

写真 バイポーラ型トランジスタのエミッタ断面のpn接合部のULV-SEM観察

## 極低加速電圧SEMによるトランジスタのpn接合観察

極低加速電圧走査顕微鏡 (ULV-SEM: Ultra Low accelerating Voltage Scanning Electron Microscope) は、最小100Vまで加速電圧を低くすることで、ナノメートルレベルの極表面観察、絶縁物の導電処理無しでの観察、20nmレベルの高分解能EDX分析などが可能という特徴があります。これらに加えて、ULV-SEMでは、従来のSEMで捉えられなかった物質状態の違いを、明るさの異なる像として観察することができます。今回この特徴を応用し、半導体トランジスタのpn接合状態の観察に成功しました。

### トランジスタのpn接合観察

p型とn型の半導体が接してできるpn接合は半導体デバイスの基本構造です。し

かし、実際どのようなpn接合が形成されているのかを直接確認する方法は限られていました。当社では、物質状態の違いを捉えられるULV-SEMでこのpn接合を観察しました。写真の電子デバイスはバイポーラトランジスタと呼ばれるもので、p型拡散領域を形成したのち、それよりも高濃度のn型ドーパントを拡散してpn接合が形成されています。このエミッタ部に形成されているpn接合界面が、p型領域が明るく、n型領域が暗いコントラストとして観察されました。このSEM像により、それぞれの領域の形や大きさ、pn接合界面の位置などが設計どおりにできているか分かります。また、不良が生じた際に、pn接合の形成の問題であるか確認ができます。

### 今後の電子デバイスへの応用

このようにpn接合状態が観察できたことで、電子デバイスへのULV-SEMの応用範囲はさらに広がったといえます。現在、半導体デバイスの主流を占めているMOS型トランジスタや、その他電子デバイスの分析評価への応用も始めています。当社では、ULV-SEMなど、材料の状態の違いを可視化する解析技術を通して、今後とも、電子デバイスをはじめとする各種材料のR&Dやトラブルシューティングに関する幅広いニーズに応えてまいります。

お問合せ先: 京浜分析・材料事業部 小島 徹  
kojima@jfe-tec.co.jp

## 定量の極限を目指す化学分析(3)

～微量分析としての原子吸光分析～

倉敷分析・材料事業部 岩瀬和哉  
k-iwase@jfe-tec.co.jp

微量金属元素定量に広く活用されている手法の一つに原子吸光分析法があります。酸分解などの前処理により溶液化した試料が分析対象です。この溶液を化学炎(フレイム)などに導入し加熱することで生成する原子蒸気に、元素特有の波長の輝線を有す光を透過させると光が吸収(原子吸収と呼びます)されます。光の吸収量は濃度に比例するので、この吸収量を測定し、定量します。原子蒸気を生成する手法として化学炎を用いるフレイム法の他に、①電気加熱法、②還元気化法があります。今回はこの2方法について解説します。

### 電気加熱法

試料溶液(通常は10～20 $\mu$ l)を黒鉛管に注入し、これに電流を流しジュール熱で1000～3000 $^{\circ}$ Cに発熱させ、目的元素の原子蒸気による原子吸収を測定します。フレイム法と違い、元素毎に最適な原子化温度

を設定することができる上、燃焼ガスで希釈されず密度の高い原子蒸気が得られます。そのため、フレイム法と比較して10倍から100倍の高感度になります。更に、共存元素や溶解酸などの干渉を除外する手法(プラットフォーム法、バックグラウンド補正法、化学修飾剤など)の適用で、信頼性の高い分析が可能となります。

### 還元気化法

As, Seなど水素化物が常温で気体となる元素では、試料溶液に還元剤を加えて水素化物を発生させ、この気体を加熱した石英管に導入し熱分解することで原子蒸気とし、原子吸収を測定します。試料溶液から目的元素だけを効率良く分離できるため、高感度な分析が可能となります。他にGe, Sn, Sb, Te, Pb, Biなどの元素に適用できます。Hgは還元することで直接水銀蒸気として発生し、原子吸収が測定でき、特に高

