



入門講座

分析試験法編-10

分析電子顕微鏡 (AEM-EDS, EELS)

堀田善治
Zenji Horita

九州大学 工学部
物質科学工学科材料工学教室 助教授

Analytical Electron Microscopy (AEM-EDS, EELS)

1 はじめに

分析電子顕微鏡 (Analytical Electron Microscope : AEM) は透過電子顕微鏡にエネルギー分散型X線分光器 (Energy Dispersive X-ray Spectrometer : EDS) や電子エネルギー損失分光器 (Electron Energy Loss Spectrometer : EELS) などの付属装置を備えたものである。透過電子顕微鏡本来の機能による微細組織観察や電子線構造解析とともに、これらの付属装置を使ってさらに元素分析や電子状態分析などが可能となる。最新のAEMでは、ビーム径を直径約1nmまで小さく絞れるため分析の空間分解能が高く、また格子像観察とも併用できる状況にある。このような機能性と高い空間分解能を備えるAEMは、今や微細組織制御を必要とする材料の研究・開発に不可欠な装置となっている。

ここでは、AEMにおけるEDSやEELSを用いた解析法の基礎と応用について解説する。なお、不十分な点は他に優れた解説書があるので参照されたい¹⁻³⁾。

2 電子エネルギー損失と特性X線発生

AEMでは透過電子顕微鏡用の薄膜試料を用いる。高速の入射電子はほとんどこの試料を通過するが、通過の際、一部の入射電子は試料内原子との非弾性的な相互作用によりエネルギーを失う。この損失エネルギーは非弾的に相互作用した原子に固有な特性X線に変換される。図1は、金属結合した原子に対する電子エネルギー損失 (EELS) スペクトルやX線 (EDS) スペクトルを原子の励起過程 (実線) や基底状態への帰還過程 (破線) との関係で模式的に示したものである。EELSスペクトルでは透過電子数 (すなわち透過電子強度) を各電子の損失エネルギーに対して示し、EDSスペクトルでは発生したX線の光子数 (すなわちX線

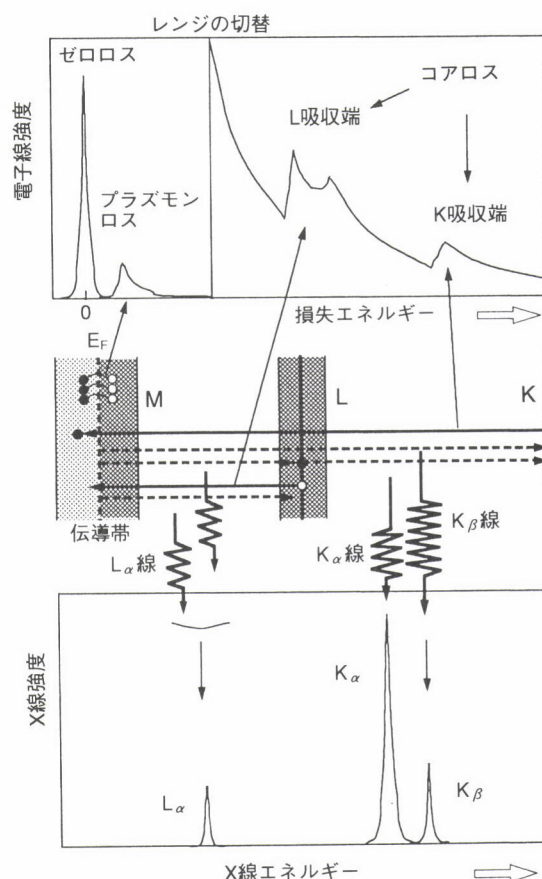


図1 EELS、EDSスペクトルと原子状態との関係の模式図 (E_F: フェルミエネルギー)

強度) がX線エネルギーに対して示される。

2.1 EELSスペクトル

2.1.1 ゼロロスピーク

EELSスペクトルには、試料内原子と相互作用せずに透

過した電子や、エネルギー損失を伴わずに弾性的に相互作用した電子のいわゆるゼロロス (zero loss) ピークが観察される。強度は大きい、このゼロロスピークには試料に関する情報は含まれない。ただし、エネルギー値の補正やエネルギー分解能の評価に利用されることがある。

2.1.2 プラズモンロスピーク

ゼロロスピークの近くの低エネルギー損失領域 (約50eV以下) にはプラズモンロス (plasmon loss) と呼ばれるピークが観察される。このプラズモンピークは自由電子の集団振動 (すなわち価電子の集団励起) に費やされることによるものである。膜厚が厚いと、すでに集団励起に携わった入射電子がさらに多数回関わることになるため、複数のピークが観察される。また、試料内自由電子の多少によってもピークの位置や幅が変わることになる。特に、ピークの位置が物質固有であることから試料内の相の同定や組成分析等に利用されることがある。プラズモンロスの組成決定への応用についてはさらに4.1.2(b)で述べる。

2.1.3 コアロスピーク

(a) 吸収端

高エネルギー損失領域 (約50eV以上) には、原子の内殻電子を励起することによる損失ピーク、すなわちコアロス (core loss) ピークが観察される。このピーク位置は元素に固有で、励起のための吸収端エネルギー (臨界励起エネルギーあるいはイオン化エネルギー) に対応する位置に観察されることから、単に「吸収端」とも呼ばれることがある。

