

走査電子顕微鏡(分析機能付き)

キーワード：走査電子顕微鏡、汎用、SEM、EDX、元素分析、低真空

はじめに

走査電子顕微鏡(SEM: Scanning Electron Microscope)は、真空中で細く絞った電子線で試料表面を走査し、そのときに試料から放出される信号を検出して、画面上に試料表面の拡大像を表示させる装置です。SEMは光学顕微鏡と比べて焦点深度が深く、凹凸の激しい試料でも広範囲でピントの合った立体的な像を得ることができます。

電子線を試料に照射したときに放出される信号には、二次電子、反射電子、特性X線などがあります。二次電子像は試料の微細な凹凸を反映した像が得られ、反射電子像では試料表面の組成分布を反映した像が得られます。また、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分析装置として活用することができます。

近年では、操作がパソコン上で簡便に行えるようになり、初めての方でもすぐにご利用いただくことが可能で、金属製品・プラスチック部品など様々な分野で品質管理やトラブル解析などに用いることができます。

当研究所保有機器の特徴

当研究所に平成22年に導入された装置は、SEMにエネルギー分散型X線分析装置(EDX)を組み込んだシステムで、試料表面の観察および元素分析を行うことができます。絶縁物試料用に、金およびカーボンのコーティング装置も完備しています。図1に装置の外観を、表1および表2に電子顕微鏡本体とエネルギー分散型X線分析装置の仕様を示します。

本装置の試料室には従来よりも比較的大きな試料が搭載可能であり、直径200mm、高さ80mm、重量1kg以内のサイズであれば切断加工等することなく観察ができます。そのため切断時に異物が混入したり切断の衝撃で観察箇所を損失したりする心配がありません。

また、低真空モードを備えているためガラスや繊維などの絶縁物試料にコーティングを施さずに観察することも可能です。

観察・分析データは、デジタルデータでお持ち帰りいただくことができます。

表1 走査電子顕微鏡の仕様

機種名	S-3400N (日立ハイテクノロジーズ社製)
検出器	二次電子検出器(高真空時のみ) 反射電子検出器
低真空度設定	6~270Pa
加速電圧	0.3~30kV
通常使用倍率	×5~×10,000程度
ステージ制御	5軸モーター駆動
駆動範囲	X:0~100mm Y:0~50mm Z:5~65mm R:360° T:-20~90°
最大観察範囲	φ130mm
最大試料サイズ	φ200mm、高さ80mm
画像保存	BMP, TIFF, JPG形式



図1 装置の外観

表2 エネルギー分散型X線分析装置の仕様

機種名	EDAX Genesis APEX2 (アメテック社製)
検出器	SDD 検出器 Apollo10+ (液体窒素レス)
検出範囲	Be(原子番号4)~Am(原子番号95)
分析機能	定性分析、定量分析、ラインスキャン (線分析)、マッピング(面分析)

観察事例

本装置の特徴の一つである、低真空モードの活用事例を紹介します。図2はノート用紙のSEM像です。紙は絶縁体なので、通常の高真空モードでコーティングをせずに観察すると(a)のように異常な明るさむらや像の乱れが発生してしまいます。これは表面に電荷が蓄積するチャージアップという現象によるものです。このような場合、低真空モードに切り替えると、試料周囲に存在するガス分子と電子線の相互作用で生じたプラスイオンが試料表面の電荷を中和するため(b)のように正常な像を得ることができます。(a)、(b)はいずれも反射電子による組成像です。(b)の写真で白く見えているのは炭酸カルシウムなどの添加物で、周囲との組成の違いがコントラストとして現れています。一方、(c)は金をコーティングして高真空モードで同一箇所の組成像を観察した写真ですが、試料全面に金が存在するため、添加物と周囲との組成コントラストが無くなってしまっています。

以上のように、コーティングすることで本来観察したかった像が得られない場合や、文化財などの貴重品でコーティングすることが許されない場合などに低真空モードが活用できます。

