

**顕微鏡用試料研磨装置  
IS ポリッシャーを使ってみる！**

(「金属」Vol.82(2012), No.2 別刷)

東京大学大学院工学系研究科

朝倉 健太郎

## 顕微鏡用試料研磨装置 IS ポリッシャーを使ってみる！

朝倉 健太郎

新しい試料作製システム「IS-POLISHER」という半自動試料作製研磨装置が開発された。この装置の性能を試すために硬・軟複層金属、半導体アルミボンディング部、積層セラミックコンデンサー断面の拡大観察、半導体パッケージの微妙な試料調製など、日頃私たちが試料作製に神経を使う試料を選び、実際に使ってみた。

### はじめに

近年、EBSD (Electron Backscattered Diffraction: 電子後方散乱回折) 法による結晶方位解析が注目され、多くのことが解るようになってきた。結晶性の材料に電子線を照射すると、回折は試料表面の数10nmの領域から反射電子を発生する。このために十分に細い電子線を照射すれば100nm程度の分解能の情報を得ることができる。もちろん、このためには試料表面の研磨が重要な要因であることは語るべくもない。

従来は、金属の構造を知るときは光学顕微鏡によって結晶粒界を見るとき、XRD (X線回折) 法によって結晶構造や物質同定を得ることが一般的であった。EBSD 法は少数の専門家によって研究が進められてきたが、最近ではSEM (走査型電子顕微鏡) を用いて70°程度に傾斜した試料の菊池回折パターンから結晶解析を行う手法が確立されており、後述するような微小領域における結晶方位の分布に関する情報が得られる。

とは言え、EBSD 像が見られる試料を作製することは難しく、試料の表面状態によっては結晶方位に相当する組織が全く見られないこともある。最近ではCP (クロスセクションポリッシャー)<sup>1)</sup> やイオンミリング<sup>2)</sup> といった装置もあるが、この前

注) イオンミリング: 電子顕微鏡用試料作成法の一つ。試料表面に加速したイオンビームをあて、試料原子を表面からはじき出すことで観察試料を作製すること。

処理も難しく、試料の作製領域が思ったよりも狭いという欠点もあり、イオン照射による軽微な加工ひずみを除去することも必須である。

難しい試料作りといえれば後述する拡大観察を行う際の斜め研磨法も、角度を微調整することが非常に難しい。さらに半導体などの解析では、特定部位の領域に近づいた時の微妙な調整には神経を使わなければならない。熟練した技術者でも苦勞することが少なくない。

これまで試料作製で用いられてきた代表的な湿式研磨機を図1に示す。この研磨機は筆者らの研究室でも使っているが、それなりの訓練をしてきた熟練者であれば、無段階速度コントローラ機能がついているので手研磨に最適である。高速回転の粗研磨から低速回転の仕上げ研磨まで1台でできるが、手動であるがゆえに微妙な調整や精度管理には限界があり、誰にでもできるわけではない。



図1 卓上湿式研磨機の一例



図2 IS-POLISHERの外観

顕微鏡やEBSDで組織観察をするには研磨を行うことが必須である。最近では外国製品が幅を利かせているが、微小な領域を調整したり、補正を行うことのできる装置は存在しない。したがって、いつも同じような試料に苦慮させられていることは事実であり、どうしても熟練を要求してしまう。

本稿では、これらの問題解決のために(株)池上精機で新しく開発された半自動試料作製装置 (IS-ポリッシャー、図2) の概略を紹介すると同時に、筆者らの研究室での同使用実例をできるだけ詳細に紹介した。

この新しい装置は電子顕微鏡用の前処理はもちろん微細な試料を研磨するために開発された装置で、「IS-POLISHER」とネーミングされている。

## IS-POLISHERの特長

EBSD、斜め研磨法による拡大観察、半導体の特定領域の故障解析、クロスセクションポリッシャーやイオンミリングの前処理のような、精度や微妙な調整を必要とする精密な試料の作製を行うことが一般的となり、検鏡量も多くなっている。図1に示したような卓上研磨機を用いて行うことはほとんど不可能である。しかし、その精密さや複雑さを手軽にクリアできるような気の利いた装置がな

かったのも事実である。それらの様々な分野からの要求に応える装置として、この装置が開発された。

企業および大学の研究室で試料作製にとられる時間は決して少なくはない。したがって、研磨はできるだけ省略するか、短時間にしたいと誰もが思う。挙げればキリはないが、1日以上かかっている樹脂包埋とその硬化の時間を省略したい、長い経験による感覚で試料作製を習得するのではなく、もっと短時間に試料を作る技術を習得できるようにしたいなど、改善するところはさまざまある。IS-POLISHERはかゆいところに手が届く装置と言えるかもしれない。

このシステムは、上記の要望に応えるために新たなアタッチメントが多く開発され、これらの問題を解決することができ、一部の試料を除くと大幅に効率を上げることが可能となった。

その他にも、従来のような長い経験による感覚で試料の作製を習得するのではなく、もっと短時間に試料を作る技術を習得できるようにした装置でもある。その問題の解決には条件を設定した通りに自動で動く機能が必要であった。研磨盤の回転数や時間などは試料の大きさや硬さによって大きく変わってくる。そこで時間、回転数、回転方向、スイングのON・OFF、スイングする幅、スイングの速さなど幅広い条件の設定が任意にできることが必要とされる。IS-POLISHERでは試料を作製する技術のノウハウを数値化することができるため、技術の継承を容易に行うことができるようになってきている。

