

SEMを用いた半導体キャリア分布の観察技術

鶴見 大輔*・浜田 耕太郎

Dopant Mapping in Semiconductors Using Scanning Electron Microscopy — by Daisuke Tsurumi and Kotaro Hamada — This paper investigates the decrease in dopant contrast of semiconductors due to scanning electron microscope (SEM) observation that causes contamination on the semiconductor surface. We have discovered that second electron (SE) high-pass energy filtering can dramatically reduce the influence of the contamination and, thus, dopant contrast remains stable during the observation. We have also found out that the contrast is observable even at a high magnification by simultaneously applying an SE energy filter and a reverse bias voltage, because the reverse bias voltage increases the contrast and decreases the sensitivity to the contamination. These imaging techniques enable accurate and reproducible dopant mapping that the conventional SE imaging could not achieve, and are therefore expected to significantly promote semiconductor manufacturing.

Keywords: dopant mapping, high-pass energy-filtered imaging, SEM, contamination, InP

1. 緒 言

半導体レーザーやフォトダイオード、高速トランジスタなどに代表される化合物半導体デバイスは、大容量・高速通信の需要に対応する幹線系、メトロ系光通信システム、携帯電話機やその基地局、衛星通信など、幅広く使用されており、現代社会を支える中心的な役割を担っている。これに伴って、これらデバイスの特性や信頼性がますます重要となっている。半導体デバイスの性能を向上させるには、電気的な評価はもちろん、構造や形状を評価する物理的な解析手法が必要不可欠である。物理解析により得られる重要な情報の一つが、キャリア^{*1}分布である。キャリア分布はデバイス特性の鍵を握るため、ナノメートルオーダーでの制御が必要である。このような背景から、これまで数多くのキャリア分布の評価手法が開発されている。中でも、迅速かつ二次元の評価が期待される手法が、走査型電子顕微鏡（SEM：Scanning Electron Microscopy）である。

SEMによるキャリア分布の観察事例は1990年代までほとんどなかったが、1995年にPerovicらがキャリア濃度によってコントラストが変動することを発表する⁽¹⁾と、加速度的に研究が進展した。1998年にはVenablesらにより、キャリア濃度の対数とコントラストに線形性があることが示された⁽²⁾。2002年にはElliottらにより、 $10^{16} \sim 10^{20}$ atoms/cm³の範囲において感度があることが確認された⁽³⁾。さらに、2006年にはKazemianらによりFIB（Focused Ion Beam）を用いて作製した試料断面であってもpn接合部にコントラストが出現することが確認された⁽⁴⁾。このようにSEMを用いた二次元のキャリア分布評価は迅速だけでなく、高感度であり、また、デバイス、プロセス開発

や故障解析にも活用が可能のため極めて実用的である。

しかしながら、課題も残されている。例えば、SEM像の観察では表面酸化膜の付着によるコントラストの反転⁽⁵⁾や、観察中のコンタミネーション^{*2}の付着によるコントラストの減少や消失⁽⁶⁾が確認されている。また、SEM像の解釈においては、p型に対する感度が高い一方で、n型に対する感度が低い⁽⁷⁾、キャリア分布だけでなく異種材料接合界面におけるポテンシャルの変動がコントラストとして観察される⁽⁸⁾等の不具合が生じることから、キャリア分布を正しく把握することが難しい。

そこで、我々は正確なキャリア分布の把握のため、いくつかの課題の解決を図った。その中で、本稿ではコンタミネーションの付着によるコントラストの減少、消失といった現象を明確にした上で、その対応策を検討した結果をまとめて示す。

2. 実 験

2-1 SEMによるキャリア分布観察の原理

SEM像で得られるコントラストには、表面形状や組成、結晶方位、電位などが反映されることがわかっている。しかし、キャリア分布を反映するコントラスト（ドーパントコントラスト）の出現原理は完全には分かっていない。有力なモデルの一つが、キャリア分布に起因する試料表面近傍の電位差によりコントラストが形成されるモデル⁽⁹⁾である。このモデルを簡単に説明するため、図1にSEMのチャンバー内に入れたpn接合品の電位分布の模式図とドーパントコント

