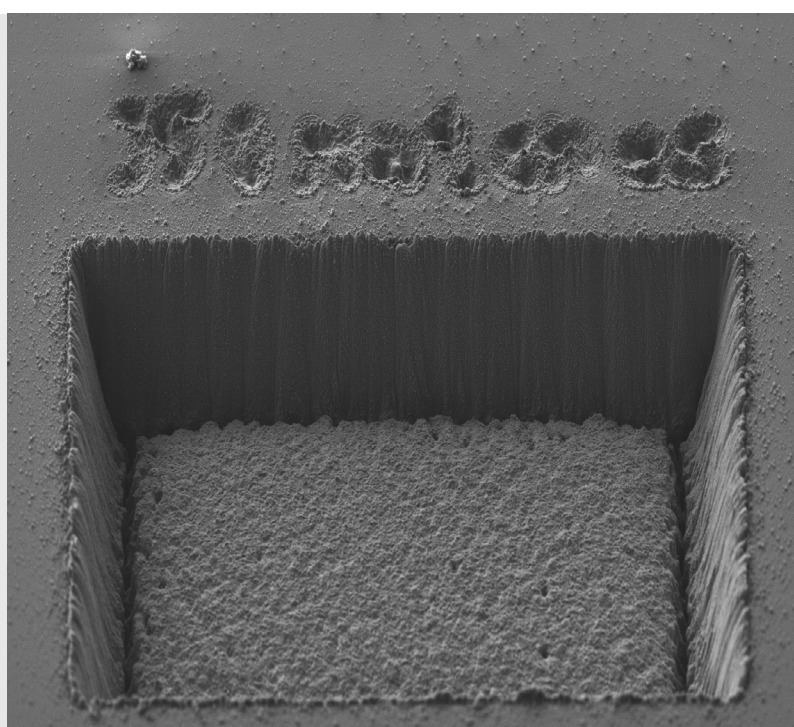
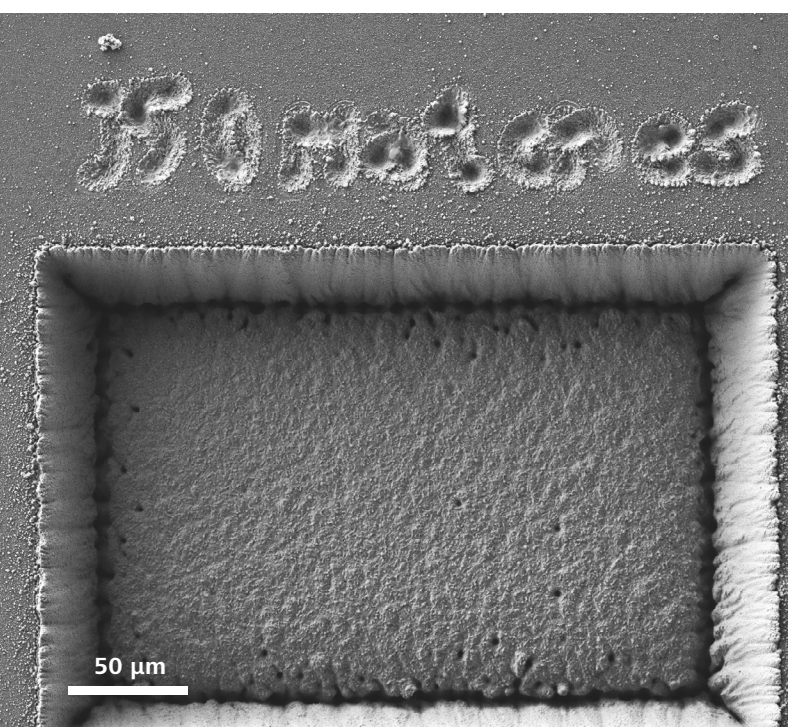


ZEISS Crossbeam レーザーで適切なミリングパラメータを見つけるための校正手順



著者： Sebastian Krauss
Carl Zeiss Microscopy GmbH, Oberkochen, Germany
Hrishi Bale
Carl Zeiss X-ray Microscopy, Inc., Dublin, USA
発行：2023年2月

