

トリプルビーム装置を用いた TEM 試料作製

TEM Sample Preparation using Triple Beam System

高橋 春 男
Haruo Takahashi

^a エスアイアイ・ナノテクノロジー株式会社 BT技術部

要 旨 我々は、FIB、アルゴンイオンビーム装置、さらにSEMを統合したトリプルビーム装置を開発した。全てのビームは試料位置に照射可能であり、TEM 試料作製の全ての工程をSEMでモニター可能である。そのため、非常に精密な試料位置決めを実現しつつ、ダメージの少ないTEM 試料薄片の仕上げが可能である。本装置を用いたTEM 試料作製の有効性を、半導体デバイスの断面試料作製の実例を交えながら紹介する。

キーワード：TEM 試料作製，アルゴンイオンビーム，ダメージ層

1. はじめに

TEMを用いた解析において有用な知見を得るためにはTEMそのものの性能はもちろんのこと、試料作製技術も非常に重要な位置を占めるということは周知の事実であろう。

そのため、TEMの発展と共に様々な試料作製技術が開発されてきている。集束イオンビーム(FIB)装置を用いたTEM試料作製も、半導体分野や材料系分野を中心に、広く普及してきた試料作製方法である。

FIBを用いたTEM試料作製の一番の強みは、対象物のどの部分をTEM観察用の薄片とするかを高精度に決定できる点である。FIB装置は、集束させたイオンビームによる局所的なスパッタエッチング加工を行う機能と、イオンビームが照射された箇所からの二次信号(多くの場合二次電子が利用される)を画像化する走査イオン顕微鏡の機能を併せ持つため、非常に高い精度で薄片化を行う位置を指定することができる。そのため、半導体試料の特定箇所や材料の特定の欠陥部分など観察部位が非常に限定される対象物に関するTEM試料作製において、なくてはならないツールとなっている。

その一方で、イオンビームによる試料への悪影響も指摘さ

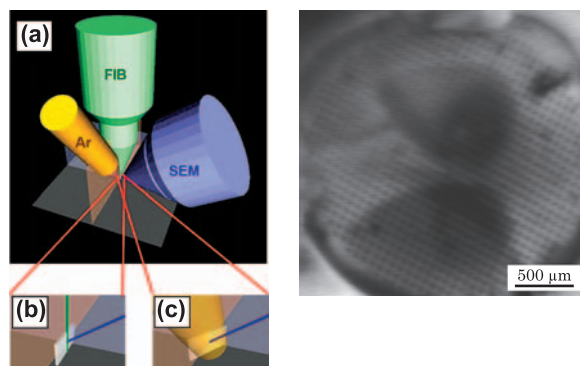
れている。市販のFIB装置では、ガリウムイオンを30 keVから40 keV程度のエネルギーに加速して用いるため、イオンが照射される表面付近では結晶構造は容易に破壊されてしまう。例えば30 keVのエネルギーのガリウムイオンビームがシリコンに生成する結晶構造が破壊されたダメージ層は二十数ナノメートルと報告されている。TEMでの観察は、コントラストの成因として電子線の回折効果を用いる場合が多く、このようなイオンビーム起因の表面変質層、いわゆるダメージ層の問題はFIBによるTEM試料作製の大きな課題となっている。近年、半導体や材料分野ではTEM観察対象の特徴的な構造サイズが数十ナノメートルのオーダーになってきており、試料薄片もそれに近い厚みにすることが求められている。このような試料においては、二十数ナノメートルのダメージ層が試料の表裏をそれぞれ覆っている状態は到底容認出来るものではない。

このような状況から、FIBによる試料作製の長所を生かし、短所を補う方向で装置の開発を行った。高精度の加工が可能なFIB鏡筒と、低ダメージ仕上げ加工を行うための低加速アルゴンイオンビームシステム、さらに加工が進行中の試料をその場で観察できる位置に配置された高性能SEMシステムを一つの装置に統合したトリプルビーム装置である^{1,2)}。本稿ではトリプルビーム装置の概要と、それを用いたTEM試料作製技術について述べる。

