

# 透過型電子顕微鏡による試料の断面観察技術の習得

林 育生

工学系技術支援室 分析・物質技術系

## はじめに

バルク体や薄膜材料の断面観察は、ナノテクノロジーの分野において重要な技術である。中でも、透過型電子顕微鏡(TEM)を用いた断面観察は、走査型電子顕微鏡(SEM)を用いた場合に比べ材料の詳細な情報をナノレベルで知ることができる。しかしながら、TEMは装置の操作技術が難しく、試料の薄片化にも高度な技術が要求されるため、TEMによる試料の断面観察は極めて難しい技術である。そこで、本研修では代表的な薄片化の装置であるウルトラマイクロトームと集束イオンビーム加工装置(FIB)を用いて、金ナノ粒子を分散させたメソポーラスシリカ薄膜の薄片試料作製を行った。また、薄片化した試料をTEMによる観察を行うことで、TEMの基本的な操作技術を習得した。

## 1. ウルトラマイクロトームによる TEM 用超薄切片試料の作製

### 1-1. 使用した装置の概要

本研修で使用したウルトラマイクロトームは、写真 1 に示した REICHERT 社の ULTRACUT という装置である。駆動力は機械送り式で最大 150nm の超薄切片の作製が可能である。



写真 1 REICHERT 社の ULTRACUT

### 1-2. 試料

本研修では断面観察を行うための試料として写真 2 に示した金ナノ粒子分散メソポーラスシリカ薄膜を用いた。

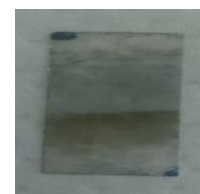


写真 2 金ナノ粒子分散メソポーラスシリカ薄膜

### 1-3. 作製手順

#### ① 試料の樹脂への包埋

本研修では、写真 3 に示すように光硬化樹脂を用いて、メソポーラスシリカ薄膜基板の樹脂への包埋を行った。

#### ② ガラスナイフの作製

写真 4 に示すようなガラスナイフメーカーを用いて、三角形のガラスナイフを作製した。

#### ③ 試料のトリミング

作製したガラスナイフを用いて、観察部位まで樹脂を切削し、写真 5 に示すような形状にトリミングを行った。



写真 3 光硬化樹脂による試料包埋の様子



写真 4 ガラスナイフ作製の様子



写真 5 トリミング後の樹脂



写真 6 超薄切片作製の様子

#### ④ 超薄切片の作製

新しいガラスナイフにナイフポートを装着し、ガラスナイフの刃を面合わせして自動切削により、超薄切片を 100nm 程度の膜厚を目標に作製を行った。その様子を写真 6 に示す。

## 2. 集束イオンビーム加工装置(FIB)による TEM 用超薄切片試料の作製

### 2-1. 実験装置の紹介

本研修で使用した FIB は、写真 7 に示す HITACHI の FB-2100 という装置である。この装置は、タングステンデポガス銃、サイドエントリーステージ、マクロサンプリングシステムが搭載されており、マイクロサンプリング法による TEM 用超薄切片試料の作製が可能である。

### 2-2. 試料

試料は、ウルトラマイクロトームで用

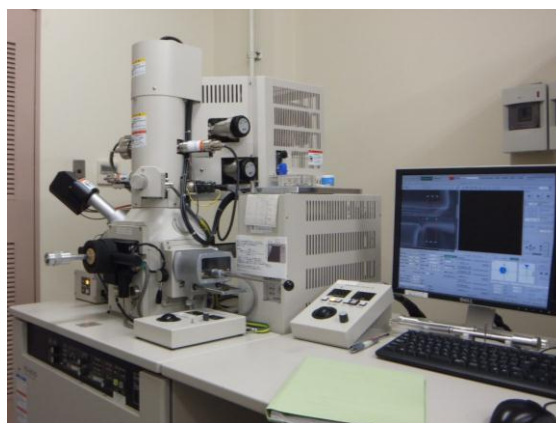


写真 7 HITACHI の FB-2100

いたものと同じものを用いた。

### 2-3. 作製手順

#### ① 試料の前処理

今回使用した試料が非導電性材料であること、Ga イオンビームによる試料のエッチングを抑える目的のため、試料に金属コーティングを施した。

#### ② タングステンデポ膜の形成

SIM 像の観察で、断面観察したい箇所を決め、写真 8 に示すような  $3\mu\text{m} \times 15\mu\text{m}$  のタングステンデポ膜を作製した。

