

新規 TEM、SEM、XRD、FIB の紹介

山形大学工学部技術部
機器分析技術室 佐竹忠昭

1. はじめに

平成 21 年度に共同機器分析センターの透過型電子顕微鏡 (TEM)、走査型電子顕微鏡 (SEM)、X 線回折装置 (XRD) が更新され、新たに冷陰極電界放出型電子銃を備えた FE-SEM (1 号館に設置) と集束イオンビーム加工観察装置 (FIB) が導入された。

導入後、1 年が経過し、多くのユーザーに利用いただいているが、装置によっては利用頻度の低いものもある。

本稿では、旧装置に比較して格段に性能が向上した装置群を、より多くの方々に利用いただけるよう各装置が有する性能と特徴を紹介する。

2. 新規導入装置

1) 電界放出形透過電子顕微鏡 (FE-TEM)

Fig.1 に更新された透過型電子顕微鏡 (日本電子 JEM-2100F) の外観を示す。高輝度で高い干渉性を有する熱陰極電界放出型電子銃を装備しており、ナノオーダーの高分解能像観察や分析が可能となっている。分解能は粒子像 0.23nm、格子像 0.1nm である。Fig.2 に金蒸着粒子の格子像を示す。図のような高分解能像も比較的容易に取得可能である。これは、粒子像のフーリエ変換像を利用して非点補正が可能となったことも一因である。また、像は CCD カメラで記録するため、フィルムレスとなり、現像、焼き付けの手間がなくなった。

オプションとして走査像観察装置を装備しており、走査透過電子顕微鏡 (STEM) としても利用できる。エネルギー分散型分析装置 (EDS) も装備しており、観察箇所をナノオーダーで元素分析可能となっている。Fig.3 にアルミホイルの STEM 像 (同図(a)) と EDS 分析による Al、O、Fe の X



Fig.1 日本電子 JEM-2100F の外観

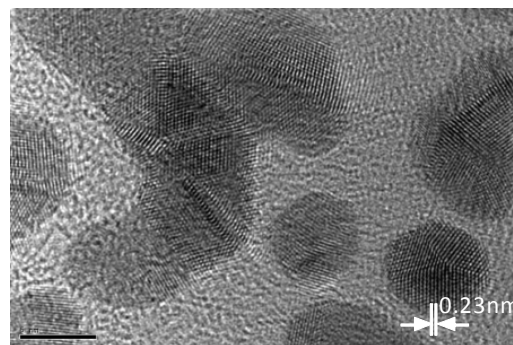


Fig.2 金の格子像

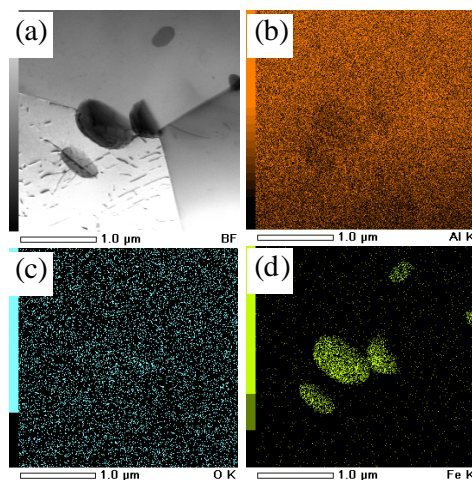


Fig.3 アルミホイルの STEM 像と EDS 分析

線像（同図(b)~(d)）を示す。また、反射電子検出器を装備しているため、透過像と反射電子像を同一箇所でも撮影可能である。Fig.4 に高分子粒子の STEM 像（同図(a)）と反射電子像（同図(b)）を示す。同一粒子の内部構造と表面構造を同時に観察した例である。さらに、高角度に非弾性散乱された電子を検出する円環状の検出器を有するため、高角度散乱暗視野法（HAADF）も可能となっている。

2) 電界放出形走査電子顕微鏡(FE-SEM)

2台の電界放出型走査電子顕微鏡が導入された。一台は、新規導入された日立製SU8000 (Fig.5 1号館に設置)、2台目は更新として導入された日本電子製JSM-7600FA (Fig.6) である。

2機種の違いは電子銃の形式である。SU8000は冷陰極電界放出型電子銃を装備しており、電子線の輝度が高くエネルギー幅が極小さいことから高分解能を追求した装置である。特に、低加速電圧時の高分解能観察に適している。SU8000の詳細については計測技術室、大竹氏が発表される。これに対して、JSM-7600FAは熱陰極電界放出型電子銃を装備しており、大きなプローブ電流が得られるため、高分解能観察とX線分析機能を両立させた多機能のSEMとなっている。

本稿では、JSM-7600FAについてその特徴を紹介する。分解能は、1.0nm(15kV)、1.5nm(1kV)、倍率は最高100万倍である。熱陰極電界放出型電子銃の特徴である大きなプローブ電流として、最大200nAが得られる。Fig.7に観察の一例を示す。高分子粒子にPt-Pdをスパッタリングした試料である。同図(b)は(a)の拡大像である。

