

# ナノメートルの目盛りを持つ“ものさし”

## 薄膜・多層膜標準物質の開発

角度標準の校正法を取り入れたトレーサブルX線反射率測定装置の開発を行っている。これにより薄膜・多層膜構造の膜厚を国家標準として、更にはトレーサブルした認証標準物質 (GaAs/AlAs 多層膜および極薄 SiO<sub>2</sub> 膜) の供給を目指している。これら標準物質はナノメートルサイズの最小目盛りを持つ“ものさし”として使用されることになるだろう。

We have been developing a traceable X-ray reflectometer (T-XRR) which keeps traceability by using the angle standard. Thickness of thin SiO<sub>2</sub> and GaAs/AlAs multilayer films will be certified by the T-XRR. These certified standard materials are expected to be reference standard materials, and will be rulers with nanometer-size scale.

### 薄膜・多層膜標準物質

多くの工業製品に用いられている薄膜・多層膜材料の微細化にともない、それらの生産には原子レベルでの制御が求められるようになってきた。高性能材料の開発のためには、作製技術のさらなる進歩だけではなく、材料を評価する技術の高精度化や信頼性の確保、評価装置の性能管理が非常に重要になってくる。我々はそのために、薄膜・多層膜構造材料の性質に大きな影響を与える「膜厚」を特性値とした標準物質の開発を行っている。目標とし

ているのは、不確かさが1分子層以下で膜厚が10 nm以下の、国家標準にトレーサブルな標準物質の開発である。

### トレーサブルX線反射率測定装置

薄膜・多層膜標準物質の特性値の決定にはX線反射率 (XRR) 法を用いる。X線反射率プロファイルはX線を試料表面すれすれに入射し、鏡面方向に反射したX線の強度を角度走査しながら測定することで得る。このプロファイルには、表面を含む薄膜構造内部の異なる界面から反射されたX線の干渉により図1 (上) のような干渉パターンが現れる。この干渉パターンの角度周期とX線の波長から膜厚を決定することができる。XRR法は標準物質を必要としない、X線の波長と角度を基準とした膜厚の絶対測定法である。

我々は、国家標準にトレーサブルな特性値を持つ標準物質を開発するため、角度標準へのトレーサビリティを確保した「トレーサブルX線反射率測定装置 (T-XRR)」の開発を行っている (図2)。この装置には自己校正機能付きゴニオメータが用いられており、産総研 計測標準研究部門 長さ計測科 幾何標準研究室により開発された角度標準に用いられた手法を用いて、角度の校正を行っている。試料の平面形状がX線反射強度に影響を与えるため、試

東 康史 あすま やすし

azuma.y@aist.go.jp

計測標準研究部門  
先端材料科 材料評価研究室  
(つくばセンター)

2001年産業技術総合研究所入所。計測標準研究部門先端材料科に所属し、主に薄膜・多層膜標準物質の開発に従事。これまでにSiO<sub>2</sub>/Si多層膜標準物質 (NMIJ CRM 5202-a) の開発に携わった。高品質な標準物質の開発のために、高精度評価技術の開発にも力を入れていきたいと考えている。

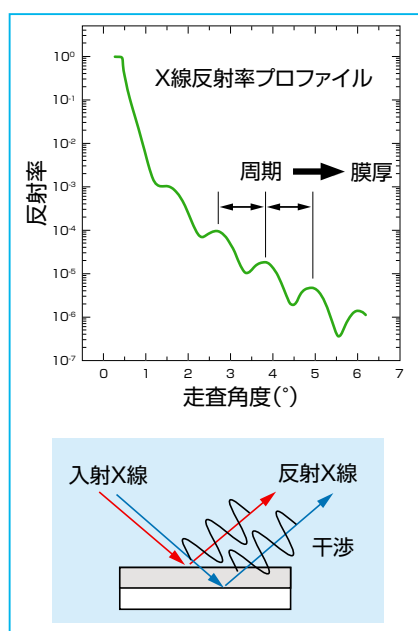
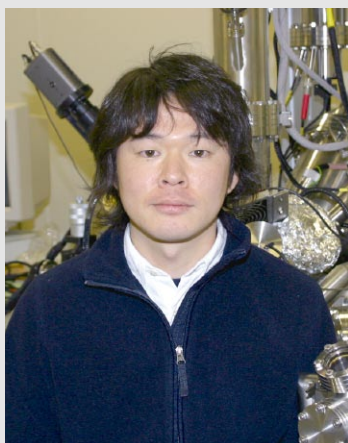


