

SEM観察の基礎と応用

～試料情報を引き出す前処理と観察条件設定～

2021.02.18

日本電子株式会社

EP事業ユニット EPアプリケーション部 SEMチーム 石野 真友、作田 裕介

SEMで綺麗な像を得るためには？

装置



試料



はじめに ～SEMで綺麗な像を得るためには？～

電子線の光学条件

適切な電子プローブ径、表面情報、像の滑らかさ、焦点深度

試料前処理

試料の固定、帯電防止処理、断面作製

Solutions for Innovation JEOL 

目次

1. SEMの条件設定について
2. 試料前処理について
3. まとめ

Solutions for Innovation JEOL 

目次

1. SEMの条件設定について

1-1. プローブ径の形成

1-2. 像への反映

2. 試料前処理について

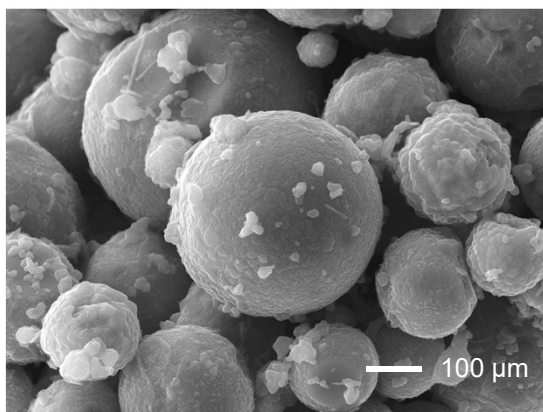
3. まとめ

Solutions for Innovation JEOL

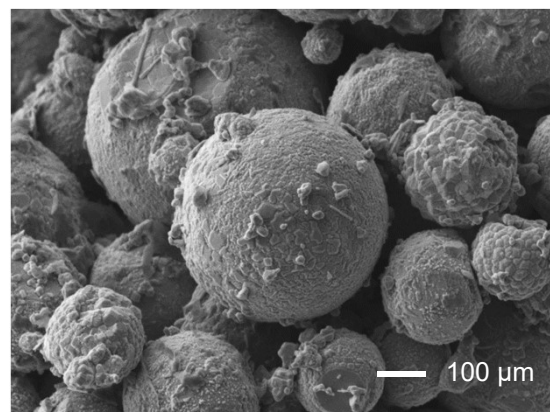
光学条件による像の違い

試料: Zn粒子

加速電圧 15 kV



加速電圧 2 kV

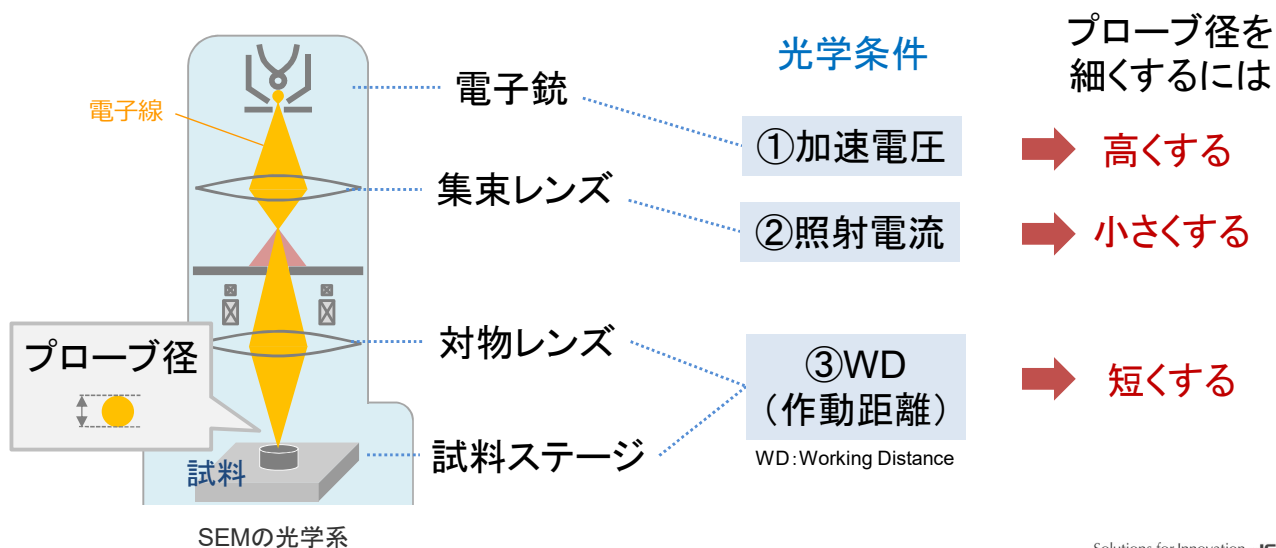


加速電圧を低くすると表面の細かな凹凸が見える

Solutions for Innovation JEOL

SEMの条件設定 ～電子線を細く絞るには～

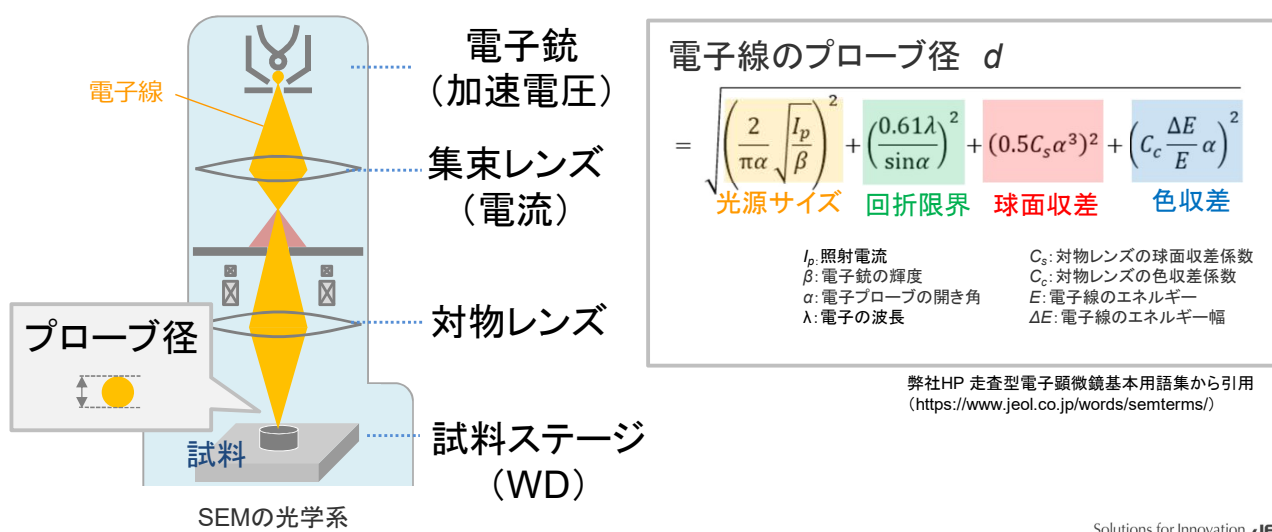
電子線のプローブ径 = 試料表面に照射された電子線断面の直径



Solutions for Innovation JEOL

SEMの条件設定 ～電子線を細く絞るには～

電子線のプローブ径 = 試料表面に照射された電子線断面の直径

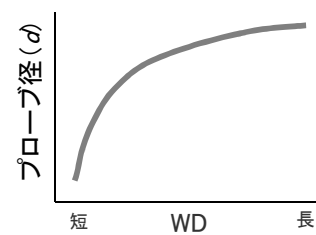
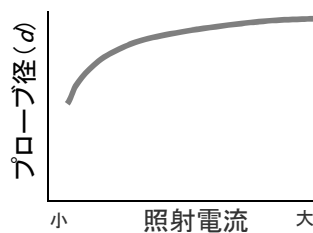
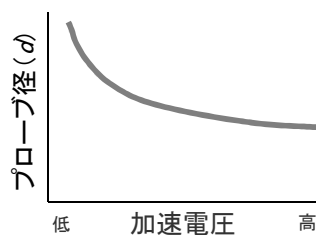


