

試料薄膜化による絶縁物のオージェ分析

堤 健一, 鈴木俊明, 境 悠治, 長澤勇二

日本電子株式会社 : 〒196-8558 東京都昭島市武蔵野 3-1-2

(2001年5月15日受付; 2001年5月17日掲載決定)

半導体や機能材料の著しい進歩で、表面バルクに関わらずサブミクロンオーダーの微小構造の解析や欠陥分析が重要視されてきている。中でもオージェ電子分光法(AES)は、有力な分析手段として用いられてきた。しかし、AESは集束された電子ビームを用いるため、絶縁物分析は困難であり、一部例外を除いて、導体試料表面に限られて広く活用されてきた。本論文では、このような絶縁物分析に対して有効である「試料薄膜化法」について、その概要と応用例について述べる。この方法は、FIBを使って薄膜化した試料をピックアップし、導体の試料台に乗せて分析する新しい方法である。

Thin Film Method for Insulator Specimen in Auger Analysis

K. Tsutsumi, T. Suzuki, Y. Sakai, Y. Nagasawa

JEOL Ltd. : 3-1-2 Musashino, Akishima city, Tokyo, 196-8558 Japan

(Received: May 15, 2001; Accepted: May 17, 2001)

In rapid progress in downsizing technologies for semiconductors and functional materials, it is more important to carry out evaluation and analysis of sub-micro structures. Auger Electron Spectroscopy (AES) has been used as one of effective analytical methods for these specimens. Auger application, however, are limited only to any conductive specimens except nonconductive and organic one, because of using a fine focused electron beam. In this paper, we introduced new method, which is called "thin-film method" [2], to prevent charging in Auger analysis. It involves fabricating a cross-sectional thin film from specimen by FIB (focused ion beam), placing it on a substrate (supporting film or graphite), and analyzing it by AES. Then an application of this method is shown in this paper [1] [2].

1. 緒言

オージェ電子分光法(AES)では、数 10nm~100nm 程度まで絞られた電子線をプローブとするため、高空間分解能で最表面における元素分析や状態分析、元素マッピングなどを行うことが可能である。そのため、様々な分野において、サブミクロンオーダーの微小構造の解析や欠陥分析に多く用いられてきた。一方、絶縁物分析については、帯電の影響でオージェ電子の運動エネルギーが変化するため、AESには不向きであるとされてきた。しかし近年においては、微小プリント基板や液晶パネルなどといった微細構造物の表面・断面分析の要求が非常に多く、AESによる絶縁物試料の分析が切望されている。

本論文では、従来の集束イオンビーム加工法(FIB)を用いて、試料を数 100nm の薄膜化することで、絶縁物試料の帯電を防止する方法を紹介し、その応用例について述べる[1] [2]。

2. 薄膜化法の原理および利点

試料を薄膜化することによって、以下の3つの利点が挙げられる。

- ①帯電防止
- ②電子ビームダメージの軽減
- ③空間分解能の向上

試料を厚さ 100nm 程度の薄膜にすると、Fig.1に示すように照射される電子ビームが試料を透過する。グラファイトなどの電気伝導率や熱伝導率が高い物質を基板として、その上に薄膜化した試料を乗せてオージェ分析を行うと、電子の多くは透過して帯電しない上に、熱も基板のグラファイト中で発生・拡散するため、試料のビームダメージが小さくなる。また、オージェ電子は原理的に表面から数 nm の深さから発生するため、試料を構成している原子のオージェ電子のみを検出し、グラファイトのオージェ電子

は検出しない。

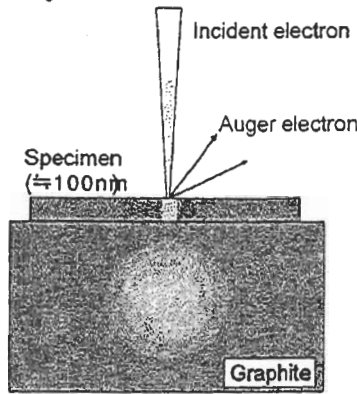
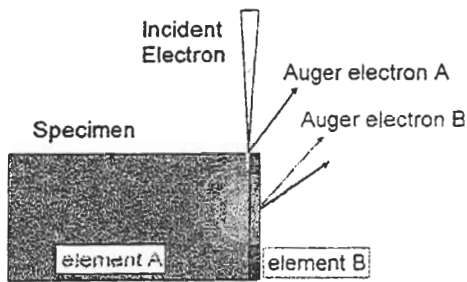
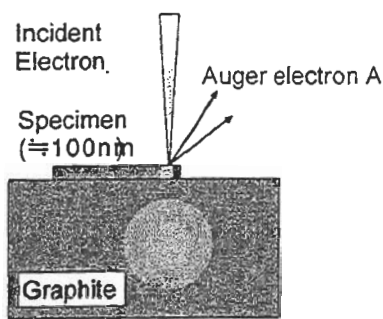


