

イオンミリングによる試料への熱ダメージの検討

○神野貴昭, 都築賢太郎, 高田昇治
名古屋大学全学技術センター工学系技術支援室

1. はじめに

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る。主に試料の平滑化、断面作成、薄膜作成などに利用される。今回使用するイオンミリング装置 IM4000(日立)は、主に走査型電子顕微鏡(SEM)観察のために断面および平滑面を作成する装置である。

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の温度が高くなる点が挙げられる。そのため、熱に弱い試料は上手く加工できない可能性がある。この問題の対策として、液体窒素などによって試料を冷却しながら加工する方法や、イオンビームを間欠的に照射することによって試料の温度上昇を抑える方法などがある。しかし、これらの方法は通常の加工法に比べて、手間や時間が余計にかかることが予想される。そのため、どの程度までなら、対策なしに加工できるかを把握しておく必要がある。

本報告では、イオンビームの条件に対する試料温度の変化を測定した結果と、熱に弱い試料にどの程度熱ダメージが生じるかを調べた結果を報告する。

2. 実験

2.1 加工部の温度測定

加工中の試料の温度を測定するために熱電対を作成した。図1は、今回の実験で作成し、IM4000に取り付けた熱電対の概略図である。熱電対にはK熱電対を使用し、温度の読み取りにはIT-314(AS ONE)を使用した。加工中のイオンミリング装置の内部は真空状態であるため、真空状態を保ちながら熱電対を外側に取り出す必要がある。そのため、穴をあけた覗き窓を作成し、熱電対を通してからトルシールによって真空封止した。

試料にイオンビームを照射し、試料と試料台に挟んだ熱電対によって温度を測定した。試料は厚さ約0.2 mmの銅板を用いた。イオンビームの条件は、放電電圧 V_{Dis} 、および放電電流 I_{Dis} をそれぞれ1.5 kV、約400 μA で固定した状態で測定を行った。

図2は、イオンビームの加速電圧 V_{acc} と、測定した試料温度 T の関係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。

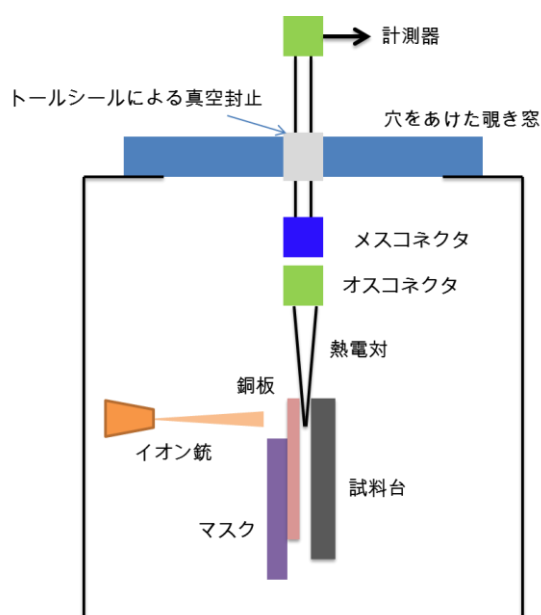


図 1. IM4000に取り付けた熱電対の概略

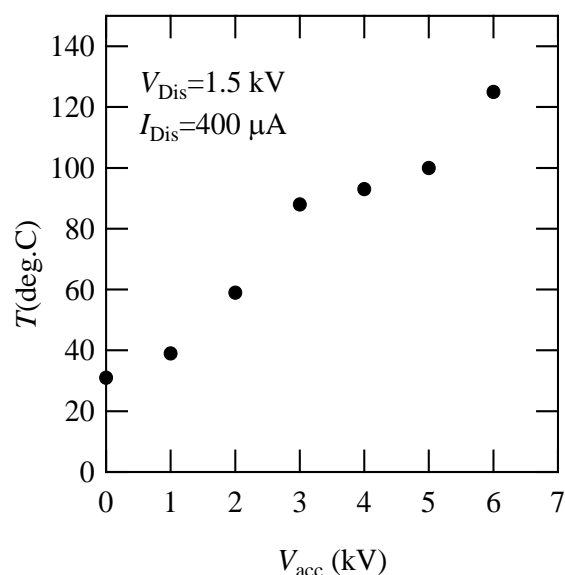


図 2. 試料温度の加速電圧依存性

2.2 熱に弱い試料の加工

2.2.1 低融点ハンダ

実際に熱に弱い試料をイオンミリングで加工した場合にどうなるかを調べるために、融点 140℃程度のハンダの断面をイオンミリングで作成した。イオンビームは、加速電圧 6 kV、先ほどの温度測定では 125℃の条件を使用した。

図 3 は作成したハンダ断面の SEM 画像である。図 3(a)は、二次電子像であり、主に試料の凹凸を反映したコントラストを示している。図 3(b)は、図 3(a)と同じ場所の反射電子像であり、主に試料の元素組成を反映したコントラストを示している。エネルギー分散型 X 線分析の結果によると、明るい部分の組成は主にビスマスであり、その他部分は主にスズである。

