JEOL Application Data Sheet

関連装置:集束イオンビーム加工観察装置(FIB)

FIB による TEM 試料作製法 3

ダメージ除去法

1.はじめに

FIB加工によりアモルファス層の導入や斑点状 のリデポの付着など多くのダメージが知られて いる。本解説では代表的な3種類のダメージ除去 法について紹介する。

2. ダメージ除去法

(1)低加速電圧仕上げ法

加速電圧を下げて加工すれば確実にダメージ を軽減できる。しかし低加速電圧では SIM 像の分 解能が劣化(Fig. 1-1)する。



Fig. 1-1 加速電圧による SIM 像の画質比較 (試料:マツの花粉)

写真左は加速電圧 30 kV、右は加速電圧 3 kV で同 ー試料(マツの花粉)の同一場所を撮影した。低加速 電圧の場合、像の分解能が劣化する。



Fig. 1-2 30 kV 仕上げと 5 kV 仕上げの比較 (試料: GaN)

写真左は加速電圧 5 kV、右は加速電圧 30 kV で仕 上げた GaN の TEM 像を示す。30 kV のみの加工では ダメージと思われる斑点状の模様が見られるが 5kV で仕上げると斑点状の構造は見られなくなる。 このため、いきなり 5 kV 以下の低加速電圧で加 工するのではなく、ある程度(厚さ1µm 程度)ま で 30 kV で加工し、順次加速電圧を下げていくと 効果的である。Fig. 1-2 は GaN 基板を加速電圧 5 kV で仕上げ加工(写真左)を行った場合と 30 kV のみで加工(写真右)を行った場合の比較を示す。 5 kV 仕上げと比較すると 30 kV 仕上げで見られ る斑点状の模様が消失していることがわかる。

(2) Ar イオン仕上げ法

Ar イオン仕上げを行う場合、薄膜を固定する メッシュの形状によってはリデポ(メッシュがス パッタされ薄膜表面に付着)によって薄膜表面が 汚染されてしまい逆効果となる。したがって Fig. 2-1に示す通りメッシュの幅を極力薄くする (5µm以下)必要がある。





①厚い試料マウント:リデポの影響大

②薄い試料マウント:リデポの影響小

Fig. 2-1 メッシュの幅によるリデポの影響の違い

ピックアップされた試料ブロックをメッシュのサイド に固定する場合、左図に示すように試料ブロックを固定 するマウントの端面の幅が広いとリデポの影響が大きい ことが予想される。

Fig. 2-3 にイオンスライサを用い FIB で薄膜化 した試料に Ar イオンを照射する方法を示す。前 記の通りリデポを避けるため幅 5 μ m の Mo メッ シュにバルクピックアップ法を用い試料を固定 し FIB で薄膜化した後にメッシュをイオンスラ イサのホルダに固定し 2 kV、±6°で試料に Ar



JEOL Application Data Sheet

イオン照射を行う。Fig. 2-4 にシリコン上に形成 された多層膜への Ar イオン照射効果を示す。



Fig. 2-2 イオンスライサによる FIB 薄膜への Ar イオン照射の手順

- 試料マウント(中央部分の厚みを5µm以下 に加工した)へのエポキシ樹脂の塗布。
- バルクピックアップ法により FIB で切り出 されたブロックをメッシュのサイドにマウ ントする。
- 試料がマウントされたメッシュをイオンス ライサ用の試料ホルダに貼り付ける。
- 4. FIB で薄膜加工する。
- 5. イオンスライサで Ar イオンを照射する。



Fig. 2-3 試料の全体像 (試料:Si 上のタングステン膜) Ar イオン照射の効果検証に用いた試料 (Fig. 15 の手順で作製)



Fig. 2-4 試料への Ar イオンの照射効果 (照射条件 2 kV、±6°)

Fig. 2-3 で示した試料の拡大像。Ar イオンの照射 効果を示す。FIB 加工のみではタングステン部分は 電子線が十分透過されておらず詳細を観察するこ とができないが、段階的に Ar イオンを照射するこ とによりタングステン部分の詳細が鮮明に観察で きるようになっている。

(3) 低温加工法

InPなどの化合物半導体では試料を液体窒素で 冷却して加工すると効果的である。Fig. 3-1 に示 すFIBはTEMのサイドエントリゴニオメータが装 着されておりTEM用の冷却ホルダやクライオト ランスファーホルダを用いて試料を冷却しな



Fig. 3-1 TEM 用クライオトランスファーホルダを 取り付けた FIB の外観



関連装置:集束イオンビーム加工観察装置(FIB)

JEOL Application Data Sheet

がら加工することができる。Fig. 3-2 は常温で薄 膜加工された InP/InGaAsP 多層膜で斑点状のダメ ージが前面に見られる。この試料をバルク状態で クライオトランスファーホルダにセットし薄膜 加工した後、常温に戻し大気中に取り出し薄膜部 分をガラスプローブによりメッシュ上に載せる ピックアップ(リフトアウト)法を用いTEM 試料 作製を行った。低加速による加工を組み合わせる ことにより全ての層で斑点状のダメージが消失 していることがわかる(Fig. 3-3 右)。



Fig. 3-2 室温加工例 (試料: InP/InGaAsP) 斑点状のダメージが全 面に見られる。



Fig.3-3 試料温度 100 K で薄膜加工された試料 の TEM 像(試料:InP/InGaAsP)

左は 30 kV(100 K)で加工、右は 20 kV(100 K)で 加工を行った例。冷却と低加速電圧加工を組み合わ せることでより効果が上がる。

