

BRUKER NANO ANALYTICS ウェビナー

# 困難だったEDS測定をルーチンワークに

2024年11月27日 16:00 ~  
ブルカージャパン株式会社  
ナノ分析事業部  
馬場 洋樹

EDS

XFlash®  
Technology



# 電子顕微鏡用分析装置 製品ラインナップ



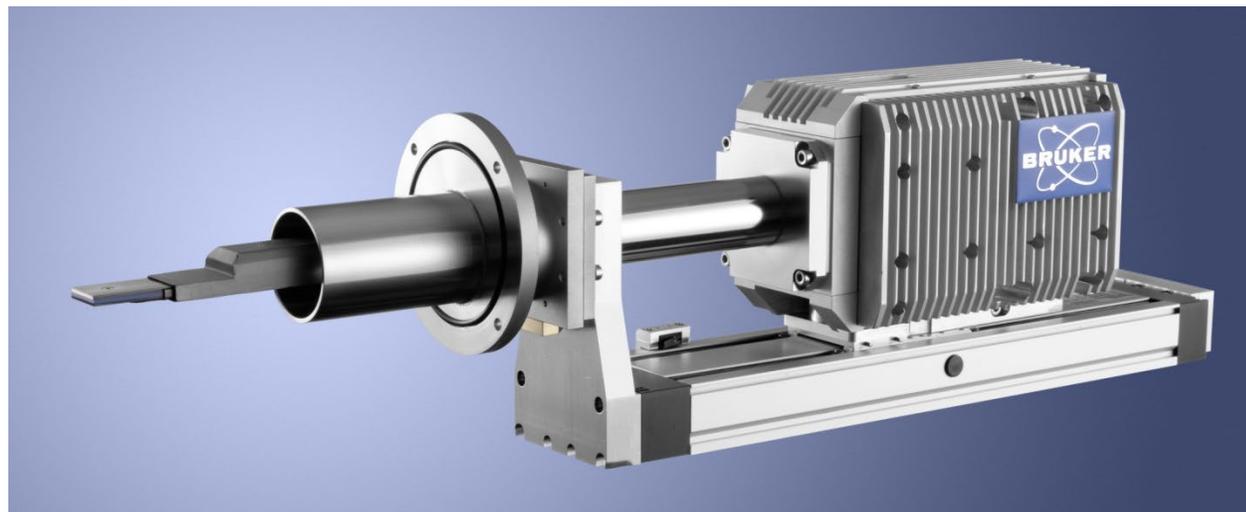
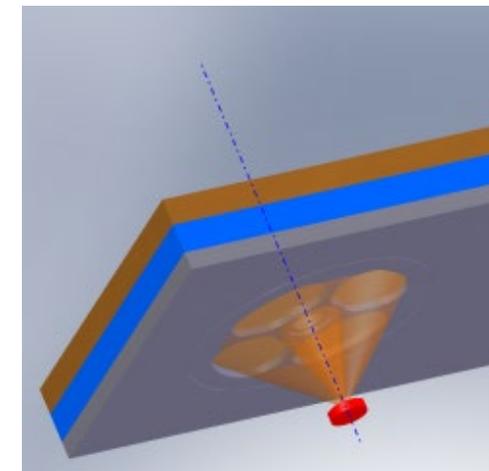
- EDS (エネルギー分散型X線分光)
  - XFlash® 7、FlatQUAD
- WDS (波長分散型X線分光)
- EBSD
- マイクロXRF

複数の検出器を  
ひとつのソフトウェアから制御可能

# XFlash 5060 FlatQUAD

## 概要

- 穴あき型。中央の穴を電子ビームが通過
- 4チャンネル SDD検出素子  $4 \times 15 \text{ mm}^2 = 60 \text{ mm}^2$
- SDD素子ごとに独立したパルスプロセッサ
- 最大出力カウントレート  $4 \times 400,000 \text{ cps} = 1,600,000 \text{ cps}$



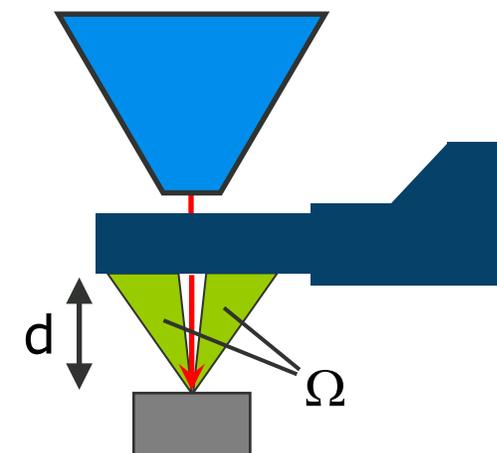
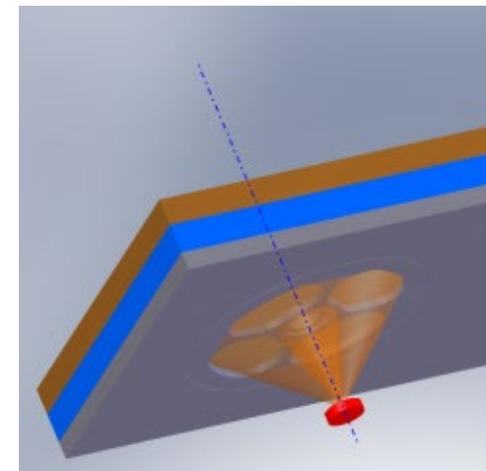
# XFlash 5060 FlatQUAD

## 概要

- 穴あき型。中央の穴を電子ビームが通過
- 4チャンネル SDD検出素子  $4 \times 15 \text{ mm}^2 = 60 \text{ mm}^2$
- SDD素子ごとに独立したパルスプロセッサ
- 最大出力カウントレート  $4 \times 400,000 \text{ cps} = 1,600,000 \text{ cps}$
- ポールピースと試料の間に設置
- 試料近くに検出素子を設置可能



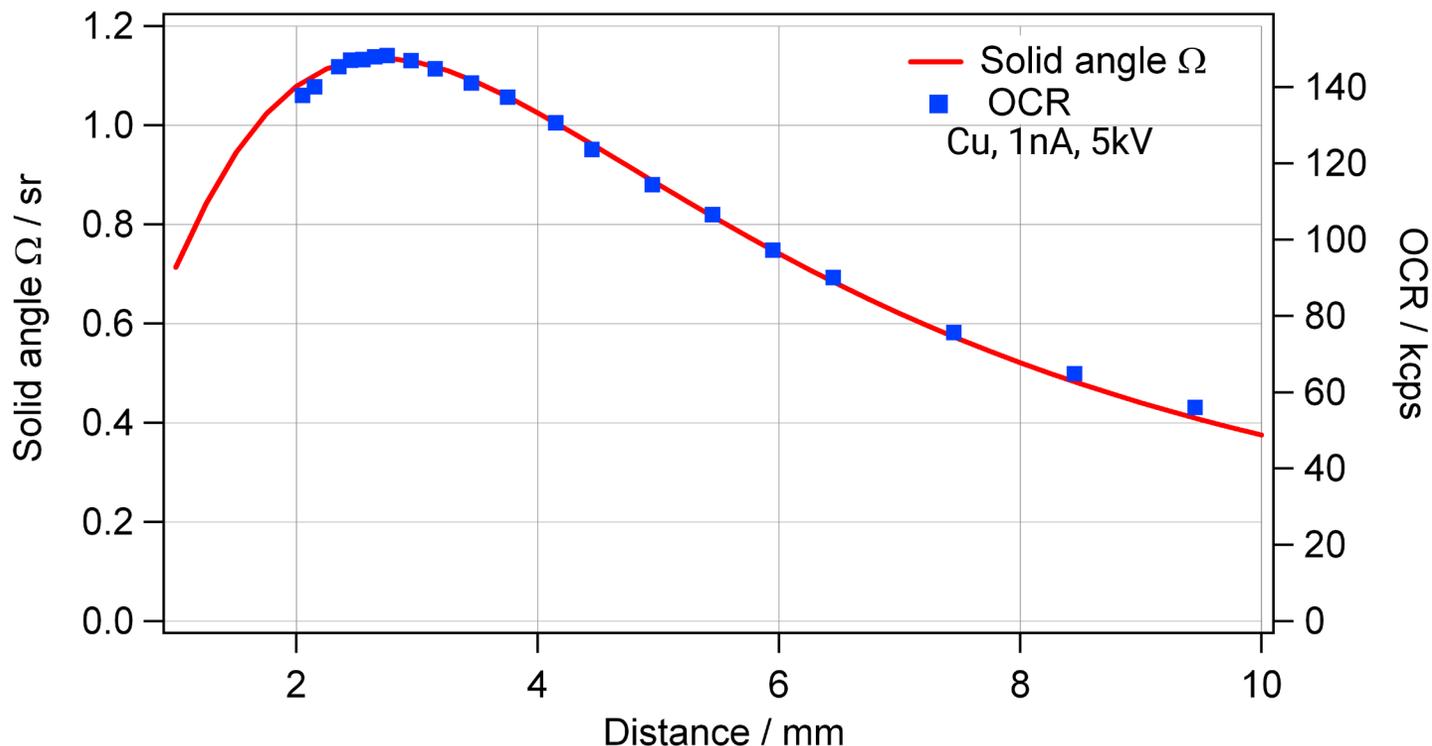
- 高立体角
- 高取り出し角
- 高カウントレート



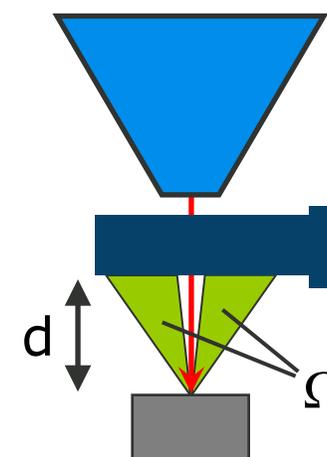
# XFlash 5060 FlatQUAD

## 高立体角のメリット

検出立体角、OCR (出力カウントレート)と試料～検出器間距離の関係



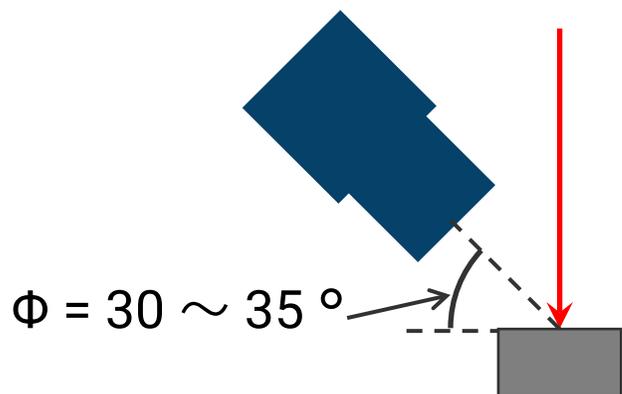
最大検出立体角 > 1.1 sr を実現  
( $d = 2.5$  mm)



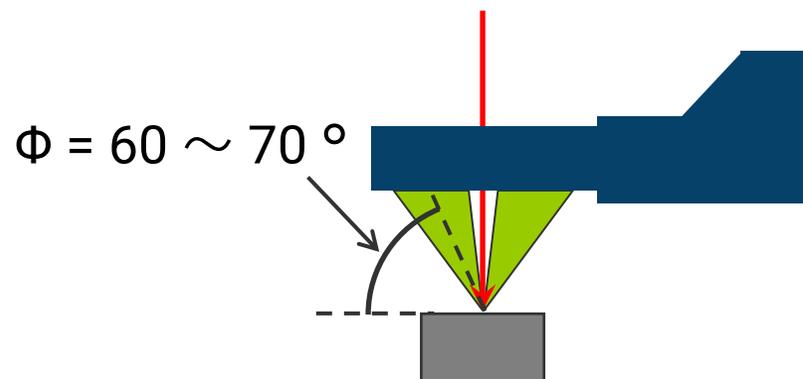
Nestor J. Zaluzec, Detector solid angle Formulas for Use in EDS, Microsc. Microanal., 15 (2009) 93

