

# STEM の走査線と結晶格子による モアレ縞による歪の計測

## Strain Analysis Using STEM Moiré Method

近藤 行人, 遠藤 徳明

Yukihito Kondo and Noriaki Endo

日本電子株式会社 EM 事業ユニット

**要旨** STEMでのモアレ縞を利用した結晶歪の計測を報告する。STEM モアレ縞は格子縞の同程度の間隔の走査線によるアンダーサンプリング効果で生成する。モアレの間隔は格子と走査線の間隔の比と方向によって決まる。このモアレ縞を用いることにより Si の格子歪の分布を定量的に測定できた。STEM 像取得中の試料ドリフトを補正し、複数枚の歪マップの平均によって、計測精度は  $\sigma = 0.2\%$  程度まで高めることができた。

キーワード：モアレ, 走査透過顕微鏡, 歪, 位相解析, 歪素子

### 1. はじめに

モアレは周期が近い2つの格子が重なる時に現れる現象で、例えばメッシュや布を重ねたときによく見られる。このモアレは元の格子周期が干渉して生成するうなりなので、その周期は一般に元の周期より大きくなる。TEMでは1950-60年代、この時代は電子顕微鏡の性能が低く、直接結晶格子を観察できない為、間隔の大きなモアレ縞と電子回折図形を使って格子の歪や欠陥を観察、推定していた。この時代では、モアレ縞は“indirect resolution image”と呼ばれ、局所の歪や格子欠陥の数少ない観察手法であった<sup>1-3)</sup>。しかしながら、TEMでは基本的に2枚の格子が重なっている試料が必要で、このような試料は基板結晶に成長したエピタキシャル膜や微結晶アイランドなどに限られる為、顕微鏡の分解能が向上し、直接結晶格子縞を観察できるようになると次第に廃れていった。

STEMによる結晶格子の観察では、モアレ縞は実際の操作中に時々見られる。STEMではモアレの発生に必要な2枚の格子のうち、一枚は試料ではなく、走査線がつくる格子と試料の結晶格子によって、モアレ縞が生成する。すなわち、走査プローブ径が結晶格子間隔より細く、走査線の間隔が試料の結晶格子幅に近いとアンダーサンプリング効果によってモ

アレ縞が観察される。このモアレはデジタル画像などではエリアジングとして避けるべき現象であるが、2枚の格子が重なった場合 (TEMの場合)と同様に歪などの格子欠陥を捉える事が可能である。D. Suら<sup>4)</sup>はこの現象を利用して結晶の転位を観察し、転位のバーガースベクトルを決められることを示した。STEMでは走査線の間隔は電氣的に調整でき、また走査方向の回転も自由にできるので、試料の格子間隔や方向に応じて、モアレ縞を生成することが可能であり、TEMの様に2枚目の格子の方向と幅に制限がないので、広い範囲の試料への応用が期待できる。

一方、演算速度に直結する電子の易動度を向上する方法として、SiとGeの混晶を使い発生する歪んだ格子を使うことがIBMの技術者によって報告されている<sup>5)</sup>。この技術は、高速性が要求される演算素子などの半導体素子で一般的に行われている。現在、半導体素子の開発現場では、如何にして結晶に適度の歪を与えるかが大きな課題となっている。また、製造現場においても、抜き取り検査によるデバイスの歪の確認は製品の歩留まりに大きく影響するため重要な課題である。このように、Siデバイスの歪を正確にかつ迅速に計測することは現在の半導体産業にとって重要な命題となっており、日常的に行われている計測の一つである。

今まで、歪を計測する方法として、ナノビーム法、CBED法、暗視野ホログラフィー、高分解能格子像、暗視野像のスルーフォーカス像から強度輸送方程式 (Transfer of Intensity Equation) を使って位相を求める方法など多くの方法が提案されている。これらの歪計測法を表1にまとめる。

