

技術報告**FIBによるAES分析用試料作製**

茂木カデナ, 飯塚俊生, 鈴木峰晴

NTTアドバンステクノロジー(株) 〒243-0198 神奈川県厚木市森の里若宮3-1

E-mail: mogi@atsugi.ntt-at.co.jp

(2000年5月10日受理: 2000年5月26日掲載決定)

Hole-shape-optimization by FIB Sample Preparation for AES Small Area Analysis

Kadena Mogi, Toshio Iizuka and Mineharu Suzuki

NTT Advanced Technology Corporation, 3-1 Morinosato-Wakamiya, Atsugi, Kanagawa 243-0198

E-mail: mogi@atsugi.ntt-at.co.jp

(Received May 10 2000; accepted May 26 2000)

電子デバイスの故障解析の際の局所分析として、FIBを用いて断面加工を行った後、AESにより分析を行う方法が汎用的に用いられている。通常、FIB加工時のGa, Cの付着、またFIB装置とAES装置間の大気搬送時の表面汚染があるため、AES測定前に断面のスパッタクリーニングを行う必要がある。そこで、測定部位の確保とスパッタクリーニングが可能で、できるだけ短時間でFIB加工が行える加工形状について検討した。その結果、測定部位が表面から4 μm 以内の深さであれば、測定断面の手前方向に15 μm の長さで加工すればよいことが分かった。また、加工体積を減じることで短時間で加工できる傾斜加工でも検討を行い、スパッタクリーニングが可能な領域を確保するのに問題がないことが分かった。

1. はじめに

局所分析の一手法として、FIB(収束イオンビーム)を用いて断面加工を行った後、AES(オージェ電子分光法)により分析を行う方法[1]があるが、その際に問題になるのが、FIB加工時のGa, Cの付着とFIB装置からAES装置に大気搬送する際のC, Oの付着である。加工方法によっては、下地の信号が得られないまでの汚染層の厚さに達することもある。これらを取り除くために、AES装置内で測定を行う前にスパッタクリーニングを行う必要がある。加工面のスパッタクリーニングは、通常の平坦な試料面をスパッタリングする場合と試料の形状が異なるため、スパッタリングを行う場合には注意を要す

る。今回は、AES分析で測定部位の確保ができ、スパッタクリーニングが可能で、FIB加工ができるだけ短時間で済む加工条件について検討した結果について報告する。ただし、最適条件はスパッタイオン銃、オージェ分析用電子銃、電子分光器の位置関係に大きく依存することから、本検討結果は使用した装置に依存していることを前提とする。

2. 実験

検討に用いた試料は、意図的には何も処理していない市販のSi基板である。FIB装置は日立製FB-2000Aを用いた。加工に用いたGa⁺ビームの電流は40 pA ~ 4 nAで、ビーム電流を変化させ

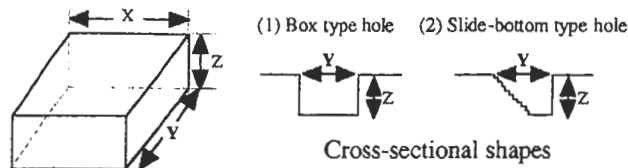


Fig. 1 Schematic diagram investigated in this work.

ることにより加工作業の調整を行った。また、加工形状を Fig. 1 に示す。Fig. 1 の X の長さは $20\ \mu\text{m}$ 、Z の長さは $10\ \mu\text{m}$ で一定にした。Y の長さは $3, 5, 10, 15, 20, 30\ \mu\text{m}$ の 6 条件で、(1) ボックス加工と(2) 傾斜加工の 2 種類の加工形状で FIB 断面加工を行った。

AES 分析のために FIB 加工後の試料は 30° 傾斜ホルダに固定した。AES 分析装置は Physical Electronics 社製 Model-670xi を用いた。電子線加速電圧は $10\ \text{kV}$ 、照射電流は $3\ \text{nA}$ 、ビーム径は $30\ \text{nm}$ で、入射角は試料面法線より 50° である。イオンスパッタリングのイオン種は Ar^+ 、加速電圧は $3\ \text{kV}$ 、掃引面積は $2 \times 2\ \text{mm}^2$ (SiO_2 換算で $10\ \text{nm}/\text{min}$ のスパッタリングレートに相当) である。

