

(12) 特許協力条約に基づいて公開された国際出願

(19) 世界知的所有権機関  
国際事務局

(43) 国際公開日  
2019年11月28日(28.11.2019)



(10) 国際公開番号

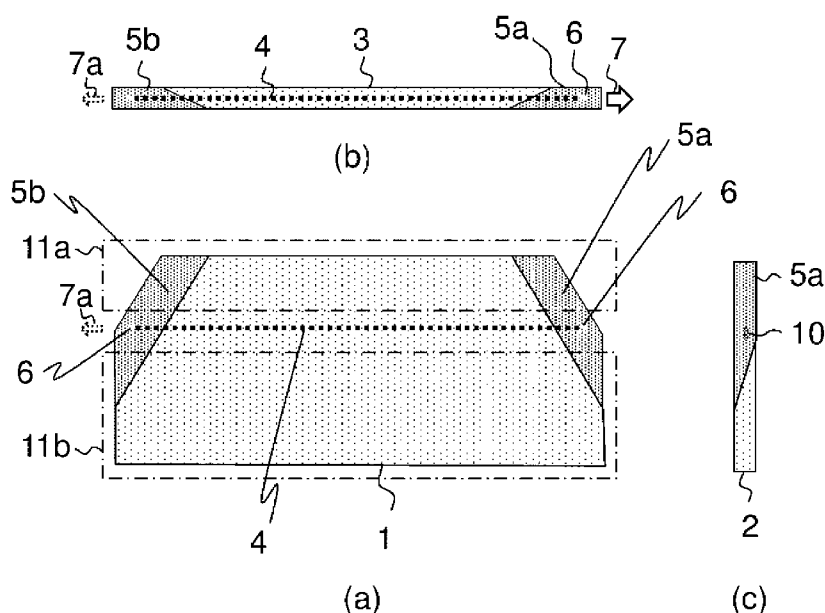
**WO 2019/224993 A1**

- (51) 国際特許分類:  
*G01N 1/28* (2006.01)
- (21) 国際出願番号: PCT/JP2018/020100
- (22) 国際出願日: 2018年5月25日(25.05.2018)
- (25) 国際出願の言語: 日本語
- (26) 国際公開の言語: 日本語
- (71) 出願人: 三菱電機株式会社(MITSUBISHI ELECTRIC CORPORATION) [JP/JP]; 〒1008310 東京都千代田区丸の内二丁目7番3号 Tokyo (JP).
- (72) 発明者: 佐々木 肇(SASAKI Hajime); 〒1008310 東京都千代田区丸の内二丁目7番3号 三菱電機株式会社内 Tokyo (JP).
- (74) 代理人: 大岩 増雄, 外 (OIWA Masuo et al.); 〒6610033 兵庫県尼崎市南武庫之荘3丁目35番8号 Hyogo (JP).
- (81) 指定国(表示のない限り、全ての種類の国内保護が可能): AE, AG, AL, AM, AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BN, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CL, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DJ, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IR, IS, JO, JP, KE, KG, KH, KN, KP, KR, KW, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LU, LY, MA, MD, ME, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ,

(54) **Title:** PREPARATION METHOD FOR SPECIMEN FOR TRANSMISSION ELECTRON MICROSCOPE

(54) 発明の名称: 透過型電子顕微鏡試料の作製方法

図1



(57) **Abstract:** In this preparation method for a specimen for a transmission electron microscope, a mass body (27) is cut out in the shape of a rectangular parallelepiped that contains a multiple-quantum-well active layer (4) from a laser diode which is a workpiece, thereafter, a specimen (24) is produced in which sloping oblique cut portions (5, 5a, 5b) through which surface portion active layers (10) can be seen are formed in corner portions adjacent to the top surface of the mass body (27), and thereafter, the thickness of the specimen (24) is reduced, and a specimen (28) for observation is cut out

NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PA, PE, PG, PH, PL, PT,  
QA, RO, RS, RU, RW, SA, SC, SD, SE, SG, SK, SL,  
SM, ST, SV, SY, TH, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA,  
UG, US, UZ, VC, VN, ZA, ZM, ZW.

- (84) 指定国(表示のない限り、全ての種類の広域保護が可能): ARIPO (BW, GH, GM, KE, LR, LS, MW, MZ, NA, RW, SD, SL, ST, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), ユーラシア (AM, AZ, BY, KG, KZ, RU, TJ, TM), ヨーロッパ (AL, AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, MK, MT, NL, NO, PL, PT, RO, RS, SE, SI, SK, SM, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, KM, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

添付公開書類:

- 一 国際調査報告 (条約第21条(3))

---

using the two visible surface portion active layers (10) of the sloping oblique cut portions (5, 5a, 5b) as a reference.

(57) 要約: 透過型電子顕微鏡の試料の作製方法において、被加工体であるレーザダイオードから多重量子井戸活性層(4)を含む直方体形状の塊状体(27)を切り出した後、塊状体(27)の上面の隣接する角部に、表面部活性層(10)が視認できる傾斜斜めカット部(5、5a、5b)を形成した試料(24)を作製した後、当該試料(24)を薄膜化するとともに、傾斜斜めカット部(5、5a、5b)の視認可能な2つの表面部活性層(10)を基準として観察用試料(28)を切り出すようにした。

## 明 細 書

**発明の名称：**透過型電子顕微鏡試料の作製方法

### 技術分野

[0001] 本願は、透過型電子顕微鏡を用いて化合物半導体の内部構造を解析する際の試料の作製方法に関するものである。

### 背景技術

[0002] 従来の透過型電子顕微鏡用の試料の作製方法では、断面TEM (Transmission Electron Microscope) 試料を切り出す際、試料の片側を斜めカットし試料の平行状態を確認していた（たとえば、特許文献1参照）。また、平面TEM試料を切り出す際、断面にマーカを形成し試料の平行状態を確認していた。

### 先行技術文献

#### 特許文献

[0003] 特許文献1：特開2008-070155号公報

特許文献2：特開2008-170225号公報

### 発明の概要

#### 発明が解決しようとする課題

[0004] 従来の透過型電子顕微鏡試料作製方法は、断面切り出し、もしくは平面切り出しを行っているだけであった。そのため、従来の手法では半導体デバイスの内部の特定箇所、たとえば、内部にある活性層内の一カ所の欠陥を狙って切り出すことができないという問題点があった。

[0005] また、断面TEM（特許文献1の切り出し方向）もしくは平面TEM（特許文献2の切り出し方向）の試料を切り出す際、化合物半導体デバイスでは、半導体同士のヘテロ構造で各層が形成されているので、金属あるいは絶縁膜などの構造体が外部からは直接見えないため、試料加工時の平行を保つことが難しいという問題点があった。上述の先行事例では、個別に断面TEM試料と平面TEM試料の作製方法について記述されているが、平面TEM加

