

微小部観察・分析

- 微細な構造を明瞭に
電子顕微鏡により表面や断面の微細構造観察・分析を提供します
- 多様な材料、製品に対応
試料作製の技術と併せて、多くの材料、製品に対応可能です。
高分解能観察、高感度検出により従来困難であった材料にも解析の道を開きます。

導入設備

Cs-STEM、FE-SEM



微小部試料加工

- 狙った物は外さない
微細構造の解析は特定部分を狙ったサンプルメイクが不可欠です。
100nm以下を狙った試料の作製も対応可能です。
冷却や非曝露加工により、試料ありのままの姿を保持します。
- 微小部 3次元構造解析（3D-SEM）に対応
微小部の3次元構造解析に有効な3Dモデルが作成可能です。

導入設備

FIB-SEM、CP加工機



極最表面分析

- 最表面の物性を解き明かす
汚染などの不具合調査から、コーティング等の開発サポートを提供します
- 多様な測定ニーズに対応
深さ方向分析をはじめ、冷却加熱通電測定やXPS同軸AESなどにも対応可能です。
お客様では導入ハードルの高い付加機能も多数搭載しています。

導入設備

XPS (ESCA) AES、EPMA



ソフトマテリアル解析

ソフトマテリアル

- ・高機能性高分子材料の総称
- ・採用分野
医療、エレクトロニクス、化粧品、輸送機
- ・適用材料
有機EL、ゴム、塗料、樹脂、繊維
イオン導電性ポリマー、フィルム

ソフトマテリアル解析の障害

- ・熱ダメージでの変質
- ・チャージアップ
- ・電子線ダメージでの変質
- ・加工での変形・損傷
- ・複雑な構造・組成

ソフトマテリアル解析のアプローチ

- 高感度検出器：デュアル仕様、大口径、高効率配置
- 低加速・低電流モード仕様：リターディング、Lowドーズ
- 冷却（クライオ）加工：熱ダメージ、変形、変質防止
- 材料知見：素材メーカー技術者の評価ノウハウ

Liイオンバッテリー解析

●電池解析の拠点

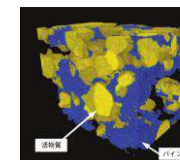
電池解析に不可欠な非曝露や冷却加工機構をほぼすべての機器に搭載しています。
またサンプリング環境は大手研究機関やメーカーラボと同等のものにしています。
ナノ解析ラボではグローブボックスを介して様々な機器での複合解析が提供可能です。

●ワンストップ電池解析サービス

電気、機械試験から物理、化学分析までJTLではワンストップで実施可能です。
全体納期の管理や試験条件のトレースが容易になります。



充放電・電池特性
劣化耐久衝撃・振動試験



CAE解析

Cs-STEM

高空間分解能観察と高感度分析の微小部観察・分析装置
原子レベルで観察・分析します。

大気非曝露や冷却、低加速電圧等のオプションで多様な試料に対応。

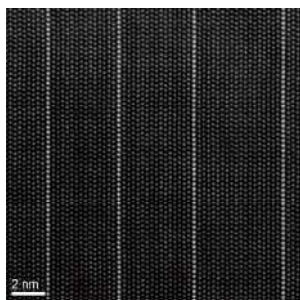
日立ハイテクノロジーズ HD-2700

STEM分解能 0.105nm (200kV)

搭載OPP Dual-EDX (Oxford社)
Dual-EELS (Gatan社Enfinium)
非曝露、冷却ホルダー、
二次電子検出器 (SE)、
低加速電圧 (80、120kV)



原子分解能STEMによる微小部観察

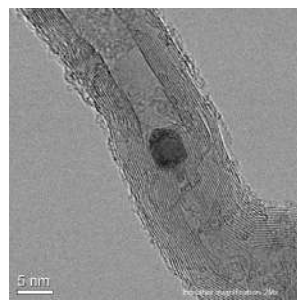


原子分解能HAADF-STEM像
ZnO中のIn原子列(白点)

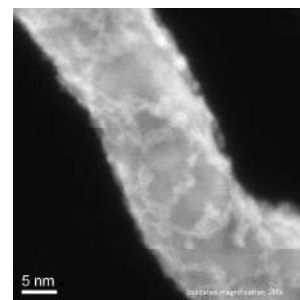
- ・サブナノオーダーの電子プローブによる原子列直接観察
- ・HAADF-STEMによるZ (原子番号) コントラスト観察
- ・干渉 (TEM) 像とは異なり界面などでの構造評価が容易

収差補正SEMでの高分解能表面観察

カーボンナノチューブ



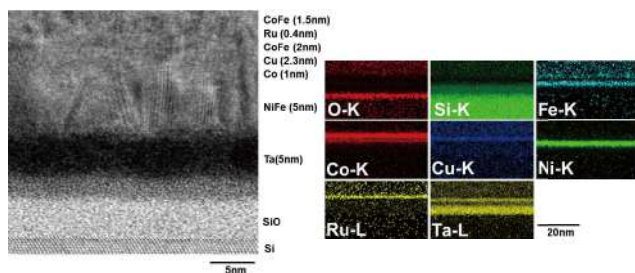
透過電子像(内部)



二次電子像(表面)

- ・透過電子像と同時に表面二次電子像の同時取得も可能
- ・収差補正プローブによる表面微細形状の観察も可能

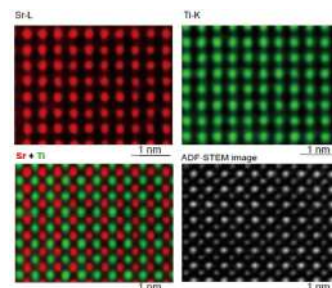
Dual-EDXシステムによる高感度分析



磁気ヘッド素子のEDXマッピング分析

- ・100mm²大口径検出器2本搭載による分析感度向上
- ・ウインドウレス検出器によって軽元素の検出感度向上
- ・サブナノオーダーの電子プローブによる極薄膜の組成分布が評価可能

