

ぶんせき ⑥

Bunseki 2025

The Japan Society for Analytical Chemistry



日本分析化学会
<https://www.jsac.jp>

LC/MS用溶媒

PFOS
PFOA
PFHxS

保証を追加!!

特長

金属不純物(14種)を保証
日本薬局方の試薬規格に適合
UHPLCシステムに最適(パーティクル保証)

品目	容量	日本薬局方 適合	金属(14種) 保証
アセトニトリル	200mL、1L、3L	○	○
蒸留水	200mL、1L、3L		○
メタノール	200mL、1L、3L	○	○
2-プロパノール	200mL、1L、3L	○	

PFAS
試験適合性

○

○

○



関連
商品

認証標準物質
(CRM)

製品番号	メーカーコード	製品名	容量
49922-34	PFAS-3PAR	有機ふっ素化合物混合標準液(3種) (L-PFOS, PFOA, L-PFHxS each 2ug/mL)	1.2mL
49922-35	MPFAS-3ES	有機ふっ素化合物混合内部標準液(3種) (M8PFOS, M8PFOA, M3PFHxS each 2ug/mL)	1.2mL



関東化学株式会社 試薬事業本部

〒103-0022 東京都中央区日本橋室町2丁目2番1号 (03)6214-1090

LC/MS 関東化学

検索



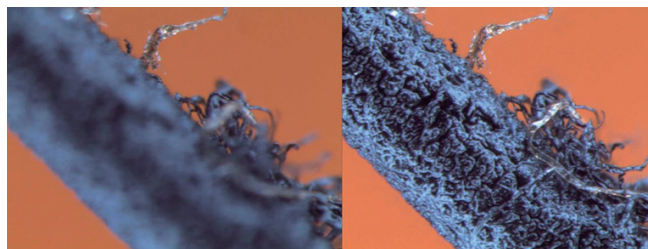
SHARPER INSIGHTS
SMARTER
DECISIONS

顕微 FTIR (顕微赤外分光光度計)

Spotlight Aurora



可視カメラの被写界深度



Spotlight 150i/200i

Spotlight Aurora

新設計の光学系と電動ステージで
より高性能に、より使いやすく進化

- ・ 可視画像の 3D 深度合成 **業界初**
- ・ 焦点深度が約 10 倍に向上
- ・ デュアルカメラシステム
(高解像度カメラ / 広域カメラ)
- ・ 暗視野視察に対応
- ・ 最大 3 種類の検出器を搭載可能
LN₂ 冷却 MCT / 電子冷却 MCT /
DTGS / InGaAs

パーキンエルマー合同会社

www.perkinelmer.co.jp

本社 〒221-0031 神奈川県横浜市神奈川区新浦島町 1-1-32 アクアリアタワー横浜 2F TEL. (045) 522-7822 FAX. (045) 522-7830




PerkinElmer
Science with Purpose

紫外可視分光光度計
UV-VIS Spectrophotometer

UV-i Selection

UV-i Selectionが実現する
3つの価値

- *intelligence*

繰り返し作業から解放し
品質管理を効率化

- *informatics*

解析作業の省力化と
データ管理の強化

- *innovation*

ハイスループット測定で
業務効率を改善



 UV-1900i Plus



 UV-2600i/2700i Plus



UV-3600i Plus



SolidSpec-3700i

A Reliable Partner

分光光度計の測定でお客様の働き方改革はできないだろうか。そんな思いから、UV-i SelectionとLabSolutions UV-Visが生まれました。



Designed for you

ユーザーの声を形にした旋光計



P-4000 series

旋光計 / Polarimeter

New

薬局方に準拠した正確な測定をしたい

- ・輝線光源を使った $[\alpha]_D$ の測定
- ・連続光源使用時の補正機能を搭載

データを正しく管理したい

- ・ユーザー管理機能搭載
- ・DI をサポートするソフトウェアを選択可能

設置場所を省スペースにしたい

- ・旧機種よりコンパクトな A3 サイズ相当の筐体
- ・装置 + 制御部の一体型設計

簡単に使いたい

- ・直感で操作できるタッチパネル
- ・少量の試料も注ぎやすいオリジナルセル
- ・試料の温度調整・温度計測の両機能を標準搭載

最適なコンディションを維持したい

- ・ISO/IEC 17025 認定の校正を行った旋光板による確認
- ・日常点検機能の搭載
- ・酸性試料に対する優れた耐久性

光と技術で未来を見つめる

日本分光

日本分光株式会社

〒192-8537 東京都八王子市石川町2967-5
TEL 042(646)4111(代)

日本分光の最新情報はこちらから

<https://www.jasco.co.jp>

日本分光HP



JASCO

JASCO は日本分光株式会社の登録商標です。
本広告に記載されている装置の外観および各仕様は、
改善のため予告なく変更することがあります。



分析業務省力化のお手伝い



食品



環境/石油



薬品/化粧品

TTT-710 ターンテーブル



多検体の 連続自動測定に対応

用途に応じた4種類のテーブル
(12、18、36、60検体を用意)

豊富な 電極洗浄モードを用意

標準として純水による
シャワー洗浄を装備
オプションでバブリング洗浄・
薬液洗浄・エアブローにも対応

優れた メンテナンス性

電極洗浄槽と電極保存槽を
装置前面に配置し
配管や電極などの
メンテナンススペースを確保

省力化を実現する多検体測定システムのご提案

マルチ水質計 MM-43Xによる 多検体pH・電気伝導率測定システム

同一サンプルのpH・電気伝導率多検体同時測定が可能



自動測定装置 AUT-801による 多検体自動滴定システム

酸・塩基滴定/酸化還元滴定/沈殿滴定/キレート滴定



東亜ディーケーケー株式会社

<https://www.toadkk.co.jp/>

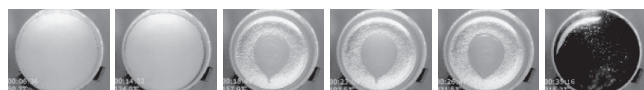
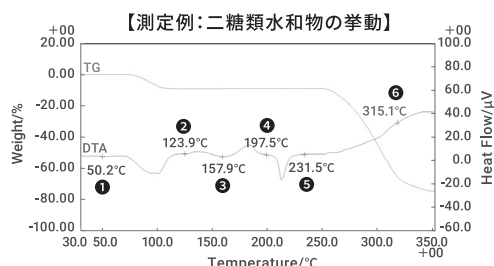
本社/〒169-8648 東京都新宿区高田馬場1-29-10 TEL.03(3202)0219

