

新型ショットキー FE-SEM SU5000

New Schottky FE-SEM, SU5000

立花繁明*1

1. はじめに

走査電子顕微鏡 (SEM) は様々な分野で観察・分析に使用されている。中でも電界放出形電子銃を備えたタイプ (以下 FE-SEM) は熱電子放出形電子銃タイプに比較して高分解能が得られることで、近年の観察対象物の微細化によりユーザーの裾野が広がっている。また、試料から発生するさまざまな信号の検出技術が進歩し、FE-SEM は形状観察にとどまらない表面解析ツールとして認識されつつある。しかしそれと同時に、目的の情報を得るためにユーザーに要求される知識と操作技術も高くなってきており、必ずしも性能・機能に応じた有効な運用がすべてのユーザーレベルにおいてなされているとは限らない。

性能を引き出せないケースとしては、光軸調整や非点補正などのオペレーションが不十分な場合と、取得したい情報に対して加速電圧などの SEM 条件が適切でない場合とが考えられる。

つまり装置側で上記二つの問題を解決できていればユーザーはいつもベスト条件で観察に専念できることになる。

日立ハイテクノロジーズでは従来の SEM の使用法に加えて、上記の二つの問題を解決するための新たなユーザーインターフェースを開発した。このユーザーインターフェースは「新しいユーザビリティ」へユーザーを導くことを目的とし、ウィザード形式での操作ガイドを備えていることから "EM Wizard" と名づけられている。この EM Wizard を搭載した FE-SEM が、2014 年 8 月に発売開始したショットキー FE-SEM SU5000 である (図 1)。



図1 SU5000 装置外観

2. 新インターフェース：EM Wizard

EM Wizard において、ユーザーは加速電圧や WD、検出器などの装置パラメータを設定するのではなく、「表面情報強調」や「材料分布強調」などの強調したい試料情報（観察目的）を目的画面で選択する（*2）。画面内では各観察目的に対して試料がどう見えるかの仮想像と、取得される像情報（分解能、表面情報、組成）のバランスがレーダーチャートで表示される。ユーザーはこれらの情報から SEM 像の特性を視覚的に理解して目的を選択できる（図 2）。

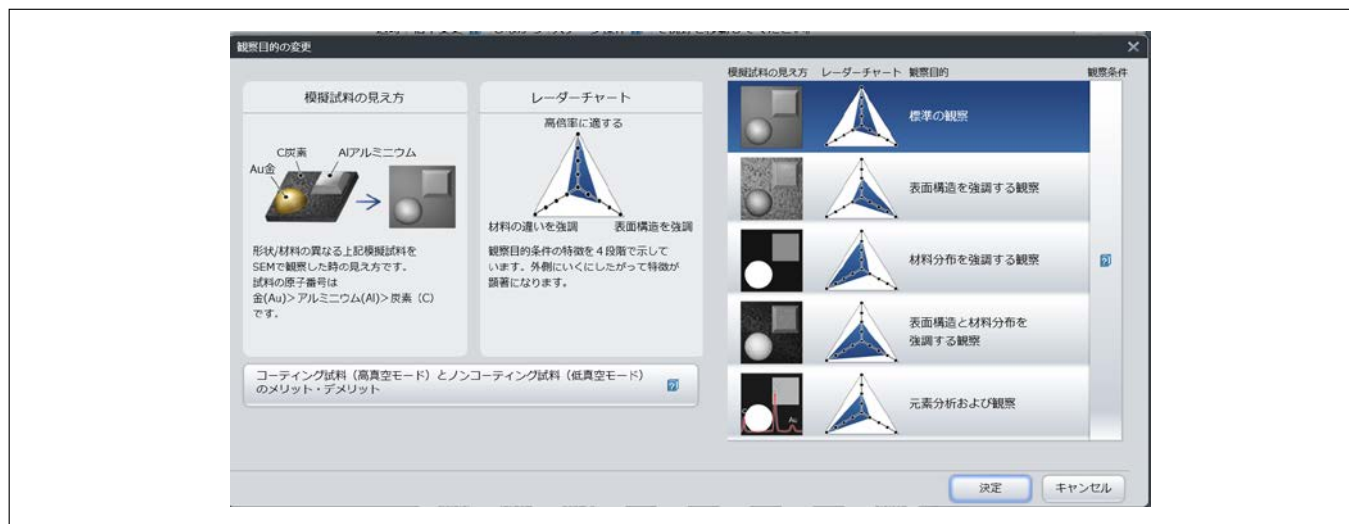


図2 EM Wizard, 目的選択画面。

“観察目的”が選択されると、関連する装置パラメータ（加速電圧や WD、検出器など）と適正な値に調整された光軸条件、非点補正が自動的に設定される。ユーザーはフォーカスと輝度 / コントラストの調整のみで分解能を維持した目的の像を簡単に取得できる。

