

走査電子顕微鏡 (SEM) に付属する 分析機器の略号

1 はじめに

走査電子顕微鏡 (scanning electron microscope) は、細く絞った電子線を試料に照射し、試料から放出される二次電子や反射電子を取得して凹凸像や組成像を観察する装置であるが、電子線照射によって放出されるものは二次電子や反射電子だけでなく、X線や光も放出される。また、平滑な試料表面においては、結晶構造に由来する回折パターンを観測することもできる。ここでは、電子線照射によって得られるX線、光、回折パターンを利用した分析方法の略称と、その概要について解説する。

2 EDX/EDS (energy dispersive X-ray spectroscopy) エネルギー分散型 X 線分析装置

電子線照射により試料から発生した特性X線を利用し、元素分析を行う。特性X線をエネルギーで分光することから「エネルギー分散型」の呼称がつく。特性X線は、試料に入射した電子が試料を構成する原子の内殻電子をはじき出し、その結果生じた空孔に外殻の電子が遷移して安定化する過程で生じる。つまり、電子軌道間

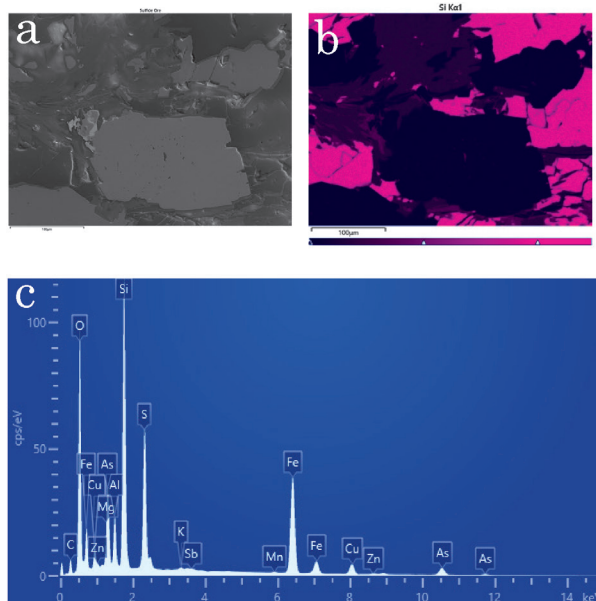


図1 EDX/EDS 分析例

硫化鉱物の電子顕微鏡像 (二次電子像: 図a) と Si の元素マップ (図b)。赤色で輝度が高いほど多くの Si が偏析している。視野全体の平均スペクトル (図c) からは含有元素が識別できる。

で電子が遷移した際、その差分エネルギーがX線として放出されたものが特性X線であり、そのエネルギーは元素特有の値をもつ。数秒間の分析時間でBeからUまでの元素を識別できる。得られる情報は含有元素の識別 (定性分析)、元素の組成 (定量分析)、および元素毎の2次元分布イメージング (元素マップ) である (図1)。一般的な分析条件は加速電圧5~20 kV、照射電流0.1~数 nA、空間分解能は数百 nm~ μm となる。

3 WDX/WDS (wavelength dispersive X-ray spectroscopy) 波長分散型 X 線分析装置

EDX/EDSと同様に特性X線から元素分析を行う。発生したX線を分光結晶によって波長で分光する機構をもつことから「波長分散型」の名称がつく。得られる結果はEDS/EDXと同様に定性分析、定量分析、元素マップとなる。EDS/EDXと比較して定性分析に時間を要するが、エネルギー分解能が高く、微量元素の検出能力が高い (図2)。一般的な分析条件は加速電圧5~20 kV、照射電流1~100 nA、空間分解能は数百 nm~ μm となる。

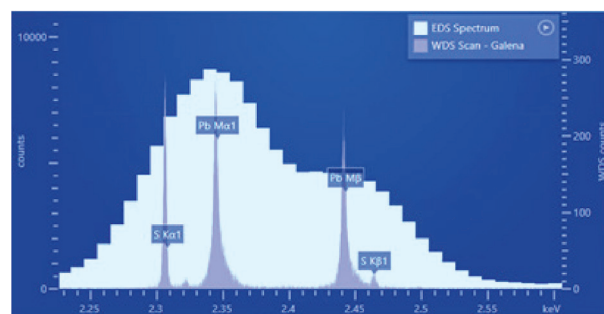


図2 WDX/WDS 分析例

硫化鉛のWDX/WDSスペクトル (灰色) とEDX/EDSスペクトル (水色) を重ね合わせ。WDX/WDSはEDX/EDSに比べ10倍以上の高いエネルギー分解能を持つ。

4 CL (cathodoluminescence) カソードルミネッセンス装置

電子線照射により試料から発生したカソードルミネッセンス光を利用し分析を行う。入射電子により試料を構成する原子の外殻電子が励起状態となり、再び基底状態に戻る際に差分のエネルギーが光として放出されたものがカソードルミネッセンス光である。カソードルミネッセンス光は化学結合状態の情報を含むことから、結晶欠陥や不純物の識別に使われる。全波長のCL像 (パンク