原子分解能構造把握



SrTiO₃の原子分解能EDXマッピング分析

- ・原子列毎の組成分布も評価可能
- ・Dual-EDXシステムによる短時間測定によって電子ダメージの軽減が可能

〈 リチウムイオン二次電池 解析事例 〉

解析項目

○正極

活物質表面における劣化層の原子分解能観察（STEM観察）

// コート層の厚み（STEM観察）

// 遷移金属の化学結合状態分析（EELSライン分析）

// 組成分布分析（EDXライン分析、マッピング分析）など

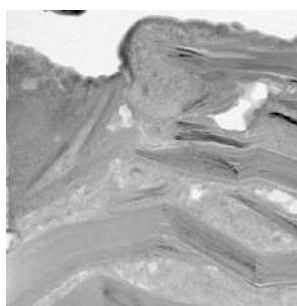
○負極

活物質周辺に形成したLi化合物の分布および性質評価（EELSマッピング分析）

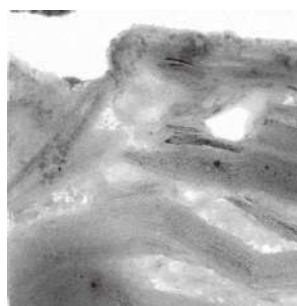
正極からの溶出金属分布調査（EDXマッピング分析）など

大気非曝露ホルダーによる変質防止

カーボン負極



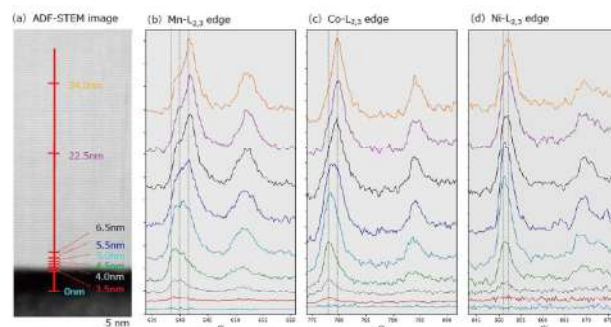
大気非曝露



大気曝露

- ・大気に曝露させずにSTEM内への試料搬入が可能
- ・酸素や水分との反応（変質）を防止
- ・グローブボックスを介さずFIB⇒STEMへの試料搬入も可能
- ・変質しやすい試料に対してより試料本来の姿を維持しやすい

Dual-EELSによる高精度結合状態評価

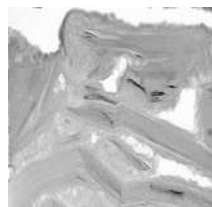


Li(Mn,Co,Ni)O₂正極

- ・Zero-loss同時取得による高精度なエネルギー軸補正が可能
- ・詳細なケミカルシフトの評価が可能
- ・冷陰極電子銃であるため高エネルギー分解能測定が可能

EELSによるLi化合物の分布評価

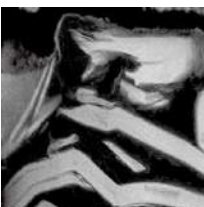
カーボン負極



BF-STEM



Li-K

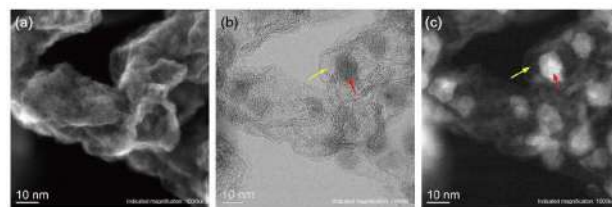


C-K

- ・EDXでは検出が難しいLiなどの軽元素の分布を評価可能
- ・Liスペクトル形状からLi化合物種の同定も可能
- ・Zero-loss同時取得であるため広いエリアをマッピングした際のエネルギー軸シフトを補正可能であるため従来よりも広領域を分析可能

SE検出器によるLiFePO₄正極の観察

LiFePO₄正極



SE

BF-STEM

ADF-STEM

- ・透過像と二次電子像を同時取得することが可能
- ・透過像では分からない表面形状を評価することが可能

お問い合わせはこちら

その他の評価もお気軽にご相談ください。

FE-SEM

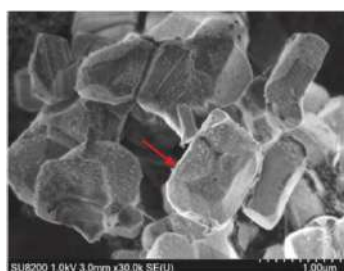
コールドFE銃を搭載し低ノイズの電子ビームを供給できる
低加速高分解能に優れたFE-SEMです。
大気非曝露や大型ステージ（XY:110mm）での観察が可能となります。

日立ハイテクノロジーズ Regulus8230

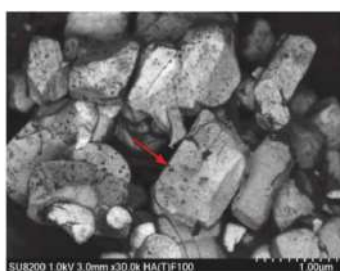
加速電圧	0.5～30kV
照射電圧 (減速光学系使用)	0.01～20kV
分解能	0.7nm(15kV) 0.9nm(1kV)(減速光学系)
搭載OPP	直上型EDX検出器 ウィンドレスEDX検出器 半導体型反射電子検出器 大気非暴露対応