Solutions for Innovation JEOL

SEMの条件設定 ～電子線を細く絞るには～

電子線を細く絞るための各光学条件

	光源サイズ	回折限界	球面収差	色収差
加速電圧: 高		○		○
照射電流: 小	○			
WD: 短	○	○	○	○



Solutions for Innovation JEOL

目次

1. SEMの条件設定について

1-1. ビームの形成

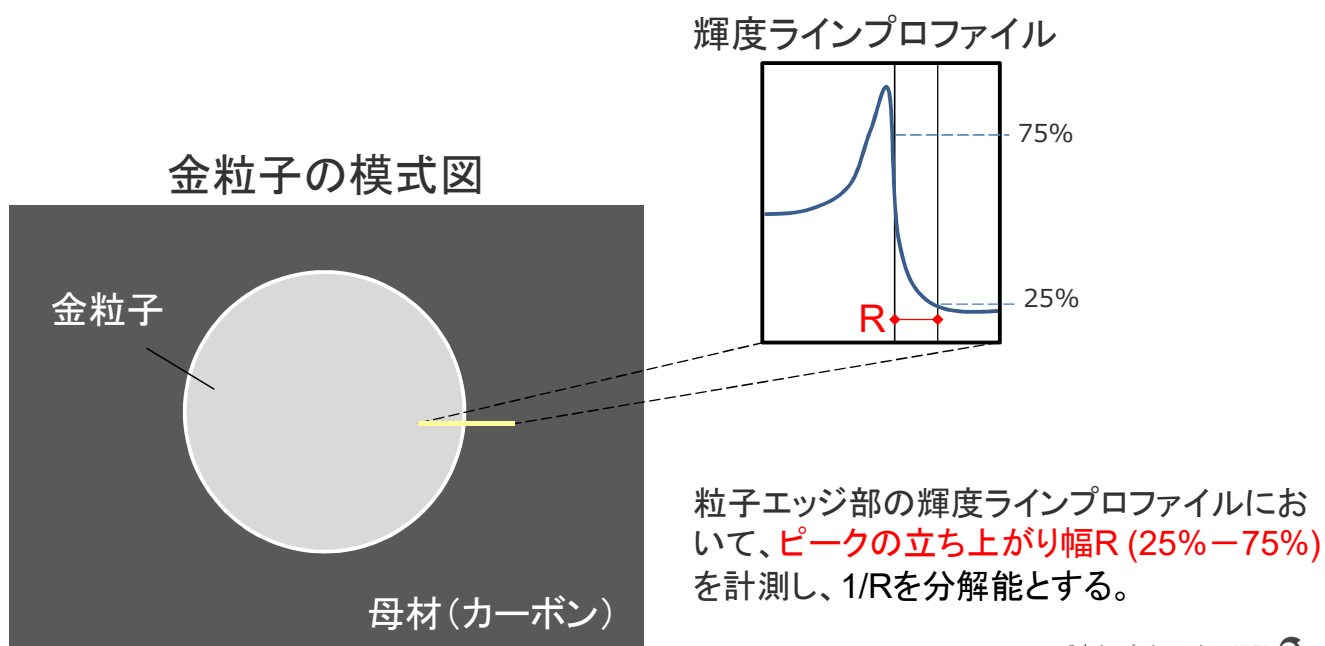
1-2. 像への反映

2. 試料前処理について

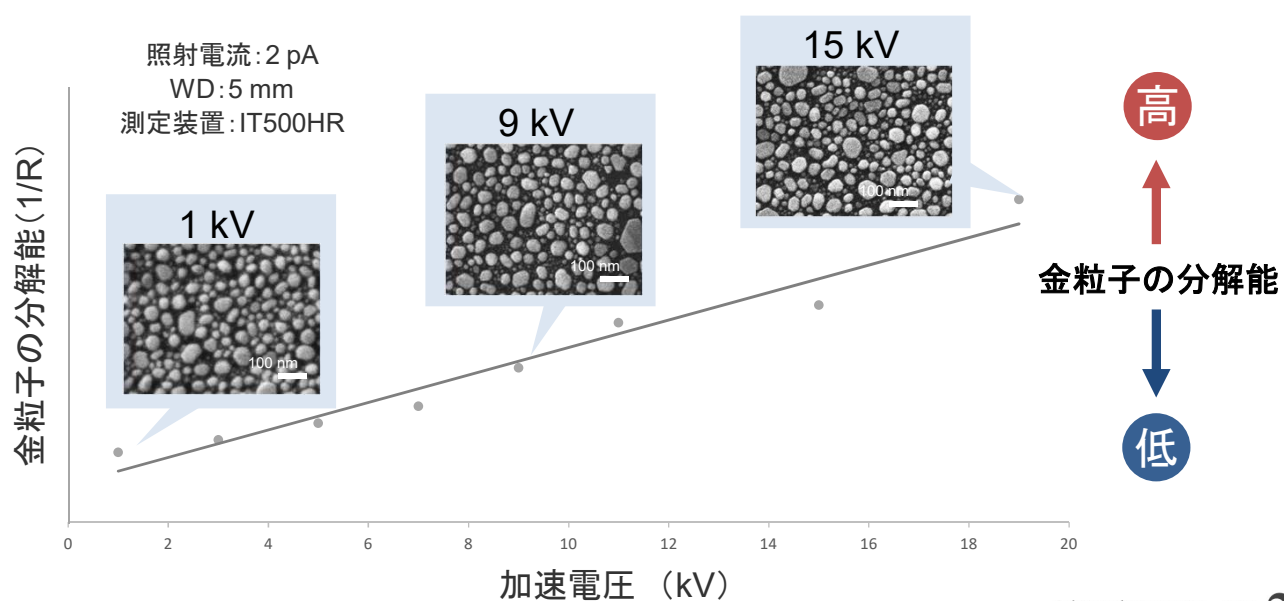
3. まとめ

Solutions for Innovation JEOL

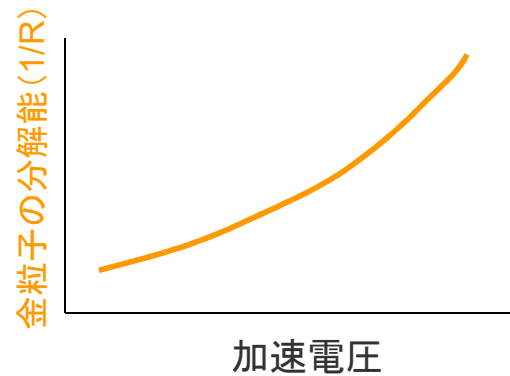
分解能の算出方法について (nanopix3を使用)



加速電圧と分解能の関係(金粒子 Z:79)



