

注:略語説明 Cold FE( Cold Field Emission )

図1 電界放出形透過電子顕微鏡「HF-3300」の外観

Cold FE電子銃と加速電圧300 kVを組み合わせた新型の電界放出形透過電子顕微鏡「HF-3300」の外観を示す。

株式会社日立ハイテクノロジーズは,ハイエンドな透過電 子顕微鏡(TEM)として,高輝度と高エネルギー分解能が同 時に得られるCold FE電子銃(冷陰極電界放出形電子銃)を 搭載した電界放出形透過電子顕微鏡「HF-3300」を開発し た。Cold FE電子銃の有する特長が新たな解析評価技術を 生み,これまで電子顕微鏡では見ることができなかったものが 見られるようになってきた。その結果,半導体デバイス開発や 不良解析,プロセス反応の解明に至るまで,高度化する解析 ニーズへの対応が可能となった。電子顕微鏡技術を用いた 解析評価や材料開発分野において新境地を切りひらく,次 世代の電子顕微鏡として期待される。

### 1.はじめに

TEM(Transmission Electron Microscope:透過電子顕微鏡) は,半導体デバイスの開発や品質管理において欠くことので きない解析ツールとなっている。しかし,近年のデバイスシュリ ンクや構造の立体化,多層化により,不良解析やプロセス反 応の解明においては,従来の電子顕微鏡では十分に対応で きない場合もあり,特に,微少な濃度分布状態や,積層膜の 深さ方向の分析を,高分解能でかつ高精度に計測すること は,ニーズの高まりに相反して困難な状況になっている。

このようなニーズに対応するため,株式会社日立ハイテクノ ロジーズは,Cold FE Cold Field Emission)電子銃 冷陰極電 界放出形電子銃 を搭載した最高加速電圧300 kVの「HF-3300」形TEMを開発した(図1参照)。

ここでは、Cold FE電子銃の特長ど HF-3300 を用いた半 導体デバイスの解析手法、およびその応用例について述べる。

## 2.Cold FE電子銃の特長

Cold FE電子銃は,鋭く尖(とが)ったチップから高電界によ リ電子を外部に引き出し,プローブを形成する。電界放出に おける見かけ上の光源(電子源)の大きさは数ナノメートルと 小さく,高い輝度を得ることができる。また,チップから電子を 引き出す際,フィラメントを加熱する必要がないため,電子エ ネルギーの熱揺らぎが少なく,高い干渉性の電子線を得るこ とができる(表1参照)。通常使用時(表1中の灰色枠内部分) のCold FE電子銃の輝度は,SE(Schottky Emission:ショット キー電子銃)の約3倍であり,エネルギー幅はSEの半分以下 となる。このため,Cold FE電子銃は,高干渉性の電子線を 必要とする電子線ホログラフィー法やEELS(Electron Energyloss Spectrometer:電子エネルギー損失分光)法による局所化 学結合状態の解析に最適である。

# 3.電子線ホログラフィー法

3.1 電子線ホログラフィーの原理

電子線ホログラフィー法は, 試料の電場や磁場を電子線の 位相変化としてとらえ, それらの分布を可視化する手法であ る<sup>1</sup>。通常のTEMは, 試料や空間を通過した電子線の強度 のみをとらえるのに対し, 電子線ホログラフィーでは, 電子線 の位相変化をホログラム(干渉パターン)として記録する。

ホログラム撮影の概要を図2に示す。ホログラムは,試料あ るいは観察領域を通過した電子波(物体波)と,真空領域を 通過した電子波(参照波)を干渉させることによって得られる。 この二つの電子波を干渉させるために用いるのが電子線バ イプリズムである。バイプリズムは,1対の接地電極と導電性ワ イヤとから成り,通常,ワイヤに正の電圧を印加することにより, 両側の電子線を引き寄せるように曲げ,像面上で干渉さ せる。