しかし低真空モードにもデメリットがあります。主なデメリットは、

- ・ ノイズが多く像がざらついた感じになる
- ・ 二次電子像による観察ができない(立体感に乏しい)
- ・ 元素分析時に、分析対象以外の領域に存在する元素まで検出してしまう

などです。いずれも試料室に存在するガス分子による電子線の散乱等が原因です。立体感のある明瞭な画像を観察したい場合には、(d)に示すようにコーティングを行い高真空中で二次電子像を観察する必要があります。

低真空と高真空を上手く使い分けることで、より精度の高い観察が可能となります。まずは、お気軽に職員までご相談下さい。

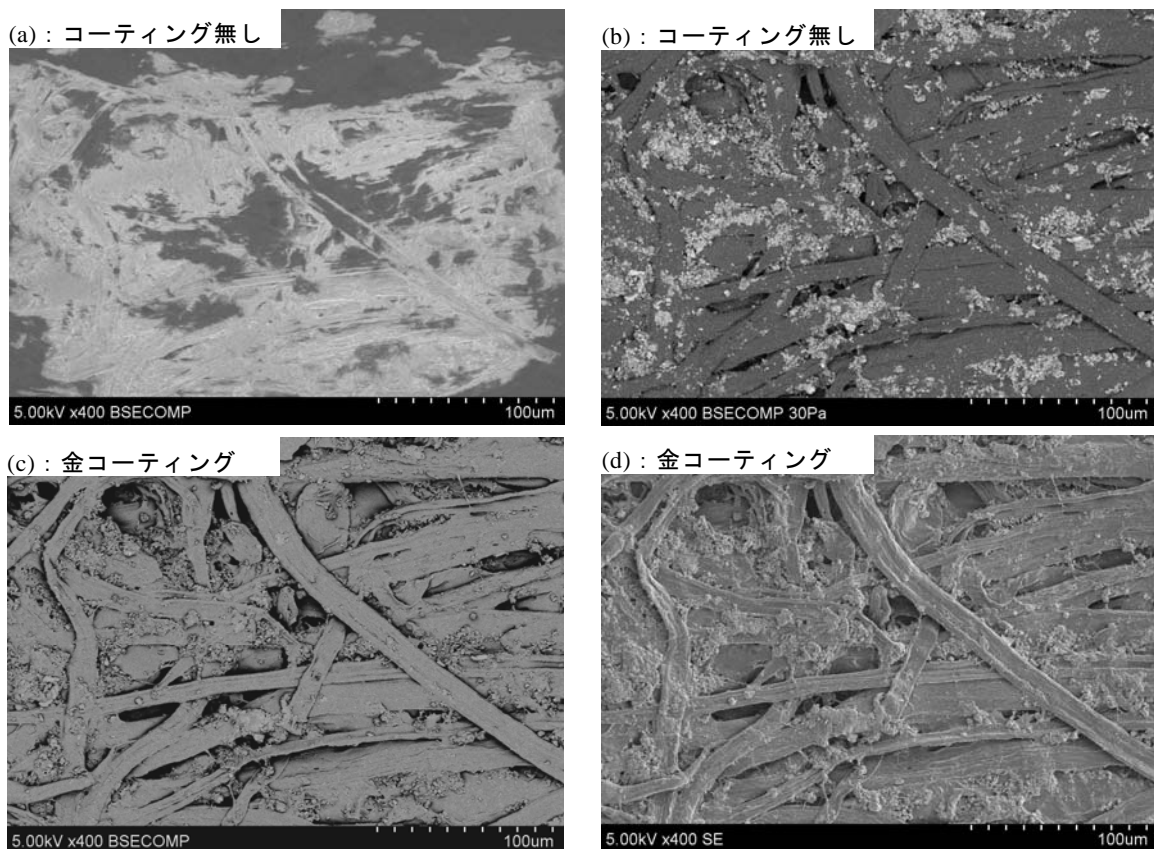


図2 ノート用紙のSEM写真

(a)高真空/組成像 (b)低真空/組成像 (c)高真空/組成像 (d)高真空/二次電子像