

固定3方位式エリプソメトリ法による In-situ 薄膜計測技術

In-situ Thin Film Measurement Using 3-Direction Ellipsometry

技術本部 福田憲弘*¹ 高野暁己*²
村田正義*³ 吉田博久*⁴

半導体多層薄膜等の機能性薄膜の製造装置においては、プロセス中に膜質、膜厚を計測、制御することが、性能、生産性向上において重要な課題である。本研究では、リアルタイムでの膜質、膜厚計測を目的として、機械的可動部を持たない新しい分光エリプソメトリ装置を開発した。本装置は、従来法に比べ即時性に優れており、しかも装置のコンパクト化が可能である。試作機によりアモルファスシリコン薄膜製膜過程の0.5sごとの計測性能を確認した。

The measurement and control of thickness and properties of functional thin films are most important factor in processing them. For this purpose, we have developed a new ellipsometry system with no mechanical moving parts. The system is superior in stability and short time measurement compared to conventional ones. Additionally, it can be constructed compactly by means of the simple structure. A prototype apparatus is used to monitor the deposition of amorphous Si. The thickness of the film can be measured every 0.5 seconds.

1. はじめに

IC, LSI, 液晶モニタ駆動用薄膜トランジスタや将来エネルギーとして開発が進められている薄膜太陽電池などに代表される、膜厚1 μm 以下の薄膜半導体製品開発が盛んに進められている。

これら半導体を利用した機能性薄膜は、幾つかの材質の異なる膜を積重ねる多層構造を持つ。

この機能性薄膜の更なる高機能・高性能化及び生産性向上のためには、製膜機構の解明及び製膜中のモニタ開発が必要不可欠であり、そのために10 \AA 程度の精度での製膜時のリアルタイム計測技術が要求されている。

しかし、従来は分光透過率測定法や電子分光法⁽¹⁾など、いずれも試料そのものや薄膜製造環境を破壊する膜質計測法が主流であったため、上記要求にこたえることができなかった。

これに対し分光エリプソメトリ法は、光の反射を利用した光学的な非接触・非破壊計測法であり、製膜環境を破壊することなく表面状態の同定が可能である。

この方法は、光学顕微鏡などの結像光学系と異なり、光の干渉を利用することにより光の位相そのものの変化から、光の波長以下(数十 \AA 程度)の高精度な膜厚情報を取出すことを特徴としている。

分光エリプソメトリ法は、ほかの薄膜物性計測法にはない多くの利点を有しているが、従来から用いられている回転検光子型や消光型エリプソメータなどは、検光子の回転機構に起因する方位角の不確かさ、機械的安定性、計測時間短縮の限界といった課題がある。

そこで本研究では、上記課題を解決する高速での計測が可能な固定3方位式エリプソメータを開発した。

2. 原理

エリプソメトリ法⁽²⁾⁻⁽⁷⁾は、表面反射における光の振幅及び位相変化を直接計測することを特徴としている。

このことは光の複素反射率が試料表面に垂直な偏光成分と平行な偏光成分で異なることに由来する。

そのため表面に直線偏光を照射した場合においても、反射光の

偏光状態は一般的にはだ円(Ellipse)偏光となる。

したがって、このだ円の形状を測定することにより、表面の複素反射率比(垂直成分の複素反射率と水平成分の複素反射率の比)の測定が可能となる。後で述べるように表面の複素反射率比は表面状態、すなわち基板の屈折率及び表面薄膜の膜厚・屈折率、ラフネスの関数であるため、これらが分かれば表面状態が決定できる。

以下では、始めに表面での光の反射について説明した後、エリプソメトリの原理及び当社において開発した固定3方位式エリプソメトリ装置について述べる。

2.1 表面における光反射

光は、その進行方向に対し垂直方向に振動する電場及び磁場ベクトルを伴い進行する。これら電場・磁場ベクトルは、誘電率の異なる境界面を横切るとき Maxwell の方程式から要求される境界条件の適用を受ける。

このとき、境界に垂直方向の電場成分と水平方向の電場成分とでは境界条件が異なり、それぞれを p 偏光(入射平面に平行: Parallel), s 偏光(入射平面に垂直: Senkrecht) と呼ぶ。

