

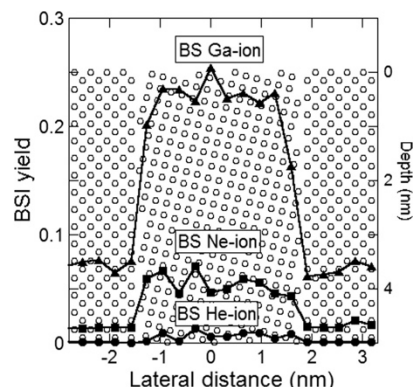
LB-01

走査イオン顕微鏡におけるチャネリングコントラストの分子動力学シミュレーション

大宅 薫¹

¹徳島大学名誉教授

数 10keV の集束イオンビームは、結晶中のチャネリング臨界角が大きく、入射イオンの多くがチャネリングに寄与するため、走査イオン顕微鏡の反射イオン (BSI) 像や二次電子 (SE) 像に結晶粒の強いコントラストが現れる。これまで、分子動力学シミュレーションで単一結晶表面にイオンビームを入射して、イオン種やエネルギー、材料による BSI 収率と SE 収率のチャネリングディップの変化と照射ダメージの効果を調べた [1]。本発表では、異なる結晶方位をもつ複合試料をモデルとし、BSI と SE 収率のラインプロファイルを計算して、結晶粒の方位とその境界におけるチャネリングコントラスト変化を調べた。例として、30° 回転した結晶を挟んだ試料表面を走査した際の BSI 収率の変化を図に、試料の側面図と共に示す。試料は厚さ 6.3 nm の W、イオンビームは 30 keV の He⁺、Ne⁺、Ga⁺で、0.3x0.3 nm² の矩形ビームとした。



1. K. Ohya, Proc. of SPIE 10145 (2017) 101451V.

LB-02

電位依存チャネルの作動原理の直接観察

重松 秀樹^{1,2}, 白水 美香子¹, Sigworth Fred²

¹理化学研究所ライフサイエンス技術基盤研究センター, ²Yale 大学医学部細胞・分子生理学専攻

本研究はイオンチャネルの構造を膜電位存在下で明らかにするクライオ電子顕微鏡単粒子解析法を開発し、電位依存性チャネル Kv1.2 の電位センサーの脂質膜中での構造変化を可視化することを目的としている。脂質膜環境としてリポソームを利用し、リポソーム内外のバッファー成分を変えることで、膜電位を発生させることができる系を確立した。今回は、X線結晶構造解析で得られた構造と比較するために、膜電位を印可しない状態で取得した構造を解析し、7.5 Å の分解能で明らかにしたことを報告する。得られたモデルは、膜貫通ヘリックスが分離し、二次構造が可視化されている。X線結晶構造解析の結果とよい一致を示しており、これが脱分極状態の開構造であることが明らかとなった [1]。また、ここで使用した直径約 40 nm のリポソームを用い、蛍光強度変化による機能解析から、凍結試料作製に十分な時間、膜電位を保持できることを明らかにした。構造解析にはリポソームに由来する強いコントラストをあらかじめ差し引いてから画像処理をすることで、単粒子解析の画像処理が可能になっている [2]。また、膜電位の発生させた試料で、約 -100 mV の膜電位存在下での過分極状態にある Kv1.2 チャネルの開構造を明らかに出来ると考え、現在、データ取得、画像解析に取り組んでいる。

1. Long, B. S. et al., Science (2005) 903-908

2. Jensen H. K. et al., J. Struct. Biol. (2016) 49-60

LB-03

SXES による 3d 遷移金属元素の L 発光に含まれる情報の解析

寺内 正己¹, 越谷 翔悟², 木本 浩司²

¹東北大多元研, ²物質・材料研究機構

3d 遷移金属元素の価電子は、化合物の磁性や電気伝導に大きく関与しており、その電子状態を調べることは極めて重要である。本研究の目的は、電子顕微鏡観察下で特定した領域からの軟 X 線発光分光 (SXES) により、遷移金属元素の結合状態や価数状態の情報を得ることである。SXES は試料の帯電がスペクトルに影響しないため、金属およびその酸化物にも適用可能である。

