

実学講座

金属材料実験の手引き



1. 組織観察

1-2 汎用走査型電子顕微鏡を用いた組織観察

徳永智春*



1-2-1 はじめに

前回は光学顕微鏡を用いた組織観察でした。光学顕微鏡は 0.2 μm 程度の分解能です。さらに細かい組織を見るためには、波長がより短い電子線を利用する顕微鏡が有効です。今回は電子顕微鏡の一つである走査型電子顕微鏡 (Scanning Electron Microscope, SEM†) について初学者を対象とした解説をしていきます。同じように電子線を用いる透過型電子顕微鏡 (Transmission Electron Microscope, TEM) とは異なり、SEM は光学顕微鏡のように取り扱いやすい顕微鏡です。ただし、電子線を用いるために試料室は真空環境となります。SEM は収束させた電子線 (細く絞った状態) を、試料表面をなぞるように走査しながら照射し、照射領域から発生する二次電子や反射電子の強度を主に検出することで、試料表面の形状を描き出し、像をモニター上に形成します。組織の拡大像を得る方法が、光学顕微鏡や TEM とは大きく異なるので注意が必要です。SEM の原理や構造、操作方法だけでなく、観察時のコツやしばしば観察の障害となる帯電や試料汚染に対する対応策に至るまで要点を抑えながら概説します。

1-2-2 SEM で像が形成される仕組み

光学顕微鏡は可視光 (波長 400 nm ~ 700 nm 程度の範囲) を光学レンズで屈折させて拡大像を形成していました。虫眼鏡と同様です。SEM の場合には拡大像を得る方法が全く異なります。この項では、SEM で拡大像が得られる仕組みについてまず概説します。

• SEM 像のコントラスト 電子線が試料に照射されると、図 1 に示すように、試料を構成する原子と様々な相互作用が生じます。SEM は、このような相互作用で生じる信号を検出して像を構成します。組織観察のために一般に用いら

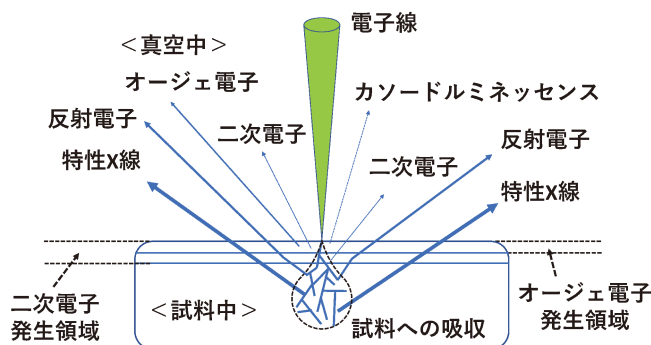


図 1 試料から発生する信号。
電子線を試料に照射した際、二次電子 (SE)、反射電子 (BSE)、特性 X 線、オージェ電子やカソードルミネッセンスといった信号が発生します。SEM では発生量の多さと試料表面近傍から発生するという理由から、SE を検出することで表面観察を行っています。SE は試料最表面から数ナノメートルの深さ領域から発生するため、SEM 像は試料最表面の形状を厳密には反映していないことに注意してください。また、照射された多くの電子線は試料に吸収され熱になります。

れる信号は、二次電子と反射電子です (1-2-4 の二次電子と反射電子の項を参照)。図 1 に示した特性 X 線は組成分析に用いられ、反射電子は後述する結晶方位の計測にも用いられます。組織観察には二次電子、反射電子が用いられると述べましたが、用いる信号を変えれば、その信号特有の情報を含んだ像を形成することも可能です。特性 X 線を用いれば、組成の違いを反映した像となりますし、カソードルミネッセンス (CL) の信号を用いれば、CL 像を得ることができます。また、オージェ電子を用いることで試料表面近傍の元素分析が可能です。このように多彩な信号を利用できるので、二次電子を検出して像を形成したときには、二次電子像、反射電子であれば反射電子像のように呼称します。二次電子像、反射電子像については 1-2-4-2 の二次電子像と反射電子像の項で詳しく説明します。組織を観察するとき重要なこと

* 名古屋大学大学院工学研究科：助教 (〒464-8603 名古屋市千種区不老町)

Keywords: scanning electron microscope, magnetic lens, electron beam, second electron, reflected electron

(走査型電子顕微鏡, 磁場レンズ, 電子ビーム, 二次電子, 反射電子)

† 装置として示すときには、Scanning Electron Microscope, 観察方法を示すときには、Scanning Electron Microscopy です。

2021年1月13日受理 [doi:10.2320/materia.60.225]

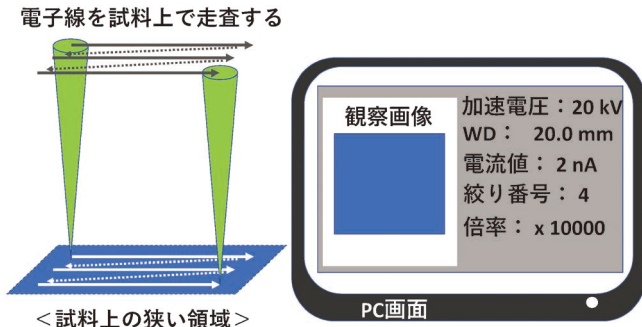


図2 SEM像が得られる流れ。

電子線が試料上で走査照射される時、照射された位置から様々な信号が発生します。電子線が照射されている位置と発生した信号の強さが、モニター上に走査領域と相似形で拡大表示されることで、SEM像は形成されます。また操作ソフトウェア上には、電子線の加速電圧、作動距離(WD)プローブ電流量など様々な情報が表示されます。この情報をSEM像と共に記録しておく、関連する試料の観察時に同様の観察条件を用いることができますので便利です。

は、そのコントラスト生成の要因を理解することでしたね。光学顕微鏡像のコントラストは、主に試料表面からの光の反射強度に依存していました。SEMでは、用いる信号の強度に依存します。二次電子や反射電子を用いた時には、その強度で像のコントラストが変化します。二次電子や反射電子が発生しやすい箇所は、明るくなります。二次電子や反射電子の強度は、試料表面の形状にも依存しますが、それ以外にも、組成の違い、結晶構造の違い、検出器への取り込み確率の違いなどにも影響されます。光学顕微鏡と比較すると、単に分解能が高いだけではなく、より多くの情報を得ることができる利点をSEMは有しています。