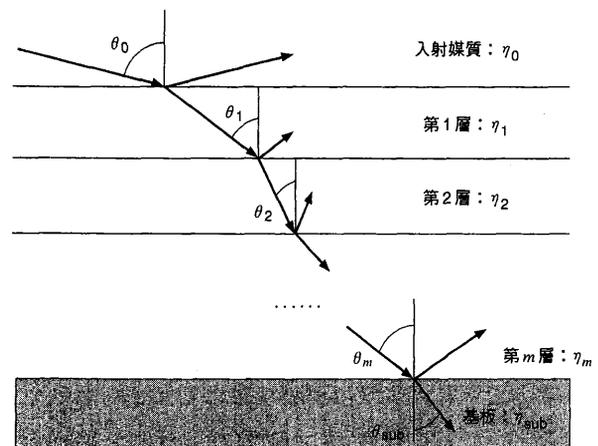


図1 m 層多層薄膜の光学モデル m 層からなる各層は、膜厚 d_i 、光学アドミッタンス η_i を持つ。入射角 θ_i はスネルの法則 ($N_0 \sin \theta_0 = N_i \sin \theta_i$) で決る。
Optical model of m -layer thin film

*1 長崎研究所応用物理研究室

*3 長崎研究所主管

*2 長崎研究所応用物理研究室 工博

*4 長崎研究所応用物理研究室長

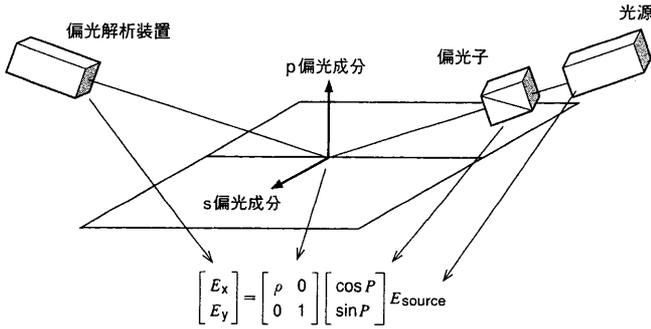


図2 エリプソメトリ法概念図 直線偏光の入射光は薄膜の複素反射率比 ρ により、だ円偏光として反射される。
Scheme of ellipsometry method

この境界条件を基に、角度 θ_0 で屈折率 N_0 の媒質から屈折率 N_i の媒質に入射する光の、境界面での複素反射率 ρ は式(1)のようになる。

$$\rho^j = \frac{\eta_0^j - \eta_i^j}{\eta_0^j + \eta_i^j} \quad (1)$$

ここで、 η_i^j は第 i 層媒質の屈折率 N_i 及び入射角 θ_i の関数で、式(2)のように表される。

$$\eta_i^j = \begin{cases} N_i / \cos \theta_i & (j=p \text{ 偏光}) \\ N_i \cdot \cos \theta_i & (j=s \text{ 偏光}) \end{cases} \quad (2)$$

基板表面に m 層からなる薄膜が存在する場合には (図1参照)、薄膜干渉により、 ρ は式(3)のように与えられる。

$$\rho^j = \frac{\eta_0^j - Y^j}{\eta_0^j + Y^j} \quad (3)$$

ここで、 Y^j は薄膜表面での見掛け上の屈折率で、式(4)のように表すことができる。

$$Y^j = B^j / C^j \quad (4)$$

$$\begin{bmatrix} B^j \\ C^j \end{bmatrix} = \prod_{r=1}^m \begin{bmatrix} \cos \Delta_r & \frac{i \sin \Delta_r}{\eta_r^j} \\ i \eta_r^j \sin \Delta_r & \cos \Delta_r \end{bmatrix} \begin{bmatrix} 1 \\ \eta_{\text{sub}}^j \end{bmatrix}$$

$$\Delta_r = \frac{2\pi N_r d_r \cos \theta_r}{\lambda}$$

ただし、 λ は計測光波長、 d_r は第 r 層膜厚であり、添字の 0 は入射媒質、 r は第 r 層膜、sub は基板を示す。

以上により、基板表面の ρ は式(5)のような基板及び薄膜の屈折率、膜厚の関数で表すことができる。したがって ρ を計測すれば逆に表面の情報を取出すことが可能である。

$$\rho = \rho^p / \rho^s = \rho(\theta_0, N_0, \{d_1, N_1\}, \{d_2, N_2\}, \dots, N_{\text{sub}}) \quad (5)$$

