

入射電子の試料内振る舞い（シミュレーション）からみた SEM 画像 SEM Image Viewed from Simulated Behavior of Penetrating Electrons in Specimens

石 谷 亨
Tohru Ishitani

^a (株)日立ハイテクノロジーズ 研究開発本部

要 旨 SEM 像観察において、二次電子 (SE) および後方散乱電子 (BSE) は試料表面の凹凸および元素の情報をもたらす。ここでは、SE および BSE 信号の特質についてシミュレーションによる入射電子の試料内振る舞いの観点から概説する。低エネルギー (数 100 eV 以下) 電子照射では、入射電子の直進性が弱く、その振る舞い領域の大部分が SE 脱出最大深さ (約 10 nm) の表面層内に収まるようになる。その結果、SE/BSE 像は試料最表面層により敏感となり、また低エネルギー BSE の特質は高エネルギー SE に近くなる。SE/BSE 像取得条件の調整は、試料における所望の情報を明瞭に得るために重要である。

キーワード：走査電子顕微鏡，二次電子，後方散乱電子

1. はじめに

SEM 画像においてよく用いる信号種は二次電子 (secondary electron: SE) と後方散乱電子 (backscattered electron: BSE) である。SEM 画像が現す試料の凹凸や元素の情報に SE や BSE はどのような特質にて寄与しているのだろうか。最近の低エネルギー ($E_0 < \text{数 } 100 \text{ eV}$) 電子照射では、入射電子の直進性が弱く、その振る舞い領域の大部分が SE 脱出最大深さ (約 10 nm) の表面層内に収まるようになる。ここでは、SE および BSE 信号の特質についてシミュレーションによる入射電子の試料内振る舞いの観点から概説する。ただし、試料はアモルファス構造とし、結晶性効果については触れない。

2. 入射電子の試料内振る舞いからみた SE/BSE 信号の特質

SEM 画像において、試料表面上の任意の二点間に明暗 (コントラスト) の成因には、以下がある。

- (1) 試料元素 (原子番号) の差異
- (2) 試料の凹凸：傾斜効果，エッジ効果
- (3) 試料と検出器の位置関係：シャドウイング効果
- (4) 試料の局所電位，局所磁場

最近では、試料の元素と凹凸の情報要因をよりクリアに分離するために、SE/BSE 検出器において SE/BSE の放出角および放出エネルギーのアクセプタンスに配慮がなされている。

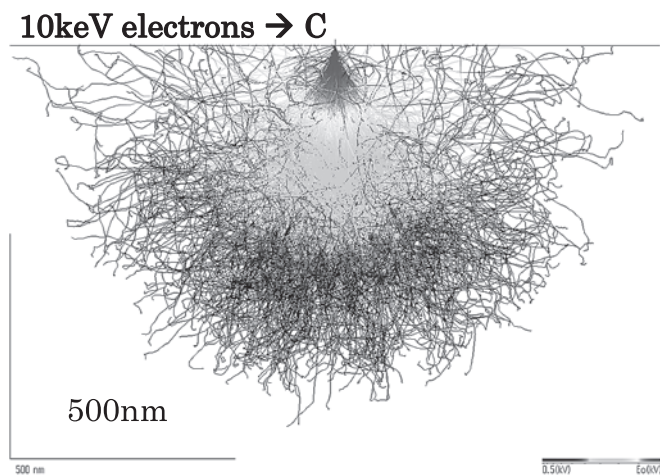
2.1 入射電子の試料内振る舞いと SE 信号の特質

原子番号 Z が大きく異なる代表的試料 C ($Z=6$) および Au ($Z=79$) 試料において、入射エネルギー (E_0) が 10 keV および 0.5 keV 電子の試料内振る舞いの Monte Carlo (MC) シミュレーション結果を図 1 に示す。10 keV 電子において、電子の侵入深さはそれぞれ約 700 nm および 170 nm と C 試料の方が約 4 倍も大きい。BSE 収率は C および Au 試料においてそれぞれ約 0.08 および 0.6 と後者の方が約 7 倍高い (図 2 (a) 参照)。 $E_0=10 \rightarrow 0.5 \text{ keV}$ の 1/20 低下に対し、侵入深さは約 1/100 と浅くなる。エネルギー損失能 (単位行路長当たりのエネルギー損失) が、 $E=50\text{--}500 \text{ eV}$ 辺りでピークとなり、3 keV 以上の高 E 側では E に逆比例して低下 (Bethe 式) しているからである。

