

明日の科学と社会の発展に貢献する 日立グループの計測・分析技術

多持 隆一郎
Tamochi Ryuichiro

伊東 祐博
Ito Sukehiro

早川 克己
Hayakawa Katsumi

増田 俊夫
Masuda Toshio

社会イノベーションを支える計測・分析技術

科学や社会の発展には、計測・分析、すなわち「見る」、「測る」、「解析する」ことが不可欠である。新たな科学の発見の多くは、計測・分析技術の進歩によってもたらされ、それゆえに計測・分析技術は「Mother of Science」と呼ばれる。産業分野でも、研究開発から生産現場に至るまで、さまざまな計測・分析技術が広く活用され、新技術の開発や製品の品質向上などを支えている。計測・分析技術は、イノベーションや革新的ソリューションを創出する基盤として、環境・新エネルギー、新素材、ライフサイエンス、エレクトロニクスなどのさまざまな分野を進展させ、社会の発展に貢献している。

また日立グループは、電子顕微鏡や分析装置を中心に、計測・分析技術の開発や製品・ソリューションの拡充に取り組んでいる。日立グループ内だけでなく、国内外の大学・研究機関、あるいは企業とも連携してのコラボレーション（協創）により、計測・分析技術そのものの発展と、最先端の計測・分析技術による科学や社会の発展に貢献することをめざしている。

現在、日立グループは、高度なIT（Information Technology）と社会インフラを融合させたソリューションによって社会や顧客の課題を解決し、より安全で安心な社会をめざす、社会イノベーション事業を推進している。計測・分析技術は、ITと

社会インフラ双方の発展の基盤となり、社会イノベーションの実現を支えている。

社会ニーズと計測・分析関連の技術・ソリューションの開発

日立グループは、1960年代から、流量計・分光光度計^(a)・質量分析装置（MS^(b)）、あるいは透過電子顕微鏡（TEM^(c)）、走査電子顕微鏡（SEM^(d)）、電界放出形走査電子顕微鏡（FE-SEM^(e)）などの電子顕微鏡に代表される微細計測装置で計測・分析装置の事業を開始した。さらに、X線や超音波を用いた非破壊検査技術、走査プローブ、放射光応用や非侵襲光学生体計測などの新たな計測技術を開発し、それらの性能向上と高度化を進めることで、最先端の計測・分析技術を提供してきた。

また、市場ニーズに応じて、汎用的な計測・分析技術を専用機化した製品やソリューションの開発を行ってきた。例えば、FE-SEMをベースにした半導体デバイス寸法計測用の測長SEM^(f)や、分光分析技術を基にした血液自動分析装置などである。こうした専用製品は、自動化や操作性向上により、質の高い計測・分析を容易に行えるようになったことで、生産現場や医療診断分野などで広く活用され、産業の発展や安全・安心な社会に大きく貢献してきた。

最近では、性能志向から目的志向への流れの中、分野ごとに特有のニーズが強まっている。新素材などの材料開発では、触媒やデバイスの実動作下で計測・分析を行う

(a) 分光光度計

波長ごとに分けた光を試料に照射して、透過した光の量を測定し、それぞれの波長における吸光率を測定する装置。液体試料の溶液の濃度のほか、固体試料の物質的特徴、分子構造などが測定・観察できる装置として広く用いられている。

(b) MS

MSはMass Spectrometerの略称。試料をさまざまな方法でイオン化し、電磁気的に分離してそれぞれの原子・分子を検出することにより、物質の同定や定量を行う装置。試料のイオン化方法や検出方法の違いによって多くの種類があり、目的などに応じて使い分けられている。

(c) TEM

Transmission Electron Microscopeの略称。薄膜化した試料に加速した電子線を透過させ、試料中で原子により散乱、あるいは回折した電子を、蛍光板やCCD（Charge Coupled Device）カメラなどに投射し、電子線回折パターンや透過電子顕微鏡像（TEM像）として結像させる電子顕微鏡。高い分解能で物質の内部構造を観察できる。

(d) SEM

Scanning Electron Microscopeの略称。電子源（電子線をビーム状に照射する装置）から発生した一次電子線を試料上に細く絞って走査し、試料から放出される二次電子や、照射した電子線が試料内部で進行方向を変えて放出された反射電子などを検出器で検出し、拡大像を得る電子顕微鏡。物質の表面の立体構造を高感度に観察できる。

(e) FE-SEM

Field Emission-Scanning Electron Microscopeの略称。FEとは、超高真空下で先端が針状の陰極（電界放出素子）の先端に高電圧を加えると、高密度の電子が放出される電界放出現象のこと。これを電子源として用いたSEMをFE-SEMと呼び、輝度が極めて高いFE電子源による高い分解能を特長とする。

(f) 測長SEM

CD-SEM (Critical Dimension-Scanning Electron Microscope) とも呼ばれる。主に半導体などの電子デバイスの製造ラインで品質管理に使用されている。元来、観察装置であったSEM（走査電子顕微鏡）に、計測器としての再現性や校正機能などを持たせ、微細パターン寸法計測に専用化した装置。

(g) SPM

SPMはScanning Probe Microscopeの略称。プローブと呼ばれる微小な探針を試料表面に近づけて走査し、探針と試料の間に働く物理量（トンネル電流、原子間力、摩擦力、磁気力など）を検出して、微小領域の表面形状観察、物性分析を行う顕微鏡の総称。代表的なSPMとして、STM（Scanning Tunneling Microscope：走査型トンネル顕微鏡）、AFM（Atomic Force Microscope：原子間力顕微鏡）などがある。

