

FIBによるTEM試料作製法 1

ピックアップ法

1. はじめに

本解説では FIB によるガラスマニピュレータによる TEM 試料作製法について紹介する。事前に素材を TEM の試料ホルダに挿入できない場合は切り出しの手に多くの時間を要する。また、試料のほとんどが失われてしまいます。そこで素材の必要な部分のみ FIB で薄膜加工、切り離し用光学顕微鏡に取り付けられたマニピュレータの先端に取り付けられたガラスプローブでピックアップしカーボンなどの支持膜上に載せるピックアップ法が現在では主流となっている。以降、ピックアップ法の具体的な手順について紹介する。

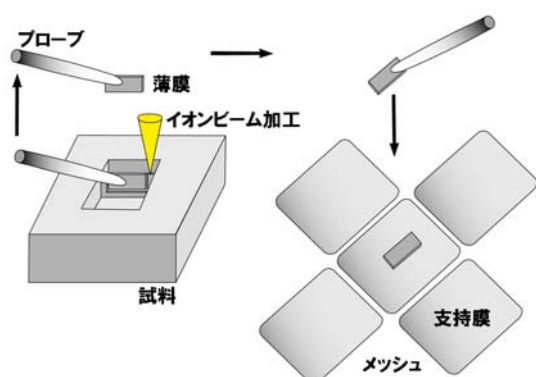


Fig. 1 ピックアップ法の概略

ピックアップ法はあらかじめ FIB で薄膜を作製、分離する。その後、試料を大気中に取り出しマニピュレータ先端のガラスプローブにより薄膜部分を取り出し、支持膜を張ったメッシュ上に搬送する。メッシュには複数枚の試料を載せることができる。

2. 具体的手順

FIB による TEM 試料作製法の一つとしてピックアップ法がある。ダイシング法と比較すると、事前の予備加工を必要としない特徴をもつ。ピックアップ法の手順の概略は次の通りである。

- ① FIB による薄膜加工 (分離加工する)。
- ② ガラスプローブの作製 (ピックアップシステム マイクロフォージ、マイクロピペット作製器)。
- ③ ピックアップ (マニピュレータ)。

ピックアップシステムは

- 1) マイクロピペット作製器: PC-10 (Fig. 2-1)
- 2) マイクロフォージ: MF-900 (Fig. 2-2)
- 3) マニピュレータ顕微鏡 (Fig. 2-3)

より構成されている。1)、2)はガラスプローブ作製のための機器であり、3)は FIB で加工された薄膜の部分をピックアップするためのマニピュレータを備えた光学顕微鏡である。



Fig. 2-1 プローブ作製装置

ガラス棒を加熱しながら引っ張り、切断する装置
写真左: 装置全体 右: ヒーター部分

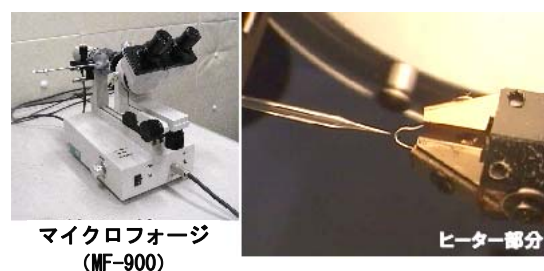


Fig. 2-2

切断されたガラス棒の先端を加熱し表面積を増やし、ガラスプローブを作る装置

写真左: 装置全体、右: ヒーター部分

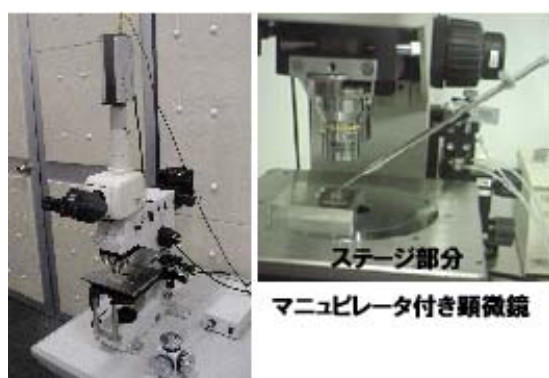


Fig. 2-3 ピックアップシステム

左はピックアップシステム全体、右はマニピュレータ部分の拡大

(1) 薄膜加工

FIBにより試料の目的位置をあらかじめ薄膜加工しておく。ピックアップ法によるTEM試料作製の場合、ダイシングなどの事前加工の必要は無いが、薄膜部分をガラスプローブによりピックアップするため、薄膜部分を母体よりあらかじめ分離しておく必要がある。次に示す方法でピックアップのための試料薄膜加工を行う。