本装置の特長である試料をアタッチメントに固定し、それを精密な保持機構に取り付けるという方法を採用することでこれらの課題の多くを克服することができた。この考えは工作機械では一般的な構造であるが、これは日頃から工作機械を使っている池上精機としては、自然な発想だと思う。しかし、この保持機構を採用したことにより重量が増え、試料にかかる荷重が大きくなるため、後述するウエイトの管理機構がある。

デリケートな試料へのダメージを減らすために

研磨時の試料負荷(荷重)を極力減らしたいという理由から、試料の保持部を軽くすることが必要である。また、微小な調整に追従することを求めるには、機械的な精度が格段に要求されるために必然的に小さくなった。それに伴って研磨盤も直径110mmと小さくしたことで、ダイヤモンドフィルムやダイヤモンドスラリー、コロイダルシリカなどの使用量も抑えられ、環境にも良くなり、ランニングコストの低減にも繋がっている。これらの考えも小さく精密な製品を長く手掛けてきた感覚が生きているのだと思う。

### (1) 研磨量調整マイクロメータ

研磨の量を調節できる機能によって削り過ぎ防止ができないかという課題を、タイマーと研磨量調整マイクロメータを追加したことで対応できるようにしている。

図3は標準の研磨量調整マイクロメータ(最小分解能は $2.5\mu\text{m}$ )である。とくに電子顕微鏡の試料作製は特定領域の場所や任意の深さを観察できるようにすることが必須であるが、この機能によって任意の位置までの研磨が容易になっているが、電氣的に制御することも考えているらしい。またタイマーの利点としては試料をセットした後、手研磨のように絶えず研磨装置に張り付いている必要がなくなったことが指摘できる。

### (2) 仕上り状態の観察

図4に示したように倒立型光学顕微鏡を装置の側面に搭載した。これにより、表面状態を観察しながら研磨を行えるので研磨の作業効率がよくなったばかりでなく、ホルダーを外すことによる精度の低下を防ぐことができる。ただし、洗浄と顕微鏡の性能に限界があるという問題は残されているが、実用上は問題ない。

また、CCDカメラ(オプション)を装着することでPC(パーソナルコンピュータ)のモニターに表示し、状況、状態の記録をすることで、条件設定やマニュアルの作成、画面を見ながらタイムリーに教育できるツールとしても利用できるよ

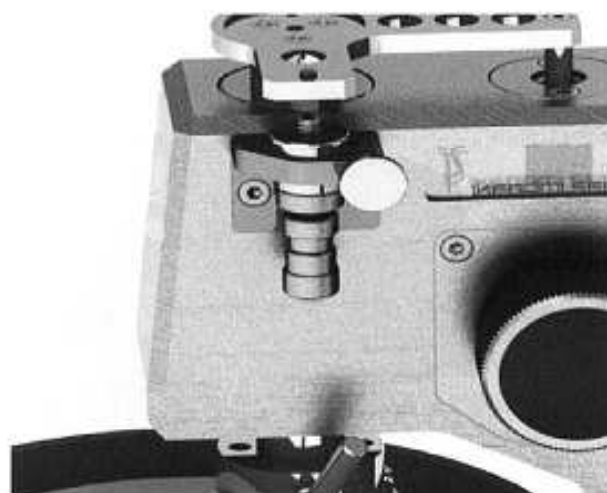


図3 研磨量調整マイクロメータ

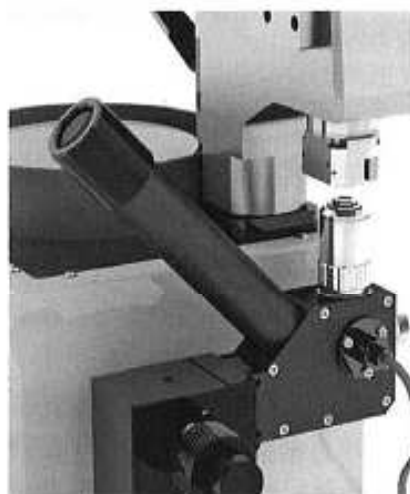


図4 倒立型光顕の外観

うになっている。

## 観察・解析例

以下 iS-Polisher を用いた観察例と、解析法の例について述べる。

### (1) 結晶方位解析：EBSD 用試料

結晶方位の観察は、その前段階の試料の仕上りによって大きく影響される。とくにEBSDによる結晶方位や歪分布状態の解析を行う際に試料表面に研磨時の機械的応力による加工変質層があると正確に評価を行うことが困難である。このため硬・軟質複層材料の界面において凹凸のない、きれい



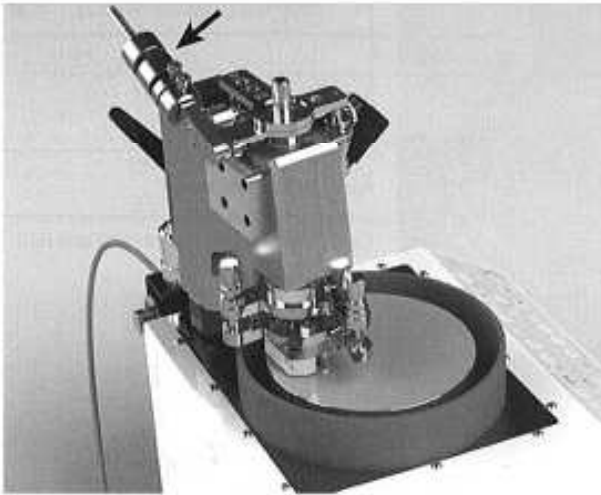


図5 ウェイトキャンセラー (矢印)