測定を行う前にスパッタクリーニングを 5 分間行った。この際、加工断面はイオンビームの入射方向に向けた。本装置の機能配置上、この作業

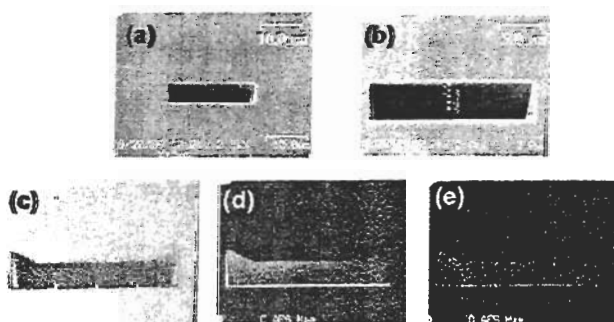


Fig. 2 Box type hole formed by FIB. (a) SEM image corresponding to $Y=5\ \mu\text{m}$ in Fig.1. (b) AES measurements were carried out at the positions 1 to 5. (c) Si LVV map after ion sputtering. (d) O KLL map after ion sputtering. (e) C KLL map after ion sputtering.

中はスパッタリング領域を SEM 像で確認することができないが、平面試料等を用いて最適な条件 (特に傾斜角) を見出しておく必要がある。本実験では、特定の FIB 加工断面でのスパッタリング最適条件を求め、すべての断面について同条件でスパッタクリーニングを行った。スパッタ後の断面でオージェスペクトルを測定した後、C, O, Si のオージェマッピング (2 次元分布) 測定を行った。

3. 結果および考察

Fig. 2(a), 2(b) に $Y=5\ \mu\text{m}$ での FIB ボックス加工断面の SEM 像を示す。Fig. 2(b) の写真中のポイント (Point #1 ~ #5) はオージェスペクトル測定点である。Fig. 2(c), 2(d), 2(e) に Si, C, O のオージェマッピング像を示す。また、Fig. 3 に Fig. 2 (b) の各測定場所でのオージェスペクトルを示す。

Fig. 3 より Point #4, #5 で C, O が検出されたため、この 2 点の領域ではスパッタリングが十分に行われていないことが分かる。さらに、Fig. 2 (c), 2(d) の Si, C のオージェマッピングより、断面の深さ方向に $1.7\ \mu\text{m}$ 領域がスパッタクリーニングされていることが分かった。図中、断面の左側に三角形形状のスパッタリング跡が見えるのは、イオンビームの入射時に左側の側壁がイオンスパッタリングの影となるため、断面の左側がスパッタリングされていないことによるものである。スパッタリング前には Ga が検出される点もあるが、多くの場合、短時間のスパッタリングで除去され、AES 信号では検出されない。FIB の最終処理によって付着 Ga はほとんど除去されていると考えられる。ただし、そのメカニズムについては現状では明らかではない。

Fig. 4(a), 4(b), 4(c), 4(d), 4(e) に $Y=15\ \mu\text{m}$ での FIB ボックス加工断面の SEM 像と Si, C, O のオー

