

ソフトマテリアルのSEM観察 ～試料作製と観察条件の選択～

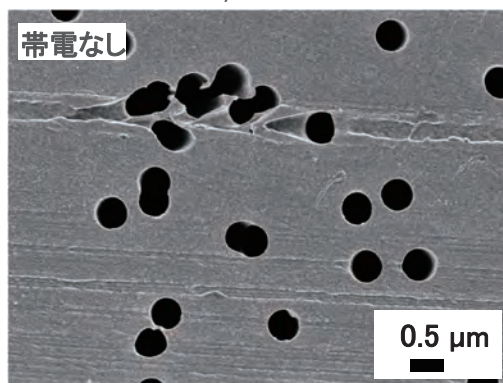
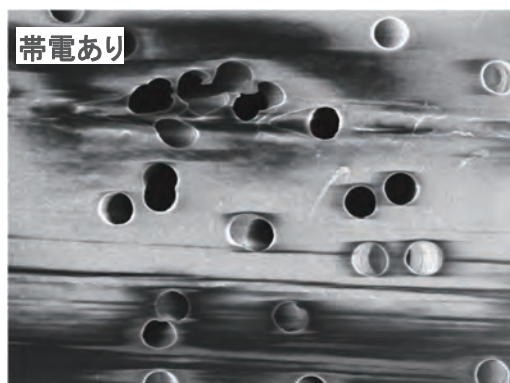
日本電子株式会社

EP事業ユニット EPアプリケーション 金澤 俊之

ソフトマテリアルのSEM観察で起こる問題①

現象	原因
異常コントラスト ドリフト	帯電

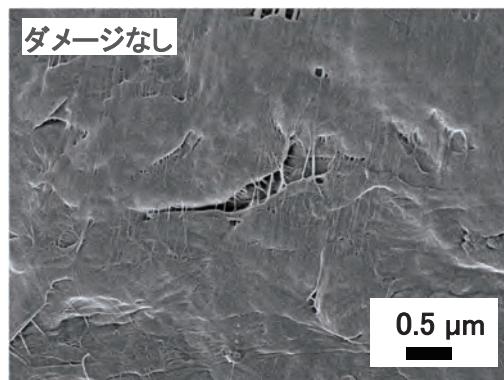
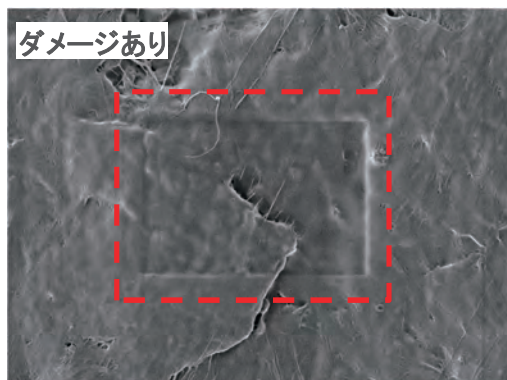
試料：メンブレンフィルター 観察倍率 x15,000



ソフトマテリアルのSEM観察で起こる問題②

現象	原因
表面形状の変形 ドリフト	電子線照射によるダメージ

試料：PTFE 観察倍率 x20,000



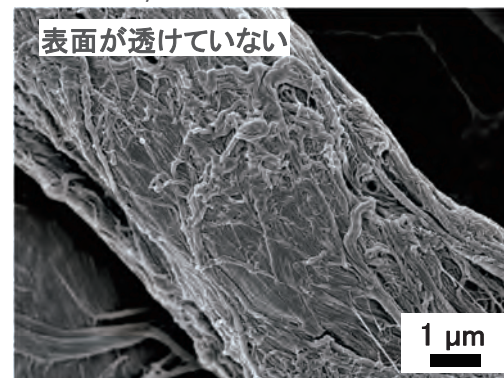
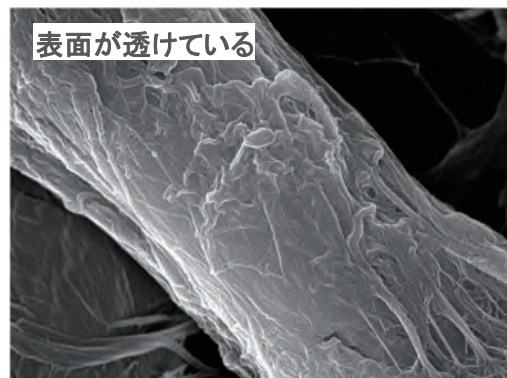
3 / 42

使用機種:JSM-IT800SHL vation JEOL

ソフトマテリアルのSEM観察で起こる問題③

現象	原因
表面情報の欠乏 画像のコントラストがつきにくい	電子の侵入深さ

試料：ろ紙 観察倍率 x10,000



4 / 42

使用機種:JSM-6700F vation JEOL

これら問題を解決するには、
適切な**試料作製**と**観察条件**を選択する必要がある

問題	試料作製	観察条件
①帯電	導電性を持たせる (固定・コーティング)	帯電抑制
②熱ダメージ	コーティング	熱ダメージ抑制
③表面情報 電子の侵入深さ		表面情報取得

内容

1. 試料作製について
試料固定とコーティング
2. 観察条件の設定について
入射電圧と照射電流
3. まとめ

試料固定

7 / 42

Solutions for Innovation JEOL 

観察試料の固定法

試料の種類 固定法	バルク	粉体	
		粒子(<1μm)	粒子(>1μm)
機械的な固定	○	×	×
カーボンペースト	○	○	○
カーボンテープ (両面)	△	△	△

8 / 42

Solutions for Innovation JEOL 

バルク試料の固定法

試料の固定には導電性ペースト、カーボンテープ(両面)等、導電性のあるものを使用する。



カーボンペースト
(導電ペースト)

Bonderite S-FN Aquadag E AN



カーボンテープ(両面)

