

機関番号：13901

研究種目：基盤研究(B)

研究期間：2008～2010

課題番号：20360007

研究課題名(和文) ナノメーター領域における半導体の格子歪みと電気伝導の精密測定

研究課題名(英文) Accurate measurements of lattice strains and electric conductivity in nanometer-scale areas

研究代表者：

齋藤 晃 (SAITOH KOH)

名古屋大学・エコトピア科学研究所・准教授

研究者番号：50292280

研究成果の概要(和文)：本研究では、半導体におけるナノメーター領域の歪みと電気伝導の相関を明らかにすることを目的とし、電子線をもちいた局所領域における格子歪みの新しい高精度計測法に関する以下の成果を挙げた。①収束電子回折図形にみられる HOLZ 線図形をもちいて 10nm 領域の格子定数および格子湾曲パラメーターを高精度で同時に決定する方法を開発した。②本解析アルゴリズムを実装した GUI を備えた解析ソフトウェアを開発した。③収束電子ビームを 2 次元走査させて HOLZ 線図形を取得し、それらの図形から自動的に格子定数および湾曲パラメーターを決定するシステムを構築した。④HOLZ 線のロッキングカーブプロファイルから、フーリエ反復位相回復法をもちいて格子湾曲のモデルを仮定せずに 3 次元湾曲歪み場を決定する方法を開発した。⑤HOLZ 線が明瞭に観察できないヘテロ界面近傍の 10nm 以下の領域においてナノビーム回折をもちいた高精度格子定数決定法を開発した。⑥超高圧電子顕微鏡をもちいて、薄片化による表面緩和の影響の少ない厚膜試料の格子定数決定法の検討を行った。⑦STM ホルダーをもちいて歪みを印加したピラー状 Si 試料の電流電圧特性測定を行い、格子歪みと電気伝導の同時測定を初めて行った。

研究成果の概要(英文)：The present study has been aimed to reveal the correlation between lattice strains and electric conductivities in nanometer-scale areas. The results are the followings. (i) A method to determine lattice parameters and parameters characterizing lattice bending simultaneously with a spatial resolution of 10 nm has been developed. (ii) A GUI-based software, in which the present algorithm is implemented, has been developed. (iii) An automated system for the pattern acquisition with a 2D beam-scanning and the lattice-strain analysis has been constructed. (iv) A method to determine the 3D lattice-strain-field from the HOLZ rocking curves using the Fourier iterative phase retrieval method has been developed. (v) A highly precise method to determine lattice parameters at the vicinity of interfaces of hetero-layers using the nano-beam diffraction technique has been developed. (vi) A high-voltage electron microscope has been used to apply the present method to relatively thick specimens, which has less influenced by the surface relaxation due to specimen thinning. (vii) I-V curves and lattice strains have been measured simultaneously by using an STM holder and HOLZ line analysis.

交付決定額

(金額単位：円)

	直接経費	間接経費	合計
2008年度	11,400,000	3,420,000	14,820,000
2009年度	1,600,000	480,000	2,080,000
2010年度	1,600,000	480,000	2,080,000
総計	14,600,000	4,380,000	18,980,000

研究分野：電子線結晶学

科研費の分科・細目：応用物理学・工学基礎、応用物性・結晶工学

キーワード：半導体歪み解析、電気伝導、収束電子回折、電子顕微鏡

1. 研究開始当初の背景

現在の半導体デバイス開発において、「歪み」は元素添加に次ぐ新たな制御パラメータとして欠くことのできない重要な要素となっている。デバイスの微細化が進む現状において、局所領域の歪みが電気伝導に与える効果の正確な評価は、デバイス開発の指針を与える大切な要素である。歪みと電気伝導の相関に関するこれまでの研究は、バルク試料をもちいたマクロスケールでの「平均構造の歪みと電気伝導」の測定に限られてきた。しかしながら、ゲート長が100nmを切る最新の半導体デバイスにおける局所歪みを従来のマクロスケールの測定法で測定することは難しい。実デバイス中の真の歪み分布を計測し、その歪みが電気伝導に及ぼす効果を正確に評価するには、ナノメートル領域における歪みと電気伝導の計測手法が必要不可欠であり、その一刻も早い開発が切望されている。

