

集束イオンビーム加工観察装置

キーワード：FIB 加工、SIM 像、断面作製、TEM/STEM 薄膜試料作製、大気非曝露対応

はじめに

集束イオンビーム(FIB: Focused Ion Beam)加工観察装置は、 $\phi 1 \mu\text{m}$ ～数 nm に細く絞ったイオンビーム(ガリウムイオンビーム)を走査しながら試料上に照射し、試料表面の観察や加工を行う装置です。表面形状を拡大観察しながら高精度に加工位置を決めることができるため、特定部位の断面観察用の試料作製装置として使えます。様々な材料の断面加工を行う装置としても活用でき、硬さの異なる材料から成る複合材料(例えば、金属-セラミックス接合体)、硬くて脆い材料(例えば、ガラスやセラミックス)、柔らかい材料(例えば、有機材料等)など一般的に加工が困難なものについても平坦な断面が形成できます。他の加工法(機械加工、イオンミリング等)と比べても、樹脂埋などの煩雑な前処理が不要な場合が多い、加工材料の制限が少ない、加工プロセスをリアルタイムで観察できる、加工時間が短い、など多くの長所を有しています。

また、走査透過電子顕微鏡(STEM)や透過型電子顕微鏡(TEM)で観察するための薄膜試料(厚さ: $\sim 100\text{nm}$)を作製することも可能です。

当研究所(和泉センター)保有装置の特徴

図1および表1に当研究所が保有する集束イオンビーム(FIB)加工観察装置の外観とその主な仕様を示します。本装置では、イオンビーム照射・走査時に試料表面から放出される二次電子を検出し、SEM 像と類似の試料表面像[走査イオン顕微鏡(SIM)像]が得られます。

大電流のイオンビーム(60nA 以上)を使用することができ、高速加工と大面積加工が可能です。加速電圧は 2～40kV と幅広く選択可能で、低加速イオンビーム(最低加速電圧 2kV)による低ダメージ試料の作製ができます。付属機構として、FIB 装置内でバルク試料から高位置精度で直接、TEM/STEM 観察部位の摘出、さらに薄膜化が可能なマイクロサンプリングシステムを有しています。

また、雰囲気遮断システムを付属しており、グローブボックスと大気非曝露対応 STEM(いずれも当所保有装置)と併用することで、リチウムイオン二次電池用材料などの大気に曝すと変質しやすい試料に対しても、試料のサンプリングから加工(断面・薄膜)、観察までをすべて大気非曝露環境下で行うことが可能です。



図1 集束イオンビーム加工観察装置の外観

表1 集束イオンビーム加工観察装置の主な仕様

機種名	FB2200 (株式会社日立ハイテクノロジーズ製)
加速電圧	2 ～ 40 kV
最大ビーム電流	60 nA以上
走査イオン顕微鏡(SIM)像分解能	6 nm以下
倍率(ディスプレイ上)	60 ～ 300,000倍
最大試料サイズ	$\phi 18\text{mm}$ 、厚さ 12mm (ただし、雰囲気遮断試料ホルダー使用時: $\phi 15\text{mm}$ 、厚さ 3mm)
付属機構	マイクロサンプリングシステム、雰囲気遮断システム、ホルダーリンケージ

加工事例（断面加工）

本装置を用い各種アルミナ粒子の断面加工を行いました。図2はアルミナ球状粒子（粒径：約 70 μm ）、図3はアルミナ造粒焼成粉（アルミナ粉末をスプレードライにより顆粒にしたのち、焼成したもの、顆粒径：約 25 μm ）の結果です。アルミナは代表的なセラミックス材料で、硬くて脆いため加工が極めて困難な材料ですが、粒子ならびに多数の粒子から成る造粒物においても、割れることなく凹凸の少ない平滑な断面が得られています。図2(b)に示すように、アルミナ球状粒子の内部にはサブミクロンメートル以下の微小な空隙が多数見られ、一方、造粒物においては、図3(b)に示すように、内部に空間をもつ中空粒子であることが確認できます。

