

利用者（研究者）の依頼要求に対応しうる SEM&EDS 操作技術の習得

安達幸男*・川出義之*・高井章治*・山田真志*・千代谷一幸*

名古屋大学工学部・工学研究科技術部

はじめに

本研修は、材料機能・プロセス工学専攻科に付設されている共同設備「複合負荷微視変形破壊解析システム」の構成付設機器の一つである超高分解能電界放射型分析電子顕微鏡（以後、SEM&EDS と略称する）に置ける EDS 装置部分の更新に伴い、装置の機能向上に見合う操作技術を習得し、学生・院生・教官の分析依頼等に対応できるようにするために実施した。

この SEM&EDS は、すでに材料専攻科のみでなく工学研究科はもとよりその利用・使用を開き、多くの研究に対し貢献してきた。この利用・使用に当たっては、研究・教育に対応しており、特に院生においては SEM&EDS の操作技術を習得せしめ単独においても使用可能とすることが求められ、これを実現してきた。今後もこの取扱が維持されること並びに今回の更新に伴いその利用・使用に際して SEM&EDS 保守・維持費充当を目的とした利用料の徴収が決められたこともあいまって、本装置の操作マニュアル等々の改善・充実が必要とされた。また、利用者の利便性を図るための「予約システム」も求められていた。

したがって本研修では、操作マニュアルの作成を主体にし、装置使用担当者各人の操作技術習得を研鑽するとともに、web. 上で構築される「SEM&EDS 予約・使用状況確認システム」を検討し提供した。

なお本報告書では、研修中に作成した操作マニュアル等は膨大な量になるためその概要を紹介するにとどめた。

ちなみに、SEM&EDS の使用料等は、以下のようになっている。材料系専攻に限らず大いに利用・使用していただきたい。

SEM&EDS : 800 円/時間 EDS 解析装置 : 100 円/時間 イスパッタ装置 : 50 円/3 分
利用・使用等問合せ先 : 材料系技術センター分析・計測部門など

1. 各操作マニュアルの作成方針およびその概要

1) 各マニュアルの作成方針 : 各マニュアルは、作成に当たり、これまでの使用者及び今後の予定者からの要望等にも配慮しつつ、下記のように構成した。

SEM（超高分解能電界放射型走査電子顕微鏡；形式 S-800：日立製作所）に関して

a) S-800 の起動及び試料装着操作マニュアルについて

* これまでのマニュアルは、各操作部分における主要部分のみを模式図にて示し、操作手順を箇条書きにて表現してきた。実際に操作部分が装置のどの位置に在り、形状等が明確に示されると取扱がわかりやすくなるとの要望に応え、装置等の写真を多用する。

* 事故防止が確保される状況までの一連の操作手順毎に区切り、ここの操作に関して必要な点検・注意事項等を解説する。

b) S-800 による観察画像調整操作マニュアルについて

* 新規に作成する。

EDS（エネルギー分散型 X 線分析；形式 EDS2000Version2.6：IXRF SYSTEMS）に関して

更新後の EDS として提供された操作等マニュアルは、英文であり、下記のように構成されていた。

) EDS2000 Version 2.6 Software User 's Guide ; 8 Section 76 Page

*分析・物質技術系

-) Digital Imaging User ' s Guide ; 5 Section 36 Page
-) Particle Analysis User ' s Guide ; 10 Section 58 Page
-) Model 500 Analyzer Hardware Manual ; 7 Section 20 Page
-) MCA/PCI board Driver Installation ; 5 Section 27 Page

ここで SEM&EDS の利用・使用に当たって必要なものは ~) であるため、本研修では、これら読解と並行して実際の利用技術の習得を進め、必要に応じたマニュアル化を図ることにした。なお、マニュアルは、PDF ファイルとしても提供されたので、マニュアル原本の図表等は、そのまま活用した。但し、英文読解においては一部を、利用頻度の多い大学院生 (及び利用予定者) に協力して頂いた。

a) Imaging 操作マニュアルについて

- *) Digital Imaging User ' s Guide の元構成のまま、マニュアルを作成する。
また、必要 (利用頻度・内容) に応じて、概要版を作成する。

b) EDS 操作マニュアルについて

- *) EDS2000 Version 2.6 Software User ' s Guide の元構成のまま、マニュアルを作成する。
また、必要 (利用頻度・内容) に応じて、概要版を作成する。

c) Particle Analysis 操作マニュアルについて

- *) Particle Analysis User ' s Guide の元構成のまま、マニュアルを作成する。

SEM&EDS の操作フローチャート及び注意事項に関して

及び で予定する各マニュアルは、操作並びに利用技術習得のために作成されるため、その量 (項数) 等が多くなると予想される。

したがって、既習得者の操作確認を目的として、これを作成する。

2) 各マニュアルの概要 : 上記方針に基づき作成したマニュアル等は、以下の通りである。

作成されたマニュアル等は、SEM&EDS 業務依頼のあった利用者に対して提供できるようにした。また「SEM&EDS 予約・使用状況確認システム」から入手できるよう検討中である。ここでは、マニュアル等の提供するファイル形式などを概要として照会する。