日新EM株式会社 SEM用カーボン両面テープ
Cat.No7273

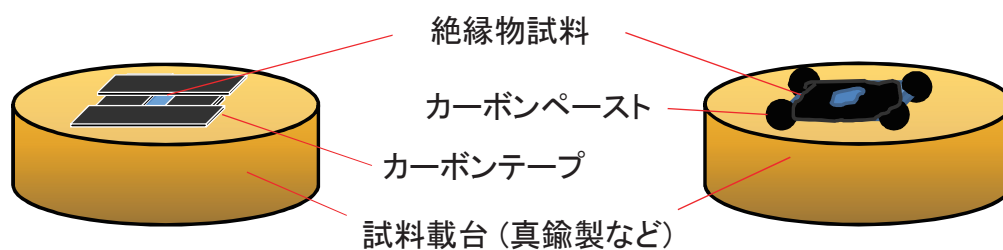
Solutions for Innovation JEOL

9 /42

バルク試料の固定法

カーボンテープ固定

カーボンペースト固定



高分子試料の様に帯電しやすい場合には、試料表面にもカーボンペーストやカーボン両面テープで覆い、試料の露出面積を小さくすることが必要。

10/42

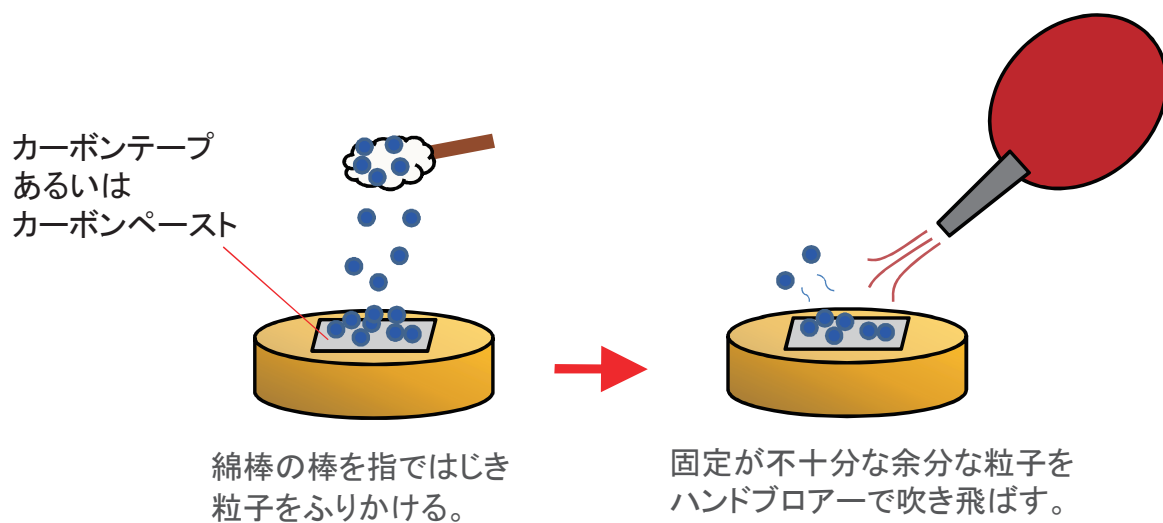
Solutions for Innovation JEOL

粉体試料の固定法

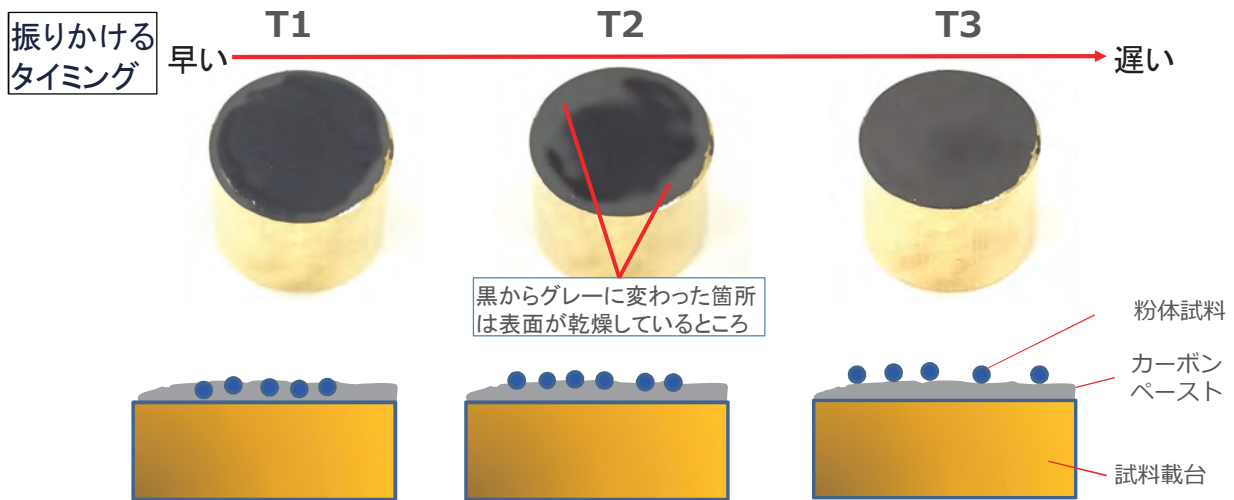
試料をカーボンテープやカーボンペーストに接着させて試料作製を行います。
粒子の大きさやより良く分散させたいなどの目的により作製方法を選択します。

	粒子の形態観察	粒子径の把握等
～数100 μm	ふりかけ法	懸濁法 (エタノール, 精製水)
数 μm ～数10 μm	転写法	

粉体試料の固定 ふりかけ法



粉体試料の固定 **ふりかけ法** カーボンペースト使用



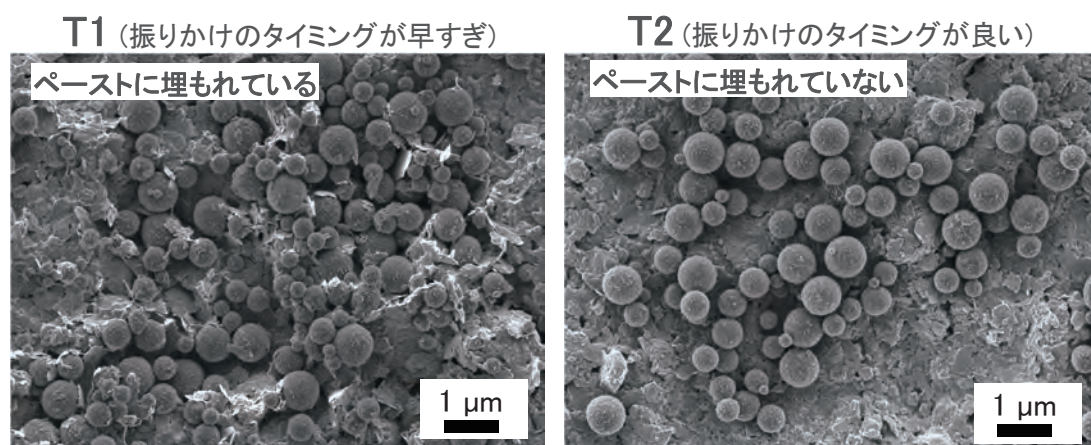
塗布したカーボンペーストの乾燥状態によって粉体の固定状況が異なる。

13/42

Solutions for Innovation JEOL

粉体試料の固定 **ふりかけ法** カーボンペースト使用

試料: アクリル粒子($1\ \mu\text{m}$ 以下) 観察倍率: $\times 10,000$ (0.8 kV)



