

## 電子放出形走査型電子顕微鏡装置 (購入年度：2010 年度)

エレクトロメカニクス学科 材料力学研究室 酒井 孝

### 1. はじめに

「電界放出形走査型電子顕微鏡装置」は、高分解能のFE ショットキー型走査型電子顕微鏡(以下 SEM と略)に、電子線後方散乱回折法による結晶方位解析装置(以下EBSD と略)、およびエネルギー分散型X 線分析装置(以下EDS と略)を組み込んだ装置である。

金属材料分野における先端の研究テーマとして、「スーパーメタル(微細結晶粒材)の高精度加工の実現」がある。このスーパーメタルは、材料の機械的性質に大変優れるうえに、リサイクル特性のよい近未来型の環境適合材料である。しかしながら、スーパーメタルの材料創製段階で過多なひずみが材料内部に蓄積することに起因して、これまでに市場に流通している金属材料と大きく加工特性が異なる。この材料を二次加工、三次加工する金属加工メーカーでは、このスーパーメタルの特異な加工特性に業を煮やしている現状がある。このスーパーメタルを日本が世界に先駆けて早期に市場に安定的に流通させるためにも、加工特性について迅速かつ高精度に調査する必要がある。これからの加工現場における少品種少量生産のニーズに対して、大学の研究が率先して対応するためにも、加工特性の早期解明が望まれている。

このような背景のもと、著者はこれまでに X 線回折解析(以下 XRD と略)やタングステンフィラメント型 SEM を用いて、曲げ加工にともなう結晶方位の変化について実験的に調べ、機械的性質と関連付けて考察するとともに、数値解析結果との比較を行ってきた。しかしながら、タングステンフィラメント型 SEM は材料内部のひずみをノイズとして解析するため、ノイズ過多のスーパーメタルに対しては十分な精度の解析ができない。XRD 解析では X 線スポット径が大きいので、広範な領域に対する相対的な傾向は掴めるが、スーパーメタルの結晶方位の装置として不十分である。したがって、高分解能のFE ショットキー型 SEM を用いて EBSD 解析し、スーパーメタルの加工にともなう材料の変形メカニズムについて結晶・原子のオーダーから考察する必要がある。また、このメカニズム解明については、EDS を用いた化学成分分析を行い、元素の影響についても明らかにする。

環境適合型の新材料であるスーパーメタルを市場に普及させるためには、その加工特性をサブマイクロオーダーの結晶方位から制御する必要がある。本装置の利用例の一つとして、結晶方位測定および評価のために使用できる。スーパーメタルの塑性加工が恒常的に実現できるようになると、材料創製段階でのリサイクル性向上による環境負荷低減の効果だけでなく、この材料を用いた機械構造物の高強度化にともなう軽量化、および高燃費化が十分に期待できる。

なお、本装置は EBSD および EDS 機能を使用せずに高精度の SEM 単体としても使用できるため、これまでタングステンフィラメント型 SEM を用いて研究されていた諸課題についても、そのさらなる高精度化が期待できることを付記する。

### 2. 装置の構成

図1に本装置の外観写真を示す。「電界放出形走査型電子顕微鏡装置」は、高分解能のFE ショットキー型走査型電子顕微鏡(日本電子㈱:JSM-7001F)に、電子線後方散乱回折法による結晶方位解析装置(㈱TSL ソリューションズ:EBSD 装置)とそのソフトウェア(㈱TSL ソリューションズ:OIM6.0)、およびエネルギー分散型 X 線分析装置(日本電子㈱:JED-2300F)から構成されている。



図1 電界放出形走査型電子顕微鏡装置の外観

### 3. 装置の特長

本装置の特長について、以下にまとめる。

#### (1) 保証分解能

JSM-7001F は汎用形アウトレンズにより 30kV で 1.2nm の高分解能を保証している。15kV で 1.5nm を得ることができる。200,000 倍程度での観察、および極低加速電圧での試料最表面介在物などの微小粒子の観察が可能である。

#### (2) 大電流時の保証分解能

微小領域の分析能力を示す「大電流時の分解」を保証している。ユニークな電子光学系（インレンズ・サーマル FEG+開き角自動最適化レンズ）搭載も本装置の特長である。加速電圧を下げた時にも大電流が得られるので、EDS による 0.1 ~ 0.2  $\mu\text{m}$  領域の元素分析が可能である。

