

平成22年 5月14日現在

研究種目：特定領域研究（計画研究）

研究期間：2006～2009

課題番号：18063019

研究課題名（和文）放射光X線マイクロプローブによるナノデバイス材料・界面の物性評価

研究課題名（英文）Characterization of Si nanoelectronic materials and interface with using synchrotron radiation microprobe

研究代表者

木村 滋（KIMURA SHIGERU）

財団法人高輝度光科学研究センター・利用研究促進部門・副主席研究員

研究者番号：50360821

研究成果の概要（和文）：半導体集積回路の基本素子である金属—絶縁膜—半導体電界効果トランジスタ（MOSFET）の技術開発において、これまでの技術の延命では達成困難な超高集積度、高性能・高機能性を追求し、実現するためには、デバイス中の各パーツの結晶構造や応力分布を解析し、最適な構造にすることが必要不可欠になってきている。そこで、SPring-8の高輝度放射光を用いたマイクロプローブX線技術を発展させ、ナノデバイス材料・界面のナノメートルレベルの微小領域に存在する歪や構造の評価を可能にする高分解能マイクロX線回折システムを開発した。

研究成果の概要（英文）：Precise design and control of material structure and composition is being important for developing Si nanoelectronic devices. This means that complicated strain exists in the materials, which influences on their properties. It is therefore important to analyze strain distribution in nanometer-scale and find optimum structures. For this purpose, we have been developing new microdiffraction system at the SPring-8. This system allows us to measure strain distribution in nanometer-scale.

交付決定額

（金額単位：円）

	直接経費	間接経費	合計
2006年度	11,900,000	0	11,900,000
2007年度	11,900,000	0	11,900,000
2008年度	10,900,000	0	10,900,000
2009年度	10,900,000	0	10,900,000
年度			
総計	45,600,000	0	45,600,000

研究分野：結晶評価

科研費の分科・細目：

キーワード：結晶工学、表面・界面物性、マイクロX線回折、シンクロトロン放射光

1. 研究開始当初の背景

半導体集積回路の基本素子である金属—絶縁膜—半導体電界効果トランジスタ（MOSFET）の技術開発は、「スケーリング（比例縮小）則」を基本原理として素子の微

細化を進め、超大規模集積回路（ULSI）の高性能化と高集積化を同時に達成してきた。しかし、微細化が進み素子サイズがナノメートル領域に入ると、ゲート絶縁膜のリーク電流の増加による消費電力の増大などの様々

な問題が生じ、単純な微細化ではデバイスサイズの縮小に見合った性能向上が困難になってきた。そのため近年では、メタルゲート電極/高誘電率ゲート絶縁膜や歪チャンネルの導入などによりトランジスタの高性能化が進められている。今後さらにトランジスタの性能向上を続けていくため、新材料・新構造の導入などの延命技術も種々提案されているが、この10年以内には、様々な揺らぎ/ばらつき の顕在化による精度・性能限界、集積度の増加による発熱量・消費電力量の限界などによって、微細加工の限界以前にMOSFETの集積化と高性能化が困難になることが確実である。したがって、これまでの技術の延命では達成困難な超高集積度、高性能・高機能性を追求し、実現するためには、デバイス中の各パーツの結晶構造や応力分布を解析し、最適な構造にすることが必要不可欠である。

2. 研究の目的

本研究の目的は、SPring-8の生み出す高輝度放射光を用いたマイクロプローブX線技術を発展させ、ナノデバイス材料・界面のナノメートルレベルの微小領域に存在する歪や構造の評価を可能にする高分解能マイクロX線回折システムを開発し、特定領域内で次世代Siデバイス材料やプロセスの開発を行う最先端の研究者等との連携研究を推進することである。

3. 研究の方法

放射光X線マイクロプローブ技術を利用して、ポストスケールテクノロジーでの利用が期待されるナノデバイス材料・界面の物性評価を行う。具体的には、高分解能マイクロX線回折装置に関し、ビーム集光技術、高精度試料位置決め技術、試料測定位置モニタリング技術等の要素技術の高度化を行い、各種ナノデバイス材料・界面の微小領域に存在する歪や構造の評価を行う。また、特定領域内での連携研究を積極的に推進し、次世代ナノデバイス開発での新材料・新構造導入の問題点を物性面から解明し、早期の問題解決に貢献する。

