

ブロードアルゴンイオンビームを用いた高分子材料の断面作製

川内 一晃, 應本 玉恵, 松島 英輝
日本電子株式会社 SM 事業ユニット

Introduction

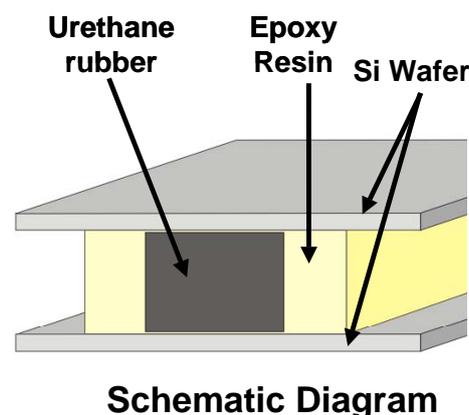
高分子材料の断面を SEM 観察する場合、マイクロトームによって断面を作製する機械的な手法が広く用いられている。しかしながら、比較的硬度が低い高分子材料ではマイクロトーム操作に高い習熟度が要求される。近年、ブロードアルゴンイオンビームを用いた試料断面の作製が提案され、様々な材料に対して有効な手法となっている[1]。この装置では高い習熟度はほとんど必要なく、かつ断面作製はほぼ自動であるため、容易に断面作製が可能である。ただし、この手法では照射によって加工時に熱が発生するため、耐熱性の低い高分子材料等では断面の作製が困難であった[2]。今回、我々はこの熱の影響を回避する手法として、試料をシリコン板に挟み、加工を行う方法を検討したので、その結果を報告する。

Experiment

試料: ウレタンゴム (耐熱性: 約 100°C)

試料作製法 (左図 サンドウィッチ法)

に示す通り、熱伝導性を向上させるため、ウレタンゴムを約 0.5mm厚に切り出し、樹脂で包埋、さらに Si の板で上下を挟む構造で接着し、Ar イオンによるエッチング加工を行った。また比較対照のため、サンドウィッチ法を使用しない通常法およびクライオマイクロトーム法で同じ試料の断面作製を行い、これらと比較した。



Instrument: What is CP?

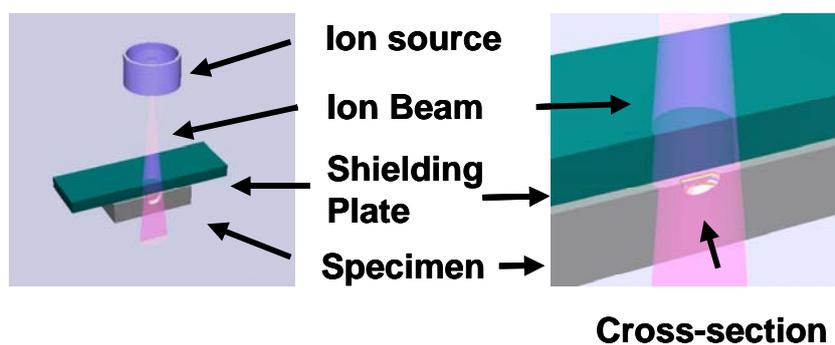
ブロードアルゴンイオンビームを用いた試料作製

～遮蔽材で整形したアルゴンイオンビームによる加工法～

試料の上にアルゴンイオンを遮るための遮蔽材を設置し、加工したい部分を遮蔽版から突出させる。イオンビームを照射すると、試料は遮蔽板から突き出た部分のみが削られ、平滑な断面が得られる。



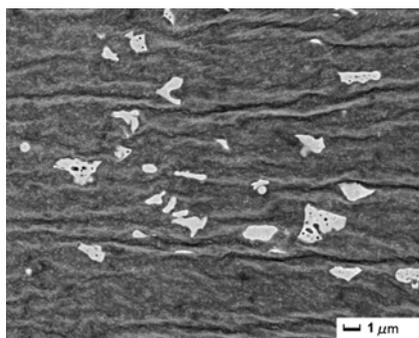
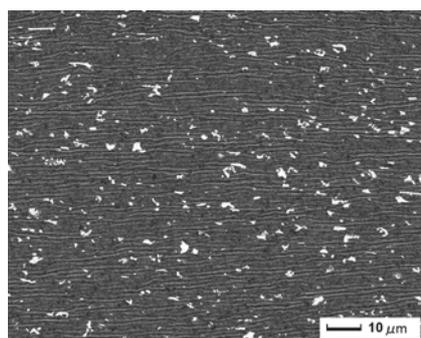
Cross-section Polisher