Fig 1 electron beam passing through the specimen

試料が厚い場合、試料の端(< 1 μ m)に電子線を入射させたときには、試料内部で散乱された反射電子が試料側面からも放出され、この電子もオージェ電子を発生させる。表面だけでなく試料側面からもオージェ電子が放出されるので、試料表面のみならず側面を構成している元素も検出することになる。しかし試料を薄膜化すると、Fig.2 のように、試料側面から放出される反射電子がなくなるため、試料端でも表面からのみ発生したオージェ電子が検出される。つまり、試料を薄膜化することにより、エッジ部においてもビーム照射位置に対応した、正確なオージェ分析が可能となり、マッピングの精度が向上する。



(a) Thick specimen



(b) Thin film specimen

Fig. 2 Difference in the emission point of Auger

electron ; (a) thick specimen, (b) thin film specimen

3. 試料作製法

3.1 FIB による試料加工

まず、FIB 装置[2]を使って、Fig.3 のように、測定箇所を 10 μ m \times 10 μ m で厚さ 0.1 μ m 以下の薄膜加工を行う。薄膜部分は、マイクロマニピレータでピックアップするため、あらかじめ底辺部と両脇を傾斜して FIB で切りこみ加工を行い、試料のバルクと完全に分離しておく。

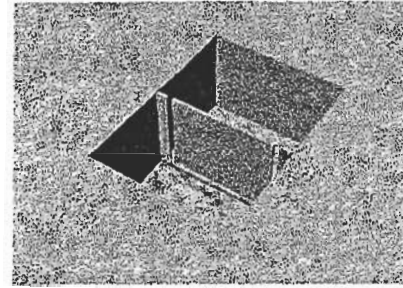


Fig. 3 Fabrication of thin film by FIB

3.2 試料のピックアップ

FIB で作製した試料を、大気中のピックアップシステムに移す。ピックアップシステムとは、光学顕微鏡と油圧式マイクロマニピレータを組み合わせた装置(Fig.4)で、先端を丸めた特殊なガラスプローブを取りつけることで、大きさ数 10 μ m の試料を狙ってピックアップ・搬送できるシステムである。使用するガラスプローブは、直径約 1mm のガラス管を加熱しながら引っ張って切断し、その先端部にさらに熱を加えて曲率半径:約 1.5~2.5 μ m にしたものを用いる。このように先端を球状に丸めることで、試料を点接触でピックアップすることができ、そのまま静電気力で球に吸着させたまま搬送することができる。このガラスプローブを使った具体的なピックアップの様子を Fig.5 に示す。