エリプソメトリ法では入射光と反射光の間での偏光状態の変化を計測することにより ρ を決定する。

光の偏光状態をジョーンズベクトルで表した場合、入射光と反射光の関係は図2のようになる。

したがって、表面の ρ は、エリプソメータを用いて決定した反射光の偏光状態を用いて式(6)のように表される。

$$\rho = \tan \psi \cdot \exp(i\delta) = \frac{E_x}{E_y} \cot P \quad (6)$$

ここで、 $\tan \psi$ 、 $\cos \delta$ は複素数 ρ の絶対値及び位相角、また P は入射光の偏光方向の方位角を表す。

これまで、エリプソメータとして回転検光子型や消光型など様々な形態の装置が開発されてきたが、いずれもだ円偏光を計測する際に偏光素子を回転させる方法を採用している。このため偏光子の回転に時間が掛る、高精度な回転機構が必要、回転機構と光検

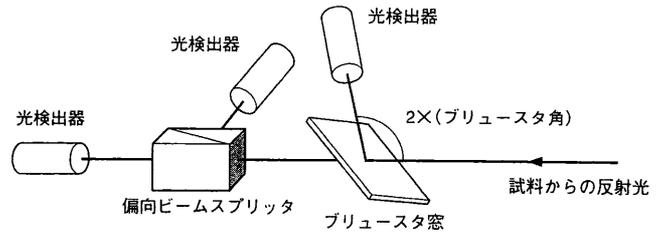


図3 固定3方位式エリプソメータ偏光解析装置 反射光の1偏光成分をブリュースタ窓により検出する。残りの偏光成分を偏光ビームスプリッタにより2方向成分に分波して検出する。
Polarization analyzer of 3-direction Ellipsometer

出器との同期が必要という理由から、計測時間短縮や、装置の小型化に限りがあり、高速現象の in-situ 計測や装置の低コスト化が困難であった。

2.2 固定3方位式エリプソメータ

図3に固定3方位式エリプソメータにおける偏光解析装置の構成を示す。試料からの反射光は、まずブリュースタ窓に入射する。ここで、入射光線のうちブリュースタ窓に対する s 偏光成分のみが反射され、光検出器でその強度が測定される。

次に、ブリュースタ窓を透過した光は偏光ビームスプリッタにより垂直な二つの偏光成分に分離される。

それぞれは異なる光検出器で光強度が測定される。すなわち、試料からの反射光のうち、ブリュースタでの反射光複素振幅 E_a 、ビームスプリッタ透過光複素振幅 E_b 、 E_c は以下ようになる。

$$\begin{bmatrix} 0 \\ E_a \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} 0 & 0 \\ 1 & 0 \end{bmatrix} \begin{bmatrix} 0 & 0 \\ 0 & \tau_s \end{bmatrix} \begin{bmatrix} \cos \phi & \sin \phi \\ -\sin \phi & \cos \phi \end{bmatrix} \begin{bmatrix} E_x \\ E_y \end{bmatrix}$$

$$\begin{bmatrix} E_b \\ E_c \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} \cos Q & -\sin Q \\ \sin Q & \cos Q \end{bmatrix} \begin{bmatrix} \cos \phi & -\sin \phi \\ \sin \phi & \cos \phi \end{bmatrix} \begin{bmatrix} E_x \\ E_y \end{bmatrix} \quad (7)$$

$$\begin{bmatrix} \rho_p & 0 \\ 0 & \rho_s \end{bmatrix} \begin{bmatrix} \cos \phi & \sin \phi \\ -\sin \phi & \cos \phi \end{bmatrix} \begin{bmatrix} E_x \\ E_y \end{bmatrix}$$

ここで、 ϕ 、 Q はそれぞれブリュースタ窓、偏光ビームスプリッタの方位角、また τ_s 、 ρ_p 、 ρ_s はそれぞれブリュースタ窓の s 偏光複素透過率及び p 偏光、s 偏光の複素反射率を示す。