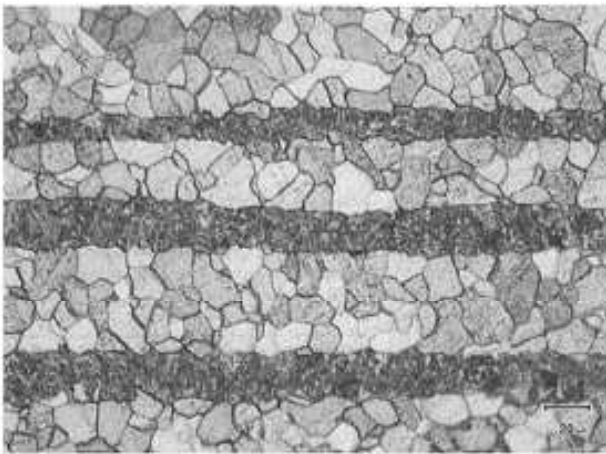


図6 鍛地肌和包丁の刃先断面組織

な断面ができるように、図5のウェイトキャンセラー(矢印)で荷重を管理することにより微小領域の高倍率観察や、ダメージの少ない試料ができるようになり、EBSDによるきれいな結晶方位解析が可能になった。

図6は鍛地肌和包丁の刃先断面をIS-POLISHERで研磨した後、5%エタノールでエッチングしたときの光顕組織である。黒い縞模様はマルテンサイトでピッカース硬さHV656、広い幅の領域はフェライトで硬さはHV135であり、硬さの差は約HV520もあるが、きれいに研磨されていることがわかる。このように硬さの異なる複層材料の組織観察も容易にできることがわかる。

一方、図7はパフ研磨によって一見、十分きれいに磨き上げられた鏡面が得られた表面状態であっ

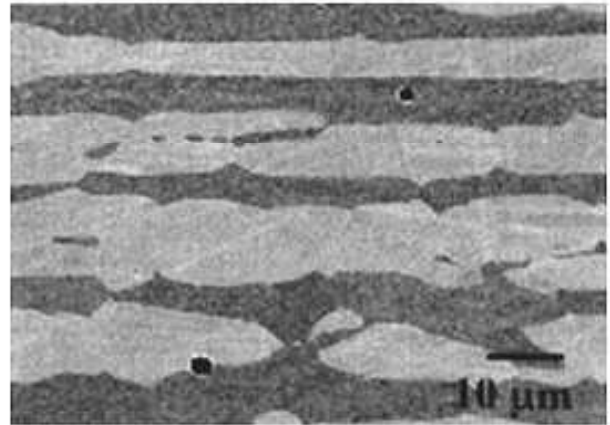


図7 一見きれいに見える表面であるがダメージが多い表面組織

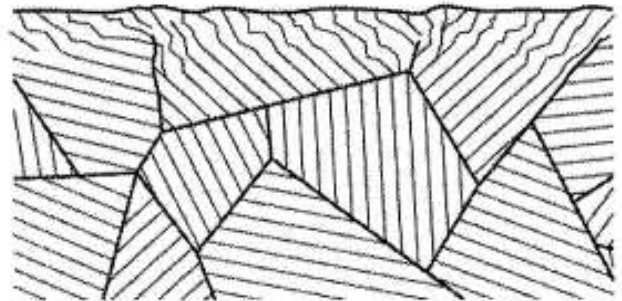


図8 回折現象が発生しない場合の表面

たが、表面の結晶構造にダメージ(加工硬化層)を与えてしまい、EBSD解析に必要な電子線の回折現象は発生しなかった。このときの表面状態の模式図を図8に示す。

そこでウェイトを管理しながら各条件を設定し、コロイダルシリカで仕上げることによって、このダメージを受けた表面層を除去できるが、ウェイトによる試料への圧力の管理や研磨盤に対する正確な面の支持が行えないと逆にダメージを与え続けてしまう。このように通常のパフによる仕上げだけでは加工変質層が残るが、IS-POLISHERを用いることでウェイトと時間の管理を行うことができるので加工変質層の化学的な除去ができる。この時の表面状態の写真を図9、模式図を図10に示す。

研磨時間・研磨圧・速度・スイング動作の設定や、研磨量調整機構などにより、組織構造に与えるダメージが少ない研磨が可能になった。また、より精密な研磨を要するためにイオンミリングやCP

