

実習 微小領域高精度回折 ビームライン：BL24XU

兵庫県立大学物質理学研究科 津坂佳幸

1. はじめに

近年の半導体デバイスの構造は、高機能化、高集積化の要求にともなって、極めて微細かつ複雑になりつつある。半導体デバイスとして例えば、シリコンLSIにおける絶縁膜エッジや次世代基板のSOI (Silicon-on-insulator) ウエハー、化合物半導体を使ったLEDやLDなどの発光素子、歪み超格子や量子井戸(MQW)エピタキシャル層を含む光集積回路など、意図的あるいは非意図的を別にして、歪みの局在が素子特性や結晶成長に影響を与えているものが少なくない。これらの局所的な歪みを高精度に測定するには微小領域高精度X線回折が有用であり、それを実現するには、平行度の高いX線マイクロビームが必要である。ここでは、この高平行X線マイクロビームの形成とその応用例について述べる。

2. 高平行度X線マイクロビームの形成

半導体結晶など完全性の高い単結晶の歪みは 10^{-5} ~ 10^{-6} 程度に小さく、これらの歪みを検出するためのX線マイクロビーム自身の空間発散角($\delta\theta$)もこれ以下にしなければならない。このようなマイクロビームを形成する場合、結晶性評価に耐えうる十分な強度を得るためには、高輝度の光源が必要になる。ここでは、SPring-8の高輝度アンジュレータ光を用いて形成した、2種の高平行度X線マイクロビームについて述べる。

2-1 単結晶逆非対称反射を用いた光学系

シリコン単結晶からのブラッグ反射を使つての光学系を図1に示す¹⁾。まず、2結晶分光器により15keVに単色化されたアンジュレータ光を、 $50\mu\text{m}\times 50\mu\text{m}$ のスリットにより整形し、その後、水平・垂直方向に2回づつ(001)表面をもつSiの115逆非対称反射²⁾を用いてビームサイズの縮小を行った。

この場合水平・垂直それぞれ 2 回の反射で、それぞれ 0.043 倍にビームが縮小される。逆非対称反射では出射ビームの角度発散は若干拡大するが、X 線のエネルギーと反射面を選択することにより、これを適当に抑制することが可能である。得られたビームはサンプル上で $7\mu\text{m}$ (水平) $\times$ $5\mu\text{m}$ (鉛直) でこれはビームの発散角を考慮するとほぼ計算通りである。ビームの水平方向の発散角は約 $10\mu\text{rad}$ であり、この光学系から計算されるエネルギー幅は約 50meV と見積もられる。また、得られた X 線の強度は約 10^5cps である。

光の回折限界より、ビームサイズ (δX) と角度発散 ($\delta \theta$) の積 ($\delta X \times \delta \theta$) は $\lambda/4\pi$ 以下にはできない。この光学系で得られたビームの $\delta X \times \delta \theta$ は、水平方向に関して約 $0.63\text{\AA}$ とすでに波長以下であり、さらにビームサイズと角度発散をともに小さくするのは困難である。