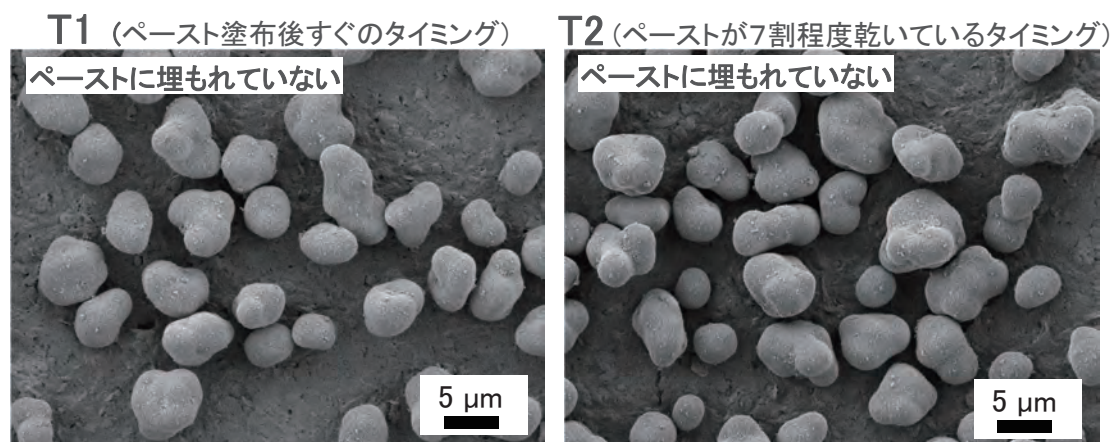
塗布したカーボンペーストの乾燥具合を確認してふりかける。
特に、粒径が $1\ \mu\text{m}$ 以下の場合には重要。

14/42

使用機種: JSM-IT800SHL

粉体試料の固定 **ふりかけ法** カーボンペースト使用

試料: トナー粒子($1\ \mu\text{m}$ 以上) 観察倍率: $\times 10,000$

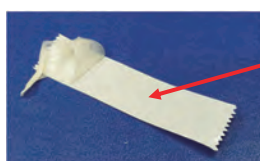
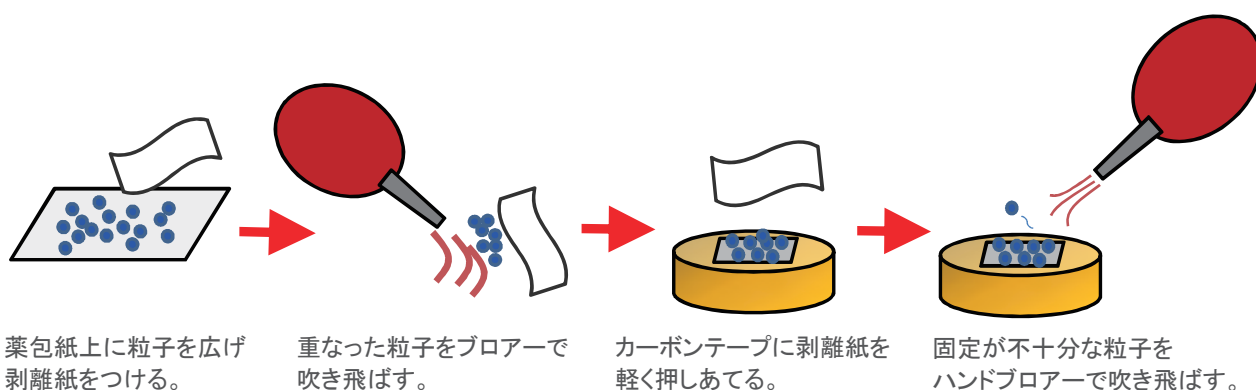


トナーの様に $1\ \mu\text{m}$ 以上の大きな粒子の場合には、振りかけるタイミングは重要ではない。

15/42

使用機種: JSM-IT800SHL

粉体試料の固定 **転写法**



剥離紙とはテープを
はがした後に残った紙の
ことです。

16/42

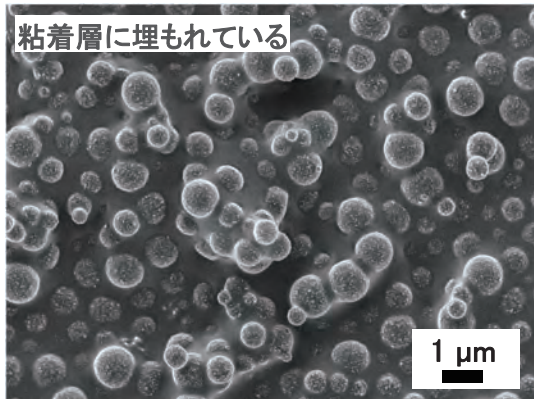
Solutions for Innovation JEOL

粉体試料の固定 **転写法** カーボンテープと粒子径の関係

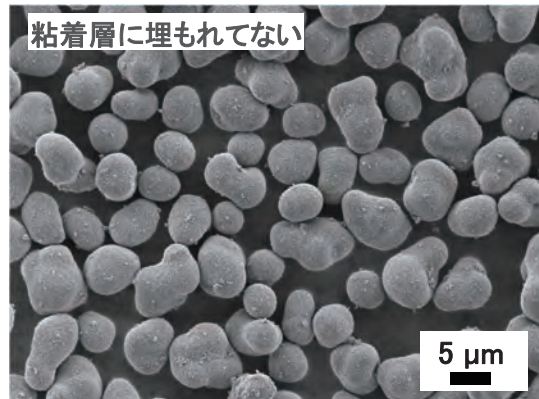
試料: アクリル粒子($1\ \mu\text{m}$ 以下)とトナー粒子($1\ \mu\text{m}$ 以上) 入射電圧: 0.8 kV

粒径: $0.3\sim 1\ \mu\text{m}$ (アクリル粒子)

粒径: $2\sim 8\ \mu\text{m}$ (トナー粒子)



観察倍率 $\times 10,000$



観察倍率 $\times 2,000$

粒径がおよそ $1\ \mu\text{m}$ を境にカーボンテープあるいはカーボンペーストを使い分ける必要がある。

17/42

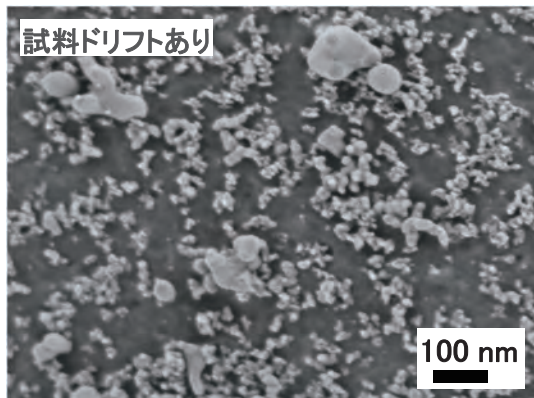
使用機種: JSM-IT800SHL

Solutions for Innovation JEOL

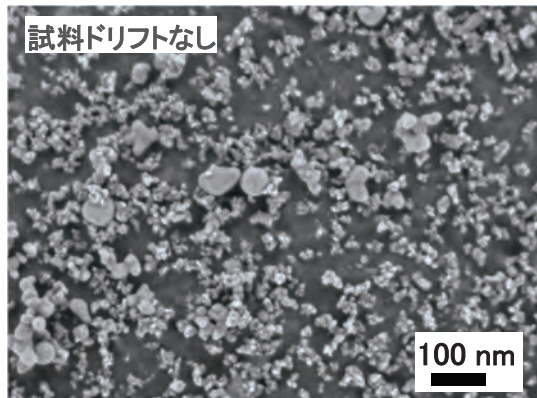
粉体試料の固定 **転写法** 試料固定材と高倍率観察

試料: トナー粒子($1\ \mu\text{m}$ 以上) 観察倍率: $\times 100,000$ (0.5 kV)

