# FIB-SEMによる三次元測定の注意点
## ～ 三次元観察編 ～

日本電子株式会社
EP事業ユニット
EPアプリケーショングループ
松島 英輝

# 目次

○ FIB-SEM による三次元観察の概略

○ FIB-SEM による三次元観察の注意点

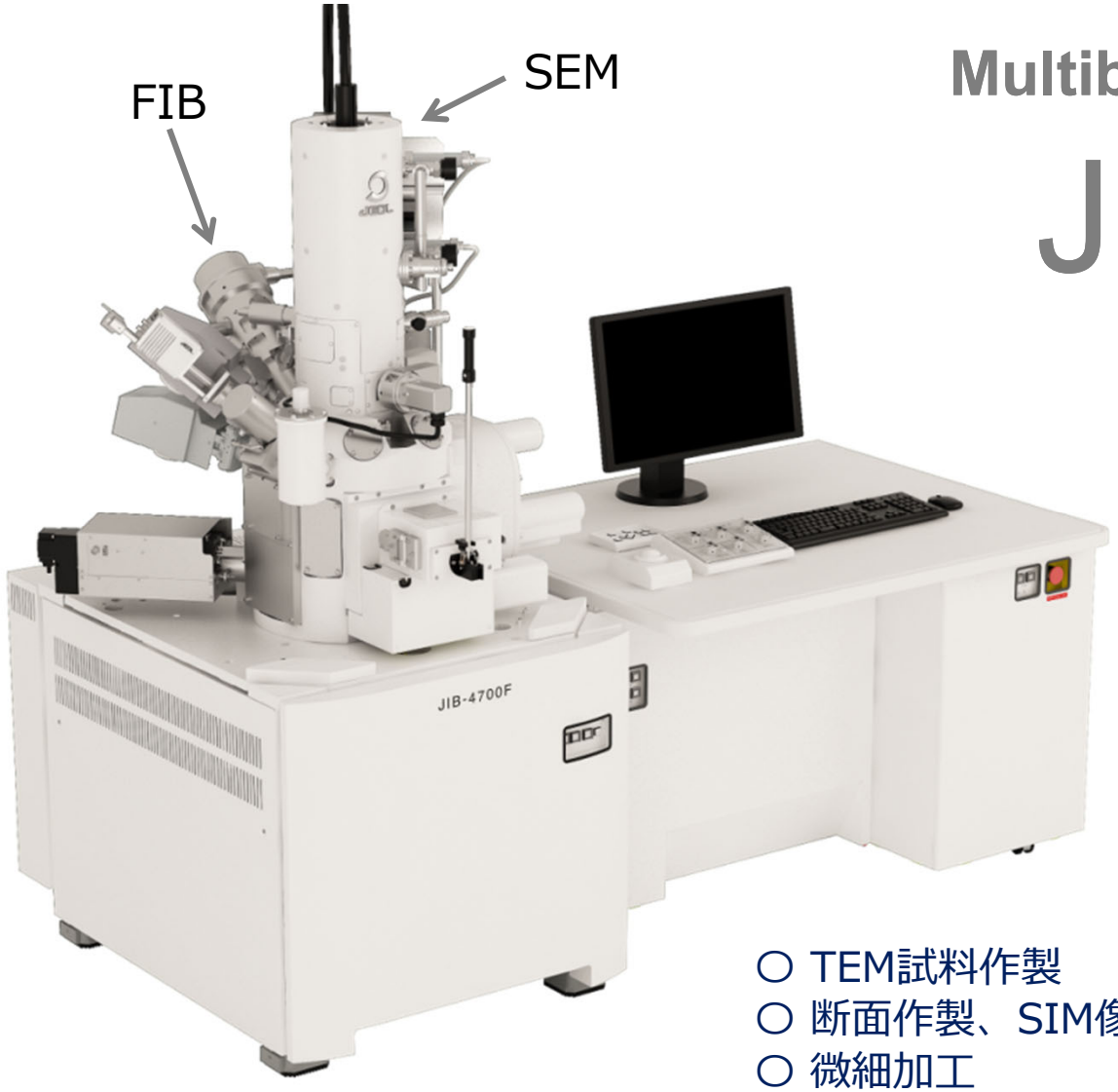
- 事前加工の注意点
- 三次元観察の注意点
  - FIB 条件
  - SEM 条件

○ FIB-SEM による三次元観察の応用例
～ 石質隕石の三次元観察 ～



Solutions for Innovation JEOL

# FIB-SEM



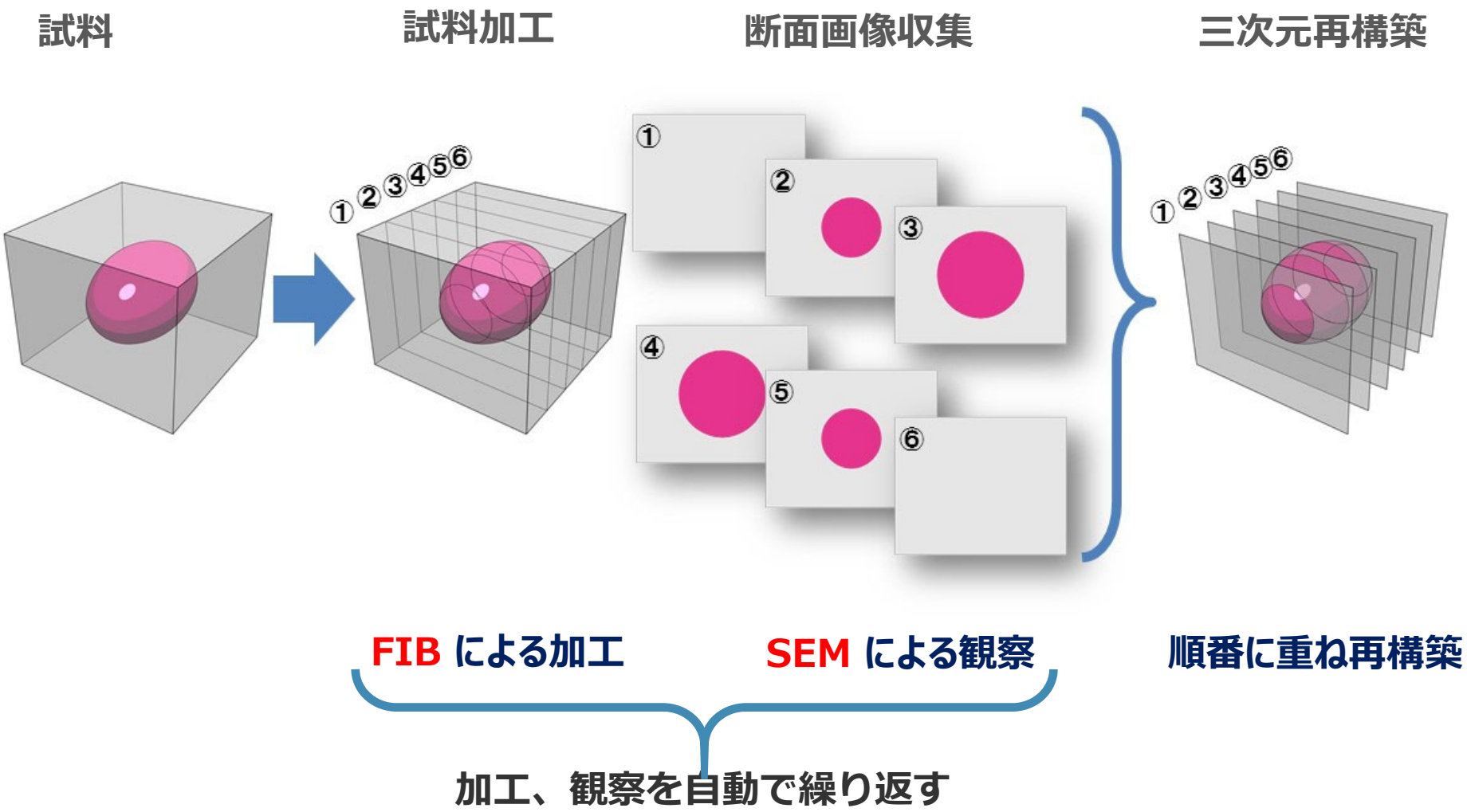

## Multibeam System

# JIB-4700F

JEOL

- ○ TEM試料作製
- ○ 断面作製、SIM像観察、SEM像観察、分析
- ○ 微細加工
- ○ 三次元観察 (Three Dimensional View(3D-View))
- ○ 三次元分析 (3D-EDS, 3D-EBSD)

# 3D-View

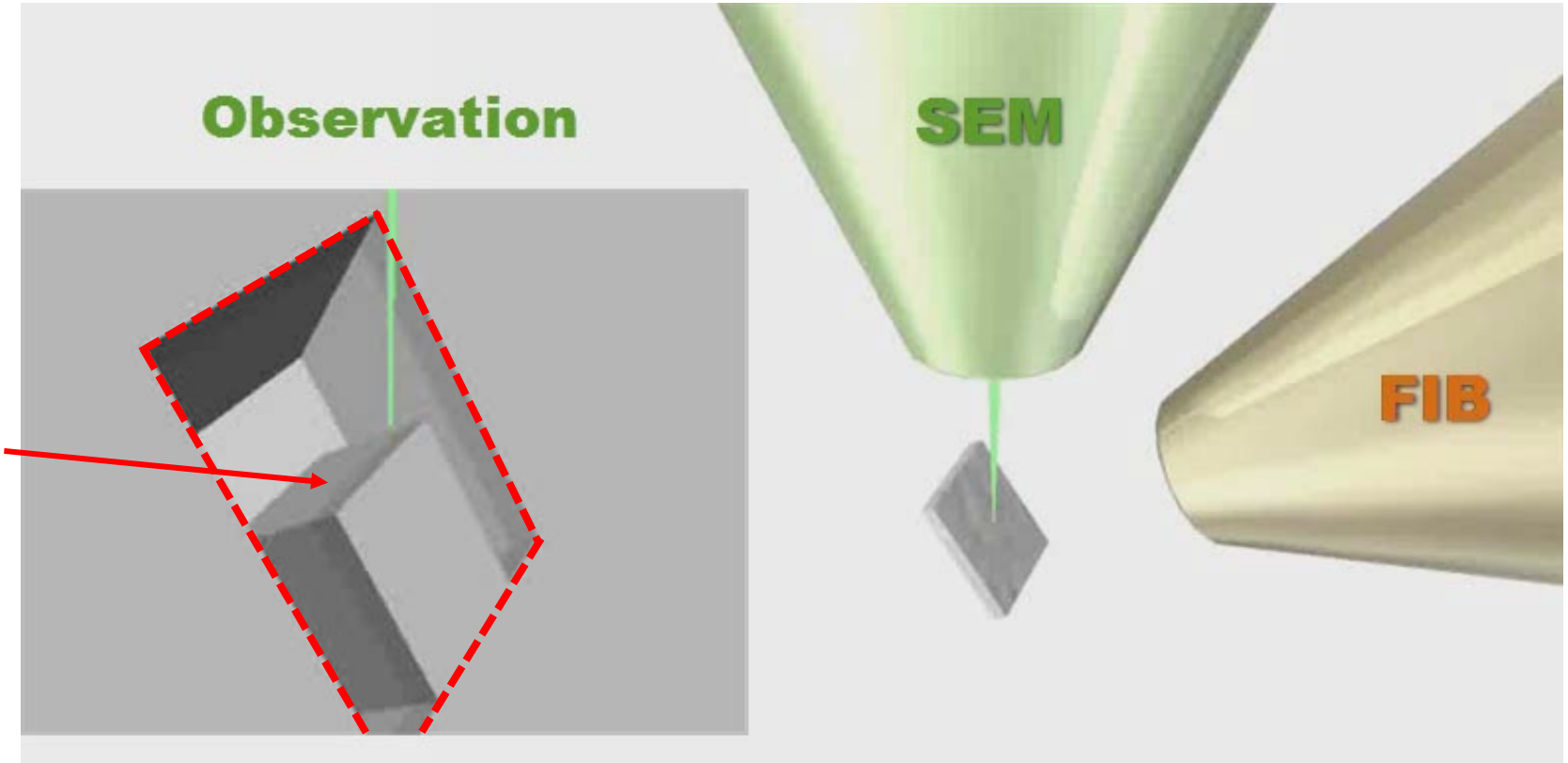





Solutions for Innovation JEOL

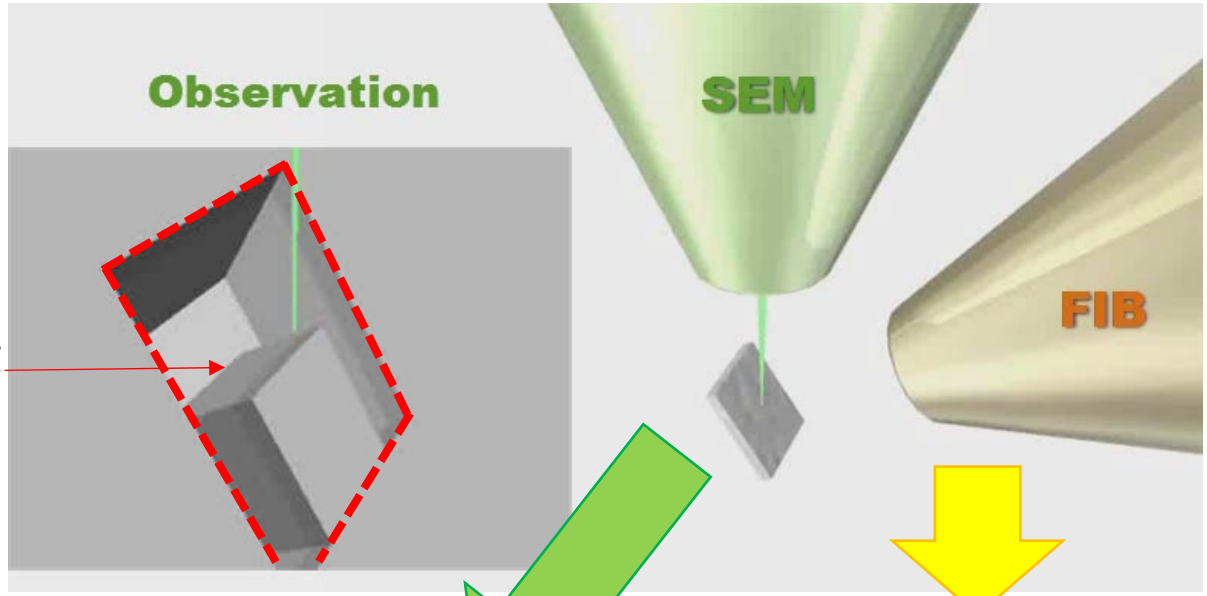
# 3D-View

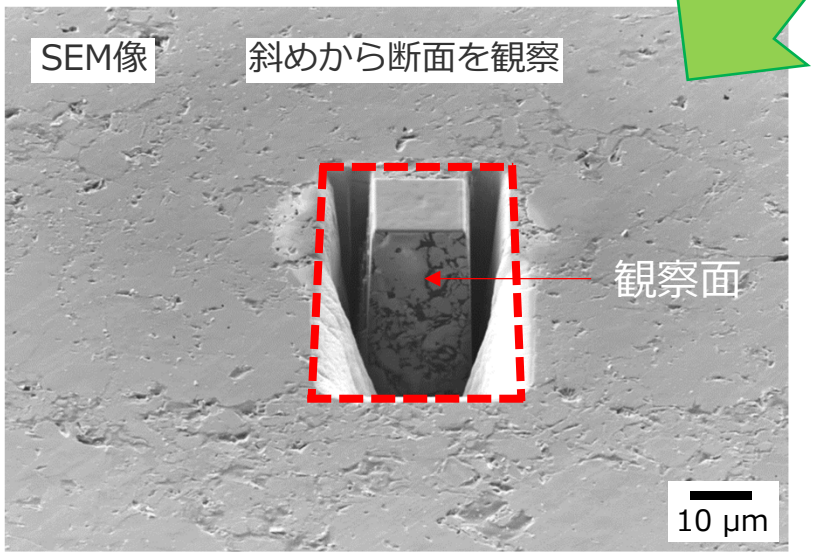
観察面

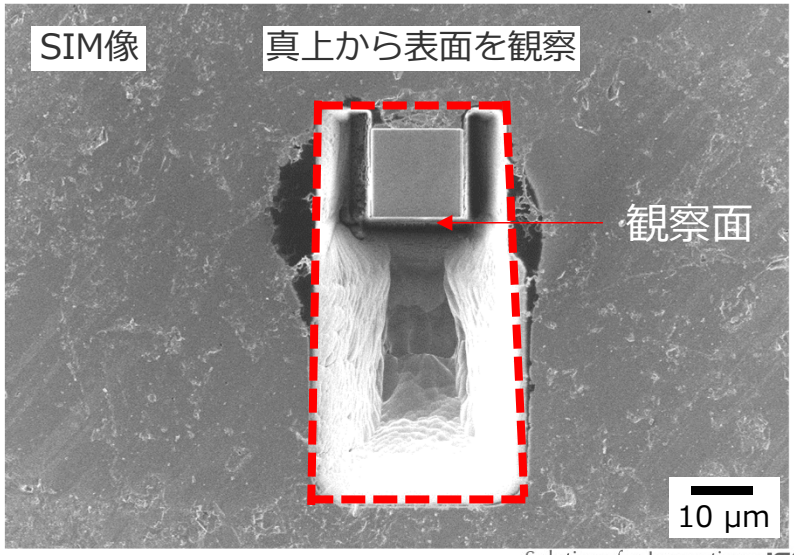



連続断面観察像（反射電子組成像）

# 3D-View の注意点
# 事前加工






Solutions for Innovation JEOL

# 目次

○ FIB-SEM による三次元観察の概略

○ FIB-SEM による三次元観察の注意点

- 事前加工の注意点
- 三次元観察の注意点
  - FIB 条件
  - SEM 条件

○ FIB-SEM による三次元観察の応用例
～ 石質隕石の三次元観察 ～



Solutions for Innovation JEOL

# 3D-View の注意点

事前加工 (測定領域の設定)