• 拡大の仕組み：図2は、SEM像が形成される仕組みについて示しています。各種電磁レンズ群で試料上に収束された電子線を、走査コイルを用いて試料表面上を走査させます。照射された各点から発生する信号の強度を検出して、その信号に対応した強度で、図2に示すように、モニター上に走査した形状と相似形で像を描き出します。試料とモニターとの間には光学レンズに対応するようなレンズは設置されていません。組み込まれている各種電磁レンズ群は、電子銃から発せられた電子線を試料上へ収束させる役割を主に担っています。観察時の倍率は、試料上での走査幅とモニター上での走査幅の比で決定されます。電気的な信号処理によって拡大している点が、光学顕微鏡と大きく異なります。例えば、10000倍の像を得るときには、試料上での電子線の走査幅は数 μm 程度の大きさです。何気なく使用しているかと思いますが、実は結構精密な制御のもとに像が形成されているのです。

• 観察時の分解能：SEMの分解能は、様々な要因で左右されます。最も知っておくべきことは試料上を走査するとき用いる収束させた電子線の径(プローブ径と言います)の大きさです。電子線の照射領域から発生された信号(厳密にはその近傍部も含めて)の強度が、モニター上に点状に順

次投影されていくと考えてください。こう考えると、100 nm程度の分解能を得たい時に、1 μm 径のプローブを用いると、100 nmの径は完全に埋もれてしまいますね。この場合には、少なくとも100 nm以下のプローブ径にしなければ意味がありません。電子線を細く絞り込むという点において、電子線は波長が短いということが有効に作用します。加速電圧がV(V)の時の電子線の波長 λ は、式(1)に示すように加速電圧に依存します。

$$\lambda = \frac{1.2264}{\sqrt{V(1+9.7846 \times 10^{-7} V)}} \quad (\text{nm}) \quad (1)$$

荒っぽく近似すると、 $\lambda = 1.23/\sqrt{V}(\text{nm})$ となります。

例えば、20 kVの加速電圧では、0.00859 nm(8.59 pm)程度になります。この値は、光学顕微鏡の可視光線と比べると5桁程度も短い波長です。この短い波長のおかげで、回折収差(光学顕微鏡の1-1-5対物レンズを参照)が小さくなり、後述する対物電磁レンズでの収束が容易となります。式(1)に示すように、加速電圧が高ければ高いほどその波長は短くなるので、プローブ径を小さくするという点においては有利となります。ただし、細く絞る径には限界があります(他の収差の影響です)。使用する機種構成、加速電圧や照射電子線量にもよりますが、収束径は数 nm から数十 nm 程度の範囲です。ここで、倍率と分解能とを考えてみましょう。光学顕微鏡の場合には、倍率という言葉をよく使用します。ただ、SEMの場合には、電子線を照射する領域を狭くすることで倍率を際限なく上げることは可能ですが、その倍率で実際に物体の形状が明瞭に観察できるかは観察してみなくてはわかりません。分解能は、この観察できる、という倍率を具体的に示しています。使用しているSEMの仕様には、その装置の分解能が記載されています。この分解能は、どれだけ小さなものを観察することが可能かを示しているわけではなく、ある物体を別々の物体として認識することが可能な物体間の最小距離を意味しています。正確には二点分解能と言われます。もちろん分解能の値が小さければ小さいほど、より微細な組織を観察できる可能性が高くなります。使用する装置の分解能を予め知っておくと良いでしょう。実際には、それ以外の様々な要因(振動、ドリフト、試料の状態、設置環境など)でも制限されますので注意が必要です。ちなみに、加速電圧が高いほど波長が短くなるため、電子線のプローブ径は加速電圧に反比例しますが、電子線が有するエネルギー幅に比例してしまうことも知られています。仕様には、加速電圧に対応した分解能が表記されている場合もあります。

1-2-3 SEMの構造

一般的なSEMの構造と外観写真を図3(a),(b)に示します。SEMの構造を大きく分類すると、①電子線を試料上へ照射するための機構、②試料からの信号を検出する機構、③試料室と真空排気機構、そして、④分析機器などの補器類に分けられます。①は、電子を発生させて加速する電子銃、電子線の強度を調整するコンデンサレンズ(集束レンズ)、電子

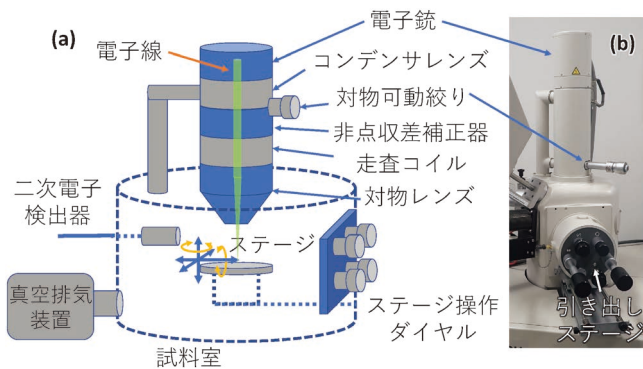


図3(a)-(b) SEMの構造概要図。

汎用SEMの構造(a)と実際のSEMの外観(b)を示します。SEMの上部から順に電子銃、コンデンサレンズ、対物可動絞り、非点収差補正器、走査コイル、対物レンズと試料室が位置しています。試料室には試料を設置するステージと、試料から発生する二次電子や反射電子を検出するための検出器が格納されています。また試料室を真空に維持するための真空排気装置が接続されています。ステージには試料室外部からステージの位置や傾きをコントロールするための操作ダイヤルが接続されており、真空の試料室内にあるステージを試料室外部からコントロール可能です。ステージは電子線の照射軸であるZ軸、Z軸に垂直なXY軸の水平移動、更には試料傾斜や回転機構が取り付けられているものも多く存在します。

