



ORIST

Technical Sheet

No. 18-23

大面積元素分析装置付電界放出型走査型電子顕微鏡

キーワード：FE-SEM、冷陰極電界放出型電子銃、大面積検出器シリコンドリフト検出器、EDX

電界放出型操作電子顕微鏡について

近年、材料や製品などにおける観察対象がますます微細化しており、より高倍率、高分解能での観察や分析が求められています。電界放出型走査電子顕微鏡 (FE-SEM: Field-Emission Scanning Electron Microscope) は、有機物、プラスチック、金属、微粒子など、様々な材料の表面形状について数十～十万倍程度まで拡大して観察を行うことができます。また、エネルギー分散型 X 線分析装置 (EDX: Energy Dispersion X-ray analysis) を備えることで観察領域における元素分析ができるため、表面形状の確認にとどまらず、材料表面での元素組成の確認や微小異物の分析など、材料開発や製品管理、品質保証などに有効な装置の一つです。

査型透過電子顕微鏡) 検出器 (暗視野、明視野) を有しており、試料を透過した電子による STEM 像の取得が可能です。



図1 新規導入 FE-SEM の外観写真

電子顕微鏡による観察原理

真空中において試料に電子線を照射した場合、二次電子、反射電子、特性X線などが発生します。電子線の入射角度によって二次電子の発生強度が変化するため、二次電子像は試料表面の凹凸を反映した表面像が得られます。反射電子像では試料の組成を反映した画像が得られます。FE-SEM では、試料に照射する電子線をより細く絞ることができるため、表面の凹凸情報をより詳細に反映した高分解像を得ることができます。

表1 新規導入FE-SEMの仕様

電子顕微鏡型式	日立ハイテクノロジーズ製 Regulus8230		
電子銃	冷陰極電界放出型電子銃		
対物レンズ	セミインレンズ形		
二次電子分解能	0.6 nm (加速電圧 15 kV) 0.7 nm (照射電圧 1 kV) *1		
加速電圧	0.5～30 kV		
照射電圧*1	0.01～20 kV		
倍率	20～2,000,000倍*2		
試料 ステージ	制御	5軸モータ駆動	
	可動 範囲	X	0～110 mm
		Y	0～110 mm
		R	360°
		T	-5～70°
Z	1.5～40 mm		
試料サイズ	φ 150 mm, 厚み10 mmまで		
その他付属品	イオンスパッタ (Pt), 雰囲気遮断ホルダー, STEM (暗視野, 明視野)		

新規導入FE-SEMについて

平成 30 年度、和泉センターに導入された FE-SEM は、冷陰極電界放出型電子銃を備えた FE-SEM と大面積 EDX から構成され、サンプル表面のダメージを抑えつつ高分解能での観察・分析を行うことができます (図1)。観察のみならず、大面積 EDX によって試料表面の元素分析が簡便かつ短時間で測定可能です。FE-SEM および大面積 EDX の仕様を表1、表2に示します。

*1 リターディングモードによる観察

*2 127 mm×95 mmを表示サイズとして倍率を規定

電子顕微鏡の検出器として、UPPER 検出器、LOWER 検出器以外に結晶コントラストや極表面の情報を検出する TOP 検出器を備えています。これらの検出器を使い分けることで試料から様々な情報を得ることができます。

さらに雰囲気遮断ホルダーや下部 STEM (Scanning Transmission Electron Microscope: 走

表2 大面積EDXの仕様

EDX型式	オックスフォード・インスト トゥルメンツ製 X-Max ^N 150	
検出元素	4Be~98Cf	
検出素子サイズ	150 mm ²	
分解能	Mn-K α	127 eV
	F-K α	68 eV
	C-K α	60 eV
分析機能	定性・定量, ラインスキャン, マッピング, 粒子解析	

大面積 EDX

検出素子面積の小さいEDXを使用した場合、分析に必要なX線のカウント数を得るため試料表面へ大電流が要求され、空間分解能の低下を引き起こします。大面積EDXは、150 mm²のシリコンドリフト検出器を搭載しており、高い空間分解能でX線の検出ができるためnmの微小部分分析が可能です。本装置では定性・定量分析以外にラインスキャン、マッピング、粒子解析などを行うことができます。

