

図解 簡単SEM入門

ごあいさつ

このたびは「図解 簡単SEM入門」をご覧いただき、ありがとうございます。

SEMは研究・開発・製造を問わず、広く利用されておりますが、その仕組みや特性は意外と知られておりません。

この「図解 簡単SEM入門」では、SEMの仕組みや特性の理解から、それを踏まえた上手な使い方まで、適度にやさしく、適度に詳しく説明を心がけております。まだまだ至らぬ点も多いですが、皆様のSEM観察に少しでもお役に立てれば幸いです。

1. ごあいさつ
2. 目次
3. SEMの仕組み - 概要
4. SEMの仕組み - 電子銃
5. SEMの仕組み - レンズ
6. SEMの仕組み - 電子ビームの走査
7. SEMの仕組み - 観察信号概要
8. SEMの仕組み - 2次電子1
9. SEMの仕組み - 2次電子2
10. SEMの仕組み - 反射電子
11. SEMの仕組み - 特性X線
12. SEMの仕組み - 検出器
13. SEMの仕組み - 真空引き
14. SEMの仕組み - 真空ポンプ
15. SEMの仕組み - 試料の導電処理
16. SEMの仕組み - まとめ
17. SEMの特徴1 - 高倍率観察
18. SEMの特徴1 - SEMと光学顕微鏡の
スポット径
19. SEMの特徴1 - 電子ビームの波長
20. SEMの特徴1 - 波長とスポット径の関係
21. SEMの特徴2 - ピントの合う範囲が広い
22. 観察像の特徴1 - 高加速電圧観察
23. 観察像の特徴1 - 低加速電圧観察
24. 観察像の特徴1 - 加速電圧と観察像
25. 観察像の特徴2 - 2次電子像
26. 観察像の特徴2 - 反射電子像
27. 観察像の特徴2 - 2次電子像と反射電子像
28. 非蒸着観察 - 低真空観察
29. 非蒸着観察 - 低加速電圧観察
30. 非蒸着観察 - まとめ
31. SEMIによる3D観察 - 立体視の仕組み
32. SEMIによる3D観察 - 立体視画像例
33. SEMIによる3D観察 - 3D像構築の仕組み
34. SEMIによる3D観察 - 3D観察像例
35. 観察時の注意点 - 非点収差
36. 観察時の注意点 - 加速電圧
37. 観察時の注意点 - スポット径
38. 観察時の注意点 - 観察距離
39. 観察時の注意点 - 試料の傾斜
40. 観察時の注意点 - 帯電
41. メンテナンス - 概要
42. メンテナンス - フィラメント位置調整
43. メンテナンス - ウェーネルト清掃
44. メンテナンス - エミッション電流調整
45. メンテナンス - アノード/鏡筒/対物絞り
46. 試料前処理 - 導電コート
47. 試料前処理 - 断面作成
48. 試料前処理 - 粉体の固定
49. 試料前処理 - 生物試料
50. SEM観察トラブルシューティング概要
51. 観察像が表示されない -
a. 試料に電子が照射されていない
52. 観察像が表示されない -
b. コントラスト/明るさが
正しく調整されていない
53. 観察像が表示されない -
c. ピントが大きくはずれている
54. 観察像が表示されない -
d. 光軸が正しく調整されていない
55. 観察像が表示されない -
e. フィラメントエミッション電流が
正しく調整されていない
56. 観察像が表示されない -
f. フィラメント中心/高さが
正しく調整されていない
57. 観察像がざらつく/ノイズが多い -
a. コントラスト/明るさが
正しく調整されていない
58. 観察像がざらつく/ノイズが多い -
b. 光軸が正しく調整されていない
59. 観察像がざらつく/ノイズが多い -
c. 加速電圧の設定が低すぎる
60. 観察像がざらつく/ノイズが多い -
d. スポット径の設定が小さすぎる
61. 観察像がざらつく/ノイズが多い -
e. 試料の傾斜が適切ではない
62. 観察像がざらつく/ノイズが多い -
f. 観察距離の設定が適切ではない
63. 観察像がざらつく/ノイズが多い -
g. フィラメントエミッション電流が
正しく調整されていない
64. 観察像がざらつく/ノイズが多い -
h. フィラメント中心/高さが
正しく調整されていない
65. ピントが合わない/甘い -
a. 非点収差が正しく調整されていない
66. ピントが合わない/甘い -
b. スポット径の設定が大きすぎる
67. ピントが合わない/甘い -
c. 観察距離が遠すぎる
68. ピントが合わない/甘い -
d. 加速電圧の設定が適切ではない
69. ピントが合わない/甘い -
e. 電子ビームの経路が汚れている
70. ピントの合う範囲が狭い -
a. 試料を傾けすぎている
71. ピントの合う範囲が狭い -
b. 非点収差が正しく調整されていない
72. ピントの合う範囲が狭い -
c. 観察距離が近すぎる
73. ピントの合う範囲が狭い -
d. 加速電圧の設定が低すぎる
74. VEシリーズのご紹介
75. VEシリーズの特長
76. お問い合わせ窓口 / 連絡先一覧

SEMは「Scanning Electron Microscope」の頭文字をとった略称で、日本語では「走査電子顕微鏡」となります。

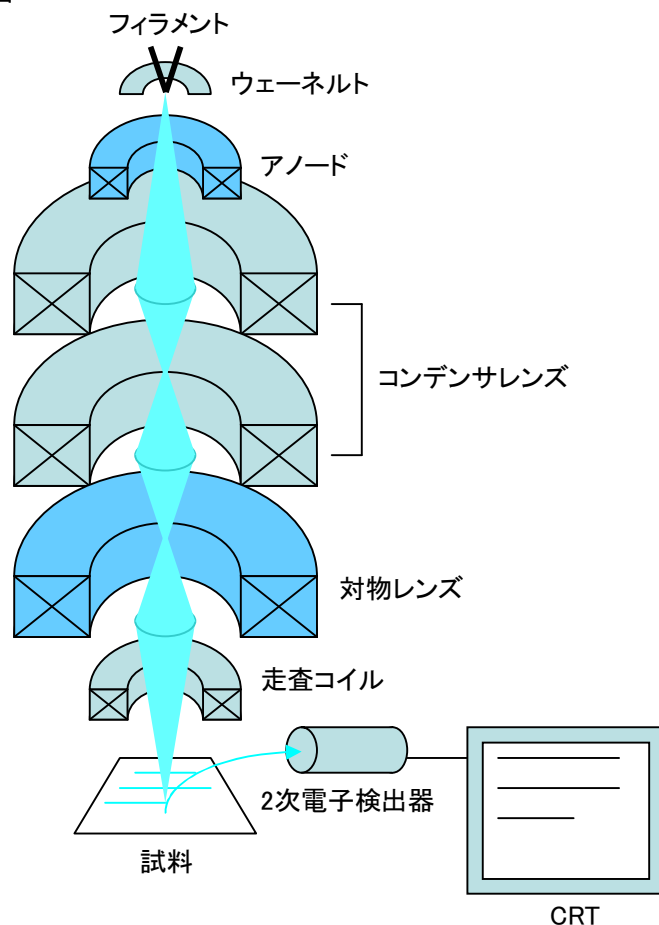
その仕組みは、文字通り試料表面を電子で走査して拡大観察像を得ています。

SEMIには搭載する電子銃により、汎用SEMと電界放射（フィールドエミッション=FE）SEMがあります。

汎用SEMは取り扱いが易しく広く利用されており、もう一方のFE-SEMIは、より高倍率観察な観察が可能ですが、性能を引き出すためには設置環境など使用する側に求められるものも多く、汎用SEMほど広く普及してません。

「図解 簡単SEM入門」では、広く利用されている汎用SEMIについてご紹介いたします。

SEM概略図



フィラメント

光学顕微鏡で光に相当するものがSEMでは電子になります。フィラメントは電子を発生する電子源です。電流による加熱で電子を発生するため熱電子銃と呼ばれます。

ウェーネルト

ウェーネルトはグリッド電極とも呼ばれ、負の電圧（バイアス電圧）が印可されています。バイアス電圧により、フィラメントから放出された電子を収束するレンズです。

アノード

ウェーネルトで収束された電子ビームを設定された加速電圧に加速します。設定された加速電圧に応じた正の高電圧が印可されています。

コンデンサレンズ

磁界が電子ビームを偏向する効果を利用した磁界レンズで、一般的には電磁石が使用されています。電子ビームをさらに収束し、電子ビームを細くします。

対物レンズ

合焦位置を調整するレンズです。SEMのピント調整は対物レンズに流れる電流を変えることで磁界を変え、電子ビームが焦点を結ぶ高さを変えています。

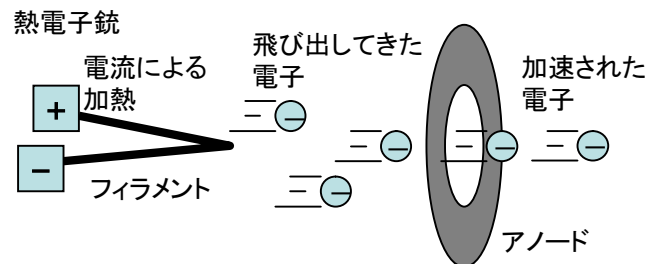
走査コイル

磁界により電子ビームを偏向させ試料表面を走査します。走査する範囲=観察倍率も走査コイルで調整します。

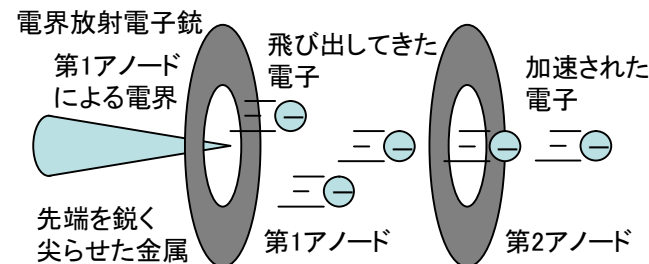
2次電子検出器

試料から発生した2次電子を検出し増幅します。検出器先端には正の高電圧が印可され、2次電子を吸い寄せることで多くの2次電子を捕捉します。

SEMに使用されている電子銃には、大きく分けて「熱を使って電子を発生させる(取り出す)電子銃」と「電界を使って電子を発生させる(取り出す)電子銃」があります。前者を熱電子銃、後者を電界放射電子銃と呼んでいます。



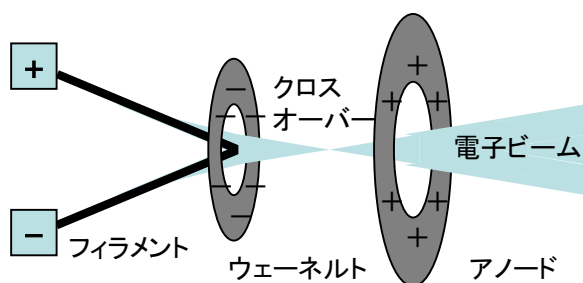
汎用SEMには熱電子銃が搭載されています。熱電子銃は、電子源に熱を加えることで電子のエネルギーを高くして飛び出させる電子銃です。電子源には電子が安定して取り出しやすいタングステンのフィラメントが使用されています。ほどほどの真空中で安定して使用できるので、汎用SEMに搭載されています。



電界放射電子銃を搭載しているSEMをFE-SEMと呼び、汎用SEMと区別しています。電界放射を英語でField Emissionといい、この頭文字からFE-SEMと呼ばれています。電界放射電子銃は、電界をかけて電子をいわば引っ張り出す方式の電子銃です。電子の放出量が多く(明るく)、また電子ビームを細く絞れる優れた電子銃で、これを搭載したFE-SEMではより高倍率での観察が可能です。性能を発揮するためには電磁波や振動の排除や非常に高い真真空度が必要であるなど、取り扱いが難しくなります。

熱電子銃の構造

熱電子銃は、電子を放出するフィラメント(陰極)、放出された電子を収束するウェーネルト(グリッド電極)、電子を加速するアノード(陽極)で構成されています。



フィラメントから飛び出してきた電子は、負の電圧(バイアス電圧)が印可されたウェーネルトにより収束します。収束するポイントを「クロスオーバー」と呼び、これがSEMの光源サイズとなります。収束した電子は正の高電圧(加速電圧)が印可されたアノードにより加速されます。

クロスオーバー:

このサイズがSEMの性能を左右します。小さいほど細い電子ビームとなり分解能が高くなります。適切なクロスオーバーにするには、フィラメントとウェーネルトの位置合わせが重要となります。フィラメントの中心をウェーネルトの中心に合わせることはもちろん、フィラメントとウェーネルトの高さも適切に調整する必要があります。またウェーネルトが汚れていると電子を均等に収束できないため、フィラメント交換時には位置合わせと並びウェーネルトの清掃も非常に重要です。

キーエンスのVEシリーズでは、位置合わせや清掃作業が不要の「アジャストメントフリーフィラメント」が用意されており、どなたにでも簡単に交換できるほか、作業にかかる工数を大幅に短縮します。

SEMの仕組み-レンズ

SEMには電子ビームを収束するコンデンサレンズと焦点を調整する対物レンズの二つのレンズが搭載されています。いずれのレンズも磁界により電子を屈折させる磁界レンズです。

光学式の顕微鏡やカメラに使われているレンズはガラスなどでできており、空気とガラスで光の進むスピードに差があることから、その境界で光の進行方向が変わる「屈折」を利用して光を収束・発散させています。

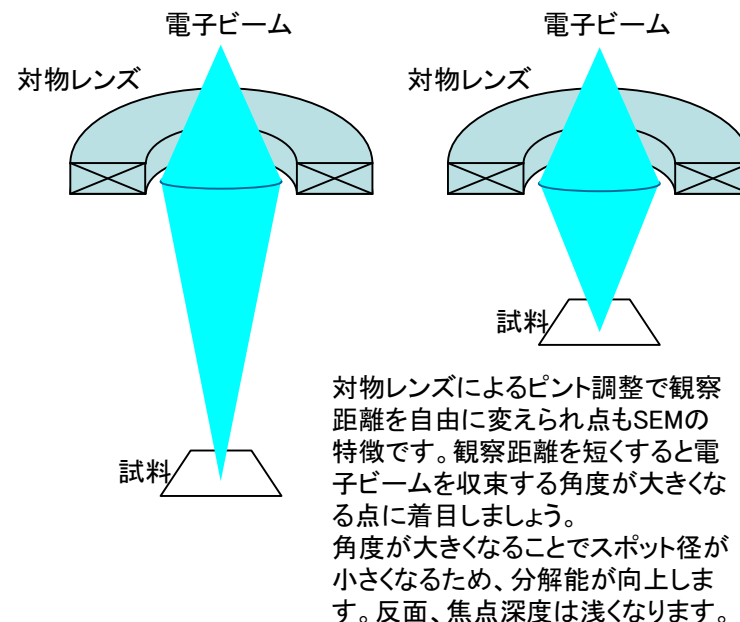
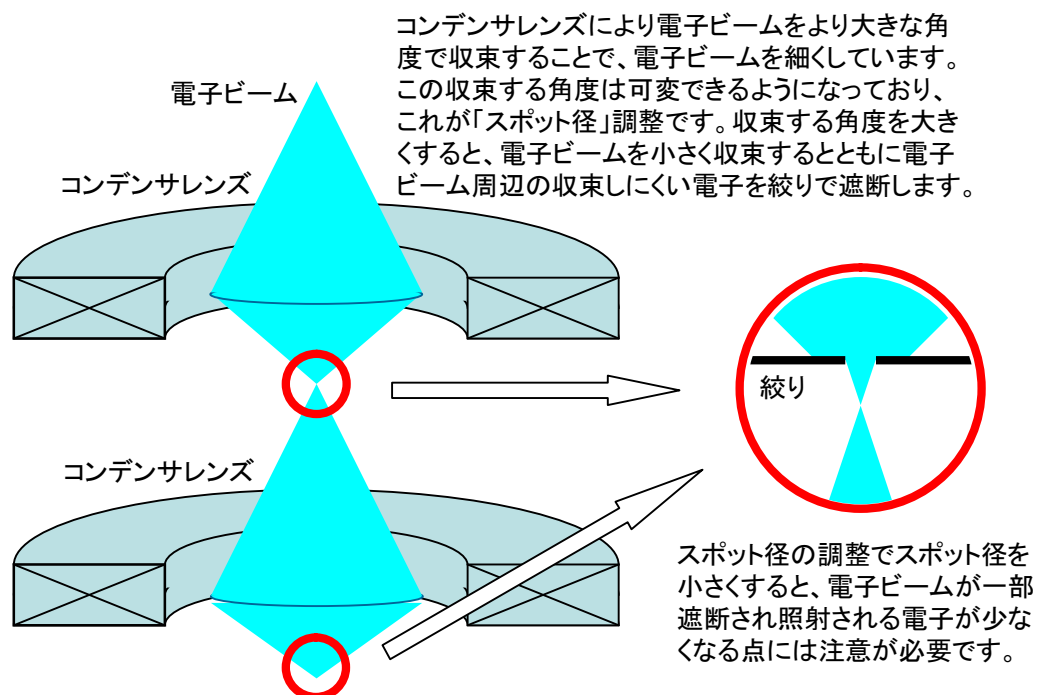
一方、電子はフレミングの左手の法則にあるように、磁界の中を進むと電磁力により進行方向が変わります。これを「偏向」といい、SEMではこの性質を利用し、電磁石をレンズとして使用しています。電磁石のコイルに流す電流を増減させることで電子の進行方向を変え、電子ビームを収束しています。

コンデンサレンズ

内部に設置された絞りとともに電子ビームをより細く収束するレンズです。フィラメントから飛び出した電子ビームはウェネルトにより20um程度のクロスオーバーに収束されます。コンデンサレンズではこの電子ビームをさらに1/100から1/5000に収束します。その結果、コンデンサレンズと絞りを通過した後の電子ビーム径は数百nm～数nmとなります。

対物レンズ

焦点距離を調整するレンズです。SEMでのピント調整は、対物レンズを構成する電磁石に流れる電流を変化させ、焦点位置が試料表面になるようにピント調整をしています。



SEMの仕組み-電子ビームの走査

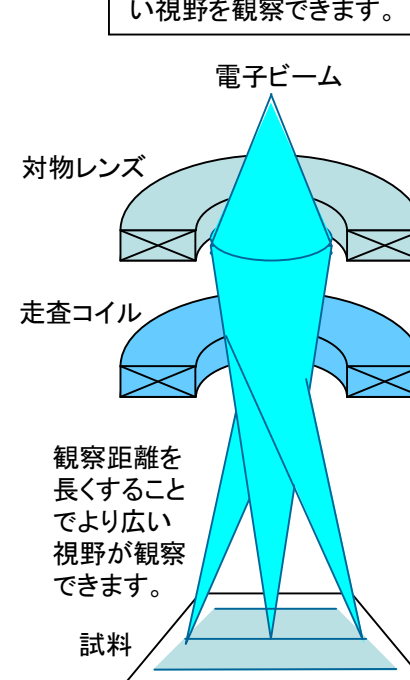
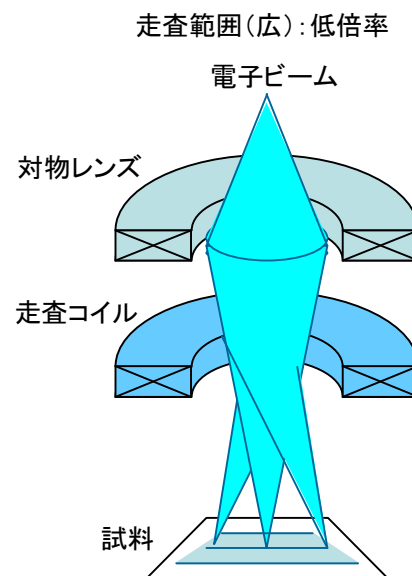
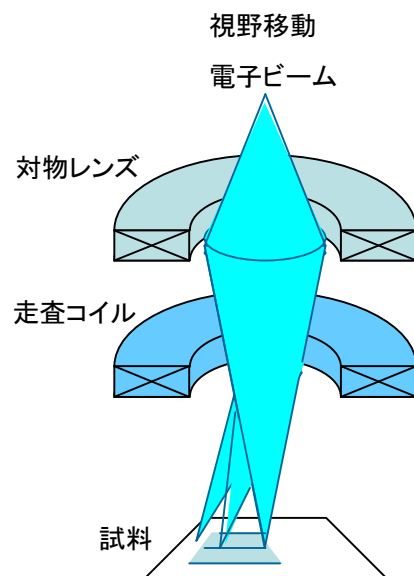
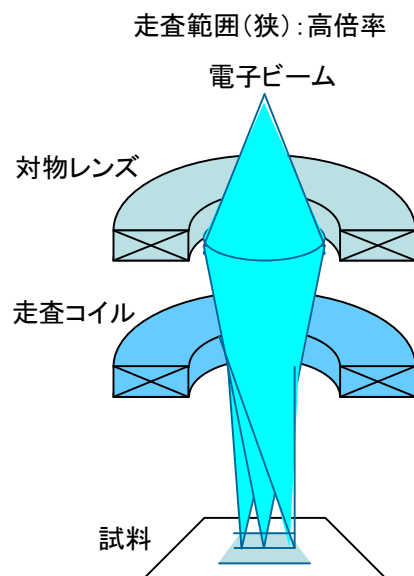
SEMは試料表面を細く絞った電子ビームで走査することで観察に利用する信号を得ます。電子ビームを偏向させ試料表面を走査するのも磁界の力でおこなっており、この役割を担う電磁石は走査コイル(偏向器)と呼ばれています。走査スピードを遅くするほど観察に利用する2次電子などの発生量が増え鮮明な(ノイズの少ない)観察像を得ることができますが、反面、操作に対する応答スピードが遅くなるため扱いにくくなります。そのため操作時には走査スピードを早く、撮影時(画像取得時)には走査スピードを遅くというように切り替えて使用するのが一般的で、さらに操作性を高めるために操作時には観察画面中央部のみを走査する機能もあります。

操作時には良好な観察像が得られていたのに、撮影するとコントラストが変わりわかりにくい観察像になる場合は、操作時と撮影時の走査スピードの差が原因です。走査スピードを速くして撮影することで改善できます。

また走査コイルはただ走査するだけではなく、様々な役割を担っています。

1. 観察倍率変更 : 走査範囲を広くすれば観察倍率は低くなり、狭くすれば観察倍率は高くなります。
2. 視野変更 : 走査する面積を変えることなく走査する場所を移動することで視野を移動します。
3. 走査方向変更 : 走査する方向を自由に可変することで回転ステージのように観察像を回転させます。

走査コイルの役割



走査コイルによる電子ビームの振り角には限界があり、これが低倍率観察の制約となっています。同じ振り角でも、観察距離を長くすることで走査範囲は広がりより広い視野を観察できます。

SEMの仕組み-観察信号概要

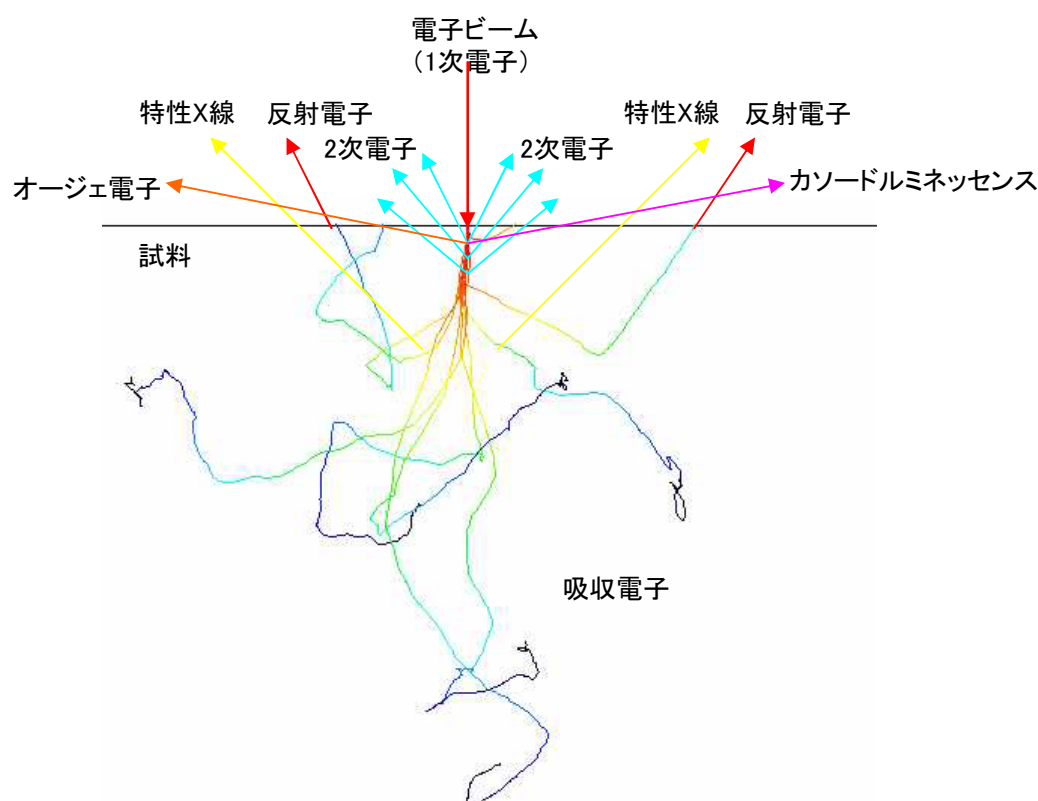
電子ビームを試料に照射すると、試料と相互作用を起こし、様々な信号が発生します。

SEMで観察に最も多く利用されている信号が2次電子という信号です。このほかに反射電子を利用して観察することも多く行われており、特性X線を利用した元素分析も一般的です。

試料に照射された電子は、照射されるスピード(加速電圧)に応じたエネルギーを持ち、そのエネルギーで試料の中を進行していきます。これを「飛程」と呼びます。エネルギーが大きい(加速電圧が高い)ほど、「飛程」が長くなります。

試料の中を進行するうちに、試料を構成する原子核や電子と相互作用を起こします。電子は試料を構成する原子と衝突すると進行方向が変わったりエネルギーを失います。これを「散乱」と呼び、様々な信号はこの「散乱」によって発生します。

「散乱」には電子がエネルギーを失うものと失わないものがあり、電子はエネルギーを失うまで進み続け、進むエネルギーを失った電子は試料に吸収されていきます。



2次電子: 1次電子によりはじき出された試料を構成する元素の電子。発生量が試料表面の形状に依存するため、試料表面形状の観察に利用できます。試料表面から数nm以内で発生した2次電子しか飛び出してくることができません。

反射電子: 試料内部で跳ね返った1次電子。発生量は試料表面の形状と試料の元素に依存するため、試料表面形状の観察、元素分布観察に利用できます。

特性X線: 1次電子により試料の電子が励起(外側の軌道に移る)され、励起された電子の後にエネルギーの高い電子が遷移(空きのできた軌道に外側の軌道から電子が移ってくる)する際に、そのエネルギー差に相当する特性X線とオージェ電子が放出されます。元素固有の信号であるため、これを利用することで試料に含有される元素がわかります。

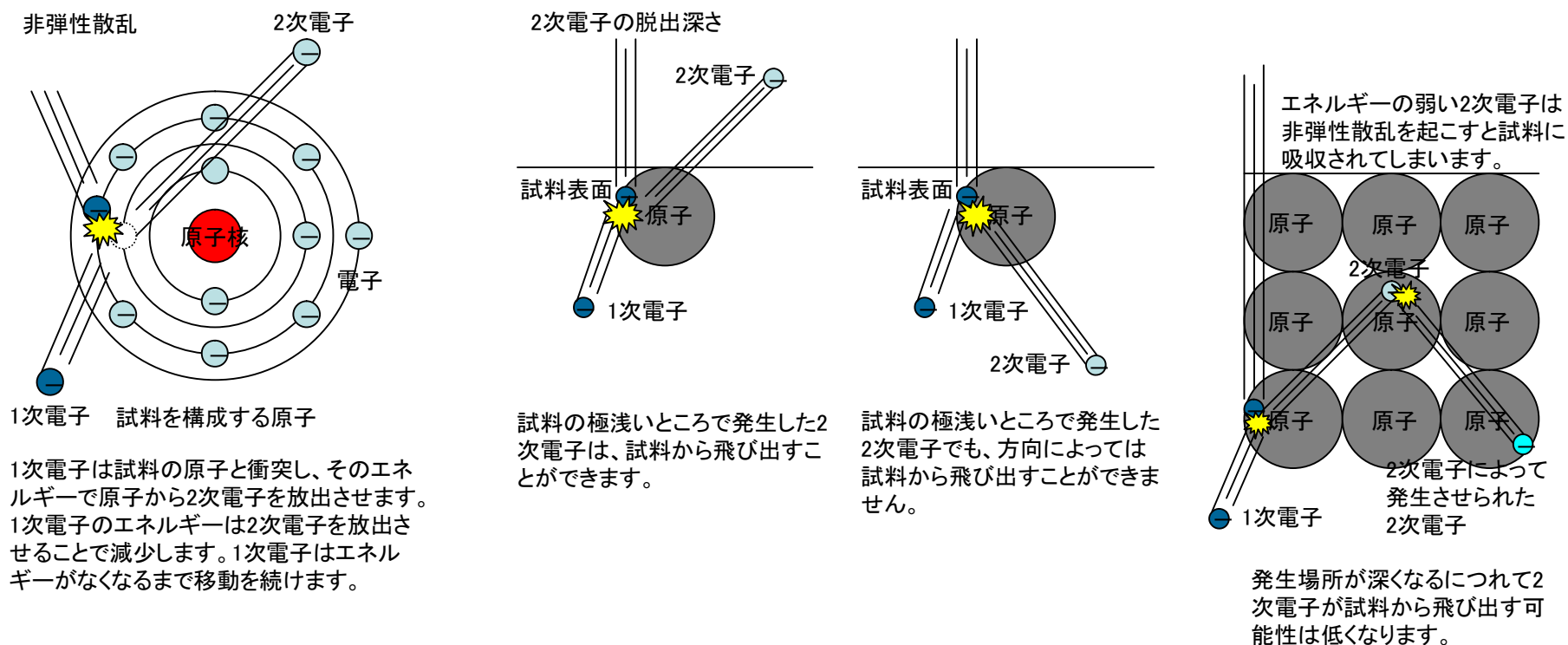
オージェ電子: 発生理由も特徴も特性X線と同じですが、発生領域が試料表面から1nm程度である点が異なります。これを利用することで極表面の組成分析ができます。オージェ電子を利用した分析はAESと呼ばれています。

カソードルミネッセンス: 電子線による蛍光発光。転位や欠陥といった構造情報が得られます。生物試料を凍結させて観察することで蛍光顕微鏡の高分解能版としても期待されるが、EDXのようにデータベースが整えられておらずこれからの技術です。

SEMの仕組み-2次電子1

散乱の内、電子がエネルギーを失うものを「非弾性散乱」と呼びます。
「非弾性散乱」で照射された電子が失うエネルギーにより、試料の原子から放出される電子が「2次電子」です。
照射される電子を「1次電子」と呼ぶのに対し、「2次電子」と呼ばれています。

2次電子は1次電子の飛程上で非弾性散乱が起きるたびに発生しますが、2次電子のエネルギーは極めて小さいため、試料表面から5～10nm以内で発生したものしか試料を飛び出して来ることができません。

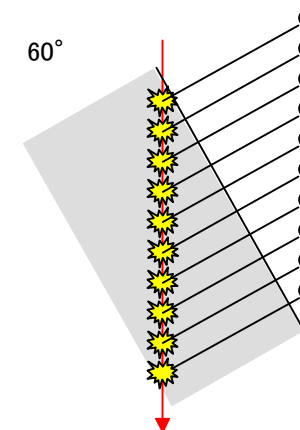
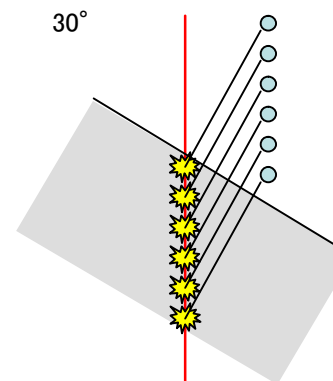
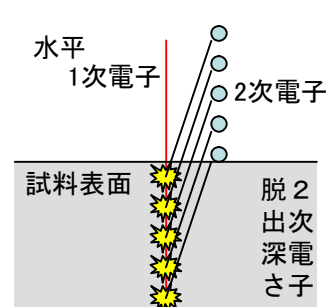


SEMの仕組み-2次電子2

2次電子は、試料斜面やエッジ部で発生が多くなることから、この信号を利用して試料の表面形状を観察することが可能です。
2次電子は、試料の極表面付近で発生した信号しか利用できない点、その発生量が試料表面形状の変化に応じて増減する点から、試料表面の形状を観察するのに適した信号です。

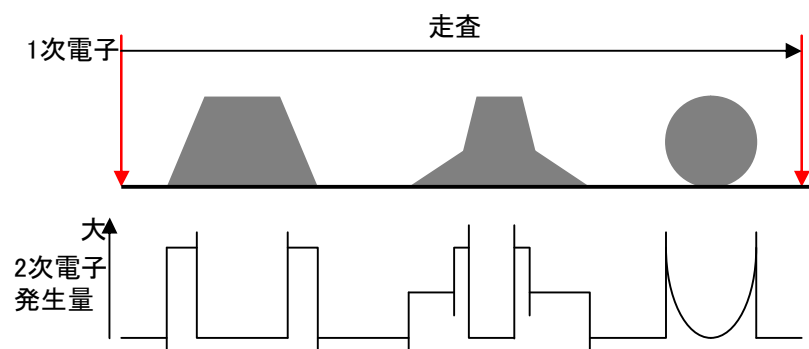
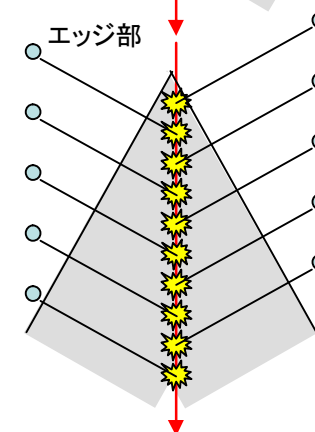
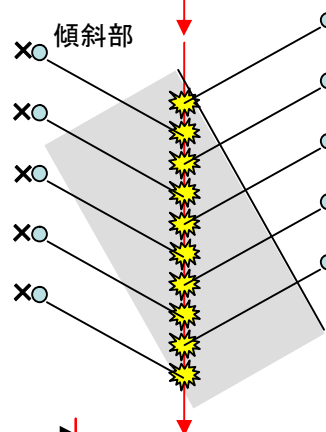
2次電子の傾斜角効果

一定の頻度で1次電子が非弾性散乱を起こし2次電子を発生させるとすると、右図のように2次電子脱出可能深さ内の1次電子の飛程が長くなる傾斜部で2次電子発生量が多くなることがわかります。



2次電子のエッジ効果

右図の通り、斜面では試料表面と反対側に向かって発生した2次電子は試料を脱出できないのに対し、エッジ部では脱出できることがわかります。このためエッジ部での2次電子発生量が最も多くなります。

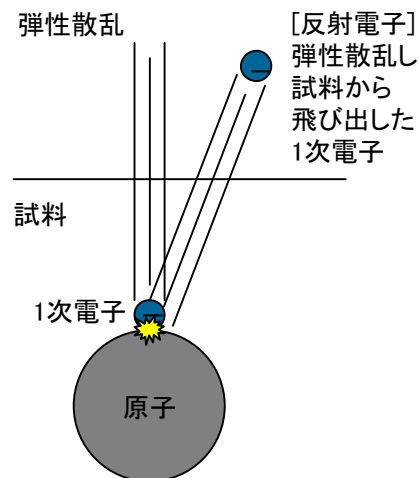


2次電子の発生量はエッジ部が最も多く、また傾きが大きいほど大きくなることから、左図上の形状を走査した際には、左図下のような発生量となります。

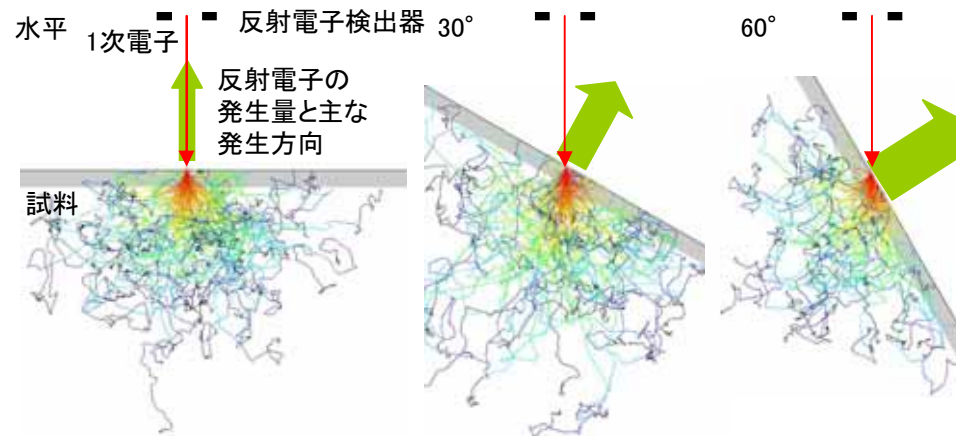
SEMの仕組み-反射電子

散乱の内、電子がエネルギーを失わないものを「弾性散乱」と呼びます。「弾性散乱」では、電子の進む方向が大きく変わります。照射された電子が試料内で「弾性散乱」し、再び試料表面から飛び出てきたものを「反射電子」と呼びます。電子の進行方向と逆の方向(もと来た方向)＝「後方」へ散乱することから「後方散乱電子」とも呼ばれています。