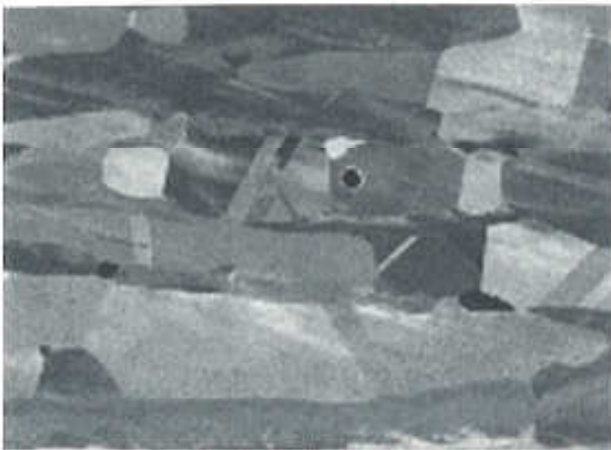


図9 適切にウエイト管理して得られた表面組織

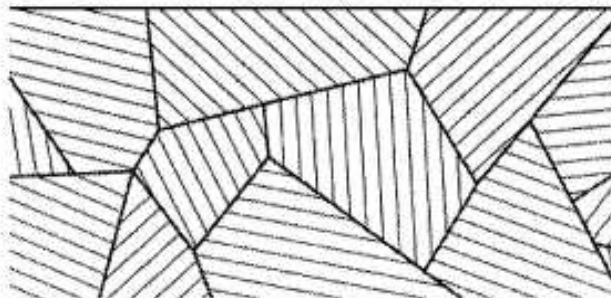


図10 回折現象が発生する場合の表面

を用いなければならない場合においても、IS-POLISHERで驚くほど精度よく短時間で前処理を行うことができるようになった。

## (2) EBSDによるマッピング像

SUS304 (18Cr-8Ni鋼) を1200℃と1000℃の溶体化処理 (空冷) した後に、通常研磨後、コロイダルシリカ (SiO<sub>2</sub>) を用いて研磨した表面をEBSDにて観察したIPF (方位マッピング) 像をそれぞれ図11および図12に示す。図11は1200℃溶体化処理のEBSD像であるが、1000℃に比べてオーステナイト結晶粒径が粗粒化しており、内部に焼鈍双晶が鮮明に観察できる。他方、図12に示した1000℃溶体化処理したEBSD像からは結晶粒径がきわめて微細な粒との混在であることがよくわかる。

図13は半導体のアルミワイヤボンディング部 (左) のEBSD像である。この例では、圧接による組織の細粒化の発生状況や分布を調べることで、信頼性にかかわるさまざまなことが把握で

