卒業研究報告

題 目

集束オンビームによる電子材料の加工と評価

指導教員

河東田 隆 教授

報告者

野中 英治

平成 13年 2月 9日

高知工科大学 電子・光システム工学科

集束イオンビームの電子材料の加工と評価

目次

1章 序論 はじめに

目的

- 2章 使用装置の説明
 - 2.1 集束イオンビーム装置の説明 装置の概要と説明 装置の構造図と説明 装置の仕様
 - 集束イオンビーム加工装置の構成
 - 2.2 SEM-RAMAN 複合装置の説明 RAMAN 測定法 装置構造
- 3章 集束イオンビームによる加工
 - 3.1 まえがき
 - 32 加工の条件 試料について 結定について 調整について
 - 3.3 加工手順こつに
 - 3.4 まとめ
- 4章 加工林約評価
 - 4.1 評価目的
 - 4.2 評価方法
 - 4.3 測定

測定部分の各資料表面 測定条件 評(町手順

4.4 測定結果

集束イオンビーム加工による GaAs, Si, Al₂O₃, MgO, MoOの Dose と Depth の 関系 親定。 異なるビーム 沿こよる 深さの 測定 結果

ラマン分光測定を用いて加工面と未加工面の測定結果のデータ比較

4.5 測定結果のまとめと考察

5章 結論

1章 序論

1.1 まえがき

収束イオンビーム(Focused Ion Beam)装置は、走査電子顕微鏡(Scanning Electron Microscope)と共に半導体デバイスの評価に広く利用されている装置 です。この装置はGaイオンビームを数十 nm に集束させ試料に正確に照射さ せることができ、それにより微細加工を行うことができる。本学科にある FIB については主として透過型電子顕微鏡(Transmission Electron Microscope)の 試料作製を目的とした加工装置であるが自分自身、加工して行く過程において FIB がサンプルへあたえる影響の具体的なデータが必要となった。しかし加工 を行う際に参考となる資料が十分でなく実験で使えるようなデータが乏しいこ とから、いろいろな方向から FIB の評価をして今後も利用できるものを残そう と思っている。

1.2 目的

集束イオン装置がさまざまな電子材料(GaAs、Si、Al2O3、MgO、MoO)へのドーズ量当たりの削る深さをもとめる。また測定条件を変えたときに加工結果がどう変化するのかを二次電子像を用いて観察する。GaAs、Si、Al2O3 については SEM-RAMAN 複合装置を用いて加工部分と未加工部分のラマンスペクトルを測定して、実際の加工表面がどのような変化を起こしているのかを評価する。

2章 集束イオンビーム装置の説明

2.1 集束イオンビーム装置の説明

装置の概要と説明

集束イオンビーム加工装置は透過電子顕微鏡の試料作製以外にも半導体 デバイスの配線修復に用いられ、半導体産業では以前から普及している。 集束イオンビーム加工装置では通常30kVのGaイオンビームを用い、そ れをサブミクロンオーダーまで絞り試料表面を走査させ微細加工を行う。 この装置はイオン顕微鏡装置でもあるので、加工領域を見ることがそのま ま加工につながり、加工領域を容易に設定でき、試料の形状変化を連続的 に観察することができる。試料表面の像観察には通常イオンビームによっ て励起された二次電子信号を検出し画像に変換する。この信号検出法は走 査電子顕微鏡像と同様の原理である。実際の集束イオンビーム加工装置に よる表面の二次電子像と表面加工を行った後の二次電子像が図2.1 と図2.2 である。

集束イオンビーム加工の利点は

特定箇所の微細加工が行える。

物質による選択スパッタが少ない。

透過電子顕微鏡用の試料を作製でき作製時間も短い。

事が挙げられ、欠点としては

加工に伴いイオンダメージがある。

Gaイオンが試料内に残留し DES 分析などの障害となる可能性がある。 等が挙げられる。



図 2.1 InGaAs の二次電子像



図 2.2 GaAs の実際の加工表面



図 2.3 集束イオン装置の全体構造

図2.3は集束イオンビーム装置の全体構造図をあらわしている。ステージに乗 せた試料をロードロックよりワーキングチャンバー内に入れる作業以外は通常 すべてコンピュータにより自動制御でなされている。