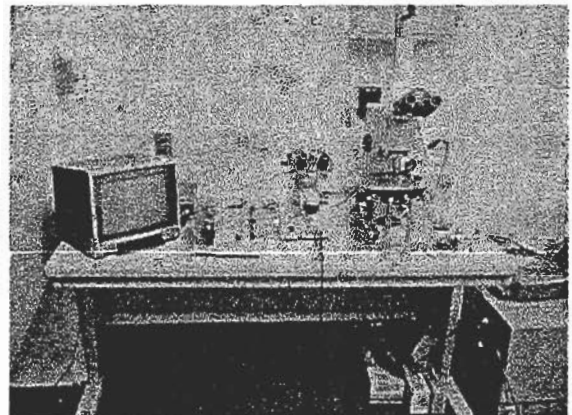


Fig. 4. Micro-manipulation system

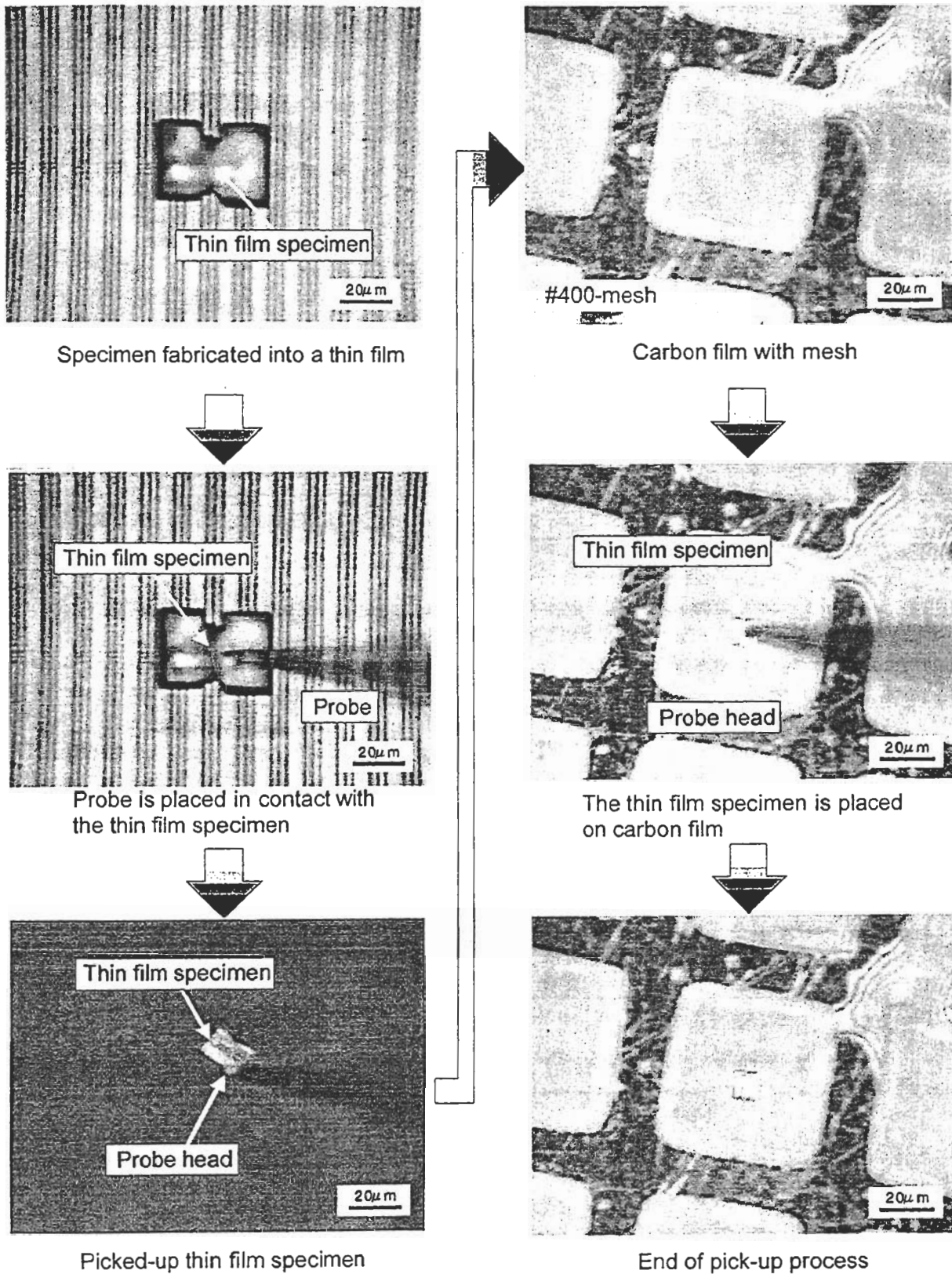


Fig. 5 Pick-up process for an IC test pattern (the figure shows the thin film placed on #400-mesh)

3.3 試料の観察・分析

ピックアップされた試料は、導電性のグラファ

イトの上に乗っているため、そのままホルダーに装着してオージェ測定が可能である。3.2 でピ

ックアップされた試料は、ただグラファイト上に乗せたただけだが、何の処理も行わなくてもグラファイトにしっかり吸着しており、通常の試料同様にオージェ測定が可能である。

