

# FIB 法による試料表面の平面 TEM 試料作製

○庄司 大

東京工業大学 オープンファシリティセンター 分析部門

## 1. はじめに

透過電子顕微鏡 (TEM:Transmission Electron microscope) とは電子銃から発せられた電子線を試料に照射し、透過電子を磁界レンズで結像して拡大像を得る分析装置である。原子レベルの高分解能測定が可能であり、電子線回折を利用した結晶性評価や EDS 検出器による元素分析もできる。観察には電子線が透過できるように試料の前処理が必要なケースが多く、バルク試料においては 100nm 以下の厚みに薄片加工することが求められる。薄片加工方法の 1 つに集束イオンビーム (FIB:Focused Ion Beam) 法がある。FIB とは集束した Ga イオンビームを試料に照射してナノオーダーの微細加工ができる技術である。さらに、加工断面が極めて平滑かつ低ダメージであるため TEM 試料作製に利用されている。FIB 法で作製される TEM 試料は一般に断面 TEM 測定 (試料表面に対して垂直な面の測定) 用途が多いが平面 TEM 測定 (試料表面と平行な面の測定) 用途も作製できる。平面 TEM 試料は不純物の付着や Ga イオンビームによる切削、Ga 混入およびダメージの問題があるため表面での作製が困難であった。今回これらの問題を解決して試料表面における平面 TEM 試料作製方法を考案したので報告する。

## 2. FIB 法 TEM 試料作製

はじめに一般的によく行われる断面 TEM 試料作製の方法を示す。製作する TEM 試料の周りを FIB 加工で切削して試料片として切り出し、マイクロプローブでピックアップして TEM 用グリッドにドロップオフする。ピックアップとドロップオフでマイクロプローブと試料片およびグリッドへの接着は FIB デポジションを利用する。グリッドに乗せた試料片を FIB 加工により 100nm 以下の厚みに薄片加工する。

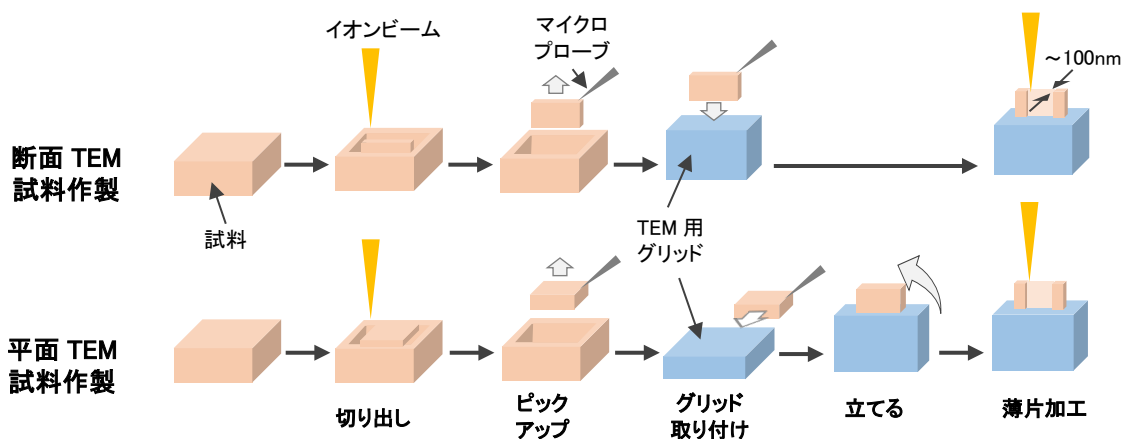


図 1 FIB 法 TEM 試料作製

次に平面 TEM 試料作製の方法を示す。基本的な流れは同じであるが、断面 TEM 試料に対して平面 TEM 試料は 90 度向きが変わるので平面 TEM 試料作製ではグリッドを寝かせた状態で試料片を取り付け、その後グリッドを立てて薄片加工を行う。また、切り出す試料片の深さは浅くてもよいが奥行きを広くとる

