

# SEMの反射電子検出器を用いた 複合材料内部の金属微粒子の形状観察

○林 育生

名古屋大学 全学技術センター工学系技術支援室分析・物質技術系

ihayashi@etech.engg.nagoya-u.ac.jp

## 1. 概要

走査型電子顕微鏡(SEM)は、試料に電子線を照射し、試料から放出される2次電子や反射電子を検出することで試料の構造を観察する装置で、ナノテクノロジーの分野での材料評価において非常に重要な装置である。現在、多くのSEMには、反射電子検出器およびエネルギー分散形X線分析(EDX)など、その他多種の付帯検出器が付いており、試料表面の凹凸や微粒子の形状の観察だけでなく、結晶方位回折(EBSD)、元素分析などを行うことができる。セラミックスや高分子などの複合材料の評価においては、EDXやEBSDなどによる材料評価がよく行われているが、反射電子検出器を用いた評価はあまり行われていない。そこで、今回は反射電子検出器を用いた材料評価の一例として、反射電子組成像による観察手法を紹介する。

## 2. 実験方法

### 2-1. 走査型電子顕微鏡

今回はJEOLのJSM-7500FとHITACHIのS-4800の2種類のSEMを使用した。それぞれ半導体型反射電子検出器が装備されている。JSM-7500Fに装着されている反射電子検出器は、図.1に示すような2つの検出素子が光軸に対して対称に配置された検出器が装着されている。一方、S-4800には、図.2に示すような構造の5チャンネルの検出素子をもつタイプの反射電子検出器が装着されている。この検出器の場合、それぞれ5個の検出素子の信号を選択できるようになっている。

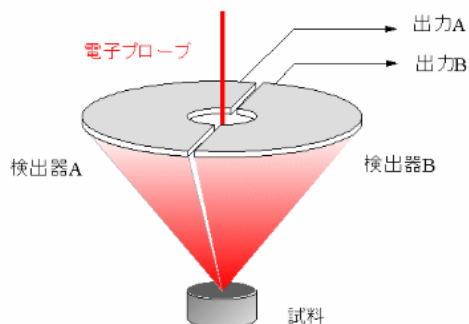


図.1 JSM-7500Fの反射電子検出器

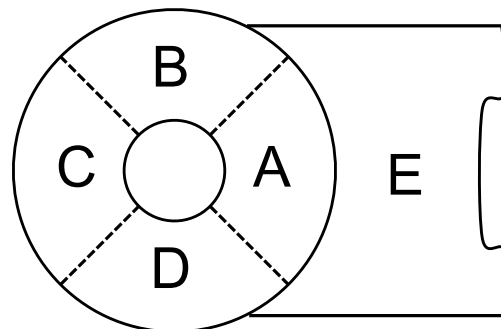


図.2 S-4800の反射電子検出器

## 2-2. 試料

今回観察した複合体は、ゾル-ゲル法で作製したメソポーラスシリカ(SBA-15)の細孔内に均一な形状の金ナノロッドを析出させたもので、図.3に試料のTEM像を示す。今回は試料に導電性がないため、Filgen製のOPC-60Aを使用してオスミウムコーティングを行った。