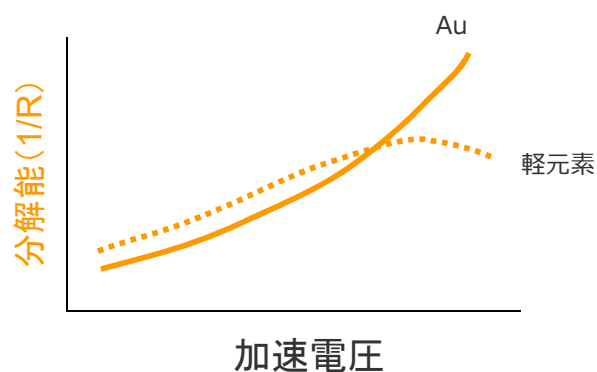
加速電圧と分解能の関係



加速電圧を上げるほど、プローブ径は細くなる。
金粒子では、それに伴い分解能が向上した。

Solutions for Innovation JEOL

加速電圧と分解能の関係

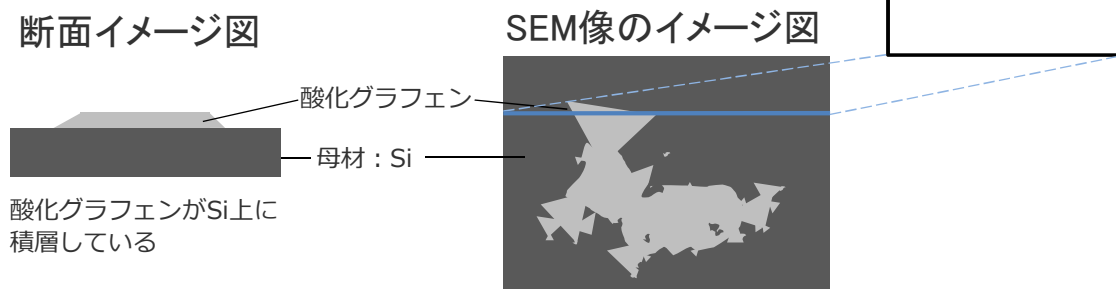


ただし、軽元素では、加速電圧を上げてても
分解能が向上するとは限らない

Solutions for Innovation JEOL

高い加速電圧で観察する際の注意点

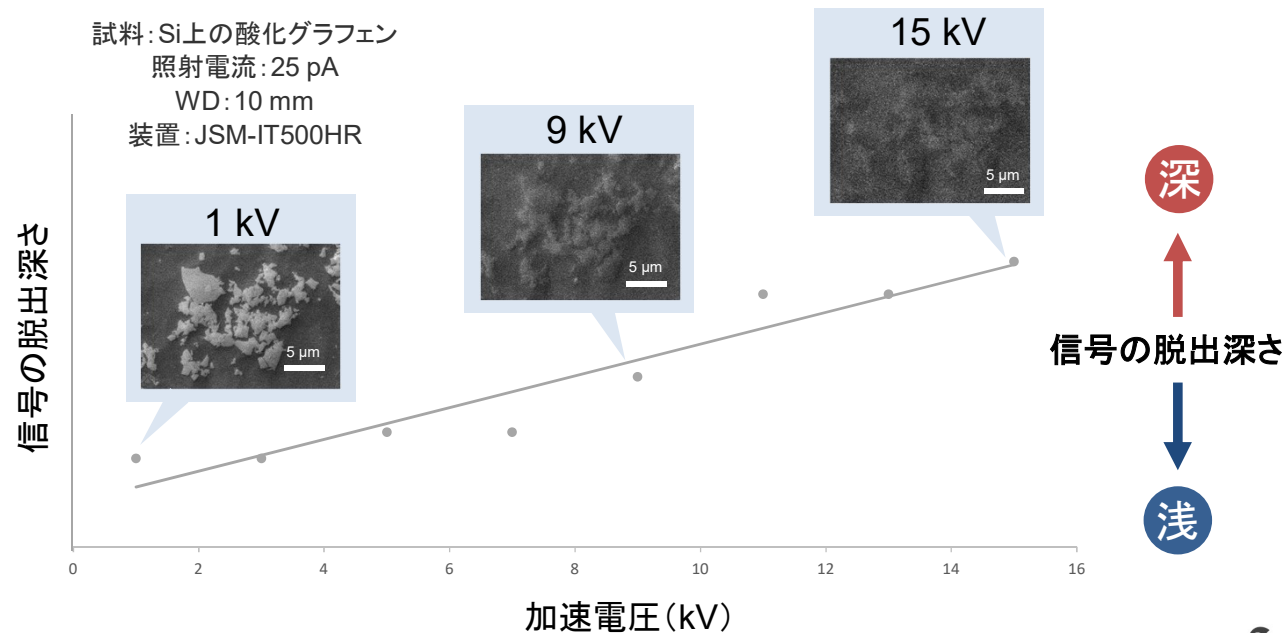
試料: Si上の酸化グラフェン



- ①SEM像における輝度のラインプロファイルをとる
