

令和元年 12 月 17 日

## SEM/EDS セミナー報告書

- 【主催】 自然科学研究機構 分子科学研究所（大学連携研究設備ネットワーク）  
【共催】 鳥取大学技術部  
【開催日】 令和元年 12 月 13 日(金)13:00~16:30  
【開催場所】 鳥取大学工学部 D 棟プロジェクト実験室 4604 室  
【講師】 金沢大学総合技術部 機器分析部門  
主任技術職員 杉山 博則 氏  
【受講機関】 : 鳥取大学(3)  
( ) 内の数字は技術系職員参加者数

### 【プログラム】

12 月 13 日 (金)

- 13:00~13:10 ・自己紹介  
13:10~13:45 ・装置立ち上げ、SEM 観察の基本操作の確認  
13:45~14:55 ・EDS 分析  
・制御ソフト（アナライザ、ポイント&ID、マッピング）の操作方法  
15:00~15:30 ・ラインスキャン、画像処理について  
15:30~16:00 ・メンテナンスについて  
16:00~16:30 ・SEM の運用や管理についての情報交換

※当初予定のプログラムから変更あり

### 【報告】

金沢大学総合技術部 杉山氏を講師として招き、SEM-EDS 操作講習会を開催した。今回用いた FE-SEM(日本電子、JSM-6701F)に付属している EDS 検出器(Oxford Instruments、INCA Penta FETx3)は、予め内部の半導体検出器を液体窒素で冷却しておく必要がある。今回は講習会のおよそ 3 時間前に液体窒素をタンクに充填し冷却した(実際の冷却は 1 時間 30 分ほどで完了する)。以下、実際に EDS 分析を行った流れである。

まず SEM に試料(今回は講師にお持ちいただいた Cu、Ni、W などの金属粉末を混合した圧粉体を用いた)を導入し、試料交換位置(38 mm)から EDS 分析用の試料位置(15 mm)まで下げ、WD を操作画面上で 15 mm にセットする。加速電圧を 15kV で印加し、分析対象となる像を探し、視野を決めピントを合わせる。この時、コントロールパネルのフォーカスでピントを調整すると条件がずれてしまうので、Z 値(高さ)を調整してピントを合わせるのが重要である。また観察画像は 1000 倍以上で見るのがよい。1000 倍未満だと、観察範囲の中心と端でビームの距離に差が出てしまい、分析結果にずれが生じる可能性がある。

視野が決まったら、EDS 検出器制御ソフト INCA を起動し、「電子顕微鏡設定」で「収集開始」を押す。この時、デッドタイムが 20%後半～30%前半となるように SEM 側の照射電流で調整する。デッドタイムとは、EDS 検出器における不感時間のことであり、デッドタイムが低いと分析時間は短いですがピークのノイズが高く出てしまい、高いと分析時間が長くなるがノイズは抑えられる。照射電流を上げる（下げる）とデッドタイムも増加（減少）するが、照射電流を上げすぎるとビームが太くなり分解能が下がるため注意が必要である。デッドタイムを調整後、再び Z 値を調整してピントを合わせ、続いて EDS 分析を行う。

EDS 分析には、アナライザ、ポイント & ID、マッピングの 3 つのモードがある。アナライザ：観察している視野全体の分析を行うことができる。アナライザを選択すると、分析を行うためのフローチャートが表示される。チャート内の「スペクトル収集」を選択し、収集開始を押すと分析がスタートする。分析が終了すると、次の「定性」でピークを選択することができる。INCA では、ピークとして検出されると自動的に元素を同定してくれるが、ピークが小さく検出されなかった場合には、周期表（B～U）から自分で選択することも可能である。次の「定量」を押すと、同定された検出元素の定量結果が表示される。質量濃度 [%] が、その  $\sigma$  値の 3 倍以下であればその元素は存在しないと考えてよい。測定が終了したら「レポート」からテンプレートを選択すると、ピークチャートや定量結果がワードファイルとして作成され、USB に保存して持ち帰ることが可能となる。

ポイント & ID：観察視野内の任意の範囲や点を指定し、分析を行うことができる。ポイント & ID のフローチャート内の「分析領域」を選択し収集開始を押すと、SEM の観察画像が INCA の画面に表示される。次に「スペクトル収集」を選択すると任意の範囲または点が指定できるので測定範囲を指定する。指定した範囲の測定中でも、別の範囲を指定すれば、順次測定が行われる。「定性」「定量」についてはアナライザと同様であるが、「比較」を選択すると、測定データのピーク位置や強度などを比較することができる。また「レポート」についてもアナライザと同様である。