- ① FIBチャンバに試料をセットし、希望する部分の薄膜加工を行うが、最終的に薄膜を分離するために、Fig. 2-4に示す通り膜厚が $0.5 \sim 1 \mu\text{m}$ 程度であらかじめボトムカット（試料を 60° 傾斜し、薄膜部分の底部にイオンビームにより切りこみを入れておく）する必要がある。
- ② 試料傾斜を水平に戻し、さらに加工を行い膜厚 $0.1 \mu\text{m}$ 以下まで薄膜化する(Fig. 2-5左)。
- ③ 薄膜化完了後、薄膜のサイドカット（薄膜左右両辺をイオンビームにより切りこみを入れる）を行い、試料母材から完全に切り離す(Fig. 2-5右)。その後、試料をFIBチャンバより取り出し、ピックアップシステムの光学顕微鏡のステージに移す。

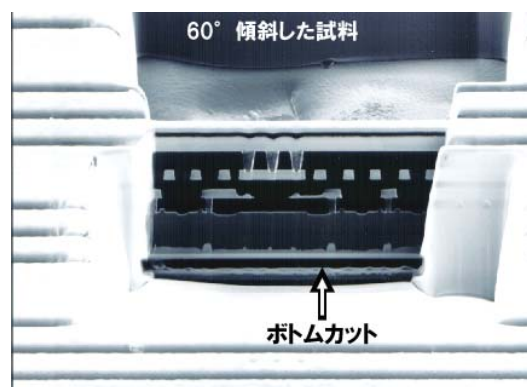


Fig. 2-4 ボトムカット

膜厚が $0.5 \sim 1 \mu\text{m}$ で試料を 60 度傾斜し、薄膜部分の底部にイオンビームにより切りこみを入れる（ボトムカット）

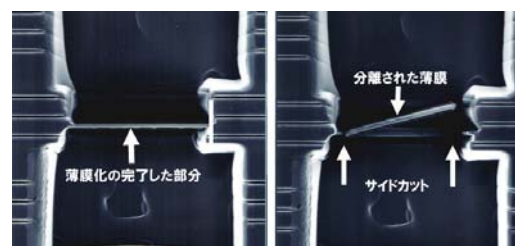


Fig. 2-5 切り離し加工

試料傾斜を水平に戻し、さらに膜厚が $0.1 \mu\text{m}$ 以下になるまで薄膜化する(左)。その後、薄膜の両辺をイオンビームによりサイドカットし、試料母材より完全分離する

(2) 薄膜のピックアップ

・プローブの作製

薄膜のピックアップを行う前に、あらかじめガラスプローブを作製しておく必要がある。次に示す手順でガラスプローブの作製を行う。

- ① 付属のガラス棒をマイクロピペット作製器(PC-10)に取り付ける(Fig. 2-6)。
- ② スタートボタン（赤いボタン）を押すとヒーターに通電され、ガラス棒が伸びる(Fig. 2-7左)。
- ③ ストップにより、ガラス棒が完全に切断される前に停止する(Fig. 2-7中)。
- ④ ストップが外れ、再度ヒーターに通電され、

JEOL Application Data Sheet

関連装置: 集束イオンビーム加工観察装置 (FIB)

ガラス棒が切断される (②~④までの動作は自動で連続に行われる)。切断されたガラス棒の先端をプローブとして用いる (Fig. 2-7 右)。

- ⑤ 切断されたガラス棒をホルダーに取り付け (Fig. 2-8, 9)、マイクロフォージ (MF-900) に取り付ける (Fig. 2-10)。この時、付属の光学顕微鏡によりヒーターの先端にガラス棒の先端をあわせる (Fig. 2-11)。
- ⑥ 光学顕微鏡を観察しながらフットスイッチでヒーターに通電し、ガラス棒の先端を丸め表面積を増やし、プローブとする (Fig. 2-12)。以上の手順により、ガラスプローブの作製が完了する。