4. 薄膜試料の分析例

最後に試料薄膜化法によって得られた試料のオージェ分析例を以下に示す。

Fig.5 に示したように、IC のテストパターンの一部を、薄膜化法によってピックアップしたものを試料とし、それに対してオージェ分析を行ったものである。これを見ると、 SiO_2 部と Si_3N_4 部においても帯電によるスペクトルの歪みやオージェ像のボケは確認できず、試料全面においてクリアなオージェ像が得られた。(Fig.6 ~ 8)

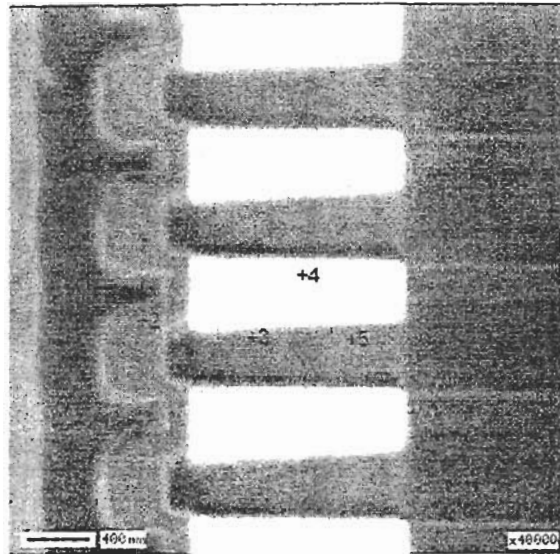


Fig. 6 SEM image with Analysis points on the semiconductor specimen made by the thin method