3d 遷移金属元素の 2 種類の L 発光 (3d 電子の L 殻への遷移に起因する $L\alpha, \beta$ 発光、浅い内殻の 3s 電子の L 殻への遷移に起因する $L\ell, \eta$) の測定から、下記のことが明らかになってきた。1) スペクトル形状とピークシフト: $L\alpha, \beta$ 発光スペクトル形状は価電子帯 DOS 分布を反映する。ピーク位置は、DOS 形状、バンドギャップエネルギー、および L 殻のケミカルシフトの影響により決まる。一方、 $L\ell, \eta$ 発光スペクトルは、化学結合の情報 (DOS) は含まず、そのピーク位置は、励起原子近傍の局所誘電率に大きく依存することが分かってきた。2) スペクトル強度: フォトンカウント測定により、 $3d_{5/2, 3/2} \rightarrow 2p_{3/2} \& 3d_{3/2} \rightarrow 2p_{1/2}$ 遷移量 ($L\ell, \eta$ 発光強度, I1) おおび $3s_{1/2} \rightarrow 2p_{3/2} \& 3s_{1/2} \rightarrow 2p_{1/2}$ 遷移量 ($L\ell, \eta$ 発光強度, I2) と 3d 電子数の相関を調べた結果、Sc-Ni (Cr を除く) において、 $I1/(I1+I2)$ と 3d 電子数の間にほぼ線形な相関がある事がわかった。

LB-04

STEM-EELS を用いた Ag ナノ粒子間の LSPR 相互作用の解析

松本 周士¹, 國貞 雄治¹, 坂口 紀史¹ ¹北大院工

[緒言]局在型表面プラズモン共鳴 (LSPR) は、その特徴的な光学特性のため、センシングや情報伝達等への技術応用が期待されている。しかし、ナノ領域で生じる LSPR については依然解明されていないことが多い。本研究では、ガラス中に包埋された Ag ナノ粒子について、電子線を用いた STEM-EELS 法により個々の Ag ナノ粒子に LSP を励起させ、さらにナノ粒子間の相互作用によるプラズモンのモード分裂を解析することを試みる。

[方法]イオン交換法により Ag をガラス基質に内在させたものを熱処理し、ガラス中に分散した Ag ナノ粒子を形成させた。これを TEM 観察用試料に加工し、モノクロメータを搭載した球面収差補正走査透過型電子顕微鏡 (Titan³ G2 60-300) を用いて STEM-EELS 測定を行うことで、複数の Ag ナノ粒子における LSPR 特性の解明を試みた。また離散双極子近似 (DDA) を用いたシミュレーション計算を行うことで、実験結果との整合性を検討した。

[結果]ガラス中に Ag 粒子を埋め込むことで、基板や皮膜の影響のない LSPR が得られた。次に、粒子間距離数 nm で隣接した Ag 粒子群において STEM-EELS 測定を行ったところ、粒子の隣接箇所では高エネルギー、隣接箇所の外側では低エネルギーで Ag の LSPR が励起された。これは電子線の入射位置の違いによって、粒子間の相互作用の異なる LSPR モードが生じたためであると考えられる [1]。また、実験条件を再現した環境で DDA 計算を行ったところ、実験結果と良い一致が得られた。

1. Ai Leen Koh, Kui Bao et al, ACS Nano 10(2009), pp 3015–3022

LB-05

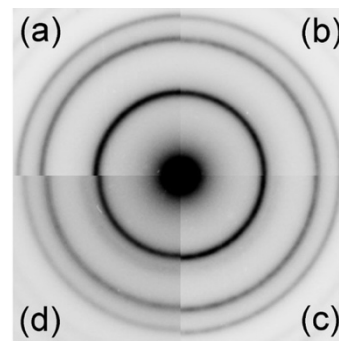
電子線照射による固溶限を超える Sn を含む結晶 Ge の低温合成

木村 俊樹¹, 石丸 学¹, 奥川 将行², 仲村 龍介², 保田 英洋³

¹九州工業大学 大学院 工学府, ²大阪府立大学 大学院 工学府, ³大阪大学 超高压電子顕微鏡センター

次世代フレキシブルデバイスとして期待されている多結晶 GeSn を低温合成するため、アモルファスからの結晶化が利用されている。しかしながら、熱処理時に Sn が析出することが問題となる。本研究では、電子線照射により固溶限を超える Sn を含む結晶 Ge の低温合成を試みた。図は、アモルファス GeSn (8.2~40.2 at%Sn) に室温にて電子線照射を行ったときの電子回折図形である。

