

科学研究費助成事業(科学研究費補助金)研究成果報告書

平成25年 6月2日現在

機関番号:34406				
研究種目:基盤研究(C)				
研究期間:2010~2012				
課題番号:22560026				
研究課題名(和文) 電子ビーム照射による試料帯電の広範囲ナノメートル分解能・				
リアルタイム計測技術開発				
研究課題名(英文) Development of wide range-nanometer resolution-real time measurement				
system of charged up specimen irradiated by electron beam				
研究代表者				
小寺 正敏 (KOTERA MASATOSHI)				
大阪工業大学・工学部・教授				
研究者番号:40170279				

研究成果の概要(和文):電子ビーム照射による絶縁物表面の帯電電位の測定を行うことができ る静電気力顕微鏡システムを完成した。高分子の絶縁体薄膜が導電基板上に形成されているフ ォトマスク試料に電子ビームを照射したときに得られる絶縁体薄膜表面の電位分布は加速電圧 やビーム電流によって大きく変化することが示された。一方、試料内・外での電子散乱のシミ ュレーションを開発し試料表面の電位分布の実験結果を説明できる結果を得た。

## 研究成果の概要(英文):

Electrostatic force microscope system has been successfully completed to measure the potential distribution of a charged up insulator surface by electron beam irradiation. It is shown that the potential distribution built on a photo-mask, where an insulating film is on a conductive substrate, varies largely with the accelerating voltage and the current of the electron beam. On the other hand, we develop an electron trajectory simulation considering the behavior of electrons inside and outside of the specimen, and the result agrees well with the experimental result.

			(金額単位:円)
	直接経費	間接経費	合 計
2010 年度	1, 200, 000	360,000	1,560,000
2011 年度	1,400,000	420,000	1,820,000
2012 年度	700,000	210,000	910,000
年度			
年度			
総計	3, 300, 000	990,000	4, 290, 000

## 交付決定額

研究分野:電子ビーム照射による帯電の計測

科研費の分科・細目:応用物理学・工学基礎、 薄膜・表面界面物性 キーワード:電子顕微鏡、帯電電荷計測、静電気力顕微鏡法、EBIC、フォギング電子

1. 研究開始当初の背景

近年のナノテクノロジーの発展において、 1nm 程度まで絞ることができ、所望の位置 に高速にアクセスし、必要なだけ露光量を与 えることのできる電子ビームはナノメート ルオーダーの観察・分析・評価・測定ならび に微細加工に必要不可欠である。しかし、観 察や加工の対象となる物質はほとんどの場 合導電率が低く、電子ビーム照射の際に試料 表面に電荷が蓄積する帯電現象が起きて観 察・測定時の像やエネルギースペクトルに時 間的な変動が現れるなど不安定な状態を起 こしたり、さらには材料が放電によって破壊 されるといった懸念さえある。今後の更なる 高精度・高解像度・高効率を目指す電子ビーム機器開発において、このような帯電現象の 制御は最重要課題となることを見据えて、本 研究では電子ビーム照射による絶縁物帯電 現象を広範囲で直接測定できる装置の開発 と帯電機構を定量的に特定するためのシミ ュレーションソフトウェア開発に着手した。

2. 研究の目的

電子ビーム照射による絶縁物帯電現象の 原因と結果の関係を明らかにするために、本 研究では、(1)電子ビーム照射条件を変えなが ら帯電電位とその分布を測定することので きる装置を開発することと、(2)その装置によ って得られた結果の原因を定量的に解釈す るための情報を与えてくれるシミュレーシ ョンソフトウェアを開発することを目的と している。

 研究の方法 上記研究の2つの目的について以下の方法 を講じた。

(1)電子ビーム照射によって帯電した絶縁体 試料表面の電位分布を測定することができ る静電気力顕微鏡システムを開発する。

(2)上記システムによって電子ビーム加速電 圧が変化するときの表面電位の時間変化を 求めその原因を解釈すること。

(3)上記システムによって電子ビーム電流が 変化するときの表面電位分布の変化を求め その原因を解釈すること。

(4)電子散乱のシミュレーションを行って絶縁体表面が電子ビーム照射に伴う表面電位の時間的変化、空間分布を求め、実験的に得られた結果と比較して実験結果について妥当な説明ができること。

