

《新機種紹介》

分析型電子顕微鏡 S-2400、S-4100

工学部応用化学科 大 嶋 正 明
徳 永 誠

今回設置した物質の表面観察及び元素分析のための分析型電子顕微鏡は、日立製作所(株)製のS-2400型及びS-4100型の2台である。

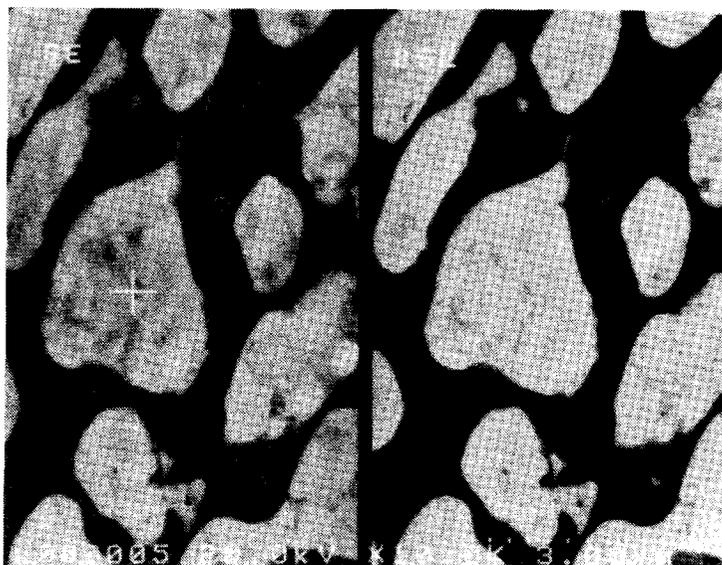
(a)S-2400型は、走査型電子顕微鏡(SEM)にKevex社製Super Dry型エネルギー分散型X線検出器(EDX detector)とETB社製ロビンソン型反射電子検出器(Robinson BSE detector)を組み合わせたものである。

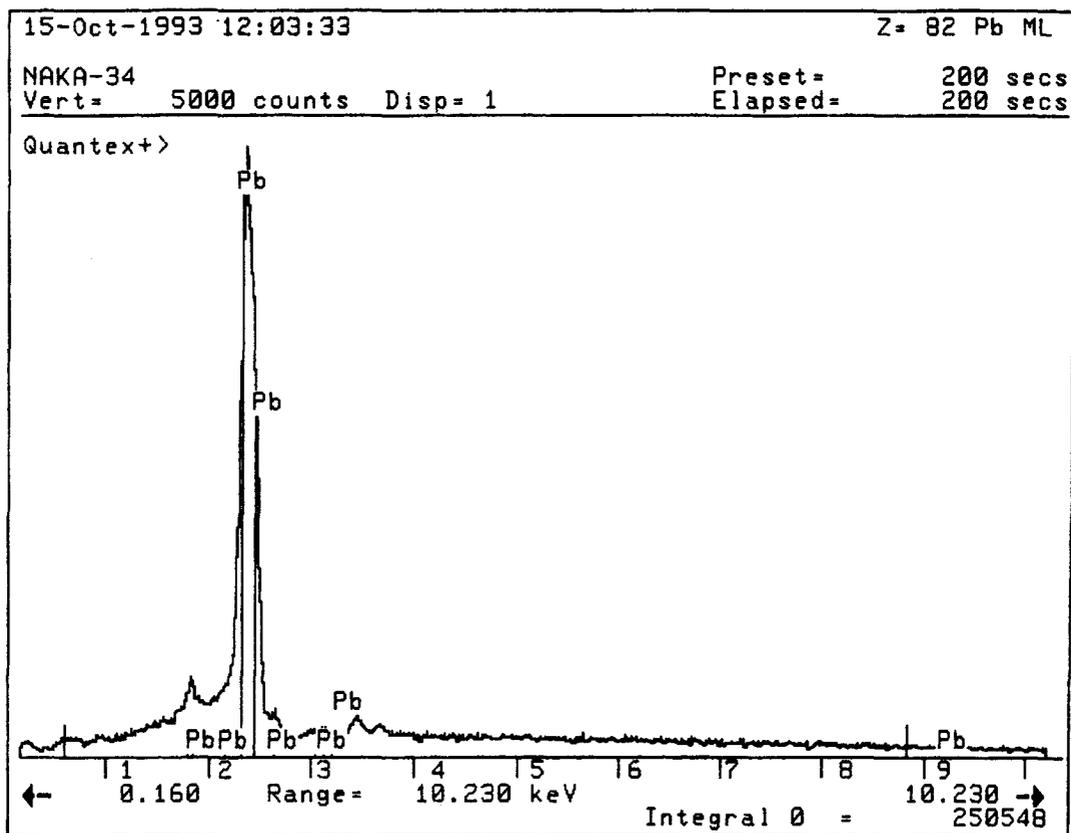
電子銃にはWフィラメント式熱電子放射型電子銃を使用しており、得られる二次電子像(一般にSEM像と呼ばれる)最高分解能は4.0nm、最大倍率は300k倍である。当該装置は、試料室の容積が非常に大きいため、比較的大型の試料(125mmφ×20mm)を観察することが可能であり、従来では切断等の前処理が必要であった試料でもそのままで観察でき、ルーチン的な使用をする際には非常に有利である。Robinson BSE detectorは、反射電子像を得るための装置である。反射電子像の特徴の一つは、二次電子像に比べてコントラストの高い凹凸像が得られることであり、表面をより立体的に観察したい場合に有利である。もう一つの特徴は、試料の構成元素を反映した組成像を得ることができる点である。これは反射電子が試料構成元素の原子番号が大きくなるにつれて増加することを利用したものであり、ある程度の元素分布の推定を行う場合等に有効である。