デポジション
深さの設定

3D-View 測定

○ FIB 条件

ピッチ (スライス幅)
照射イオン電流
加工条件
(加速電圧, ドーズ量)

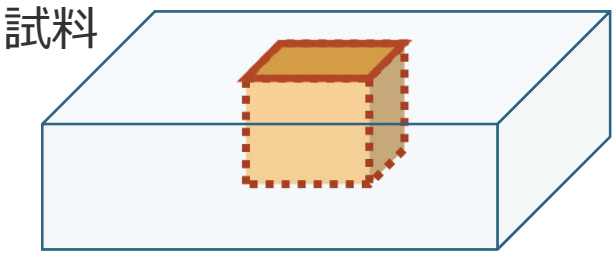
○ SEM 条件

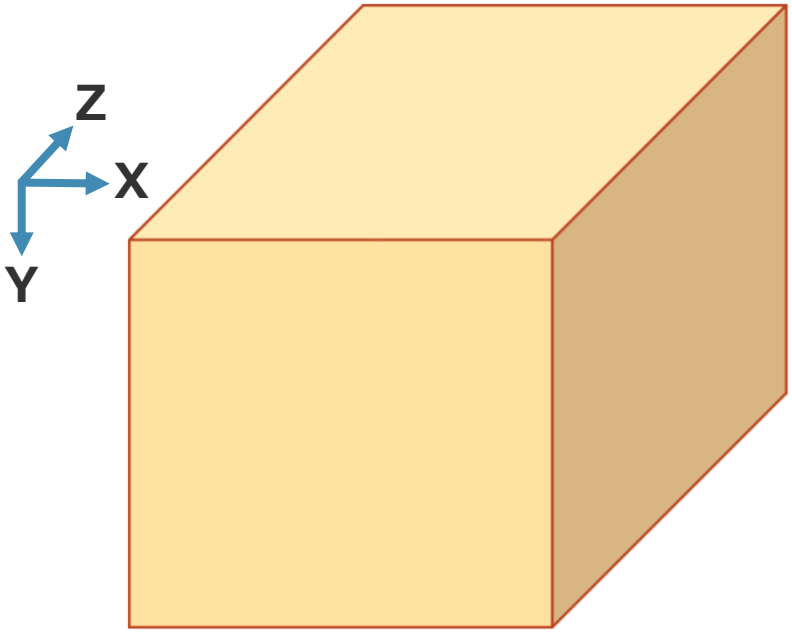
観察条件
(検出器, 加速電圧,
照射電流, 取込時間)
倍率、画素数



Solutions for Innovation JEOL

# 3D-View の注意点



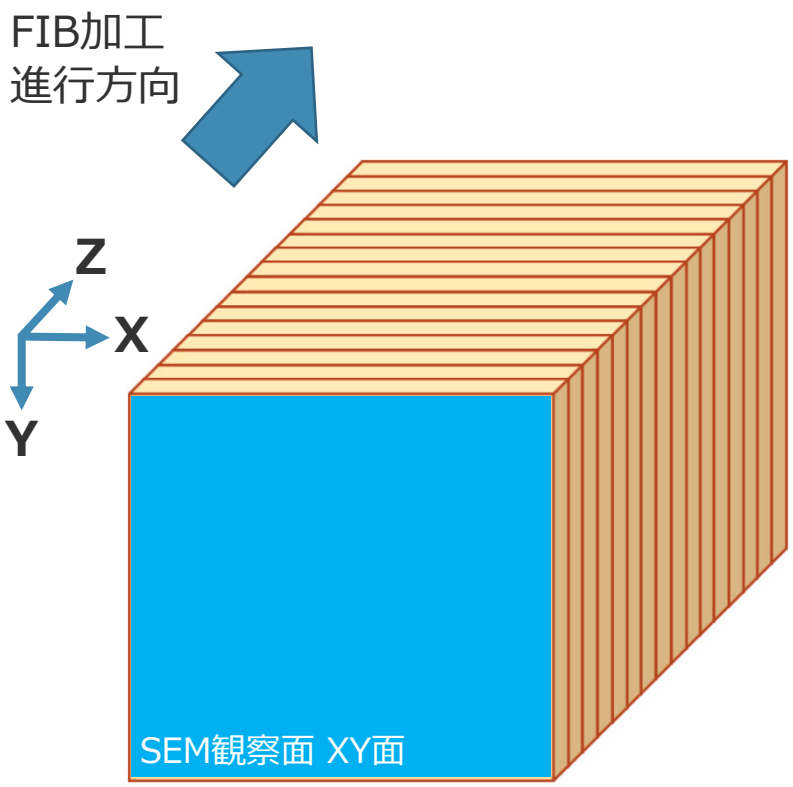




3D-View 領域



Solutions for Innovation JEOL

# 3D-View の注意点




3D-View 領域

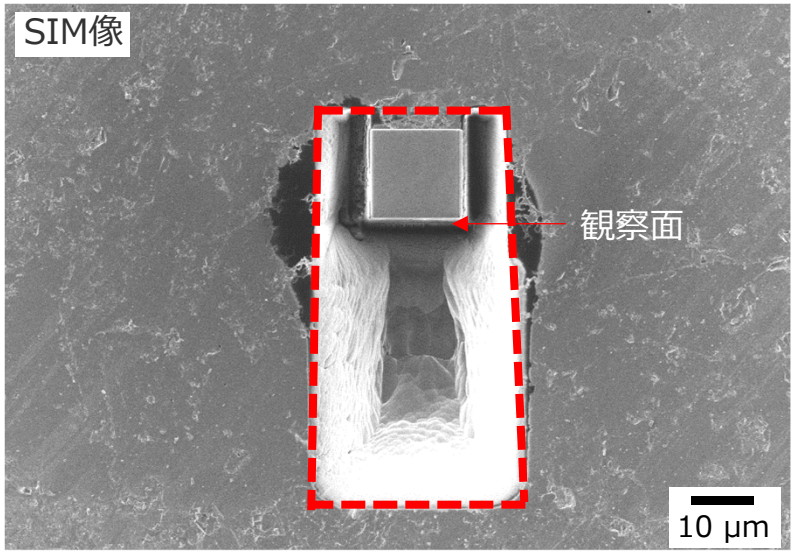


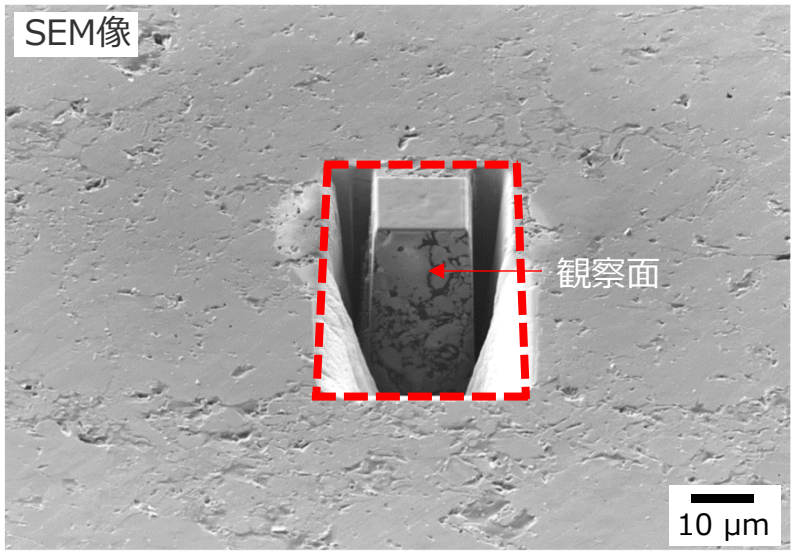
Solutions for Innovation JEOL

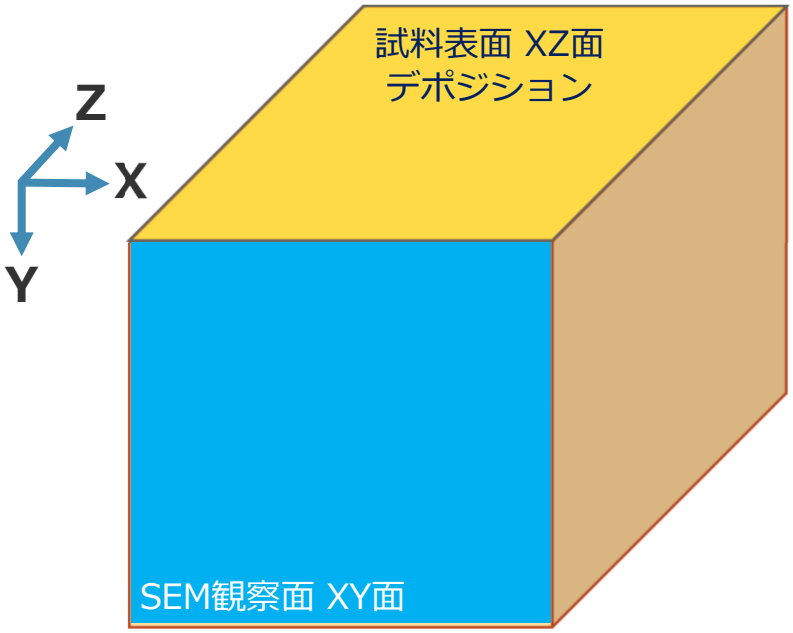
# 3D-View の注意点
# 事前加工

事前加工

試料: 隕石




3D-View 領域

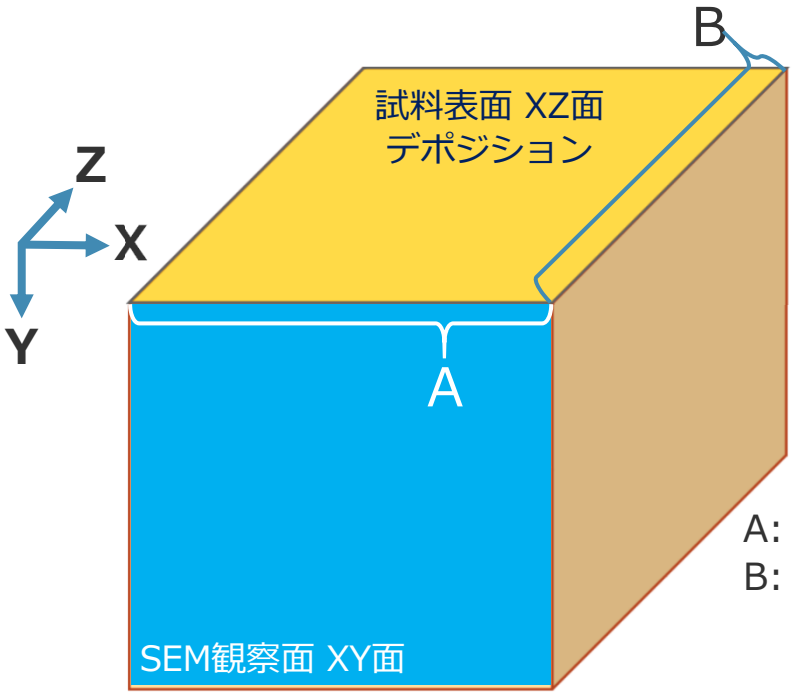


Solutions for Innovation JEOL

# 3D-View の注意点
# 事前加工 デポジション

事前加工

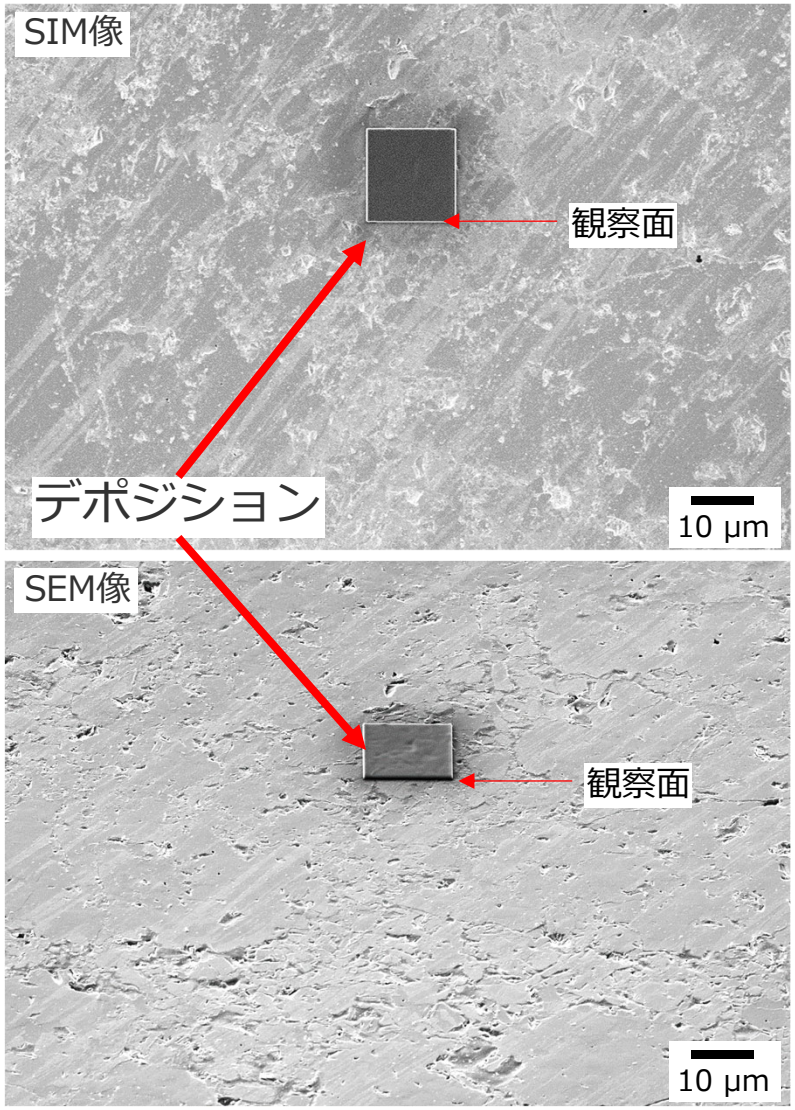
① XZ平面で測定領域 (幅 (A)と高さ (B))を設定
→ デポジションの実施