2. 研究の目的

本研究は、STM探針を装着した電子顕微鏡試料ホルダーと収束電子回折(CBED)法を併用することにより局所歪みが電気伝導に与える効果を高精度で明らかにすることを目的とする。すなわち、STM探針で半導体デバイス試料に曲げ変形等の歪みを与える(歪み印加)と同時に、その探針を電流測定プローブとして試料の電気伝導を測定する(電気伝導測定)。その歪み領域から収束電子回折図形を撮影し、歪みを解析する(歪み解析)。この手法により、試料中の数10nm程度の任意の領域に局所歪みを印加した状態で、電気伝導測定および高精度の歪み解析を行なうことが可能になり、これまでバルク試料でしか測定することができなかった「歪みと電気伝導」の同時計測がナノメートルスケールで可能となる。この手法をデバイス中の単一チャンネル部に適用し、実デバイスにおける圧縮歪みと電気伝導の相関を世界で初めて明らかにする。この課題実現のため、今年度は以下の課題の実施を行った。

3. 研究の方法

本研究は、STM探針を装着した電子顕微鏡試料ホルダーと収束電子回折(CBED)法を併用することにより局所歪みが電気伝導に与える効果を高精度で明らかにすることを目的とする。すなわち、STM探針で半導体デバイス試料に曲げ変形等の歪みを与える(歪み印加)と同時に、その探針を電流測定

プローブとして試料の電気伝導を測定する(電気伝導測定)。その歪み領域から収束電子回折図形を撮影し、歪みを解析する(歪み解析)。この手法により、試料中の数10nm程度の任意の領域に局所歪みを印加した状態で、電気伝導測定および高精度の歪み解析を行なうことが可能になり、これまでバルク試料でしか測定することができなかった「歪みと電気伝導」の同時計測がナノメートルスケールで可能となる。この手法をデバイス中の単一チャンネル部に適用し、実デバイスにおける圧縮歪みと電気伝導の相関を世界で初めて明らかにする。

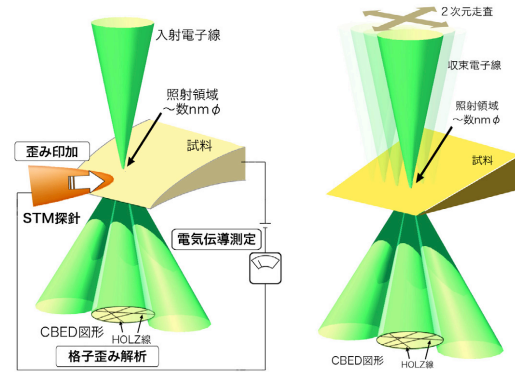


図1 本研究で行う格子歪みと電気伝導の同時測定(左)および2次元プローブ走査の模式図(右)

4. 研究成果

①HOLZ線図形をもちいた高精度格子定数決定法の開発

局所領域の格子歪みを正確に計測するために、本研究ではHOLZ線図形を定量的にフィッティングすることにより高精度で格子定数を決定する手法を開発した。HOLZ線の位置を正確に決定するために、以下に示す直線抽出のHough変換をもちいた。

$$H(\theta, \rho) = \iint I(x, y) \delta(\rho - x \cos \theta - y \sin \theta) dx dy$$

これにより、 (x, y) 空間中の一本のHOLZ線画像が (θ, ρ) で張られるHough空間中の一点に変換される。この変換により、複数のHOLZ線からなる図形のフィッティングは、複数の点からなる図形のフィッティングに置き換わる。これにより実験図形と計算図形の一致度の指標として、以下の式で与えられるHough空間中の各点間の距離の2乗和

$$\chi^2 = \sum_{i=1}^N \left\{ \frac{(\theta_i^{\text{exp}} - \theta_i^{\text{cal}})^2}{\sigma_{\theta_i}^2} + \frac{(\rho_i^{\text{exp}} - \rho_i^{\text{cal}})^2}{\sigma_{\rho_i}^2} \right\}$$

