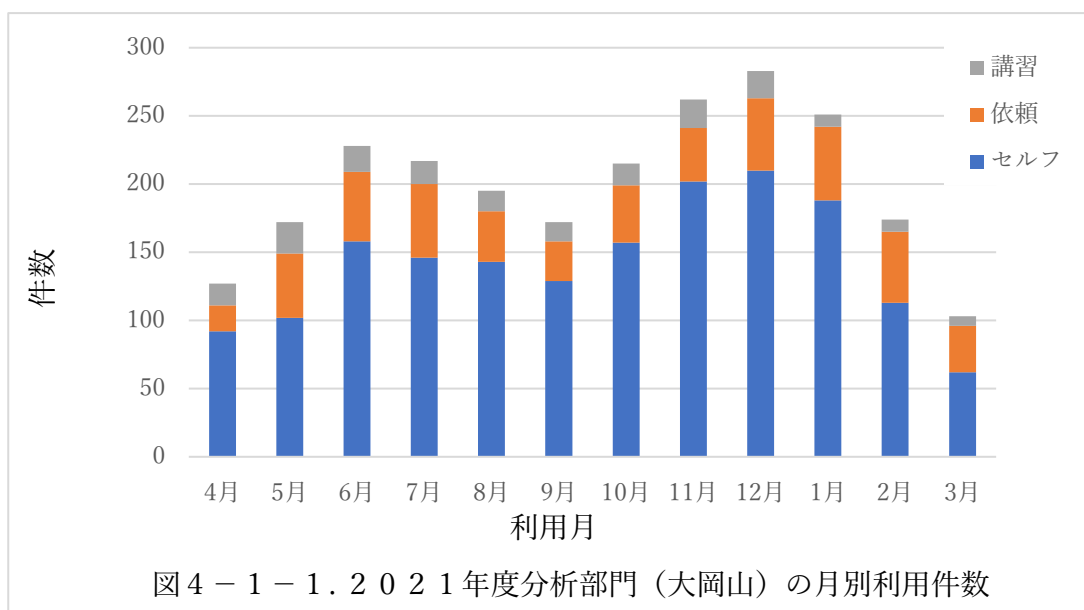
講義で使用する SEM（キーエンス社製 VE-9800）は 2012 年度に導入して以降、利用件数は低調で運 5 年目になる 2016 年度のセルフ利用は FE-SEM の年間 192 件に比べて 3 分の 1 以下の年間 60 件であり 4 月に至っては 0 件であった。

装置利用者の大半を占める学生は 1Q から 3Q で集中的に授業を受講する傾向にあり、全体としてセルフ利用に割ける時間の捻出は難しいと想定される。逆に、受講ニーズの高い時期に部門の SEM を講義に使用すれば受講生の装置利用で共通機器を効率的に活用できる可能性が高いと考えた。カリキュラムを作製し、部門長を通じて物質理工学院の協力を仰ぎ、2017 年度第 3 クォーターからの大学院授業として開講する運びとなった。授業では走査電子顕微鏡（SEM）の操作法をはじめとした実技の指導部分を担当している。

4-1. 2022 年度授業実施状況

大学では卒業論文へ向けての研究活動が活発になる 11 月から翌 1 月までの 3 か月間、共通設備として運用している分析機器の利用件数が年間最多となる繁忙期を迎える（図 4-1-1）。

1 年度を 4 つのクォーターで分けて授業実施している中、部門の繁忙期と重なる第 4 クォーターを除いた第 1・第 2・第 3 クォーターで「実践 SEM 観察技術概論」が開講される。装置を操作する時間を考慮して 1 クォーターあたり 3 名に受講生を制限し、1 クォーター 7 回の講義で受講生 3 名は合計 150 枚程度の SEM 像を撮影し、試験期間を利用して教員も参加して発表および SEM 操作技術の確認を行っている。



＜授業の目標とコンセプト＞

実践 SEM 観察技術概論ではフォーカスと非点の調整方法の全受講者習得を目指している。そのため、興味を維持したまま多くの SEM 像を撮影できるようなカリキュラム作成と改善に努めている。電子顕微鏡の座学的部分は極力省き、最初の 2 回の講義で基本操作を習得する。各基本事項の説明には「なぜそうするのか？」を納得できるように工夫を加えている。3 回目以降は自らが観察したい試料を試料ステージ上に調整し、受講者同士で撮影した像についてディスカッションを進めながら学び合いの中で技術を習得する環境を提供している。

＜授業構成＞

全 8 回の授業は下記のように構成されている。

第 1 回、第 2 回：SEM 基本操作方法

第 3 回：試料調整

第 4 回－第 7 回：持込試料観察、ディスカッション

第 8 回：プレゼンテーション（5 分）観察実技（20 分）

＜技術習得状況＞

受講生の大半は第 3 回時点でフォーカスと非点の基本操作方法を身に着けている。回を重ねると他者と自身の操作方法を比較検証することで受講生同士による学び合いも始まり、動作速度や操作内容の理解度が向上していくように見受けられる。

教員立会いで実施する最終回の授業では教員から指定された箇所の撮影を問題なくこなせるようになっている。

4-2. SEM 基本操作方法の指導内容

第 1 回、第 2 回の授業で伝えている内容を項目ごとに分け詳細を記す。受講生が撮影した SEM 像も示し、実際の授業を通じて気づいた指示をする上での留意点についても述べる。

