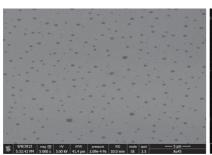
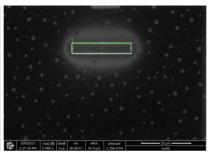


集束イオンビーム加工装置による TEM 観察用極薄切片の加工手順

\frac{1}{2}

材料・分析技術部 無機材料グループ 山下 満



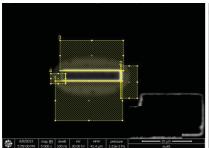


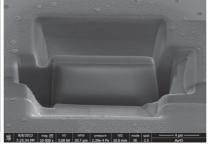
Pt 保護膜の作成

加工したい部位がユーセントリックポジションである事を確認する。

ガスデポノズルを挿入して Pt 保護膜を成膜する。

 $(15\mu m \times 2\mu m d=0.5\mu m$ @30pA で 15 分程度) # イオン電流が大き過ぎると、成膜中に試料の表面を削ってしまう可能性があるので要注意!!



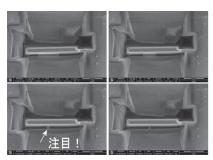


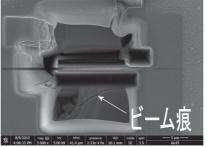
ボックス加工

加工したい部位を設定(一般的には4区画)しボックス加工する。(ボトムカット時に薄片が転倒しないよう、サイドの一部を加工せずに残しておく。)

必要に応じて各辺をそれぞれ成型(垂直出し、および、 厚みの調整 \rightarrow ピックアップし易い厚み・概ね 1μ m 以下) を行う。

#極薄片化は、TEM メッシュに移動後に実施。





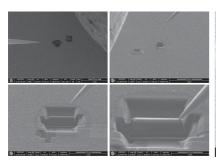
ボトムカット

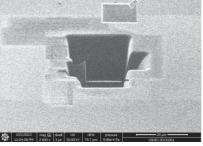
試料の傾斜を 0 °に戻し、試料を 180 °回転してボトムカットを行う。

ボトムカットが完了したかどうかの判断を確実に!!

(例1) ボトム部のコントラスト変化(左図)

(例2)下流側に生じるイオンビーム痕。(右図)





Omni Probe 操作

Omni Probe を挿入する。 挿入時は低倍 SEM 視野の左端 1/3 程度に位置している。

SEM 像、Ion 像を交互に見ながら、プローブ先端を試料薄片の上部にアプローチさせる。

(途中、適当な位置でガスデポノズルを挿入しておく。) 試料薄片の上部に接触(接地電流によりコントラストが変化)したら、Pt デポを行ってプローブを固定する。

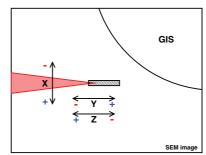
サイドカット

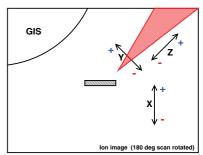
<u>転倒防止のた</u>めに残しておいたサイド部分を切断する。

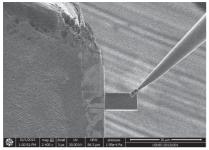
Omni Probe の動き

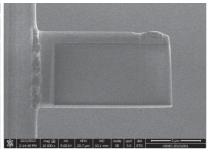
Omni Probe 先端の動きは SEM 像と Ion 像 (通常は 180° scan rotation 中) で見かけの向きが異なるので要注意

プローブを抜く出す時は、SEM 低倍率(40 倍くらい) で<mark>視野の 1/3</mark> くらいに位置するまで 2 + 5 に移動 してから引き抜く。









TEM メッシュへ固定

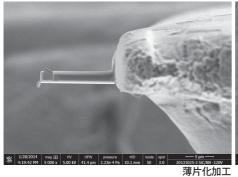
Omni Probe 先端に試料を固定した状態でプローブを挿入時の位置まで戻し、Omni Probe を引き出す。

SEM 視野を TEM メッシュへ移動し、ユーセントリック位置を確認する。

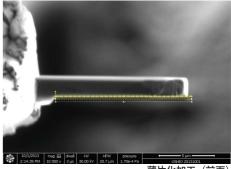
Omni Probe を挿入し、TEM メッシュの適当な部位に 薄片試料を固定する。

(途中、適当な位置でガスデポノズルを挿入しておく。) Omni Probe と試料の固定部位を切断する。

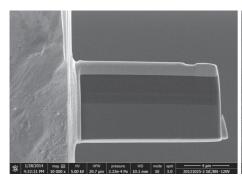
極薄片化加工

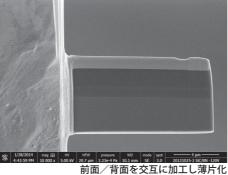


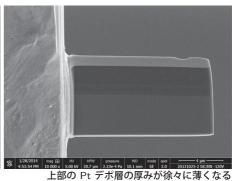
88 1/28/2014 may EB NV 199V pressure WO mode spot 201100 222-416 1001 mm for 30 20130052 90(901120V

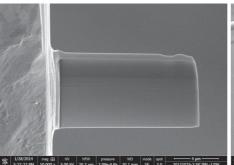


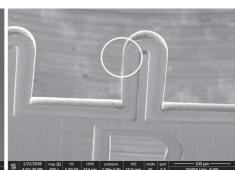
固定の際に Pt のリデポが表面に付着 薄片化加工(前面)







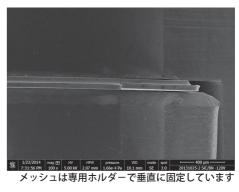


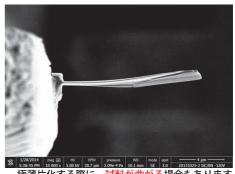


339PN 1000x 500W 207pm 200e4Po 10.1mm sc 10 20130055 SCON 120W 20 100 100x 500W 207pm 200e4Po 10.1mm sc 10 20130055 SCON 120W 3 表表面層(デポ層の直下)を残すためには、前面/背面の加工の際、<mark>傾斜角を ± 2</mark> ° <mark>程度補正</mark>する









極薄片化する際に、試料が曲がる場合もあります

薄片化した試料は、TEM メッシュ上の矢印の位置に固定しています

通常の半月メッシュも使用できますが、薄片を固定する部位を予め調整した状態で販売されている FIB 加工専用メッシュを利用すると効率良く作業できます。