図4は、レーザープリンタにより一部をカラー印刷した紙（再生紙）の表面および断面加工した結果です。紙は軟質な繊維がたくさん絡みあってできており、繊維間に無数の空隙をもつ多孔質材料ですが、構造破壊を起こさず、さらに繊維構造や空隙が鮮明に確認できます。図 4(b)より、紙上にカラー印刷により付着したトナーの様子が明瞭に観察できます。

図5に、リチウムイオン電池用正極シートを断面加工した結果を示します。正極シート（集電体部分を除く）は、活物質（リチウム遷移金属酸化物）、導電助剤（カーボン）およびバインダー（樹脂）から構成された多孔質構造を有しています。本試料は、異種の元素から構成される多様な材料が混在していますが、均一な断面が作製できました。また、電極シートからの TEM/STEM 観察用薄膜試料の作製が可能であり、球面収差補正機能付走査透過電子顕微鏡（Cs-STEM）[テクニカルシート No.13004 を参照] と併用することで、電極のナノ構造解析を行うこともできます。

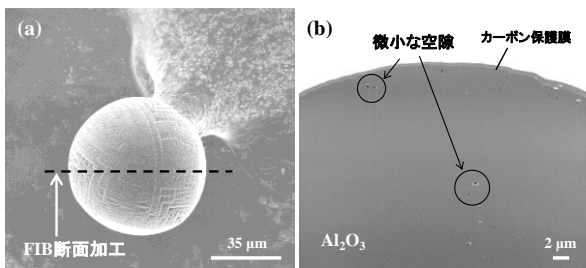


図2 アルミナ球状粒子
(a) 加工前の表面観察像(SIM 像)
(b) 加工後の断面観察像(SIM 像)

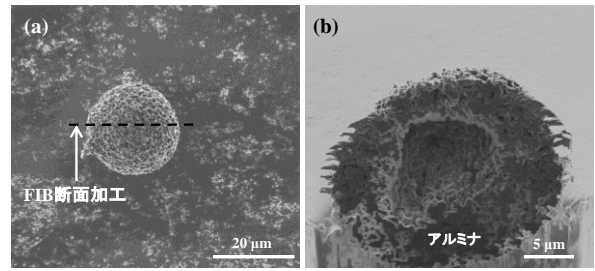


図3 アルミナ造粒焼成粉
(a) 加工前の表面観察像(SIM 像)
(b) 加工後の断面観察像(SIM 像)

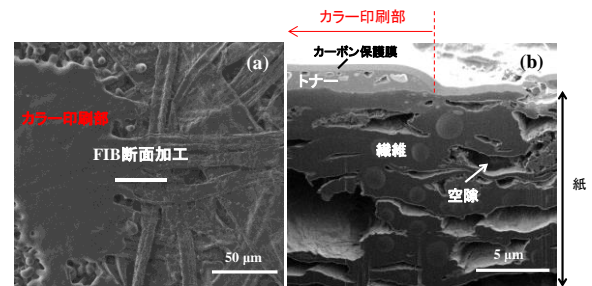


図4 一部をカラー印刷した紙
(a) 加工前の表面観察像(SIM 像)
(b) 加工後の断面観察像(SIM 像)

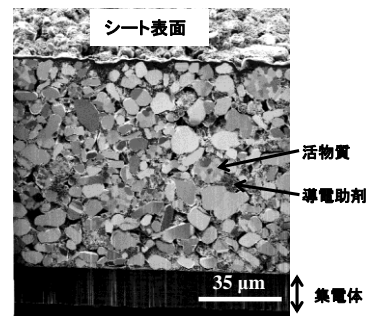


図5 電極シートの断面観察像(SIM 像)

最後に

本装置は、特定部位での断面試料を高い位置精度しかも短時間で行うことができます。また、加工対象の材料や形状についても、他の加工法と比べ適用範囲は広く、さらに今回ご紹介した断面加工だけでなく STEM/TEM 用薄膜試料を作製することも可能です。依頼試験（断面加工・薄膜試料作製）、簡易受託研究としてご利用頂けます。その他、本装置を利用した高度受託研究・共同研究のご相談にも応じます。詳細について、ご質問ご相談があれば担当職員までお問い合わせ下さい。皆様のご利用をお待ちしております。