見えない微小欠陥の分析・解析技術

立町　寛児（たてまち　かんじ）　　瀧川　亜樹（たきがわ　あき）

1　まえがき

半導体デバイスや磁気記録媒体などの薄膜デバイスにおいて許容される欠陥は，高集積化・高記録密度化により急速にそのサイズが小さくなってきている。例えば，磁気記録媒体では直径数十 nm の欠陥が問題となりつつある。この大きさの欠陥の分析・解析に有効な手法は，断面薄膜試料を作製し透過型電子顕微鏡（TEM）で観察・分析する手法しかない。この手法では，欠陥を保ったまま 100 nm 以下の厚さに欠陥部の薄膜試料を作製する必要がある。開発・製造現場で検出された微小な欠陥を見失うことなく，上記薄膜試料を作製するにはノウハウが必要である。さらに薄膜試料作製装置で見えない欠陥の場合，困難さが増加する。

ここでは磁気記録媒体，有機 EL（Electro Luminescence）素子を対象とした，試料作製が困難な見えない微小欠陥の TEM による分析・解析技術について紹介する。

2　断面 TEM 試料作製法[(1)]

TEM 用の試料作製法にはイオンミリング法やミクロトーム法，集束イオンビーム（FIB）加工法など各種の方法が存在するが，特定の微小部を加工する場合，FIB 加工法を用いるのが一般的である。

FIB 加工装置は細く絞ったガリウム（Ga）イオンビームを試料に照射し加工する装置で，Ga イオンにより発生する二次電子を検出することにより観察も可能である。この特徴により特定の微小部の加工が可能となっている。しかし，観察中も Ga イオンビーム照射により試料は加工され続けるため，近年観察専用の電子銃も備えたデュアルビーム（DB）-FIB 加工装置が現れている。

3　磁気記録媒体

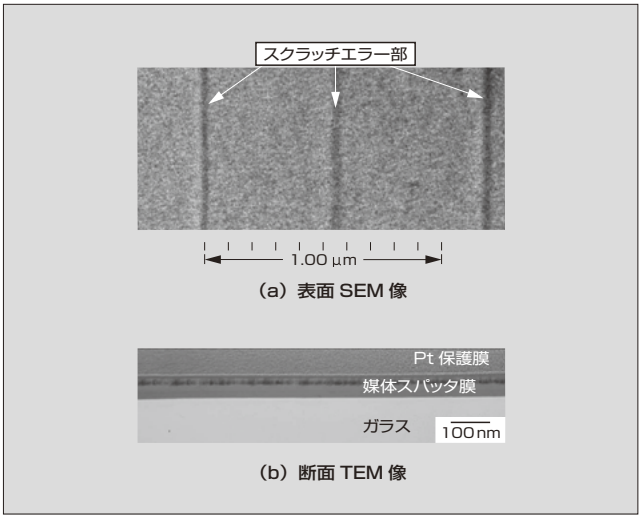
磁気記録媒体の欠陥を大別すると，形状欠陥と磁気欠陥とに分けられる。このほか，形状欠陥でかつ磁気欠陥であるものも存在する。

3.1　形状欠陥

形状欠陥の中でも特に解析が困難な例にスクラッチエラーと呼ばれるものがある。このエラー部は線状の欠陥で，原子間力顕微鏡（AFM）により媒体表面の幅数十 nm，深さ数 nm のくぼみであることが判明している。しかし，このくぼみが表面だけなのか，下地に原因があるのか確認するには断面観察するほかに手段がない。この欠陥は**図 1** (a)に示すように走査型電子顕微鏡（SEM）でも明暗のコントラストとして観察可能である。ところが，断面観察用に作製した試料を TEM 観察すると，**図 1** (b)に示すようにスクラッチ部の位置が判別できない。これは，エラー部が数 nm ときわめて浅いくぼみのため，高さ方向が強調される AFM や二次電子の発生効率の違いによりコントラストが付く SEM では表面からの観察は可能であるが，断面方向からはくぼみ量が小さすぎることにより識別できないためである。

