

FIB を用いた TEM 試料作製技術

TEM Sample Preparation Using FIB

佐々木宏和^a, 加藤 丈晴^b, 松田 竹善^a, 平山 司^b

Hirokazu Sasaki, Takeharu Kato, Takeyoshi Matsuda and Tsukasa Hirayama

^a古河電工(株)横浜研究所^b(財)ファインセラミックスセンター ナノ構造研究所

要 旨 FIBは特定領域の加工ができることから、TEM 試料作製において必要不可欠となっている。しかしながら、Ga イオンビームによって TEM 試料の表面にダメージ層が形成されるため、FIB のみでは高品質の TEM 試料作製ができない。本稿では、FIB の後処理として Ar イオンミリングを応用する方法を紹介し、その効果について示す。応用事例として、化合物半導体、セラミックス材料の高分解能像、電子線ホログラフィーによる半導体観察を示す。また、近年の FIB の展開について紹介する。

キーワード : FIB, 化合物半導体, セラミックス, 高分解能像, 電子線ホログラフィー

1. はじめに

J.J. Thomson がイオンを発見して以来、今日までイオンは様々な形で利用されている。イオンの発見後、高周波イオン源など様々なイオン源が発明された。実用的な集束イオンビーム (Focused Ion Beam: FIB) のイオン源としては、1975 年に Clompitt らによって液体金属イオン源 (LMIS) が発明された¹⁾。その後、Seliger により液体 Ga イオン源を用いた最初の FIB のシステムが考案された²⁾。FIB を用いた産業利用は、当初、配線の切断・接続、イオン注入などの半導体デバイス分野に応用された。本稿の主題でもある FIB の TEM 試料作製への応用は 1989 年にケンブリッジ大学の Kirk らにより最初に行われた³⁾。

TEM 試料作製に用いられる FIB は、細く絞った数十 kV に加速された Ga イオンビームを試料に照射する。そのためブロードなイオンビームを用いる Ar イオンミリング法と機械研磨を組み合わせる方法と比べて、特定の場所を狙って TEM 試料が作製できる利点がある。それ故に材料科学分野のみならず、半導体デバイスの故障解析、品質管理など工業的にも広く使われている。またマイクロサンプリング法⁴⁾ やリフトアウト法⁵⁾ を用いれば、特定の箇所をプローブで抽出し TEM 用の支持体に固定してから薄片試料に仕上げることができる。このような手法は機械研磨が不要であるため、脆弱な材料でも容易に TEM 試料を作製することが可能である。これらの一連の操作は FIB 装置だけを用いるため、熟練や

高度な職人技を必要とせず一定の訓練で実施可能であり、TEM 試料作製の再現性が高い。そのため FIB の発展は製造業における TEM の普及に大きく貢献した。

一方 FIB 法における最大の問題は、薄片化した試料表面に形成される FIB ダメージ層^{6~13)} である。この FIB ダメージ層は材料によって異なるが、Si の場合は非晶質層であり材料によっては微結晶の場合もある。また FIB ダメージ層の厚さは、Ga イオンビームの加速電圧に比例していることが知られている⁸⁾。

この FIB 加工時に形成されるダメージ層は、TEM 観察をする上で大きな問題となる。Si の場合は非晶質層であるが、化合物半導体や金属ではアモルファスの内部に微結晶が存在する場合や、転位など格子欠陥が導入される場合もある。この FIB ダメージ層が原因で TEM 像の質は著しく低くなる。例えば、TEM 像で転位や欠陥が観察されたとしても、これらの像が材料本来の欠陥に起因するのか、FIB ダメージ層に起因するのか、判断ができない場合がある。また高分解能観察用の TEM 試料の場合は、試料膜厚を 20 nm 以下に作製する必要があるが、試料の両面に 10 nm のダメージ層がある場合は、TEM 試料全てがダメージ層となり、明瞭な高分解能像を撮影することはできない。

本稿では、数 μm の薄い金属箔を用い、これを支持台として TEM 試料を作製し、FIB 加工の後、Ar イオンビームでダメージ層を除去する手法を紹介する。また、高分解能像が撮影可能な TEM 試料を作製する場合の技術的注意点について述べ、近年の FIB の技術動向を紹介する。

2. FIB の機能

FIB は加速されたイオンを試料表面に走査しながら照射

^a 〒 220-0073 横浜市西区岡野 2-4-3
TEL: 045-311-1212
E-mail: hsasa@yokoken.furukawa.co.jp
2011 年 6 月 2 日受付

し、試料の原子を外部へ弾き飛ばすことができる。照射粒子が試料原子と同程度に重く十分な運動量を持っていれば、スパッタリングによって試料を加工することができる。そのために通常は照射粒子として、質量が 69.7 amu の Ga イオンを用いている。この Ga イオンを細く絞り試料に照射することにより、微細な領域の加工が可能となる。

FIB は試料を加工する以外にも、試料表面に Ga イオンビームを走査しながら試料から放出される二次電子を検出し、Scanning Ion Microscopy (SIM) 像を取得することもできる。SIM 像を取得する場合には、イオンビームを数 nm に細く絞り、分解能を高くする。SIM 像は、Scanning Electron Microscopy (SEM) 像よりもチャネリングコントラストが高いため、金属の多結晶の観察に適している。