●東京:03(3202)0226 ●大阪:06(6312)5100 ●札幌:011(726)9859 ●仙台:022(353)6591 ●千葉:0436(23)7531
●名古屋:052(485)8175 ●広島:082(568)5860 ●四国:087(831)3450 ●九州:093(551)2727

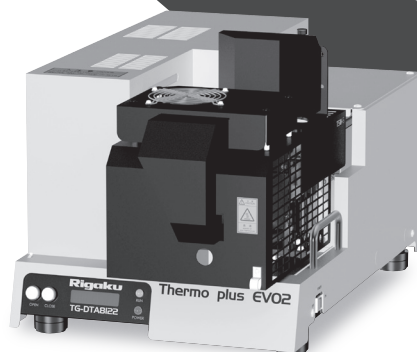


熱分析測定中の試料を リアルタイムに観察

- 1,000℃までの測定中の試料を明瞭に撮影
- 失透防止ユニットが視認性を確保
- 加熱中の試料の形状変化をリアルタイムに観察
- ASCでの連続測定に対応



① 初期状態 ② 脱水 (体積収縮) ③ 非晶化 (液状化) ④ 結晶化 (白色化) ⑤ 融解 (透明) ⑥ 燃焼 (黒色化・発泡)



試料観察

TG-DTA 8122

示差熱 - 熱重量同時測定装置

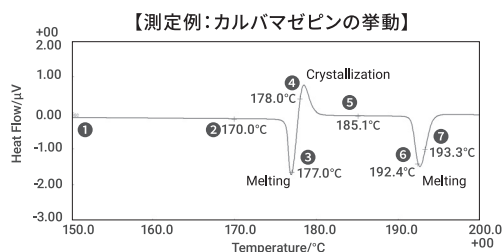
試料観察測定

TG-DTAの動画はこちら ▶



業界最高クラスの 測定温度範囲 (-180℃~725℃)

- 725℃までの試料観察・冷却・連続測定を同時に実現
- 冷却ユニットとの組合せでは、-70℃までの昇降温測定で 試料観察が可能
- 測定中の試料形状変化をリアルタイムに観察
- ガスフロー対応ASCでの1000連続測定に対応



① 初期状態 ② 170.0℃ ③ 177.0℃ ④ 178.0℃ ⑤ 185.1℃ ⑥ 192.4℃ ⑦ 193.3℃



試料観察

DSCvesta2

超高感度示差走査熱量計

試料観察測定

DSCの動画はこちら ▶



ムロマックミニカラムの使用例（公開論文・文献より）

1. 環境分野：海水、雨水など環境試料の分析用途
2. 鉱業分野：岩石、鉱物、石英などの組成分析
3. 農業分野：植物などの分析
4. 生化学分野：タンパク質、生体などの精製研究
5. 原子力分野：高レベル廃棄物の処理法研究（詳細はお問い合わせください）

ムロマック® ミニカラム

ムロマック®ミニカラムはカラムと液溜槽がポリプロピレンにより一体成型されていて、丈夫で耐薬品性に優れています。小さなカラムながら濾槽が効率良く試料中の物質を吸着できるように設計されており、リークやテリングの少ない精度の高いクロマトグラフィーが可能です。

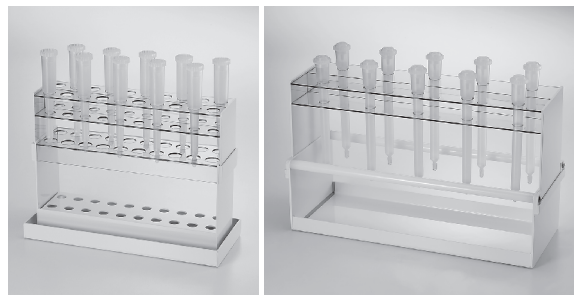


種類	内径(mm)	長さ(mm)	容量(mL)	液溜槽容量(mL)
S	5.0~5.5	50	1.0	8.0
M	6.5~8.5	5.8	2.5	10.0
L	10.0~11.0	118	10.0	5.0 ^{*1}

※1. 連結キャップを使って50mL注射器を接続すると便利です。

ムロマック® ミニカラムスタンド

カラムSまたはM用のスタンドは、直径15~16.5mm、長さ100~165mmの試験管を20本立てることができます。カラムL用スタンドのトレイには100mLのビーカー又は三角フラスコを10個並べることができます。



種類	横(cm)	縦(cm)	高さ(cm)	立数
S・M共用	26.5	7.0	20.5	20本
L用	36.5	14.5	22.5	10本

ムロマック® ガラスカラム

ムロマック®ガラスカラムはガラス製で耐薬品性に優れ、鮮明にイオン交換反応を可視化します。イオン交換樹脂の初期検討後、樹脂量を多くして使用することでより正確なデータを取ることが可能です。枝管付きタイプはムロマック分液ロートを使用することで液枯れしません。また、ライフ試験など樹脂層高を上げて試験を行う場合は細長カラムを使用することで正確なデータを取得できます。



