電子ビーム堆積を利用した AFM 探針の作製と ライン・アンド・スペースパターンの観察*

杉原和佳** 赤間善昭** 西村英二*** 酒井 明†

Fabrication of an Electron Beam Deposited AFM Tip
and Observation of Submicron Line and Space Pattern

Kazuyoshi SUGIHARA, Yoshiaki AKAMA, Eiji NISHIMURA and Akira SAKAI

An electron beam of the scanning electron microscope was utilized to fabricate a microtip on an atomic force microscope cantilever via electron beam deposition process. This newly developed method makes it possible to prepare a long straight tip less than $0.1\ \mu\text{m}$ in diameter and a few μm in length. The high aspect ratio of these tips was found to be quite useful for obtaining correct shape of highly corrugated patterns like trenches, which are not accessible by conventional tips.

Key words: atomic force microscope, electron beam deposition, cantilever, microtip

1. はじめに

原子間力顕微鏡 (Atomic Force Microscope: AFM)¹⁾ は、探針と試料の間に働く原子間力を利用して表面の凹凸を画像化するため、導電性あるいは絶縁性材料の表面であっても観察できる。従って、AFM は導体あるいは Si のような半導体材料であっても、絶縁性の酸化物層で覆われていることが多い半導体加工表面の観察には適している²⁾。ところが、AFM は触針式の粗さ計と同様に探針を使って試料表面を“なぞる”装置であるため、トレンチなどの高アスペクト比の起伏を持つことが多い半導体加工表面を観察する場合、試料表面の形状の正確な情報を得るためには、探針先端が鋭いだけでなく、起伏の底部まで入り込める幹径が細く、真直ぐな柱状の探針が必要とされる³⁾。

本論文では、まず、電子ビーム堆積 (Electron Beam Deposition: EBD) を利用した細い裁縫針状の探針の作製法について述べる。続いて、EBD 探針付きのカンチレバーが取り付けられた AFM を使い、 Al_2O_3 のライン・アンド・スペースパターンを観察した結果を基にその有効性について議論する。

2. AFM における探針の役割

AFM における最大の興味は、探針が触針式の粗さ計のスタイラスのように試料面に接触して走査しても表面の原子が一つ一つ分離されて観察できることにある。これは、探針と試料間に働く斥力を検知して動作する AFM が、探針の接触力を $10^{-7} \sim 10^{-11}\ \text{N}$ と非常に小さな値に抑えていることにある。この結果、探針・試料間の接触面積は極限まで小さくなり、探針は試料表面を変形させたり、あるいは表面にダメージを与えることなく個々の原子上をトレースすることができる。しかしながら、この斥力を使った AFM でも、相互作用領域は引力が遠距離まで伝達するため、探針の先端の曲率半径が大きくなると

測定分解能が低下し、走査型トンネル顕微鏡のように探針先端に偶然に存在する微小な突起に高分解能を期待することはできない。カンチレバーが受ける力のうちで、探針と試料が最も近接する領域に起因して生じる力の割合は、探針先端の曲率半径が大きい程小さくなるため、測定分解能の低下を防ぐためには、探針の曲率半径はできる限り小さく作らなければならない。加えて、急峻なエッジや、深い溝または穴を持つマクロな表面の AFM 観察においては、以下に述べるように、探針先端だけでなく探針全体の形状も問題となってくる。すなわち、ある角度の頂角を持つ探針では探針の先端部が起伏の底部まで入り込める可能性が必ずしも高くなく、試料表面の形状の正確な情報を得られない³⁾。図 1 は、探針の形状によって発生するこれらの問題を模式的に示した図である。図 1 (a) は、大きな曲率半径の探針で溝を走査した場合である。探針は、溝の底に入り込めないため、探針先端は溝中央で V 字を形成するような軌跡を描く。図 1 (b) は、溝内部に入り込める細さとまっすぐな針

Fig. 1 Typical tip shape problems encountered in atomic force microscopy
(a) Effect of a large radius tip scanning over a trench, (b) Effect of a straight tip scanning over a trench