FIB のもう一つの機能として、ガス化させたタングステンやカーボンの化合物をイオンビーム走査と同時に吹き付け、局所的に保護膜を形成できる。Ga イオンにより、化合物ガスが分解され気体成分と固体成分に分離する。このうち、固体成分が試料表面に堆積し保護膜となる。以上より、FIB には①観察する機能 (SIM 像)、②削る機能 (Sputtering)、③つける機能 (Deposition) の 3 つの機能がある。

加工する上で、微細加工と高速加工の観点はトレードオフの関係となり、ビームを細く絞ればビーム電流は小さくなり加工速度は遅くなる。一方、ビーム径を太く大電流にすれば、加工速度は速くなるが加工における精度が悪化する。従って何種類かのビーム条件を用意し、最初は大電流のビーム径の太いビームを用いて粗加工を行い、加工が進むに従って細いビームに切り替えて加工を進めていく。例えば、最初の加工時ではビーム径は 1 μm 程度であるが、ビーム電流が 30 nA 程度の大電流のビームを用い粗加工を行う。その後、3～6 段階程度にビーム電流を落とし、最終的には数 pA の小さい電流のビームで TEM 試料を仕上げ加工する。

3. FIB ダメージ層の問題とダメージ除去の必要性

Ga イオンによる FIB 加工では、照射イオンは試料表面層からのスパッタ粒子と共に一部は放出されるが、残りは試料の内部に試料原子を弾き飛ばしながら侵入し停止する。Ishitani らによると、Si では 30 kV に加速された Ga イオンを Si に 5° の角度で入射させると、深さ 30 nm までイオンが侵入する⁷⁾。このイオンの侵入が、試料表面のアモルファス化や欠陥の生成を引き起こす。

加工損傷は TEM 試料両面に形成され、TEM 観察において不明瞭なコントラストの原因となるので除去することが望ましい。一方、空孔 (vacancy) は通常の TEM 観察には影響を与えないものの、半導体では、バルクの状態とキャリアや電位が異なってくると考えられ、電子線ホログラフィー観察に影響を及ぼすと考えられる。また、Ga イオンが試料の深い位置まで格子間原子 (interstitial atom) を発生させている可能性もあり、FIB で加工した半導体表面の電気的性質は、バルクのものとは異なっている可能性が大きい。

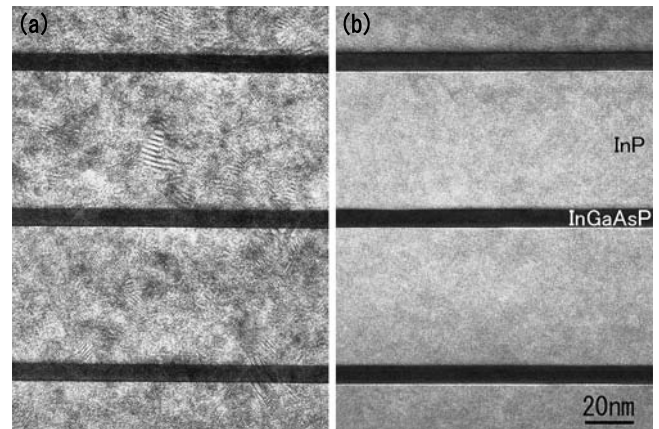


図 1 InGaAsP/InP 多層膜の暗視野 TEM 像。(a) 加速電圧 30 kV の FIB のみで TEM 試料作製した場合。(b) 加速電圧 30 kV の FIB で薄片化した後に、Ar イオンビームを照射した場合。

図 1 (a) に InGaAsP/InP 多層膜を、加速電圧 30 kV の FIB のみで TEM 試料作製した場合の暗視野 TEM 像を示す。全体的にコントラストの濃淡およ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アレ縞が認められる。このように FIB のみで試料作製した場合は、材料本来の構造以外の情報が重なることになり、所望の情報を得ることができない。そこで、FIB によるダメージを除去する技術が必要とされる。

ダメージ層を除去する方法としては、① FIB 加工に補助ガスを用いる方法⁶⁾、②化学溶液による表面腐食法⁹⁾、③ドライエッチング¹⁰⁾、④低加速の Ga イオンビームを用いる方法¹¹⁾、⑤ Ar イオンによるイオンシニング法¹³⁾、などがある。①～③は、特定の材料に効果が認められている。④については、近年、低加速の Ga イオンビーム装置が各社より開発され、有効性が確認されている。⑤は、FIB 加工後に Ar イオンビームにより FIB ダメージ層を除去するため多くの材料に効果的であり、機械研磨と Ar イオンビームを組み合わせて作製した試料とほぼ同じ像質の TEM 像が撮影できる。