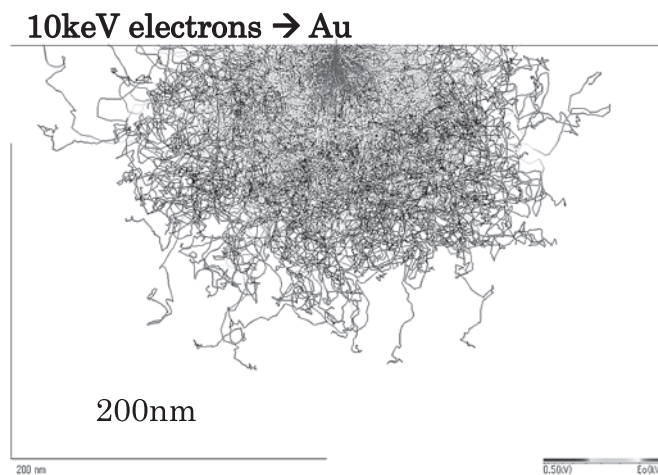
試料内を進む電子 (照射電子と励起試料電子) は試料内電子との非弾性散乱により、そのエネルギー損失に比例した SE を励起するが、試料表面に到達してそこから真空中に脱出できる SE は、試料表面近傍で励起されたものに限られる。SE 脱出最大深さは SE の平均自由行程 (mean free path: MFP) の 3 倍程度で約 3–10 nm (エネルギーと試料に依存) と浅い。SEM 像観察における信号 SE は、SE 脱出最大深さ層を入射電子が直進的に侵入していく間に励起した SE とその層を反対方向に進む BSE が励起した SE とからなり、それぞれ SE_1 および SE_2 と大別されている。10 keV 電子照射における SE 収率 (入射電子 1 個当たりの放出 SE 個数) δ および BSE 収率 (入射電子 1 個当たりの放出 BSE 個数) η の Z 依存性 (MC 計算)^{1,2)} を図 2 (a) に、また、 SE_1 と SE_2 収率の Z 依存性 (MC 計算)^{1,3)} を図 2 (b) に示す。高 Z 試料 ($Z > 20$) では、BSE 収率が高くなることから SE_2 収率 $> SE_1$ 収率となる。SEM 像分解能に関しては、 SE_1 励起領

^a 〒 312-8504 茨城県ひたちなか市市毛 882 番
TEL: 029-276-6353; FAX: 029-276-6354
2008 年 4 月 15 日受付