- ②Siと酸化グラフェンのピーク高さを計測
- ③ピーク高さの逆数を**信号の脱出深さ**とする

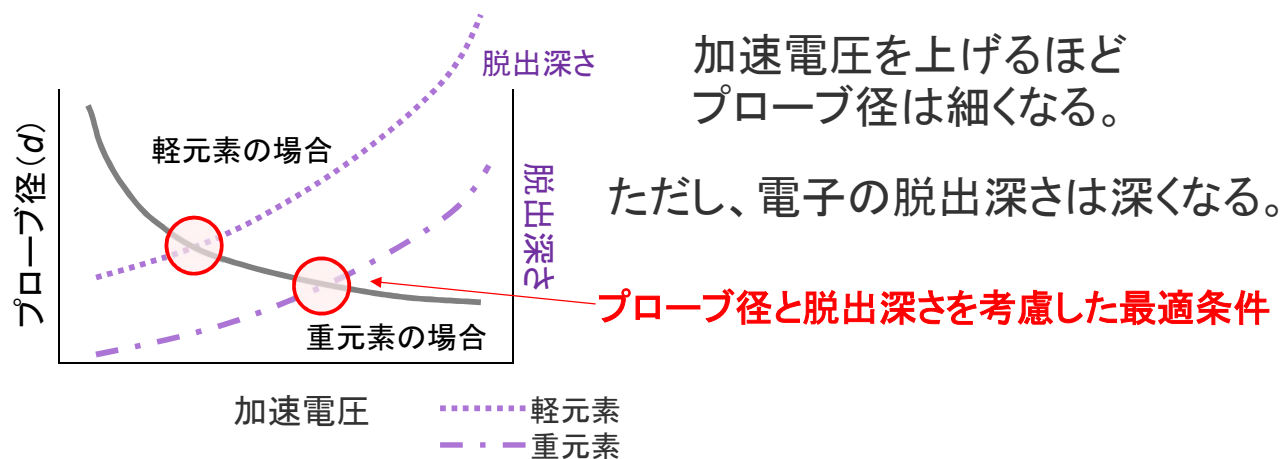
Solutions for Innovation JEOL

高い加速電圧で観察する際の注意点



Solutions for Innovation JEOL

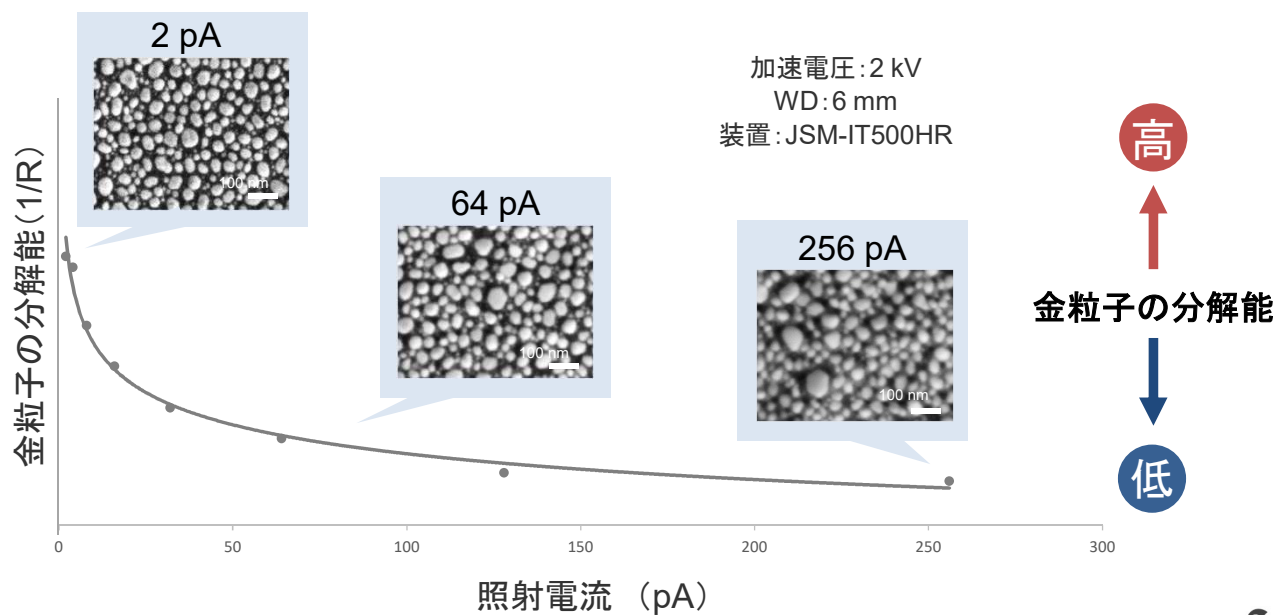
高い加速電圧で観察する際の注意点 まとめ



軽元素と重元素では最適条件が異なるので注意

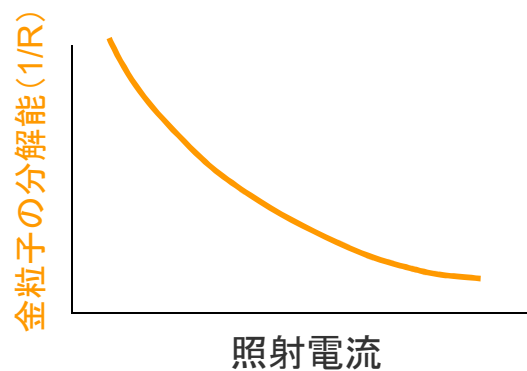
Solutions for Innovation JEOL

照射電流と分解能の関係(試料:金粒子)



