

## 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8回

品質技術 兼原 龍二

前回の第7回目では、FIB (Focused Ion Beam)を用いた透過型電子顕微鏡 (Transmission Electron Microscope: TEM)の断面観察用の試料作製を中心に話しさせていただき、「研磨法」と「リフトアウト法」の2つの方法をご紹介しました。ご紹介しました方法はとても基本的な部類に属する手法だと思います。断面観察用のTEM試料の作製の実際につきましては、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ものと思います。

FIBによる断面観察用のTEM試料の作製が可能となるまでは、TEM試料の作製は困難を極めていましたが、FIBによるTEM試料の作製が可能となることで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。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。これらにつきましては既にお話しした通りです。

FIBによりTEM試料が容易に作製できることから、以前はとても遠い存在であったTEMによる高分解能な観察・分析が、もはや走査型電子顕微鏡 (Scanning Electron Microscope: SEM)感覚で手軽に行えるようになっていきます。

しかしながら、FIBでTEM試料を作製する場合には、試料へのGaイオンの打ち込みにも十分な注意が必要となります。第6回(前々回)でFIBのデメリットのお話しをしました際に、b) Gaイオンの打ち込み(図19, 第6回参照)をFIBのデメリットの一つとして挙げておりましたが、一般的な断面作製や観察におきましては、大きな支障をきたすようなことはほとんどないのではないかとということで、詳細や具体例につきましては以降ということにさせていただいておりました。FIBで試料作製を行う場合は、試料へのGaイオンの打ち込みは避けて通ることができません。詳細は後述いたしますが、Gaイオンの打ち込みにより試料に形成されるダメージ層はTEMによる観察を行う場合は、『真実の姿』により近づけるということに悪影響を及ぼします。TEMは非

常に高分解能な観察・分析を行うことができますが、より高い信頼度の試料が要求されます。

今回は前々回より保留にさせていただいておりました、FIBのデメリットの一つであるGaイオンの打ち込みについてお話しさせていただきます。

#### 4.4 Gaイオンの打ち込みによるダメージ層の形成

FIBで断面観察用のTEM試料の作製を行う場合、通常はまず断面観察を実施する箇所の表面にFIBによる表面保護膜をデポジションします。FIBのデポジション機能につきましては本セミナーでは触れていませんが、FIBはW(タングステン)やC(カーボン)、Pt(プラチナ)、絶縁膜などから目的に応じた膜を選択して試料表面にデポジション膜を形成することができます。デポジション膜の原料ガスを試料表面に吹付けながらGaイオンを照射すると、試料表面のGaイオンを照射した領域のみにそれぞれの原料ガスによるデポジション膜が形成されます。TEM試料の作製を行う場合は、FIBによる表面保護膜を形成した後で薄片化を行います。

Gaのイオンビームを試料に照射すると、照射した領域にはFIBのデメリットの一つであるGaイオンの打ち込みによるダメージ層が試料表面や側壁などに形成されます。このダメージ層の厚みは試料の材質、Gaイオンビームの試料への入射角度、Gaイオンビームの加速電圧により決まります。図28.にダメージ層形成の模式図、図29.にSi(シリコン)結晶の場合のダメージ層形成の実験結果を示します。Siの場合、試料へのGaイオンの打ち込みにより結晶構造をしていたSiが非晶質化した層がダメージ層として形成されます。ダメージ層の厚みは、Gaイオンの加速電圧が30kVの時、試料表面では約50nm、側壁では約20nmでした。ご参考までですが、Gaイオンの加速電圧が10kVの時には、試料側壁のダメージ層の厚みは約10nmでした。加速電圧を下げる程ダメージ層の厚みは薄くなりますが、像分解能は低下しますので注意が必要です。

