

## 6. シリコン絶縁膜のX線反射率解析

ソニー(株) TSセンター解析技術部 劉 光佑

Kuangyu.Liu@jp.sony.com

X線反射率法は、多層構造の試料解析に有用な手法だが、膜が薄く、層界面の密度差が小さいシリコン絶縁膜等では、情報抽出が極端に困難になる。得られる物性情報は、表面・界面反射の干渉に起因するが、膜が薄いと反射率の振動の周期が長くなり、界面での密度差が小さいとフレネル反射が小さくなって振動の振幅が小さくなり、いずれも情報量が減るためである。

(i)長周期で、振幅の小さい振動を十分カバーするため、高輝度なBL16XUの挿入光源と精密X線回折装置を用いて反射率測定を行った。結果、10桁に迫るダイナミックレンジで、フィッティング解析に耐え得る情報量を持つ反射率曲線が得られた(図1)。これは $\text{SiNx}/\text{SiOx}/\text{Si}$ (基板)の構造を持つシリコン絶縁膜試料の測定例であるが、試料の2層構造に由来する

振幅変調が明瞭に現れている。

(ii)データ処理にMEM法を導入した結果、フーリエ変換で困難だった膜厚パラメータの初期値決定を適切に行うことができた(図2)。

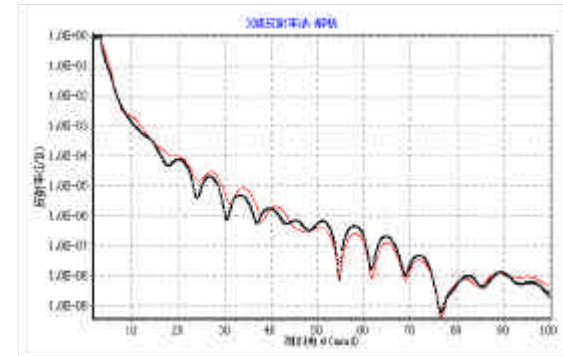


図1 反射率フィッティング結果

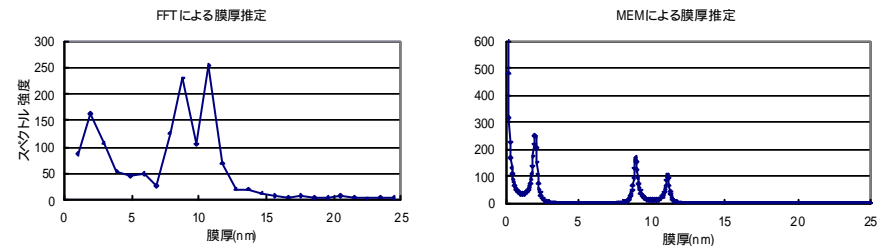


図2 膜厚情報の抽出 : FFT法とMEM法の比較

# シリコン絶縁膜のX線反射率解析

ソニー (株)

