

走査電子顕微鏡 (SEM) は, 試料表面の形態観察だけでなく物質 組成情報の観察や寸法の計測に幅広く利用され, 半導体解析分野 をはじめ, ナノテク材料の材料解析ツールとして進化している。 観察対象は多種多様で, 微細化の進む半導体デバイス, ナノテク 材料, 耐久性が要求される電池材料, 複合化の進む有機材料など に対し, 電子顕微鏡には高性能高機能化が求められている。 株式会社日立ハイテクノロジーズの「SU8200シリーズ」はセミイン

レンズ形の電界放出形電子顕微鏡であり,信号弁別によって試料 最表面情報を抽出する技術や,ビーム照射によるダメージが少ない 極低照射電圧観察が実現され,解析ツールとしての応用が期待され ている。

#### 1. はじめに

SEM (Scanning Electron Microscope: 走査電子顕微鏡) の商用機は、1965年に英国のCambridge Instruments社か ら最初に発売された。SEMは光学顕微鏡よりも焦点深度 が深く、高倍率で観察できることから、今日までに目覚ま しい進歩を遂げた。SEMは研究・開発から生産現場のQC (Quality Control) に至るまで、幅広い用途で使われてお り、その用途は単なる形態観察だけにとどまらない。特に、 エレクトロニクスや各種機能性材料、薄膜などの材料分 野、あるいは、酵母、製薬などのバイオテクノロジーの分 野では、超微細構造を観察するために、より高性能な SEMが不可欠になっている。

株式会社日立ハイテクノロジーズは、超高分解能観察を必 要とする解析ニーズに対応し、SEMをラインアップしている。

ここでは、電子顕微鏡による材料解析について、新型の FE (Field Emission:電界放出形) -SEM「SU8200シリーズ」 を用いた観察事例を交えて述べる(図1参照)。

注:略語説明 FE-SEM (Field Emission-Scanning Electron Microscope)

図1 新型の電界放出形走査電子顕微鏡 (FE-SEM)「SU8200シリーズ」 高倍率観察と多彩な信号検出系により,材料解析を実現する最新の高分解能 SEMである。

#### 2. 材料解析のニーズ

SEMは試料表面の形態観察だけでなく、物質組成情報 の観察や寸法の計測が可能な装置である。寸法計測として 利用されている代表的な分野では、半導体解析分野が挙げ られる。LSI (Large Scale Integration:大規模集積回路)で は、プロセス解析にSEMは欠かせないツールとなってお り、形状の確認と寸法の計測が実施され、結果が生産ライ ンへフィードバックされる。LSI断面解析においては、世 界最高分解能<sup>\*\*)</sup>インレンズSEM「SU9000」が広く利用さ れている<sup>1)</sup>。

一方,最新機種「SU8200シリーズ」に代表されるセミ

<sup>※)</sup> SEM像,加速電圧: 30 kV条件, 2011年4月時点。

インレンズSEMは、インレンズSEMの高分解能性能に匹 敵する低照射電圧条件下での分解能を兼ね備え、ウェーハ サイズの大きな試料も投入観察可能なSEMであることか ら、幅広いユーザー層に利用されている。半導体デバイス、 ナノ材料の微細化や電池材料、有機材料の複合化に伴い、 観察対象は多種多様となり、幅広い分野で高性能高機能化 を求められている。日立ハイテクノロジーズは、これらの 市場要求に応えるために、SU8200シリーズを開発した。

#### 3. 高分解能性能と信号弁別技術

SEMは、電子源から発生した一次電子線を試料上に細 く絞って走査し、試料から発生する信号電子を検出して試 料の拡大像を得る装置である。その性能を左右する基本要 素は、電子線を発生させる電子源、電子線を試料上に細く 絞る対物レンズ(電子光学系)、そして試料から発生した 信号電子を検出する信号検出系である。

セミインレンズSEMは、S-4500、S-4700、S-4800、 SU8000シリーズと進化してSU8200シリーズに受け継が れ、(1)インレンズSEMに匹敵する分解能、(2)多角的に 試料表面情報を可視化する信号電子検出系、(3)新型コー ルドFE電子銃による高輝度で安定したプローブ電流の3 つを特長とする、操作性の高いFE-SEMへと進化している。

### 3.1 電子銃

SEMに用いられている電子源には、主にタングステンフィラメント形とFE形がある。タングステンフィラメント形はSEMの製品化当初から用いられているが、フィラメントから発生する一次電子線のエネルギーのばらつきが約2 eVであり、分解能は2 nm~3 nmが限界となっている。一方、FE電子源<sup>2)</sup>は、エネルギーのばらつきが0.2 eV~0.3 eVと小さく、その特長が低加速電圧条件での高倍率観察に適している。