工から断面TEM加工を連続的に行う場合の工夫には言及されていない。

[0006] 本願は、上記のような課題を解決するための技術を開示するものであり、化合物半導体デバイス内の所望の観察個所を観察するための加工方法を提供することを目的としており、特に、この加工時に簡便に観察する試料を作製するための加工方法を提供することを目的とする。

### 課題を解決するための手段

[0007] 本願に開示される透過型電子顕微鏡試料の作製方法は、  
被加工体であるレーザダイオードから当該レーザダイオードが有する多重量子井戸活性層を含む直方体形状の塊状体を切り出す工程、  
前記塊状体の上面の隣接する2つの角部に、前記塊状体の上面に対して傾斜した傾斜斜めカット部を形成した試料を作製する工程、  
前記試料を表面から加工して前記多重量子井戸活性層が観察できる厚さまで前記試料を薄膜化する工程、  
および、  
前記多重量子井戸活性層の一部である表面部活性層を2つ用いて、前記傾斜斜めカット部を形成した試料から柱状の観察用試料を切り出す工程、  
を含むことを特徴とするものである。

### 発明の効果

[0008] 本願に開示される透過型電子顕微鏡試料の作製方法によれば、化合物半導体デバイス内の所望の観察個所を観察するための加工方法を提供することができる。また、所望の観察個所を観察する加工の際、簡便に観察用試料を作製することが可能となる。

### 図面の簡単な説明

[0009] [図1]実施の形態1による透過型電子顕微鏡試料の一例を示す図である。  
[図2]レーザダイオードの模式図である。  
[図3]図2のレーザダイオードの点線部分を切り出した試料の一例を示す図である。  
[図4]FIB装置を使ってSEM観察した試料の一例を示す図である。

[図5]上面からF I B装置で傾斜斜め加工した試料の一例を示す図である。

[図6]F I B装置によりGaイオンビームを試料の側面から照射し薄膜化する様子を示した模式図である。

[図7]薄膜化した試料を上面から超高圧透過型電子顕微鏡で観察している様子を示した模式図である。

[図8]観察部分を特定した後、断面観察するためのF I B加工方法を説明するための模式図である。

[図9]観察用試料を取り出すための加工方法を説明するための模式図である。

[図10]平面TEM試料を使って断面TEM加工した後の観察用試料を観察する様子を示した模式図である。

[図11]片側だけ傾斜斜めカット部を形成した試料を切り出した場合の一例を示した図である。

[図12]両側に傾斜斜めカット部を形成した試料を取付用メッシュに取り付けた場合の一例を示す図である。

[図13]従来の斜めカット部を形成する断面TEM試料の作製方法を説明するための図である。

### 発明を実施するための形態

#### [0010] 実施の形態1.

以下、本願の実施の形態1による透過型電子顕微鏡試料の作製方法を、図を用いて説明する。図1は、本願の実施の形態1による透過型電子顕微鏡試料の一例を示す図である。この図は、化合物半導体デバイスであるレーザダイオード（以下では簡略化してLDと称する。LD:Laser Diode）を平面で切り出した試料を示す図である。

[0011] 図1において、下側に示す図1(a)は、切り出したLD平面試料を上から見た図であり、図1(a)の上側に示した図1(b)は、図1(a)の上面図であり、図1(a)の右側に示した図1(c)は、図1(a)の右側面図を示している。

[0012] 図1(a)のLD平面1において、レーザ光を発生する多重量子井戸活性

層 4（以下では簡略化して、MQW活性層 4 と呼ぶ。MQWはmultiple quantum wellsの略称）は、半導体内部に存在するため、上面からは、その全体を見ることはできない。わずかに、点線の両端の白点のみ、活性層が直に見える。そこで、この図では、その存在位置を点線で示した。

なお、一点鎖線で囲まれた領域は、平面試料をさらに断面観察するためにカットされる加工領域 11 a、11 b である（これらの加工領域はスライス加工により除去される）。これらの加工領域 11 a、11 b は、上記の MQW 活性層 4 の状態をさらに詳しく観察するために加工される領域であり、傾斜斜めカット部 5 a、5 b の一部を含んでいる。

[0013] また、図 1（b）には、上面から見た LD 側面 3、および試料加工時、試料を MQW 活性層に平行に切り出すのに用いる目印を見出すための斜め切り出し面であって、LD 平面 1 に対して所定の角度で、その一部をさらにカットした傾斜斜めカット部 5 a、5 b を示す。また、この傾斜斜めカット部 5 b が LD 平面 1 の左側に設けられているのに対して、LD 平面 1 の右側の対称位置には、傾斜斜めカット部 5 b と同様の斜め切り出し面であって、LD 平面 1 に対して所定の角度でその一部をさらにカットした、傾斜斜めカット部 5 b とは別の傾斜斜めカット部 5 a が設けられている。なお、白抜き矢印は、出射するレーザ光 7 の特徴を、その矢印の方向と大きさを示したものであり、図 1（b）の右側からは左側からに比べて、よりパワーの大きいレーザ光が出射していることを区別して示すため、右側の矢印を実線で、左側の矢印を点線で示している。すなわち、図 1（b）の左側には、このデバイスの裏面反射コート膜により、ほとんどレーザ光は出射しない。

[0014] また、図 1（c）には、レーザの出射面から見た LD 正面 2 を示す。この図には、上述の傾斜斜めカット部 5 a が上段部分に示されており、この傾斜斜めカット部 5 a の中に楕円状の黒点として示したのが、表面部活性層（内部の活性層が表面に現れた部分）10 である。

[0015] 次に、図 1 の透過型電子顕微鏡試料の作製方法について、この試料の作製工程により説明する。まず、試料作製の対象となる被加工体であるレーザダ

イオードの構造について、以下、図を用いて説明する。

[0016] 図2はレーザダイオードの模式図である。レーザダイオードは、化合物半導体と金属電極のオーミックコンタクトを得るためのコンタクト層12、MQW活性層4で発生したレーザ光を閉じ込めるためのクラッド層13、MQW活性層4と同じ平面上に形成され、電極から注入した電流が無駄に流れないように、MQW活性層4だけに電流を集中させるためのブロック層14を主要な層として含んでいる。ここで、下側のクラッド層15は、上のクラッド層13と対となり、レーザ光を、これら2つの層の間に閉じ込める役割を果たす。なお、下側のクラッド層15は化合物半導体の基板16の表面に接して積層されている。

[0017] 図1で説明したMQW活性層4は、LD内部に存在するため、外側からは見えない。そこで、この図では、レーザダイオードの中央部分に破線でその存在位置を示した。また、このMQW活性層4が上記のように、外部からは直接見ることはできないため、透過型電子顕微鏡の観察用試料を切り出す際、このMQW活性層4を、1回の加工で切り出すことは難しい。