Debye-Scherrer リングが出現しており、ダイヤモンド型構造で指数付けができる。Sn 濃度の上昇と共に格子定数は大きくなり、Ge 母相中に Sn が置換的に固溶していると考えられる。(c) および (d) では 111 リングの外側に、Sn によるハローリングが見られる。ハローリング出現後も Debye-Scherrer リングの半径は小さくなっており、さらなる高濃度の Sn を含む結晶 Ge を作製できる可能性がある。照射時の温度上昇は 10K 程度であり、本手法により GeSn の低温合成が可能であることが確認された[1]。



(a)8.2, (b)20.0, (c)22.8, (d)40.2 at%Sn
スパッタ試料の電子線照射後における電子回折図形。

1. T. Kimura et al., Jpn. J. Appl. Phys. 56 (2017) 100307 (3 pages).

LB-06

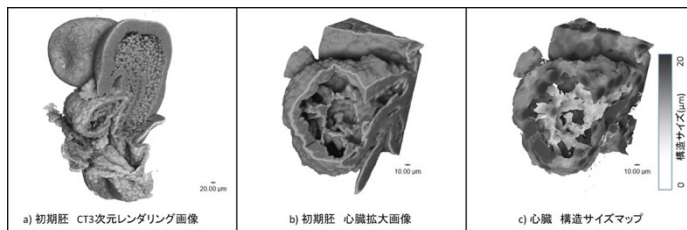
X 線顕微鏡によるマウス初期胚の 3 次元 μm 構造観察

武田 佳彦¹, 田村 勝²

¹リガク X 線研究所, ³理化学研究所 バイオリソースセンター

生体の形状観察は、発生や再生プロセスの理解、病理判断に欠かせない手法である。近年では分解能 数 $10\mu\text{m}$ のマイクロ X 線 CT と高度な染色法を組み合わせた研究が報告され、マウスの臓器などの軟組織の 3 次元構造を明瞭に観察できるようになってきた[1]。しかし、空間分解能の不足から X 線による細胞レベルの内部構造観察は難しい。そこで分解能 $1\mu\text{m}$ 超の高分解能 X 線顕微鏡[2]によって、マウス胎児の組織構造計測を試みた。

染色したマウスの初期胚をチューブに入れ、ウェット状態で X 線 CT 測定した。 $0.54\mu\text{m}/\text{voxel}$ の 3 次元 CT 画像を再構成し、細胞や心臓の膜などの μm 構造を明瞭に描出することができた(図 a, b)。また、画像処理により組織を抽出し、細胞の径、数 μm の心臓の膜厚といった構造サイズを計測に成功した(図 c)。



1. M. E. Dickinson¹, A. M. Flenniken², X. Ji, et al., *Nature* **537** (2016) 508-514
2. M. Tamura, M. Hosoya, M. Fujita, et al., *Hum. Mol. Genet.* **22** (2013) 2471-2481
3. Y. Takeda, K. Hamada, *Rigaku Journal* **30**(2014)17-22

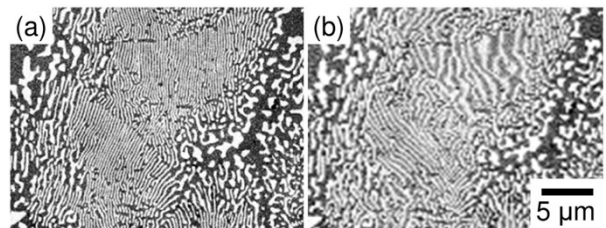
LB-07

周期的組織のSEM観察において現れるモアレの特性

猪俣 茜¹, 赤嶺 大志², 板倉 賢², 村上 恭和³, 西田 稔²

¹九大院, ²九大総理工, ³九大工

近年、SEMは高分解能観察や多様な情報を同時取得できるようになったことから、様々な材料の微細構造解析に用いられている。我々は、周期的表面起伏を有するマルテンサイト組織のSEM観察において確認される縞状コントラストが、起伏間隔と電子線検出間隔の差により生じるモアレであることを明らかにした[1]。本研究では、表面起伏以外の周期的組織においてもモアレが観察されるか否かを検証し、SEM特有のモアレの性質についても調査した。その結果、起伏を有するマルテンサイト組織だけでなく、結晶構造と組成が異なるNb-TiCo共晶合金やパーライトにおけるラメラ組織においても同様の出現条件下でモアレが観察された(Fig. 1)。これは、モアレ出現条件は信号の種類に依存しないことを示す。さらに、表面にFIBで格子を施した試料を用いて種々の条件下で観察したところ、スキャン方向によってモアレの形状が変化するなどSEM特有のモアレの性質が存在することが明らかとなった。



