
電子部品の試料加工と観察、分析・解析 ～真の姿を求めて～ セミナー第6回

品質技術 兼原 龍二

前回の第5回目では最もポピュラーな機械研磨に続き、表 1. (第2回参照)に示しました代表的な断面作製手法の一つであるF I B (Focused Ion Beam)について、その特徴やメリットなどを具体例を示しながらお話しさせていただきました。しかしながら万能な手法というものは存在せず、例にもれずF I Bにも幾つかのデメリットがあります。今回はF I Bのデメリットについて具体例を交えながらお話しさせていただこうと思います。

4.2 F I Bのデメリット

F I Bのデメリットの概略は上述の表 1. に既に示していますが、ここではもう少し詳しくお話しさせていただきます。F I Bにおいても機械研磨同様にデメリット(陥りやすい落とし穴)は断面作製の信頼度を大きく左右します。断面作製の信頼度が低下すれば必然的にその後の観察や分析・解析などの信頼度も低下してしまいます。断面作製の後の観察や分析・解析の信頼度を低下させないためにもこのデメリットを熟知し、これらの回避あるいは最適条件の設定によりこれらの影響を可能な限り軽微にすることが極めて重要となります。断面作製の後に行う観察や分析の信頼度を維持するためにも断面作製の信頼度には十分注意しなければなりません。『真実の姿』にいかに近づけることが出来るか、これは機械研磨の項でも既にお話ししていますが、機械研磨や現在取り上げているF I Bに限らず他の代表的な断面作製手法においてもすべての手法に共通するものです。どうしてもデメリットの影響を排除しきれないような場合には、試料の現在の状況や状態を正しく把握し、その後の観察や分析結果の解釈などを誤らないように細心の注意が必要となります。このことも、他の代表的な断面作製手法のすべてに共通するものです。

F I Bは加速したG aのイオンビームを細く絞り試料に照射することで照射した領域だけ「イオンビームで原子・分子をはじき飛ばす」という方法で断面の作製を行います。図 19. に示しましたような手法に伴うデメリットが生じます。デメリットとしては、熱的ダメージとして熱変質層の生成や剥離、熱的ダメージ

以外では表面形状や硬軟差、空洞などによる加工スジや段差、剥離や隙間などの空洞部分への再付着などがあります。また、これはデメリットではなく特徴ということになるのだと思いますが、FIBの断面作製領域が狭い点には歯がゆい思いをすることがよくあります。表 1. に示しましたその他の代表的な断面作製手法と比較すると、FIBはピンポイント精度では群を抜いていますが、断面作製領域は狭く他の手法とはオーダーが大きく異なっています。図 19. にFIBのデメリットを模式的に示します。

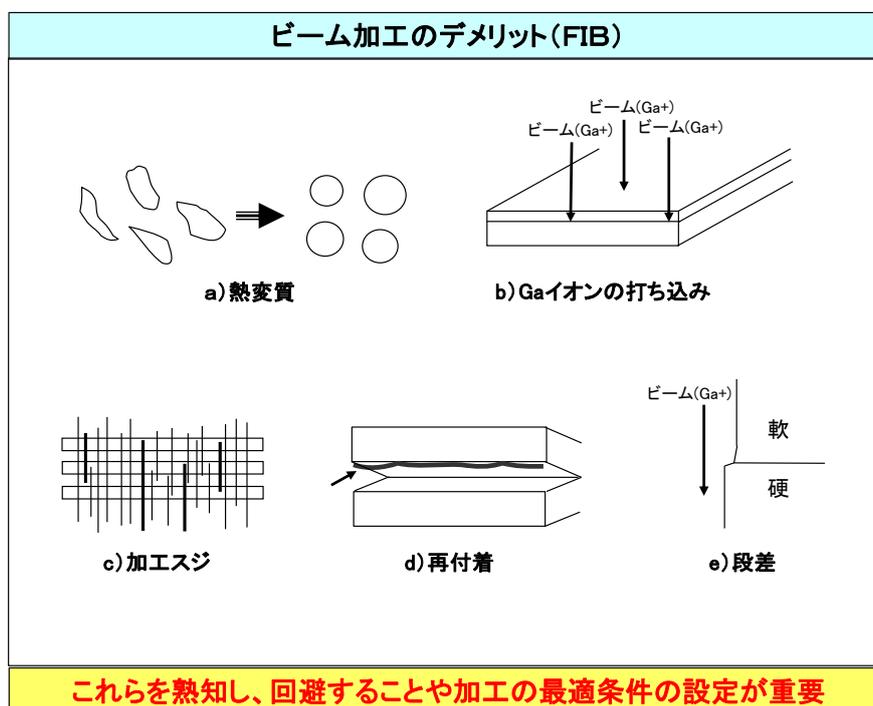


図 19. F I Bのデメリット

各デメリットの詳細を以下にまとめます。

a) 熱変質

加速したイオンビームを試料に照射し「イオンビームで原子・分子をはじき飛ばす」という方法で断面の作製を行いますので、イオンビームを照射した領域では熱が発生します。この熱により耐熱温度の低い樹脂材料などの変質や剥離などが生じます。