Solutions for Innovation JEOL

照射電流と分解能の関係

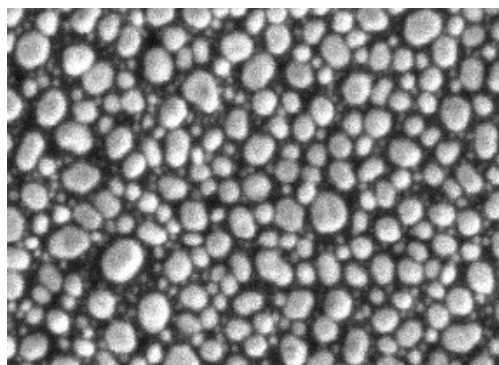


照射電流を小さくするほど、電子線のプローブ径が細くなる。
それに伴い金粒子の分解能は高くなった。

Solutions for Innovation JEOL

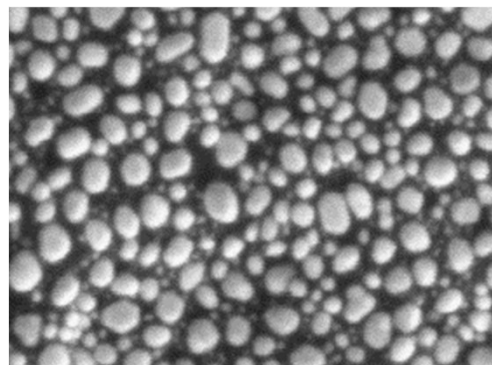
照射電流を小さくして観察する際の注意点

2 pA



100 nm

16 pA

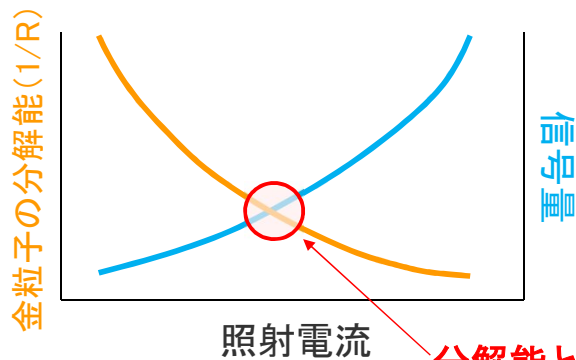


100 nm

少 ← 信号量 → 多

Solutions for Innovation JEOL

照射電流について まとめ

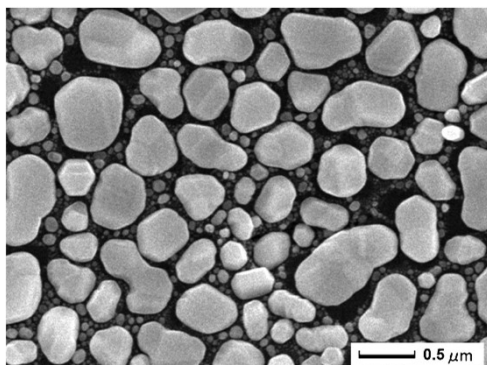


照射電流を小さくすると分解能は高くなる。
ただし、信号量は減少する。

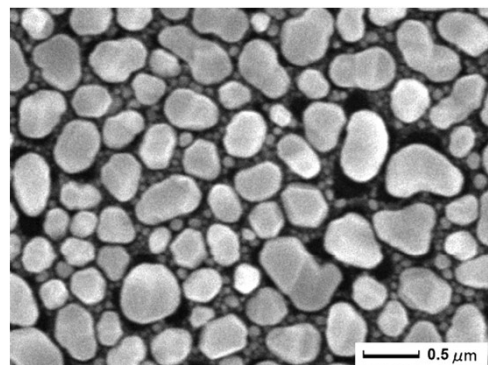
Solutions for Innovation JEOL

WDとプローブ径の関係

6 mm



47 mm

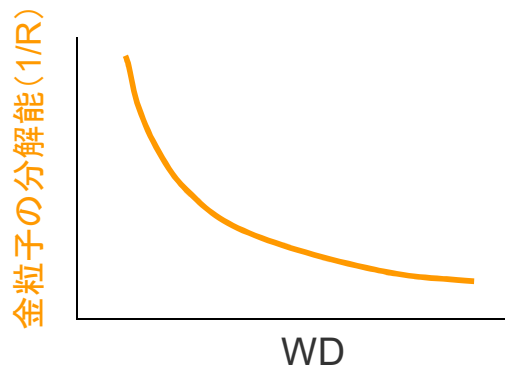


小 ← 電子線のプローブ径 → 大

試料: 金粒子
倍率 x50,000

Solutions for Innovation JEOL

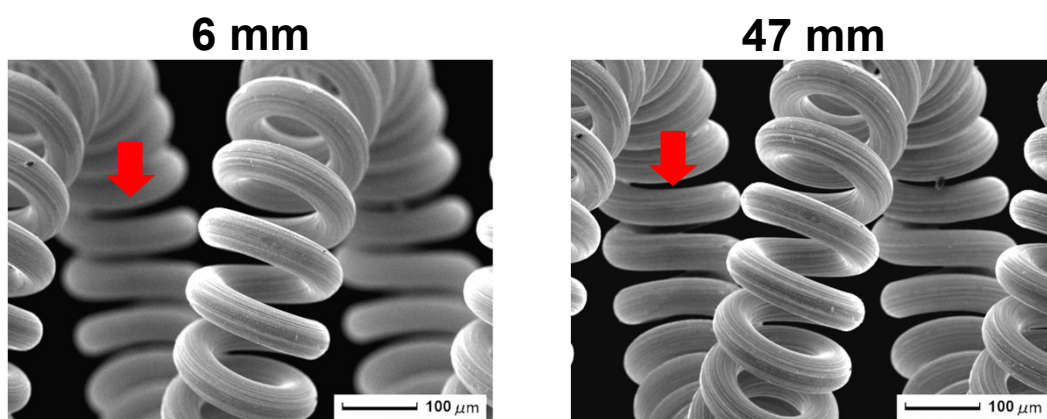
WDと分解能の関係



WDを短くするほど、電子線のプローブ径が細くなる。
それに伴い、金粒子の分解能は高くなる。

Solutions for Innovation JEOL

WDを短くして観察する際の注意点



浅



焦点深度