# XFlash 5060 FlatQUAD 高取り出し角のメリット

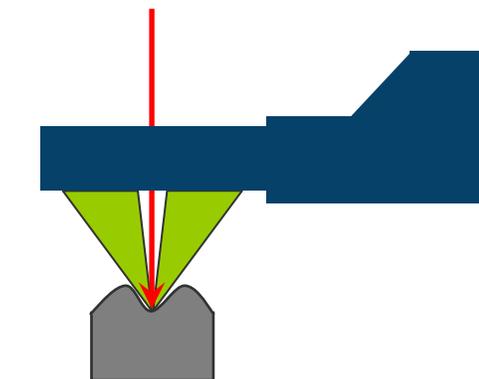
取り出し角の比較：XFlash 5060 FlatQUAD vs 斜め挿入型



斜め挿入型EDS検出器



XFlash 5060 FlatQUAD



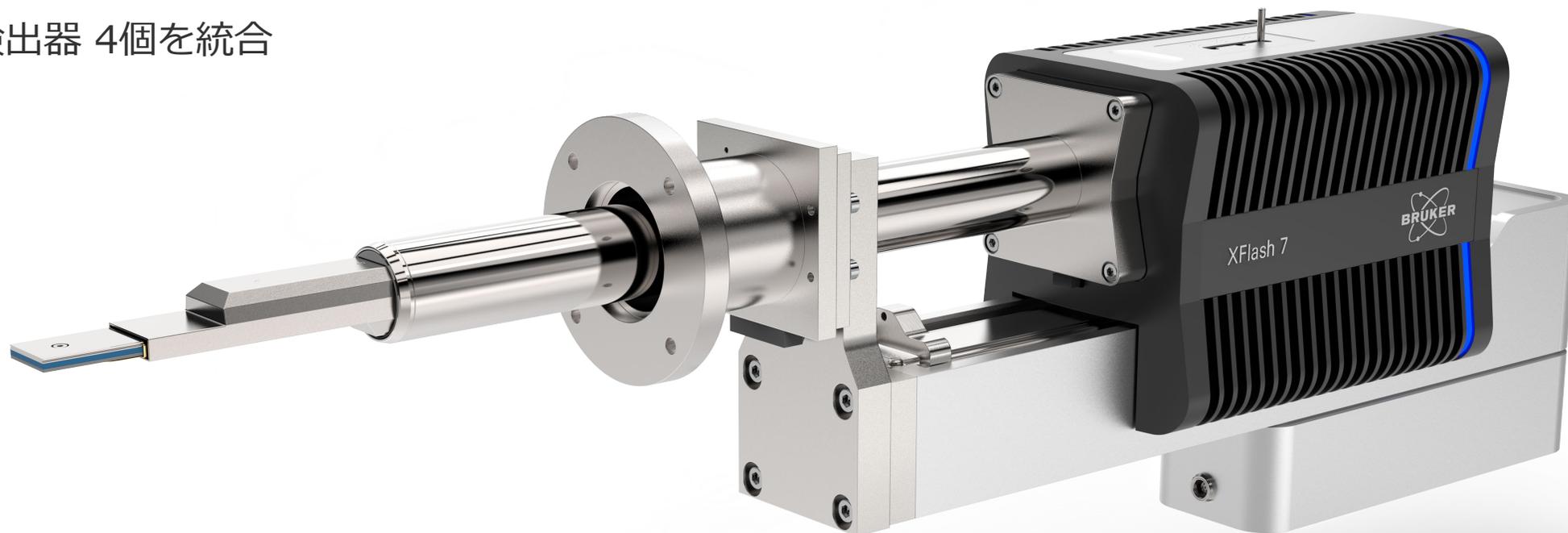
凹凸サンプルでの  
シャドーイングの影響を軽減

# XFlash® FlatQUAD – 従来のEDS検出器の限界を超えて

## 革新的な4チャンネルSDDレイアウト

高い検出立体角、取り出し角

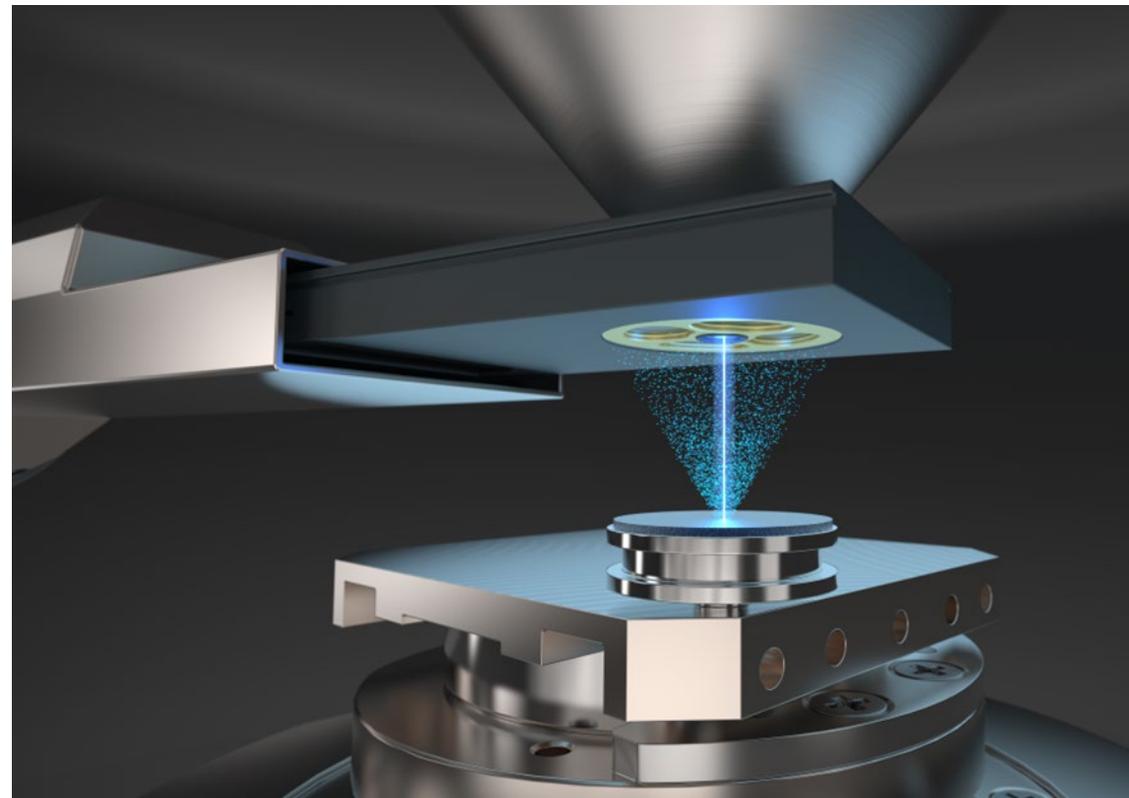
フル機能のEDS検出器 4個を統合



XFlash® FlatQUAD - the detector for SEM and FIB-SEM

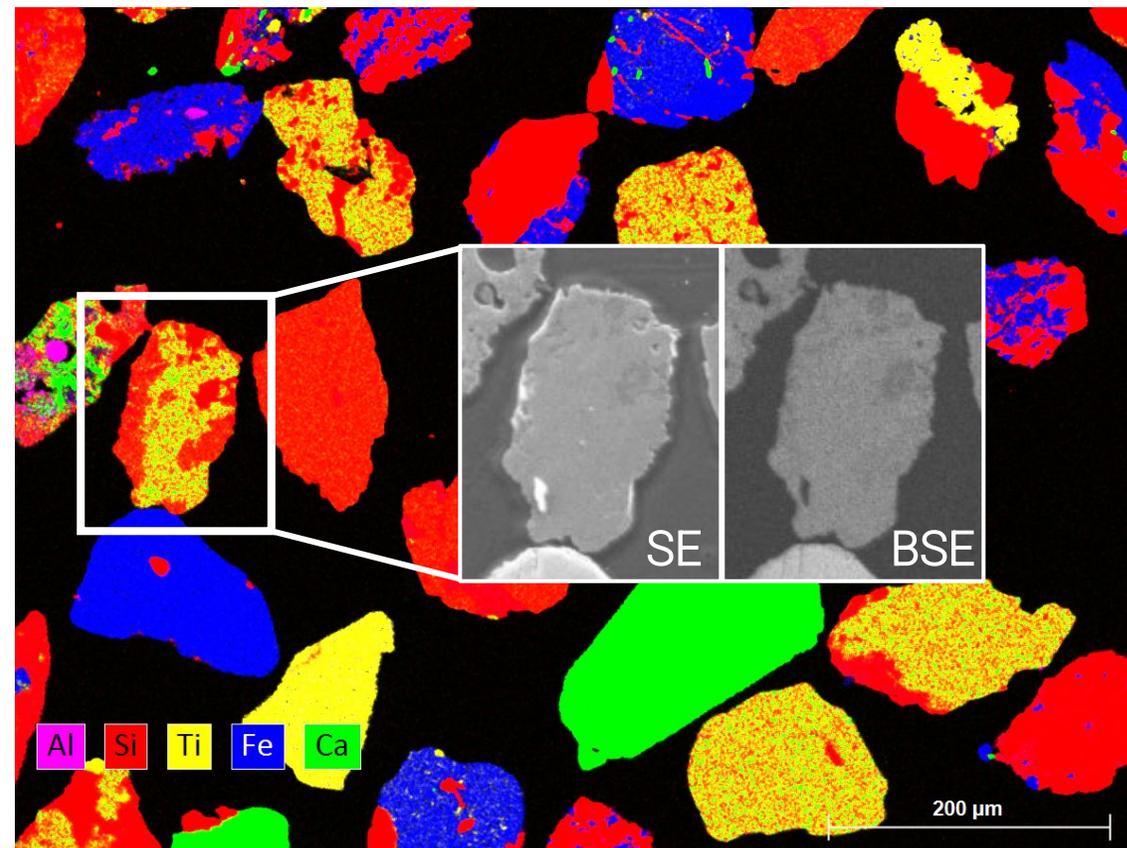
## XFlash® FlatQUAD –最高のカウントレートで超高速EDS分析

- 分析品質に妥協することなく、  
3.2 Mcpsの出力カウントレートを実現
- 並列動作する高速プロセッサ
- 長時間測定をより容易に
- 短時間でより多くの分析、より正確な分析
- SEM像でコントラストを得にくいサンプルに対し、  
元素マップで明確なイメージング
- 元素マップ測定でも完全なスペクトル情報を記録、  
リアルタイム表示



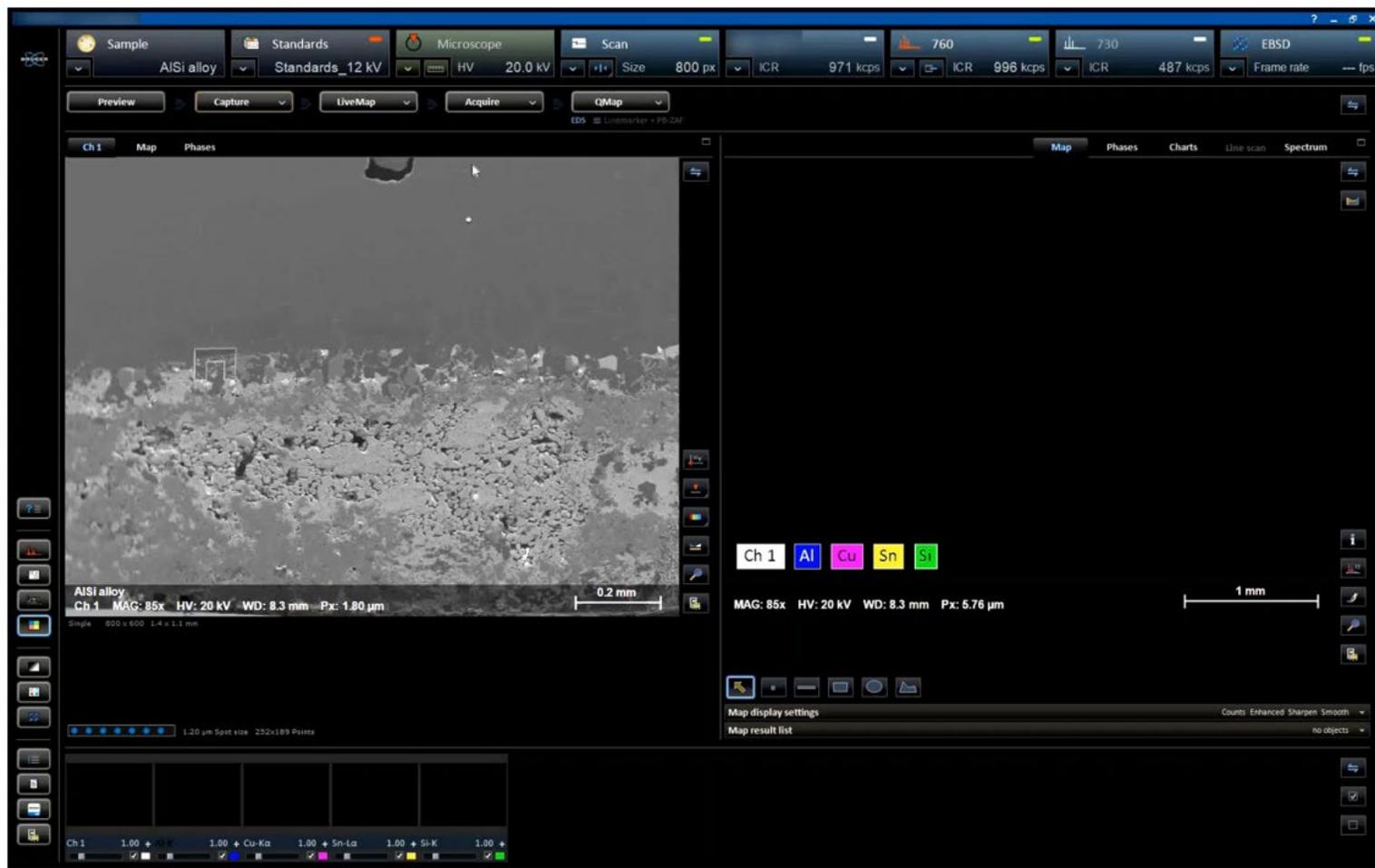
# XFlash® FlatQUAD –最高のカウントレートで超高速EDS分析

- 分析品質に妥協することなく、  
3.2 Mcpsの出力カウントレートを実現
- 並列動作する高速プロセッサ
- 長時間測定をより容易に
- 短時間でより多くの分析、より正確な分析
- SEM像でコントラストを得にくいサンプルに対し、  
元素マップで明確なイメージング
- 元素マップ測定でも完全なスペクトル情報を記録、  
リアルタイム表示



Chemical snapshot (single frame EDS map) of embedded particles acquired in a few seconds at 15 kV and 3 nA probe current with an OCR of 1,169,000 cps.

# 高カウントレートに適したアプリケーション例 Al-Si合金のSn-Cuはんだ接合部のライブマップ



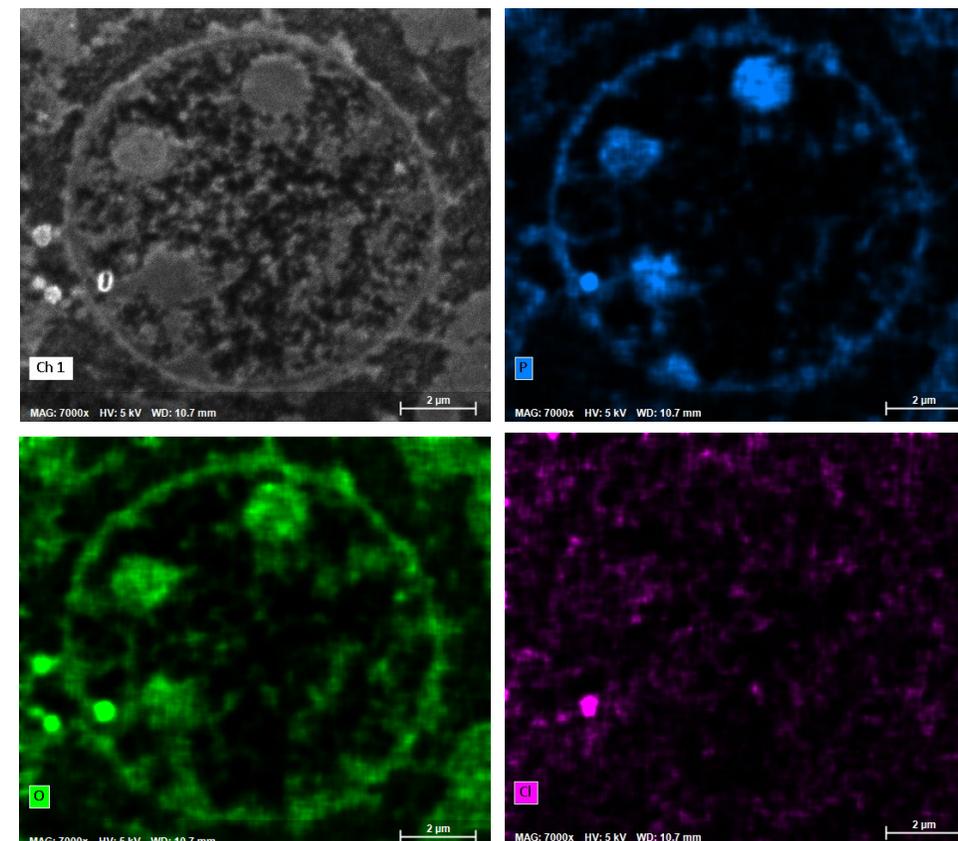
- 出力カウントレート約1000 kcpsでのライブマップ
- 自動元素同定
- 一部領域スペクトル表示
- 微量元素強調表示機能

動画リンク <https://www.youtube.com/watch?v=DF-XBmIIIGI8>

# XFlash® FlatQUAD

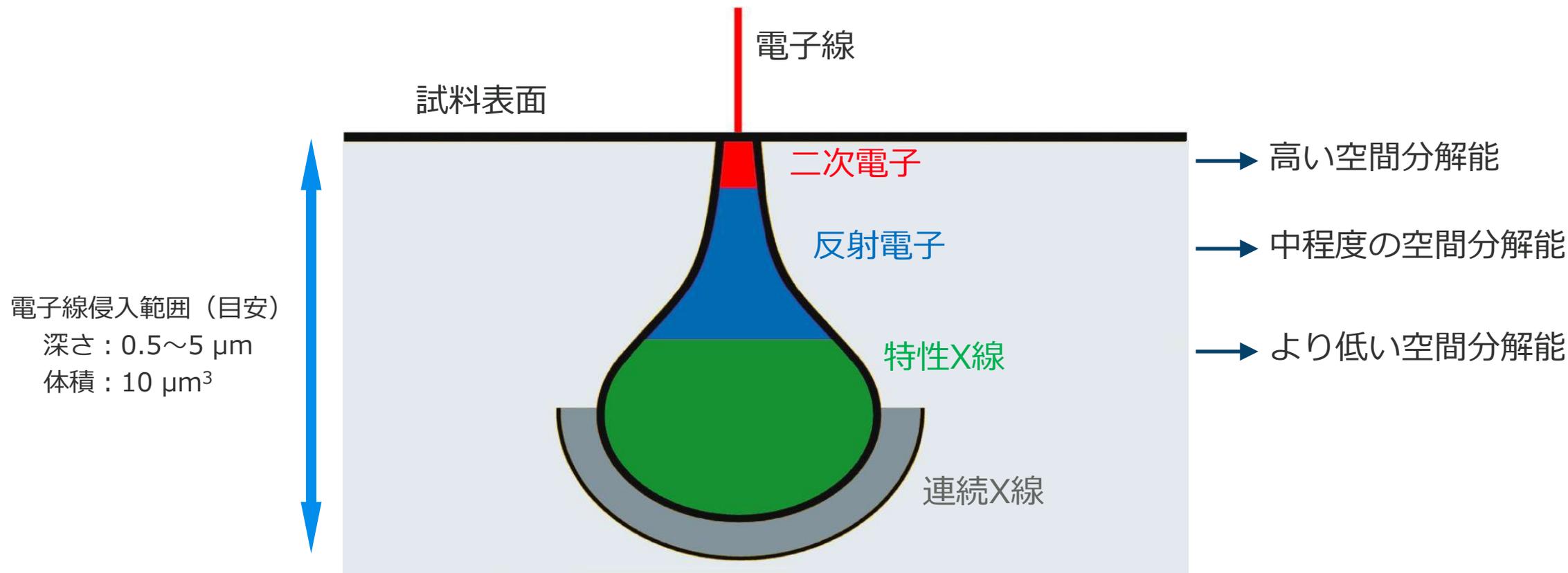
## ビームダメージを受けやすい試料の元素マッピング

- 生物試料、半導体試料などビームダメージを受けやすい試料も分析可能
- 高いX線収集効率により最小限の電子ビーム照射で分析可能
- イメージ品質を損なうことなくビームダメージを抑制した分析
- 最小限の前処理



樹脂包埋したがん細胞薄片の元素マップ  
厚さ100 nm、5 kV, 580 pA, OCR 109,800 cps  
Sample courtesy: Univ. Bordeaux