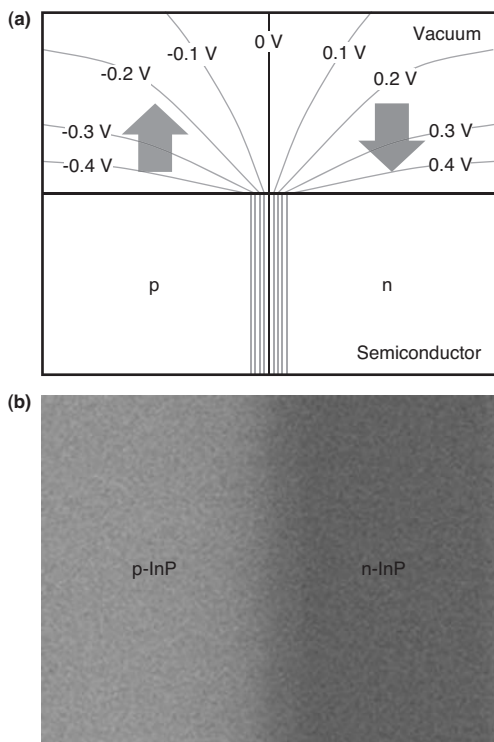


図1 (a) pn 接合部断面の電位分布の模式図。矢印は二次電子に働く力を示す。(b) InPのpn接合部のSEM像。

ラストを観察したSEM像を示す。pn接合により内蔵電位が発生し、その電位により試料近辺の真空中に電位が生じる。この電位は、n型表面で発生した二次電子を試料側へ、p型表面で発生した二次電子を検出器側へ引き寄せる（図1(a)）。その結果、p型表面から発生した二次電子が、n型表面から発生した二次電子より多く検出器に検出され、p型表面がn型表面より明るいコントラストとして像形成される（図1(b)）。

2-2 分析方法 本実験では日立ハイテクノロジー社製のS-4800を用いた。本装置には、信号制御電極の採用により、エネルギーの高い二次電子を選択的に検出することが可能なフィルタ機構が備え付けられている。フィルタを使用する場合、二次電子と反射電子、双方の挙動を考慮する必要がある。フィルタの模式図を図2に示す。

本装置の対物レンズはシュノーケルレンズ^{*3}方式であるため、二次電子はレンズによる磁場で巻き上げられ上方に移動する。信号制御電極に負の電圧 (V_c) を印加すると、信号制御電極周辺に V_c 相当の負電界が生じる。そのため、試料表面で発生した二次電子のうちエネルギーが V_c 以下の電子は、負電界に阻まれて上方に進行できなくなる。印加電圧値（フィルタ電圧値） V_c を変化させることで発生する負電界強度を制御し、上方に進行できる二次電子エネルギーを選択することが可能である。こうしてフィルタを施した像が観察される。 $V_c = 0$ Vの場合は、負電界が存在せず全ての二次電子が信号制御電極を通過することができる

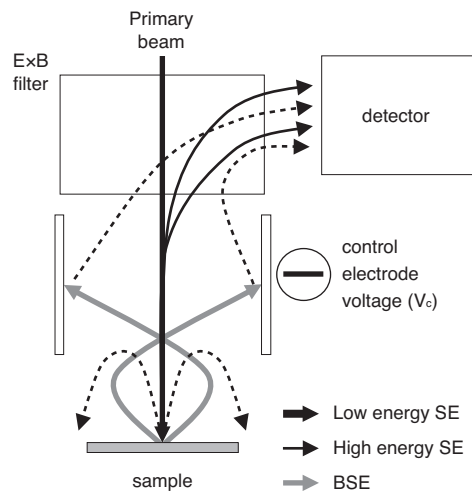


図2 フィルタ方法

ため、フィルタのない像形成となる。一方、反射電子はエネルギーが高いため、信号制御電極による負電界を通過する。一部の反射電子は信号制御電極に衝突し、二次電子が発生する。電極で発生した二次電子は上方に移動し二次電子検出器の電界に引き寄せられて検出される。この場合の二次電子は反射電子成分を持っており、反射電子のコントラストとして像形成に寄与する。

2-3 試料と評価方法 SEM観察を行ったのは、InPのn型基板 (1×10^{18} Sn atoms/cm³) 上に、CVD法にてp型のエピ膜 (1×10^{18} Zn atoms/cm³) を成膜したpn接合部の断面である。観察断面はスクライバーで劈開し作製した。SEM観察の条件は、加速電圧1 kV、ワーキングディスタンス2 mmである。得られたSEM画像のコントラストは、p層、n層のコントラストを256階調^{*4}で定量化して評価した。