カーボンテープ



カーボンペースト



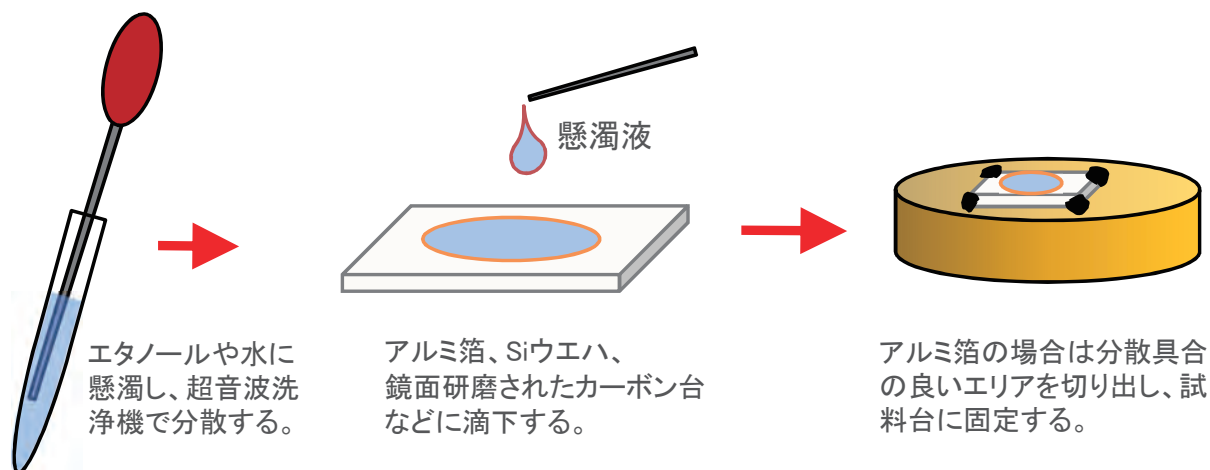
10万倍以上の高倍率観察では、試料ドリフトのないカーボンペーストを推奨します。

18/42

使用機種: JSM-IT800SHL

Solutions for Innovation JEOL

粉末試料の固定 懸濁法

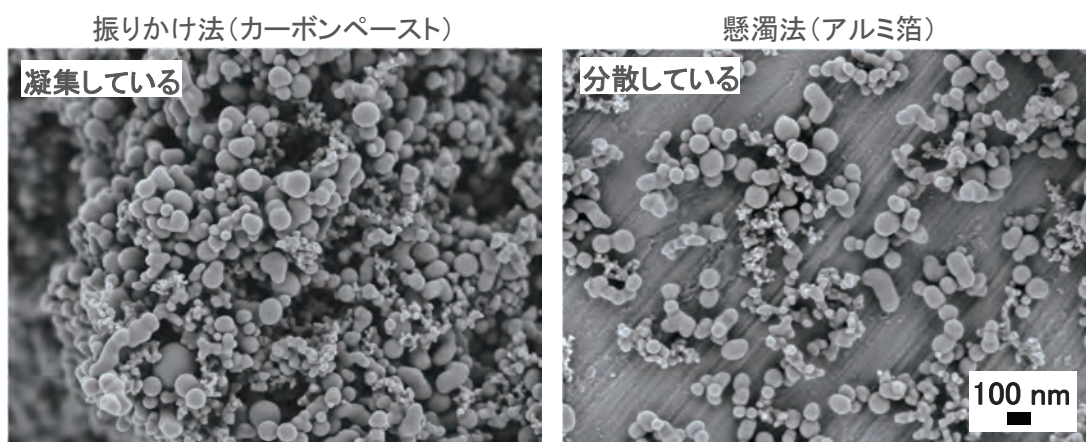


19/42

Solutions for Innovation JEOL

粉体試料の固定 懸濁法

試料: シリカ粒子 観察倍率: x50,000 (0.8 kV)



一次粒子が小さく凝集しやすい粒子には、懸濁法を使用することにより分散させることができる。

20/42

使用機種: JSM-IT800SHL

Solutions for Innovation JEOL

コーティング

21/42

Solutions for Innovation JEOL 

コーティングのメリットとデメリット

	メリット	デメリット
①帯電	◎	
②熱ダメージ	○	
③表面情報		表面がコーティング粒子で覆われるため、最表面の情報は得られ難い
二次電子の発生効率	○	

一般に良く用いられるコーティング材料 : Au, Pt, C, Osなど

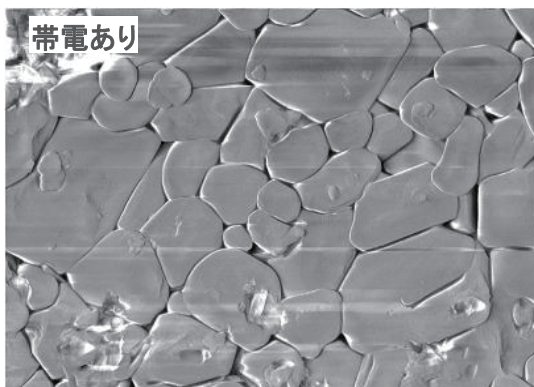
22/42

Solutions for Innovation JEOL 
30

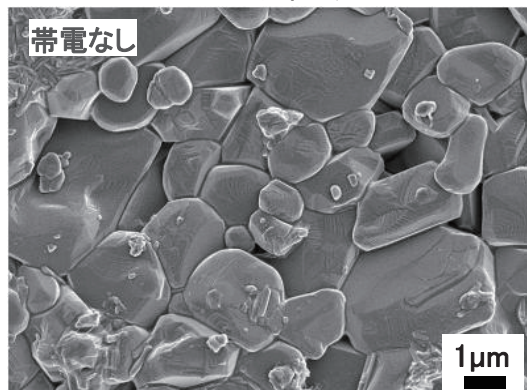
メリット①: 帯電の軽減

試料: セラミックス 観察倍率: x5,000 (3 kV)