観測される値は $|E_a|^2$ 、 $|E_b|^2$ 、 $|E_c|^2$ の三つであり、これから式(7)を逆算することにより E_x 、 E_y を解析的に計算することができる。この方式によれば計測中に光学素子を機械的に動かす必要性がない。このため計測時間は、分光器の性能で決まる時間まで短縮可能である。

また、機械的駆動部が不要であること、偏光子の回転と光検出器のタイミングとの同期が不要であるという理由から、装置サイズのコンパクト化及び低コスト化が可能である。

3. 実験装置

本研究で用いた実験装置を図4に示す。光源には性能試験のため 325 nm、632.8 nm の2種類のレーザを用いた。

光ファイバで照射光学系に送られた光は、コリメータレンズで $\phi 5 \text{ mm}$ の平行光にした後、偏光子 P で直線偏光にして試料表面に照射する。試料から反射した光は偏光解析装置に入射する。

偏光解析装置内では、まずブリュースタ窓で光線の一部が反射され光ファイバを通して分光器で検出される。ブリュースタ窓は石英製で、ブリュースタ角が $55.7 \pm 0.2^\circ$ である。

一方、ブリュースタ窓を透過した光は、偏光ビームスプリッタで互いに直交する二つの偏光成分に分離されて、それぞれの分光器で検出される。

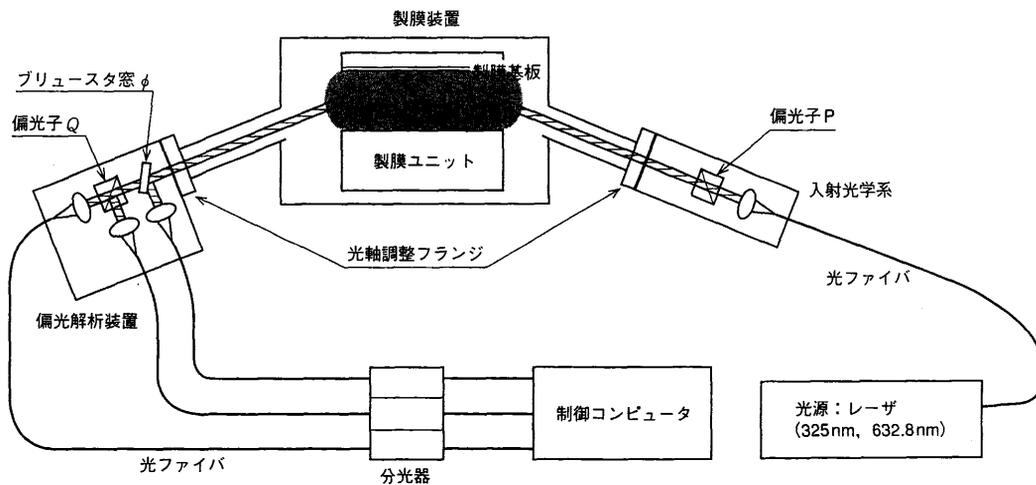


図4 実験装置 光軸調整フランジを介して製膜装置に取付けてある。
Experimental apparatus

ここで用いた分光器は凹面回折格子型分光器であり、受光器は時間分解能 0.5 s の 1024 チャンネルダイオードアレイである。

また、偏光子及び偏光ビームスプリッタの消光比は 10^{-5} 以下である。本装置を真空ペローズによる光軸調整フランジを通してプラズマ CVD 製膜装置に取付けた。

4. 実験結果

上述の装置により、プラズマ CVD 装置内でのアモルファスシリコン薄膜製膜過程のリアルタイム計測を行った。

原料ガスにはシラン (SiH_4) ガス及び水素ガス (希釈用) を使用し、製膜基板には板厚 1 mm のガラス板を使用した。なお、計測時間は 1 計測当たり 0.5 s で計測した。

4.1 精度検証結果

試作した固定 3 方位式エリプソメータの精度検証試験を行った。精度検証に使用した標準膜はシリコンウェーハ上の膜厚 $1249 \pm 10 \text{ \AA}$ の単層膜である。

計測結果を表 1 に示す。計測誤差は -28 \AA であり、単一波長エリプソメータとしては十分高精度な計測が可能であることが分かった。

さらに本装置の光源として連続光源を使用することにより、高い時間分解能のメリットを保ったまま従来装置の高精度計測が可能となり、薄膜膜厚評価装置として有力な手段となる。