線の照射径をコントロールする対物可動絞り(様々な呼称があり、「対物絞り」、「可動絞り」、また単純に「絞り」と呼ばれることがあります)、電子線を真円形状に補正する非点収差補正器、電子線を試料上で走査させるための走査コイル、試料表面に焦点を合わせる対物レンズから構成されます。②は、検出する信号に適応した検出器が設置されます。多くの場合には二次電子検出器と反射電子検出器です。設置される場所は機種によって異なります(後述)。③は機種によって様々です。図3(c)-(e)に示した例では、試料室内に試料を設置するためのステージがあり、このステージはXY水平移動、高さ移動、傾斜、回転などの機構を有しています。後述しますが、各種移動調整をするときには試料が対物レンズとぶつからないように十分注意しなければなりません。試料室は、真空排気されます。直接試料室を大気にして試料を設置するタイプや、予備室を通して試料を設置するタイプなどもあります。④についてはSEMの仕様に依存しますが、主には、元素分析を可能とする特性X線を検出するエネルギー分散型X線分光器(Energy Distribution X-ray Spectroscopy: EDS)や特定の電子線照射条件において試料表面近傍において回折して脱出してきた反射電子線を撮像する電子線後方散乱回折(Electron Back Scattered Diffraction: EBSD)装置が取り付けられている場合もあります。以下、それぞれについて概説していきます。

1-2-3-1 電子銃

電子線を発生させる電子銃には、熱することで発生する熱電子を利用する熱電子放出型(Thermal Emission: TE型)と電界で発生させる電界放出型(Field Emission: FE型)に大

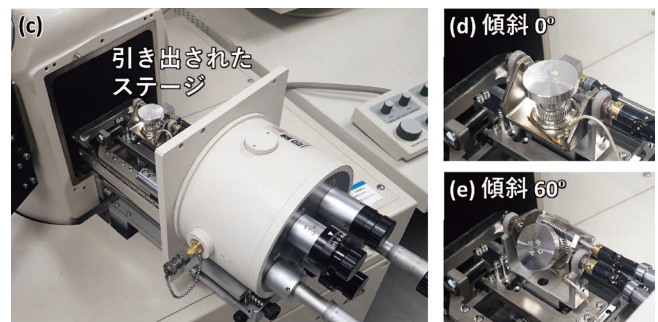


図3(c)-(e) SEMの構造概要図。

(c)は、試料室の真空を大気開放して、内部のステージを引き出した状態を示しています。試料ステージの引き出し機構は、使用している機種に依存します。ステージを引き出すことなく(大気開放することなく)、予備排気室を経由して試料を取り出す機種もあります。写真に示すような機種の場合には、ステージを引き出した後に、試料室内部を確認してみてください。機種にもよりますが対物レンズの先端や検出器の位置関係を知ることができます。検出器と試料の位置関係は、メモを取っておくと観察時に便利です。また、対物レンズ先端と試料の位置関係にも注意してください。ステージを引き出すときには、既定の試料位置へ戻すことを忘れないようにしてください。試料が対物レンズと接触する事故を防げます。(d)と(e)は、試料室から引き出されたステージを示しています。写真の例では、ステージ下部に取り付けられている歯車によってステージ移動はもちろん、高角度の傾斜にも対応していて、試料を様々な方向から観察することができます。ステージ操作ダイヤルを動かす際には、試料室内部の各種部品との接触に注意してください。

別され、FE型は、熱と電界放出を併用する熱電界放出型(Schottky型)、そして電界放出型(Cold FE型)が存在します。いずれにおいても電子線を放出するフィラメントのようなものをエミッターと呼称します。各電子銃の構造を図4に示します。TE型の電子銃は、エミッターに電流を流すことにより加熱し、熱電子を発生させます。その熱電子を、エミッター先端近傍に設置されたウェーネルトと呼ばれる単孔があけられた金属製の陰極によって(図4(d)を参照)、ウェーネルト直下に収束させ、その後、単孔陽極により加速されます。Schottky型は、同じくエミッターに電流を流し加熱しますが、熱電子が発生するほどの加熱は行われません。エミッター先端近傍に設置された第一陽極により高い電界を印加することで電界によって電子を引き出し、引き出された電子を、第二陽極を用いて加速する手法です。加熱により発生する熱電子が電子線に含まれないように、サブレッサーと呼ばれる陰極を用いてトラップする構造が特徴的です。また、Cold FE型は、加熱を必要としないためサブレッサーは備えられておらず、先端が鋭く尖ったエミッターに対して第一陽極により形成される電界を印加することにより電子を引き出し、第二陽極により電子を加速する構造となっています。

TE型は取り出せる電子の数は多いのですが、電子が放出されるエミッター上の領域が広いため、電子線を絞った際のプローブ径が大きくなります(輝度に関係します。TE型は輝度が低くなります)。そのため照射電流密度が低くなり、他の方式の電子銃と比較すると像の明るさが低くなる傾向にあります。一方、FE型では、電子線発生領域が狭く、発生

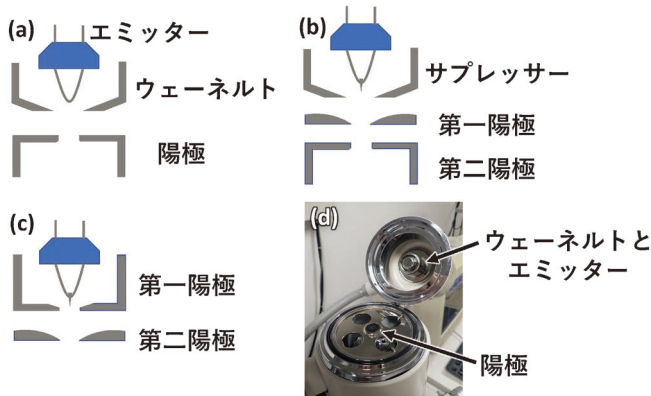


図4 電子銃の模式図。

(a) 熱電子放出(TE)型, (b) 熱電界放出(Schottky)型, (c) 電界放出(Cold FE)型電子銃の構造模式図を示しています。どの型式の電子銃においても, エミッターからの電子を陽極を用いて引き出しています。熱電子放出型では, エミッターから発生した熱電子は, 負に帯電させたウェーネルト直下に収束したのちに, 陽極により加速されます。熱電界放出型では, 加熱されたエミッターから発生する熱電子を, サプレッサーによってトラップする構造となっているのが特徴的です。(d)は熱電子放出型電子銃部分を大気開放した状態を示しています。エミッターの交換を使用者自身で容易に行うことが可能です。エミッターが溶断し, 交換を行うときには, 十分に冷却していること(時間において)を確認してから大気開放すること, 大気開放中に埃などが入らないよう十分配慮した作業が必須です。