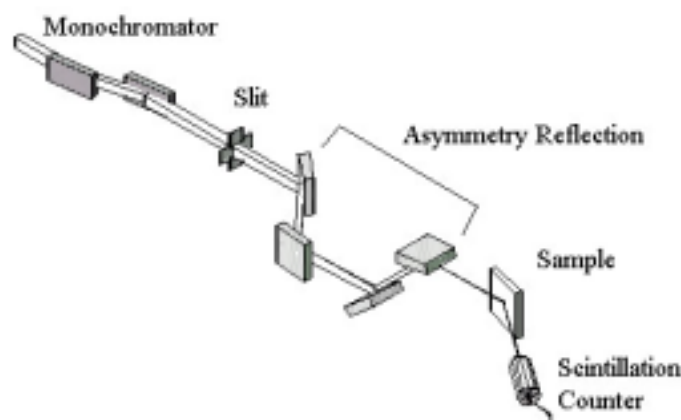


図 1 単結晶逆非対称反射を用いたマイクロビーム光学系

2-2 X線全反射ミラーを用いた光学系

2-1 で得られたマイクロビームのサイズをさらに小さくするために X 線集光ミラーを用いた光学系も開発した (図 2)。この場合、ビームサイズを重視するため X 線の角度発散はある程度犠牲にすることになる。2-1 と同様 15keV に単色化した X 線を水平 $5\mu\text{m}$ $\times$ 鉛直 $100\mu\text{m}$ のスリットによって整形する。その後 (111) 表面を持つ 2 つの Si チャンネルカット結晶を用いて、4 回の 333 反射を行い、X 線ビームのエネルギー幅を制限する。このビームを水平方向にベントしたシリンドリカルミラーでサンプル上に集光する。前置スリットにより X 線のミラー面への照射領域は $1\text{mm} \times 0.1\text{mm}$ 程度の狭い範囲に

制限されるため、回転楕円面ミラーとの形状差はほとんどない。得られたビームのサイズは $2.6\ \mu\text{m}$ (水平) $\times 1.6\ \mu\text{m}$ (鉛直)、水平方向の発散角は約 $25\ \mu\text{rad}$ である。またビームの強度は約 10^6cps である。この光学系で得られたビームの $\delta X \times \delta \theta$ は、水平方向に関して約 $0.65\ \text{\AA}$ である。

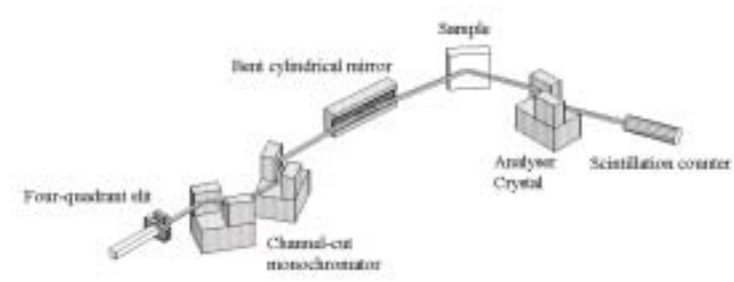


図2 X線全反射ミラーを用いた光学系

3. X線マイクロビームの応用例

形成した X 線マイクロビームを用いて、通常の局所ロッキングカーブ測定、さらにサンプルと X 線検出器との間にアナライザ結晶を配置する^{3, 4)}ことにより、逆格子空間内の反射強度マップ（強度分布の等高線表示、逆格子マップともいう）測定を可能とした。

3-1 SiO_2/Si 膜エッジにおける歪み

SiO_2/Si 膜の組み合わせは Si デバイスの基本的構成である。そのため、その終端近傍で大きな応力集中が起きることが各種の計算シミュレーションによって予測されていたが⁵⁾、実際にどの程度の歪みがどの範囲まで存在するのか実測された例はほとんどない。

そこで、Si 基板上に厚さ約 500nm のフィールド酸化膜を形成した試料を用い、その境界付近の Si の結晶性を評価した。図 3 に示すように、マイクロビームの照射位置を逐次変えながらロッキングカーブを測定することで、微小領域における格子定数変動がピーク位置のシフトとして測定できる。

