

# FIB-SEM による 3 次元構造解析

仲野 靖 孝\*

## 1. はじめに

本稿では、集束イオンビーム(Focused Ion Beam: FIB)加工観察装置と走査電子顕微鏡(Scanning Electron Microscope: SEM)複合装置である FIB-SEM についての解説と FIB-SEM を用いて 3 次元構造解析を行った結果について述べる。本技術の特長は、FIB 加工によって試料内部の構造や欠陥を露出させ、SEM を用いてその構造を観察・分析できることである。また、FIB 加工と SEM 観察を 1 つのサイクルとして複数回行うことで、連続断面 SEM 像を取得することができる。この連続断面 SEM 像を 3 次元再構築することで、試料の内部構造を立体的に解析できる<sup>(1)</sup>。この手法を用いることで、注目する内部構造、任意の断面画像や介在物の空間分布を容易に表示でき、かつ表面積や体積などを定量的に解析することもできる<sup>(2)</sup>。電子顕微鏡を用いた 3 次元観察手法には、透過電子顕微鏡(Transmission Electron Microscope: TEM)・走査透過電子顕微鏡(Scanning Transmission Electron Microscope: STEM)を用いた電子線トモグラフィ法もある。それぞれに特長はあるが、FIB-SEM を用いた 3 次元観察は、試料前処理の簡便さ、3 次元再構築できる領域の広さと数 nm の空間分解との両立が魅力である。

## 2. FIB とは

FIB 加工観察装置は、集束されたイオンビームを試料に照射し、表面の原子を弾き飛ばすスパッタリング現象を用いて、目的の箇所を加工する装置である<sup>(3)</sup>。また、集束されたイオンビームを試料上に 2 次元で走査して、そこから発生した 2 次電子を結像することで、走査イオン顕微鏡(Scan-

ning Ion Microscope: SIM)像を取得することができる。これにより、試料表面を観察することが可能である。

一般的な FIB のイオン源には、Ga<sup>+</sup> イオンが用いられる。Ga<sup>+</sup> イオンビームは、数〜数十 keV に加速され、そのビーム径を数〜数百 nm まで集束できる。これにより、数 nm オーダーの位置精度で微細加工を行うことが可能である<sup>(4)</sup>。図 1 に、様々な断面加工法・断面加工幅・加工精度の関係図を示す。機械研磨は、mm オーダー以上の断面加工に向いており、加工精度は 50〜100 μm である。アルゴンイオンミリングに代表させるブロードイオンビーム(Broad Ion Beam: BIB)は、機械研磨よりも高い精度での加工が可能で、加工精度は 20〜50 μm で断面加工幅は 10 mm 以下である。Ga<sup>+</sup> イオン FIB は、数 nm の加工精度をもち、断面加工幅は数 nm〜数百 μm である。また近年は、プラズマ FIB(Plasma

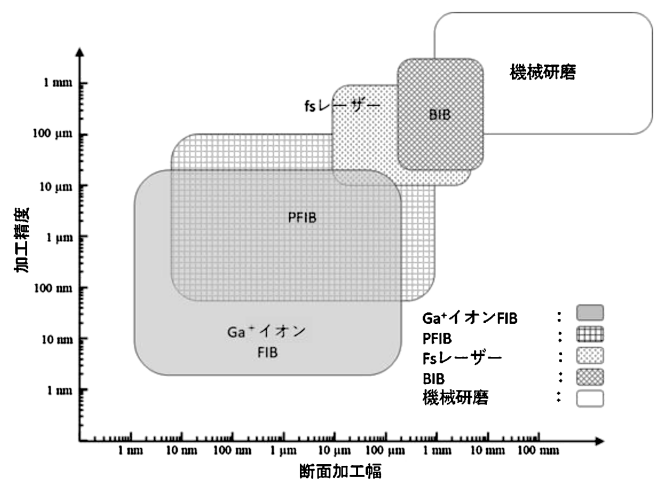


図 1 断面加工手法・断面加工幅・加工精度の関係図。

\* 株式会社日立ハイテク；技師(〒312-0033 ひたちなか市市毛1040)

3D Structural Analysis by FIB-SEM; Kiyotaka Nakano(\*Hitachi High-Tech Corporation, Hitachinakashi)

