ノート

SEM/EDS を用いた分析に関する研究

近　正道*　浦井　和彦*

Research on analysis using SEM/EDS

CHIKA Masamichi* and URAI Kazuhiko*

1. 緒　　言

当センターの走査型電子顕微鏡（SEM）は，エネルギー分散型 X 線分析装置（EDS）を搭載している。EDS は元素分析装置で，高倍率で観察した試料表面の特定箇所を，点または線，エリアなど指定した領域での元素分析が可能である。近年，不具合品の発生原因を追及するための不具合箇所の元素分析などに，EDS が利用されている。

EDSによる元素分析では,測定範囲において,試料中に含まれる元素含有量が少ないと，元素が検出できないことや，検出元素によっては，検出スペクトルがオーバーラップすることがあるので，試料の形状，試料への導電処理（Au コーティングなど），SEM の加速電圧，作動距離，スポットサイズなどが分析結果に影響を与える可能性がある。

そこで,SEM/EDS における観察条件が分析結果に及ぼす影響を把握するため，分析標準試料および SEM 用試料台で，各種観察条件の下で分析を行ったので報告する。

2. 実　　験

2.1 分析装置

分析に使用した装置を表1に示す。

表 1　分析装置

SEM	日本電子（株）製	JSM-6510LV
EDS	日本電子（株）製	JED-2300

2.2 供 試 材

供試材は，電子プローブマイクロアナライザ用の分析標準試料である硫化鉄（FeS_2）とSEM用試料台（真鍮製，寸法：φ10×20mm）の2種類を用いた。元素分析を行う試料は，非導電性材料が部分的に含まれることがあるため，SEM用試料台には，分析前に導電処理（Auコーティング）を施した。Auコーティングは，日本電子（株）製オートファインコータJFC-1600を用い，ターゲット間距離を25mm，電流は30mA，コーティング時間は30秒で行った。

表2に硫化鉄（FeS_2）の元素成分を示す。

また，表3に波長分散型蛍光X線分析装置（リガク製ZSX PrimusII）で測定した真鍮製試料台の元素成分を示す。この時の測定面の大きさはφ10mmである。

表 2　硫化鉄（FeS_2）の元素成分

元素	質量(%)
S	53.45
Fe	46.55

表 3　真鍮製 SEM 用試料台の元素成分

元素	質量(%)
Cu	59.0
Zn	36.4
Pb	2.2
Au	1.7
Ag	0.1
Al	0.1
Si	0.1
Fe	0.1
Ni	0.1

*　上越技術支援センター

3. 実験結果

3.1 加速電圧の影響

EDS分析時のスポットサイズは，CPSカウンター数が10000以上になるように，調整が必要である。適正なスポットサイズは，加速電圧によって変化する。そこで，2種類の供試材を用いて，加速電圧の影響について調査した。

3.1.1 分析標準試料 硫化鉄（FeS_2）

分析標準試料の硫化鉄（FeS_2）を用いて，加速電圧を変えた時の適正なスポットサイズについて調査した。調査した結果を図1に示す。図1に示したように，加速電圧を上げると，CPSカウント数が増えるため，適正なスポットサイズは小さくなる結果となった。

各加速電圧で適正なスポットサイズで元素分析を行った結果を表4に示す。作動距離は10mmとし，観察倍率は500倍とした。表4に示したようにPbが検出されたが，Pbの特性X線であるMα線がSの特性X線であるKα線とオーバーラップするためと考えられる。

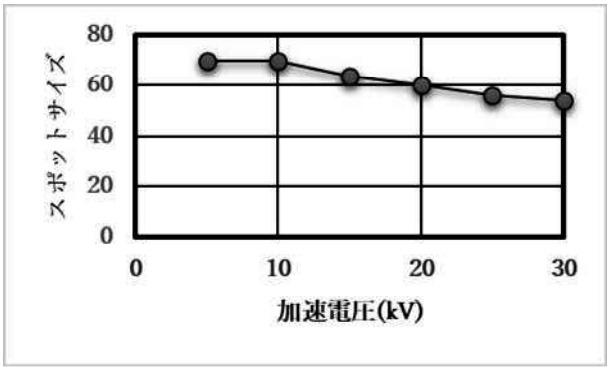

図1 加速電圧と適正なスポットサイズの関係

表4 硫化鉄（FeS_2）の分析結果

電圧 (kV)	元素（質量%）			
	C	S	Fe	Pb
5	0	100	0	0
10	4.53	38.08	40.28	17.10
15	0	45.93	44.30	9.76
20	0	44.73	41.58	13.69
25	0	44.13	44.24	11.63
30	0	43.72	45.93	10.36

