# Water Masahir Ogshiva Takeshi Diskehirig Subschild Su

走査電子顕微鏡は、光学顕微鏡よりも焦点深度が深く、かつ容易 に高倍率で観察できることから、さまざまな試料の観察に利用され るようになった。近年では、半導体デバイスやナノ粒子に代表される 最先端分野においては欠かせないツールとなっており、形態観察か ら、寸法の測定、物質組成情報の観察が必要となっている。 特に、半導体デバイスの微細化に伴う高分解能化のニーズにより、 走査電子顕微鏡は急速に進化を遂げた。現在では、これまで走査 電子顕微鏡では不可能だった0.34 nmの格子分解能(STEM)を 実現する装置を提供できる時代になっており、透過電子顕微鏡で観 察していたバイオテクノロジー分野への応用も期待されている。 日立ハイテクノロジーズは、多様な観察ニーズに対して、さまざまな 機種をラインアップし、ソリューションの開発を進めている。

# 1. はじめに

SEM (Scanning Electron Microscope: 走査電子顕微鏡) の商用機は、1965年に英国のCambridge Instrument社か ら最初に発売された。SEMは、光学顕微鏡よりも焦点深 度が深く、高倍率で観察できることから、今日までに目覚 ましい進歩を遂げた。二次電子像の分解能は0.4 nmに到 達し、その用途も単なる形態観察だけではなく、半導体デ バイスの寸法計測や欠陥検査・解析、材料や生体試料の内 部構造解析にまで広がっている。

株式会社日立ハイテクノロジーズは,超高分解能観察を 必要とする解析ニーズに対応し,SEMをラインアップし ている。

ここでは、最先端分野の形態観察に利用されている汎用 型SEMの微細計測について、事例を交えて述べる。

### 2. 微細計測のニーズ

SEMは、試料表面の形態観察だけでなく、寸法の計測 も可能な装置である。寸法計測として利用されている代表 的な分野では、半導体解析分野が挙げられる。LSI (Large Scale Integration:半導体集積回路)では、プロセス解析に SEM は欠かせないツールとなっており、形状の確認と寸 法の計測が実施され、結果が生産ラインへフィードバック される。

プロセス解析では、LSI表面形状を解析するケースと、 LSI断面を解析するケースに分かれている。前者の代表的 な装置は、測長SEMなどがあり、ラインやスペースが高 精度に寸法計測できるだけでなく、そのまま製品として生 産工程へ流れていくため、ウェーハを非破壊で観察できる。

一方,後者の代表的な装置では,FE (Field Emission: 電界放出)電子源を搭載したFE-SEMがあり,LSI断面の 形態観察と微細寸法測定が実施されている。LSI断面観察 では、ウェーハの深さ方向のプロセス管理に利用され、ナ ノレベルの形態観察が必要なため、超高分解能観察,高い



注:略語説明 FE-SEM (Field Emission -Scanning Electron Microscope) 図1 | 新型の電界放出形走査電子顕微鏡 (FE-SEM)「SU9000」 LSI (Large Scale Integration) プロセス評価やナノ粒子などの最先端材料分野 で,高倍率観察・計測を実現する最新の超高分解能SEMである。



図2 対物レンズ

SEMで使用されている対物レンズの断面構造図を示す。

安定性,高スループットが要求される。このため,LSI断 面観察には,最新機種「SU9000」(図1参照)に代表され るインレンズ方式[図2(b)参照]の対物レンズを採用し たSEM(インレンズSEM)が多く利用されている。イン レンズSEMでは,搭載できる試料は数mm角と小さいが, 試料装着後の真空排気から数十万倍の高倍率観察まで,約 5分程度で,試料作製から観察までのQTAT(Quick Turn Around Time)に対応できる装置として,利用されている。

また、ナノ粒子などを用いた最先端の材料分野において は、ナノレベルの形態観察と、STEM (Scanning Transmission Electron Microscope: 走査透過電子顕微鏡) 法に よる試料内部構造の観察を同時に行える装置として、イン レンズ SEM が利用されている。

# 3. 分解能向上技術

SEMは、電子源から発生した一次電子線を試料上に細 く絞って走査し、試料から発生する信号電子を検出して試 料の拡大像を得る装置である。その性能を左右する基本要 素は、電子線を発生させる電子源、電子線を試料上に細く 絞る対物レンズ(電子光学系)、そして試料から発生する 信号電子を検出する信号検出系である。

