

超高分解能走査型分析電子顕微鏡

科学分析支援センター 徳永 誠

走査型電子顕微鏡(SEM)は、主に固体材料表面の微細構造を観察するための装置であり、最近ではナノメートルオーダーでの表面観察が求められるようになってきている。本装置は、これらの要求に応えられる性能を有し、また、エネルギー分散型X線検出器を組み合わせることで、同時にX線元素分析も可能な微小領域複合分析装置として、平成21年度補正予算により設置された装置である。

1. 超高分解能走査型電子顕微鏡

今回導入された超高分解能 SEM は、日立ハイテクノロジーズ製 S-4800 である。試料ステージは全自動五軸(X, Y, Z, T, R)モーター制御式で、試料交換室を備えており、試料室内へ混入するコンタミネーションの低減と迅速な試料交換が可能となっている。

電子銃には冷陰極電界放出型電子銃(Cold Field-Emission Electron Gun (FEG))が用いられている。Cold FEG は輝度が高く、放出電子のエネルギー幅が狭いことから、高分解能観察用に適している。FEGを使用したSEMのことをFE-SEMと呼び、高分解能SEMを表現する際によく用いられる。

対物レンズには、科学分析支援センター既設のSEMとは異なり、セミインレンズ型(シュノーケル型)が採用されている。セミインレンズ型対物レンズは、大型試料の観察と高分解能観察を両立させたレンズであり、レンズの上下に2つの検出器を有している。高分解能観察にはセミインレンズ型の特長である上方検出器が使用される。

上方検出器には、二次電子に加えて反射電子の信号も到達する。二次電子は空間分解能が高く、高分解能な表面情報に優れている反面、チャージアップの影響を受けやすいという性質がある。一方反射電子は、空間分解能は二次電子に劣るものの、組成情報や内部情報が得られ、チャージアップの影響が小さいという性質を持っている。本装置は、この二次電子と反射電子の信号比率を可変し、加算させることができる信号選択機能を有しており、観察するサンプルに最適な、チャージアップを抑えた高コントラストな画像を得ることができる。

Cold FEG とセミインレンズ型対物レンズの組み合わせによる上方検出器の二次電子分解能は

- 1.0 nm (加速電圧 15 kV, WD = 4 mm)
- 2.0 nm (加速電圧 1 kV, WD = 1.5 mm)

となっており、従来の装置に比べて特に低加速電圧における分解能に著しい向上が認められる。

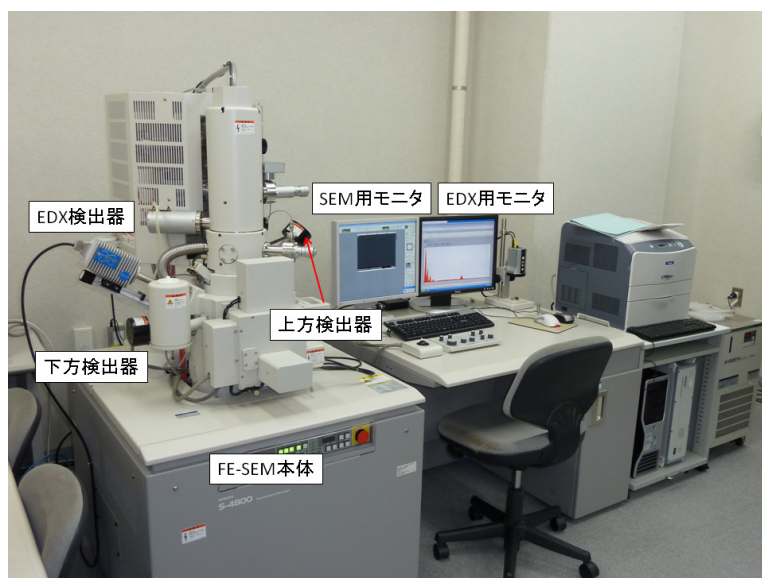


図1 S-4800の装置構成

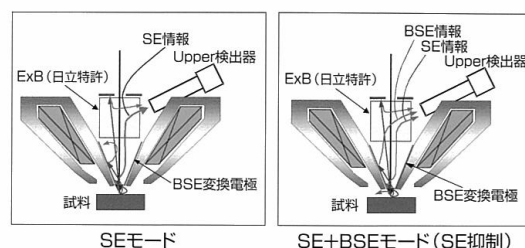


図2 信号選択機能

低加速電圧での観察には、次のような利点が挙げられる。

- ・ 試料内部での入射電子の散乱が少ないため、試料表面由来の情報が増加し、表面のみの観察が可能となる
- ・ 入射電子数≒二次電子数となるような条件ではチャージアップが抑制され、絶縁物の無蒸着観察が可能となる
- ・ 有機物のようなビームダメージに弱い材料へのダメージを軽減できる

