微細幾何計測の標準試料*

Standard Sample in Dimensional Nanometrology

三隅伊知子**
Ichiko MISUMI

Key words dimensional nanometrology, standard sample, reference material, one dimensional grating

1. はじめに

超微細技術の進展に伴い、様々な機能を有する微小構造体が開発・作製されてきた。作製された微小構造体が所望の機能を有するかどうか検証する手段の一つとして、構造体の寸法・形状計測が行われる。微小寸法・形状を正確に測るためには、計測装置上に表示されるデジタル値や画像がどの程度正しいか、必要な品質・不確かさを有する標準試料を適宜利用して、装置の校正や動作確認を行うことが重要である。

標準試料の重要性を最初に筆者が認識した事例を紹介する。研究所の同僚に依頼され、手持ちの校正値付きの標準試料を貸し出したことがあった。しばらくして同僚から、自分の装置が示す値が標準試料の校正値と比較して約20%も値が異なっている、これはどういうことか、と問合せがあり、当方の校正装置で実際に標準試料を測定する様子を見せ、標準試料の校正値が妥当であることを納得してもらったことがある。市販の微細幾何計測装置は、再現性が高く非常によくできている装置がほとんどである反面、妥当そうなデジタル値や綺麗な画像を表示するので、(例えば値付けされた標準試料であっても)装置ではなく試料の品質を疑いたくなるものである。

筆者らはこれまで、高分解能レーザ干渉計を搭載した原子間力顕微鏡(測長AFM)¹⁾²⁾を用いて、一次元回折格子³⁾⁴⁾・二次元回折格子⁵⁾⁶⁾のピッチや微小段差⁷⁾⁸⁾などの微細幾何計測用標準試料の校正技術を開発し、順次、校正サービスを開始してきた。しかしながら、実際に市販の標準試料や顧客が独自に開発・製造した標準試料の校正を依頼

されることより、ある不確かさの範囲内で値が保証されていてかつ手頃な価格の標準試料がないか(販売していないか)と問合せを受けることのほうが多い。そこで本稿では、微細幾何計測用の各種標準試料の代表である一次元回折格子標準試料の現状を紹介し、標準試料を使用する際の留意点・標準試料の品質の分類について説明する。なお、標準試料のほかに、主に化学分析分野で用いられる標準物質、標準片など様々な表現があるが、本稿では標準試料に統一する。

2. 一次元回折格子標準試料とピッチ校正

2.1 一次元回折格子標準試料

一次元回折格子標準試料は、走査型電子顕微鏡(SEM)や原子間力顕微鏡(AFM)の倍率校正に用いられる、最も基本的で利用頻度の高い標準試料である。図1に一次元回折格子標準試料の測長AFM像の例を示す。従来の一次元回折格子標準試料は、数百nmから数 μm ピッチで、

図1 一次元回折格子標準試料の測長AFM像の例(ピッチ:700nm)

*原稿受付 平成19年12月18日

**正会員 産業技術総合研究所(茨城県つくば市梅園1-1-1つくば中央第3)

三隅伊知子

東京大学大学院工学系研究科精密機械工学専攻博士課程(社会人特別選抜)修了。博士(工学)。独立行政法人産業技術総合研究所計測標準研究部門にて、ナノメートル標準の開発・供給に従事。

(a) 光学顕微鏡像

(b) 透過型電子顕微鏡 (TEM) 像

図2 電子線描画で作製された一次元回折格子標準試料の例 (ピッチ: 50 nm)

数 mm 角のシリコンやガラス基板上に様にスケール構造が形成されており、スケールの凹凸の高さは、数 nm から約 $1\text{ }\mu\text{m}$ である^{9)~12)}。スケール構造は様々な手法で作製されるが、例えば試料表面上にレーザの定在波を形成して露光・作製される方法¹³⁾があり、比較的広い面積の一次元回折格子標準試料を実現することが可能である。