Keywords: fib: focused ion beam, sem: scanning electron microscope, semiconductor, 3d-ebd: three dimensions electron backscatter diffraction, carbide drill, principle

2021年9月24日受理[doi:10.2320/materia.61.22]

Focused Ion Beam: PFIB)やフェムト秒レーザー(以下、「fsレーザー」と略す)を用いた製品も販売されている。PFIBは、Ga<sup>+</sup>イオンFIBよりも広い1mmの断面加工を行うことができ、加工精度は、100nm程度である。またfsレーザーは、100nmの断面加工を行うことができ、加工精度は10μm程度である。このように様々な装置が開発されており、加工幅や加工精度の用途に合わせて装置を選択する必要がある。

### 3. SEMとは

SEMは、収束させた電子線を試料上に2次元で走査して、そこから発生した信号を結像して画像を取得できる装置である。図2に、電子線照射により試料から発生する信号の模式図を示す。電子線を試料に照射した場合、試料からは、2次電子(Secondary Electron: SE)、後方散乱電子(Back-scattered Electron: BSE)、特性X線、蛍光、電子線後方散乱回折、オージェ電子、吸収電子などの信号が発生する。SEMでは、主に、表面情報を有するSEや組成・結晶情報を有するBSEを像情報形成に用いる。また、特性X線は組成分析、電子線後方散乱回折は結晶方位計測に用いることができ、そのための各種分析機器をSEMと組み合わせることで画像取得だけでなく、様々な情報を得ることができる。

### 4. 連続断面SEM像の取得と3次元再構築<sup>(5)</sup>

図3は、3次元再構築データ取得までの手順を示す模式図である。試料は、円柱の内部に円錐形がある構造を有す。図3(a)に、試料の上面像を示す、一定のスライスピッチで矢印方向に加工を行い、破線(1~9)の断面観察を行うと、図3(b)に示すような試料の構造に対応した連続断面SEM像を取得できる。スライスピッチを考慮し連続断面SEM像を画像処理ソフトでつなぎ合わせることで、図3(c)のような試料の3次元構造が再構築される。試料の上面像や一部の断面像からでは試料内部の円錐形状を把握することは困難であ

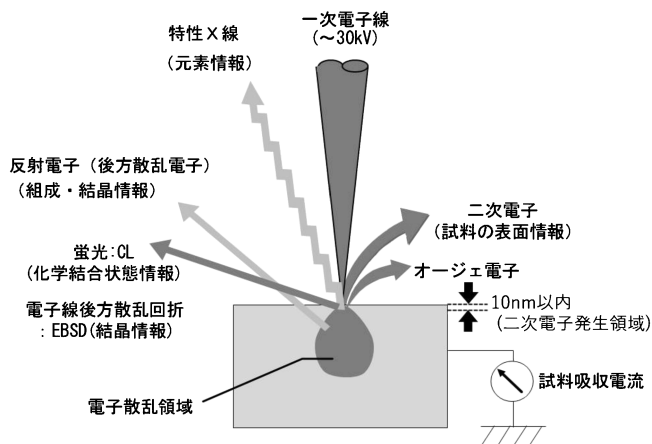


図2 電子線照射により試料から発生する信号の模式図。

るが、このような3次元再構築データであれば、外形だけでなく、内部の構造や、実際に取得したのとは違う任意の方向の断面を表示することができ、ボリュームレンダリングなども可能になる。

### 5. FIB-SEM装置の構成

FIB-SEM装置は、FIBとSEMの光軸が試料上で交差するように設計されており、FIB加工によって作製された試料の断面は、即座にSEM観察することができる。FIBカラムとSEMカラムの配置には、大きく分けて斜め配置型カラ

