

FIB-SEMの機構と活用

Mechanism and Utilization of FIB-SEM

技術開発部門 研究部
研究第一グループ
Technical Development Div.
Research Dept. Research Group1



津田 絵里香
Erika TSUDA



八木沢 隼
Hayato YAGISAWA

近年、高機能化や高意匠性といった付加価値が塗膜へ要求されており、新たな塗装仕様を検討する機会が増えています。また、塗装設備の老朽化による更新や環境対応による適用塗料の変更などにより、塗装仕様の検討を実施する機会も少なくありません。

塗装仕様の検討では、目標とする塗装品質を達成する過程で塗膜外観不良が発生した場合、原因を特定して改善する必要がありますが、従来の分析方法では原因を特定できない場合も多く、検討に時間を必要とします。

コーティング技術センターでは高性能FIB-SEM複合装置(ETHOS NX5000:日立ハイテック製)を所有しており、塗膜外観不良の分析に活用しています。(図1)



図1 FIB-SEM複合装置(ETHOS NX5000)外観
本報では、高性能FIB-SEM複合装置と、その活用事例について紹介します。

高性能FIB-SEM複合装置とは

高性能FIB-SEM複合装置とは、FIB(Focused Ion Beam System:集束イオンビーム装置)とSEM(Scanning Electron Microscope:走査電子顕微鏡)の両方の機能を同時運用することが可能な最新の電子顕微鏡です。本装置は、装置内で『①観る(観察)・②削る(加工)・③付ける(膜付け)・④調べる』ことが可能なため、微小異物の位置の特定や加工に優れており、断面分析による原因解析に適しています。

FIBの機能

FIBは、真空内においてガリウム(Ga)イオンビームを静電型レンズで集束し、試料表面に焦点を合わせ、走査することにより加工や観察を行います。(図2)ガリウム

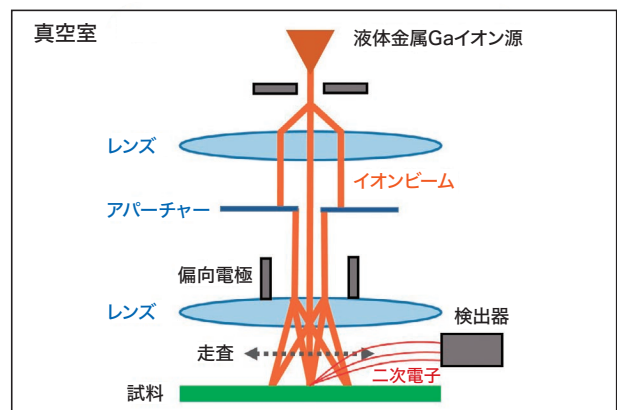


図2 FIBの光学系

イオンは後述のSEMで使用する電子と比べて質量が大きく、原子と強い相互作用を起こすことから、FIBで

は電子顕微鏡の基本である①観る機能に加え、②削る・③付ける機能が可能になります。(図3,4)