4. 研究成果 以下にそれぞれの研究成果を列挙する。

(1)本研究では、プローブ先端を試料表面に 押し込み応力を測定するための商用の装置 (アド・サイエンス FMS)と、プローブ先端 を試料に接触させて表面の凹凸を測定する 原子間力顕微鏡システムで用いられる商用 の自己検知型AFMカンチレバープローブ(日 立ハイテクサイエンス NPX1CTP003)を組 み合わせて静電気力顕微鏡システムを構築 した。本システムではプローブ先端は絶縁物 表面に対して非接触であり、図1に示す静電 気力顕微鏡システムの概略図のように試料 裏面に可変電圧を印加し、零位法によって表 面電位を測定している。



図1 開発した静電気力顕微鏡システム

(2) 試料はバルクガラス基板上の厚さ 70nm の Cr 膜上の厚さ 300nm の FEP171 電子ビ ームレジストといった典型的なリソグラフ ィー前のフォトマスクである。電子ビーム照 射は走査電子顕微鏡(日本電子 JSM-6490LA) で行い、加速電圧は 0.3~30kV、電流量は 5~2000pA で照射時間は 60 秒間 100µm× 100µm の面積にラスター走査で照射を行っ た。電子ビーム電流が 40pA の時の照射面積 中央での電位の時間的変化は図2に示すよう に加速電圧によって大きく異なることが分 かった。この時間変化を指数関数で近似する ことによって経過時間が0即ちビーム照射 直後の表面電位を知ることができる。このよ うにして表面電位の電子ビーム加速電圧依 存性を求めることができた。



図2 試料照射後の表面電位の時間変化

図2で0.8kV以下の加速電圧の電子ビーム 照射で小さく正電位になる理由は二次電子 イールドが1以上であるからで、3kV以上で 正になる理由は電子ビームが下地のCr 膜に 到達するようになってFEP 膜内は電子ビーム 誘起導電(EBIC)が起こるからであることが シミュレーションによって理解できた。1kV ~3kVの加速電圧では-50Vもの大きな負電位 が作られることが測定された。これはFEP 膜 内で留まった電子が作り出した電位である ことが分かった。

(3)帯電電位の電子ビーム電流依存性は図 3 に示すようにかなり大きいことが分かった。 加速電圧が 1kV の時にビーム電流を 5~2000pAまで変化させると、電流増加と共 に負電位が大きくなり、2nAでは照射面積の 付近で電位の折り返しが見られた。負電位の 帯電時には電子ビームが膜を貫通しなくて も EBIC が流れるとの報告があり、この結果 がその場合に当たることが分かった。



図 3 非貫通電子ビームでの帯電電圧の電流 依存性

(4)一方でこのような電位分布が現れる原因 について電子散乱のシミュレーションを行 い、試料内での電子電荷蓄積と境界条件から 電子ビーム照射領域の電位分布の時間的変 化を求めたものを図4に示す。この場合の試 料は FEP ではなく PMMA であり基板はバルク Si であり、電子ビーム電流は 50pA である。 各加速電圧が 2.7kV でちょうど薄膜を電子ビ ームは貫通することができ、それ以上の加速 電圧では EBIC のためにほぼすべての電子ビ ーム電流は基板に流れて膜の負電位は急激 に小さくなる。ところが、例えば 1.3kV にお いて電子ビームはすべて薄膜内に留まり非 常に大きな負電位が得られる。シミュレーシ ョンによって-50V 程度の大きな負電位が得 られた。この電位は実験で得た値に近いもの で、このことからシミュレーションによって 帯電の途中経過を知ることができるように なった。



図4 表面電位の電子ビーム照射時間依存性

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1件)

①<u>Masatoshi Kotera</u>, Akira Osada, Masaru Otani , Yasuhiro Ohara:" Measurement of surface potential of insulating film on a conductive substrate in a scanning electron microscope specimen chamber", Journal of Vacuum Science and Technology, B 29(6) (2011) 06F316-1 - 06F316-6, 査読 有. DOI:10.1116/1.3662079

〔学会発表〕(計 25 件)

 ①小原康寛,大谷 優,長田 明,小寺正敏:
"走査電子顕微鏡におけるフォギング電子 電流の測定とシミュレーション(III)"、第 60
回応用物理学関係連合講演会、神奈川工科大
学、2013.3.30.