超高分解能SEM+複数の信号検出系



SEモード



高角反射像モード

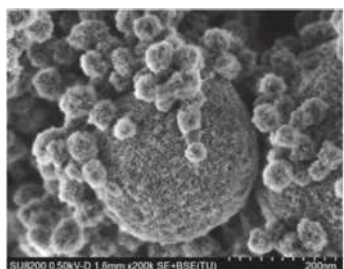
2モードによる観察で
最表面付着物の形状及び
組成を把握可能

LiB正極材観察事例

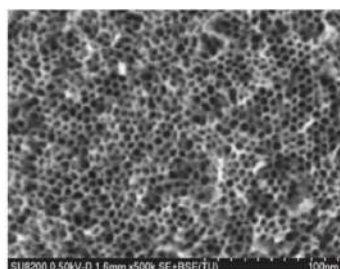
検出器	モード	信号	情報
Top検出器	HA-BSE(T)	高角度反射電子像	組成・結晶
Upper検出器	SE(U)	二次電子	表面形状・高分解能
	LA-BSE(U)	低角度反射電子像	組成+凹凸
Lower検出器	SE(L)	二次電子	表面形状・チャージアップ抑制
半導体検出器	PD-BSE	高角度反射電子像	組成・結晶

リターディングモードによる低加速電圧観察

メソポーラスシリカの観察事例



観察倍率:20万倍

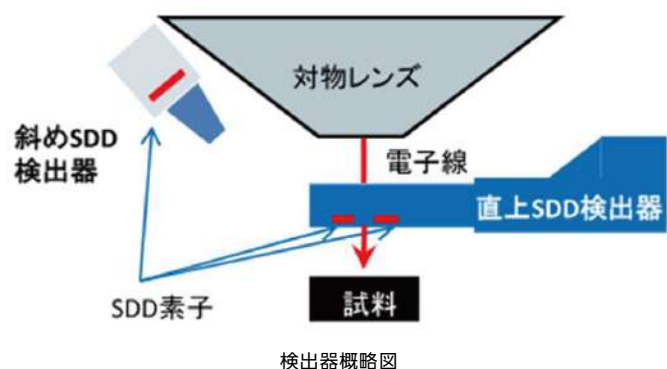


観察倍率:50万倍

照射電圧：**500V**

試料にリターディング電圧を
かけることで、入射電子線を
直前で減速させる手法。

最表面観察に有効かつ電子線
による変質を抑制。

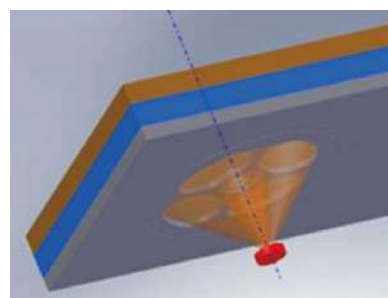


- ・直上型EDX検出器
高感度、試料凹凸の影響を受けにくい
- ・ウィンドウレス型EDX検出器
低加速電圧（2kV以下）でのMap取得
検出困難な元素（Li、N等）の検出

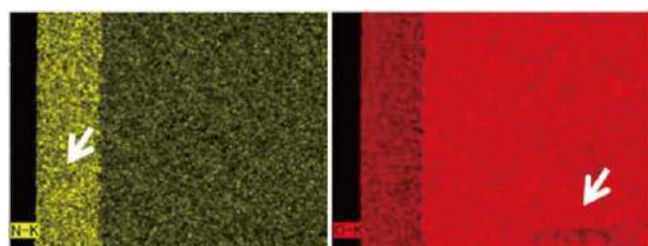
▶直下型&EDX検出器



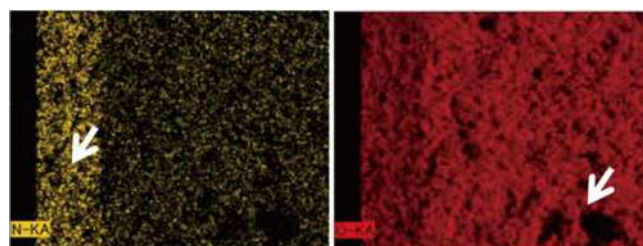
BRUKER社 Xflash FLATQUAD



測定試料直上にEDX検出素子を配置し、広範囲でX線を取得



直上型EDX検出器EDXマップ(5min)



従来型EDX検出器EDXマップ(28min)

- ・短時間で従来型を超える信号強度を取得
- ・凹部内部(白矢印部)の情報も取得可能 ※従来では存在しないと誤認しやすい

▶ウィンドウレス型EDX検出器

OXFORD INSTRUMENTS社 X-MAX Extreme

- ・究極のSEM-EDS空間分解能 / FEG-SEMにおける10nm以下の元素評価
- ・表面解析にも高い感度 / SEMでの表面評価
- ・低加速電圧での材料識別 / 最低1kVまでの材料評価
- ・最速かつ信頼性の高いナノ分析 / バルク試料からの最速データ収集とデータ処理
- ・最も優れた軽元素感度 / リチウムや窒素、酸素などの軽元素の検出が飛躍的に向上

お問い合わせはこちら

その他の評価もお気軽にご相談ください。



JAPAN TESTING LABORATORIES 株式会社

計測・試験・分析の総合受託会社

<https://jtla.co.jp>

評価技術に関するご質問・ご相談は
Web お問い合わせフォームまで

FIB-SEM

微細加工と高分解能観察の複合装置

ナノスケールの構造物を見逃すことなく加工・観察・解析します。

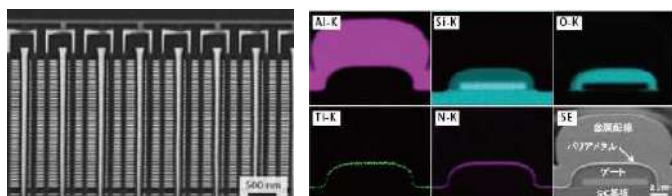
大気非曝露や冷却等のオプションで多様な試料に対応します。

日立ハイテクノロジーズ NX5000

FIB分解能	4nm(30kV)
SEM分解能	0.7nm(15kV)
搭載OPP	EDX 非曝露、冷却ホルダー 姿勢制御ホルダー マイクロサンプリング Ar/Xeイオンビームシステム 連続自動加工ソフトウェア 3D-SEM解析ソフトウェア