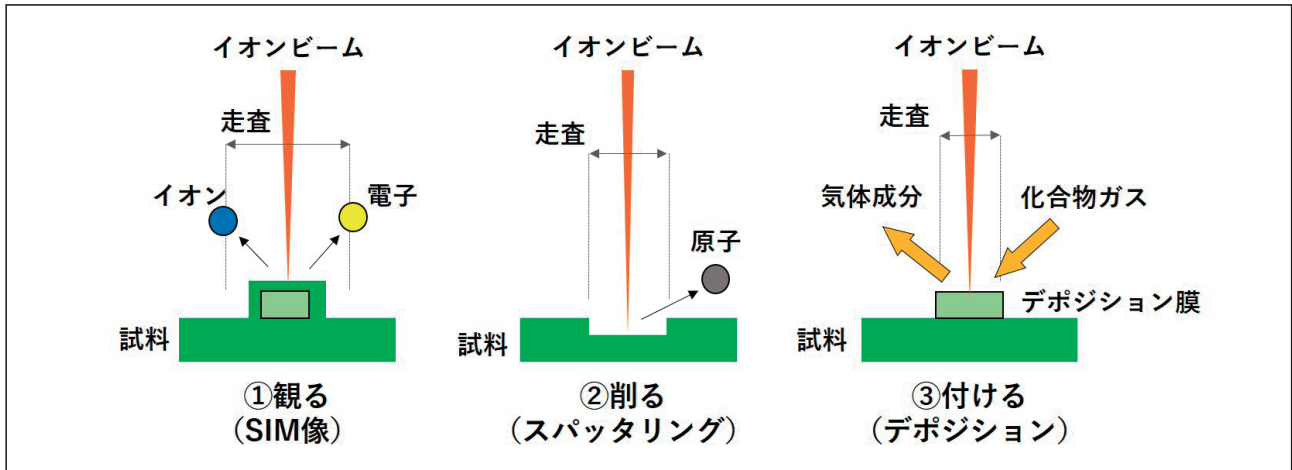


図3 FIBの機能

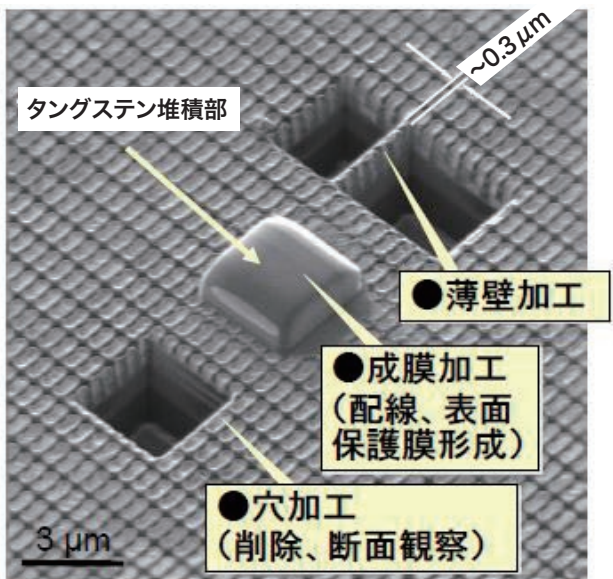


図4 FIB加工観察例

- ① 観る (SIM像: 走査イオン顕微鏡像)
 集束したイオンビームを試料表面で走査することにより、発生した二次電子などを検出して顕微鏡像の観察が可能
 例: 表面・断面観察、加工位置決め
- ② 削る (スパッタリング)
 イオンビーム照射によるスパッタエッチング機能により、試料上任意の場所の微小断面加工が可能
 例: 断面・薄膜作成、切断・穴あけ

- ③ 付ける (デポジション)
 試料表面に特定の化合物ガスを吹き付けながらイオンビームを照射すると、デポジション膜と呼ばれる保護膜の形成が可能
 例: 保護膜形成、配線

SEMの機能

SEMは、①観るおよびEDX (Energy dispersive X-ray spectroscopy: エネルギー分散型X線分析) を併用し④調べることが可能です。

真空内に設置された試料表面に磁界型レンズで集束した電子ビームを照射します。その際、試料から出てくる二次電子を用いて観察し、また特性X線を用いてEDXにて元素分析を行います。なお、得られるデータの質は電子ビームの発生源である電子銃の種類に依存します。弊社装置では、電子銃として高輝度かつ高エネルギー分解能が同時に得られるCold FE (Cold Field Emission) 電子銃 (冷陰極電界放出形電子銃) を搭載しており、高品質なデータの提供が可能です。

また弊社装置には、FIB-SEM専用開発されたDual Modeレンズが搭載されており、2種類のレンズを目的に合わせて切り替え、観察を行うことが可能です。

レンズの種類

- (1) FFモード:(アウトレンズ)FIBとSEMを高速に切替えることで、FIB加工状況をリアルタイムに確認することが可能です。
- (2) HRモード:(セミインレンズ)高輝度かつ高エネルギー分解能が同時に得られるCold FE電子銃と組み合わせて、微細構造やプロセスなど高分解能での観察が可能です。

