

# SEI TOPO COMP と OMI

工学部技術部第一技術系

中村昇二

Shoji NAKAMURA (Department of Technique)

EPMA has each application for the image acquisition. TOPO is the image information that it isn't usually used very much by a user side even in the inside. But, it is understood that there are characteristics which are excellent when theory about TOPO is studied. So, it is introduced in detail about the occurrence of the figure and the acquisition principle by this report. Moreover, they are compared with the general optical microscope figure, and the characteristics of each figure and difference are verified.

Key words: epma, topo, comp, omi, microscope

## 1 はじめに

本大学地域共同研究センターに設置されている電子プローブマイクロアナライザー (electron probe micro analyzer:以下 EPMA という) には, イメージ取得用の各アプリケーションが装備されている. その一つ, 反射電子凹凸(back scatter electron topography image:以下 TOPO という)像と言われる画像は, ユーザー側から通常あまり利用されることのない画像情報である. しかし, TOPO 像に関しての発生理論・検出方法を抑え精査することにより, 他に無い優れた特徴をもち合わせていることが分かる. また, 同時に得られる画像情報として, 二次電子 (secondary electron image:以下 SEI という) 像・反射電子組成(composition image:以下 COMP という)像の発生理論・検出方法を同様に抑えることにより各像の相関がより明白になる. これら理論等をおろそかにしてアプリケーション像から創造される各像の理解を誤ると, 取り返しのつかない結果をもたらすことはここに記するまでもない. そこで, 本報では各像の発生および取得原理について精査すると同時に適正な加速電圧・電流値を紹介する. また, それらを一般的な光学顕微鏡 (optical microscope:以下 OM という) 像と比較をおこない, 各像の特徴と差異を検証し, 今後のユーザーへのアプリケーション像の利用に何かしらのヒントを得ようとする.

## 2 装置の構成と原理

### 2-1 EPMA 本体

EPMA とは, 細く絞った電子線束を試料に照射し, 試料表面近傍の数 nm 程の領域から発生する特性 X 線の種類とそれらの強度を測定することによって定性・定量分析等を行う大型機器である. 電子ビームまたは試料を連続的に移動させての線分析や, 電子ビームを試料上の一定領域について掃引させておこなう面分析ができる. また, 試料から放射される反射電子や二次電子の信号を用いると反射電子像や二次電子像がえられ, 二次電子像のうちの表面凹凸情報だけを収集することにより, 走査型電子顕微鏡的な利用も可能である. 三重大学地域共同研究センターに設置されている日本電子(株)製・EPMA8900R の全景を図 1 に示す.



Fig.1 EPMA (JEOL 8900R)

### 2-2 反射電子および二次電子の発生

入射電子が原子と衝突散乱を繰り返す試料内領域からは、原子の殻内電子を殻外に飛び出させて2次電子が生じる。また、入射電子が散乱を受け進路を大きく変えてその一部が反射電子として発生する。しかし、2次電子のほとんどが2~5eVのエネルギーしかないために、試料表面からごく近い部分(10nm以下)で発生したものが2次電子として放出される。一方、反射電子は50eV以上のエネルギーを持っているため、数 $\mu\text{m}$ の深さからでも放出される。走査型電子顕微鏡はこれらの放出された電子を信号としてとらえ、2次電子像および反射電子像を形成させる。図2に電子線照射時に試料から出される各情報を示す。