[0018] そこで、この図の一点鎖線で示したMQW活性層の存在領域（平面TEM試料の領域でもある）をまず切り出す。この切り出し領域22は、図において、一転鎖線で示す（代表的な8個の端点である点K1から点K8で決まる直方体の）領域であり、切り出す領域の凡の位置が分かるようにした。なお、図2において、レーザ光が出射している半導体断面が図1のLD正面、MQW活性層4を横から見た半導体断面が図1のLD側面、LDを上から見た面が図1のLD平面に、それぞれ対応している。

[0019] なお、レーザ光7は、上部電極20、および下部電極21を用いて通電されることにより、デバイスであるLDに電流が流れることにより出射するが、このレーザ光は、上記MQW活性層4のレーザ光出射前端面18から、出力の等パワー線が楕円状に分布した形態で図中の白抜き矢印方向に出射する。

[0020] 次に、本実施の形態の試料作製方法について、工程を追って示す。図2の

レーザダイオードの点線部分をF I B (Focused Ion Beam)装置を用いた加工法（以降F I B加工法と略記する）などを用いて切り出した試料を図3に示す。F I B加工法では直接薄い試料は取り出せないため、まず、観察したいMQW活性層の領域を内部に含んだ厚膜試料をデバイスから切り出す。

[0021] この図3は模式的に描いたものであるため内部にMQW活性層を含むものであることが判るが、実際にF I B装置を用いてSEMで観察した場合には、図4のように、単なる直方体形状の塊状体27として見え、所望の領域であるMQW活性層を判別することはできない。

[0022] そこで、所望の領域であるMQW活性層4を切り出すための最初の加工工程について、以下図を用いて説明する。ここでは、最初の加工工程を説明する前に、従来の試料の加工工程との差異を明らかにするため、図13を用いて、まず従来の試料の加工工程について説明する。

[0023] 従来の加工工程では、図13に示すように、F I B装置を用いて、上記の厚膜試料である塊状体27の上面からLD平面に対して直交する方向に、前記塊状体の厚さ分だけ前記塊状体の一部（1つの辺とその端点である2つの頂点を含む部分）を一様にカットする、すなわち、上述の直方体形状の塊状体の1つの辺を挟む2面に対して直交する平面で三角柱状領域をカットし、斜めカット部26を形成した断面TEM試料25を作製していた。この加工工程により作製された斜めカット部26の形状（カット面の形状）は、図に示すように直方体となっていた。

[0024] これに対して、本実施の形態では、F I B装置を用いて、図5に示すように、直方体形状の塊状体の1つの辺とその端点である2つの頂点を含む部分である角部（以下、同様の部分を単に「角部」と呼ぶ）をカットすることにより、傾斜斜めカット部5を形成する加工を行う。すなわち、上記直方体形状の塊状体の1つの辺を挟む2面の各面に対して直交しない角度の方向に、前記塊状体の厚さ分だけ前記塊状体の一部をカットし、そのカット面形状が台形となる傾斜斜めカット部5を形成した断面TEM試料24（以下では単に試料24と呼ぶ）を作製する。なお、この図は、試料24のSEM像を示

しており、表面部活性層は視認できない。

[0025] 次工程では、FIB装置により、上記図5で説明した試料24を厚さ方向に薄膜化するイオンビーム加工を行う。すなわち、図6に示すように、FIB装置を用いて、Gaイオンビーム19を上述の試料24の側面の上側位置及び下側位置からそれぞれ照射して、試料の表面及び裏面から順次（図中、矢印A及び矢印Bの方向に順次）、当該試料をカットする。この加工により、試料24を薄膜化して、（図示しない）試料24a（後述）を作製する。この図6は、図5に示したSEM像とは異なり、試料24を走査イオン顕微鏡（SIM(Scanning Ion Microscope)とも呼ぶ）で観察した場合のSIM像を示したものである。この場合には、図に示したように、試料24の角部の傾斜斜めカット部5aの表面に、MQW活性層4の一部である表面部活性層10が視認できる。

[0026] つまり、図5に示したようにSEM像ではMQW活性層4は視認できないが、イオンを用いた観察方法であるSIMによるSIM像では、図6に示すように、MQW活性層が断面上に露出した部分である表面部活性層10を視認することができる（この場合、矢印S<sub>1</sub>は試料を観察する方向を示し、この図では試料を側面から見る方向となっている。また、符号S<sub>1</sub>の下付き数字1は試料を観察する際の観察方法を示す数字であり、この場合には、FIB加工時の観察であることを示している。以下の図においても同様）。SIM像で視認できる理由は、SIMとSEMでは、2次電子の放出確率が異なり、前者の方が放出確率が高いからである。

[0027] なお、この場合において、薄膜化した試料の厚さは0.1 μmから2.0 μmである。通常のTEM観察の試料の厚さは0.1 μm以下なので、図6に示す場合には、通常の観察試料より厚い試料が加工されていることがわかる。これは観察したい部分であるMQW活性層4をこの段階の工程で切り落とさないようにするためである。

[0028] ところで、先行事例（特許文献1参照）でも、試料の平面出しのため斜めカットする例が報告されているが、この例は平面TEMの例ではなく、通常

の断面TEM加工の例であり、かつ観察する試料の基となるデバイスに被観察体である構造物がSEM像により視認できる場合の加工例である。一方、本実施の形態のように、平面TEM加工から引き続いて断面TEM加工を行う場合で、かつSEM像によっては被観察体である構造物が表面部分で視認できない場合においては、先行事例を適用した加工は不可能である。

[0029] また、先行事例（特許文献2参照）では、活性層部分にあらかじめマーカを形成し、そのマーカを見ながら、試料中の活性層部分と平行を保ちつつ加工する方法が示されているが、マーカを形成する工程が必要である。一方、本実施の形態ではマーカを形成することなく、試料中の活性層部分と平行を保ちつつ加工することができる（後述）ため、先行事例のマーカを形成する工程が削減できる効果がある。

[0030] 次に示す図7は、1  $\mu$ m程度の厚い試料ではあるが薄膜化した試料24aを上面から超高压透過型電子顕微鏡で観察している場合（図中の観察方向の矢印 $S_2$ 参照。なお、符号 $S_2$ の下付き数字2は試料を観察する際の観察方法を示す数字であり、この場合には超高压透過型電子顕微鏡での観察であることを示す。以下同様）の模式図である。この図に示したように、このような厚い試料の場合であっても、観察に超高压透過型電子顕微鏡を用いると、電子の透過性が高いため試料を観察することができるが、FIB加工時のSIM像、SEM像では、図5で説明したように、この試料中の角部に形成された傾斜斜めカット部5中に表面部活性層10を観察できない。

[0031] 一般的な透過型電子顕微鏡は200kVから300kVの加速電圧であるが、超高压透過型電子顕微鏡では1MV以上の加速電圧で電子を加速するため、一般的な透過型電子顕微鏡を用いた場合に比べて厚い膜である0.1  $\mu$ m以上2  $\mu$ m程度の厚さの膜を観察可能である。また、観察する膜の材質によっては5  $\mu$ m程度の厚さの膜も観察することができる。この観察により、通常より厚い膜の場合でも所望の観察部分を特定することができる。