SEMによるナノサイズ狙い加工



3D-NANDデバイス

SiCデバイスのEDXマップ

- ・SEM専用機と同等の高分解能SEMカラム搭載
- ・高い加工終点検知能力により極微細構造の試料作製が可能
- ・大口径EDX搭載により加工のち即分析が実施可能
(反応性が高い試料も劣化最小限で観察・分析可能)

トリプルビームによるFIBダメージ除去

作製サンプル比較(TEM画像)



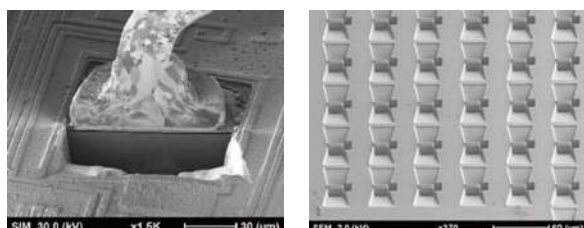
FIB内カラム配置

FIB加工のみ

トリプルビーム加工

- ・別装置であったArイオン加工機をFIBに統合
- ・低ダメージかつ、位置精度の良いTEMサンプル作製が可能
- ・金属、半導体デバイス、ソフトマテリアル、電池、あらゆるサンプルに有効な加工手法を提供

自動加工機能による納期短縮

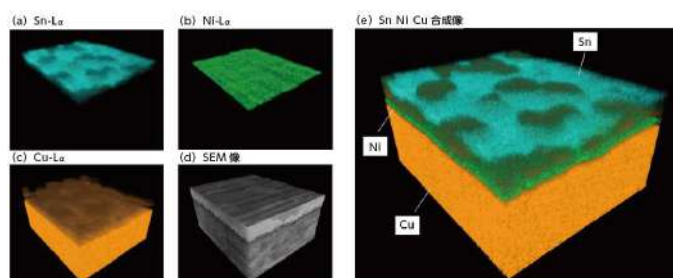


大面積加工

連続自動加工

- ・TEM、SEM、EPMA用に高品質サンプルを作製可能
- ・リピートサンプルは自動レシピにより納期短縮可能
- ・従来困難であったTEM用薄膜も自動加工可能

3D-SEM(EDX)微細構造解析



- ・3Dモデル微細構造の内部情報が立体的に把握可能
- ・SEM像に加えて、EDXの強度マップも3Dモデル化可能

CP加工機



JAPAN TESTING
LABORATORIES

Arイオンミリング加工装置

電子顕微鏡観察に適した断面を広範囲に加工します。

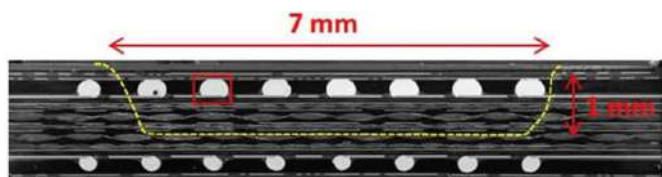
大気非曝露や冷却等のオプションで多様な試料に対応します。

日立ハイテクノロジーズ ArBlade5000

使用ガス	Ar
加速電圧	0～8kV
最大ミリング幅	8mm
搭載機能	フラットミリング 冷却加工 非曝露加工



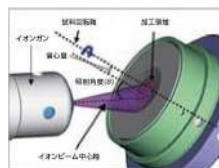
最大断面ミリング幅8mm



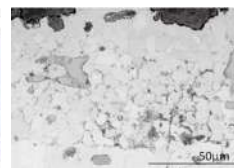
広域CP加工事例

- ・広範囲の基盤、チップの断面観察に有効
- ・条件によっては10mm幅も可能
- ・従来機同様、SEM観察、分析が可能な断面品質

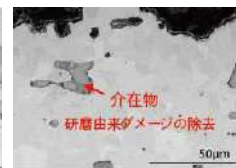
研磨ダメージ除去(フラットミリング)



フラットミリング概略図



ミリング前

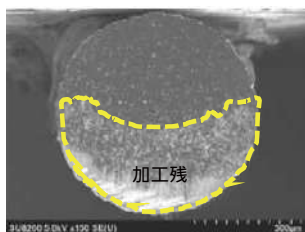


ミリング後

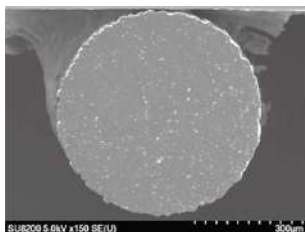
- ・機械研磨断面の傷や汚れ(コンタミ)除去
- ・金属組織の明瞭化、酸化膜の除去
- ・加工領域最大φ30mm

ハイレート加工による短納期対応

同加工時間結果比較(シャープペンシル芯)



従来機



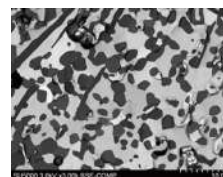
ArBlade5000

大気非曝露・冷却加工

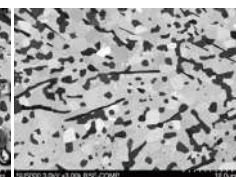
合金材への冷却加工結果比較



雰囲気遮断ホルダ



常温加工



冷却加工

- ・電池解析に有効な雰囲気遮断ハンドリング可能
- ・冷却加工設定温度: -80～-120℃
- ・ソフトマテリアル加工に有効
- ・非暴露加工と併用可能(加工領域制限有)

