はじめての

精密工学

SEM による微細形状・粗さ測定

Measurement of Surface Topography Using SEM with Four Secondary Electron Detectors/Yoshio TAGUCHI and Yukiko OMATA

(株)エリオニクス 田口佳男, 小俣有紀子

1. はじめに

走査電子顕微鏡 (Scanning Electron Microscope, SEM) は、電子ビーム (一次電子線) と固体試料との相互作用によって、10 nm 程度のごく浅い表面層から放出される二次電子信号を利用している。SEM 像の明暗のコントラストは、主に試料表面の凹凸形状を反映したものであり、二次電子検出器に捕捉された電子の量に対応している。これは、一次電子線の入射する方向と試料表面とのなす角度によって二次電子放出量が増加し、さらに平行に近くなるほど二次電子放出量が増加することに起因する。

本測定法は、二次電子放出量が試料表面の傾斜角度に依存し、また、 $0^{\circ} \sim 75^{\circ}$ 付近の間で単調に増加することを利用した手法であり、SEM を基盤とした関連技術の一つである。

2. SEM による表面形状の定量化

SEM を用いて定量的に試料表面の凹凸形状を求める手法は大別して2つある。地形図作成に用いられる航空写真測量を応用したステレオ観察法と複数の二次電子検出器を設置した SEM を用いる複数検出器法である。前者は、試料を傾ける、または一次電子線の入射角を傾けるなどして二つの異なる視線方向から SEM 像を取得し、視差の原理により立体形状を構築するもので、その歴史は古く 1969 年にまで遡る。ちなみに SEM が製品化されたのは 1965 年のことである。一方、以下に解説する複数検出器法は 1985 年に、SEM に 2 個の二次電子検出器 (A と B) を設置し、その差信号 (A-B) から試料表面の X-Z の 2 次元凹凸プロファイルを求める手法¹⁾として実用化された。当時、アナログレコードからコンパクトディスク (CD) への転換期であり、CD 開発競争の最中、ピット形状の測定に大いに貢献した。その後さらに二次電子検出器 2 個が追加され、合計 4 個の検出器により三次元定量測定が可能になった。

2.1 表面センシング

入射電子と試料との相互作用により放出される種々の信号において、形態情報源として利用できるものには二次電子信号と反射電子信号がある。本手法では、1. 一次電子線入射点における信号の放出領域が横方向、深さ方向共に狭く、空間分解能が優れていること、2. 入射電子による

試料損傷を考慮し、微弱な入射電流量でも SN 比の良い信号が得られることから二次電子を採用している。

また、使用する装置については、二次電子放出領域をより狭く、より浅くするため、入射電子線のプローブ径を極小にし、かつ低加速電圧での使用に耐え得ることが要求される。

2.2 測定装置の構成と測定原理

まず、二次電子検出器 2 個を設置した SEM を例にとり、凹凸測定の原理を解説する (図 1)。

基本的には通常の SEM とほぼ同じ構成であるが、2 個の二次電子検出器 A および B を一次電子線走査方向に対して平行かつ走査中心に対して対称位置に設置してある。

実際の測定では、一次電子線の入射点において放出した二次電子は、試料面の斜度と傾きの方向に応じた比率で A および B 検出器に同時に分配検出され、16bit の DA 変換器を経て PC に記憶される。

検出された二次電子信号には、形態情報の他に、試料の組成に起因する情報を含む場合も考えられるが、検出信号 A と B の差分をとることで排除できる (図 2)。図 3 はろう付けに使用される銀ろう材を表面研磨し、その後にアルゴンイオンエッチングを行った表面であるが、A+B 像 (左) では、銀、銅、リンを主成分とした各々 3 つの偏析域が組成差コントラストとして現れているのに対し、検出信号の差分を画像にした A-B 像 (右) では、組成情報は A と B ともに同じ信号レベルで検出されるため相殺されて凹凸のみが強調された像となり、左方向から照明を当てたようになる。

図 1 2 個の二次電子検出器を設置した SEM の構成

図2 二次電子検出器 A と B の配置と凹凸測定の原理

図3 エッチング後の銀ろう材表面の A+B 像 (左) と同一視野の A-B 像 (右)

