

令和 5 年 5 月 12 日現在

機関番号：33910

研究種目：基盤研究(C)（一般）

研究期間：2018～2022

課題番号：18K04246

研究課題名（和文）SEM像電位コントラストの原理解明と定量化手法の確立

研究課題名（英文）Understanding of SEM secondary electron voltage contrast and development of quantification method

研究代表者

田中 成泰（Tanaka, Shigeyasu）

中部大学・生命健康科学部・教授

研究者番号：70217032

交付決定額（研究期間全体）：（直接経費） 3,300,000円

研究成果の概要（和文）：p-n接合のSEM像で見られるp型とn型の信号強度の違いの成因を調べるため、シリコンを試料として様々な条件でモンテカルロシミュレーションを行い、ポテンシャル障壁における電子の散乱がコントラストを決める大きな要因であることを明らかにした。しかし、この計算は非常に時間が掛かる。そこで、迅速に実験結果と比較が出来ることを目指して、ポテンシャル障壁における電子の散乱をモデル化した二次電子放出の理論式を使うこととした。patch-fieldモデルを参考にして二次電子のスペクトルを計算し、p-n接合の二次電子像のコントラストを推定してみたところ、シリコン、GaNなどで実験結果をよく再現することが分かった。

研究成果の学術的意義や社会的意義

半導体デバイス開発の分野では微細化の速度が非常に速く進んでいるが、加工技術のカウンターパートとなる評価技術は進展速度がやや遅れている。その一つにポテンシャル分布の解析がある。SEMは表面ポテンシャルを反映した像が得られるとされるが、その根拠は明確にされていなかった。本研究ではシミュレーションを駆使して半導体p-n接合のSEM電位コントラストの原理を解明し、コントラストとポテンシャルの間の関係を定量的に示した。

研究成果の概要（英文）：To investigate the mechanism of the difference of secondary electron signal intensity between p- and n-type semiconductors in the SEM image, Monte Carlo simulations were performed under various conditions using silicon as a sample. It was found that electron scattering at the potential barrier is a key to determine the contrast. But, it takes a long time to get the results. So, with an aim of having a quick comparison between the calculated and the experimental results, the analytical formula was used for the energy distribution of the secondary electrons. This formula treats the scattering of electron wave at potential barrier quantum mechanically. The calculation was based on the patch-field model, and the contrasts calculated from the analytical formula were found to be consistent with the experiments of Si and GaN p-n junctions.

研究分野：電子顕微鏡学

キーワード：走査型電子顕微鏡 p-n接合 シリコン

1. 研究開始当初の背景

走査型電子顕微鏡(SEM)では、試料表面が平坦な場合(例えば表面を平坦に研磨した半導体の p-n 接合)、表面のポテンシャルを反映した像、所謂、電位コントラストが見られる。この知見を利用すれば SEM による表面ポテンシャル分布の解析ができると期待されるが、二次電子はその生成から検出器で検出されるまでの間に様々な要因により影響を受けるので、SEM 像から表面ポテンシャルの推定は単純ではない。透過電子顕微鏡(TEM)の場合は、像コントラストは弾性散乱と対物レンズの特性によって決まり結像の過程が比較的単純である。TEM では既に像コントラストの計算ソフトが普及しており、TEM 実験像との比較による試料の局所的な構造の推定が日常的に行えるレベルにある。これに対して、SEM の電位コントラストは、その決定要因が様々あり、今日でも理解が十分に進んでいない。本研究では、半導体試料への応用を念頭においてシミュレーションおよび実験を併用して SEM 電位コントラストの原理解明を進め、電位コントラストから表面ポテンシャルを推定できる方法を提案する。