お問い合わせはこちら

その他の評価もお気軽にご相談ください。



JAPAN TESTING LABORATORIES 株式会社

計測・試験・分析の総合受託会社

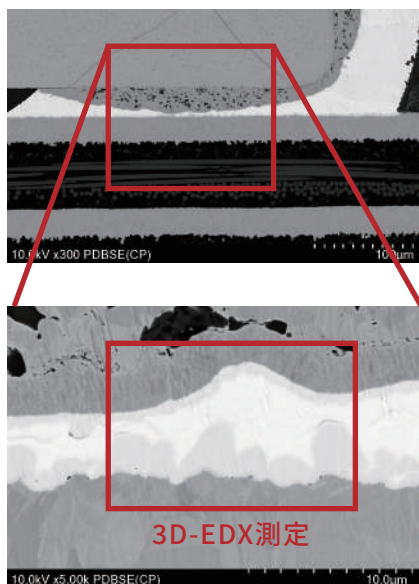
<https://jtla.co.jp>

評価技術に関するご質問・ご相談は
Web のお問い合わせフォームまで

3D-SEM-EDX 立体組成分析

FIB-SEM装置を用い、FIBでの断面加工とSEM-EDXによる観察・分析を繰り返し取得したEDXマッピング像を再構築することで微細構造の立体組成情報を得ることが可能です。

