

Feature Article

特集論文

50周年記念製品

XGT-5000の開発

駒谷 慎太郎 , 大澤 澄人



【開発に携わったメンバー】
立っている人の左から
坂東 篤 , 下岡 実 , 駒谷 慎太郎 ,
大賀 潔生 , 石川 純代 , 新井 重俊 ,
横田 佳洋 , 田中 昌樹 , 稲垣 好太 ,
川村 洋平 , 大堀 謙一
座っている人の左から
佐藤 義通 , 西川 智子 , 大澤 澄人 ,
亀谷 亜矢 , 宮坂 真太郎

X線分析顕微鏡XGTシリーズは、非破壊、前処理不要で微小部の元素分析、元素分布分析及び内部構造観察などが簡便に行える装置である。50周年記念製品のXGT-5000では、X線分析顕微鏡のキーデバイスとなるX線導管の開発を進め、従来比20～50倍の高輝度化を実現した。更に、光学像観察システムの改良やソフトウェアの改良などで大幅に操作性を向上させた。生体分析や考古学試料分析などの研究用途から、異物分析や不良解析といった品質管理用途、あるいは、WEEE/RoHS、ELV規制に対応した高感度有害元素分析など、幅広い分野で使用され、その発展に大きく貢献している。

はじめに

近年、科学技術の進歩により電子・電気機器の高機能、高密度化が進んできている。更に、ナノテクノロジーの進展などにより、極めて微細な部分の構造と物性及び異物分析に対する要求が高まっている。従来より、SEM-EDX^{*1}は微小部の分析に広く用いられてきた。この分析法は、非常に空間分解能が高く組成分析や元素分布の分析が可能であるが、試料の導電処理や断面出しなどの前処理が必要で、電子線や真空中に曝されることによる試料ダメージも大きく、簡便に分析が行えないという問題があった。一方、XRF^{*2}は、簡便に元素分析が行えるものの、通常、分析領域がφ5～10mmと大きいため、微小部の分析ができないという問題があった。これらの問題点を解決する装置として、HORIBAは1996年にX線分析顕微鏡

XGT-2000を開発した。更に、2002年には、微細X線ビームの高輝度化を達成し、50周年記念製品として従来の20倍の高感度のXGT-5000(図1)を製品化した。

*1: 走査電子顕微鏡(SEM)にエネルギー分散型X線分析装置(EDX)を組み合わせた分析装置。

*2: 蛍光X線分析装置。



図1 XGT-5000

装置構成

X線分析顕微鏡XGT-5000は、X線発生器及びX線を絞るX線導管、試料を走査させるステージ、蛍光透過X線検出器、光学像観察ユニット、信号処理ユニット及びパソコンから構成される。

X線管から発生したX線を細く絞って試料に照射し、試料から発生した蛍光X線や試料を透過した透過X線を検出することにより、微小部の元素分析や元素分布分析及び内部構造の分析などを非破壊で行える。装置構成図及び測定概念図を図2、3に示す。

