

FIBを用いた微細構造解析用試料調製技術

Specimen Preparation Technique for Microstructure Analysis Using Focused Ion Beam Process

藪崎こずえ*

Kozue Yabusaki

佐々木宏和*

Hirokazu Sasaki

概 要 半導体デバイスの微細化が進みナノレベルでの評価が要求されるなか、最近ではTEMやAESの前処理としてFIB加工法を用いるケースが定着しつつある。FIB加工法は、従来のイオンミリング法と比較して試料作製が迅速に行える、機械研磨などによる試料の破損を防ぐ、また微小領域を確実に切り取ることが可能である等の利点がある。しかし、加工表面にダメージ層が形成される、分析時にイオン源のGaが多く検出される等様々な問題もある。このようなFIB加工の特徴を考慮したうえで、TEM観察やAES分析においてより良好なデータを得るためのFIB試料調製技術を考案した。

1. はじめに

近年半導体デバイスの微細化に伴い、欠陥解析や製造工程を管理するためにナノレベルでの微細構造解析技術の要求が高まってきている。これらの評価を行うための代表的な手法として、透過型電子顕微鏡（Transmission Electron Microscope：以下TEMと略す）やオージェ電子分光法（Auger Electron Spectroscopy：以下AESと略す）が挙げられる。

TEM観察用の試料調製方法としては従来のイオンミリング法のほかに、最近では集束イオンビーム加工（Focused Ion Beam：以下FIBと略す）法が頻繁に用いられるようになった。更に、バルク試料から特定な領域を切り出すマイクロサンプリング法¹⁾を併用することにより特定微小領域のTEM観察が可能となるため、半導体デバイス評価においてFIBを用いた試料調製は必要不可欠と言える。また、AES分析用の試料作製の手段としてのFIB加工も強力なツールとなっている²⁾。本報告では、我々が考案したTEM観察及びAES分析のためのFIB試料調製技術を紹介する。

2. TEM観察のためのFIB加工法

2.1 FIB加工ダメージと試料形態の問題点

FIB加工法は細く絞ったGaイオンビームを試料に照射し特定箇所を薄片化する手法であるが、従来のイオンミリング法に比べて試料に与えるダメージが大きいことが問題とされている。GaAsやInP等の化合物半導体における主な加工ダメージとして、Gaイオンが注入されることにより加工表面にアモルファス層が形成される物理的ダメージや、イオンビーム衝撃時の熱により加工表面が変質しGaあるいはIn粒子が析出する熱

的ダメージ等があげられる。特に後者は斑点状のコントラストとなって現れるため、観察時の像に大きく影響して詳細な解析が不可能となる。ダメージの程度は材料によって異なるが、特にInP系試料においてそれは顕著である。FIB試料のダメージ層生成は加工時の温度に依存し、また加工表面に形成される性質を持つ。このことから、加工表面に形成されたダメージを低減あるいは除去するためには、低加速低角度入射の冷却イオンミリング法を仕上げとして併用することが有効であり、これにより低ダメージのFIB試料を作製することが可能と思われる。

通常FIBによる試料調製には、試料片を固定する基板として厚さ30～50 μmのTEM観察用の半切りCuメッシュを用いている。試料はあらかじめ適当なサイズに手研磨したもの、又はマイクロサンプリング法にてピックアップした試料片をメッシュの断面に固定した後、観察に必要な部分のみ厚さ数百nmまで薄片加工する。形成されたダメージ層を冷却イオンミリングにより取り除くためには、加工面両サイドの全方向から低角度入射のイオンビームを照射する必要がある。しかし、一般的なFIBの試料形態では加工面が凹型形状となるため、基板のCuメッシュ及び試料片の未加工部分が壁になりイオンビームが加工面に到達しない（図1）。また、イオンビームが壁を削った際に出る加工屑が再付着し、加工面を汚してしまうという問題もある。よって、現状の試料調製方法ではダメージ層を除去することは不可能である。