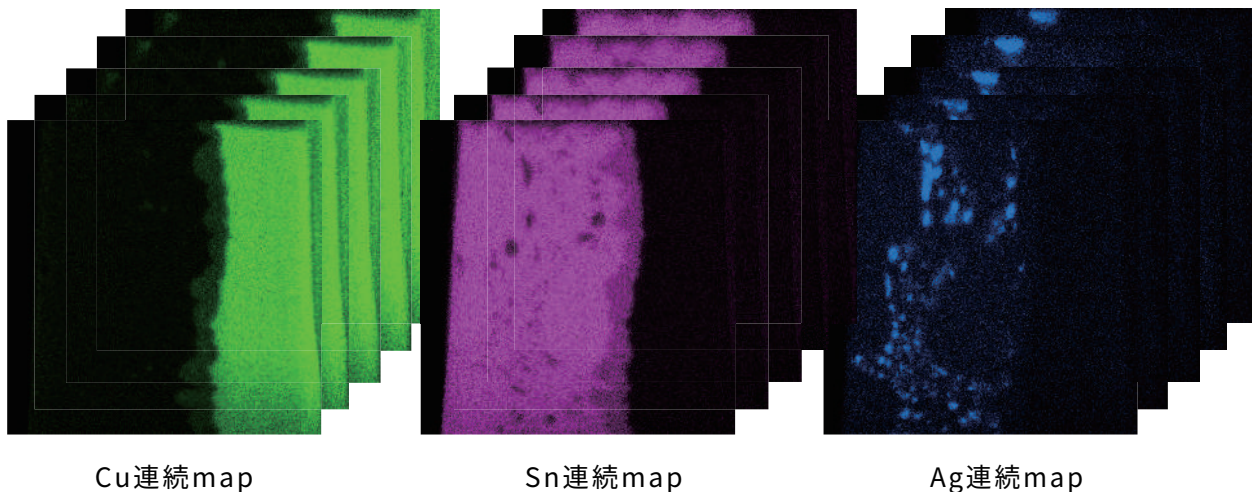
解析事例-はんだ接合界面

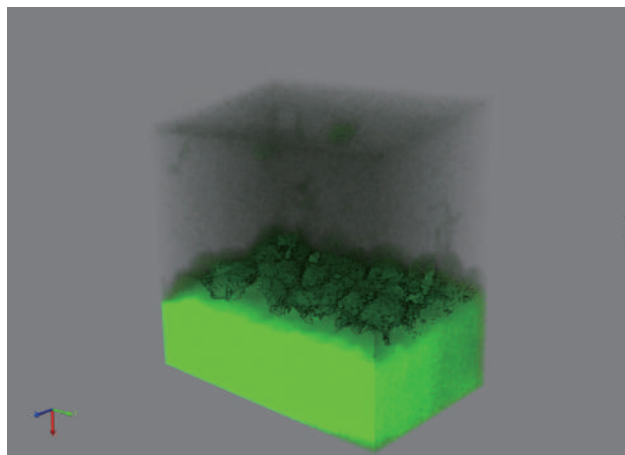


使用装置 FIB-SEM: NX5000

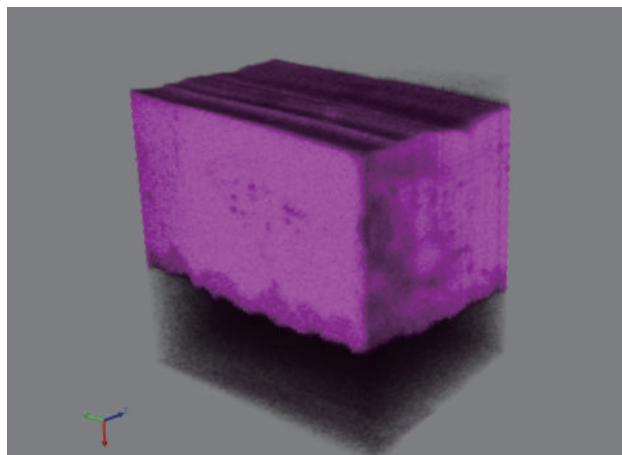
30nm~1umピッチで連続SEM像取得
合計数十枚~数百枚撮影

データ取得

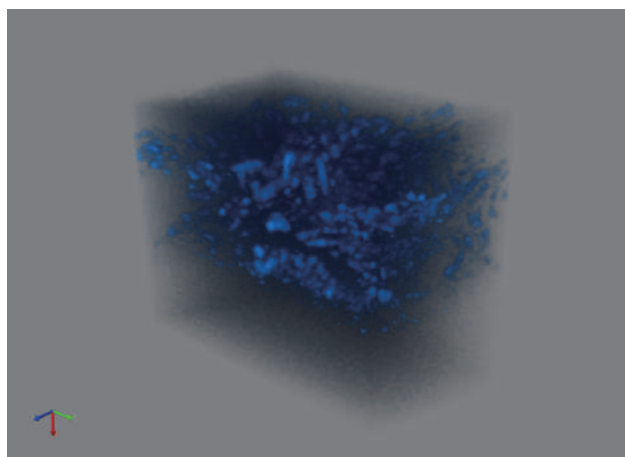




Cu-3D-EDXmap



Sn-3D-EDXmap



Ag-3D-EDXmap

- CPやFIBの一断面では把握できない奥行情報が取得可能
- 事例でははんだ接合部の立体的な組成情報から金属間化合物、拡散状況、銀の析出状況を把握可能
- 銀が立体的なメッシュ状に分布していることが分かる

お問い合わせはこちら その他の評価もお気軽にご相談ください。



JAPAN TESTING LABORATORIES 株式会社

計測・試験・分析の総合受託会社

<https://jtla.co.jp>

評価技術に関するご質問・ご相談は
Web のお問い合わせフォームまで

FE-EPMA+SXES

高い検出感度による観察・分析を微小領域から広範囲にわたり行うことができます。
SXES（軟X線分光）により従来測定が困難だったLiの分析が可能です。

JXA-8530FPlus

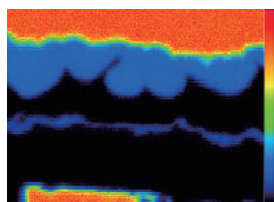
- 最大試料寸法：100mm × 100mm × 50mm(H)
- 最大分析領域：90mm × 90mm
- 分析元素範囲：SXES 50~210eV
WDS B~U
EDS B~U
- エネルギー分解能：SXES 0.3eV
WDS 8eV
EDS 129eV
- 検出限界：SXES：20ppm(B)
- 加速電圧：1~30kV
- 電子像分解能：3nm(観察条件)
- 走査倍率：20nm(分析条件)
- その他：非暴露トランスファーベッセル



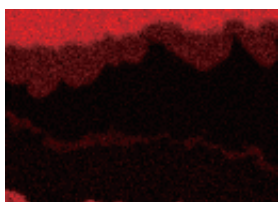
SXES分光器

微小領域の高感度元素情報取得

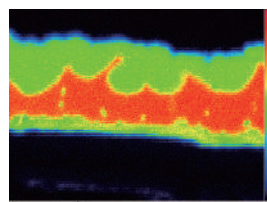
- ・FE電子銃とWDSにより、高精細かつ高感度な元素マッピング分析が可能
- ・EDXではピークが重なり判別が難しい元素もEPMA（WDS）では分離して分析が可能
- ・WDSでは数100ppmの微量元素も検出可能
- ・弊社導入のEPMAではWDSと同時にEDSのスペクトルも同時取得可能（全元素パラレル取得）



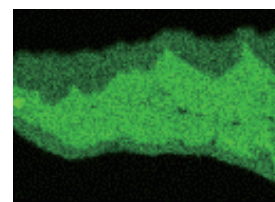
Cu (WDS)



Cu (EDS)



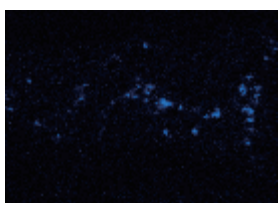
Sn (WDS)



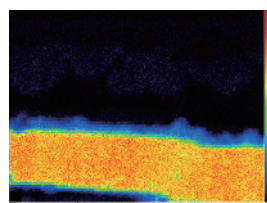
Sn (EDS)



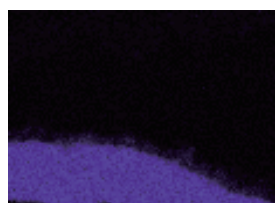
Ag (WDS)



Ag (EDS)



Ni (WDS)



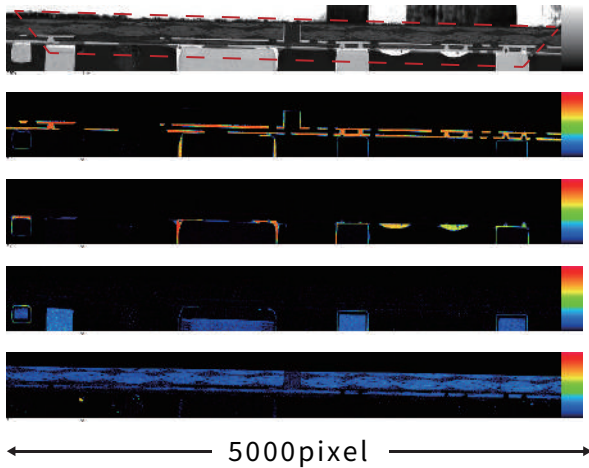
Ni (EDS)

広範囲の観察、分析

- ・ステージを移動させながらの観察ができるためSEMと比べて非常に広範囲での観察や、線分析・面分析が可能
- ・電流値の上限が高いため、より詳細な分析情報を得ることが可能となる
- ・EDS, WDS, SXESの3種の検出器を搭載してるため条件に合わせた使い分けが可能である。
WDSとEDSは同時取得可能