A: 加工幅
B: 加工高さ

3D-View 領域

試料: 隕石

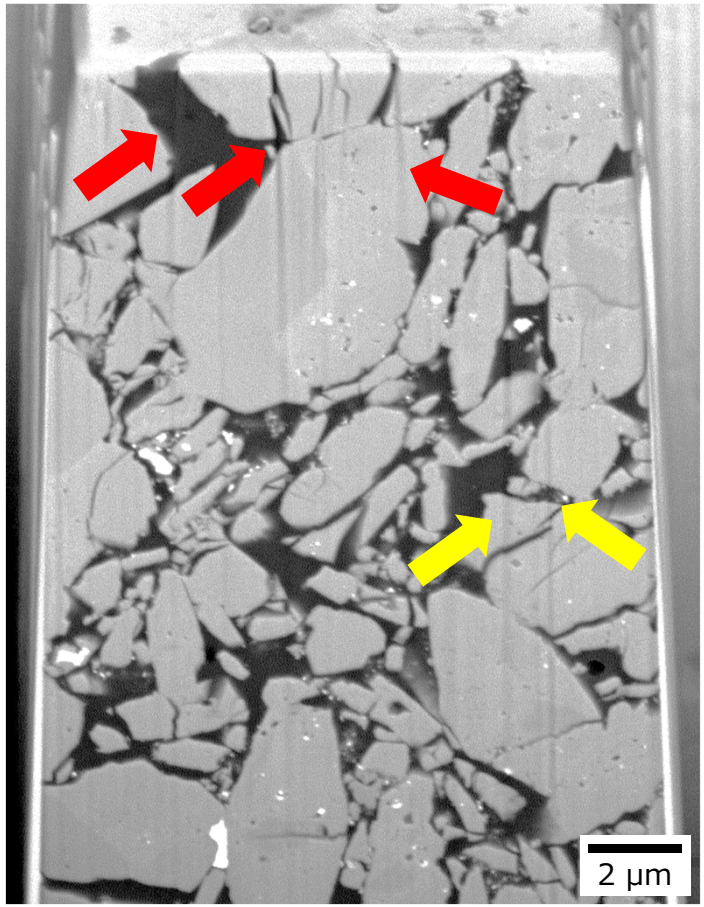





Solutions for Innovation JEOL

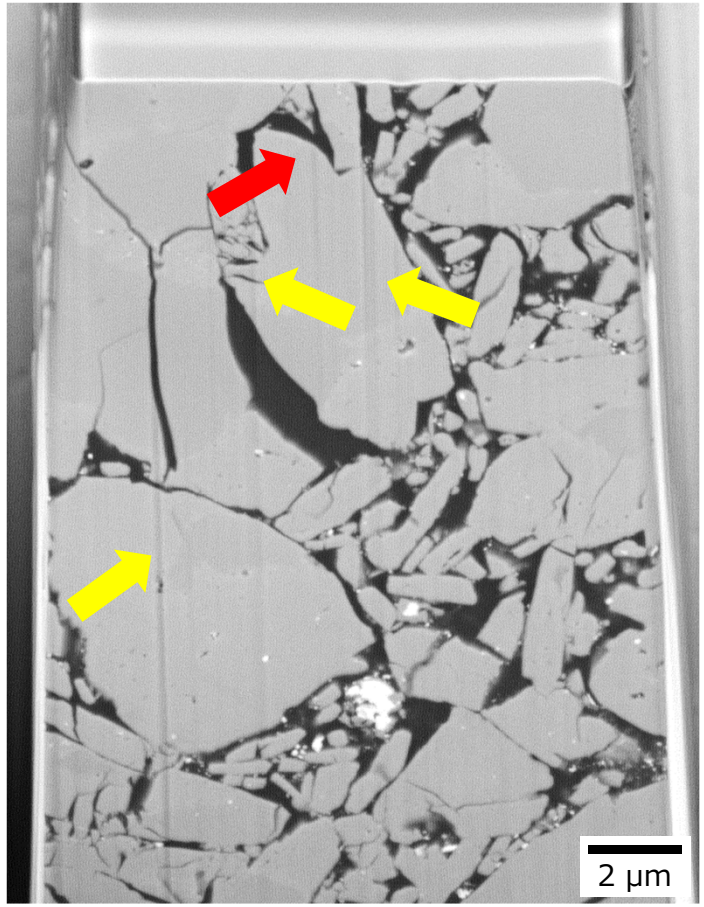
# 3D-View の注意点
# 事前加工 デポジション

試料: 隕石




デポジション無 50枚目
反射電子像

加工条件
加速電圧: 30 kV
照射電流: 10 nA
ドーズ: 30 nC/μm$^2$
ピッチ: 100 nm




デポジション有 50枚目
反射電子像



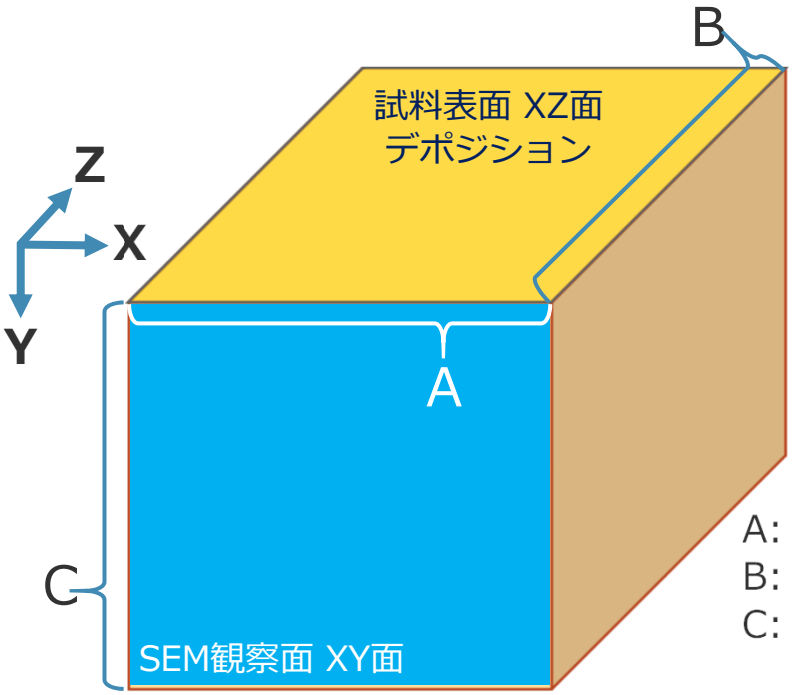
Solutions for Innovation JEOL

# 3D-View の注意点
# 事前加工 深さの設定

事前加工

① XZ平面で測定領域 (幅 (A)と高さ (B))を設定
→ デポジションの実施

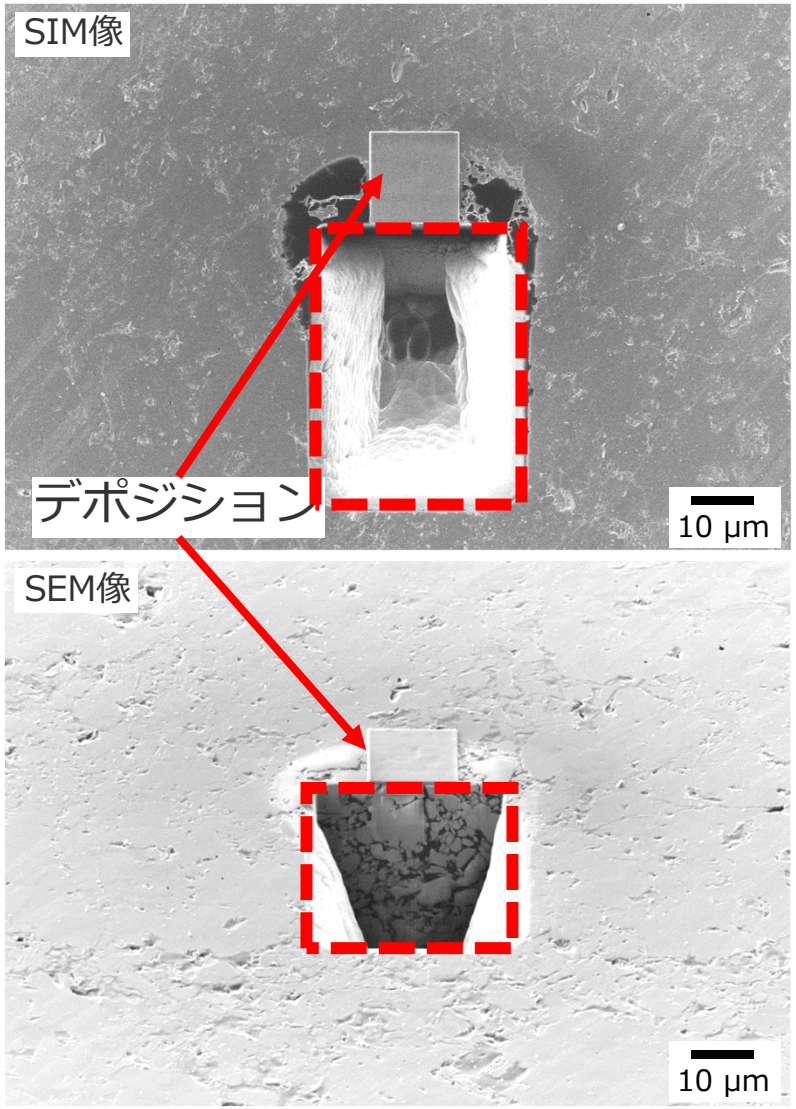
② SEM観察面 (XY面), 深さ (C) を設定
→ 周囲の加工




A: 加工幅
B: 加工高さ
C: 加工深さ

3D-View 領域

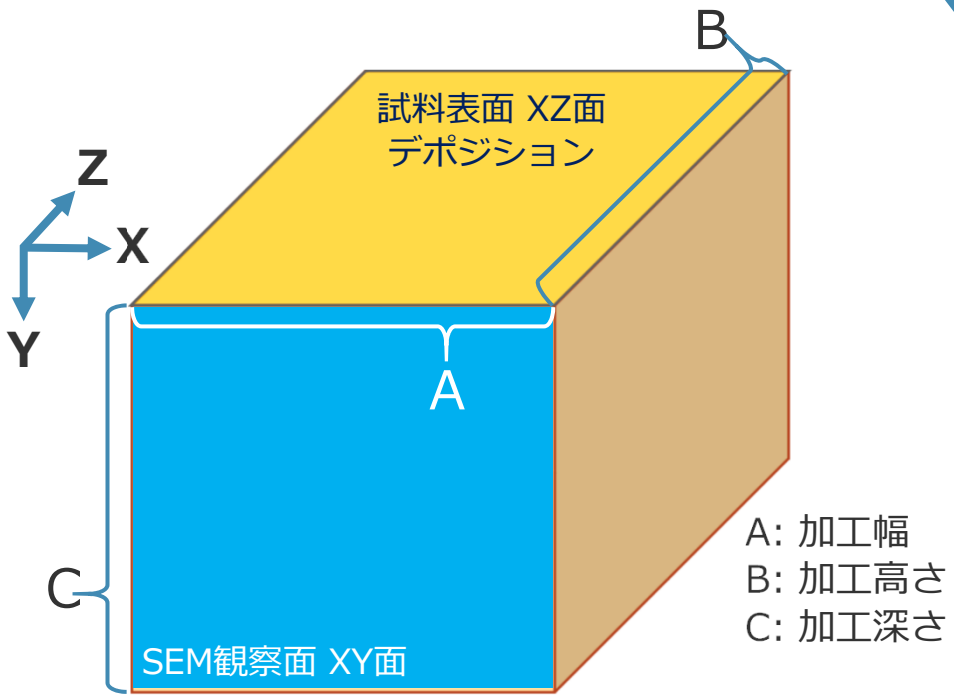
試料: 隕石

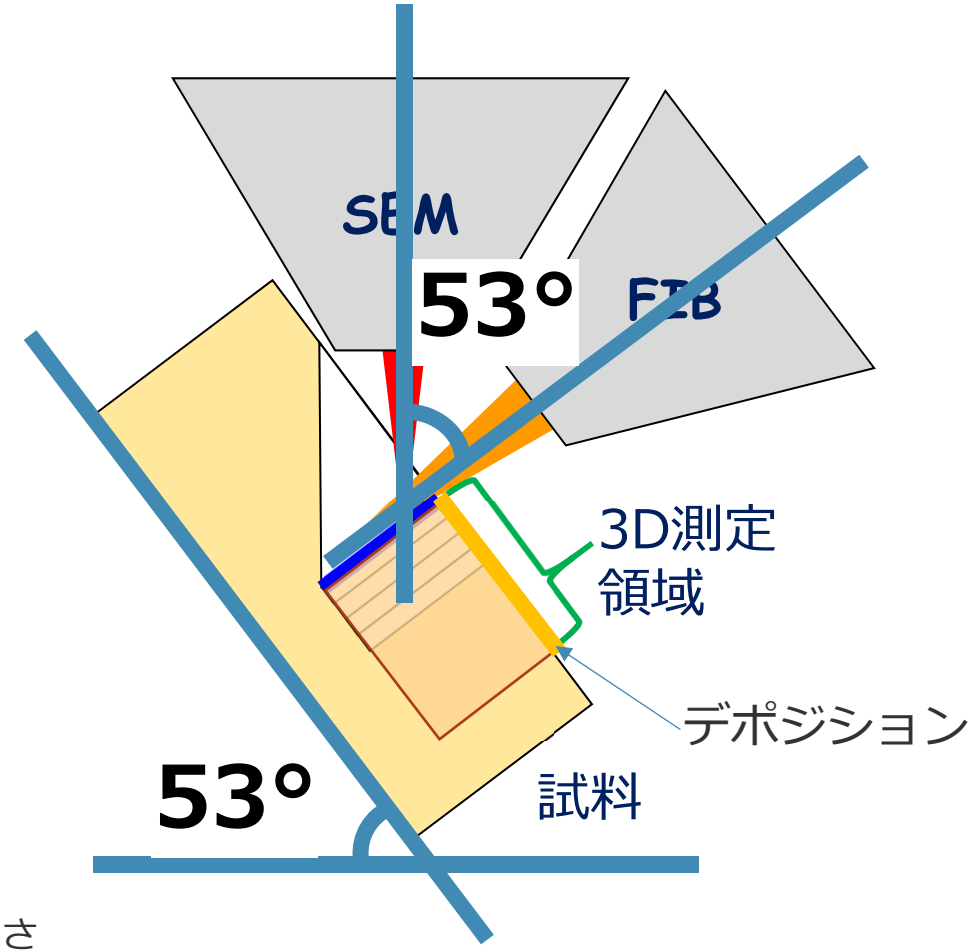





