

オスミウムコーター (Neoc-STB)

科学分析支援センター 徳永 誠

一般的な走査型電子顕微鏡 (SEM) 観察では、試料に導電性が求められる。そのため導電性のない試料の場合には、試料表面に導電性薄膜をコーティングして導電性を確保する作業が必要となる。科学分析支援センターでは、この導電性薄膜作製用に、ターゲット材質にPt-Pdを用いたイオンスパッタ装置が従来より使用されている。しかし、このイオンスパッタ装置により作成されたPt-Pd薄膜は、微細粒子が並んだ構造をしており、高分解能観察時にはこの構造が観察されてしまうという問題点がある。これらの問題点を改善するために導入された装置が、オスミウムコーターである。

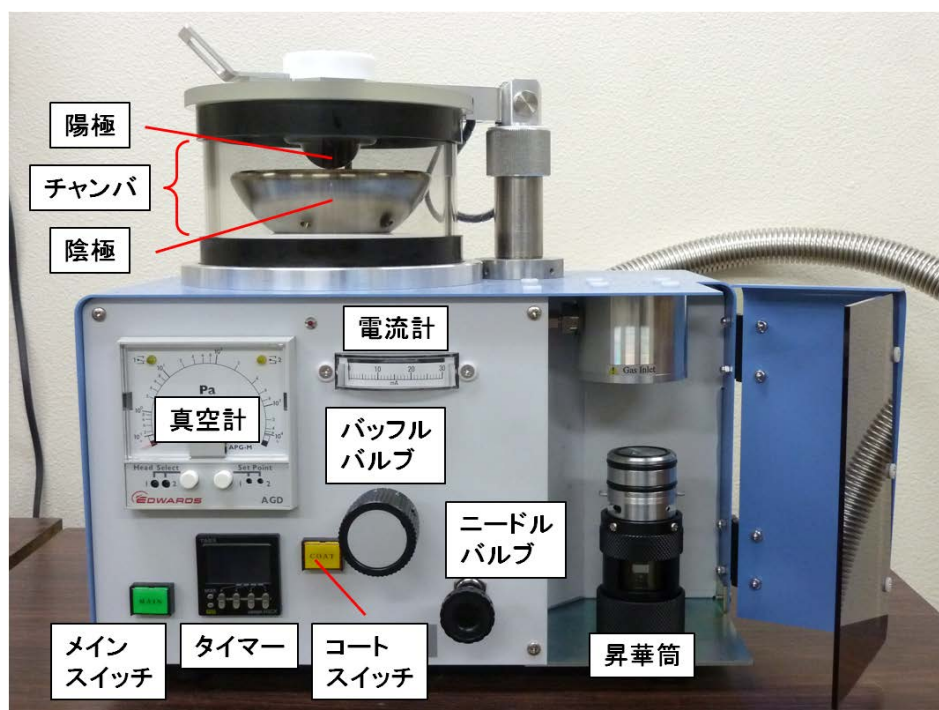


図1 オスミウムコーターの概略

1. オスミウムコーター

今回導入されたオスミウムコーターは、メイワフォーシス製Neoc-STBである。

従来より使用されているイオンスパッタ装置では、コーティングしたい金属(ターゲットと呼ばれる)が電極の陰極側となっているが、オスミウムコーターではコーティング材に四酸化オスミウム(OsO_4)を用い、原料供給部(昇華筒)からガスとして供給される。そのため、この装置では、次の手順で導電性被膜を形成させる。

- ・ 試料をチャンバ内の陰極に装填して内部を真空にする。
- ・ 昇華筒より昇華した OsO_4 ガスを、チャンバ内に導入して充満させる。
- ・ 直流グロー放電により OsO_4 ガスをプラズマ化させる。
- ・ プラズマCVDにより、瞬時に試料表面に純粋な金属オスミウム(Os)の被膜が形成される。

この方法により形成された金属 Os 被膜には、次の様な特長がある。

- (1) 凹凸の激しい複雑な構造の試料でも、表面全域に均一にコーティングが可能

原料であるOsO₄は、チャンバ内を真空にした後で昇華ガスとして導入して充満させる。そのため、試料上面、側面、下面、さらに凹凸の激しい複雑な構造の奥深くにも均一に回りこむことができ、表面全域に均一にコーティングされる。

