



# エネルギー分散型X線分光法の原理

(Energy Dispersive X-ray Spectroscopy; EDX)

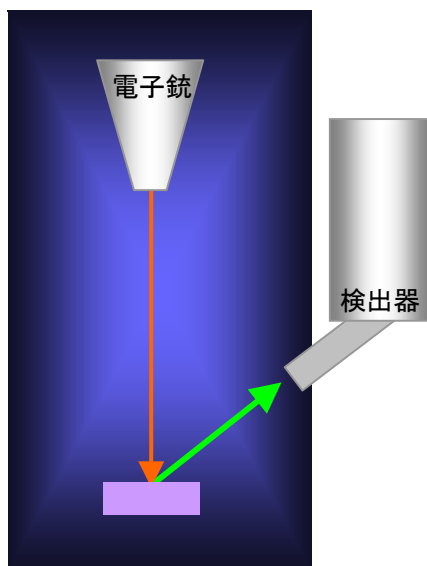


内藤電誠工業株式会社  
信頼性評価事業部  
〒213-0011  
神奈川県川崎市高津区久本3丁目9番25号  
TEL 044 (811) 5496  
FAX 044 (850) 5851

<http://www.ndk-reliability-lab.com/>

## X線分析装置

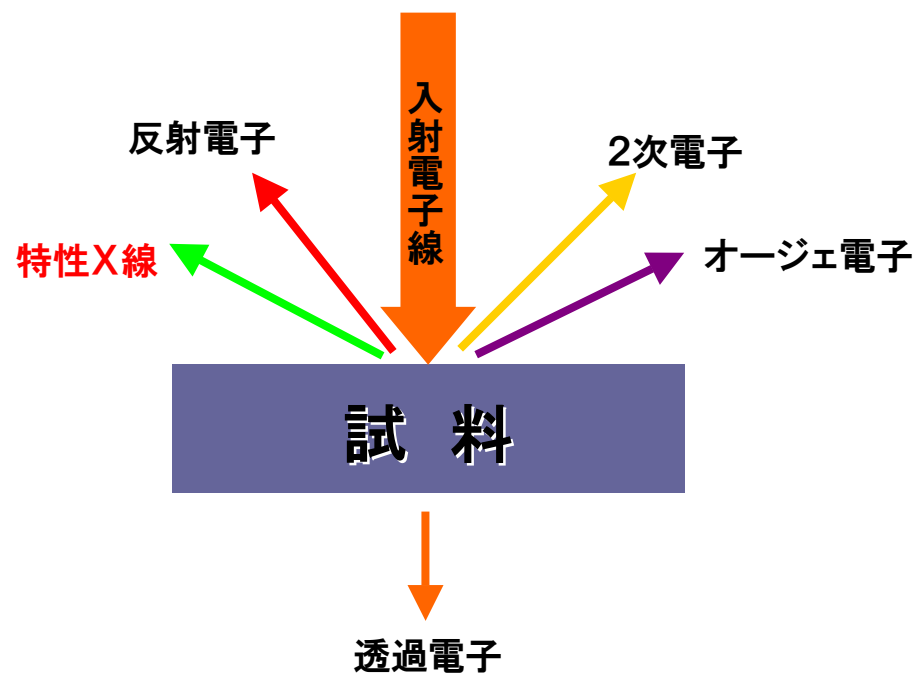
電子顕微鏡と組み合わせるX線分析装置は、WDX(Wavelength dispersion:波長分散型)とEDX(Energy dispersion:エネルギー分散型)がありますが、弊社で所有する装置はEDXです。EDXは、Si半導体検出器を用いて、入射X線をX線エネルギーに比例した大きさの電流パルスに変換することで、広範囲エネルギー領域のスペクトルを同時に測定することが可能です。



