

FIB による TEM 試料作製法 2

バルクピックアップ法

1. はじめに

ピックアップ法を用いた FIB による TEM 試料作製法は事前の素材加工が不要であり、試料の損失を無くすなど利点は多いが、磁性材料は観察不可能であること、薄膜加工終了後、再度 FIB に戻して追加工をすることができないこと、平面方向の観察試料作製が難しいことなど欠点もある。本解説ではこれらの欠点を克服するバルクピックアップ法を紹介する。

2. バルクピックアップ法

バルクピックアップ法は試料内の観察したい部分を含む数 μm 角以上の大きさのブロックに切り出し、このブロックを TEM、FIB 双方に装着可能な試料台上に固定する必要がある。また、デバイスの構造解析には断面観察用、平面観察用試料や、X 断面、Y 断面など目的に応じて薄膜に切り出す方向を変える必要がある。このため次の 2 通りの方法を検討しそれぞれ 256MDRAM を用い試料作製を試みた。

(1) 試料作製手順 1

FIB チャンバ内に試料をセットし (Fig. 1-1 上左)、イオンビームにより試料表面より縦 $10\mu\text{m}$ 、横 $20\mu\text{m}$ 、深さ $5\mu\text{m}$ 程度の試料ブロックを切り出す (Fig. 1-1 上右)。その後、試料をピックアップシステムにセットし、マニピュレータの先端に取り付けたガラスプローブにより、ピックアップする (Fig. 1-1 下左)。試料ブロックがプローブの先端にトラップされたことを確認したら、プローブを十分高い位置に上げ、その後プローブ全体を 180 度回転させる (Fig. 1-1 下右)。

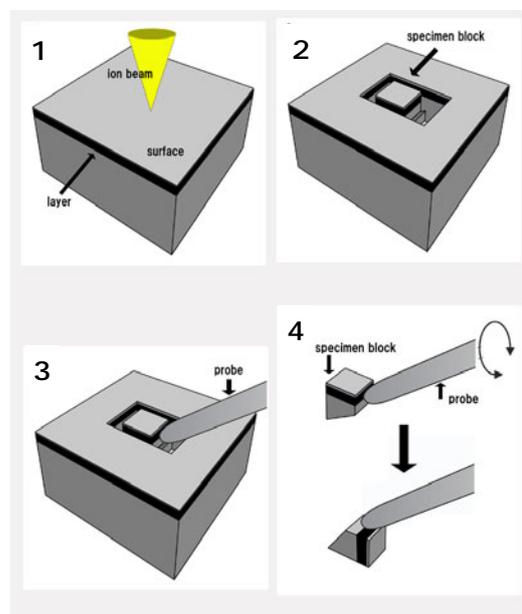


Fig. 1-1 試料作製法 1 の手順①

次にプローブ直下にトラップされた試料ブロックを固定するための試料台を置く (Fig. 1-2)。試料台にはあらかじめエポキシ樹脂などを塗布しておく。試料台をセットしたらプローブを下げ、試料ブロックを試料台に接触させ固定する。

(Fig. 1-3 上左)。同様にもう一つの試料ブロックを切り出し、一つ目のブロックに対し 90 度回転させた位置に固定する (Fig. 1-3 上右)。試料ブロックを固定した試料台を再度 FIB に戻し、それぞれのブロックに対し薄膜加工を行う (Fig. 1-3 下左)。Fig. 1-3 下右の図よりわかる通り、ブロック A は平面観察用、B は断面観察用の試料となる。

