

冷却温度調整機能付きイオンミリング装置

キーワード： イオンビーム加工、フラットミリング、断面ミリング、冷却温度調整機能

はじめに

固体材料の電子顕微鏡観察や分析を行うためには、研磨などの前処理が必要な場合が多々あります。近年の材料の多様化や材料開発の高度化に伴い、特性の異なる材料が混在した複合材料、セラミックスやダイヤモンドなどの硬い材料、はんだや高分子などの軟らかい材料、フィルムなどの薄い材料の断面観察、数十 μm の穴や隆起部の断面観察など、従来の研磨による試料作製では対応が難しい事案が多くなりました。当研究所では、これらのニーズを踏まえ、多種多様な材料、形状に対応するため、イオンミリング装置（株式会社日立ハイテクノロジーズ社製 IM4000PLUS：図 1）を導入しました。ここでは、本装置の概要と実施例について紹介します。



図 1 IM4000PLUS 外観

イオンビーム加工と導入した装置の特徴

イオンミリング装置は、真空排気されたチャンバ内のイオンガンに送り込まれた Ar ガスをプラズマ化し、ブロードな Ar イオンビームを試料に照射することによって、試料表面の原子をはじき飛ばす（スパッタリング）加工装置です。本装置は、「平面ミリング（フラットミリング）」と「断面ミリング」の 2

種類の加工を行うことができます。

○平面ミリング（フラットミリング）

原理を図 2 に示します。イオンビームを試料表面に照射することにより、広い面積（直径約 5mm）を均一にスパッタリングすることができます。イオンビームの照射角度（ θ ：イオンビーム中心軸と試料回転軸の成す角度）を小さくすると、結晶方位や組成の違いによってスパッタリング速度が変化するため試料表面に凹凸ができ、構造を際立たせた試料を作製することができます。この方法は、結晶粒界の観察や、複合材料の相の判別等に利用できます。一方、照射角度が大きい場合には、スパッタリング速度の差が小さくなるため、平坦な表面状態を維持した試料を作製することができます。この方法は、材料組織観察や X 線分析、EBSD 分析（EBSD に関してはテクニカルシート No. 11001 および No. 15010 を参照）の前処理として利用できます。

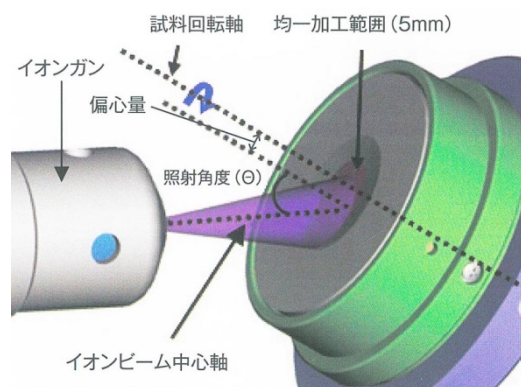


図 2 平面ミリング模式図

株式会社日立ハイテクノロジーズ提供

○断面ミリング

原理を図 3 に示します。試料とイオンガン間にマスクを配置することで、マスクから突出した試料がマスク端面に沿ってスパッタ

リングされ、平坦な断面を作製することができます。試料内部の構造、例えば、結晶構造、異物、積層形状、亀裂やボイドなどの欠陥を観察・分析するためには、分析箇所をダメージなく表面に露出する必要があります。機械的な切断・研磨では、断面作製の際、これらの構造の欠落や変形が起こってしまいますが、本装置は無応力で加工できます。しかし、イオンビームが照射されることによって、試料の温度が上昇します。低融点金属や高分子などは、この加工熱によって融解や変形といったダメージが生じることがあります。本装置では、液体窒素により試料を冷却しながら加工することが可能で、熱によるダメージを最大限抑制することができるため、真の断面構造を得ることができます。表1にIM4000PLUSの主な仕様を示します。