が使えることになる(図2)。ここで誤差 σ は、HOLZ線に対応する各Houghピーク座標の決定誤差として与えられる。この決定誤

差はHoughピーク近傍の θ 方向および ρ 方向の強度プロファイルから定量的に決定する。実際に実験で得られたHOLZ線図形に適用したところ、HOLZ線位置を十分高い精度で決定できることが判明し、 χ^2 の最小化の手続きにより格子定数が 10^{-4} の精度で決定できることが判明した(図3)。

研究をすすめて行くうちに界面付近でHOLZ線が分裂する現象を確認した。図4(a)はSiGe/Si界面近傍領域から得たHOLZ線図形である。図4(a)の各HOLZ線が2本に分裂している様子が確認できる。図4(b)は分裂HOLZ線を含む図形のHough変換画像である。1,2,3,4で示すHoughピークに分裂がみられる。本研究では、湾曲歪みが小さい場合、分裂幅と湾曲歪みの向きおよび大きさの関係は湾曲のモデルによらず、湾曲の方向および大きさを表すベクトル \mathbf{R} とHOLZ反射の逆格子ベクトル \mathbf{g} の内積 $\mathbf{g} \cdot \mathbf{R}$ に比例することを見出した。このことを利用して、分裂したHOLZ線図形のフィッティングにより湾曲歪みを開発した。図4(c)および4(d)は $\mathbf{g} \cdot \mathbf{R}$ に比例する分裂を取り入れた計算図形を図4(a)および4(b)に重ね合わせたものである。実験でみられる分裂の様子を非常に良く再現していることが確認できる。分裂を含む実験図形を計算図形とフィッティングすることにより格子定数だけでなく格子湾曲ベクトル \mathbf{R} を同時に決定できることになる。

