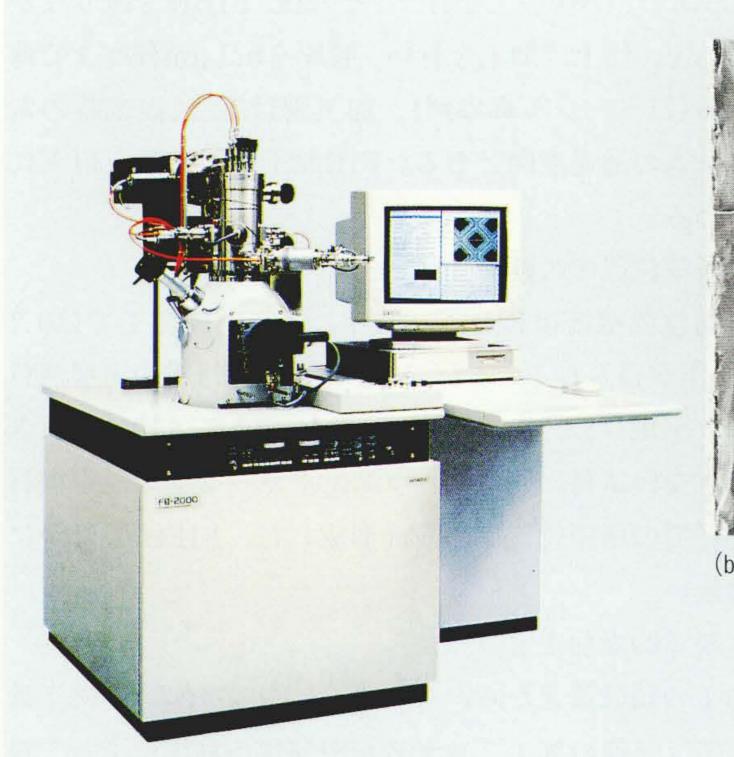
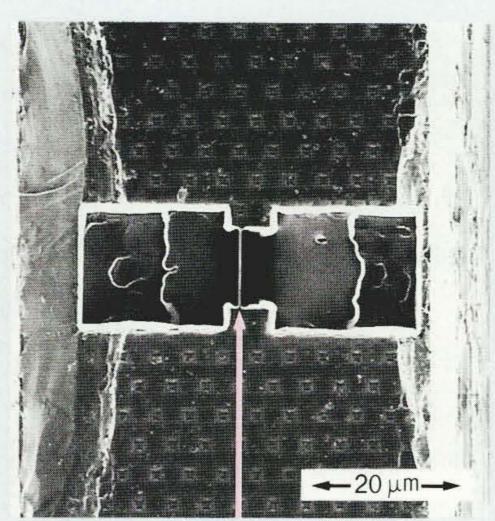
集束イオンビーム加工法で作製した材料の 透過電子顕微鏡による観察

Transmission Electron Microscopy of Materials Prepared by a Focused Ion Beam System

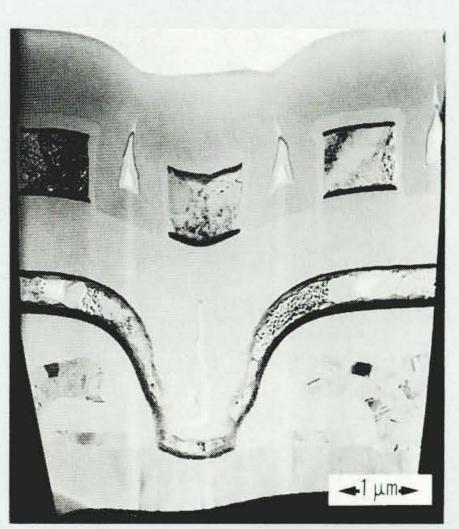
石谷 亨* Tôru Ishitani 上野武夫** Takeo Kamino 小池英巳*** Hidemi Koike



(a) 集束イオンビーム加工観察装置 "FB-2000"