これらの図を比較すると、組成が変化する界面で多くの凹凸が生じていることがわかる。この結果の原因として、界面では、ビスマスとスズが合金を形成し、融点が低くなったために、その部分だけがイオンビームによる熱で融解し、凹凸を形成したことが予想される。

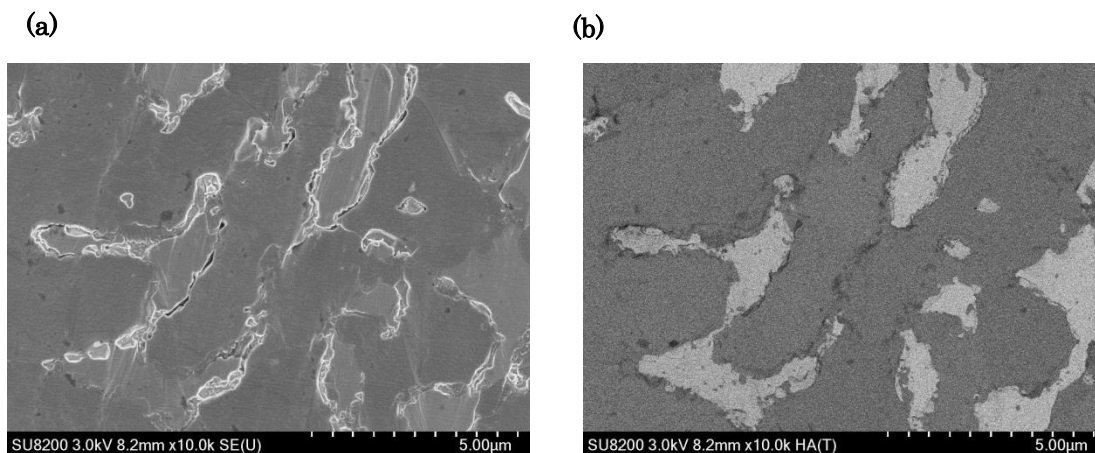


図 3. イオンミリング加工した 低融点ハンダの断面 SEM 画像
(a)二次電子像、(b)反射電子像

2.2.2 アクリル樹脂

低融点ハンダと同様に、加速電圧 6 kV のイオンビームで、軟化点 80~100℃程度のアクリル樹脂の断面をイオンミリングで作成した。

図 4 は作成したアクリル樹脂断面の SEM 画像である。図 4(a)は低倍率の像であるが、すでに凹凸が確認できる。図 4(b)は拡大図であり、微細な凹凸やクレーターのような形状が見られ、平滑な断面が得られていないことがわかる。この結果の原因も、熱によるアクリル樹脂試料へのダメージによるものと予想される。

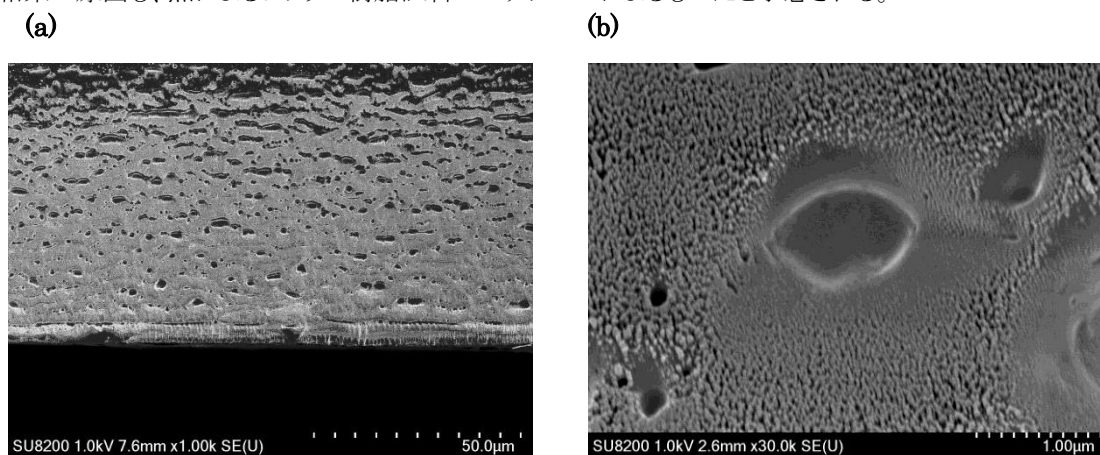


図 4. イオンミリング加工したアクリル樹脂の SEM 画像 (a)低倍率像、(b)高倍率像

3. まとめ

イオンミリングによる熱ダメージを評価するために、イオンビーム照射位置での温度測定、および、低融点ハンダ、アクリル樹脂の断面イオンミリングを行った。作成した断面の SEM 観察の結果より、低融点の物質や軟化点の低い物質では、何らかの対策がなければ平滑な面は得られないことがわかった。発表では、熱ダメージの対策や、その他の物質の加工事例などを報告する予定である。