図 2.4 カラム内の構造

図 2.4 はカラム内でイオンビームが照射される様子をあらわしている。

各部の説明

acceleration (加速電圧): Ga+イオンソースに与えるポテンシャルエネルギーの ことで、実験で使った装置は最大30KVのものです。

ion source (イオン源):イオンビームとさせるための Ga があるところで 30kV の 加速電圧がかけられている。 suppressor(サプレッサー):抑制電圧のことで制御の難しいエクストラクター電 圧で難しいビームの強さの微調整を正の電圧を用いて行う。長時間加 工する時などは自然に抑制電圧がさがってくる。これはソースのGa が減少して引き出される量が減少したものでこのようなときにはエ クストラクターを上げてやり、サプレッサーを適当な値に上げてやれ ばよいが抑制電圧のため上げすぎには注意したい

extractor (エクストラクター): いわゆる引出し電圧のことでイオンソースに対 してマイナスの電圧をかける事によって + イオンとなったガリウム を引き出すことができる。だいたい 10 k v 付近にビームの閾値があり 急激にビームが放出されるため制御が難しい。

Lens1:第1段階目のビームの集束を行うところ。

stigmator:ビームの軸をずらして正確にアパーチャ - の穴に照射させるために調 整する。

Limiting apertures(アパーチャーサイズ): レンズ1で集束されたイオンビームを あらかじめ設定された大きさの径の穴に落とすことによってビーム 出力を制御する。そのときのビームを出力する径の大きさが aperture size である。当然径が大きいほど出力も増し単位時間の加工量も増す が、試料に与えるダメージも大きくなり微細加工には不向きとなる。 径が小さい場合にはこれとは逆になる。

blanking aperture:最終的なビームの出力をあらわすところで、ここに流れる電 流を基準に加工する時間を計算する。

Lens2:第二段階目のビームの集束を行う。これによりビームの径が数十nmに 集束されてステージ台にある試料を加工する。

Stage: 試料台のことで TEM 加工用の試料作製台以外にも数 cm 程度の試料加工 用台があり使用用途により数種類ある。



図 2.5 チャンバー内の構造

図 2.5 ではカラム(ion column)から放出されたイオンビームを試料に照射させる ときの様子をあらわしている。試料上を自由に移動でき最大 45°まで傾斜、回 転をする事もでき加工用途が広い。

装置の仕様

装置名	Focused Ion Beam System
形式	JFIB-2100
加速電圧	30KeV
最大 ビームロ径	400 μ m
最小 ビームロ径	25µm
ソース	Ga イオン
最大視野	1350 μ m
最少視野	1μm
試料台傾斜角度	0°~45°

集束イオンビーム加工装置の構成

1)作業部

10 n mカラム イオンポンプ 真空チャンバー 防振台 ターボポンプ ロータリーポンプ

2)制御部

- 本体左部 -

真空系制御ユニット(VACCON) ステージ制御ユニット(SERVO) 21インチCRTモニター CPU(IBM RISC6000) 各種電源

- 本体右部 -

電源供給ユニット システム制御ユニット(SYSCON) ビデオプリンター イオンポンプコントロラー ターボポンプコントロラー - その他 -

キーボード一体型操作パネル マウス マルチメーター

- 環境設備 -

圧縮空気 (atmosphere) 冷却水 (H2O) 窒素ガス (DN2)

2.2 SEM-RAMAN 複合装置の説明

装置の原理と特徴

ある物質に単一の振動数 $_{i}$ をもつレーザー光を物質に照射し、入射方向と異なる方向に散乱されてくる微弱な光を分光器に通して観測するとスペクトルが得られる。得られた散乱光のスペクロル線を整理すると $_{i}$, $_{i}$ \pm $_{1}$, $_{i}$ \pm $_{2}$...のような関係が成立する。入射光と同じ振動数を与える光散乱をレイリー散乱(Rayleigh scattering)、 $_{i}$ \pm $_{R}$ ($_{R}$ >0)を与える光散乱をラマン散乱(Raman scattering)と呼び、 $_{i}$ + $_{1}$ 成分はストークス散乱光、 $_{i}$ - $_{1}$ 成分はアンチストークス散乱光とよばれている。入射光とラマン散乱光の振動数差 $_{R}$ をラマンシフト(Raman shift)という。このラマンシフトは物質固有であり、

