

Ultra High Speed SEM Specimen Preprocessing Apparatus -A New Solution to nano-Level Observation-

Keyword: Ultra High Speed Preprocessing Technology using High Current Density Glow Discharge, A New Approach to SEM Specimen Preprocessing, Collaboration between University and Industry Researchers

Organizations Involved

- Kenichi Shimizu, Professor, University Chemical Laboratory, Keio University
- Tomoaki Mitani, Deputy Manager, Center for Materials Analysis and Testing, Keio University
- Akihiro Hirano, Manager, Scientific Instruments Division, Horiba, Ltd.



【Abstract】

A novel ultra high speed SEM (Scanning Electron Microscope) specimen preprocessing method using high current density glow discharge was developed at Keio University. The technology has been proven and commercialized through collaboration with Horiba, Ltd. With the support from Keio University Intellectual Property Center for a joint research agreement, patent applications and a license agreement and cooperation with the company, the commercial product was delivered to the market within 2 years from the original proposal.

【Summary of the technology transfer】

●Technological Impact

An apparatus with ease of operation was developed for SEM specimen preprocessing, which used to require dedicated art. An ultra high speed preprocessing was realized using high current density discharge.

- (1)Surface preprocessing with a very short time(10sec. for example. 1/1000 of the time necessary using conventional methods.) is possible.
- (2)Reduce surface damages to a minimum.
- (3)Mono-layer level fine surface preprocessing.

●Market Impact

The new product was delivered to the market in the autumn of 2006 and full shipment is expected in fiscal year 2007. Around 200 systems per year are expected to be sold in the domestic market as a tool to obtain maximum outputs from high performance SEM or to get better research efficiency for those who are not familiar with the conventional specimen preprocessing art. Higher volume shipment is also expected in overseas market in the future.

●Social Impact

Cross section and interface observation by SEM is the base technology for product valuation in the development of high performance materials such as steel, semiconductor, ceramics, etc. . Speedy, efficient and high level observation technology will contribute to a better efficiency in research and developments.

●Special Features of the Collaboration

Collaboration in joint research was effective in reducing time to market through prototype improvements, development of application and expansion of the areas of application.

Project Background

University researchers proposed a novel method to the industry. Interested industry agreed to collaborate to prove and develop the technology.

Funding History

1. 2004/9~2005/9
Joint Research
2. 2006/1~2006/9
Sponsored Research

Intellectual property protection

Patent Applications: Japanese 7, Foreign 2
「Glow Discharge Drilling Apparatus」
Japanese Application 2005-121473
US Application 11/405,891
EP Application 06008021.5

Ultra High Speed SEM Specimen Preprocessing Apparatus



TENSEC

Apparatus enables, with easy operation, ultra high speed preprocessing of SEM specimen surfaces for observation. 50eV low energy argon ions at high current density give high speed operation with nearly damage free surface.

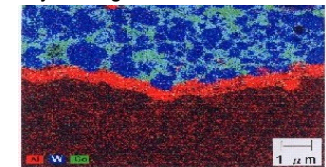


Fig. Cross section of ceramic spray coating

Turning point in the Project

- Foster and develop researcher's inspiration.
- 「Seeing is Believing」 Objective valuation of technology with data.
- Promote collaboration between university researchers and industry researchers.

連携
機関

- 慶應義塾大学経済学部化学教室
- 慶應義塾大学理工学部中央試験所
- (株)堀場製作所科学システム統括部

教授 清水 健一
主任代理 三谷 智明
マネージャー 平野 彰弘



清水 健一 教授
三谷 智明 主任代理
平野 彰弘 マネージャー

【要 約】

高電流密度グロー放電を利用した新しい顕微鏡観察試料の超迅速前処理方法が慶應義塾大学で開発され、(株)堀場製作所との共同研究を通じて、実証、製品化された。慶應義塾大学知的資産センターによる、共同研究契約、特許出願、ライセンス契約への支援と企業側の協力を通じて、提案から製品上市まで約2年と極めて短期間で商品化が実現した。