(h) ホログラフィー電子顕微鏡

電子線が持つ波としての性質を利用し、電子線の干渉パターンを結像させる技術を電子線ホログラフィーと言う。この電子線ホログラフィーを電子顕微鏡の中で作成するのがホログラフィー電子顕微鏡で、電子線を試料に当てて透過させた波と、試料のない部分を透過した波を干渉させて電子のホログラムを生じさせることにより、物質の三次元形状、物質内部や空間中の微細な電場や磁場の様子を観察・計測することができる。今回開発したホログラフィー電子顕微鏡は、分解能が原子1個を分離して観察できるレベルであることから、原子分解能・ホログラフィー電子顕微鏡と呼んでいる。

オペランド計測、医学・生物学では、生体組織の微細形状情報が得られる電子顕微鏡と色情報が得られる光学計測との融合・連携などが求められている。こうしたニーズに応え、計測・分析の新たな技術や新機能・ソリューションの開発を進めている。

ニーズが多様化し、計測対象や目的も多岐にわたる中で、さまざまな計測・分析手段を保有し、目的やニーズに応じて適切な装置や手法を組み合わせることも重要である。株式会社日立ハイテクノロジーズは、2013年にセイコーインスツル株式会社からエスアイアイ・ナノテクノロジー株式会社の全株式を取得して株式会社日立ハイテクサイエンスを設立し、グループ内の分析機器事業の集約を進めている。走査型プローブ顕微鏡（SPM^(g)）、光学計測、イオン光学、質量分析、熱分析など、それぞれが培ってきた高い分析技術を集約するとともに、電子顕微鏡も含めて、計測・分析装置間で連携できるリンケージシステムにより、多様なニーズに応じていく。デモルームにおいては各種製品を設置し、これらを連携させながらデモンストレーション可能な環境を整えており、顧客との「協創」の場となることを願っている。

コラボレーションによる最先端の製品・ソリューションの開発

原子分解能・ホログラフィー電子顕微鏡の開発

電子顕微鏡は「見る」、「測る」、「解析する」において高い分解能が得られる。その分解能の性能を極限まで追求したのが、原子分解能・ホログラフィー電子顕微鏡^(h)である。日立グループは、最先端研究開発支援プログラム FIRST (Funding Program for World-Leading Innovative R&D on Science and Technology) の助成を受け、1.2 MVの加速電圧を備えたホログラフィー電子顕微鏡の開発を2010年3月から本格的に開始した。2014年12月には、多くの困難を乗り越えて43 pmの世界最高分解能を達成した¹⁾ (図1参照)。

この原子分解能・ホログラフィー電子顕微鏡は単に分解能が高いだけでなく、原子



図1 | 原子分解能・ホログラフィー電子顕微鏡装置

世界で初めて超高压電子顕微鏡に球面収差補正器を搭載し、電子顕微鏡本体の性能・安定性向上の多くの技術課題を克服して、2014年12月に43 pmの世界最高分解能を確認した。材料内部の電磁場を原子レベルで計測できる。磁石・電池電極材料・超伝導材料などの材料性能のメカニズムを解明して、新機能材料の開発を牽引することが期待される。

分解能で電磁場を計測できることが特徴である。このことから、ハイブリッド自動車や電気自動車に利用される高性能磁石の開発など、エネルギー・環境問題の解決に貢献する新材料・新素材の開発を牽（けん）引していくことや、画期的な先端材料の開発を通じて基礎科学の発展に寄与することが期待されている。日立グループは、この原子分解能・ホログラフィー電子顕微鏡を高度な計測・分析基盤としてグループ外とも共同利用を行い、国内外の最先端研究機関と連携してオープンイノベーションを推進していく^{※)}。

ドイツCEOS社、フランスCEMESとのグローバルコラボレーション

日立グループは、ソリューションや装置の開発において、パートナー企業や研究機関などとのコラボレーションを進めている。一例が、ドイツのCEOS社と共に進めている、球面収差補正器の大型・高加速電圧TEMへの搭載のプロジェクトである。

※) 原子分解能・ホログラフィー電子顕微鏡の開発の経緯や装置の特徴、今後の活用などは、参考文献1) (日立評論 2015年6・7月合併号) に詳しく記載されている。

電子顕微鏡に用いる電子レンズは、球面収差によって分解能向上が阻まれていた。CEOS社は、この収差を補正する球面収差補正器を1990年代中盤頃に実用化した。しかし、その性能を引き出すには、搭載される電子顕微鏡にも高い安定性が求められる。日立製作所・日立ハイテクノロジーズは、この球面収差補正器をTEMに搭載すべく、CEOS社と2003年から共同プロジェクトを進めてきた。これまでに200 kV走査透過電子顕微鏡 (STEM⁽ⁱ⁾)、300 kV TEMへの球面収差補正器の搭載に成功した。また、原子分解能・ホログラフィー電子顕微鏡においても、1.2 MVの大型・超高電圧のTEMに球面収差補正器を搭載し、世界最高分解能の達成に貢献している。協創を通じて、技術革新に共同でチャレンジするだけでなく、人的な交流も緊密になっている。本特集では、CEOS社を創設し球面収差補正器の開発を率いてきたMax. Haider氏から「特別寄稿」をいただき、CEOS社と日立グループとの共同開発を総括いただいている。

また、フランスの国立科学研究機関であるCEMES (Center for Materials Elaboration and Structural Studies) とのコラボレーションにより、300 kV TEMに収差補正器を搭載し、世界最高クラスの分解能を誇る電子顕微鏡を開発・納入した。CEMESは、ハイブリッド車に搭載する永久磁石やHDD (Hard Disk Drive) のヘッド部に用いられる磁性材料の研究開発にTEMを用いている。電子顕微鏡では電子の制御に磁場を用いるが、この磁場の影響を受けない磁場フリー状態での磁性材料の高分解能観察が強く望まれていた。そこで、高分解能が得られる電界放出形 (FE) 電子銃を搭載した高分解能FE-TEMをベースに、さらに分解能向上を実現するためにCEOS社の球面収差補正器を搭載した (図2参照)。その結果、目標である磁場フリー位置での空間分解能0.5 nmを達成した。今後、ハイブリッド車搭載の永久磁石の性能向上やHDDの高密度化・高速読み出しなどへの貢献が期待される。さらに、がん治療など



