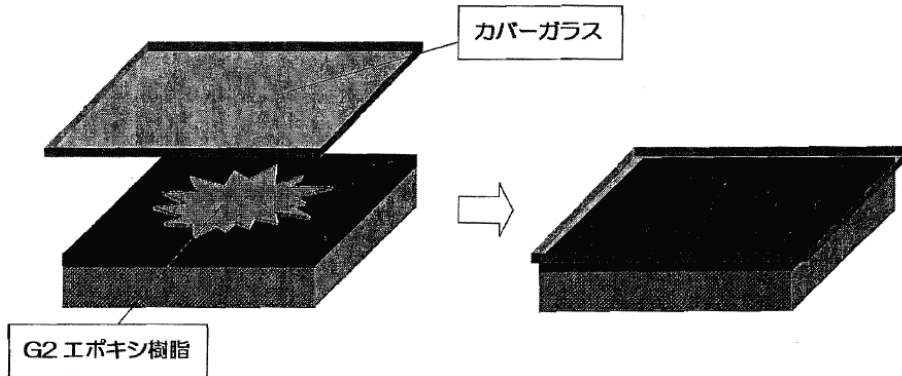


# イオンサイザーによる TEM 断面試料作成

## I 試料準備

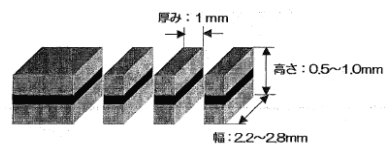
(炭素薄膜の場合、エポキシ樹脂との界面を明確にするため、まず白金を 30Å つける)

- ① 試料(2cm×2cm くらい)の上にエポキシ樹脂でカバーガラスを貼り付ける。

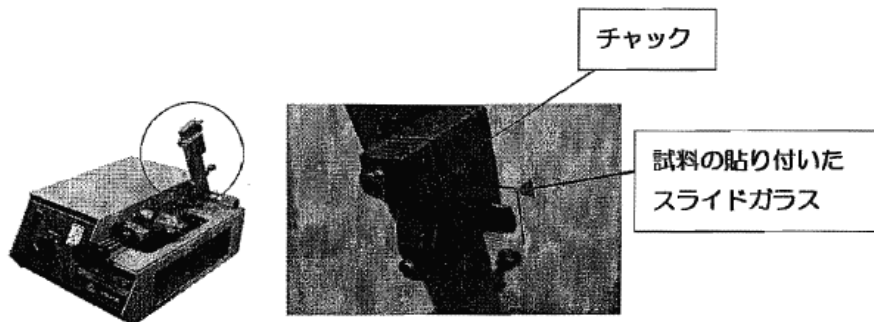


- ② ホットプレート上で重合硬化させる(120°C、15min 以上)。

## II アイソメット



- ① ホットプレート(120°C)に試料より少し大きめ(3cm×3cm くらい、③のチャックに挟める程度の大きさ)のライドガラスを置き温める。
- ② 温めたライドガラスにアドフィックス A(褐色)を溶着させ、試料表面をライドガラス側になるように貼り付ける(試料表面を保護するため)。
- ③ 試料が刃側になるように、試料の貼り付いたライドガラスをチャックに挟む。



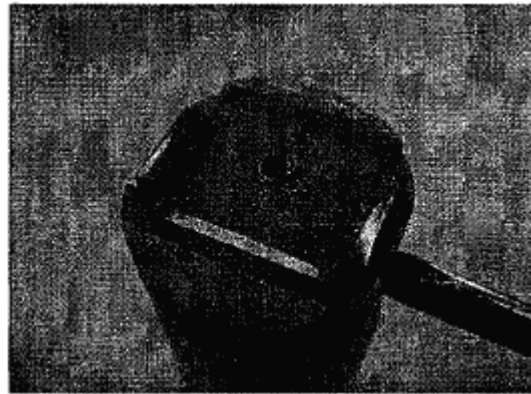
- ④ アイソメットの受け皿にオイルを刃が浸るまで入れる。
- ⑤ マイクロメーターで切り出す位置を調整する。(おもりを使って荷重を調整する)
- ⑥ スタートして、試料を切断する。(切断できれば音が変わる)
- ⑦ マイクロメーターを調整して、幅 2.5mm になるように切断する。(刃の厚みがあるので、マイクロメーターは 2.8mm ほどに調節する)
- ⑧ 幅 2.5mm に切り出した試料をホットプレートに乗せて 90 度回転させる。
- ⑨ 再度チャックに挟み込み、1mm 程度の幅に切り出す。(⑦と同様、1.3mm ほどに調節する)