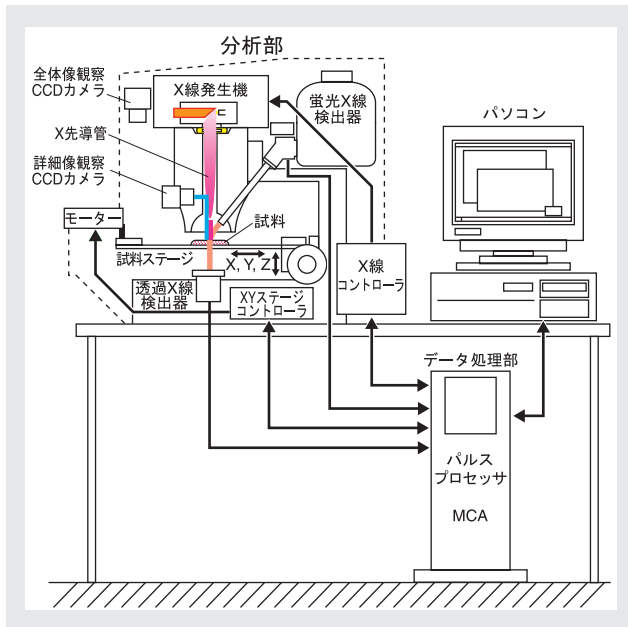


図2 装置構成図

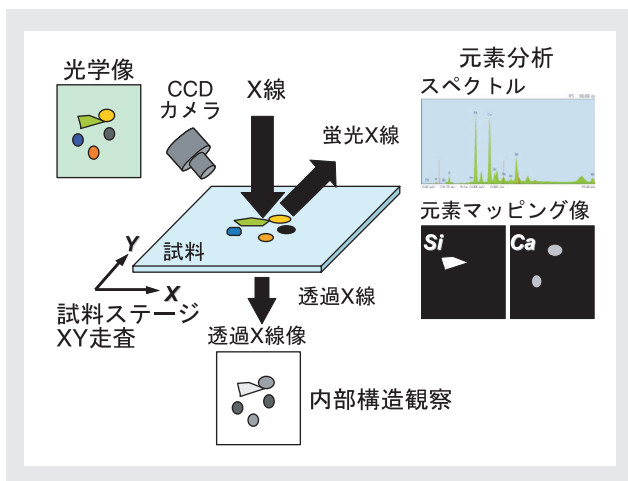


図3 測定概念図

XGT-5000の特徴

X線分析顕微鏡の特徴

X線分析顕微鏡は試料へのダメージが小さく、真空引きや前処理などを必要とせず、簡便に微小部の元素分析、元素分布分析が行える装置である。しかも、試料内部の観察や回折X線測定が可能などのSEM-EDXにはない特徴があるため、生体試料や内部の不良解析及び大型試料中の微小部分分析など新たな可能性が開けている。SEM-EDXとX線分析顕微鏡の比較を表1に示す。

表1 SEM-EDXとX線分析顕微鏡の比較

	SEM-EDX	X線分析顕微鏡
励起	電子	X線
空間分解能	0.1 ~ 1 μm	10 μm
検出元素	Be ~ U	Na ~ U
測定深さ	0.1 ~ 数 μm	~ 数 mm
透過X線	なし	可能
真空試料室	必要	不要
前処理	必要	不要
試料ダメージ	あり	非常に小さい

高輝度微細X線ビームの実現

X線分析顕微鏡の空間分解能や分析感度といった基本性能は、照射するX線ビームの細さやX線強度によって決まる。高輝度微細X線ビームを実現するために、X線集光デバイスとしてX線導管^{1) [4]}を採用した。X線導管とは、極めて滑らかな表面に臨界角以下の低角度でX線を入射し、強度を落とすことなく反射する全反射現象を利用することで、高いX線強度を保ったまま、X線を絞ることのできるデバイスである。