- (2) 純粋な金属Osを粒状感のない非晶質(アモルファス)状態でコーティングが可能

直流グロー放電によりOsO₄ガスをプラズマ化させると、負グロー相領域と陽光柱領域と呼ばれる領域に分かれる。純粋な金属Osは、負グロー相領域内でプラズマCVDにより瞬時に形成され、試料表面に粒状感のないアモルファス状態の強固な被膜としてコーティングされる。このアモルファス状態の被膜は、SEMの高分解能観察時においても被膜構造が観察されることがない。

- (3) 膜厚制御が容易

金属Os被膜の膜厚は、放電電流(mA)×放電時間(秒)に比例する。放電電流は真空度に依存するため、OsO₄の供給量を制御して適正な真空度に調整したうえで、1/100秒のタイマー制御により成膜する。これにより極薄膜(0.25nm)から厚膜(10nm以上)まで簡単かつ再現性の高い成膜が可能となる。

- (4) コーティング時の熱ダメージが少ない

コーティング時間がわずか数秒でも観察に十分な被膜が試料表面に形成できるうえに、成膜過程において発熱することがないため、試料への熱ダメージがほとんどない。

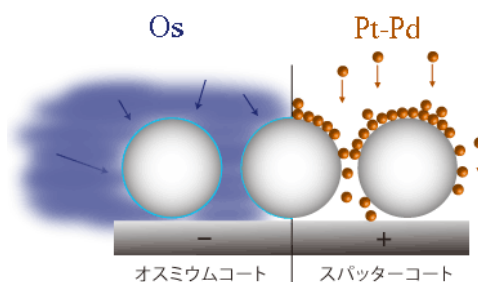


図2 コーティング状態の比較

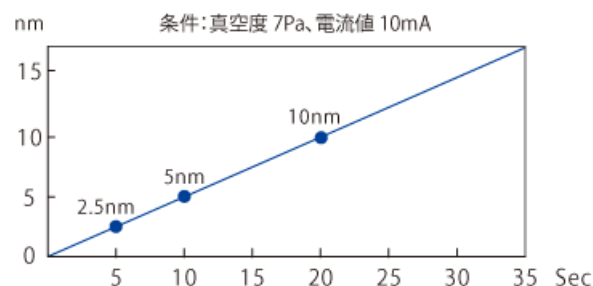


図3 放電時間と膜厚の関係

2. 安全対策

原料として使用されるOsO₄は、現状では詳細な情報の提供がなく、毒劇物にも指定されていないが、極めて有害性が高い化合物として知られている。常温において容易に昇華してガスとなるため、取り扱いには細心の注意が必要であり、アンプルに密封された状態で販売されている。本装置では購入したOsO₄をアンプルのまま昇華筒内に装填し、昇華筒が密閉された状態で外気に触れることなくアンプルを切断して使用する。昇華筒はチャンバ内への原料ガス供給時以外は常時閉止されているため、OsO₄の漏洩による装置使用者への暴露の危険性は極めて低く、安全性に配慮した取り扱いが可能となっている。

真空系のロータリーポンプ(RP)には、残存ガスがオイルに混入しないように、化学的に不活性で安定な完全フッ素化油、フォンブリンオイルが使用されている。更に、RPの排気側には、オイルミストトラップとOsトラップ(活性炭式)が設けてあり、二段式の排気トラップ構造となっている。チャンバでコーティングに使用されなかった微量残存ガスのOsO₄は、RPに吸引され殆どが熱分解を起こし、安定で有害性の低い低酸化Osとなる。更に上記Osトラップにより残存ガスを完全に吸着することで、未反応のOsO₄が大気中に排出されないような安全性に配慮した排気系となっている。

3. 本装置の利用範囲

本装置の導入により、従来では困難であった表面の形状が複雑な絶縁性材料のSEMによる表面微細構造解析が可能となった。さらに、極薄膜でも均一で強固な金属Osは、像観察だけではなくX線元素分析など他の解析にも応用が可能である。より多くのユーザーに多方面で活用してもらえんことを期待する。