ホログラムから像への再生はコンピュータを用いることで, 位相変化を白黒の濃淡で表す位相分布像や,等位相の部 分を線でつなぐ干渉顕微鏡像として再生される。

### 表1 冷陰極電界放出形電子銃とショットキー電子銃の性能比較 灰色の枠内の値が通常使用値となる。

エミッタ	FE W( 310 )			SE Zr/O/W(100)		
<b>仕事関数</b> (eⅤ)	4.5			2.8		
<b>動作温度</b> て(K)	300			1,700		
<b>全放出電流</b> le <b>(</b> uA )	10	30	100	30	100	300
<b>輝度</b> A/cm²/sr	2.9 × 10 <sup>8</sup>	8.7 × 10 <sup>8</sup>	2.9 × 10 <sup>9</sup>	8.8 × 10 <sup>7</sup>	2.9 × 10 <sup>8</sup>	8.8 × 10 <sup>8</sup>
<b>エネルギー幅</b> E( eV )	0.45	0.55	0.7	1.0	1.3	1.8

注:略語説明 FE(Field Emission), SE(Schottky Emission)



図2 ホログラム撮影の概要 物体波と参照波をバイプリズムにより干渉させてホログラムを得る。ホログラム はフィルムやCCD(電荷結合素子)に記録する。

## 3.2 半導体デバイスのドーパント分布の可視化例

半導体内のpr(Positive-Negative)接合における空乏層の 空間電荷は,内部電場を発生させる。この電場はドーパント (不純物)の分布によって決まる。ドーパント分布は,半導体デ バイスの性能を直接的に左右するため,内部電位を可視化 できる電子線ホログラフィー法のデバイス開発分野における応 用展開に期待が高まっている<sup>2</sup>)。

電子線ホログラフィー法を用いて,半導体デバイスの電位 分布を可視化した例を図3に示す。図3(a)が位相分布像, 図3(b)がEDX(Energy Dispersive X-ray Spectrometer:エネル ギー分散型X線装置)によるヒ素の元素分布,図3(c)が(a) 内に示したA B領域の位相プロファイルである。位相像にお いてゲート電極の下部両側のSi基板領域に,内部ポテンシャ ルの差によって生じる電位分布が白黒の濃淡として明瞭に確 認されている。また,電子線ホログラフィー法は,ドーバントの 種類に依存しないため,特性X線では検出が困難な軽元素 (例えばボロン)のドーパント濃度分布を高感度に観察すること も可能である。

### 4.位置分解型EELS法

### 4.1 位置分解型EELS法の特長

分析電子顕微鏡の普及により,EELS法による化学的結合 状態分析への期待が高まっている。EELS法にて結合状態の 変化を計測するためには,ピーク位置や波形を高精度に評価 する必要がある。HF-3300では,各測定点での一次電子線 エネルギーのゼロ点変動による定量精度への影響を回避し,



図3 電子線ホログラフィーによる半導体デバイスの可視化例

位相分布像を(a)に、EDX(エネルギー分散型X線装置)によるヒ素の元素分布を(b)に、(a)中のA Bから抽出した位相プロファイルを(c)にそれぞれ示す。(a)にお いて色の濃い部分がn型,淡い部分がp型を示している。(b)にはゲート電極の両側にnMOS(Negative Channel Metal Oxide Semiconductor)のドーバントである ヒ素が確認できる。(c)の断面プロファイルから位相差を抽出し、ビルトインポテンシャルを求めることが可能となる。

多点同時分析を可能とする位置分解型EELS法を採用した<sup>3,4</sup>)。

HF-3300の基本的な構成および位置分解型EELS法の概 念を図4に示す。この手法は、電子線エネルギーフィルタをラ インフォーカス条件にし,試料上の異なる位置のスペクトルを 検出器上の異なる位置に投影することにより,同時に複数点 のスペクトルを計測する。したがって、得られるスペクトルの縦 軸は試料位置に対応し、横軸はエネルギーロス値となる。 Cold FE電子銃との組み合わせにより,0.5 eV以下のエネル ギーシフトを計測することが可能となる。



を用いた(図5参照)。ONO膜は不揮発性メモリなどに用いら れ,これらの絶縁膜の特性(素性)がデバイス動作の信頼性 に影響を与えると考えられている。

シリコンの位置分解型EELSの測定結果,および各層から 抽出した電子エネルギー損失スペクトルを図6に示す。各層 からのスペクトルを解析することにより,原子の結合状態や組 成情報を引き出すことができる。例えば,SiOxNyの組成を定 量化するために,抽出したスペクトルの形状を幾つかのリファ レンスEELSスペクトル(Si,SiO2,SiONなど)を用いて、多変 量解析することにより再現し、SiとOあるいはNの比が求めら n3<sup>5</sup>)



