



## 元素分析付高分解能電界放出型走査電子顕微鏡

キーワード：FE-SEM、高分解能、EDX

高分解能電界放出型走査電子顕微鏡について  
走査型電子顕微鏡(SEM：Scanning Electron Microscope)は、光学顕微鏡では観察不可能な試料の微小な表面構造を鮮明に観察することができます。さらに、焦点深度が深い像が得られることから、凹凸の激しい試料表面の構造を拡大して、私達が肉眼で物を見るのと同じような感覚で、三次元的に顕微鏡像を観察できる装置です。

最近では、10～100nm程度のナノスケール領域での表面観察を要求されることが多く、高倍率での表面観察には電界放出型走査電子顕微鏡(FE-SEM：Field-Emission Scanning Electron Microscope)を用いて表面観察を行います。FE-SEMは電子源に電界放出型電子銃を用います。表1に電子銃の違いによる性能の比較を示します。この電界放出型電子銃には、冷陰極電界放出型電子銃とショットキー電子銃の2種類があり、汎用SEMに使われる熱電子銃に比べ、輝度が高く、エネルギー幅が狭いため、電子源径を10nm程度まで絞ることができます。そのため、高倍率での形態観察に適しています。また、電子銃の長寿命が熱電子銃に比べ長いことも特徴として挙げられます。冷陰極電界放出型電子銃を有するFE-SEMは電子ビームをより細く絞ることができるため高分解能観察に適しており、ショットキー電子銃を用いたFE-SEMは高温でビームを照射する

ため、電流値が安定しており、エネルギー分散型X線分析装置(EDX)や波長分散型X線分析装置(WDX)などの各種分析を得意とします。

当研究所に平成20年に導入されたFE-SEMは、冷陰極電界放出型電子銃を備えた高分解能電界放出型走査電子顕微鏡及びEDXから構成され、電子顕微鏡像観察とX線分析の測定が簡便かつ短時間で両方測定可能です。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に装置の概観を表2に装置の仕様を示します。



図1 当研究所のFE-SEMの概観

### 観察例1

図2は付箋に用いられる粘着剤の表面構造を調べた結果です。紙の繊維の上に数十μmの大きさの球状アクリル系粘着剤を確認することができます。付箋を貼り付ける時には紙の

表1 電子銃による性能比較

電子源	汎用SEM		FE-SEM	
	タングステン	冷陰極電界放出型電子銃	ショットキー電子銃	
電子源径	30 μm	5～10nm	15～20nm	
輝度 (A/cm <sup>3</sup> ・sr)	10 <sup>6</sup>	10 <sup>9</sup>	10 <sup>9</sup>	
エネルギー幅 (eV)	2	0.2	0.7～1	
陰極温度 ( )	2500	室温	1500	
使用圧力 (Pa)	10 <sup>-4</sup>	10 <sup>-7</sup>	10 <sup>-7</sup>	
寿命 (hr)	50	数年	1～2年	

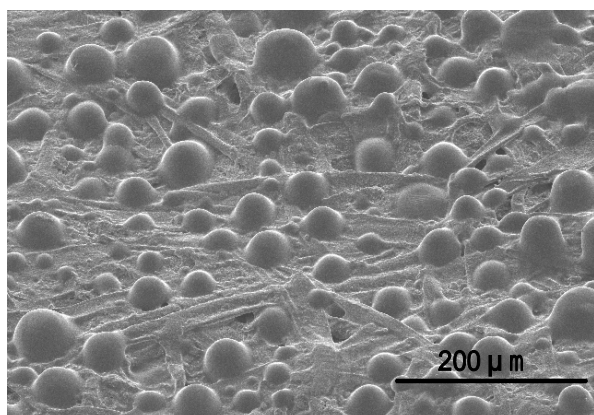


図2 付箋の表面写真  
(加速電圧：10kV、倍率200倍)

上から圧力を加えることで、この球状の粘着剤が押しつぶされて広がり、粘着層の表面積が拡大し、貼りつく構造となっていることがわかります。

#### 観察例2

図3に磁気テープの表面に金蒸着を行った試料の表面観察結果を示します。金とテープでは二次電子放出量が大きく異なるため、テープの部分は暗く、金粒子は明るく観察されます。数nm~10nm程度の大きさの金蒸着粒子とともに粒子間のnmオーダーの隙間がはっきりと確認できます。汎用のSEMではここまでの解像度は無く、FE-SEMを用いることで高倍率での試料観察が可能となります。

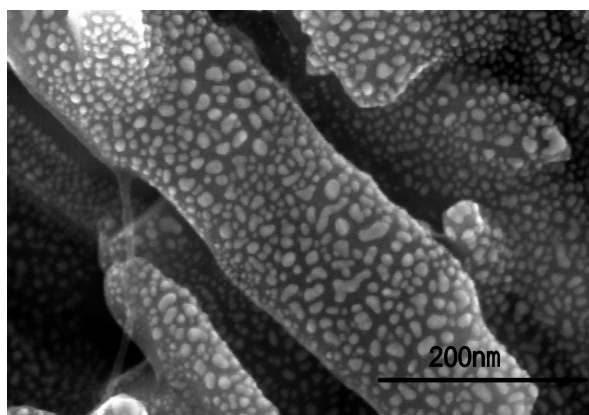


図3 金蒸着を行った磁気テープの表面写真  
(加速電圧：15kV、倍率22万倍)

このような金蒸着粒子は電子ビームに対して安定かつ二次電子放出量が大いため、FE-SEMの解像度を確認する際の標準試料としてよく用います。

#### 最後に

当研究所のFE-SEMは、依頼試験および開放機器として利用いただけます。皆様のご利用をお待ちしています。

本装置は財団法人日本自転車振興会(現財団法人JKA)の平成19年度公設工業試験研究所設備拡充補助事業により導入された装置です。

表2 FE-SEMの仕様

本体	S-4800 (日立ハイテク社製)
X線分析装置	GenesisXM2 (エダックスジャパン社製)
電子光学系	冷陰極電界放出型電子銃 セミンレンズタイプ
加速電圧	0.5kV ~ 30kV
分解能	加速電圧15kV WD = 4mmにおいて1.0nm
倍率	低倍モード × 20 ~ × 2,000 高倍モード × 100 ~ × 800,000
ステージ制御	5軸モーター駆動
駆動範囲	X: 0 ~ 110mm、Y: 0 ~ 110mm、Z: 1.5 ~ 40mm、T: -5 ~ +70°
試料サイズ	150mm、厚み10mmまで可能
画像保存	BMP、Tiff、Jpeg方式で画像保存可能
検出元素	B~Uまで(点、線、面分析可能)
スパッタ	E-1045 (日立ハイテク社製) (ターゲット: Pt-Pd、C)