近年、100 nm 以下のより微小なピッチを有する、一次元回折格子標準試料への需要が高まっている。しかしながら、約 100 nm ピッチ以下では干渉露光法などの従来の作製方法ではスケールの実現が困難である。従来の手法に代わって、電子線描画を用いて作製されたスケール構造が開発された¹⁴⁾。図2に電子線描画で作製された、一次元回折格子標準試料の光学顕微鏡像と断面透過型電子顕微鏡像 (50 nm ピッチ) を示す¹⁵⁾。電子線描画では、広面積にスケール構造を作製することが困難であるため、小さな面積のスケールを並べ全体のスケール構造の広面積化を図っている。また、小さな面積のスケールごとに番地をつけてどの箇所のスケールが使用済みかどうか分かりやすくし、自動校正のレシピが組みやすく工夫してある標準試料が開発されている¹⁶⁾¹⁷⁾。

さらに微小なピッチを有する一次元回折格子標準試料への要求がここ最近急に高まっているが、約 50 nm より微小なピッチを有する一次元回折格子標準試料の作製は、通

図3 多層膜構造からなる一次元回折格子標準試料の TEM 像 (ピッチ: 25 nm)

常電子線描画では困難である。そこで、半導体ウエハ上に形成された多層薄膜構造を利用した一次元回折格子標準試料が検討されている^{18)~20)}。多層膜は1分子・原子層ごとに精密に制御して作製することができ、また一度多層膜を作製しておくで切断・研磨・選択エッチングすることで多数の試料の作製が可能であるという利点がある。図3に多層膜構造からなる一次元回折格子標準試料の TEM 像 (ピッチ: 25 nm) を示す。ウエハを貼りあわせてスケール構造が中心に位置しており、AFM の探針が急に落下しないように工夫されている。

2.2 ピッチ校正

一次元回折格子標準試料のピッチは、長さ標準にトレーサブルな校正が求められる。筆者らは測長 AFM を用いた校正サービスを行っている。測長 AFM は一次元回折格子標準試料だけでなく、微小段差標準試料など複数種類の標準試料を校正できる利点がある反面、低スループットという難点がある。よって、校正事業者が多数の一次元回折格子標準試料のピッチ校正を行うために、より適した方式の装置が求められる。ピッチ校正は通常、光回折計を用いて行われる²¹⁾。光回折計は、光源の波長と回折角を精密に測ることにより、一次元回折格子標準試料の平均ピッチを非常に小さな不確かさで校正することができる装置で、スループットが高く被接触で校正できる利点がある。反面、標準試料の局所的な品質の情報を得るのは困難である。標準試料のユーザは被校正対象である計測装置を用いて、一次元回折格子標準試料上の数箇所から数十箇所を選択して測定し、得られた平均ピッチと校正値とを比較して計測装置の倍率校正を行うが、平均ピッチのほかに試料の不均一性に由来する不確かさの情報が必要なユーザのために、校正値とは別に測長 SEM や測長 AFM で得られた値を試料の不均一性に関する情報として試料添付の説明書に含まれることがある。

電子線描画で作製されたより微小なピッチを有する一次元回折格子標準試料の開発に伴い、非接触・高スループットでピッチ校正が可能な装置の開発の要求が高まっている。最近、長さ²²⁾・角度²³⁾の標準にそれぞれトレーサブルな深紫外レーザ回折計 (レーザ波長: 約 193 nm) が開発され^{24)~26)}、最小約 97 nm の微小なピッチを有する一次元

表 1 標準試料の品質の分類

品質に関する情報	説明
ISOGuide34 に加え、ISO/IEC17025 に適合するという第三者の認定を受けた品質システムに基づいて生産された CRM	第三者による認定有り
ISO/IEC17025 の認定事業者又は登録事業者により値付けされた CRM (JCSS など)	第三者による認定有り
ISOGuide34 に加え、ISO/IEC17025 に適合するという自己宣言がなされた品質システムに基づいて生産された CRM	第一者適合宣言
(自己適合宣言)	生産者自身が供給者適合宣言書を書面で提出したものについてこの品質情報を付す
ISOGuide34 (ISOGuide31 で記載が推奨される内容) に準じて生産された CRM	第三者による認定はない
RM (JIS 規格など公定法に規程された方法に基づき製造・作製)	第三者による認定はない
RM (国内品)	第三者による認定はない (COMAR 登録対象外の国内 RM)
RM (海外品)	認定の有無に関しては不分別 品質についての詳細は頒布機関に要問合せ (COMAR 登録対象外の海外 RM)
・ ISO/IEC17025：試験所・校正機関の能力に関する一般要求事項 ・ ISO Guide34：標準物質生産者の能力に関する一般要求事項 ・ ISO Guide31：標準物質-認証書及びラベルの内容 ・ CRM：認証標準物質 ・ RM：標準物質 ・ COMAR：国際標準物質データベース	