4. Ar イオンビームによる FIB ダメージ除去^{14～17)}

マイクロサンプリング法等を用いた FIB による試料作製には、通常、試料片を固定する支持台として厚さ 30～50 μm の TEM 観察用の半切りメッシュを用いる。試料をマイクロサンプリング法等にて抽出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。その後、FIB 試料のダメージ層を Ar 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、図 2 (a) に示すように、支持台の Cu メッシュが壁になりイオンビームが加工面に到達しない。また、Ar イオンビームが支持台をスパッタリングし、TEM 試料に再付着し加工面を汚染するという問題もあり、厚さ 30～50 μm の支持台を用いる場合には、Ar ミリングで仕上げ加工をすることは容易ではない。そこで、図 2 (b) に示すような数 μm の薄い金属箔を用い、

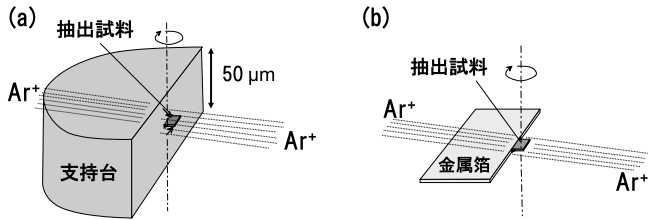


図2 Ar イオンビームの照射方向と、TEM 試料を固定したメッシュの関係。(a) 厚さ 50 μm の通常メッシュ上に TEM 試料を固定し、Ar イオンを照射した場合。(b) 数 μm の薄い金属箔に TEM 試料を固定し、Ar イオンを照射した場合。

これを支持台として TEM 試料を作製する。マイクロサンプリング法等を用いて、TEM 試料を薄い金属箔の上に固定し薄片化した後、Ar イオンビームにより FIB ダメージ層を除去する。この方法では、支持台の立体障害がほとんど無視できるため、Ar イオンビームはどの方向からも試料に到達する。また、支持台成分が TEM 試料に再付着することもほとんどなく、極めて効果的な手法である。この FIB-Ar ミリング法に必要な金属箔は、真空蒸着により Al や Cu の金属箔をガラス上に蒸着して作製することができる¹⁶⁾。また、市販されているので購入も可能である。このように立体障害を防ぐ支持台は、MEMS 技術を用いて Si を加工したものやピラー形状のものなど、近年、FIB 装置メーカーから入手可能なので、これらを利用して同様の効果が得られる。

マイクロサンプリング法等で観察領域を抽出後、図 3 (a) に示すように、タングステン蒸着やカーボン蒸着を用いて金属箔に固定をする。次に金属箔に固定されたサンプルを再度 FIB 加工し、薄片試料に仕上げる (図 3 (b))。最後に支持台ごと Ar イオンミリング装置に導入して、Ar イオンビームを照射し、FIB ダメージ層が除去された TEM 試料を作製する (図 3 (c))。

5. 応用事例

5.1 化合物半導体¹⁵⁾

加速電圧 30 kV の FIB で薄片化した後に、Ar イオンビームを照射した InGaAsP/InP 多層膜の暗視野 TEM 像を図 1 (b) に示す。用いた Ar イオンミリング装置は Gatan Dual Milling であり、加速電圧が 2 kV の Ar イオンビームを 5 分間照射した。なお InP 系の化合物半導体では冷却して Ar イオンビームを照射する必要があるため、試料を液体窒素で冷却し、Ar

イオンビームを照射した。FIB のみで試料作製した場合の図 1 (a) と比較して、明瞭な TEM 像が得られていることが確認できる。他の化合物半導体では、GaAs や GaN でも FIB ダメージ層の影響は大きく、FIB のみでは明瞭な像を得ることはできないが、Ar イオンミリングを併用することにより、同様の効果を得ることができる。なお GaAs や GaN では試料冷却は不要で、室温で Ar イオンビームを照射すればよい。

FIB ダメージ層を評価するため、InP の FIB ダメージ層を断面観察した像を図 4 (a) に示す。FIB は日立 FB-2000 を用い、30 kV の加速電圧で最終加工した。FIB 加工のみでは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。このダメージ層は Si の場合と異なり、図中の矢印で示すようにアモルファス層の中に微結晶が存在する。このため、化合物半導体の FIB ダメージ層の TEM 像への影響は Si よりも顕著である。これに対し、Ar イオンミリングにより加工ダメージを除去した試料の表面には、Ar 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、Ar イオンミリングにより除去されていることが理解できる。

5.2 高分解能像撮影のための試料作製法¹⁷⁾

FIB で薄片化した最後に Ar イオンビームを照射すれば、FIB ダメージを除去でき高分解能像が撮影可能な薄い TEM 試料を作製できるが、次の問題点がある。一つ目は、Ar ミリング時間が長すぎると TEM 試料が消失してしまうことである。一方で Ar ミリング時間が短いと、高分解能像が撮影可能な薄い TEM 試料にはならない。従って TEM 観察と短時間の Ar ミリングを交互に行って確認する必要がある、簡便とはいえない。また、適当な Ar ミリング時間の条件出しをすることは可能であるが、材料によってスパッタリングレートが異なるため、サンプルごとに適正な時間を求める必要がある。二つ目の問題点として、複合材料を TEM 試料作製する場合に、スパッタレートの違いから、スパッタレートの速い試料から消失してしまうことが挙げられる。一例を図 5 に示した。材料はハステロイの上に $\text{Gd}_2\text{Zr}_2\text{O}_7$ と CeO_2 のセラミックスが積層された試料である。このセラミックス薄膜は、超電導薄膜の中間層として用いる材料であり、配向性や界面を観察することが重要である。最初に図 5 (a) に示すように、FIB で数 10 nm の厚さまで、薄膜化する。次に、FIB ダメージ層を除去し、高分解能像が撮影可能な薄さの TEM 試料にするた

