２０１４．６．１８

卓上電子顕微鏡　マニュアル

NeoScope　JCM-5000

Ver.1

１．使用目的

本装置は、光学顕微鏡で不可能な高倍率（1,000 倍以上）もしくは高分解能（理論分解能 1Å）で観察するための顕微鏡である。顕微鏡を倍率順に並べると以下のようになる。

①実体顕微鏡（光学）：数倍の倍率、双眼であるため全体を立体で把握することができる。

②微分干渉顕微鏡（光学）：平坦な試料の僅かな凹凸（明視野）や傷（暗視野）を観察するための顕微鏡。焦点深度は浅いので大きな凹凸を観察することは不得手。

③レーザ共焦点顕微鏡（光学）：焦点深度を深くするための工夫（共焦点）がなされている顕微鏡。微分干渉機能、粗さ測定機能がある。ただし、光学顕微鏡なので横分解能は 0.4μm が限界である。

④走査型電子顕微鏡 SEM（電子）：③までよりも高倍率、高分解能で観察する顕微鏡。ただし、鏡面など平坦な表面は不得手である。また、有機物の観察では、有機物が電子線で煤になり試料室を汚すため真空が引けなくなる。観察後は試料室内の磨き、清掃をすること。生物など水分のあるもの、絶縁物は前処理が必要である。EDX など元素分析や結晶性評価もできるタイプあり。SEM　=　Scanning Electron Microscope

⑤透過型電子顕微鏡 TEM（電子）：結晶性を評価するための電子顕微鏡で表面観察のための SEM とは用途が異なる。電子線を透過させる必要があるため、試料を薄片にしなければならなずテクニックが必要。身近なところではシリコンの加工変質層評価に使用される（「断面 TEM」評価費用は 20 万円/回と高価）。高真空が必要。

⑥原子間力顕微鏡（AFM）：シリコンの針先にかかる原子間力を維持して針を走査させることでÅレベルの測定が大気中で可能。絶縁物でも測定できる。粗さは 3D で詳細に知ることでその粗さであることの根拠が理解できるため、精密加工評価装置として必須である。

２．電子顕微鏡の一般知識

1）概要

走査電子顕微鏡(SEM)は、波長の短い電子線を利用して、数 nm 程度の構造まで観察できる。

※1nm = 10 億分の 1m = 10^{-9}m

材料は基本的に電導性のある材料にしか利用できない。金属、半導体まではよいがセラミッ

クスの観察には金スパッタリングによる導電性付与処理が前処理として必要である。

焦点深度が深い像が得られることから、凹凸の激しい試料表面の構造を拡大して、微小な表面構造を鮮明に（高分解能で）観察することができる。先端加工実験室の SEM などは２角度から撮影できるため、三次元的な画像として観察が可能である。

電子は光に比べ波長が短いため、光学式（OM）に比べて、より小さなものまで見ることができる。また分解能（(隣りあって存在する 2 点を見分けられる限界の距離のこと）に優れている。例えば人間の目の分解能は 0.2mm、OM は 0.4μm、TEM は 0.1nm ～ 0.3nm、SEM は 0.5nm ～ 4nm である。（SEM が TEM の分解能に比べて低い理由：電子の加速電圧が数 kV ～ 数十 kV と低いため電子の波長が長くなること、電子線を細く絞るための磁界レンズの特性の違い。）