本装置では、この低加速電圧での分解能をさらに向上させる機能として、リターディング機能を搭載している。リターディング機能は、最終的に試料に照射したい加速電圧(照射電圧と呼ぶ)よりも高い加速電圧を入射させ、試料に負電圧を印加して、試料直前で電子線のエネルギーを減速させて照射する機能である。これにより、次のような効果が得られる。

- ・ 分解能のさらなる向上 (2.0 nm → 1.4 nm (照射電圧 1 kV, WD=1.5 mm))
- ・ 通常の Cold FEG では困難な極低照射電圧(100～500 V)による極表面観察
- ・ ビームダメージのさらなる低減

装置は全て PC により制御され、全ての設定が、わかりやすい GUI と操作パネルにより容易に操作できるように作られている。

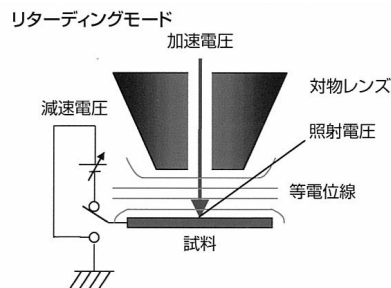


図 3 リターディング機能

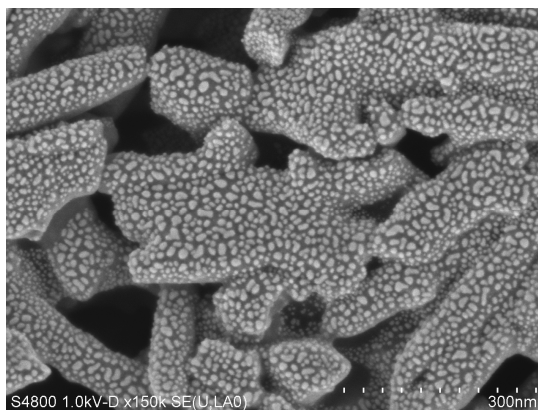


図 4 リターディング機能による観察例

2. エネルギー分散型 X 線検出器

エネルギー分散型 X 線 (EDX) 検出器は、SEM 観察時に試料より発生する特性 X 線を検出し、得られるエネルギー分布から試料の構成元素を調べる装置である。

今回導入された EDX 検出器は、Bruker AXS 製 XFlash 5030 である。XFlash 5030 はエネルギー分解能が 127eV (Mn-K α) と高分解能であり、Cold FEG との組み合わせに有効な高感度タイプの検出器である。検出素子の冷却は、ペルチェによる電子冷却のみで、従来の検出器のように液体窒素や水冷といった補助冷却システムを必要とせず、メンテナンス性にも優れている。

測定・解析用ソフトウェアは Quantax400 であり、以下の機能を備えている。

- ・ SEM イメージの取り込み
- ・ スペクトル測定 (定性分析)
- ・ 定量分析 (スタンダードあり, なし)
- ・ デジタル画像処理
- ・ 多点分析
- ・ ライン分析 (定性, 定量)
- ・ 全元素 X 線マッピング
- ・ 定量 X 線マッピング
- ・ ハイパーマッピング
- ・ ドリフト補正
- ・ 相分析

Quantax400 起動後は、SEM 制御用 PC とマウス、キーボードが共有され、SEM の観察条件 (加速電圧, 倍率, ワーキングディスタンスなど) が自動で Quantax400 に登録されるなど、統合された一つのシステムとして動作するようになり、極めて操作性に優れたシステムとなっている。

3. さいごに

本装置のセミインレンズ型対物レンズは、レンズ下部の空間にレンズ磁界を形成し、その中に試料を置くことによりレンズの収差を小さくして、超高分解能観察を可能としている。そのため、磁界の影響を受ける磁性体粉末や固定の甘い超微粉末などは、装置を汚損する可能性が高いので観察不可である。このように一部制限を受ける試料もあるため、詳細は科学分析支援センターまで気楽に問い合わせてもらいたい。より多くのユーザーに活用してもらえことを期待する。