2.2 低ダメージFIB試料調製方法

2.2.1 極薄アルミ箔付きCuメッシュとマイクロサンプリング法

試料形態の問題を解決し、冷却イオンミリングを仕上げに用いた低ダメージFIB試料の作製を可能にするため、マイクロサンプリング法と極薄アルミ箔付きCuメッシュを使用した試料調製方法の開発を行った。これにより行うFIB加工に関してはすべて次の条件で行った。

* 横浜研究所 分析技術センター

装置：日立製作所製 FB2000A

加速電圧：30 kV

イオンビーム：Ga⁺

加工表面へのイオンビームの到達や加工屑再付着の防止を考慮した場合、試料片を固定するメッシュ自体を薄くし、加工面付近の凹凸を減少させる必要がある。そこでTEM観察用の単孔Cuメッシュの孔部分に、厚さ2.5 μmの極薄アルミ箔をエポキシ樹脂で貼り付けたものを作製した。これにより、事実上2.5 μm厚のメッシュが作製されたことになる。つぎにマイクロサンプリングによりアルミ箔と同厚の試料片をピックアップし、アルミ箔断面上にW（タングステン）デポジットにて試料片の左右を固定する。薄片加工は観察部分だけでなく、基板のアルミ箔ごとに行った。これにより試料は加工部周辺が開放された凹凸が少ない形状となり、低角度入射のイオンビームが全角度から加工面に到達する（図2-(1)(2)(3)）。

2.2.2 冷却イオンミリング

図2の試料調製方法で作製したFIB試料に冷却イオンミリングを施し、加工表面のダメージ層の除去を行った（図2-(4)）。イオンミリング条件を右記に示す。

装置：GATAN600N

加速電圧：2 kV

入射角：15度

イオンビーム：Ar⁺

照射時間：5分間

試料温度：LN2で冷却

2.3 TEM観察とダメージ層の評価

2.3.1 TEM観察結果

冷却イオンミリングによるダメージ層除去の効果を確認するため、TEMにより高分解能観察を行った。また比較のため、ダメージ層除去前の試料についても同様の観察を行った。観察条件を以下に示す。

装置：日立製作所製 H9000UHR

加速電圧：300 kV

試料：InGaAsP/InP MQW

InGaAsP/InP MQWの断面TEM像（暗視野像と格子像）を写真1, 2に示す。ダメージ層除去前の試料Aは全体的にコントラストの濃淡及び方位や面間隔が異なる結晶が重なった場合に現れるモワレ縞が認められる。これはイオン照射時の熱により試料表面のPのみが蒸発し、Inが部分的に析出したためと思われる。更に、Gaイオンの注入により形成されたアモルファス層のため格子が明瞭に確認できない。このようにFIB加工のみの試料はダメージの影響が顕著である。これに比べ、イオンミリングでダメージ層を除去した試料Bでは、コントラストの濃淡及びモワレ縞も無く、格子が明瞭に確認できる。以上の結果から、加工表面のダメージ層は冷却イオンミリングによりTEM観察に支障のないレベルまで除去されることが分かった。

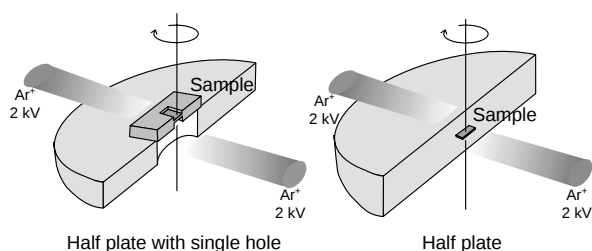
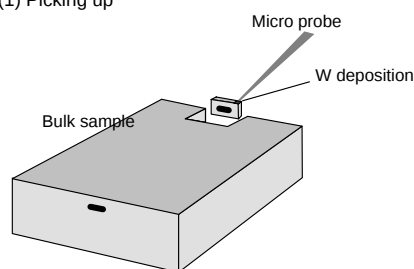
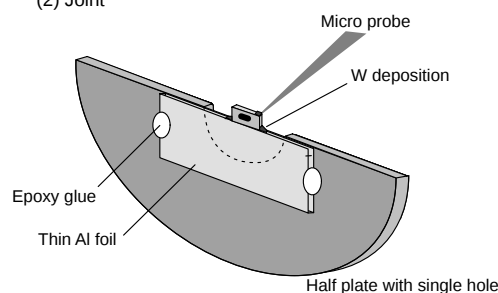


