

SEM-EBSD 装置の作業効率と安全性向上のための整備

○河村 隆之介^{a)}、勝又 まさ代^{a)}、山本 千綾^{a)}、篠塚 郷貴^{a)}

^{a)}山梨大学 研究推進・社会連携機構 研究機器統轄センター

1.はじめに

山梨大学-機器分析センターでは、令和4年2月に電界放射型走査電子顕微鏡(日本電子製 IT700HR、以下 SEM)を更新し、令和5年8月に新たな検出器として、電子後方散乱回折(TSL ソリューションズ製(現 EDAX 社) Velocity pro、以下 EBSD 検出器)を追加整備した。SEM は学内外の多くのユーザーに使用されているが、機器分析センターには SEM が一台しか設置されておらず、効率よく装置を利用できる環境の整備や、故障による装置の停止を避けるための対策が課題となっていた。

そこで、令和6年度に「大学連携研究設備ネットワークにおける研究設備共用加速事業」の支援を受け、SEM-EBSD 装置の作業効率向上と安全性向上のための整備を実施したので報告する。

2.SEM-EBSD について

EBSD とは、電子線後方散乱回折(Electron Backscatter Diffraction Pattern)の略である。EBSD 測定は、試料を 70° まで傾け、EBSD 検出器を試料表面ぎりぎりの所まで挿入し、電子線を試料に照射することで得られる EBSD パターンから表面の結晶方位の同定を行う測定手法である。EBSD では結晶方位が得られること以外に、結晶粒径の大きさや単結晶か否かの判断、ひずみの分布がどのようになっているかといった情報が得られる。

EBSD を利用する際に注意すべき点は、対物レンズや EBSD 検出器に試料が衝突し、装置を壊してしまうことである。試料を 70° 傾けているため、SEM 観察や元素分析を行う場合に比べて、対物レンズに衝突するリスクが高い。また、試料表面ぎりぎりのところまで EBSD 検出器を挿入しているため、意識せずに大きく視野移動を行うと試料と衝突してしまう恐れがある。そこで、試料室内をリアルタイムで確認することが可能なカメラの設置を行った。

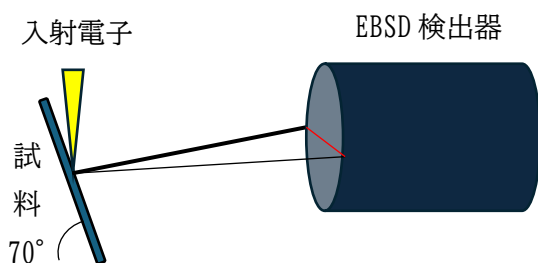


図 1:EBSD 検出器との位置関係

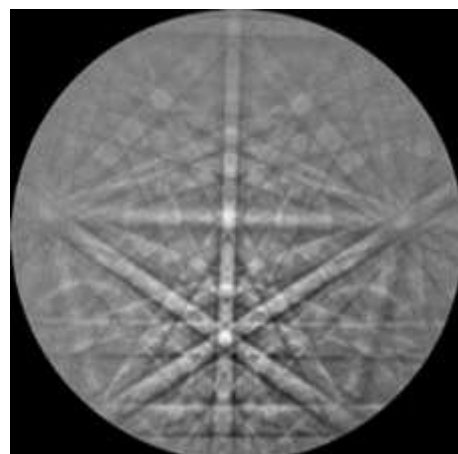


図 2:EBSD パターン例



図3:電界放射型電子顕微鏡



図4:EBSD 検出器

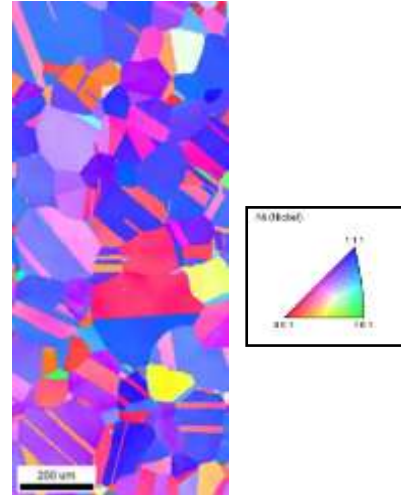


図5:EBSD データ例(Ni 標準試料)

3. 作業効率向上のための整備

前述したように、機器分析センターにはSEMは一台しか設置しておらず、EBSD測定はSEMを長時間占有してしまうため、ユーザー間で時間を融通しあわなくてはならず、度々不都合が生じていた。また、通常のEBSD解析以外に、弾性ひずみ解析（TSLソリューションズ製、Crosscourt）も行うことができるのだが、非常に時間がかかるため、装置が混みあう時期に解析で装置を長時間占有することが難しかった。そこで、解析専用のパソコンを一台用意することでSEMの占有時間を短縮し、かつ気兼ねなく長時間の解析を行えるような環境を整備した。

また、SEM利用時にパソコンの動作が遅く感じることやフリーズしてしまうことがユーザーから頻繁に報告されていた。そのため、一回当たりのSEM利用時間の短縮や、ストレスなく快適にSEMを利用できるようにSEM制御パソコンのグレードアップを行った。

4.まとめ

今回、SEM-EBSD装置を効率よく安全に使用するための整備について報告した。整備が完了してから現在まで、対物レンズやEBSD検出器が試料に接触し故障することなく運用を行えている。また、2024年度のSEM利用回数・利用時間に関しては、2023年度に比べて増加したことから、今回整備した効果が表れたのではないかと考える。

ポスター発表当日は、他機関におけるSEM利用状況や運用方法、安全に利用するために実施していることなど、より詳しく情報交換をできたらと考えている。

引用文献

鈴木清一、EBSD読本=OIMを使用するにあたって=(B4.00)