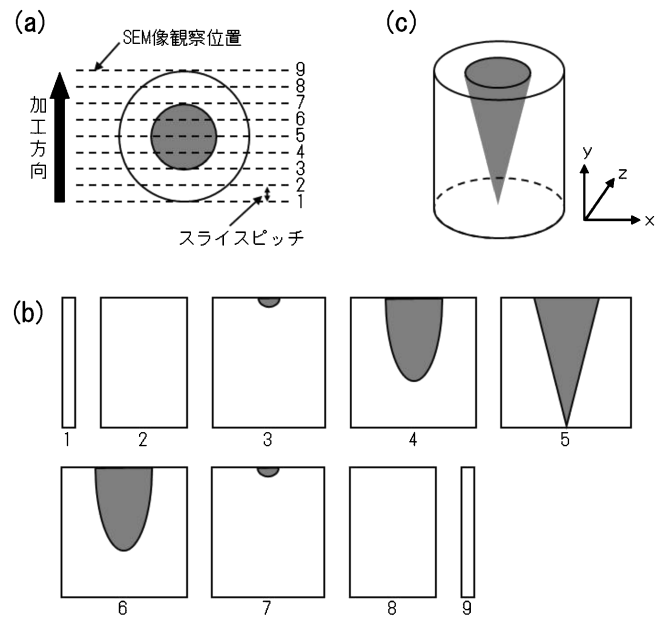


図3 3次元再構築データ取得までの手順を示す模式図。(a)上面像 (b)連続断面像 (c)3次元再構築像

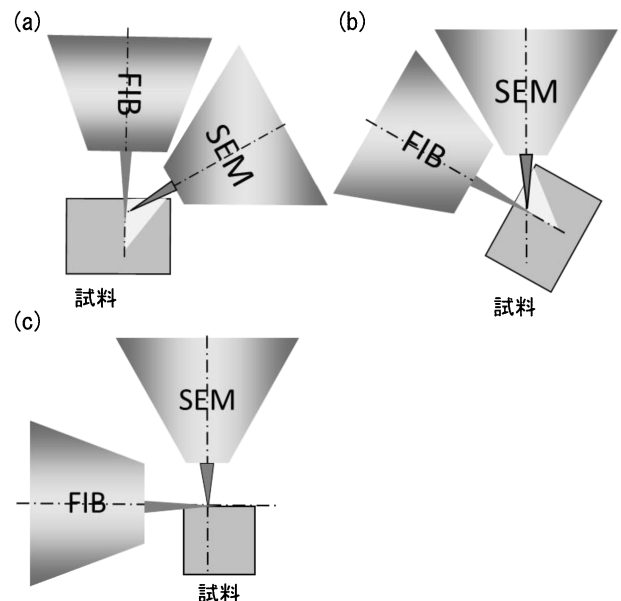


図4 FIBカラムとSEMカラムの位置関係図。

ムと直交配置型カラムの2種類がある。図4にFIBカラムとSEMカラムの位置関係図を示す。図4(a)(b)は、斜め配置型カラムで、垂直方向にFIBカラムを有し、斜めからSEMカラムを搭載している場合と、垂直方向にSEMカラムを有し、斜めからFIBカラムを搭載している場合がある。図4(c)は直交配置型カラムで、垂直方向にSEMカラムを有し、水平方向にFIBカラムを搭載している。

斜め配置型カラムは、様々なサイズの試料を試料室内に挿入でき、TEM用の試料作製に用いられている。しかし、連続断面SEM像を取得した場合、FIBカラムとSEMカラムが斜めの関係で配置されているため、断面SEM画像のy方向が圧縮された画像になる。また、視野もz方向とy方向の2方向でズレが生じるため、位置補正量が大きくなる。一方、直交配置型カラムは、試料室内に挿入できる試料サイズが比較的小さいサイズに限られている。しかし、連続断面SEM像を取得した場合、FIBカラムとSEMカラムが直交の関係で配置されているため、断面SEM像は、真上から観察された圧縮のない像となり、空間分解能に方向による差異のない画像が取得できる。また、視野は、切削が進むz方向にズレが生じるだけで、位置補正量は極めて小さくなる。図5に斜め配置型カラムと直交配置型カラムのSEM像を比較した結果を示す。試料は3D NANDメモリーで、観察条件は、加速電圧：25 kV、信号：BSEで取得した画像である。図5(a)は、斜め配置型カラムで取得したSEM像で、y方向の傾斜補正処理をした画像であり、図5(b)は、直交配置型カラムで取得した画像である。それぞれの画像を比較した場合、(a)の方が同心円状にある各層のコントラスト差が低い。また、直径を測長した結果、(a)は111 nm、(b)は、118 nmであり、計測値にも違いが生じる。このことより、試料構造を忠実に反映した連続断面SEM像取得の目的には、直交配置型カラムの方が適していると言える。

