

B

透過電子顕微鏡観察のための特定微小箇所の試料作製法

—イオンミリング法およびFIB法—

LSIに代表される半導体デバイスや複合化が進む各種材料の開発・製造では製品の品質や信頼性を向上させるために、高い解析・評価技術が要求される。特に半導体デバイスにおける製品不良などに対しては、極微小領域を解析することが要求され、透過電子顕微鏡 (TEM: Transmission Electron Microscope) による観察が必要不可欠な手段となっている。

TEM観察においては、観察したい領域を薄膜にしなければならず、その領域がサブミクロンオーダーの特定箇所である場合も少なくない。このような特定微小領域をTEM観察するための試料作製法として、Arイオンによるイオンミリング法とGaイオンを用いる集束イオンビーム (FIB) 法がある。

ここでは、イオンミリング法およびFIB法の一般的な薄膜作製手順を述べ、さらにいくつかのTEM観察例を紹介する。

B-1

イオンミリング法

イオンミリング法は、数kVで加速されたイオン (通常Ar⁺) によるスパッタリング現象を利用して、試料を薄膜化する方法である。以下に、特定箇所を断面方向からTEM観察するための試料作製方法、およびAl配線膜上のヒロックを観察した例を示す。

試料作製方法

イオンミリング法で断面試料を作製する際は、試料最表面を保護するために、通常、ダミー基板を張り合わせる。特定箇所の薄膜化には光学顕微鏡による場所の確認が必要となるため、表面側の

ダミー基板にガラスを用いる。第1図 (a) に示すように、試料とダミーをエポキシ系樹脂で接着する。この時、接着層をできるだけ薄く均一にすることが重要となり、加圧および加熱を施す。

次に、第1図 (b) に示すように、特定箇所を含む領域を1mm程度の厚さに切断したのち、観察したい箇所を中心として、TEMのホルダーに装着できる寸法に打ち抜く。

その後、第1図 (c) に示すように、光学顕微鏡で特定箇所を確認しながら、片方の断面が現れるまで機械研磨を行う。

さらに、反対面を100μm程度の厚さまで研磨し、第1図 (d) のように、中心付近をディンプル加工により30μm前後まで薄くする。

最後にイオンミリングを行うが (第1図 (e))、まず研磨面の加工変質層を除去する。さらに、特定箇所付近に小さな穴が開くまでディンプル加工を薄くし、最終的には特定箇所が観察できる厚さに仕上げる。

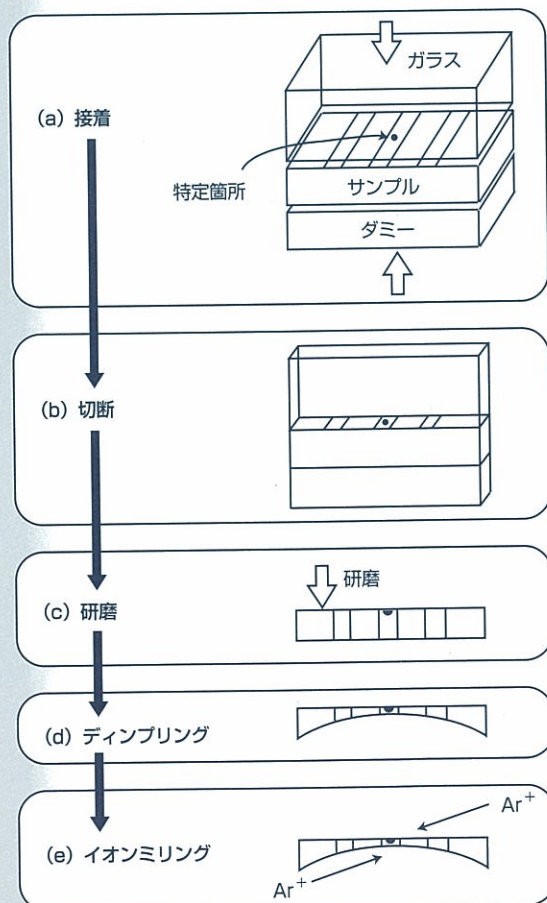
観察例 (Al配線膜上のヒロック)

Al膜はLCD (液晶ディスプレイ) などの配線膜として用いられるが、応力などが原因で膜上に突起物が発生することがある。この突起物はヒロックとよばれ、素子の不良原因となることがある。