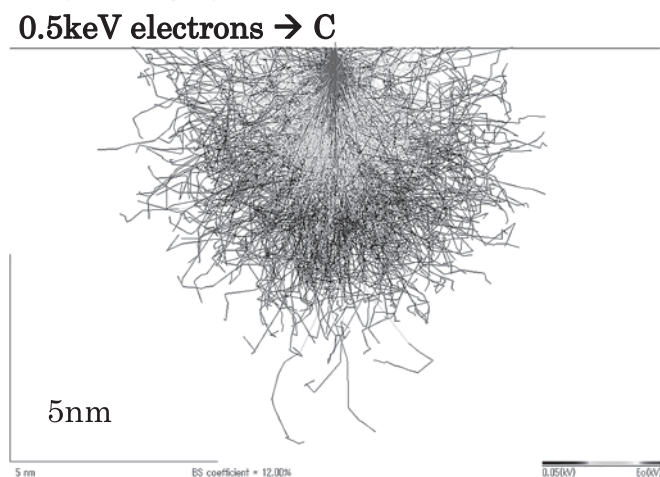
10keV electrons → C



10keV electrons → Au



0.5keV electrons → C



0.5keV electrons → Au

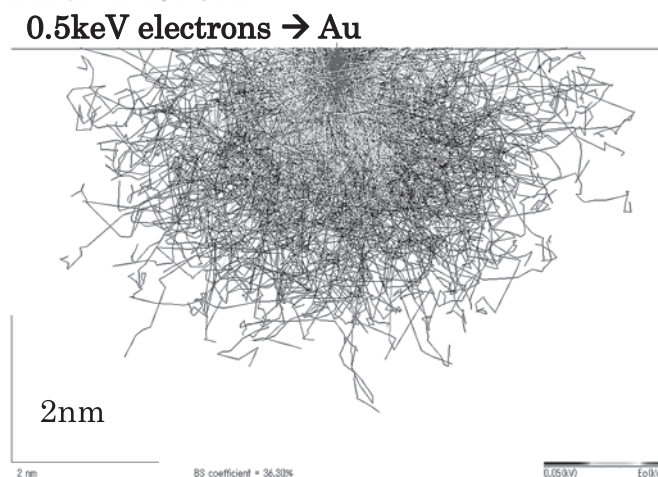


図1 10 keV および 0.5 keV 電子 (1000 個) の C および Au 試料内振る舞い (MC シミュレーション)

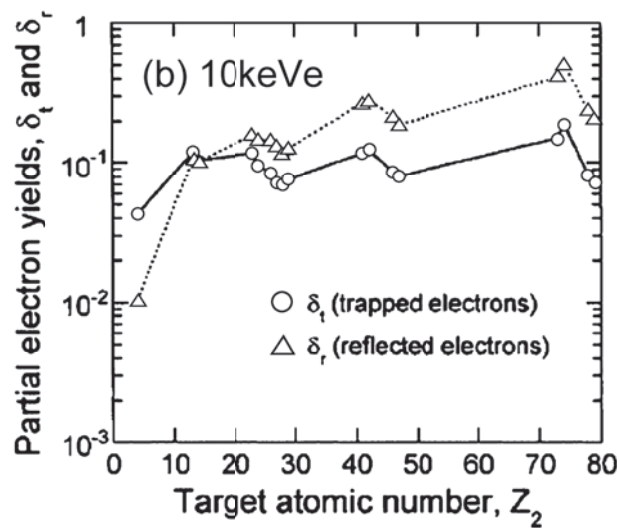
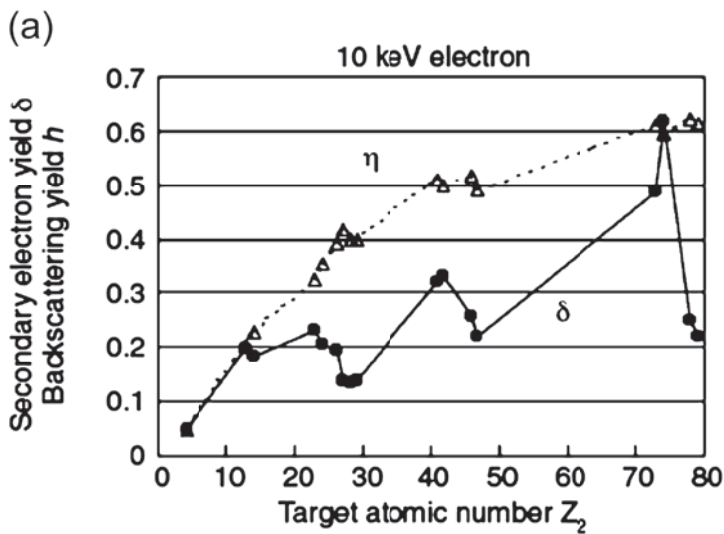


図2 10 keV 電子照射における試料 Z 依存性 (MC シミュレーション) : (a) SE 収率と BSE 収率の Z 依存性, および (b) δ_{t1} と δ_{t2} 収率の Z 依存性

域がSE₂より狭いことから、SE₁信号の方が高い面内(xy方向)分解能情報を持つ。(SE₂の深さz方向情報については2.2節参照。)δのZ依存性カーブ(図2(a)参照)において、δの増大傾向にZ短周期的な振動傾向が重畳されているが、これは試料の伝導電子密度や仕事関数などの周期律特性のδへの影響結果である。

