

**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7回**

品質技術 兼原 龍二

前回の第6回目では、代表的な断面作製手法の一つであるFIB (Focused Ion Beam)の断面作製の信頼度を左右するデメリット(陥りやすい落とし穴)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。今回は前回お話ししておりました、FIBを用いた透過型電子顕微鏡(Transmission Electron Microscope: TEM)の試料作製を中心にお話しさせていただきます。FIBによるTEM試料の作製が可能になるまでの従来法による断面観察用のTEM試料の作製は、熟練者においてさえも多大な時間を要するだけでなく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試料の作製の普及により、ピンポイントの有無にかかわらず短時間で容易に断面観察用のTEM試料が作製出来るようになりました。FIBで薄片化試料の作製を行うため、既にお話ししておりますFIBによる一般的な断面作製と同様に機械的ダメージがなく、高いピンポイント精度の試料作製が可能となり、不良原因やそのメカニズムが解明される可能性が格段に向上しました。このことは、本セミナーのテーマである『真実の姿』により近づけるということに他なりません。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を用いたTEM試料の作製に少しだけ触れさせていただこうと思います。

**4.3 FIBを用いた断面観察用TEM試料の作製**

観察や分析を行う場合は、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、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、観察や分析対象部の厚みを $0.1\mu\text{m}\sim 0.2\mu\text{m}$ (目的や試料、TEMの観

察条件などにより異なります)程度まで薄片化する必要があります。FIBを用いたTEM試料作製方法ですが、それぞれの観察・分析者がそれぞれの対象物に合わせて工夫されていると思いますが、考え方は共通だと思いますので後述の4.3.2項に従来法によるTEM試料の作製方法を、4.3.3項にFIBを用いたTEM試料の作製方法を2例ご紹介します。

#### 4.3.1 TEMについて

TEMは試料に電子線を照射し、試料を透過した電子により像を形成します。したがって、試料は電子線が透過出来る厚みでなければなりません。以下の図23.にTEM像観察の原理を簡略に模式的に示しました。また、SEM、FIB、TEMの比較についても、簡単に表3.にまとめました。TEMはSEMよりもさらに高分解能な観察と微小部の分析が可能です。

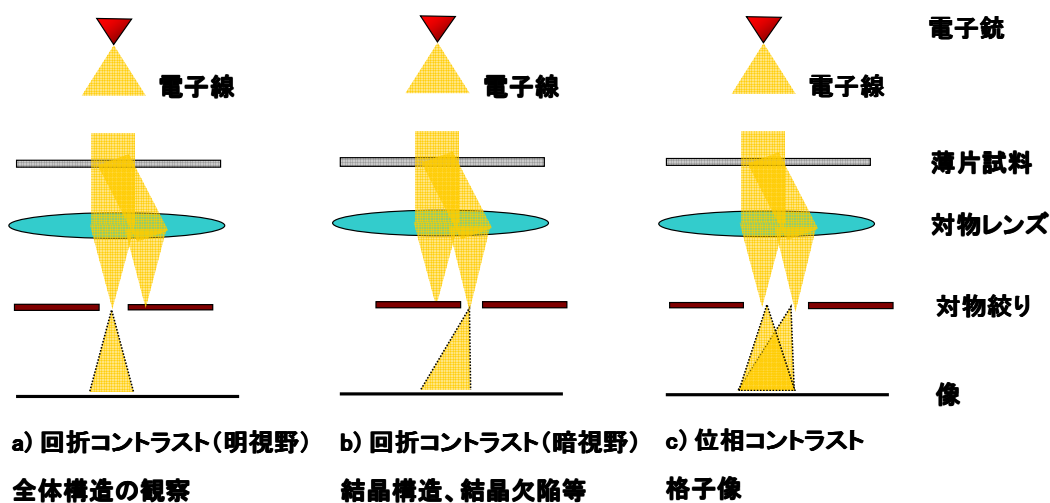


図 23. TEM像観察の原理(模式図)