物質の種々の運動状態に対応するエネルギー準位に関係づけられる量である。 光の量子論では振動数をもつ光は、アインシュタインの関係式

E=h

で与えられるエネルギーEをもつフォトン(Photon)の集合とみなされる。ここで hはプランクの定数である。この様な見方をすると、光散乱は入射したフォト ンと物質の衝突過程が考えられる。弾性衝突による散乱がレイリー散乱で非弾 性衝突による散乱がラマン散乱となる。ラマンスペクトルはこれらの入射フォ トンと散乱フォトンの差のラマンシフトを測定することによって得られる。

図 2.6 の SEM-RAMAN 複合装置はこれらの特性を利用して SEM 像を見なが らラマンスペクトルを測定でき、集束イオンビームで加工した微細な部分を観 察するのに適している。なお SEM-RAMAN 複合装置では水冷式 Ar⁺レ - ザー を励起光としていて、試料を真空にすることが出来正確な測定が可能となって いる。 SEM-RAMAN 複合装置構造図



図 2.6 装置構 b) 装置外観

3章 集束イオンビーム装置による加工

3.1 まえがき

前章で述べたとおり本装置は Ga イオンビームをソースよりひきだして、サン プルへ正確に照射することにより試料表面を微細加工することができる。この 装置において実際に使うにあたっての設定条件や調整のノウハウ、加工前の表 面が加工後どのようになるのかなどを SEM 像を用いて比較しながら集束イオ ンビームによる加工を紹介する。また、この装置を用いるにあたって、性能を 十分に発揮させるためにはいくつかの知識やコツを得なければならない。また 機械である以上故障や不調は付き物であるができるだけ長く快適に使えるよう、 自分が今まで微小ながら経験で得たものを生かした説明をこの章では取り扱う。

3.2 加工の条件

試料について

この装置は多くの電子材料を加工することができ、二次電子像(二次イオ ン像)も見ることができる。しかし装置の構造上絶縁体、とりわけ帯電しやす い物質の場合なぜか上手く加工できないものもまた多くある。これは Ga イオン が試料表面に衝突したことにより加工表面が正に帯電したからである。表面が 正に帯電するとGa イオンビームが曲げられて正確な照射ができなくなる。また、 二次電子の信号も減少し加工をするのに必要な画像が見えにくくなる。この様 な場合は二次イオンモードに切り替えればよい。電子に比ベイオンは重く画像 信号の検出数が少ないが、試料の帯電防止機能としてフラッドガン(FLOOD GUN)が付いている。これはフィラメントを過熱した際に発生する熱電子を試 料に吹付けて表面を中和する装置で二次電子検出装置ではこの熱電子を検出す る恐れがあるため、二次イオン検出モードでのみ作動するようになっている。 どうも加工が上手く行かないときは二次イオン検出モードを使ってみるとよい し、帯電予防策としてあらかじめ表面に導電性の物質をコーティングしておく のもよいだろう。

加工を行う上で特に重要なのは如何にして加工部分以外のダメージをなくす かと言うことであろう。透過電子顕微鏡の試料作製には、硬い試料だけでなく 一度の走査で大量に削れる柔らかい物質も加工しなければならないので細心の 注意を払いながら出来るだけ走査は控えたほうがよいだろう。表面に部分的な 保護を設けるためのデポジション(Deposition)という機能がありタングステンを 表面にくっつけて幾ばくかの保護となる。削れやすい物質や透過電子顕微鏡の 試料作製時にはぜひこの機能を用いるとよいだろう。

設定について

スキャンモード(scan mode):スキャンモードは二次電子を信号源とするエレク トロンモードと、二次イオンを信号源とするイオンモードの二種 類がある。普通はエレクトロンモードでスキャンしているが、イ オンモードを使うのは表面がGa+により帯電しやすい物質(プラス チック等)であるときに用いられる。しかし、イオンモードでのス キャンされた像はエレクトロンモードに比べ画像が粗くなる。こ れは電子に比ベイオンは重いためレンズ近くにあるマルチチャン ネルプレート(MCP)に検出される信号が少なくなるためであ る。