する電子の数は少ないものの, プローブサイズを小さくできること(分解能に関係します)や明るい像が得られる特徴を有しています。また電界放出により電子を取り出すため, 放出される電子のエネルギー分散が小さくなる利点も有しています(エネルギー分散とは, 電子線のエネルギー幅のことです。電子線の色という表現が使われることもあります)。この利点は, より電子線を細く収束できることにもつながります。各電子銃に用いられるエミッターの材質は, TE型では, タングステンフィラメントや単結晶の LaB_6 , CeB_6 , Schottky型では ZrO/W が, そしてFE型では W 単結晶が一般に用いられています。本稿で取り扱うような汎用SEMでは, TE型が一般的です。TE型の場合には, ウェーネルトとエミッターの距離を短くすることで, エミッターで発生した電子をより多く電子線として利用することもできます(これをホットと呼称することがあります)。より明るく, 高いコントラストを有するSEM像を取得するコツの一つですが, プローブ径は大きくなります。ここで, TE型電子銃から発せられる電子線の電流量は, ウェーネルトとエミッター間の距離にのみ依存するので, SEMをコントロールする操作系ソフトウェアから, 電子銃において発生する電流量を意図的にコントロールすることはできません。この点はFE型とは異なります。

1-2-3-2 コンデンサレンズ

電子銃で発生した電子線は, その下方に設置された電磁レンズ群に向かいます。コンデンサレンズ(集束レンズ)は, その最初の電磁レンズです。電磁レンズは, 電子線に対してド

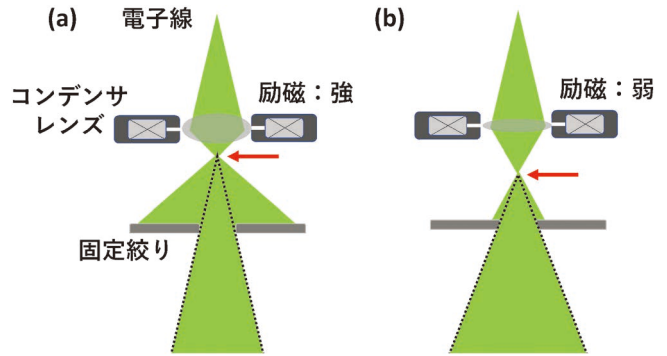


図5 コンデンサレンズによる電流調整。

電子銃で発生した電子線の電流量は, コンデンサレンズの励磁を変えることで調整できます。多くの場合には, 操作パネル上に電流量を調整するコマンドがあります。コンデンサレンズは, 電子銃で引き出された電子線が最初に収束した時に形成される光源を投影させます。この時に, 固定絞りをを用いて投影される電子線の経路の一部をカットすることで, それ以降のレンズへの入射電流量を制限します。(a)と(b)は, コンデンサレンズの励磁が強い時と弱い時の固定絞りを通過する電子線の違いを模式的に示しています。(a)では, 焦点距離が短くなるために, 赤矢印で示す収束点が上方になります。これにより, コンデンサレンズ下端に設置された固定絞りを通過する電子線量が減少することが分かります。

ーナツ状に巻かれたリング状のコイル(電磁石を思い出してください)を, 磁性体で取り囲んだ構造(磁気ヨークと言います)をしています。このヨークには切り欠き(ギャップとも呼称する)が付されています。磁気コイルで発生した磁力(起磁力と言います)が, ヨークを通過してこの切り欠き部分に集中して形成される磁場が, 電子に対するレンズの役割を果たします。電子線をローレンツ力により集束させることが可能となるのです。電磁レンズの焦点距離は, レンズに流す電流で変化します。励磁を変えると表現します。図5に示すように, 電子銃から発せられた電子線は, コンデンサレンズによって収束し, その後, 広がっていきます。この時に, コンデンサレンズ直下の固定絞りによって, その電子線の一部が制限され, 以降の電磁レンズ群へ入射する電子線の電流量が制限されることとなります。電子線の電流量を変化させることもコンデンサレンズの役割となっています。コンデンサレンズの励磁を変えることで, 電子線が集束する位置を電子線照射方向に上下させることができます(図5矢印の箇所)。これは, 光学レンズのピントの位置を変えていることと同じです。図5に示すように, コイルに流す電流が大きい場合は, コンデンサレンズの励磁が強くなりレンズに近い所で, また電流が小さい時には励磁が弱くなり, レンズから離れた位置で焦点が形成されます。図5を見ると理解できるように, 励磁を変えることで, 絞りを通過する電子線の量を変えることができます(電子線の電流量は, 後述する対物絞りの径にも依存します)。SEMを使用し始めたばかりの時は気にする必要はありませんが, 帯電しやすい試料や, 分解能を向上させたいときには調整すべきレンズです。この電流量を調整するコマンドが操作モニター上にあるはずで

1-2-3-3 対物可動絞り

コンデンサレンズにより電子線の強度が調整された後、対物レンズに入射する電子線の径を選択する役割を担うのが対物可動絞りです(図6, 鏡筒での位置は図3(a)を参照)。小さい絞りを使用すると電子線の径が小さく制限されるため、電流量が低くなり像が暗くなります。また大きな絞りを使用すると多くの電子線が対物レンズに入射するため、明るい像が得られます。一方、この絞り径は最終的なプローブ径にも関係します。絞り径が大きいとプローブ径は大きくなり、像の分解能は低下します。また、被写界深度にも影響します。絞り径が大きいと、対物レンズに入射する電子線径が大きくなり、試料上で収束させるときの収束角度(開き角)が大きくなるため、被写界深度が小さく(浅く)なります。この効果はピントが合っている範囲外のピンボケ領域を拡大させるので、例えば、立体感のある像や、目的とする組織を強調させたい時などに使えます。

1-2-3-4 非点収差補正器

試料に照射される電子線が真円になっていない場合に生じるボケのことを非点収差と呼びます。この非点収差があると、像質が大きく低下します。ピントを変えたときに像が一定方向に流れるような変化を示します。非点収差補正器は対向コイルが円形に並んだ構造をしており、各コイルに流す電流量を変化させることで、プローブの形状を真円に補正することができます(図7)。後述するように、SEMで組織を観察するときには、頻りに調整する必要があります。きれいな像を得るためのコツとして非常に重要です。