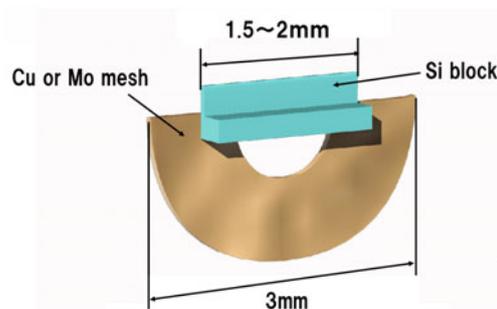


Fig. 1-2
試料台

ダ イ ッ グ ソ ー により作製されたシリコン単結晶ブロック

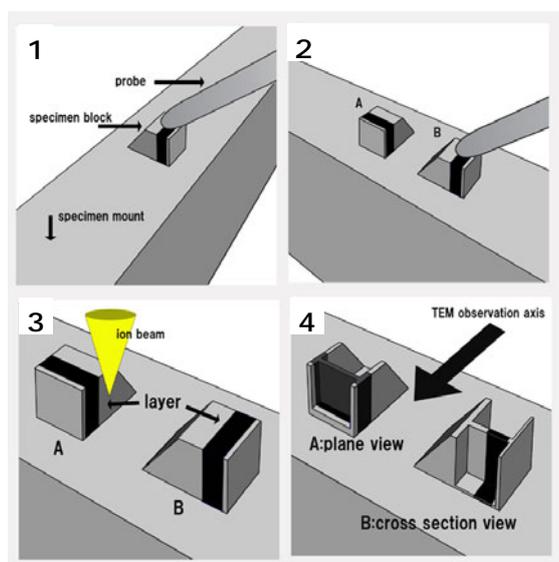


Fig. 1-3 試料作製法1の手順②

(2) 試料作製手順 2

試料を機械研磨やへき開により断面出しを行い、基板を垂直に立てた状態でFIBにセットする (Fig. 1-4 上左)。試料の断面方向よりイオンビームを入射させ、加工目的部位を含むブロック加工を行う (Fig. 1-4 上右)。このとき試料ブロックを切り離すためのボトムカットは FIB のステージを 60 度傾斜させ、試料表面より行う。

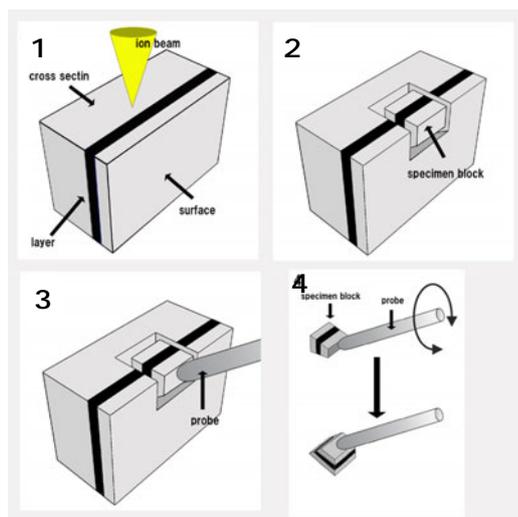


Fig. 1-4 試料作製法2の手順①

ガラスプローブは試料の表面側より近づけ、試料ブロックに接触させ、トラップを確認 (Fig. 1-4

下左)したら、ガラスプローブを十分高い位置に上げ、プローブを 180 度回転 (Fig. 1-4 下右) させる。次にプローブの直下に試料ブロックを固定するための試料台を設置する。

以後、試料作製法 1 と同様にガラスプローブの先端に吸着された試料ブロックを試料台上に固定 (Fig. 1-5 上左) する。さらにもう一つの試料ブロックを切り出し、最初に固定した試料ブロックと 90 度の位置関係に固定する (Fig. 1-5 上右)。最終的にそれぞれのブロック (A, B) に対し薄膜加工

(Fig. 1-5 下左) を行う。Fig. 1-5 下右の図よりわかる通り A, B は 90 度切り出し方向の違う断面試料となる。試料作製法 1 では、断面、平面観察用試料の組み合わせが、試料作製法 2 では X, Y 両方向の断面観察用試料の組み合わせが試料ブロック上の固定する向きを変えるだけで容易に可能となる。