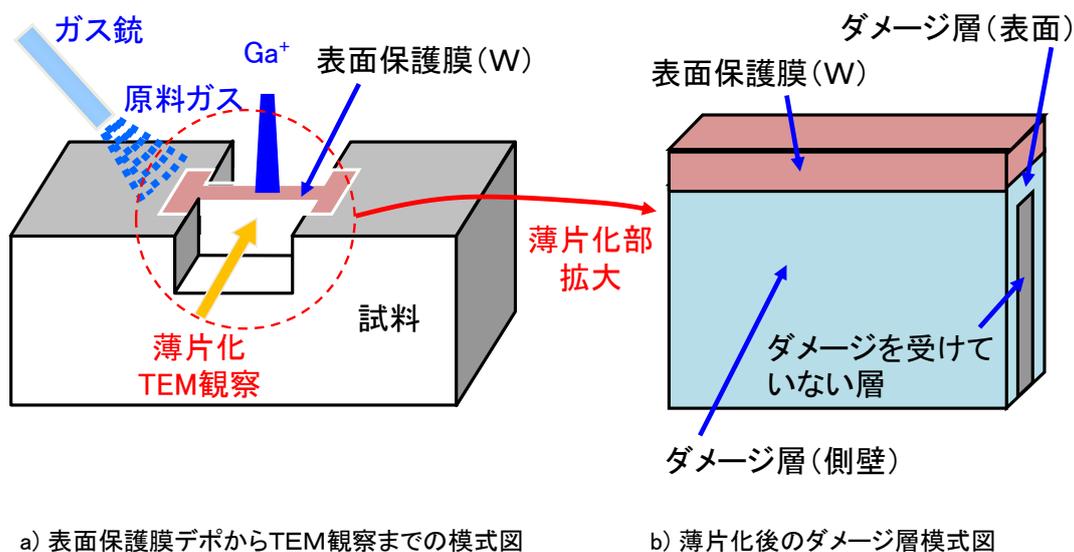


図 28. ダメージ層形成の模式図(表面保護膜デポから薄片化まで)

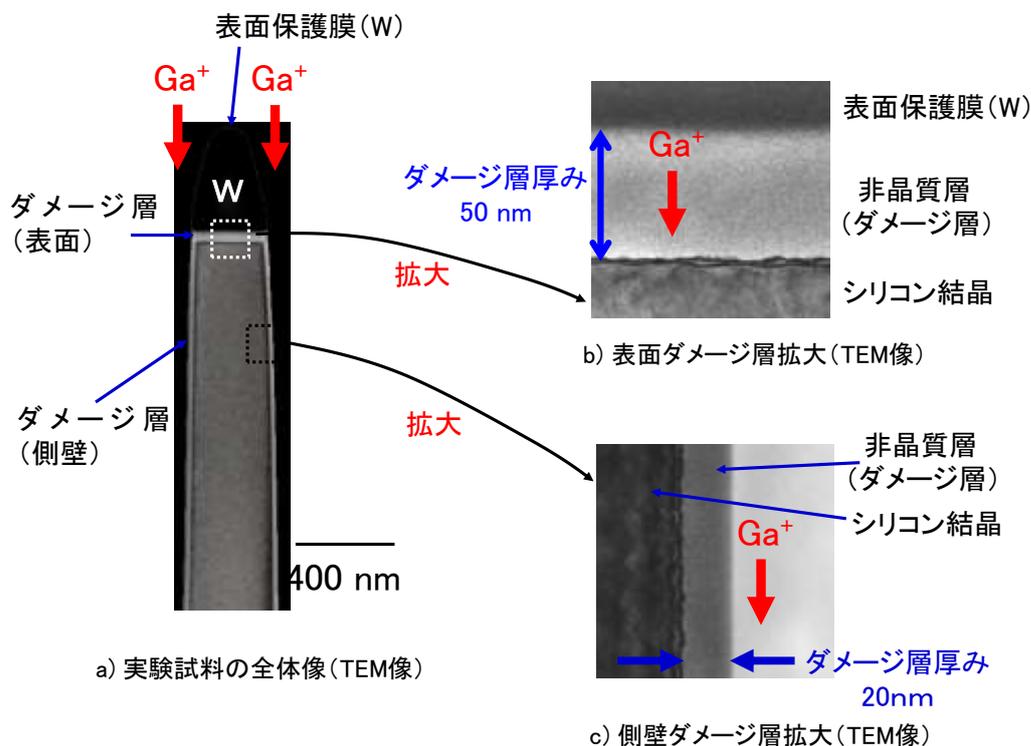


図 29. Si(シリコン)結晶の場合のダメージ層形成の実験結果

TEMによる観察を『真実の姿』により近づけるためには、Gaイオンの打ち込みによる試料へのダメージ層の形成に何らかの対処をする必要があります。

断面観察用の試料につきましては、Gaイオンの打ち込みによる側壁へのダメージ層の形成を防ぐことが出来ません。いかに形成したダメージ層を除去するか、または、形成を少なくする、あるいは最適なTEM観察条件の設定などにより、『真実の姿』により近づけることが出来るような何らかの対処が必要となります。図 30. と図 31. に側壁のダメージ層に対処した例を示します。図 30. は除去により対処した例、図 31. は最適なTEM観察条件の設定により対処した例です。