## 6. FIBのスライスピッチ精度

FIBのスライスピッチは、スキャンの条件設定によって任意に制御することが可能である。スライスピッチが小さい

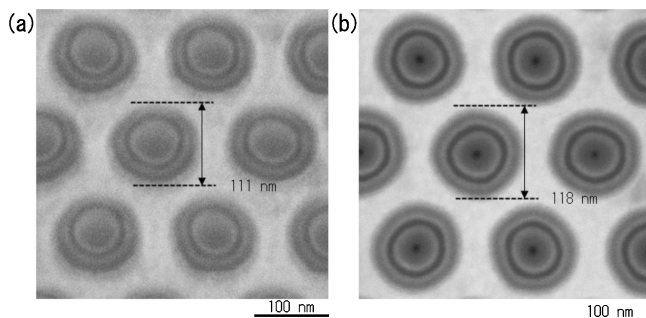


図5 斜め配置型カラムと直交配置型カラムによるSEM像。  
(a)斜め配置型カラム(配置角度：54° 傾斜補正済み)  
(b)直交配置型カラム  
試料：3D-NANDメモリー、加速電圧：25 kV

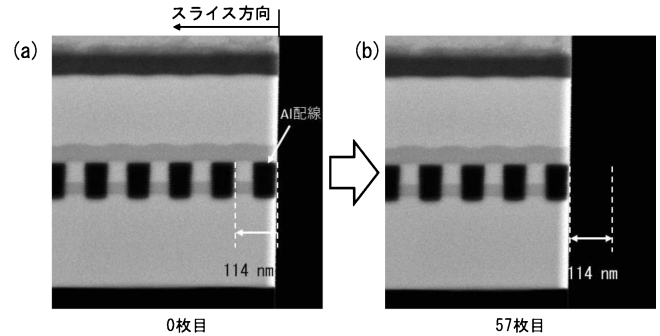


図6 スライスピッチ精度を確認したAl配線断面STEM像。  
(a)0枚目 (b)57枚目加工後  
試料：Al配線 加速電圧：25 kV

表1 スライスピッチ精度の測定結果。

実験回数	スライス回数
1回目	57
2回目	56
3回目	57
4回目	57
5回目	57
平均値	57
標準偏差	0.71

ほど、微細な構造の3次元再構築ができる。スライスピッチの精度は、3次元再構築データのz方向の分解能に直結し、その再現性が重要である。図6に、スライスピッチ精度の測定例を示す。試料はAl配線を用い、マイクロサンプリング法<sup>(6)</sup>で抽出した後、厚さ：100 nmの薄膜試料にした。STEM像から、Al配線が114 nm間隔で配線されていることが確認できる。FIB加工を試料右端より矢印方向に2 nmのスライスピッチでFIB加工を進め、スライスごとにSTEM像を取得した。スライス回数の理論値は、114 nmを2 nmで除算した57回になる。図6(a)はスライス加工0枚目、図6(b)は、スライス加工57枚目のSTEM像で、次のAl配線の手前まで加工されているのが確認できる。表1は、スライスピッチ2 nmで114 nm加工を5回行い、そのスライス回数の平均と標準偏差を算出した。5回の平均値は57回、標準偏差は0.71であった。この結果から、2 nmスライスピッチ精度が確認できた。