SEM の場合は、試料の表面に電子をあてて、そこから反射、または発生してくる電子を検出器に捕捉して像を見ている。

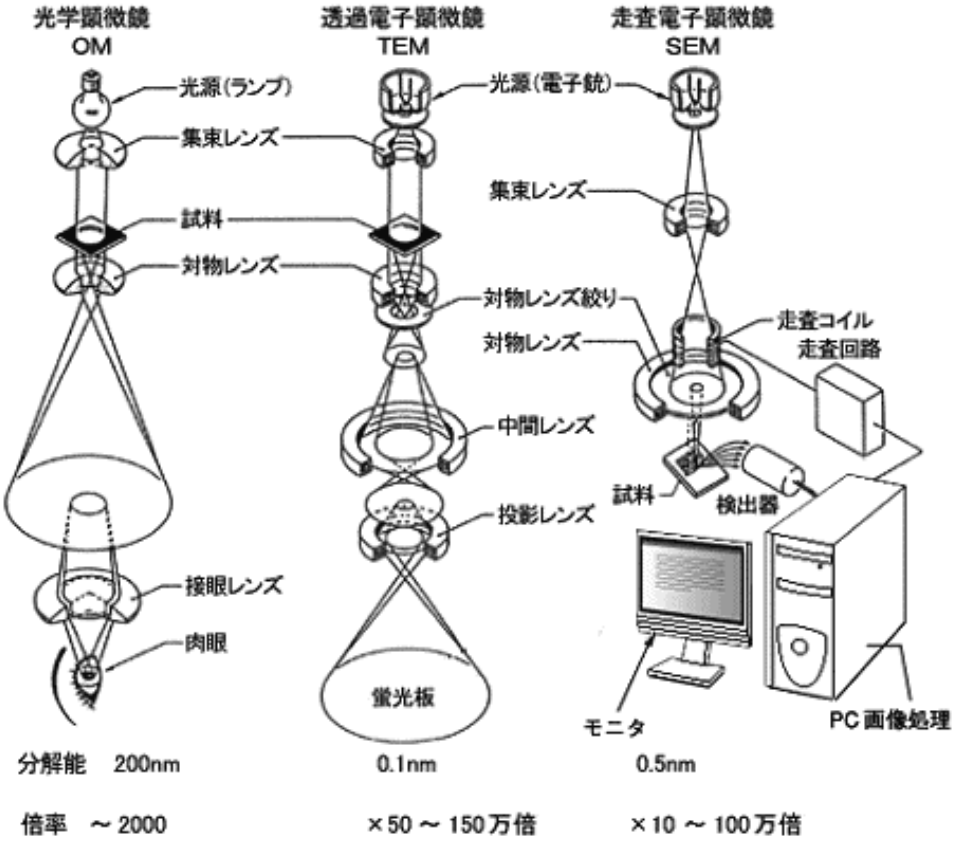

図２－１　各種顕微鏡の特性比較

2）観察原理

フィラメントから出てきた電子線が試料局部に照射されると、そこからは二次電子、反射電子、特性 X 線、光など種々の信号が出てくる。二次電子線をプローブで検出し、試料の形態を判別している。この二次電子は電子プローブが試料表面に入射する際の角度によって発生強度が変わるために、試料表面の 微細な凹凸をこの信号の強弱で検出し表すことができる。

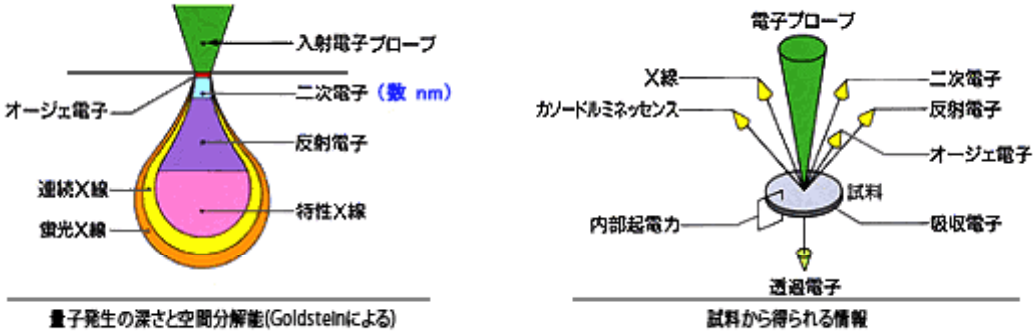

図２－２　電子線照射時の現象発生と特性

図２－３　SEM 観察例（:実装基板）

3）一般的な観察手順

絶縁物（ガラス、セラミックス、プラスチック）は、金のスパッタや蒸着により試料表面を金属粒子で薄く一様に被覆する。これは試料表面の帯電を防ぐためと、二次電子の発生量を多くし、きれいな画像信号を得るためである。試料作製が終わったら、試料台を試料室に取り付けて、試料室内を真空にする（図２－４）。繰り返しになるが、プラスチックなどの有機物は電子線で煤となりチャンバー内を汚すため、そのうち真空が引けなくなってしまう。定期的に研磨剤（商品：ピカール）で磨く必要がある。また、シリコンなどの半導体は金スパッタが不要と思われるがスパッタを行った方が観察しやすくなる。