種類	横(cm)	縦(cm)	容量(mL)
S	8	28	30.0
M	8.5	32.5	100.0
ロング	5	43	40.0

ムロマック® 分液ロート

【各ガラスカラム対応】

ムロマック®分液ロートはガラス製で耐薬品性に優れ、ムロマック®ガラスカラム(S・M・ロング各種)に互換性のあるすり合わせ規格を有しています。



種類	容量(mL)
S	500
M	1000

お問合せ先

室町ケミカル株式会社 <https://www.muro-chem.co.jp>

【東京】TEL. 03-3525-4792 【大阪】TEL. 06-6393-0007 【本社】TEL. 0944-41-2131

MassWorks™ Version 7.0

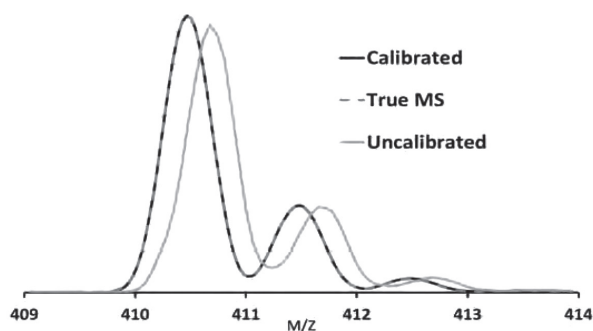
質量分析計の性能を限界まで引き出します

これまでのバージョンで築き上げられた実績をさらに進化させ、MassWorks™ 7.0 は、取得後のデータ処理に特化した使いやすいソフトウェアパッケージとして登場しました。本製品は、Cerno社が特許を取得している TrueCal™ 技術を採用し、ユニット質量分解能の一般的な質量分析計においても、高い質量精度とスペクトル精度を実現し、CLIPSTM フォーミュラサーチ機能により元素組成の同定を可能にします。さらに、MassWorks の sCLIPSTM および BestScan™ sCLIPS 機能は、標準物質を使用することなく正確なピーク形状補正を行うことで、高いスペクトル精度を提供します。

CLIPS検索により、ユニット分解能のGC及びLC/MS機器で正確な質量式検索が可能になります。

CLIPS (Calibrated Line-shape Isotope Profile Search) は、比類のない質量精度と最高のスペクトル精度を組み合わせ、四重極 MS を最大限に活用します。

- 質量精度が 0.x Da から 0.00x Da まで 100 倍向上
- クロマトグラフィー時間スケールで 99% を超えるスペクトル精度を実現
- 低分解能の装置でも正確な 化学式ID が可能
- 未分離 MS 信号の強力な混合分析

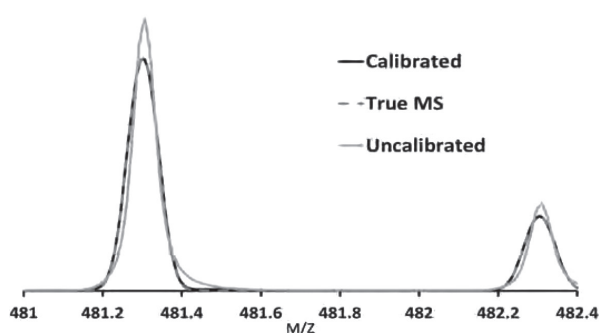


MassWorks は、強力な TrueCal キャリブレーション技術を搭載しており、ユニット分解能システムにおいて質量精度を最大100倍向上させることができます。さらに、高分解能およびユニット分解能の両方のシステムで、最大99.9%のスペクトル精度 (Spectral Accuracy) を実現します。この高速かつ柔軟なMSアプリケーションソフトウェアパッケージは、質量精度とスペクトル精度を組み合わせることで、あらゆる種類のMSデータ (高分解能・低分解能の両方) に対し、Cernoの解析手法によって大幅な改善をもたらします。

高分解能MSのsCLIPS検索では、校正化合物を必要とせず、化学式IDのスペクトル精度を大幅に向上させます。

sCLIPS (自己校正線形同位体プロファイル検索) を使用すると、高解像度の TOF、Orbitrap、または FT-ICR を最大限に活用できます。

- 独自の特許取得済みセルフキャリブレーションプロセス
- 数学的に正確な同位体モデリング
- 適切に設計および運用されたシステムで達成可能な 99% 以上のスペクトル精度
- 化学式ID の質量精度を超える
- 最大 95~99% の誤った式を排除可能
- 未解決の MS 信号による強力な混合物分析



New for MassWorks Version 7

MassWorks バージョン 7 は、処理速度が向上し、安定性も高まった 64 ビット Windows アプリケーションとして新たに登場しました。更新されたファイルリーダーにより、MassWorks はほとんどの主要ベンダーのデータを直接読み込むことが可能になり、さらに業界標準の NetCDF 交換形式にも対応しました。また、多くの新機能の一つとして、「MassLab™」アプリが追加されました。これらのカスタムアプリは Python または Matlab により作成でき、たとえば高分子特性評価用の新しい機能「SAMMI™」を MassWorks に追加することができます。SAMMI™ は、従来の四重極アルゴリズムに比べて最大 30 倍の高精度を実現し、高分解能機器に匹敵する精度を提供します。

cerno
BIOSCIENCE

ST.JAPAN INC.

株式会社 エス・ティ・ジャパン
URL: <https://www.stjapan.co.jp>

東京本社 /
〒103-0014 東京都中央区日本橋蛸殻町1-14-10
TEL: 03-3666-2561 FAX: 03-3666-2658

大阪支店 /
〒540-6127 大阪府大阪市中央区城見2-1-61 ツイン21 MIDタワー
TEL: 06-6949-8444 FAX: 06-6449-8445

マイクロプラスチック分析用

熱分解GC/MSシステム



フロンティア・ラボのマイクロプラスチック分析用熱分解GC/MSシステムは ASTM D8401-24 「熱分解GC/MSを用いた水中のマイクロプラスチックの標準試験法*」に準拠しています。

*Standard Test Method for Identification of Polymer Type and Quantity of Microplastic Particles and Fibers in Waters with High to Low Suspended Solids Using Pyrolysis - Gas Chromatography/Mass Spectrometry