<SEM 試料のハンドリング>

本講義の SEM は多くの場合と同じく真空中で観察するのでチャンバー内に入れる試料、試料台、試料ホルダーを手の油脂で汚染しないように手袋を着用する。

手袋を着用せず試料台等が油脂で汚染されていることで観察者が受けるネガティブフィードバックを下記の通り説明すると自分事として受け止めて納得度が上がっているように見受けられる。

- ・真空引きが出来ずに電子線が出せず、観察できない可能性。
- ・揮発成分による汚染でフィラメントの断線が生じる可能性。
- ・揮発成分が試料面に焼き付けられて視野が暗くなり観察が困難になる可能性。

手袋を着用したままキーボード操作を行う受講者が見受けられるので不要になったタイミングで外すように声を掛ける。

<可視光情報と SEM で異なる視野>

基本操作の習得時はこちらで用意した試料を観察する。最初に体験する現実は目視で確認した試料と SEM 像の視野の違いである (図 4-2-1)。慣れるまでは試料台のどこを見ているのかわからず、視野探しに時間がかかってしまう。そこで、スマホなどで試料台の撮影をした後に低倍率の SEM 像と比較して位置情報を事前に確認する重要性を確認する。

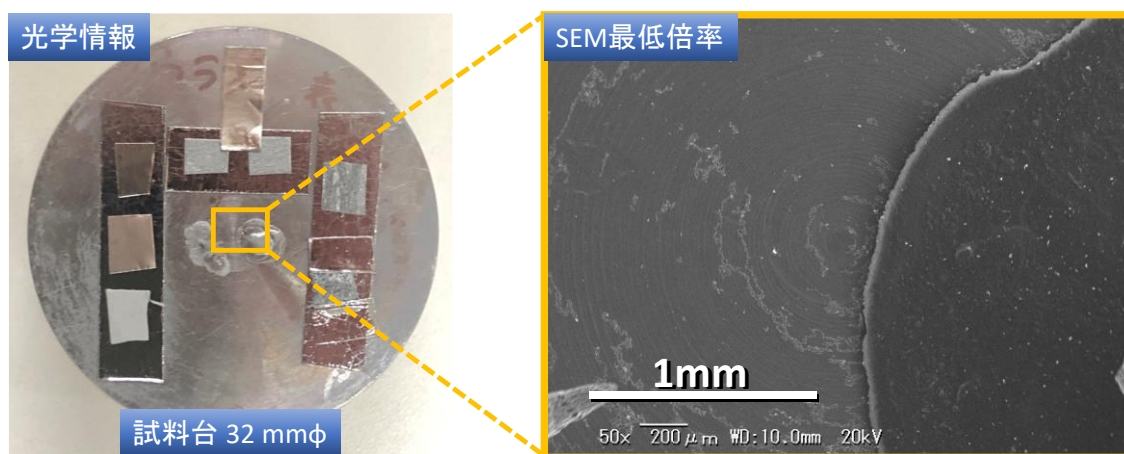


図 4-2-1 目視で確認した試料 (左) と SEM 最低倍率の視野 (右)

<フォーカス調整方法>

SEM のフォーカスは対物レンズから電子線が収束する距離を変化させる。試料位置との相関関係でアンダーフォーカス、ジャストフォーカスとオーバーフォーカスと呼ばれる（図 4-2-2）。

観察試料表面に電子線を収束させるにはアンダーフォーカスとオーバーフォーカスを行き来するようにフォーカスつまみを交互に回転させジャストフォーカスを決める（図 4-2-3）。回転スピードや二次電子像の収束・発散の様子を見せた後に受講生が操作する。

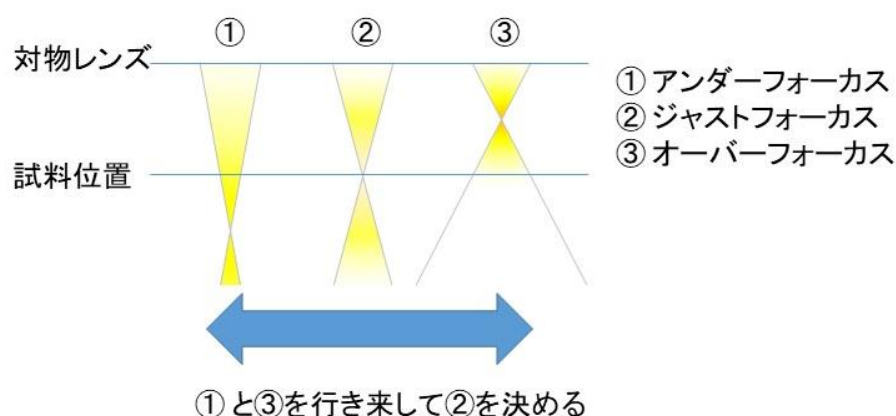


図 4-2-2 試料と対物レンズの相対位置およびフォーカス名称。
①アンダーフォーカス ②ジャストフォーカス ③オーバーフォーカス



図 4-2-3 ジャストフォーカスフォーカスを決める際の操作手順

<フォーカス調整のコツ>

一般的に、撮影倍率以上の倍率で電子線調整することでよりよい SEM 像が得やすい。そこで1,000 倍と 5,000 倍でフォーカス調整した SEM 像の比較を行い、効果を確認している。