5kV～20kV(20kV はカラーTV の電子のエネルギーとほぼ同じ)の加速電圧に設定する。高い加速電圧ほど分解能は高くなるが、試料へのダメージが増加する。したがって、試料のごく表面を少ないダメージで見たい場合には、数 kV の低い加速電圧が利用される。

次にフィラメントを加熱し、電子を放出させ、磁界レンズコントロールつまみで電子線のフォーカス(焦点)合わせを行う。一部の装置では、最近のカメラと同じようなオートフォーカス機能も用いられており、研究室の SEM にはその機能がある。次に試料の観察倍率を調整する。低倍率で試料の観察したい位置捜しを行い、徐々に倍率を上げて観察したい部分の拡大像を表示する。写真撮影では一つ倍率を下げて撮影すると鮮明な像が撮れる。

図２－５のように SEM では、光学顕微鏡に比べて焦点深度が深く、立体的な像を鮮明に見ることができる。これが大きな特徴である。SEM の中には擬似色を付ける機能が備わっているものもある。 ただし、研究室の SEM にはこの機能はない。

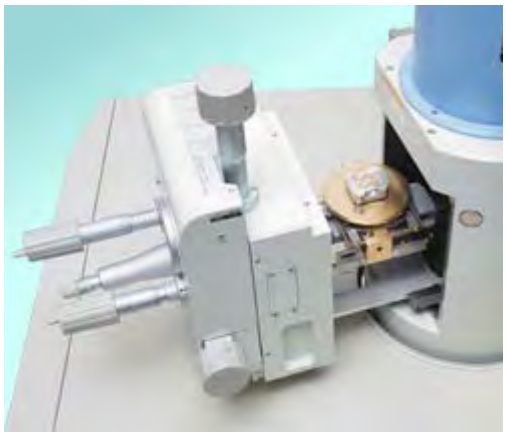

図２－４　試料室と試料台

図２－５　観察例

4）その他

走査電子顕微鏡は、タングステンフィラメントを電子源とする汎用的なもの（研究室のSEM はすべてこのタイプである）から、電界放出形電子銃を電子源とする高分解能・高倍率で観察可能なもの（FE-SEM という。10nm の微粒子観察が可能であり、ナノテクノロジーの研究に威力を発揮している）まで、さまざまなタイプがある。

また元素分析用の X 線検出器（EDX）や、試料の組成の差を観察するための反射電子検出器、結晶解析用の EBSD(反射電子回折)などを追加することで多彩な測定が可能である。主な SEM の測定機能について以下に示す。

SEM の多彩な機能

二次電子像観察	二次電子を検出します。試料の凹凸の様子を観察できます。
反射電子像観察	反射電子を検出し、主に元素組成差の観察に利用できます。 多結晶試料では結晶面の傾きの差をコントラストの差として示すことができます。(チャンネリングコントラスト)
吸収電子像観察	試料に吸収される電子を検出する事で、主に元素組成の差を見る事ができます。反射電子像の逆のコントラストになります。
透過電子像観察	薄膜試料を透過してくる電子を検出します。 薄膜試料の元素組成差や密度の差を見る事ができます。
カソードルミネッセンス像 観察とスペクトル解析	電子線照射により発光する試料の光を検出し画像にします。 またこの発光を波長分光して発光スペクトルを測定する事ができます。半導体などの不純物･欠陥評価、応力分布評価、酸化膜の欠陥構造分布評価、発光素子の評価などに用いられます。
EDS(元素)分析	Li を拡散させた Si 半導体検出器と多重波高分析器 (スペクトルアナライザー) の組合せで、X 線をそのエネルギーで識別し、スペクトルを得る分光器です。 分析元素範囲はB~Uで、全元素範囲の同時分析ができ、分析時のプローブ電流が小さくて済むため、試料ダメージが少なく、微小領域の分析に優れるなどの特長があります。
EBSD解析	試料表面で回折を受けた反射電子を検出します。微小領域の結晶方位同定と方位マップの測定に使用します。
WDS(元素)分析	結晶によるX線の回折現象を利用して波長スペクトルを得る分光器です。 エネルギー分解能が高い、検出感度が高い、などの特長をもちます。
EBIC測定、観察	電子線照射によって、試料内で発生した内部起電力を検出します。 半導体デバイスの欠陥部分析などに用いられます。
低真空機能	試料室の真空度を数十から数百パスカルの真空度にする機能です。 低真空状態で試料を観察する事により帯電が軽減されるため、難しい前処理(コーティング)無しで非導電性試料の観察ができます。 ガス放出の多い試料、蒸気圧の低い試料や含水試料の観察にも用いられます。
電子線露光機能	電子線によるレジスト描画が可能です。
クライオSEM観察	含水試料の水を凍結した状態で観察できます。固定、脱水の過程で生じる試料の変形を防ぐことができます。
加熱観察	試料を加熱して観察できます。 試料の膨張の様子や不純物の析出など、加熱による試料の変化を観察することができます。
引っ張り観察	試料を引っ張りながら観察できます。延性破壊の起点の観察や材料強度の解析に用いられます。