図2 | 球面収差補正器を搭載したFE-TEM

フランスの国立科学研究機関CEMESとのコラボレーションによって開発・納入した。CEMESは欧州でもトップクラスの物質・材料研究所として知られ、また高度な電子顕微鏡技術を有することでも有名である。干渉 (interference) 縞と、原子レベルの動的観察 (in-situ観察) が可能なことから、2つの頭文字「I」を採って「I2TEM」と名付けられた。本体正面には、共同開発関係者の思いを込めた「愛2TEM」の文字が刻まれている。

の医療分野への応用の可能性も模索されている。

電子顕微鏡・集束イオンビームにおける最先端ニーズへの対応

日立ハイテクノロジーズは、電子顕微鏡・集束イオンビーム装置として、TEM、SEM、FE-SEM、STEM、さらに集束イオンビーム装置 (FIB^(j)) など、多くの製品群をラインアップしている (図3参照)。これらの装置では、分解能などの性能向上とともに、最先端ニーズに応えるための機能やソリューションの開発・提供を進めている。

最先端ニーズの一つが、材料を実使用環境で観察する「その場観察 (オペランド計測)」である。触媒の反応メカニズムやリチウム電池・燃料電池の内部状態の解明などでニーズが高い。このニーズに応じて、「雰囲気環境制御機構」を開発した。雰囲気遮断型の試料ホルダーによって試料が大気に触れない環境を構築し、加熱やガス導入の機能を搭載している。これをSEM、TEMや走査型プローブ顕微鏡、さらに集束イオンビームによるFIB加工などの前処理装置とも共通に利用できるシステムとし

(i) STEM

Scanning Transmission Electron Microscopeの略称。TEMの一種で、SEMと同様に細く絞った電子線を試料上に走査させ、透過した電子線を試料下部の検出器で検出し、結像する電子顕微鏡。複数の物質が混在する結晶の界面などの観察に用いられる。

(j) FIB

Focused Ion Beamの略称。極めて細く集束したイオンビームを試料表面で走査することにより、発生した二次電子などを検出して物質表面の顕微鏡像を観察したり、試料表面を加工したりする装置。SEMと同様の構成・機能を持つが、SEMでは電子ビームが、集束イオンビーム装置ではガリウムや希ガスのイオンによるイオンビームが試料に照射される。これらのイオンは電子よりも重いことから、試料を構成する原子をはじき出すスパッタリング現象が発生する。これを利用して試料にエッチングを行い、断面を露出させて観察する断面加工観察や、試料の所定箇所を薄片として取り出すTEM試料作製加工を行うことができる。



図3 | 電子顕微鏡，集束イオンビーム加工観察装置

高分解能・高性能機から汎用機まで，一連の製品ラインアップをそろえる。FE (Field Emission) 型は，日立が世界で初めて実用化した電界放出型の電子源を搭載し，高分解能が得られる。

て提供しており，さまざまな計測・分析手法による「その場観察」を実現している (図4参照)。

もう一つの最先端ニーズとして，三次元解析技術がある。材料組成やデバイス内部構造などを三次元で立体的に可視化・解析するものである。このニーズに対しては，リアルタイム3DアナリティカルFIB-SEM複合装置を開発した (図5参照)。試料を少しずつ研削加工しながら自動で観察することを繰り返すことにより，試料内部構造の三次元像再構築が容易に行える。また，FIB加工の際の像観察をSEMで行うことで，高い分解能で像観察が行えるようにしている。さらに，X線分析装置や電子線後方散乱回折分析装置を搭載することで，材料解析で不可欠な組成分析や結晶方位などの三次元的な解析を実現している。

Key Opinion Leader とのコラボレーション

このような最先端ニーズに対応するため

に日立グループでは，国内・海外の大学や研究機関のKey Opinion Leader とのコラボレーションを積極的に進めて，新しい技術やソリューションを創出している。

本特集では，最先端の計測・分析技術を開発に活用している第一人者の方々に，最先端の研究成果や応用事例，日立と共同で行っている新しいソリューション開発への取り組みを，「特別寄稿」として紹介いただいている。

雰囲気制御SEM/STEMその場観察による 燃料電池研究への応用

環境・新エネルギー分野向けの新素材の開発では，触媒などの機能性材料のその場観察や微細構造の三次元解析の応用が進んでいる。

九州大学の林灯教授は，水素エネルギーの利用に向けた燃料電池用触媒の研究に取り組んでいる。この燃料電池の電極触媒における表面反応を，触媒が使われる雰囲気環境や温度においてリアルタイムに観察を

したいというニーズを強く持っていた。前述の雰囲気環境制御機構（図4参照）は、このニーズに合致するものである。これを用いて、SEMやSTEMの内部に、いわば触媒表面反応の実験ラボを作って「その場観察」を行っている。これにより、触媒の使用環境での状態変化や劣化のメカニズムをナノスケールレベルで観察するとともに、触媒の耐久性評価に応用している。