## 7. 超硬ドリル母材の3次元観察

直交型カラムFIB-SEM(Hitachi NX9000)を用いて、超硬ドリル母材である超硬合金の3次元観察した結果について述べる。

図7は、超硬ドリル母材の断面SEM像である。加速電圧：1 kVでSEM観察した結果を示す。SEM像(a)から、1

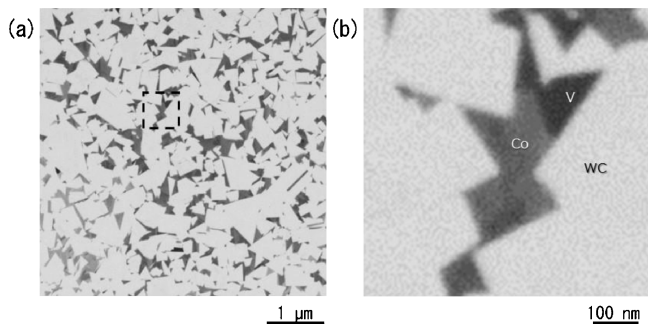


図7 超硬ドリル母材の断面 SEM 像.  
(a)SEM 像 (b) 8 倍拡大図  
試料：超硬ドリル母材，加速電圧：1 kV

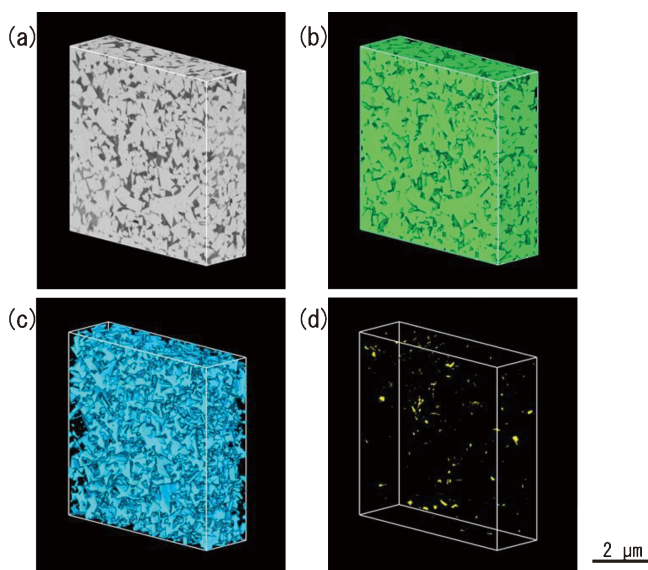


図8 超硬ドリル母材の3次元構築結果。(オンラインカラー)  
(a)ボリュームレンダリング (b)WCの3次元分布  
(c)Coの3次元分布 (d)Vの3次元分布  
試料：超硬ドリル 加速電圧：1 kV，  
スライスピッチ：5 nm，スライス枚数：285枚

～2 μm の明るいコントラスト粒子と0.1～0.5 μm の黒いコントラスト粒子が分散していることが確認できる。破線で囲んだ領域を8倍に拡大した図を(b)に示す。超硬合金の母材は、タングステンカーバイト(WC)，結合剤のコバルト(Co)，添加剤のバナジウム(V)で構成されており，それぞれ異なるコントラストで観察されている。

図8に，超硬ドリル母材の3次元再構築結果を示す。連続断面 SEM 像は，加速電圧：1 kV，スライスピッチ：5 nm，スライス枚数：285枚を取得した。3次元再構築ソフトウェアは，MEDIA CYBERNETICS 社製 Image-Pro Premier3D を用いた。図8(a)はボリュームレンダリングで，WC，Co，V の3次元分布が確認できる。図8(b)(c)(d)はコントラストを3階調に分け抽出した各元素の3次元分布を示す。各階調ごとにラベリングし，それぞれの体積が求めた。表2に超硬ドリル母材の体積割合を示す。全体の体積は33.72 μm<sup>3</sup>で，WCは25.56 μm<sup>3</sup>，Coは8.15 μm<sup>3</sup>，Vは0.01

表2 超硬ドリル中の体積割合。

項目	WC	Co	V	合計
体積(μm <sup>3</sup> )	25.56	8.15	0.01	33.72
体積率(%)	75.79	24.17	0.04	100

