



ORIST

Technical Sheet

No.17-03

低真空走査電子顕微鏡（元素分析機能付き）

キーワード：SEM、低真空、EDX

低真空走査電子顕微鏡について

走査電子顕微鏡 (SEM: Scanning Electron Microscope) は、電子線を試料に照射し、試料から放出される信号 (二次電子や反射電子) を検出して、表面を観察する装置です。また、SEM に X 線検出器を装着することで、試料表面から放出された特性 X 線を検出し、どんな元素がどの程度含まれているかを調べることも可能です。

SEM にはいくつかのタイプがありますが、真空度の違いでは、高真空 SEM と低真空 SEM の 2 種類があります。高真空 SEM では通常、二次電子を検出し、試料表面の凹凸を反映した像を形成します。しかし、低真空環境下では、二次電子は残留ガス分子と衝突することで容易にエネルギーを失うため、高真空 SEM で用いられる一般的な二次電子検出器には到達することができません。そのため、低真空 SEM では、入射電子とほぼ同じエネルギーを持つ反射電子を検出して像を形成します。

高真空 SEM では、有機物、プラスチックの観察には金属蒸着が必要であり、水分・油分を含む材料は観察できません。低真空 SEM では、これらの材料の観察を無蒸着で行えることが最大の長であり、絶縁材料、半導体、食品、生体材料、生物材料などの観察に幅広く利用されています。

当研究所（和泉センター）保有機器の特徴

当研究所 (和泉センター) に平成 28 年に導入された低真空 SEM は、電子顕微鏡とエネルギー分散型 X 線分析装置 (EDX: Energy Dispersive X-ray spectrometer) から構成されており、観察と元素分析を簡便かつ短時間に行うことが可能です。さらに、クールステージも備えており、含水試料や電子線照射に対して弱い試料などは、 -20°C まで試料を冷却して観察することができます。写真 1 に装置の外観を、表 1、表 2 および表 3 に電子顕微鏡本体と EDX、クールステージの仕様を示します。

本装置では、これまで上位機種で採用されていた低真空二次電子検出器を搭載しており、低真空モードでありながら二次電子像を得ることができます。また、反射電子像と二次電子像を合成することで、試料の「組成情報」と「試料表面の凹凸形状」を同

時に得ることができます。

さらに、本装置に搭載している EDX は 30 mm^2 の大口径シリンドリフト検出器 (SDD) であるため、効率よく、数分程度で定性分析、元素マッピングを行い、各元素の分布状態を把握することができます。



写真 1 低真空走査電子顕微鏡の外観

表 1 低真空走査電子顕微鏡の仕様

| | |
|---------|---|
| 機種名 | TM3030Plus (株式会社日立ハイテクノロジー製) |
| 検出器 | 高感度低真空二次電子検出器 高感度 4 分割半導体反射電子検出器 |
| 加速電圧 | 5 kV (表面モード) 15 kV (通常モード) |
| 真空度 | 30 Pa (標準モード) 50 Pa (帯電軽減モード) |
| 観察倍率 | $\times 40 \sim \times 60,000$ (有効観察倍率: $\times 10,000$ 程度) |
| 駆動範囲 | X: 35 mm、Y: 35 mm |
| 最大試料サイズ | $\phi 70\text{ mm}$ 、厚さ 50 mm |
| 信号選択 | 二次電子/反射電子/二次電子と反射電子の合成 |
| 画像形式 | BMP、TIFF、JPEG |

表 2 エネルギー分散型 X 線分析装置の仕様

| | |
|------|---|
| 機種名 | EDX Quantax70 (ブルカー・エイエックスエス株式会社製) |
| 検出器 | 大口径 (30 mm ²) SDD 検出器 (液体窒素レス) |
| 検出元素 | B~Am まで |
| 分析機能 | ラインスキャン(線分析)、マッピング (面分析)、スポット(点分析) |