直交配置型FIB-SEMを利用した 材料微細組織の三次元解析

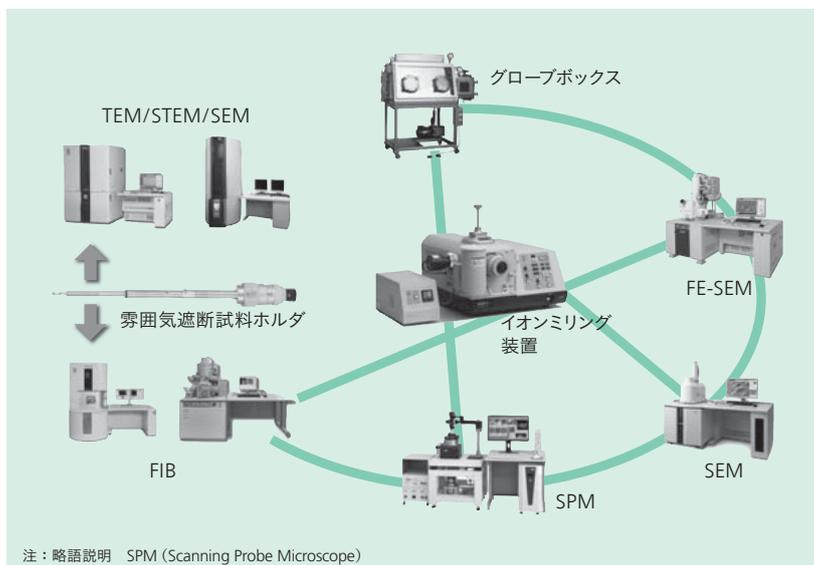
新材料開発では、試料内部構造をより詳細に把握するために、三次元的な解析ニーズが高まっている。このような背景から、国立研究開発法人物質・材料研究機構（NIMS）の原徹グループリーダーと共同で、リアルタイム3DアナリティカルFIB-SEM複合装置（図5参照）、およびこれを用いた観察技術を開発した。FIBによる研削加工とSEM観察・分析の自動化により、三次元像を再構築・解析することが可能となり、金属やセラミクスなどの材料の微細観察に適用されている。

高分解能SEM/STEMによる 規則性多孔質材料の構造解析

東京工業大学の横井俊之助教は、資源化学・触媒化学の分野において、環境調和型高機能触媒であるゼオライトに着目して研究を行っている。ゼオライトは、分子サイズレベルの均一な細孔（0.3～1 nm）を持つ結晶性多孔質材料である。この材料は、高分解能のSEMやSTEMによる構造解析を行うにあたり、電子ビーム照射によって試料形状が変形するなどの問題があった。しかし、低加速電圧領域の高分解能化を実現することで、数ナノメートルレベルのゼオライトの表面形状を可視化することが可能となり、ゼオライト触媒の開発に貢献している。

生物・医学分野やiPS細胞研究への応用

生物・医学分野には、電子顕微鏡が開発された当時から、微細なウイルス・細胞・



注：略語説明 SPM (Scanning Probe Microscope)

図4 | 雰囲気遮断ホルダーを用いたリンケージシステム

試料を大気に暴露させない雰囲気遮断型の試料ホルダーに加熱やガス導入の機能を搭載し、電子顕微鏡や走査型プローブ顕微鏡、前処理加工装置の間で共通化した。各種計測方法を連携させながら、材料の実使用環境での「その場観察（オペランド計測）」が行える。

生物試料などの構造観察などへの応用が進められてきている。

宮崎大学の澤口朗教授は、バイオメディカル分野での電子顕微鏡の普及に尽力しており、微細形態観察の重要性を若い医学研究生に指導している。一方、iPS細胞の実用化に向けて、その出来栄を検査する技術が必要となり、そこに電子顕微鏡の技術を適用しようとしている。日々進化するiPS細胞の状況を把握するため、京都にある研究所と宮崎大学を結んでリアルタイム観察を実現し、iPS細胞の研究に寄与している。



図5 | リアルタイム3DアナリティカルFIB-SEM複合装置NX9000

FIBによる断面作製とSEM観察を自動で繰返すことで、連続断面シリーズ像を収集し、微小部の三次元構造を解析する。X線分析や反射電子回折装置を搭載することで、材料の組成や結晶方位についても三次元的な解析を実現した。

生物試料の構造を三次元で可視化する

リアルタイムステレオSEM

生物の生体機能については解明されていないことが多く、生物試料の構造を細部まで観察したいというニーズが高い。これまでは、光学顕微鏡下で解剖して観察を実施していた。しかし、微細構造の観察には限界があり、新潟大学の牛木辰男教授は、SEMの中で立体的な画像を見ながら解剖ができるシステムの構築を切望していた。

そこで、国立研究開発法人科学技術振興機構（JST）先端計測分析技術・機器開発プログラムに、日立ハイテクノロジーズ、新潟大学、静岡大学、株式会社ナナオ（現EIZO株式会社）が共同で参画し、リアルタイムで3D観察可能な走査電子顕微鏡SEMと裸眼に対応した高解像度の3Dモニタの実用化に成功した。今では商品化されてSEMに搭載され、生物だけでなく材料開発など多くの分野の構造観察に適用されている。

ここで紹介した以外にも、電子顕微鏡だけでなく多くの計測・分析技術について、国内・海外の大学・研究機関とのオープンイノベーションや協創に取り組んでいる。今後も日立グループは、グローバルな先端研究ネットワークを活用し、最先端ニーズに応える計測・分析技術の開発を推進していく。

イノベーションやブレイクスルー技術の創出、新市場の開拓

日立グループは、独自の技術開発により、計測・分析における革新的なイノベーションやブレイクスルー技術を創出するとともに、新市場を開拓し、また計測・分析技術の裾野を広げる取り組みも行っている。

大気圧下で観察が可能な卓上型の電子顕微鏡

一般に電子顕微鏡では、電子線が気体分子に衝突して散乱されないように、観察は真空中でなされる。しかし、真空中では、生物などの含水試料では水分が蒸発するために「生」の状態での観察は難しかった。特に大気圧下では、電子線の散乱の影響が



