

表面保護 FIB 加工によるタングステンの表面最近傍断面組織の高分解能観察

核融合科学研究所 永田大介 時谷政行 室賀健夫

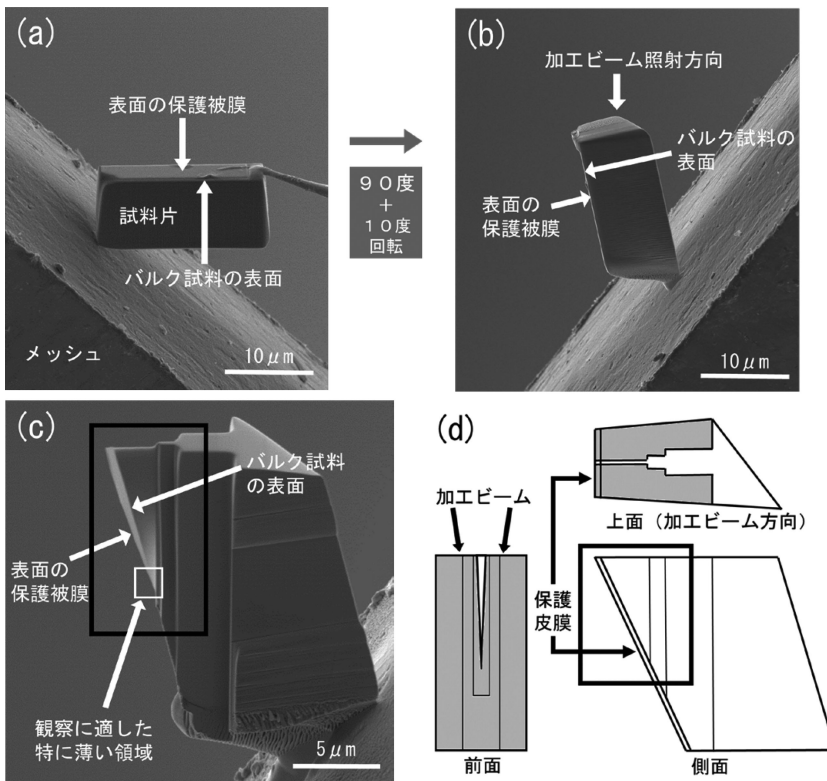


Fig. 1 (a) 試料片をTEM観察用のメッシュに固定する。(b)メッシュを90度プラス10度程度回転させる。(c)薄膜加工後の試料片。(d)(c)の試料片を前面および側面、上面(加工ビーム方向)から見た模式図。

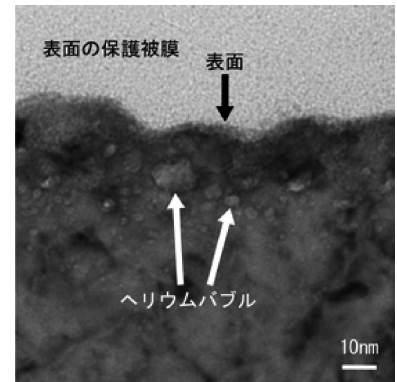


Fig. 2 Fig. 1(c)の白線四角で示す断面領域をTEM観察した画像。ここでは、プラズマ照射によってタングステンの表面最近傍に発生したヘリウムバブルを示す。電子ビーム透過能に対して十分な薄さの薄膜試料であるため、高分解能による観察が可能となる。

試料断面の微細構造を透過型電子顕微鏡(TEM)を用いて観察するためには、集束イオンビーム加工観察装置(FIB)によってバルク試料から試料片を切り出し、さらにTEM観察可能な薄さに薄膜化する必要がある。特に表面最近傍の組織を観察したい場合、表面を保護しつつ、観察可能な薄さまで薄膜化する必要がある。本研究では、Fig. 1に示す試料およびビームを傾斜させたFIB加工を行うことにより、くさび形に試料を成形して、その先端近傍に特に薄い観察領域を得ることが出来た。これにより、Fig. 2に示すようなタングステン表面最近傍の断面微細構造を、高分解能で観察することが可能となった。

実際の加工手順をFig. 1に示す。Fig. 1(a)表面に保護被覆を施したバルク試料から試料片を切り出し、TEM観察用

のメッシュに固定する。その際、試料片を水平に、メッシュを45度に傾けておく。(b)メッシュを90度プラス10度程度回転させる。これにより、バルク試料の表面が加工ビーム照射方向から隠れるため、試料の表面を残す形で薄膜化することが出来る。(c)薄膜加工後の試料片を示す。(d)(c)の試料片を前面および側面、上面(加工ビーム方向)から見た模式図で示す。(c)と(d)の黒線四角で示す領域が対応する。加工削除する部分をグレーで示した。(d)で示すように加工ビームを左右に傾けることによって、薄膜化領域をくさび形に成形することが出来る。下側に向けて薄くなるくさび形に成形することで、(c)の白線四角で示した領域を特に薄くすることが出来る。実際のTEM観察画像をFig. 2に示す。

(2018年8月2日受理[doi:10.2320/materia.57.604])

High Resolution Microstructural Observation of Tungsten in the Vicinity of the Surface by Surface-protective FIB Processing; Daisuke Nagata, Masayuki Tokitani and Takeo Muroga

Keywords: FIB(focused ion beam), TEM(transmission electron microscopy), tungsten

TEM sample preparation: FIB-SEM

FIB-SEM: Hitachi NB5000 (Ga ion 40 kV, Electron 5 kV)

TEM: JEOL JEM-2800 (200 kV)