

技術紹介

微小部の断面観察

金属材料をはじめとする各種材料やコーティング膜の評価、さまざまな材料開発、トラブル要因調査などにおいて、微小部分の詳細な観察が要求されます。まずは表面的な観察を行い、さらに表面では判断できない要因を探るために、その内部の状態を観察することが必要となる場合が多くあります。ここでは、集束イオンビーム (FIB) 加工によって、断面を露出して直接それを観察する手法をご紹介します。

集束イオンビーム (FIB) 加工装置による断面加工

断面を観察したい部分が非常に小さい場合 (数 μm ~ 数十 μm)、切断機による断面の作製は、非常に困難です。そこで、よりミクロな部分の断面観察をする方法として、集束イオンビーム (FIB) を用いた加工装置が利用されています。

FIB 加工装置は、イオンビームを表面に照射することにより、表面を削り取って加工を行います。また、イオンビームを走査しながら照射することで、画像を得ることができます。この画像を基に指定した位置にイオンビームを照射して、特定の部分の加工を行うことで、必要な断面を露出することができます。

観察内容に合わせて必要な加工をFIB加工装置を用いて施し、観察します。加工後の観察は、SEM (走査電子顕微鏡) やSIM (走査イオン顕微鏡)、TEM (透過電子顕微鏡) などを用いて行のが一般的です。

FIB加工装置は、めっき膜やドライコーティング膜の組織や微細な欠陥の観察、あるいはさまざまな微細構造の観察のための試料作製に欠かせないツールとなっています。



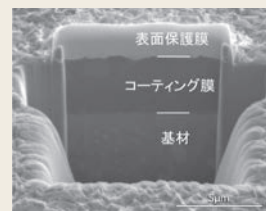
集束イオンビーム加工装置

仕様

装置名 X Vision 200TB
 エスアイアイ・ナノテクノロジー (株) 製
 構成 Gaイオン銃、Arイオン銃、ショットキー電界放出電子銃、EDX
 ※この装置は、オーダーメイド開発支援により加工や観察を行います。

FIB加工装置による断面加工例

ドライコーティング膜の断面観察には、FIB加工装置により通常表面を保護するために保護膜を形成し、表面近傍のダレを防止して加工を行います。この保護膜の形成によって最表面から平坦な面を作製することができ、最表面の形状もはっきり確認できます。



ドライコーティング膜の断面画像

微小部の断面観察に用いる装置

走査電子顕微鏡 (SEM)

装置 Quanta200 3D FEG (FEI)
 加速電圧 ~30 kV
 観察 高真空
 低真空
 超低真空 (ESEM)
 構成 ショットキー電界放出電子銃、アウトレンズ試料室、Gaイオン銃、EDX、WDX (波長分散型 X線分光器)



透過電子顕微鏡 (TEM)

装置 Titan Cubed G2 60-300 (FEI)
 加速電圧 60~300 kV (設定電圧: 60, 200, 300 kV)
 分解能 200 pm (TEM, 格子像), 80 pm (STEM)
 観察 通常透過電子顕微鏡法 (CTEM)
 高分解能電子顕微鏡法 (HRTEM)
 走査透過電子顕微鏡法 (STEM)
 構成 ショットキー電界放出電子銃、Csコレクター EDX、エネルギーフィルター



※詳細な打ち合わせの上で、依頼試験、オーダーメイド開発支援等により研究員が観察します。

ドライコーティング膜の凹凸部の断面観察

イオンプレーティング膜 [SEM 観察]

イオンプレーティング膜の表面を観察すると、表面に凹凸が確認できます (図1)。その中央凸部の断面をSEM観察すると、成膜途中に熔融した膜原料である金属が表面に付着し (ドロップレット)、その後さらにその上に膜が生成されることで、このような凸部が形成されていることがわかります (図2)。