Solutions for Innovation JEOL

# 3D-View の注意点
# 事前加工 深さの設定

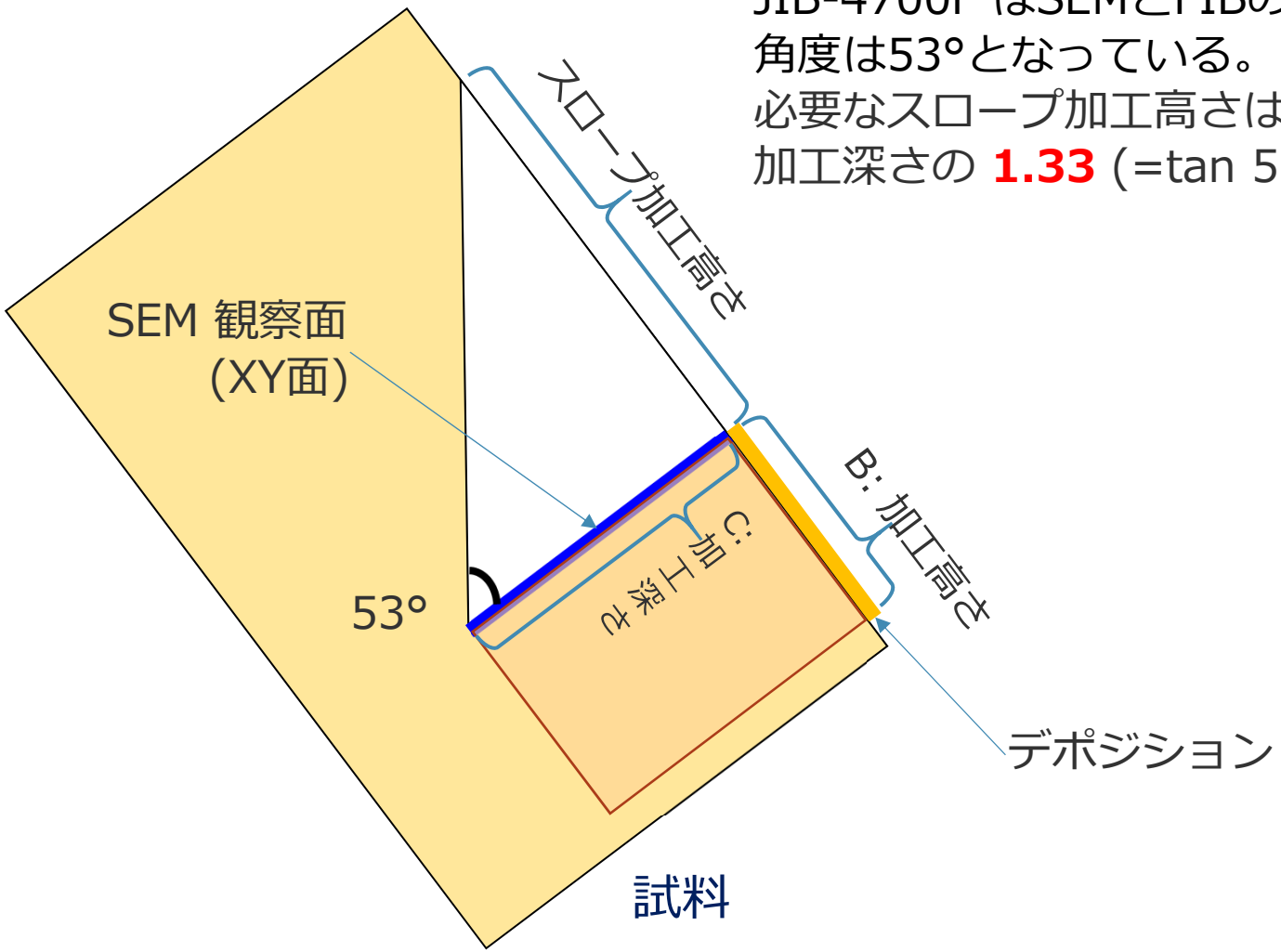



測定領域を真横から見た図

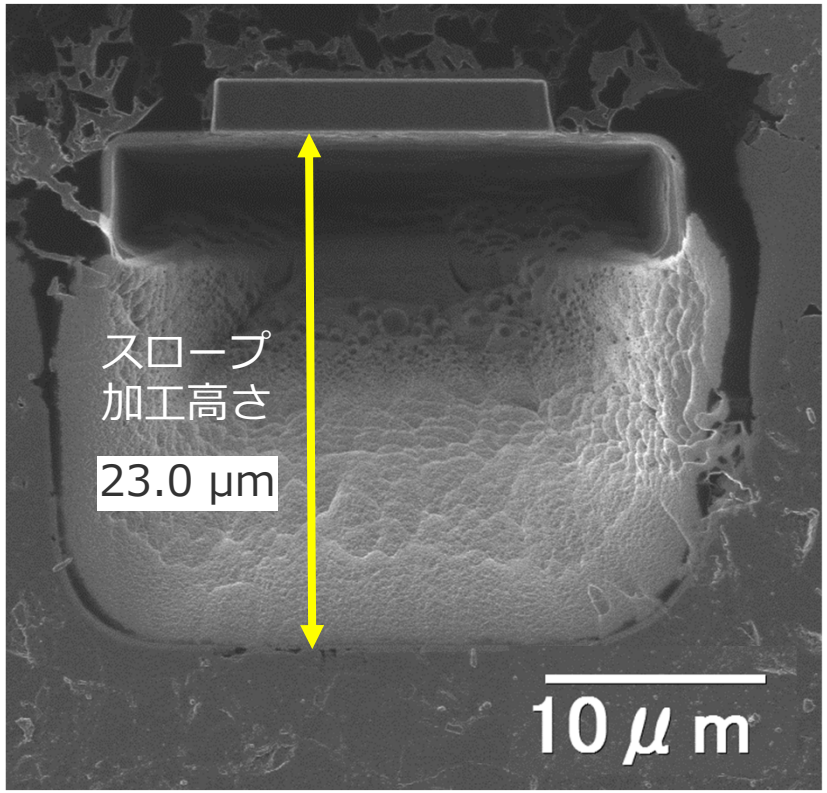
# 3D-View の注意点
# 事前加工 深さの設定

JIB-4700F はSEMとFIBの鏡筒の
角度は53°となっている。
必要なスロープ加工高さは
加工深さの **1.33** (=tan 53°) 倍必要

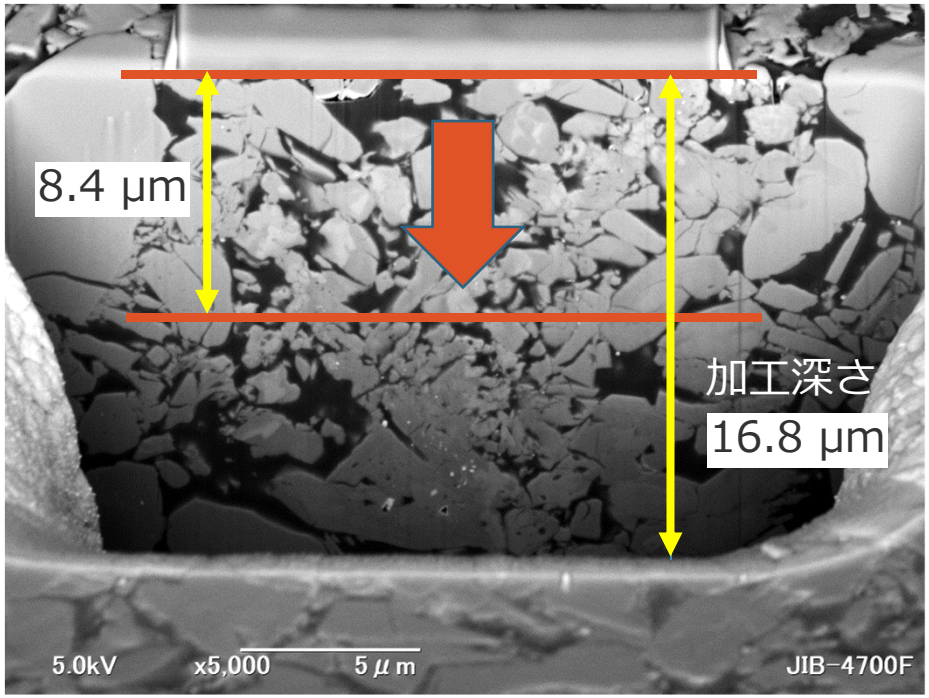


# 3D-View の注意点
# 事前加工 深さの設定

試料: 隕石




SIM像

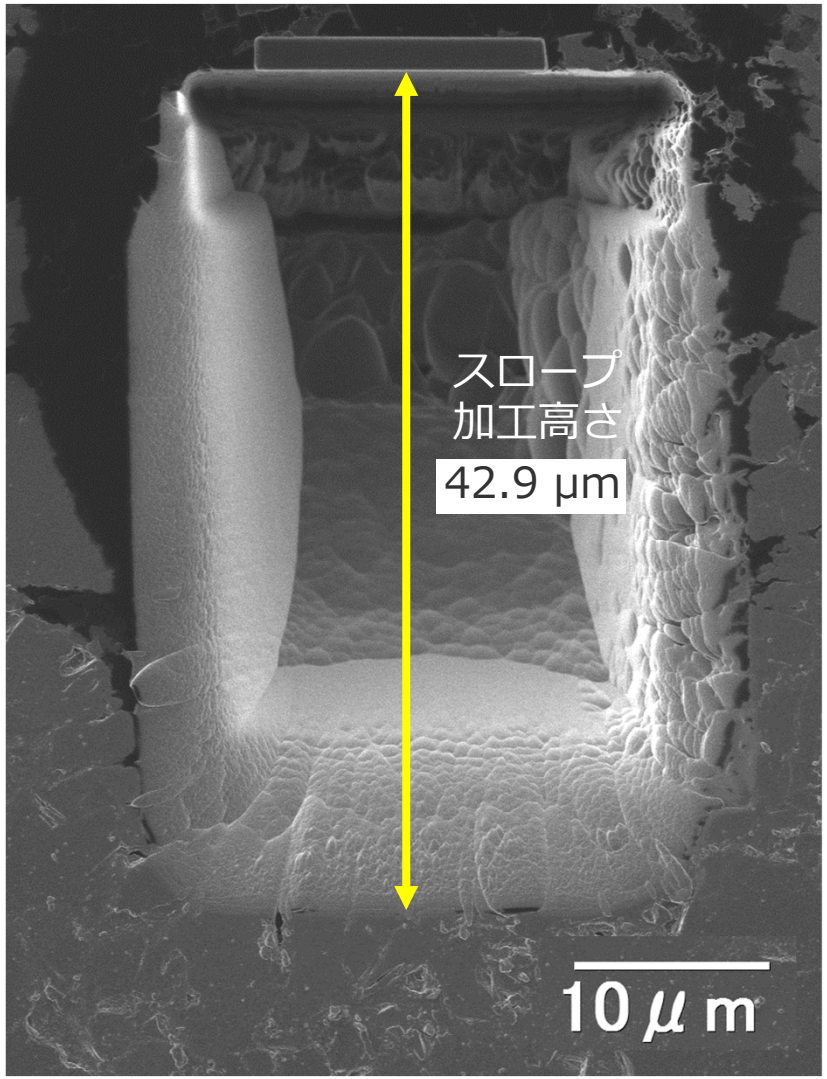



反射電子像

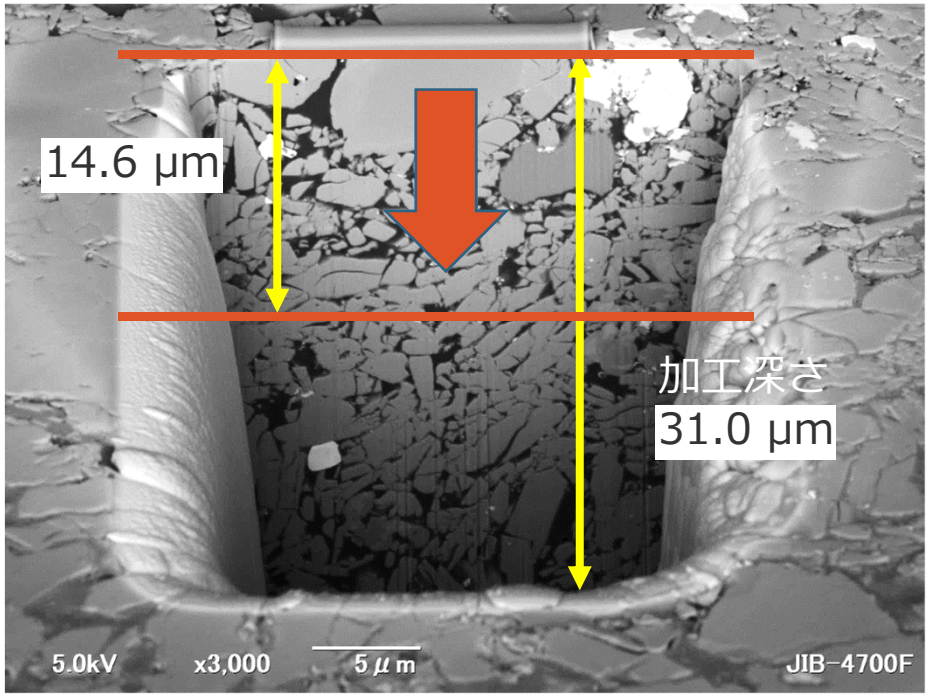


Solutions for Innovation JEOL

# 3D-View の注意点
# 事前加工 深さの設定




SIM像




反射電子像

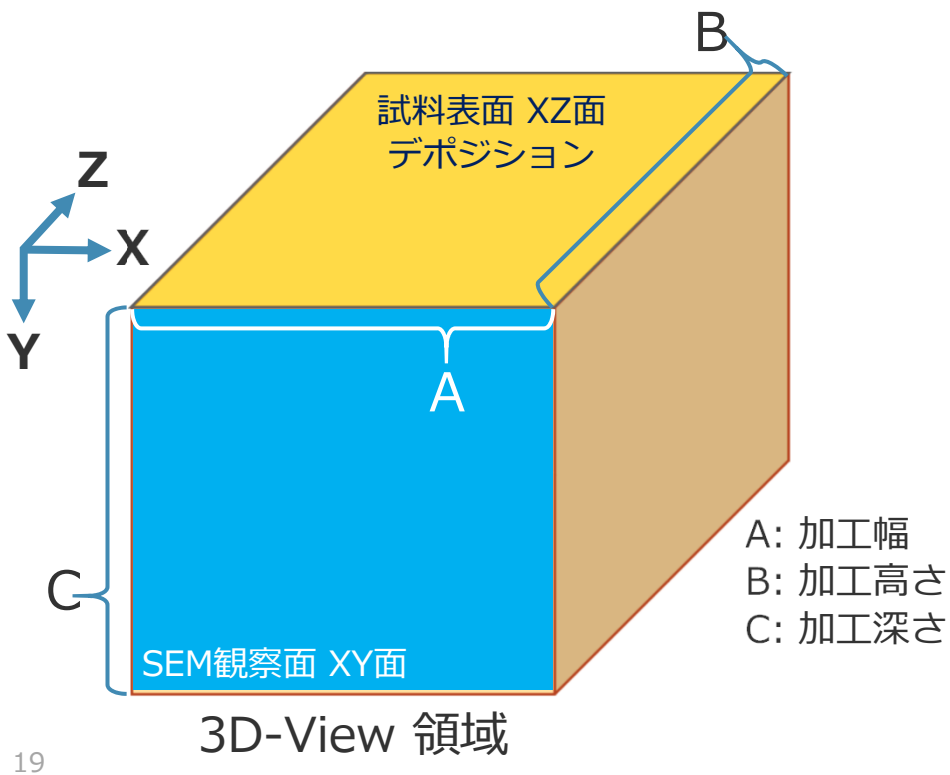
再構築に必要な深さに対して
必要な加工深さは2倍以上、
スロープ加工高さは3倍以上が必要