[0032] なお、CCD等で観察された後に、特定部分（後の使用のため記憶しておく部分）は、メモリに格納され、その後、必要に応じ、メモリから呼び出さ

れて試料の加工時に使用される。具体的には、超高圧透過型電子顕微鏡により、対象物をCCDで撮影し、メモリに格納する。特定部分としては、例えば、試料の端から何ミクロンの位置に所望の観察部分があるかをCCD等で得たデータから確認することで行う。そして、確認したデータを基に、FIB装置で試料を加工する。FIB加工時には、通常、対象物を直接見ながらの加工ができないため、加工の際は、上記CCDで得たデータを頼りに、試料の端からの距離換算で必要部分の加工を行う。

[0033] 図8は、LD中の観察すべき部分の特定方法と、この特定後に断面観察する試料を取り出すためのFIB加工法を説明するための模式図である。

従来、試料の加工中は、LD平面に相当する図の上面からはMQW活性層4は見えなかった。また一般的に、平面TEM試料は薄いため、さらに断面加工を行い断面から観察することは通常考えられていない。

[0034] そこで、本実施の形態では、図8に示すような、試料24bの点々で模様付けした、角部の傾斜斜めカット部5aが、加工により作製された試料を利用する。この傾斜斜めカット部5aが作製された試料を使用することで、LD平面に相当する、図に示した試料24bの上面、およびLD正面に相当する図の側面のいずれの面からも、上述の傾斜斜めカット部5aの表面部活性層10が観察できる。そして、この表面部活性層10を頼りにして、試料24bの上面からの観察により、LD中の観察すべき部分をまず特定する。

[0035] 次に、観察部分が特定された試料24bにおいて、特定した観察部分であるMQW活性層の存在する領域の外側となる、図の左側に点線の直方体で囲った領域C、及び図の右側に点線の直方体で囲った領域Dをイオンビームでカットしていく（例えば領域Cでは試料の左端部分から境界線Lcまでをカットする）。

[0036] 図9は、本実施の形態の傾斜斜めカット部5aを含む試料から、後述する所望の観察試料を加工して取り出す加工方法を模式的に示した図である。

この傾斜斜めカット部5aが作製された試料を使用して、LD平面に相当する試料24bの上面、およびLD正面に相当する図の側面の各面から観察

しつつ、試料 2 4 b のうち、図の左側の点線の直方体で囲った領域 C、及び図の右側の点線の直方体で囲った領域 D を G a イオンビームでカットすることにより、観察用の試料を取り出す加工を行う。

[0037] 以上説明してきた加工方法（平面 T E M 試料を使って、さらに断面 T E M 加工する方法）によれば、試料 2 4 b の上面、および試料 2 4 b の側面のいずれの面からも、上述の傾斜斜めカット部 5 a の表面部活性層 1 0 が観察できるため、最初の一回の加工で断面加工まで到達でき、所望の観察用の試料を加工して取り出すことができる。

なお、実際には、1 箇所表面部活性層 1 0 だけでは所望の観察用の試料を加工して取り出すことはできず、後述するように、2 箇所の表面部活性層 1 0 を観察しながら、所望の観察用の試料を加工して取り出す必要がある。また、上述の方法によらず、断面加工時に傾斜面を持つ斜めカット部を形成する追加工程を含んだ加工方法を採用しても良いが、本実施の形態では、この追加工程を省略できる効果がある。

[0038] 図 1 0 は、図 9 で説明した加工方法により作製した試料（以降、この試料を観察用試料 2 8 と呼ぶ。この観察用試料 2 8 が所望の試料である）を観察する様子を示した模式図である。この図は、観察用試料 2 8 の加工した面（図 2 で L D 側面と呼んでいる面）を当該面の外側から観察している様子を示している。この図に示したように、観察したい部分を切り落とすことなく試料を的確に切り出すことができ、目的とした部分の観察が可能となる。なお、図 1 0 では、観察時に観察用試料 2 8 を取り付けて固定する部分である（図示しない）透過電子顕微鏡の試料取付用メッシュ 2 3（詳細は後述。以下単に取付用メッシュ 2 3 と呼ぶ）に固定する部分を省略して図示している。

[0039] このように、最初に薄片化する際に、試料にカット部を形成する際、例えば図 1 3 に示したように、L D 平面に対して直交する試料の厚さ方向にカット部を形成するのではなく、図 5 ～図 9 に示したように、L D 平面に対して傾斜面（L D 平面に対して鋭角の傾斜角を持つ面。典型的な傾斜角としては

45度)をもつ傾斜斜めカット部5aを形成することにより、観察用試料の加工が終了するまで、追加の加工なしに活性層の位置を特定しながら透過型電子顕微鏡試料を作製することができる。なお、上記傾斜面の傾斜角は一律に45度である必要はなく、1つの鋭角を含む複数の傾斜角を組み合わせたもので、傾斜面を構成してもよい。

[0040] 次に、両側をカットした透過型電子顕微鏡試料の作製方法について、図を用いて説明する。上記図9、図10を用いた説明においては、片側のみに傾斜斜めカット部を形成した試料により、その加工方法を実現する方法を説明してきたが、実際には、図1に示したように、両側をカットした試料を利用する必要がある。その理由を含め、以下に詳しく説明する。

[0041] 図11に片側だけでカットした試料の一例を示す。この図は、図1において、図1(b)に示すLD側面に相当する図面であり、この図1(b)と比較しつつ、以下両側をカットした試料を利用する必要性について説明する。

[0042] この図1(b)は、所望のMQW活性層を切り出すことができた理想的な場合のLD側面を示す図になっている。MQW活性層内部の全体は外側からは直接見るできないため、図11に示たような片側だけカットした試料を用いて透過電子顕微鏡用試料を作製した場合、通常、基準となる加工方向に対する角度ずれが生じて所望のMQW活性層を切り出すことが難しい。すなわち、図1(b)に示した場合とは異なり、試料の左右両側で活性層位置6を視認することができないため、MQW活性層を加工して切り出すための加工領域を判断する基準線が判別できない。

[0043] 具体的には、図11に示たような片側だけカットした試料では、活性層位置6は、図の左側の傾斜斜めカット部5内でのみ視認される。所望のMQW活性層は図中、点線で示した箇所に存在しているが、この図11に見られるように、この点線は、試料の右端までは存在しておらず、途中で途切れた線として示されている。つまり、所望のMQW活性層を切り出す場合には、上記の点線は試料のほぼ右端まで続いて存在している必要がある。

[0044] 一方、図1(b)に示したように、傾斜斜めカット部5を左右両側に有す

る試料を用いた場合には、上記の点線は試料のほぼ右端まで続いて存在している。言い換えれば、試料の左右両側で活性層位置6を視認することができる。このように、傾斜斜めカット部5を左右両側に有する試料を用いることで、この点線（実はこの点線がMQW活性層を示す線であった）の左右の両端にある活性層位置6を視認することができるため、この2つの活性層位置6を通る線を基準の線とすることにより、確実に所望のMQW活性層全体を切り出すことができる。

[0045] 実施の形態2.