* 原稿受付 平成5年8月16日

** 正会員 (株)東芝研究開発センター ULSI 研究所 (川崎市幸区小向東芝町1)

*** (株)東芝研究開発センター ULSI 研究所

† 京都大学工学部附属メゾ材料研究センター (京都市左京区吉田本町)

Fig. 2 Schematic diagram of the formation of EBD tip

幹を持つ探針の場合を示している。この場合、探針先端の軌跡に入り込む唯一の誤差は探針の径だけ溝の幅が狭まることである。また、溝側壁がアンダカットされていない限り、その形状は正確に計測される。

従って、AFM が起伏の大きな半導体加工表面を計測する装置として利用されていくためには、幹径が細く、まっすぐな柱状探針の作製法を確立する必要がある。

3. EBD を利用した探針作製法

本節では、まず EBD を利用した探針作製法の原理について、続いて探針作製条件及び作製された探針の諸特性についてそれぞれ述べる。

3.1 探針作製法の原理

図 2 を用いて EBD の原理について簡単に述べる。EBD とは、試料表面に吸着したガス分子が電子ビームでたたかれると励起分解されて、その分解物が堆積成長するという現象をいう。このような現象は、決して新しいものではなく、コンタミネーションリソグラフィとしてよく知られ、今までにナノメータのラインの走査型電子顕微鏡 (Scanning Electron Microscope: SEM) 描画実験などに利用されている⁴⁾。これを AFM カンチレバーへの探針形成に応用したものが、本探針作製法である。具体的には、SEM の真空容器内で残留ガス分子が電子ビームによって励起分解されることにより生じるカーボンコンタミネーションを積極的に利用して探針を作製する (これを以降 EBD 探針と呼ぶ)。SEM などの 10^{-2} Pa 程度の低真空容器内には、機械構造物の潤滑剤や真空排気ポンプの真空オイルなどが蒸発して炭化水素系のガス分子が多数存在しており、これがカーボンコンタミネーションの原因となっている。

次に、具体的な EBD 探針の作製法について述べる。EBD 探針を成長させたい試料を SEM 内の試料台に設置し、試料の姿勢をコンタミネーションが所望の方向に成長するように調整固定する。電子ビームを試料上で焦点を結ばせ、ビーム位置を固定する。その後、電子ビームによる堆積がビームスポットの下で始まり、ビームの照射時間に応じて針状の堆積物が成長する。市販の Si_3N_4 製のカンチレバー⁵⁾ の探針先端に形成された EBD 探針の一例を図 3 に示す。EBD 探針の形状的な特長は、長さによって探針径の変わらないまっすぐな針幹を持つことにある。そのようなまっすぐな針幹は垂直な側壁を持つ深い溝の検査に必要とされる探針に適していると期待される。

3.2 EBD 探針の作製実験

EBD 探針の作製実験は、明石製作所製の SEM (DS-130) を用いて行った。実験は、すべて室温で行い、ビームは、加速電圧 30 kV で公称ビーム径 $0.1 \mu\text{m}$ になるように調整設定し

Fig. 3 SEM micrograph of an EBD tip on a commercially available Si_3N_4 cantilever
(a) Overview, (b) Enlarged image of an EBD tip

Fig. 4 SEM micrograph of EBD tip shapes as a function of beam focusing

た。またその際の SEM 容器内の圧力は 1×10^{-2} Pa であった。

EBD 探針の成長速度や形状は、ビームのフォーカス条件と照射時間の関数となっている。まず、図 4 に、上記ビームを 2 分間試料面上に照射することによって得られた探針形状を示す。図中 (a) がデフォーカス条件、(b) がフォーカス条件での堆積形状である。両者の体積はほぼ等しいものの、フォーカス条件で堆積させた探針の方が針幹が細くまっすぐで、先端の曲率半径も小さいことがわかる。さらに、フォーカス条件で堆積させた探針の幹径は公称ビーム径とほぼ一致する。図 5 に、探針の成長速度とビームの照射時間との関係を示す。探針となるコンタミネーションは、ビームが試料をたたいたときに発生する 2 次電子によって試料面の吸着ガス分子が分解され、堆積成長していくことから、その成長速度は下地材料からの 2 次電子

