

電子顕微鏡解析技術フォーラム — 第 13 回議事録 —

1. 日時：1997 年 9 月 6 日（土）～7 日（日）
2. 場所：富士教育研修所（静岡県裾野市）
3. 参加者：38 名（参加者名簿参照）
4. 配布資料：「第 13 回電子顕微鏡解析技術フォーラム要旨集」
5. 第 13 回電子顕微鏡フォーラムの特徴

電子顕微鏡に関する基礎講座、マルチメディア関連材料の電子顕微鏡観察に関する講演、そして、材料系でのマイクロトームの利用法についての討議など幅広い内容で今回のフォーラムは開催された。基礎講座では、電子レンズ、格子像の結像についての講義が行われ、マルチメディア関連材料の観察では磁区観察を行うスピン SEM、表示素子、記録材料などについて講演がおこなわれた。また、マイクロトーム技法に関する講演が 3 件と一般講演が 4 件報告された。

今回、ざっくばらんトークを含むフリートキングでは企業の分析評価センターの解析業務のあり方などについて議論がなされ、また、イントラネットの利用した画像データの転送などの事例が紹介された。さらに、日頃の問題や最近の電子顕微鏡技術について深夜まで活発な議論が行われた。

PC プロジェクターなどを使用した発表例も多く、今後の、PC プロジェクターを利用した発表形式を本フォーラムでは取り入れていくことにした。

6. スケジュール（別紙参照）

7. 内容詳細

〔基礎講座〕

電子顕微鏡のレンズのしくみ 代田 暁平（トプコン電子ビームサービス）

電子顕微鏡の電子レンズの原理と構造についての解説が行われた。特に Condenser-Objective (C/O) レンズについては、レンズ設計の考え方などの報告された。また、電子レンズで生じる各収差についての解説と、球面収差係数と色収差係数の測定法について講義が行われた。

格子像はどして見えるのか 永田 文男（日立計測エンジニアリング）

電子線の粒子性と波動性についてやさしく解説した後、電子線の干渉性や回折現象についての講義が行われた。また、試料を透過した波と回折波との干渉による位相変化についての説明が行われた。講演では、数式を多用せず、格子像が観察できる原理について平易な講義がなされた。

〔マルチメディア関連材料の観察〕

磁区を観察する（スピン-SEM） 松山 秀生（日立製作所）

2 次電子は試料のもつスピン磁気モーメントの方向を保持したまま放出されているので、

このスピンの偏極度をモット検出器を用いて輝度信号化するスピン SEM についての説明がなされた。観察事例としてはハードディスク材料である CoCrTa 系の磁区観察結果とノイズとの関係について紹介が行われた。

表示素子：Poly-Si 膜の分析評価 井上 邦弘（セイコーエプソン）

液晶ディスプレイとして代表的な TFT（Thin Film Transistor）の表示素子に用いられる Poly-Si 薄膜について分析事例が報告された。講演では薄膜プロセスについての説明がなされ、特に、アモルファス Si 膜をレーザ結晶化させる過程について解説が行われた。レーザ結晶化による結晶の解析には、電子顕微鏡、AFM, ラマンなどを多用している。電子顕微鏡で観察した結晶粒径のばらつきが TFT の性能に影響を及ぼすことが報告された。

記録材料：相変化型記録膜の解析 神前 隆（松下テクノロジー）

GeSbTe 系の記録層を用いた PD（相変化型光ディスク）についての観察用試料作製法について説明が行われた。平面からの観察では記録マークの観察が重要であり、光ディスクからの記録層の剥離方法について詳細な説明がなされた。また、断面方向からの積層構造観察ではイオンミリングを用いた方法が紹介された。これら手法は DVD などの解析にも応用できる。

〔材料系へのマイクロトームの利用を考える〕

材料解析の超薄切片法のラウンドロビンテスト 丹羽 博嗣（アクトリサーチ）

先端材料解析研究部会の活動の一環であるマイクロトームによる材料系試料の超薄切技術の研究ワーキンググループで実施したテスト結果の報告がなされ、Al 箔、ブレンドポリマー、MOD（光磁気記録ディスク）などの薄切試料の観察例が報告された。