((独) 製品評価技術基盤機構より)

回折格子標準試料のピッチ校正が可能となり²⁷⁾、計量法校正事業者登録制度 (JCSS)²⁸⁾に基づくピッチ校正が校正事業者により行われている。

さらに微小なピッチの一次元回折格子標準試料を校正する手段として、X 線回折計が候補として挙げられる。しかしながら、多層膜構造から成る一次元回折格子標準試料は、図 3 に示されるようにスケール領域全体で数 μm 以下であり、通常の X 線光源では高い強度の回折光を得るのは困難である。X 線光源の強度が高くかつ集光された入射光による回折測定が求められる。今後、長さ・角度の標準にトレーサブルな X 線回折計の開発・校正サービスが求められる。

3. 標準試料の使用にあたって

3.1 標準試料の使用時における留意点

標準試料の使用時における留意点を簡単に説明する。標準試料には校正証明書・検査報告書などの書類が、通常添付されており、校正値とその不確かさが記載されている。その校正値がどのような測定量・校正装置・校正条件で求められているか、十分に確認する必要がある。一次元回折格子標準試料の場合、測定量は通常、平均ピッチである。添付書類に記載されている不確かさは当然平均ピッチの不確かさであり、単ピッチの不確かさではない。十分に校正箇所数を得られないまま装置を校正して不確かさ評価を行う際、校正証明書に記載されている不確かさをそのまま標準器の不確かさとするのは適切ではない。市販の標準試料の中には、測定範囲ごとに複数種類の不確かさが記載されているものがあるので、ユーザの測定範囲に応じた適切な利用が望まれる。

3.2 標準試料の品質の分類

標準試料と一言でいっても、その品質は様々である。表

1 に標準試料の品質の分類を示す。ここで、表 1 中のみ参照元に従い標準物質と表記する。最も高品質の標準試料は、生産者の能力に関する一般要求事項 (ISO Guide 34) と試験所・校正機関の能力に関する一般要求事項 (ISO/IEC17025) の双方を満たすもの (CRM, 認証標準物質) とされる。しかしながら、ISO Guide 34 と ISO/IEC17025 の双方を満たす CRM は希少であり、筆者の知る限り国内で例は無い。産業技術総合研究所 (産総研) から頒布されている各種化学分析用の CRM は ISO Guide 34 のみの認定であり、また熱膨張率標準試料などの研究開発品は、ISO/IEC 17025 のみの認定である。

表 1 中で 2 番目に品質の高い標準試料は ISO/IEC17025 を満たすものであり、国内の例でいえば計量法校正事業者登録制度 (JCSS) に基づき校正された標準試料である。製造現場で品質マネジメントの国際規格 (ISO 9001) に準拠した品質システムを導入する場合は、このレベルの品質を有する標準試料で製造現場の計測装置を一定周期ごとに校正する必要がある。ISO 9001 の審査員の指摘に備え、校正事業者から校正証明書のほかにトレーサビリティ証明書も別途校正事業者より取得しておくといよい。3 番目以下の品質の標準試料は ISO 9001 のトレーサビリティの要件を満たすには不十分であるが、それぞれ利用価値がある。比較的安価であり、開発中の計測装置の動作を検証するのに十分な品質を有する。

4. おわりに

微細幾何計測の標準試料の事例として、一次元回折格子標準試料の現状を述べた。また、標準試料の使用時における留意点に触れ、標準試料の品質の分類を簡単に説明した。一次元回折格子標準試料以外の微細幾何計測の標準試料として、微小段差標準試料がある。微小段差標準試料の

