

## 帯電現象とその影響

### 帯電現象とは

前に述べたように、試料に入射した電子はエネルギーを失って試料中に吸収されます。試料が導体であれば、電子はそのまま試料ステージに流れますが、非導電性試料の場合は試料中に止まり、いわゆる帯電が起きます。この様子を図39に示します。この状態では、試料に流入する電子の数と流出する電子の数は等しくありません。一般には、流入する電子の数が上回っており、試料はマイナスに帯電します。そのまま電子線の照射を続けると、照射されている場所にはどんどん負の電荷が溜まっていき、その場所の電位は大きくマイナスになっていきます。そしてある値を超えると放電を起こし、また元の電位に戻ります。一方、何らかに理由で試料に流入する電子の数より流出する電子の数が多くなると、試料はプラスに帯電します。

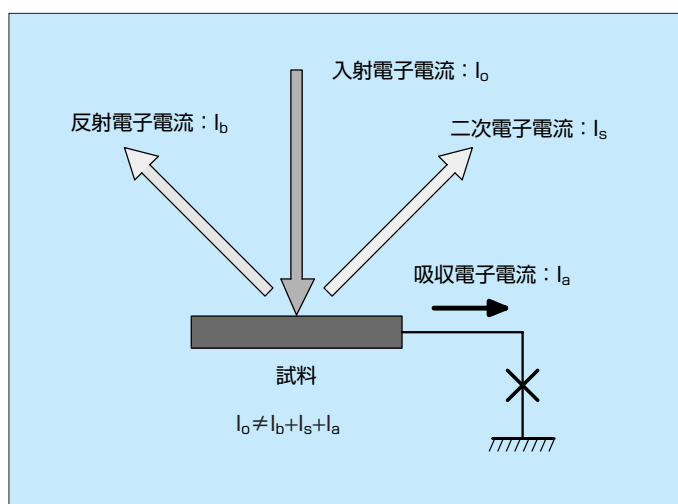


図39 非導電性試料での電気の流れ

### 帯電のSEM像への影響

試料表面を走査する電子プローブは帯電した電荷の反発を受けて曲げられ、本来の照射位置からずれてしまいます。この結果、像が歪んでしまいます。放電すると瞬間的に本来の場所に電子プローブの走査位置が戻るため、SEM像が切れたように見えます。その様子を図40に示します。