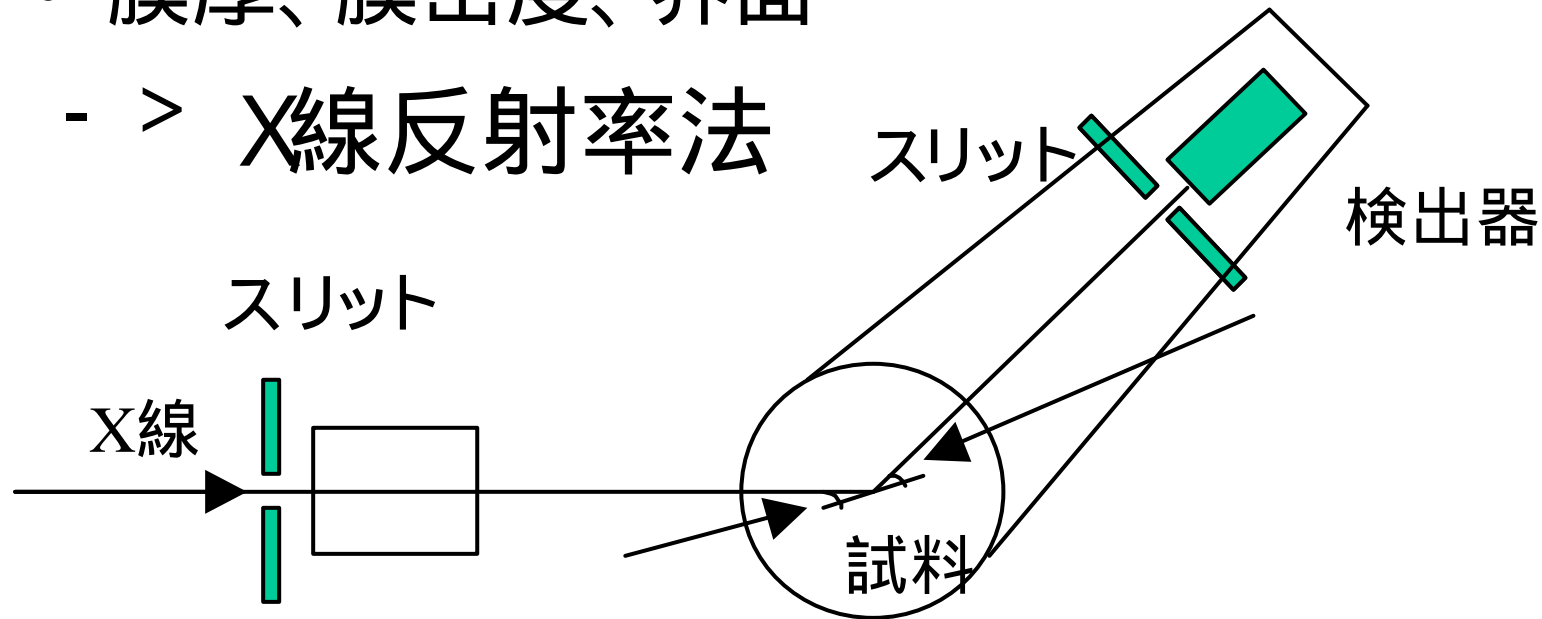
TSセンター解析技術部

劉 光佑

# 目的

- 極薄シリコン絶縁膜 (1 ~ 10nmオーダーの酸化膜、窒化膜) の多層構造の物性情報を非破壊で得られる手法の確立。
- 膜厚、膜密度、界面

- > X線反射率法



# 試料の構造

・テスト用サンプル :SiN/SiO/Si (基板) の  
2層構造からなる。

SiN	約9nm
SiO	約2nm
Si (基板)	

