

斜入射蛍光 X 線装置を用いた多層薄膜、ウエハ表面分析

(株)富士通研究所 淡路直樹

E-mail: awaji@imat.flab.fujitsu.co.jp

最近のデバイス開発において、高誘電体ゲート酸化膜や、磁気ヘッド用 GMR(Giant Magneto Resistance)多層膜など、ナノメートルレベルの極薄膜が開発されており、それらの材料評価が重要になっている。我々は、BL16XU での蛍光分析用に、斜入射蛍光装置を考案し、その立ち上げに参加してきた。〔文献1〕当社では、この装置を用いて極薄多層膜構造評価のための斜入射蛍光分析法を開発し、材料評価面に適用した。斜入射蛍光法の利点は、従来の X 線反射率法に比べ、元素が特定できる点である。蛍光 X 線の検出において、結晶分光による波長分散検出方式を利用することでエネルギー分解能が良くなり、多元素分離が可能になった。X 線反射率データを併用したデータ解析を行うことで、精度が高く任意性のない評価結果が得られるようになった。先端 MOS デバイス用 Ta₂O₅/TiN 高誘電体メタルゲート膜の熱処理による元素拡散を、同方法で調べたところ、900 以上の熱処理では Ta 元素が TiN 中に熱拡散する様子が評価できた。このように元素の拡散が評価できることが蛍光法の利点である。さらに複雑な GMR 多層膜に同法を適用した。図1は、GMR 多層膜中の Cu 蛍光強度の X 線入射角依存性の測定値(点)とモデル計算値(実線)である。このように複雑な試料でも、解析から各元素の深さ分布が評価でき、熱処理による界面変化が評価できた。

[文献] 1. Naoki Awaji et al., Jpn. J. Appl. Phys., Vol.39 (2000) pp.L1252

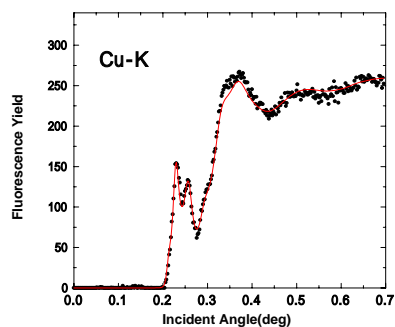


図1 GMR 試料の斜入射蛍光測定

サンビーム研究発表会

8/03/2001

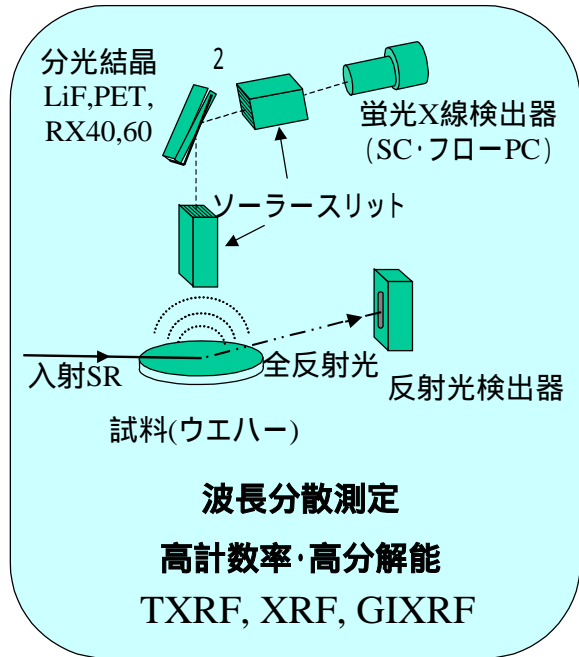
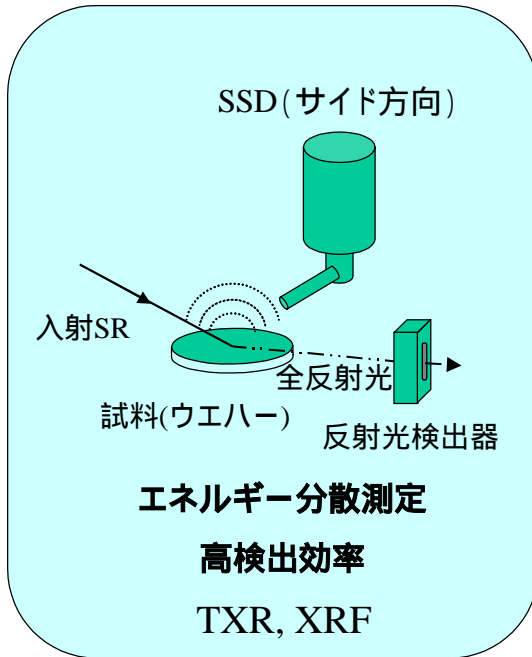
斜入射蛍光 X 線装置を用いた多層薄膜、ウエハ表面分析