側壁の場合と表面の場合とでは、ダメージ層への対処方法が異なりますので、側壁と表面の場合に分けて事例などを示しながらお話しさせていただきます。側壁につきましては今回お話しさせていただき、表面につきましては次回お話しさせていただく予定です。

4.4.1 側壁のダメージ層(ダメージ層の除去)

Ga イオンの打ち込みにより形成された側壁のダメージ層を除去することにより対処した例を示します。図 30. は Si 結晶の場合の薬品によるウェットエッチングのダメージ層低減の効果を示したものです。FIB加工直後の薄片試料に形成されたダメージ層の大部分を薬品によるウェットエッチングで除去し、除去前後のTEM像を比較したものです。ダメージ層の除去により対処する場合には、アルゴンイオンによる低角度、低加速のミリングなども有効だと思います。

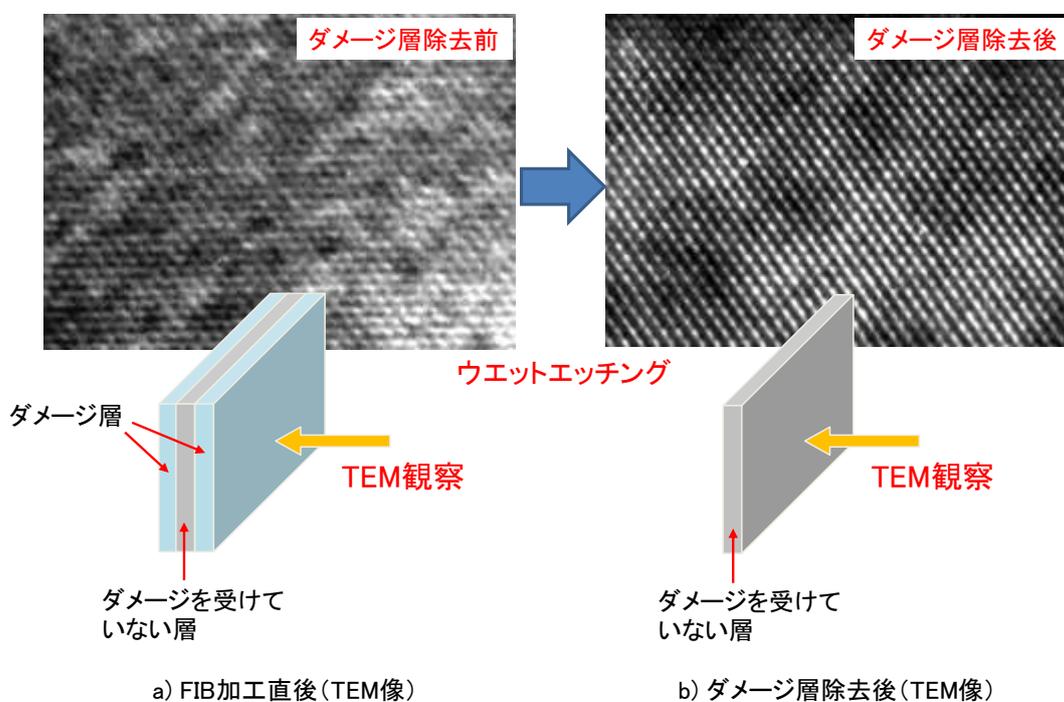


図 30. Si 結晶の場合のウェットエッチングによるダメージ低減効果

4.4.2 側壁のダメージ層(最適なTEM観察条件の設定)

図31. に示しましたもう一つの事例はSi 半導体素子の断面観察を行ったものですが、側壁に形成されたダメージ層を除去するのではなく、最適な薄片試料の厚みを求めたものです。TEMは電子線を試料に照射し試料を透過した電子により像を形成します。従いまして、薄片試料の総厚み中に占めるダメージを受けていない層の割合が大きい程、より鮮明な像を観察することが出来ます。しかしながら、あまり薄片試料の厚みが厚くなり過ぎるとTEMの電子線が透過しなくなり、鮮明な観察が出来なくなりますので最適な厚みを求める必要があります。FIB加工による試料の側壁のダメージ層の膜厚は、加工条件が同じであれば一定ですから、鮮明な観察を行うためには総膜厚を薄過ぎず、厚過ぎずの膜厚にするということになります。