【技術移転の概要】

●技術への貢献

高い専門性を必要とした電子顕微鏡等の試料前処理が、高電流密度グロー放電を利用することにより、極めて簡単に誰にでも行える装置を開発した。

- (1)従来と比較し、圧倒的に短時間(例えば従来の1000分の1以下である10秒)での表面処理が可能。
- (2)試料へのダメージを最小限に抑制。
- (3)単原子層レベルの精細な表面形成が可能。

●市場への貢献

本装置は平成18年秋より、新製品として販売が開始され、平成19年度より、本格出荷が予定されている。高機能の走査電子顕微鏡の性能をフルに引き出すツールとして、従来の試料前処理に不慣れなユーザーの研究効率向上のツールとして、国内市場において年間数百台程度の出荷が期待されており、また、将来は国内を上回る規模の海外市場も見込まれている。

●社会への貢献

電子顕微鏡による断面・界面観察は鉄鋼、半導体、セラミックス等の高機能素材開発における製品評価の基盤技術であり、本装置による観察の迅速化、効率化、高度化は研究開発そのものの迅速化、高度化、効率化へ貢献するものと期待される。

●連携体制の特長・波及効果

試作装置の改良、応用技術の開発、適用分野の拡大等、共同研究の連携体制が製品化への期間短縮に効果を上げた。

産学官連携のきっかけ

大学の研究者が新しい発想に基づく手法を企業に提案、企業側が関心を持ち、実証、開発のための共同研究を開始。

ファンディングの推移

- 1.平成16年9月～平成17年9月 共同研究
- 2.平成18年1月～平成18年9月 委託研究

知的財産保護の経緯

特許出願：国内7件、海外2件
「グロー放電掘削装置、
特願2005-121473」
米国出願
11/405,891
EP出願06008021.5

顕微鏡用試料迅速前処理装置

TENSEC



走査電子顕微鏡等による観察・材料解析・評価用表面の前処理を簡単な操作で極めて短時間に行うことを可能にした装置。50eV程度の低エネルギーアルゴンイオンを高電流密度で利用、表面への損傷が少なく、かつ、高速な処理が実現された。

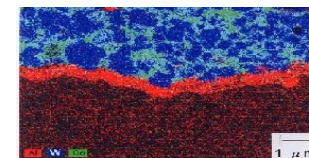


図 溶射皮膜の断面

成功・失敗の分かれ道

- 研究者の発想を大事にする。
- 「Seeing is Believing」実例による技術の客観的評価。
- 大学研究者と企業との連携。

Organizations
Involved

- Hisashi Kado, Kanazawa Institute of Technology
- Junji Hirama, Kanazawa Institute of Technology
- Akira Iwayama, PFU Limited



Prof. Hirama



Prof. Kado



Mr. Iwayama

【Abstract】

Kanazawa Institute of Technology(KIT), having a long history of sensing technology development of extremely small magnetic field, has succeeded in embodying the technology as a multi-sensor system which integrates and visualizes the acquired data. This accomplishment allows the visualization of the magnetic field which otherwise is undetectable to human eye. Application of this technology is expected in the areas such as security checks, IC failure analysis, and estimation of target-object movement or inner structure through non-contact measurement.

【Summary of the technology transfer】

●Technological Impact

The magnetic field of a nonlinear magnetic material can be readout linearly as follows: generate second harmonic by winding a magnetically excited coil around the magnetic material; detect the generated amplitude with a detection coil wound separately; apply negative feedback. We applied negative feedback by frequency division, fulfilling both wide dynamic range and high-speed response. The technology enabled measurement of extremely small magnetic field even under large DC magnetic field exposure such as earth magnetism. Measurement can be conducted under influence of slow and large magnetic noise source due to range-wise measurement of frequencies.