Fig. 5 Measured EBD tip length as a function of beam irradiation time

Fig. 6 Measured EBD tip length as a function of beam irradiation number

の放出量によって決定されることが考えられる。図5の場合、下地材料はチャージアップ防止用にカンチレバーに蒸着された金である。金はカーボンより2次電子放出量が多いため、堆積開始後では成長速度は約 $0.65 \mu\text{m}/\text{min}$ と高く、その後はカーボンが常に下地となるため成長速度は $0.1 \mu\text{m}/\text{min}$ と低く一定となる。この成長曲線は再現性があり、ビームパラメータを変更しない限り、探針長さは照射時間の長さによって $0.02 \mu\text{m}$ 以内の精度で制御できる。しかしながら、探針が成長するにつれてビームがデフォーカス状態となるため、探針の成長速度は鈍化し、探針の幹径も大きくなっていく。次に、図6を参照しながら、デフォーカスについて考えてみる。図6は、全照射時間が一定になるようにして照射回数を変えた場合の探針長さを示している。照射時間を短くしてフォーカス調整をより多く行った方が探針が長くなることがわかる。このことから一定の針幹径を有する探針を作製する場合には、常にフォーカス条件で探針を成長させることが重要なポイントであることが理解できる。従って、幹径の細くて一定した探針を作製するためには、ビームのフォーカス位置が常に探針先端にあるように探針の成長に合わせてフォーカス位置を連続的に上方にシフトしていく補正をしなければならない。図3に示した例は、この補正を手動で行いながら作製した針幹直径約 $0.2 \mu\text{m}$ 、先端の曲率半径約 $0.01 \mu\text{m}$ 、長さ約 $1.2 \mu\text{m}$ のEBD探針である。

3.3 作製された探針の諸特性

ここでは作製された探針の諸特性について述べる。

3.3.1 下地との密着性

図3に示したようなEBD探針は、AFMで使われる圧電素子スキャナに取り付け、2 kHz以上で繰返し走査しても折れる

Fig. 7 TEM micrograph of an EBD tip; the inserted figure shows the diffraction pattern from EBD tip

などの不具合は生じないことから、下地との密着性にはほとんど問題がないと考えられる。

3.3.2 先端形状の評価

斥力を使ったAFMでも、相互作用領域は引力が遠距離まで伝達するため、マクロな表面のAFM観察であっても、探針先端はできる限り小さいほうが測定分解能は向上する。EBD探針の先端の曲率半径は、最小のもので $0.01 \mu\text{m}$ 以下と小さいため、通常のSEMを用いて、この先端形状を拡大観察することは困難である。そこで、分解能の高い透過型電子顕微鏡(Transmission Electron Microscope: TEM)を利用して探針形状を観察することにし、同時に、電子線回折で回折像をとらせ、探針の結晶性を評価した。図7は、EBD探針の先端形状を表すTEM像(図中、左上の像は回折像)である。このTEM観察には、幹径が $0.2 \mu\text{m}$ と比較的大きなEBD探針を用いたが、先端の形状は定性的には探針幹径には依存しないと思われる。この図に見られるように、先端部には突起がなく丸みを帯びて小さいことが確認される。また、回折像がハローパターンを示すことから、探針は非晶質であることがわかる。さらに、オージェ分光法とアトムプローブ分析法による探針の組成分析から、EBDの成分は、炭素、酸素、水素、及び水であることが確認された。以上の結果から、EBD探針は炭素、酸素、及び炭化水素の非晶質の集合体で構成されているものと結論することができる。

3.3.3 電子ビームの電流密度の測定

EBD探針の成長速度や形状は、電子ビームの電流密度と密接な関係がある。しかしながら、電子ビームの電流密度を直接求めることはできないので、電子ビームの電流測定とビーム径測定とに分割して電流密度を求めた。

ファラデーカップの $40 \mu\text{m}$ 径の穴に電子ビームを通し、流れる電流をピコアンメータで計測する方法を用いてビーム電流の測定を行った。電子ビームの調整は、加速電圧 30 kV で公称ビーム径 $0.14 \mu\text{m}$ になるように設定した。このときの電流値は、およそ 8.5 pA である。ビーム径の測定は、へき開されたSiウエハの端面でファラデーカップの穴をふさぎ、この端面にまたがるように電子ビームをライン走査しながら電流を計測し、Si端面をビームが横切る時に急変する電流値の立上りを読み取る方法で行った。電子ビームの設定を上記と同様に