それぞれの方法には長短があり、どの方法が適しているのかは目的に応じて適宜選択する必要がある。ここにいくつかのデバイスの解析に適切な条件挙げる。①デバイスの大きさをカバーするような広い100 nm × 100 nm以上の領域で歪分布を2次元的に一望できる。②計測と解析時間が出来るだけ短いこと。③計測された歪の精度が0.1-0.2%程度であること。①は現在の最新のデバイスのゲート幅が20-50 nm程度であることから、③は実際に導入される歪量が1%程度であるためである。モアレ縞を使ったデバイスの歪を解析する試みは既に報告されている<sup>10,11)</sup>が、実験手法や解析手法はまとめられて報告されていない。我々は本稿で、デバイスの100 nm × 100 nmの領域全体をカバーできる広い領域を迅速にかつ0.1%程度の精度で2次元マップを測定できる手段としてSTEMモアレ縞を用いた方法を提案し解説する。

### 2. STEMモアレの幾何学

単純化する為にここでは縞状のモアレすなわち1次元のモアレを考える。モアレには基本的に平行モアレと回転モアレの2種類がある。平行モアレは2枚の格子の方向が同じで間隔がわずかに異なる場合に生じ、元の格子とモアレ縞の方向は同じで、その間隔が異なる。この平行モアレ縞の間隔  $d_{\text{moiré}}$  幅は第1の格子(結晶格子)の間隔  $d_{\text{lattice}}$  と第2の格子(走査線)の間隔  $d_{\text{raster}}$  を使って、以下の様に表すことができる。

〒196-8558 東京都昭島市武蔵野 3-1-2  
TEL: 042-542-2374  
E-mail: kondo@jeol.co.jp  
2014年11月24日受付

表1 歪計測法のまとめ

歪解析方法	観察範囲	簡便さ	感度	分解能	問題点
収束電子回折法 (CBED法) <sup>6)</sup>	制限なし	煩雑	0.02%	1~3 nm Si デバイスの場合, [230] 入射が必要. [110]に換算すると悪化.	結晶の傾斜が必要. [110]の晶帯軸入射が不可.
ナノビーム回折法 (NBD法) <sup>7)</sup>	制限なし	容易	0.1~0.2%	1~3 nm	精度を上げるには繰り返し測定が必要.
暗視野電子線ホログラフィー法 <sup>8)</sup> (Dark-Field Holography法)	1×1 μm	煩雑	0.1%	3~5 nm	歪のない基準となる結晶が観察視野の近くに必要.
高分解能 TEM 像 <sup>9)</sup>	100×100 nm	容易	0.3~0.5%	格子像レベル	試料が薄いことが必要. 格子像が観察範囲全面で取得できることが必要.

$$d_{\text{moiré}} = \frac{d_{\text{lattice}} d_{\text{raster}}}{|d_{\text{lattice}} - d_{\text{raster}}|} \quad (1)$$

ここで、走査線間隔に対する格子間隔の比、もしくは格子間の走査線の数 ( $r = \frac{d_{\text{lattice}}}{d_{\text{raster}}}$ ) として、モアレと結晶格子の間隔の比、すなわち、モアレ縞の結晶格子に対する倍率 ( $M = \frac{d_{\text{moiré}}}{d_{\text{lattice}}}$ ) を求めると

$$M = \frac{1}{|r - N|} \quad (2)$$

となる。Nは  $|r - N|$  が最小になる整数、通常は1であるが、走査線間隔に複数の格子を含む場合は1以上の整数となる。すなわち、モアレ縞の間隔の倍率Mはrの小数部分の逆数となる。次に格子と走査線が平行ではなく角度をもって交わる場合の倍率Mは以下の式で表すことができる。回転モアレは格子間隔と走査線間隔が完全に一致していても発生するが、下式は、より一般的に平行モアレの一方の格子が回転角( $\theta$ )で回転した場合のモアレ幅を示す。

$$k_{\text{moiré}} = \sqrt{k_{\text{lattice}}^2 + k_{\text{raster}}^2 - k_{\text{lattice}} k_{\text{raster}} \cos\theta}, \quad (3)$$

$$k_{\text{moiré}} = \frac{1}{d_{\text{moiré}}}, k_{\text{lattice}} = \frac{1}{d_{\text{lattice}}}, k_{\text{raster}} = \frac{1}{d_{\text{raster}}}$$