断面観察時にスクラッチ部の位置を見失うことなく特定するためには，何らかのマーキングが必要である。表面の

図 1　スクラッチエラー部の表面 SEM 像・断面 TEM 像



立町　寛児

表面・微視解析技術の開発，応用に従事。現在，富士電機アドバンストテクノロジー株式会社物質・科学研究所。

瀧川　亜樹

磁気記録媒体，有機 EL の表面・微視解析に従事。現在，富士電機アドバンストテクノロジー株式会社物質・科学研究所。

特集

位置特定にはレーザや針で表面にきずを付けマーキングする手法が用いられるが，断面の場合には適用できない。そこで，FIB 加工装置に付属の薄膜堆積（たいせき）機能を用いてマーキングする手法を考案した。FIB 加工装置の薄膜堆積機能は，有機系ガスや有機白金（Pt）系ガスを装置内に流しながら，Ga イオンや電子ビームを照射しカーボンや Pt をビーム照射部分にのみ選択的に堆積させる機能で，通常は Ga イオン加工時のダメージを防ぐ目的で加工部表面に堆積させる。**図 2** (a)に示すようにスクラッチ部を挟むようにカーボンをスポットで堆積しマーカーとしている。このマーカーを目印に作製した試料の断面 TEM 像が**図 2** (b)である。マーカーが明瞭（めいりょう）に判別できる。このマーカー間の丸で囲んだ部分がスクラッチ部である。この部分の拡大像〔**図 2** (c)〕を見ると，磁性層のみくぼんでおり保護層や下地層は正常であった。

このスクラッチエラーはドライブ耐久試験後に発生したリードライト（R/W）エラー部に見られたものであり，試験時に何らかの外力により磁性層が塑性変形したものと推定される。

3. 2　磁気欠陥

磁気欠陥は R/W エラーとして認識される。このエラーは，磁気記録媒体上に記録された信号の読み書きエラーであり，何らかの原因により生じた欠陥が信号低下を引き起こすことにより発生する。この欠陥は，スパッタ膜下や膜中の異物に起因する場合が多い。この場合，媒体表面にもある程度の凹凸が形成され，FIB 加工装置の形態観察機能で観察できるため試料作製は可能である。ところが，凹凸がほとんどない磁気異常のみの欠陥の場合，磁気力顕微鏡（MFM）でしか観察できず，FIB 加工装置では観察できないため，断面観察用の試料作製ができない。このような場合のマーキング技術の開発を行ったので以下に紹介する。

MFM は磁気力分布を高い空間分解能で観察できるため，磁気記録媒体の記録ビットが観察可能である。**図 3** (a)の画像中央部に見られる縦じま模様が記録ビットである。丸印で囲んだ領域に R/W エラーが存在する。画像中の黒い点は MFM を用いて付けたマーキングである。破線で囲んだ領域の SEM による二次電子像を**図 3** (b)に示す。MFM マーキングの位置関係から丸印の領域に R/W エラー部が存在するはずであるが何も観察できない。二次電子像と同じ領域の反射電子像を**図 3** (c)に示す。反射電子像は二次電子像と同じ表面形状の情報のほかに，観察される場所の平均原子番号の情報も含まれ，平均原子番号が大きくなるほど明るくコントラストが付くという特徴がある。R/W エラーに対応する場所に黒くコントラストがついた点が見えるため，エラー部は周囲よりも平均原子番号が低いと考えられる。反射電子像で R/W エラー部が観察されたが，FIB 加工装置にはこの機能が付いていないためこのままでは試料作製できない。SEM で試料表面に長時間電子線を照射すると装置内にわずかに存在する不純物ガスによ