# SEM-EDSの空間分解能 ～ 試料内部でのX線発生領域

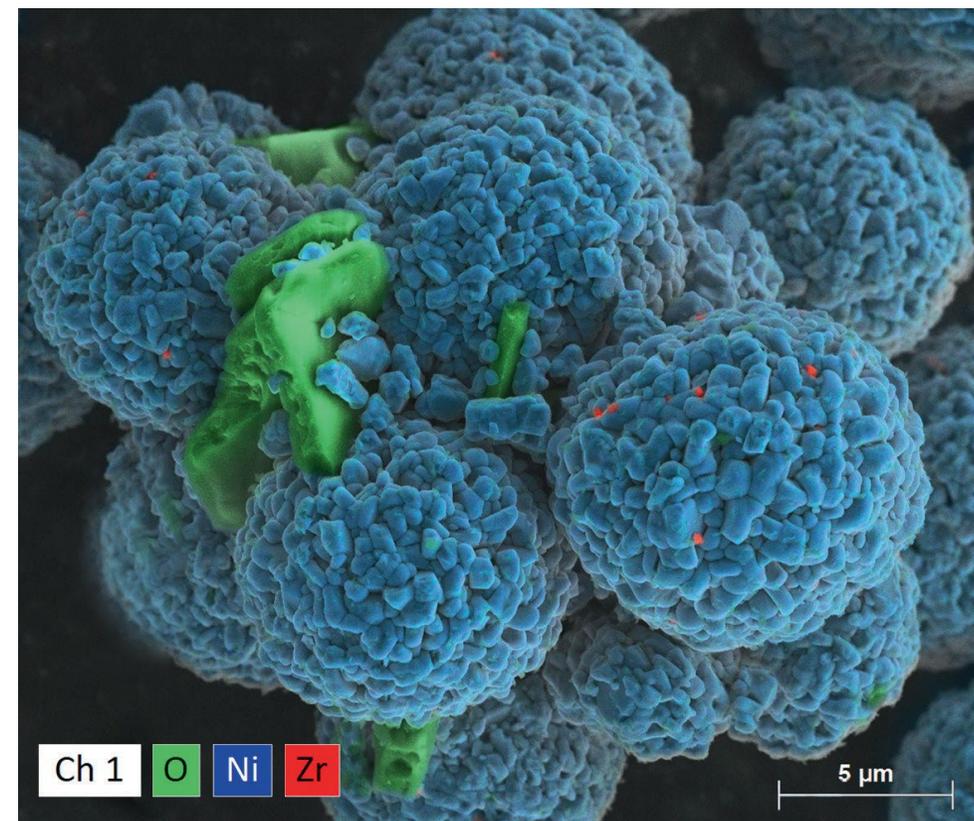


- 励起範囲の違い  
連続X線 > 特性X線 > 反射電子 > 二次電子

# XFlash® FlatQUAD

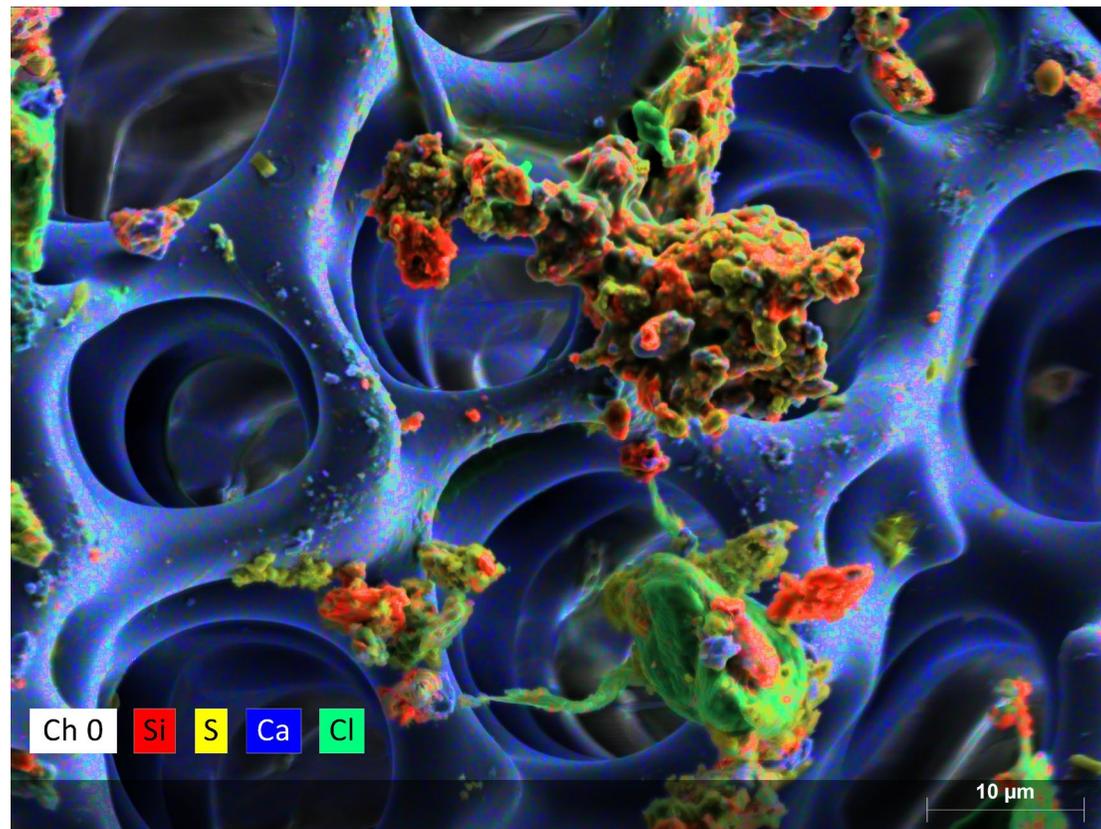
## 凹凸試料の元素マッピング

- 通常型EDSでは検出できなかった凹凸部分の分析
- 高い取り出し角で深いひび、溝構造や穴構造を可視化
- 試料による再吸収を軽減し、軽元素も高い感度で分析
- シャドーイングを軽減し最大限の組成情報を分析



NMC (nickel manganese cobalt) battery precursor material with Zr contamination (red); elemental map with a overlaid SEM image.

# XFlash® FlatQUAD 生物試料の元素マッピング

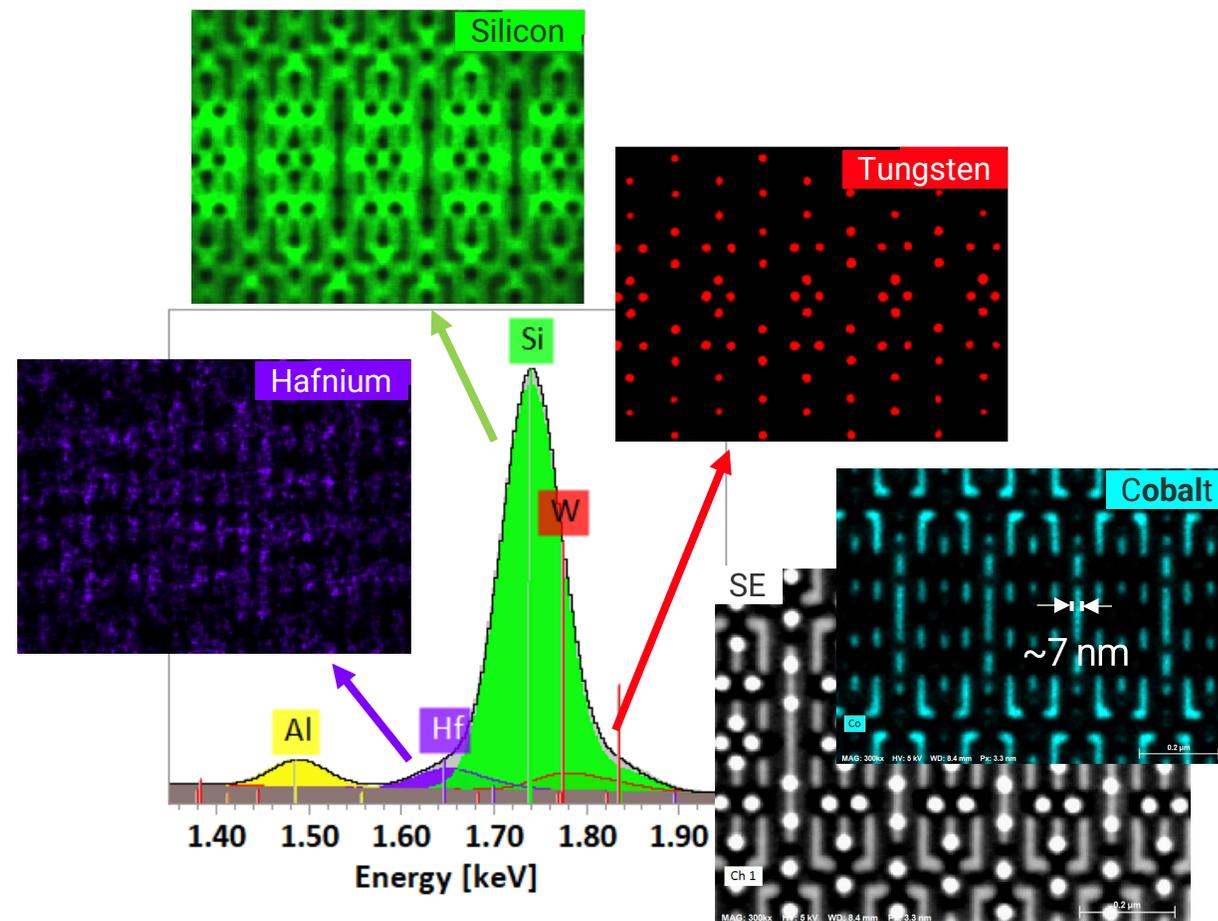


- ウニの骨格
- 6 kV / ~58,000 cps / 積算時間 51 秒

# XFlash® FlatQUAD

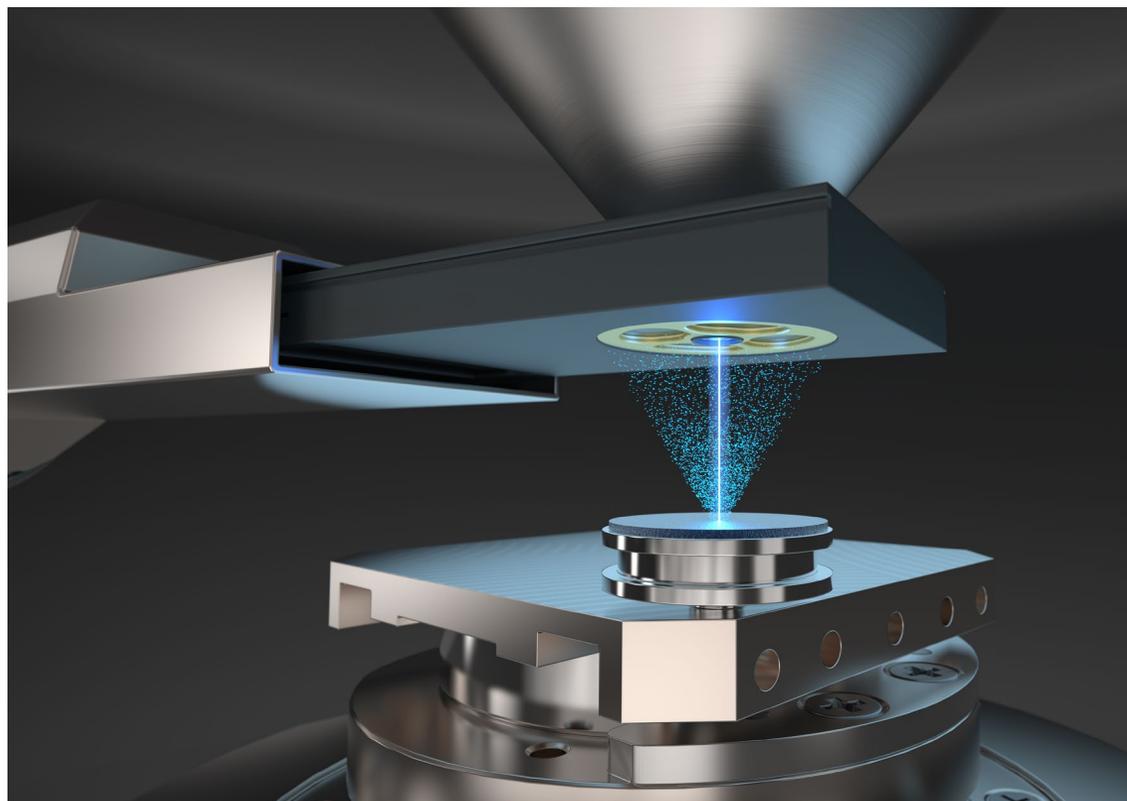
## 一つの検出器であらゆる分析に対応

- 高速測定から正確な定量まですべてに対応
- 困難な分析に最適の検出器
  - 超高速リアルタイムイメージング
  - 正確なスペクトルと分析結果
- 軽元素から重元素まで
- さまざまな分析条件に対応
- 従来型のEDS検出器なしでも運用可能



# XFlash<sup>®</sup> FlatQUAD – 主な特徴

## 分析装置のマシントイムを有効活用

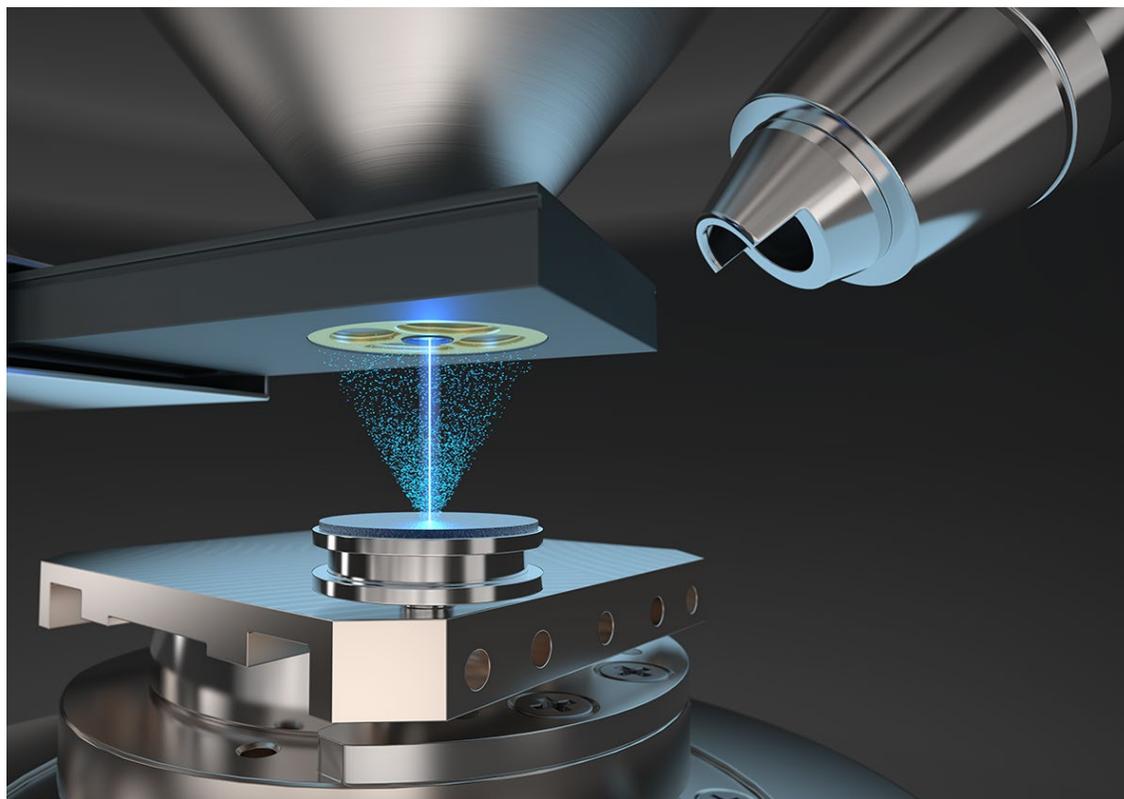


- 4個のフル機能EDS検出器による超高速測定
- 最高のX線検出効率を実現するユニークな検出器構造
- さらに発展した安全インターロック機能
- ステージの高速化  
検出器の切り替えと試料交換を短時間で
- 高剛性構造
- 30 kVの高加速電圧対応(オプション)



