

令和 5 年 6 月 26 日現在

機関番号：53101
研究種目：奨励研究
研究期間：2022～2022
課題番号：22H04185
研究課題名 EDX-SEMと反射電子像の検出原理の違いを活用した教材開発の検討

研究代表者

高松 貴子 (TAKAMATSU, Takako)

長岡工業高等専門学校・教育研究技術支援センター・技術職員

交付決定額(研究期間全体)：(直接経費) 480,000円

研究成果の概要：走査型電子顕微鏡は、二次電子検出器を用いた表面形態の観察に加え、反射電子検出器やエネルギー分散型X線分析装置(EDX)を用いることで、試料の構成元素の判別やその組成比を評価することができる。これまで構成元素を「見分けられる」ことに着目した実習を行ってきたが、本研究では、反射電子検出器とEDXとで、どのような構成元素の違いは見分けにくいのかを学ぶことができる「見分けられない」ことに着目した実習教材の検討を行う。

研究成果の学術的意義や社会的意義

電子顕微鏡観察に限らず、工学の観点から、一方向の視点である「見分けられる」ことを学ぶと同時に、もう一方向からの視点で「見分けられない」ことを学ぶ、つまり、どの程度の差であれば判別可能で、どの程度の差は判別できないのか、体験を通じて学ぶことには大きな意義がある。本研究によって得られた教材による新たな気づきが得られる技術者育成は、電子顕微鏡を活用する全分野の技術者育成に資するものであり、金属加工・表面処理が盛んな地域機産業の活性化にもつながることが期待される。

研究分野：SEMにおける教育教材開発

キーワード：走査型電子顕微鏡 EDX 教材

1. 研究の目的

走査型電子顕微鏡 (SEM) は、二次電子検出器を用いた表面形態の観察に加え、反射電子検出器やエネルギー分散型 X 線分析装置 (EDX) を用いることで、試料の構成元素の判別やその組成比を評価することができる。これまで構成元素の判別や含有元素の組成比の評価が可能であることを学ぶことができる観察試料を用いて、元素を「見分けられる」ことを重視した実習が行われてきた。

本研究では、走査型電子顕微鏡の実習において、どの検出器を用いると、どのような構成元素の違いは見分けることが可能で、どのような構成元素の場合は見分けることが困難なのかを体験できるように、「見分けられない」あるいは「見分けにくい」ことに着目した実習教材の開発を行い、分析対象によって検出器を使い分ける必要性について学べる新たな演習を実施することで、その有効性の検証を試みた。

2. 研究成果

走査型電子顕微鏡 (SEM) 実習用教材として、これまで「見分けられる」ことに着目し、原子番号が大きく異なる Cu, Ag ペーストを塗り分けた試料を用いて、原子番号の違いが SEM 反射電子像のコントラストの違いとして観察できることを学ぶ機会を設けてきたが、どのような場合にコントラストの差が明確でなく構成元素が判別しにくいのか実習する機会がないことが課題であった。SEM 反射電子像や EDX マッピング像において、どのような構成元素の違いは見分けにくいのかを学ぶことができる「見分けにくい」ことに着目した実習教材の検討を行った。

赤橙色の Cu と銀灰色の Zn, Mo, 黄色の S を一つの試料台に固定したものを実習試料として作製した (図 1)。この試料の二次電子像、反射電子像および EDX による元素マッピング像観察を EDS 付き走査型電子顕微鏡 (JEOL, JSM-6360LA) により行った。図 2 に本実習教材試料の光学観察像 (目視) 及び SEM 観察 (二次電子像、反射電子像) の例を示す。