Fig. 8 AFM micrographs of Al_2O_3 line and space pattern: Pitch; $1\ \mu\text{m}$, Depth; $0.47\ \mu\text{m}$
(a) Obtained with an EBD tip, (b) Obtained with a commercially available pyramidal tip

した場合のビーム径は $0.14\ \mu\text{m}$ であった。測定誤差を考慮すると、ビーム径は形成される EBD 探針の径とほぼ等しいと考えられる。これらの二つの測定から、電流密度はおよそ $0.11\ \text{A}/\text{cm}^2$ であることがわかる。

4. 実験結果及び考察

EBD 探針の効果を判断するために、EBD 探針付きのカンチレバーを使った AFM を用いて起伏の大きな凹凸面を観察した。試料は、 $1\ \mu\text{m}$ 幅で深さ $0.47\ \mu\text{m}$ の溝を持つ Al_2O_3 のライン・アンド・スペースパターンである。実験には、半導体プロセス評価装置として製作した、カンチレバーとレーザビームの位置合わせが容易な光てこ方式の AFM⁶⁾ を使用した。図 8 は、斥力モードで、走査範囲 $10\ \mu\text{m} \times 8\ \mu\text{m}$ 、走査時間 512 秒で得られた AFM 像である。図 8 中 (a) が図 3 に示した EBD 探針付きカンチレバーを使った場合、(b) が市販のカンチレバーをそのまま用いた場合を示している。図 8 (b) の市販のカンチレバー⁵⁾ を用いた AFM 像では、探針の頂角が大きいため、探針先端は側壁を観察できず、また溝内部にまで十分に入り込めなため溝幅は極めて狭く、また側壁もかなり傾いてイメージされている。これに対して図 8 (a) の EBD 探針付きのカンチレバーで計測した像では、探針が溝内部にまで入り込めるため側壁も垂直に近く、ライン・アンド・スペースの形状がより正確に測定されている。

ここで、起伏の大きい試料表面を有限な大きさを持つ探針で測定する際の像ひずみについて考えてみよう。図 9 に示すように、矩形状のパターンを、頂角 θ 、先端曲率半径 R 、その中心を r_0 とする探針を持つカンチレバーでなぞる場合、津田ら³⁾ が示したように、平坦な場所では探針の中心 r_0 は試料の形状通り A 点から始まってまっすぐな軌跡を描くが、試料のエッ

Fig. 9 Schematic diagram of the tip shape limited resolution

Fig. 10 Measured scan line (solid line) of the AFM micrographs shown in Fig. 8 and ideal trajectory (broken line)
(a) SEM micrographs of Al_2O_3 line and space pattern, (b) Scan line obtained with an EBD tip, (c) Scan line obtained with a commercially available pyramidal tip

ジ位置に達した以降の探針は下方に落ち、その軌跡は探針の頂角を反映した B, C となる。その後探針は底部に沿って D, E と移動する。このようにして得られる探針中心 r_0 の軌跡は A, B, C, D, E であり、実際の試料表面の矩形状とは異なる。この際のエッジ位置での横方向の最大ずれ量 ΔR は、パターンの段差高さを H とすると次式によって与えられることになる。

$$\Delta R = R + (H - R) \tan \frac{\theta}{2} \quad (1)$$

このときエッジ付近の軌跡は円弧をなすが、これは探針先端の曲率半径 R と、また稜線 B, C, D の傾斜角は半頂角 $\theta/2$ と一致する。従って、探針形状のイメージへの影響は、矩形パターンのラインプロファイルにおいては溝幅と側壁の傾斜角に現れて

