

TEM-CBED法による試料膜厚測定(析出密度測定への適用)

1. 概要

TEM-CBED法(収束電子回折 Convergent Beam Electron Diffraction)とは電子線を数nmから数十nmの範囲に収束させて電子回折パターン測定を行い、ナノメートルスケールでの高精度な局所構造解析の手法です。結晶の対称性の決定や格子定数の測定、欠陥解析などに適用しますが、ここでは極薄の試料膜厚を精度よく評価する事例を紹介します。

2. 評価事例1;TEM-CBED法による膜厚測定(フィンガープリント法の適用)

●単結晶シリコン薄膜での膜厚決定

CBEDパターンに映る特徴的な模様は、電子線の動力学的回折効果が強く反映されており、そのパターンの特徴(フリンジの数,強度,干渉縞の間隔など)は試料厚さに強く依存します。

図1に、シリコン(Si)の $\langle 111 \rangle$ 入射方向におけるTEMで取得した実測のCBEDパターン:図(a)と、異なる試料膜厚に対する動的回折シミュレーション画像:図(b)~図(g)を示します。

各動的回折シミュレーション画像を比較すると、試料膜厚が最も薄い100 nm:図(b)から最も厚い210 nm:図(g)にかけて強度振動が顕著な増加が確認されています。また、190 nmから210 nmにかけて10 nmピッチで変化したシミュレーション結果:図(e)~図(g)にも示す通り、わずか10 nmの厚さ変化に対してもCBEDパターンは明瞭に変化しており、試料膜厚の高感度な可視化・識別が可能であることが示されています。

このような振動パターンの変化は、CBEDにおける膜厚測定手法としてのフィンガープリント法の有効性を示しています。

また、実験的に取得されたCBEDパターン:図(a)とシミュレーション画像の照合により、観察時の試料厚さが約200 nm:図(f)であることが確認されました。

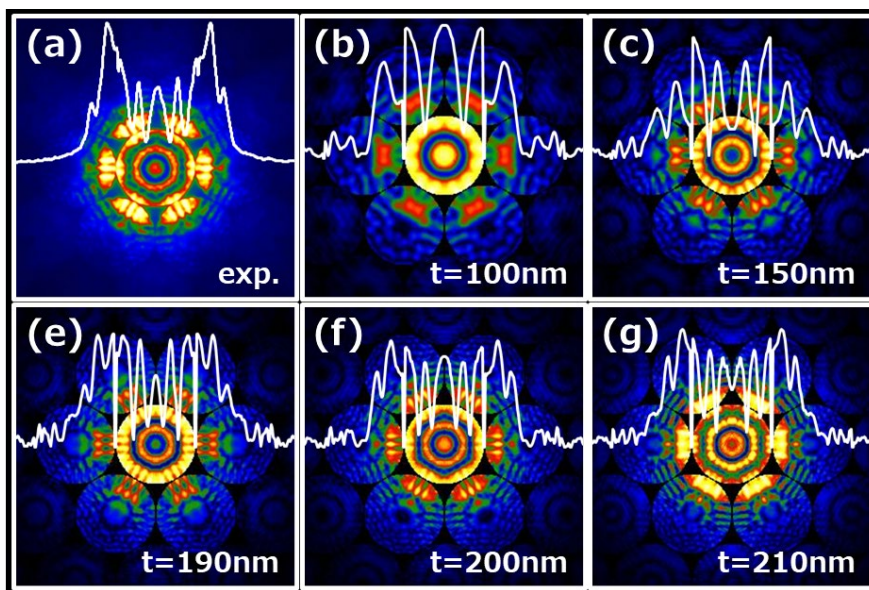


図1 (a)TEMで取得したCBEDパターン,
(b-g)各試料厚さにおける動力学的回折シミュレーション画像

※本事例のCBEDシミュレーションにはMBFITを使用 K. Tsuda, M. Tanaka, Acta Cryst. A 55 (1999) 939-954.

Y. Ogata, K. Tsuda, M. Tanaka, Acta Cryst A 64 (2008) 587-597.



3. 評価事例2；実用金属材料アルミニウム合金への適用

●アルミニウム合金(A6063)展伸材の析出強化現象について

析出強化型Al合金として一般的にサッシ等の建築材料や自動車部品等に用いられるA6063合金は、熱処理の過程で等価な $\langle 100 \rangle_{\text{Al}}$ 方向に伸長する棒状形態の微細析出物(主に β'' 相)がAl母相中に析出し(Fig.2)、機械的特性の向上に大きく寄与します。そのため、TEMを用いて析出物の形態や分布を組織観察し、析出物の個数密度を評価することは材料の仕上がりを判断するうえで重要な指標となります。