●Market Impact

Other than application in the areas such as security checks, IC failure analysis, and estimation of target-object movement or inner structure through non-contact measurement, the technology is expected to contribute to geophysical instrumentation and earth resource sensing because the environmental magnetic field measurement using this technology allows the measurement of geomagnetic variation induced by tectonic activity, or geomagnetic anomaly attributed to underground mineral resources. Previously, SQUID magnetometers which are highly sensitive but expensive have been used for such measurement although they lacked handling facilities due to liquid helium/ liquid nitrogen requirement. The new sensors open ways to easy-to-use measurement in an extensive field of application.

Project Background

Upon learning through press release about the new magnetic field sensor developed by KIT, Ishikawa-based PFU Limited has perceived the sensor's technological and market potential and decided on in-house development utilizing technology transfer.

Fluxgate Array

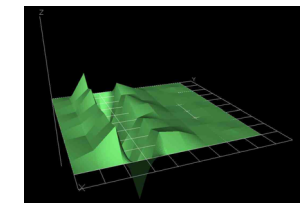


Fluxgate-type magnetic sensors are positioned by 8x8 matrix in vertical and horizontal directions, number of channels totaling to 128.

Funding History

1. Knowledge Cluster Initiative 2004-2008
"Ishikawa Hi-tech Sensing Cluster"
2. University research fund

Visualized Magnetic Field



Visualization of magnetic field generated by electric current running through a cable.

Intellectual property protection

Domestic patent application : 1
"Magnetic field measurement equipment"
No. 2003-315678

Turning point in the Project

- A good judge must be organized as a system to connect the new accomplishment and the social demands.
- A performance tradeoff between spatial and magnetic resolution must be set.

連携機関

- 金沢工業大学 賀戸 久
- 金沢工業大学 平間 淳司
- (株)PFU 岩山 暁



平間教授



賀戸教授



岩山

【要約】

金沢工業大学は微小磁場のセンシングのための技術を永年培ってきたが、これをマルチセンサシステムとしてデータを統合して画像化することに成功した。この成果により、肉眼では見えない磁場を可視化できるようになった。保安検査や集積回路故障分析等、非接触で測定対象の動きや内部構造を推定したいという場面への応用が期待される。

【技術移転の概要】

●技術への貢献

非線形な特性をもつ磁性体に磁場励振コイルを巻き回すことで2次高調波を発生させ、その大きさを別に巻き回した検出コイルで検出して負帰還をかけることで、この磁性体を感じている磁場を線形に読み出すことができる。負帰還のかけかたを周波数分割することで大きなダイナミックレンジと高速応答の両方を実現した。これにより、地磁気のような大きな直流磁場にさらされた状況でも微小な磁場の計測ができるようになり、また近くにゆっくりとした動きの大きな磁場雑音源があった場合も、周波数帯域を分けて計測ができるようになった。

●市場への貢献

保安検査や集積回路故障分析等、非接触で測定対象の動きや内部構造を推定したいという場面への応用が期待されるほか、環境磁場などの計測により、地殻変動ともなう地磁気の変動や、地下鉱脈による地磁気異常の観測が可能になり、地球物理計測や資源探査に貢献できると考えられる。従来はSQUID磁束計などの高感度ではあるが高価なセンサが用いられ、取扱も液体ヘリウムや液体窒素を必要とする等の不便さがあったが、このセンサを用いることで、広い応用分野で簡便な計測ができるようになると思われる。

産学官連携のきっかけ

金沢工業大学で新しい磁場センサが開発されたとの新聞発表を受けて地元企業である(株)PFUが本センサのポテンシャルと将来の市場性を理解し、技術供与による自社内開発を決断したこと。