このようにしてできるモアレ縞の模式図を、図1(a-c)に示す。1(a)は平行モアレ、1(b)は回転モアレ、1(c)は結晶に歪があった場合のモアレ縞である。図2には実空間と逆空間で表せる結晶格子と走査線とモアレ縞を示した。モアレの間隔と方向は走査線と結晶の格子縞の波数ベクトルのベクトル差として簡単に表せる。式(4)に幾何学的な関係から求められる  $d_{\text{moiré}}$  の方向 ( $\alpha_{\text{moiré}}$ ) を  $d_{\text{raster}}$  と  $d_{\text{lattice}}$  と走査線と結晶格子の傾斜角度 ( $\theta$ ) についての関係を示す。このように、モアレ縞の間隔と方向はこれらの3つのパラメータで簡単に計算できるので、他のパラメータが既知の場合、結晶の方向

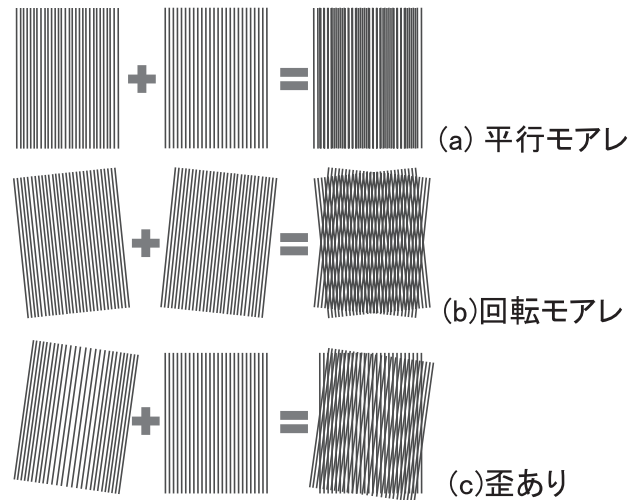


図1 モアレ縞の模式図。(a)は平行モアレ、(b)は回転モアレ、(c)は結晶に歪があった場合のモアレ縞である。

もしくは格子間隔を計算できる。ただし、モアレには以下に述べるような性質があるので、注意する必要がある。

$$\alpha_{\text{moiré}} = \sqrt{k_{\text{lattice}}^2 + k_{\text{raster}}^2 - k_{\text{lattice}} k_{\text{raster}} \cos\theta}, \quad (4)$$

$$k_{\text{moiré}} = \frac{1}{d_{\text{moiré}}}, k_{\text{lattice}} = \frac{1}{d_{\text{lattice}}}, k_{\text{raster}} = \frac{1}{d_{\text{raster}}}$$

図2(a)と2(b)に示すように、 $r - N > 0$  または  $r - N < 0$  の2つの条件でモアレの波数ベクトル ( $k_{\text{moiré}}$ ) の長さが同じになる。すなわち、走査線の波数ベクトル ( $k_{\text{raster}}$ ) と結晶格子の波数ベクトル ( $k_{\text{lattice}}$ ) が  $|k_{\text{raster}}| > |k_{\text{lattice}}|$  と  $|k_{\text{raster}}| < |k_{\text{lattice}}|$  の場合が考えられ、両者の方向は180度異なるが、その差は等しくなり、方向が180度異なるモアレは同じ向きの縞となって現れるので両者は一枚の実験で得られたモアレ縞からは区別できない。図3(a)と3(b)に  $r - 1 > 0$  と  $r - 1 < 0$  の場合のモアレ縞と格子幅と走査線幅の周期の関係を実空間で示した。この図が示すように同一の周期のモアレ縞の生成条件は  $r - 1 > 0$  と  $r - 1 < 0$  の二通りあることが分かる。

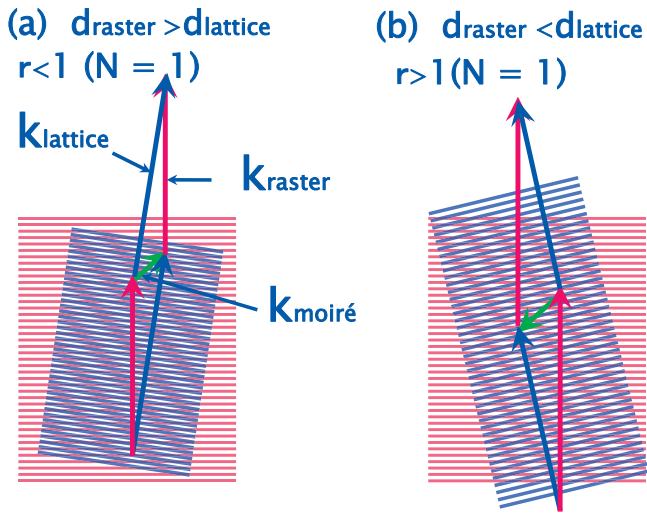


図2 (a)  $r \cdot N > 0$  と (b)  $r \cdot N < 0$  の2つの条件でのモアレと格子と走査線の波数ベクトルの関係。図中では  $N = 1$  の場合について図示してある。