FIB-SEMを用いた分析事例の紹介

実際にFIB-SEMを用いて実施した分析事例を紹介します。

<事例1>塗膜中の微小異物分析

【試料】基材(黒色ABS)/クリアー塗料(二液性アクリルウレタン樹脂系塗料)
塗膜外観状態:クリアー塗膜に光沢のある微小な異物が存在している

【分析手順】

- (1)目視およびDMS(デジタルマイクロスコープ)による表面観察で20 μm 程の微小異物Aを確認(図5)
- (2)SEM表面観察を実施(図6)
- (3)試料に対してイオンビームが垂直に照射されるようにステージ角度を調整
- (4)DMS観察画像とSIM像をリンクさせ、位置合わせ
- (5)塗膜表層を保護するためにカーボンガスを用いてデポジション膜を形成
- (6)異物部にFIB加工枠を設置
- (7)FIB加工:粗加工+仕上げ加工実施
(W:約45 μm ×H:約70 μm ×Depth:約80 μm 加工)
- (8)SEM断面観察(図7)
- (9)EDX分析のため追加加工を実施後、EDX分析

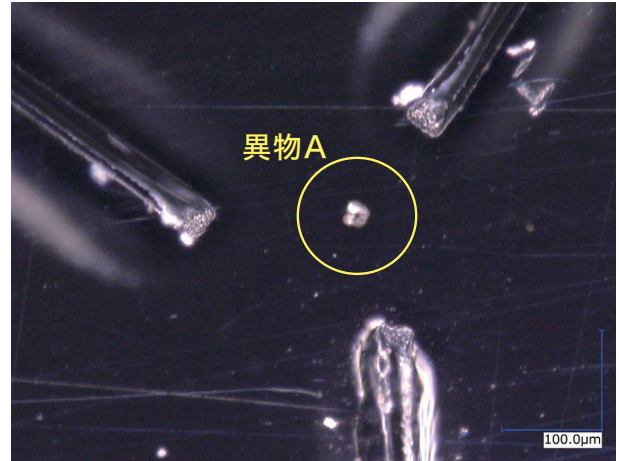


図5 (事例1)DMS観察画像

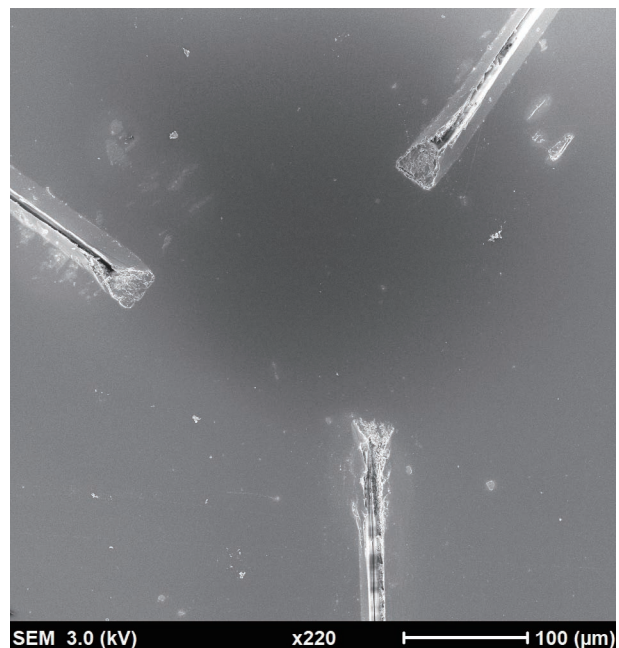


図6 (事例1)SEM観察画像

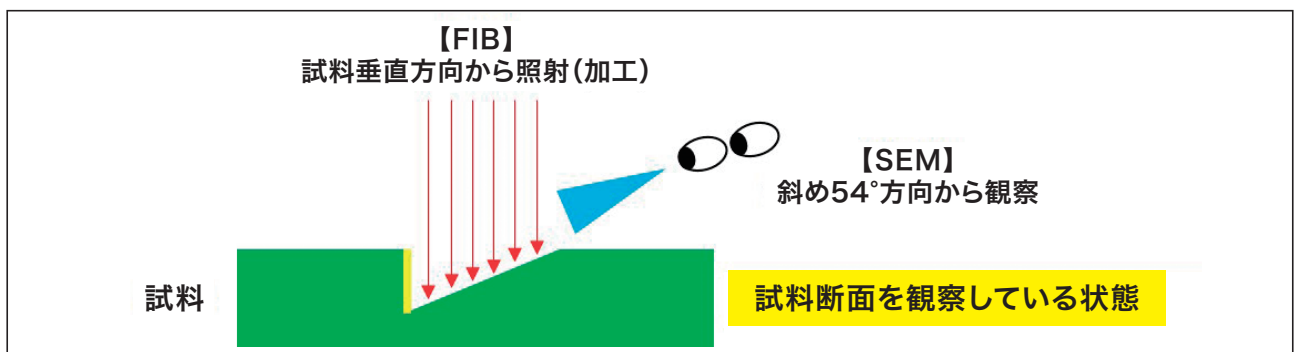


図7 FIB加工およびSEM観察イメージ図

【分析結果】

- 塗膜内部に径約 20 μm の鱗片状の異物を確認(図8、9)

