

極細筆で攻めるカーボンペースト塗布法 –良好な SEM 観察のために–

○山上朋彦, 津浦真実, 塚田太郎, 井上淳期, 菊地理佳
信州大学統合技術院（工学部）

1. はじめに

SEM 観察において非導電性試料に対する導電性処理は重要な前処理技術である．一般的にはカーボン蒸着，イオンスパッタ処理等が広く普及しているものと思われる．

他方，イオン研磨（ドライ研磨）による断面試料作成技術が広く普及し，低加速電圧による最表面観察が多くなった現在，ドライ研磨面にカーボン蒸着膜，スパッタ膜を施すことは清浄なドライ研磨面の表面情報を隠してしまうことになる．このような場合はドライ研磨面を最小限残しつつ周囲を導電性ペーストで塗布，囲むことで擬似的な導電性を確保する．

2. 導電性ペースト

導電性ペーストにはカーボンまたは銀ペーストなどがあるが我々は元素分析（EDS）に影響が少ないカーボンペーストを多用している．銀ペーストはペースト構成組成から影響を受ける可能性がある．なお，市販のカーボンペーストは溶媒の違いから大きく2つ存在し，IPA（イソプロピルアルコール）と水（水溶性）のものがある．IPA は速乾性である．

3. ペーストの塗布について

我々はこれまでカーボンペーストを塗布する際には IPA 溶媒のペーストを使用し，実体顕微鏡下で楊枝を用い精細な塗布作業を行っていた(図1)．この方法で対応可能ではあったが，溶媒の過不足による粘度不良による塗りにくさ，特に絶縁物に対しては塗布する面積が多いほうがチャージアップを抑えることができるが界面観察など微小領域を扱うときなど致命的な塗り損ねが起きることがあった．この場合はイオン研磨からやり直しを強いられることもあった．



図1 楊枝による塗布例
(IPA カーボンペースト)

4. あらたな試み

最近，某電顕試料用基材販売会社から水溶性のカーボンペーストが安価で販売された．これまで我々は楊枝を使った方法で塗布をしていたが水溶性カーボンペーストは墨汁に酷似している点から筆に置き換えて塗布することを試みた(図2)．水溶性ペーストは筆との親和性が大変良く繊細な塗布作業にも適していることが分かった．また，いわゆる書道での硯墨，液墨も同様であることから固形墨^{*}の流用も検討し良好な結果が得られた．



図2 筆による塗布例
(水溶性カーボンペースト)

^{*}書道で用いられる固形墨は煤と膠を練ったものでカーボンブラックが主成分であるがここでは黒鉛を用いた固形墨を用いた．