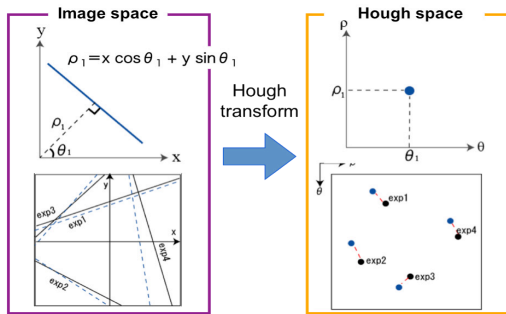


図2 Hough変換の様式図

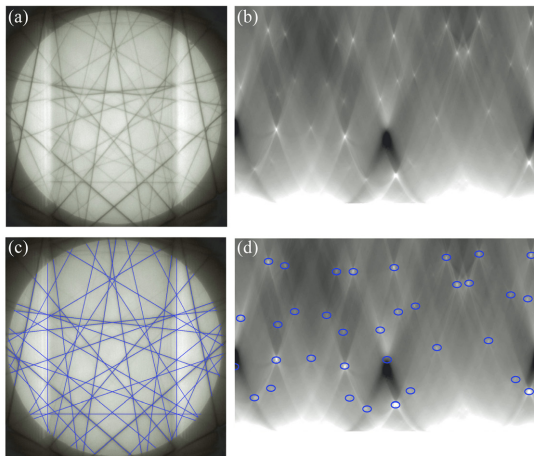


図3 HOLZ線図形(a)およびそのHough変換(b)。(c)および(d)は運動学的シミュレーションを重ね合わせたもの。

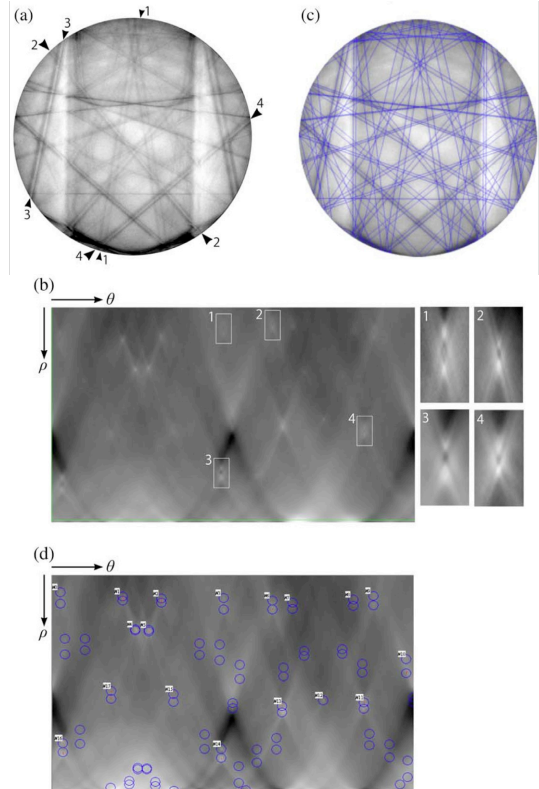


図4 分裂したHOLZ線を含む図形(a)およびそのHough変換(b)。(c)および(d)は湾曲歪みを考慮した運動学的シミュレーションを重ね合わせたもの。

② 自動解析ソフトウェアの開発

CBED図形に現れるHOLZ線から、自動的に格子定数を決定するソフトウェアの開発を完了した。本プログラムはWindows OS上で動作し、GUIによる解析条件の設定および入力が可能であり、簡便な手続きで格子定数の決定を行えるものである。図5はソフトウェア実行中のスナップショットである。

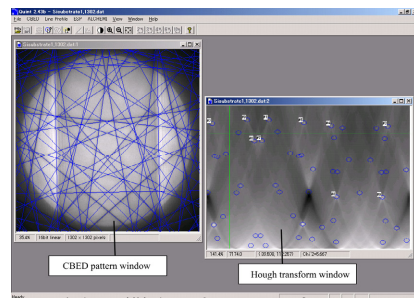


図5 開発したソフトウェア

③ ビーム走査システムの開発

外部制御可能なCCDカメラ装置を制御するソフトウェアを導入し、動作確認および補助スクリプトの開発を完了した。これにより、電子線照射位置を2次元走査しながらCBED図形を連続的に取得することが可能となった。またこのような一連のCBED図形に対して格子定数を連続的に決定する機能を上記のソフトウェアに実装した。

④ SiGe 多層膜における 2 次元格子歪みマッピング

本研究課題で開発した HOLZ 線図形による湾曲歪みと伸張歪みの同時計測法もちいて、実デバイスに近い構造をもつ SiGe/Si 界面近傍の歪みマッピングを行った。図6は解析に用いた SiGe/Si の断面 TEM 像である。CBED 図形の 000 disk にみられる ロッキングカーブから試料の厚さはおよそ 300nm と見積もられた。図6の白い四角の部分で 2 次元ビーム走査し、10×20 枚の HOLZ 線図形を取得した。プローブ径は約 10nm φ、電子線の加速電圧は 120kV とした。界面近傍 50nm 以下の領域では HOLZ 線の分裂がみられたため、湾曲歪みおよび伸張歪みの同時解析を行った。

立方晶を仮定して、各 HOLZ 線図形のフィッティングから格子湾曲ベクトル \mathbf{R} の向き、大きさおよび格子定数 a を決定した。図7(a)、7(b)および7(c)はそれぞれ本研究で決定した格子湾曲ベクトル \mathbf{R} の向き、大きさおよび格子定数 a の分布である。湾曲ベクトルの向きはほぼ界面に垂直方向であり、界面に近づくにつれて湾曲ベクトルの大きさおよび格子定数が増大する様子がみとれる。