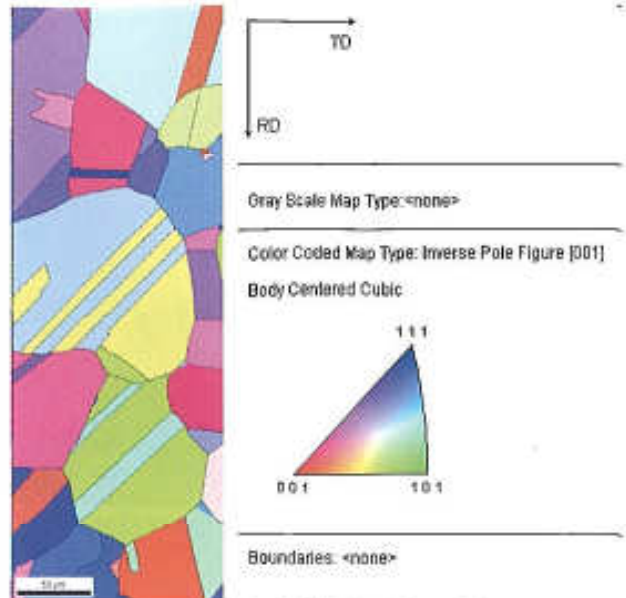


図11 SUS304 (1200℃溶体化処理) IPF 像

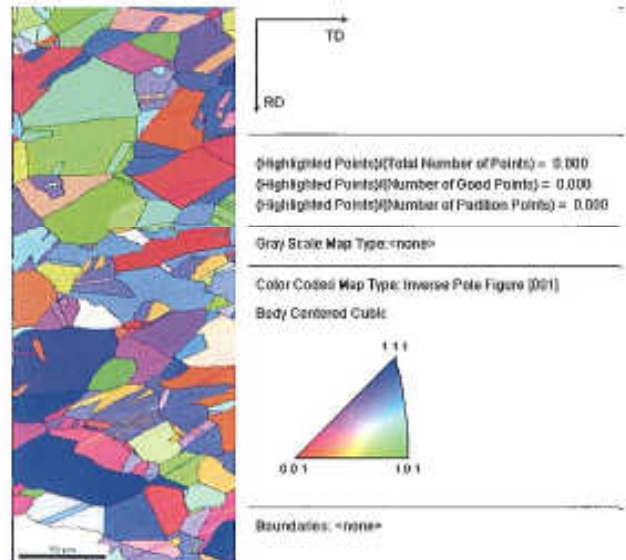


図12 SUS304 (1000℃溶体化処理) IPF 像

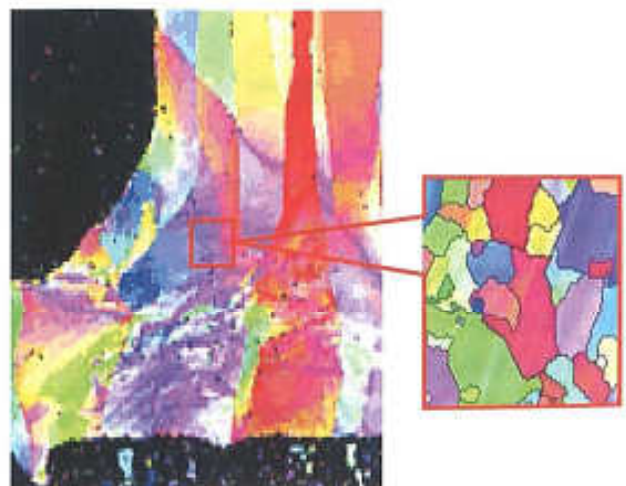


図13 半導体のアルミワイヤボンディング部のEBSD像



表1 拡大率と傾斜角の関係<sup>1)</sup>

拡大率	傾斜角度
10 : 1	5 度 40 分
15 : 1	3 度 50 分
20 : 1	2 度 50 分
25 : 1	2 度 20 分

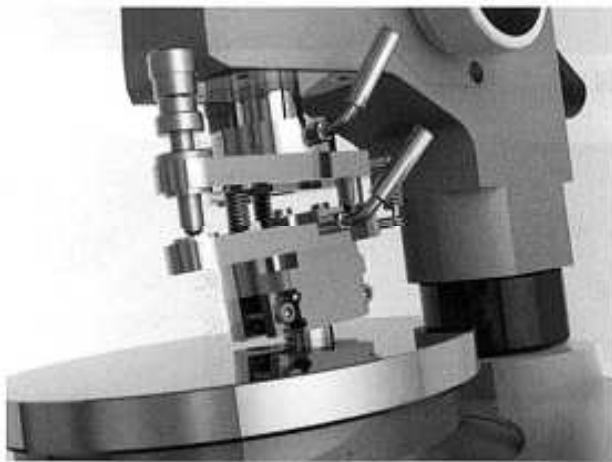


図14 試料ホルダーを2軸傾斜アジャスタにセットした状態

きる。

### (3) 拡大観察：斜め研磨法<sup>1)</sup>

めっき、コーティング層、薄膜積層構造、ごく浅い加工歪層や微小面粗度測定などのために、試料の断面を浅い角度で斜めに研磨することにより、薄膜層構造部分などを見かけ上拡大して観察する手法が、斜め研磨法である。だが表1に示したように10:1以上の拡大率を得るには、かなり浅く正確な角度保持を必要とする。

この場合、図14に示した2軸傾斜アジャスタを装着すると、2本のマイクロユニットによって各方向に最大6度、全周方向に傾斜角の調整ができるようになる。マイクロメータの分解能は、1目盛り当たり0.02度に相当するので、高拡大率を得るための浅い傾斜角でも精度よく設定することができる。

ここでは斜め研磨例として、一般的な電子回路に使われている、1608タイプの積層セラミックコンデンサの断面構造を斜め研磨法で観察してみた。観察する断面部は、セラミック素材の中にアル

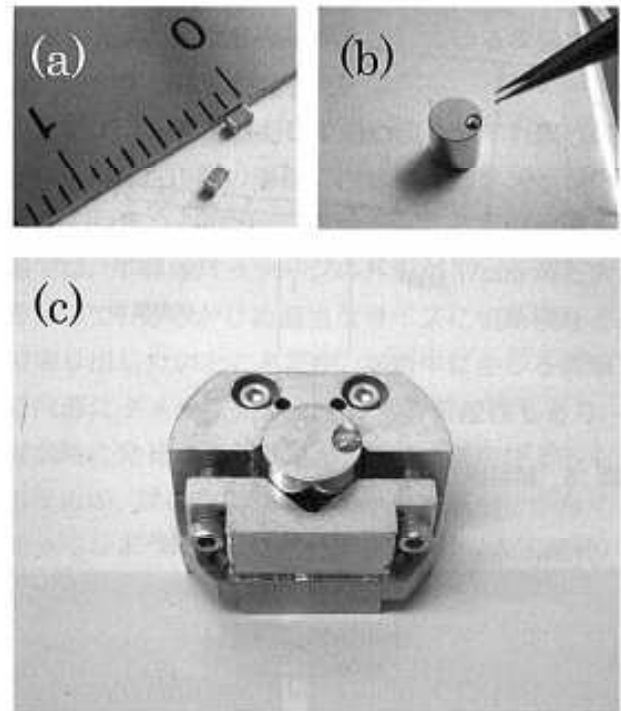


図15 専用試料台への試料固定方法

ミニウム電極箔が積層された状態になっている。通常であれば試料が小さいために、まずは包埋ということになるが、IS-POLISHERだと、図15(b)のような試料台にマウンティングワックスで固定し、専用の試料ホルダーにマウントすることで、研磨することができる。この時間の早さがとにかくありがたい。

次に試料ホルダーを2軸傾斜アジャスタにセットし、拡大率に合わせて角度を設定する。傾斜研磨法における考え方は図16に示したように、 $\theta$ を2軸傾斜アジャスタで設定された傾斜角とし、拡大される傾斜研磨法での見かけの大きさ $t$ は、 $t_0 \times \text{cosec } \theta$ で求めることができる。このときの設定角度は、表1のようになり、大きな拡大率を得ようとする、かなり浅く微妙な角度で研磨する必要がある。この場合、試料が小さく脆いため、包埋しないと研磨圧が過剰となり試料を痛めてしまうが、図5で示したウエイトキャンセラーを使用することで軽荷重での研磨が行えるので、包埋が必須ではなくなる。

通常の断面研磨と斜め研磨での観察像を図17および図18に示す。試料は約8 $\mu\text{m}$ 間隔で積層しているアルミ箔電極であるが、通常の断面研磨法での

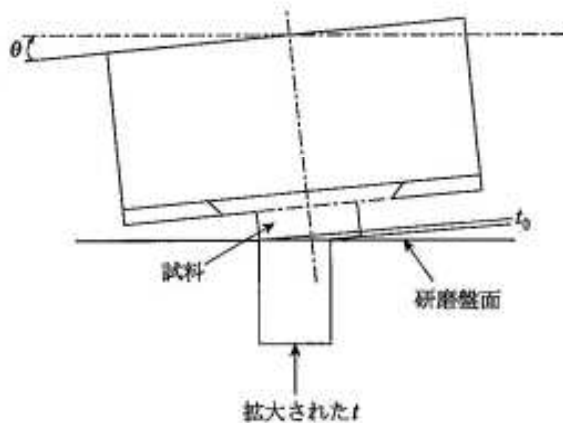


図16 傾斜研磨法の考え方

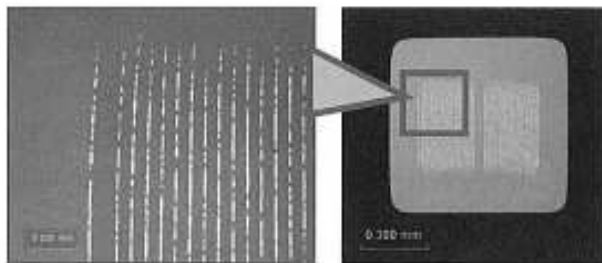


図17 通常の断面研磨法での観察像

観察像ではかなりの高倍率でないと詳細な様子が判らないが、斜め研磨での観察像では、厚み方向の情報が約10倍に拡大されるので、電極の間隔のぼらつきや曲り等が視覚的にも容易に把握することができる。