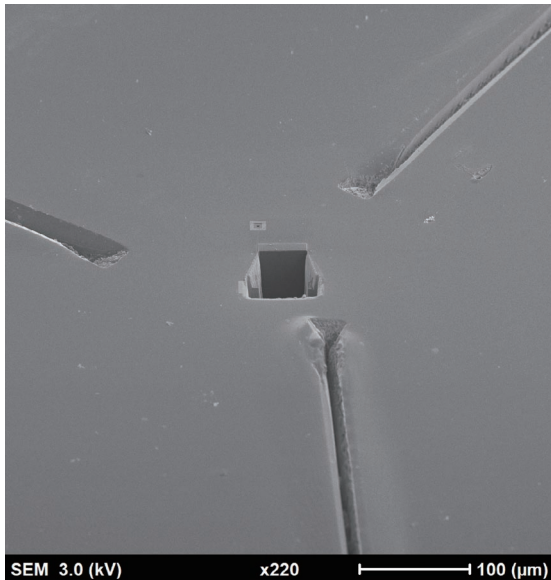


図8 (事例1) FIB加工後SEM観察画像

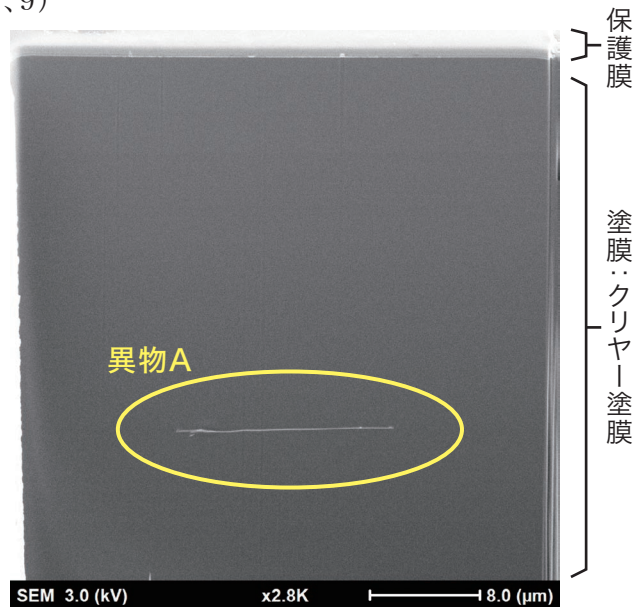


図9 (事例1) FIB加工後SEM観察拡大画像

- EDX 分析の結果、A からアルミニウム (Al) を検出(図10)

