

トリプルビーム FIB による微細構造の解析事例

財団法人 神奈川科学技術アカデミー 高度計測センター 斎藤英純

1. はじめに

近年、FIB による TEM 試料作製が材料開発において重要な役割を担っている。当財団においても FIB-TEM という組み合わせに対するニーズが年々増加しており、益々高密度化する材料の解析手段として不可欠なものとなっている。さらに一歩進んだ試験分析を行うべく、最新鋭のトリプルビーム FIB を導入したのでその特徴と応用例を紹介する。

2. 機器の概要

このたび導入したのは SII ナノテクノロジー社製 XVision 200TB で、①FIB、②FE-SEM、③Ar イオンミリングの 3 機能を備えている。

加工と観察を同時に行うことで精密な厚さ制御を実現し、仕上げ用の Ar イオンミリングを併用することにより従来に比べて高品質な TEM 試料作製が可能になった。

さらに、EDS 分析装置も備えているため、観察・加工・分析の工程を 1 台で対応できるようになった。

これまでも単機能 FIB による加工後に EPMA もしくは SEM-EDS による分析というニーズはあったが、別の機器に導入した試料の解析箇所を探し出すことは非常に困難であるうえ、加工と分析を繰り返すような連続した解析を行うことができないため、事実上不可能であった。

しかし、XVision 200TB ならば同一機器内で加工から分析までの連続作業や酸化しやすい試料に対する解析を行えるため、TEM 試料作製以外においても腐食発生箇所の特特定や材料内部の構造確認など広範囲にわたる解析手段として期待できる。

3. 腐食発生箇所の解析事例

金メッキ上に確認された変色部の解析事例を示す。

図 1 は変色部からある程度離れた位置から少しずつ加工を進めていく様子を示したものである。

図 2 は変色部断面の拡大と中心部の定性分析結果である。この結果から Au メッキの下にある Ni メッキから腐食が発生しており、塩素 (Cl) が原因であることが明らかになった。

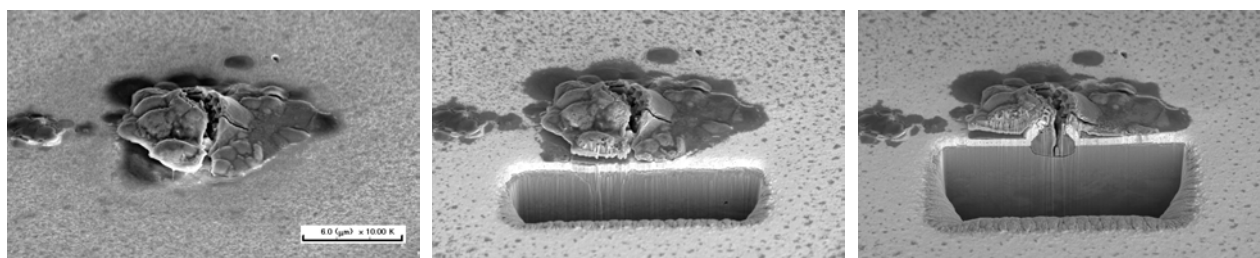


図 1 変色部付近を加工していく様子

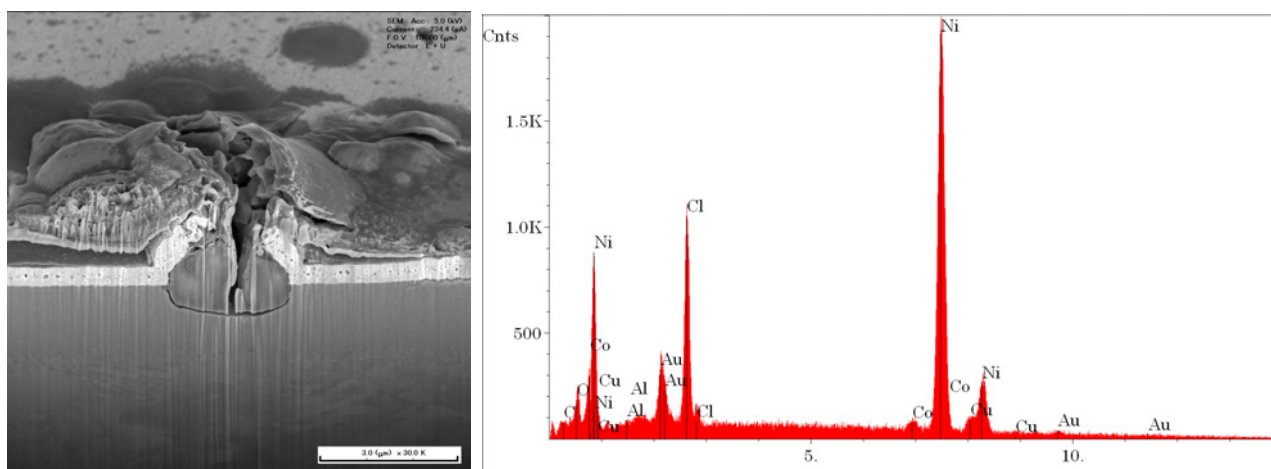


図 2 金メッキの下から発生した腐食と中心部の定性分析結果