以上においては、MQW活性層をSEM像ではなくSIM像で観察する例を示したが、単純なSIM像では活性層が鮮明に見えない場合が多い。このような場合でも、鮮明な像を利用して確実に所望のMQW活性層全体を切り出す方法について以下説明する。

[0046] 本実施の形態では、実施の形態1と比較して、FIB装置で用いるGaイオンビームの強度の範囲が異なる。具体的には、FIB装置としてFEI社製Strata400Sを用いた場合であって、特に、Gaイオンビームの強度の指標となるイオン電流の値を0.1nAから1.0nAの範囲（望ましくは0.44nA）に設定することが、実施の形態1とは異なる。このようにGaイオン電流の強度を設定することで、試料を鮮明に観察することができる。上記の値より強度が低い場合は、二次電子の発生数が少な過ぎて画像が見え難い。また、上記の値より強度が高い場合は、全体の二次電子の強度が強過ぎて活性領域を判断しにくくなる。

[0047] また、上記実施の形態1の図9の平面TEM試料を断面加工する際、両側を切り落とす時に、MQW活性層の位置を確認するため、SIM像として観察する必要があることを説明した。このSIM像として観察した場合は、SEM像として観察した場合と異なり、イオンを照射するため試料にダメージが加わる。特に平面TEM試料を上面からSIM像として観察する場合、試料が薄いため試料のダメージの影響が大きくなる。

[0048] 本実施の形態では、例えば、FIB装置としてFEI社製Strata4

00Sを用いた場合のイオン電流を26 pA（ピコアンペア）以下とすることで、試料にダメージを与えることなく観察しながら加工することができる。

[0049] 従来のFIB加工法では電子顕微鏡の観察面に対し垂直に加工する一段階加工で済むため（目的とする試料が得られるため）、ダメージの影響を受けなかったが、平面TEM加工に引き続き、断面TEM加工を行う二段階による加工では、イオン照射によるダメージの低減が重要である。

[0050] なお、上記実施の形態1では、模式的な図を用いて説明したため、詳細な説明を省略したが、実際の試料は、透過型電子顕微鏡内へのハンドリングのため、取付用メッシュに固定する必要がある。以下この試料を加工する際のハンドリングについて、図を用いて説明する。

[0051] 図12は、透過電子顕微鏡用の試料24を取付用メッシュ23に取り付けた時の図である。図12（a）（上側の図）に、透過電子顕微鏡用の試料24を取付用メッシュ23に取り付けた時の全体像を示す。また、図12（b）（下側の図）は、図12（a）において円形の点線で示した部分を拡大した図である。ここで、取付用メッシュ23は、通常、銅あるいはモリブデンで作製する。試料の取付用メッシュ23への固定にはプラチナなどの金属を用いる。試料の取付箇所は、具体的には試料取付部30である。

[0052] この試料取付部30において、まず試料の左端部分を例えばプラチナで固定する。その後、傾斜斜めカット部5を形成することにより、MQW活性層4を観察する。この際、想定以上にサイズの大きな傾斜斜めカット部5を形成すると、試料取付部30への試料の被取付部分が無くなってしまい試料が脱落してしまう恐れがあるため、適度な強度を保てる程度の長さで固定する必要がある。

[0053] 具体的には、傾斜斜めカット部5を形成後に、試料の左端部分のサイズが左端全長の1/4以上となるように、設定した箇所で固定をすることが望ましい。最初の試料切り出し時に、予め、このような固定を想定して、1/4以上の範囲が残るように試料を切り出すこと、すなわち、1つの表面部活性

層が視認される最小のサイズで傾斜斜めカット部を形成すること、および傾斜斜めカット部を形成する際に、試料に固定部を残すように観察しながら加工することで試料を脱落させず加工を行うことができる。

[0054] 本願は、様々な例示的な実施の形態及び実施例が記載されているが、1つ、または複数の実施の形態に記載された様々な特徴、態様、及び機能は特定の実施の形態の適用に限られるのではなく、単独で、または様々な組み合わせで実施の形態に適用可能である。

従って、例示されていない無数の変形例が、本願明細書に開示される技術の範囲内において想定される。例えば、少なくとも1つの構成要素を変形する場合、追加する場合または省略する場合、さらには、少なくとも1つの構成要素を抽出し、他の実施の形態の構成要素と組み合わせる場合が含まれるものとする。

### 符号の説明

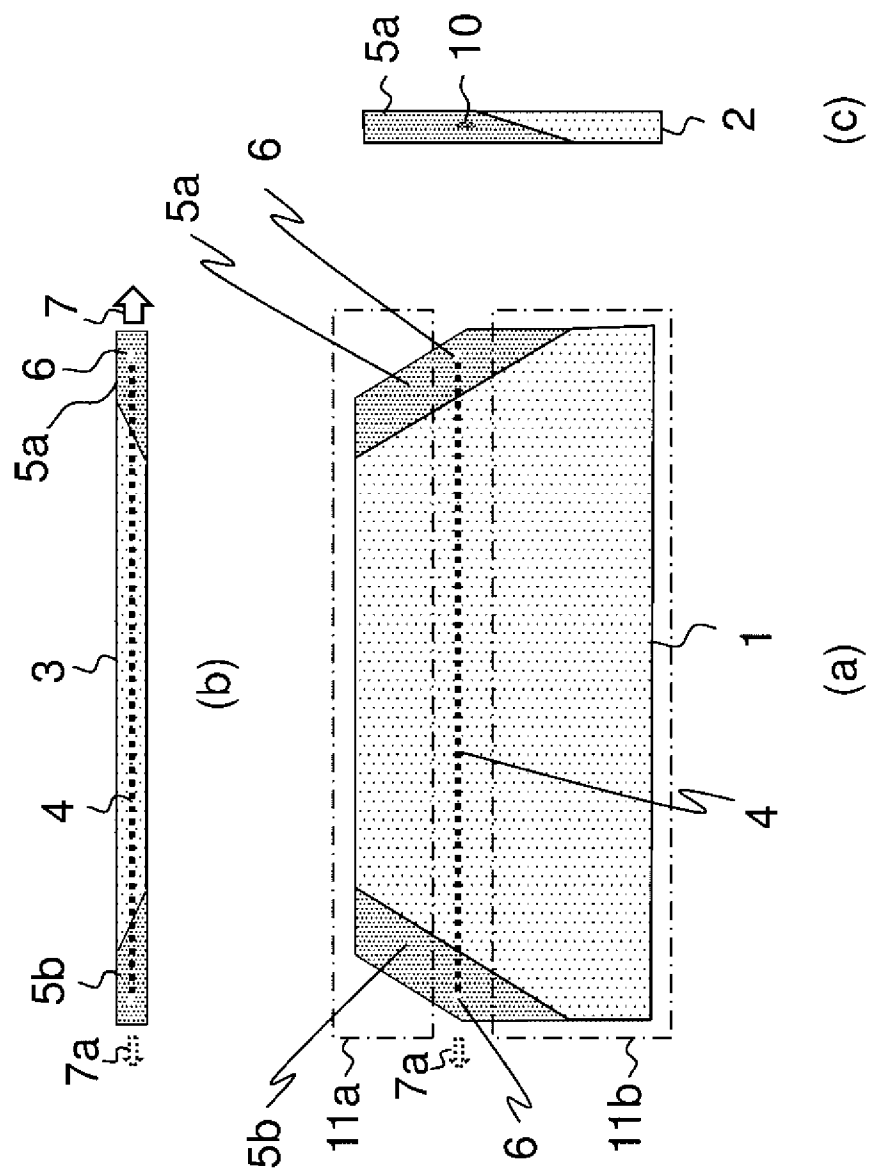
[0055] 1 LD平面、2 LD正面、3 LD側面、4 MQW活性層、5、5 a、5 b 傾斜斜めカット部、6 活性層位置、7 レーザ光、10 表面部活性層、11、11 a、11 b 加工領域、12 コンタクト層、13、15 クラッド層、14 ブロック層、16 基板、18 レーザ光出射前端面、19 Gaイオンビーム、20 上部電極、21 下部電極、22 切り出し領域、23 取付用メッシュ、24、24 a、24 b 試料、25 断面TEM試料、26 斜めカット部、27 塊状体、28 観察用試料、30 試料取付部