反射電子は、試料の傾きによって、発生する方向の分布が変わります。分布が変わることにより検出器で捉える反射電子の量が変化するため、この信号を利用して試料の表面形状を観察することが可能ですが、一方で試料を構成する元素の原子番号が大きいほどたくさん発生する性質もあるため、得られた「信号には形状による強弱」と「元素による強弱」が混在しています。反射電子は大きなエネルギーを持っているため、大気などのガスが少しある環境でも検出器で捉えることができます。そのため低真空SEMでは、この信号を利用して観察しています。

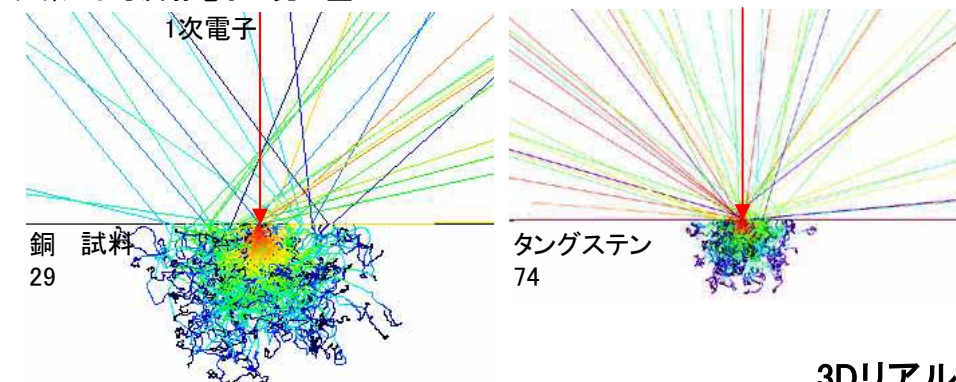


試料の傾きによる反射電子の発生量と主な発生方向



反射電子も2次電子と同様に試料の傾きが大きい方が発生量は多くなるものの、1次電子の光軸方向に設置された検出器の方向へ飛び出す反射電子は少なくなります。反射電子では総発生量ではなく検出器の方向に発生する量で試料の表面形状を観察しています。

元素による反射電子の発生量



シミュレーションで見ると、原子番号の大きいタングステンでの飛程が短くなり、反射電子の発生量が多いことがわかります。このように反射電子は表面形状だけではなく、元素の差も反映した観察像になります。

SEMの仕組み-特性X線

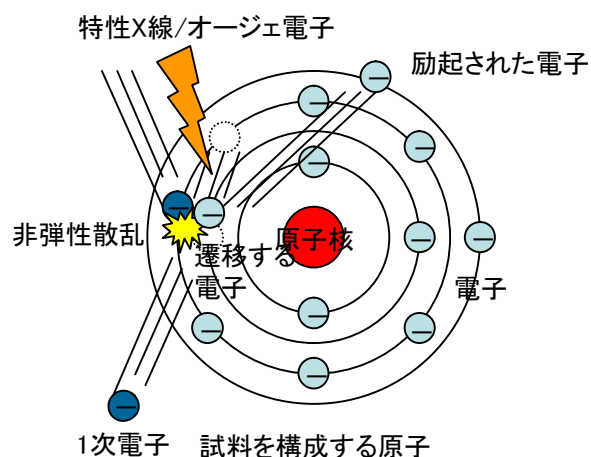
「特性X線」や「オージェ電子」も1次電子がエネルギーを失う非弾性散乱によって発生します。非弾性散乱により試料を構成する原子の電子がエネルギーを受け取り、より外側の軌道へ位置が移ります。これを「励起」といいます。「励起」された電子の位置には、外側の電子が移動してきます。これを「遷移」といいます。内側より外側の軌道を回る電子の持つエネルギーが大きいことから、「遷移」の時に電子はそのエネルギー差に相当する「特性X線」や「オージェ電子」が発生します。

「特性X線」や「オージェ電子」は、そのエネルギーや波長が元素固有のものであるため、これを分析することで試料に含有されている元素やその量を知ることができます。

特性X線のエネルギーを利用して分析するものがエネルギー分散型分析装置(EDX/EDS)、特性X線の波長を利用して分析するものが波長分散型分析装置(WDX/WDS)です。

これらは通常のSEMに取り付けることができますが、専用の装置としてEPMAがあります。

またオージェ電子は試料表面から1nm程度の浅い領域からのみ発生することから、これを利用して試料の極表面の組成を分析するオージェ電子分光(AES)法もあります。



SEMでは利用する信号に応じて検出器を使い分けています。

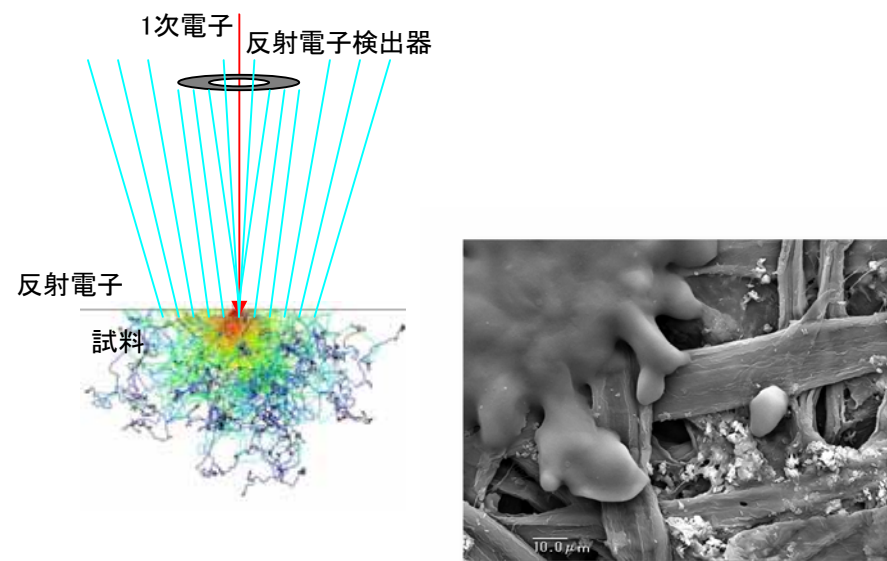
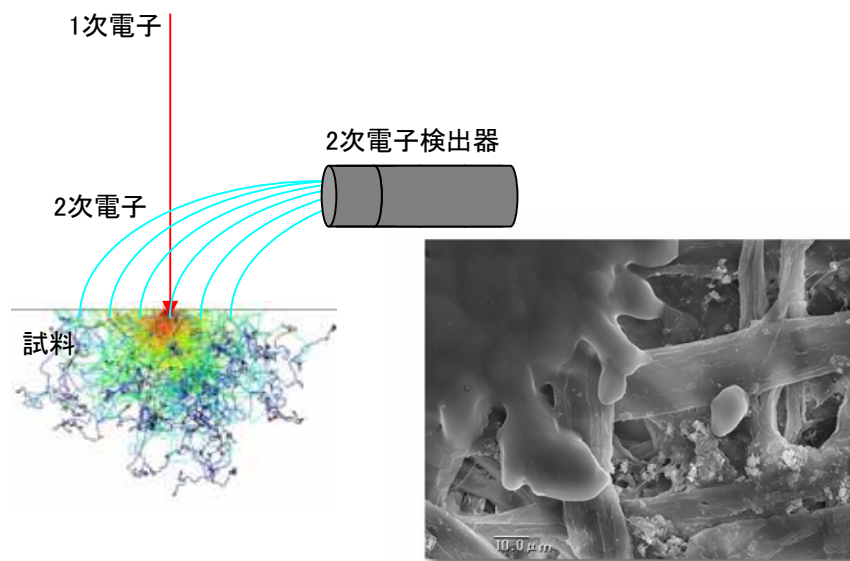
2次電子検出器

2次電子検出器は、シンチレーター（蛍光体）で電子を光に変換し、それを再び光電子に変換し、光電子倍增管で増幅する仕組みになっています。その特徴は検出器先端部に正の高電圧が印可されており、2次電子を引き寄せて捕捉するところにあります。

2次電子は非常に微弱な信号であるため、引き寄せて捕捉し光電子倍增管で増幅することで観察に十分な信号量を得ています。試料からあらゆる方向に飛び出した2次電子を引き寄せて捕捉することから、2次電子像は光学顕微鏡に例えるとあらゆる方向から照明を当てたような無影像と呼ばれる観察像になります。

反射電子検出器

反射電子は、1次電子が試料内部で弾性散乱により進行方向を変えて再び試料から飛び出してくる電子であるため、強いエネルギーを持っています。そのため2次電子のように正の電位で捕捉することはできず、検出器は反射電子が最も多く反射してくる方向＝1次電子の光軸方向に設置されています。特定の方向に飛来した電子のみで観察像を作るため、反射電子像は自然な陰影のある観察像となります。1次電子の光軸方向にある検出器は、2次電子観察の際に良い影響はいっさい与えないため、使用するときのみ挿入して使用します。反射電子検出器には、いくつかのタイプがありますが、半導体検出器とロビンソン検出器が一般的に用いられています。ロビンソン検出器は高感度、高コントラストで形状の再現に優れています。

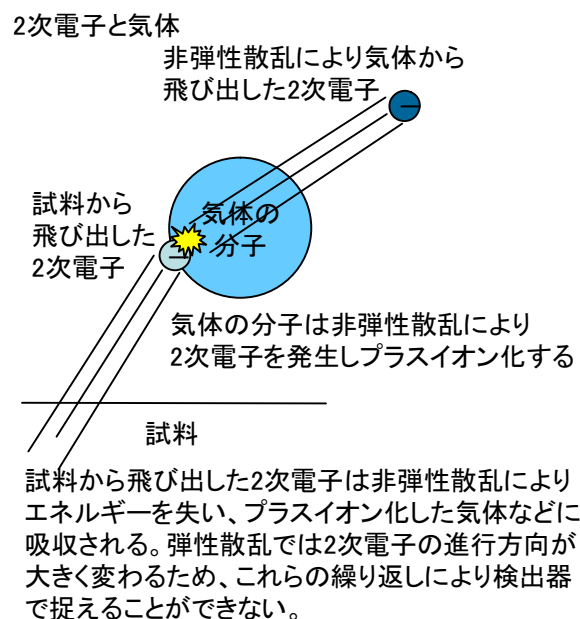
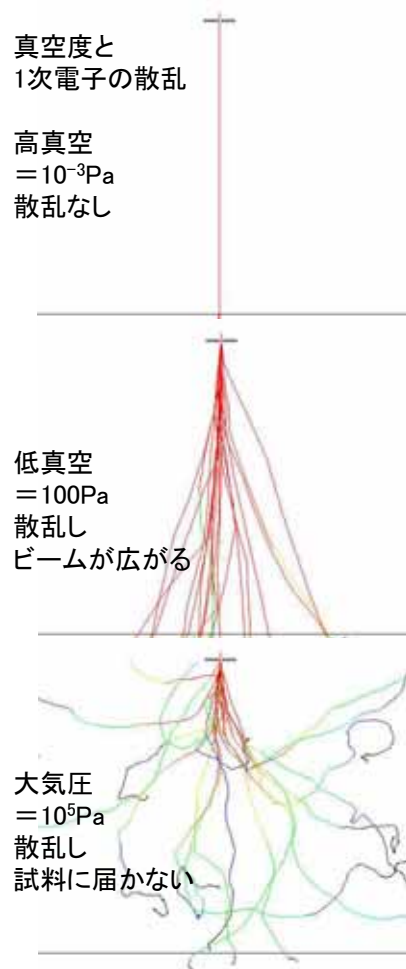


3Dリアルサーフェスビュー顕微鏡

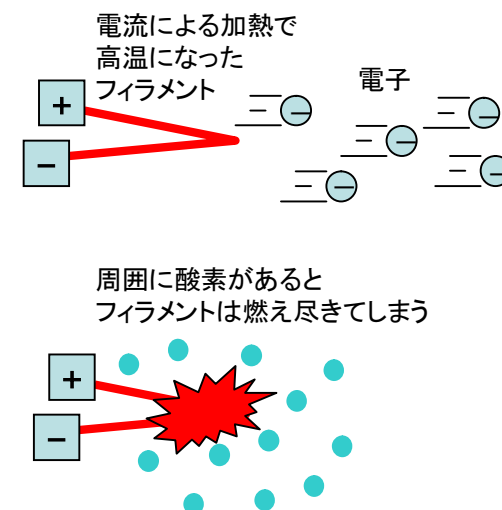
SEMの仕組み-真空引き

SEMは電子銃部、鏡筒部、試料室を高真空にして使用します。電子は気体分子とも散乱を起こすため、1次電子の経路に気体がある
と試料に電子を上手く照射できません。さらに観察に使用する2次電子はエネルギーが弱いため、気体の分子と散乱を起こすと検出
器で捉えることができません。またフィラメントの周囲に酸素があるとフィラメントはすぐに燃え尽きてしまいます。このような理由でSEM
内部は高真空に保たれています。低真空SEMでは、低真空になっているのは試料室内部のみで、電子銃部や鏡筒部は高真空に保
たれています。試料室が低真空となっているため2次電子では観察ができず、エネルギーの強い反射電子を利用して観察します。試
料室の気体は1次電子にも悪影響を及ぼすため、高真空に比べて分解能は劣ります。

(参考) 汎用SEMの真空度 高真空: $10^{-3} \sim 10^{-5} \text{Pa}$ 低真空: $1 \sim 100 \text{Pa}$ 大気圧: 10^5Pa



フィラメントと酸素



ワンポイントアドバイス

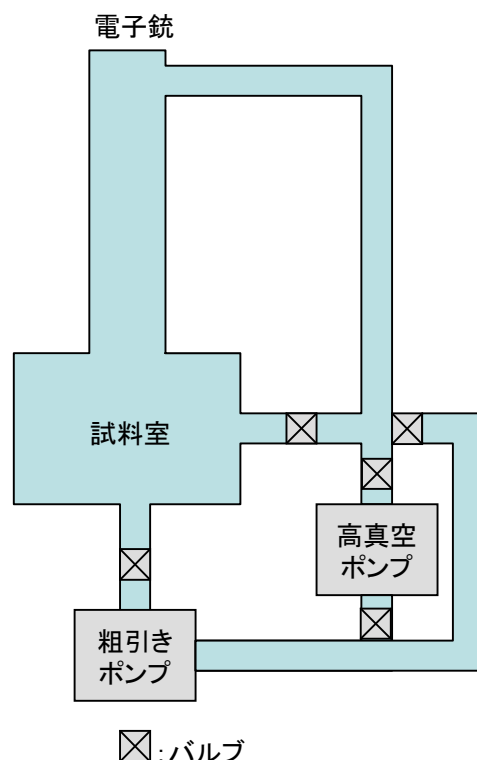
低真空SEMでは観察距離を短めに
1次電子、反射電子が気体の中を通過する距離を短くすることで観察像の改善が期待できます。

フィラメントが早く切れるときは電子銃室のシールを確認
電子銃室にわずかも酸素があるとフィラメント寿命は短くなります。このような場合は電子銃室に煤
が付着しています。電子銃室の気密を保っているパッキンの清掃で改善される場合があります。

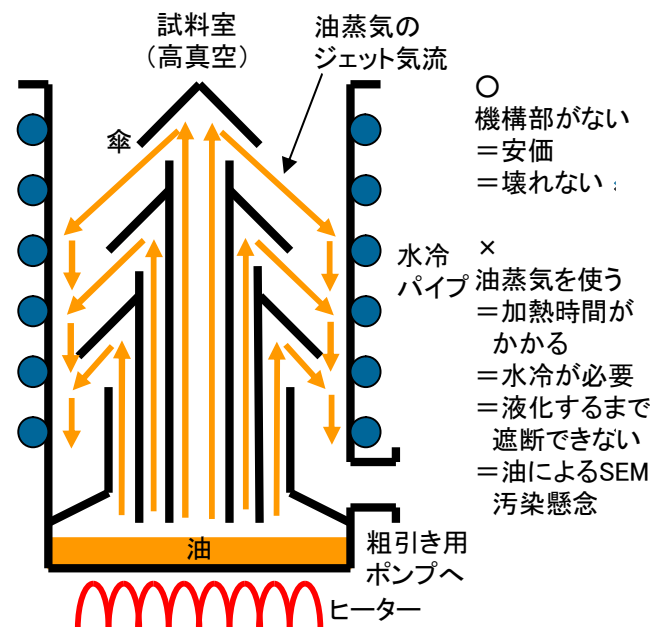
SEMの仕組み-真空ポンプ

SEM内を真空にするために汎用SEMには粗引き用ポンプと高真空用ポンプの2台の真空ポンプが装備されています。粗引き用ポンプには、一般的に油回転ポンプが使われており、大気圧から1Pa程度まで真空引きを行います。高真空ポンプには、油拡散ポンプかターボ分子ポンプが使用され、1Paから 10^{-3} ~ 10^{-5} Paまで真空引きを行います。高真空ポンプには、従来は安価な油拡散ポンプが多く使われていましたが、水冷が必要である点や起動/終了に時間がかかる点、取り扱いによってSEM内が油で汚染されるといった問題から、最近では高価なターボ分子ポンプを装備したSEMが増えてきました。

排気系概略図

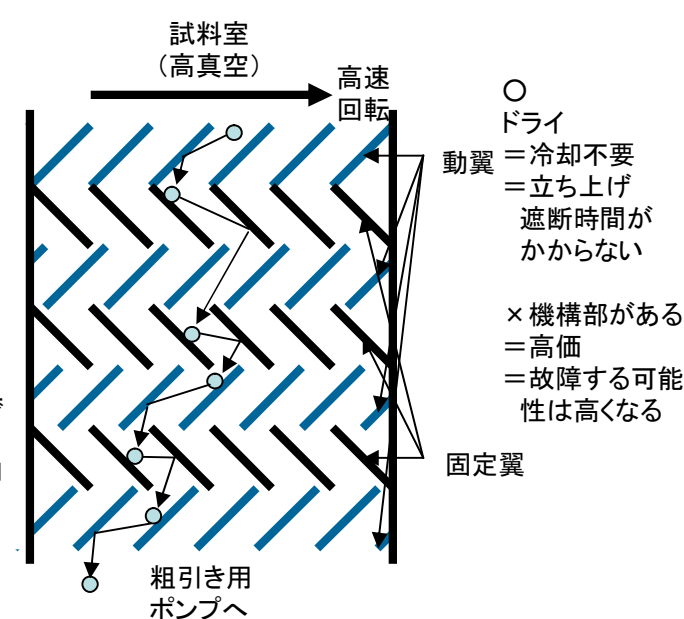


油拡散ポンプ構造



ヒーターで加熱された油は蒸気となり試料室の真空に引かれてジェット気流となります。ジェット気流は上方に設置された傘により下向きの流れになります。この下向きの流れにより気体分子が弾かれてポンプ下方に集められ、粗引きポンプで吸い出されます。油の蒸気はポンプ内壁で冷却されて液体に戻ります。

ターボ分子ポンプ構造



高速で回転する動翼に弾かれた気体分子はその下の固定翼に送られ、固定翼にそって次の回転翼に送られます。これを繰り返すことで気体分子は順送りされ、粗引きポンプで吸い出されます。

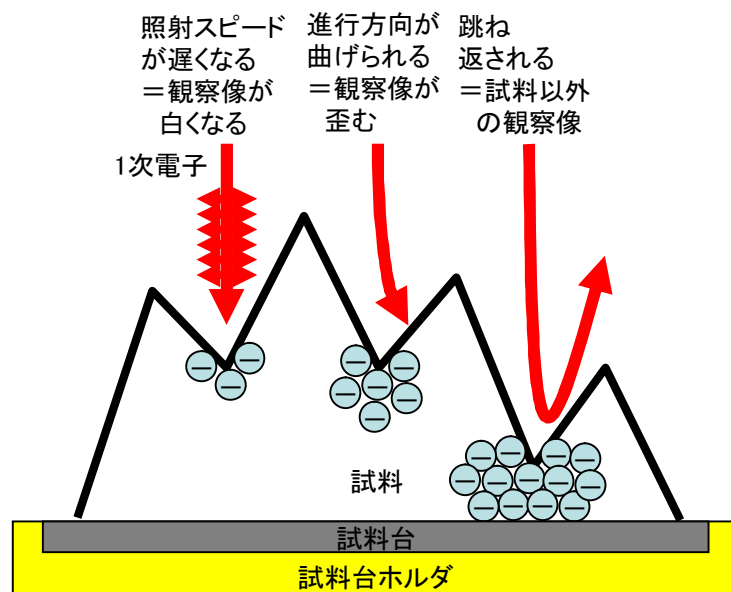
SEMの仕組み-試料の導電処理

SEMで観察する際に、試料が非導電体である場合、一般的に導電処理をする必要があります※¹。これは試料に導電性がないと、照射された1次電子が試料に溜まり、これが正確な観察を阻害するためです。この現象を帯電(チャージアップ)と呼びます。試料に導電処理を施すことで、1次電子がアースに流れる道を作ります※²。導電処理では導電性が良く、2次電子発生効率の良い金や金パラジウム、白金パラジウム、白金を厚み10nm以下で極薄くコーティングします。コーティング材料は観察倍率によって使い分け、2万倍程度なら最も粒子の大きな金でも問題ありません。FE-SEMで10万倍を超えるような倍率で観察する際には、最も粒子の小さい白金を使用します。金パラジウム、白金パラジウムはこれらの中間になります。蒸着装置では、真空蒸着装置、イオンビームスパッタリング装置、イオンコーター、プラズマCVD装置など多くの種類が紹介されていますが、汎用SEMでは取り扱いの簡単なイオンコーターが一般的です。イオンコーターには、平板電極型とマグネトロン型があり、マグネトロン型の方が試料ダメージが少ない点で優れています。FE-SEMで高倍率観察をする際にはより微細な粒子でコーティングできる装置を選択します。

※¹: 非導電性試料を導電処理せずに観察できる低真空観察法や低加速電圧観察法もあります。

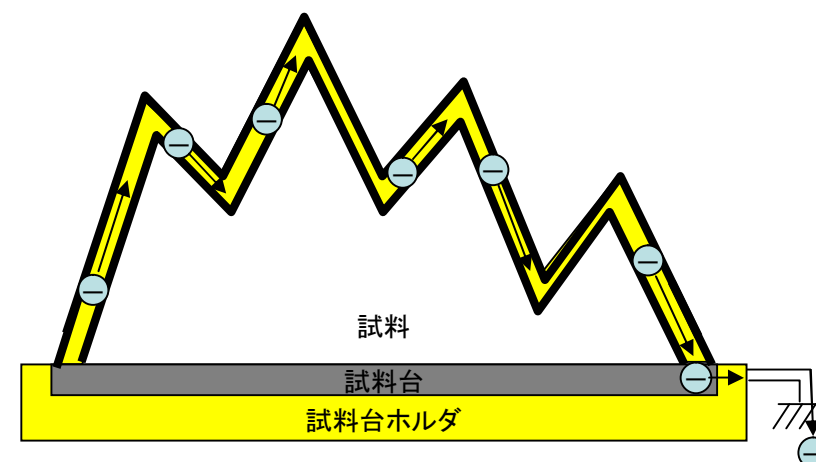
※²: 導電性に試料であっても、試料とSEMの試料台/試料台ホルダ/筐体との間に導通がとれていないと1次電子がアースに流れることができず帯電しますので、試料の固定にも充分注意が必要です。

試料の帯電と1次電子



試料の導電処理

試料に照射された1次電子は、導電性のコーティングを通してアースに流れるため試料に溜まりません。導電性コーティングと試料台、試料台と試料台ホルダ、試料ホルダとSEM筐体と導通がとれていなければ、1次電子はアースに流れることができないため、導電処理の効果はありません。



3Dリアルサーフェスビュー顕微鏡

SEMの仕組み-まとめ

SEMは、試料表面を電子ビームで走査し、試料表面の傾斜が変化することによる2次電子発生量の変化や検出器で捉える反射電子量の変化を、黒から白の256階調に変換し、観察像として表示する装置です。
また光学顕微鏡に比べ、多くの項目を調整して使用することができます。

電子銃

フィラメントとウェーネルトによって作られる電子ビームのクロスオーバー径がSEMの性能を左右します。そのためフィラメントとウェーネルトの中心合わせ、高さ調整、ウェーネルトの清掃がSEMの性能を維持する上で大変重要です。

レンズ

SEMは光学顕微鏡と異なり、スポット径や焦点距離を可変して使うことができます。スポット径の調整では、スポット径を小さくすると、より細かい構造も観察できますが、照射する電子の量は減少するためノイズが多くなります。

焦点距離の調整では、焦点距離を短くするとスポット径を小さくすることができるため、より細かい構造も観察できます。焦点距離を短くしてスポット径を小さくしても、照射される電子の量は減少しません。

焦点距離を長くするとピントの合う範囲を広くすることができるため、凹凸の大きい試料でも全てにピントがあった観察像が得られます。また長くすることでより低倍率(より広い視野)を観察できます。

2次電子

2次電子は傾いた面で発生量が多くなります。

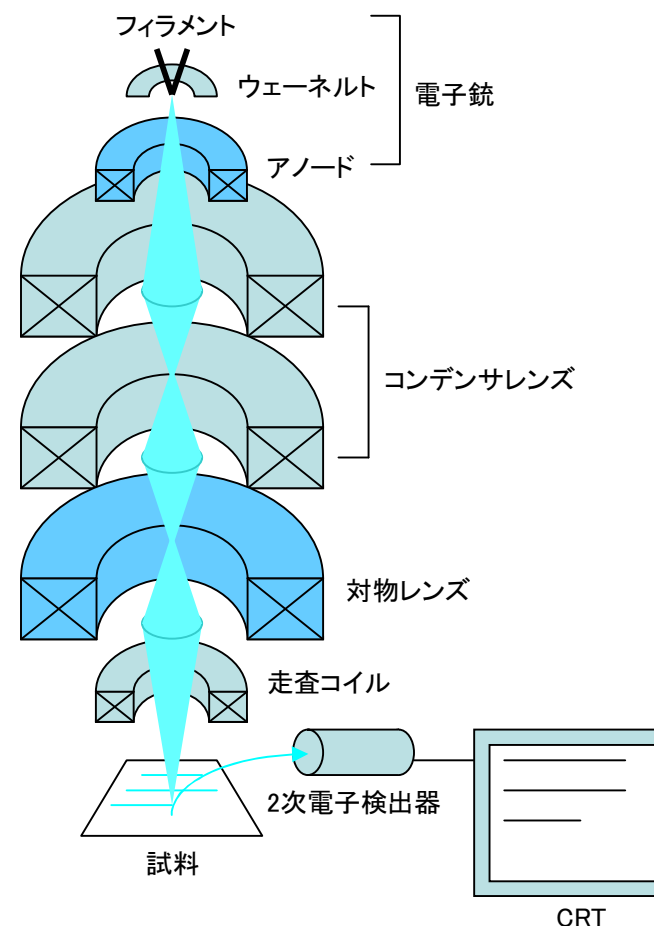
観察像にノイズが多くわかりにくい場合は、試料を傾けることで改善が期待できます。

反射電子

反射電子も傾いた面で発生量が多くなりますが、検出器で捉える量は減少します。従って試料を傾けても観察像の改善につながらない場合があります。

反射電子は試料の傾きだけではなく、原子番号が大きいほど発生量が多くなります。試料を構成する元素の分布を可視化できるメリットがありますが、形状を観察する際には注意が必要です。

SEM概略図

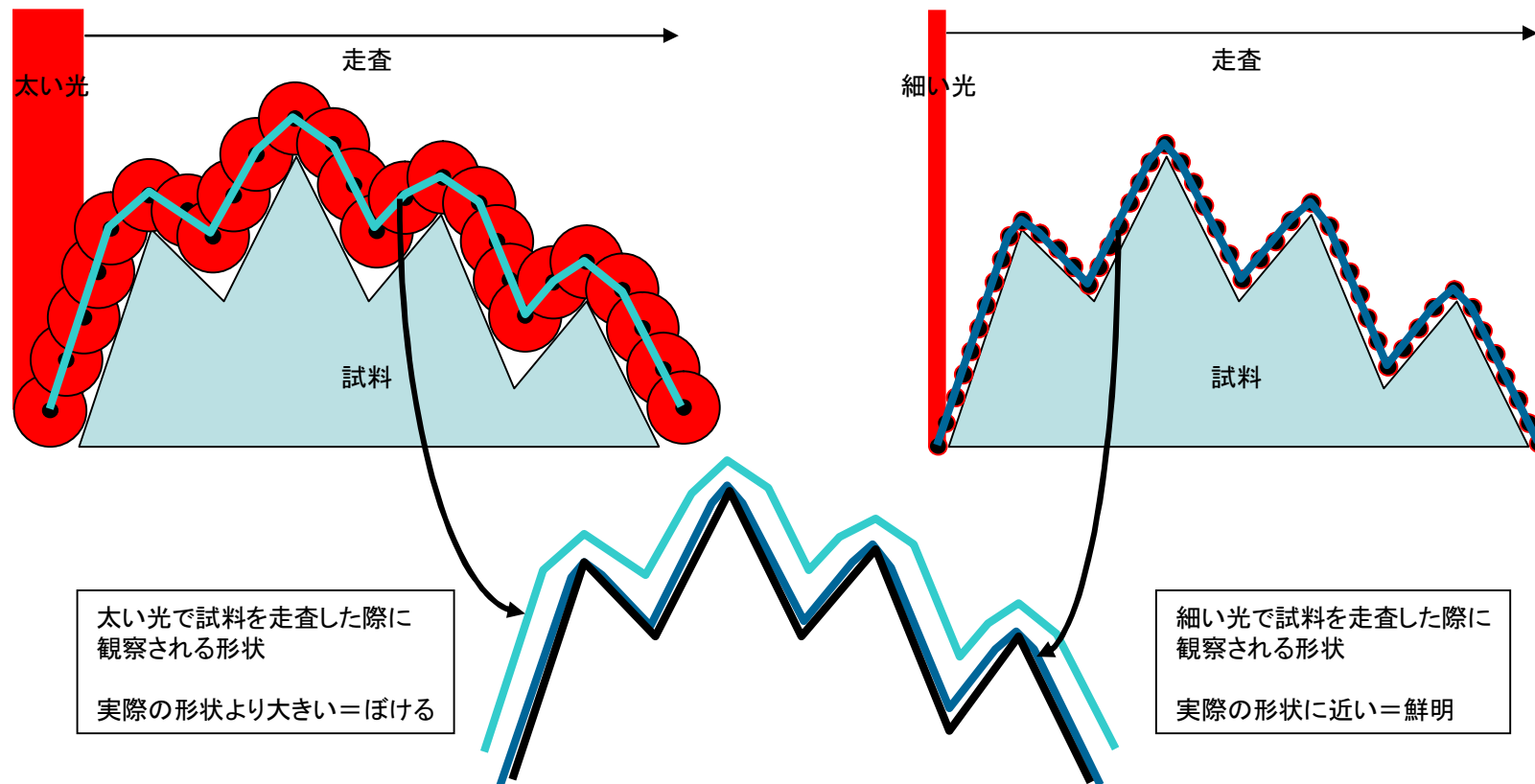


SEMの特徴1-高倍率観察

「SEMは高倍率で観察できる」というのは正確な表現ではありません。正しくは「SEMは分解能が高いので高倍率でも鮮明な観察像が得られる」となります。ここでいう「鮮明」とは、視野の全ての構造がくっきり見えることを指します。

「倍率」はあくまでも設定値であり、例えば光学顕微鏡でも1万倍といった倍率のレンズを作り観察することは可能ですし、SEMでも走査エリアを極小さくして100万倍で観察することは可能です。ただしいくら倍率を上げててもその顕微鏡が持つ分解能より小さなものを観ることはできません。

SEMは光学顕微鏡に比べて高い倍率まで鮮明に観察することができるのは観察に使う光を細く絞ることができるためです。光をどれだけ細く絞ることができるかは、その光の波長に大きく依存しており、波長が短ければ短いほど細く絞ることが可能です。観察ビームを細く絞れば、下図のように試料のより細かい形状まで正確に観察することが可能になります。



3Dリアルサーフェスビュー顕微鏡

SEMの特徴1(補足)-SEMと光学顕微鏡のスポット径

電子ビームのスポット径の大きさは、下記の式で求められます。

$$d = M d_s \quad (d = \text{スポット径}, M = \text{レンズ系全体の総合倍率}, d_s = \text{光源の大きさ})$$

光源の大きさは、電子銃の方式によって決まり、熱電子銃なら20μm、電界放出電子銃なら5～10nmです。

レンズ系全体の総合倍率は熱電子銃を搭載する一般的な汎用SEMなら最高で5000倍程度です。

その結果、汎用SEMではスポット径を数nm程度まで絞ることができます。(d_s: 20μm × M: 1/5000 = d: 4nm)

※実際には、レンズの球面収差、色収差、回折収差などにより、この式の値よりもスポット径は大きくなります。

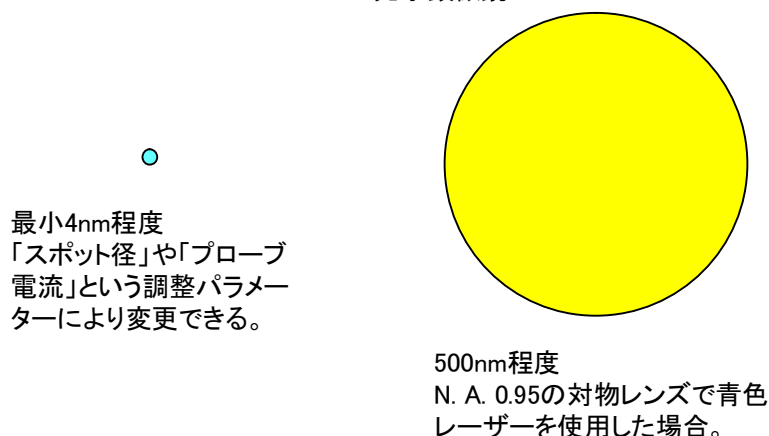
これに対して光学顕微鏡では、光源に最も波長の短い青色レーザーを使用してもスポット径は0.5μm＝500nm程度といわれています。スポット径の比較からも、SEMが100倍程度高い倍率まで鮮明に観察できることがわかります。

SEMIには、上記式のレンズ系全体の総合倍率を調整する機能があります。「スポット径」や「プローブ電流」という調整項目がこれにあたり、コンデンサレンズでの収束を変えることにより電子ビームのスポット径を調整しています。「SEMの仕組み-レンズ」の項でご紹介したとおり、スポット径を小さくすると試料に照射される1次電子が減少するため、観察に利用する2次電子や反射電子の発生量も減少し、観察像のS/Nが悪くなります(ノイズの多い観察像になる)。よってむやみにスポット径を小さくすることが良い観察像を得ることに繋がりません。スポット径の調整は観察像のシャープさとノイズとのトレードオフと理解して、観察倍率に応じて変更する使い方が良いでしょう。