②大谷 優,長田 明,小原康寛,熊谷健太 朗,小寺正敏: "走査電子顕微鏡内における 電子ビーム照射による絶縁体薄膜表面電位 分布の測定"、第60回応用物理学関係連合講 演会、神奈川工科大学、2013.3.30.

③熊谷健太朗,大谷 優,小原康寛,小<u>寺正</u> <u>敏</u>:"電子ビーム照射を受けた絶縁体薄膜の 放電特性"、第60回応用物理学関係連合講演 会、神奈川工科大学、2013.3.30.

 ④<u>小寺正敏</u>: "絶縁物試料の表面電位計測と 理論解析"、日本顕微鏡学会 SEM の物理科学 研究部会 講演会、常翔学園 大阪センター、 2012. 11. 29.

⑤ Akira Osada, Masaru Otani, Kentaro Kumagai and <u>Masatoshi Kotera</u> "Electron Beam Current Dependence of Surface Potential Distribution at a Resist Film", 2012 International Microprocesses and Nanotechnology Conference, 神戸メリケン パークオリエンタルホテル、2012.11.1.

⑥小寺正敏: "モンテカルロ法と帯電解析への応用"、日本顕微鏡学会 SEM の物理科学研究部会 合宿討論会、山梨 山中湖ジュラク荘、2012.10.13.

 ⑦大谷 優,長田 明,小原康寛,小寺正敏:
"走査電子顕微鏡内フォギング電子が形成 する絶縁体薄膜表面電位分布の測定 2"、第
71 回応用物理学会学術講演会、愛媛大学、
2012.9.14.

⑧小原康寛,大谷 優,長田 明,小寺正敏: "走査電子顕微鏡におけるフォギング電子 電流の測定とシミュレーション(II)"、第71 回応用物理学会学術講演会、愛媛大学、 2012.9.14.

(9) Yasuhiro Ohara, Akira Osada, Masaru Otani and <u>Masatoshi Kotera</u> "Measurement of fogging electron current in scanning electron microscope", The 56th International Conference on Electron, Ion, and Photon Beam Technology and Nanofabrication 2012, (EIPBN 2012), Hilton Waikoloa Village Resort in Waikoloa, Hawaii, USA, 2012. 5.31.

(1) Masaru Otani, Akira Osada, Yasuhiro Ohara and <u>Masatoshi Kotera</u> "Measurement of Surface Potential Distribution at an Insulating Film Produced by Fogging Electrons in a Scanning Electron Microscope", The 56th International Conference on Electron, Ion, and Photon Beam Technology and Nanofabrication 2012, (EIPBN 2012), Hilton Waikoloa Village Resort in Waikoloa, Hawaii, USA, 2012. 5.31.

(1) <u>Masatoshi Kotera</u>, Akira Osada, Masaru Otani and Yasuhiro Ohara "Charging process simulation of a resist film on Si substrate under electron beam irradiation", The 56th International Conference on Electron, Ion, and Photon Beam Technology and Nanofabrication 2012, (EIPBN 2012), Hilton Waikoloa Village Resort in Waikoloa, Hawaii, USA, 2012. 5.30.

<sup>12</sup>大谷 優,長田 明,小原康寛,<u>小寺正敏</u>: "走査電子顕微鏡内フォギング電子が形成 する絶縁体薄膜表面電位分布の測定"、第 59 回応用物理学関係連合講演会、早稲田大学、 2012. 3. 16.