オプションとしてエネルギー分散型分析装置(EDS)を装備している。検出器はシリコンドリフト検出器(SDD)で従来のSi(Li)検出器に比べて高い計数率で測定ができるため、プローブ電流を大きくして短時間で分析可能となっている。管理担当者にとっての負担軽減としては、ペルチェ冷却で動作するため、検出器冷却用の液体窒素が不

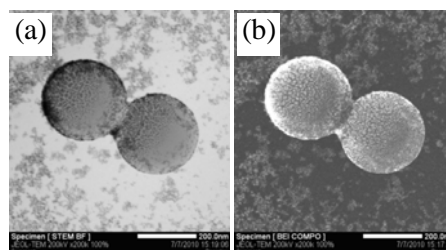


Fig.4 高分子粒子の STEM 像と BEI 像



Fig.5 SU8000 の外観



Fig.6 JSM-7600FA の外観

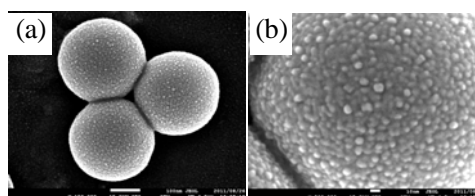


Fig.7 高分子粒子高分解能像

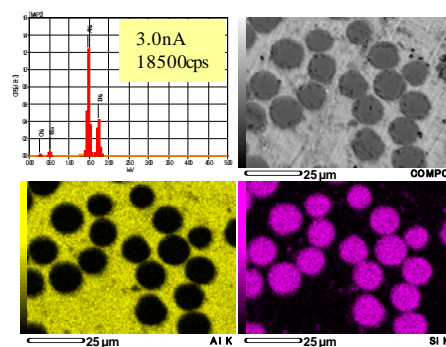


Fig.8 EDS 分析例

要となったことである。分析例を Fig.8 に示す。Al 母相内の Si を分析した結果であり、60 秒で X 線マップが取得できている。

反射電子検出器も装備されており、反射電子像も取得可能である。観察例として、Ti-6Al-4V 合金の組織観察結果を Fig.9 に示す。二次電子像では不明瞭な α 相と $\alpha + \beta$ 相が反射電子像では明瞭に確認できる。

さらに結晶方位解析装置 (EBSD) が附属している。TSL 社製 HIKARI 検出器を装備し、測定スピードが 200 点/秒と旧装置に比較して大幅に向上した。測定例を、Fig.10 に示す。純チタンの方位分布測定結果を基に ODF 解析した結果である。

3) X 線回折装置(XRD)

更新された装置は、株式会社リガクの UltimaIV、最大定格出力 3kW の封入管式試料水平型 X 線回折装置である (Fig.11)。

多くのオプションを追加したため多機能の X 線回折装置となっている。一つ目の大きな特徴は一次元の半導体検出器 (D/tex Ultra) を有していることである。この検出器は従来のシンチレーション検出器に比較して約 100 倍の検出感度を有しているため、約 100 倍の強度の X 線回折データが得られる。このため、無機物質の定性分析をする場合、シンチレーション検出器では 30 分ほどを要するが、D/tex Ultra では約 1 分で同等のデータを得ることが可能である。測定例を Fig.12 に示す。同図(a)はシリコン粉末の(111)面の回折線強度を比較し、同図(b)は強度スケールを拡大したものである。シンチレーション検出器との強度差が明らかである。この高強度を利用すれば、微量試料の分析も容易になる。また、高エネルギー分解能を有しているため、蛍光 X 線のバックグラウンド低減も可能である。

二つ目の特徴は、4 軸試料台と In-Plane 軸を搭載した薄膜測定光学系となっていることである (Fig.13)。このため、平行ビーム法による低角入射を利用した薄膜試料の測定が可能である。また、In-Plane 軸を利用して試料面に対して垂直な格子面の測定が可能となっており、薄膜における深さ方