インレンズSEMは、対物レンズの高分解能化(低収差 化)の手段として有効であり、FE電子源を搭載した最初 の装置UHS-T1が1985年に開発された。その後技術開発 が進み、S-900(1986年)、S-5000(1991年)、S-5200(2000 年)、S-5500(2004年)、SU9000(2011年)へと進化して いる。ここでは、これらの代表的な技術について記述する。

### 3.1 電子源

一般に、SEMに用いられている電子源には、主にタン グステンフィラメント形とFE形がある。タングステン フィラメント形はSEMの製品化当初から用いられている が、フィラメントから発生する一次電子線のエネルギーの ばらつきが約2 eVであり、分解能は2~3 nmが限界と なっている。一方、1960年代後半に開発されたFE電子 源<sup>1)</sup>は、エネルギーのばらつきが0.2~0.3 eVであり、分 解能は飛躍的に向上した。FE電子源の採用により、近年 では0.4 nmの二次電子分解能を実現できるまでに向上し ている。

FE電子源は、電子源周辺の金属に電子が衝突するとガ ス分子が放出されるため、安定動作を実現するために超高 真空の環境が必要になり、脱ガス技術やノウハウが蓄積さ れている。最新機種SU9000用の電子源では、電子源室を 従来機よりもさらに高真空化させることにより、従来は必 要とされていた陰極の清浄化処理後の待ち時間が不要とな り、装置の起動直後から長時間安定した電流を得られるよ うになった<sup>2)</sup>。待ち時間がなく、従来機より高いビーム電 流で観察できるようになっている。

# 3.2 電子光学系と信号検出系

電子光学系も, 試料の微細化に対する観察ニーズととも に進化している。初期のSEMの対物レンズは, アウトレ ンズ形である〔図2(a)参照〕。アウトレンズ形は, 大型の 試料を観察できるが, 焦点距離(試料とレンズとの距離) が長く, 加速電圧30 kVの分解能は2 nmが限界であった [S-800(1981年)]。そこで, 試料サイズは小さいが, 短 焦点化による分解能向上を目的として, インレンズ形の対 物レンズが開発された〔同図(b)参照〕。これにより, 30 kVの分解能は0.7 nmを実現した。その後, 大型の試料を 高分解能で観察することを目的に, セミインレンズ形の対 物レンズが開発されている〔同図(c)参照〕。

近年では、試料の極表面の観察やダメージを軽減するために、5 kV以下の低加速電圧による観察ニーズが大きくなっている。SU9000では、新設計のインレンズ形対物レ

feature articles

ンズを採用することにより、加速電圧1 kVの二次電子分解 能が1.2 nm(従来機S-5500 は 1.6 nm)に向上している。

また, SU9000では,二次電子や反射電子の信号を弁別 可能な信号検出系を採用した。

二次電子は、電磁界直交 (ExB: E cross B) フィルタ方 式を備えた検出器によって検出され、試料最表面の形状観 察に用いられる。一方、反射電子は、試料の帯電 (チャー ジアップ) 現象を軽減した観察や、低加速電圧で空間分解 能に優れた組成像観察に用いられる<sup>3)</sup>。

さらに、試料を透過した電子を利用して、試料の内部構 造を観察するBF (Bright Field:明視野信号),DF (Dark Field:暗視野信号)が同時に観察できる、BF/DF Duo-STEM検出器(オプション)により、STEM観察も可能で ある(図3参照)。

### 3.3 耐環境性能

観察倍率が上がると、周囲の騒音や床振動がSEM像への障害として現れるため、無視できなくなる。近年ではクリーンルーム内にSEMが設置されるケースが多くなっており、周囲の機器が発生する騒音や振動の外乱から、SEMを守る必要がある。SU9000では、耐騒音と耐床振動の性能向上を図っている。

耐騒音では、従来機S-5500より本体一式をカバーで覆

う構造を採用しているが、より高分解能観察に対応できる ように、遮音性の向上を図っている。耐床振動では、架台 フレームの振動減衰構造の改良、および、防振マウントの 低共振化を実施している。これらの改良により、分解能の 保証倍率は90万倍(従来機S-5500は80万倍)に向上しつ つ、耐環境許容値は従来機S-5500と同等の仕様を実現 した。

### 3.4 コンタミネーションの低減

試料に付着するコンタミネーションも,観察の妨げにな る要因である。特に,10万倍を超えて観察する場合は, 観察中にコンタミネーションが試料表面に堆積すると,観 察困難になる。コンタミネーションは,試料表面に浮遊, 吸着した炭化水素系のガスに電子線が衝突し,カーボンと なって試料上に堆積するためである。観察中に試料を取り 巻く空間は真空であるが,真空の質がコンタミネーション を左右する重要な要素となっている。

