

D

多層膜解析技術

半導体デバイスに代表される多層膜の形態観察に、しばしば電子顕微鏡が用いられてきた。当初、走査型電子顕微鏡（SEM）による平面および断面の観察が主流を成していたが、デバイスの微細化や薄膜の多層化に従って、SEMから透過型電子顕微鏡（TEM）による観察へと移行してきた。

とくに、電界放射型の電子銃を搭載した分析電子顕微鏡は、サブナノメートル領域に高い密度の電子を収束させることができ、走査プローブ機能と高角度環状暗視野（HAADF）やエネルギー分散型X線分光法（EDX）などを組み合わせることで、構造観察と化学分析とを合わせた多角的な情報が得られる。

本稿では多層膜の解析によく用いられる断面方向からの観察において、近年注目を集めている走査透過型電子顕微鏡（STEM）によるHAADFなどの分析手法を用いた評価方法について概説する。

D-1

STEM観察法

走査透過型電子顕微鏡（scanning transmission electron microscope : STEM）は、試料を透過した電子を用いて結像する点ではTEMと同じであり、結像に細い電子線プローブを用いる点でSEMと同じである。

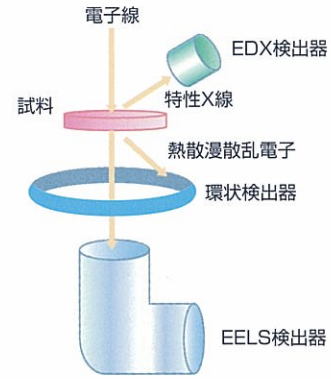
また、観察試料に求められる膜厚などの条件は、TEMと同一である。

STEM-HAADF

高角度環状暗視野(HAADF)は、試料中で高角度に散乱（熱散漫散乱）した電子を環状検出器（annular detector）で捕獲し、干渉性弾性散乱（Bragg反射）を除くことで像信号（第1図）としている。

弾性散乱した干渉性電子が結晶の情報を含むのに対して、熱散漫散乱した電子の強度が原子番号Zの二乗に比例することから、組成分布の情報を含む像（Z-コントラスト）が得られる。

また、原子コラムの位置が常に白く光ることが



第1図 STEMにおける分析器配置の概念図

ほぼ保証されているので、界面などの原子配列の解析に優れた特性を示す。

さらに、第1図に示すようにプローブ走査により結像することから特性X線やエネルギー損失電子を同時に取得することができるため、元素や化学状態の二次元マップがHAADF像と同時に取得できる。

STEM-EDX

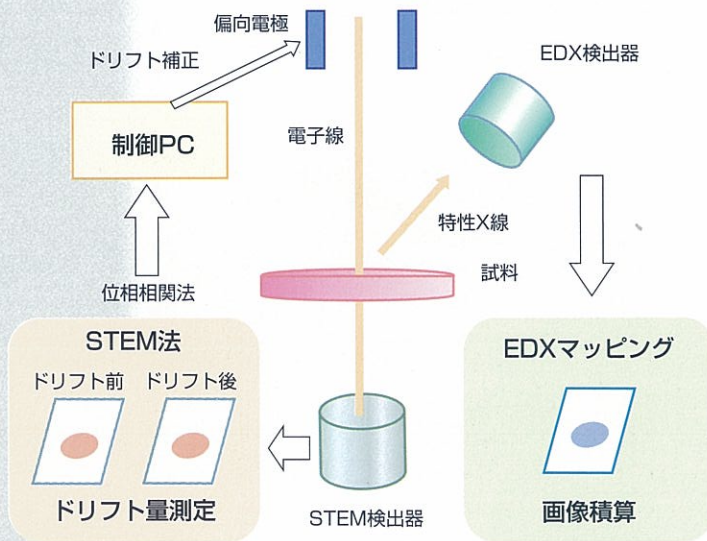
従来のSTEM-EDXによる元素の二次元マッピングは試料ステージの機械的安定性や電子照射系の安定性などのため像がドリフトし、数分間しか分析できず、サブミクロンオーダーの解像度しか得ることができなかった。

しかし、近年ドリフトを補正する機構が開発され、数時間にも及ぶ分析が可能となった。

第2図にドリフト補正によるEDXマッピングの概念図を示す。

STEM法において一定時間間隔（5秒から1分程度）ごとに画像を取り込み、位相相関法によりドリフト量を測定し、偏向電極にて電子線を元に戻すことによってドリフト補正を行っている。