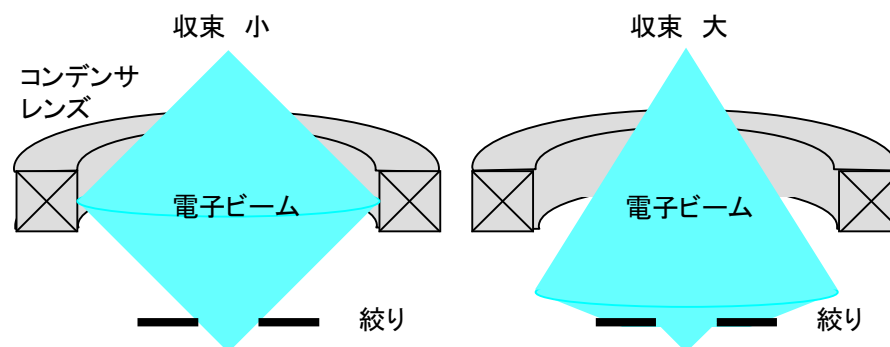
SEMと光学顕微鏡のスポット径

SEM

光学顕微鏡



コンデンサレンズによる収束(スポット径調整)



絞りによる電子ビームの遮断が少ない
＝試料に照射される1次電子が多い

絞りによる電子ビームの遮断が多い
＝試料に照射される1次電子が少ない

SEMの特徴1(補足)-電子ビームの波長

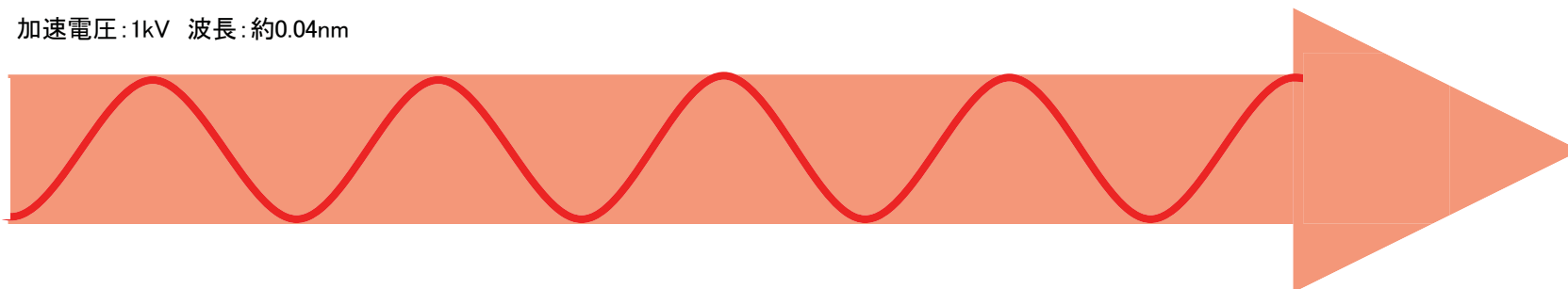
電子は粒子としての性質(粒子性)と同時に光と同じような波としての性質(波動性)を持つことが知られています。波として考えた場合、電子ビームの波長は加速電圧により変化します。

波長は $\lambda = \left(\frac{1.5}{V} \right)^{\frac{1}{2}}$ (λ : 波長(nm)、 V : 加速電圧)という式で求められます。

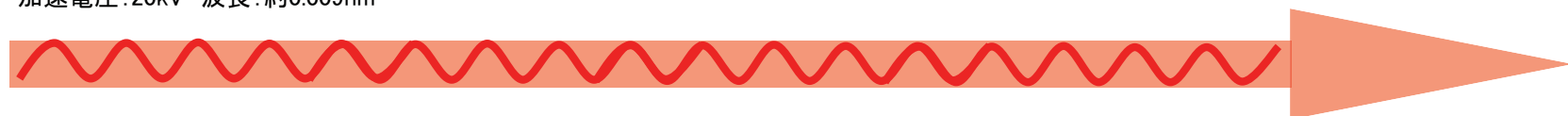
この式からもわかる通り、加速電圧が高いほど波長が短くなります。加速電圧が1kVの時の波長は約0.04nmとなり、加速電圧が20kVの時の波長は約0.009nmとなります。光学顕微鏡で利用している可視光は、波長が400nm程度ですから、その短さがよくわかります。

加速電圧によって変化する電子ビームの波長

加速電圧: 1kV 波長: 約0.04nm



加速電圧: 20kV 波長: 約0.009nm



SEMの特徴1(補足)-波長とスポット径の関係

光はレンズにより集光することができます。光が最も集光されて微小な点になった際の大きさを最小スポット径と呼びます。光をどれくらい小さな径まで絞ることができるかは、以下の式で表されます。

$$W = \frac{4\lambda d}{\pi w_0} \quad (W = \text{スポット径}、\lambda = \text{波長}、d = \text{レンズの焦点距離}、\pi = \text{円周率}、w_0 = \text{レンズに入射するビーム径})$$

この式は光を1点に絞り込もうとした場合、絞りきれずにどれだけにじんじんでしまうかを表しています。

この式から

- ・ λ (波長) は、短いほど w (スポット径) が小さくなる。
- ・ d (焦点距離) は、短いほど w (スポット径) が小さくなる。
- ・ w_0 (レンズに入射するビーム径) は、大きいほど w (スポット径) が小さくなる。

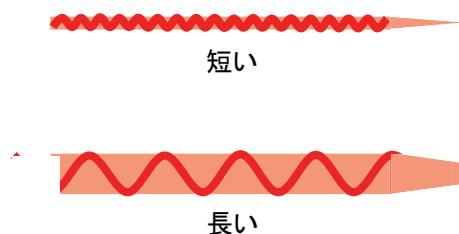
の3点がわかります。

「電子ビームの波長」でご紹介したとおり、電子ビームの波長は、光学顕微鏡で利用する可視光に比べて大変短くなっています。このことから電子ビームのスポット径は光学顕微鏡に比べてかなり小さくなり、このことから「高倍率観察」でご紹介したとおり分解能が大幅に高くなっています。

スポット径に影響を与える要因

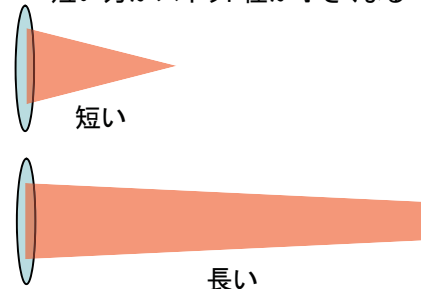
波長

- ・ 短い方がスポット径が小さくなる



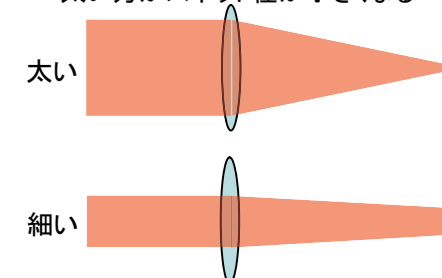
焦点距離

- ・ 短い方がスポット径が小さくなる



レンズに入射するビーム径

- ・ 太い方がスポット径が小さくなる



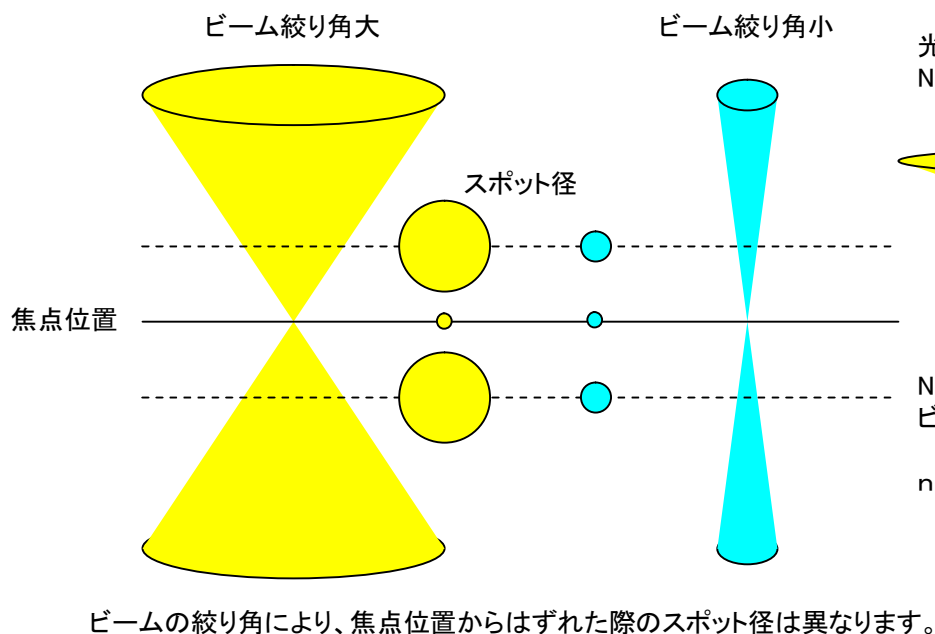
ワンポイントアドバイス: 高倍率観察時は、「加速電圧を高め」「観察距離を短め」に設定

「波長とスポット径の関係」でご紹介した式、からわかることとして、「 λ (波長) は、短いほど w (スポット径) が小さくなる。」「 d (焦点距離) は、短いほど w (スポット径) が小さくなる。」という点がありました。SEMが高倍率でも鮮明に観察できる理由でも明らかな通り、スポット径を小さくすることが高倍率観察においては有利です。従って高倍率観察時には、できるだけ波長を短く(加速電圧を高く)、観察距離を短く設定します。ただし加速電圧は高くなるほど最表面の微細な形状が見えなくなったり、観察距離が短くなるにつれて検出器で捕捉できる2次電子の量も減少します。観察像を観ながら目的に応じて設定を変えるのが上手な使い方です。

SEMの特徴2-ピントの合う範囲が広い

SEMは光学顕微鏡に比べてピントの合う範囲が広がっています。これは焦点位置から光軸方向に移動した際の観察ビームのスポット径変動が小さいためです。スポット径の変動は、ビームの絞り角によって決まります。ビームの絞り角が大きい場合は、焦点位置から少し移動しただけでスポット径は一気に大きくなります。スポット径が大きくなると、「SEMの特徴1-高倍率観察」でご紹介したようにスポット径より小さい構造は鮮明に観察できなくなりピントがぼけた観察像となります。SEMは光学顕微鏡に比べビームの絞り角が小さいため、焦点位置をはずれてもスポット径がそれほど大きくなりません。このため光学顕微鏡ではピントがぼけてしまうような高低差の大きい試料でも、SEMでは全てにピントがあった鮮明な観察像が得られます。

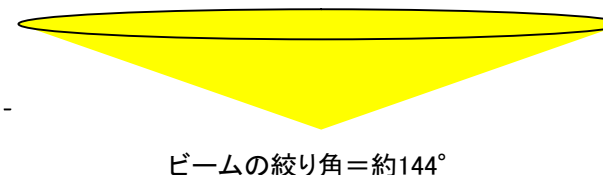
ビーム絞り角とスポット径の変動



SEMと光学顕微鏡のビーム絞り角

光学顕微鏡

N. A. (開口数): 0.95の対物レンズの場合

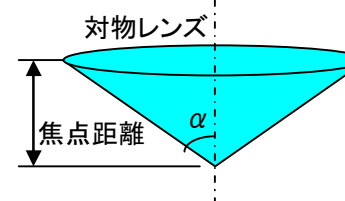


N. A. とは？

ビームの絞り角を表す数値で、下記の式で求められます。

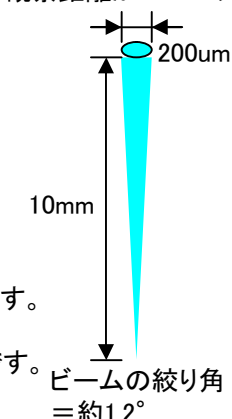
$$N. A. = n \sin \alpha$$

n: レンズと試料間を満たす媒体の屈折率で空気は1です。



SEM

対物絞り径が200umで
観察距離が10mmの場合



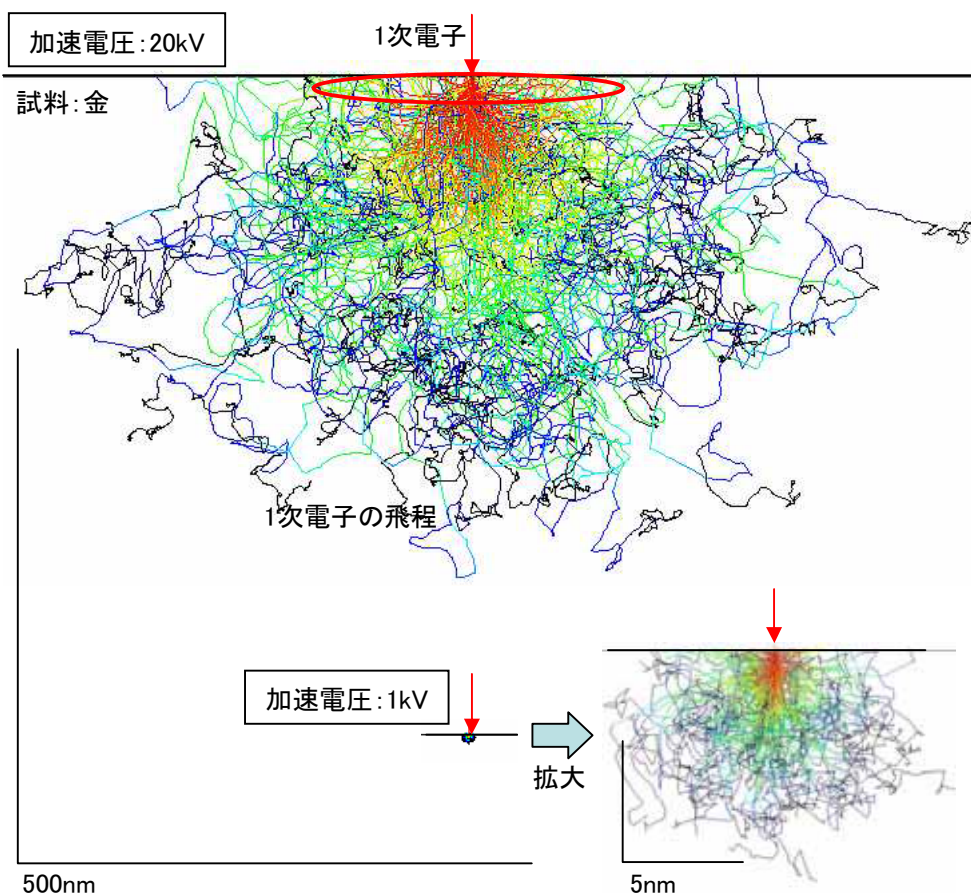
SEMと光学顕微鏡ではビームの絞り角に120倍の差があります。
スポット径が10umに広がる焦点位置からのズレ量は光学顕微鏡は約2um、SEMは約240umとなります。

ワンポイントアドバイス: 被写界深度を深くしたいときには観察距離を長めにする

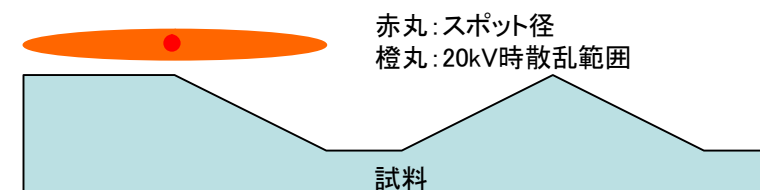
SEMの焦点距離は自由に変えることができます。観察距離や試料の高さに合わせてピントを調整しますが、これは焦点距離を調整しています。焦点距離が長くなると、ビームの絞り角も小さくなるため、被写界深度は深くなります。SEMの焦点距離調整範囲は、せいぜい30mm程度ですが、10mmと30mmでは計算上被写界深度が3倍深くなります。ただし、焦点距離を長くするとスポット径は大きくなりますので、高倍率観察時には観察像の分解能が低下します。被写界深度と分解能はトレードオフと認識し、使い分けると良いでしょう。

観察像の特徴1-高加速電圧観察

試料に照射された1次電子が試料中を移動する距離を「飛程」と呼びますが、加速電圧が変わるとこの飛程も変化し、加速電圧が高くなるほど飛程は長くなります。2次電子は、1次電子の飛程上で非弾性散乱が起こるたびに発生します。そのため飛程の長い高加速電圧の1次電子の方がたくさん2次電子を発生させますが、試料の深い部分で発生させた2次電子は、試料の中で進むエネルギーを失ってしまうため試料から飛び出してくることはありません。一方、1次電子が弾性散乱を起こすとその進行方向は変わります。1次電子が弾性散乱により試料の広範囲に散乱した後、再び試料の極浅い部分で非弾性散乱を起こした場合、試料の広い範囲から2次電子が飛び出てきます。このため高加速電圧で1次電子を照射すると、試料の広い範囲の形状を反映した2次電子発生量となります。これにより観察像は、大きなスポット径で観察したようなのっぺりとした観察像になり、微細な表面形状を観察することはできません。その反面、「電子ビームの波長」でご紹介したとおり、加速電圧を高くすると波長が短くなることから、スポット径は小さくなります。この効果で試料外縁部や大きな構造などはシャープに観察できます。高倍率で観察する場合は、高加速電圧で観察すると良いでしょう。



左図は金に加速電圧を変えて1次電子を照射したシミュレーションです。上が20kV、下が1kVです。20kVでは飛程の範囲はおおよそ500nmに及び、横に広がった飛程から2次電子が多く発生することがわかります。赤丸は約300nmです。一方、1kVでは、飛程の範囲は10nm以下となります。この結果、20kVでは試料の構造から150nm程度離れた部位から傾斜角効果やエッジ効果により2次電子発生量が変化します。1kVでは構造に数nm程度近づくまで2次電子発生量は変化しません。これにより微細な構造を観察した際には、20kVでは2次電子発生量の変化がなだらかになり、構造を可視化することができません。



1kV: 散乱範囲が狭いため、試料の形状に応じて大きな2次電子発生量変化がある＝試料の構造を可視化できる

2次電子
発生量

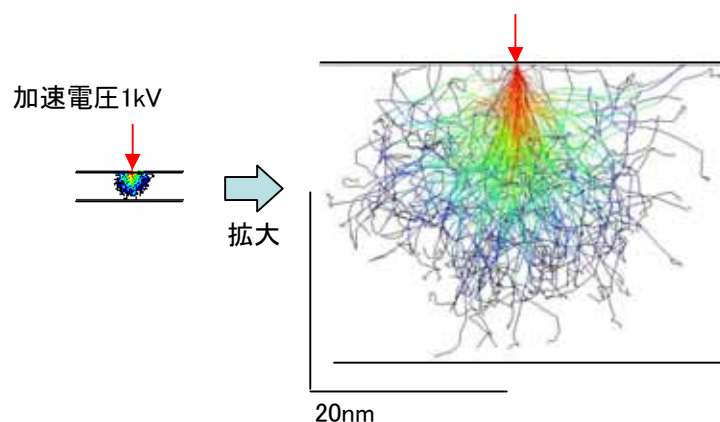
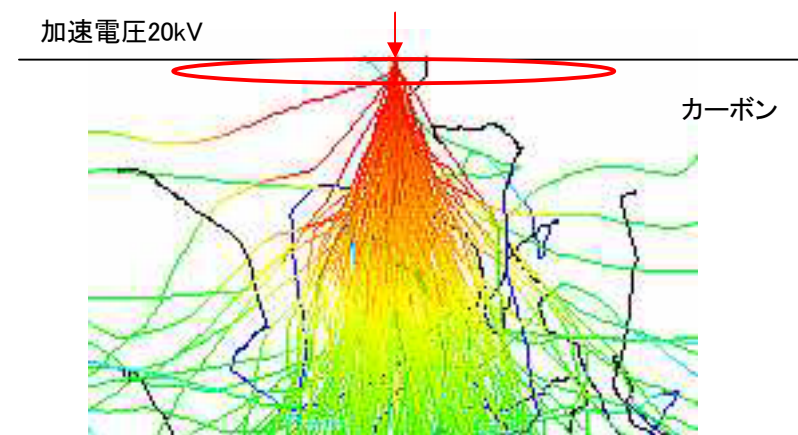
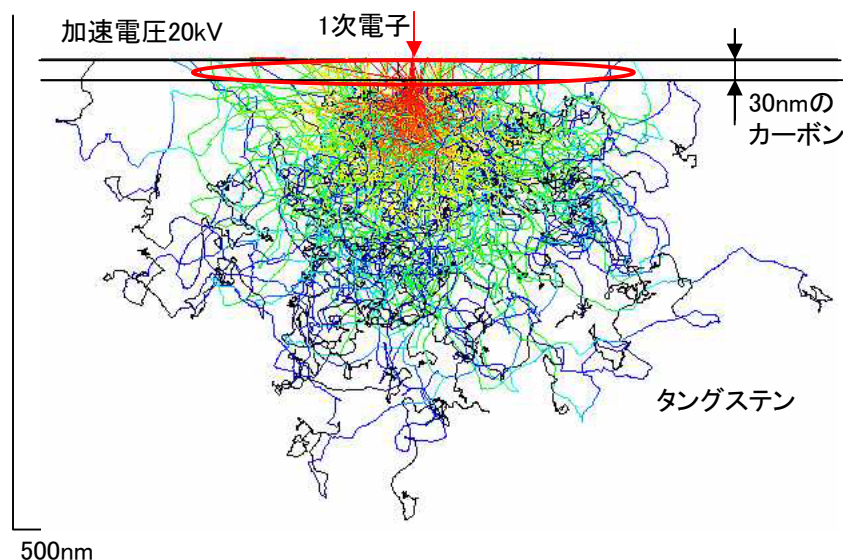
20kV: 散乱範囲が大きいので、試料の形状によっては2次電子発生量が変化しない＝試料の構造が観察できない

2次電子
発生量

3Dリアルサーフェスビュー顕微鏡

観察像と特徴1-低加速電圧観察

「高加速電圧観察」の項でご紹介したとおり、飛程の短い低加速電圧では、2次電子が発生するのは1次電子が照射された極狭い領域になります。そのため極狭い範囲の試料の表面構造変化に応じて2次電子の発生量が変化することで、試料の微細な構造を観察することができます。またこれは長所でもあり、短所でもあります。表面に付着した汚れなどの有機物も黒くはっきりと観察されます。このように従来のSEMでは得ることができなかった情報が得られることから、低加速電圧観察が近年着目されています。さらに良い点として、低加速電圧観察では非導電性の試料も非蒸着で観察できるという特長もありますが、これについては次項でご紹介します。前述の通り、加速電圧を低くすることでスポット径が大きくなるため、高倍率の観察は得意ではありません。加速電圧が1kVなら5000倍、2kVなら10000倍程度が目安となります。観察目的に応じて細かく加速電圧を調整することが良い観察像を得るポイントです。



左図はタングステン上に30nmのカーボン層がある試料に加速電圧を変えて1次電子を照射したシミュレーションです。上が20kV、下が1kVです。20kVではカーボン層を突き抜けてタングステン内で散乱しています。散乱した1次電子の飛程が再び表層付近を通過する様子(赤丸内)は、上図のカーボンに照射した場合と大きく異なります。このように高加速電圧では重元素の上に軽元素が存在しても、2次電子の発生量が下の重元素の影響を大きく受けるため、それを可視化することはできません。

一方、低加速電圧では1次電子の散乱が30nmのカーボン層内で収まり、下のタングステンの影響は受けません。これにより2次電子発生量はカーボン固有の量となり、可視化することができます。

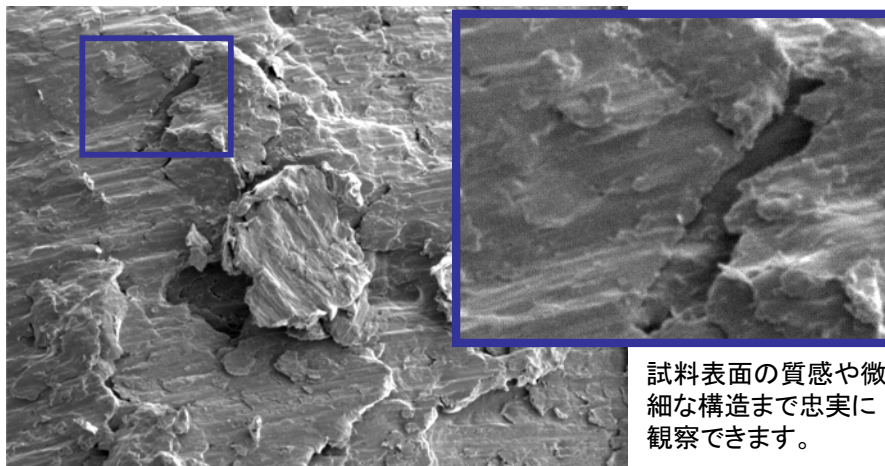
反射電子が原子番号での発生量差により元素分布を可視化できることはよく知られていますが、低加速電圧観察では軽元素の可視化が可能です。

反面、付着物のある試料の素地が観察したい場合には、充分洗浄する必要があります。

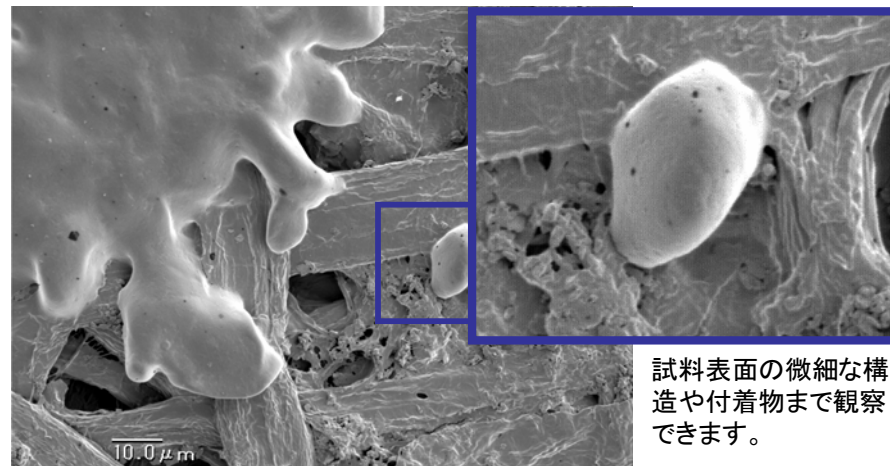
観察像の特徴1-加速電圧と観察像まとめ

SEMによる観察においては、従来は高加速電圧で観察する方法が一般的でした。高加速電圧はスポット径が小さくなるため高い倍率での観察に適した観察法ですが、反面、一次電子が試料内部の広範囲で散乱し、微細な形状が観察できないという問題があります。これを解決する観察法として低加速電圧観察法があります。低加速電圧では試料表面の微細な形状が忠実に観察できる優れた観察法です。低倍率では低加速電圧、倍率を上げ分解能が不足するに従い加速電圧を上げるという使い方が良いでしょう。

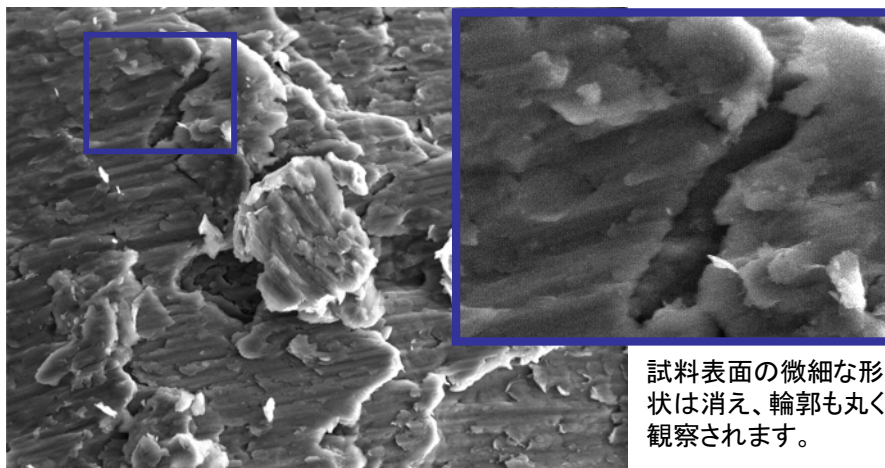
低加速電圧観察



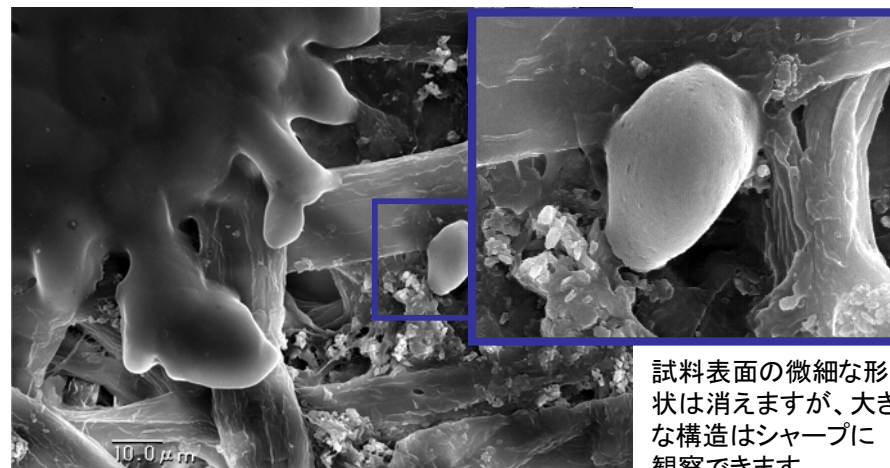
低加速電圧観察



高加速電圧観察

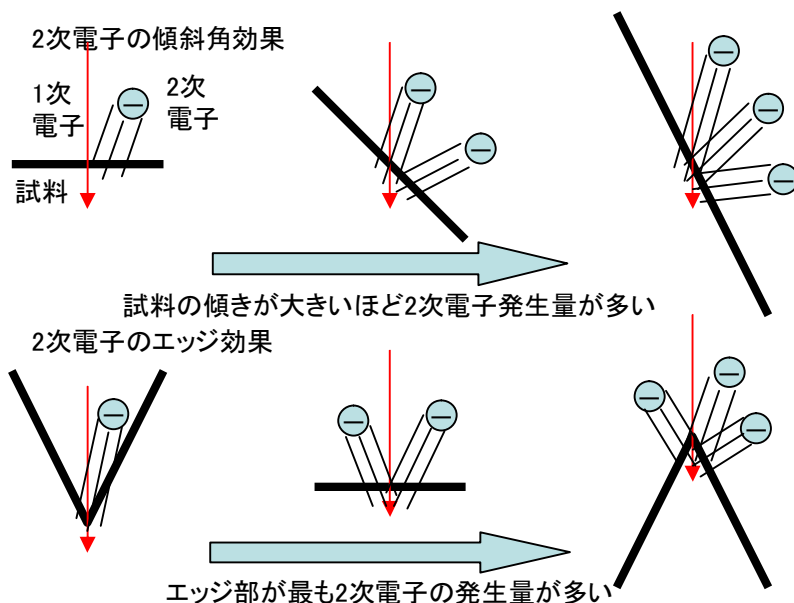


高加速電圧観察



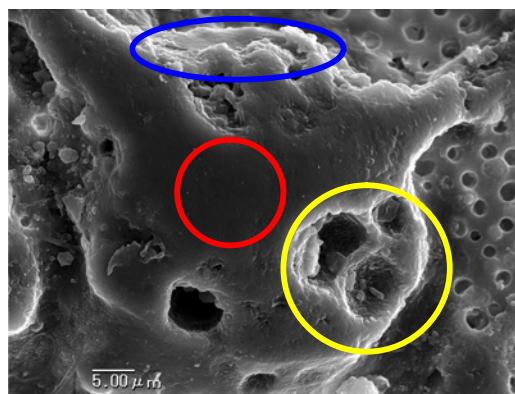
観察像の特徴2-2次電子像

2次電子は、試料の傾きが大きくなると発生量が多くなります。これは試料が傾いている方が試料から2次電子が飛び出せる確率が高くなるため、これを「傾斜角効果」と呼んでいます。2次電子が試料から飛び出せる確率が最も高くなるのはエッジの先端部です。このため2次電子像ではエッジ部が最も明るく観察され、これを「エッジ効果」と呼んでいます。SEMは、試料表面の傾斜が変化することによる2次電子発生量の変化を、白から黒の256階調に変換し、観察像として表示する装置です。また「2次電子検出器」の項でご紹介したように、2次電子検出器は試料から飛び出した2次電子を正の高電圧により収集・捕捉しています。これにより2次電子像は、あらゆる方向から照明を当てて観察しているような影のない観察像になります。



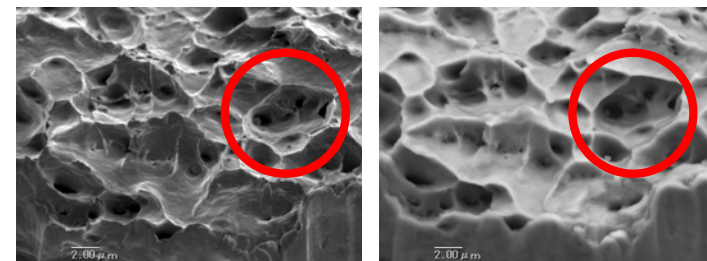
観察像で観る傾斜角効果/
エッジ効果

赤丸内の平坦部が暗くなり
青丸内の斜面が明るく観察
されます。また黄丸内のよう
にエッジ部が最も明るく観察
されます。



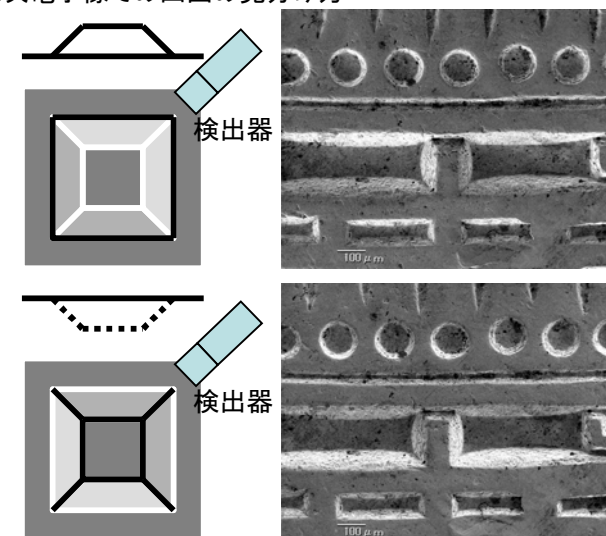
無影像になる2次電子像(試料の凹凸による像の明るさ変化が少ない)

例えば、右の
反射電子像では赤丸内の
凹部で暗くなりますが左の
2次電子像では影響が小さ
くなります。



ワンポイントアドバイス:2次電子像での凹凸の見分け方

2次電子像では検出器の方向へ下る斜面が明るくなります。検出器の方向を念頭に置いて観察像を確認すると試料の凹凸を正確に認識することができます。

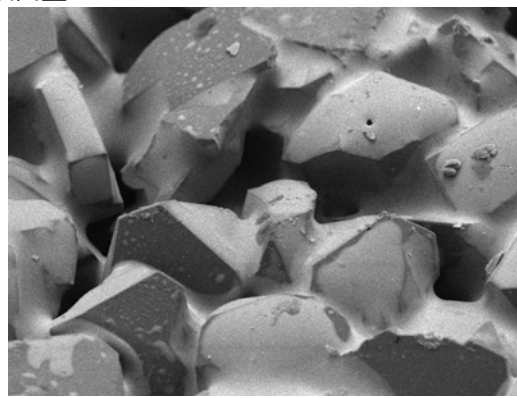
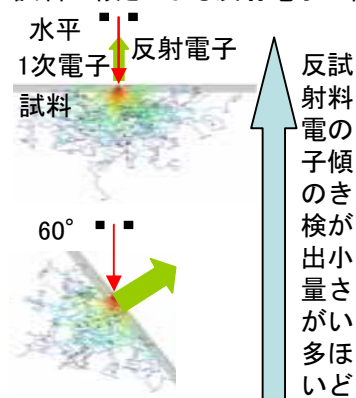


3Dリアルサーフェスビュー顕微鏡

観察像の特徴2-反射電子像

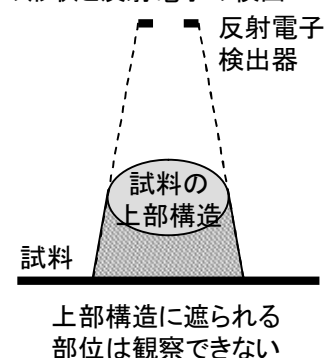
反射電子も試料の傾きが大きくなると発生量が多くなりますが、検出器の方向に飛来した反射電子しか捉えることができません。そのため、トータルでの発生量が多い斜面よりも、検出器の方向への発生量が多い水平面が明るい観察像となります。またその部位と検出器の間に遮蔽物がある場合は、その部位から発生した反射電子を検出器で捉えることができません。これにより特定の方角から照明を当てたような自然な陰影のある像となります。反射電子は加速電圧が高いほど多く発生するため、一般的には高加速電圧を用います。これにより試料表面の微細な形状の観察には適していません。また反射電子の発生量は、試料を構成する元素の原子番号が大きくなるほど多くなりますので、複数の元素で構成される試料を観察した際には、重い元素部分が明るく表示されます。反射電子像は、試料の微細な構造の観察には不向きですが、反面、試料構成元素の可視化ができるという利点があります。