SE(SE₁+SE₂)信号は、入射角θ(垂直入射:0°)に対し70°辺りまでは1/cos^fθ(f=0.5-2)に比例した増加依存性を示し、これが試料の凹凸情報(傾斜効果)をもたらす。高E₀の入射電子がSE最大脱出深さ層(厚さ約3-10nm)を直線的にかつほぼ同じエネルギーで通過する場合、SE₁信号はf≈1依存性を示す。垂直エッジを持つ試料においては、そのエッジ側面からSEが脱出しやすいためSE信号が増大する(エッジ効果)。しかし、E₀≤1keVになると入射電子の侵入深さがSE脱出最大深さ層と同程度、あるいはそれ以下となる(図1参照)。また、試料原子との弾性散乱において侵入電子の前方散乱の割合が低下する。そのため、試料の凹凸情報(傾斜効果やエッジ効果)はE₀低下と共に弱くなる。

図3(a)にSiおよびAu試料(E₀=3 and 10 keV)におけるSE収率δの入射角θ依存性(MC計算)⁴⁾、および図3(b)に種々のZ試料(E₀=10 keV)におけるδ(θ)/δ(0)カーブに1/cos^fθをフィッティング(θ<60°の領域)して得られたfのZ依存性(MC計算)⁴⁾を示す。θがゼロから増加するに従い、δ(θ)/δ(0)カーブは増大し、80°辺りで最大となり、その後、減少に転ずる。前者の増大傾向は、入射電子のSE最大脱出深さ層内における行路長の増大が主要因であり、一方、後者の減少傾向は、SEを励起するに十分なエネルギーを持った入射電子の表面からの放出割合の増加が主要因である。0に近いf値ほど入射角依存性は弱く、試料面の傾斜要因による

コントラストは小さい。Au試料(高Z試料)の方が、また3keV(低E₀)の方がSE最大脱出深さ層内における入射電子の直進性が弱くなり、δ(θ)/δ(0)の入射角依存性も弱くなる。

入射電子の試料内振る舞いは試料Zの大小により大きく異なるので、深さ方向に境界を持つ2元素構造試料では、その境界部近傍のSE/BSE信号に相手側領域元素による影響が現れる^{1,2)}。境界面に入射する電子において、Zの大きい元素側から小さい元素側に入射する方が、反射されにくく、また、小さい元素側に入ってしまうと、そこでの行路長は大きい元素側の場合より長くなるからである。また、凹凸試料において凹部の側面や底面からの放出SEの一部が凸部で遮蔽されてSE検出器に取り込めない場合は、SEM像にシャドウイング効果が現れる。また、特に低エネルギーのSEは、試料の局所電位、局所磁場によりその軌道が大きく影響を受けるため、これらを検出することにより局所電位や局所磁場のコントラスト画像が得られる。

2.2 BSE信号の特質と照射エネルギー依存性

入射電子は試料原子(原子番号Z)と弾性衝突を繰り返し、進行方向を変えながら進入する。低Zで高エネルギーEほど、その衝突間のMFPは長く(E>数keVではZ²/E²に逆比例)、前方散乱の指向性が強い。しかし、電子の質量が試料原子に比べて非常に軽いことから、弾性散乱による電子のエネルギー損失は小さく無視近似できる。一方、試料電子との非弾性衝突では入射電子は進行方向を変えない(ラフ近似)がエネルギー損失をもたらす。これより、高EのBSEほど試料表面からより浅い位置での後方散乱(事象1回、残りは前方散乱)にて生成されたものとなる。浅い位置では入射した電子ビームは未だほとんど広がっておらず、高EのBSE信号ほど高い空間分解能を持つ。