ワーキングディスタンス(WD): 試料台とレンズとの間の距離のこと。この距離を短くするとMCPに検出される信号も距離が短くなっただけ多くなり、より鮮明な画像が得られる。さらにノイズの影響も受けにくいため微細加工が行いやすい。しかし大きい試料や試料台を傾けるとき、或いはデポジションをする時などは安全のために距離を多めに取らなくてはならない。

デポジション(deposition):画面にうつしだされる画像はスキャンした画像を見な がら加工していく過程で必要になって行くが走査線電子顕微鏡 (SEM)の像と違い、削りながら見ることとなる。このため薄膜な どの加工を行う場合は表面にコーティングを施さなくてはならず、 そのためにタングステンをデポジション(堆積)させる。

CCIG (A cold cathode ionization gauge): チャンバー内の真空度をあらわし、単位 は t o r r 。10E - 7 から 10E-8 のオーダーで加工を行うが、この値 が高い場合にはビームがずれたり感度が悪くなったりする

ドーズ量(Ion dose):ドーズ量とはイオン注入独自の概念で試料に注入した単 位面積当たりのイオン数の総量をあらわす。

集束イオンビーム装置では次のように表される。

 $D = (I T/S_x S_y) N$

D[nc/µm]:ドーズ量 I[nA]:ビーム電流

T[sec]:1 点への照射時間 S_x, S_y[µm]:照射点と照射点の間隔

調整について

始業の時に行うキュアリングはとても大事で、きちんと行わなければビーム が出なくなることがある。急な操作も厳禁である。しかし、たまに使うとビー ムが出なくなることがあり、この場合やむを得ずソースヒーティングを使う場 合は必要な最低限だけ行うことが長く装置の性能を引き出すことにつながる。 一般の加工のときに必要な調整は焦点(Focus)、倍率(Magnify)、色合い(Contrast)、 明るさ(Bright)、ビームの軸(Stigmation)、試料台位置(Stage)などがあるがすべ て経験で覚えて行くしかない。

3.3 加工手順について

まず、加工する試料の性質を知らなくてはならない。次に一点加工領域付近 で加工に関係のない場所を選び焦点やその他の調整をそこですべての調整を行 う。その後出来るだけ少ない回数の走査で目的の領域の加工を行う。つまり如 何に表面のダメージを抑えて希望どうりの加工にするかがこの装置の性能を高 める方法だと思っている。

3.2 まとめ

集束イオンビーム加工装置を用いてよいデータをとるためには、装置の性能 を引き出せるような環境整備、装置の整備、作業の効率化に留意すると共に経 験を必要とするのは、他の装置と同じことである。失敗を恐れながらも、挑戦 してみるのもよいと思う。一言で言うのならば出来るだけ大事にそして慎重に、 が重要である。

4章 加工材料の評価

4.1 評価目的

集束イオンビーム加工装置を用いて断面の観察をおこない膜厚の測定を行う ことがよくある。しかしながらドーズ量に対し削れる深さがどの程度になるの かわからないため、あるときは浅く、またあるときは深すぎて効率のよい加工 を行うことができなかった。このことからドーズ量に対する深さのデータを測 定する。また、加工条件により削れ方も違っていたことから、同時に加工条件 を変えたときの表面の観察と深さを測定する。

もうひとつの目的は、集束イオンビームを用いて透過電子顕微鏡像を観察す る場合、厚さを 0.05 µm 程度まで薄くしなければならない。しかしこの装置の 欠点のひとつである加工面へのダメージがあるため断面がアモルファスとなり 上手く観察できない物質があった。このことから表面へのダメージを具体的に 測定することにした。

4.2 評価方法

集 束 イ オ ン ビ ー ム を 用 い て GaAs, Si, Al₂O₃, MgO, MoO の加工を行って深さ測定をした。

集束イオンビームの加工条件を変えた場合の削れ方や深さなどのデー タを測定した。

加工した部分を SEM-RAMAN 複合装置を用いて周辺部と加工表面を、 ラマン分光の測定を行った。

4.3 測定

測定部分の各試料表面

図 4.1~4.5 が GaAs、Si、Al2O3、MgO、MoO の 5 つの試料を 45°傾けた状態の二次電子像(二次イオン像)である。四角く穴の空いたところが集束イオン ビーム加工した場所で、この場所を測定する。



