

## 第21回電子顕微鏡解析技術フォーラム

### — 会議録 —

1. 日時：2001年8月31日(金)～9月1日(土)
2. 場所：湯河原厚生年金会館
3. 参加者：29名
4. 配布資料：
  - 1) 第21回電子顕微鏡解析技術フォーラム講演要旨集

5. 第21回電子顕微鏡解析技術フォーラムの特徴

(社)日本電子顕微鏡学会・デバイス解析分科会主催の研究会として実施した。今回のテーマは先端材料開発における電子顕微鏡の活用であり、講演ではシリコン、化合物半導体、GaN 発光デバイス、AlN セラミックスの解析などについて討議を行った。また、FIB の試料作製については、試料ダメージ、EDSにおける定量性についての講演と討議を行った。さらに、前回のフォーラムで電子顕微鏡による測長を取り上げたが、この宿題事項であった中倍率での標準試料についての報告も行った。例年どおりの合宿形式のため、今回も電子顕微鏡に関する情報交換が深夜まで参加者間で行われた。

6. 内容

#### HAADF-STEM と材料解析 伊野家 浩司 (日本 FEI)

STEM の原理と特徴についての解説が行われた。この中でも、HAADF (High Angle Annular Dark Field) は、散乱角の大きい電子線を用いて結像することを目的としている。講演では、取り込み角 (カメラ長に対応) を変化させたときのコントラストの変化について、GaAs-AlAs の量子井戸の電子顕微鏡像を例に説明が行われた。また、高分解能観察では、走査プローブの安定性の問題や、熱散漫散乱によって結像された構造像のコントラストの解釈についても解説が行われた。討議では HAADF 像に対する回折コントラストの影響などが話題となった。

#### HREM 断面観察による SiO<sub>2</sub>/Si 界面構造の観察 五十嵐 信行 (NEC)

ゲート酸化膜では SiO<sub>2</sub>/Si 界面を制御することが重要であり、講演ではこの SiO<sub>2</sub>/Si 界面の構造像の解析について詳細な結果が報告された。この界面の構造像を得るために、試料作製では、イオンリング後に CF<sub>4</sub>+O<sub>2</sub> ドライエッチングによるダメージ除去を行っている。界面の平坦性の評価では、各 layer の Si の周期的な強度変化の領域幅と振幅を解析し定量化する方法が解説された。構造像の解析は、Si 結晶のダンベル型の像強度の解析を中心に行っている。第一原理の計算からバックボンド酸化で、Si-Si 中に酸素が入ると 0.1nm 結合距離が伸びることがわかった。この結果、ダンベル強度形状が変化することが推定され、実際の構造像の解析を行った。その結果、バックボンド酸化が 1～2 原子層にわたって起きていることが明らかになった。また、講演では酸化メカニズムについて、「出る杭は打た

れる」モデルの説明が行われた。

#### GaN系発光デバイスにおける解析事例 丸岡 義明 (日亜化学工業)

発光デバイスにおけるLEDやレーザーの特徴や市場でのアプリケーションなどが紹介された。講演では、発光デバイスの信頼性試験として行っている静電破壊(ESD)試験について、その分類とメカニズムが解説された。ESD試験での分類は、人体モデル、マシンモデル、デバイス帯電モデルである。ESDによる破壊メカニズムは主に熱による破壊と絶縁破壊と考えられ、ESD試験後の故障領域の断面観察による破壊状態評価例が報告された。討議では、ESD試験において故障となる領域での結晶転移や不純物濃度の不均一性が話題となった。

#### Si中の欠陥とゲッターリングについて 吉岡 秀雄 (三菱マテリアルシリコン)

実際のウェハを会場で回覧し、シリコンウェハ開発の変遷が紹介された。Si中の欠陥については、Grown-in欠陥についてその種類と観察方法が報告された。一方、デバイスプロセスでの熱処理工程が要因となる熱誘起欠陥は、選択エッチングで観察することが可能である。最近では、ノンクロムエッチャントも用いられていることが紹介された。シリコン表面に付着した重金属元素が、デバイスプロセスの高温処理中にシリコン内部に固体拡散してゲッターリングサイトに到達する。意図的に不純物元素をトラップするゲッターリングについてIG法(Intrinsic Gettering)とEG法(Extrinsic Gettering)の解説が行われた。

