収束イオンビーム装置を用いたTEM観察用薄膜試料作製および微細構造解析支援

Technical support for TEM sample preparation and microstructure analysis using focused ion beam equipment

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

受賞者 AWARD | 阿内 三成（九州大学）
Mitsunari Auchi (Kyushu University)

KEY WORDS
FIB-SEM (3D tomography, TEM sample preparation)
SEM (energy dispersive spectroscopy, electron backscatter diffraction)

概 要 | Overview

九州大学マテリアル先端リサーチインフラ事業では「解析」および「合成」の2つの領域を中心に支援活動を行っている。本受賞者は本事業に参画している共同利用施設「超顕微解析研究センター」の学術研究員として装置管理と利用者への支援を行っている。本発表では担当装置と収束イオンビーム装置を用いた技術支援事例を紹介する。

Advanced Research Infrastructure for Materials and Nanotechnology at Kyushu University conducts support activities primarily in the two areas of ‘analysis’ and ‘synthesis’. The recipient of this award is an academic researcher at the Ultramicroscopy Research Center, a shared-use facility involved in the project. His responsibilities include equipment management and user support. In this presentation, we introduce the equipment he is in charge of and examples of technical support using the focused ion beam.

担当装置の紹介
Introduction of equipment in charge

● FIB-SEM Hitachi MI4000L

ショットキー型の電子銃がFIB鏡筒に対して直角に配置され、ユーセントリック位置でSEMの作動距離が2mmに設定されている。これによりFIBで加工した断面をその場で垂直方向から低加速電圧で観察することが可能となる。トモグラフィーの他、冷却加工および大気非暴露での試料搬送が可能。

● FIB-SEM ThermoFisherScientific Helios 5 UX

高分解能観察が可能なショットキー型SEM鏡筒と、高速かつ高精度での加工が可能なFIB鏡筒が52度で傾斜配置されている。AutoTEMソフトウェアによってTEM観察用薄膜を自動で作製可能。また、トモグラフィー、3D-EBSD、冷却加工、大気非暴露での試料搬送が可能。さらにPythonベースのスクリプトを用いた装置の自動制御にも対応する。

● FIB-SEM ThermoFisherScientific Quanta 3D 200i

熱電子銃型のSEM鏡筒とFIB鏡筒が52度傾斜配置した汎用のFIB-SEMである。TEM試料作製やパターニングに用いる。

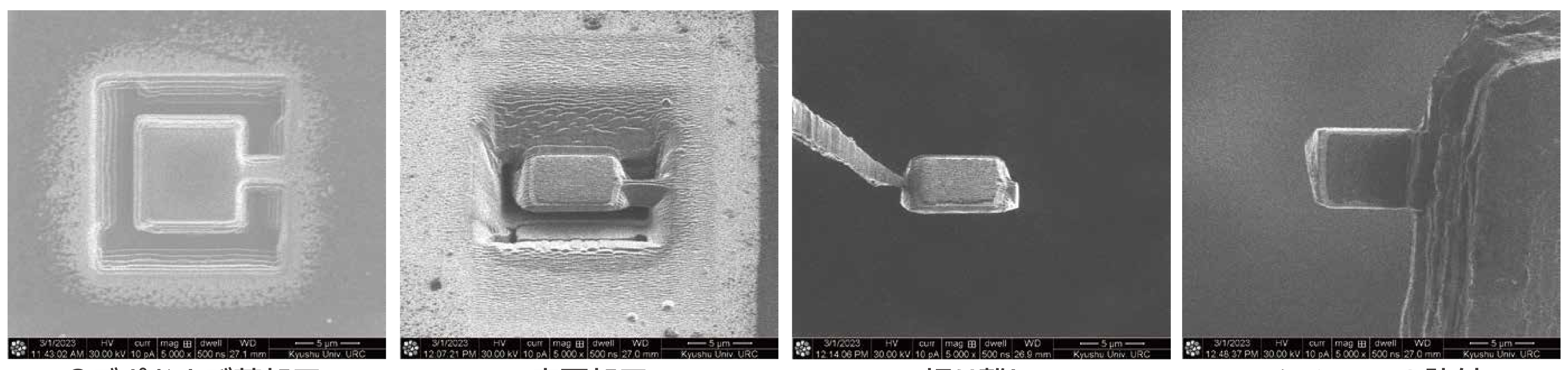
● SEM Zeiss ULTRA55

ショットキー型のSEM。EDSによる元素分析、EBSDによる結晶方位解析が可能である。また、超伝導マイクロカロリーメーターX線検出器によって高いエネルギー分解能での元素分析も可能である。

FIBによるTEM試料作製支援例
Example of TEM sample preparation support by FIB

● Plan view リフトアウト法によるナノロッド解析

基板表面から200nmの厚さの領域に形成したナノロッドの分布を広範囲で解析したいという利用者の要望があり、plan　viewでTEM試料のリフトアウトを行った。通常のcross　sectionでのリフトアウトに比べて難易度が高く、また200nmの厚さの部分に存在するナノロッドを失わないよう薄膜化する必要があった。作製した試料を元に撮影された写真は金属学会の金属写真コンクールで最優秀賞に選ばれた。
利用者:石丸学先生（九州工業大学）

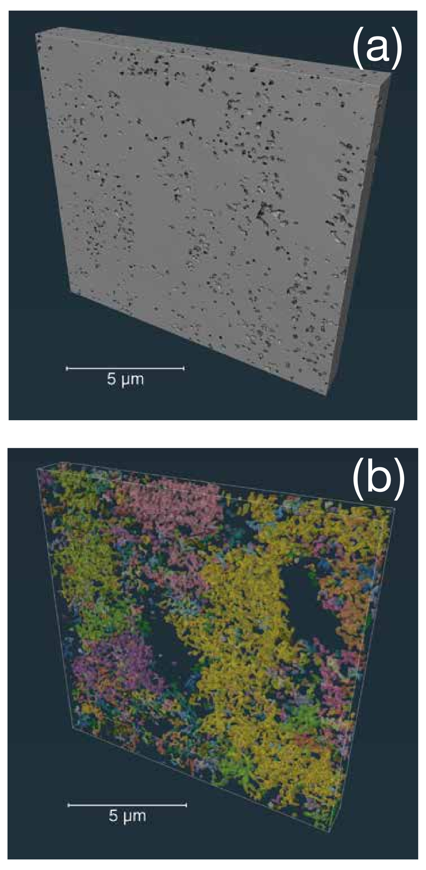


Cデポおよび荒加工 / 底面加工 / 切り離し / メッシュへの貼付

FIBによる三次元構造可視化支援例
Example of 3D structure visualization support by FIB

● $SrTiO_3$焼結体の三次元構造観察

セラミックス材料の微細構造は機械的特性、電気、熱、化学等各種物性に影響を与える。通常、セラミックス内の空孔観察はSEMを用いて行われるが、空孔の立体的な分布を調査し、特性の評価に用いるために、$SrTiO_3$のFIBトモグラフィーを行った。断面観察だけでは分からない粒成長と空孔の分散が確認できた。
利用者:中島光一先生（茨城大学）



$SrTiO_3$(a)と空孔(b)の三次元構築画像

CONTACT
阿内　三成 / Mitsunari Auchi
九州大学 / Kyushu University
URL: https://www.hvem.kyushu-u.ac.jp/

ARIM Japan