

半導体薄膜 XAFS のための電子収量検出技術検討

課題番号 2004A0281-NI-np-TU (BL01B1)

竹村モモ子¹、*佐竹秀喜^{1†}、山崎英之¹、宇留賀朋哉² (*実験責任者)

¹(株)東芝 研究開発センター LSI 基盤技術ラボラトリ、²JASRI/SPRing-8

†(現在)半導体 MIRAI プロジェクト

実験概要と結果

半導体薄膜は非晶質で使用されることが多く、EXAFS は有力な構造解析手段である。しかしナノメートルオーダーの薄膜が多く感度の確保が重要課題のひとつである。我々はゲート絶縁膜など半導体用薄膜が、「共存元素が少ない」「基板が導電性である」などから電子収量検出法が適していると考え、簡易真空チェンバーを作製し試料電流法による EXAFS 測定を行ってきた。しかし、EXAFS 解析は透過測定データの解析法として開発された解析手法であり、「電子収量測定で同等の解析が出来ているか」は検討すべき課題のひとつである。

今回我々は、BL01B1 で蛍光収量法、転換電子収量法と透過測定とを同一試料で測定し比較する実験を行った。試料はゲート絶縁膜用 high-k 薄膜である窒素添加 Hf シリケート (HfSiON)、酸化ハフニウム粉末 (HfO₂) 金箔(膜厚 5 μm)および金薄膜(膜厚 100 nm)である。

2 結晶モノクロメータは Si(311)結晶面を使用し、Hf L_{III}エッジ(9.56keV)付近、および Au L_{III}エッジ(11.92keV)付近の EXAFS スペクトルを測定した。蛍光収量測定にはライトル検出器を使用した。ライトル検出器には薄膜用スリットと Cu フィルターを使用した。

透過測定と電子収量測定、蛍光収量測定では適合する試料形態や厚みが異なるため直接的な比較が難しい。今回は比較的準備しやすく安定な Au を主に比較に用いた。蛍光収量測定に適したものとして膜厚 100 nm のスパッタ膜を透過測定用には厚み 5 μm の箔を使用した。膜厚 10 nm の HfSiON についても蛍光収量測定と転換電子測定を行ったが、転換電子測定で 9.9 keV 付近にグリッジが再現性良く出現し原因を特定できていないので本報告では Au 箔と膜、および酸化 Hf の測定結果の一部について報告する。

Fig 1 に Au 箔の透過測定(図には transmission と表示)と転換電子収量測定(CEY)、および Au 薄膜の転換電子測定と蛍光測定(FY Lytle)データのフーリエ変換結果を示した。図から判るように薄膜の転換電子収量測定と蛍光測定はよく一致した。Au 箔の転換電子収量法は透過法と比較し第一配位ピーク強度が大きく異なり、動径距離の小さい領域(2 以下)および大きい領域(4.5 以上)でも他のデータと形状が異なる。この違いは試料の表面と内部との構造差異によるものである可能性が高いが、検出法に起因する可能性も排除しきれない。

Fig2に酸化 Hf(粉)の透過法データと酸化 Hf(粉)の電子収量法データのフーリエ変換を示した。透過測定試料は酸化 Hf(粉)を BN で希釈してペレット作成したものである。電子収量法データは BL16B2 で簡易真空セルを使用して試料電流法で測定したもので、試料粉をカーボン粘着テープに付着させて測定した。図に示されたように両者はかなり良く一致した。R>3.5 でもかなり良く一致していると言える。R<1の領域での不一致は μ_0 ラインの引き方に問題が残る可能性があると思われる。ここで使用した酸化 Hf は表示によれば粒径 $2\mu\text{m}$ 程度であり、透過測定と電子収量測定では分析深さが異なるが、表面と内部での構造差異が小さいと考えられる。真空チェンバーによる電子収量測定と転換電子収量測定で収集している信号は本質的には同じものと考えられるので、Fig2の結果からは転換電子法を含む電子収量測定は少なくとも L エッジ測定に関してはほぼ同じ情報が得られていると考えてよいと思われる。

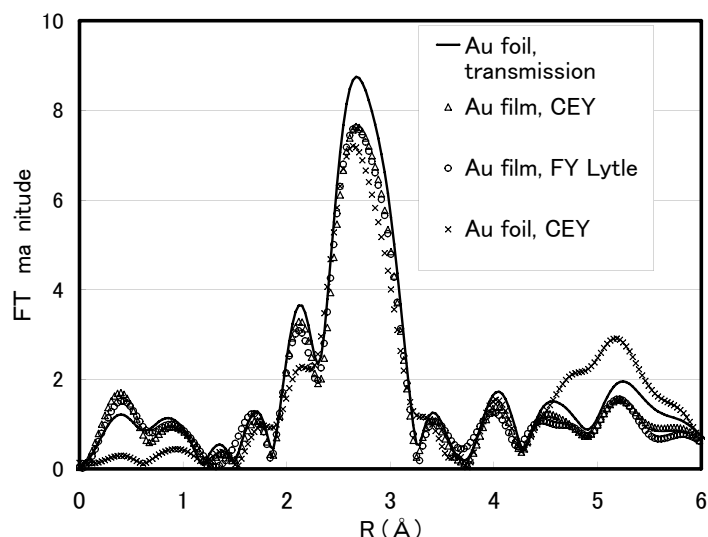


Fig1 Au 箔、薄膜についての Au L-EXAFS フーリエ変換における検出法の比較

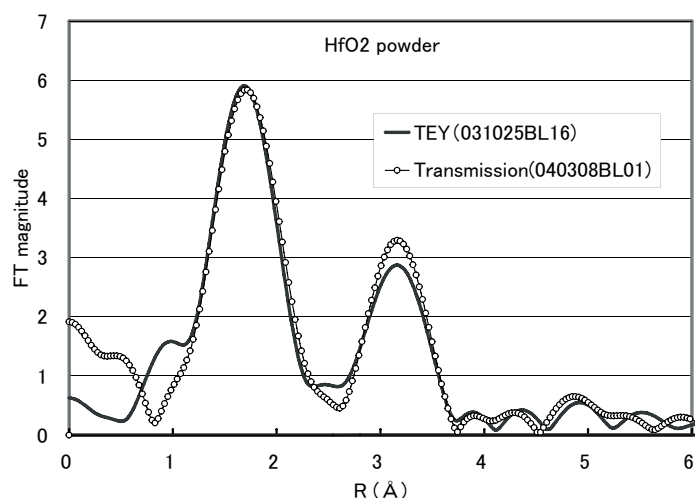


Fig2 HfO_2 (粉)についての Hf L-EXAFS フーリエ変換における検出法の比較