解析目的に応じた多彩な試料作製手法

●広域CP加工（最大8mm）による断面作成



広域CP加工機を用いることで、最大8mm幅（破線内）の機械加工ダメージレスの分析用断面が作成可能です。例えばコンデンサー実装基板を広範囲、高解像度で元素マッピングを行うことで、元素情報からはんだ濡れ性の評価、CuSn合金層の形成有無等を一度に広範囲で評価可能です。



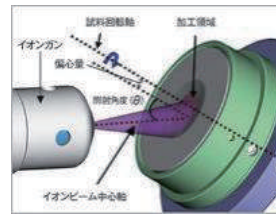
広域CP加工対応機

●FIBによる高精度位置狙い断面作成



FIBマイクロサンプリング法により特定位置の摘出が可能

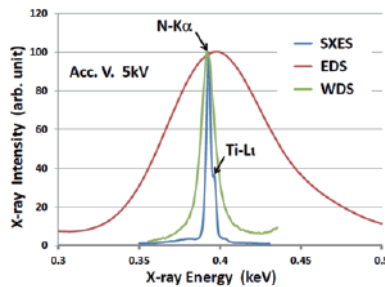
●フラットミリングによるコンタミ原因除去



炭素の定量精度を要求されるサンプルに対してフラットミリングにより、測定前に清浄化を行います。汚染物質、微細傷の除去により炭素の定量精度が向上します。

EDS, WDS, SXESによる分析

各分光器における窒化チタン試料のスペクトル



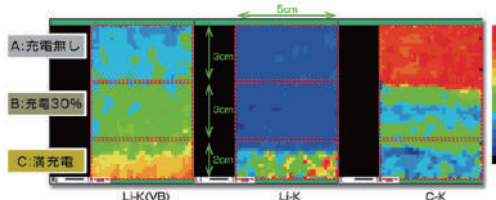
WDSにおいてピークが重畳する元素であっても
SXESでは高いエネルギー分解能により分離が可能である

EDS, WDS, SXESの特性比較

特徴	SXES	WDS (EPMA)	EDS
分解能	0.3 eV	8 eV	120-130eV
化学結合状態分析	可	元素により可	不可
パラレル検出	可	不可	可
検出限界 (Bでの参考値)	20ppm	100ppm	5000ppm
検出元素範囲	50-210eV	B-U	B-U

SXESは分光できる元素領域が限定されるも、WDSよりも低い検出限界、定量精度達成する

SXESによるLi検出（非曝露ベッセル対応）



SXESではLiの検出が可能のため、
Liイオンバッテリー内のLiの分布を捉えることが可能である。

SXESによるLi検出（非曝露ベッセル対応）

化学結合状態分析が可能な元素においては
状態マッピングが可能となります。

お問い合わせはこちら その他の評価もお気軽にご相談ください。

μ-XPS

極表面（～数nm）の定性、定量、状態分析だけではなく、イオンスパッタリングを併用することで深さ方向分析が可能です。

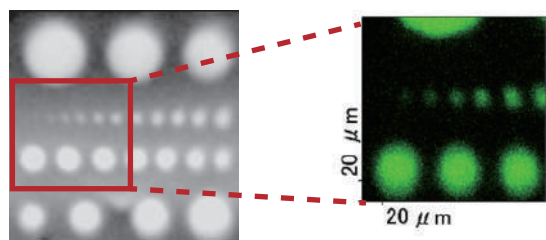
微小部（XPS：数十μm、AES：サブμm）の同一視野分析、Ar-GCIBを用いた有機物の深さ方向分析にも対応しています。

PHI 5000 VersaProbe III

- X線源：単色化Al
- X線ビーム径：10μm～200μm
- 最大試料寸法：Φ60mm × 8mm(H)
- オプション：Arガスクラスターイオン銃（Ar-GCIB）
走査型オージェ電子顕微鏡（SAM）
大気非曝露機構
加熱冷却機構（-140℃～600℃）
デュアルアノードX線源（Mg/Al）



SXIによる微小部の観察・分析

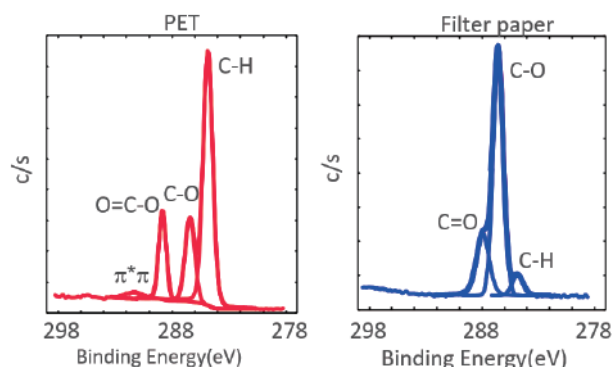


SXI
(X線励起二次電子像)

XPSによる元素マッピング
(面分析)

- ・ビーム径10μm以下のX線プローブを用いた二次電子像上で微小部の分析位置を決定可能
- ・X線を走査することにより線分析、面分析が可能

絶縁物の測定



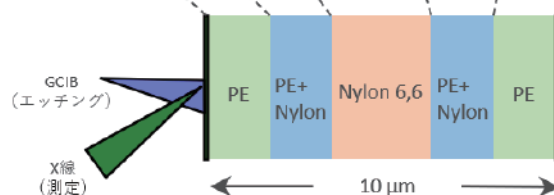
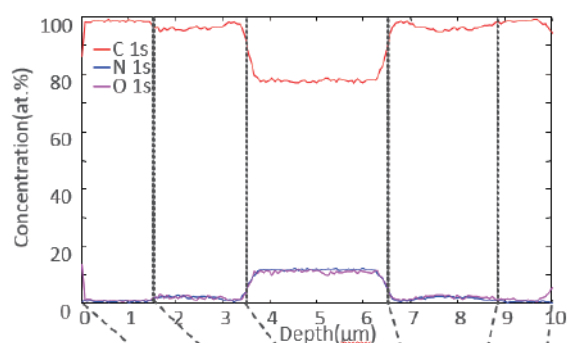
絶縁物のC1s光電子スペクトル