⑩ ホットプレートで温め、試料を取り、アセトンでアドフィックス A を洗浄する。

### Ⅲハンディラップ

① 貼り付けガラスの表面をアセトンで十分洗浄し、ホットプレートでマウンティングワックス(透明で棒状のやつ)を少量溶かす。

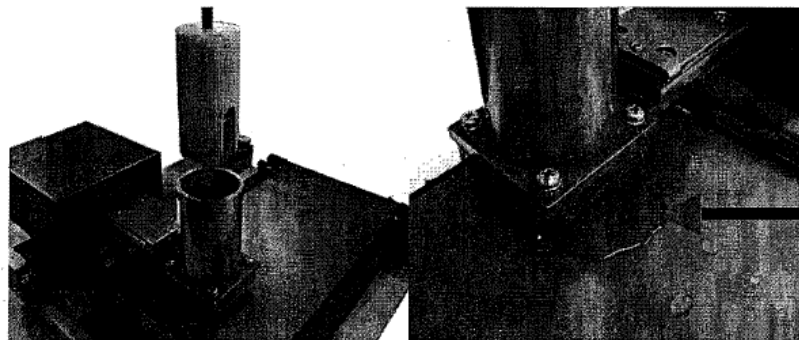
② Ⅱで作成した試料を貼り付けガラスに断面が上になるように貼り付け、ハンディラップの中軸に固定する。



締めすぎるとガラスが割れるので注意！

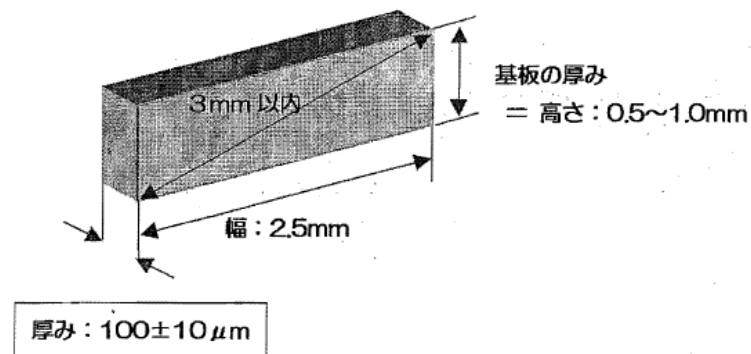
③ ハンディラップの研磨台ガラスの汚れを拭きとり、粒径  $30\mu\text{m}$  のダイヤモンドシートを敷いて、レバーを右に倒して固定する。

④ 中軸をガイドに挿入し、研磨レーンに潤滑のため水道水を足す。



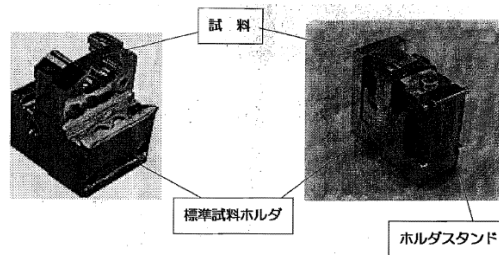
⑤ 左レール部の BOX を軽く握り、レール沿いに往復し厚みが  $100\mu\text{m}$  になるまで研磨する。

**必ず一度、ひっくり返すこと(片面を研磨し続けて、 $100\mu\text{m}$  にしない)。クラックが無いか確認！**



次は、いよいよイオンスライサー…。

#### IV 標準試料ホルダーへのセット



- ① 試料と標準試料ホルダー(上図)の汚れをアセトンに浸せた綿棒で拭き取る。
- ② 標準試料ホルダーをホットプレート(120°C)にのせて温める。
- ③ 試料ホルダーにアセトンで溶かしたマウンティングワックスを先端をとがらせた楊枝を用いて試料ホルダーのツメの部分に極少量つける