FIB-SEM（集束イオンビーム搭載走査電子顕微鏡）は長い間、顕微鏡ユーザーにとって、試料調製やその後の分析を行う際に必要不可欠なツールでした。ZEISS Crossbeam ファミリーの ZEISS FIB-SEM は、ハイスループット、シームレスなワークフロー、3D イメージングと解析における最高レベルの分解能を特徴としています。特に、Crossbeam ファミリーにしかない LaserFIB は、フェムト秒レーザーによる高速大量材料アブレーションを実現、専用チャンバー内でレーザー処理を行うことで FIB-SEM チャンバーを清潔に保ち、深部にある構造の部位特異的加工を可能にします。レーザー処理と FIB 処理を組み合わせることで、断面、TEM ラメラ、アトムプローブトモグラフィー試料、微小圧縮試験用ピラーなど、多岐にわたる試料の調製が可能になります。レーザーとハッチングパラメータは多種多様であるため、効率的なレーザー処理に適したパラメータを見つけるのは困難な場合があります。この課題を解決するため、LaserFIB にはプリインストールされたレシピが付属しています。これにより、ユーザーは加工条件検討に必要な以上の時間を費やすことなく、自身の研究に集中することができます。

はじめに

レーザーとハッチングパラメータは多種多様で、かつ変更可能であるため、新しい材料を効率的にレーザー処理するための適切なパラメータを見つけるのは困難な場合があります。さらに、同じ材料でもアプリケーションによって必要なパラメータが異なるケースもあります。この最もよく知られた手法では、シングルパルス動作における特定のアプリケーションのために、パラメータの最適化を複数のステップに分けてユーザーをガイドする手法が提供されています。各ステップでは、1つの .VLF ファイルが提供されており、使用される試料の形状に応じて、わずかな修正を加えるだけで済みます。このアプローチを使用することで、ユーザーは様々なアプリケーションや材料に対応するパラメータセットを簡単に作成できます。この手順では、考えられる3つのアプリケーションと、そのためのパラメータセットが考慮されます。(I) 1 mm² を超える粗い溝を材料に切り込みます。大量の材料をできるだけ早く除去し、底表面の品質は考慮しません。(II) 材料に細かな溝を切り込みます。底表面の品質が最適化されるものの、除去速度は制限されます。(III) 試料の溝またはエッジの側面を精密に研磨するための研磨切断を行います。これにより、下層の微細構造を明らかにすることができます。これら3つのパラメータセットはすべて、シリコン、鋼、銅について評価されており、事前定義されたレシピで提供されています。一例として、細かな溝加工用アプリケーション向けのシリコンに関するパラメータ最適化手順を以下に示します。さらに、上記の例に加えて、この手順を使用してミリング形状とハッチング方法の特定の組み合わせに適したパラメータを見つけることができるので、どのようなアプリケーションでも満足のいく結果をご提供します。

ステップ1 – レーザー出力の調整

パルスあたりのエネルギーは、発生する物理プロセスに大きく影響するため、変更の必要がある重要なパラメータです。パラメータの最適化を設定する際には、明確に定義されたアブレーション処理を確実に行うために、まずパルスあたりのエネルギーの適切な

範囲を確認することを強く推奨します。パルスあたりのエネルギーは、レーザーパラメータ設定でレーザー出力を変更することによって変更できます。レーザー出力 100% での1パルスの最大出力は 10 μJ です。その結果として得られるフルエンス（面積あたりのエネルギーとして定義）が、様々なレーザー出力パラメータについて表1に記載されています。スポットサイズ直径は 15 μm を使用しました。

| レーザー出力設定 (%) | パルスあたりのエネルギー (μJ) | パルスあたりのフルエンス (J/cm ²) |
|--------------|-------------------|-----------------------------------|
| 10 | 1 | 0.14 |
| 20 | 2 | 0.28 |
| 30 | 3 | 0.42 |
| 40 | 4 | 0.57 |
| 50 | 5 | 0.71 |
| 60 | 6 | 0.85 |
| 70 | 7 | 0.99 |
| 80 | 8 | 1.13 |
| 90 | 9 | 1.27 |
| 100 | 10 | 1.41 |