図 2　断面マーカーの適用例

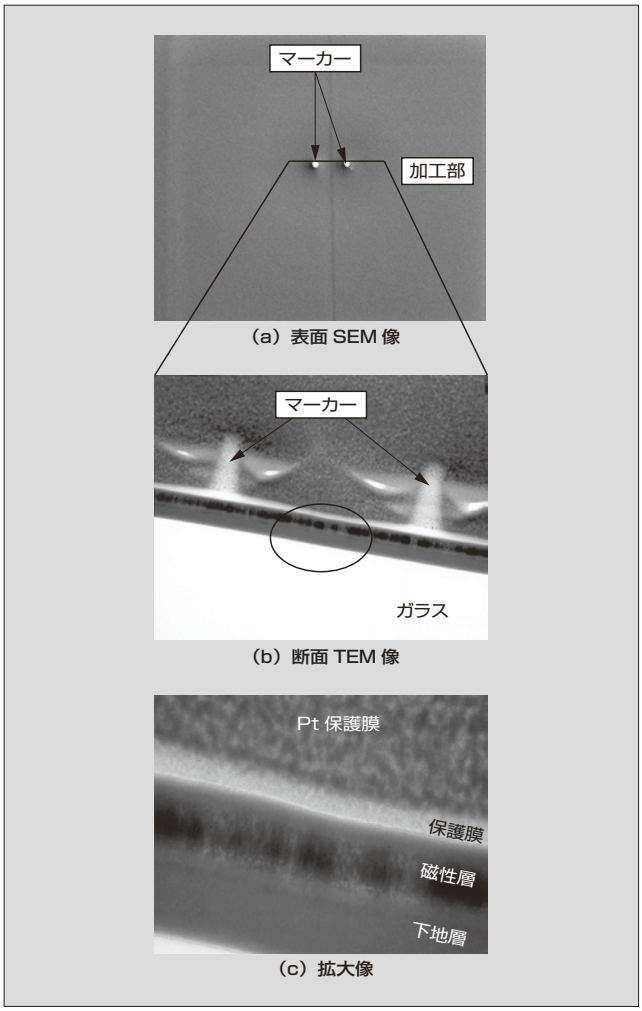


図 3　R/W エラー部へのマーキング例

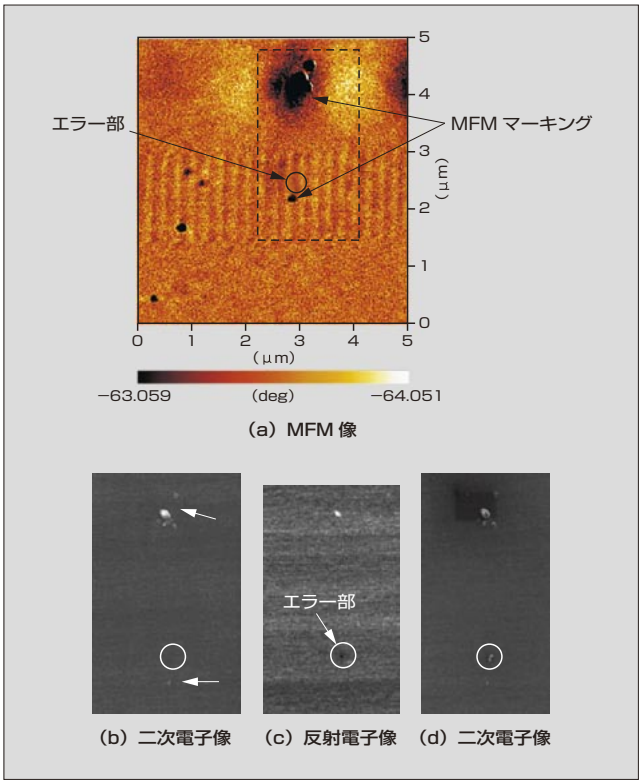
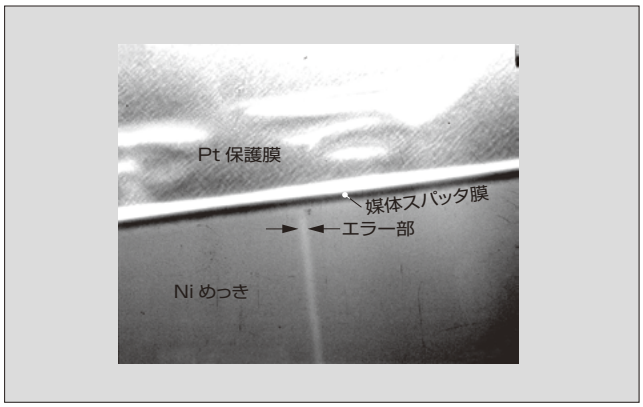


図 4　R/W エラー部の断面 TEM 像



リ試料表面に炭素系の物質が堆積することが知られている。この現象を利用して，反射電子像で観察された R/W エラー部にスポットで電子線を照射し炭素系物質を堆積させ，マーカーとすることが可能である。**図 3** (d)に示すように堆積後は，R/W エラー部に二次電子像で堆積物が観察され，FIB 加工装置でも観察可能となり試料作製が可能となる。

