

加熱 *in-situ* TEM を用いた半導体材料のその場観察

垂水 喜明

形態科学研究部

要旨 半導体デバイスの開発・製造において、熱処理工程における材料の構造変化を把握することは非常に重要である。加熱 *in-situ* TEM を用いることにより、熱処理中の材料の熱挙動を nm レベルで可視化し、構造変化に関する新たな知見を得て、膜質制御などプロセス開発に役立てることが可能となる。本稿では、加熱 *in-situ* TEM を用いて、(1)結晶構造解析を併用したアモルファスシリコン膜の結晶成長メカニズム解析、(2)元素分析を併用した金属積層膜の熱挙動把握、(3)平面での薄膜ルテニウム膜の結晶成長過程の観察を行った事例を紹介する。

1. はじめに

電子顕微鏡は、材料の微細構造を評価する強力なツールであり、特に、nm レベルでの形態観察や構造解析においては、透過型電子顕微鏡 (TEM: Transmission Electron Microscope) が用いられる。通常、TEM を用いて材料の温度依存性を評価する場合、あらかじめ異なる温度で熱処理を実施した複数の試料からそれぞれ個別に TEM 観察用の薄片試料を作製し、各薄片試料に対して TEM 観察を行う必要がある。

今回紹介する加熱 *in-situ* TEM は、TEM 鏡筒内にて、TEM 観察用の薄片試料に温度を印加しながらその場観察を行う手法であり、熱処理中の材料の熱挙動を可視化する手法である。熱処理前の試料から薄片試料を作製し、加熱しながら観察を行うため、一つの試料から複数の所望の温度における TEM 像を得ることが可能となる。これまで、様々な分野において、非晶質膜の結晶化過程の観察¹⁻⁴⁾、結晶粒の結晶成長過程の観察⁵⁻⁷⁾、結晶構造変化などの材料の熱挙動観察⁸⁻¹⁰⁾などに広く使用されている。

本稿では、加熱 *in-situ* TEM の概要と特長を説明し、さらに半導体材料の加熱 *in-situ* TEM 観察を用いた解析事例を紹介する。

2. 加熱 *in-situ* TEM の概要と特長

2.1 加熱 *in-situ* TEM の概要

TEM 試料ホルダーには、加熱 *in-situ* 専用のホルダー (DENSolutions 社製) を使用し、その先端部 (図 1(a)) に、Nano-chip と呼ばれる MEMS (Micro Electro Mechanical Systems) チップをセットする。Nano-chip (中央部を図 1(b)に示す) には配線が形成されており、外部の温度制御ユニットから、TEM 試料ホルダーおよび Nano-chip を介して温度を制御することにより、温度印加を行う。また、Nano-chip の中央部には、TEM 観察用の孔が開いており、この孔の上に TEM 用の薄片試料をサンプリングすることにより、所望の温度を印加しな

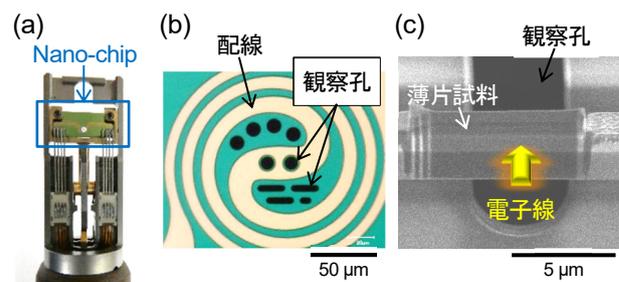


図 1 (a) 加熱 *in-situ* TEM ホルダーの先端部、(b) Nano-chip 中央部 (光学顕微鏡像)、(c) Nano-chip 上の薄片試料 (SEM 像)