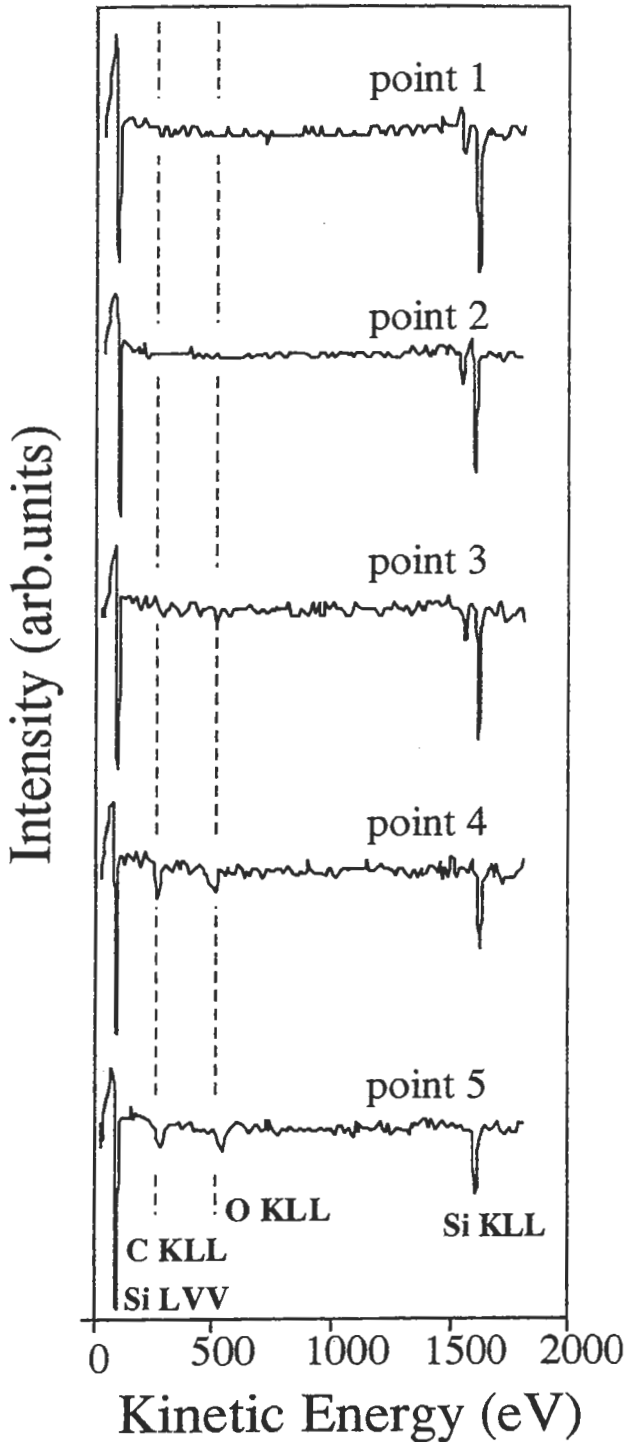


Fig. 3 AES differential spectra obtained at the positions 1 to 5 in Fig.2 (b).

ジェマッピング像を, Fig. 5(a), 5(b), 5(c), 5(d), 5(e)に $Y = 15 \mu\text{m}$ でのFIB傾斜加工断面のSEM像とSi, C, Oのオージェマッピング像を示す.

Fig. 4(c), 4(d) および 5(c), 5(d) のSi, Cのオージェマッピングより, $Y = 15 \mu\text{m}$ のボックス加工

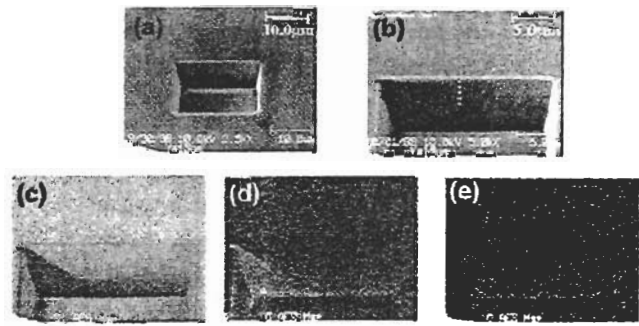


Fig. 4 Box type hole formed by FIB. (a) SEM image corresponding to $Y=15 \mu\text{m}$ in Fig.1. (b) AES measurements were carried out at the positions 1 to 5. (c) Si LVV map after ion sputtering. (d) O KLL map after ion sputtering. (e) C KLL map after ion sputtering.

では断面の深さ方向に $4.3 \mu\text{m}$ の領域が, $Y = 15 \mu\text{m}$ の傾斜加工では断面の深さ方向に $4.0 \mu\text{m}$ の領域がスパッタクリーニングされていることが分かった. ここで, 約 $4.0 \mu\text{m}$ の深さは, 一般的なデバイスの故障解析では典型的なものである.

このようにすべての加工断面について同様に測定を行い, 得られたSi, Cのオージェマッピングから求めた断面のスパッタリング可能な表面から深さ方向への距離A(単位: μm)とY(単位: μm)の関係をプロットした図を Fig. 6 に示す.

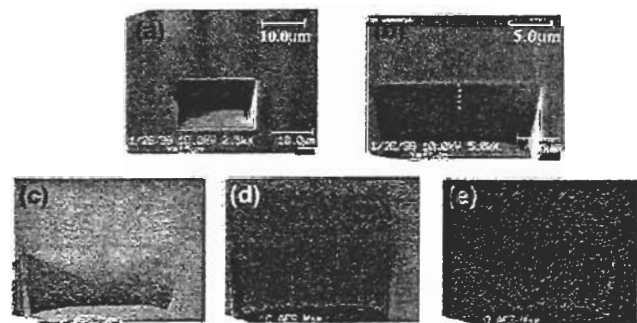


Fig. 5 Slide-bottom type hole formed by FIB. (a) SEM image corresponding to $Y=15 \mu\text{m}$ in Fig.1. (b) AES measurements were carried out at the positions 1 to 5. (c) Si LVV map after ion sputtering. (d) O KLL map after ion sputtering. (e) C KLL map after ion sputtering.