Grazing incidence x-ray fluorescence of wafer surfaces
and multilayer thin films

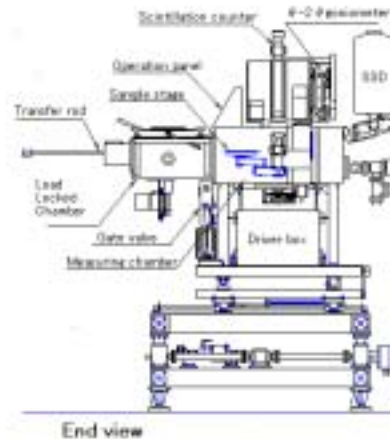
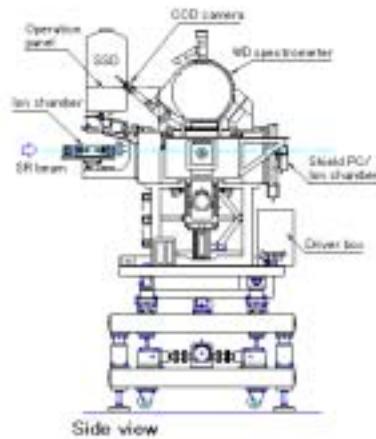
富士通研究所 デバイス製造分析研究部

淡路 直樹

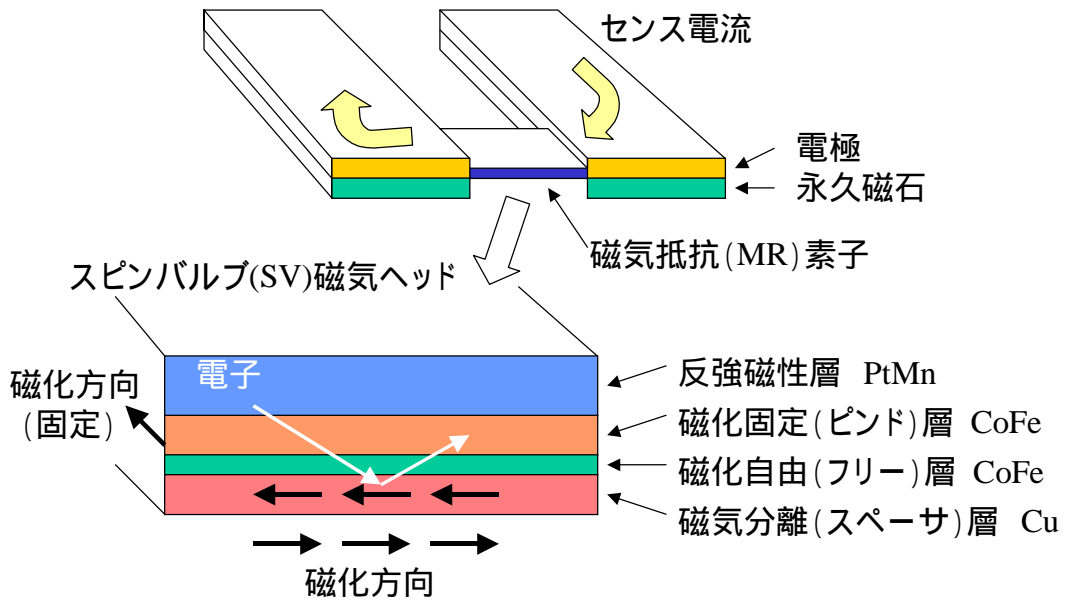
斜入射蛍光X線分析装置 (2種類の分光法が可能)