1 猪俣茜, 他, 第161回日本金属学会講演概要集P168

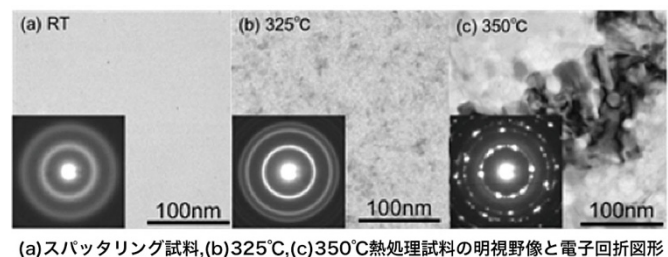
LB-08

非晶質 GeSn の構造と結晶化過程の解析

東山 将士¹, 木村 俊樹¹, 石丸 学¹, 奥川 将行², 仲村 龍介²

¹九州工業大学大学院工学府, ²大阪府立大学工学研究科

高いキャリア移動度を有するGeSnは、TFTチャネル材料への応用が期待される。本物質は非晶質からの結晶化により作製されるが、熱処理時にSnが凝集するという問題がある。本研究では、スパッタリング法で作製した非晶質GeSn薄膜の構造と熱処理に伴う構造変化を、透過電子顕微鏡法により調べた。電子線動径分布解析の結果、スパッタ試料は非晶質構造を有し、第1隣接においてGe-Sn, Ge-Ge, Sn-Sn原子対の存在が確認された。非晶質GeSn(16.4at%Sn)試料(図(a))に熱処理を施すと、300°Cの回折図形にはハローリング、325°C熱処理試料(図(b))にはDebye-Scherrerリングが出現し、300~325°Cの間で結晶化が起こった。350°C熱処理試料(図(c))ではリングがスポット状で、結晶粒が粗大化している。また、Sn融液によるハローリングが出現し、相分離が起こっている。結晶化後にSn融液が出現しない状態から冷却することで、Sn凝集のない高濃度Snを含む結晶GeSnが実現できた。



(a)スパッタリング試料,(b)325°C,(c)350°C熱処理試料の明視野像と電子回折図形

LB-09

マイクロシェブロンノッチ曲げ試験法と SEM/FIB トモグラフィーを

組み合わせた亀裂進展経路の3次元解析

吉田 歩夢¹, 本田 佳暉², 山崎 重人³, 光原 昌寿³, 中島 英治³, 後藤 裕明⁴, 津田 圭一⁴

¹九州大学工学部, ²九州大学大学院総合理工学府, ³九州大学大学院総合理工学研究院

⁴住友電気工業株式会社

WC-Co 超硬合金は硬質な WC 相を Co 相でバインドした複相材料であり、強度、硬度、耐摩耗性などに優れるため、切削工具などに利用されている。工具としての使用寿命を延長するためには材料のさらなる高靱性化を図る必要がある。本研究では、WC 炭化温度を変化させた3種の WC-10.7wt%Co を試料とし、それぞれをマイクロシェブロンノッチ曲げ試験により安定破壊させた。その際に試料に導入された亀裂を SEM/FIB トモグラフィーを用いて3次元的に観察し、その進展経路と WC 炭化温度との相関性を考察した。図1は、亀裂の進展の割合を、WC 相内部、WC 相界面、WC 相/Co 相の界面、Co 相内部の4種に分類して整理したものである。WC 炭化温度が上昇するにつれて、WC 相内部への亀裂の進展割合が小さくなっている。ピッカース試験から、WC 炭化温度が上昇するとともに破壊靱性値が大きくなる傾向を示した。以上から、WC-Co 合金では、WC 相内部への亀裂進展の抑制が破壊靱性値の向上をもたらすと結論される。