## 請求の範囲

- [請求項1] 被加工体であるレーザダイオードから当該レーザダイオードが有する多重量子井戸活性層を含む直方体形状の塊状体を切り出す工程、前記塊状体の上面の隣接する2つの角部に、前記塊状体の上面に対して傾斜した傾斜斜めカット部を形成した試料を作製する工程、前記試料を表面から加工して前記多重量子井戸活性層が観察できる厚さまで前記試料を薄膜化する工程、および、前記多重量子井戸活性層の一部である表面部活性層を2つ用いて、前記傾斜斜めカット部を形成した試料から柱状の観察用試料を切り出す工程、を含むことを特徴とする透過型電子顕微鏡試料の作製方法。
- [請求項2] 前記傾斜斜めカット部は、複数の異なる傾斜角を持つ傾斜面を有することを特徴とする請求項1に記載の透過型電子顕微鏡試料の作製方法。
- [請求項3] 前記表面部活性層を走査イオン顕微鏡像により観察しつつ、前記傾斜斜めカット部をFIB装置で加工するとともに、前記試料を薄膜化する工程において、当該試料の観察は超高压透過型電子顕微鏡で行うことを特徴とする請求項1または請求項2に記載の透過型電子顕微鏡試料の作製方法。
- [請求項4] 前記表面部活性層を前記走査イオン顕微鏡像として観察する際に、前記FIB装置のGaイオン電流の値が26 pA以下に設定されることを特徴とする請求項3に記載の透過型電子顕微鏡試料の作製方法。
- [請求項5] 前記傾斜斜めカット部は、2つの前記表面部活性層のうち、一方の表面部活性層が視認される最小のサイズで作製されたものであることを特徴とする請求項1から4のいずれか1項に記載の透過型電子顕微鏡試料の作製方法。

[図1]

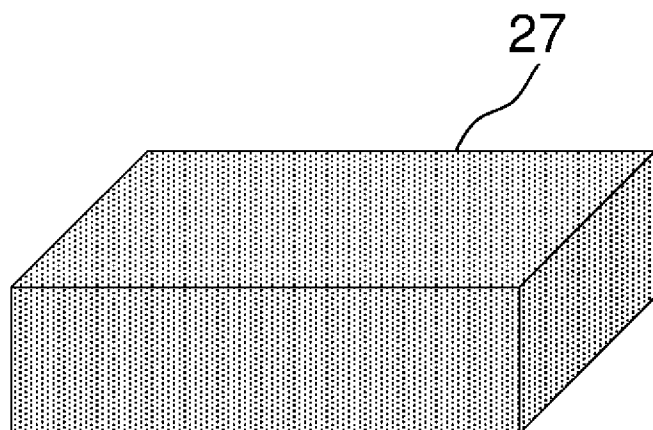
図1





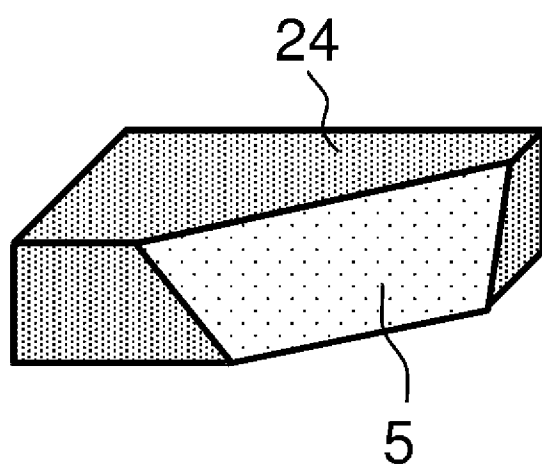
[図4]

図4



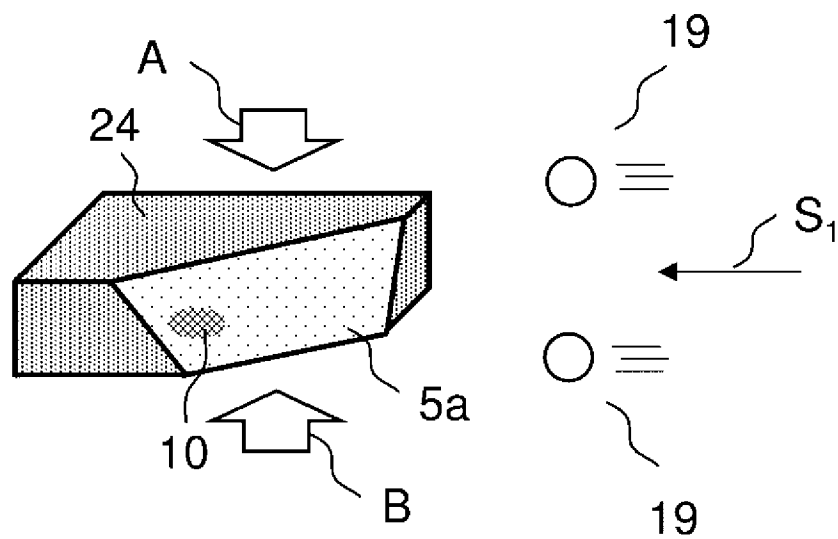
[図5]