測定例

当研究所で開発したSiを主体とする無機微粒子の観察結果を示します(図2)。微粒子をカーボン両面テープ上に固定し、白金を蒸着して測定試料としています。

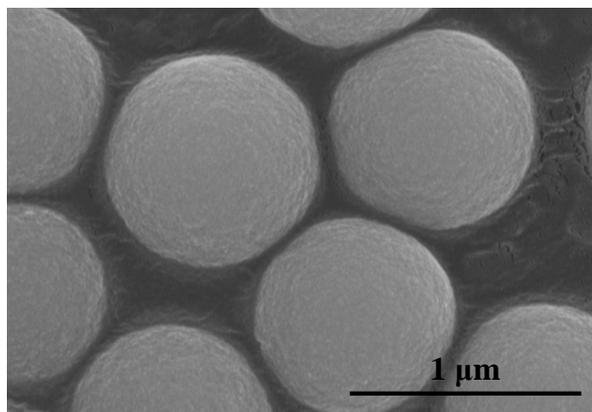


図2 無機微粒子の電子顕微鏡写真
(加速電圧:10 kV, 倍率:50000 倍)

この無機微粒子は、単分散微粒子であり、粒子径は約1 μmであることが確認できます。また、その表面を拡大して観察することにより、この微粒子は10 nm オーダーの微小粒子から形成されていることが確認できます。このように高倍かつ高分解で観察が可能です。

大面積EDXを用いた無機微粒子の点分析結果

を図3に示します。得られたスペクトルから、元素としてカーボン(C)、酸素(O)、シリコン(Si)が検出され、Siを含む微粒子であることが確認できます。

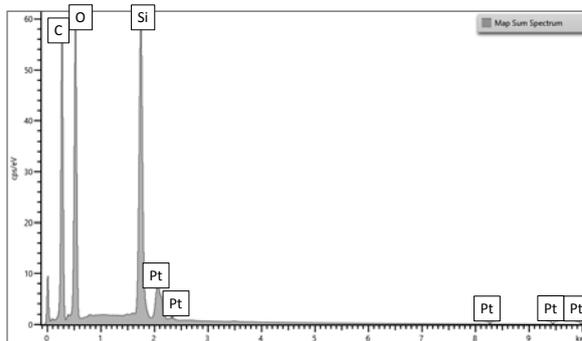


図3 無機微粒子の点分析結果

さらに図2のSEM画像と各元素の分布を重ね合わせたマッピング測定の結果を図4に示します。

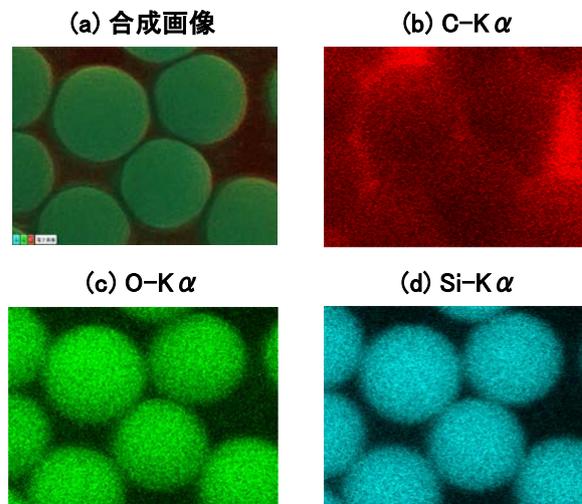


図4 マッピング測定結果

マッピングの結果から、無機微粒子の形状と元素の分布[酸素(O), シリカ(Si)]が一致しており、また、若干の炭素(C)が含まれていることが分かりました。このように大面積EDXを使用することで、高い倍率で精度よく分析・測定することが可能です。

まとめ

大面積元素分析装置付電界放出型電子顕微鏡を用いることにより、様々な試料について高倍率、高分解で観察することができます。また、150mm²のシリコンドリフト検出器を備えており、短時間で高精度の分析を行うことができます。皆様のご利用をお待ちしております。