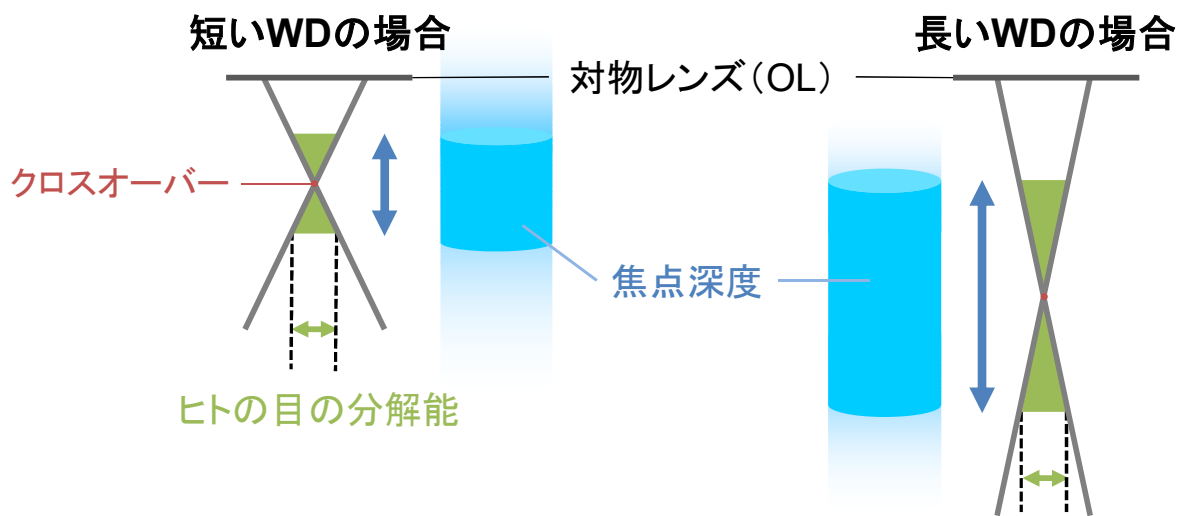


深

試料：電球フィラメント
倍率 x150

Solutions for Innovation JEOL

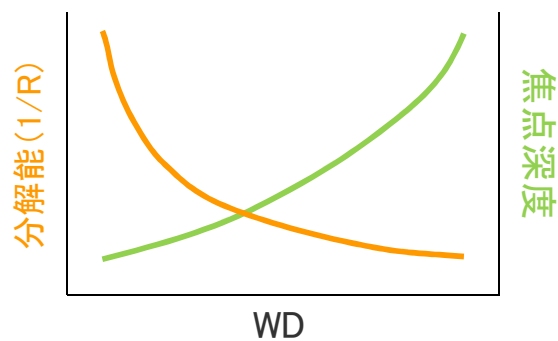
焦点深度について



WDが長いほど、像のボケを認識できない範囲が広い
⇒フォーカスの合う範囲が広い

Solutions for Innovation JEOL

WDについて まとめ



WDを短くすると、分解能が高くなる。
WDを長くすると、焦点深度が深くなる。

Solutions for Innovation JEOL

目次

1. SEMの条件設定について

2. 試料前処理について

2-1. 試料の固定

2-2. 帯電防止

2-3. 断面作製

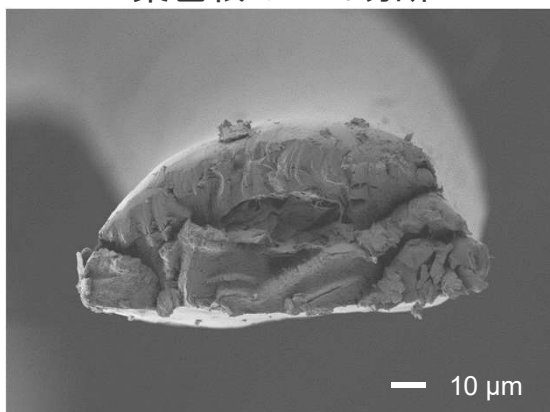
3. まとめ

Solutions for Innovation JEOL

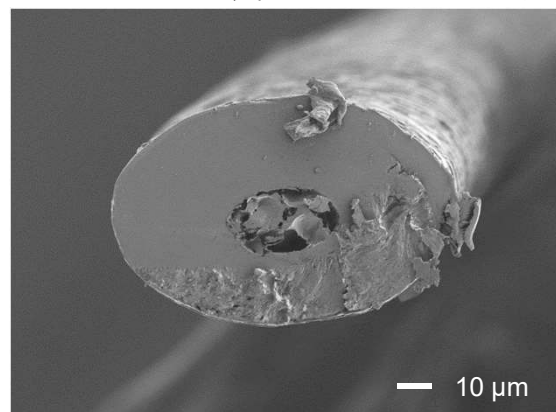
前処理の重要性

試料: シロクマの毛

薬包紙の上で切断



シリコンゴム製シートの上で切断



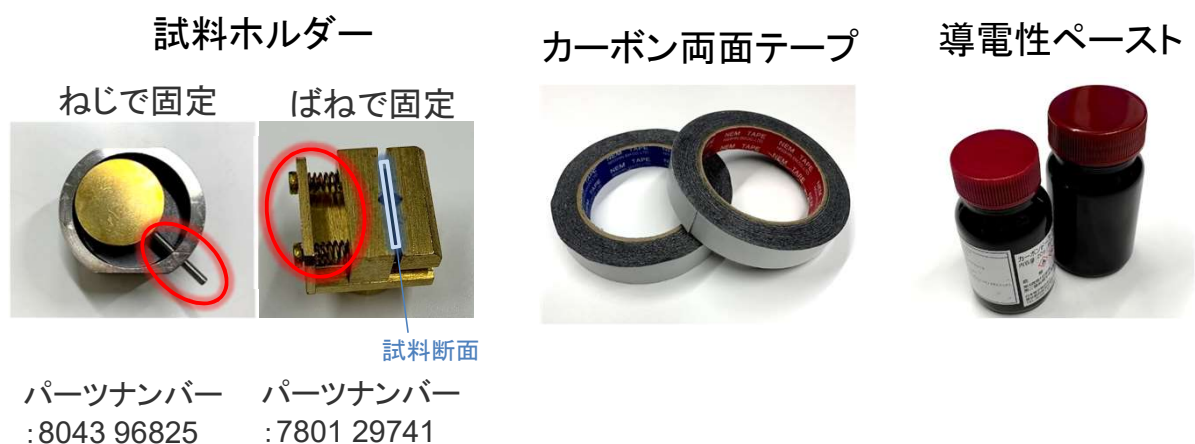
Solutions for Innovation JEOL

観察目的の設定



Solutions for Innovation JEOL

2-1. 試料の固定方法



導電性のあるもので試料の固定を行なう。

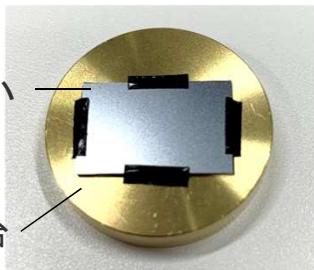
Solutions for Innovation JEOL

2-1. 試料の固定方法

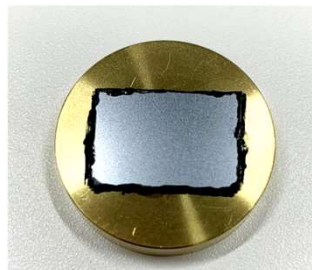
カーボン両面テープ

試料: Si ウエハ

真鍮試料台