2. 研究の目的

半導体デバイス開発の分野では微細化の速度が非常に速く進んでいるが、加工技術のカウンターパートとなる評価技術においては、加工寸法より約 1 桁高い精度が要求されている。その一つにポテンシャル分布の解析がある。ポテンシャル分布の観察法として現在利用されている方法としては、走査プローブ顕微鏡法(SPM)と電子線ホログラフィー法(EH)を挙げることができる。SPM は非常に高い空間分解能が得られ表面の不純物原子 1 個 1 個を区別して観察されているが、試料の作製に手間がかかるという難点がある。EH は測定されるポテンシャルが薄片化試料の膜厚や表面状態に大きく依存するので、測定の精度が課題である他、試料薄片化に手間がかかるという難点もある。一方、SEM はポテンシャルを反映した像が得られたとする論文はいくつかあるが、その根拠は明確にされていない。これが SEM がポテンシャル解析法として普及しない一因であると思われる。しかし、この点について理解が進めば、SEM はポテンシャルを見ることが出来る非常に便利な道具として使えるはずである。本研究は、シミュレーションを駆使して SEM 電位コントラストの原理を解明し、ポテンシャルの解析法の提案を目指す。

3. 研究の方法

SEM において電位コントラストが明瞭に見られるのは半導体の p-n 接合である。SEM の二次電子で半導体の p-n 接合を観察すると、n 側に比べて p 側が明るく観察される。これについては主に 3 つの理論が提唱されている。良く参照される理論は patch-field モデルで、試料外部に電界が存在するとするものである。その他に、半導体表面でのエネルギーバンドの曲がりによるモデル (surface band bending モデル) 表面で金属半導体接合のような接合が出来ているとするモデルがある。いずれのモデルが正しいかは本研究開始時点では不明であったが、本研究では、patch-field モデルに基盤を置き研究を進めた。図 1 に patch-field モデルにおけるエネルギーバンド構造を示す。この図において、SEM 二次電子検出器のエネルギー準位 (E_{SEM}) は位置によらず一定とされ、したがって、n 側から出た二次電子は $1/2E_{Bi}$ だけ余分にエネルギーが必要になる (E_{Bi} は p-n 接合の拡散電位)。逆に、p 側から出た二次電子は、 $1/2E_{Bi}$ だけエネルギーが低くても検出されることになる。この差が、p-n 接合を SEM 観察したときのコントラストとなって表れることになる。一方、半導体表面では、通常、表面準位が形成されエネルギーバンドは曲がっている。これは、二次電子の放出にも影響を与えたと考えられる。そこで本研究では、はじめに、表面のバンドの曲がりを中心としたときの二次電子のエネルギー分布をモンテカルロシミュレーションを用いて計算した。計算は、シリコン (Si) を対象とし Geant4 を用いて行った。入射電子のエネルギーは 1 kV とし、試料表面に垂直に入射した。入射電子の個数は、統計的な変動を受けないように 10^8 個とした。二次電子としては、試料表面から反射して出てくる電子を二次電子としてカウントした。また、Si 表面でのバンドの曲がりの効果を検討するために、表面から $0.1 \mu\text{m}$ までの範囲に 10 MV/cm のような電界がある場合についてもシミュレーションを行った。さらに、二次電子の放出過程において、ポテンシャル障壁における電子の散乱を量子論的に扱ったシミュレーションも行った。この結果、ポテンシャル障壁における電子の散乱が p-n 接合のコントラストを決める大きな要因であることを明らかにした。

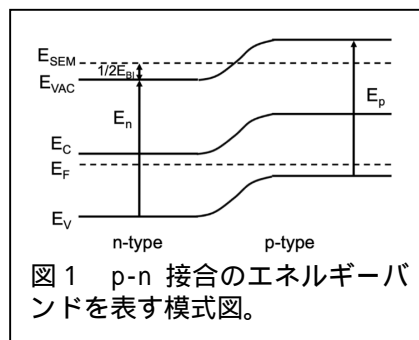


図 1 p-n 接合のエネルギーバンドを表す模式図。

モンテカルロシミュレーションは、様々な物理過程を取り入れて計算できるが、計算に長時間要し、設定条件を様々変えて行いたい計算には向かない。そこで、二次電子のエネルギー分布に