図 4－2－4 は受講生が撮影、確認した SEM 像である。ほとんどの場合、高い倍率でフォーカスを調整する効果が確認できており、作業内容の意味するところに対する納得度は高いものと考えられる。

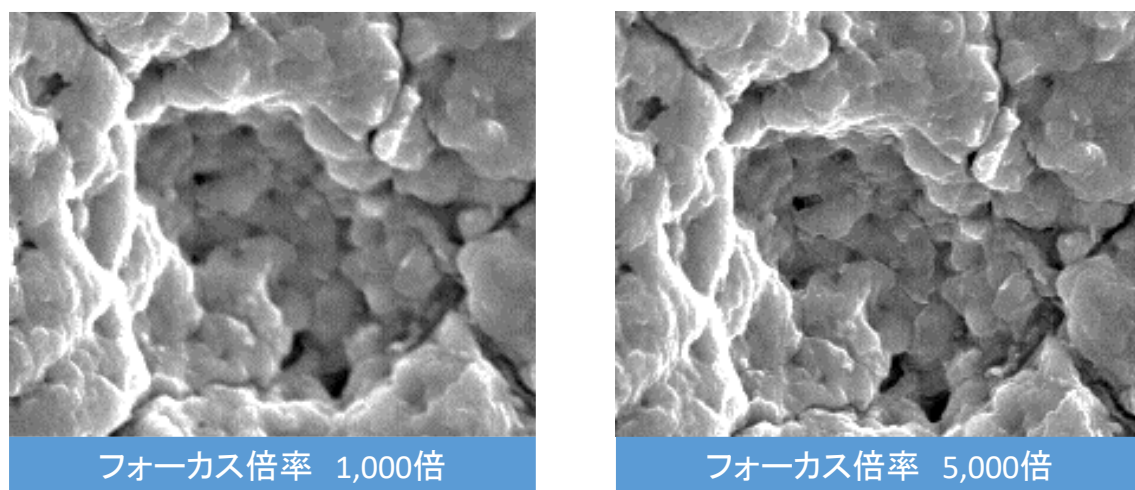


図 4－2－4 調整倍率で異なるフォーカス精度（受講生による撮影データより）

<コントラスト・明るさ調整方法>

検出される 2 次電子量はコントラストと明るさで 2 5 6 階調に振り分ける。コントラストは割り振りの幅に大きく寄与し（図 4 - 2 - 5）、明るさは全体のシフト調整をしている（図 4 - 2 - 6）が二次電子像の見た目だけでは判断が難しい。そこで信号波形と比較して各機能の働きを確認して調整方法を身につける。ライブ像では判断に慣れるまで時間がかかることがあるので異なる設定の像を取得して比較するように進めている。