図6 | 卓上大気圧顕微鏡AeroSurf 1500

大気圧下では電子線が散乱されるためにSEM像の観察は困難との常識に挑み、試料設置が簡単な方法で大気圧SEM観察を実現した。生物などの含水試料でも水が蒸発することなく「生」の状態が観察できる。食品・美容・製薬・医学などの分野への新しい貢献が期待される。

大きく、SEM像の観察は困難と思われていた。新たに開発した卓上大気圧顕微鏡AeroSurf（図6参照）は、電子線散乱の原理に立ち戻って装置構成を検討し、さらにSEM画像への散乱電子線の影響を取り除く補正技術を開発することで、大気圧下での鮮明な画像によるSEM観察を実現した。今後、これまでSEMがあまり使われてこなかった食品・美容・製薬・医学などの分野への貢献が期待される。

卓上型の電子顕微鏡による新市場開拓

卓上顕微鏡TMシリーズは、業界初の卓上型電子顕微鏡である（図7参照）。従来、電子顕微鏡は、熟練したオペレーターが用いる高価な装置であった。卓上顕微鏡TMシリーズは、電子顕微鏡の分解能を備えつつ光学顕微鏡の使いやすさを追求し、卓上への設置と手軽で簡単な操作を実現した。これまで電子顕微鏡が使われていなかった生産現場にも導入が進んでいる。また、



図7 | 卓上顕微鏡TM3030

簡単操作で設置環境の制約が少ない卓上型の電子顕微鏡である。試料の冷却ステージや組成分析を行うX線分析装置（オプション）を搭載可能として、製造現場などへの新市場を開拓している。小・中学校などの教育機関や博物館・科学館などでも採用されている。



図8 集束イオンビーム (FIB) を応用したフォトマスク欠陥修正装置

半導体フォトマスク上に生じた欠陥を「観察」し、エッチングや成膜の微細加工を行って「修正」する。集束イオンビーム (FIB) により、1台で「見る」、「削る」、「付ける」の3つの機能を有する。

日立ハイテクノロジーズは、社会貢献活動として、TMシリーズを活用した理科教育支援をグローバルに行っている。

集束イオンビーム(FIB)を応用した フォトマスク欠陥修正装置

集束イオンビーム装置は汎用装置であるが、このFIB技術を半導体デバイス製造向けに専用機化して、フォトマスク上の欠陥を修正する欠陥修正技術および装置システムを開発した(図8参照)。イオンビームを放出するイオン源として、従来30年以上にわたって実績のある液体金属イオン源に代えて、微細化ブレークスルー技術として新方式の電界電離型ガスイオン源を開発した。走査イオン顕微鏡像^(k)の分解能向上を実現することで、フォトマスク修正で求められる最小加工寸法や光学特性などの要求を満たしており、最先端微細デバイス用のフォトマスクやEUV(Extreme Ultraviolet)マスクの欠陥修正に実用可能であることを確認している。

分析・観察から計測まで、幅広い分野に ソリューションを提供

多様なニーズに対して的確な分析を効率的に行うには、さまざまな分析手法を併用することが有効である。日立ハイテクノロジーズでは、日立ハイテクサイエンスに、グループ内の分析機器事業の集約を進めてきている。走査型プローブ顕微鏡、光学計

測、イオン光学、質量分析、熱分析、あるいはX線などの非破壊検査の技術を高度化し、また計測・分析装置間での連携により、幅広い分野にソリューションを提供していく。

走査型プローブ顕微鏡(SPM)

SPMは、サブナノメートルの高分解能で、試料表面の形状測定や機械的・電気的な物性測定が可能な装置である。数百マイクロメートル以下の微小領域での高精度計測に適している。水平方向だけでなく垂直方向の分解能も優れており、ナノメートル精度での高さや形状測定ができる。最新型のSPM(図9参照)では、産業計測用途でのニーズに応じて、三次元形状の計測精度の向上や測定自動化による操作性の向上を図り、オペレーターの熟練度によらずに簡単操作で質の高い測定が行える。

また、環境制御型のSPMユニットも開発しており、真空中・溶液中などのさまざまな環境での解析を実現している。このユニットでは、試料表面の吸着水の影響を最小限に抑える高真空状態での電気計測や、加熱冷却状態での試料の物性マッピングが可能である。これらの特徴を生かし、ナノ領域の研究開発から工業計測や品質管理まで適用範囲を拡大していく。

顕微鏡リンケージシステム

先に述べたように、SPMは、数百マイクロメートル以下の微小領域で、ナノメー



図9 走査型プローブ顕微鏡AFM5500M

プローブ(探針)でサンプル表面を走査することで、ナノレベルでの立体形状観察と物性マッピングを同時に行える。ナノ領域の研究開発から品質管理などの工業計測に対応する。

(k) 走査イオン顕微鏡像

集束イオンビーム(FIB)で試料を走査したときに放出される二次電子などを検出し、可視化した像。組成コントラスト、結晶方位コントラストがSEM像に比べて強く現れる。走査イオン顕微鏡はSIM(Scanning Ion Microscope)とも呼ばれる。