(b) 断面TEM観察用のDRAM試料のSIM像



(c) 断面TEM像

注:略語説明 TEM (Transmission Electron Microscope;透過電子顕微鏡) DRAM (Dynamic Random Access Memory)

SIM (Scanning Ion Microscope; 走査イオン顕微鏡)

集束イオンビーム加工観察装置 "FB-2000"

集束イオンビーム断面加工により, コンタクト部位の断面薄膜 ((b)の矢印部:厚さは約0.1 μm) を作製した。集束イオンビーム加工法を用いるとこのように「特定位置」での断面形成が可能になる。

微細デバイスや高機能材料の開発では、断面構造の観察が非常に重要であり、特に「特定位置」での断面形成が切望されている。これにこたえるため、FIB(Focused Ion Beam:集束イオンビーム)による断面形成とTEM(透過電子顕微鏡)・SEM(走査電子顕微鏡)による高分解能観察とを組み合わせた新たな加工・観察手法を開発した。

試料表面の特定領域内にFIBを照射・走査して試料原子をはじき飛ばすことにより、「特定位置」に断面が形成できる。開発したFIB装置の高性能イオン光学系は、高い位置精度の断面加工を短時間で実現

する。また、FIB装置とSEM・TEM装置とで共通の 試料ホルダの採用により、両装置間の試料移送が簡 便なホルダ単位で行える。これにより、試料の汚染、 損傷、紛失などのリスクを大幅に軽減した。これら の結果、「特定位置」の断面TEM観察が可能になり、 また、そのFIB試料作製からTEM観察までの一連プ ロセスが、1日当たり2試料から3試料こなせるよ うになった。この加工・観察手法は、断面位置の高 精度化、および試料作製の短時間化の観点から、従 来法と比べ約10倍優れたものと言える。

^{*} 日立製作所 計測器事業部 工学博士 ** 日立計測エンジニアリング株式会社 *** 日立製作所 計測器事業部

1 はじめに

微細デバイスの不良解析やプロセス評価、および材料評価では、SEMやTEMが微小領域の構造観察・評価に大きな役割を果たしている。特に、ナノメートル(nm)レベルの断面構造観察にはTEMが非常に有効である。従来法による断面TEM試料は、試料片(厚さ: $2\sim3$ mm)の切り出し後、光学顕微鏡で断面位置を確認しながら機械研磨(厚さ: $10\sim30$ μ m)、イオンミリング(厚さ:数十ナノメートル)と順次、試料を薄くしていくり。そのため、断面位置を精度0.1 μ mレベルに特定化した試料作製は成功率が非常に低く、かつ精度を1 μ mレベルに緩めても長時間(1 日から数日)を要するものであった。そこで、位置精度が高く、かつ確実で迅速な断面試料作製法の開発が望まれていた。

これにこたえるものとして、最近、FIBを用いた試料作製法が注目を集めている²⁾。ここでFIBは、局所加工用のビームとして、またSIM(走査イオン顕微鏡)による試料表面観察用プローブとして利用される。参考までに、断面TEM試料作製でのFIB加工法と従来法との断面位置精度、試料作製時間についての比較を図1に示す。FIB加工法は従来法と比べ約10倍優れている。

ここでは、FIB加工法の特徴、および断面TEM・SEM 観察の試料前処理専用として新たに開発したFIB装置 "FB-2000"の概要について述べる。また、このFIB試料作