試料の傾きによる反射電子の検出量

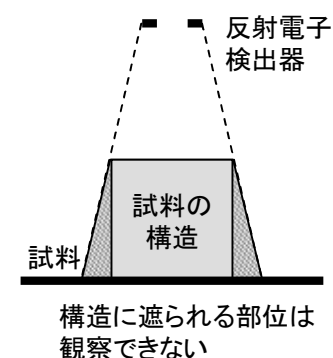


試料の水平面が明るく、斜面が暗く観察される

試料の形状と反射電子の検出

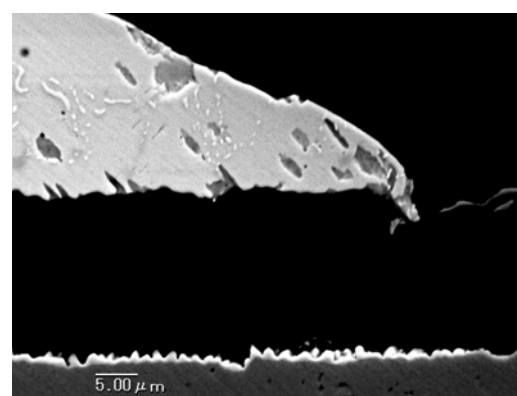
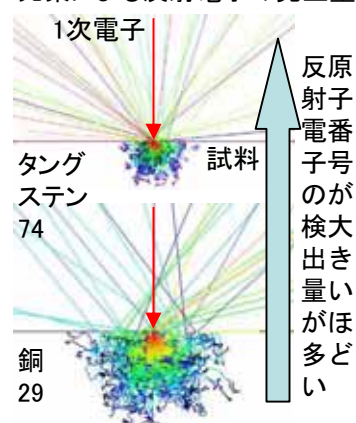


上部構造に遮られる
部位は観察できない



構造に遮られる部位は
観察できない

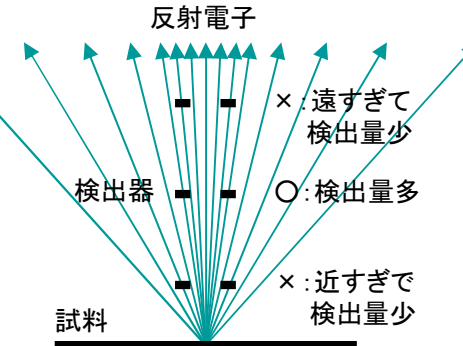
元素による反射電子の発生量



平坦な試料でも元素による明暗が観察される

ワンポイントアドバイス: 反射電子観察では観察距離を短めに

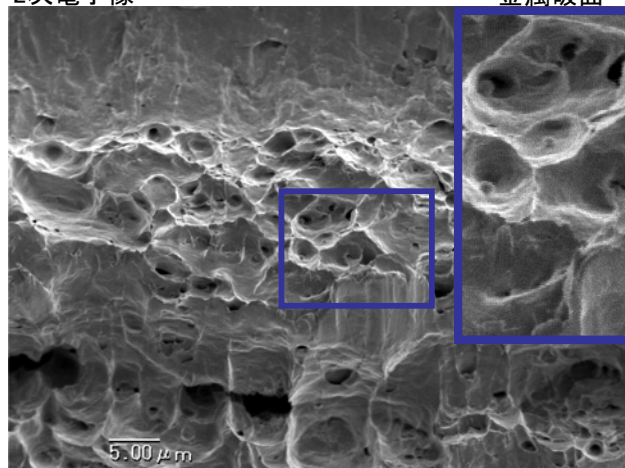
反射電子は試料表面から放射状に発生します。観察距離が長くなればなるほど、検出器で捉えられる反射電子の量は少なくなり、観察像にノイズが多くなります。観察距離を短めにすると良い観察像が得られます。ただし検出器の中心部には1次電子通過用の穴が開いているため、近づけすぎると反射電子の多くがこの穴から逃げていくことになります。機種にもよりますが、反射電子の観察も5~8mm程度に設定するのが良いでしょう。



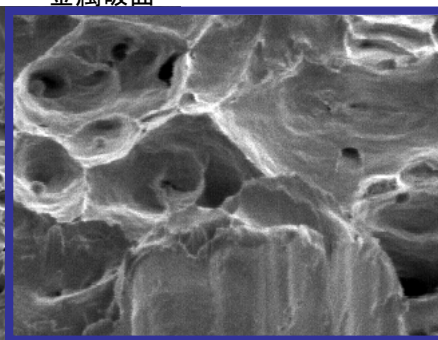
観察像の特徴2-2次電子像と反射電子像まとめ

試料表面の形状を忠実に観察できる2次電子に比べ、反射電子は高加速電圧で1次電子を照射し、試料内部で広範囲に散乱し飛び出してくる1次電子(反射電子)で観察像を作ることから、試料表面の微細な形状を観察することはできません。その一方で、反射電子は原子番号により発生量が変わるため元素分布を可視化することができます。試料の形状を観察するときには2次電子観察、異物やレイヤーなど異なる元素を可視化したいときは反射電子観察と使い分けると良いでしょう。

2次電子像

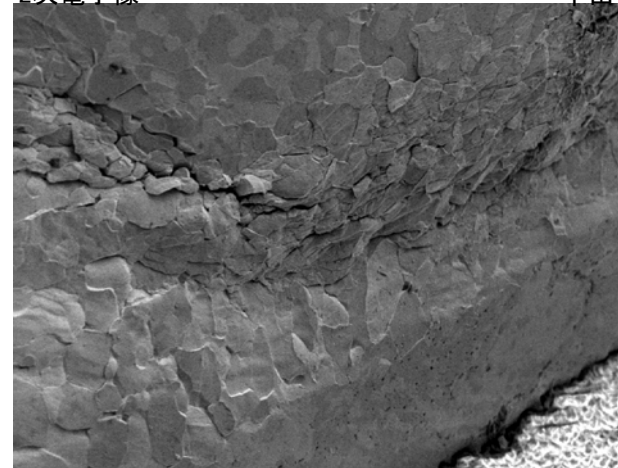


金属破面



表面の微細な構造まで観察できるので、形状観察に適しています。

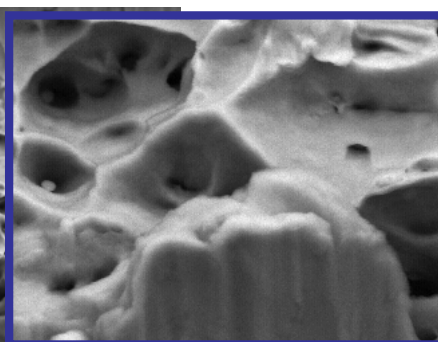
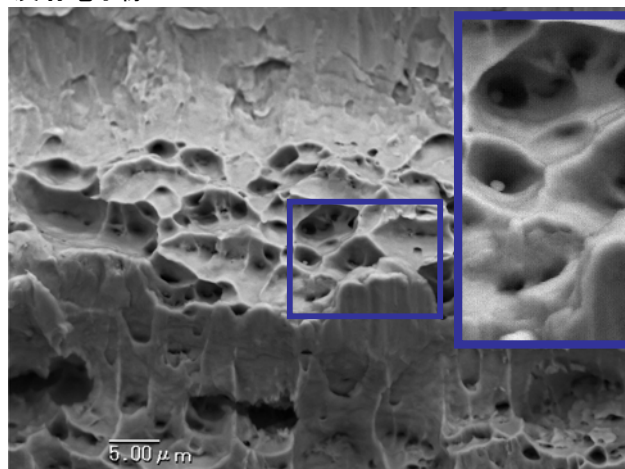
2次電子像



半田

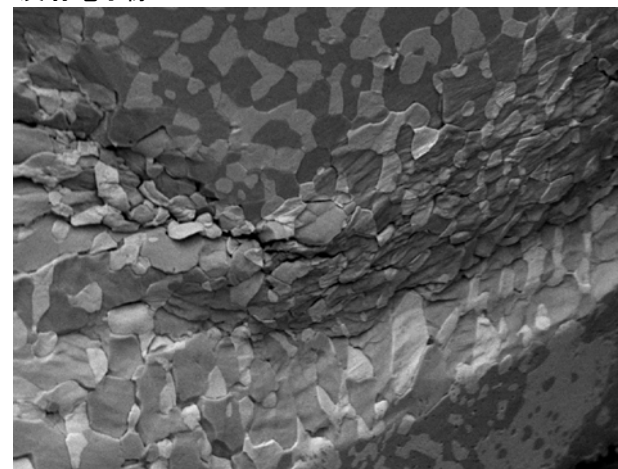
異なる金属によるコントラスト差がうっすらと確認できますが鮮明ではありません。

反射電子像



表面の微細な構造が消え、輪郭のシャープさも無くなるため形状観察には適しません。

反射電子像

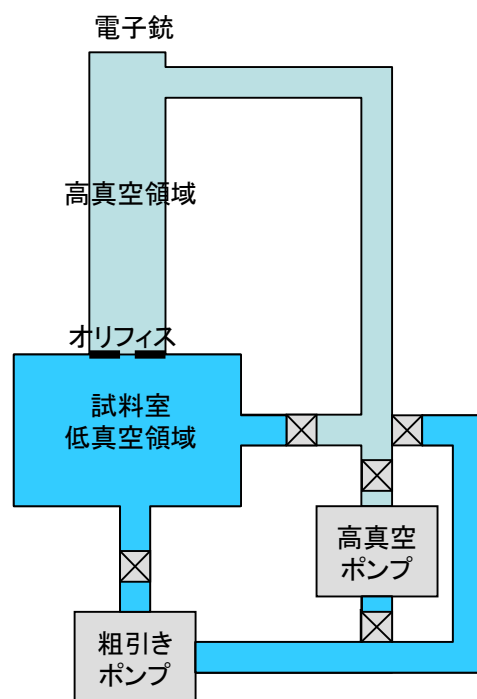


異なる金属が鮮明に観察できます。

非蒸着観察-低真空観察

低真空観察では、文字通り試料室に極薄く気体を導入します。気体が導入された試料室では、1次電子が気体の分子と非弾性散乱を起こすため、気体分子からは2次電子が放出され、プラスイオンとなります。このプラスイオンが試料に帯電した電子と結合することで、試料の帯電を中和します。一方、試料室に気体がある状態では、試料から発生した2次電子はエネルギーが弱いので検出器まで飛んできません。そのため低真空観察では、観察に1次電子に応じたエネルギーを持つ反射電子を使用し、高いエネルギーにするため高加速電圧で1次電子を照射します。その結果、非蒸着で観察できるものの、試料の微細構造が観察できない点や、試料にダメージを与えるというデメリットがあります。また気体との散乱で1次電子のスポット径も大きくなるため高倍率観察には不向きです。

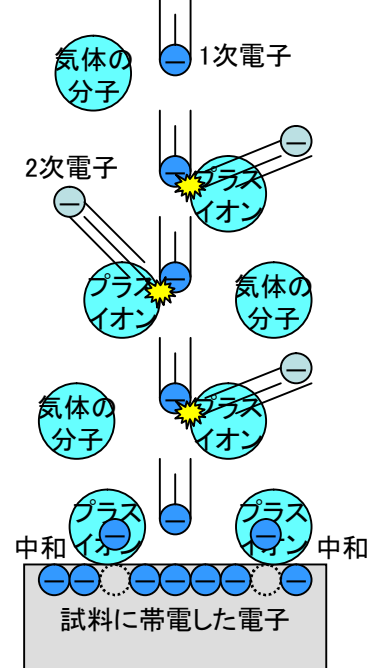
排気系概略図



☒:バルブ

低真空SEMでは試料室のみを低真空とし電子銃室や鏡筒内部は高真空に保たれています。

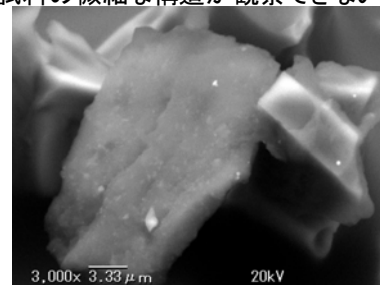
低真空SEMの帯電防止



気体の分子は1次電子との非弾性散乱で2次電子を放出しプラスイオンとなります。プラスイオンが試料に帯電した電子を中和することで帯電を防止します。

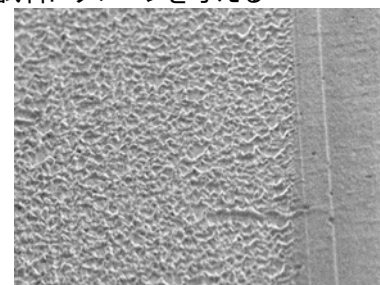
低真空SEMのデメリット

1. 試料の微細な構造が観察できない

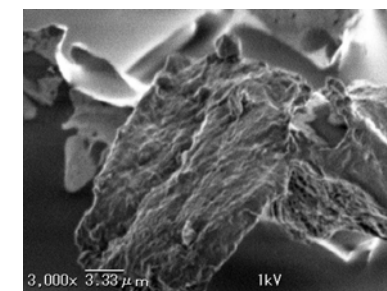


低真空観察

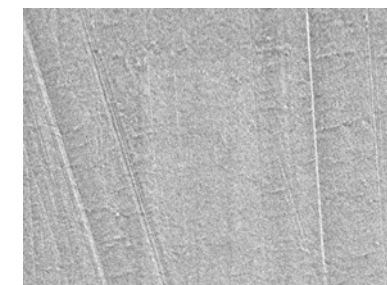
2. 試料にダメージを与える



フッ素樹脂 低真空観察後

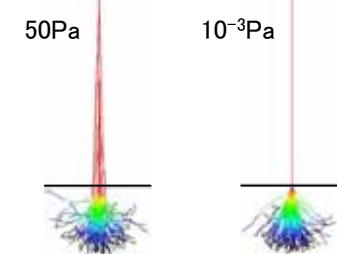


2次電子観察



低真空観察前

3. 1次電子のスポット径が大きく高倍率観察に不利

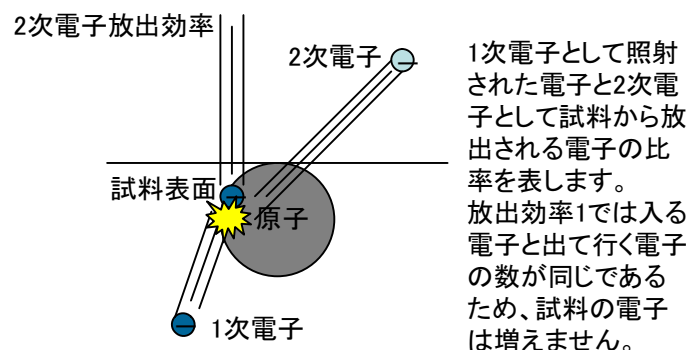


左図は加速電圧20kV、観察距離8mmで真空度を変えた場合のシミュレーションです。50Paでは散乱により1次電子が広がることが確認できます。これによりスポット径が大きくなります。低真空観察では観察距離を短くすることで大きな観察像改善効果が得られます。

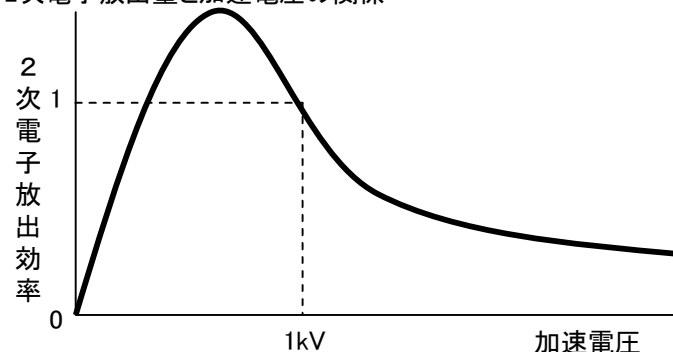
3Dリアルサーフェスビュー顕微鏡

非蒸着観察-低加速電圧観察

試料から発生する2次電子量は、1次電子の加速電圧により増減します。これを「2次電子放出効率」と呼びます。多くの試料では、加速電圧1kV～2kVの間に2次電子放出効率が「1」となる加速電圧があります。2次電子放出効率「1」とは、試料に照射される1次電子1個につき試料から2次電子が1個放出される状態で、試料の電子の増減がないため帯電（チャージアップ）が起こりません。低加速電圧観察はこれを利用して非導電性試料を非蒸着で観察する手法です。加速電圧が低いことで、非蒸着観察ができるほかに高加速電圧観察では観察できない試料の微細な構造が観察できる点、試料にダメージを与えない点など大変優れた観察法であるため、近年着目されています。初めて観察する試料では、その試料の2次電子放出効率が「1」となる加速電圧を探す必要があるため、SEMIに習熟した方でないと難しいかもしれません。加速電圧を上げすぎてしまうと帯電するため、あらかじめ試料の他のポイントで加速電圧を探すと良いでしょう。また材質が同じでも、試料の表面状態によって2次電子放出効率が異なるため、似たような表面状態のポイントを選んだ方が良いでしょう。



2次電子放出量と加速電圧の関係

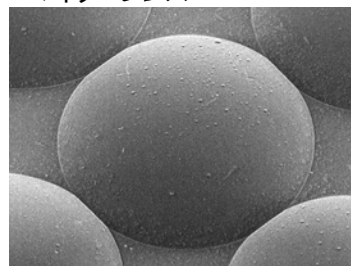


2次電子放出効率は加速電圧1kV以下で最も高くなり、その後加速電圧が高くなるほど低くなります。2次電子放出効率が1となる加速電圧は試料の材質、傾斜、表面粗さなどによって変化しますが、1kV近辺となります。

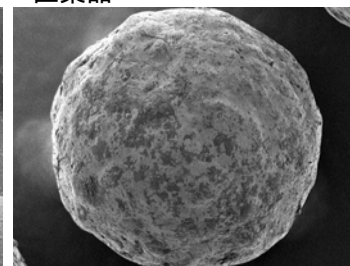
低加速電圧観察のメリット

- あらゆる試料を非蒸着で、かつ微細な構造まで鮮明に観察できる。
- 試料にほとんどダメージを与えない。

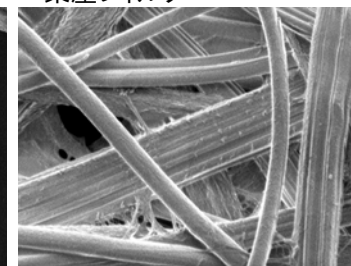
マイクロレンズ



医薬品



集塵フィルター



低加速電圧観察のデメリット

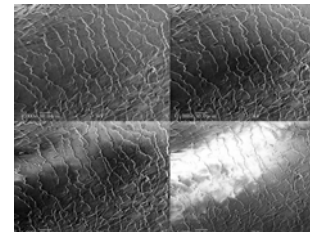
- 2次電子放出効率が1となる加速電圧を探す必要がある。
- 加速電圧調整中に帯電させてしまうと観察できなくなる。



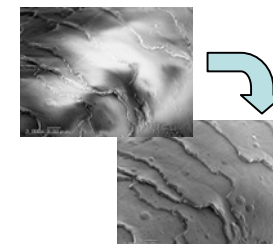
優れた観察法だが操作が難しい。

キーエンスのVEシリーズでは、帯電しない加速電圧を探す機能や、誤って帯電させた場合に帯電を取り除く除電機能が装備されているため、低加速電圧観察が誰にでも簡単です。

eプレビュー機能
自動撮影される4枚の観察像で2次電子放出効率が1となる加速電圧が簡単にわかります。



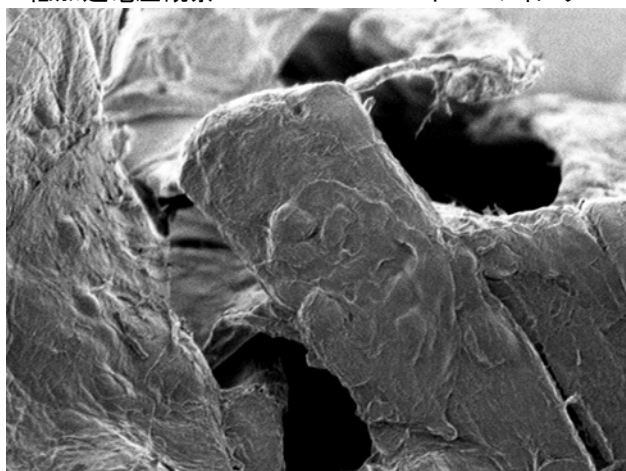
除電機能
誤って試料を帯電させてもボタンを押すだけですぐに除電できます。



「観察像の特徴2」でもご紹介しましたが、試料表面を忠実に観察できる2次電子に比べ、反射電子は試料表面の微細な形状を観察することはできません。低加速電圧観察法は2次電子、低真空観察法は反射電子を使用するため、低加速電圧観察法が試料表面の観察能力に勝ります。また低真空観察法では高加速電圧で1次電子を照射するため、試料にダメージを与える点も注意が必要です。一方、低加速電圧観察法を使いこなすには、除電機能や2次電子放出効率が1となる加速電圧を簡単に確認できる機能が必要でしょう。

低加速電圧観察

ペーパーフィルター



紙の繊維表面の微細な構造まで鮮明に観察できます。

低加速電圧観察

普通紙コピー



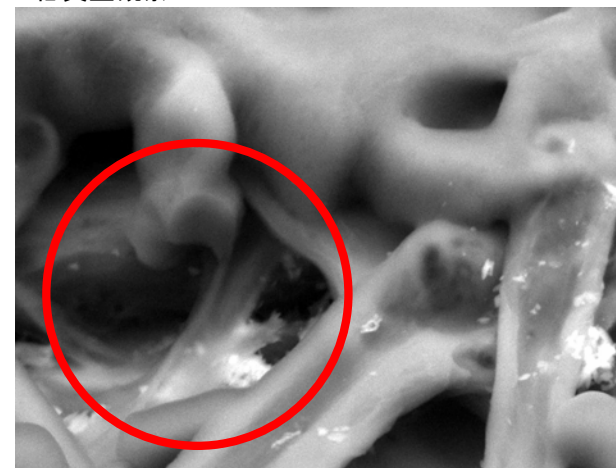
赤丸内にはキノコ状のトナーが観察できます。

低真空観察



紙の表面の構造はほとんどが消えて観察できません。また輪郭も丸く表現されます。

低真空観察

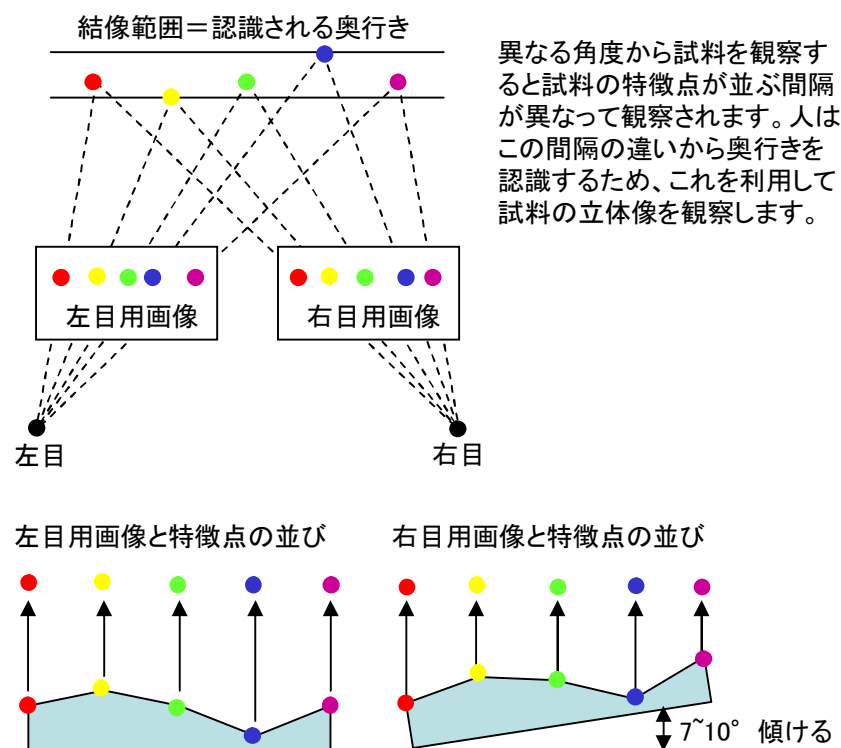


加速電圧20kVによりキノコ状のトナーは吹き飛ばされてしまいました。

3D観察-立体視の仕組み

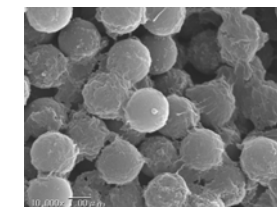
人は右目と左目で見たときの角度差から、その物の奥行き情報を入手しています。視差画像とは、この右目と左目でみた場合と同様に角度をつけて撮影された2枚の画像を指します。視差をつけて撮影された2枚の画像をそれぞれ右目と左目で見ることで、奥行きのある立体像として観察することができます。SEMには傾斜(チルト)ステージが装備されているため、簡単に視差画像の撮影が可能です。通常は画面上側が下る形に傾斜するため、立体視のためには撮影した画像を回転する必要があります。「平行法」では撮影した画像を反時計回りに90°回転し、1枚目の観察像を左、傾けた観察像を右に並べます。傾ける角度は7~10°程度が適切とされます。より自然な立体像を得るために、1枚目を-3.5~-5°、2枚目を+3.5~+5°傾けて撮影すると良いでしょう。視差画像による裸眼立体視では、試料の凹凸が非常にわかりやすく試料の理解が進みます。一方で個人による得手不得手もあり、万人向けではない面もあります。慣れないうちは、右目と左目がそれぞれの観察像しか目に入らないような仕切を利用すると良いでしょう。また観察像横幅の6倍程度の距離から観察すると立体視しやすいようです。

裸眼立体視(平行法)の仕組み

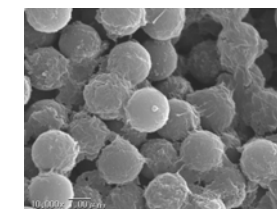


視差画像の撮影方法

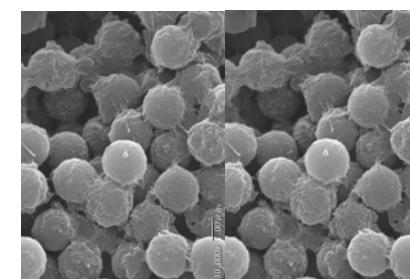
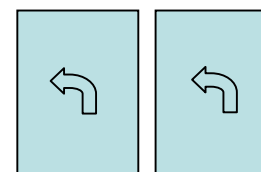
1. 左目用観察像を撮影



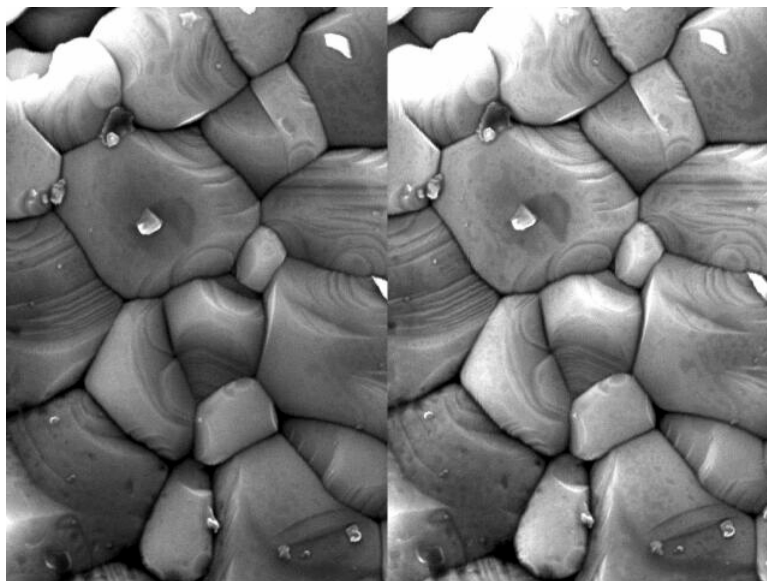
2. 傾斜ステージを7~10° 傾けて 右目用観察像を撮影



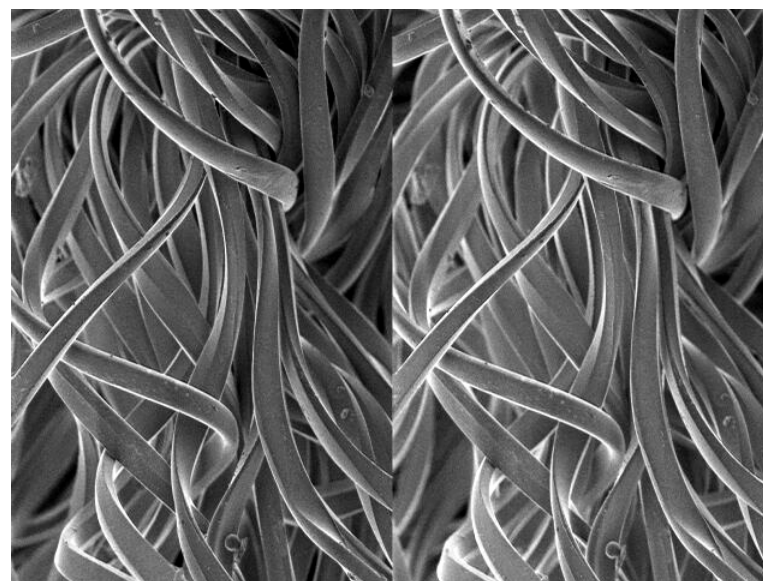
3. 画像を反時計回りに90° 回転し、左目用観察像を左、右目用観察像を右に並べると完了



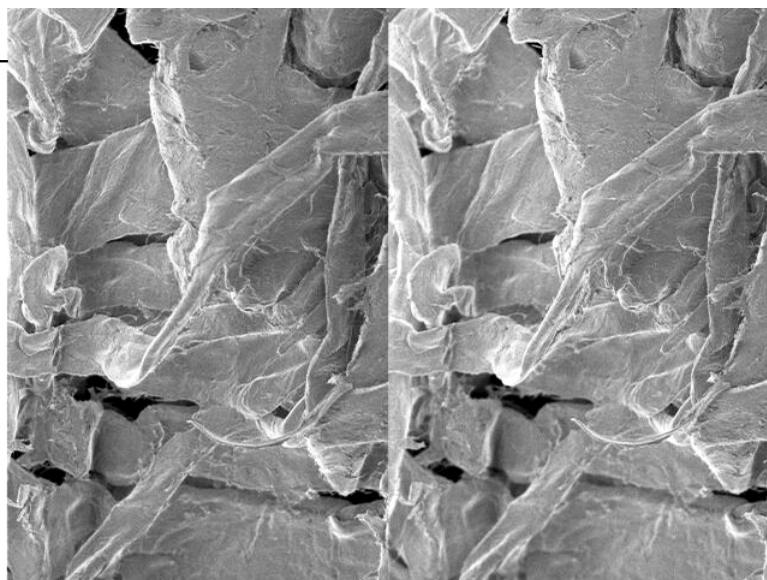
フェライト
x10000



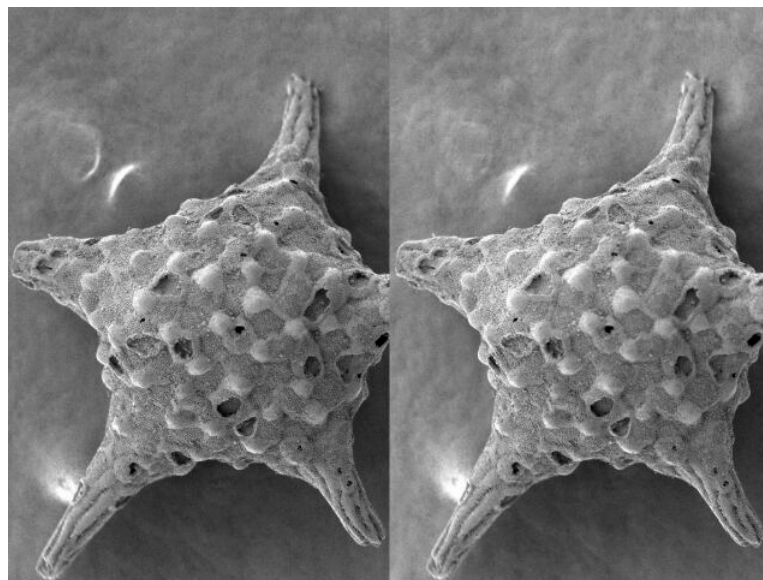
化学繊維
x300



ペーパー
フィルター
x500



星砂
x100



※画像をクリックすると大きな画像がご覧いただけます。

3Dリアルサーフェスビュー顕微鏡

3D観察-3D像構築の仕組み

立体視と同様に2枚の視差画像を利用して3D像を構築できます。この方法では、1枚目の観察像から試料の高さを認識するための対応点と呼ぶ試料の特徴点を数万ポイント抽出します。続いて傾けて撮影された2枚目の画像からパターンマッチングによりそれぞれの対応点がどのように移動したかを求めます。その後、2枚の観察像の角度差や観察距離と対応点の移動距離から、それぞれの高さを算出し3D像として構築します。視差画像による3D像構築では、観察像として利用するのは1枚目の観察像のみで、2枚目の傾けた観察像は高さ算出用に使用するだけです。従って右目用と左目用の観察像を均等に傾ける立体視の場合と異なり、1枚目に最もわかりやすい観察像を撮影すると良いでしょう。2枚の観察像の角度差は5° が適切です。傾きが大きくなると、試料の構造の影になり見えなくなる特徴点が増えるため、3D像の構築に不利になります。構築された3D像は自由に回転することはもちろん、3次元の座標データを持っているため高さの計測も可能です。この3D像構築機能は、キーエンス VE-8800/9800シリーズに標準搭載されています。

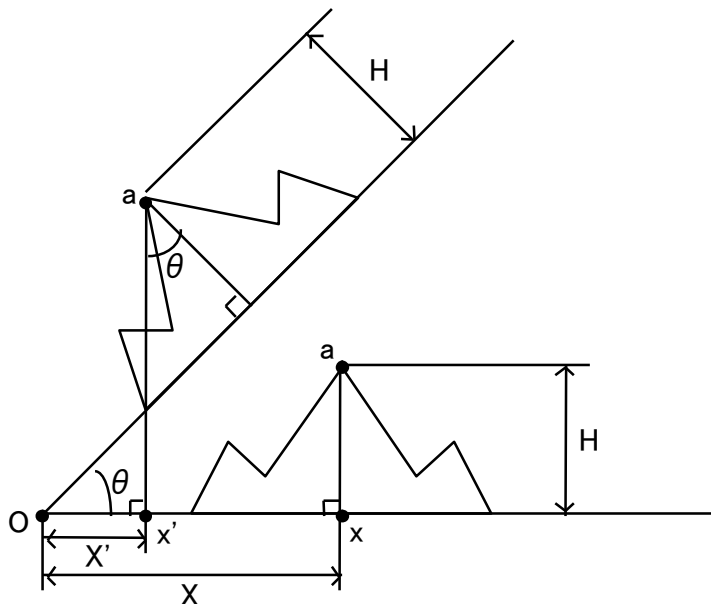
3D構築の原理

試料を θ 傾けると、試料表面の任意のポイントaの観察像での位置はxからx'に移動します。回転の起点をO、Oからx、x'までの距離をそれぞれX、X'、aの高さをHとすると以下の式が成り立ちます。

$$X' = X \cos \theta - H \sin \theta \quad H = X / \tan \theta - X' / \sin \theta$$

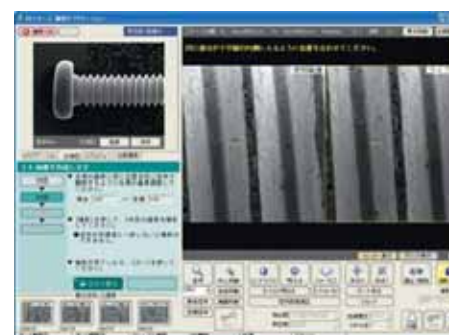
この式で表されるように、試料を θ 傾けて観察像上でのaの移動距離を計測することでaの高さを求めることができます。