無蒸着



Auコーティング



コーティングを行うことにより帯電を防ぐことが可能。

23/42

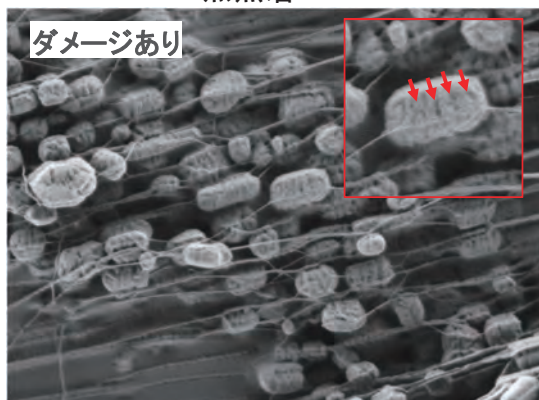
使用機種: JSM-IT800SHL

Solutions for Innovation JEOL

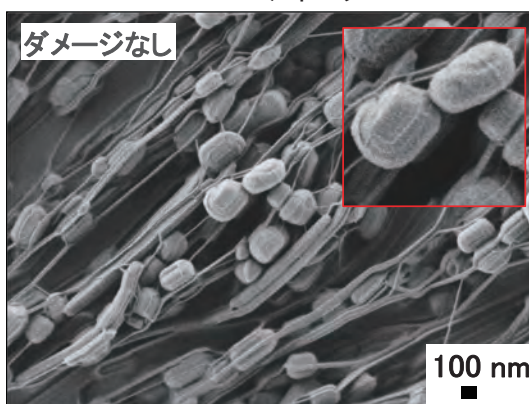
メリット②: 熱ダメージの軽減

試料: シールテープ 観察倍率: x30,000 (0.2 kV, 30 pA)

無蒸着



Osコーティング 5 nm



試料コーティングを行うことによりダメージを軽減することが可能です。

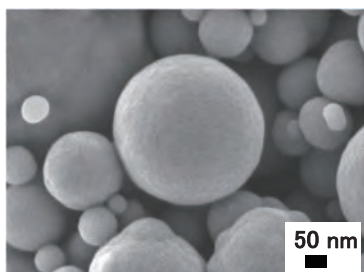
24/42

Solutions for Innovation JEOL

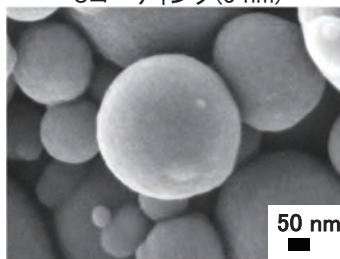
コーティング材料の影響①

試料: カーボンブラック
観察倍率: x200,000 (1.5 kV)

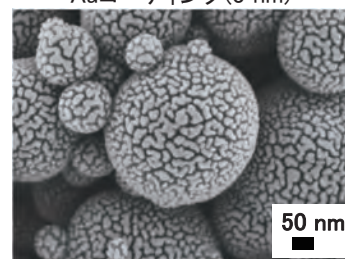
無蒸着



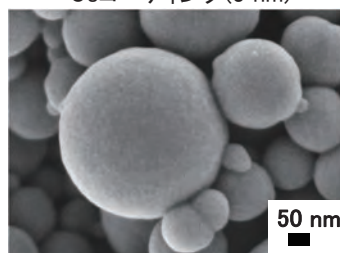
Cコーティング(3 nm)



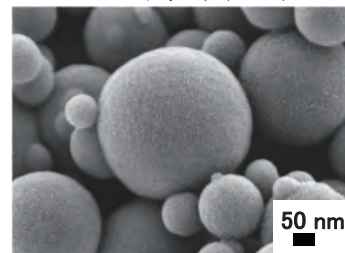
Auコーティング(3 nm)



Osコーティング(3 nm)



Ptコーティング(3 nm)



使用機種: JSM-IT800SHL

PtやAuをコーティングする場合、数10万倍まで拡大するとコーティング粒子が見えてしまう。

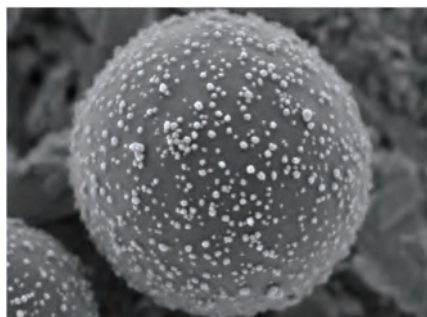
25/42

Solutions for Innovation JEOL

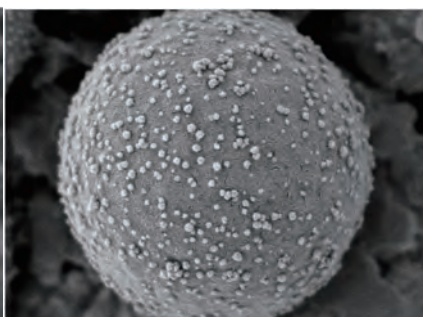
コーティング材料の影響②

試料: アクリル樹脂 観察倍率: x100,000 (0.8 kV)

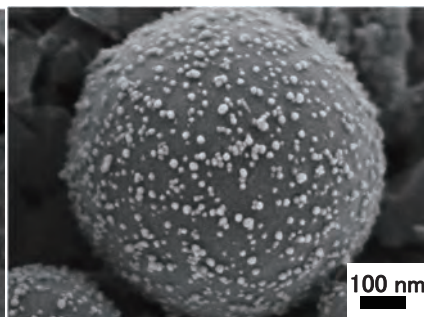
無蒸着



Ptコーティング 約3 nm



Osコーティング 約3 nm



10万倍のPtコーティングでは表面形状の変化が見られるが
Osコーティングでは無蒸着観察と同等の結果を得ることができる。

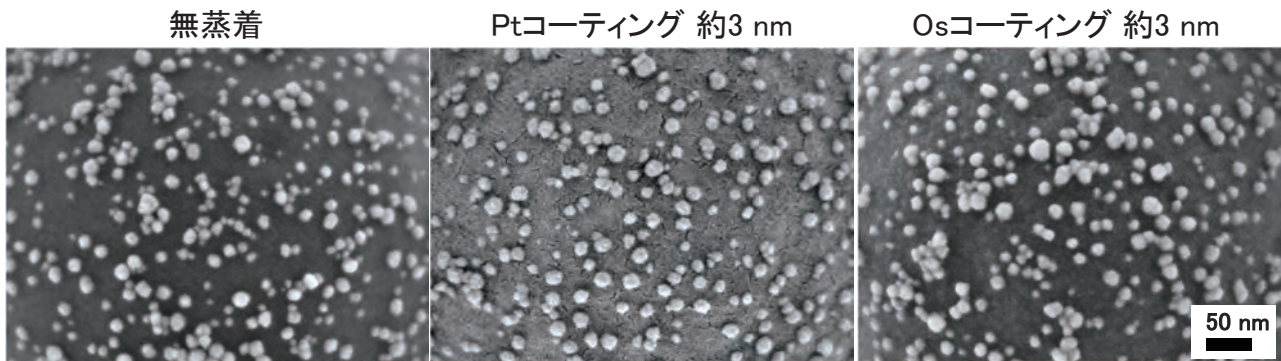
26/42

使用機種: JSM-IT800SHL

Solutions for Innovation JEOL

コーティング材料の影響③

試料: アクリル樹脂 観察倍率: x200,000 (0.8 kV)



