

FIB 装置を用いた微細加工

室井光裕¹

筑波大学生命情報等教育研究支援室（物質工学系）

〒305-8573 茨城県つくば市天王台 1-1-1

概要

FIB 装置 SMI2050 が、平成 14 年度 21 世紀 COE プログラム「未来機能を創出する学際物質科学の推進」事業への補助金により導入された。

この装置を用いて TEM 観察用試料および微小部分の電気抵抗測定用試料を作製したので、FIB の紹介を兼ねて報告する。

1. はじめに

TEM（透過型電子顕微鏡：Transmission Electron Microscope）は、薄片化した試料に電子線を照射し、試料を透過あるいは回折した電子を使って試料の内部組織や構造を観察する装置です。TEM で観察するためには試料の厚さを 0.1 μm 程度にする必要がある。その加工を FIB 装置で行った。

2. FIB とは

SMI2050 は、試料表面に集束イオンビーム（Focused Ion Beam：FIB）を走査しながら照射して

- ① 走査イオン顕微鏡（SIM：Scanning Ion Microscope）として試料表面形状の拡大観察
- ② 試料表面にイオンビームを照射してスパッタリングするエッチング加工
- ③ 薄膜原料ガスを試料表面に吹き付けながらイオンビームを照射することで試料表面に薄膜を形成するデポジション加工

を行う装置である。

イオンが照射されると、試料の表面から二次電子および二次イオンが発生する。この二次電子または二次イオンは電子信号に変換され、これらの電子信号の二次元分布が顕微鏡像として表示される。

イオンビームが試料に照射されると、試料表面の物質原子がはじき出される。スパッタエッチングは、この現象を利用して試料から物質を除去する。

試料表面に特定の化合物ガス（原料ガス）を吹き付けながらイオンビームを照射すると、化合物ガスの固体成分が試料表面に固着して堆積する。デポジション加工は、この現象を利用して試料表面に物質を堆積させる^[1]。

2.1 仕様

二次電子像分解能 5nm
最大プローブ電流密度 20A/cm²以上
最大プローブ電流 20nA
観察視野 0.5×0.5 μm^2 ～2.4×2.4mm²

イオン源 Ga 液体金属ニードル型イオン源
加速電圧 常用 30kV、5～30kV（5kV ステップ）
検出器 シンチレータ型二次電子検出器
ガス銃 カーボンガス銃／タングステンガス銃
ガス原料 フェナントレン C₁₄H₁₀
ヘキサカルボニル・タングステン W(CO)₆

試料ステージ

構造 5 軸電動・ユーセントリックチルトステージ
駆動範囲 X 軸：0～55mm
Y 軸：0～55mm
Z 軸：0～10mm
T 軸：-3～60° 傾斜
R 軸：0～360° エンドレス回転
試料サイズ 試料最大寸法 50mm 角、厚さ 12mm

2.2.FIB の特徴

- 1) イオンビームを 0.01～0.1 μm 径に集束させ、特定領域だけを薄片化する。このため、特定領域を観察することが容易であり、試料作製時間が短い^[2]。
- 2) 高エネルギーの Ga イオンを用いるので、ビームに照射された部分にイオンの衝突によるダメージ層ができる。このダメージ層の厚さは約 20nm になる^[2]。薄片化に際してはダメージ層の厚さを考慮しなければならない。

2.3 ビームコンディションと加工時間

Si 基板に幅 10 μm 、高さ 10 μm 、深さ 5 μm の四角の穴を掘ったときの加工時間を表 1 に示す。

表 1. ビームコンディションと加工時間

Beam Condition	Probe 電流 [pA]	BeamSize [nm]	加工時間 [h:m:s]
View	0.5	13	
UFine	50	23	8 : 18 : 42
Fine	195	35	2 : 04 : 42
Mid	1318	100	0 : 19 : 44
Rough	5419	300	0 : 04 : 43
URough	11181	2500	0 : 02 : 09