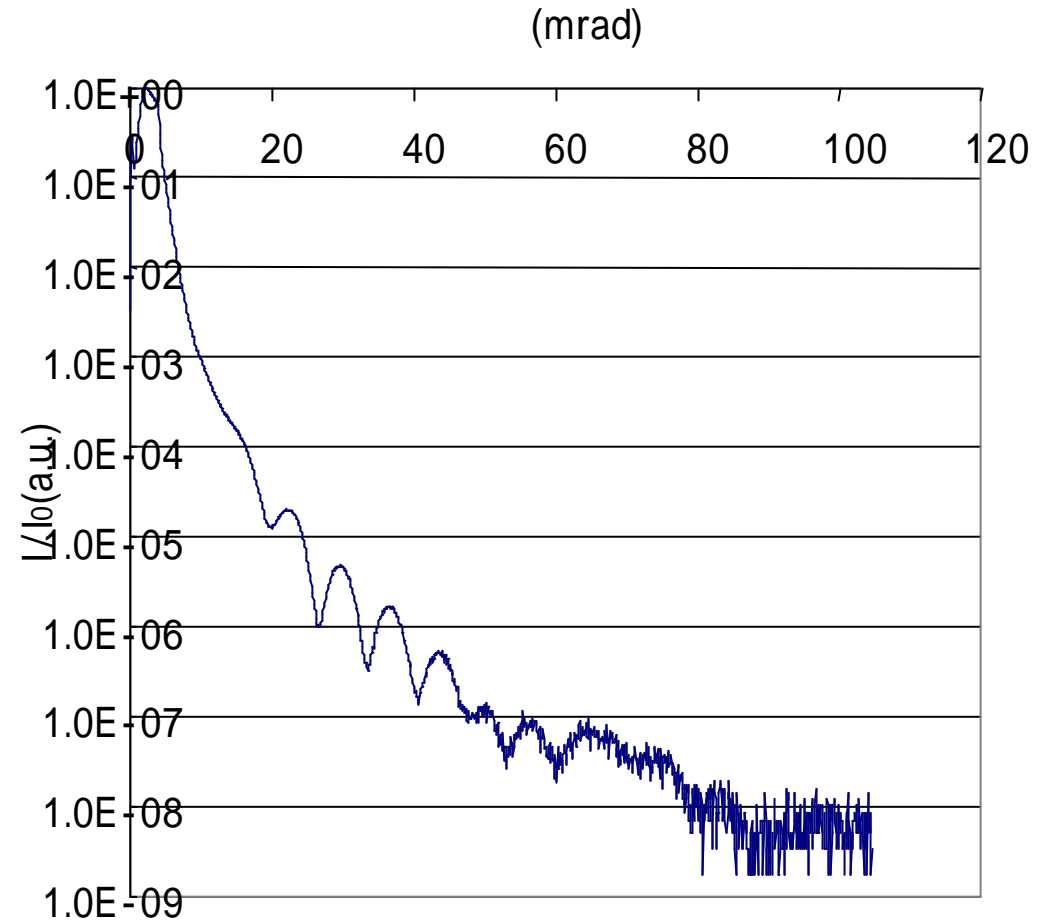
# X線反射率法

膜厚 振動周期

密度 振動振幅

ラフネス

振動減衰



# 薄膜測定の問題

## 情報量不足

試料「薄」 振動周期が長くなる

範囲を広く取る必要性がある

・しかし、従来の光源では力不足だった。

高角側で情報が得られない

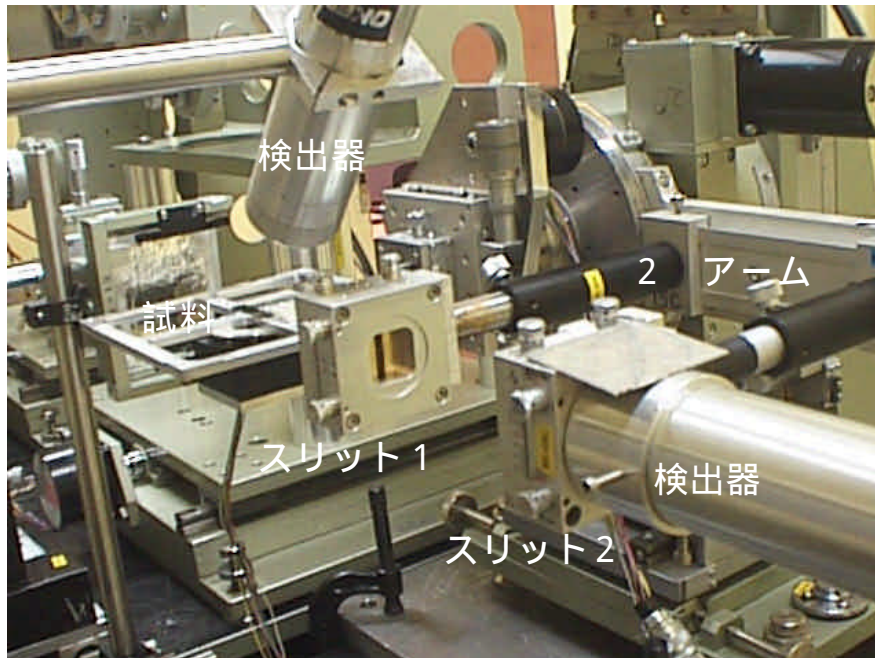
・そこで、BL16XU (挿入光源)を使った。

同じ波長 (1.38 )での比較例を示す。

PF BL15C (BM) 対 SPring-8 BL16XU (ID)