この機能の実現には、アプリケーションの蓄積に加え、測長 SEM で開発された高精度自動化技術が背景にある。測長 SEM においては高い測長再現性が要求されるため、光軸調整などは高度に自動化されているが、EM Wizard ではこの自動化技術を適用して高精度な調整状態を常に維持できるようにした。光軸、非点補正値はレンズ状態の経時的な変化のため、一度装置に記憶させてもその状態を長期的に維持することは不可能である。EM Wizard はレンズ状態の経時的な変化に応じて最適条件を自動的に回復させる Auto Calibration 機能を備えており（*3）、再調整に熟練を要することはない。これにより、ユーザーはフォーカスのあった像を簡単に得られると共に、高い再現性とスループットでデータを取得することができる。

図 3 は Auto Calibration 実行後、光軸調整を行わずに倍率 20 万倍で触媒を観察した事例である。煩雑な調整を省いた操作で数 nm の金属微粒子が識別できている。

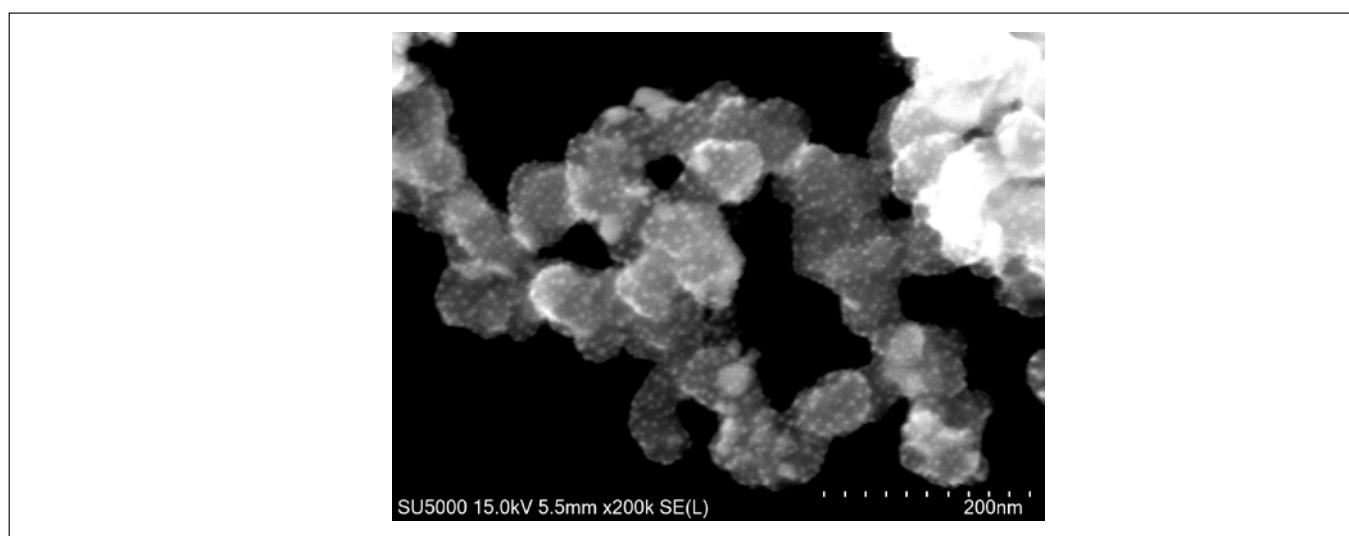


図3 触媒の観察事例。倍率：20万倍

3. 低エネルギー観察

SU5000 は上記に見られる自動化によるユーザーアシストの他にも、現在要求されているさまざまな測定に対応する光学系 / 検出系を備えている。

エミッターはショットキータイプを採用し、1 kV で 2.0 nm の空間分解能 (*4) と大照射電流 (200 nA) を両立している。

図 4 はリチウムイオン電池の正極材を 0.3 kV の照射電圧で観察した事例である。

正極材は活物質、導電材、バインダーなどからなるが、材料評価の上では各材料の局在が観察できることが重要である。しかしバインダー材料が電子線照射に弱いこともあり、必要なだけ低いエネルギーでの観察が要求される。

