

電界放出形電子プローブマイクロアナライザ

(Field Emission-Electron Probe Micro Analyzer: FE-EPMA)

キーワード：電界放出形、波長分散型X線分光器(WDS)、高分解能、表面組成分析

はじめに

電子プローブマイクロアナライザ(EPMA)は、固体試料表面に細く絞られた電子線を照射し、発生する2次電子や特性X線を検出することで、試料の形態や試料を構成している元素とその量を知ることができる装置です。

最近では、1万倍以上の高倍率での観察・分析を要求されることが多いため、当研究所では分析の空間分解能が高い電界放出形電子銃(以下FE電子銃と呼びます)を備えた電子プローブマイクロアナライザ(Field Emission Electron Probe Micro Analyzer: FE-EPMA)を新規導入しました。装置の仕様と外観を表1と図1に示します。

FE-EPMAの特徴・利点

EPMAの特徴は、試料の不均一性を分析(局所分析もしくは微小部分分析)できることです。すなわち、分析領域中における特定元素の偏析、介在物・析出物・異物等の構成元素を容易に見出すことができます。その深さ方向の情報、試料の種類や分析条件にもよりますが、数百nmから数 μm 程度となっています。

表1 FE-EPMAの仕様

型式	JXA-8530F (日本電子製)
分析元素範囲	$^5\text{B} \sim ^{92}\text{U}$
最大試料寸法	100mm×100mm×20mm(H) (既存ホルダ使用時)
加速電圧	1 ~ 30 kV
照射電流範囲	$10^{-12} \sim 5 \times 10^{-7}$ A
照射電流安定度	$\pm 0.3 \%$ /h
2次電子分解能	3 nm (30 kV)
分析条件最小 プローブ径	40 nm (10 kV, 10^{-8} A) 100 nm (10 kV, 10^{-7} A)
走査倍率	$\times 40 \sim \times 300,000$
走査像解像度	最大 5120 × 3840 画素



図1 FE-EPMAの外観

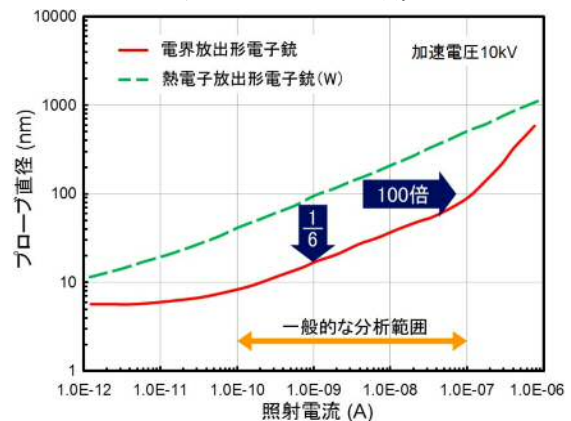


図2 電子銃のプローブ径と照射電流の関係

当研究所に導入したFE-EPMAに搭載されているFE電子銃は、汎用EPMAに搭載されているタングステン(W)や六ホウ化ランタン(LaB₆)をフィラメントとした熱電子放出形電子銃(以下W電子銃およびLaB₆電子銃と呼びます)と比較して、プローブ径を細く絞ることが可能で、同じプローブ径でも高いプローブ電流が得られます。図2に、FE電子銃とW電子銃における最小プローブ径と照射電流の関係を示します。図のように、FE電子銃では、同じプローブ径の場合、W電子銃よりも約100倍高い電流を得ることが可能で、同じ電流の場合には約20%以下にまでプローブ径を絞ることができます。プローブ径は観察像の空間分解能に、電流は分析精度や測定時間に影響します。

つまり、FE-EPMAは、汎用EPMAと比べて高分解能で高精度の分析を短時間で行うことができます。その典型的な分析事例を以下に紹介します。

事例① 大電流でもシャープな観察・分析！

図3は、金粒子をFE電子銃で観察した場合と、汎用EPMAに搭載されているW電子銃で観察した場合の二次電子像です（加速電圧10kV、照射電流100nA）。元素分析には大電流が要求されますが、FE電子銃を用いれば大電流でもプローブ径を絞ることができるため図のようなシャープな二次電子像を得ることができます。図4は、鉛フリーはんだのX線強度分布図です（加速電圧8kV、照射電流100nA）。左から順にAg、Cu、Snの分布図であり、検出されるX線の強さを色で示しています（(弱)黒→青→緑→黄→赤(強)）。つまり、赤で表示された部分は対象元素の濃度が高いことを意味します。二次電子像と同様に、X線強度分布

