



反応性イオンエッチングによる 透過電顕用試料の新しい作製法

清水 延 男

NTT 基礎研究所 180 武蔵野市緑町 3-9-11
(1993年3月2日受付, 1993年4月26日掲載決定)

New Fabrication Method Using Reactive Ion Etching for Transmission Electron Microscope Samples

Nobuo SHIMIZU

NTT Basic Research Laboratories
3-9-11 Midori-cho Musashinoshi, Tokyo 180

(Received March 2, 1993; Accepted
April 26, 1993)

This note reports about a new fabrication technique for transmission electron microscope samples by utilizing reactive ion etching. This technique has an advantage of high throughput.

1. はじめに

結晶成長機構の解明や表面超構造の観察の研究では、反射高速電子回折・反射電子顕微鏡や走査型トンネル顕微鏡などの観察手段が、基板と反応種との反応過程や成長初期過程についての情報を、実時間・非破壊で得ることができることから広く用いられている。一方、伝統的な透過電子顕微鏡は、数原子層以上の成長における基板と成長層との格子整合状態、成長層の構造の変化や欠陥、超格子構造における界面の平坦性や格子整合状態などに関して説得力のある情報を入手する有力な手段である¹⁾。

一般的に、透過電子顕微鏡 (Transmission Electron Microscope 以下, TEM と略す) で半導体薄膜成長層を観察するには、多大な時間と労力を要する。この理由は、電子の散乱による回折強度の低下を防ぐために、試料観察部の厚さを約 3000 Å 程度に薄片化する必要があるためである。TEM 試料の作製は、基本的に二つの工程からなる。第一の工程では、Fig. 1 に示すように、観察しようとする結晶材料の断面 (または平面) を接着・カット・荒研磨・ディンプリング加工により、外径 3 mmφ、外周部の厚さが約 200 μm の円板形状に整形し、さらにこの中央部の厚さが約 15 μm の凹面形状で、その表面が両面とも鏡面に研磨された薄片試料を作製する。第二の工程は、薄片化のために Ar ガス雰囲気

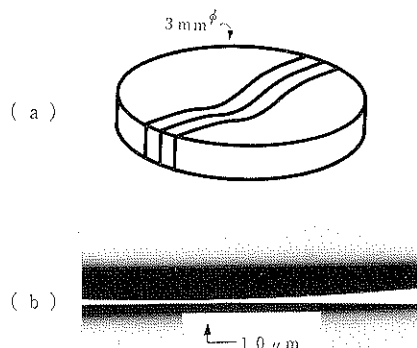


Fig. 1 TEM sample before RIE treatment.
(a) Appearance of TEM sample, (b) Cross-sectional view at the center position.

中でのイオンミリングにより観察部の厚さを約 3,000 Å に極薄片化するものである²⁾。両工程とも、熟練技術・設備・労力・ノウハウを必要とするため、簡易な TEM 試料作製装置の開発案が示されているが³⁾、実用的な作製段階には達していない。

ここでは、TEM による表面観察を短期間に研究開発にフィードバックすることを目的として、前述の Ar イオンミリング工程に替えて、多数個の試料を一括して作製できる効率的な反応性イオンエッチング法を用いた技術を提案し、その試行と観察例について述べる。

2. 反応性イオンエッチングによる TEM 試料の作製

Si プロセスで開発された反応性イオンエッチング (Reactive Ion Etching 以後, RIE と略す) 法は、平行平板電極内に設置した材料表面への反応性イオンの衝撃と、反応性イオンと材料表面との化学反応によりエッチングが進行するため、イオン衝撃によるダメージが少なく、かつ複数の試料を一括処理できるため、TEM 試料の作製には有利である。ここでは、Si 基板上の成長薄膜を観察するために、試料を Fig. 1 に示すように薄片試料化したのち、平行平板型イオンエッチング装置内にセットした。使用した装置は ANELVA 社製の型式 DEM-451 である。チャンバ内を高真空にしたのち、反応性ガスである CF₄ を 30 cc/min の流量で供給し、1~3 Pa の圧力で高周波電力を約 100 W 印加して RIE を行った。Si 基板のエッチング速度は 0.15 μm/min であり、約 2 時間の RIE により試料の中央部が極薄片化され、TEM 観察試料が完成する。

3. 実験結果

(1) 観察試料

RIE で極薄片化した TEM 観察用試料の顕微鏡写真

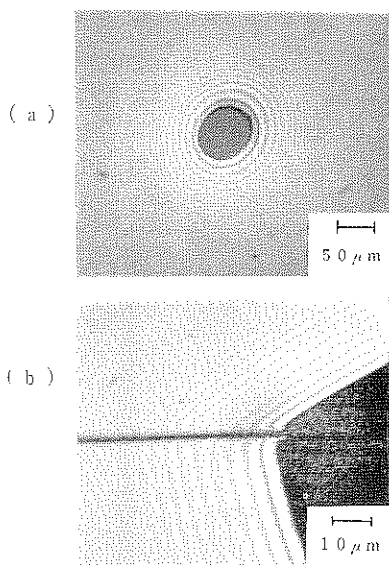


Fig. 2 Microscopic view of TEM sample after RIE treatment.