カーボンペースト



試料表面から試料台へしっかりと導通を取る
カーボンテープは小さく切り、左右対称に貼り付ける

Solutions for Innovation JEOL

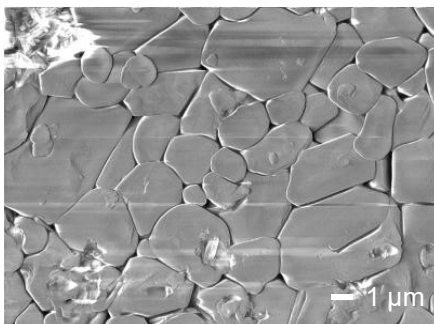
2-2. 帯電防止

帯電とは？

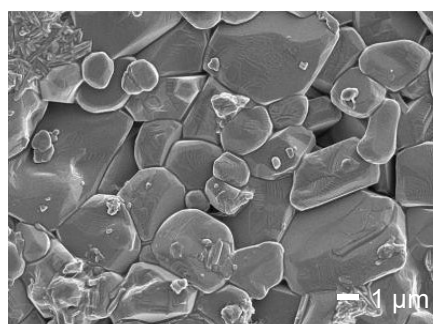
⇒試料に電荷が留まる現象

異常コントラストや像の揺れが起こる

無蒸着



Auコーティング



一部に異常なコントラストが見られる

試料: セラミックス

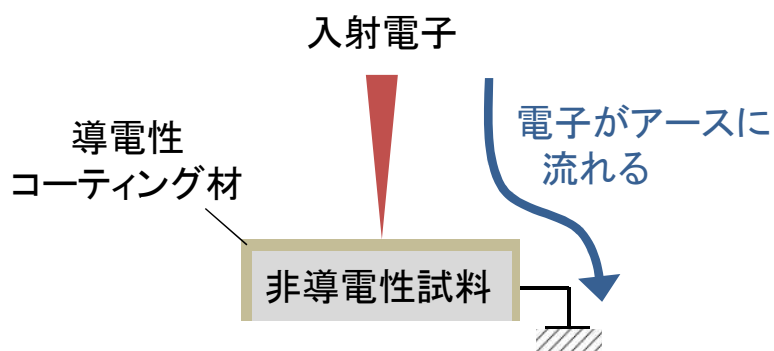
Solutions for Innovation JEOL

2-2. 帯電防止



スパッタリング装置
(JEC-3000FC)

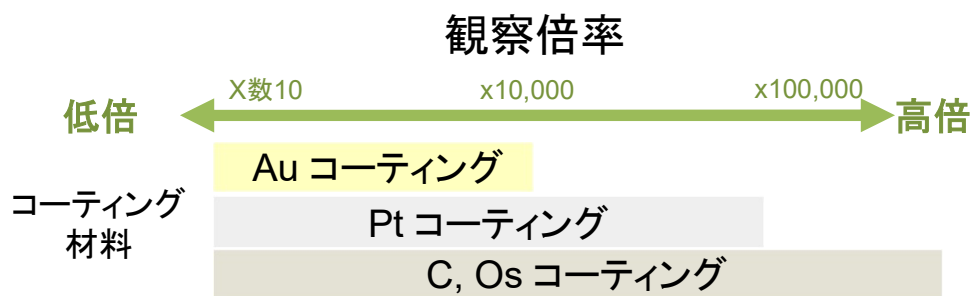
導電コーティングの仕組み



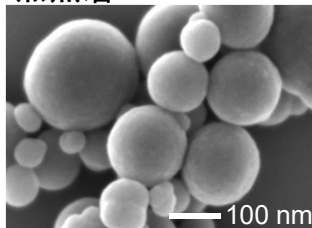
試料表面に導電性を持たせることで帯電を抑制する。

Solutions for Innovation JEOL

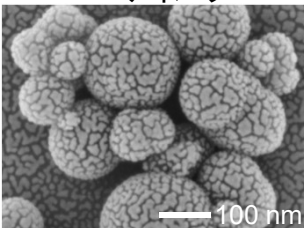
2-2. 帯電防止 コーティング時の注意点



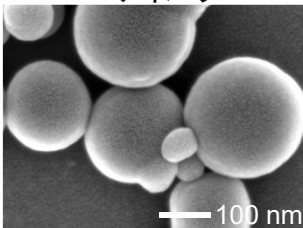
無蒸着



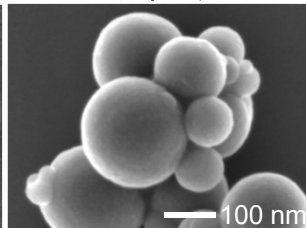
Au コーティング



Pt コーティング



C コーティング



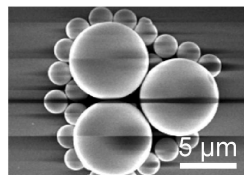
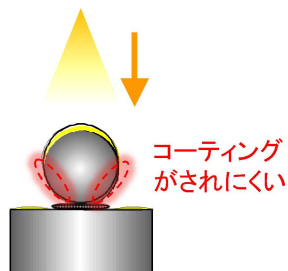
倍率: 20万倍 試料: カーボンブラック