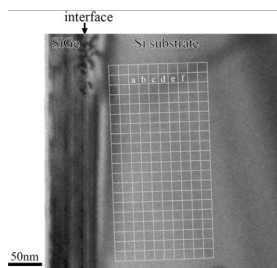


図6 SiGe/Si試料の断面TEM像

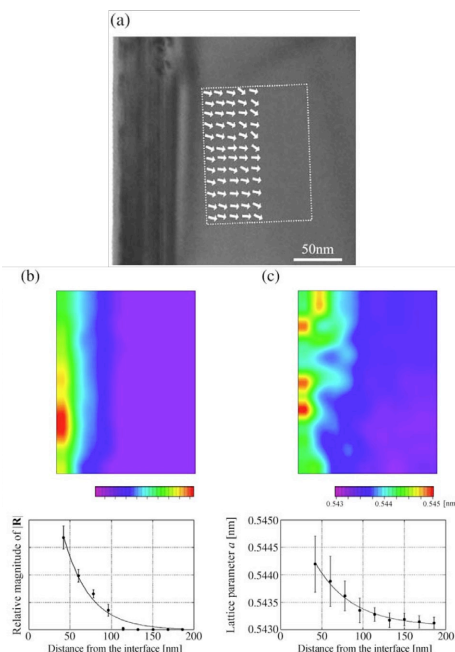


図7 本研究でもとめた格子湾曲歪みおよび格子定数のマップ。

⑤ 反復位相回復法による 3 次元格子歪み分布のモデルフリー解析

CBED 図形に現れる反射のロッキングカーブに反復位相回復法を適用し、格子歪みの 3 次元分布をモデルフリーで決定する新しい手法を開発した。電子線の進行方向に沿って格子の変位場が変化している場合、ロッキングカーブにはピークの分裂がみられる。運動学理論では、ロッキングカーブは変位場のフーリエ変換で与えられることが知られているため、この位相部分を決定することにより、格子変位場を決定することができる。湾曲歪みを含む領域から互いに独立な 3 つの反射のロッキングカーブを取得し (図8)、フーリエ反復位相回復法により各ロッキングカーブの位相再生を行った (図9)。求められた位相を逆に解くことにより変位場を取得することに成功した。図10は再生した変位場の界面垂直成分、入射方向成分および界面平行成分の入射方向に沿った変化を示す。この結果から、湾曲歪みの界面垂直成分は試料の中心 (入射面と出射面の 2 等分面) に対して偶関数的になっているのに対して、入射方向成分は、奇関数的になっており、それぞれ、湾曲および伸張歪みの存在を示していると考えられる。

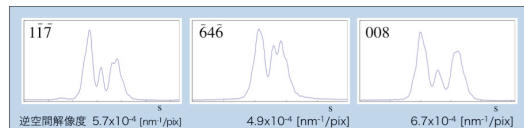
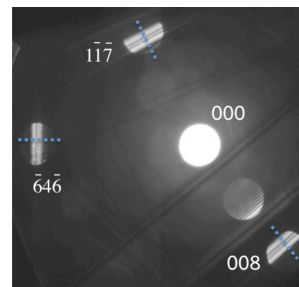