ウエハ表面分析への応用: Jpn.J.Appl.Phys. Vol.39(2000) pp.L1252

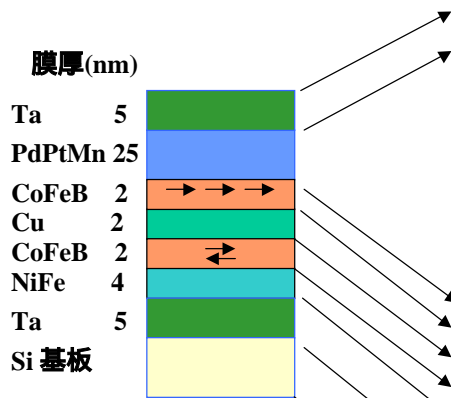


GMR (giant magnetoresistance)多層膜構造



スピバルブ(SV)試料

TEM写真



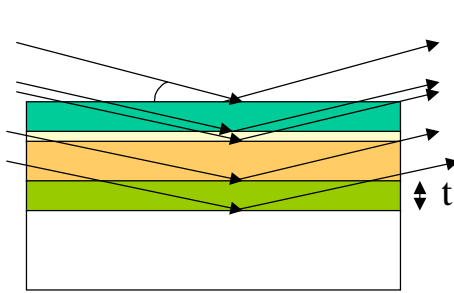
熱処理: PdPtMn規則化

1. 無し
2. 390 3hrs

5 nm

X線反射率による多層膜厚・界面評価

各層界面の屈折率の差による反射X線の干渉振動から膜厚・界面凹凸を評価する。



干渉周期: $2 = / t$ (rad)

t: 膜厚, : X線波長 1 ~ 2

よって薄い膜の評価に適している。

複素屈折率 $n = 1 - i$

$$= r_e N_0 (Z + f') / A$$

$$= r_e N_0 f' / A$$

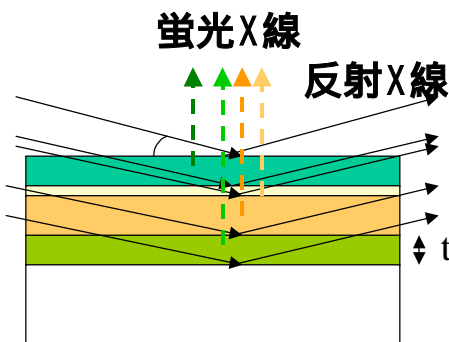
界面 i での反射強度 $r \sim (n_{i+1} - n_i)^2 \sim (i+1, i)^2 + (i+1, i)^2$

