

FIB 用試料保護膜の製膜可能なカーボンコータの開発

早乙女 秀丸* 勝田 禎治** 吉田 壽治**

1. はじめに

大学や研究機関、半導体関連企業などの主要顧客より、安価でランニングコストの安いシャープペンの芯を蒸発源としたカーボンコータで製膜したカーボン膜を、FIB の試料保護膜用として使用したいという要望がある。

この要望に対応するため、実際に FIB を使用したカーボン膜の評価を行い、FIB 用試料保護膜の製膜可能なシャープペン式カーボンコータの開発を株式会社真空デバイスと共同で行った。

2. 目的

FIB 用保護膜は試料表面の加工・変質を避けるため全面に蒸着するモノであり、加工部を探すための観察ビームには耐えながらも、試料を切り出すための加工ビームでは容易に削れるという条件が求められる。

しかし、FIB による断面観察試料作成法には決まった手順がなく、耐久性の基準となる指標や評価する方法もなかった。

このことから本研究では、耐久性基準とその評価方法の設定を行い、FIB 用試料保護膜の製膜条件確立を目的とする。

3. FIB ビームとその影響

3.1 FIB ビームについて

今回耐久性評価に使用した FIB は、日立ハイテクノロジー製 FB-2100 である。この機種は、加速電圧・モード・アパーチャー径の三点でビームの出力が決まる。表 1 は一般的に使用される FIB ビームの分類とその用途である。

表 1 FIB ビームの分類

Beam Name	標準ビーム電流 (nA)	主な用途
40-1-650	30.00~42.00	粗加工
40-1-300	5.00 ~ 9.00	粗加工
40-1-150	1.10 ~ 2.80	粗加工/中加工
40-1-80	0.30 ~ 0.60	中加工
40-1-40	0.06 ~ 0.15	仕上げ加工
40-1-20	0.01 ~ 0.04	仕上げ加工
40-0-150	0.22 ~ 0.50	観察 (広域)
40-0-80	0.06 ~ 0.12	観察 (標準)
40-0-40	0.01 ~ 0.03	観察 (標準)
40-0-20	0.01 以下	観察 (微小領域)
40-0-5	0.01 以下	観察 (微小領域)

※ Beam Name の意味 : XX-Y-ZZZ 【XX:加速電圧, Y:Mode (0:観察, 1:加工), ZZZ:アパーチャー径】

3.2 加工影響について

FIB はガリウムイオンを加速させ試料に照射し、表面の原子を飛ばすことで加工を行う。このガリウムイオンは集束レンズやアパーチャーを通して集束されビームとなり、指定加工範囲に照射される。

しかし、一部のイオンは集束されず散乱し、その結果観察部を痛め TEM^{※1}や元素分析の際に問題になる。この散乱ビームによる被害は 40-1-650 を使用した場合、指定加工範囲 (図 1 の黒色部) の外周から 1.5~2 μ m 離れたところ (図 1 の斜線部) まで受ける。また、深さについては、表面から約 32nm^{※2}までダメージを受ける。

※1 TEM : 透過型電子顕微鏡

※2 シリコン基板を加工した場合のダメージ深さ

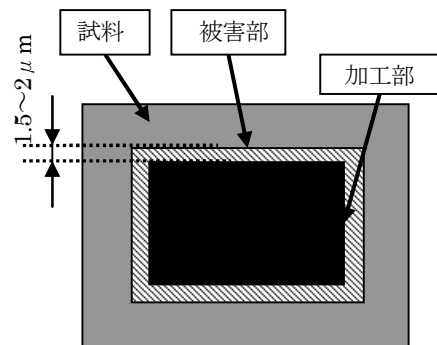


図 1 ビーム影響概念図

3.3 マイクロサンプリング法

この方法は日立製 FIB 特有の TEM 及び SEM サンプル作成方法であり、図 2 のように加工を行う。使用するビームや加工時間などはサンプルによって異なるが、一例として 14 μ m \times 4 μ m \times 10 μ m のシリコンサンプルを切り出した際の加工条件を表 2 に記載する。

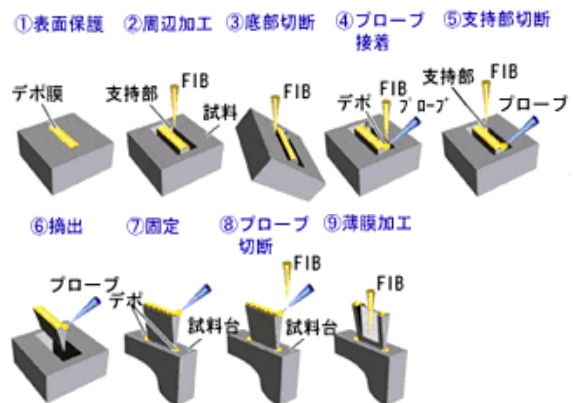


図 2 マイクロサンプリング法 (日立ハイテクノロジーHP より)

