

5 サブミクロン分析手法の研究

山下 満

1 目的

電子顕微鏡を用いた材料の成分分析は、その測定の手軽さと面分析などデータが視覚的に分かり易いなどの理由から、さまざまな業種において非常に広く利用されている分析手法である。加速した電子を細く絞って試料に照射し、そこから発生する特性X線を検出して成分元素を解析するため、電子ビームのビーム径と特性X線の発生領域の大きさの関係を正しく把握しておくことは肝要である。図1は、電子ビームのビーム径と試料内部のX

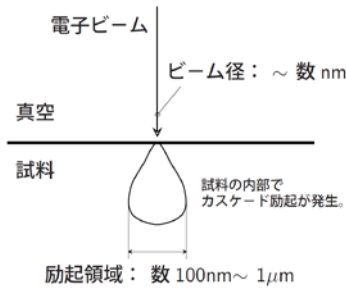


図1 電子ビームのビーム径とX線の励起領域

線励起領域の大きさを模式的に示したものである。電子顕微鏡の発達にともない、電子ビームのビーム径は既にナノオーダーからサブナノオーダーに達しているため、電子ビームをプローブとして用いる元素分析の空間分解能も同程度であると誤認識されていることも多いが、実際には、図1に示すように、試料の内部で電子線による励起が連鎖して広がってゆくため、励起領域（X線発生領域）は思いの外大きなサイズ（数百nm～数μm）となることが多い。この励起領域の大きさは、照射する電子線の加速電圧と試料の材質に依存しており、サブミクロン分析を実現するためには、『低い加速電圧』で電子ビームを『細く絞り』、かつ、『十分なビーム電流』の下で測定を行う必要がある。機械金属工業技術支援センターに導入されたエネルギー分散型X線分析装置付走査型電子顕微鏡は、従来の装置と比べて10倍以上の大電流の電子ビームを低加速電圧でも非常に細く絞って照射できるため、これまで不可能と考えられてきたサブミクロン分析を実現できると考えられる。本報告では、この電子顕微鏡を活用してサブミクロン分析の可能性を検討した結果について報告する。

2 実験方法

従来の測定との比較を行うために、加速電圧は15kVと5kVの2条件とし、ビーム径は2次電子像が最もシャープとなるフォーカス条件で分析を行った。なお、分析試

料はNi/Cuめっき界面とし、Cu Lα (0.928keV)、および、Ni Lα (0.849keV)を測定した。倍率は20000倍、照射電流はX線検出器のphoton数換算で3000cps程度に調整し、各ピクセルの積分時間は200ns×15framesとした。

3 結果と考察

図2は加速電圧が15kV、および、5kVでのCuの分布を測定した結果である。15kVでは境界がぼやけているのに対し、5kVでは分解能が改善されていることがわかる。

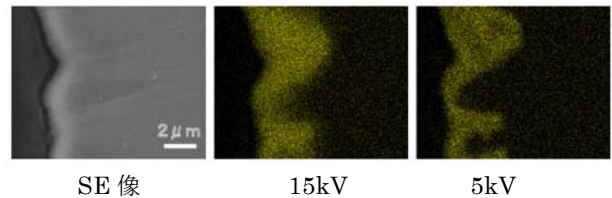


図2 Ni/Cuめっき界面のSE像(a)、および、Cuのマッピング像 15kV(b)、5kV(c)

また、Cu/Ni界面を横断する直線上で、CuとNiの強度変化を測定した結果を図3に示す。5kVでは15kVに比べてNi/Cuの強度変化が急峻であり、図2と同様に、分解能が改善されていることがわかる。

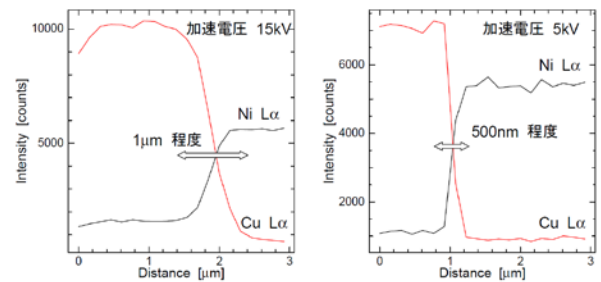


図3 Ni/Cuめっき界面のNi, Cuの強度変化（左より15kV, 5kV。図中の矢印はおおよその分解能を示す。）

4 結論

低加速電圧法によるサブミクロン分析の可能性を検討した結果、従来、1μm程度と言われていた元素分析における空間分解能を、500nm程度（加速電圧5kV時）に向上できることを確認した。

(文責 山下 満)
(校閲 石原嗣生)