※③の作業は実体顕微鏡下で行う。

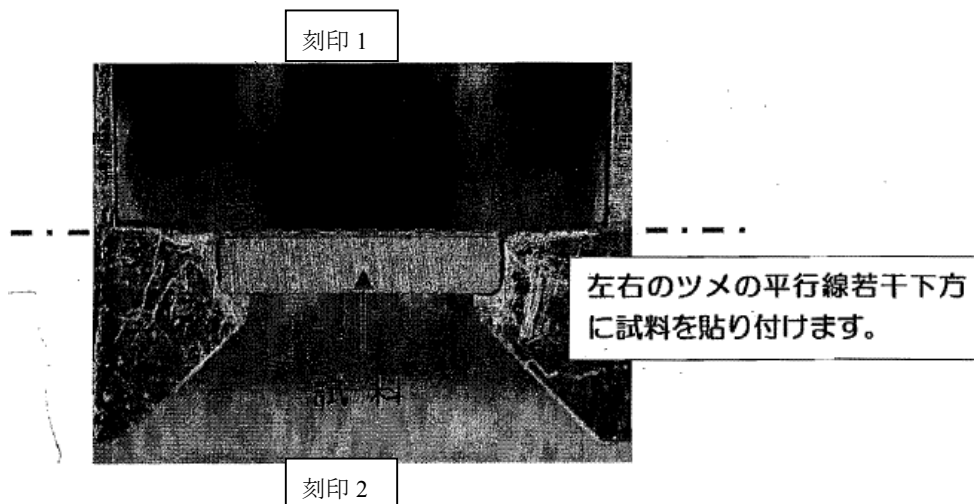
※ゴミの混入、マウンティングワックスのつけすぎに注意。

溶かしたマウンティングワックスの作り方 (どちらでも可)

(その1) マウンティングワックスを3mm程度切り落とし、シャーレに入れて、数滴のアセトンで溶かす。

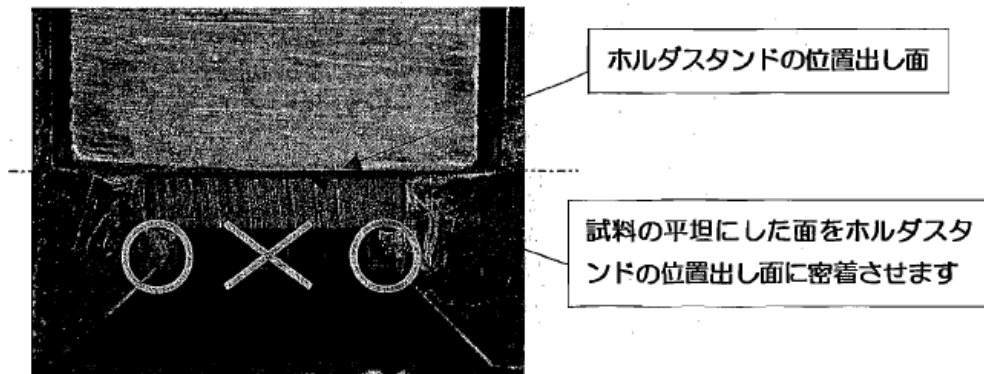
(その2) シャーレにアセトンを数滴入れ、マウンティングワックスをシャーレにこすり付ける。