表2 マイクロサンプリング加工条件

工程	使用ビーム	照射時間 (min)	工程	使用ビーム	照射時間 (min)
①	40-1-40	10	⑥	40-0-40	約1
②	40-1-650	7.5	⑦	40-0-20	10
③	40-1-150	15	⑧	40-1-80	2
④	40-0-20	10	⑨	40-1-40 など	20~ 180
⑤	40-1-150	8	観察	40-0-20 など	約1

※工程の番号は、図2の番号に対応する。

※⑥は700倍、⑧は2000倍、その他は4000倍で観察しながら加工を行う

3.4 断面観察法

この方法は、センターでメッキ膜などの薄膜を観察するのに使用している方法である。表3には、厚さ5μmのメッキ膜を観察する際の加工条件を記載する。

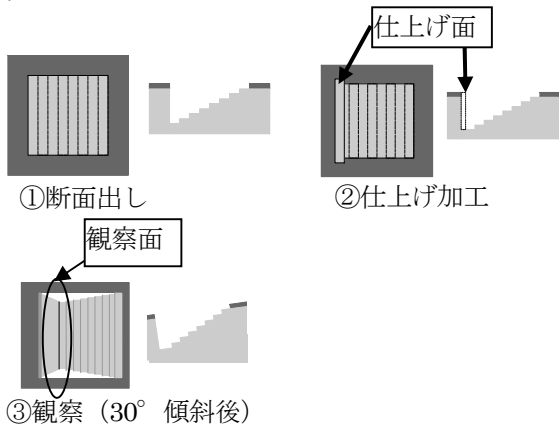


図3 断面観察法(左：上面図，右：断面図)

表3 断面観察加工条件

工程	使用ビーム	照射時間 (min)	加工サイズ (μm)
①	40-1-300	5	15×15×10
②	40-1-150, 40-1-80	10, 15	16×2×10, 16×0.5×10
③	40-0-40	約1	-

※工程の番号は、図3の番号に対応する。

※③の観察以外は4000~6000倍で観察しながら加工を行う。

4. 研究内容

4.1 実験サンプルの製作 (真空デバイス)

製膜時の真空度や膜厚の違いによる膜の強度を検証するため、図4の2機種を使用し、表4の条件でサンプルを作成した。



図4 カーボンコータ (左:VC-100 右:VE-2030)

表4 サンプル条件

No.	装置	真空度 (Pa)	本数	想定膜厚 (nm)	WD (mm)
4-1	VC-100	0.5	2	100	55
4-5	VC-100	0.5	4	200	55
4-6	VC-100	0.5	6	300	55
5-1	VE-2030	1×10 ⁻⁴	2	100	55
5-5	VE-2030	1×10 ⁻⁴	4	200	55
5-6	VE-2030	1×10 ⁻⁴	6	300	55

※蒸発源に使用したシャープペンの芯はすべて三菱製φ0.5mmである。

※WDとは蒸発源から試料までの距離

4.2 耐久性基準と試験方法の検討

上記3.3, 3.4で記載した方法や今までの加工経験を元に、観察・加工それぞれに合わせた耐久性基準ビームを、照射ビーム・照射面積・照射時間の3要素で設定した。

また、基準ビーム照射後の膜評価方法についても、EDX・EPMA・ESCA・膜厚測定の方法を比較して、最良の方法を検討した。

- ※ EDX：エネルギー分散X線分光法
- ※ EPMA：電子線マイクロアナライザ
- ※ ESCA：X線光電子分光

4.3 EDXによる分析

今回決めた耐久性基準を含む、10条件(表5)でFIB加工を行い、測定試料とした。EDXはEDAX製(搭載SEMは日立ハイテクノロジー製S-4300)を使用して行い、マッピング分析については①~⑩まですべて行い、線分析については①~③の部分について行った。

表5 EDX分析用加工の条件

番号	加工ビーム	番号	観察ビーム
①	40-1-650	⑦	40-0-80
②	40-1-300	⑧	40-0-40
③	40-1-150	⑨	40-0-20
④	40-1-80	⑩	40-0-5
⑤	40-1-40	※照射時間はすべて1min	

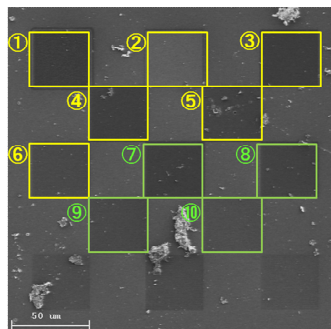


図5 加工後のサンプル

5. 結果と考察

5.1 耐久性基準の検討結果

下記の理由から、表 6 のように耐久性の目標を設定した。

- ・ **ビーム**：観察ビームは、試料観察や試料固定の際に使用される、40-0-40 と 40-0-20 にした。
加工ビームは、断面出しや周囲加工など大きな加工に使用される、40-1-650 と 40-1-300 にした。
- ・ **面積**：加工と観察を行う際に最適な $36 \times 36 \mu\text{m}$ とした。
- ・ **時間**：観察ビームに対しては耐久性が求められるため、観察時間の平均である、1 分とした。
加工ビームに対しては加工できることが求められるため、従来の加工時間を超えない、1 分とした。

