

第 15 回電子顕微鏡解析技術フォーラム
—会議録—

1. 1. 日時: 1998 年 8 月 28 日 (金) ~29 日 (土)
2. 場所: 厚生年金ハートピア熱海
3. 参加者: 37 名 (参加者名簿参照)
4. 配布資料:
 - 1) 第 15 回電子顕微鏡解析技術フォーラム講演要旨集
 - 2) ウルトラマイクロトームの切削用ナイフに関するアンケート
5. 第 15 回電顕解析技術フォーラムの特徴

「電子顕微鏡象をより容易に正しく解釈するために Part. 4」のテーマで SEM, EDS に関して講演が行われた。SEM では像解釈を行う上で必要な 2 次電子および反射電子の知識について解説が行われた。一方、EDS については、定性および定量分析を行うために知っておくべきハード上の基礎知識について解説が行われた。さらに、先端材料として着目されているアモルファス材料の解析を電子顕微鏡で行うための解析手法について講演が行われた。

一般講演である解析事例の報告では触媒、高分子、半導体と 7 件の発表があった。また、先端材料解析研究部会のワーキンググループの活動であるウルトラマイクロトームラウンドロビンテストの報告が行われた。ざっくばらんトークでは、先端材料の解析で技術者や研究者が日頃抱えている問題について活発な討議が深夜まで行われた。

6. 基礎講座内容

わかっているようで、実は正確に知らない SEM 像の解釈 永田 文男 (日立計測エンジニアリング)

2 次電子および反射電子の発生のメカニズムとその効率について講義が行なわれた。2 次電子の加速電圧による発生効率の変化や、入射角依存性などについて、また、反射電子の加速電圧依存性や原子番号依存性について解説が行われた。これらの知識に加え、SEM 装置内での検出器の位置など考慮して像解釈することが必要である。講演では、特にシュノーケル形対物レンズの Upper 検出器と Lower 検出器の像解釈について詳細に説明が行われた。

紹介された本: L. Reimer Scanning Electron Microscopy, Springer-Verlag (1985).

EDX (EDS) を使うための基礎知識 村瀬 潤 (堀場製作所)

電子線励起で発生する特性 X 線を分析する EDS は、電子顕微鏡観察下で特定の領域を元素分析できる有用な装置である。EDS を使用する上で、知っておくべきハード上の基礎知識についての講義が行われた。検出器の原理とその構成について、そして、エネルギー分解能などについて解説が行われた。また、定量分析におけるカーブフィッティング、微量元素の存在を確定するために誤差の考え方や誤差要因などについて説明がなされた。

非晶質とは何か、電子顕微鏡で非晶質を解析する方法 弘津 禎彦 (大阪大学)

アモルファス合金をはじめ、様々なアモルファス材料の工業的研究が着目されている。電子顕微鏡による非晶質の構造解析は、X線による解析に比べ局所の領域を解析することができ、また、構造像が観察できるなど大きなメリットがある。アモルファス構造を解析するための短範囲や中範囲の構造規則性について解説が行われた。そして、構造解析手法として画像解析、Selected-Defocus 法、ナノビーム解析、ハローパターン解析について、具体的な解析例を含めた講演が行われた。具体的な解析を考えたとき、Selected-Defocus 法でアモルファス中に短範囲や中範囲の構造規則性があるかを最初に確認することが必要である。第2段階としてはその構造モデルを構築することになるが、中範囲構造規則モデル設定はかなり難しい。そして、構造モデルの構造像シミュレーションを行なうなどして解析が行なえる。

7. 一般講演内容

電子顕微鏡による固体触媒の物性評価 澤部 寿宏 (日本石油)

固体触媒研究において、担持触媒の調整条件の検討、活性低下原因解析、再生処理条件の検討などの電子顕微鏡観察の意義について紹介が行われた。応用例として、超微粒アルミナ、合成ゼオライト、Pt/Al₂O₃系の触媒の観察例が報告された。また、オスミウムプラズマコーターによるレプリカ観察についても紹介が行われた。

最近の触媒技術と TEM 観察 徳丸 正一 (東ソー)

新規な触媒の調整法として研究が行われている噴霧熱分解法の方法について紹介が行われた。この手法で作製した触媒は2次粒子が0.5~5 μ mであるが、1次粒子の確認が難しい。そこで、ウルトラマイクロトームによって試料作製を行い観察した結果が報告された。また、メソポーラス VPO 化合物の観察例やシリカ担持パラジウム触媒の内部構造の解析結果についても報告がなされた。

ブレンドポリマーの電子顕微鏡観察 森谷 久雄 (帝人)

PET/Nylon6 のブレンドポリマーの観察を試料作製方法と観察技法を変え観察した結果が紹介された。凍結切断法-SEM像、超薄切片法-STEM像、超薄切片法-TEM像、面だし法-反射電子像、ケミカルエッチング SEM像などが報告された。結果として球状のNylon相を島とする相分離構造が確認された。また、Nylon相中にも微小な球状PETが存在することがわかった。