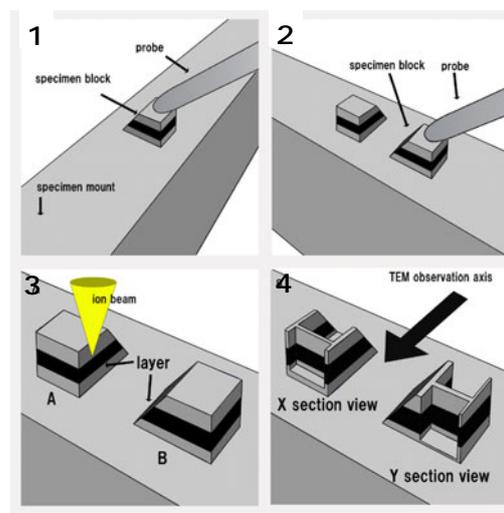


Fig. 1-5 試料作製法2の手順②

3. 実際の試料作製例

試料作製手順 1 で検討した方法により 256MDRAM の断面、平面観察用試料の作製を試みた。最初に FIB によるイオンビームにより DRAM 表面より 2 つの試料ブロック (Fig. 1-6) 切り出しを行った。

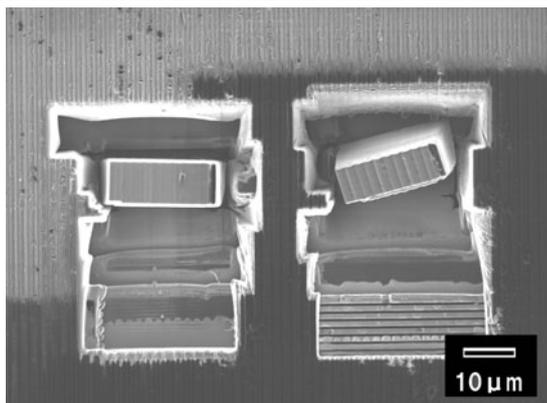


Fig. 1-6 試料ブロックの切り出し (SEM像)

次にピックアップシステムにセットし、ピックアップ、試料台への固定を行った (Fig. 1-7)。同様にもう一つの試料ブロックを一つ目の試料に対して90度方向に試料台上に固定した (Fig. 1-8)。

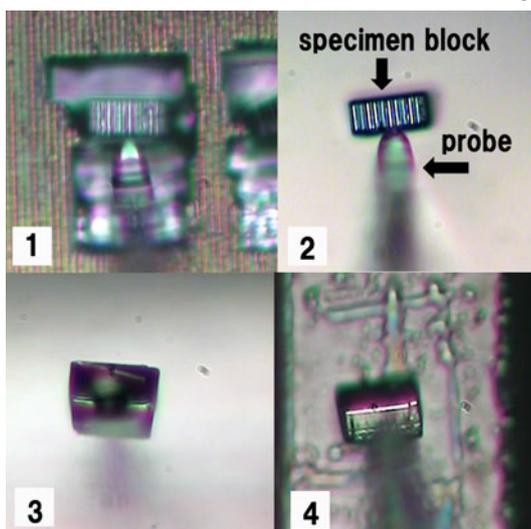


Fig. 1-7 ピックアップ、固定

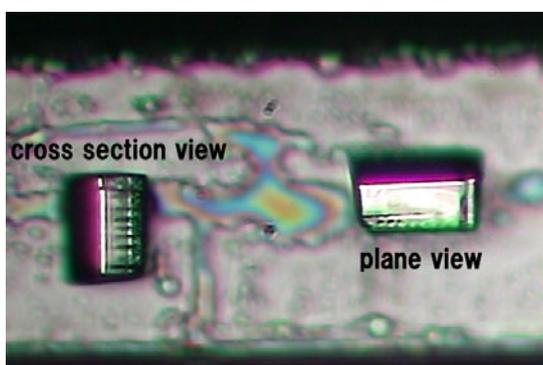


Fig. 1-8 試料台上に固定された2つのブロック
試料台のシリコンブロックにはマニピュレータ

により予めエポキシ樹脂が塗布してある

次に試料台をFIBチャンバに戻し、それぞれの試料ブロックにイオンビームによる薄膜加工を行う (Fig. 1-9)。これらの薄膜試料をそれぞれSTEMにより観察した結果を Fig. 1-10, 11 に示す。断面、表面観察用試料のいずれも良好に作製されていることがわかる。さらに試料台をFIBに戻し、「追加工」を行った結果を Fig. 1-12 に示すが、追加工の結果より鮮明な構造を観察できた。また、試料作製法 1 では断面試料の基板が試料台に対して垂直方向に置かれることが特徴と言える。