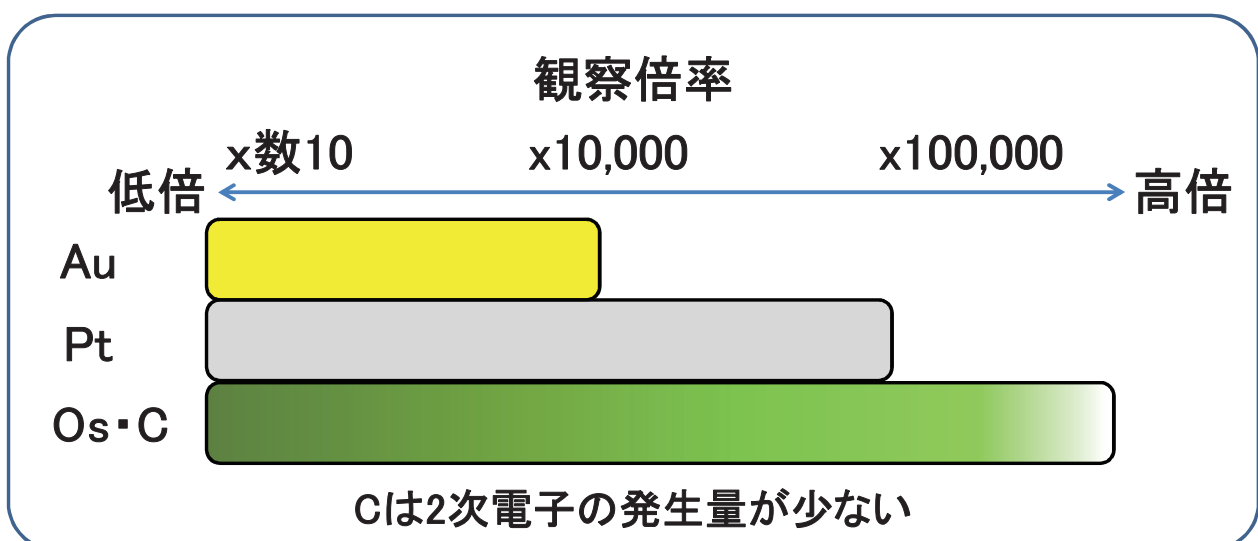
20万倍のPtコーティングでは、表面が埋もれひび割れが見られる。
Osコーティングでは、小さな粒子の大きさがOs付着分大きくなってしまっている。

27/42

使用機種: JSM-IT800SHL

Solutions for Innovation JEOL

観察倍率とコーティング材料



28/42

Solutions for Innovation JEOL

内容

1. 試料作製について
試料固定とコーティング
2. 観察条件の設定について
入射電圧と照射電流
3. まとめ

観察条件の選択

SEM観察条件の選択

入射電圧
照射電流
作動距離

入射電圧の効果

	低い	高い
分解能	△	○
①帯電	○	×
②熱ダメージ	○	×
③表面情報	○	×

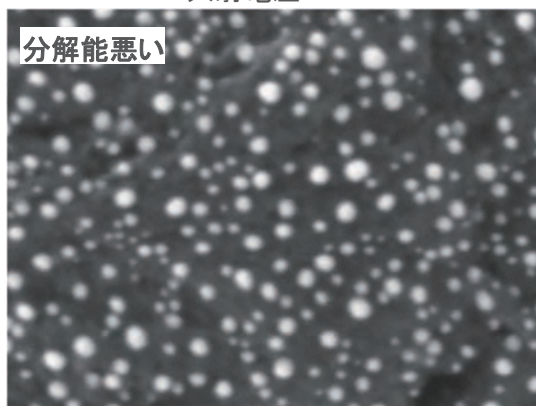
31/42

Solutions for Innovation JEOL

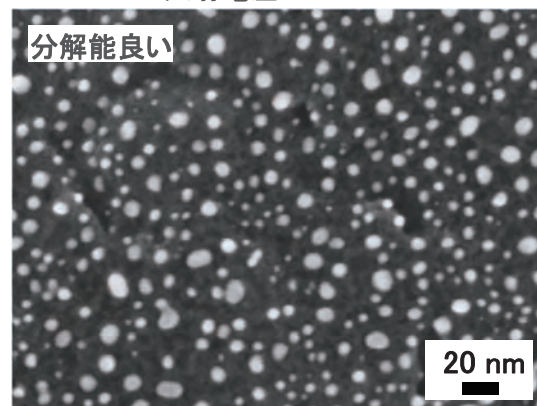
入射電圧の異なる画像(画像分解能の違い)

試料: 金蒸着粒子 観察倍率: x400,000

入射電圧 1 kV



入射電圧 15 kV



入射電圧が高いと分解能は向上する。

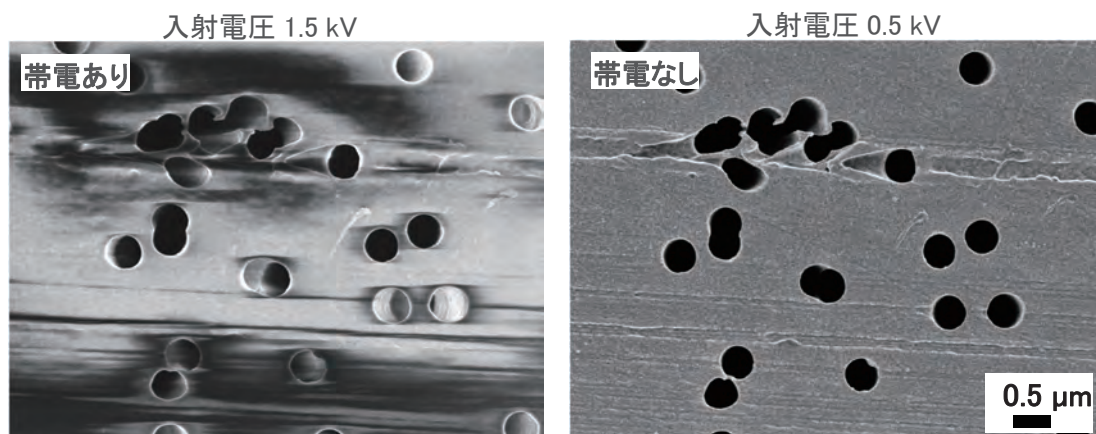
32/42

使用機種: JSM-7900F

Solutions for Innovation JEOL

①入射電圧と帯電(異常コントラスト)

試料: メンブレンフィルター 観察倍率: x15,000



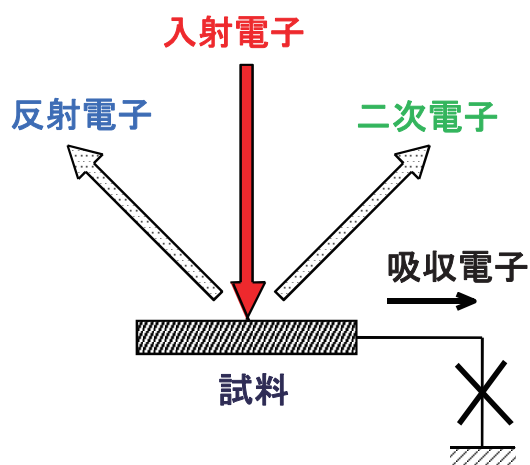
入射電圧が高いと帯電が起こり、異常コントラストにより表面の形状情報が阻害される。