図8 格子湾曲を含む領域から得た CBED 図形 (上) および各反射のロッキングカーブプロファイル (下)。

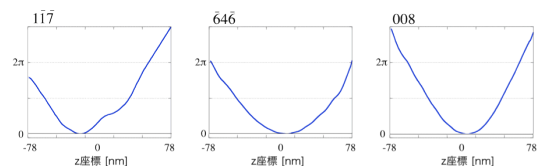


図9 各反射の再生位相

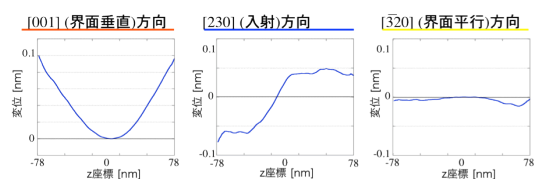


図10 再生した位相から再構成した 3 次元格子湾曲歪み場

⑥ ナノビーム回折法による界面近傍の歪み分布計測法の開発

HOLZ線が明瞭に観察されない界面近傍領域においても、ナノビーム回折図形には鋭い回折点を示すため、回折点位置の定量評価により格子定数の決定が可能となる。本研究では、HOLZ線法と同程度の解析精度を得るため、高次ラウエ帯反射をもちいた手法を開発した。高次ラウエ帯反射の現れる高角側は電子顕微鏡のレンズの歪みの影響を大きく受けるため、本手法ではレンズの歪みパラメータを正確に校正して格子定数の決定を行う。これにより界面近傍10nmの領域において 10^{-4} nmの精度での格子定数の決定を可能にした。また、この解析を自動的に行うソフトウェアの開発も行った。

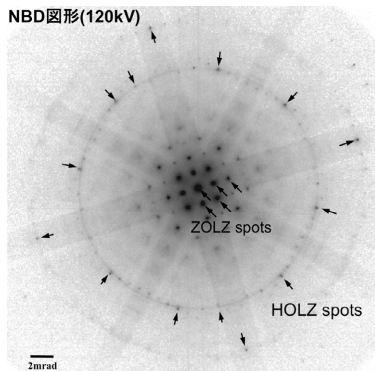


図11 ナノビーム回折図形。本解析法ではZOLZおよびHOLZスポットをもちいる。

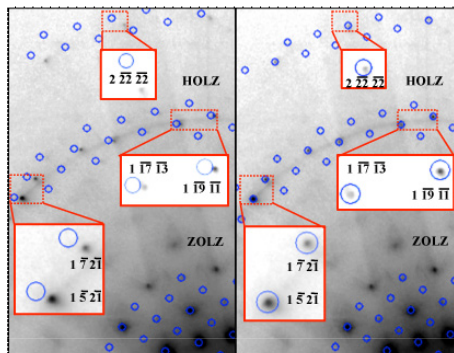


図12 電子顕微鏡のレンズ収差による回折図形の歪みの補正。補正前(左)および補正後(右)。

⑦ 超高压電子顕微鏡をもちいた厚膜試料への適用

電子顕微鏡観察用に薄片化した試料は、表面緩和によりバルク状態とは異なる格子歪みを有する可能性がある。薄片化の影響を最小限に抑えるために表面積-体積比がなるべく小さい厚膜試料をもちいた歪み解析を検討した。この結果、超高压電子顕微鏡により700nmを超える試料厚さにおいても、HOLZ線解析に十分な回折図形が得られることを見出した。また、1000kVの電子線においても非弾性散乱によるバックグラウンドの影響は大きく、エネルギーフィルターによる非弾性散乱の除去が効果的であることが判明した。

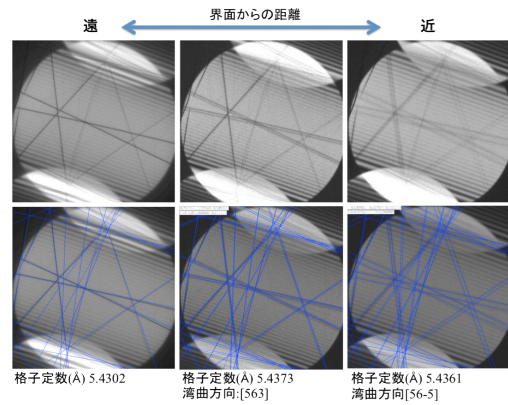


図13 加速電圧1000kVで得たSiのHOLZ線図形(上)および運動学シミュレーション(下)。

⑧ STMホルダーによるI-V曲線の測定

通常のシリコン単結晶に対して、STMホルダーをもちいた歪み印加および電気伝導測定の実験を行った。応力印加用のW細線を電解研磨法で作製し、観察する試料の形状はFIB加工により作製した。図14に示すようにピラー状のSiをW探針により圧力印加しながら、点1~14からそれぞれHOLZ線図形を取得し歪み解析を行った(表1)。本実験で得られた典型的なHOLZ線図形を図15(a)および15(b)に示す。

