

走査型電子顕微鏡によるオスmium導電薄膜の性能評価

望月麻央

meiwafosis株式会社 東京本社 テクノロジーラボ

背景・目的

走査電子顕微鏡観察において導電性の低いものを観察する場合、試料帯電（チャージアップ）を防ぐため試料をあらかじめ導電性の物質（白金、金、オスmiumなど）でコートしておく必要がある。

コーティングを行うターゲットによっては、高倍率での観察で導電処理した膜自体の微粒子構造が観察されてしまうという問題や、回り込み性能の高いオスmium金属膜においても処理条件の違いにより試料帯電が生じることが指摘されており、これらの具体的な比較を行うため導電被膜処理の条件を変えて観察を行った。

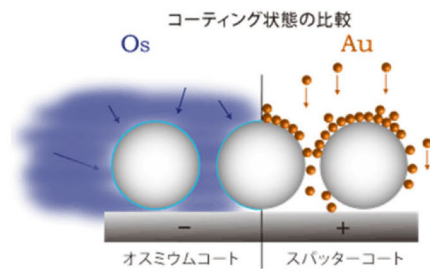
実験方法・結果

オスmium導電薄膜(CVD)とスパッタリング金属膜(PVD)との製膜によって得られる像の違いを見るため、炭化ケイ素(SiC)焼結体の表面に対して、オスmiumコート(Neocネオオスmiumコータ meiwafosis株式会社製)、金スパッタコート、白金スパッタコートをそれぞれ行ったサンプルをFE-SEM(S-4800 株式会社日立ハイテクノロジーズ製)で観察した。

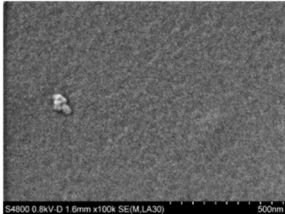
また、負グロー相領域内で得られるオスmium膜と陽光柱領域試料で得られるオスmium膜の違いを観察するため、アセテート繊維表面に、負グロー相、陽光柱の各領域でオスmiumコートをを行い、それぞれのサンプルをFE-SEMで観察した。

観察条件

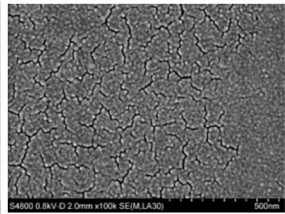
使用機器	FE-SEM S-4800 (株式会社日立ハイテクノロジーズ製)				
サンプル	SiC焼結体			アセテート繊維	
観察倍率	100,000倍			200倍	
蒸着装置	Neoc-Pro ネオオスmiumコータ	金スパッタコータ	プラチナスパッタコータ	Neoc-Pro ネオオスmiumコータ	
蒸着源	Os	Au	Pt	Os (負グロー相領域)	Os (陽光柱領域)
成膜量	2.5nm	20nm	30nm	2.5nm	2.5nm
製膜時間	10sec	100sec	60sec	10sec	10sec
蒸着時電流	5mA	5.5mA	40mA	5mA	5mA



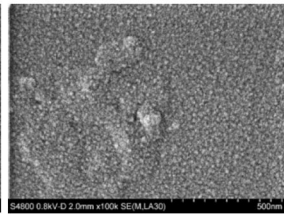
オスmiumコート



金スパッタコート

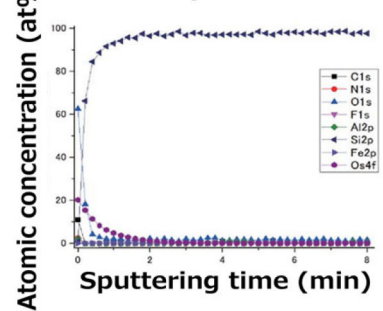


白金スパッタコート

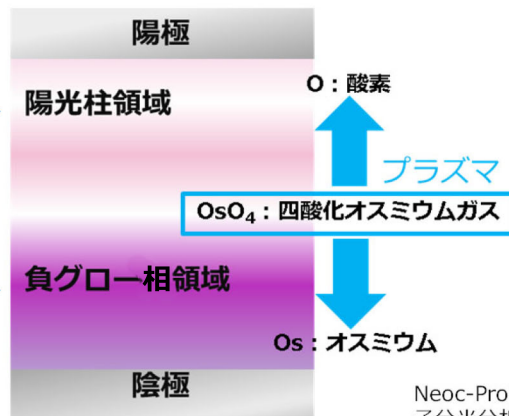
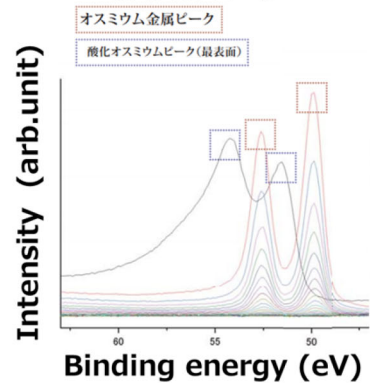


オスmium膜はチャージアップなく均一にコートされているが、金スパッタではコーティングされた膜自体のひび割れが観察されてしまい白金スパッタではコートした粒子の結晶がサンプル表面に形成されている

XPS Depth Profile



XPS Os ピーク



負グロー相領域内でコートされたサンプルは試料奥まで明瞭に観察可能だが、陽光柱領域内でコートされたサンプルではチャージアップによりSEM像のコントラストが悪く観察が困難である

総括

白金や金などの結晶構造を有する材料をコーティングしたサンプルでは、高倍率観察時に粒状性が生じ観察を阻害する。酸化オスmiumのコーティングは導電性が悪く、低倍率の観察においてもチャージアップを生じさせる原因となる。走査型電子顕微鏡観察を行う際には、負グロー相領域内で純粋オスmiumをコーティング可能なNeocオスmiumコータが有効。

Neoc-ProでSi基板にコーティングしたOs被膜X線光電子分光分析を行った結果、最表面は酸化Osとして検出されるが、酸化層の下には純粋な金属Osのピークが確認された。Osは金属であるため最表面に自然酸化膜が形成されているがコーティング直後は酸化していない純粋なOs被膜が形成されることを示している。