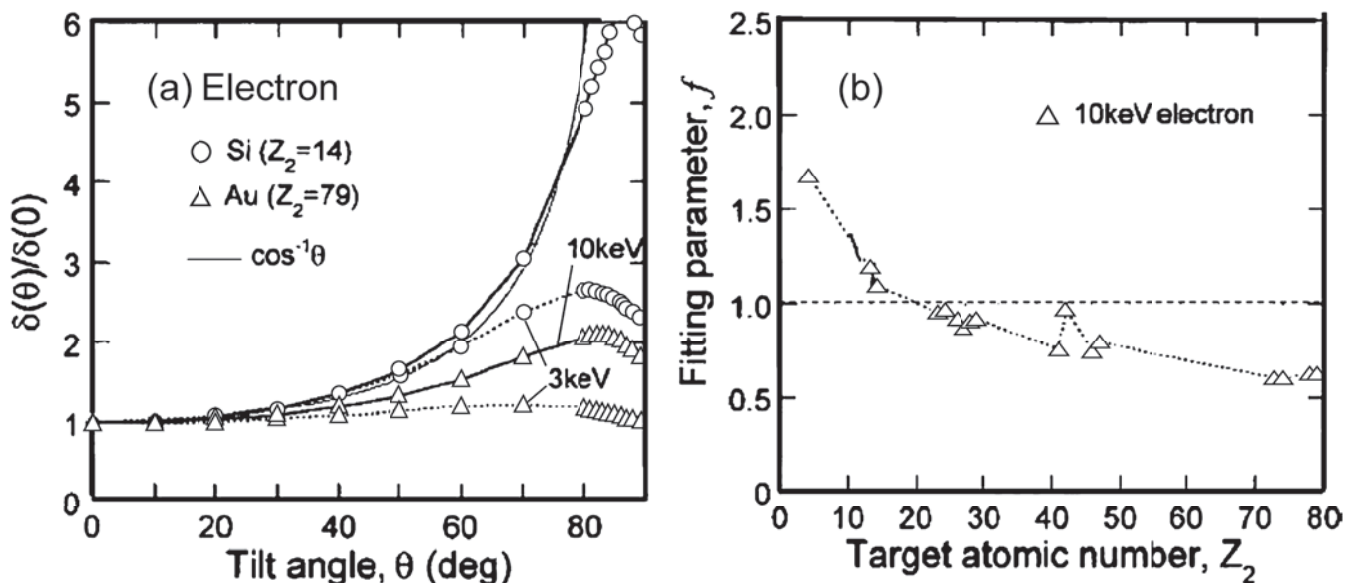


図3 (a) SiおよびAu試料(E₀=3 keVおよび10 keV)におけるSE収率δの入射角θ依存性(MC計算)、および(b)種々のZ試料(E₀=10 keV)におけるδ(θ)/δ(0)カーブに1/cos^fθをフィッティング(θ<60°の領域)して得られたfのZ依存性(MCシミュレーション)