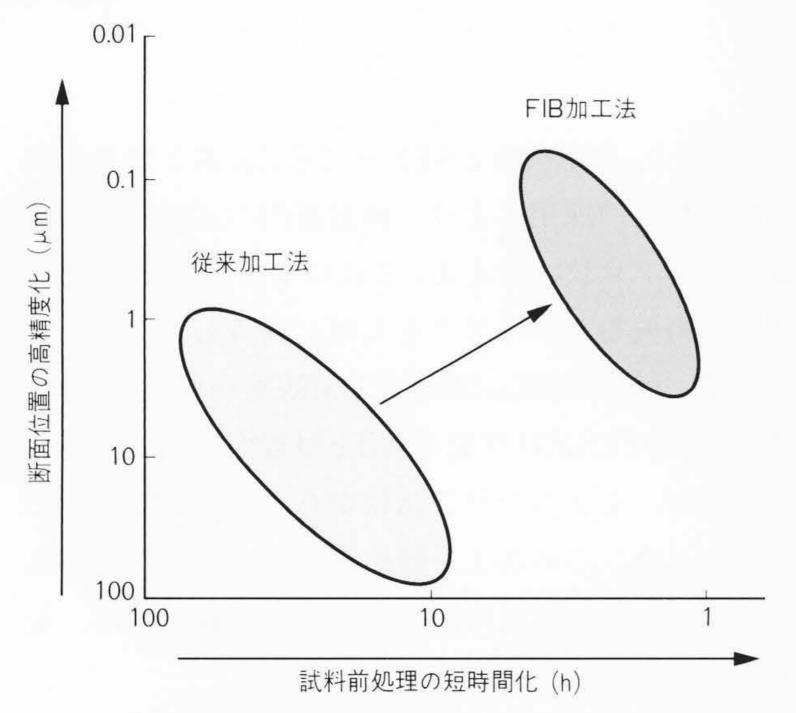


図 I 断面TEM観察の試料前処理加工における従来法とFIB 法との比較

断面位置の高精度化と処理の短時間化の観点から, FIB法は従来 法よりも約10倍優れている。 製と断面TEM観察との組合せ法のシリコン微細素子,および亜鉛めっき鋼板への応用例についても述べる。

2 FIB加工とその装置

2.1 FIB加工

FIB加工法による「特定位置」の断面薄膜試料は以下に述べるようにして作製する。目的の断面位置を含んだ厚さ数マイクロメートルの薄膜が残るように、その両側にU字形溝のFIB粗加工を行う。その後、FIB径を絞りながら中加工、仕上げ加工を行い、膜厚を0.1 μm程度まで薄くする(71ページ写真参照)。加工溝はTEM観察時の電子ビームの通過空間となる。FIB加工法の特徴を以下にまとめる。

(1) 所望位置での断面加工

断面位置精度はFIB径に依存し、仕上げ加工では0.1 μm以下が得られる。また、固さの異なる材料の多層試料でも、平坦(たん)な加工断面が形成できる。特に、へき開できない試料、例えばガラス、セラッミクス、有機材料などでの所望位置での断面形成には、FIB法のほかに類は無い。

(2) 視覚的な加工プロセス

加工の領域設定から、モニタ(リアルタイム)、終了確認まで、一連の加工プロセスがSIM像の利用によって視覚的に行える。

(3) 材料制限の少ない加工

物理スパッタリングを利用した加工であり、加工材料の制限は少ない。加工効率は材料のスパッタリング収率に依存し、0.2~0.8 μm³/nA・s程度である。最近、ビーム損傷を受けやすい生物試料への加工展開も試みられている³)。

(4) 応力レスの加工

機械加工に付随しているマクロ的応力〔剪(せん)断, 圧縮,引張〕が伴わないため,これに起因したアーティファクト(派生加工物)は生じない。

2.2 FIB装置 "FB-2000"

断面TEM・SEM観察での試料作製が容易なFIB装置 "FB-2000"を開発した。この装置は以下の特長を持つ。

(1) 高い加工速度・加工位置精度

加工の高速化には大きなビーム電流を要し、加工位置の高精度化には細いビーム径が必要である。したがって、両者を満足するためには、広いビーム径範囲で高い電流密度のFIBの形成が要求される。FB-2000は新たに提案したイオン光学系の設計指針4)に基づいた高性能光学系

を搭載している。FIB径は約10 nmから 1 μmの二けたの、 またビーム電流は数ピコアンペアから10 nA余りの 4 け たの広範囲にそれぞれ変えられ、最大電流密度は15 A/ cm²以上である。例えば、1 μm径ビームはビーム電流13 nAを持ち、Si試料に対し3~10 μm³/sの加工速度を持 つ。なおFIBは、エネルギー30 keVのガリウム(Ga)ビー ムである。

