

アタッチメント : Cryo-FIB

1. はじめに

Cryo-SEM は Cryo チャンバに冷却ナイフを備えており、凍結された試料を真空内で切断し断面観察を可能にする SEM のアタッチメントである。しかし、冷却ナイフでは希望する部位で切断することは難しい。そこでマルチビーム(FIB と SEM が同一チャンバに備えてある)装置に Cryo システムを備え凍結状態の試料を Ga⁺イオンビームにより、正確に断面加工することが望まれる。本解説ではマルチビームシステム JIB-4601F に Gatan 製の Cryo システム ALTO2500 (Fig.1) を取り付け含水試料の断面加工および低融点材料の断面加工例を紹介し、その有効性を示す。

ALTO2500 はプレパレーションチャンバと冷却ステージの 2 つのブロックに分かれる。本装置は特にステージの冷却機構に特徴を持つ。Fig.2 に示す通り液体窒素で冷却された窒素ガスをチューブに通し、試料ステージやトラップ用フィンを冷却する。約 15 分で約 -190°C の到達温度 (Fig.3) に達する。また、温度変化に伴うステージのドリフトも熱伝導線による冷却機構に比べると非常に少ない。



Fig. 1 JIB-4601F に取り付けられた ALTO2500 の概観

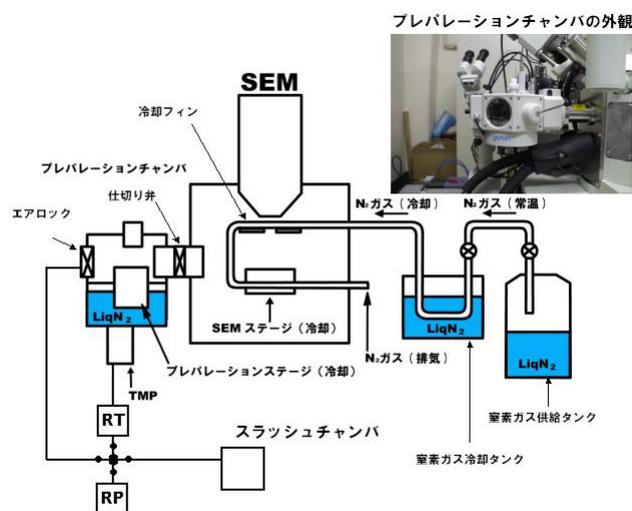


Fig. 2 ALTO2500 の概略図

ALTO2500 のブロック図を示す。液体窒素で冷却された窒素ガスにより SEM ステージと冷却フィンを低温に保つのが最大の特徴である。

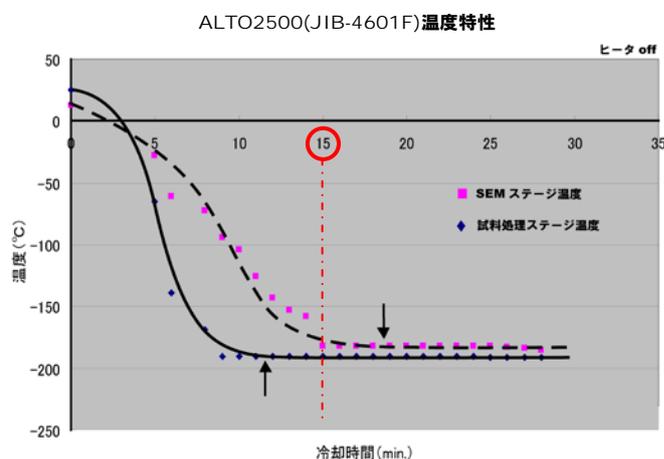


Fig. 3 冷却特性

(SEM ステージ、試料処理ステージ)

プレパレーションチャンバと SEM ステージの冷却特性のグラフを示す。本文に記載した通り、チューブ内に冷却された窒素ガスを直接流す本方式は一般的な銅の熱伝導線を用いたタイプの機構を用いた冷却ステージと違い 15 分程度で -190°C 以下まで温度を下げるができる。