システム紹介

Advance your microplastics research with Frontier Lab's system

迅速凍結粉碎装置 IQ MILL-2070

簡単操作！扱いやすい卓上型の粉碎装置

- 静かな作動音 … 通常会話を妨げないレベル（粉碎時の騒音参考値55 dB）
- 短時間 & パワフルに粉碎 … 高速上下ねじれ®運動による効率的な粉碎
- 試料に合わせた細かな条件設定 … 粉碎速度/時間/サイクル数の設定
種類豊富な粉碎子と容器
- 液体窒素消費量が少なく省エネ … 液体窒素の最小消費量は約300 mL

静音設計



40種以上の粉碎応用例をウェブサイトから閲覧可能！ 製品情報



マスペクトル 検索ソフトウェア F-Search 3.8

ポリマー・添加剤を瞬時に同定！

- 検索ソフトウェアと4つのライブラリー … 目的に応じたライブラリーを選択可能
- 独自アルゴリズムで検索 … 異なる分析条件のデータも信頼性ある推定が可能
- ライブラリー登録数大幅増 … 前バージョン比約 650 種類のポリマーを追加



30日間トライアル版をウェブサイトからダウンロード可能！ 製品情報



フロンティア・ラボ 株式会社

お気軽にお問い合わせください

www.frontier-lab.com/jp info@frontier-lab.com

高性能の熱分解装置と金属キャピラリーカラムの開発・製品化に専念して、洗練された製品をお届けしています

※価格はすべて税込です

化学分析・化学実験		Surface Analysis by Auger and X-Ray Photoelectron Spectroscopy David Briggs and John T. Grant 編 B5 51,700円(税込) 表面分析に欠かせない AES と XPS 法の原理, 装置, 試料の扱い, 電子移動と表面感度, 数量化, イメージング, スペクトルの解釈など (Surface Spectra, Ltd.).	マデ ネジ ジタ メル デー ン トタ
粉末 X 線解析の実験 第3版 中井 泉・泉 富士夫 編著 B5 308 頁 定価 6,490 円 (税込) 粉末回折法の全容を実践的に理解できる。[内容] 原理/データ測定・読み方・活用/特殊な測定法と試料/リートベルト法/RIETAN-FP の使い方/MEM・MPF 解析/未知結晶構造解析/先端材料への応用/他	朝 倉 書 店	ToF-SIMS : Surface Analysis by Mass Spectrometry 2 nd edition John C. Vickerman and David Briggs 著 B5 51,700 円 (税込) 二次イオン質量分析法の装置と試料の取扱い, 二次イオン形成のメカニズム, データ解析アプリケーション例など (Surface Spectra, Ltd.).	マデ ネジ ジタ メル デー ン トタ
図説 表面分析ハンドブック 日本表面真空学会 編 B5 576 頁 定価 19,800 円 (税込) 約 120 の手法を見開き形式で解説。実際の適用例を複数紹介し, その手法の特徴や主な適用先などをまとめ, 一目で概要がわかるよう工夫。試料の種類や性質, 目的により適切な手法を選択するためのリファレンス。	朝 倉 書 店	放 射 化 学	
蛍光 X 線分析の実験 第2版 中井 泉 編/日本分析化学会 X 線分析研究懇談会 監修 B5 280 頁 定価 6,490 円 (税込) 試料調製, 標準物質, 蛍光 X 線装置スペクトル, 定量分析などの基礎項目を平易に解説し, 食品中の有害元素分析, 放射性大気粉塵の解析, 文化財への非破壊分析など豊富な応用事例を掲載した実務家必携のマニュアル。	朝 倉 書 店	放射化学の事典 日本放射化学会 編 A5 376 頁 定価 10,120 円 (税込) 生命科学・地球科学・宇宙科学等の基礎科学の基本概念である放射化学を約 180 項目・各 1~4 頁で解説した読む事典。[内容] 放射線計測/人工放射性元素/原子核プローブ・ホットアトム化学/分析法/環境放射能/原子力/宇宙・地球化学/他	朝 倉 書 店
試料分析講座 ビタミン・ミネラル 公益社団法人 日本分析化学会 編 A5 判・256 頁・定価 5,940 円 (税込) ビタミン・ミネラルの分析に携わる学生から現場の技術者・研究者まで活用できる実務書。生体内ミネラルのケミカルスペシエーションやイメージングについても記述。	丸 善 出 版	化学一般・その他	
分析化学の基本操作 器具選び・試料処理・データ整理 上本道久 著 A5 判・202 頁・定価 3,520 円 (税込) 化学分析に必要な“はかる”感覚と基礎知識を身につけるため, どの器具でどのような操作を行い, どのようにデータ整理するのかをわかりやすく解説。	丸 善 出 版	触媒総合事典 触媒学会 編 A5 判 548 頁 定価 14,300 円 (税込) 触媒の基礎から幅広い応用分野まで網羅する中項目事典。約 250 のトピックを通じて我々の豊かな生活を支える触媒を総覧できるレファレンス。	朝 倉 書 店
機 器 分 析		機械学習による分子最適化 数理と実装 梶野 洸 著 A5 312 頁 定価 3,520 円 (税込) 機械学習を用いた新規分子構造の生成や最適化にまつわる技術について, 基礎理論から実装まで一気通貫して解説。	オ ー ム 社
Pyrolysis-GC/MS Data Book of Synthetic Polymers 合成高分子の熱分解 GC/MS ハンドブック Tsuge, Ohtani, Watanabe 著 エルゼビア 2011 刊 35,200 円 (税込) 163 種の合成高分子の熱分解 GC/MS, また 33 種の縮合系高分子には反応熱分解 GC/MS も測定したデータ集, パイログラム, 生成物の帰属, 相対生成率, 保持指標, 質量スペクトルと構造式など, 昇温過程での生成物のサーモグラムとその平均質量スペクトルも収録。	マデ ネジ ジタ メル デー ン トタ	ベイズ最適化の活用事例 本郷研太・杉澤宏樹 ほか 54 名 2025 年 3 月刊 A4 判 424 頁 本体価格 88,000 円 (税込) 試読可 アカデミック割引価格 33,000 円 (税込) 試読可 有機・無機材料への適用, プロセス設計・合成条件の最適化など豊富な事例を網羅! その他, 説明変数, 目的変数の選定など実務へ活かせるコツも詳解!	技 術 情 報 協 会
Mass Spec: Desk Reference, 2 nd edition 5,250 円 (税込) 質量分析に使われる用語の解説と誤用される用語例, 質量分析の書誌情報の集積。(Global View Publisher)	マデ ネジ ジタ メル デー ン トタ	晶析プロセスの設計・制御と結晶解析手法 三上貴司・滝山博志 ほか 60 名 2025 年 2 月刊 A4 判 594 頁 本体価格 88,000 円 (税込) 試読可 アカデミック割引価格 33,000 円 (税込) 試読可 ・結晶成長機構や結晶状態に基づくプロセスの品質向上 ・温度, 攪拌, 添加速度など, 結晶性に影響する条件 ・工業化のトラブルを防ぐ粒子成長や熱管理, 溶媒選択	技 術 情 報 協 会