現状については、産総研・計測装置メーカー・標準試料メーカーによる解説特集があるのでそちらを参照してほしい²⁹⁾。一次元回折格子標準試料や微小段差標準試料以外の複数次元を同時に校正できる微細幾何計測用の標準試料への需要が高まってきてはいる。しかしながら、本稿で一次元回折格子標準試料に絞って述べることにしたきっかけを最後に紹介する。ある計測装置メーカーの方と一次元回折格子標準試料について話をする機会があった。その際、例えば物を作ることができたとしても正しく測れなければその物が存在しないのと同じである、あらゆる方向を同時に校正できる標準試料は存在しない、との発言があり、非常に印象深かった。校正とは何か、ということを改めて考えさせられる出来事であった。

参 考 文 献

- 1) S. Gonda, T. Doi, T. Kurosawa, Y. Tanimura, N. Hisata, T. Yamagishi, H. Fujimoto and H. Yukawa: Real-time, Interferometrically Measuring Atomic Force Microscope for Direct Calibration of Standards, *Rev. Sci. Instrum.*, **70** (1999) 3362.
- 2) I. Misumi, S. Gonda, Q. Huang, T. Keem, T. Kurosawa, A. Fujii, N. Hisata, T. Yamagishi, H. Fujimoto, K. Enjoji, S. Aya and H. Sumitani: Sub-hundred Nanometre Pitch Measurements Using an AFM with Differential Laser Interferometers for Designing Usable Lateral Scales, *Meas. Sci. Technol.*, **16** (2005) 2080.
- 3) I. Misumi, S. Gonda, T. Kurosawa and K. Takamasu: Uncertainty in Pitch Measurements of One-dimensional Grating Standards Using a Nanometrological Atomic Force Microscope, *Meas. Sci. Technol.*, **14** (2003) 463.
- 4) 三隅伊知子: 高分解能 AFM によるナノメートル計測—表面微小寸法・微細形状の精密測定—, *AIST TODAY*, **2**, 1 (2002) 15.
- 5) K. Sugawara, O. Sato, K. Yoshizaki, I. Misumi, S. Gonda, T. Takatsuji and J. Kitta: Effects of Angle Misalignments on Pitch Measurements of Two-dimensional Gratings Using an AFM, *Journal of the Chinese Society of Mechanical Engineers*, **27** (2006) 531.
- 6) 菅原健太郎: AFM による二次元グレーティングの校正 精密ピッチ計測法の開発とその展開, *産総研 TODAY*, **7**, 11 (2007) 20.
- 7) I. Misumi, S. Gonda, T. Kurosawa, Y. Azuma, T. Fujimoto, I. Kojima, T. Sakurai, T. Ohmi and K. Takamasu: Reliability of Parameters of Associated Base Straight Line in Step Height Samples: Uncertainty Evaluation in Step Height Measurements Using Nanometrological AFM, *Precision Engineering*, **30** (2006) 13.
- 8) 佐藤理: 小さな小さな段差を測る 測長原子間力顕微鏡を用いた段差標準試料の校正, *産総研 TODAY*, **6**, 3 (2006) 20.
- 9) VLSI standards, Inc. <http://www.vlsiStandards.com/>
- 10) NANOSENSORS™ <http://www.nanosensors.com/>
- 11) Advanced Surface Microscopy, Inc. <http://www.asmicro.com/>
- 12) 日立ハイテクノロジーズ <http://www.hitachi-hitec.com/>
- 13) Y. Nakayama, S. Okazaki and A. Sugimoto: Proposal for a New Submicron Dimension Reference for an Electron Beam Metrology System, *J. Vac. Sci. Technol.*, **B6** (1988) 1930.
- 14) NTT アドバンステクノロジー <http://www.ntt-at.co.jp/>
- 15) I. Misumi, S. Gonda, O. Sato, K. Sugawara, K. Yoshizaki, T. Kurosawa and T. Takatsuji: Nanometric Lateral Scale Development Using an Atomic Force Microscope with Directly Traceable Laser Interferometers, *Meas. Sci. Technol.*, **17** (2006) 2041.