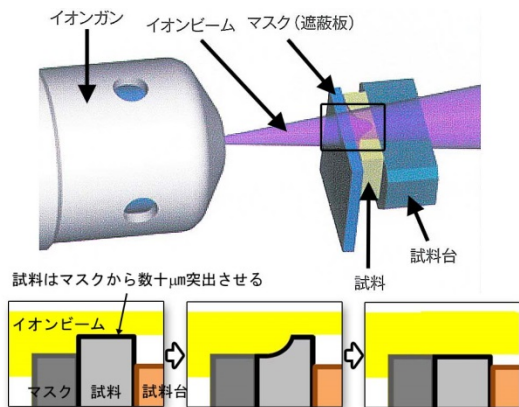


図2 断面ミリング模式図

株式会社日立ハイテクノロジーズ提供

表1 IM4000PLUS 主な仕様

項目	平面ミリング	断面ミリング
加速電圧	0~6kV	
最大加工速度	約 2 μ m/h	約 300 μ m/h
最大試料寸法	ϕ 50 \times 25(H)mm	20(W) \times 12(D) \times 7(H)mm
回転速度	1r/min, 25r/min	****
スイング角	\pm 60°, \pm 90°	\pm 15°, \pm 30°, \pm 40°
傾斜角	0~90°	****
冷却ユニット	液体窒素による間接冷却, 室温~-100°C	

加工例

図4は、金ワイヤーボンディング部の(a)機械研磨後と(b)平面ミリング後の断面組織

です。数分で機械研磨による研磨傷が除去され凹凸の少ない平滑な断面を得ることができます。また、Au部には、機械研磨では見られない、結晶方位に依存したコントラスト(チャネリングコントラスト)を明瞭に観察することができます。図5に、鉛入りはんだ断面の(a)冷却なしの結果と、(b)液体窒素で冷却した結果を示します。図5(a)に示すように、冷却がない場合、ミリングによって組織の変質や空隙の発生など、本質とは異なる組織が観察されるため、間違った解釈を生む原因になります。冷却ユニットを用いることによって、図5(b)に示すように、熱ダメージが低減された、本質に近い組織を得ることができます。また、機械研磨では鏡面仕上げが難しいはんだなどのやわらかい材料でも、簡単に断面試料を作製することが可能になります。

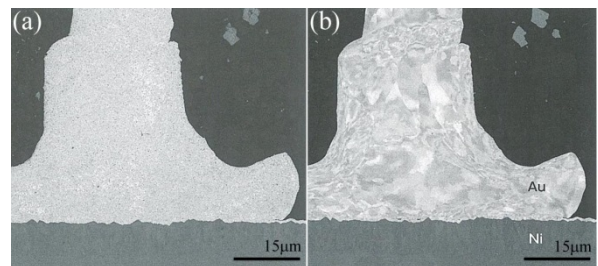


図4 金ワイヤーボンディング部の断面組織 (a)機械研磨後, (b)平面ミリング後

株式会社日立ハイテクノロジーズ提供

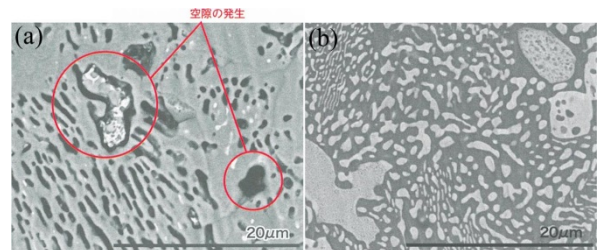


図5 鉛入りはんだの断面組織

(a)冷却なしミリング, (b)冷却ありミリング

株式会社日立ハイテクノロジーズ提供

おわりに

本装置は、機器開放としてご自身で使用していただくことが可能です。また、簡易受託研究として加工を承ることもできます。ミリング前の前処理等、ご質問ご相談は担当職員までご連絡ください。皆様のご利用をお待ちしております。

作成者 金属材料科 田中 努、内田 壮平、平田 智丈
 Phone:0725-51-2654(田中)、2705(内田)、2695(平田)
 発行日 2016年8月30日