2. 含水試料の低温加工

本システムを用いた凍結状態試料の断面加工例を示す。Fig.4 はサザンカの葉の気孔部分を Cryo-FIB で断面加工したときの SEM 像である。このような小さい構造を切断により断面出しするのは非常に難しいが FIB を用いると容易である。そして、このように Cryo-FIB は含水試料であっても容易に断面加工が可能であることがわかる。

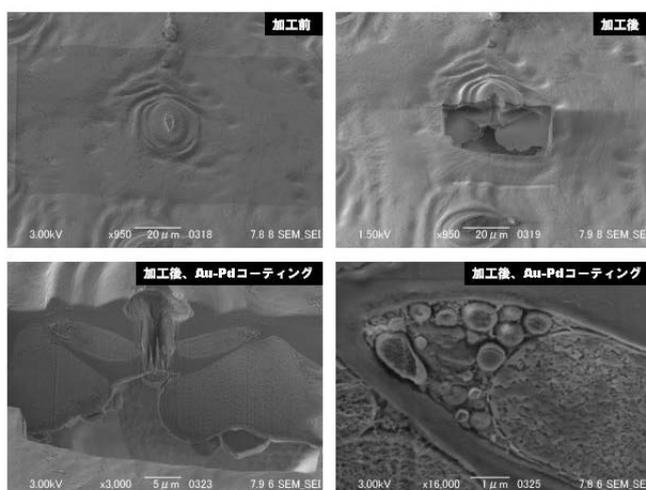


Fig. 4 サザンカの気孔の断面

サザンカの葉の気孔部分を Cryo-FIB で断面加工した結果を示す。20~30 μ m程度の気孔を冷却ナイフでの切断で断面出しすることは難しいが、FIBの加工精度では容易である。

3. 低融点材料の低温加工

ハンダのような低融点材料を常温でFIBにより断面加工するとSnとPbの界面に隙間を生じてしまう(Fig.5上)ことが知られている。このハンダをCryo-FIBで低温加工(-160 $^{\circ}$ C, -80 $^{\circ}$ Cの2段階)で断面加工するとFig.5下の2枚の写真から分るとおり、常温で見られたような隙間が存在しないことがわかる。これらの結果より常温の加工で見られるSnとPbの界面に見られる隙間は加工によるダメージと判断できる。Cryo-FIBは含水試料の断面加工のみでなく、このような加工時にダメージを伴う低融点材料の断面加工にも効果があることがわかる。

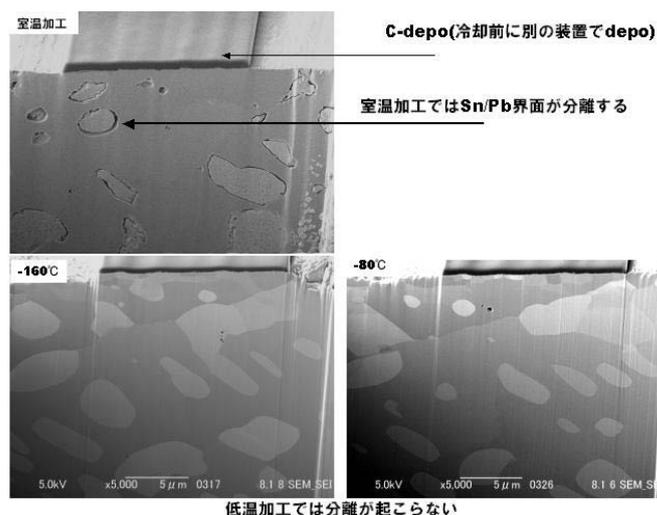


Fig. 5 ハンダの低温加工

ハンダなどの低融点合金は室温でFIB加工を行うとSnとPbの間に隙間が生じる(Fig.5上)。Cryo-FIBを用い-160 $^{\circ}$ Cで低温加工の結果、隙間が見られない事がわかった(Fig.5下左)。さらに-80 $^{\circ}$ Cでも同様の結果となった(Fig.5下右)。これらの結果から常温での加工時に見られるSnとPbの隙間は加工によるダメージであることがわかる。