4. 研究成果

(1) 高分解能マイクロX線回折装置の高度化装置の高度化として、①新型ゾーンプレートの導入によるビームサイズの微細化、②2次元検出器(X線CCDカメラ)による回折測定の実現、③直線偏光素子の導入による垂直偏光の利用、を行った。以下にそれぞれの結果について報告する。

①新型ゾーンプレートの導入によるビームサイズの微細化

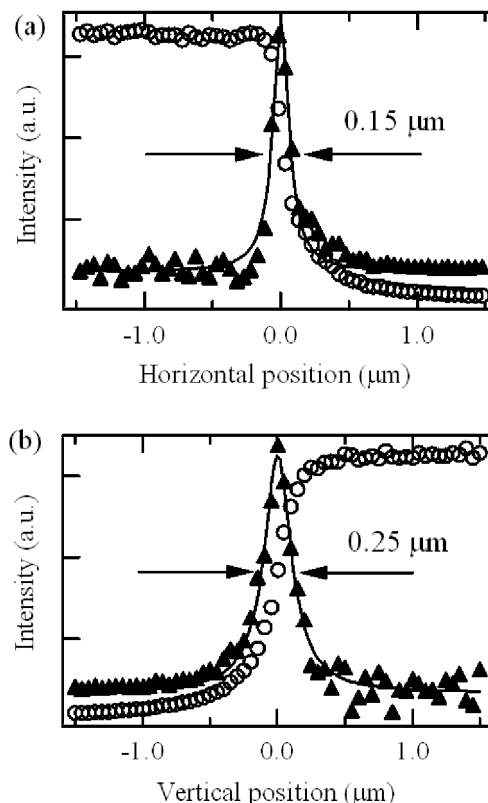


図1 ナイフエッジ法によるビームサイズの測定結果。(a) : 150 nm (水平方向)、(b) : 250 nm (垂直方向)。○はナイフエッジ走査により得られた透過ビーム強度、▲は透過ビーム強度の微分、実線はローレンツ関数によるフィッティング曲線を表す。

ビームサイズの更なる縮小を目的に、新型Ta製位相ゾーンプレート(ZP)を導入した。この位相ZPは、直径160 μm、最外輪帯幅60 nm、Ta厚800 nm、焦点距離74.4 mm (@10keV)である。今回、梁構造を導入することにより、従来のZPとTaの厚さが同じにも関わらず、最外輪帯幅を100 nmから60 nmに狭くすることを実現した。本ZP導入により、10keVのX線で、150 nm(水平方向) × 250 nm(垂直方向)のビームサイズを実現した。

② X線CCD検出器による回折測定の実現

Photonic Science社製X-ray Imager VHRを高分解能マイクロX線回折装置に組み込み、逆格子マップ測定の迅速化を達成した。図2にX線CCD検出器およびシンチレーション検出器を用いて測定した歪緩和SiGe 004の逆格子マップを示す。測定に要した時間はそれぞれ、1時間40分、9時間であった。X線CCD検出器を用いた方が、角度分解能が高く、S/Nの良い逆格子マップが短時間で得られている。

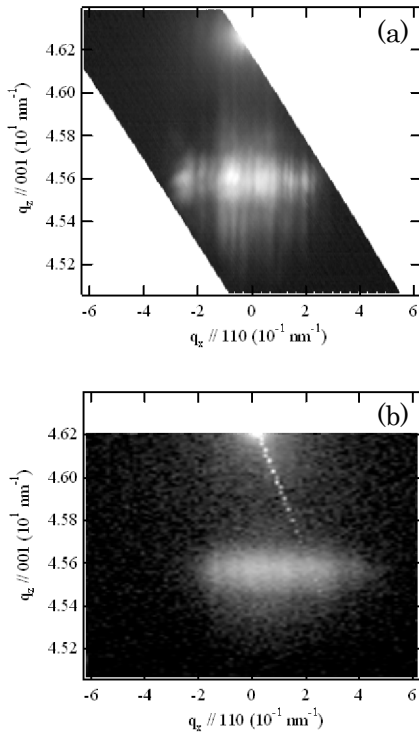


図2 (a) X線 CCD 検出器および(b) シンチレーション検出器を用いて測定した歪緩和 SiGe 004 の逆格子マップ。測定時間は(a): 1 時間 40 分、(b): 9 時間。