マイクロトームを用いた塗布膜の観察事例 富田 理会（日本ペイント）

無公害型海洋防汚塗料であるシリコン・アクリル系塗膜の相分離構造観察のための試料作製にマイクロトームを用いているが、この時の切削歪みがアーティファクトとなる。そこで、染色および凍結切削を利用して改善した試料作製方法が紹介され、その観察事例と解析結果が報告された。

蒸着膜の観察 島崎 広美（凸版印刷）

最新のビールラベルは保護層/インキ層/Al 蒸着層/樹脂層/紙の構成であり、この Al 蒸着を観察するための薄切手法について紹介が行われた。積層構造を観察するためには切削方向を蒸着膜の膜厚方向に対し垂直または数度傾けた条件で切削すると好ましい結果が得られた。

〔一般講演〕

PZT 薄膜の各種顕微鏡による膜質評価 中野 明彦（シャープ）

半導体メモリのキャパシタ材料として注目されている PZT ($\text{Pb}(\text{Zr}_x\text{Ti}_{1-x})\text{O}_3$) 薄膜の膜質評価について、SEM, BSE（反射電子）, EDX, TEM, SPM などの各種顕微鏡を用いた解析結果が報告された。PZT 表面にはロゼッタと呼ばれる特徴的な円形の形態が観察されるが、この領域は電子回折等の解析の結果、ペロブス相であることがわかった。

FIB による断面 TEM 用試料作製へのプラズマ重合膜の応用 加藤 直子（アイテス）

デバイスの断面 TEM 観察を行うために FIB を用いて試料作製を行う際に、Si 系デバイスでは観察面にアモルファス領域が形成されるなど、イオンビームによる観察面の損傷が問題になる。そこで、損傷を回避するためにプラズマ重合膜を利用した試料作製方法について紹介が行われた。

SEM 観察用コーティング膜の粒状性評価 澤部 寿宏（日本石油）

SEM における導電処理としてカーボンや金属コーティングが行われるが、コーティング手法の違いによってコーティング膜の膜質が異なることが紹介された。スパッタリング装置によっても方式（水平電極型、マグネトロン型、イオンビーム型）で膜の粗さが異なり、イオンビームでは微細な膜が作製できることが報告された。

EPMA 面分析による解析事例紹介 鈴木 師子（オーテック）

コンクリートの変質を解析する上でEPMAによる元素のカラーマッピングは有用な方法であり、変質の原因となるアルカリ骨材反応の解析について報告が行われた。劣化コンクリートではセメントの水和生成物の炭酸化や表面層のセメント部分の溶解による欠落などが生じることが紹介された。

分析評価センターでの解析業務を考える（話題提供と全体討議）

企業における分析評価センターの紹介とその運営などの問題について、相澤（セイコーエプソン）平坂（帝人）、高島（三菱化学）、為我井（日本電気）、半澤（三井金属）から話題提供がなされ、企業における分析部門の評価向上についてフリートークが行われた。

インターネットを使ってみよう

回線の都合でインターネット接続が行えなかったために、イントラネットを利用した電子顕微鏡像の画像転送について米澤（日本電気）、中野（シャープ）、平坂（帝人）から報告がなされた。ホームページ形式での画像表示、電子顕微鏡のTV像の送信システム、電子メールでの画像転送などについて事例が紹介された。

第13回電子顕微鏡解析技術フォーラム実行委員会

先端材料解析研究部会代表責任者：永田文男（日立計測エンジニアリング）

実行委員長：平坂雅男（帝人）

実行委員：池田裕司（ソニー）、小林恵美子（フィリップス エレクトロニクス オプティクス）、佐藤克行（日本石油）、高島正樹（三菱化学）、為我井晴子（日本電気）、半澤規子（三井金属）

文責：平坂 雅男（帝人）