

低真空型FE-SEMの適用事例

FE-SEMは、10万倍程度の高倍率が観察できる電解放射型 (Field Emission) の走査型電子顕微鏡 (Scanning Electron Microscope) であり、試料の表面形態の観察に非常に有効な評価装置である。

低真空型装置は、電子銃を格納している空間が3ゾーンに分けて排気されるようになっており、試料室の真空度が電子銃に影響し難い構造になっているため真空度が低い(悪い)状態での観察が可能である。

本稿では、主にこの装置の特徴である低真空機能を生かした代表的な観察事例を紹介する。



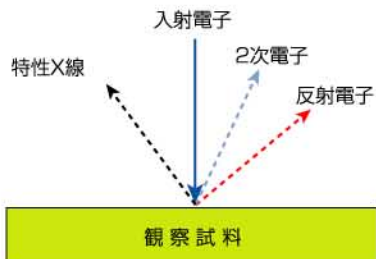
走査型電子顕微鏡 (SEM) の原理と概要

A-1

電子銃から発生した電子線を観察部に照射すると、その個々の電子は原子の電場の影響で複雑な軌跡をえがきながら試料内を移動し、次第にエネルギーを失って試料内にとどまるが、一部の電子は試料表面から飛び出すものがある。後者の電子は後方散乱電子 (反射電子) とよばれる。試料内部に侵入した照射電子は、試料原子との衝突で原子内の内殻電子が殻外へ放出され2次電子となる。電子を放出した原子は不安定となり、原子の種類で決まる特性X線を放出することによって安定化する (第1図)。SEMは、絞った電子線で観察試料

表面を走査し、発生した2次電子を検出器で捕らえ画像化 (2次電子像) する。2次電子線の量は、主に観察試料表面の凹凸 (電子線と観察面の角度、エッジ効果による) に依存しており、その差異によって試料表面の形態・微細構造の観察ができる。

SEMは、大きく分けて1万倍程度まで観察可能な熱電子型の電子銃 (フィラメントの加熱による熱電子放出を利用) を使用した普及型 (一般的にSEMと呼称) と10万倍程度まで観察可能な電界放射型の電子銃 (チップに電界をかけて電子を放出) を使用した高分解能型 (一般的にFE-SEMと呼称) がある。また、反射電子の検出装置が通常付帯されており、反射電子像の観察も可能である。反射電子像は、前記の2次電子像と異なり、より試料表面から深い情報となり表面凹凸の解像度は劣るが、その強度が成分 (分子量) の影響を大きく受けるため試料中の組成の違いが定性的に判別できる特徴をもっている。X線マイクロアナライザーを付帯すれば、発生した特性X線を検出することにより元素分析が可能となる。



第1図 模式図

使用装置の特徴

A-2

写真1に装置の概観を、第1表(2頁参照)に装置の仕様概要をしめす。

低真空モードおよび超低真空モード機能が本装置の他にない特徴である。真空度の調整は空気、水、窒素ガスなどでおこなう。



写真1 使用装置の概観

低真空型FE-SEMの観察例

A-3

高真空モード (3×10^{-4} Pa以上)

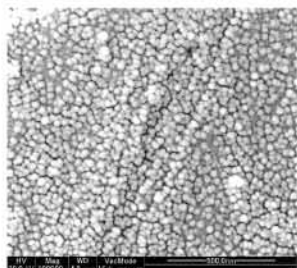


写真2 蒸着した金の粒子の観察 (高真空モードで観察)

観察例1: 金を蒸着させた試料を10万倍で観察した例を写真2にしめす。このように高真空モードでは、高倍率での試料表面の微細構造観察が可能である。

低真空モード (200 Pa以上)

① 蒸発成分を含有する試料の観察

FE-SEMは、通常高真空に保持する必要があるが、蒸発成分を含有する観察試料では真空度を保持できず観察不可となる。通常のSEMにも低真空型があるが、高倍率での観察ができず、2次電子でなく反射電子像による観察となるため解像度が低い。
観察例2: 油中の異物を観察するため油を紙製のろ紙でろ過した試料を油分が付着したまま真空度200 Pa雰囲気中で観察 (5000倍) し、非金属の異物

