

走査型電子顕微鏡(SEM)の反射電子組成像の紹介

林 育生

工学系技術支援室 分析・物質技術系

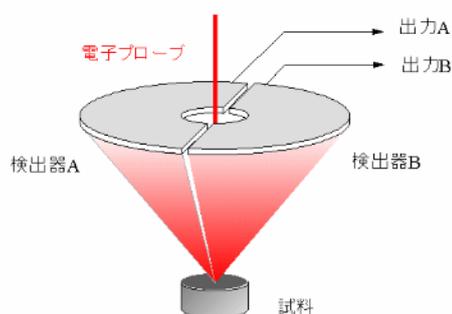
概要

走査型電子顕微鏡(SEM)は、細い電子線を二次元的に操作しながら試料に照射することによって、試料から放出される二次電子を検出し、試料表面の凹凸や微粒子の形状を観察することができる装置である。現在、多くの SEM には、試料を SEM 像として観察できる機能だけでなく、エネルギー分散形 X 線分析検出器(EDS)による定性・定量等や反射電子検出器による反射電子像等の観察などができる機能もついている。これらの中で反射電子検出器とは、試料から反射してくる高エネルギーで直進性のある反射電子を検出する装置である。工学部 1 号館に設置された JFE-7500F には、光軸を中心として対称に置いた二つの検出器で反射電子を検出する仕組みを持つ半導体型の反射電子検出器が装着されている。この検出器では、2 つの検出器の出力の和を信号として像を作り、原子番号に依存したコントラストを示す反射電子組成像(COMPO 像)を得ることができる。今回はメソポーラスシリカ-金ナノ粒子複合体を観察した結果について紹介する。

1 反射電子と反射電子検出器

走査型電子顕微鏡(SEM)では、試料に電子線を照射し、試料から放出される 2 次電子を検出することによって、SEM 像を作り出す。試料に電子線を照射した時、試料からは 2 次電子以外に、反射電子や X 線が放出される。この時、放出された反射電子は 2 次電子に比べ、エネルギーが大きく、直進性に優れているという特徴を持っている。また、原子番号の大きな原子ほど、反射電子を放出しやすい性質も持っている。

このような特徴を持つ反射電子を検出するためのものが反射電子検出器であり、試料の真上に挿入される。簡単な反射電子検出器の構造を図.1 に示す。このタイプの反射電子検出器は、半円状の検出器が 2 つあり、それぞれの検出器から、別々の信号を取り出す。取り出した信号を足し合わせたものが、反射電子組成(COMPO)像となる。写真 1 に示した JSM - 7500F の場合、矢印で示した部分に反射電子検出器がついている。この検出器は容易に出し入れが出来るタイプで、観察に必要な時にだけ試料室に入れて使用する。また、JSM-7500F の試料観察では 2 次電子像 (SEM 像) と COMPO 像の同時観察が可能である。



(JEOL の HP より引用)

図 1 反射電子検出器の構造



写真 1 JSM-7500F と反射電子検出器

2 メソポーラスシリカ-金ナノ粒子複合体の観察

メソポーラスシリカ - 金ナノ粒子複合体は下記に示す条件で行った。

- ・加速電圧：15kV
- ・コーティング方法：Pt コート、オスミウムコート(すべて膜厚は 10nm)

