

FIB-SEMによる良好なTEM試料を作製するための一考察

山室 賢輝

熊本大学 技術部 自然科学系第二技術室

1. はじめに

集束イオンビーム (Focused Ion Beam, 以下 FIB) による透過電子顕微鏡 (Transmission Electron Microscope, 以下 TEM) 試料作製は、習熟を要する技術であり、技術習得のプロセスにおいて明確な指標が不足しているため、技術者の中には習得に苦労している者も多いと考えられる。そこで、今回はそのような技術者の支援となることを目的に、筆者の経験を基に気付いた点について考察する。特に、最表面の観察を目的とした試料作製や薄膜化の目安となる現象について解説する。

2. 集束イオンビーム装置の構造

FIB は、極めて細く絞ったイオンビームを試料表面で走査することにより、発生した二次電子などを検出して顕微鏡像を観察したり、試料表面を加工したりすることのできる装置である。本装置は、走査電子顕微鏡と同様の構成・機能を多く有するが故、タイトルにある FIB-SEM (図 1) は、集束イオンビームと走査電子顕微鏡 (Scanning Electron Microscope, 以下 SEM) の複合装置のことを示す。FIB 特有の機能としては、サンプリングのためのマイクロプローブやデポジションのためのインジェクションガンを装備している。



図 1 本学設置の FIB-SEM (日立 NB5000)

3. 最表面の観察を目的とした試料作製

FIB で TEM 試料をサンプリングする際、まず目印や表層の保護を目的としたデポジションを実施する。しかしながら、表層の保護といっても、厳密な意味での表層、あえて最表面と表現するが、デポジションによって、その構造は破壊される。一般的に金属では、数十 nm のダメージ層の領域が存在する。これらの生成機構は、以下の通りである (図 2)。

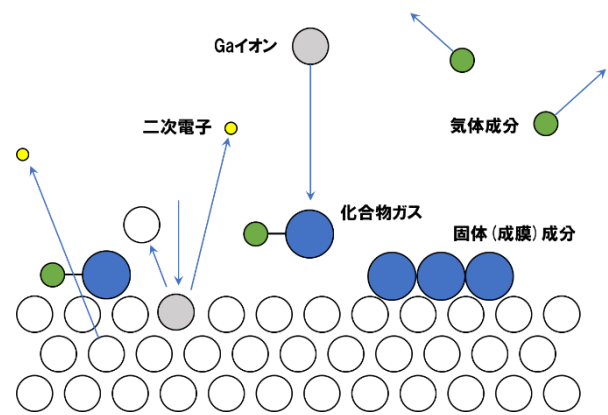


図 2 イオンビームによるデポジションの模式図

試料表面に吹き付けられたガス分子にガリウムイオンが衝突すると、ガス分子が解離し、気体成分は真空ポンプにより装置外へ排出される。残された固体成分は試料表面に堆積し、薄膜を形成する。また、ガリウムイオンの衝突により発生する二次電子も、表層に吸着した化合物ガスを分解し、製膜の一助となる。しかし、ガス分子に衝突しなかったガリウムイオンは、製膜とは逆のスパッタリングを引き起こし、試料にダメージを与える。そのため、スパッタリングによる除去作用よりもデポジションの作用が上回る場合に、薄膜が形成される。試料の表面観察を行うためには、何らかの対策が必要となるが、個人的には二つの方法を活用している。一つ目は電子線アシストによるカーボンデポジション、二つ目はカーボン蒸着である。どちらの方法も、試料表面にアモルファスカーボンをあらかじめ生成す

ることで、後のイオンビームデポジションの際のバッファ層となり、試料へのダメージを抑えることができる。しかし、いずれの方法も電子ビームや蒸散による発熱が大きいため、試料への熱ダメージを引き起こす可能性があり、注意が必要である。

4. 薄膜化の目安って？

FIB を扱い始めた者が最初に戸惑うのは、どの程度の膜厚で完成とすべきかという点である。実際に薄膜をデポ側から観察し、膜厚を直接測定することも可能ではあるが、多くの場合、イオンビームでの観察となるため、分解能が低く、観察画像と実際の寸法が一致しているか判断に迷うことが多い。また、せっかく仕上げた試料が観察によってダメージを受けることは、技術者として避けたいところである。そこで活用するのが、SEM 画像のコントラスト変化である。