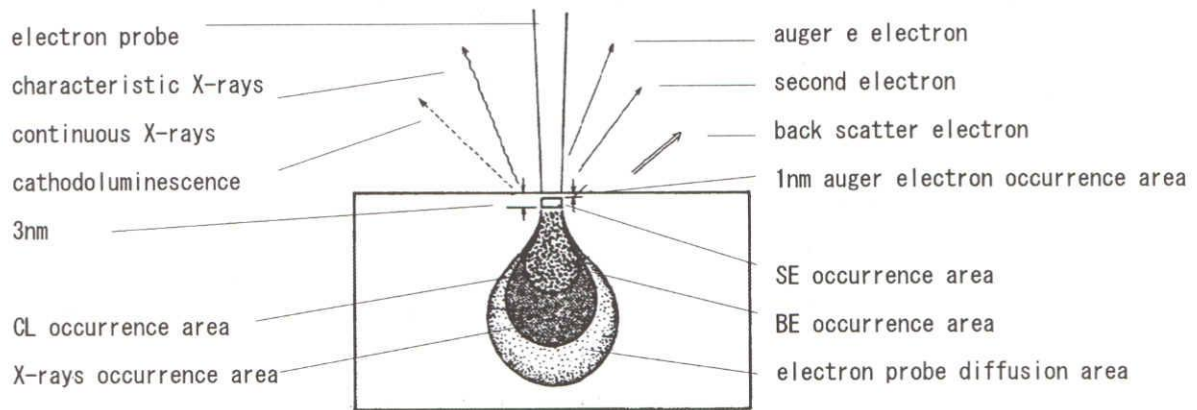


Fig.2 Information from the sample due to the electron probe irradiation

### 2-3 電子検出器と結像

二次電子検出器は、シンチレータ(蛍光体)と光電子増倍管(PhotoMultiplier Tube:PMT)を組み合わせたもので、試料から発生した二次電子はエネルギーが低いためシンチレータの表面に印加した10000Vの高圧で加速され光に変換される。この光は、ライトパイプを通して光電子増倍管で電流として増幅され電流信号として取り出される。電子線を試料上で走査することにより二次電子像が観察できる。また、二次電子は試料形状の凹凸により放出量が異なるため、これをコントラストとしてブラウン管に表示する。図3に二次電子検出器の構造を示す。

一方、反射電子検出器は半導体検出器などが使われる。試料の真上に位置しており、反射電子情報は原子番号組成や結晶性に依存するコントラストも含むため、これらの情報と凹凸に依存す

る情報を分離して観察する必要がある。従って、ペアの半導体反射電子検出器を用いることにより、試料からの反射電子の情報を組成像と凹凸像を分離可能になる。図4に反射電子検出器と、図5に組成像と凹凸像の結像原理を示す。

