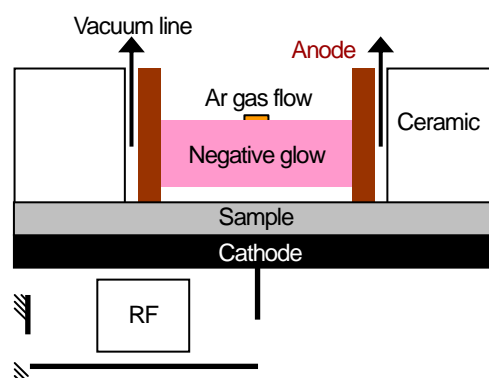


ディビジョン番号	10
ディビジョン名	分析化学

大項目	1. 分析化学
中項目	1-20. 材料分析・材料解析
小項目	1-20-1. 前処理技術

#### 概要（200字以内）

走査電子顕微鏡試料の観察には、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、表面を酸化膜や汚染層が覆っているために真の表面画像を得ることを難しくさせていた。高周波グロー放電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。これにより、ダメージの少ない理想的な試料表面を観察することができる。



#### 現状と最前線

##### 高周波グロー放電の原理と特徴

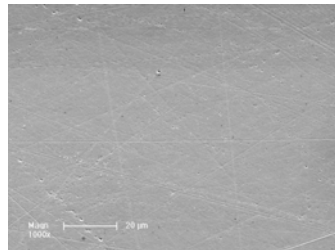
本機構は、マーカス型グリムグローランプと言われるもので、銅の中空円筒素材をアノードとし対面に試料を置き、その後方にカソードを設置しこれに高周波を供給する構造になっている。このランプの特徴は、瞬時に起こった放電を安定的に持続できることにある。アノード内部に供給されたアルゴンは、負グロー領域で  $\text{Ar}^+$  と  $e^-$  に電離され、 $\text{Ar}^+$  イオンはマイナス電極である試料表面に加速され表面エッチングが行われる。アノード内に随時供給されているアルゴンガスによって放電は安定的に持続され試料表面は清浄化される。

##### 走査電子顕微鏡試料前処理における現状と高周波グロー放電による効果

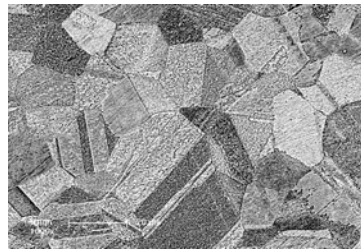
高周波グロー放電を利用した走査電子顕微鏡試料前処理法は、既存のアルゴンイオンによる試料前処理装置のスペックを大幅に上回る性能を有している。照射エネルギーは 50eV であり試料へのダメージは市販走査電子顕微鏡の観察限界以下に抑えられ、一方 100mA/cm<sup>2</sup> の高い電流密度により群を抜く高いエッチングレートに合わせて持っている。これらの性質は、きれいな試料表面を短い時間で作ることができることを意味し、高いエッチングレートには高いエネルギーのイオンを使わなければならない、すなわち試料ダメージが大きい、試料ダメージをなくするために弱いイオンを使う、すなわちエッチングされないといった既存の技術の欠点を完

全に解消するものである。低加速高分解能化が進む走査電子顕微鏡において分解能の向上は、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劣化しながらも 500V さらに低加速での観察が可能であり、その場合は表面単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そのものに、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必要不可欠であるといえる。光学顕微鏡、電子線プローブマイクロアナライザー、各種顕微鏡、各種表面分析装置においてもコンタミネーション除去、適切な試料表面作成等に利用することができる。さらにイオン照射エリアがφ4mm と一般に顕微鏡に利用する上で十分な領域であるという特徴も有しており、半導体の欠陥や金属の析出物を見る上で既存の処理法よりも仕事効率を大幅に上げる効果を持っている。

下図にステンレス鋼の例を示す。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結晶、析出物、介在物の観察は必須だが、これらの情報を簡単に得ることができる。本例のグレインサイズでは、エッチングされたφ4mm エリアに存在するグレインの数は数万個であり、析出物、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。また、前処理ダメージが走査電子顕微鏡観察限界以下に抑えられた試料表面であるため高分解能観察にも対応することができる。



処理前



処理(5秒)後

ステンレス鋼

#### 将来予測と方向性

既存の走査電子顕微鏡を超えるバルク試料を観察できる高分解能顕微鏡の開発が待たれるが、将来そのような顕微鏡が市販されるようになればその性能を発揮させることのできる唯一の方法として本試料前処理法の効果がさらに発揮されるものと期待される。

#### キーワード

走査電子顕微鏡試料作成 高周波グロー放電

(執筆者： 三谷 智明 )