# XFlash<sup>®</sup> FlatQUAD – 主な特徴

## 斜め挿入型EDSとの比較



- 25倍以上の検出立体角
- 4倍の処理速度
- 2倍の取り出し角
- 同等のスペクトル品質

# アプリケーション例

## バッテリー正極材料粒子

二次電子像から得られる形状情報：

- **凹凸の大きい試料**

原材料をそのまま分析

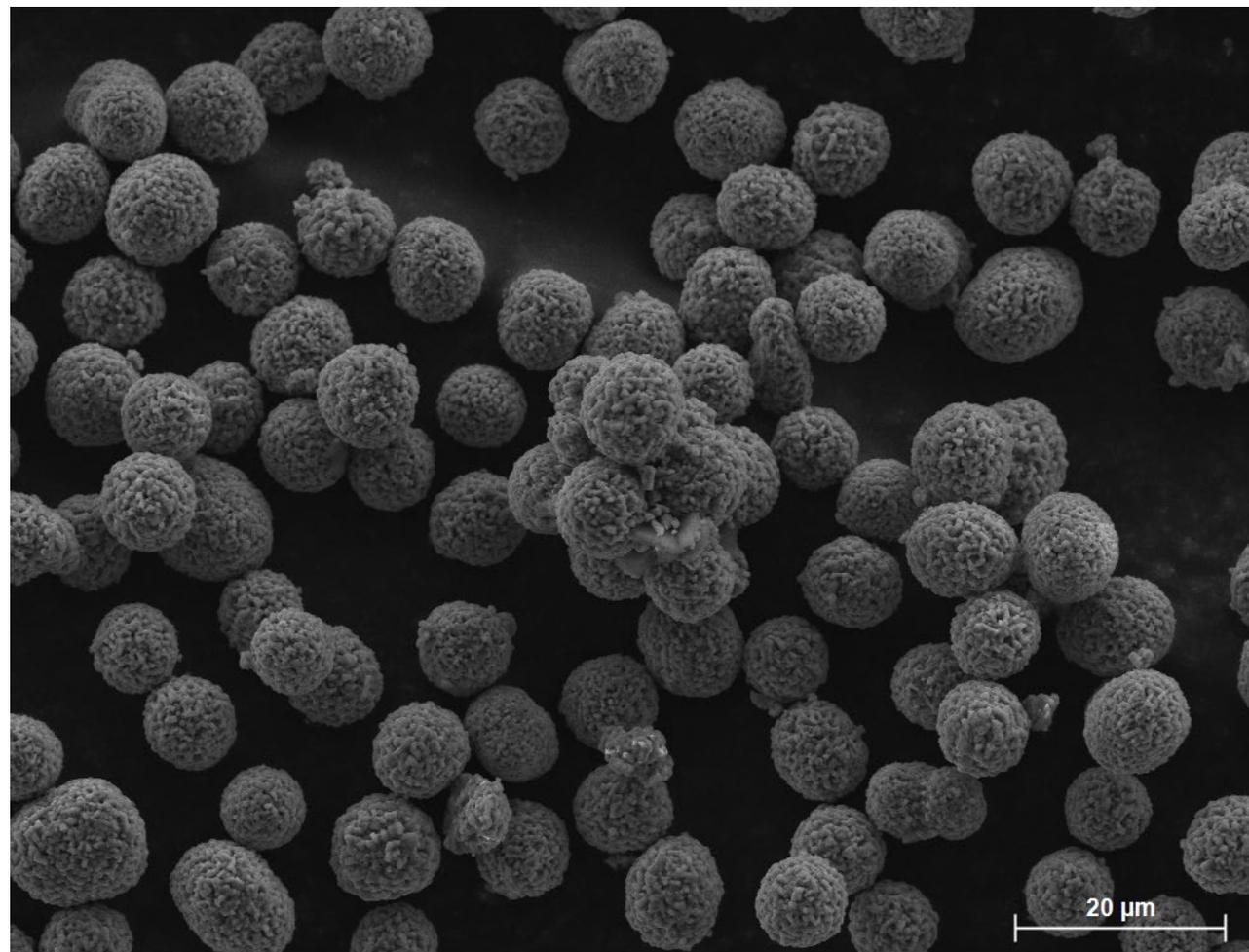
- **前処理なし**

粒子がカーボンテープにゆるく粘着した状態

- **コーティングなし、高真空**

粒子は導電性だが密着はよくない

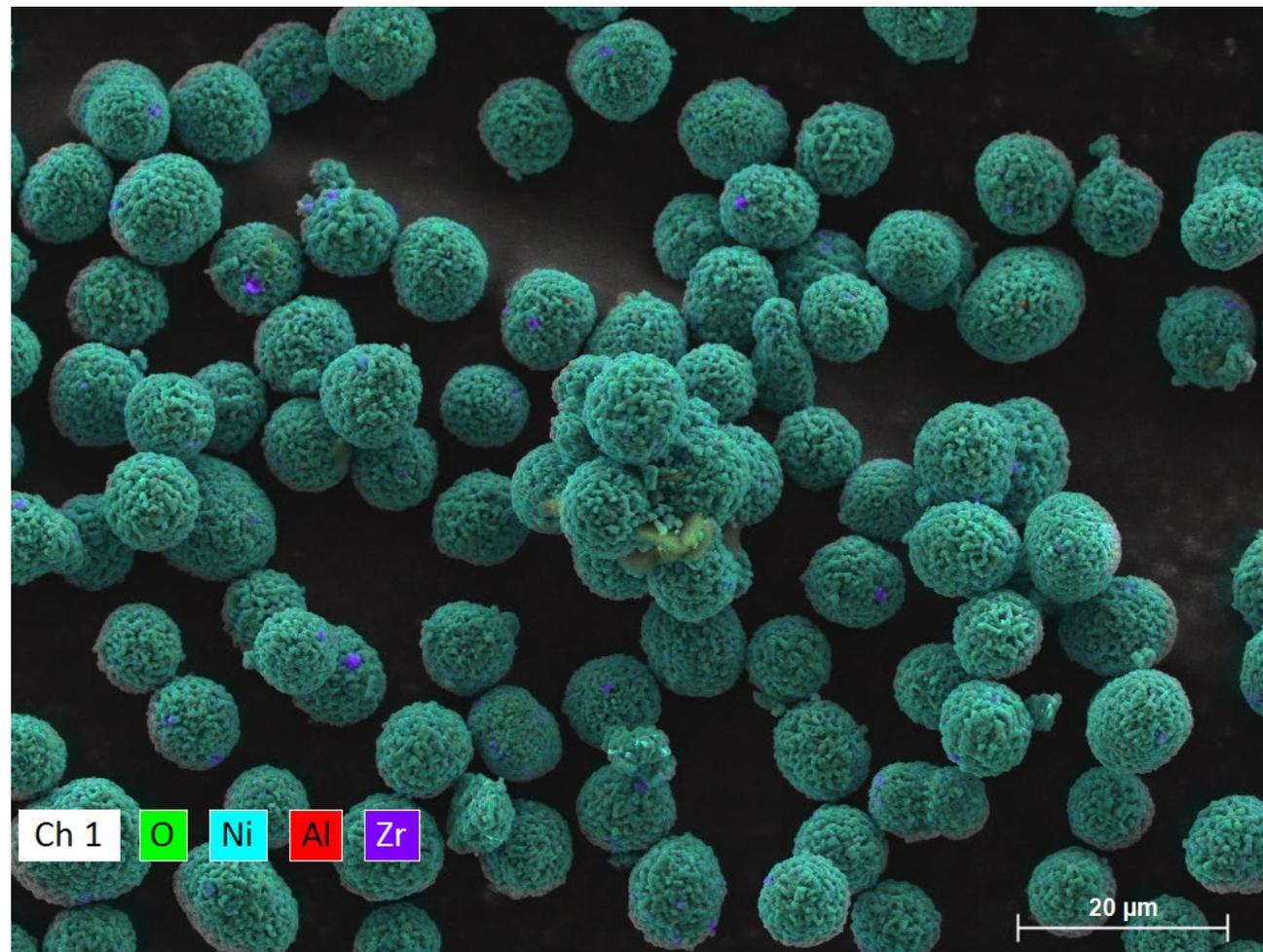
- **ビーム影響を受けやすい**



カーボンテープ上のNCM粒子の二次電子像

## アプリケーション例：バッテリー正極材料粒子

- 斜め挿入型EDSとの比較
  - より高速なマップ
  - シャドーイングなし } より多くの情報
- 最適な加速電圧での分析  
空間分解能 vs. 励起可能な元素ライン
- 十分なスペクトル品質：  
重なった元素ピークの変離
- 短時間でコンタミ成分を検出



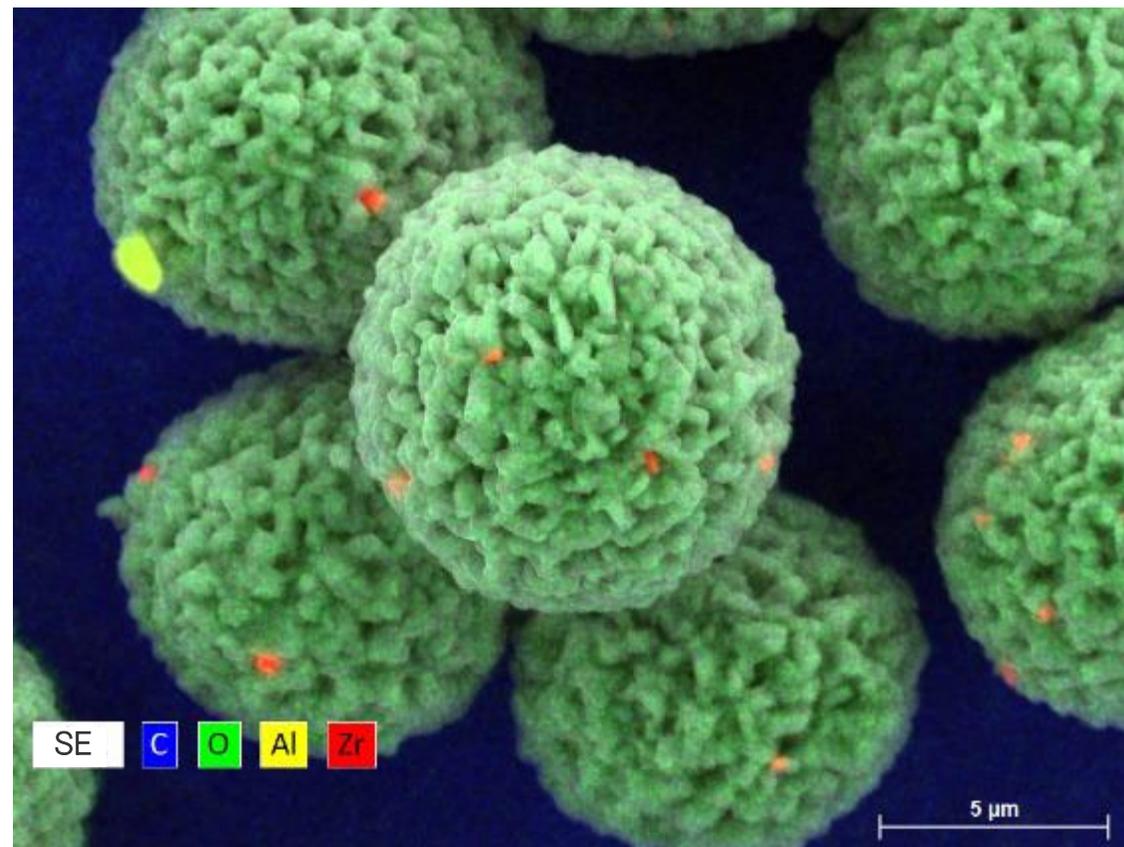
FlatQUAD 12kV Map with SE image overlay, 10 minutes

## 斜め挿入型EDSとFlatQUADの比較：NCM粒子



斜め挿入型EDS 60 mm<sup>2</sup>

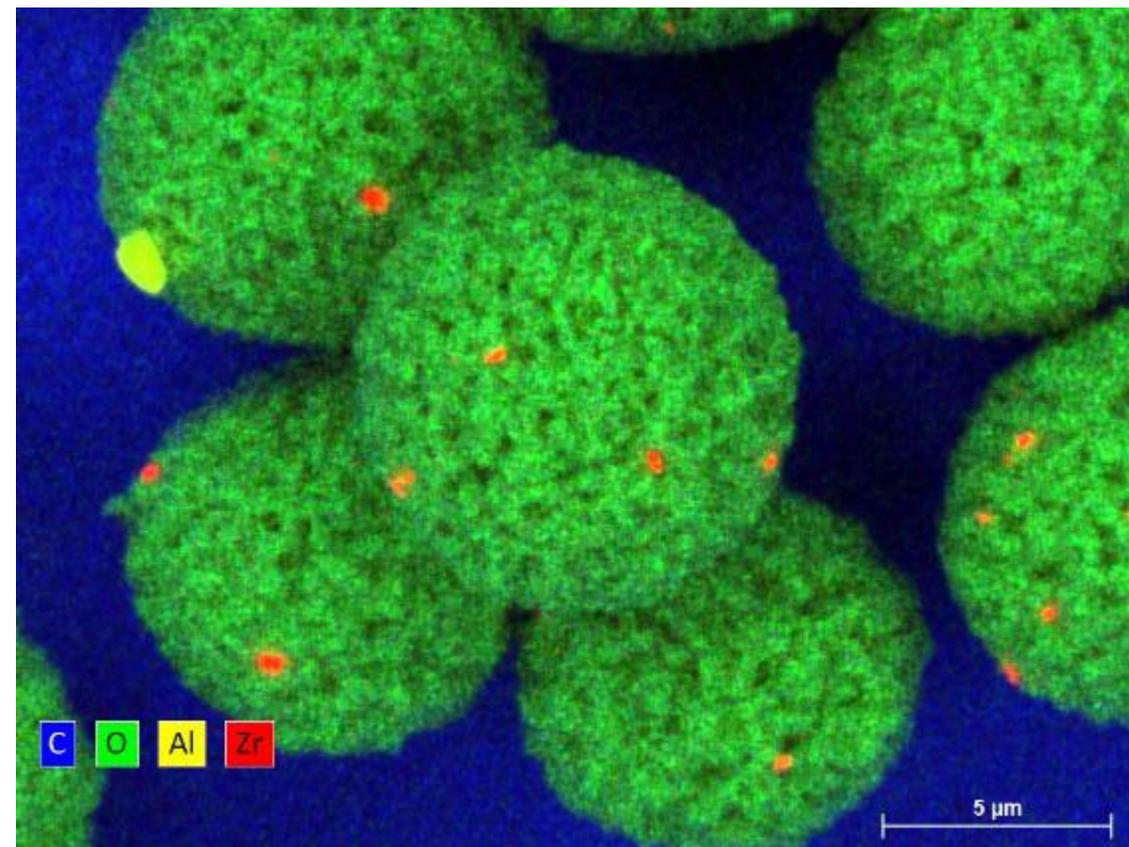
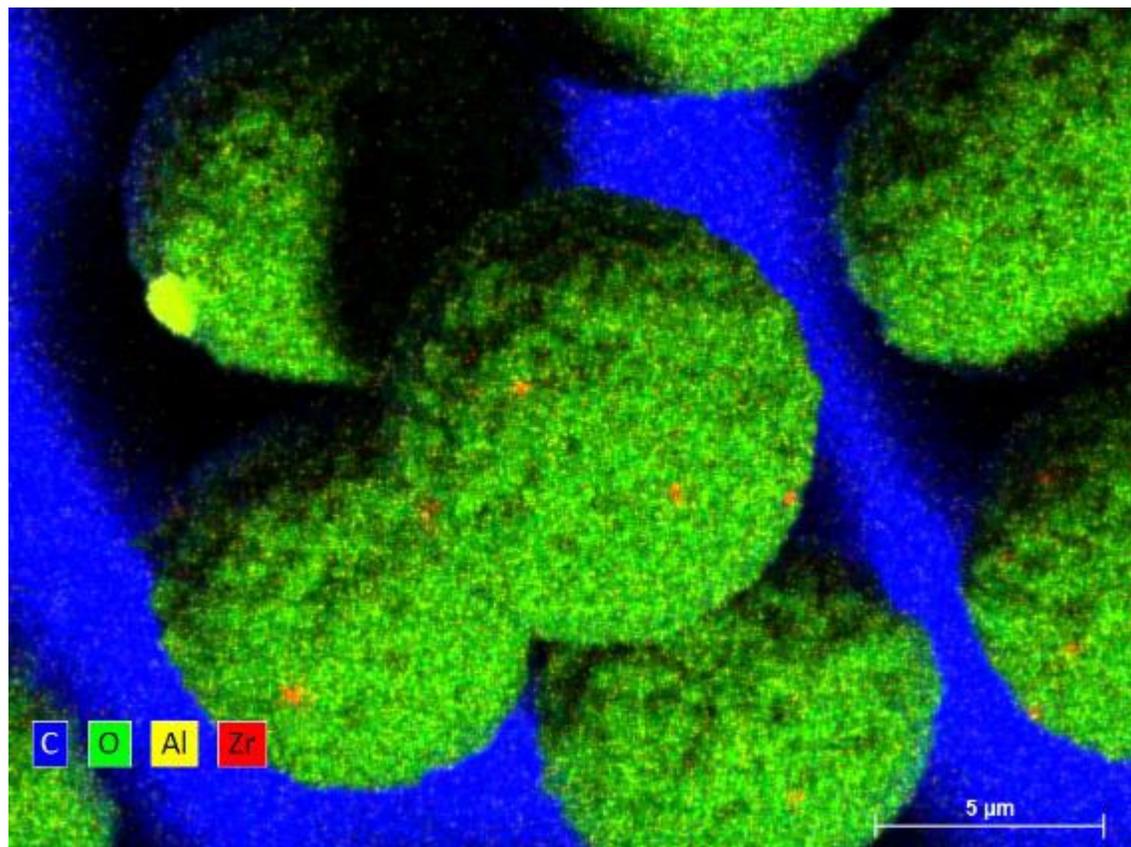
12 kV / 510pA / 600s