2. トリプルビーム装置の概要

2.1 装置構成

図1にトリプルビーム装置の構成概念図を示す。FIB鏡筒SEM鏡筒およびアルゴンイオンビーム鏡筒の3本のビーム装置が、1点でビームが交わるように配置されている。試料は、傾斜、直交3軸並進および回転で構成される5軸ステージに設置され、ビームの交点に置かれる。このような装置構成とすることで、FIBによる試料薄片加工からアルゴンイオンビームによる低ダメージ加工までの一連の工程をSEMで観察しながら行うことができる。実際に観察を行いたい微小



左：図1 (a) トリプルビーム装置の構成図 (b) FIB加工時と (c) アルゴンビーム加工時の試料周辺拡大図

右：図2 アルゴンイオンビームによる二次電子像。1 keV 10 nA。試料は #300 Cu メッシュ (84.6 μm ピッチ)

^a 〒410-1393 静岡県駿東郡小山町竹之下36-1
E-mail: haruo.takahashi@siint.co.jp

部を確実に内包する試料薄片を作製する上で、全ての工程を正確に観察できることは非常に重要なポイントである。

2.2 アルゴンイオンビーム鏡筒

次に、トリプルビーム装置の大きな特徴の一つであるアルゴンイオンビーム鏡筒について説明する。トリプルビーム装置で用いるアルゴンイオンビーム鏡筒は、0.5 keV ~ 1 keV のエネルギーを持ったアルゴンイオンを照射可能である。さらにイオン源だけでなく、2 段静電レンズ系と偏向電極を装備している。レンズ系を装備することで 1 keV のビーム時に 100 μm 程度と一般的なアルゴンミリング装置よりもかなり細いビームを照射することができる。ビームを細くすることで、試料周辺でエッチングされた物質の、意図しない再付着の影響を大幅に軽減することができる。

また、偏向電極を装備することによりアルゴンイオンビームにより二次電子像を得ることが可能である。図 2 にアルゴンイオンビームによる二次電子像の例を示す。この像では TEM 試料そのものを判別することは困難だが、FIB または SEM の視野中心とアルゴンイオンビームの中心を合わせることは容易である。このようにして、正確にビーム交点を合わせることで、SEM 像または FIB による走査イオン像による試料の位置合わせが可能となり、確実に試料にビームが当たる状態を実現できる。前節で、周辺からのエッチングされた物質の再付着を減らすためには、細いビームが有利であることを述べたが、単純に細いビームであるだけでは、確実にビームを当てることが難しくなる。しかし、このように容易にビーム交点を合わせる事が可能であれば、細いビームのメリットを十分に享受することができる。

2.3 動作の概要

図 1- (b) 及び (c) はトリプルビーム装置の動作の概略を示したものである。FIB による薄片加工を行う場合は、図 1- (b) に示したような位置関係で加工を進めていくことで、FIB 加工の終点は SEM で容易に観察できる。この状態から、図 1- (c) に示したように、試料を回転させることで、アルゴンイオンビームの入射角度を設定する。通常、アルゴンイオンビームの入射角度は仕上げ面に対して 30 度以下の比較的小きな値が用いられる。このような条件では、アルゴンイオンビームの仕上げ加工の試料位置のまま、試料の表面を斜め方向から観察することができる。汎用のアルゴンイオンミリング装置と比較して大きなメリットがあるのがこの加工時の SEM によるモニタリング機能である。試料を詳細に観察しながら仕上げ加工プロセスを進められるので、精密な加工終点の検出が可能である。

2.4 加工の実際

シリコン単結晶の薄片を用いて、トリプルビーム装置に実装されたアルゴンイオンビームシステムのエッチング加工性能の評価を行った。30 keV の FIB で 150 nm 程度に薄片化した試料に対し、アルゴンイオンビームエッチングを行い、厚みの減少過程を調べた。アルゴンイオンビームのエネルギーは 1 keV、750 eV、500 eV の 3 水準でテストを行った。入射