2.1 Pt コート

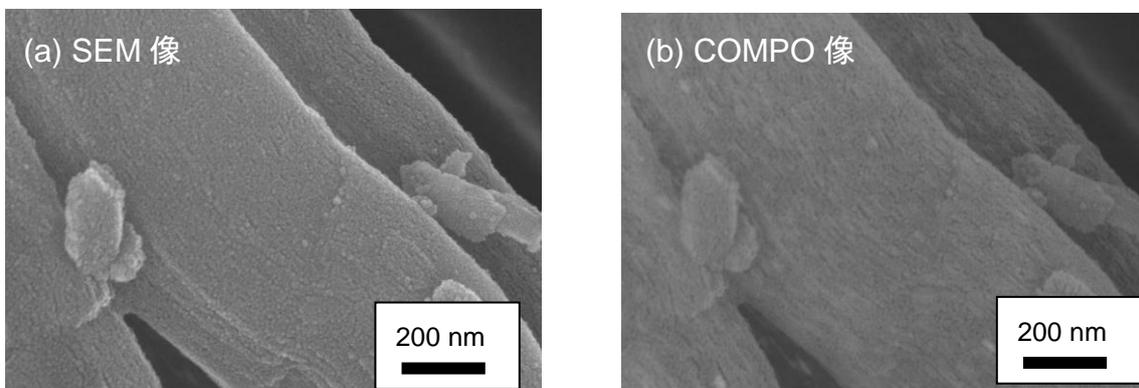


図2 Pt コートを行ったメソポーラスシリカ - 金ナノ粒子複合体の(a)SEM 像と(b)COMPO 像

図2にPt コートを行ったメソポーラスシリカ - 金ナノ粒子複合体のSEM 像とCOMPO 像を示す。Pt コートの場合、SEM 像とCOMPO 像で大きな違いは見られなかった。これは、Ptの原子番号が大きく、また電子の透過性が低いため、COMPO 像のコントラストが得られなかったことが原因である。このことから、Pt コートなど金属コートは、COMPO 像の観察を行うときには使用しないほうが良いと考えられる。

2.2 オスミウムコート

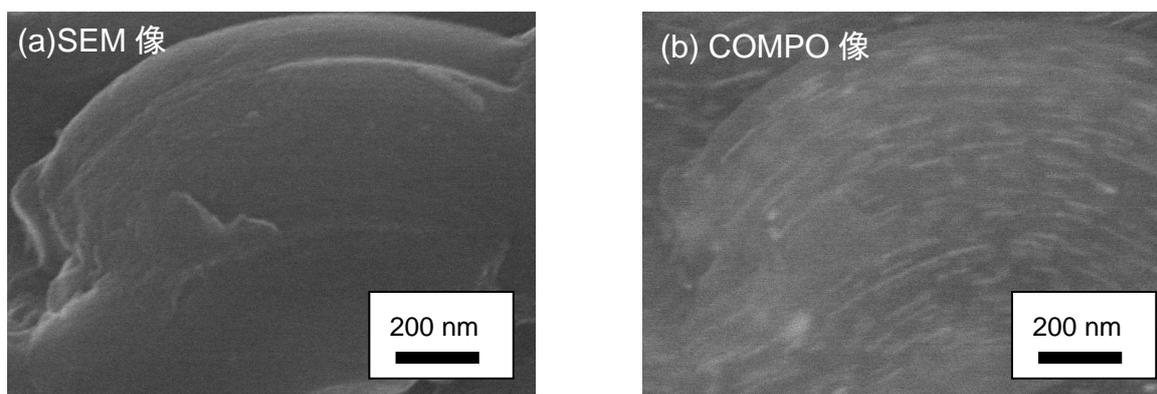


図3 オスミウムコートを行ったメソポーラスシリカ - 金ナノ粒子複合体の(a)SEM 像と(b)COMPO 像

図にオスミウムコートを行ったメソポーラスシリカ - 金ナノ粒子複合体のSEM 像とCOMPO 像を示す。オスミウムコートの場合、SEM 像ではメソポーラスシリカしか観察できていないが、COMPO 像ではメソポーラスシリカ内に棒状の金ナノ粒子が析出している様子が観察された。これは、オスミウムコートが電子の透過性が高く、均一な膜を形成していることに起因している。

今回の結果から、2種類以上の原子から構成される複合材料の観察には、COMPO 像を用いることが有効な手段の1つであると考えられる。

3 まとめ

- 反射電子組成(COMPO)像は原子番号に依存したコントラストを示す。
- Pt コートは、Pt が多くの反射電子を放出するため、COMPO 像の観察には利用しないほうが良い。
- オスmiumコートは、均一な膜を形成するため、COMPO 像の観察に適している。
- COMPO 像は、複合体の観察に有効な手法の 1 つである。