SURE 静岡大学学術リポジトリ
Shizuoka University REpository

SEMの原理と操作実習

メタデータ	言語: Japanese 出版者: 静岡大学技術部 公開日: 2013-03-26 キーワード (Ja): キーワード (En): 作成者: 水野, 武志, 友田, 和一 メールアドレス: 所属:
URL	https://doi.org/10.14945/00007106

ＳＥＭの原理と操作実習

○水野武志　友田和一
静岡大学技術部　浜松分室　共同研究支援部門

１．はじめに

共同研究支援部門は、静岡大学の技術部が平成 24 年 4 月に一本化されたことにより、浜松キャンパスの電子工学研究所・共同利用機器センター・創造科学技術大学院での研究教育や装置に対して技術支援業務を行う部門として発足しました。

共同研究支援部門では、部門として初めての研修を行うにあたり、部門内でどのような研修を行うかを検討しました。　その結果、試料表面状態の観察・分析に多用される、SEM（走査型電子顕微鏡）を取り上げることに決定し、本年の部門研修において「SEM の原理と操作実習」を行いました。　本研修では、講習を水野、操作実習を友田が担当しました。

２．背景

2.1　表面の観察

研究で試料を作製すると、まず表面の分析を行います。　分析にもいろいろな手法がありますが、最初に行うのは肉眼での表面観察になります。　人間の肉眼の解像力は 0.1mm 程度のため、これより小さものを観察する際には、光学顕微鏡を使用します。　光学顕微鏡を使用すると１μm程度まで観察することが出来ます。　更に小さなものを観察する際に、電子顕微鏡を使用します。 試料の素材や電子顕微鏡の種類にもよりますがナノメートル(10^{-9})サイズ程度まで観察することが出来ます。

2.2　光学顕微鏡と電子顕微鏡との違い

光学顕微鏡と電子顕微鏡が異なる点は、光学顕微鏡は可視光を試料に照射して観察しますが、電子顕微鏡は電子線を試料に照射し、電子線を表示装置で観察します。

光学顕微鏡で用いられる可視光の中心波長は、おおよそ 600nm です。　解像力は観察に使用する波長によって決まり、波長の半分程度が限界とされています。　従って可視光を用いる光学顕微鏡では、300nm 程度となります。　実際の光学顕微鏡ではレンズの光学性能もあるため、1μm程度が限界となります。

電子顕微鏡は電子線を使用しており、電子線の波長はＶ（電圧）によって決まり、電圧が高くなると、より短波長になります。　このため光学顕微鏡よりも微細サイズの観察が可能です。

2.3　電子顕微鏡の種類

電子顕微鏡には、原理的に分けると 2 種類あり、TEM（透過型電子顕微鏡）と SEM（走査型電子顕微鏡があります。

TEM（透過型電子顕微鏡）：光学顕微鏡の透過型と同じように、試料に電子線を透過させ、透過後の電子線を検出し、表示させます。（電子線を透過させる必要があるため、観察前に試料を薄膜化するため、破壊検査となります。）

SEM（走査型電子顕微鏡）：試料に電子線を照射すると、照射電子線の影響を受けて、試料表面付近で電子発生し試料外へ放出されます。　この電子を検出器により検出信号

を表示装置で画像化します。　試料表面を観察するため、試料を薄膜化する必要はないため、観察が行い易い装置です。

３．講習

開催日時：平成 24 年 10 月 26 日(金)
9:00～11:30
会　場：電子工学研究所　研修室（2F）
参加者：教育支援部門　　草薙 弘樹
共同研究支援部門　粟野 春之
・青山 満・ 百瀬 与志美 ・ 高橋 勲
・小山 忠信 ・ 高澤 大志 ・ 竹内 州

図１　講習

講習内容

3.1　SEM の歴史

マックス･クノールらによって 1930 年代に原形が作られ、商品化されたのは 1965 年、現在にいたるまで、性能・機能は大きな進展を遂げました。

3.2　SEM の種類

電子銃の種類によって下記のような特徴があります。

(1)熱電子銃
・タングステン：取り扱いは容易であるが、寿命は 50 時間程度
・LaB_6：タングステンよりも寿命は長く、輝度は高い

(2)電界放出電子銃：（Field Emission Electron Gun）
・光源サイズが、小さく寿命も長いが、プローブ電流値が小さい

(3)ショットキー電子銃
・光源サイズが、FE 電子銃より大きくプローブ電流も大きいので分析装置向き

3.3　SEM の構成

SEM は、真空装置・電子銃・試料ステージ・検出器・画像表示記録から構成されます。

(1)真空装置（真空ポンプ）
・3 種類の真空ポンプの種類と構造
①油回転型真空ポンプ（Rotary Pump）　大気圧から動作可能なため、最も一般的に用いられ、補助ポンプとしても使用される。（到達真空度は 10^{-1}Pa 程度）
②油拡散ポンプ(Oil Diffusion Pump)：ジェット状の拡散オイル蒸気によって気体分子を捕獲し、補助ポンプによって排気。（到達真空度は 10^{-3}～10^{-7}Pa 程度）
③ターボ分子ポンプ(Turbo Molecular Pump)：金属製のタービン翼を持つ回転体のロータを高速回転し、気体分子を弾き飛ばして排気。　到達真空度は 10^{-7}Pa 程度