$r - 1 > 0$  もしくは  $r - 1 < 0$  の判定は、次節で述べるように、走査線の変えることで像を回転する機能（スキャンローテーション）を使って容易にできる。

### 3. モアレ縞の解析（モアレ縞から歪を求める）

Hytch らが報告しているように、結晶格子の位相解析から結晶歪分布を求めることができる（GPA（Geometrical Phase Analysis）<sup>9)</sup>）。ここでの位相解析は電子線ホログラフィーの位相解析法と同様の手順で行われる。すなわちホログラフィーの干渉縞に対する解析を結晶格子縞に対して行うことによって結晶格子の位相像を得ることができる。言い方を変えれば、格子縞をホログラムのキャリヤフリンジに見立てて、解析を行うことに相当する。得られる位相マップ（Phase map）は格子（原子列）の移動量を表すマップ（displacement map）となる。このマップの単位は歪んでいない格子の周期（ $d_{\text{lattice}}$ ）に対する位相変化量で表される。（ホログラフィーでは、電子の位相変化量（試料の内部ポテンシャルや電場、磁場など変化する）を求められる）この格子移動マップ（位相像）から結晶の歪を求めるには微分をして位相変化の傾きを求める必要がある。格子歪（ $\delta$ ）は  $\delta = d_{\text{strained lattice}}/d_{\text{lattice}} - 1$ （ $d_{\text{strained lattice}}$ ：歪んだ領域の格子間隔， $d_{\text{lattice}}$ ：歪のない領域での格子間隔）で表すことができ、一つの格子当たりの位相変化（ $2\pi\delta$ ）は位相変化の傾きは歪（ $\delta$ ）に比例するので、位相を微分することで位相の傾き、すなわち歪マップを計算することができる。格子縞を波と見ると、ここでの微分の方法は波の進行方向に対して行うことが分かる。位相の傾きを  $2\pi$  で除することで対象としている結晶格子（例えば Si[220] の格子縞）の歪をマップすることができる。

モアレ縞でも同様の手続きで位相マップから歪マップを求めることができる。ただし、モアレ縞と格子縞は特質が異なる。図3に示した様に、 $|r \cdot N|$  が0に近づくにつれてモアレ

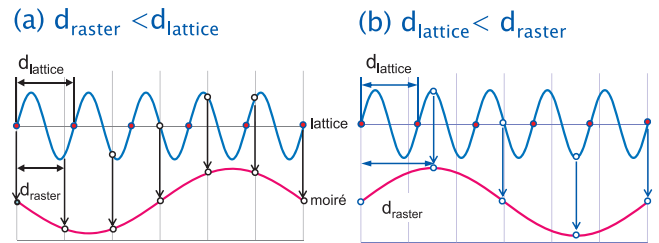


図3 (a)  $r \cdot N > 0$  と (b)  $r \cdot N < 0$  の2つの条件でのモアレと格子と走査線の実空間での一次元モアレ（モアレ縞）の関係。図中では  $N = 1$  の場合について図示してある。

縞の間隔が大きくなる（ $N = 1$  とすると  $r$  が1に近づくと間隔は広がる）。

次に  $d_{\text{lattice}}$  が広がったとき（格子が膨張したとき）に、 $r < 1$  と  $r > 1$  の場合に分けてモアレ幅の伸縮を考える。まず、 $r < 1$  の場合、格子間隔が大きくなると  $r \left( \frac{d_{\text{lattice}}}{d_{\text{raster}}} \right)$  は1に近づくので、

モアレ縞の間隔は広がる。すなわちと格子縞の伸縮と同じ方向で伸縮する。歪の極性を膨張を正、圧縮を負とすると、格子縞とモアレ縞は両方とも正の向きで膨張する。これと反対に、 $r > 1$  の場合は、格子が膨張すると  $r$  は1から離れていくので、格子縞の膨張に伴って、モアレ縞の幅は縮む。すなわち正の歪（格子の膨張）に対してモアレ縞は負の歪を示す。従って、歪によって変化する結晶格子周期の変化量をモアレ縞の周期の変化量から求めるには一考を要する。