- ④ IIIの試料を左右ツメ部に橋渡しにセットする。このとき、試料は左右のツメの平行線より若干下方に貼り付ける (⑤で平行に補正するため)。



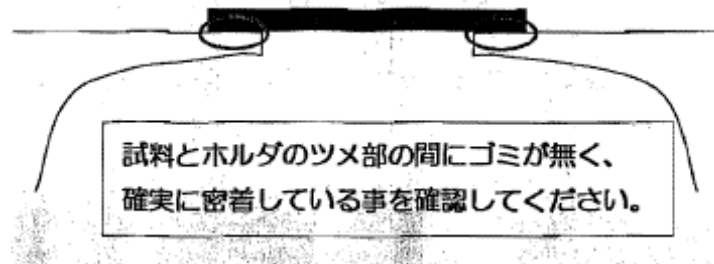
ゴミがついている場合は、取り外してアセトン洗浄後、再度とりつける。

- ⑤ 標準ホルダーを温め、冷めないうちにホルダースタンドに装着し、試料をホルダースタンドの位置出し面に密着するように移動させ、冷まして固定する。



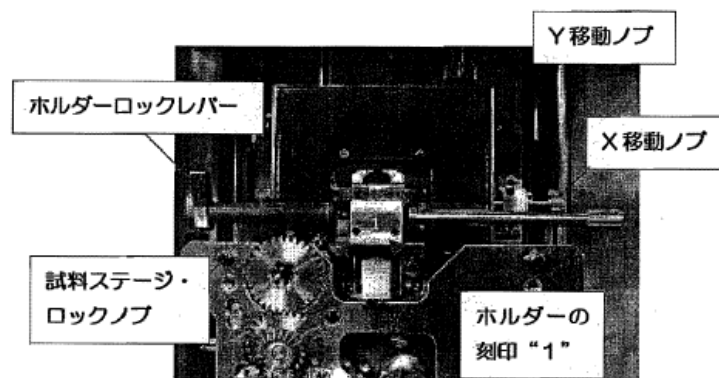
**試料中央を押すと割れる。ツメに乗っている部分を押すこ**

- ⑥ 標準ホルダーが冷えたらホルダースタンドから標準ホルダーを取り出し、試料と標準ホルダツメ部との間にゴミがなく密着していること、遮蔽ベルト掛かり面にゴミが付着していないことを確認する。

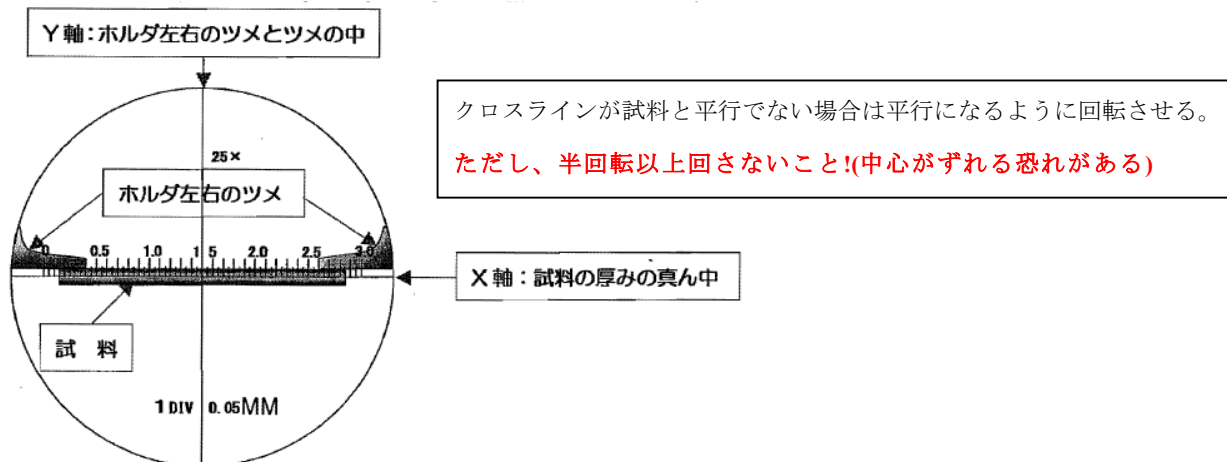


## V一次ミリング

- ① 本体の電源 ON
- ② **試料交換**をクリックし、**Vent**をクリックする。チャンバー内が大気圧になり、チャンバーを開ける。
- ③ サンプルがセットされた標準試料ホルダーを刻印1が上向きになるようにステージの試料セット位置に停止するまでスライドして確実にセットし、ホルダーロックレバーを締める。

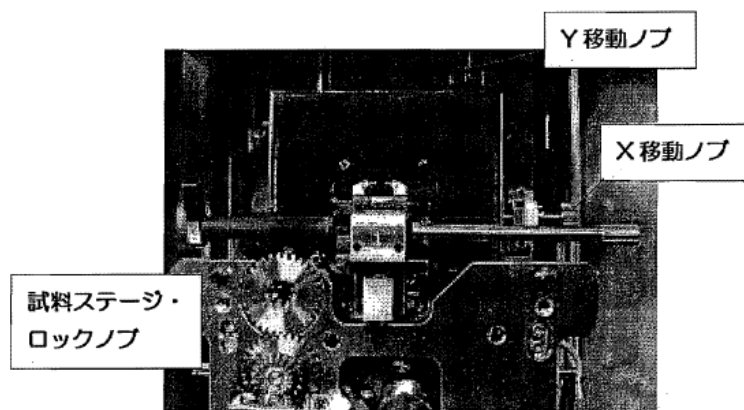


- ④ 試料ステージロックノブを反時計方向に回してロックを解除する。軸合わせルーペを取り付け、XとY移動ノブで、ステージを動かし、ルーペ内のクロスラインをミリング位置に合わせる。クロスラインのX軸は、試料の厚みの真ん中に、Y軸は、ホルダー左右のツメの間になるように調整する。