33/42

使用機種: JSM-IT800SHL Solutions for Innovation JEOL

帯電現象

帯電現象: 試料に電子が留まる現象



＜導電性のある試料＞

入射電子 = 二次電子 + 反射電子 + 吸収電子
(吸収電子が試料ステージに流れる)

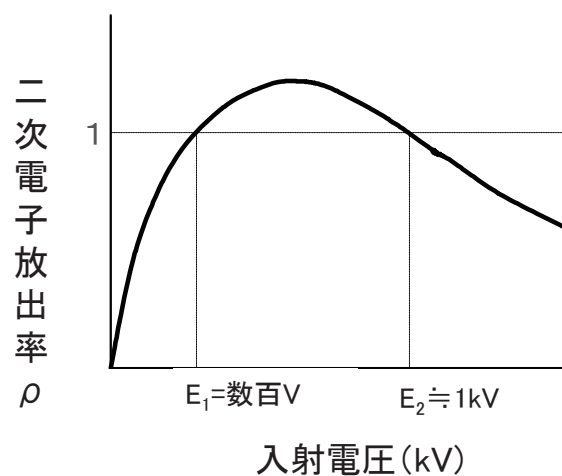
＜導電性のない試料＞

入射電子 $\neq$ 二次電子 + 反射電子 + 吸収電子
(吸収電子が試料ステージに流れない)

34 / 42

Solutions for Innovation JEOL

入射電圧と二次電子放出率



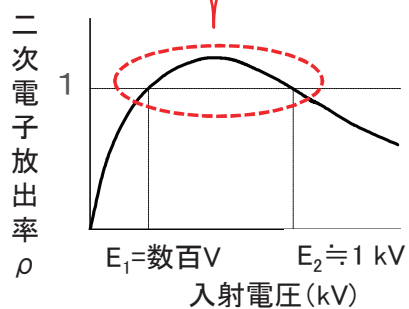
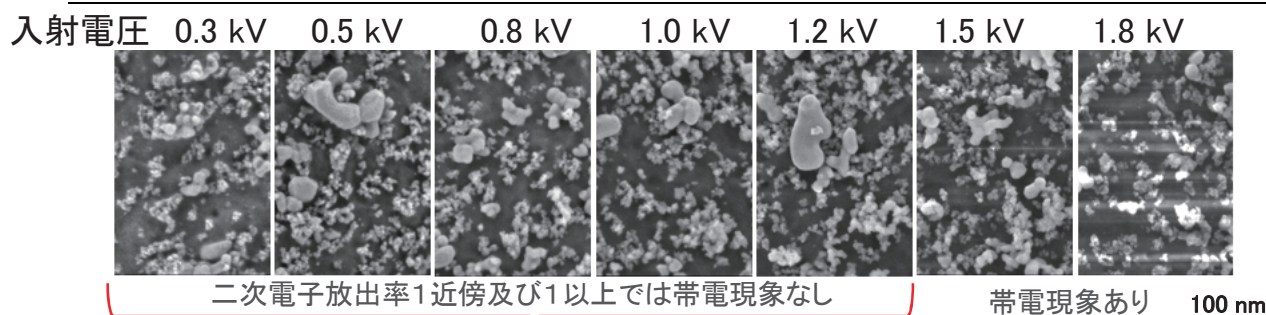
参考書籍: 新走査電子顕微鏡
(日本顕微鏡学会関東支部 編)