#### (3) 倍率

JSM-7001F は最低倍率 10 倍が得られるので、10mm の試料のほぼ全面を観察することができ、視野探しが容易である。試料ステージの耐震性を向上することで、最高倍率 1,000,000 倍でも良好な画像が得られる。

#### (4) 最大試料電流

JSM-7001F の最大電流は 200nA と非常に大きい。

#### (5) 試料照射電流の調整

試料照射電流は、EDS である一定値に設定して行う。JSM-7001F はコンデンサレンズにより電流を連続的に変えることができる。電流を大きくした時も、開き角自動最適化レンズによりプローブ径を小さく保つことができる。

#### (6) 試料ステージ

JSM-7001F の試料ステージは、機械的にユーセントリックを維持する構造を持つ。目的に合わせて 3 種類の試料ステージから選択することができる。

#### (7) 試料交換予備排気室

JSM-7001F は試料予備排気室を標準装備しており、試料室を常に高真空に保つことができる。これにより、試料汚染の低減ばかりでなく顕微鏡自体を清浄に維持するので、長期間安定して高分解能を得ることができる。試料交換は、交換棒を押し込んで引き抜くだけの簡単な操作で行える。また、試料室内を覗くことなく確実に交換することができる。

#### (8) 電子銃

JSM-7001F は、大電流が得られるインレンズ形電子銃を採用している。従来形電子銃の約 10 倍の電流が得られる。加速電圧を変えたときの軸合わせは完全に自

動化されており、容易に最適加速電圧を選ぶことができる。

#### (9) 電子銃エミッターの寿命

JSM-7001F のエミッタ寿命は、5 年以上が確認されている。これは、インレンズサーマル FEG と、電子銃室の高真空が試料交換室により高品位に保たれているためである。

#### (10) 開き角自動最適化レンズ

JSM-7001F は、開き角自動最適化レンズを搭載しており、大電流時でも小さいプローブ径が得られる。更に、従来装置の最大電流である 20nA までは、最小の対物レンズ絞りで得られる。像観察、EDS 元素分析、EBSD 結晶方位解析は、絞りを変えずに可能で操作性が優れている。

#### (11) 対物レンズ

JSM-7001F の対物レンズは、試料上への磁場漏れが全くない。したがって、EBSD 分析の精度が高く保たれている。

### 4. 本装置を使用した観察・解析の一例

図 2 は、純銅多結晶材を 88° の金型を使用してダイ曲げ加工した際の、曲げ部 ND 面（板厚面）圧縮側表層部の EBSD 解析結果の一例である。この図では結晶粒内の方位差をカラー表示で表しており、圧縮応力が負荷される曲げ部から約 100  $\mu\text{m}$  程度の範囲内で高い方位差を示している。このことは、弾塑性材料の曲げ加工ではスプリングバックという弾性回復が起こるが、この現象は曲げ部から約 100  $\mu\text{m}$  の結晶の特性が支配的であることがわかる。すなわち、通常の納入材の平均結晶粒径は 30  $\mu\text{m}$  程度なので、曲げ部から 3 ~ 4 個程度の結晶粒の方位を制御することで、スプリングバック量が制御できることを示唆している。

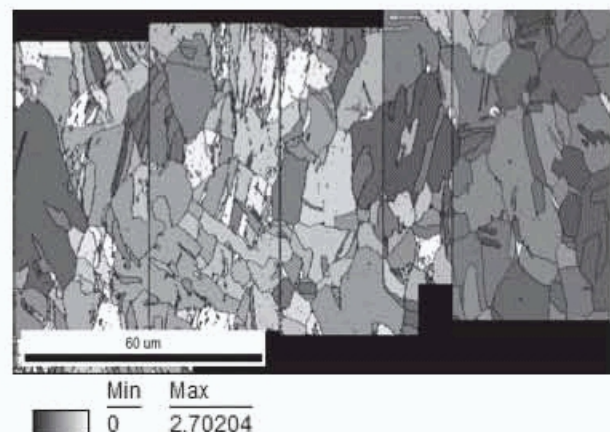


図 2 純銅多結晶材曲げ部圧縮側のSEM-EBSD解析結果

## 5. おわりに

本装置はマイクロ、ナノ領域における組織観察、結晶方位観察、成分分析が手軽にできるので、非常に汎用性が高い。装置の導入以来、土日祝日を含めて毎日稼働しており、すでに様々な試料に対して有用なデータが得られている。本装置によって得られたデータやそれを使った考察は、材料工学分野において画期的な研究の進歩をもたらすので、今後の様々な学会や論文集で発表していく計画である。