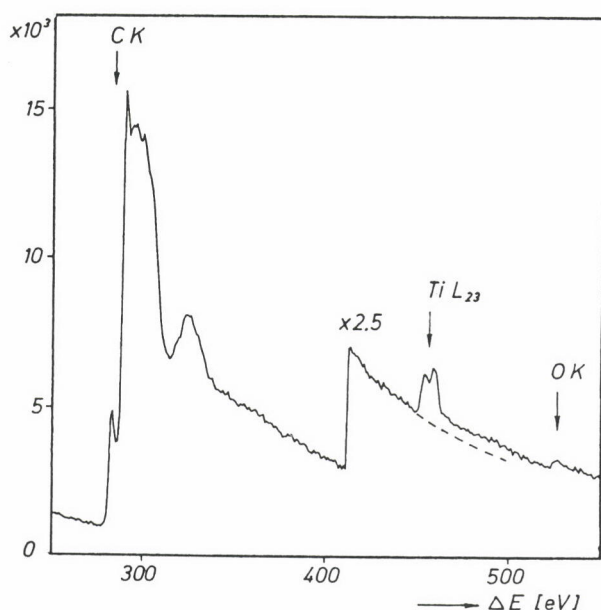


図2 グラファイト中に分散したチタン酸化物粒子のEELSスペクトル⁴⁾

ピーク位置から元素の種類が同定できる。また、ピーク強度を測定することにより4.1.2(a)で述べるように組成の定量的評価も可能となる。図2は、グラファイト中に分散したチタン酸化物粒子のEELSスペクトルで、C K、Ti LおよびO Kの吸収端が確認される⁴⁾。

(b) ELNES

吸収端におけるコアロスピークは実は幾つかの微小ピークから成っている。吸収端より約50eVの範囲で存在するこの微細構造はELNES (Energy-Loss Near-Edge Structure) と呼ばれ、電子状態密度や化学結合状態の解析に利用される。図3は、窒化硼素 (BN) から得られたB KとN K吸収端ピークのELNESを示す⁵⁾。非晶質状態を含め結晶構造が六方晶 (hexagonal)、立方晶 (cubic)、ウルツァイト (wurtzite) と異なり、それぞれ電子状態密度が異なることから、この違いを反映してピークの微細構造に違いが見られる。非晶質BN (amorphous BN) と六方晶BN (h-BN) では、B KとN Kのいずれの吸収端にも π^* 結合 (BとNの2P_z結合) の微小ピークが確認されるが、立方晶BN (c-BN) とウルツァイトBN (w-BN) では現れない。また、w-BNでは矢印で示されるピークが現れ、c-BNと区別される。

(c) EXELFS

吸収端より約50eV以上の高エネルギー側には、バックグラウンドに乗って電子強度が緩やかに振動することがある。図4にはこの振動がSi Kの吸収端ピークに現れた例を

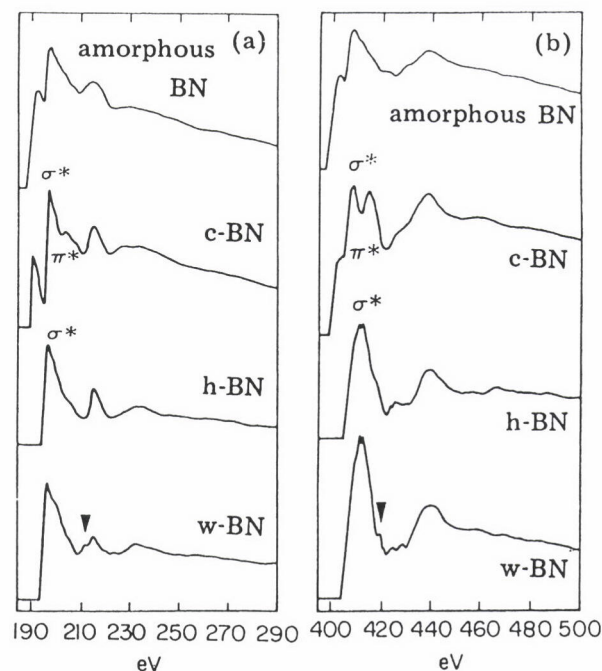
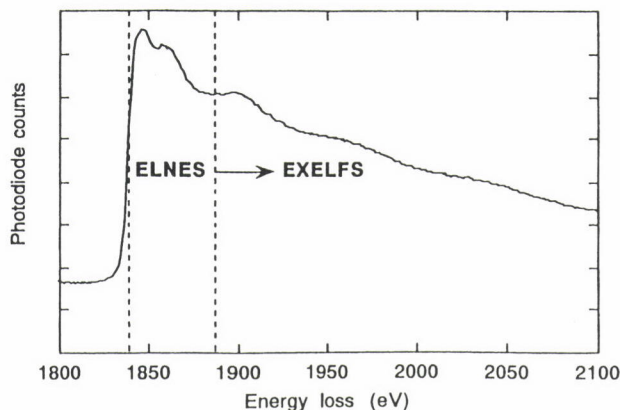


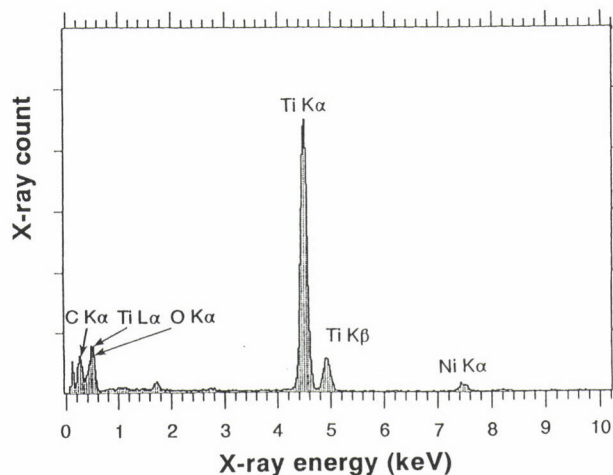
図3 いろいろな構造のBNより得た(a) B K吸収端ピークと(b) N K吸収端ピークのELNES⁵⁾