図4 測定値から計算で求めた傾きと実際の傾き

試料表面の一次電子線入射点における勾配は次の近似式で表すことができる。

$$\tan \theta = k \frac{A^2 - B^2}{(A_n + B_n)^2} \quad (1)$$

θ : 入射点の試料傾斜角, k : 定数,

A, B : 二次電子検出器の出力,

A_n, B_n : 試料が水平なときの二次電子検出器の出力

図4に、式(1)より計算で求めた試料の傾きと実際の傾きとの対比グラフを示す。検証には真球度に優れるラテックス球状粒子（ポリスチレン製）を用いた。試料表面に対し垂直入射が前提であるため粒子下部のオーバーハング形状は得られないが、傾斜角度 $\theta < 75^\circ$ の範囲でよく一致

図5 アウトレンズ方式 (左) とセミインレンズ方式 (右) の4検出器法

していることがわかる。

前述の近似式は実験より得られたもので、検出信号 A と B の差分をとることで、試料表面の組成情報を排除し、また、 $(A_n + B_n)^2$ で割ることで入射電子の強度に対するキャリブレーションにもなっている。さらに、式(2)によって X-Z 方向の断面プロファイルが得られる。

$$\Delta Z = \sum_{i=1}^n \Delta X_i \cdot \tan \theta_i \quad (2)$$

ΔZ : 高さ, n : サンプルング点数,

ΔX_i : データサンプリング間隔,

θ_i : 測定点における試料傾斜角

実機では、二次電子検出器を4個設置しており、一次電子線の走査方向だけでなく、それに直交する方向の傾斜角度も測定することができる。4個の検出器 A~D を電子光学軸に対して対角に配置し、走査方向の傾斜角を $(A+C) - (B+D)$ の組み合わせ、また、それと直交する方向の傾斜角を $(A+B) - (C+D)$ の組み合わせにより三次元凹凸形状の再構築を行う。

2.3 セミインレンズ方式の採用

ごく一般的に使用されている SEM のほとんどは、対物レンズ下部に試料が置かれるいわゆるアウトレンズ方式であり、本測定法もこの方式を採用しているが、近年、試料とレンズとの位置関係は同様であるが、対物レンズの磁場を試料表面まではみ出させ、対物レンズ上部に設置した検出器により二次電子を高効率で検出するセミインレンズ方式の SEM が注目を集めるようになってきた。セミインレンズ方式の SEM は、不導体試料の低加速電圧における無蒸着観察に適しており、われわれは本センシング手法を踏襲したセミインレンズ方式の三次元測定 SEM の開発に着手し、このほど実用化に成功した。図5に4個の二次電子検出器をもつ従来型の三次元測定 SEM の構造と同セミインレンズ方式のそれとの違いを示し、図6に TFE 電子銃を搭載したセミインレンズ型電子線三次元粗さ解析装置 (ERA-9000 型) の概観を示す。

上記 ERA-9000 型を用いて、加速電圧 1 kV の設定で測定を行った例として、真球度に優れる $\phi 2 \mu\text{m}$ ラテックス球状粒子の鳥瞰図を図7に示す。

セミインレンズ方式では、二次電子が対物レンズを通過する際、磁場により回転するため (図5)、傾斜情報そのものが SEM の視野に対し回転してしまう。本装置では、

図6 ERA-9000 型

図7 $\phi 2\ \mu\text{m}$ ラテックス粒子の鳥瞰図データ

SEM 凹凸像（A-B 像）の照明方向の回転ずれを電氣的に補正し、また、傾斜角度の算出に際しては、ソフトウェアで検出信号の回転補正を行っている。これにより、従来のアウトレンズ方式の装置と同等の角度認識が行える。

セミインレンズ方式の採用により、不導体試料の無蒸着測定への発展が期待される。

2.4 三次元測定 SEM の特徴

SEM を基盤とする本装置では、以下の特長と注意点がある。

焦点深度の深い SEM 像を観察しながら測定箇所の探索が容易に行え、観察している視野がそのまま測定エリアになる。図8は、ビッカース硬度計による圧痕の SEM 像である。左図は、通常の SEM 像であるが、SEM 特有の全方向照明効果により明るく影の少ない像になる。一見、ともすれば突起と判断してしまうほど凹凸感は曖昧である。これに対し、右図の SEM 凹凸像では、左方向からの照明効果による陰影コントラストにより、定性的に窪み形状であることが判断できる。また、ブロードな形状が支配的な試料表面についても、通常の SEM 像に比べ、凹凸の認識が容易である点を付け加えておきたい。

本センシング手法は、機械的には非接触方式であり、通

図8 通常の SEM 像（左）と SEM 凹凸像（右）

常アウトレンズ方式では加速電圧 5 kV、セミインレンズ方式では 1 kV の低加速電圧で測定を行う。ただし、試料が不導体の場合、導電コーティング処理が必要になるが、コーティング膜の粒状性は緻密で試料表面の微細構造よりも小さいことが望ましく、白金やその合金、タングステンなどの材料が適当である。