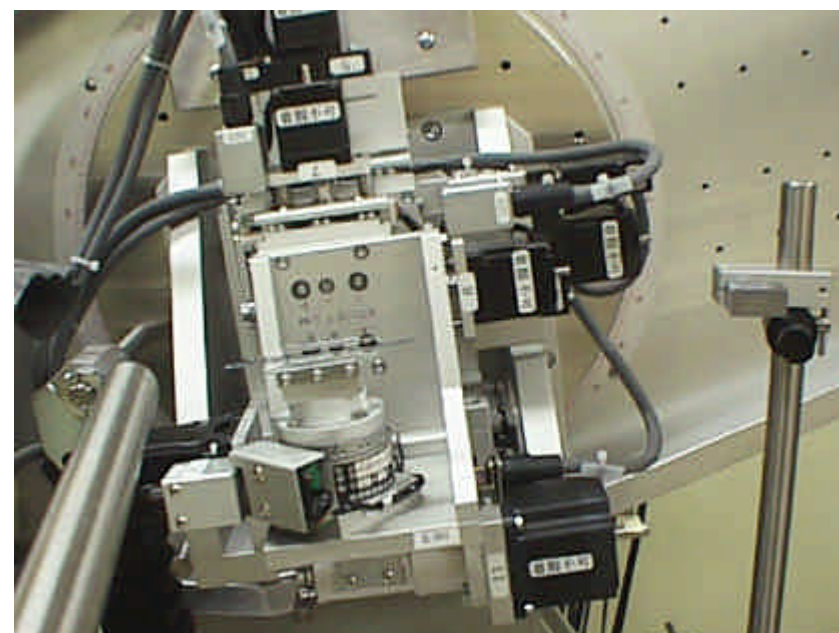
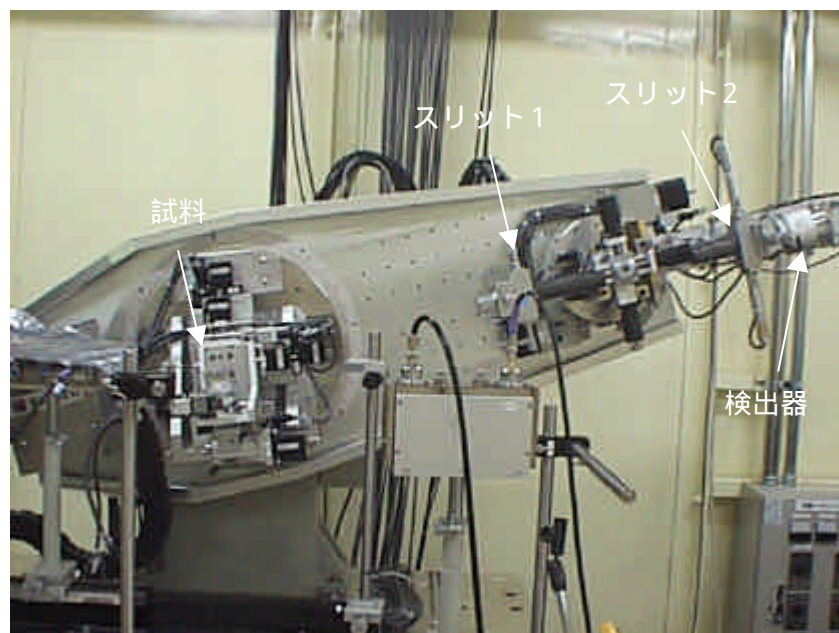
# PFでの測定

- ・装置： -2 駆動精密ゴニオメーター、自作アタッチメント・自作制御ソフト
- ・光源 高エネルギー加速器研究機構：放射光実験施設BL15C 偏向電磁石光源
- ・モノクロSi(111) 2結晶 X線波長：1.38 ビーム径 縦0.1 mm×横2 mm
- ・測定法 Step Scan (測定点ごと駆動を停止して、所定時間データを蓄積する)
- ・角度範囲 ( ) : 0.04° ~ 5.36° (0.70 ~ 93.5 mrad)



# SPring-8での測定 (C01A16XU-3007-N)

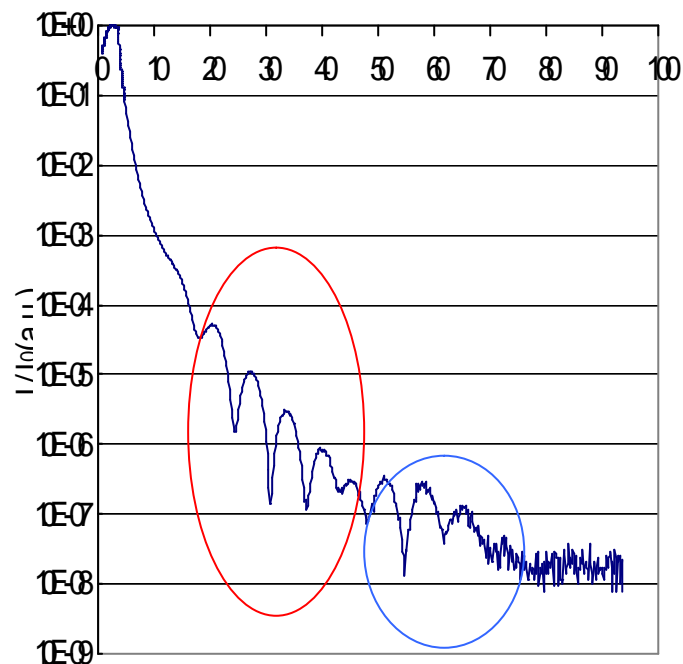
- 装置： -2 駆動精密ゴニオメーター (X線回折装置)、自作制御ソフト
- 光源 SPring-8産業用専用BL：BL16XU 挿入光源 (アンジュレーター)
- モノクロSi (111) 2 結晶 (回転傾斜型)
- X線波長：1.38      ビーム径 縦0.2 mm×横0.5 mm
- 測定法 Step Scan (測定点ごと駆動を停止して、所定時間データを蓄積する)
- 角度範囲 ( )：0.125° ~ 8.21° (2.18 ~ 143 mrad)