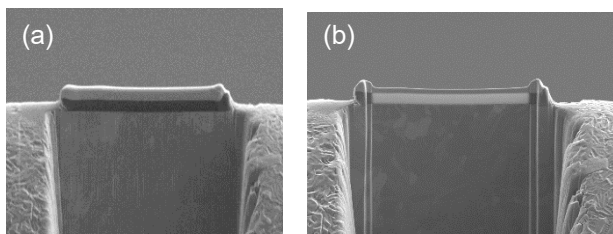


図3 メッシュ先端部の薄片化の状況

図3 (a) は、Cu メッシュのセンターポスト先端に C デポ → W デポの順に製膜し、荒掘りした後、加速電圧 5 kV で観察した画像である。質量コントラスト通りに C が暗く、Cu → W の順に明るくなっている。しかし、薄片化した図3 (b) では、C デポの部分が最も明るくなっている。この現象は、試料内部に突入した電子が裏側から散乱したものと考えられる。特に C は質量が軽く密度が低いため、他の領域よりも電子が通り抜けやすくなった結果である。この現象を活用すれば、試料部が明るくなった時点で、観察に適した厚さに達したことが判断できるのではないかと考えた。しかし、5 kV では適切な厚さとなった試料部が依然として輝度の向上を示さなかったため、加速電圧を上げ、TEM 観察に適した加速電圧を検討することにした。図4 は、

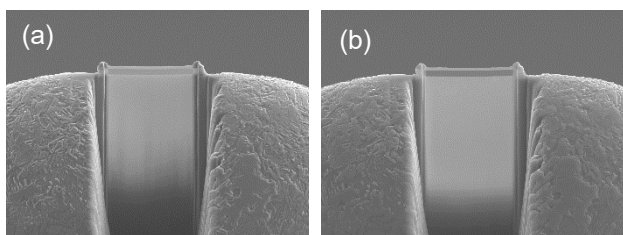


図4 Cu メッシュの薄片化 (a) 10kV, (b) 15kV

図3 (b) の試料をそれぞれ 10 kV および 15 kV で観察した結果である。5 kV では明るく見えなかった Cu 部が、より高い加速電圧では明るくなっていることが確認できる。旧来より「15 kV の SEM で明るく見えたなら TEM 観察が可能」と言われてきたが、実際の観察結果と照らし合わせると、200 kV の TEM 観察ではおおよそ観察可能であることが分かった。しかしながら、他の試料で実施した EELS (Electron Energy-Loss Spectroscopy) 分析では、10 kV でも明るくなるような試料厚さでなければ、良好な分析は行えなかった。また、近年注目されている t-EBSD^[1] 分析についても比較した結果、10 kV で試料部が明るくなるように仕上げることで、良好な分析が可能であることを確認し、当該試料にて報告した^[2]。さらに、本研究では鉄鋼材料（鉄）においても実施し、10 kV での薄膜化の確認が必要であることを確認した。(図5)。

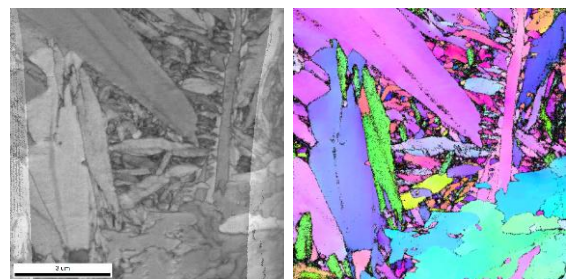


図5 鉄の t-EBSD 分析結果

5. さいごに

今回の報告は、個人的な主観に基づくものであり、ある種の非科学的な見解を含んでいる。しかし、FIB は分析装置の一種と見なされがちであるものの、本来は加工機であり、その特性に基づいた内容であることを述べておきたい。基本的には物理法則に則った現象ではあるが、一概にそれだけでは説明の難しい現象も存在することを申し添える。

参考文献

- [1] 鈴木清一, "透過 EBSD 法の評価と材料マイクロ組織観察への応用", 日本金属学会誌, Vol.77, No.7, (2013), 268-275.
- [2] 山室賢輝, "透過 EBSD による金属微細組織の観察", 第 30 回機器・分析技術研究会 2024 広島大学, (2024/9/6).