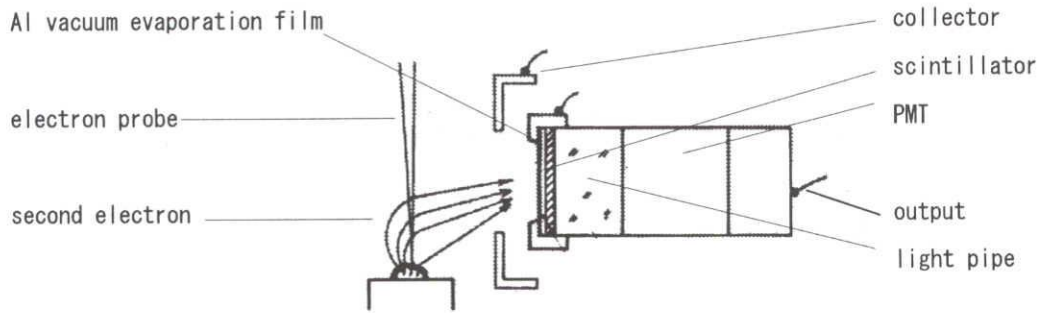


Fig. 3 Second electron detector

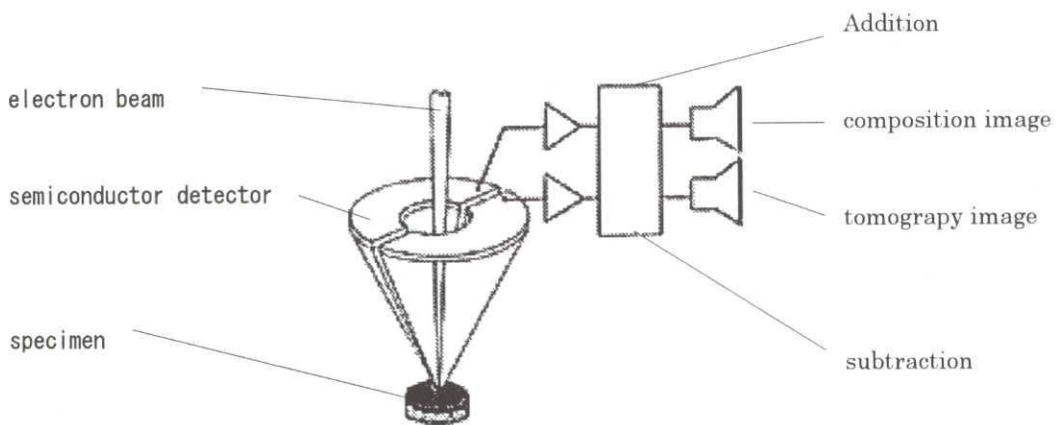


Fig. 4 Back scatter electron detector

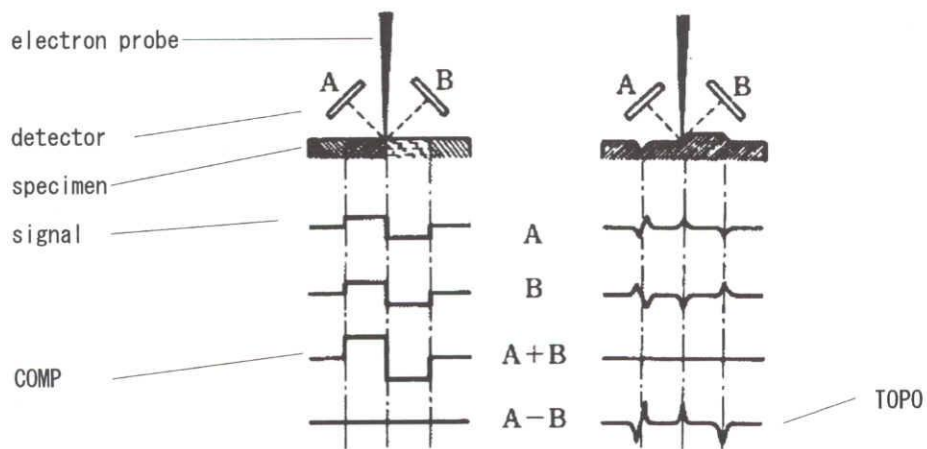


Fig. 5 Image formation principle of TOPO and COMP

### 3 各種像の観察

#### 3-1 供試体

表面形状が試料作成時において自然にある程度の凹凸があり、目印作成時に任意に軽い力でけがくことのできる素材であること、かつ組成像を観る観点から合金であることを考慮して市販の高温ハンダを用いた。本 EPMA での半定量分析から求めた成分組成は 10Sn/Pb である。

#### 3-2 電子線像と光学顕微鏡像

本 EPMA で撮影された電子線像 (SEI, TOPO, COMP) を図 8-図 10 に示す。測定条件は、一般的な試料に設定される加速電圧 15kV, 照射電流  $3 \times 10^{-8}$ A, Prob.Dia.  $10 \mu\text{m}$  とし、測定倍率は 50 倍とした。光学顕微鏡像は、OLYMPUS 社製の万能金属顕微鏡 PME を使用し接眼レンズより直接にデジタルカメラを用い撮影をおこなった。図 6 に電子線像と同じ倍率 50 倍で撮影した光学顕微鏡像を示す。なお観察場所の目安および深さ方向への情報を付加する目的から、けがき針にて任意の溝を中央から右に向かって与えた。