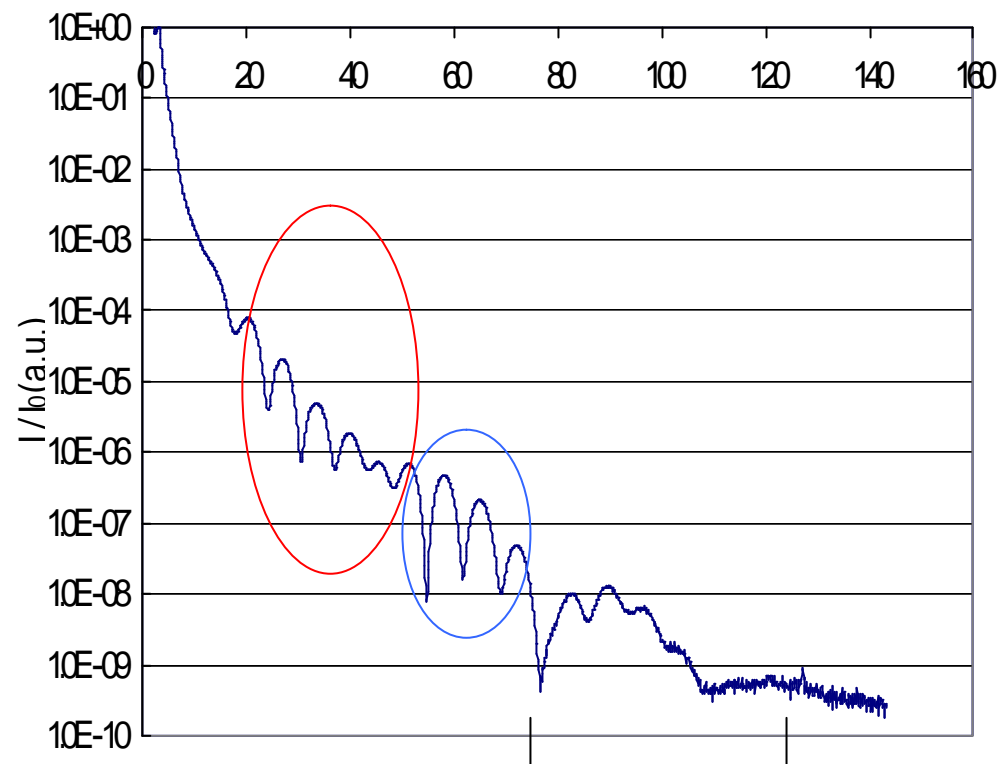
# PF-BL15C

(ma)



# VS SP8-BL16XU

(ma)



BL16XU ならではの情報

# データの情報量が増えた

(従来)データ量が足りない

パラメーターフィッティングをすると、多数の解が出る。(どのようによでも収束してしまう)

(今回)データ量が格段に増えた

逆に今度は解がなかなか見つけられない。

適切な初期パラメータを与えていないため  
(作業者の勘だけでは到底無理)

# 初期パラメータを与える方法

- パワースペクトル推定により、膜厚初期値を与える。
- FFTを使ったパワースペクトル推定

(問題点)