本来求めるべき格子周期の位相の変化率（位相マップの傾き）は単位長さ当たりの変化率である。今この単位長さ当たりの格子縞の移動量に相当する位相マップの変化率を  $\Delta p/d_{\text{lattice}}$ （ $\Delta p = 2\pi\delta$ ）とすると歪（ $\delta$ ）のある場所では格子が膨張すると位相の進み（縞の波面の進み）は遅れるので傾きは負となり、位相変化率は  $-\Delta p/d_{\text{lattice}}$  となる。

次に、この場所でのモアレ縞の位相変化率を計算する。この場所でのモアレ縞の幅  $d_{\text{moiré}}$  はラスタ幅と格子縞の比（ $r$ ）から (1) 式で計算できる。 $r < 1$  では  $\delta$  が大きくなるとモアレ幅が大きくなるのでモアレ縞の位相変化率は格子縞と同様に負となる。モアレの位相変化はモアレ縞の間隔での格子縞の位相変化を積算したものであるため、その値はモアレ縞の1周期あたり  $-\Delta p M$  となり、格子の長さ（ $\Delta x$ ）当たりの位相変化率はモアレ縞の幅で除することで求められ  $-\Delta p$  となる。また、 $r > 1$  では  $\delta$  が大きくなるとモアレ幅が小さくなるので、位相は進み、モアレ縞の位相変化率は正となる。その値はモアレ縞の1周期あたり  $\Delta p M$  となり、モアレ縞の幅で除することで  $\Delta p$  となる。すなわち、モアレ縞の位相変化は比  $r$  の値によって増幅されるが、モアレ縞の間隔も増幅されているので、単位長さ当たりに換算するとキャンセルされ、モアレ縞の位相マップは格子の移動量マップに等しくなる。

ただし、格子縞による位相解析とは異なり、STEM 像では基本の格子は走査線の幅であるために走査線の間隔と格子幅の比  $r$  が1より大きいかの判定とその比  $r$  の値で、モアレ縞

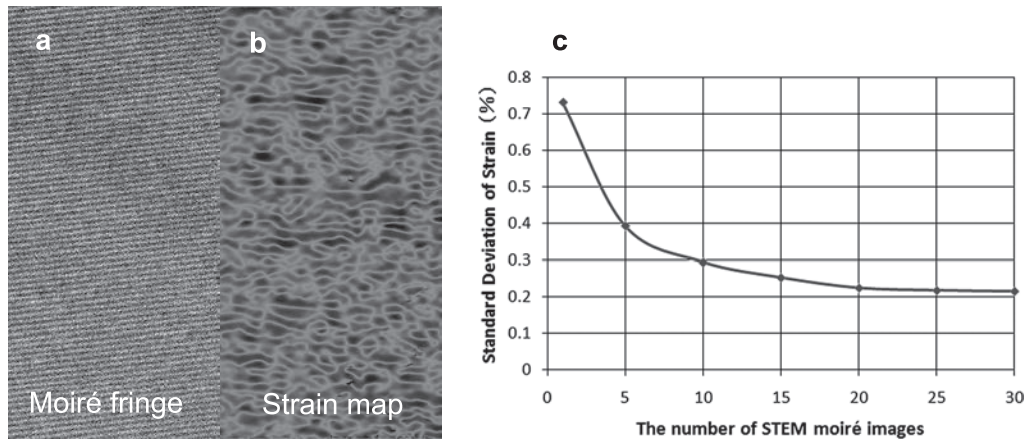


図4 平均化処理による精度の向上の検証. 無歪の Si 単結晶の再構成された歪マップ上の歪のばらつきを標準偏差で表している. (a) モアレ縞, (b) 一枚のモアレ縞から求められた歪マップ, (c) 平均化に要したモアレパターンの枚数と歪マップの精度 (標準偏差) の関係.