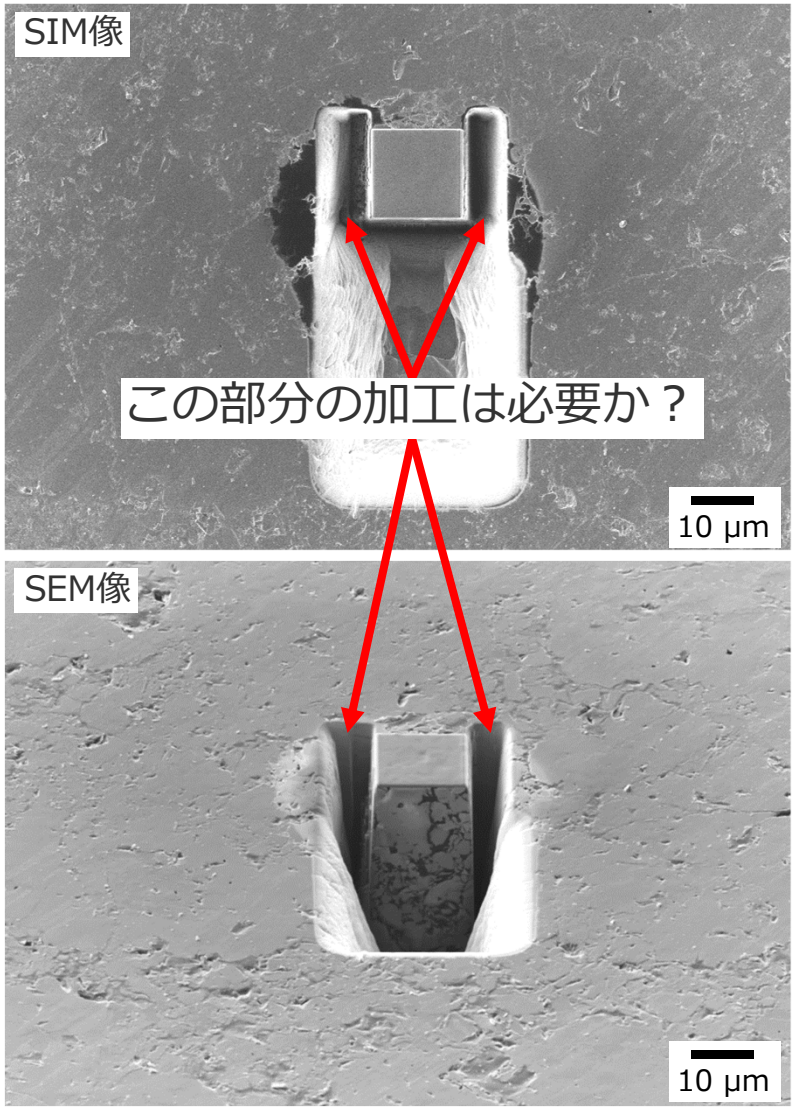
Solutions for Innovation JEOL

# 3D-View の注意点
# 事前加工

事前加工




試料: 隕石





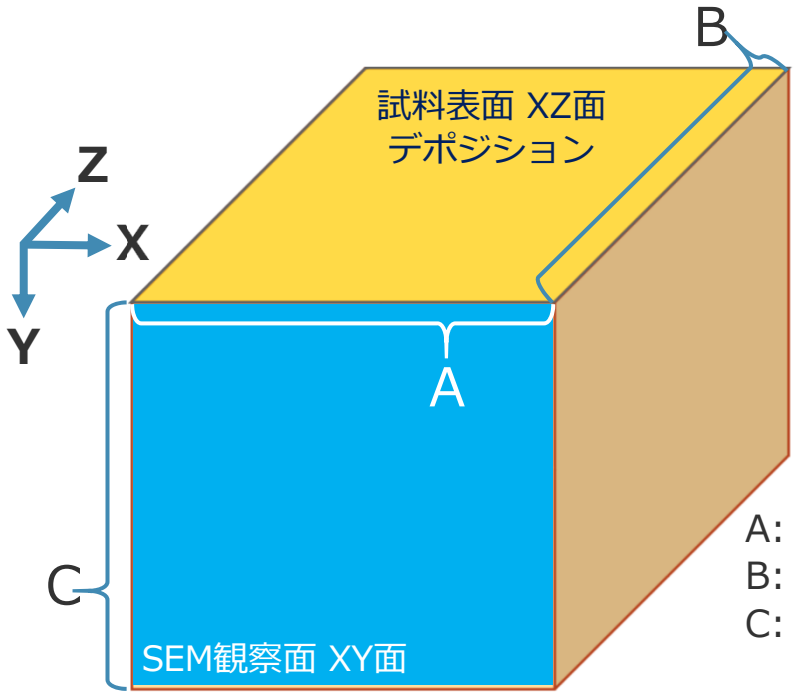

Solutions for Innovation JEOL

# 3D-View の注意点
# 事前加工 側面の加工

事前加工

① XZ平面で測定領域 (幅 (A)と高さ (B))を設定
→ デポジションの実施

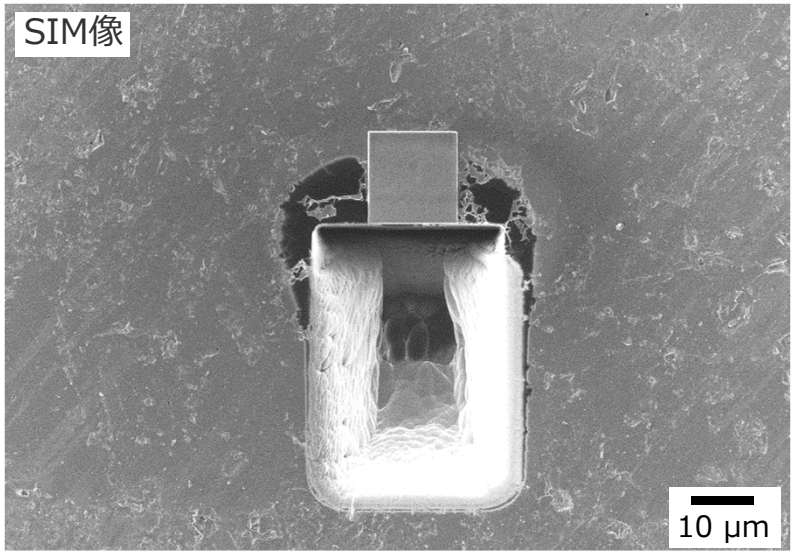
② SEM観察面 (XY面), 深さ (C) を設定
→ 周囲の加工

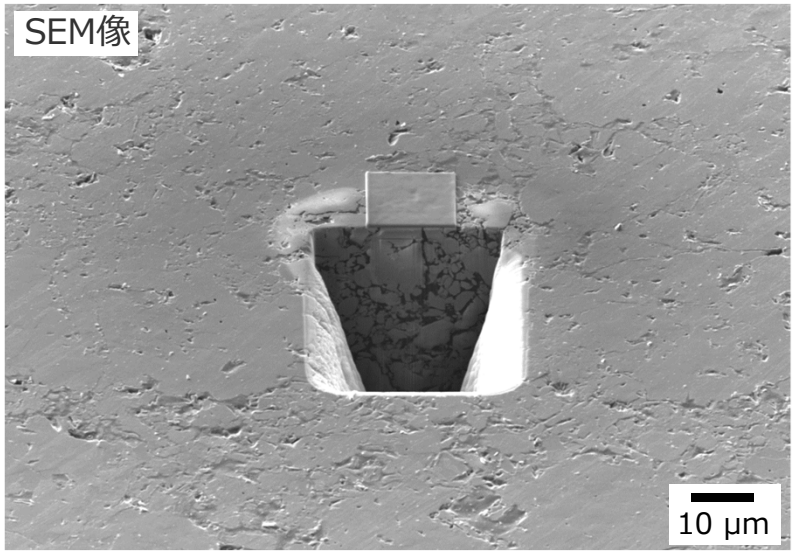



A: 加工幅
B: 加工高さ
C: 加工深さ

3D-View 領域

試料: 隕石



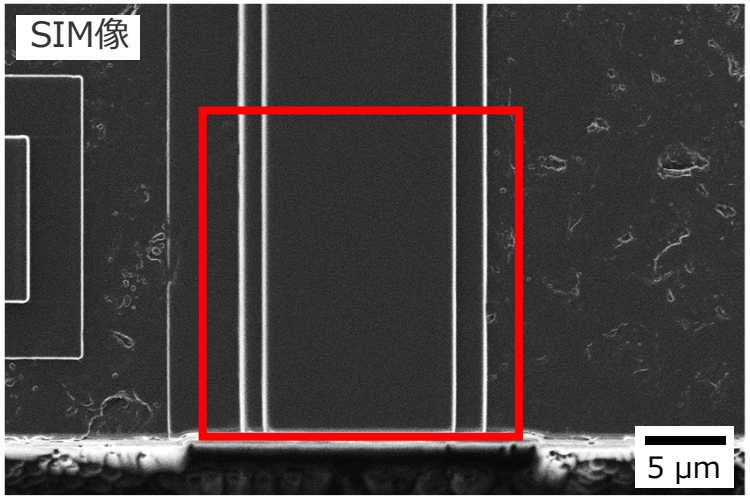



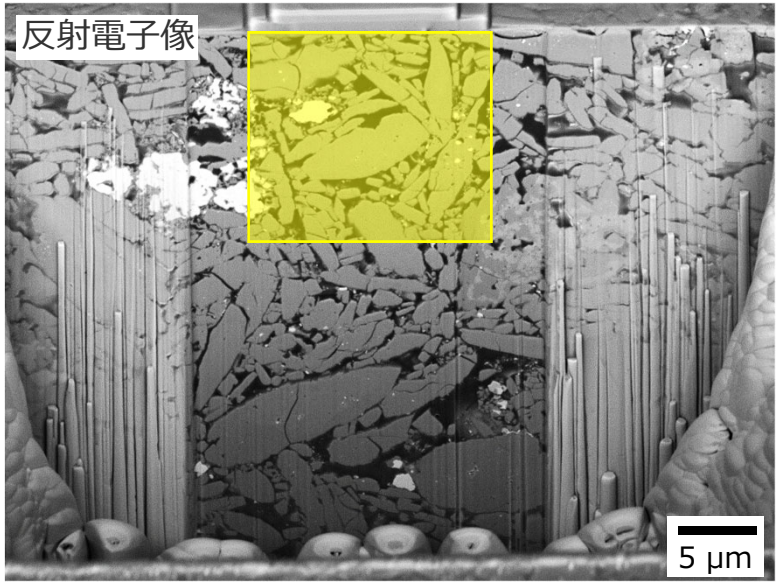



Solutions for Innovation JEOL

# 3D-View の注意点
# 事前加工 側面の加工

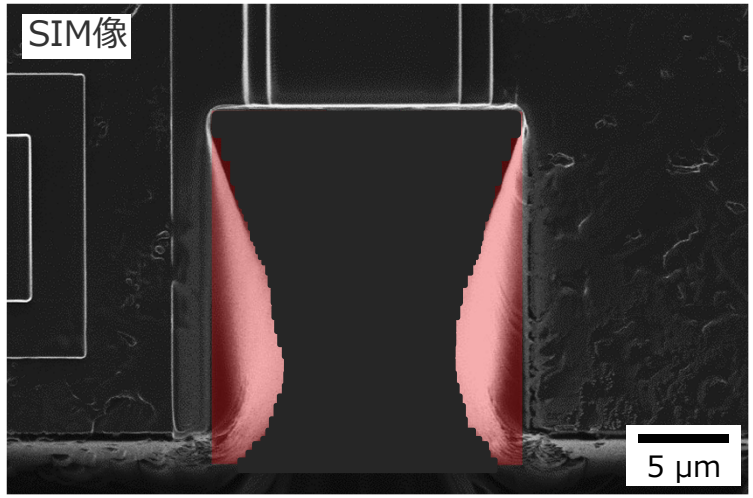
1枚目

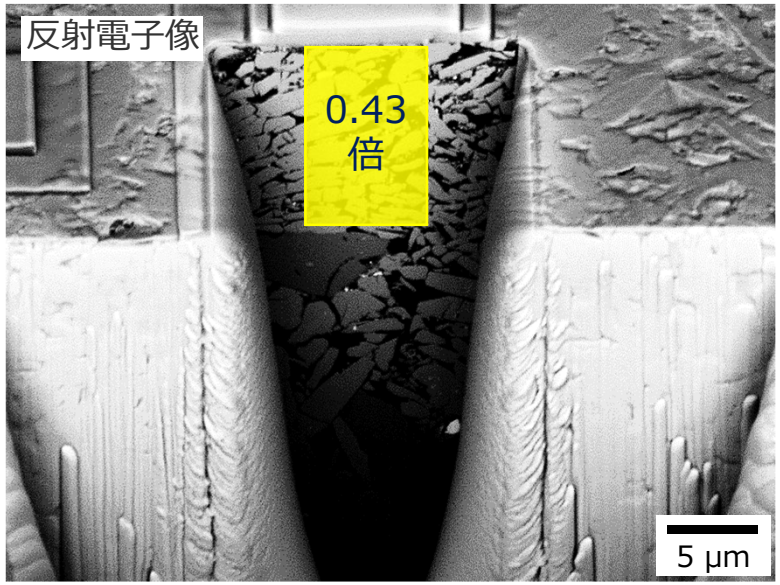



加工条件
加速電圧: 30 kV
照射電流: 3 nA
ドーズ: 30 nC/μm$^2$
ピッチ: 100 nm
枚数: 180 枚

180枚目





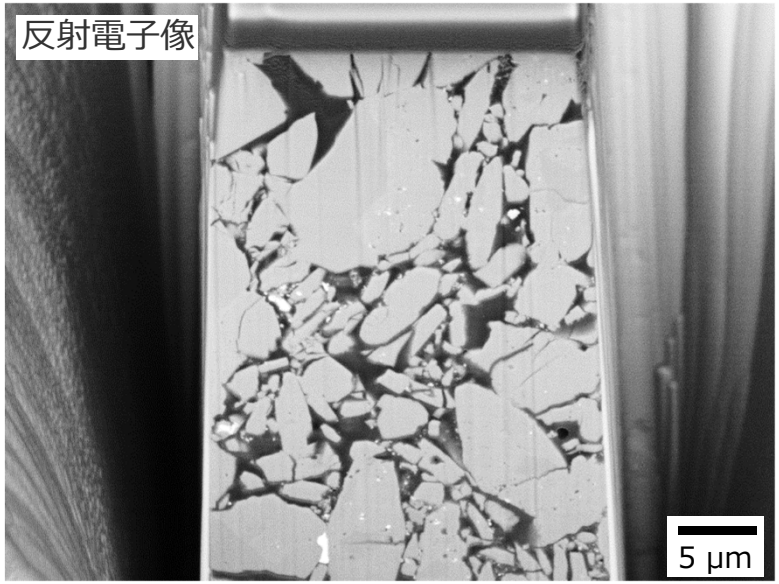

Solutions for Innovation JEOL

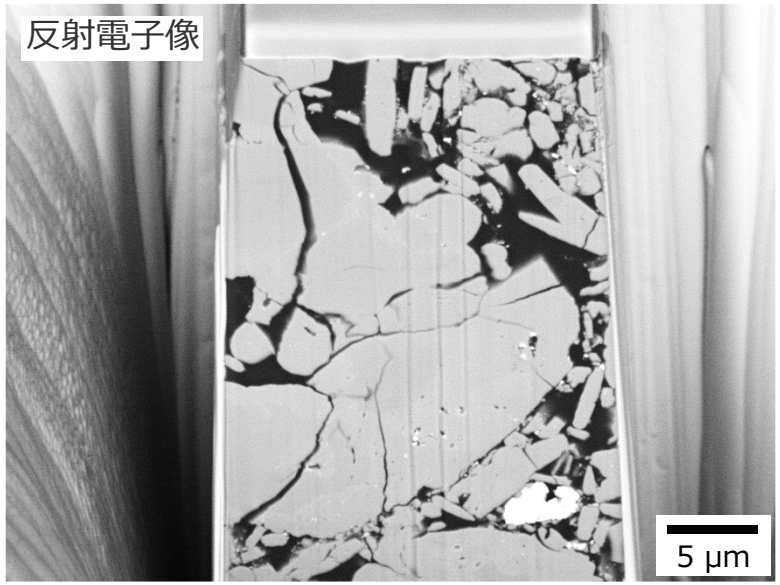
# 3D-View の注意点
# 事前加工 側面の加工

1枚目

100枚目

加工条件
加速電圧: 30 kV
照射電流: 3 nA
ドーズ: 30 nC/μm$^2$
ピッチ: 100 nm
枚数: 100 枚






Solutions for Innovation JEOL

# 3D-View の注意点

## 事前加工 (測定領域の設定)

デポジション
深さの設定

表面保護 (測定領域決定)
測定領域周囲の加工領域の大きさ

## 3D-View 測定

○ FIB 条件

ピッチ (スライス幅)
照射イオン電流
加工条件
(加速電圧,ドーズ量)

○ SEM 条件

観察条件
(検出器, 加速電圧,
照射電流, 取込時間)
倍率、画素数



Solutions for Innovation JEOL

# 3D-View の注意点
# 測定 (FIB加工)

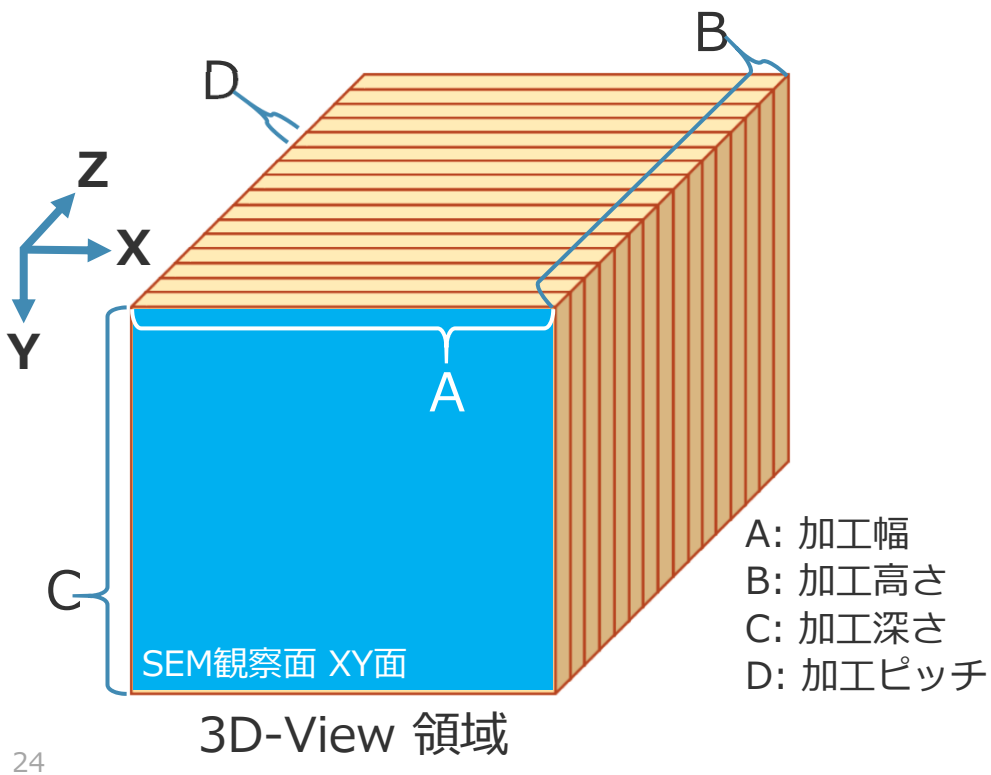
事前加工

① XZ平面で測定領域 (幅 (A)と高さ (B))を設定
→ デポジションの実施

② SEM観察面 (XY面), 深さ (C) を設定
→ 周囲の加工

測定 (FIB加工)