③ 直線偏光素子による垂直偏光の利用

水平偏光の放射光を垂直偏光に変換するダイヤモンド移相子を導入し(図3)、鉛直回転軸の高分解能マイクロX線回折装置で 2θ が $\square\square\square$ 付近の回折を測定可能にした。図4にX線 CCD 検出器で測定した InP 511 のロッキングカーブを示す。8 keV の X 線で、 2θ は $\square\square\square\square$ である。移相子による吸収で入射 X 線の強度は 0.27 倍に弱くなるが、垂直偏光 (σ 偏光) のおかげで、移相子を使ってない (b) に比べて、移相子を使った (a) では約 80 倍の回折強度が得られている。

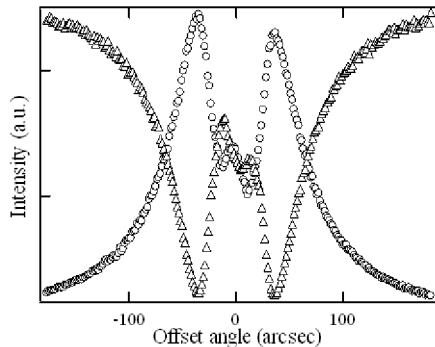


図3 移相子のオフセット角に対する X 線の垂直 (○) と水平 (△) 偏光成分の強度変化。

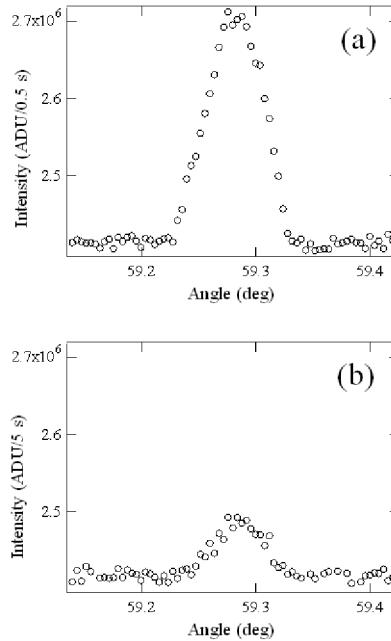


図4 InP 511 反射 ($2\theta = 86.6^\circ$) のロッキングカーブ。(a): 移相子有り、1 点 0.5 秒、Amp. Gain: 1、(b): 移相子無し、1 点 5 秒、Amp. Gain: 30。

(2) 特定領域内連携研究

特定領域内連携研究として、「選択エピタキシャル成長したサブミクロンサイズ Ge 薄膜/Si の局所歪検出 (A04 班 酒井グループ)」、「ローカル歪み Si のナノ領域歪み解析 (A02 班 小椋グループ)」、「カーボンナノウォールの構造解析 (A02 班 堀グループ)」、「 $\text{Ge}_{1-x}\text{Sn}_x/\text{Ge}/\text{Si}(001)$ の局所歪解析 (A04 班 財満グループ) 等を行った。本報告書では、その中から「選択エピタキシャル成長したサブミクロンサイズ Ge 薄膜/Si の局所歪検出」について報告する。

① 選択エピタキシャル成長したサブミクロンサイズ Ge 薄膜/Si の局所歪検出

Si 基板上的 Ge 薄膜をチャンネル層に利用することで、次世代高移動度 MOSFET の開発を目指した研究がなされている。産業利用上、酸化膜パターニングを用いて微細な領域に Ge 薄膜を選択エピタキシャル成長するプロセスが有効である。しかしながら、サブミクロンサイズ領域への選択エピタキシャル成長は、通常の 2 次元薄膜の成長機構および歪緩和機構とは異なるため、それらを理解することが必要である。そこで、我々は、高分解能マイクロ X 線回折法を行うことで、選択成長した Ge/Si(001) 基板の結晶性、局所歪を評価した。