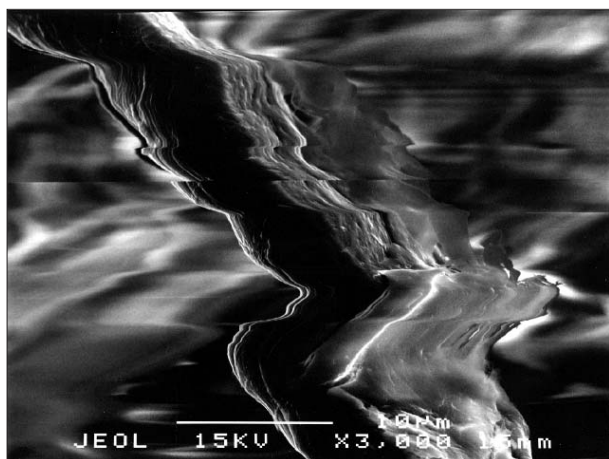


図40 帯電による像の歪み

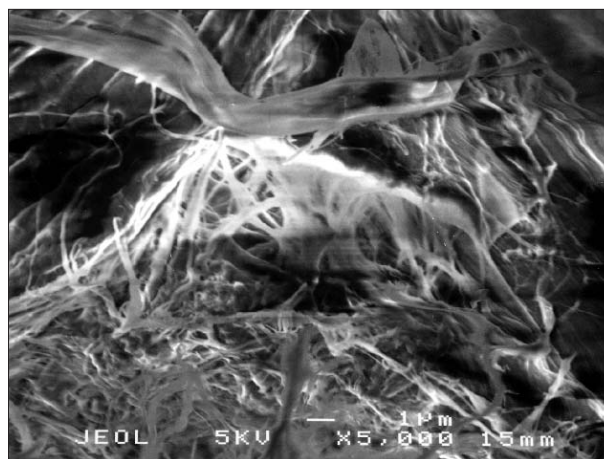


図41 帯電による異常コントラスト

電子プローブの走査が影響を受けない程度のわずかな帯電の場合はどうなるのでしょうか？局所的な帯電によってエネルギーの小さな二次電子が影響を受けます。その影響は、帯電による検出効率の違い、あるいは二次電子軌道の乱れとして現れ、その結果、画像が部分的に明るくなったり、暗くなったりする現象が観察されます。検出効率の違いは、いわゆる電位コントラストを生じます。すなわち、試料がマイナスに帯電すると二次電子検出器と試料との間の電位差が大きくなり、より多くの二次電子が検出器に入射するので、明るくなります（検出効率が高くなります）。試料がプラスに帯電すると、逆に検出効率は低くなってその部分が暗くなります。一方、局所的な帯電が起きると周辺には大きな電界が生じます。この電界は、二次電子検出器からの電界よりはるかに大きいのが普通で、放出された二次電子はこれによって偏向され、軌道が乱れてしまいます。この結果、二次電子は検出器に入らず、像が暗くなってしまいます。その様子を図41に示します。

## 帯電を防止するには

### ●コーティング

最も良く用いられるのは、非導電性試料を導電性の優れた金属の薄い膜で覆う方法です。イオンスパッタあるいは真空蒸着といった方法で、Au、Pt、Au-Pd、Pt-Pdなどの貴金属を数nm～10nm程度の厚さの膜として試料表面に付着させます。これらの貴金属を使う理由は、安定であるほか、二次電子放出率が高いことによるものです。試料表面の形を忠実に再現するためにはなるべく薄い膜が良いのですが、複雑な表面形態の場合は膜を薄くすると連続膜にならないところが出てしまい、しばしば帯電を起こすことがあります。

### ●低加速電圧観察

帯電している状態では、試料に流入する電子の数と試料から流出する電子の数が異なっているわけですが、入射電子線の加速電圧を低くしていくと二次電子放出率が増えていき、加速電圧1kV付近では、図42に示すように、入射電子の数より二次電子の数の方が多くなります。この付近の加速電圧を使うと試料に入射する電子の数と、試料から流出する電子の数が等しくなり、帯電しない条件が見つかります。すなわち、非導電性試料でも帯電することなく像が観察できることとなります。図43は無コーティングのセラミックスを観察した例です。加速電圧10kVでは、凹凸感も少なく、部分的に画像が尾を引いていますが、加速電圧1kVでは、凹凸感が得られているだけでなく画像が尾を引くような様子も見られません。

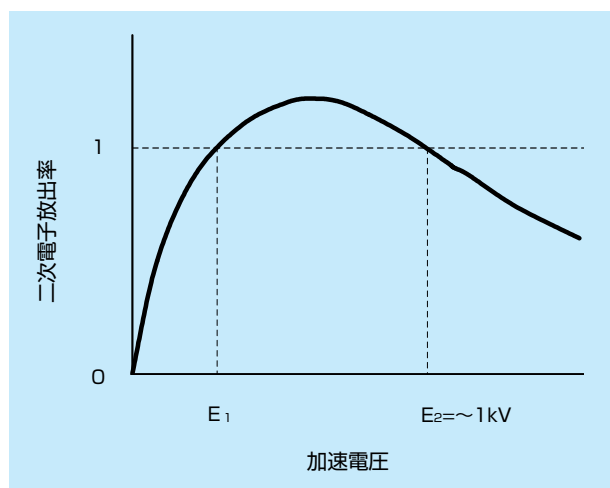


図42 加速電圧と二次電子放出率の関係

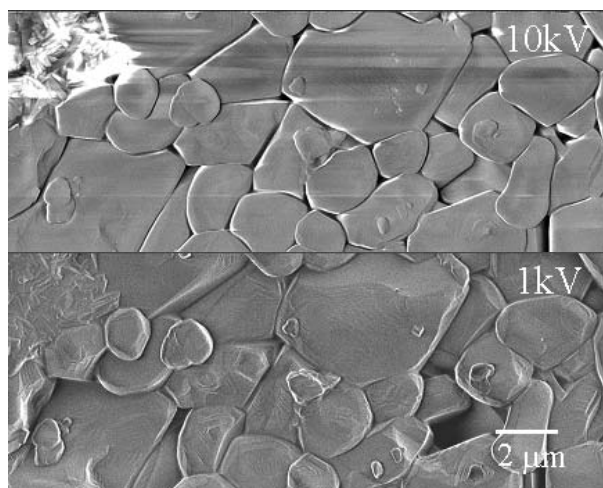


図43 加速電圧を変えて観察したセラミックス（無コーティング）の二次電子像

### ●傾斜観察

前に述べたように（p10参照）試料表面に斜めに電子線が入射すると、二次電子放出量が増加します。この現象を利用すると、非導電性試料を帯電することなく観察できることとなります。この方法は凹凸の比較的少ない試料に有効な方法です。

