



入門講座

物理分析入門—初めて使う人のために—2

走査電子顕微鏡 / 電子線マイクロアナライザの原理と得られる情報

The Principle of Scanning Electron Microscope / Electron Probe Micro Analyzer and Information to be Provided

野呂寿人
Hisato Noro

JFEスチール(株)スチール研究所
分析・物性研究部 部長

1 はじめに

走査電子顕微鏡 (Scanning Electron Microscope : SEM) は、試料の表面形態を高倍率で観察する装置、電子線マイクロアナライザ (Electron Probe Micro-Analyzer : EPMA) は試料上の微小領域の組成を非破壊的に分析する装置である。SEMとEPMAは、独立に開発され、また、名前も異なることから、これらは全く別物と思われがちだが、いずれも入射プローブ*1に電子線を用いており、装置構成や基本原理の点でも数多くの共通点を持っている。最近のSEMには元素分析機能がオプションで用意されており、EPMAもSEMの像観察機能を標準で装備している。したがって、これらは類似の装置と考えた方が理解しやすい。

電子線走査と二次電子を利用したSEMの着想は、1935年のKnollの実験¹⁾に遡るが、今日のSEMの基本技術の大半は、Cambridge大学のOatleyのグループによって開発されたものである²⁾。1965年に最初の製品化が行われてから半世紀近い年月が経過する間、電界放出型電子銃、デジタル処理技術、PC制御技術などの開発により、SEMの性能と利便性は飛躍的に向上し、今日では素材やデバイスなどの研究・開発に欠かすことのできない評価ツールとなっている。

EPMAの歴史は、Hillierによる1947年の米国特許の申請に始まるが、その実質的な創始者は、1951年にParis大学で今日の原型を築いたCastaingである³⁾。SEMの商用機が登場するよりも前の1958年には、仏CAMECA社によって最初の製品化が行われた。Castaingの指導教官であったGuinierの影響もあって、EPMAは開発当初から金属組織の解析に利用され、その後、地質/鉱物学分野などでも盛んに利用されるようになった。1970年代後半には、試料ステージ駆動による

マッピング技術 (後述) が開発され、微小領域だけでなく、工業製品の大きさに対応した領域でも元素分布の観察が可能になり、EPMAは産業界に急速に普及していった。

2 顕微鏡観察の原理

2.1 放出電子のエネルギー分布

試料に電子線を照射すると、その表面には図1に示すような電子や光などの種々の信号が発生する。このうち、試料表面から放出される電子は、図2に示すような運動エネルギー分布を持っている⁴⁾。Aのエネルギー領域に対応する放出電子は、試料表面でほぼ弾性的に散乱された電子に対応する。これらとBの高エネルギー領域に対応する放出電子を合わせて“反射電子 (後方散乱電子)”と呼んでいる。一方、数eV付

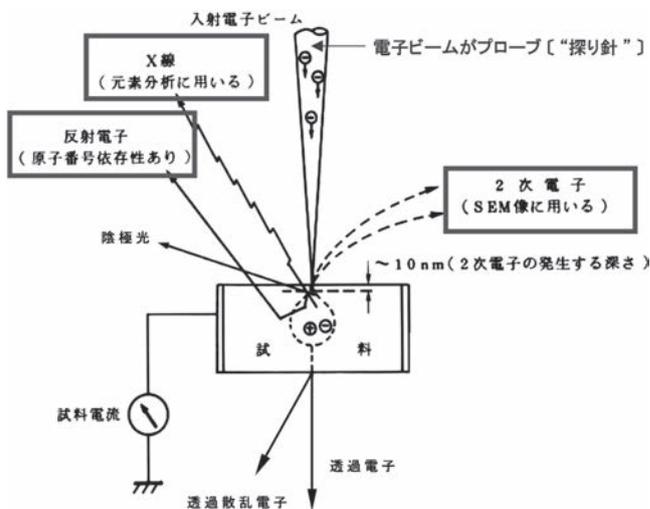


図1 電子線照射で生じる各種の信号⁴⁾

*1 試料から何某かの信号を得るために試料に照射される素性のよくわかった線源のこと (入門講座第1回参照)。プローブには“探り針”という意味がある。

近にブロードなピークを有する低エネルギー領域 (C) は入射電子の試料内部での非弾性散乱過程で試料表面から放出された電子に対応し、これらを、通常“二次電子*2”と呼んでいる。

2.2 二次電子像

二次電子の放出量には物質依存性があるが、凹凸を有する試料表面では、通常、表面形状がその支配因子になる。二次電子は、入射電子が試料内で散乱される過程でその経路の周辺に発生するが、エネルギーが高々数10eVしかない荷電粒子のため、試料表面から数nmの深さで発生した場合でなければ試料の内部で吸収され、試料表面を抜け出すことができない。そのため、二次電子は入射電子の散乱経路が表面側に偏る傾斜角が大きい領域で発生しやすい(図3)。この“傾斜角効果”を利用して、細く絞った電子線で試料表面を走査しながら二次電子の放出量をモニターし、これを電子線走査と同期させてディスプレイ上に明るさとして表示すると、試料の表面形状を反映した“二次電子像”を得ることができる。