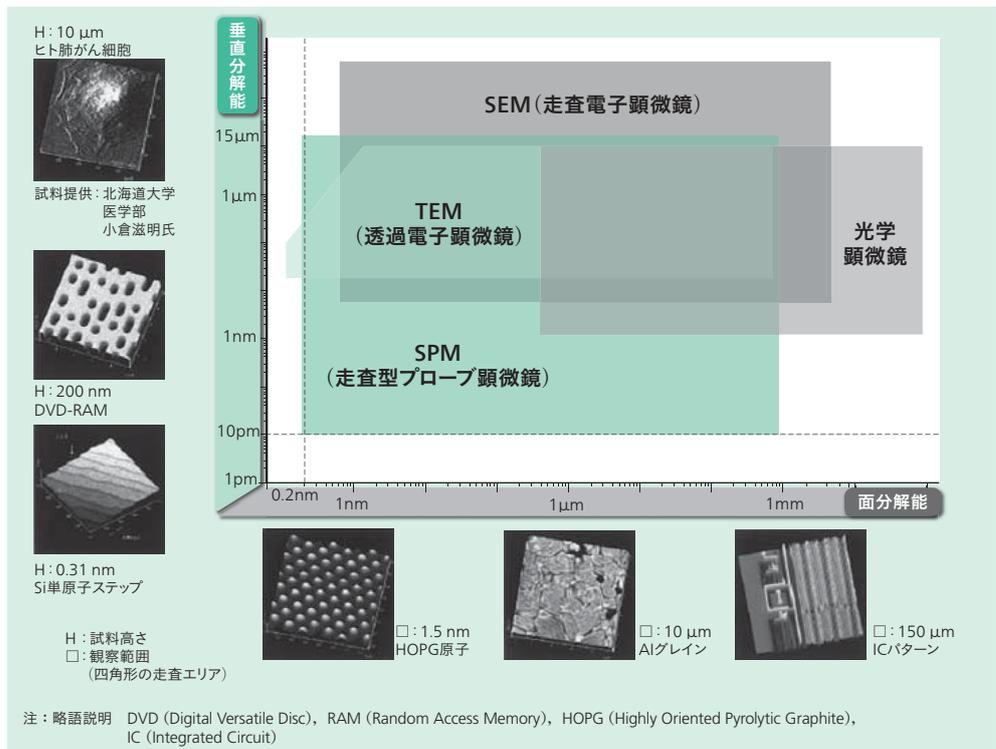


図10 | 各種顕微鏡の分解能の比較

SPMは垂直分解能に優れ、物性測定も可能である。SEMやTEMと相補的に用いることができる。

トル精度での高さや形状測定、三次元測長や物性測定が可能である。一方、SEMはSPMに比べ、広い観察範囲からスピーディに表面形状のイメージ像を得ることができる。このようにSPMはSEMと相補的な関係にある(図10参照)。したがって、それぞれの顕微鏡を併用することで、互いの長所を生かした相補的な観察・測定が可能になる。

日立ハイテクノロジーズグループは、SEM、SPM、走査型白色干渉顕微鏡(後述)の間で、共通ホルダーと座標リンケージ機能により、同一箇所を複数種類の顕微鏡で

観察できる技術を構築した(図11参照)。例えば、SEMとSPMで同一箇所を測定し、両者の情報を連携させて評価することが可能となる。応用事例として、SEM像のコントラストをSPMの表面電位の観察と関連づけて解明する(図12参照)、リチウムイオン電池の内部構造観察に加えて同一箇所の電磁気特性を可視化する、といった新しい観察ソリューションの創生につながっている。このリンケージシステムにより、複数手法による観察・分析・計測の連携を容易にして総合的なソリューションを提供していく。

走査型白色干渉顕微鏡

走査型白色干渉顕微鏡(CSI: Coherence Scanning Interferometry)は、光の干渉を利用して広い範囲の表面形状計測や透明多層膜の膜厚などを短時間に計測できる(図13参照)。表面形状計測では、数ミリメートルの広い観察範囲に対して高い垂直分解能0.01 nmで、数秒程度の時間で計測することが可能である。透明多層膜測定では、膜厚や層断面、あるいは層内部にある異物・はがれなどを非接触・非破壊で計測

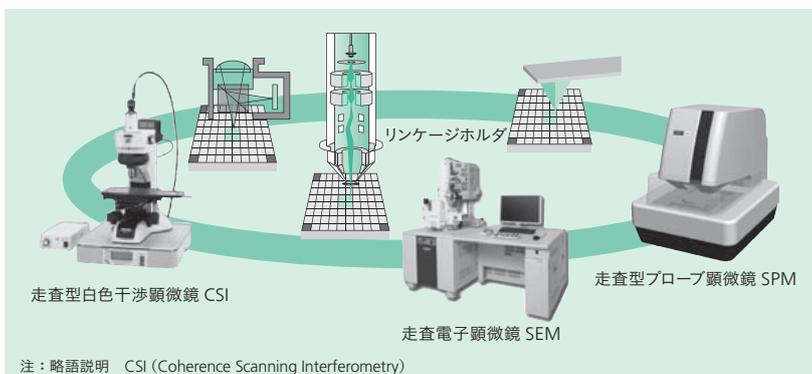


図11 | 顕微鏡リンケージシステム

走査型プローブ顕微鏡SPM、走査電子顕微鏡SEM、走査型白色干渉顕微鏡CSIの異種装置間で、共通ホルダーと座標リンケージ機能により、試料の同一場所を簡単に測定できる。

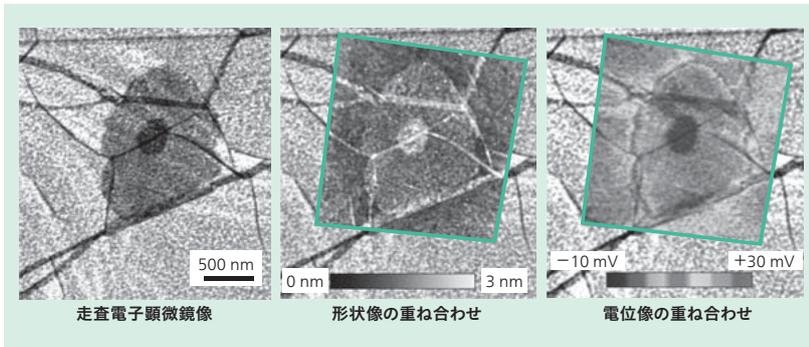


図12 | SEM-SPMリンケージの一例

SiO₂上にCVD成長したグラフェンの観察像を示す。走査電子顕微鏡 (SEM), 走査型プローブ顕微鏡 (SPM) による形状・電位像を同一箇所計測し、画像を重ね合わせた (Overlay)。SEM像のコントラストの由来が、SPMによる形状や表面電位の観察から解明される。