３．JCM-5000 の特徴と仕様

1）特徴

JCM-5000 は、初めてでもすぐに使える簡単画面の走査電子顕微鏡である。

■焦点深度の深い、立体的な像が観察できる

■操作はかんたんで短時間で行えるようになる

■直径 70mm、高さ 50mm までの試料が観察できる

■マイレシピに観察条件を登録して、ワンタッチで観察を始めることができる

■寸法測定機能付きである

■低真空観察では絶縁体でも金スパッタなしで観察できる（ノイズ多し。低倍率のみ。）

2）仕様

倍　　率	：	10 倍～20,000 倍
観察モード	：	高真空モード／低真空モード
電　子　銃	：	フィラメント・ウエネルト一体型グリッドの小型電子銃
加速電圧	：	15kV／10kV／5kV、3 段切替
試料ステージ	：	X-Y 軸手動式　X 方向　35mm、Y 方向　35mm
最大試料サイズ	：	直径　70mm、高さ　50mm
信号検出	：	二次電子、反射電子
データ表示／ データ表示内容	：	加速電圧、倍率、μバー、μ値など
ファイル保存	：	TIFF　または　JPEG　形式
基本システム	：	OS＝Windows VISTA
自動機能	：	オートフォーカス、オートコントラスト、ブライネスト、他
構成	：	装置本体、デスクトップ PC、RP
本体ユニット	：	492（幅）　×　458（奥行）　×　434（高）　69kg
PC	：	ディスプレイ、キーボード、マウスを含む　約 11kg
RP	：	約 5kg
入力電源	：	単相 AC100V（400VA）、120V（900VA）、200V（900VA）、 （変動±10％以内）50/60Hz、アース D 接触他
室温／湿度	：	15～30℃／70％以下

４．操作手順

図４－１　装置本体

図４－２　制御用 PC

図４－１に電子顕微鏡 JCM-5000 を示す。図４－２に制御用パーソナルコンピュータを示す。操作手順は以下のとおり。

１）本体パワースイッチ ON（図４－３）
　ON にすると VENT スイッチが点滅し、真空を引き始める。（図４－４）

２）PC の POWER　SWITCH　ON
「JCM-5000 の起動」ソフトが自動で立ち上がる（図４－５、図４－６）。真空引きが終了すると VENT スイッチは点灯に変わり、観察画面になる。

図４－３　POWER　SWITCH

図４－４　VENT　SWITCH

図４－５　ソフトウエアアイコン

図４－６　ソフトウエア画面

３）試料をセットする。いったん真空に引いた試料室を大気圧にするため、VENT スイッチを押して OFF にする。大気圧になると試料移動台がゆっくり手前に出てくる。試料台は図４－７に示す。44mm 高さのものでこれが標準である。これは３万倍まで対応できる。さらに高倍率にするには図４－８の試料ジグをその試料台上にセットして 47mm と高くする。ただし、高いと検出器を傷つける危険性がある。高すぎる場合は、試料移動台を押し込もうとしても黄銅金具にぶつかって押し込めない。検出器保護のための措置である。