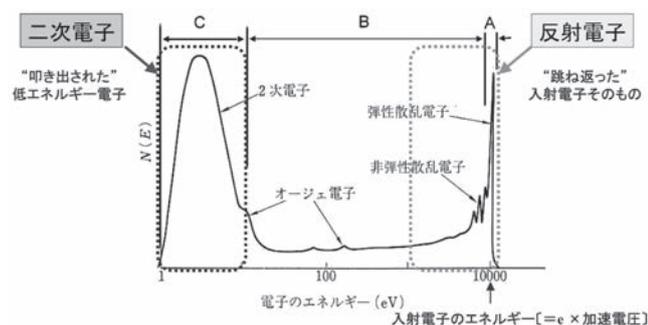


図2 電子線照射により試料表面から放出される電子のエネルギー分布 (10kV入射)⁴⁾
 A: ほぼ弾性的に散乱された電子の領域、B: 大きなエネルギー損失を受けた電子の領域、C: 二次電子の領域

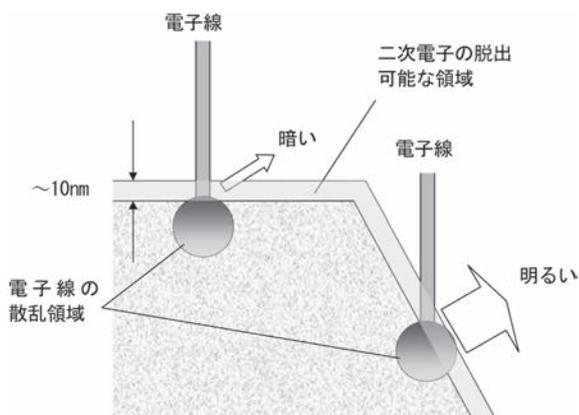


図3 二次電子の放出量に対する試料表面の傾斜角の影響

通常、電子線の走査エリアは観察用ディスプレイと同じ縦横比に設定されており、例えば、走査エリアの幅(横方向の走査幅)を ℓ 、ディスプレイの幅をLとすれば、 L/ℓ が観察倍率になる。ディスプレイの幅Lは一定なので、 ℓ を小さくするほど拡大された像として観察できるため、顕微鏡として機能する訳である。例として、図4にCuメッシュ上のステンレス製球状粒子の二次電子像を示す。平坦な中心部で暗く、傾斜のついた周辺部が明るくなっており、粒子の下のメッシュもくっきりと観察されている。このように二次電子像には、光学顕微鏡像に較べて焦点深度が深く、影が殆ど無いという特徴がある。

2.3 反射電子像(後方散乱電子像)

二次電子の代わりに反射電子を検出信号として得られるSEM像は、“反射電子像”(もしくは、後方散乱電子像)と呼ばれ、試料表面の組成的な不均一性を評価する場合などに用いられる。反射電子は、電子線照射位置の平均的なクーロンポテンシャルによって入射電子が後方に散乱される結果生じる(図5)⁵⁾。そのため、反射電子像では平均的なクーロンポテンシャルが強い、すなわち、平均原子番号が大きい箇所ほど明るくなる。

図6は、めっき皮膜がAlリッチな相とZnリッチな相を含む55%Al-Znめっき鋼板表面の二次電子像と反射電子像の例である⁵⁾。図6bの反射電子像ではこれらの相を明暗の違いとして識別することができる(反射電子像で白く見えている部分がZnリッチ相)。このように、反射電子像は組成的な変化が生じている部分を迅速に識別したい場合に特に有効で、元素分析を行いたい場合の位置決めなどに利用すると効果的である。

3 他のコントラスト要因

二次電子像では表面形状が、反射電子像では組成の違い

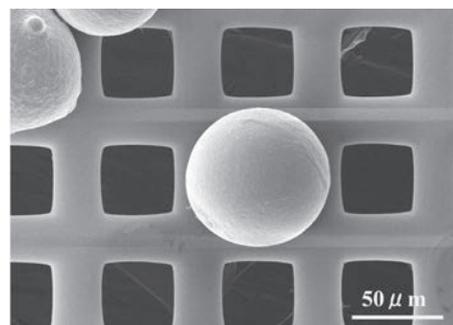


図4 Cuメッシュ上のステンレス製球状粒子の二次電子像

*2 一次電子である入射プローブに対してこの様に呼ばれる。

(平均原子番号) が、それぞれのコントラストの主要因であると述べた。しかし、実際の顕微鏡像のコントラストは他の要因によっても左右される。これらを理解していると像解釈を誤る危険性が減り、試料に関して予期していなかった情報を得られる場合もある。

3.1 結晶方位の影響

表面に歪みや欠陥が集中していない多結晶体の試料では、反射電子像(および二次電子像)に、各結晶粒の方位に依存したコントラストが現れる場合がある。これを電子チャネリングコントラスト(Electron Channeling Contrast: ECC)と呼んでいる。例として、図7に電解研磨したオーステナイト系ステンレス鋼板表面の反射電子像を示す。これらのコントラストは、電子線が各結晶粒の方位に応じて回折現象を起こし、それが反射電子の空間的な強度分布を変化させるために生じ