FE電子源は、電子源周辺の金属に電子が衝突するとガ ス分子が放出されるので、安定動作を実現するために超高 真空の環境が必要になり、脱ガス技術やノウハウが蓄積さ れている。SU8200シリーズ用の電子源では、電子源室を 従来機よりもさらに高真空化させることにより、従来は必 要とされていた陰極の清浄化処理(フラッシング)後の待 ち時間が不要となり、装置の起動直後から長時間高輝度で 安定した電流を得られるようになった<sup>3)</sup>。フラッシング後 の経過時間に対するプローブ電流の推移を図2に示す。従 来機がフラッシング後、直ちにプローブ電流が減衰しエ ミッション電流の再設定が必要になるのに対し、新型はフ ラッシング直後から高輝度で長時間安定した性能を実現し ている。



図2 | 陰極の清浄化処理(フラッシング)後のプロープ電流の推移 フラッシング後の経過時間に対するプロープ電流の推移を示す。

#### 3.2 電子光学系

電子光学系も、試料の微細化に対する観察ニーズととも に進化している。初期のSEMの対物レンズは、アウトレ ンズ形 [図3(a)参照]で、大型の試料を観察できるものの、 焦点距離(試料とレンズとの距離)が長く、加速電圧30 kVの分解能は2 nmが限界であった [S-800 (1982年)]。 その後開発されたインレンズ形の対物レンズ [図3(b)参 照]は、短焦点で特に分解能性能に優れる。最新のインレ ンズSEM (SU9000) では、30 kVの二次電子 (SE: Secondary Electron) 像の分解能0.4 nmを実現している<sup>1)</sup>。SU8200 シリーズで採用しているセミインレンズ形の対物レンズ [図3(c)参照]は、大型の試料を高分解能で観察すること を目的に開発された。磁路のギャップをレンズ下方(試料 側)に配置してレンズ磁界を試料側に形成することにより、 一次電子線の集束作用が対物レンズの下方で発生する。そ のため、ウェーハサイズの大型試料に対しても短焦点動作 による高分解能観察が実現できる。

インレンズ形,セミインレンズ形に代表される対物レン ズの短焦点化技術に加え,高分解能化の手段としてリター ディング法(減速法)がある<sup>4)</sup>。リターディング法は,試 料に負の電圧を印加して一次電子線を試料直前で減速する 方法である。例えば,一次電子線を電子銃で2kVに加速 し,試料に-1.5kVを印加すれば,試料に照射される一 次電子線は500Vに減速される。SU8200シリーズでは, ステージの耐電圧を強化し,試料に最大-3.5kV印加可 能とした。セミインレンズの高分解能性能とリターディン グ機能の強化により,低照射電圧1kVにおける二次電子 像分解能は,インレンズSEMを上回る1.1 nmを実現した。



図3 対物レンズ

SEMで使用されている対物レンズの断面構造図を示す。

## 3.3 信号検出系

試料から放出される信号電子にはさまざまな情報が含ま れるため、観察目的に応じて特定の信号成分を弁別するこ とが有効である。試料に1kVの一次電子線を照射したと きの試料から放出される電子のエネルギー分布を図4に示 す。試料からの信号電子は、エネルギーが低い(50 eV以 下)二次電子と、エネルギーが高い(50 eV以上)反射電子 (BSE:Backscattered Electron)に大別できる。このうちエ ネルギーが低い二次電子は、試料最表面の微細構造観察 や、電位分布状態(電位コントラスト)観察に利用されて いる。またエネルギーが高い反射電子は、試料から放出さ れた電子の方向(角度)によって試料の凹凸情報や組成情 報が異なるため、電子の検出角度を制御することにより、 試料表面の凹凸、組成、結晶情報を強調あるいは抑制して 観察することができる。

SU8200シリーズの信号検出系の模式図を図5に示す。



注:略語説明 SE (Secondary Electron), BSE (Backscattered Electron)

試料に1 kVの一次電子線を照射したときの試料から放出される電子のエネル ギー分布を示す。 SU8200シリーズでは,Top検出器,Upper検出器,Lower 検出器の3つの検出器を備えており,上述した二次電子お よび反射電子を弁別して検出することができる。