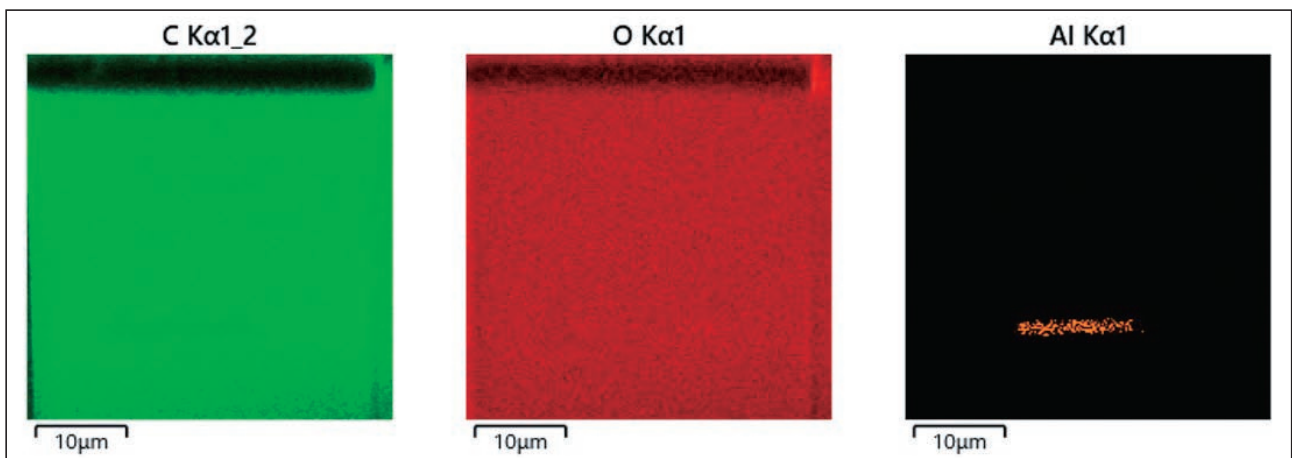


図10 (事例1) EDX元素マッピング

【考察】

断面分析結果より、微小異物Aはアルミニウム紛が混入したものであると考えられます。

通常、塗膜中に存在する異物はおおよそ80 μm 以上であれば、試料を樹脂で包埋後、異物部を狙って研磨し、断面分析が可能です(従来法)。しかし、異物が微小であると分析が非常に困難となります。

FIB-SEMでは異物部をピンポイントで狙って削る・観る・調べることが可能であるため、従来困難であった微小異物の分析が可能となりました。

異物の成分特定のみならず、複層膜であれば異物の存在している層を特定することができ、早急に原因究明を行い対策に繋げることができます。

＜事例2＞塗膜のワキ分析

【試料】基材(アルミダイキャスト)／黑色塗料(一液性熱硬化型ポリウレタン樹脂系焼付塗料)
塗膜外観状態: 黑色塗膜表面に穴や膨れが多数存在している

【分析手順】

- (1)目視およびDMSによる表面観察で塗膜にワキを確認(図11)
- (2)試料に対してイオンビームが垂直に照射されるようにステージの角度を調整
- (3)ワキ発生箇所をFIB加工枠を設置(図12)

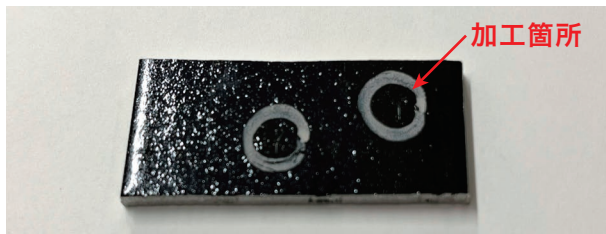


図11 (事例2) 試料外観

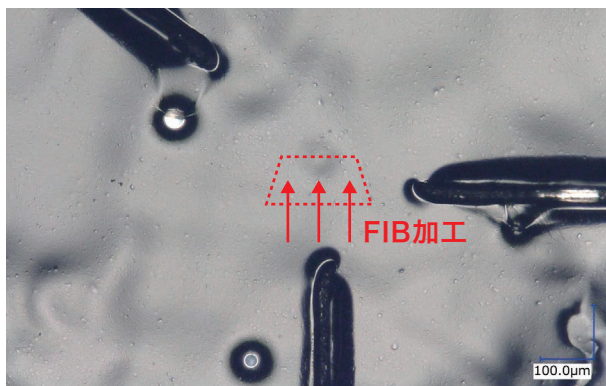


図12 (事例2) DMS観察画像

- (4)FIB加工: 粗加工+仕上げ加工実施
(W:約200 μ m×H:約200 μ m×Depth:約100 μ m加工)
- (5)SEM断面観察・EDX分析を実施

【分析結果】

- 塗膜中に直径約7 μ mの空隙を確認し、空隙中心部下の基材に幅3 μ m、深さ約30 μ mのクラックを確認。(図13)
- 基材クラック部には塗料成分が入り込んでいることを確認。(図14)