図5



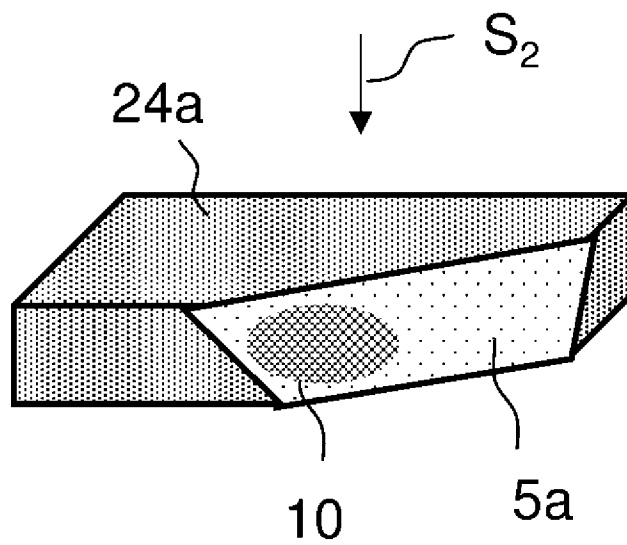
[図6]

図6



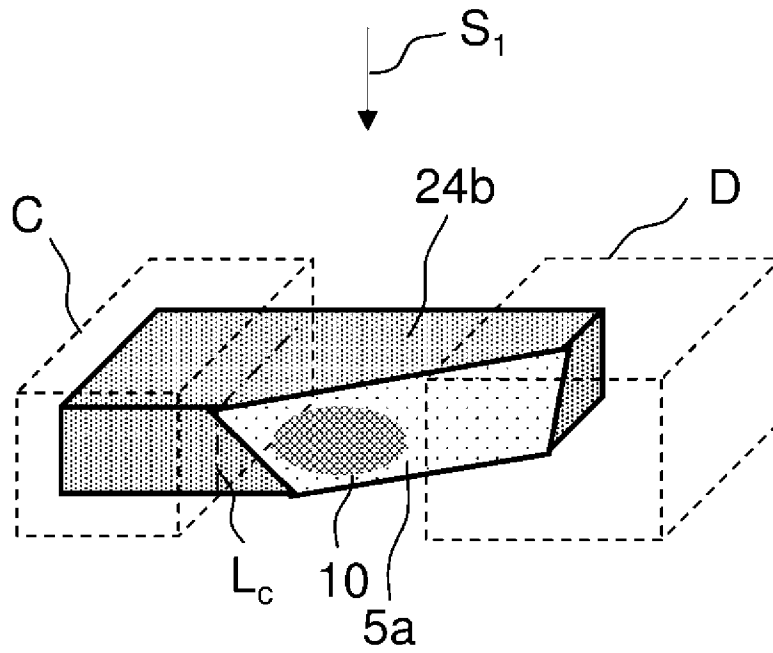
[図7]

図7



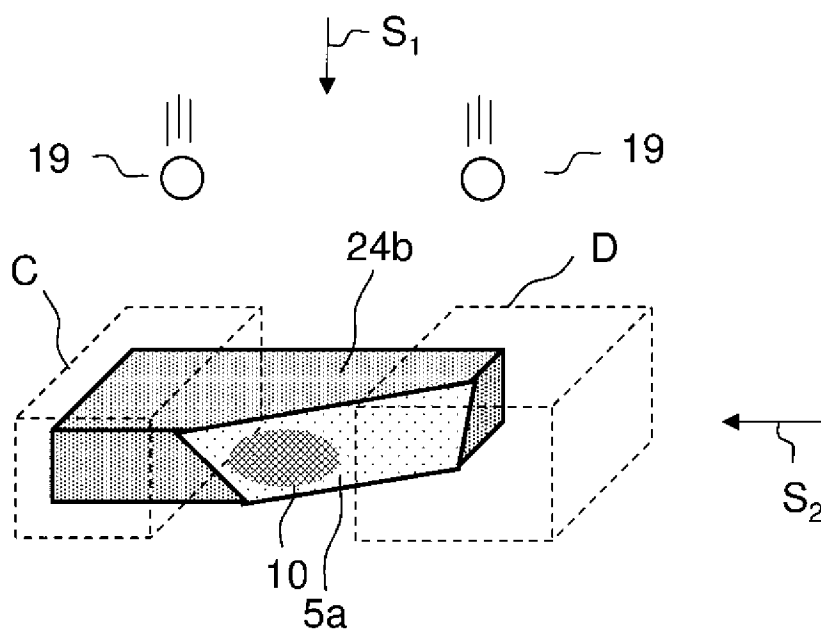
[図8]

図8



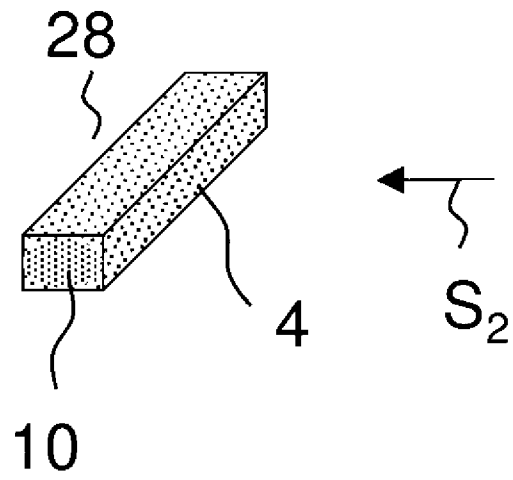
[図9]

図9



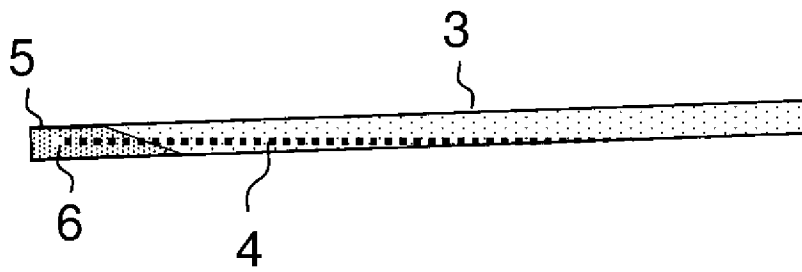
[図10]