#### ③ デポ膜周辺の荒加工

写真 9 に示すような形状に荒加工を行った。この時、できるだけ W デポ膜を傷つけないようにしながら、ギリギリまで加工を行うことで試料作製時間の短縮を図った。

#### ④ ボトムカット

TEM 観察用の試料を取り出すために、写真 10 のように試料台を傾斜し、ボトムカットを行う。

#### ⑤ プローブの接着

ボトムカットを行った試料に、写真 11 のようにプローブの接着を行う。

#### ⑥ サイドカット

プローブを接着させた試料を試料本体から切り離すために、写真 12 のようにサイドカットを行う。

#### ⑦ グリッドへの試料の固定

プローブについている試料をグリッドに固定する。グリッドに試料が固定されている様子を横から SIM 像で観察した様子を写真 13 に示す。

#### ⑧ 試料の薄片化

プローブに接着した試料を上から観察しながら、写真 14 のように上下交互にエッチングしながら薄片化を行っていく。最終的には、写真 15 で示すように厚み 100nm 程度まで加工を行っていく。

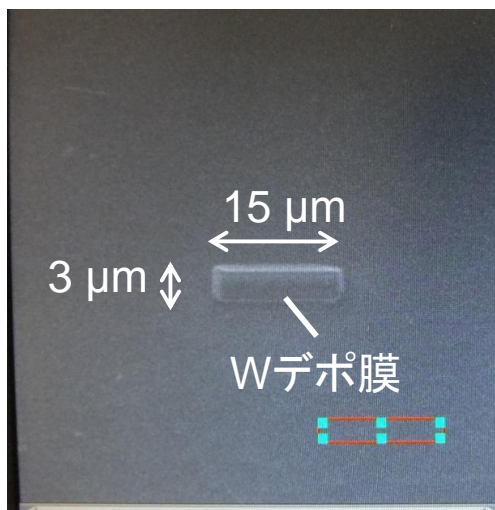


写真 8 タングステンデポ膜

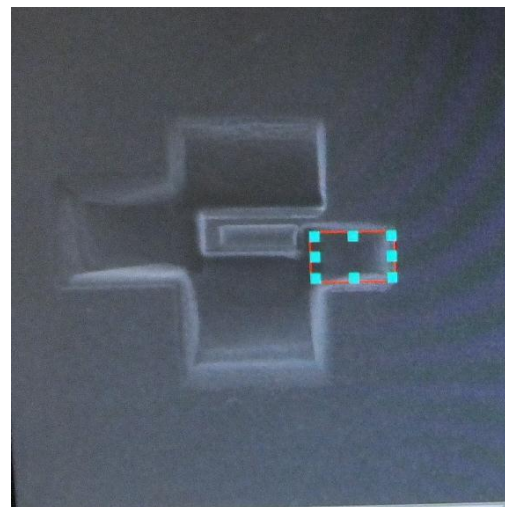


写真 9 デポ膜周辺の粗加工



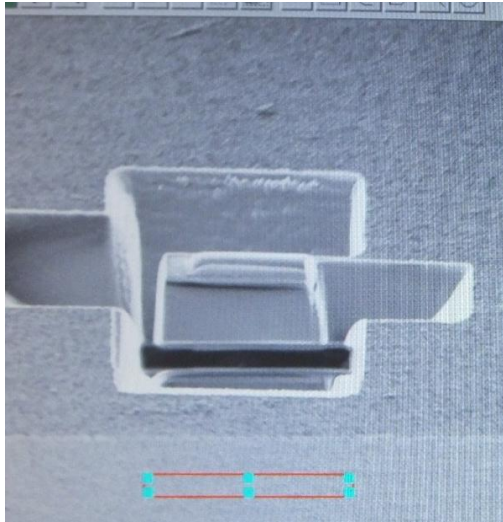


写真 10 ボトムカット

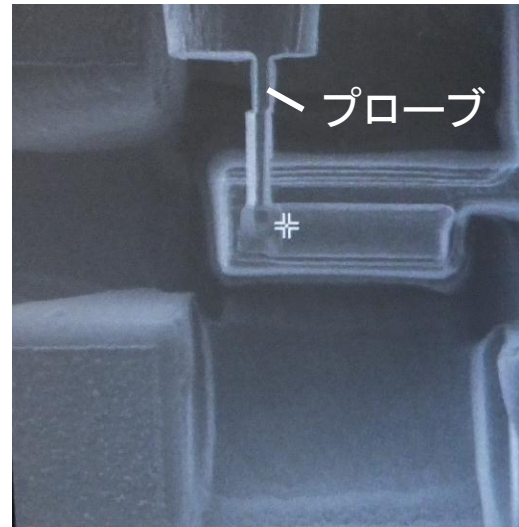