必要がある。断面および平面 TEM 試料作製の流れを図 1 に示す。

### 3. 試料表面の平面 TEM 試料作製

試料表面の平面 TEM 試料作製は表面を残して裏面からのみ薄片加工を行えばよいように思われる。しかし、表面への切削層の付着、また、表面に Ga イオンビームが少なからず照射されるため切削、Ga 混入、ダメージ発生など多くの問題があり現実的ではない。これらの問題は表面に保護膜を付けることで解決するが、作製する TEM 試料の厚みは 100nm 以下であるため、その範囲に試料表面を含めて作製するのは加工位置精度の問題で困難である。そこで、表面を試料内に含めるために表面に対して斜めに加工する方法 (図 2) を検討する。この方法では観察領域 (TEM 試料における観察対象 (試料表面) の幅) が狭くなること、正味の試料厚 (TEM 測定における観察方向の試料厚み) が厚くなる問題があり、傾斜角が大きくなるほどその影響も大きくなる。傾斜角と観察領域および正味の試料厚の増加率の関係を図 3 に示す。正味の試料厚の増加は十分小さく無視できる。一方で観察領域の減少は影響が大きく、観察領域  $0.5\mu\text{m}$  以上確保するには傾斜角は  $5^\circ$  以下にする必要がある。本方法で実際に平面 TEM 試料を作製した。試料は Si 基板に Au をスパッタ法で  $100\text{nm}$  積層したものである。この Au 薄膜を表面に見立てる。そして、観察範囲 (Au 領域の幅) が十分確保されていること、想定通りに試料作製できていることを TEM 測定で確認する。試料表面に対する傾斜角は  $3^\circ$  とした。薄片加工前の試料の上面図を図 4 に示す。作製した TEM 試料の EDS 線分析の結果 (図 5) から左側に保護膜の C、中央に Au、右側に基板の Si があり、さらに、C と Au、Au と Si の組成遷移は相互を補完する関係になっていることが確認できた。これは想定通りの試料の構成である。また、観察領域は  $4.8\mu\text{m}$  であり十分な大きさを確保できていた。以上の結果から試料表面の平面 TEM 試料作製において表面に対して斜めに薄片加工する方法の有用性を確認できた。

### 4. まとめ

FIB を用いた断面 TEM、平面 TEM の試料作製方法を示した。試料表面の平面 TEM 試料作製における問題を示し、解決策として表面に対して斜めに薄片加工する方法を提案した。その方法で実際に TEM 試料を作製して EDS 測定により想定通りの試料であることを確認し、本方法の有用性を確かめた。



図 2 斜めの薄片加工

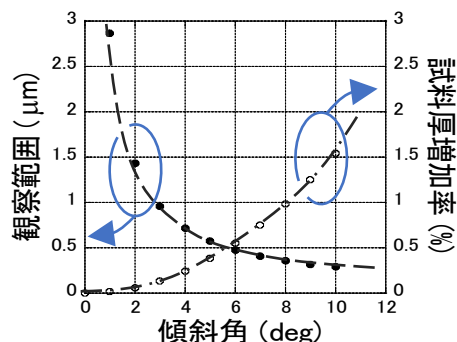


図 3 傾斜角に対する観察範囲と試料厚増加率の関係

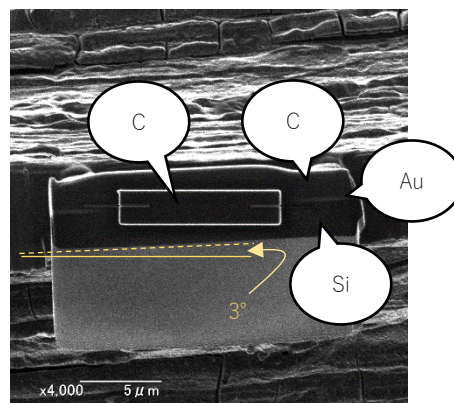


図 4 薄片加工前の試料

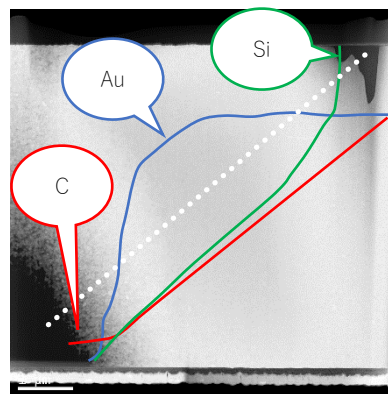


図 5 EDS 線分析結果