図4 Si K吸収端ピークにおけるELNESとEXELFS⁶⁾

示す⁶⁾。数百eVにわたって現れるこの振動構造はEXELFS (EXtended Energy-Loss Fine Structure)と呼ばれ、励起電子が隣接原子で反射して干渉し電子状態密度を乱すことで励起確率が変わることによるものである。このEXELFSの解析より原子間距離や配位数の情報が得られる。

2.2 EDSスペクトル

EDSスペクトルは特性X線ピークと連続X線とからなる。連続X線は入射電子の減速によるもので、EDSスペクトルのバックグラウンドとなり分析には用いられない。特性X線は、図1に示すように、内殻電子励起に伴って生じた低エネルギー軌道の電子の空席を高エネルギー軌道の電子が埋めて基底状態に戻るときに発生するものである。このとき特性X線のエネルギーは両軌道のエネルギー差に等しくなる。この特性X線のエネルギーは元素に固有であることから、ピーク位置を知ることによって元素の種類が同定できる。図5は、Ni/Ni-8mol%Ti拡散対界面に生成した粒子の

図5 Ni/Ni-8mol%Ti拡散対界面に生成した粒子のEDSスペクトル⁷⁾

成した粒子のEDSスペクトルである。このスペクトルよりTiに富んだ粒子であることが確認できる⁷⁾。

特性X線のピーク強度を測定すればさらに定量分析が可能となる。また、特性X線のピーク強度が膜厚に比例したり、その吸収量が膜厚の関数となることから分析領域の膜厚も知ることかできる。さらに、特性X線の発生は入射電子の動力学回折効果による局在化に伴って変化する。アルケミ (Atom Location by CHanneling Enhanced Microanalysis: ALCHEMI) と呼ばれる方法では、回折条件を制御して特性X線強度を測定することで置換型固溶元素の格子占有率が決定できる⁸⁾。定量分析と膜厚測定についてはさらに4.2で述べることにする。

3 スペクトルの検出

3.1 EELS検出

図6に示すように、試料を通過した電子は蛍光板(スクリーン)下に設けられた絞りを通して磁界プリズムに導かれる。エネルギー損失に応じて電子の曲がる軌道が異なりエネルギーの分散が行われる。この磁界プリズムはエネルギーの分散とともにレンズの役割も果たしており、軸上および軸外のいずれを通過する電子もプリズムを出た後は同一面(すなわち分散面)で出会うようになっている。

分散面上に形成されたスペクトルは次のような二種類の検出器のいずれかを使って検出される。一つは、シリアル(serial)型検出器で、分散面上にスリットが置かれ、磁界プリズムの磁場を変化させスリットを通過する電子を制御する。スリットを通過した電子はシンチレータ(scintil-

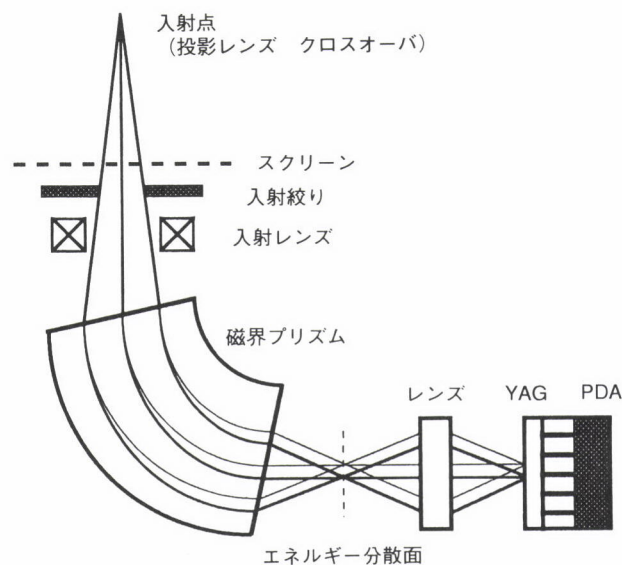


図6 EELSにおけるエネルギー損失電子検出の模式図

lator)で光に変わり、光電増倍管(photomultiplier)で増幅され検出される。もう一つはパラレル(parallel)型検出器と呼ばれる。図6に示すように、分散面上に形成されたスペクトル像はレンズ系を介して拡大され、YAG (Ce-doped Yttrium-Aluminum Garnet)と呼ばれるシンチレータで光に変換され半導体素子(photodiode array)を使って全スペクトルが同時に検出される。後者のパラレル型が前者のシリカル型より検出速度がはるかに速いことから、現在ほとんどパラレル型検出器が使われている。

最近では、特定のエネルギー損失電子をスリットで選択し、この選択された電子のみを結像に使うエネルギーフィルター法が盛んに活用されている。たとえば、前述した弾性散乱電子、すなわちゼロロス電子のみで結像すれば、非弾性散乱電子によるバックグラウンドが消去できるため像や回折パターンコントラストが飛躍的に改善される。また、コアロス電子のみで結像することで元素や組成分布などの化学的情報が可視化(マッピング)できる。図6に示すようなセクター型のエネルギー分散器を蛍光板(スクリーン)下に設けるポストコラム方式と、オメガ型、ガンマ型あるいはミラー型のエネルギー分散器を鏡筒内の中間レンズと投影レンズの間に設置するインコラム方式とがある。