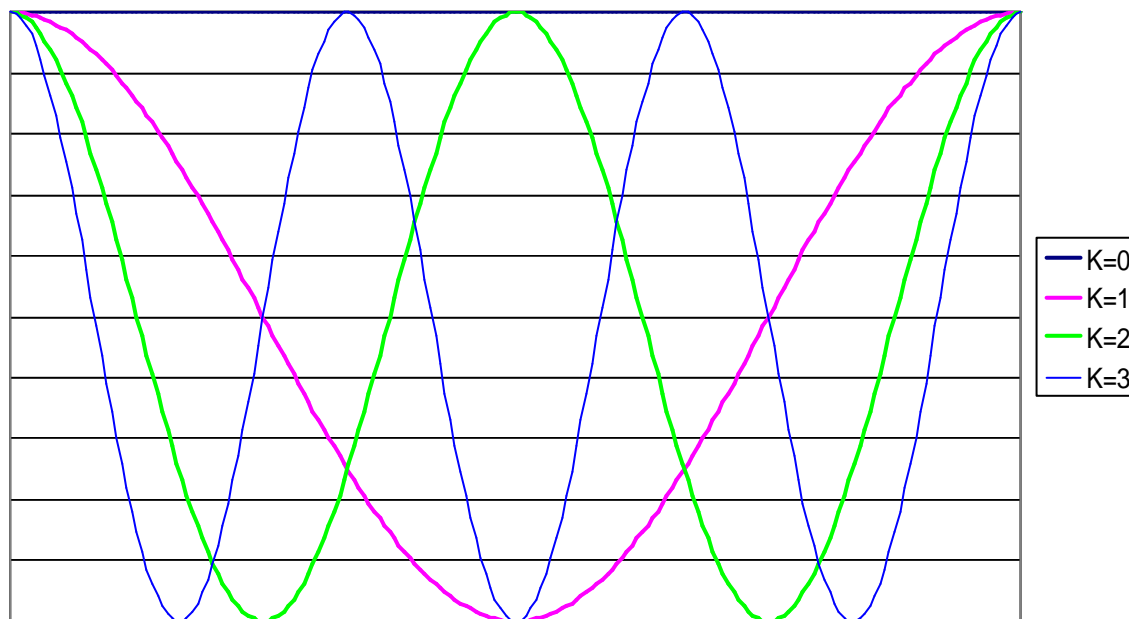
生のデータ = (角度、強度) の組から成る  
離散データ。

離散フーリエ変換 
$$H_n \equiv \sum_{k=0}^{N-1} h_k \exp\left(\frac{2\pi i k n}{N}\right)$$