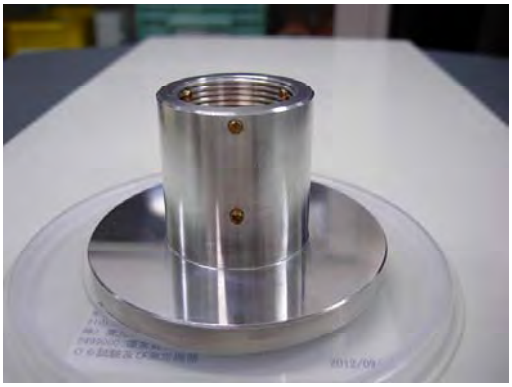

図４－７　試料台（高さ 44mm）

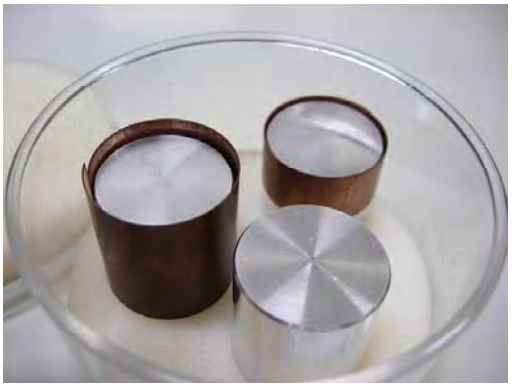

図４－８　試料ジグ

図４－９は試料台をセットし、金属ナットを観察する例を示す。図４－１０は試料移動台に試料台を置き、留め金具２個を回転させて固定した状態を示す。

ちなみに、図４－９にある試料台で銅板が上部周囲にあるが、低真空観察で用いるものである。通常の観察は、高真空で行うため普段は不要である。試料台に載せてある金属板も通常は不要である。

大きな試料を観察する場合は、平板の試料台があるのでそれを使用する。

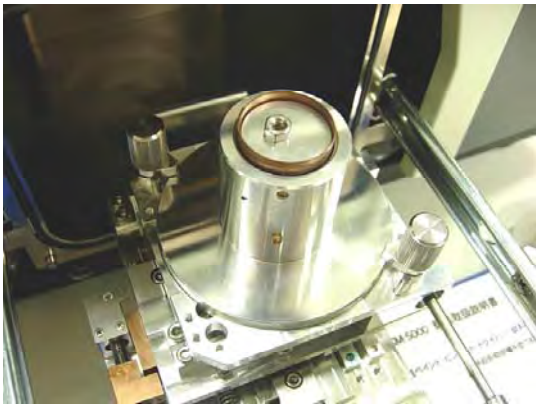

図４－９　試料台のセット

４）ステージを原点に合わせる。

図４－１１に示すように　SHIFT　X、SHIFT　Y のハンドルは試料移動ステージの移動ハンドルである。図４－９中の左部には、図４－１２に示す①の穴かあいている。ここには C と書かれており CENTER を示している。　②は矢印形の金属棒がありこの矢印の先端を穴の中心に持ってくるとステージは原点となる。

図４－１０　試料台止め金具

図４－１１　ステージ位置決めハンドル

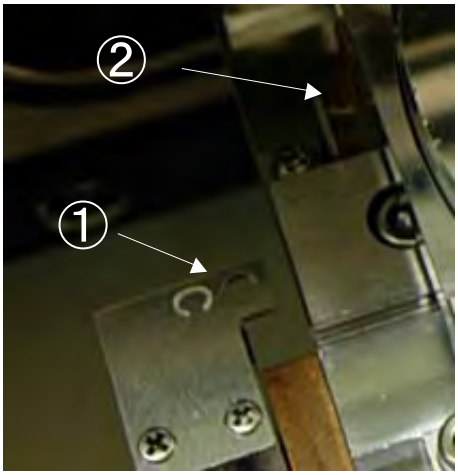

図４－１２　ステージ原点調整

5）真空引きを行う。このとき、試料室ドアをしっかり押さえると VENT スイッチが自動で ON になり真空を引き始める。押さえが足りないといつまでも真空が引けない。しっかり押さえる目安は、ポンプの音が小さくなっていくことである。音が小さくなるまで押さえ続けること。真空が引けると観察モードに PC 画面が変わる。

6）観察モードになる。画面に SEM 像が表示される。

ただし、10 分間何もしないと自動的にフィラメントは OFF になる。フィラメントは 50 時間しかもたないので、こまめに OFF にする。　図４－１３にソフト画面右上のフィラメントに関するアイコンを示す。