XFlash<sup>®</sup> FlatQUAD



# 斜め挿入型EDSとFlatQUADの比較：NCM粒子



斜め挿入型EDS 60 mm<sup>2</sup>

7190 cps

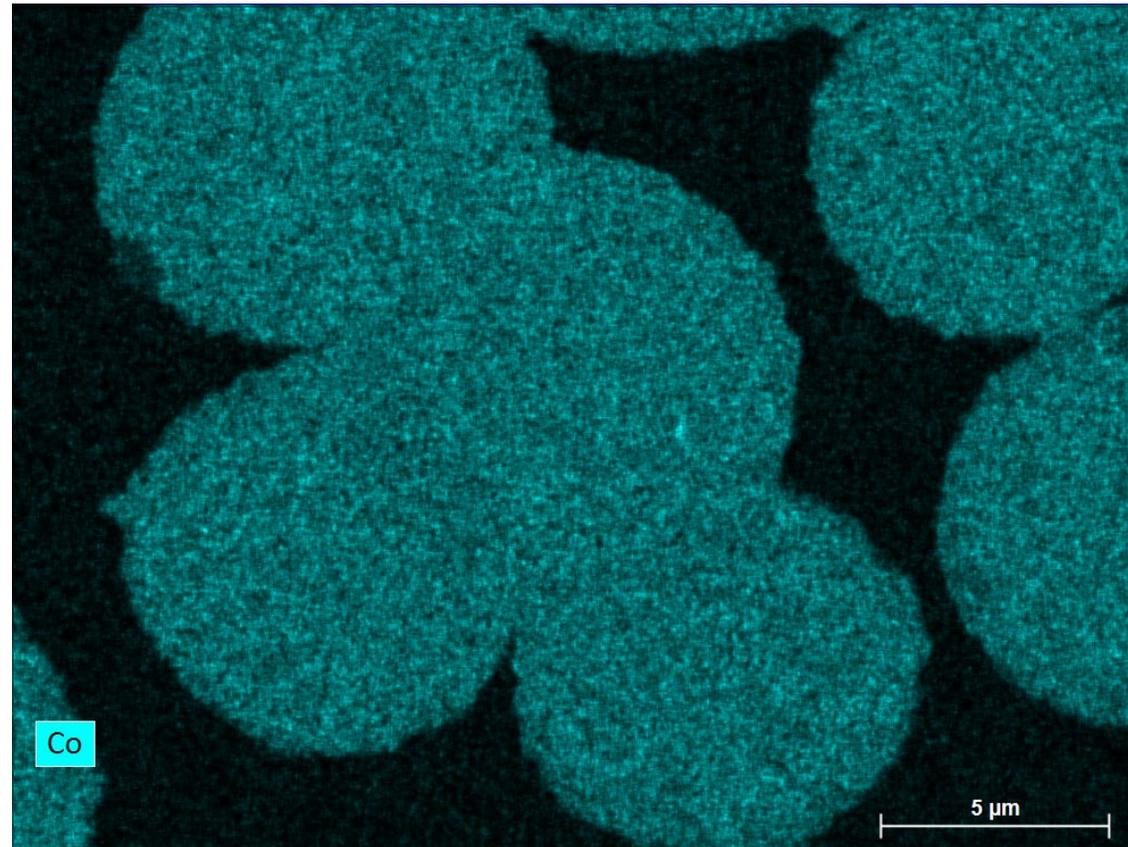
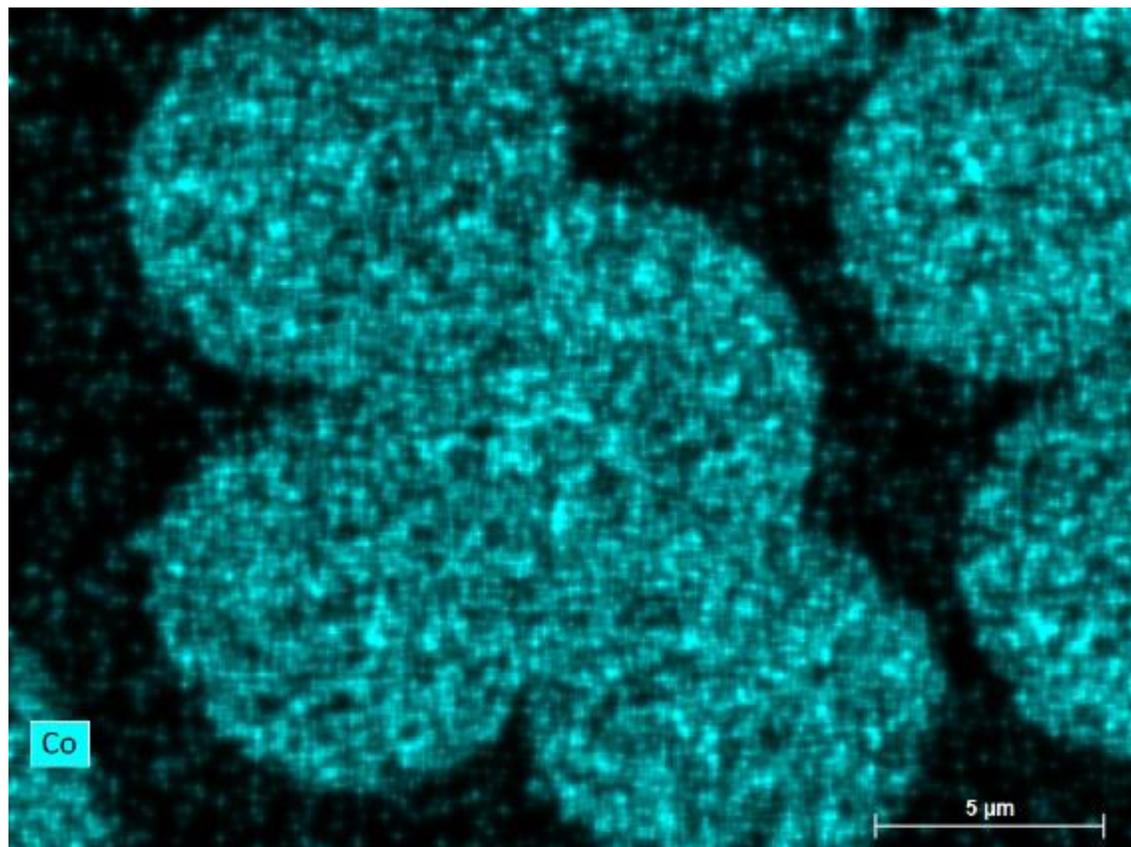
12 kV / 510pA / 600s