ここでは、このAl配線上に存在するヒロックの断面TEM観察を行った例を示す。

ヒロックの位置の確認はガラスのダミー基板を通して行い、ヒロックの中心付近まで片側より研磨した。写真1 (a) 矢印部分に示すように、光学顕微鏡を用いて、ヒロックの断面が現れていることを確認できる。もう一方の面よりディンプル加工を行い、最後にArイオンによるミリングで薄膜化した。

作製した試料をTEM観察した結果、3μm程度の大きさのヒロックが認められる (写真1 (b))。Al配線の柱状組織とは異なる組織がヒロック部分に見られ、ヒロックの発生原因に対する多くの知



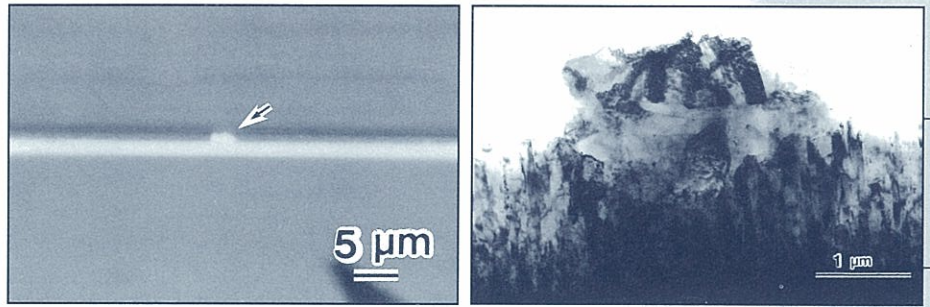
(c)、(d)、(e) はガラスを通して上から見た状態を示す

第1図 イオンミリング法による試料作製の手順

見が得られる。

このように、イオンミリング法を用いれば数 μm の特定箇所を薄膜化することが可能である。

ちなみに、使用した装置はGATAN製 Model691 PIPSである。



(a) 光学顕微鏡像

(b) TEM像

写真1 Alヒロックの断面TEM観察

集束イオンビーム (FIB) 法

B-2

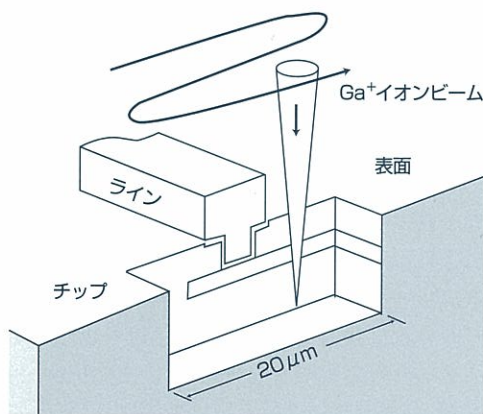
集束イオンビーム (FIB: Focused Ion Beam) 法は、30kVで加速したGaイオンを0.01~0.1 μm 程度に集束し、試料表面をスキャンさせながらスパッタリングする手法である (第2図)。スキャンさせる時に、表面から出てくる2次電子像 (SIM像) を見ながら加工するので、特定箇所をサブミクロンの精度で薄膜化することができる。またイオンビームを試料断面に対して低角度で入射させるため、異なる組成の多層膜に対しても比較的均一な厚さの試料が得られる。

以下に、FIB法による試料作製の手順と、MOSトランジスタのゲート部分を観察した例を示す。

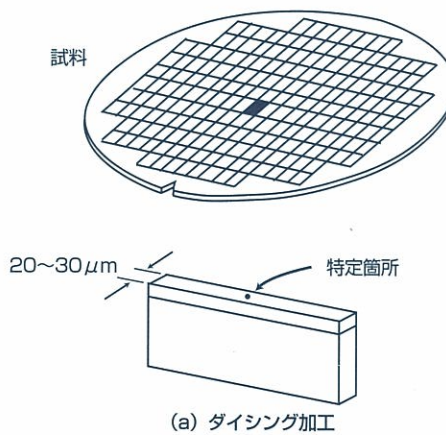
観察したい箇所付近を20~30 μm 程度の厚さに加工する (材料によってはここまで薄くできないものもある)。切り出した試料は、接着材を用いてモリブデンメッシュに固定する。

FIB装置に試料を導入する前に、チャージアップの防止および最表面の保護のためのカーボン膜を真空蒸着し、さらにFIB装置内でもカーボン膜あるいはタンゲステン膜をコーティングする。

