走査電子顕微鏡のための 試料加熱ホルダー

山 本 陽 一

日本電子 (株)

☎ 196-0021 東京都昭島市武蔵野 3-1-2

(1997 年 11 月 17 日受理)

Specimen Heating Holder for Scanning Electron Microscope

Youiti YAMAMOTO

JEOL Ltd.

3-1-2 Musashino, Akishima, Tokyo 196-0021

(Received November 17, 1997)

小倉らは絶縁性のアルミナ試料を加熱すると電子ビーム照射によるチャージアップ現象を緩和できることを報告した¹⁾。彼らはその現象を Specimen Heated and Electron Beam Induced Conductivity (SHEBIC) と呼んだ。この現象を利用するならば、絶縁物に金属を被膜させないで、かつ高加速で高分解能な観察が可能となる。我々は 973 K 程度まで試料を加熱できる試料加熱ホルダーを開発した²⁾。今回、このホルダーの構成や特徴について報告する。

このホルダーの概略図を Fig. 1 に示す。これはインレンズ電界放出走査電子顕微鏡 (FESEM) のホルダーを改造したものである。(b) の斜線部分に示すセラミックヒータ (京セラ製) を熱源として使用した。ヒータ内部には無誘導巻の W 線が埋め込まれている。最大 0.6 A の直流電流を流した。ヒータを取り付けたブロックを Ta の板で挟み込みビス止めた。それらの加熱部分をルビーボールで 4 点支持してホルダーに取り付けた。ルビーは熱伝導率が小さく温度上昇で更に熱伝導率が小さくなる材料である。電子線照射中にルビーがチャージアップしないように取り付け位置についても考慮した。又、その加熱部分全体がチャージアップしないように細線でホルダーと結合させアースにした。ヒータに電流を流し試料部の温度を銅-コンスタンタン熱電対で測定し、入力電流(入力電力)-温度の関係を求めた。約 700 K まで入力電力と温度は直線的な関係にあった。最大 973 K まで上昇させた。試料表面の温度を直接測定していないので、表面現象における温度パラメータを求める場合には試料

Fig. 1 A schematic diagram of specimen heating holder. (a) Top-view, (b) Side-view.

を取り付けた状態での表面温度の測定が必要となろう。最大電流時でも磁場や光や熱電子の SEM 像への影響は観察されなかった。次に熱平衡に至る時間および安定度を測定した。973 K まで加熱開始後、約 20 分で平衡状態に達した。その安定度は 0.5%/h 以下であった。試料の均一加熱領域は 8 mm×30 mm である。しかし、熱平衡状態への到達時間や熱ドリフトを軽減するために、試料サイズとして最大 3 mm×5 mm×2 mm 厚とした。200,000 倍の SEM 観察を可能にするには 5 nm/min 以下に熱ドリフトを抑えることが求められる。ガラス管の試料をカーボンペーストで試料台の Ta 板に取り付け、様々な温度に上げて熱ドリフトを測定した。ドリフト量は 2 重露光の方法を用いて写真上で判定した。ドリフトの方向は一樣で、ホルダーの軸方向であった。5 nm/min 以下の熱ドリフトに抑えるためには、673 K で約 30 分、773 K で約 70 分、873 K で約 90 分の待ち時間が必要であった。熱ドリフトを速やかに抑えるためには試料と試料台との接触面積を大きくすることが重要であった。SiC や Si₃N₄ の試料では 873 K で約 30 分で 5 nm/min のドリフトに達した。又、試料を取り付け、そのまま電子顕微鏡の鏡筒に挿入して加熱すると、最初脱ガスが多く真空が悪化するので、挿入前にドライヤー等で試料周りを加熱するのが望ましい。

このホルダーにガラス管やアルミナや SiC や Si₃N₄ 等の絶縁性試料を取り付け、873 K の加熱状態で 10 kV や 20 kV の加速電圧で 100,000 や 200,000 倍の SEM 観察を行った。チャージアップの抑制された絶縁物試料の高加速・高分解能な観察が可能となった。

文 献

- 1) K. Ogura, T. Suzuki, T. Sato, T. Sueyosi, T. Ikegami and R.C. Hertsens: Proc. 13th Int. Cong. on Electron Microscopy, Paris (1994) p. 129.
- 2) Y. Yamamoto and K. Higuchi: Rev. Sci. Instrum. **68**, 1756 (1997).