

ナノ構造に迫る新しいSEM技術

New SEM Techniques to Observe Nano Scale Structure

1. はじめに

材料・製品・プロセスの研究・開発を行ったり、製品の製造プロセスにおけるトラブルシューティングを行ったりする際、その方向付けをするため、材料で実際に何が起きているのかを知ることが重要である。走査電子顕微鏡 (SEM) は、この目的のための材料表面を観察する有力な手法として、広く用いられている。

特に最近では、製品・材料の微細化にともなって、ナノレベルの構造制御が必要となってきた。ナノレベルの観察技術¹⁻⁷⁾が不可欠となってきた。ナノレベルの材料極表面を観察でき、かつ絶縁物でも試料前処理をしないで観察できる極低加速走査電子顕微鏡 (以下、極低加速電圧 SEM) やいる高加速電圧 (15 kV) で観察すると、画面上に暗い背景に集束イオンビームで加工したナノ構造のコントラストを有する部分が見られる。この部分を観察できるなど、新しい SEM 技術を、先駆けて実用化し、マイクロからナノの世界を制御しているさまざまな材料・製品の構造解析に対応している。本稿では、これら新しい SEM 技術^{7,8)} に関して紹介する。

の間でクロスオーバーのない電子光学系を有すること、色収差の少ない磁場-電場の組み合わせ対物レンズを有することなどの電子レンズ設計により、加速電圧を 100 V ~ 5 kV の範囲の極低加速電圧においても、高空間分解能が達。従来の

2. 極低加速電圧走査電子顕微鏡の特長と応用例

最近開発された、100 V まで加速電圧を低くできる極低加速電圧 SEM は、従来の SEM と比べて、電子の侵入深さが数ナノメートルと小さくなるため、ナノレベルの材料極表面の観察ができる。また、加速条件を制御することで、一次電子数と放出される二次電子数とをバランスをとりなどの特長がある。さらに、極低加速電圧を合わせたエネルギー分散型 X 線分光法 (EDS) の空間分解能は最小 31 nm

8)

と通常の SEM よりも小さな部分の分析が可能である。

ナノテクノロジー(株)は、2002年からカールツァイス(株)および、スチール(株)スチール研究所と共同で、このような能力を有する極低加速電圧 SEM (1530, 1530 V, A 55) を用いた材料の表面観察・分析技術を検討した。検討に用いたショットキー型の SEM 電子銃を備えた極低加速電圧 SEM (1530, 1530 V, A 55, 1530 V 製) で、その主な仕様を Table 1 に示す。陰極から試料ま

分が付着物である。加速電圧を100Vまで低くすることにより、この付着物が均一ではなく、表面にかなり凹凸の存在するものであることが分かるとともに、中央の大きな付着物の周辺に、 $0.1\ \mu\text{l}$ 程度の小さな粒子が多数存在していることが明らかとなった。この結果は、通常の観察条件では表面の微細構造を突き抜けバルクの情報が強く見られていたのに対し、極低加速電圧にすることにより、ナノメートル・レベルの真の表面が観察できることを示している。

Photo 2に金属A上にアノード酸化によりA酸化物層を形成させた電解コンデンサの観察例⁹⁾を示す。ここでは、蒸着などの試料前処理を行わないそのままの試料の観察を行った。低倍率の観察に見られるように、試料の中心で明るいコントラストの部分が金属Aに対応し、その上のやや暗いコントラストの部分がアノード酸化によって形成されたA酸化物層である。さらに高倍率での観察結果に見られるように、帯電による異常なコントラストを示す部分はほとんど見られず、皮膜内や皮膜/金属基板界面での微細構造が観察できることが分かる。すなわち、適切な極低加速電圧領域で条件を選ぶことにより、カーボン蒸着などの前処理をしないで、絶縁物でも表面を観察することが可能であることを示している。さらに、蒸着を行うと、Photo 2に見られるようなコントラストの違い(この写真では金属AとA酸化物層)が消失するため、試料表面の物質の違いを区別するためにも蒸着などの前処理をしないで観察することは有効である。

極低加速電圧と組み合わせて分析を行うと、従来考えられていた空間分解能(1~数 μl)を越えた $31\ \text{nm}$ の空間分解能が得られており⁶⁾、サブミクロン領域の分析が可能となる。Photo 3に示した半導体材料のワイヤーボンディング部をマッピングした例では、基板上に存在する $0.15\ \mu\text{l}$ 程度の薄膜層が明瞭に観察されている。

3. FIBと組み合わせた走査電子顕微鏡の特長と応用例

今回、と組み合わせた