表1：様々なレーザー出力パラメータ設定における、レーザーのパルスあたりのエネルギーとフルエンス

効果的なアブレーション処理を実現するには、材料とレーザービームの相互作用を制御するために、アブレーションの閾値 (ϕ) を超える値が必要です。スキャンされた材料の破碎は、金属の場合、およそ 1 ~ 10 ϕ のエネルギー範囲で発生します。エネルギー固有の最大除去速度は、このエネルギー範囲内で達成できますが、これはアブレーションされる材料に大きく依存します。例えば、鋼 (1.3401) は、アブレーション閾値が 0.1 J/cm²、フルエンスが 0.5 J/cm² の場合に最大エネルギー比除去率を有すると報告されています [T. Kramer et al., JLMN 2017, 12, 107-114]。

新しい材料に適したレーザー出力を見つけるための経験的アプローチとして、事前定義されたレシピを使用すれば、10～100%の範囲のレーザー出力設定で材料に複数の溝をミリングすることができます。その方法は簡単で、既存のファイルPCP_step1_laserpower.VLFをLaserMillソフトウェアにロードし、試料上の代表的な場所で処理するだけです。なおユーザーは、使用する試料の高さを考慮し、レシピをわずかに修正する必要があります。LaserMillソフトウェアで推奨されるZオフセットをメモし、その値をCADソフトウェアのレーザーパラメータにZオフセットとして入力します。各溝で異なるレーザーレシピを使用するので、この作業を溝ごとに個別に行う必要があります。処理後、試料を電子ビーム下に移動し、得られた構造を観察します。レーザー出力設定は、目的のアプリケーションに合わせて決定します。例として、図1にシリコンの溝を示します。ここでは、レーザー出力が30%を下回ると、非常に不均一なアブレーション、あるいは出力が非常に低いアブレーションとなっており、逆にレーザー出力を高く設定すれば、均一な処理が実現できます。40%～60%の範囲の出力設定は、細かな溝加工と側壁研磨に使用可能で、70%～100%の設定を粗い溝加工に使用すると、パルスあたりのアブレーション量を最大にすることができます。レーザー出力設定が見つかったら、それを使用してステップ2のオーバーラップ調整を設定します。

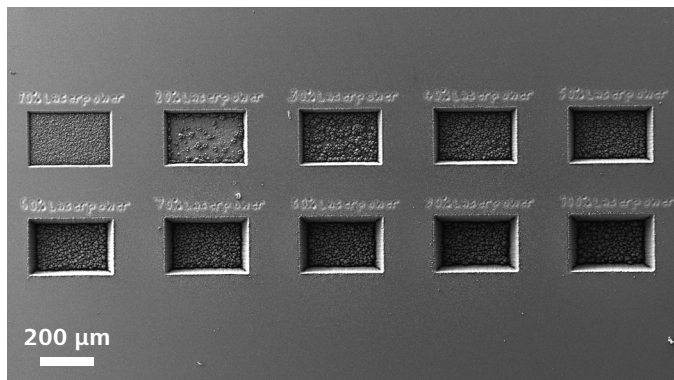


図1：パラメータ較正手順のステップ1。効果的で均一なアブレーションを確認するため、レーザー出力設定を変えて複数の溝をミリング。レーザー出力は、左上から10%、20%、30%、40%、50%、左下から60%、70%、80%、90%、100%。

ステップ2 - パルスのオーバーラップ調整

パルスのオーバーラップは、ある領域をミリングする際のオバースキャン（ハッチ）あたりの累積エネルギーを制御します。パルスの重なりが小さいほど、その領域を埋めるために使用されるパルスの数が多くなります。その結果、より多くのエネルギーをアブレーションに利用でき、より多くの材料が除去されるため、ハッチあたりの除去速度が向上します。さらに、パルスのオーバーラップを変更すると、溝の全体的な外観にも影響を与えます。そのため、パルスのオーバーラップを変更することで、滑らかな溝の底面を作成したり、側壁の品質を向上させることが可能になります。

