

TEM 試料作製における FIB 法が試料表面膜へ及ぼす影響

○井上 淳期、山上 朋彦、南澤 比佳理、堀田 将臣、菊地 理佳、塚田 太郎
信州大学 統合技術院 (工学部)

1. はじめに

透過型電子顕微鏡(TEM)観察のための試料作製手法として、集束イオンビーム(FIB)を利用した方法は急速に拡大している。この方法は、様々な材料に適用できることや、加工速度が速いこと等が特徴である。本学工学部では、基板上に成膜された薄膜試料における、膜厚測定の需要が非常に高く、FIB を用いて作製した薄片を STEM 等で観察することにより、膜厚の評価を行ってきた。一般的に、FIB を用いて TEM 試料を作製する手法(FIB 法)においては、デポジションガンを利用して保護膜を作製する工程があり、この工程で試料表面が損傷することは広く知られている。

そこで本研究では、FIB を用いた TEM 試料作製処理が試料表面に及ぼす影響を明らかにするため、種々の手法で TEM 試料を作製・観察し、膜厚を比較することで試料表面への影響を評価した。

2. 実験

試料表面へのダメージを比較・評価するため、FIB 法の他に、ブロードイオンビーム法(BIB 法)や予備保護膜を作製してから FIB 法を行う手法(予備保護膜+FIB 法)を用いて薄片試料を作製し、STEM 観察を行った。また、STEM 観察以外の膜厚評価法として、X 線反射率測定(XRR)を行った。

2-1. 試料

Si 基板上に Pt スパッタ装置(Hitachi High-Tech, E-1045)を用いて、試料ターゲット間距離 35 mm、15 mA で 300 s のスパッタを行うことにより、Pt 薄膜を製膜したものを被験試料とした。

2-2. TEM 試料作製方法

・FIB 法

集束イオンビーム加工観察装置(FIB:JEOL, JIB-4610F)にて、デポジションガンを用いて、保護膜を作製し、バルクピックアップ法により薄片加工を行った。

・BIB 法

2 枚の試料ブロック表面に樹脂を塗布して接着した後、研磨・デインプリングを行うことにより試料中央部を薄片加工した。その後、Gatan 社製 PIPS を使用して、Ar イオンビームを照射することにより薄片加工を行った。

・予備保護膜+FIB 法

試料表面の加工箇所カーボンペーストと高分子を混ぜた溶剤を塗布して乾燥させた後、FIB 装置にて、上記 FIB 法と同一手順を行うことで薄片加工を行った。

上記 3 手法で作製した薄片を走査型透過電子顕微鏡(STEM:Hitachi High-Tech, HD-2300A)にて観察を行った。

2-3. STEM 観察以外の膜厚評価手法

前処理等の必要のない Pt 膜厚の測定手法として、多目的 X 線回折装置(Rigaku, Smart Lab)を用いて X 線反射率測定を行った。

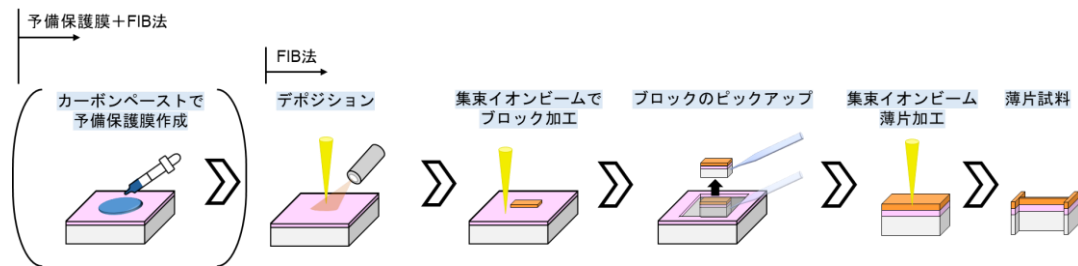


図 1. FIB 法と予備保護膜+FIB 法のイメージ図

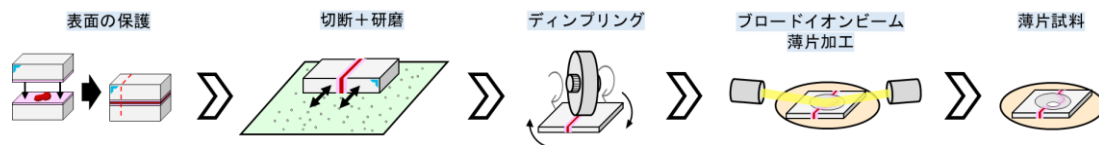


図 2. BIB 法のイメージ図

3. 結果

STEM 観察の結果(図 3)から、BIB 法と予備保護膜+FIB 法で作製された試料の Pt 膜厚は、それぞれ約 37.5 nm、37.1 nm であった。また、XRR 測定において算出された Pt の膜厚は 36.3 nm であった。一方で、FIB 法で作製された試料の Pt 膜は、約 32.5 nm の薄膜と薄膜上部に厚さ 27.7 nm 程度のリデポジション層の存在が確認された。この結果から、FIB 法によって作製された試料の表面 Pt 膜が損傷していることが明らかとなった。デポジションガンの工程で、イオンビームの照射により Pt 層表面が損傷したために膜厚が減少し、さらにダメージを受けた Pt 層がリデポジション層として観察されたものと推察している。一方で、BIB 法や予備保護膜+FIB 法で作製された試料の STEM 観察と、XRR 測定により算出された Pt の膜厚は等しいため、これらの手法においては試料表面膜の厚さへの影響は少ないと考えられる。

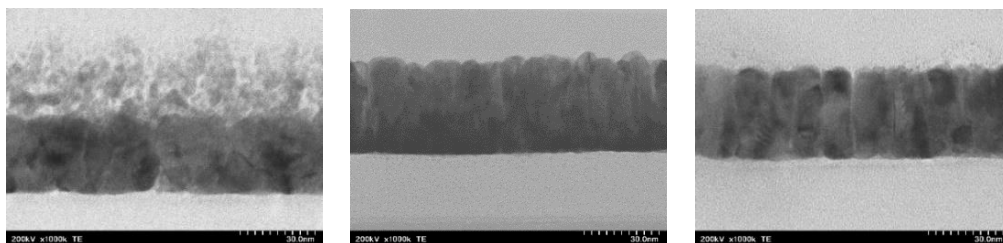


図 3. 左から FIB 法, BIB 法, 予備保護膜+FIB 法で作製した薄片の断面 STEM 像

4. まとめ

TEM 試料の観察における試料作製手法が試料表面膜厚に及ぼす影響について検討を行ったところ、BIB 法や予備保護膜を作製してから FIB 法を TEM 試料作製手法として適用した場合は、試料表面膜厚への影響が少ないことが分かった。一方で、FIB 法を用いて TEM 試料を作製した場合、試料表面が損傷して膜厚が 10% 程度減少していることや、薄膜上層にリデポジション層が生成していることが確認された。以上のことから、FIB 法で TEM 試料の作製を行う場合は、予備保護膜を作製することで試料表面膜の損傷を防ぎ、試料本来の形態を観察することが可能である。

参考文献

- 1) 三留 正則, 原 徹, 長井拓郎 他: “試料作製”, 物質・材料研究のための透過電子顕微鏡. 講談社, p363-384, 2020.