本研究では、STM試料ホルダーをもちいたピラー状の試料一本に圧力を印加した状態で電流-電圧特性の測定に成功した。図16は、ピラー状試料にある圧力を印加した状態で得た電流-電圧(I-V)曲線である。図16に示した3種類のI-V曲線は、ほぼ同じ圧力印加条件で得た結果であるが、それらの曲線の傾きが異なっている。このばらつきの原因は、STM探針とシリコン試料との接触条件のわずかな変化によるものと思われるが、まだ特定できていない。今後、測定結果のばらつきを低減するための試料形状、探針-試料のレイアウトおよび圧力印加条件の最適化を行い、信頼性の高い電気伝導測定を行うことが課題である。

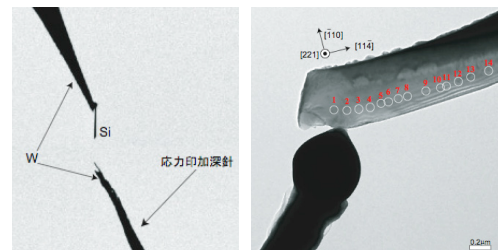


図14 STM探針試料ホルダーおよびピラー状Si試料の低倍像(a)および圧力印加状態(b)

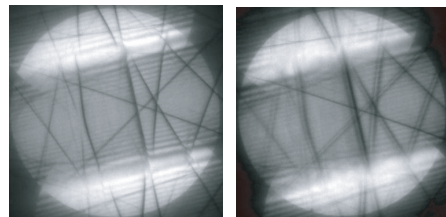


図15 図12の試料から得た典型的なHOLZ線図形。HOLZ線の分裂あり(a)およびなし(b)。

格子定数	1	2	3	4	
a(nm)	0.483±0.001	0.5270±0.0008	0.535±0.001	0.569±0.002	
b(nm)	0.586±0.002	0.5296±0.0001	0.5182±0.0007	0.583±0.001	
c(nm)	0.538±0.001	0.5294±0.0006	0.519±0.001	0.561±0.001	
α(deg)	87.6±0.1	91.01±0.02	93.30±0.02	89.3±0.1	
β(deg)	93.21±0.09	90.77±0.02	92.63±0.06	90.4±0.1	
γ(deg)	91.7±0.1	91.05±0.06	90.12±0.05	87.4±0.1	
GOF	39.55	42.11	58.06	45.3	
	5	6	7	8	9
0.5448±0.0002	0.695 ±0.001	0.6099±0.0008	0.562±0.001	0.5941±0.0003	
0.6195±0.001	0.5193±0.0002	0.561±0.002	0.6130±0.0003	0.580±0.001	
0.5490±0.0006	0.554 ±0.001	0.5448±0.0009	0.5450±0.0008	0.5535±0.0009	
91.74±0.05	97.41±0.06	95.21±0.08	93.7±0.1	92.79±0.05	
95.12±0.06	92.04±0.02	94.00±0.07	96.25±0.08	92.57±0.06	
86.50±0.05	87.1±0.1	85.81±0.09	85.65±0.05	86.11±0.08	
47.03	26.36	39.27	173.34	71.86	
	10	11	12	13	14
0.6365±0.0002	0.5525±0.0007	0.529±0.001	0.6065±0.0007	0.586±0.001	
0.5594±0.0009	0.582±0.002	0.600±0.001	0.552±0.001	0.557±0.001	
0.5682±0.0005	0.602±0.001	0.587±0.001	0.5592±0.0008	0.551±0.001	
92.54±0.02	83.8±0.1	84.42±0.04	92.38±0.04	92.8±0.1	
89.72±0.03	85.8±0.1	88.14±0.07	90.17±0.02	91.4±0.1	
86.26±0.05	90.05±0.08	90.2±0.1	87.32±0.06	87.3±0.1	
18.38	49.39	43.58	20.32	32.01	