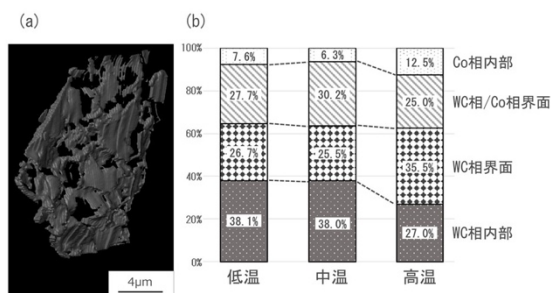


図1(a)亀裂の3次元観察結果の一例(b)亀裂進展経路解析結果

LB-10

樹脂包埋組織切片中の GFP 蛍光を捉える効果的な光電子相関顕微鏡法の検討

豊岡 公徳¹, 成川 苗子¹, 佐藤 繭子¹, 前田 躍², 羽根田 茂², 許斐 麻美², 川俣 茂², 星野 吉延²

¹理研 CSRS, ²日立ハイテク

光電子相関顕微鏡法(CLEM)は、同一試料を光学顕微鏡(光頭)と電子顕微鏡(電頭)を用いて観察し、両顕微鏡により得られた像の相関を得る解析法である。我々は、共焦点レーザー顕微鏡や蛍光顕微鏡などの光頭で樹脂包埋試料の切片から効果的に蛍光タンパク質のシグナルを検出した後、電解放出型走査電頭(FE-SEM)で超微形態を迅速に可視化する試料調製法を検討した[1]。さらに、光頭像とその切片とのアライメントが容易かつ正確に取れる CLEM システム“MirrorCLEM”の開発を進めた。具体的には、細胞小器官を GFP で標識したシロイヌナズナ形質転換体の根端や子葉を、固定・脱水後、アクリル系樹脂に包埋し、準超薄切片を作製した。その切片をアルカリ溶液または蛍光退色防止剤の処理し GFP 蛍光像を共焦点レーザー顕微鏡により撮像した。同一切片を酢酸ウラニルおよび鉛溶液で電子染色し、MirrorCLEM で切片と蛍光写真の位置を同期させ、同一箇所を反射電子検出器により撮影した。追従機能により蛍光像と同じ箇所を FE-SEM 像で確認し、撮影することで容易に重ね合わせ像を取得することに成功しており、容易に蛍光を放つ細胞小器官の超微細構造を明らかにできるようになった。本発表では、アルカリ溶液および蛍光退色防止剤を用いた樹脂包埋切片中の蛍光タンパク質の回復法について詳細に報告する。

1. 豊岡公徳, 日本植物形態学会誌 *Plant Morphology* 28 (2016) 15-21

LB-11

SEM を用いた HoMnO_3 マルチフェロイック酸化物の強誘電ドメイン観察

吉岡 秀樹¹, Cho Youngji², 赤嶺 大志³, 堀部 陽一⁴, 村上 恭和², 西田 稔³

¹九大総理工(院生), ²九大工, ³九大総理工, ⁴九工大工

近年、マルチフェロイック材料のドメイン構造研究において SEM を用いた高効率な観察手法が注目されている[1]。しかし、その結像原理は未だ明らかでない。本研究では、環状のインレンズ型二次電子検出器(ILD)を搭載した SEM による HoMnO_3 マルチフェロイック酸化物の強誘電ドメイン可視化について検討を行い、さらに種々の観察条件下におけるコントラスト変化を調査した。図 1 に示す HoMnO_3 の SEM-ILD 像より、強誘電ドメインと一部のドメイン壁に沿った暗線状のコントラストが明瞭に観察された。暗線は一部のドメイン壁に沿っており、電荷密度分布の報告[2]と良い一致を示した。これは SEM-ILD により強誘電ドメインだけでなくドメイン壁上の局所的な電位差をも可視化できることを示唆する。また、ドメインコントラストは加速電圧と傾斜の影響を受けるが、暗線は傾斜の影響を受けないことが分かった。条件最適化によって、より広範なマルチフェロイック材料のドメイン解析への適用が期待される。

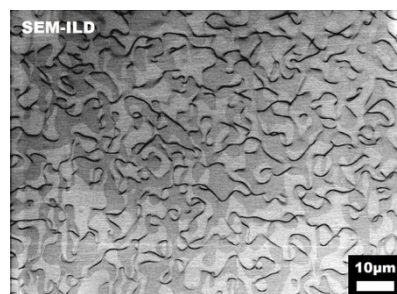


図 1 HoMnO_3 の SEM-ILD 像

1. J. Li et al., Appl. Phys. Lett. 100 (2012) 152903(1)-152903(3).
2. W. Wu et al., Phys. Rev. Lett. 108 (2012) 077203(1)- 077203(5).