図10



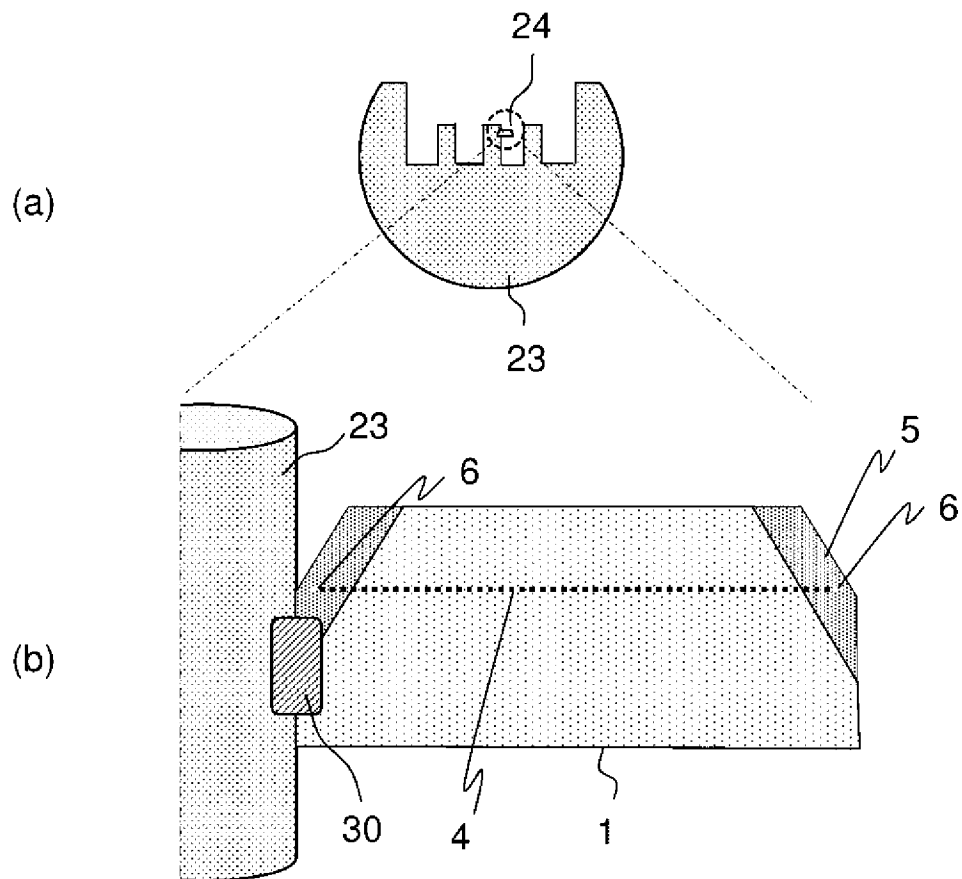
[図11]

図11



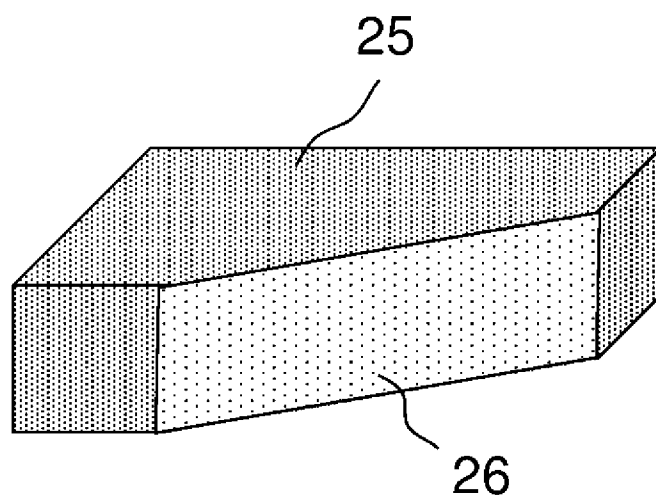
[図12]

図12



[図13]

図13



# INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2018/020100

## A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

Int.Cl. G01N1/28 (2006.01) i

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

## B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

Int.Cl. G01N1/28

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Published examined utility model applications of Japan 1922-1996

Published unexamined utility model applications of Japan 1971-2018

Registered utility model specifications of Japan 1996-2018

Published registered utility model applications of Japan 1994-2018

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

## C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

| Category* | Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages                                                                         | Relevant to claim No. |
|-----------|------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------|
| A         | JP 2009-216478 A (FUJI ELECTRIC DEVICE TECHNOLOGY CO., LTD.) 24 September 2009, entire text, all drawings<br>(Family: none)                                | 1-5                   |
| A         | JP 10-221227 A (MATSUSHITA ELECTRON CORP.) 21 August 1998, entire text, all drawings<br>(Family: none)                                                     | 1-5                   |
| A         | US 2013/0186747 A1 (FEI COMPANY) 25 July 2013, entire text, all drawings<br>& JP 2014-530346 A & WO 2013/039891 A1 & CN 103797351 A & KR 10-2014-0088074 A | 1-5                   |

☐ Further documents are listed in the continuation of Box C.

☐ See patent family annex.

\* Special categories of cited documents:

"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance

"E" earlier application or patent but published on or after the international filing date

"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)

"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means

"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention

"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone

"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art

"&" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search  
09.08.2018

Date of mailing of the international search report  
21.08.2018

Name and mailing address of the ISA/  
Japan Patent Office  
3-4-3, Kasumigaseki, Chiyoda-ku,  
Tokyo 100-8915, Japan

Authorized officer  
  
Telephone No.

## A. 発明の属する分野の分類（国際特許分類（IPC））

Int.Cl. G01N1/28(2006.01)i

## B. 調査を行った分野

調査を行った最小限資料（国際特許分類（IPC））

Int.Cl. G01N1/28

最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの

|             |            |
|-------------|------------|
| 日本国実用新案公報   | 1922-1996年 |
| 日本国公開実用新案公報 | 1971-2018年 |
| 日本国実用新案登録公報 | 1996-2018年 |
| 日本国登録実用新案公報 | 1994-2018年 |

国際調査で使用した電子データベース（データベースの名称、調査に使用した用語）

## C. 関連すると認められる文献

| 引用文献の<br>カテゴリー* | 引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示                                                                                                      | 関連する<br>請求項の番号 |
|-----------------|----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|----------------|
| A               | JP 2009-216478 A（富士電機デバイステクノロジー株式会社）<br>2009.09.24, 全文, 全図（ファミリーなし）                                                                    | 1-5            |
| A               | JP 10-221227 A（松下電子工業株式会社）1998.08.21, 全文, 全図<br>（ファミリーなし）                                                                              | 1-5            |
| A               | US 2013/0186747 A1（FEI COMPANY）2013.07.25, 全文, 全図 & JP<br>2014-530346 A & WO 2013/039891 A1 & CN 103797351 A & KR<br>10-2014-0088074 A | 1-5            |

C欄の続きにも文献が列挙されている。

パテントファミリーに関する別紙を参照。

## \* 引用文献のカテゴリー

「A」特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示すもの  
「E」国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日以後に公表されたもの  
「L」優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献（理由を付す）  
「O」口頭による開示、使用、展示等に言及する文献  
「P」国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願

の日の後に公表された文献

「T」国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と矛盾するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの  
「X」特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの  
「Y」特に関連のある文献であって、当該文献と他の1以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの  
「&」同一パテントファミリー文献

国際調査を完了した日

09.08.2018

国際調査報告の発送日

21.08.2018

国際調査機関の名称及びあて先

日本国特許庁（ISA/J P）

郵便番号100-8915

東京都千代田区霞が関三丁目4番3号

特許庁審査官（権限のある職員）

小野 郁磨

2 J

4643

電話番号 03-3581-1101 内線 3252