図 4.1 GaAs の集束イオンビーム加工後の表面

FOV: 150.00 um	Stage Tilt: 45.0 deg	Acceleration: 30 kV
Si	default mill	
Dose 16 Dose 8	Dose 4	Dose 2
<u>بنينينين</u> Z 25u		<u> X 15u</u>

図 4.2 Si の集束イオンビーム加工後の表面



図 4.3 Al₂O₃の集束イオンビーム加工後の表面



図 4.4 MgO の集束イオンビーム加工後の表面





図 4.5 (a)MoO₃のドーズ量 100[nc/µm²]での加工後の表面 (b)MoO₃のドーズ量 50[nc/µm²]での加工後の表面

測定条件

加工時

加速電圧:30 k V aperture size:200 µ m ステージ角度:0° メージモード:二次電子像 ワーキングディスタンス:25.5mm 加工範囲:任意(数十 µ m) ドーズ量:任意 加工法:default mill

測定時

加速電圧:30 k V アパーチャーサイズ:50 µ m ステージ角度:45° メージモード:二次電子像 ワーキングディスタンス:25.5mm スキャンスピード:slow

以上の条件で測定を行った。なお、物質の性質上、上記の条件以外の設定での 測定も行ったが測定結果が変わらないように留意した。

評価手順

GaAs、Si、Al2O3、MgO、MoO の各試料のドーズ量と深さの関係の測定手順

一定の条件であらかじめ複数の異なるドーズ量によって加工された各物 質をステージの角度を 45°に傾けた状態で集束イオン加工装置の画面に映 し出された二次電子像(二次イオン像)をもとに、各ドーズ量で加工された 部分の深さを画面の測定ツールを用いて測定した。

異なるビーム径による深さ測定

GaAs を aperture size 400 µ m、200 µ m、100 µ m の異なる 3 つの大き さのビーム径を用いてそれぞれドーズ量が 2[nc/µ m]、4[nc/µ m]、8[nc/µ m]の加工条件の時の深さを と同じ方法で測定する。

GaAs、Si、Al2O3の各試料の加工部分と未加工部分のラマンスペクトルの測 定手順

各物質をドーズ量 8[nc/µm]の集束イオンビームで加工した部分に 300 秒 の測定時間でラマンスペクトルの測定を行う。その後、加工面から十分に離 れた同じ物質上で再びラマンスペクトルの測定を行う。

4.4 測定結果

集束イオンビーム加工による GaAs, Si, Al₂O₃, MgO, MoO の Dose と Depth の 関係測定。

GaAs、Si、Al2O3、MgO、MoO のドーズ量に対しての深さを二次電子像(二次 イオン像)により測定し、図 4.6~4.10 にグラフとして示してある。





図 4.7 Si のドーズ量と深さの測定結果



図 4.8 Al₂O₃のドーズ量と深さの測定結果



図 4.9 MgO のドーズ量と深さの測定結果



図 4.10 MoO₃のドーズ量と深さの測定結果

. 異なるビーム径による深さの測定結果

図 4.11 は GaAs を aperture size が 4 0 0 µ m、 2 0 0 µ m、 1 0 0 µ mの 3 つの 加工条件で加工したときの各 Dose に対する Depth の関係をあらわしたグラフで す



図 4.11 GaAs の aperture size の違いに よる Depth と Dose の関係

ラマン分光測定を用いて加工面と未加工面の測定結果のデータ比較

aperture size: 200 µ m, milling: default mill (注 1), Dose: 8 [n c / µ m²](注 2) の 加工条件のもとで GaAs, Si, Al₂O₃ の加工部分と未加工部分のラマンスペクトル 測定の結果をそれぞれ図 4.12、図 4.13、図 4.14 のように示す。 注 1:一般的な加工方式、仕上げ用として別に polish mill、荒削り用として singlepass がある 注 2:イオンの総注入量で深さの目安となる