# 離散フーリエ変換の問題点

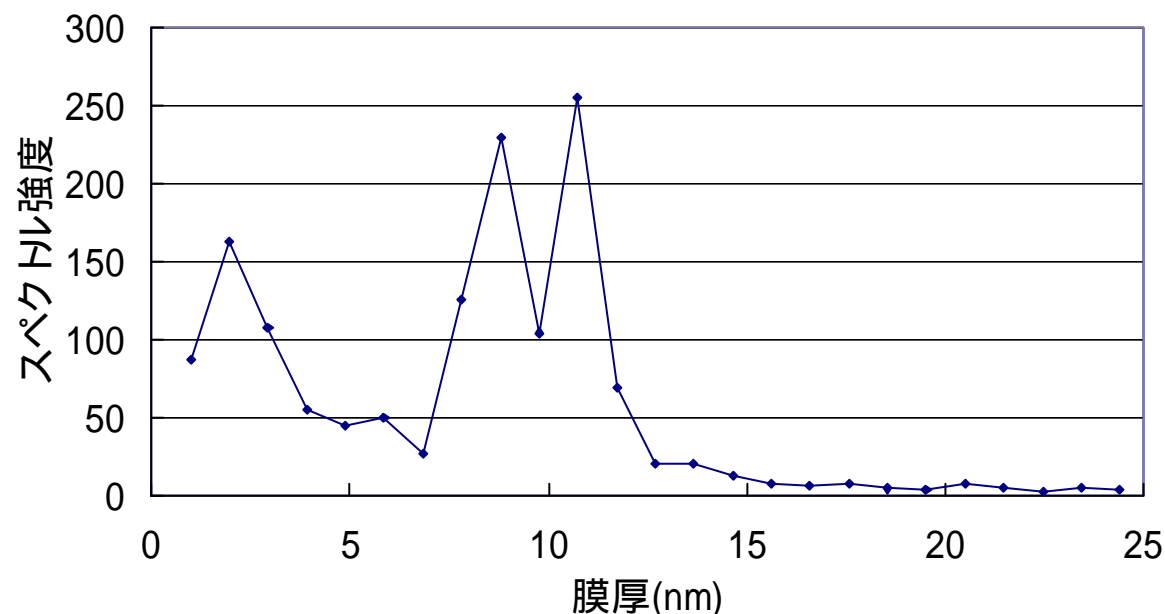
- 測定範囲に比して長周期振動成分の波数の精密な決定は困難。

- 測定範囲をフーリエ変換するときの成分



# 離散フーリエ変換での膜厚推定

FFTによる膜厚推定

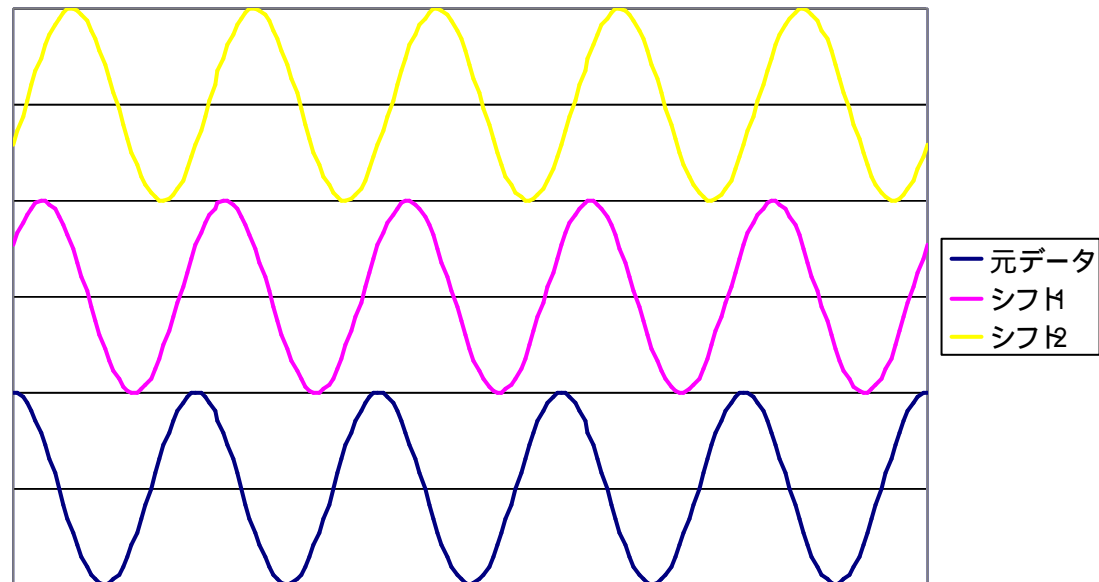


- 約1nmステップでしか情報が得られない。
- 膜厚薄くなるほど、ステップ間隔が広がる。  
フィッティングの初期値として使えない。

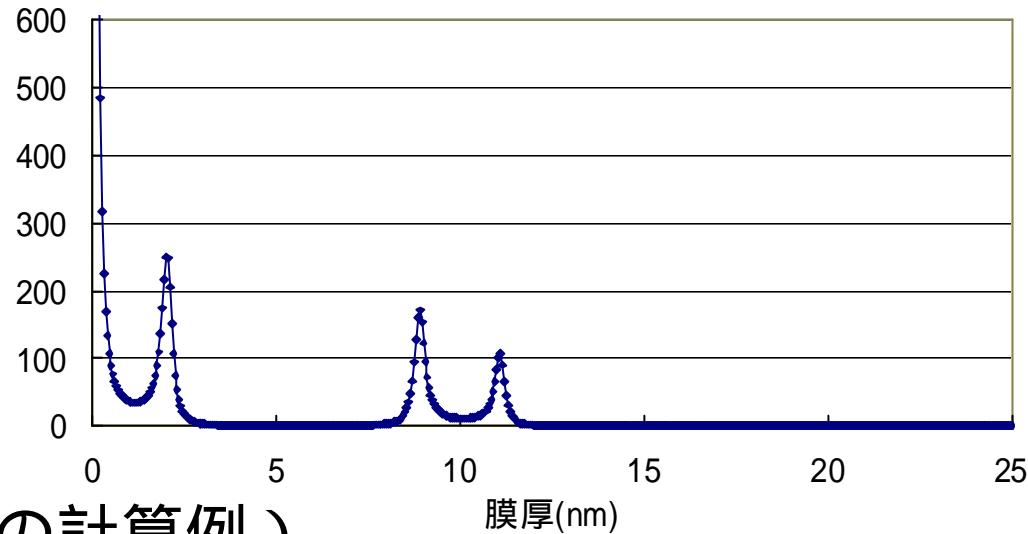
# そこでMEM法 (最大エントロピー法)

- 「自己相関」を使ってパワースペクトルを求める方法の一種。少しずつシフトして元のスペクトルとの重なり具合を計算する。

(イメージ)