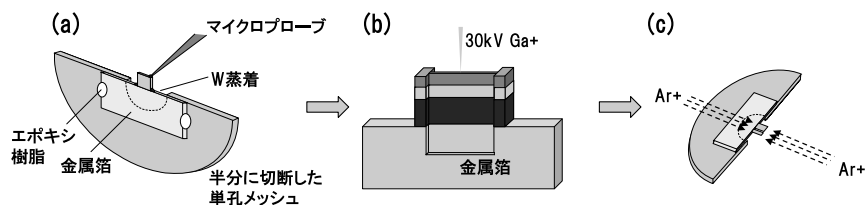


図3 FIB-Ar ミリング法。(a) TEM 試料を、マイクロサンプリング法等で金属薄膜に接着。(b) Ga イオンビームで薄片化。(c) Ar イオンビームを照射。

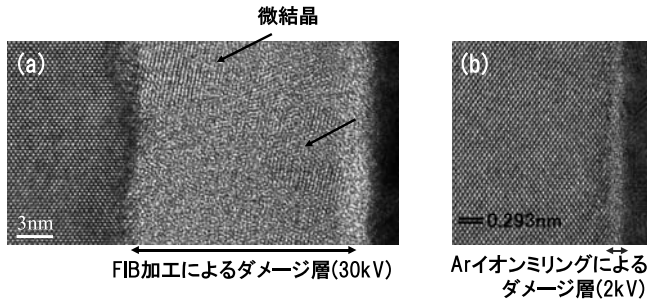


図4 InPのダメージ層のTEM写真。(a)FIB加工によるダメージ層。(b)Arミリング後のダメージ層。

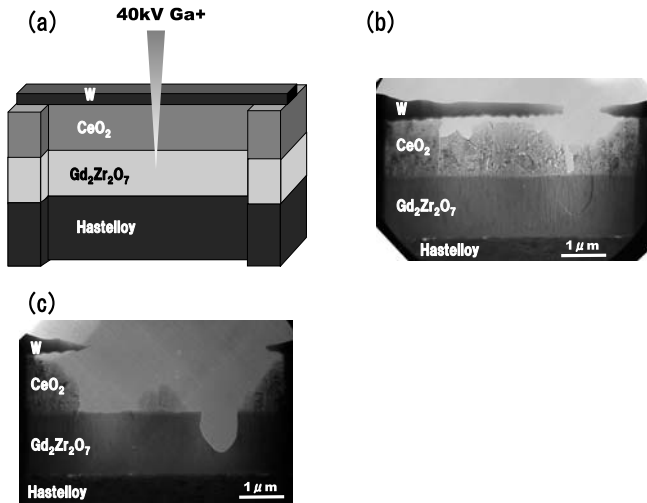


図5 複合材料のTEM試料作製の問題点。(a)FIBにより数10 nmの厚さまで薄膜化。(b)Arミリングにより薄片化。(c)続けてArミリングにより薄片化を行うが、CeO₂が消失。

め、Arミリングを行う。図5(b)に2 kVの加速電圧で、20分間Arミリングをした後のTEM写真を示す。Gd₂Zr₂O₇とCeO₂のスパッタレートが異なるため、図5(b)に示すようにCeO₂から先に消失してしまう。この試料では、Gd₂Zr₂O₇とCeO₂の界面の観察が目的であったので、さらに2 kVの加速電圧で、20分間Arミリングを行ったところ、図5(c)に示すTEM写真のように、CeO₂が消失し一部のGd₂Zr₂O₇が割れた状態となった。一部にGd₂Zr₂O₇とCeO₂の界面が残っているものの、この場所は厚く明瞭な高分解能像は撮影できなかった。

上述した問題を回避するために、Arイオンミリングの前に予めFIBで楔形形状に加工する方法が有効である。FIBでの仕上げ時に、図6(a)に示すように、角度が約2°の楔形形状の試料をGaイオンビームで作製する。最後にArイオンビームを照射し、高分解能観察が可能なTEM試料厚さまで薄膜化する。