#### (4) 半導体試料

##### ボンディングとアルミ電極接合部の光顕観察

通常、半導体の信頼性評価は機械研磨によってパッケージの特定部位を研磨して断面観察を行っている。観察部位にもよるが、とくにワイヤボンディング、はんだボールなどの接合部の観察は光学顕微鏡で観察している。配線間の微細化と共にSEMも多用されるようになってきている。この接合部の長期信頼性を確保するには、金ワイヤボンディングとアルミニウム電極界面に、①金属間化合物相の形成、②ポイドの生成、③金属間化合物の腐食などが重要な問題になる。つまり異種材料を接合したときに形成される界面における接合材料の拡散状態や、マイクロ組織などを観察することによ

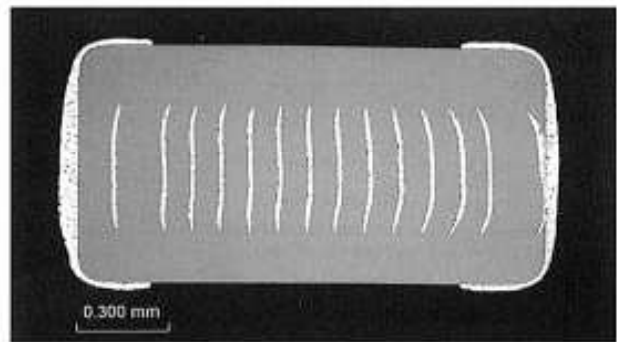


図18 斜め研磨での観察像

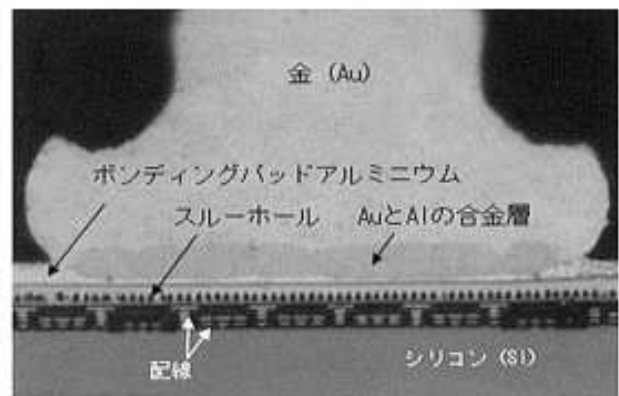


図19 ワイヤボンディングとアルミニウム電極の光顕組織

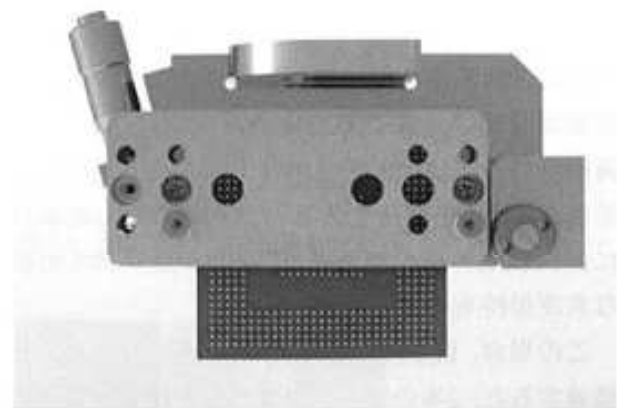


図20 研磨前の半導体パッケージ

て信頼性を高めることができる。

図19は37mm角という大きいサイズのICの断面を観察したときの光顕像である。通常は、対象物を包埋樹脂に埋め込んでから特定領域まで断面研磨を継続していくが、ここでは図20に示したIS-POLISHERの専用ホルダーに取り付けて研磨を行った。特定場所を選定するまでは研磨剤の粒度



は# 220～# 2000 まで比較的粗い耐水ペーパーから、順次目の細かい番手に交換して研磨を行っていく。

その後、ダイヤモンドスラリー0.5 $\mu\text{m}$  を用いてパフで仕上げ研磨を行った。仕上げ研磨に要した時間は3分程度であった。これにより配線、スルーホールはもちろんのこと、金ワイヤボンディング