できる。SEM, SPMとの座標リンケージ機能も有している。今後、広範囲の表面粗さ管理や膜製造プロセスにおける検査装置へと、適用範囲を拡充することが期待される。

蛍光指紋による食品分析技術

私たちの暮らしに関連の深い食品分野では、食の安全に向けて、産地・種別の判別や成分分析のニーズが高まっている。日立ハイテクサイエンスでは、分光分析技術を応用して、食品試料からの「蛍光指紋」(蛍光の波長や強度などの蛍光パターン)を用いた分析技術を開発している(図14参照)。高速走査型の分光蛍光光度計を用いて膨大な蛍光指紋データを効率よく取得し、この膨大な情報から統計手法によって少数の特徴的な指標を抽出することで、試料の判別分析などが簡便・低コストに行える。ITや情報処理技術の進展により実現が可能となった。食品分野への応用が注目されてお

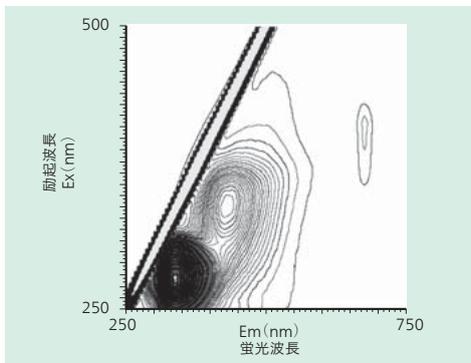


図14 | 蛍光指紋の一例 (パイナップルジュース)

「蛍光指紋」は、蛍光の波長や強度などから得られる蛍光パターンが、あたかも人の指紋のように見てとれる。食の安全・安心に向けて注目が高まっており、産地・種別の判別や成分分析のニーズに応える。

り、研究機関などとも連携してアプリケーション開発を進めていく。

高速液体クロマトグラフ用小型質量検出器

創薬・製薬分野では、液体クロマトグラフ (HPLC^①) に質量分析装置 (MS) を組み合わせた LC/MS システムによる成分同定や構造解析・定量分析が利用されており、合成研究や生産管理への活用ニーズも高まっている。日立ハイテクサイエンスでは、コンパクトな質量検出器 Chromaster5610 を開発し、システム的大幅な小型化・省スペース化と操作性・メンテナンス性の向上を実現することで(図15参照)、従来の大型質量分析装置 (MS) にあった設置環境の制約や操作性・メンテナンスの不安を解消し、MS の特性である高い定性能力を HPLC ユーザーが手軽に活用できるようにした。本特集では、創薬分野に向けた3つのアプリケーション (ダイレクトインフュージョン法による合成中間体の分析、LC/MS を用いた微生物培養液のスクリーニング分析、TLC-MS を用いた化合物分析) を紹介している。今後も簡便性を生かし、MS の裾野を拡げるアプリケーション開発を推進していく。

蛍光X線技術を応用しためっき膜厚測定計、X線異物検査装置

半導体や電子部品あるいはリチウムイオン二次電池などのエレクトロニクス分野では、小型化と高性能化に対応して、品質に影響する欠陥・異物などの管理が重要な課



図13 | 走査型白色干渉顕微鏡VS1000シリーズ

従来両立が難しいとされていた、広い観察範囲と高い垂直分解能の同時測定を、「光干渉方式」によって実現した。光の特徴を生かして「非接触表面形状計測」、「層断面計測」という2つの機能を統合する。

① HPLC

High Performance Liquid Chromatographの略称。クロマトグラフは混合試料を成分ごとに分離し、分離した成分の回収(分取・精製)、もしくは成分の定量を行う装置。液体クロマトグラフは液体試料、何らかの溶媒に溶ける固体試料を測定対象とする。



図15 | 高速液体クロマトグラフ用小型質量検出器
Chromaster HPLCシステム(左)に、コンパクトなChromaster 5610質量検出器(右)を組み合わせることで、創薬分野などで多くのユーザーが簡単に使用できるシステムを提供する。

題である。この製造においては、蛍光X線分析などの非破壊分析が用いられている。

蛍光X線分析(XRF: X-ray Fluorescence)は、物質にX線を照射し、二次的に発生するX線(蛍光X線)を用いて元素の定性・定量分析を行う方法である。蛍光X線分析の特徴は非破壊かつ迅速な測定にある。

スマートフォンなどに用いる電子部品・基板・コネクタなどでは、メッキ膜が用いられており、このメッキ膜厚測定のニーズが高まっている。日立ハイテクサイエンスは、蛍光X線分析の特性を生かし、微小領域へのX線照射と高感度X線検出の技術を膜厚測定システムとして製品化した(図16参照)。これにより、スマートフォンなどで使用される電子部品の生産現場において、数十マイクロメートル領域のナノメートルレベルの膜厚の管理が可能となり、電子部品のコネクタや端子における電気的接続の耐久性確保に寄与している。



図16 | 高性能蛍光X線膜厚計FT150シリーズ
スマートフォンなどに用いる電子部品などのめっき膜厚を、非破壊で迅速に測定する。蛍光X線分析による測定を専用機化することで、最先端の生産現場での品質管理のニーズに応えている。