表面形状の情報を結像した SE 像と TOPO 像および OM 像を比較すると、まず全体の画質からくる印象として TOPO 像がクリアに観ることができ、これは BE 特有の鋭いエッジに鈍化であることから、それらのエッジを無視して画像を捕らえていることからと考察できる。光頭像に近い画像と感じられるのは、図 8-4 SEI(15kV,  $3E-10$ A)と図 9-2 TOPO(15kV,  $3E-08$ A)である。SE 像は照射電流が増加すると像がシャープになることから、図 8-4 では通常値よりも二桁低い電流値にしてある。TOPO 像は前記したように深部の情報を導くため、加速電圧・照射電流共低くなると情報が減少するということから通常の値より下げると画質が悪くなると思われる。

けがき針痕部分を観てみると、OM 像と TOPO 像は真上から情報を得るため反射が似かよっているが、検出器が斜め方向からでている SE 像は検出器に対して向かい合っている面側が明るく結像している。図 7 の左下部分 A (矢印) にある膨らんだ形状に注視してみると、SEI と TOPO は真上から見ているため立体感に乏しくなり、SEI の方がリアルに表現されていることが分かる。しかし、細かな凹凸の表現は前記したように理論的に考えて TOPO が忠実に結像し利がある。また、COMP 像に関しては加速電圧の低下には影響は無く、反対に低い方が観やすく感じるが、照射電流の低下においては像として好ましくないようである。

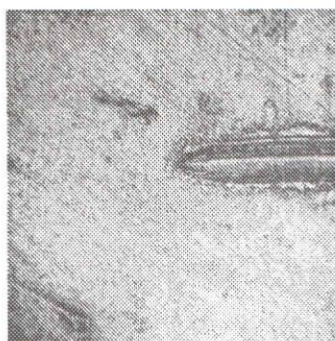


Fig. 6 Optical microscope image

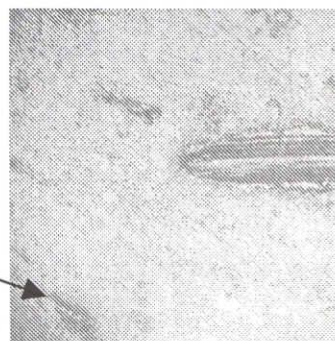


Fig. 7 Illustration of OMI

200um



Fig. 8-1 SEI (10kV, 3E-08A)



Fig. 8-2 SEI (15kV, 3E-08A)



Fig. 8-3 SEI (15kV, 3E-09A)

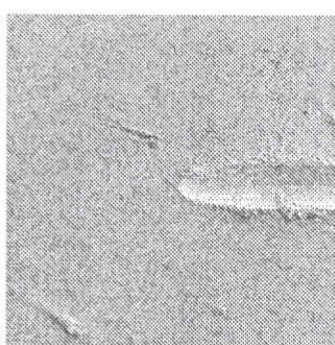


Fig. 8-4 SEI (15kV, 3E-10A)

Fig. 8 SEI comparison

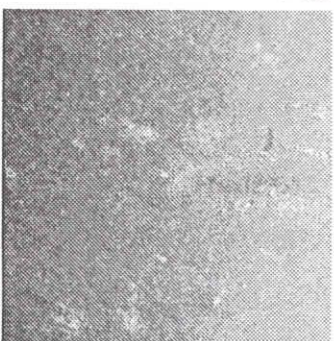


Fig. 9-1 TOPO (10kV, 3E-08A)

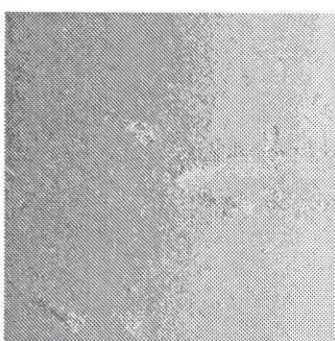


Fig. 9-2 TOPO (15kV, 3E-08A)