Fig. 2-6 プローブの作製 1

付属のガラス棒を PC-10 に取り付ける

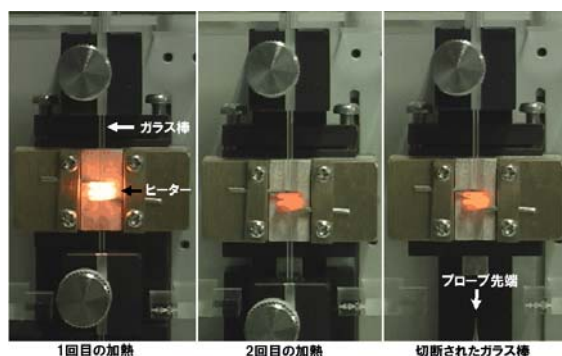


Fig. 2-7 プローブの作製 2

ヒーターに通電 (左) すると、ガラスが伸び、切断前にストップパで一旦停止する。ヒーターがガラス棒の一番細い位置に移動して再度加熱が始まる (中)。この時、ストップパは外れており、ガラス棒は切断さ

れる (右)。

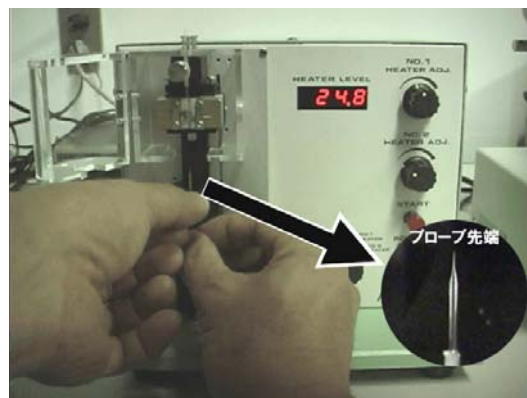


Fig. 2-8 プローブの作製 3

ガラス棒を取り外す。

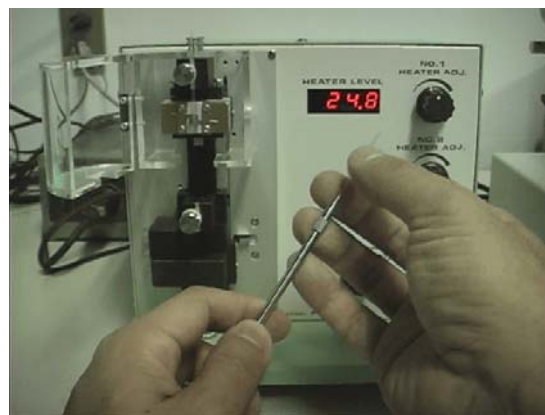


Fig. 2-9 プローブの作製 4

ガラス棒をホルダーに取り付ける。



Fig. 2-10 プローブの作製 5

MF-900 にホルダーごとガラス棒を取り付ける

Fig. 2-11 プローブの作製 6



光学顕微鏡で観察しながらガラス棒の先端とヒーターの先端を合わせる。



Fig. 2-12 プローブの作製 7

フットスイッチによりヒーターに通電し、ガラス棒の先端の表面積を増大させプローブとして使用する

・薄膜のピックアップ

前述の手順で作られたプローブをホルダーごとマニピュレータに取り付け、あらかじめFIBにより作製された薄膜部分をピックアップし、支持膜上に搬送し、TEM観察する。次に示すの手順でピックアップによる試料作製を行う。

- ① ガラスプローブをマイクロマニピュレータに取り付ける (Fig. 2-13)。
- ② ガラスプローブの先端が光学顕微鏡像の中心になるように調整する。
- ③ FIB であらかじめ加工した試料をステージにセットし、加工した場所が光学顕微鏡像の中心になるように試料位置を調整する。油圧ハ