観察画面は以下の図４－１４のようになる。標準レシピが表示される。真空モードは High、加速点圧は 10kV である。(加速電圧は 5kV、10kV、15kV の三段階で設定できる)

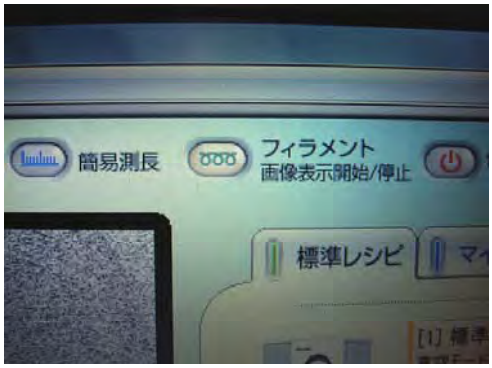

図４－１３　フィラメント ON/OFF

図４－１４　標準レシピ

７）高さ調整

試料厚みによって高さが異なるため、まずは高さ調整を行う。図４－１４右下に高さ調整ボタンがあるのでクリックする。図４－１５でも上の方に高さ調整のためのボタンが表示される。

８）倍率調整

カーソルを SEM 像に移動すると図４－１４のようにカーソルの形が虫眼鏡の形になる。このとき、マウスホイールで倍率を調整することができる。

９）調整をより詳細に行うために図４－１４画面左の「調整」ボタンをクリックする。

その後、図４－１５の画面が右に表示されるので観察を始める。順番は

①自動輝点調整をクリックする

②オートフォーカスをクリックする

③非点補正を自動補正する

である。これを繰り返すことで焦点がより鮮明になってくる。

図４－１５　調整メニュー

１０）フィラメント調整

（必要に応じて行う作業である）

画面が暗いときはフィラメントが中心からずれていて、十分電子ビームが試料まで届いていない。これは観察開始後 2 時間ほどすると生じるずれであるので、定期的に調整が必要となる。図４－１６に示すように装置本体の上蓋を外すと調整つまみが４つ見えてくる。この部分にフィラメントが納められている。つまみは調整用である。これらは対抗するもの同士がペアになっている。例えば、左のつまみを緩めると右のつまみが押し込めるようになる。前後のつまみも同様である。このようにしてフィラメントを中心に持ってくる。調子絵の目安は、画面が最も明るくなった位置が中心である。（とくに左右のつまみ調整が必要であると感じる）

図４－１６　フィラメントの調整つまみ

１１）撮影画面にして撮影を行う。

画面の焦点を合わせ、画像が鮮明になったところで撮影を行う。調整メニューの隣に撮影メニューがあるのでここをクリックすると図４－１７画面が表示される。

撮影画質として、標準画質、高画質、中画質が選択できる。高画質で全て撮影したいところだが、帯電しがちな試料は高画質でハレーションを起こしてしまう。ダメージも生じやすい。そこで中画質がある。

撮影すると撮影画像はファイルとして番号が自動で振り当てられ保存される。各自のフォルダーを作成して保存するようにする。また、ある程度作業ができたら、各自 USB などでデータを移し替えておくこと。

図４－１７　撮影メニュー画面

１２）観察画面上で簡易測長ができる。（図４－１８）

簡易測長ボタンをクリックしてカーソルで始点と終点を指定すれば測長ができる。

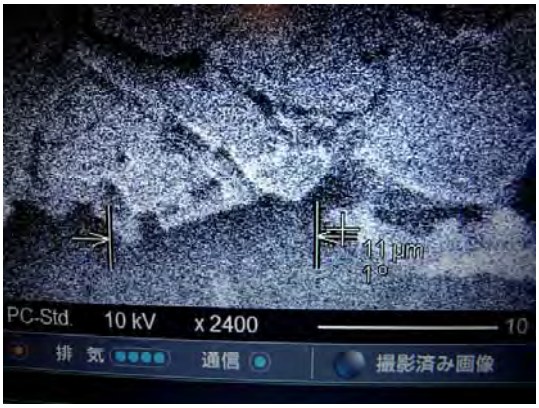

図４－１８　測長

１３）終了する。

①試料を取り出す。VENT　SWITCH　OFF にして試料台ごと中から取り出す。
絶対に入れっぱなしにしないこと。

②再度試料ドアを押して真空にする。真空が引き終わった段階で PC の電源 OFF ボタンをクリックする。図４－１９に示すような画面が出るのでこれに従ってクリックしていく。