を使って得られた位相マップのスケールを補正する必要がある (要は像の倍率の補正). この比の逆数を位相増幅係数 ( $A = 1/r$ ) とする.  $A$  は走査線幅の中にある格子の数で表す. この数はどのくらい歪を増幅しているかを表しているの直感と一致する. 例えば, 2 本以上の格子を走査線幅に入れた場合でもモアレ縞が生成するが, モアレの幅からはこの増幅効果が判らない. この  $A$  を使うと増幅係数を知ることができる. このように複数の格子を走査線の間隔に入れることで, 視野を拡げることができ, かつ歪を増幅できるので非常に実用的である.

$A$  をもとめる手順は以下のようなものである. まず  $A$  が 1 より大きいのか否かを判定するために, 前節で述べた様に像のスキャンローテーションをしたとき, モアレ縞と像の傾く方向が一致しているか否かのテストを行う. 次にモアレを走査線と平行のモアレの幅によって決定される. この測定はモアレによる歪の絶対値を知るためには解析必要な情報であり, 必ず知っておく必要がある. 対象とする格子幅と一般的には観察倍率で決定される走査線幅を決めておけば, 毎回測定する必要はない.

モアレ縞から求められた位相マップはこの位相増幅係数で増幅されているので真の位相マップはこの係数で除することで求められる. 次に歪マップを求めるには前述の格子縞の周期から歪を求める方法 (GPA) と同様に微分する必要がある. 微分の方法はもともとの格子縞と直角な方向になる. モアレ縞は僅かに結晶格子と走査線の方向を傾けることで式 4 に示すように大きく傾く. しかしながら微分の方法はこの場合もあくまでも格子縞に直角な方向に微分する.

#### 4. 歪の計測精度の検証と平均化処理の効果

歪の計測精度を検証するために, 無歪の Si 単結晶を用いて, 同一視野で 30 枚の STEM モアレ像を取得し, それぞれのモアレ法による歪マップの計測精度を推定した. 歪精度の指標は歪マップの標準偏差とした. 図 4 (a)–(c) にその結果

を示す. 図 4 (a) は無歪の Si 単結晶の試料から得られたモアレ縞である. ほぼ均一で曲がった部分のないパターンが得られている. 図 4 (b) にこの像から計算された歪マップを示す. ここでの歪のフラクチュエーションはモアレパターンの S/N に由来すると考えられる. 図 4 (c) にはモアレパターンの平均による平均に要したモアレパターンの枚数横軸は平均に要した像の枚数で, 縦軸は平均化した歪マップ上の歪の分散を表す標準偏差 ( $\sigma$ ) である. この図から像の枚数が 20 枚以上で標準偏差の変化が少なくなっていることが分かる. 20 枚の時の歪の計測精度 ( $s$ ) は約  $\pm 0.2\%$  である.

#### 5. 実サンプルでの歪マップの測定と試料ドリフトの補正

実験装置としては照射系球面収差補正装置付き JEM-ARM200F を使用した. また, 試料には市販されている半導体デバイスを FIB で薄膜に加工し, その膜厚は EELS の計測から約 210 nm であった. モアレ縞を取得する際には縦方向に歪の入っていない領域を含むように視野を選ぶ. ここで含まれた領域は歪がないので試料の縦方向のドリフトの補正に使用する. すなわち無歪の領域のモアレ縞の位相変化分を全体から差し引くことで歪によって生じた歪を計測することが可能になる. 縦方向の走査は横方向に比べ走査時間が長く試料ドリフトの影響を受けやすいのでこの補正は有効である. また, 横方向の試料ドリフトはモアレ縞の間隔に影響しないので, 実験では縦方向の試料ドリフトにのみ注目する. 図 5 (a) はこの試料のトランジスタ領域の STEM-HAADF 像である. 図 5 (b) はこの試料の歪マップである. この歪マップは, ノイズ除去の為に平均化処理をした後のマップである. この解析の結果, 半導体デバイスのゲート直下の Si 基板部分で歪が大きいことが確認できる. また, 図 5 (b) 中の矢印に沿った歪のプロファイル (図 5 (c)) から, Si (220) 面間隔方向 (紙面の上下方向) に対してゲート直下で  $-1.9\%$  の圧縮歪があることが分かった.