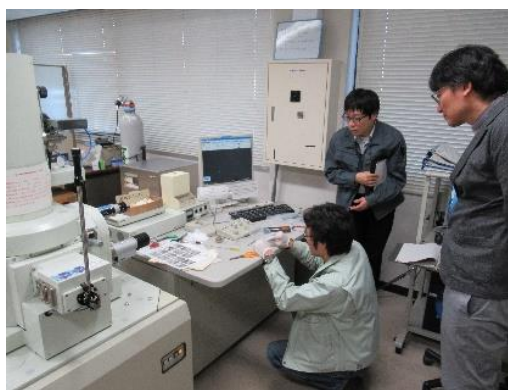
マッピング：測定範囲の元素分布を、元素ごとに色分けし確認することができる。ポイント & ID と同様に分析領域を選択、追加し、収集開始を行うと SEM 画像が表示される。次の「Smart Map」の収集開始を押すと分析がスタートする。収集開始を押す前に、ポイント & ID と同様に任意の範囲や点を指定することもできる。横の「Smart Map 設定」では測定条件の設定ができ、今回は、フレーム数（何周スキャンするか）は 5 回フレームとした。測定が終了し、元素が同定されたら、「マップ」を選択すると、マッピング画像が表示される。マッピング画像の色が見にくい場合は、コントラスト調整を行い見やすくする。「レポート」はアナライザ、ポイント & ID と同様であるが、マッピング画像のスケールバー、カラースケールバーが表示されないので、画像を右クリックしその二つを追加するのがよい。

またマッピングモードの中で、ラインスキャンを行うことができる。ラインスキャンとは、画像の中に任意に引いたライン上の元素の濃度分布を確認することができる機能である。マッピングモードの中で、ポイント & ID と同様に分析領域を選択、追加し、収集開始を行

うと SEM 画像が表示される。「X線を収集するラインを選択」のアイコンを選択し、任意のラインを引き、収集開始を押すと測定が開始される。フローチャート内の「ラインスキャン」を選択すると各元素別の結果が表示される。「レポート」についてはこれまでと同様である。また各モードにおいて、フローチャート内に「定量最適化」というアイコンがあるが、毎回の測定ごとに（特に学生は）行う必要はない。

金沢大学では、装置の操作方法などの動画マニュアルを作成し、講習会参加者などに公開していることを知った。紙のマニュアルだけではわからなかった実際の操作手順（動き）や分析画面の流れを見ることができるため、大変わかりやすいと感じた。また、講師の杉山さんは担当装置の使用料金の管理もされているようであった。現在、私は料金や予算の管理までは行っていないが、今後は、装置の管理や依頼分析を受けるだけでなく、予算の管理なども必要になると感じた。

講習会后、学内の電気電子系の研究室から試料を提供いただき実際に測定をしてみた。EDS 分析には、平滑な面を持ち、かつ少々厚みのある試料が適しているが、提供していただいた試料は粉末であったため、そういった試料を適した状態に調製することも今後の検討課題である。また化学系の研究室から EDS 分析をしたいという話があり、学生たちに操作講習をする予定である。今回の講習会をきっかけに、学内の学生などに講習を行い、学内での機器の共用化の促進が期待される。さらには学外者向けの操作講習や依頼分析を行うことを目標とする。



【講師の感想】今回、本講習会に講師として参加し、鳥取大学で同様な業務を担当している技術職員の皆さまと電子顕微鏡・エネルギー分散型X線分析装置の操作方法説明を通じて様々な情報を共有できたことは、とても有意義であったと思います。また、操作方法以外にも説明やデモンストレーション用のサンプルや製品となっている標準サンプルの情報や電子顕微鏡の試料室内部を確認する方法についてなど装置管理に関係する情報や技術を提供できたことに充実感を得ることができました。

他大学での装置説明の講師経験はありませんでしたが、金沢大学で実施している装置メンテナンスを兼ねた技術研鑽・勉強会の経験を活かすことができたと考えています。本勉強会は、装置管理を担当する技術職員で月に1回担当する装置に集まり、利用者が変更したパラメータの修正や可動部分のチェックその他周辺機器のチェック等を行い、同時に技術職員の技術を向上するために装置の情報を共有するための活動として実施しています。金沢大学の技術職員は、たいてい個別の居室で日ごろ業務を行っており、単独で活動することが多い状況にあります。このような場を設けることで、互いの状況を把握でき技術の伝承に寄与できると考えています。