View は SIM 像観察用のビームである。UFine から URough までは加工用のビームで Probe 電流が大きく

¹ E-mail: muroi@ims.tsukuba.ac.jp

なるにつれて BeamSize も大きくなり、加工枠からの
はみ出し量も大きくなる。

図 1 は Si 基板に同一条件の加工枠で
BeamCondition を変えて加工した。

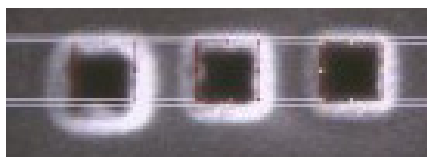


図 1. ビームによるはみ出し量

左から Mid、Fine、UFine を使用した。加工枠の周
囲の白色部分はイオンビームの広がりにより削られ
た。したがって、大電流で加工する粗掘りの時は加
工枠を目標より離す必要がある。

また、加工時間は掘る体積にほぼ比例する。

3. ピックアップ法を用いた TEM 試料作製 手順

SIM 像を見ながら TEM で観察したいところを選
び目標とする。

図 2 に示すようにこの目標の表面に幅 15 μm 、高さ
2 μm 、厚さ 0.5 μm のカーボン膜をデポジションする。

このカーボン膜の上側と下側を、加工枠を少し離
して大電流で粗掘りする。

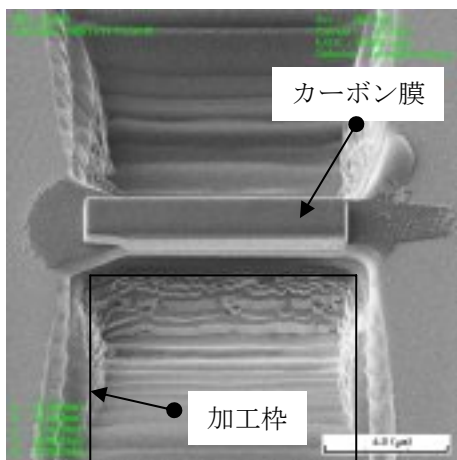


図 2. デポジションとスパッタエッチング

図 3. 左のように残った部分を中掘り、仕上げ掘り
を行い厚さが 0.1 μm になるまで削る。

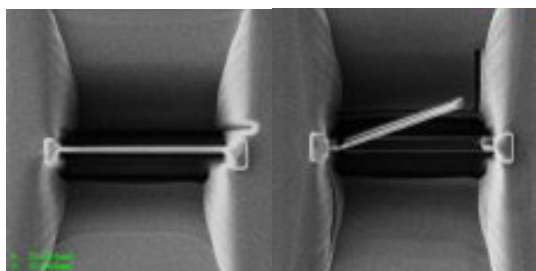


図 3. TEM 試料部分の薄片化と分離

次に底面をカットし、両サイドをカットして切り
離す (図 3. 右)。

試料を FIB 装置より取り出し、マニピュレータ付
きの光学顕微鏡にセットする。マニピュレータには
先端が $\phi 3\sim 5\mu\text{m}$ のマイクロピペットが取り付けら
れている。マイクロピペット先端でこの薄片をかる
く擦ると、薄片が静電気で付着する (図 4)。