また、金属材料などにおいても融点の低いものや再結晶温度の低いものな

どは溶融や再結晶化の進行などにより、試料本来の『真実の姿』とは異なった状態で観察されますので注意が必要です。冷却ホルダーの採用やG a イオンの加速電圧を下げるなど、イオンビーム照射部の試料の温度上昇を抑えるような何らかの手段を講じる必要があります。

b) G a イオンの打ち込み(詳細や具体例は次回以降にお話しする予定です)

G a イオンビームを照射することにより、照射された領域で試料表面や側壁にG a イオンが打ち込まれダメージ層が形成されます。一般的な断面作製や観察においては、大きな支障をきたすようなことは殆どないのではないかと思います。観察箇所の試料表面に保護膜などを成膜してから断面作製を行えば、試料表面へのダメージ層の形成は回避することが出来ます。しかしながら、側壁に形成されるダメージ層については、回避する手段がなかなかありません。形成されたダメージ層を何らかの方法で除去する必要があります。ウエットエッチングやA r イオンによる低加速、低角度のミリングなどが有効で一般的ではないかと思います。

c) 加工スジ

表面形状や硬軟差、剥離、隙間などの空洞部などを起点として、加工断面にイオンビームと並行な加工スジを生じます。ビームのイオン電流やビーム径、滞在時間、オーバーラップや加工方法などF I Bの加工条件を最適化することで改善が見込めます。また、試料の大きな凹凸形状に起因するような加工スジの場合は、埋め込みなどにより凹凸形状を緩和することも一つの方法です。加工スジが構成材料の界面や観察対象となる構造と平行な場合は、識別がしづらくなり加工スジを剥離や界面と見誤ることがあります。

d) 再付着

剥離や隙間などの空洞部分にG a イオンにスパッタエッチングされた試料の構成材料が付着します。この場合、試料に本来存在していた剥離や隙間などの空洞の形状が変化したり、場合によっては剥離や隙間などを見誤ったり見落としてしまうこともあります。また、比較的均一な厚さで付着する場合も多く、試料に本来存在している層構造と見誤ることがあります。

e) 段差

硬軟差のある材質の界面では段差が生じ易くなります。生じた段差により硬質材料と軟質材料との境界が判別しづらくなります。F I Bの加工条件を最適化することで改善が見込めます。

4.2.1 F I Bのデメリットの例 その1

図 20. にデメリット a)熱変質の例を示します。過去に実績のないある金属材料の結晶粒(グレイン)の様子を断面から観察するため、作製した断面に機械的ダメージによる加工変質層を生じないF I Bにより、断面作製と観察を行おうと試料にイオンビームを照射し加工を始めたところ、イオンビームの照射領域を中心として結晶粒が再結晶化により見る見るうちに粗大化してしまいました。イオンビームの照射に起因した発熱により再結晶化したものです。気づかずにこのまま続けてしまっていたら、『真実の姿』とは大きく異なった観察結果を導き出すところでした。試料加工の際に、その前後や途中での観察を十分に行うということは、試料加工によるダメージなどの作り込みの有無を見極める上でも大変重要です。また、これまでに実績のないような試料で熱による影響が懸念されるような場合のF I Bの適用については、実績のある従来法があればその結果や他手法などの結果との照合を行っておいた方がよいと思います。