XFlash<sup>®</sup> FlatQUAD

133,900 cps



# 斜め挿入型EDSとFlatQUADの比較：NCM粒子



斜め挿入型EDS 60 mm<sup>2</sup>

7190 cps

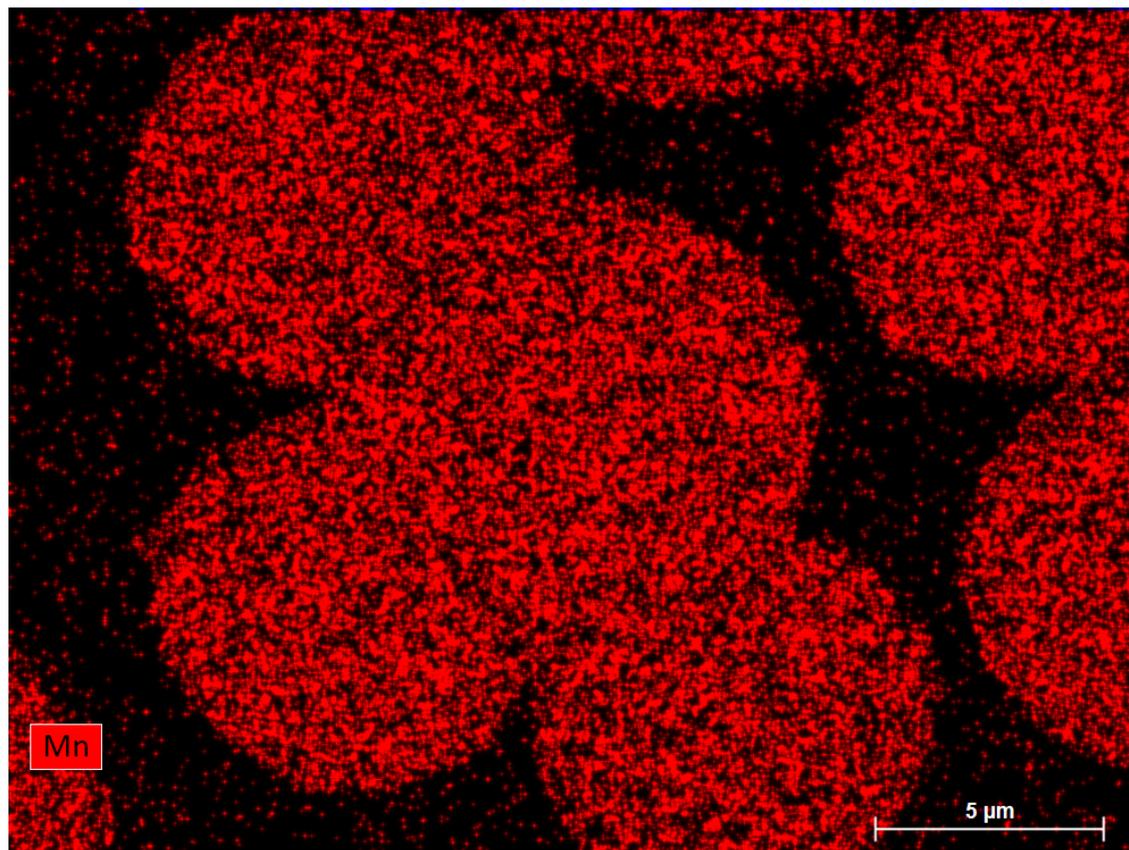
12 kV / 510pA / 600s

XFlash<sup>®</sup> FlatQUAD

133,900 cps



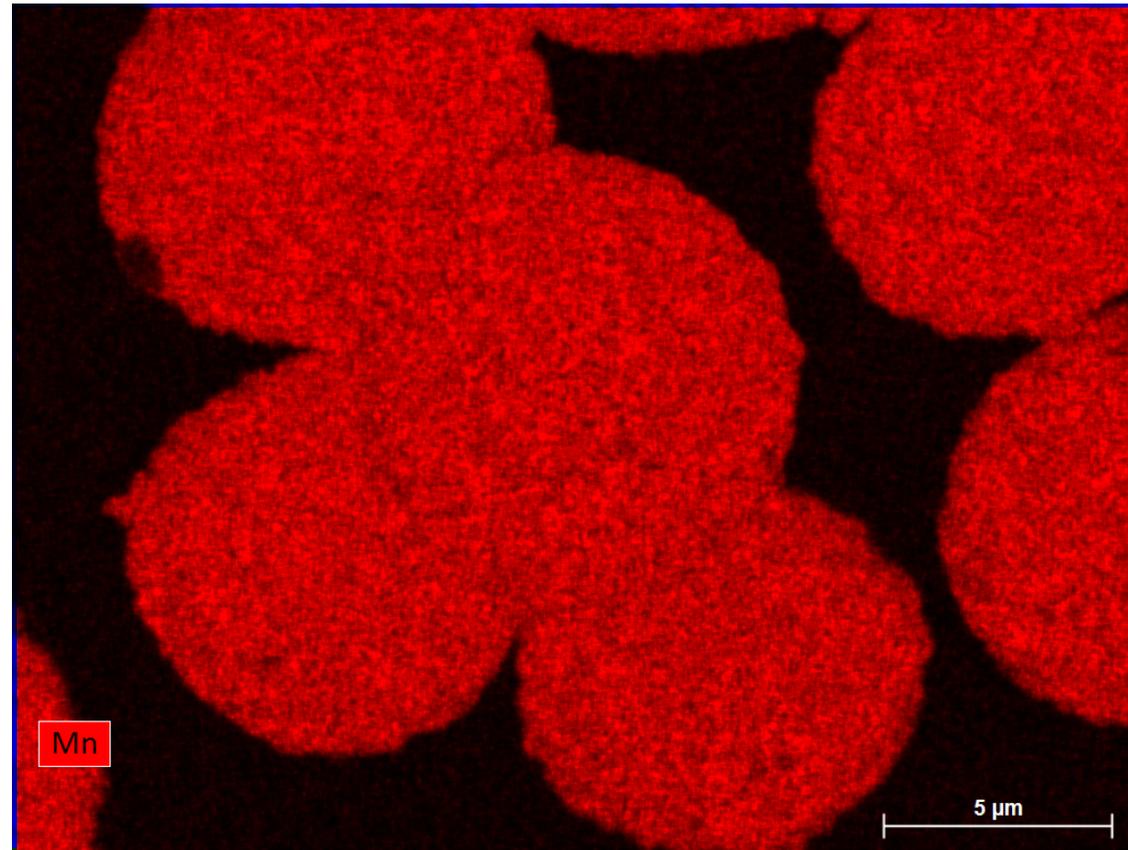
## 斜め挿入型EDSとFlatQUADの比較：NCM粒子



斜め挿入型EDS 60 mm<sup>2</sup>

7190 cps

12 kV / 510pA / 600s

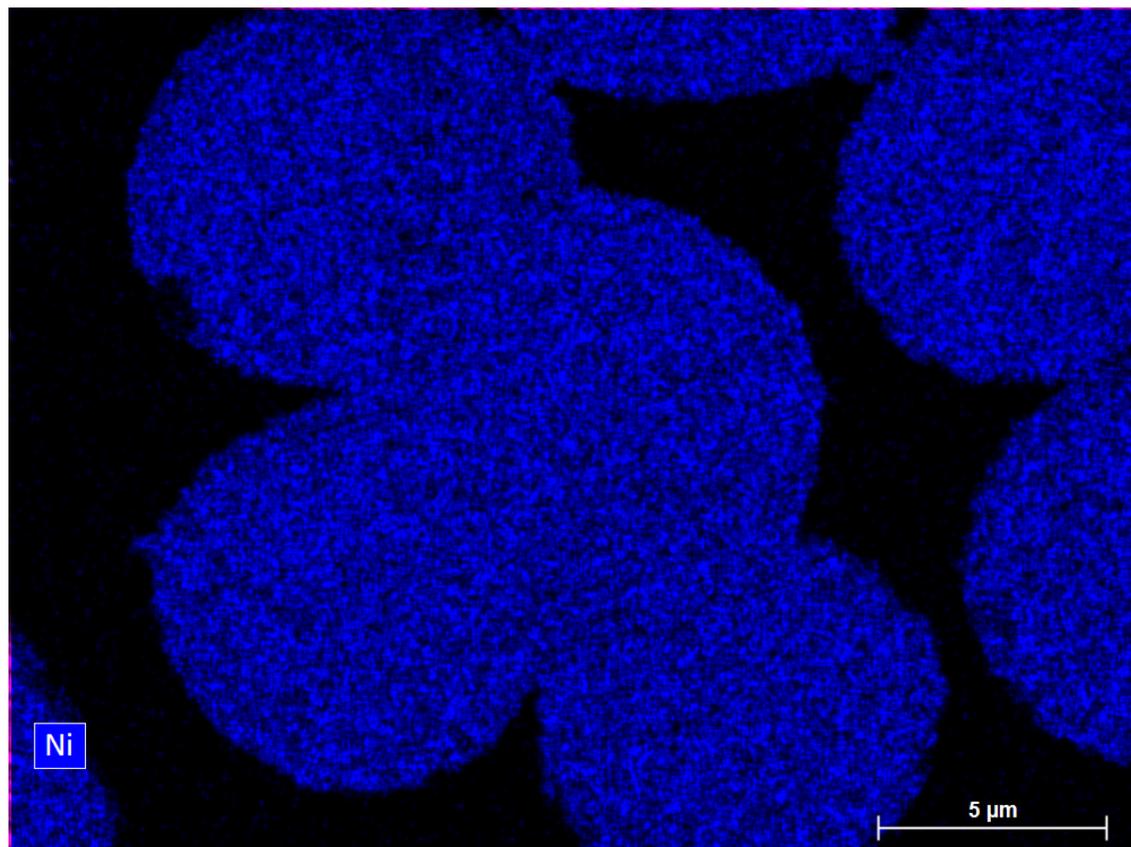


XFlash<sup>®</sup> FlatQUAD

133,900 cps



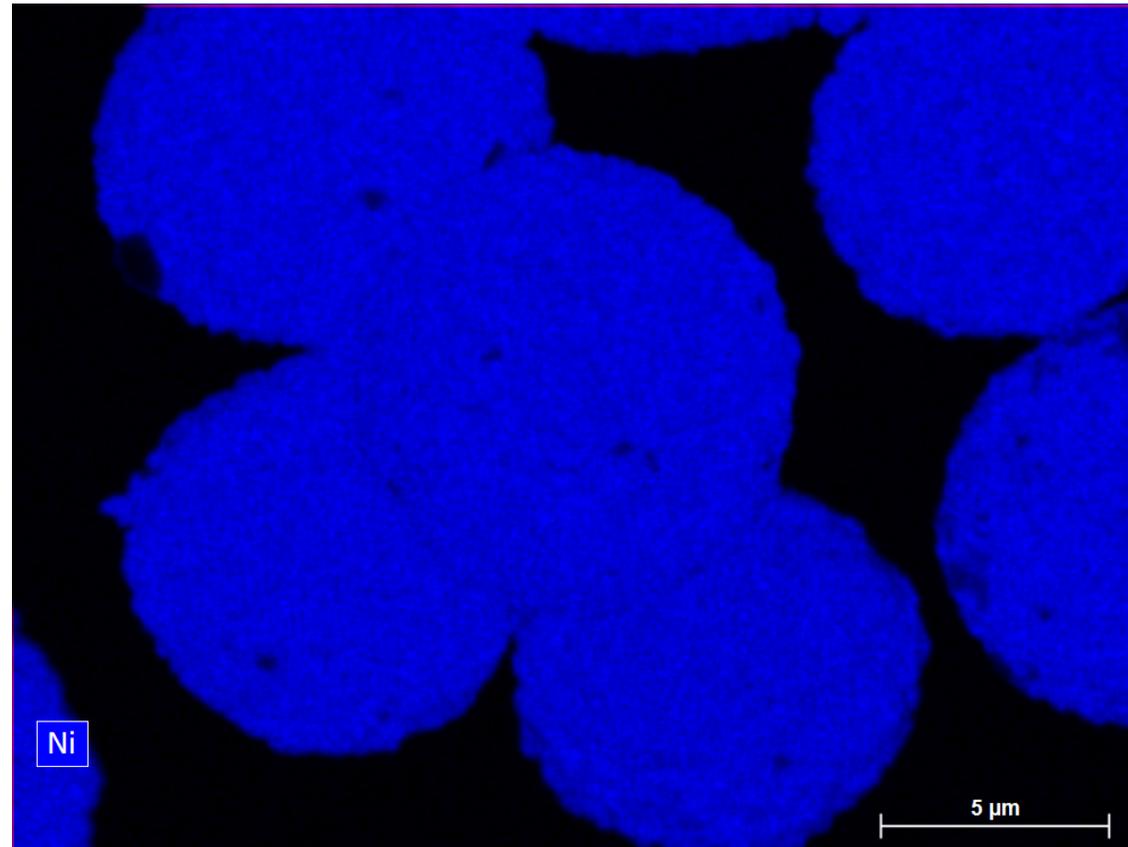
## 斜め挿入型EDSとFlatQUADの比較：NCM粒子



斜め挿入型EDS 60 mm<sup>2</sup>

7190 cps

12 kV / 510pA / 600s

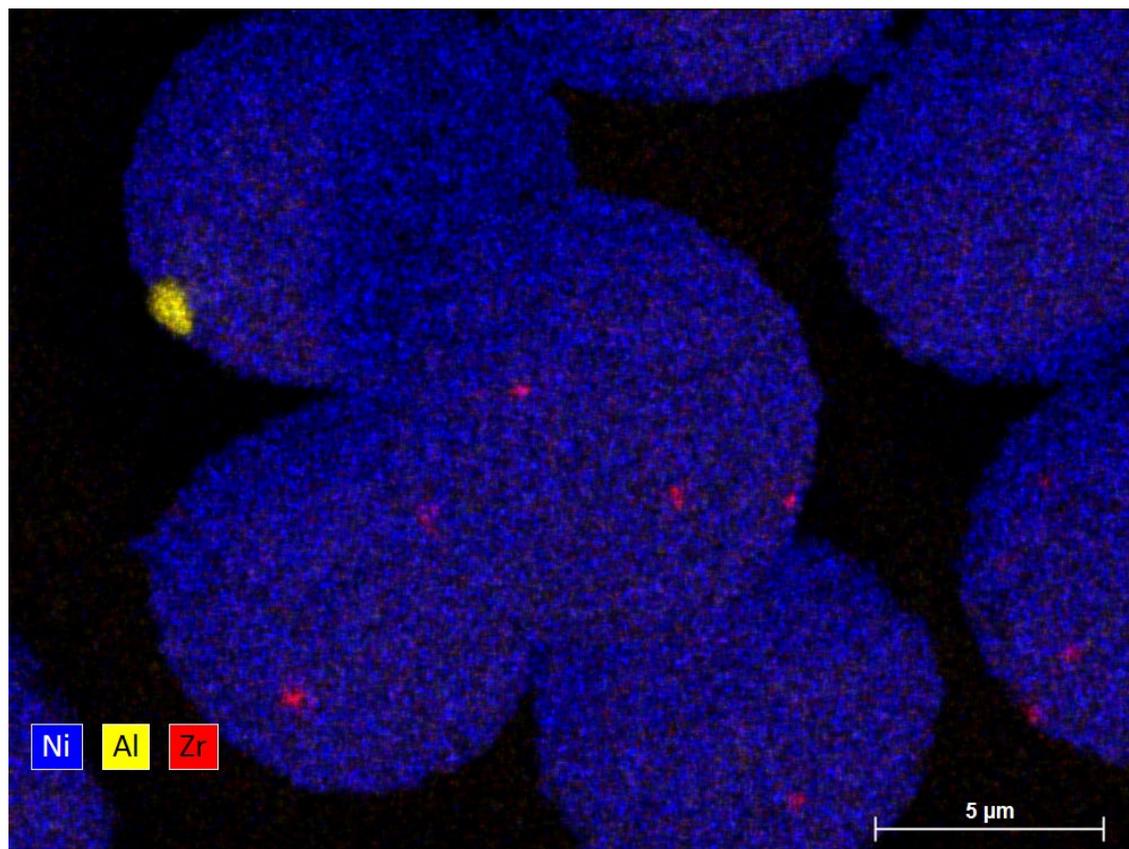


XFlash<sup>®</sup> FlatQUAD

133,900 cps



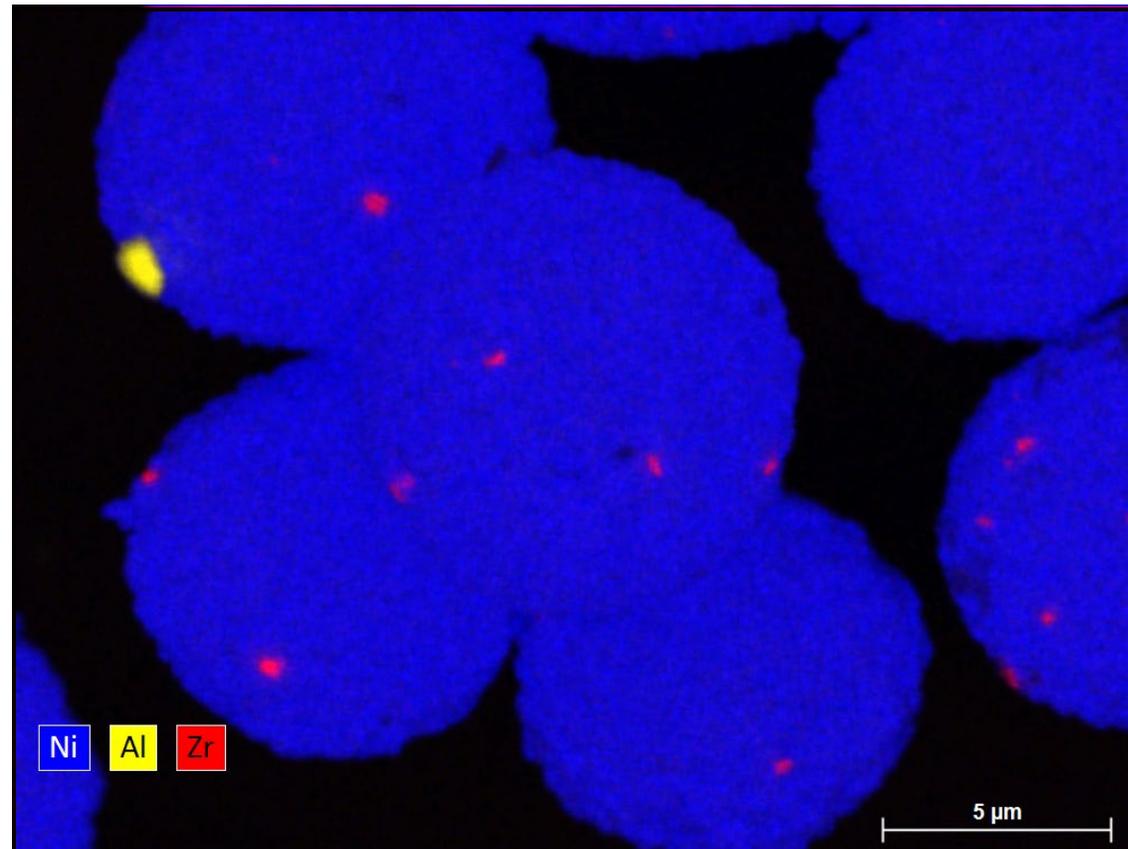
# 斜め挿入型EDSとFlatQUADの比較：NCM粒子



斜め挿入型EDS 60 mm<sup>2</sup>

7190 cps

12 kV / 510pA / 600s

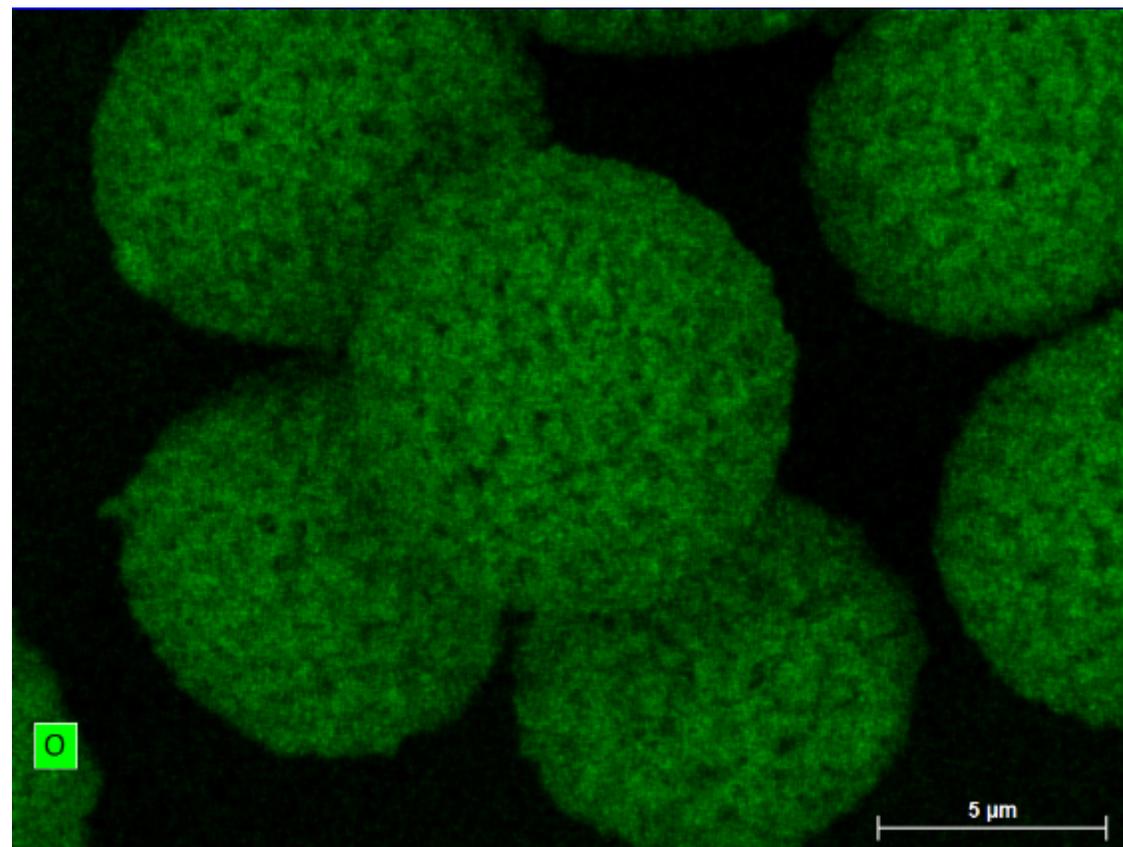
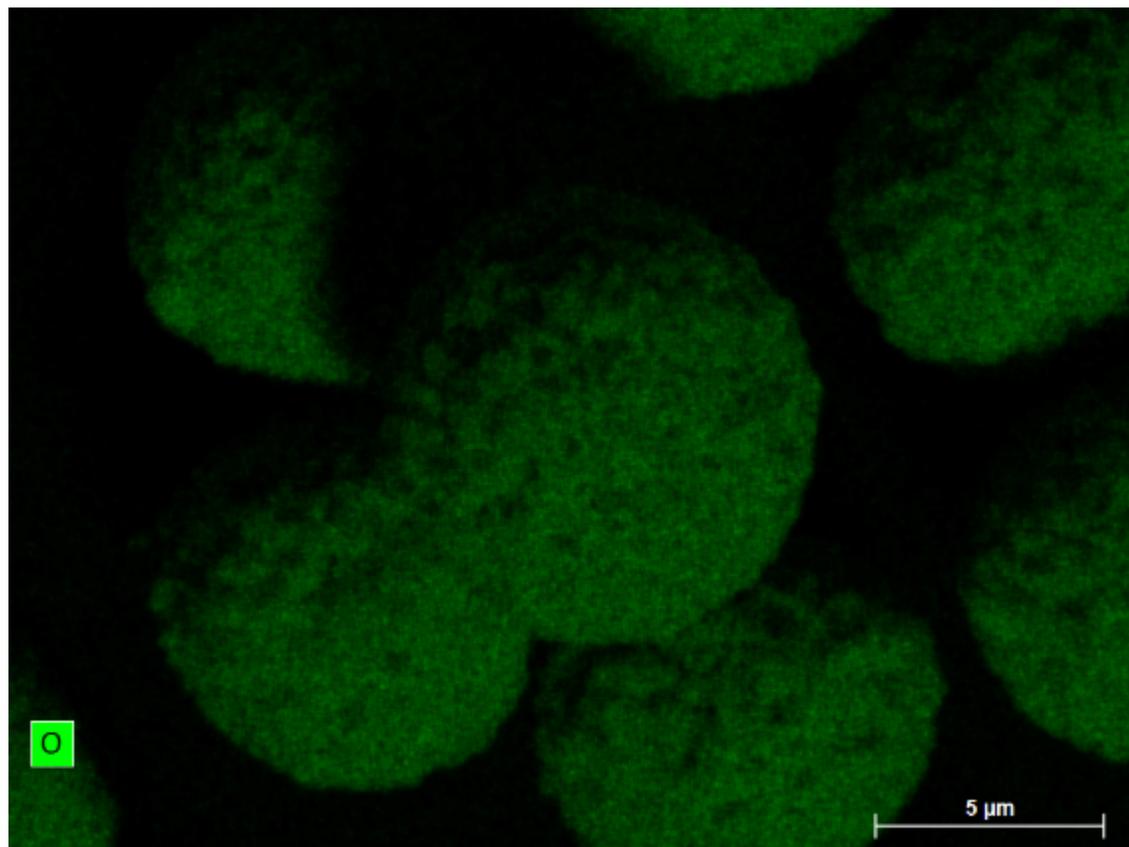


