



(財)神奈川科学技術アカデミー

Kanagawa Academy of Science and Technology

高度計測センター NEWS

第8号

2011年10月1日

技術の解説、技術支援の事例

低加速SEM-EDS分析の紹介

～概要～

SEM-EDSはSEM(走査電子顕微鏡)に特性X線を検出するためのEDS(エネルギー分散型分光器)を搭載した装置です。

特性X線は加速した電子を試料に照射した際に発生し、各元素毎に固有のエネルギーを持つため、これを検出することにより、元素分析が可能となります。そのため、SEM-EDSではSEMで観察を行い、EDSにより観察部位の元素情報を得ることができます。

しかし、特性X線の発生領域は電子線の照射領域よりも大きくなるため、分析時に一般的に利用される10～20kVの加速電圧ではSEM観察領域≠分析領域となります(図1)。また、有機物等の熱に弱い材料に関しては電子線を照射した際の温度上昇やチャージアップにより、分析が行えない場合もあります。

これを解消しSEM観察領域≒分析領域とするための手段として低加速電圧での分析が挙げられます。低加速電圧による分析は試料中において、特性X線の発生領域が小さくなるため(図1)、分析の空間分解能が向上し、数百nmオーダーの分析をSEMで行うことが可能となります。

今回は当センターで実施した低加速電圧による分析事例を紹介します。

1. フィラー含有フィルムの分析

有機フィルム中に分散するフィラーの分析を行いました。分析条件の検討を兼ねて15kVで30分間分析を行ったところ、電子線ダメージにより、試料が著しく変形してしまいました(図2)。一方、加速電圧を3kVに下げて分析を行ったところ、電子線ダメージは軽減され(図3)、フィルム中のSiO_x、TiO_xの分布を得ることができました(図4(a)、(b))。

このように低加速電圧での分析は有機物の分析には大変有効となります。

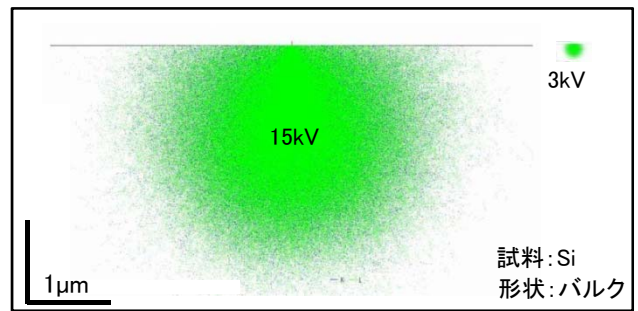


図1 加速電圧による特性X線の発生領域の比較
加速電圧3kVでは15kVと比較して特性X線の発生領域が小さくなっています。

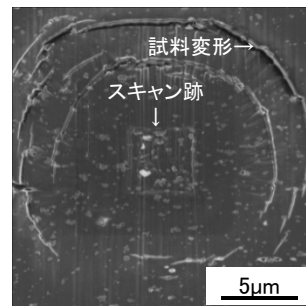


図2 15kVで30分間分析後

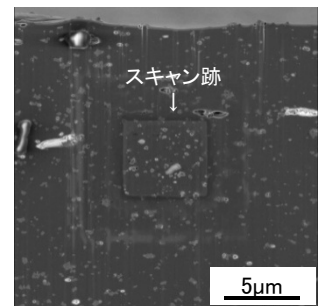
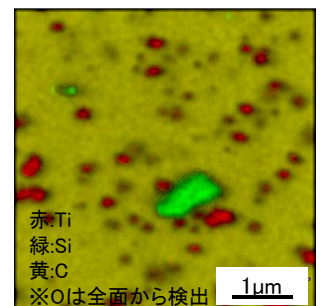
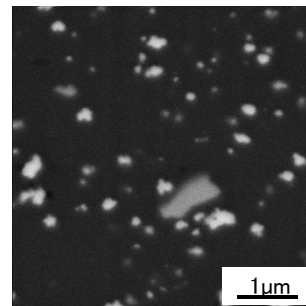


図3 3kVで180分間分析後



(a) (b)
図4 分析領域(a)、面分析結果(b)

異物の解析事例

2. 多結晶Si太陽電池の基板/Ag配線界面の解析

多結晶Si太陽電池の電極には基板との密着性等の向上のため、一般的にはバインダーとしてO、Si、Pbを含むガラス粉末が使用されています。

FIBにより、配線の断面加工を行った後、基板/配線付近のSEM観察を行ったところ、基板上とバインダー中に存在するAgを明瞭に観察することができました(図5)。次に図5(b)の視野でEDS分析を4kVで行ったところ、バインダー構成元素とAgの他に反射防止膜(SiN)の成分であるNが検出されました(図6)。

今回、低加速SEM-EDS分析により、バインダー中のAgの分布に加え、Agが基板に接している箇所では反射防止膜(SiN)が不連続となっている様子も確認することができました。