電子顕微鏡によるコア/シェル型エマルジョン観察 倉光 憲明 (エム・シー・リサーチセンター)

T_gが異なるスチレン-アクリル酸エステルを2段重合させ作製したコア (T_g70°C) /シェル型 (T_g-50°C) のエマルジョン (粒径は約150nm程度) の構造解析について紹介が行われた。TEM、SEMによる観察の結果、T_gが低い成分が多い粒子では、表面に微細なコブ状の形態がある粒子が存在する。ウルトラマイクロトームによる内部構造観察、凍結切断による観察例についても紹介が行われた。現状ではコア/シェル構造の確認はできていない。

FIB 加工による TEM 試料のダメージ層 加藤 直子 (アイテス)

FIB による試料作製において、試料を薄膜化した際のガリウムイオンによるダメージ層は TEM 観察時に問題となる。Si の場合、通常の方法では 20nm 程度のダメージ層が形成されてしまうため、この改善を検討した。補助ガスにヨウ素ガスを用いた場合では 19nm のダメージ層が、また、仕上げとしてアルゴンイオンミリングを実施した場合には 12nm のダメージ層が存在する。硝酸とフッ酸を用いたウェットエッチングを行うことにより、良好な試料を作製することができた。

Al 陽極酸化皮膜の TEM による解析 西脇 哲津夫 (三菱化学)

TFT-LCD のゲート配線に利用されている Al 陽極酸化皮膜の膜厚を解析するために、ウルトラミクロトームによる試料作製とイオンミリングによる試料作製法の比較が行われた。皮膜層の膜厚はウルトラミクロトームによる試料作製でも評価できるが、Al 層に湾曲等高線が観察されてしまう欠点がある。一方、イオンミリングによる試料作製では研磨条件が難しく、これを改善するためにウルトラミクロトームを併用した方法が紹介された。

Sn 不純物を銅電析皮膜の TEM 観察 半澤 規子 (三井金属工業)

プリント配線基板に用いられる電解銅箔 (銅電析皮膜) の生産では、銅電線を原料として用いるリサイクルが行われている。このとき、不純物元素である Sn は表面形態や機械特性に影響を及ぼすことがわかってきている。モデルとして Sn 量の異なる銅電析皮膜を解析し、皮膜中に Sn が粒子と存在していることが確認された。格子像のフーリエ変換による画像処理から求めた回折スポットからルチル型の SnO₂ であることがわかった。

8. ウルトラミクロトームラウンドロビンテスト報告

ウルトラミクロトーム技法の工業材料への利用 朝倉 健太郎 (東大)

電解研磨やイオンミリングなどの技法では観察用試料の作製が困難である材料を、ウルトラミクロトームで薄切する方法がとられている。この技法の標準化を図るワーキンググループの報告が行われた。切削のメカニズムについての解説と第 1 回共通試料の観察報告が行われた。第 1 回の観察試料はアルミニウム箔、LCP/PET ブレンド材、光磁気ディスクなどである。詳細な報告は下記の報告書に記載されている。

朝倉健太郎 他：電子顕微鏡 32 (1997) 52.

材料系のウルトラミクロトームの利用を考える (II) 佐藤 克行 (日本石油)

第 2 回ラウンドロビンテストの共通試料の観察結果が報告された。試料は蒸着多層膜 (Au/Al/Cu/PET)、市販カラーフィルムである。可視光硬化樹脂は試料の膨潤を防ぐのに効果的であり、また、クライオウルトラミクロトームによる切削がカラーフィルムでは必須となる。現在、Cu 微粒子、金箔、Sn/Cu ワイヤ、Ti ワイヤなどについての研究が進められている。

9. ざっくばらんトークおよび Q&A コーナー

参加者が現在抱えている問題を参加者で討議する場であり、今回は、EDS 分析と SEM についてのテーマが多かった。EDS では特に定量分析における K-factor の決定方法について議論が行われた。また、SEM ではチャージアップによるコントラストの変化や測長精度についての討論が行われた。その他、装置選定、装置メンテナンスなど話題についても討論が行われた。

懇親会にて

日産アークの松浦氏からの情報：日産アークでの分析設備投資はリースでなく買い取りで行なっている。日産からの分析が主だが、他社からの依頼も多い（延べ 800 社）。装置によっては稼働率を上げるために 3 交替制を実施している。分析費用と TRC に比べ基本料金は安い、解析で費用をもらうようにしている。故障解析などでは、その問題点を指摘するようにしている。人員構成は 80 名で、70 名が実際の分析業務に携わっている。総合的なレポートを書ける人員は 10 名程度である。

(文責 平坂)