 ⑬長田 明,大谷 優,小原康寛,小寺正敏:
"走査電子顕微鏡内の絶縁体薄膜表面電位 分布のビーム電流依存性"、第59回応用物理
学関係連合講演会、早稲田大学、2012.3.16.
⑭小原康寛,大谷 優,長田 明,小寺正敏:
"走査電子顕微鏡におけるフォギング電子

"走 金 電 子 顕微鏡 における フォキンク 電子 電流の測定とシミュレーション"、第 59 回応 用物理学関係連合講演会、早稲田大学、 2012.3.16.

(5) Akira Osada, Masaru Otani, Yasuhiro Ohara and <u>Masatoshi Kotera</u> "Measurement of surface potential distribution of resist irradiated by fogging electrons", 2011 International Microprocesses and Nanotechnology Conference、京都全日空ホ テル、2011.10.26.

(6) <u>Masatoshi Kotera</u>, Akira Osada, Masaru Otani and Yasuhiro Ohara "Measurement of surface potential distribution of a resist film irradiated by electron beam", 37th International Conference on Micro & Nano Engineering (MNE 2011), The bcc Berliner Congress Center Berlin, Germany 2011. 9. 20.

① Akira Osada, <u>Masatoshi Kotera</u>, Masaru Otani and Yasuhiro Ohara "Charging process simulation of a resist film on Si substrate by electron beam irradiation", 37th International Conference on Micro & Nano Engineering (MNE 2011), The bcc Berliner Congress Center Berlin, Germany 2011.9.20.

⑧長田 明、小寺正敏: "走査電子顕微鏡内における絶縁体薄膜の表面電位分布測定"、第72回応用物理学会学術講演会、山形大学、2011.8.30.

①<u>小寺正敏</u>、長田 明、大谷 優、小原康寛:
"静電気力顕微鏡法による走査電子顕微鏡
内の試料帯電の計測"、NGL2011、東京工業大学、2011.7.12.

(2) Masatoshi Kotera, Akira Osada, Takeshi Kawamura and Kazuhito Arita "Measurement of Surface Potential of Insulating Film on Conductive Substrate in a Scanning Electron Microscope", 55th International Conference on Electron, Ion, and Photon Beam Technology and Nanofabrication (EIPBN 2011), JW Marriott Resort Las Vegas, USA, 2011.6.3.

②長田 明、小寺正敏: "走査電子顕微鏡内における絶縁体薄膜の表面電位分布測定"、日本顕微鏡学会第67回学術講演会、福岡国際会議場、2011.5.16.

 ②長田 明、有田和史、川村健士、小寺正敏:
"走査電子顕微鏡内における絶縁体薄膜の 表面電位測定"、第58回応用物理学関係連合 講演会、神奈川工科大学、2011.3.24.

③Akira Osada, <u>Masatoshi Kotera</u>, Takeshi Kawamura and Kazuhito Arita "Measurement of a surface potential of insulating materials in a scanning electron microscope", 2010 International Microprocesses and Nanotechnology Conference、リーガロイヤルホテル小倉、

2010.11.12. @<u>Masatoshi Kotera</u>, Akira Osada, Takeshi Kawamura and Kazuhito Arita "Surface potential measurement of insulating materials in a scanning electron microscope",36th International Conference on Micro & Nano Engineering (MNE 2010), Magazzini del Cotone Genoa, Italy, 2010.9.21. <sup>23</sup>小寺正敏、長田 明:"電子ビーム照射に 伴う絶縁体帯電現象解析のためのシミュレ ーション高速化"、第71回応用物理学会学術 講演会、長崎大学、2010.9.17. [その他] ホームページ等 学術雑誌発表論文 http://www.oit.ac.jp/elc/~kotera/paper/ paper.html 最近の国際会議発表 http://www.oit.ac.jp/elc/~kotera/paper/ international.html 最近の国内会議発表 http://www.oit.ac.jp/elc/~kotera/paper/ domestic.html

6.研究組織
(1)研究代表者
小寺 正敏(KOTERA MASATOSHI)
大阪工業大学・工学部・教授
研究者番号: 40170279