表 3 クールステージの仕様

| | |
|---------|-----------------------------------|
| 機種名 | MK-3 型 (DEBEN UK Ltd. 製) |
| 加熱冷却方式 | ペルチェ素子方式 |
| 加熱冷却温度 | -20~50 °C (270 Pa、15~25 °C 環境) |
| 最大試料サイズ | φ 7 mm |

観察例

写真 2 はレーザープリンタで当研究所の英語の略称である「ORIST」を黒色で印刷したものを、金属蒸着せずに観察した結果です。本装置は、高感度な低真空二次電子検出器を搭載しているため、低真空モードでも写真 2 のような立体感のある画像を得ることができます。

この観察画像を EDX で分析し、マッピングした画像(各元素のマッピング画像)を写真 3 に示します。写真 4 は検出されたすべての元素を重ね合わせたマッピング画像を示します。炭素が青色、酸素が黄色で表示されています。コピー用紙はセルロースが主成分であるため、バックグラウンドには、炭素と酸素が検出されています。「ORIST」の文字の部分は、

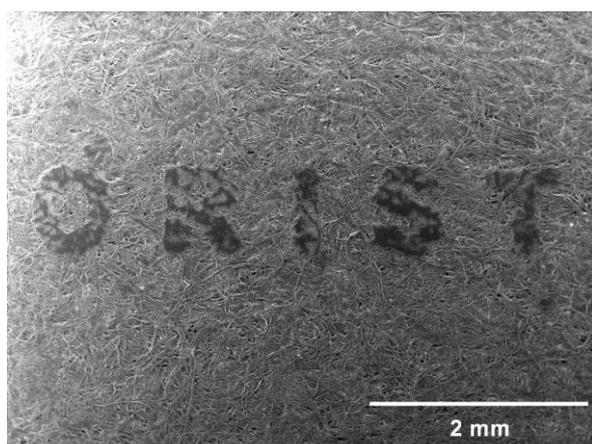


写真 2 レーザープリンタで印刷した「ORIST」
加速電圧：15 kV、真空度：50 Pa
画像：二次電子像と反射電子像の合成画像

周りと比較すると炭素が多く検出され、酸素はほとんど検出されていないことがわかります。これは、黒色のトナーに含まれる炭素によるものと考えられます。

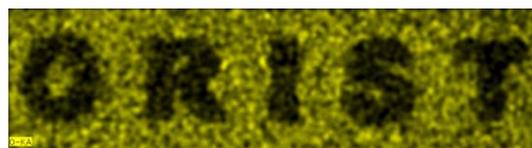
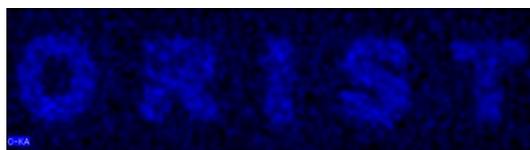


写真 3 EDX で分析し、マッピングした画像
(青色：炭素、黄色：酸素)
加速電圧：15 kV、真空度：50 Pa、
分析時間：300 秒

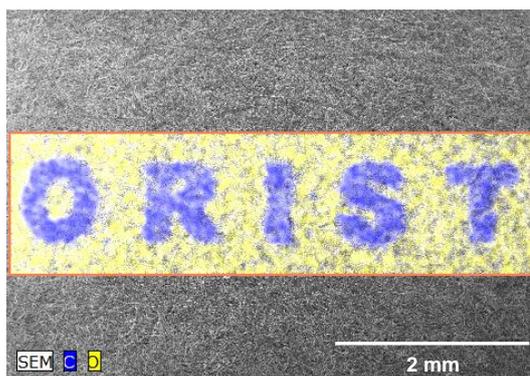


写真 4 EDX で分析し、マッピングした画像
(すべての元素を重ね合わせた画像)
加速電圧：15 kV、真空度：50 Pa、
分析時間：300 秒

最後に

本装置では、金属を蒸着せずに二次電子像や反射電子像、二次電子像と反射電子像の合成像を観察でき、さらに元素分析を行うことができます。そのため、主に有機高分子材料、繊維、皮革などを観察対象としています。装置使用、依頼試験によりご利用いただけます。皆様のご利用をお待ちしております。