LB-12

SEM 測定による導電率が異なるイオン液体コーティング検証

下田 周平¹

¹北海道大学 触媒科学研究所

導電性を持ち合わせていないサンプルはエネルギーがサンプル内に帯電してしまい、綺麗な画像が取れないチャージアップが発生するため、導電性処理が必要になってくる。イオン液体[1]は 100°C 以下に融点を有しており、揮発性が低く、空气中で安定であり、導電性をもつ液体である。非導電性試料にイオン液体をコーティングすることによって導電性をもたせることができる。イオン液体は数百万種類存在しており、適切なイオン液体を探すのは困難である。本報告では導電率[2]が異なるイオン液体(24.3mS/cm 3.5mS/cm 0.52mS/cm 0.03mS/cm)の四種類を選定し二酸化ケイ素(SiO_2)にコーティングすることによる測定結果を検証した。

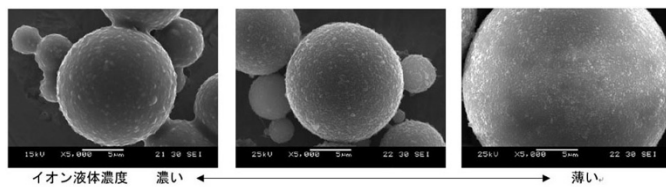


図. 1-エチル-3-メチルイミダゾリウム エチルスルフォネート濃度比較

1. イオン液体の科学 新世代液体への挑戦 イオン液体研究会, 西川恵子 et al, 丸善出版(株)
2. イオン液体 第5版 関東化学 パンフレット
3. 本発表は JSPS 科研費 17H00303 の助成を受けたものです。

LB-13

電子線トモグラフィー法を用いたフォルミン蛋白質 Fhod3 によるサルコメア構築機構の解明

下城 奈央¹, 武谷 立², 安永 卓生¹

¹九州工業大学情報工学部 生命情報工学科, ²宮崎大学医学部 薬理学分野

フォルミン蛋白質はアクチン重合制御因子である。フォルミン蛋白質の1つである Fhod3 は発生期の心筋サルコメアの形成に必須の蛋白質であり、欠損したマウスは心筋形成不全により胎生致死となる[1]。Fhod3 は M-line 付近に存在することはわかっているが、Fhod3 を含むサルコメアの詳細構造は明らかにされておらず、Fhod3 がどのようにサルコメアの形成に関わっているかは未解明である。本研究では、Fhod3 の遺伝子改変マウスの心筋サルコメアの構造解析を通して、サルコメアの構築と恒常性維持においてアクチン重合制御機構が果たす役割を明らかにすることを目的とする。

Fhod3 遺伝子改変マウスおよび野生型マウスの心筋サルコメアを、電子線トモグラフィー法を用いて、3次元再構成を行い、取得された画像の解析、比較により、Fhod3 のサルコメア形成に関する役割を明らかにする。これまでに、Fhod3 遺伝子を改変した心筋サルコメアでは野生型と比べてフィラメントが乱れていることが透過型電子顕微鏡での撮影で明らかとなった。そこで、乱れ方を3次元で観察するために、Fhod3 遺伝子改変心筋サルコメアを電子線トモグラフィーを用いて3次元再構成を行った。結果、アクチンフィラメントとミオシンフィラメントがそれぞれ分かれて観察でき、M-line 付近でフィラメントが乱れている構造も確認できた。現在、コントロールマウスの心筋サルコメアで同様に3次元再構成をし、遺伝子改変型との比較を行っていく予定である。