- ⑤ 試料ステージロックを時計方向に回してロックする。

ロックするとき、ステージが微動して試料位置が変わるので、ロック時にルーペのクロスラインと試料位置が合うように繰り返し調整する。(ロック後も X,Y 移動ノブは、時計方向に多少調節できるが、強引にやらないこと)

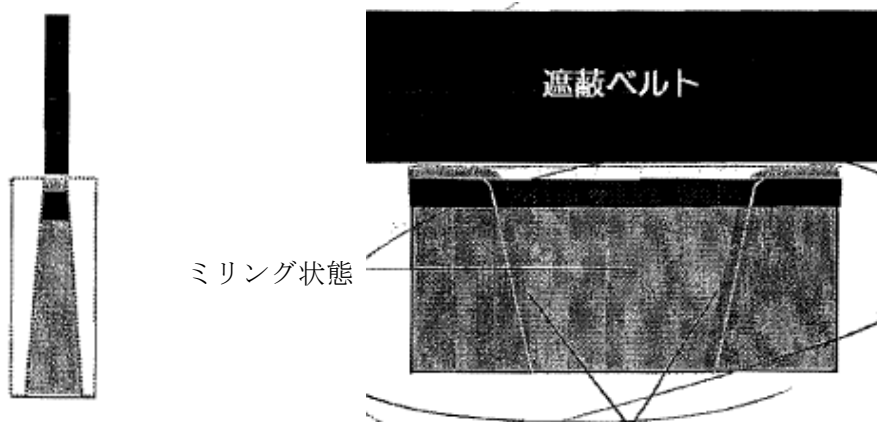
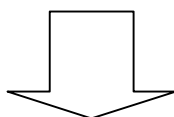
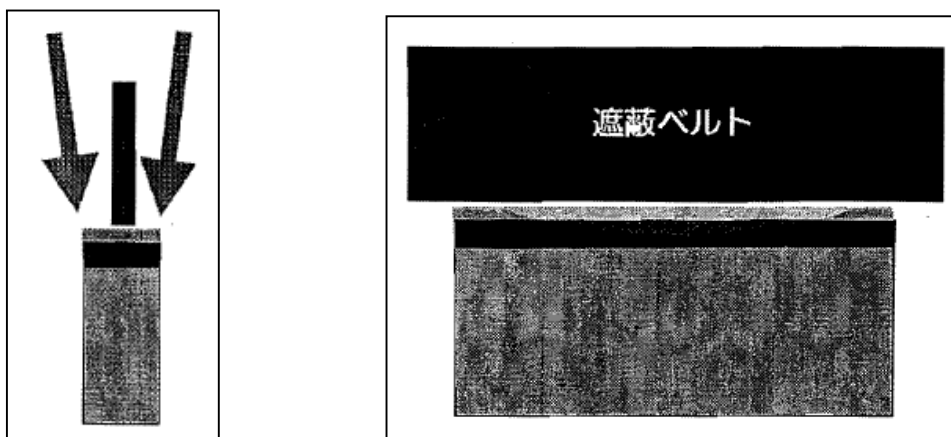


- ⑥ 軸合わせルーペを取り外す。
- ⑦ ベルトカセットをセットする。ベルトカセットのネジが両方とも締まると、ベルトカセットがきちんと固定されている。
- ⑧ チャンバーを閉めて排気する(チャンバーを閉めると、自動的に排気される)。
- ⑨ ベルト送りでベルトを新しい面にする。古い面はミリング痕が見えるので、それを基準にする。また、ベルトのつなぎ目を使うと、ミリング中にベルトが切れる恐れがあるので、使用しない。
- ⑩ 透過照明と反射照明をつけ、ズームを 170 倍にセットし、フォーカスを合わせる。
- ⑪ 画面上で試料と遮蔽ベルトの隙間が 3~5 mm になるようにベルトの位置を上下させる。隙間が開きすぎると遮蔽ベルトの意味を成さないが、近づけすぎるとミリングできない。