パターニングした Si 酸化膜に CVD 成長を行うことで、 $\langle 110 \rangle$ 方向に $2 \mu\text{m}$ 辺をもつ正

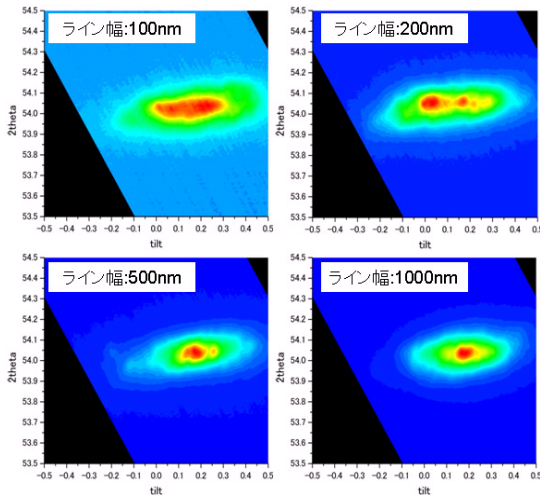


図5 ラインGe (幅: 100-1000 nm) の逆格子マップ。

方形状Ge層(マイクロGe)と $\langle 110 \rangle$ 方向に伸びたライン状のGe層(ラインGe)をSi(001)基板に選択エピタキシャル成長した試料を用意した。マイクロGeに対しては、熱処理(550-850°C)による歪緩和過程・結晶性変化を、また、ラインGeに対しては、成長機構のGe層形状依存性を調べた。SPRING-8 BL13XUにおいて、ゾンプレートを通して形成したビーム径 $0.38 \times 1.12 \mu\text{m}^2$ のX線マイクロビームを用いて、これらGe層の113逆格子点近傍における2次元逆格子空間マップを測定した。

マイクロGeの逆格子空間マップから求めたロッキングカーブの半値幅のアニール温度依存性を約 $300 \mu\text{m}$ サイズのGe層(Ge薄膜)と比較した。その結果、高温アニール処理を施す前は、マイクロGeよりGe薄膜の方が結晶性が高いが、より高温でアニール処理を施すと、どちらのGe層も結晶性が改善し、750°Cの高温アニール処理では、両者に違いは認められないことが分かった。

次に、Ge層の形状効果を調べるため測定したラインGe(幅: 100-1000 nm)の2次元逆格子空間マップを図5に示す。 2θ 軸は基板Siの $\langle 113 \rangle$ 方向に対応している。Geライン幅を大きくするにつれて、113逆格子点の広がりが小さく、結晶性が高くなることがわかる。これは、サブミクロン領域への結晶成長機構が、その成長領域の形状に強く依存することを示している。この結果は、マイクロX線回折法を用いることで、微細な結晶層の歪や結晶性が観測可能となり、サブミクロンサイズのGe形状が結晶成長に与える影響を評価できることを意味している。

(3) 今後の展望

本特定研究で開発を進めてきた高分解能マイクロX線回折装置は、サブミクロンの領

域の逆格子マップを高分解能で、かつ、短時間に測定できる世界最高性能の装置になっている。今後は、この特長を最大限に活かし、ポストスケーリングテクノロジーで利用が期待されるさまざまな新材料・新構造・新プロセスの評価に利用し、次世代ナノデバイス開発での新材料・新構造導入の問題点をいち早く、物性面から解明することを目指す。

5. 主な発表論文等

(研究代表者、研究分担者及び連携研究者には下線)

[雑誌論文] (計8件)