3.2 EDS検出

EDSでは、図7に示すように、検出器先端部を対物レンズ上部ポールピースの上側または下側に挿入してX線を検出する。図7の θ で定義されるX線取り出し角は前者で大きく後者で小さい。 θ の大きい高角度の検出器では θ の小さい低角度の検出器に比べて、試料中でのX線の進む距離が短くなり、試料によるX線の吸収は小さくなる。しかし、試料と検出器先端部との距離が長くなるため単位時間当たりのX線取り込み量が小さくなり、検出感度が低下する。

図8に示すように、X線は検出器の先端の窓を通して器内に取り込まれる。器内では、半導体で電気的信号に変換され、電界効果トランジスタ(Field-Effect Transistor: FET)で増幅され、さらに主増幅、検出回路へと導かれる。検出可能な特性X線は、エネルギーが小さい場合はおもに窓の材質や厚さで、大きい場合は半導体の種類や厚さで決まる。

Be膜を張ったBe型検出器の場合、約1keV以下のエネルギーを有する特性X線の検出はBe膜による吸収で難しく、検出可能な元素はNaより原子番号の大きい元素となる。パリレン(C_8H_8)、ダイヤモンドあるいはBNなどを窓とした検出器では、非常に薄い膜(0.3 μm 以下)が使われていることから、超薄窓(Ultra-Thin Window: UTW)型検出器と呼ばれ、C、N、Oの軽元素が検出可能となる。検出器

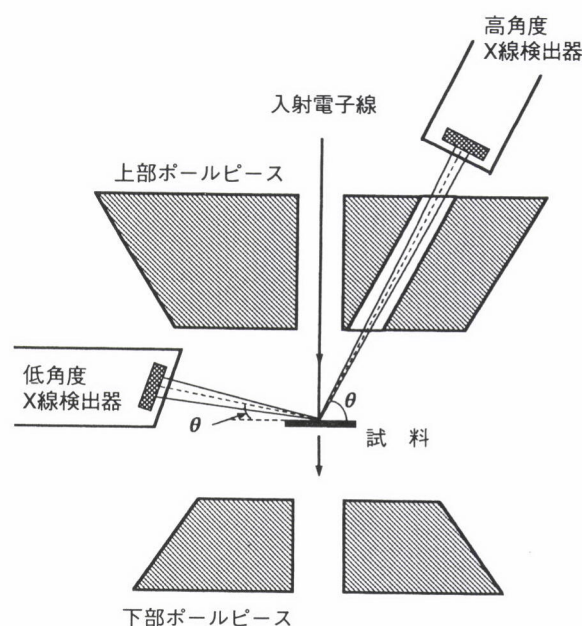


図7 EDSにおけるX線検出の模式図

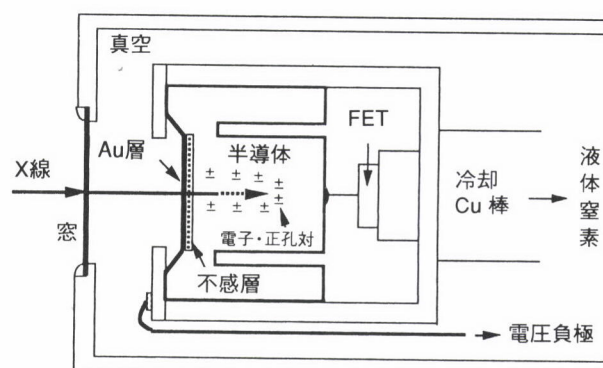


図8 EDSにおけるX線検出器先端部の模式図

には窓を完全に取り払った窓なし(Windowless: WL)型もあり、Bからの軽元素が検出できる。

高エネルギーの特性X線は透過性に優れ、検出窓による吸収は全く問題にならない。しかし、逆に半導体で電気的信号に変換されず通過してしまうことになる。半導体には通常Liを含んだSiが用いられているが、Ge半導体ではSi半導体に比べてX線の透過性が小さいため、より高エネルギーの K_{α} 線が検出可能となる。

4 定量的解析

4.1 組成決定

4.1.1 EDS法

AEMで行う組成分析法は走査電子線顕微鏡での組成分析法(Electron Probe MicroAnalysis: EPMA)と比較し

て、薄膜試料を用いること、加速電圧が100kV以上と高いことで大きく異なっている。いずれのX線分析法も入射電子が試料内原子と非弾性的相互作用で発生する特性X線を利用するという点では同じである。しかし、AEMの場合ほとんどの入射電子は試料を通過することから、特に定量的な組成分析では分析手法に異なる点が多い。

(a) 比例法

入射電子が容易に透過するような薄膜試料であれば、試料中の各構成元素の特性X線強度は電子線照射箇所の濃度に比例する。従って、その強度を測定することにより濃度に変換することかできる。具体的には、次のような比例法⁹⁾と呼ばれる方法が用いられる。

$$W_B/W_A = k_{BA}(I_B/I_A)$$

$$W_C/W_A = k_{CA}(I_C/I_A)$$

$$W_A + W_B + \dots = 100\% \quad \dots\dots\dots (1)$$

ここで、 W_A 、 W_B 、 $\dots$ 、 I_A 、 I_B 、 $\dots$ はそれぞれ元素A、B、 $\dots$ の濃度(質量%)と特性X線強度、 k_{BA} 、 k_{CA} は特性X線Aに対する特性X線B、C、 $\dots$ のk因子(Cliff-Lorimer因子とも呼ばれる⁹⁾)である。k因子は理論式に従って計算できるが¹⁰⁾、分析の精度や信頼性を上げるには濃度既知の標準試料より特性X線強度を測定し、次式より求める⁹⁾。

$$k_{JA} = (W_J/W_A)_{\text{std}} (I_A/I_J)_{\text{std}} \quad \dots\dots\dots (2)$$