この試料では、Arイオンビームの加速電圧は2 kVで、TEM試料を1分あたり約2回転させながらArミリングを15分行った。

図6(b)は楔形形状のTEM試料に加工した Hastelloy 上に積層した Gd₂Zr₂O₇ と CeO₂ の低倍 TEM 写真である。矢印

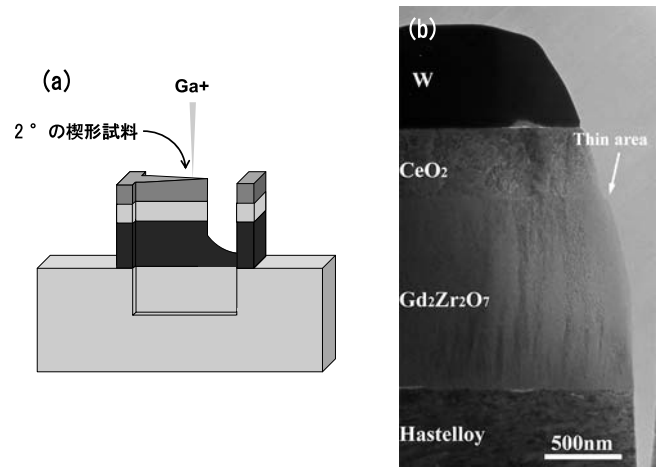


図6 角度が約2°の楔形形状の試料をGaイオンビームで作製。(a)模式図。(b)楔形形状のTEM試料に加工した Hastelloy 上に積層した Gd₂Zr₂O₇ と CeO₂ の TEM 写真。

で示した部分が端の部分が薄くなっており、高分解能像観察に適している。図7にGd₂Zr₂O₇とCeO₂の界面の高分解能像を示す。図7(a)は10 kVのGaイオンビームを最終加工とした場合のTEM写真であり、図7(b)は、Arイオンビーム照射を最終加工とした場合のTEM写真である。いずれの写真も矢印で示した場所が、Gd₂Zr₂O₇とCeO₂の界面である。明らかに図7(a)では、格子がぼやけており、明瞭な高分解能像が撮影できていない。一方、図7(b)では明瞭な高分解能像が撮影できている。Gd₂Zr₂O₇とCeO₂の界面を観察すると、CeO₂がGd₂Zr₂O₇の上にエピタキシャル成長していることが確認できる。また、CeO₂内で、いくつか斜めに欠陥が観察できているが、これらの情報は、FIBのみで仕上げた場合には得ることができない。

この手法は、さらに次の利点がある。一つにArミリングを行う時間が長すぎても楔形形状で加工しているため、常に薄くなっている端が存在しており、TEM観察可能な場所が残っている。すなわちArミリング時間の適正化を厳密に行う必要がなく、容易に高分解能像が撮影可能なTEM試料を作製することができる。もう一つの利点として、再観察が容易であることが挙げられる。TEM観察時に電子ビームによるダメージがTEM試料に入った場合でも、再度Arイオンビームを照射することにより、ダメージの入っていない新しいTEM観察領域を作製することが容易である。

また、図8に示すように、楔形試料を一つのピックアップ試料で複数個作製すると、多数の高分解能観察が可能な領域を作製することができる。初めてTEM試料作製する材料などは、適切な作製条件を決めるために、楔の角度などを変えた複数の楔を作製すると、最適な試料作製条件を見つけやすい。

5.3 電子線ホログラフィーを用いた化合物半導体の電位分布観察への応用¹⁸⁾

1987年にボローニャ大学のFrabboniらによって初めて電子線ホログラフィーを用いてSi内部のpn接合部の電位分布

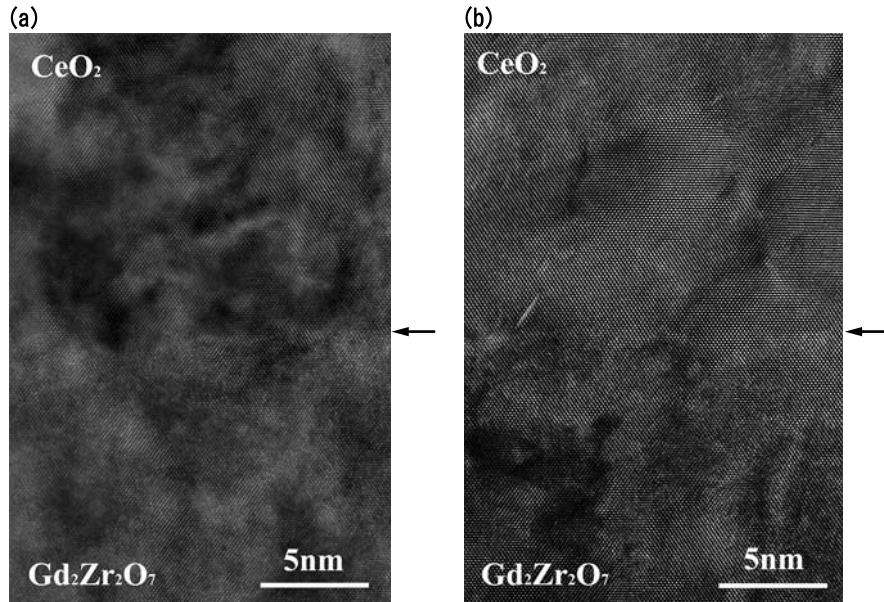


図7 Gd₂Zr₂O₇とCeO₂の界面の高分解能像. (a) 10 kVのGa イオンビームを最終加工とした場合のTEM写真. (b) Ar イオンビームを照射した場合のTEM写真.