## ●低真空SEM観察

後で述べる低真空SEM（p26）を使うと非導電性試料を帯電無しに観察できます。試料室の真空を低下させると、残留ガス分子の数が增加しますが、図44に示すように、このガス分子が電子によってイオン化され、プラスイオンとなって試料に到達し、帯電を中和します。試料によっても異なりますが、十分な数のイオンを得るためには数十～100Pa程度の圧力にするのが普通です。図45は無コーティングの星砂を低真空SEMで観察した例です。高真空モードでは帯電によって異常なコントラストを生じていますが、低真空モードでは帯電は起きていません。なお、ここでは反射電子像を使っているので陰影感が強い像となっています。

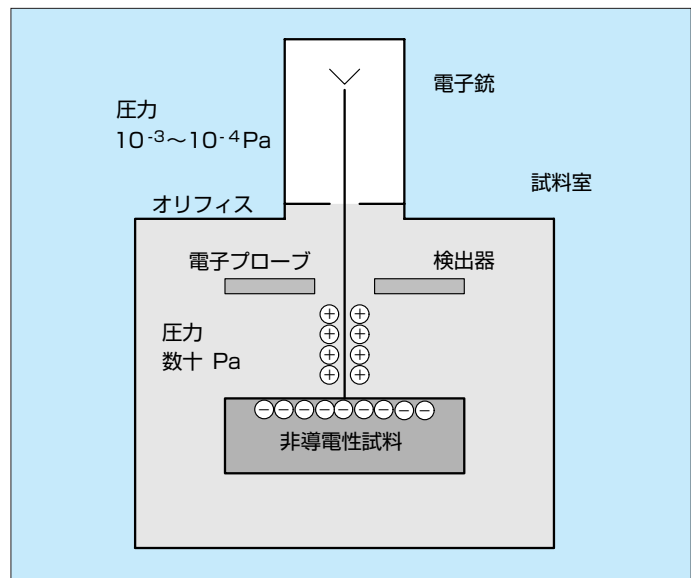
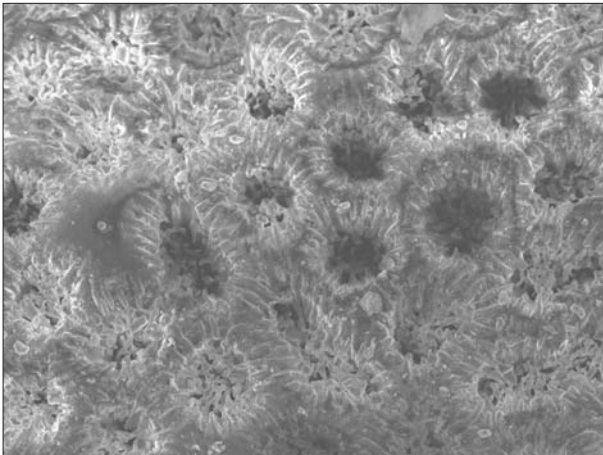


図44 低真空SEMによる非導電性試料の観察原理

高真空モード



低真空モード

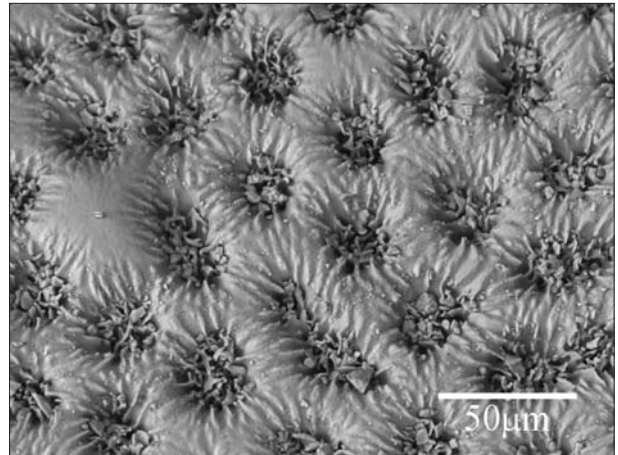


図45 低真空SEMによる非導電性試料の観察例

試料：星砂（無コーティング）