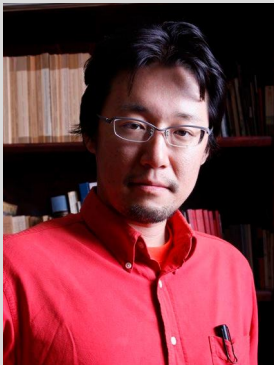


# SEM によるナノ計測を支える認証標準物質



## 熊谷和博

くまがいかずひろ  
quaz.kumagai@aist.go.jp  
産業技術総合研究所  
計量標準総合センター  
物質計測標準研究部門  
表面・ナノ分析研究グループ  
主任研究員

2010年筑波大学数理物質科学研究科終了。博士(工学)。物質・材料研究機構ポスドク研究員を経て2013年産業技術総合研究所入所。SEMの像形成原理の研究、SEMによるナノ材料計測技術の開発および関連標準物質開発に従事。

共同研究者  
黒河明(産総研)  
本研究はISO/TC 202/SC 4国内委員会、研究産業・産業技術振興協会の協力を受け実施したものです。

走査電子顕微鏡画像の像分解能(ボケ量)を評価するための認証標準物質「NMIJ CRM 5207-a タングステンドットアレイ」を開発しました。このCRMはシリコン基板の上にタングステンドットが格子状に並んだ構造をもち、認証値であるドットピッチにより電子顕微鏡の倍率校正を、また、そのドットエッジを利用しDR法による分解能評価を行うことができます。本CRMを用いた簡便な分解能評価法は、装置性能評価をはじめ、装置の状態管理や客観的なオペレータ習熟度評価への応用に期待がもたれます。

## NMIJ 認証標準物質

産総研計量標準総合センター(NMIJ)では、特性値が正確に値付けされた認証標準物質(CRM)を開発・供給しています[1]。CRMは分析機器の校正、分析法の妥当性評価などに用いられ、産業技術や研究開発を支える重要な役割を担っています。現在NMIJから約200種類のCRMが供給されていますが、本稿ではその中から電子顕微鏡用のCRMについてご紹介します。

## SEMにおける像分解能評価

16世紀末にオランダのJassen親子により発明された光学顕微鏡以来、顕微鏡技術は自然に対する我々の視野を広げ、科学の発展に重要な役割を果たしてきました。より微細な試料を観察するために開発された電子顕微鏡の一つに走査電子顕微鏡(SEM)があります。SEMは収束した電子線で試料を走査しながら、試料表面から発生した二次電子を信号として検出することで顕微像を得る観察手法で、幅広い研究分野で利用されています。

どの程度明瞭なSEM像が得られるかを示す像分解能は、装置カタログにも「加速電圧15kVで二次電子像分解能1nm」などと表示されており、ユーザに大きな影響力をもつ性能指標といえるでしょう。また言い換えれば、像分解能とは像がどの程度のボケを含んでいるかを示す指標でもあり、ナノスケール材料のサイズ測定においては計測の不確かさを見積もる上でも重要な値です。

SEMは商用機の登場以来、既に半世紀以上の歴史を持ちますが、幾つかの異なる像分解能の定義・評価方法が存在し、しばしば議論の混乱を招いてきました。そこで近年、国際標準化機構(ISO)のISO/TC 202/SC 4では像分解能の一つである「像シャープネス」を導入し、SEM像分解能評価の国際標準化を進めています。これまで2011年に技術仕様書(TS)[2]が発行され、現在、この技術仕様書で取り扱われている

DR(Derivative)法を発展させる形で国際標準(ISO)の完成を目指し、議論が進められています。

## 像シャープネス評価法の概要

DR法では撮影されたデジタルSEM画像を定められた手順に従い解析することで、その像シャープネス(ボケ)を評価します[2,3]。図1aに示すようにSEM画像中の粒子輪郭線に垂直な方向に、背景から粒子にかけての輝度変化(ラインプロファイル)を抽出し、誤差関数でフィッティングします(図1b)。誤差関数の傾きを記述するパラメータ $\sigma$ より、像シャープネス値は $\sqrt{2}\sigma$ として求められます。この様に多数のラインプロファイルを画像全体にわたって評価することで、その画像に対するシャープネス値を決定します。

## 像シャープネス評価用試料の必要性と備えるべき特徴

像分解能を評価する主な目的には装置性能の評価やSEMオペレータ技能の見える化などが挙げられます。一方、像シャープネス値はSEM像一枚一枚に与えられる量であり、像形成に関する全ての要因を反映した値となります。SEM像は

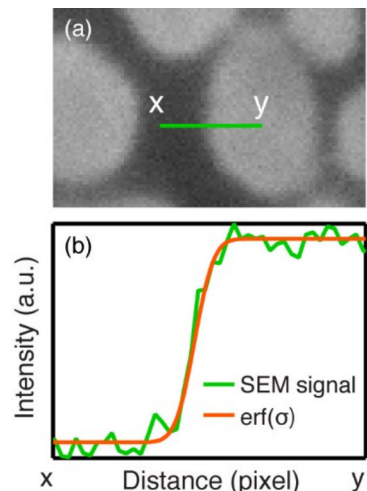


図1 (a)粒子のSEM画像と(b)DR法による像シャープネス評価の原理