Solutions for Innovation JEOL

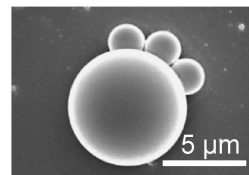
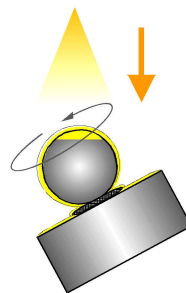
2-2. 帯電防止 コーティング時の注意点

試料：シリカ粒子

真上からのコーティング



試料を回転傾斜コーティング



コーティングがされにくかった箇所にもコーティングが行き届く。

Solutions for Innovation JEOL

2-3. 断面作製

断面作製法と材料の例

	金属	セラミックス	ガラス	紙	プラスチック	ゴム
切断				○	○	○
研磨	○	○				
割断		○	○			
断面ミリング	○	○	○	○	○	○

試料により適切な試料調整法が異なる。

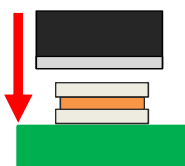
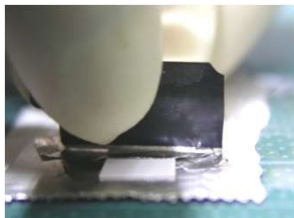


Solutions for Innovation JEOL

2-3. 断面作製

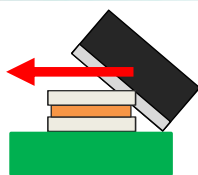
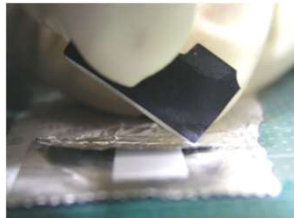
代表的なカミソリ刃の使い方

①押し切り



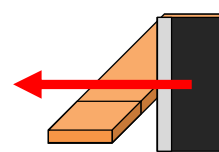
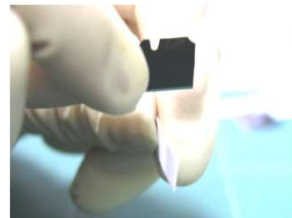
カミソリ刃を垂直に当て
押しながら切る。

②引き切り



カミソリ刃を斜めに当て
引きながら切る。

③袈裟がけ



カミソリ刃を横に当て
勢いよく引き裂く。

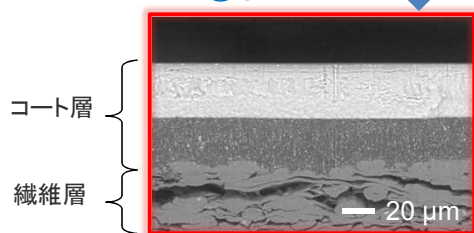
Solutions for Innovation JEOL

2-3. 断面作製

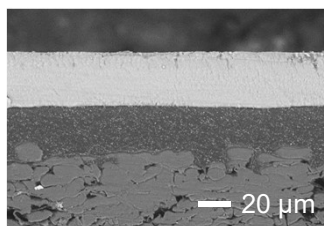
試料: コート紙

カミソリの切断法によるコート紙断面の比較

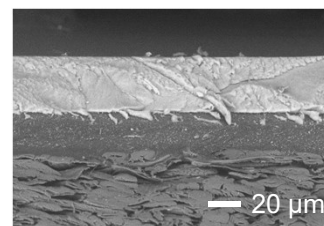
①押し切り



②引き切り



③袈裟がけ



コート層

繊維層

コート層	○	○	×
繊維層	○	△	×

試料によって適した切断方法は異なるため、注意が必要である。

Solutions for Innovation JEOL

2-3. 断面作製

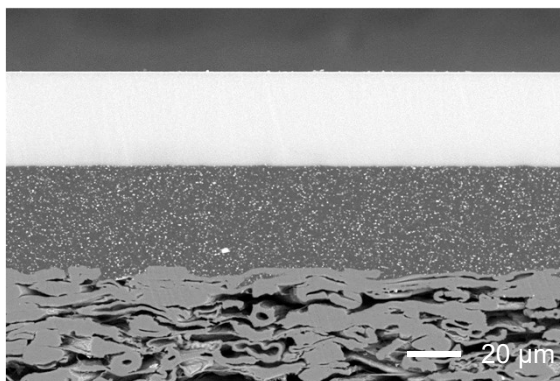
試料: コート紙

CP
(CROSS SECTION
POLISHER™)



CPの原理について
<https://www.jeol.co.jp/science/cp.html>

断面ミリング



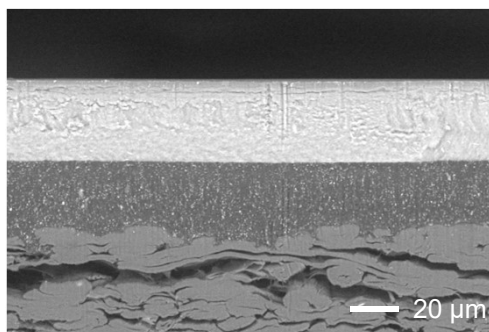
コート層

繊維層

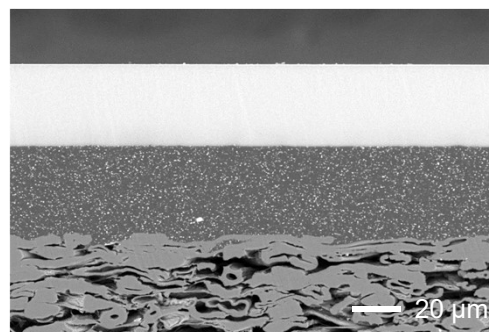
Solutions for Innovation JEOL

2-3. 断面作製

押し切り



断面ミリング



コート層

繊維層

断面ミリングは、より正確な断面構造の観察、層の厚さの測長に有効。

Solutions for Innovation JEOL

目次

1. SEMの条件設定について

2. 試料前処理について

3. まとめ

Solutions for Innovation JEOL 

まとめ ～SEMで綺麗な像を得るためには？～

電子線の光学条件を設定

適切な電子プローブ径、表面情報、像の滑らかさ、焦点深度

▶ 加速電圧、照射電流、WDの設定方法

試料前処理

試料の固定、帯電防止処理、断面作製

▶ 導電接着剤の使用方法、導電コーティング、断面作製方法

Solutions for Innovation JEOL 

ご清聴いただきありがとうございました。