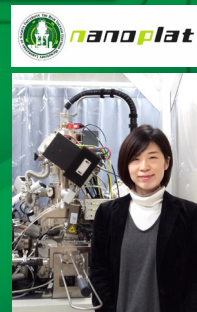


高精度FIB加工技術を用いた微細構造観察

Microstructure analysis by high quality FIB technique



「技術支援貢献賞」受賞 / Best Technical Support Contribution Award

受賞者
Awardee

中尾 知代 (名古屋大学 微細構造解析プラットフォーム)
Tomoyo Nakao (Nagoya University, Advanced Characterization
Nanotechnology Platform)

Key words

FIB, FIB-SEM, 3D, EDS, TEM, STEM

概要 / Overview

FIBを用いた試料加工法は、微細構造観察を行う上で欠かせない技術である。これまで、直交型FIB-SEM装置を駆使した様々な試料の微細構造解析支援に従事してきた。本発表では、FIB-SEMによるCut&See技術を用いた生物試料の立体構造観察、次世代ハンダ用合金の断面観察、および、Irナノピラーの構造観察例について紹介する。

The sample processing method using FIB is a key technology for observing microstructure. Until now, microstructural analysis of various samples has been conducted mainly by orthogonal FIB-SEM. In this presentation three topics were selected as follows; three-dimensional structure observation of biological samples using FIB-SEM Cut & See technique, cross-sectional observation of alloy particles for next-generation solder, and Ir nanopillar structure analysis.

支援例① FIB-SEMを用いた生物試料の3次元観察

3D observation of biological samples using FIB-SEM Cut&See technique

塩ストレス下のイネ葉における葉緑体の多様形態の三次元構造解析

● 概要

生物試料の構造を理解するためには3次元観察が有用である。直交型高速加工観察分析装置を用いたCut&See法を用いて、イネ葉肉細胞の連続断面像を取得し、その立体構造を構築した。

● 装置の外観



図1 高速加工観察分析装置
Hitachi, MI-4000L (FIB-SEM)

● カーテニング現象の抑制

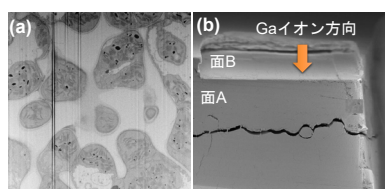


図2 (a) カーテニング現象の一例
(b) FIBに関する加工ノウハウ模式図

Cut&Seeの連続切削加工観察工程では、FIB加工時のカーテニング現象を抑制する技術が重要となる。このカーテニング現象を抑制できる加工のノウハウの一例である。

- ・SEM観察面(面A)とFIB切削面(面B)を直角かつ平滑にトリミング処理し、その面をFIB加工時のビーム方向に対して正確に垂直に配置する。
- ・切削対象となる細胞を特定し、その形状を考慮したうえでエッジ部に配置するなど。

● コントラストの適正化

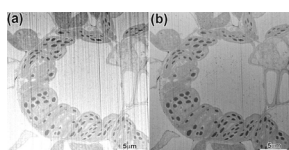


図3 二種類の検出器を用いて、信号強度比を最適化した例
(a)通常の像、(b)最適化後

Cut&Seeの連続切削加工観察工程では、各切削面から取得するSEM画像のコントラストの適正化が重要となる。二種類の検出器を用いて実施したコントラストの適正化と、その技術で得られたイネ葉肉細胞のCut&See立体構築像の一例。

● 3次元立体構築像

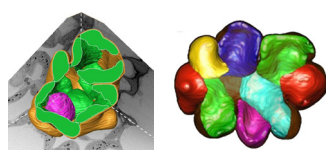


図4 イネ葉肉細胞のCut&Seeによる立体構築像の一例

支援例② FIBによるTEM試料作製

TEM sample preparation using FIB

次世代半導体用配線接合材料の構造解析

● 概要

マイクロサンプリングシステムを用いて、直径数ミクロンの微粒子をピックアップ・メッシュに固定後、カーボン保護膜を蒸着してFIBによる薄片化を実施した。

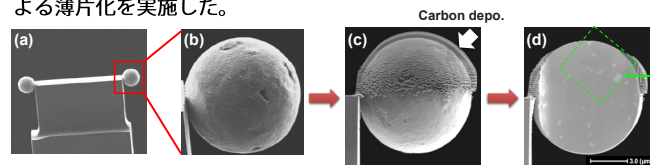
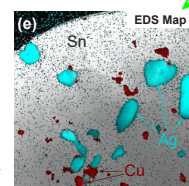


図5 微粒子のピックアップ・切削薄片化

- (a)、(b) ナノメッシュのピラーに固定、(c) 保護膜を蒸着、
(d) 最表面に保護膜を残しTEM薄片化完了、(e) EDSマッピング像の一例
- 微粒子合金は新規に開発された鉛フリーハンダ材であり、その主成分はSn-Cuである。Snの融点は低く、FIB加工時に生じる熱ダメージに極めて脆弱である。そこで、保護膜(カーボン)の蒸着量、蒸着厚などを最適化し、ダメージの無いTEM薄片の作製を行った。薄片化に際しては、EBSDによる結晶方位の確認、EDS元素分析による、金属間化合物の組成と配合位置の確認、などを行っている。



支援例③ Arイオン研磨法を用いた薄膜試料作製

TEM sample preparation using an Argon ion beam

超高効率水素製造光触媒を実現した新奇薄膜構造の発見とその構造解析

● 概要

SrTiO₃薄膜中に自律成長したIrナノピラーの断面・平面観察用TEM試料を作製し、その構造観察を行った。

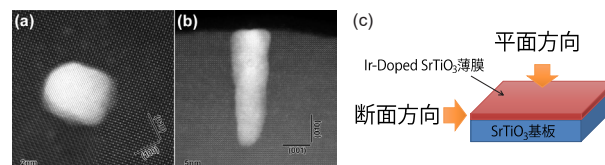


図6 Irナノピラーの二方向構造観察用試料薄片の作製

- (a) 平面方向のHAADF-STEM像、(b) 断面方向のHAADF-STEM像
(c) 試料観察方向模式図

CONTACT

名古屋大学 未来材料・システム研究所
超高压電子顕微鏡施設
中尾 知代

High Voltage Electron Microscope Laboratory,
Institute of Materials and Systems for Sustainability
Nagoya University
Tomoyo Nakao

NanotechJapan
Nanotechnology Platform