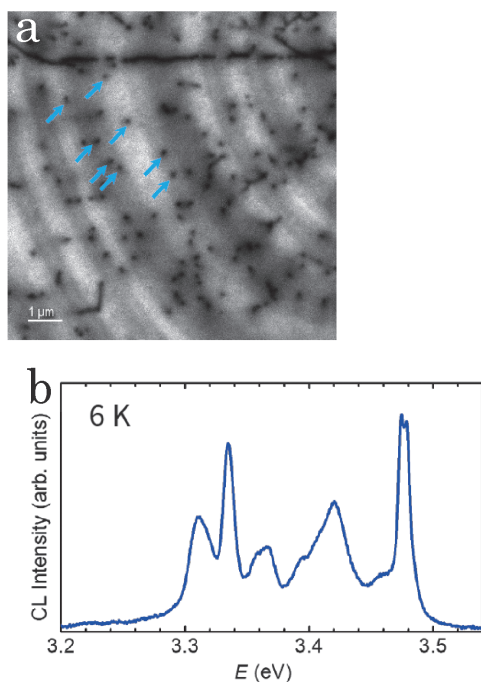


図3 CL分析例

窒化物半導体ウェハ表面のアンフィルタ CL マップ像 (図 a). 青い矢印で示した黒点はウェハ表面を横切る個々の転位。極低温 (6 ケルビン) で取得した GaN 微結晶の CL スペクトル (図 b).

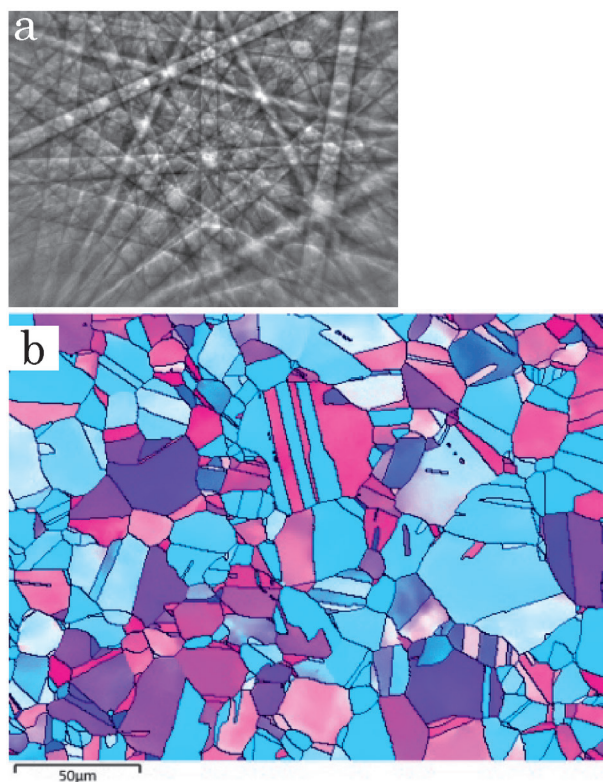


図4 EBSD 分析例

ステンレス鋼の EBSD パターン (図 a) と方位マップ (IPF-z 像, 結晶粒界を黒線で表示; 図 b). 結晶粒を可視化し, 色で結晶粒の方位を表現できる.

ロマティック像) の他, 分光機構を持つ装置では特定波長の CL 像 (モノクロマティック像) のみを取り出し, 解析・イメージングができる (図 3). 一般的な分析条件は加速電圧 1~5 kV, 照射電流 1 nA 程度, 空間分解能は数 μm となる.

5 EBSD (electron backscatter diffraction) 後方散乱電子回折装置

電子線を照射した際, 試料表面で回折した電子から結晶情報を解析する. 回折電子を蛍光スクリーンに投影した際に観測される回折パターン (菊池パターン) から, 電子入射点における結晶の種類, 方位を識別することができる. x - y の二次元領域の分析からは方位マップや結晶粒の可視化, 局所的な方位差の計測ができる (図 4). 電子線の回折は, 結晶状態の試料でのみ生じることから, 分析対象は金属やセラミックスなどの結晶性の物質に限定される. 一般的な分析条件は加速電圧 10~20 kV, 照射電流 10 nA 程度, 空間分解能は 50 nm~1 μm 程度となる.

6 おわりに

ここでは SEM に付属する分析機器として比較的普及率の高い 4 種を取り上げ, 略称と概要について解説した. このような分析機器が装着された SEM は像観察だけでなく, マイクロアナリシスという点でも多くの可能性を秘めており, 材料の特性を理解する上で積極的に活用して頂きたい.

文 献

- 1) J. I. Goldstein, D. E. Newbury, *et al.*: "Scanning Electron Microscopy and X-Ray Microanalysis Fourth Edition", (Springer), (2018).

[株式会社日立ハイテクアナリシス 乙部 博英]
[オックスフォード・
インストルメンツ株式会社 三井 千珠]