ここで、 $J=B, C, \dots$ 、stdは標準試料を表す添字である。

(b) 吸収の影響と補正

定量分析を行う上で注意すべきことは、試料により特性X線が吸収され、その強度が減少することである。特にエネルギーの低い軽元素からの特性X線は吸収され易い。吸収量は次式で与えられる吸収因子 A_J ($\equiv (I_J)_m/(I_J)_o$)を計算することで推定できる。

$$A_J = [1 - \exp\{-(\mu/\rho)_J^x \rho t \cos \theta\}] / [(\mu/\rho)_J^x \rho t \cos \theta] \quad \dots\dots\dots (3)$$

ここで、 I_J は特性X線Jの強度、添字m、oはそれぞれ吸収の影響を含む測定値と含まない値であることを示す。また、 θ はX線取り出し角(図7)、 t 、 ρ 、 $(\mu/\rho)_J^x$ はそれぞれ分析箇所における膜厚、密度および特性X線Jの質量吸収係数である。吸収量が多い場合は、式(1)や式(2)の (I_J/I_A) の代わりに、次式のように測定強度比 $(I_J/I_A)_m$ に (A_A/A_J) を乗じて吸収補正した強度比 $(I_J/I_A)_o$ を用いる¹⁰⁾。

$$(I_J/I_A)_o = (I_J/I_A)_m (A_A/A_J) \quad \dots\dots\dots (4)$$

実際に (A_A/A_J) を求めて吸収補正を行う場合、式(3)から知られるように分析箇所の膜厚が必要になる。膜厚測定という煩雑な作業をなくすために、また膜厚測定時に介入する誤差を小さくするために、外挿法¹¹⁾、X線吸収差法¹²⁾、あるいは因子法¹³⁾と呼ばれる吸収補正法が提案されている。なお紙面の都合でこれらの吸収補正法の詳細については別の解説を参照されたい¹⁴⁻¹⁶⁾。

(c) 蛍光の影響

特性X線の蛍光による影響は吸収の影響に比べて無視できることが多い。特性X線の蛍光はその特性X線の臨界励起エネルギーよりも高いエネルギーのX線によって生じるが、その度合いは臨界励起エネルギー(吸収端エネルギー)よりも僅かに高いエネルギーのX線に対して特に強くなる。たとえば、蛍光の影響が最も大きくなると予測されるNi中のFeの場合、Ni K_{α} 線がFe K_{α} 線を蛍光させ、その蛍光量は500nmの膜厚で全発生強度の約9%になると推定される¹⁵⁾。しかし、このような特定な場合を除き、AEM-EDSでは一般に蛍光の影響は小さく無視できると考えてよい。

(d) 濃度勾配測定への応用

図9は、純NiとNi-51.8mol%Alを1173Kで2時間拡散接合し、接合界面を垂直に横切って分析した結果である¹⁷⁾。図9(a)では、 ζ 因子法で求めた C_{Al} を、また図9(b)では、 ζ 因子法で C_{Al} と同時に求めた t を、いずれもマタノ界面を原点にしてプロットしている。吸収補正しない場合、 C_{Al} は51.8mol%のレベルまで達していなく、さらに濃度プロファイルが膜厚変化の影響を強く受けている。しかし、吸収補正により濃度プロファイルが滑らかになっていることが知られる。組織観察、電子線回折の結果とも併せて、Ni/Ni-51.8mol%Al拡散対には、 $L1_2$ 型 Ni_3Al 規則相(γ' 相)が中間相として生成することが分かった。また、 $C_{Al}=50$ mol%近傍では濃度が急激に変化していることが知られ

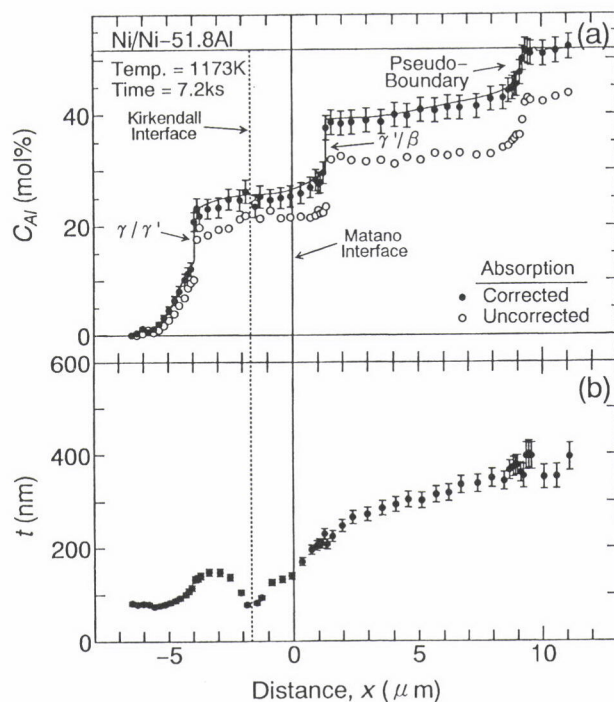


図9 EDSで測定したNi/Ni-51.8mol%Al拡散対界面領域の(a)濃度変化と(b)膜厚変化¹⁷⁾

る。これは、 $C_{Al}=50\text{mol}\%$ 付近で相互拡散が最小値をとることから¹⁸⁾、原子の流れに滞りが生じたことによるものである。組織観察によれば、この C_{Al} の急激な変化に伴う格子定数の変化で多くの転位が堆積することになり、擬粒界を呈することが明らかになった。