くることになる。

図 10 に、図 8 で示した AFM 像の断面プロファイルと上述した式 (1) から求めた予想断面プロファイルとを、SEM 観察写真から求めた試料の断面構造図にプロットして比較した図を示す。図中の実線が実測断面プロファイル、点線が予想断面プロファイルをそれぞれ示している。予想断面プロファイルは、SEM で観察した探針形状を参考にして、EBD 探針は頂角 0° 、先端曲率半径 $0.1\ \mu\text{m}$ の柱状探針と、市販のカンチレバー探針は頂角 70° 、先端曲率半径 $0.1\ \mu\text{m}$ の円すい状探針と各々近似して作成した。図 10 (a) に示した EBD 探針を使った計測では、実測断面プロファイルと予想断面プロファイルとがよく一致することから、EBD 探針は予想通り溝内部にまで十分入り込み、溝形状を正確になぞっていることが予想される。ただし、実測プロファイルの右側側壁はほぼ垂直なのに対して左側の側壁はやや傾斜しているように見られる。この側壁角の非対称性は、多分 EBD 探針が試料に対して垂直からわずかに反時計方向に傾いて走査されるために生じるものと考えられる。しかしながら、EBD 探針を使った計測においても探針の先端曲率半径分だけの最大ずれ量はどうしても残るため、溝幅は SEM で計測したそれよりも片側で $0.1\ \mu\text{m}$ 程度狭められてイメージされている。一方、図 10 (b) に示した市販のカンチレバーを用いた計測では、頂角が約 70° と大きいため探針先端は溝側壁をなぞることができず、最大ずれ量が $0.32\ \mu\text{m}$ 、側壁傾斜角が約 35° と溝は点線で示したように極めてゆがめられてイメージされる。

以上の結果から、EBD 探針は起伏の大きな表面の計測に極めて有効であることが確認された。

5. ま と め

EBD を利用した AFM 用探針の作製法について実験的な検討が行われ、EBD 探針付きのカンチレバーが取り付けられた AFM を使い、EBD 探針の効果がライン・アンド・スペースパターンの観察を通して検証された。得られた結果を以下に要約

する。

- (1) SEM の真空容器内での残留ガス分子が電子ビームによって励起分解されることにより生じるカーボンコンタミネーションを積極的に利用して、高いアスペクト比の起伏を有するマクロな表面の測定に適した探針の作製法が開発された。
- (2) EBD を利用した探針作製法を用いると、針幹直径 $0.1\ \mu\text{m}$ 以下、先端の曲率半径 $0.05\ \mu\text{m}$ 以下で、下地材との密着性に優れ、長さ数 μm 以上の AFM 用探針を作製することができる。
- (3) EBD 探針を使った AFM 実験を通して、EBD 探針は従来の探針を使った場合に比べて高アスペクト比の凹凸形状をより正確にイメージングできることが確認された。

謝 辞

本研究を行うにあたり、絶えず励ましを頂いた株式会社東芝研究開発センター ULSI 研究所岡野晴雄博士、滝川忠宏博士に感謝の意を表します。

参 考 文 献

- 1) G. Binnig, C. F. Quate and Ch. Gerber : Atomic Force Microscope, Phys. Rev. Lett., **56**, 9, (1986) 930.
- 2) M. Miyashita, M. Itano, T. Imaoka, I. Kawanabe and T. Ohmi : Optimizing $\text{NH}_4\text{OH}/\text{H}_2\text{O}_2$ Cleaning Process for Ultra Clean Wafer Preparation, Extended Abst., 179th Electrochem. Soc. Meeting (Washington, D. C.), 463, (1990) 709.
- 3) 津田展宏, 山田啓文, 単 学伝, 佐藤秀寿, 加道博行, 打田 忠 : AFM の試作と回折格子の形状測定, 精密工学会誌, **57**, 9 (1991) 1615.
- 4) T. Ichihashi and S. Matsui : In-situ Observation on Electron Beam Induced Chemical Vapor Deposition by Transmission Electron Microscopy, J. Vac. Sci. Technol., **B 6**, 6, (1988) 1869.
- 5) Microlever, Catalogue, Park Scientific Instruments, 476 Ellis Street Mountain View, California, USA.
- 6) K. Sugihara and A. Sakai : An Optical Beam-deflection Scanning Force Microscope with Easy Cantilever-laser Beam Alignment, J. Vac. Sci. Technol., **B 12**, 2, (1994).