◆掲載図書発行所◆

図書購入・問い合わせなどは、下記発行所に直接ご連絡ください。

※価格はすべて税込です

(株)朝倉書店	URL : https://www.asakura.co.jp/ 〒162-8707 東京都新宿区新小川町 6-29	☎03(3260)7631
(株)オーム社	URL : https://www.ohmsha.co.jp/ 〒101-8460 東京都千代田区神田錦町 3-1	☎03(3233)0641
(株)技術情報協会	URL : https://www.gijutu.co.jp/ 〒141-0031 東京都品川区西五反田 2-29-5 日幸五反田ビル	☎03(5436)7744
(株)デジタルデータマネジメント	URL : http://www.ddmcorp.com 〒103-0025 東京都中央区日本橋茅場町 1-11-8 紅萌ビル	☎03(5641)1771
丸善出版(株)	URL : https://www.maruzen-publishing.co.jp 〒101-0051 東京都千代田区神田神保町 2-17 神田神保町ビル	☎03(3512)3256

次回の図書案内は 2025 年 12 月号に掲載します。

電子顕微鏡における コンタミネーションとその対策

根本 佳和, 山下 健一

1 はじめに

本稿では、特にバルク試料を対象とした走査型電子顕微鏡 (scanning electron microscope, SEM) の特徴と SEM における汚染 (コンタミネーション) が像観察および分析に与える影響、さらにその対策について解説する。

2 SEM の特徴

SEM は、集束した電子線を試料表面に照射し、物質との相互作用によって発生した二次電子や反射電子を検出することで、試料表面の凹凸情報や組成情報を観察する装置である。空間分解能は SEM の種類・観察条件に依存するが、一般に nm オーダーである。そのため、試料表面の微細な凹凸構造や組成分布を観察することが可能である。

電子線が試料に侵入すると、試料内部で電子線が結晶格子により散乱され拡散する。図 1 は電子線を試料に照射したときの試料内部での拡散を示している。二次電子は、入射電子 (一次電子) の試料内での非弾性散乱に

よって、試料を構成する原子から励起された電子である。二次電子のエネルギーは数十 eV 以下であるため、試料中の飛程は短く (5~10 nm 程度)、試料表面で発生したもののみが真空中へ放出される。そのため、試料の最表面近傍の構造に敏感である。一方、反射電子は入射電子が試料に照射された際に、散乱の過程で後方散乱したものである。反射電子は二次電子に比べてエネルギーが高いため、その脱出深さは二次電子の場合に比べて 2 桁以上大きい。後方散乱の確率は、物質の平均原子番号に依存するため、反射電子を検出することで、試料表面の組成分布を得ることができる。

さらに、SEM にエネルギー分散型 X 線分光器 (energy-dispersive X-ray spectrometer, EDS) や波長分散型 X 線分光器 (wavelength dispersive X-ray spectrometer, WDS) を搭載することで、入射電子によって発生する特性 X 線を検出し、元素分析が可能となる。

3 SEM におけるコンタミネーション

SEM は試料表面を観察・分析するための装置であるが、コンタミネーションがその結果に影響を与える。

コンタミネーションには、主に試料や試料台に堆積した有機物 (炭化水素化合物)、水分、ごみなどが挙げられる。さらに、試料の断面作製に用いる包埋樹脂や試料の固定に用いるカーボンテープなどの固定材にも揮発性の炭化水素化合物や水分が含まれる場合があり、これら

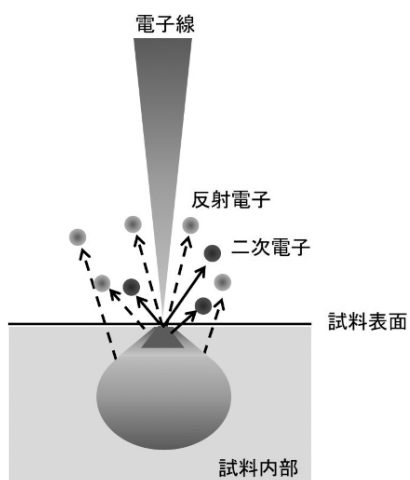


図 1 電子線と物質の相互作用

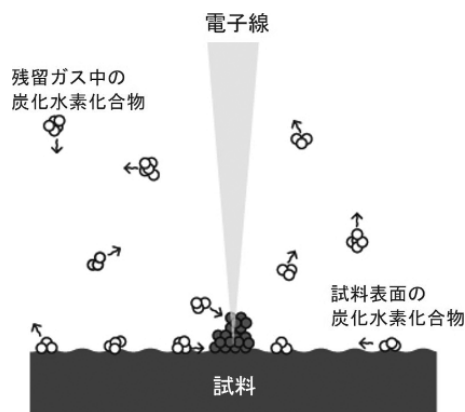


図 2 電子線と炭化水素化合物の相互作用

もコンタミネーションの原因となる。

試料に電子線を照射すると、試料室内と試料上の炭化水素化合物が電子線照射により重合して試料表面に固着する^{1)~3)}。図2はこの様子の概略を示している。炭化水素化合物が重合して固着した結果、試料表面に重合膜が堆積し、元の表面状態とは異なる状態になる。材質によっては、水分の付着により試料表面が酸化するなど変質が起こることもある。その際は、試料表面の構造だけでなく、化学状態も変わる。実際の像観察への影響について紹介していく。