1. Kan-o M, Takeya R, et al. Biol. Open, (2012) 1, 889–896.

LB-14

新規蛍光色素 Fluolid を用いた包埋前免疫染色法による光電子相関顕微鏡法

—腎虚血再灌流障害時の CX3CL1 発現をモデルとして—

近藤 照義¹, 金丸 孝昭², 西 健太郎³ 矢住 京⁴, 松岡 洋平⁴, 磯部信一郎³, 中村 桂一郎⁵, 森本 景之⁶

¹九州保健福祉大学 保健科学部, ²九州大学病院 中央形態分析室, ³九州産業大学 生命科学部,

⁴九州産業大学 学術研究推進機構, ⁵久留米大学 医学部, ⁶産業医科大学 医学部

【目的】光電子相関顕微鏡法(CLEM法)では、免疫染色を施した樹脂包埋超薄切片などを光顕観察・撮影後に電子染色を施し、同一部位を電顕で観察する手法が用いられている。一方、包埋前免疫染色法は、免疫染色後のオスミウム固定や電子染色で標識蛍光色素の蛍光が消失することから CLEM 法への応用は困難とされている。今回は新規蛍光色素 Fluolid の包埋前免疫染色法を用いた CLEM 法への応用について、腎虚血再灌流障害時の細胞膜結合型ケモカイン CX3CL1 発現をモデルとして検討した。【材料と方法】SD系雄ラットの腎虚血再灌流後2日目の腎臓を用いた。4%パラホルムアルデヒド・0.05%グルタルアルデヒドで固定後、凍結切片及びマイクロスライサー切片を作製し、抗CX3CL1抗体を用い免疫染色を行った。その後、1%グルタルアルデヒドで再固定し、更に0.5%四酸化オスミウムで後固定を行った。光顕用試料はグリセロール・PBSで封入またはエタノールで脱水後、非水溶性封入剤で封入した。電顕用試料はエタノール脱水後、Durcupanで包埋した。【結果】オスミウム後固定によりFluolidの蛍光強度は減少した。また、グルタルアルデヒド再固定後、強い自家蛍光が認められるようになったが、その自家蛍光はオスミウム後固定後顕著に減少した。オスミウム後固定により減少したFluolidの蛍光強度は、エタノール脱水後増加し、更にフィルターユニット組合せを工夫することにより蛍光強度はオスミウム固定前と同程度に回復した。【結論】Fluolidは包埋前免疫染色法を用いたCLEM法に有用である。

LB-15

Mg イオン注入 Si における準安定相形成

小林 勇輝¹, 内藤 宗幸¹, C. Bachelet², J. Bourcois²

¹甲南大理工, ² Centre de Sciences Nucleaires et de Sciences de la Matiere

【はじめに】Mg シリサイドは構成元素が地殻に豊富に存在し、毒性も低いことから環境調和型半導体として注目されており、光電子材料や熱電変換素子などへの応用が検討されている。本材料作製法の一つとしてイオン注入法が提案されているが[1]、Mg イオン注入 Si の微細構造や Mg₂Si の形成過程については十分に調べられていない。本研究では、Silicon on insulator(SOI)基板に Mg イオンを注入した際のダメージ層及び熱処理により形成された再結晶化層について微細構造解析を行うことで、Mg-Si 相形成について知見を得る事を目的とした。【実験方法】試料作製はイオン注入法で行った。加速電圧は 10keV とし、Mg イオン注入時の SOI 基板温度およびドーズ量はそれぞれ 250°C、 $3.45 \times 10^{16} \text{cm}^{-2}$ とした。イオン注入試料の熱処理は真空中で行い、昇温速度 100°C/min.、加熱温度 500°C、保持時間 5min. とした。【結果と考察】イオン注入により、基板表面から深さ 60nm の領域に渡ってダメージ層が形成された。暗視野像には表面から深さ 30nm 付近に数 nm 数 10nm サイズのナノ結晶が観察され、また電子回折図形には Si とは異なる結晶相からの回折斑点が確認されていることから、イオン注入および熱処理に伴って Si 薄膜中でシリサイド相が形成されることが示唆された。電子回折実験の結果、これらのナノ結晶は Mg_{1.8}Si 準安定相と良い対応を示した。この準安定相は Si 基板に対して方位配向しており、基板拘束による固相エピタキシャル成長を経て形成した事が考えられる。

1. M. Baleva *et al.*, Phys. Rev. B 72 (2005) 115330-(1-7).

LB-16

透過電子顕微鏡暗視野トモグラフィーにおける課題とその克服に向けた手法開発

坂井 裕貴¹, 齊藤 光², 波多 聰²

¹九州大学大学院総合理工学府, ²九州大学大学院総合理工学研究院

TEM 暗視野 (DF) 観察では、回折波を選択するため後焦点面に対物絞りを挿入するのが通常である。結晶構造によっては隣接する回折スポット間距離が小さく目的の回折波のみを選択することが困難になることや、試料ステージと対物絞りが干渉して試料を高傾斜できないことがあり、これらは電子線トモグラフィー (ET) 観察[1]では致命的な問題となる。我々は対物絞りをを用いずに TEM-DF と同等の観察が行える STEM-DF 法の確立とその ET 観察への応用に取り組んでいる。Ni 基規則合金を対象とし、目的の規則格子反射のみを STEM 明視野検出器に取り込むことで STEM-DF 像として連続傾斜像を取得した。この STEM-DF は対物絞りが不要で、隣接する回折波の影響を避け易い。また、結像レンズ系を用いないので TEM-DF に比べて色収差の影響を受けにくい。更に、入射電子の収束角を増大すれば、ひずみコントラストの低減や広範囲観察の点でも TEM-DF より有利となる。ただし今回の観察条件 (加速電圧 300 kV、ビーム収束半角 0.6 mrad、最大試料厚み 130 nm 程度) では、試料傾斜角度の増加に伴い像強度が低下し、再構成した規則相の内部が中空状に暗くなった。これについては回折波の消衰効果と、非弾性散乱に伴う透過電子強度減衰の 2 つの要因が考えられる。各要因の影響を像強度測定と回折強度計算から明らかにし、連続傾斜像に適切な修正を施すことにより、中空状コントラストの現れない理想的な ET 画像を目指している。