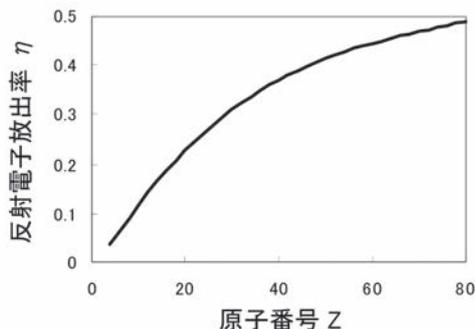
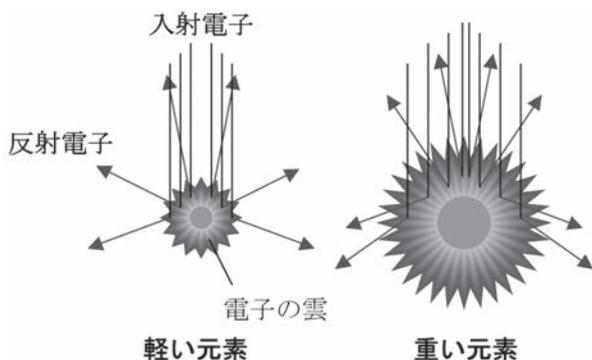


図5 反射電子放出効率の原子番号依存性⁵⁾

ている。これらのコントラストが、組成の違いではなく、各結晶粒の方位に依存して生じているものであることは、電子線の入射角度を変化させた時の急激な変化から確認できる。

3.2 エッジ効果

試料表面に存在する突起やエッジ部に照射された入射電子は、表面の極近傍に多量の二次電子を発生させるため、二次電子像ではエッジ部分が異常に明るく観察される事がある(図8)。この現象は“エッジ効果”と呼ばれており、多くの場合、像の立体感を高める効果をもたらすが、極端な場合にはエッジ部周辺の微細形状がこの明るさの中に隠されて見えなくなる。エッジ効果を抑制したい場合には入射電子の加速電圧を下げ、試料内での散乱領域を小さくするのが効果的である。

3.3 その他の効果

二次電子や反射電子の軌道は、試料表面の局所的な電場や磁場の影響を受けるため、強磁性体の磁区や強誘電体の電区がコントラストに現れる場合がある。また、試料表面に導電性の不良な部分が存在すると、そこが帯電(チャージアップ)して像障害が生じる場合もある。チャージアップの抑制策としては、金や白金-パラジウムなどの金属コーティングが一般的であるが、試料室の真空度を変えられる装置では、低真空にすることで、残留ガス分子と電子の衝突によってできるプラスイオンを利用して帯電を抑制できる。加速電圧を1kV程度まで下げても解像度とコントラストをある程度維持でき

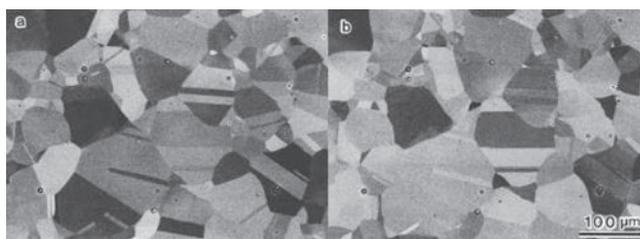


図7 反射電子像に認められるチャネリングコントラストの例(試料: オーステナイト系ステンレス鋼板; a,bは同一視野で、電子線の入射角が2°異なる)

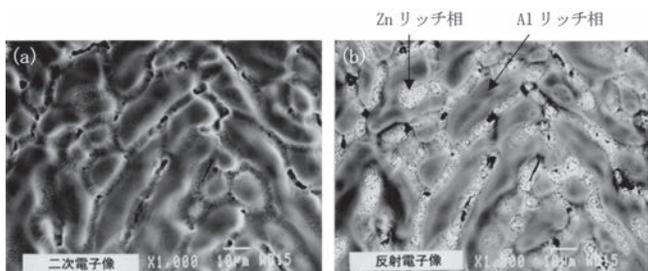


図6 55%Al-Znめっき鋼板表面の二次電子像(a)と反射電子像(b)⁵⁾

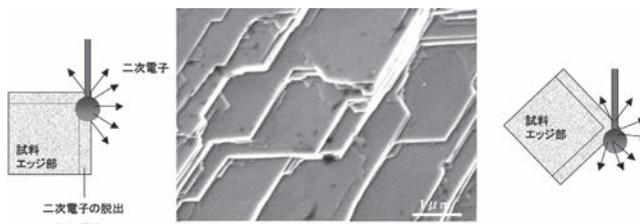


図8 二次電子像に認められるエッジ効果の例(試料: 電気亜鉛めっき鋼板)