4 SEM 像とコンタミネーション

二次電子はエネルギーの低い電子であり、表面付近からしか脱出できない。したがって、炭化水素化合物の重合膜が試料表面に堆積するとその影響が大きく現れる。二次電子像における重合膜の影響について図3に示す。図3の像は、平坦なステンレス板に、画像の中心の矩形領域に電子線を一定時間照射した後の二次電子像である。電子線を照射した矩形領域に重合膜が堆積することで、二次電子の信号強度が弱くなっている。重合膜が堆積した試料表面の二次電子放出率は、試料本来の清浄表面の二次電子放出率より小さいため、電子線照射領域の二次電子量が減衰したことを示している⁴⁾。

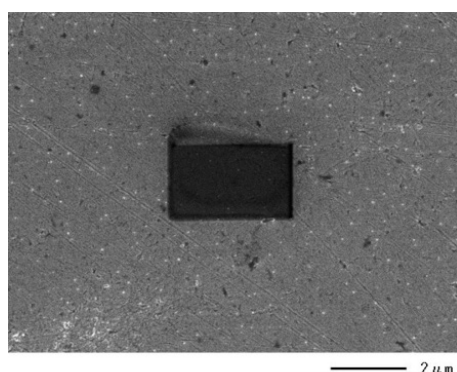


図3 炭化水素化合物の重合膜が二次電子像に及ぼす影響（試料：ステンレス板）
画像中心の黒い矩形領域は生成された重合膜の堆積の影響を受けている。

4.1 入射電圧とコンタミネーション

入射電圧の設定は試料から得られる情報に大きく影響する。図4はコンタミネーションがある試料について、入射電圧を変えて観察した事例である。図4(a)は、高い入射電圧なので電子線の侵入拡散領域が深く広がるため、試料表面に堆積した重合膜の影響を受けにくくなっていることを示している。これは、試料深部からの反射電子が二次電子の発生に関与しており、試料深部の情報が二次電子像に反映されるためである。

一方、図4(b)は低い入射電圧であり、試料表面に

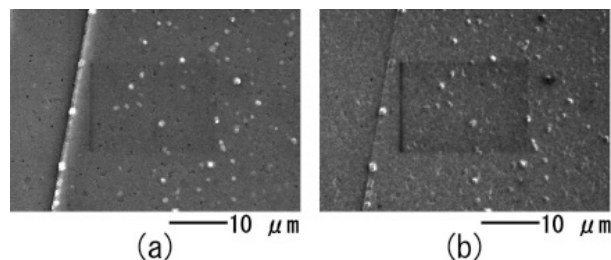


図4 入射電圧の違いによる二次電子像の変化（試料：Al 電極）
入射電圧 (a) 20 kV, (b) 1 kV

堆積した重合膜の影響を受けて二次電子の信号強度が弱くなり、輝度が落ちたことを示している。低い入射電圧では電子線の侵入拡散領域が浅くなるため、試料表面に堆積した重合膜の影響が顕著に現れる。

4.2 電子線照射時間とコンタミネーション

長時間の電子線照射によって重合膜が堆積すると、信号強度以外にも影響が現れる。図5は観察直後の二次電子像と高倍率で電子線を10分間照射し、その後同視野を低倍率で撮影した二次電子像を比較した結果を示している。図5(a)に示す二次電子像の粒子と図5(b)に示す二次電子像の粒子を比較してみると、図5(b)の粒子の輪郭が二重になっていることが確認できる。これは長時間の電子線照射によって試料表面に重合膜が堆積し、その堆積物の形状が像に現れていることを示している。

図6はアルミ箔に電子線を照射した直後、並びに約8分間の電子線照射後に炭素のK α 線のスペクトル強度を

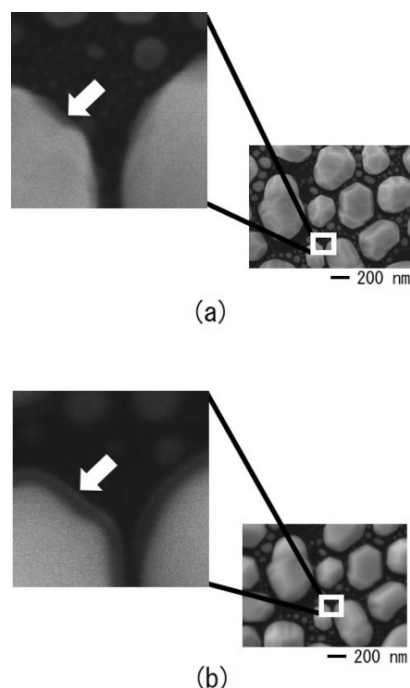


図5 電子線照射による二次電子像の変化（試料：金粒子）
堆積物の影響が (a) ない場合、(b) ある場合

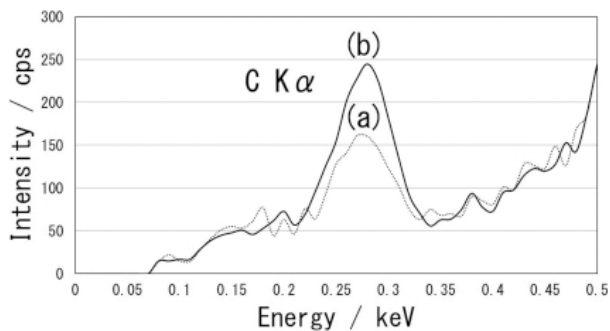


図6 電子線照射による堆積物（炭素化合物）の生成を示すEDS分析結果（試料：アルミ箔）
(a) 電子線照射直後、(b) 約8分電子線照射後

比較した結果を示している。電子線を照射した直後の図6 (a)と比較して、約8分経過後の図6 (b)のスペクトル強度の方が増加していることを確認できる。これは、堆積物が炭素化合物で形成されていることを示している。本来試料に炭素が含まれていない試料においても、炭素が検出されるようになるため、長時間の測定を行う際には留意する必要がある。

