

課題番号 : F-18-OS-0051
利用形態 : 機器利用
利用課題名(日本語) : 透過型電子顕微鏡用観察サンプルの作製
Program Title (English) : Sample preparation for transmission electron microscope
利用者名(日本語) : 澄川貴志, 上垣慎, 安井千央
Username (English) : T. Sumigawa, S. Uegaki, C. Yasui
所属名(日本語) : 京都大学大学院工学研究科
Affiliation (English) : Department of Mechanical Engineering and Science, Kyoto University
キーワード/Keyword : 銅, 透過型電子顕微鏡, 集束イオンビーム, リソグラフィ・露光・描画装置

1. 概要(Summary)

透過型電子顕微鏡(Transmission electron microscope: TEM)に用いるサンプルは、数十～数百 nm 程度の厚さまで薄片化する必要がある。バルク材においては、化学研磨、電解研磨およびイオン研磨等が用いられるが、数ミクロンサイズのものに対してはこれらの手法を用いることができない、このため、通常は集束イオンビーム(Focused ion beam: FIB)を用いた加工が行われる。しかし、一般的な FIB はガリウムイオン(Ga^+)を用いており、加工性に優れるもののサンプル表面に数十 nm 厚さのダメージ層が残るといった問題がある。このダメージ層は、明瞭な TEM 像の取得に影響を及ぼす。そこで、 Ga イオンよりも軽いヘリウムイオン(He^+)を用いた集束イオンビームを仕上げ加工に用いることで、TEM 観察に適した薄片化サンプルの作製を試みる。

2. 実験(Experimental)

【利用した主な装置】

高精細集束イオンビーム装置

【実験方法】

供試材は、銅(Cu)の多結晶板(純度 99.999%)である。800 °Cで 24 時間の真空熱処理(ベース圧力: 8.0×10^{-6} Pa 以下)を行い、結晶粒の粗大化および残留ひずみの除去を行う。熱処理後の Cu 多結晶板に対して電子線後方散乱回折(EBSD: Electro back scattering diffraction)法解析を実施し、結晶粒の結晶方位および粒界形状を特定する。 Cu 多結晶板上の所望の結晶方位を有する結晶粒からガリウムイオンを用いた FIB(Hitachi High-Tech., FB-2100)加工システムによってサンプルを切り出す。供試材中の目的とする結晶粒は、FIB 加工システムが具備する走査型イオン顕微鏡(Scanning ion microscope: SIM)を用いて特定する。加工に用いるイオンビームの加速電圧は 30～40 kV、ビーム電流は加工精

度に合わせて 0.01 nA～10 nA である。所望の結晶粒からブロックを切り出した後、黄銅製のピンの先端の平坦部に局所タングステン蒸着を用いて固定し、FIB を用いて薄片化を行う。続いて、FIB で導入された加工層の除去を目的として、高詳細集束イオンビーム装置(ZEISS, ORION NanoFab)を用いる。

3. 結果と考察(Results and Discussion)

Fig. 1 は、TEM 観察によって得られた Cu 単結晶の暗視野像を示す。別途実施したアルゴンイオン(Ar^+)ブロードビームによる低加速度ミリングを用いて仕上げたサンプルと比べると明瞭な観察像は得られておらず、ダメージ層の除去ができていないことが明らかとなった。これは、 He^+ は Ga^+ よりも小さく、加工の際に材料表面の深い部分にまでイオンが侵入したことが原因と考えられる。

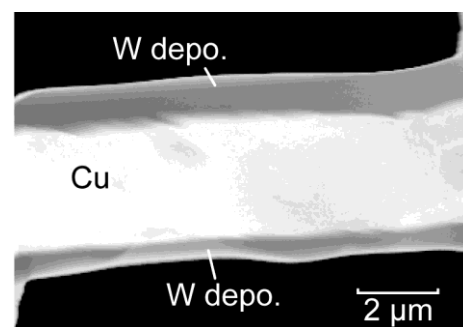


Fig. 1 Dark field TEM image of a thinned copper (single crystal) after He-FIB processing.

4. その他・特記事項(Others)

本研究は JSPS 科研費 JP18H03753 の助成を受けたものである。

5. 論文・学会発表(Publication/Presentation)

なし。

6. 関連特許(Patent)

なし。