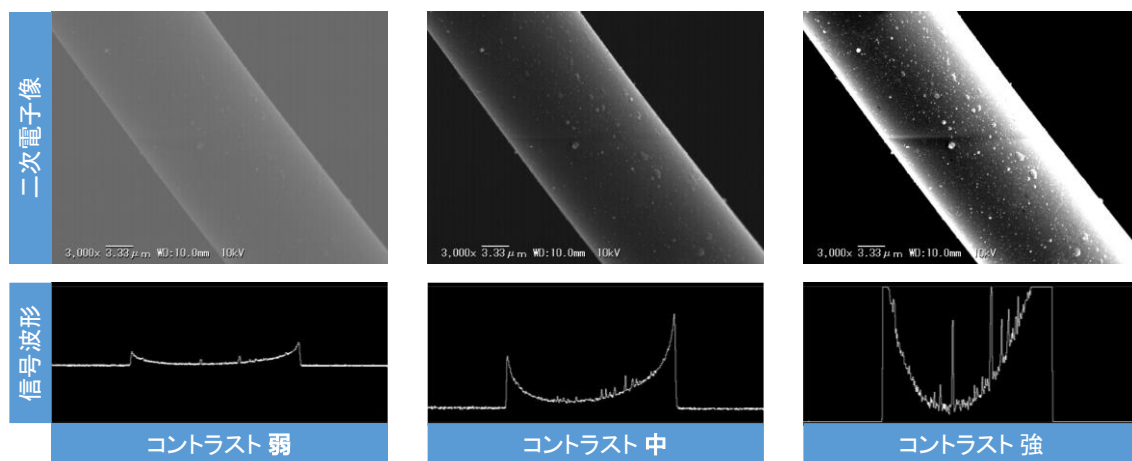


図 4 - 2 - 5 異なるコントラストでの二次電子像と信号波形

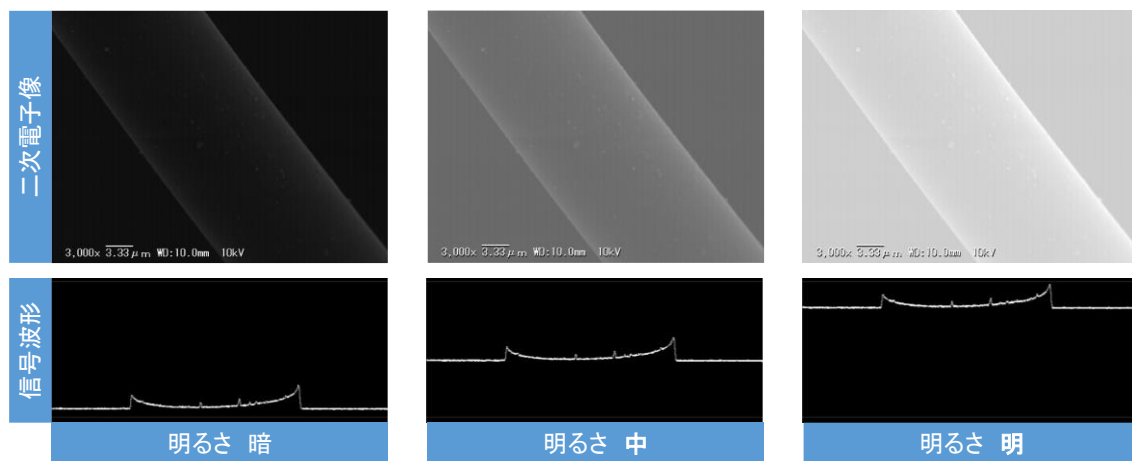


図 4 - 2 - 6 異なる明るさでの二次電子像と信号波形

＜非点調整方法＞

電子線はフォーカス以外に非点の調整がある。非点が調整されている場合は同心円状にデフォーカスが生じる（図４－２－７）。

それに対して非点がずれているとジャストフォーカス位置での輪郭がぼやけ、アンダーフォーカスとオーバーフォーカスで直行する方向へ異方的にデフォーカスが生じる（図４－２－８）。この非点ずれの判定方法を確認して調整を習得する。

実試料ではなるべく等方的な組織で調整するように指示している。

慣れないうちは非点が収束する時点で声がけをして調整の感覚を共有するようにしている。

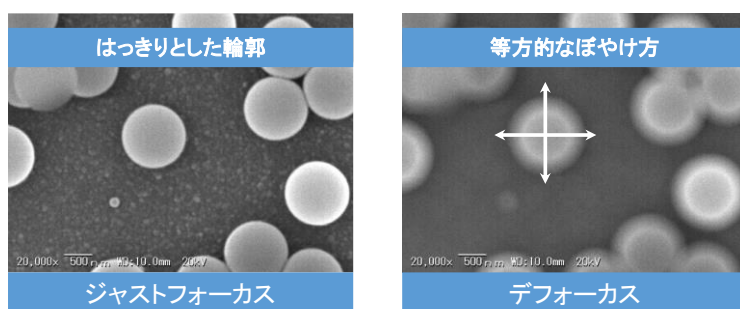


図４－２－７ 非点ずれが少ない時のジャストフォーカス像（左）、およびデフォーカス像（右）

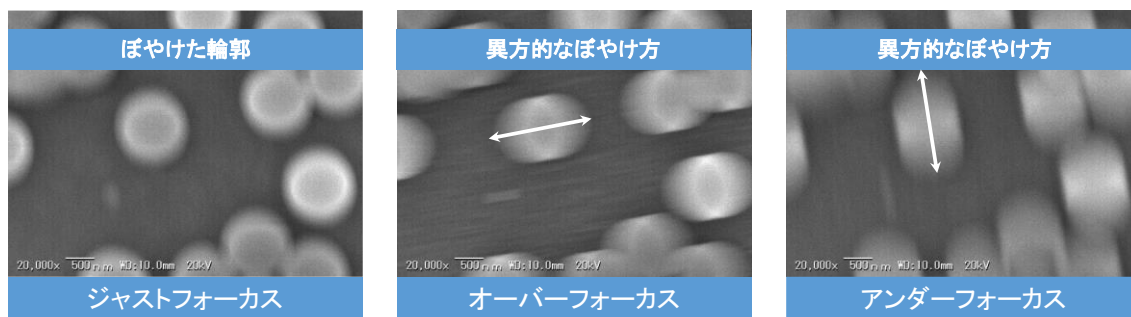


図４－２－８ 非点ずれが大きい時のジャストフォーカス像（左）、オーバーフォーカス像（中）およびアンダーフォーカス像（右）

<照射電流量の影響>

照射する電子線の電流量は二次電子発生量と空間分解能に大きく影響する（図4-2-9）

照射電流量を少なくすることで高分解能観察が可能になる反面、二次電子放出量が少なくなるので電子線調整が困難になる。また、高分解能を要しない低倍率観察では S/N の良い像を得るために電子線照射量を増やすことも伝えている。