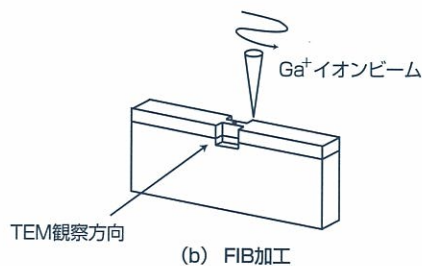
FIB加工においては、イオンビームの電流値を変化させて、荒加工、中加工、仕上げ加工と進めていき、特定箇所が残るように薄膜化する (第3図 (b))。



第2図 FIB加工の概念図



(a) ダイシング加工



(b) FIB加工

第3図 FIB法による試料作製手順

試料作製方法

試料作製の簡単な手順を第3図に示す。

観察したい箇所が非常に小さい場合や、観察箇所が試料内部にある場合は、SIM像による確認が不可能であるため、場所特定用のマーキングを施す必要がある。マーキングはFIBあるいはレーザーによる加工が一般的である。

FIB加工を行う前に試料を小さく切り出す必要がある。これはFIB加工時間を短くするための重要な前処理工程であり、一般的にはダイシング装置を用いる。第3図 (a) に示すように、観

観察例 (MOSトランジスタのゲート部)

イオンビーム露光という新しい手法を用いて製作された微細MOSトランジスタ¹⁾のゲート部分の断面観察例を写真2に示す。

ここでは、電気特性に異常が認められる素子を特定した後、FIB法により作製した試料をTEM観察している。ゲート電極とサイドウォールを形成しているポリシリコンが短絡して、不良が発生していることが確認された(写真2矢印部)。

このようにFIB法を用いることで、0.15 μm 幅のゲートで構成されているような微小素子を特定して、TEM観察を行うことが可能となる。

ちなみに、使用した装置は日立製作所製FB-200Aである。

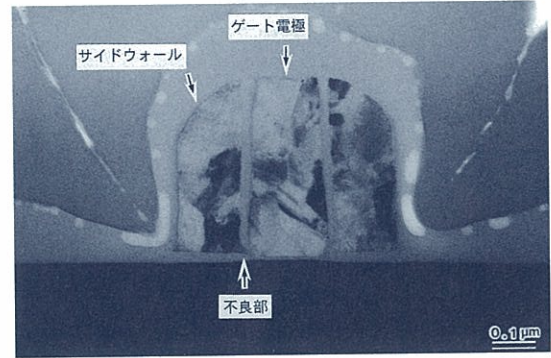


写真2 ゲート部のTEM観察像

1) 鈴木康平ら: Journal of Vacuum Science & Technology B (1997), p.2,342-2,345

B-3

各試料作製法の特徴

イオンミリング法およびFIB法について述べてきたが、それぞれの手法の長所および短所について第1表にまとめる。

イオンミリング法では選択スパッタリングにより均一に薄くすることが困難であるが、FIB法ではほぼ均一な膜厚に加工することができる。

第1表 イオンミリング法およびFIB法の特徴

	イオンミリング法	FIB法
特定箇所	困難(数 μm 以上の領域)	容易(サブミクロンオーダー)
多層膜	困難	容易
高分解能観察	適(ダメージ小)	不適(20nmのダメージ層)
元素分析	適	不適

FIB法はサブミクロンの精度で特定箇所の断面観察用試料を作製することが可能であるが、試料に与えるダメージも少なからず発生する。

Si単結晶に対して行った実験の結果では、10~20nmの非晶質層が形成されることが明らかとなった²⁾。このため、高分解能観察においては、イオンミリング法で作製したものと比べると像が不明瞭になる。

またEDX (Energy Dispersive X-Ray Spectroscopy: エネルギー分散法)による元素分析に関しては、FIB法により作製した試料では、定性的な評価は可能であるが、試料形状に起因して励起されるX線が常に検出されるため、定量的な評価は困難である。この対策として検討された例³⁾があるが、現状では完全に取り除くことはできていない。

異種の元素からなる多層膜を薄膜化する場合は、

特定箇所からのTEM観察用試料作製であるイオンミリング法およびFIB法について紹介した。イオンミリング法で作製した試料は高分解能観察や元素分析に適しており、FIB法はサブミクロンオーダーの特定箇所を容易に加工できるという特徴を有する。

解析目的に応じた試料作製法を選択することにより、今後ますます高度化していくエレクトロニクス分野などにおける問題解決に役立てていきたい。

〔西神事業所 物理解析室 山元清史〕

2) 山元清史、笹川薫: 神戸製鋼技報Vol.43(1998), No.3, p.76

3) 上野武夫ら: FIB加工TEM試料の位置精度と分析精度に関する検討、日本電子顕微鏡学会第43回シンポジウム(1998), p.281