10keV electrons → C

500V electrons → C

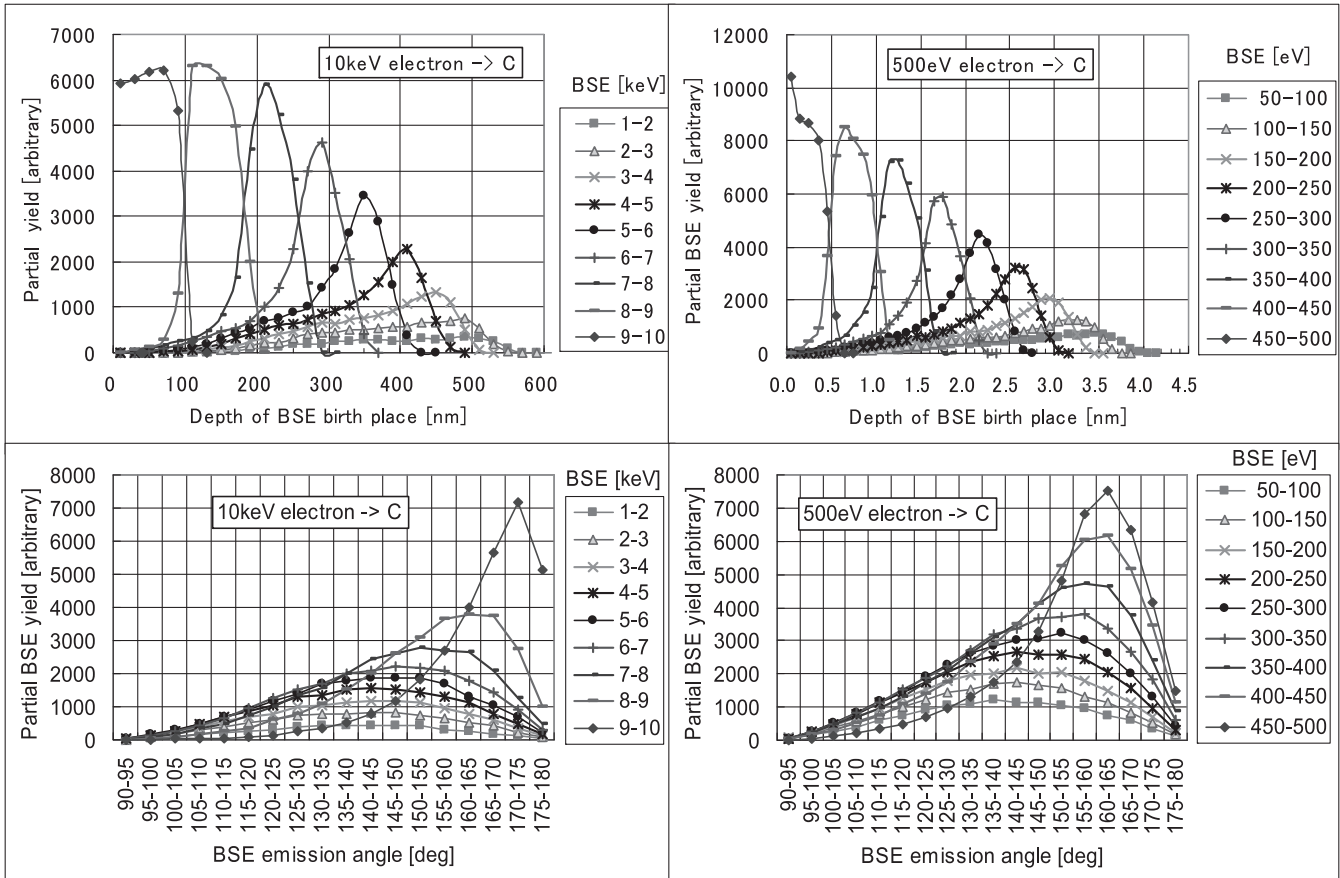


図4 10 keV および 0.5 keV 電子の C 試料照射における BSE 信号において、各エネルギー帯域の BSE の生成深さ位置および放出角度の分布 (MC シミュレーション)

図4にC試料 ($E_0=10\text{ keV}$ および 0.5 keV) における BSE 信号において、 $E=0-E_0$ を10分割した各分割 E 帯域の BSE 生成深さ位置 (BSE 軌道における最深位置) および放出角度の分布 (MC 計算) を示す。図5に各分割 E 帯域の BSE 生成位置 (BSE 軌道の最深位置) の x 座標分布 (MC 計算) を示す。BSE 像において以下の観察の場合は Z コントラストが明瞭となる。例えば、軽元素母材 (基板) の表面/極表面近傍に位置する重元素粒子の観察である。そこでは、軽元素母材および重元素粒子からの BSE 信号が、それぞれ像バックグラウンドの暗領域および明像粒子を形成する。ただし、逆の重元素母材 (基板) と軽元素粒子との組合せ試料はコントラストが低く適さない。同様な傾向は、 SE_2 信号が顕著となる SE 像観察においても見られる。

C 試料 ($E_0=10\text{ keV}$) において、 $E/E_0 \geq 0.9$ の高 E-BSE は、深さ 0-100 nm で生成されたものである。 SE_2 の情報深さはこの BSE の生成深さに相当するので、高 E_0 照射下では SE_1 の情報深さ (SE の脱出最大深さ約 3-10 nm と同等) よりかなり深い。これより SE 像でも、軽元素材料に埋没した重元素粒子が観察できるが、 SE_1 がバックグラウンド信号になり、コントラストは BSE 像より悪い (ただし、信号量が多い)。

最近、低 E_0 による BSE 像観察が多用されている。例えば、C 試料の 0.5 keV 電子照射において、 $E/E_0 \geq 0.9$ の高 E-BSE の生成深さは、わずか 0.5 nm 以下である (図4参照)。 $E/E_0 \geq 0.5$ まで広げても未だ 2.5 nm 以下と浅い。この深さは、

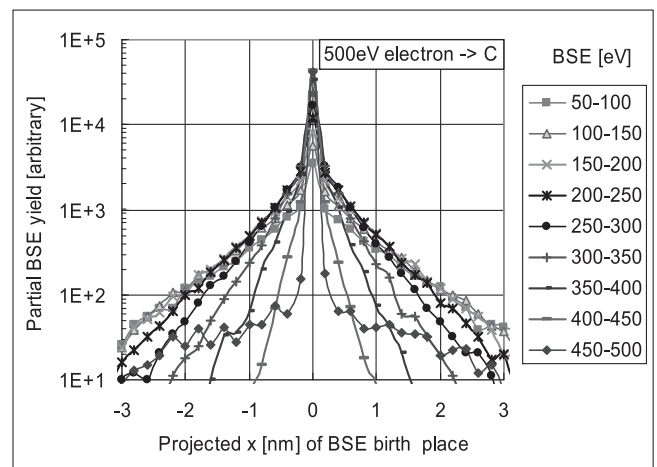


図5 0.5 keV 電子の C 試料照射における BSE の生成 x 位置座標分布 (MC シミュレーション)