SU9000では、従来機S-5200から採用しているオイルフ リーの真空排気系を継承しつつ、排気コンダクタンスの拡 大やベーキング可能な試料室を採用することで、従来機 S-5500との比較で試料室真空度を1桁向上( $6\times10^{-5}$  Pa  $\rightarrow 5$ ×10<sup>-6</sup> Pa)させ、低加速電圧観察で顕著になるコンタミ ネーションの影響を軽減させた。



注:略語説明 ExB (E cross B), BF (Bright Field), STEM (Scanning Transmission Electron Microscope), DF (Dark Field)

図3 SU9000の信号検出系

形状観察や組成観察に適した独自の信号検出系である。二次電子情報、反射電子情報、透過電子情報を取得可能である。

# 4. 超高分解能観察

SU9000では、電子源の安定性、電子光学系の最適化、 耐環境性能の向上、およびこれらを制御する制御系の改良 により、装置の総合安定性が向上している。この結果、 SEMとして二次電子分解能は1.2 nm (加速電圧1 kV)、 0.4 nm (加速電圧30 kV)を実現している。また、これま で実現困難とされていた試料の内部構造を観察する STEM像でも、分解能0.34 nm [グラファイト格子像 (002)]を保証できる装置となっている(図4参照)。

次に超高分解能観察事例について述べる。

NAND型フラッシュメモリの観察事例を図5に示す。 メモリセルの電気的絶縁には、多結晶シリコン酸化膜-窒 化膜-酸化膜(ONO)の絶縁膜が形成されている。この ONO膜は試料が帯電しやすく、試料ダメージによって観 察が難しいが、試料ダメージの少ない低加速電圧による高 分解能観察と、帯電を抑制した反射電子の観察を組み合わ せることで実現している。

また、インフルエンザウイルスの観察事例を図6に示 す。インフルエンザウイルスの表面の突起構造が明瞭に観 察されている。SU9000のSTEM観察は、加速電圧が30 kV以下であり、試料へのダメージが少なく、今後バイオ テクノロジー分野への応用が期待できる。



図4 | STEM格子像 加速電圧は30 kV, 試料はMWCNT (Multi-walled Carbon Nanotube), BF-STEM像,装置はSU9000である。



図5 NAND型フラッシュメモリの反射電子像 加速電圧は3 kV, 試料はNAND型フラッシュメモリ, Upper検出器を使用, 装置はSU9000である。



図6 / インフルエンザウイルス (試料提供:株式会社NBCメッシュテック) 加速電圧は30 kV, BF-STEM像,装置はSU9000である。

# 5. おわりに

ここでは、電子顕微鏡と微細計測との関わりについて、 SU9000の事例を交えて述べた。

LSIや先端材料分野は日々進化しており,それを観察す る手法も多様化している。微細計測には高分解能化や,目 的に対応した信号検出方法が必要である。また,バイオテ クノロジー分野では,表面の形態観察と内部構造の観察が 同時に行える電子顕微鏡が有効である。SU9000は,こう した最先端のニーズに対応したSEMである。

日立ハイテクノロジーズでは,今後もさまざまな顧客の 解析ニーズに応えられるように,装置のラインアップを充 実し,最適なソリューションを提供していく。

### 参考文献

- A.V.Crewe, et al. : Electron Gun using a field emission source, Review of Scientific Instruments, Vol. 39, 576 (1968)
- 2) K. Kasuya : Stabilization of a tungsten  $\langle 310\rangle$  cold field emitter, Journal of Vacuum Science & Technology B, Vol. 28, 5, Sep 2010

 佐藤:ナノテクの世界をひらく超高分解能走査電子顕微鏡技術、日立評論、89,6, 502~507 (2007.6)

### 執筆者紹介



赤津 昌弘 1985年日立製作所入社,株式会社日立ハイテクノロジーズ 先端解 析システム第一設計部 所属 現在,FF-SFMの設計開発に従事

### 小柏 剛



1997年日立製作所入社,株式会社日立ハイテクノロジーズ 先端解 析システム第一設計部 所属 現在,FE-SEMの電子光学系の設計開発に従事 日本顕微鏡学会会員

### 伊東 祐博



1984年日立那珂精器株式会社入社,株式会社日立ハイテクノロジー ズ 先端解析システム第一設計部 所属 現在,SEMおよびSEM周辺機器の設計開発に従事 日本顕微鏡学会会員

feature