(1) MR膜の場合、Cu, CoFe, NiFeなど密度、原子番号が近いため、それらの界面での反射が弱く、干渉から各々の膜厚を決定することが難しくなる。

(2) X線反射率では、元素に関する直接情報が無いため、拡散などの評価が難しい。

斜入射蛍光X線分析

蛍光X線強度の入射角依存性から元素分布(膜厚、界面)および元素拡散を評価する。



理論

1. A. Krol, C. J. Sher, Y. H. Kao, PRL 38B(1988)8579

2. D. K. G. de Boer, PRL 44B(1991)498

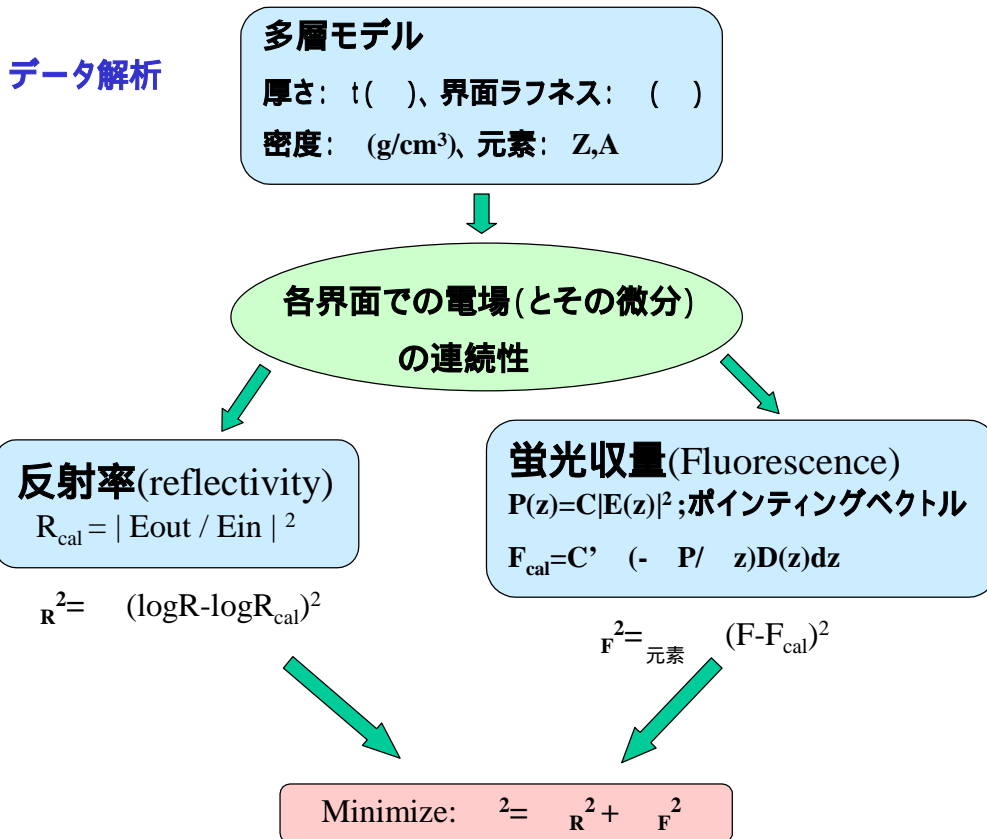
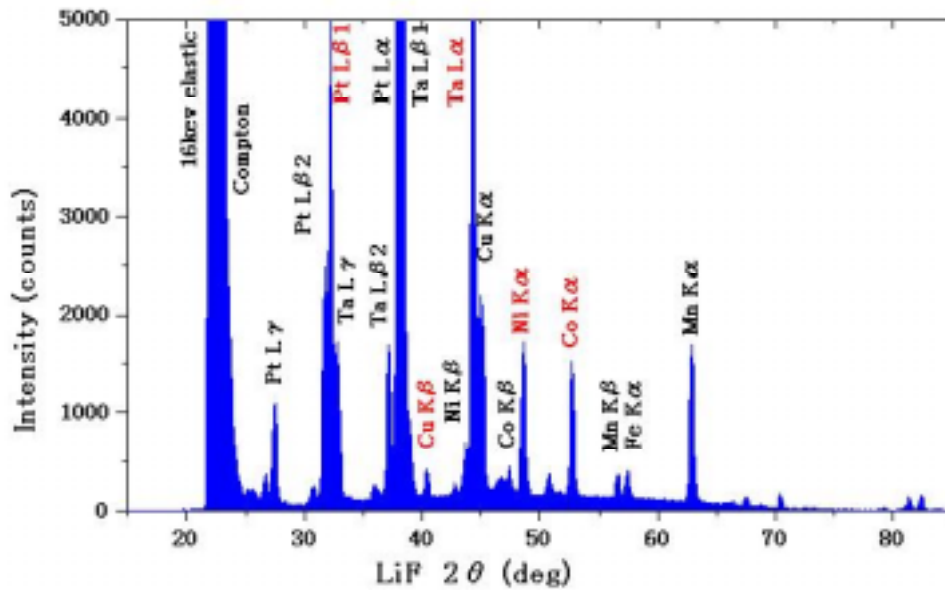
最近まで普及していない理由