試料作製後の断面観察結果が**図 4** である。ニッケル(Ni)めっき部に幅約 20 nm の白くコントラストが付いた筋が，めっき深部から媒体スパッタ膜まで伸びている。TEM の場合，電子線の透過しやすさの違いによりコントラストが付くため，重い元素ほど黒く表示される。エネルギー分散型の特性 X 線分析装置（EDX）による組成分析において，白い筋部はまわりと検出元素に差異がなかったことから，密度が低いライン状の欠陥と考えられる。この Ni めっきの密度異常部が起点となり，媒体スパッタ膜の膜質が変化して磁気異常となったものと推察されている[(2)]。

Ni めっきの密度異常が発生した原因は，Ni めっき深部のアルミニウム（Al）基板界面の欠陥が原因と推定される。深さ数 μm までは筋状構造を確認しているが，Al 基板まで到達していない。これは，厚さ約 50 nm の断面薄膜試料の中に幅（直径）約 20 nm の筋状構造を保ったまま，深部まで薄膜化するのが困難なためである。この筋状構造を Al 基板まで到達する技術に関しても，現在開発に取り組んでいる。

4　有機 EL 素子

有機 EL 素子に関しては，トップエミッション構造の薄膜トランジスタ（TFT）を使用したアクティブマトリックス駆動有機 EL フルカラーパネルの解析事例を紹介する。このパネルの構造の概略は，樹脂で表面を平坦化した TFT 基板上に，パッシベーション膜（保護膜），陽極，有機 EL 層，赤色画素にのみ色変換層（CCM），陰極の順に形成したのち全体を膜封止した基板とカラーフィルタ（CF）基板とを樹脂ではりあわせたものである（**図 5**）。

有機 EL 素子の場合，欠陥を通して有機 EL 層に水分や酸素が入ると有機 EL 材料の劣化により，発光状態で局所的な輝度低下や極端な場合は非発光部分が発生する。これ

図 5　トップエミッション有機 EL パネルの断面模式図

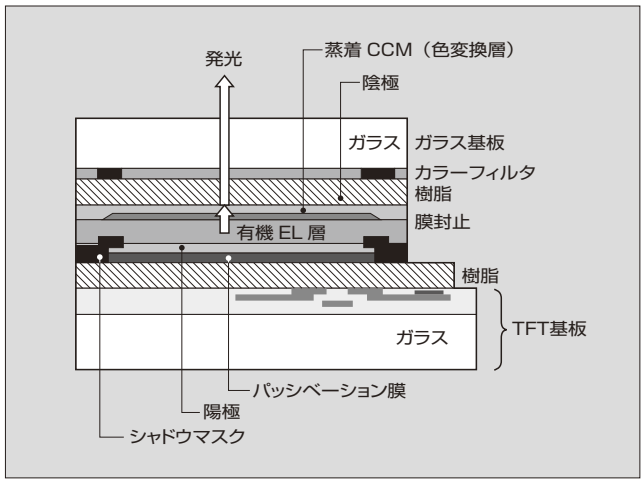
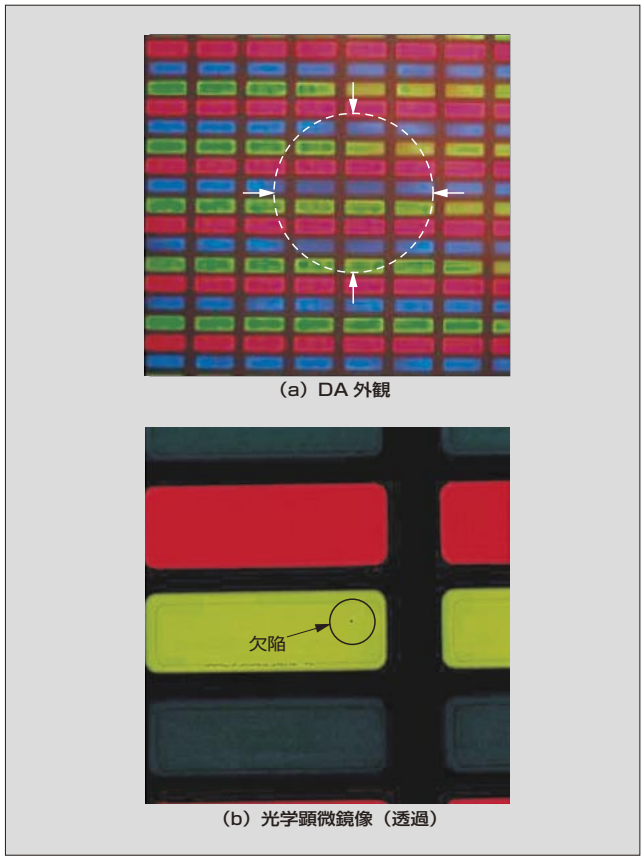