ンドルのZ軸 (Fig. 2-14) と光学顕微鏡のフォーカス (微動) を操作し、ガラスプローブを試料の FIB 加工した位置に近づける (Fig. 2-15)。

- ④ 光学顕微鏡の倍率 500 倍で観察しながら油圧ハンドルの X, Y, Z を操作し、FIB の加工ボックスにガラスプローブの先端が入る (Fig. 2-16) ようにする (これよりガラスプローブの操作は慎重に行う)。
- ⑤ 油圧ハンドルの X を操作し、ガラスプローブを薄膜部分に接触させる (Fig. 2-17)。
- ⑥ 油圧ハンドルの Z を操作し、ガラスプローブの先端を、やや持ち上げる。ガラスプローブの先端に薄膜が接触しているのが確認できたら、さらに油圧ハンドルの Z を操作し、ガラスプローブを数センチ上へ持ち上げる。
- ⑦ ステージ上に (カーボン、コロジオンなどの支持膜を貼った) メッシュを置き、光学顕微鏡像の中心に置く (Fig. 2-18)。この操作を行うときには、ガラスプローブの先端に試料が付いているので注意が必要。
- ⑧ 光学顕微鏡を観察しながら油圧ハンドルの Z を操作し、メッシュの中心に向かってガラスプローブの先端を近づける (Fig. 2-19 左)。
- ⑨ 光学顕微鏡の倍率 500 倍で観察しながら油圧ハンドルの X, Y, Z を操作し、ガラスプローブの先端に付いている薄膜を支持膜表面に接触させる (Fig. 2-19 中)。
- ⑩ 油圧ハンドルの Z を操作し、ガラスプローブ先端をやや持ち上げる (Fig. 2-19 右)。
- ⑪ 薄膜が支持膜上に載ったことが確認できたら油圧ハンドルの Z を操作し、ガラスプローブを数センチ上へ持ち上げる。
- ⑫ メッシュをピンセットで TEM ホルダーまで搬送し、セットする (Fig. 2-20)。
- ⑬ TEM 観察を行う (Fig. 2-21)。