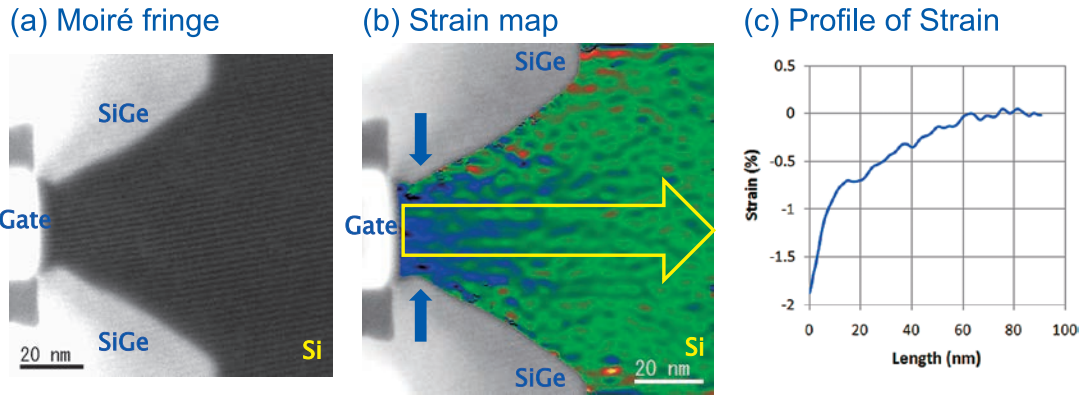


図5 実サンプルの歪測定例

(a) 歪デバイスの断面の HAADF 像, (b) 求められた歪マップ (平均化枚数: 20, ドリフト補正処理後), (c) 図 5 (b) から求められた歪のプロファイル. ゲートに近づくにつれて歪が大きくなっているのがわかる.

## 6. まとめと今後の展望

STEM のモアレ縞を用いることにより, Si の格子歪の大きさの分布を定量的に測定できた. また, 平均位相積算量を算出することにより, Si の格子歪分布像を定量的に得ることができ, その計測精度は  $\sigma=0.2\%$  であり, 半導体産業上の要件を満足していることが分かった.

さらに, 最近の研究から, モアレ縞の S/N を向上するためにラジアルディファレンスフィルター<sup>12)</sup> で処理してから同様の手順で処理を行うと, 歪マップの標準偏差を 0.1% に抑えられることも報告されている. このフィルターは格子などの周期的な像を強調するフィルターなので像信号の他のノイズを抑えているのであると考えられる. この方法は精度も高いが特別な道具を必要とせず迅速に行うことができるので実用的である. Si だけではなく他の材料への展開も大いに期待できる.

## 文 献

- 1) Basset, G.A., Menter, J.W. and Pashley, D.W.: *Proc. R. Soc. Lond.*, A19 246 (1246), 345–368 (1958)
- 2) Honjo, G. and Yagi, K.: *J. Vac. Sci. Tech.*, 6(4), 576–582 (1969)
- 3) Takayanagi, K. and Yagi, K.: *Trans. Jap. Inst. Metal.*, 24(6), 337–348 (1983)
- 4) Su, D. and Zhu, Y.M.: *Ultramicroscopy*, 110(3), 229–233 (2010)
- 5) Nayak, D.K., Woo, J.C., Park, J.S., Wang, K.L. and MacWilliams, K.P.: *Appl. Phys. Lett.*, 62(22), 2853–2855 (1993)
- 6) Usuda, K., Numata, T., Irisawa, T., Hirashita, N. and Takagi S.: *Mat. Sci. Eng. B*, 124, 143–147 (2005)
- 7) Tsuda, K., Mitsuishi, Ha., Terauchi M. and Kawamura K.: *J. Electron. Microsc.*, 56(2), 57–61 (2007)
- 8) Hytch, M.J., Houdellier, F., Hue, F. and Snoeck, E.: *Nature*, 453, 1086–1089 (2008)
- 9) Hytch, M.J., Snoeck E. and Kilaas R.: *Ultramicroscopy*, 74, 131–146 (1998)
- 10) 遠藤徳明, 近藤行人: 第 32 回 LSI テスティングシンポジウム 予稿集, 73–75 (2012)
- 11) Kim, S., Lee, S., Oshima, Y., Kondo, Y., Okunishi, E., Endo, N., Jung, J., Byun, G., Lee, S. and Lee, K.: *Appl. Phys. Lett.*, 102, 161604 (2013)
- 12) Ishizuka, K., Eilers, P.H.C. and Kogure, T.: *Microscopy Today Sept.*, 16–20 (2007)