図4に原理を示す。

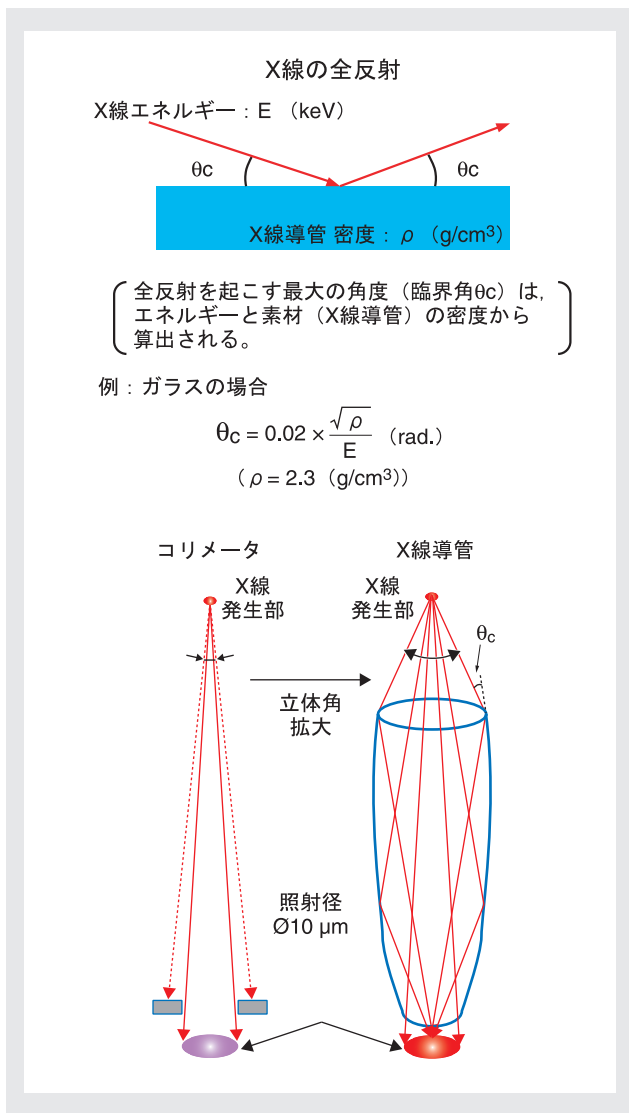


図4 X線導管の原理

X線管とコリメータを用いた装置の場合 X線を遮って微細にすればするほどX線強度が低下するため 実用上の空間分解能は数100 μmが限界であったが XGT-2000ではX線導管を用いることで 空間分解能10 μmを実現した。更に XGT-5000では X線導管の改良や検出器や装置のジオメトリなどを見直し 従来比20倍 コリメータ比で100倍高い強度のX線ビームを実現した(図5)。

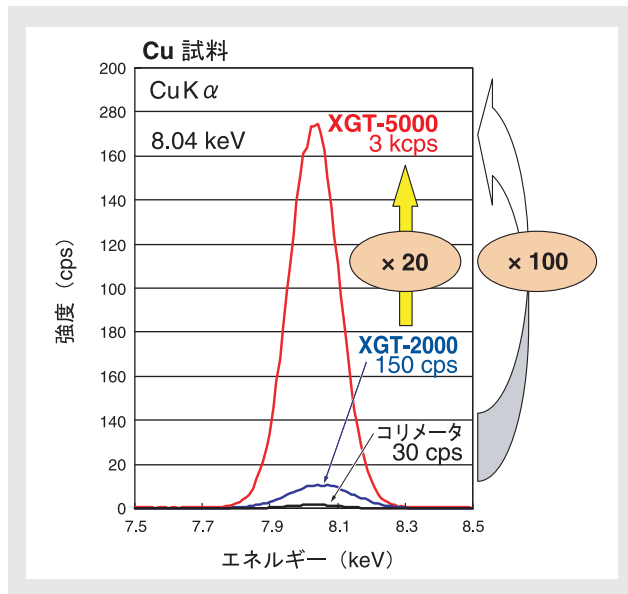


図5 X線強度の向上

位置決め精度と操作性の向上

従来 X線ビームに対して斜め方向から光学像観察を行っていたため 試料の凹凸などの影響でピントがずれると 光学像観察部位と測定部位がずれる問題があった。XGT-5000ではX線と同軸で分析位置の観察が可能な光学系を開発することで 多少ピントがずれても正確に光学像から分析の位置決めができるようになった。また 試料全体を観察するための低倍率のカメラと 精密に位置決めを行うための高倍率のカメラを組み合わせた光学像観察システムを開発した。試料全体像から分析位置を絞り込み詳細像に切り替えて正確な位置決めが行えるため 分析位置決め時間が大幅に短縮し 操作性が向上した(図6)。

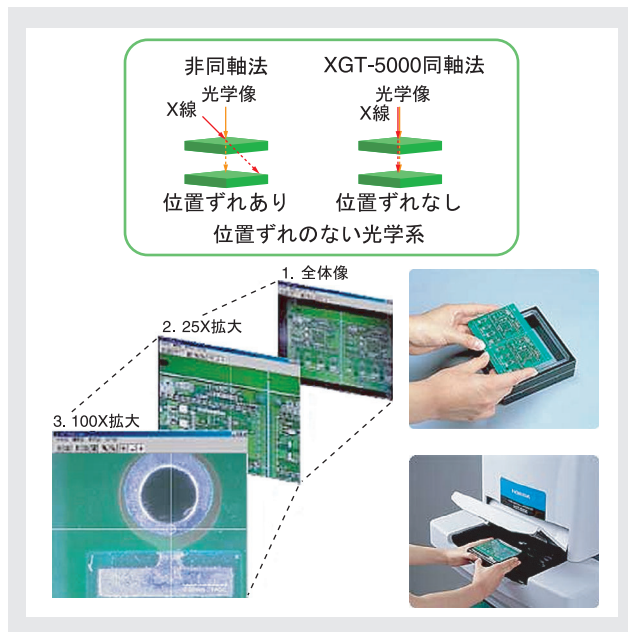


図6 位置決め精度と操作性の向上

X線分析顕微鏡のアプリケーション

X線分析顕微鏡は、生体分析、異物分析、不良品解析、考古学試料分析等の幅広い分野でその発展に大きく貢献している。例えば、生体分析では再石灰化の研究に必要な歯・骨の解析などの異物分析では、食品パッケージ中の異物分析による生産プロセスの改善、不良品解析ではIC内部の配線材料のイオンマイグレーション分析を、配線を露出することなく行うなど、他の分析装置では得られない貴重な情報が得られている。図7に、異物分析例を示す。