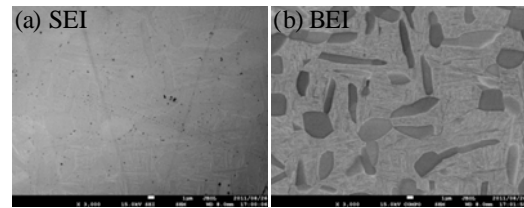


Fig.9 Ti-6Al-4V 合金の SEI 像と BEI 像

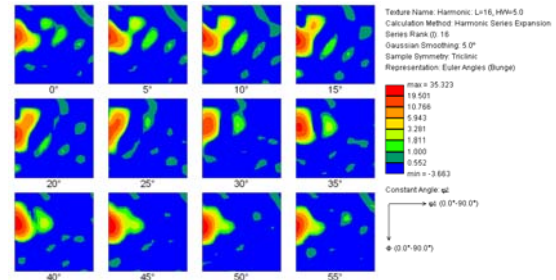


Fig.10 EBSD 法による純 Ti の ODF 解析



Fig.11 UltimaIV と D/tex Ultra(右下)の外観

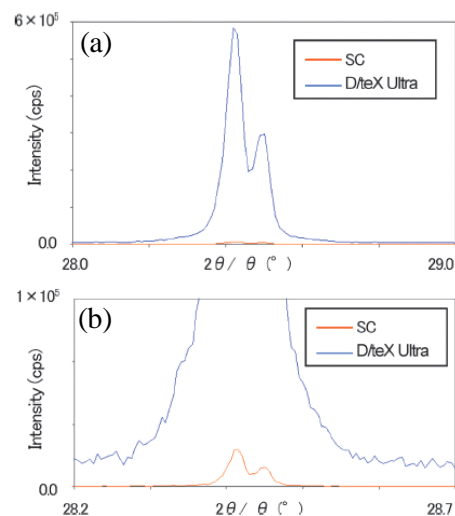


Fig.12 D/tex Ultra による測定例 (リガクジャーナル 39(1)2008 p41 より)

向の定性分析や構造評価が可能である。

測定可能な具体的項目を纏めると以下のようになっている。

- 1) 集中法による粉末・多結晶試料評価
- 2) 平行ビーム法による粉末・多結晶試料評価
- 3) D/tex Ultra を用いた高速測定
- 4) 平行ビーム法による応力、配向評価
- 5) 平行ビーム法による薄膜測定
- 6) リートベルト解析
- 7) 小角散乱法による構造評価

4) 集束イオンビーム加工観察装置 (FIB)

導入された JEM-9320FIB の外観を Fig.14 に示す。加速電圧 5~30kV、倍率は最高 30 万倍、像分解能 6nm である。

FIB は走査イオン顕微鏡 (SIM) 像を観察しながら、目的とする箇所を精確に Ga イオンビームで矩形のミリング加工する装置である。この装置は Ga イオン照射により発生した二次電子で形成される SIM 像による試料の断面・表面の観察、Ga イオンのスパッタリング効果を利用する TEM 用試料の薄膜加工、SEM 用試料の断面加工装置として利用されている。

TEM 用薄膜試料作製過程を Fig. 15 に示す。同図に示すように試料表面を SIM 像で確認しながら目的とする箇所を薄膜化することが可能である。最終的に、同図(d)に示すように薄膜の両辺をイオンビームによりサイドカットし、支持膜上に搬送した後、TEM 観察する。Fig.16 に観察例を示す。フラッシュメモリの断面を観察したものであり、SIM 像、STEM 像、TEM 像を示している。

3. おわりに

新規導入された装置は、旧機に比較して著しく性能が向上し、多機能化している。しかしながら、多機能化している分その機能を十分に利用できていないのが現状である。さらに多くの方々に利用いただき、教育、研究に活用いただければ幸いである。

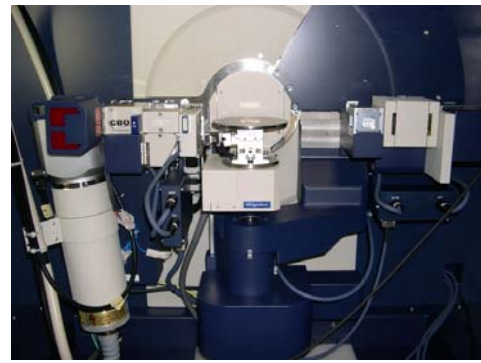


Fig.13 UltimaIVの光学系



Fig.14 JEM-9320FIB の外観

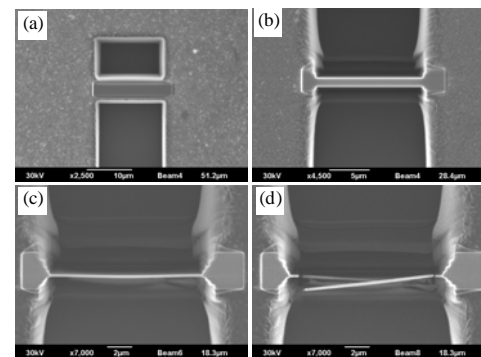


Fig.15 TEM 用薄膜試料作製過程

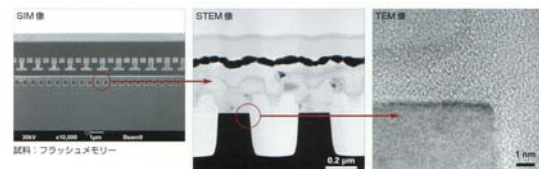


Fig.16 フラッシュメモリ断面 (JEM-9320FIB カタログより)

日頃からご指導いただいております、本学 武田武信 教授に感謝申し上げます。