

(19)日本国特許庁 (J P)

(12)特許公報 (B 2)

(11)特許番号

特許第3057437号

(P 3 0 5 7 4 3 7)

(45)発行日 平成12年 6 月26日 (2000.6.26)

(24)登録日 平成12年 4 月21日 (2000.4.21)

(51)Int.Cl.⁷

識別記号

F I

H01J 37/295

H01J 37/295

H01L 21/203

H01L 21/203

M

請求項の数 3 (全 8 頁)

(21)出願番号 特願平10 - 258971
(22)出願日 平成10年 9 月11日 (1998.9.11)
(65)公開番号 特開2000 - 90867 (P 2000 - 90867 A)
(43)公開日 平成12年 3 月31日 (2000.3.31)
審査請求日 平成11年 9 月 2 日 (1999.9.2)

(73)特許権者 396020800
科学技術振興事業団
埼玉県川口市本町 4 丁目 1 番 8 号
(72)発明者 鯉沼 秀臣
神奈川県横浜市緑区長津田町4259 東京
工業大学応用セラミックス研究所内
(72)発明者 川崎 雅司
神奈川県横浜市緑区長津田町4259 東京
工業大学応用セラミックス研究所内
(74)代理人 100082876
弁理士 平山 一幸 (外 1 名)
審査官 堀部 修平

最終頁に続く

(54)【発明の名称】並列型高速電子線回折装置

1

(57)【特許請求の範囲】

【請求項 1】 電子銃から出た電子線を偏向する第 1 偏向コイルと、この第 1 偏向コイルにより偏向した電子線を再度偏向する第 2 偏向コイルとを備えた電子線回折装置において、
基板及び基板の所定領域のいずれか、あるいは両方に可動マスクが覆ったりはしったり異なるマスクパターンに順次交換することで元素の組合せが異なる薄膜やそれらの積層シーケンスが異なる薄膜を単分子層ごとにエピタキシャル成長して形成するコンビナトリアルレーザー分子線エピタキシーにあって、単分子層ごとのエピタキシャル成長している上記基板又は上記基板の所定領域に対して、上記可動マスクと連動して上記第 1 偏向コイル及び上記第 2 偏向コイルを制御して設定した角度で平行電子線を入射しスキャンすることを特徴とする、並列型高

2

速電子線回折装置。

【請求項 2】 前記第 1 偏向コイルと前記第 2 偏向コイルとを電氣的に制御して前記基板の所定領域の任意の位置に任意の入射角度で電子線を入射してロッキングカーブを得るようにしたことを特徴とする、請求項 1 に記載の並列型高速電子線回折装置。

【請求項 3】 電荷結合素子で時系列に取り込んだ電子線回折像を各ピクセルごとに収集し、かつ、独立して並列的に処理して表示するようにしたことを特徴とする、請求項 1 又は 2 に記載の並列型高速電子線回折装置。

【発明の詳細な説明】

【 0 0 0 1 】

【発明の属する技術分野】この発明は、電子線を任意の角度で平行に走査して広範囲又は複数の領域で薄膜のエピタキシャル成長を分子層単位で正確に制御し且つその

モニタリングをするための並列型高速電子線回折装置に関する。

【 0 0 0 2 】

【従来の技術】従来の高速電子線回折装置（以下、「R H E E D」という）では、試料の一部に電子線を照射し、その回折像を電荷結合素子（以下、「C C D」という。）でコンピュータに入力し、回折像や強度の変化をモニターしながらエピタキシャル成長薄膜の作製を行ってきた。

【 0 0 0 3 】図 7 は従来の R H E E D の使用状態を示す概略図であり、電子線と試料とを上面から見た図である。図 7 を参照して、従来の R H E E D は電子銃 2 から出た電子が x - y の 2 軸に電磁力を作用する偏向コイル 4 , 4 により曲げられて試料 6 に当たり、反射してスクリーン 8 に当たって C C D 9 で回折強度を検知するようになっており、分子線エピタキシーなどの高真空プロセスで R H E E D を用いることにより電子線の鏡面反射強度が表面の原子一層レベルでの凹凸を反映して振動するので、原子一層精度での成膜及びそのモニタリングが可能になっている。