元素分析用のSuper Dry型EDX detectorは、元素の検出範囲がF(9)~U(92)であり、X線検

出範囲は観察画面全域、電子線照射部分(すなわち一点)の2通りが選択できる。

(b)S-4100型は、SEMにKevex社製Quantum Dry型EDX detectorとETB社製Robinson BSE detectorを組み合わせたものである。電子銃には冷陰極電界放射型電子銃(Field Emission Gun, FEG)を使用しており、二次電子像の最高分解能が1.5nm、最大倍率が300k倍という非常に優れた性能を有する高分解能SEMである。当該装置は、試料に与える熱的ダメージが少ないFEGを採用しているため、S-2400型で観察可能な試料の他に、有機高分子材料等の観察に有利である。また、低加速電圧領域での分解能も高いため、非導電性物質の無蒸着観察が可能であるなどの優れた特徴も有している。さらに、試料微動装置を、オプションとして用意してあるクライオシステムと交換することにより、生体物質のような含水性の試料を、よりリアルに観察することも可能である。





本装置のRobinson BSE detectorは(a)と同様である。

元素分析用Quantum Dry型EDX detectorは、元素の検出範囲がB(5)~U(92)の非常に広い範囲に渡っており、その検出が特別な操作をせずに可能である。X線検出範囲としては観察画面全域、指定した領域内、電子線照射部分(すなわち一点)の3通りが選択できる。

(c)S-2400型及びS-4100型で測定されたEDXのデータは、共用のエンジニアリングワークステーション(EWS)により解析され、定性分析、定量分析、線分析、面分析、粒子解析等の結果が得られる。微細領域の元素分析を行う際の分解能

(すなわち一点に電子線を当てた場合にX線が検出される範囲)は、試料の密度及び電子線の加速電圧により異なるが、概ね直径1~10 μ m程度の範囲であり、これは5k倍で観察した場合、画面内の直径0.5~5cm程度の範囲に相当する。

以上のように、今回新しく設置された2台の装置は目的に応じて検出器の組み合わせを選択することにより、幅広い測定が可能となり、あらゆる分野への応用が期待できる。また、単独でSEMとして活用することも可能である。この機会により多くのユーザーに利用してもらえよう希望する。

S-2400及びS-4100分析型電子顕微鏡仕様

項目	S-2400型	S-4100型
性能		
最高分解能 倍率	4.0nm ×20~×300,000	1.5nm ×20~×300,000
電子光学系		
電子銃 加速電圧	Wフィラメント式熱電子放射型 0.3~3kV:0.1kVステップ 4~8kV:1kVステップ 10, 12, 15, 18, 20, 22, 25kV	冷陰極電界放射型 0.5~30kV:0.1kVステップ
レンズ系 対物レンズ絞り	3段電磁レンズ縮小方式 可動絞り(4孔切換, 微調可能) セルフクリーニング型薄膜絞り	2段電磁レンズ縮小方式 可動絞り(4孔切換, 微調可能) セルフクリーニング型薄膜絞り
非点補正 走査コイル	電磁方式 2段電磁方式	電磁方式 2段電磁偏向方式
試料微動装置		
X移動 Y移動 Z移動 傾斜 回転 最大試料サイズ 試料交換方法	-16mm~16mm -16mm~16mm 5~35mm -90°~90° 360°連続 125mmφ×20mmt エア導入方式	0~25mm 0~25mm 5~30mm -5°~45° 360°連続 102mmφ×5mmt エアロック方式
分析装置		
	Super Dry型EDX detector 元素検出範囲F(9)~U(92) Robinson BSE detector	Quantum Dry型EDX detector 元素検出範囲B(5)~U(92) Robinson BSE detector クライオシステム
ディスプレイ		
表示方式 観察用CRT 撮影用CRT スキャンモード 走査速度 信号処理 オートデータ データエントリー 電氣的視野移動	画像メモリ内蔵による静止画像表示 (フルフレームスキャン時) 残光性12インチ(グリーン)×1 非残光7インチ×1 フルフレーム, レデュースエリア, ウェーブフォーム, フォト, ツインフ ォト TV, 1, 10, 20 sec/Frame(観察) 40, 80, 320 sec/Frame(撮影) 自動画像調整, オートフォーカス, オートスティグマ, ガンマコントロ ール, 極性反転, ダイナミックスティグ マモニタリカーシブフィルタ フィルムナンバ, 倍率, 加速電圧, ミクロンバー, ミクロン値 不可 ±20μm	画像メモリ内蔵による静止画像表示 (全走査速度) 12インチTVモニタ×2 超高分解能型×1 ノーマル, スプリット/デュアルマグ, ラインポジションセット, スポット, AAF, SAA, オブリーク TV, 0.3, 2, 10, 20 sec/Frame (観察) 40, 80, 160 sec/Frame(撮影) 自動画像調整, オートフォーカス, オートスティグマ, ガンマコントロ ール, ダイナミックスティグマモニタ フィルムナンバ, 倍率, 加速電圧, ミクロンバー, ミクロン値, 年月日, ワーキングディスタンス キーボードより画像中に書込可 ±30μm
排気系		
方達真空度 真空ポンプ	全自動モータバルブ方式 電子銃室 1.5×10 ⁻³ Pa 試料室 1.5×10 ⁻³ Pa 電子光学系, 試料室共用 ロータリーポンプ×1 ディフュージョンポンプ×1	全自動ニューマチックバルブ方式 電子銃室 1×10 ⁻² Pa 試料室 7×10 ⁻⁴ Pa 電子光学系, イオンポンプ×3 試料室 ロータリーポンプ×2 ディフュージョンポンプ×1
安全装置		
	断水, 真空度安全装置	停電, 断水, 真空度安全装置