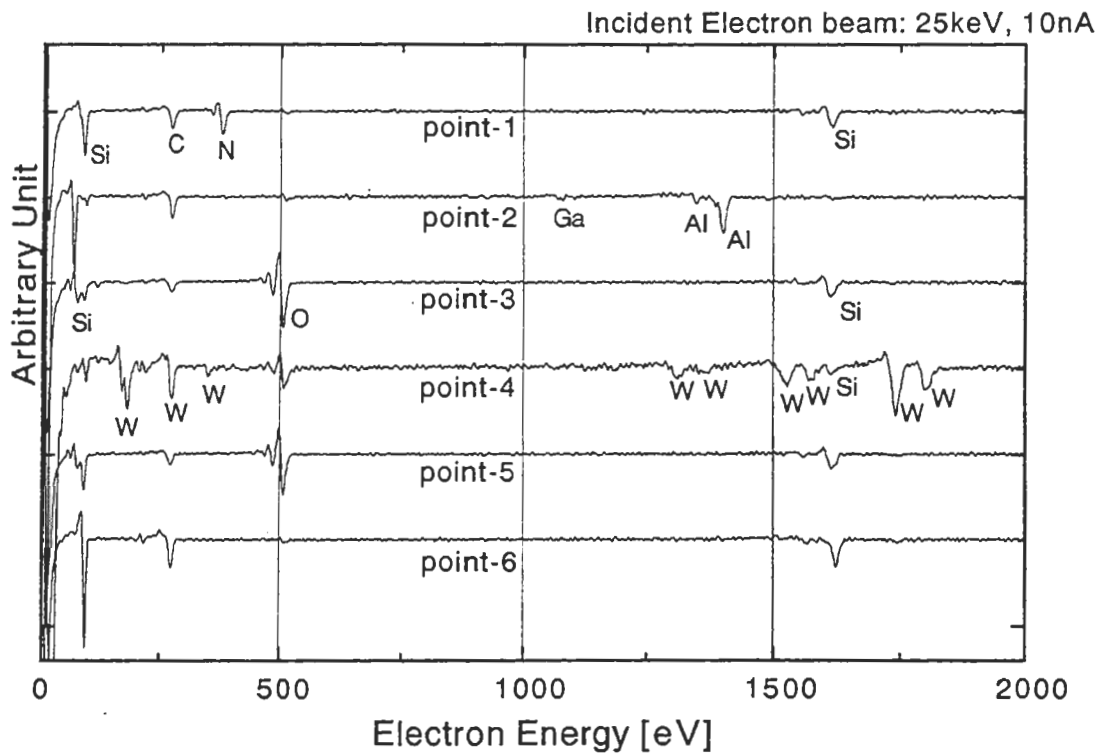


Fig. 7 Auger spectra of the semiconductor specimen made by the thin film method

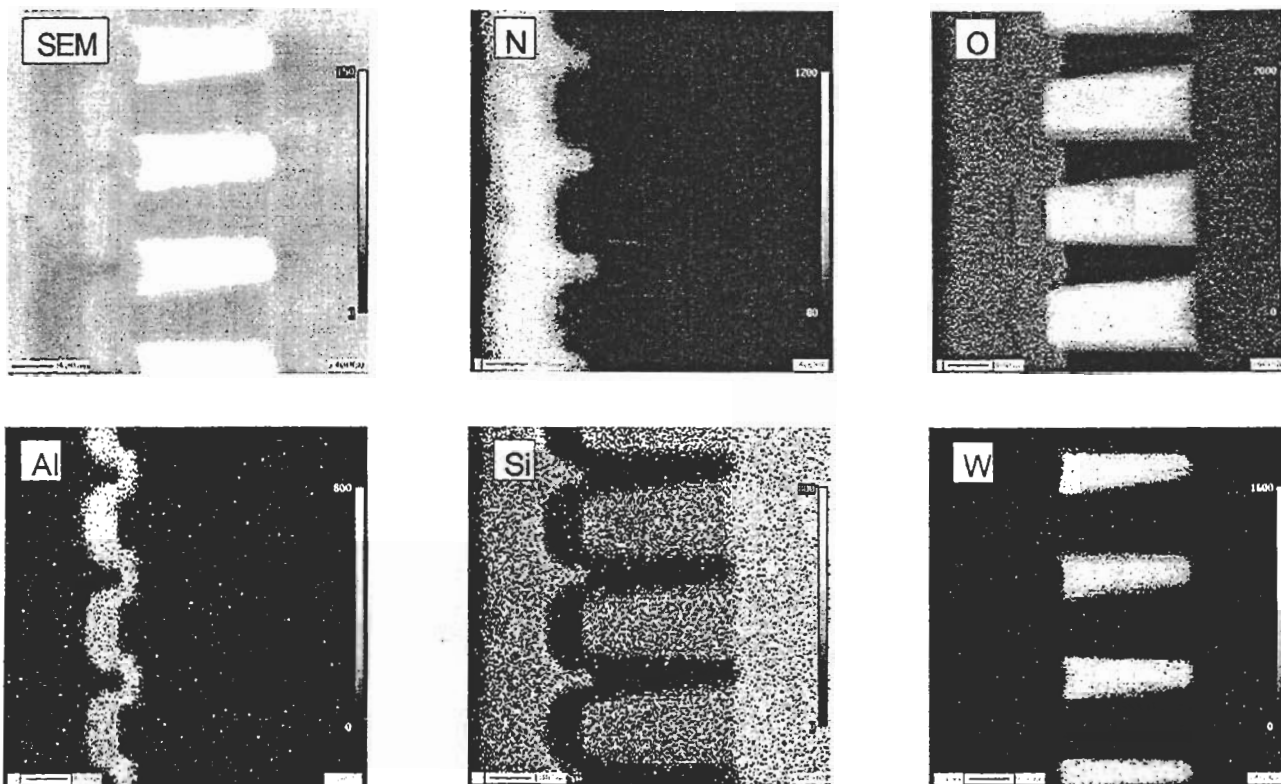


Fig. 8 Auger images of the semiconductor specimen made by the thin film method
(Electron beam condition: 25keV, 10nA)

5. 結 言

オージェ電子分光法は数 10nm の高空間分解能で元素分析・状態分析ができる有力な表面分析手法である。しかし、集束電子ビームを用いるために、絶縁物分析に関しては、帯電の影響が大きく、不得意であるといえる。そこで今回は、FIB を用いて試料を 100nm 程度の薄膜にすることで、帯電現象を抑える「試料薄膜化法」という新しい方法を紹介し、その応用例を示した。この手法は、液晶パネルなど、酸化物や窒化物などの絶縁物中に形成された構造に対しても適用することができ、オージェ分析の可能性を大きく広げる手法であると確信している。

[参考文献]