ファンディングの推移

1. 平成16年度-20年度
知的クラスター創成事業
「石川ハイテク・センシング・クラスター」
2. 学内研究費

知的財産保護の経緯

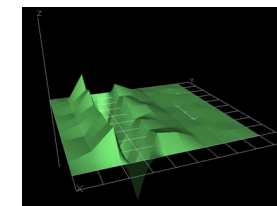
特許出願：国内1件
「磁気測定装置 特願2003-315678」

フラックスゲートアレイ



フラックスゲート型磁気センサを8×8のマトリックス状に縦横2方向に配置して合計128チャンネルの構成にしたもの

可視化された磁場



電線に流れる電流が作る磁場が可視化されている

成功・失敗の分かれ道

- 新たな研究成果に対して社会のニーズを踏まえた組織的な目利きが必要
- 空間分解能と磁場分解能の2つの性能のトレードオフの設定が必要

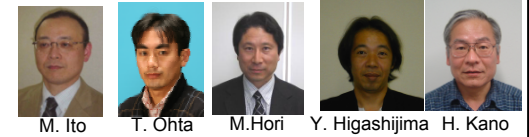
Development of Multi-element Simultaneous Monitoring System

- Monitoring Semiconductor Manufacturing Processes -

Keyword: Beneficial results of fundamental research into plasma diagnostics, Patenting technology meeting both economical and social needs, Development of multi-element simultaneous monitoring system by human network support that transcends regions

**Organizations
Involved**

- Masafumi Ito, Professor and Takayuki Ohta, Assistant Professor, Wakayama university
- Masaru Hori, Professor, Nagoya university
- Yasuhiro Higashijima, President, NU System. Co., Ltd.
- Hiroyuki Kano, President, NU EcoEngineering Co., Ltd.



【Abstract】

In order to investigate species behavior in plasma processes, Wakayama University and Nagoya University have jointly developed a measurement method and a light source for monitoring species using a micro hollow cathode plasma. Two venture companies were founded under the support of the Knowledge Cluster Initiative of MEXT in order to develop a system capable of simultaneously monitoring the absolute density of multiple metal atoms in semiconductor manufacturing processes such as MBE, plasma deposition, and sputtering. A multi-element simultaneous monitoring system was manufactured successfully.

【Summary of the technology transfer】

●Technological Impact

- Development of a light source for multi-element simultaneous monitoring system by which small-sized multiple metal atoms can be simultaneously monitored using a micro hollow cathode plasma.
- Unlike the conventional approach in which multiple elements can only be monitored sequentially, with this monitoring system it is possible to simultaneously monitor multiple elements in a plasma that changes very rapidly with time.
- This system is capable of monitoring a variety of processes including MBE, plasma deposition, sputtering and so on.
- It is possible to construct an autonomous processing system by controlling the process through feeding back the measurement results to the processing system. This will enable precisely controlled functional thin films to be produced and will improve yields.

●Market Impact

- The shape of the monitor can be adapted freely to suit the shape of the processing system. It can be mounted on virtually all commercially available processing systems. Market research regarding various semiconductor processing services such as reducing the size of the system and increasing the number of elements that can be measured are currently being carried out.
- Trial calculation of the market size for the monitoring system by the number of units sold for plasma CVD, metal CVD, and sputtering.

2010: 3.5 billion yen
2015: 13.3 billion yen

(Source: NU System survey)

Project Background

The venture companies were established to manufacture systems that use the absorption spectroscopic technique and light source technique, the joint research results of Nagoya University and Wakayama University, with the support of the Knowledge Cluster Initiative of the Ministry of Education, Culture, Sports, Science and Technology.

Funding History

1. 2005-2006 Ministry of Education, Culture, Sports, Science and Technology: Knowledge Cluster Initiative (Cooperation with the Industrial Cluster Project)
2. 2003-2007 Wakayama University internal grant : Project research of Faculty of Systems Engineering

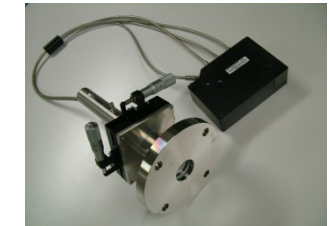
Intellectual property protection

Patent application : Domestic 2, Overseas 1
「Hollow cathode array discharge tube and multi-element simultaneous absorption spectrometer;
patent application 2004-16894」, etc.

