

FIB による熱的影響とクライオステージの効果

○佐藤香織^{*1}、伊藤俊^{*1}、湯蓋邦夫^{*2}

^{*1} 東北大学金属材料研究所テクニカルセンターマテリアル開発技術室

^{*2} 東北大学金属材料研究所ランダム構造物質学研究部門

1. はじめに

FIB による試料加工時には、Ga イオン照射により局所的に温度が上昇するため、熱に弱い材料では熱的ダメージが顕著になる。熱的ダメージを低減するために、報告者らの運用している FIB 装置にはクライオステージが備わっており、冷却しながら加工することが出来る。

Ishitani らは計算によって FIB 試料加工時の局所の上昇温度を評価した^[1]。しかし、実際の FIB 加工時にどの程度まで試料温度が上昇するかについての知見は得られていない。金属試料では、Zn めっき部の TEM 試料作製が室温では難しいが、クライオ下で良好であることが完山らにより報告されている^[2]。発表者らは、種々金属に対するクライオステージの有効性を調べるために、融点の違う金属 4 種類、および結晶化温度を超えると結晶を析出する金属ガラス 1 種類を選んだ。FIB の主用途である TEM サンプル加工を室温およびクライオで作製し、SEM による形状と TEM による組織観察を行い、FIB による熱的影響およびクライオステージによる熱的ダメージ低減効果の有無を検証した。

2. 実験

試料は、Al (融点 660 °C)、Zn (融点 419.5 °C)、Pb (融点 327.5 °C)、低融点金属 (Sn-Bi 合金、融点 138 °C)、および、金属ガラス $Zr_{55}Cu_{30}Ni_5Al_{10}$ (結晶化温度 477 °C^[3]) を選定した。

TEM サンプルは、FEI 社製 Helios600i を用いて作成した。TEM サンプルは、グリッド貼り付けまでは室温で行った。グリッドに張り付けた試料は、室温およびクライオ (コールドトラップ温度-190 °C、ステージ温度-150 °C~-140 °C) の条件下でそれぞれ薄片化を行った。TEM 観察は、EM-002B、JEM-2000EX-IIで行った。

3. 結果

Al は、サンプル作製および TEM 観察において、室温、クライオともに違いは見られなかった。Zn、Pb、低融点金属 (Sn-Bi 合金) においては、室温での薄片化では、TEM 観察に適した厚さになる前に、試料が溶けた様な表面状態となった。TEM で観察出来る部分もあったが、転位等の結晶欠陥が観察される箇所があり、クライオと比較すると本来の組織とは異なると考えられる。

$Zr_{55}Cu_{30}Ni_5Al_{10}$ は、TEM 観察において、クライオ作製試料では均一なコントラストであったが、常温試料では、微細な黒い点が複数観察された。これは、加工時の熱により結晶化が始まっている、または研磨された試料の再付着と考えられる。

4. 考察

FIB 加工が試料に熱的影響を与えることを確認し、金属試料では局所的な上昇温度は 600 °C程度と推定する事ができた。この温度以下で熱的影響を受ける試料の TEM サンプルを作製する場合は、クライオステージを使用し FIB 加工を行う事が、熱ダメージの低減に有効だった。

参考文献

- [1] Tohru Ishitani, Hiroyasu Kaga: J. Electron Microsc., 44(1995), 331-336.
- [2] 完山正林, 村田薫: 金属, 88.11(2018), 905-910
- [3] Parijat P. Jana, Jayanta Das: Thermochimica Acta, 660(2018), 18-22

本研究は令和元年度東北大学金属材料研究所テクニカルセンター技術開発助成を受けたものである。
テクニカルセンター 技術研究報告 第 29 号 (2020 年 9 月発行) に掲載予定である。