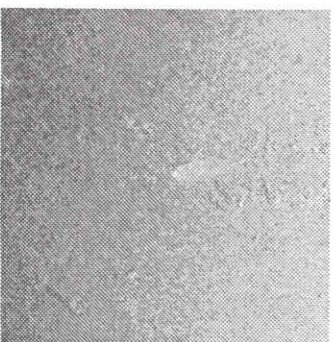


Fig. 9-3 TOPO (15kV, 3E-09A)

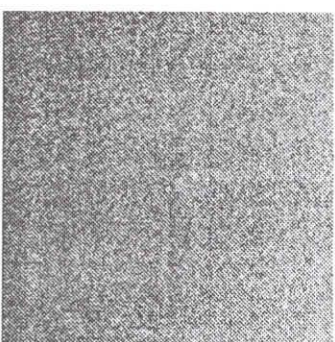


Fig. 9-4 TOPO (15kV, 3E-10A)

Fig. 9 TOPO comparison

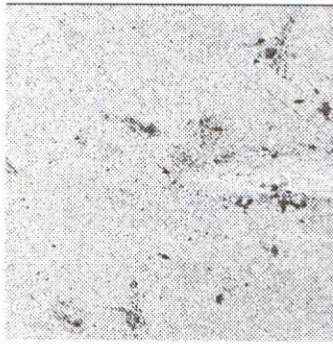


Fig. 10-1 COMP (10kV, 3E-08A)

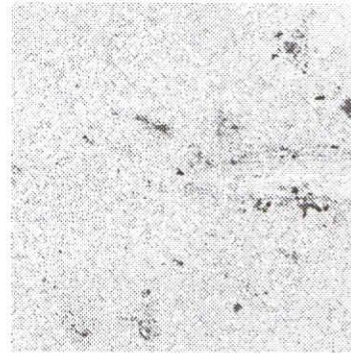


Fig. 10-2 COMP (15kV, 3E-08A)

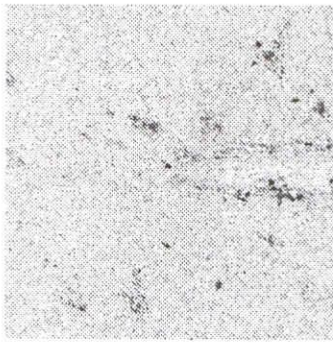


Fig. 10-3 COMP (15kV, 3E-09A)

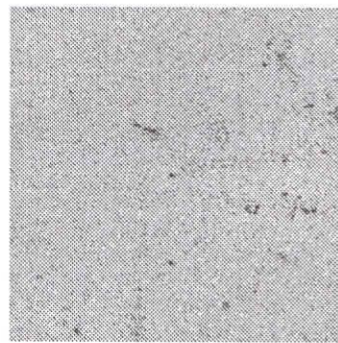


Fig. 10-4 COMP (15kV, 3E-10A)