るSEMの場合、二次電子の発生効率が1になる値（通常1～2kVの範囲にある）に設定して二次電子の放出量を入射電子の量とバランスさせる方法も有効である。

4 元素分析の原理

一般に、X線・粒子線（今の場合、電子線）を試料に照射すると、試料を構成する原子の内殻準位にいる電子がそのエネルギーの一部を吸収して原子の外に飛び出す。その結果、内殻準位には空孔が生じる。この状態は、内殻準位の電子が飛び出す前の状態（基底状態）に比べてエネルギーが高い不安定な状態（励起状態）のため、この空き準位を埋めようとして上の準位にいる電子がそこに遷移する（落ち込む）*3。この過程に伴って、これら二準位間のエネルギー差に対応するエネルギーが原子の中で余る。このエネルギーの一部はオージェ電子*4として、残りのエネルギーは特性X線と呼ばれるX線の形で原子から放出される。この様子を図9に示した。特性X線の波長やエネルギーは元素に固有なので、X線分光器を備えたSEMやEPMAでは、この特性X線を検出して元素分析を行っている*5。

4.1 2種類のX線分光器

試料から放出される特性X線の測定にはX線分光器が用いられる。X線分光器には、波長分散型X線分光器（Wavelength Dispersive X-ray Spectrometer : WDS or WDX）と呼ばれる“X線の波長を識別するタイプの分光器”と、エネルギー

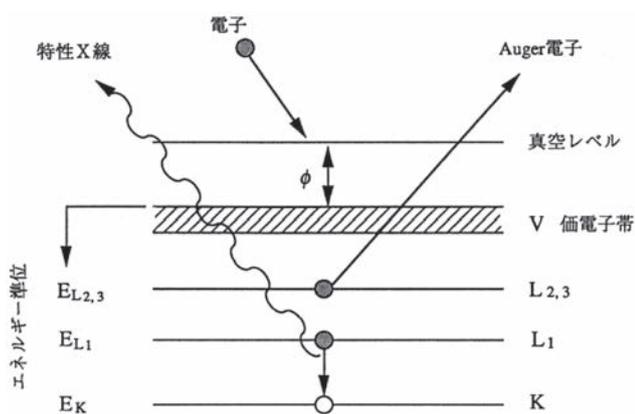


図9 特性X線およびオージェ電子の発生メカニズム

分散型X線分光器（Energy Dispersive X-ray Spectrometer : EDS or EDX）と呼ばれる“X線のエネルギーを識別するタイプの分光器”の2種類がある。WDSを備えた装置をEPMAと呼び、オプションとしてSEMに分析機能を加える場合にはEDSを装着するのが通例である*6。EPMAの中には、これらを同時に装備している機種もある（図10）。

4.2 EDSの原理

EDSの本体は、半導体結晶からなる一種の電離箱で構成されている（図11上段⁶⁾）。最近のEDSにはSDD（Silicon Drift Detector）と呼ばれるX線の検出効率に優れた半導体検出器も多用されているが、ここでは、原理的にわかりやすい、Liを拡散させて欠陥を補償したSi結晶（これをSi(Li)と表示する）からなるオーソドックスなEDSについて説明する。Si(Li)は、通常、液体窒素で冷却しながら使用される。

エネルギー粒子であるX線（X線光量子）がEDSに入射すると、光電効果によってSi(Li)中にX線のエネルギーに対応した運動エネルギーを持つ光電子が発生する。この光電子は、そのエネルギーに比例した数の電子-正孔対を発生させてSi(Li)中に吸収される。あらかじめSi(Li)結晶に直流電圧を印加しておけば、発生した電子と正孔は逆方向に移動して、電子-正孔対の数に比例した強さの電流パルスを生じる

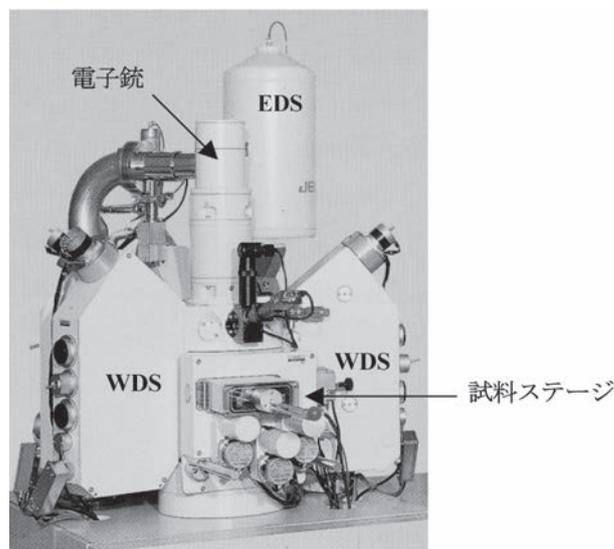


図10 EDSとWDSの外観（日本電子製JXA-8900）
（EPMAは3～5器のWDSを同時に搭載している場合が多い）

*3 おもちゃのダルマ落としをイメージするとわかりやすいかもしれない（内殻準位はダルマの各部分の高さ、そこを占める電子はダルマの各部分、入射プローブはその最下段を叩くハンマー…というような塩梅）。
*4 余ったエネルギーを吸収して原子から飛び出す同じ原子内の別の電子（11月号掲載予定の本入門講座参照）。発生メカニズムを明らかにしたフランス人研究者P.Augerの名前にちなむ。
*5 未知試料中に存在する元素種の特定を目的とする分析を、特に、定性分析と呼ぶ。
*6 EDSを装着したSEMを“分析SEM”やSEM-EDSと呼ぶことが多いが、入射プローブで励起された特性X線を検出して微小部を分析するというEPMAの基本概念から、これもEPMAと呼ぶことがある。

