

走査型電子顕微鏡付き集束イオンビーム装置を用いた微細加工技術

工学府 材料物性工学専攻 山田和広

【はじめに】集束イオンビーム(FIB)と走査型電子顕微鏡(SEM)を一体化した FIB-SEM は、特定の領域を観察しながら微細加工できることから、透過型電子顕微鏡(TEM)観察用の薄膜試料作製や材料系・生物系試料の 3 次元組織観察などに使用されている^[1,2]。FIB は加速・集束されたガリウムイオン(Ga⁺)ビームを走査しながら物体(試料表面)に照射し、試料表面近傍の原子や分子を弾き出すことによる微細加工、あるいは試料表面近傍から発生した 2 次電子を検出することにより微細組織を観察できる。一方、SEM は加速・集束された電子ビームを走査しながら試料表面に照射し、試料表面近傍から発生した 2 次電子や反射電子を用いることにより微細組織を観察できる。

本稿では FIB-SEM の適用例が多い、断面 TEM 試料の作製手順を紹介する。

【断面 TEM 試料作製】作業の流れは超顕微解析研究センター(URC)の FEI 社製 Quanta 3D 200i を想定して記述する。また、作業工程の概略は図 1 に示し、作業内容と FIB 像を掲載している。

(a)微細加工する領域を決定する。加工筋の導入(カーテン効果)を避けるため、平滑な試料表面であることが望ましい。(b)タングステン(W)の保護膜を蒸着(デポ)する。保護膜の厚さ 1 μm あたり、2 分前後の加工条件となるように電流値を設定する。(c)W 保護膜の上下に穴を掘り(周辺加工、30 μA 以上)、試料片の断面を平滑化する(5 μA~7 μA)。(d)ブリッジ以外の部位を元の試料から切り離す。この時、引き上げ(ピックアップ)用の W プローブを接続するための突起部を作ると良い(5 μA~7 μA)。(e)W プローブと(d)で作った試料片の突起部を W デポして接続する(W デポの厚さ 1 μm~2 μm)。(f)試料片のブリッジ部を切断し(直前の W デポと同じ電流値)、試料片をピックアップする。(g)ピックアップした試料片を FIB 用グリッドに接地し、W デポにより試料をグリッドに固定後、試料片とプローブの接続部を切り離す。(h)必要に応じ W 保護膜を追加でデポし、薄膜化する。更に、低加速電圧の FIB 条件にて試料表面に付着した非晶質 Ga 層を除去する。

得られる断面 TEM 試料の模式図を図 2 に示す。薄膜部が W 保護膜と厚膜部で囲まれ、加えて階段状に薄膜化を進めることにより、薄膜領域の変形(たわみ)を抑制することが出来る。

【まとめ】紙面の都合上、薄膜化やダメージ層除去の詳細は省略したが、それらを含め当日のポスターセッションでは紹介する。

【謝辞】本作業は、URC における HVEM プロジェクトの研究課題の一部として実施した。

【参考文献】[1] R. Kawano et al, *ISIJ International* **55** (2015) 858-862.

[2] J. Freidman et al, *Science* **334** (2011) 358-362.

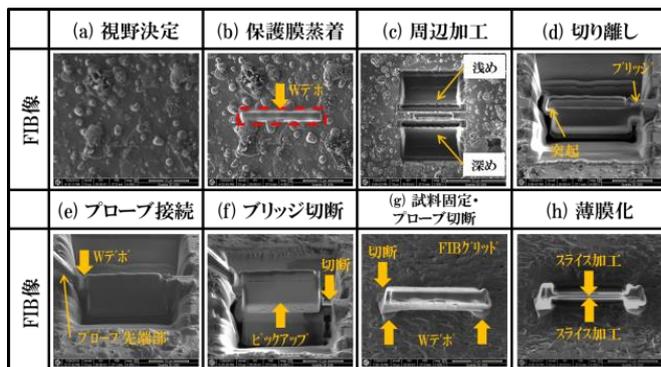


図 1 断面 TEM 試料の作製工程(簡略版).

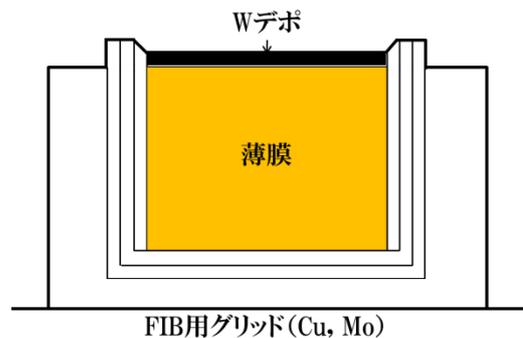


図 2 断面 TEM 試料の形状.