図1 FIB-TEM試料
FIB-TEM Sample

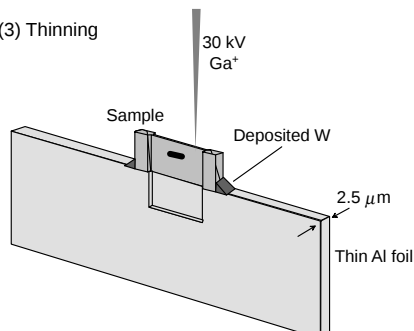
(1) Picking up



(2) Joint



(3) Thinning



(4) Cleaning (Ion milling)

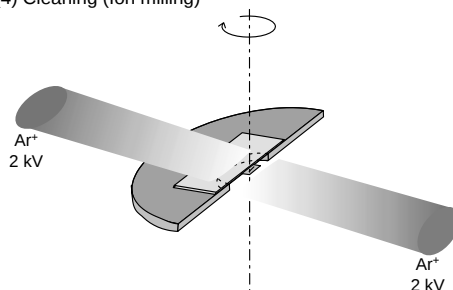


図2 TEM観察用低ダメージFIB試料調製方法
Little damaged FIB sample preparation method for TEM observation

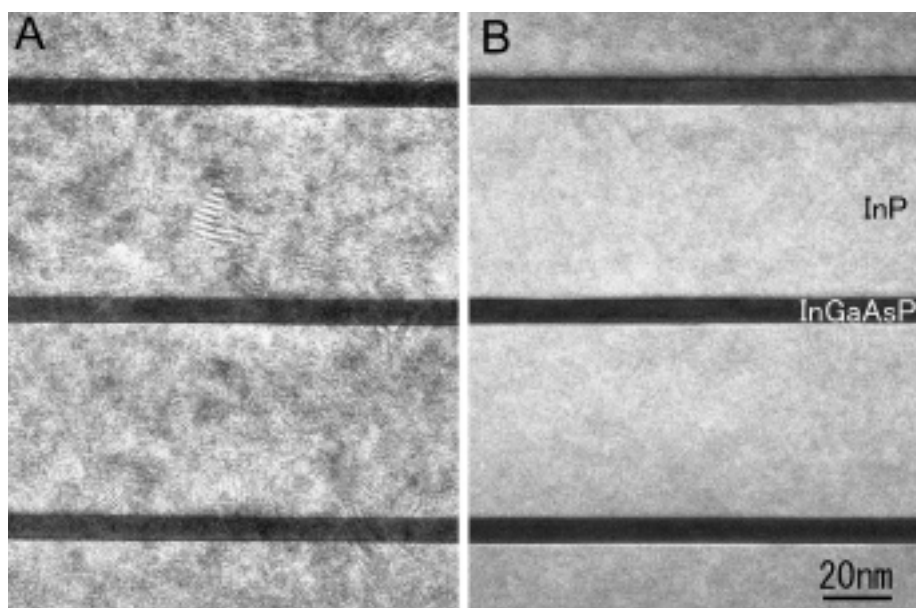


写真1 InGaAsP/InP MQW暗視野像
Dark field image of InGaAsP/InP MQW

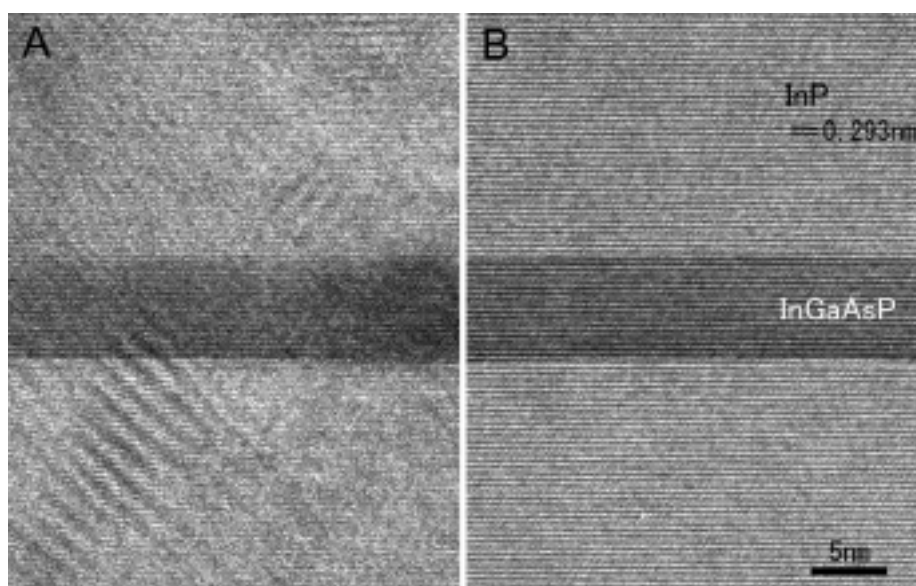


写真2 InGaAsP/InP MQW格子像
Lattice image of InGaAsP/InP MQW

2.3.2 ダメージ層評価

FIB試料におけるダメージ層除去の実態を把握するため、ダメージ層厚の評価を行った。試料はFIB加工のみのダメージ層が形成された試料と、冷却イオンミリングによりダメージ層を除去した試料を用意した。試料調製方法を図3に示す。バルク試料の一部をFIB加工し、ダメージ層を形成する。一方の試料はダメージ層厚を調べるためにそのままの状態、もう一方の試料は冷却イオンミリングによりダメージ層を取り除く。これより後のFIB加工による更なるダメージを防ぐために、両試料の加工面に金属コーティングを施す。その後、ダメージ層の断面観察が可能となるようにマイクロサンプリングにて試料片をピックアップし、図2の手法を用いてダメージ層評価のための

低ダメージFIB試料を作製した。そのTEM観察結果を写真3に示す。FIB加工のみの試料（写真上）では、加工表面にアモルファス化したダメージ層が20 nm以上形成されているのがわかる。これに対し、冷却イオンミリングにより加工ダメージを除去した試料（写真下）の表面には、イオンミリングによるダメージ層が約1.5 nmとわずかに確認される程度である。以上の結果から、FIB加工で形成されたダメージ層は、冷却イオンミリングによりその大部分が除去されていることが明らかとなった。