から、この電流パルス測定すれば、検出器に入射したX線のエネルギー、すなわち、元素の種類がわかる*7。入射したX線の強度 (X線光子の数) は、このようにして検出される電流パルスの数として測定される。

オーソドックスなEDSには、半導体結晶の汚染と劣化防止のため、X線の取り込み口に低エネルギーX線を吸収しやすいBe製の窓が設けられている。そのため、原子番号がNa

よりも大きい元素しか検出できないという課題があったが、近年、汎用的に用いられるようになった特殊な材料でできた薄い窓を備えたEDSや窓の無いタイプのEDSでは、原子番号がBよりも大きい元素を分析できるようになっている。

EDSで測定した定性分析スペクトルの例を図12aに示す。EDSでは“一本のピーク＝種類の特性X線”という単純な見方が成り立つため、分析結果の解釈は比較的容易である。

4.3 WDSの原理

WDSではX線の回折現象が利用されている (図11下段⁶⁾)。試料から発生した特性X線を面間隔のわかっている分光結晶に照射した状態で、この分光結晶を回転させていくと、特性X線の波長に応じたある特定の回転角で回折現象が起こる。この現象を利用して分光結晶の回転角と面間隔から特性X線の波長、すなわち、元素の種類を求めることができる。WDSでは原子番号がBeよりも大きい元素を分析できる。

WDSで測定した定性分析スペクトルの例を図12bに示す。この例からもわかるように、EPMAの定性分析では、複数の分光結晶に対応するスペクトルが重ね書き表示される。これは、一個の分光結晶でカバーできるX線の波長範囲に限りがあるため、複数の分光結晶を使って全元素の波長範囲を測定する必要があるからである。一つのWDS内で分光結晶を逐次交換して全波長範囲を測定するには長時間を要する。そのため、実際の測定では複数のWDSを同時に使用して測定時間の短縮化が図られている。WDSの一つの分光結晶からのスペクトルに注目すると、一種類の特性X線に対して高次の回折線が数本現れていることに気付く。このことからわかるように、WDSを使って定性分析する際は、EDSの時のよう

