

分光エリプソメータとXPSによる膜厚の測定

著者	友田 和一
雑誌名	技術報告
巻	18
ページ	11-14
発行年	2013-03-12
出版者	静岡大学技術部
URL	http://doi.org/10.14945/00007101

分光エリプソメータとXPSによる膜厚の測定

友田 和一

静岡大学技術部共同研究支援部門

1. 緒言

最近の半導体デバイスの製作において、極めて薄い酸化膜や窒化膜の厚さの精密測定は、非常に重要となっている。集積回路の超高密度化のため、その厚さはナノメートルのオーダーであり、測定も難しい。

今回、シリコン基板上に窒化シリコン(Si₃N₄)の膜厚50ナノメートルとして作製された試料を、分光エリプソメータ、M-220(日本分光製)とXPS:X線光電子分光法、ESCA-3400(島津製作所製)の深さ分析(Depth Profile)で確認し、結果を得たので報告する。

2. 分光エリプソメータによる膜厚測定

透明に近い膜に直線偏光した光を斜めに入射すると、s波(入射面に垂直な成分)とp波(平行な成分)では反射光の振幅比(Ψ)と位相差(Δ)が違ってくる。その値から屈折率(n)と消衰係数(k)を求め、膜厚を測定する。

この装置の特徴は、非破壊測定であり、非常に薄い膜厚を精密に測れる(サブナノメートルの分解能)。しかし、測定面で直径2mm程度で厚さが均一でないと難しく、10マイクロメートルを越える膜厚は測れない。

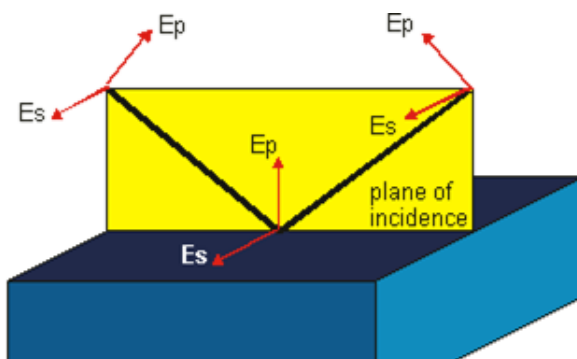


図1 s波とp波の定義と試料面と光の入射面

今回の測定で、波長630ナノメートルの光で、屈折率 n は2.02、消衰係数 k は0が得られた。これに基板のシリコンの屈折率3.88、消衰係数0.01を入れて、膜厚測定を行った。その結果、窒化シリコンの膜厚は51.6ナノメートルと測定された。

装置の写真を右に示す。入射光として、Xeランプからの光を分光したものを使われている。光軸合わせには、He-Neレーザを使って行われた。検出器はフォトマルチプライヤー(浜松ホトニクス製:R-464)である。



3. XPS (X線光電子分光)による膜厚の推定

XPSは、本来試料最表面の原子の種類や結合状態を測定する装置であるが、極最表面(数ナノメートル)の情報しか得られない特徴を生かし、深さ方向の分析も頻繁に行われている。

超高真空の試料室内で、 $MgK\alpha$ (1253.6 eV)のX線を試料に当てる。(図2)光電効果により、最表面から飛び出して来た内核電子をアナライザ(チャンネルトロン)でエネルギー分析を行う。これにより、どんな元素がどのくらいあるかを測定できる。また、スペクトルのピークのずれ(ケミカルシフトと呼ばれる)から、その原子の結合状態を推測できる。

また、アルゴンイオンエッチングで表面をナノメートルオーダーで削っていくと、内部の元素の種類の変化やケミカルシフトの違いによって結合状態の変化が分かる。測定とエッチングを繰り返すと、深さ分析(Depth Profile)となり、今回はこの方法により窒化シリコンの膜厚を推定する。

測定と次の測定の間のエッチング時間は3分(180秒)とした。エッチングのパワーなどの条件は、 SiO_2 換算で約4ナノメートル/分、 Al_2O_3 換算で約2ナノメートル/分の値にした。