1. 反射X線測定に比べ、蛍光X線は強度が弱く、高精度なデータが取れない。
2. 複雑な多層膜では、蛍光X線のみで構造を議論するのは難しい。

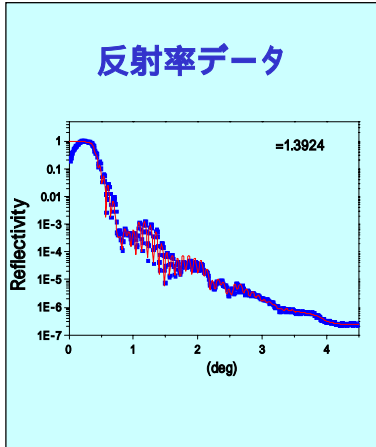
今回の研究

1. Spring-8高輝度アンジュレータ光を利用し、高計数率でS/Nの良い波長分散型蛍光X線検出方式を用いることにより高精度のデータ取得。
2. 蛍光と反射データを同時に解析することで、結果の信頼性(解の一意性)と精度を確保。

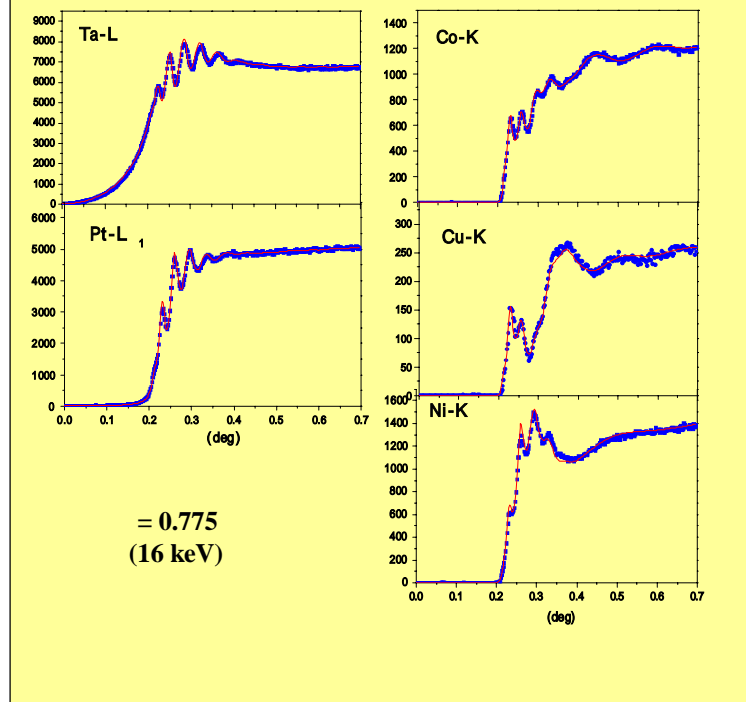
GMR試料の蛍光X線エネルギーสキャン



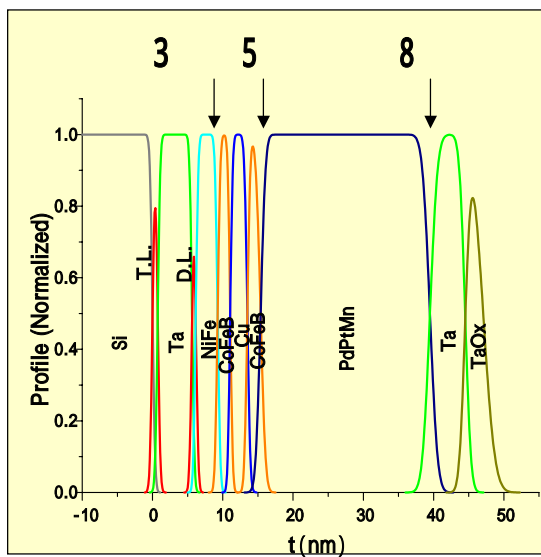
入射角依存性



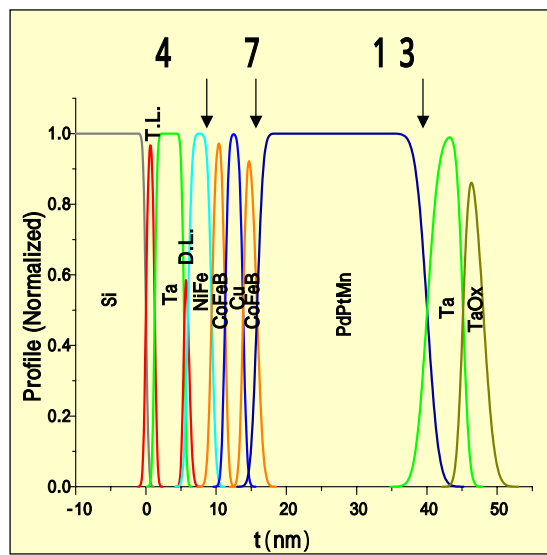
斜入射蛍光X線データ



界面凹凸の変化



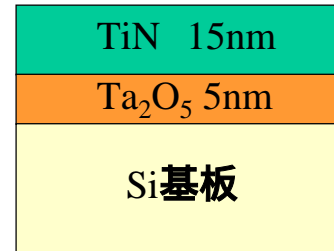
熱処理前



390、3 hr 熱処理後

高誘電体メタルゲート構造の耐熱性評価

高誘電体メタルゲート構造
W/TiN/Ta₂O₅/Si

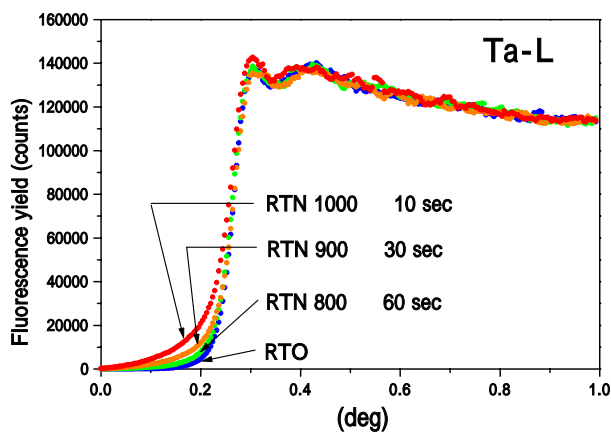


試料構造

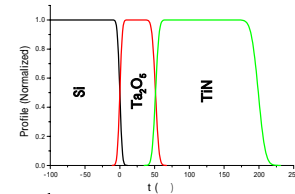
試料熱処理条件