一般に、微細形状測定では縦方向の分解能のみが強調されがちであるが、横方向分解能も同等以上であることが望まれる。本測定法では、電子線プローブ径が横方向分解能を決定する。縦方向のそれは、測定原理上、測定された傾斜角の分解能に依存する。横方向分解能は、1.3 nm（TFE 電子銃搭載の場合）、縦方向では 1 nm を保証している。また、測定可能なレンジについては、エリアで $1\ \mu\text{m}^2$ から数 mm^2 、また、凹凸方向では 1 nm から数十 μm までの範囲で測定が可能である。ただし、測定エリアが $500\ \mu\text{m}^2$ を超えるような広領域測定では、電子線の垂直入射が前提のセンシング手法であるため、測定エリアの端部ではこれを満足しない。その結果として、測定されたデータのベースラインが凸型に湾曲するが、スプライン関数を用いたハイパスフィルターを用いることで補正できる。さらに、独自のステッチング機能を用いることにより、SEM の倍率制限を越える広領域での測定も可能である。

2.5 装置の校正

われわれが校正に用いているのは、米国の国立研究機関である NIST（米国標準技術研究所）にトレーサブルな VLSI スタンダード社（米国）の標準試料²⁾である。これは表面形状検査装置の校正用として市販されているもので、シリコン基板上の酸化膜表面に高精度なエッチングによって段差が形成されている。

なお、段差の大きさは目的に応じて多数用意されており、われわれは測定可能なレンジ内で、4 水準（最小段差 15 nm）の標準試料を入手し校正に用いている。

一般ユーザーにおいては、通常、二次電子検出系のハードウェアに異常がなければ、測定ごとに校正作業を行う必要はないが、管理上定期的に行うことが望ましい。

3. 測 定 例

図9は、めっき条件の異なるクロムめっき表面を SEM 倍率 5 万倍の微小エリア（ $2.4 \times 1.8\ \mu\text{m}^2$ ）において測定を行ったものである。本測定法の特徴である電子プローブ径

図9 めっき条件の違いによる粗さ比較

図 11 広領域測定結果

拡大されている。

4. 今後の課題

新たな技術開発のための要素研究過程や部品の製造工程で行われる様々な表面加工や表面処理は、より精密化、複雑化している。最表面の形態を高解像度で観察し、また、三次元で高精度に測定したいという要求が増している。本測定法においても、アウトレンズ方式のSEMを基盤にしていたが、さらに低い加速電圧の下、より高分解能な観察と測定が行えるセミインレンズ方式の三次元測定SEMの実用化へと至っている。加工技術の進歩とともに計測技術の進歩が新たな情報を与えてくれる一方、計測の現場では多様なデータに翻弄されることなく適切な判断をしなければならない。使用する計測機器の原理・原則、特徴を把握し、得られたデータの信頼性を見極める努力が必要である。測定精度の向上と、誰が、いつ、どこで評価しても差が生じない条件の提示³⁾が、今後の課題である。

参考文献

- 1) T. Suganuma: J. Electron Microsc., **34**, 4 (1985) 328-337.
- 2) SHS 薄膜段差スタンダード (VLSI スタンダード社) 製品カタログ.
- 3) 柳和久, 小林直規, 田口佳男: トライボロジー研究における表面形態観察と表面形状測定, トライボロジスト, **3**, 2 (1994) 98-104.

図 10 上：ステッチング後の SEM 像 下：ステッチング後の凹凸 SEM 像

相当の優れた横方向分解能によりナノオーダーの粗さの違いが明確に現れている。測定時間は測定点数によるが⁸、本データでは 300×225 点の測定に対し要した時間は各々 80 秒である。

図 10 および図 11 は、独自のステッチング手法を用い、10 円硬貨の表にデザインされた平等院鳳凰堂の測定を行った例で、1 視野あたり SEM 倍率 40 倍のエリア ($3.0 \times 2.25 \text{ mm}^2$) を設定し、隣接する $7 \times 3 = 21$ 箇所について接合部のデータオーバーラップ領域を 20% に設定後、連続的に X-Y ステージを移動しながら測定したものである。データ取得後、各視野のオーバーラップ領域について低周波成分を除去した後、専用ソフトウェアで SEM 像と三次元データの接合を行っている。

ステッチングされたデータエリアは、 $18 \times 6 \text{ mm}^2$ に