(a) Plane view of TEM sample, (b) Cross-sectional view TEM sample.

を Fig. 2 に示す。(a)は表面と垂直方向に薄片化した平面像観察用の試料で、中央部の直径約 $60\mu\text{m}$ の部分がエッチングで消失しているが、その周辺部には干渉縞が観測され、TEM 観察が可能な厚さに極薄片化されていることがわかる。(b)は断面と垂直方向に薄片化した断面像観察用の試料で、中央部の境界層は観察部を接着剤で貼合せた部分であり、この接着層の周辺部には干渉縞が観測でき、TEM 観察ができる厚さに極薄片化されていることがわかる。なお、エッチングによる試料中央部の消失は、TEM 観察時のマーカーとなるので何ら支障はない。

(2) Ge/Si (111) 薄膜の観察例

観察に使用した Si 基板は (111) 面で 0 ± 0.2 度のジャスト基板である。基板表面は、白木法と呼ばれる高真空中 ($1\sim 5\times 10^{-8}$ Pa) での加熱処理により、 (7×7) 超構造を形成した清浄表面である。この基板表面に室温で Ge を厚さ 10Å 蒸着したのち、室温から 400°C に加熱して 10 分間の熱処理による固相成長を行い、さらに、室温で約 300Å の厚さの Si バッファ層を形成した。成長層の観察は日本電子製の TEM で行い、加速電圧が 400kV で、観察倍率は $10\sim 30$ 万倍である。

Fig. 3 は RIE による薄片化試料の TEM 像を示したもので、(a)は Ge/Si の平面観察像である。Si 基板上に大きさが約 500Å でモアレパターンを示す島が観察できる。Ge/Si 成長においては、その初期過程では層状成長となるが臨界膜厚を越えると島状成長となる

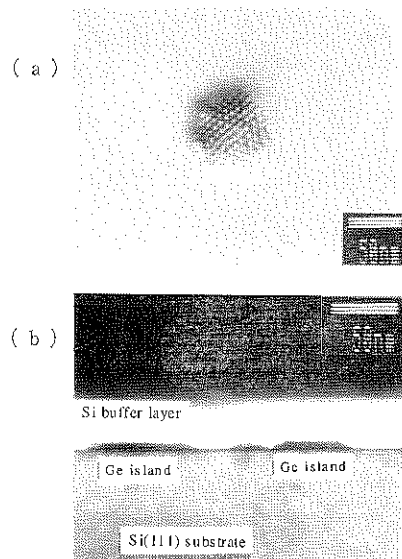


Fig. 3 Ge/Si (111) TEM image.

(a) Plane TEM image for Ge island on Si (111) substrate grown by solid phase epitaxy. Ge original layer of 10Å thickness, the growth temperature is 400°C , (b) Cross-sectional TEM image for Ge island on Si (111) substrate.

Stranski-Krastanov モード成長が知られており^{4,5)}、モアレパターンの周期から成長した島は Ge であることがわかる。(b)は断面観察像である。Si 基板上に島状 Ge が成長しており、その大きさは約 600Å 、その高さは約 60Å であった。写真をさらに 10 倍程度に拡大することにより、Ge/Si 界面の格子像の情報を得ることができる。

4. ま と め

多数の TEM 試料を短期間で作製し、研究開発へのフィードバック効率を高めるために、RIE による TEM 試料の作製を提案し、Si 基板上の Ge 成長最初期表面の観察例について述べた。RIE 法による TEM 試料の作製は、一括処理ができ、装置構成が簡易であり、小型の専用装置が実現できる。

文 献

- 1) 小間篤, 八木克道, 塚田捷: “表面物性工学ハンドブック” (丸善, 1987).
- 2) 日本電子顕微鏡学会関東支部編: “先端材料評価のための電子顕微鏡技法” (朝倉書店, 1991).
- 3) 斎藤忠, 渡辺純二, 関昌浩, 井郷健夫: 日本特許特願平 2-179587 (1989).
- 4) 篠田幸信, 清水延男, 小林慶裕, 石沢鈴子, 杉井清昌, 関昌浩: 第 52 回応用物理秋季講演 (1991) 11 pZ-10.
- 5) 清水延男, 日比野浩樹, 篠田幸信: 第 39 回応用物理春季講演 (1992) 30 pZC-3.