表 1 計測精度

Measurement accuracy			
計測条件	本装置	ex-situ	誤差
SiO_2 膜	1221 Å (真空状態)	1249 Å	-28 Å (2.24%)

4.2 アモルファスシリコン薄膜製膜結果

アモルファスシリコン製膜過程におけるエリプソメータ計測値 ($\tan\psi$, $\cos\delta$) の時間変化を図 5 に示す。図 5 (a) の 325 nm レーザ光使用時の計測値は 80 s 程度で変化しなくなる。これはアモルファスシリコン薄膜による光の吸収が原因である。

アモルファスシリコンは、可視光のほぼ全域で屈折率の虚部を持っており光を吸収する。この性質は長波長側から波長 300 nm 付近にかけて単調に増加しており波長 300 nm 付近で吸収が最も大き

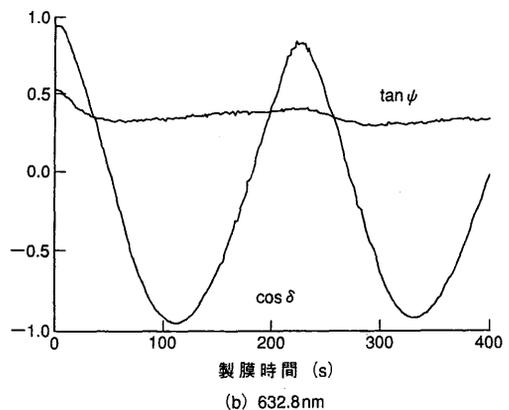
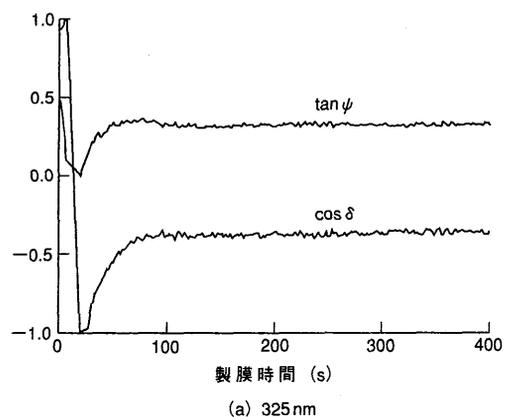


図 5 アモルファスシリコン製膜時のエリプソメトリ計測値 632.8 nm ではアモルファスシリコンの吸収が小さく膜厚変化に対して敏感である。
Ellipsometry measurement during a-Si deposition

くなる⁽⁸⁾⁽⁹⁾。

そのため 325 nm では、膜厚が厚くなるにつれて膜厚情報を含む薄膜裏面からの反射光はアモルファスシリコン薄膜の吸収により減衰する。したがって試料からの反射光はアモルファスシリコン薄膜表面からの反射光が支配的となり、膜厚に依存した変化が小さくなる。

逆に図 5 (b) の 632.8 nm レーザ光使用時の計測値はアモルファスシリコンの吸収が小さいため、膜厚変化に対して敏感である。

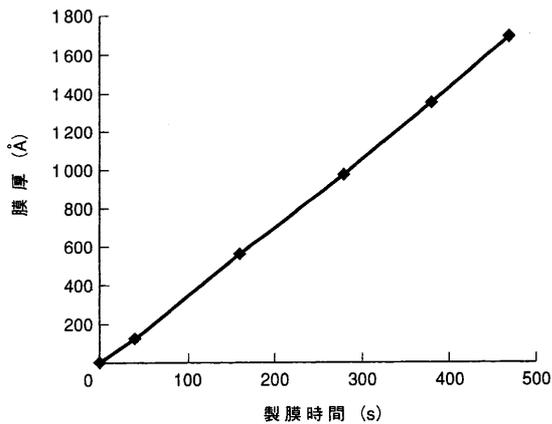


図6 アモルファスシリコン製膜時の膜厚変化 製膜速度 3.5 \AA/s のほぼ均一な製膜である。
Thickness change during a-Si deposition