3. 結果と考察

3-1 繰り返し観察によるコントラストの消失の抑制 SEMは最表面の観察を行うため、表面汚染の影響を受けやすい。特に、電子線照射に伴うコンタミネーションの付着は問題となる。同一箇所の観察を繰り返し行くとコンタミネーションの影響が大きくなり、ドーパントコントラストが消失する。そのため、キャリア分布の評価ができなくなってしまっていた。この障害を取り除くには、コンタミネーションの対策が必要であった。

一般に知られている対策としては、照射電流の低減やコールドトラップの使用、試料を高温もしくは低温に保つ手法などが挙げられる⁽¹⁰⁾。しかし、これら手法は効果が限定的である、時間がかかり実用的でない等の問題があった。そこで、我々はコンタミネーションが像観察に与える影響に対して調査を進め、フィルタ機能の活用によりコンタミ

ネーションの影響を低減することが可能であることを見出した⁽¹¹⁾。以降にその詳細を述べる。

(1) 繰り返し観察における対応策

コンタミネーションの付着によりドーパントコントラストが減少する原因の調査を行うべく、コンタミネーションを付着させた箇所、付着していない箇所にて二次電子エネルギー分布を観察した。二次電子エネルギー分布の観察は下記のように行った。

各種 V_c で取得した画像を構成するp層、n層の信号強度は、フィルタによるカットオフエネルギーよりも高いエネルギーの電子全ての強度の総和を示している。そのため、各種 V_c 値で得られた信号強度の差分により、二次電子のエネルギーごとの信号強度が算出される。これを全てのエネルギーにおいて実施することで実験的に二次電子エネルギー分布の取得が可能である。

図3(a)には各種 V_c で取得した画像から得られたp層とn層の信号強度を示した。 V_c は0~10.5 Vとした。コンタミネーションが付着した箇所の測定は、80,000倍のスキャンで意図的にコンタミネーションを付着させた領域に対して実施した。これらSEM像(信号強度)の取得は全て同一のブライトネス・コントラストで行った。

図3(a)で得られた信号強度を V_c ごとに差分を取り、二次電子エネルギー分布に変換した結果を図3(b)に示す。この図から、コンタミネーションが付着することにより、全体的に二次電子放出量が低下していることが分かった。更に、p層とn層とのコントラスト(信号量の差)は主に $V_c = 3 \sim 6$ Vの範囲において得られていることが分かった。加えて、信号強度の減少率の二次電子エネルギー依存性を定量的に評価すべく、コンタミネーション付着後の信号強度(C_{co})を付着前の信号強度(C_{as})で規格化した(C_{co}/C_{as})結果を図3(c)に示す。

図3(c)から、コンタミネーションの付着により、 V_c 値が0~3 Vの低エネルギーの二次電子検出量がn層で30%程度、p層では90%近く減少したことが分かった。一方で、ドーパントコントラストの観察に寄与する $V_c = 3 \sim 6$ Vの二次電子の信号強度はp層、n層ともに10~20%の減少だった。また、 V_c 値が高くなるにつれてコンタミネーションの影響は徐々に小さくなる傾向が見られた。この結果から、コンタミネーションの影響を受けやすい低エネルギーの二次電子を除き、ドーパントコントラストの観察に寄与する二次電子を検出するフィルタを用いれば、コンタミネーションの付着によるドーパントコントラストの低下、消失の抑制が可能であると考えた。そこでフィルタの効果に関する検証を行った。

(2) フィルタの効果の確認

フィルタを活用した結果を図4に示す。図4は、フィルタなし($V_c = 0$ V)、あり($V_c = 3$ V)の場合におけるpn接合部の断面観察結果である。倍率は20,000倍である。ドーパントコントラストの観察においてフィルタの効果