表 3. SEM、FIB、TEMの比較

	SEM	FIB	TEM
像観察の原理	電子ビームを照射 2次電子を検出	イオンビームを照射 2次電子を検出	電子ビームを照射 透過(散乱)電子を検出
像分解能	1nm	5nm	0.1nm
分析領域	数 $\mu$ m	-----	数 nm

#### 4.3.2 従来法によるTEM試料の作製について

TEMは試料を透過した電子により像を形成しますので、試料の厚みを電子線が透過することが出来る厚みまで薄片化する必要があります。FIBを用いた断面TEM試料の作製が普及する前の従来法では、種々の手法が行われていたと思いますが、一般的手法の一つとして、まず試料を幅 2~3mm程度、厚み 50 $\mu$ m程度、深さ 2~3mm程度になるように切り出し、機械研磨した小片試料をさらに研磨材料などを用いて目的とする試料の厚み付近まで機械的に研磨して薄片化します。その際、小片試料に熱的ダメージや機械的ダメージを作り込まないように細心の注意が必要となります。より高分解能な観察や分析を行う場合には、一般的にはそれに見合ったより高い信頼度の試料が必要となります。最終工程で低角度、低加速のアルゴンイオンによるミリングでTEMによる観察が可能になるまで薄片化します。しかしながら、種々の試料にダメージを与えることなく薄片化し、かつ、薄片の厚みや膜厚の均一性をコントロールする必要があるので、TEM試料の作製は非常に困難を伴うものでした。もちろん、機械研磨を用いますのでデメリット(第3回参照)は通常断面作製と同様に発生しますので注意が必要です。多大な時間を要するにもかかわらず断面観察用のTEM試料の成功率は低く、とりわけピンポイントの試料作製を行うような場合は困難を極めていました。

#### 4.3.3 FIBを用いたTEM試料の作製について

FIBによる断面観察用のTEM試料の作製においては、薄片化の工程はイオンビームで行うため、従来法のような機械的ダメージの試料への作り込みはありません。FIBのメリット(第5回参照)とデメリット(第6回参照)も前述の機械研磨と同様で通常の断面作製と同じです。

FIBを用いて断面観察用のTEM試料を作製する手法についても種々の手法があると思いますが、①試料を従来法と同様な小片になるように切り出し、研磨をした後は、従来法のようにさらに機械研磨による薄片化は行わず、薄片化はFIBで行う「研磨法」と、②小片試料の切り出しや研磨などは全く行わず、目的とする箇所を直接FIBでTEM観察が可能な状態まで薄片化し、薄片化した試料をガラスプローブを用いて取り出す「リフトアウト法」の二つの手法をご紹介します。

FIBでは、薄片の厚みやピンポイント対象箇所をSEM像やSIM(Scanning Ion Microscope: SIM)像で観察しながら薄片化が出来ますので、狙った箇所を狙った厚みで断面観察用のTEM試料を作製することが出来ます。また、観察を行いながら薄片化を行いますので、試料作製の成功率や試料作製時間が従来法に比べ飛躍的に向上しました。

以下に「研磨法」と「リフトアウト法」の概略を示します。

研磨法について

試料を幅 2~3mm 程度、厚み  $50\mu\text{m}$  程度、深さ 2~3mm 程度の小片になるように切り出し、研磨を行うところまでは従来法と同様ですが、これ以降の薄片化から異なります。従来法では機械研磨でさらに薄片化を行いますが、FIBを用いた「研磨法」ではこれ以降の薄片化は機械的ダメージのないFIBで行います。