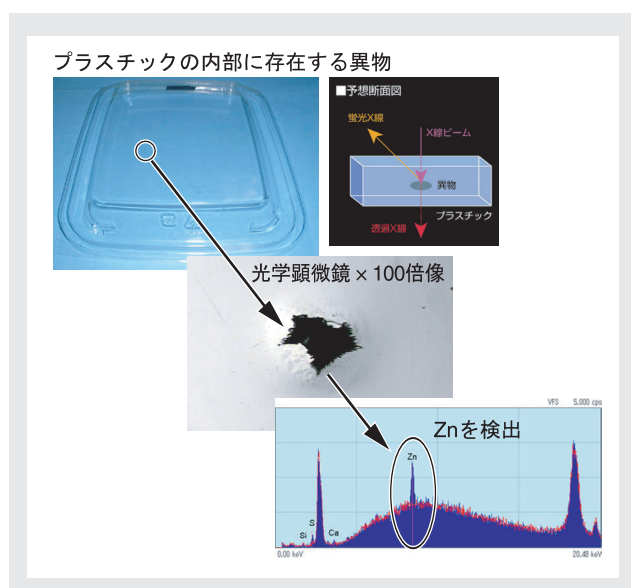


図7 プラスチック中の異物分析

WEEE/RoHS, ELV

近年の環境への意識の高まりを受けて、2003年よりEUでは自動車部品中の有害元素(Cd/Pb/Hg/Cr⁶⁺)の含有を禁止するELV規制が実施されている。更に2006年には、電気製品中の有害元素(Cd/Pb/Hg/Cr⁶⁺/PBB/PBOE)の含有を禁止するWEEE/RoHS規制が行われる。通常、これらの元素はICPなどの発光分析法で分析されるのだが、部品点数が極めて多いため、すべての部品をICPで測定することは現実的ではない。そこで、簡便にかつ短時間でスクリーニングを行える蛍光X線分析装置XGT-1000WR及びXGT-5000WRを開発した。X線分析顕微鏡の技術と有害元素分析に適したX線フィルタを装備することで、スクリーニングに十分な測定感度を得ている。分析時間が大幅に短縮でき、大量の部品の分析を行うのに非常に有効である。また、XGT-5000WRのマッピング機能を使えば、点の分析だけでなく、分布分析ができる。図8に、表面実装プリント基板上の鉛の分布を示す。

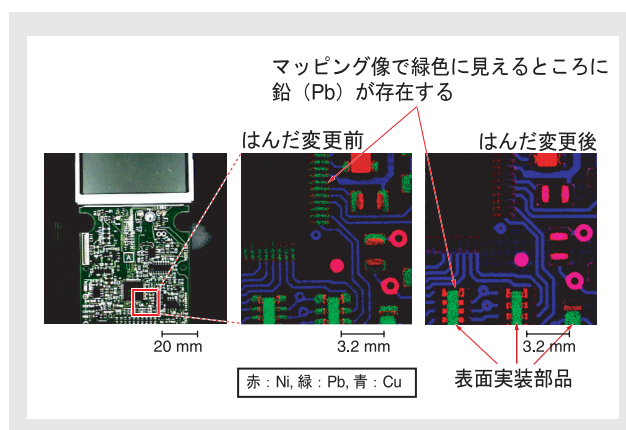


図8 プリント基板上的鉛の分布

おわりに

我々は、今後も更に高輝度・微細X線導管の開発を続けてゆくと共に、微小焦点X線管の開発も行うことで、装置の小型化、ビームの高輝度化、微細化を行い、研究開発や品質管理分野だけでなく、医療診断分野へも応用を図っていきたいと考えている。

参考文献

- [1] 特許1828290.
- [2] F.H.A. Janssens, F.C.V. Adams, *Microscopic X-ray Fluorescence Analysis* (John Wiley & Sons Ltd, Chichester, 2000)
- [3] N.Yamamoto, A micro-fluorescent/diffracted X-ray spectrometry with a micro-X-ray beam formed by a fine glass capillary, *Rev.Sci.Instrum.* **67**, 3061- 3074 (1996).
- [4] Daniel D.J.Thiel, Production of intense micrometer-sized x-ray beams with tapered glass mono capillaries, *Rev.Sci.Instrum.* **64**, 2872 - 2878(1993).