未加工部分のラマンスペクトル



図 4.14 Al₂O₃ 加工部分と 未加工部分のラマンスペクル

4.5 測定結果のまとめと考察

各物質のドーズ量に対する深さの測定では図 4.6~4.10 の測定結果が示すと おり、ほぼ比例関係が成り立っている。しかし、今回の測定で用いたドーズ量 を大きく超える場合には結果が異なる。それは、ドーズ量を増やすと言うこと は深い井戸のような形になり、削り粕が井戸の外へ放出されにくくなり内側に 再付着して、だんだんと加工効率が落ちるのではないかと思う。深く削る場合 にはあらかじめ広い領域の加工を念頭に置いておく必要がある。

次に、加工部分と未加工部分のラマンスペクトル測定では集束イオンビーム 装置による加工部分のピークは未加工部分の GaAs の LO フォノンピーク (290cm⁻¹)にくらべ強度が弱く、またその形もはっきりしない。

GaAs がイオンビームを照射されて表面の As が蒸発したためにラマンスペクトルのピークが弱くなった。

削れた屑がアモルファス化して測定表面についたためラマンスペクトル のピークが弱くなった。

GaAs をドーズ量 8 [n c / µ m²]で加工した場合、かなり深く削れて深い井 戸のような形になりラマンレーザーが反射検出されなかった。

等が考えられる。図 4.12 の Si のラマンスペクトルはノイズらしき信号が含まれ てはいるものの、LO フォノンピーク(520 c m⁻¹)に関しては強度が変わらな かった。ノイズとおもわれるものはおそらく加工を行われた表面が削られた Si の屑によってラマン光散乱が起きたのではないかと考えている。しかしピーク 位置もピーク強度もほぼ変化しなかったことは、Si 表面が Ga イオンビームに よるダメージが少なかったと言える。図 4.13 は Al₂O₃の集束イオンビーム加工 部分と未加工部分のラマンスペクトルである。この Al₂O₃ も Si と同じように ピーク位置の変化も強度もほぼ変わりはない。Si のラマンスペクトルよりノイ ズの入りが少ない。

ここで Si よりもノイズが少なかったことに対して自分が考えているのはのは、 ピークが強く出たためノイズが小さくなった。 表面が非常に硬くドーズ量が 8 [nc/µm]程度ではあまり削れなかったので削 リカスによる光の散乱は小さくなった。

ということが考えられる。

最後に、異なるビーム径による深さ測定についてはビーム径が大きいほど加 工効率が落ちていることが図 4.14 よりわかる。加工は、基本的に四角いボック スの中を Ga イオンビームを走査させて加工をするため、ビームの径が大きけれ ば端のほうではみ出し、それだけ加工効率悪くなるためではないだろうか。

5章 結論

今回の実験で得られたことは

- 1) ドーズ量と深さの測定をして、ほぼすべての物質で比例関係があること がわかった。
- 加工部分と未加工部分のラマン測定を行って、今回測定した物質では加 工後、ラマンスペクトルに変化があった。
- 3) aperture size が大きくなるほどドーズ量当たりの削れる深さが少なくなる ことがわかった。

今回はSi, GaAs, Al₂O₃, MgO, MoO₃に対するFIBの加工による加工パラメータ をあきらかにできた。

謝辞

本研究は高知工科大学工学部、河東田 隆 教授の指導の下に行われたののである。研究を進めるにあたり、懇切丁寧な御指導と御激励を賜りました 河東田 隆教授に深甚の謝辞を表します。

また、実験を進めるにあたって、さまざまな御協力をいただいた本学科の教授の方々に心よ り感謝いたします。

実際に実験を進めるにあたって、御助言、御指導を賜りました西田 謙助手に深く感謝いた します。右も左も解らぬものに、懇切丁寧な御指導を賜り心からの感謝をいたします。

本研究を行うにあたり、さまざまな御助言、御指導を賜った本大学修士の森沢 桐 氏に心 から感謝します。氏には常日頃より無知な小生に熱心な御指導を賜り、本研究をまとめるにあ たり多大な励みとなりました。

最後になりましたが同じ河東田研究室の共同研究者の白川 宰君、SEM-RAMAN複合装置を 使うにあたって協力してくれた安部 智規君と石田 祐樹君、そして研究室の皆様に感謝いた します。