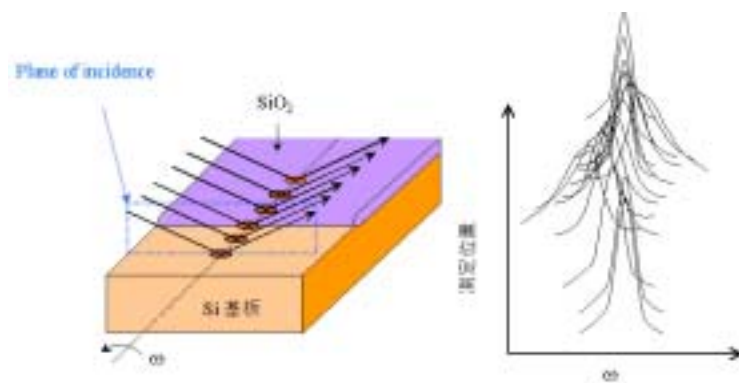


図3 SiO₂ 酸化膜境界付近の局所歪み測定

実測の結果は図4に示すように、酸化膜境界付近でロッキングカーブの広がりが観測され、また、Si側で回折ピークの高角側へのシフト、SiO₂側で低角側へのシフトが観測された。これは、Si側で格子が縮み、SiO₂側で格子が伸びていることを意味している。その格子変動は酸化膜境界から約5μm離れたところで最大になり、その量は $\Delta d/d \sim 5 \times 10^{-6}$ と微小な歪みである。それらの様子を模式的に図5に示す。

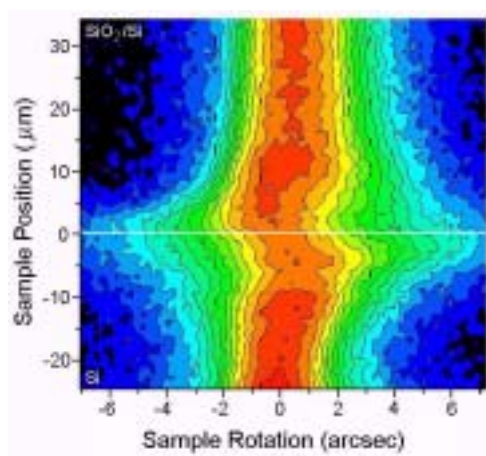


図4 酸化膜近傍のロッキングカーブ

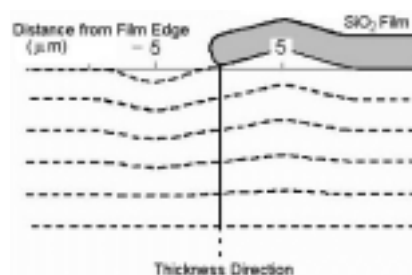


図5 酸化膜近傍の格子定数変動の模式図

3-2 SOI 層の結晶性評価

SOI(Silicon-on-insulator)は、シリコン基板の深さ方向の絶縁分離を目的としたウエハーで、シリコン基板中に薄い酸化膜層を持ち、これにより電子デバイス的高速化、低消費電力化を行うことができ

る基板として注目されている。この S0I 層はこれまで用いられてきた通常のシリコン基板と同等の結晶性が要求されるため、現在その評価が期待されている。

試料に S0I 層厚 $5\mu\text{m}$ 、埋め込み酸化膜層厚 $1\mu\text{m}$ の貼り合わせ S0I ウェーハーを用い、その局所歪みを測定した⁶⁾。図 5 に照射位置を変えながら測定した回折強度の分布を等高線表示で、また、図 6