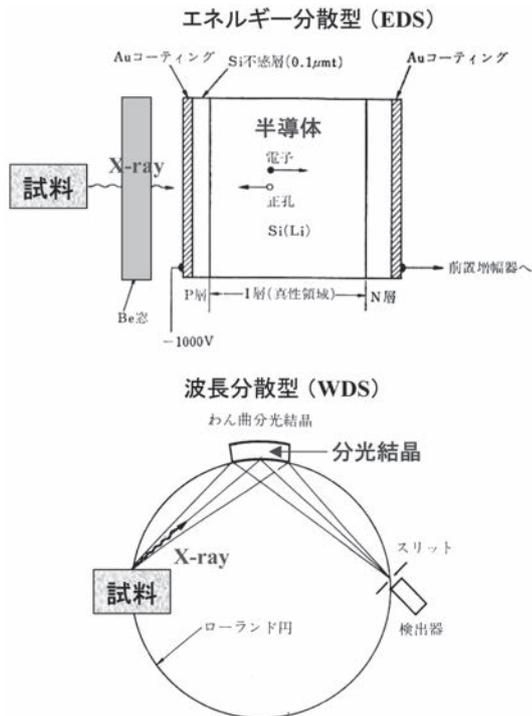


図11 エネルギー分散型X線分光器 (EDS) と波長分散型X線分光器 (WDS) の動作原理⁶⁾

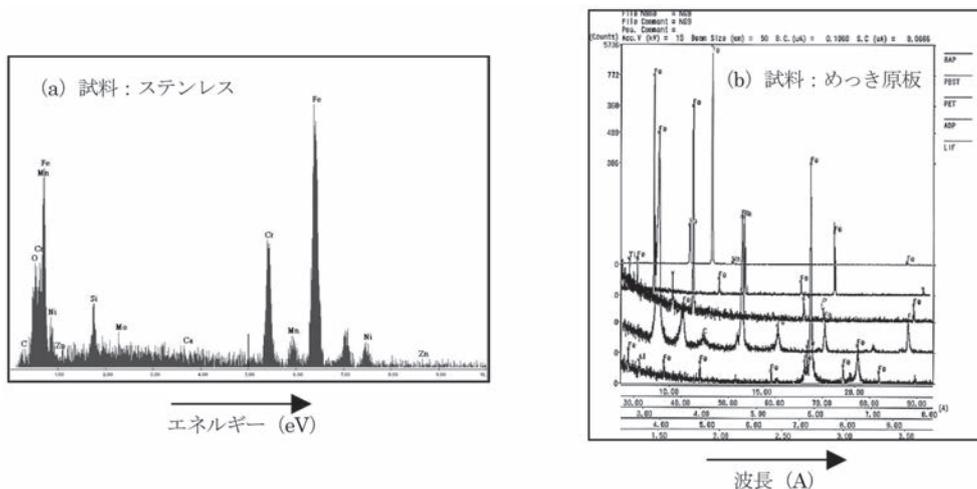


図12 EDSとWDSで測定した定性分析スペクトルの例：(a) EDS (b) WDS

*7 通常、X線光子が一粒毎、まばらに検出器に入射すると考えて良く、複数同時に入射した場合には数えないようにする工夫がなされている。

な“一本のピーク＝種類の特性X線”という単純な見方が成り立たない。このように、WDSで測定した定性分析スペクトルは煩雑であるため、測定結果を正しく解釈するにはある程度慣れが必要である。WDSにはこのようなデータ解釈の難しさに加え、測定上の制約も多い。一方、感度と元素の識別能力の点ではEDSよりも格段に優れている。

4.4 定量分析

SEM-EDSやEPMAでは、定性分析した未知試料の定量分析も可能である。定量分析では、未知試料と組成が既知の標準試料の特性X線強度をペアで測定するスタンダード定量法が基本である。スタンダード定量法では、測定元素毎の特性X線強度を標準試料と比較し、標準試料の濃度から比例配分で未知試料の“見かけ濃度”をまず求める。“見かけ”と表現したのは、試料内で起こる元素間でのX線の吸収や再放出の程度が組成によって異なるため、同一濃度でも測定される特性X線の強度が若干変化するという事情があるからである。見かけ濃度から真の濃度（定量値）を求める補正法には様々なものがあるが、①原子番号(Z)に依存した特性X線の発生効率、②試料による特性X線の吸収(Absorption)、③吸収で生じる蛍光励起(Fluorescence)の影響、の3つを逐次近似型の収束計算によって補正するZAF法(ZAF補正)などが基本になっている。

未知試料と組成的に類似した均一組成の標準試料を多数用意できる場合には、検量線法も用いられる。特に、1%を下回る微量元素（例えば、鉄鋼材料中の0.1%前後のC）の定量に関しては、ZAF法よりも検量線法の方が精度の高い結果を得られる。

4.5 線分析とマッピング（特性X線像）

電子線を試料面上で一次的に走査しながら、注目する元素の特性X線強度を測定すると、走査した直線上での注目元素の濃度分布を反映したプロファイルを得ることができる。このような分析方法を線分析と呼んでいる。線分析は一次的な濃度分布を知りたい場合に特に効果的であり、実験的な

スループットの点では次に述べる面分析よりも優れている。

電子線を試料面上で二次元的に走査しながら、注目する元素の特性X線強度を検出すると、注目元素の二次元的な濃度分布を反映した像が得られる。このような像を注目元素の特性X線像、このような分析方法をマッピング（あるいは面分析）と呼んでいる。

図13は、市販のブリキ（Snめっき鋼板）の表面をSEM-EDSでマッピングした例である。二次電子像と反射電子像から島部の平均原子番号が下地よりも大きい島状構造が形成されていることが同われ、面分析からこの島部がSn主体であることが明らかである。この例からわかるように、マッピングデータは直感的に理解しやすい。但し、線分析に較べて測定点数が桁外れに多いため、測定には時間がかかる事が多い。また、二次電子や反射電子に較べて発生量が圧倒的に少ない特性X線を検出信号にしており、試料の形状や検出器の配置などの幾何学的影響も受けやすい。そのため、バックグラウンドの強度の方が顕著な元素を測定対象にすると、検出器から見て影になるような形状を持った試料を不用意に測定すると、誤解を招くデータが得られることがあるが、これらに十分注意すれば、材料解析に大変有効な手段である。

EPMAでは、試料ステージの駆動をPCで制御しながら100mm角程度の大きな試料を多点分析したり、その中の広い領域をマッピングすることも可能である。また、事前に設定した条件で自動測定する機能もほぼ標準で備えており、長時間を要するマッピングを夜間や休日を利用して効率よく行えるように工夫されている。

5 より良い情報を得るための測定条件

5.1 加速電圧と分析領域の大きさ

入射電子線の加速電圧は、測定されるデータに様々な影響を及ぼす。特に注意しなければならないのは、加速電圧と分析領域の大きさおよび特性X線の発生効率の関係である。図14は入射電子線の散乱領域と各種信号の発生領域の関係を