装置の共有については、各大学の特性に合わせて進められているかと思いますが、技術職員の人数が減っていることで技術の共有が間に合っていないと考えられます。このような状況は、金沢大学でも同様であり、課題となりつつあります。今回の講習会のように講師として他大学で装置の操作説明会を実施することは、大学間での技術の共有を促進することになり、大学の技術職員が抱える技術伝承の途絶の課題を解決できる方法の一つであると考えます。また、この活動が技術職員の新しい活動（装置と人材のシェア）となると考えており、今後もこのような活動に参加していきたいと考えています。

大学連携研究設備ネットワーク事業 講習会 報告書 (個人用)

参加講習会名：SEM/EDS セミナー

日時：令和元年 12 月 13 日(金)13：00～16：30

(1) 研修会の満足度を教えてください。(以下のいずれかを記入)

大変満足 / 満足 / 普通 / やや不満 / 不満

(2) 研修会への参加動機を教えてください。

今回対象となった SEM/EDS について、研究支援のため使用することが多い装置ですが、これまで SEM を対象とした講習会等では学ぶ機会がなかったため、その使用にあたっての考え方や使用方法について見直しを行うことで技術・専門性を向上させることができると考え、参加いたしました。

(3) 研修会で得たものを教えてください。

講師をご担当いただいた金沢大学総合技術部の杉山博則氏と様々な情報を共有でき、非常に有意義でした。測定上の留意点を学ぶことができただけでなく、デモ用や装置管理用に適した様々なサンプルの説明や電子顕微鏡の試料室内部を確認する方法の実演など装置の管理方法のほか、管理体制に関する貴重なお話を伺うことができました。

(4) この研修会に参加する事で、どのように機器共用・外部連携等が進むかを教えてください。

研修会への参加により、提供可能な技術を獲得していくことがサービス向上につながり、共用機器の利用が促進されると考えています。

私はこの研修会で使用した装置のメーカーの走査電子顕微鏡を使用したことがなく、普段使用している装置と操作方法や用語が違っていることもありました。このようなことを学ぶ機会があることで、私とその装置の主たる管理担当者でなくとも簡単なメンテナンスならば担当することができるようになる等、組織的に共用機器の管理を行うことができるようになり、管理体制の強化にも役立つと考えております。

また、他機関から講師をお招きすることで、それぞれの機関における共用機器の管理方法や管理体制についても共有できることや、外部につながりを形成できることなど、メリットは多いと感じました。

(5) 次回もこのような講習会があれば参加したいですか。またどのような内容がよいかをお聞かせください。はい いいえ・その他】

要望：SEM に装着して使用する装置に関する講習 (カソードルミネッセンス, EBIC など)

大学連携研究設備ネットワーク事業 講習会 報告書 (個人用)

参加講習会名：SEM/EDS セミナー

日時：令和元年 12 月 13 日(金)13：00～16：30

(1) 研修会の満足度を教えてください。(以下のいずれかを記入)

大変満足 / 満足 / 普通 / やや不満 / 不満

(2) 研修会への参加動機を教えてください。

今後の業務で電子顕微鏡を扱う可能性があり、関連技術の知識を習得するため。

(3) 研修会で得たものを教えてください。

自分が所属する大学に実際に設置してある機器について、他大学の技術部の方に本大学に来て頂いて、直接、技術講習・指導を受ける初めての機会となり、大変貴重な経験をさせて頂いた。電子顕微鏡の使用方法、維持管理方法についてはもちろんのこと、テキストに記載されていない方法の紹介や学生との関わり合い方など、実に多くの事柄について情報収集・意見交換することができた。

(4) この研修会に参加する事で、どのように機器共用・外部連携等が進むかを教えてください。

諸事情(所有研究者の転出や管理担当者の定年退職 等)により、機器が設置されていても運用されていない場合が、多くの研究機関にあるのではないかと思う。このような研修会が開催されることにより、機器の稼働・運用状況が改善されれば、共用可能な機器の範囲を広げる一助になるのではないかと思う。

(5) 次回もこのような講習会があれば参加したいですか。またどのような内容がよいかをお聞かせください。【はい・いいえ・その他】

要望：

透過電子顕微鏡 (Transmission Electron Microscope : TEM) の使用方法について特に、生物試料の切片調製についての講習。

(5) ご意見・ご感想・ご要望等ありましたら、ご自由にお書きください。

特にありません。