写真 11 プローブの接着

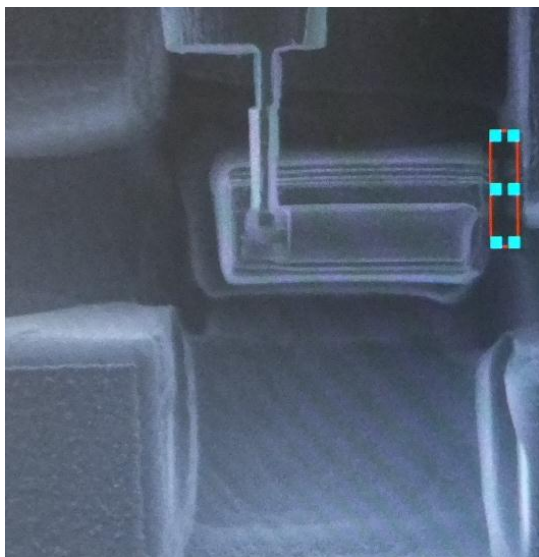


写真 12 サイドカット



写真 13 グリッドへの試料の固定

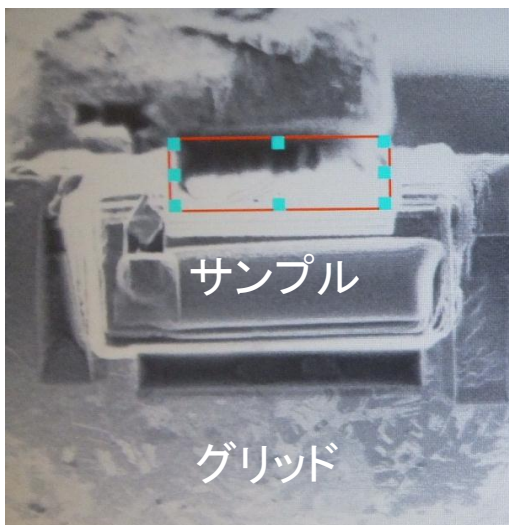


写真 14 薄片化

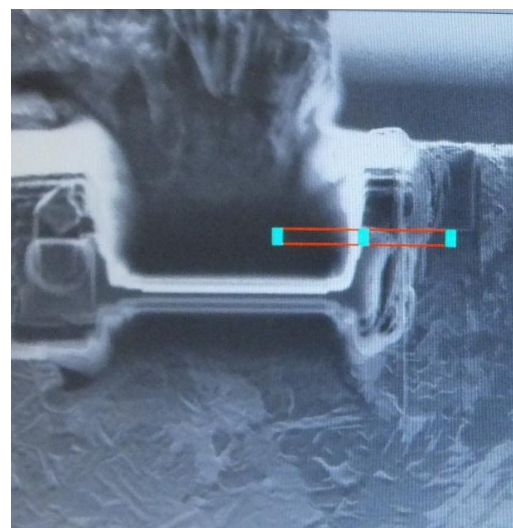


写真 15 薄片化の終了時

### 3. 作製した試料の TEM 観察

#### 3-1. 実験装置の紹介

今回の研修では汎用型 200kV 透過型電子顕微鏡である HITACHI の H-800 を用いて、TEM 観察を行った。

#### 3-2. 観察結果

写真 16 にウルトラマイクロトームで作製した試料の代表的な TEM 像を示す。今回ウルトラマイクロトームで作製した試料では、このように樹脂が丸くなっている様子しか観察できなかった。これは、試料が樹脂より固いため、ガラスナイフによる超薄切片の作製がうまくいかなかったためであると考えられる。

写真 17 に FIB で作製した試料の全体像の TEM 像を示す。FIB で作製した TEM 試料は、メソポーラスシリカ薄膜の部分が電子線をきれいに透過するぐらい薄く薄片化することができた。また、メソポーラスシリカの部分を高倍率で撮影した写真 18 では、メソポーラスシリカ薄膜に様々な形状の金ナノ粒子の分散している様子が観察できた。しかしながら、TEM 観察に熟練した分析・物質系の荒井課