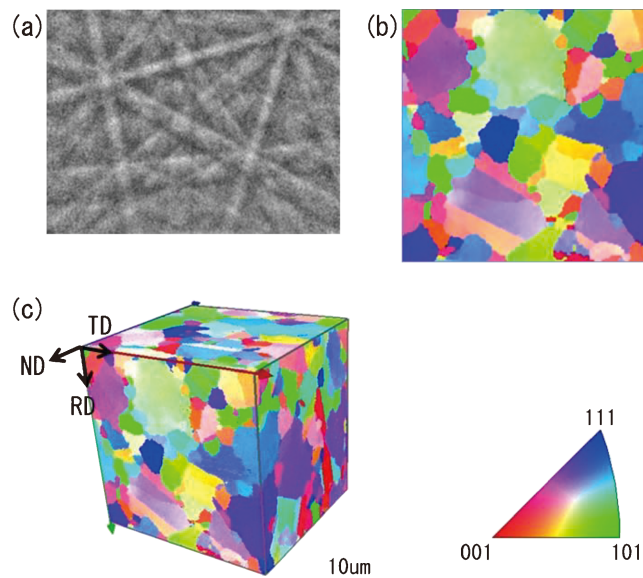


図9 3D-EBSD 測定の結果。(オンラインカラー)  
(a)EBSD パターン (b)EBSD マップ  
(c)3D-EBSD  
試料：ニッケル(Ni) 加速電圧：20 kV  
スライスピッチ：150 nm，スライス枚数：150枚  
1 サイクルの所要時間：9 min/枚  
総加工観察時間：22.5 hour  
検出器：Oxford NordlysNano

μm<sup>3</sup>であることが分かった。この結果より，体積割合は，WCが75.79%，Coが24.17%，Vが0.04%であることが分かる。連続断面 SEM 像の3次元再構築結果は，断面 SEM 像1枚だけでは想像しにくい3次元的な分布が把握でき，材料ごとの3次元表示，体積や体積割合などを求められる。

## 8. FIB-SEM と分析装置の組み合わせ

試料がどのような元素で構成されているか，結晶がどの方向を向いているかを分析するには，SEMに各種分析装置を組み合わせた測定が必要である。例として，図9に結晶方位を3次元解析した結果を示す電子線後方散乱回折(Electron backscatter diffraction: EBSD)法は，試料に電子線を照射したときに発生する菊池パターンを解析することで，結晶方位や結晶系が測定できる分析手法である。各測定点で図9(a)に示すような EBSD パターンを取得して，解析することで図9(b)のような結晶方位マップを作製することができる。また，FIBで断面加工してEBSD分析するサイクルを繰り返すことで3D-EBSDデータを取得できる。図9(c)に，



3D-EBSDの結果を示す。試料はニッケル(Ni)で、SEMの観察条件は、加速電圧：20 kV、スライスピッチ：150 nm、スライス枚数：150枚、1 サイクル時間：9 min/枚、総加工観察時間：22.5 hourである。この手法を用いることで3次元の結晶方位情報を得ることができ、結晶の配向性や結晶粒の体積分布の評価に活用できる。また、金属の亀裂部で分析を行えば、亀裂の3次元的发展と結晶方位の関係を評価できる。

## 9. ま と め

FIB-SEM についての解説と FIB-SEM を用いて 3次元構造解析結果について紹介した。FIB-SEM を用いた 3次元観察は 3次元的な試料構造を表示するだけでなく、定量的な計測を行える点に大きな利点がある。一方、FIB 加工や 3次元再構築処理によるアーティファクトが発生する場合もあるので、前処理や、観察条件に注意する必要がある。今後の試料解析において、断面画像 1枚の 2次元解析だけでなく、空間分解能、分析領域、組成情報など目的に合わせた 3次元解析手法を選択する必要性が増加すると思われる。本稿

が、各分野の解析に携わる方々の助けになれば幸いである。

## 文 献

- (1) B. J. Inkson, M. Mulvihill and G. Möbus: *Scr. Mater.*, **45** (2001), 753-758.
- (2) H. Z. We, S. G. Roberts, G. Möbus and B. J. InKson: *Acta Mater.*, **51**(2003), 149-163.
- (3) R. L. Seliger and W. P. Fleming: *J. Vac. Sci. Technol.*, **10** (1973), 1127.
- (4) T. Ishitani and T. Ohnishi: *J. Vac. Sci. Technol.*, **A9**(1991), 3084-3089.
- (5) 森川晃成：応用物理学会第，**81**(2012)，512-515.
- (6) T. Ohnishi *et al.*: JAPAN Patent 2774884.



仲野靖孝

★★  
2006年 名城大学大学院工学研究科修士課程修了  
主な略歴  
2006年4月 株式会社 日立ハイテクノロジーズ 入社  
2020年4月 株式会社 日立ハイテク 解析ソリューション開発部 所属  
専門分野：FIB-SEM・化合物半導体  
◎電子顕微鏡・FIBのアプリケーション技術の研究開発に従事。  
★★