【 0 0 0 4 】また回折のロッキングカーブをとるためには、電子線を試料に対して入射角を変化させる必要があるが、従来の R H E E D では図 8 に示すように、試料 6 をチルト機構で様々な角度に調節したり、さらに図 9 に示すように、試料 6 を上下移動機構により上下に移動させて電子線の入射角を調節したりすることも行われていた。なお、図 8 及び図 9 において A 及び B は電子銃 2 から出た電子線を示す。

【 0 0 0 5 】しかしながら、従来の R H E E D では、異なる位置の回折像を得るとき試料に対して平行に走査できなかつたため、例えば 1 0 mm 角程度の一枚の基板上に厚さや組成などの異なる複数の薄膜を並行して作製するようなコンビナトリアル合成では、各点での R H E E D 像を独立に並行して収集し、解析することができなかった。さらに回折のロッキングカーブを得る場合、チルト機構で試料を様々な角度に調節させるにはユーセントリックステージが必要であり、機械的機構を作動させるため低速である。また試料を上下移動機構で上下させるには大がかりな機構が必要であり、上下の位置と電子線の偏向を同期させることが必要で、しかも動作が低速である。

【 0 0 0 6 】

【発明が解決しようとする課題】そこで、本発明は以上の点にかんがみ、電子線を任意の角度で入射するとともに平行に走査して、広範囲又は複数の領域で薄膜のエピタキシャル成長を分子層単位で正確に制御し且つそのモニタリングをすることのできる並列型高速電子線回折装置を提供することを目的とする。

【 0 0 0 7 】

【課題を解決するための手段】上記目的を達成するため

に、請求項 1 記載の発明の並列型高速電子線回折装置は、電子銃から出た電子線を偏向する第 1 偏向コイルと、この第 1 偏向コイルにより偏向した電子線を再度偏向する第 2 偏向コイルとを備えた電子線回折装置において、基板及び基板の所定領域のいずれか、あるいは両方に可動マスクが覆ったりはずしたりして原料の異なる薄膜を単分子層ごとにエピタキシャル成長して形成するコンビナトリアルレーザー分子線エピタキシーにあって、単分子層ごとのエピタキシャル成長している基板又は基板の所定領域に対して、可動マスクと連動して第 1 偏向コイル及び第 2 偏向コイルを制御し設定した角度で平行電子線を入射しスキャンすることを特徴とするものである。また請求項 2 記載の発明は上記構成に加え、第 1 偏向コイルと第 2 偏向コイルとを電氣的に制御して基板の所定領域の任意の位置に任意の入射角度で電子線を入射してロッキングカーブを得るようにしたことを特徴とする。さらに請求項 3 記載の発明は、電荷結合素子で時系列に取り込んだ電子線回折像を各ピクセルごとに収集し、かつ、独立して並列的に処理して表示するようにしたことを特徴とするものである。

【 0 0 0 8 】このような構成の本発明では、第 1 偏向コイルと第 2 偏向コイルとを有しているので、電子線を任意の角度で入射することができ、ロッキングカーブを高速に得ることができる。さらに平行電子線を、任意の角度で基板及び基板の所定領域に対して広範囲に走査することができる。したがって、基板の広範囲又は複数の領域で薄膜のエピタキシャル成長を分子層単位で正確に制御し、モニターすることができる。

【 0 0 0 9 】

【発明の実施の形態】以下、図面に示した実施形態に基づいて本発明を詳細に説明する。図 1 は本発明の実施形態にかかる並列型高速電子線回折装置の使用状態を示す概略図であり、電子線と試料とを上面から見た図である。図 1 を参照して、本実施形態の並列型高速電子線回折装置は、電子銃 1 2 と、この電子銃 1 2 から出た電子線を x - y 方向に偏向する第 1 偏向コイル 1 4 , 1 4 と、偏向された電子線を任意の角度に調整し、特に平行にする第 2 偏向コイル 1 5 , 1 5 とを備え、電子線が試料 1 6 に対して任意の角度で平行に走査し反射してスクリーン 1 8 に当たり、C C D 1 9 で鏡面反射強度を検出するようになってい