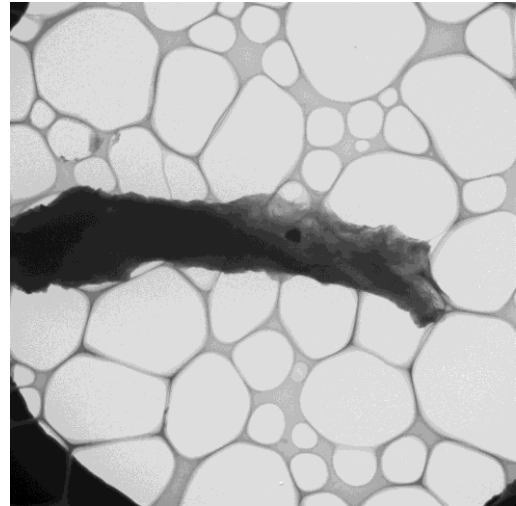


写真 16 ウルトラマイクロトームで作製した試料の TEM 像

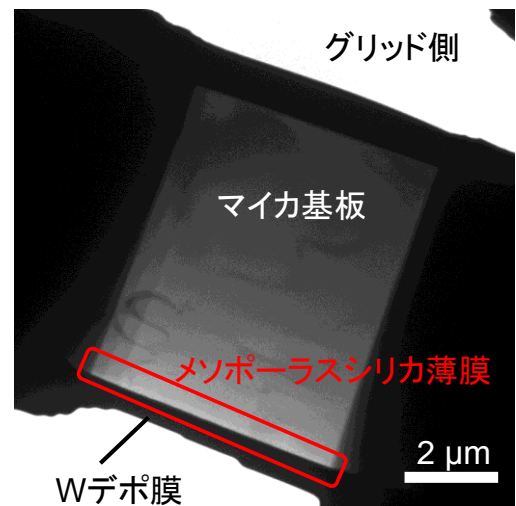


写真 17 FIB で作製した試料の TEM 像

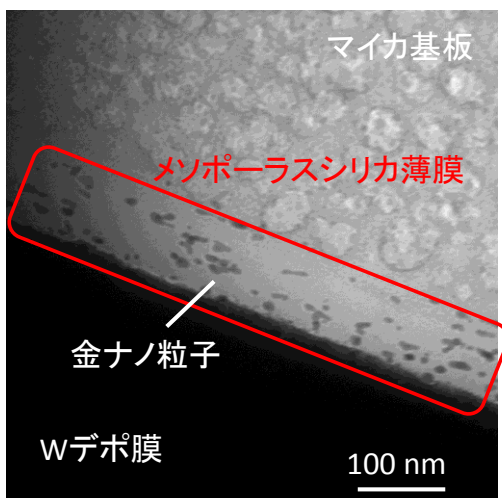


写真 18 FIB で作製した試料の高倍率で撮影した TEM 像

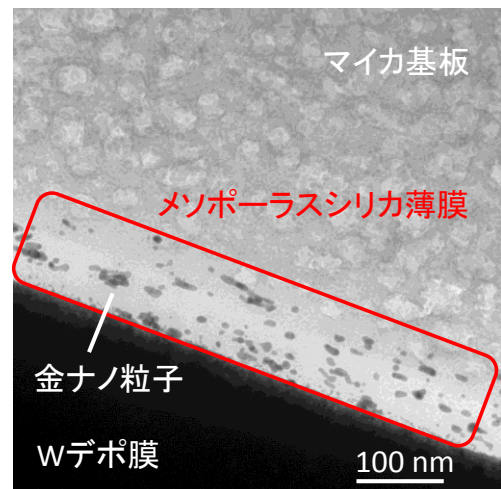


写真 19 同じ倍率で荒井課長が撮影した TEM 像

長が撮影した写真 19 に比べて、フォーカスがっていない部分がある。このことから、TEM での観察技術がまだ不十分であり、さらなる観察技術の向上を図る必要がある。

#### 4. まとめ

本研修は、透過型電子顕微鏡の操作方法および薄片試料の作製を通して、試料の断面観察技術を習得することを目的として行い、以下のような結果が得られた。

- ・汎用 200kV 透過型電子顕微鏡、ウルトラマイクロトームおよび集束イオンビームの基本的な操作方法を習得できた。
- ・ウルトラマイクロトームによる試料作製では、今回選んだ試料が固くて、うまく作製することができなかった。
- ・集束イオンビームにより作製した薄片試料の TEM 観察では、メソポーラスシリカ薄膜内の金ナノ粒子を確認することができた。
- ・それぞれの装置の操作技術には、まだ不十分な点があり、それは今後の課題とした。

#### 5. 謝辞

今回の研修で、汎用 200 k V-TEM、UTM および FIB の使用方法をご指導戴きました分析物質系・荒井様、山本様、超高压電顕施設・吉川様に厚く御礼申し上げます。