- [1] 堤 健一：2000 年日本電子 EPMA・表面分析 ユーザーズミーティング資料(2000) JEOL
- [2] 長澤勇二：SCAN TECH 2000 予稿集, 14(2000) JEOL
- [3] K.Nikawa: J. Vac. Sci. Technol. B9, 2566(1991)

<コメントに対する回答>

査読者：井上雅彦氏（摂南大学）

- > 本論文で提案している技術は AES の適用範囲
- > を大きく広げるもので、かつ汎用性があり、
- > JSA に掲載する価値があると思います。ただ、
- > ここで提案 されている「試料薄膜化法」では
- > 薄片化した試料のピックアップ技術が重要な
- > 役割を果していると思われませんが、それに関
- > しての説明がやや不足している感があります。

ピックアップに関する過程は、まだ我々もノウハウを蓄積している段階で、また次の機会で説明させていただきます。

- (1) Fig.3 の FIB 加工後の試料の状態について。両脇の切込みはわかるのですが、底辺部の様子がよくわかりません。ここでは薄膜は完全にはバルクと分離していないと思って良いですか？

FIB 装置で薄膜加工する際に、試料を傾斜して両脇と底辺部を、完全にバルク部分から切

り離します。

Fig.5 の最初の図をよく見てもらうと、バルクと切り離され、少しずれて引っ掛っている様子がわかります。薄膜試料の端点で切り離されていない部分があったとしてもいいですが、基本的にはバルク部分と切り離します。

- (2) 上でもし完全に分離していないとするとガラスプローブを使って薄膜試料をバルクから折り取る作業が必用となりますが、一本のプローブだけでどのように試料を扱っているのか、そのあたりを少し補足して頂けると良いと思います。

先端を丸めたガラスプローブ一本で、ピックアップと搬送を行います。ガラスプローブと試料は、静電気力で吸着しているといわれています。バルク部と完全に切り離された試料は、プローブ先端に簡単に吸着し、点接触しているのでグラファイト上に容易に載せる事ができます。

- (3) Fig.5 のストライプ状の試料は何ですか?もしさしつかえなければ Figure Caption か本文に加えて下さい。

IC のテストパターンです。本文とキャプションに加えていただきました。

- (4) 薄膜化法の利点のうち帯電防止効果については今回示された結果によって美しく証明されていますが、もうひとつの利点のダメージの軽減についても何か事例をお持ちでしょうか?

本文で扱った薄膜試料を、グラファイトに載せる時に、表面にあったゴミに試料端が掛かってしまい、グラファイトから傾いて浮いたことがありました。その試料に対して入射電子ビーム 25keV, 10nA でオージェ分析すると、電子ビームのほとんどが透過するにも関わらず、熱によるビームダメージで試料が短時間の間に変形して折れ曲がりました。これは、基板であるグラファイトと面接触していないため、熱が基板へ拡散できなかつたからだと考えられます。

査読者：城昌利氏（産業技術総合研究所）

- 1) 写真にスケールを入れてください。

すいません。忘れていました。本文の写真中にスケールを入れておきました。

- 2) 大気中のピックアップシステムについて。大気中である特別な理由がありますか。ピックアップが試料片を保持できるのは静電的な力ですか。グラファイトの上にリリースできるのはグラファイトにより強く吸着するからでしょうか。

原理的には、ピックアップシステムが真空中であっても大気中であっても問題はありませぬ。現時点では、大気中でピックアップシステムを構築していますが、大気中でピックアップ・搬送を行ってもオージェ測定を行うにあたって、特に問題はありませんでした。今のところ真空中に導入する計画はありません。ガラスプローブの先端では、球面の点接触で吸着しており、グラファイト上にリリースした時は、面接触で吸着しています。そのため、接触面積の違いでグラファイト上では、より強く吸着すると考えています。

- 3) 100nmにすれば、この方法で、どのような絶縁物も分析できると考えてよいですか。

経験的に厚さ 1 μ m 以下の試料であれば酸化物等の絶縁物でも帯電の影響が小さくなります。また、入射電子ビームの加速電圧を高くすればするほど、絶縁物であっても入射電子は試料を透過してグラファイト内部で拡散するために、帯電の影響は小さくなります。そこで、100nm であれば 10~25keV の加速電圧で大概の絶縁物試料に対して分析が可能となると考えています。