図1 X線反射率プロファイル  
干渉の周期とX線波長から膜厚が求められる。

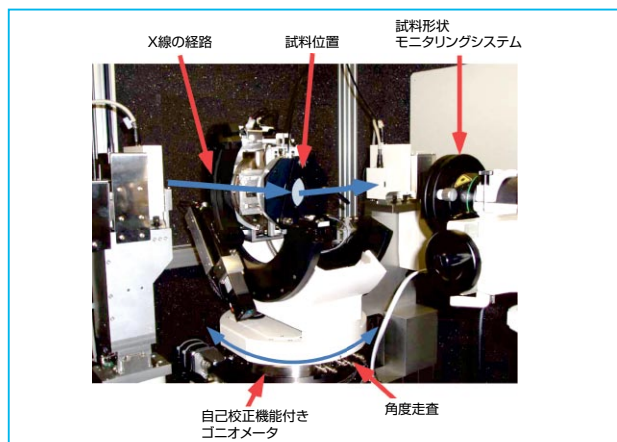


図2 トレーサブルX線反射率測定装置

料の形状による不確かさを低減する目的でT-XRR装置にはレーザー干渉計を利用した試料形状モニタリング装置を搭載しており、*in-situ*でXRR測定と試料形状の測定が可能である。又、高精度な測定を安定して行うために微振動の除去や防音にも注意を払った装置となっている。

### 標準物質の清浄化

平面形状以外に試料由来の不確かさの原因として、試料表面上の水や有機物等の吸着層がある。図3に熱酸化法により作製したSi基板上的SiO<sub>2</sub>膜試料を膜形成炉から取り出した後の“評価膜厚値”の変化の様子を示した。この測定はSiO<sub>2</sub>膜の膜厚測定に良く用いられる分光エリプソメトリーを用いて行った。この変化は実際のSiO<sub>2</sub>膜の膜厚の変化ではなく表面への吸着物の影響によるものである。この膜厚の変化量は24時間でおおよそ0.4 nmであり、この試料の膜厚のおおよそ10%にも相当する。現在目標としている不確かさで特性値を決定し、さらにはこの標準物質を用いるための校正マニュアルを作成するためには、吸着層による不確かさを最小限にする試料洗浄技術を確立する必要がある。ここで求められるの

は試料の膜厚増加や損傷がなく、ユーザーにも容易に用いることができるように、特別な装置・薬品・ガス等を必要とせず、可能な限り安全であり、極めて高い再現性がある手法である。いくつかの方法のうち、もっとも効果的な方法は大気中で試料を加熱する方法であった。400℃で30分間加熱するとSiO<sub>2</sub>膜の膜厚の増加・減少は確認されず、極めて高い再現性で膜厚測定が可能になることが確認できた(図4)。

### 開発中の標準物質

現在、GaAs/AlAs多層膜標準物質

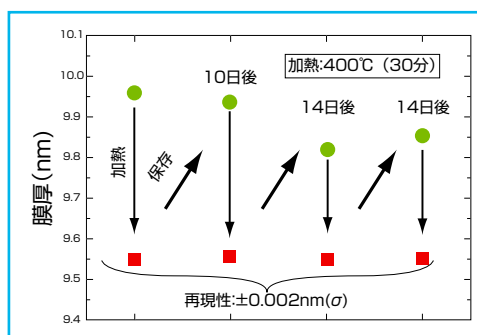


図4 同一試料に対する、加熱(400℃、30分)によるSiO<sub>2</sub>膜の評価膜厚の再現性  
試料は加熱後、大気中で保存した。加熱前の膜厚はばらついているが、加熱後、膜厚はきわめて高い精度で一致する。

### 関連情報：

- 本研究は NEDO 産業技術研究開発関連事業「3D ナノメートル評価用標準物質創成技術プロジェクト」において行われている。
- 共同研究者：(計測標準部門先端材料科) 藤本俊幸、寺内信哉、張ルウルウ、山岸秀一、小島勇夫、(計測標準部門長さ計測科) 高辻利之、渡辺司

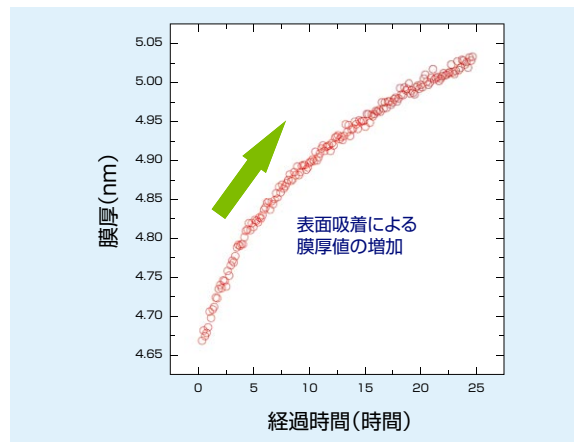


図3 SiO<sub>2</sub>膜のエリプソメトリーによる評価膜厚値の変化  
横軸は試料を膜形成炉から取り出した時間を0としている。(大阪大学大学院工学研究科精密科学専攻・森田研究室との共同研究)

(各層9.5 nm、全6層)と極薄シリコン酸化膜(SiO<sub>2</sub>)標準物質(10 nm以下、数種類)の開発を行っている。これらの標準物質は、平成19年度に産総研計測標準総合センターから標準物質として認証、頒布される予定になっている。現在、一部試料の試験的な配布を行い、さまざまな評価法による試験測定を行っている段階である。

これらの標準物質がナノメートルサイズの最小目盛りを有する“ものさし”として使用されることを期待している。