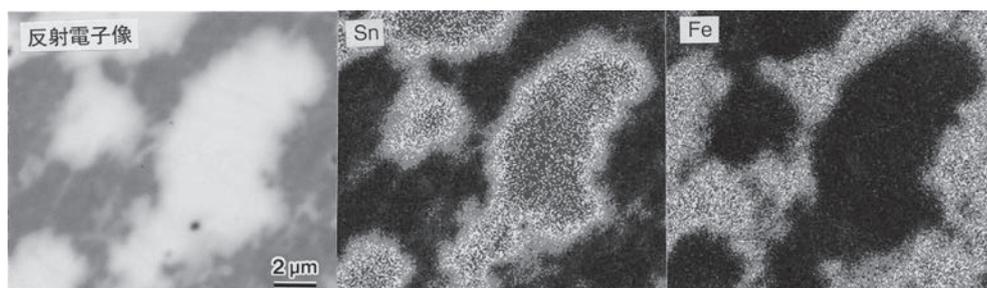


図13 ブリキ（Snめっき鋼板）表面の反射電子像ならびに特性X線像

示す模式図である。この図から特性X線の発生領域が入射電子線の試料内部での散乱領域にほぼ等しいと考えてよいことがわかる*8。図15は、15kVで加速された電子線がC、Al、CuおよびAuの表面に垂直入射した場合の入射電子の散乱挙動に関するシミュレーションの結果であるが、これから予想されるように、入射電子の試料内部での散乱領域は、加速電圧(即ち、入射電子の運動エネルギー)が高いほど、また、試料の平均原子番号が小さいほど大きくなる。

図16に示したノモグラム⁷⁾は、このような入射電子の散乱領域の大きさの目安を知るのに利用できる。例えば、このノモグラムから、通常よく使う15kV程度の加速電圧では、亜鉛に対する入射電子の散乱領域の大きさが1 μ m弱あることがわかる。このことを理解していれば、鋼板上に形成された膜厚が1 μ mに満たない電気亜鉛めっき層を15kVで元素分析する際に、Feの特性X線が検出されても、Fe-Zn合金めっき層が形成されている?といった誤った判断をしないで済む。また、試料上の僅かに離れた2点を分析することに意味があるかどうか、あるいは、分析位置から若干離れた位置の組成がスペクトルに影響を及ぼしうるのかどうかについても同様

にして判断できる。

加速電圧を下げていくと入射電子の散乱領域の大きさが小さくなって行くので、一見、どんな材料のどんなに小さな対象物からでも、それ単独の組成情報を引き出せるように思われるかもしれない。しかし、注目する元素から特性X線を放出させるためには、そうさせるのに必要な最低の加速電圧(臨界励起電圧)よりも高い加速電圧で分析しなければならないという制約があり、その下げ代にも自ずと限界がある*9。

5.2 加速電圧と二次電子像の空間分解能および情報深さ

空間分解能とは、顕微鏡像上で区別できる試料上の最も近接した2点間の距離のことであるが、SEMで観察できる各種画像、特に、二次電子像の分解能は加速電圧に大きく影響される。通常のSEMでは、加速電圧が高いほど電子線のビーム径を細くできる。そのため、二次電子が試料表面上の入射プローブの照射領域だけから生じるなら、加速電圧が高い方が分解能は上がることになる。しかし、前述の通り、加速電圧を上げていくと入射電子の試料内部での散乱領域が広がり、その影響を受けて入射プローブの照射領域以外の領域からも二次電子が発生するようになる。従って、SEMでは、加速電

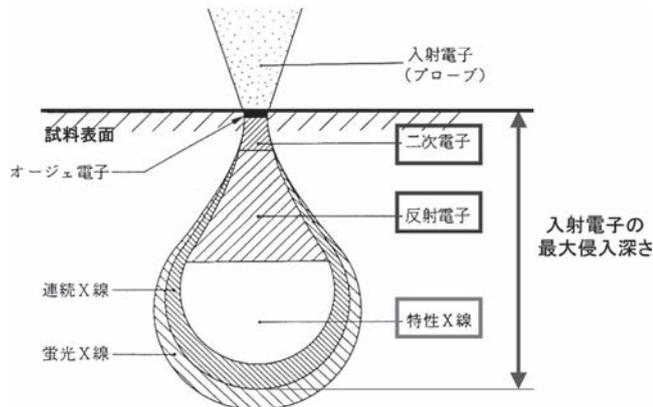


図14 入射電子の固体中での散乱領域と各信号の発生領域 [Goldsteinによる]

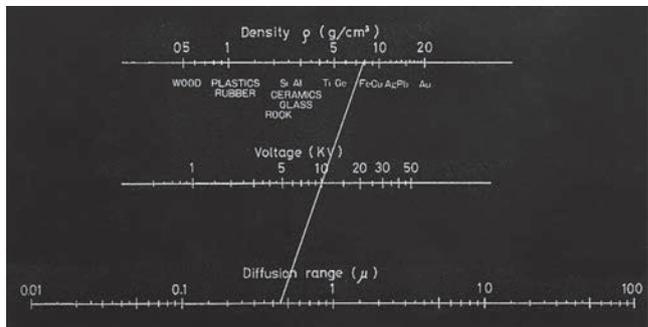


図16 入射電子の散乱領域の大きさを与えるノモグラム⁷⁾ (10kVで加速された電子が鉄に入射する場合を例示してある)



図15 15kVで加速した時のC,Al,Cu,Auに対する入射電子の侵入深さ (モンテカルロシミュレーション)

*8 注目する特性X線の臨界励起電圧(後述)を僅かに超える程度の加速電圧では、この限りでない。
 *9 通常、この臨界励起電圧の2~4倍の加速電圧でないと定量が可能な程度の量の特性X線を発生させることができない。