る。【 0 0 1 0 】その際、コンピュータ 1 1 は R H E E D パターンを C C D とイメージプロセッサを用いて高速に並列処理し、電子線の制御と試料 1 6 の電子線照射領域との対応関係及びこの照射領域の電子線の鏡面反射強度とを集中管理制御している。さらにコンピュータ 1 1 は、第 1 偏向コイル 1 4 , 1 4 及び第 2 偏向コイル 1 5 , 1 5 を増幅器 1 3 を介して電子線の制御をする。

【 0 0 1 1 】次に、本実施形態の並列型高速電子線回折装置の作用について説明する。図 2 は本実施形態の電子

線の軌跡を示す図であり、(a) は試料に対して垂直方向の、(b) は試料面内での電子線の軌跡を示す図である。図 2 を参照して、電子銃 1 2 から出た電子線を第 1 偏向コイルで任意の角度に拡げ、かつ、垂直方向に任意の角度にして走査し、第 2 偏向コイルに入射する。この第 2 偏向コイルで走査する電子線の広がりや平行にするとともに、試料 1 6 の所定領域へ照射するために、走査する電子線の角度を調節する。このように本実施形態では試料 1 6 を平行電子線で走査でき、試料の所定領域をねらって、つまり入射角度を調節して平行電子線を走査することができる。

【 0 0 1 2 】次に、回折のロッキングカーブをとる方法を説明する。図 3 は本実施形態でロッキングカーブをとるための動作を示す概略図である。図 3 を参照して、試料に対して鈍い入射角度にする場合、電子銃 1 2 から出た電子線を第 1 偏向コイル 1 4 , 1 4 で所定角度に調節して第 2 偏向コイル 1 5 , 1 5 に入射し、この第 2 偏向コイルで所定角度に調節して試料 1 6 に電子線が入射する。なお、本実施形態では試料 1 6 を固定したままである。試料 1 6 に対して鋭い入射角度にする場合、電子銃 1 2 から出た電子線を第 1 偏向コイル 1 4 , 1 4 で所定角度で下方に曲げて第 2 偏向コイル 1 5 , 1 5 に入射し、この第 2 偏向コイルで所定角度で上方に曲げて試料に電子線が入射する。なお、試料面内の電子線の走査は図 2 で説明したように平行電子線にできる。

【 0 0 1 3 】このように本実施形態では、第 1 偏向コイル 1 4 , 1 4 及び第 2 偏向コイル 1 5 , 1 5 の電気的制御だけで、試料 1 6 の任意の位置へ任意の入射角度で電子線を走査することができる。したがって、本発明では機械的機構を必要としないため、高速に回折のロッキングカーブを得ることができる。

【 0 0 1 4 】次に、本実施形態の並列型高速電子線回折装置をコンビナトリアルレーザー分子線エピタキシーに適用した例を用いる場合の動作を説明する。コンビナトリアルレーザー分子線エピタキシーは固体原料のターゲットにレーザー光を照射して気化し、この気化した原料に対して基板又は基板の所定領域を可動マスクが覆ったりはしたりして原料の異なる薄膜を単分子層ごとにエピタキシャル成長して形成するものである。

【 0 0 1 5 】図 4 はコンビナトリアルレーザー分子線エピタキシーでの薄膜形成概略図である。なお、基板の加熱源等は省略した。図 4 を参照して、コンビナトリアルレーザー分子線エピタキシーでは、KrF のエキシマレーザー 2 1 をターゲット 2 2 に照射してプリカーサー 2 4 を発生させ、このプリカーサー 2 4 に対して可動マスク 2 6 , 2 6 で基板 2 7 を覆ったりはしたりして移動し、基板 2 7 の各所定領域に元素の組合せが異なる薄膜やそれらの積層シーケンスが異なる薄膜を堆積させる。このとき可動マスク 2 6 に連動して基板上の各領域に堆積する単分子層ごとのエピタキシャル成長を平行電子線

2 8 でスキャンする。

【 0 0 1 6 】可動マスクは、例えば異なるマスクパターンを形成したものでよく、この場合異なるマスクパターンを順次交換する機構を備えていればよい。したがって、基板の所定領域に対して可動マスクで異なるマスクパターンに順次交換することで、元素の組合せが異なる薄膜やそれらの積層シーケンスが異なる薄膜を単分子層ごとにエピタキシャル成長することもできる。