観察に成功した¹⁹⁾. その後, 1994年にアリゾナ州立大学のMcCartneyらによっても観察されたが²⁰⁾, これらの研究はTEM試料を機械研磨とArイオンミリング法を併用する手法で作製しており, 明瞭な像を得るには至っていない. その理由は, 電子線ホログラフィーで観察される位相分布を表す式(1)を見れば理解できる. ここで, λ は電子の波長, E は電子線のエネルギーによって決まる定数である. また, t はTEM試料の厚さ, V は電位を表している.

$$\Delta\phi = \frac{\pi}{\lambda E} Vt \quad (1)$$

この式にあるように, 位相差は試料内部の電位のみならずTEM試料膜厚に比例する. 機械研磨とArイオンミリング法のみでは均一なTEM試料厚の試料を作製することが困難であるために, 位相分布像にTEM試料膜厚変化の情報が含まれてしまう. 一方, FIBを用いれば均一な厚さのTEM試料作製が可能であり, 位相分布像に与えるTEM試料膜厚変化の影響を低減することができる. そのため, FIBがTEM試料作製に应用されて以後, 電子線ホログラフィーを用いた半導体中の電位分布観察の研究分野では急速に研究が進んだ²¹⁻²³⁾. また, FIBの特定部位の試料作製ができる利点を生かして, MOSFETなど実用デバイスの観察事例が多数報告された²³⁾. 一方で, 化合物半導体はFIBダメージ層の影響が, 電子線ホログラフィー観察においてもSiに比べて顕著であり, FIBのみでは明瞭な像を得ることができない²⁴⁾. これは, 図4(a)に示したように, FIBダメージ層中に微結晶が存在するからであり, これらの微結晶を透過する電子は, 回折コントラストの影響を受け, 位相像におけるノイズの主要因となっていると考えられる. これらのことから, 電子線ホログラフィーの半導体応用においても, FIBダメージ層の除去は必要不可欠となる. GaAsでの応用事例を図9

に示す. この位相像で, p領域とn領域が明瞭に区別できていることが分かる. また, ドーパント濃度の異なるn-領域とn+領域も明瞭に区別できている. 本稿はFIBの解説を主目的としているので詳細な議論は省略するが, FIBのみでTEM試料作製した場合, TEM試料表面のアモルファスダメージ層以外に, 結晶質の電気的不活性層(crystalline electrically inactive layer)が存在することが多くの実験から知られており^{21,22)}, 定量的な解釈と測定には, この層の理解と低減方法の開発が必要であると筆者は考えている.

6. 近年のFIBの発展

筆者らがFIB加工後にArイオンミリングの応用を開始したのは2000年前後であるが, その後, FIBは大きな進歩発展

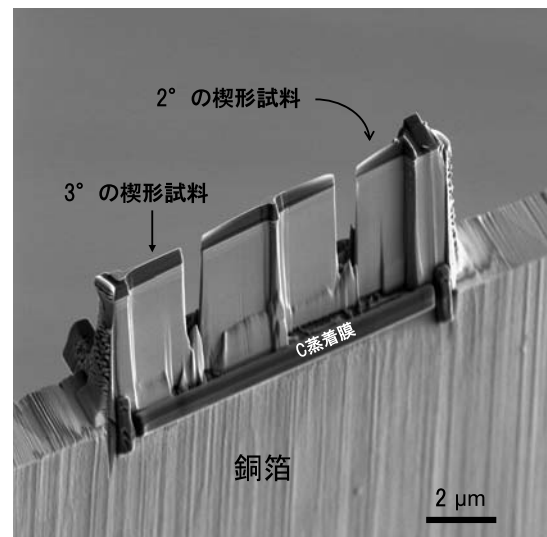


図8 複数の楔形形状の試料を作製したTEM試料のSEM像.

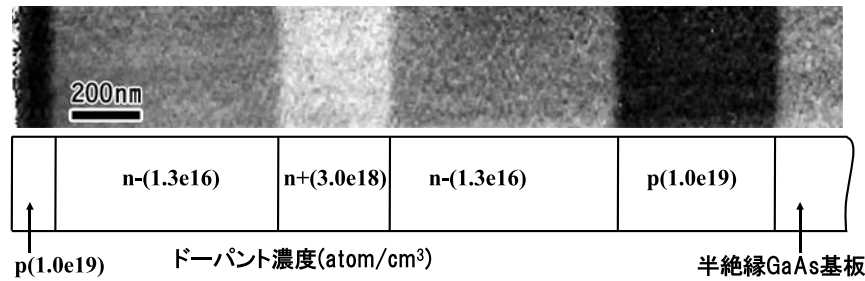


図9 Ar イオンミリングでFIBダメージ層を除去したGaAsのTEM試料を用いて取得した位相像。

を遂げた。最もインパクトのある展開の一つがSEMとの複合化である。GaイオンビームのみのシングルビームFIBは、加工中に加工面を直接観察することができず、高精度な加工には経験と勘を必要とした。しかしながら、今日では多くのFIBメーカーからSEMを付属したFIBが販売されており、加工面をSEMでリアルタイム観察しながらTEM試料を作製することができる。この利点は非常に大きく、高品質のTEM試料を作製することが可能となる。例えば、微細化する半導体デバイスの分野では加工終点検出を行う必要があり、SEMによる加工中のリアルタイム観察は極めて重要である。