4.1.2 EELS法

(a) コアロスの利用

試料厚さが十分に薄い場合(入射電子の散乱は1回以内)、コアロス強度は特性X線強度と同様に濃度に比例する。従って、EDSのように比例法によって強度を濃度に変換することができる。すなわち、式(1)と類似の次の関係式を使って濃度が決定される²⁾。

$$C_B/C_A = (\sigma_A/\sigma_B) (I_B/I_A) \dots\dots\dots (5)$$

ここで、 C_A 、 C_B 、 $\dots$ 、 I_A 、 I_B 、 $\dots$ 、 σ_A 、 σ_B 、 $\dots$ はそれぞれ元素A、B、 $\dots$ の濃度(原子%)、コアロス強度、および部分散乱断面積である。式(5)の (σ_A/σ_B) は電子の取り込み角、エネルギーウインドウ幅(ピーク幅)、入射電子のエネルギー(加速電圧)に依存し、EDSにおけるk因子に対応する。この値は理論的に計算できるし、また濃度既知の標準試料から実測することもできる。

一般に、EELSのコアロス強度を使った定量分析はEDSの特性X線強度を用いた場合より精度が十分ではない。これは、EELSの場合、式(5)の導出に、試料が十分に薄いという条件が含まれていることによる。入射電子の散乱が複数回起こるような試料厚さでは式(5)は成立せず誤差は大きくなる。また、EELSスペクトルはEDSスペクトルに比べてバックグラウンド高いことからP/B比(ピーク強度とバックグラウンド強度の比)が小さい。膜厚が厚くなるとこのP/B比がさらに小さくなり分析値に大きな誤差が介入することになる。

図10は、BNを二種類の異なる膜厚($t/\lambda=0.563$, $t/\lambda=1.768$)で測定したスペクトルである¹⁹⁾。なお、 λ は非弾性散乱の平均自由行程で、 t/λ は相対膜厚を表す。膜厚が厚いと、バックグラウンドに対するピークの大きさが小さいことが分かる。B KとN Kのピーク強度より C_B/C_N を求めると、 $t/\lambda=0.563$ で0.97、 $t/\lambda=1.768$ で0.41と報告されている¹⁹⁾。膜厚が厚いと、真の組成より大きくずれることが示される。

(b) プラズモンロスの利用

プラズモンロスも組成決定に利用できる。前述したように(2.1.2)、プラズモンロスのピーク位置は自由電子数に依存し、この自由電子数は合金元素の添加量によって変化することから、ピーク位置と添加量との間に特定な関係が存在する。一般に、次のような濃度の一次関数で表される。

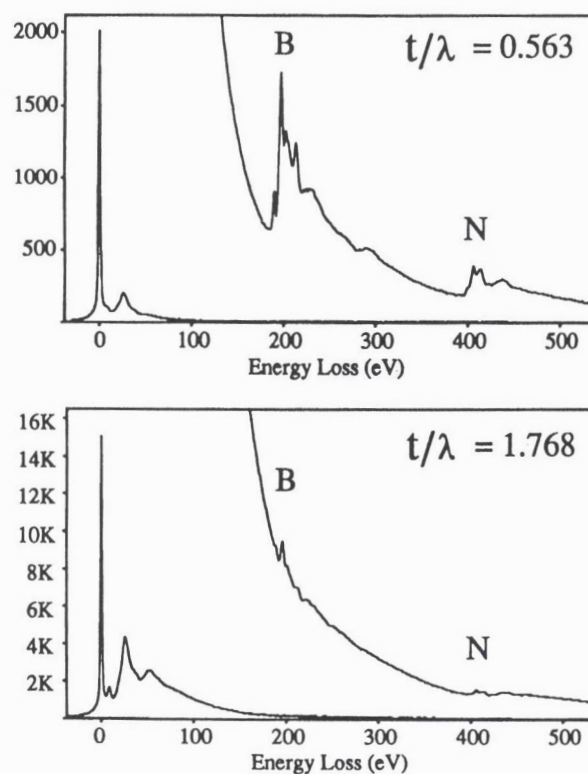


図10 二種類の膜厚のBNで測定したEELSスペクトル¹⁹⁾

$$E_p(C_J) = E_p(0) \pm C_J(dE_p/dC_J) \dots\dots\dots (6)$$

ここで、 C_J は添加元素Jの濃度(原子%)、 $E_p(0)$ 、 $E_p(C_J)$ は元素Jの濃度がそれぞれ0および C_J のときのプラズモンロスのピークエネルギーである。あらかじめ濃度の異なる試料を準備し、ピークエネルギーと濃度の関係、すなわち式(6)の $E_p(0)$ と (dE_p/dC_J) を求めておけば、任意の試料(ただし添加元素の種類や結晶構造は同じ)での組成が決まることになる。

図11(a)はいろいろな組成の炭化チタンで E_p を求めたものであり、式(6)の関係が成り立つことが確認される²⁰⁾。図11(b)は、Ti添加のIF(Interstitial-Free)鋼焼鈍材に析出した炭化チタン粒子のプラズモンロスピークである。図11(a)の関係をを用い析出粒子 TiC_x のX値を求めると、 $X=0.84$ であることが示された。なお、図11(b)には比較のために $X=1.0$ の炭化チタンより得たピークも示してある。

4.2 膜厚測定

4.2.1 EDS法

(a) 絶対強度の利用

入射電子が容易に透過するような薄膜試料であれば、特性X線強度は濃度とともに膜厚にも比例する。従って、濃度で規格化した特性X線強度(I_j/W_j)は一義的に次式で膜厚と関係付けられる¹³⁾。

