

氏名(本籍)	熊谷和博(東京都)		
学位の種類	博士(工学)		
学位記番号	博甲第5303号		
学位授与年月日	平成22年3月25日		
学位授与の要件	学位規則第4条第1項該当		
審査研究科	数理物質科学研究科		
学位論文題目	低加速電圧走査型電子顕微鏡法による無機薄膜観察と像形成原理の研究		
主査	筑波大学教授	理学博士	関口隆史
副査	筑波大学准教授	博士(理学)	中山知信
副査	筑波大学准教授	博士(工学)	藤田淳一
副査	物質・材料研究機構	理学博士	田沼繁夫
	共用基盤部門長		

論文の内容の要旨

走査型電子顕微鏡法 (scanning electron microscopy, SEM) は試料の微細な表面構造を可視化する手法として広く普及している。近年、低加速電子を用いて表面近傍の極薄膜を観察する、所謂低加速走査電子顕微鏡法が注目されている。この手法では、1) 一次電子侵入長が短いため、従来の SEM に比べ表面構造敏感な二次電子像が得られる。2) 二次電子収率が1に近づくため、絶縁体試料の帯電が抑制され、金属蒸着することなく直接試料を観察できる。3) 二次電子収率が大きく、高い S/N 比の像が得られる。4) 照射エネルギー総量が少ないため、試料損傷の低減が期待できる。などの特徴を持っている。

本研究では、まず二次電子検出過程を理解するため、LV-SEM の検出系の特性を評価し、得られる二次電子像がどのような情報を持つかを検討した。これを踏まえ、無機薄膜 (チタニア ($\text{Ti}_{0.91}\text{O}_2$) ナノシートおよび $\alpha\text{-Si}_3\text{N}_4$ ナノベルト) の二次電子像コントラスト生成を議論した。以下に主な成果を述べる。

1. 低加速電圧 SEM における in-lens と out-lens 検出器の電子検出特性

本研究では界浸レンズ方式の光学系をもつ LV-SEM において、光学系の静電場が二次電子像形成に与える影響を調べた。Si 基板の上に Au 及び Al を蒸着した試料を作製し、鏡筒内 in-lens 検出器および試料室壁面に設置された out-lens 検出器でその二次電子像を撮影した。さらに、二次電子像と二次電子スペクトルとの対応を調べた。これらの結果、低エネルギー電子が静電場の作用により効率的に鏡筒に取り込まれ in-lens 検出器で検出されていることが分かった。また、out-lens 像は in-lens 像に比べるとより大きなエネルギーを持った二次電子により形成されていた。このように、あるエネルギーの前後で相反するコントラスト情報を持った二次電子を切り分け、像コントラストを強調することが可能である。検出器の特性を理解することは LV-SEM の像解釈において非常に重要である。

2. 単層チタニアナノシートの観察とコントラスト生成原理

二次電子検出器の検出特性を踏まえ、単層チタニアナノシートの二次電子像観察を行った。参照試料として Si 基板上に PLD 法により 1 nm のチタニアフィルムを蒸着した。Si 基板上のチタニアナノシートは in-lens 像中で Si 基板に対して暗コントラストで明瞭に観察された。一方、参照試料はナノシートとは異なり、PLD チタニアフィルムは、Si 基板に対してわずかに明コントラストを示した。このコントラスト反転は、カー

ボン蒸着による表面ポテンシャルが変化したため、試料から脱出できる二次電子のエネルギー分布が変わったことが原因と考えられる。Si 基板内で生成された二次電子が試料を脱出する際に超えるべきポテンシャル障壁は、最表面の原子層により容易に左右される。本研究では、この表面ポテンシャルの変化を、Si-薄膜接合による Si のバンドの曲がり仕事関数を考慮したモデルを使って説明し、二次電子像のコントラスト変化と対応づけた。チタニアナノシートについても同様の原理で二次電子像ができていると考えられる。

3. α - Si_3N_4 ナノベルトの観察とコントラスト生成原理

バルク絶縁体あるいは基板上に設置された絶縁体薄膜試料からの二次電子発生に関する研究はこれまでに数多く報告されているのに対し、基板から浮いた自立絶縁体薄膜からの二次電子放出についての報告は少ない。本研究では、カーボンメッシュ上に配置された α - Si_3N_4 ナノベルトの二次電子像を詳細に調べ、 α - Si_3N_4 ナノベルトからの二次電子発生は加速電圧と走査速度に大きく依存することを見いだした。像の変化は、二次電子の発生や一次電子の透過による試料の帯電を考えると無理なく説明できる。

本研究では二次電子の発生・輸送・検出の三つの視点から LV-SEM での二次電子像形成原理を総合的に議論した。即ち、二次電子強度エネルギー分布は発生・輸送過程で、試料帯電や表面ポテンシャルの違いにより局所的な差を生じる。この差異を強調するようにエネルギー選択的な二次電子検出を行うことで、従来では見られなかった新しいコントラストを持つ二次電子像が得られる。試料から装置を通した知見は、LV-SEM での二次電子像を理解し、多くの情報を読み出す上で重要となる。また、信号電子である二次電子を、そのエネルギーで弁別して取り扱うことの必要性を示した。以上の成果は更なる LV-SEM の発展に貢献するものとする。

審 査 の 結 果 の 要 旨

本研究は、低エネルギー走査電子顕微鏡法について、二次電子の発生・輸送・検出の三つの視点から考察を加えている。この取り扱いは、これまで断片的にしか議論されてこなかった、低エネルギー走査電子顕微鏡法の像形成理論を集大成するものであり、今後の理論と実験の発展に大きく寄与すると考えられる。

よって、著者は博士（工学）の学位を受けるに十分な資格を有するものと認める。