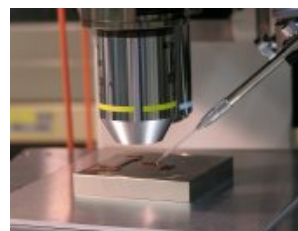


図 4. マニピュレータによる試料の取り出し

付着した薄片 (図 5. 左) をコロジオン膜付メッシ
ュ上に触れさせると、薄片はコロジオン膜の粘性で
メッシュに付着する (図 5. 右)。

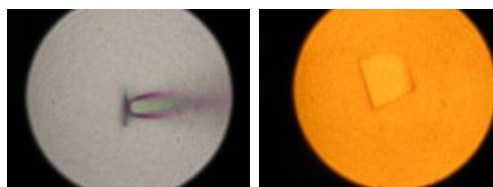


図 5. マイクロピペットと薄片

このメッシュを TEM に取り付け観察する。

図 6 は後で述べる図 9 の II-IV 族半導体 CdTe の高
分解能 TEM 観察像 (滝田研究室提供) である。

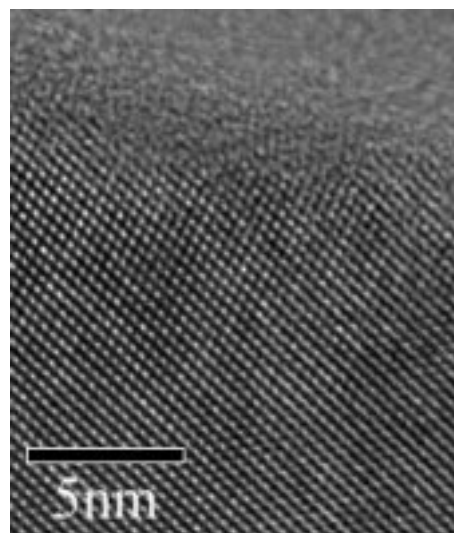


図 6. TEM 観察像

4. チャージアップによる影響

絶縁物試料を荷電粒子プローブで観察すると、そのプローブのもつ電荷により、試料表面層およびその近傍が帯電する。これがチャージアップと呼ばれる現象で、FIB装置で用いられるGaイオンの場合、プラス電位にチャージアップする^[2]。その際、チャージアップのためにイオンビームが曲がるので、像のドリフトが起こる。

図7. 左は導電性の試料に長方形の穴を掘った。

図7. 右は同じ条件で絶縁体に掘ったが、上部の四角の穴が掘れてからチャージアップによりイオンビームが右下に流れて、指定の場所が掘れない。

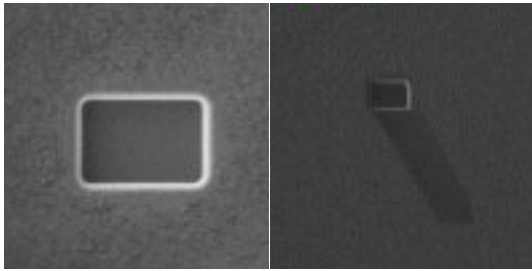


図7. チャージアップによる影響

対策としては、試料表面に導電性の薄膜を蒸着し試料ステージと導通を取る。

5. 薄片化にともなう失敗

TEMで観察するために、試料を薄くしていくが、ある程度薄くなると内部応力で歪んでくる。加工枠は長方形なので、試料が歪んで出っ張ったところが加工枠内に入ると削れてしまう。その例を図8に示す。図8上は中央の白色に見える水平部分が応力で下側に歪んだところ。図8下は歪んだ部分が加工枠内に入り削り取られた。

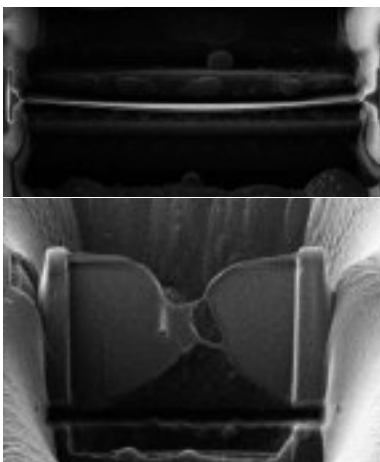


図8. 薄片化の失敗例

この応力による歪の影響を無くそうと角度を持たせた加工を試みた。

図9中央部の薄片試料は左から右に1.5度開いている。右から左に薄くなって行くので、TEMで観察する場合良い条件の箇所がある。結果は前出の図6である。

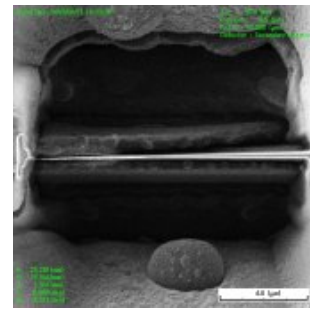


図9. 角度を持たせた試料

6. 四端子法による電気抵抗測定用試料作製

絶縁体のTiO₂基板上に導電性のCrO₂薄膜(厚さ0.06μm)を成長させた試料の電気抵抗を測定する。

図10のグレーの部分薄膜である。A-D間を結ぶ線幅は100μmである。この薄膜の電気抵抗を四端子法で測定できるようにFIBで加工した。A-D間は電流端子、B-C間は電圧端子である。