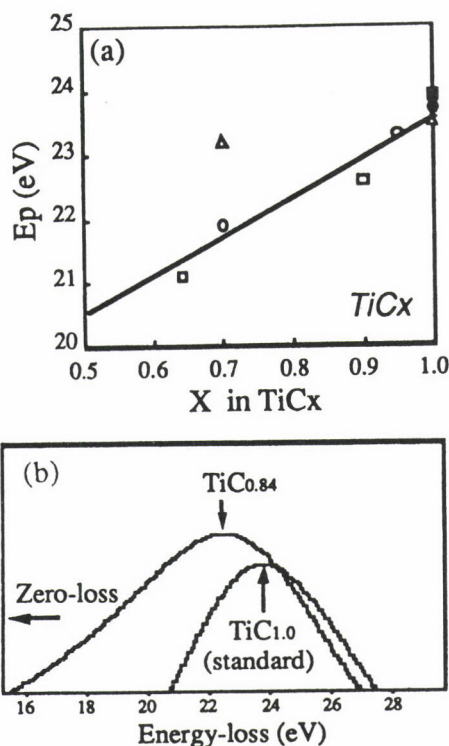


図11 (a)炭化チタン TiC_x で求めた E_p と X との関係、(b)Ti添加IF鋼焼鈍材中の炭化チタン析出粒子および化学量論組成 TiC より得たプラズモンロスピーク²⁰⁾

$$\rho t = \zeta_j (I_j / W_j) \quad \dots\dots\dots (7)$$

ここで、 ζ_j は特性X線Jの ρ 因子で、特性X線の種類に依存し、ビーム電流や加速電圧によって決まる定数である。あらかじめ密度の分かった試料で t と (I_j / W_j) の関係、すなわち ζ_j を求めておけば、同一元素Jを含む任意の試料(組成は既知)の任意の位置で膜厚が求まることになる。

(b)吸収差の利用

式(3)より明らかなように、式(4)の吸収補正係数(A_A / A_J)は膜厚の関数である。試料における特性X線Aと特性X線Jの吸収量に違いがあれば、両特性X線強度を測定し、 ρ 因子法を適用することによって膜厚が求まることになる¹³⁾。この ρ 因子法では、試料組成が未知でも膜厚が求められる。図9(b)はこの ρ 因子法を適用して濃度と同時に各分析箇所膜厚を決定したものである¹⁷⁾。

4.2.2 EELS法

試料厚さは、全強度とゼロロスピークの強度を測定することにより、次式によって求められる²⁾。

$$t = \lambda \ln(I_t / I_0) \quad \dots\dots\dots (8)$$

ここで、 λ は非弾性散乱平均自由行程、 I_t 、 I_0 はそれぞれ全強度とゼロロス強度である。この λ は理論的に計算できるが、信頼性を高めるためにはあらかじめ膜厚の分かった状態で λ を求めておく。なお、この λ は試料内の欠陥等に

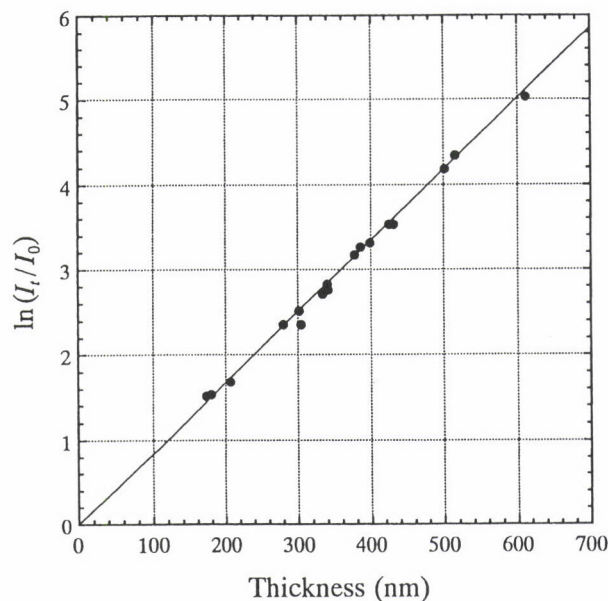


図12 六角盤状酸化鉄粒子より得た膜厚 t と $\ln(I_t / I_0)$ との関係²¹⁾

よらず、また結晶質、非晶質いずれの状態でも適応可能である。

図12は膜厚既知の六角盤状酸化鉄粒子より得られた t と $\ln(I_t / I_0)$ との関係をプロットしたもので、両者により直線関係が成り立っている²¹⁾。直線の傾きより $\lambda = 120 \pm 10$ nmが得られ、この値を用いていろいろな形状の酸化鉄粒子の膜厚が評価された。電子線を晶帯軸に平行に入射した場合でも同じ λ 値で直線関係が得られ、回折条件に影響されないことが示された²²⁾。

5 おわりに

表1はEELSとEDSの特徴を「適応性」、「情報性」、「操作性」の観点から比較したものである²³⁾。

両者の主な違いはまずエネルギー分解能にある。EELSでは1~2 eVであるのに対し、EDSではMn K_{α} 線で約140 eVであり、その違いは歴然としている。したがって、EELSでは電子状態密度や化学的構造変化などを調べるのに威力を発揮することになる。また、EDSスペクトルでピーク位置が重なるときは特性X線の識別が難しくなるが、EELSではエネルギー分解能が高いため類似の吸収端エネルギーであっても元素の同定が可能となる。たとえば、図2のEELSスペクトルではTi LとO Kの吸収端がそれぞれ明瞭に確認されるが⁴⁾、図5のEDSスペクトルでは、両者のピークは区別が困難である⁷⁾。しかし、EELSではEDSに比べてバックグラウンドが高くP/B比が小さい。ゼロロス強度を使った膜厚測定を除き、定量的な解析ではEDSの方がEELSよ