1-2-3-5 対物レンズ

光学顕微鏡の対物レンズと同じで、試料に最も近い位置に設置された電磁レンズです。試料室を開けて中を覗き込むと、銀色をした先が細くなっている円錐状の部品が見えます(図8, もちろん、機種によりますが)。これが、対物レンズ

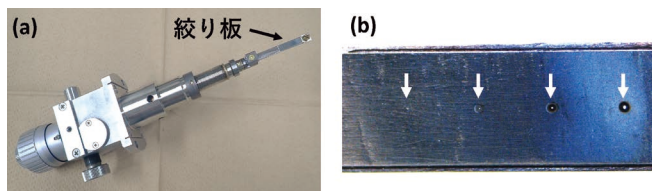


図6 (a) 対物可動絞りの全体写真と(b) 絞り板の実体顕微鏡写真。

SEMに取り付けられている実際の対物可動絞りを示します。対物可動絞りは、(a)に示すように、大気側から絞りを動かすゲージと、電子線経路に挿入される絞り板から構成されています。ゲージを動かすことで絞り板の位置を変えることができますが、この移動は、電子線照射方向に対して垂直な平面方向に限定されています。(b)は絞り板を示しています。矢印で示した位置には、径の小さい孔が加工されています。大きいものから小さいものまで大きさの異なる種類の孔が開けられており、これらの孔を電子線の経路中心に挿入し、電子線の径を変えます。

の先端部分です。後述するように分解能と密接に関係しているので、絶対に汚したり、試料をぶついたりしてはいけません。対物レンズは電子線を試料上へ収束させる最終の役割を担います。ピントを合わせるときには、このレンズの励磁を変化させています。対物レンズの励磁を強くすると、焦点距離が短くなるので、対物レンズと試料上面との距離が小さくなります。光学顕微鏡と同様に、この時の対物レンズ下面から試料上面までの距離を作動距離(Working Distance: WD)と呼称します。このWDが小さいほどプローブ径は小さくなる(対物レンズでより小さく電子線を収束できる)ので、高い分解能での試料観察が可能となります。対物レンズの構造を図9に示します。基本的な構造は、電子線に対してドーナツ状に巻かれたコイルが透磁率の高い磁性体で囲まれてお

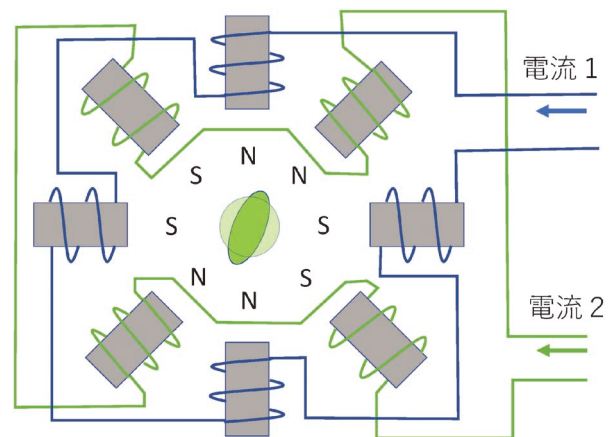


図7 非点収差補正器。

非点収差補正器は向かい合い直交した二対のコイルが一組となり、それが45度回転したものと組み合わせられた形状になっています。各コイルに流す電流量を調整することで、中心部に形成される磁場を変化させることができます。この磁場を使って、図中央に示した楕円形状の電子線を、真円形状に補正することが可能です。

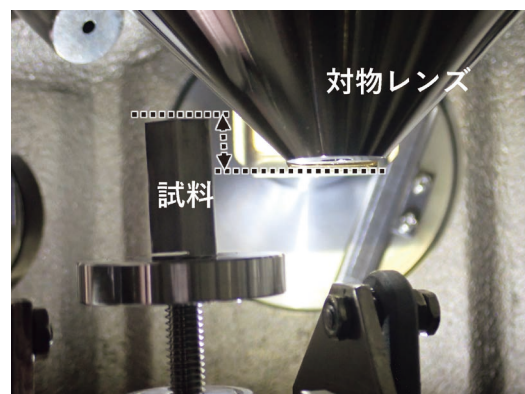


図8 ステージ高さ調整不足による対物レンズへの接触。試料室内の様子を示します。中央に見える円錐状の部品が対物レンズの先端です(機種にも依存します)。例として高さのある試料を挿入してみました。このまま試料を移動させると、対物レンズの先端と接触してしまいます。大変危険なので、試料室への出し入れや、試料移動の際には十分に注意を払いましょう。

り、その磁性体の一部にギャップという切り欠きが付されている構造をしています。コイルで発生した磁力(起磁力)は、このギャップ部分に集中します。この効果で強力な磁場が限られた箇所に形成されるので、レンズとしての作用が現れます。上述したコンデンサレンズも同様の構造ですが、分解能に大きく影響する対物レンズでは、より高精度に作り込まれています。対物レンズには、磁場で形成されるレンズと試料との位置関係により、アウトレンズ方式、インレンズ方式、セミインレンズ方式の3タイプのレンズが存在します。もっとも一般的なアウトレンズ方式では、形成される磁場レンズから少し離れた下方に焦点位置が来るように設計されています。このレンズは、焦点距離が長くなるため、他のタイプと比較して、電子線を細く絞ることが困難であり、より高い分解能を実現することができません。しかし、レンズと試料の距離を長くとることができることから、大きく複雑な形状の試料を観察することが可能となります。また、レンズで発生する磁場の影響を受けづらいため、磁性材料の観察にも適しています。一方、焦点距離を極限まで短くすることができるレンズがインレンズ方式です。インレンズ方式は形成される磁場レンズの中央付近に試料を設置するため、極めて短い焦点距離を実現することができます。その反面、試料をレンズ内部に設置する必要があり、大きな試料の観察は困難です。また磁場中に試料を設置するため、磁性材料の観察には不向きです。これらアウトレンズ方式とインレンズ方式の利点を併せ持ったものがセミインレンズ方式です。セミインレンズ方式では、レンズを試料側にせり出すように形成されているため、焦点距離を短くすることが可能であると共に、インレンズ方式とは異なり試料サイズに制約はありません。こ