SEM観察像から3D像を構築する際には、aに相当する特徴点を観察像から数万ポイント抽出し、2枚の視差画像から各特徴点の移動距離を計測します。得られた計測値から、それぞれの高さを算出し3D像を構築します。

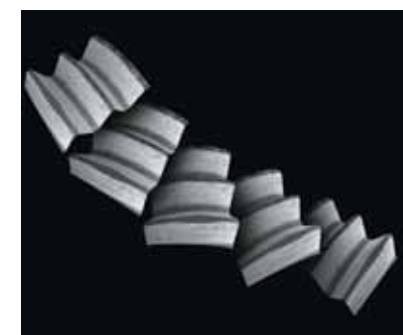


3D像構築機能の紹介

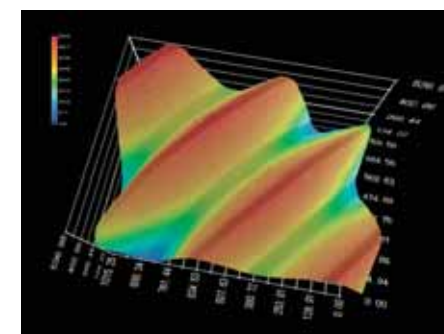
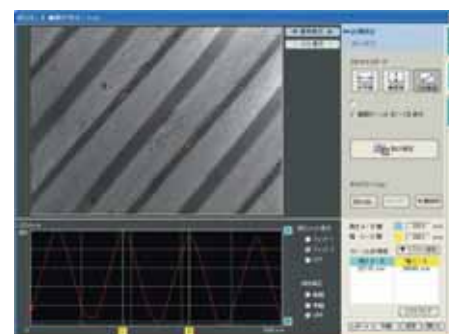
ガイドに従い2枚の視差画像を撮影



構築された3D像は自由に操作が可能

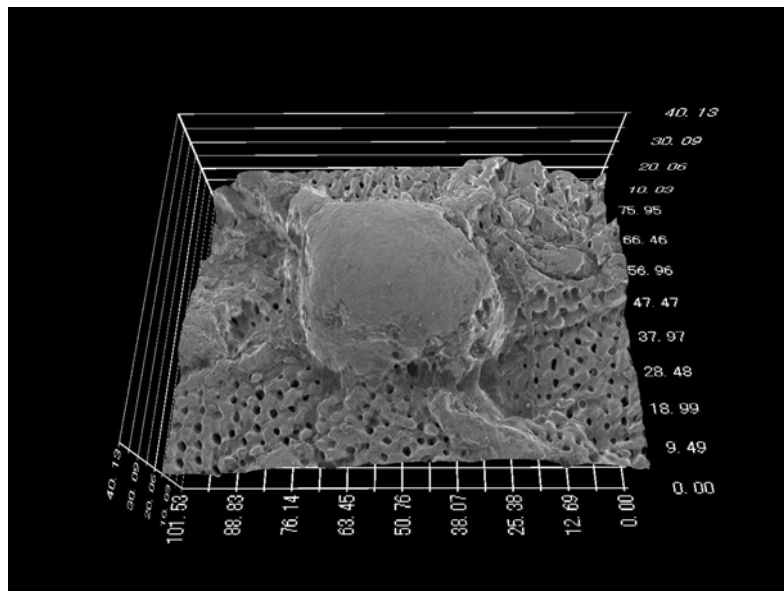


3次元形状の計測も可能

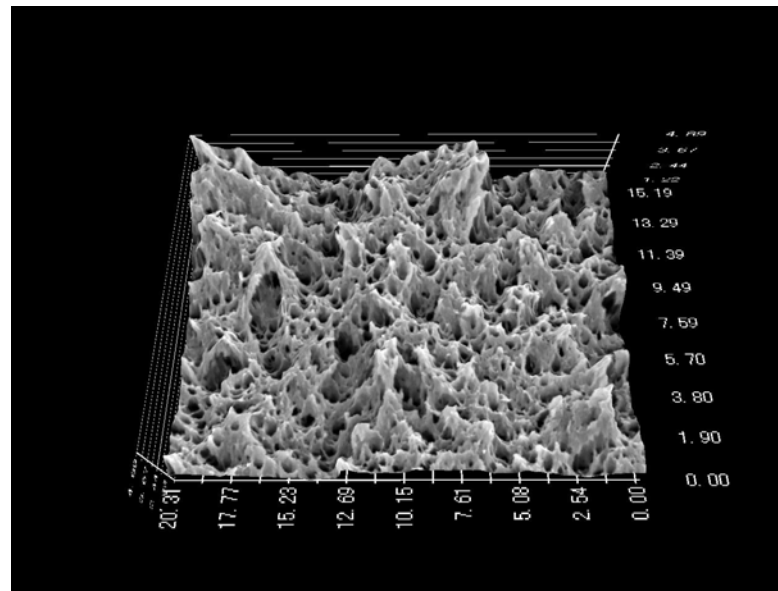


3Dリアルサーフェスビュー顕微鏡

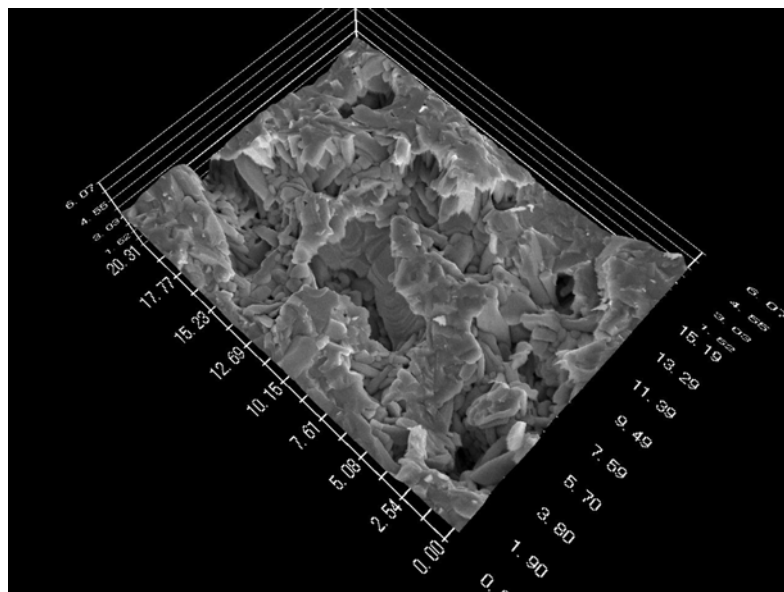
有孔虫
x1000



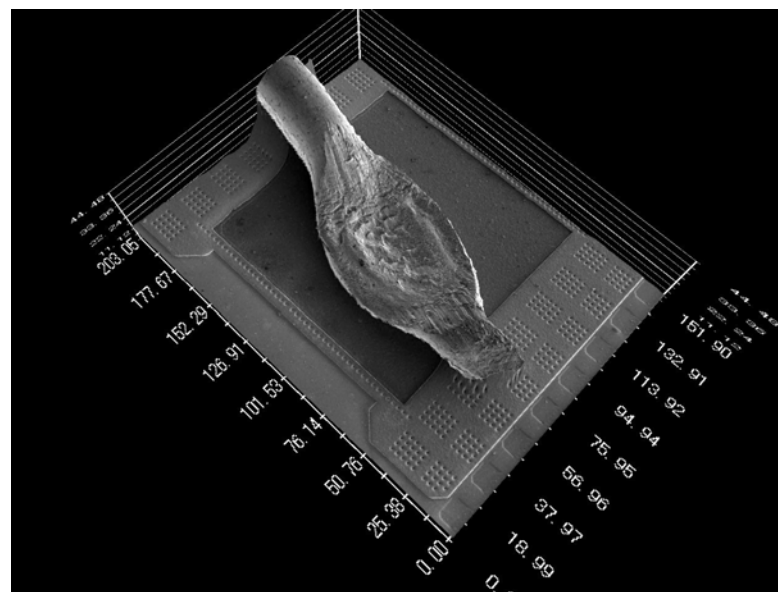
樹脂破面
x5000



チップ
キャパ
シタ断面
x5000



ワイヤー
ボンディ
ング
x500



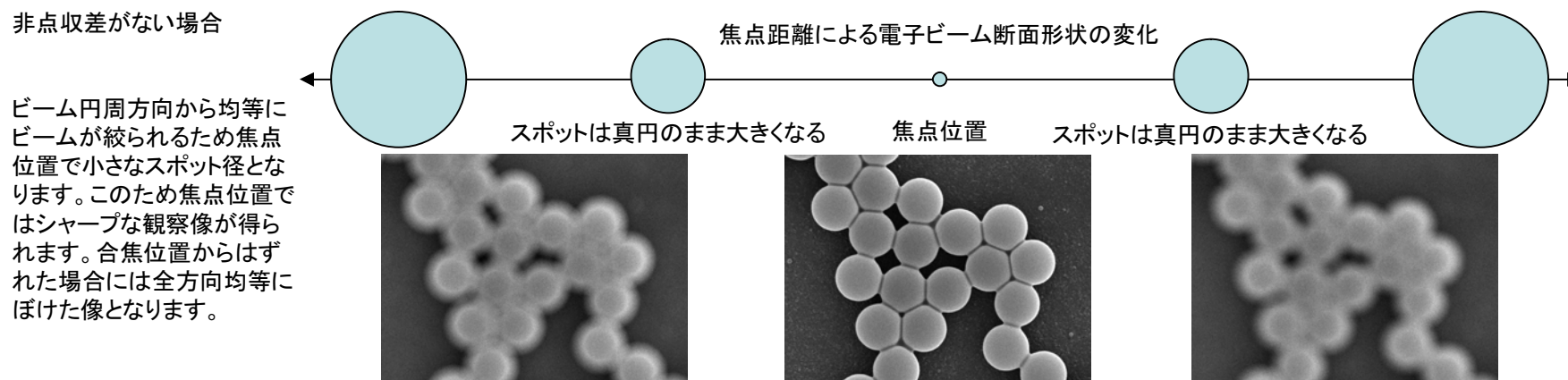
※画像をクリックすると3D Viewerが起動し、3D像を自由に操作していただけます。

3Dリアルサーフェスビュー顕微鏡

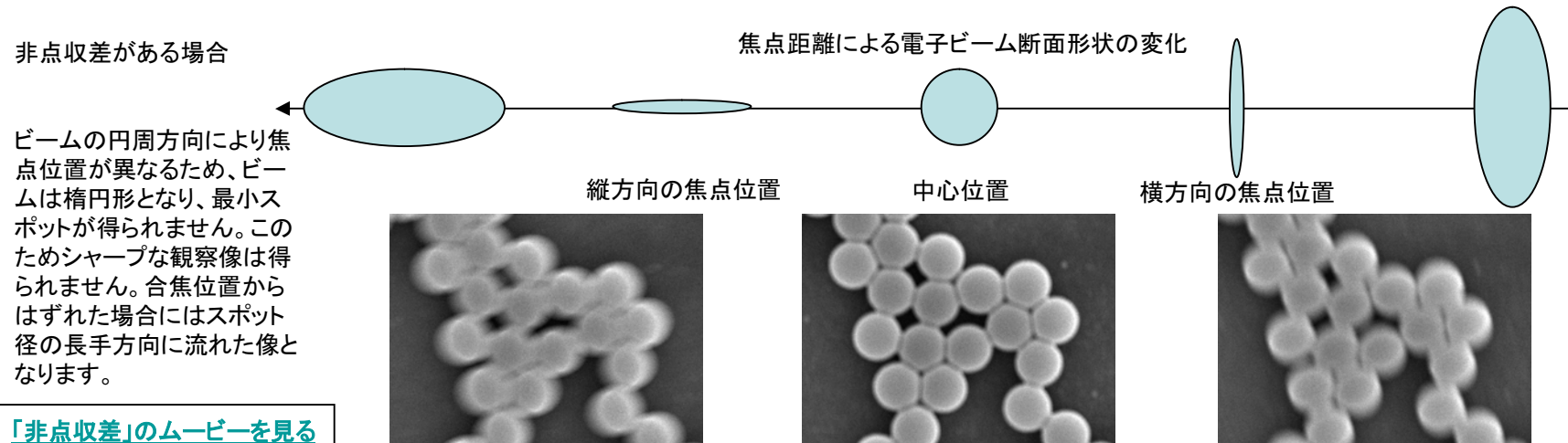
観察時の注意点-非点収差

SEM観察において必ず必要であり、かつあまり馴染みがない調整項目が非点収差(スティグマ)です。観察に使用する光はビーム全円周方向から均等に絞り込まれることで焦点位置で最も小さなスポットを形成できます。非点収差は、円周方向でのビーム絞り角のばらつきを表します。非点収差がある状態では、ビームの円周方向により最も小さく絞り込まれる焦点位置が異なるため、本来レンズが持つ能力までスポットを小さくすることができません。このため分解能が低下し、本来なら観察できるものも観察できなくなります。SEMでは加速電圧や観察距離などを観察目的に応じて調整しながら観察することができますが、これらの調整は光学顕微鏡ではレンズ形状の調整に相当します。SEMでは観察の自由度が高い反面、面倒な調整も必要になっているといえるでしょう。非点収差が残っている状態では、鮮明な観察像を得ることができません。その調整方法の習得はSEM観察には必須です。

非点収差がない場合



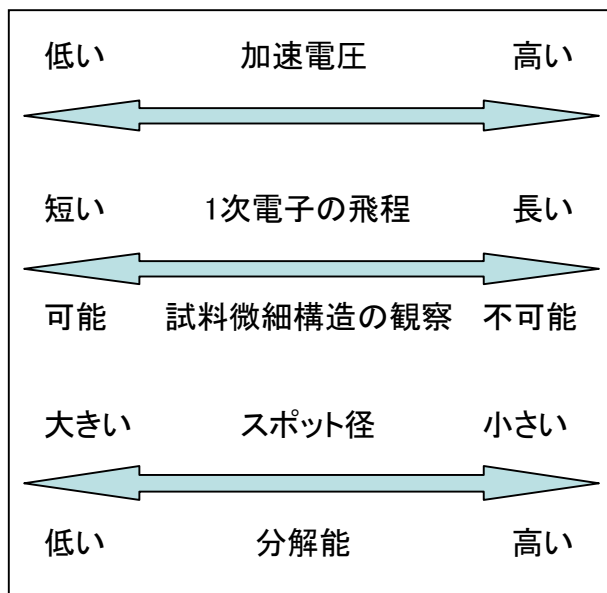
非点収差がある場合



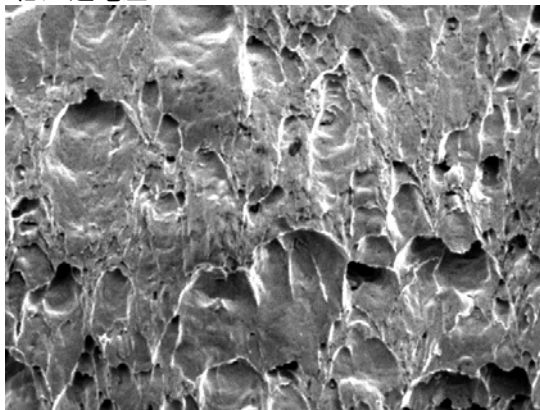
[「非点収差」のムービーを見る](#)

観察時の注意点-加速電圧

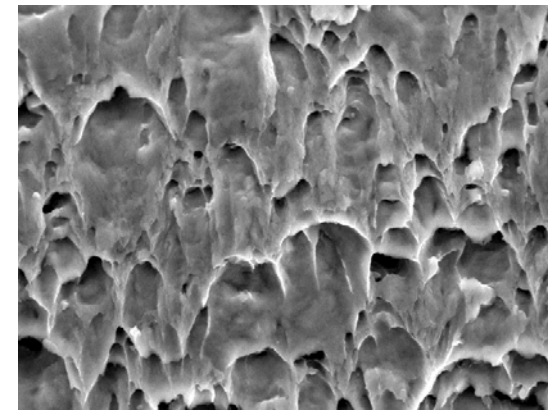
「観察像の特徴2-加速電圧と観察像」の項でもご紹介した通り、加速電圧は観察像に大きな影響を及ぼします。加速電圧と観察像の関係は下図のようになります。



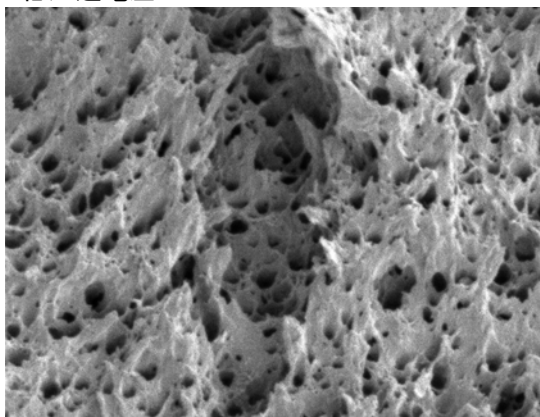
觀察像例(微細構造)
低加速電圧



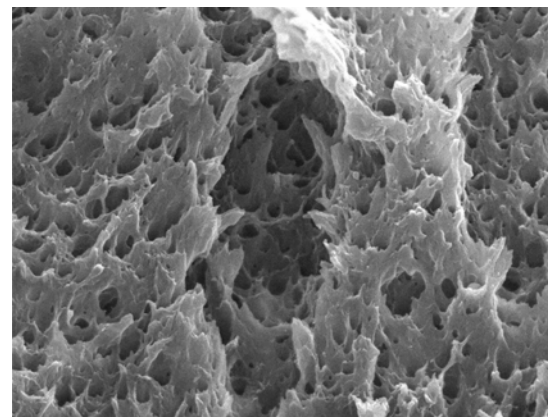
高加速電圧



觀察像例(分解能)
低加速電圧



高加速電圧

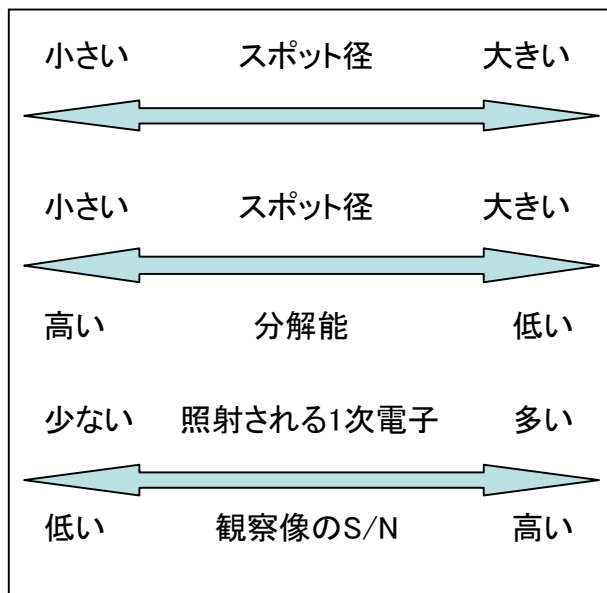


[「加速電圧」のムービーを見る](#)

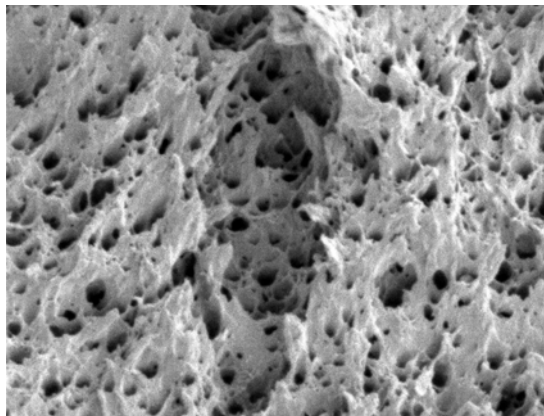
SEM観察では上記の加速電圧と観察像の関係を理解した上で、観察の目的に応じて加速電圧を変えることが良い観察像を得る上で重要です。高加速電圧だけではなく低加速電圧でも簡単に観察できる機能がポイントです。

観察時の注意点-スポット径

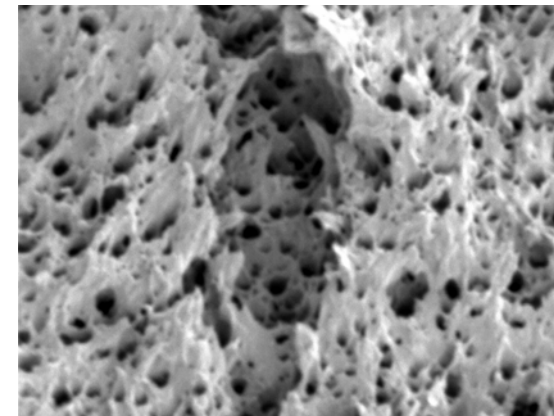
「SEMの特徴1－高倍率観察」の項でもご紹介しましたが、スポット径は観察像に大きな影響を及ぼします。スポット径と観察像の関係は下図のようになります。



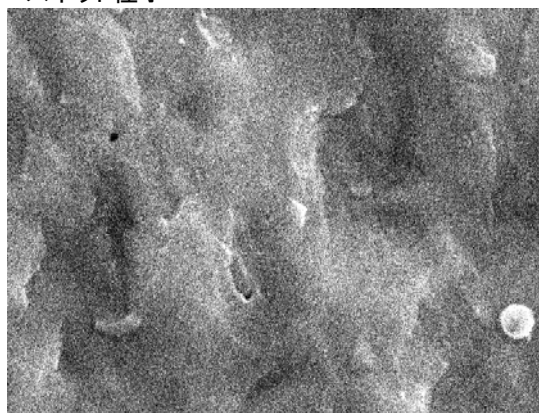
観察像例(分解能)
スポット径小



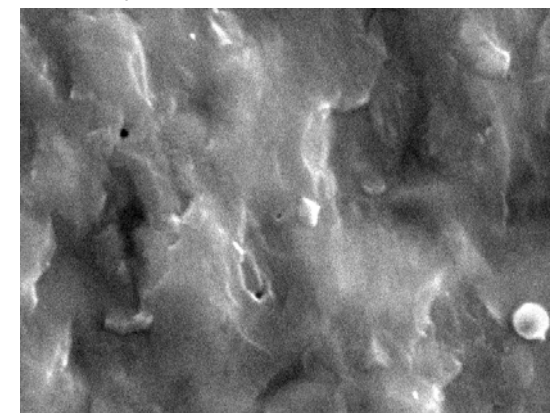
スポット径大



観察像例(観察像のS/N)
スポット径小



スポット径大

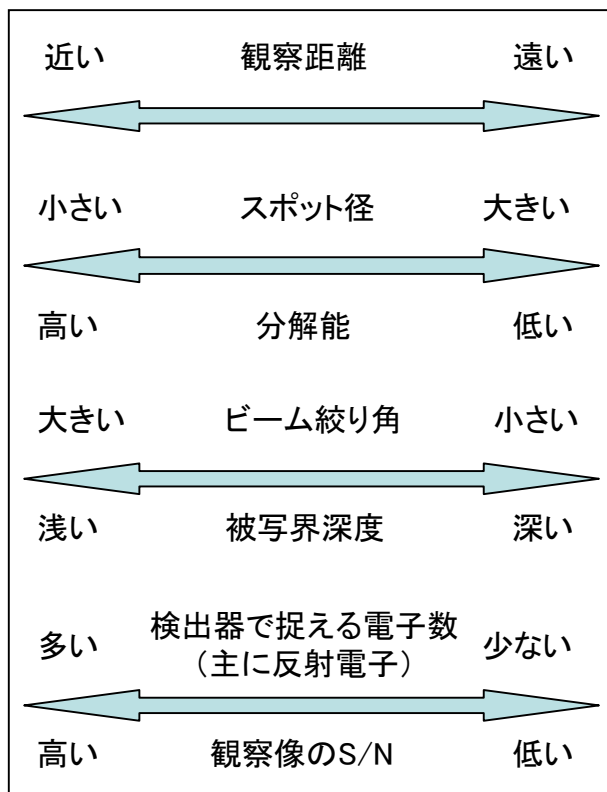


「スポット径」のムービーを見る

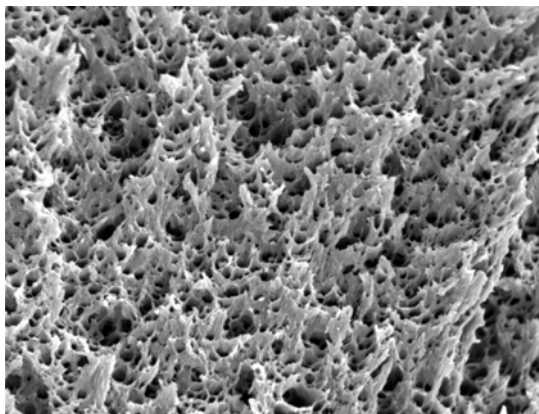
SEM観察では上記のスポット径と観察像の関係を理解した上で、観察の目的に応じてスポット径を変えることが良い観察像を得る上で重要です。スポット径を変えることで思いかけず良い観察像が得られることがありますので積極的に活用したい機能です。

観察時の注意点-観察距離と観察像

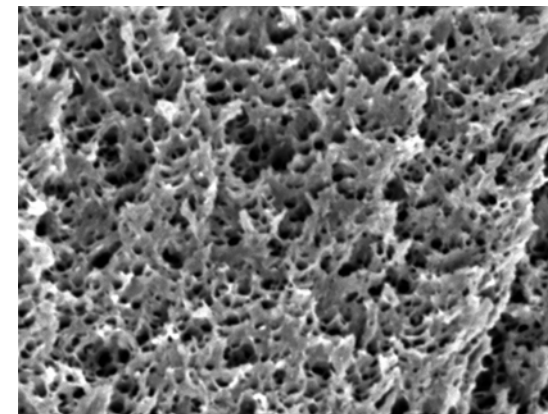
「SEMの特徴2-ピントの合う範囲が広い」の項でもご紹介したとおり、観察距離は観察像に大きな影響を及ぼします。観察距離と観察像の関係は下図の通りです。



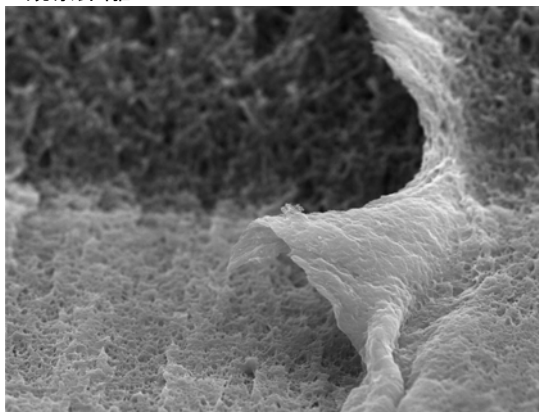
觀察像例(分解能)
觀察距離10mm



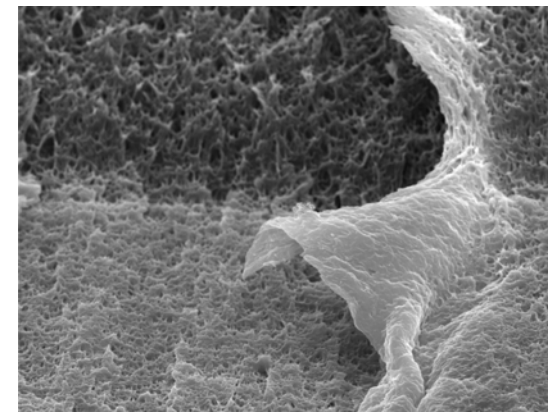
觀察距離30mm



觀察像例(被写界深度)
觀察距離10mm



觀察距離30mm

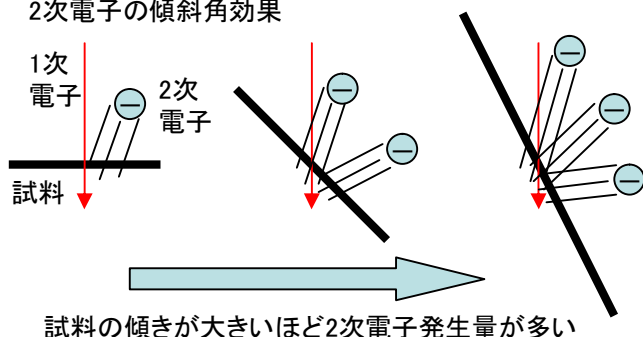


SEM観察では上記の観察距離と観察像の関係を理解した上で、観察の目的に応じて観察距離を変えることが良い観察像を得る上で重要です。観察距離が30mm程度とれることが一つの目安でしょう。

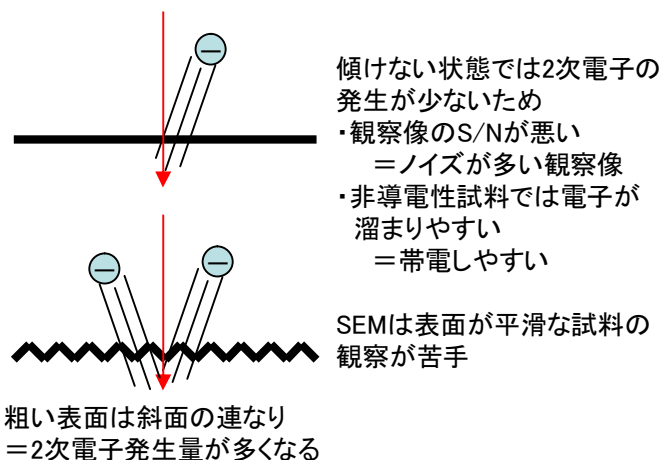
観察時の注意点-試料の傾斜と観察像

「SEMの仕組み-2次電子」の項でもご紹介しましたが、試料を傾斜すると2次電子発生量が増加します。このため2次電子観察では観察像が鮮明になる(ノイズが少なくなる)効果があります。フィルムやガラスなど平坦な試料は、2次電子発生量が少ないため鮮明に観察することが難しい試料です。このような試料は傾けて観察すると良い観察像が得られます。また2次電子発生量が増加することにより、試料が帯電しにくくなる効果もあります。低加速電圧観察法により非導電性試料を非蒸着で観察する際には、試料を傾斜させることで2次電子放出効率が「1」となる加速電圧を高くできます。加速電圧を高くすることで分解能が良くなりますので、非蒸着で少しでも高い倍率で観察したい場合には傾けると良いでしょう。

2次電子の傾斜角効果

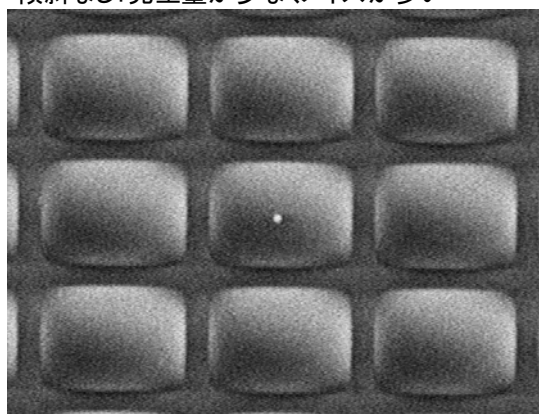


表面が平滑な試料は2次電子発生量が少ない

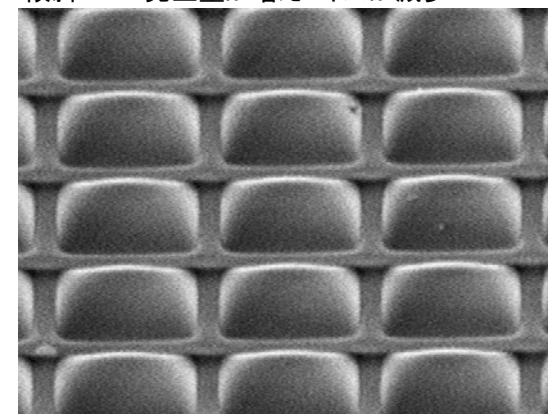


観察像例(2次電子の発生量)

傾斜なし: 発生量が少なくノイズが多い

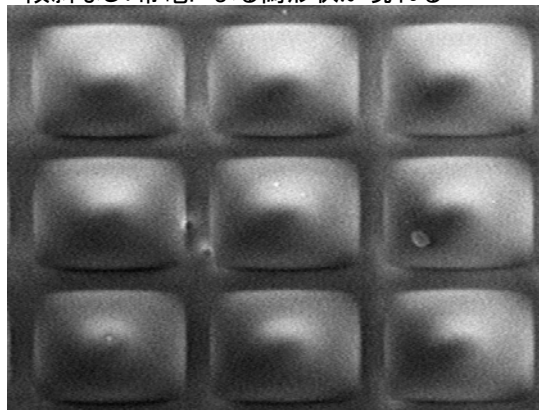


傾斜45°: 発生量が増えノイズが減少

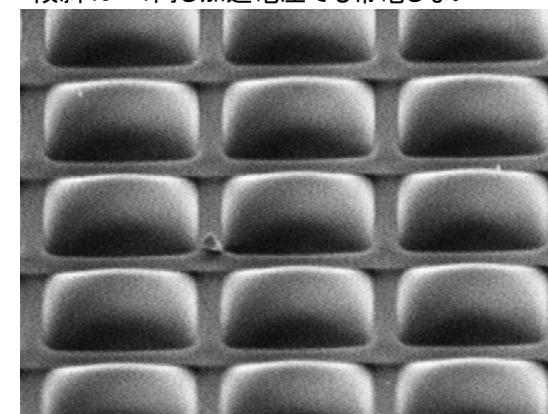


観察像例(帯電)

傾斜なし: 帯電による偽形状が現れる



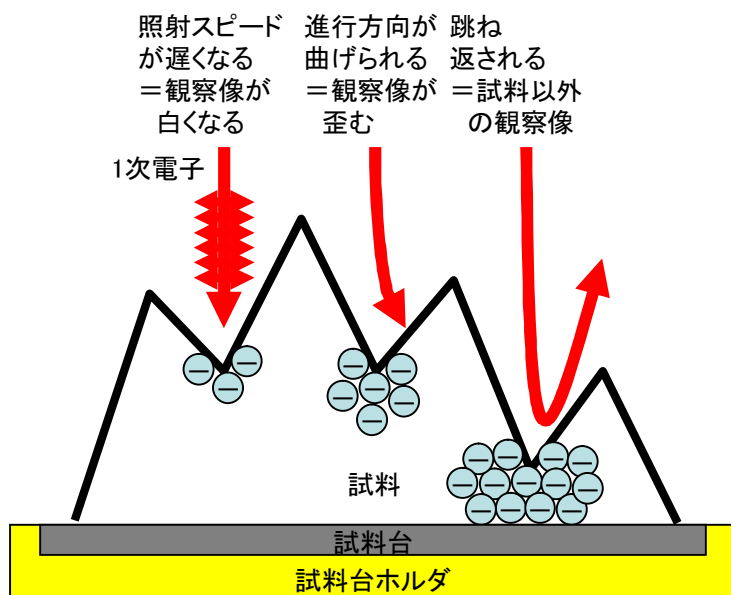
傾斜45°: 同じ加速電圧でも帯電しない



観察時の注意点-帯電

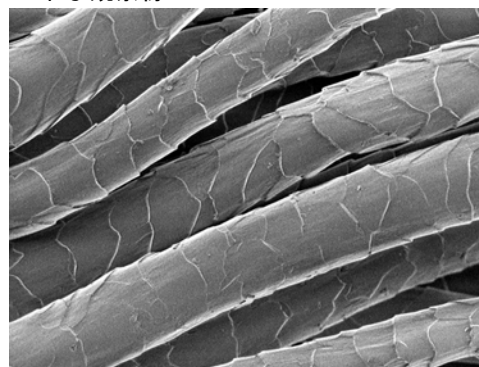
非導電性試料を非蒸着で観察する際に問題となるのが試料の帯電です。帯電は試料に電子が溜まることによって生じます。帯電には「a: 帯電した部位が明るく(白く)観察される。」「b: 帯電した部位とその周囲が明るく(白く)歪んで観察される。」「c: 観察像に水平ラインのノイズがのる。」「d: 観察像が上下で食い違う。」「e: 試料ではない像(試料室の一部)が表示される。」といった現象があります。これらは「a: 試料が帯電することにより1次電子の照射スピードが減速され、加速電圧が低くなったのと同じ効果で2次電子発生効率高まり明るく(白く)観察される。」「b: 1次電子が減速されるとともに、進路をそらされるために、明るく(白く)歪んで観察される。」「c: 1次電子の走査が1ラインのみ異なる部位を走査するようにそらされたため、ライン状のノイズが観察される。」「d: 1次電子の走査が画面途中から離れた場所を走査するようにそらされたため、観察像が画面の上下で食い違う。」「e: 1次電子が試料に当たることなく跳ね返され、試料室内壁に照射されることで試料室内壁が観察される。」という現象になっています。試料の帯電は簡単に除去することができないため、帯電後は試料の他の部位を観察するしかありません。また同じ加速電圧では帯電を繰り返すため、加速電圧を下げて観察してください。