③ Z 方向に対し加工ピッチ (D) を設定　スライス幅
→ Z 軸の分解能

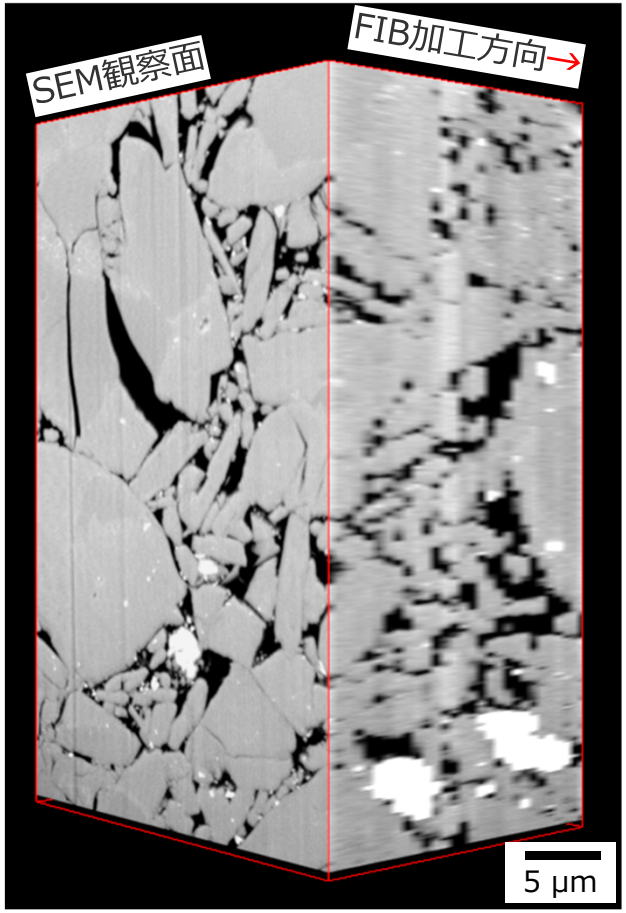



A: 加工幅
B: 加工高さ
C: 加工深さ
D: 加工ピッチ



Solutions for Innovation JEOL

# 3D-View の注意点
# 測定 (FIB加工 加工ピッチ)




3D-View 測定条件
加工領域: 15 μm x 15 μm
加速電圧: 30 kV
照射電流: 10 nA
ド ー ズ: 30 nC/μm$^2$
取込時間: 20 s

加工ピッチ: 300 nm
加工予想時間: 1時間1分

加工ピッチ: 100 nm
加工予想時間: 2時間43分



Solutions for Innovation JEOL

# 3D-View の注意点
# 測定 (FIB加工)

事前加工

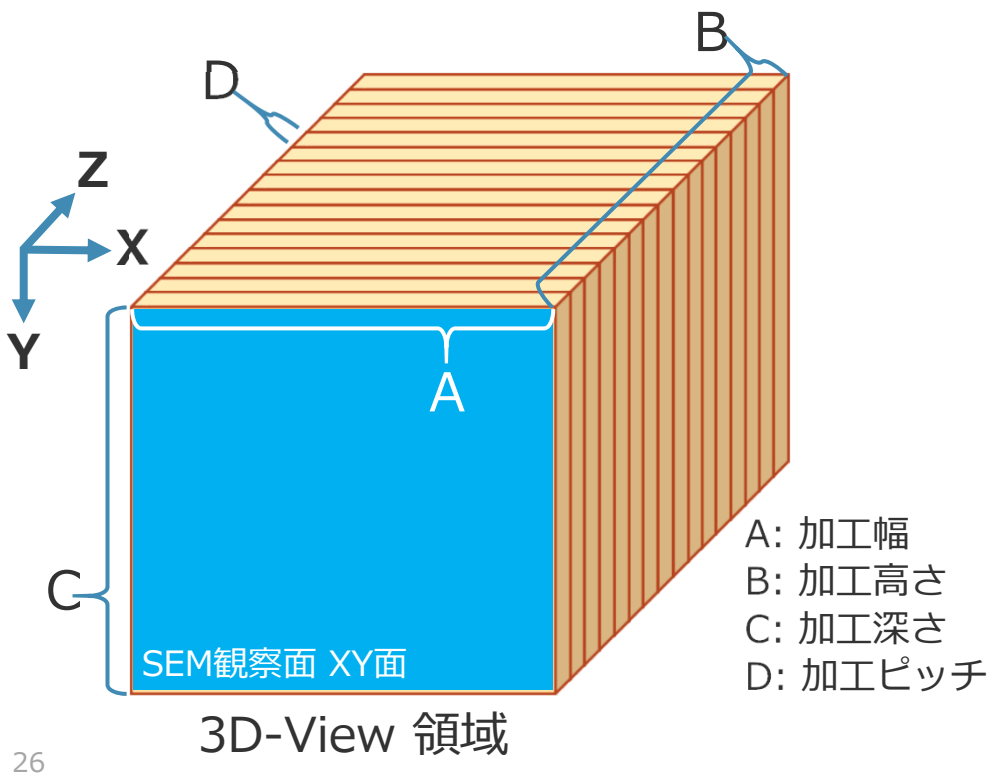
① XZ平面で測定領域 (幅 (A)と高さ (B))を設定
→ デポジションの実施

② SEM観察面 (XY面), 深さ (C) を設定
→ 周囲の加工

測定 (FIB加工)

③ Z 方向に対し加工ピッチ (D) を設定
→ Z 軸の分解能

④ 照射電流を設定 → 測定時間



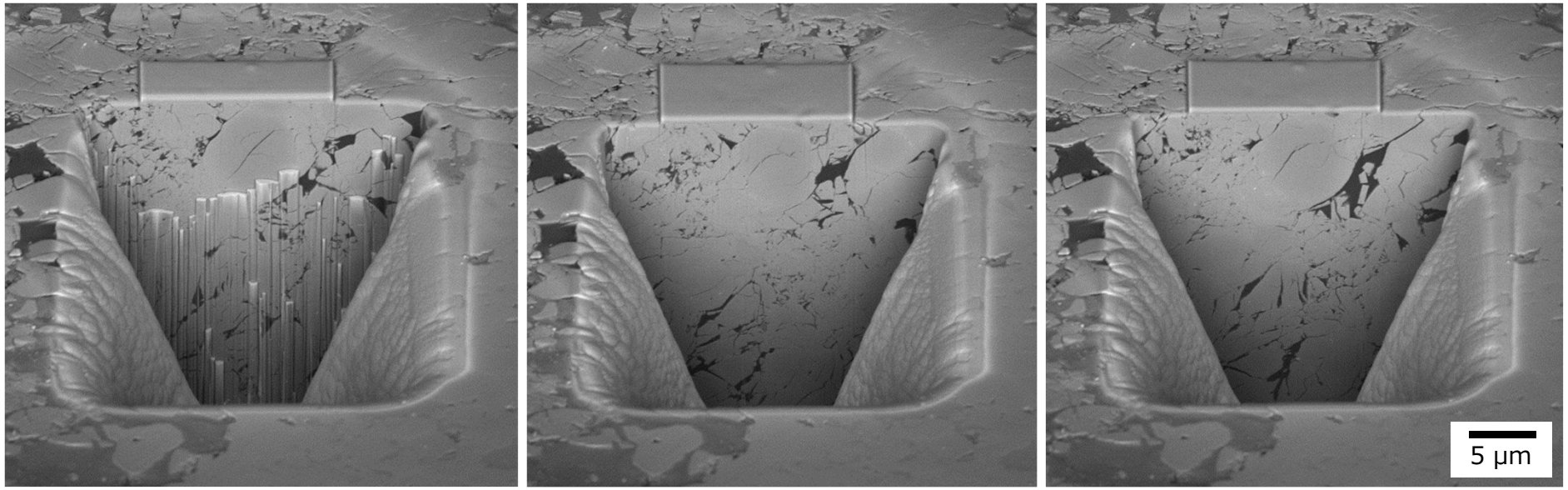

A: 加工幅
B: 加工高さ
C: 加工深さ
D: 加工ピッチ



Solutions for Innovation JEOL

# 3D-View の注意点
# 測定 (FIB加工 照射電流)

加工条件
加速電圧: 30 kV
ドーズ: 100 nC/μm²




30 nA　　10 nA　　3 nA

3D-View予測時間
1時間56分　　2時間43分　　4時間50分

3D-View 測定条件 加工領域: 15 μmx 15 μm,
加速電圧: 30 kV, ドーズ量: 30 nC/μm²,
ピッチ: 100 nm, 取込時間: 20 s


Solutions for Innovation JEOL

# 3D-View の注意点

## 事前加工 (測定領域の設定)

| | |
|---|---|
| デポジション | 表面保護 (測定領域決定) |
| 深さの設定 | 測定領域周囲の加工領域の大きさ |

## 3D-View 測定

○FIB 条件

| | |
|---|---|
| ピッチ (スライス幅) | Z方向分解能, 加工時間 |
| 照射イオン電流 | 測定領域 (深さ) |
| 加工条件<br>(加速電圧,ドーズ量) | 加工時間, 加工面の質 |

○ SEM 条件

観察条件
(検出器, 加速電圧,
照射電流, 取込時間)
倍率、画素数



Solutions for Innovation JEOL

# 3D-View の注意点
# 測定 (SEM観察)

事前加工

① XZ平面で測定領域 (幅 (A)と高さ (B))を設定
→ デポジションの実施

② SEM観察面 (XY面), 深さ (C) を設定
→ 周囲の加工

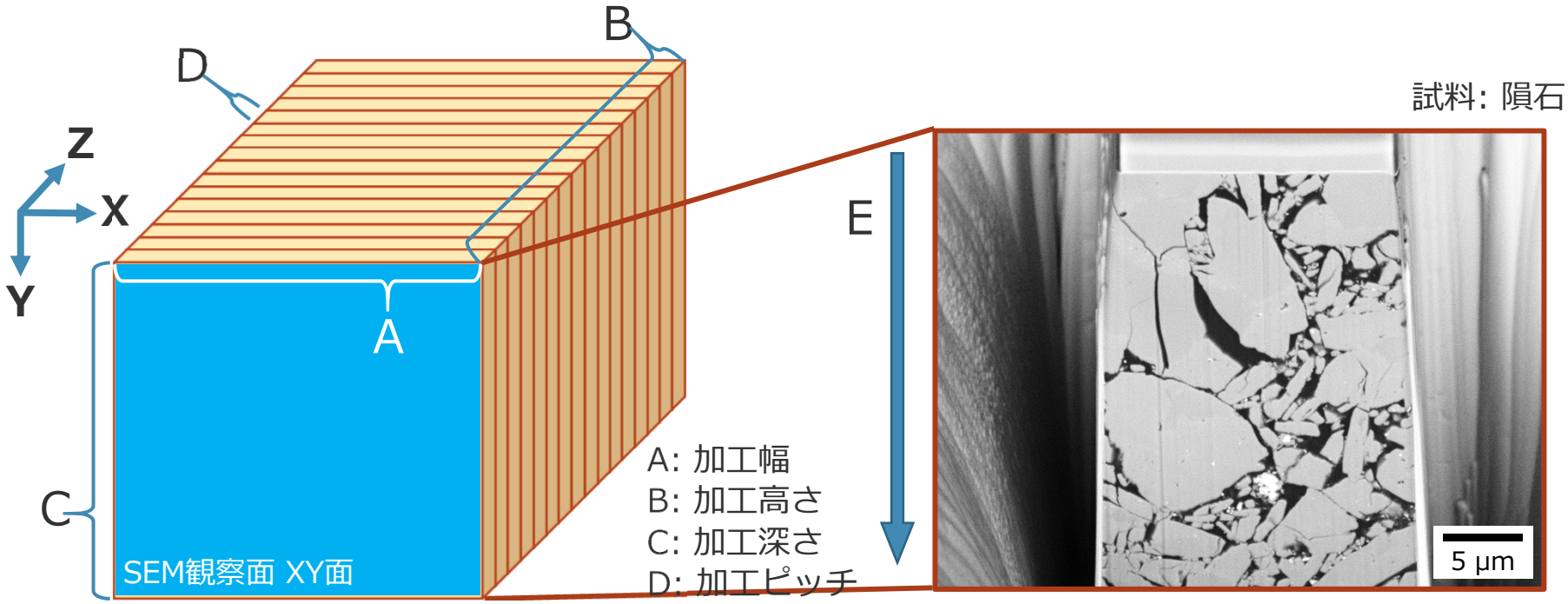
測定 (FIB加工)

③ Z 方向に対し加工ピッチ (D) を設定
→ Z 軸の分解能

④ 照射電流を設定

測定 (SEM観察)

① 検出器、加速電圧、照射電流、取込時間の設定
(見たい構造が見えているか? )