ついて、解析式の利用を検討した。この式は、ポテンシャル障壁における電子の散乱を量子論的に扱っており、計算される二次電子のエネルギー分布は、シミュレーションの結果と形状がよく一致している。ただ、シミュレーションと違って短時間でエネルギー分布の計算ができ、結果のフィードバックに便利であるので、実験で得られているコントラストとの比較のために、解析式によるエネルギー分布を用いてコントラストを比較した。

4. 研究成果

図2には、実際に観察されたGaNのp-n接合のSEM像(a)とEBIC像(b)を示す。p型に比べてn型側が暗いことが確認できる。この成因を調べるためGeant4を用いたモンテカルロシミュレーションを様々な条件で行った。図3は表面に電界がない場合(a)とある場合(b)の二次電子のエネルギー分布の計算結果である。入射電子数は 10^8 個で、縦軸は表面から出てきた電子数である。両者はまったく同じで、10MV/cm程度の電界では、二次電子の生成過程に影響を与えないことが分かる。これは散乱が頻繁に起きるため、この程度の電界では電子の運動エネルギーに影響しないためだと考えられる。次に、表面のポテンシャル障壁における電子の散乱を量子

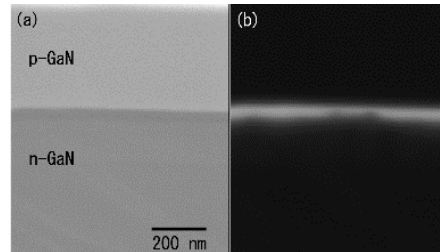


図2 GaNのp-n接合のSEM像(a)とEBIC像(b)