「研磨法」によるTEM試料作製の流れを図24.に示します。

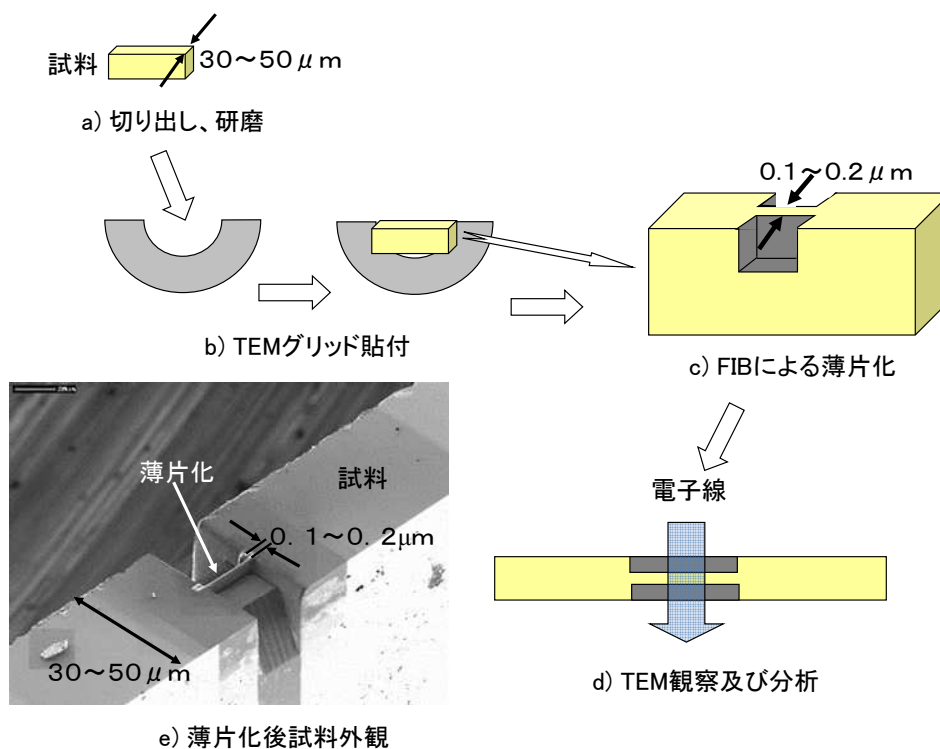


図24. 「研磨法」によるTEM試料作製の流れ

リフトアウト法について

「リフトアウト法」は試料の切り出しや研磨などの工程は不要で、試料をFIBにより直接薄片化し、薄片化した試料をガラスプローブで取り上げてTEM用グリッドのカーボン支持膜上に固定します。切り出しや研磨を行うことなく試料を直接薄片化しますので、非常に短時間でのTEM試料の作製が可能です。また、試料の切り出しや研磨などを行いませんので、切り出しなどが困難な試料や耐水性のない試料などにも適用可能です。

「リフトアウト法」はカーボン支持膜越しの像となりますので、高分解能観察は前述の「研磨法」の方が有利です。また、試料を一度支持膜に固定してしまうとFIBでの追加加工が出来ないという難点もありますが、これらの点については、各々何らかの対策が行われているようです。