- a) S-800 の起動及び試料装着操作マニュアル : Microsoft Word 4.9MB, A4print: 8
- b) S-800 による観察画像調整操作マニュアル : Microsoft Word 3.6MB, A4print: 7
- a) Imaging 操作マニュアルについて : Microsoft Word 1.5MB, A4print: 27 * Appendix
ダイジェスト 1)、2)、3)、4) 版 : 231KB, 7p/383KB, 6p/327KB, 8p/549KB, 4p
- b) EDS 操作マニュアルについて : Microsoft Word 2.8MB, A4print: 61 * Appendix
ダイジェスト定量/定性分析版、ダイジェスト Map/Line 版 : 851KB, 16p/985KB, 10p
- c) Particle Analysis 操作マニュアルについて : Microsoft Word 1.7MB, A4print: 38
- SEM&EDS の操作フローチャート及び注意事項 : Microsoft Word 43KB, A4print: 2
- SEM&EDS 利用の基礎知識 : Microsoft Word 760KB, A4print: 7

(方針段階では計画してなかったが、利用者の教育上の必要性から作成した)

2 . SEM&EDS 予約・使用状況確認システムの web. 上での構築と運用の検討

利用者の利便性を図る上で予約システムを構築した。システム内容に関する報告は別途の機会とし、現在運用中であるので、実際に参照していただきたい。なお、システムは、材料系専攻 HP から参照・利用できる。

*Appendix ; 作成したマニュアルの一部を紹介する。

右図は、S-800 で観察される、SE/BE 像をデジタル画像として取得するためのマニュアルであり、Digital Imaging User's Guide で解説される画像取得・処理作業を目的・用途別に再整理・新規構成したダイジェスト版の1つである。右は、本編7頁で構成されているが、表紙下段部分に「***の手順」として主目的操作の方法を中段部分に目次を示し、次頁から各操作の詳細を確認できる。作業内容を習熟しなくても、表紙(***手順)の閲覧で基本操作が可能となるようにした。下図に示す、他のマニ

EDS2000 Ver. 2.6 Software User's Guide 定性/定量分析の取扱説明

EDS2000 Ver. 2.6 Software *ダイジェスト1* (2002/10-初版)
Digital Imaging Guide *ダイジェスト1-3*を参照の上、SEM&EDSの取扱いを習熟してから利用してください。









目次とスペクトル取得/分析の手順

4. EDS2000 の概要	2	5.5 タインドウの色分け	8
4.1 タイトルバー		5.6 ピークの測定	8
4.2 ツールバー	3	5.6.1 元素ID ボタン	
4.3 メニュー		5.6.2 Periodic Table 周期表	8
4.3.1 File メニュー	4	5.6.3 カーソル設定	
4.3.2 Window メニュー		5.6.4 MLK マーカーの表示設定	
4.3.3 Help メニュー		5.6.5 Automatic Element ID (自動元素同定)	10
5. スペクトル図での作業/機能	5	5.6.6 Configuring Auto ID	
5.1 スペクトルの取得		5.7 Qualitative Analysis (定量分析)	11
5.2 スペクトル図の構成変更	6	5.7.1 Analysis Setting (分析処理設定)	
5.2.1 拡張と縮小		5.7.2 化学量組成の利用(化合物など)	13
5.2.2 曲線スケールの変更		5.7.3 Customizing Report Output	14
5.2.3 表示エネルギーのマニュアル設定		5.7.4 Using the Manual Processing Tool	
5.2.4 Bipolar Display (二極表示)		5.7.5 Background Modeling	15
5.3 注釈/注意書きの書き込み	7	5.7.6 Background File	16
5.4 表示と印刷色の設定	7	5.7.7 Selection of Element Analysis Lines	