1. K. Kimura *et al.*, J. Electron Microscopy 54(2005) 373-377.

LB-17

正常および先天性異常ヒト血小板の微細構造

鈴木 英紀¹ ¹日本医科大学 共同研究施設 形態解析研究室

血小板は出血などに起因する血管内皮細胞の損傷、剥離した場合、内皮下組織のコラーゲンなどに粘着、さらに相互に凝集し、止血栓を形成して止血にあたる。異常血小板では粘着または凝集能が低下しているために、止血延長、紫斑形成などの臨床所見を示す。

今回、本研究室で経験した異常ヒト血小板の超微形態を供覧する。ヒト血小板は骨髓巨核球の成熟に伴って形成された分離膜に沿って細胞質が分割し、その一部は数珠状の proplatelet となって髓洞に突出し、さらにこれがちぎれて長径 2~4 μm の円盤または基石状の血小板として血液循環に放出される。血小板には核はないが、他の小器官が豊富に存在し、固有の小器官として開放小管系、 α 顆粒、濃染顆粒、暗調小管系が見られ[1, 3, 5, 6]、細胞骨格の微小管、アクチン細線維も存在する[2, 4]。

フィブリノゲン受容体である glycoprotein (GP) IIb/IIIa (α IIb β 3 インテグリン)が欠損、低下または質的变化を示す血小板無力症患者 血小板では、その形態、サイズは正常とほぼ同様であるが、 α 顆粒数の減少傾向が見られる[3]。von Willebrand 因子の受容体である GPIb/V/IX 複合体の欠損、低下を示す Bernard-Soulier 症候群患者血小板では、直径 4 μm 以上の大型球状の形態を示す[3]。光顕的に gray に染色される灰色血小板症候群患者血小板では、大型化、 α 顆粒の欠損が見られ、細胞内が疎になるとともに暗調小管系が目立って観察される[6]。

1. 鈴木英紀(分担執筆), 新血栓止血学 血管と血小板, p. 137-145, 2015.
2. Suzuki H, Tanoue K, Yamazaki H: Histochemistry, 96: 31-39, 1991.
3. Suzuki H, Yamazaki H, Tanoue K: Progr Histochem Cytochem 30: 1-109, 1996.
4. Kunishima S, Nishimura S, Suzuki H, et al: Eur J Haematol. 92: 276-82, 2014.
5. 鈴木英紀, 顕微鏡, 40: 124-127, 2005.
6. 鈴木英紀(分担執筆), 別冊・医学のあゆみ 血液疾患-state of arts Ver.3, p.733-736, 2005

LB-18

Site location analysis of Au dopants in Cu_6Sn_5 intermetallic compound by Cs-corrected STEM

Wenhui Yang¹, Tomokazu Yamamoto¹, Kazuhiro Nogita², Syo Matsumura¹

¹ Department of Applied Quantum Physics and Nuclear Engineering, Kyushu University,

² Nihon Superior Centre for the Manufacture of Electronic Materials (NS CMEM), School of Mechanical and Mining Engineering, The University of Queensland

Cu_6Sn_5 is an important intermetallic compound in soldering and electronic packaging. It is formed at the interface between molten solder and substrate during the soldering process, and the evolution of microstructure and properties also occurs in service. Zeng et.al revealed that Au and Zn are stabilization alloying elements for hexagonal η - Cu_6Sn_5 intermetallic [1]. To understand of stabilization mechanisms at atom scale, in this work, we performed direct observation for dopants in Cu_6Sn_5 intermetallic codoped with Au and Ni elements using high-angle annular dark-field (HAADF) imaging and atomic-resolution chemical mapping with aberration-corrected (Cs-corrected) scanning transmission electron microscopy (STEM). It was found that Cu_6Sn_5 doped with Au and Ni has hexagonal structure. HAADF-STEM and atomic-resolution STEM-EDXS mapping revealed that Au atoms occupy the Cu1 sites in η - Cu_6Sn_5 although Ni dopant site location is still unclear.

1. G. Zeng et al., Intermetallics 43 (2013) 85-98.