⑫ イオン照射条件をセットする。

イオン角度:0.5 °、双方、切替間隔:60 秒、加速電圧:6 kV、Ar 流量:ガス圧  $9.5 \times 10^{-3}$  以下(イオン電流が最大になるように)に調節する ※ミリングが始まると、Ar 流量を変えなくても徐々にガス圧が上がっていく。  $1 \times 10^{-2}$  Pa になるとポンプが落ちる可能性があるので、ガス圧が安定するまで Ar 流量を調節する必要がある。

⑬ 開始ボタンをクリックして、一次ミリングを開始する。

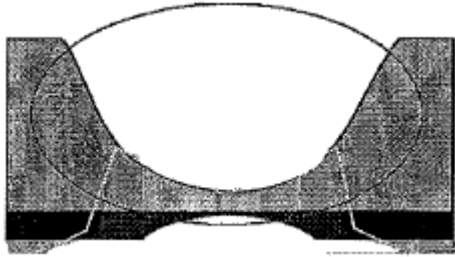


ミリング痕の両端が画面上でほぼ垂直になるまで。  
垂直になると、左図の底までミリングできている。



## VI 二次ミリング

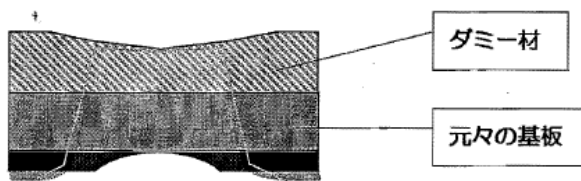
- ① **試料交換**をクリックし、**Vent**をクリックして、チャンバーをリークし、ベルトカセットを取り外す。
- ② 試料ホルダーを外す。
- ③ ダミーガラスを取り付ける。



基板底辺がミリングされ膜面に迫る

二次ミリングは、反転して基板後方から Ar イオンが照射されるため、基板の底辺がミリングされ徐々に減り、幅が狭くなる。特に、試料のミリング率が低い場合や基板がガラスなど弱い場合、薄膜になる前に基板側がミリングされるのが早く、薄膜化した後、TEM 観察試料が壊れる恐れがある。

これを防ぐためにダミー材を貼り付けて基板の高さを増やしておく。



ダミー材は、カバーガラスを用いる。カバーガラスを標準試料ホルダーに橋がけできるほどの大きさに切り、マウンティングワックスで基板側に貼り付ける。

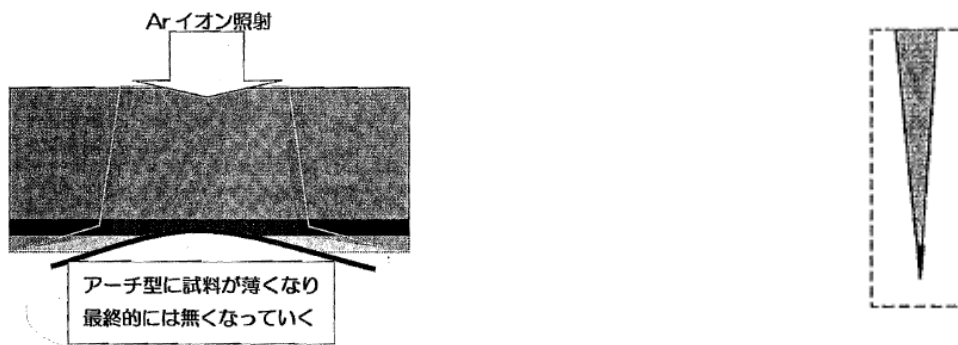
- ④ 試料を反転させ、刻印 2 が上向きになるようにセットし、ホルダーロックレバーを締める。
- ⑤ 試料ステージロックノブを反時計方向に回してロックを解除する。軸合わせルーペを取り付け、X と Y 移動ノブで、ステージを動かして、ルーペ内のクロスラインをミリング位置に合わせる。クロスラインの X 軸は、試料の厚みの真ん中に、Y 軸は、ホルダー左右のツメの間になるように調整する。
- ⑥ 試料ステージロックを時計方向に回してロックする。