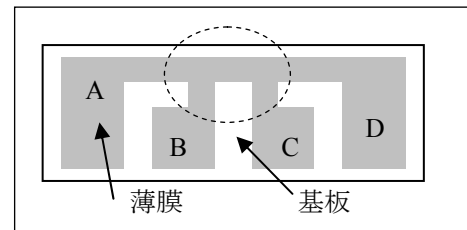


図10. 基板上の薄膜試料

図11は図10楕円内の拡大図である。グレーの薄膜から、白枠の部分をFIBで削り取る。

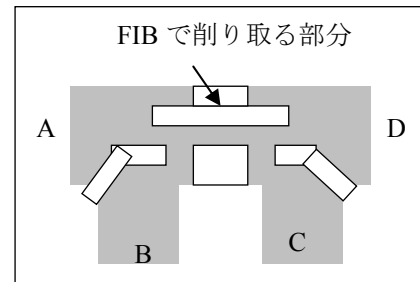


図11. 楕円内の拡大図

A-D間を結ぶグレーの部分の幅を変えて数種類加工した(図12)。

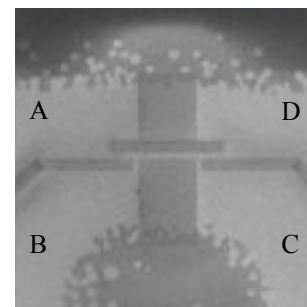


図12. 電気抵抗測定用試料

電気抵抗を測定した結果、FIB で加工された CrO_2 の細線部分で、Ga イオンが CrO_2 の不純物の働きをして比抵抗が大きくなった。

また絶縁体である TiO_2 基板のみに FIB 加工を行った結果、 TiO_2 基板に Ga イオンが打ち込まれて、完全な絶縁体ではなくなってしまった、という報告を受けた。

7. FIB の加工例

次にその他の加工例を紹介する。

図 13 は CuMnPt_6 に $30\mu\text{m} \times 30\mu\text{m}$ の四角の穴を開け、穴が一部貫通したところで加工を終了した。深さは約 $50\mu\text{m}$ で加工時間は URough で約 2 時間掛かった。図の中央部黒色部分が貫通したところ。周辺の残った薄い部分を TEM で観察する。



図 13. 四角穴加工

図 14 は CdTe 基板に、ビットマップにより筑波大学の校章を掘った。

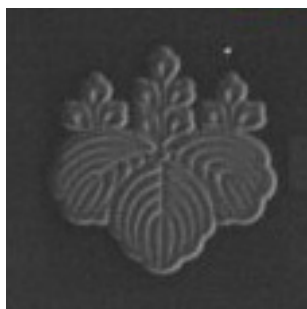


図 14. 筑波大学の校章

図 15 はビットマップで、幅 $1\mu\text{m}$ の溝を格子状に $1\mu\text{m}$ 間隔で加工した。図面上ではひとつひとつが正方形だが結果はビームの広がりの影響で角が無くなっている。

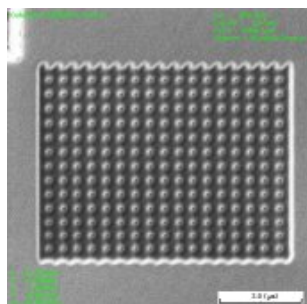


図 15. ビットマップによる加工

謝辞

この報告をまとめるにあたり、ご助言いただいた物質工学系掛谷一弘講師、高分解能 TEM 観察像をご提供して下さいました物質工学系尾崎信彦助手、ご協力頂いた大学院生の畑中歩氏に感謝いたします。

参考文献

- [1] SMI2050 小型走査イオン顕微鏡取扱説明書 Rev.3.1、セイコーインスツルメンツ株式会社
- [2] 平坂雅男・朝倉健太郎（共編）、FIB・イオンミリング技法 Q&A、アグネ承風社