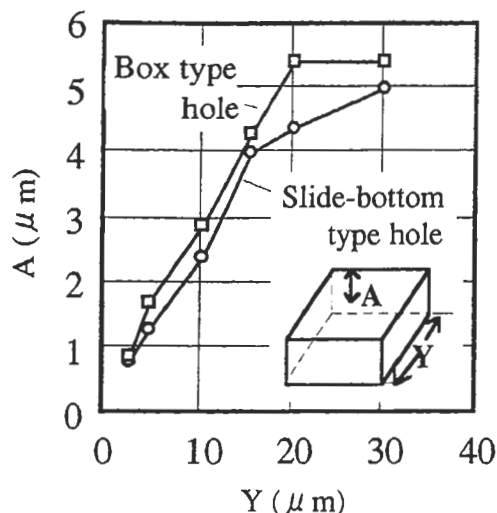


Fig. 6 Relationship between the width Y and the sputtered distance A from the original top surface. The square and circular symbols correspond to the box type and slide-bottom type hole, respectively.

Fig. 6より断面の深さ方向に4 μm程度の領域での分析ならば、ボックス加工、傾斜加工のいずれもYの長さは15 μmあればよいということが分かった。また、ボックス加工と傾斜加工で、スパッタリング可能な表面から深さ方向への距離Aに著しい差は認められなかった。本検討では、この傾斜加工はボックス加工の約2/3の時間で加工が可能であった。

4. まとめ

Si基板でFIBにより断面加工を行った後にAES分析を行い、スパッタクリーニングが可能で、かつ測定観察部位の確保ができ、FIB加工ができるだけ短時間で済む加工条件について検討した。

その結果、PHI 670系機能配置をもつ装置では、測定部位が表面から4 μm以内の深さであれば、FIB加工形状にかかわらず、測定断面の手前方向(Y)に15 μmの長さ、断面の横方向(X)

に20 μmの長さ、断面の深さ方向(Z)に10 μmの長さで加工すればよいことが分かった。

また、ボックス加工と傾斜加工で、スパッタクリーニングが可能な領域に顕著な差は認められなかったので、比較的短時間で加工できる傾斜加工で試料作製を行っても問題がないことが分かった。

Reference

- [1] R. Criegern, F. Jahnel, U. Scheithauer, S. Jenkins and C. Luhmann, J. Surface Analysis, 5, 110 (1999).

査読者との質疑応答

査読者：橋本哲氏（鋼管計測）

荻原俊弥氏（ジャパンエナジー）

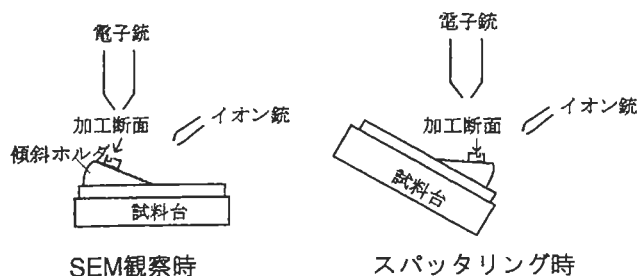
橋本哲氏（鋼管計測）

本論文は、FIBによって加工した試料をAESを用いた分析する際、試料ハンドリングの際に生じた汚染をスパッタクリーニングする時、試料形状により異なるスパッタクリーニングされる深さ範囲を実験的に調べたもので、分析上の応用に関して、新しい知見が得られている。

- (1)(2. 実験, 23行目)「～, 平面試料等を用いて、最適な条件（特に傾斜角）を見出しておく必要がある。」：どの様な条件がスパッタクリーニングの最適条件なのかを、示した方がいいと思います。また、今回のArイオンの入射方向を示した方がいいと思います。

著者：SEM観察時とスパッタリング時の加工断面と電子銃・イオン銃との関係を以下に簡略図で示します。図からわかりますように、スパッタリング時にはFIB加工面がSEM観察で