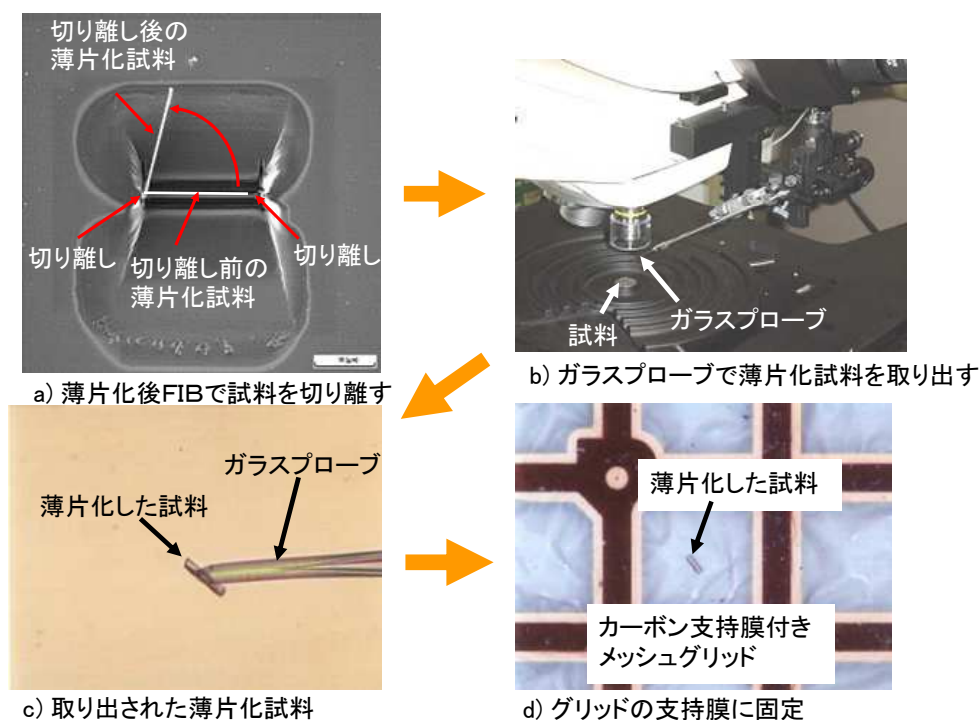


図 25. 「リフトアウト法」によるTEM試料作製の流れ

#### 4.3.4 TEMによる観察例

この事例は、はんだリフローの際にぬれ不良となった BGA(Ball Grid Array) 基板についてぬれ不良の原因を調査したものです。まず光学顕微鏡で観察を行ったところ、はんだの大きなはじきがあるようなぬれ不良ではなく、基板のパッドの端部でわずかにぬれ不良が認められる程度のものでした。微小な剥離なども予想されたため、試料に機械的ダメージを作り込まない FIB で断面作製を行い観察を行ったところ、ぬれ不良部にははんだと基板のパッド表面との間に微小な隙間が見られました。また、正常な接合部では基板のパッド表面の Ni(ニッケル)めっきとはんだの成分である Sn(錫)の金属間化合物が形成されますが、ぬれ不良が発生した接合部には Ni/Sn 金属間化合物は見られず、正常部には見られない異常層が確認されました。この異常層は厚みが非常に薄く、これ以上は FIB や SEM による観察では原因調査が困難なため、さらに高分解能な観察が可能な TEM で観察を行いました。断面観察用の TEM 試料の作製は、「リフトアウト法」で行い、FIB で観察を行った同一箇所でも TEM 試料の作製を行いました。ぬれ不良部にみられた異常層が明瞭に観察され、元素分析を行ったところ、異常層から本来検出される元素以外の異常元素として Cu(銅)が検出されました。FIB による観察結果を図 26. に、TEM による観察結果を図 27. に示します。

ぬれ不良の原因は、はんだと基板のパッド表面の接合部における Ni/Sn 金属間化合物の形成が Cu を含む異常層により阻害されたためであるということがわかりました。