#### AlNセラミックスの粒界構造と熱伝導率 石本 竜二 (トクヤマ)

AlNは半導体用放熱材料基板として用いられており、その熱伝導率は固溶酸素に依存するが、粒界構造にも依存することがわかってきている。固溶酸素は昇温脱離法、X線分光によって分析され、また、熱伝導率はレーザフラッシュ法によって評価できる。講演では粒界解析の手法として、高分解能観察を用いた解析法について説明が行われた。粒界構造パラメータを定義し粒界解析を行ったところ、熱伝導は面一致度と相関がみられた。面一致粒界と他の粒界の違いについて仮説として、面一致粒界は酸素偏析が起こりにくいためフォノン散乱しにくいと考え、元素分析、EELSによる状態分析の結果等が報告された。討議では、結晶成長のメカニズムやEELSによる状態分析の解析法が話題となった。

#### FIB法で作製したTEM試料におけるダメージについて 加藤 直子 (アイテス)

FIB試料作製におけるダメージ層は観察や分析で問題となる。このダメージ層の低減を目的として、ダメージ層を評価した結果が報告された。単結晶SiをモデルとしてFIB加工する際の壁面のダメージ層を評価した結果が示された。ダメージ層はビーム電流や電流密度によらず21nmであることがわかり、これ低減するためにGas Assisted Etching (GAE)を用いた検討結果が報告された。GAEはGaAs試料では効果があることが報告されているが、Si

では思ったほどの効果がみられず 19nm のダメージ層であった。また、FIB 試料作製後にイオンミリングによるダメージ層の除去やウェットエッチングによる除去方法の検討についても報告が行われた。討論では、リデポの影響や観察時の試料ダメージなどが話題となった。

#### FIB-TEM 試料における EDS 定量化の検討 岡野 哲之 (松下テクノリサーチ)

マイクロサンプリング法を化合物半導体 (発光デバイス) に適用して試料作製を行っている。この試料の EDS 測定時の定量性について検討した結果が報告された。検討試料は GaAs 基板に AlGaInP 膜を成膜したものである。WDS の結果とマイクロサンプリング FIB, イオンミリング, ダイシング +FIB で試料作製を行い EDS でその組成を分析した結果を比較した。マイクロサンプリング FIB, イオンミリングによって作製された試料の EDS の結果は、WDS による結果と比較的近い値を示した。また、ダメージ層除去のための化学エッチングの効果や、Cu 支持メッシュへの複数試料を乗せた際に起こる他の試料からのシグナルの検出の有無等について検討した内容が報告された。討論では、EDS の定量限界等が話題となった。

#### モアレによる標準試料 鈴木 敏洋 (アルバック・コーポレートセンター)

電子顕微鏡を用いて測長を行う際に、測長標準として低倍率ではグレーティングレプリカが用いられ、高分解能では格子縞が用いられる。中倍率 (30K~200K) での適切な標準試料について検討を行った。MoS<sub>2</sub> 上に Ag をエピタキシャル成長させた試料を作製し、Ag (220) と MoS<sub>2</sub> (1120) が作製するモアレを用いると、1.67nm の測長標準が得られることが報告された。しかし、実際のモアレには標準試料のグレイン内に存在する欠陥によって試料方位が乱れるために、モアレ間隔に分布が生じる。この誤差を考えると  $1.67 \pm 0.1\text{nm}$  となることが報告された。討論では、標準試料として Cu フタロシアニンやセピオライトなどが話題となったが、その熱安定性に問題があるなどの意見がでた。

(文責 平坂)