

走査型電子顕微鏡観察における改善例

石川 航佑

京都大学工学研究科技術部

E-mail : ishikawa.kosuke.3s@kyoto-u.ac.jp

1. はじめに

京都大学工学研究科機械系顕微鏡室は、機械系 3 専攻の教員、学生を対象にサービスを提供している。主な業務は走査型電子顕微鏡 (SEM) を用いての観察であり、日々様々な研究室から持ち込まれるサンプルを観察し、研究支援をしている。本発表ではこれまでの観察例の中から 2 つの事例を紹介するとともに、観察に際しての工夫や注意点を述べる。

2. 観察例

本発表では 2 つの観察例について紹介する。図 1 は、航空宇宙工学専攻江利口研究室久山氏らによる研究「プラズマ曝露によるシリコン窒化膜表面の微細構造変化の解析」の Si 基板上的 SiN 膜である。SEM 観察により SiN 膜の膜厚を測定を行った。図 2 は、マイクロエンジニアリング専攻田畑研究室山下氏らによる研究「表面増強ラマン分光分析に向けた DNA オリガミによる金ナノ粒子二量体の形成」での Au ナノ粒子二量体である。SEM 観察により Au ナノ粒子二量体が作成されていることを確認された。

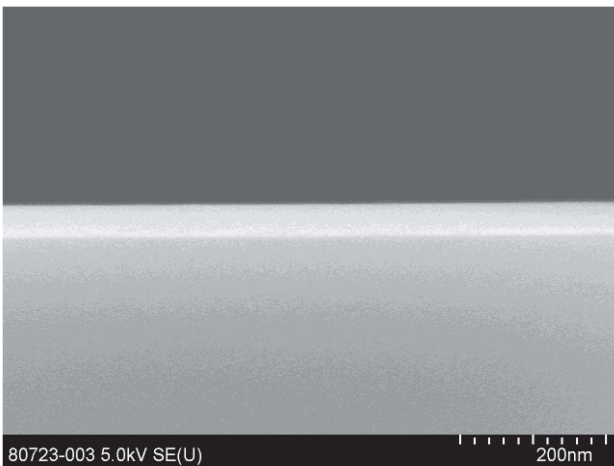


図 1 Si 基板上的 SiN 膜

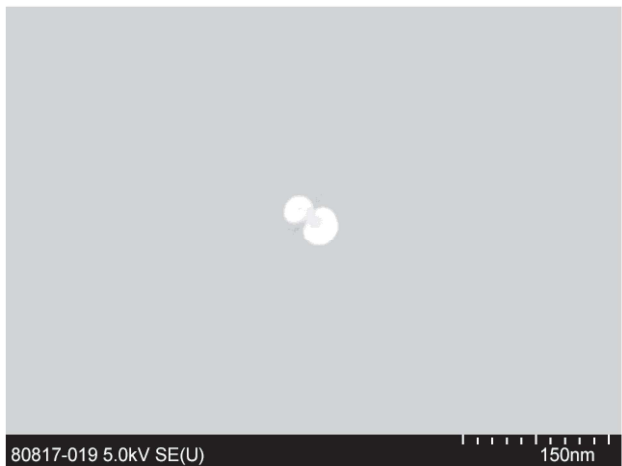


図 2 Au ナノ粒子二量体

3. 観察のポイント

上記 2 つの観察例において、鮮明な SEM 画像を撮影するためにいくつかの工夫や注意すべき点がある。以下では、それらについて述べる。

まず、田畑研究室山下氏らの研究での Au ナノ粒子二量体の撮影について述べる。

サンプルを固定する際、チップの汚染を避ける必要があったため、導電性ペーストではなく導電性両面テープを使用した。導電性両面テープの代表的な使用方法として、導電性両面テープの上に試料を貼り付ける方法がある。この方法はサンプルの固定が容易であるが、ドリフトがおきやすく高倍率での観察が難しいことが多かった。これを改善するために、サンプルの隅を上から留める方法をとった。これによりドリフトはかなり低減された。また、観察後のサンプル取り外しも非常に容易なことも大きな利点といえる。次に加速

電圧について述べる。加速電圧を低くすると分解能が落ちることは一般的に知られている。実際、高倍率観察において加速電圧を低くすると、画像が鮮明ではなくなることが多い。ただ、Au ナノ粒子二量体を撮影した際には 1kv と低加速電圧でも一見ある程度撮影できているように見えた。しかし、5kv と加速電圧を上げると全く異なる像が見えた。低加速電圧で撮影した際には、加速電圧を変えて見え方の違いをみることは大切である。

次に、航空宇宙工学専攻江利口研究室久山氏らによる研究での Si 基板上の SiN 膜の撮影について述べる。こちらでは断面を観察するためにサンプルを縦に置く必要があり、サンプルが使い捨てであったため、導電性ペーストを使用した。ここでの工夫は導電性ペーストを有機溶剤で希薄化し使用した。サンプルを試料台にのせ、薄めた導電性ペーストをつけると、毛細管現象により全体へいきわたる。この方法によりサンプルを縦にしてもしっかりと固定することが可能である。次に、チャージアップについて述べる。このサンプルではチャージアップが発生した。チャージアップによりドリフトやコントラスト異常が発生するが、特にドリフトが発生すると観察が困難になる。その対策としてスパッタ等により金属をサンプル表面にコーティングを実施した。しかし、サンプルによってはコーティングを少なくする、あるいは全くしないで観察を行わなければならない。その対策として積算モードでの撮影を行った。これは TV スキャン/Fast スキャンなどの高速走査の SEM 像を複数加算することで撮影するモードである。これにより通常のラスタースキャンでは形がいびつになる像でもある程度綺麗に撮影できることが多い。実際、膜厚測定のための撮影ではこのモードをよく使用する。

4. おわりに

筆者がこれまでの業務において関わった観察について 2 例紹介した。また、これまでの経験より得られた観察に際してのポイントや注意すべき点について述べた。今後、治具の作製などにより、よりよい SEM 画像を得られるようにさらなる工夫を凝らしていく。

謝辞

京都大学工学研究科機械理工学専攻田畑研究室山下氏、航空宇宙工学専攻江利口研究室久山氏には貴重な研究成果を紹介することを承諾していただいた。ここに、深謝の意を表する。