

集束イオンビーム装置を用いたTEM試料作製法

◎◎吉田 幸秀*

*分析・物質技術系

はじめに

超LSIなどが微細化にともない、その動作不良の原因究明を目的にサブミクロンの限られた場所の透過型電子顕微鏡 (TEM) による断面観察の必要性が求められている。例えば多結晶Si太陽電池(変換効率16%)で高効率が達成されない原因は粒内に存在する結晶欠陥や不純物であると考えられ、これらが太陽電池の電気特性に与える影響を明らかにする必要がある。そこで、集束イオンビーム装置(FIB)を用いたTEM試料作製を試みた。本装置はサブミクロンの精度で場所を特定し、試料の薄膜化をすることができるが、膜厚のコントロールが困難であるなどの経験的な課題もある。これらの技術修得を目的とする。

1. FIB装置

1-1. 動作原理

通常、加速電圧 30 kV で Ga イオンを試料表面上に集束させ、特定領域だけをスパッタリングし、薄膜化する。ビームの入射角度は試料表面に垂直である。また加工領域の確認のため細く絞った Ga イオンビームをスキャンさせ、試料表面から発生する 2 次イオンを用いて SIM (Scanning Ion Microscope) 像を観察する。

1-2. 装置概要

FIB装置は図1のようにイオン光学系、検出系、試料室、真空排気系、装置制御系から構成されている。

1-3. 特色

イオンビームを $0.01 \sim 0.1 \mu\text{m}$ 径に集束させ、特定領域だけを薄膜化する。このため、試料作製時間が短い。また、集束させたイオンビームで指向性を持ってスパッタリングすることにより、複合材料からなる試料(半導体デバイスや多層膜など)においても容易に、しかも均一に薄膜化することができる。

試料照射イオン量(dose)を D とすると

$$D = \frac{IT}{A} \quad (\text{e}/\text{\AA}^2)$$

ここで I は試料上でのイオン電流、 T は走査時間、 A はイオン照射面積である。 I は 0 番から 4 番までの穴径のアパーチャーと、Hi current か Low current かの選択によって段階的に決定され、 A は Ga イオンを照射したい面積をユーザーが設定できる。すると、 I と A に見合った T が算出され、これらの値から D を計算すると

$$\text{Hi current のとき } D \approx 4.0 \times 10^2 \quad (\text{e}/\text{\AA}^2)$$

$$\text{Low current のとき } D \approx 3.0 \times 10^2 \quad (\text{e}/\text{\AA}^2)$$

とそれぞれでほぼ一定であるとわかった。

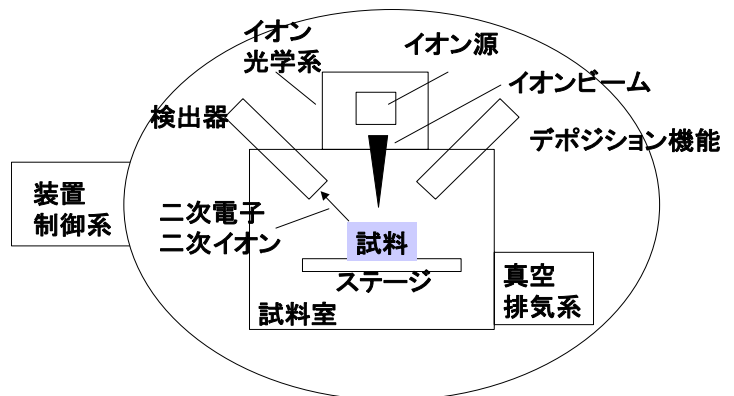


図1 FIB装置構成図

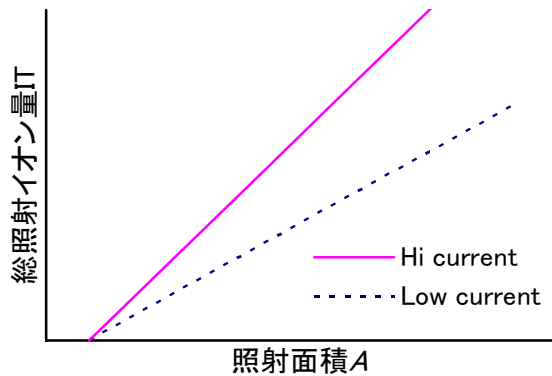


図2 総照射イオン量と照射面積

き指定した面積より大きな面積が加工されてしまう原因であると考えられる。

以上のことから、左図に試料に照射された総イオン量と照射面積の Hi current と Low current のそれぞれの場合の関係を示した。

図より同じ面積を加工する場合 Hi current のほうが Low current よりもより多くの Ga イオンを試料に照射することがわかる。Hi current で加工すると

2. TEM試料作製

2-1. 手順

まず超精密切断機により試料を TEM 試料ホルダーにセットできるサイズ (約 1.5mm×0.5mm) に切断し、観察したい領域の表面を幅約 20 μ m 深さ 50 μ m ほどで残し、それ以外の表面を削り落とす。次に試料をメッシュ (直径約 3mm) にセットし、試料表面を SIM 像をみながら顕微鏡の電子線が通過できる薄さになるまで FIB 加工を行う。試料を TEM で観察し、加工が不十分で膜厚が厚い時は追加加工する。

2-2. 問題点

観察には 200kV の TEM を用いるので試料の高分解能観察には 0.1 μ m 以下の試料の薄膜化が必要である。しかし TEM 観察のうえで一番問題だったのが Ga イオンを注入されることにより加工表面に形成されるアモルファス層 (ダメージ層) である。今回使用した FIB 装置は加速電圧が 30kV 一定で、またイオンミリング等ダメージ層を除去、回避する手段がとれなかった。この場合薄くしすぎるとダメージ層が膜厚の大半を占めてしまい目的の部分が観察できない。このため SIM 像から TEM 観察に適した膜厚に制御する必要がある。

2-3. 解決方法

SIM 像から判断する試料の膜厚が 0.1 μ m 以下であれば TEM の観察に十分であるが、ダメージ層を考慮すると膜厚 0.3 μ m ほどが適当である。また加速電圧 30kV の FIB では表面に 50nm、側面に 20nm のダメージ層が形成されることが知られており、最終仕上げに試料を傾斜させて FIB 加工して膜厚を均等にするやり方が一般的だが、これはダメージ層の厚さを増すことになるので今回の場合避けるべきである。

3. 結果

今実験では Si と GaAs を試料として用い、上記の方法で欠陥断面観察を行い、結果目的の欠陥を TEM で確認することができた。さらに鮮明に欠陥断面観察を行うために、ダメージ層の除去、回避が課題となる。

謝 辞

本研鑽にご指導、ご協力頂いた名古屋大学エコトピア科学研究機構田中成泰先生をはじめお世話になったみなさんにお礼申し上げます。