

こんなチャージアップ現象はイヤだ ～表面分析手法に見られる帯電現象の注意点について～

○鈴木 啓太^{a)}

^{a)}北海道大学 工学系技術センター技術部

1. 概要

チャージアップとは、主に SEM で絶縁物試料を観察している際に試料表面が帯電して適切な像や分析結果が得られなくなる現象である。この現象は入射した電子線と試料から励起される二次電子の量の不釣り合いが原因となって現れる。一般には試料表面に各種のコーティング法を用いた導電処理を施すことで本現象を抑制することが可能であるが、例えば XPS や AES などの最表面分析法ではその分析深さの浅さから導電性コーティングを実施する事は望ましくない。XPS では帯電中和機構を用いた測定、AES では高傾斜測定を実施するなど、帯電の影響を抑える方法が確立されているものの、得られたデータを注意深く評価しなければ帯電の影響を見誤ることがある。また導電性コーティングを実施することの多い EDS 分析においても、適切な条件で実施されていない場合は分析結果に帯電の影響を残すことがある。本発表では実際の分析事例を元に、EDS、XPS、AES など各種表面分析手法により得られたスペクトルデータとチャージアップの影響に関して、注意点や対策等を紹介する。

2. 装置について

本発表で紹介する分析事例の使用装置は以下の通りである。走査型電子顕微鏡 (JEOL JSM-6510LA)、オージェ電子分光装置 (JEOL JAMP-9500F)、X 線光電子分光装置 (JEOL JPS-9200)、クライオクロスセクションポリッシャ (JEOL IB-19520CCP)、カーボンコーター (メイワフォーシス、CADE-E)。

3. オージェ分析におけるチャージアップの影響

AES 分析では電子線照射軸に対して試料表面を傾斜することで二次電子収率を上げて帯電を抑制する。これにより正常なオージェスペクトルが得られるものの、ピーク位置は電子線条件と傾斜角度に依存して変化するため、僅かなピークシフトを評価するような化学結合状態の見極めには注意が必要となる。さらに複数相を有する試料では帯電に因る変動が評価する相毎に異なるケースも見られる。図 1、2 は絶縁物のアルミナをシェルとしたマイクロカプセル試料の断面 SEM 像とオージェマッピング像である。アルミナ層とコア部の金属 Al、CuAl₂相の分布を切り分けて表現出来ている。帯電を抑制しつつ、相毎の振る舞いに注意を払えば、このような絶縁物でも化学状態別の分布評価が可能となる。

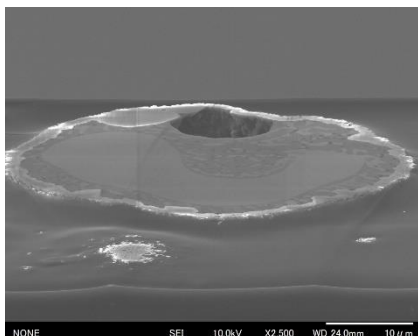


図 1 イオンリングで作製したマイクロカプセル粉体試料の断面 SEM 像

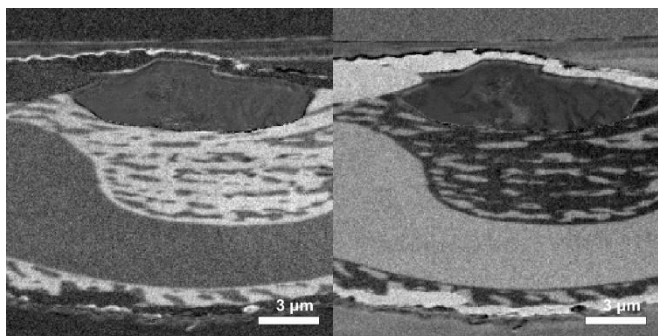


図 2 図 1 のオージェマッピング像。左図は金属 Al の分布、右図は CuAl₂ 及び Al₂O₃ の Al の分布を示す