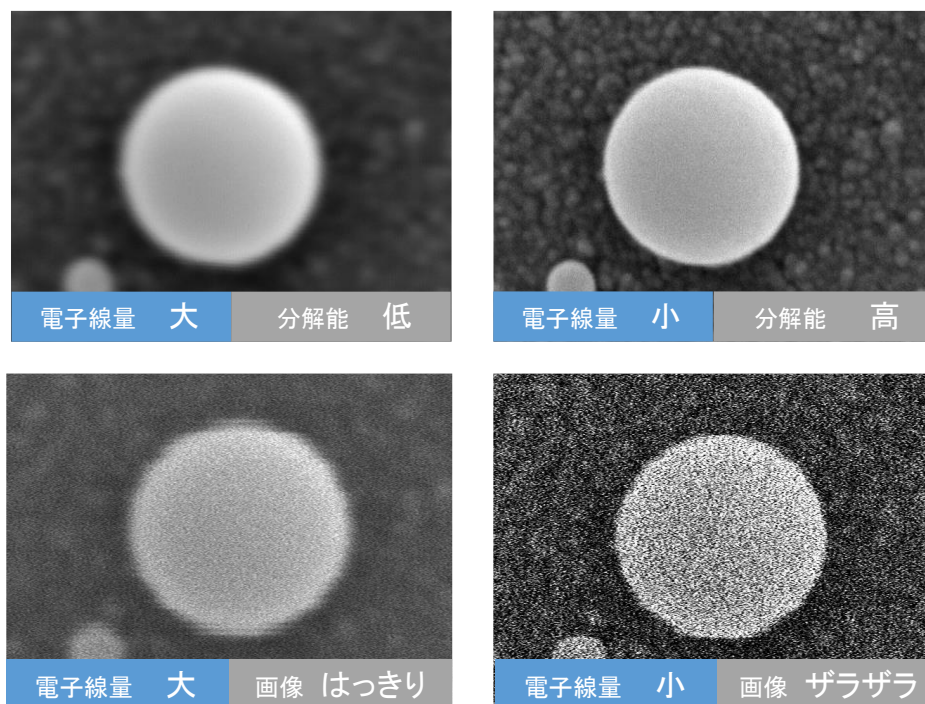


図4-2-9 電子線量と像出の関係

<加速電圧の影響>

照射する電子が入射された位置から固体内で散乱される飛程は加速電圧で変化する。一般的に加速電圧が低いと最表面の構造に敏感で、高加速電圧では見えない構造が捉えられる（図4－2－10）。

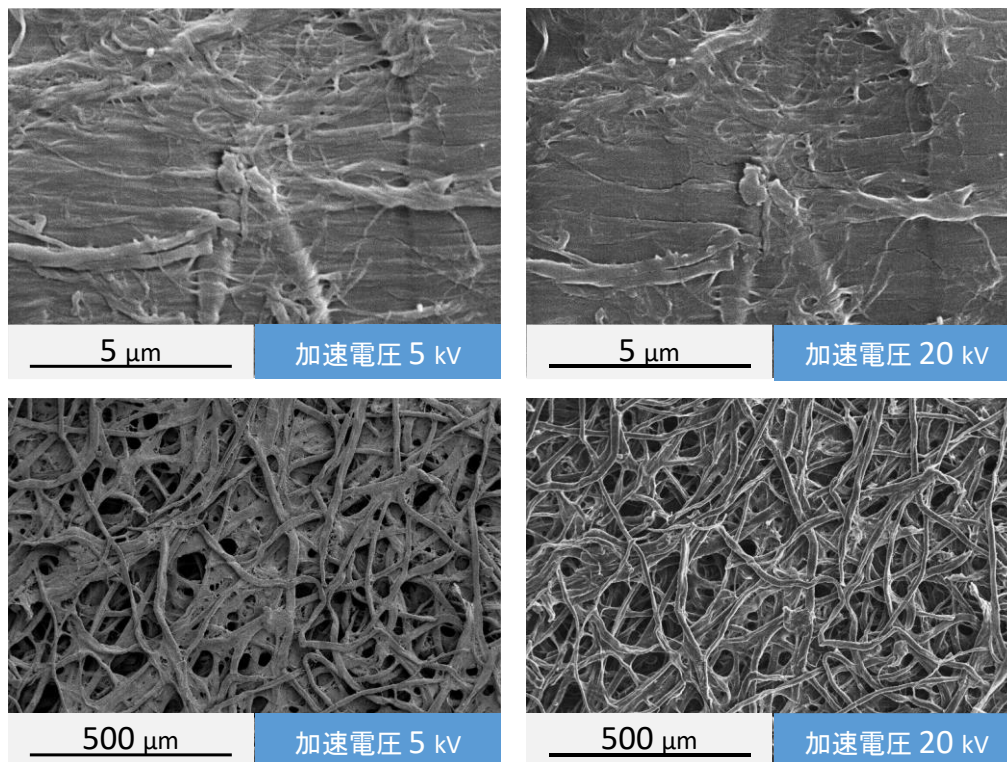


図4－2－10 加速電圧と像出の関係

第5章. まとめと展望

ここでは第2章、第3章、第4章を総括し、今後の研究支援の展望について述べる。

5-1. 第2章まとめ

試料作製技術と微小領域分析技術の組み合わせで研究を支援する中、支援先が求める内容を理解して分析結果を出すことで測定データが論文誌に掲載され、謝辞記載されることが示された。

また、研究者とのディスカッションを通じて論文内容に大きく寄与することで共著論文発表に至ることを示した。共著に至った大きな理由の1つとしてセラミックス分野の専門知識を有していたことが考えられる。