試料の帯電と1次電子

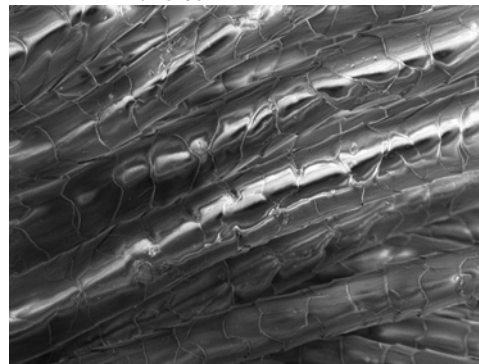


キーエンスのVEシリーズには、帯電を除去する機能が装備されており、簡単に帯電を除去することができます。

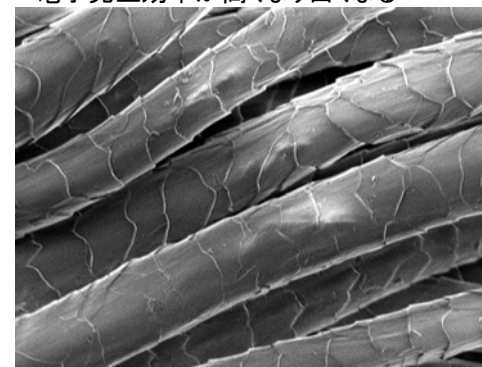
正常な観察像



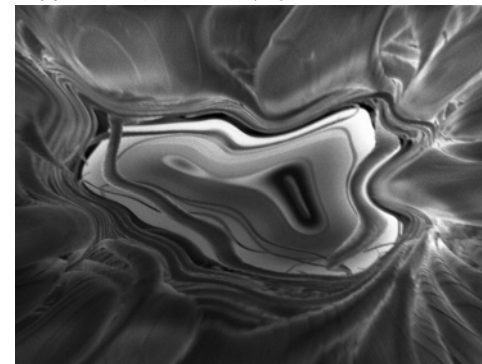
帯電した部位で1次電子の進行方向が曲げられ観察像が歪む



帯電した部位で1次電子が減速され2次電子発生効率が高くなり白くなる

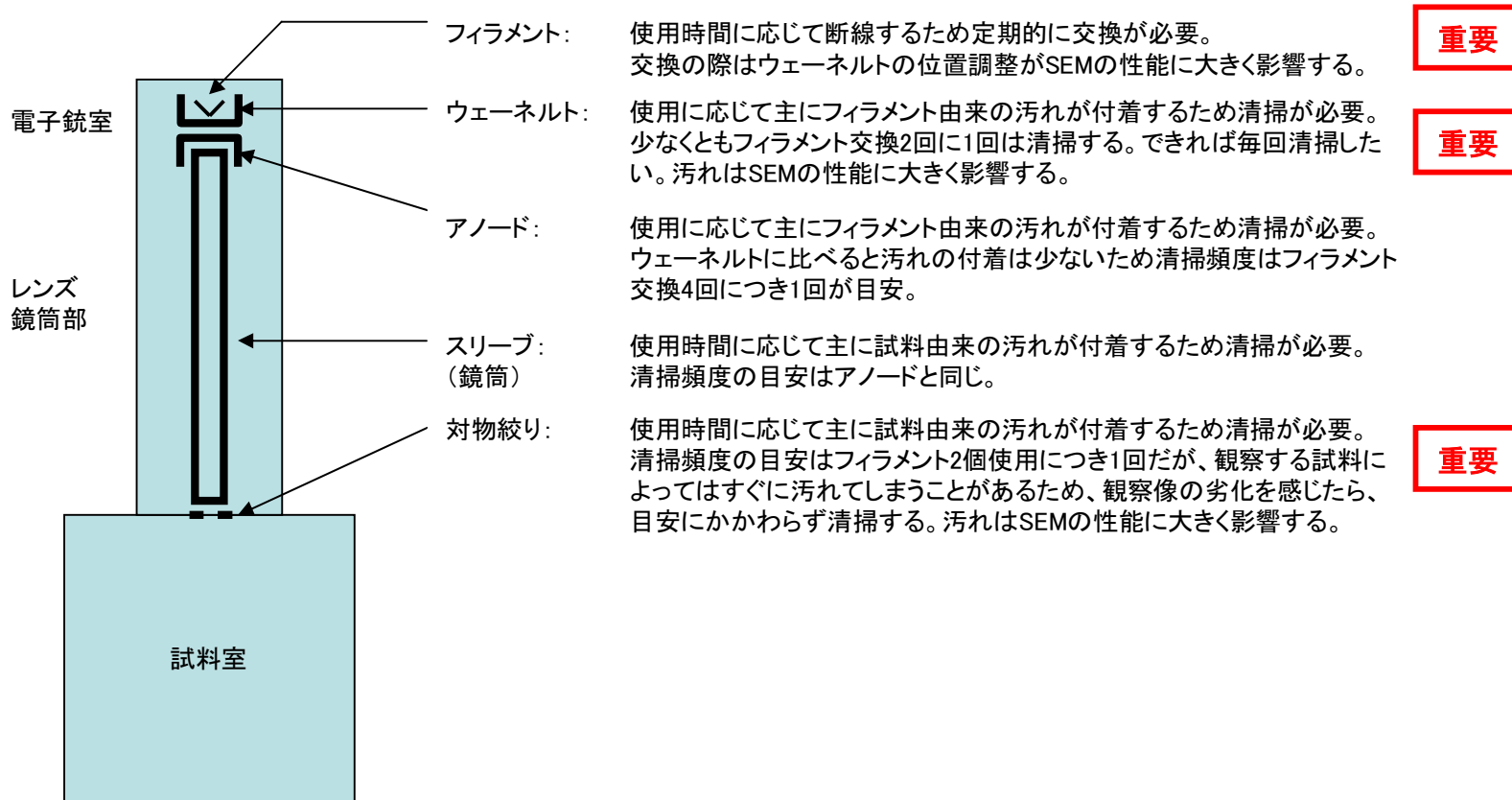


帯電した部位で1次電子が反射され、試料室の天井などが観察される



SEMは通常に使用するだけで、消耗品であるフィラメントの断線だけでなく、試料やフィラメントから発生する汚れが光学系に付着し性能が落ちる装置です。どのような機種でも導入1年目は問題なく使えますが、長期にわたって良い状態を維持するために定期的なメンテナンスが欠かせません。

SEMの電子源であるフィラメントは、白熱電球のフィラメントと同様に使用時間により断線します。交換時には、中心合わせや高さ合わせ、エミッション電流の調整を適切に実施しなければ、性能を発揮しません。電子銃部、鏡筒部に付着した汚れは、それ自身が帯電することで電子銃から鏡筒内部を通過する電子ビームの適切な進行を阻害し、性能を劣化させます。メンテナンスにおいては、このうち電子銃を構成するフィラメントとウェネルトの調整及び清掃、そして試料室と接する対物絞りの清掃の2点が特に重要です。

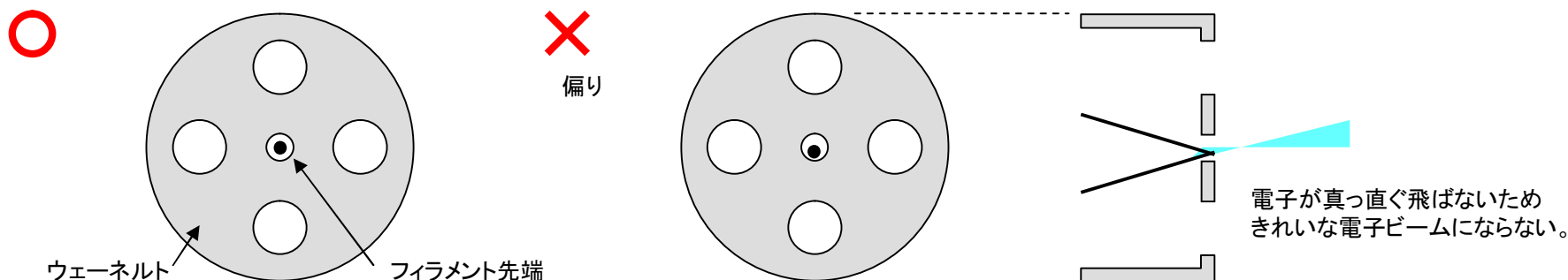


メンテナンス-フィラメント位置調整

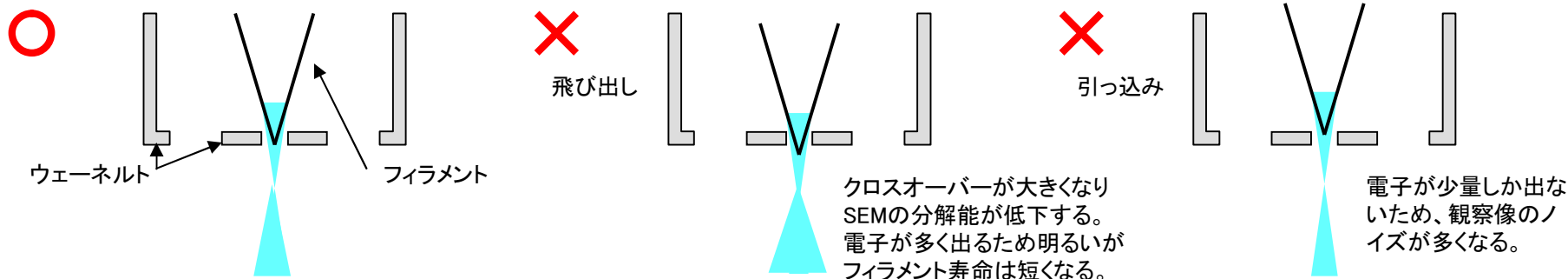
フィラメントの調整には、フィラメントとそれに覆い被さる形で装着するウェーネルトとの位置調整があります。「SEMの仕組みー電子銃」でもご紹介したとおり、ウェーネルトはフィラメントから放出された電子を収束する役割をもつレンズです。レンズの中心に電子が入射するように調整しなければ、性能を発揮しないのは言うまでもありません。調整は水平方向の中心合わせだけでなく、高さ方向の調整も必要です。高さ調整は、SEMの光源サイズとなるクロスオーバーの大きさや電子ビームを構成する電子の量に影響を及ぼすため、中心合わせと同様に重要な調整項目です。フィラメントの位置調整方法はお使いの機種取扱説明書を参照してください。

※キーエンス VEシリーズではフィラメントとウェーネルトが一体になった「アジャストメントフリーフィラメント」を採用しているため、調整作業は一切不要です。

中心合わせ



高さ合わせ

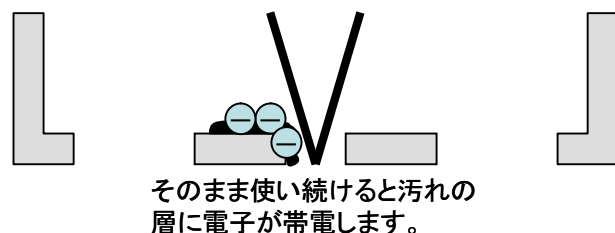
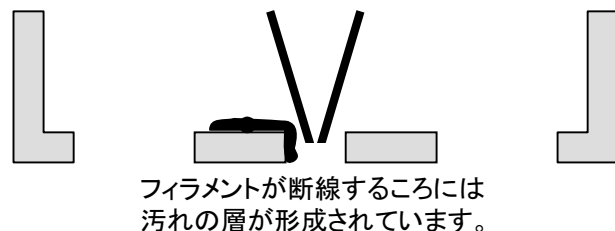
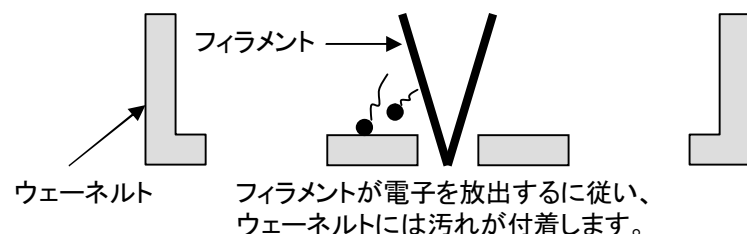


メンテナンス-ウェーネルト清掃

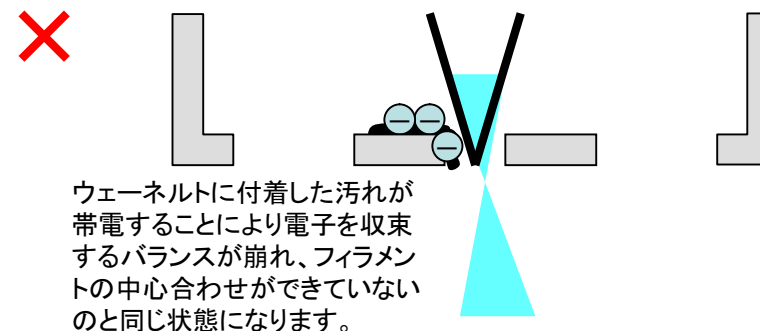
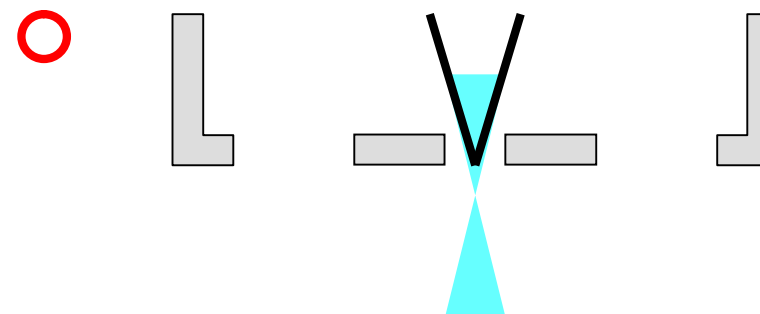
「メンテナンス-フィラメント位置調整」でもご紹介しましたがウェーネルトはレンズの役目を果たします。フィラメントは電子を放出することで徐々に細くなり、最後には断線してしましますが、ウェーネルトにはフィラメントが細るに従って汚れが付着していきます。ウェーネルトが汚れているとその汚れが帯電することで、電子を収束させるバランスが崩れます。結果としてフィラメントとウェーネルトの中心合わせができていないのと同じ状態となり、電子を適切に収束することができず、SEMの性能を大きく低下させます。このようにウェーネルトの清掃は、SEMのメンテナンスでも大変重要な項目ですので、少なくともフィラメント交換2回に1回、できれば交換毎に実施することをお勧めします。フィラメント清掃方法はお使いの機種取扱説明書を参照してください。

※キーエンス VEシリーズでは、フィラメントとウェーネルトが一体となった「アジャストメントフリーフィラメント」を採用しているため、ウェーネルトの清掃作業はありません。

ウェーネルトにはフィラメント由来の汚れが付着



ウェーネルトの汚れが及ぼす影響

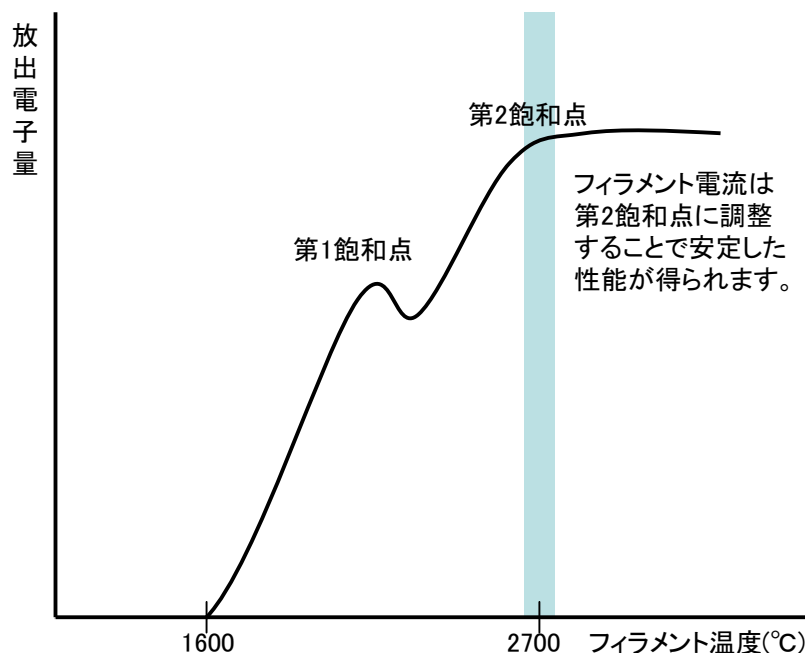


メンテナンス-エミッション電流調整

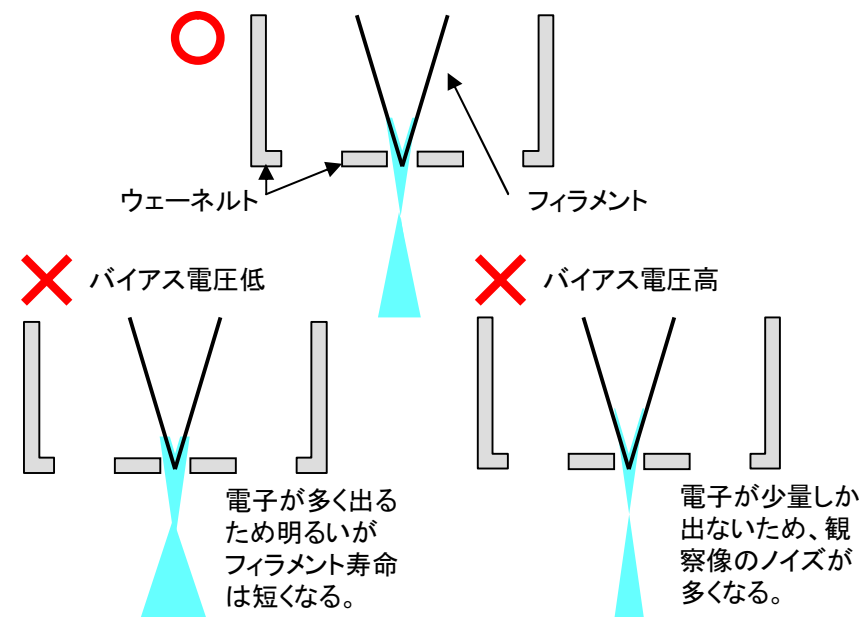
フィラメント交換時にはエミッション電流を調整します。エミッション電流調整には、フィラメント電流の調整とバイアス電圧の調整の2項目があります。フィラメント電流はフィラメントを加熱するための電流です。熱電子銃といわれるとおり、フィラメントは加熱されることで電子を放出し、温度が高くなるほど電子の放出量が増加します。電子の放出量は温度に応じて際限なく増加するのではなく、ある温度以上では電子の放出量が増加しなくなります。これを「飽和点」と呼び、SEMを安定して使用するためにフィラメントがこの温度となるように電流値を調整します。飽和点よりも温度が高すぎるとフィラメント寿命が短くなり、低すぎると観察像に明るさムラを生じるといった問題を生じます。バイアス電圧は、ウェーネルトに印可される負の電圧で、この電圧によりフィラメントから放出された電子はクロスオーバーに収束されます。バイアス電圧が低すぎるとウェーネルトを通過する電子が増え観察像が明るくなりますが、フィラメント寿命は短くなります。逆に高すぎるとウェーネルトを通過する電子が減り、フィラメント寿命は長くなりますが暗い観察像しか得られません。この2つの項目を適切に調整することで安定して良い観察像が得られます。最近の機種では、ほとんど自動調整機能が装備されているため、その機能を使うと良いでしょう。

キーエンスのVEシリーズでは、交換後のエミッション電流調整も完全に自動化されているため、調整不要のフィラメントの交換も含め、どなたでも簡単にフィラメント交換をしていただけます。SEMIに詳しい方の手を煩わせることなく、解析業務の中断も最小限です。

フィラメント電流(加熱温度)と放出電子の関係



バイアス電圧とエミッション電流



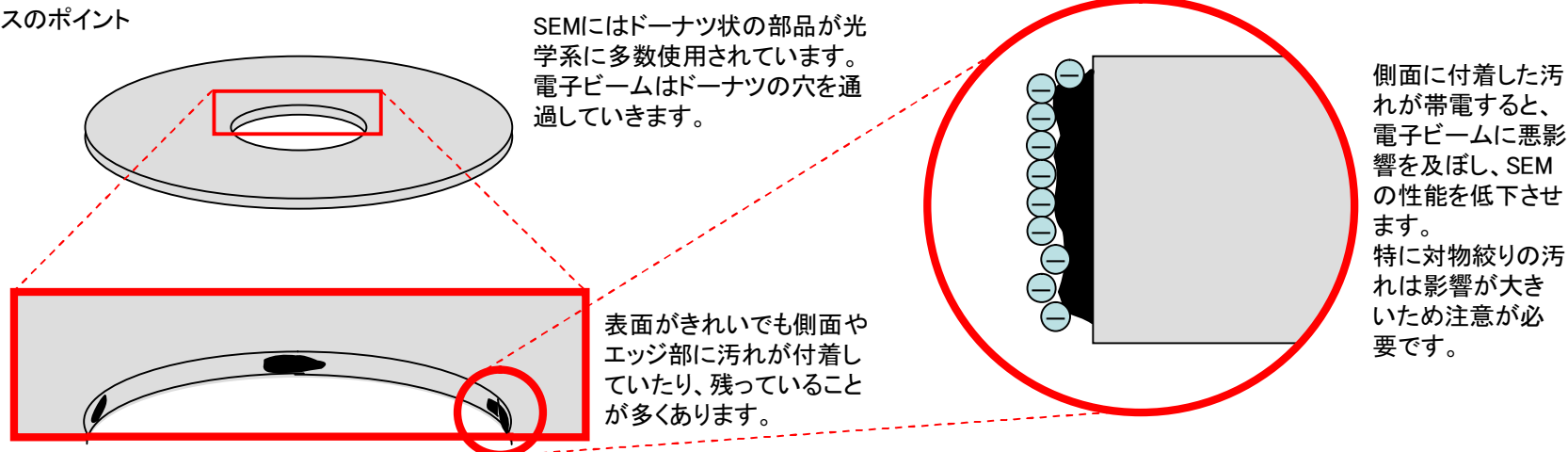
メンテナンス-アノード/鏡筒/対物絞り

- アノード:** ウェーネルトで収束された電子ビームを設定された加速電圧に加速する役割を担っています。アノードに汚れが付着していると、電子ビームを均等に加速することができず、適切な電子ビームをレンズに送ることができません。アノードには、主にフィラメントから発生する汚れが付着します。従ってアノードも定期的な清掃が必要です。
- 鏡筒内部:** ここでの鏡筒内部とは、レンズ内部の電子ビームが通る経路を指しています。アノードと同様に電子ビームが通る経路に汚れが付着すると、適切に収束された一次電子を試料に照射することができません。鏡筒内部には、主に試料から発生する汚れが付着します。従って鏡筒内部の定期的な清掃も、SEMのメンテナンスには欠かせません。アノード、鏡筒内部ともフィラメント交換4回に1回を目安に研磨・洗浄を実施すると良いでしょう。
- 対物絞り:** アノード、鏡筒内部に比べ、その汚れが最も性能に影響を及ぼします。わずかな汚れでも性能に大きく影響を及ぼすため、洗浄だけではなく焼きだし作業も実施します。対物絞りはSEMの光学系の中では最も試料室に近いところに位置するため、試料から発生する汚れが付着しやすくなります。よってメンテナンス頻度の目安はフィラメント交換2回に1回と高くなります。汚れが観察像に与える影響が大きいため、回数にこだわらず参照用の観察像と比較するなどして、像に劣化が見られる時にはすぐに交換すると良いでしょう。

※各 부품のメンテナンスについては、お使いの機種取扱説明書を参照してください。

※キーエンスのVEシリーズでは、メンテナンスが必要なアノードやスリーブ(鏡筒内部の通過経路)、対物絞りを機構部の工夫とコストを抑えることで、交換が簡単なカセット式の交換部品にしています。交換後の調整も完全自動化されているため、どなたにでも簡単にメンテナンスが可能です。フィラメントの消費に合わせた定期的交換や、観察像の劣化に応じた交換といった運用も自在で、突発的な汚れによる不具合でもメーカーのメンテナンスを待つことなく最小のダウンタイムでご使用いただけます。

メンテナンスのポイント



試料前処理-導電コート

試料の導電処理装置には様々な種類があり、以前は真空蒸着装置が多く使われていました。真空蒸着装置は取り扱いが面倒なため、最近ではイオンコーターが一般的です。取り扱いや粒子の回り込みに優れるイオンコーターには粒子が大きいというデメリットがありますが、汎用SEMで観察する程度の倍率では問題ありません。なお材料にPtやPt-Pdを選択することでより粒子の細かい膜を得ることができます。元素分析の際には、導電コートのスペクトルが分析の支障にならないようにカーボンコーターを利用します。

導電処理装置一覧表

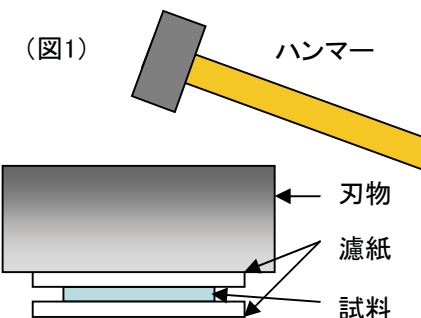
装置名	原理	形成できる膜 (材料)	粒子の 大きさ	試料側面のコート (粒子の回り込み)	特徴
真空蒸着装置	高真空中で金属を加熱蒸発させて試料表面に金属被膜を形成する。	Au, Au-Pd, Pt, Pt-Pd, Mo, Ta, W, Cr, Cなど	小	悪い	粒子が小さいので高分解能SEM向き。 豊富な材料がコーティングできる。 回り込み悪く試料の傾斜・回転が必要。
イオンビーム スパッタリング装置	高真空中でイオンビームにより金属ターゲットから金属粒子をはじき出し試料表面に金属被膜を形成する。	Pt, Mo, Ta, W, Crなど	極小	悪い	粒子が非常に小さいが、高価なため 特殊な目的向き。 回り込み悪く試料の傾斜・回転が必要。
イオンコーター	低真空中で高電圧の印可によりグロー放電を発生させ、そのプラズマのプラスイオンが金属ターゲット金属粒子をはじき出し試料表面に金属皮膜を形成する。平板電極型とマグネトロン型があり、後者は試料ダメージが少ない点で優れる。	Au, Au-Pd, Pt, Pt-Pd	中～大	良い	取り扱いが容易で、回り込みも良く 均一なコーティングが簡単。 粒子が大きいので汎用SEM向き。
プラズマCVD装置 (オスミウムコーター)	四酸化オスミウムのガス雰囲気中でプラズマ放電することでオスミウムイオンが試料表面に衝突し金属オスミウム膜を形成する。	Os	小	大変良い	粒子が小さく、回り込みも良い。 専用のガスの取り扱いがあり煩雑。
カーボンコーター	高真空中でカーボンに大電流を流して蒸発させ試料表面にカーボン膜を形成する。カーボンコートは真空蒸着装置でも可能。	C	小	良い	元素分析専用。 シャープペンシルの芯を利用する機種 では成形剤の焼きだし機能も備えてお り簡単。

試料の断面作成には大きく分けて「切断」「割断」「研磨」という3つの方法があります。各種方法を知った上で、試料や欲しい断面に応じて使い分けることでより良い断面が得られます。

切断

最も手軽な方法で、柔らかい試料が対象です。柔らかい試料を刃物でそのまま切断すると、断面が押しつぶされた形状になります。切断したい試料を濾紙などでサンドイッチにして、濾紙に押し当てた刃物の背中をハンマーでたたき、一気に切断すると比較的良好な切断面が得られます。(図1)

またマイクローム/ウルトラマイクロームで試料を極薄くスライスし断面を得ることができます。



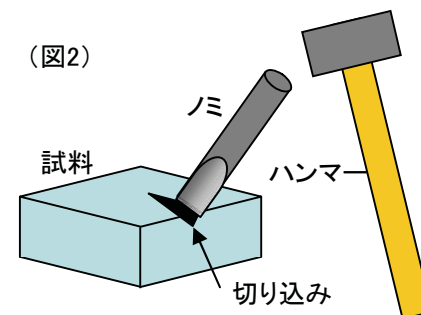
割断

これも手軽な方法で、通常は固い試料が対象ですが、試料の厚みにより方法が異なります。

厚みのある試料の場合は、観察部位近傍に切り込みを入れ、そこにノミ等を当てがいハンマーで叩いて割断します。

(図2)

薄い試料の場合は、試料裏面にけがき傷（ノッチ）を入れ、そこに細い棒や針をあてがい試料両端に力を加えることで割断します。(図3)



柔らかい試料も液体窒素で冷却し固くすることで割断することが可能です。シャーレなど開口部が広く浅い容器で液体窒素に浸した試料の両端をラジオペンチでつかんで割断するとナイフマークのない良好な断面が得られます。厚みのある試料も、充分冷却すればノミとハンマーで叩き割ることができます。

へき開性のある結晶をへき開面に沿って割断することをへき開と呼びます。

へき開面のように割断面が非常にきれい（鏡面）な場合は、そのままではSEMで目的の構造を観察できないことがあります。このような場合は割断面にエッチング処理を施し、目的の構造を見やすくしてから観察します。

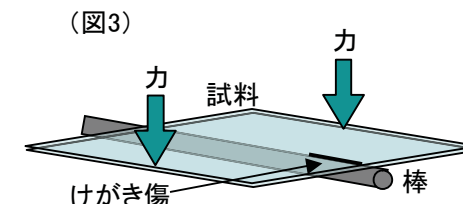
研磨

主に金属や鉱物を対象とした一般的な方法です。小さな試料や柔らかい試料も樹脂埋めすることで研磨により断面を作成することができます。

研磨面は鏡面となるため、エッチングにより目的の構造を見やすくしてから観察します。

また試料表面には研磨剤が残留していることが多いため、SEM観察前に充分洗浄する必要があります。

半導体などで狙った微小領域のきれいな断面を得る装置としては、FIB（集束イオンビーム）装置があります。



補足：膜の断面作成

へき開性のある基材の上に膜を形成し、基材をへき開することで良好な膜断面が得られます。

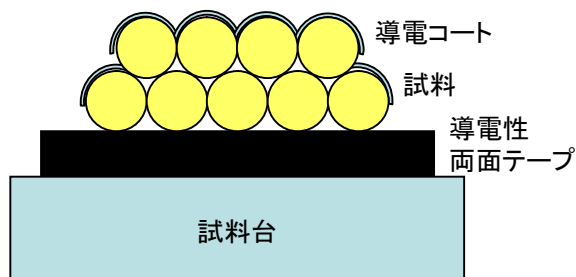
また膜が硬質の場合は、柔らかい金属の上に膜を形成し、金属を折り曲げることで膜断面が得られます。

試料前処理-粉体の固定

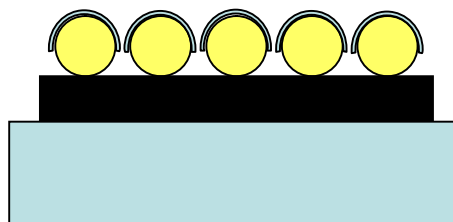
粉体の観察においては、試料の導通※とSEM内での飛散防止に留意する必要があります。粉体は球状であることが多いので、普通に散布した状態では導電コートが試料下面に充分回り込まないことがあります。このため導電コートしたにもかかわらず試料の導通がとれず観察時に帯電現象が見られる場合があります。また試料の固定が不十分な場合はSEM試料室内で飛散することがあります。飛散した試料が電子ビームの経路に付着するとSEMの性能劣化を引き起こしますので注意が必要です。

※帯電を防止する低加速電圧観察や低真空観察で粉体を観察する際には、試料の導通に留意する必要はありません。

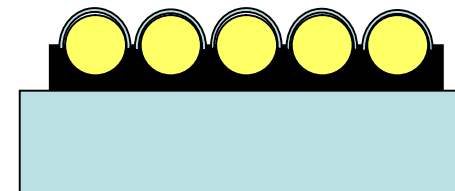
×：試料が重なり合い上段の試料の導通がとれず固定も不十分



△：試料下面に導電コートが回り込まない恐れあり

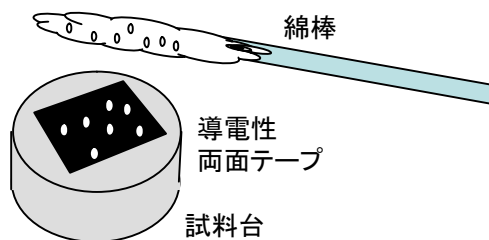


○：導電コートも固定も問題なし



試料作成手順

手順A



試料を綿棒に少量取り、空中で軽く叩くと適度に分散しながら落下しますので、導電性両面テープを貼り付けた試料台で受け止めます。

手順B



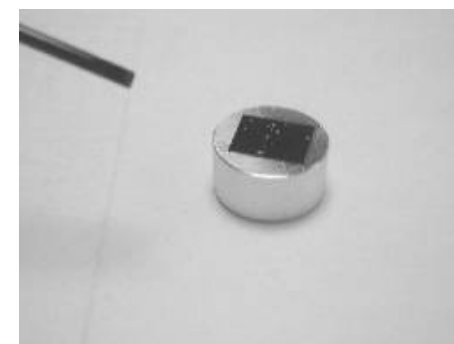
試料を小袋に少量取ります。



手でもむなどして袋内で分散させます。



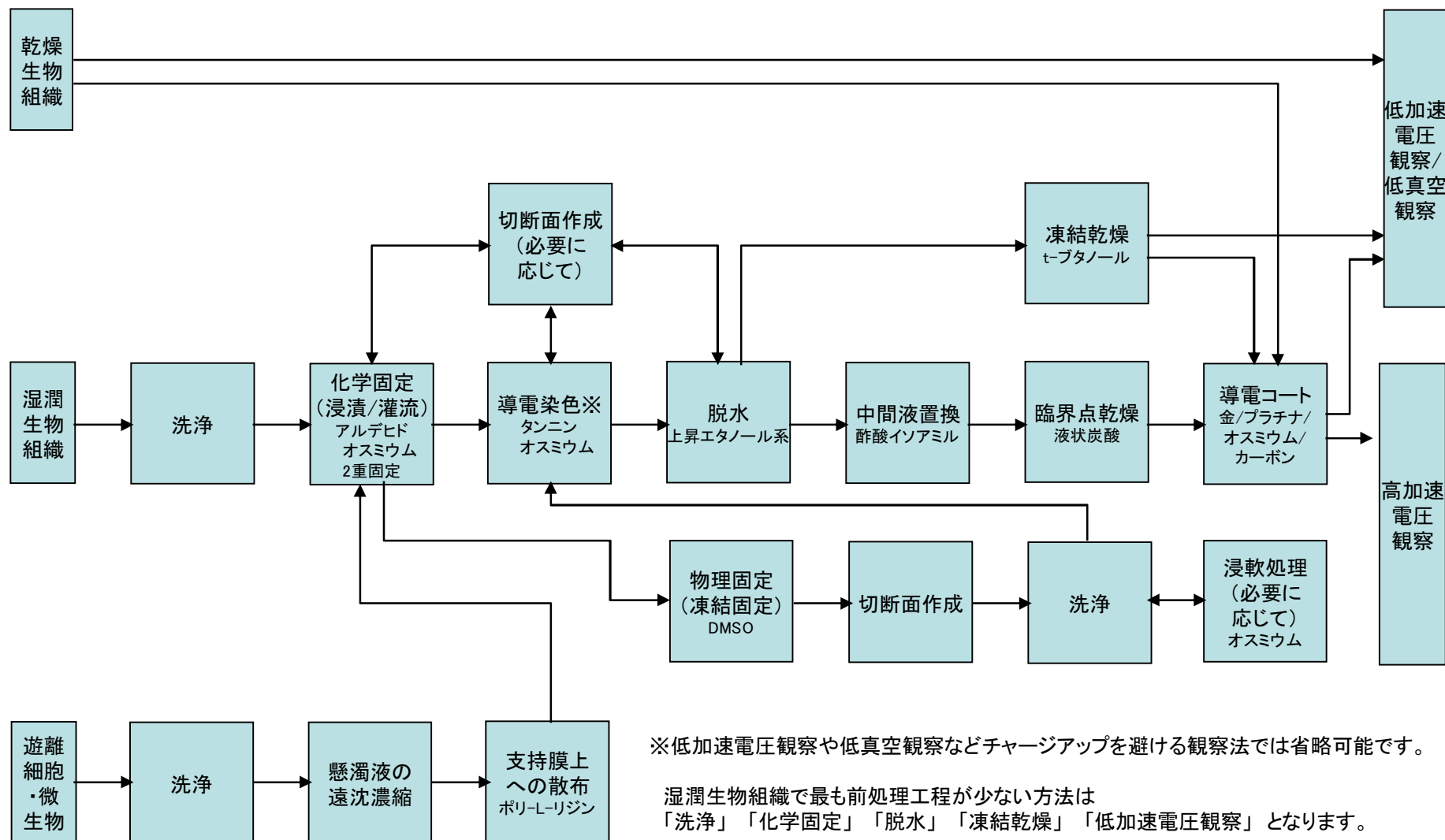
袋に極薄く付着した試料を試料台に取ります。



エアブロープレーで固定の弱い試料を吹き飛ばします。力を加えても問題ない試料であれば、ゴミなどの付着に気をつけて上から押さえます。

試料前処理-生物試料

医学・生物学分野でもSEMは多く活用されていますが、生物の組織や細胞をSEMで観察するためには、観察の目的に合わせた適当な前処理を施す必要があります。ここでは生物試料の前処理の流れをご紹介します。