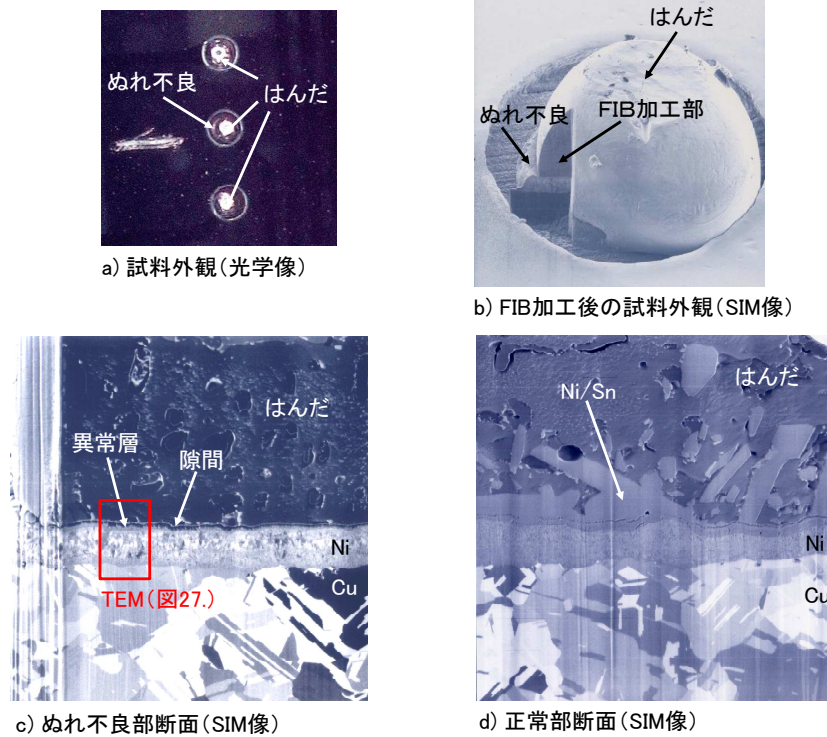


図 26. F I Bによる断面観察結果

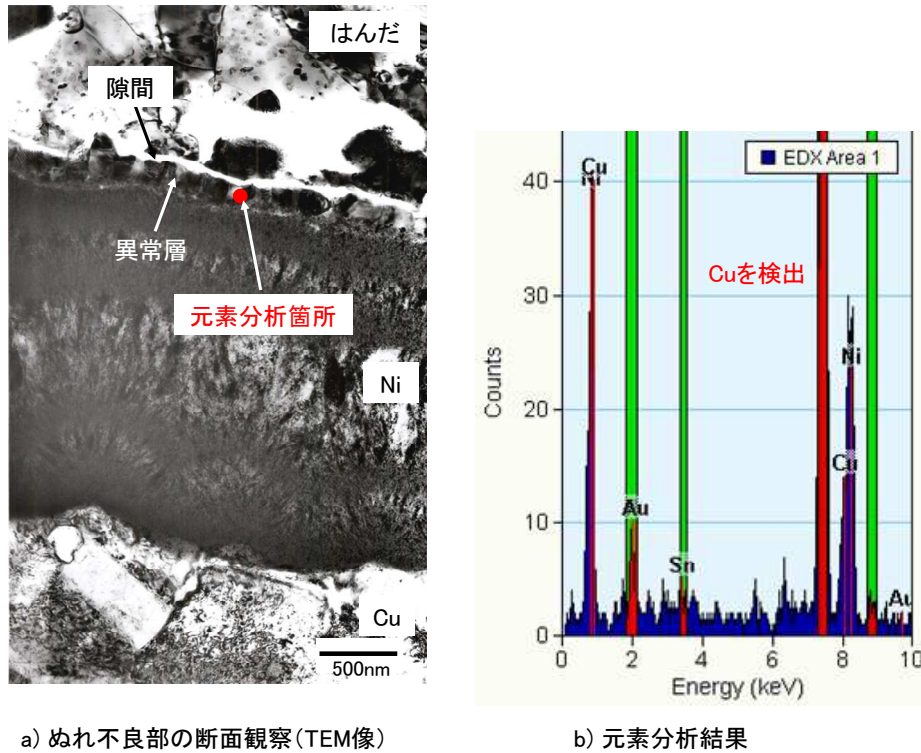


図 27. T E Mによる断面観察と元素分析結果



今回は、FIBを用いたTEM試料の作製を中心にお話しさせていただきました。TEMのような高分解能な装置は観察可能な視野が非常に狭くなります。そのため観察を行う場合はまず全体の状態を把握した上で、最適な部位を適確に観察する必要があります。いきなり高分解能な観察を行ってしまうと、全体を誤って認識してしまう危険性がありますので注意が必要です。

次回は、前回の第6回目で示しましたFIBのデメリットのうち、b) Gaイオンの打ち込みによるダメージ層の形成について、事例を交えながら少し詳しくお話しさせていただく予定にしております。試料へのダメージ層の形成は、一般的な断面作製や観察においては大きな支障はほとんどないのではないかとと思いますが、TEM観察用の試料の場合には、『真実の姿』により近づけるといふことに大きな影響を及ぼします。

次回につづく