

結晶 Si ナノ領域におけるボロン不純物分布の 1at.% 分解能 STEM-EELS 分析 1 atomic-percent-resolution STEM-EELS analysis of boron impurity distribution in crystalline Si nano-region

東芝メモリ(株) メモリ技術研究所 浅野孝典, 高石理一郎, 田中洋毅, 宮川英典, 齋藤真澄
Institute of Memory Technology Research & Development, Toshiba Memory Corporation,

T. Asano, R. Takaishi, H. Tanaka, H. Miyagawa, and M. Saitoh

E-mail: takanori.asano@toshiba.co.jp

[はじめに] 半導体素子の三次元化や微細化に伴い、シリコン(Si)のナノ領域中のボロン(B)不純物検出は困難になっており、走査透過電子顕微鏡法(STEM)分析技術の向上が期待される。非晶質 Si 中では 1% の B 定量が報告される一方で[1]、結晶 Si 中では定量の報告はなくその要因もわかっていない[2]。本報告では、STEM-電子エネルギー損失分光法(EELS)法の計測とデータ解析技術を組み合わせることで、結晶 Si 中の B EELS 分析の検出下限 1% を初めて達成した。

[実験方法] 5 keV、 $1 \times 10^{16} \text{ cm}^{-2}$ の条件で B⁺ がイオン注入された Si(001) 基板を、一般的な FIB 法を用いて薄片加工した。試料に熱処理は施していない。幅広い B 濃度域を比較するため、Si 基板表面から深さ 30 nm ~ 120 nm の範囲で幅 45 nm の領域を 1.4 nm 間隔で STEM-EELS マッピングした。

[結果] EELS と同一条件で Si 基板を観察した環状暗視野(ADF)-STEM 像を図 1 に示す。Si(400) の面間隔 1.36 Å を明瞭に分離できており、高空間分解能でナノ領域を EELS 分析できることが示唆される。

EELS スペクトルの信号雑音比(S/N)は、電荷結合素子(CCD)検出器のチャンネル間のゲインばらつきにより支配される[3]。そこで繰り返し STEM-EELS マッピングを Gatan 社 DigitalMicrograph® のスクリプトにより実装し、文献[4]において提案されている、検出チャンネルをずらしたデータの整列と積算により高 S/N なスペクトルを得た(図 2(a))。EELS ではべき乗則に従うバックグラウンド(BG)を一般的に推定するが(図 2(b))、Si 中 B では Si L 端が重なるため BG を正確に推定できない。本報告では文献[4]で提案されているスペクトルの差分解析を適用した。具体的には、異なる B 組成のスペクトルの差分を取ることで B K 端信号を分離した(図 2(b))。B 組成の深さ分布の定量結果を二次イオン質量分析法(SIMS)分析結果と合わせて図 2(c)に示す。べき乗則に従う BG を推定する従来手法の場合、Si L 端の一部を B K 端信号に含むため、B 組成を過大評価するが、今回の手法では、結晶 Si 中 B を 1% まで定量できた。分析した TEM 試料の体積を見積もると、Si 原子 5000 個中の B 原子 50 個を分析できたことに対応する。当日は EELS における結晶性の影響を含めて定量の正確さを議論する。

[1] M. Duchamp *et al.*, J. Appl. Phys. **113**, 093513 (2013). [2] N. Nakanishi *et al.*, J. Appl. Phys. **112** (2012) 043518. [3] M. Bosman and V. J. Keast, Ultramicroscopy **108** (2008) 837. [4] N. Sakaguchi *et al.*, Mater. Trans. **52** (2011) 276.

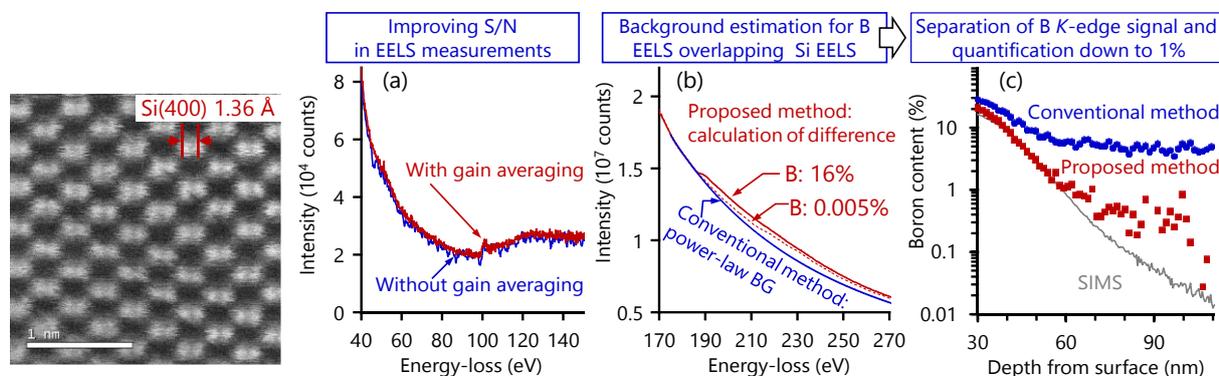


Fig. 1: ADF-STEM image of Si substrate along the $\langle 110 \rangle$ direction under the EELS acquiring condition.

Fig. 2: (a) High S/N measurement technique for suppressing CCD artifact was implemented. (b) A more accurate BG was estimated by taking the difference of EELS spectra of different B content rather than the conventional power-law. (c) By separating B K-edge signal from BG, B content distribution can be analyzed down to 1at.%, which was confirmed by comparison with SIMS.