このうち、Upper検出器は電磁界直交(ExB:E cross B) フィルタを用いた信号検出方式を採用している。一次電子 線への影響を抑えつつ試料からの二次電子を高効率で検出 することができ、試料最表面の微細構造観察や電位コント ラスト観察に有効である。また信号制御電極にマイナスの 電圧を印加することにより、試料から低角度で散乱した反 射電子を検出し、試料の凹凸情報を含む組成や結晶コント ラストを得ることができる。試料の凹凸を観察する際は、 Lower検出器による像も有効である。一方、Top検出器で は、試料から高角度で散乱した反射電子が検出され、試料 表面の凹凸情報を含まない純粋な組成や結晶コントラスト のみを可視化することができる。

さらにSU8200シリーズでは、反射電子のエネルギー弁 別を可能にするフィルタリング機能「Topフィルタ」(オプ ション)を採用した。Topフィルタによるエネルギー弁別 の模式図を図6に示す。Topフィルタは、Top検出器前段 に配置されたフィルタに高電圧(フィルタ電圧:V<sub>f</sub>)が印 加されており、試料から高角度で散乱した反射電子のエネ ルギー(E<sub>k</sub>)がフィルタ電圧(V<sub>f</sub>)より大きい場合にはフィ ルタを通過させてTop検出器で検出し、反射電子のエネル ギー(E<sub>k</sub>)がフィルタ電圧(V<sub>f</sub>)よりも小さい場合には追い 返して検出しないという、ハイパス方式のエネルギーフィ ルタとなっている。このTopフィルタに対して一次電子線 の照射電圧に近い電圧を印加したとき、反射電子の中でも エネルギー損失がほとんどない反射電子(LLBSE:Low Loss BSE)(図4参照)を検出することができる。この LLBSEによる情報を可視化することにより、試料最表面

図4 試料から放出される電子のエネルギー分布



AlTiC基板断面のHA-BSE (High Angle Backscattered Electron) 像を (a) に, SE像を (b), LA-BSE (Low Angle BSE) 像を (c), Lower像を (d) にそれぞれ示す (加 速電圧2 kV, 倍率12,000倍, すべて同一視野)。(b) のSE像ではエッジコントラストにより微細な凹凸が, (d) のLower像では各粒の凹凸が確認できている。(c) のLA-BSE像ではAl<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, TiC, Zrの組成コントラストに加え, それぞれの粒の輪郭が凹凸として強調され, (a) のHA-BSE像では凹凸がなく, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, TiC, Zrの組成 コントラスト (組成情報) のみが観察されている。

の組成情報を得ることが可能となった。

## 3.4 耐環境性能の向上

観察対象の微細化に伴い観察倍率が上がると,周囲の騒 音や床振動がSEM像への像障害として現れ,無視できな くなる。SU8200シリーズは,周囲の機器による騒音や振 動などの外乱からSEMを守るため,防振マウントの最適



また、耐騒音対策用に開発したオプションのカバー (Nano Shield) (図7参照)を装着することで、140 Hz以上



図6 | Iopフィルタによる高角度反射電子 (HA-BSE) のエネルキーチ Topフィルタによるエネルギー弁別の模式図を示す。



図7 SU8200シリーズ用耐騒音性能向上カバーNano Shield (オプション) 耐騒音対策用に開発した耐騒音性能向上カバーNano Shield (オプション) 装 着時の外観写真を示す。

の耐騒音許容値を5 dB向上し、これまで難しかった騒音 環境下での高倍率観察をサポート可能となった。

#### 4. アプリケーション

SU8200シリーズでは、電子銃の安定性、リターディン グ機能を含む電子光学系の最適化、信号フィルタリング技 術の向上、およびこれらを制御する制御系の改良により、 装置の総合安定性が向上した。この結果、低照射電圧条件 下での高分解能観察、試料表面組成の可視化、試料の低ダ メージ観察を実現した。観察事例を以下に紹介する。

メソポーラスシリカの低照射電圧条件下での高分解能観 察の事例を図8に示す。照射電圧500 Vでありながら,観 察倍率40万倍~50万倍で数nmの孔,側壁構造が明瞭に 観察できている。これは,従来よりも大きな-3.5 kVの リターディング電圧印加による分解能の向上と,高輝度で 安定な新型電子銃の特性,および耐環境性能の強化によっ て実現した結果である。

次に,Liイオン電池正極材活物質の観察事例を図9, 図10に示す。電極材の表面状態は電池特性や性能を大き く左右するため,その表面状態の把握は非常に重要と考え られている。

SE像では、活物質表面に付着している微粒子が確認で きるが、その付着微粒子が軽元素であるか重元素であるか の判断は非常に困難である[図9(a)参照]。このような 場合にはBSEによる観察を試みるが、この試料において



図8 | メソポーラスシリカ (SBA-15) の観察例 メソポーラスシリカ数nmの孔, 側壁構造が明瞭に観察されたSEM像を示す。 (照射電圧:500 V, リターディング電圧-3.5 kV, 倍率:×400 k~×500 k)