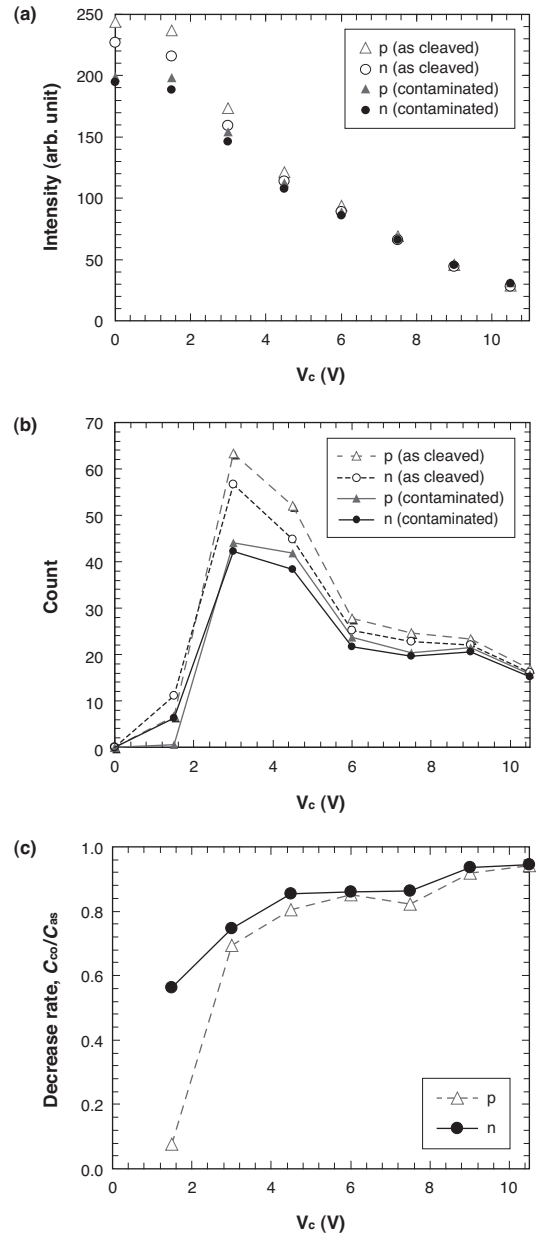


図3 (a) 二次電子信号強度のエネルギーフィルタ電圧値 V_c 依存性、(b) 二次電子エネルギー分布、(c) 二次電子エネルギー帯における、コンタミネーションの付着による信号強度の減少率

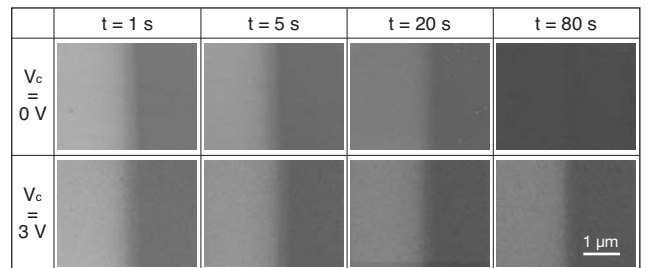


図4 pn接合部のドーパントコントラスト観察結果

調査すべく、一定の時間電子線照射を行いコンタミネーションを意図的に付着させた後に、電子線を照射した箇所
の画像を取得した。照射時間は1〜80秒とした。コントラスト・ブライツネスの設定は、各フィルタ電圧値の $t = 1$ s
において、ドーパントコントラストが鮮明に観察されるよう
に設定し、後の $t = 80$ sまで同一の設定のまま画像取得
を行った。

図4から分かるように、 $t = 1$ sの時点ではフィルタなし、
あり、双方の場合でドーパントコントラストが鮮明に観察
された。その後電子線照射を継続すると、フィルタなしの
場合、徐々にコントラストが観察されなくなった。これは、
コンタミネーションの影響を受けたためである。一方で、
フィルタありの場合、電子線照射開始80秒後であっても
ドーパントコントラストが確認された。フィルタによりコン
タミネーションの影響を排除する一方で、ドーパントコン
トラストの信号を逃さず検出する条件であったためと考え
られる。

以上より、コンタミネーションの影響を受けやすい低エ
ネルギーの二次電子を除くフィルタを活用すれば、コンタ
ミネーションの付着によるドーパントコントラストの低下、
消失の抑制が可能であることが分かった。

3-2 高倍率観察によるコントラストの消失の対策
繰り返し観察を続けることによるドーパントコントラスト
の消失を防ぐには、フィルタが有効であることを示した。
しかし、高倍率での観察を試みるとフィルタを用いてもコ
ントラストの消失が見られた。これは、高倍率での観察で
は単位面積当たりの電子線照射量が増加し、コンタミネ
ーションの影響が一層大きくなるためだと考えられた。そ
こで、我々は試料に電圧を印加することでコントラストを
増大させ相対的にコンタミネーションの影響を低減し、高倍