感度な測定が可能です。

これらの手法は鉄鋼分析や環境分析のJIS規格に採用されています。適用濃度範囲および感度比較を表、図に示します。また加圧分解法、マイクロウェーブ分解法などと組み合わせることにより、非鉄金属、セラミックス、プラスチックなどの様々な材料中の極微量分析に活用しています。

表 JIS G 1257「鉄及び鋼-原子吸光分析法」における電気加熱原子吸光法の適用範囲

元素	適用濃度範囲(%)
Sb	0.0005～0.010
As	0.0003～0.0030
Al	0.0010～0.0050
Sn	0.0003～0.0100
Se	0.0002～0.0020

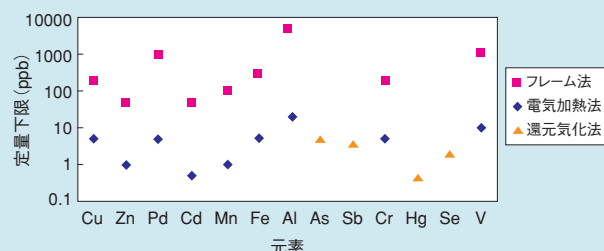


図 JIS K 0102「工場排水試験方法」における原子吸光分析法の定量下限

## Microbeam Analysis for Nano-structure

### 微細構造を明らかにする物理解析(3)

～表面構造を可視化するSEM技術(1)～

京浜分析・材料事業部 櫻田委大  
t-sakurada@jfe-tec.co.jp

#### 新しい走査電子顕微鏡の特徴

物質表面の微細構造を観察・評価する手法として走査電子顕微鏡(SEM: Scanning Electron Microscope)が広く利用されています。SEMでは、一次電子を照射した時に発生する二次電子や反射電子の信号を、一次電子の試料上における走査と同期させ、コントラストとしてモニター上にSEM画像を得ます。そのコントラストが表面の凹凸に対応しているため、表面形状観察に用いられているのです。

最近、電子プローブの加速電圧を1kV以下にできる極低加速電圧SEM(ULV-SEM: Ultra Low accelerating Voltage SEM)の登場により、ナノメートルレベルの極表面の

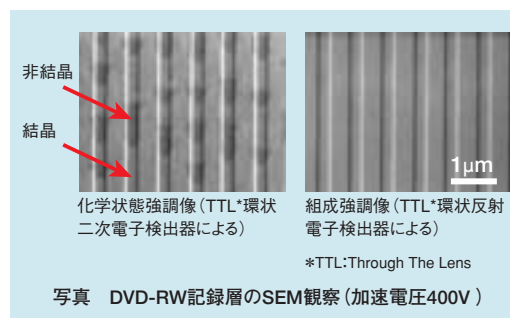
高分解能観察が可能となりました。ULV-SEMでは、従来から知られている試料表面形状の観察ができるだけでなく、物質状態に起因するコントラストが得られることが特徴です。また、3D-SEMでは、複数の二次電子検出器を用いて、従来困難であった試料表面の凹凸をナノメートルレベルで定量的に評価できるようになりました。

#### ULV-SEMによる化学状態分布の観察例

写真に、DVD-RWディスク記録層の観察例を示します。加速電圧を400Vとし、同一視野を異なる検出器を用いて同時に観察したSEM像です(右: TTL環状反射電子検出器による組成強調像、左: TTL環状二次電子検出器による化学状態強調像)。いずれも凹凸形態によるコントラストが見られています。左の化学状態強調像では、非晶質の部分が暗く、結晶質の部分が明るいコントラストを

示し、レーザーによる書込み痕の分布が明確です。一方、右の組成強調像には、組成が均一なのでこのコントラストは見えません。このように、ULV-SEMは、形状や組成観察の他に、物質状態の分布も観察でき、金属上の腐食生成物、多層膜、複合粒子など異なる化合物が混在した材料の構造解析が可能です。