角度はすべて試料面に対し 15 度で入射させた。また、厚みの評価方法は反射電子強度を用いた。方法の詳細は後述する。加工時間に対して厚みの減少をプロットしたのが図 3 である。まず、どのエネルギーでもプロットがほぼ直線状になることから、エッチングが安定して進行していることがわかる。1 keV のビームで 30 keV のガリウムイオンビームによるダメージ層 30 nm 弱をエッチングするには 10 分以下の加工時間で済むことがわかる。一般的なアルゴンイオンミリング装置に比べて、本装置で実装しているアルゴンイオンビームは電流量が 10 nA と少ないが、前述のようにビームをある程度集束させているために、十分に実用的なエッチングレートが実現できていることが理解できる。また、ビームのエネルギーが 500 eV の場合には、1 keV の場合と比較してエッチングレートは遅くなるが、1 keV のアルゴンイオンビームがシリコンに対して生成するダメージ層 (2 nm 前後の報告例²⁾ が多い) をエッチングすることを仮定すれば、処理時間は十分実用的な範囲にとどまるといって良いであろう。

3. 加工中の SEM 観察機能

3.1 二次電子像による検出

アルゴンイオンビーム照射時は、試料からはアルゴンイオンビーム起因の二次電子も放出されるので、SEM での二次電子像の観察の妨げとなる。しかしながら、アルゴンイオンビームはほぼ同じ場所に照射され、アルゴンイオンビーム起因の二次電子信号量は原則としてほぼ一定となるため、二次電子検出器の信号レベルを適当に調整することで、アルゴンイオンビーム照射中でも SEM による二次電子像を得ることが可能である。刻々と進むアルゴンイオンビーム加工の状況をリアルタイムでモニターすることができる。

例えば半導体デバイスの TEM 試料を作製するような場合は、試料内の構造を観察することで、加工の終点を決定できる場合が多い。素子分離の酸化膜、あるいはコンタクトやプラグの露出具合などをリアルタイムで観察することで、確実性の高い試料作製を効率良く行うことができる。

3.2 反射電子像による観察

トリプルビーム装置で使用している SEM には、SEM 光軸付近に散乱されてくる反射電子を検出するための検出器が備

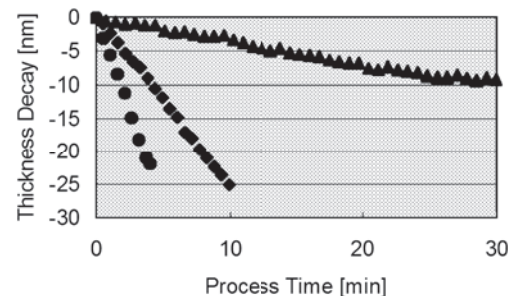


図 3 (a) 1 keV (b) 750 eV (c) 500 eV のアルゴンイオンビームによるシリコン単結晶のエッチングレート。ビーム電流 10 nA、入射角度 15°

えられている。反射電子検出器はエネルギーの高い電子を選択的に検出可能なので、アルゴンイオンビーム起因の二次電子は検出されない。そのため、アルゴンイオンビーム照射中でも、ほとんど影響を受けることなく反射電子像を観察することができる。上記の二次電子像と反射電子像のどちらで観察するかは、実際に加工する試料の終点を決定する際に、どのような情報が有効かによって使い分けることになる。

3.3 膜厚モニター機能

薄片をSEMで観察していると、薄片部分が薄くなるに従い、コントラストが変化していく現象が見られる。反射電子のコントラスト変化に着目すると、図4の(a)から(b)のように試料薄膜が薄くなるに従い試料表面のコントラストが『暗く』なっていく。この原因は試料が薄くなるに従って透過する電子が増加し、反射電子の発生量が減少するためであると考えられる。従って、薄膜部の反射電子強度の減少が一定量になるように加工を制御することで、厚みの揃った試料薄片を作製することができる³⁾。図4に示した例では、エネルギー30 keVのFIBで反射電子強度が30%減少するまで薄片加工を進め、エネルギー1 keVのアルゴンイオンビームに切り替えた後、反射電子強度の減衰量が50%になるまで裏面を加工し、さらに減衰量70%になるまで表面を加工した。加工後の試料薄膜について、膜自体の断面サンプルを作製し厚みを評価したところ、30%減時点の厚みがおおよそ95 nm、アルゴン加工終了時点ではおおよそ40 nmであった。厚みの目標となる構造物が無いような試料でも、この方法を使うことで再現性良く試料の厚みを制御することが可能である。

