

## 電子線三次元表面形態解析装置

キーワード： 三次元形態解析、エネルギー分散型 X 線分光分析器 (EDX)、電子線後方散乱回折 (EBSD)

### はじめに

電子機器を始め多くの製品で小型化・軽量化が進み、微小領域における観察や分析が求められるようになりました。当研究所では、これらのニーズに対応するため、平成 24 年度に公益財団法人 JKA 平成 24 年度公設工業試験研究所設備拡充補助事業により電子線三次元表面形態解析装置を導入いたしました。ここでは、本装置の概要と測定例について紹介いたします。

### 電子線三次元表面形態解析装置について

電子線三次元表面形態解析装置 (図 1) は、材料や製品の表面観察、表面形状計測、表面分析の 3 つの機能を有する総合的な表面解析装置です。本装置では、複数 (4 本) の二次電子検出器を用いるため、観察表面内の縦方向 (Y)、横方向 (X) とともに精度の高い測定が可能です。また、検出器に入る二次電子の信号量を定量的に捉えることで、表面の微細な三次元形状も計測することが出来ます。形状計測においては、電子線を探針 (プローブ) としているので、触針式の欠点であった針先端サイズの影響を受けることなく、nm レベルで凹凸形状の計測が可能です。また、表面分析では、微小部の元素分析や結晶方位解析が可能です。装置の主な仕様を表 1 に示します。

### 本装置の用途

本装置は、超微細構造体の設計や高機能性表面の開発など先端技術分野で広く利用されています。また、めっき製品、電子部品、金型、工具、触媒、高分子フィルム、紙などの基盤技術に係わる製品開発、腐食や破壊などのトラブルの原因解析などにも利用可能です。

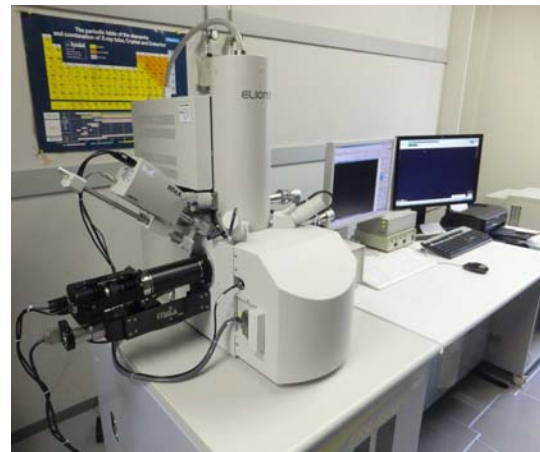


図 1 電子線三次元表面形態解析装置

表 1 装置の主な仕様

ERA-8900FE (株式会社エリオニクス製)	
○表面観察 (電子顕微鏡 (SEM))	電子銃: ZrO/W 熱電界放射型 加速電圧: 0.3~30kV プローブ電流: 最大 200nA 倍率: 60~60 万倍
○表面形状計測	X-Z、Y-Z 断面形状 3D 形状測定 X-Z、Y-Z 表面粗さ解析 3D 表面粗さ解析 など
○表面分析 (付属装置)	・元素分析: エネルギー分散型 X 線分光分析器 (EDX) (アメテック株式会社製) 検出元素: Be~U まで
	・結晶方位解析: 電子線後方散乱解析 (EBSD) (株式会社 TSL ソリューションズ製) 結晶方位や配向性に基づいた解析: 結晶方位マップ、極点図・逆極点図など
測定用試料の寸法	
	・最大径試料 φ125×高さ 10mm
	・最大厚試料 φ50×高さ 30mm

## 測定事例

### 鉄の変色部の分析

金型の表面に生じた変色の原因を調査するため、変色部と正常部の比較分析を行いました。図2に変色部付近の表面観察（電子顕微鏡）写真を、図3に変色部と正常部の分析結果（EDX スペクトル）を示します。スペクトルを比較すると、変色部でC（炭素）、O（酸素）、Na（ナトリウム）、Cl（塩素）、K（カリウム）、Ca（カルシウム）が多いことがわかりました。変色部では酸素が多く検出されていることから、鉄が酸化（腐食）していると考えられます。また、塩素も多く検出されており、腐食は塩素（塩化物イオン）の存在により、加速された