きません。詳細な位置設定条件は、かなり装置依存の強いものですので、概念図にとどめさせていただきます。



(2) ボックス加工の方が、傾斜加工より、より深い部分までスパッタされています。Arイオンは、測定した断面に対して斜めに入射しているはずですから、イオンの影が生じにくい傾斜加工の方が、より深い部分までスパッタされるように思われます。今回のような結果が得られているのはなぜでしょうか？

著者：本検討でのスパッタリングは、通常のスパッタリングと異なり、断面をイオン銃と向かい合うように配置しているため、加工断面の手前方向から断面に向かってArイオン入射は行われています〔(1)の図を参照〕。したがって、傾斜加工の場合、イオン銃との相対位置関係から、スパッタリングの際にスパッタの影になる部分が、ボックス加工の場合より大きいと考えられます。

荻原俊弥氏 (ジャパンエナジー)

近年、FIB加工とFE-AESによる測定を組み合わせた材料の評価が広く行なわれています。本報告は、これらの手法を用いる上での、基礎的な内容を検討したものであり実用的な価値があります。

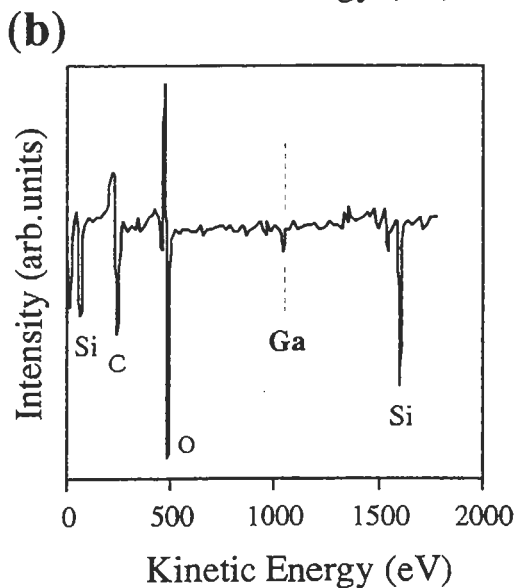
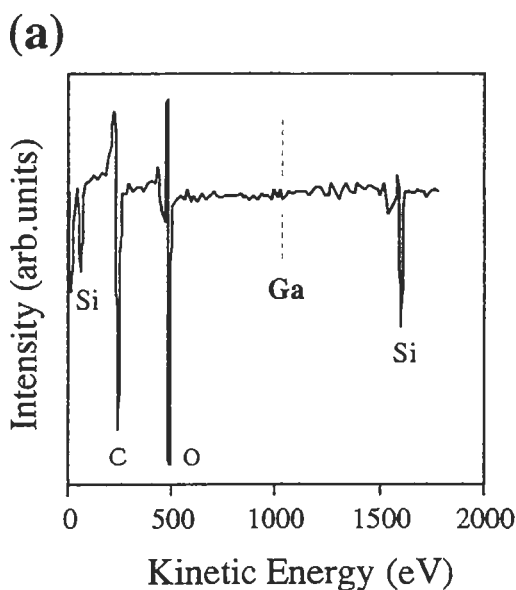
(1) (2. 実験, 20行目) 「加工断面はイオンビームの入射方向に向けた。」とありますが、その

位置関係を図示できないでしょうか？ (この論文でのポイントだと思いますので)

著者：橋本氏の(1)と同じ質問ですので、(1)に示した図をご覧ください。

(2) 加工断面のスパッタリング前のオージェスペクトルを示してはいかがでしょうか？ Gaがどの程度検出されるか、興味ある点です。

著者：Gaは加工条件や加工形状、測定場所によりスパッタリング前でも検出されない場合があります (下に(a) Gaが検出されない場合の



オージェスペクトルと(b) Gaが検出される場合のオージェスペクトルを示します)が, 系統的につかめてはいません.

(3) Fig.3において, 表面から深い位置に相当する point 4, 5で, C, Oが検出されていますが, Gaは検出されていないようです. 元々, Gaはなかったのでしょうか? それとも, スパッタリングによりなくなったのでしょうか? 後者だとすると, Gaはなくなり, C,Oは残るといふことでしょうか?

著者: この場所では, スパッタリング前でも Gaが検出されませんでした. Ga汚染がない条件にあたります.

著者: この他に両氏から本文中の文章でご指摘いただきました箇所につきまして, 修正・加筆をいたしました.