5 コンタミネーションの低減方法

ここでは、コンタミネーションを低減するための注意事項や方法を紹介する。コンタミネーションを低減するには、試料や試料ホルダーをクリーンな環境で扱い、コンタミネーションをSEMの試料室に持ち込まないことが重要である。

5.1 試料室内のコンタミネーションの低減

コンタミネーションの原因となる、試料室内の揮発した炭化水素化合物や水分を低減する手法を紹介する。SEMにコールドトラップが搭載されている場合に限るが、SEMの試料室内で揮発した炭化水素化合物や水分をコールドトラップにて吸着させることにより、コンタミネーションを低減する手法である。この手法は観察しながら実施することができる。

5.2 試料表面のコンタミネーションの低減

試料表面に堆積した炭化水素化合物を低減する手法として、溶剤による拭き取り、超音波洗浄、ヒーターによる加熱、プラズマや紫外線を用いた化学的な洗浄がある。これらの方法について紹介する。

5.2.1 有機溶剤による洗浄

試料は最初からクリーンな状態ではないことがあり、潤滑油などの有機物が付着している場合がある。このようなコンタミネーションを低減するには、アルコールなどの有機溶剤による洗浄が有効である。アルコールを使用の際は不純物が管理された特級を使用することを推

奨する。有機溶剤を使用した際は十分に乾燥を行い、有機溶剤が揮発したことを確認してからSEMの試料室に入れる。

5.2.2 加熱による除去

試料を加熱する方法もある。これは、加熱処理によって試料表面の炭化水素化合物が気化し、試料表面を清浄な状態にすることを目的とした方法である。

図7は、カーボンブロック上の金粒子の試料を、加熱せずに中央付近に一定時間電子線を照射した場合と、ホットプレートで加熱してから照射した場合の二次電子像の比較である。図7 (a)は加熱を行っていない試料の場合で、重合膜が堆積し、照射部分の矩形領域で輝度が低下している。一方、図7 (b)は加熱を行った試料で、同じ矩形領域において輝度の低下が抑制されている。

この結果は加熱処理によって試料表面の炭化水素化合物が気化し、試料表面が清浄な状態に近づいたことを示している。この方法は加熱により構造変化が生じない試料に対して適用するのが望ましい。

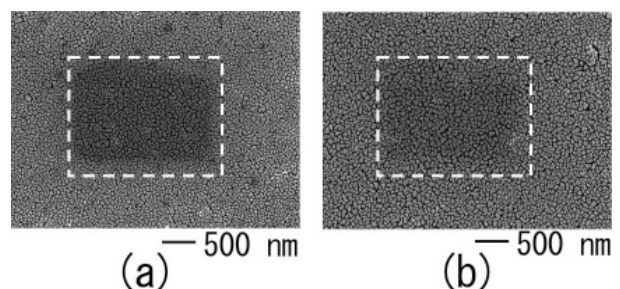


図7 試料加熱による二次電子像の比較結果（試料：金粒子）
(a) は加熱を行っていない試料の二次電子像、(b) はセラミックホットプレートを用いて280℃に設定し150分間加熱した試料の二次電子像

5.2.3 化学的な手法による洗浄

近年、広く利用されている手法として、プラズマ洗浄とUV/オゾン洗浄を紹介する。

図8はプラズマ洗浄の概略を示している。プラズマ洗浄では、プラズマによって生成された活性酸素種（ O_2 ラジカル、単原子状酸素など）が炭化水素化合物と結合し、分解して排気される。

一方、図9はUV/オゾン洗浄の概略を示している。UV/オゾン洗浄では紫外線と紫外線により発生した活性酸素種により有機化合物が分解し、排気される。

図10はSUS304試料に30分間電子線を照射した試料に対して、UV/オゾン洗浄前後の、EDSによる炭素のK α 線のスペクトル強度を比較した結果を示している。UV/オゾン洗浄前の試料では炭素のK α 線スペクトル強度が高くなっていることから、試料表面への電子線照射