## 電子線・X線の発生

電子銃から放出された電子は、試料表面からある深さまで入り込み、各種の電子線やX線を発生します。

X線分析装置は特性X線を利用して試料を構成する元素分析をおこなうことができます。

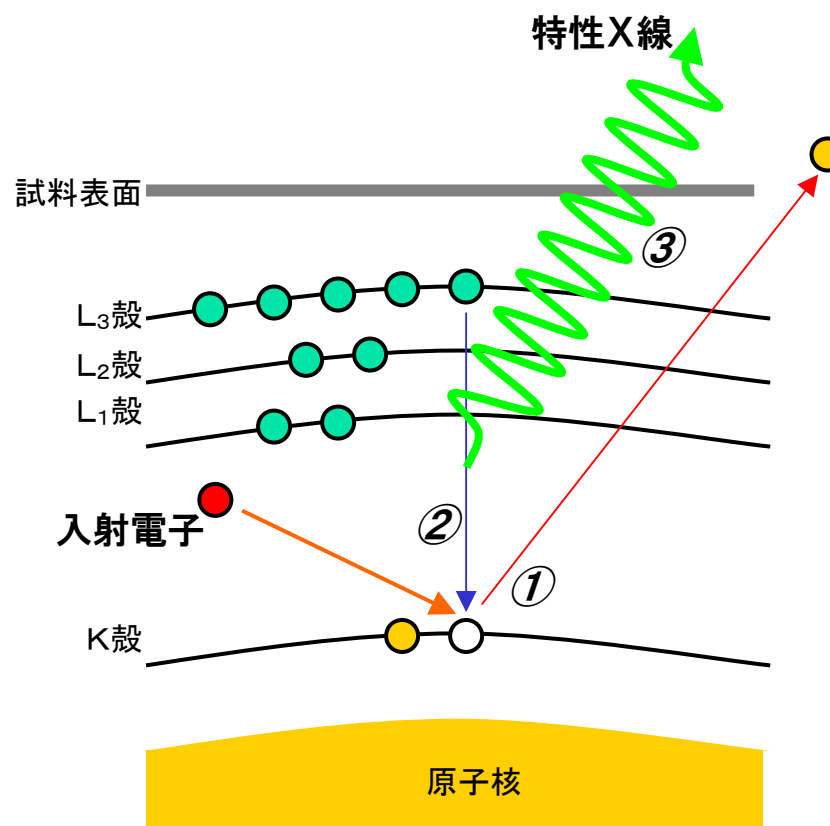


## 特性X線の発生

入射電子が原子に衝突すると原子核を回っている電子と相互作用を起こして、電子が弾き飛ばされます。

そのため安定な状態に戻ろうとして、よりエネルギーの高い軌道から内側の軌道に電子が落ちてきます。このとき元の軌道と内側の軌道とのエネルギーの差に相当するX線が放出され、これを特性X線と言われます。

元素ごとに、軌道間のエネルギー差が決まっているので、発生エネルギーを確定し、元素を特定します。また、照射された電子線の量に比例して、試料の元素濃度相当量のX線が発生するので、X線が発生したカウント数から定量分析が行なわれます。

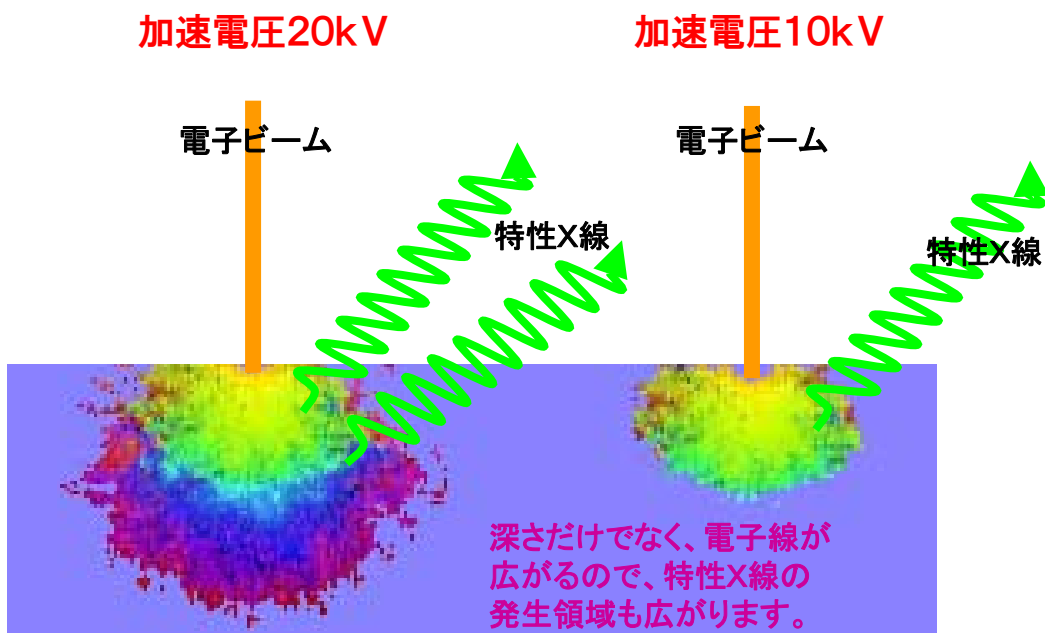


### ～ K $\alpha$ 1 線の発生過程 ～

- ①入射電子がK殻の電子を弾き飛ばす。
- ②K殻の空きはL殻電子で埋まる。
- ③L殻とK殻の差のエネルギーは特性X線として放出される。

## 分析深さと加速電圧の関係

EDX分析は表面分析といわれ、平均的に数 $\mu\text{m}$ の深さまでのX線情報が得られ、加速電圧が高いほど、また試料の平均原子番号が低くなるほど、より深いX線情報が得られます。