【 0 0 1 7 】並列型高速電子線回折装置の 1 0 ~ 5 0 k e V の平行電子線 2 8 を基板表面に 1 ~ 2 度程度の浅い角度で入射させることにより、原子層又は分子層ごとの周期で R H E E D 強度振動が生じる。基板表面への入射角度は第 1 偏向コイル 1 4 , 1 4 で設定し、この偏向した電子線を第 2 偏向コイル 1 5 , 1 5 で基板の所定領域に向けて角度を調整し、かつ、平行電子線にしている。

【 0 0 1 8 】図 5 はコンビナトリアルレーザー分子線エピタキシーの超格子合成の例である。なお、図 5 中の符号は図 4 と同様である。図 5 (a) で示すように可動マスク 2 6 , 2 6 の移動するにつれて所定領域、例えば 2 9 a , 2 9 b , 2 9 c , 2 9 d 等で単分子層ごとのエピタキシャル成長を並列型高速電子線回折装置でモニターしながら材料 A を堆積させる。このとき各領域で材料 A のエピタキシャル成長する分子層が異なっている。

【 0 0 1 9 】並列型高速電子線回折装置の電子線は基板 2 7 の各領域に入射する角度を第 1 偏向コイル 1 4 , 1 4 で設定し、第 2 偏向コイル 1 5 , 1 5 で所定領域に向かう入射角度の平行電子線にしてスキャンし、所定の分子層がエピタキシャル成長したら、可動マスクと連動して次の領域をスキャンする。このとき基板上の各成長領域ごとの電子線回折パターンを図 1 に示した C C D で時系列に取り込んだ画像を各ピクセルごとに収集し、各ピクセルの画像の系的变化を独立にして並列処理し、ディスプレイ 1 1 (図 1) で表示している。

【 0 0 2 0 】次に図 5 (b) に示すように、基板 2 7 が 9 0 度回転し、図 5 (c) に示すように材料 B が各領域で所定数の分子層ごとに堆積する。このようにして図 5 (d) に示すように、例えば領域 2 9 a では材料 A と材料 B とが 4 分子層ずつ交互に堆積し、領域 2 9 b では材料 A の 1 分子層と材料 B の 4 分子層とが交互に堆積し、領域 2 9 c では材料 B の 1 分子層と材料 A の 4 分子層とが交互に堆積し、領域 2 9 d では材料 A と材料 B とが 1 分子層ずつ交互に堆積する。

【 0 0 2 1 】図 6 は本実施形態の並列型高速電子線回折装置における R H E E D 振動の図である。図 6 において、a はピクセル 1 (P 1) とピクセル 2 (P 2) が可動マスクで覆われ、ピクセル 3 (P 3) だけが単分子層ごとのエピタキシャル成長していることを示す。また b はピクセル 1 (P 1) だけが可動マスクで覆われ、ピクセル 2 (P 2) とピクセル 3 (P 3) とが単分子層ごとのエピタキシャル成長をしていることを示す。さらに c

はピクセル1 (P 1) , ピクセル2 (P 2) 及びピクセル3 (P 3) が可動マスクをはずしてあり、単分子層ごとのエピタキシャル成長をしていることを示す。したがって、図6中、ピクセル1 (P 1) は SrTiO₃ と BaTiO₃ とを2分子層ずつエピタキシャル成長させたとき、ピクセル2 (P 2) は、SrTiO₃ と BaTiO₃ とを4分子層ずつエピタキシャル成長させたとき、ピクセル3 (P 3) は SrTiO₃ と BaTiO₃ とを6分子層ずつエピタキシャル成長させたときの RHEED の振動を示している。

【 0 0 2 2 】 以上のように本実施形態の並列型高速電子線回折装置では、基板上的各点での電子線の入射方向を平行に保ったまま電子線を走査できる。さらに基板上のそれぞれの点での電子線の入射角度を任意に設定することができる。また電子線の走査と同期して、各点での RHEED パターンを CCD とイメージプロセッサを用いて高速に収集かつ並列処理することにより、各点での RHEED 像や強度の時間変化を同時に解析することができる。