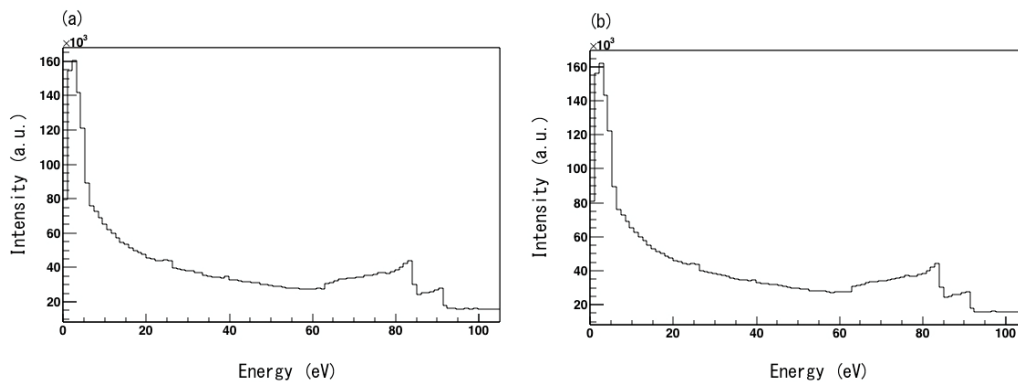


図3 表面に電界がない場合(a)とある場合(b)の二次電子のエネルギー分布。

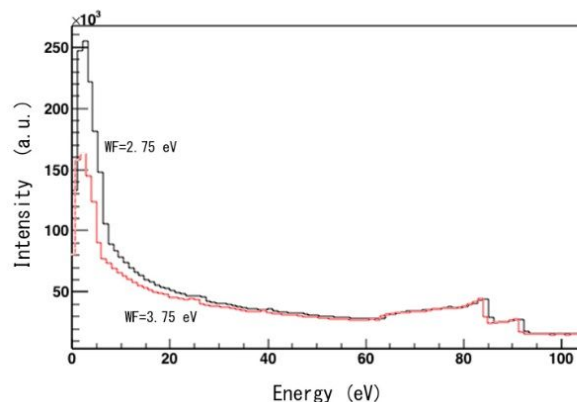


図4 表面のポテンシャル障壁における電子の散乱を量子論的に扱ったシミュレーション結果。仕事関数WFが2.75eVと3.75eVの場合。

論的に扱ったシミュレーションを行った。その結果の一例を図4に示す。仕事関数により二次電子のエネルギー分布が大きく変わることが分かる。特に、エネルギーの低い領域での違いが大きく、このエネルギー領域の二次電子数の差がp-n接合のコントラストを生じさせていると考えられる。このようにp-n接合のコントラストを生じさせる成因をモンテカルロシミュレーションにより明らかにできたが、この計算は非常に時間が掛かるため、実験結果との比較を効率的に行えない。そこで二次電子放出の解析式を用いることを検討した。用いた式はポテンシャル障壁

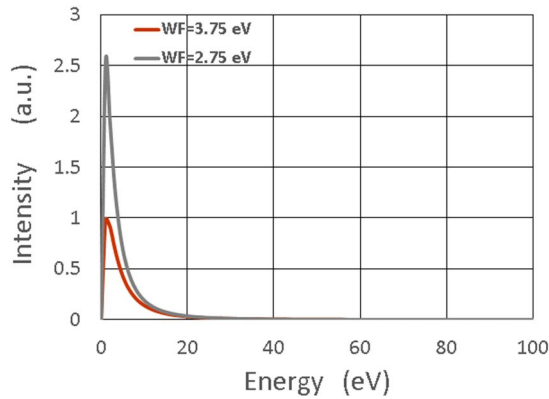


図 5 表面のポテンシャル障壁における電子の散乱を量子論的に扱った解析式によって計算した二次電子のエネルギー分布。仕事関数が 3.75eV の場合。

における電子の散乱を量子論的に扱った解析式である。この式の有効性を示す例として図 5 には仕事関数が 2.75eV と 3.75eV のときの二次電子のエネルギー分布の計算結果を示す。図 4 で示したエネルギー分布の形状やピーク強度が良く再現されていることが分かる。そこで次に、このエネルギー分布の解析式を使って p-n 接合の SEM 観察で得られているコントラスト C_{pn} を patch-field モデルの考え方に基づき計算した。前述の通り、p 側から放出された二次電子はすべて検出されるが、n 側から放出された二次電子が検出されるには $1/2E_{B1}$ だけ余分なエネルギーが必要であることを考慮し、拡散電位の関数として n 型から放出される二次電子の強度を計算した。その後、p 側、n 側から放出される二次電子の強度を用いてコントラストを計算した。コントラストは通常定義に従った。図 6 には材料としてシリコンの p-n 接合を想定したときの計算結果を、報告されている実験結果とともに示す。実験結果は仕事関数が 4.5 eV の計算結果によって良く再現されている。また、図 7 には GaN の p-n 接合を想定したときの結果を実験結果とともに示す。GaN の場合は、実験結果 (× 印) は仕事関数が 7.25 eV の計算結果上にある。コントラストが仕事関数と定量的に結び付けられ、再現できることが分かったが、この仕事関数