(2) サイドエントリ型試料ホルダの共通化

TEM・SEMと共通化した試料ホルダの採用により, (a) FIBとTEM・SEMとの装置間の試料移送の簡便化, (b) 試料取り扱い時の試料の汚染,破損,紛失のリスクの 大幅な軽減, (c) TEM・SEM観察後のFIB追加工の簡便 化に大きな効果を得ている。

(3) SIM像による観察機能

FIB照射・走査時に試料表面から放出される荷電粒子 を検出することにより、SEM像と類似の試料表面像 (SIM像)が得られる。その像分解能は10 nmと高い。

以上の結果、「特定位置」でのFIB断面加工から断面 TEM観察までが1日当たり2~3か所(試料)行えるよ うになった。断面の位置精度および試料作製時間の観点 から、この加工・観察手法は従来法と比べ約10倍優れて いる。この加工から観察までのトータル時間の短縮は, 特にデバイス開発やプロセス評価で、観察・解析結果を 早期にフィードバックするために非常に重要である。

3 FIB加工とTEM観察

この章では、半導体デバイスおよびめっき鋼板試料で

のFIB断面加工とTEM観察について述べる。TEM観察 には加速電圧300 kVのTEM "H-9000NAR" を用いた。 最初の試料はゲートアレー素子である。FIBによって断 面加工したゲートアレー素子のTEM像,および高分解能 像(格子像)をそれぞれ図 2(a), (b)に示す。薄膜全面にわ たる一様なコントラストは、膜厚が一様に加工されてい ることを示している。この例の加工時間は、約1.5時間で ある。

もう一つの試料は亜鉛めっき鋼板である。FIB断面加 工した試料の断面TEM像を図3(a)に示す。亜鉛めっき層 と鋼板部との界面付近(深さ約15 μm)がTEM観測部所 であるため、FIB仕上げ加工時に試料を数度傾斜して、薄 膜断面を弱いくさび形状に仕上げた。加工底近傍の穴は 仕上げ加工で作られたものである。界面には電子線回折 から亜鉛と鉄の合金相 $(\Gamma \subset \Gamma_1)$ が存在していることがわ かった。そのΓ相と鉄基板との界面近傍の拡大像,および その高分解能像をそれぞれ同図(b), (c)に示す。(c)には合 金口相と鉄基板の両方の鮮明な格子像が得られている。 この界面の高分解能像観察は,従来加工法(イオンミリン グ法やミクロトーム法)では軟らかい特定層にひずみや ダメージが生じるため非常に困難であった。TEMは構造 観察機能のほか, EDX (Energy Dispersive X-Ray)を用 いた元素分析機能も持っており、「特定位置」の断面薄膜 の局所元素分析も可能になった。