技術の専門性の研鑽のみならず、分析部門を利用する研究室の修士論文発表会、博士論文公聴会などの聴講や発表論文の調査などで効率的な支援業務の質の向上が見込まれる。

5-2. 第3章まとめ

年間500件近く申し込まれる分析依頼および分析相談の2割近くに対して面談同席を行うことで内在するニーズの開拓に成功した。新規利用が含まれるセルフユーザー講習受講希望者も依頼分析や相談と同様に面談を行うことで部門の更なる効率的な利用促進につながると考えられる。

部門職員からは他装置の分析内容や自身の分析結果との関係性が見えてきた等の声があり、装置担当者間のコミュニケーションや情報共有が進んだことで部門全体として材料評価の基礎力向上に繋がったと考えられる。

その一方で面談や分析結果についてPIと直接的にコミュニケーション出来ていない状況は未だ課題として残っている。

5-3. 第4章まとめ

空いた時間を授業に活用することで教育支援はもとより装置利用率、部門認知度の向上および受講生のSEM操作技術向上に伴う間接的な研究支援につながっていると期待している。

同じ技術内容を伝える中で行き当たった受講生の様々な「できない」や「わからない」に対応することで学んだ技術伝達のノウハウは部門業務にも活かせると考えられる。

合計7回の授業を通じてほぼすべての受講者がSEM操作を習得した。その中でも多くは3回目の授業時点で問題なくSEM像を取得できている。

他方で、部門のセルフ利用希望者を対象として実施している 2 時間程度の講習では十分な技能習得に至っていない。

授業の利点は間隔をあけた反復学習にあると考えられるので、短い講習時間内に同様の効果を盛り込む工夫で技能習得率向上を試みたい。

実践 SEM 観察技術概論は徐々に履修希望者が増加して 2022 年度 3Q では 10 名を超えており、半分以上の希望者が授業に参加できずにいる。この課題に対して来年度以降は TA の活用、指導方法の改善、1Q 複数授業等で受け入れ人数増加を進めていきたい。

5－4．研究支援の展望

走査電子顕微鏡 (SEM) をはじめとして電子プローブマイクロアナライザー (EPMA)、オージェ分光分析装置 (AES) などでの微小領域評価技術が学術論文に分析結果を利用していただく形で研究支援に結びつけられた。

研究者とのコミュニケーションが支援内容を高度化させる重要な要素であることが認識できたが利用者との面談方法の改善や効果の検証方法についてはこれからの課題である。

また、すずかけ台キャンパスの分析部門とも連携が十分とは言えず、材料評価におけるサービス向上の伸びしろは大きいといえる。

今後は学内外の技術者とのコミュニケーション、利用者とのコミュニケーションの質を向上させ、よりよい材料評価サービスを提供する改善を常に心がけていきたい。

研究支援業績

共著論文

1. Hajime Wagata, Ginji Harada, Eriko Nakashima, Motoki Asaga, Tomoaki Watanabe, Yuya Tanaka, Masaru Tada and Kunio Yubuta, “Formation of double-cone-shaped ZnO mesocrystals by addition of ethylene glycol to ZnO dissolved choline chloride–urea deep eutectic solvents and observation of their manners of growth”, *CrystEngComm*, **23** (47), 8367-8378 (2021)
2. Masatoshi Kondo, Masaru Tada, Youko Ohtsuka, Yoshimitsu Hishinuma and Takeo Muroga, “Corrosion resistance of Al-rich steel and Al₂O₃ ceramic bulk in liquid Sn”, *Fusion Engineering and Design*, **146**, Part B, 2450-2456(2019)
3. Yuji Noguchi, Masaru Tada, Yuuki Kitanaka and Masaru Miyayama, “Fabrication and characterization of (Ba, Sr)RuO₃ ceramic targets and thin films for ferroelectric BaTiO₃ thin-film capacitors”, *AIP Advances*, **8**, 115135 (2018)

謝辞記載論文

1. Haruya Masaki, Masatoshi Kondo, Jae-Hwan Kim and Masaru Nakamichi, “Effect of Temperature on Fretting Corrosion Behaviors between Li₂TiO₃ Pebble and F82H” *Plasma and Fusion Research: Regular Articles*, **17**, 1405075 (2022)
2. M. Kodama *, K. Takashima and S. Hirai, “Improvement of lithium-metal electrode performance of all-solid-state batteries by shot peening on solid-electrolyte surface” *Journal of Power Sources*, **537**, 231556 (2022)
3. Atsushi Kawarai and Masatoshi Kondo, “Self-Healing Behavior of Oxide Layer in Liquid Metal” *Plasma and Fusion Research*, **17**, 2405059 (2022)
4. Tatsuhiro Hosaka, Masatoshi Kondo, Satoshi Sato, Masami Ando and Takashi Nozawa, “Chemical compatibility of F82H and 316L in liquid metal heat transfer mediums Li, Na and NaK”, *Journal of Nuclear Materials*, **561**, 153546 (2022)

5. Hajime Fujita, Meiting Hao, Shinji Takeoka, Yuji Miyahara, Tatsuro Goda and Toshinori Fujie, "Paper-Based Wearable Ammonia Gas Sensor Using Organic-Inorganic Composite PEDOT:PSS with Iron(III) Compounds", *Advanced Materials Technologies*, **7**, 2101486 (2022)