電子 ($E_0=0.5$ keV) の侵入深さの約 7 nm (図 1 参照) や SE 脱出最大深さ約 3–10 nm よりも浅い。また, BSE の生成 x 位置座標分布 (図 5 参照) から, BSE の横方向分解能が 0.2 nm 程度以下と高分解能である。これより, 低 E_0 の BSE 像は空間 (xyz) 分解能において SE 像に勝る。更に重要な点は, E_0 低下と共に SE 信号が試料凹凸情報を失ってくるのに対し, 高 E-BSE 信号はそれを失わない事にある。BSE 脱出行路長は試料局所面の傾斜角に影響され, 行路長が長くなればエネルギー損失が大きくなるからである。エネルギー損失能は $E=50\text{--}500$ eV で平坦なピークとなるためこの E 近傍の BSE は傾斜角に特に敏感となる。これが試料凹凸コントラストを向上させる。ただし, 検出 BSE の E 帯域狭化は BSE 絶対信号量を減少させ画質を劣化させるので, それとのバランスが必要である。また, 高 E-BSE は優先的な放出角 (試料 Z や E_0 に依存) を持っており, 高効率の BSE 検出のためにこれらへ考慮も必要である。

走査顕微鏡における画像信号の特質は, 照射粒子と試料との相互作用が支配している。例えば, SE 信号強度の Z 依存性 (Z コントラスト) は, 照射粒子が Ga イオンの走査イオン顕微鏡 (scanning ion microscope: SIM) では Z の増大と共に SE 強度が低下という SEM とは逆傾向になる^{1–3,5)}。Ga-SIM における SE 励起粒子は, 入射粒子 (イオン) の他に, 反跳試料原子および励起二次電子があり, これらの SE 部分収率 (Z 依存性カーブ) の総和から逆傾向が解釈説明されている。また, He イオンを照射粒子とする SIM では, BSE は存在しないために SE の大部分が SE_1 であることから SEM

に優る像分解能が期待されている^{6,7)}。また, 入射粒子の波長が短いために回折収差によるビーム広がりが無視できるため, 大きな焦点深度が得られる事も魅力となっている。

3. 終わりに

SEM 観察において試料の元素や凹凸情報をもたらす SE および BSE 信号の特質を照射電子の固体試料内の振る舞い (MC シミュレーション) 観点から概説した。電子照射エネルギーが 0.5 keV 程度を超えて低くなるに従い, BSE 信号は SE 信号より空間分解能が優れてくる。ただし, 分解能と像質は相反関係下にある。試料や観察目的に合わせた更なる SE/BSE 観察条件の最適化やその制御は, SEM 観察能力を更に高めるであろう。

文 献

- 1) Ohya, K. and Ishitani, T.: in Yao, N. (Ed.) Focused Ion Beam Systems, Cambridge University Press, Cambridge, 2007, p. 87–125.
- 2) Ishitani, T. and Ohya, K.: *Scanning*, **25**, 201–209 (2003)
- 3) Ohya, K. and Ishitani, T.: *J. Electron Microsc.*, **52**, 291–298 (2003)
- 4) Ohya, K. and Ishitani, T.: *J. Electron Microsc.*, **53**, 229–235 (2004)
- 5) Suzuki, T., Endo, N., Shibata, M., Kamasaki, S. and Ichinokawa, T.: *J. Vac. Sci. Technol.*, **A 22**, 49–52 (2004)
- 6) Ward, B.W., Notte, J.A. and Economou, N.P.: *J. Vac. Sci. Technol.*, **B 24**, 2871–2874 (2006)
- 7) Inai, K., Ohya, K. and Ishitani, T.: *J. Electron Microsc.*, **56**, 163–169 (2007)