SEMとの複合化によるもう一つの展開は、3Dイメージングが可能となったことである。FIBによる3Dイメージングの空間分解能は電子線トモグラフィーには劣るがX線トモグラフィーよりは優れ、観察視野はX線トモグラフィーよりは狭いが電子線トモグラフィーよりは広い特徴があり、この2つの手法の中間を埋める役割を果たすことができる。具体的には、Gaイオンビームにより数nm～数100nmのスライス幅で断面を削り、スライス毎にSEM像を取得し、数10～数100枚のSEM像を組み合わせて3次元化する。FIB用に工夫された3次元構築ソフトウェアも販売されており²⁵⁾、解析も比較的容易となってきている。3Dイメージングは、さらにEBSDと組み合わせた3D-EBSD²⁶⁾やEDSと組み合わせた3D-EDS^{27,28)}などの試みもあり、応用範囲は広がっている。通常、FIB-SEM複合装置は、FIBの鏡筒に対しSEMの鏡筒が50°～60°の斜めに配置されているが、最近ではFIBとSEMが90°に配置されているシステムも開発されており²⁹⁾、更なる高精度3Dイメージングが期待される。また、材料分野のみならず、高分子材料や生体材料への応用も盛んであり、これらの分野へのFIBの普及が活発化している^{30,31)}。

また、Gaイオンビームの大電流化も重要な発展の一つである。FIBが製品として販売された当初、最大ビーム電流は10nA程度であったが、今日では60nA以上の大電流のGaイオンビームのFIBが主流となりつつある。このような大電流ビームを用いれば、100μm以上の幅の断面加工であっても数時間で終わることができ、FIBの適用範囲を広げることができる。

他の重要な展開の一つとして挙げられるのが、Gaイオンビームの低加速化である。近年では、Gaイオンビームが

1kV以下の加速電圧で制御可能となっており、TEM試料作製の仕上げ加工に用いれば、材料に依存するもののFIBダメージの大半を除去できる。ダメージ除去の観点で言うと、本稿で述べたFIB加工後のArイオンミリング技術も進歩している。FIB-SEM複合機に、更にArイオン銃を加えたトリプルビームFIBも開発され³²⁾、FIB加工後、SEMでモニタリングしながら、Arイオンミリングが可能となっている。図10に一例を示す。GaイオンビームでTEM試料の上方向から薄片加工した後、図の左斜め上からArイオンビームを照射する。支持台の影の部分はArイオンビームが照射されないので削れておらず、照射によって削れている領域と削れていない領域の境界にある段差が確認できる。また、FIB加工後のダメージ除去を目的とした集束Arイオンビーム装置も開発されている³³⁾。この装置は、従来のArイオンビームよりもビームを集束できる機構になっているため、Arイオンビームを用いてイメージングでき、シングルビームFIB同様に加工枠を設定して必要な部分だけにArイオンを照射することが可能である。そのため、CuやMo等のTEM支持台へのArイオンビーム照射を回避でき、支持台からの汚染の影響を避けることができる。

7. おわりに

FIBは現在、TEM試料作製の分野においては必要不可欠な装置になっているが、FIBがTEM試料作製に応用された



図10 トリプルビームFIBを用いて、Gaイオンビームで薄片後、Arイオンビーム照射したTEM試料のSEM像。

当初は、本稿で示した問題も含めて、決して使い勝手のよい装置とは言えなかった。しかし、近年、毎年のようにFIB装置メーカー各社から新しい付属機能が発表されるようになり、ユーザーのかゆい所に手が届く装置となっている。今後、応用する立場であるユーザーと、開発を進める立場であるFIB装置メーカーが両輪となってFIBの進歩発展に貢献していくことに期待したい。

謝 辞

本稿をまとめるにあたって、日本エフイー・アイ(株)の完山正林氏には有用な助言を頂き、資料を提供して頂きました。また、(株)日立ハイテクノロジーズ、エスアイアイ・ナノテクノロジー(株)からは貴重な資料を提供して頂き、本稿の参考とさせて頂きました。ここに謝意を表します。また、本研究の一部は、超電導応用基盤技術研究体の研究として、(財)国際超電導産業技術研究センター(ISTEC)を通じて、新エネルギー・産業技術総合開発機構(NEDO)の委託により実施したものです。