3.1.2 真鍮製SEM用試料台

真鍮製SEM用試料台を用いて，加速電圧を5kV毎に変えて，同じ箇所を各10回繰り返し元素分析を行った。分析結果を表5に示す。観察倍率は500倍，スポットサイズは63とした。表5に示したように，加速電圧が高くなるにつれ，コーティング元素のAuの割合が減少している。加速電圧が高くなると，入射電子の拡散領域が大きくなるためである。加速電圧を高くすると，本来試料に含まれる元素CuとZnの検出割合が増え，標準偏差も小さくなる結果となった。

なお，加速電圧5kVと10kVでは，Nbが検出されたが，Nbの特性X線であるLα線とAuの特性X線であるMα線がオーバーラップするためと考えられる。

3.2 作動距離（WD）の影響

本調査で使用する装置において，SEM 対物レンズ下面と試料の距離を表す作動距離は，EDS 検出器と試料，対物レンズの位置関係から 10mm と推奨されている。しかし，分析を行う試料は，凹凸がある面で作動距離を 10mm に設定することが困難な場合がある。そこで，作動距離を変えた時の CPS カウンター数について調査した。

表5 真鍮製 SEM 用試料台の分析結果

元素	項目	加速電圧(kV)			
		5	10	15	20
Cu	平均	-	34.45	49.79	51.05
	標準偏差	-	0.56	0.50	0.37
Zn	平均	-	-	27.61	29.59
	標準偏差	-	-	0.46	0.23
Au	平均	91.02	51.63	15.07	10.81
	標準偏差	2.47	1.82	0.17	0.18
C	平均	4.87	8.15	6.36	7.71
	標準偏差	0.17	0.33	0.15	0.32
O	平均	1.77	2.54	1.18	0.84
	標準偏差	0.19	0.18	0.07	0.30
Nb	平均	2.34	2.94	-	-
	標準偏差	2.28	1.71	-	-
Al	平均	-	0.29	-	-
	標準偏差	-	0.31	-	-

調査した結果を表 6 に示す。作動距離を正しい設定（10mm）から近づけると CPS カウンター数は減少することがわかる。

また，作動距離を正しい設定から離していくと，1mm 以上離したところから，作動距離を離すに従ってCPSカウンター数は減少していく傾向となった。

作動距離が元素分析に及ぼす影響を調査するため，作動距離を変えて分析標準試料の硫化鉄（FeS_2）の元素分析を行った。加速電圧は 20kV，スポットサイズは60，観察倍率は500倍とした。分析した結果を表 7 に示す。作動距離を正しい設定（10mm）から離しても分析結果は大きく変化しない結果となった。しかし，実際に凹凸がある試料を元素分析する場合，分析しない他部位からの X 線を拾う可能性があるため，注意が必要と考える。

表 6　作動距離と CPS カウンター数

作動距離（mm）	CPS カウンター数
9（-1）	5585
10（±0）	9627
11（+1）	9839
12（+2）	9717
13（+3）	9587
14（+4）	7241
15（+5）	6915

表 7　作動距離変更時の硫化鉄の分析結果

作動距離（mm）	検出元素　単位：質量%		
	C	S	Fe
9（-1）	12.42	50.49	37.10
10（±0）	0	58.11	41.99
11（+1）	0	58.30	41.70
12（+2）	0	58.90	41.10
13（+3）	0	58.18	41.82
14（+4）	0	58.98	41.02
15（+5）	0	58.84	41.16

4. 結　　言

(1) SEM/EDS の分析において，加速電圧や作動距離，導電処理（Au コーティング）が，分析結果に影響を及ぼすことが分かった。

(2) 分析時，5～10kVの低加速電圧下での分析では，試料表面の情報しか得られない。従って，オーバーラップが少なく,分析結果のバラツキも少ない20kVの加速電圧が望ましい。

(3) 試料と対物レンズ下面の作動距離が正しい設定（10mm）より近くなるとCPSカウンター数が減少したが，正しい設定より3mm以内の離れた範囲であれば，正しい設定時と同程度のCPSカウンター数が得られた。従って，凹凸のある試料でも，試料の最高点とSEM対物レンズ下面の距離を10mmに合わせることで，試料の最高点より若干低い箇所の分析にも有効である。