図17 | X線異物解析装置EA8000

リチウムイオン二次電池(LIB: Lithium Ion Battery)や燃料電池の安全性と品質の確保に向けて、製造プロセスでの金属異物の管理に用いられる。金属異物の検出から組成分析までを、短時間で効率よく行える。

また、環境への負荷低減技術として、リチウムイオン二次電池や燃料電池がさまざまな分野に広がっている。これらの電池の安全性と品質の確保には、製造プロセスでの金属異物の管理が重要である。日立ハイテクサイエンスは、X線透過イメージングによる異物検出と蛍光X線分析による元素同定技術をシステム化したX線異物解析装置を開発した(図17参照)。この装置により、リチウムイオン二次電池や燃料電池などの製造工程において20 μm程度の微小な金属異物の管理が可能となり、電池の歩留りや耐久性の向上に寄与している。

超音波映像技術を応用した非破壊欠陥検査

超音波映像による検査技術も、材料内部の欠陥などの非破壊・迅速な検出手法として、X線と並んで広く用いられており、分解能や検出速度の向上が著しい。株式会社日立パワーソリューションズが製品化した最新の超音波映像装置(SAT: Scanning Acoustic Tomograph)(図18参照)では、半

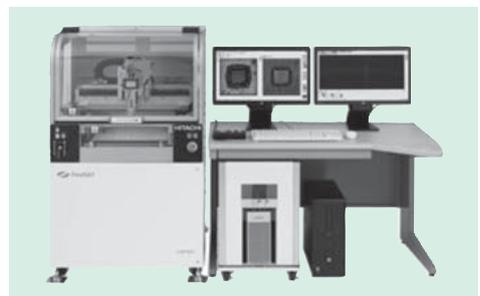


図18 | 超音波映像装置FineSAT V

電子部品内部のクラックや剥離・ポイドを、超音波を用いて非破壊で検出する。高分解能化・高精細化のニーズに応えて、超音波集束ビームや画像鮮鋭化により、従来技術では困難だった1~1.6 μmの微小欠陥の映像化を実現した。

導体や電子部品などの小型化に対応して、高分解能化と画像鮮鋭化の技術により、微小内部欠陥に対する検出能力を従来比2倍以上の1~1.6 μmまで向上させた。従来は検出困難な微小欠陥の映像化を実現し、半導体・電子部品の高信頼化を支えている。

革新技術の開発と技術基盤の強化

日立グループの計測・分析関連の革新技術の開発や基盤技術の強化を担うのが日立製作所研究開発グループである。研究開発グループは、日立グループの製品開発と並行し、性能や信頼性などの製品の根幹を支える要素技術に対して、技術基盤・技術分野を体系化して強化・整備を進めている²⁾。

生産分野の「検査・計測技術基盤」は、日立グループのモノづくりにおける品質向上や信頼性確保に貢献するとともに、検査・計測装置事業を牽引していくことを目的としている。中核技術として、(1) 外観検査・計測、(2) 非破壊検査、(3) 化学・プローブ応用計測、(4) 光学式3D形状計測の4つを定め、高精度な外観および内部欠陥検出技術や、まだ見えていない状態や事象の可視化・見える化を実現する先進的な技術の開発を進めている。

また、エレクトロニクス分野の「荷電粒子制御基盤」においても、電子やプラズマ中性子などの荷電粒子、さらにはX線、放

射光、レーザー光などの光子を用いた計測・加工技術を開発している。電子線を用いた計測では、安定性と分解能に優れた電子銃や電子光学系技術を活用し、半導体デバイスの寸法測定用の測長SEMなどを開発している。プラズマ制御技術では、プラズマの生成/制御や表面反応解析を活用し、半導体向けナノオーダー微細加工制御技術を開発している。また、X線・放射光など高エネルギーの量子ビーム応用計測では、高輝度ビームラインを活用して、機能性材料における化学結合状態や複合材のCT (Computer Tomography) 観察などの計測技術を、一方、赤外光などエネルギーの低い光を用いた非侵襲光学生体計測では、赤外レーザー光のラマン散乱などを活用して、再生医療や創薬へ向けた非染色の細胞計測技術を開発している。

計測・分析技術の発展に挑み、科学と社会に貢献

計測・分析技術は、研究開発から品質管理に至るまで活用され、科学の進歩と社会の安全・安心を支えている。日立グループは、今後も計測・分析技術の新たな発展に挑み続け、さまざまな分野の計測・分析ニーズにベストソリューションを提供することにより、社会にイノベーションをもたらす新技術・新ソリューションの開発に貢献していく。

参考文献

- 1) 品田：原子分解能・ホログラフィー電子顕微鏡の開発—数々の困難を乗り越えて—、日立評論、97、06-07、408~420 (2015.7)
- 2) 西野、外：技術革新による製品イノベーション—テクノロジーイノベーションセンター、日立評論、97、06-07、354~356 (2015.7)

執筆者紹介



多持 隆一郎
株式会社日立ハイテクノロジーズ 科学・医用システム事業統括本部
事業戦略本部 科学システム事業戦略部 所属
現在、科学システム製品の事業戦略に従事
日本顕微鏡学会会員、日本表面科学学会会員



伊東 祐博
株式会社日立ハイテクノロジーズ 科学・医用システム事業統括本部
科学システム製品本部 所属
現在、科学システム装置全般を統括
日本顕微鏡学会会員



早川 克己
株式会社日立ハイテクサイエンス 所属
現在、分析・解析装置の開発、事業戦略に従事



増田 俊夫
株式会社日立ハイテクノロジーズ 研究開発本部 企画部 所属
現在、研究開発の企画・立案に従事
技術士(機械部門)
日本機械学会会員、日本トライボロジー学会会員、
日本技術士会会員