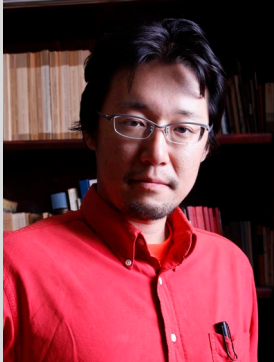


SEM によるナノ計測を支える認証標準物質



熊谷和博

くまがいかずひろ
quaz.kumagai@aist.go.jp
産業技術総合研究所
計量標準総合センター
物質計測標準研究部門
表面・ナノ分析研究グループ
主任研究員

2010年筑波大学数理物質科学研究科終了。博士(工学)。物質・材料研究機構ポスドク研究員を経て2013年産業技術総合研究所入所。SEMの像形成原理の研究、SEMによるナノ材料計測技術の開発および関連標準物質開発に従事。

共同研究者
黒河 明 (産総研)
本研究はISO/TC 202/SC 4 国内委員会、研究産業・産業技術振興協会の協力を受け実施したものです。

走査電子顕微鏡画像の像分解能(ボケ量)を評価するための認証標準物質「NMIJ CRM 5207-a タングステンドットアレイ」を開発しました。このCRMはシリコン基板の上にタングステンドットが格子状に並んだ構造をもち、認証値であるドットピッチにより電子顕微鏡の倍率校正を、また、そのドットエッジを利用しDR法による分解能評価を行うことができます。本CRMを用いた簡便な分解能評価法は、装置性能評価をはじめ、装置の状態管理や客観的なオペレータ習熟度評価への応用に期待がもたれます。

NMIJ 認証標準物質

産総研計量標準総合センター(NMIJ)では、特性値が正確に値付けされた認証標準物質(CRM)を開発・供給しています[1]。CRMは分析機器の校正、分析法の妥当性評価などに用いられ、産業技術や研究開発を支える重要な役割を担っています。現在NMIJから約200種類のCRMが供給されていますが、本稿ではその中から電子顕微鏡用のCRMについてご紹介します。

SEMにおける像分解能評価

16世紀末にオランダのJassen親子により発明された光学顕微鏡以来、顕微鏡技術は自然に対する我々の視野を広げ、科学の発展に重要な役割を果たしてきました。より微細な試料を観察するために開発された電子顕微鏡の一つに走査電子顕微鏡(SEM)があります。SEMは収束した電子線で試料を走査しながら、試料表面から発生した二次電子を信号として検出することで顕微像を得る観察手法で、幅広い研究分野で利用されています。

どの程度明瞭なSEM像が得られるかを示す像分解能は、装置カタログにも「加速電圧15kVで二次電子像分解能1nm」などと表示されており、ユーザに大きな影響力をもつ性能指標といえるでしょう。また言い換えれば、像分解能とは像がどの程度のボケを含んでいるかを示す指標でもあり、ナノスケール材料のサイズ測定においては計測の不確かさを見積もる上でも重要な値です。

SEMは商用機の登場以来、既に半世紀以上の歴史を持ちますが、幾つかの異なる像分解能の定義・評価方法が存在し、しばしば議論の混乱を招いてきました。そこで近年、国際標準化機構(ISO)のISO/TC 202/SC 4では像分解能の一つである「像シャープネス」を導入し、SEM像分解能評価の国際標準化を進めています。これまで2011年に技術仕様書(TS)[2]が発行され、現在、この技術仕様書で取り扱われている

DR(Derivative)法を発展させる形で国際標準(IS)の完成を目指し、議論が進められています。

像シャープネス評価法の概要

DR法では撮影されたデジタルSEM画像を定められた手順に従い解析することで、その像シャープネス(ボケ)を評価します[2,3]。図1aに示すようにSEM画像中の粒子輪郭線に垂直な方向に、背景から粒子にかけての輝度変化(ラインプロファイル)を抽出し、誤差関数でフィッティングします(図1b)。誤差関数の傾きを記述するパラメータ σ より、像シャープネス値は $\sqrt{2}\sigma$ として求められます。この様に多数のラインプロファイルを画像全体にわたって評価することで、その画像に対するシャープネス値を決定します。

像シャープネス評価用試料の必要性和備えるべき特徴

像分解能を評価する主な目的には装置性能の評価やSEMオペレータ技能の見える化などが挙げられます。一方、像シャープネス値はSEM像一枚一枚に与えられる量であり、像形成に関する全ての要因を反映した値となります。SEM像は

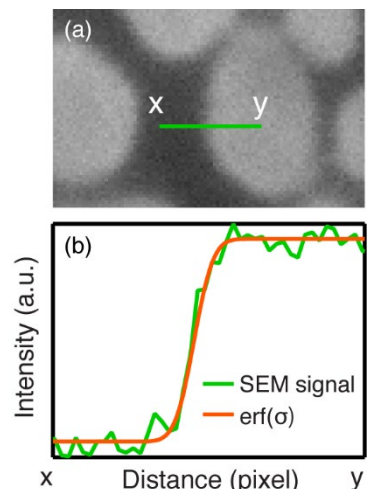


図1 (a)粒子のSEM画像と(b)DR法による像シャープネス評価の原理

その形成原理から、装置の電子光学系や観察条件のほか、試料にも依存します。したがって、上に挙げたような目的で像シャープネス評価を行う際には少なくとも試料というパラメータは固定する必要があります。このとき、試料は素性が明らかでかつ、均質なものが望ましいでしょう。