- (1) Ta₂O₅成膜後、RTO(800 °C, dry O₂, 30sec)で結晶化
- (2) (1) + RTA(800 °C, N₂, 60sec)
- (3) (1) + RTA(900 °C, N₂, 30sec)
- (4) (1) + RTA(1000 °C, N₂, 10sec)

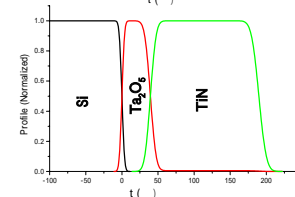
GIXRF測定



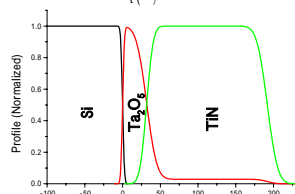
900 °C以上でTaが拡散する。800 °C以上の熱が掛かからないプロセスが必要。



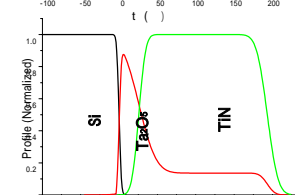
RTO
なし



800
60sec



900
30sec



1000
10sec

まとめ

1. 波長分散方式により、高精度の斜入射蛍光X線角度分布が取得できた。
2. 10層からなるGMRヘッド用スピナルブ膜について、各層の元素の蛍光X線の角度依存性は、多層膜中の電場計算により、良く再現できた。
3. 蛍光X線データを用いることで、従来、反射率のみからでは分離が難しかった、Cu、CoFe、NiFeなど、原子番号や密度が近い元素も分離評価できるようになった。
4. この手法は、スピナルブ膜以外の多層膜にも利用でき、元素の拡散なども評価できる。

(blank)