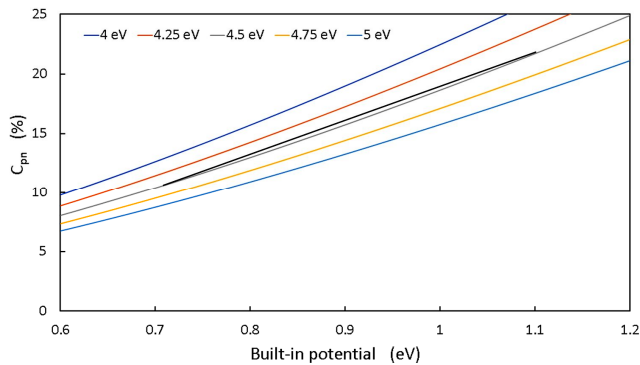


図 6 いくつかの仕事関数の値に対して計算したコントラストの拡散電位に対する変化。黒直線はシリコンの p-n 接合に対する実験結果。

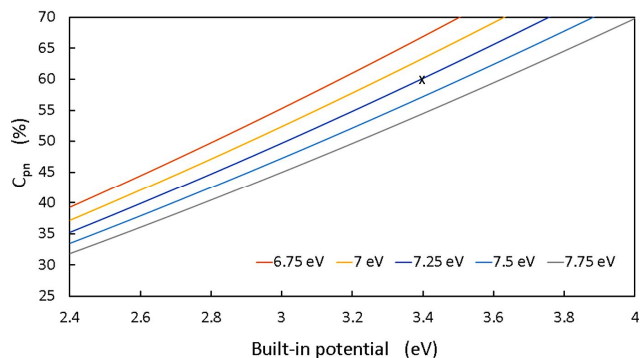


図 7 いくつかの仕事関数の値に対して計算したコントラストの拡散電位に対する変化。× 印は GaN の p-n 接合に対する実験結果。

は真空準位と価電子帯との間のエネルギー差に相当する。文献値とは必ずしも精度よく一致はしないが、電子ビーム照射による表面の汚染の影響があるかもしれない。しかし、本研究で得られた関係により、p-nのコントラストから表面の電位が推定されることが示され、ポテンシャル解析の手法として利用できる可能性を示したと考えている。

5. 主な発表論文等

〔雑誌論文〕 計2件（うち査読付論文 2件 / うち国際共著 0件 / うちオープンアクセス 0件）

1. 著者名 S. Tanaka and Y. Ohmi	4. 巻 26
2. 論文標題 Sectioning of Cultured Cells by Ar Ion Beam Milling for SEM Observations	5. 発行年 2020年
3. 雑誌名 Microsc. Microanal.	6. 最初と最後の頁 2692 - 2693
掲載論文のDOI (デジタルオブジェクト識別子) 10.1017/S1431927620022448	査読の有無 有
オープンアクセス オープンアクセスではない、又はオープンアクセスが困難	国際共著 -

1. 著者名 Shigeyasu Tanaka, Yusuke Ohmi	4. 巻 25 (Suppl 2)
2. 論文標題 Application of Ar Ion Beam Milling on Sectioning of Cells for SEM Observations	5. 発行年 2019年
3. 雑誌名 Microsc. Microanal.	6. 最初と最後の頁 902 - 903
掲載論文のDOI (デジタルオブジェクト識別子) 10.1017/S1431927619005245	査読の有無 有
オープンアクセス オープンアクセスではない、又はオープンアクセスが困難	国際共著 -

〔学会発表〕 計5件（うち招待講演 0件 / うち国際学会 2件）

1. 発表者名 S. Tanaka, S. Nakayama, K. Niimi, H. Miyake
2. 発表標題 Preparation of Biological Samples for SEM Observations using Ionic Liquid
3. 学会等名 19th International Microscopy Congress (国際学会)
4. 発表年 2018年

1. 発表者名 S. Tanaka, Y. Ohmi
2. 発表標題 Application of Ar Ion Beam Milling on Sectioning of Cells for SEM Observations
3. 学会等名 Microscopy & Microanalysis 2019 (国際学会)
4. 発表年 2019年

1. 発表者名 田中成泰
2. 発表標題 半導体p-n接合のSEMドーパントコントラストの検討
3. 学会等名 日本顕微鏡学会第79回学術講演会
4. 発表年 2023年

〔図書〕 計0件

〔産業財産権〕

〔その他〕

-

6. 研究組織

氏名 (ローマ字氏名) (研究者番号)	所属研究機関・部局・職 (機関番号)	備考
---------------------------	-----------------------	----

7. 科研費を使用して開催した国際研究集会

〔国際研究集会〕 計0件

8. 本研究に関連して実施した国際共同研究の実施状況

共同研究相手国	相手方研究機関
---------	---------