二次電子放出率が1近辺となる低入射電圧を使用することにより帯電現象を抑えた観察が期待できる。

35/42

使用機種: JSM-IT800SHL Solutions for Innovation JEOL

①入射電圧と帯電現象

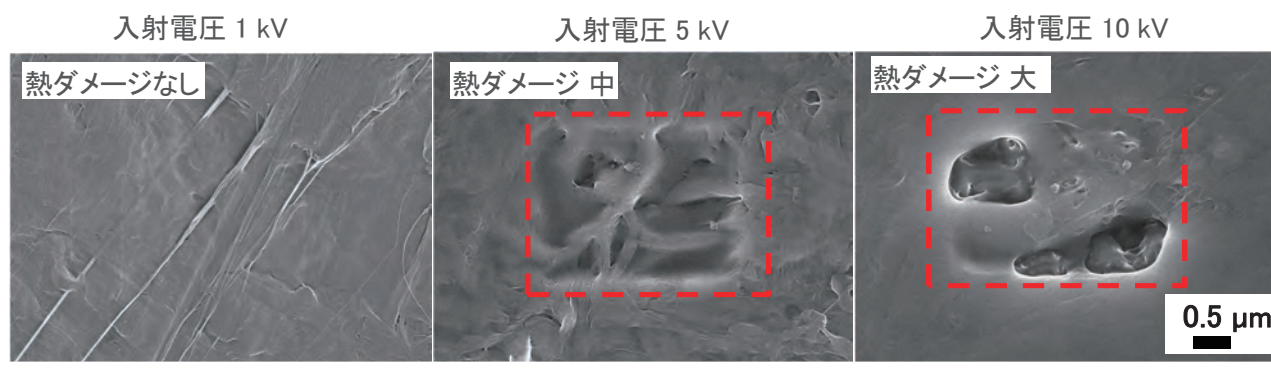


試料: トナー粒子
使用機種: JSM-IT800SHL Solutions for Innovation JEOL

36/42

②入射電圧と試料ダメージ

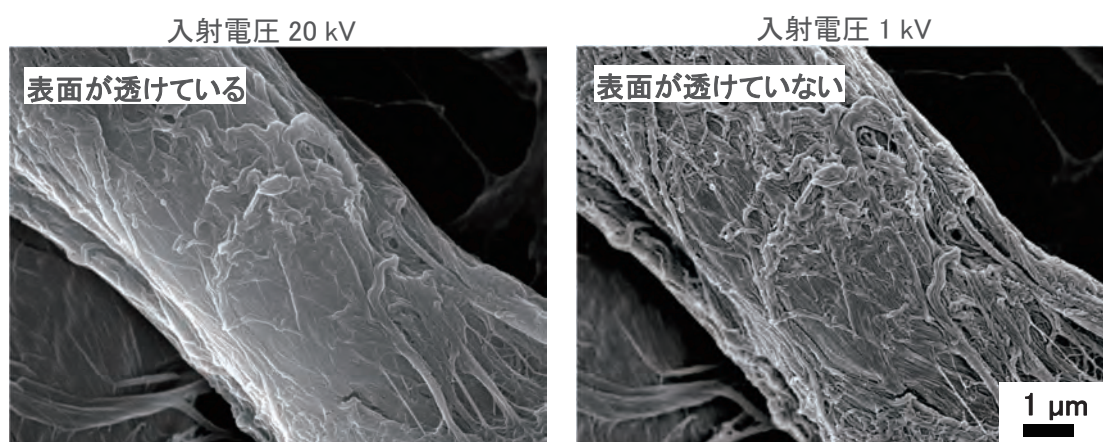
試料: PTFE(Ptコート 約3 nm) 観察倍率: x20,000



PTFEの様に熱ダメージを受けやすい試料観察には、低い入射電圧を使用する必要がある。

③入射電圧と電子の侵入深さ

試料: ろ紙 観察倍率: x20,000



入射電圧が高いと表面の情報が乏しくなる。

照射電流の効果

	少ない	多い
分解能	○	×
①帯電	○	×
②熱ダメージ	○	×
③表面情報	△	○

39/42

Solutions for Innovation JEOL

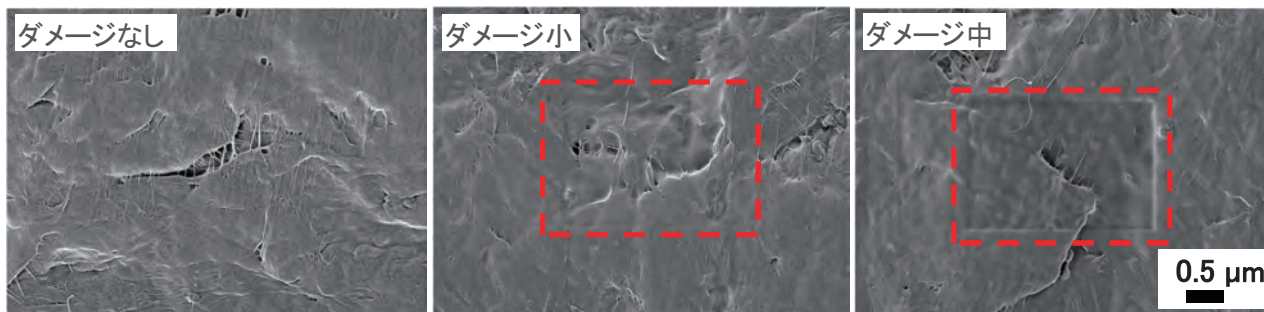
②照射電流と試料ダメージ

試料: PTFE(Ptコート 約3 nm) 観察倍率: x20,000 (1.0 kV)

照射電流 10 pA

照射電流 50 pA

照射電流 100 pA



PTFEの様に熱ダメージを受けやすい試料観察には、少ない照射電流を使用する必要がある。

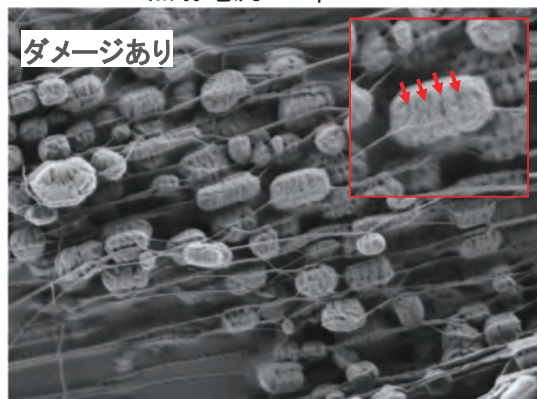
40/42

使用機種: JSM-IT800SHL Solutions for Innovation JEOL

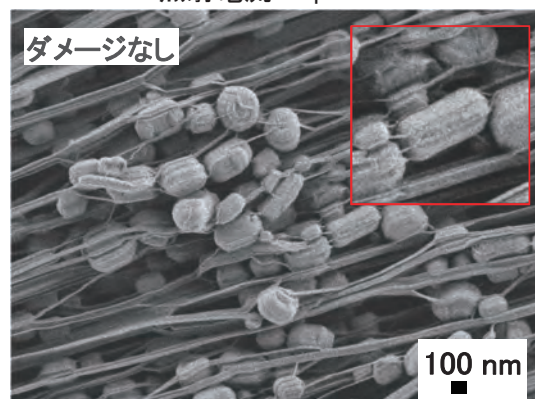
②照射電流と試料ダメージ

試料: シールテープ 観察倍率: $\times 30,000$ (0.2 kV)

照射電流 30 pA



照射電流 5 pA



電子ビーム照射に敏感な試料は、照射電流を低く抑えることによりダメージを軽減できる。

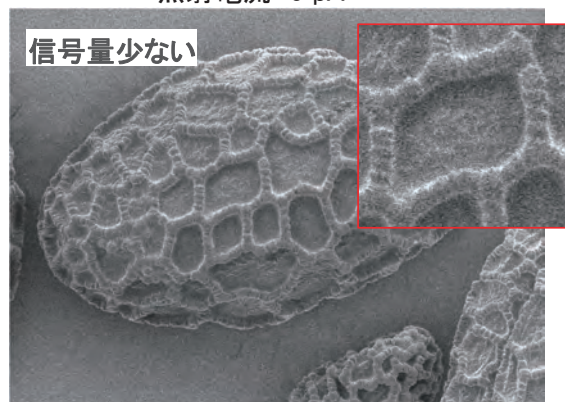
41/42

使用機種: JSM-IT800SHL Solutions for Innovation JEOL

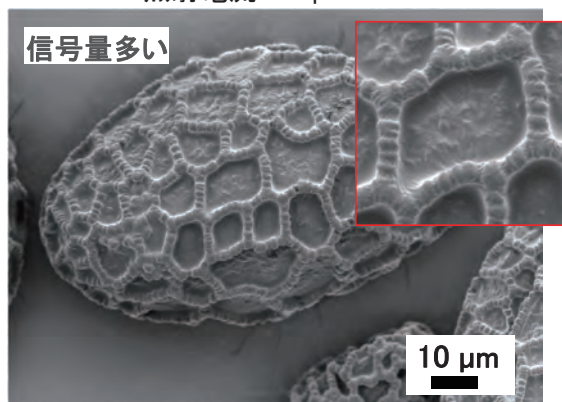
③照射電流と信号量の違い

試料: ユリの花粉 観察倍率: $\times 900$ (0.8 kV)

照射電流 5 pA



照射電流 30 pA



照射電流が少なすぎると信号量が減り表面形状が不鮮明になる。

42/42

使用機種: JSM-IT800SHL Solutions for Innovation JEOL

観察条件のまとめ

	入射電圧		照射電流	
	低い	高い	少ない	多い
分解能	△	○	○	×
①帯電	○	×	○	×
②熱ダメージ	○	×	○	×
③表面情報	○	×	△	○

- ・ソフトマテリアルのSEM観察で問題となる帯電、熱ダメージの軽減には、低い入射電圧と少ない照射電流を使用する。
- ・表面情報量は入射電圧が低い方が多いですが、照射電流の設定については帯電と熱ダメージの兼ね合いで決定する。

43/42

Solutions for Innovation JEOL

ソフトマテリアルのSEM観察で起こる問題に対する解決方法(まとめ)

問題	試料作製	観察条件
①帯電	試料サイズ&絶縁物の露出面積を小さくする コーティング	低い入射電圧・少ない照射電流を使用
②熱ダメージ	コーティング	低い入射電圧・少ない照射電流を使用
③表面情報 電子の侵入深さ		低い入射電圧・適切な照射電流(帯電と熱ダメージとの兼ね合いで決定)を使用

44/42

Solutions for Innovation JEOL