このダイジェスト版は、概要と取扱手順の簡単な解説です、不十分な部分もあるので注意すること。

スペクトル取得/分析の手順

SEM及びEDS検出器の設定が正しく行われていることを再確認しつつ、以下の手順に従ってください。

- * Deadtime & CountRate は必要に応じて、SEM側とともに調整すること。
- * X-ray Map & X-ray LineScans は、EDS2000 Ver. 2.6 Software *ダイジェスト2*を参照すること。
- 1) SEM画像を調整後、分析する場所を決定し、スペクトルを以下の3方法の1つで取得します。
- *  ボタン: アクティブ画面全面のスペクトルを取得します。取込み条件は、デフォルト設定で他も同じです。
- *  ボタン: 画像上のスポット(点表示)で、スペクトルを取得します。取込み後、位置が表示されます。
- *  ボタン: 画像上の指定範囲(Box)で、スペクトルを取得します。取込み後、位置が表示されます。
- *  ボタンはクリック直後、 ボタンは、画面上でのクリック/ドラッグ直後に取込みが開始されます。
- 2) 取込み後、Auto ID  か Manual ID (Element ID ボタン/ 周期表)で同定します。
- * 同定(定性分析)元素を、定量分析のために必要に応じて、削除/追加します。
- 3)  ボタンか Menu/Analyze/Quantify で定量分析をします。
- * 定量される元素は、2)で同定した元素となります。同定元素の指定を確認してください。
- 4) 画像/スペクトルを保存します。必ず、EDS2000 ソフトで File/Save して下さい。
- * 詳細な解析/Export 作業は、EDS2000 解析システム室で行うのが SEM&EDS の効率的な利用です。
- 5) Savefile は適宜、CD-RW などにコピーします。1~4)を必要だけ繰り返してください。

EDS2000 システムを用いたデジタル画像の取得作業等の取扱説明


*Digital Imaging Guide *ダイジェスト1** (2002/10-初版)

- 64~4096 の画像解像度が得られます。
- 報告書作成のために画像を容易にワープロ、他のアプリケーションと共有できます。
- 画像は多くのファイル形式に変換できます。
- Convolution Filter / ヒストグラフ化等、完成された画像処理機能が提供されています。
- IRRF EDS システムと一体化された、形状/粒子解析機能が提供されています。

目次 と 画像取得/保存の手順


2 デジタル画像のツールバーの機能	2	3.1.3 RGB カラーパレット	5
3 デジタル画像の取込み作業	3	3.1.4 カラーパレットファイル	5
3.1 取込み条件の設定	3	3.4 画像表示のプロパティ	6
3.2 画像キャリブレーション作業	4	3.5 デジタル画像の保存作業	6
3.2.1 画像キャリブレーションの更新作業		3.6 デジタル画像の一覧(開示)	6
3.3 カラーパレットでの作業	4	3.7 画像のインポート作業	7
3.3.1 Parade Gray Color Palette	4	3.8 デジタル画像の Export 作業	7
3.3.2 Thermal Palette (熱形色パレット)	4		

画像取得/保存の手順 SEM&EDS2000を使用説明/記録書に従って、起動させてください。

- 1) SEM画像の微調整が完了(Scan Speedは2 or 3)し取込み画像を選定したら、その時のSEMの倍率を入力します。SEMの加速電圧を変更した場合は、その値を“HV:”に入力すること。
- 2)  ボタンをクリックし、画像を取込みます。(取込条件は前使用者の設定のままです)
- 3) 取り込み完了後、画像等を判断し、必要に応じて取込条件を変更します。(3.1を参照)

クシ、メニュー項目から Properties/Acquisition tab を選択し、dist Avg. (4er8 を推奨) & Resolution (1024 を推奨) を変更する。

し、再取込みを行う。必要な画像が得られるまで3)を繰り返す。
3.3を参照)を実施し、細部まで調整可能なことを確かめると良い。
SEMが調整不良でないことを常時確認すること。

国の値手値が、Mag.  に入力されていることを再確認する。
違っている場合は、入力し直して再度4)から行うこと。
続いて前後の画像を取込みと便利なので2)からはじめます。
適宜、保存(CD-R等へのバックアップも)すると良いでしょう。

メニュー項目から“Save”する。(3.5を参照)
存の使分けに注意してください。ファイル名には、User Name や指
ましよう。(エクセル/ワードを併用して、試料の観察/撮影条件を
い)

作業は、EDS 解析システム室 (5 号館 5 階 530 号室: 技術センター)
朝朝/効率的運用を考慮して判断してください。

また、本装置の Software の特徴として取得したデータ(画像を含む)を、そのまま利用し報告書形態に纏める事ができるのは当然ながら、他の File 形式に変換して他の Software で利用することも、画像であれば本 Software を用いての画像解析も可能となる。このため SEM&EDS 本体ではデータ取得作業をもっぱらとし、解析およびレポート作業を別途に行うことで利用者の利便性も含め効率化が図られるようにしてある。