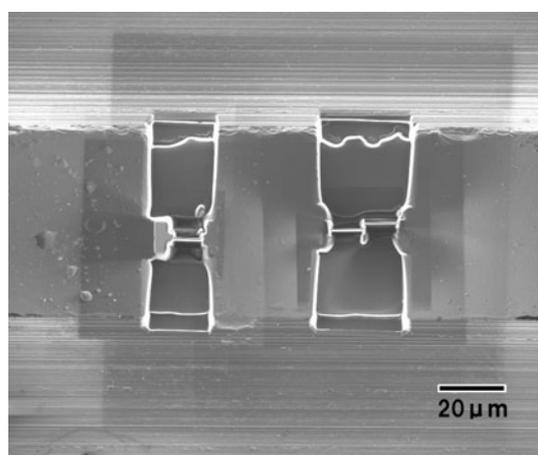


Fig. 1-9 薄膜加工 (SEM像)

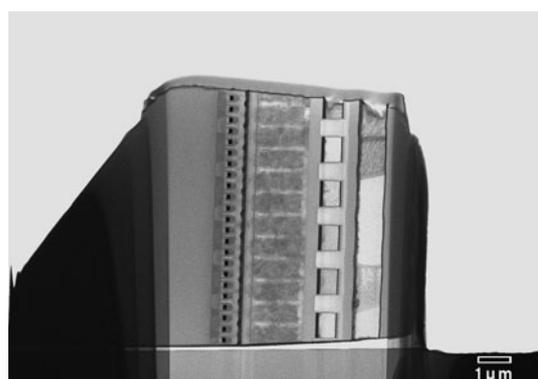


Fig. 1-10 断面STEM像

基板が垂直になるのが本手法の特徴

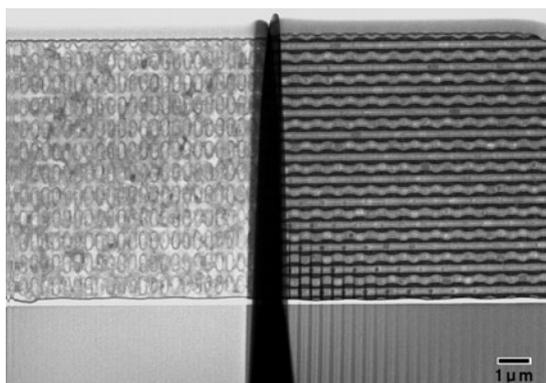


Fig. 1-11 平面STEM像

段差を付けて加工しているため、深さの違う部分
2箇所が薄膜化されている



Fig. 1-12 断面STEM像 (追加工後)

Fig. 1-10 から更に追加工を行い、細部がより鮮明に観察できるようになった

次に Fig. 1-4 で検討した試料作製手順 2 に従って試料作製を試みた。256MDRAM 試料をへき開し、シリコン単結晶基板を垂直に立てる形で FIB チャンバ内に装着した。ブロック加工はへき開面に垂直にイオンビームを入射させ、試料のエッジを含む角柱を作製し、その後 FIB のステージを 60 度傾斜して試料表面より、イオンビームを入射させてボックス加工を行い、角柱の底部を分離するボトムカットを行った (Fig. 1-13)。同様に 2 つめの試料ブロックも作製した。その後、ピックアップシステムにより、2 つの試料ブロックのピックアップ、試料台への固定 (Fig. 1-14) を行った。試料ブロックは試料作製法 1 と同様、90 度回転

させた位置関係で固定した。その後、試料台に固定された 2 つのブロックを FIB チャンバ内に戻し薄膜加工を行った。Fig. 1-15 に薄膜化された試料の STEM 像を示す。お互いに 90 度の位置関係にある断面観察用試料を容易に作製することができる。