# MEMでのパワースペクトル



(次数300での計算例)

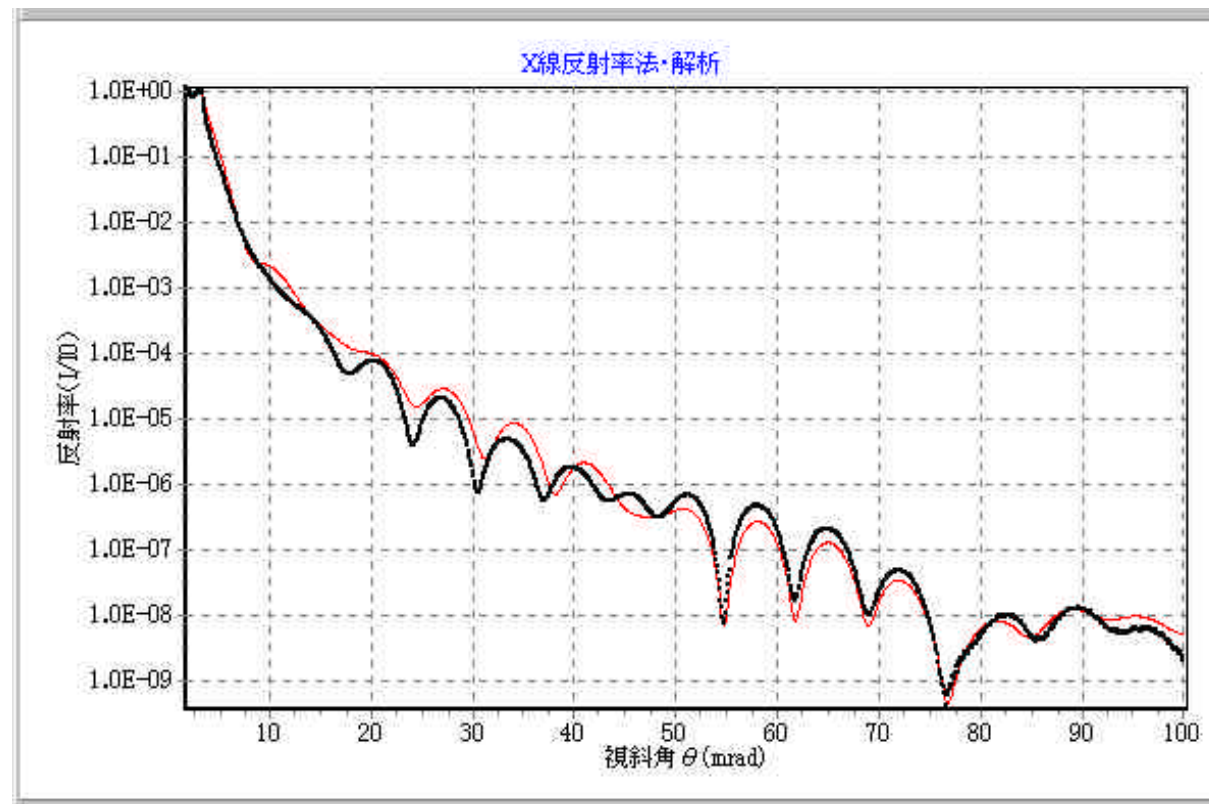
- 鋭いピークが見出される。
- 膜は基本的に2層構造である (設計のとおり)。
- ピーク位置は、2.05、8.9、11.1 (nm) であり、それぞれ、SiO層、SiN層、(SiN+SiO)層に対応しているもの判断できる。これを各層の初期値としてパラメータフィッティングする。

# パラメーターフィッティング

- パラメーター : 層膜厚、層密度、ラフネス
- 初期値 : 膜厚—MEMで求めた値  
密度—既知のバルクの値  
ラフネス—ベアウエハを仮定して  
フィッティングした初期値
- フィッティング : Powell法  
(偏微分を使わない方法)



# パラメーターフィッティング結果 (黒 : データ点、赤 : フィッティング曲線)



# まとめ

第一の課題 :従来、薄膜測定に情報不足だった  
挿入光源を用いた測定精密化で解決

第二の課題 :パラメーターフィッティング困難  
MEM法利用で得られた値を初期値として付与する  
ことにより解決 (得られたパラメータも妥当)

今後実用化を目指し、多層 (> 2)膜構造への適用、  
界面の粗さ情報等の検討をする