ライン方向のパルスのオーバーラップは、2つのパルス間のピッチによって制御されます。ピッチが高いとパルスのオーバーラップが低くなり、その逆も同様です。一方、ライン方向に垂直なパルスのオーバーラップは、ハッチングパターンのライン間隔によって制御されます。

その結果、対称的なパルスのオーバーラップ（および対称的なピッチ）が必要な場合、レーザーパラメータとハッチングパラメータの両方を調整して、パルスのオーバーラップを走査方向および走査方向に対して垂直に揃える必要があります。表2では、一般的に使用されるパルスのオーバーラップがそれぞれのピッチ値に対して算出されています。この範囲は、主にレーザースポットサイズを15 μmとして定義されており、隣接する2つのパルスをオーバーラップさせるためにピッチが0～15 μmの間で変化することが規定されています。

| ピッチ (μm) | スポットオーバーラップ (%) |
|----------|-----------------|
| 1 | 93.6 |
| 2 | 87.3 |
| 3 | 80.9 |
| 4 | 74.6 |
| 5 | 68.4 |
| 6 | 62.1 |
| 7 | 55.9 |
| 8 | 49.8 |
| 9 | 43.7 |
| 10 | 37.7 |

表2：スポットオーバーラップと、領域を埋めるための対応するピッチ値

ライン方向のピッチは、スキャン速度とパルス繰り返し周波数の比率を制御することで変更できます。ピッチ (μm) は、スキャン速度 (mm/s) を繰り返し周波数 (kHz) で割った値です。ピッチを1～10 μmの間で変化させるには、パルス繰り返し周波数を100 kHzで一定に保ち、スキャン速度を100～1000 mm/sの間で変化させます。事前定義されたレシピ (PCP_step2_pitch.VLF) がすでにプリインストールされており、LaserMillにロードすることができます。そこには、ピッチ1 μm、3 μm、5 μm、7 μm、10 μmの5つの溝が事前定義されています。ユーザーはステップ1と同様に光学Z高さを変更する必要があります。これは、ピッチ値が異なればレーザーのレシピも異なるため、5つの溝すべてについて個別に行わなければなりません。また、対称なピッチを実現するために、ハッチングパターン設定のライン間隔も変更する必要があります。さらに、溝ごとに対応するレーザーレシピをステップ1で選択したレーザー出力値に調整することも求められます。シリコン上に適用されたピッチ調整の例を図2に示します。ここでは、滑らかな底仕上げを実現するために、ステップ1で60%のレーザー出力が選択されています。小さいピッチ値 (約1 μm) を使用することで、非常に深い溝ミリングを行い、良好な側壁品質を実現できます。ピッチ3 μmでは、粗いミリングのアプリケーションにおいて、高速な除去速度と短い処理時間の間に良い妥協点が見出されるものの、底面の品質は十分なものではありません。中間のピッチ範囲 (5～7 μm) の場合は、滑らかな底表面仕上げが達成できます。また、大きいピッチ (約10 μm) では、表面粗さが再び大きくなり、除去速度が非常に遅くなるため、非常に高いピッチ値の使用が制限されてしまいます。

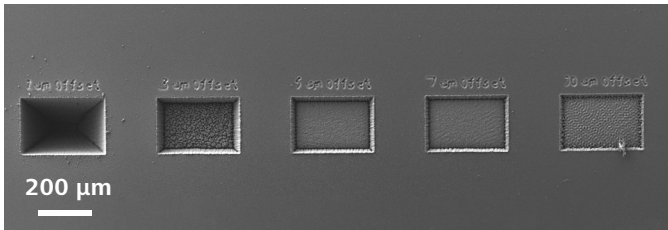


図2：パラメータ較正手順のステップ2。ピッチの異なる複数の溝を素材にミリングし、溝の外観が適切かどうかをチェックします。ピッチ値は、左から1 μm、3 μm、5 μm、7 μm、10 μm offset。

