



クライオ機能付FIB高精度加工技術を用いた 高分解能EBSD&FE-EPMA分析事例

目的に応じた物理解析手法で、お客様のニーズにお応えいたします。

はじめに

FIB(集束イオンビーム)加工は、特定微小領域の断面観察・分析に用いられていますが、これまでの断面加工法では、EBSD^(*)やFE-EPMA^(**)分析に用いることはできませんでした。当社では、FIB加工において、高精度加工技術および加工損傷軽減技術を確立し、EBSD、EPMA分析を可能としました。

ここでは、さらにFIB加工の際に熱損傷を受けやすいとされている、車載用電子部品などに広く用いられる銅(Cu)の上になすず(Sn)めっきを施した材料の断面試料を、FIBクライオ(冷却)加工にて作製し、高分解能EBSDおよびFE-EPMAを用いて解析した事例をご紹介します。

(*) 後方散乱電子回折(Electron BackScatter Diffraction)のことで、SEMIに組み合わせ、電子線を操作しながら、擬菊池パターンを解析することで、ミクロな結晶方位や結晶系を測定することができます。

EBSDで得られた電子回折パターンをEBSP(Electron BackScatter Diffraction Pattern)と呼びますが、EBSPはEBSDと同義語に使われることもあります。

(**) 電界放出型電子線マイクロアナライザ(Field Emission-Electron Probe Micro Analysis)

EBSDによる結晶方位分布、相マップ分析

結晶方位マッピング像(図1:中段)より、各結晶粒の方位が確認できます。

また、相マップ結果(図1:下段)からは、a/c軸比の異なる六方晶構造を持つCu₆Sn₅およびCu₃Sn、さらに立方晶構造を持つCu、正方晶構造を持つSnの4つの相が同定され、反射電子像の組成コントラスト(平均原子番号に依存したコントラスト)に対しても、よく一致しています。

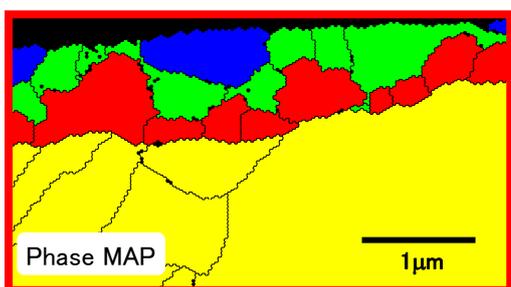
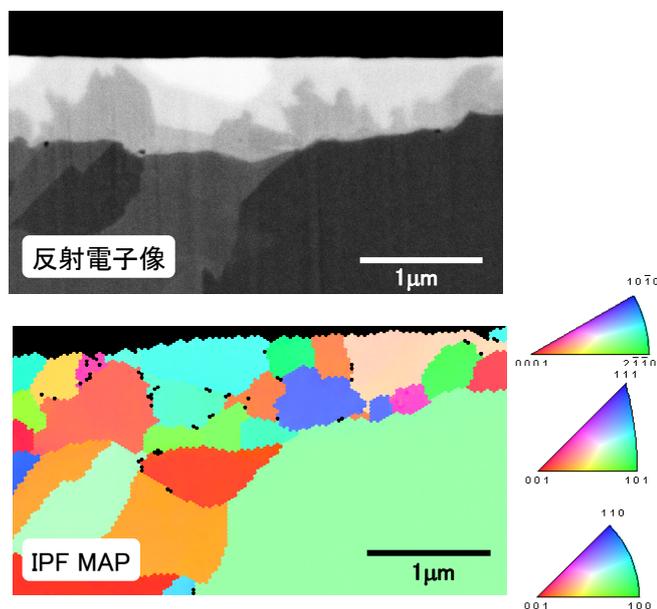


図1 EBSDによる方位マップ(IPF MAP)および相マップ(Phase MAP)
(上: 反射電子像、中: IPF MAP、下: Phase MAP)

FE-EPMAによる元素マッピング、相マップ分析

厚さ1 μm以下の表面Snめっき領域における、Sn、Cuの元素分布を高分解能で確認できます(図2)。

また、強度マッピングのデータから、SnとCuで散布図を作成し、元素同士の相関(組成比)と平衡状態図を基に解析した相マップ(図3)より、Cu相側からCu₃Sn、Cu₆Sn₅がそれぞれ数100nmで生成していることがわかります。さらに、その分布は、図1に示したEBSD-相マップ(結晶構造を反映した解析)結果ともよく一致しており、強度データを用いた相の同定が可能になりました。