当社は、ULV-SEMや3D-SEMなど新しいSEMを用いることで、ナノレベルの表面構造制御が要求される新しい材料の解析ニーズにお応えいたします。



## 環境・エネルギー (7)

～ダイオキシン類分析の品質管理～

環境技術事業部 早乙女雅博  
saotome@jfe-tec.co.jp

### 特定計量証明事業者認定制度

環境中に極微量存在するダイオキシン類の測定・分析は、複雑な工程により実施されるため、厳しい精度管理と技術能力が求められます。また、従来の環境分析とは桁違いに極微量なダイオキシン類についての排出規制が始まり、この遵守判定のため、分析機関の品質を確保すべく平成13年6月に改正、14年4月に施行された計量法からダイオキシン類等の計量証明に応じた認定制度(特定計量証明者認定制度:MLAP エムラップ Specified Measurement Laboratory Accreditation Program)が導入され、認定を取得していない事業所は事実上、計量証明を行うことができなくなりました。この認定の基準は国際整合性から国際規格

ISO/IEC 17025 (JISQ 17025:試験所認定の国際規格)に沿って具体化され、事業を行う管理組織を有し、業務の方法が明確に定められ、かつ業務を円滑に行うに必要な設備、技術能力の文書及び記録化が詳細にわたり要求されます。**写真**は当社の認定証です。

### 品質管理の運営

成果報告書は単に測定分析結果を求めるより、その裏側にある分析の精度管理・品質維持状況が、どの操作工程においても明確に提示できるかを問う傾向になっています。当部署は、分析試料受入から数値算出に至る記録・履歴を保持し、日常の管理状況ではDXN品質会議を通して常に協議を重ね円滑な管理体制で実施しています。また、当社独自のデータベースシステムの運用で、お客様にこれ

ら管理記録を迅速にご提供できる体制を整えています。

### 品質管理の必要性

正確で信頼性のある環境計量が実施されることは、環境の実態を把握し社会生活を営む上で非常に重要です。今後も当社はダイオキシン類分析の品質管理を維持し、有害物質濃度の計測ニーズに応え、継続的に管理、評価することで、環境保全に貢献していくことが計量証明事業者としての責務であると考えています。



## Surface Treatment Products and Their Endurance Life Evaluation

### 表面処理製品の耐久寿命評価 (4)

～無機被覆製品の耐久寿命評価～

千葉分析・材料事業部 向原文典  
mukaihara@jfe-tec.co.jp

今回は、無機被覆製品として、ほうろう鋼板、ガラスライニング鋼板、モルタルライニング鋼管およびセラミック被覆鋼板の耐久寿命評価について述べます。**表**に代表的な無機被覆製品の被覆種、用途と主な機能を示します。

#### ほうろう鋼板

ほうろうは、金属表面にシリカを主成分とするガラス質の釉薬を高温で焼付けたものです。ガラス質のために、衝撃による割れや金属や砂による摩耗傷の発生、熱衝撃による割れ等の欠点があり、鋼球の落球試験や加熱急冷試験等の使用環境を模擬した試験でほうろう鋼板の耐久性を評価します。

#### ガラスライニング鋼板

ガラスライニングは、熱延鋼板をショットブラスト後に施釉し高温で焼付けたもので、ほうろうよりもガラス層が厚くなっています。主として、化学反応容器に使用されますが、

酸やアルカリの種類、濃度、pHおよび温度により耐久性が変わり、この他に沸点以上の水蒸気、弗化物によっても耐食性が低下します。使用する薬液を用いた耐食性試験、熱衝撃試験および耐電圧試験でガラスライニング鋼板の耐久性を評価します。

#### モルタルライニング鋼管

モルタルライニング鋼管は、内面にセメントモルタルやコンクリートを被覆後アルカリ溶出防止塗料でシールしたものです。シールコートの剥離やモルタルからのアルカリの溶出や酸による中性化の問題があり、中性温水浸漬や炭酸含有酸性水浸漬等の環境を模擬した耐食性試験で耐久

性を評価します。

#### セラミック被覆鋼材

セラミック被覆は、TiN、AlN等各種窒化物、TiC、AlC等各種炭化物、SiO<sub>2</sub>、TiO<sub>2</sub>等各種酸化物、各種ホウ化物、DLC等をイオンプレーティング等のPVDやCVDでコーティングしたものです。使用目的に応じて、使用薬液中での耐食性試験、スラスト摩耗試験や摺動試験等の潤滑試験により耐久性を評価します。

