

新規導入された極低加速電圧走査型電子顕微鏡の技術習得

○大野泰司
宇都宮大学 工学部技術部

1.はじめに

宇都宮大学機器分析センターにおいて 28 年間にわたり極小サンプルの測定に使用された電界放出型走査電子顕微鏡（日立 S-4500）、エネルギー分散型 X 線分析装置（堀場 EMAX-5770）に代わり、2024 年 5 月に極低加速電圧走査型電子顕微鏡（通称 SEM、HITACHI SU8600）、エネルギー分散型 X 線分析装置（通称 EDS、Oxford UltimMax Extreme）が導入された。本報告では導入装置、技術習得への取組について紹介する。

2.導入装置

本装置を図 1、SEM の主な仕様を表 1、EDS の主な仕様を表 2 に示す。



図 1 HITACHI SU8600

表 1 SEM の主な仕様

二次電子分解能	0.6nm@15kV
倍率	20～2,000,000x
加速電圧	0.5～30kV
搭載試料サイズ	最大 φ150mm

表 2 EDS の主な仕様

有効検出面積	100mm ²
検出元素	³ Li～ ⁸³ Bi
冷却方式	ペルチェ冷却
動作環境	温度 10～30℃

SEM（電子顕微鏡）とは、通常の顕微鏡が対象物に光を当てて像を得るのに対し、光の代わりに対象物に電子線を照射する顕微鏡である。

前電子顕微鏡と比較して低加速電圧での撮影が可能になった。その他の特徴として、電子線を対象物に照射すると蛍光 X 線が発生し、その中に含まれる元素固有の情報を持った特性 X 線を検出し、そのエネルギーと強度を測定して対象物を構成する元素を定性的に解析する EDS による元素分析とマッピングにも対応している。

3.支援体制

本装置は本学の機器分析センターが運用し、機器分析センター技術職員 2 名が装置管理や操作指導等の技術支援を担当している。学外からの測定依頼にも対応している他、本学の研究室などの学内利用においては、操作指導を受けた教職員、学生が測定を行っている。

4. 試料測定の一必要性と技術習得

本学工学部において極小試料の作製が行われており、その形状測定のために SEM、EDX による測定を技術職員に依頼されることがあり、SEM、EDX を操作する技術を習得する必要がある。そのため技術職員数名が機器分析センター技術職員の協力を得て技術習得に努め、サンプルの測定を行っている。具体的にはサンプルの試料台への固定方法、付属の関連装置（試料表面に導電性物質をコーティングするためのイオンスパッタ装置など）の操作技術、より鮮明な画像を得るための調整方法の習得などである。サンプルとして SiO_2 二層薄膜を測定した画像を図 2 に示す。EDS による元素分析の画像（元素マップ）を図 3、4、5 に示す。EDS にて検出された元素ピーク情報から元素分布を色分けして 2 次元画像で表し、元素分布を視覚的に分かりやすく測定することが可能である。

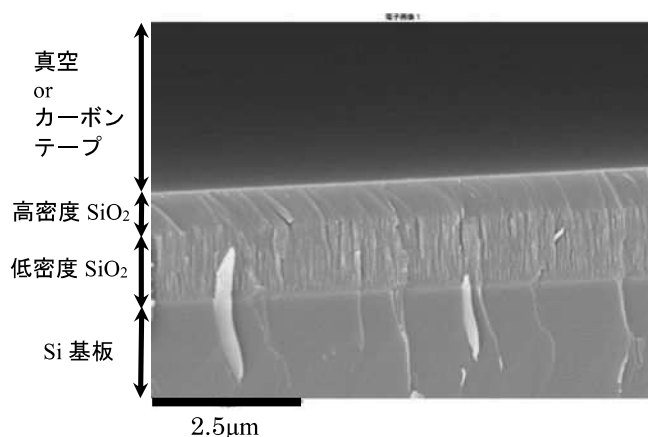


図 2 SiO_2 薄膜の SEM 画像

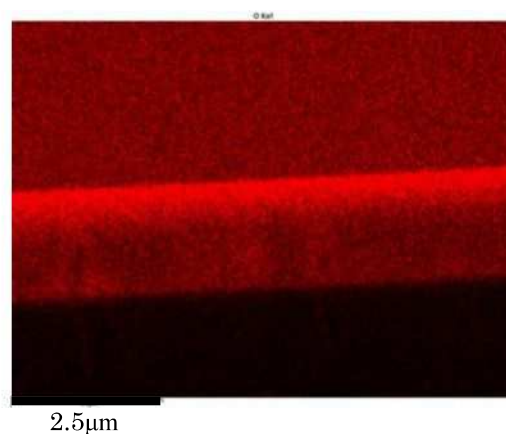


図 3 EDS 分析結果（酸素元素の分布）

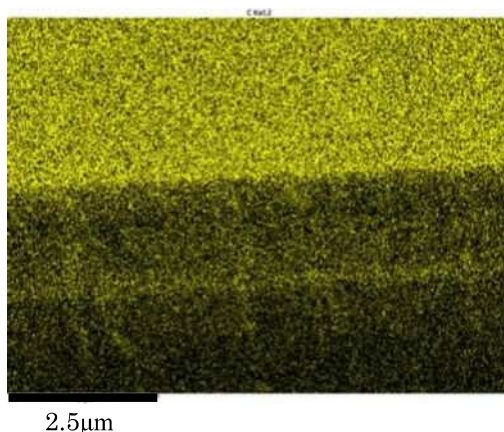


図 4 EDS 分析結果（炭素元素の分布）

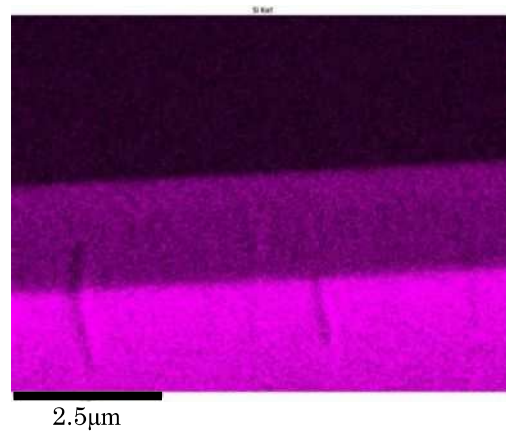


図 5 EDS 分析結果（ケイ素元素の分布）

5. 今後の課題について

現在は特定の研究室からの依頼を受けて測定を行っているのみであるが、今後は他の技術職員とも連携し測定を増やし、装置トラブルの対応など更なる技術の研鑽に努めたい。

謝辞

宇都宮大学機器分析センター、技術職員の皆様、サンプル測定にご協力いただいた本学依田研究室の皆様のご協力に感謝いたします。