【 0 0 2 3 】

【 発明の効果 】 以上の説明から理解されるように、本発明の並列型高速電子線回折装置では、基板に対して電子線を任意の角度で入射することができ、ロッキングカーブを高速に得ることができる。さらに、平行電子線を任意の角度で基板及び基板の所定領域に対して広範囲に走査することができる。したがって、基板の広範囲又は複数の領域で薄膜のエピタキシャル成長を分子層単位で正確に制御し、且つ、モニターすることができる。

【 図面の簡単な説明 】

【 図 1 】 本発明の実施形態にかかる並列型高速電子線回折装置の使用状態を示す概略図であり、電子線と試料とを上面から見た図である。

10 【 図 6 】 本実施形態における RHEED 振動の図である。

【 図 7 】 従来の RHEED の使用状態を示す概略図であり、電子線と試料とを上面から見た図である。

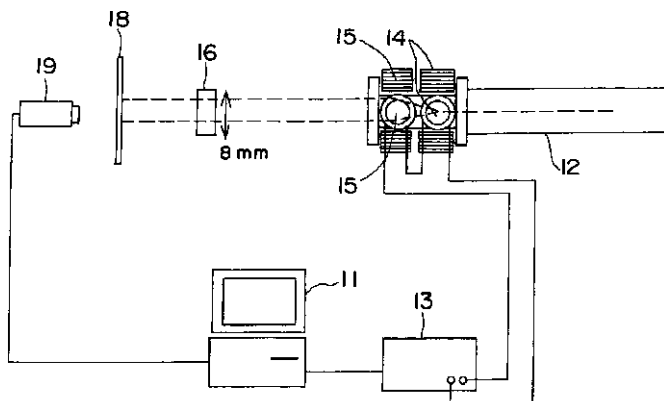
【 図 8 】 ロッキングカーブを得るための従来の基板上下移動機構を有する装置の概念図である。

【 図 9 】 ロッキングカーブを得るための従来の基板チルト機構を有する装置の概念図である。

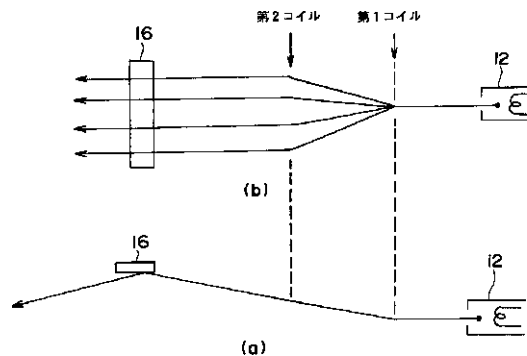
【 符号の説明 】

- 1 2 電子銃
- 20 1 3 増幅器
- 1 4 第 1 偏向コイル
- 1 5 第 2 偏向コイル
- 1 6 試料
- 1 8 スクリーン
- 1 9 C C D
- 2 1 エキシマレーザー
- 2 2 ターゲット
- 2 4 プリカーサー
- 2 6 可動マスク
- 30 2 7 基板
- 2 8 電子線