Fig. 10 COMP comparison

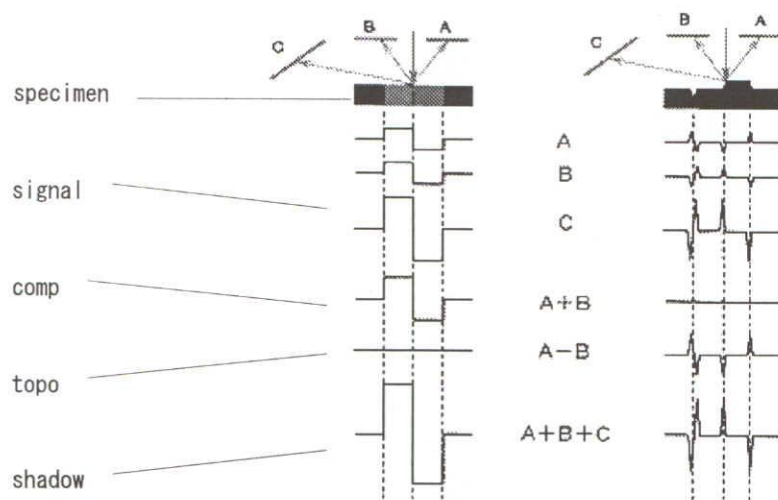


Fig. 11 Image formation principle of TOPO and COMP by triple detector

SEI	TOPO	COMP	OMI
二次電子(SE) 非弾性散乱・真空中 磁気コイルレンズ →凸レンズのみ 電子線波長 6nm 電子発生量 →原子番号に銀刃状 →入射角大ほど多い 情報 →最表面・表面形態 →5-10nm →焦点深度深い チャージアップ有り 空間分解能高い 電位コントラスト優  傾斜応じ SE 多→利用 →凹凸状態迷う SE はエネルギー低い →50-100eV 直進性 →方向性無し →検出器で引寄せ →影が出来難い →検出器側が明  分解能 →BE に比べ分解能良  加速電圧 →低・焦点深度深い →高・電子散乱増 →高・対物L 収差減 電流値 →大・プローブ径大	反射電子(BE) 弾性散乱・真空中 磁気コイルレンズ →凸レンズのみ 電子線波長 6nm 電子発生量 →各元素に同様  情報 →フラット面の凹凸 →SE は苦手な面  凹凸を明確に判断 BE は入射電子エネルギーとほぼ同じ  直進性 →直進性良い BE は鋭いエッジの少ない スロープ状凹凸に敏感→ SE で苦手な僅かな凹凸依 存のコントラスト  分解能 →SE に比べ分解能劣る →凹凸少ない低中倍に適す 加速電圧 →高・コントラスト不 →低・微コントラスト得	反射電子(BE) 弾性散乱・真空中 磁気コイルレンズ →凸レンズのみ 電子線波長 6nm  情報 →組成情報 →内部(深い)情報  チャージアップ小 エッジコントラスト小 平均原子番号・高輝度 →原子番号効果  直進性 →直進性良い →電界影響受けない →エネルギーは入射電子線 の近傍	可視光線・反射光 弾性散乱・大気中 ガラスレンズ →凹凸レンズ 光線波長 400-700nm 反射光量 →表面色に依存  情報 →表面形状・色 →焦点深度浅い

Table1 Characteristics of each image

#### 4 結果と考察

今回の比較検証から分かった SEI, TOPO, COMP と OMI 各像の特徴および特性を表 1 に簡単にまとめた<sup>(2)</sup>。表から、各々優れた特性および欠点をもっており目的に応じて使い分けことが肝要である。今回の検証から考察すると、一画像のみで試料表面等を判断すると重要なファクター見落とすことになるのは必然であり、誤った早計な理解を生むことになる。特に最表面の形状観察には注意を要することは言うまでもない。今後はこれらの特性を総合的に理解した上で、像観察に臨まなければ誤った見識を見出すことになるので注意したい。また、本 EPMA には設置されていないが、図 11 にあるような 3 つの反射電子検出器を用いることにより、立体画像の TOPO 像が得られるものも市販されており、反射電子に対する高付加が期待されている。

#### 5 さいごに

本テーマを取り上げた目的として、EPMA の使用頻度の少ないアプリケーションの利用拡大があげられる。機器管理者として当初から取り組もうと思っていたテーマであったが、きっかけが無くなかなかスタートで出来なかったことをここに反省する。また、今回試みた比較倍率は 50 倍という低倍で行ったが、光頭において高倍となる 500 倍前後の比較も必要と考える。

今後、本内容を著者が管理する本学 EPMA 利用者ホームページに載せ学内の研究者・学生等に公開したいと考える。本テーマを進めるにあたり、快く質問等に答えて頂いた JEOL 大槻氏に感謝する。

## 6 参考文献

- 1) よくわかる電子顕微鏡技術, 平野 寛ほか, 朝倉書店, 1993
- 2) 電子顕微鏡 Q&A, 堀内繁雄ほか, アグネ承風社, 1996