

平成 21 年度 分析・物質技術系技術講習会報告

調子晴久

工学系技術支援室 分析物質技術系

今年度の技術系講習会は次のように開催した。

日 時：平成 21 年 10 月 14 日（水） 13 時 30 分 ～ 17 時 00 分

講習会場：エコトピア科学研究所 超高压電子顕微鏡施設 第 1 試料室

講習内容：FIB 装置を使った透過型電子顕微鏡試料の作製

講 師：荒井 重勇、佐々木 敏雄 参加者： 7 名（分析物質技術系技術職員）

電子顕微鏡の試料作製法には、電解研磨法（金属材料）、イオン研磨法（セラミックス材料）、ミクロトーム法（生体試料）など多くの手法があるが、近年、FIB (Focused Ion Beam)装置という新しい手法による作製法が注目されている。これは高電圧静電レンズで加速したガリウムイオンを試料に局所的に照射し試料を削り取り薄片試料を作製する装置であり、生物試料、半導体、セラミックス材料など、無機物有機物を問わずほとんどの各種材料を電子顕微鏡で透過可能な厚さ(数 10nm)まで薄片化させることができるイオン研磨装置である。また半導体などの故障個所をピンポイント的に薄片化し、切り出し、電子顕微鏡用の観察試料を作製できることと、試料のごく狭い領域しか研磨しないため短時間に試料作製できるのが大きな特徴で、半導体製造分野では故障原因究明などに多用されている。しかしながら装置自身は非常に高価なため、大学の一般の研究室レベルではほとんど普及していない。

平成 21 年度の分析・物質技術系技術講習会では FIB 装置の操作方法、仕組み、および試料を作製する場合の注意点などを、実際に FIB 装置を用いて電子顕微鏡用試料を作製しながら実習した。試料は、無機材料として半導体シリコン単結晶基板、生物試料として木の葉を用いた。

作製手順は、1. 研磨したい部分の試料表面にカーボンを吹き付け、観察したい領域が研磨されないよう保護膜を形成させる(図 1)。2. 観察領域の周囲にイオンビームを照射し数 10 μ m の大きさに試料の粗加工を行う(図 2)。3. イオンビームを細く絞り数 10nm 程度まで試料を薄片化する。4. 周囲を完全に切り取る(図 3)。5. 先端の尖ったガラス棒で試料をピックアップしメッシュに固定する。

本研修には、当日の業務の都合上参加できなかった技術職員を除いた 7 名が参加し、意義ある技術講習会を開催することができた。



図 1 試料表面の保護膜

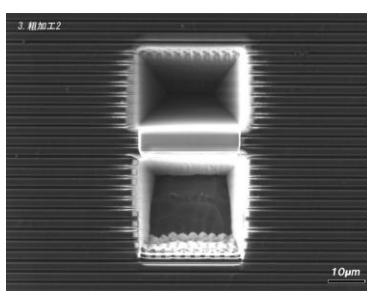


図 2 粗加工した試料

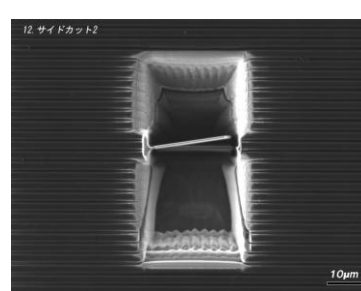


図 3 仕上げ後の切り出し