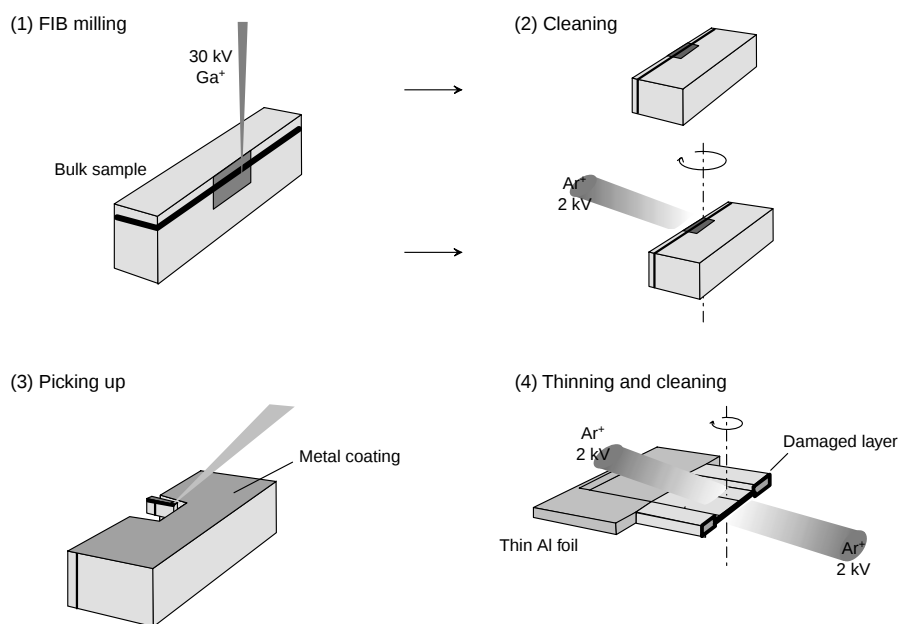


図3 ダメージ層評価試料調整方法
Damaged layer evaluation sample preparation method

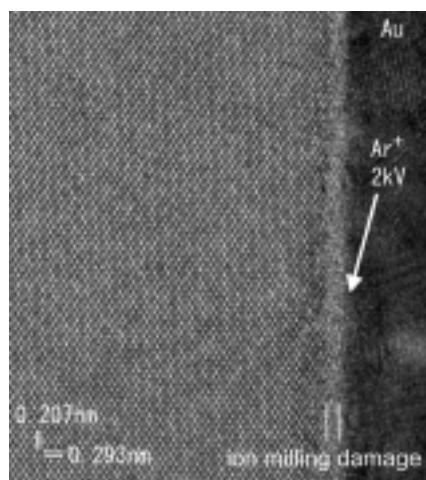
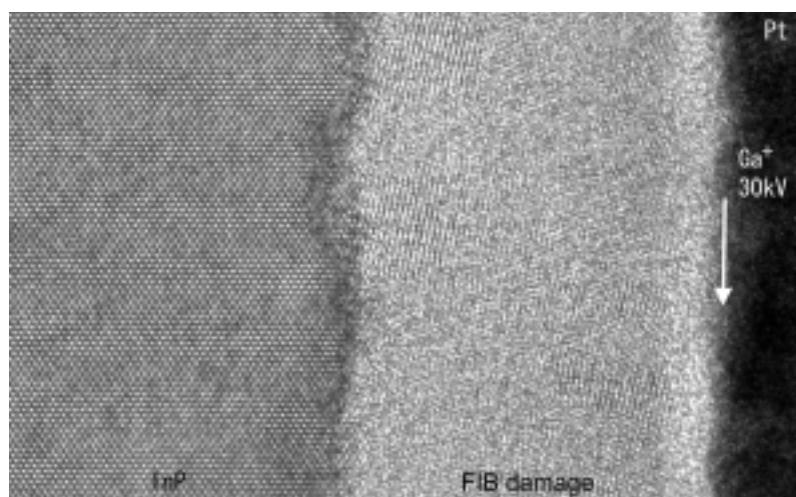


写真3 ダメージ層厚の断面TEM像
Cross sectional TEM image of damaged layer thickness

2.3.3 まとめ

FIB試料における加工ダメージを低減除去するために、冷却イオンミリング法を仕上げに用いる手法を開発した。これまでのFIB試料は、加工面へのイオン照射を妨げる形状を呈していたことが問題となり、ダメージ層の除去を不可能にしてきた。そこで極薄アルミ箔付きCuメッシュとマイクロサンプリング法を用いた試料調製方法を取り入れることで試料形態の問題を解決し、冷却イオンミリングによりダメージ層の大半を除去することが可能となった。TEMによる高分解能観察においてもダメージの影響が少ない良好な像が得られている。更にダメージ層厚の評価を行った結果、FIB試料の加工表面には20 nm以上ものダメージ層が形成されていることが判明した。これによると、仮に、これまでの一般的なFIB試料調製方法を用いて厚さ100 nmの薄膜試料を作製したとすると、薄膜の約半分はダメージ層であったことになる。高精度の分析結果が得られないのも当然である。