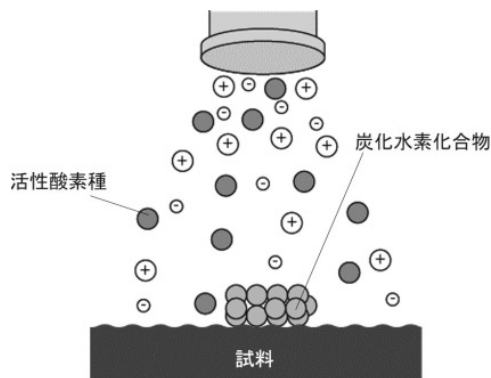


図8 プラズマ洗浄の概略図

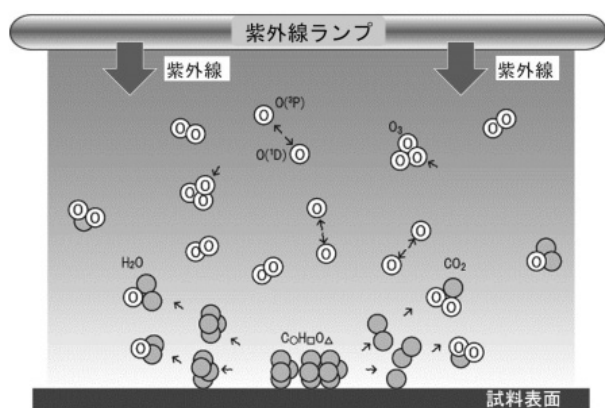


図9 UV/オゾン洗浄の概略図

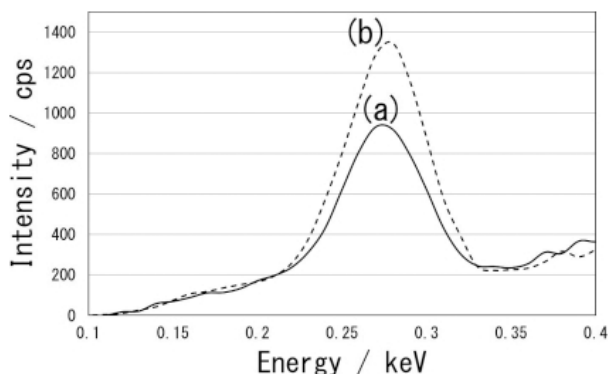


図10 約30分間の電子線照射後の堆積物（炭素化合物）の生成を示すEDS分析結果（試料：SUS304）

UV/オゾン洗浄を（a）実施後、（b）実施前

により炭素化合物が堆積したと考えられる。一方、UV/オゾン洗浄後の試料では炭素のK α 線スペクトル強度が低下している。これは、UV/オゾン洗浄の実施によって堆積物を構成している炭素化合物が低減されていることを示している。

プラズマ洗浄、UV/オゾン洗浄のどちらもコンタミネーションの低減に有効な方法であるが、UV/オゾン洗浄を用いた方が試料の温度上昇を抑えることが可能である。図11はUV/オゾン洗浄とプラズマ洗浄を1時間行った際の温度上昇を比較した結果を示している。プラ

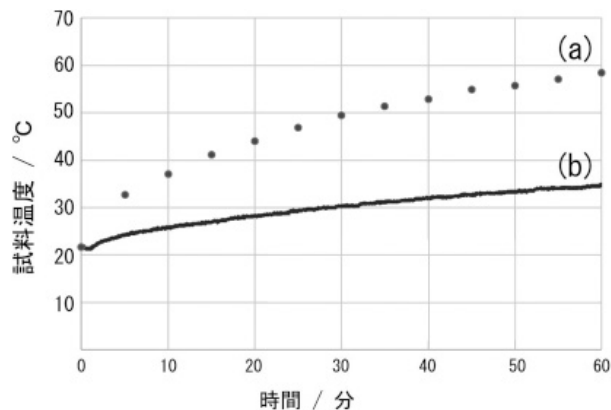


図11 UV/オゾン洗浄とプラズマ洗浄実施時の試料温度比較
（a）プラズマ洗浄

導入気体：空気，試料室圧力：約40 Pa，RF電力：約20 W；
（b）UV/オゾン洗浄

導入気体：空気，試料室圧力：約800 Pa，

試料：25 mm×40 mm×厚さ1 mmのステンレス板に熱電対を取付，UV/オゾン洗浄，プラズマ洗浄それぞれパラフィンの洗浄で同等の洗浄速度となった位置に試料を配置した。

ズマ洗浄の方がUV/オゾン洗浄よりも温度上昇が大きいことから、UV/オゾン洗浄は高温で変質するような試料に対しても有効である。プラズマ洗浄用の装置は、SEMの試料室に装着することも可能なので、試料室内に残留した炭化水素化合物の低減にも有効である。

5.3 重合膜の堆積を低減する観察方法

SEMの使用方法を工夫するだけでもコンタミネーションの影響を低減することができる。通常、SEMを使用する際、ステージを移動しながら倍率を調整し目的の箇所での測定を行う。倍率を低倍率から高倍率に変更する際に、フォーカスや輝度を調整する必要があるが、この調整を目的の箇所で行ってしまうと、目的の箇所に重合膜が堆積してしまう。それを回避するには、調整を目的の箇所とは異なる箇所で行い、目的箇所での入射電子の照射量を最小限にすることで、コンタミネーションの影響を小さくすることができる。

6 固着した重合膜の除去

堆積し固着した重合膜により期待する観察・分析結果が得られなかった場合、固着した堆積物を除去して再度測定を行うことが可能である。固着した堆積物はエアージェット等で除去することができないので、イオンミリング、機械研磨、電解研磨で表面を薄く研磨することで除去することができる。

7 おわりに

取り扱う試料や設備にも依存するが、今回紹介した方法を使用することで、SEM観察や分析に影響を与えるコンタミネーション（特に炭化水素化合物）の影響を可

能な限り低減することができる。本稿が日常の SEM 観察の一助となれば幸いである。

文 献

- 1) A. E. Ennos : *Brit. J. Appl. Phys.*, **4**, 101 (1953).
- 2) J. Hiller. : *J. Appl. Phys.*, **19**, 226 (1948).
- 3) H. König. : *Z. Phys.*, **129**, 483 (1951).
- 4) 吉村長光 : 真空, **46**, 640 (2003).



根本 佳和 (NEMOTO Yoshikazu)
日本電子株式会社科学・計測機器営業本部
(〒196-8558 東京都昭島市武蔵野 3-1-2).



山下 健一 (YAMASHITA Ken-ichi)
日本電子株式会社 EP 事業ユニット (〒196-8558 東京都昭島市武蔵野 3-1-2).

『ぶんせき』再録集 vol. 1 出版のお知らせ

ぶんせき誌の過去記事の有効利用の一環として、『ぶんせき』再録集 vol. 1 が出版されました。2011 年から 2020 年まで、10 年間分の〈ミニファイル〉の記事が詰まっています。

下記 10 章からなり、それぞれ 12 から 14 の話題が集められています。

1. 実験器具に用いられる素材の特徴, 2. 分析がかかわる資格, 3. 顕微鏡と画像データ処理, 4. 最新の web 文献検索データベース, 5. ポータブル型分析装置, 6. 分析化学と材料物性, 7. 分析化学者のための多変量解析入門, 8. 土壌分析, 9. サンプルング, 10. 前処理に必要な器具や装置の正しい使用法。

本書はアマゾンオンデマンド出版サービスを利用して出版した書籍ですので、書店には並びません。アマゾンサイトからのネット注文のみとなりますので、ご注意ください。詳しくは「ぶんせき」誌ホームページをご確認ください。