22. イオン・電子デュアル収束ビーム装置による 固体材料中微小部位の三次元分析

坂本 哲夫*

【デュアルビーム三次元分析法の原理】デュアルビームとは、試料断面加工用のガリウム収束イオンビーム(Ga FIB)と断面分析のための分析用ビーム(Ga FIB または電子ビーム)を意味する。図1にデュアルビーム三次元分析法の概念を示す。粒子または板状試料の一端からGa FIBを図中 x 方向に高速走査しながら、 z 方向には極めて低速に走査する。これをshave-off 走査と呼ぶ⁽¹⁾。このとき、試料には平滑かつ平面に近い断面が連続的に削りだされる。もう一本のビームは加工用Ga FIBとは直交する方向、すなわち断面に垂直な方向に配置し、断面(x - y 面)のマッピングを行う。断面加工とマッピングを交互に繰り返すことによって二次元マップの積層という形で試料の三次元マップが得られる。

【特色】イオンビームエッチングとマッピングを交互に行う三次元分析は古くから行われていた。従来法ではビームを加工箇所に対して垂直方向から照射し、面走査を行いながら“掘り下げていく”方法が採られていた。しかしながら、エッチング速度は試料の組成や表面の凹凸に大きく依存するため、均一に掘り下げることが難しく、三次元座標のうち深さが不明瞭になるという問題点があった。これに対し、本手法ではshave-off 走査によって正確な位置にはば平面状の断面が得られ、また、断面と垂直方向からマッピングを行うことによって、 x - y - z すべての座標が二つのビームの走査位置によって定義される点が特長である。すなわち、如何なる形状・組成の試料に対しても適用可能である。図2に加工結果の一例を示す。この例では図中三角印の位置まで断面加工後、加工用Ga FIBでイオン励起二次電子像を取得する操作をコンピューター制御で繰り返した結果である⁽²⁾。なお、Ga FIB照射に伴うGaの蓄積やスパッタ原子の再付着などによる表面組成変化はほとんどないことが加工断面のオージェ電子分光分析によって確認されている。

【性能・限界】三次元空間分解能は断面加工の精度と断面の

図2 粒子試料の断面加工の例(試料: SiO₂ 粒子, 直径 7 μm)。

マッピング面方向分解能によって決まる。Shave-off 走査では加工断面はGa FIBスポット(直径50~100 nm)全体ではなく、電流密度分布の急峻な部分によって形成されると考えられる。したがって、断面の加工位置精度はGa FIBスポット径よりも小さく、少なくとも10 nm以下であることが実験により確認されている。一方、マッピングにおける面方向分解能はマッピング方法によって異なる。パルス化したGa FIBを用いた飛行時間型二次イオン質量分析法(TOF-SIMS)では200 nm程度の面分解能が得られる。また、電子ビームによるオージェ電子分光法(AES)を利用すれば10 nmに迫る分解能が得られる。したがって、断面内(x - y 面)は10~200 nm、断面加工方向(z)は10 nm程度の分解能となる。一方、検出感度はAESまたはTOF-SIMSと同様である。

分析に要する時間は加工時間とマッピング時間の単純和である。加工時間は大きさ数μmの粒子であれば1時間以内であり、マッピング時間は例えば10断面分の場合、概ね1~2時間程度(AESの場合)である。試料サイズ(体積)が大きくなると加工に要する時間が長大となり、実用的には50 μm×50 μm×50 μmが限界である。

【応用範囲】本方法が適用できる試料はSIMSやAESなどの各種表面分析手法に準ずる。これまでに、IC配線部の三次元観察⁽³⁾、ボンディングパッド接合部の三次元元素分布解析(AES, TOF-SIMS)⁽⁴⁾⁽⁵⁾に本手法を用いてきた。最近では、燃焼起源微粒子といった環境試料への応用も始めている。

【測定装置、測定方法に関する文献】

- (1) M. Owari, T. Sakamoto, Zh. H. Cheng, M. Takahashi and Y. Nihei: ECASIA 97, Ed. by I. Olefjord, L. Nyborg and D. Briggs, John Wiley & Sons, Chichester, (1997), 1085-1088.
- (2) T. Sakamoto, Zh. H. Cheng, M. Takahashi, Y. Kuramoto, M. Owari and Y. Nihei: Jpn. J. Appl. Phys., **37**(1998), 2051-2056.
- (3) 坂本哲夫, 程 朝暉, 高橋正典, 倉本靖之, 尾張真則, 二瓶好正: 分析化学, **47**(6)(1998), 313-319.