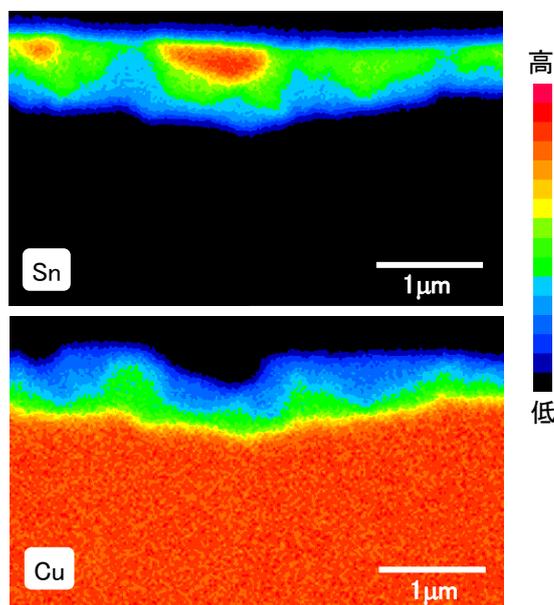


図2 Snめっき材のEPMAによる元素マッピング

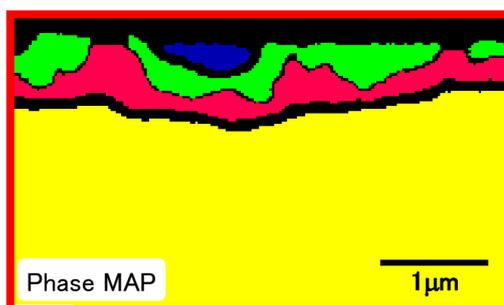


図3 EPMAによる相マップ

クライオ機能によるFIB加工ダメージの軽減効果

● 常温とクライオ(冷却)での集束イオンビーム(FIB)加工比較

常温加工では、イオンビームによる熱影響から、表面すず(Sn)めっき部にダメージがみられます(図4左)。

一方、クライオ機能を用い冷却しながらFIB加工することにより、熱ダメージがなく本来の断面構造を反映した試料を作製・観察することができます(図4右)。

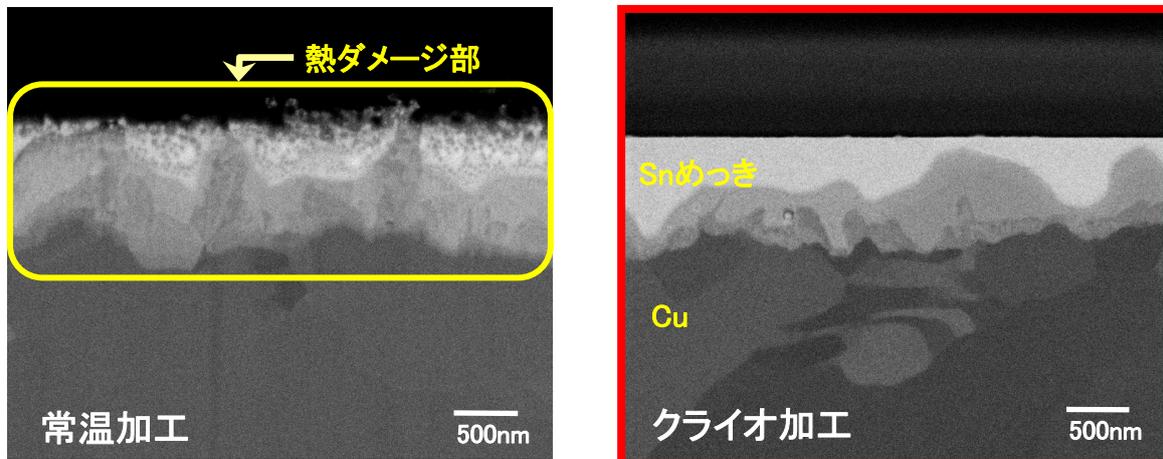


図4 FIBによる断面加工後の反射電子像
(左:常温加工、右:クライオ加工)

分析に使用した装置の主な特長

● 極低加速電圧走査電子顕微鏡(ZEISS社製 SUPRA40VP)



■ 主な特長

- ・極表面構造観察 絶縁物の無処理観察
- ・極表面組成コントラスト・状態コントラスト観察
- ・極低加速電圧における超高分解能 (5.0nm:200V、2.1nm:1kV)
- ・高分解能EDX分析、高分解能・高速EBSD解析・高速粒子解析

■ 付帯分析装置

- ・ブルカー社製EDS
- ・エダックス(TSL)社製EBSD

● 電界放出型電子線マイクロアナライザー(日本電子社製 JXA-8500F)



■ 主な特長

- ・微小領域の元素定性・定量分析、高精細・高感度な元素マッピング分析
(空間分解能:150nm、最高倍率:20000倍)
(分析感度:数100ppm、C定量分析精度:0.1%)

■ オプション

- ・非暴露機能搭載

■ 豊富な解析ソフト

- ・相分布、粒度分布、膜厚評価、薄膜の定量 など

● デュアルビームFIB-SEM装置(FEI社製 Versa-3Dシステム)



■ 主な特長

- ・FIB加工した断面を、同一試料室内でそのままSEM観察可能

■ FIB

- ・デポジション:C、Pt

■ FE-SEM

- ・電子銃:ショットキー熱電子放出型
- ・高真空SEMモード、低真空SEMモード、環境SEMモード

■ オプション

- ・クライオ機能搭載、非暴露機能搭載
- ・3D slice&View(三次元再構築)



JFE テクノリサーチ 株式会社

<http://www.jfe-tec.co.jp>

0120-643-777

Copyright ©2015 JFE Techno-Research Corporation. All Rights Reserved.
本資料の無断複製・転載・webサイトへのアップロード等はおやめ下さい。