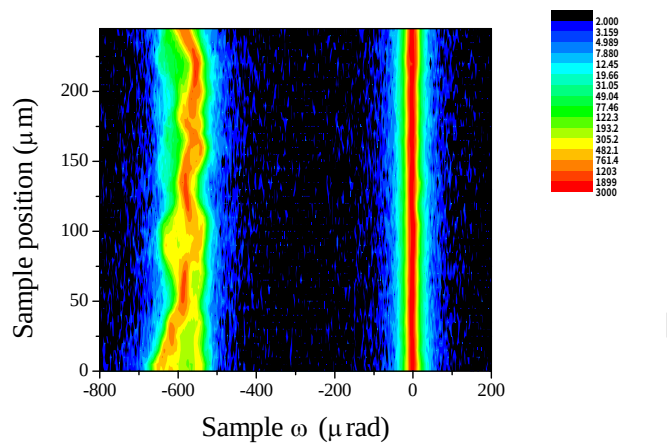


図5 S0I ウェーハーの回折強度

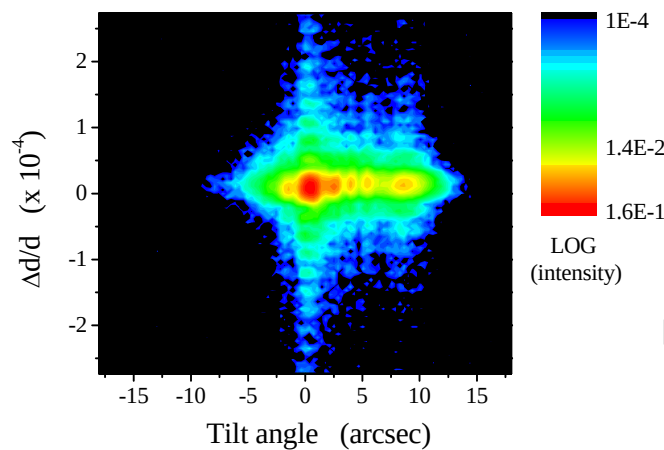


図6 S0I 層の逆光子強度マップ

には S0I 層の 004 近傍の逆格子マップの測定で得られた強度分布を等高線表示で示す。

図 5 では、基板からの回折強度には場所ゆらぎが観測されていないことに対して、S0I 層からのそれには、ピークシフトやロッキングカーブの広がり観測されていることが分かる。これは、S0I 層には試料位置に依存して、格子歪みが不均一であることを示す。さらに、図 6 の強度分布から、 ω 方向に数十秒の傾斜分布が確認される。これらは、(1)S0I 層歪みが格子面間隔の分布ではなく面方位の傾

斜分布によること、(2)各傾斜を与える微小領域が厚さフリンジを明瞭に示すことから各領域の結晶性は極めて高いこと、さらに(3)照射領域（ $\sim 30\ \mu\text{m} \times 5\ \mu\text{m}$ ）内に数個の粒界が存在することを示している。

4. まとめ

以上、第三世代の放射光を光源として、半導体デバイスの局所的な歪み分布を高精度に測定するための光学系の構築と、それらの応用例を示した。それらの光学系は、利用する光学素子の性質によって、歪みをとにかく高分解で検出したい場合には、多少ビームサイズが大きくなっても結晶からのブラッグ反射を利用した光学系が適しており、多少歪み分解能は犠牲にしてもできる限り高位置分解で歪み分布を測りたい場合には、集光光学系が適している。いずれにしても、マイクロビームの持つプローブサイズと空間的発散角の積は回折限界という物理的な枠で規制され、狭い場所の歪みを高感度に、かつそれをナノメータで測ることは夢に近い。しかし、X線光学素子の精度の向上や、現在アンジュレータに変わる新しい光源の開発が世界の各施設で積極的に行われている中で、極限に近い条件で歪み測定ができる可能性を残している。

- 1) Y. Tsusaka, K. Yokoyama, S. Takeda, M. Urakawa, Y. Kagoshima, J. Matsui, S. Kimura, H. Kimura, K. Kobayashi and K. Izumi: Japan. J. Appl. Phys. **39**, L635 (2000).
- 2) S. Kikuta and K. Kohra: J. Phys. Soc. Japan. **29**, 1322 (1970).
- 3) R. A. Cowley: Acta Crystallogr. **A43**, 825 (1987).
- 4) P. F. Fewster: J. Appl. Crystallgr. **22**, 64 (1989).
- 5) S. Isomae, J. Appl. Phys. **52**, 2782 (1981).
- 6) Y. Tsusaka, M. Urakawa, K. Yokoyama, S. Takeda, M. Katou, H. Kurihara, F. Yoshida, K. Watanabe, Y. Kagoshima and J. Matsui: Nucl. Instrum. & Methods. **B199**, 19(2003).