\*DLC: Diamond Like Carbon、

\*\*PVD: Physical Vapor Deposition、

\*\*\*CVD: Chemical Vapor Deposition

表 無機被覆製品の被覆種、用途と主な機能

被覆種	素材・被覆方法	用途	主な機能
ほうろう	鋼板にシリカを主成分とするガラス質の釉薬を高温で焼付け	食器、調理器具、浴槽、広告看板	化学的耐久性、耐酸性、耐摩耗性
ガラスライニング	熱延鋼板にガラス質を焼付け、ほうろうよりガラス層が厚い	化学反応容器	化学的耐久性
モルタルライニング	鋼管内面や鋼構造物外面にセメントモルタルやコンクリート被覆後アルカリ溶出防止塗料でシール	防食鋼管、海洋鋼構造物	耐食性
セラミック被覆	金属板にTiN、AlN等各種窒化物、TiC、AlC等各種炭化物、SiO <sub>2</sub> 、TiO <sub>2</sub> 等各種酸化物、DLC等をPVDやCVDでコーティング	調理器具、工具、摺動部材	耐食性、耐摩耗性、潤滑性

## 知的財産に関する 最近のトピックス(2)

～中国の特許審査～

知的財産事業部 今江敏夫  
imate@jfe-tec.co.jp

### 中国の特許出願状況

中国専利法(我が国の特許法、実用新案法、意匠法に相当)は1984年に公布され、1992年、2000年の2回の改正を経て2008年12月27日に第3次改正法が公布されました。2008年の中国国内の出願総数は前年比19.4%増の828,328件(特許289,838件、実用新案225,586件、意匠312,904件)でした。図に2001年から2008年までの中国国内の特許出願件数の推移を示します。数年で世界一になることが予想されています。

### 中国における進歩性の審査基準

第3次改正専利法では、新規性の要件が「出願日前に国内外で公衆に知られている技術に該当しないこと」に拡大され、日米欧と同じになりました。進歩性について、専利法22条3項は、「進歩性とは、現有技術と比べ、当該発明が突出した実質的な

特徴及び顕著な創造を有していることをいう」と規定しています。審査指南(我が国の審査基準に相当)によれば、進歩性の審査には欧州特許庁(European Patent Office:EPO)と同じ3step法(三歩法)が採用されています。

Step1では、最も近い従来技術を確定します。Step2では、発明の区別特徴と発明の実際に解決しようとする技術課題を確定します。Step3では、保護を求める発明が当該技術分野の技術者にとって自明であるか否かについて判断します。

### 中国特許庁と欧州特許庁の関係

中国の特許庁である中国国家知識産権局(State Intellectual Property Office of the P.R.C: SIPO)は、EPOと1985年6月11日に協力条約を締結し、すでに2,000名以上のSIPOの審査官の大部分がEPOでトレーニング済みです。さらに毎年60名の審査官がEPOの支局でトレーニングを受けています。従って、SIPOの審査官に発明の進歩性を認めてもらうためには、EPOの審査官に対するのと同等の論証が必要です。