したがって、作成した各マニュアルは、目的・用途に応じて使用できる構成になっている。

3. 操作技術習得における分析事例

分析に用いた試料 Cu-Ti 合金は、電子産業、情報通信産業の発展に伴い部品の小型化や集積化が進み、いろいろな機能を兼ね備えた材料の開発が行われています。こうした中 Cu-Be 合金は高強度であり、電気伝導性にすぐれていることなどから広く使われています。しかし、Be の毒性が懸念されるようになり、その代替材料として、Cu-Ti 合金が注目されています。

しかしながら Cu-Ti 合金は、製造時の熱処理行程で表面酸化が起こり、製品の歩留まりが悪く、この工程での合金の酸化抑制が必要となります。Ti は酸素との親和力が非常に強いので、酸化反応が起こり、酸化物を成します。また、Cu についても同様に酸化雰囲気下では酸化物を生成します。合金酸化抑制のためには、基礎データとして酸化性雰囲気下での合金酸化挙動に関する知見が必要不可欠となります。このような背景から今回 Cu-Ti 合金を SEM による観察と EDS による解析を行いました。

図 1-a に示すように試料台に銀ペーストで垂直に固定し観察しました。図 1-b は 50 倍程度で SEM 観察したものであります。図 1-c は a の部分を観察したもので、酸化物相が素材剥離していること、70 μm の厚みであること、各種相における形態に違いがあることが観察されました。図 1-d は、EDS により赤い線の部分をラインスキャンかけたものであります。結果を Cu, Ti, O₂ についてラインに沿って示してあります。

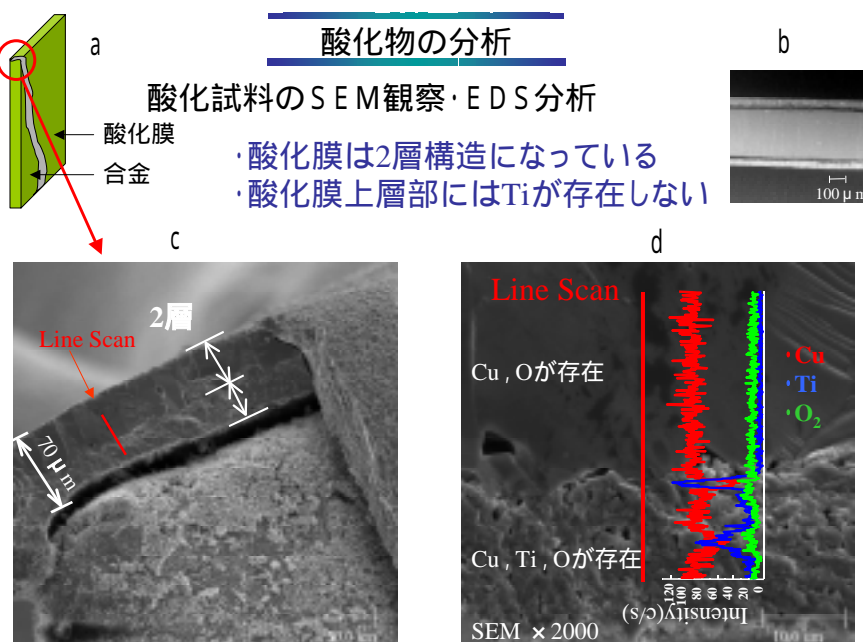


図 1

このようにEDS2000では、SEM画像上で長さの計測、SEM画像へのLine Scan図を合成、上書き、重ね合わせ、注釈の書き込み、編集の作業(線、矢印、ものさし、分度器)さらにデジタル画像の加工(2値化、ヒストグラム、均等化、画像分割、3D)などが可能である。

4. まとめ

- 1) SEM, EDS のよりわかりやすいマニュアルの作成および操作技術の習得ができた。
- 2) 利用者の利便性をはかる上で、Web 上での予約・使用状況確認システムの構築ができた。
- 3) 1)、2) のことから学生、院生、教官の分析依頼に、適切に対応できるようになった。
- 4) 今後の課題としては、未習得機能および分析・解析応用事例収集に対応するには、試作試料・比較試料・標準化試料が必要・重要となった。また予約システムでは利用制限の自動判定をシステムに組み込むことも考えられる。