TEM試料作製法の大事な評価項目に, ビーム照射損傷 (イオン打込み、結晶欠陥など)がある。その損傷深さは 試料内での打込みイオンのふるまいのモンテカルロ法シ

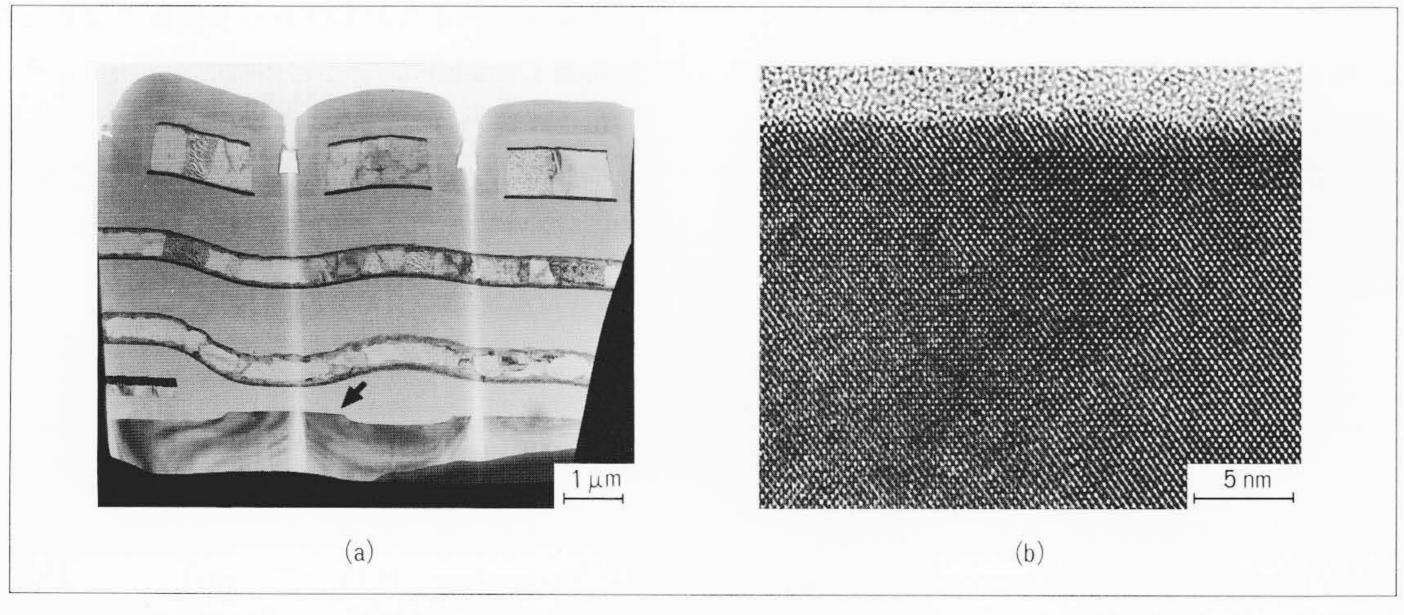


図 2 FIBによって断面加工したゲートアレー素子のTEM観察像

断面TEM像(a)とSi基板とSiO2層との境界部〔図(a)矢印部〕からの高分解能像(格子像)(b)を示す。薄膜全面にわたる一 様なコントラストは、膜厚が一様に加工されていることを示している(FIB加工だけで、後処理加工はない)。

