

イオンミリングを用いた電子顕微鏡観察技術の習得

神野貴昭、都築賢太郎
工学系技術支援室 分析・物質技術系

はじめに

分析・物質系技術支援室は、平成 27 年度より、「大気圧プラズマによる超高速・超機能化異種材料接合オープンプラットフォーム」における一般公開装置の保守管理および技術指導を行っている。今回の研修は、走査型電子顕微鏡(SEM)観察のための前処理技術の一つであるイオンミリングに関する技術を身に付け、より業務の幅を広げることを目的としている。本報告では、イオンミリング装置 IM4000(日立ハイテック)を用いて、試料の断面加工について検討を行った結果を報告する。

1. イオンミリングについて

イオンミリング装置とは、イオンビームにより試料を加工する装置であり、電子顕微鏡観察用試料の作成に使われている。透過型電子顕微鏡(TEM)では、薄膜試料を作成するために使われており、SEM では、試料表面の平滑化処理や試料断面の作成などに使われている。試料断面の作成にイオンミリングを使用する利点は、研磨剤などの不純物が混入しない点や、試料にほとんど応力をかけずに加工できる点が挙げられる。

2. イオンミリング加工による熱ダメージの検討

イオンミリングによる加工の問題点として、イオンビームによって試料の切削面が高温になる点が挙げられる。そのため、熱に弱い試料は、融解や変質などの熱ダメージによって、本来観察を目的としていた部分が観察できなくなる可能性がある。

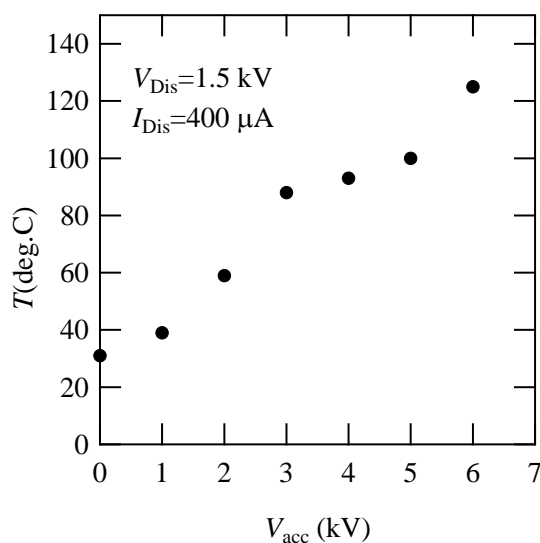


図 1. 試料温度のイオンビーム加速電圧依存性

イオンビームによる熱で試料温度がどの程度まで上昇するのかを調べるために、熱電対を用いて、試料温度の実測を行った。図 1 は、イオンビームの加速電圧 V_{acc} に対する熱電対で測定した試料温度 T を示したグラフである。加速電圧が大きくなるに従って、試料温度が高くなることがわかる。

この結果より、イオンビームの加速電圧が大きいほど、熱ダメージも大きくなることが予想される。加速電圧は、大きくするほど、加工速度が大きくなる利点があるが、はんだや樹脂などの熱に弱い試料を加工する際には、熱ダメージの影響を考慮する必要があると考えられる。

3. 微粒子のイオンミリング加工

SEM 観察では微粒子の観察を行うことがよくあるが、観察できるのは表面の形状であり、内部構造は観察することができない。微粒子の内部構造を SEM で観察するためには、やはり断面を出す必要がある。微粒子は、その小ささのために、直接イオンミリング加工することが困難な試料である。イオンミリング加工では、試料の形状により、加工が困難な場合は、試料を樹脂で包埋し、加工しやすい形状に成型するという手法を用いる。ただし、前述の熱ダメージを回避するため、熱に強い樹脂を選定する必要がある。

今回の研修では、樹脂包埋した金微粒子の断面をイオンミリングで作成し、SEM 観察を行った。包埋用樹脂には、比較的熱に強いエポキシ系樹脂のペトロポキシ 154 を使用した。図 2 は、樹脂包埋成型後、イオンミリングで作成した金微粒子断面の SEM 像である。イオンビームの加速電圧は、IM4000 の最大値である 6 kV を使用したが、熱ダメージの痕跡は見られず、問題なく試料断面を観察できた。

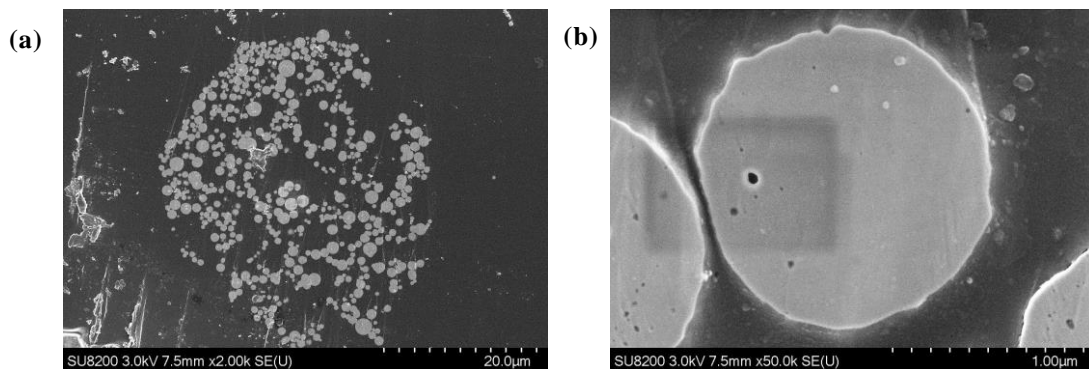


図 2. ペトロポキシ 154 に包埋した金微粒子の断面 SEM 像 (a)低倍率像 (b)高倍率像

4. まとめと今後の課題

イオンミリング装置を用いた SEM 観察用試料の前処理技術を身に付け、業務の幅を広げるために、加工のトレーニング及び熱ダメージの検討を行った。

熱ダメージの検討の結果より、イオンビーム加速電圧 6 kV の条件では、試料は少なくとも 120°C 以上に上昇することが確認できた。また、実際に熱に弱い低融点ハンダやアクリル樹脂、生体試料などを加工してみたところ、熱ダメージと思われる痕跡が見られ、平滑な断面を得ることはできなかった。熱ダメージを回避する方法として、イオンビームの間欠照射や低加速電圧での加工、液体窒素による冷却機構の使用が考えられる。しかし、いずれの方法も通常の加工より時間がかかる点が問題として挙げられる。そのため、熱に弱い試料の場合は、イオンミリング加工にこだわらず、機械研磨やマイクロトムなどを利用した断面作成を検討する必要があると思われる。

微粒子の断面作成では、ペトロポキシ 154 を用いた包埋により、問題なく断面作成および観察ができた。樹脂包埋は、微粒子以外でも試料形状によっては必要になることがあるため、今後も活用する機会が多くなるとと思われる。

5. 謝辞

温度測定用の治具作成において、ガラス工作を行っていただいた装置開発技術系の森木さん、川崎さんに感謝致します。