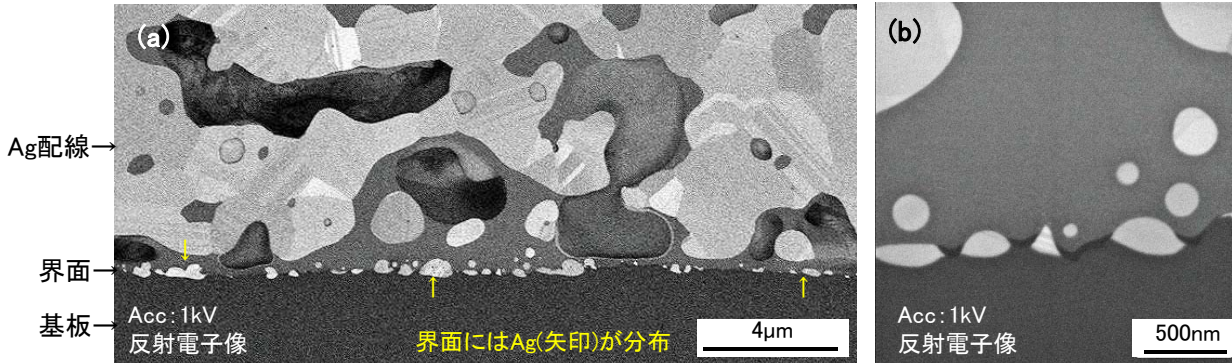
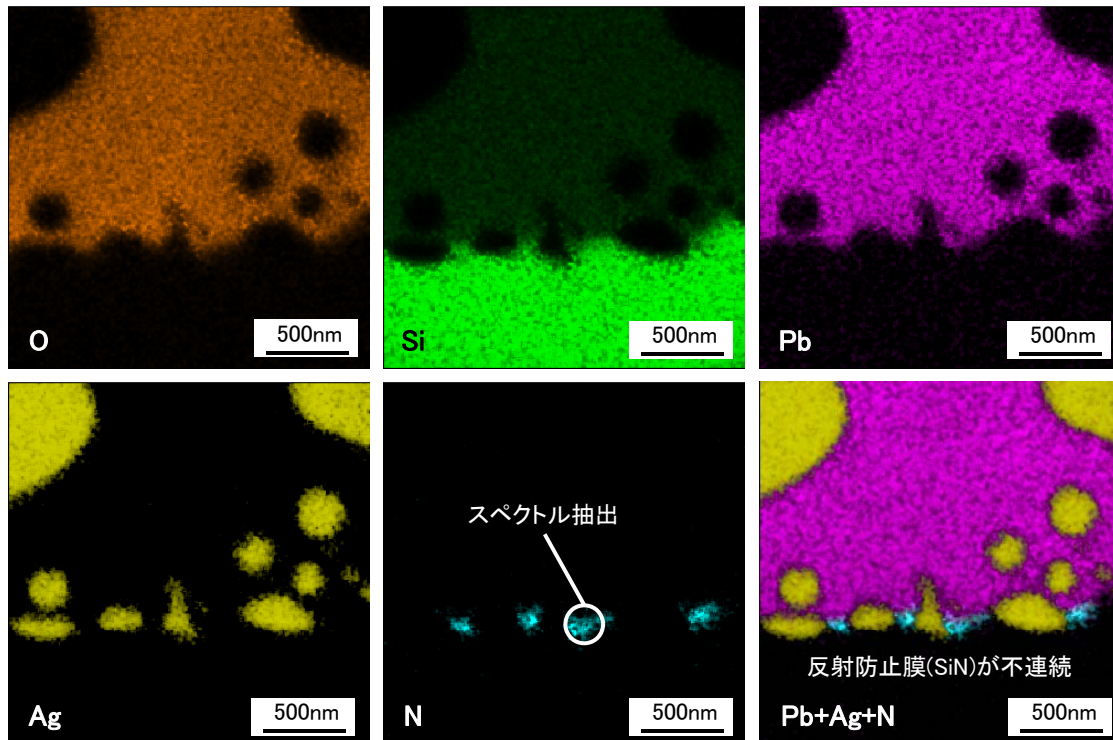
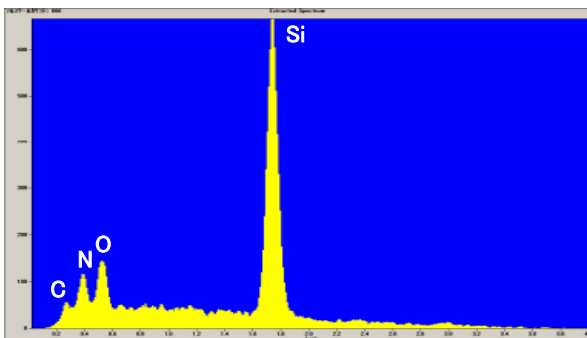


図5 基板/配線付近のSEM像(a)、界面の拡大(b)



(a)

図6 EDS分析結果(a)、円内の抽出スペクトル(b)



(b)

問合せ先
 微細構造解析グループ
 矢矧束穂(やはぎつかほ)
 (E-mail:yahagi@newkast.or.jp)



(複製を希望する場合は当高度計測センターにご連絡ください)