位置分解型EELS(電子エネルギー損失分光)法によって得られる位置分解型 EELS像は、縦軸が試料の位置情報を反映し、横軸はエネルギーロス(eV)となる。

この手法は,図6中のスペクトル(e)のように,約1 nm膜構 造からのピークも高精度に計測でき,高い空間分解能で積層 膜界面の評価が可能であることがわかる。



### 図5 ONO膜のTEM像

Si基板上に積層されたSi酸化膜層およびSi窒化膜層が確認できる。

図4 HF-3300の基本的な装置構成



図6 Siの位置分解型EELS像と各層から抽出したスペクトル 位置分解型EELS像は,基本倍率2万倍,露光時間30秒で取得する。位置分 解型EELS像からのスペクトルは,10ピクセルのライン幅で抽出する。なお,10ピ クセルは1 nmに対応する。

### 執筆者紹介



2005年株式会社日立ハイテクノロジーズ入社、ナノテクノ ロジー製品事業本部 那珂事業所 那珂アプリケーション センタ 所属 現在、TEM装置販売促進のためのアプリケーション開発に

がに, 「「「秋星」」がたたこのにののアクラファクコン病が。 従事 理学博士

日本顕微鏡学会会員



## 松本 弘昭

今野 充

1994年日立計測エンジニアリング株式会社入社,株式会 社日立ハイテクノロジーズ ナノテクノロジー製品事業本部 那珂事業所 那珂アプリケーションセンタ 所属 現在,TEM/STEM/FIB装置販売促進のためのアプリケー ション開発に従事 日本顕微鏡学会会員



1993年日立計測エンジニアリング株式会社入社,株式会 社日立ハイテクノロジーズ,ナノテクノロジー製品事業本部 那珂事業所 那珂アプリケーションセンタ 所属 現在,TEM/STEM/FIB装置販売促進のためのアプリケー ション開発に従事 日本顕微鏡学会会員

## 5.おわりに

ここでは、「HF-3300」における最新アプリケーションデータを中心に述べた。

HF-3300は,Cold FE電子銃を装備し,高輝度で,かつ高 エネルギー分解能を有するハイエンドなTEMである。この特 長を生かした電子線ホログラフィー法や位置分解型EELS法を 用いて,極微量な濃度分析や,ナノ領域における化学結合 状態の解析が可能である。

HF-3300は,半導体デバイスの微細構造や不良原因など を多角的な視点から解明する強力なツールとして大いに期待 される。

### 参考文献

- 1) A. Tonomura:Electron Holography ,Springer Series in Optical Sciences 70 (Springer Verlag ,Heidelberg ,1993)
- 2) 平山:電子線ホログラフィーによる結晶内部電位の測定,日本結晶学会誌, 47,95(2005)
- 3) K. Kimoto, et al.: Chemical Shift Mapping of Si L and K Edges Using Spatially Resolved EELS and Energy-Filtering TEM, Journal of Electron Microscopy 46, 369 (1997)
- 4) T. Sekiguchi, et al.:Nitrogen Distribution and Chemical Bonding State Analysis in Oxynitride Film by Spatially Resolved Electron Energy Loss Spectroscopy (EELS), Japanese Journal of Applied Physics 37, L694 (1998)
- 5) F. Yano ,et al.:Quantitative analysis of silicon oxynitride by using energy loss spectrum for Si-L edge 8th APEM ,84(2004)



谷口 佳史 1993年日立製作所入社,株式会社日立ハイテクノロジー ズ ナノテクノロジー製品事業本部 那珂事業所 先端解 析システム第二設計部 所属 現在,透過形電子顕微鏡の設計・開発に従事 工学博士

日本顕微鏡学会会員,応用物理学会会員

#### 馬見新 秀一



2005年株式会社日立ハイテクノロジーズ入社、ナノテクノ ロジー製品事業本部 那珂事業所 先端解析システム第二 設計部 所属 現在,透過形電子顕微鏡の設計・開発に従事 応用物理学会会員,日本表面科学会会員