Multi-element monitor



Opposed type multi-element monitor light source (diameter: 34 mm, length: 40 mm)



Opposed type multi-element monitoring photo receiver

- Monitor simultaneously the absolute densities of multiple ions of Cu, In, Zn, Mo, and Pb.
- It is possible to monitor multiple metal elements in multitarget sputtering, MBE, plasma devices etc.

Turning point in the Project

- It is crucial to commercialise creative research results based on the fundamental research in the university.
- It is important to constantly check the requirements of the market, and to understand problems associated with it, in addition to the needs at the forefront of industry.
- It is important to develop human resources who can develop products and understand market trends from a global viewpoint.

連携機関

- 和歌山大学 システム工学部 教授 伊藤 昌文、助教 太田 貴之
- 名古屋大学大学院 工学研究科 教授 堀 勝
- NUシステム(株) 社長 東島 康裕
- NUエコ・エンジニアリング(株) 社長 加納 浩之



伊藤 教授



太田 助教



堀 教授



東島 社長



加納 社長

【要 約】

和歌山大学は名古屋大学と共同で、プラズマプロセス中の粒子の挙動を解明するために、マイクロホローカソードプラズマを用いた粒子モニター用光源とその測定法の開発を行ってきた。MBE、プラズマやスパッタリングなどの半導体プロセスにおいて、複数の金属粒子を同時に絶対密度モニターできる製品を開発するために、文部科学省：知的クラスター創成事業の支援のもと、2社のベンチャー企業を設立し、「多元素同時モニター」の製品化に成功した。

【技術移転の概要】

●技術への貢献

- ・マイクロホローカソードプラズマを用いることによって、小型で複数の金属原子を同時モニタリングできる光源。
- ・光源を取り替えて複数元素を時系列的に取得していた従来の手法とは異なり、時間的に変化の速いプラズマ中での多元素同時モニタリングが可能。
- ・MBE・プラズマ・スパッタリングなどの各種プロセスをモニタリング。
- ・測定結果を、プロセス装置にフィードバックをかけて制御することにより自律型プロセスシステムの構築が可能。高精度に制御した機能性薄膜の作成と歩留まり向上。

●市場への貢献

- ・プロセス装置の形状に合わせて、モニターの形状を自由に変えることができる。ほとんどの商用プロセス装置に取り付けができる。さらなる小型化・測定元素の増加など、様々な半導体プロセスに対して営業活動を行っている。
- ・プラズマCVD、メタルCVD、スパッタリング販売台数からのモニター市場規模の試算

2010年	35億円	
2015年	133億円	(NUシステム調べ)

産学官連携のきっかけ

文部科学省：知的クラスター創成事業において、名古屋大学と和歌山大学の共同研究成果である吸収分光技術・光源作成技術を製品化するためにベンチャー会社を設立した。

ファンディングの推移

1. 平成17年～18年 文部科学省：知的クラスター創成事業（産業クラスター連携プロジェクト事業）
2. 平成15年～19年 和歌山大学学内公募：システム工学部プロジェクト研究

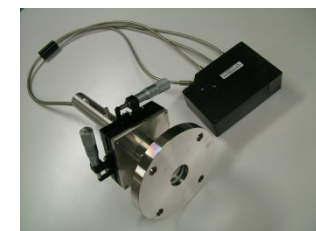
知的財産保護の経緯

特許出願：国内2件、海外1件
 「ホローカソードアレイ発光管及び多元素同時吸光分析装置、特願2004-116894」他

多元素同時モニターシステム



対向型多元素モニター光源
(直径34mm、長さ40mm)



対向型多元素モニター受光部

- ・Cu、In、Zn、Mo、Pbなどの複数元素の絶対密度を同時モニタリング。
- ・多元スパッタ・MBE・プラズマ装置等の複数の金属元素を同時にモニタリングが可能。

成功・失敗の分かれ道

- 大学での基礎研究に基づく、独創的研究成果を製品化することが重要。
- 産業界の現場で困っていることは何か、何がほしいのかを理解し、絶えず市場のニーズをチェックすることが重要。
- 製品の開発及び市場の動向などをグローバルにみられる人材育成が重要。