表 6 耐久性基準

区分	ビーム条件			ビーム照射後の結果
	ビーム	面積 (μm)	時間 (min)	
観察 1	40-0-40	36×36	1	全体的にカーボンが残っている
観察 2	40-0-20	36×36	1	
加工 1	40-1-650	36×36	1	全体的に削れており、母材が確認できる
加工 2	40-1-300	36×36	1	

5.2 試験方法の検討結果

基準ビーム照射後の膜評価方法については、表 7 のように比較検討を行った。その結果、測定結果の比較が分かりやすく、また試料の載せ替え等の試料を痛めるリスクが少ない、EDX によるカーボン残量測定で評価することにした。

表 7 測定方法の比較

試験方法	測定対象	測定結果について
EDX	C	結果が分布マップやグラフで出力でき、比較しやすい
EPMA	C	結果が分布マップやグラフで出力でき、比較しやすい。測定に試料の載せ替えが必要。
ESCA	Ga C	測定時間が 2 4 時間以上と長い。測定に試料の載せ替えが必要
膜厚測定	膜	膜が薄いため判別しにくく、測定誤差が多い。

※ C:カーボン, Ga:ガリウム

5.3 EDX 分析結果

表 8 に VC-100 (低真空)、表 9 に VE-2030 (高真空) の結果を示す。

マッピング、線分析ともに加速電圧 15kV、倍率 600 倍で測定しており、No. は表 4 に、マッピングおよび線分析結果内の番号は表 5 に対応している。

マッピング結果の細かい黒い点はカーボンの存在を示しており、点が多いほどカーボン量が多い。

線分析中の線グラフがカーボンの量であり、上に行くほどカーボンが多い。

表 8 VC-100 の結果

No.	マッピング (マッピング+SEM 像)	線分析 (グラフ+SEM 像)
4-1		
4-5		
4-6		

表 9 VE-2030 の結果

No.	マッピング (マッピング+SEM 像)	線分析 (グラフ+SEM 像)
5-1		
5-5		
5-6		

※ 5-6 のみ SEM 像と合成されていない

まず、加工ビーム（結果内番号①～⑥）の結果について記載する。表 8 と表 9 の同じ膜厚同士（4-5 と 5-5 等）で分析結果を比較したところ、カーボン分布に大きな差は現れず、製膜時真空度の違いによる加工の差は見られなかった。

膜厚の違いによる加工の差について、線分析では余り確認できないが、マッピング結果では表 8 表 9 ともに②の部分で大きな差がでた。②の結果を 4-1 から 4-6 へ順に追っていくと、徐々にカーボンの黒い点が増えていくことが確認でき、4-6 では全体的にカーボンの黒い点が多く、削り残しがあることが確認できる。

また、③～⑥の分析結果については、どの条件に置いてもビームを照射していない部分とほとんど同じであり、カーボン膜が削れていない事が確認できた。

次に観察ビーム（⑦～⑩）の結果について記載する。4-5 と 5-5 や 4-1 と 4-6 等、どの条件を比較しても測定結果にビームを照射していない部分と変化がなかった。このことから、観察ビームはカーボン膜に対し、影響がないことが確認できた。

これらの結果をまとめたのが表 10 であり、この表から真空度に関わらず 100 nm～200nm の膜であれば今回設定した耐久性基準を満たすことが分かった。

表 10 結果のまとめ

加工条件 製膜条件	加工ビーム						観察ビーム			
	①	②	③	④	⑤	⑥	⑦	⑧	⑨	⑩
VC-100	4-1	◎	○	×	×	×	×	×	×	×
	4-5	◎	○	×	×	×	×	×	×	×
	4-6	◎	△	×	×	×	×	×	×	×
VE-2030	5-1	◎	○	×	×	×	×	×	×	×
	5-5	◎	○	×	×	×	×	×	×	×
	5-6	◎	△	×	×	×	×	×	×	×

※◎：良く削れている，○：削れている，
△：削り残しが多い，×：削れていない
※①②⑧⑨が今回設定した耐久性基準であり、
それぞれ①②が表 6 の加工 1・加工 2、
⑧⑨が表 6 の観察 1・観察 2 に該当する。

6. まとめ

代表的な FIB 加工や過去の加工経験から耐久性基準ビームを作成し、ビーム照射後のカーボン残量を EDX で測定し評価を行った。

評価サンプルは、膜厚と製膜時の真空度の違いによる変化を見るため、シャープペンの心を蒸発源とした真空デバイス製カーボンコート VC-100（低真空）と VE-2030（高真空）を使用して製膜した。

その結果、FIB 用試料保護膜は製膜時の真空度に関係なく 100nm～200nm の膜厚があれば十分対応できる事が分かり、シャープペン式カーボンコートでも十分製膜可能であることが確認できた。

7. 今後の課題

今回評価できなかった散乱ビームによる被害（3.2 記載事項）等を含め、観察試料をどの程度守れるかを検証するため、実際に観察サンプルを作成し TEM による観察や分析を行い、裏付けをとる必要があると思われる。