## 入射電子の散乱による特性X線の広がり

EDX分析におけるX線像の空間分解能は、おおよそ $1\mu\text{m}$ 前後といわれています。このため、倍率が大きくなると、X線像が滲んだような像になります。これは、左図のように試料に照射された電子が試料中で散乱することでX線の発生領域が、広がることに起因しています。

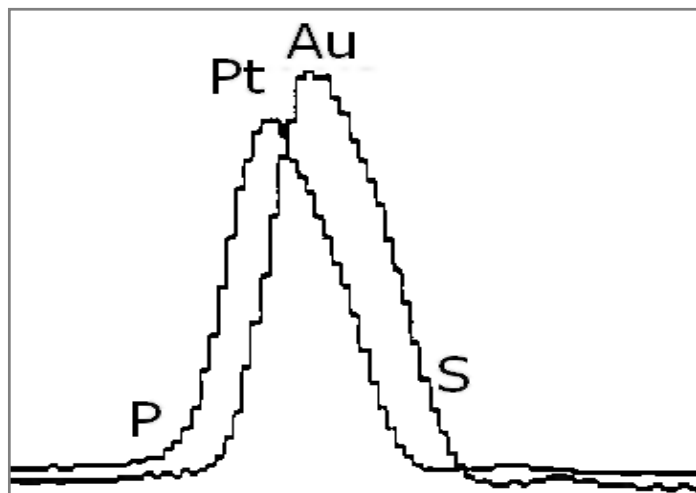
X線の発生領域の広がりの変化は異種金属の界面を分析した場合などに影響がでてきます。例えば、NiとCuの接合断面を分析した場合、試料中で電子が散乱する効果により、たとえCuの領域に電子ビームが照射されている場合でもNiとの界面ではNiの成分も測定されてしまいます。

## 試料表面の蒸着

SEM観察の場合には一般に金や白金などをコーティング(蒸着)して観察を行ないます。

この状態で分析すると、微量のP(燐)やS(硫黄)がAuやPtのピークに隠れる等の不具合が生じ、判定を誤る場合があります、注意が必要です。

尚、低真空モードを使用すると無蒸着での分析が可能となります。



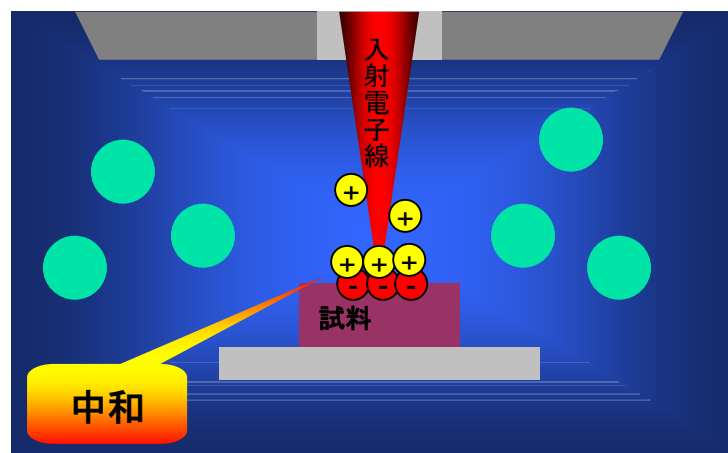
## 低真空モード

低真空モードでは、試料室内のプラスイオンにより、試料表面の電荷の中和がされ、チャージアップ現象の低減・防止ができます。

従って、試料表面への蒸着を施さずに分析も可能となります。

また、水分や油分を含んだ試料も蒸発をおさえて観察が可能となります。

尚、低真空モードのデメリットとして、残留ガスとの衝突による入射電子の散乱により、検出元素も散乱したり、像のS/Nや分解能の低下が発生します。



## EDX分析の一般的な問題点

### ・電子ビームによる試料表面のダメージ

ビームを細く絞るこのため、照射域表面にダメージが起きやすい。

### ・コンタミネーションの堆積

チャンバー内の有機ガスが電子線でイオン化され、照射域に堆積する。

### ・ドリフト現象の発生

長時間の分析であったり試料表面が帯電すると、時間とともに照射域のドリフト(分析位置が流れる状態)が起ってしまう。

### ・定性結果の是正

各元素の特性X線には近接線が存在するため、得られた定性結果(装置による判定)が常に正しいとは限らない。定性結果が妥当なものであるか否かを判断し、疑義の点を是正する必要がある。たとえば、存在しそうな元素が定性結果に混入することもあり、これを除外する必要がある。