デメリット a)熱変質

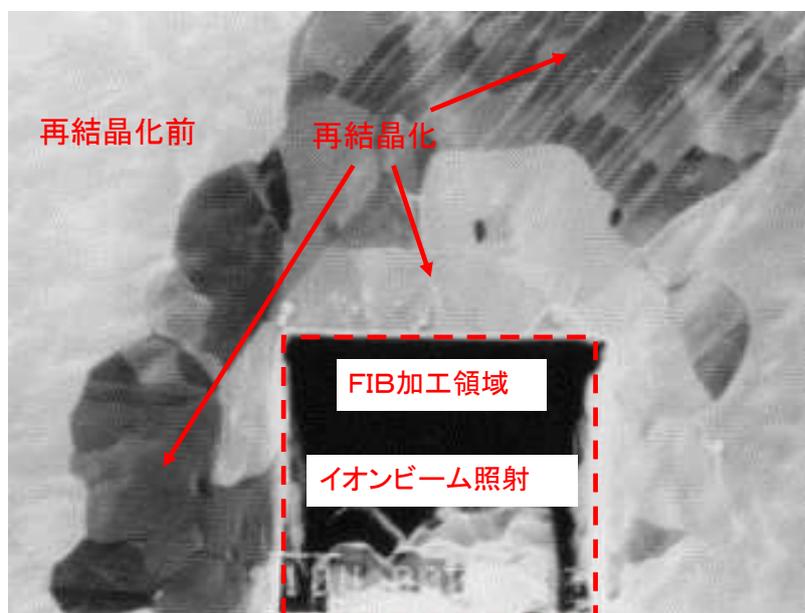


図 20. デメリット a)熱変質の例(S I M像)

4.2.2 F I Bのデメリットの例 その2

図 21. にデメリット c)加工スジの例を示します。この事例は、ビルドアップ基板の上層配線と下層配線とを繋ぐビアコンタクト部の断面をデモ的に作製し観察を行ったものです。o)に全体像を示します。F I Bで作製した断面全面にF I B加工に起因する縦方向の加工スジがみられます。この加工スジと観察対象となる構造などが平行になるような場合は、剥離なのか、構造なのか、加工スジなのか判別しにくくなります。

p)と q)に拡大像を示します。p)はそのままの状態での拡大観察を行ったもの、q)はF I Bの加工幅を狭くし o)の全体像で示した拡大箇所だけを部分的にF I Bで追加工したものです。加工幅が大きくなると加工スジが入りやすくなります。まず幅広の断面を作製し観察を行い、詳細観察が必要な箇所のみ加工幅を狭めて追加工を行えば、全体の把握と詳細の観察を行うことができます。

デメリット c)加工スジ

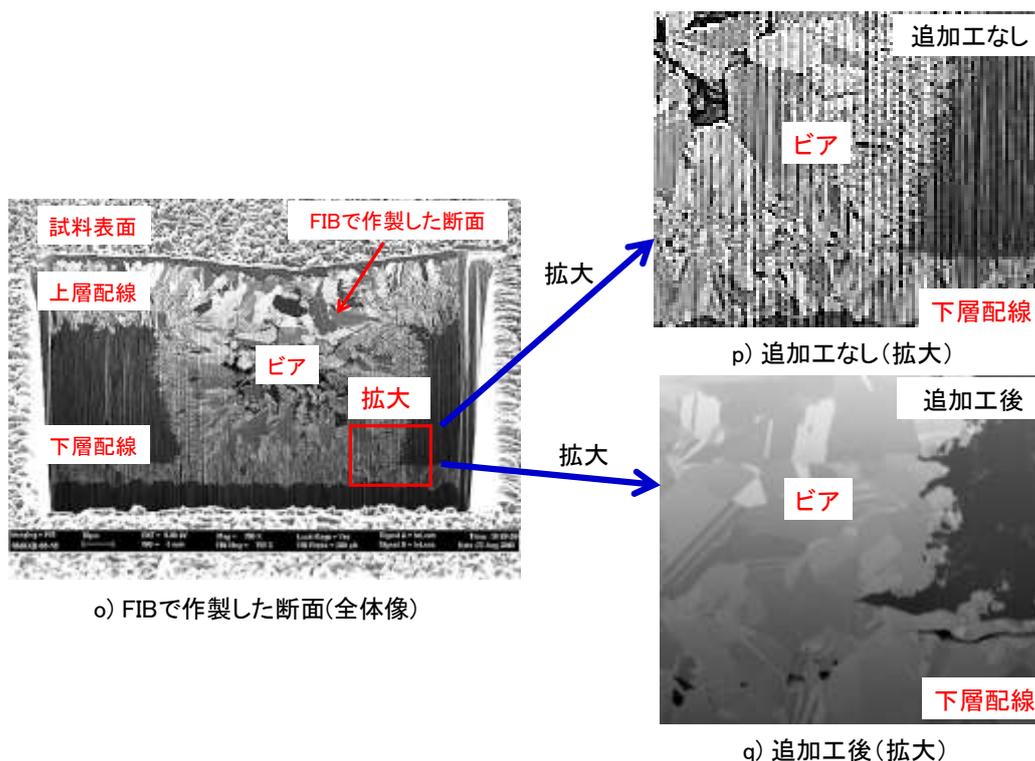


図 21. デメリット c)加工スジの例(SEM像)