- ① Y. Imai, S. Kimura, O. Sakata, and A. Sakai, "High-Angular-Resolution Microbeam X-ray diffraction with CCD Detector", AIP Conference Proceedings, Vol. 1221, 30-32 (2010). 査読有り
- ② W. Takeuchi, K. Takeda, M. Hiramatsu, Y. Tokuda, H. Kano, S. Kimura, O. Sakata, H. Tajiri, and M. Hori, "Monolithic Self-Sustaining Nanographene Sheet Grown Using Plasma-Enhanced Chemical Vapor Deposition", Physica Status Solidi A, Vol. 207, 139-143 (2010). 査読有り
- ③ T. Kato, Y. Nakamura, J. Kikkawa, A. Sakai, E. Toyoda, K. Izunome, O. Nakatsuka, S. Zaima, Y. Imai, S. Kimura, O. Sakata, "Structural change of direct silicon bonding substrates by interfacial oxide out-diffusion annealing", Thin Solid Films, Vol. 518, S147-S150, (2010). 査読有り
- ④ Y. Ohara, T. Ueda, A. Sakai, O. Nakatsuka, M. Ogawa, S. Zaima, E. Toyoda, H. Isogai, T. Senda, K. Izunome, H. Tajiri, O. Sakata, S. Kimura, T. Sakata, H. Mori, "Microstructures in directly bonded Si substrates", Solid-State Electronics, Vol. 53, 837-840 (2009). 査読有り
- ⑤ T. Shimura, K. Kawamura, M. Asakawa, H. Watanabe, K. Yasutake, A. Ogura, K. Fukuda, O. Sakata, S. Kimura, H. Edo, S. Iida, and M. Umeno, "Characterization of strained Si wafers by X-ray diffraction techniques," Journal of Materials Science: Materials in Electronics, Vol. 19, S189-S193, (2008). 査読有り

[学会発表] (計30件)

- ① 今井康彦, 木村 滋, 坂田修身, 田尻寛男, 酒井 朗, 小瀬村大亮, 小椋厚志, 「CCD型検出器を用いた高角度分解能マイクロX

線回折計], 第 23 回日本放射光学会年会・放射光科学合同シンポジウム, イーグレ姫路, 8P066, 2010 年 1 月 8 日.

- ② S. Kimura, "Nanometer-scale characterization technique using synchrotron radiation microdiffraction", (Invited), Japan-Taiwan Joint Symposium on New Functional Materials and Their Nano-Scale Analysis, Kyoto, Japan, Nov. 25, 2009.
- ③ Y. Imai, S. Kimura, O. Sakata, and A. Sakai, "High-Angular-Resolution Microbeam X-ray diffraction with CCD Detector", 20th International Congress on X-Ray Optics and Microanalysis, Karlsruhe, ADV-P3, Germany, Sep. 14-18, 2009.
- ④ 今井康彦, 木村 滋, 坂田修身, 田尻寛男 「高分解能マイクロ X 線回折装置の現状と応用研究」, 第 22 回日本放射光学会年会・放射光科学合同シンポジウム, 12P079、2009 年 1 月 12 日.
- ⑤ 木村 滋, "Spring-8 でのシリコンナノエレクトロニクス研究の現状", 第 55 回応用物理学関係連合講演会シンポジウム「シリコン系材料・プロセス評価の最前線ー放射光利用による新展開」, 日本大学 船橋キャンパス, 2008 年 3 月 29 日.

[図書] (計 2 件)

- ① 木村 滋, 坂田修身, 「第 3 版 現代界面コロイド化学の基礎」, 「放射光を利用した表面 X 線構造解析」, 9 章, pp. 417-720, 丸善 (東京, 2009 年)
- ② 木村 滋, 竹田晋吾, 酒井 朗, 「機能物質・材料開発と放射光ーSpring-8 の産業利用ー」, 「放射光マイクロ X 線回折法によるひずみ緩和 SiGe バッファ層の評価」, 第 9 章, pp. 87-95, シーエムシー出版 (東京, 2008 年)

[その他]

ホームページ等

<http://www.spring8.or.jp/ja/memberdata/04124>

6. 研究組織

(1) 研究代表者

木村 滋 (KIMURA SHIGERU)
財団法人高輝度光科学研究センター・利用
研究促進部門・副主席研究員
研究者番号 : 50360821

(2) 研究分担者

坂田 修身 (SAKATA OSAMI)
財団法人高輝度光科学研究センター・利用

研究促進部門・主幹研究員

研究者番号 : 40215629

田尻 寛男 (TAJIRI HIROO)

財団法人高輝度光科学研究センター・利用

研究促進部門・研究員

研究者番号 : 70360831

今井 康彦 (IMAI YASUHIKO)

財団法人高輝度光科学研究センター・利用

研究促進部門・研究員

研究者番号 : 30416375