のほかに、アウトレンズ方式のレンズ内部に電極を挿入して、この電極に電圧を印加することで形成させる静電レンズを併用したブースティング方式や、セミインレンズ方式において、観察対象である試料に電圧を印加するリターディング方式など様々な工夫がなされたレンズが存在しています。

1-2-3-6 試料室と排気系

試料を観察するために特別に試料室が用意されている理由は、観察はおよそ 10^{-3} Pa の真空環境下で行わなければならないからです。電子線は、窒素や酸素などの気体分子により散乱されてしまうため、照射する電子線のエネルギー幅が広がり、照射径が大きくなることで、分解能が大きく劣化します。試料室の真空度は、得られる像質を左右します。基本的には真空中において試料を観察する必要がありますが、最近では試料室を高い真空まで排気することなく観察可能な低真空 SEM や大気圧 SEM も存在しています。これらの SEM は、真空環境下で試料形態が変化してしまうような、例えば、食品や生体などの水分を含んだ試料を観察する場合や、絶縁性試料を観察する場合などに使用されています。この場合には、プローブ電流を増加させると明瞭な像が得られる傾向があります。

試料室には試料を設置するステージが取り付けられており、試料室外部からマイクロメーターやモーターが取り付けられたステージ操作ダイヤルを駆動させることにより、XY 水平移動や高さ位置を調整することができます(図3参照)。他にも試料の回転や傾斜も可能です。予備室が設置されていないタイプの機種では、試料室を開けると、試料ステージ関係を直接見ることができます。横からのぞき込んで、XY 水平移動、高さ移動、回転、傾斜など色々と駆動させて、対物レンズとの位置関係を確認してみてください。実際の試料観察時に役立つとともに、試料を対物レンズにぶつけてしまうなどの事故を防ぐことにもつながります。上述したように、高さ位置との関係は、WD と関係します。試料形状によっては高さ位置が制限されるかと思いますが、この場合には、高さ位置が優先で、その位置にピントを合わせるようになります。制限がない場合には、一般的には高さ位置は WD が短くなる位置に設定して、観察を行うこととなります。使用している機種にも依存しますが、操作ソフト上に WD の位置が表示されると思います。この値の目安を付けておくことを勧めます。

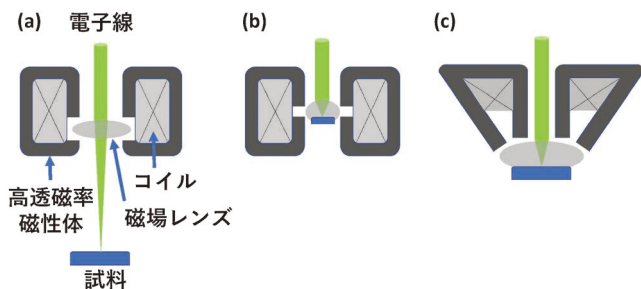


図9 レンズの構造と試料位置。
(a) アウトレンズ、(b) インレンズ、(c) セミインレンズ方式の対物レンズと試料位置の模式図。

対物レンズは、電子線に対してリング状に巻かれた電磁コイルと、それを覆うように配置された磁性体(ヨーク)から構成され、ヨークには極めて狭いギャップ(切り欠き)加工が施されています。コイルで発生した磁力は、ギャップ間に集中することで、強い磁場が形成されます。この磁場中を通過する電子線がローレンツ力を受けることで収束します。磁場が形成される位置と試料との位置関係が重要です。(a)のアウトレンズ方式では、レンズから離れた位置に試料が配置されます。(b)のインレンズやセミインレンズ方式では、レンズの内部やレンズに極めて近い位置に試料が配置されます。各方式で作動距離が大きく異なるため、基本的な分解能(プローブの集束径)が決まります。汎用機種の多くは(a)に示したアウトレンズ方式となります。この方式は、分解能は劣る傾向にありますが、試料サイズの自由度は非常に優れています。

1-2-4 二次電子と反射電子

十分な厚さを有する試料に電子線が入射すると、試料を構成する原子と相互作用を起こし、図1に示したような様々な信号が現れることについてはすでに述べました。ここでは二次電子(Secondary Electron : SE)、反射電子(Backscattered Electron : BSE)について、それぞれもう少し詳しく説明します。表面形状観察に用いられる主な信号は、SE と BSE です。電子線が物体に照射された際、物体を構成する

原子核や電子との相互作用により、弾性散乱やエネルギー損失を伴う非弾性散乱を引き起こします。非弾性散乱では、原子を構成する電子の電離や励起が発生します。この電離によって発生した電子の中で、物体表面近傍から弾性散乱によって放出される電子がSEです。SEのエネルギーはおおよそ50 eV以下と言われています。発生確率は、表面観察にも用いられるオージェ電子よりもはるかに高い値をとります。また、試料表面から数 nm の領域から発生するため、表面形状の観察に適しています。BSEは、試料に入射した電子が、試料中において弾性散乱され、電子線入射方向から反転して試料表面から脱出した電子です。入射電子が有するエネルギーからほとんど変化しないため、SEと比較して高いエネルギーを有しています。観察時の加速電圧が高い場合には、電子線が深くまで侵入するため、非常に広い範囲から検出されます。

SEM像を形成するときを利用するSEとBSEは図10に示すように、それらが発生する場所によって呼び名が異なります。電子線の照射領域から脱出するSE及びBSEをSE1とBSE1、電子線照射外の試料表面から脱出するBSEはBSE2と呼ばれています。そしてBSE2によって発生したSEをSE2、また発生したBSEが試料以外の、例えばレンズや試料ステージ等に当たることにより発生するSEはSE3と呼ばれています。更に、照射電子線が電子線照射経路のレンズや後述する絞りに照射されることで発生したSEが試料室に漏れ出てきたものをSE4と呼んでいます。汎用SEMでは主にSE2を用いた表面形状の情報を有するSE像と、BSE1とBSE2を用いた組成情報や結晶性の情報を有するBSE像が得られます。