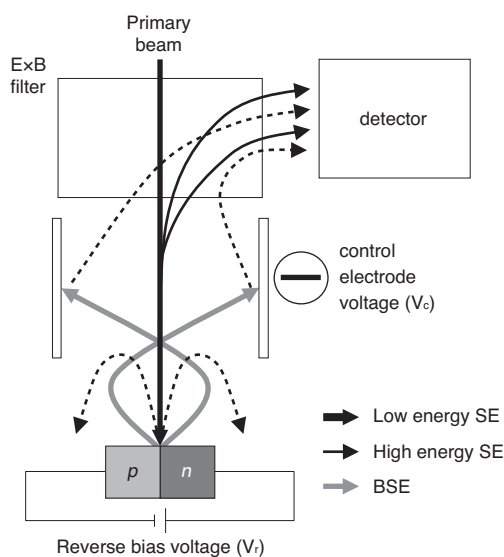


図5 逆バイアス電圧印加時の観察模式図

率での観察を可能にした⁽¹²⁾。下記にその方法や結果に関し
て詳述する。

(1) 高倍率観察における対応策

観察試料は、図5に示すように電極に配線しInPのpn接
合部に電圧を印加できるようにした。pn接合部に逆バイ
アス電圧 V_r を印加した際のp層、n層の信号強度を調査す
べく、SEM観察を行った。観察はフィルタなし、全て同一の
ブライツネス・コントラスト設定で画像を取得した。

結果を図6に示す。この図から、逆バイアス電圧が増加
するにつれて、p層の信号強度が増大することが分かった。
これは、逆バイアス電圧の印加によりpn接合部における
電位差が上昇するためと考えられる⁽⁴⁾。

同一の観察条件であればコンタミネーションの付着量は
一定であるため、電圧印加によりpn接合部のコントラ
ストが増大すれば、相対的にコンタミネーションの影響は
小さくなる。そこで、本手法を用いて高倍率のpn接合部
のコントラスト観察を試みた。

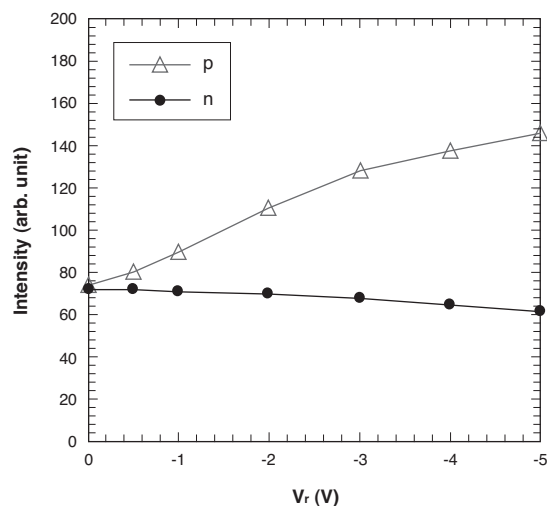


図6 p層、n層の信号強度の逆バイアス電圧依存性

(2) 電圧印加の効果の確認

逆バイアス電圧とフィルタの双方を用いて、高倍率でpn
接合部の観察を試みた。結果を図7に示す。

観察は比較のため、4種の条件、すなわち (a) フィルタ、
逆バイアス電圧印加なし、(b) フィルタなし、逆バイアス
電圧あり、(c) フィルタあり、逆バイアス電圧なし、(d)
フィルタ、逆バイアス電圧ありで実施した。倍率は
10,000〜250,000倍とした。ブライツネス・コントラ
スト設定は4種の観察条件それぞれにおいて、10,000倍の
SEM像でpn接合部が鮮明に見えるよう調整した。その後、
同一のコントラスト・ブライツネス設定を保持のまま
250,000倍まで画像を取得した。