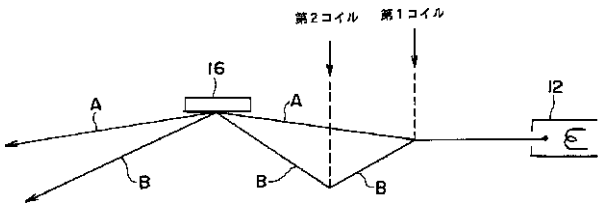
【 図 1 】



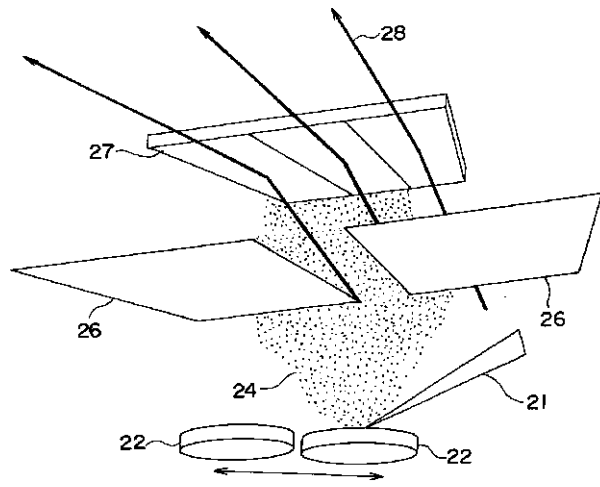
【 図 2 】



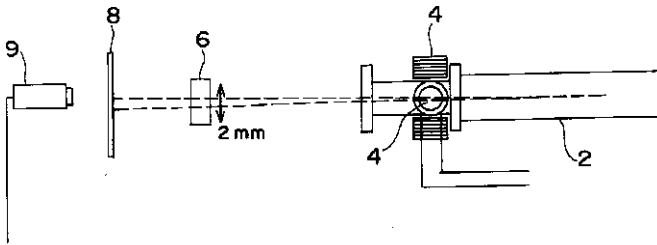
【図3】



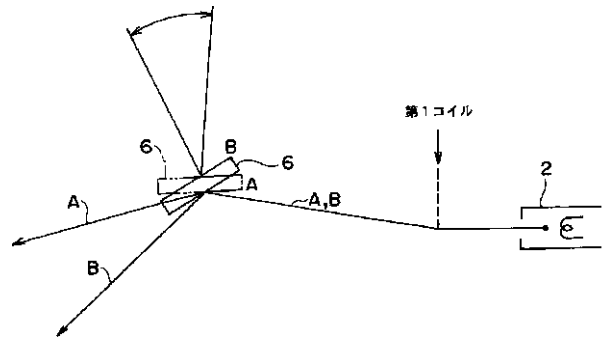
【図4】



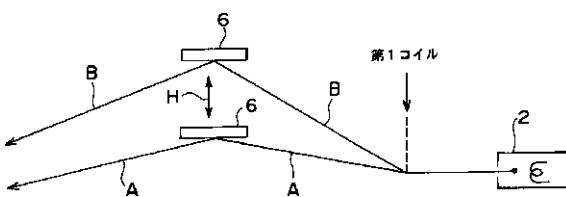
【図7】



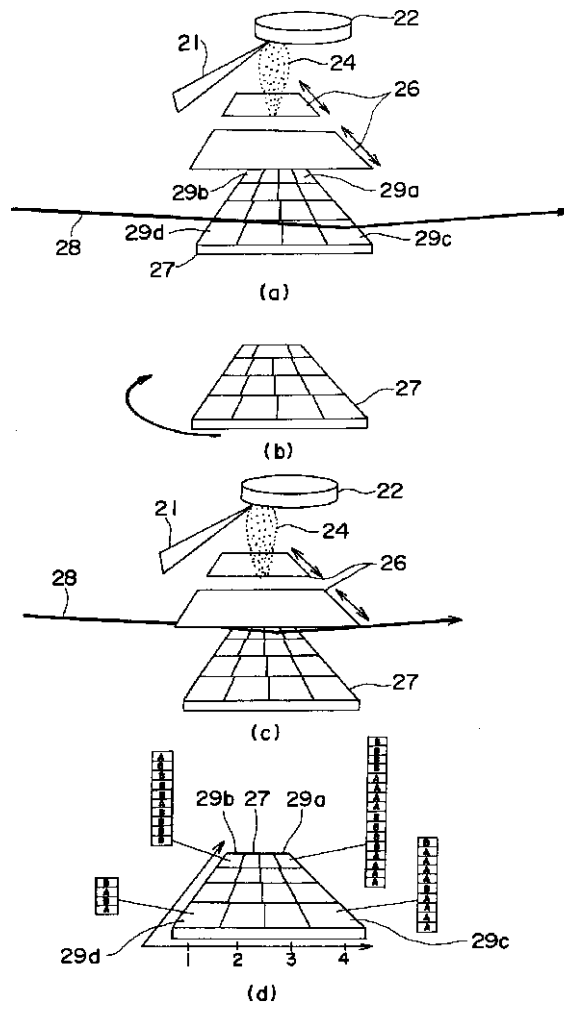