ロックするとき、ステージが微動して試料位置が変わるので、ロック時にルーペのクロスラインと試料位置が合うように繰り返し調整する。**(ロック後も X,Y 移動ノブは、時計方向に多少調節できるが、強引にやらないこと)**

- ⑦ 軸合わせルーペを取り外す。
- ⑧ チャンバーを閉めて排気する(チャンバーを閉めると、自動的に排気される)。
- ⑨ イオン照射条件をセットする。

イオン角度:4.0 °、双方、切替間隔:60 秒、加速電圧:5.0 kV、Ar 流量:ガス圧  $9.5 \times 10^{-3}$  以下(イオン電流が最大になるように)に調節する ※ミリングが始まると、Ar 流量を変えなくても徐々にガス圧が上がっていく。 $1 \times 10^{-2}$  Pa になるとポンプが落ちる可能性があるため、ガス圧が安定するまで Ar 流量を調節する必要がある。

- ⑩ **開始**をクリックし、ミリングを開始する。



薄膜部分と基板部分の界面（以下、目的部分）までミリングする。目的部分に近づくにつれて、加速電圧を小さくすると良い。イオン角度  $4.0^\circ$  で界面までミリングできないときは、イオン角度を大きくする（イオン角度を大きくすると、イオンビームの交点が上の方に、イオン角度を小さくすると、イオンビームの交点の下の方になることを考える）。

- ⑪ 目的部分までミリングできたら、ミリングした部分を滑らかにするため、加速電圧を 2.0 kV にし、30 min 行う。
- ⑫ **試料交換**をクリックし、**Vent**をクリックして、チャンバーをリークし、試料を取り出す（**試料が薄くなっているため、脆いので取り扱い注意**）。
- ⑬ イオンサイザーの電源を切る（立ち下げ後 20 分間は TMP が動いている）。

## VII 補強リングの取り付け

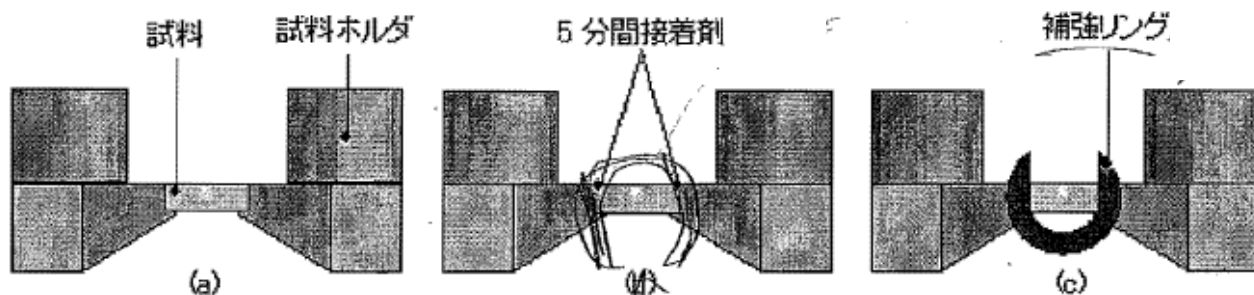
**ここで失敗すると、今までの苦労が水の泡になるので、慎重に！！**

- ① 試料両端に極少量のエポキシ系樹脂（クイック 5、A と B を混ぜるやつ）をつけ、試料が中心になるように補強リングを接着する。

**エポキシ樹脂が多すぎると、ホルダー側に樹脂が回り込んで固まり、試料ホルダーと補強リングがくっついてしまう。少なすぎると（減多にないが）、試料と補強リングがくっつかない。**

先を削ったツマ楊枝を用いる場合、ツマ楊枝の先に多めの樹脂がつくので、一度スライドガラスなどに余分な樹脂を落とすこと。つけすぎたと思ったら、すぐに樹脂を取ることに！！

- ② 接着後、ホットプレートで加熱し、接着樹脂を完全硬化させる。その後、冷めない（マウンティングワックスが溶けている）うちに補強リングを持ち上げて、試料を試料ホルダーから外す。



イオンビームが出る向きがこっちなので、再ミリングしたいとき、b のように補強リングをつける。

- ③ メンブレンボックスに入れて、真空乾燥させる。

メンブレンボックスのふたを完全に閉めると、試料が壊れそうなので、少し余裕をもって閉める。