第1表 使用装置の仕様

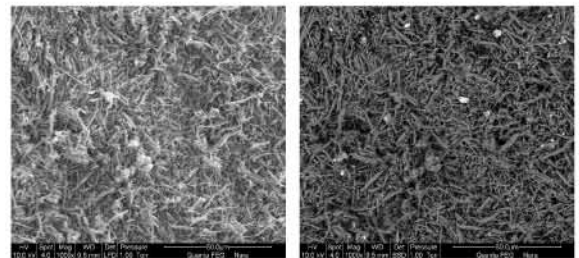
項目		内容
装置名		Quanta 200FEG、フィリップス社製
付属分析装置名		INCA Energy+, Oxford Inst.社製 EDX, WDX
電子銃		ショットキー方式電界放射型
試料室内寸法		φ150mmx65mmH
高真空モード	試料室真空度	3X10 ⁻⁴ Pa 以上
	分解能	30kV 2.0nm
	倍率	x12~100,000
	最大挿入可能試料寸法	φ80mm x 50mmH
	全面観察可能試料寸法	φ50mm x 40mmH
低真空モード	試料室真空度	10 ⁻⁴ Pa~200Pa
	分解能	30kV 2.0nm 3kV 3.5nm
	倍率	x12~50,000
	最大挿入可能試料寸法	φ80mm x 50mmH
	全面観察可能試料寸法	φ50mm x 40mmH
超低真空モード (冷却または加熱ステージ使用)	試料室真空度	200Pa~4000Pa
	分解能	30kV 2.0nm 3kV 3.5nm
	倍率	x300~50,000 (試験環境による)
	最大設置可能試料寸法	φ5mmx2mmH
	全面観察可能試料寸法	室温~400℃ : φ5mm x 2mmH 400~1000℃ : φ2mm x 2mmH
	冷却ステージ	室温~-10℃
	高温ステージ	室温~1000℃ (試験環境による、試料近接間温度)
EDX (エネルギー分散型X線マイクロアナライザー)	分解能	137eV
	使用可能モード	高真空、低真空、超低真空モード(冷却ステージのみ)
WDX (波長分散型X線マイクロアナライザー)	分解能	20eV
	使用可能モード	高真空モード
反射電子像観察	使用可能モード	高真空、低真空、超低真空モード(冷却ステージのみ)

をEDXで分析例を写真3にしめす。

観察例3: 水分を含んだ酸化した銅材表面を真空度133Pa雰囲気で観察(1000倍)した例を写真4しめす。

反射電子像による観察もおこなった結果、銅酸化物以外の粒状の異物(白色部)が認められる。

このように、低真空モードでは観察中の試料の乾燥が問題なければ、含水または蒸発成分を有す



2次電子像 反射電子像

写真4 酸化した銅の表面

る試料の2次電子像観察が可能である。

(2) 導電性の無い試料の直接観察

有機物やセラミックス等の無機物は、非導電性であり電子線による帯電現象(チャージアップ)によって、観察が阻害されるため、通常は導電性皮膜(金属蒸着)を付与して観察する。低真空機能を使用すると、雰囲気のガス成分がイオン化し試料の電子を吸収するため、導電性付与なしでそのまま2次電子での観察が可能となる。

観察例4: 木材表面をそのまま(導電性付与処理なし)真空度200Pa雰囲気で観察(1000倍)した結果を写真5にしめす。

このように、低真空モードでは観察中の試料の乾燥が問題なければ、導電性のない食品、植物、生物等の有機物およびセラミックス等の無機物を直接2次電子像観察が可能である。

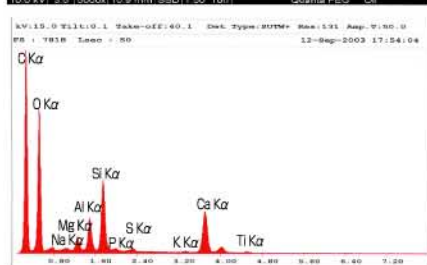
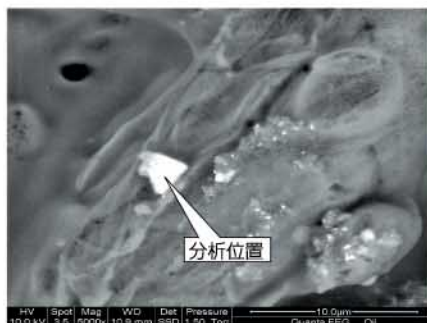


写真3 油中の異物の観察・分析

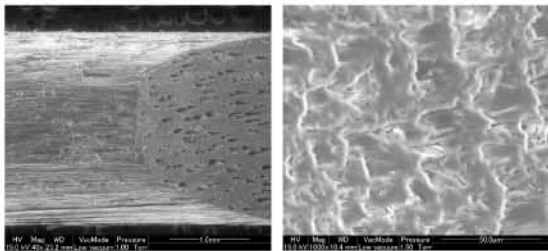


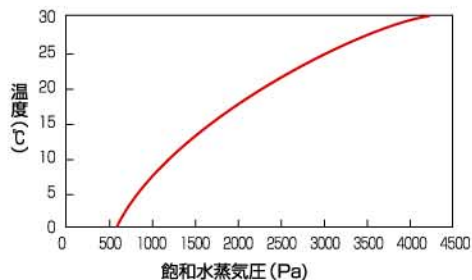
写真5 木片表面の観察（低真空モードで観察）

超低真空 (ESEM) モード (4000Pa以上)