圧を上げ過ぎると分解能はむしろ悪くなる。このように、試料の種類毎に最も高分解能で観察できる加速電圧が存在する訳で、達成可能な分解能も使用する装置と試料の種類によって異なる*10。試料表面の微細組織をベストの条件で観察したいなら、その試料に最適な加速電圧を選ぶように心掛けることが重要である。

5.3 作動距離

“対物レンズの底面から試料表面までの距離”で定義される作動距離 (Working Distance : WD) は、各種画像の画質や元素分析の条件に大きく影響する。通常、対物レンズが電子ビームを細く絞る能力は、WDが短いほど高い。そのため、高分解能で表面を観察する場合には、二次電子の信号量を確保できる範囲でWDをなるべく短くする方が有利である。また、WDが短いほど、反射電子像の画質も向上する。これは、反射電子検出器が対物レンズの底面近くに配置されるため、反射電子の取り込み量が増えるからである。

一方、二次電子像の焦点深度を稼いでより立体的な像を得ようとする場合や、大きな角度で試料傾斜させたい場合には、WDが長い方が有利である。SEM-EDSでEDSを試料近くに配置して試料からの特性X線のカウント数を稼ぎ易くするためには、EDSのX線取り込み口が入る程度のWDを確保しなければならない。特に、EPMAでは、元素分析時にWDを一定にしなければならないという制約があるため、WDには殆ど自由度が無い。

5.4 ECPとEBSP

入射プローブを試料上の一点に固定した状態で、入射プローブの入射角だけを連続的に変えながら反射電子の放出量を測定すると、電子チャネリングパターン (Electron Channeling Pattern : ECP) と呼ばれる幾何学模様が得られる。これに対して、試料面上の一点に電子線を完全に固定した状態で、電子線照射位置から放出される反射電子の空間分布を蛍光板などの二次元検出器で測定すると、ECPに類似のEBSP (Electron Back-Scattering Pattern) もしくはEBSD (Electron Back-Scatter Diffraction) と呼ばれる幾何学模様が得られる。これらの幾何学模様は、いずれも、入射電子の回折現象に起因するもので、入射プローブ照射位置の結晶構造と方位によって変化するため、方位解析や相同定などに利用できる。特に、EBSPは、ECPよりも取り込める角度範囲が広く、短時間で測定できるため、多結晶体の自動方位解析での利用価値が高い*11。

5.5 SEMとEPMAの使い分け

単に表面形態を観察したいだけならSEMを使えばよい。元素分析も同時に行いたい場合の使い分けは、知りたい内容によって異なるが、SEM-EDSとEPMAを比較すると、前者は、短時間での定性的な組成分析と形態観察に適しており、後者は、定量精度と検出下限ならびに広領域でのマッピング機能に優れている。短時間で試料の概要を把握したい場合にはSEM-EDS、分析に重点を置きたい場合にはEPMA、ということになる。B、C、Nの分析が重要ならEPMAを使う方が無難である。EPMAではこれらの軽元素用に人工累積膜を用いた分光素子が開発され、感度向上が図られており、C、Nでは1%以下の定量も十分可能である。最近のEDSではこれら軽元素の分析も可能だが、Bの場合、濃度が10mass%以下だと実際には検出されない場合もある。分析対象物の大きさや電子線による試料へのダメージが問題になるなら、入射プローブの電流量が二桁程度少なくて済むSEM-EDSの方が好ましい。尚、元素分析時の入射プローブの径は、通常のSEM-EDSで数10nm程度、EPMAで1 μ m程度である。

参考文献

- 1) M.Knoll and E.Ruska : Z. Physik, 78 (1932) , 318.
- 2) C.W.Oatley : The Scanning Electron Microscope, Cambridge University Press, (1972)
- 3) R.Castaing : Ph. D. Dissertation, Univ. Paris, (1951)
- 4) 市ノ川竹男 : 走査電子顕微鏡の基礎と応用, 日本電子顕微鏡学会関東支部編, 共立出版, (1983) 5, 39.
- 5) 野呂寿人, 土谷康夫 : 新訂版・表面科学の基礎と応用, 日本表面科学会編, (2004) , 600.
- 6) 副島啓義 : 電子線マイクロアナリシス : 日刊工業新聞社, (1987) 64, 73.
- 7) 日本電子株式会社のEPMAカタログから引用。

参考図書

1. 走査電子顕微鏡, 日本電子顕微鏡学会関東支部編, 共立出版 (2000)
2. J.I.Goldstein et al. : Scanning Electron Microscopy and X-ray Microanalysis, Plenum Press, New York, (1981)
3. D.E.Newbury et al. : Advanced Scanning Electron Microscopy and X-ray Microanalysis, Plenum Press, New York, (1986)

(2013年3月7日受付)

*10 装置メーカーのカタログに記載された空間分解能は、メーカーが決めた標準試料を特定の加速電圧で測定した、その加速電圧で達成可能なプローブ径の目安と考えるべき値。

*11 7月号掲載予定の本入門講座参照。