Schematic Diagram of CP

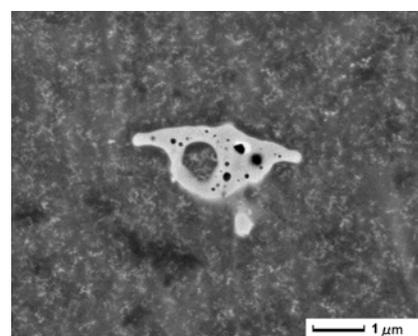
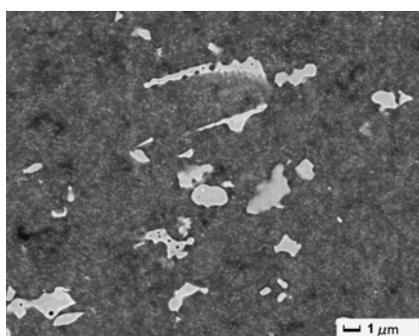
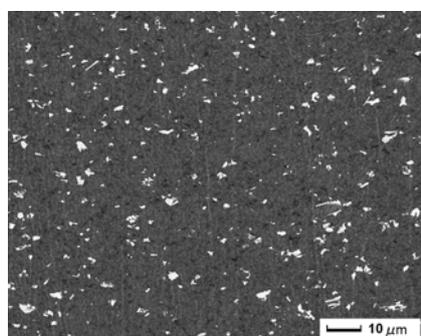
Results

CP Normal method

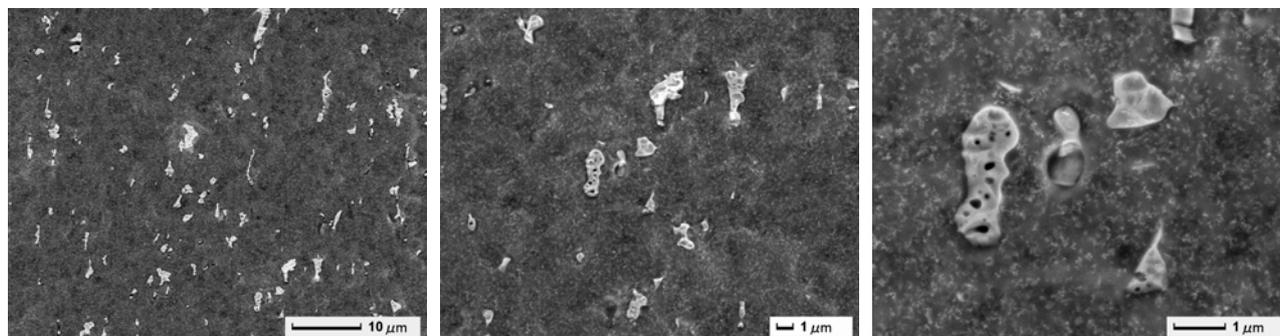


Observation conditions
Instrument : JSM-6701F
Acc. voltage : 5kV
Image: Backscattered
electron image

CP sandwich method



Cryo-microtome method



Images of Urethane rubber cross-sections with several method

通常法とサンドウィッチ法、クライオミクロトーム法の結果を上図に示す。通常法では熱の影響により試料が収縮しているが、サンドウィッチ法ではこのような収縮は見られなかった。また、クライオミクロトームの結果と同等であることから、サンドウィッチ法は耐熱性の低い試料に対し効果的であることが分かった。

Conclusions

シリコン板に試料を挟む方法により、耐熱性が低い試料でも、熱によるアーティファクトの少ない断面加工が可能であることが実証された。この手法を用いれば、高分子材料等耐熱性の低い試料での容易な断面作製が期待できる。

Reference

- [1]M.Shibata:JEOL News,[39](2004) p. 28.
 [2]間宮悟、奥井利泰、木村いくみ:高分子分析討論会講演要旨集,[11](2006)p. 47