

収束電子回折法を用いた試料加工ダメージの定量評価

○上石正樹^{※1}、佐藤香織^{※2}

^{※1} 東北大学 多元物質科学研究所技術室、^{※2} 東北大学 金属材料研究所テクニカルセンター

1. はじめに

マイクロメータサイズの微小領域から、選択的に透過型電子顕微鏡 (Transmission electron microscopy: TEM) 試料を作製する方法として、ガリウムイオン源を用いた集束イオンビーム (Focused ion beam: FIB) 装置による試料作製法が有用であることが広く知られている。しかし、FIB 装置により作製された TEM 試料は、加工ダメージによりアモルファス層と結晶性の低下した「結晶性低下層」とが生成される。アモルファス層の厚さや除去方法は、低加速の FIB 加工やアルゴンビームによるクリーニングを用いた議論がされているが^[1]、結晶性低下層に関する定量的な評価はなされていない。

本発表では収束電子回折 (Convergent-beam electron diffraction: CBED) 法を用いて結晶性低下層を定量的に評価し、試料作製条件による違いを議論する。また走査透過電子顕微鏡 (Scanning Transmission Electron Microscope: STEM)法を組み合わせた STEM - CBED 法を用いた解析結果についても報告する。

2. CBED 法、STEM - CBED 法とは

電子顕微鏡を用いた一般的な電子回折法である制限視野電子回折 (Selected-area diffraction: SAD) 法では、試料の広い領域に平行な電子線を照射し、図 1 (a) に示すようなスポット状の回折図形を得る。一方の CBED 法では、約 1 nm に収束した電子線を試料に照射し、図 1 (b) に示すようなディスク状の回折図形 (CBED 図形) を得る。このディスク内の強度分布には、試料の結晶性や対称性が反映されている。

STEM - CBED 法は、絞った電子線を試料上で走査し、各ビーム位置における CBED 図形を得る手法である。図 2 にその概略をしめす。CBED 図形を解析することで、空間的な不均一や乱れを明らかにすることができる。

3. 実験結果および解析方法

図 3 に加速電圧 100 kV で撮影した Si [110] 入射の CBED 図形を示す。それぞれ (a) FIB 30 kV 加工仕上げ、(b) 粉砕法により作成された TEM 試料を用いた。完全結晶においてこの CBED 図形は、2 回回転対称と 2 種類の鏡映対称を示す。しかし、特に (a) の矢印部において対称性が破れていることがわかる。対称性の定量的な評価には、2 回回転対称に対する Symmetry breaking index ^[2]を用いた。発表では、Symmetry breaking index の FIB の仕上げ加工に用いた加速電圧による違いやアルゴンミリング加工との差異、STEM - CBED 法による解析結果について報告する。

[1] N. Kato, *kenbikyō*, **41**, 45 (2006). など

[2] K. Tsuda and M. Tanaka, *Appl. Phys. Express* **9**, 071501 (2016)

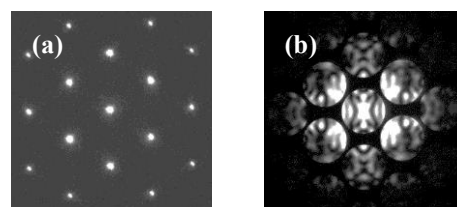


図 1 Si[110]入射 (a)SAD 図形 (b)CBED

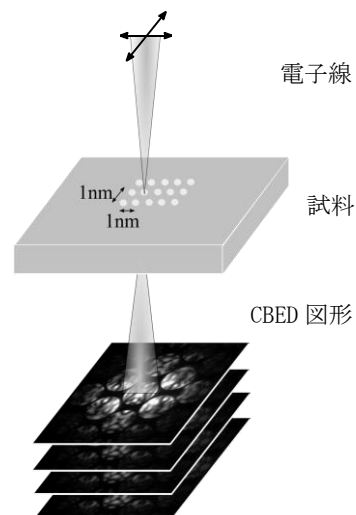


図 2 STEM - CBED 法の概略図^[2]

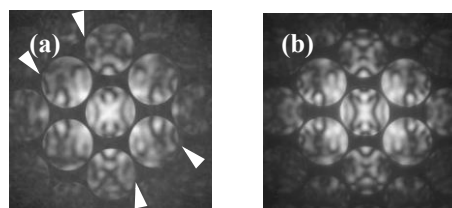


図 3 Si[110]入射 CBED 図形
(a) FIB 30kV 加工仕上げ (b) 粉砕法