図5の計測結果に対し、屈折率既知を仮定し製膜時間に対するアモルファスシリコン膜の膜厚変化をプロットした。

結果を図6に示す。これにより製膜速度は平均で 3.5 \AA/s の安定した製膜となっていた。

4.3 考察

In-situ エリプソメトリ計測においては、常に最新の下地の膜質情報がリアルタイムで得られている。そのため多層膜解析においても十分に高精度な解析が可能である。

今回試作した固定3方位式エリプソメータは、製膜条件がある程度固定である薄膜製品製造プロセス制御に用いたときに特に威力を発揮する。この場合、製膜速度・屈折率は予測可能であり、解の探索範囲が小さく済むため、膜厚・屈折率のリアルタイム計測が可能である。

したがって、計測結果を即時に製膜条件に反映することによる、薄膜製品製造プロセスのリアルタイム制御が期待できる。

一方、新素材の研究開発など膜材質が不明な場合などは、未知パラメータが多く、単一波長では解析が不可能となる場合が多い。

この場合、光源に白色光源、検出器に分光器を使用した分光エリプソメータ^{(10)~(12)}により解決できる。

分光エリプソメトリ法は、連続波長での計測値から膜厚・屈折率などの多くのパラメータが決定可能で、しかも単一波長エリプソメトリ法と同様の理由で多層膜を逐次既知下地膜上の単層膜として捕えるため、ex-situにおける分光エリプソメトリ計測に比較してそれぞれの層を単層膜として高い信頼性で計測することが可能である。

今回は、プロセス制御の可能性を強調するためにレーザー光源を使用した単一波長のエリプソメータを試作したが、本装置の構成からも分かる通り光源を白色光源に変更するだけで容易に分光エリプソメトリ装置としての使用が可能であり、固定3方位式エリプソメータを用いた機能性薄膜新製品開発支援ツールの開発が可能である。

5.まとめ

薄膜多層膜のin-situ膜厚・屈折率計測を目的として、固定3方位式エリプソメータの開発を行った。

本装置は偏光解析部に機械的な回転機構を持たないために、計測時間の短縮化、装置の低コスト化・コンパクト化が可能という点で優れている。

以下に本研究のプロトタイプ機での主な結果を述べる。

- (1) 標準膜を用いて精度検証を行い、膜厚誤差 -28 \AA (2.2%) を得た。
- (2) アモルファスシリコン製膜過程における膜厚のin-situ計測を、1計測当りの計測時間 0.5 s で実現した。

本装置は、白色光源及びより高い時間分解能の光検出器を使用することにより、従来不可能だった高速製膜条件での製膜過程のin-situ計測が可能となる。

今後はデータ解析ソフトウェアの充実を図ることにより、下記に適用する予定である。

- (1) 薄膜製品製造プロセスのリアルタイム制御装置
- (2) 薄膜新製品開発支援ツール

参考文献

- (1) 日本学術振興会編 薄膜ハンドブック, オーム社
- (2) 大塚, エリプソメトリ, 材料と環境 Vol.42 (1993) p.663~672
- (3) Azzum, R. M. A. et al., Ellipsometry and Polarized Light, North Holland Elsevier Sci. Publ. B. V. Amsterdam (1997)
- (4) Ord, J. L. et al., J. Electrochem. Soc., Vol. 136 (1988) p.2178
- (5) Streinz, C. C. et al., J. Electrochem. Soc., Vol. 139 (1992) p.711
- (6) Sugimoto, K. et al., J. Electrochem. Soc., Vol. 130 (1987) p.2323
- (7) 山本ほか, 金属表面技術 Vol.39 (1983) p.452
- (8) Jellison, Jr., G. E., Optical functions of CVD-grown thin film Si determined by spectroscopic ellipsometry, App. Phys. Letters
- (9) Handbook of Optical Constants of Solids, Edited by E. D. Palik, Academic Press (1985)
- (10) Adachi, S., Optical properties of GaAs partially amorphized by ion implantation: Effective-medium-approximation analysis, J. Appl. Phys. Vol.69 (1991) p.7768
- (11) Blayo, N. et al., In-situ study of the hydrogen rich overlayer at the a-Si:H Surface by infrared ellipsometry, J. Non-Cryst. Solids 137 (1991) p.771
- (12) Akasaka T. et al., J. Non-Cryst. Solids 198 (1996) p.883-886