文 献

- 1) Clampitt, R., Aitken, K.L. and Jefferies, D.K.: *J. Vac. Sci. Technol.*, **12**, 1208 (1975)
- 2) Seliger, R.L., Ward, J.W., Wang, V. and Kubena, R.L.: *Appl. Phys. Lett.*, **34**, 310 (1979)
- 3) Kirk, E.C.G., Williams, D.A. and Ahmed, H.: *Inst. Phys. Conf. Ser.*, **100**, 501 (1989)
- 4) Ohnishi, T., Koike, H., Ishitani, T., Tomimatsu, S., Umemura, K. and Kamino, T.: Proc. 25th Int. Symp. for Test. and Fail. Anal. (California), 449 (1999)
- 5) Overwijk, M.H.F., van den Heuvel, F.C. and Bulle-Lieuwma, C.W.T.: *J. Vac. Sci. Technol.*, **B11**, 2021 (1993)
- 6) Young, R.J., Cleaver, J.R.A. and Ahmed, H.: *J. Vac. Sc. Technol.*, **B11**, 234 (1993)
- 7) Ishitani, T., Umemura, K., Ohnishi, T., Yaguchi, T. and Kamino, T.: *J. Electron Microsc.*, **53**, 443 (2004)
- 8) Wang, Z., Kato, T., Hirayama, T., Kato, M., Sasaki, K. and Saka, H.: *Appl. Surf. Sci.*, **241**, 80 (2005)
- 9) Lee, T.W. and Pabbsetty, S.V.: in American Society for Materials International, Materials Park, Ohio., 111 (1993)
- 10) Ikarashi, N. and Watanabe, K.: *Jpn. J. Appl. Phys.*, Part. 1, **3A**, 1278 (2000)
- 11) Yabuuchi, Y., Tametou, S., Okano, T., Inazato, S., Sadayama, S., Yamamoto, Y., Iwasaki, K. and Sugiyama, Y.: *J. Electron Microsc.*, **53**, 471 (2004)
- 12) Kato, N.I.: *J. Electron. Microsc.*, **53**, 451 (2004)
- 13) Barna, A., Toth, L., Pecz, B. and Radnoci, G.: Institute of Physics Conference Series, Microscopy of Semiconducting Materials, **157**, 479 (1997)
- 14) 村山慶人, 藪崎こずえ, 松田竹善: 日本顕微鏡学会第57回学術講演会発表予稿集, **45** (2001)
- 15) 藪崎こずえ, 佐々木宏和: 古河電工時報, **110**, 77 (2002)
- 16) 加藤丈晴, 佐々木宏和, 平山 司: 顕微鏡, **42**, 131 (2007)
- 17) Sasaki, H., Matusda, T., Kato, T., Muroga, T., Iijima, Y., Saitoh, T., Iwase, F., Yamada, Y., Izumi, T., Shiohara, Y. and Hirayama, T.: *J. Electron Microsc.*, **53**, 497 (2004)
- 18) Sasaki, H., Yamamoto, K., Hirayama, T., Ootomo, S., Matsuda, T., Iwase, F., Nakasaki, R. and Ishii, H.: *Appl. Phys. Lett.*, **89**, 244101 (2006)
- 19) Frabboni, S., Matteucci, G. and Pozzi, G.: *Ultramicroscopy*, **23**, 29 (1987)
- 20) McCartney, M.R., Smith, D.J., Hull, R., Bean, J.C., Voelkl, E. and Frost, B.: *Appl. Phys. Lett.*, **65**, 2603 (1994)
- 21) Rau, W.D., Schwander, P., Baumann, F.H., Höppner, W. and Ourmazd, A.: *Phys. Rev. Lett.*, **82**, 2614 (1999)
- 22) Twitchett, A.C., Dunin-Borkowski, R.E. and Midgley, P.A.: *Phys. Rev. Lett.*, **88**, 238302 (2002)
- 23) Wang, Z., Hirayama, T., Sasaki, K., Saka, H. and Kato, N.: *Appl. Phys. Lett.*, **80**, 246 (2002)
- 24) Cooper, D., Twitchett, A.C., Somodi, P.K., Midgley, P.A., Dunin-Borkowski, R.E., Farrer, I. and Ritchie, D.A.: *Appl. Phys. Lett.*, **88**, 063510 (2006)
- 25) Avizo: <http://www.maxnt.co.jp/MaxnetProducts/Avizo/index.htm>
- 26) Zaefferer, S., Wright, S.I. and Raabe, D. Metall.: *Mater. Trans. A*, **39A**, 374 (2008)
- 27) Kotula, P.G., Keenan, M.R. and Michael, J.R.: *Microsc. Microanal.*, **12**, 36 (2006)
- 28) Schaffer, M., Wagner, J., Schaffer, B., Schmied, M. and Mulders, H.: *J. Ultramic.*, **107**, 587 (2007)
- 29) 満 欣, 山本 洋, 麻畑達也, 上本 敦, 鈴木秀和, 大柿真毅, 荷田昌克, 藤井利昭: 第30回LSIテストニングシンポジウム, **59** (2010)
- 30) Scott, K.: *J. Microsc.*, **242**, 86 (2011)
- 31) 完山正林, 鈴木直久, 太田啓介, 中村桂一郎: 日本顕微鏡学会第67回学術講演会発表予稿集, **158** (2011)
- 32) 西川翔太, 小川貴志, 麻畑達也, 上本 敦, 鈴木秀和, 荷田昌克, 藤井利昭: 第30回LSIテストニングシンポジウム, **161** (2010)
- 33) Model 1040 NanoMill: http://www.fischione.com/products/model_1040.asp