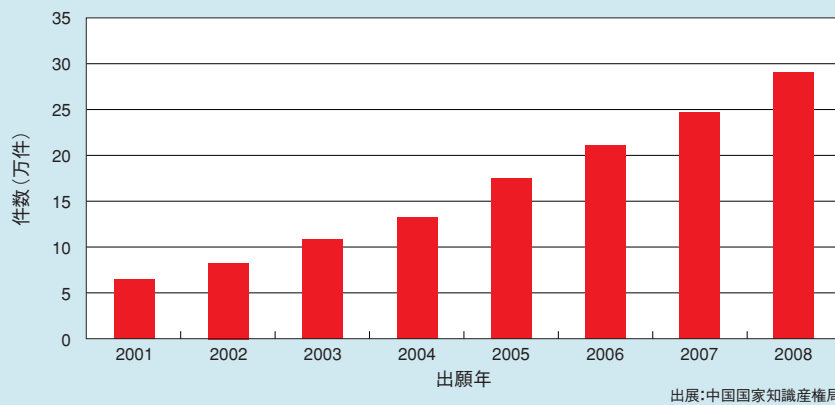


図 中国国内の特許出願件数の推移

## お問い合わせ先

### 【営業本部】

営業開発部 TEL:03-3510-3251 FAX:03-3510-3469  
jfetecsalesmarketing@jfe-tec.co.jp  
名古屋 TEL:052-561-8630 FAX:052-561-3374  
jfetecnagoyasales@jfe-tec.co.jp  
大阪 TEL:06-6459-1093 FAX:06-6459-1099  
jfetecosakasales@jfe-tec.co.jp  
阪神 TEL:0798-66-2033 FAX:0798-66-2161

### 【CAEソリューションセンター】

各種数値解析ソリューションの提供  
TEL:044-322-6182 FAX:044-322-6529  
jfeCAE@jfe-tec.co.jp

### 【分析・材料分野】

LSI、電子部品、有機材料、金属等広範囲な対象物における高精度の分析・試験・評価。各種材料、製品、構造物の研究開発サポート、損傷解析、最適利用技術の提言。

【千葉分析・材料事業部】TEL:043-262-2313 FAX:043-262-2199  
jfetecchiba-com@jfe-tec.co.jp

【京浜分析・材料事業部】TEL:044-322-6208 FAX:044-322-6528  
jfeteckeihin@jfe-tec.co.jp

【知多分析・材料事業部】TEL:0569-24-2880 FAX:0569-24-2990  
jfetecchita-com@jfe-tec.co.jp

【倉敷分析・材料事業部】TEL:086-447-4621 FAX:086-447-4618  
jfetecurashiki-com@jfe-tec.co.jp

【福山分析・材料事業部】TEL:084-945-4137 FAX:084-945-3989  
jfetecfukuyama-com@jfe-tec.co.jp

### 【環境技術事業部】

jfetecankyoigyobu@jfe-tec.co.jp  
環境と省エネルギーに関するあらゆる測定、分析、評価、コンサルタント  
千葉 TEL:043-264-5212 FAX:043-264-5212  
京浜 TEL:044-322-6200 FAX:044-322-6528  
福山 TEL:084-946-6960 FAX:084-946-6966  
東京 TEL:03-3217-2177 FAX:03-3217-2169  
埼玉 TEL:048-854-7928 FAX:048-854-7928  
横浜 TEL:045-506-1096 FAX:045-506-1096  
静岡 TEL:0543-37-0250 FAX:0543-37-0251  
福岡 TEL:092-643-6890 FAX:092-643-6891

### 【計測システム事業部】

jfetecsales@jfe-tec.co.jp  
分光器関連、画像検査関連、商品の開発販売、各種分野の計測診断、数値解析  
千葉 TEL:043-262-2014 FAX:043-262-2665

### 【知的財産事業部】

jfetecpat@jfe-tec.co.jp  
知的財産の発掘・権利化、特許調査・出願支援、知財研修、係争等のサポート  
東京 TEL:03-3510-3355 FAX:03-3510-3471

### 【技術情報事業部】

joho@jfe-tec.co.jp  
各種技術動向・情報調査、翻訳、WEB・DTP制作、ISO等のマネジメント支援、IT開発  
東京 TEL:03-3510-3389 FAX:03-3510-3476

詳しくは、当社ホームページで <http://www.jfe-tec.co.jp>

◆このパンフレットの送付中止、宛名変更は [jfe-tec-news@jfe-tec.co.jp](mailto:jfe-tec-news@jfe-tec.co.jp) へご連絡ください

JFE-TEC News <2009>

No.20  
2009年7月発行

発行人/大村雅紀  
発行所/JFEテクノリサーチ株式会社 技術情報事業部  
〒103-0027 東京都中央区日本橋2-1-10(柳屋ビル)  
Tel: 03 - 3510 - 3425

© JFE Techno-Research Corporation 2009

印刷所/大日本印刷株式会社