は付着微粒子のコントラストを得ることはできなかった [図9(b)参照]。そこで、さらに新機能のTopフィルタを 用いて観察を行うと、活物質表面に黒いコントラストを得 ることができ[図9(c)参照]、付着微粒子が軽元素である ことが明らかとなった。これはTopフィルタによってエネ ルギー損失の少ない反射電子(LLBSE)のみを検出でき、 二次電子並みに浅い情報を組成コントラストとして捉えら れた結果と考えられる。

また,Liイオン電池正極材の別視野ではカーボンブラッ ク上に球状の析出物を確認することができた(図10参照)。 しかし、この析出物は数kVの低照射電圧でも電子線ダ メージにより消失することが判明したため、照射電圧を 30 Vまで下げて観察を行った。その結果、電子線ダメー ジやチャージアップの影響なく、析出物の表面状態を可視







図9 | Liイオン電池正極材 (活物質)の観察例 SE像を (a) に, HA-BSE像を (b), HA-BSEにTopフィルタ (EF: Energy Filter) を用いた像を (c) に示す。 (加速電圧:1 kV, 倍率:×30 k)



図10 |Liイオン電池正極材の極低照射電圧観察例 Liイオン電池正極材中の析出物を極低照射電圧30 Vで観察したSEM像を示す。 (照射電圧:30 V, 倍率:×50 k)

化することができた。SU8200シリーズでは照射電圧を10 Vまで下げることができ、今後、高分子材料や有機化合物 などのソフトマテリアル分野やバイオテクノロジー分野な どへの応用も期待できる。

## 5. おわりに

ここでは、電子顕微鏡による材料解析について、新型の FE-SEM SU8200シリーズを用いた観察事例を交えて述べ た。

材料解析に必要となる技術的要求は日々高くなり、多角 的な観察手段の実現と多様化する分析手法への対応が重要 となっている。特に電子線照射によるダメージを低減する 極低照射電圧観察や、必要な信号を弁別して試料最表面情 報を抽出する技術は、SU8200シリーズの高輝度高安定な 電子銃、高分解能性能、信号検出効率に優れるといったセ ミインレンズ形のSEM ならではの特長として実現し、こ れらのニーズに対応している。

#### 参考文献

- 1) 赤津,外:微細計測への挑戦-走査電子顕微鏡「SU9000」-,日立評論,94,2, 174~177 (2013.2)
- 2) A.V. Crewe, et al. : Electron Gun using a field emission source, Review of Scientific Instruments, Vol. 39, 576 (1968)
- 3) K. Kasuya : Stabilization of a tungsten (310) cold field emitter, Journal of Vacuum Science and Technology B, Vol. 28, 5 (2010.9)
- 4) A. Muto, et al. : Proceedings : Microscopy and Microanalysis 9, Supplement 2, 146 (2003)
- 5) 佐藤:ナノテクの世界をひらく超高分解能走査電子顕微鏡技術,日立評論,89,6, 502~507 (2007.6)

# 執筆者紹介



#### 佐藤 博文

2000年株式会社日立サイエンスシステムズ入社,株式会社日立ハイ テクノロジーズ 科学・医用システム事業統括本部 科学・医用システ ム設計開発本部 先端解析システム設計部 所属 現在 FF-SFMの設計開発に従事

テクノロジーズ 科学・医用システム事業統括本部 科学・医用システ

ム設計開発本部 先端解析システム設計部 所属

#### 竹内 秀一 2001年株式会社日立サイエンスシステムズ入社,株式会社日立ハイ







尾吹 友晴 1994年日立製作所入社,株式会社日立ハイテクノロジーズ 科学・ 医用システム事業統括本部 科学・医用システム設計開発本部 先端解 析システム設計部 所属

現在,FE-SEMの設計開発に従事

現在,FE-SEMの設計開発に従事 日本顕微鏡学会会員

## 笹島 正弘



2004年株式会社日立ハイテクノロジーズ入社、科学・医田システム 事業統括本部 科学・医用システム設計開発本部 先端解析システム設 計部 所属

現在,FE-SEMの設計開発に従事

#### 坂本 直樹



2004年株式会社日立サイエンスシステムズ入社,株式会社日立ハイ テクノロジーズ モノづくり統括本部 那珂地区生産本部 機械設計部 所属

現在,FE-SEMの設計開発に従事

#### 板橋 洋憲



2008年株式会社日立ハイテクノロジーズ入社,科学・医用システム 事業統括本部 科学・医用システム設計開発本部 先端解析システム設 計部 所属

現在、汎用SEMの設計開発に従事