## 2-3. 観察条件

今回は加速電圧を5~30kV、倍率を1万~20万倍の条件で行った。また、オスミウムコーティングは3、10nmで行った。

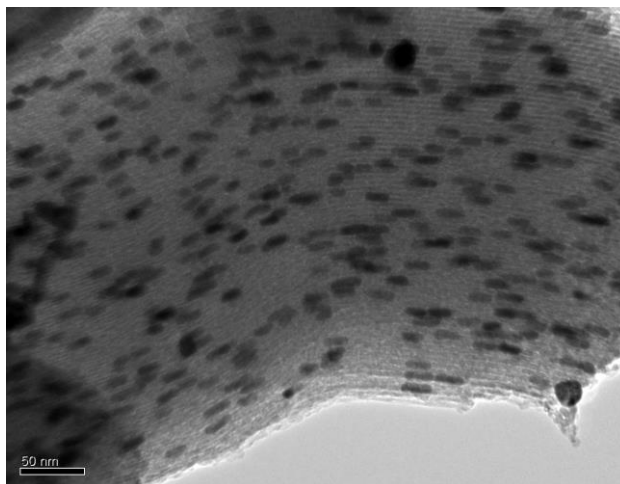


図.3 試料のTEM像

## 3. 結果と考察

JSM-7500Fの二次電子検出器で観察した二次電子像(SEI像)を図.4に示す。SEI像では、メソポーラスシリカ内部の金ナノ粒子を確認することができないが、試料の表面の凹凸を観察することができる。図.5に示した反射電子検出器を用いて観察した反射電子組成像(COMPO像)では、内部に析出している金ナノ粒子がロッドのような形状をしていることがわかる。同じ試料をS-4800の反射電子検出器で観察した結果を図.6に示す。S-4800でも同様に内部の金ナノロッドを観察できることがわかった。

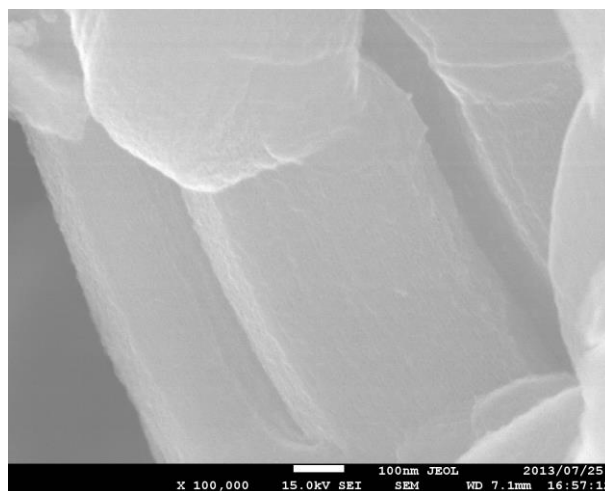


図.4 JSM-7500FのSEI像

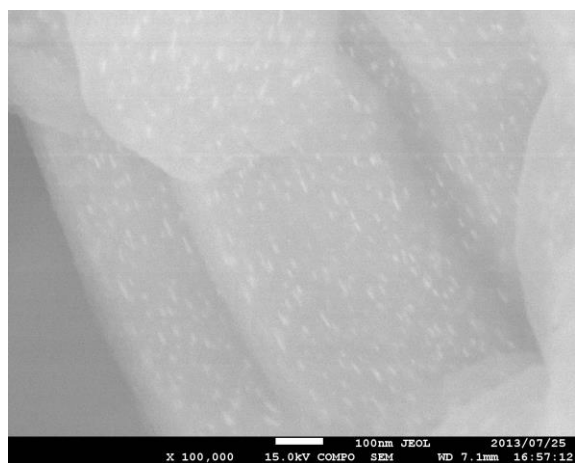


図.5 JSM-7500FのCOMPO像

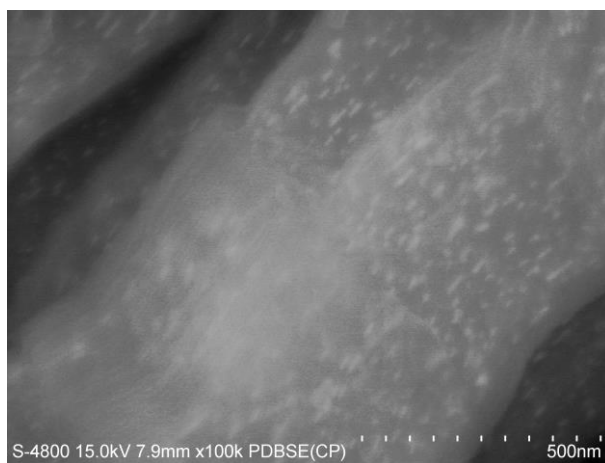


図.6 S-4800のCOMPO像