試料: 隕石

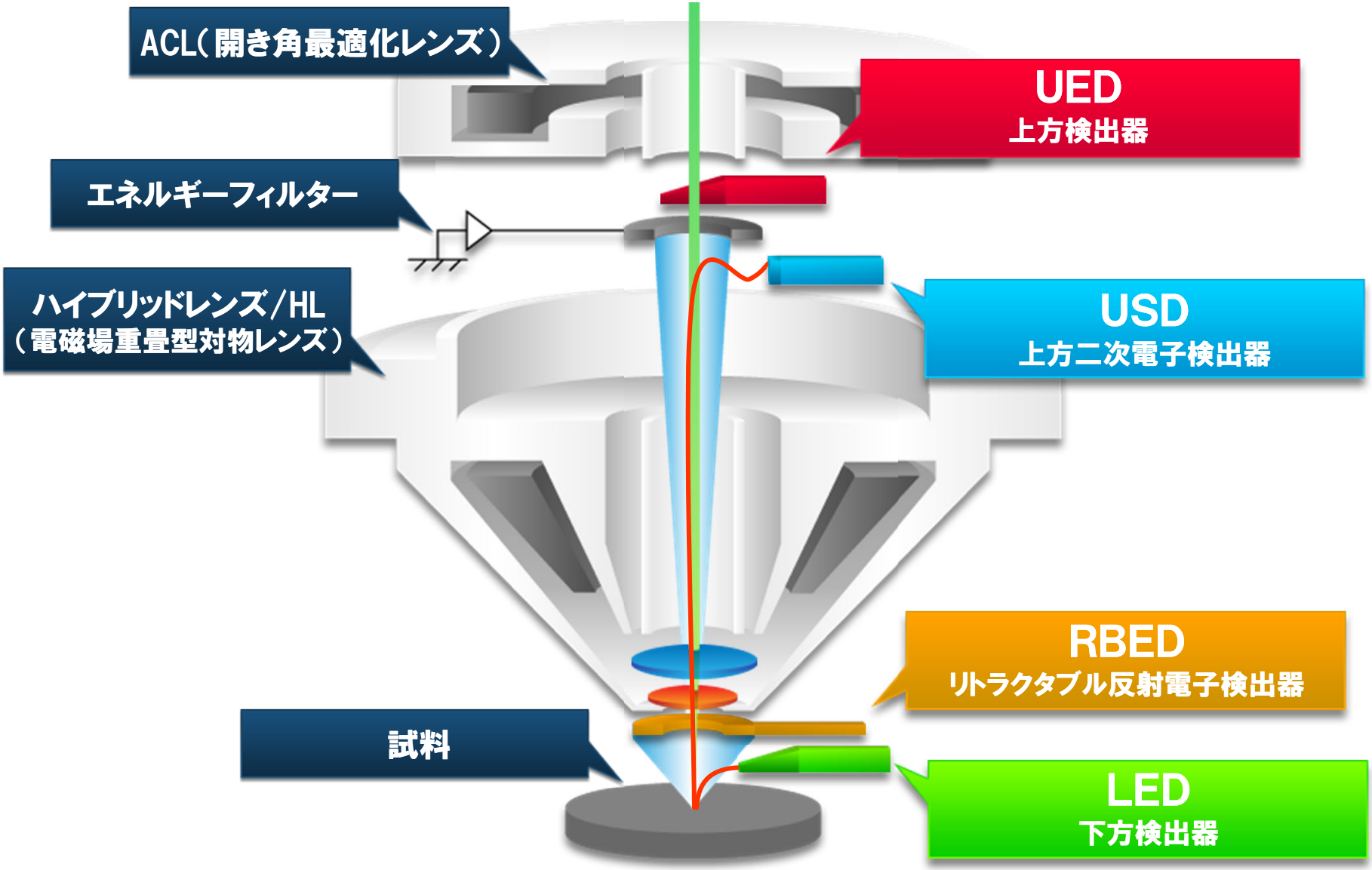
3D-View 領域

SEM観察面



Solutions for Innovation JEOL

# JIB-4700F の検出器

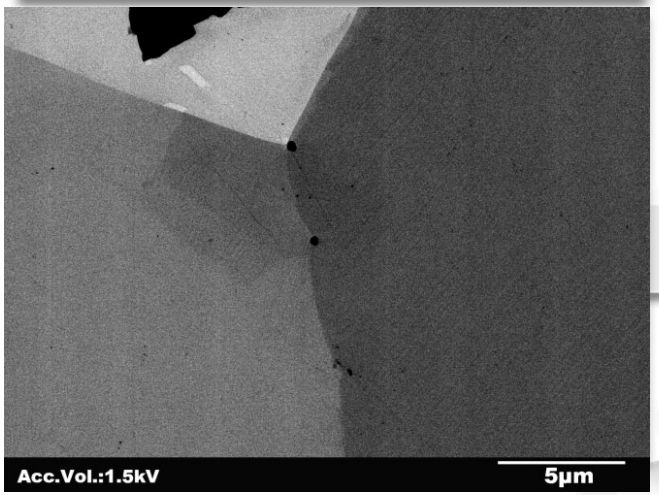


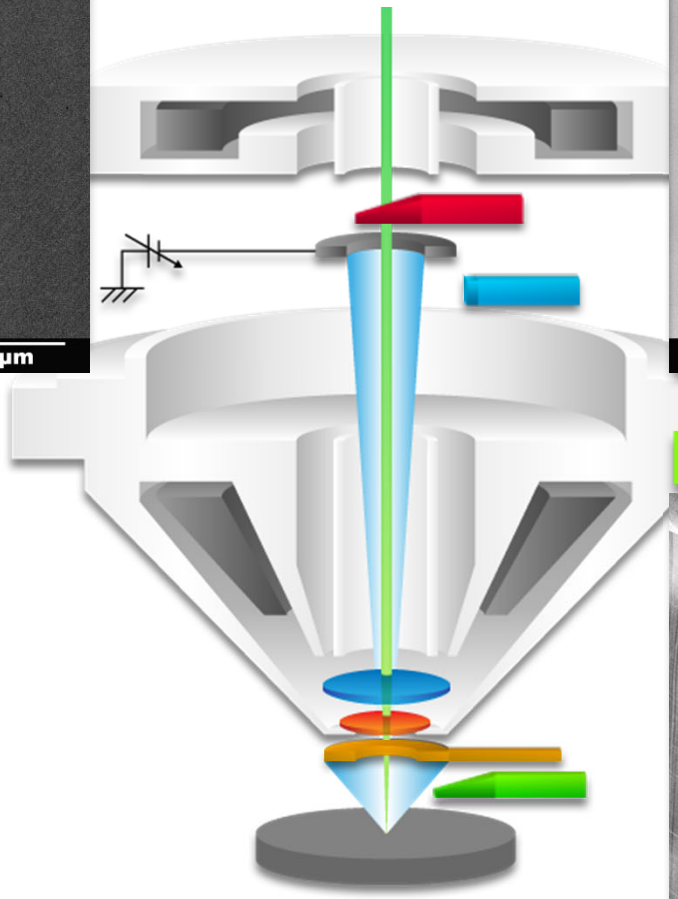



Solutions for Innovation JEOL

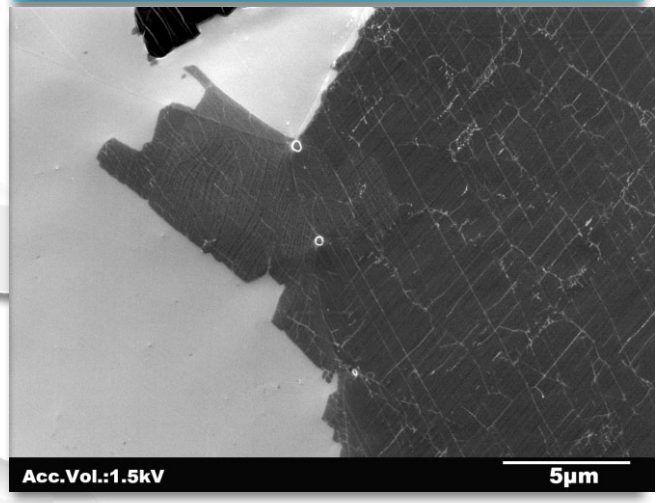
# JIB-4700F の検出器

UED（組成･結晶情報）

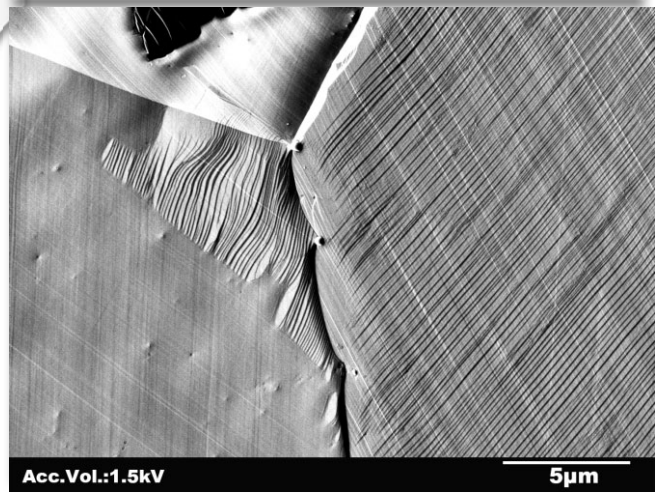


USD（表面形態情報）




LED（凹凸情報）




加速電圧　　：1.5kV
試料　　：ニッケル箔上の単原子膜（グラフェン）
試料提供元　：東京理科大学 本間芳和 教授



Solutions for Innovation JEOL

# 3D-View の注意点
# 測定 (SEM 観察)

| | | | |
|---|---|---|---|
| 検出器: | UED: | 5 kV以下での反射電子像観察 | (例えば生物系, 高分子系) |
| | USD: | 低エネルギー二次電子像観察 | (例えば最表面観察) |
| | RBED: | 5 kV以上での反射電子像観察 | (例えば材料系) |
| | LED: | 形状観察 | (例えば通常観察) |

| | | | |
|---|---|---|---|
| 加速電圧: | 低<br>表面情報<br>が多い | | 高<br>ビーム径 小 |
| 照射電流: | 小<br>ビーム径 小 | | 大<br>高SN比 |
| 取込時間: | 短<br>短時間 | | 長<br>高SN比 |



Solutions for Innovation JEOL

# 3D-View の注意点
# 測定 (SEM 観察)

https://www.jeol.co.jp/words/semterms/sem-a_z.pdf

# 3D-View の注意点
# 測定 (SEM 観察)

事前加工

① XZ平面で測定領域 (幅 (A)と高さ (B))を設定
→ デポジションの実施

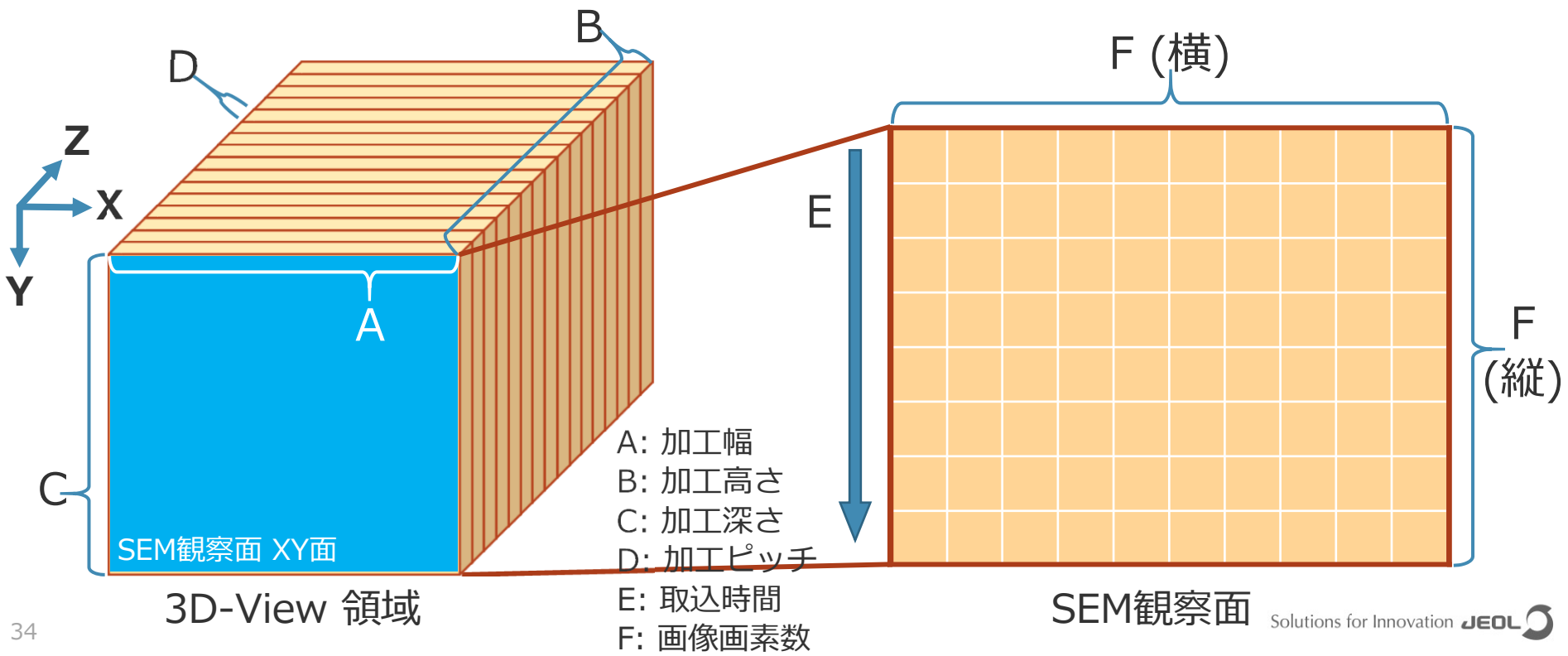
② SEM観察面 (XY面), 深さ (C) を設定
→ 周囲の加工

測定 (FIB加工)

③ Z 方向に対し加工ピッチ (D) を設定
→ 加工ピッチは Z 軸の分解能

① 検出器、加速電圧、照射電流、取込時間 (E) の設定
(見たい構造が見えているか? )

② 画像の画素数 (F) と倍率の設定
画素数はXY平面の分解能






Solutions for Innovation JEOL

# 3D-View の注意点
# 測定 (SEM 観察)

| 画像画素数 | 1280x960 | 2560x1920 | 5120x3840 |
|---|---|---|---|
| 倍率 | 一画素のサイズ (nm) | 一画素のサイズ (nm) | 一画素のサイズ (nm) |
| 100 | 1000 | 500 | 250 |
| 1000 | 100 | 50 | 25 |
| 2000 | 50 | 25 | 12.5 |
| 3000 | 33.33 | 16.67 | 8.33 |
| 5000 | 20 | 10 | 5 |
| 10000 | 10 | 5 | 2.5 |
| 20000 | 5 | 2.5 | 1.25 |
| 30000 | 3.33 | 1.67 | 0.83 |
| 50000 | 2 | 1 | 0.5 |

一画素サイズ (nm)

= 画像横幅 (128 mm) / 画像画素数 (横) / 倍率 x $10^6$



Solutions for Innovation JEOL

# 3D-View の注意点
# まとめ

## 事前加工 (測定領域の設定)

| | |
|---|---|
| デポジション | 表面保護 (測定領域決定) |
| 深さの設定 | 測定領域周囲の加工領域の大きさ |

## 3D-View 測定

〇FIB 条件

| | |
|---|---|
| ピッチ (スライス幅) | Z方向分解能, 加工時間 |
| 照射イオン電流 | 加工面の質, 加工時間 |
| 加工条件<br>(加速電圧,ドーズ量) | 加工時間,測定領域 (深さ) |

〇 SEM 条件

| | |
|---|---|
| 観察条件<br>(検出器, 加速電圧,<br>照射電流, 取込時間) | 像質, SN比, ダメージ, 帯電, 測定時間 |
| 倍率、画素数 | XY方向分解能, 視野, 測定時間 |



Solutions for Innovation JEOL

# 3D-View の注意点
# まとめ 条件設定例

## 3D-View 測定 目安

〇FIB 条件

| | |
|---|---|
| ピッチ (スライス幅) | 試料による |
| ドーズ量 | 試料による |
| 加速電圧 | 30kV |
| 照射イオン電流 | 100 pA ～ 10 nA |

〇 SEM 条件

| | |
|---|---|
| 検出器 | UED, RBED |
| 加速電圧 | 1 kV ～ 5 kV |
| 照射電流 | 数十 pA ～ 数百 pA |
| 取込時間 | 20 ～ 60 秒 |
| 倍率、画素数 | 試料による |



Solutions for Innovation JEOL

# 目次

○ FIB-SEM による三次元観察の概略

○ FIB-SEM による三次元観察の注意点

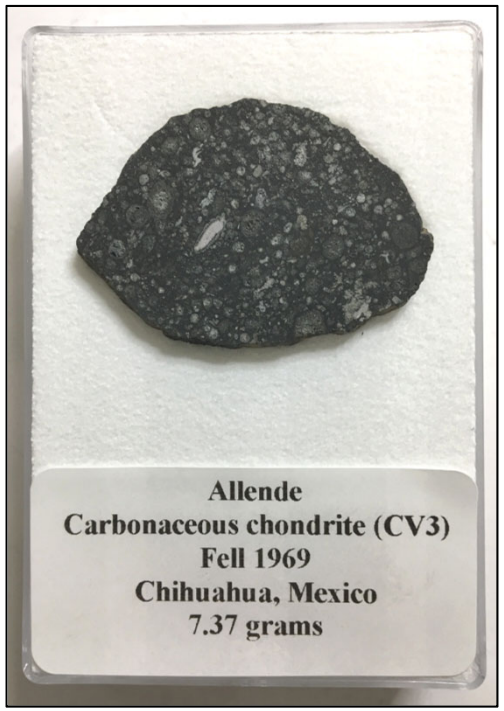
- 事前加工の注意点
- 三次元観察の注意点
  - FIB 条件
  - SEM 条件