③装置の POWER　SWITCH（主電源）を OFF にする

③PC のソフトを終了し、windows を終了して全て終了となる。

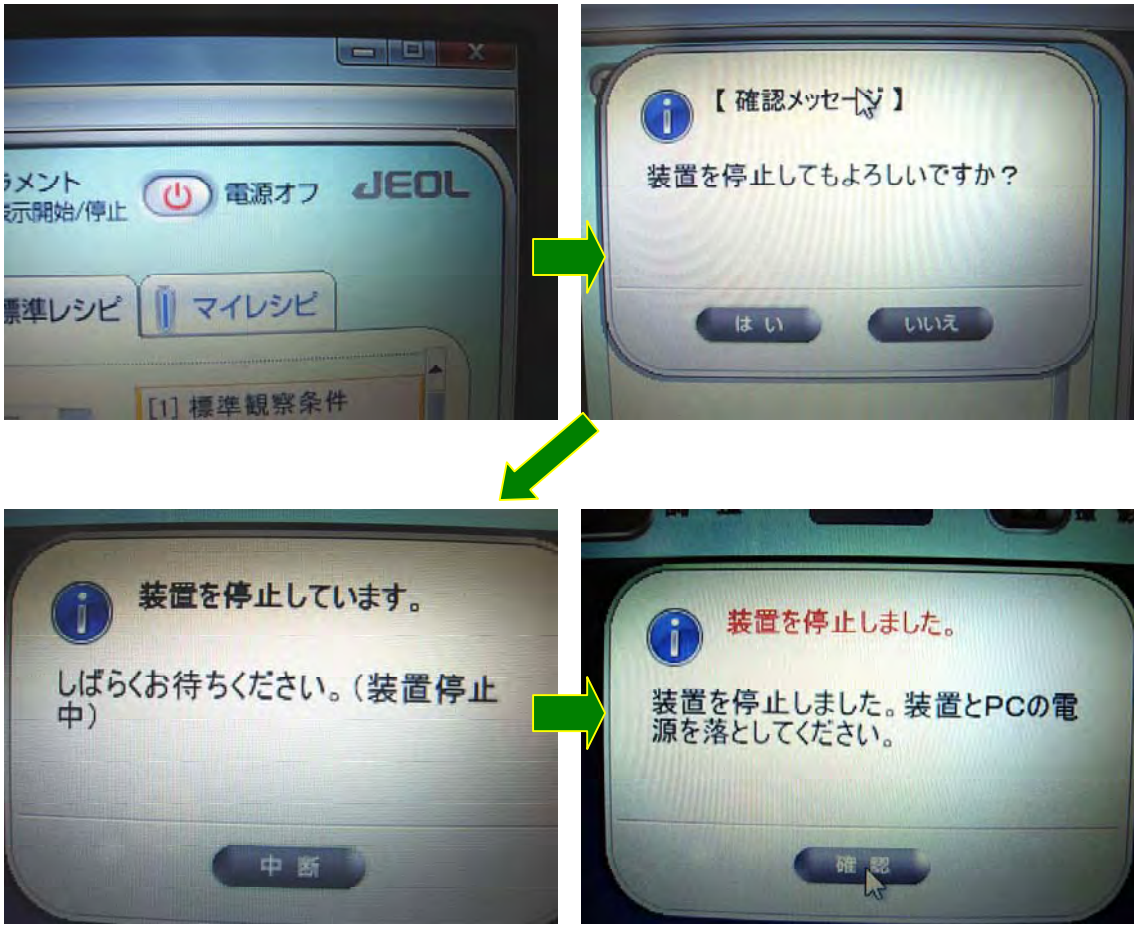

図４－１９　終了画面の変遷

５．その他

１）フィラメント交換方法

フィラメントは 50 時間が寿命である。フィラメントが切れた場合は PC 画面に表示されるので交換する。JCM-5000 のフィラメントは通常の SEM に比べて小さいフィラメントであり、少々高価なフィラメントである。理工棟１F のデシケーター内に予備がある。