SEM観察トラブルシューティング概要

ここからはSEM観察時によく見られるトラブルについて、その解決のヒントをご紹介します。

観察像が表示されない

観察像が表示されないケースでは、操作ミス、調整不良、故障という順番に原因を探ると良いでしょう。

- a. [試料に電子が照射されていない](#)
- b. [コントラスト/明るさが正しく調整されていない](#)
- c. [ピントが大きくはずれている](#)
- d. [光軸が正しく調整されていない](#)
- e. [フィラメントエミッション電流が正しく調整されていない](#)
- f. [フィラメント中心/高さが正しく調整されていない](#)

ピントが合わない/甘い

ピントの調整は、照射している電子ビームの径を試料表面で最も小さくなるようにする調整です。電子ビームを、小さくきれいな円形に調整できれば、鮮明な観察像を得られます。反対にビーム径を小さく絞れない/きれいな円形にできないと、ぼやけた観察像しかしか得られません。観察像は照射している電子ビームの大きさや形に依存しています。

- a. [非点収差が正しく調整されていない](#)
- b. [スポット径の設定が大きすぎる](#)
- c. [観察距離が遠すぎる](#)
- d. [加速電圧の設定が適切ではない](#)
- e. [電子ビームの経路が汚れている](#)

観察像がざらつく/ノイズが多い

SEM観察で、観察像にノイズが目立ち、ざらついた像になる原因の大半は、試料から放出される2次電子や反射電子といった観察信号が少なくなることによって起きます。どのような状態になると観察信号が少なくなるのか、どのようにすると改善できるのかを知っておくと便利です。

- a. [コントラスト/明るさが正しく調整されていない](#)
- b. [光軸が正しく調整されていない](#)
- c. [加速電圧の設定が低すぎる](#)
- d. [スポット径の設定が小さすぎる](#)
- e. [試料の傾斜が適切ではない](#)
- f. [観察距離の設定が適切ではない](#)
- g. [フィラメントエミッション電流が正しく調整されていない](#)
- h. [フィラメント中心/高さが正しく調整されていない](#)

ピントの合う範囲が狭い

SEMでは観察の設定によってピントの合う範囲を深くすることができます。一方、ピントの合う範囲を深くすると解像度は悪くなるため、観察時に必要に応じて使い分けると良いでしょう。

- a. [試料を傾けすぎている](#)
- b. [非点収差が正しく調整されていない](#)
- c. [観察距離が近すぎる](#)
- d. [加速電圧の設定が低すぎる](#)

観察像が表示されない - a. 試料に電子が照射されていない

SEMは観察に必要なときだけ電子ビームを照射します。
一般的なSEMは、電子の照射を手動でON/OFFするようになっています。
またSEMには通常、電子ビームが照射されているかどうか示す表示が備わっています。

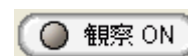
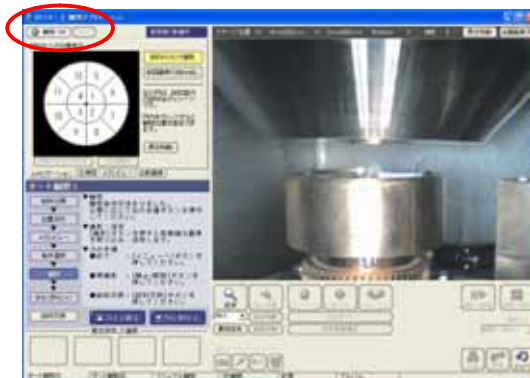
解決策

ご使用になっているSEMの取扱説明書をご覧になり、照射のON/OFFボタンや表示の位置を確認し、電子ビームが確実に照射されていることをご確認ください。

※キーエンス VEシリーズをご使用のお客様

操作画面左上の「観察ON」ボタンをご確認ください。
ボタン左側の赤い丸が点灯していれば電子ビームが照射されている状態です。
点灯していない場合は、このボタンを押すことで照射できます。

[観察ON]ボタン



電子ビームは照射されていません。



電子ビームは照射されています。

観察像が表示されない - b. コントラスト/明るさが正しく調整されていない

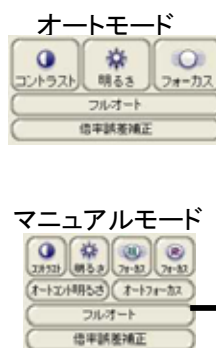
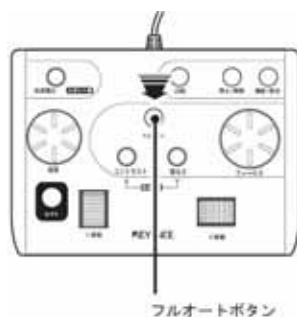
コントラストや明るさが適切に調整されていなければ、画面が真っ白や真っ黒になります。
SEMは加速電圧を変えると2次電子や反射電子など、観察に利用する信号の発生量が大きく変わります。
このためコントラストや明るさが大きく狂い、真っ白や真っ黒な画像になる場合があります。
また試料の傾きによっても信号の発生量が変わるため、同様の現象になる場合があります。

解決策

ご使用になっているSEMの取扱説明書に従ってコントラスト、明るさを調整してください。
コントラスト、明るさの自動調整機能が装備されている機種では、それを利用すると良いでしょう。

※キーエンス VEシリーズをご使用のお客様

コンソールの「フルオート」ボタンか操作画面上の「フルオート」ボタンを押してください。



「フルオート」ボタン
※マニュアルモードでは「オートコントラスト」ボタンを
押していただいてもかまいません。

観察像が表示されない - c. ピントが大きくはずれている

SEMはピントが大きくはずれていても真っ白や真っ暗な観察像になります。
コントラストや明るさの調整で解決されない場合は、続いてピントを確認すると良いでしょう。

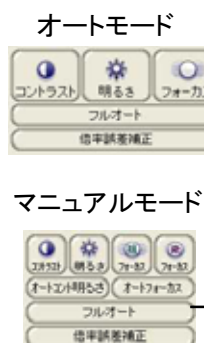
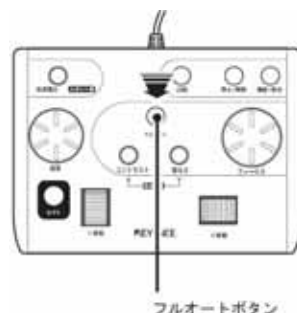
解決策

1. ご使用になっているSEMの取扱説明書に従って観察倍率を最も低くします。
2. コントラスト、明るさを調整可能範囲のちょうど真ん中あたりに設定します。
3. 試料ステージのZ軸(高さ)調整ダイヤル(つまみ)の値を読みます。
4. 画面に表示されるWD(観察距離)がZ軸調整ダイヤルの値と同じ値になるようにピントを調整します。
試料の高さが、お使いになっているSEMの基準高さより高い場合や低い場合には、ピント調整でその差を加減してください。
例) Z軸調整ダイヤルの値が15mmで、試料が基準高さより3mm高くなっている場合は、ピント調整を12mmにする。

ピントが大きくはずれているため観察像が得られない場合は、上記の手順で像を得ることができます。
ピント、コントラスト、明るさを全て自動調整する機能が装備されている機種では、それを利用すると良いでしょう。

※キーエンス VEシリーズをご使用のお客様

コンソールの「フルオート」ボタンか操作画面上の「フルオート」ボタンを押してください。



フルオートボタン
※マニュアルモードでは「オートコント明るさ」ボタンを押していただいてもかまいません。

観察像が表示されない - d. 光軸が正しく調整されていない

SEMは多くの光学機器と同様に光軸調整が必要な機器です。

光軸がずれているために試料に電子が照射されず観察像が表示されないということが考えられます。

フィラメントを交換した場合などは、フィラメントの位置やフィラメントから発生する電子の状態が微妙に変化するため、レンズに入る電子ビームの状態も変わります。これにより光軸がずれ、観察に必要な電子を試料に照射できなくなることがあります。

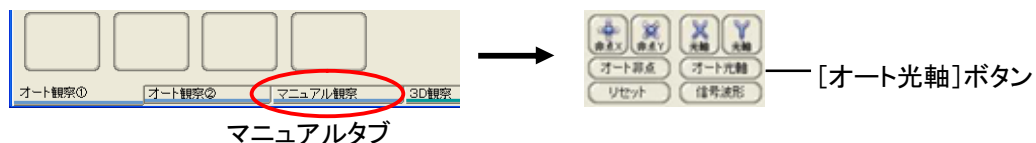
また光軸は加速電圧ごとに最適な調整値が異なります。ある加速電圧で最良の状態に調整されていても、他の加速電圧では再度調整が必要です。加速電圧を変えたところ観察像が表示されなくなった場合には、その加速電圧で光軸が調整されていないということも考えられます。

解決策

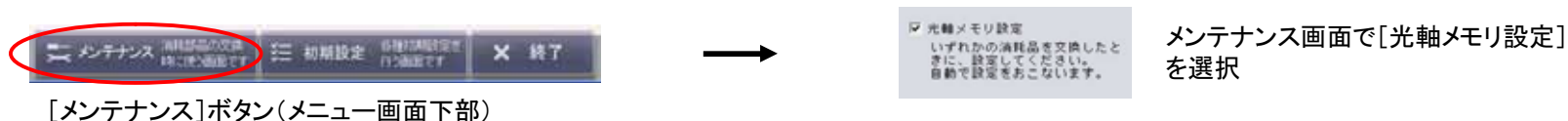
ご使用になっているSEMの取扱説明書に従って光軸を調整してください。
光軸の自動調整機能が装備されている機種では、それを利用すると良いでしょう。

※キーエンス VEシリーズをご使用のお客様

操作画面のマニュアルタブをクリックし、画面上の「オート光軸」ボタンを押してください。



メンテナンスモードで自動調整をしていただくと、全ての加速電圧で光軸を自動調整し、その調整値を記憶するので大変便利です。まずは消耗品を交換せずに再調整をおこない、メンテナンス後も良好な観察像が得られない場合は、消耗品を交換してください。



観察像が表示されない - e. フィラメントエミッション電流が正しく調整されていない

エミッション電流とは、フィラメントから放出される電子の総量です。エミッション電流調整には、フィラメント電流の調整とバイアス電圧の調整があります。

[フィラメント電流]

フィラメント電流はフィラメントを加熱させる電流です。フィラメントは加熱されることで電子を放出します。このため熱電子銃と呼ばれています。フィラメントは、温度が高くなるほど電子の放出量が増加しますが、ある温度以上では放出量が増加しなくなります。これを飽和点と呼びます。飽和点を超過して温度を上げても放出される電子は増えないため、観察には寄与することはない、逆に早く焼き切れるというデメリットがあります。従ってフィラメント電流は、フィラメント温度が飽和点になるように調整します。一方、フィラメント電流が小さく、フィラメント温度が低い場合には、放出される電子が少なくなるため、観察像が暗くなる/表示されないといった現象になります。

[バイアス電圧]

バイアス電圧は、フィラメントとウェーネルト（電子銃を構成する部品でフィラメントから放出された電子を収束するレンズの役割を負う）との電位差です。ウェーネルトに強い負の電位がかかっている場合は、電子はウェーネルトから外に飛び出すことができません。逆に、負の電位が弱すぎると、電子の飛び出す量は増えるものの、電子を収束させる役割を果たさないため、観察に必要な細い電子ビームを作れません。従って、バイアス電圧は電子の飛び出し量と収束する力をバランス良く調整します。

フィラメント電流が低すぎる、もしくはバイアス電圧が高すぎる、あるいはその両方で、照射する電子ビームが少なくなり、観察像が得られなくなる場合があります。

解決策

ご使用になっているSEMの取扱説明書に従ってエミッション電流を調整してください。
エミッション電流の自動調整機能が装備されている機種では、それを利用すると良いでしょう。
ご使用になっているSEMによっては、「フィラメント電流」「フィラメント加熱」という項目になっていることがあります。

※キーエンス VEシリーズをご使用のお客様

メンテナンス画面で「エミッション電流の設定」のみ自動で実施してください。



[メンテナンス]ボタン(メニュー画面下部)



メンテナンス画面で[エミッション電流設定]の[自動]を選択

観察像が表示されない - f. フィラメント中心/高さが正しく調整されていない

中心合わせ/高さ調整とは、フィラメントとウェーネルト(電子銃を構成する部品でフィラメントから放出された電子を収束するレンズの役割を負う)の調整を指します。

[中心合わせ]

中心合わせは、フィラメント先端とウェーネルト中心との位置合わせです。

ウェーネルトはフィラメントから放出された電子を収束させる役割を負うため、フィラメント先端とウェーネルトの中心が一致していないと、適切な位置で電子が収束しません。ある程度のズレについては、SEMの光軸調整(ガンアライメント)で補正できますが、補正範囲を超えるズレがある場合には、観察像が表示されない/暗い/ピントが甘い/倍率が上がらないといった現象になります。

[高さ調整]

高さ調整は、フィラメント先端とウェーネルト放出面との高さ調整です。

フィラメントが基準よりも高い(ウェーネルトから突出する方向)場合は、電子の放出量が増え、観察像は明るくなります。

(※フィラメント寿命は短くなります。)

フィラメントが基準よりも低い(ウェーネルトから引っ込んでいる方向)場合は、電子の放出量が減り、観察像が暗くなります。

フィラメントの中心がずれている、フィラメントが低すぎる場合に、観察像が得られなくなる場合があります。

解決策

ご使用になっているSEMの取扱説明書に従ってフィラメントの位置を調整してください。

また調整前にウェーネルトを充分清掃してください。

プリセンタードフィラメントが用意されている機種では、そちらを購入することで調整工数が一部削減できます。

ただしプリセンタードフィラメントは中心合わせのみ不要となるだけで、高さを調整する必要があります。

※キーエンス VEシリーズをご使用のお客様

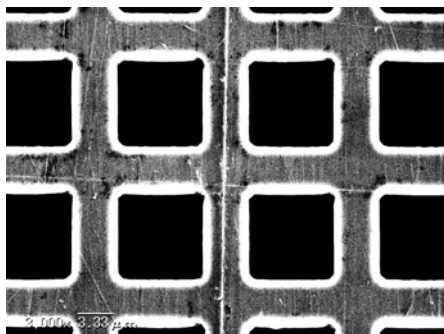
この項目は該当しません。

VEシリーズは中心合わせ・高さとも適切に調整されたカートリッジ式フィラメントとなっているため、調整/清掃は一切不要です。

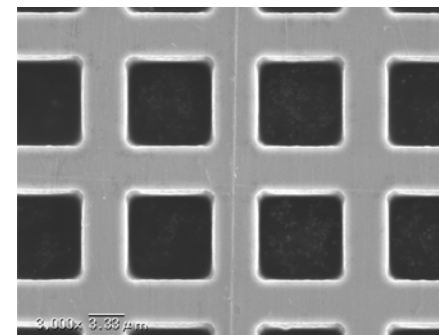
観察像がざらつく/ノイズが多い - a. コントラスト/明るさが正しく調整されていない

コントラストは観察像の明るい部分と暗い部分の対比を強めたり弱めたりする調整です。
コントラストの調整が高すぎると、観察像内の明るさ変化が大きく強調されるため、ざらさらした画像になります。

コントラスト/明るさ
調整不良



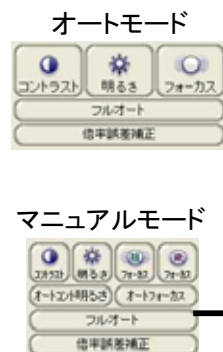
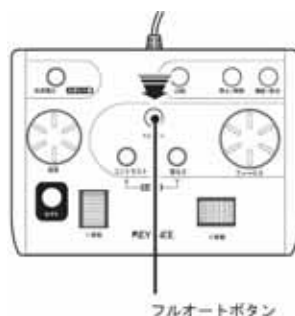
コントラスト/明るさ
自動調整



解決策

ご使用になっているSEMの取扱説明書に従ってコントラストを低くしてください。
観察像が暗くなりすぎる場合は、明るさを調整し明るくしてください。
コントラスト、明るさの自動調整機能が装備されている機種では、それを利用すると良いでしょう。

※キーエンス VEシリーズをご使用のお客様
コンソールの「フルオート」ボタンか操作画面上の「フルオート」ボタンを押してください。



「フルオート」ボタン
※マニュアルモードでは「オートコント明るさ」ボタンを
押していただいてもかまいません。

観察像がざらつく/ノイズが多い - b. 光軸が正しく調整されていない

SEMIは多くの光学機器と同様に光軸調整が必要な機器です。

光軸がずれていると試料に十分な電子が照射されず、観察に利用する信号も少ししか得られません。

得られる信号が弱い場合は、観察像が暗くなるため、コントラストや明るさで強調して観察しますが、この際に信号に含まれるノイズも増幅されるため、ノイズが目立つざらついた観察像になります。

フィラメントを交換した場合などは、フィラメントの位置やフィラメントから発生する電子の状態が微妙に変化するため、レンズに入る電子ビームの状態も変わります。これにより光軸がずれ、観察に十分な電子を試料に照射できなくなります。

また光軸は加速電圧ごとに最適な調整値が異なります。ある加速電圧で最良の状態に調整されていても、他の加速電圧では再度調整が必要です。加速電圧を変えたところ観察像が表示されなくなった場合には、その加速電圧で光軸が調整されていないということも考えられます。

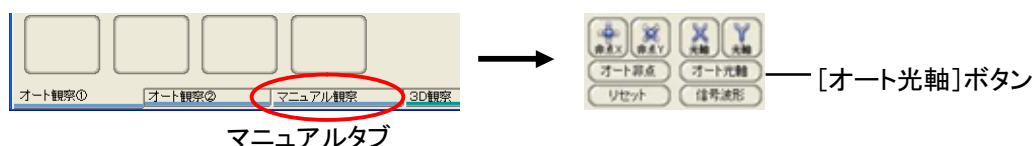
解決策

ご使用になっているSEMの取扱説明書に従って光軸を調整してください。

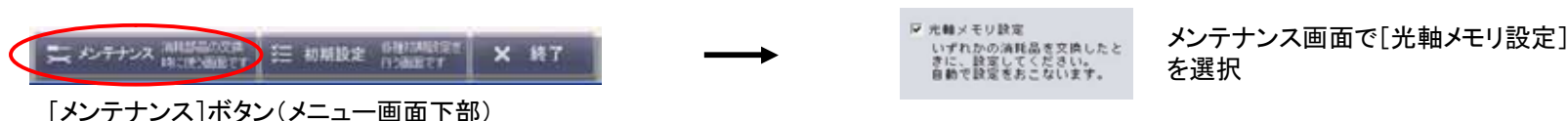
光軸の自動調整機能が装備されている機種では、それを利用すると良いでしょう。

※キーエンス VEシリーズをご使用のお客様

操作画面のマニュアルタブをクリックし、画面上の「オート光軸」ボタンを押してください。



メンテナンスモードで自動調整をしていただくと、全ての加速電圧で光軸を自動調整し、その調整値を記憶するので大変便利です。まずは消耗品を交換せずに再調整をおこない、メンテナンス後も良好な観察像が得られない場合は、消耗品を交換してください。



観察像がざらつく/ノイズが多い – c. 加速電圧の設定が低すぎる

SEMで観察に利用する信号は、照射する電子の加速電圧によって発生量が変わります。

[2次電子の場合]

SEM観察で一般的に使用する2次電子は、多くの試料において1kV～2kVで発生量が最も多くなります。これよりも低い加速電圧では、2次電子の発生が急激に少なくなります。その結果、得られる信号が弱くなり、観察像が暗くなるため、コントラストや明るさで強調して観察しますが、この際に信号に含まれるノイズも増幅されるため、ノイズが目立つざらついた観察像になります。

[反射電子の場合]

反射電子は、加速電圧が高くなるほど発生量が多くなります。反射電子で観察する際には、加速電圧を10kV以上に設定するのが一般的です。これより低い加速電圧では、反射電子の発生量が少ないため、2次電子の発生量が少ない場合と同様にノイズが目立つざらついた観察像になります。

解決策

ご使用になっているSEMの取扱説明書に従って、加速電圧を調整してください。

[非導電性試料の2次電子観察]

まず加速電圧1kVで観察像を確認し、その後、チャージアップに注意しながら0.1kVステップで上げていくと良いでしょう。

(※加速電圧が高いほど、高倍率で観察することが容易になります。)

チャージアップする直前の加速電圧で観察するのが最も望ましいですが、一旦チャージアップすると観察できなくなるのであらかじめ試料の他の部分でチャージアップする加速電圧を確認し、その後、目的の観察ポイントを観察すると良いでしょう。

[導電性試料の2次電子観察]

まず加速電圧1kVで観察像を確認し、その後、試料の見え方を確認しながら1kVステップで上げていくと良いでしょう。

[反射電子観察]

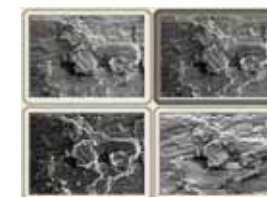
加速電圧を20kV程度に設定し観察すると良いでしょう。

※キーエンス VEシリーズをご使用のお客様

オートモードのeプレビュー機能で最適な加速電圧の設定が簡単に可能です。
非導電体を選択すると、チャージアップしない最適な加速電圧が設定できます。
導電体を選択すると、試料の特徴がよくわかる最適な加速電圧が設定できます。
また非導電対観察時にマニュアルで加速電圧を設定する際に、チャージアップさせてしまっても、除電機能でチャージを取り除くことができます。

eプレビューなら材質を選んで自動撮影される観察像から選ぶだけで最適な加速電圧が設定できます。

▼試料の材質を選んでください。
○ 導性(導電性)の試料
○ 絶縁性(非導電性)の試料
(または半導体)



3Dリアルサーフェスビュー顕微鏡

観察像がざらつく/ノイズが多い - d. スポット径の設定が小さすぎる

SEMは観察に使用する電子ビームのスポット径を調整する機能があります。

一般的に、高倍率で観察する際にはスポット径を小さく、低真空観察や元素分析ではスポット径を大きくします。

スポット径を小さく調整する場合は、SEMの鏡筒内に設置された絞りにより電子ビームの周辺部を遮ることで電子ビーム径を細くします。従って、スポット径を小さくすると試料に照射される電子の量が少なくなるため、発生する2次電子や反射電子の量も少なくなります。その結果、得られる信号が弱くなり、観察像が暗くなるため、コントラストや明るさで強調して観察しますが、この際に信号に含まれるノイズも増幅されるため、ノイズが目立つざらついた観察像になります。

解決策

ご使用になっているSEMの取扱説明書に従って、スポット径を大きくしてください。

スポット径を大きくしすぎると鮮明な観察像を得られないため、大きくするのは取扱説明書に記載されている標準径に留めるのが良いでしょう。(※低真空観察や元素分析では、推奨のスポット径が大きく設定されています。)

スポット径を標準にしても画質が改善されない場合は、それよりスポット径を大きくするのではなく、他の対策を試す方が良いでしょう。

※キーエンス VEシリーズをご使用のお客様

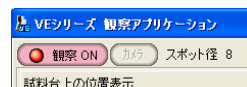
高真空観察ではスポット径を8に、低真空観察ではスポット径を10～12に設定してください。

オートモードの場合は、コンソールのシフトボタンを押すとマルチウインドウ上部にスポット径が表示されます。

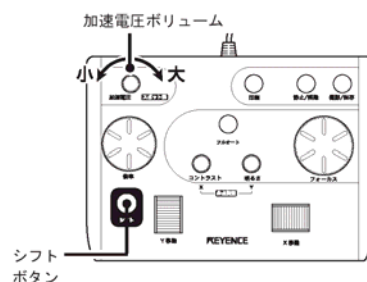
シフトボタンを押したまま、加速電圧ボリュームを回すとスポット径を変更できます。また[さらにきれいに]をクリックしていただくと、操作画面上にスポット径のメニューが表れます。

マニュアルモードでは、上記方法以外に操作画面から直接変更していただけます。

オートモード
スポット径表示



コンソールでの操作



オートモード
[さらにきれいに]
スポット径表示



マニュアルモード
スポット径表示



観察像がざらつく/ノイズが多い – e. 試料の傾斜が適切ではない

SEMで観察に利用する信号は、試料の傾きによって、発生量や検出器で捉える検出量が変わります。

[2次電子の場合]

SEM観察で一般的に使用する2次電子は、試料が傾斜するほど発生量が多くなります。表面が粗い試料は、細かな傾斜の集合となるため、2次電子の発生量が多く、良好な観察像が得られます。逆にフィルムやガラスなど、表面が平滑な試料では2次電子の発生量が少なくなります。その結果、得られる信号が弱くなり、観察像が暗くなるため、コントラストや明るさで強調して観察しますが、この際に信号に含まれるノイズも増幅されるため、ノイズが目立つざらついた観察像になります。

[反射電子の場合]

反射電子の発生量も2次電子と同じく試料を傾けた方が多くなりますが、検出器で捉えられる量は試料が水平な方が多くなります。この違いは、反射電子と2次電子で検出器の位置と捉え方が異なるためです。2次電子の検出器は、試料室の側壁に位置し、試料から発生した2次電子を正の電荷で吸い寄せて検出します。反射電子はエネルギーが強いため検出器に正の電荷をかけても吸い寄せることができません。そのため反射電子の検出器は、試料室の天井(照射電子ビームの光軸上)に位置し、その方向に飛来した反射電子のみを検出し観察しています。このため試料が水平に設置されている方が、発生量は少ないものの、検出器で捉える量が多くなります。試料が傾いていると検出器で捉えられる反射電子が少なくなるため、2次電子の場合と同様にノイズが目立つざらついた観察像になります。

解決策

ご使用になっているSEMの取扱説明書に従って、チルトステージを操作し試料の傾きを調節してください。

2次電子観察の場合は、より試料を傾ける方向に調節をします。反射電子観察の場合は、より試料を水平にする方向に調節します。

※試料の傾きを大きくすると、試料やステージを試料室の天井にぶつけて、試料もしくはSEMを破損することがありますので
充分注意してください。

※キーエンス VEシリーズをご使用のお客様

試料室内部が目視できるビューポートか、
試料内部をディスプレイに表示するeカムを
ご利用いただくと、安全に操作していただけます。



3Dリアルサーフェスビュー顕微鏡

観察像がざらつく/ノイズが多い – f. 観察距離の設定が適切ではない

SEMは観察距離を自由に変えて観察できますが、観察距離によって検出器で捉えられる信号量が変化します。

[2次電子の場合]

2次電子検出器は、試料室側壁に位置し、正の電荷で2次電子を吸い寄せて検出しています。このため、試料から2次電子検出器とは逆の方向に飛び出した2次電子も検出器で捉え、観察に利用しています。観察距離が短くなりすぎると、検出器に吸い寄せられる以前に、試料室の天井などに衝突・吸収される2次電子が多くなるため、観察に利用できる2次電子量が少なくなります。その結果、得られる信号が弱くなり、観察像が暗くなるため、コントラストや明るさで強調して観察しますが、この際に信号に含まれるノイズも増幅されるため、ノイズが目立つざらついた観察像になります。

[反射電子の場合]

反射電子はエネルギーが強いため検出器に正の電荷をかけても吸い寄せることができません。そのため反射電子の検出器は、試料室の天井(照射電子ビームの光軸上)に位置し、その方向に飛来した反射電子のみを検出し観察しています。観察距離が長くなるほど、検出器で捉える反射電子量は少なくなります。また反射電子検出器には、照射電子ビームの光軸上に配置されているため、検出器中央に電子ビームを通過させる穴が開いています。観察距離が極端に短くなると、この穴を通過する反射電子が増え、検出器で捉える反射電子量が少なくなります。観察距離が長い/極端に短い場合は、検出器で捉える反射電子量が少なくなることで、2次電子の場合と同様にノイズが目立つざらついた観察像になります。

解決策

ご使用になっているSEMの取扱説明書で推奨されている観察距離に設定してください。観察距離はZ軸ステージの目盛り値ではなく、ピントを合わせたときに観察画面に表示されている数値が正しい値です。

※Z軸ステージの目盛り値は、SEMの基準面までの距離を表します。試料の高さが基準面に一致していれば、目盛り値と実際のワーキングディスタンスは一致しますが、基準面に対して出っ張っていたり引っ込んでいたりする場合は、その分が誤差となります。

※キーエンス VEシリーズをご使用のお客様

観察距離を8mmに調整してください。

観察像がざらつく/ノイズが多い – g. フィラメントエミッション電流が正しく調整されていない

エミッション電流とは、フィラメントから放出される電子の総量です。
エミッション電流調整には、フィラメント電流の調整とバイアス電圧の調整があります。

[フィラメント電流]

フィラメント電流はフィラメントを加熱させる電流です。フィラメントは加熱されることで電子を放出します。このため熱電子銃と呼ばれています。フィラメントは、温度が高くなるほど電子の放出量が増加しますが、ある温度以上では放出量が増加しなくなります。これを飽和点と呼びます。飽和点を超えて温度を上げて放出される電子は増えないため、観察には寄与することはない、逆に早く焼き切れるというデメリットがあります。従ってフィラメント電流は、フィラメント温度が飽和点になるように調整します。一方、フィラメント電流が小さく、フィラメント温度が低い場合には、放出される電子が少なくなるため、観察像が暗くなるという現象になります。

[バイアス電圧]

バイアス電圧は、フィラメントとウェーネルト(電子銃を構成する部品でフィラメントから放出された電子を収束するレンズの役割を負う)との電位差です。ウェーネルトに強い負の電位がかかっている場合は、電子はウェーネルトから外に飛び出すことができません。逆に、負の電位が弱すぎると、電子の飛び出す量は増えるものの、電子を収束させる役割を果たさないため、観察に必要な細い電子ビームを作れません。従って、バイアス電圧は電子の飛び出し量と収束する力をバランス良く調整します。

フィラメント電流が低すぎる、もしくはバイアス電圧が高すぎる、あるいはその両方で、照射する電子ビームが少なくなり、ざらついたノイズの多い観察像になる場合があります。

解決策

ご使用になっているSEMの取扱説明書に従ってエミッション電流を調整してください。
エミッション電流の自動調整機能が装備されている機種では、それを利用すると良いでしょう。
ご使用になっているSEMによっては、「フィラメント電流」「フィラメント加熱」という項目になっていることがあります。

※キーエンス VEシリーズをご使用のお客様

メンテナンス画面で「エミッション電流の設定」のみ自動で実施してください。



[メンテナンス]ボタン(メニュー画面下部)



メンテナンス画面で[エミッション電流設定]の[自動]を選択

観察像がざらつく/ノイズが多い - h. フィラメント中心/高さが正しく調整されていない

中心合わせ/高さ調整とは、フィラメントとウェーネルト(電子銃を構成する部品でフィラメントから放出された電子を収束するレンズの役割を負う)の調整を指します。

[中心合わせ]

中心合わせは、フィラメント先端とウェーネルト中心との位置合わせです。

ウェーネルトはフィラメントから放出された電子を収束させる役割を負うため、フィラメント先端とウェーネルトの中心が一致していないと、適切な位置で電子が収束しません。ある程度のズレについては、SEMの光軸調整(ガンアライメント)で補正できますが、補正範囲を超えるズレがある場合には、観察像が表示されない/暗い/ピントが甘い/倍率が上がらないといった現象になります。

[高さ調整]

高さ調整は、フィラメント先端とウェーネルト放出面との高さ調整です。

フィラメントが基準よりも高い(ウェーネルトから突出する方向)場合は、電子の放出量が増え、観察像は明るくなります。

(※フィラメント寿命は短くなります。)

フィラメントが基準よりも低い(ウェーネルトから引っ込んでいる方向)場合は、電子の放出量が減り、観察像が暗くなります。

フィラメントの中心がずれている、フィラメントが低すぎる場合に、ざらついたノイズの多い観察像になる場合があります。

解決策

ご使用になっているSEMの取扱説明書に従ってフィラメントの位置を調整してください。

また調整前にウェーネルトを充分清掃してください。

プリセンタードフィラメントが用意されている機種では、そちらを購入することで調整工数が一部削減できます。

ただしプリセンタードフィラメントは中心合わせのみ不要となるだけで、高さを調整する必要があります。

※キーエンス VEシリーズをご使用のお客様

この項目は該当しません。

VEシリーズは中心合わせ・高さとも適切に調整されたカートリッジ式フィラメントとなっているため、調整/清掃は一切不要です。

ピントが合わない/甘い - a. 非点収差が正しく調整されていない

SEMには光学顕微鏡にはない非点収差という調整項目があります。

非点収差とは、照射する電子ビームがきれいな円形にならず、楕円形になることをいいます。

「非点収差がある」というのは電子ビームが楕円形になっていることを指し、「非点収差がない」というのはきれいな円形になっていることを指します。電子ビームの円周360° いずれの方向についても、試料表面で最少の径になるように絞れば、小さくきれいな円形の電子ビームになります。非点収差があると、電子ビームの円周方向で最少の径となる位置(高さ)が異なるため、電子ビームは楕円形になります。電子ビームが楕円形をしているため、楕円の短径方向についてはピントが合った状態になりますが、長径方向についてはピントの合っていない状態になり、試料の構造がある方向(電子ビームの長径方向)に引き延ばされたような奇妙な観察像となります。ピントをずらすと、電子ビームは楕円形の短径方向と長径方向が入れ替わった楕円のビームになるため、引き延ばされる方向が90° 入れ替わった観察像になります。このような電子ビームでは、2つの楕円の間接点が円形のビームになりますが、いずれの方向も最小径まで絞られていないため、ピントの甘い観察像しか得られません。

[「非点収差」のムービーを見る](#)

解決策

ご使用になっているSEMの取扱説明書に従って非点収差を調整してください。

非点収差の自動調整機能が装備されている機種では、それを利用することで改善される場合があります。
(試料に特定方向の構造(ストライプなど)しかない場合は、自動調整機能では上手く調整できません。)

※キーエンス VEシリーズをご使用のお客様

メンテナンスモードで非点収差を自動調整していただくと、観察時の非点収差調整を大幅に減らしていただけます。
(「非点収差」のムービーにマニュアル調整方法が収録されています。)

ピントが合わない/甘い - b. スポット径の設定が大きすぎる

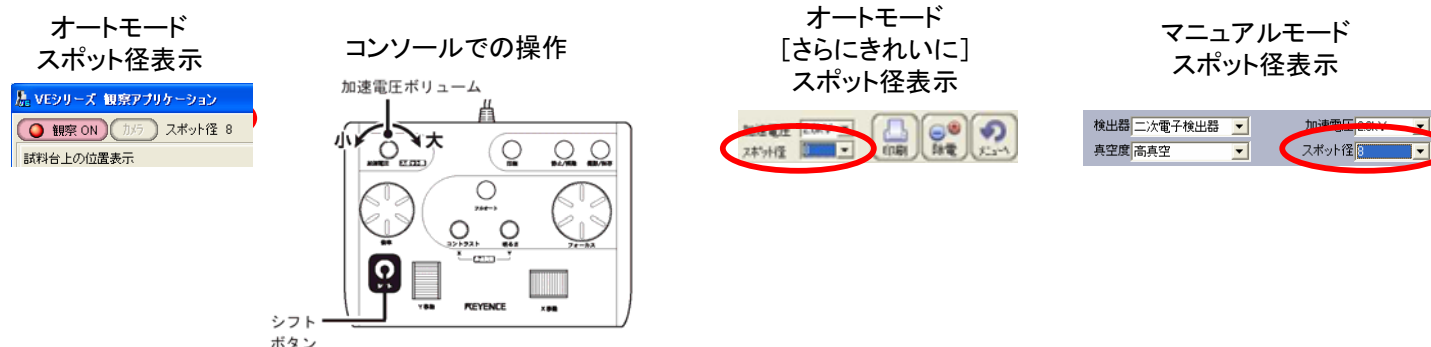
SEMは観察に使用する電子ビームのスポット径を調整する機能があります。
一般的に、高倍率で観察する際にはスポット径を小さく、低真空観察や元素分析ではスポット径を大きくします。
スポット径が大きい状態で観察すると試料の微細な形状を観察することができず、ピントの甘い画像しか得られません。

