

透過型電子顕微鏡のための 高度試料作製技術による支援業務

Supporting by advanced specimen preparation technique for TEM/STEM observations

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

受賞者
Awardee 押川 浩之（東京大学）
Hiroyuki Oshikawa (The University of Tokyo)



Key words

Specimen preparation for TEM /STEM, Dry-method,
Ion milling-method for large-size powder specimens

概要 / Overview

透過型電子顕微鏡/走査透過型電子顕微鏡用試料の作製が困難な物質の試料作製を可能にするために、いくつかの試料作製法の開発、と応用を行った。A) 水や有機溶剤に溶解してしまう試料や熱に弱い薄膜試料の作製のための、ミクロトームドライ法の改良を行い利用者の試料作製に応用した。B) サイズの大きな微粒子の場合、薄膜試料の作製が困難であったので、イオンミリングを用いてサイズの大きな微粒子の観察が可能な手法を開発した。これらの手法は、これまで観察することができなかった依頼試料のうちいくつかの試料で観察が可能となった。

Some methods were developed, and applied for materials that are difficult to prepare thin films specimen for TEM/STEM observation. A) For materials which dissolve in water or organic solvents, and susceptible to heat, a dry method by microtome was improved and applied. B) For large-size powders, a new method using ion milling technique was developed. These method enable us to make specimen for TEM/STEM from some of users materials which were difficult to observe by TEM/STEM before.

A ドライ法の応用

Application of dry method

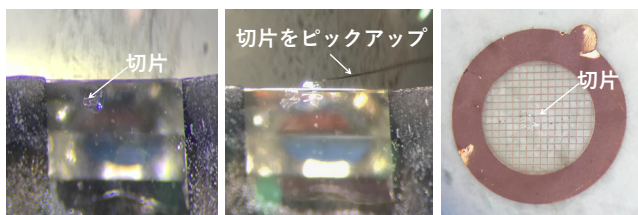
● ドライ法の応用

水や有機溶剤に溶解する試料、また熱に弱い試料などに対応するために、試料貼り付け用のワックスを使用せず、常温で硬化する樹脂に包埋し、ミクロトームによる切片を作製し、水上に浮かせず試料をピックアップする、いわゆるドライ法を改良し利用者の試料に応用した。この手法はイオンミリング装置を使った手法にも応用した。

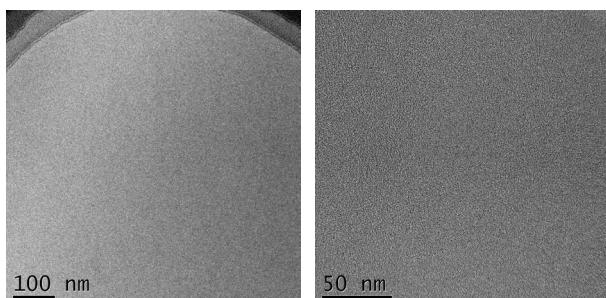
ポイント①：試料は常温下で包埋

ポイント②：水を使用しない

ポイント③：切片は水上に浮かせずピックアップ



ダイヤモンドで切片を切り、水を張らずに切片をピックアップし、メッシュに載せる。



この方法により作製した試料を透過型電子顕微鏡で観察した。低倍率でもわかるように寄せやしわなどもなく作成できている。

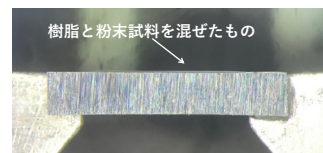
B イオンミリング法を用いた粉末の試料作製

Ion-milling method for large-size powder specimens

● サイズの大きな微粒子の試料作製法

粉末状の試料を透過型電子顕微鏡で観察する際に、一般に試料の大きさが $\sim 100\text{nm}$ の物であればそのまま観察できるが、場合によっては 100nm 以上の大きさの物もある。この状態では試料の厚さが厚く電子顕微鏡では観察が困難である。この問題を克服するために、粉末試料と樹脂を混ぜた後、Siなどの表面に塗り、これをイオンミリング装置で加工する方法を開発している。この方法により試料の厚さを調整できるようになった。

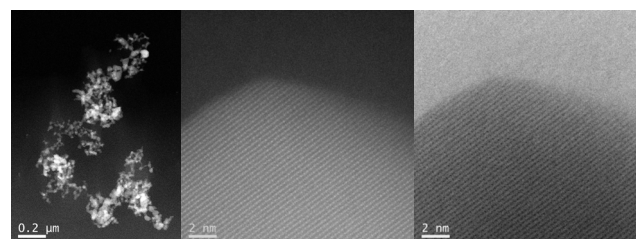
Siウェハのダミー試料をあらかじめイオンミリング装置に入るように加工し、試料台に乗せた後に、表面に塗る。



- さらに種類の異なるイオンミリング装置で利用可能な試料ホルダーを作製しイオンミリングを行っている。イオンミリング装置を利用する場合、試料の粗削り用から仕上げまで装置を使い分けしていくことがある。その際、試料をその装置にあったホルダーにセットする必要がある。東大では粗削り用から低加速電圧の仕上げで使用する装置間で同一のホルダーで使用を可能にした。

ポイント①：Siウェハなど表目に樹脂と混ぜたものを塗る。

ポイント②：試料作製中ミリング装置のホルダーから取り外さないで試料を壊すリスクが低減



TiO₂の粉末試料に応用した例。HAADF像とABF像。樹脂も脱落することなく試料を保持しており、薄片化できているのが分かる。

CONTACT

東京大学 工学系研究科総合研究機構
押川 浩之

Institute of Engineering Innovation,
the University of Tokyo
Hiroyuki Oshikawa