図 4 の左は鏡筒内に装着された二次電子検出器による像で、右は鏡筒直下に配置した反射電子検出器による像である。二次電子像ではバインダーの部分が暗いコントラストで表れており、また反射電子像では各材料の立体的な分布が把握できる像が得られている。複数の信号で形状と組成分布を評価した事例である。

二次電子像でよりコントラストが明瞭になる理由は入射電子が極低エネルギーの時の、各材料の二次電子発生効率や材料ごとの帯電の違いに起因すると推測している。

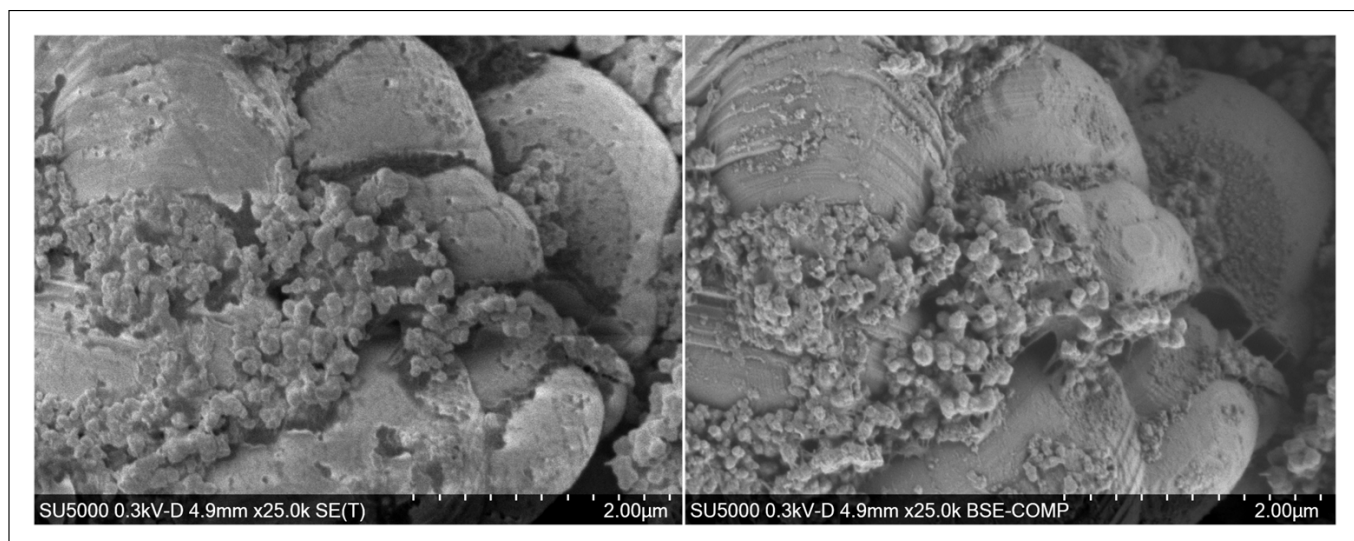


図4 リチウムイオン電池正極材の観察事例。左：二次電子像，右：反射電子像。倍率25,000倍

4. おわりに

FE-SEM のユーザー層増大に伴い、ユーザーのレベルに関わらず「高分解能」と「適切なコントラスト」を「再現性高く」提供できる、EM Wizard のようなインターフェースは重要性を増していくはずである。

ハード / ソフト共に、ユーザーレベルおよび使用目的の拡張性を念頭において開発された SU5000 は、材料評価やバイオメディカルなど多くの分野での活用が期待される。

(*2) 特許第5416319号

(*3) 特許第5464534号

(*4) リターディングモード (オプション) 適用時

参考文献

佐藤貢, 「SEM高性能化の歩み」, 高分子, 9月号 (2014)

著者所属

*1立花繁明

(株)日立ハイテクノロジーズ マーケティング部