解決策

ご使用になっているSEMの取扱説明書に従って、スポット径を大きくしてください。
スポット径を大きくしすぎると鮮明な観察像を得られないため、大きくするのは取扱説明書に記載されている標準径に留めるのが良いでしょう。（※低真空観察や元素分析では、推奨のスポット径が大きく設定されています。）
スポット径を標準にしても画質が改善されない場合は、それよりスポット径を大きくするのではなく、他の対策を試す方が良いでしょう。

※キーエンス VEシリーズをご使用のお客様

高真空観察ではスポット径を8に、低真空観察ではスポット径を10～12に設定してください。
オートモードの場合は、コンソールのシフトボタンを押すとマルチウインドウ上部にスポット径が表示されます。
シフトボタンを押したまま、加速電圧ボリュームを回すとスポット径を変更できます。また[さらにきれいに]をクリックしていただくと、操作画面上にスポット径のメニューが表れます。
マニュアルモードでは、上記方法以外に操作画面から直接変更していただけます。



ピントが合わない/甘い- c. 観察距離が遠すぎる

SEMは、一般的な光学機器と同様、観察距離を短くするほど、電子ビームのスポットを小さくすることができます。SEMにはスポット径という調整項目がありますが、この設定値が同じでも観察距離が短い方がビーム径が小さくなります。スポット径の調整でビーム径を小さくすると、試料に照射される電子が減るため、観察像にノイズが目立つことがあります。観察距離を短くしてビーム径を小さくする場合には、試料に照射される電子は減りません。

解決策

ご使用になっているSEMの取扱説明書で推奨されている観察距離に設定してください。

観察距離はZ軸ステージの目盛り値ではなく、ピントを合わせたときに観察画面に表示されている数値が正しい値です。

※Z軸ステージの目盛り値は、SEMの基準面までの距離を表します。試料の高さが基準面に一致していれば、目盛り値と実際の観察距離は一致しますが、基準面に対して出っ張っていたり引っ込んでいたりする場合は、その分が誤差となります。

推奨されている距離より近づけて観察すると、より小さなビーム径になり、画像の解像度は得られますが、検出器でとらえる観察信号が減少し観察像が暗くなることがあります。また近づけすぎて試料を試料室の天井にぶつけないよう充分注意してください。

※キーエンス VEシリーズをご使用のお客様

観察距離を8mmに調整してください。

より近づけて観察される場合は、試料室内部が目視できるビューポートか、試料内部をディスプレイに表示するeカムをご利用いただくと、安全に操作していただけます。



ピントが合わない/甘い - d. 加速電圧の設定が適切ではない

SEMは加速電圧の設定で観察像が大きく変化します。

加速電圧が低ければ、照射した電子が試料内部で広く拡散しないので、試料表面の微細な構造まで観察することができます。

加速電圧が高ければ、照射した電子が試料内部で広く拡散し、試料表面の微細な構造は消えてしまいます。

一方、SEMにはスポット径という調整項目がありますが、この設定値が同じでも加速電圧が高い方が、加速電圧が低い場合に比べスポット径が小さくなるので高い倍率で観察することができます。

SEMでは観察の目的や倍率によって加速電圧を使い分けるとより良い観察像を得ることができます。

解決策

ご使用になっているSEMの取扱説明書に従って、加速電圧を調整してください。

加速電圧10kV以上の設定で試料の表面がなめらかで微細な構造が見えない、あるいはエッジ部が丸くなめらかに見えてしまうという場合は、加速電圧を2kVぐらいに下げて観察してみると良いでしょう。

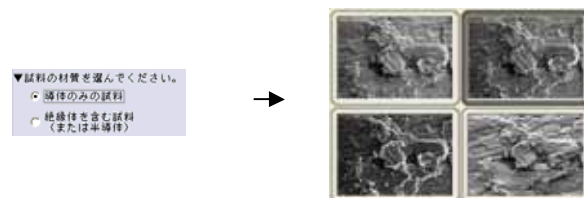
導電性試料の観察において、加速電圧2kV以下の設定で全体的にピントが甘いと感じる場合は、観察像を確認しながら加速電圧を5kV、10kV、15kV、20kVと5kV刻みぐらいで徐々に上げてみると良いでしょう。

非導電性試料を観察している場合は、そのままの状態では加速電圧を上げるとチャージアップを引き起こすため、試料の蒸着処理後、加速電圧を上げてください。

※キーエンス VEシリーズをご使用のお客様

オートモードで導電試料を選択し、eプレビューを実施することで、加速電圧の異なる4種類の画像を確認していただけます。自動撮影された4種の観察像から、最もわかりやすい観察像を選択してください。

eプレビューなら材質を選んで自動撮影される観察像から選ぶだけで最適な加速電圧が設定できます。



ピントが合わない/甘い - e. 電子ビームの経路が汚れている

SEMIは使用をしている内に、電子ビームを照射する経路に汚れが付着します。汚れが付着すると、電子ビームがまっすぐ進むことやきれいなスポットを結ぶことを阻害します。画面全体にピントが甘い、あるいは観察倍率を上げるとピントが合わないといった現象が見られるときは、電子ビームの照射経路が汚れていること可能性が考えられます。

解決策

最も汚れやすいのは、試料室に最も近い場所に設置されている対物絞りですので、まず対物絞りを洗浄/交換して観察像が改善を確認すると良いでしょう。改善はされるものの、まだピントが甘い/目的の観察倍率でピントが合わないといった現象が見られるときは、アノード、スリーブ(ライナーチューブ)といった電子ビームの経路にあたる部品を洗浄/交換すると良いでしょう。

常に最高の観察像を得るためには定期メンテナンスを推奨します。

フィラメントは観察時間に応じて焼き切れるため、フィラメントの使用個数を目安にメンテナンスすると良いでしょう。

フィラメントを2個使用した際には対物絞りを洗浄/交換、さらに2個使用した際には、対物絞り、アノード、スリーブ(ライナーチューブ)などを洗浄/交換してください。

基準試料を作り、メンテナンス後に基準画像を撮影しておく、性能の劣化度合いが把握できますので、フィラメントの使用個数ではなく必要に応じてメンテナンスしていただけます。

※キーエンス VEシリーズをご使用のお客様

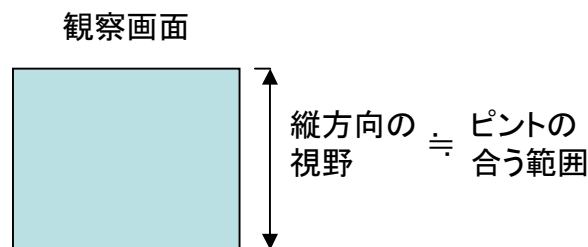
対物絞りを交換の後、メンテナンスで自動調整し、観察画像の確認をしてください。改善されるものの、まだピントが 甘い/目的の観察倍率でピントが合わないといった現象が見られるときは、アノード、スリーブを交換し、メンテナン スで自動調整してください。対物絞り、アノード、スリーブを交換し、自動調整の実施後は導入時と同じ最高のコンディ ションになります。



3Dリアルサーフェスビュー顕微鏡

ピントの合う範囲が狭い - a. 試料を傾けすぎている

これはピントの合う範囲を広くする方法ではありませんが、観察像一部のピンぼけを解消されたい際にご確認ください。
SEMは光学顕微鏡に比べ、ピントの合う範囲が深くなっていますが、その深さは画面の縦の長さ程度です。
従って45°以上に試料を傾けて観察すると、画面全体にピントが合いません。
試料自体が傾いている場合も同様です。



解決策

試料を必要以上に傾けている場合には、ご使用になっているSEMの取扱説明書に従って、チルトステージを操作し、傾斜を小さくすることで観察画像内でピントの合う範囲が広がります。45°以上傾けた見え方が必要であれば、他の項目による改善を実施すると良いでしょう。

試料自体が傾いている場合には、チルトステージにより水平方向に調整すると良いでしょう。

※試料の傾きを大きくすると、試料やステージを試料室の天井にぶつけて、試料もしくはSEMを破損することがありますので
充分注意してください。

※キーエンス VEシリーズをご使用のお客様

試料室内部が目視できるビューポートか、
試料内部をディスプレイに表示するeカムを
ご利用いただくと、安全に操作していただけます。



3Dリアルサーフェスビュー顕微鏡

ピントの合う範囲が狭い - b. 非点収差が正しく調整されていない

SEMIには光学顕微鏡にはない非点収差という調整項目があります。

非点収差とは、照射する電子ビームがきれいな円形にならず、楕円形になることをいいます。「非点収差がある」というのは電子ビームが楕円形になっていることを指し、「非点収差がない」というのはきれいな円形になっていることを指します。電子ビームの円周360° いずれの方向についても、試料表面で最少の径になるように絞られれば、小さくきれいな円形の電子ビームになります。非点収差があると、電子ビームの円周方向で最少の径となる位置(高さ)が異なるため、電子ビームは楕円形になります。電子ビームが楕円形になっている状態は、電子ビームの円周360° で一部はピントが合っているものの、他の一部は既にピントが合っていない状態です。従って非点収差のない状態よりも、ピントの合う範囲は狭く、特定の方向に引き延ばされた観察像になります。

[「非点収差」のムービーを見る](#)

解決策

ご使用になっているSEMの取扱説明書に従って非点収差を調整してください。

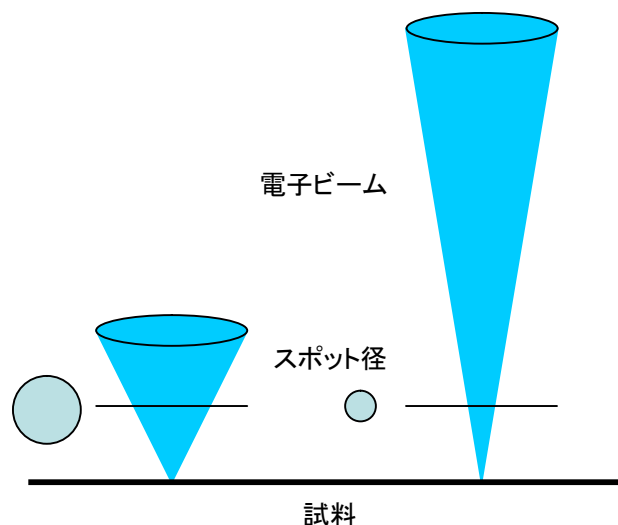
非点収差の自動調整機能が装備されている機種では、それを利用することで改善される場合があります。
(試料に特定方向の構造(ストライプなど)しかない場合は、自動調整機能では上手く調整できません。)

※キーエンス VEシリーズをご使用のお客様

メンテナンスモードで非点収差を自動調整していただくと、観察時の非点収差調整を大幅に減らしていただけます。
(「非点収差」のムービーにマニュアル調整方法が収録されています)

ピントの合う範囲が狭い - c. 観察距離が近すぎる

観察距離の短い場合と長い場合で電子ビームの絞られる形を比較すると、長い方が鋭い形状になります。合焦位置から電子ビームの軸上に同じ距離だけ離れた位置でのスポット径は、観察距離が長い方が小さくなります。スポット径が大きくなるほど、観察像はぼけた像となるため、観察距離が近すぎるとピントの合う範囲は狭くなります。



観察距離を長くすると
合焦位置から離れた場合の
スポット径の変動を小さくできます。
このためピントの合う範囲が広がります。

解決策

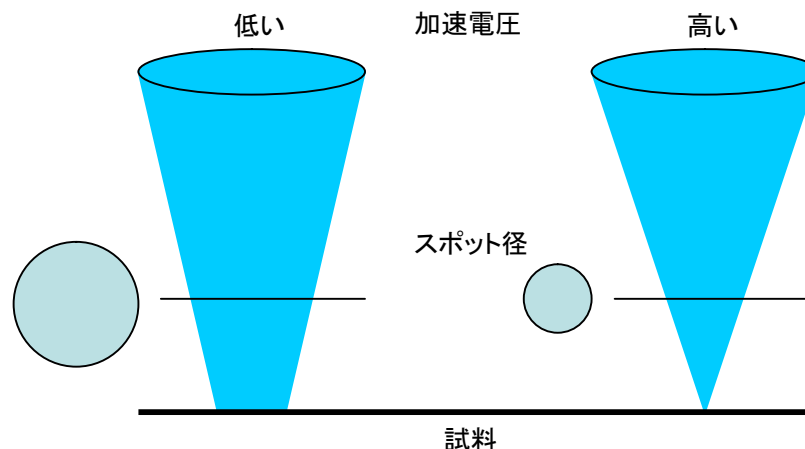
ご使用になっているSEMの取扱説明書に従い、観察距離を長くすると良いでしょう。
観察距離を長くすると、最小となるスポット径は大きくなるため、解像度は悪くなりますのでご注意ください。

※キーエンス VEシリーズをお使いのお客様

VEシリーズは標準で30mmまで観察距離を離すことができますが、さらに距離を離される場合には試料台ホルダーを使用しないことでさらに16mm離すことが可能です。

ピントの合う範囲が狭い – d. 加速電圧の設定が低すぎる

SEMにはスポット径という調整項目がありますが、この設定値が同じでも加速電圧が高い方が、加速電圧が低い場合に比べスポット径が小さくなります。観察距離が同じであれば、電子ビームを絞る角度は同じなので、スポット径が小さい方が、電子ビームを一定のスポット径以下に保てる範囲が広くなり、ピントの合う範囲が広がります。



加速電圧を高くすると、スポット径の設定は同じでも、スポット径は小さくなります。スポット径が小さくなることで、合焦位置から離れた場合のスポット径も小さくなります。このためピントの合う範囲が広がります。

解決策

ご使用になっているSEMの取扱説明書に従って、加速電圧を調整してください。

導電性試料の観察において、ピントの合う範囲をもう少し広くされたい場合は、観察像を確認しながら加速電圧を5kV、10kV、15kV、20kVと5kV刻みぐらいで徐々に上げてみると良いでしょう。

非導電性試料を観察している場合は、そのままの状態では加速電圧を上げるとチャージアップを引き起こすため、試料の導電コート処理後、加速電圧を上げてください。

キーエンス VEシリーズをお使いのお客様

オートモードで導電試料を選択し、eプレビューを実施することで、加速電圧の異なる4種類の画像を確認していただけます。自動撮影された4種の観察像から、最もわかりやすい観察像を選択してください。



eプレビューなら材質を選んで自動撮影される観察像から選ぶだけで最適な加速電圧が設定できます。

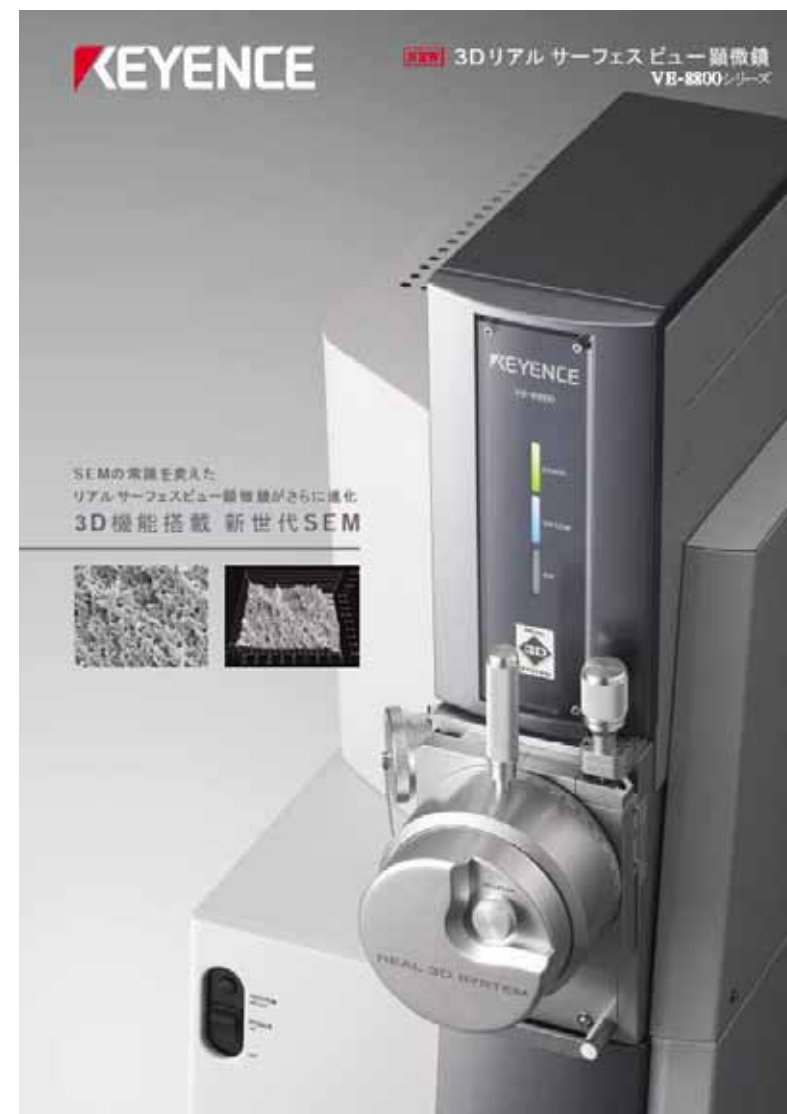
3Dリアルサーフェスビュー顕微鏡



図解 簡単SEM入門

VEシリーズのご紹介

キーエンスでは、従来のSEMの常識を覆す「デスクサイドサイズ」「超簡単操作」に加え、数々の先進機能を搭載した3Dリアルサーフェスビュー顕微鏡をご紹介します。資料の請求、デモンストレーションなどお気軽にお申し付けください。



3Dリアルサーフェスビュー顕微鏡

比べてください。従来のSEMと

【従来のSEM】

前処理

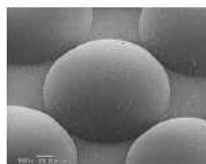
蒸着が必要

試料には蒸着処理が必要で、手間がかかるのはもちろん、試料を破壊してしまいます。



非蒸着観察

面倒な蒸着処理の必要なし。簡単で、しかも試料を破壊しないので忠実な観察が可能。



マイクレンズ



繊維

ガラスや紙などの非導電性試料でも、蒸着することなく観察できます。

表面観察

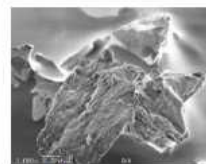
最表面が観察できない

高加速電圧で観察するため、試料の最表面を観察することができません。

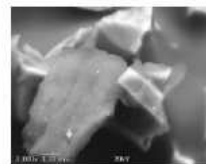


最表面観察

低加速電圧観察が可能なので、試料の最表面を観察できます。



低加速電圧像



高加速電圧は反射電子像

設定によって見え方が大きく変わるSEM。高加速から低加速まで幅広い観察に対応。

3D観察

高額な専用機が必要

専用に設計された高額な機種が必要で、操作にも熟練を要するため簡単にはできません。



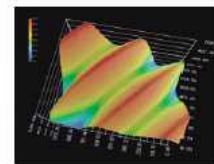
【世界初】

3D標準搭載、しかも簡単

標準搭載で、操作も簡単。最適アルゴリズムで3D形状を忠実に再現します。



マウス操作で回転・ズーム、自由自在



表面の観察だけでなく、表面形状の測定も簡単。

操作性

専門知識が必要

用語等の専門知識が必要で、習得まで時間が必要。



フローチャートに従うだけ

フローチャートに従って進めるだけの簡単操作。初めての方にもお使いいただけます。



基本的な観察なら試料の材質と分りやすい観察像を導くだけの簡単操作。

メンテナンス

清掃作業が必要

定期的な清掃作業やメーカーによるメンテナンスサービスが必要。



消耗品の交換のみ

メンテナンスが必要な部品をすべて消耗品化。ワンタッチ交換で調整も全て自動です。



メンテナンスは全てカセット式でワンタッチ。交換後の調整も自動で最高性能を保ちます。

設置場所

専用部屋が必要

水冷設備などの導入工事、専用部屋などの特別なスペースが必要。



デスクサイドに

幅40cmで冷却設備も不要です。AC100Vさえあればデスクの横でも簡単に設置できます。



ちょっとしたスペースと電源さえあればOK。電源を入れればすぐに観察可能です。

「図解 簡単SEM入門」をご覧くださいありがとうございます。
記載内容についてのご質問、また3Dリアルサーフェスビュー顕微鏡について、詳しい説明や訪問
デモンストレーションのご希望がございましたら、下記連絡先までお気軽にお申し付け下さい。

お問い合わせ窓口

TEL : 0120-739-007
FAX : 06-6379-1140
Web : <http://www.keyence.co.jp/microscope/req/email/index.html>

取扱営業所一覧

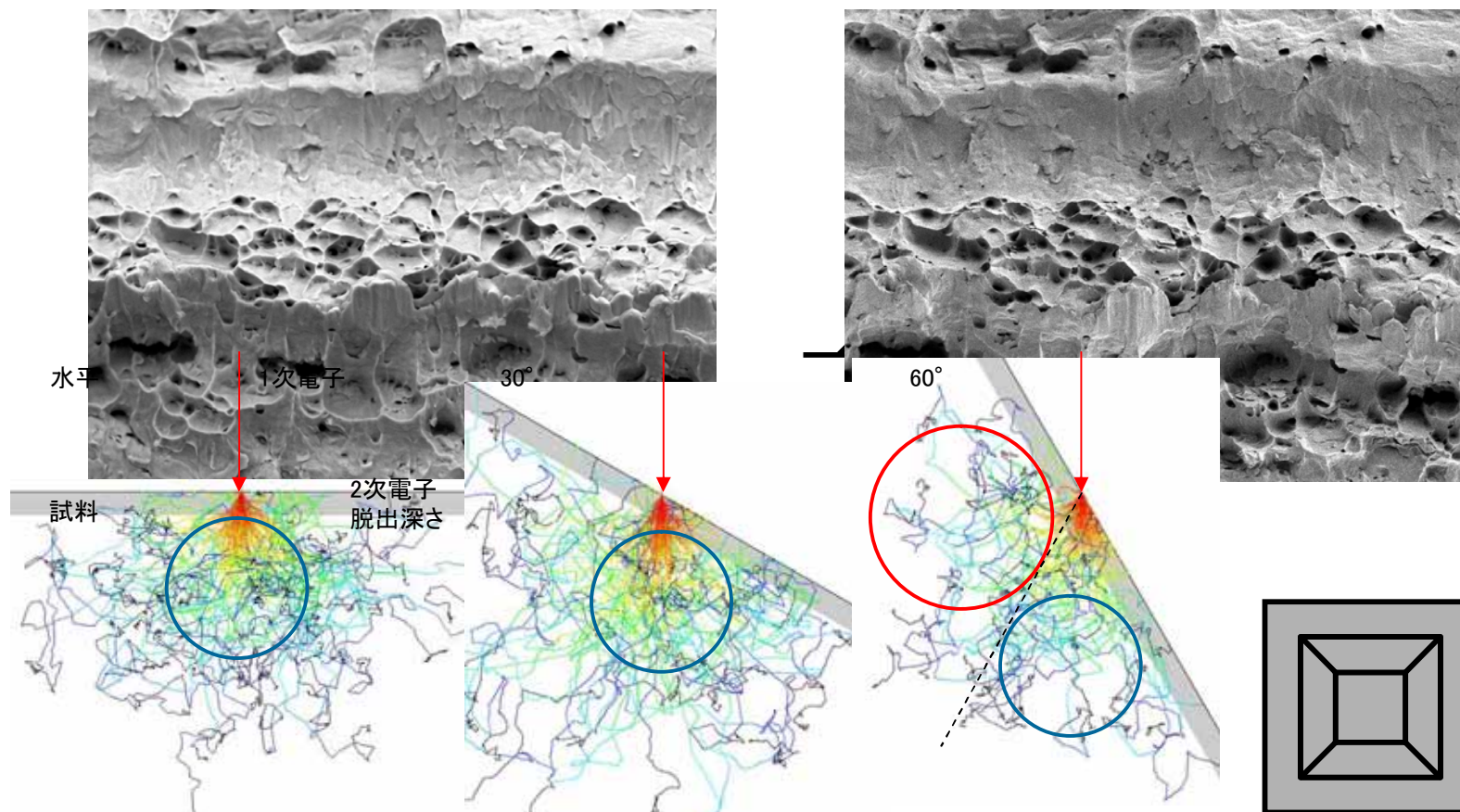
仙台営業所	: 022-723-5211
浦和営業所	: 048-831-4211
東京営業所	: 03-5769-2281
横浜営業所	: 045-471-3211
静岡営業所	: 054-202-4111
名古屋営業所	: 052-950-5711
大阪営業所	: 06-6392-4211
福岡営業所	: 092-452-8430

「図解 簡単SEM入門 Vol. 5」をご覧くださいありがとうございます。
「図解 簡単SEM入門」は、次回Vol. 6まで刊行を予定しております。

Vol. 6では以下の内容を掲載し、2006年4月中旬の発刊を予定しております。

「図解 簡単SEM入門 Vol. 6」

- ・SEM観察トラブルシューティング集
 - 観察像が表示されない
 - 観察像がざらつく/ノイズが多い
 - ピントが合わない/甘い
 - ピントの合う範囲が狭い



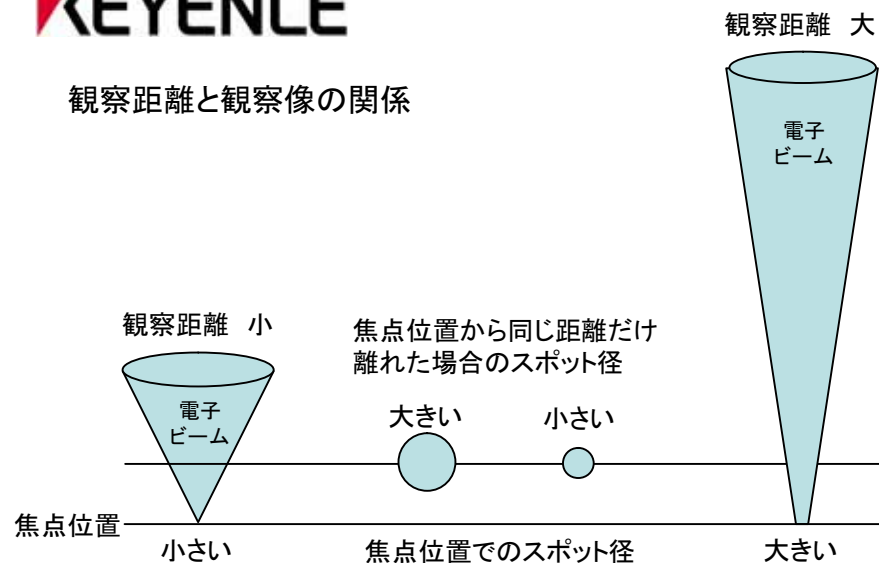
反射電圧による2次電子観察と同様に、1次電子が試料の表面形状だけでなく、試料内部の情報を反映する点と、高加速電圧により広範囲の試料表面を反映する点から、表面形状を観察する目的にはより適さない信号であり、観察法となります。

ワンポイントアドバイス: 高倍率観察時はスポット径を小さく設定

SEMにはスポット径を調整する機能があります。SEMが高倍率でも鮮明に観察できる理由でも明らかな通り、スポット径を小さくすることが高倍率観察においては有利です。ただしSEMのスポット径の調整は、集光を高めるのではなく、外縁部のビームを削ることで調整されます。従ってスポット径を小さくすると試料に照射される電子が減ることになり、得られる2次電子が減少するため、観察像にノイズが目立ち始めます。スポット径の設定は像のシャープさとノイズとの兼ね合いで定めます。

3Dリアルサーフェスビュー顕微鏡

観察距離と観察像の関係



観察距離を短くすると焦点位置でのスポット径を小さくすることができるため、観察像の分解能が向上します。そのため高倍率で観察するときには観察距離を短くして観察します。

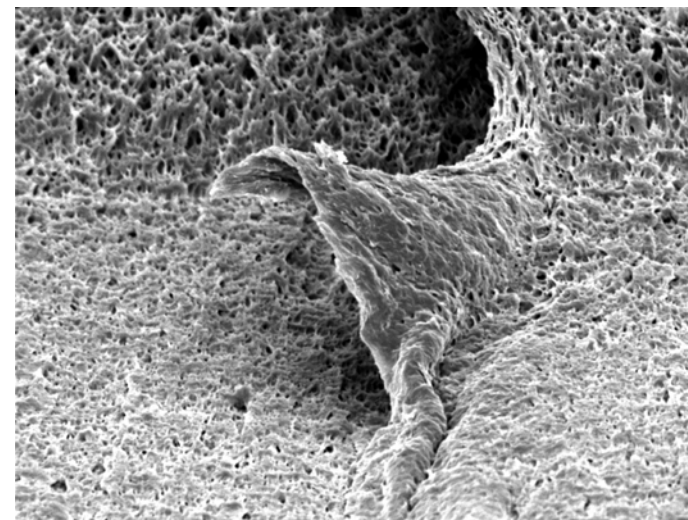
観察距離を長くすると、焦点位置から離れた場合のスポット径の広がりを小さくすることができるため、被写界深度(ピントの合う範囲)が深くなります。そのため凹凸の大きな試料を観察するときには観察距離を長くして観察します。

このようにSEMは観察目的に応じて観察距離を変えることで、性能を最大限引き出して使用することができます。

従ってSEMの仕様の中でも観察距離の調整は重要なポイントです。

観察距離が長くなりすぎると分解能が悪くなり、低い倍率でも満足な分解能が得られなくなりますので、仕様としては5mm～30mm程度の調整範囲が目安です。

SEM写真では多くが試料を傾けて撮影されています。その多くは、よりわかりやすい構図を求めていることですが、試料の傾斜には見え方以外に、観察像の改善、帯電の防止といった機能面のメリットもあります。SEM観察では試料の傾斜を積極的に活用することが、良い観察像を得る上で重要です。



試料から発生する2次電子は少なく、観察に十分な信号を得るためには極めてゆっくりとしたスピードで電子ビームを走査する必要があります。これでは実用性がないため、2次電子検出器では2つの工夫により、実用的な走査速度と観察に必要な信号量の確保を両立しています。2次電子は、試料からあらゆる方向に飛び出しますが、非常に小さなエネルギーしか持たないため、数十kVの正(プラス)の電位で引き寄せることができます。2次電子検出器は、試料室の側面に配置され、検出器先端部に正の高電圧を印加することで、試料から飛び出す2次電子の多くを捕捉しています。これにより2次電子像は、光学顕微鏡に例えるとあらゆる方向から照明を当てたような影のない観察像(無影像)となります。検出器に印加された正の高電圧に吸い寄せられた2次電子は、検出器先端の蛍光体に衝突します。蛍光体は電子を光に変換する役目をもっており、シンチレータと呼ばれています。シンチレータは光電子倍增管(フォトマルチプライヤー)と一体になっており、シンチレータで変換された光を光電子倍增管が観察に充分な量に増幅しています。

反射電子検出器 反射電子は、照射した電子が試料内部で跳ね返ってくる(弾性散乱して後方に進行方向を変えた)電子です。反射電子の発生量は、ボールを壁にぶつける強さと跳ね返ってくる距離という日常的に馴染みのある現象と同じで、強くぶつける(高い加速電圧)ほど多く発生します。一方で、飛び出てきた反射電子は強いエネルギーを持っているため、2次電子のように正の電位で捕捉することはできません。従って反射電子検出器は、反射電子が最も多く反射してくる方向＝照射電子の射出方向に設置されています。結果、反射電子検出器は、SEMの照射電子射出口と試料の間に位置することになりますが、これは2次電子による観察の際に良いことは全くありませんので、反射電子観察の必要に応じて検出器を挿脱します。反射電子検出器には、いくつかのタイプがありますが、半導体検出器とロビンソン検出器が一般的に用いられています。ロビンソン検出器は高感度、高コントラストで形状の再現に優れていますが、コストが高い点が欠点です。

素材としては一般的にタングステンが用いられています。通電により高温になるため蒸発し、通電時間に応じて焼き切れます。寿命は一般的に50～100時間となっています。ワンポイントアドバイス フィラメントがすぐ切れてしまうときは、電子銃室の真空度が下がっている可能性もあります。フィラメントは真空状態では少しずつ蒸発する程度ですが、酸素があると一気に燃え尽きてしまいます。このような場合は電子銃室のパッキンをきれいに清掃することで回復します。

ウェーネルト(グリッド電極)

フィラメント先端から放射状に飛び出した電子を静電界により収束する役割を持っています。静電界により電子を収束するものは静電レンズと呼ばれます。電子が収束されて、その径がもっとも小さく(細く)なるポイントをクロスオーバーポイントといいますが、ウェーネルトで収束されて形成されるクロスオーバーがSEMの光源サイズとなるため、この径がSEMの性能を大きく左右します。※小さくなればなるほど分解能が高くなります。電子を適切に収束するためには、電子に対して均等にウェーネルト(静電レンズ)の力が加わる必要があります。フィラメントとウェーネルトの中心あわせや高さあわせが重要であるのはこのためです。※収束された電子を以後、「電子ビーム」と呼びます。ワンポイントアドバイス ウェーネルトに付着した汚れは、汚れにフィラメントから放出された電子が溜まることで静電レンズのバランスを崩し、SEMの性能を劣化させます。フィラメント交換時には、ウェーネルトの清掃を十分実施することが重要です。最近では、ウェーネルトを安価にすることで、ウェーネルトごとフィラメントを交換するタイプのSEMも登場しています。調整や清掃工数がかからず、誰が交換しても最高性能を発揮できるというメリットがあります。

アノード(陽極)

フィラメントの下方に位置し、プラスの電位がかけられています。ウェーネルトで収束された電子ビームは、アノードのプラス電位に引っ張られる形で加速します。アノードの中心部には穴が開いており、電子ビームはこれを通り抜けて進みます。アノードにかけられた電位がいわゆる加速電圧です。ワンポイントアドバイス アノードに付着した汚れにも電子が溜まります。電子が溜まることによって電子ビームを加速するバランスが崩れるため、SEMの性能劣化を招きます。SEMの性能を維持するためには、アノードについても定期的な清掃が必須です。

高い加速電圧で照射された1次電子は、大きなエネルギーを持っているため、試料の比較的深い部分で反射した信号も試料から飛び出てきます。このことから試料表面だけではなく、内部の情報も反映された信号量となります。また試料内部で横方向に反射した後、再び反射し試料から飛び出て来ることもあります。その結果、1次電子ビームよりも広い範囲の試料表面形状を反映した信号となるため、試料表面の微細な形状の観察には不向きな信号です。前述の通り、反射電子は試料の元素番号が大きくなるほど多く発生するという特性もあります。物質は元素番号が大きくなるほど比重が重くなりますが、いってみれば物質の中の原子がより混雑しており、その分、衝突(弾性散乱)を起こす確率が増えるということです。そのため、反射電子による観察像には、試料表面の形状だけではなく、試料内部の元素分布を反映した明暗が表れます。形状を観察するには最適な信号ではありませんが、この特性を生かせば試料の中で元素の異なる部位を可視化できる便利な信号です。観察時の注意点 コンタミネーション 試料損傷 熱水分蒸発 観察法の紹介 低加速電圧観察法 高加速電圧観察法 低真空観察法

SEM観察において必ず必要であり、かつあまり馴染みがない調整項目がこの非点収差(スティグマ)です。観察に使用する光は焦点を結ぶ位置で真円になることが理想です。非点収差は、焦点位置での光の形状が真円でない(非点)ことを表します。光学顕微鏡では、レンズの形状により非点収差が観察像に問題にならないレベルまで取り除かれています。SEMの電磁石レンズでは、光学レンズのように常に同じ屈折にならず、非点収差を取り除くことができません。そこで観察時に調節をする仕組みになっています。非点収差が残っている状態では、鮮明な観察像を得ることができませんので、その調整方法を習得することがSEM観察には必須となります。