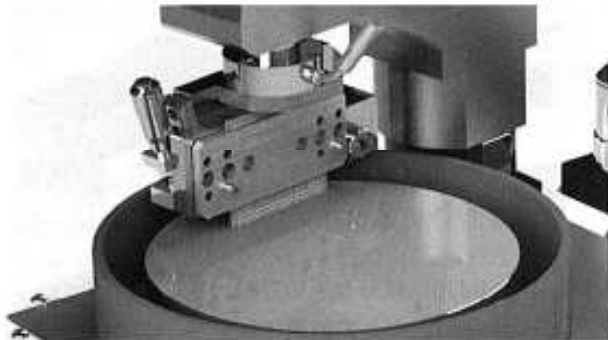


図 21 1軸傾斜ホルダーでの研磨

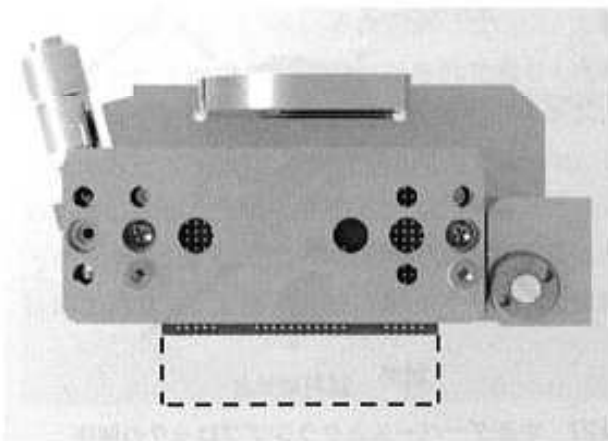


図 22 切断機を使わずに約 12mm 除去

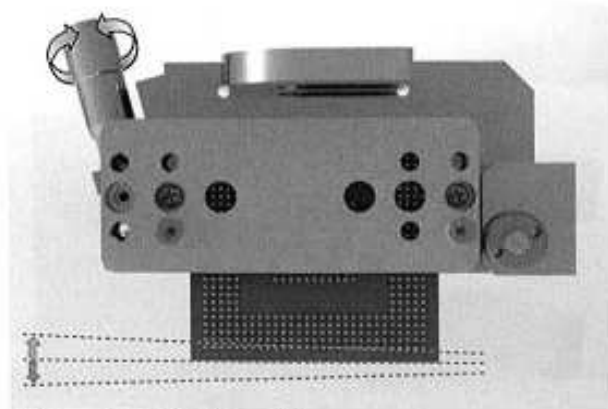


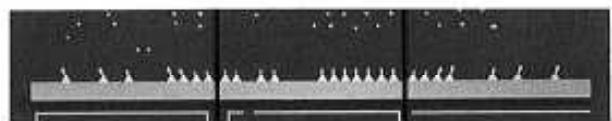
図 23 角度調整機構の動き

とアルミ電極間に合金層が生成している状態を鮮明に観察することができた。

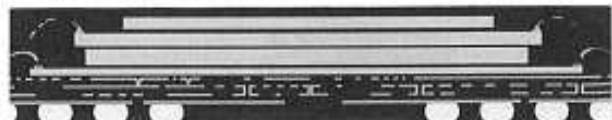
このような評価において最も誤りやすい問題の一つに、試料作製の過程で内部構造にダメージを与えてしまうということがある。たとえば前述の例では、半導体パッケージの外形が37mm 角と大きいので、あらかじめ適当なサイズに切断機などで切り出したいところだが、切断中に生じる衝撃で内部にダメージを与えてしまう可能性もあり、観察時に発見された欠陥が、問題の発生によるものなのか、試料作製時のものかの判断がつかなくなってしまう。つまりアーチファクト（人工産物）の評価が正しく判断できなければならない。

そのため、ここでは図21から図23に示したようにパッケージ縁から約12mmの観察領域まですべて研磨で作業を進めた。内部のチップサイズは約10mm角で、その4辺それぞれに200ポイント以上のボンディングがある。このボンディング列の断面を1列きれいにし出すには微妙な角度の補正が必要だが、図23に示したような角度調整機構を使えば容易に補正することが可能であり、非常に便利であった。

図24 (a) では37mm角という大きなサイズのICのボンディング列の端から端までをきれいに露出できたことや、(b)のような多層構造で、材質の入



(a) 37mm角BGAのIC断面（ボンディング列が端から端まできれいに露出している）



(b) MCMパッケージの断面（多層構造のチップでもきれいに露出している）



(c) 薄型（パッケージ0.7mm、チップ厚80 $\mu\text{m}$ ）BGAの断面（薄いパッケージでも包埋なしで研磨できた）

図 24 包埋しないで作製した半導体試料の断面図

り組んでいるMCMパッケージでも、実に簡単にきれいに露出させることができた。図24(c)の試料はボールを含むパッケージ厚さが0.7mmで、内部のチップ厚さが80μmという薄いBGAだが、図24(a)、(b)と同じように包埋をしなくても、きれいな断面が出せたことには驚かされた。

### (5) クロスセクションポリッシャー・イオンミリングの前処理

クロスセクションポリッシャー(CP)やイオンミリング(IM)などのアルゴンイオンビームによる断面加工は傷、加工歪の非常に少ないきれいな研磨面を得られるが、反面、加工前の試料の前処理によって大きな違いが表れる。具体的には、試料の端面と上面の直角が出ていないと、仕上がりに悪影響が出てしまう。あるいは加工時間が余計にかかってしまうという悩みを多くのユーザーが持っている。それらの問題を解決するためにIS-POLISHERでは図25に示したCP・IM用試料の専用ホルダーを使うことによって、驚くほど簡単に処理できるようになった。図26～図28は、機種による治具と使い方を示した。

まず各装置用の専用試料台を図26に示したクランプブロックに取り付ける。試料の端面側を研磨する場合は、試料台と試料の接着がはがれないように必要に応じて図27に示した補助プレートを取り付ける。端面を研磨する場合は図27の左側のよ