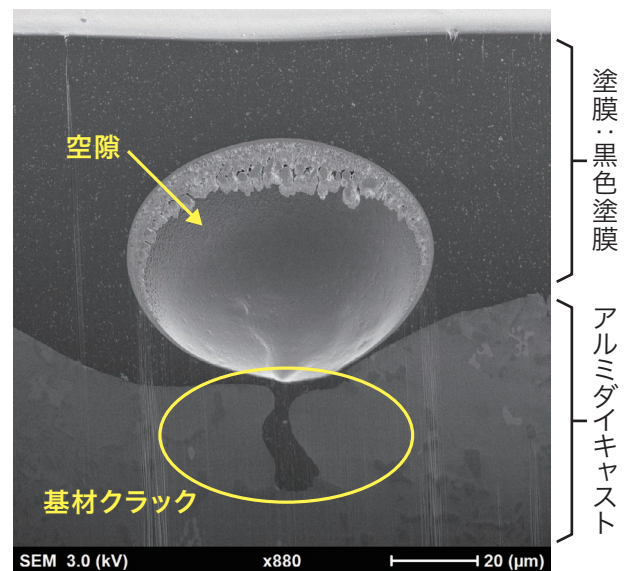


図13 (事例2) FIB加工後SEM観察画像

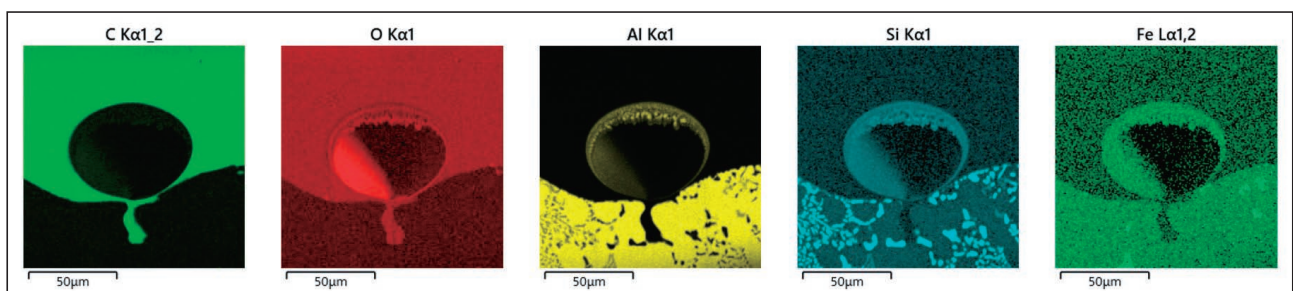


図14 (事例2) EDX元素マッピング

【考察】

断面分析結果より、ワキは基材クラック起因の置換発泡であると推測されます。

塗膜のワキが塗料起因の場合、空隙は塗膜中のみ確認され、基材起因の場合は塗膜中の空隙中心部下に基材クラック(ひび割れ)が確認されます。そのため、塗膜のワキ分析では、空隙中心部下の基材を観察する必要があります。

従来法では空隙中心部を狙って研磨することは難しく、基材クラックを見逃してしまう可能性があります。

FIB-SEMでは、SEMで観察しながらFIB加工を行うことが可能であるため、空隙の中心部を狙って加工することが可能です。

ワキの要因が塗料起因か基材起因かによって対策が異なるため、FIB-SEMによるワキ中心部下基材までの分析は非常に有効です。

まとめ

FIB-SEMを用いることにより、従来では明確な結果が得られなかった微小な異物や塗装時の不具合発生箇所をピンポイントで分析することが可能になり、原因を特定できるようになりました。塗膜の外観不良などの現象に関する原因解明は、新たな塗装仕様の検討および製品開発の促進に繋がります。

コーティング技術センターでは、今後も本装置を用いた研究を継続して、新技術の開発・発展に役立つような情報を提供します。

補足：電子銃と分解能

電子銃は、電子の放出方法によりFE電子銃(電界放出形電子銃)、ショットキー電子銃、熱電子銃の3つのタイプに分類されます。SEMにおける分解能は、試料上に照射される電子ビームの大きさで決定されます。電子ビームの大きさが小さければ小さいほど高い分解能が得られますが、それを実現するためには、電子銃から発生する電子線の輝度(密度)を高める必要があります。なかでもFE電子銃は、先端を鋭く加工したタングステン単結晶チップの表面に対し、高電界を加えて電子を引き出す仕組みとなっており、熱電子銃と比較して約1000倍もの高い輝度の電子線を得ることができます。