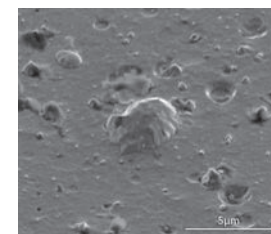


図1 イオンプレーティング膜の表面画像

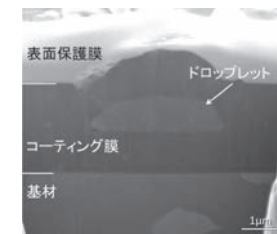


図2 中央凸部の断面画像

イオンプレーティング膜 [TEM 観察]

アーキイオンプレーティング膜の表面凸部の断面をTEM観察すると、ドロップレットに膜原料素材の組織が残存しており、原料素材由来だと推察できます。

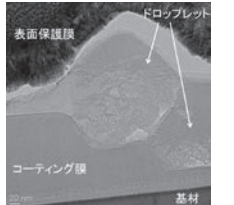


図3 アークイオンプレーティング膜の表面凸部の断面

スパッタリング膜 [TEM 観察]

スパッタリング膜の表面凹凸部の断面を観察すると、基材上に異物が付着し、それを核として周囲とは異なる膜成長をしたため、表面の凸部が形成されていることがわかります。

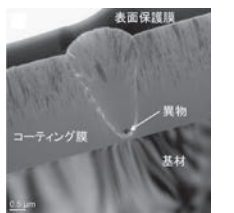


図4 スパッタリング膜の表示面凸部の断面

微細構造の観察

LED素子の断面構造観察 [STEM (走査透過電子顕微鏡) 観察]

LED素子の一部の断面をSTEM観察すると、非常に薄い膜が規則正しく積層されている様子が観察でき、原子層レベルでの積層構造を持つことがわかります (図5)。

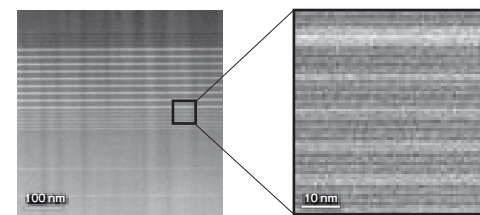


図5 LED素子の一部の断面観察像

ケイ素単結晶の構造観察 [STEM 観察]

ケイ素 (Si) の単結晶を原子レベルで観察した像です。振動の影響による像のゆがみが入っていますが、Si (110) のダンベル像 (間隔 136 pm) が得られています (図6)。

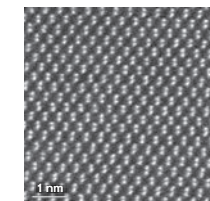


図6 Siの単結晶の原子レベルでの観察像

異種金属接合界面の観察 [STEM-EDX (エネルギー分散型 X線分光器) 観察]

異種金属の接合界面では、接合時に付与されるエネルギーにより、反応相が形成されます。図7は、この反応相をSTEM観察した画像です。さらに、EDXにより反応相に含まれる6元素の分布を可視化し、確認することができます (図8)。

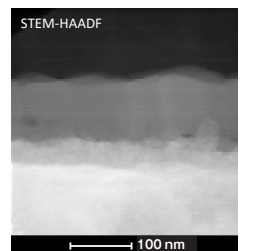


図7 異種金属の接合界面の反応層 (HAADF: 広角度散乱環状暗視野)

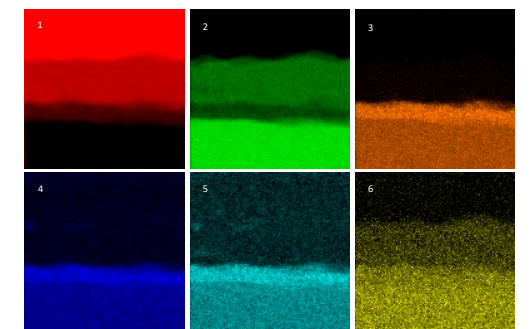


図8 反応相に含まれる6元素の分布

※上記事例は、全てFIB加工装置により断面加工を施して観察しています。

お問い合わせ 先端材料開発セクター<本部> TEL 03-5530-2646