▷機械的性質を決定する β'' 相析出密度評価におけるTEM-CBEDの適用

機械的性質の要因を詳細に解明するためには、材料内部の微細構造を高い空間分解能で観察・分析できる透過型電子顕微鏡(TEM)の活用が有効です。特に、TEM像から析出物の個数密度を正確に測定することで、強度向上に寄与する微細析出物の存在量を定量的に評価でき、材料の機械的特性と微細組織との関係を紐づけるうえで重要な知見が得られます。

しかしながら、TEM像は三次元の試料内部構造が厚み方向に重なって一枚の平面に投影された二次元像であるため、同一の試料でも観察位置の膜厚が異なると、析出物が多く見えたり少なく見えたりし、誤った解釈※を招くおそれがあります。

※図2のように厚さ100 nmの領域に析出物が50個存在する場合、膜厚が半分の50 nmでは見える数も約25個に減少するため。

従って、二次元としてイメージングされたTEM像を三次元的に正しく理解するには試料膜厚の測定が不可欠であり、その手法としてTEM-CBED法が高い有効性を発揮します。

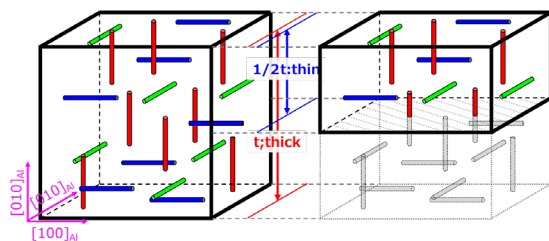


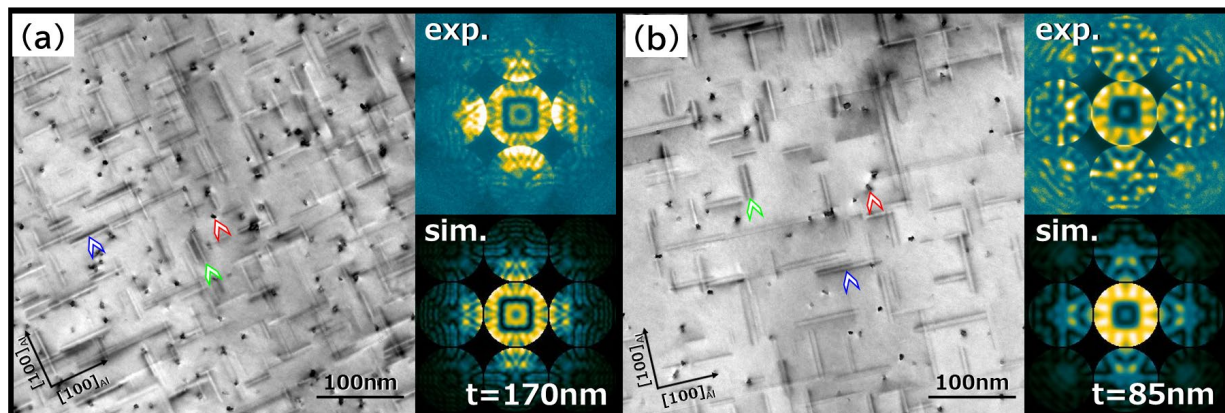
図2 Al-Mg-Si合金中の β'' 相の析出模式図

▷アルミニウム合金のCBEDパターン(試料膜厚、析出密度)

図3に同一のTEM試料から取得したTEM明視野像を示します。Al母相中には $\langle 100 \rangle_{\text{Al}}$ 方向に伸長した析出物のコントラスト(図中矢印に示す棒状析出物およびその断面)が確認できますが、図3(a)の方が明らかに析出量が多くなっているように見えます。各視野におけるAl母相から取得したCBEDパターン(exp.)と各試料膜厚におけるシミュレーション画像(sim.)を照合することで試料膜厚 t を測定し、個数密度 N_v を算出した結果、図3(a)および図3(b)はいずれも同等の個数密度であることが確認されました。

つまり、図3(a)で多く析出物がみえた理由として、試料膜厚が図3(b)の約2倍であったことによるものと考えられます。

この結果からも、TEM像の正確な解釈と材料評価には試料膜厚測定が不可欠であり、TEM-CBED法による試料膜厚測定でのフィンガープリント法の適用が有効であることが確認されました。



試料厚さ 170nm
個数密度 0.97×10^{16} (個/cm³)

試料厚さ 85nm
個数密度 1.04×10^{16} (個/cm³)

図3 TEM明視野像およびCBEDパターンと対応するシミュレーション画像
(a)試料厚さ $t=170\text{nm}$;厚い領域 (b)試料厚さ $t=85\text{nm}$;薄い領域