表1 EELSとEDSの特徴の比較²²⁾

比較項目	EDS	EELS
<情報性> スペクトルの見方	X線のエネルギー vs X線強度	透過電子の損失エネルギー vs 非弾性散乱強度
何ができるか	定性・定量分析、膜厚測定、 格子占有率決定	定性・定量分析、膜厚測定、 電子状態密度解析、誘導関数 決定、動径分布関数決定
<適応性> 検出可能元素 エネルギー分解能 空間分解能 誤差	B(ボロン)～U(ウラン) ～140eV at Mn La ビーム径程度 P/B比高くて小	H(水素)～U(ウラン) 1～2eV レンズ収差、非局在性因子に依存 P/B比低くて大、膜厚や取り込み 角に依存
試験条件	組織観察用程度	格子像観察用程度
<操作性> 調整	組織観察・回折用の軸調 X線検出器の出し入れ	組織観察・回折用の軸調 入射絞りの出し入れ
熟練度	組織観察程度	解析条件設定に経験が必要

りも精度が高く有利となる。また、EELSではスペクトルの形状が膜厚や電子取込み角に敏感に影響する。十分薄い薄膜試料を準備したり、装置の操作には細心の注意を払うなど、スペクトル測定時の環境設定が大切となる。AEMのEELSやEDSを材料の評価や研究開発に効果的に役立てるには、表1のようなそれぞれの特徴を把握し、相補的に用いることがすすめられる。

謝辞

EELSに関する資料の提供に、及川哲夫(日本電子(株))、石黒康英(NKK)、佐藤馨(NKK)、倉田博基(日本原子力研究所)の各博士と、進藤大輔教授(東北大学素材研究所)、武藤俊介助教授(名古屋大学総合研究センター)のご協力を頂いた。ここに記して謝意を表す。

参考文献

- 1) D. C. Joy, A. D. Romig, Jr. and J. I. Goldstein : Principles of Analytical Electron Microscopy, Plenum Press, New York, (1986)
- 2) R. F. Egerton : Electron Energy Loss Spectroscopy in the Electron Microscope, Plenum Press, New York, (1986)
- 3) D. B. Williams and C. B. Carter : Transmission Electron Microscopy, Plenum Press, New York, (1996)
- 4) F. Hofer and P. Wilhelm : Ultramicroscopy, 49 (1993), 189.
- 5) J. Hosoi, T. Oikawa, M. Inoue, Y. Matsui and T. Endo : J. Electron Spectrosc. Relat. Phenom., 27 (1981), 243.
- 6) 武藤俊介 : 電子顕微鏡基礎技術と応用1998～極微構造解明の新展開～, 第9回電顕サマースクール実行委員会編, 学際企画, (1998), 212.
- 7) N. Komai, M. Watanabe, Z. Horita, T. Sano and M. Nemoto : Acta Mater., 46 (1998), 4443.
- 8) J. C. H. Spence and J. Taftø : J. Microsc., 130 (1983), 147.
- 9) G. Cliff and G. W. Lorimer : J. Microsc., 103 (1975), 203.
- 10) J. I. Goldstein, J. L. Costley, G. W. Lorimer and S. J. B. Reed : Scanning Electron Microscopy/1977, Vol. I, ed. by O. Johari, IITRI, Chicago, (1977), 315.
- 11) Z. Horita, T. Sano and M. Nemoto : J. Electron Microsc., 35 (1986), 324 ; Ultramicroscopy, 21 (1987), 271.
- 12) Z. Horita, K. Ichitani, T. Sano and M. Nemoto : Phil. Mag. A, 59 (1989), 939.
- 13) M. Watanabe, Z. Horita and M. Nemoto : Ultramicroscopy, 65 (1996), 187.
- 14) 堀田善治, 佐野 毅, 根本 實 : 日本金属学会会報, 28 (1989), 742.
- 15) Z. Horita, T. Sano and M. Nemoto : ISIJ International, 29 (1989), 179.
- 16) Z. Horita : Mater. Trans., JIM, 39 (1998), 947.
- 17) M. Watanabe, Z. Horita and M. Nemoto : Defect and Diffusion Forum, 143-147 (1993), 637.
- 18) M. Watanabe, Z. Horita and M. Nemoto : Defect and Diffusion Forum, 143-147 (1993), 345.
- 19) 倉田博基 : 第10回分析電子顕微鏡討論会予稿集, 日本電子顕微鏡学会 分析電子顕微鏡研究部会, (1994), 7.
- 20) 石黒康英, 村山尚志, 千野 淳, 佐藤 馨, 島 芳延, 木戸章雅, 森田正哉 : 鉄と鋼, 83 (1997), 7.
- 21) D. Nishino, A. Nakafuji, J. M. Yang and D. Shindo : ISIJ International, 38 (1998), 1369.
- 22) 進藤大輔 : 第13回分析電子顕微鏡討論会予稿集, 日本電子顕微鏡学会 分析電子顕微鏡研究部会, (1997), 7.
- 23) 堀田善治, 倉田博基 : 第13回分析電子顕微鏡討論会予稿集, 日本電子顕微鏡学会 分析電子顕微鏡研究部会, (1997), 72.

(1998年12月14日受付)