図 6　DA 部の光学顕微鏡像



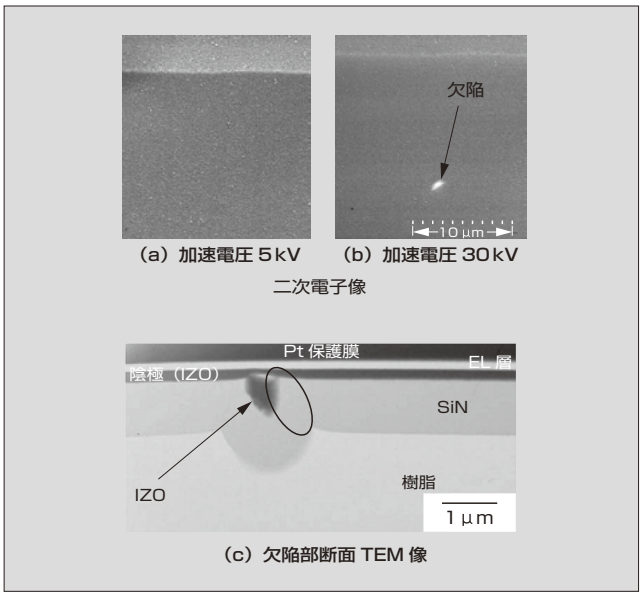
(a) DA 外観

(b) 光学顕微鏡像（透過）

をダークエリア（DA）と称している。**図 6** (a)の矢印と破線で囲んだ領域が DA である。この領域のどこかに欠陥が存在するはずであるが，この状態では上面から欠陥は見えない。またたとえ欠陥が見えたとしても，問題の箇所が厚い（1 mm 近く）ガラスに挟まれた部分であるため，試料作製することは不可能である。

欠陥を探し出し，試料作製を可能にするため有機 EL 層と保護膜界面ではく離する技術を確立した。はく離後，TFT 基板と CF 基板の DA に該当する部分を調査することによって発見した欠陥を**図 6** (b)に示す。調査は光学顕微鏡で行ったが，反射光では発見できず，透過光で検出が可

図 7　DA 領域内の欠陥部表面 SEM 像と断面 TEM 像



能である。膜下に何らかの異物が存在するため光が透過せず，欠陥が見えているものと考えられる。

次に欠陥部の試料作製を行うため二次電子像を観察したところ，通常の加速電圧（5 kV）では表面から欠陥は見えない〔**図 7**(a)〕。異物は膜下にあり，表面（はく離面）に凹凸も形成されていないためである。SEM の場合，照射する電子線の加速電圧を上げるに従って，電子線の侵入深さ，二次電子の発生深さも深くなるため，表面近傍の異物の場合，加速電圧を上げることで異物が見えてくることがある。加速電圧を 30 kV まで上げて二次電子像を観察することにより異物が見えている〔**図 7**(b)〕。二次電子像で観察できるので試料作製が可能である。

試料作製後の断面 TEM 像を**図 7**(c)に示す。陰極である IZO（Indium Zinc Oxide）と封止膜の窒化シリコン（SiN）の界面に IZO と同じコントラストの異物が存在している。この異物は，EDX による組成分析から IZO であると判明しており，IZO 成膜時の装置内の IZO フレークの付着が原因であった。この異物の存在により，SiN 膜成膜時に図中の楕円（だえん）で囲んだ位置にパスが形成され，樹脂中の水分が EL 層に浸入し DA が発生したものと推定されている。

5　あとがき

見えない，あるいは特定の装置でしか見えない微小欠陥の断面 TEM 試料作製技術について紹介した。今後も技術の向上を図り，不具合の原因究明・研究開発の加速推進に貢献していく所存である。

参考文献

(1)　進藤大輔，平賀賢二．材料評価のための高分解能電子顕微鏡法．共立出版株式会社．1996, p.175–181.
(2)　熊谷明恭，渡辺武．磁気記録媒体の分析・解析技術．富士時報．vol.79, no.4, 2006, p.317–320.

＊本誌に記載されている会社名および製品名は，それぞれの会社が所有する
商標または登録商標である場合があります。