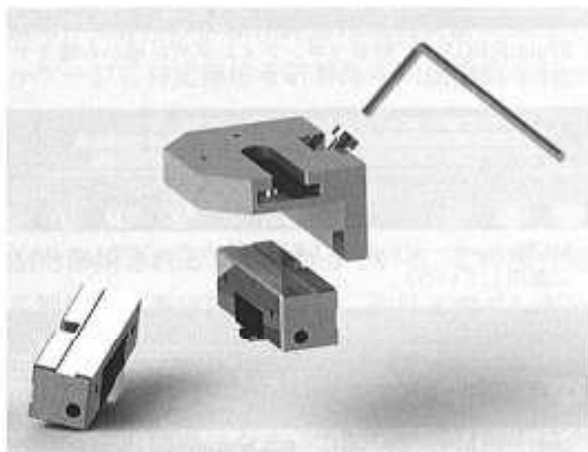


図25 クロスセクションポリッシャー用試料の専用ホルダー

うな向きでホルダーベースに取り付ける。端面側の研磨が終わったら補助プレートを外し、図28の左から右のようにクランプブロックを組み替える。実際に自分でやってみないとわからない作業であるかもしれないが、実に容易に切替えができた。

これにより端面と上面の研磨面の幾何的關係は、ホルダー部品の精度によることになり、加えて、こ



図26 CP・IM用の試料台を取り付けるクランプブロック部(左上・右上)と各装置用の試料台

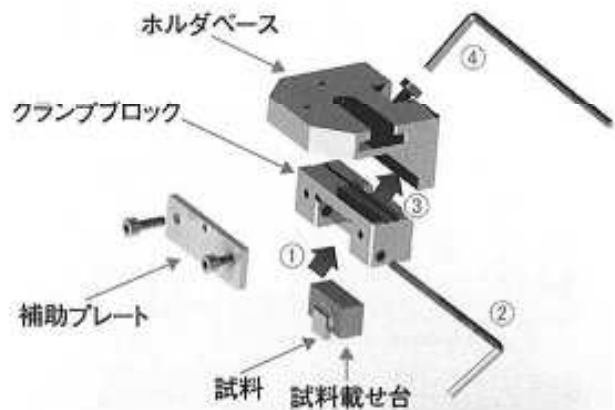


図27 ホルダーベースとクランプブロックの関係

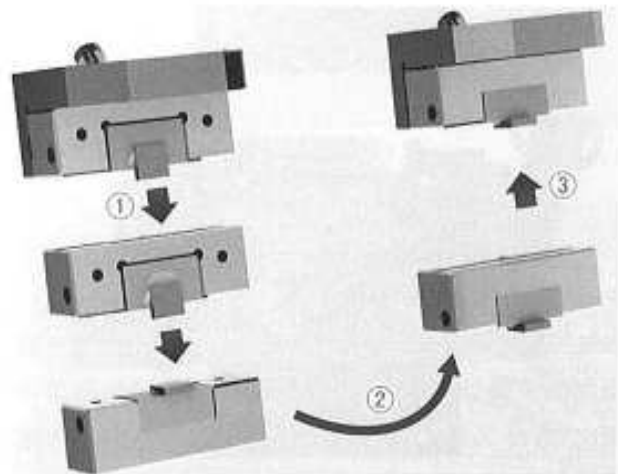


図28 端面研磨と平面側研磨の切り替え方法

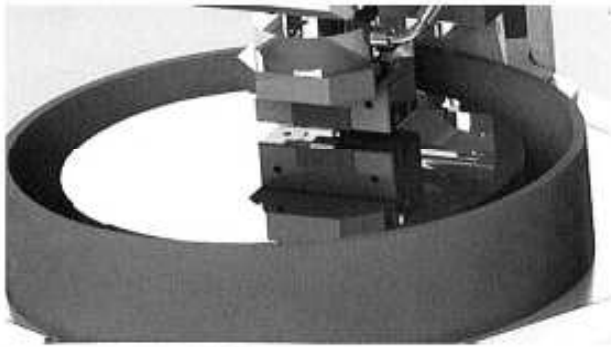


図29 CP・IM用試料専用ホルダーとCP (IM) 前処理試料

の部品は非常に高精度に製作されているため、間違いなく正確な直角な2面を作りだせる。図29はCP・IM用試料専用ホルダーに取り付けて研磨している状態である。

## まとめ

IS-POLISHERは、もはや研磨機ではない。これまでになかった細かな配慮がなされており、きわめて精密で高性能な新世代型試料調製システムだといえるだろう。これまで記述してきたように、この装置は微小な領域を調製したり、補正を行うことができる。本来私たちは試料を作製することが目的ではない。研磨によって誤った解釈（アーチ

ファクト)をしてしまうことを最小限に抑えて、正確な観察が早く、的確にできることが一番望ましい。新しく開発された半自動試料作製装置 IS-POLISHERは、企業にとっては後継者問題の解決、大学にとっては不器用な学生をバックアップする一つの道具になると思われる。

IS-POLISHERの今後の進展について榑池上精機に尋ねたところ、半導体のチップ上の配線層である積層膜を、1層ずつ観察できるシステムの構築（1層ずつの除去）や、チップ状の小さく薄い試料を $30\mu\text{m}$ 以下にきわめて薄くできる装置を開発中という。さらに具体的にはTEM試料の作製もターゲットに入れているようだ。このように微細な処理を行える新たな研磨装置の開発も予定しているという。

多くの可能性を秘めている、このIS-POLISHERシステムの今後に期待したい。

## 参考文献

- 1) 朝倉健太郎, 中村新一, 小倉一道共編: マクロ観察と新型顕微鏡技法 Q&A アグネ承風社, (2010).

あさくら・けんたろう ASAKURA Kentaro

現在 東京大学大学院工学系研究科材料工学専攻, 工博, 専門: 電子顕微鏡による各種構造材料および機能材料の構造解析, 超々臨界圧発電プラントの研究開発。