1-2-4-1 検出器

SEとBSEの検出器は形状と配置方法が異なるため、得られる像が異なります。発生するSEのエネルギーは低く、検出器にSEを引き込む必要があるため、検出器先端には正電圧が印加されています。また試料の凹凸部によって発生するSE量が異なりますが(1-2-4-2の二次電子像と反射電子像の項を参照)、検出器側に傾いた領域から発生したSEは、検出器に向けて発生するため検出されやすく、反対側に傾斜した領域から発生するSE量は、検出器とは逆の方向に発生するため検出されづらくなります。そのため、SEを用いた時の像は、試料表面に対して、検出器方向から照明を当てた時のような陰影を含む像となります。

BSE像を取得する検出器は円環状であり、電子線照射軸に挿入されることが一般的です。BSEのエネルギーは照射する電子線とほとんど変わらないエネルギーを有することから、SEのように正電圧で引き込み検出することができず、直接検出器に侵入したBSEが検出されます。円管状の照明から光を照射して観察したような像が得られるため、SE像ほど表面形状を反映した情報(陰影)が得られないのです(図11)。表面形状が反映されづらいBSE像ですが、分割型の円環状検出器を採用し、演算処理することにより凹凸情報を

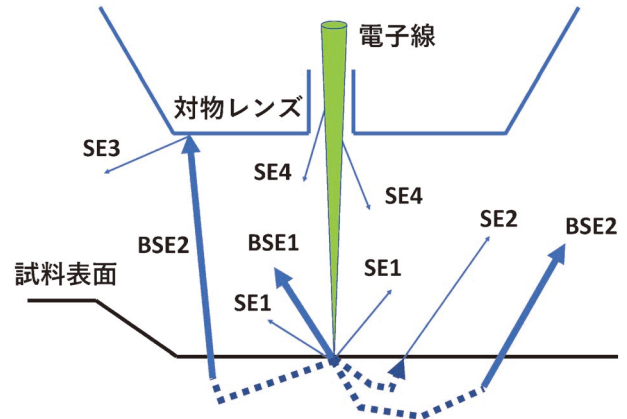


図10 二次電子、反射電子の発生箇所と名称。試料に電子線が照射された時に発生する二次電子(SE)や反射電子(BSE)の発生箇所とその名称を示します。発生箇所によってその名称は異なります。アウトレンズ方式を採用したSEMでは、レンズと試料間の距離が長いので、SE1だけではなくSE2も検出される確率が増えます。試料表面形状の観察では、SE2の影響が多く含まれます。加速電圧が高いほど、試料中の電子線が広範囲に散乱されるため、電子線の収束径よりも、より広い領域からSEやBSEが発生します。このため、信号量が増加し観察が容易になることが多いのですが、注意が必要です。表面観察の場合には、電子線を照射した領域のみから信号が得られる方が高い分解能を実現できる傾向にあります。そのため様々な加速電圧を用いて観察を行い、観察者が意図する結果を最も得ることができる条件を選択しておく必要があります。

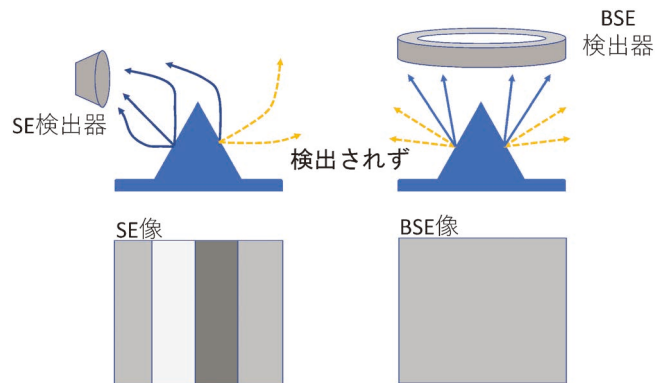


図11 SE検出器とBSE検出器において凹凸の見え方が異なる理由。

SE検出器とBSE検出器による検出方法の違いと、それにより得られる像の陰影の違いを示します。SE検出器はエネルギーの低いSEを検出するため、検出器に正電圧が印加されていて、検出器側に傾いた領域から発生したSEは、検出器に向けて発生するため検出されやすく、反対側に傾斜した領域から発生するSE量は、検出器とは逆の方向に発生するため検出されづらいため、傾斜によるコントラストが現れます。そのためSE検出器側から光を照射したような陰影になります。一方、BSE検出器は発生したBSEを円環状の検出器で検出し像を形成します。BSEはそのエネルギーが高く、SEのように電圧を印加することで強制的に検出することは困難です。そのため、試料上方から円環状のライトを照射したような像となるため、陰影が現れにくいのです。

取り出せる仕様もあります。

1-2-4-2 二次電子像と反射電子像

凹凸のある試料の場合(図12), 基本的には凸部からSEが発生しやすいため, その箇所はSE像中で明るく映し出されます。反対に凹部ではSEが脱出しづらいため暗く映ります。これにより形状に依存した陰影のある像が得られます。また, SE検出器の位置関係も重要です。例として, SE検出器はSEM像下方向に配置された状態で, ボルトを特定の位置とそこから180°回転させた二つの状態を観察したSE像を図13に示します。像のコントラストを確認すると, ネジ山の検出器方向が常に明るく見えていることが分かります。

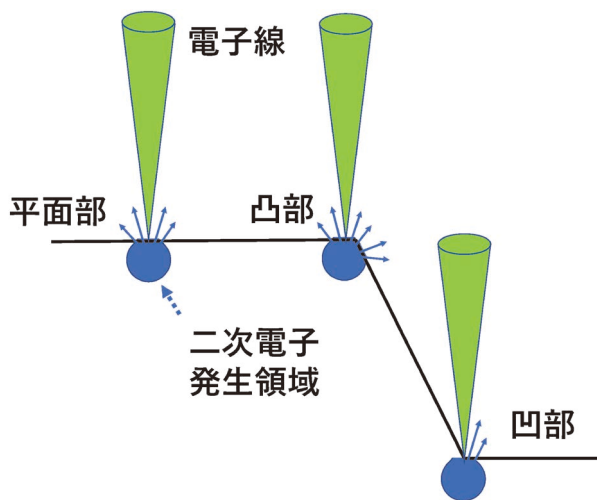


図12 電子照射位置と二次電子発生量の概念。
電子線照射位置とSEの発生量の関係を示します。図2で示した通り, SEは試料最表面だけではなく, 少し深い領域からも発生します。そのため平面, 凸部と凹部に電子線を照射した場合に発生するSEの量は異なります。均質な材料で構成されている試料の場合, 凹部→平面部→凸部の順にSEの発生量が増え, この発生量の違いによって試料形状が観察できます。傾斜している領域においてSEが多く出る現象はエッジ効果と呼ばれています。