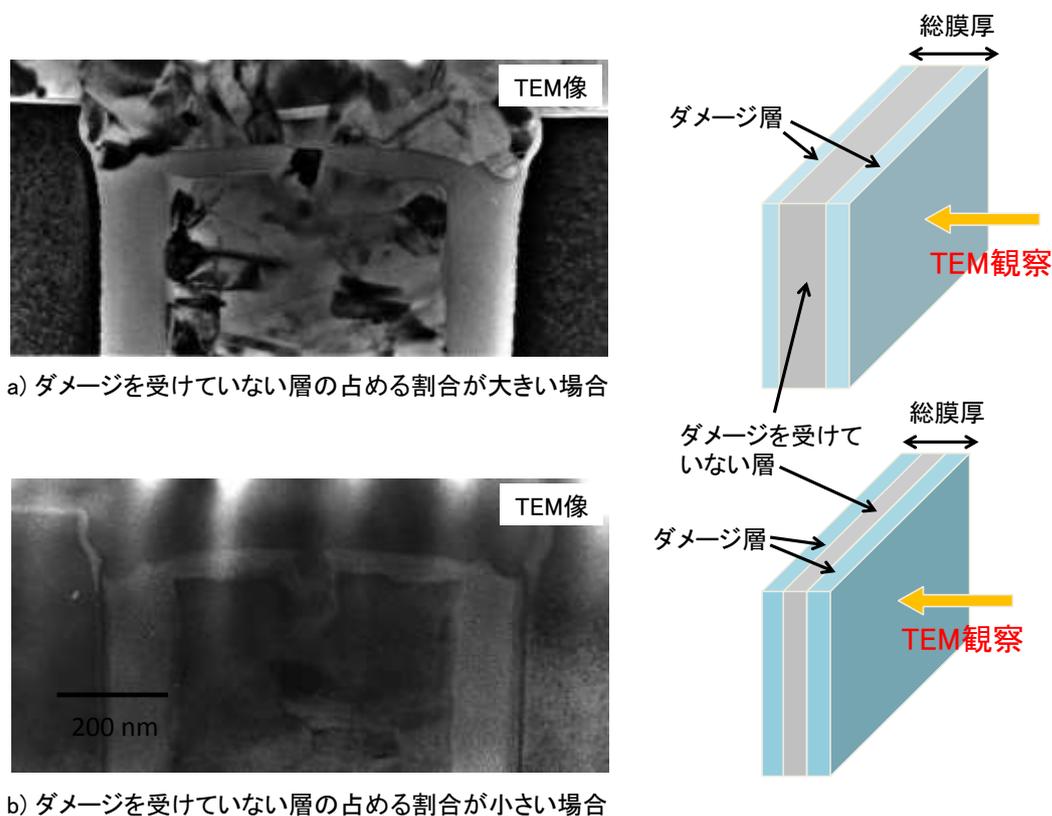


図 31. 最適な薄片化膜厚によるTEM観察

今回は、第6回(前々回)でFIBのデメリットのお話しをしました際に、デメリットの一つとして挙げさせていただいておりましたが、詳細や具体例は先送りにさせていただいておりました b) Ga イオンの打ち込み(図 19. 第6回参照)につきまして、事例などを交えながら詳細を説明させていただきました。

Ga イオンの試料への打ち込みですが、一般的な断面作製を行い、作製した断面をSEMやSIM(Scanning Ion Microscope: SIM)で観察するといった場合では、大きな支障はほとんどないのではないかと思います。薄片試料を作製しTEMで観察を行う場合には、Ga イオンの打ち込みにより試料に形成されるダメージ層は、『真実の姿』により近づけるということに悪影響を及ぼします。全く逆の結果を導き出してしまうこともありますので、十分注意が必要です。TEMは非常に高分解能な観察や分析を行うことができますが、より高い信頼度の試料が要求されます。

次回は、今回の側壁のダメージ層への対処に引き続き、表面のダメージ層への対処について事例を示しながらお話しさせていただく予定です。

次回につづく