では、像シャープネス評価にはどのような試料が適しているのでしょうか。技術仕様書の要請や利便性を考慮すると、像シャープネス評価用試料は以下の特性を満たしていることが望ましいと考えられます。(1) 同一の試料で倍率校正および像シャープネス評価が可能であること。(2) エッジ効果や帯電などによる像コントラスト異常を生じないこと。(3) 広範な加速電圧範囲で像コントラストが安定していること。(4) 粒子状の構造を持つこと、です。

像シャープネス評価用認証標準物質の開発

以上の4つの条件を考慮し、本研究ではシリコン基板上にタングステンドットが一定のピッチ d で格子状に配置されたドットアレイを基本構造にもつ像シャープネス評価用試料をデザインし、半導体プロセスにより作製しました(図2a) [4]。SEM像中のタングステンドットはシリコン基板に対して明コントラストを示し、そのコントラストは汎用SEMの加速電圧範囲で安定しています(図2c)。ドットピッチ d は値付けされ既知であり、この値を利用してSEM画像のピクセルサイズを決定(倍率校正)することが可能です。倍率校正された画像に対してドットのエッジ部分を利用しDR法による像シャープネス評価を行うことで、像シャープネス値を長さの次元で求めることができます。さらに、図2bに示すように、同一チップ状にドット径・ピッチの異なる3種類のドットアレイA、B、Cを配置することで、汎用SEMがカバーする幅広い観察倍率範囲で利用に対応しています。

本試料はNMIJでの認証プロセスを経て、ドットピッチを認証値とする認証標準物質「NMIJ CRM 5207-a タングステンドットアレイ」として、2018年度より供給が開始されました[1]。

ドットピッチの値付けと不確かさ評価

本CRMには、表1に示すように認証値ドットピッチ d とその不確かさが与えられています。ここではドットピ

ッチを「隣接するドットの平均重心間距離」と定義し、SEM像を解析することで、ドットピッチを求めました。ウェハ上から無作為に抜き出した10サンプルについて、アレイごとに合計6600ピッチを測定し、その平均値をドットピッチとしました。

ドットピッチの不確かさは、試料の均質性およびSEM観察に関する不確かさ要因を考慮し、その値を決定しました。試料均質性評価ではドットピッチの総平均、試料間変動、視野間変動、アレイの行間変動、ドットピッチ間変動、繰り返し測定変動に対する不確かさを考慮し、これらの影響を分散分析により求めました。SEM観察に関する不確かさ要因として、倍率校正、画像量子化、画像解析、および観察時の試料傾斜による不確かさをそれぞれ評価しました。これらの不確かさを合成し合成標準不確かさ及び拡張不確かさ($k=2$)を決定しました。この拡張不確かさは、信頼水準95%の区間を示し、各ドットピッチに対して約1.3%となっています。

ドットピッチ測定の妥当性は、SEMと深紫外(DUV)回折法によるドットピッチ測定の比較を行うことで検証しています。SEMは各ドット間距離を可視化・測定するミクロスコピックな手法であるのに対し、DUV回折法は直径約1mmのDUVレーザー光をプローブとし、マクロスコピックなドットピッチ情報を与える測定法です。SEMおよびDUV回折の測定値を比較したところ、二つの計測手法が与えるドットピッチは各アレイに対して95%信頼区間で有意な差がなく、妥当な計測がなされていることが示されました。

認証標準物質の活用によるSEM計測の高度化

本CRMを利用することでSEMの倍率校正のみならず、像シャープネス値を利用した装置の状態管理システムの構築や、オペレータ教育の高度化が期待されます。

ナノテクノロジーの発展により、SEMは観察手法としてだけでなく、計測ツールとしても期待が持たれています。信頼性の高い計測を実現するためには、SEMの像形成原理の理解はもとより、装置の維持管理や、計測の妥当性を保証する標準物質が不可欠です。その一助として本稿でご紹介したCRMを是非ご活用いただければと思います。

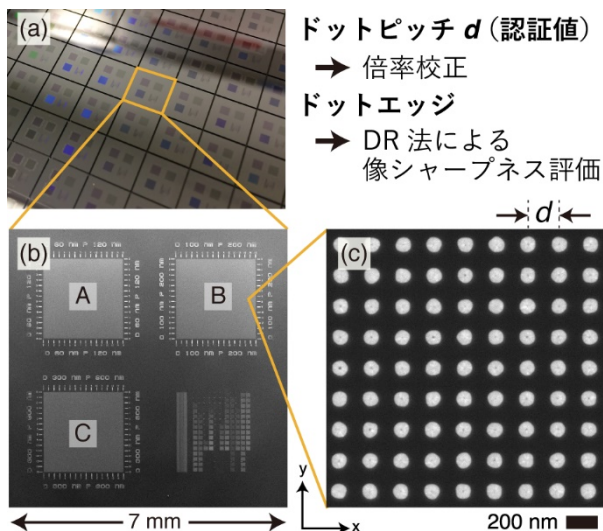


図2 像シャープネス評価用CRMのデザインと構造。

(a)ウェハ上に作製されたCRMと(b, c)そのSEM像。

表1 ドットピッチと拡張不確かさ

ドットアレイ	ドットピッチ (nm) (認証値)	拡張不確かさ ($k=2$) (nm)
A	x	119.0
	y	119.0
B	x	199.1
	y	199.1
C	x	597.7
	y	597.7

参考文献

- [1] NMIJ 認証標準物質 (NMIJ CRM) <https://www.nmij.jp/service/C/>
- [2] ISO/TS24597:2011 Microbeam analysis — Scanning electron microscopy — Methods of evaluating image sharpness. International Organization for Standardization (2011).
- [3] 佐藤 貢, 精密工学誌, 79(11), 1009 (2013)
- [4] K. Kumagai and A. Kurokawa, *Microsc. Microanal.*, 22(S3), 448 (2016).