様々なピッチ設定を利用して、多岐にわたるアプリケーションに対応できます。底面を滑らかに仕上げるには、5～7 μmの高いピッチが必要です。研磨アプリケーションの場合、約1 μmという非常に小さなピッチによって、側壁の品質を非常に効果的に向上させることができます。小さいピッチでの速い除去速度は、大きいピッチでの処理時間の短縮と相殺されるため、約3 μmのピッチ範囲が粗い溝加工に適しています。

ステップ3 – パルスの繰り返し周波数の調整

パルスのオーバーラップを決めただけでは、走査速度とパルスの繰り返し周波数の比が定義されるだけで、両方のパラメータに最適化した固定値が得られるわけではありません。それを考慮し、この3つ目のステップでは両方のパラメータを一定の比率で変更します。高い繰り返し周波数とスキャン速度は高いアブレーションに使用するのに対し、低い値は溝の底面を研磨してさらに滑らかな状態にする目的で使用します。両方のパラメータが一定のピッチで大きな影響を及ぼさない場合は、処理を最小限に抑えることができるため、高い値の方が望ましくなります。図3では、底面を最大限滑らかにすることを目的としたシリコンにおけるパルス繰り返し周波数の調整が示されています。前の調整ステップから導き出されたレーザー出力60%およびピッチ7 μmを使用しています。

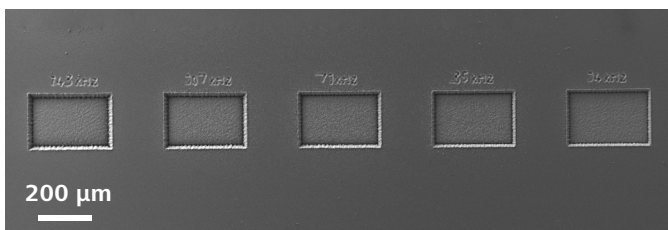


図3：パラメータ較正手順のステップ3。ピッチの異なる複数の溝を素材にミリングし、溝の外観が適切かどうかをチェックします。周波数は、左から143 kHz、107 kHz、71 kHz、35 kHz、14 kHz。

図3では、ステップ2と同様に、レーザーのスキャン速度が1000 mm/sから100 mm/sまで変化しています（左から右）。一方、ステップ2とは逆に、それぞれの溝のピッチが7 μmで一定になるように、パルスの繰り返し周波数も変更しました。その結果として得られる周波数値(kHz)は、スキャン速度(mm/s)をピッチ(μm)で割ることで算出できます。これにより、

図3における繰り返し周波数は143 kHzから14.3 kHzとなります。つまり、レーザーの周波数が高いほど、溝の深さが深くなるということです。このように、溝の全体的な外観は大きく変化せず、より高い周波数を使用することで、処理時間をできる限り短縮することが可能となります。選択した溝に対して、溝の深さを決定し、記録された深さを実行されたハッチングの数で割ります。この値は「レイヤーごとの除去速度」として使用され、ハッチングパラメータに入力する必要があります。ステップ3が終了すると、ミリングパラメータが正常に設定され、適用できるようになります。最適化されたパラメータセットは、処理領域のサイズに依存せず、より広い領域ですぐに使用可能です。ミリングするレーザー溝を特定の深さにする必要がある場合は、オプションの深さ調整ステップを実行します。

オプション：ステップ4 – 深さ調整

事前定義された深さの溝を確実にミリングするには、追加の深さ調整手順を実行します。ステップ1～3で作成した同じレーザーとハッチングパラメータを使用して、材料に複数の溝をミリングします。溝はハッチの数が異なるだけであり、ハッチの数が多ければ溝の深さは深くなります。事前定義されたレシピPCP_step4_depth.VLFをロードすることで、25～200ハッチの範囲の8つの溝が材料にミリングされます。ユーザーは、レーザーパラメータ（レーザー出力、スキャン速度、周波数）とハッチングパラメータ（レイヤーごとのライン間隔と除去速度）を、ステップ1～3で得られた値に変更する必要があります。図4は、精密ミリングのアプリケーションにおけるシリコンの深さ調整を示しています。

