

電子顕微鏡試料前処理装置の開発

慶應義塾大学理工学部中央試験所

三谷 智明

概 要

走査電子顕微鏡試料の観察は、金属、半導体、セラミックス、ポリマー、生物など幅広い分野の研究に利用されている。しかし、観察を可能とするためには、それぞれの試料に適した前処理と観察条件の付与が必要になる。実際に金属や半導体などを観察する場合、見たい表面を酸化膜やカーボンによるコンタミネーションが覆っているため本当の表面の画像および組成に関する情報を得ることを難しくさせています。これらを解決するために、これまではイオンビーム装置での表面ガスエッチング、また薬品を使って処理をしていました。これらの問題を解決するべく、高周波スパッタリング技術を活用することにより、従来イオンビーム装置を用いて数時間から数十時間かかっていた試料の前処理作業を、わずか 10 秒程度で行うことができる装置の開発に成功しました。これまでの技術では考えられない大幅な時間の短縮に加えて、個々の作業内容に基づく結果に差がなく、しかも、表面コンディションを変えることなく前処理できる装置である。

高周波グロー放電と観察例

高周波グロー放電を利用した試料前処理は、現在市販されている装置のスペックを大幅に上回る照射エネルギーが 50eV と実質的な照射ダメージがなく、高いエッチングレートと分子レベルの高精細なエッチングの両方の性質を持ち、また走査電子顕微鏡観察での既存の装置、例えばフォーカスイオンビーム装置（FIB）が約 10～100 μm 程度のオーダーであるのに対してエッチング領域は ϕ 4mm と広域性を有している。これらの性質は仕事効率を無限に上げる効果を持ち、研究機関、半導体、金属等企業における欠陥や検査品質管理等に大きく影響するものである。

図 1 に半導体ゲートの観察例を示す。この図の高周波グロー放電処理前と処理後に必要な時間はわずか 10 秒である。さらにこの領域が、4mm あるため数百個のゲートを観察することができる。

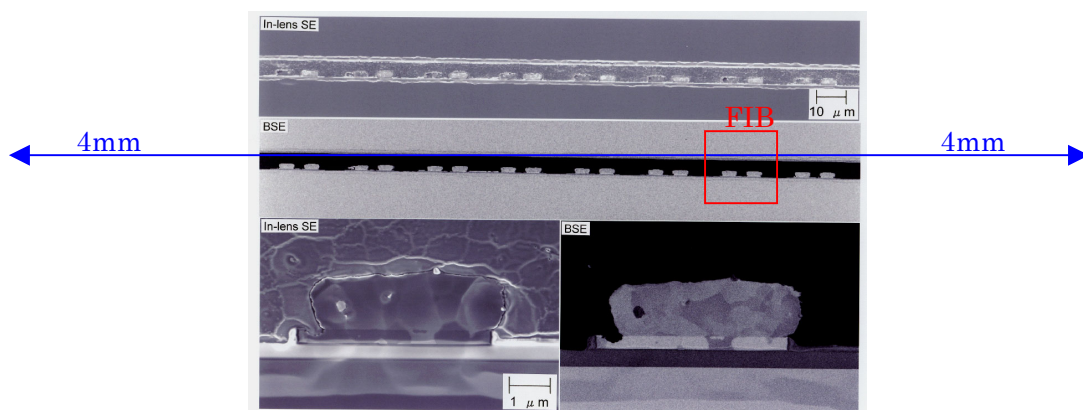
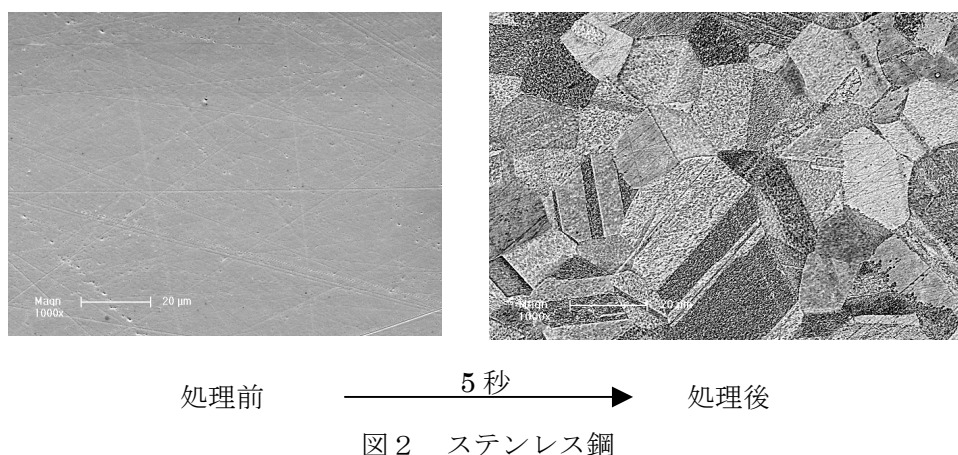


図 1 半導体ゲート

図2に示すステンレス鋼では、特徴的な異方性効果を持ったエッチングにより金属グレインが自然発生的に見えてくる。一般に金属の研究では介在物や空洞の観察は必須であり、これまでは多くの毒性の薬品等によって処理をしてきた。薬品を使用する上で発生する対人的な影響、特別な実験環境設備、廃液とこれらのコストを不要化することができる物理的かつ経済的な効果をもたらすものである。エッチングされたエリアに存在するグレインの数は数万個あり、介在物等ほぼ100%の確立で問題となる部分の観察を行うことができる。



まとめ

走査電子顕微鏡の分解能の向上は、言い換えれば表面上のコンタミネーションや被覆物との戦いでもある。現在加速電圧 1kV で表面数原子層からの情報を画像化している。さらに若干分解能がわるくなりながらも 100V, 200V でも観察が可能であり、その場合は表面ほぼ1原子層からの信号を画像化することになる。したがって、今後の走査電子顕微鏡の進歩には、試料にダメージを残さずわずかな時間で表面の汚れを取り除くことができる高周波グロー放電による前処理法は欠かすことができないものになると確信している。

参考文献・引用文献

清水健一，谷山明，平野彰弘，立花繁明，三谷智明，幅崎浩樹；工業材料，54，(No.5)，82 (2006)。

清水健一，高田幸路，立花繁明，三谷智明，平野彰弘，幅崎浩樹；工業材料，54，(No.8)，77 (2006)。

清水健一，三谷智明，立花繁明，幅崎浩樹 軽金属 第56巻 第8号 (2006) 454-458

清水健一，立花繁明，三谷智明，幅崎浩樹 表面技術 第57巻 第9号 (2006) 622-629