

キーワード：走査電子顕微鏡、電子像、定性分析、定量分析、線分析、マッピング

はじめに

分析機能付走査電子顕微鏡は走査電子顕微鏡本体 (SEM) にエネルギー分散型 X 線分析装置 (EDX) を組み込んだシステムで、物質の表面形態観察と組成分析を行うことができます。その外観を図 1 に示します。



図 1 分析機能付走査電子顕微鏡

走査電子顕微鏡

走査電子顕微鏡の概要を表 1 に示します。本装置は加速電圧 30kV で 3.5nm の分解能を持ち、試料ステージは X, Y を含む 4 軸のモータードライブ機構を備えており、すべての操作はデジタル制御で行われます。操作系は WindowsNT で動作し、一切のボリュームやスイッチ操作が不要です。テーブル上には観察用モニターとマウス、キーボードが配置されています。デジタルスキャン回路等の採用で高精細な画像が得られるとともに、画像データは一般のアプリケーションソフトで読込が可能です。

電子線の照射によって試料中から発生した二次電子線、X 線など、さまざまな特性の信号をそれぞれの検出器 (二次電子、反射電子、EDX など) によって検出します。二次電子および反射電子検出器は試料の形態観察用に、また X 線は EDX 検出器を通すことによって組成分析用に利用します。

なお、これらはすべて真空中で行われ、観察

試料は電氣的導通が必要になります。

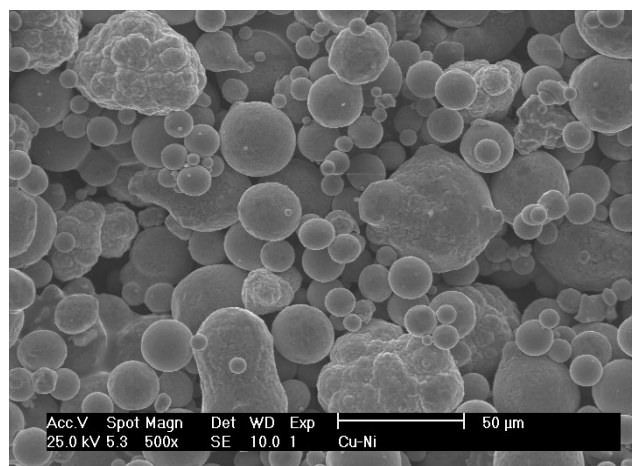
表 1 走査電子顕微鏡

機種名	XL-30 Philips Electron Optics社製
検出器	二次電子像 反射電子像
観察倍率	×10~400,000倍
加速電圧	0.3~30kV
試料サイズ	最大約50mm角, 高さ35mm
画像出力	画像ファイル (TIFF形式)

電子像

鏡体は二次電子検出器と反射電子検出器を装備し、二次電子で試料の形態像を、また反射電子で試料の凹凸と組成像を観察します。

図 2 に一例として、ラピッド・プロトタイプングで成形した銅系粉末成形品断面の二次電子像を示します。写真下部には撮影条件などが写し込まれます。



R P 成形品 (銅系粉末)

図 2 二次電子像

エネルギー分散型X線分析装置

本装置は表2に示すように、B（ボロン）からU（ウラン）まで測定可能な検出器を有しており、各元素の定性・定量分析が可能です。また、面分析（マッピング）、線分析機能が標準で装備されているとともに、電子顕微鏡のモーターステージ・コントロールが分析ソフトウェアからでも操作可能です。操作系は信頼性の高いPCワークステーションを標準装備しています。OSはWindowsNT（日本語版）を搭載し、コンピュータネットワークによるリモート端末からの利用が可能です。

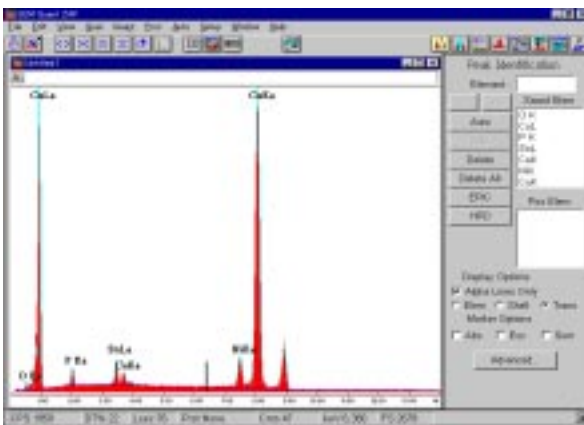
表2 エネルギー分散型X線分析装置

機種名	Falconシステム (EDAX社製)
分析機能	定性分析, 定量分析, 線分析 マッピング
検出元素	元素記号がB（ボロン）～U （ウラン）間の元素
画像出力	画像ファイル (Bitmap形式)

定性分析 (ZAF プログラム)

試料に含まれている元素が検出できます。プログラムにはオートピークサーチ法、カーソル法、エレメント法の3つの方法があります。いずれも、X線スペクトル取り込み中でも定性分析が可能です。

図3は図2に示す試料の分析画面です。



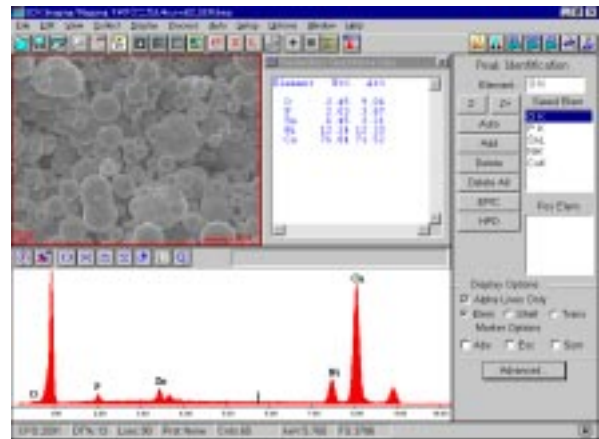
R P 成形品 (銅系粉末)

図3 定性分析スペクトラム

定性・定量分析 (iDX プログラム)

SEMの観察像をEDXに取り込み、定性分析を行います。スペクトラム (X線データ) が取り込めたら、同定した全ての元素の割合を100%として、定量分析が行えます。

図4は図2に示す試料の分析結果です。



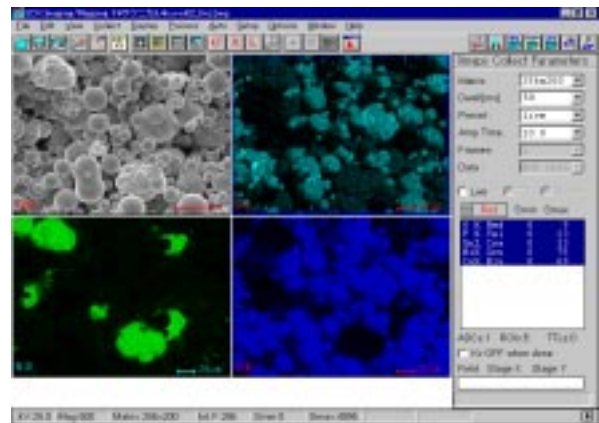
R P 成形品 (銅系粉末)

図4 定性・定量分析結果

マッピング (iDX プログラム)

本プログラムはSEM像および最大15元素までのX線像 (マッピング像) を取り込み、表示することができます。

図5は図2に示す試料の分析結果です。画面はSEM像とCu、Ni、Snの3元素の分布状態を表示しています。



SEM (左上) Cu (右上) Ni (左下) Sn (右下)

図5 マッピング結果