- ・帯電補正によりPET等の絶縁物試料の測定が可能

Ar-GCIBを用いた有機物の深さ方向組成分析

元素を定量的に扱えるXPSと低損傷のGCIBエッチングを組み合わせることにより、有機物試料の積層構造および各層の組成の把握が可能

有機積層フィルムのXPS深さ方向組成分析



XPS深さ方向組成分析から推定される層構造

- ・各層の組成は、最外層がPE（ポリエチレン）、中心部はNylon、中間層ではPEとNylonがおよそ4:1の比率からなることを示唆している

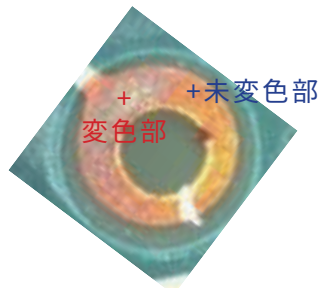
μ-XPS + AES



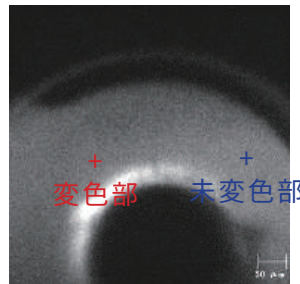
JAPAN TESTING
LABORATORIES

微小部（XPS：数十μm、AES：サブμm）の同一視野分析が可能
大気非曝露や加熱冷却等のオプションで多様な試料に対応

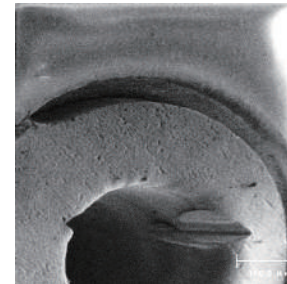
XPSとAESの同一視野による銅電極変色部の分析



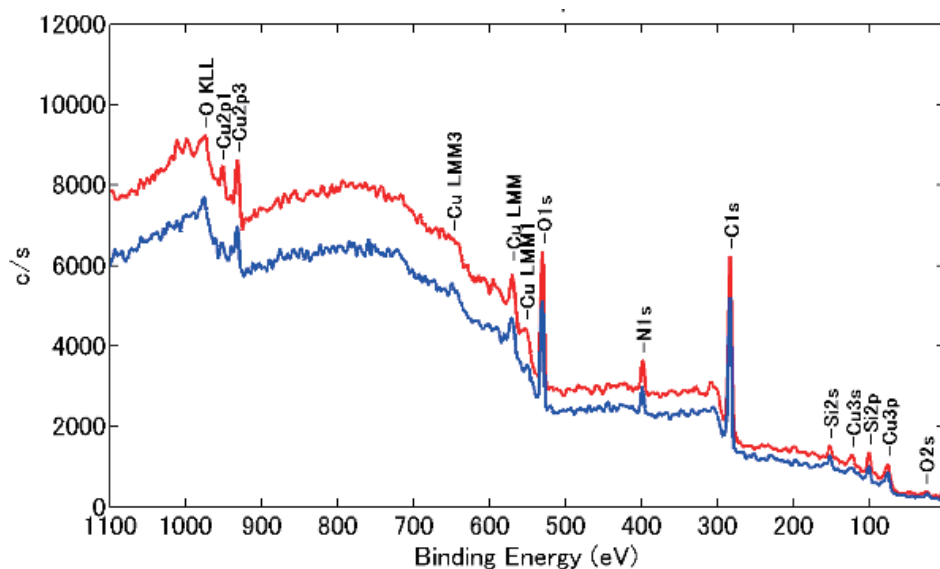
光学顕微鏡像



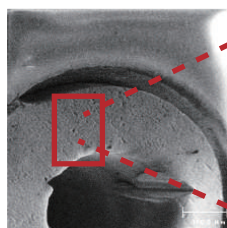
SXI (X線励起二次電子像)
FOV:500μm



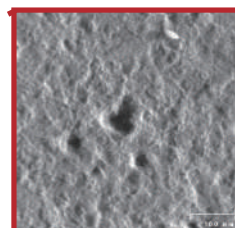
SEM像
FOV:500μm



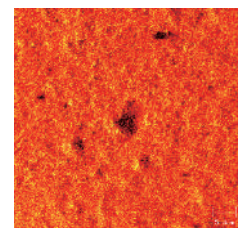
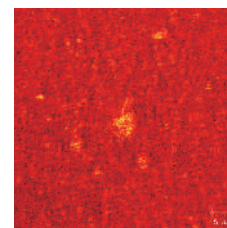
変色部と未変色部の広域光電子スペクトル



SEM像
FOV:500μm



SEM像
FOV:50μm



左図のSEM像と同一視野における
AES元素マッピング(C, Cu) FOV:50μm

- SXIとSEM像の同一視野による分析が可能
 - AESに比べて広い領域を分析できるXPSでは変色部/未変色部の明確な違いは認められない
 - 変色部を拡大したSEM像では暗部と明部が認められる。
- この領域をAES元素マッピングした結果、暗部でCが多く、明部でCuが多い分布を確認できた

※データ提供 アルバック・ファイ株式会社

お問い合わせはこちら

その他の評価もお気軽にご相談ください。



JAPAN TESTING LABORATORIES 株式会社

計測・試験・分析の総合受託会社

<https://jtla.co.jp>

評価技術に関するご質問・ご相談は
Web のお問い合わせフォームまで