

デュアルビームFIB装置を用いた技術支援

Technical Supports by using Dual beam-FIB



「技術支援貢献賞」受賞 / Best Technical Support Contribution Award

受賞者：兒玉 裕美子（東北大学 微細構造解析プラットフォーム）

Awardee: Yumiko Kodama

(Tohoku University, Advanced Characterization Nanotechnology Platform)

Key words

Dual beam-FIB, Soft-matters, Biomedical implant, FIB-induced damage layers

概要 / Overview

東北大学では、デュアルビームFIB装置を用いて、金属、セラミックス、ソフトマターまであらゆる材料のTEM観察用薄片試料、アトムプローブの作製、微細加工、断面加工、3次元構造解析などの支援を行っている。本発表では、ソフトマターや生物医学インプラント材料の支援例とFIB加工によるダメージ層の評価について紹介する。

Advanced Characterization Nanotechnology Platform at Tohoku University provides TEM samples including metals, ceramics and soft-matters by using dual beam-FIB. We also support nanofabrication, serial sectioning and 3D-reconstruction, preparation of atom probe specimens. In this presentation, we show some examples of our supports for soft-matters and biomedical implant materials as well as the evaluation of damaged layers induced by FIB processing.

ソフトマターのFIB加工支援例

Soft-matters

● 支援例1：フィルム上の金属皮膜の微細解析

プラスチック等の融点200℃以下の試料は、FIB加工が大変難しい（クライオ機能がない場合）。試料を低温で樹脂で固め、通常加速電圧30 kvで加工するところを全行程8 kvに下げて加工した。

利用者：中辻達也（株式会社イオックス）

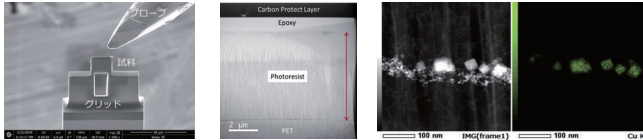


図1. 試料をグリッドに固定したところ 図2. 試料断面のBF-STEM像 図3. フォトレジストとPET界面部のDF-STEM像（左）とCu分布（右）

● 支援例2：油絵具材料の微細構造解析

主に11-12世紀に描かれた貴重な油絵の修復と保存のために、英国の絵具からFIBでTEM薄片試料を作製し、TEM観察、EDS分析を行い、回折像を解析し化合物を同定あるいは推定した。

利用者：北田正弘（東京芸術大学）

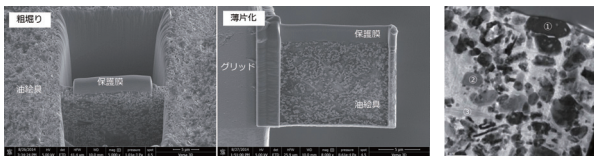


図4. 油絵具のFIB加工（左）粗振り（右）薄片化

● 支援例3：細菌の構造解析

微生物の細胞膜に存在する電子伝達系の構造を直接観察した例はない。FIBで微生物細胞の断面加工を試みた。

利用者：渡邊一哉（東京薬科大学）

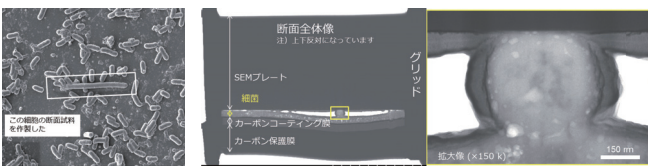


図6. 細菌のSIM像

図7. 細菌断面のBF-STEM像（左）全体像（右）拡大像

生物医学インプラント材料の支援例

Biomedical implant materials

● インプラント用チタン合金の界面観察

軟材料と硬材料はエッチングレートが異なるため、同時にFIB加工し薄片試料を作製するのは非常に難しい。ウサギ大腿骨組織とチタン合金の界面をFIBを用いてサンプリングし、SEMにて組織観察ならびにEDSマッピングを行った。

利用者：正橋直哉（東北大学）

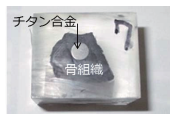


図8. チタン合金が埋め込まれたウサギ大腿骨検体

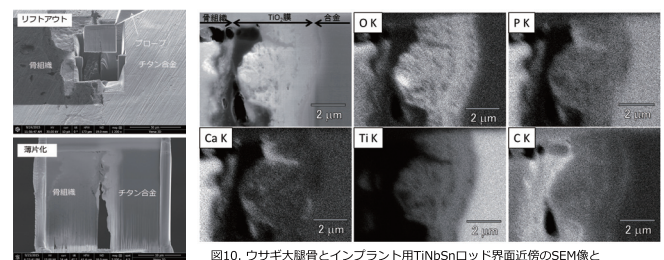


図9. ウサギ大腿骨とチタン合金界面のFIB加工（上）リフトアウト（下）薄片化

図10. ウサギ大腿骨とインプラント用TiNbSnロッド界面近傍のSEM像とEDSマッピング

FIB加工によるダメージ層の評価

Evaluation of FIB-induced damage layers

● Al含有試料

Al含有試料のFIB加工を依頼する数名の利用者から、ダメージ層が気になるという意見が寄せられた。通常、TEM薄片試料作製時はダメージ層を薄くするために5 kv以下の加速電圧で仕上げる。しかし、Al試料は低加速の5 kvで薄片化すると10 kvの時よりもダメージ層が厚くなること分かった（ref. 1）。

ref. 1) 鈴木ら、第72回日本顕微鏡学会、ポスター発表

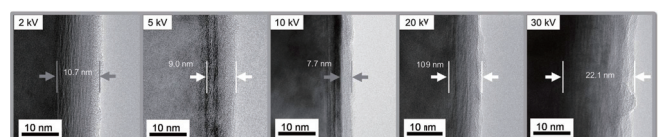


図11. 各加速電圧におけるダメージ層の変化

Contact

東北大学 微細構造解析プラットフォーム
兒玉 裕美子

Tohoku University, Advanced Characterization Nanotechnology Platform
Yumiko Kodama
URL: <http://cints-tohoku.jp/>

NanotechJapan
Nanotechnology Platform