6. Siqi Deng, Nozomi Takeuchi, Junko Hieda, Katsuyuki Takahashi, Kosuke Tachibana and Oi Lun Li, "Investigation of the sulfonation mechanism by gas-liquid interfacial plasma under atmospheric pressure conditions", *Journal of Physics D: Applied Physics*, **55**, 345205 (2022)

7. Ayaulym Belgibayeva, Makpal Rakhatkyzy, Akylbek Adi and Izumi Taniguchi, "Synthesis of Free-Standing $\text{Co}_x\text{P}/\text{Co}_3(\text{PO}_4)_2/\text{C}$ Composite Nanofiber Mats and Their Characteristics as Multifunctional Interlayers for Lithium-Sulfur Batteries", *ChemElectroChem*, **17** (17), e202200458 (2022)

8. Masatoshi Kondo, Bruce A. Pint, Jiheon Jun, Nick Russell, Joel McDuffee, Masafumi Akiyoshi, Teruya Tanaka, Naoko Oono, Junichi Miyazawa, Josina W Geringer, Yutai Katoh and Yuji Hatano, "Conceptual Design of HFIR Irradiation Experiment for Material Compatibility Study on Liquid Sn Divertor", *Plasma and Fusion Research*, **16**, 2405040 (2021)

9. Ryo Wakabayashi, Kohei Yoshimatsu, Mai Hattori, Jung-Soo Lee, Osami Sakata, and Akira Ohtomo, "Epitaxial Stabilization of Complete Solid-solution β -($\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}$) $_2\text{O}_3$ (100) Films by Pulsed-laser Deposition", *Crystal Growth & Design*, **21**, 2844-2849 (2021)

10. Ayaulym Belgibayeva, Izumi Taniguchi, "Insights into the improved electrochemical performance of lithium-sulfurbattery with free-standing SiO_2/C composite nanofiber mat interlayer", *Journal of Power Sources*, **484**, 229308 (2021)

11. Tom Chlayon, Mitsuyasu Iwanami and Nobuhiro Chijiwa, "Impacts from concrete microstructure and surface on the settlement of sessile organisms affecting chloride attack", *Construction and Building Materials*, **239**, 117863 (2020)

12. Takuro Dazai, Shintaro Yasui, Tomoyasu Taniyama, Mitsuru Itoh, “Bandgap tuning and optimization of green-emitting $\text{Zn}_2\text{SnO}_4\text{-Mg}_2\text{SnO}_4\text{:Mn}^{2+}$ using combinatorial pulsed laser deposition”, *Ceramics International*, **46**, 21771–21774 (2020)

13. Takuto Oshima, Takuya Hoshina, Takaaki Tsurumi, Kheirreddine Lebbou and Hiroaki Takeda, “Growth and characterization of $\text{Ca}_{2-x}\text{Ae}_x\text{Al}_2\text{SiO}_7$ ($\text{Ae} = \text{Sr}, \text{Ba}$) piezoelectric single crystals”, *Journal of the Ceramic Society of Japan*, **126** (5), 300-305 (2018)

14. Shaoling Zhang, Tuguldur Davaajargal, Motohiro Aiba, Shuichi Akasaka, Minoru Ashizawa, Shuji Tsuruoka, Bunshi Fugetsu, Hidetoshi Matsumoto, “Enhancing water flux through semipermeable polybenzimidazole membranes by adding surfactant-treated CNTs”, *Journal of Applied Polymer Science*, **135** (7), 45875 (2018)

15. Seigo Kameshima, Ryo Mizukami, Takumi Yamazaki, Lukman A Prananto and Tomohiro Nozaki, “Interfacial reactions between DBD and porous catalyst in dry methane reforming”, *Journal of Physics D: Applied Physics*, **51**, 114006 (2018)

16. Tom Chlayon, Mitsuyasu Iwanami and Nobuhiro Chijiwa, “Combined protective action of barnacles and biofilm on concrete surface in intertidal areas”, *Construction and Building Materials*, **179**, 477–487 (2018)

17. Yasuhiro Kiyota, Tadashi Kawamoto, Hatsumi Mori and Takehiko Mori, “The thermoelectric power of band-filling controlled organic conductors, β' -(BEDT-TTF) $_3(\text{CoCl}_4)_{2-x}(\text{GaCl}_4)_x$ ”, *Journal of Materials Chemistry A*, **6**, 2004–2010 (2018)

18. Ryo Wakabayashi, Mai Hattori, Kohei Yoshimatsu, Koji Horiba, Hiroshi Kumigashira and Akira Ohtomo, “Band alignment at β -($\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}$) $_2\text{O}_3$ / β - Ga_2O_3 (100) interface fabricated by pulsed-laser deposition”, *APPLIED PHYSICS LETTERS*, **112**, 232103 (2018)

19. Toshiki Yoshida, Akira Yamaguchi, Naoto Umezawa and Masahiro Miyauchi, “Photocatalytic CO_2 Reduction Using a Pristine $\text{Cu}_2\text{ZnSnS}_4$ Film Electrode under Visible Light Irradiation”, *The Journal of Physical Chemistry*, **122**, 21695–21702 (2018)

20. Shoya Uchida, Ryohei Ishige and Shinji Ando, “Enhancement of Thermal Diffusivity in Phase-Separated Bismaleimide/Poly(ether imide) Composite Films Containing Needle-Shaped ZnO Particles”, *Polymers*, **9**, 263 (2017)