BSEは試料を構成する原子の原子番号が大きくなるほど増大することが知られています。そのため, 研磨された凹凸の無い試料を観察しBSE像を取得した場合, 現れる明暗は原子番号の違いを示している可能性があります。またBSEが発生するメカニズムから, 弾性散乱しやすい試料ほど反射電子が発生しやすいため, 結晶方位の違いや結晶性の違いによっても明暗が変化します。図14にAl-Cu合金の一つである快削アルミニウム合金(A2011)を150°Cで時効析出させた試料のSE及びBSE像を示します。SE像は表面形状に敏感であるため, 表面の残留研磨傷が多数, 強調されて観察されています。一方, より原子番号に敏感であるBSE像では, 表面研磨傷のコントラストが低下し, 結晶粒内および粒界に偏析したCuを含む層が明瞭に観察されています。AlとCuの原子番号がそれぞれ13と29と大きく異なり, この原子番号の違い, つまり, 組成の違いがBSE像では明瞭に観察されています。

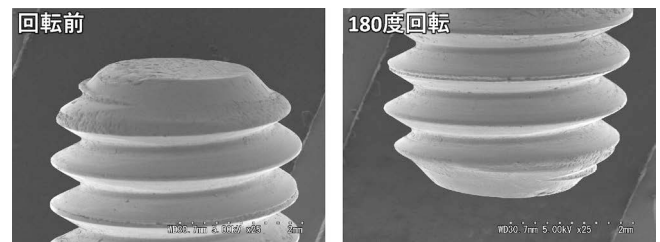


図13 ボルトのSEM像。
ボルト先端部のネジ山を観察したSEM像と, そのボルトを180度回転させて観察したSE像を示します。電子線照射と照射位置の形状によって発生するSEの量は異なりますが, 汎用SEMに使用されている試料室内SE検出器の位置によっても見え方が変化します。像中には見られませんが, これらSE像の下方にSE検出器が位置しています。そのためネジを180度回転させた場合でも, 検出器側に面するネジ山が明るく観察されており, 検出器方向から光を照らしたような像が得られることがわかります。

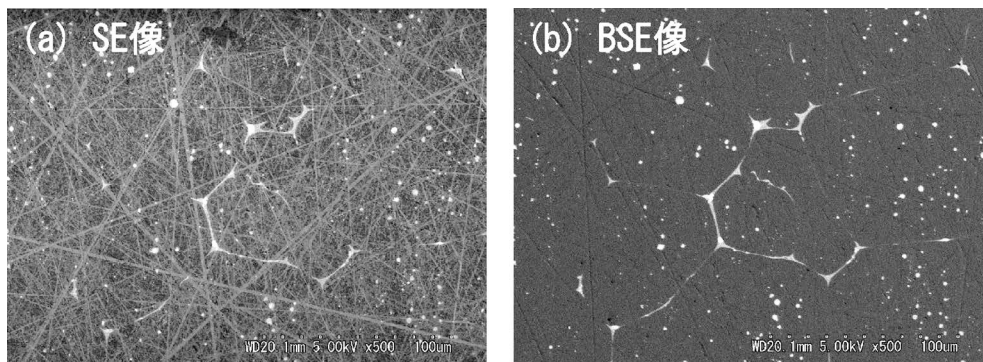


図14 Al-Cu合金の(a)SE像と(b)BSE像。
Al-Cu合金の同一箇所をSE及びBSE検出器で撮影したSEM像を示します。SE像(a)は表面の凹凸に敏感なため研磨傷が無数に観察されますが, BSE像(b)にはSE像に観察された研磨傷はほとんど見られません。一方, BSE像は原子番号に敏感です。そのため, 重い元素が含まれている領域のコントラストが増加します。(b)に示すように, 粒界や粒内に析出したCuを含んだ領域が明るく映し出されています。

文 献

- ① 走査型電子顕微鏡の歴史を知りたい場合には
 (1) C. W. Oatley: The early history of the scanning electron microscope, *J. Appl. Phys.*, **53**(1982), R1-R13.
- ② 二次電子発生原理について
 (2) 越川孝範, 志水隆一: 表面研究における二次電子放出現象, *応用物理*, **44**(1975), 215(3)-215(18).
- ③ 電子線源, 電磁レンズと収差が電子線に与える影響に関する詳細について
 (3) 佐藤 貢: 走査電子顕微鏡(SEM)の電子光学, *顕微鏡*, **51**(2016), 37-42.
- ④ 試料室内二次電子検出器や反射電子検出器の原理について知りたい場合には
 (4) T. E. Everhart and R. F. M. Thornley: Wide-band detector for micro-microampere low-energy electron currents, *J. Scientific Instruments*, **37**(1960), 246-248.
- (5) 小野昭成, 柴田昌輝: 各種 SEM における電子の検出法と像の見え方の違い, *顕微鏡*, **43**(2008), 162-165.

- ⑤ ブースティング方式やリターディング方式のレンズについて知りたいとき
 (6) 立花繁明: 磁界・静電界複合光学系 SEM における信号検出, *顕微鏡*, **43**(2008), 174-176.
- (7) 藤田 真, 小瀬洋一: 電子レンズの設計技術(前編)(基礎理論から実装技術, 装置応用まで), *顕微鏡*, **51**(2016), 171-176.
- ⑥ 走査型電子顕微鏡全般について更に理解を深めたいとき
 (8) 日本顕微鏡学会関東支部会: 新・走査電子顕微鏡, 共立出版, (2011).



徳永智春

★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★

2005年 名古屋工業大学大学院工学研究科 都市循環システム工学専攻 博士前期課程修了

2007年 九州大学大学院工学府 博士後期課程修了
 同年から 現職

専門分野: カーボン材料, 化学気相成長法, 電子顕微鏡, 雰囲気制御その場観察法

◎ナノ材料創成, 電子線を利用した材料構造制御, プラズマ環境電子顕微鏡法の開発とその応用に関する研究に従事.

★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★