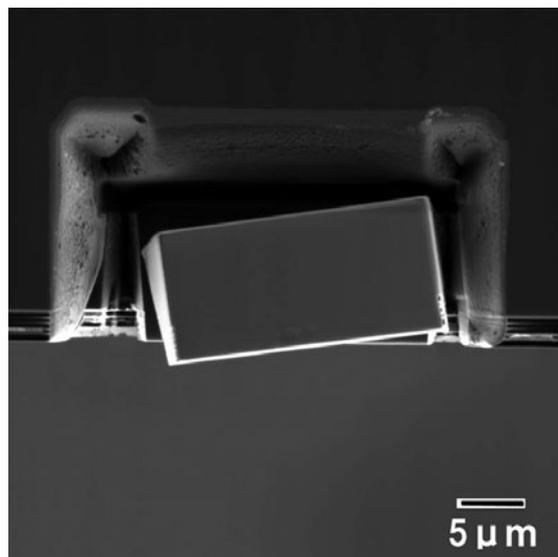


Fig. 1-13 試料ブロックの切り出し

へき開して 90 度に立てた試料のエッジ方向から試料ブロックの切り出し加工を行う

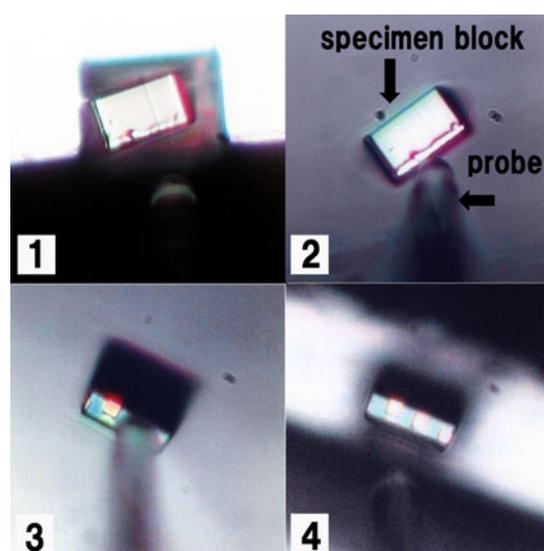


Fig. 1-14 ピックアップ、固定

試料のエッジ方向からプローブを近づける。試料台のシリコンブロックにはあらかじめマニピュレータでエポキシ樹脂を塗布してある。

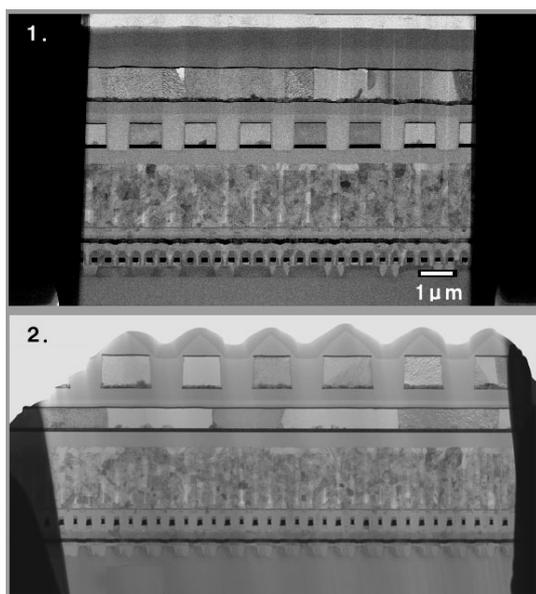


Fig. 1-15 STEM像

写真上と下では試料の断面方向が90度異なる

これらの試料作製法を用いることにより TEM 観察後に再度 FIB 加工を追加することが可能となった。これによって高い精度で薄膜加工することが可能になった。また、FIB 本体から独立した マニピュレータシステムを用いることで複数の FIB で一台のマニピュレータを共有できる利点がある。また、断面観察用試料のみでなく、平面観察用試料も容易に作製できるのが本手法の最大の特徴である。さらに行程に色々な工夫を加えることにより多彩なニーズに対応できる可能性を持っている。