XFlash<sup>®</sup> FlatQUAD

133,900 cps



## 斜め挿入型EDSとFlatQUADの比較：NCM粒子



斜め挿入型EDS 60 mm<sup>2</sup>

7190 cps

12 kV / 510pA / 600s

XFlash<sup>®</sup> FlatQUAD

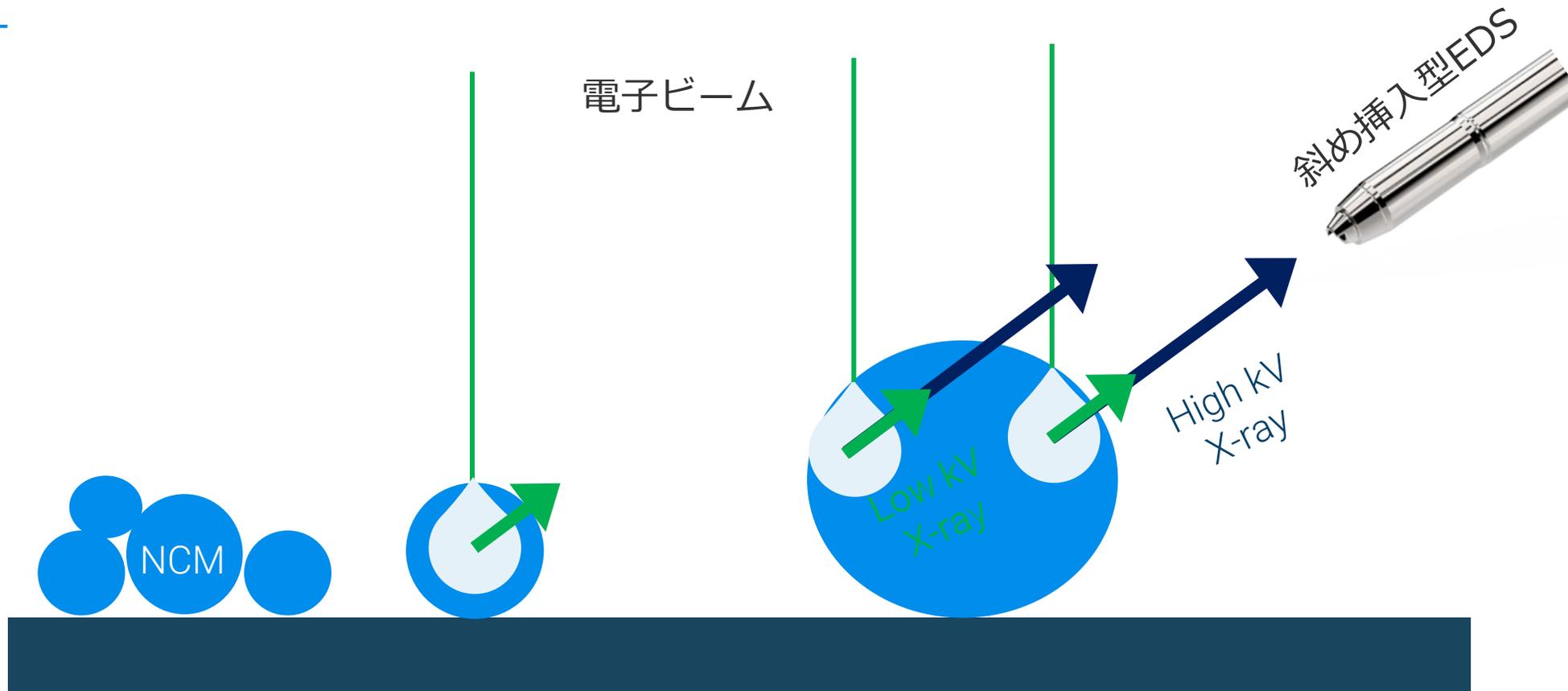
133,900 cps



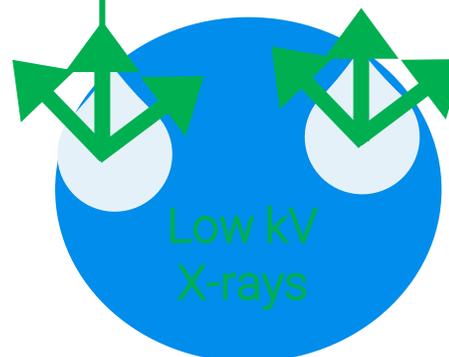
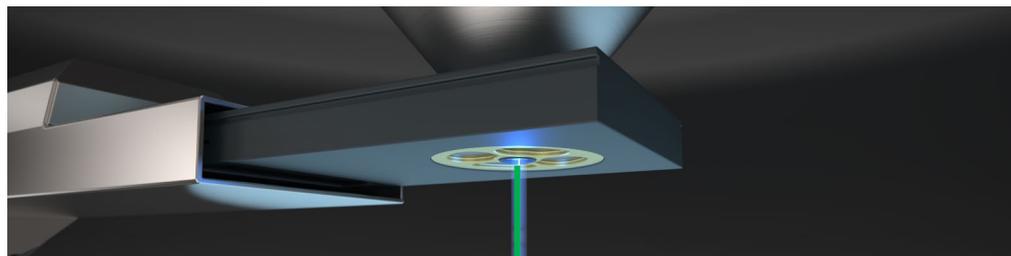
# 凹凸試料でのインタラクションボリューム



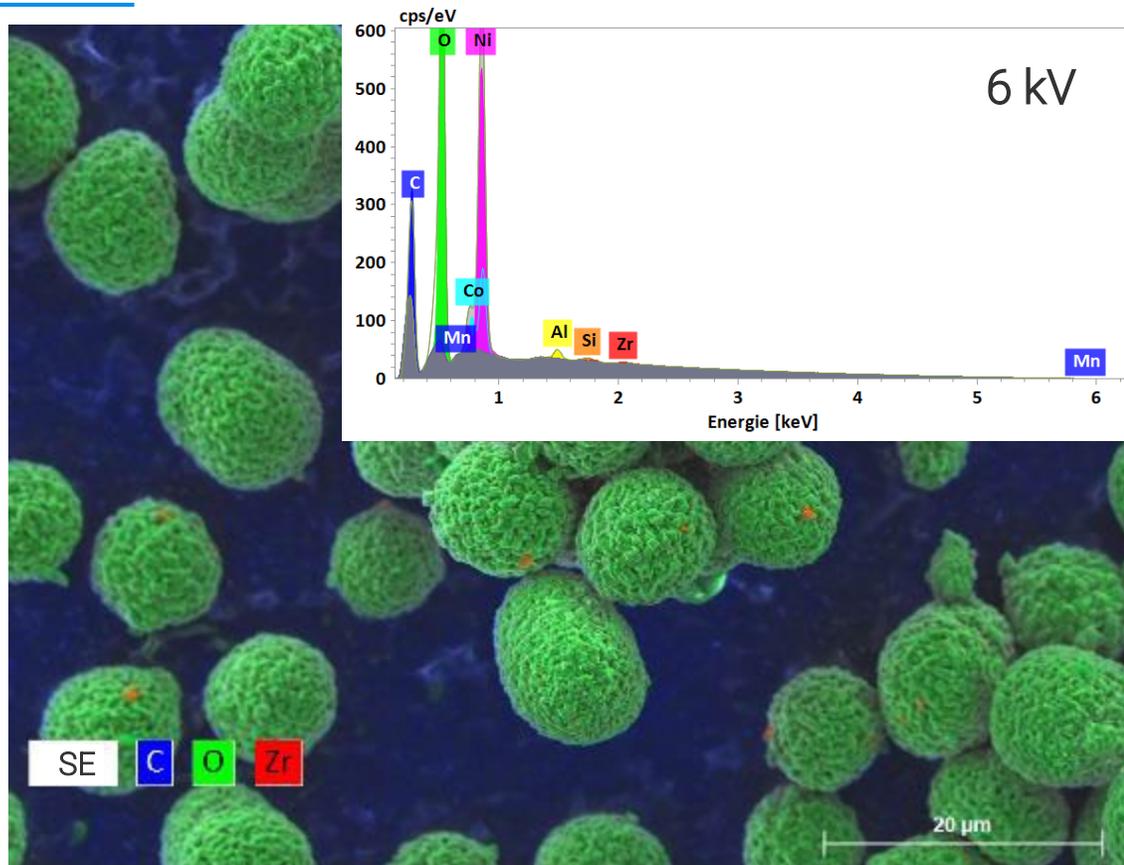
# 凹凸試料でのインタラクションボリューム



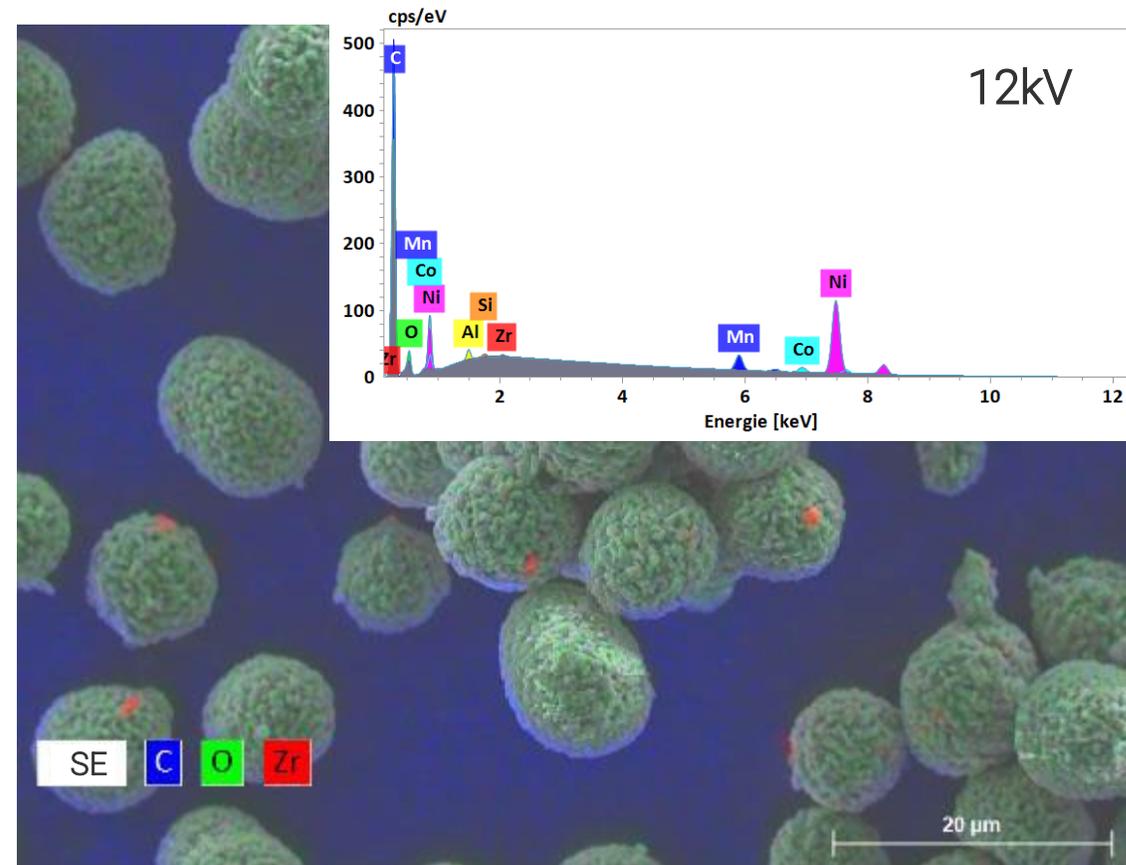
# 凹凸試料でのインタラクションボリューム



# 最適な加速電圧の選択



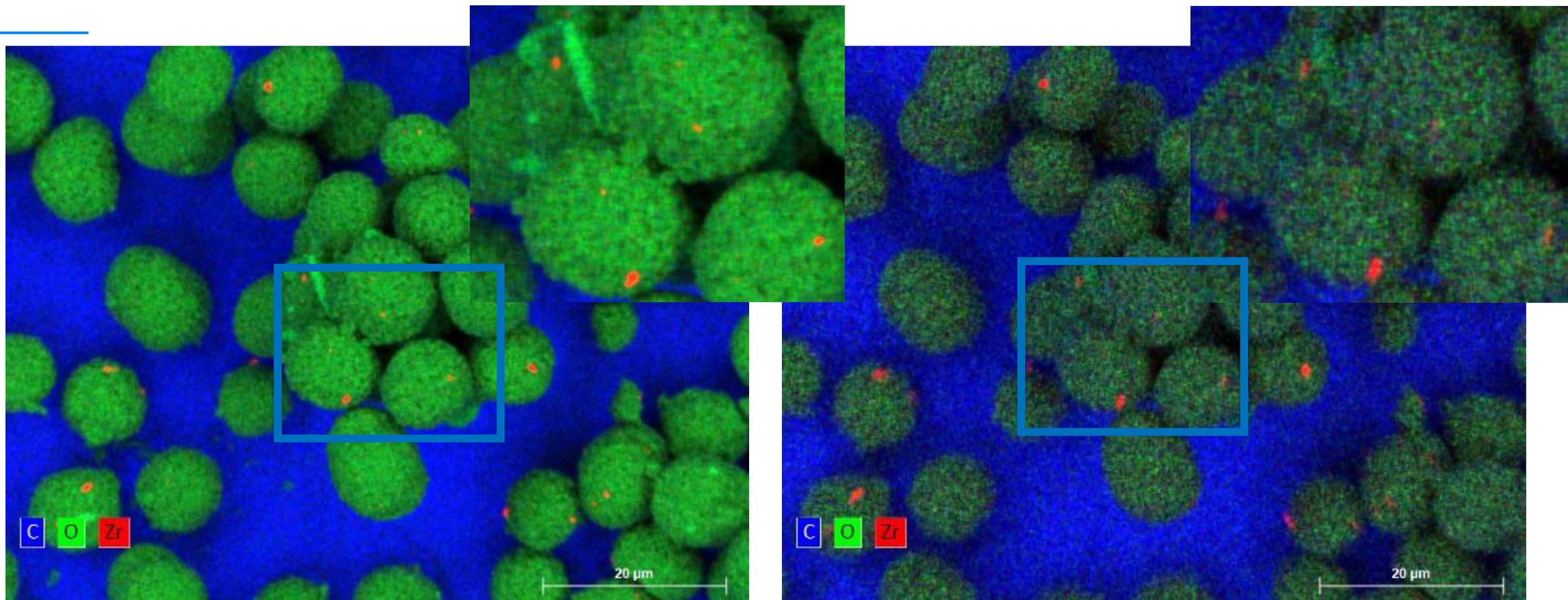
FlatQUAD 6 kV  
3分間



FlatQUAD 12kV  
3分間

低加速電圧 ->  
 - 軽元素 (C, O) の励起効率が高い  
 - インタラクションボリュームが小さく、空間分解能が高い

## 最適な加速電圧の選択

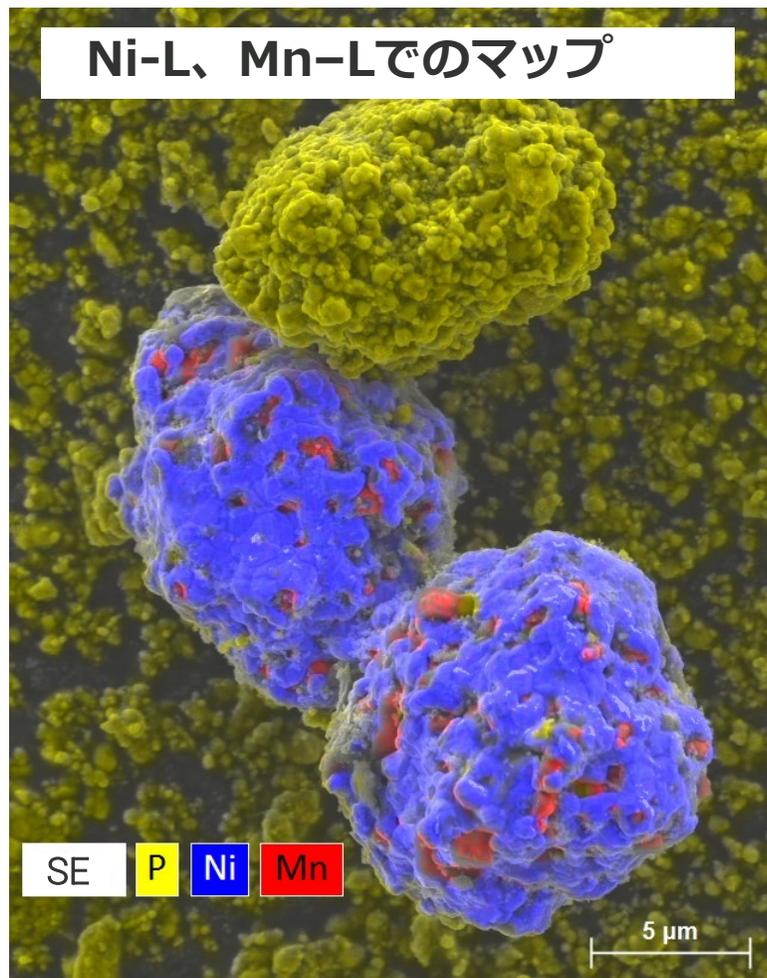


FlatQUAD 6 kV  
3分間

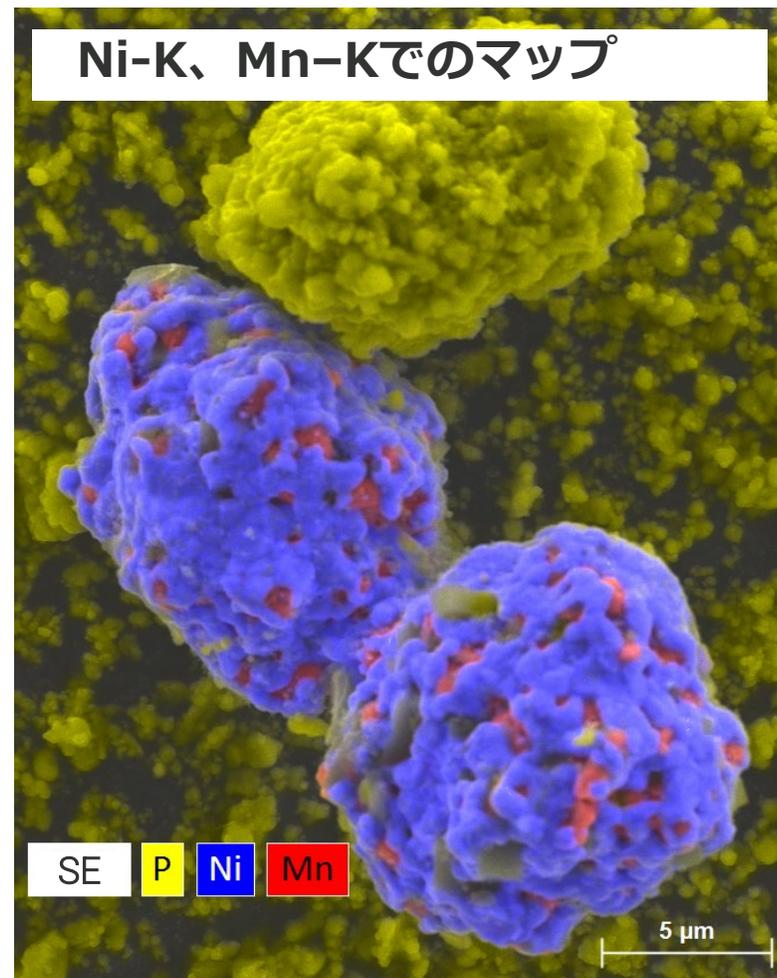
- 低加速電圧 ->
- 軽元素 (C, O)の励起効率が高い
  - インタラクションボリュームが小さく、空間分解能が高い