今回はInP系デバイスに関してのみ検討を行ったが、他の材料系に関しても同様の効果が得られると期待される。

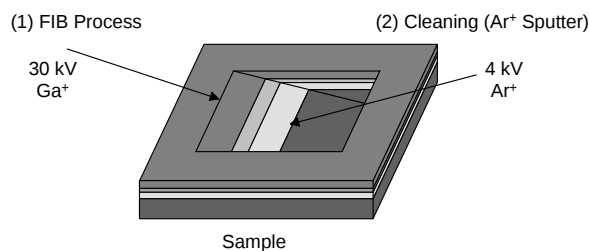


図4 FIBを用いたAES測定用試料調整
FIB sample preparation for AES analysis

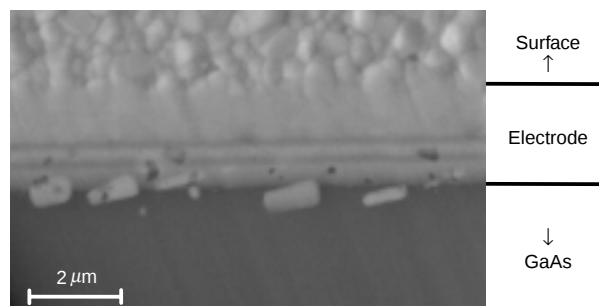


写真4 FIB加工及びスパッタクリーニング後の電極断面SEM像
SEM image of cross section of electrode after FIB process and ion sputtering

3. AES分析のためのFIB加工法

AESを用いて、各層が数10 nmである多層膜試料を評価する場合、オージェ電子の検出とイオンスパッタリングを併用した深さ方向分析 (Depth Profiling) を行う。しかしこの手法は、深さ方向への一次元的な濃度分布を評価する方法であり、3次元の分布状態、例えば多層膜中に粒状に異物がある場合には詳細な分析が困難である。

一方、イオンスパッタリングを併用した深さ方向分析によらずに断面をAESで直接分析する方法としては、機械研磨により断面を露出させる方法、スパッタクレーターを用いて分析する方法があるが、いずれの方法も測定場所を特定することは困難である。

そこで、FIBで観察したい場所を特定して加工を行うことにより、断面をそのまま露出させることが可能となる。また、一つの試料から同時に数ヶ所断面を露出させることもできる。露出した断面について、AESを用いて定性分析、線分析、面分析を組み合わせることで評価することによって、より多くの情報を得られる。

3.1 FIB加工

AESの面分解能は約15 nmであるため、一層が数10 nmの多層膜試料の場合は、FIBによって垂直に断面を露出させても、AESで一層一層、またそれらの界面を明瞭に分析することは困難である。そこで、斜めに試料を削ることにより膜厚を拡大した断面を露出させることが可能となる (図4)。例えば、垂直方向より80度の方向からGaイオンビームを照射して加工すると、多層膜の断面は約6倍に拡大され、AESで充分分析可能な大きさとなる。なお、今回使用したFIB装置内で試料は60度までしか傾斜できないため、45度傾斜面を持つ試料台を製作したうえで、更に装置内で35度傾斜させることにより、80度傾斜の条件を作っている。また、イオンビーム径内に電流密度分布があるため、最上層に観察したい薄膜がある場合は、イオンビーム密度分布の裾 (すそ) が観察場所である薄膜の部分を削ってしまう。これを避けるために、FIB加工前の試料表面にPt-Pdコーティングあるいはカーボンコーティングを行う。FIB加工は下記の条件で行った。