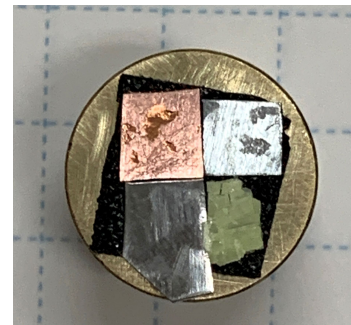


図 1 作製した SEM-EDX 実習用試料

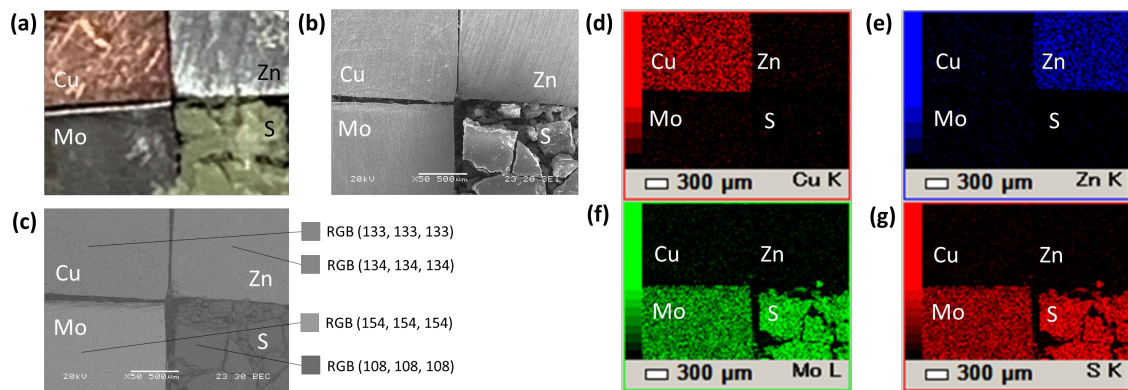


図 2 実習用試料の観察結果：(a) 光学観察像，(b) SEM による二次電子観察像，(c) SEM による反射電子像 (組成像) 及び Cu, Zn, Mo, S の各位置における RGB 色値，(d), (e), (f), (g) SEM-EDX による組成マッピング像で、それぞれ Cu, Zn, Mo, S についてマッピングした像

光学観察像 (図 2(a)) では、Cu, Zn, Mo, S の組み合わせは異なる色で判別が容易である。一方、SEM の二次電子像 (図 2(b)) では構成元素の判別はできないが、反射電子像を観察することで原子番号の違いによるコントラスト差から構成元素が異なることを判別できるはずである。しかし、反射電子観察像 (組成像) は図 2(c) のようになり、本試料の組み合わせにおいては、Cu, Zn の反射電子像は、原子番号の差によるコントラストの違いが小さく、判別しにくいことがわかる。一方、Mo と S のように大きく原子量が異なる組み合わせについては構成元素が異なることが判別可能である。

反射電子像で判別しにくいCuとZnの組み合わせは、図2(d)や(e)のようにEDXによる元素分析では、明瞭に区別可能である。一方、反射電子像で判別しやすいMoとSの組み合わせでは、EDXによる組成分析において、図2(f)や(g)示すように、MoのマッピングではSの部分でもMoが誤って検出されているように観察され、SのマッピングではMoの部分でもSが誤って検出されているように観察される。これは、図3に示すように、MoのL線と、SのK線のエネルギー値が近いためであり、元素マッピング像においてはMoとSは判別しにくいことがわかる。

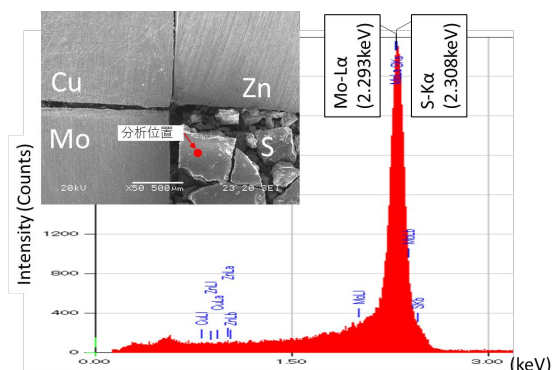


図3 Sの位置を分析したEDXスペクトル

このようなSEM観察において、反射電子検出器で判別しにくい試料とEDX検出器で判別しにくい試料を含むSEM-EDX実習用試料を教材として使用し、SEM-EDX講習を実施した。その後、受講後に対して、理解度と有益性について5段階評価のアンケート調査を行った。実習の対象者は、高専物質工学科所属の4年生4名、5年生4名、高専専攻科物質工学専攻1年生2名、2年生1名の計11名を対象とした。5段階評価は、「全く理解できなかった・有益でなかった」を1、「とても良く理解できた・有益だった」を5とした。アンケート結果を図4に示す。