- 16) Y. Nakayama, S. Gonda, I. Misumi, T. Kurosawa, J. Kitta, H. Mine, K. Sasada, S. Yoneda and T. Mizuno: Novel CD-SEM Calibration Reference Patterned by EB Cell Projection Lithography, *Proc. of SPIE*, **5752** (2005) 591.
- 17) 100 nm 標準マイクロスケール 日経産業新聞 2007 年 12 月 7 日掲載.
- 18) D. Wüllner, A. Schlachetzki, P. Bönsch, H.-H. Wehmann, T. Schrimpf, R. Lacmann and S. Kipp: Characterization of Quantum Structures by Atomic-force Microscopy, *Mater. Sci. Eng.*, **B51** (1998) 178.
- 19) I. Misumi, S. Gonda, O. Sato, K. Sugawara, K. Yoshizaki, T. Takatsuji, Y. Azuma, T. Fujimoto and T. Kurosawa: Application of a GaAs/InGaP Superlattice in Nanometric Lateral Scales, *Meas. Sci. Technol.*, **18** (2007) 2743.
- 20) I. Misumi, S. Gonda, K. Yoshizaki, H. Tanaka, O. Sato, K. Sugawara and T. Kurosawa: Application of Si/SiO₂ Superlattice in Nanometric Lateral Scale—Revision of Uncertainty Evaluation Method in Pitch Measurement—, *Proceedings of ISMTII 2007*, September 24–27, 2007, Sendai, Japan, 325.
- 21) J. Kitta, F. Kubota and H. Mine: Calibration of One-dimensional Diffraction Grating with an Optical Diffraction Pitch Calibration Apparatus, *Proceedings of First International Symposium on Standard Material and Metrology for Nanotechnology (SMAM-1)*, March 15–16, 2004, Tokyo, Japan, 119.
- 22) 石川純: CIPM 勧告準拠 633 nm ヨウ素安定化ヘリウムネオンレーザの設計と製作, 計量標準モノグラフ, No. 2, 2003 年 3 月.
- 23) 渡部司, 益田正, 梶谷誠, 藤本弘之, 中山貫: ロータリーエンコーダの高精度校正装置の開発 (第 1 報) —校正システムと基礎実験—, *精密工学会誌*, **67** (2001) 1091.
- 24) S. Gonda, K. Yoshizaki, I. Misumi, T. Kurosawa, T. Takatsuji, J. Kitta, F. Kubota and H. Mine: DUV Pulse Laser Wavelength Meter in a Laser Diffractometry System for an Absolute Calibration of 100 Nanometer Pitch Standards, *Proc. 6th Euspen Int. Conf. (Baden Bei Wien, May)* (2006) 454.
- 25) J. Kitta, H. Mine, S. Gonda, K. Yoshizaki, I. Misumi, T. Takatsuji, T. Kurosawa, Y. Nakayama, K. Sasada, S. Yoneda and T. Mizuno: Development of a 100-nm Pitch Calibration System with a DUV Laser Diffractometer, *Proceedings of Second International Symposium on Standard Material and Metrology for Nanotechnology (SMAM-2)*, May 25–26, 2006, Tokyo, Japan, 80.
- 26) 権太聡: ナノメートルの世界で超精密なもののさしを実現 深紫外レーザ回折で 100 ナノメートルの目盛りを精密校正, *産総研 TODAY*, **7**, 5 (2007) 19.
- 27) I. Misumi, S. Gonda, O. Sato, M. Yasutake, R. Kokawa, T. Fujii, N. Kojima, S. Kitamura, R. Tamochi, J. Kitta and T. Kurosawa: Round-robin Measurements of 100- and 60-nm Scales among a Deep-ultraviolet Laser Diffractometer, a Scanning Electron Microscope and Various Atomic Force Microscopes, *Meas. Sci. Technol.*, **18** (2007) 803.
- 28) 独立行政法人 製品評価技術基盤機構 <http://www.nite.go.jp>
- 29) 計測標準と計量管理, **57** (2007) 特集・段差計測.