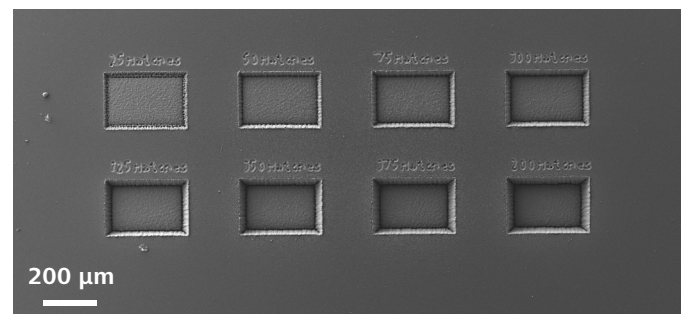


図4：パラメータ較正手順のオプションのステップ4。同じ一連のミリングパラメータを使用して、異なる深さのハッチ数を持つ複数の溝を素材にミリングします。ハッチ数は、左上から25、50、75、100、左下から125、150、175、200。

各溝の深さが決定され、それぞれのハッチングの数で記録されます。これらの値は、「レイヤーごとの除去速度」と同様に、Pythonスクリプトで実行される深度調整メソッドの変数です。この計算結果によって、ユーザーは目的の深さを実現するために必要なハッチングの正確な数がわかります。この深さ調整の範囲は、入力の最大深さに依存することにご注意ください。

シリコン、銅、鋼のミリングパラメータ

シリコン、銅、鋼のパラメータ最適化から得られたミリングパラメータを表3にまとめました。表3には、粗加工、精密加工、および研磨アプリケーション用のパラメータセットが示されています。パラメータセットは、Silicon.VLF、Steel.VLF、Copper.VLFの3つのレシピにプリインストールされており、すぐに使用することができます。

注：このパラメータ最適化には、特定の鋼／銅合金が使用されていることにご注意ください。示されているパラメータは、いかなる鋼／銅合金に対しても最適化されたパラメータセットと見なされるべきではありませんが、詳細な加工条件検討の開始点としてご参照ください。

| 材料 | アプリケーション | レーザー出力 (%) | スキャン速度 (mm/s) | 周波数 (kHz) | ピッチ (μm) | ライン間隔 (μm) | レイヤーごとの除去速度 (μm) | ハッチング方法 |
|------|----------|------------|---------------|-----------|----------|------------|------------------|---------|
| シリコン | 精密加工 | 50 | 107 | 107 | 7 | 7 | 1 | 回転 |
| | 粗加工 | 80 | 300 | 300 | 3 | 3 | 5 | 回転 |
| | 研磨 | 30 | 100 | 100 | 1 | 1 | 0 | アプローチ |
| 銅 | 精密加工 | 80 | 500 | 100 | 5 | 5 | 1 | 回転 |
| | 粗加工 | 100 | 900 | 450 | 2 | 2 | 2 | 回転 |
| | 研磨 | 60 | 150 | 150 | 1 | 1 | 0 | アプローチ |
| 鋼 | 精密加工 | 70 | 250 | 50 | 5 | 5 | 1 | 回転 |
| | 粗加工 | 100 | 900 | 300 | 3 | 3 | 5 | 回転 |
| | 研磨 | 50 | 125 | 125 | 1 | 1 | 0 | アプローチ |

表3：様々なアプリケーション用のシリコン、銅、鋼のミリングパラメータのセット

Carl Zeiss Microscopy GmbH
07745 Jena, Germany
microscopy@zeiss.com
www.zeiss.com/microscopy

Carl Zeiss Co., Ltd.
2-10-9 Kojimachi, Chiyoda-ku
Tokyo, 102-0083, Japan
Phone: + 81-570-02-1310