装置：日立FB2000A
加速電圧：30 kV
イオンビーム：Ga⁺
斜め加工：80度
コーティング：Pt-Pd

3.2 ダメージ層除去

TEM観察で示したように、FIB加工後の試料は表面にダメージ層を形成する。このダメージ層はGaのイオン注入によって形成されるため、FIB加工後の試料断面をAESを用いて測定すると、Gaが多く検出されてしまう。そこで、加工した試料はAES装置内に導入した後、Arイオンビームによって断面のスパッタクリーニングを行う。これにより、Gaイオンビームによって断面に形成されたダメージ層を除去できる。また、多層膜構成材料によってスパッタレートが異なるため、スパッタリングにより段差が形成されSEM像が明瞭になり、測定場所の特定が容易になる。スパッタリング条件を下記に示す。

装置：PHI 670
加速電圧：4 kV
入射角：40度
イオンビーム：Ar⁺
照射時間：3分

3.3 AES分析結果

GaAs上に作製した電極用金属多層膜について、以上の試料調整を行い、断面が観察面として電子ビームに対して垂直になるように試料を傾斜させ、AES分析を行った。AES分析は下記の条件で行った。

装置：PHI 670
加速電圧：20 kV
試料電流：10 nA
試料：AuGeNi電極

写真4にFIB加工を施したGaAs用電極のSEM像を示す。これはシンタリングによりオーミック性を示すAuGeNiをコンタクト層とする電極である。シンタリングにより金属/半導体界面及び電極内部に金属間化合物が形成されている様子が観察される。なお、SEM像上側の凹凸を呈している部分は試料表面である。次にAuGeNi/GaAs界面の一部を拡大したSEM像とこの領域についてAu, Ge, Niの面分析を行った結果を写真5に示す。面分析結果から、金属/半導体界面でのAuの拡散状態、Ge及びNiの電極内での挙動が明瞭に観察できていることが分かる。なお、AuGeNi層の上にある3層構造はコンタクト材料の拡散を防止するためのバリア層であり、設計膜厚はバリア層全体で約100 nmである。写真5ではバリア層全体は約600 nmの層として観察されており、約6倍に拡大されていることが確認できる。

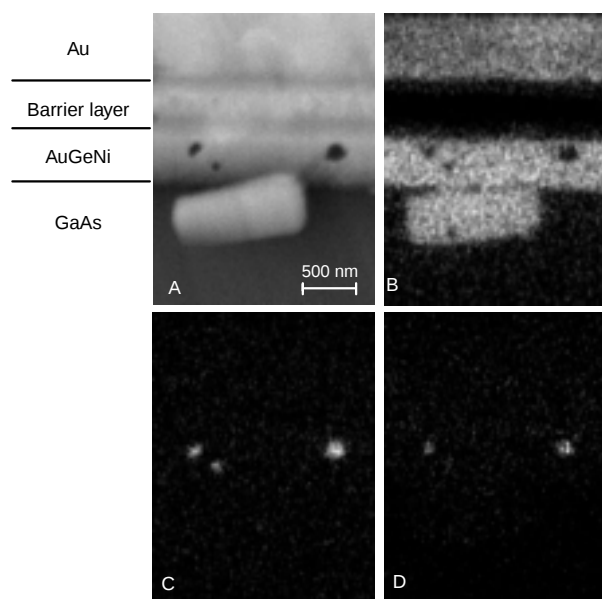


写真5 A) 電極/半導体界面のSEM像 B) Au面分析
C) Ni面分析 D) Ge面分析
A) SEM image of electrode/semiconductor interface
B) Au map C) Ni map D) Ge map

4. おわりに

TEM観察及びAES分析のためのFIB試料調整方法を確立した。本論文で紹介した手法は、微細構造を有する材料開発において、大きく貢献することが期待される。

参考文献

- 1) 小池英巳, 近藤芳正, 日本電子顕微鏡学会第56回学術講演会発表要旨集vol.35, 203 (2000)
- 2) K.Mogi, T.Iizuka and M.Suzuki: J.Surface Analysis, 7 (2000), 228