図1 デュアルビーム三次元分析法の概念図。

* 東京大学助教授; 東京大学環境安全センター(〒113-0033 東京都文京区本郷7-3-1)

Three-Dimensional Microanalysis of Solids by Means of Ion and Electron Dual Focused Beam Apparatus; Tetsuo Sakamoto (Environmental Science Center, The University of Tokyo, Tokyo)

Keywords: three-dimensional analysis, gallium Focused Iron Beam (Ga FIB), integrated circuit (IC), Auger electron spectroscopy (AES), secondary ion mass spectrometry (SIMS)

2002年8月5日受理

【応用例の概要】 ICのボンディングパッド部はチップとパッケージ配線を繋ぐ重要な要素であるが、接合界面の構造は必ずしも明らかではなく、とくに耐熱試験における導通不良の原因解析はICの信頼性を向上させるためにも重要である。本稿では、ボンディングパッド部分についてAESおよびTOF-SIMSをマッピング方法とした三次元分析について解説する。

【試料調製法】 本手法ではGa FIBで削りだした断面を分析するため、表面の清浄化等の前処理は要らない。但し、樹脂包埋した状態のICは機械的研磨を施し、分析箇所を粗加工して測定に供した。

【使用装置】 デュアル収束ビーム装置は筆者らのグループによって試作された⁽¹⁾。装置には、2本のGa FIBカラム、1本のAES用電子ビームカラムがそれぞれ90°間隔で試料方向に設置されている。検出・分析系は二次電子検出器、リフレクトロン飛行時間型質量分析器、四重極型質量分析器、円筒鏡型電子分光器から成る。これらの機器は各々独立または、コンピューター制御による連携動作が可能である。

【顕微鏡の設定条件】 Ga FIB：加速電圧20 kV、ビーム電流85 pA～1 nA、電子ビーム：加速電圧4 kV、ビーム電流1 nA、電子分光器：円筒鏡型(CMA)、パルスカウント動作、質量分析器：飛行時間型(TOF)、リフレクトロン使用。

(1) 三次元オージェマッピング⁽⁴⁾

図3に示すEP-ROM-ICのボンディング部(Auワイヤー/Auパッド/Si基板)を分析対象とした。実験では、ボンディングワイヤー先端から奥に向けて28段階の加工(幅50 μm、加工速度0.87 μm/10 min)とオージェマッピングを行った。測定時間は約22時間であった。図4に断面画像をもとに構築した三次元オージェマップ(Au(a), Si(b))を示す。AuマップにはAuワイヤーならびに平板状のAuパッドが、SiマップにはAuパッドの下部に位置するSi基板が立体的に再現されていることがわかる。

(2) 三次元TOF-SIMSマッピング⁽⁵⁾

ICチップをモールドイングし、耐熱試験(473 K, 500 h)を施した後のボンディングパッド部の三次元解析を行った。

図3 EP-ROM-ICのボンディング部。

図4 ボンディング部の三次元オージェマップ(Au(a)およびSi(b))。

図5 Auワイヤー/Auパッド/Si基板の三次元TOF-SIMSマップ。

図6 Auワイヤー/Auパッド/Si基板接合部分の模式図。

TOF-SIMSは分析時の試料損耗を極力抑えながらも高感度で得られるという特長がある。使用したボンディングパッド部はAuワイヤーがSi基板上的Auパッドに圧着された状態のものである。実験ではパッドに平行な5段階の断面についてTOF-SIMSマッピングを行った。図5にAl⁺およびSi⁺二次イオンマップを示す。Al⁺マップはボンディングパッドの構造を示すが、平板状ではなく、Auワイヤー周辺部および中央部に相当する箇所が明るく観察されているため、それらの部分が盛り上がった形状をしていることがわかる。一方、Si⁺マップはSi基板およびモールド材(SiO₂を70%含有)に起因する画像である。基本的にAl⁺マップと相補的な輝度分布を示していることから、Si基板とAuパッドは湾曲しながらも密に接していたことがわかる。なお、Al⁺、Si⁺両マップにおいて共通の暗部はAuワイヤーに相当する部分である。以上の結果から、ワイヤー/パッド接合部分は、図6に示す構造であることがわかった。Auワイヤーは外周部が盛り上がり、傘を逆さにしたような形状をしている。AuパッドはAuワイヤーに押し出されるように盛り上がり、ワイヤー中心部分ではAuパッドは殆ど厚みがなくAuワイヤーはSi基板近くにまで達している。すなわち、AuワイヤーとAuパッドの接合は主として外周に近い湾曲部分によって得られていると考えられた。

【観察例に関する文献】

- (4) T. Sakamoto, Zh. H. Cheng, Y. Kuramoto, K. Takanashi, M. Owari and Y. Nihei: Journal of Surface Analysis, 5(1) (1999), 150-153.
- (5) H. Wu, K. Takanashi, N. Ono, Zh. H. Cheng, T. Sakamoto, T. Sakou, M. Owari and Y. Nihei: Surface and Interface Analysis, 29(2000), 508-513.