【図8】



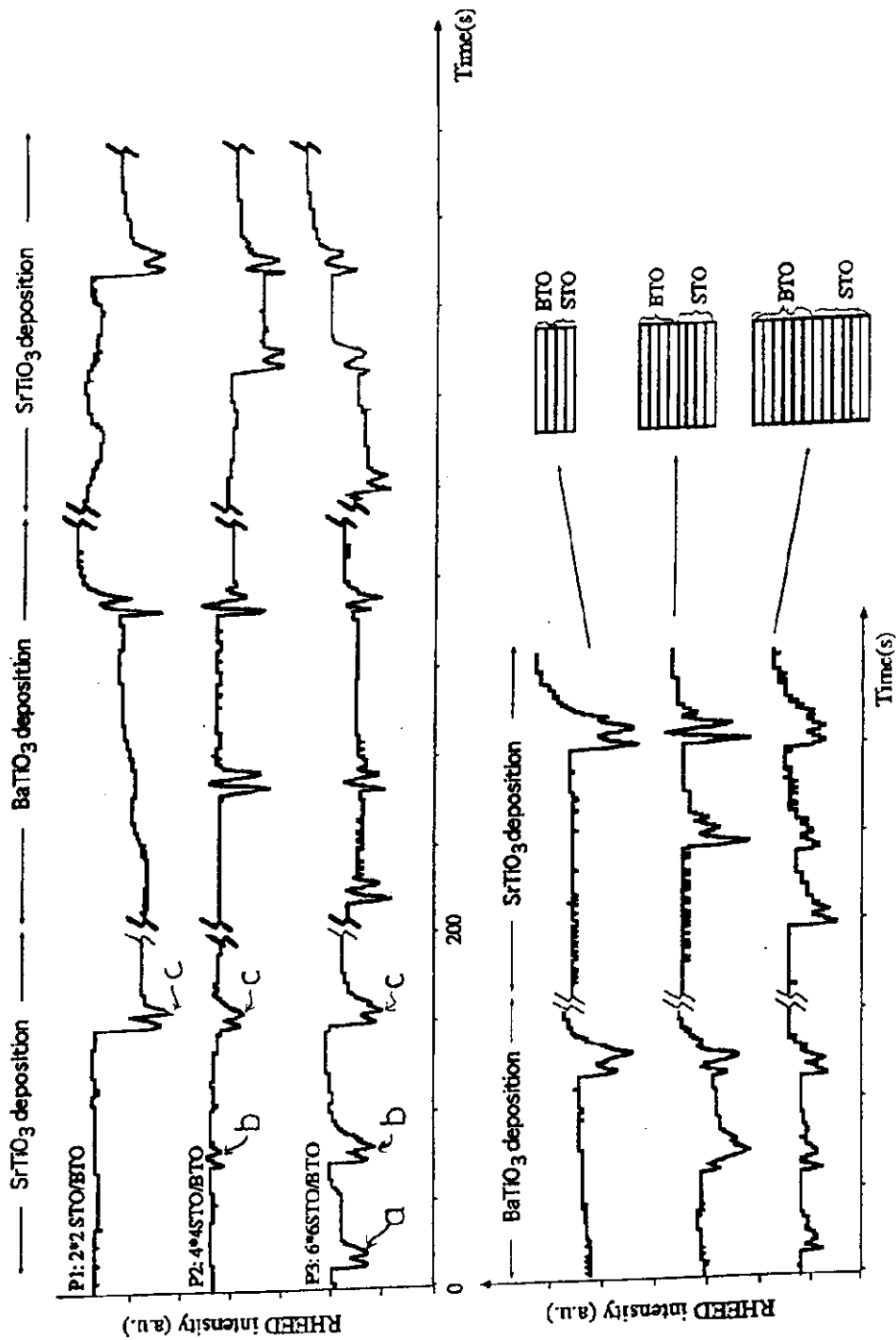
【図9】



【 図 5 】



【 図 6 】



フロントページの続き

(56)参考文献 特開 平 5 - 217539 (J P , A)
特開 昭53 - 59486 (J P , A)
特開 平 7 - 211637 (J P , A)
特開 昭61 - 215287 (J P , A)
実公 昭44 - 29151 (J P , Y 1)

(58)調査した分野(Int.Cl.⁷, D B 名)
H01J 37/295
H01L 21/203