(2)試料ステージの構成
・試料ステージは、試料をスムーズに移動（X 軸・Y 軸・Z 軸・回転方向・傾斜方向）に移動させ、最適な位置で観察を行います。

(3)電子検出器
二次電子：試料に電子線が入射したときに、試料原子の価電子が放出される電子で、試料表面の形状に敏感なため、表面形状像として使用。

反射電子：試料に電子線が入射したときに、入射電子が試料中での散乱過程で、試料表面から再び放出された電子を捕らえて信号とします。二次電子と比べると高いエネルギーを持ち、また試料に侵入後の組成にも敏感。

(4)画像表示装置

試料に照射する電子線位置と、表示装置で表示する位置を同期させ、また電子検出器の検出量により、表示装置の輝度を変化させて、試料の電子画像を表示

3.4　観察の注意点

(1)帯電現象　試料に電子線を照射するため、導電性試料であれば試料ステージに吸収電子電流が流れます。　しかし、非伝導性試料の場合は電流が流れないため、電子は試料に留まるため帯電します。　帯電が起こると、試料はマイナスになるため、電子線の走査に影響するため、表面の形状を正しく表示できなくなります。

(2)帯電防止方法

コーティング：非導電試料の表面を、導電性の優れた薄膜で覆い、発生した電流の逃げ道を作製し、観察する方法。

低加速電圧観察：低圧（１ｋｖ付近）の加速電圧では、二次電子放出率が増加することを利用し、帯電しない条件を見つける方法。

傾斜観察：試料を傾斜させると、二次電子放出率が増加することを利用し、帯電しない条件を見つける方法。

低真空観察：試料室中の真空レベルを劣化させ、試料室の残留ガス分子を増加させる。照射電子線の影響でプラスイオンが発生し、このプラスイオンが試料表面での帯電を抑制する手法（低真空観察に対応する装置のみ）

４．実習－１（FE-SEM 操作）

開催日時　：平成 24 年 10 月 31 日(水)　13:30～16:00

会場：浜松キャンパス 共同利用機器センター　104 室

使用機器：JEOL(日本電子株式会社)　JSM-7001　サーマル電界　放出型走査電子顕微鏡

図２　操作説明

図３　試料セット

実習詳細：SEM 操作の基本となる、サンプルセットを行いました。
①ホルダ（サンプルホルダ）への試料のセット
②ホルダを試料交換棒への取り付け
③予備試料室の真空引き
④試料室へのホルダの導入
⑤ホルダを SEM 観察位置への移動
⑥最適な位置での SEM 像の観察と調整
　上記の操作を、参加者それぞれが個別に行いました。

図 4　JSM-7001

５．実習－２（EDS 分析）

開催日時：平成 24 年 11 月 29 日（木）13:30～16:00
会場：浜松キャンパス 共同利用機器センター

使用機器：JEOL(日本電子株式会社)JSM-7001
　　サーマル電界放出型走査電子顕微鏡
分析機器：EDAX 社　Pegasus　EDS/EBSD インテグレーションシステム
EDS 分析とは：試料に電子線を照射すると、試料との相互作用により、各種の信号が発生します。通常の SEM 像は、二次電子や反射電子像を用いますが、特性 X 線を検出する分析をエネルギー分散型 X 線分析（EDX/EDS：(Energy dispersive X-ray spectrometry)）になります。検出されたエネルギー（波長）は、元素特有の性質を持っているため、元素分析を行うことが出来ます。
実習内容：
①組成が異なる試料をホルダにセット
②ホルダを観察室（試料室）へ導入
③二次電子像を見ながら、観察位置を調整
④EDS 分析装置のセッティング
⑤EDS 分析開始
⑥検出波形を見ながら、元素分析
⑦分析結果を印刷
　上記の操作を、参加者が個別に行いました。

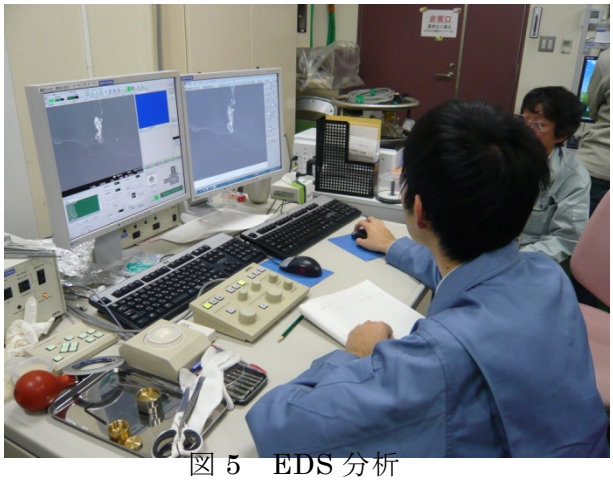
図 5　EDS 分析

６．まとめ

　SEM は、光学顕微鏡と同じように、微細な構造を確認する際には、必須の装置となっています。　今後も SEM の取り扱いを習熟化し、SEM 観察技術のレベルアップを行っていきたい。

参考文献

[1]SEM　走査電子顕微鏡　A～Z　SEM を使うための基礎知識　JEOL　日本電子株式会社
[2]SEM と友だちになろう！　株式会社日立ハイテクノロジーズ

[3]図解　簡単 SEM 入門　株式会社キーエンス
[4]走査電子顕微鏡の基礎と応用　日本電子顕微鏡学会関東支部編　共立出版