Fig. 2-13 ピックアップ手順 1

ガラスプローブをマニピュレータに取り付ける

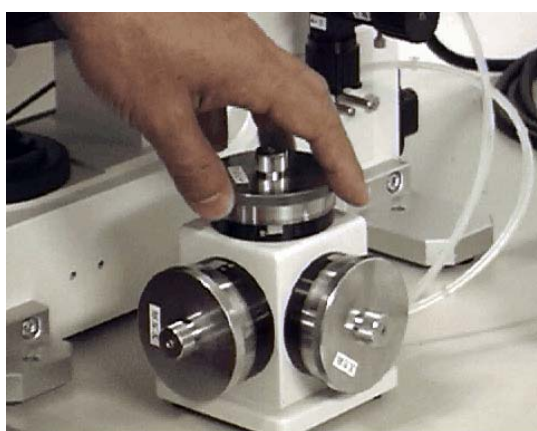


Fig. 2-14 ピックアップ手順 2

油圧ハンドルでマニピュレータを操作する

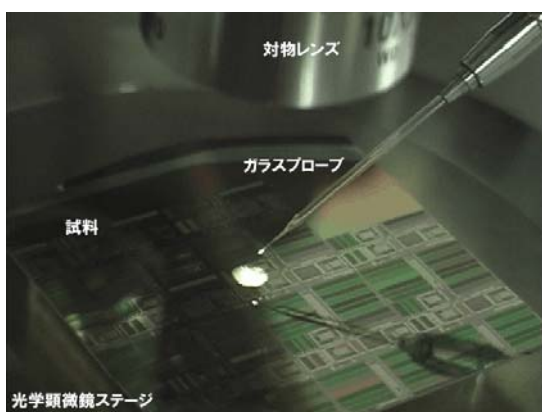


Fig. 2-15 ピックアップ手順 3

試料を光学顕微鏡のステージに置き、FIB加工した位置が光学顕微鏡像の中心にくるように調整する

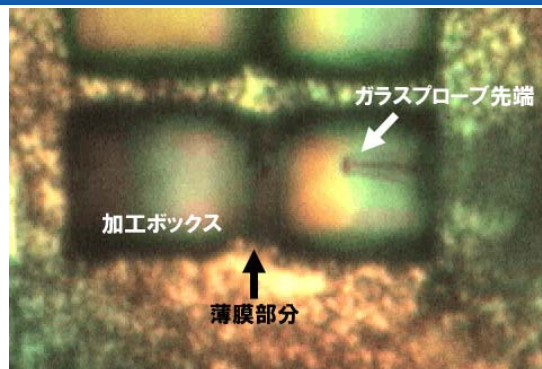


Fig. 2-16 ピックアップ手順 4

ガラスプローブの先端が加工ボックスの中に入るように油圧ハンドルで調整する

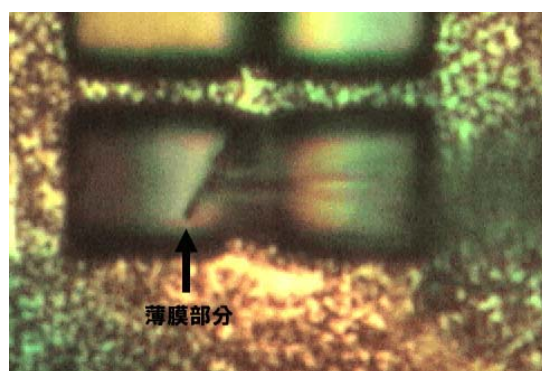


Fig. 2-17 ピックアップ手順 5

薄膜部分にガラスプローブの先端を接触させる。薄膜部分がガラスプローブに完全に付いたことを確認したら、ガラスプローブを数センチ上まで持ち上げる。

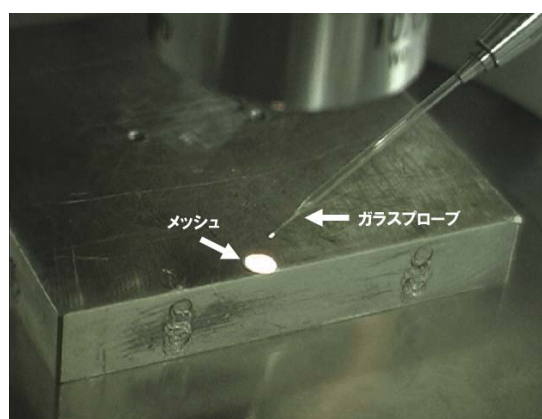


Fig. 2-18 ピックアップ手順 6

光学顕微鏡のステージに支持膜を貼ったメッシュを置く。この時、ガラスプローブの先端に試料が付いているので、誤って接触しないように注意する

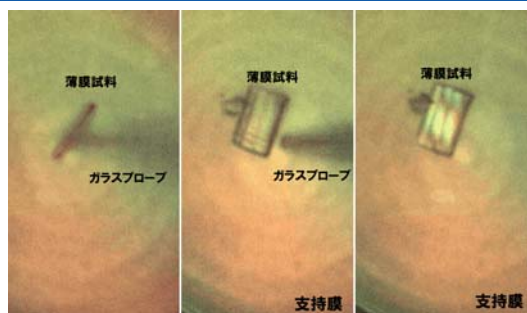


Fig. 2-19 ピックアップ手順7

油圧ハンドルを操作し、ガラスプローブの先端を支持膜に近づける(左)。薄膜部分が支持膜に接触し、ガラスプローブの先端から離れる(中)のを確認し、ガラスプローブをメッシュから離す(右)。



Fig. 2-20 ピックアップ手順8

メッシュをTEMホルダーにセットする

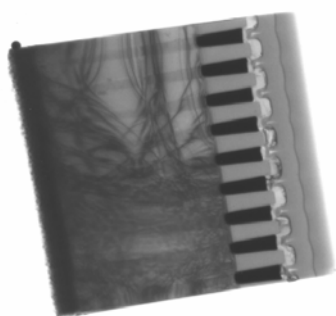


Fig. 2-21 ピックアップ手順9 (TEM 観察)

試料: タングステンピア