①PC を保守モードにする
②フィラメント調整時の４つのねじをとる
③30 分ほど主電源を落として冷却しておく
※フィラメントを交換するためのジグがある
（図５－１）
④ふたを開けてフィラメントを交換する
※中の O リングがずれないように交換する
※清浄を保つために手袋を必ず使用する
⑤再び調整ねじをセットし立ち上げ作業を行う
⑥前章１０）の作業でフィラメントを調整する。

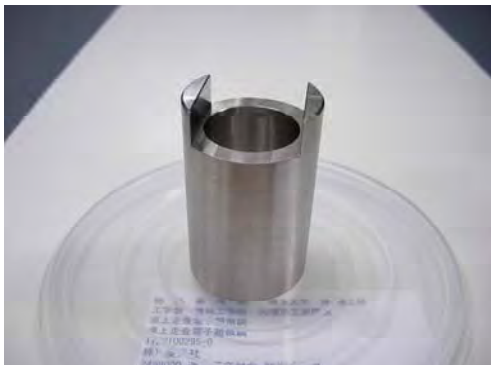

図５－１　フィラメント交換ジグ

２）ロータリーポンプ（油回転真空ポンプ）を図５－２に示す。
油の補給やクリーンフィルターなど点検を忘れないようにする。

３）装置裏面を図５－３に示す。図中①は PC につながっている。②はロータリーポンプの主電源ケーブルが接続されている。③は装置の主電源ケーブルである。④は真空排気ゴム管である。⑤にはアースをつなげる。冷却ファンも多くあるので、壁際での設置には十分注意すること。

図５－２　真空ポンプ

図５－３　装置裏面

4）マニュアル

使用する者は、図５－４のマニュアルを熟読すること。簡易マニュアルはこの中にもある。

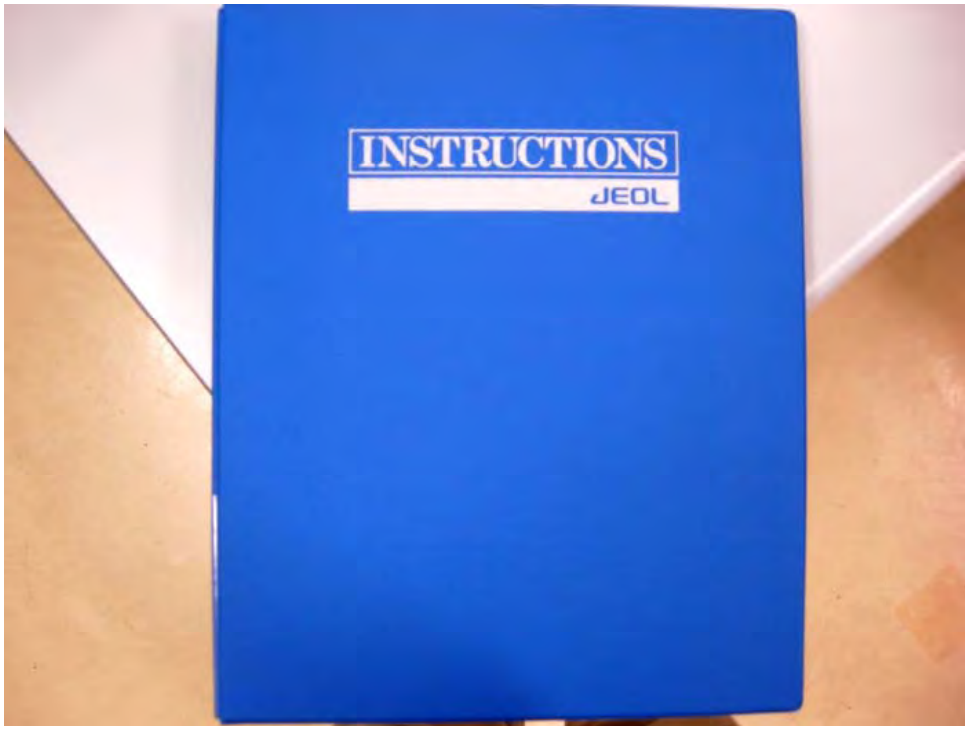

図５－４　JCM-5000　マニュアル