図でも空間分解能はFE電子銃のほうが優れており、各元素の共存状態もより明瞭に判別することができます。

事例② 短時間で高精度の分析！

図5は、窒化アルミニウム(AlN)焼結体のイットリウム(Y)のX線強度分布を、FE電子銃とLaB₆電子銃で、プローブ径が同じになる条件（FE: 加速電圧12kV、照射電流100nA、LaB₆: 加速電圧12kV、照射電流5nA）で10分間分析した結果です。FE電子銃ではより高い電流で分析できるため、短時間でも十分なX線を検出することができます。また、感度も優れているため汎用EPMAでは検出できないような微量元素も分析することができます。

材料表面の観察・元素分析をご検討されている場合は、お気軽に担当職員までご相談ください。皆様のご利用をお待ちしております。

※データは日本電子株式会社からの提供

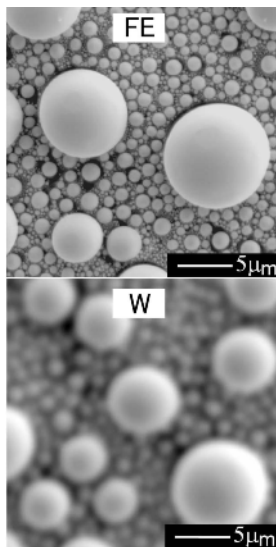


図3 各電子銃による二次電子像

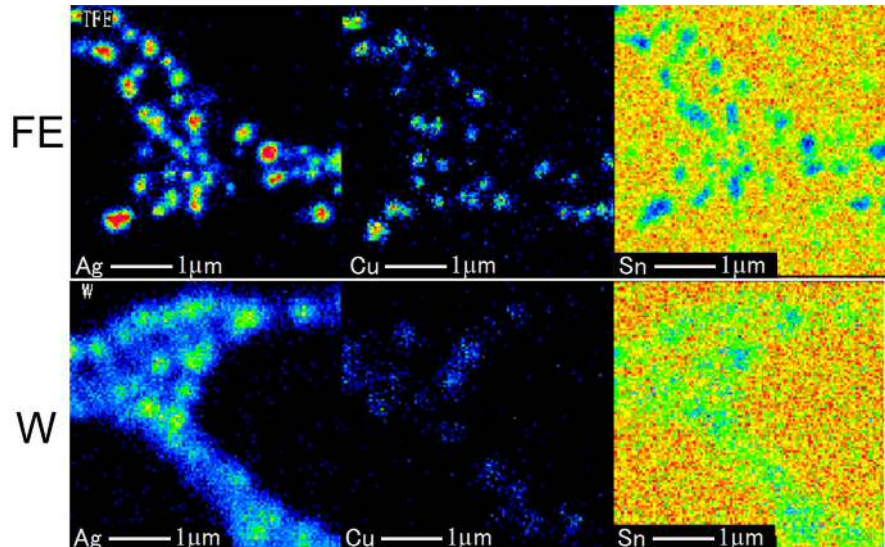


図4 各電子銃によるAg, Cu, SnのX線強度分布図

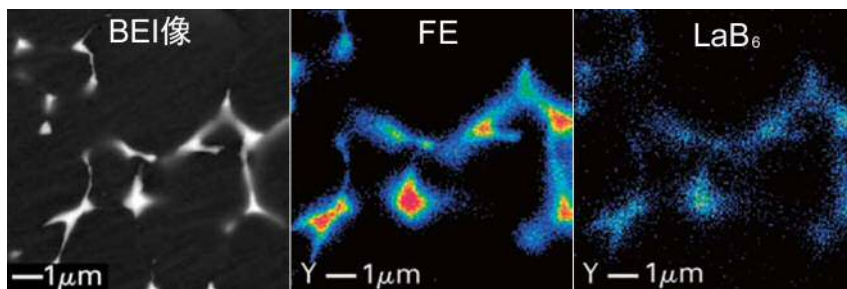


図5 各電子銃において同一プローブ径で10分間分析した時のYのX線強度分布図

作成者 金属材料科 平田 智文 Phone 0725-51-2695
 田中 努 Phone 0725-51-2654
 発行日 2013年1月21日