その間、EDXマッピングは画像を積算することで、数時間オーダーの分析がナノメートルオーダーの解像度で可能となった。



第2図 ドリフト補正によるEDXマッピングの概念図

分析手法に万能な手法は存在しない。

多層膜解析におけるSTEM観察法も例外ではなく、その守備範囲で力を発揮するし、他の手法と組み合わせることが必要となる場合もある。

第1表にSTEM観察法と他の手法との比較を示す。形態観察においてサブナノメートルオーダーの空間分解能を必要としなければ、試料作製の簡便なSEMを選択するのがコスト・時間において有利である。また、点分析を行うのであればTEMで十分である。したがって、サブナノメートルオーダーの空間分解能が必要で、組成や状態の二次元マッピングによる多角的情報が必要な場合にSTEM観察法の出番となる。

STEM観察法による形態観察と各種分析による多角的な情報収集は、多層膜の全体像を把握する

ための最初のアプローチとして最適な手法である。さらに、各種の表面分析を駆使した詳細な解析へと展開していくのが、問題解決への合理的な筋道になると思われる。

第1表 STEM観察法と他手法との比較

	SEM-EDX	STEM-EDX-EELS-HAADF	TEM-EDX-EELS
空間分解能	2nm	0.6nm	0.2nm
分析分解能	1 μ m	0.6nm (マッピング)	0.6nm (点分析)

分析事例

レーザーダイオードの分析例

GaAsやInPなどのIII-V族化合物半導体あるいはそれらの混晶は、発光デバイスなどの電子デバイスに広く用いられている。

これらのデバイス構造はGaAs, InPなどの基板の上にGaAlAs, InGaAsPなどの混晶を多層にエピタキシャル成長させたヘテロ構造が用いられている。

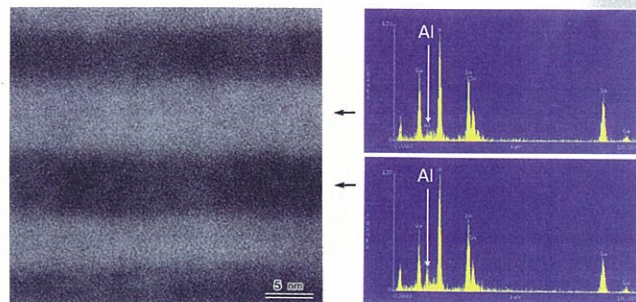
デバイス開発には膜厚の制御や界面における組成の急峻性、結晶中の欠陥の低減が求められている。これらの評価に透過電子顕微鏡は最も適した構造評価手法の一つであり、現在広く用いられている。

第3図にレーザーダイオードの超格子構造のHAADF像および矢印の層でのEDX点分析の結果を示す。

HAADF像のコントラストがAl量の増減と相関が取れていることが分かる。Z-コントラストに従い、Al量の少ない層が白くなり、界面における組成の急峻性の評価に用いられる。

- (a) の白い層がPtを含む反強磁性層
- (b) のCoを含む層が強磁性層
- (c) がRuを含む層である。

EDXマッピングにおいて、ナノメートルオーダーの解像度で組成分析できることが分かる。

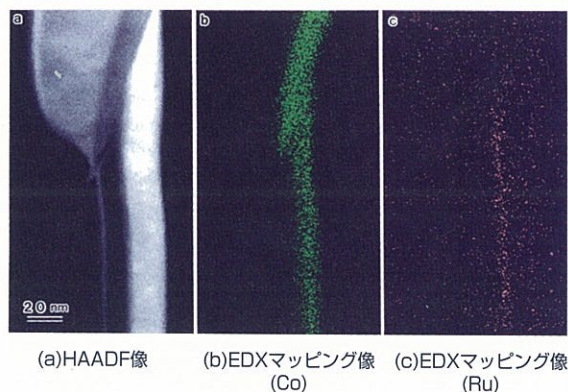


第3図 レーザーダイオードのHAADF像とEDX分析結果

GMRヘッドの分析例

コンピュータのハードディスクの記憶容量・記憶密度増大に伴い、情報の書き込み読み出しのためのヘッドも微細化の一途をたどっている。現在の主力であるGMRヘッド (giant magnetoresistive head) は、磁気抵抗の変化で信号を検出しており、多層の機能材料で構成されている。第4図にGMRヘッドの読み取り部の断面構造分析例を示す。

(a)のHAADF像、(b)(c)のEDXマッピング像 (Co/Ru) は、同一視野の分析である。



第4図 GMRヘッドの分析

[エレクトロニクス事業部 物理解析部 坪川純之]