すべての項目において、平均4ポイント以上の評価が得られた。これにより、本教材を使用することで、反射電子像観察とEDX像観察に関する理解度が向上し、実習が有益なものになったと回答が得られ、十分な理解度が得られる教材として、その有効性が示唆された。

<SEMの操作や観察全般について>

- Q1: SEMの操作方法を理解できましたか?
- Q2: 反射電子検出器による観察像のコントラストの違いについて理解できましたか?
- Q3: EDS検出器による観察像について理解できましたか?

<反射電子検出器を用いた観察について>

- Q4: 反射電子による観察像のコントラストの違いから元素の違いを判別しやすい元素はどのような元素が理解できましたか?
- Q5: 反射電子による観察像のコントラストの違いから元素の違いを判別しにくい元素はどのような元素が理解できましたか?
- Q6: 反射電子検出器を用いた観察について理解度が向上し、実習は有益だったと思いますか?

<EDXを用いた観察について>

- Q7: EDXによる観察像の違いから元素の違いを判別しやすい元素はどのような元素が理解できましたか?
- Q8: EDXによる観察像の違いから元素の違いを判別しにくい元素はどのような元素が理解できましたか?
- Q9: EDXを用いた観察について理解度が向上し、実習は有益だったと思いますか?

<本教材を用いた実習について>

- Q10: 反射電子で見分けにくいEDXにおいては見分けられ、EDXでは見分けにくい反射電子では見分けやすい試料を用いることで、理解度が向上し、実習は有益なものとなったと思いますか?

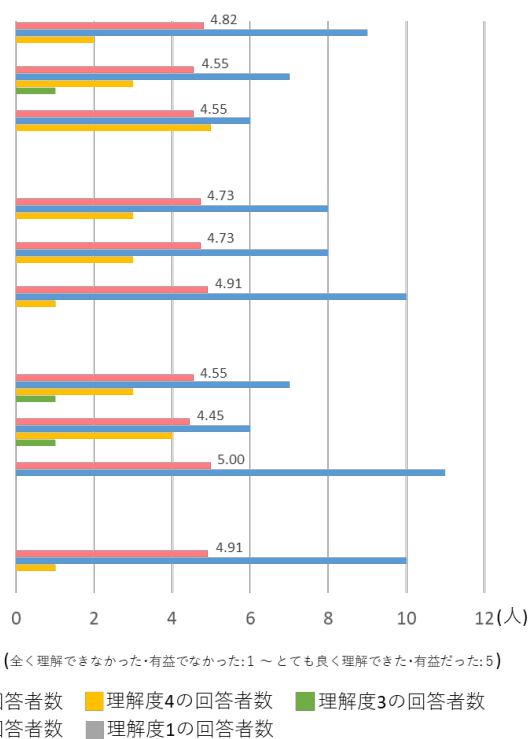


図4 SEM-EDX実習(受講者11名)の実施後のアンケート結果

主な発表論文等

〔雑誌論文〕 計0件

〔学会発表〕 計1件（うち招待講演 0件 / うち国際学会 0件）

1. 発表者名 高松 貴子, 荒木 秀明
2. 発表標題 SEM-EDXと反射電子による構成元素判別の実習試料の検討
3. 学会等名 第12回高専-TUT太陽電池合同シンポジウム
4. 発表年 2022年

〔図書〕 計0件

〔産業財産権〕

〔その他〕

-

研究組織（研究協力者）

氏名	ローマ字氏名
荒木 秀明	(Araki, Hideaki)