ESEMモードは冷却ステージまたは高温ステージとの組み合わせで適用できる。その場合、試料サイズがφ5mm(観察面)×2mmH以下に制限される。

(1) 冷却ステージを使用する場合

低真空モードにおける真空度は、最大200Pa程度であり、試料はじょじょに乾燥し、蒸発成分の多い試料ではその限界をこえて観察不可となる。蒸発成分が水分の例でいえば、室温(20℃)における飽和水蒸気圧は第2図に示すように2,400Pa程度であり、それ以上の圧力であれば水分は蒸発せずに含水試料の観察が可能となる。したがって、冷却ステージを利用し室温～-10℃間で制御することで蒸発を抑えることができる。



第2図 飽和水蒸気圧と温度との関係

観察例5：葉表面の水をはじくワックスを室温(20℃)、真空度690Pa雰囲気で観察(600倍)した例を写真6にしめす。

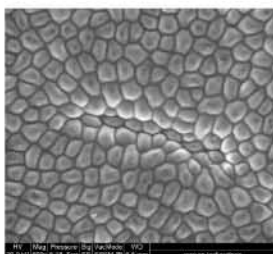
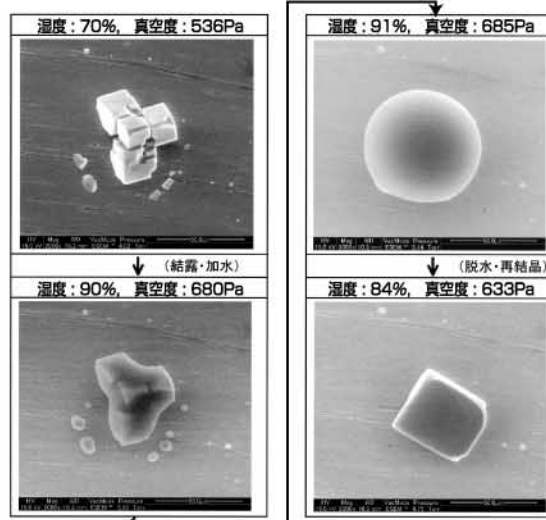


写真6 葉の表面のワックス観察(日本FEI社提供)

また、この露点を利用することにより、試料への結露による加水を行うことも可能となる。

観察例6：冷却ステージ上の塩の結晶を3℃に保持した状態で、湿度を調整し試料に結露による加水をおこない溶解させる。そのあと、湿度(真空度を上げ)を下げて脱水し、再結晶化する状況を連続観察(2000倍)した例を写真7にしめす。

このように、超低真空モードでは観察中の試料の乾燥を防ぐことができ、含水量または蒸発成分



(溶解)

写真7 冷却ステージによる塩結晶の溶解-再結晶観察事例(観察温度3℃:一定)

が多く低真空モードで対応できない試料の2次電子像観察が可能である。

(2) 高温ステージを使用する場合

高温ステージの利用により1000℃までの加熱が可能となっている。写真8に加熱ステージ装着状況をしめす。

観察例7：加熱ステージ上のはんだ材を室温から昇温し、その溶融過程を連続観察(200倍)した例を写真9にしめす。



写真8 加熱ステージ本体装着状態

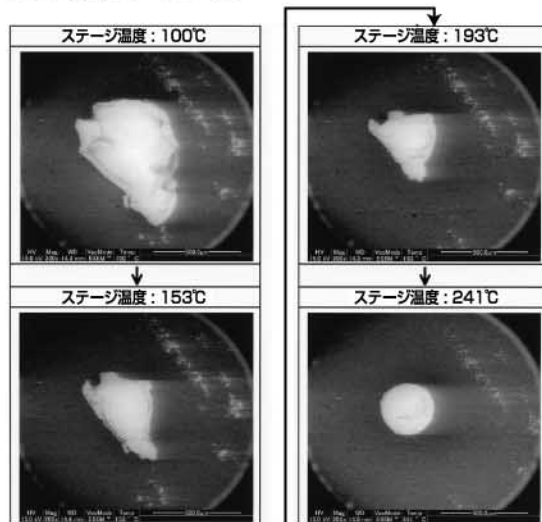


写真9 加熱ステージによるハンダの溶融観察事例

このように、金属、非金属材料の高温加熱による変化を連続的に2次電子像で観察が可能である。

低真空型FE-SEMの特徴と観察例を紹介した。紙面の都合で概略の説明となったが、本装置の特徴である低真空モードおよび超低真空モード機能を利用すれば、高真空型FE-SEMでは対応出来ない種々試料の表面形態の観察が可能であり活用いただきたい。 [高砂事業所 技術室 村上栄一]