21. Kai Narita, Equo Kobayashi and Tatsuo Sato, “Sintering Behavior and Mechanical Properties of Magnesium/ β -Tricalcium Phosphate Composites Sintered by Spark Plasma Sintering”, *Materials Transactions*, **57** (9), 1620-1627 (2016)
22. Yusuke Inaba, Yusuke Sakai, Keita Kanazawa, Miki Harigai, Hiroshi Oaki and Kenji Takeshita, “Development of a Granulation Method for Prussian Blue by Thin-film Polymer Gel Coating”, *Chemistry Letters*, **45**, 776–778 (2016)
23. Mai Hattori, Takayoshi Oshima, Ryo Wakabayashi, Kohei Yoshimatsu, Kohei Sasaki, Takekazu Masui, Akito Kuramata, Shigenobu Yamakoshi, Koji Horiba, Hiroshi Kumigashira, and Akira Ohtomo, “Epitaxial growth and electric properties of γ - Al_2O_3 (110) films on β - Ga_2O_3 (010) substrates”, *Japanese Journal of Applied Physics*, **55**, 1202B6 (2016)
24. 原田 陽平、山田 洋希、熊井 真次、「固相スタッド接合した SS400 鋼スタッドと 5052 アルミニウム合金板の接合界面組織と温度履歴」、*軽金属*, **66** (9) 489–496 (2016)
25. Dai Mochizuki, Ryo Sasaki, Masato M. Maitani, Masaki Okamoto, Eiichi Suzuki and Yuji Wada, “Catalytic reactions enhanced under microwave-induced local thermal non-equilibrium in a core-shell, carbon-filled zeolite@zeolite” *Journal of Catalysis*, **323**, 1–9 (2015)
26. Chinnathan Areeprasert, Peitao Zhao, Dachao Ma, Yafei Shen and Kunio Yoshikawa, “Alternative Solid Fuel Production from Paper Sludge Employing Hydrothermal Treatment”, *energy & fuels*, **28**, 1198–1206 (2014)
27. Yohei Harada, Yutaro Sada and Shinji Kumai, “Dissimilar joining of AA2024 aluminum studs and AZ80 magnesium plates by high-speed solid-state welding”, *Journal of Materials Processing Technology*, **214**, 477–484 (2014)
28. Satoshi Motozuka, Motohiro Tagaya, Kota Shiba, Zhefeng Xu, Masami Nishikawa, Tomohiko Yoshioka, Toshiyuki Ikoma and Junzo Tanaka, “Effective Composite Preparation between Graphite and Iron Particles by the Interfacial Mediation of Force-Activated Oxygen Atoms”, *Industrial & Engineering Chemistry Research*, **53**, 16736–16753 (2014)

29. Naoki Iwatani, Hong Duc Doan, Kazuyoshi Fushinobu, “Optimization of near-infrared laser drilling of silicon carbide under water”, *International Journal of Heat and Mass Transfer*, **71**, 515–520 (2014)
30. Hikaru Kobayashi, Kunio Fujii, Takashi Nunokawa, Osamu Odawara, and Hiroyuki Wada, “Surface modification of $\text{Y}_2\text{O}_3\text{:Er,Yb}$ upconversion nanoparticles prepared by laser ablation in water”, *Japanese Journal of Applied Physics*, **53**, 05FK04 (2014)
31. Masatomo Yashima, Tomohiro Sekikawa, Daisuke Sato, Hiromi Nakano and Kazuki Omoto, “Crystal Structure and Oxide-Ion Diffusion of Nanocrystalline, Compositionally Homogeneous Ceria – Zirconia $\text{Ce}_{0.5}\text{Zr}_{0.5}\text{O}_2$ up to 1176 K”, *Crystal Growth & Design*, **13**, 829-837 (2013)

参考文献

- 1) <http://www.ofc.titech.ac.jp/overview/>
- 2) <http://www.tsd.titech.ac.jp/~cama/O-okayama/overview.html>
- 3) 第5期科学技術基本計画、内閣府（2016.1.22）
<https://www8.cao.go.jp/cstp/kihonkeikaku/5honbun.pdf>
- 4) コアファシリティ構築支援事業（渡辺 OFC センター長プレゼン資料（2021.1.28））
<https://www.ofc.titech.ac.jp/wp-content/uploads/2021/04/tokyotechcorefacility.pdf>
- 5) コアファシリティ構築支援事業概要（文部科学省 研究開発基盤部会（第6回）配布資料より（2020.7.15））

謝辞

本論文の執筆にあたりご協力いただいた方への謝辞をこの場をお借りして申し上げます。

主査をお受けいただいた本学物質理工学院の中村吉男教授にお礼申し上げます。TC 論文という今までにないスタイルの論文執筆にあたって度重なりご相談させていただきました。

同じく物質理工学院の村石信二准教授と磯部敏宏准教授にはお忙しい中、TC 論文の副査の申し出をご快諾いただきました。誠にありがとうございます。

OFC 分析部門のみなさまには多忙を極める繁忙期においても時間を割いて面談に同席する時間を工面していただきましたことにお礼を申し上げます。