FlatQUAD 12kV  
3分間

# 最適な加速電圧の選択 - $\text{LiFePO}_4$ と NCM粒子



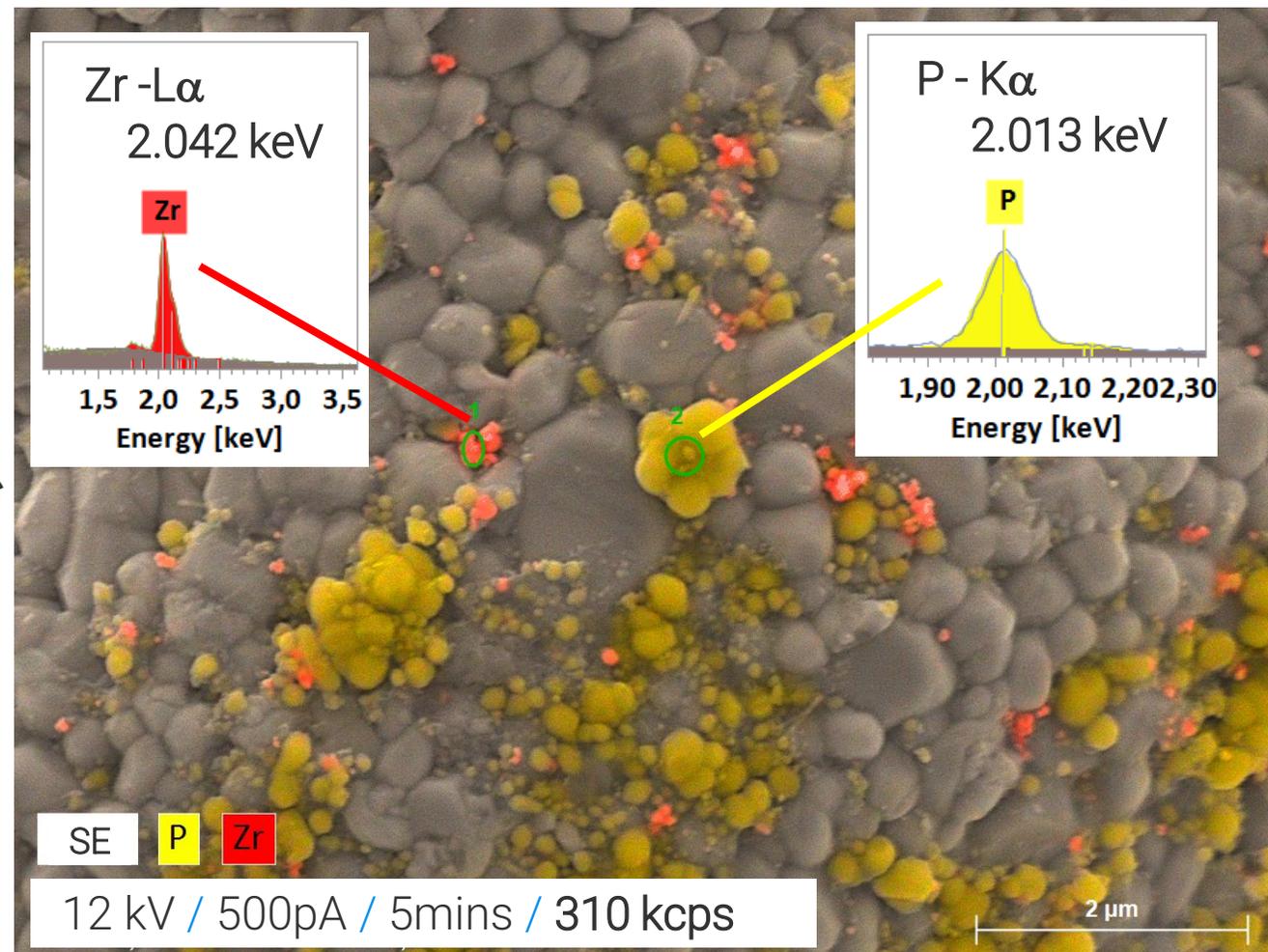
FlatQUAD, 加速電圧 6 kV



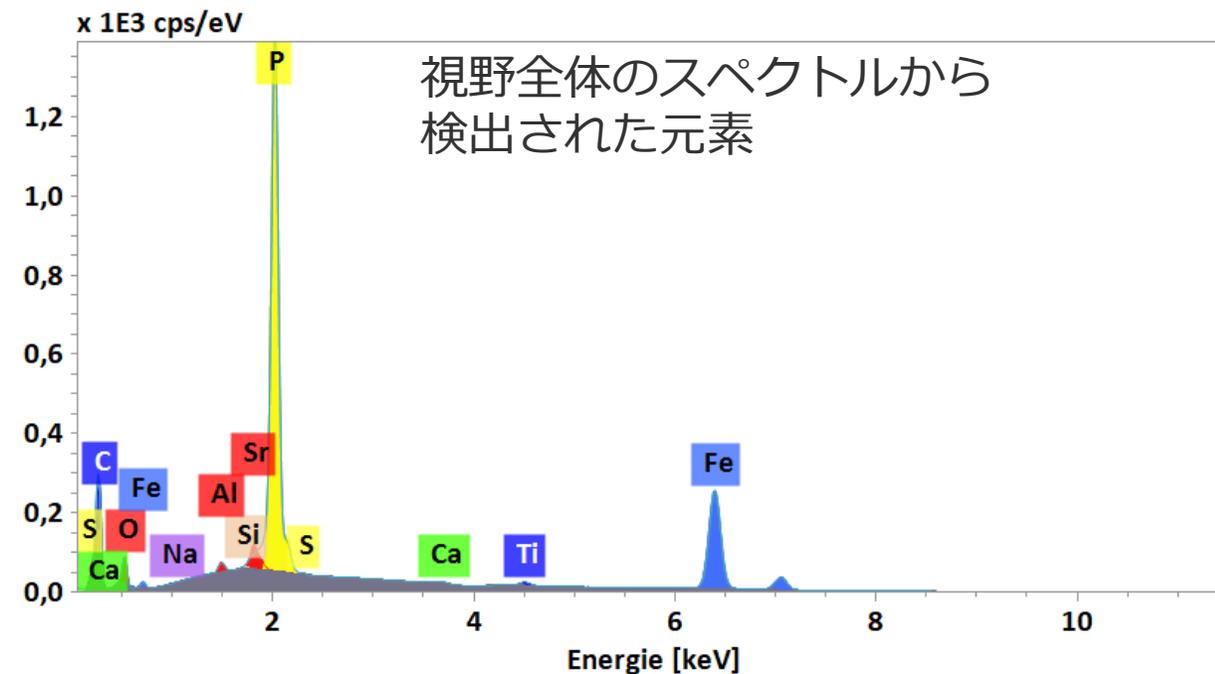
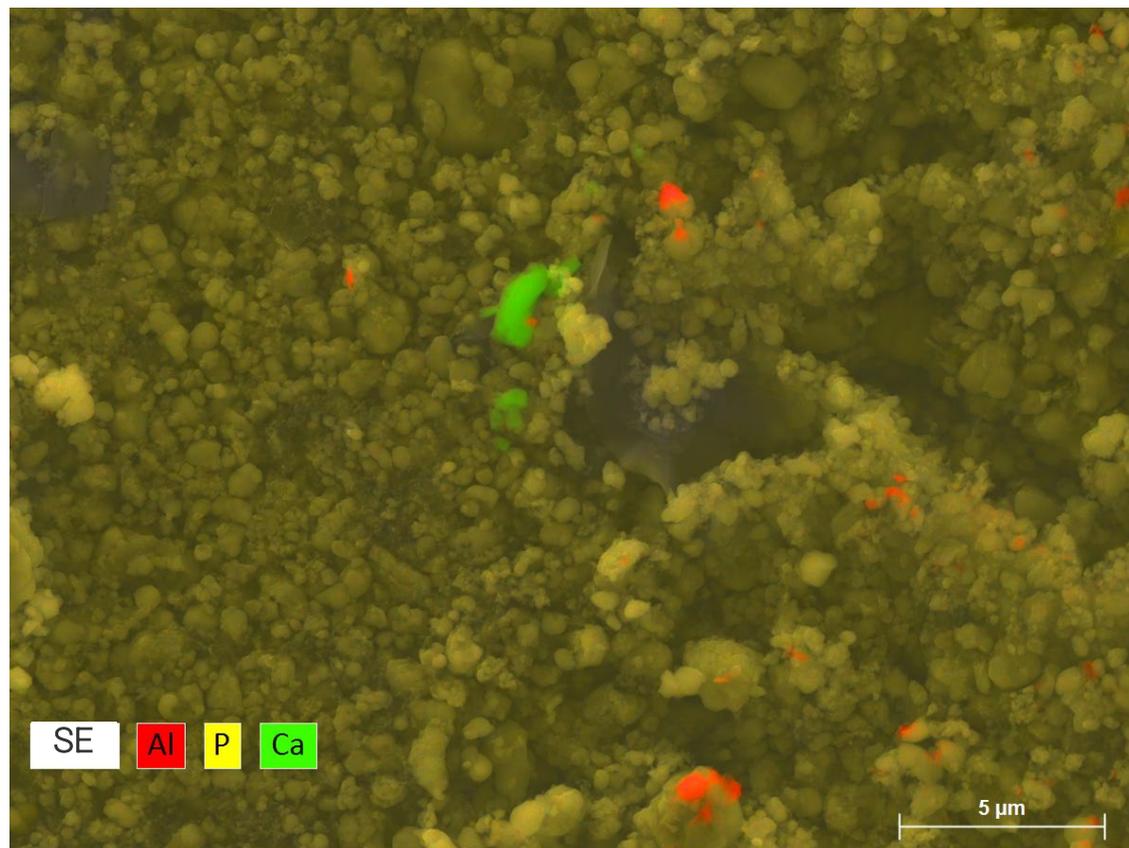
FlatQUAD, 加速電圧 12 kV

## 重なったピーク分離

- スペクトル品質が十分であるかの指標  
ピークが重なっている元素：  
リン (P)、ジルコニウム (Zr)
- マップから抽出したスペクトルによりZrとPの存在を確認
- サブミクロンサイズのPを含む粒子とZrを含む粒子をピーク分離機能により可視化



# バッテリー正極 - 微量のコンタミ成分の検出

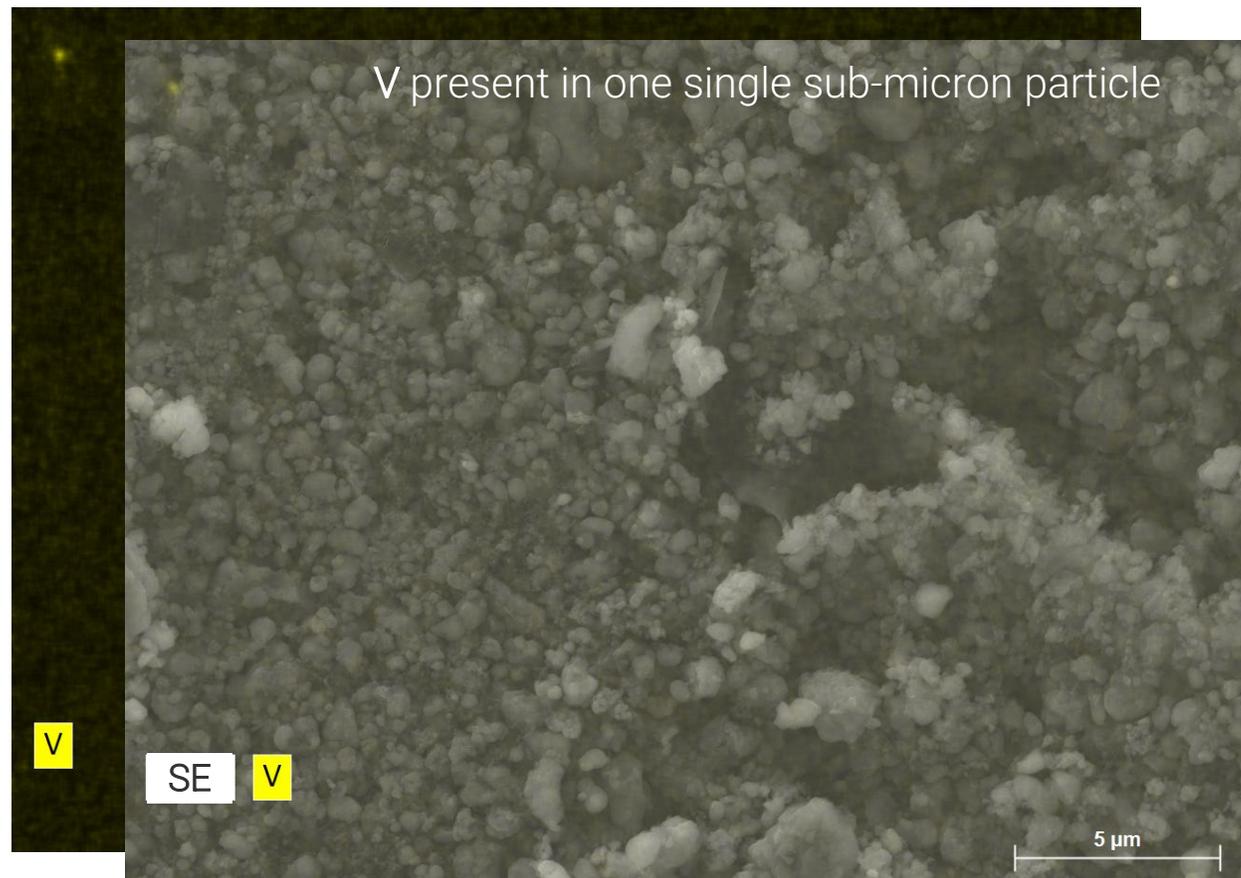


面積分率 = **0.01%**

局所的なVの濃度 : 11% -> **11 ppm V**

**3分間**の測定で検出

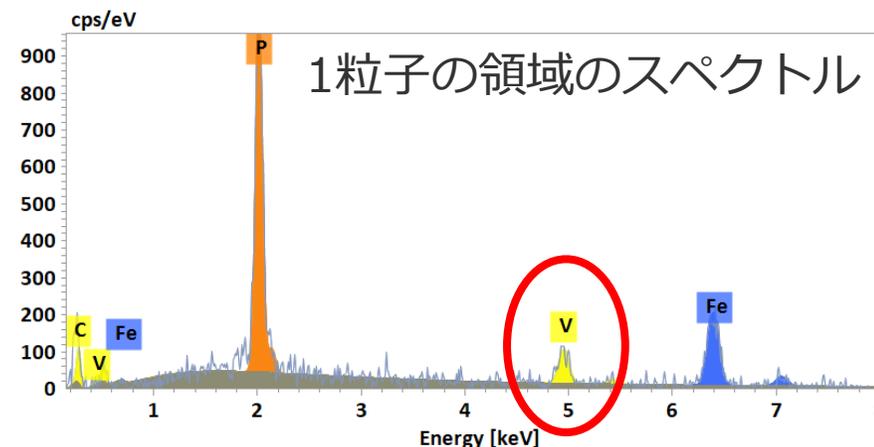
# バッテリー正極 - 微量のコンタミ成分の検出



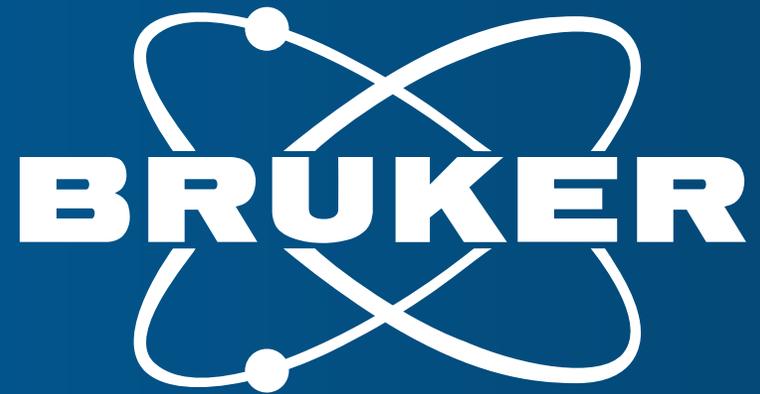
面積分率 = **0.01%**

局所的なVの濃度 : 11% -> **11 ppm V**

**3分間**の測定で検出



Element	At. No.	Line series	Mass Norm. [%]	Atom [%]
C	6	K	6,02	19,63
P	15	K	24,35	30,79
V	23	K	11,43	8,79
Fe	26	K	58,19	40,80
			<b>100,00</b>	<b>100,00</b>



Innovation with Integrity

[Info.bna@bruker.com](mailto:Info.bna@bruker.com)