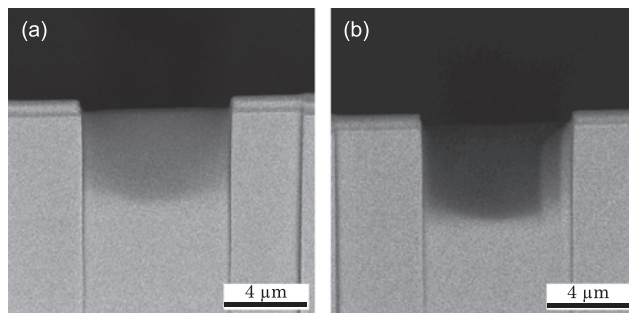


図4 (a) FIB加工終了後の薄片の7 keV電子線による反射電子像(反射電子強度減衰率30%)。(b) アルゴンイオンビーム加工終了後(減衰率70%)。

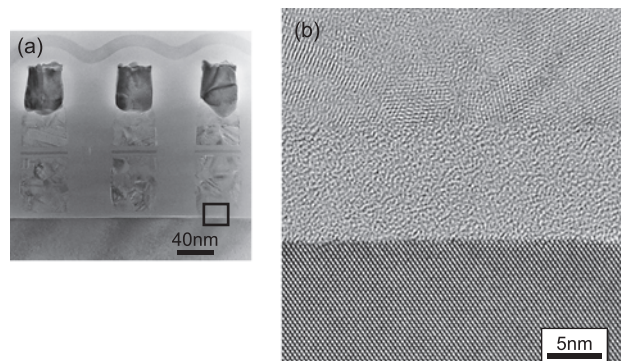


図5 トリプルビーム装置で作製した市販65 nmノードのフラッシュメモリデバイスの断面TEM試料の観察結果。(a) ゲート電極全体像、(b) ゲート酸化膜付近拡大像。上からポリシリコンゲート、ゲート酸化膜、シリコン単結晶。

4. 加工の実用例

ここまで解説してきたトリプルビーム装置を用いて、シリコン半導体デバイスのTEM試料を作製し、TEM観察を行った。試料は、市販のフラッシュメモリを用いた。デバイスのルールは断面の観察結果より65 nmと推定される。ワードラインに垂直な断面で試料片を摘出し、TEMグリッドに固定後、30 keVのFIBを用いて厚み120 nmまで薄片加工を行う。さらにFIBのエネルギーを5 keVまで下げて、厚みが80 nmまで薄片化を行う。その後、アルゴンイオンビームにて厚みが65 nmになるまで仕上げ加工を行った。アルゴンイオンビームの条件は、エネルギー1 keV、ビーム電流10 nA、入射角度20°であった。それぞれの加工の終点は、素子分離の酸化膜などのデバイスの構造物をSEMで観察することで、容易に決定することができた。

図5に、上記の方法で作製した試料をTEMで観察した結果を示す。(a)で観察されるゲート電極の四角で囲ったゲート酸化膜周辺を拡大したのが(b)である。基板部分のシリコンの格子や酸化膜との境界部分も非常に明瞭に観察できて

いることが分かる。この結果から、今回の方法で作製したTEM試料薄片は、十分に薄く、そしてダメージが少なく作製されていると考えている。

5. まとめ

本稿では、トリプルビーム装置の開発背景、装置の概要、TEM試料作製の実例などを紹介し、高品位TEM試料作製において確実性が高く、高い実用性を持つ技術であることを示した。トリプルビーム装置を用いた実用性の高い低ダメージの局所断面作製技術は、TEM試料作製以外にも様々な観察・分析の分野に、今後応用が広がって行くであろう。

文 献

- 1) 神田 健: LSI テスティングシンポジウム / 2005 会議録, 2005, p. 159
- 2) 高橋春男: 日本顕微鏡学会第63回学術講演会発表要旨集, 2007, p. 161
- 3) Yamamoto, Y.: Proc. Microscopy and Microanalysis 2006, 1290CD