

重要

# barrier crystal

バリアウォーター液に 24 時間浸漬した  
Si ウエハ表面の高分解能走査電子顕微鏡観察

福井大学産学官連携本部  
特命教授 岩井 善郎

**株式会社エヌエム**

# バリアウォーター液に 24 時間浸漬した Si ウエハ表面の高分解能走査電子顕微鏡観察

福井大学産学官連携本部 特命教授 岩井 善郎

## 1. はじめに

電気伝導度を増大させたバリアウォーター液（以下、新液）の機能を調査するために、バリアウォーター新液ならびに旧液に 24 時間浸漬させた Si ウエハ表面を高分解能走査電子顕微鏡で低倍率から高倍率まで連続的に観察し、表面の様相と析出物質について考察した。

## 2. 試験方法および観察機器

試料には Si ウエハの切片（約 10mm x 10mm、厚さ 1mm の平板）を用いた。浸漬試験は、容量約 200cc の円筒容器（直径 50mm、高さ 120mm のプラスチック製）の底面に Si ウエハの鏡面を表にして置き、ウォーターコート液をほぼ 9 分目（約 180cc）まで入れて 1 日（24 時間）放置した。その後、取り出して室内にて写真用の手動ブロワーで表面の液を吹き飛ばし、そのまま電子顕微鏡で観察した。比較のために、旧液についても同じ要領で浸漬し観察した。

浸漬した表面は、福井大学共同研究拠点に設置してある電界放出型走査電子顕微鏡 FE-SEM (Zeiss ULTRA plus)を用いて行った。この機器では、加速電圧を低くして観察できるので、高分子材料や化学生成物等の観察が可能になる。

## 3. 観察結果

新液と旧液に浸漬した Si ウエハ表面の観察結果を図 1 に示す。

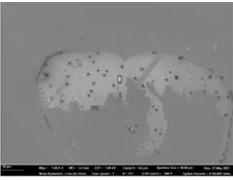
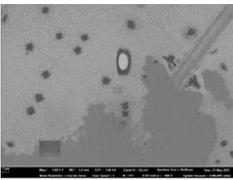
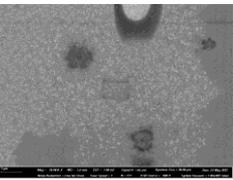
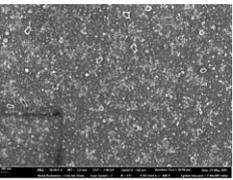
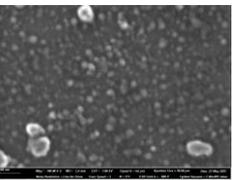
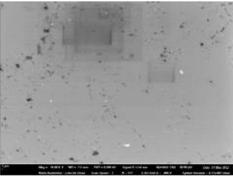
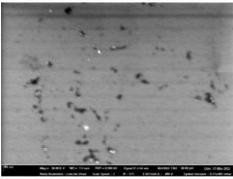
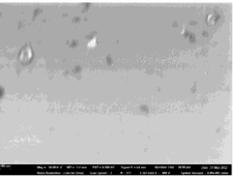
	1,000 倍	3,000 倍	10,000 倍	30,000 倍	100,000 倍
新液					
旧液					この倍率は、50,000 倍 

図 1 バリアウォーター液の新液ならびに旧液に浸漬された Si ウエハの FE-SEM 観察写真

観察は、特徴的な箇所について、1,000~100,000倍に拡大して観察したものである。新液中では1,000倍において局所的に生成物が観察されるが、旧液中では10,000倍においても生成物は観察されない。また、両液中とも全面に生成物が存在しているのではなく、いくつかの形態が見られる。観察においては、極力外部からの異物が混入しないように留意したが、新液中では旧液中と比べて明らかに生成物が多いことがわかる。また、新液中では100,000倍にまで拡大すると微細な析出物質が観察される。

次に、同一場所でのSEM観察では倍率を徐々に拡大していくと、電子ビームの照射によって観察面が黒ずむので、新液中での100,000倍の観察では場所を変えて撮影した。図2(a)(b)に、代表的な観察写真を示す。微小な析出物が観察され、それらの大きさは小さいものでは数ナノメートル、大きいものでも60~70ナノメートルで、大部分が数十ナノメートルに分布していることがわかる。このような画像は汎用の走査電子顕微鏡では観察することが難しく、今回高分解能FE-SEMと卓越した操作・観察スキルを有するオペレータによって可能になったものである。

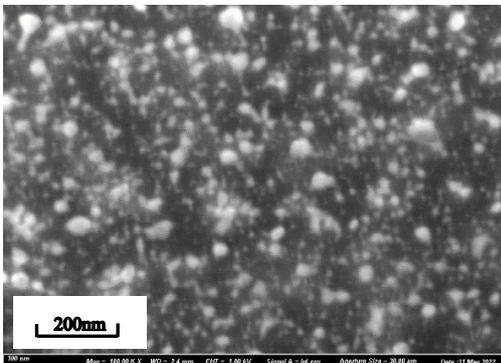


図2(a) Si ウエハの浸漬面上の析出物  
(観察場所その1)

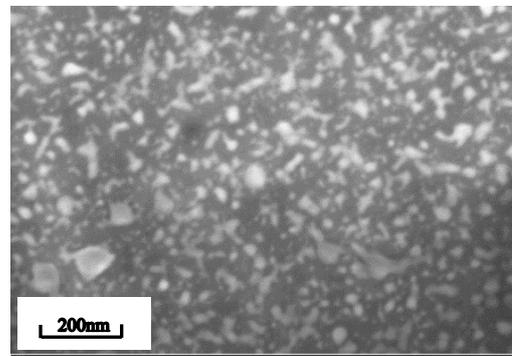


図2(b) Si ウエハの浸漬面上の析出物  
(観察場所その2)

これらの様相および析出物の形態と大きさは、過去に石川工試で撮影された浸漬面のAFM像、あるいは福井大学表面設計工学研究室でのAFM観察像と類似している。なお、AFM画像は縦横（平面）と高さ方向の拡大率が異なるため、平面方向にかなり圧縮された像となっているが、実際の形態は図2のようであると推察される。それらは表面にホウ酸シリカ等が析出したものであり、バリアウォーター液の機能発現に寄与していると考えられる。

#### 4. まとめ

電界放出型走査電子顕微鏡 FE-SEM (Zeiss ULTRA plus)を用いて、バリアウォーター新液ならびに旧液に24時間浸漬させたSiウエハ表面を観察した。その結果、旧液中では浸漬による変化はほとんど見られなかったが、新液中では大きさが数ナノメートルから数十ナノメートルの析出物が観察された。それらはホウ酸シリカ等が析出したものと推測される。

#### 謝辞

電界放出型走査電子顕微鏡観察は、福井大学産学官連携本部西村史宏助教の操作により実施されました。記して謝意を表します。