4.2.3 FIBのデメリットの例 その3

図 22. にデメリット d)再付着の例を示します。FIBは加速したイオンビームを試料に照射し「イオンビームで原子・分子をはじき飛ばす」という方法で断面の作製を行いますので、イオンビームを照射して今まさにスパッタエッチングされている箇所以外には、スパッタエッチングによりはじき飛ばされた試料の構成材料の一部が再付着(リデポジション)します。

再付着は一般的にはビームを照射している領域に近い程顕著に見られ、剥離箇所などではその上面に顕著に見られます。この事例は、剥離の断面をFIBで作製した際に見られた再付着を観察し、その様子を模式的に示したものです。この事例では明瞭に再付着を見分けることが出来ますが、比較的均一な厚みの再付着も多く見られ、試料本来の層構造と見誤る場合もありますので注意が必要です。

デメリット d)再付着

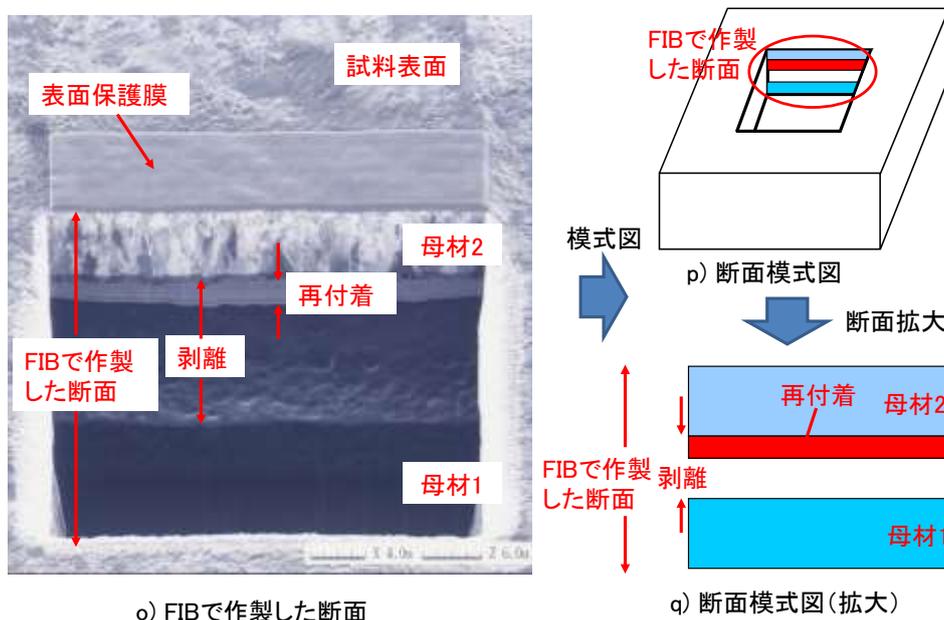


図 22. デメリット d)再付着の例(S I M像)

今回は、代表的な断面作製手法の一つであるFIBの断面作製の信頼度を左右するデメリットについて、具体例も交えながらお話しさせていただきました。

観察や分析・解析を行う場合は、一般的にはまず光学顕微鏡による観察、次に走査型電子顕微鏡(Scanning Electron Microscope: SEM)による観察や分析の順に進めて行きます。さらに詳細な観察や分析を行う場合は、透過型電子顕微鏡(Transmission Electron Microscope: TEM)による観察や分析を行うというのが一般的です。しかしながら、断面観察用のTEM試料の作製は観察や分析対象部を含む小片を試料から切り出し、さらに該当部を $0.1\mu\text{m}$ ~ $0.2\mu\text{m}$ 程度まで薄片化する必要があり、FIBによるTEM試料の作製が可能になるまでは、TEMの試料作製は多大な時間を要する上に成功率も低く、困難を極めていました。とりわけピンポイントの試料作製を行うような場合は、運を天にまかせるような状況でした。FIBによるTEM試料の作製が普及することで、困難を極めていたTEMの試料作製がピンポイントの有無を問わず、容易に短時間で出来るようになり、研究開発や製造工程の歩留まり向上、トラブルシューティングなどへのFIBの貢献には、計り知れないものがあります。

本セミナーは、SEMによる観察や分析までにとどめるつもりにはしていますが、FIBのお話しをするのであれば、FIBによるTEM試料の作製のお話しを避けて通ることが出来ませんので、少しだけ触れさせていただきたいと思います。

次回はFIBによるTEM試料の作製を中心にお話しをさせていただこうと思います。

次回につづく