○ FIB-SEM による三次元観察の応用例
～ 石質隕石の三次元観察 ～

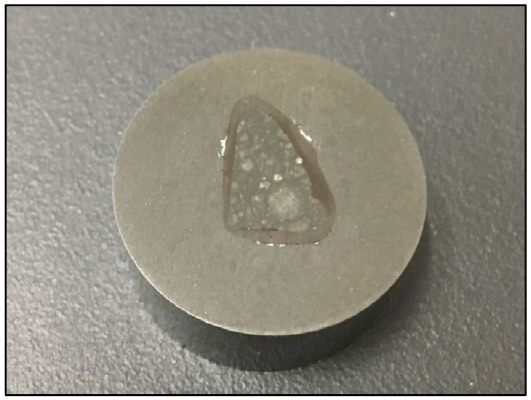


Solutions for Innovation JEOL

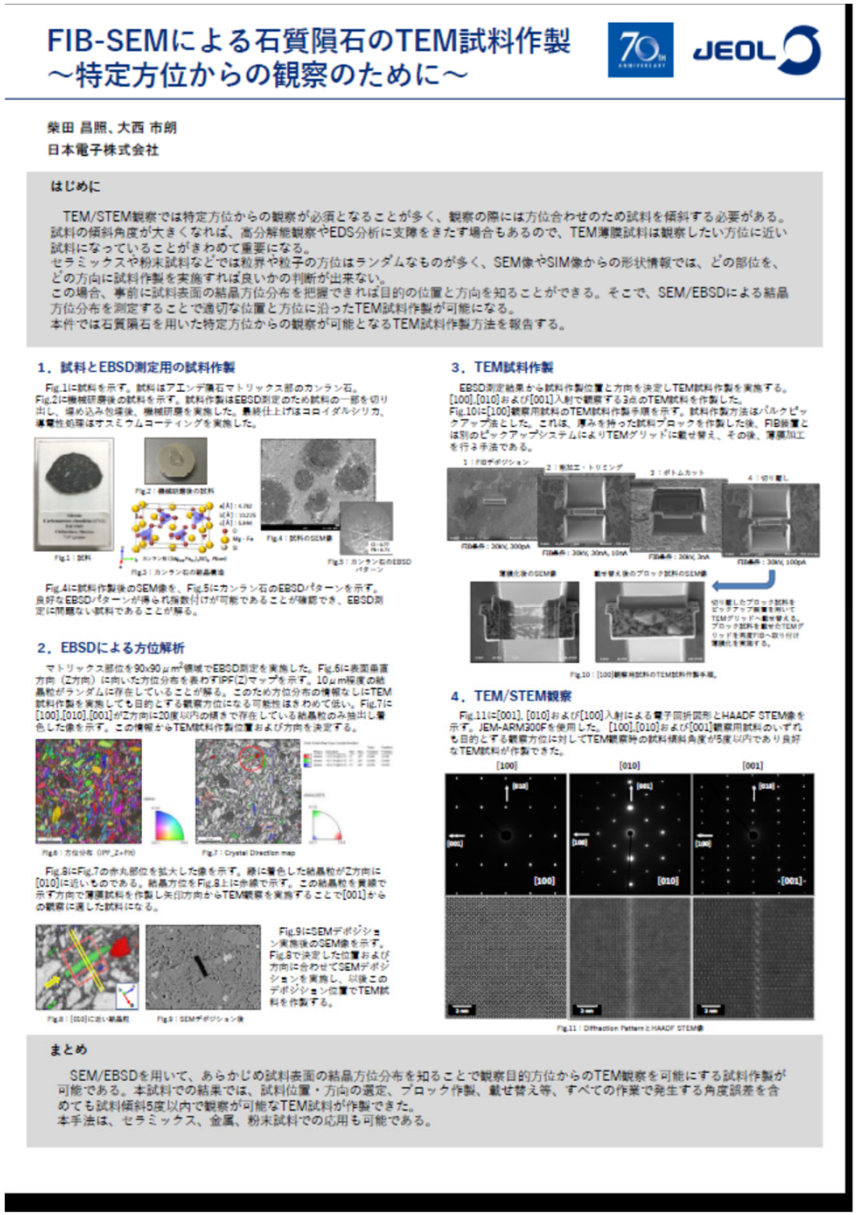
# 試料の説明




試料



機械研磨後の試料



FIB-SEMによる石質隕石のTEM試料作製
～特定方位からの観察のために～

柴田 昌照、大西 市朗
日本電子株式会社

はじめに

TEM/STEM観察では特定方位からの観察が必須となることが多く、観察の際には方位合わせのため試料を傾斜する必要がある。試料の傾斜角度が大きくなれば、高分解能観察やEDS分析に支障をきたす場合もあるので、TEM薄膜試料は観察したい方位に近い試料になっていることがきわめて重要になる。
セラミックスや粉末試料などでは粒界や粒子の方位はランダムなものが多く、SEM像やSIM像からの形状情報では、どの部位を、どの方向に試料作製を実施すれば良いかの判断が出来ない。
この場合、事前に試料表面の結晶方位分布を把握できれば目的の位置と方向を知ることができる。そこで、SEM/EBSDによる結晶方位分布を測定することで適切な位置と方位に沿ったTEM試料作製が可能になる。
本件では石質隕石を用いた特定方位からの観察が可能となるTEM試料作製方法を報告する。

1．試料とEBSD測定用の試料作製

Fig.1に試料を示す。試料はアエンデ隕石マトリックス部のカンラン石。
Fig.2に機械研磨後の試料を示す。試料作製はEBSD測定のため試料の一部を切り出し、埋め込み包埋後、機械研磨を実施した。最終仕上げはコロイダルシリカ、導電性処理はオスミウムコーティングを実施した。

Fig.1：試料
Fig.2：機械研磨後の試料
Fig.3：カンラン石の結晶構造
Fig.4：試料のSEM像
Fig.5：カンラン石のEBSDパターン

Fig.4に試料作製後のSEM像を、Fig.5にカンラン石のEBSDパターンを示す。良好なEBSDパターンが得られ指数付けが可能であることが確認でき、EBSD測定に問題ない試料であることが解る。

2．EBSDによる方位解析

マトリックス部位を90x90μm²領域でEBSD測定を実施した。Fig.6に表面垂直方向（Z方向）に向いた方位分布を表わすIPF Zマップを示す。10μm程度の結晶粒がランダムに存在していることが解る。このため方位分布の情報なしにTEM試料作製を実施しても目的とする観察方位になる可能性はきわめて低い。Fig.7に[100],[010],[001]がZ方向に20度以内の傾きで存在している結晶粒のみ抽出し着色した像を示す。この情報からTEM試料作製位置および方向を決定する。

Fig.6：方位分布（IPF_Z+FH）
Fig.7：Crystal Direction map

Fig.8にFig.7の赤丸部位を拡大した像を示す。緑に着色した結晶粒がZ方向に[010]に近いものである。結晶方位をFig.8上に赤線で示す。この結晶粒を黄線で示す方向で薄膜試料を作製し矢印方向からTEM観察を実施することで[001]からの観察に適した試料になる。

Fig.8：[010]に近い結晶粒
Fig.9：SEMデポジション後

Fig.9にSEMデポジション実施後のSEM像を示す。Fig.8で決定した位置および方向に合わせてSEMデポジションを実施し、以後このデポジション位置でTEM試料を作製する。

3．TEM試料作製

EBSD測定結果から試料作製位置と方向を決定しTEM試料作製を実施する。[100],[010]および[001]入射で観察する3点のTEM試料を作製した。
Fig.10に[100]観察用試料のTEM試料作製手順を示す。試料作製方法はバルクピックアップ法とした。これは、厚みを持った試料ブロックを作製した後、FIB装置とは別のピックアップシステムによりTEMグリッドに載せ替え、その後、薄膜加工を行う手法である。

1：FIBデポジション
2：粗加工・トリミング
3：ボトムカット
4：切り離し
FIB条件：30kV, 300pA
FIB条件：30kV, 30nA, 10nA
FIB条件：30kV, 3nA
FIB条件：30kV, 100pA
薄膜化後のSEM像
載せ替え後のブロック試料のSEM像
切り離したブロック試料をピックアップ装置を用いてTEMグリッドへ載せ替える。ブロック試料を載せたTEMグリッドを角度切り～取りだし薄膜化を実施する。
Fig.10：[100]観察用試料のTEM試料作製手順。

4．TEM/STEM観察

Fig.11に[001]、[010]および[100]入射による電子回折図形とHAADF STEM像を示す。JEM-ARM300Fを使用した。[100],[010]および[001]観察用試料のいずれも目的とする観察方位に対してTEM観察時の試料傾斜角度が5度以内であり良好なTEM試料が作製できた。

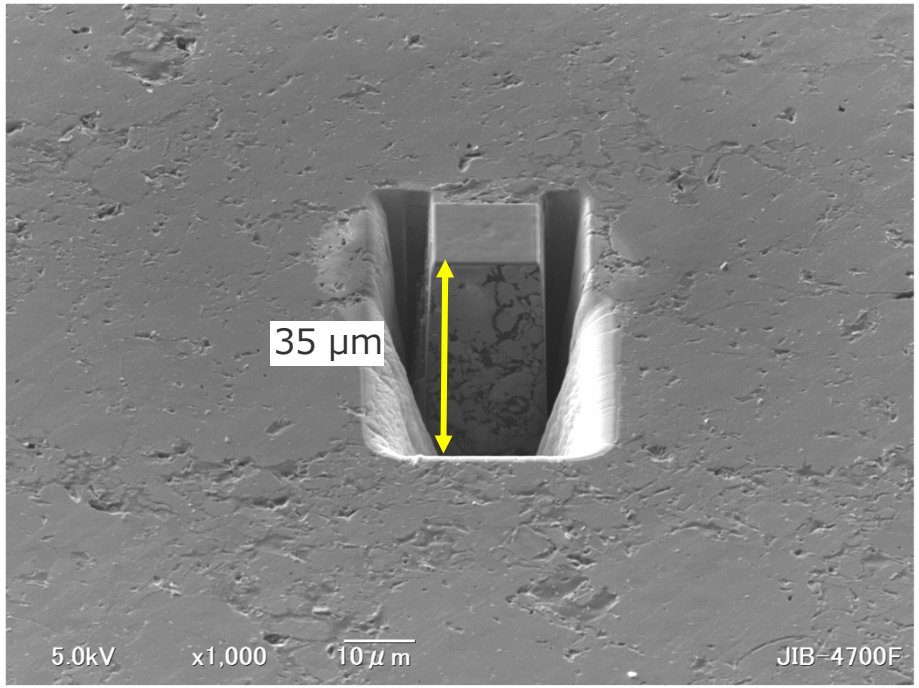
[100]
[010]
[001]
Fig.11：Diffraction Pattern & HAADF STEM像

まとめ

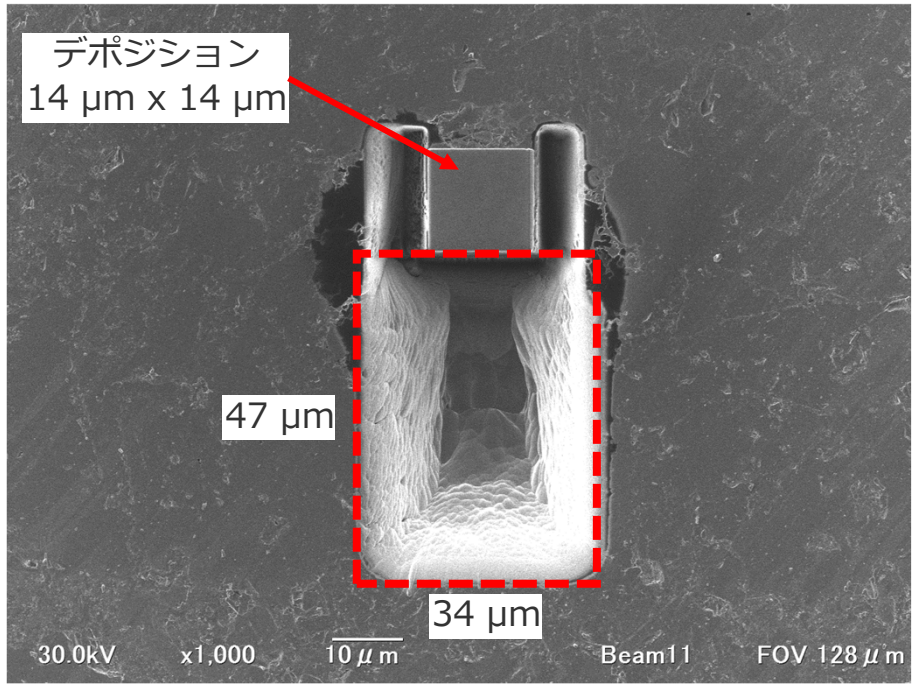
SEM/EBSDを用いて、あらかじめ試料表面の結晶方位分布を知ることで観察目的方位からのTEM観察を可能にする試料作製が可能である。本試料での結果では、試料位置・方向の選定、ブロック作製、載せ替え等、すべての作業で発生する角度誤差を含めても試料傾斜5度以内で観察が可能なTEM試料が作製できた。
本手法は、セラミックス、金属、粉末試料での応用も可能である。


Solutions for Innovation JEOL

# 3D-View の応用例
# 測定条件




反射電子像




SIM像

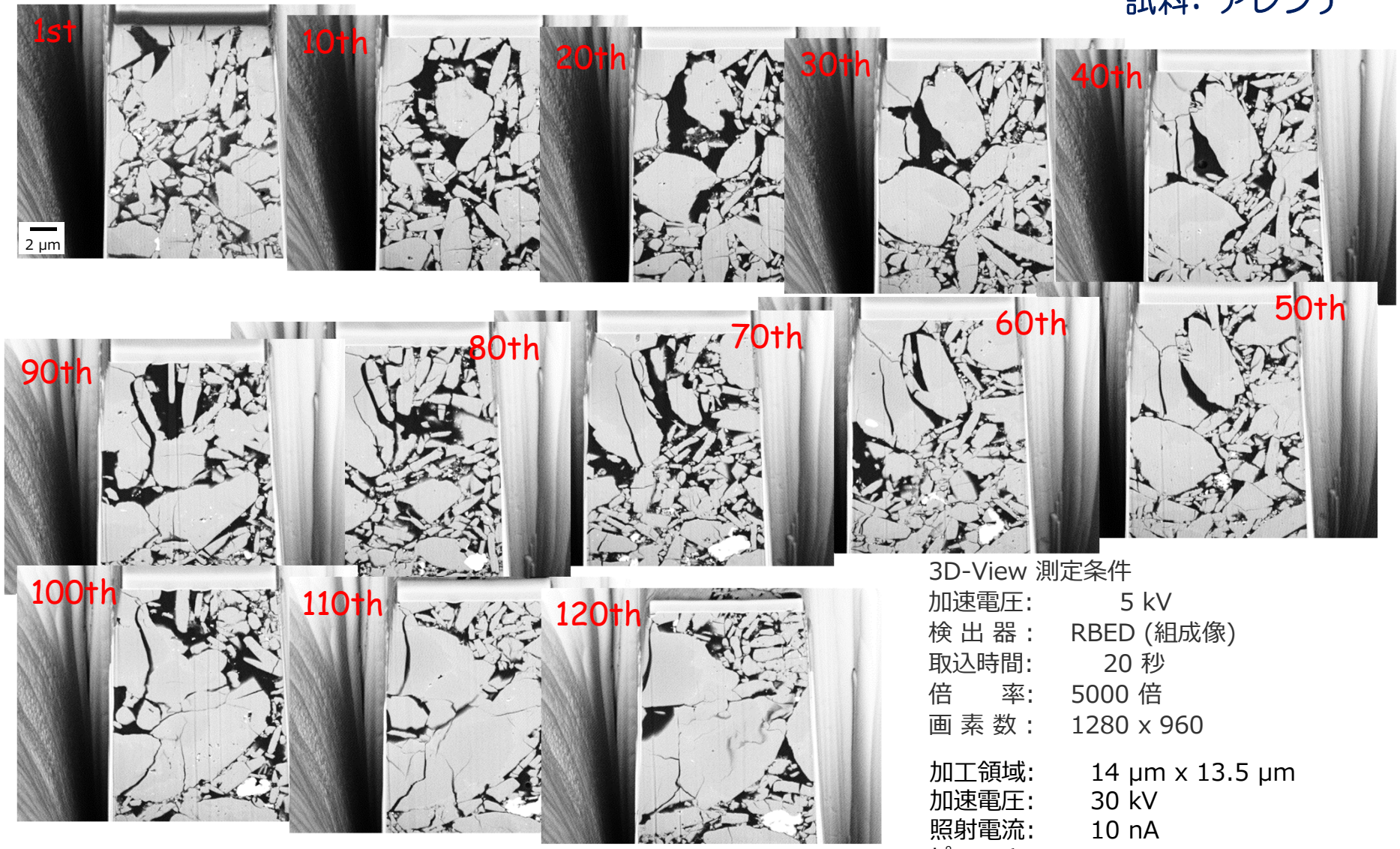
事前加工
加工領域:　34 μm x 47 μm
観察領域:　14 μm x 14 μm x 15 μm



Solutions for Innovation JEOL

# 3D-View の応用例

試料：アレンデ




3D-View 測定条件

| | |
|---|---|
| 加速電圧: | 5 kV |
| 検 出 器： | RBED (組成像) |
| 取込時間: | 20 秒 |
| 倍　　率: | 5000 倍 |
| 画 素 数： | 1280 x 960 |

| | |
|---|---|
| 加工領域: | 14 µm x 13.5 µm |
| 加速電圧: | 30 kV |
| 照射電流: | 10 nA |
| ピ ッ チ： | 100 nm |
| ド ー ズ： | 30 nC/µm$^2$ |



Solutions for Innovation JEOL

# まとめ

FIB-SEM による三次元観察 (3D-View) の注意点

- 事前加工 デポジションも周囲の加工も 少し大きめに
- 3D-View FIB 条件
  加工面の質と加工時間を考慮した照射イオン電流の設定
- 3D-View SEM 条件
  SEM の検出器、加速電圧等の選択
  倍率 (視野)、画素数 (構造のサイズ) の選択