

FE-TEM/EDSによる材料解析の事例紹介

財団法人 神奈川科学技術アカデミー(KAST) 高度計測センター ○牛山 幹夫、近藤 敏之、小沼 誠司

1. はじめに

新製品・新技術の開発において、対象物質の特性を理解するためにはその構造や組成を知ることが重要であり、それがナノレベルのものになると原子・分子レベルでの解析が必要となる。この微小領域における構造や組成の解析手段として、近年、電子顕微鏡は高いニーズを持ち、幅広い分野にて利用されている。このような産業界のニーズに応えるべく、当財団では電子顕微鏡を主体とした微細構造の解析に力を入れ、お客様満足度の向上を目指している。

本発表では平成19年度末に電子銃を熱放出型から電界放出型へと改造し（FE化）、EDS検出器を1台増設した高分解能分析透過電子顕微鏡（FE-TEM/EDS）による材料解析の事例について、試料作製を絡めた形で紹介する。

2. 機器の概要

透過電子顕微鏡において、当財団では既存装置であった「EM-002B（トプコンテクノハウス社製）」を「EM-002BF」へとFE化させた（図1参照）。最大の特徴は電子源が小さく高輝度となったことであり、これにより分解能が向上し、これまで以上の高分解能観察が可能となった（表1参照）。また、付属の走査型透過電子顕微鏡（STEM）では新たに高角度環状暗視野（HAADF）機能を取り付けた。HAADF-STEMとは高角度に非弾性散乱された電子を用いた結像であり、像強度が原子番号の二乗に比例することから、原子の質量に反映した観察が行えるようになった。

EDS分析においてはプローブ電流が向上したことで、ナノレベル分析が可能となった。さらに、検出器を1台増設しTwin EDSとすることで分析時は約2倍のX線収集効率を得られ、且つ、2台の検出器を対称に配置したことで面分析時には軽元素によるX線吸収の障害が緩和され、検出器1台では不鮮明であった箇所においても詳細な分析ができるようになった。

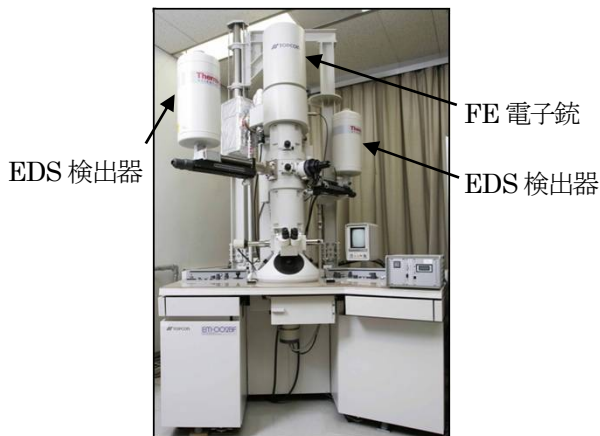


図1 「EM-002BF」の外観

表1 従来型と新機種との比較

	EM-002B	EM-002BF
電子源	熱放出型	電界放出型
輝度(A/cm ² str.)	~5×10 ⁶	0.5~1×10 ⁹
クロスオーバー径(μm)	10~20	0.02~0.05
エネルギー幅(eV)	1~2	0.55~1
プローブ電流(pA at 1nm)	20~50	500~1500
点分解能(nm)	0.19	0.18
格子分解能(nm)	0.14	0.10

3. 透明導電膜の結晶性評価事例

単結晶基板上にエピタキシャル成長させた透明導電膜の結晶性を評価した例を示す。目的は透明導電膜をFE-TEMにて直接観察することで、膜中にドーパした金属による結晶構造変化を明らかにすることである。図2は集束イオンビーム装置（FIB）により約100nmに薄片化した試料を断面方向から観察したものである。図3は図2の特徴的な箇所を高分解能観察したものである。FE-TEMによる鮮明な観察結果から、金属ドーパの影響で膜中の原子配列に歪みが生じている様子が明らかになった。

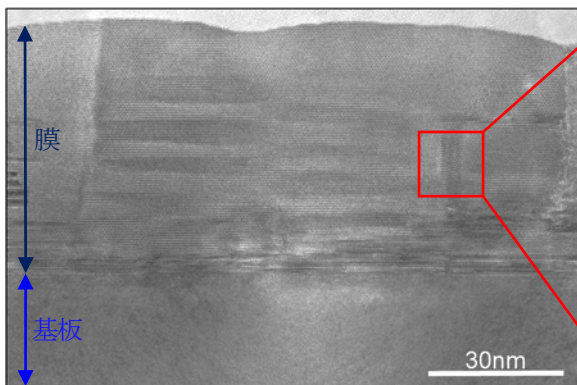


図2 FE-TEMによる透明導電膜全体の観察

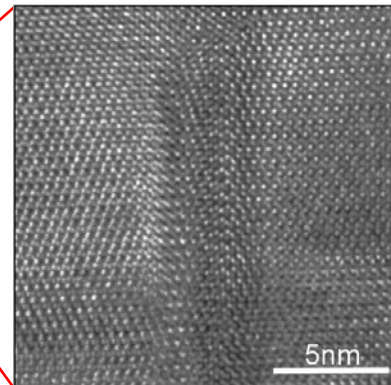


図3 透明導電膜の高分解能観察