

汎用走査型分析電子顕微鏡(SU1510)

科学分析支援センター 徳永 誠

1. 背景

走査型電子顕微鏡(SEM)は、物質の表面微細構造をナノメートル単位で観察するための装置であり、生命科学・物質科学・材料科学などの分野において必須の装置となっている。

SEM は得られるデータの良否や装置の適切な使用など、ユーザーの操作技術に依存する割合が大きく、基礎教育の重要性が極めて高い装置である。科学分析支援センターでは基礎教育を徹底するために、SEM の利用希望者(博士課程前期学生以上に開放)に対して、まず最初に汎用型 SEM による技術習得を義務づけている。これに使用されてきた装置が S-2400(日立製)である。S-2400 は平成4年度に設置された装置であり、設置後 20 年以上が経過し、経年劣化による老朽化と陳腐化が著しく、いつ故障してもおかしくない状況となっていた。故障した場合には修理は不可能であり、装置の故障により SEM の基礎教育が行えなくなると、SEM を利用した学内全体の教育・研究に著しい支障を来すこととなるため、速やかな更新が望まれていた。

このような状況を改善するために、S-2400 の更新として、今回学内自助努力分で導入された装置が SU1510(日立製)である。

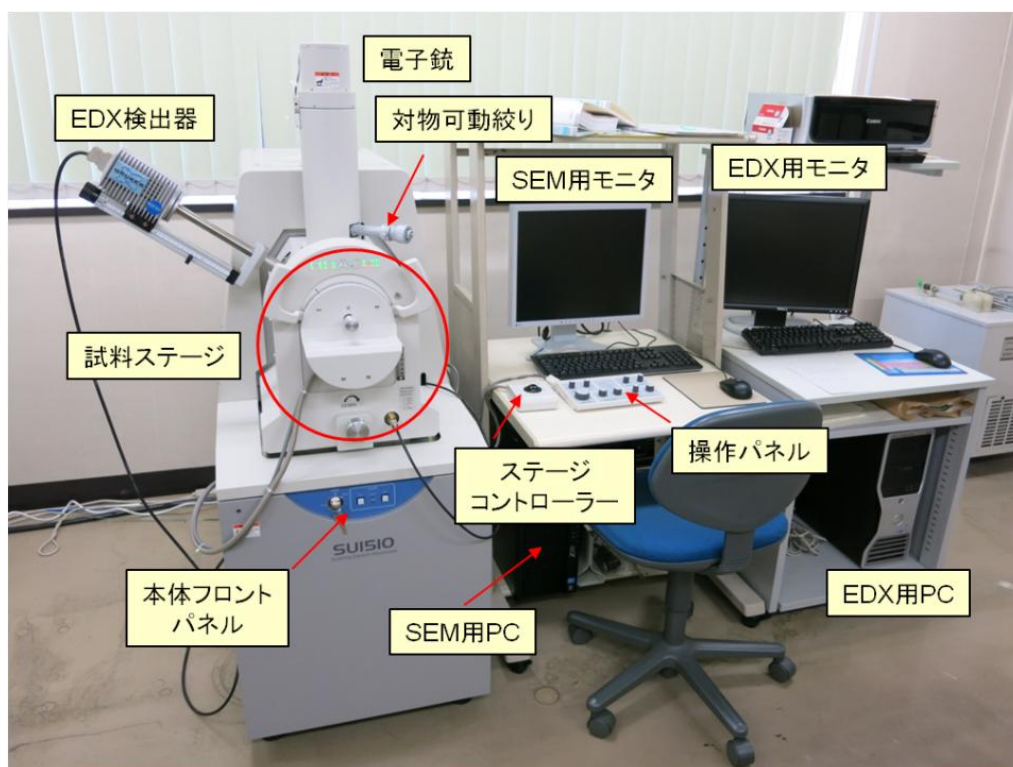


図 SU1510 の装置構成

2. 装置の概要

SU1510 は、タングステン(W)フィラメント式熱電子放出型電子銃を用いた、最も汎用性の高い機種である。試料ステージは五軸(X, Y, Z, T, R)のうち二軸(X, Y)がモーター制御式(S-2400 は五軸全てがマニュアル制御式)となっており、ステージコントローラーにより操作する。

SEM は高真空状態(10^{-4} Pa 程度)で観察するのが一般的であるが、本機種は高真空モードに加えて低真空状態(6~270Pa)でも観察可能な低真空モードを備えている。低真空モードの最大のメリットは、電子線と残留ガス分子との衝突によって発生するプラスイオンが試料表面の電荷を中和するため、非導電性試料でも前処理なしで観察可能な点である。真空系にはターボ分子ポンプを搭載し、装置の起動や試料の交換時間の短縮が図られているとともに、低真空観察時の安定した真空度を実現している。真空モードの切替はダイアログボックスのボタンをマウス・クリックするだけであり、真空度もスライドバーで所望の値に設定するだけという簡単な操作で行える。

観察に使用される検出器は次の2種類を備えており、目的に応じて最適な検出器を選択して使用することにより、高真空から低真空まで全ての状態において最良の観察結果を得ることができる。

- ・ 高真空二次電子検出器(分解能保証:3.0nm(30kV)(高真空モード))
- ・ 高真空/低真空対応四分割半導体反射電子検出器(分解能保証:4.0nm(30kV)(低真空モード))

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おり、S-2400 と比較して観察性能や操作性が格段に向上した。

3. エネルギー分散型X線検出器

S-2400 には付属装置としてエネルギー分散型X線(EDX)検出器が装着されていた。EDX 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。

今回の装置導入に当たり、この EDX 検出器を SU1510 に移設し、従来と同様に使用できるよう再設定した。EDX 検出器の基本仕様は次の通りである。

- ・ 検出器型式 : XFlash 4010(Bruker AXS)
- ・ 検出器種類 : SDD(シリコンドリフト検出器)
- ・ 冷却方式 : ペルチェ電子冷却(補助冷却システム(液体窒素, 水)不要)
- ・ エネルギー分解能 : 125eV(Mn-K α)
- ・ 測定可能元素 : ベリリウム(4Be)~アメリシウム(95Am)
- ・ 測定・解析用ソフトウェア : Quantax400 システム
- ・ ソフトウェアの機能 : 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

EDX 用 PC 起動後は、SEM 用 PC とマウス、キーボードが共有され、SEM 用 PC のマウス・キーボードでEDXシステムの制御・解析も可能となる。また、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)も自動で Quantax400 システムに登録されるようになり、SEM と EDX が統合された一つのシステムとして動作する。これにより、従来と比較して操作性が格段に向上した。