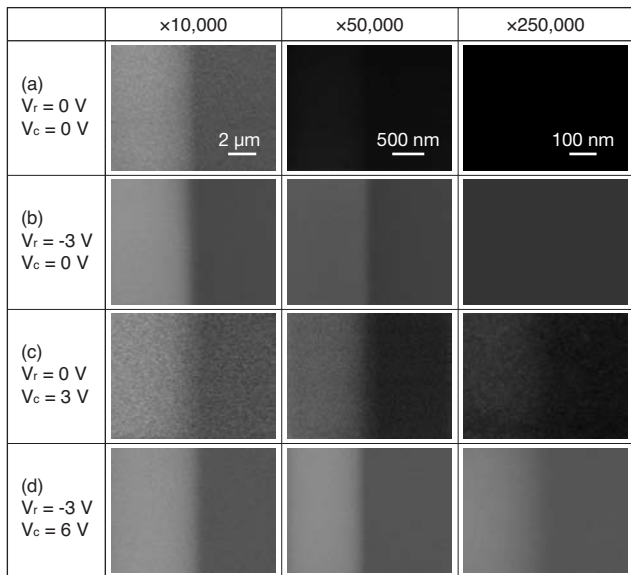


図7 各種検出条件におけるSEM観察結果

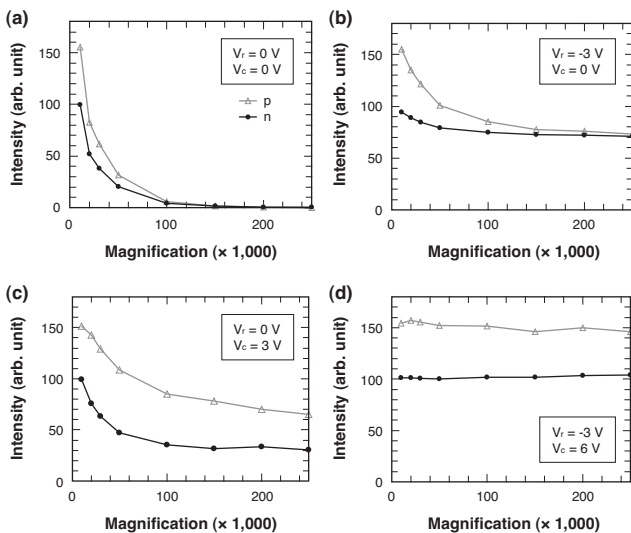


図8 観察倍率によるp層、n層の信号強度の変化

結果、条件 (a) ~ (c) では倍率が上がるにつれpn接合部のコントラストの観察が困難になる一方で、条件 (d) は鮮明に観察された。

得られた結果の考察のため、図8にそれぞれの倍率の信号強度をプロットした。フィルタ、逆バイアス電圧印加の双方を用いない場合 ((a))、p層、n層、ともに倍率の増加に伴いコンタミネーションの影響が激しくなり、急激に信号強度が低くなることが分かった。

逆バイアス電圧を印加した場合 ((b))、信号量の低下は (a) と比較すると大幅に抑えられていた。これは前述したようにコンタミネーションの影響が相対的に小さくなった

ためと考えられる。しかし、高倍率にするに連れてp層の信号量低下が激しく、コントラストが消失した。

フィルタのみを用いた場合 ((c))、特にp層がコンタミネーションの影響を受けやすい低エネルギーの二次電子を検出しないため、倍率を挙げてもp層、n層の信号強度の差が保たれていた。しかし、観察倍率が上がるにつれて全体的に信号量が減少し、視覚的にコントラストが確認できなくなった。これは、多くのコンタミネーションの付着により、高エネルギー二次電子の検出量も低下したためと考えられる。

逆バイアス電圧とフィルタ双方を用いた場合 ((d))、コントラストを鮮明に観察できた。逆バイアス、フィルタ双方の効果が現れたためと考えられる。

このように、フィルタに加えて逆バイアス電圧の印加により、コンタミネーションの影響を相対的に下げ、高倍率であってもpn接合部のコントラストの観察が可能であることが分かった。

4. 結 言

SEMによる半導体のドーパントコントラストの観察において課題となっていた、コンタミネーションの付着によるコントラストの減少、消失の課題に取り組んだ。二次電子エネルギー分布の解析により、コンタミネーションの付着が特に低エネルギー二次電子の放出量の低下をもたらすことを明らかにした。そして、二次電子エネルギーハイパスフィルタを用いることにより、コンタミネーションの付着によるコントラストの減少、消失の抑制が可能となることを示した。更に、コンタミネーションの影響が大きくなる高倍率での観察時には、フィルタに加えて逆バイアス電圧を印加することにより、コントラストの観察が可能なることを示した。以上の諸対応策を施すことにより、正確にキャリア分布を把握することが可能になる。これより、本観察技術は半導体デバイス、プロセスの開発や故障解析に役立つものと考えられる。