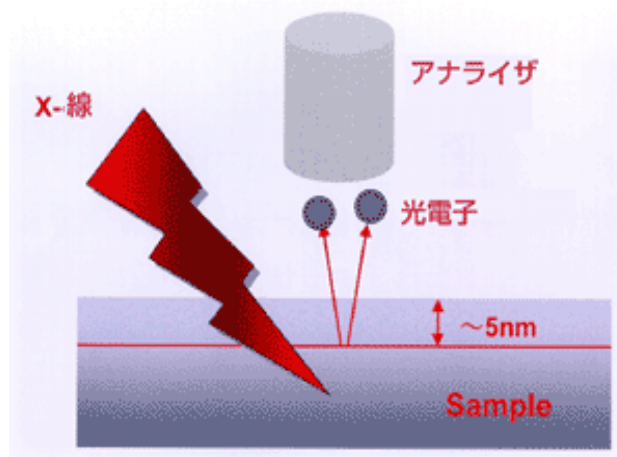


図2 XPSの原理



ESCA-3400

4. XPS による結果

下記に、エッチングタイムが0秒、900秒、1980秒の窒素とシリコンの定量結果を示す。

Quantification Report

State #0 : Etch Time 0.00 sec								
Peak	Type	Position BE (eV)	FWHM (eV)	Raw Area (cps eV)	RSF	Atomic Mass	Atomic Conc %	Mass Conc %
N 1s	Reg	399.1	1.694	25288.7	1.77	14.007	46.73	30.43
Si 2p	Reg	103.4	2.081	14089.2	0.865	28.086	53.27	69.57

State #0 : Etch Time 900.00 sec								
Peak	Type	Position BE (eV)	FWHM (eV)	Raw Area (cps eV)	RSF	Atomic Mass	Atomic Conc %	Mass Conc %
N 1s	Reg	398.3	1.694	27986.7	1.77	14.007	43.39	27.66
Si 2p	Reg	102.3	2.108	17843.4	0.865	28.086	56.61	72.34

State #0 : Etch Time 1980.00 sec								
Peak	Type	Position BE (eV)	FWHM (eV)	Raw Area (cps eV)	RSF	Atomic Mass	Atomic Conc %	Mass Conc %
N 1s	Reg	398.2	1.526	134.2	1.77	14.007	0.33	0.16
Si 2p	Reg	99.5	1.435	19970.4	0.865	28.086	99.67	99.84

最表面の汚れ層が無くなったと思われるエッチング5回(900秒)後の原子濃度(Atomic Conc %)は窒素43%、シリコン57%である。試料はSi₃N₄であるから、これはストイキオメトリから少々外れているが、エッチングの時にシリコンより窒素のほうがスパッタレイトが大きいと思われる。

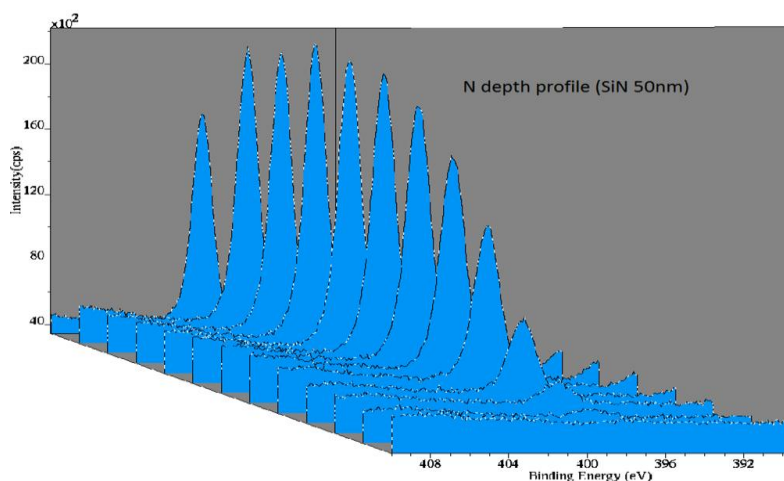


図3 窒素のデプスプロファイル

図3は、試料内の窒素の量の深さ変化を表している。図中、左奥が最表面で、右手前が内部である。左から11回目あたりが基板との界面となっている。

図4は、シリコンの量の深さ変化である。試料は窒化シリコンなので、左奥のシリコンのピークも大きくなっている。しかし、8回目のエッチング後にシリコンが減少していることの原因は不明である。