表1 試料位置#1～#14の格子定数決定値

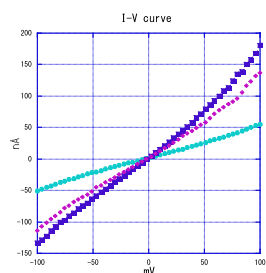


図16 圧力印加状態でのピラー状シリコン結晶の電流電圧特性

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7件)

- ① K. Saitoh, Y. Tatara and N. Tanaka, Atom-column distinction by Kikuchi pattern observed by an aberration-corrected convergent electron probe, *Journal of Electron Microscopy* 59 (2010) 387-394. 査読有
- ② K. Saitoh, M. Hamabe, S. Morishita, J. Yamasaki and N. Tanaka, Determination of a lattice strain field by iterative phase retrieval of rocking curves of HOLZ reflections, *International Journal of Advanced Microscopy and Theoretical Calculations*, 2 (2010) 120-121. 査読有
- ③ K. Saitoh, Y. Yasuda and N. Tanaka, Automated mapping of lattice parameters and lattice bending strain near a SiGe/Si interface by using split HOLZ line patterns, *International Journal of Advanced Microscopy and Theoretical Calculations*, 2 (2010) 38-39. 査読有
- ④ K. Saitoh, Y. Yasuda and N. Tanaka, Automated lattice-parameter determination by using HOLZ line patterns, *International Journal of Advanced Microscopy and Theoretical Calculations*, 1 (2008) 90-91. 査読有

[学会発表] (計24件)

- ① 齋藤晃, 濱邊麻衣子, 森下茂幸, 山崎順,

田中信夫, HOLZ線ロッキングカーブの反復位相回復による格子湾曲変位場の再生, 日本顕微鏡学会66回学術講演会, 2010年5月23-26日, 名古屋国際会議場

- ② K. Saitoh, M. Hamabe, S. Morishita, J. Yamasaki, N. Tanaka, Determination of 3D Lattice Displacements of Strained Semiconductors by Convergent-Beam Electron Diffraction, The 17th IFSM International Microscopy Congress, 19-24 September, 2010, Rio de Janeiro, Brazil.
- ③ 濱邊麻衣子, 齋藤晃, 田中信夫, CBED法をもちいた格子湾曲歪みを含むSiGe/Si界面近傍の二次元格子歪み解析, 日本顕微鏡学会第65回学術講演会, 2009年5月26日, 仙台国際センター
- ④ K. Saitoh, M. Hamabe, N. Tanaka, Strain mapping near Si/SiGe interfaces using HOLZ line CBED patterns, AsCA'09 Beijing, Joint Conference of the Asian Crystallographic Association and Chinese Crystallographic Society, 2009年10月25日, Beijing, China.
- ⑤ 齋藤晃, 濱邊麻衣子, 田中信夫, 分裂したHOLZ線を含むCBED図形の解析による湾曲格子歪み計測法の研究, 日本顕微鏡学会第64回学術講演会, 2008年5月21日, 京都国際会議場
- ⑥ M. Hamabe, K. Saitoh and N. Tanaka, A method for the determination of a bending strain of a lattice by CBED, Development of Advanced Instruments for New Electron Microscopy and Diffraction, IUCr2008 satellite, 2008年9月1日, 名古屋大学

[図書] (計0件)

[産業財産権]

○出願状況 (計0件)

○取得状況 (計0件)

[その他]

ホームページ等

6. 研究組織

(1) 研究代表者

齋藤 晃 (SAITOH KOH)

名古屋大学・エコトピア科学研究所・准教授

研究者番号: 50292280

(2) 研究分担者

田中信夫 (TANAKA NOBUO)

名古屋大学・エコトピア科学研究所・教授
研究者番号: 40126876

(3) 連携研究者 なし