用語集

※1 キャリア

半導体中の電荷の担い手となる自由電子と正孔の総称。電圧を印加することで移動し電流となるため半導体デバイスに欠かせない。半導体中に意図的に不純物を微量添加することでキャリアが生成される。

※2 コンタミネーション

観察に用いる電子線照射によって試料の表面に付着する汚染物質。試料そのものや試料室中の炭化水素系の残留ガス分子が電子線照射によって解離し、試料表面に堆積物ができると考えられている。

※3 シュノーケルレンズ方式

高分解SEMに使用される対物レンズの一種。対物レンズによる磁界を試料側へ作り、収差を低減させることで高分解能の像観察が可能となる。

※4 256階調

コンピュータにおける色の濃淡を示す段階数。本評価は256段階で濃淡を評価している。

執筆者

鶴見 大輔*：解析技術研究センター



浜田耕太郎：解析技術研究センター グループ長



*主執筆者

参 考 文 献

- (1) D. D. Perovic, M. R. Castell, A. Howie, C. Lavoie, T. Tiedje, and J. S. W. Cole, "Field-Emission SEM imaging of compositional and doping layer semiconductor superlattices", *Ultramicroscopy* 58, pp.104-113 (1995)
- (2) D. Venables, H. Jain, and D. C. Collins, "Secondary electron imaging as a two-dimensional dopant profiling technique: review and update", *J. Vac. Sci. Technol. B* 16, pp.362-366 (1998)
- (3) S. L. Elliott, R. F. Broom, and C. J. Humphreys, "Dopant profiling with the scanning electron microscope-A study of Si", *J. Appl. Phys.* 91, pp.9116-9122 (2002)
- (4) P. Kazemian, A. C. Twitchett, C. J. Humphreys, and C. Rodenburg, "Site-specific dopant profiling in a scanning electron microscope using focused ion beam prepared specimens", *Appl. Phys. Lett.* 88, pp.212110-1-3 (2006)
- (5) C. G. H. Walker, F. Zaggout, and M. M. El-Gomati, "The role of oxygen in secondary electron contrast in doped semiconductors using low voltage scanning electron microscopy.", *J. Appl. Phys.* 104, pp. 123713-1-6 (2008)
- (6) P. Kazemian, C. Rodenburg, and C. J. Humphreys, "Effect of experimental parameters on doping contrast of Si pn junctions in a FEG-SEM", *Microelectron. Eng.* 73-74, pp.948-953 (2004)
- (7) D. Tsurumi, K. Hamada, and Y. Kawasaki, "Observation of two-dimensional p-type dopant diffusion across a p⁺-InPn⁻-InGaAs interface using scanning electron microscopy", *J. Appl. Phys.* 113, pp.144901-1-4 (2013)
- (8) B. Kaestner, C. Schönjahn, and C. J. Humphreys, "Mapping the potential within a nanoscale undoped GaAs region using a scanning electron microscope", *Appl. Phys. Lett.* 84, pp.2109-2111 (2004)
- (9) A. K. W. Chee, R. F. Broom, C. J. Humphreys, and E. G. T. Bosch, "A quantitative model for doping contrast in the scanning electron microscope using calculated potential distributions and Monte Carlo simulations", *J. Appl. Phys.* 109, pp.013109-1 -9 (2011)
- (10) 「新・操作型電子顕微鏡」、社団法人 日本顕微鏡学会 関東支部、第3章、pp.98-99、共立出版株式会社、東京 (2011)
- (11) D. Tsurumi, K. Hamada, and Y. Kawasaki, "Highly Reproducible Secondary Electron Imaging under Electron Irradiation Using High-Pass Energy Filtering in Low-Voltage Scanning Electron Microscopy", *Microsc. Microanal.* 18, pp.385-389 (2012)
- (12) D. Tsurumi, K. Hamada, and Y. Kawasaki, "Energy-Filtered Secondary-Electron Imaging for Nanoscale Dopant Mapping by Applying a Reverse Bias Voltage", *Jpn. J. Appl. Phys.* 51, pp. 106503-1-4 (2012)