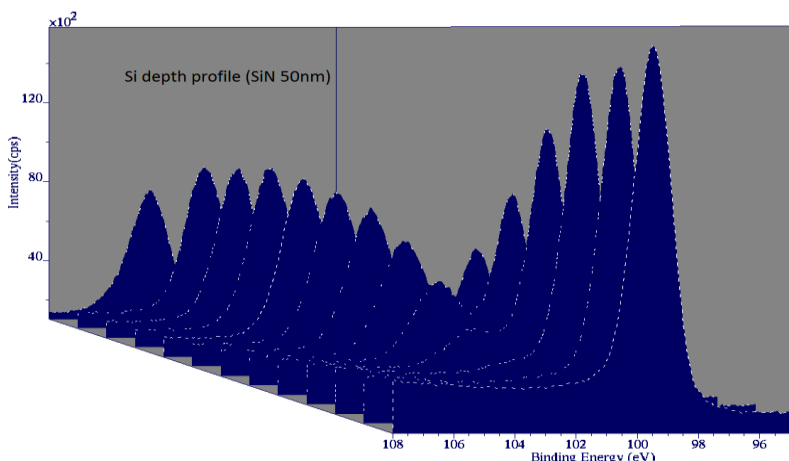


図4 シリコンのデプスプロファイル

デブスプロファイルによって得られた結果を図5に示す。ここで、上の線はシリコンを、下の線は窒素を表している。これによると、エッチング7回目ころからシリコンと窒素の比率の変化が大きくなり、11回目には基板まで到達して、窒素の量が非常に少なくなっている。

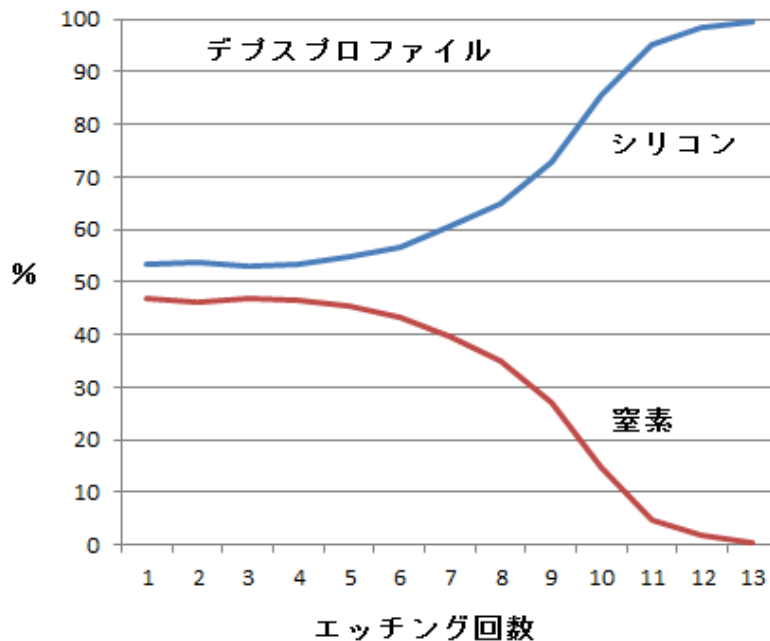


図5 エッチング回数によるシリコンと窒素の原子濃度の変化

なお、試料提供者は窒化シリコン／基板(シリコン)界面で、もう少し急峻な変化を想定していたそうである。しかし、試料提供者も民間企業に試料を提供してもらったため、どのような工程で作られた物かは、企業秘密のために教えてもらえなかったようだ。

5. 結言

窒化シリコンのエリプソメータによる膜厚測定では、51.6ナノメートルと非常に近い値を得られた。XPS 測地の前に、窒化シリコンの硬度を調べたら、アルミナ(Al_2O_3)と同程度の値なので、今回の窒化シリコンのエッチングのスパッタレイトは約2ナノメートル／分程度と予想した。すると、30分(10回のエッチングタイム)×2ナノメートルで、窒化シリコン膜の厚みは約60ナノメートルの値を得た。

今回、XPS ではすこし大き目の値が出たが、XPS 測定では深さ方向の分解能が足りないかもしれない。また、シリコンと窒素のスパッタレイトが違うことが考えられ、一様に削られていないことも十分考えられる。

総体的に見れば、ある程度満足する結果が出た。