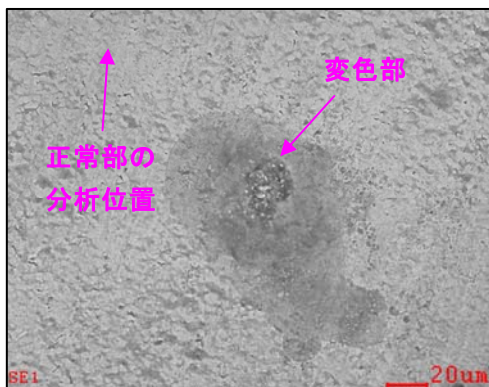


図2 変色部付近の表面観察（電子顕微鏡）写真

と推察できます。さらに、変色部の形態を観察するため、表面形状計測機能を用いて、図2の視野での鳥瞰図および等高線図を作成しました（図4、5）。色の濃い部分が凹の部分となります。また、等高線図の点線における断面プロファイルを図5(b)に示します。以上より、変色部では腐食して孔が空いている状況をとらえることが出来ました。

### おわりに

本装置は依頼試験や受託研究などで活用しています。試験のご依頼につきましては、担当職員までご連絡ください。皆様のご利用をお待ち致します。

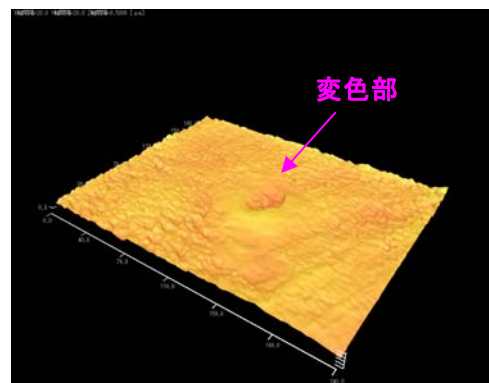


図4 図2の視野における鳥瞰図

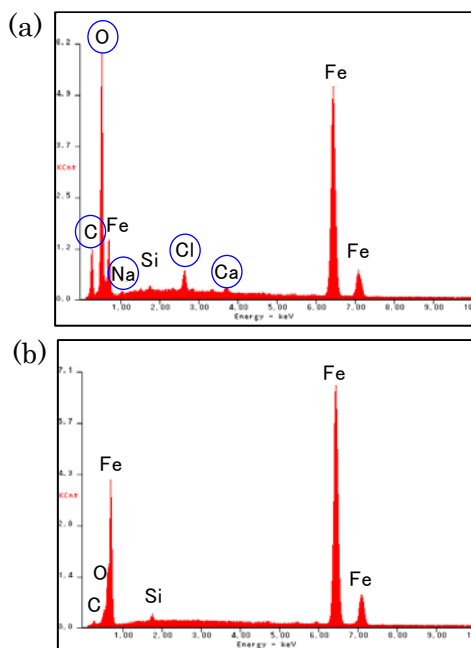
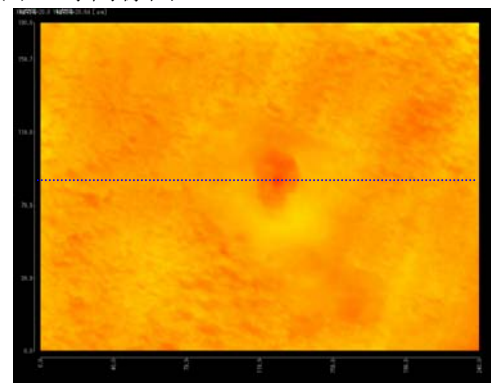


図3 EDX スペクトル（加速電圧 20kV）  
(a) 図2の変色部、(b) 図2の正常部

(a) 等高線図



(b) 断面プロファイル

図5 図2の視野における (a) 等高線図および (b) 点線部における断面プロファイル