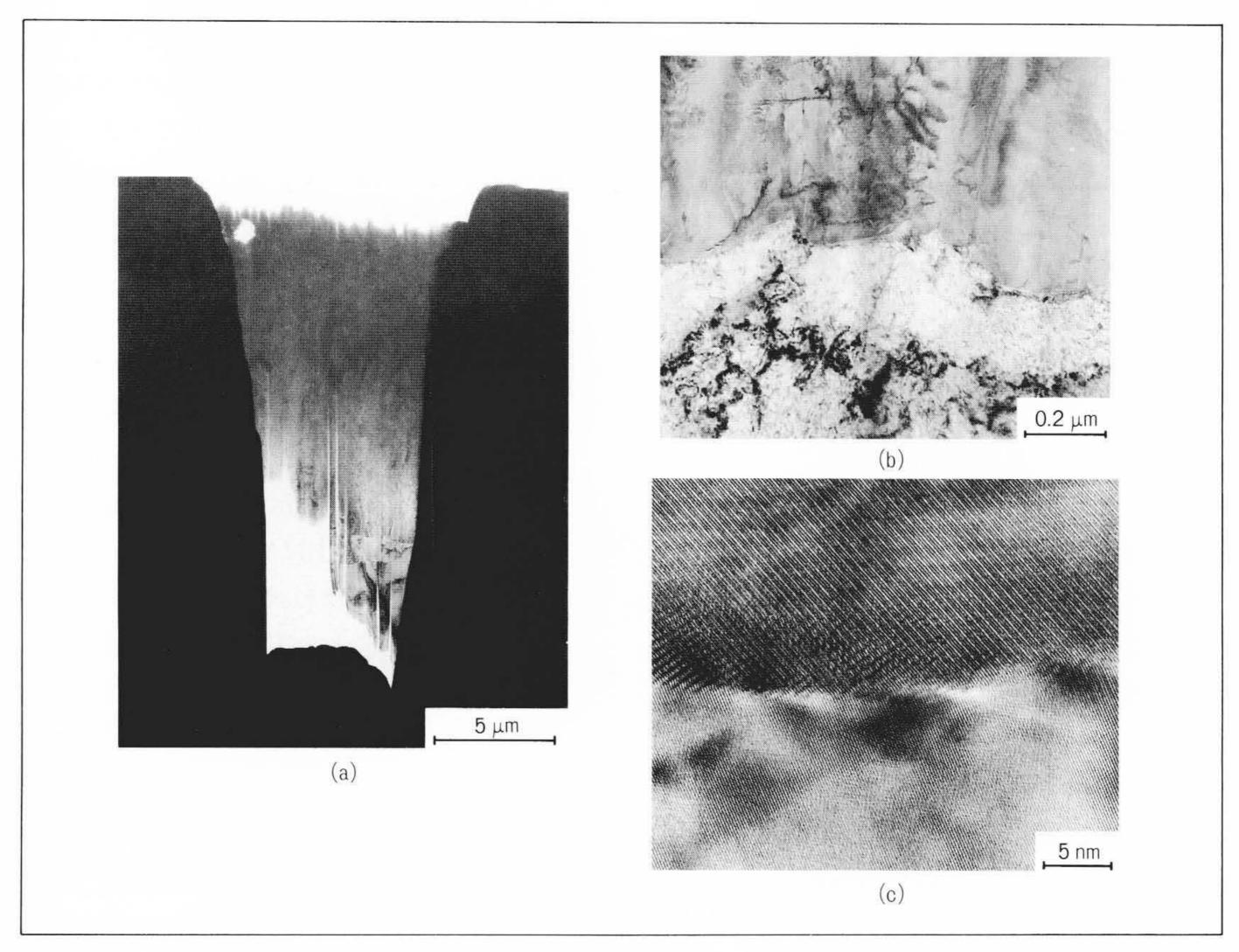


図3 FIBによって断面加工した亜鉛めっき鋼板のTEM観察像 断面TEM像(全体像)を(a)に, 亜鉛-鉄の合金相 (Γ) と鉄(Fe)との界面近傍の拡大像(TEM像)を(b)に, 亜鉛-鉄の合金相 (Γ) と鉄(Fe)との界面近傍の高分解能TEM像(AFR)を(C)に示す。従来加工法では軟らかい亜鉛層にひずみやダメージが生じ、このような界面の高分解能像の観察は非常に困難である。

ミュレーションの結果,約10 nmと推測されている^{2),5)}。

4 おわりに

FIB加工法の開発により、「特定位置」での断面試料の作製が0.1 µmレベルの位置精度で確実に、かつ迅速に行えるようになった。この加工法は加工対象の材料範囲が広く、かつ、応力レス加工であることから、新たな応用展開が期待されている。新開発のFIB装置"FB-2000"は、高性能光学系を搭載しており、広いビーム径範囲で切れ味の鋭いFIBを形成する。また、TEM・SEMと共通化したサイドエントリ型試料ホルダの採用により、加工・観

察装置間の試料移送がホルダ単位で行える。その結果, 試料取り扱い時の試料の汚染,破損,紛失などのリスク が大幅に軽減できた。また,FIBによる「特定位置」での 断面試料作製からTEMによる観察までが,1日当たり2 試料から3試料こなせるようになった。

半導体デバイスおよびめっき鋼板の試料に対し、FIB 断面加工とTEM観察との組合せを適用し、その有用性を 示した。終わりに、めっき鋼板に関しては、名古屋大学 大学院工学研究科 坂教授から試料のご提供、および TEM像の解釈についてご指導をいただいた。厚くお礼 を申し上げる次第である。

参考文献

- 1) 永田(外村編):電子顕微鏡技術, 丸善, p.71(1989)
- 2) T. Ishitani, et al.: Journal of Electron Microscopy, 43, 322(1994)
- 3) T. Ishitani, et al.: Journal of Electron Microscopy, 44, 110 (1995)
- 4) T. Ishitani, et al.: Journal of Vacuum Science & Technology, B 13, 371 (1995)
- 5) T. Ishitani: Japanese Journal of Applied Physics, 34, 3303 (1995)